## 7 Tabellen- und Abbildungsverzeichnis

## a) Tabellenverzeichnis

- Tab. 2.1Ergebnisse einer Schmelzanalyse des verwendeten Versuchswerkstoffs X2CrNi18-9, Angaben<br/>in Gewichts- und Atomprozent.
- Tab. 2.2Physikalische Eigenschaften des Stahls X2CrNi18-9. Die Wärmeleitfähigkeit bezieht sich auf<br/>Raumtemperatur, die Härteangaben stellen Universalhärten nach Vickers dar.
- **Tab. 2.3**Modifikationen des Eisens und ihre Eigenschaften.
- Tab. 2.4Darstellung einiger Literaturwerte für die Diffusionskonstanten und die Aktivierungsenergien<br/>von Stickstoff in Eisen, Eisennitriden und rostfreiem Stahl.
- Tab. 2.5Gesamtanzahl der Fehlstellen in X2CrNi18-9 Stahl pro implantiertes Ion für Ionenenergien<br/>E=10, 15, 25keV (Zahlen von links nach rechts), simuliert mit TRIM.
- Tab. 2.6Die wichtigsten Eisen- und Chromnitride bei der Implantation von Stickstoff in Stahl /Stra 84/.
- Tab. 2.7Übersicht über die variierbaren Strahlparameter bei der Ionenimplantation mit gepulsten Ionen-<br/>strahlen
- **Tab. 3.1** Mögliche Nachweisreaktionen für Stickstoff mit  $E_R$ : Resonanzenergie,  $E_{\gamma}$ : Energie der abgestrahlten Gammaquanten,  $\sigma$ : Wirkungsquerschnitt (1b=10<sup>-24</sup>cm<sup>2</sup>),  $\Gamma$ : Resonanzbreite. Die Resonanzreaktionen werden von den Störreaktionen bei  $E_P > E_{Stoer}$  überlagert. Erklärung der Reaktionsabkürzungen: Links steht das nachzuweisende Element (N), rechts das Element nach der Kernreaktion (C, O), in der Klammer das Projektil (p) und die abgestrahlten Teilchen ( $\alpha$ , $\gamma$ ).
- **Tab. 4.1**Die Parameter für den Poliervorgang des verwendeten Versuchsmaterials.
- Tab. 4.2Parameter des Temperungsprozesses des Versuchswerkstoffs nach der Politur; in der Temper-<br/>zeit ist weder die Aufheizzeit noch die Abkühlzeit berücksichtigt.
- Tab. 4.3Ergebnisse der Mößbaueruntersuchungen der getemperten und ungetemperten Proben mit IS:<br/>Isomerieverschiebung, QA: Quadrupolaufspaltung, HF: Hyperfeinfeldaufspaltung.
- Tab .4.4Übersicht über die hier verwendeten Strahlbedingungen.
- Tab. 4.5Kenndaten der eingesetzten Spulen mit U<sub>I</sub>: garantierte Durchschlagssicherheit. Der relativ<br/>große Querschnitt des Kupferdrahtes wird aufgrund der hohen Ströme und des geringen vor-<br/>gegeben Leistungsabfalls pro Spule benötigt.
- Tab. 4.6Die Rauhigkeiten der verschiedenen Kategorien, mit R: Mittlere Rauhigkeit, S: Standardabwei-<br/>chung, H: Maximaler Höhenunterschied. Die mittleren Rauhigkeiten der Proben mit totalen<br/>Aufschmelzungen liegen im μm-mm Bereich.
- Tab. 4.7Strahlungsbedingungen für die Kategorien bei Verwendung von Stickstoff als Arbeitsgas. Die<br/>Kategorie I umfasst in erster Linie Proben, die mit dem UH- und GSID-Pulser hergestellt wur-<br/>den. In der Kategorie II befinden sich Proben aller Pulser und in der Kategorie III ausschließ-<br/>lich Proben, die mit dem IPMG-Pulser hergestellt wurden.
- Tab. 4.8Strahlungsbedingungen für die Kategorien bei Verwendung von Neon als Arbeitsgas. Die<br/>Kategorie I umfasst nur Proben, die mit dem UH-Pulser hergestellt wurden und die Kategorie<br/>III nur Proben, die mit dem GSID-Pulser hergestellt wurden.

- Tab. 4.9Strahlungsbedingungen für die Kategorien bei Verwendung von Argon als Arbeitsgas. Die<br/>Kategorie I ist völlig leer, die Kategorie II umfasst alle Proben, die mit dem UH-Pulser herge-<br/>stellt wurden und die Kategorie III ausschließlich Proben, die mit dem GSID-Pulser hergestellt<br/>wurden.
- Tab. 4.10Liste der Proben, die am UH-Pulser hergestellt wurden und die deutlich sichtbare Aufrauungen<br/>aufweisen (Kategorie II). Es handelt sich um die Proben mit den höchsten Leistungsdichten<br/>und Dosen am UH-Pulser. Die Probengesamttemperaturen betrugen maximal 250°C.
- Tab. 4.11Liste der nitrierten Proben mit lokalen Aufschmelzungen und ihre wichtigsten Strahlbedingungen. Die Leistungsdichten pro Puls und die Dosen liegen bei PP≥2000W/cm², bzw. $D \ge 1*10^{17} \text{cm}^{-2}$ . Die Temperaturabschätzung  $\Delta T$  bezieht sich auf die Temperaturerhöhung während eines Pulses mit Pulslänge t und Leistungsdichte pro Puls PP in dem hier verwendeten Versuchswerkstoff (p=7.92g/cm²,  $\lambda$ =0.163W/cm\*K, c=0.5J/g\*K für X2CrNi18-9 Stahl)
- Tab. 4.12Liste der Proben mit lokalen Aufschmelzungen und ihre wichtigsten Strahlparameter, die mit<br/>Neon- und Argonionen bestrahlt worden sind. Die Energie- und Leistungsdichten der Neon-<br/>und Argonimplantationen liegen wesentlich niedriger, als bei den nitrierten Proben.
- Tab. 4.13 Liste der nitrierten Proben mit totalen Aufschmelzungen und ihre wichtigsten Strahlbedingungen. Es handelt sich ausschließlich um Proben, die mit dem IPMG-Pulser hergestellt wurden. Die durchschnittliche Leistungsdichte liegt bei P>1500W/cm<sup>2</sup> und die Dosen bei D>1\*10<sup>18</sup> cm<sup>2</sup>. Die ersten drei Proben der Tabelle zeigen totale Aufschmelzungen der Randschicht (bis ca. 200µm). Die unteren drei Proben sind vollständig aufgeschmolzen und deformiert worden.
- Tab. 4.14Proben mit den höchsten Dret und ihren wichtigsten Strahlbedingungen (UH-Pulser). Man er-<br/>kennt, dass bei den höchsten Dosen im Zusammenhang mit den höchsten Energie- und Leis-<br/>tungsdichten die Dret am größten ist.
- **Tab. 4.15**Proben mit hohen Diffusionseffekten, sowie ihre wichtigsten Strahlbedingungen (GSID-<br/>Pulser). D<sub>ret</sub> liegt bei diesen Proben in der Regel bei  $D_{ret} > 1*10^{17} \text{ cm}^{-2}$ . Die maximalen Tiefen<br/>liegen bei bis zu ca. 900nm und treten bei den Proben mit den höchsten Leistungsdichten auf<br/>(kursiv).
- **Tab. 4.16**Proben mit hohen temperaturbedingten Diffusionseffekten, sowie ihre wichtigsten Strahlbedin-<br/>gungen (GSID-Pulser). D<sub>ret</sub> liegt bei diesen Proben in der Regel bei D<sub>ret</sub>>5\*10<sup>17</sup> cm<sup>-2</sup>, die ma-<br/>ximalen Tiefen erreichen Werte bis zu 3µm. Ihre maximalen Stickstoffkonzentrationen sind<br/>mit <10 At.% relativ niedrig. Außerdem nimmt die R<sub>ret</sub> mit zunehmender eingestrahlter Dosis<br/>stark ab.
- **Tab. 4.17** Übersicht über die Isotopenmassen und K-Faktoren für die nachgewiesenen Elemente für einen Beschuss mit  $\alpha$ -Teilchen und einem  $\theta = 175^{\circ}$ .
- Tab. 4.18Proben mit nachweisbaren Mengen an implantierten Edelgasionen, sowie ihre wichtigsten<br/>Strahlbedingungen. Die maximalen Tiefen (rechte Spalte) liegen zwischen 20-100nm, wobei<br/>sie bei den Neonimplantationen aufgrund der geringen Masse etwas höher sind.
- Tab. 4.19Zusammenstellung der relevanten röntgenspektroskopischen Daten aus dem ASTM-Index in<br/>Anlehnung an /Ment 99a/. Die  $\gamma_N$ -Reflexe sind nicht im ASTM-Index verzeichnet, sie liegen<br/>gemäß den Literaturwerten ca. 3°20 niedriger als die  $\gamma$ -Reflexe
- Tab. 4.20Tabelle mit den Fittparametern aus den Mößbauerspektren der identifizierbaren Phasen mit IS:<br/>Isomerieverschiebung, QA: Quadrupolaufspaltung, HF: Hyperfeinfeld. Die kursiven Werte ge-<br/>ben Literaturwerte an, die den aufgeführten Referenzen entnommen sind. Die Diskontinuität<br/>der IS- und QA- Werte beim  $\gamma_{N2}$ -Austenit macht eine Unterteilung sinnvoll

- **Tab. 4.21**Proben (UH-Pulser), die Anteile an  $\gamma_{N2}$ -Austenit verfügen. Der  $\gamma_{N2}$ (klein)-Austenit kann ab<br/>einer  $D_{ret}$  von ca 7\*10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup> bei Stickstoffkonzentrationen zwischen ab ca. 14% im Mößbau-<br/>erspektrum beobachtet werden. Der  $\gamma_{N2}$ (groß) wird bei  $D_{ret}$  von über 1\*10<sup>17</sup> cm<sup>-2</sup> nachgewiesen.
- **Tab. 4.22**Proben (GSID-Pulser), die einen Anteil an dem  $\gamma_{N2}$ (klein) verfügen. Der  $\gamma_{N2}$ (klein) kann auch<br/>in Verbindung mit dem ferromagnetischen  $\gamma_{N1}$ -Austenit und dem dem  $\alpha$ -(Fe,Ni) auftreten.
- **Tab. 4.23**Proben (IPMG- Pulser), die einen Anteil an  $\gamma_{N2}$ (klein) verfügen. Er ist wie beim UH- und<br/>GSID-Pulser bereits ab  $D_{ret} > 7*10^{16} cm^{-2}$  im Mößbauerspektrum zu sehen.
- **Tab. 4.24**Liste aller Proben mit Anteilen an Fe2N. Alle Proben weisen eine relativ hohe maximale Stick-<br/>stoffkonzentration von mindestens ca. 20At.% auf (Ausnahme: DN01, DN05). Bei den Proben<br/>mit Dret> $1.5*10^{17}$  cm<sup>-2</sup> tritt neben dem Fe2N und  $\gamma_{N2}$ (groß) auch noch der  $\gamma_{N1}$ -Austenit auf.
- **Tab. 4.25** Liste aller Proben mit Anteilen von  $\gamma_{N1}$ -Austenit, mit Dret>1\*10<sup>17</sup> cm<sup>-2</sup> und einer maximale Konzentration von ca. >12At.%. Bei den oberen drei Proben liegt die Stickstoffkonzentration bei über 20At.% und bei den unteren drei Proben bei unter 20At.%.
- Tab. 4.26Liste aller Proben mit Anteilen von  $\alpha$ -(Fe,Ni). Es sind ebenfalls die eingestrahlten Dosen,<br/>sowie die verwendeten Leistungsdichten aufgeführt, die für die hohen Behandlungstemperatu-<br/>ren und die damit im Zusammenhang stehende Chromsegregation verantwortlich sind.
- Tab. 4.27Proben mit Anteilen an α'-Martensit nach der Edelgasimplantation und ihre wichtigsten<br/>Strahlbedingungen. Zusätzlich ist noch die maximale Tiefen der implantierten nachweisbaren<br/>Ionen angegeben, die sich aus den RBS-Untersuchungen ergeben hatten, sowie die Existenz<br/>von lokalen Aufschmelzungen.
- Tab. 4.28Liste aller Proben mit Anteilen an Eisennitriden bei Verwendung der jeweiligen Pulser. Bei<br/>Verwendung des UH-Pulsers fand überhaupt keine Nitridbildung statt und bei Verwendung des<br/>IPMG-Pulsers trat sie seltener und in kleinerem Umfang auf.
- **Tab. 4.29**Liste aller Proben mit Anteilen an  $\gamma_N$ -Austenit bei Verwendung der jeweiligen Pulser. Die<br/>Härtezunahmen liegen in der gleichen Größenordnung wie bei den Proben mit Nitridbildung.
- **Tab. 4.30**Liste aller Proben mit Anteilen an  $\alpha$ (Fe,Ni). Die oberen vier Proben haben nur geringe Anteile<br/>an  $\alpha$ (Fe,Ni) und ihre Härtezunahmen liegen in der gleichen Größenordnung wie bei den Pro-<br/>ben mit Nitridbildung. Die unteren vier Proben haben dagegen sehr hohe Anteile na  $\alpha$ (Fe,Ni)<br/>und ihr Härtezunahmen liegen deutlich über denen der übrigen Proben.
- Tab. 4.31Härtezunahmen von einigen Proben ohne Phasenumwandlungen und Verbindungsbildungen,<br/>sowie mit geringen D<sub>ret</sub>-Werten und niedrigen Halbwertsbreiten der Stickstoffverteilungsprofi-<br/>le. Die Härtezunahmen liegen bei 5-21% und sind wahrscheinlich auf die Fehlstellenbildung<br/>zurückzuführen.
- Tab. 4.32Liste der Proben, die mit Edelgasionen behandelt worden sind und die größten Härtezunahmen<br/>aufweisen (ca. 20-30%). Alle Proben zeichnen sich entweder durch eine hohe Dosis von<br/>D>1\*10<sup>18</sup> cm<sup>-2</sup> oder einer relativ hohen Ionenenergie aus.
- **Tab. 4.33**Proben mit Edelgasimplantationen und Anteilen an  $\alpha$ '-Fe. Es sind die Proben mit den größten<br/>Härtezunahmen, die bei allen Proben über 40% liegen und damit deutlich großer sind, als bei<br/>den Proben ohne Martensitbildung (siehe Tabelle 4.34).
- Tab. 4.34Versuchsparameter bei den Messungen des Reibungskoeffizienten

## b) Abbildungsverzeichnis

- Bild 2.1: Ausschnitt aus dem Zustandsdiagramm des Eisen-Kohlenstoff-Systems /Vere 85/.
- **Bild 2.2:** Gefügeschaubild der Chrom-Nickel-Stähle mit 0,2%C bei der Abkühlung von 1100<sup>o</sup>C an Luft /Stra 20/.
- **Bild 2.3:** Konstitutionsdiagramme von Chrom-Nickel-Stählen mit 18% Chrom in Abhängigkeit des Kohlenstoffanteils und der Temperatur /Peck 77/. Linkes Bild: Nickelanteil = 8 Gew.%. Rechtes Bild: Nickelanteil = 4 Gew.%.
- **Bild 2.4:** Stabile und metastabile Phasen des Austenits als Funktion der Temperatur in Anlehnung an /Meye 84/, mit G: Freie Enthalpie,  $\Delta G(T)$ : Differenz aus Nukleationsenergie und Scherenergie. Die Grenztemperaturen für die martensitischen Umwandlungen hängen von den Cr-, Ni- und C-Konzentrationen ab.
- Bild 2.5: Stopping-Power bei senkrechter Implantation in Stahl X2CrNi18-9. Linkes Bild: Stopping-Power von Stickstoff bei verschiedenen Energien. Rechtes Bild: Stopping-Power der verwendeten Edelgase bei E=10kV.
- **Bild 2.6:** Konzentrationsverteilungen in Stahl X2CrNi18-9 auf Grundlage der LSS-Theorie, kalkuliert mit TRIM. Linkes Bild: Vergleich von verschiedenen Ionenarten, E=10keV. Rechtes Bild: Vergleich von verschiedenen Ionenenergien, Ionengas: Stickstoff.
- **Bild 2.7:** Thermische Diffusion. Linkes Bild: Unterschiedliche Diffusionsgeschwindigkeiten der Diffusionsprozesse am Beispiel von Thorium in Wolfram /Barg 88/. Rechtes Bild: Diffusionsverhalten von interstitiellen und substituierten Elemente im α-Eisen /Horn 94/.
- **Bild 2.8:** Schematische Darstellung der Stickstoffverteilungsprofile, die sich bei unterschiedlichen Zeiten bei einem Diffusionsverhalten gemäß dem 2.Fick'schen Gesetz unter geeigneten Anfangsbedingungen ergeben /Para 00/.
- **Bild 2.9:** Stickstoffverteilungsprofile in austenitischem Chrom-Nickel-Stahl. Linkes Bild: Ergebnis eines mathematischen Modells von Ionendiffusion beim Vorliegen von Ioneneinfangprozessen. Rechtes Bild: Experimentelles Ergebnis von Stickstoffverteilungsprofilen. Es wurden nacheinander die Stickstoffisotope <sup>15</sup>N und <sup>14</sup>N implantiert /Para 98/. Das akkumulierte Verteilungsprofil entspricht bezüglich seiner Form dem Ergebnis aus dem mathematischen Modell.
- **Bild 2.10:** Verlauf der Fehlstellendichte simuliert mit TRIM auf Grundlage des Kinchin-Pease-Modells. Zum Vergleich ist die Stickstoffverteilung im X2CrNi18-9 Stahl nach der Implantation von Stickstoff mit E=10kV eingezeichnet.
- **Bild 2.11:** Sputterraten und Schichtdickenabtrag in Abhängigkeit der Ionenenergie für die Ionen Ne, Ar und N, gemäß TRIM, bei Gesamtdosen von 1\*10<sup>18</sup> Ionen/cm<sup>2</sup>.
- **Bild 3.1:** Schematische Darstellung der Versuchsdurchführung von RBS-Messungen. Die Tabelle enthält die hier zur Anwendung gekommenen Versuchsbedingungen (rechte Spalte). Als Projektile wurden α-Teilchen verwendet.
- **Bild 3.2:** Schematischer Aufbau der Versuchsanordnung der NRA-Messungen. Als Projektile wurden Protonen verwendet. Die abgestrahlten γ-Quanten wurden mit einem BGO (Bi<sub>4</sub>Ge<sub>3</sub>O<sub>12</sub>) Szin-tillationsdetektor nachgewiesen (PM: Photomultiplier, VV: Vorverstärker, MCA: Multi Chanel Analyser).
- **Bild 3.3:** Zerfallsschema von radioaktivem <sup>57</sup>Co zu <sup>57</sup>Fe mit Angabe der Kernspins (Werte links der Energieniveaus) und der Halbwertszeiten (Werte rechts der Energieniveaus).

- Bild 3.4: Mößbauerspektrum von angereichertem <sup>57</sup>Fe. Linkes Bild: Termschema des <sup>57</sup>Fe mit der Hyperfeinfeldaufspaltung. Rechtes Bild: Ausgewertetes Eichspektrum eines <sup>57</sup>Fe-Präperats mit v<sub>max</sub>=6.95 mm/s (durchgezogene Linie: gemessene Werten, gestrichelte Linien: gefittete Werte); die Isomerieverschiebung der Anlage betrug 0.11mm/s, die FWHM der Peaks beträgt ca. 0.27mm/s.
- Bild 3.5: Schematischer Aufbau eines Mößbauer-Spektrometers mit P: Probe
- **Bild 3.6:** Schematischer Aufbau der GXRD-Messungen. Die vom Brennfleck ausgehende Röntgenstrahlung wird an der Probe gebeugt, im Sollerspalt parallelisiert und anschließend monochromatisiert, wodurch im Detektor nur die zu 2θ gehörende Strahlung registriert wird.
- **Bild 3.7:** Schematischer Aufbau einer Korrosionsmesszelle /Rahm 90/. Die Messelektrode wird direkt vor einer Haber-Luggin-Kapillare getaucht, alle drei Elektroden sind dabei durch Glasfritten voneinander getrennt. Die Tabelle gibt die hier durchgeführten Versuchsbedingungen an.
- **Bild 3.8:** Schematische Stromdichte-Potentialkurve eines passivierenden Metalls auf Grundlage von /Scha 81/, inklusive des Potentials für die Sauerstoffbildung (U<sub>02</sub>).
- **Bild 4.1:** Mößbauerspektren der unbestrahlten Proben. Linkes Bild: Nach der Politur und vor der Temperung. Rechtes Bild: Nach der Temperung; das Spektrum enthält keine Phasen mit Hyperfeinfeldaufspaltungen mehr und ist somit frei von magnetischen Anteilen.
- **Bild 4.2:** Skizze der Vorderseite des Hochspannungspulsers (Abmessungen 60\*65\*90cm). Die HV-Taste dient als zusätzlicher Schutz und muss im Pulsbetrieb eingeschaltet werden. Die Warnleuchten zeigen u.a. eine Überhitzung und Spannungsspitzen an. An der Rückseite des Pulsers befinden sich der Ausgang für die Hochspannungspulse, die Erdung des Pulsers, sowie die Anschlüsse für die Wasserkühlung.
- **Bild 4.3:** Aufbau der Ionenpulsimplantationsanlage in Heidelberg mit AS: Anodenspannung, KS und KS<sup>+</sup>: Kathodenspannung vor und nach dem Transformator (T); E<sub>o</sub>: Erdpotential, E<sub>v</sub>: Virtuelles Nullpotential, E: Eingang, A: Ausgang, TT: Trenntransformator.
- **Bild 4.4** Aufnahmen einer Probe (HN02) ohne sichtbare Modifikationen (Kategorie I). Linkes Bild: SEM-Aufnahme (2000-fache Vergrößerung). Rechtes Bild: Lichtmikroskopische Aufnahme eines Querschliffs (500-fache Vergrößerung). Man erkennt im Querschliff eine glatte Oberfläche, wie auch bei der Referenz.
- Bild 4.5 Aufnahmen einer Probe (DN06) mit Modifikationen der Oberflächentopographie in Form von starken Aufrauungen (Kategorie II). Linkes Bild: SEM-Aufnahme (3000-fache Vergrößerung).
  Rechtes Bild: Lichtmikroskopische Aufnahme des Querschliffs (500-fache Vergrößerung).
- Bild 4.6 Aufnahmen einer Probe (DN16) mit Aufrauungen und Versetzungen (Kategorie II). Linkes
  Bild: SEM-Aufnahme (3000-fache Vergrößerung). Rechtes Bild: Lichtmikroskopische Aufnahme des Querschliffs (500-fache Vergrößerung)
- Bild 4.7 Aufnahmen einer Probe (MN42) mit lokalen Aufschmelzungen (Kategorie III). Linkes Bild: SEM-Aufnahme (2000-fache Vergrößerung). Die aufgeschmolzenen Bereiche erkennt man an den verschwommenen Strukturen, die auf einzelne Körner beschränkt bleiben. Rechtes Bild: Lichtmikroskopische Aufnahme eines Querschliffs mit 500-facher Vergrößerung. Die Tiefe der lokalen Aufschmelzungen reicht bis maximal 50µm.
- **Bild 4.8** SEM-Aufnahmen einer Probe mit lokalen Aufschmelzungen (MN34). Linkes Bild: Übersichtsaufnahme mit niedriger Vergrößerung (600-fach). Rechtes Bild: Aufnahme einer Korngrenze mit sehr hoher Vergrößerung (25000-fach). Der obere Bereich zeigt deutliche Aufschmelzungserscheinungen und der untere Bereich nicht.

- **Bild. 4.9** Schematischer Temperaturverlauf der Randschicht in Abhängigkeit der Pulsanzahl, mit Ts: Schmelzpunkt, t: Pulslänge, tp: Pulspause. Der Temperaturanstieg während eines Pulses t hängt von der Energie- und Leistungsdichte pro Puls ab, während die maximal erreichbare Randschichttemperatur im wesentlichen von der durchschnittlichen Probentemperatur abhängt, die maßgeblich von der Pulsanzahl und der durchschnittlichen Leistungsdichte bestimmt wird. In die letztere Größe gehen auch die Pulspausen mit ein.
- Bild 4.10 Aufnahmen einer Probe (MN32) mit totalen Aufschmelzungen (Kategorie III). Linkes Bild: SEM-Aufnahme (800-fache Vergrößerung). Die Aufschmelzungen erstrecken sich über die gesamte Probe und sind nicht mehr auf einzelne Körner beschränkt. Die Korngrenzen sind verschwommen und nicht mehr deutlich zu erkennen. Rechtes Bild: Lichtmikroskopische Aufnahme des Querschliffs (200-fache Vergrößerung). Die Tiefe der totalen Aufschmelzungen reicht bis zu 200µm.
- Bild 4.11 Die schematische Darstellung der Temperaturen während eines Pulses in Abhängigkeit der Pulsanzahl (Arbeitsgas: Stickstoff). Empirische Untersuchungen zeigen, dass es sowohl bei Verwendung des IPGM-Pulsers, als auch des Tomsk-Pulsers zu lokalen Aufschmelzungen kommen kann.
- **Bild 4.12** Schematische Darstellung der Temperaturen während eines Pulses in Abhängigkeit der Pulsanzahl für Argonimplantationen auf Grundlage der gemessenen Probengesamttemperaturen und der beobachteten lokalen Aufschmelzungen. Bei Verwendung des GSID-Pulsers kann es zu lokalen Aufschmelzungen kommen, was bei den nitrierten Proben nicht der Fall ist.
- **Bild 4.13** NRA-Spektren. Linkes Bild: Eichmessung mit Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Präparat (57At% Stickstoff). Die Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Schicht ist sehr dünn und wird bereits bei  $E_P>435$ keV durchstoßen. Die Totraten des Detektors bei  $E_P<429$ keV lagen bei ca. 80 Ereignisse. **Rechtes Bild:** Beispiel eines ausgewerteten NRA-Spektrums einer nitrierten Probe (HU-Pulser)
- **Bild 4.14** Stickstoffverteilungsprofile von Proben bei Verwendung von niedrigen Leistungsdichten (UH-Pulsers, U=10kV). Linkes Bild: Profile zweier Proben, die mit niedrigen Dosen (D=4.3\*10<sup>16</sup> cm<sup>-2</sup>) bei unterschiedlichen Ionenstromdichten hergestellt wurden. **Rechtes Bild:** Profile dreier Proben, die sich lediglich in ihrer Dosis unterschieden.
- **Bild 4.15** Abhängigkeit der Stickstoffverteilungsprofile von der Stromdichte und der Frequenz (UH-Pulser, U=10kV, D=1.7\*10<sup>17</sup>cm<sup>-2</sup>). Linkes Bild: Nur die Stromdichte variiert. Rechtes Bild: Nur die Frequenz variiert.
- **Bild 4.16** Proben, die am UH-Pulser hergestellt worden sind und die höchsten maximalen Tiefen aufweisen (U=10kV, D=1.7\*10<sup>17</sup>cm<sup>-2</sup>, P=0.3W/cm<sup>2</sup>). Ihre Stickstoffverteilungsprofile weichen deutlich von der Gaußform ab. Das flachere Profil der Probe HN17 könnte auf die doppelten so großen Energie- und Leistungsdichten pro Puls als bei HN13 zurückzuführen sein.
- Bild 4.17 Abhängigkeit der Stickstoffverteilungsprofile von der Dosis (GSID-Pulser, U=25kV, J=12mA/cm<sup>2</sup>). Linkes Bild: Pulslänge=1ms, P=6W/cm<sup>2</sup>, PP=300W/cm<sup>2</sup>. Die R<sub>ret</sub> sinkt von 45% bei DN04 auf 14% bei DN01. Rechtes Bild: Pulslänge=10ms, P=15W/cm<sup>2</sup>, PP=300W/cm<sup>2</sup>. R<sub>ret</sub> steigt von 16% bei DN07 auf 45% bei DN05.
- Bild 4.18 Abhängigkeit der Stickstoffverteilungsprofile von der Pulslänge (GSID-Pulser, U=25kV, D=1.1\*10<sup>18</sup> cm<sup>-2</sup>). Linkes Bild: Niedrige Stromdichte (J=4mA/cm<sup>2</sup>). Erst bei sehr hohen Pulslängen von t=25ms erhält man ein diffusionsbedingtes Stickstoffverteilungsprofil. Rechtes Bild: Hohe Stromdichte (J=12mA/cm<sup>2</sup>). Schon bei Pulslängen von t=10ms setzen deutliche Diffusionseffekte ein.

- **Bild 4.19** Abhängigkeit der Stickstoffverteilungsprofile von der Stromdichte (GSID-Pulser, U=25kV, D= $1.1*10^{18}$  cm<sup>-2</sup>). Linkes Bild: Mittlere Pulslänge (t=10ms). Der Einfluss der Stromdichte auf das Verteilungsprofil ist sehr groß. **Rechtes Bild:** Hohe Pulslänge (t=25ms) bei sonst gleichen Strahlbedingungen. Der Einfluss der Stromdichte auf das Verteilungsprofil ist gering. Die Probe DN09 hat mit R<sub>ret</sub> = 60% die höchste Werte.
- Bild 4.20 RBS-Spektren von nitrierten Proben (UH-Pulser). Die K-Faktoren werden aus den Energien bei den identifizierten Peaks bestimmt und mit Literaturwerten verglichen (siehe Tabelle 4.1). Al, O und Ta stellen dabei Verunreinigungen der Randschicht dar. Man erkennt weiterhin eine Verschiebung der Substratkante in Abhängigkeit der Entfernung der Extraktion (d) und der Bestrahlungszeit (t)
- Bild 4.21 RBS-Spektren Proben, die mit Edelgasionen bestrahlt worden sind im Vergleich mit dem Referenzspektrum. Linkes Bild: Spektren von zwei Proben mit implantierten Neonionen. Bei Probe DNe16 kann man den implantierten Neon nur bis ca. 50nm (550keV) nachweisen und bei der Probe DN17 bis ca. 100nm (400keV). Rechtes Bild: Spektren von zwei Proben, die mit Argonionen bestrahlt worden sind. Die maximale Eindringtiefe liegt dort mit ca. 85nm etwas unter der Eindringtiefe, die bei Neonimplantationen beobachtet werden konnten.
- **Bild 4.22** GXRD-Spektren der unbestrahlten Proben. Linkes Bild: Messungen nach den einzelnen Etappen der Probenpräparation bei Standardeinstellung. Man erkennt einen geringeren Anteil an Verformungsmartensit ( $\alpha$ '-Fe) nach der Politur, der nach der Temperung völlig verschwunden ist. **Rechtes Bild:** Messungen nach der Politur bei  $\alpha$ =1° und  $\alpha$ =2°; man erkennt die Abnahme des Verformungsmartensits mit zunehmender Tiefe.
- **Bild 4.23** Mößbauerspektren von einer Probe (HN15) mit einem Anteil an  $\gamma_{N2}$ (klein)-Austenit von ca. 25% (IS=0.02mm/s, QA=0.06mm/s). **Linkes Bild:** Aufnahme des Spektrums mit  $v_{MAX}$ =7mm/s. Nur die gemessene Kurve und der Gesamtfitt sind eingezeichnet. **Rechtes Bild:** Spektrum der gleichen Probe mit  $v_{MAX}$  = 3mm/s. Nur dort ist der  $\gamma_{N2}$ (klein)-Austenit im Spektrum zu sehen.
- **Bild 4.24** GXRD-Spektrum der gleichen Probe wie oben. Es ist kein klarer Peak zu sehen, wie es bei einer Phasenbildung der Fall wäre. Neben dem Peak des γ-Austenits ist ein erhobener Bereich zu erkennen, der sich direkt am Austenit zu kleineren Winkeln anfügt, was auf eine Gitteraufweitung hindeutet.
- **Bild 4.25** Mößbauerspektrum einer Probe (HN17) mit einem Anteil von 26% an  $\gamma_{N2}$ (groß). Neben dieser Probe gibt es noch eine weitere Probe, die dieses Aussehen zeigt (HN13). Diese beiden Proben fielen bereits bei der Analyse der NRA-Spektren durch ein relativ flaches und tiefes Stickstoffverteilungsprofil, sowie einer sehr hohen D<sub>ret</sub> auf (siehe Kapitel 4.2.2.2).
- **Bild 4.26** GXRD-Spektrum der gleichen Probe wie oben. Es ist ein klarer Peak zu sehen, der auf den  $\gamma_{N2}(\text{groß})$ -Austenit zurückgeführt werden kann. Er hebt sich deutlich vom ursprünglichen  $\gamma$ -Austenit ab und ist im Vergleich zum Peak des  $\gamma$ -Austenits stark aufgeweitet.
- **Bild 4.27** Mößbauerspektren einer Probe (DN01) mit einem Anteil von Fe<sub>2</sub>N von 40% und  $\gamma_{N2}$ (groß)-Austenit von 10%. Man erkennt, dass der Fe<sub>2</sub>N aufgrund der größeren Isomerieverschiebung (0.34-0.36mm/s) und dem größeren Quadrupolmoment (0.22-0.23mm/s) weiter rechts im Spektrum zu finden ist, als der  $\gamma_{N2}$ (groß)-Austenit.
- **Bild 4.28** GXRD-Spektrum der gleichen Probe wie oben. Nur der Peak bei (100) eignet sich gut, um diese Phase im GXRD-Spektrum aufzulösen.
- **Bild 4.29** Mößbauerspektrum einer Probe (DN17) mit einem Anteil von ca. 20At.% an ferromagnetischem  $\gamma_{N1}$ -Austenit. Neben dem ursprünglichen  $\gamma$ -Austenit hat sich bei dieser Probe auch der  $\gamma_{N2}$ (klein)-Austenit mit ca. 45% gebildet.

- **Bild 4.30** GXRD-Spektrum der gleichen Probe wie oben. Der  $\gamma_{N1}$ -Austenit läßt sich im GXRD-Spektrum nicht vom  $\gamma_{N2}$ -Austenit trennen. An den relativ kleinen Peaks beim  $\gamma$ -Austenits erkennt man weiterhin, dass dieser mit ca. 35% nur noch zu einem Drittel vorhanden ist.
- Bild 4.31Mößbauerspektren einer Probe (DN37) mit einem Anteil von 78% α-(Fe,Ni)-Martensit. Diese<br/>Phase zeichnet sich durch ein sehr großes Hyperfeinfeld von ca. 330 Gauss aus.
- **Bild 4.32** GXRD-Spektrum der gleichen Probe wie oben. Fast der gesamte  $\gamma$ -Austenit ist in dieser Probe umgewandelt worden, was an dem kleinen Peak bei (111) zu sehen ist. Weiterhin zeigt sich ein deutlich sichtbarer Peak beim  $\alpha$ -Martensit, was auf die Bildung von  $\alpha$ (Fe,Ni)-Martensit zurückzuführen ist.
- **Bild 4.33** Mößbauerspektrum der Probe DNe17 mit einem Anteil von ca. 20% an α'-Martensit. Er zeichnet sich durch eine realtiv große Hyperfeinfeldaufspaltung von ca. 280-300Gauss aus.
- Bild 4.34 GXRD-Spektrum der Proben DNe16 und DNe17 mit Anteilen zwischen 15-20% an α'-Martensit. Aufgrund des geringen Anteils ist er im GXRD-Spektrum kaum zu erkennen und zeichnet sich im Vergleich mit der Referenz lediglich durch eine kleine Erhebung rechts vom γ-Austenit Peak aus.
- **Bild 4.35** Schematische Abhängigkeit der Phasenbildung von der Temperatur und der Stickstoffkonzentration. Aufgrund von weiteren Einflussgrößen kommt es teilweise zu Abweichungen von diesem Schema.
- **Bild 4.36** Universalhärten der unbestrahlten Proben vor und nach der Temperung. Linkes Bild:  $F_{max} = 10$ mN. Rechtes Bild:  $F_{max} = 500$ mN. Die Härte ist vor der Temperung bis in einige µm deutlich erhöht (2750N/mm<sup>2</sup> in 2µm), was auf den härteren Verformungsmartensit zurückzuführen ist
- Bild 4.37 Härtezunahme der Proben, die am UH- und GSID-Pulser hergestellt worden sind in Abhängigkeit der Dret. Die Härtezunahmen sind in Prozent relativ zu der Referenz angegeben. Linkes
  Bild: Härtezunahmen in der Proben, die am GSID-Pulser hergestellt worden sind. Rechtes
  Bild: Härtezunahmen der Proben, die am UH-Pulser hergestellt worden sind.
- **Bild 4.38** Messungen des Reibungskoeffizienten der unbestrahlten Proben vor der Temperung (gestrichelte Kurve) und nachher (durchgezogene Kurven). Linkes Bild:  $F_{max} = 1N$ . Rechtes Bild:  $F_{max}=2N$ . Die Reibungskoeffizienten sind vor der Temperung im oberflächennahen Bereich aufgrund des härteren Verformungsmartensits niedriger. Die niedrigeren Werte bei  $F_{max} = 1N$  sind aufgrund von höheren Gleiteffekten deutlich niedriger.
- Bild 4.39 Messungen des Reibungskoeffizienten von nitrierten Proben (F<sub>max</sub>=2N). Linkes Bild: Proben mit hohen Härtezunahmen (80-104%) bis in Tiefen von über 1μm. Man erkennt bei ihnen eine deutliche Verringerung der Reibungskoeffizienten. Rechtes Bild: Proben mit niedrigeren Härtezunahmen zwischen 40-60% in Tiefen von deutlich kleiner als 1μm. Es ist keine signifikante Zunahme des Reibungskoeffizienten zu beobachten.
- **Bild 4.40** SEM-Aufnahme (4000-fache Vergrößerung, Gesamtgröße des Bildes: 33µm) einer Schnittstelle zwischen einem nicht korrodierten Bereich (linke Bildhaelfte) und und einem stark korrodierten Bereich (rechte Bildhaelfte) einer Probe nach 250Zyklen. Die korrodierte Schicht zeichnet sich durch eine große Rauhigkeit aus und die Korngrenzen sind nicht mehr erkennbar.
- **Bild 4.41** Darstellung mehrerer Zyklen der unbestrahlten Proben. Linkes Bild: Probe vor der Temperung. Rechtes Bild: Probe nach der Temperung. Nach der Temperung sind die Stromdichten, bzw. die Passivierungsströme deutlich niedriger.

- Bild 4.42Auswirkung der Temperung auf das Korrosionsverhalten. Man erkennt, dass die getemperte<br/>Probe bis zu hohen Zyklen hin ein deutlich besseres Korrosionsverhalten zeigt.
- **Bild 4.43** Korrosionsverhalten von Proben mit Anteilen an  $\gamma_{N2}$ -Austenit. Die Proben zeigen zwischen Zyklus 50 und Zyklus 250 ein deutlich besseres Korrosionsverhalten als die Referenzprobe. Das etwas schlechtere Verhalten der Probe DN17 bis zum Zyklus 50 könnte an dem Anteil an  $\gamma_{N1}$ -Austenit liegen..
- **Bild 4.44** Proben mit einem schlechteren Korrosionsverhalten als die getemperte Referenzprobe. Man erkennt, dass die Bildung von  $\gamma_{N1}$ -Austenit, Fe<sub>2</sub>N und  $\alpha$ (Fe,Ni) für das schlechtere Korrosionsverhalten verantwortlich sind.