

Zusammenfassung

Der austenitische Stahl X2CrNi18-9 besitzt eine hohe Bedeutung für den gesamten Armaturen- und Anlagenbau der chemischen, petrochemischen und pharmazeutischen Industrie, sowie der Lebensmittelindustrie, wo er bevorzugter Konstruktionswerkstoff ist. Dies ergibt sich aus seinen hervorragenden Korrosionseigenschaften, sowie seiner guten Kaltverformbarkeit und der dadurch auftretenden Verfestigung. Die Nachteile dieses Stahls sind seine relativ niedrige Härte und sein geringer Verschleißwiderstand, was den Einsatzbereich dieses Werkstoffs in nicht wünschenswerter Weise begrenzt.

Eine Möglichkeit zur Verbesserung ist die Nitrierung. Das Ziel dieser Arbeit war daher, durch Ionenstrahl nitrierung und Ionenstrahlbehandlung die Härte und den Verschleißwiderstand dieses Stahls zu erhöhen, ohne seine guten Korrosionseigenschaften zu verschlechtern. Zu diesem Zweck wurden Stahlsubstrate einer Ionenstrahlpulsbehandlung im ms- und μ s-Bereich unterzogen und anschließend auf ihre Eigenschaften und Randschichtstrukturen hin untersucht.

Als Arbeitsgase kamen Stickstoff, Neon und Argon zum Einsatz. Die Pulslängen betragen 10 μ s-100ms, die Stromdichten 0.5-80mA/cm² und die Ionenenergien 7kV-50kV. Die Experimente wurden an drei verschiedenen Ionenpulsimplantationsanlagen durchgeführt, die sich in ihren einstellbaren Strahlbedingungen unterscheiden. Bei der Implantationsanlage in Heidelberg wurde dabei mit relativ niedrigen Energie- und Leistungsdichten pro Puls von 5-30*10⁻⁵ J/cm² und 5-30W/cm² gearbeitet, während bei der Anlage der GSI in Darmstadt höhere Werte von bis zu 7.5 J/cm², bzw. 300 W/cm² verwendet werden konnten. Die höchsten Energie- und Leistungsdichten wurden mit der dritten Anlage erzeugt, die am IPP (Institut für Plasmaphysik) in München-Garching steht, und bei der Werte von bis zu 220 J/cm² und 4000 W/cm² einstellbar sind.

Die anschließende Analyse der Oberflächentopographie und -morphologie wurde mit einem Rasterelektronenmikroskop und einem Rasterkraftmikroskop durchgeführt. Für die Untersuchung der Tiefenverteilung der implantierten Ionen und der Substratzusammensetzung wurden die Rutherford Rückstreuung und die Kernreaktionsanalyse verwendet. Zur Bestimmung der Phasen kamen röntgenspektroskopische Verfahren (GXRD), sowie die Mößbauerspektroskopie (CEMS) zum Einsatz. Die mechanischen Eigenschaften wurden durch die Messung der Härte und des Reibungskoeffizienten bestimmt und das Korrosionsverhalten wurde mit der Zyklovoltametrie untersucht.

Die wichtigsten Ergebnisse der Behandlung von X2CrNi18-9 Stahl mit gepulsten Ionenstrahlen sind folgende:

- Die Proben zeigen nach der Bestrahlung in Abhängigkeit der verwendeten Strahlbedingungen verschieden starke Veränderungen der Oberflächenmorphologie und -topographie. Bei niedrigen und mittleren Energie- und Leistungsdichten und Dosiswerten kann häufig eine deutliche Zunahme der Oberflächenrauigkeit und teilweise

auch die Bildung von Versetzungen beobachtet werden. Bei hohen Energie- und Leistungsdichten können außerdem Aufschmelzungserscheinungen auftreten, die entweder lokal begrenzt bleiben und sich dabei teilweise bis in Tiefen von 200 μm erstrecken, oder die gesamte Probe erfassen und stark deformieren.

- Die Tiefenverteilungsprofile der implantierten Stickstoffionen hängen stark von den verwendeten Energie- und Leistungsdichten, bzw. den Randschichttemperaturen ab. Bei niedrigeren Energie- und Leistungsdichten beobachtet man vorwiegend gaußförmige Stickstoffverteilungsprofile mit maximalen Eindringtiefen von bis zu 100nm, die auf geringe thermische und ionenstrahlinduzierte Diffusionseffekte hinweisen. Bei höheren Temperaturen weichen die Verteilungsprofile teilweise stark von der Gaußform ab, was mit thermischen Diffusionseffekten und der Diffusion durch Teilcheneinfang in Fallen (engl.: Trapping) erklärt werden kann. Der Stickstoffeinfang kommt dabei durch Phasenbildung zustande. Es ergeben sich bei diesen Proben homogenere Stickstoffverteilungsprofile mit maximalen Eindringtiefen von bis zu einigen Mikrometern. Bei den Neon- und Argonimplantationen lassen sich lediglich bei Verwendung von hohen Dosen, sowie hohen Energie- und Leistungsdichten größere Mengen an implantierten Ionen beobachten, die bis in Tiefen von ca. 100nm reichen, was aber zum Teil mit der Nachweißgrenze (15At.%) der Analysemethode zusammenhängt.
- Bei der Phasenanalyse wird die Bildung von sechs zusätzlichen Phasen beobachtet, wobei fünf Phasen bei den Nitrierungsexperimenten und eine Phase bei den Edelgasimplantationen auftreten. Bei geringen Energie- und Leistungsdichten wird hauptsächlich die Einlagerung von Stickstoff auf Zwischengitterplätzen beobachtet, was zur Bildung des paramagnetischen γ_{N_2} -Austenits und des magnetischen γ_{N_1} -Austenits führen kann. Bei höheren Energie- und Leistungsdichten wurde außerdem die Bildung von Eisennitrid (Fe_2N) und Chromnitrid (Cr_2N) nachgewiesen, wobei die letztere Phase bevorzugt bei sehr hohen Energie- und Leistungsdichten und Temperaturen von $T > 400^\circ\text{C}$ auftritt. Weiterhin wurden zwei martensitische Phasen beobachtet: Zum einen entstand $\alpha(\text{Fe,Ni})$ -Martensit durch die Umwandlung des $\gamma(\text{Fe,Ni,Cr})$ -Austenits durch Chromsegregation und zum anderen wurde bei einigen Proben durch Edelgasimplantationen der α' -Martensit (Verformungsmartensit) erzeugt, was auf eine hohe Eigenspannung als Folge der Ionenimplantation zurückgeführt werden kann.
- Bei der Untersuchung der Härte- und Reibungseigenschaften schnitten die Proben mit hohen Anteilen an $\alpha(\text{Fe,Ni})$ -Martensit und Cr_2N (hohe Energie- und Leistungsdichten) am besten ab. Man erreicht bei ihnen eine Härtezunahme von bis zu ca. 100% in einer

Tiefe von 50nm, sowie Zunahmen von bis zu ca. 30% in Tiefen von 1 μ m. Ebenso konnte bei diesen Proben im Randschichtbereich eine deutliche Senkung des Reibungskoeffizienten von bis zu 50% beobachtet werden. Allerdings zeigten die Korrosionsmessungen dieser Proben, dass sich der Korrosionswiderstand deutlich verschlechtert, was unter anderem auf die Chromsegregation und den damit im Zusammenhang stehenden Abbau der schützenden Passivschicht zurückzuführen ist. Die Proben mit Eisennitridanteilen und Anteilen an γ_{N1} -Austenit weisen ebenfalls eine deutliche Härtezunahme auf, wobei allerdings auch dort häufig eine Verschlechterung des Korrosionsverhaltens festgestellt werden kann. Eine Ausnahme bilden die Proben, bei denen deutliche Anteile an paramagnetischem γ_{N2} -Austenit vorhanden sind und bei denen es zu einem verbesserten Korrosionsverhalten kommt. Bei den Edelgasimplantationen erhält man ebenfalls Härtezunahmen, die aber in der Regel bei nur ca. 20% liegen und damit wesentlich niedriger sind, als bei den Nitrierungsexperimenten. Sie sind auf Fehlstellenbildung zurückzuführen und nehmen in größeren Tiefen von mehr als 50nm stark ab. Ihre Korrosionseigenschaften stimmen im wesentlichen mit denen der Referenz überein.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das eingangs beschriebene Ziel einer Verbesserung der Härte und des Verschleißverhaltens, ohne gleichzeitig die Korrosionseigenschaften wesentlich zu verschlechtern, am besten durch die Verwendung von niedrigen Energie- und Leistungsdichten erreicht wird, bzw. durch eine Parameterwahl, die bevorzugt zur Bildung von γ_{N2} -Austenit führt. Allerdings ist man dann auf eine relativ dünne Randschicht von bis zu 100nm beschränkt. Um ein breiteres und homogeneres Stickstoffverteilungsprofil zu erzeugen, kann man auch mit etwas höheren Energie- und Leistungsdichten arbeiten und eine moderate Verschlechterung der Korrosionseigenschaften durch die Bildung von Eisennitriden in Kauf nehmen.

Diese Resultate zeigen, dass die Pulsimplantation eine alternative Methode zur Modifikation von Stahloberflächen mit den Techniken der kontinuierlichen Ionenbestrahlung und den Plasmaverfahren darstellt. Durch sorgfältige Optimierung der Strahlbedingungen sollten weitere Verbesserungen der Ergebnisse möglich sein.