

J. Daul, P. Fehsenfeld, A. Kleinrahm, ZAG Zyklotron AG, Eggenstein-Leopoldshafen  
P. Berlet, B. Böhringer, K. Pöhlmann, IAVF Antriebstechnik GmbH, Karlsruhe

## **Radioaktive Markierung oberflächennaher Werkstoffbereiche mittels Ionen-Implantation und hochauflösende kontinuierliche Verschleißmessungen an Motorbauteilen**

### **Zusammenfassung**

Der Beitrag beschreibt das Verfahrensprinzip der Ionen-Implantation als Alternative zur konventionellen Aktivierung bei hierfür nicht zugänglichen Werkstoffen. Die Durchführbarkeit in der Praxis wird exemplarisch an der radioaktiven Markierung einer Gleitlagerbuchse mit Gleitschicht auf PTFE-Basis gezeigt. Im Anschluss wurde der Verschleiß mittels Konzentrationsmessverfahren am Lagerprüfstand gemessen.

### **Abstract**

This thesis will explain the theoretical procedural principle of ion implantation as an alternative to conventional thin layer activation for therefore not suitable materials. The workability is shown using the example of a radiolabelled plain bearing bush with PTFE-based sliding layer. The wear measurement using the concentration measuring method on a bearing test bench followed.

### **Schlüsselwörter**

Radionuklidtechnik (im Maschinenbau), Radioaktive Markierung, Kunststoffe, Ionen-Implantation, Verschleißmessung, Konzentrationsmessverfahren

## **1. Einleitung**

Im Antriebsstrang von Kraftfahrzeugen kommen für tribologische Funktionsflächen zunehmend neue Werkstoffe zum Einsatz, die für eine konventionelle Aktivierung und Verschleißmessung mit Hilfe der Radionuklidtechnik nicht geeignet sind. Gründe sind zum Einen das Fehlen metallischer Komponenten. Andererseits stellt z.B. der Einsatz von PTFE in kunststoffbasierten Gleitschichten höchste Anforderungen an eine schädigungsfreie radioaktive Markierung.

## 2. Polymerwerkstoffe und ihre Bedeutung im Motorenbau

Downsizing in der Motorenentwicklung bedeutet nicht nur Erhöhung von spezifischer Leistung und Drehmoment. Zunehmend rücken Bauraum- und Gewichtsreduzierung in den Vordergrund. Ein Großteil der Gewichtsreduzierung wird derzeit durch ein Ersetzen von Eisen- durch Nichteisenmetalle erreicht. Auch Kunststoffe besitzen ein großes Potenzial zur Gewichtsreduzierung. Außer für Abdeckungen, Luftleitungen und Luftfiltergehäusen findet es Verwendung für thermisch und mechanisch höher belastete Teile wie Ölwanne und Ölfiltermodule.

Dass Kunststoffe sich auch für tribologische Funktionsflächen eignen, ist seit langem bekannt. Beispiele für solche Materialien sind die Thermoplaste Polyamid (PA) und Polytetrafluorethylen (PTFE). Aufgrund ihrer guten Beständigkeit gegenüber Schmier- und Kraftstoffen eignen sie sich hervorragend für den Einsatz in Kraftstoff führenden Systemen und in Ölkreisläufen. Reibung und Verschleiß der Polymere werden durch die kristalline Struktur, den Kettenaufbau und die intermolekularen Bindungen bestimmt, [1]. Unterschiede ergeben sich jedoch vor allem in der Temperaturbeständigkeit.

Kunststoffe aus Polyamid, dessen Markteinführung bereits 1939 durch DuPont erfolgte, lassen sich vergleichsweise kostengünstig herstellen, gut verarbeiten und sind teilweise bis 150 °C beständig. Im Motorenbau kommt Polyamid beispielsweise für Kettenführungen noch heute zum Einsatz.

PTFE weist den niedrigsten Reibkoeffizienten aller festen Stoffe auf. In [1] wird für ungeschmierten Kontakt 0,04 – 0,08 angegeben. Die geringe Reibung beruht auf den sehr geringen zwischenmolekularen Kräften, die in Randbereichen einen Übertrag von PTFE auf den Reibpartner begünstigen. PTFE kann bei Temperaturen bis 260 °C eingesetzt werden.

Zunehmend werden Gleitschichten auf Basis von Polyamidimid (PAI) für Gleitlager und Motorkolben verwendet. PAI ist ein sehr steifer amorpher Kunststoff mit äußerst geringer Kriechneigung und höchster mechanischer Festigkeit auch bei sehr hohen Temperaturen bis zu 275 °C. Als Zusatzstoffe kommen beispielsweise Graphit und MoS<sub>2</sub>, inzwischen auch Nanopartikel [2] zum Einsatz.

Außer PA, PAI und PTFE finden auch Kunststoffe auf Basis von Polyetheretherketon (PEEK) in den letzten Jahren immer mehr Anwendung als Gleitlagerlaufschichten. Neben guten Verschleißigenschaften ist die sehr hohe Temperaturbeständigkeit von PEEK bis zu 300 °C hervorzuheben. Die bisher häufigste Anwendungsform des vergleichsweise teuren PEEK stellt wie bei PTFE die Beschichtung dar, obwohl sich aus PEEK durch Extrusion oder Spritzguss auch ganze Bauteile herstellen lassen.

Die meisten kommerziell eingesetzten Polymere für Gleitschichten enthalten bereits Füll- und Verstärkungsstoffe, die u. a. das Reibungs- und Verschleißverhalten beeinflussen. Dies sind zum Beispiel:

- Graphit, MoS<sub>2</sub>, ZnS oder WS<sub>2</sub> als sogenannte Festschmierstoffe
- Glasfasern oder Nanopartikel z.B. aus Titanoxid zur Verbesserung der Zeitstandfestigkeit
- Eisen-, Eisenoxid- oder Bronzepartikel zur Verbesserung von Zeitstandfestigung und Wärmeleitfähigkeit

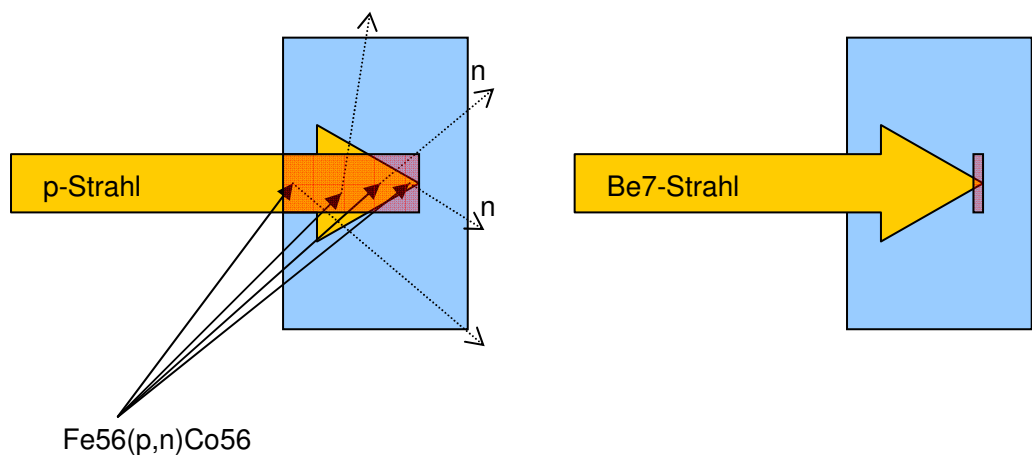
Metallische Bestandteile von Füll- oder Verstärkungsstoffen in polymeren Gleitschichten lassen sich häufig für eine herkömmliche radioaktive Markierung mittels Dünnschichtaktivierung nutzen, sofern der polymere Basiswerkstoff ausreichend strahlungsresistent ist.

### **3. Radioaktive Markierung mittels Ionen-Implantation**

Kontinuierliche Verschleißmessungen mit der Radionuklidtechnik (RNT oder RTM), wie beispielsweise unter [3], [4] und [7] beschrieben, setzen die radioaktive Markierung der zu untersuchenden oberflächennahen Werkstoffbereiche voraus. Die radioaktive Markierung metallischer Werkstoffe mittels Dünnschichtaktivierung, wie sie am Karlsruher Zyklotron durchgeführt wird, ist seit Jahrzehnten Stand der Technik. In letzter Zeit wurde auch ein Verfahren zur radioaktiven Markierung und Verschleißmessung von metallfreien Diamond like Carbon (DLC)-Beschichtungen entwickelt, das die Direktaktivierung von Kohlenstoff ermöglicht [5].

Während andere Kunststoffe mit ionisierender Strahlung gezielt weiter vernetzt werden können, erfolgt bei PTFE eine Zerstörung der Molekülketten. Dieser Effekt wird unter Anwesenheit von Sauerstoff noch beschleunigt. Bemerkenswert für die PTFE-Verarbeitung ist, dass die Oberfläche durch ionisierende Bestrahlung kleb- und bedruckbar gemacht werden kann [6]. Die schlechte Strahlenbeständigkeit von PTFE ist dafür verantwortlich, dass bisherige Verfahren zur direkten radioaktiven Markierung bei PTFE-haltigen Materialien kaum oder nicht eingesetzt werden können. Deshalb war es erforderlich, für die kontinuierliche Verschleißmessung mit der RNT ein neues, schädigungsfreies Markierungsverfahren zu entwickeln:

Radioaktive Ionen werden beschleunigt und in einem gerichteten Strahl auf die zu markierenden Zonen des Bauteils gelenkt. Im Unterschied zur Aktivierung findet im Material selbst keine Kernreaktion statt, das eingeschossene Ion wird lediglich dort, wie in **Bild 1** gezeigt, deponiert.

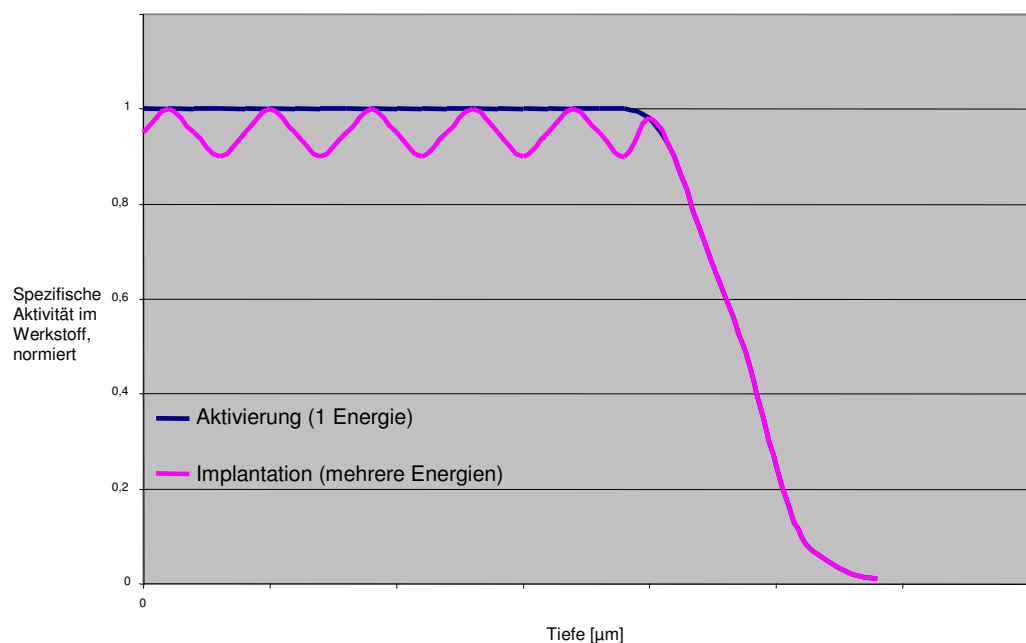


**Bild 1:** Vergleich der beiden Verfahren. Links: Dünnschichtaktivierung am Zyklotron durch Protonenstrahl am Beispiel eines Eisenbauteils; das Messnuklid Co-56 entsteht im Werkstoff über Kernreaktionen, welche durch den Protonenstrahl hervorgerufen werden. Rechts: Implantation durch beschleunigte radioaktive Ionen, das Messnuklid Be-7 wird lediglich im Werkstoff deponiert.

Die sehr viel höhere Materialverträglichkeit des Implantationsverfahrens ist im Wesentlichen auf folgende Sachverhalte zurückzuführen:

- Geringere Einschussenergien unterhalb der Coulombschwelle vermeiden weitgehend Kernreaktionen und damit verbundene Sekundärteilchen im Werkstoff,
- Kernreaktionen durch Beschuss z.B. mit Protonen haben nur mit einer geringen Wahrscheinlichkeit die gewünschte Kernreaktion zur Folge, daher sind bei der Aktivierung um mehrere Größenordnungen höhere Teilchenströme nötig.

Die dabei erzielte Eindringtiefe ist abhängig von Energie und Art des Ions, Auftreffwinkel sowie der Werkstoffzusammensetzung des Zielmaterials. Bei der konventionellen Dünnschichtaktivierung wird nur eine bestimmte Energie der Protonen benötigt, um eine homogene Tiefenverteilung der Aktivität im Material zu erzeugen. Im Gegensatz dazu sind bei der Implantation verschiedene Beschleunigungsenergien nötig, um dieselbe Homogenität zu erreichen. Erst die Überlagerung mehrerer Implantationen mit unterschiedlich beschleunigten Ionen ergibt in der Summe eine homogene Tiefenverteilung. Die prinzipielle Überlagerung der so implantierten Ionen ist in **Bild 2** dargestellt.



**Bild 2:** Vergleich der beiden Verfahren. Die Dünnschichtaktivierung am Zyklotron erzeugt mit einer geeigneten Beschleunigungsenergie eine über die Messtiefe homogene Aktivität. Um diese für eine Verschleißmessung unabdingbare Beschaffenheit der Markierung zu erzeugen, ist bei der Implantation die Kombination mehrerer geeigneter Energien nötig. Im obigen Prinzipdiagramm ist dies anhand von 6 Energiestufen dargestellt. In der Praxis werden jedoch erheblich mehr Energiestufen realisiert.

Die feinere Stufung und damit größere Anzahl der genutzten Beschleunigungsenergien, aber auch Streuungseffekte im Werkstoff, die Energieunschärfe des Beschleunigers und die Oberflächenrauheit des Werkstoffs bewirken eine gegenüber der Prinzipdarstellung weiter geglättete und damit sich dem Ideal annähernde Tiefenverteilung.

Die Auswahl der für eine Implantation in Frage kommenden leichten Ionen mit einer für die Verschleißmessung ausreichenden Halbwertszeit und charakteristischer Gammastrahlung mit genügender  $\gamma$ -Intensität und Strahlungshärte beschränkt sich auf [7, 8, 9]:

- Be-7:  $T_{1/2} = 53,29 \text{ d}$      $E_{\gamma} = 478 \text{ keV}$      $I_{\gamma} = 10,4\%$
- Na-22:  $T_{1/2} = 2,602 \text{ a}$      $E_{\gamma} = 1275 \text{ keV}, 511 \text{ keV}$      $I_{\gamma} = 99,9\%$

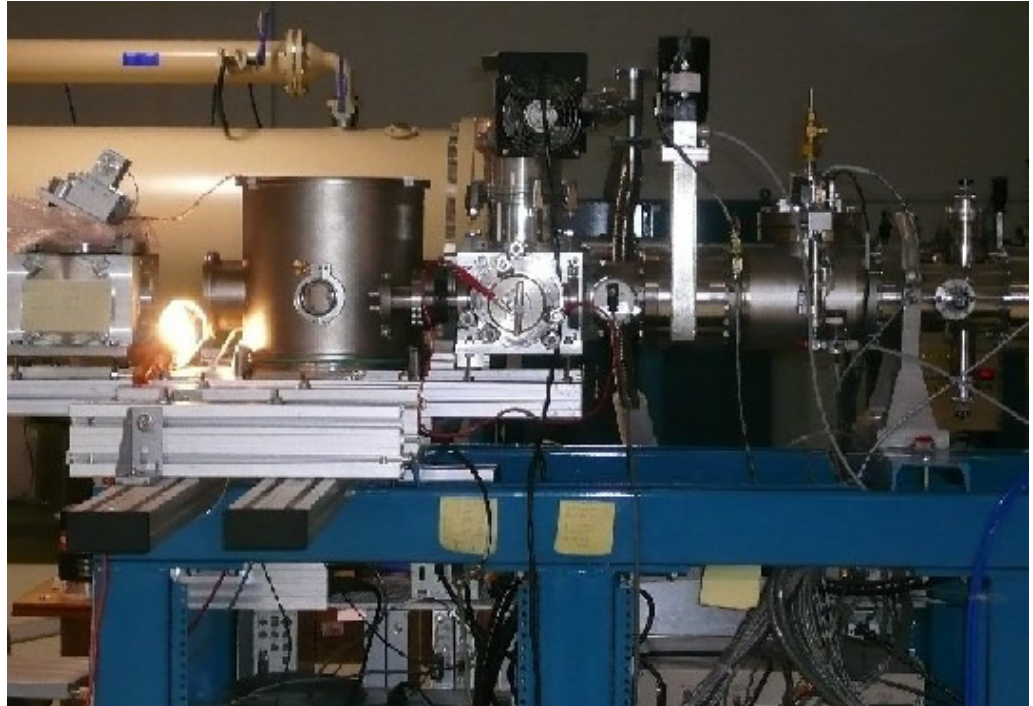
Da der zur Verfügung stehende Tandembeschleuniger (siehe **Bild 4**) für Be-7 ausgelegt ist, wurde dieses Nuklid für die nachfolgend besprochene Implantation verwendet.

Die Implantation erfolgt vollständig im Hochvakuum ( $<10^{-6} \text{ hPa}$ ). Auch dies ist ein Unterschied zur herkömmlichen Aktivierungstechnik, die an Luft durchführbar ist. Daher kommen, wie aus **Bild 3** ersichtlich ist, nur kleinere und nicht bzw. nur gering ausgasende Bauteile in Betracht.

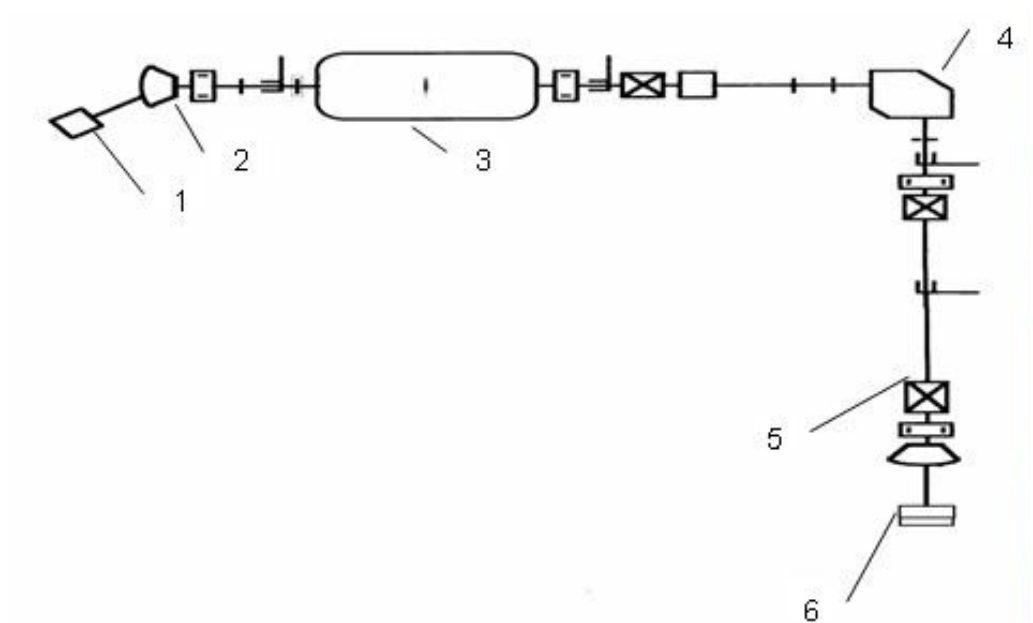
Die auf die Tiefe bezogene Homogenität wird, wie beschrieben, über eine geeignete Stufung der Beschleunigungsenergie erreicht. Die Homogenität über die zu markierende Fläche kann prinzipiell über zwei Wege erreicht werden:

- Das Bauteil wird so gleichmäßig im Strahl bewegt, dass das Strahlintegral in Bezug auf jedes beliebige Flächenelement gleich groß ist.
- Der Strahl wird so gleichmäßig über die zu markierende Fläche bewegt, dass die oben genannte Bedingung ebenfalls eingehalten wird.

Auch Kombinationen aus beiden Möglichkeiten sind praktikabel und werden in der Praxis angewandt. Bei der Implantation wurde bislang aus technischen Gründen lediglich der erstgenannte Weg beschritten.



**Bild 3:** Geöffnete Vakuumkammer (links der Bildmitte) zur Aufnahme der Bauteile am Ende der Strahlführung des Tandembeschleunigers.



**Bild 4:** Prinzipbild des für die Implantation eingesetzten Tandembeschleunigers. In der Ionenquelle (1) wird der Strahl erzeugt. Über eine Vorbeschleunigung (2) erreicht er den Tandembeschleuniger (3) und wird mit der geforderten Energie beschleunigt. Da der Be-7-Ionen-Strahl noch mit Li-7-Ionen verunreinigt ist, wird er über einen Poststripper (4) gereinigt. Über diverse fokussierende und lenkende Elemente (5) erreicht er das in der Vakuumkammer montierte Bauteil (6).

Aus **Tabelle 1** sind nochmals die essentiellen Verfahrensunterschiede zwischen herkömmlicher Dünnschichtaktivierung und Ionenimplantation ersichtlich:

<b>Verfahren</b>	<b>Aktivierung</b>	<b>Implantation</b>
Radioaktiv zu markierende Oberflächen	Metallische Werkstoffe	Synthetische Werkstoffe Keramische Werkstoffe
Erzeugung der radioaktiven Markierung	Über Kernreaktionen im Bauteil	Deponierung des „fertigen“ Radionuklids
Radionuklid	Abhängig vom zu aktivierenden Werkstoff	Be-7; Na-22
Typische Aktivitäten des Messnuklids	100 kBq ... 10 MBq	10 kBq ... 50 kBq
Begleitnuklide (Störnuklide)	Treten abhängig von der Zusammensetzung des Werkstoffs bzw. Aufbau der Beschichtung auf	Treten nicht auf
Typische Messtiefen	20 ... 200 µm	1 ... 10 µm
Beschleunigungsenergie(n)	1 Energie	mehrere Energien
Bestrahlungsmedium	Luft	Vakuum
Strahlenschutz	Strahlenbelastung abhängig von Art und Aktivität der erzeugten Nuklide	äußerst geringe Dosis-leistung als Maß der Strahlenbelastung

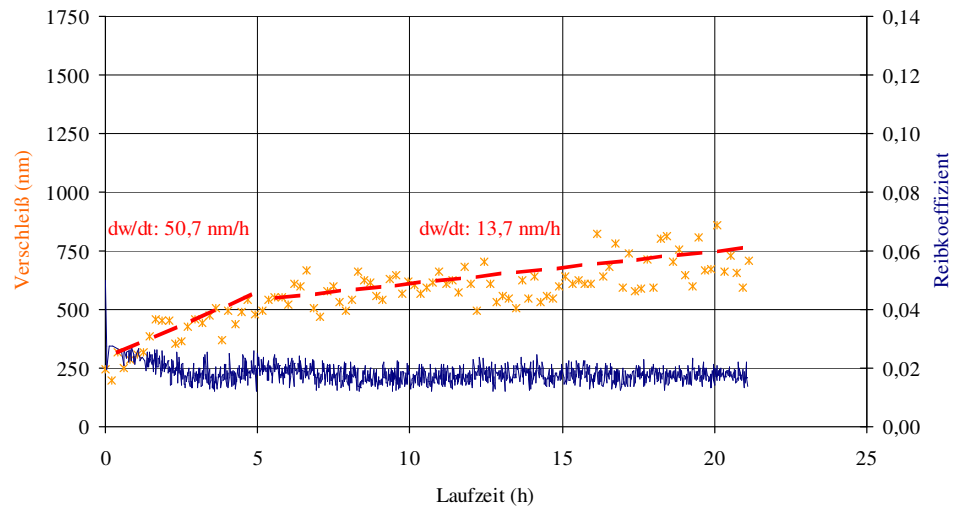
**Tabelle 1:** Vergleich der beiden Verfahren anhand typischer Parameter.



#### **4. Messungen von Reibung und Verschleiß im Lagerprüfstand**

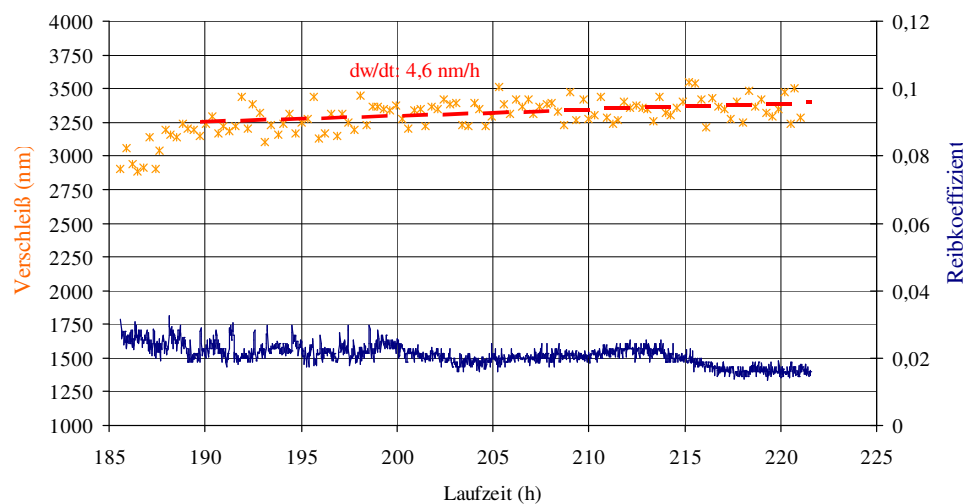
Der Verschleiß oberflächennaher Werkstoffbereiche kann nach radioaktiver Markierung kontinuierlich und hoch auflösend gemessen werden. Die überwiegend angewandte Messmethode stellt das Konzentrationsmessverfahren dar. Voraussetzung hierfür ist das Vorhandensein eines geeigneten Trägermediums. In Motoren, Getrieben und Hydrauliksystemen übernimmt das Öl, dessen Menge lange Zeit nahezu konstant ist, diese Aufgabe. Es transportiert die radioaktiven Verschleißpartikel zu einem Messkopf, in dem sich zur Impulszählung ein Szintillationsdetektor befindet. Auch Kraftstoffe für Verbrennungsmotoren können als Trägermedium für Verschleißpartikel fungieren, um beispielsweise das Verschleißverhalten von Kraftstoffpumpenlagern, Druckerzeugern oder Injektoren zu untersuchen. Damit die Konzentration der radioaktiv markierten Verschleißpartikel im Kraftstoff ausreichend hoch ist und um Verluste durch die Verbrennung des Kraftstoffs zu vermeiden, wird üblicherweise ein geschlossener Kreislauf wie bei einem Komponentenprüfstand aufgebaut. Ist ein Filter im Kreislauf notwendig, so wird ein Messkopf mit integriertem Filter eingesetzt.

Im Hinblick auf die besondere Anforderung der Ionenimplantation vergleichsweise kleine Bauteile radioaktiv zu markieren, wurden zunächst Lagerbuchsen mit einem Innendurchmesser von 20 mm und einer Breite von 10 mm verwendet. Ihre Gleitschicht auf PTFE-Basis bietet zudem eine ausreichend große Fläche, die zur Deponierung der Be-7-Ionen genutzt werden kann. Zur Durchführung der Verschleißmessung wurde ein Lagerprüfstand konstruiert und gebaut. Die Lagerbuchse wurde im Betrieb mit Dieselkraftstoff geschmiert. Die Messung der stationären Normalkraft, des Antriebsmoments und die Ausführung der Wellenlagerung mittels Wälzlagern ermöglichen neben der kontinuierlichen Verschleißmessung auch die ausreichend genaue Erfassung der Reibung. Die Kalibrierung der Verschleißmessanlage konnte mit einer separat erzeugten Be-7-Probe erfolgen, da selbst bei Vorhandensein eines Festschmierstoffes bei der Ionenimplantation keine Begleitnuklide entstehen.



**Bild 5:** Verschleiß und Reibkoeffizient im Einlauf einer PTFE-Buchse mit 20 mm Durchmesser bei 2 m/s und 1 N/mm<sup>2</sup> und Schmierung mit Dieselmotorenöl über der Laufzeit.

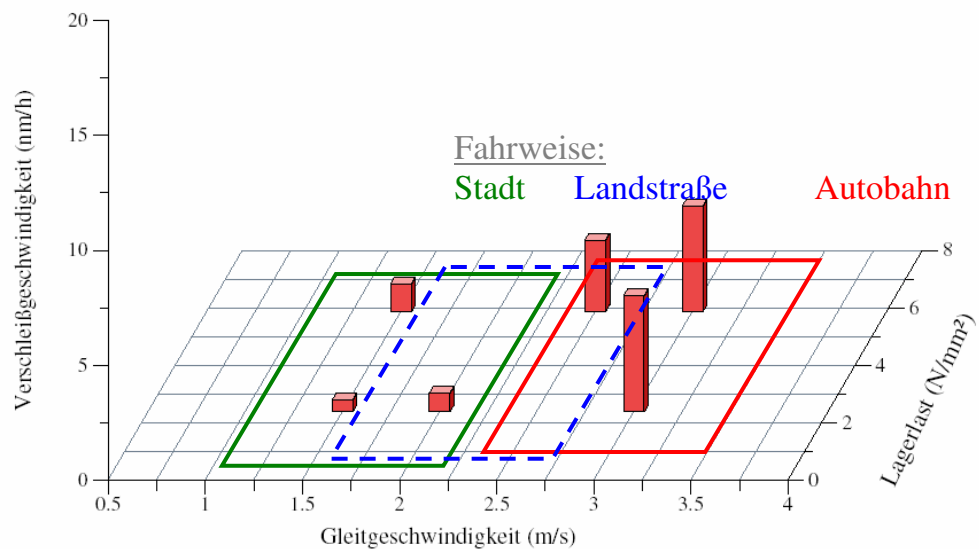
Vor dem ersten Betrieb wurde der Nullpunkt der Verschleißmessung überprüft. Unmittelbar nach dem Start mit moderater Drehzahl und Last wurde eine rasche Zunahme des Verschleißes gemessen, was trotz der Verstärkungsstoffe recht weichen und vergleichsweise rauhen, PTFE-basierten Gleitschicht häufiger vorkommt (**Bild 5**).



**Bild 6:** Verschleiß und Reibkoeffizient einer PTFE-Buchse mit 20 mm Durchmesser bei 3,0 m/s Gleitgeschwindigkeit und 6,0 N/mm<sup>2</sup> Lagerlast über der Laufzeit.

In der Folge nimmt die Verschleißgeschwindigkeit deutlich ab. Nach der Stabilisierung des Verschleißverhaltens werden auch bei höherer Drehzahl und Last Verschleißgeschwindigkeiten erreicht, die bei linearer

Extrapolation ausreichend hohe Laufzeiten erwarten lassen (**Bild 6**). Selbst bei einer Gleitgeschwindigkeit von 3 m/s, die bei dem gewählten Lagerdurchmesser etwa  $2865 \text{ min}^{-1}$  entsprechen und bei üblicher Übersetzung von Hochdruckpumpen in Dieselmotoren bei zügiger Autobahnfahrt erreicht werden, beträgt die Verschleißgeschwindigkeit weniger als 5 nm/h (**Bild 7**).



**Bild 7:** Verschleißgeschwindigkeiten einer PTFE-Buchse mit 20 mm Durchmesser im eingelaufenen Zustand über Gleitgeschwindigkeit und Flächenpressung.

Da Optimierungen an der Bestrahlungseinrichtung inzwischen höhere Aktivitäten ermöglichen, wurden anschließend erheblich kleineren Buchsen mit nur ca. 2 mm Lagerdurchmesser mittels Be-7-Ionenimplantation radioaktiv markiert und gemessen. Bei den entsprechend kleineren Gleitgeschwindigkeiten nahm nicht nur der Reibkoeffizient ab, wie aus der Literatur [1,6] für PTFE bekannt. Auch die Verschleißgeschwindigkeit nahm mit steigender Flächenpressung kleinere Werte an.

## 6. Ausblick

Das Verfahren der Implantation von radioaktiven Kernen stellt für strahlungsempfindliche Werkstoffe wie PTFE oder PTFE-haltige Gleitschichten aktuell die einzige Möglichkeit der radioaktiven Markierung

zur kontinuierlichen Verschleißmessung dar. Wegen seiner hohen Materialverträglichkeit ist das Verfahren auch eine Alternative für andere Kunststoffgleitschichten, die für eine schädigungsfreie Direktaktivierung unzugänglich sind. An der Messung der Aktivitätstiefenverläufe von komplexen mehrphasigen Werkstoffen, für die sich die Ioneneindringtiefen nur unzureichend berechnen bzw. simulieren lassen, wird gegenwärtig gearbeitet.

## **7. Danksagung**

Die Autoren danken der Arbeitsgemeinschaft Industrieller Forschungsvereinigungen (AIF) für die Förderung der Verfahrensentwicklung im Rahmen der Vorhaben Nr. KU0267801 und KU0013402RR5.

## **8. Literatur**

- [1] Uetz H., Wiedemeyer J.: Tribologie der Polymere: Grundlagen u. Anwendungen in d. Technik; Carl Hanser Verlag München Wien; 1985
- [2] Hauptert, F., Knör, N., Walter, R., Schlarb, A. K.: Optimierung der mechanischen und tribologischen Eigenschaften von Polyetheretherketon (PEEK)-Nanoverbundwerkstoffen durch Wollastonit-Mikropartikel, GfT-Jahrestagung, Göttingen, 2008.
- [3] Essig, G.; Fehsenfeld, P., in Nuclear Physics Methods in Materials Research (Ed.: K. Bethge), Friedr. Vieweg & Sohn, Wiesbaden, 1980, S. 70-81.
- [4] Scherge, M., Pöhlmann, K., Gervé, A.: Wear measurement using radionuclide-technique (RNT), Wear 254, 2003, S. 801-817.
- [5] Berlet, P., Daul, J., Erhard, P., Fehsenfeld, P., Pöhlmann, K.: Eine neue Methode zur tribologischen Beurteilung von DLC-Beschichtungen, GfT-Jahrestagung, Göttingen, 2008

- [6] Eyerer P., Elsner P., Hirth T.; Dominghaus: Die Kunststoffe und ihre Eigenschaften; Springer- Verlag Berlin Heidelberg New York; 200
- [7] Fehsenfeld, P., Kleinrahm, A., Bollmann, E., Radionuklidtechnik im Maschinenbau zur Verschleiß- und Korrosionsmessung in Industrie und Forschung, KfK-Nachrichten, Jahrgang 18, 4/86, (1986), S. 224-234.
- [8] Fehsenfeld, P.; Kleinrahm, A.; Novikov, V., Radionuclide Technique in Mechanical Engineering (RTM), in: XIII Int. Conf. on Cyclotrons and Their Applications, Vancouver, Canada, 6-11 July 1992, Proceedings.
- [9] Fehsenfeld, P.; Eifrig, C.; Kubat, R., Application of RNB for High Sensitive Wear Diagnostics in Medicine Technique and Industry, Nuclear Physics, 2002, A 701, p.235c-239c.
- [10] Fehsenfeld, C.; Fehsenfeld, P.; Kleinrahm, A.; Berlet, P.; Erhard, Ph., Online Wear Measurements in Advanced Lubricated Systems, International Symposium on Friction, Wear and Wear Protection 2008 Aachen, S. 446-52, Proceedings, Eds.: A. Fischer, K. Bobzin, Wiley-VCH, Weinheim, 2009.

### **Autorenanschriften**

Dipl. Ing. (FH) J. Daul, Dr. P. Fehsenfeld, Dr. A. Kleinrahm  
ZAG Zyklotron AG,  
Hermann-von-Helmholtz-Platz 1, 76344 Eggenstein-Leopoldshafen

Dr. P. Berlet, Dipl.Ing. (BA) B. Böhringer, Dr. K. Pöhlmann  
IAVF Antriebstechnik GmbH,  
Im Schlebert 32, 76187 Karlsruhe