

# Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	vii
<b>1 Einleitung, Motivation und Zielstellung</b>	<b>1</b>
<b>2 Titanaluminide</b>	<b>5</b>
2.1 Gewinnung und Herstellung	6
2.2 Mechanische Eigenschaften	7
2.3 Oxidationsverhalten	10
2.3.1 Grundlagen der Metalloxydation	10
2.3.2 TiAl-Oxidation: Zeitlicher Verlauf, Massenzunahme, Oxidschichtaufbau	15
2.3.3 Einfluss äußerer Parameter	17
2.3.4 Ansätze zum Hochtemperaturoxidationsschutz	21
2.4 Der Halogeneffekt auf Titanaluminiden	21
2.4.1 Mechanismus des Halogeneffekts	22
2.4.2 Thermodynamische Berechnungen für Fluor	25
2.4.3 Beeinflussende Parameter	26
2.4.4 Zusammenfassung	27
<b>3 Analysemethoden</b>	<b>29</b>
3.1 Einleitung	29
3.2 Resonante Kernreaktionsanalyse mittels Protonen Induzierter Gamma-Strahlen Emission (PIGE)	30
3.2.1 Energieverlust und Wechselwirkungsmechanismen	30
3.2.2 Kernreaktionen zur Fluoranalyse	33
3.2.3 Zusammenhang zwischen $\gamma$ -Ausbeute und Konzentration	35
3.2.4 Energy-Straggling	35
3.3 Nachweis von $\gamma$ -Quanten mit Szintillationsdetektoren	41
3.4 Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS)	42
3.4.1 Grundlagen	42
3.4.2 Qualitative Analyse: Rückstreuenergie und Masse des Stoßpartners	43
3.4.3 Reichweite der Projektile und analysierbare Tiefe	46
3.4.4 Quantitative Analyse: Rückstreausbeute und Häufigkeit der Stoßpartner	47
3.4.5 Vor- und Nachteile	47
3.4.6 Verwendung von RBS in dieser Arbeit	48
3.4.7 Detektion von Verunreinigungen mit schweren Elementen	48
3.4.8 Bestimmung der Tiefenprofile	49
3.4.9 Detektor für RBS	50

3.5	Ergänzende Analyseverfahren . . . . .	50
3.5.1	Oxidationsexperimente . . . . .	50
3.5.2	Mikroskopie . . . . .	52
3.5.3	Röntgenstrukturspektroskopie / EDX-Analyse / EPMA . . . . .	53
3.6	Zusammenfassung . . . . .	54
<b>4</b>	<b>Fluor-Tiefenprofilierung mit PIGE</b>	<b>55</b>
4.1	Gegenspannungsmethode . . . . .	55
4.2	Messgrößen . . . . .	57
4.2.1	Messung der Projektilenergie . . . . .	57
4.2.2	Messung der $\gamma$ -Ausbeute . . . . .	58
4.2.3	Messung des Projektilstroms . . . . .	58
4.3	Umrechnung der Messgrößen . . . . .	59
4.3.1	Umrechnung der $\gamma$ -Ausbeute in Konzentrationen . . . . .	60
4.3.2	Umrechnung der Projektilenergie in eine Tiefenskala . . . . .	62
4.4	Berechnung der Dosis . . . . .	63
4.5	Auswertealgorithmus . . . . .	63
4.6	Auflösung und Empfindlichkeit . . . . .	64
4.6.1	Tiefenauflösung . . . . .	64
4.6.2	Empfindlichkeit und Nachweisgrenze . . . . .	69
4.6.3	Fehlerbetrachtung . . . . .	73
4.7	Interferenzen zwischen benachbarten Resonanzen . . . . .	75
4.8	Eine korrektere F-Tiefenprofilierung: Mitberücksichtigung der RBS-Analyse . . . . .	77
4.8.1	Berechnung der oxidischen Zusammensetzung aus der elementaren Zusammensetzung . . . . .	77
4.8.2	Ermittlung einer korrekten Tiefenskala der Fluor-Verteilung . . . . .	79
4.8.3	Korrektur der F-Konzentrationen . . . . .	80
4.9	Zusammenfassung . . . . .	81
<b>5</b>	<b>Materialmodifikation</b>	<b>83</b>
5.1	Beamline-Ionenimplantation BLI <sup>2</sup> . . . . .	83
5.1.1	Grundlagen . . . . .	84
5.1.2	Simulation der Implantationsprofile . . . . .	85
5.1.3	Einfluss der Implantationsparameter . . . . .	90
5.1.4	Vergleich von Simulation und Analyse . . . . .	94
5.1.5	Technik am IKF: Der Ionenimplanter . . . . .	96
5.2	Alternative Verfahren . . . . .	102
5.2.1	HF-Behandlung . . . . .	103
5.2.2	PTFE-Behandlung . . . . .	103
5.2.3	Kontrollierte Gasphasenfluorierung (GP) . . . . .	104
5.2.4	Plasma-Immersionen-Ionenimplantation (PI <sup>3</sup> ) . . . . .	105
5.2.5	Zusammenfassung . . . . .	106
<b>6</b>	<b>Untersuchungen zum Einfluss ausgewählter Parameter auf die Wirksamkeit des Halogeneffekts</b>	<b>107</b>
6.1	Die Fluorprofile als Indikator für einen erfolgreichen Effekt . . . . .	108

6.1.1	Fluorverluste . . . . .	108
6.1.2	Lokation der F-Verteilung . . . . .	112
6.1.3	Zusammenfassung . . . . .	115
6.2	Auswirkungen der Aufheizprozedur . . . . .	116
6.2.1	PIGE-Analyse . . . . .	116
6.2.2	RBS-Analyse . . . . .	117
6.2.3	Untersuchung der Temperaturabhängigkeit . . . . .	120
6.2.4	Zusammenfassung . . . . .	124
6.3	Abhängigkeit von der Legierungszusammensetzung . . . . .	125
6.3.1	$\gamma$ -MET 100: positiver Halogeneffekt . . . . .	129
6.3.2	TNBV2A: positiver Effekt . . . . .	132
6.3.3	Ti <sub>3</sub> Al: kein positiver Effekt . . . . .	134
6.3.4	Al-Verarmung durch Implantation . . . . .	138
6.3.5	Thermogravimetrische Messungen . . . . .	138
6.3.6	Zusammenfassung . . . . .	140
6.4	Vergleich verschiedener Fluorapplikationsmethoden . . . . .	140
6.4.1	Physikalische und chemische Fluorierungsmethoden . . . . .	141
6.4.2	Probenvorbereitung . . . . .	141
6.4.3	Fluorierung und Ermittlung der F-Tiefenprofile vor Oxidation . . . . .	141
6.4.4	Oxidation und Thermogravimetrische Analyse . . . . .	143
6.4.5	PIGE-Analysen nach Oxidation . . . . .	146
6.4.6	RBS-Analysen nach Oxidation . . . . .	148
6.4.7	Zusammenfassung . . . . .	152
6.5	Applikation und Analyse auf Abschnitten industrieller Bauteile . . . . .	153
6.5.1	Material und Probenvorbereitung . . . . .	153
6.5.2	Fluorierung . . . . .	153
6.5.3	Oxidation . . . . .	154
6.5.4	Fluortiefenverteilungen vor und nach Oxidation . . . . .	154
6.5.5	Charakterisierung des Oxidschichtaufbaus mit RBS . . . . .	159
6.5.6	Metallographische Untersuchung und EPMA . . . . .	162
6.5.7	Vergleich mit den Ergebnissen aus PIGE und RBS . . . . .	166
6.5.8	Vergleich der beiden Fluorierungsmethoden . . . . .	168
6.5.9	Zusammenfassung . . . . .	169
<b>7</b>	<b>Konstruktion und Bau einer Analysenkammer für industrielle Bauteile</b>	<b>171</b>
7.1	Anforderungen an die Analysenkammer und deren Realisierung . . . . .	171
7.1.1	Industrielle Anforderungen . . . . .	171
7.1.2	Experimentelle Anforderungen . . . . .	172
7.1.3	Realisierung . . . . .	173
7.2	Erste Testmessungen . . . . .	175
7.2.1	Ionenstrommessung . . . . .	175
7.2.2	Referenzproben . . . . .	175
7.2.3	Messungen auf einer Turbinenschaufel . . . . .	179
<b>8</b>	<b>Zusammenfassung und Diskussion</b>	<b>181</b>

---

<b>Anhang</b>	<b>190</b>
A Fehlerbetrachtungen für die PIGE-Methode . . . . .	191
A.1 Gauß'sches Fehlerfortpflanzungsgesetz für die Konzentrationsbestimmung . . . . .	191
A.1.1 Wiederholpräzision . . . . .	191
B Laterale Homogenität der BLI <sup>2</sup> . . . . .	197
C Analytische Form der Abbremsquerschnitte (Stopping Power $\epsilon$ ) . . . . .	198
D Matrizen zur Ermittlung der oxidischen Zusammensetzung aus RBS-Elementverteilungen . . . . .	199
D.1 TiAl . . . . .	199
D.2 TNBV5 . . . . .	199
D.3 TNBV3 . . . . .	199
E Sputtervorgänge während F-Implantation . . . . .	200
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>201</b>
<b>Danksagung</b>	<b>215</b>