



Forschungszentrum Karlsruhe
Technik und Umwelt

Wissenschaftliche Berichte
FZKA 5913

**Makroskopische und
mikroskopische Phänomene
im Ermüdungsverhalten
einer pseudoelastischen
NiTi-Formgedächtnislegierung
unter mechanischer
Wechselbeanspruchung**

R. Plietsch

Institut für Materialforschung

Juni 1997

**Forschungszentrum Karlsruhe
Technik und Umwelt**

**Wissenschaftliche Berichte
FZKA 5913**

**Makroskopische und mikroskopische Phänomene
im Ermüdungsverhalten einer pseudoelastischen
NiTi-Formgedächtnislegierung unter
mechanischer Wechselbeanspruchung**

R. Plietsch

Institut für Materialforschung

Vom Fachbereich Maschinenbau der Technischen Hochschule Darmstadt
genehmigte Dissertation

Forschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

1997

**Als Manuskript gedruckt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor**

**Forschungszentrum Karlsruhe GmbH
Postfach 3640, 76021 Karlsruhe**

ISSN 0947-8620

Kurzfassung:

Das Ermüdungsverhalten der kommerziellen, binären Nickel-Titan-Formgedächtnislegierung Nitinol SE508 unter zyklischer mechanischer Beanspruchung wurde in Biegewechsel- und Zug/Druck-Experimenten untersucht. Dieses Material zeigt nach geeigneten Auslagerungsglühungen ein pseudoelastisches Verhalten: Dehnungen bis zu 8% gehen nach Entlastung vollständig zurück. Die große Deformierbarkeit wird durch eine spannungsinduzierte martensitische (SIM-) Transformation ermöglicht, die diffusionslos und reversibel abläuft. Der technische Anwendungsbereich dieser Legierung liegt vornehmlich in der Medizintechnik, wo sie unter anderem für endoskopische Mikrowerkzeuge eingesetzt wird. Ziel der Arbeit sind Parameterstudien verschiedener Einflußfaktoren wie Belastungsmodus, Dehnungsschwingbreite, Dehnrage, Probengeometrie oder Lastverhältnis und deren Auswirkungen auf die Lebensdauer. Für die Biegeprüfung wurde ein Meßstand aufgebaut, der eine querkraftfreie, reine Biegung und damit konstante Momentenbeaufschlagung einer Probe über deren gesamte Meßlänge ermöglicht. Als Biegeproben wurden kaltgewalzte dünne Bleche mit Materialstärken von 70-200µm, für Zug/Druck-Ermüdung sanduhrförmige Massivproben mit Taillendurchmesser 3mm und einer Gesamtlänge von 30mm hergestellt. In einachsigen Versuchen zeigt sich eine ausgeprägte Zug/Druck-Asymmetrie, die mit einer Anisotropie der SIM-Umwandlungsdehnung erklärt wird. Die Wöhlerdaten lassen sich gut mit einem Coffin-Manson-Gesetz $\Delta\epsilon^c \cdot N_f = \text{const.}$ beschreiben und liefern tendenziell kürzere Lebensdauern für dünne Bleche, was mit einem Geometrieeffekt erklärbar ist. Die Versagenslastspielzahlen für 1% Maximaldehnung liegen um 10000, für 4% Maximaldehnung bei einigen 100. Für niedrigere Dehnraten werden kürzere Lebensdauern erzielt, was mit einsetzender Schwingungsrißkorrosion zu erklären ist. Die massiven Proben zeigen zusätzlich eine ausgeprägte Dehnratenabhängigkeit des Coffin-Manson-Exponenten c . Diese liegt in der trägeren Abfuhr von unter Belastung entstehender Phasenumwandlungswärme begründet. Insgesamt weisen alle Proben ein sehr stabiles Verhalten von mechanischen und pseudoelastischen Eigenschaften auf bis hin zu 90% der Lebensdauer. Anschließend setzt überkritisches Rißwachstum ein, wobei Risse stets von titanreichen Ausscheidungen an den Probenoberflächen ausgehen und in Bruchuntersuchungen verfolgt wurden. Als Beitrag zur Fügetechnik wurden widerstandsgeschweißte Zug/Druck-Prüflinge hergestellt und ermüdet. Die Schweißverbindung ist mit 70% der Ausgangsfestigkeit belastbar, versagt wegen Mikroporenbildung in Ermüdungsexperimenten jedoch vergleichsweise früh. Basierend auf den experimentellen Ergebnissen wurde eine Material- sowie Lebensdauermodellierung für mikrochirurgische Mikrozangen mit Hilfe von Finite Elemente-Methoden angegeben. Die Simulationsdaten liegen in derselben Größenordnung wie entsprechende experimentelle Befunde.

Macroscopic and Microscopic Phenomena in the Fatigue Behaviour of a Superelastic NiTi Shape Memory Alloy under Cyclic Mechanical Loading

Abstract:

The fatigue behaviour of a commercial binary Nickel-Titanium shape memory alloy (Nitinol SE508) was investigated under cyclic pure bending and tension/compression loading. After specific heat treatments, this material displays a pseudoelastic loading curve: strains up to 8% can be fully recovered upon unloading. These large deformations are created by a stress-induced martensitic (SIM) phase transformation which is of diffusionless and reversible nature. The primary field of technical applications based on this alloy is medical technology, where the material is used in the construction of endoscopic micro instruments, for example. The aim of the present work is a parameter study on quantities like loading mode, total strain range, strain rate, specimen geometry or load ratio and their influence on fatigue behaviour. For pure bending experiments without unwanted superimposed lateral forces, a novel testing device was developed. It enables a thin sheet specimen to be subjected to a constant torque over its whole length. For bending tests, cold-rolled thin sheets with thicknesses in the range of 70-200 μm were produced. For tension/compression experiments, hourglass-shaped specimen with a waist diameter of 3mm and a total length of 30mm were machined. Under uniaxial loading a pronounced tension/compression asymmetry was detected and attributed to the anisotropic nature of SIM transformation strains. The Wöhler plots obey a Coffin-Manson law: $\Delta\epsilon^c \cdot N_f = \text{const.}$ and indicate shorter lifetimes for thin sheets, which can be explained by a size effect. Typical cycle numbers to failure are 10000 for maximum strains of 1% and some 100 for maximum strains of 4%. Due to dynamic stress crack corrosion, shorter lifetimes are obtained for lower strain rates. The massive hourglass specimen display an additional dependency of the Coffin-Manson exponent c on the strain rate. This effect is argued on the grounds of a delayed conduction of the phase transformation heat generated during loading. Generally, all specimen show very stable mechanical and pseudoelastic behaviour during fatigue up to 90% of the lifetime, followed by rapid crack growth. Cracks are exclusively initiated around titanium-rich inclusions on the specimen surfaces and were monitored in fracture investigations. As a contribution to construction and joining technology, resistance-welded hourglass specimen were produced and subjected to fatigue cycling. The welded parts can be loaded to about 70% of the initial fracture limits, but fatigue lifetimes are reduced considerably due to micro pore generation. Based on the overall experimental results, modelling of both pseudoelastic behaviour and a fatigue estimation for micro-forceps used in minimally-invasive surgery were performed with the help of finite element methods. The simulation data are of the same order as respective experimental observations.

1 Einleitung	1
2 Formgedächtnislegierungen	3
2.1 Einführung	3
2.1.1 Umwandlungsverhalten	3
2.1.2 Thermodynamische Beschreibung der martensitischen Umwandlung	5
2.1.3 Temperaturabhängiger Deformationsmodus	6
2.2 Formgedächtniseffekte	7
2.2.1 Einwegeffekt	7
2.2.2 Zweiwegeffekt	8
2.2.3 Pseudoelastizität	9
2.3 Nickel-Titan-Formgedächtnislegierungen	10
2.4 Wissensstand zum Ermüdungsverhalten von NiTi	14
2.5 NiTi in der Anwendung	15
2.6 Thermomechanische Modelle für Formgedächtnislegierungen	16
2.6.1 Allgemeiner Kenntnisstand zur Modellierung des pseudoelastischen Materialverhaltens	16
2.6.2 Phänomenologische FEM-Beschreibung der Pseudoelastizität	17
3 Experimentelle Einrichtungen	19
3.1 Der Biegeermüdungsmessplatz FATIBEND	19
3.1.1 Überlegungen zur Biegeprüfung	19
3.1.2 Die reine Biegebelastung	23
3.1.3 Konzept des Biegemessplatzes FATIBEND	25
3.1.4 Hardware	25
3.1.4.1 Komponenten	25
3.1.4.2 Verstelleinheiten und Motorsteuerung	27
3.1.4.3 Biegemomentsensor	27
3.1.4.4 Technische Daten	31
3.1.5 Software	32
3.1.5.1 Master/Slave-Prinzip	32
3.1.5.2 Bahnkurvengeometrie	33
3.1.5.3 Bahnfehler	37
3.1.5.4 Softwarefunktionen von FATIBEND	41
3.2 Prüfeinrichtung zur Zug/Druck-Ermüdung	42
3.2.1 Lokale Dehnungsmessung	43
3.2.2 Probenaufnahme	50
3.2.3 Probentemperierung	50
3.2.4 Temperaturmessung an der Probe	50
3.2.5 Meßdatenerfassung und Experimentsteuerung	51

3.3 Prüfeinrichtung für Ermüdungstests an mikrochirurgischen Zangen	51
3.4 Methoden zur Probencharakterisierung und -nachuntersuchung	52
3.4.1 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	52
3.4.2 Rasterelektronenmikroskopie (REM)	52
3.4.3 Kalorimetrie (DSC=Differential Scanning Calorimetry)	52
3.4.4 Röntgendiffraktometrie	52
3.4.5 Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES)	53
4 Probenherstellung und -charakterisierung	54
4.1 Biegeproben	54
4.1.1 Dimensionierung	54
4.1.2 Herstellung	54
4.1.3 Konditionierung	55
4.1.4 Elektropolieren	59
4.1.5 Charakterisierung des Prüfguts	59
4.1.5.1 Chemische Analyse	59
4.1.5.2 Gefügebeurteilung	60
4.1.5.3 Härtemessung	61
4.1.5.4 Textur	61
4.1.5.5 Ausscheidungsphasen	62
4.2 Zug/Druck-Proben	63
4.2.1 Dimensionierung	63
4.2.2 Konditionierung	64
4.2.3 Oberflächenbehandlung	68
4.2.4 Charakterisierung des Prüfguts	68
4.2.4.1 Chemische Analyse	68
4.2.4.2 Gefügebeurteilung	68
4.2.4.3 Härtemessung	69
4.2.4.4 Textur	69
4.2.4.5 Ausscheidungsphasen	70
5 Messungen zu den mechanischen Eigenschaften und dem Formgedächtnisverhalten	73
5.1 Biegeversuche	73
5.1.1 Darstellung von SIM im Biegeversuch	73
5.1.2 Mechanische Prüfung in querkraftfreier Wechselbiegung	74
5.1.2.1 Biegemoment/Biegewinkel-Kurven	74
5.1.2.2 Abhängigkeit von der Probengeometrie	75
5.1.3 Querkraftfreie Biegeermüdung	77
5.1.4 Experimentelle Parameter	78

5.1.4.1	Probengeometrie	78
5.1.4.2	Lastparameter	78
5.2	Zug/Druck-Versuche an unverschweißtem Material	82
5.2.1	Bestimmung mechanischer Kenngrößen in Festigkeitsuntersuchungen	82
5.2.2	Vergleich von Zug- und Drucklastbereich	84
5.2.3	Darstellung von SIM im Zugversuch	85
5.2.4	Zug/Druck-Ermüdung	86
5.2.5	Experimentelle Parameter	87
6	Ergebnisse und Diskussion	93
6.1	Biegeversuche	93
6.1.1	Analytische Beschreibung der reinen, elastischen Biegung	93
6.1.2	Biegeermüdung	94
6.1.2.1	FEM-Modellierung der reinen, pseudoelastischen Biegeermüdung	94
6.1.2.2	Mechanismen zur Erklärung der Veränderung von mechanischen und pseudoelastischen Eigenschaften	95
6.1.2.3	Mechanisches Ermüdungsverhalten	96
6.1.2.4	Äquivalente Dehnungs-Wöhlerkurven	99
6.1.2.5	Mikrostrukturelle Charakterisierung	101
6.1.2.6	Entwicklung der Pseudoelastizität	103
6.1.2.7	Rißentstehung und -ausbreitung	106
6.1.2.8	Einflüsse verschiedener Versuchsparameter	113
6.2	Zug/Druck-Versuche an unverschweißtem Material	114
6.2.1	Zug/Druck-Asymmetrie	114
6.2.1.1	Phänomenologie	114
6.2.1.2	Kristallographisches Erklärungsmodell	115
6.2.2	Zug/Druck-Ermüdung	120
6.2.2.1	Mechanismen zur Erklärung der Veränderung von mechanischen und pseudoelastischen Eigenschaften	120
6.2.2.2	Mechanisches Ermüdungsverhalten	121
6.2.2.3	Dehnungs-Wöhlerkurven	126
6.2.2.4	Mikrostrukturelle Charakterisierung	128
6.2.2.5	Entwicklung der Pseudoelastizität	131
6.2.2.6	Rißentstehung und -ausbreitung	134
6.2.2.7	Einflüsse verschiedener Versuchsparameter	138
6.3	Vergleich der Biege- und Zug/Druck-Experimente	139
6.3.1	Reale Lastverteilungen	139
6.3.2	Vergleich des thermischen Verhaltens	143
6.3.3	Vergleich der Last/Deformationskurven	145
6.3.4	Vergleich der pro Zyklus dissipierten Energie	145
6.3.5	Vergleich der Ermüdungsdaten	146

7 Anwendungen	150
7.1 Festigkeit von widerstandsgeschweißten NiTi-Verbindungen	150
7.1.1 Herstellung	150
7.1.2 Zug/Druck-Versuche an widerstandsgeschweißtem Material	151
7.1.2.1 Messungen zu den mechanischen Eigenschaften	151
7.1.2.2 Ermüdungsexperimente	152
7.1.3 Ergebnisse	152
7.1.3.1 Ermüdungsverhalten / Dehnungs-Wöhlerkurve	152
7.1.3.2 Mikrostrukturelle Untersuchung der Schweißzone	153
7.2 Lebensdauervorhersage für MIC-Mikrozangen	154
7.2.1 Herstellung	155
7.2.2 Zyklische Lastwechselversuche	157
7.2.3 Ergebnisse	159
7.2.3.1 Allgemeines Verfahren zur Lebensdauerabschätzung	159
7.2.3.2 Validierung der Lebensdauervorhersage an den MIC-Zangen	160
8 Zusammenfassung und Ausblick	163
Literaturverzeichnis	165
Anhang A: Entwicklung der Pseudoelastizität in Biegeermüdung	171
Anhang B: Rißfortschritt in Biegeermüdung	174
Anhang C: Entwicklung der Pseudoelastizität in Zug/Druck-Ermüdung	179
Anhang D: Rißfortschritt in Zug/Druck-Ermüdung	182

Abkürzungsverzeichnis

ε_{vm}	von Mises-Vergleichsdehnung
σ_{vm}	von Mises-Vergleichsspannung
N_f	Versagenslastspielzahl
$N_{f,90\%}$	Lastspielzahl, bei der 90% der Ausganglastschwingbreite unterschritten werden
$\Delta\varepsilon_t$	Gesamtdehnungsschwingbreite
$\Delta\varepsilon_{max,t}$	Maximum der Gesamtdehnungsschwingbreite in Biegeproben
R	(rhomboedrische) R-Phase
M_s	Martensit-Starttemperatur
M_f	Martensit-Finishtemperatur
A_s	Austenit-Starttemperatur
A_f	Austenit-Finishtemperatur
R_s	R-Phasen-Starttemperatur
R_f	R-Phasen-Finishtemperatur
R'_s	R-Phasen-Rückumwandlung Starttemperatur
R'_f	R-Phasen-Rückumwandlung Finishtemperatur
SIM	Spannungsinduzierter Martensit
TIM	Thermisch induzierter Martensit
DSC	Kalorimetrische Messung (Differential Scanning Calorimetry)
EDX	Energiedispersive Röntgenbeugung
REM	Rasterelektronenmikroskop
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
HV0.1	Vickershärte mit 0.1p Eindruckgewicht

1 Einleitung

Formgedächtnislegierungen (FGL) zeichnen sich durch außergewöhnliche mechanische und thermische Eigenschaften aus. Unterhalb einer kritischen Temperatur M_f sind sie plastisch verformbar, „erinnern“ sich aber nach anschließendem Erwärmen an ihre ursprüngliche Gestalt - Deformationen bis zu mehreren Prozent bilden sich dabei nahezu vollständig zurück. Oberhalb einer zweiten charakteristischen Temperatur M_s können Formgedächtnismetalle ebenfalls bis hin zu einigen Prozent Dehnung gummiartig verformt werden ohne bleibende Restdeformation nach Entlastung („Pseudoelastizität“). Diesen Phänomenen liegt eine reversible Phasenumwandlung zwischen einer Hochtemperaturphase (Austenit) und einer Tieftemperaturphase (Martensit) zugrunde. Der Übergang ist sowohl thermisch (thermisch-induzierter Martensit) als auch mechanisch (spannungs-induzierter Martensit) auslösbar und verläuft diffusionslos.

Zu den gebräuchlichsten FGL zählen unter anderem AuCd, NiTi, FePd, CuZnAl und AlNi. Trotz der frühen Entdeckung der kristallographischen Ursachen des Formgedächtniseffekts 1932 durch Ölander [Öla32] verzögerten sich Deutung und Erforschung der zugrundeliegenden Mechanismen bis in die 60er Jahre [Cha51, Lie55, Hor 56]. Das theoretische Fundament für die beobachteten Phänomene wurde bis in die 90er Jahre hinein schrittweise erarbeitet [Wan65, Bue67, Lan68, Ots71, Per75, Hor89, Miy89].

FGL werden bislang wegen ihrer vergleichsweise hohen Kosten in industriellen Anwendungen vornehmlich für Nischenlösungen eingesetzt, erobern aber seit etwa zehn Jahren zunehmend breitere Märkte. Produkte wie flexible Brillengestelle, die stark deformierbar sind, ohne zu brechen [Hal91] oder FGL-Bohrfutter, bei denen sich bereits mit kleinen Temperaturunterschieden verschlissene Bohreinsätze lösen und neue einschrumpfen lassen [Krä93], des Weiteren thermische Schalter und Temperaturwächter [Hum92], oder gar Metallbügel für Büstenhalter, die erhöhten Tragekomfort versprechen [Tau91], lassen eine wachsende Akzeptanz der Formgedächtnismetalle erwarten.

Hauptanwendungsbereich für Nickel-Titan ist wegen seiner überlegenen Biokompatibilität [Dut90] die Medizintechnik [Ben79]. Im Gegensatz zu Kupfer- oder Eisenbasis-FGL [Kub95] zeigt NiTi außerdem weitgehend duktilen Verformungsverhalten und weist mit 8% die größte pseudoelastische Verformbarkeit auf [Fun84]. Bei einer leicht nickelreichen Legierungszusammensetzung liegen die Übergangstemperaturen der martensitischen Umwandlung knapp oberhalb von Raumtemperatur. Diese Eigenschaften sind von besonderem Interesse für chirurgische Wirbelsäulenimplantate [Bau78], minimal invasive Operationswerkzeuge und Endoskope, Blutgefäßstützen (Stents) und eine Vielzahl kieferorthopädischer Applikationen [Sac89, Sti89, Stö93]. Bei diesen Anwendungen wird auf eine thermische Belastung des Materials weitgehend verzichtet. Stattdessen überwiegen mehrachsige mechanische Beanspruchungen. Ein Großteil dieser Verformungen läßt sich auf Zug/Druck- und Biegedeformationen zurückführen. Außerdem ist für die meisten Anwendungen eine zyklische Beanspruchung vorgesehen, so daß das Ermüdungsverhalten eine entscheidende Rolle spielt.

Den Ermüdungseigenschaften von NiTi wurden bereits mehrere Studien gewidmet [Fun84, Due90]. Ein Großteil befaßt sich jedoch mit dem Formgedächtniseffekt selbst, also mit zyklischen thermischen Lasten, teilweise unter Dehnungsbehinderung oder zusätzlicher mechanischer Konstantlast [Tob92, Sek82, Mul94]. Weitere Arbeiten beleuchten das Verhalten von NiTi nur unter zyklischer mechanischer Zugschwell-Beanspruchung [Str95, Fur88, Miy89], einige Autoren befassen sich mit reversierenden Zug/Druck-Experimenten, jedoch ohne begleitende mikrostrukturelle Untersuchungen [Nic81, Mel79, Mel80] oder Parameterstudien zum Einfluß von Dehnrates und Probengeometrie. Publikationen zum Ermüdungsverhalten unter zyklisch reversierender Biegebelastung existieren nach Kenntnisstand des Autors nicht.

Die Herstellung NiTi-basierter Applikationen stellt unter anderem hohe Anforderungen an die Aufbau- und Verbindungstechnik, da NiTi nicht ohne Schutzgasatmosphäre löt- oder schweißbar ist. Wegen der Ausbildung spröder Ausscheidungsphasen an Luft [Bas74, Bey86] sind nur Verfahren geeignet, die eine Schmelze weitgehend vermeiden oder diese vollständig aus der Schweißnaht austreiben. Neben Laser-, Diffusions-, Reib- und Ultraschallschweißen erweist sich das Widerstands-Stoßschweißen als geeignete Technologie [Schü94, Hin88, Shi91, Bey89]. Dennoch gibt es nach Kenntnis des Autors bislang keine Studie über das Ermüdungsverhalten widerstandsgeschweißter NiTi-Verbindungen.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die systematische Untersuchung der Ermüdungseigenschaften einer kommerziell häufig verwendeten NiTi-FGL unter Biegewechsel- und Zug/Druck-Belastungen, wobei die auftretenden mechanischen Phänomene mit mikrostrukturellen Aspekten korreliert und für beide Beanspruchungsarten miteinander verglichen werden sollen. Für die Biegeermüdung wurde ein Meßstand nach einem neuartigen Konzept der querkraftfreien Biegung entworfen und aufgebaut. Die Entwicklung von mechanischen und Formgedächtniseigenschaften während der Ermüdung wird unter Variation verschiedener Lastparameter (Dehnschwingbreite, Dehnrage, Dehnungsverhältnis R) verfolgt und quantifiziert. Dazu gehört auch die Untersuchung von Geometrie- und Skalierungseinflüssen für Probendicken zwischen $70\mu\text{m}$ und 3mm . Mechanische Eigenschaften und Ermüdungsverhalten von widerstandsgeschweißtem Material werden mit den entsprechenden Daten für unverschweißtes NiTi verglichen. Die Ergebnisse münden in eine phänomenologische Lebensdauervorhersage, die anhand eines anwendungsnahen Beispiels, der zyklischen Belastung einer Mikrozange für die minimal invasive Chirurgie, auf ihre Gültigkeit geprüft wird.

2 Formgedächtnislegierungen

2.1 Einführung

2.1.1 Umwandlungsverhalten

FGL liegen temperatur- oder lastabhängig in (mindestens) zwei unterschiedlichen Phasen vor. Analog zu den Stählen wird die Hochtemperaturphase mit Austenit, die Tieftemperaturphase mit Martensit bezeichnet, ebenso gibt es zwischen diesen Phasen eine der Kurdjumov-Sachs-Relation [Kur50] äquivalente strenge Orientierungsbeziehung. Die martensitische Phasenumwandlung ist ein Übergang erster Ordnung und verläuft im wesentlichen als diffusionsloser, gitter-invarianter, kollektiver Scherprozeß [Lie55, Ots71₂]. Dabei wird je nach Legierungstyp eine große latente Wärme von 5-40J/g frei. Die Grenzflächen zwischen Austenit und Martensit bleiben während der Umwandlung unbeeinflusst und werden als Habitusebenen bezeichnet. Abhängig von der Ursache der Umwandlung spricht man von thermisch induziertem oder spannungsinduziertem Martensit (TIM und SIM). Während bei der lastfreien TIM-Bildung nur kleine makroskopische Formänderungen zu beobachten sind, werden bei der SIM-Umwandlung große Verformungen sichtbar [Miy84, Miy89₁]. Anders als bei Stählen ist die martensitische Transformation bei FGL nahezu vollständig reversibel ohne bleibende Änderungen in der atomaren Gitteranordnung. Umwandlungsdeformationen erholen sich nach der Rücktransformation zu Austenit. Man spricht dabei vom Formgedächtniseffekt.

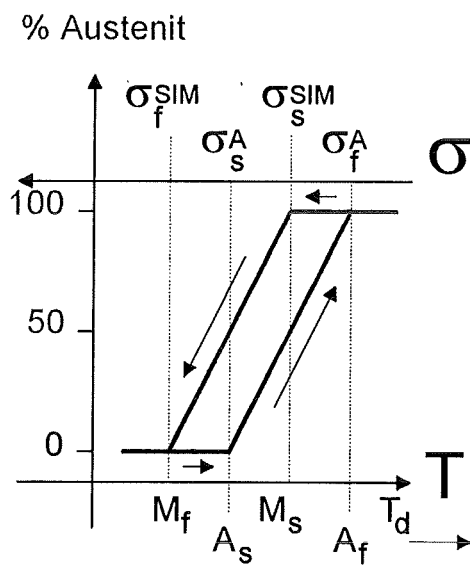
Bild 1 gibt Einzelheiten der TIM- und SIM-Transformationen wieder. Auf der Ordinate ist der Volumenanteil Austenit aufgetragen, die gegenläufigen Abszissen geben einwirkende mechanische Spannungen σ für den Fall der SIM-Umwandlung und Temperaturen T für die TIM-Transformation an. Bei der TIM-Umwandlung gibt es fünf charakteristische Temperaturen M_s , M_f , A_s , A_f und T_d . M_s und M_f bezeichnen Start bzw. Ende der Martensitbildung, A_s und A_f entsprechend Start und Ende der Austenitumwandlung. T_d gibt die Grenztemperatur an, oberhalb derer kein SIM gebildet werden kann, weil dort die dazu benötigte Energie bereits die Einsatzschwelle für Gleitprozesse übersteigt, so daß plastische Deformation bevorzugt abläuft. Ausgehend von einer voll austenitischen FGL läßt sich nun die TIM-Umwandlung an der Hysteresisschleife in Abbildung 1a) entlang der Pfeilrichtungen verfolgen: Bei einer Unterschreitung der Temperatur M_s setzt die Transformation in Martensit ein und erstreckt sich für reale Werkstoffe mit inneren Defekten, Korngrenzen und endlicher Wärmeleitung über ein Temperaturintervall, das bis M_f reicht. Versetzungen und innere Grenzflächen behindern dabei die Ausbreitung der Umwandlungsfront durch das gesamte Volumen, eine endliche Wärmeleitung begrenzt die Abfuhr von während der exothermen Martensitbildung entstandener Umwandlungswärme, so daß eine ständig steigende Unterkühlung für weitere Umwandlung benötigt wird. Der kollektive Scherprozeß des Phasenübergangs kann in Abhängigkeit vom speziellen kristallographischen Gittersystem auf mehreren verschiedenen Schersystemen (Scherebenen und -richtungen) ablaufen, so daß sich unterschiedliche Varianten thermischen Martensits gleichberechtigt bilden können. Um die Verzerrungsenergie einer makroskopischen Formänderung möglichst klein zu halten, ordnen sich jeweils mehrere Varianten zu sogenannten selbstakkommodierten Gruppen an. Man spricht auch von selbstakkommodierender Variantenkoaleszenz. Dabei grenzen die einzelnen Variantentypen über Zwillings Ebenen aneinander, die mit sehr geringer Energie aufgebaut und gegeneinander verschoben werden können. Belastet man eine voll martensitische FGL, können durch den Prozeß des Entzwillings große Deformationen ohne Änderung der Gitterordnung realisiert werden. Das Reliefbild rechts unten in Abbildung 1a) zeigt die typische Morphologie selbstakkommodierter Gruppen für das Beispiel einer polykristallinen CuZnAl-FGL. Eine Anordnung der Martensitvarianten zu einer Dreiecksmorphologie ist deutlich zu erkennen.

Analog zu der TIM-Bildung gibt es im Falle des SIM charakteristische Spannungen σ_s^{SIM} , σ_f^{SIM} , σ_s^A und σ_f^A , welche die Grenzlasten für Beginn und Ende der spannungsinduzierten Umwandlung in Martensit bzw. der Rücktransformation zu Austenit angeben. Im Gegensatz zur TIM-

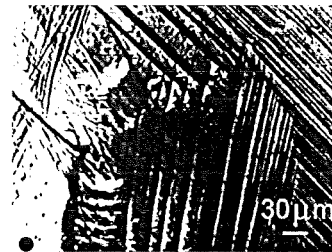
Bildung werden bei der SIM-Entstehung große makroskopische Deformationen beobachtet, die dadurch entstehen, daß selektiv nur SIM-Varianten wachsen, welche eine zur äußeren Spannung am günstigsten orientierte Scherkomponente und damit verbunden die größte Umwandlungsdehnung entlang der Last besitzen [Sab80, Owe86]. Auf die beanspruchungsabhängige Selektion einzelner Varianten wird in Kap. 6.2.1 näher eingegangen. Das Reliefbild rechts oben in Abbildung 1a) zeigt die typische Oberflächenmorphologie von SIM an derselben Stelle wie im unteren Teilbild. Im Gegensatz zu TIM gibt es keine symmetrisch angeordneten Variantengruppen mehr. Stattdessen erkennt man klar eine einzige bevorzugte Variantenrichtung pro Korn.

Als Vergleichsbild ist der austenitische Zustand bei einer Temperatur oberhalb von A_f in Bild 1b) dargestellt. Das Relief ist im Vergleich zu Teilbild a) weitgehend strukturlos, abgesehen von erkennbaren Korngrenzen.

a) Martensit



spannungsinduzierter Martensit



thermisch induzierter Martensit

b) Austenit

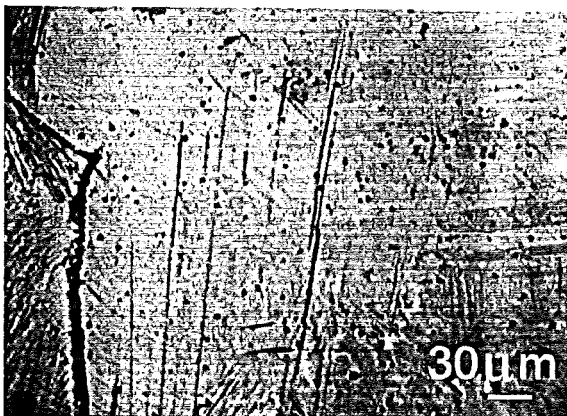


Bild 1 a) Thermische und spannungsinduzierte martensitische Transformation mit Schlibfbildern, b) austenitisches Gefüge

2.1.2 Thermodynamische Beschreibung der martensitischen Umwandlung

Der Grund für die temperatur- und spannungsabhängige Natur der martensitischen Umwandlung sei anhand einer (stark vereinfachten) thermodynamischen Betrachtung dargestellt:

Die charakteristische Größe zur Beschreibung des thermodynamischen Zustands eines Festkörpers unter adiabatischen Bedingungen ist dessen freie Enthalpie:

$$(1) \quad G = U + W - TS$$

(U: innere Energie, W: äußere Arbeit, T: absolute Temperatur, S: Entropie). Die innere Energie U beinhaltet den Bindungscharakter der kristallographischen Struktur einer betrachteten Phase, W berücksichtigt angelegte Kräfte einschließlich hydrostatischer Spannungen, S gibt ein Maß für die Ordnung der Gitterstruktur an. Das thermodynamische Gleichgewicht wird nach den Hauptsätzen der Thermodynamik am Minimum von G angenommen. Für den lastfreien, volumenkonstanten Zustand ($W=0$) ergeben sich folgende Tendenzen: Austenit besitzt eine symmetrischere Gitterstruktur (häufig kubisch-raumzentriert oder -flächenzentriert) gegenüber dem Martensit, welcher in monoklinen, tetragonalen oder rhomboedrischen Gittertypen vorliegt. Daher können im Austenit mehr phononische (Vibrations-) Freiheitsgrade angeregt werden als im Martensit, woraus sich eine stärkere Delokalisierung der Gitteratome und damit eine größere Entropie ergeben. Damit entsteht für hohe Temperaturen ein starker Beitrag des Entropieterms TS in der freien Enthalpie für den Austenit. G_{Austenit} ist kleiner als $G_{\text{Martensit}}$, im thermodynamischen Gleichgewicht existiert folglich die austenitische Phase. Für niedrigere Temperaturen wird der Entropieterm abgeschwächt; stattdessen gewinnt die innere Energie an Bedeutung, die für den Martensit aufgrund der im Mittel kürzeren Gitterabstände zu nächst benachbarten Atomen niedrigere Werte annimmt. Unterhalb einer kritischen Umwandlungstemperatur T_0 ist damit Martensit die thermodynamisch stabilere Phase. T_0 ist nicht identisch mit M_s , da die Martensitumwandlung Keimbildungs- sowie Wachstumsprozesse einschließt, in denen neue Grenzflächen gebildet werden müssen, wofür zusätzliche Energie benötigt wird. Daher ist eine gewisse Unterkühlung unter die Gleichgewichtstemperatur T_0 erforderlich, um die Martensitumwandlung in realen Materialien in Gang zu setzen. Der Verlauf der freien Enthalpien für Martensit und Austenit ist in Bild 2 schematisch angedeutet.

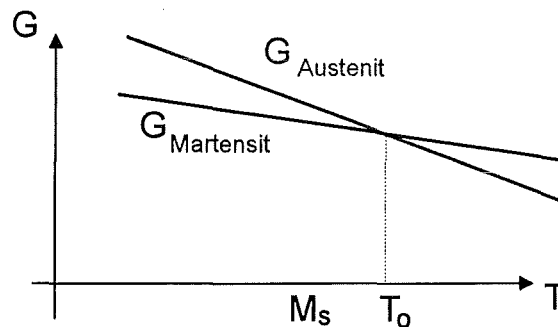


Bild 2 Verlauf der freien Enthalpien für Martensit und Austenit

Für eine zusätzlich angenommene äußere Zugspannung ist die freie Enthalpie als Fläche über den Koordinaten T und σ aufzutragen und nimmt dabei einen Verlauf, welcher der Clausius-Clapeyron-Gleichung genügt [Fun84]:

$$(2) \quad \frac{d\sigma_s^{\text{SIM}}}{dT} = -\frac{\Delta H}{T_0 \Delta \varepsilon}$$

(ΔH : latente Wärme der exothermen Phasenumwandlung (negativ!), $\Delta \varepsilon$: Dehnungsänderung während der Umwandlung, T_0 : Gleichgewichts-Umwandlungstemperatur ohne angelegte mechanische Last).

Für die meisten Formgedächtnislegierungen nehmen alle Größen auf der rechten Seite der Gleichung über weite Temperaturbereiche einen konstanten positiven Wert an, der für NiTi bei etwa 7MPa/K liegt. Die Clausius-Clapeyron-Gleichung gibt in diesem Fall an, daß die zur SIM-Umwandlung benötigte Einsatzspannung σ_s^{SIM} bei einer Erhöhung der Versuchstemperatur (und damit dem Abstand zur Umwandlungstemperatur) um 1K um 7MPa ansteigt.

2.1.3 Temperaturabhängiger Deformationsmodus

Aus den dargestellten Abhängigkeiten der Martensitumwandlung von thermodynamischen Zustandsgrößen ergeben sich Konsequenzen für das Deformationsverhalten der FGL. Bild 3 veranschaulicht die wesentlichen Zusammenhänge in Abhängigkeit von der gewählten Versuchstemperatur am Beispiel der Belastung einer Zugprobe. Typische Werte für erreichbare Dehnungen bei NiTi sind entlang den Abszissen angegeben. Rechts ist jeweils symbolisch ein zweidimensionaler Gitterausschnitt mit dem vorherrschenden Deformationsmodus dargestellt.

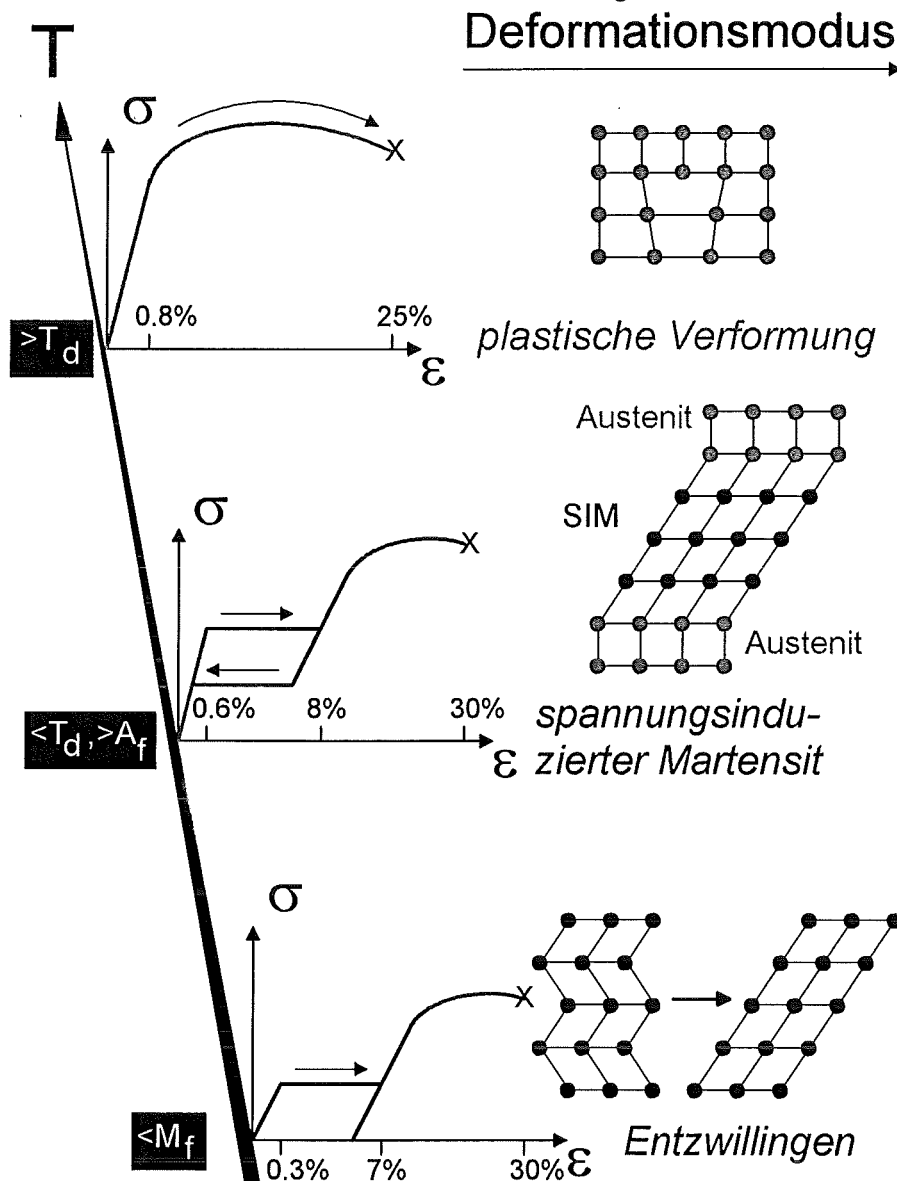


Bild 3 Temperaturabhängiges Deformationsverhalten einer FGL

Für $T > T_d$ kann kein spannungsinduzierter Martensit gebildet werden, da der Abstand zur Temperatur des Umwandlungsbeginns M_s so groß ist, daß gemäß der Clausius-Clapeyron-Gleichung Umwandlungsspannungen benötigt würden, welche bereits die Fließspannung des Austenits übersteigen. Daher überwiegt konventionelle plastische Verformung mit Gleitprozessen.

Für $T < T_d$, aber $T > A_f$ kann SIM entstehen, der über unverzerrte Habitusebenen an Austenitgrenzflächen anschließt. Dabei werden große, reversible Umwandlungsdehnungen bereitgestellt. Erst nach Umwandlung des gesamten Probenvolumens in SIM wird bei weiterer Dehnung Martensit zunächst elastisch und anschließend plastisch beansprucht bis zum Bruch. Entlastet man vor dieser irreversiblen Stufe, wandelt das Volumen auf einem niedrigeren Spannungsniveau wieder vollständig in Austenit zurück. Dieser Deformationsmodus wird als pseudoelastische Verformung bezeichnet.

Für $T < M_f$ schließlich ist die Probe bereits im lastfreien Ausgangszustand voll martensitisch. Die gleichberechtigt ausgebildeten Martensitvarianten sind zu selbstakkommodierten Zwillingen-Clustern zusammengewachsen. Durch eine angelegte Spannung können die Zwillingsgrenzflächen leicht gegeneinander verschoben werden, wodurch Entzwillingen einsetzt. Dabei wachsen durch die äußere Last begünstigte Varianten bevorzugt. So wird eine Verformung realisiert, die ähnlich große Werte wie unter pseudoelastischer Deformation annehmen kann, die jedoch nach Entlastung bis auf elastische Anteile erhalten bleibt. Wiederum kann der Martensit nach dem vollständigen Entzwillingen auch elastisch und schließlich plastisch verformt werden bis zum Bruch.

2.2 Formgedächtniseffekte

2.2.1 Einwegeffekt

Der Einwegeffekt ist anhand von Bild 4 im σ - ϵ - T -Zustandsraum (Spannung, Dehnung, Temperatur) dargestellt. Die Marken 1 bis 4 geben den Verlauf eines Einweg-Zyklus vor, rechts ist jeweils ein exemplarischer Biegebalken angedeutet. Ausgehend vom austenitischen, lastfreien Zustand 1 bei einer Temperatur $T > A_f$ wird der Biegebalken unter M_f abgekühlt (Zustand 2) und wandelt dabei zwischen M_s und M_f vollständig in Martensit um, wobei thermische, verzwilligte Martensitvarianten gebildet werden [Miy89₃]. Dieser Martensit wird nun durch äußere Kräfte deformiert, wobei die Grenzspannung σ_M zur Bewegung der Zwillingsgrenzflächen überschritten werden muß, da sonst nur konventionelle elastische Verformung die Folge ist. Die Martensitvarianten entzwilligen, um eine möglichst große, der angelegten Spannung entsprechende makroskopische Dehnung bereitzustellen [Miy89₄]. Die Verformung darf nicht den pseudoelastischen Bereich einiger Prozent überschreiten, da sonst plastische und damit irreversible Verformung des Martensits die Folge wären. Nach Entlastung in Zustand 3 bleibt die martensitische Phase zunächst erhalten und damit auch der pseudoelastische Anteil der Gesamtverformung (gekrümmter Biegebalken). Erst nach anschließender Erwärmung über die Temperatur A_f wandelt das Material wieder vollständig in die austenitische Phase zurück. Da die martensitische Transformation ein diffusionsloser Prozeß ist, können dabei - zumindest theoretisch - alle Atome wieder an ihre ursprünglichen Gitterplätze zurückkehren. Die eingebrachte Verformung wird somit vollständig zurückgebildet (Zustand 4: Dehnung $\epsilon=0$), der gekrümmte Biegebalken richtet sich entsprechend nach der Rückumwandlung in Austenit wieder geradlinig aus. Die obige Darstellung beschreibt den Einwegeffekt ohne Behinderung der Rückverformung, den sogenannten „freien“ Einwegeffekt. Im „dehnungsbehinderten“ Einwegeffekt wird die Ausdehnung des Materials im Zustand 4 durch einen Anschlag blockiert, wodurch sich ein Kraftschluß mit Spannungen bis zu mehreren hundert MPa einstellt [Mad88, Lin95].

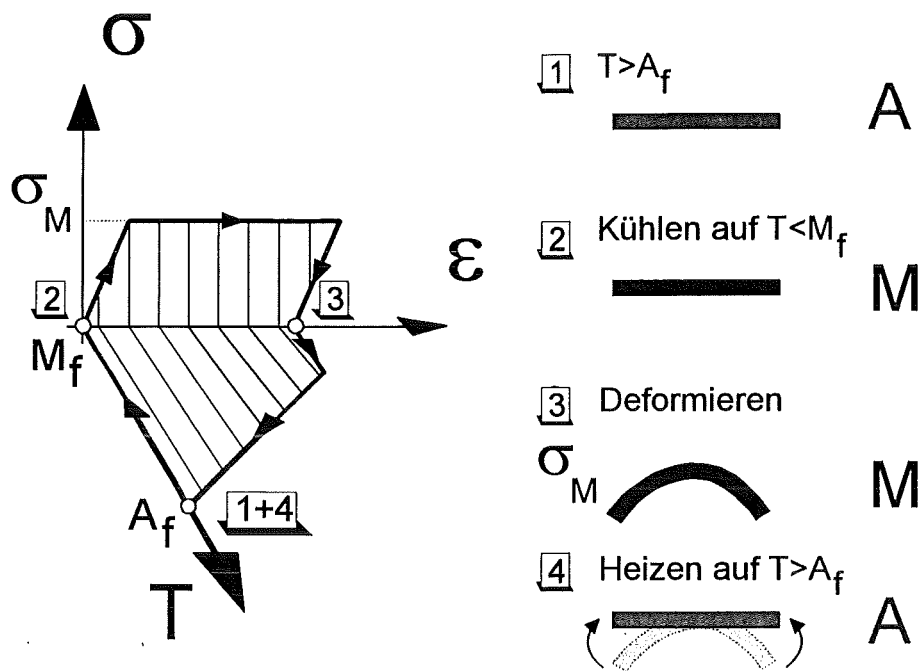


Bild 4 Schritte 1-4 des Einwegeffekts, rechts an einem Biegebalken angedeutet

2.2.2 Zweiwegeffekt

Beim Zweiwegeffekt geht der eigentlichen Belastung eine thermomechanische Vorbehandlung der FGL voraus [Air95]. Dazu bieten sich verschiedene Verfahren an [Gue89, Esc92], von denen nur das gebräuchlichste näher betrachtet werden soll. Dabei wird eine zu konditionierende Probe in dehnungsbehindertem Zustand thermisch ausgelagert. Wie rechts in Bild 5 am Beispiel eines Biegebalkens angedeutet, wird dieser in gekrümmter Form fixiert und dann einer Anlaßglühung unterzogen. Dabei entstehen kohärente, linsenförmige Ausscheidungen, die abhängig vom lokalen Lastzustand des Materials in unterschiedlichen Orientierungen wachsen [Kai88]. Entlang dieser Ausscheidungen bildet sich ein örtliches Spannungsfeld σ_{int} aus, das der lokalen Verformungslast entgegenwirkt. Die von der lokalen Beanspruchung (Zug/Druck) abhängige Orientierungsverteilung der Ausscheidungen in einem gebogenen Balken sowie das umgebende Spannungsfeld mit Isostatennlinien sind in Bild 6 veranschaulicht. Damit wird das ausgelagerte Material im austenitischen, gebogenen Zustand nahezu spannungsfrei, die eingebrachte Verformung bleibt auch nach Entfernen der Dehnungsbehinderung erhalten (Bild 5, Zustand 0: gebogener Biegebalken). Während des anschließenden Abkühlens wandelt das Material zwischen M_s und M_f in die weichere, leichter verformbare martensitische Phase um. Der Martensit kann den lokalen Ausscheidungs-Spannungen, die der vorher eintrainierten Verformung entgegengerichtet sind, nicht mehr in gleicher Weise das Gleichgewicht halten wie der Austenit. Daher überwiegen diese Spannungen und deformieren den exemplarischen Biegebalken makroskopisch entgegengesetzt zur Trainingsverformung (Zustand 1). Nach anschließendem Aufheizen bildet sich zwischen A_s und A_f wiederum Austenit, der durch das Kräftegleichgewicht die Verformung erneut umkehrt und den Ausgangszustand erreicht (Zustand 2). Im Gegensatz zum Einwegeffekt kann somit durch reine Kühl-/Heizzyklen eine Schaltfunktion erzielt werden, die sich bei mehrfachem Durchlaufen unverändert wiederholen läßt. Analog zum Einwegeffekt unterscheidet man zwischen dem oben geschilderten „freien“ und einem „dehnungsbehinderten“ Zweiwegeffekt [Hori92]. Im dehnungsbehinderten Zweiwegeffekt arbeitet die temperaturgesteuerte Verformung gegen äußere Kräfte und kann somit mechanische Arbeit verrichten, was in zahlreichen Aktoren und Stellelementen ausgenutzt wird.

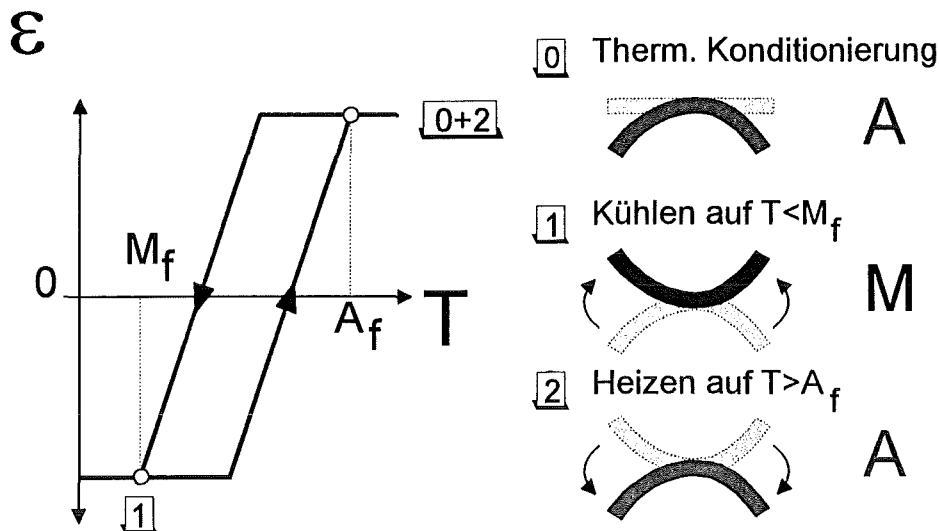


Bild 5 Schritte 0-2 des Zweiwegeeffekts, rechts an einem Biegebalken veranschaulicht

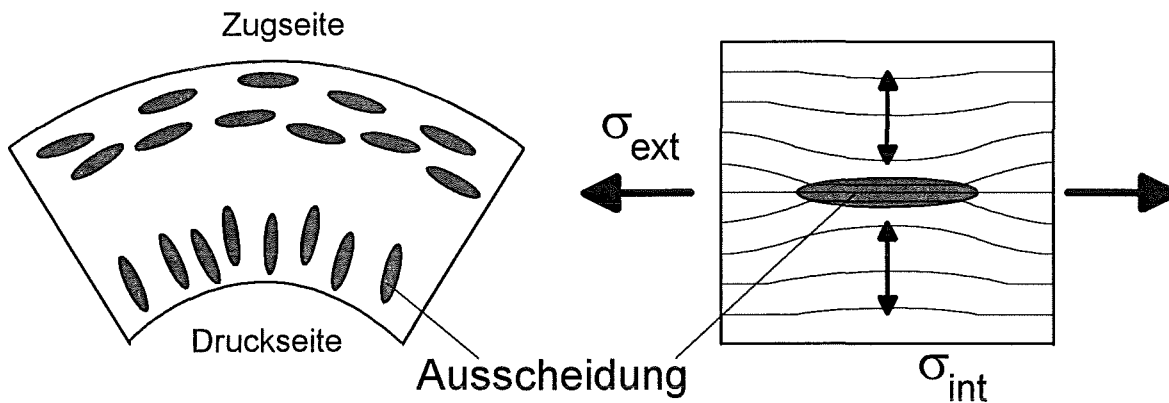


Bild 6 Gerichtete Ausscheidungsbildung mit lokalem Spannungsfeld

2.2.3 Pseudoelastizität

Mit Pseudoelastizität wird die Fähigkeit einer FGL bezeichnet, sich in einem bestimmten Temperaturintervall bei isothermer mechanischer Belastung gummiartig zu verhalten (Bild 7). Ein im austenitischen Zustand 1 lastfreier Biegebalken wird im Zustand 2 verformt, wobei für die Entstehung spannungsinduzierten Martensits eine Grenzspannung σ_s^{SIM} überschritten werden muß, die sich bis hin zu großen Dehnungen (bis 8% für NiTi) nicht mehr merklich erhöht. Im Zustand 3 ist der gesamte Balken in spannungsinduzierten Martensit umgewandelt, weitere Dehnung würde zu einer elastischen und schließlich plastischen, irreversiblen Verformung des Materials führen und sollte daher vermieden werden. Nach anschließender Entlastung bildet sich unterhalb einer weiteren Grenzspannung σ_s^A die austenitische Phase zurück unter zunehmender Rückverformung (Zustand 4). Wegen der diffusionslosen Natur des Übergangs bleiben auch hier die Atompositionen erhalten, und der Biegebalken kehrt nach vollständiger Entlastung wieder in den undeformierten Ausgangszustand zurück (Zustand 5). Die Besonderheit dieses Effekts liegt in der Tatsache, daß sich der Übergang in spannungsinduzierten Martensit und dessen Rückumwandlung über einen weiten Dehnbereich erstrecken ohne nennenswerte Änderung der Spannung („Plateauverlauf“). Diese Eigenschaft läßt sich für Applikationen einsetzen, wo größere Wege mit konstanter Kraft gestellt werden müssen (s. Kap. 2.5).

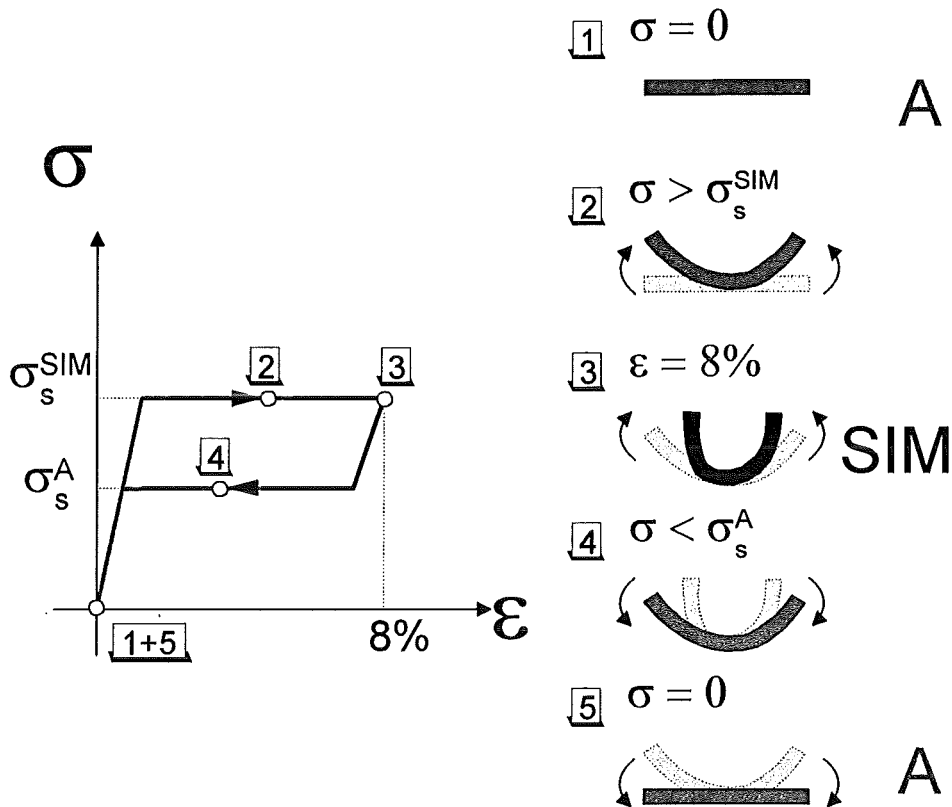


Bild 7 Pseudoelastisches Deformationsverhalten (1-5), rechts ein exemplarischer Biegebalken

2.3 Nickel-Titan-Formgedächtnislegierungen

Der Formgedächtniseffekt an Nickel-Titan wurde in den 60er Jahren entdeckt und unter anderem an den Naval Ordnance Laboratories (USA) für Unterwasserapplikationen wie selbstentfaltende Parabolantennen benutzt [Bue67]. Von dieser Herkunft leitet sich auch der Name NITINOL ab. NiTi besitzt im austenitischen Zustand eine B2-Gitterstruktur (CsCl, raumzentriert) mit der Gitterkonstanten $a=0.3015\text{nm}$, die Martensitstruktur ist monoklin ($2H$, $B19'$) mit Gitterabständen: $a=0.4120\text{nm}$, $b=0.2889\text{nm}$, $c=0.4622\text{nm}$ und $\alpha=96,8^\circ$ [Mic81, Ots71₃]. Das Volumen von martensitischer und austenitischer Einheitszelle ist gleich, so daß die Umwandlung ohne Volumensprung abläuft. Zwischen Austenit und Martensit gibt es Orientierungsbeziehungen vom Typ:

$$(3) \quad (001)_m // (011)_{B2}, [\bar{1}10]_m // [\bar{1}\bar{1}1]_{B2} \text{ [Ots71}_3\text{].}$$

Die gesamte martensitische Phasenumwandlung ist anhand von Bild 8 in drei Schritten veranschaulicht. Teilbild a) zeigt vier Elementarzellen des Austenitgitters, in welche die Orientierung einer speziellen Martensit-Einheitszelle gemäß Beziehung 3 eingezeichnet ist. Bild 8b) deutet zusätzliche (stark übertriebene) Gitterverzerrungen an: Ausdehnung entlang einer $\langle 110 \rangle_{B2}$ -Achse, Stauchung entlang der anderen beiden Gittervektoren. In Teilbild c) schließt sich eine Scherung einer $\{110\}_{B2}$ -Ebene in eine $\langle 100 \rangle_{B2}$ -Richtung an und erzeugt so die monokline Martensitstruktur.

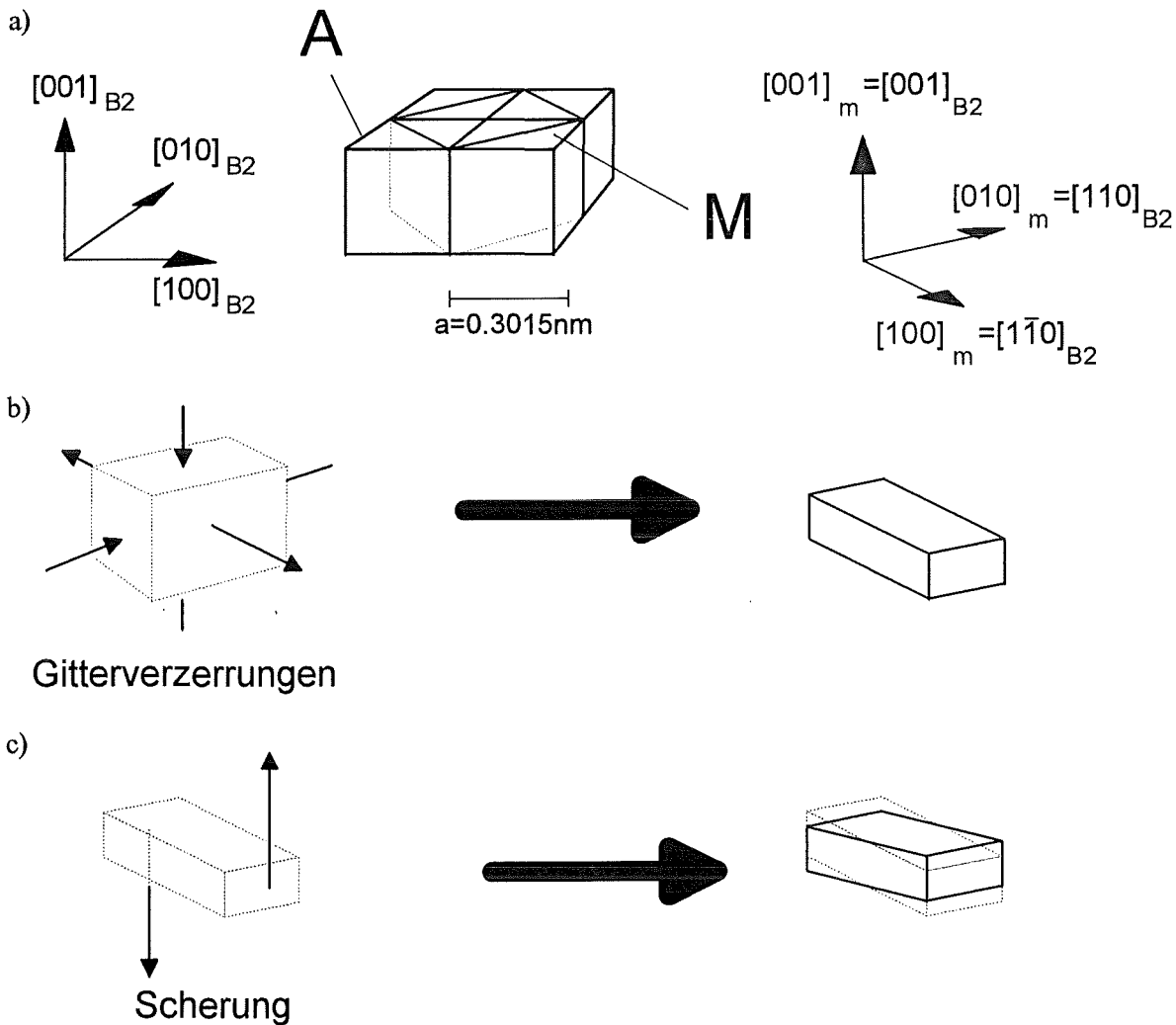


Bild 8 Teilschritte der martensitischen Transformation

Nach Beziehung 3 ergeben sich insgesamt 12 kristallographisch unterschiedliche Orientierungsvarianten, welche jeweils mit Scherungen in zwei entgegengesetzten Richtungen zu einer Gesamtzahl von 24 möglichen Martensitvarianten kombiniert werden können [Miy89₁]. Diese können über Zwillingsgrenzen aneinander anschließen und bilden im thermisch induzierten Martensit dreieckförmige, selbstakkomodierte Cluster [Miy89₃]. Äußere mechanische Spannungen entzwillingen die Variantencluster mit geringem Energieaufwand, wobei durch Variantenkoaleszenz zu einer einzigen, begünstigten Variante eine makroskopische Dehnung von mehreren Prozent erreicht werden kann.

Je nach thermomechanischer Vorbehandlung läßt sich beim Abkühlen des Austenits eine eigenständige, metastabile Zwischenphase, die sogenannte R-Phase, beobachten [Lin81]. Sie ist eine rhomboedrische Verzerrung der kubischen Struktur entlang einer der vier $\langle 111 \rangle$ -Richtungen. Dabei wird der 90° -Winkel des kubischen Systems abhängig von der Unterkühlung um bis zu 0.7° reduziert [Due90], bevor die martensitische Transformation einsetzt. Die Formänderungsarbeit in der R-Phasenumwandlung ist sehr gering im Vergleich zur martensitischen Transformation, so daß sich im R-Phasenübergang eine enge Temperaturhysterese von nur wenigen Grad zeigt und dieser daher für geregelte Stellfunktionen geeignet scheint. Andererseits ist die Umwandlungsdehnung bei der R-Phasenbildung mit 0.5-1% wesentlich geringer als für den Martensit [Lin81]. Die Verzerrung entlang einer $\langle 111 \rangle$ -Richtung bewirkt, daß die im Austenit durch jeweils 3 Würfelächendiagonalen gebildeten Ebenen $1/3 \langle 111 \rangle$ und $2/3 \langle 111 \rangle$ nicht mehr äquivalent sind. Daher werden die Periodizitäten einer $\langle 111 \rangle$ -Ebenenschar und aller $\{110\}$ -Ebenen in der R-Phase gegenüber dem Austenit verdreifacht.

Diese Vergrößerung der Gitterkonstanten spiegelt sich im reziproken Gitter bei Elektronenbeugungsbildern in $1/3$ -Reflexen entlang der genannten Richtungen wider [Wu89]. In einigen Arbeiten wird noch die Bildung einer inkommensurablen Vorstufe der R-Phase als eigener Umwandlungsprozeß definiert [Sha90].

Die Übergangstemperaturen für martensitische und R-Phasenumwandlung hängen sehr empfindlich von der Legierungszusammensetzung ab. Nahe am stöchiometrischen Verhältnis 1:1 (Ni=50at.%, Ti=50at.%) bewirkt eine Anreicherung von Nickel um nur 1at.% eine Verschiebung der Umwandlungstemperaturen um -100K [Yu92]. Da sich abhängig von Kaltverformung und Anlaßglühungen Ausscheidungsphasen bilden können (s.u.), welche die Stöchiometrie der Matrix verändern, ist das Umwandlungsverhalten von NiTi sehr stark abhängig von der thermomechanischen Vorgeschichte des Materials. Ebenso können die Umwandlungstemperaturen durch Zulegieren von Fremdelementen entscheidend beeinflusst werden. Die Substitution von Ni durch Pd, Pt oder Au oder Ersetzung des Ti durch Hf oder Zr erhöht die Umwandlungspunkte, während Fe, Co, Cr oder V absenkend wirken [Bey95, Stö93]. Nb-Zusätze verbreitern die Hysterese [Cai94], Cu stabilisiert die Umwandlungstemperaturen bis zu einem gewissen Grad gegen Schwankungen in der Stöchiometrie [Cha92, Str95]. Eine pseudoelastische Legierung besitzt Umwandlungstemperaturen knapp unterhalb der Raumtemperatur und liegt daher austenitisch vor.

Das Phasendiagramm von NiTi ist in Bild 9 dargestellt:

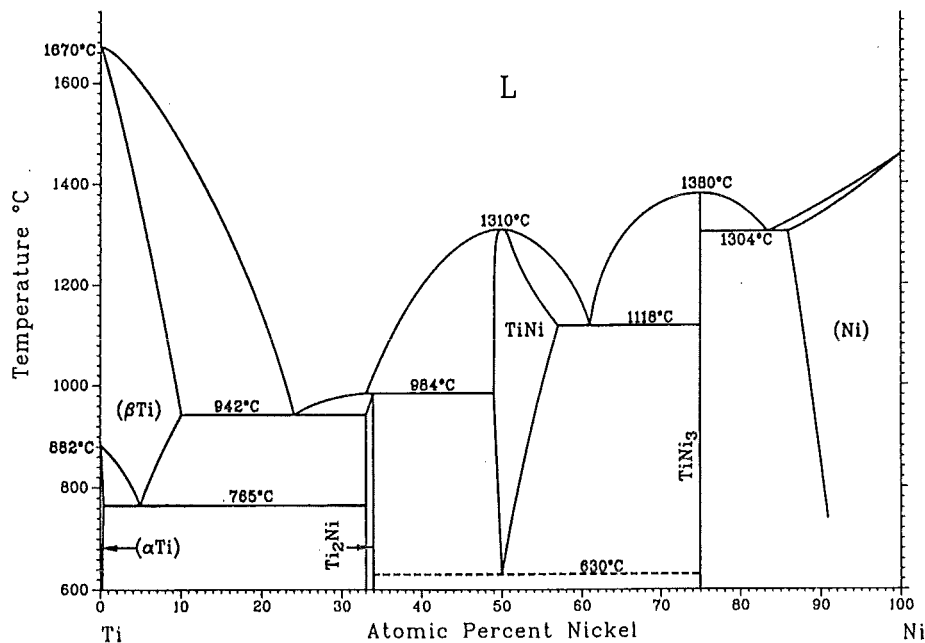


Bild 9 Gleichgewichts-Phasendiagramm von NiTi [Mas90]

Der mit abnehmender Temperatur schmaler werdende Existenzbereich der Phase NiTi läßt beim Abkühlen einer Schmelze das Ausscheiden von Ti₂Ni auf der titanreichen bzw. Ni₃Ti auf der nickelreichen Seite erwarten. Der Schmelzpunkt der Ti₂Ni-Phase liegt bei 984°C, für Ni₃Ti bei 1118°C. Ti₂Ni hat eine kubisch Gitterstruktur und läßt sich mit einer Elementarzelle aus 96 Atomen und einem Gitterparameter von 1.132nm [Nis86] beschreiben. Ti₂Ni scheidet inkohärent zur NiTi-Matrix aus. Ni₃Ti liegt in hexagonal dichtester Kugelpackung mit den Gitterparametern $a=0.510\text{nm}$ und $c=0.831$ vor und besitzt folgende Orientierungsbeziehung zur austenitischen B2-Struktur [Nis87]:

$$(4) \quad (0001)_{\text{Ni}_3\text{Ti}} // \{110\}_{\text{B}_2}, [10\bar{1}0]_{\text{Ni}_3\text{Ti}} // [111]_{\text{B}_2}$$

Außer diesen Gleichgewichtsphasen scheiden auf der nickelreichen Seite noch zwei metastabile Phasen aus: Ni_4Ti_3 , auch bezeichnet als X-Phase, und Ni_3Ti_2 . Die X-Phase ist rhomboedrisch mit Gitterkonstanten $a=0.661\text{nm}$ und $\alpha=113.65^\circ$ und besitzt Orientierungsbeziehungen vom Typ

$$(5) \quad (100)_X // \{142\}_{B2}, (1\bar{1}0)_X // (\bar{3}21)_{B2} \text{ oder} \\ [001]_X // \langle 0\bar{1}2 \rangle_{B2}, [111]_X // [111]_{B2}$$

mit einer (111)-Habitusebene zur Matrix [Nis87]. Ni_3Ti_2 ist monoklin mit $a=0.414\text{nm}$, $b=0.828\text{nm}$, $c=1.352\text{nm}$ und $\gamma=89.3^\circ$ mit der Orientierungsbeziehung:

$$(6) \quad (100)_{\text{Ni}_3\text{Ti}_2} // \{100\}_{B2}, [001]_{\text{Ni}_3\text{Ti}_2} // \langle 001 \rangle_{B2} \text{ oder} \\ (001)_{\text{Ni}_3\text{Ti}_2} // \{100\}_{B2}, [210]_{\text{Ni}_3\text{Ti}_2} // \langle 001 \rangle_{B2} .$$

Die Existenzbereiche der nickelreichen Phasen sind im Zeit-Temperatur-Ausscheidungsschaubild 10 dargestellt.

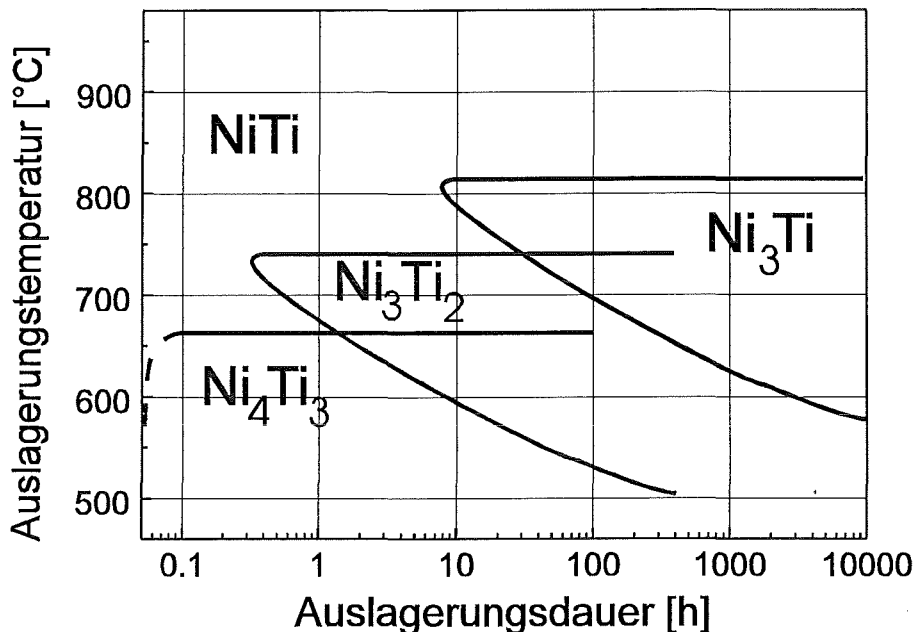


Bild 10 Zeit-Temperatur-Ausscheidungsschaubild für nickelreiche Phasen in NiTi (nach [Nis86])

Bereits bei Temperaturen unter 500°C und Glühzeiten von wenigen Minuten scheidet die X-Phase aus. Für längere Zeiten oder höhere Temperaturen folgen Ni_3Ti_2 und schließlich die Gleichgewichtsphase TiNi_3 . Die Lage der Phasengebiete ist jedoch stark abhängig von der Kaltverformung des Materials, wobei stärkere Kaltverformung die Ausscheidungsgeschwindigkeit erhöht. Kaltverformung spielt ebenso eine wichtige Rolle für Qualität und Stabilität der Martensitumwandlung. Einerseits erhöht sie die Aktivierungsenergie für irreversible Gleitprozesse und favorisiert demgegenüber die reversible Bildung spannungsinduzierten Martensits [Miy86], andererseits werden Martensitlatten in ihrer Wachstumsphase an Fehlstellen gepinnt und so bei ihrer Ausbreitung behindert [Cin95, Abu90]. Demnach erhält man für hohe Kaltverformungsgrade eine stabilere, aber breitere Hysterese bei temperatur- oder spannungsinduzierter martensitischer Phasenumwandlung. Daher ist je nach Funktion und Anwendung das jeweilige Optimum an Kaltverformung einzustellen.

Die pseudoelastische NiTi-Legierung Nitinol SE508 besitzt folgende Zusammensetzung und physikalische Eigenschaften [Ray93, Mat92, Roh96]:

Schmelztemperatur	1350°C
Zusammensetzung	Ni: 50.8at.% Ti: 49.2at.%
Verunreinigungen	O ₂ : <3000ppm C: <300ppm Fe: <96ppm Cu: <8ppm
Dichte	6.5g/cm ³
Pseudoelastische Dehnung	8%
Spezif. Widerstand	60-80μΩcm
Wärmeleitfähigkeit	0.175W/cmK
Spezifische Wärme	0.4J/gK
Elastizitätsmodul	60000MPa
Obere Plateauspannung	350-500MPa
Bruchdehnung	20%

Tabelle 1 Materialdaten der Legierung Nitinol SE508

2.4 Wissensstand zum Ermüdungsverhalten von NiTi

Eine Vielzahl von Untersuchungen befaßt sich mit dem Ermüdungsverhalten von NiTi bei zyklischem Durchlaufen des Einwegeffekts mit oder ohne konstanter angelegter Spannung [Tob92, Sek82, Mul94], also mit thermischer Ermüdung. Bei kleinen Lasten wurden unter thermischem Zyklieren von kaltverformtem Material mit 50.6at.% Nickelanteil bis zu $1.7 \cdot 10^5$ Zyklen bei 4% Umwandlungsdehnung erreicht [Fil94], während lösungsgeglühte Proben bereits nach wenigen 1000 Zyklen versagten. Furuya et al. untersuchten den Einfluß von Anlaßbehandlungen an einer lösungsgeglühten 50.2at.%-Nickel-Titan Legierung bei 673K. Zunehmende Glühzeiten bis 10h senkten die Umwandlungsdehnung (bei konstanter Last) unter thermischem Zyklieren von etwa 4% auf 1.5% und verlängerten die Lebensdauer von 1800 auf 40000 Zyklen. Thermische Ermüdung führt in einer Einlaufphase von bis zu 100 Zyklen zu einer Absenkung der Umwandlungstemperaturen [Duc90]. Das Material kann jedoch gegen diese Veränderungen durch X-Phasen-Ausscheidungshärtung oder geeignete Kaltverformung stabilisiert werden.

Die mechanische Ermüdung pseudoelastischer Legierungen wurde meist nur für die ersten 100-200 Zyklen studiert, um das typische mechanische Trainingsverhalten zu untersuchen [Lim94]. Die pseudoelastische Hysterese wird steiler und flacher, während die M_s -Temperatur deutlich ansteigt [Miy86]. Melton und Mercier führten zyklische Zug/Druck-Experimente sowie Umlauf-Biegeversuche an lösungsgeglühten martensitischen, pseudoelastischen und austenitischen Legierungen durch, wobei die austenitische Variante wegen der großen plastischen Deformationsanteile die kürzesten Lebensdauern aufwies, die rein martensitischen Proben erzielten die längsten Lebensdauern [Mel79]. Typische Zyklenzahlen für die pseudoelastische Legierung sind 700 Zyklen für 5% Dehnungsschwingbreite und 2000 für 2.5% Dehnungsschwingbreite. Untersuchungen an C/T-Proben ergaben Riß-Fortschrittsgeschwindigkeiten von 10^{-8} bis 10^{-6} m/Zyklus für eine Spannungsintensitätsfaktor ΔK von 3-10MPa \sqrt{m} [Miy89₅], wiederum für lösungsgeglühtes Ausgangsmaterial. Zugschwellversuche an kaltverformten, pseudoelastischen Flachzugproben mit 50.8at.% Nickelanteil

zeigten im pseudoelastischen Deformationsbereich kurze Lebensdauern von weniger als 3000Zyklen, erreichten jedoch für kleinere Lasten ($<450\text{MPa}$) bis zu 10^6 Lastspiele.

Als Rißentstehungsmechanismus wurden Spannungsüberhöhungen an TiC-Einschlüssen sowie das Versagen an Korngrenzen diskutiert [Miy89₆].

Nach dem Kenntnisstand des Autors gibt es bislang keine Untersuchung des Ermüdungsverhaltens der pseudoelastischen Legierung Nitinol SE508 in kaltverformtem (und damit anwendungsrelevanten) Zustand unter zyklischer Zug/Druck- oder Biegewechselbeanspruchung. Weiterhin beinhaltet keine der genannten Arbeiten eine systematische Analyse der Rißentstehung anhand von mikrostrukturellen Beobachtungen oder Parameterstudien hinsichtlich Verformungsgeschwindigkeit oder Probengeometrie.

2.5 NiTi in der Anwendung

Wegen der guten Biokompatibilität erschloß sich für NiTi besonders in der Medizintechnik ein breites Anwendungsfeld. Abgesehen von seltenen Nickelallergien wurden im klinischen Einsatz keine Unverträglichkeiten beobachtet [Dut90]. Zu den weitestverbreiteten Applikationen in der Medizintechnik gehören orthodontische Drähte und Implantate, Arterien-Stents und minimal invasive endoskopische Werkzeuge (Bild 11). Bei Zahnbögen wird von der pseudoelastischen Eigenschaft Gebrauch gemacht, einen zu korrigierenden Zahn mit konstanter Kraft über das gesamte pseudoelastische Plateau und dadurch über große Stellwege zu ziehen, was häufiges Nachaktivieren erspart, wie es für die konventionellen Stahldrähte erforderlich ist. Bei Stents wird der Einwegeffekt ausgenutzt. Die Gefäßstützen werden in klein zusammengerollter Form im martensitischen Zustand in die Adern eingesetzt und dort anschließend erwärmt, wodurch sie sich entfalten.

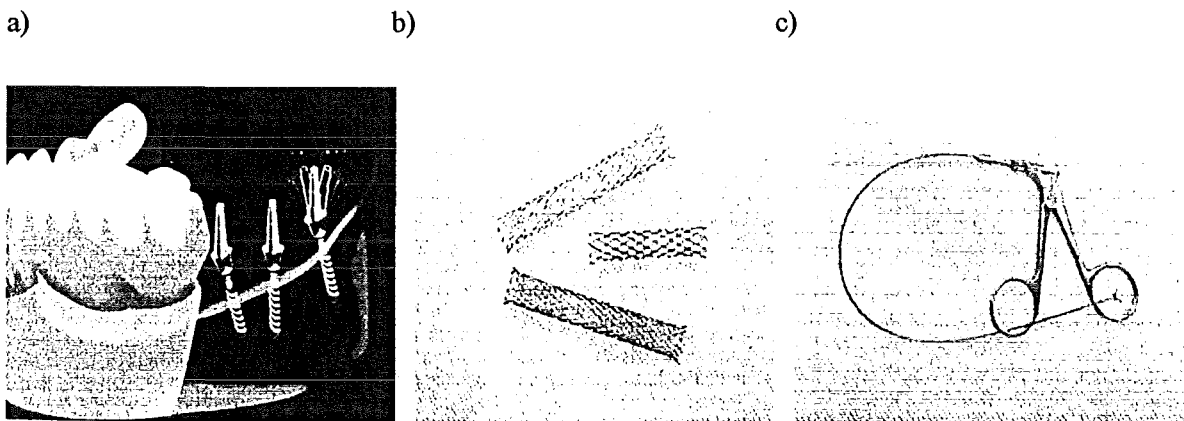


Bild 11 Applikationen in der Medizintechnik: a) Zahnimplantate [Hum92], b) Stents, c) endoskopischer Minigreifer [Due95]

Weitere Applikationen für NiTi liegen in der Klimatechnik, wo Zuluftklappen in Klimaanlage mit NiTi-Stellgliedern temperaturabhängig geregelt werden oder Überhitzungsschutzschalter als Temperaturwächter eingesetzt werden [Hal95]. Dabei wird im wesentlichen der Zweiwegeeffekt ausgenutzt. Ein prominentes Beispiel aus der Werkzeugindustrie sind Spannringe aus NiTi, welche das Einschrumpfen von Bohreinsätzen mit geringen Temperaturunterschieden erlauben (Bild 12). Dieses Verfahren ist u.a. bei Daimler-Benz im Einsatz.

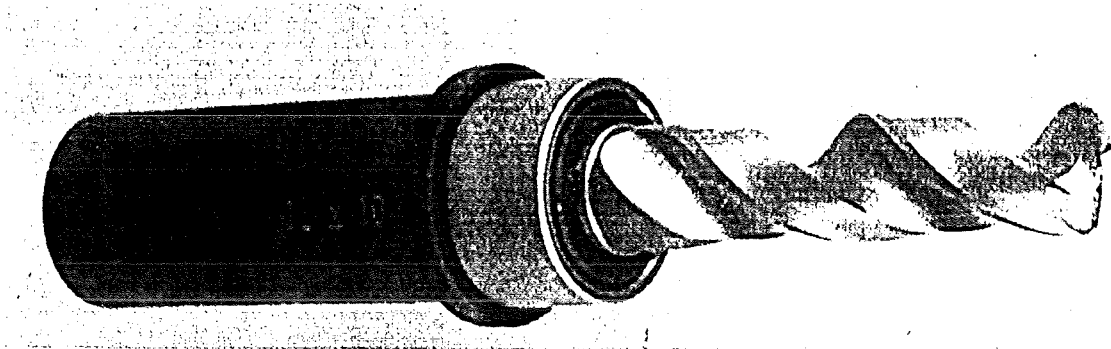


Bild 12 Bohrer-Spannschaft mit NiTi-Schrumpfring [Krä93]

In der Mikrosystemtechnik gibt es zahlreiche Anwendungen wie Membranen in Mikropumpen, Mikro-Linearantriebe und -ventile. Einige Beispiele aus der Gebrauchsgüterindustrie sind hochflexible, pseudoelastisch deformierbare Brillengestelle [Hal95], Bügel für Push-up-Büstenhalter [Tau91] oder Zweibegeeffekt-Thermostaten für Warm-/Kaltwasserzufuhr [Mat95].

2.6 Thermomechanische Modelle für Formgedächtnislegierungen

2.6.1 Allgemeiner Kenntnisstand zur Modellierung des pseudoelastischen Materialverhaltens

In den letzten 20 Jahren wurde eine Reihe von thermodynamischen, statistischen oder plastizitätstheoretischen Materialmodellen entwickelt, die das Formgedächtnisverhalten zu beschreiben versuchen [Bri95, Bar95, Gil95, Gra94, Lub95, Mar96, Mül95, Pat88, Tan88]. Aus Platzgründen werden nur kurz das thermodynamische Modell von Tanaka et al. sowie eine an die Viskoplastizitätstheorie angelehnte Beschreibung von Graesser und Cozzarelli in jeweils eindimensionaler Form dargestellt.

Das Tanaka-Modell geht von folgenden konstitutiven Gleichungen aus:

$$(7) \quad \dot{\sigma} = E \dot{\varepsilon} + \theta \dot{T} + \Omega \dot{\xi} \text{ und}$$

$$(8) \quad \xi = f(\sigma, T) \text{ mit: } \sigma: \text{ Spannung, } \varepsilon: \text{ Dehnung, } T: \text{ Temperatur.}$$

Die zeitliche Änderung der Spannung setzt sich gemäß Gleichung (7) zusammen aus einem elastischen Anteil mit E-Modul E, einem thermischen Beitrag mit der Temperaturkonstanten θ und einem Term, der von der Entwicklung einer inneren Variablen ξ abhängt, welche den Volumenanteil von Martensit beschreibt und daher eine Funktion der Spannung σ und der Temperatur T ist. Die Evolution des Martensitanteils für die martensitische Transformation bzw. die Rücktransformation wird mit einer Exponentialfunktion beschrieben:

$$(9) \quad \xi = 1 - e^{(b_{MC}(M_s - T) + b_M \sigma)} \text{ für } T \leq M_s, \sigma \geq 0 \text{ bzw.}$$

$$(10) \quad \xi = e^{(b_{AC}(A_s - T) + b_A \sigma)} \text{ für } T \geq A_s, \sigma \geq 0.$$

Damit lassen sich sowohl thermische als auch spannungsinduzierte Transformation darstellen. Der Abschluß der Umwandlungen wird festgelegt bei $\xi=0.99$ (Martensit) bzw. $\xi=0.01$ (Austenit). Die Materialparameter b_M , c_M , b_A und c_A müssen aus Referenzversuchen gewonnen werden.

In der Beschreibung von Graesser und Cozzarelli hingegen wird ein Hysteresemodell von Ozdemir [Ozd76] verwendet, um die pseudoelastische Lastkurve zu reproduzieren. Die Differentialgleichungen des Stoffgesetzes lauten in eindimensionaler Form:

$$(11) \quad \dot{\sigma} = E \left[\dot{\varepsilon} - \left| \dot{\varepsilon} \right| \left| \frac{\sigma - \beta}{Y} \right|^{n-1} \left(\frac{\sigma - \beta}{Y} \right) \right] \text{ und}$$

$$(12) \quad \beta = E \alpha \left[\varepsilon - \frac{\sigma}{E} + f_T |\varepsilon|^c \operatorname{erf}(a\varepsilon) \right] \text{ mit:}$$

β : inelastische Rückspannung, α : Steigung des Hystereseplateaus, Y : Grenzspannung für spannungsinduzierte Martensitbildung, a : Maß für die elastische Formänderung bei Entlastung, n , c , f_T : Materialparameter, erf =Errorfunktion: ein Funktional, das sanft von -1 bei $-\infty$ nach +1 bei $+\infty$ wechselt und die Ursprungssymmetrie der Hysterese reproduziert.

Dieses Modell beinhaltet neben dem elastischen Spannungsbeitrag eine inelastische Rückspannung β , welche in Anlehnung an Formulierungen für Kriechen und Viskoplastizität [Kre87] eine Hysteresisschleife generiert. Durch geeignete Anpassung der freien Parameter n , c und f_T kann so die Gestalt der pseudoelastischen Lastkurve erzeugt werden. Leider haben diese Parameter jedoch keine physikalische Bedeutung.

In einer Modellierung von Marketz und Fischer wird sogar die anisotrope Natur der martensitischen Umwandlung aufgrund der Existenz einer endlichen Zahl möglicher Orientierungsvarianten im Martensit berücksichtigt, ebenso die selektive Auswahl spezieller Varianten bei der Entstehung spannungsinduzierten Martensits.

Insgesamt stellt die Implementierung dieser Modelle in Finite Elemente-Code jedoch ein sehr zeitaufwendiges Problem dar und konnte daher im Rahmen der vorliegenden Dissertation nicht behandelt werden. Stattdessen wurde das pseudoelastische Verhalten mit Hilfe von in der FEM-Umgebung bereits vorhandenen Materialmodellen beschrieben.

2.6.2 Phänomenologische FEM-Beschreibung der Pseudoelastizität

Für die in den Experimenten abgedeckten maximalen Deformationen kann man davon ausgehen, daß nur ein verschwindender Anteil echt plastischer Deformation vorliegt. Die pseudoelastische Verformung ist daher nahezu vollständig reversibel. Dies erleichtert die Beschreibung dahingehend, daß sich das Materialverhalten idealisiert als unabhängig von der Lastvorgeschichte beschreiben läßt und zur FEM-Simulation monotoner Beanspruchungen nur der Belastungszweig der Lastkurven simuliert werden muß. Zur Beschreibung dieses Lastzweiges eignet sich ein plastisches Stoffgesetz mit isotroper Verfestigung und einer von Mises-Fließfläche. Diese Näherung ist eine Vereinfachung der tatsächlichen mechanischen Materialeigenschaften. Das pseudoelastische Entlastungsverhalten kann damit nicht vollständig beschrieben werden, da ein plastisches Stoffgesetz für große Entlastungen das gestrichelt angedeutete Verhalten produziert. Dennoch werden auch kleinere Zwischenentlastungsinkremente (angedeutet durch die Pfeilstrecke innerhalb der Hysterese) richtig simuliert, sofern sie das untere pseudoelastische Plateau nicht unterschreiten (Bild 13). Während einer sukzessiven, inkrementellen Biege- oder Zug-/Druckbeanspruchung treten jedoch keine signifikanten Entlastungsschritte in Bezug auf vorausgehende Inkremente auf. Der Lastverlauf ist monoton und somit mit dem vereinfachten Materialmodell gut zu beschreiben. Die Parameter des Modells sind Elastizitätsmodul E ,

Fließgrenze σ_Y (identifizierbar mit der Einsatzspannung für SIM-Bildung) und Verfestigungsgrad $V = \frac{\sigma_H - \sigma_Y}{\epsilon_H - \epsilon_Y}$ (Steigung des pseudoelastischen Plateaus, ϵ in absoluten Zahlen anzugeben). Diese Werte können aus einachsigen Zugexperimenten gewonnen werden.

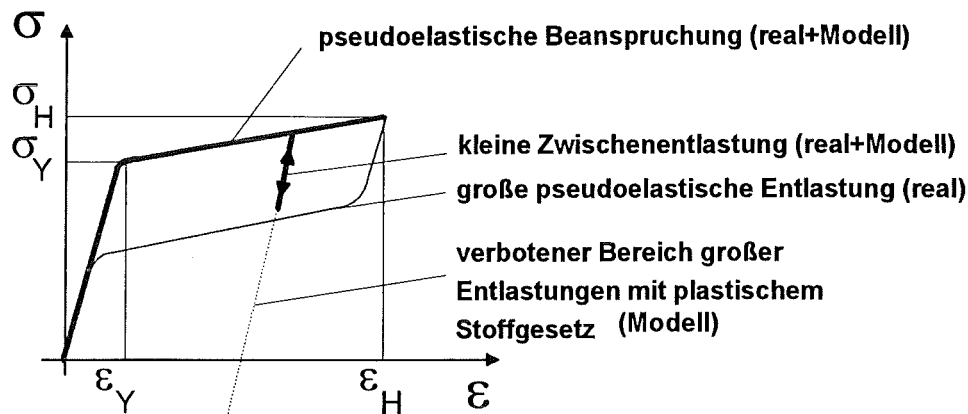


Bild 13 Pseudoelastisches Stoffgesetz in Anlehnung an Plastizität

Für das in den Ermüdungsexperimenten eingesetzte pseudoelastische Material Nitinol SE508 ergeben sich experimentelle Werte von:

- $E = 60000 \text{ MPa}$
- $\sigma_Y = 360 \text{ MPa}$
- $V = 550 \text{ MPa}$

Außerdem wurden die Dichte $\rho = 6.5 \text{ g/cm}^3$ und die Querkontraktionszahl $\nu = 0.3$ verwendet. Ergebnisse der FEM-Simulation für verschiedene Biegebelastungen sowie der Zug/Druck-Versuche finden sich in den Kapiteln 3.1.2 bzw. 6.3.1.

Alle FEM-Berechnungen wurden mit dem Finite Elemente-Code ABAQUS Version 5.4 [Aba94] sowie den Pre- und Postmodulen Femgen/Femview 2.3 Rel. 10 A [Fgv94] auf einer Cray-Workstation durchgeführt. In Femgen wird die Bauteilgeometrie mit anliegenden Lasten und den Lagerbedingungen festgelegt. Dann erzeugt der Netzgenerator eine Segmentierung des Modellwerkstücks. Nach der Berechnung der Gleichgewichtsform bzw. der Kraftsysteme aus den vorgegebenen Lastparametern durch ABAQUS können die Ergebnisse mit dem Postprozessor Femview visualisiert und ausgewertet werden. Um einen koordinatenunabhängigen Wert für die ortsabhängigen Belastungen anzugeben, wurden die von Mises-Spannung bzw. von Mises-Dehnung gewählt:

$$(13) \sigma_{vM} = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij}s_{ij}} \text{ mit dem deviatorischen Spannungstensor } s_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \delta_{ij},$$

$$(14) \epsilon'_{vM} = \sqrt{\frac{3}{2} e_{ij}e_{ij}} \text{ mit dem deviatorischen Dehnungstensor } e_{ij} = \epsilon_{ij} - \frac{\epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33}}{3} \delta_{ij}.$$

Die Definition der von Mises-Dehnung ϵ'_{vM} in ABAQUS unterscheidet sich von der üblichen Festlegung für ϵ_{vM} durch einen Vorfaktor von $\sqrt{\frac{1}{2}}$. Bei den meisten Rechnungen mußte mit den Algorithmen für große Rotationen gerechnet werden, da die Finiten Elemente bei Biegedeformation und großen Deflektionen neben einer Verzerrung auch einer starken Rotation ausgesetzt sind. Auf die rechenaufwendige Option großer Verzerrungen konnte hingegen verzichtet werden, da die Dehnungskomponenten ϵ_{ij} selten 5% überstiegen.

3 Experimentelle Einrichtungen

3.1 Der Biegeermüdungsmeßplatz FATIBEND

3.1.1 Überlegungen zur Biegeprüfung

Biegung ist eine dominante Belastungskomponente für Formgedächtnislegierungen in vielen Anwendungen der Medizin- und Mikrosystemtechnik: Endoskopische Greifwerkzeuge in der minimal invasiven Chirurgie, Arterien-Stents, kieferorthopädische Klammern und -drähte, Implantate, Mikromembranen für Pumpen sowie Mikro-Thermoschalter werden im Einsatz zyklisch einsinnig oder reversierend gebogen. Die Lastverteilung über das Probenvolumen ist dabei sehr inhomogen. Hauptkomponenten des dreiachsigen Spannungszustands sind Zug- und Druckspannungen senkrecht zum beanspruchten Querschnitt, die in einer lastfreien Zone, der neutralen Faser, aneinandergrenzen. Bild 14 veranschaulicht diese Situation am Schnitt durch einen Biegebalken.

Zugspannungen

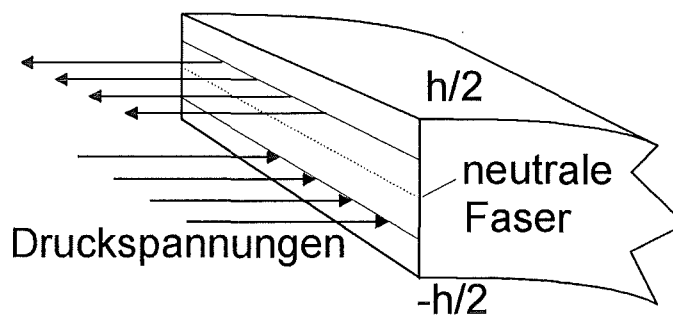


Bild 14 Inhomogene Lastverteilung auf dem Querschnitt eines Biegebalkens

Experimentelle Daten aus uniaxialen Zug-/Druckversuchen bieten sich daher für eine näherungsweise Modellierung des Ermüdungsverhaltens unter Biegelast an. Für eine genauere Studie sind allerdings Biegewechselexperimente unerlässlich. Um reine Biegeexperimente ohne Überlagerung etwaiger Zug- oder Drucklasten durchzuführen, kann man die herkömmlichen, normierten Prüfverfahren wie 2-, 3- und 4-Punktbiegung nur eingeschränkt einsetzen. Bei diesen Methoden ist die reine Biegeverformung nur für sehr kleine Verhältnisse von Durchbiegung zu Meßlänge realisiert. Bei hochflexiblen Materialien wie NiTi hingegen, wo bis zu 8% reversible Maximaldehnung und dementsprechend starke Durchbiegungen erreicht werden können, sind diese Verfahren nicht mehr anwendbar, wie die folgende Parameterstudie zeigt:

Es wurde bereits in Kapitel 2.3 angedeutet, daß NiTi-Komponenten im Einsatz bis hin zu einigen Prozent lokaler Maximaldehnung beansprucht sind. Andererseits liegen die in der Mikrosystemtechnik und minimal invasiven Chirurgie interessanten Strukturicken von Bauteilen im Bereich weniger zehn bis einiger hundert Mikrometer. Für die Biegeprüfung wurde daher eine zu testende Materialstärke von 70µm bis 200µm angestrebt. Für eine angenommene reine Biegeverformung hängt die lokale Längsdehnung in einem Querschnitts-Flächenelement von dessen Höhe z über der neutralen Faser und dem Krümmungsradius ab:

$$(15) \quad \varepsilon = \frac{z}{R}.$$

Dieser Zusammenhang ist anhand einfacher geometrischer Relationen in Bild 15 nachzuvollziehen.

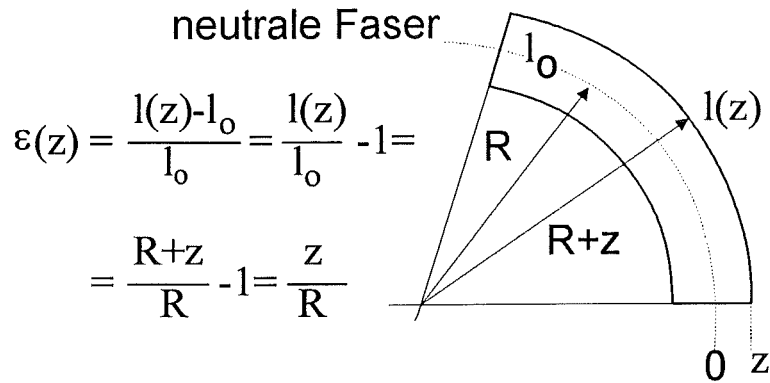


Bild 15 Abhängigkeit der Längsdehnung vom Abstand \$z\$ über der neutralen Faser

Für eine angestrebte Maximaldehnung von 4-5% und eine Probendicke von 100µm ergibt sich somit ein Krümmungsradius $R = \frac{h/2}{\varepsilon} = 1\text{mm}$. Um andererseits eine Reproduzierbarkeit der Meßergebnisse zu gewährleisten, sollten die Probenmeßlängen ebenfalls nicht wesentlich unter 1mm liegen, da sich sonst Einspanneffekte bemerkbar machen, die Justage der Probenaufnahme zu aufwendig und die Größe der Prüfapparatur selbst zu klein würden. Mit diesen Annahmen ergibt sich anhand von Bild 16 eine Durchbiegung von $x = R(1 - \cos \frac{\alpha}{2}) = R(1 - \cos \frac{l_0}{2R}) = 0.12$ und damit ein Verhältnis von Durchbiegung zu Meßlänge von ungefähr 1:8.

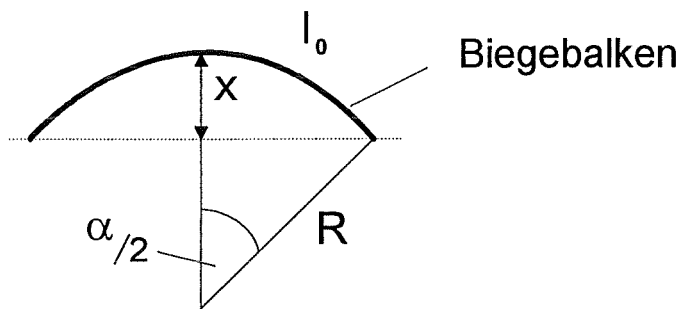


Bild 16 Bestimmung der Deflektion eines Biegebalkens

Eine derart große Deflektion führt in der Mehrpunktbiegung bereits zu einem erheblichen Abrutschen an den Auflagern und damit sowohl zu einer kontinuierlichen Veränderung der effektiven Meßlänge sowie einer Verfälschung der Biegekräfte durch Reibungseffekte. Verhindert man dies durch beidseitiges Einspannen der Probe, werden der Biegung unerwünschte Längs- und Querkkräfte überlagert, die ebenfalls einen verfälschenden Einfluß auf die Meßgrößen besitzen. Ein erster Teilschritt zur Beseitigung dieser Störeinflüsse besteht in einer kontinuierlichen Verkürzung der freien Meßlänge zwischen den Auflagern mit zunehmender Durchbiegung, so daß überlagerte Längskräfte ausgeschlossen werden. Dieser Fall wurde für die 2-, 3- und 4-Punktbiegung mit dem Finite Elemente-Code ABAQUS nach der in Kap. 2.6.2 angeführten Methode berechnet. Als Balkengeometrie wurden eine Länge von 1mm, eine Dicke von 0.1mm und eine Breite von 2mm vorausgesetzt. Im Längsquer-schnitt des Balkens herrscht damit ein ebener Dehnungszustand vor. Deshalb reichte die zweidimensionale Rechnung mit einem speziellen Elementtyp für ebene Dehnung (CPE8R=Continuum element, Plain ε , 8 Reduced-Integration Points per Element) aus. Jedes rechteckige Einzelelement der unten abgebildeten Netze verfügt über 8 Integrationsstützpunkte (4 Ecken und jeweils ein Zwischenstützpunkt), an denen die Gleichgewichtsbedingungen für die aufgeprägten Lasten berechnet werden.

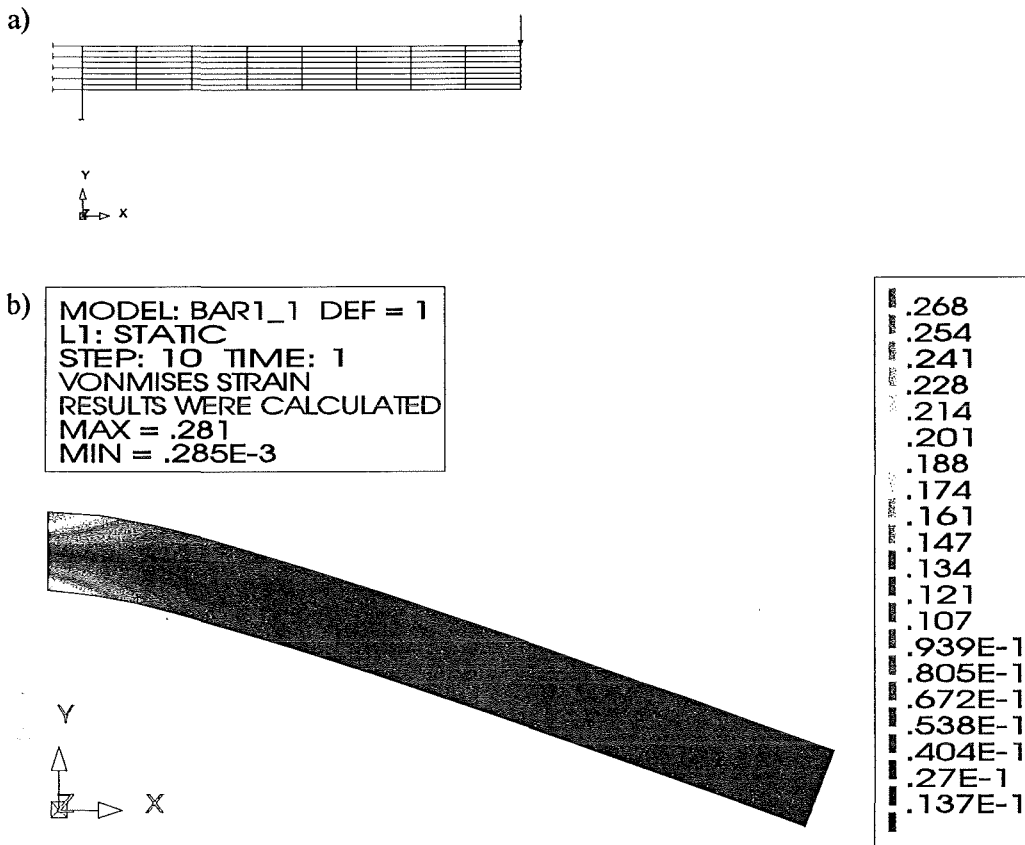
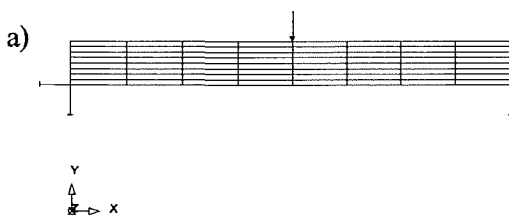


Bild 17 2-Punkt-Biegung: a) FEM-Vernetzung b) Verteilung der von Mises-Dehnung

Bild 17a) stellt das FEM-Netz des Biegebalkens mit angedeuteten Lasten und Lagern für die 2-Punkt-Biegung dar. Der Balken ist links einseitig eingespannt und wird an seinem rechten Ende von oben mit einer Kraft beaufschlagt, die ausreicht, den Balken um $1/8$ seiner Länge durchzubiegen. Der Krafteinleitungspunkt soll bei zunehmender Durchbiegung am rechten Ende des Biegebalkens verbleiben und dadurch absolut nach links mitwandern, um ein Abrutschen zu verhindern (diese Voraussetzung ist experimentell nur mit sehr viel Aufwand nachzuvollziehen). Teilbild b) zeigt das Ergebnis der 2-Punktbiegung anhand der von Mises-Vergleichsdehnung. Die Beanspruchung des Balkens beschränkt sich für die angenommene Durchbiegung auf einen sehr kleinen Volumenanteil und nimmt Werte bis zu 28% an.

Eine etwas gleichmäßigere Lastverteilung wird mit der 3-Punkt-Biegung erreicht. Bild 18 zeigt wiederum die Vernetzung mit beidseitigen Lager- und einem auf der halben Auflagelänge liegenden Krafteinleitungspunkt.



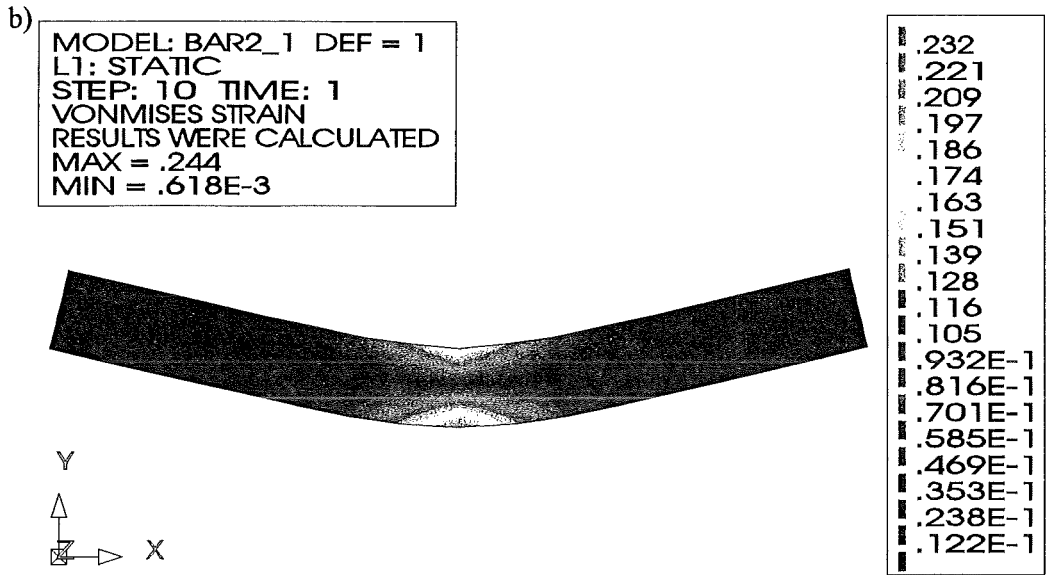


Bild 18 3-Punkt-Biegung: a) FEM-Vernetzung b) Verteilung der von Mises-Dehnung

Bei einer Durchbiegung von 1/8 der Länge wird bereits ein größerer Anteil des Längsquerschnitts belastet. Dennoch ist die von Mises-Dehnung stark lokalisiert und beträgt maximal 24.4%.

Der nächste Schritt zur Vermeidung von Lastlokalisierung ist die 4-Punkt-Biegung, welche in Bild 19 dargestellt ist. Dabei wird der Biegebalken wiederum beidseitig gelagert, nun aber mit zwei gleich großen Kräften an Krafteinleitungspunkten bei 30% und 70% der Gesamtlänge beansprucht.

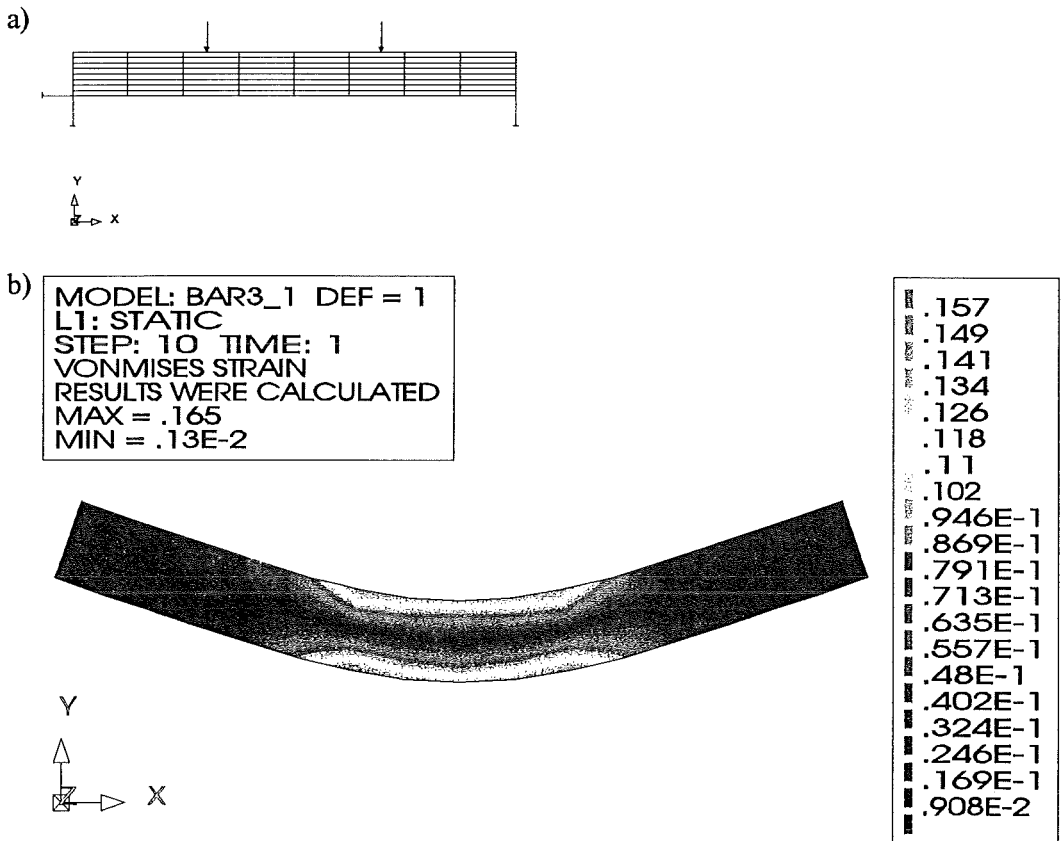


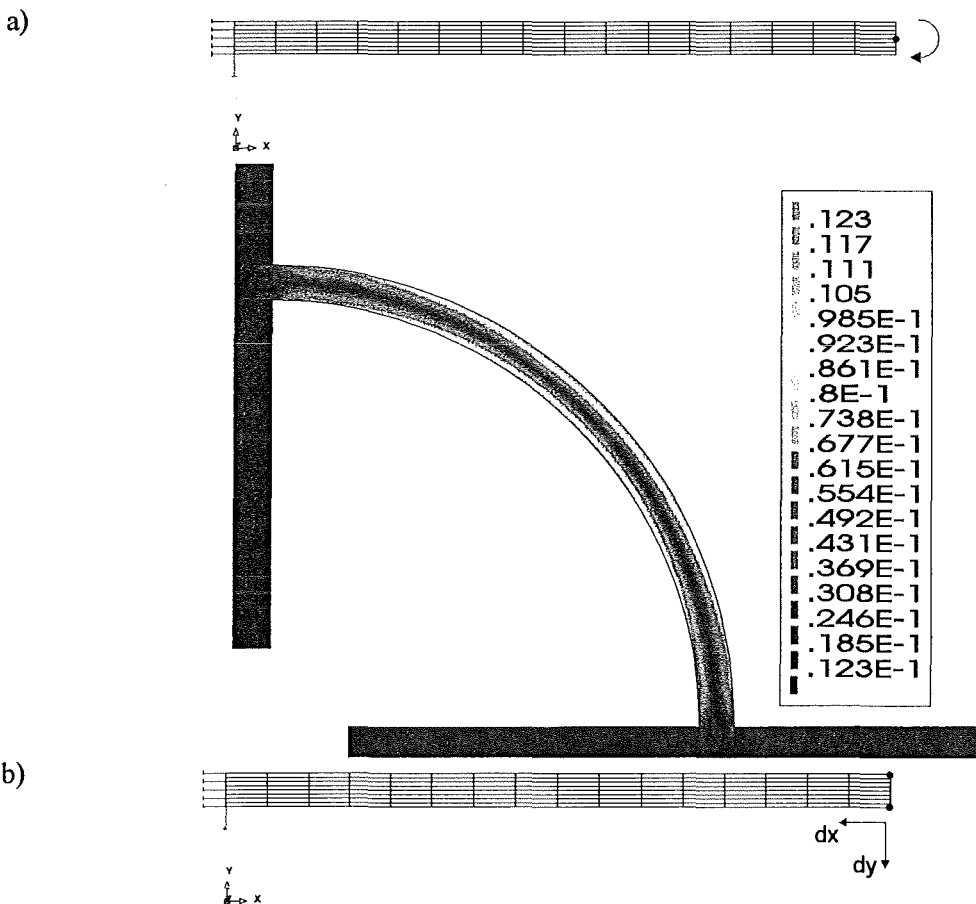
Bild 19 4-Punkt-Biegung: a) FEM-Vernetzung b) Verteilung der von Mises-Dehnung

Wie Bild 19b) zeigt, verteilt sich die Belastung bereits auf etwa 1/3 des Probenvolumens und nimmt Werte von 16.5% von Mises-Dehnung an. Insgesamt ist die Last jedoch immer noch stark lokalisiert.

3.1.2 Die reine Biegebelastung

Ziel der Biegeexperimente ist die Gewinnung werkstofftypischer Daten, die möglichst wenig von der speziellen Proben- und Biegegeometrie beeinflusst werden. Wegen der dargestellten Lastkonzentrationen in der Mehrpunktbiegung scheidet diese Verfahren jedoch aus. Im Gegensatz dazu stellt die reine Biegeverformung eine gleichmäßige Beanspruchung über der gesamten Meßlänge sicher. Dabei ist es nötig, einen über der gesamten Probenlänge konstanten Krümmungsradius einzustellen. Dies kann einerseits durch reine Momentenbiegung erreicht werden, wie die FEM-Simulation in Bild 20a) zeigt. Das linke Ende eines Biegebalkens der Länge 2mm, Dicke 0.1mm und Breite 2mm wird als fest eingespannt angenommen, das rechte wird mit einem wachsenden Biegemoment beansprucht, bis ein Biegewinkel von 90° erreicht ist. Dieser Zustand entspricht gemäß Gleichung (15) einer maximalen Randfaserdehnung von 4%. Wiederum wurde mit ebener Dehnung zweidimensional gerechnet. Die Gleichgewichtsform des gebogenen Balkens ist exakt ein Viertelkreis mit sehr homogener Lastverteilung auf der gesamten Meßlänge und einer maximalen von Mises-Dehnung von 12.8%. Die maximale Längsdehnung an der Probenoberfläche beträgt in der Simulation 4.3% und stimmt gut mit dem analytisch abgeschätzten Wert von 4% überein.

Eine andere Möglichkeit der reinen Biegung ist die Verdrehung und translatorische Führung des rechten Probenendes auf einer Bahnkurve, die gewährleistet, daß sich stets eine kreisbogenförmige Biegekontur ausbilden kann. In Teilbild 20b) wurde das rechte Probenende in dieser Weise auf die dargestellte Endposition geführt, wobei 90° Biegewinkel erreicht werden. Die Gleichgewichtsform und die maximalen Lasten sind mit den Ergebnissen der Momentenbeaufschlagung in Fall a) identisch.



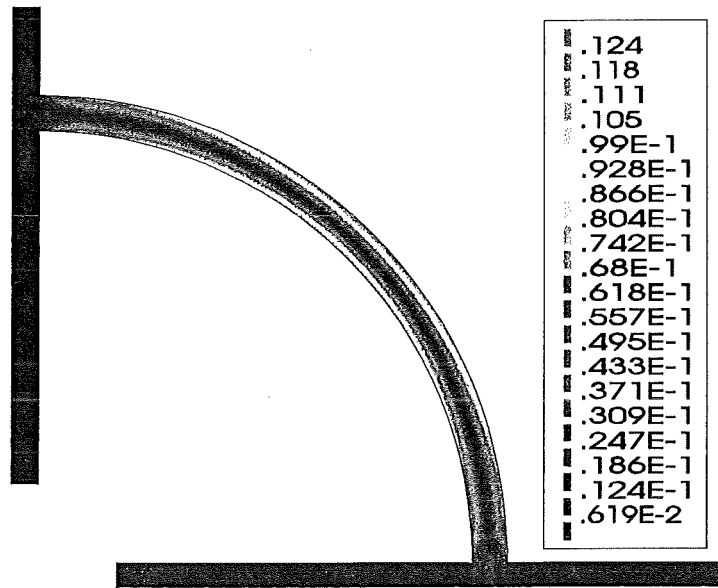


Bild 20 Reine Biegung: a) mit Momentbeaufschlagung b) mit Positionsführung des rechten Probenendes

Die relative Positionierung der Probenenden auf einer vorgegebenen Bahnkurve ist experimentell sehr viel leichter realisierbar als die Einleitung eines reinen Biegemoments in ein frei beweglich gelagertes Probenende. Daher wurde mit dem Konzept der Bahnkurvensteuerung eine neuartigen Biegeermüdungs-Prüfvorrichtung realisiert, die trotz großer Deformationen von mehreren Prozent eine reine Biegeverformung unter weitgehendem Ausschluß übersprechender Längs- und Querkräfte erlaubt.

3.1.3 Konzept des Biegemessplatzes FATIBEND

Die kreisbogenförmige Biegelinie der dünnen Blechprobe wird durch eine synchronisierte Trajektoriensteuerung mit Hilfe motorischer Verstelleinheiten realisiert. Ein Meßrechner (PC 80486/80MHz) steuert die zyklische Biegung eines dünnen Probenblechs in einem vorgegebenen Winkelbereich. Durch die Vorgabe der Biegekontur handelt es sich um ein dehnungsgesteuertes Experiment. Meßgrößen wie Biegemoment, Biegewinkel, Zeit und Zyklenzahl werden während der Messung dargestellt und aufgezeichnet.

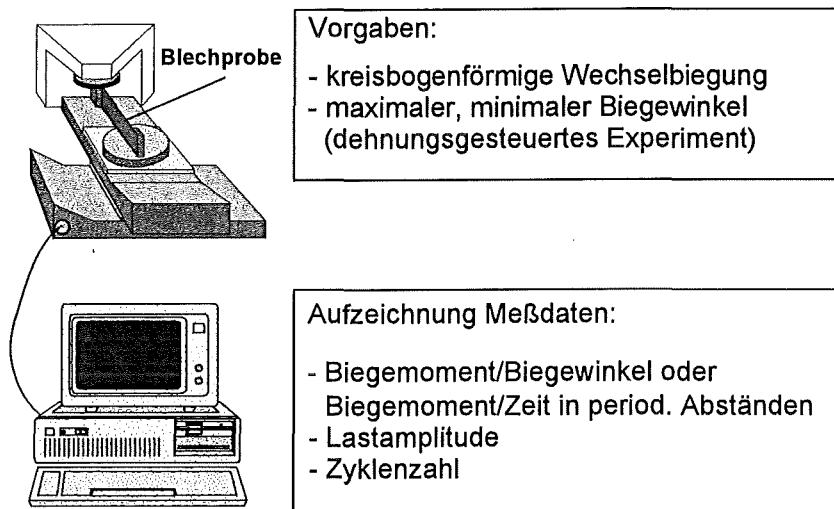


Bild 21 Funktionsschema des Biegemessplatzes FATIBEND

3.1.4 Hardware

3.1.4.1 Komponenten

Der Ermüdungsprüfstand FATIBEND beruht konzeptionell auf einem Aufbau, den der Autor bereits 1992 im Rahmen einer Diplomarbeit entwickelt hat [Pli93], der damals aber ausschließlich für nicht-zyklische Biegefestigkeitsuntersuchungen mit festgelegten Probendicken um 0.4mm ausgelegt wurde. Für Ermüdungsexperimente sowie kleinere Probendimensionen ist dieser Aufbau ungeeignet. Daher wurde am Forschungszentrum Karlsruhe ein neuer Meßplatz realisiert, der neben höherer Leistungsfähigkeit und Präzision der Bahnkurvensteuerung für variable Probengeometrien geeignet ist und auch einen empfindlicheren Biegemomentsensor enthält. Für die Trajektoriensteuerung kam ein neues, flexibles Master/Slave-Konzept (siehe Kap. 3.1.5.1) zum Einsatz. Zur Temperierung des Prüfguts sowie zur Reduzierung thermischer Sensordriften wurde FATIBEND in einem Brutschrank (BR-6200, Firma Heraeus, Hanau) untergebracht, der eine zeitliche und örtliche Temperatur-Konstantregelung auf $\pm 1^\circ\text{C}$ im Bereich von 25°C bis 60°C ermöglicht.

Wie in Bild 22 dargestellt, besteht der Meßplatz im wesentlichen aus einer motorischen und einer sensorischen Komponente. Auf der motorischen Seite tragen zwei rechtwinklig zueinander montierte Lineartische (LIN1 und LIN2) einen Rundtisch (ROT), so daß als Freiheitsgrade eine Drehung um eine senkrechte Drehachse sowie alle Bewegungen parallel zur Tischebene erlaubt sind (α -x-y). Ein auf dem Rundtisch angebrachter Probenhalter trägt mit einem präzisen Klemmmechanismus ein Ende des zu prüfenden dünnen Bleches. Das andere Ende wird in einen zweiten Halter geklemmt, der auf der Nabe eines hochempfindlichen Biegemomentsensors (siehe Kap. 3.1.4.3) angebracht ist. Durch eine synchronisierte Bewegung der drei motorischen Einheiten läßt sich nun eine Bahnkurve im α -x-y-

Raum abfahren, die eine stets kreisbogenförmige Biegelinie mit zu- oder abnehmendem Krümmungsradius garantiert. Die Positioniereinheiten LIN1, LIN2 und ROT sind mit Encodern versehen, welche mit sehr hoher Auflösung (LIN: $<1\mu\text{m}$, ROT: $<1/100^\circ$) die angesteuerte Position an den Meßrechner übermitteln. Das am Biegesensor anfallende Biegemoment wird über einen Digitalverstärker ebenfalls zum Rechner übertragen. Dort können aus den anfallenden Daten in Echtzeit Biegemoment/Biegewinkel- bzw. auch Biegemoment/Zeit-Kurven dargestellt und gespeichert werden (siehe Kap. 3.1.5.4).

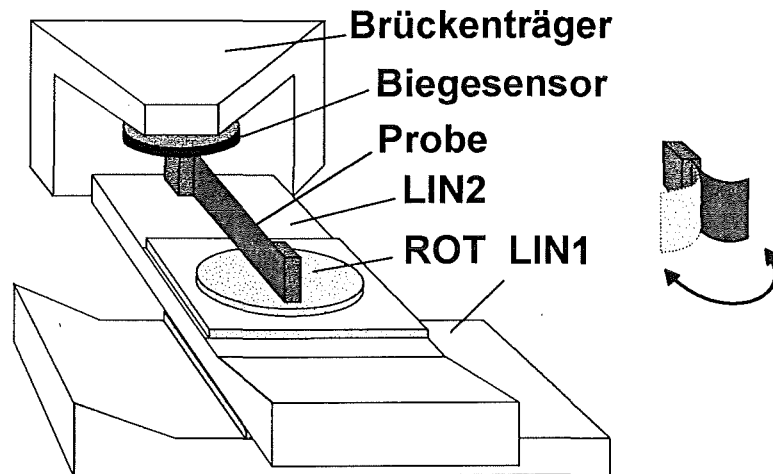


Bild 22 Aufbauschema der motorischen und sensorischen Einheiten

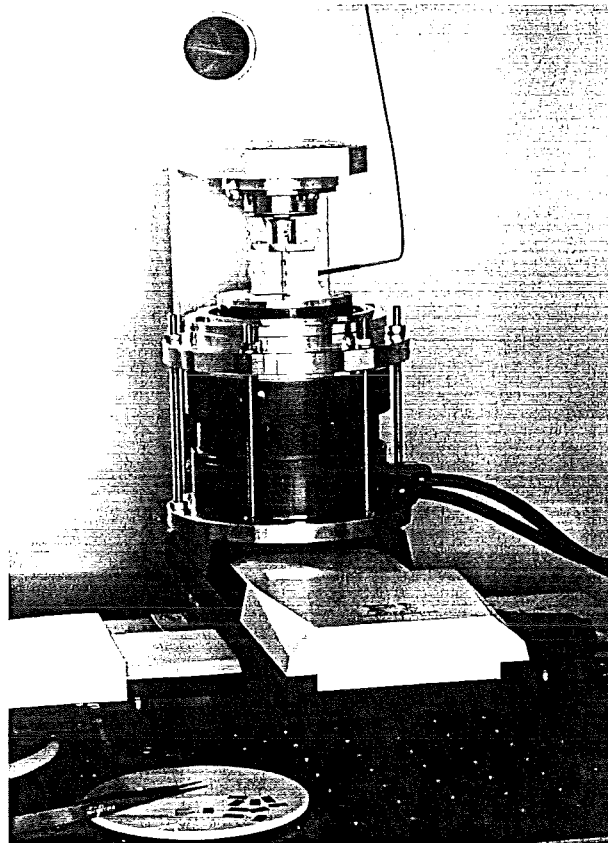


Bild 23 Foto des Biegemessplatzes FATIBEND

3.1.4.2 Verstelleinheiten und Motorsteuerung

Als motorische Positioniersysteme kamen zwei DC-Motor-getriebene Lineartische (M-510, Fa. PI, Waldbronn) mit Motorleistungen von je 6W sowie ein AC-Hohlwellenantrieb (FHA-17, Fa. Harmonic Drive, Limburg/Lahn) mit 62W zum Einsatz. Ein erster Probeaufbau mit einem konventionellen, spindelgetriebenen Rundtisch hatte vorher gezeigt, daß dieser nach etwa 500000 Lastwechseln intolerablen Verschleiß in der Getriebeschnecke und dem Zahnkranz des Rotors aufwies. Ein Lastwechsel war im Mittel definiert als eine Drehung von 0 bis 90° und zurück mit einer Maximalgeschwindigkeit von 90°/s. Die Motorsteuerung wurde mit zwei zweiachsigen PC-Einsteckkarten (C-832, Fa. PI) realisiert, die auf dem Motorcontroller-Mikroprozessor LM629 (National Semiconductors) basieren und neben einem TTL-Richtungssignal ein pulsweitenmoduliertes (PWM) Taktsignal für die Drehzahl ausgeben. Die Controllerkarten sind mit einer Interruptansteuerung versehen, die es erlaubt, zeitkritische Echtzeit-Bahnkurvensteuerungen hardwarenah zu programmieren. Für die Bereitstellung der hohen Nennleistung des Rundtisches wurde dieser mit einem Gleichspannungsservoverstärker (HA-220-2, Fa. Harmonic Drive) betrieben, der über einen +/-10V-Eingang verfügt. Für die Ansteuerung der Servoendstufe wurde eine Wandlerschaltung aufgebaut, welche die PWM-Signale in ein entsprechendes Gleichspannungssignal umsetzt. Kernstück der Wandlereinheit ist eine C-838-Karte (Fa. PI).

Alle Motoren sind mit Quadratur-Encodern versehen, welche jeden gefahrenen Positionierschritt im Rahmen ihrer Strichauflösung an die Controllerkarte rückmelden. Diese regelt die gewünschten Positionen mit einem programmierbaren PID-Algorithmus.

3.1.4.3 Biegemomentsensor

Typische Biegemomente bei der Prüfung von NiTi-Blechen mit einer Stärke um 100µm und Prüflängen von 1-2mm liegen im Bereich weniger Nmm, die erwünschte Auflösung bei einem hundertstel Nmm. Außerdem konnte für den Biegeermüdungsmeßplatz kein „weicher“ Sensor verwendet werden, da das sensorseitige Probenende für eine exakte Einhaltung der Biegebahnkurve unbeweglich sein soll, was bei einem nachgebenden Sensor nicht mehr gewährleistet wäre. Für den geforderten kleinen Meßbereich gab es zur Zeit der Meßplatzentwicklung keinen kommerziell erhältlichen „harten“ Biegesensor, was eine Eigenentwicklung nötig machte. Als grundlegende Konzepte kamen die resistive, induktive, kapazitive oder optische Messung von kleinen Deformationen, die durch ein anliegendes Biegemoment hervorgerufen werden, in Frage. Wegen der Einfachheit der Handhabung und vergleichsweise geringerer Kosten wurde eine resistive Lösung auf der Basis von Dehnungsmeßstreifen (DMS) ausgewählt.

Als mögliche Sensorgeometrien bieten sich einerseits eine dünne Nabe an, die unter 45° mit DMS beklebt wird und Torsionsdeformationen mißt, oder aber eine Speichenradkonstruktion, welche die Verformung auf eine Verbiegung der Speichen überträgt. Das letzte Verfahren ist bei gleicher Sensorsteifigkeit weitaus empfindlicher und wurde daher realisiert. Als Sensormaterial bietet sich wegen seines geringen E-Moduls und seiner vergleichbar guten thermischen Stabilität eine Aluminiumlegierung (AlMgSi) an.

Der schematische Aufbau des Sensors ist in der Explosionszeichnung 24 dargestellt. Ein Speichenrad trägt über vier etwa 0.5mm starke Speichen eine zentrale Nabe, auf der über einen Adapter der Probenhalter angebracht ist. Die Abmessungen des Rings sind 80mm x 16mm mit Innendurchmesser 50mm. Nach einer Wärmebehandlung zum Spannungsarmglühen wurden zwei gegenüberliegende Speichen jeweils beidseitig mit DMS beklebt. Die Klebeverbindung wurde bei 150°C (2h) in einem Luftofen ausgehärtet. Anschließend wurde der Sensor einer weiteren Auslagerung zur künstlichen Alterung unterzogen.

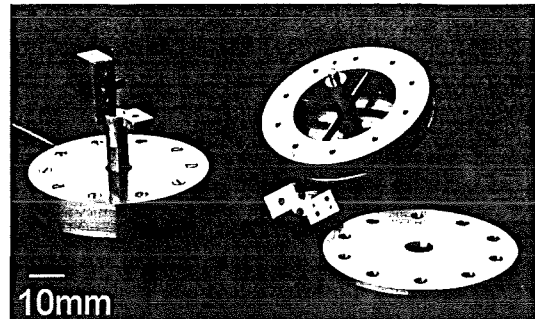
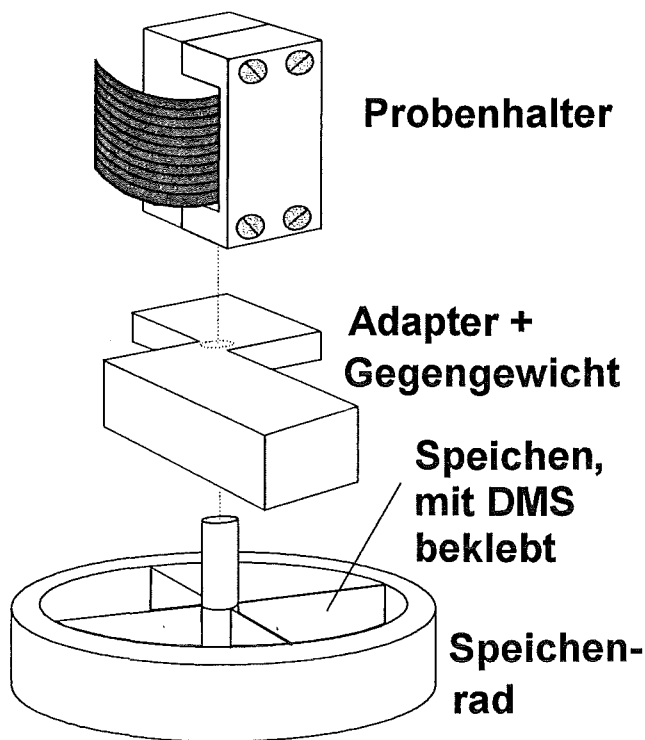


Bild 24 Speichenrad-Biegemomentsensor

Die vier DMS wurden gemäß Abbildung 25 zu einer Wheatstone-Brücke verschaltet, wodurch sich einerseits eine empfindliche Meßanordnung für eine Biegemomentbeaufschlagung und damit eine Verdrehung der zentralen Nabe ergibt, andererseits thermische Driften und Übersprechen von Querkräften vermindern lassen: Teilbild 25a) zeigt den unbelasteten Sensor mit aufgeklebten DMS, darunter die in diesem Fall abgeglichene Wheatstone-Brücke. Der Spannungsabgriff zwischen den Punkten 1 und 2, benannt mit U_{12} , ist gleich null. In Teilbild b) greift ein Drehmoment an der zentralen Nabe an, was eine (stark übertrieben gezeichnete) Verbiegung der Speichen zur Folge hat. Dadurch ergibt sich eine Verlängerung (+) bzw. Verkürzung (-) der DMS gemäß der Zeichnung. Dementsprechend erhöht bzw. erniedrigt sich der Widerstand der jeweiligen DMS, was durch unterschiedliche Längen derselben in der Wheatstonebrücke angedeutet ist. Die Abgriffspannung U_{12} steigt proportional zur Speichendeformation. Bild 25c) zeigt idealisiert das Angreifen einer lateralen Kraft an der Nabe parallel zu einer Speichenrichtung. In diesem Fall werden die DMS der lastzugewandten Seite symmetrisch verlängert (+), die der gegenüberliegenden Seite verkürzt (-), was eine Verstimmung der Meßbrücke gemäß der unten abgebildeten Skizze ergibt. Der Spannungsabgriff U_{12} bleibt im idealisierten Fall gleich null. Diese Betrachtung gilt ebenso für ein um 90° gedrehtes Speichenrad, wie man sich leicht überzeugt. Demnach sprechen durch diese Anordnung alle in der Speichenrad-ebene zentral angreifenden Kräfte nicht nennenswert auf das zu messende Biegemoment über. Ebenso wird ein etwaiger Temperaturgang, der sich homogen auf alle 4 DMS erstreckt, wirkungsvoll ausgekoppelt. Natürlich gelten diese Eigenschaften streng nur für völlig symmetrisches Ansprechverhalten der DMS bzw. für ein örtlich homogenes Temperaturfeld, was im Anwendungsfall selten gegeben ist.

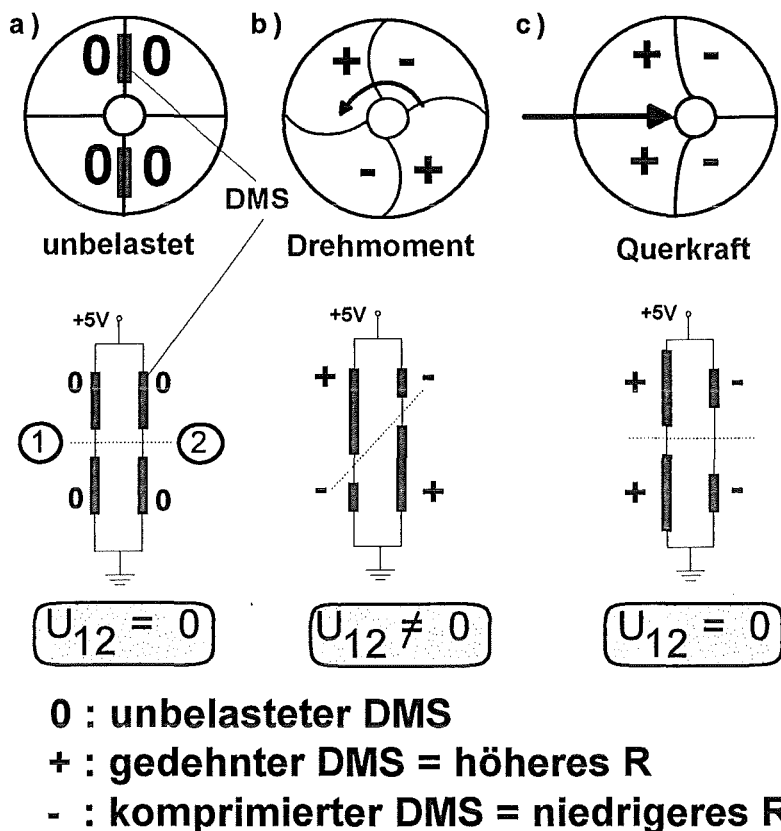


Bild 25 Funktionsweise des Sensors mit eine Wheatstone-Brückenschaltung

Die Versorgung der Meßbrücke mit 5V Gleichspannung sowie Verstärkung und Aufbereitung der Biegemoment-Meßwerte stellt ein Digital-Gleichspannungsverstärker vom Typ AED9101/AD102 (Fa. HBM, Darmstadt) bereit. Er besitzt einen Meßbereich von 2mV/V und eine Auflösung von 16 bis 20 bit. Für die Datenübertragung zum Meßrechner wurde im Steuerprogramm FATIBEND ein serielles Protokoll mit einer Übertragungsgeschwindigkeit von 38400 Baud implementiert, das die Biegemomentwerte in 16bit Auflösung (=1 count in 65536) mit einer Frequenz von 600Hz übermittelt. Der Datentransfer findet in Echtzeit, also kontinuierlich während des Meßbetriebs, statt.

Für die Kalibrierung der verstärkten Meßspannung wurde ein mechanisches Spiralfedertorquemeter der Firma Mitutoyo mit einem nominellem Meßbereich von +/-10Ncm eingesetzt. Der größte auftretende Fehler ist durch die beschränkte Ablesegenauigkeit gegeben und liegt bei etwa 0.2Nmm. Die Kalibrierkurve (Bild 26) zeigt einen sehr linearen Verlauf im Meßbereich von -6 bis 6 Nmm.

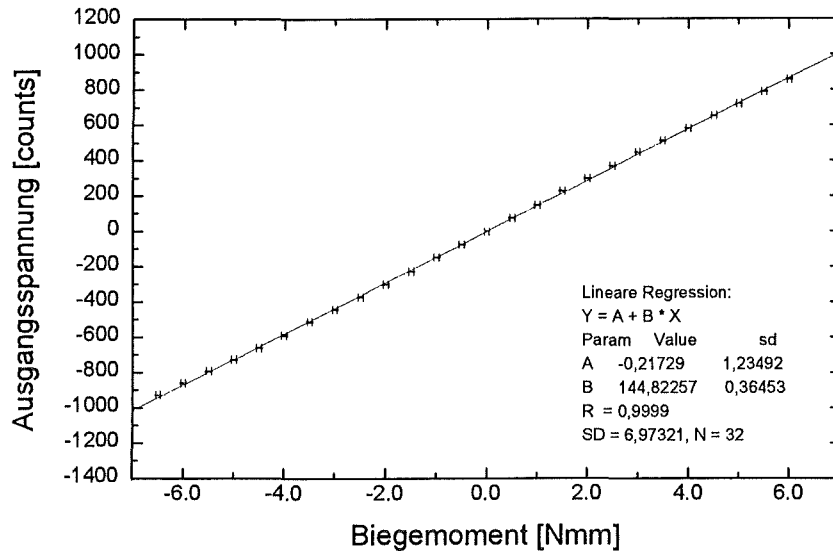


Bild 26 Kalibrierkurve des Biegemomentsensors

Die Kalibrierkurve ergab einen Wert von $0.00690 \pm 0.00002 \text{ Nmm/count}$ (bezogen auf 65536 Counts Vollausschlag). Damit kann ein maximales Biegemoment von $\pm 232 \text{ Nmm}$ gemessen werden, was weit über den in den Experimenten erwarteten Maximalwerten (10 Nmm) und der Belastbarkeitsgrenze des Sensors (etwa 80 Nmm) liegt. Außerdem liegt die prinzipiell mögliche Auflösung von 1 count mit 0.007 Nmm besser als der angestrebte Wert von 0.01 Nmm . Zur Überprüfung der Auflösungsgenauigkeit des Sensors wurde ein menschliches Haar mit $60 \mu\text{m}$ Durchmesser mit Hilfe des Meßplatzes in reiner Biegung belastet. Das resultierende Biegemoment/Biegewinkel- bzw. -krümmungs-Diagramm (Bild 27) zeigt eine Auflösungsgrenze, die tatsächlich lediglich durch die Quantisierung der Biegemomentwerte bei der Digitalisierung im Meßverstärker beschränkt wird. Rauscheinflüsse sind somit sehr gut unterdrückt und liegen unterhalb von 0.007 Nmm .

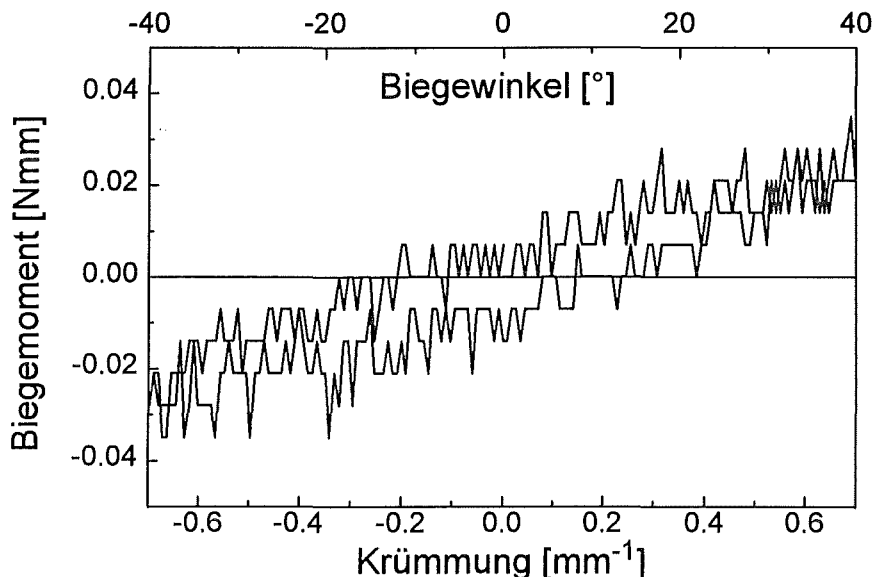


Bild 27 Demonstration der Sensorempfindlichkeit an einem menschlichen Haar

Zur Abschätzung der thermischen Empfindlichkeit des Biegemomentsensors wird zunächst die maximale Deformation der DMS berechnet. Das Ansprechverhalten von DMS auf eine Speichendehnung ϵ wird beschrieben durch die Gleichung:

$$(16) \quad \frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta U}{U} = k \cdot \varepsilon \quad (\text{R: Widerstand, U: Spannung, k: Verstärkungsfaktor DMS}).$$

Für die verwendeten Dehnmeßstreifen gilt der Verstärkungsfaktor $k=2$. Der Digitalverstärker liefert einen Ausgangsbereich von 2mV/V , woraus sich eine maximale Dehnung von $\varepsilon=10^{-3}$ in der gesamten Vollbrücke, also $2.5 \cdot 10^{-4}$ pro DMS bei Vollausschlag ergibt. Die thermischen Driften sollten höchstens 0.1% dieses Maximalwertes, also unter $2.5 \cdot 10^{-7}$ betragen. Mit dem linearen Wärmeausdehnungskoeffizienten $\alpha=23 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ für das verwendete Sensormaterial Aluminium ergibt sich daraus eine maximale tolerable Temperaturdrift von:

$$(17) \quad \Delta T = \frac{\varepsilon}{\alpha} = 0.01\text{K}.$$

Für eine homogene Temperaturänderung aller Sensorspeichen stellt die Wheatstone-Brücke eine wirkungsvolle Kompensation dar. Eine unterschiedliche Temperaturverstimmung an zwei DMS eines Halbbrückenweiges um mehr als $1/100\text{K}$ erzeugt jedoch bereits ein Fehlersignal von 0.1% des Meßbereichs. Daher muß sorgfältig auf eine konstante Temperierung des Sensors geachtet werden. Durch den umgebenden umluftbetriebenen Brutschrank konnten die thermischen Langzeitdriften von $0.5\text{Nmm}/24\text{h}$ auf unter $0.1\text{Nmm}/24\text{h}$ gedrückt werden.

3.1.4.4 Technische Daten

Tabelle 2 faßt die technischen Spezifikationen des Biegeermüdungsmeßplatzes FATIBEND zusammen:

Motoren: (ROT: 62W, LIN1/2: 6W)	
ROT-Meßbereich	-90° bis +90°
LIN-Meßbereich	+/-50mm
Probenlänge	1-20mm
Probenbreite	0-10mm
Probendicke	50-200µm
Maximalgeschwindigkeit	150°/s (ROT) 50mm/s (LIN1/2)
Bahnfehler:	
ROT	< 0.05°
LIN1/2	< 2µm
Biegemomentsensor:	
Meßbereich	-10...10Nmm
Auflösung	<0.01Nmm
Datenerfassung Biegemoment:	
Meßfrequenz	600Hz
Auflösung	16 bit

Tabelle 2 Technische Daten des Biegemeßplatzes FATIBEND

3.1.5 Software

Funktionelle Kereinheit des für die Meßaufgaben entwickelten Programms FATIBEND ist die Bahnkurvensteuerung zur Einhaltung der angestrebten, kreisbogenförmigen Biegelinie. Daneben werden Meßdatensätze in Echtzeit aufgenommen, dargestellt und abgespeichert. Die Anforderungen hoher Datenmeßraten und echtzeitfähiger Trajektoriensteuerung für schnelles Reversieren stellten einen erheblichen Konstruktions- und Programmieraufwand dar, der im folgenden näher erläutert wird.

3.1.5.1 Master/Slave-Prinzip

Für eine präzise Kontrolle über die Synchronisation der motrischen Verstelleinheiten wurde ein Master/Slave-Konzept realisiert (Bild 28). Die zeitliche Evolution der angestrebten Bahnkurve ist gegeben durch Funktionen der Zeit im dreidimensionalen Ortsraum ($\alpha(t)$, $x(t)$, $y(t)$), wobei α den Drehwinkel des Rundtisches in Bezug auf die Ausgangsposition, x die Position des Lineartisches LIN1 und y die Position von LIN2 bezeichnen. Die exakte Bahnkurvengeometrie wird in Kapitel 3.1.5.2 hergeleitet. Sie wird in der Master/Slave-Steuerung abschnittsweise linear approximiert. Dabei nutzt man die Fähigkeit der Motorkontrollerkarte aus, während der Bewegung der drei Positioniereinheiten nach vorgegebenen Parametern (Zielort s , Geschwindigkeit v , Beschleunigung a) bereits den nächsten Parametersatz zu laden und für das folgende Bewegungsincrement bereitzuhalten (prefetch/hold-Stufe). So kann die gewünschte Trajektorie unterbrechungsfrei in n Teilkurven abgefahren werden: Der insgesamt während der Messung zu überstreichende Winkelbereich ist in n Inkremente $\Delta\alpha$ unterteilt. Der Rundtisch ROT wird mit einem vorgegebenen Geschwindigkeitsprofil (Stillstand an den Umkehrpunkten, Maximalgeschwindigkeit beim Nulldurchgang) zwischen diesen Winkelgrenzen hin und her gefahren, wobei nach jedem Inkrement ein neuer, vorher berechneter Parametersatz ($s_{ROT}, v_{ROT}, a_{ROT}$) eingelesen und zur Steuerung benutzt wird. Abweichungen vom Soll-Zeitprofil werden im nachfolgenden Parametersatz zur Korrektur berücksichtigt (näheres s. Kap. 3.1.5.3). Nach jedem überstrichenen Winkelinkrement $\Delta\alpha$ wird außerdem ein Parametersatz ($s_{LIN1}, v_{LIN1}, a_{LIN1}; s_{LIN2}, v_{LIN2}, a_{LIN2}$) für die Lineartischmotoren LIN1 und LIN2 geladen und an die Steuerung übermittelt. Die aktuell erreichten Positionen werden auch hier benutzt, um eine Korrektur eventueller Bahnfehler durch Anpassung des nächsten Parametersatzes auszuführen. Der Rundtisch läuft somit autark nach einem vorgegebenen Geschwindigkeitsprofil (Master) und fungiert zusätzlich als Taktgeber für die Ansteuerung der Lineartische mit ihren Bahnkurvendaten (Slaves). Als Winkelinkrement reichen 0.5 Grad aus für eine Bahnpräzision in der Größenordnung von typischen Stellgenauigkeiten der Positioniereinheiten.

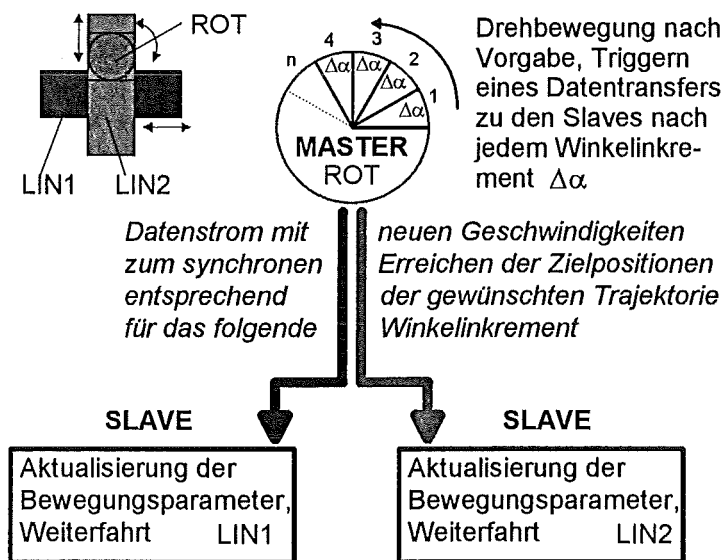


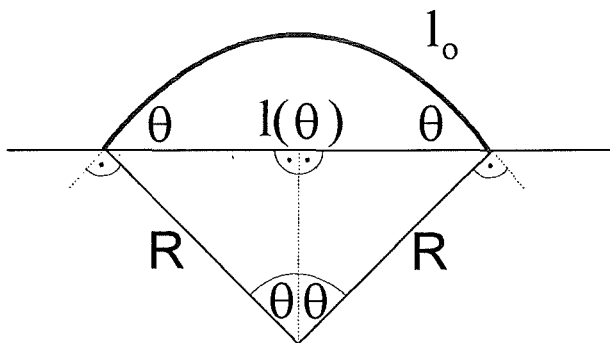
Bild 28 Master/Slave-Prinzip der Bahnkurvensteuerung

3.1.5.2 Bahnkurvengeometrie

Die für eine Master/Slave-Steuerung benötigten Bahnkurvendaten werden anhand der Theorie der reinen Biegung sowie der speziellen Probengeometrie ermittelt. Wie bereits in Kap. 3.1.1 angedeutet, verkürzt sich auch bei der reinen, kreisbogenförmigen Biegung die effektive Meßlänge mit zunehmendem Biegewinkel. Anhand von Bild 29 ist die Abhängigkeit anhand einfacher geometrischer Überlegungen herzuleiten:

$$(18) \quad l(\theta) = l_0 \frac{\sin \theta}{\theta},$$

wobei l_0 die freie Probenlänge zwischen den eingespannten Enden und θ der Biegewinkel eines Probenendes relativ zur horizontalen Ausgangslage ist.



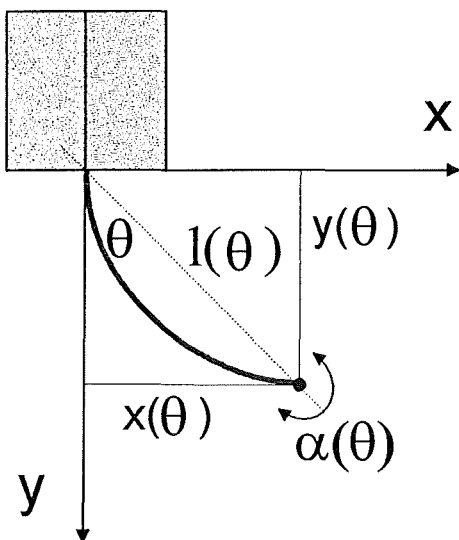
$$l(\theta) = 2R \sin \theta$$

$$l_0 = 2\theta R$$

$$\rightarrow l(\theta) = l_0 \frac{\sin \theta}{\theta}$$

Bild 29 Biegegeometrie in reiner Biegung

Diese Winkelabhängigkeit $l(\theta)$ läßt sich in Komponenten $x(\theta)$ und $y(\theta)$ zerlegen, die von den Linear-tischen LIN1 bzw. LIN2 gestellt werden können. Es ergeben sich damit die Trajektorien-daten in Bild 30. Der dunkle Block in der Skizze stellt den während der Messung feststehenden Probenhalter dar. Der Drehpunkt unten rechts repräsentiert den beweglichen Probenhalter, der gedreht bzw. in x-y-Richtung verfahren werden muß.



$$x(\theta) = l(\theta) \sin \theta$$

$$y(\theta) = l(\theta) \cos \theta$$

$$\rightarrow x(\theta) = l_0 \frac{\sin^2 \theta}{\theta}$$

$$y(\theta) = l_0 \frac{\sin \theta \cos \theta}{\theta}$$

$$\alpha(\theta) = 2\theta$$

Bild 30 Bewegungsfunktionen der motorischen Positioniereinheiten

Wie erwartet, ergibt sich aus den oben angegebenen Beziehungen für $\theta=0^\circ$ der unbelastete, geradlinige Probenzustand (Bild 31a)), für $\theta=45^\circ$ erhält man als Biegelinie einen Viertelkreis mit Radius $2\frac{l_0}{\pi}$ (Bild 31b)).

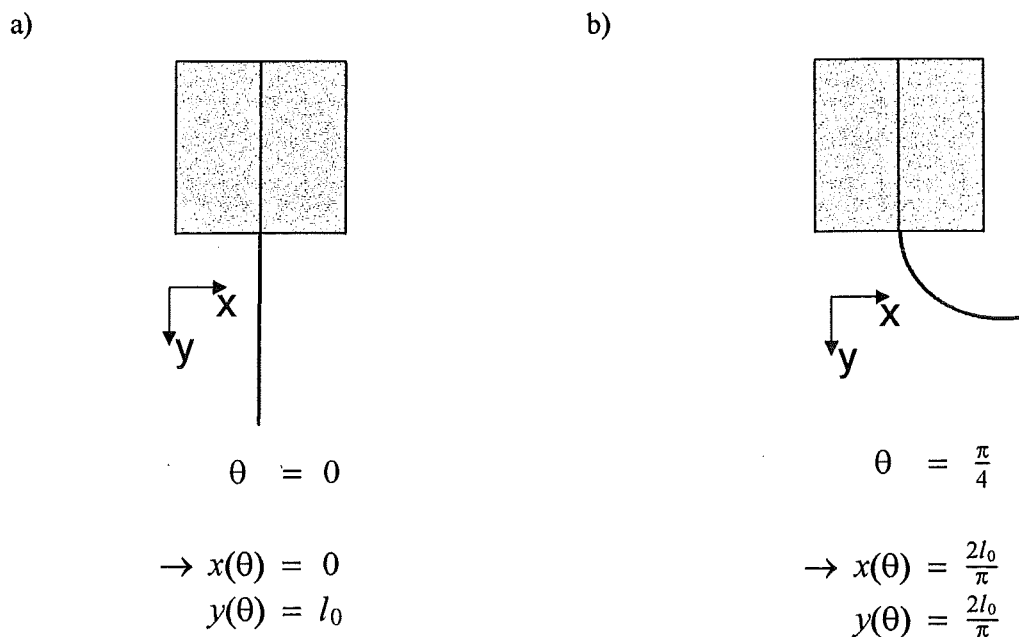


Bild 31 Spezialfälle der reinen Biegung: a) $\theta=0^\circ$, b) $\theta=45^\circ$

Die bisherige Herleitung der Bahnkurve gilt streng nur für die neutrale Faser der Biegeprobe oder für Proben mit verschwindender Dicke. Im realen Experiment läßt sich die Probe wegen ihrer nicht zu vernachlässigenden Dicke jedoch nicht punktuell auf Höhe der neutralen Faser lagern bzw. führen. Stattdessen muß zur Realisierung einer Verbiegung um $\pm 90^\circ$ ohne Blockieren der Probenaufnahme bei kurzen Meßlängen ein Probenende linksseitig geklemmt werden, das andere rechtsseitig (siehe Bild 32).

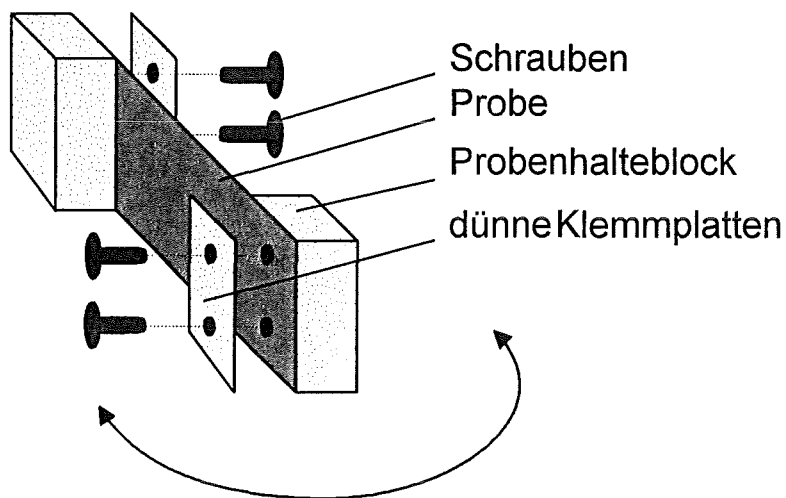
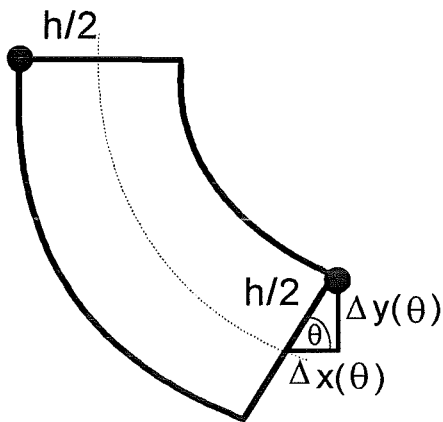


Bild 32 Klemmvorrichtung für Biegebleche

Daraus ergeben sich Verschiebungen der Einspannpunkte in Bezug auf die neutrale Faser, die vom totalen Biegewinkel $\alpha=2\theta$ abhängen. Bild 33 skizziert die Herleitung der Korrekturterme Δx und Δy anhand des angedeuteten Steigungsdreiecks.



$$\Delta x(\theta) = \frac{h}{2} \cos 2\theta$$

$$\Delta y(\theta) = \frac{h}{2} \sin 2\theta$$

$$\Rightarrow x(\theta) = l_0 \frac{\sin^2 \theta}{\theta} + \frac{h}{2} (1 + \cos 2\theta)$$

$$y(\theta) = l_0 \frac{\sin \theta \cos \theta}{\theta} - \frac{h}{2} \sin 2\theta$$

$$\alpha(\theta) = 2\theta$$

Bild 33 Berücksichtigung der Probendicke in der Trajektorie

Diese trigonometrischen Funktionen geben eine Bahnkurve in der x-y-Ebene vor, wie sie in Bild 34 dargestellt ist für die Parameter: Probenlänge $l=1\text{mm}$, Probendicke $h=0.1\text{mm}$ und Biegewinkelgrenzen $\pm 90^\circ$. Wie sich zeigt, ist die Trajektorie leicht asymmetrisch zum Nulldurchgang und nicht durch einfache Kreisabschnitte oder parabolische Funktionen approximierbar. Dies gab auch den Anlaß, für die Bahnkurvensteuerung keine Exzenter- oder Kurvenscheibenkonstruktionen einzusetzen, sondern auf einer hochpräzisen Mehrachsen-Motorsteuerung aufzubauen.

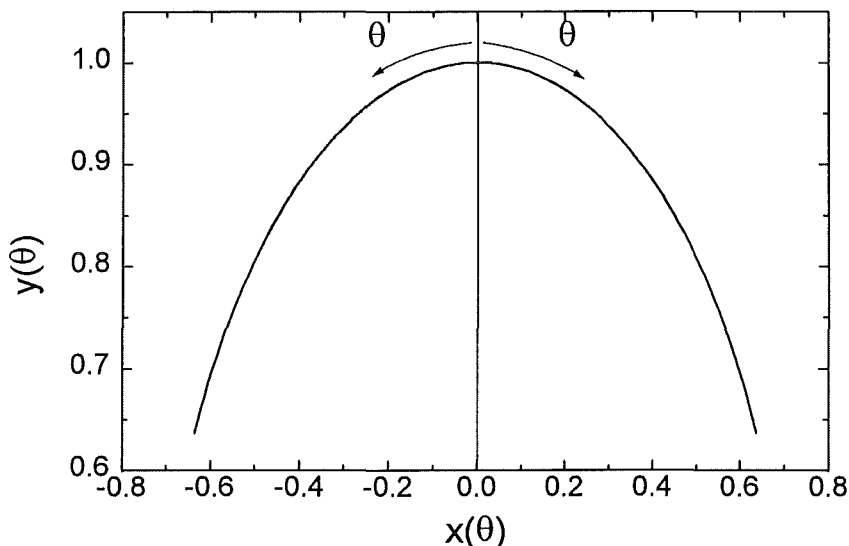


Bild 34 Ebene Bewegung der x-y-Kreuztischeinheit

Für die Versuchsführung ist es sinnvoll, unter anderem ein Maß für die Verformungsgeschwindigkeit der Probe festzulegen. Das einfachste zeitliches Verformungsprofil für Wechselbiegungen wäre ein

dreiecksförmiges Biegewinkel/Zeit-Verhalten $\alpha(t)$ und damit eine abschnittsweise konstante Deformationsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}(t) \sim \dot{\alpha}(t) = \text{const.}$ (Bild 35a)). An den Umkehrpunkten der Biegebewegung würden jedoch sehr große relative Beschleunigungen $\ddot{\alpha}(t)$ für den Rundtisch auftreten, und die maximale Zyklargeschwindigkeit würde schnell an die Grenzen des Dynamikbereichs der Motoren stoßen. Ein weiches und flexibles Betriebsverhalten erreicht man mit einer zeitlich sinusförmigen Verbiegung (Bild 35b)). Man erhält entsprechend cosinusförmige Geschwindigkeits- und sinusförmige Beschleunigungsverläufe. Andererseits kann für diesen Steuerungsmodus nur ein Mittelwert für die Deformationsrate angegeben werden. Dennoch wurde dieses Geschwindigkeitsprofil für den Meßplatz verwendet.

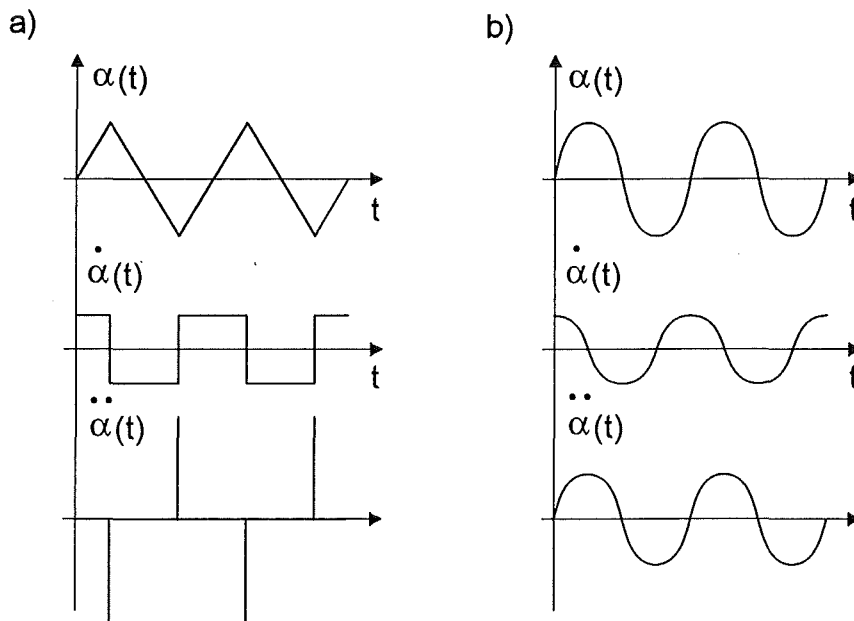


Bild 35 Mögliche dynamische Profile: a) konstante Teilgeschwindigkeiten, b) cosinusförmiger zeitlicher Verlauf der Geschwindigkeit

Insgesamt ergeben sich folgende Gleichungen für den dynamischen, synchronisierten Betrieb der drei motorischen Verstelleinheiten:

$$(19) \quad ROT(t) = \alpha = 2\theta \sim \sin(\omega t)$$

$$(20) \quad LIN1(\theta) = l_0 \frac{\sin^2 \theta}{\theta} - \frac{h}{2} \cos \theta$$

$$(21) \quad LIN2(\theta) = l_0 \frac{\sin \theta \cos \theta}{\theta} + \frac{h}{2} \sin \theta$$

(l_0 : Meßlänge, θ : Biegewinkel/2, h : Probendicke)

Für eine genaue Kontrolle der momentanen Verstellgeschwindigkeiten bietet die Motorsteuerkarte neben dem gewöhnlichen Betriebsmodus der Lageregelung auch einen Modus mit Geschwindigkeitsregelung an. In Lageregelung fahren die motorischen Versteller in Richtung der vorgegebenen Zielposition. Als Maß für die Regelgröße dient die Abweichung der momentanen Position relativ zum Ziel. Eine vorgegebene Maximalgeschwindigkeit wird während der Fahrt nicht überschritten. In Geschwindigkeitsregelung wird auf eine genaue Einhaltung der vorgegebenen Geschwindigkeit geachtet, während die Zielposition nur mehr als Abschaltkoordinate für die Bewegung verwendet wird. In dieser Betriebsart können nichtlineare zeitliche Geschwindigkeitsprofile wie das Cosinusprofil präzise realisiert werden.

3.1.5.3 Bahnfehler

Wie in Kapitel 3.1.5.1 beschrieben, wird die Bahnkurve abschnittsweise linear approximiert, indem nach jedem Winkelinkrement von 0.5° ein neuer Parametersatz mit Zielposition, Geschwindigkeit und Beschleunigung zu den Motoren übertragen und für das nachfolgende Stellinkrement benutzt wird. Zwischen diesen Kontrollpunkten fahren die Motoren jeweils mit konstant geregelter Geschwindigkeit. Soll nach einem Kontrollpunkt auf eine höhere Geschwindigkeit beschleunigt bzw. auf eine niedrigere abgebremst werden, geschieht dies mit der für diesen Punkt vorgegebenen Beschleunigung. Das Geschwindigkeitsprofil $\dot{\alpha}(t)$ wird also durch eine trapezoide Treppenfunktion approximiert, wie Bild 36 ausschnittsweise zeigt.

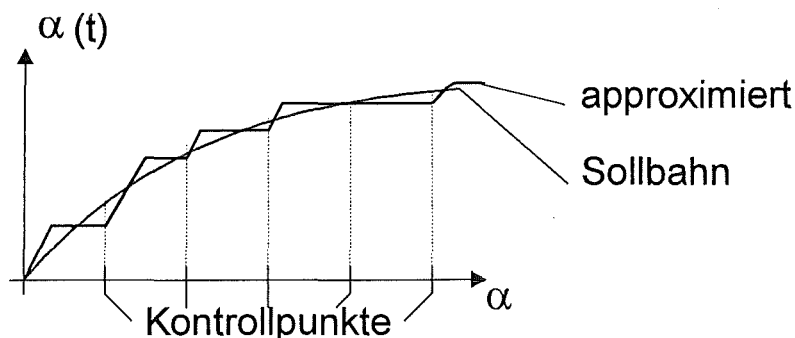


Bild 36 Approximation der idealen Bahnkurve durch Treppenabschnitte

Bahnfehler Rundtisch

Der Rundtisch ROT soll nun für eine Abschätzung der Bahnfehler mit cosinusförmigem Geschwindigkeitsprofil zwischen den Umkehrpunkten α_{\min} und α_{\max} hin und her bewegt werden. Diese Cosinusfunktion werde durch n Stützstellen, entsprechend den Winkelinkrementen von 0.5° , durch trapezoide Abschnitte genähert. Die dabei erzeugten zeitlichen Abweichungen der Ist-Position des Rundtisches von der Soll-Position wurden für eine Verdrehung von -90° bis $+90^\circ$ berechnet und in Bild 37 aufgetragen. Dabei wurden für die Beschleunigungen die maximal im Dauerbetrieb zulässigen Werte der entsprechenden Motoren zugrunde gelegt. Die mittlere Winkelgeschwindigkeit wurde zu $90^\circ/\text{s}$ festgesetzt, was einer Obergrenze der realisierbaren Meßgeschwindigkeit im Dauerbetrieb entspricht. Wie Bild 37 zeigt, liegen reale (approximierte) und ideale Bahnkurven sehr dicht beieinander, daher ist auf der rechten Ordinate die Differenz in vergrößerter Skalierung dargestellt. Man erkennt, daß die reale Position der idealen über den gesamten Winkelbereich hinweg hinterher eilt, im Mittel rund 0.02 Sekunden. Zu den Umkehrpunkten hin steigt diese Verzögerung steil an und summiert sich so nach einem kompletten Zyklus (-90° , $+90^\circ$, -90°) auf insgesamt 0.059 Sekunden oder 3.74% der idealen Zykluszeit. Diese Abweichung wird über wiederholte Zyklen akkumuliert, da der Rotationstisch erst die Drehrichtung wechselt, nachdem der Umkehrwinkel exakt erreicht ist, ungeachtet etwaiger zeitlicher Verzögerungen.

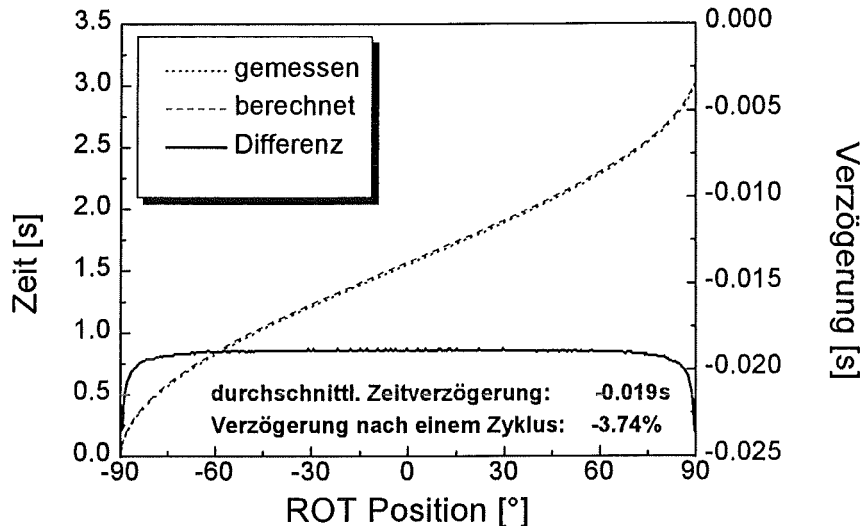


Bild 37 Positionierfehler des Rundtisches ohne Korrektur. Die untere Kurve/rechte Skala geben die zeitlichen Verluste während eines Zyklus an

Aus diesen Gründen wurden alle Sollgeschwindigkeiten an den Kontrollpunkten mit einem Korrekturfaktor $\eta > 1$ multipliziert. Diese Geschwindigkeitskorrektur ist in Bild 38 berücksichtigt. Man erkennt eine wesentlich verminderte Bahnabweichung von der Idealkurve mit einem Nachlauf von nur 0.88% pro Zyklus. Diese Genauigkeit wurde als ausreichend eingestuft; auf weitere iterative Anpassungen an das angestrebte Geschwindigkeitsprofil konnte daher verzichtet werden.

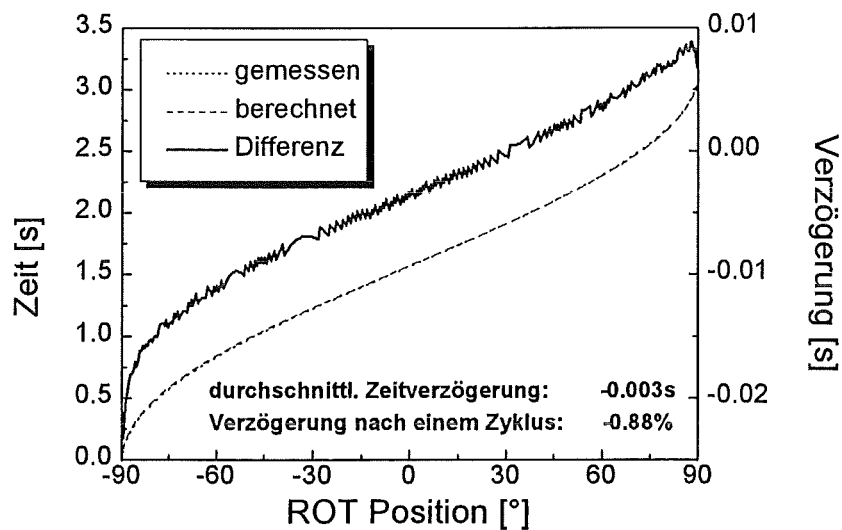


Bild 38 Positionierfehler des Rundtisches mit Korrektur. Die untere Kurve/rechte Skala geben die zeitlichen Verluste während eines Zyklus an

Bahnfehler Lineartische

Die Lineartische werden nach jedem Winkelinkrement des Rundtisches mit neuen Geschwindigkeiten zum Anfahren des folgenden Kontrollpunkts versorgt. Diese Geschwindigkeiten errechnen sich aus der Differenz der erreichten Momentanposition und der Soll-Position am nächsten Kontrollpunkt sowie der Zeit, die der Rotationstisch nach seinen Geschwindigkeitsdaten bis zum Überstreichen des nächsten Punkts benötigt. Auf diese Weise werden akkumulierte Positionierfehler der Lineartische nach jedem Inkrement kompensiert. Dennoch verbleibt ein Restfehler, der auch hier in der Trapez-Approximation der Geschwindigkeitskurve begründet ist. Wie Bild 39 verdeutlicht, liegt diese

Bahnabweichung jedoch im Bereich von maximal $0.03\mu\text{m}$ und damit weit unterhalb der Positioniergenauigkeit der Lineartische. Für die Simulationsrechnung wurde bereits der "worst case" einer sehr großen Meßlänge von 10mm bei einer Probendicke von 0.1mm zugrunde gelegt, was lange Stellwege und schnelle Positionierungen von LIN1 und LIN2 erfordert. Außerdem akkumulieren sich diese Bahnfehler nicht über wiederholte Zyklen, da das Vorzeichen der Abweichungen nach jedem Halbzyklus durch die Umkehr der Stellrichtung wechselt.

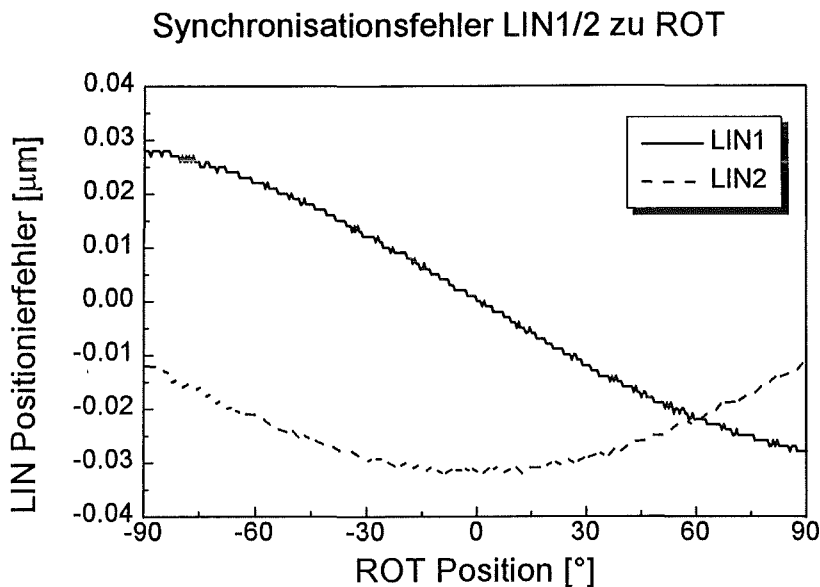


Bild 39 Synchronisationsfehler der Lineartische

Bahnfehler durch Justagetoleranzen:

Die Justage der Probenhalteblöcke wurde mit Hilfe von $1\mu\text{m}$ -Meßtastern, Eichwinkeln und Endmaßen in folgenden Schritten ausgeführt:

1. Einstellen eines rechten Winkels zwischen den Lineartischen LIN1 und LIN2 mit einer maximalen Abweichung von $\pm 10\mu\text{m}$ auf 100mm.
2. Zentrierung der Probenaufnahme über dem Rundtischdrehpunkt auf $\pm 5\mu\text{m}$ in x- und y-Richtung
3. Vertikale Ausrichtung der Seitenflächen der Probenhalteblöcke auf $\pm 5\mu\text{m}$ über deren Gesamthöhe
4. Ausrichtung des sensorseitigen Halteblocks parallel zu LIN2 auf $\pm 5\mu\text{m}$ über 40mm Verfahrensweg

Mit diesen Justagetoleranzen ergibt sich eine Positionsgenauigkeit der geführten Probenenden von etwa $20\mu\text{m}$ in jeder Raumrichtung. Die Auswirkungen einer Abweichung von der Soll-Bahnkurve durch Justagetoleranzen ist in der Bildfolge 40 anhand von FEM-Simulationen dargestellt. Sämtlichen Berechnungen liegt das pseudoelastische Materialmodell aus Kap. 2.6.2 zugrunde. Teilbild a) zeigt den Einfluß eines Justagefehlers von $20\mu\text{m}$ bei einem Biegewinkel von 30° , Teilbild b) für 90° . Der rechte Probenhalter wird mit einer linear mit dem Biegewinkel bis zu einem Maximalwert von $\Delta x = 20\mu\text{m}$ steigenden Fehlpositionierung bewegt. Repräsentativ für die Lastverteilung ist die von Mises-Spannung angegeben. Sie ist in beiden Bildern sehr homogen über die Probe verteilt ohne sichtbaren Einfluß der Bahnkurvenabweichungen. Bei einem angenommenen Fehler von maximal $\Delta x = 100\mu\text{m}$ hingegen (Teilbilder c), d)) zeigt sich für kleine Biegewinkel bereits eine deutliche Abweichung von der angestrebten, kreisbogenförmigen Trajektorie mit entsprechender Spannungslokalisierung an den Probenenden. Für 90° Biegewinkel ist dieser Einfluß schwächer, jedoch immer noch sichtbar.

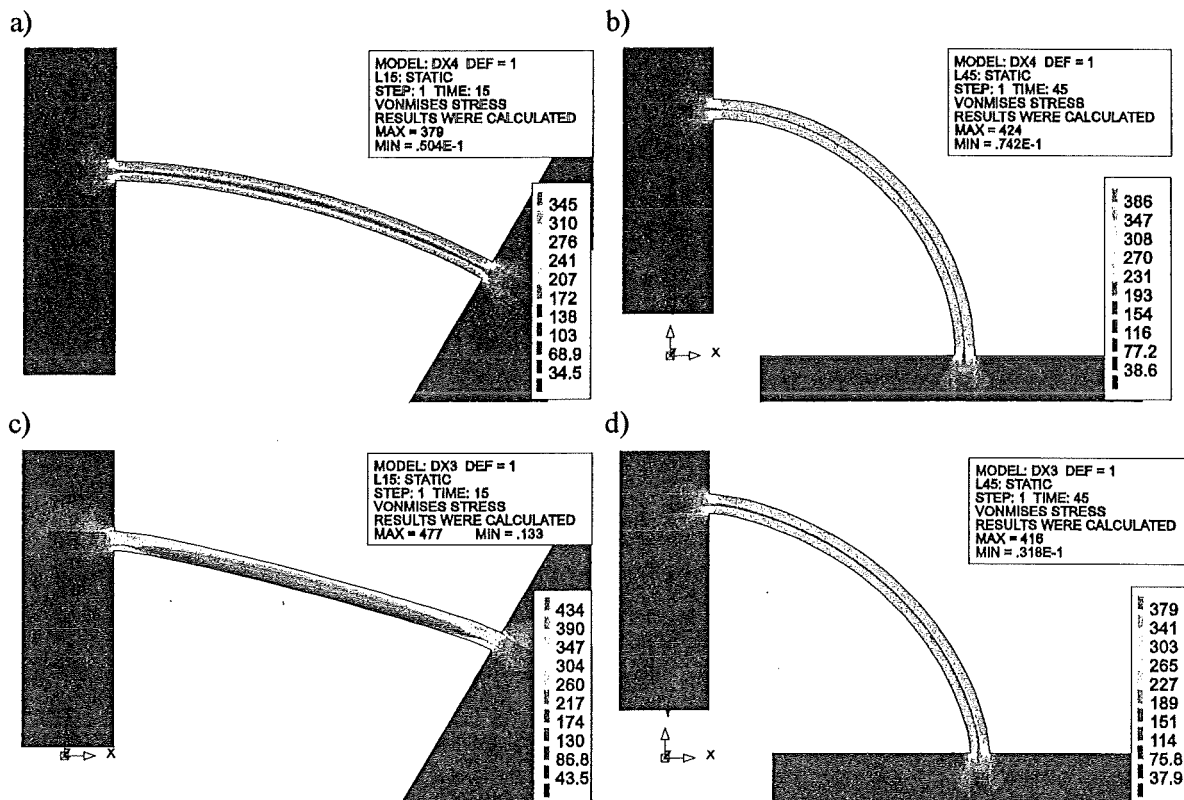
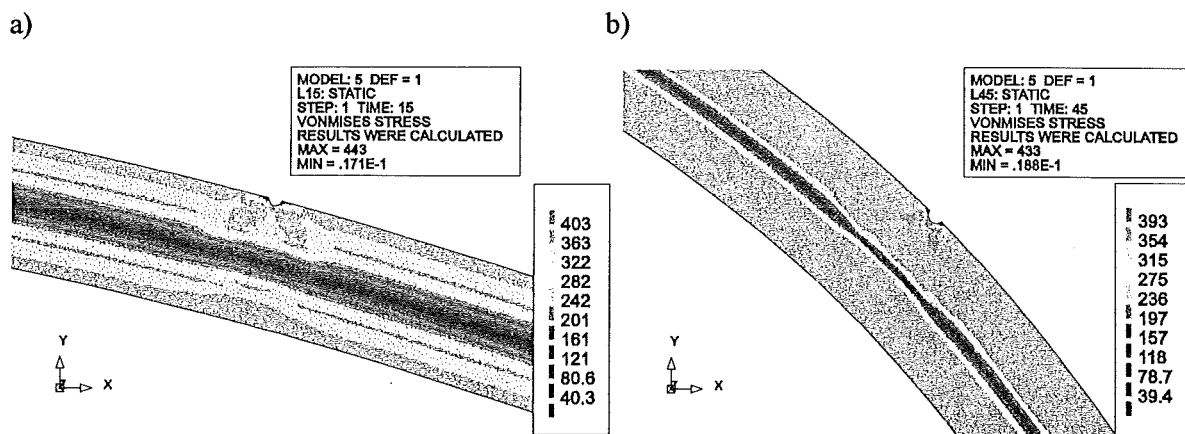


Bild 40 Einflüsse von Justagefehlern auf die Biegelinie: a) $\Delta x=20\mu\text{m}$, $\alpha=30^\circ$, b) $\Delta x=20\mu\text{m}$, $\alpha=90^\circ$, c) $\Delta x=100\mu\text{m}$, $\alpha=30^\circ$, d) $\Delta x=100\mu\text{m}$, $\alpha=90^\circ$

Somit sollten die während des Aufbaus erzielten Justiertoleranzen von $20\mu\text{m}$ keinen störenden Einfluß auf die angestrebte Biegelinie haben.

Bahnfehler durch Probengeometrieabweichungen:

Reale Biegebleche besitzen unter Umständen Oberflächenfehler und eine inhomogene Rauigkeit, so daß die Probe keine einheitliche Dicke besitzt. In Bild 41 wurden die Einflüsse einer angenommenen halbkreisförmigen Oberflächenkerbe von $5\mu\text{m}$ Durchmesser auf die Lastverteilung in der Biegeprobe simuliert. In den Teilbildern a) und b) ist die Verteilung der von Mises-Spannung in der Nähe einer auf halber Probenlänge liegender Kerbe für 30° bzw. 90° Biegewinkel dargestellt. Entsprechend geben die Bilder c) und d) die Situation für eine nahe am Probenende auftretende Kerbe an.



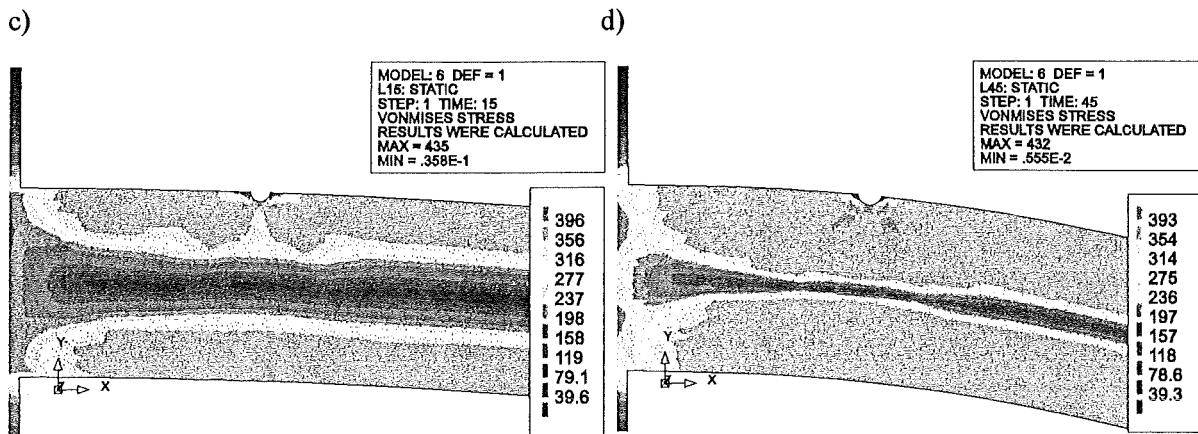


Bild 41 Einflüsse von Kerben auf den Biegeproben auf die Biegelinie:
 a) Mittelkerbe, $\alpha=30^\circ$, b) Mittelkerbe, $\alpha=90^\circ$, c) Endkerbe, $\alpha=30^\circ$, d) Endkerbe, $\alpha=90^\circ$

In allen Fällen ist lediglich eine lokale Störung des Spannungsfeldes beobachtbar. Eine wesentliche Veränderung der Lastverteilung oder der Biegelinie ist nicht zu erkennen. Da für die verwendeten Biegeproben nicht mit Oberflächenfehlern in einer Größenordnung über $5\mu\text{m}$ zu rechnen ist, sollte auch für reale Proben die Bahnkurve reiner Biegung gut eingehalten werden.

3.1.5.4 Softwarefunktionen von FATIBEND

Das Steuer- und Meßprogramm FATIBEND übernimmt die Bahnkurvensteuerung der motorischen Einheiten, erlaubt simultanes Messen, Darstellen und Verarbeiten der Biegemoment- und Biegewinkeldaten in Echtzeit und stellt eine automatische Versagensbeurteilung mit Meßabbruchkriterien zur Verfügung. In bis zu zehn Meßpuffern können Biegemoment/Biegewinkel- oder Biegemoment/Zeit-Datensätze am Bildschirm angezeigt und weiterverarbeitet werden. FATIBEND wurde in der Programmiersprache C innerhalb eines halben Jahres entwickelt und umfaßt etwa 500kB Quellcode. FATIBEND läuft auf DOS-Rechnern mit MS-DOS Version 3.3 oder höher und mit Prozessoren ab 80486/40MHz. 1MB Hauptspeicher und eine Standard-VGA Grafikkarte reichen zum ordnungsgemäßen Betrieb aus. Die Leistungsdaten von FATIBEND sind im folgenden stichpunktartig aufgeführt.

Motor-Bahnsteuerung:

- Freies oder auf Kreisbahn synchronisiertes Verfahren der motorischen Versteller ROT, LIN1 und LIN2 nach Benutzervorgabe im Bereich $\pm 90^\circ$ bzw. $\pm 50\text{mm}$
- Automatisiertes Fahren von dehnungsgesteuerten Ermüdungszyklen zwischen symmetrischen und asymmetrischen Winkelgrenzen (einsinnige und reversierende Biegung möglich)

Experimentsteuerung:

- Aufzeichnung von Biegewinkel/Biegemoment- bzw. Zeit/Biegemoment-Beziehungen und Echtzeit-Bildschirmdarstellung der Meßkurven
- Ausgabe der aktuellen Motorpositionen mit Positionierfehlern
- Steuern des Ermüdungsexperimentes mit benutzerdefinierten Dehnraten und Lastgrenzen, automatischer Abbruch bei Unterschreiten einer vorzugebenden Biegemomentamplitude $\Delta M(N) \leq x\% \Delta M(N=1)$ oder nach einer festgelegten Zyklenzahl N_{stop}

Datenverarbeitung:

- Laden und Speichern von Meßkurven

- Ablegen einzelner Meßpunkte (z.B. nur Meßdaten bei Mittel- und Extremaldehnungen) oder fortlaufend (Auflösung 0.5°) auf Datenträger während der Messung

Bild 42 zeigt ein Bildschirmfoto von FATIBEND. Dargestellt ist die Meßkurve einer Probe im linear-elastischen Bereich. Im rechten Bereich des Meßfensters werden untereinander der Zustand des Biegemomentsensors, Positionsdaten der Motoren (Ist-Position, nächstes manuell anzufahrendes Ziel und momentaner Stellfehler für ROT, LIN1 und LIN2), Meßdaten für die aktuelle Messung (Winkelgrenzen, Stellgeschwindigkeiten, Abbruchkriterien und Probengeometriedaten) und schließlich Statusmeldungen angezeigt.

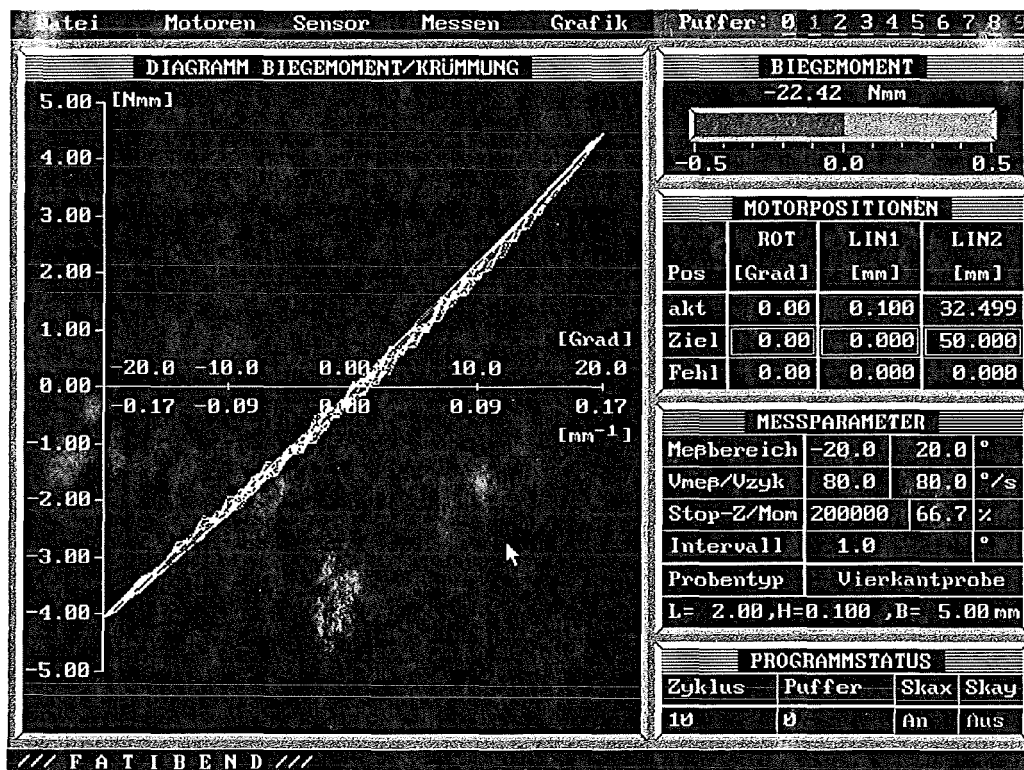


Bild 42 Screenshot des Meßprogramms FATIBEND

FATIBEND verfügt über eine benutzerfreundliche Menüoberfläche und kann wahlweise mit Tastatur oder Maus bedient werden.

3.2 Prüfeinrichtung zur Zug/Druck-Ermüdung

Zug/Druck-Experimente an Nitinol SE508 wurden an einer servohydraulischen Werkstoffprüfmaschine in Dehnungsregelung durchgeführt. Der Dehnungsabgriff umfaßt eine Meßlänge von 2mm im mittleren Bereich der taillierten Probenmeßlänge (Bild 43). Für die Versuchssteuerung sowie Datenerfassung und -auswertung wurde ein PC 80486 mit dem Meßdatenprogramm DASYLAB v.2.00 und einem selbst programmierten Schaltbild eingesetzt. Damit können Lastprofile und -parameter vorgegeben und die gemessene Spannung gegen Dehnung, Maschinenweg oder Zeit aufgezeichnet werden. Frei definierbare Abbruchkriterien wie Lastabfall unter eine Schranke oder Überschreiten der zulässigen Dehnungs- oder Wegegrenzen erlauben eine ständige Überwachung und beenden das Experiment gegebenenfalls automatisch.

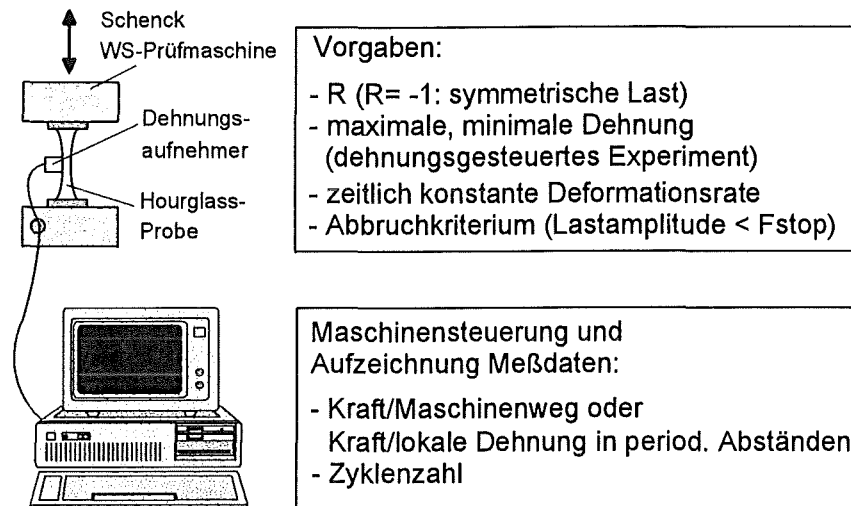


Bild 43 Meßablaufschaema der Zug/Druck-Ermüdung

Die eingesetzte Werkstoffprüfmaschine des Typs Schenck POZ863 arbeitet bis zu einer Last von 63kN bei einem maximalen Stellbereich von +/-50mm [Sche82]. Für die Messungen an Hourglass-Proben reichten Kräfte unterhalb von 10kN und Stellwege von +/-2mm aus, so daß die Meßbereiche feiner skaliert werden konnten. Der Analog-Ausgabebereich von +/-10V entspricht in dieser Skalierung +/-12.6kN im Kraftkanal bzw. +/-10mm im Wegkanal.

Bei Ermüdungsmessungen mit kleinen Lastamplituden neigen selbst kleine Servoventile zum „Einschlafen“, d.h. der erforderliche Hub ist so gering, daß sich das Magnetventil festsetzt und nicht mehr stellt. Dieser Effekt wurde anfänglich bei einigen Messungen beobachtet. Zur Abhilfe wurde dem niederfrequenten Dehnungs-Sollwertsignal ein hochfrequentes Sinus-Signal von 910Hz mit einer Amplitude von +/-1V (bezogen auf den Sollwertbereich von +/-10V) überlagert. Bei dieser Frequenz ist das Magnetventil gerade noch zu schalten in der Lage, die Hydraulik und damit der Hub der Probe hingegen sind bei weitem zu träge, um zu folgen. So erreicht man eine ständige Erregung des Ventils ohne Meßeinfluß und verhindert somit ein „Einschlafen“. Die überlagerte Hochfrequenz wurde von einem externen Funktionsgenerator erzeugt und über eine selbst angefertigte Adapterkarte direkt auf den Sollwertkanal der Prüfmaschine gelegt.

3.2.1 Lokale Dehnungsmessung

Für NiTi erwartet man eine ausgeprägte Spannungs/Dehnungs-Hysterese mit plateauartigem Verlauf. Es kann kein kraftgeregeltes Experiment gefahren werden, da die Plateausteigungen derart gering sind, daß bei nahezu konstanter Last eine Dehnungs-Regelstrecke von mehreren Prozent entstehen würde, die nicht weich ausregelbar ist. Andererseits scheidet auch eine Regelung über den Maschinenweg der Prüfmaschine aus, da die Verformung in der sanduhrförmigen Probe inhomogen und stark an der dünnen Taille lokalisiert ist. Damit bietet sich Dehnungsregelung unter Einsatz eines Dehnungsaufnehmers an, der im Tailienbereich die Verformung in Lastrichtung mißt. Legt man die Sanduhrgeometrie der Nitinol-Proben zugrunde (s. Kap. 4.2), ergibt sich für eine Meßlänge von 2mm eine maximale relative Spannungsinhomogenität von nur 2.2%. Andererseits will man in dehnungsgesteuerten Experimenten eine Dehnung von 0.1% noch reproduzierbar auflösen, was einem Verformungsweg von 2µm entspricht. Dieser Wert kann gerade noch zuverlässig mit gängigen Meßtechniken erzielt werden. Damit erscheint die Meßstrecke von 2mm als ein vernünftiger Kompromiß zwischen Auflösungsgrenze der Meßtechnik und dem Wunsch nach einer lokalen Dehnungsinformation. Als Dehnungsbereich während den Ermüdungsmessungen sollten +/-10% ausreichen, was einer Streckenänderung von +/-0.2mm entspricht.

Als Meßprinzipien wurden folgende Verfahren auf ihre Tauglichkeit hin überprüft:

- Wegmeßsystem mit Dehnmeßstreifen (DMS)
- induktiver Wegaufnehmer
- optische Verfahren:
 - Lichtwellenleiter und positionsempfindlicher Detektor (PSD)
 - Abschattungsverfahren
 - Laser-Abstandsmessung

Andere Methoden wie die Speckle-Technik [Gom94], Holographie oder Shearographie [Ste95] erlauben zwar eine sehr gut ortsaufgelöste Bestimmung mehrdimensionaler Deformationszustände, sind aber wegen des erhöhten Rechenaufwandes nicht echtzeitfähig und damit ungeeignet für die Ansteuerung einer Dehnungsregelung an einer Werkstoffprüfmaschine.

Im folgenden werden orientierende Probemessungen mit den oben aufgeführten Meßprinzipien kurz dargestellt.

Wegmeßsystem mit DMS:

Bei diesem Verfahren werden auf der Meßlänge der Probe zwei Klingen aufgesetzt, die über ein mit DMS beklebtes Federelement miteinander verbunden sind (Bild 44). Ändert sich bei einer Dehnung der Probe der Abstand zwischen diesen Klingen, wird das Federelement verbogen und erzeugt so einen Spannungsabfall an den DMS, welcher als dehnungsproportionales Meßsignal abgegriffen wird. Die Aufnehmer werden in der Regel mit Federkräften an der Probenoberfläche gehalten.

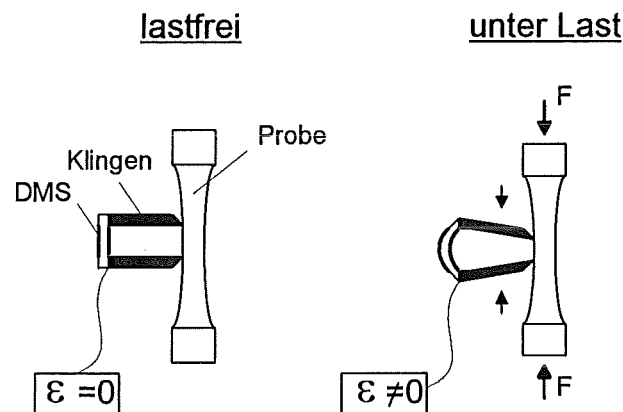


Bild 44 Lokale Dehnungsmessung: mechanisches Prinzip mit DMS

Für Testmessungen wurden drei kommerziell erhältliche Aufnehmertypen eingesetzt (HBM DD-1, MTS Mod. 632.26 und Sandner D/S DSA15/10H), von denen der DD-1-Aufnehmer das geringste Signalrauschen und die niedrigsten temperaturbedingten Driften aufwies. Dennoch ist dieser Aufnehmer primär für große Meßwege von $\pm 2.5\text{mm}$ konzipiert und wird mit den erwarteten $\pm 0.2\text{mm}$ in Ermüdungsexperimenten nur in einem kleinen Teil seines Vollbereichs betrieben. Damit sinkt das Signal/Rausch-Verhältnis entsprechend und thermische Driften (spezifiziert mit 0.005% des Endwertes pro K) haben ein stärkeres relatives Gewicht. Driftmessungen ergaben eine Stabilität von $\pm 1\mu\text{m}$ in 24h.

Induktiver Wegaufnehmer:

Induktive Wegmeßsysteme bestehen aus einem ferromagnetischen Tauchanker, der berührungslos teilweise in eine Leiterspule eintaucht. Wird der Anker in der Spule bewegt, ändert sich die Induktivität der Spule, und diese Verstimmung kann als zur Wegänderung proportionales Signal benutzt werden. Für Probemessungen wurde auf der Basis des DD-1-Meßsystems ein Dehnungsaufnehmer mit zwei zueinander beweglichen Meßklingen konstruiert, von denen eine den Tauchanker, die andere die Spulenwicklungen trägt (Bild 45).

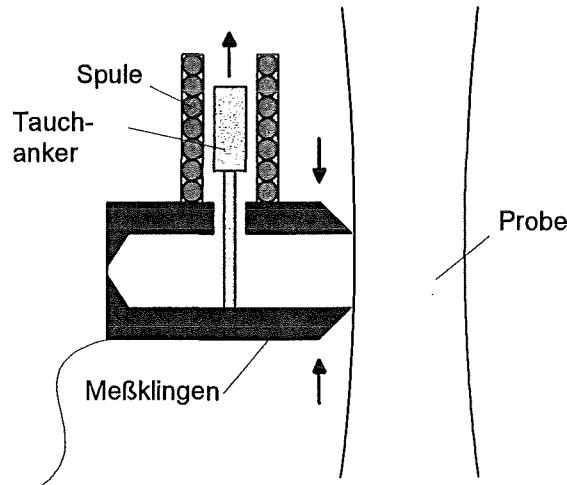


Bild 45 Lokale Dehnungsmessung: mechanisches Prinzip mit induktivem Aufnehmer

Die Nullpunktstabilität dieses Aufnehmers liegt etwa eine Größenordnung besser als bei der DMS-Technik. Leider sind die Massen von Spule und Tauchanker jedoch so groß, daß der Dehnungsaufnehmer mit sehr hohen Kräften auf die Probenoberfläche gespannt werden muß und zudem zu mechanischen Resonanzschwingungen im Niederfrequenzbereich 0-20Hz neigt.

Optische Verfahren:

Optische Verfahren besitzen den Vorteil, berührungslos messen zu können und so eine Beschädigung der Probe durch mechanischen Kontakt mit dem Meßsystem zu verhindern. Andererseits sind diese Methoden dadurch oft nicht in der Lage, kleine Störbewegungen der Meßpunkte zu erkennen und aus der Messung zu eliminieren.

i) Lichtwellenleiter mit PSD:

Mit Hilfe einer Laserdiode mit Lichtwellenleiter und einem positionsempfindlichen Detektor wurde ein neuartiges optisches Dehnungsmeßverfahren realisiert. Auf eine Hourglass-Probe werden senkrecht zur Lastrichtung im gewünschten Meßabstand von etwa 2mm zwei Multimode-Lichtwellenleiterfasern (Firma Vistek, Mittenwald) mit Durchmesser 0.25mm aufgeklebt und an eine Rotlicht-Laserdiode angeschlossen. Das in die Fasern eingekoppelte Laserlicht wird mit einem positionssensitiven Detektor (PSD) registriert, der hochauflösend den Ortsschwerpunkt eines eintreffenden Lichtflecks mißt (Bild 46). Der dazu verwendete PSD (Firma Vistek, Seefeld) besitzt eine Meßlänge von 5mm bei einer zulässigen Breite des Lichtflecks von maximal 1mm. Durch geeignete Modulations-/Demodulationstechniken können nun abwechselnd die Positionen des oberen bzw. des unteren Lichtflecks bestimmt und deren Differenz berechnet werden. Dieses Signal ist ein Maß für den momentanen Abstand der aufgeklebten Multimodefasern und damit für die Probendehnung.

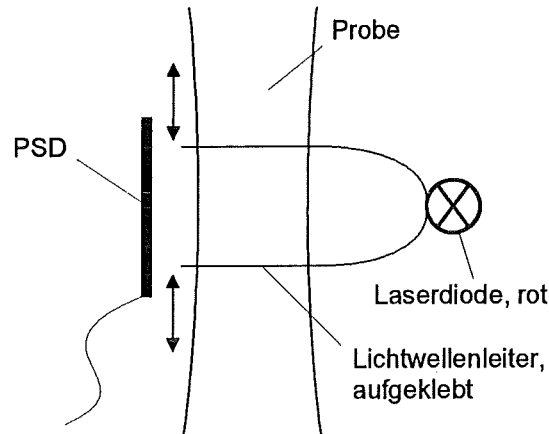


Bild 46 Lokale Dehnungsmessung: optisches Prinzip mit Lichtwellenleiter und positionsempfindlichem Detektor

Mit diesem Verfahren ließen sich reproduzierbare Abstandsänderungen von $5\mu\text{m}$ nachweisen. Ein zu niedriger Rauschabstand des PSD sowie starke Strahlaufweitung vor dem Sensor waren die dominanten Störeinflüsse. Die Temperaturdrift lag unterhalb von $0.5\mu\text{m}$ in 24h. Der Strahlfokus könnte mit kleinen Aufsatzlinsen (Selfoklinsen) verbessert werden. Diese würden jedoch schwer auf der Meßlänge von 2mm Platz finden. Zudem ist das maßgenaue Aufkleben der Lichtwellenleiter sehr aufwendig. Ein weiterer Fehlereinfluß ist die Abhängigkeit des PSD-Signals vom Leuchtfleckdurchmesser und damit dem Abstand der LWL-Fasern von der sensitiven Schicht. In den Versuchen betrug dieser Abstand etwa 1.5mm. Während der Belastung der Probe schwankt dieser Wert um bis zu $\pm 40\mu\text{m}$ und erzeugt dadurch Störungen in der Größenordnung der PSD-Auflösung. Damit liegt die Reproduzierbarkeit einer Abstandsänderung lediglich bei $10\mu\text{m}$ und ist somit zu gering für die geforderten Spezifikationen.

ii) Abschattungsverfahren:

Ähnlich wie im PSD-Meßprinzip werden für das Abschattungsverfahren zwei Referenzpunkte auf der Probe benötigt, deren Abstand mit optischen Methoden verfolgt wird. Wie in Bild 47 angedeutet, wurden zwei Keramikhaare der Dicke $200\mu\text{m}$ im Abstand von 2mm senkrecht zur Lastichtung und seitlich überstehend auf die Probe geklebt. Ein Lasermikrometer (LS-3100, Firma Keyence), das nach einem Abschattungsprinzip arbeitet, durchstrahlt nun diese zwei Markierungsbalken und bestimmt deren Abstand.

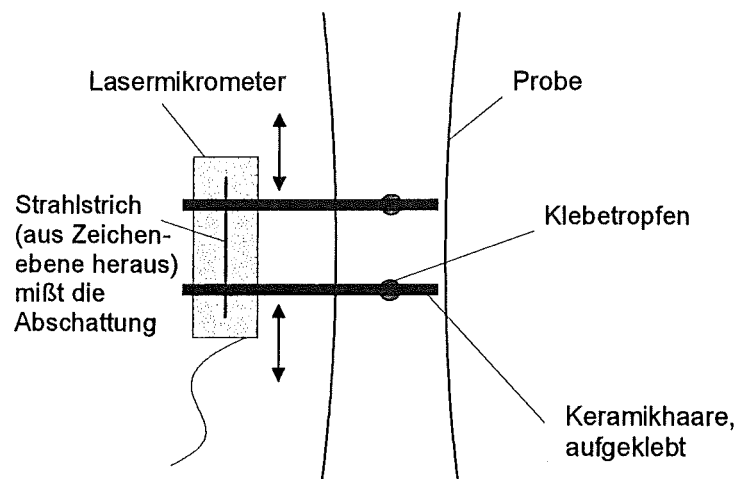


Bild 47 Lokale Dehnungsmessung: optisches Abschattungsprinzip

Die Auflösung für eine Einzelabtastung liegt bei etwa $2\mu\text{m}$, Temperatureinflüsse sind zwischen 0°C und 45°C vernachlässigbar. Ähnlich wie unter i) erzeugt die geringe laterale Bewegung der Probe während der Messung Störeinflüsse, da die Kanten der Keramikhaare nie völlig parallel geklebt werden können und daher bei einer Bewegung in den Meßstrahl bzw. aus dem Meßstrahl heraus unterschiedliche Abstände registriert werden. Diese Fehler liegen wiederum in der Größenordnung von $5\mu\text{m}$.

iii) Laser-Abstandsmessung:

Bei diesem Verfahren beleuchtet das rote Licht (670nm) eines Halbleiterlasers eine diffus streuende Oberfläche. Die keulenartige Rückstreu-Intensitätsverteilung wird von einer Photodiode aufgenommen und gibt Aufschluß über den Abstand der angestrahlten Fläche zum Meßkopf. Das Meßsystem ILD2000-5 (Firma $\mu\epsilon$, München) verfügt über zwei dieser Meßköpfe und kann so den Differenzabstand zwischen zwei Meßflächen bestimmen. Für eine Verwendung dieses Prinzips zur Dehnungsmessung wurden zwei Meßkragenringe konstruiert und auf der Probe im Abstand von 2mm montiert. Angefaste Meßflächen erlauben eine Anordnung der Meßköpfe, wie sie in Bild 48 dargestellt ist. Der gemessene Wegunterschied der Meßköpfe 1 und 2 hängt linear mit dem realen vertikalen Abstand der Meßkragen zusammen.

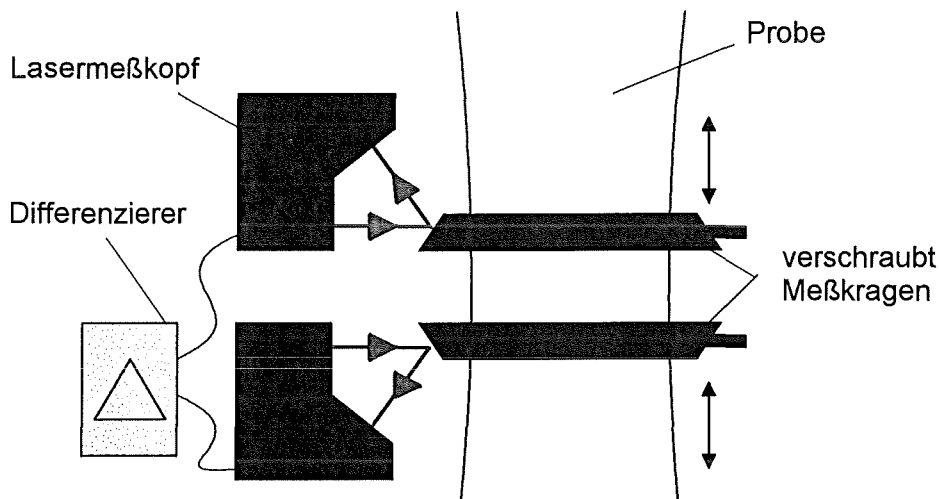


Bild 48 Lokale Dehnungsmessung: optische Laser-Abstandsmessung

Das System ist sehr tolerant gegenüber Verkippen der Meßköpfe von ihrer Sollposition. Eine Dejustage von 30° bewirkt eine Meßwertänderung von nur 0.5% . Andererseits ist der wirkliche Abstand der Meßkragen über eine trigonometrische Funktion empfindlich abhängig vom Winkel der Meßflächen zueinander bzw. zur Horizontalen. Ein Fasenwinkelfehler von 5° bewirkt einen typischen Fehler in der Abstandsmessung von 20% des Effektivwerts. Die Temperaturdrift des Systems ist mit $\pm 0.1\mu\text{m}/\text{K}$ angegeben, die Auflösung beträgt $0.25\mu\text{m}$. Beim Einsatz an der Werkstoffprüfmaschine tritt aber eine prinzipielle Schwierigkeit auf. Da der hydraulische Kolben nur ein Ende der Probe bewegt, werden während der Belastung beide Meßkragen gemeinsam um einen Gesamtweg verschoben, und zusätzlich ändert sich geringfügig ihr Abstand aufgrund der lokalen Dehnung. Die synchrone Verschiebung liegt bei typischen Ermüdungsmessungen im Bereich von 1mm und ist sehr groß gegenüber der durch Probendehnung hervorgerufenen Abstandsänderung von wenigen 10 bis maximal $200\mu\text{m}$. Die reine Verschiebung darf aber nicht zur Messung beitragen, sollte also in der Differenzschaltung beider Meßköpfe nicht auftreten. Leider ist aber die Justagegenauigkeit der Meßkragen derart beschränkt, daß unterschiedliche Signalkennlinien für beide Aufnehmer entstehen und eine Wegänderung im Bereich von minimal $20\mu\text{m}$ zuverlässig reproduzierbar aufgelöst werden kann.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß alle konkurrierenden Verfahren ihre spezifischen Stärken und Nachteile besitzen. Insbesondere bei der geforderten Auflösung von $1\mu\text{m}$ stoßen die meisten Methoden an ihre Grenzen. Als zuverlässigstes und am einfachsten zu justierendes Dehnungsmeßverfahren erwies sich die DMS-Technik. Die Nachteile des niedrigen Signal/Rausch-Verhältnisses und der großen relativen Temperaturdrift wegen eines zu kleinen ausgenutzten Meßbereiches konnten dadurch minimiert werden, daß die Meßklingenlänge bei gleichbleibendem Meßklingenabstand auf ein Drittel verkürzt wurde. Damit erreicht man einen stark verkleinerten Meßweg und somit größere Signale bei kleinen zu messenden Dehnungen. Die Adaption des Aufnehmers an die Probenoberfläche wurde mit einem Spannmechanismus aus vier Federelementen gelöst, die eine gemeinsame Anpreßkraft von etwa 5N erzeugen. Diese Kraft ist ausreichend, um die Meßklingen während der Experimente am Abrutschen zu hindern. Der gesamte Aufbau mit den Probenabmessungen ist in Bild 49 dargestellt.

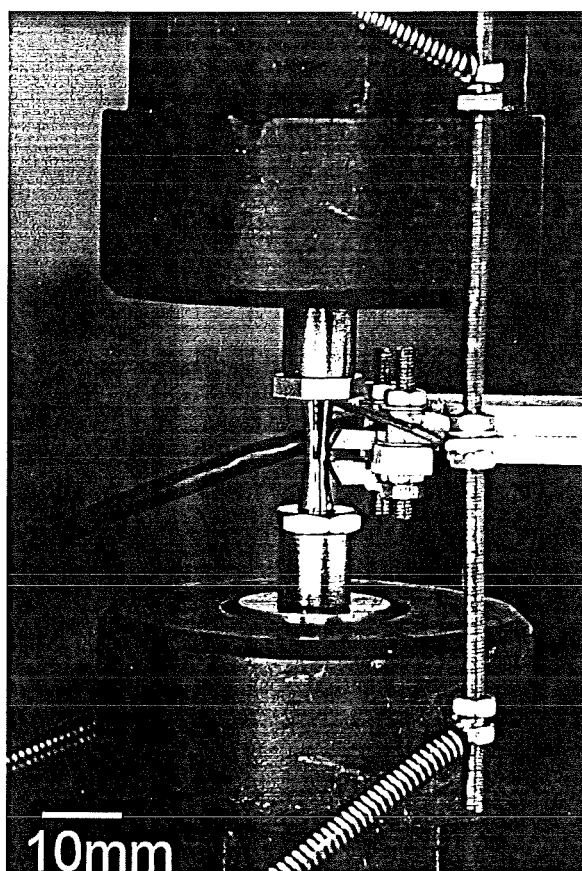


Bild 49 Anordnung des mechanischen Dehnungsaufnehmers (rechts) an einer Hourglassprobe

Als Meßverstärker für das DMS-Dehnungssignal wurde ein 5kHz-Trägerfrequenzverstärker (KWS 3073, Firma HBM, Darmstadt) eingesetzt. Für die Kalibrierung des Systems Aufnehmer/Verstärker wurden die Meßklingen auf einem Mikrometer-Kalibriergerät aufgesetzt. Der Klingenabstand wurde so mit einer Genauigkeit von $1\mu\text{m}$ in einem Stellbereich von $\pm 250\mu\text{m}$ variiert und gegen die dabei gemessene Verstärkerspannung aufgetragen. Die Kalibrierkurve (Bild 50) spiegelt die ausgezeichnete Linearität des Systems wider und zeigt, daß man bei einer mittleren Verstärkung ($0.5\text{mV/V} \times 0.8$) den vollen Spannungs-Ausgangsbereich von $\pm 10\text{V}$ auf einer Strecke von $\pm 250\mu\text{m}$ ausschöpft. Langzeitmessungen, in denen der Aufnehmer auf eine lastfreie Probe gesetzt wurde, bestätigten das verbesserte Driftverhalten. Die maximalen Werte lagen bei $0.2\mu\text{m}$ in 48h für Temperaturschwankungen von $\pm 5\text{K}$.

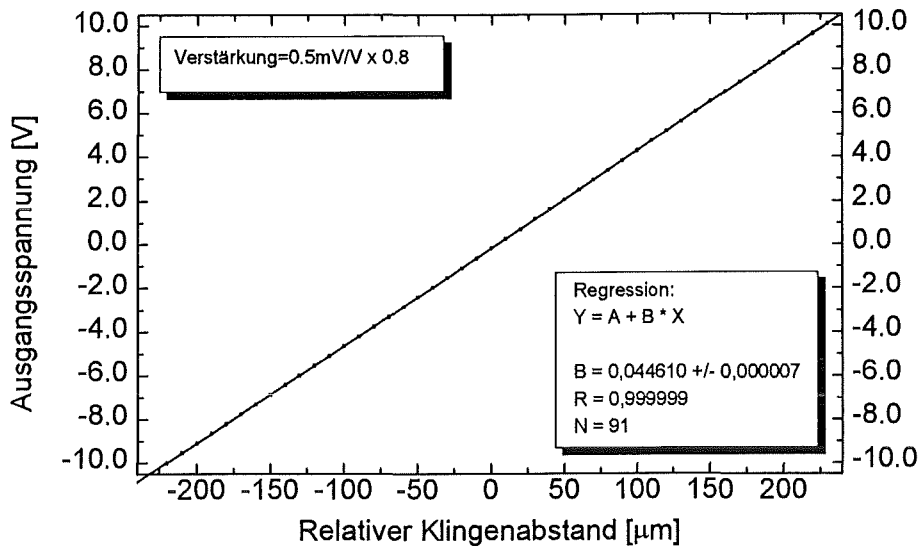


Bild 50 Kalibrierkurve des adaptierten, mechanischen Dehnungsaufnehmers

Für einen Vergleich der lokalen Dehnungsmessung mit der über den Maschinenweg aufgenommenen integralen Dehnung wurden beide Größen in Bild 51 gegeneinander aufgetragen. Für die reversierende Beanspruchung einer Hourglass-Probe bis zu einer Dehnungsamplitude von (lokal) 4% ergibt sich eine symmetrische Hystereseschleife in Zug- bzw. Druckbereich. Die flachen Hysteresepateaus zeigen, daß die Probendehnung bei pseudoelastischer Beanspruchung (ab etwa 0.8%) stark an der Meßstelle des Dehnungsaufnehmers, d.h. an der engsten Taille lokalisiert ist. Wegen der Spannungserhöhung am kleinsten Durchmesser startet dort offensichtlich die SIM-Umwandlung. Die Rückumwandlung zeigt das übliche hysteretische Verhalten, das sich ebenfalls in Bild 51 widerspiegelt.

Dieser nichtlineare, materialabhängige Zusammenhang zwischen Maschinenweg und lokaler Dehnung macht deutlich, daß eine rechnerische Ermittlung der Taillendehnung aus dem Wegsignal nicht möglich und daher ein lokaler Dehnungsaufnehmer unerlässlich ist.

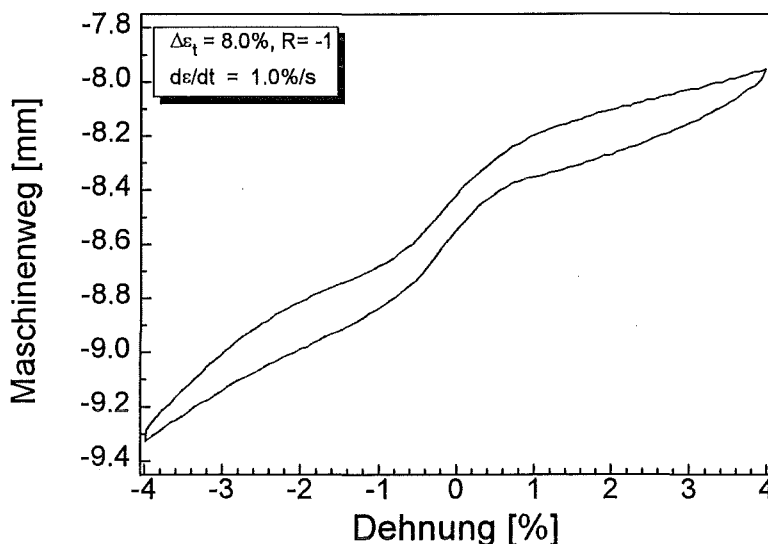


Bild 51 Zusammenhang zwischen integraler und lokaler Dehnung

3.2.2 Probenaufnahme

Da die Dehnung aus Platzgründen nur an einer Stelle auf dem Probenazimut gemessen wird, muß sichergestellt sein, daß überlagerte Biegelasten weitgehend ausgeschlossen sind, da diese eine Fehlerkomponente in der gemessenen Längsdehnung ergeben. Zu diesem Zweck wurden plan geschliffene Probenhalter mit Feingewinde M5x0.5 konstruiert, die eine präzise vertikale Ausrichtung der Probe sowie einen flächigen Kraftschluß an den Auflageflächen sicherstellen (Bild 52). Das Gestänge der Prüfmaschine wurde außerdem auf eine gesamte freie Länge von 320mm verkürzt, um geometrische Abweichungen im Zugstrang zu minimieren.

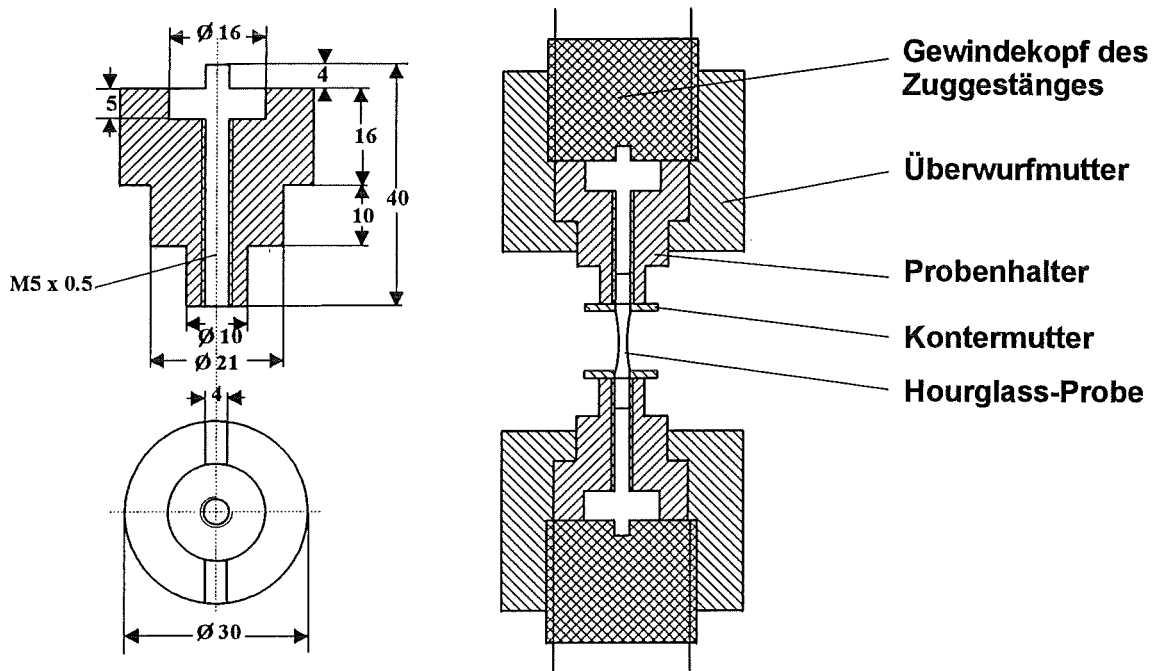


Bild 52 Probenaufnahme

3.2.3 Probentemperaturerung

Die Messungen an Hourglass-Proben wurden fast ausnahmslos bei Raumtemperatur durchgeführt, da der pseudoelastische Effekt des Nitinol für diesen Bereich optimiert wurde. Einige Vergleichsproben mußten jedoch in rein austenitischem bzw. rein martensitischem Zustand gemessen werden, was eine Temperierung der Probenumgebung erforderte. Für diese Versuche wurde die lokale Dehnungsmessung aufgegeben zugunsten eines Flüssigkeitsbades von 0.5l, welches mit Teflonbuchsen gegen das Zuggestänge abgedichtet wurde. Für Temperaturen oberhalb von Raumtemperatur wurde ein wärmeergeleitetes Silikonölbad verwendet, für niedrigere Temperaturen bis hinab zu 205K ein Glycerinbad.

3.2.4 Temperaturmessung an der Probe

Einige Publikationen beschäftigen sich mit der exothermen Natur der spannungsinduzierten Martensitbildung und der damit begründeten Erwärmung einer pseudoelastischen Probe unter Zug- oder Drucklast [Leo93, Sha94]. Zur Beurteilung der Wärmeentwicklung in der Probe wurde eine kurzwellige (3-5.4µm) Infrarot-Thermokamera (TVS2000 MK II ST, Fa. Goratec, München) mit Stirlingkühler und Makroobjektiv eingesetzt, die über eine Ortsauflösung von etwa 0.25mm und eine Temperaturauflösung von 0.1K verfügt. Ein digitales Bildverarbeitungssystem erlaubt Aufnahmen mit bis zu 30 Bildern/s in Echtzeit. Die Ergebnisse werden in Kap. 6.3.2 dargestellt.

3.2.5 Meßdatenerfassung und Experimentsteuerung

Die Meßdatenerfassung DASYLAB (Firma DATALOG, Mönchengladbach) wurde unter Windows for Workgroups 3.11 auf einem PC 80486 DX2/66 betrieben und diente neben der Datenaquisition und -auswertung auch zur Ansteuerung der Werkstoffprüfmaschine in Dehnungsregelung. Um bestmögliche Synchronisation des Sollwertgebers mit der Meßdatenaufzeichnung zu erreichen, wurden die Dehnungs-Sollwerte aus DASYLAB mit einer Frequenz von 1kHz zur Maschine übertragen. Für die Zerreiß- und Ermüdungsexperimente wurden Schaltbilder entwickelt, die eine Aufzeichnung von Maschinenweg, Dehnung, Kraft und Zyklenzahl mit bis zu 0.5kHz erlauben. Um die anfallende Datenmenge bei Dauerexperimenten zu reduzieren, schreibt man dabei nicht jeden Zyklus auf Festplatte, sondern hält ab Zyklus 100 nur eine logarithmische Auswahl (zwischen 100 und 1000 Zyklen: jeder zehnte, zwischen 1000 und 10000: jeder 100., etc.) fest. Für eine automatisierte Versuchsführung können ein Abbruchzyklus sowie Grenzwerte in Weg, Dehnung und Kraft vorgegeben werden, bei denen die Messung automatisch beendet wird.

3.3 Prüfeinrichtung für Ermüdungstests an mikrochirurgischen Zangen

Zur zyklischen Prüfung mikrochirurgischer Zangen wurde eine Kleinlast-Werkstoffprüfmaschine (UTS 2, Fa. UTS, Ulm-Eisingen) mit einer Kraftmeßdose für den Bereich von 20N und einem maximalen Verstellweg von 100mm eingesetzt. Um die Zangen zyklisch schließen und öffnen zu können, wurden Lagerungshülsen mit spezieller Nut und Zentrierbohrungen angefertigt, so daß die Probe während der Belastung geführt auf ihren Flanken abrollen kann. Mit einem Steuerprogramm (209.00, v4.08, Fa. UTS) können zyklische Kraft/Weg-Kennlinien dargestellt und nach der Messung in Form von Daten im ASCII-Format abgespeichert werden. Bild 53 zeigt eine eingebaute Mikrozange während des Belastungstests.

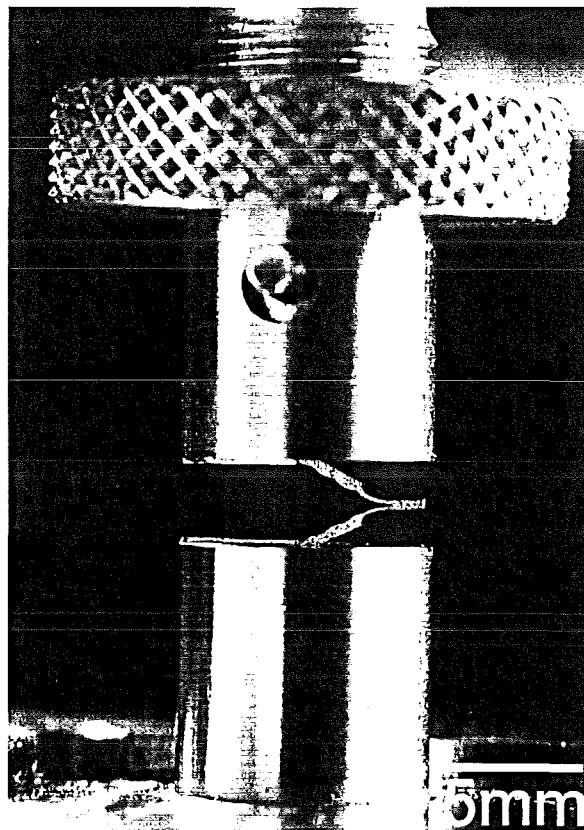


Bild 53 MIC-Mikrozange zwischen Einspannblöcken während der zyklischen Ermüdung

3.4 Methoden zur Probencharakterisierung und -nachuntersuchung

3.4.1 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Für die Transmissionselektronenmikroskopie wurde ein CM30 (Fa. Philips, Eindhoven) mit maximaler Beschleunigungsspannung von 300kV und einer Punktauflösung von 0.2nm eingesetzt. Einige Bilder wurden an einem 200kV-Gerät Jeol 2000FX (Fa. Jeol, Japan) mit etwa 0.26nm Punktauflösung aufgenommen. Für die Elementanalyse stand ein integriertes EDX-System (Energiedispersive Röntgenbeugung) zur Verfügung, womit die charakteristische Röntgenstrahlung einer Probe der Art und Menge der enthaltenen Elementen zugeordnet werden kann. Mit einer vorgegebenen Vergleichszusammensetzung lassen sich die Intensitätsfaktoren kalibrieren, so daß bei NiTi eine absolute Genauigkeit von etwa ± 0.5 at.% erreicht werden kann. Neben Hell- und Dunkelfeldbildern wurden Elektronenbeugungsaufnahmen zur Identifizierung der vorhandenen Phasen anhand ihres reziproken Gitters herangezogen.

Für die Präparation der Biegeproben wurden aus den Blechen Scheiben mit 3mm Durchmesser ausgestanzt und bei -15°C mit einem Perchlorsäure (10vol.%, 70-72%-ig)-Methanol (70 vol.%) -Ethylen glykol(20vol.%) -Elektrolyten abgedünnt, bis im Abtragskrater ein kleines Loch entstand. Bei den meisten Biegeproben war ein einseitiger Abtrag erwünscht, um die während der Biegung maximal belasteten Bereiche nahe der Oberfläche untersuchen zu können. Daher wurde eine Oberfläche dieser Proben nur kurz anpoliert und dann mit Lack bzw. Polyethylenfolie abgedeckt, um einen weiteren Angriff des Elektrolyten zu verhindern. Dann konnte von der Rückseite her bis zur Lochbildung abgetragen werden.

Die massiven Zug/Druck-Proben wurden an der engsten Taille quer mit einer Diamantsäge getrennt. In einem zweiten Schnitt wurden etwa 0.2mm dicke Scheiben herausgesägt, die wie im Fall der Biegeproben elektrolytisch abgedünnt wurden.

3.4.2 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Für die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen wurde ein 30kV-Gerät (SEM505, Fa. Philips, Eindhoven) mit 6nm Strichauflösung verwendet. Für alle Vergrößerungen bis 1000 wurde mit einem 100nm-Strahlfleck gearbeitet, für höhere Vergrößerungen mit 50nm. Das REM besitzt ebenfalls eine EDX-Elementanalyse mit derselben Genauigkeit wie am TEM.

Einige Proben mußten zur Kontrastverstärkung mit einem Goldfilm bedampft werden.

3.4.3 Kalorimetrie (DSC=Differential Scanning Calorimetry)

Für die DSC-Messungen stand ein PL-DSC-Kalorimeter (Fa. Polymer Laboratories, Epsom, UK) zur Verfügung. Damit lassen sich Temperaturprofile zwischen -160°C und 770°C mit Scanraten zwischen $0.1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ und $60^{\circ}\text{C}/\text{min}$ geregelt fahren. Die dabei aufgewendete Heizleistung gibt Aufschluß über die Wärmeaufnahme- bzw. Abgabe der Probe während Phasenumwandlungsprozessen. Die Heizleistung beträgt maximal 100mW, die Genauigkeit $\pm 1\%$ des Effektivwertes. Die Probe wird zur Messung in einen Aluminiumtiegel eingepreßt, die Übergangswärme wird relativ zu einem gleichartigen, leeren Probentiegel gemessen.

3.4.4 Röntgendiffraktometrie

Mit Hilfe von Röntgenbeugung läßt sich die Textur eines polykristallinen Materials bestimmen. Dazu wird die räumliche Intensitätsverteilung unterschiedlicher $\{h\ k\ l\}$ -Bragg-Reflexe (h, k, l: Millersche Indizes) der untersuchten Gitterstruktur gemessen, woraus sich die Orientungsverhältnisse der

Körner ergeben. Ein am IWK I (Universität Karlsruhe, Dr. B. Eigenmann) aufgebautes Röntgendiffraktometer, das mit Cu K_α-Strahlung arbeitet, wurde für die Texturuntersuchungen an Biegeblechen und Zug/Druck-Proben eingesetzt. Die Bleche wurden vor der Messung lediglich elektrolytisch, um Oberflächenoxide zu entfernen. Aus dem Querschnitt der massiven Hourglass-Proben wurden Scheiben herausgetrennt, die ebenfalls elektrolytisch wurden.

3.4.5 Auger-Elektronen-Spektroskopie (AES)

Die Augerelektronenspektroskopie erlaubt eine präzise, standardbezogene lokale Elementanalyse. Dabei wird ausgenutzt, daß ein durch Röntgenstrahlung angeregtes Atom neben der Emission von Sekundärstrahlung auch (Auger-)Elektronen durch Ionisation freisetzen kann, die eine charakteristische, von den Bindungsverhältnissen und damit dem speziellen Element abhängige kinetische Energie besitzen, welche nachgewiesen wird. Da die Augerelektronen aus einer Tiefe von nur 2-5 Atomlagen emittiert werden, ist dieses Verfahren sehr oberflächenempfindlich. Der Durchmesser des anregenden Strahlflecks betrug 0.3µm. Die AES-Untersuchungen wurden im Ultra-Hochvakuum bei $8 \cdot 10^{-10}$ mbar durchgeführt. Vor der Analyse von Nitinol SE508 wurde mit einer NiTi-Legierung bekannter Zusammensetzung (NiTi BH) ein Standard vermessen, auf den die folgenden Elementquantifizierungen bezogen wurden. Kurz vor jeder Einzelmessung wurde eine Kontaminationsschicht (vornehmlich Oxide) von ca. 300nm durch Sputtern mit Ar oder Xe abgetragen.

4 Probenherstellung und -charakterisierung

4.1 Biegeproben

NiTi-Bleche mit Stärken unterhalb von 170 μ m waren nicht kommerziell erhältlich. Wegen des hohen Werkzeugverschleißes bei der Bearbeitung von NiTi [Bau76] erklärte sich auch in einer Auswahl von 20 Halbzeugherstellern niemand bereit, das Walzen kleinerer Chargen zu übernehmen. Da überdies die Einstellung der pseudoelastischen Eigenschaft empfindlich von thermomechanischen Vorbehandlungen abhängt, wurde beschlossen, ausgehend von 0.8mm starkem Material alle weiteren Herstellungsschritte selbst durchzuführen.

4.1.1 Dimensionierung

Um die in medizintechnischen Anwendungen relevanten pseudoelastischen Eigenschaften von Nitinol im zyklischen Langzeiteinsatz auszunutzen, sollte man nicht die maximal mögliche reversible Dehnung einsetzen. Ein Wert von maximal +/-4% wird als ausreichend für typische Deformationen bei mikrochirurgischen Instrumenten oder orthodontischen Drähten angesehen. Ausgehend von orientierenden Versuchen und Literaturdaten [Mel79] war zu erwarten, daß für höhere Lasten nur noch Bruchlastspiele von unter 1000 erreicht werden. Im Experiment liegen für reproduzierbare Meßergebnisse die minimalen verwendbaren Meßlängen bei 1-2mm. Bei 2mm Meßlänge und einer maximalen Deflektion von +/-90° entspricht dies einem Krümmungsradius von 1.27mm. Damit ergibt sich bei einer angestrebten Dehnung von 4% mit Gleichung (15) eine Probendicke von 102 μ m. Für eine Beurteilung des Einflusses der Probenbreite auf die Meßergebnisse wurden dünne Bleche mit 1mm, 2mm, 3mm und 4mm Breite hergestellt. Die Gesamtlänge der Proben sollte eine beidseitige Einspannung mit Klemmlängen von mindestens 3mm berücksichtigen. Daher wurden als endgültige Geometrie 70-200 μ m Dicke, 1-4mm Breite und 8mm Länge festgelegt (Bild 54).

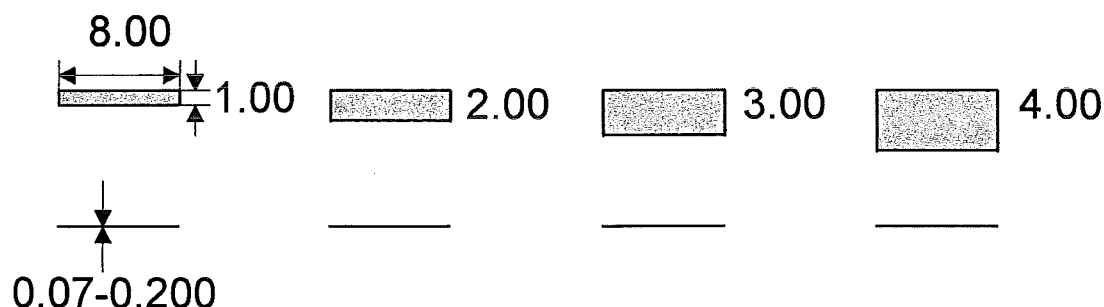


Bild 54 Probengeometrien der Biegebleche

4.1.2 Herstellung

Als Ausgangsmaß lieferte der Materialhersteller (Firma NDC, CA, USA) Blechstreifen von 1m Länge, 52mm Breite und 0.8mm Dicke mit etwa 0.03mm Oberflächenoxidschicht und laut Herstellerangaben 25% Kaltverformung. Für das weitere Kaltwalzen wurde ein eigenes Bühler-Walzwerk (Fa. Bühler, Pforzheim) ertüchtigt. Aus dem Phasendiagramm von NiTi entnimmt man, daß Temperaturen von 800°C für eine Lösungsglühung geeignet scheinen. Daher wurden die Blechstreifen vor dem ersten Walzschritt und nach jeder weiteren Dickenreduktion um etwa 20% einer Zwischenglühung bei 800°C für 1h im Luftofen unterzogen. Jede Reduktion erforderte mindestens acht Walzschritte. Bei einer Stärke von 0.5mm wurde die Oxidschicht in einem Ätzprozeß mit HF-HNO₃-H₂O-Beize (Mischungsverhältnis 1:1:5) bei 60°C entfernt. Da man für einen stabilen pseudoelastischen Effekt ohne Einlaufverhalten entweder kaltverformtes oder ausscheidungsgehärtetes Material benötigt

[Abu90, Due90], wurde eine letzte Walzsequenz, bestehend aus acht Schritten, mit 22% Dickenreduktion ausgeführt. Um von der dabei erreichten Materialdicke von 0.35mm zu der erwünschten Endstärke zu kommen, schloß sich erneut ein Ätzschritt an. Zu stark kaltverformtes Nitinol besitzt wiederum nur schwach ausgeprägte pseudoelastische Eigenschaften. Für die endgültige Konditionierung ist daher eine nachfolgende Anlaßbehandlung im Temperaturbereich zwischen 450°C und 550°C mit Glühzeiten im Minutenbereich nötig (s. Kap. 4.1.3). Nach dieser Wärmebehandlung wurden mit einem Nd-YAG-Laser Proben mit den erforderlichen Abmessungen längs zur Walzrichtung aus dem Blech geschnitten (Vorversuche zur Abhängigkeit der Lebensdauer von der Lage der Lastrichtung relativ zur Walzrichtung hatten angedeutet, daß eine parallele Orientierung etwa um den Faktor 1.5 höhere Lebensdauern bewirkt als eine Belastung senkrecht zur Walzrichtung). Eine Aufnahme typischer Biegeproben zeigt Bild 55.

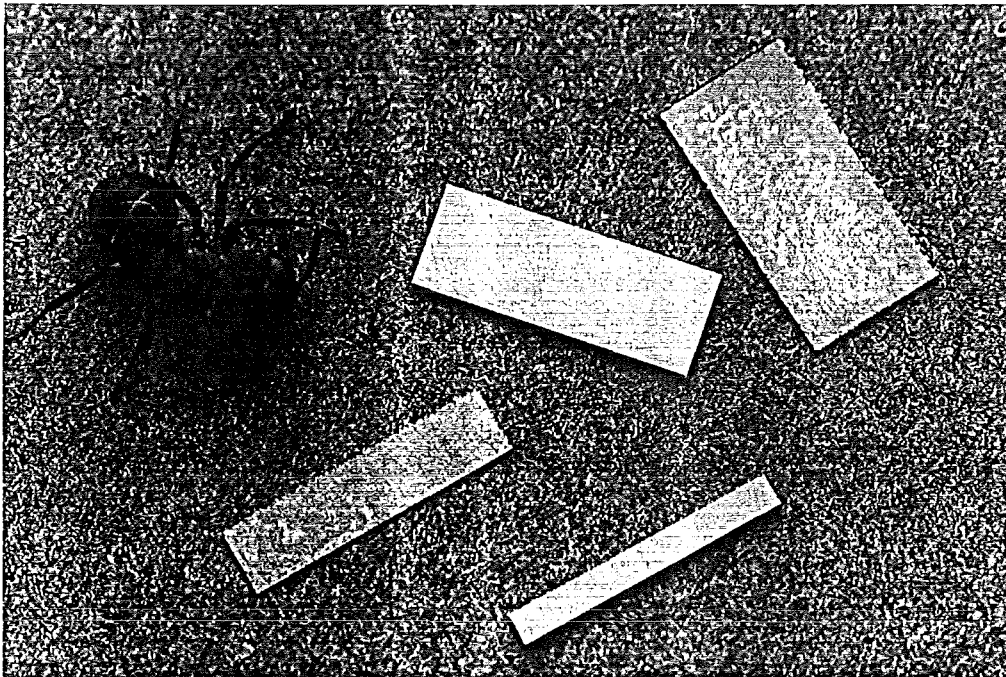


Bild 55 Biegeproben

4.1.3 Konditionierung

Wie im vorigen Kapitel dargelegt, ist für die Einstellung eines stabilen pseudoelastischen Effektes bei Raumtemperatur eine Kombination aus Kaltverformung und Bildung nickelreicher Ausscheidungsphasen nötig. Unbehandeltes, kaltverformtes Blechmaterial der Legierung Nitinol SE508 mit einer chemischen Zusammensetzung von nominell 50.8at.% Ni ist bei Raumtemperatur austenitisch und zeigt weder eine ausgeprägte temperaturinduzierte Martensitumwandlung in DSC-Messungen noch einen pseudoelastischen Effekt in mechanischen Experimenten. Die Phasenumwandlungen überdecken wegen der hohen Defektdichte einen sehr breiten Temperaturbereich und sind somit in kalorimetrischen Messungen nicht oder nur als breite Schultern detektierbar (Bild 56 oben). Die mechanische Energie, die dazu benötigt wird, eine spannungsinduzierte Martensitvariante durch ein Korn zu treiben, ist so hoch, daß als konkurrierender Vorgang bereits Gleitprozesse aktiviert werden, was sich auch in Form von bleibender Dehnung in Lastkurven bemerkbar macht. Nach einer optimalen Wärmebehandlung hingegen sind die Umwandlungen Austenit/R-Phase, R-Phase/Martensit deutlich als exotherme Reaktionen, die Rückumwandlung Martensit/Austenit als endothermer Prozeß zu identifizieren (Bild 56 unten).

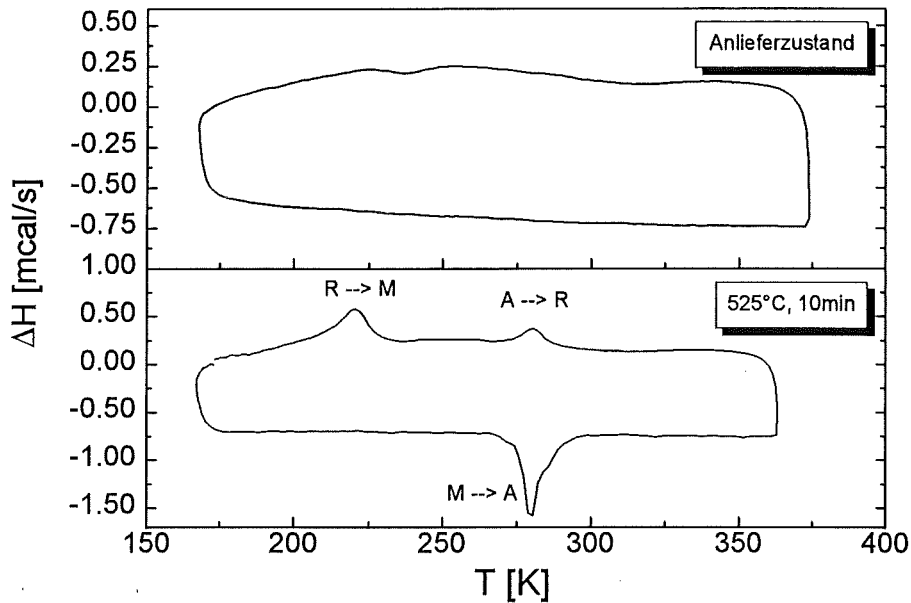


Bild 56 DSC-Messungen von Biegeblechen im Anlieferzustand und nach der Konditionierung

Für eine Optimierung der pseudoelastischen Charakteristik wurden Glühungen bei Temperaturen von 400°C, 450°C, 500°C, 525°C, 550°C, 575°C und 600°C in einem Luftofen mit anschließendem Abschrecken in Wasser durchgeführt. Die Glühzeiten betragen 5 bzw. 10 Minuten zuzüglich einer Minute, die für das gleichmäßige Anwärmen der Probe angesetzt wird. Anschließend wurde in einsinnigen Biegeversuchen mit Proben gleicher Geometrie ein Vergleich der Biegemoment/Biegewinkel-Kurven angestellt. Bild 57 zeigt eine Auswahl der Messungen. Bei einer Anlaßbehandlung mit 500°C und 5 Minuten Glühzeit erhält man bereits fast verschwindende irreversible Verformung, allerdings ein sehr niedrig liegendes Plateau. Erst bei höheren Temperaturen um 525°C ergeben sich höhere Lastantworten bei vernachlässigbarer bleibender Verformung. Glüht man oberhalb von 550°C, steigen die Anteile plastischer Deformation wieder an.

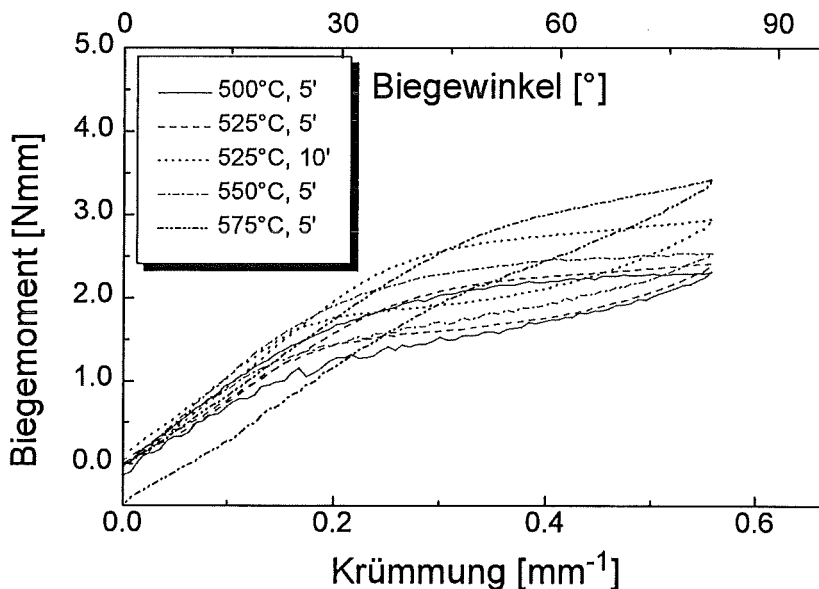


Bild 57 Pseudoelastische Lastantworten nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen von 100µm-Blechen

Die mikrostrukturellen Prozesse lassen sich qualitativ im Transmissions-Elektronenmikroskop und anhand von Härte- und DSC-Messungen verfolgen. Die Bildserie 58 zeigt Hell bzw. Dunkelfeld-

Aufnahmen von Biegeblechen nach verschiedenen Glühbehandlungen im TEM. Der ausscheidungsfreie Anlieferungszustand ist in Bild 58a) dargestellt. Auffällig in den wärmebehandelten Proben sind elliptische Ausscheidungen, die sich mit einer festen Orientierungsbeziehung zur Matrix bilden. Sie wurden in Beugungsaufnahmen als X-Phase (Ni_4Ti_3) identifiziert. Die X-Phasenpartikel treten bereits nach Glühungen bei 450°C (5min) mit einer mittleren Länge von 15-20nm auf (Teilbild b). Sie wachsen für die Behandlung (500°C , 5min) auf 20-30nm (Abbildung c)), für (550°C , 5min) auf 50-100nm. Bei 600°C löst sich die X-Phase durch fortschreitende Rekristallisation und steigende Löslichkeit eines Nickelüberschusses in der NiTi-Matrix wieder auf. Bild 58d) zeigt kleine rekristallisierte Subkörner in der Matrix.

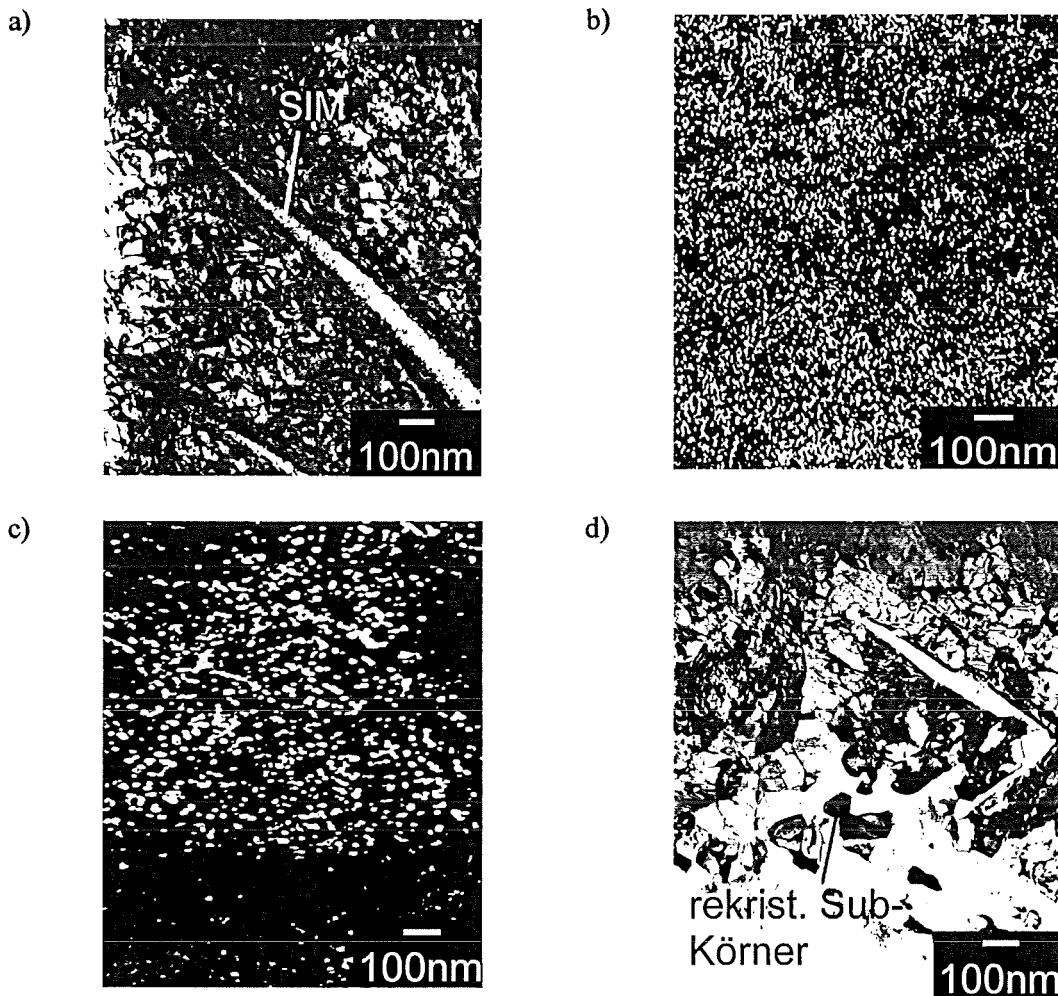


Bild 58 TEM-Serie der Konditionierungsglühungen:
a) Anlieferungszustand, b) (450°C , 5min), c) (500°C , 5min), d) (600°C , 5min)

Die Entstehung der nickelreichen X-Phase bedeutet eine Verarmung der Matrix an Nickel. Eine Verminderung des Nickelanteils läßt einen Anstieg der Umwandlungstemperaturen erwarten (s. Kap. 2.3), umgekehrt würde sich für die Auflösung der X-Phase eine Absenkung der Umwandlungstemperaturen ergeben. Die Entwicklung der Übergangstemperaturen mit der Wärmebehandlungstemperatur ist in Bild 59 für Glühzeiten von 5 Minuten wiedergegeben. Neben den charakteristischen Temperaturen der Martensitumwandlung (M_s , M_f , A_s und A_f) wurden entsprechende Temperaturen (R_s , R_f für die Bildung der R-Phase R' und R'_f für die Rücktransformation) für die R-Phasenumwandlung eingezeichnet, sofern sich diese von den Martensitpeaks trennen ließen. Wegen der teilweise breiten Peaks konnten die Werte nur ungenau mit einem Tangentenschnittverfahren aus den DSC-Plots entnommen werden und sind mit einem mittleren Fehler von $\Delta T_0 = \pm 6\text{K}$ behaftet.

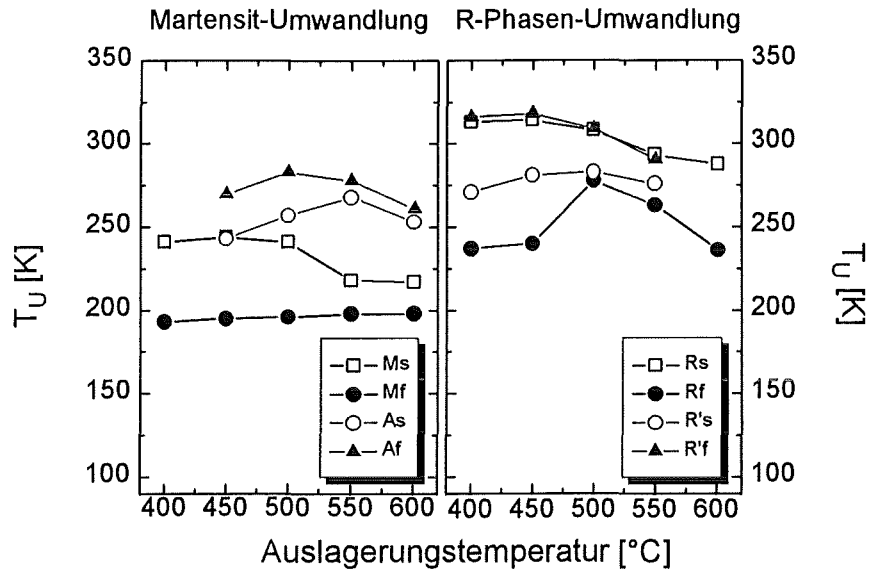


Bild 59 Verschiebung der Übergangstemperaturen nach 5min. Anlaßbehandlung

Tatsächlich ist für fast alle Umwandlungstemperaturen zunächst ein mehr oder weniger stark steigender Trend zu beobachten, der zwischen 500°C und 550°C wieder abfällt. M_f bleibt nahezu unverändert, ist allerdings wegen der flach auslaufenden Peakform schwer zu beurteilen. Für die Bestimmung des Härteverlaufs wurde ein Kleinlast-Vickershärteprüfgerät (Fa. Leitz, Wetzlar) mit einer Prüflast von 0.1p verwendet. Härtemessungen an pseudoelastischem Material erlauben nur relative bzw. qualitative Aussagen. Ein Härteeindruck verursacht bei Nitinol im Gegensatz zu konventionellen Werkstoffen große pseudoelastische Verformung, bevor plastische Deformation einsetzt. Dementsprechend sind die Außenkonturen des pyramidenförmigen Härteeindrucks gekrümmt und die Diagonalenlängen oft nicht eindeutig festzulegen. Dennoch können Ergebnisse für unterschiedliche thermomechanische Zustände der Proben miteinander verglichen werden. Wie die Härtemessung (Bild 60) zeigt, wird bereits mit fünfminütigen Glühungen ein deutlicher Abbau der Kaltverformung erreicht. Von einem Anfangswert $HV_{0.1}=450$ fällt die Härte bei der 600°-Glühung auf ein Minimum von 280, um dann wegen aufwachsender Oxidschichten steil anzusteigen. Die Entspannung von Kaltverformung bewirkt weiterhin einen Anstieg der Umwandlungstemperaturen, so daß sich die Einflüsse des Spannungsarmglühens und der X-Phasen-Ausscheidung auf die Verschiebung der Phasenübergangspunkte untrennbar überlagern.

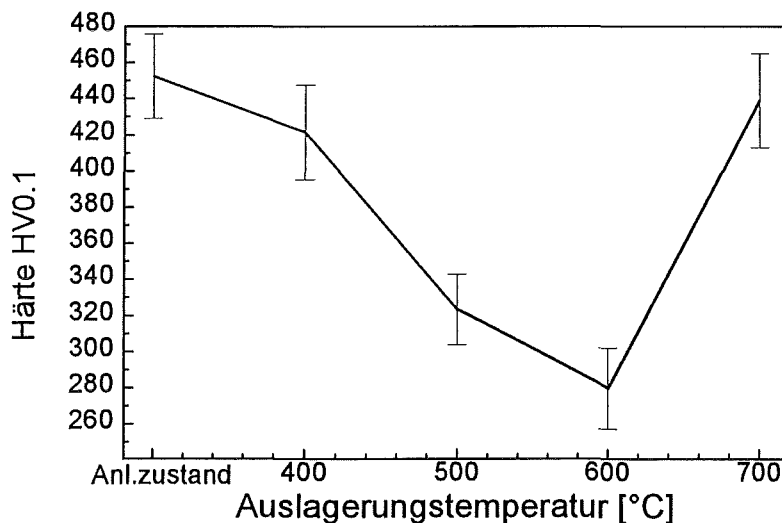


Bild 60 Härteverlauf von 100µm-Bleichen nach 5min. Auslagerungsglühung

Als optimale Wärmebehandlung für die Biegeproben wurden eine Temperatur von 525°C und eine Glühdauer von 10 Minuten festgelegt. Bei dieser Glühzeit kann man auch von einer gleichmäßigen Durchwärmung der Probe ausgehen. Die per DSC bestimmten Umwandlungstemperaturen der konditionierten Biegeproben sind:

➤ $M_s=232\text{K}$, $M_f=204\text{K}$, $A_s=280\text{K}$, $A_f=290\text{K}$, $R_s=297\text{K}$, $R_f=278\text{K}$, $R'_s=283\text{K}$, $R'_f=299\text{K}$

Da die R-Phasen-Umwandlungstemperaturen nur wenig unterhalb der Versuchstemperatur der Ermüdungsexperimente liegen, ist in den Proben bereits im lastfreien Zustand ein Anteil an R-Phase zu erwarten, der sich auch in TEM-Aufnahmen nachweisen ließ. Wegen der breiten Umwandlungspeaks konnte jedoch andererseits keine von der SIM-Bildung zu trennende R-Phasen-Umwandlungsdehnung in den mechanischen Meßkurven festgestellt werden.

4.1.4 Elektropolieren

Da der Nd-YAG-Laser für das Schneiden der Biegeproben gepulste Laserstrahlung einsetzt, weisen die Probenränder aneinandergereihte Durchschußkanäle auf. Außerdem entsteht ein Saum aus Schmelzperlen entlang der Kanten (Bild 61). Derartige Fehler könnten zur Ribentstehung in Ermüdungsversuchen beitragen und die Lebensdauern der Proben verkürzen. Um dies zu verhindern und außerdem blanke Oberflächen für rasterelektronenmikroskopische Versuche zu gewinnen, wurden Experimente zum Elektropolieren von NiTi unter Verwendung verschiedener Elektrolyte und Versuchstemperaturen erprobt. Am wirksamsten für Blechproben erwies sich ein Elektrolyt mit 95vol.% Ethanol und 5vol.% HClO_4 (40%-ig) bei -15°C unter langsamem Rühren. Die Polierspannung lag bei 15-20V, Ströme schwankten zwischen 0.4 und 1A während der Polierzeiten von 45-90s. Als Ergebnis der Elektropolitur zeigt Bild 61 stark geglättete Kanten.

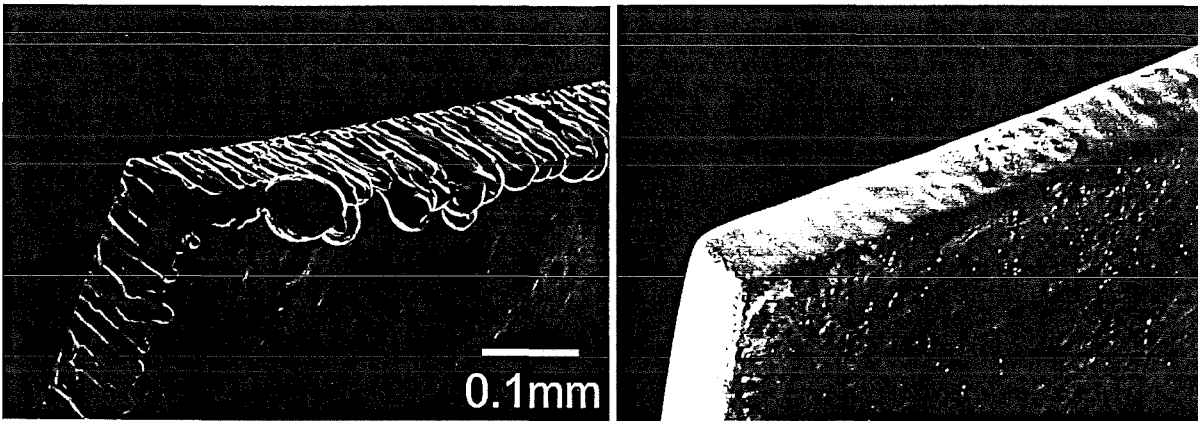


Bild 61 unpolierte und elektropolierte Biegeprobe

4.1.5 Charakterisierung des Prüfguts

4.1.5.1 Chemische Analyse

Die chemische Analyse mit Röntgenfluoreszenzmessung ergab mit einem Meßfehler von ca. 0.5at.% eine Zusammensetzung von 51.3at.% Ni und 48.7at.% Ti in Übereinstimmung mit der vom Hersteller nominell angegebenen Zusammensetzung von 50.8at.% Ni. Der Sauerstoffgehalt wurde mit dem Trägergas-Heißextraktionsverfahren bestimmt und lag unter 2500 appm. Dabei ist davon

auszugehen, daß das natürliche Oberflächenoxid von Titanlegierungen einen Beitrag liefert, der nicht auf das Gesamtvolumen der Probe bezogen werden darf.

4.1.5.2 Gefügebeurteilung

Zur Bewertung der Gefügestruktur in den Biegeproben wurden metallographische Schlitte hergestellt. Dazu wurden die Prüflinge in Araldit-Epoxidharz eingebettet und für Gefügebeurteilungen einer Reihe von Behandlungsschritten unterzogen. Diese sind in Tab. 3 zusammengestellt.

Prozeßschritt	Körnung	Drehzahl	Anpreßkraft	Zeit
Schleifen (Sandpapier)	220,320,500,800,1000	300min ⁻¹	150p	120s
Polieren (Struers Diamantpaste od. Spray):				
+Lubricant blau (Struers)	6µm	150min ⁻¹	150p	120s
+Lubricant blau (Struers)	3µm	150min ⁻¹	150p	120s
+Lubricant rot (Struers)	1µm	150min ⁻¹	120p	90s
Feinpolieren (OPS od. Tonerde)	<0.25µm	150min ⁻¹	120p	90s
Farbätzung: 100ml Beraha BIII Stammlösung + 1g Kaliumdisulfit, 5-10s				

Tabelle 3 Arbeitsschritte bei der Schliffpräparation

Da sich NiTi wegen seiner guten Korrosionsbeständigkeit [Dut90] wenig für Kornflächenätzung eignet, wurde ein Farbniederschlags-Ätzbad verwendet. Das Ergebnis der Präparation eines Biegeblechquerschnitts im metallographischen Schliff zeigt Bild 62.

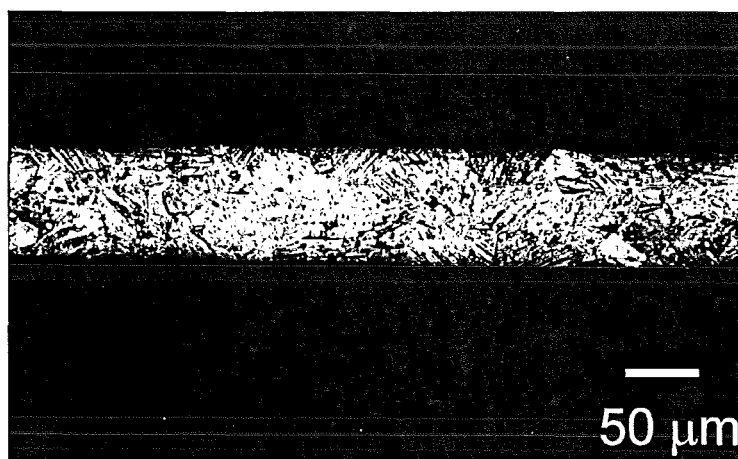


Bild 62 Schliffbild eines Biegeblech-Querschnitts

Aus zweien dieser Schliffbilder wurde durch Ausmessen von etwa 100 Körnern für die 100µm starken Biegeproben eine mittlere Korngröße von 27µm ermittelt. Für das angelieferte Ausgangsmaterial mit 0.75mm Dicke ergab sich ein Wert von 18µm, so daß sich eine leichte Kornvergrößerung durch die wiederholten Zwischenglühungen andeutet. Auffällig in den metallographischen Schliffen ist die streifige Struktur der Körner, die durch das hohe Maß an Kaltverformung hervorgerufen wird.

Erste Vermutungen, es könne sich um Martensitlatten handeln, wurden in TEM-Beugungsuntersuchungen widerlegt, wo das Material zweifelsfrei als Austenit indiziert werden konnte. Weiterhin charakteristisch für Nitinol sind dispers in der Matrix verteilte, titanreiche Einschlüsse (weiß) mit Durchmessern bis zu 10µm. Eine genauere Diskussion findet sich in Kap. 4.2.4.5.

Die mit einem Perthometer gemessene mittlere Rauhtiefe R_a betrug 0.8µm für sowohl unpolierte als auch polierte 100µm-Biegeproben. Da der Polierschritt nach der Konditionierungsglühung ausgeführt wurde, ist zusätzlich eine Anlaßoxidschicht zu entfernen, die sehr dicht ist, lokal durchbricht und daher inhomogen abgetragen wird. Deshalb erzielt man mit Elektropolieren keine erkennbare Verbesserung der Rauhtiefe.

4.1.5.3 Härtemessung

Für die pseudoelastischen Biegeproben ergab sich in Messungen auf der Oberfläche (außerhalb von Ausscheidungen) eine homogene Härte von $HV_{0.1} = 332 \pm 13$. Dieser Mittelwert wurde aus 10 Einzelmessungen bestimmt.

4.1.5.4 Textur

Das Walzen eines Blechs erzeugt in der Regel eine ausgeprägte Texturierung. Für NiTi wird in der Literatur eine {110}[112]-Textur ({110}-Ebene in der Blechoberfläche, Walzrichtung [112]) angegeben [Mon80, Li90]. Zur Überprüfung dieser Ergebnisse wurden elektropolierte Biegeproben mit einem Röntgendiffraktometer unter Kupfer- K_α -Strahlung untersucht. Bild 63 gibt die Intensitätsverteilung des {222}-Reflexes in einem Wulffschen Netz an; die Walzrichtung verläuft im Bild senkrecht. Der starke zentrale Peak definiert eine (111)-Textur. Die anderen $\langle 111 \rangle$ -Richtungen lassen sich gemäß der theoretischen Erwartung (Poldistanz $\psi = 70.5^\circ$) bei etwa 70° mit einer dreizähligen Symmetrie bezüglich des Azimuts ϕ identifizieren (der gestrichelte Kreis liegt bei $\psi = 80^\circ$). Diese symmetrischen Peaks liegen unter $\phi = 35^\circ$ bzw. $\phi = 90^\circ$ zur Walzrichtung und entsprechen damit einer Orientierung der $\langle 110 \rangle$ -Richtung parallel zur Walzrichtung (theoretische Werte: 35.2° bzw. 90°).

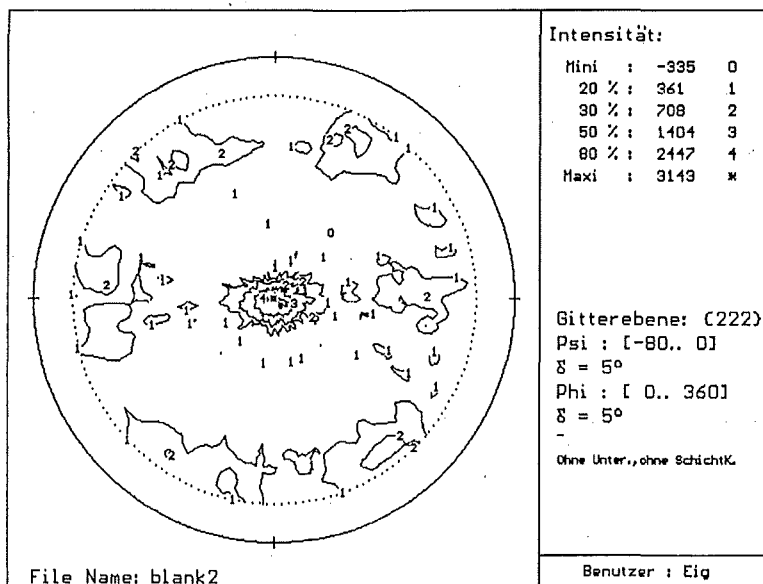


Bild 63 Texturplot mit {222}-Pol in stereographischer Projektion

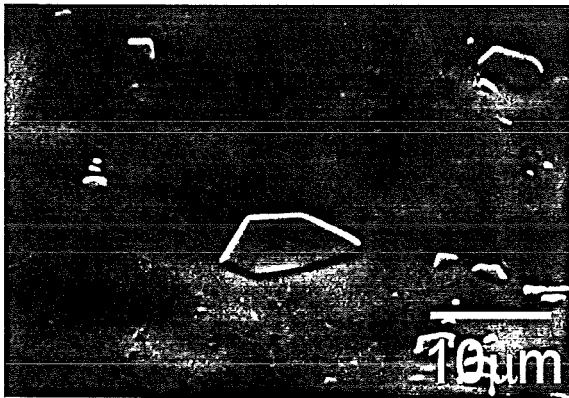
Damit ist insgesamt eine (111)<110>-Texturierung nachgewiesen. Dieses Ergebnis bestätigte sich auch in den Texturplots der {112}- bzw. {220}-Reflexe. Zusätzlich deutete sich dort noch ein leichter Anteil einer (110)-Textur an. Diese Resultate wurden auch während der TEM-Untersuchungen belegt. Elektronen-Beugungsbilder mit Zonenachse senkrecht zur Blechoberfläche lieferten in nahezu allen Fällen eine <111>-Orientierung, in seltenen Fällen eine <110>-Orientierung.

4.1.5.5 Ausscheidungsphasen

Als thermodynamisch stabile Phasen für das intermetallische Systems Ni-Ti findet man im Phasendiagramm außer NiTi noch Ni_3Ti und Ti_2Ni [Mas90]. Bei anschließenden Wärmebehandlungen unterhalb von $700^\circ C$ scheiden zusätzlich metastabile Phasen aus, die sich als Ni_4Ti_3 (oder $Ni_{14}Ti_{11}$) sowie Ni_3Ti_2 indizieren lassen [Nis86].

Biegeproben zeigen in Schlifffbildern markante, dispers in den Körnern verteilte, polyedrische Einschlüsse mit einem Durchmesser von bis zu $10\mu m$, die auch im REM an der Oberfläche nachweisbar sind (Bild 64). EDX-Analysen ergaben eine atomare Zusammensetzung Ti/Ni von 2:1 und damit einen Hinweis auf Ti_2Ni , was jedoch für die untersuchte nickelreiche Legierung SE508 nicht als Gleichgewichtsphase erwartet wird. Eine nähere Untersuchung erwies jedoch, daß diese Phase in einer sauerstoffangereicherten Form $Ti_4Ni_2O_x$ mit etwa 5at.% Sauerstoff als Primärausscheidung vorliegt und durch nachträgliche Anlaßbehandlungen unterhalb der Schmelztemperatur von NiTi nicht aufzulösen ist. Eine genauere Darstellung findet sich in Kap. 4.2.4.5.

a)



b)

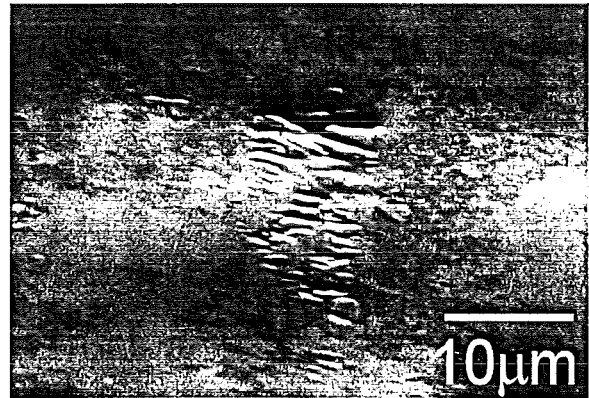


Bild 64 a) REM-Aufnahme mit Einschlüssen $Ti_4Ni_2O_x$, b) durch Walzschritte gebrochene $Ti_4Ni_2O_x$ -Partikel mit Bruchlinien senkrecht zur vertikal verlaufenden Walzrichtung

Bild 64b) veranschaulicht den Einfluß des Walzprozesses auf die Ausscheidungsphase. Härtemessungen an $Ti_4Ni_2O_x$ ergaben eine mindestens um den Faktor drei größere Vickershärte HV0.1 gegenüber NiTi. Daher brechen die härteren Ausscheidungspartikel während des Walzens in viele kleine, scharfkantige Fragmente.

Transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen und EDX bestätigen das Vorhandensein der $Ti_4Ni_2O_x$ -Einschlüsse auch im Inneren der Proben: Für die TEM-Präparation wurde von der Blechstärke $100\mu m$ ausgehend beidseitig elektrolytisch abgetragen, bis ein Probenausschnitt durchstrahlbar war. Bild 65 zeigt eine typische $Ti_4Ni_2O_x$ -Primärausscheidung mit sehr runden Grenzflächen zur Matrix. Der mittlere Durchmesser dieser im TEM gefundenen Ausscheidungen läßt sich mit $0.5-2\mu m$ abschätzen, sowohl Größe als auch mittlerer Abstand der Partikel sind in TEM und metallographischen

Schliffen nahezu identisch. Die polyedrische Form der Ausscheidungen und damit ihre Sensibilität für bestimmte Wachstumsrichtungen tritt erst oberhalb einer kritischen Größe von etwa 5µm auf.



Bild 65 Primärausscheidung $Ti_4Ni_2O_x$

Neben $Ti_4Ni_2O_x$ konnten im TEM auch Ni_4Ti_3 oder Ni_3Ti_2 beobachtet werden, je nach vorausgehender Konditionierungsglühung. Ni_3Ti wurde nicht gefunden, da diese Phase erst für Glühzeiten oberhalb von 10h erwartet wird [Nis86].

4.2 Zug/Druck-Proben

Das Drehen der Zug/Druck-Proben nach einer vorgegebenen Geometrie wurde vom Materiallieferanten NDC (CA, USA) übernommen. Die Proben hatten einen deutlich niedrigeren Kaltverformungsgrad als das Blechmaterial. Daher war eine vom Fall der Biegebleche abweichende Wärmebehandlung zur Einstellung der Pseudoelastizität für Raumtemperatur zu erwarten. Die Optimierung der Auslagerungsglühungen mußte somit erneut durchgeführt werden. Um außerdem eine Anrißbildung an den Drehriefen zu vermeiden, mußten die Oberflächen verschiedenen Polierbehandlungen unterzogen werden.

4.2.1 Dimensionierung

Für die Formgebung der Zugproben waren zwei Gesichtspunkte maßgeblich. Zum einen sollten die Proben ausreichend stabil gegen Ausknicken sein, zum anderen mußte eine „Soll-Versagensstelle“ im Bereich der lokalen Dehnungsmessung geschaffen werden. Daher schieden längere zylindrische Bereiche von vornherein aus. Auch eine kurze zylindrische Meßlänge mit Übergangsradien zu den Probenenden ist zu instabil gegen Beulen. Die Eulersche Knicklast-Dehnung einer zylindrischen Probe hängt vom Durchmesser/Längen-Verhältnis d/L in folgender Weise ab [Dub95]:

$$(22) \quad \varepsilon_b = \frac{\pi^2}{16} \left(\frac{d}{L} \right)^2.$$

Für die Experimente an pseudoelastischem Material werden bis zu 8% Dehnung gefahren. Mit einem Sicherheitsfaktor von 2.5 errechnet sich eine zulässige Länge von $L < 2d$. Diese Probenform wäre zu kurz, um zugänglichen Raum für einen Dehnungsaufnehmer zu lassen. Deshalb wurde eine sanduhrförmige Geometrie mit konstantem Taillierungsradius gewählt (Bild 66). In den Normen ISO

1099-1975 und ASTM E 466-76 werden Empfehlungen für zylindrische Proben mit Übergangsradius gegeben. Demnach sollen der Übergangsradius R mindestens $5d$ bzw. $8d$ und die Meßlänge höchstens $4d$ bzw. zwischen $3d$ und $4d$ betragen. In Anlehnung an diese Normen wurde ein Taillierungsradius von 30mm bei einem minimalen Durchmesser von 3mm und einem maximalen Durchmesser von 4mm gewählt. Daraus ergibt sich eine nutzbare Probenlänge von 15mm . Zur genauen Zentrierung und Führung der Probe wurden die Abschlüsse mit $M5 \times 0.5$ Feingewinde versehen.

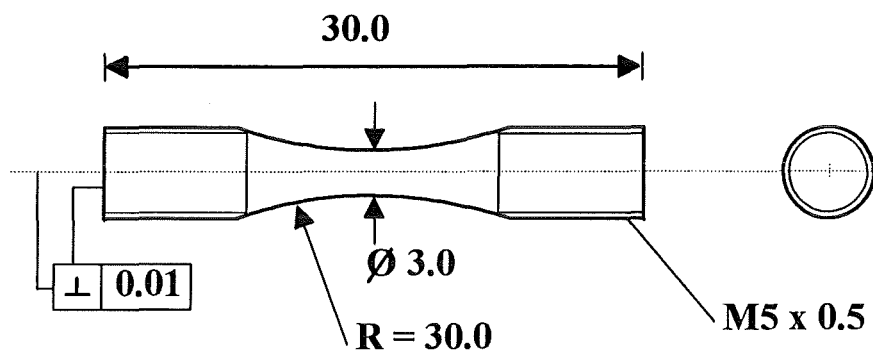


Bild 66 Geometrie der Hourglass-Proben

4.2.2 Konditionierung

Da der Kaltverformungsgrad des Ausgangsmaterials für Biege- und Zugproben herstellungsbedingt unterschiedlich ist und die Einstellung der pseudoelastischen Eigenschaften neben der Entspannung von Kaltverformung primär auf der Ausscheidung von Ni_4Ti_3 und der dadurch hervorgerufenen Verschiebung der Umwandlungstemperaturen der NiTi-Matrix in einen Bereich knapp unterhalb von Raumtemperatur beruht, mußte die Optimierung der Anlaßparameter für Zugproben erneut durchgeführt werden. Die unterschiedlichen Ausgangsbedingungen gegenüber den Biegeproben spiegeln sich in der DSC-Vergleichsmessung zwischen Anlieferzustand und konditioniertem Zustand wider:

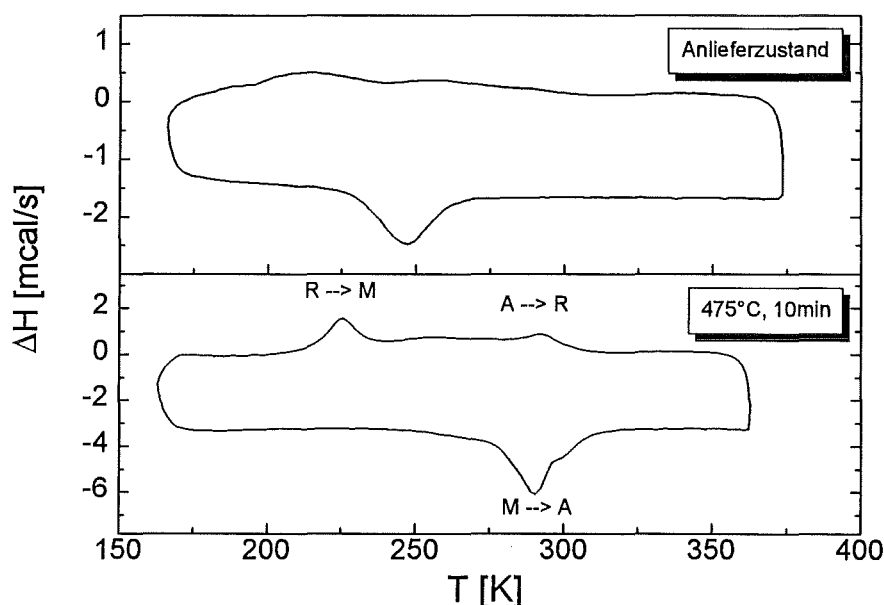


Bild 67 DSC-Kurven des Anlieferzustands und des konditionierten Zustands

Im Gegensatz zu den kaltgewalzten NiTi-Bleichen sind für das massive Stangenmaterial der Zug/Druck-Proben bereits im Anlieferzustand Umwandelungspeaks zu erkennen, was auf niedrigere Kaltverformung schließen läßt. Dennoch werden die Umwandlungen erst nach einer

Konditionierungsglühung deutlich und entsprechen dann in Lage und Gestalt etwa den Werten der Biegebleche.

Eine Serie von Auslagerungen bei 450°C, 475°C, 500°C, 525°C, 550°C und 600°C für 5 bzw. 10 Minuten und anschließenden Belastungstests zeigte, daß ein stabiles pseudoelastisches Verhalten mit hoher Rückspannung und niedrigen irreversiblen Dehnanteilen für Glühungen zwischen 450°C und 500°C einzustellen ist. Bild 69 gibt eine ausschnittsweise Übersicht über das mechanische Verhalten von unbehandeltem und wärmebehandeltem Material. Im Anlieferzustand und für eine Glühung bei 550°C erkennt man vergleichbar große bleibende Dehnungen. Allerdings weist die wärmebehandelte Probe ein niedrigeres Spannungsplateau auf, was mit einem Effekt des Weichglühens einer anfänglich vorhandenen Kaltverformung zu erklären ist. Bei 550°C scheinen die für Pseudoelastizität benötigten nickelreichen Phasen bereits weitgehend aufgelöst zu sein. Eine bei 500°C behandelte Probe hingegen zeigt deutliches pseudoelastisches Verhalten mit nahezu vollständig reversibler Dehnung. Aus den Glühserien wird deutlich, daß ein sehr enges Temperatur- und Zeitfenster ($\pm 25^\circ\text{C}$ und ± 5 Minuten) eingehalten werden muß, um die gewünschten Eigenschaften einzustellen.

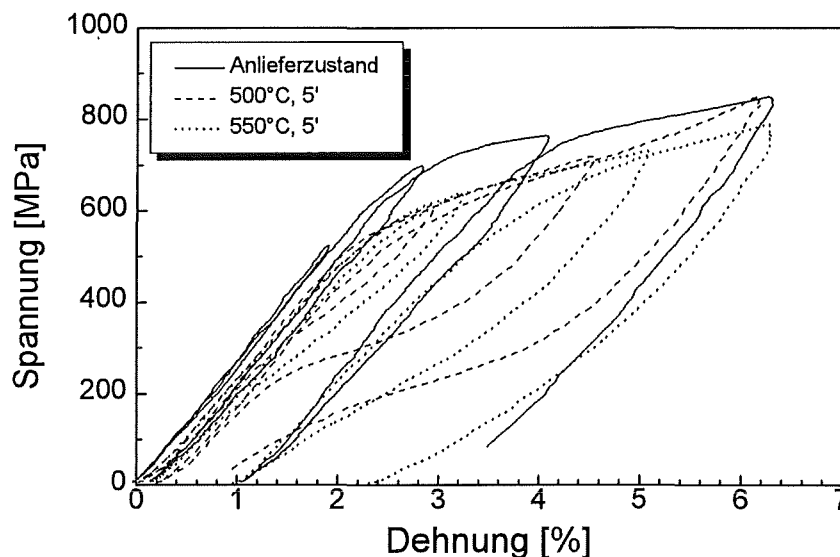


Bild 68 Pseudoelastische Lastantworten von 6mm-Zylindern unter Drucklast nach verschiedenen Anlaßglühungen

Diese Versuche wurden zunächst als Drucklastprüfungen an zylindrischen Halbzeugen derselben Charge durchgeführt, aus denen die Zugproben gefertigt wurden. Die Zugproben selbst wurden zur Bestätigung der Konditionierungsparameter in einer Reihe von Anlaßversuchen bei 475°C und Glühzeiten von 5, 10, 15 und 30 Minuten getestet und wiesen ebenfalls bei 475°C und 10 Minuten Behandlungsdauer die besten pseudoelastischen Eigenschaften auf. Darin zeigt sich, daß das Drehen der Proben aus dem Halbzeug keine größeren mikrostrukturellen Veränderungen und keine Erhöhung des Kaltverformungsgrades im gesamten Probenvolumen mit sich bringt. Nichtsdestoweniger wurden in Härtemessungen lokale Veränderungen durch mechanische Bearbeitung an der Probenoberfläche nachgewiesen (s. Kap. 4.2.4.3). Die oben diskutierte Bildung und Auflösung nickelreicher Ausscheidungsphasen bei den Konditionierungsglühungen wurde im TEM sowie anhand von DSC- und Härtemessungen verfolgt. Ähnlich wie bei den Biegeproben zeigt sich in den TEM-Bildern ein sukzessives Wachstum der X-Phasenausscheidung, allerdings mit systematisch kleineren Ausscheidungsgrößen bedingt durch die geringere Kaltverformung des Materials. Das Wachstum ist ab 450°C nachweisbar mit einer mittleren Partikelgröße unter 10nm und einem „Kaffeebohnenkontrast“, der sonst für Versetzungsringe typisch ist und auf ein elliptisches Spannungsfeld hinweist. Die Ausscheidungsgröße steigt bis zu einer 550°C-Auslagerung auf 30-40nm an und löst sich erst bei

600°C weitgehend auf. Im Material vorhandene Restmartensitlatten bleiben von diesen Prozessen unberührt (Vgl. Teilbilder 69a) und d)).

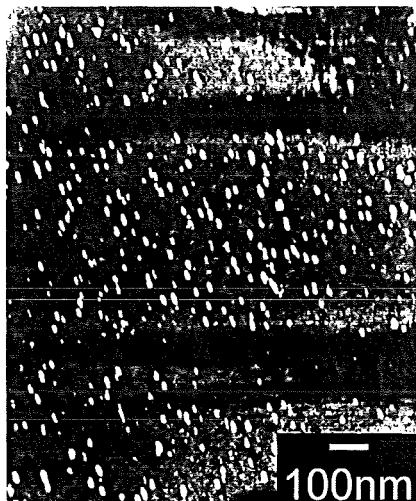
a)



b)



c)



d)



Bild 69 TEM-Serie der Konditionierungsglühungen:

a) (450°C, 5min), b) (500°C, 5min), c) (550°C, 5min), d) (600°C, 5min)

Auch der Verlauf der Übergangstemperaturen (Bild 70) entspricht der Annahme, daß die Matrix bis 550°C wegen der X-Phasen-Ausscheidung an Ni verarmt und nach deren Auflösung bei höheren Temperaturen wieder angereichert wird. Dadurch steigen viele der Umwandlungstemperaturen zunächst an und fallen bei 600°C Glühtemperatur wieder ab. Die Martensittemperaturen M_s und M_f bleiben wie im Fall der Biegebleche eher unbeeinflusst von der Auslagerungsbehandlung, zeigen aber dieselbe Tendenz. Die Temperaturbestimmung für die R-Phasenübergänge war in vielen Fällen nicht möglich, da sich die R-Phasenpeaks mit den Martensit-Peaks überlagerten. Für alle angegebenen Umwandlungstemperaturen ist eine mittlere Ungenauigkeit von $\Delta T_U = \pm 4K$ zu berücksichtigen.

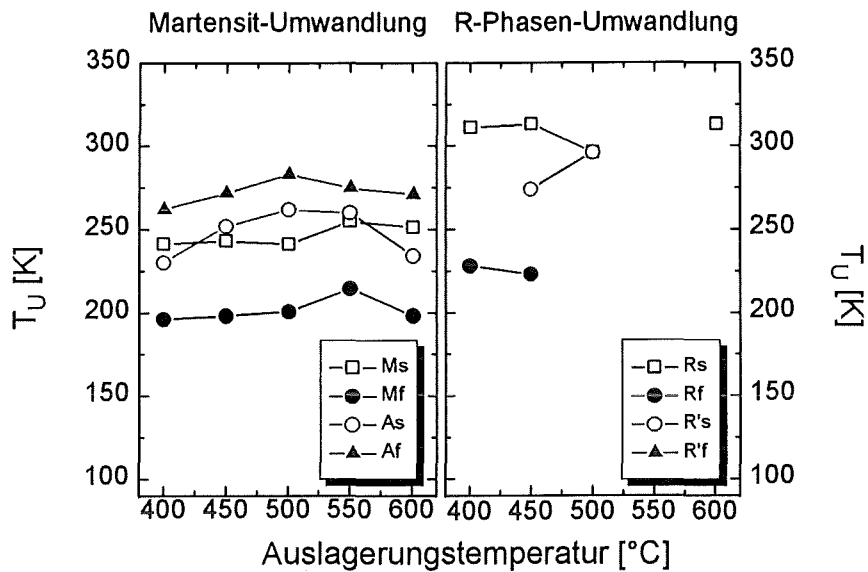


Bild 70 Veränderung der Übergangstemperaturen nach 5min. Anlaßbehandlung

Die Härtemessungen an Querschliffen bestätigen wiederum eine kontinuierliche Abnahme der Kaltverformung mit ansteigender Auslagerungstemperatur. Dabei ist ein Rückgang von $HV_{0.1}=475$ im Anlieferungszustand auf $HV_{0.1}=350$ bei einer 600°C -Glühung zu beobachten.

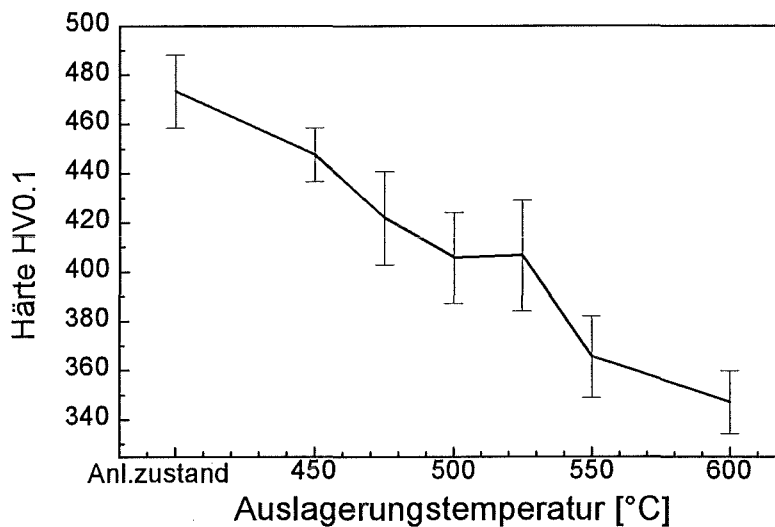


Bild 71 Härteabfall durch 5min. Glühbehandlung

Als optimale Wärmebehandlung für die Zug/Druck-Proben wurden eine Temperatur von 475°C und eine Glühdauer von 10 Minuten bestimmt. Für diese Konditionierung wird eine Härte um 390 gemessen. Die per DSC bestimmten Umwandlungstemperaturen der konditionierten Hourglassproben sind:

$$\gg M_s=238\text{K}, M_f=207\text{K}, A_s=268\text{K}, A_f=284\text{K}, R_s=300\text{K}, R_f=278\text{K}, R'_s=289\text{K}, R'_f=299\text{K}$$

Da die R-Phasen-Umwandlungstemperaturen wie für die Biegebleche nur knapp unterhalb von Raumtemperatur liegen, ist diese Phase ebenfalls bereits für den lastfreien Zustand in TEM-Aufnahmen nachweisbar. Wiederum konnte jedoch wegen der breiten Umwandlungspeaks kein von der SIM-Bildung unabhängiger Einfluß der R-Phase auf die mechanischen Meßkurven festgestellt werden.

4.2.3 Oberflächenbehandlung

Zur Oberflächenbehandlung wurde zunächst für 8 Stunden in einer Trommel mit dreieckigen PVC-Schleifkörpern, Schleiföl und grobem Schleifmehl SM60 vorgeschliffen, gefolgt von achtstündiges Feinschleifen mit Holzwürfeln in Schleiföl und Schleifmehl SM160. In einem abschließenden Polierschritt mit 0.25 μ m-Diamantpaste und Nußgranulat wurde schließlich in 24 Stunden auf Hochglanz poliert. Für das anschließende Elektropolieren bewährte sich am besten eine Zusammensetzung mit 80vol.% Methanol, 13vol.% H₂SO₄ (95-97%ig) und 7vol.% HCl (37%ig) bei -15°C und Polierzeiten von 50-90s. Die Polierströme lagen im Bereich zwischen 0.8 und 2.2A bei Polierspannungen von 13-18V. Der Elektrolyt wurde mit einem Magnetstift leicht gerührt. Die gute mechanische Vorbehandlung der Proben erzeugte extrem hochglänzende Oberflächen nach dem Elektropolieren (Bild 72, rechter oberer Zustand).

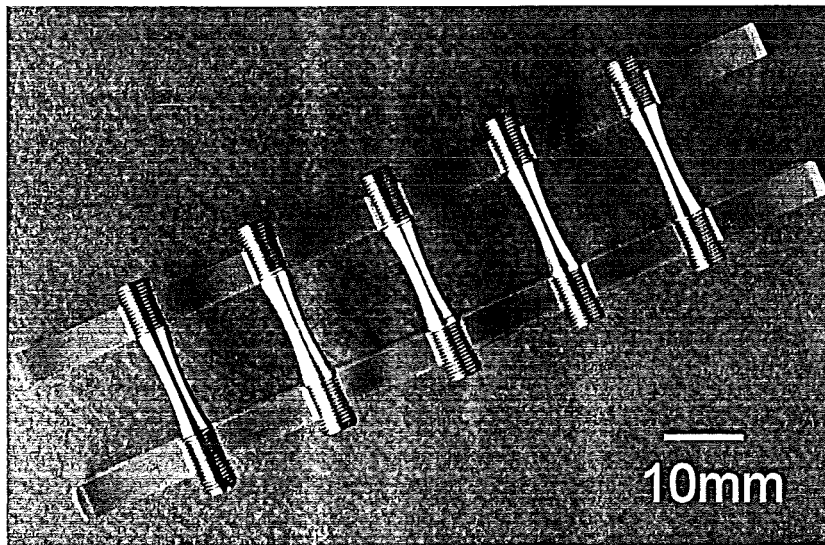


Bild 72 Verschiedene Oberflächenqualitäten von links nach rechts: Drehen, Vorschleifen, Feinschleifen, mechanisches und Elektropolieren

4.2.4 Charakterisierung des Prüfguts

4.2.4.1 Chemische Analyse

Analog zu den Biegeproben wurden die Zug/Druck-Prüflinge chemisch analysiert. Die Röntgenfluoreszenzuntersuchungen ergaben eine Zusammensetzung von 51.2at-% Ni und 48.8at-% Ti und decken sich bei einem Meßfehler von 0.5at.% mit den Resultaten für das Blechmaterial. Auch der Sauerstoffgehalt lag in Trägergas-Heißextraktionsmessungen unterhalb eines vergleichbaren Wertes von 2700 appm. Ferner wurden nach der Verbrennungsmethode bzw. einer Emissions-Spektralanalyse Spuren einiger typischer Legierungs-Begleitelemente quantifiziert: C: <300 appm, Fe: < 96 appm, Cu: < 8 appm.

4.2.4.2 Gefügebeurteilung

Nach der Präparation metallographischer Schläffe gemäß Tab. 3 wurde nach dem Flächenausählverfahren [Schu83] eine mittlere Korngröße von 20 μ m errechnet. In den metallographischen Schläffen zeigt sich eine streifige Struktur in den Randzonen der Probe, die von der Kaltverformung durch Drehen herrührt. Härtemessungen bestätigen diesen Zusammenhang (s. unten). Bild 73 zeigt den Effekt im Gewindebereich, wo er besonders deutlich zum Vorschein kommt.

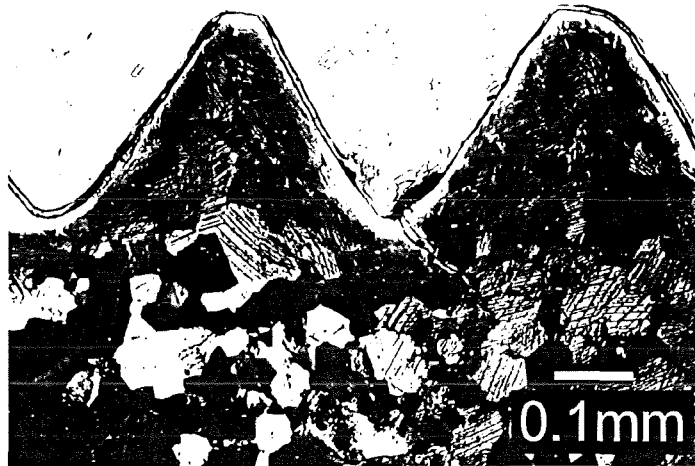


Bild 73 Längs-Flachschliff einer unbelasteten Hourglassprobe

Die gemessene mittlere Rauhtiefe R_a beträgt $1.5\mu\text{m}$ für den feingedrehten Anlieferungszustand mit deutlichen Drehrillen und $0.1\mu\text{m}$ nach mechanischer und elektrolytischer Politur.

4.2.4.3 Härtemessung

In Härtemessungen an Längs-Flachschnitten der Zugproben bestätigte sich, daß das Drehen der Proben eine deutliche lokale Erhöhung der Härte nahe der Oberfläche mit sich bringt. Der Härteverlauf über dem Durchmesser eines Prüflings nahe der Taille ist in Bild 74 dargestellt.

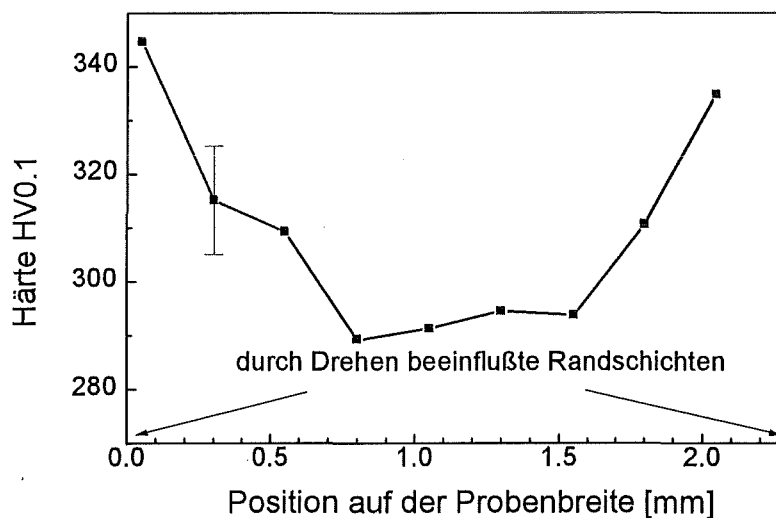


Bild 74 Härteverteilung über der Probenbreite

Die Härte im unbeeinflussten Innenbereich der Probe lag bei $HV0.1=292\pm 12$. Dieser Wert weicht von den an Querschnitten bestimmten Daten in Kap. 4.2.2 ab wegen einer Anisotropie in der Druckverformung, auf die in Kap. 6.2.1 näher eingegangen wird.

4.2.4.4 Textur

Bild 75 veranschaulicht das Ergebnis röntgendiffraktometrischer Messungen an 1mm dicken, elektrolytischen Scheiben aus dem Querschnitt von Zug/Druck-Proben in der stereographischen Projektion (Wulffsches Netz).

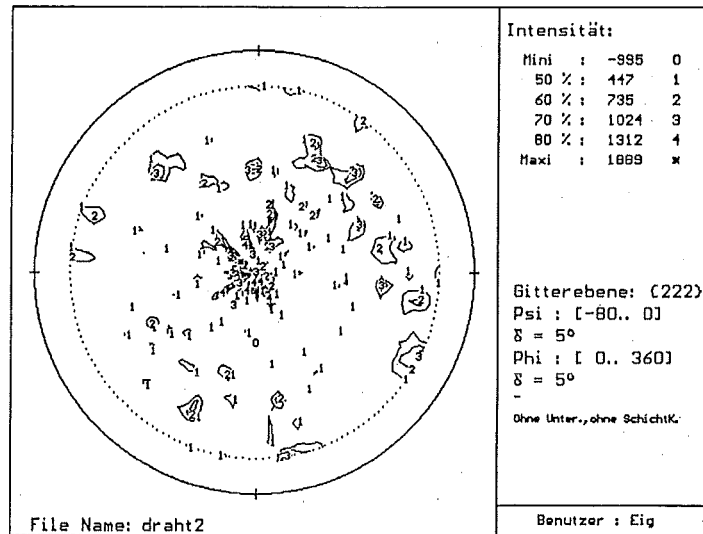


Bild 75 Texturplot mit {222}-Pol in stereographischer Projektion

Die dargestellte Intensitätsverteilung des {222}-Reflexes zeigt einen grob zentrosymmetrischen Charakter, wobei neben dem zentralen Peak eine Anhäufung bei einer Poldistanz ψ von etwa 60-80° auffällt, die zu dem theoretischen Wert des Abstandes benachbarter <111>-Richtungen von 70.5° paßt. Das äußere Gebiet ist nicht zusammenhängend, besitzt aber auch keine Symmetrie, so daß man davon ausgehen muß, daß es größere, ähnlich orientierte Cluster gibt, die jedoch statistisch über den Azimut ϕ verteilt sind. Damit ergibt sich eine (111)-Drahttextur (Drahtquerschnitt entspricht einer (111)-Ebene). Die Verteilung der {112}- bzw. {220}-Reflexe beinhalteten teilweise besser geschlossene, kreisförmige Zonenringe und bestätigten diese Textur ebenso wie Beugungsbilder in TEM-Untersuchungen, die fast ausnahmslos Orientierungen nahe einer {111}-Zonenachse lieferten.

4.2.4.5 Ausscheidungsphasen

Analog zu den Biegeproben wurden titanreiche Primärausscheidungen mit einem atomaren Verhältnis Ti/Ni von 2:1 sowohl im Raster- als auch im Transmissionselektronenmikroskop nachgewiesen (Bild 76). Auch in den Zug/Druck-Proben erreichen sie Ausdehnungen von bis zu 10µm und besitzen ab 2-3µm Durchmesser meist eine polyedrische Gestalt.

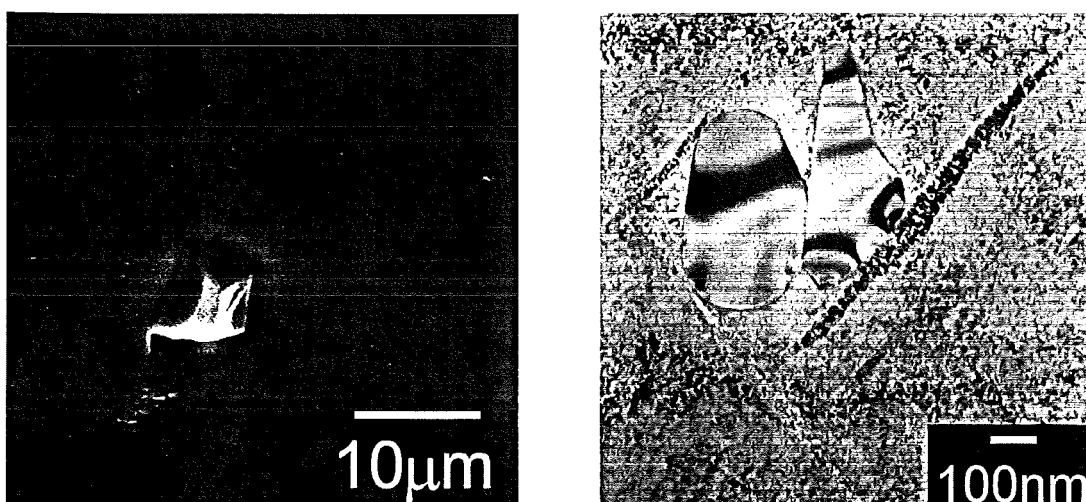


Bild 76 $Ti_4Ni_2O_x$ -Einschlüsse an der Oberfläche (REM) und im Probeninneren (TEM)

Wegen der Befürchtung, diese Partikel könnten ein Auslöser für Ribentstehung und schnelles Rißwachstum darstellen, wurde in Auslagerungsbehandlungen versucht, die Einschlüsse aufzulösen. Dazu wurden 1mm dicke Scheiben des Zugprobenmaterials unter 10^{-3} mbar in Quarzglaskapseln eingeschmolzen und einer zweistufigen Glühbehandlungen im Luftofen bei anschließendem Abschrecken in Wasser unterzogen. Als erster Schritt erfolgte eine Lösungsglühung bei 1100°C für 1h. Dann schloß sich jeweils ein Anlassen bei Temperaturen von 500°C , 650°C , 800°C und 950°C für 10 Minuten, 1h, 10h und 100h an. Beim Abkühlen nach der zweiten Anlaßstufe wurden die Kapseln mit einer Zange schnellstmöglich zerbrochen. Zwei weitere Proben wurden 4h bzw. 24h bei 1100°C ausgelagert und dann in flüssigem Stickstoff bzw. Wasser abgeschreckt. Das Resultat dieser Meßreihen ist in Bild 77 zusammengestellt.

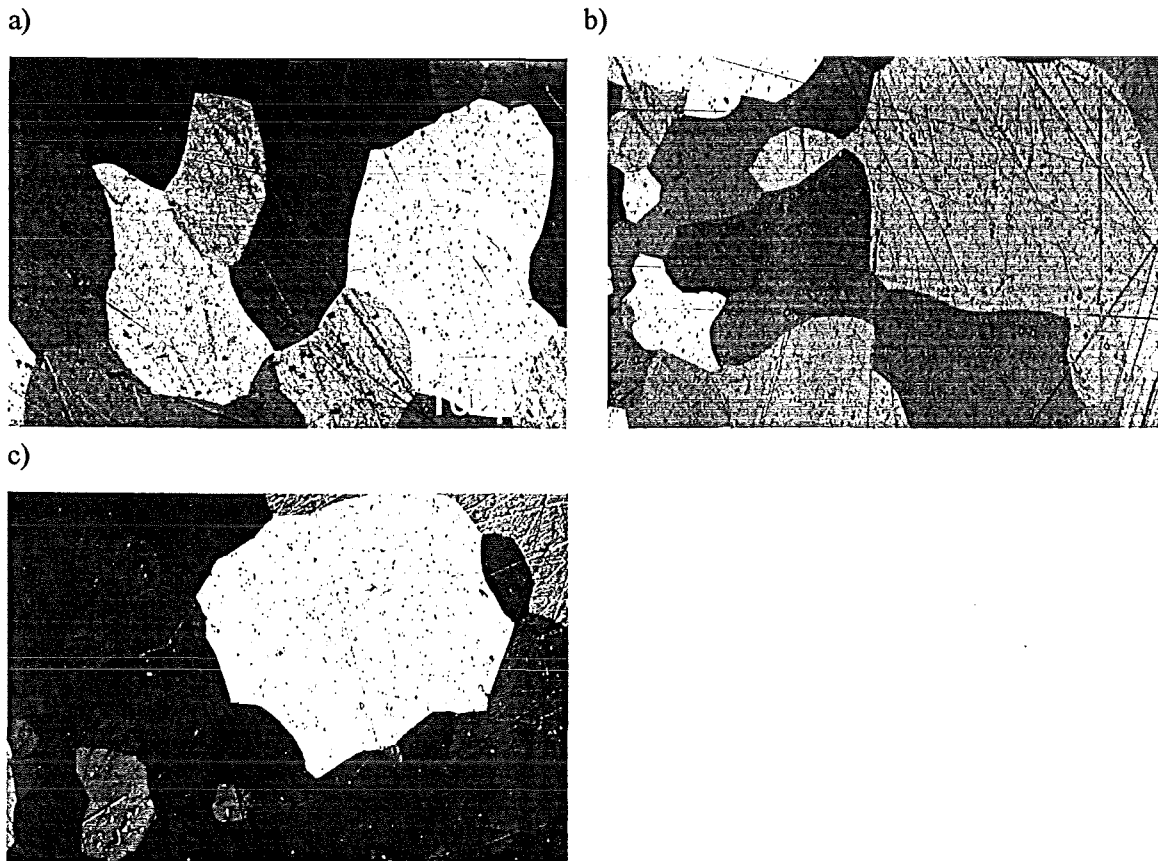
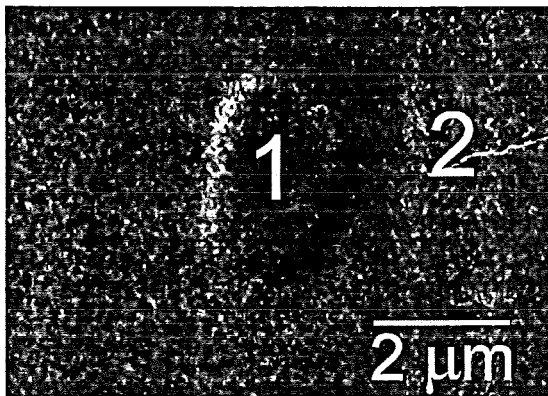


Bild 77 $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}_x$ -Primärausscheidungen nach verschiedenen Wärmebehandlungen:
a) lösungsgeglüht (LG), b) LG+ 650°C , 1h, c) LG+ 950°C , 10h

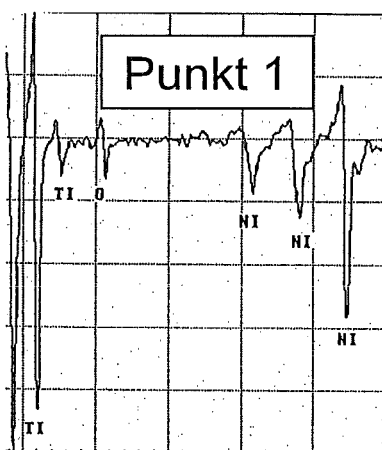
Mit keiner der Wärmebehandlungen ließen sich die titanreichen Einschlüsse verkleinern oder gar auflösen. Andererseits war für die Glühungen auch kein Wachstum zu verzeichnen, so daß typische Konditionierungsglühungen um 400°C - 600°C die Ausscheidungsmorphologie nicht beeinflussen. Bild 77a) zeigt einen Schliff des lösungsgeglühten Zustands, b) das Ergebnis einer Behandlung bei 650°C für 100h und c) bei 950°C für 10h. Laut Phasendiagramm (s. Kap. 2.3) sollte Ti_2Ni im Gleichgewichtszustand in nickelreichen Legierungen überhaupt nicht auftreten und müßte sich aber in jedem Fall bei 984°C auflösen. Daher wäre die beobachtete Stabilität der Ausscheidungen nur damit zu erklären, daß Ti_2Ni zwar aufgelöst wird, in der Abkühlkinetik aber sehr schnell wieder kristallisiert. Andererseits wurden bei der Abkühlung in N_2 Kühlraten von etwa 10^4K/s erreicht. Die Abkühlzeiten sind damit sehr kurz, um über Diffusionsmechanismen genügend Ti für eine Ti_2Ni -Ausscheidung bereitzustellen. Daher ist eher davon auszugehen, daß es sich bei den

beobachteten Partikeln nicht um eine intermetallische Ausscheidungsphase, sondern vielmehr um Einschlüsse handelt, für die es einen existenzstabilisierenden Mechanismus gibt. Um dieser Frage nachzugehen, wurde an den polierten Oberflächen von Zugproben mittels Augerelektronenspektroskopie die Ausscheidungszusammensetzung genauer untersucht. Dabei stellte sich im Vergleich zu Messungen in der NiTi-Matrix in den Ti_2Ni -Ausscheidungen ein Sauerstoffsignal ein, das mit etwa 6at.% quantifiziert werden konnte. Bild 78a) zeigt die Probenoberfläche mit den Meßpunkten 1 und 2, wobei Punkt 1 auf einer Ausscheidung liegt, Punkt 2 in der NiTi-Matrix.

a)



b)



c)

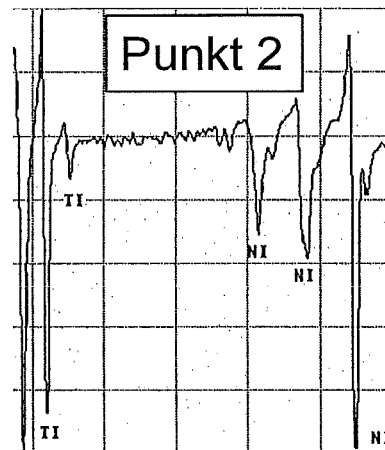


Bild 78 a) Augerbild des Stangenmaterials b), c) Augerkurven an den Punkten 1 (innerhalb der $Ti_4Ni_2O_x$ -Primärausscheidung) und 2 (außerhalb)

Die zugehörigen Augersignale sind in den Teilbildern b) und c) dargestellt. Neben dem höheren Ti/Ni-Verhältnis weist der Punkt 1 gegenüber den Werten für Punkt 2 ein deutliches Sauerstoffsignal auf. Dies ist ein Hinweis auf die oxidische Phase $Ti_4Ni_2O_x$ mit theoretisch 14at.% Sauerstoff. Da nicht alle Zwischengitterplätze mit Sauerstoff besetzt scheinen [Man94], wird die Primärausscheidungsphase von nun an mit $Ti_4Ni_2O_x$ bezeichnet. Der Sauerstoffanteil bringt offensichtlich eine stabilisierende Wirkung durch eine Erhöhung des Schmelzpunktes mit sich.

Diese Untersuchungen belegen, daß es in Halbzeugen bereits nicht mehr möglich ist, die $Ti_4Ni_2O_x$ -Phase zu unterdrücken bzw. aufzulösen. Die Einschlüsse werden bereits während der metallurgischen Herstellung produziert und könnten nur durch einen konsequenten Sauerstoffabschluß verhindert werden.

Für die nickelreichen Phasen Ni_4Ti_3 und Ni_3Ti_2 gelten bei Zugproben dieselben Beobachtungen wie für Blechmaterial.

5 Messungen zu den mechanischen Eigenschaften und dem Formgedächtnisverhalten

Mit wenigen Ausnahmen (s. Kap. 6.2.1) wurden alle mechanischen Prüfungen knapp oberhalb von Raumtemperatur durchgeführt: Die Biegeprüfvorrichtung FATIBEND wurde in einem Wärmeschrank konstant auf $(30\pm 1)^\circ\text{C}$ temperiert. Die Probentemperatur an der servohydraulischen Zugprüfmaschine betrug nach einer Aufwärmphase von 2h $(30\pm 3)^\circ\text{C}$ aufgrund der Wärmeleitung zwischen Hydraulikaggregat und dem Zuggestänge.

5.1 Biegeversuche

5.1.1 Darstellung von SIM im Biegeversuch

Bei der Biegung eines pseudoelastischen Blechs bildet sich spannungsinduzierter Martensit, der nach Entlastung in Austenit rückumwandelt. Wegen der inhomogenen Dehnungsverteilung bei Biegedeformation beginnt die SIM-Bildung an der Probenoberfläche. Das Martensitwachstum verläuft von Korngrenzen ausgehend in Form von Lattenstrukturen, die sich ins Korninnere ausdehnen [Tsu95, Xu95]. Charakteristisch für die Phasenumwandlung bei NiTi ist die tetragonale Gitterverzerrungen mit einer makroskopischen Scherung von $\{110\}_{\text{B2}}$ -Ebenen entlang $\langle 100 \rangle_{\text{B2}}$ -Richtungen um 6.8° gegen ihre Orientierung im Austenit. Dadurch wird ein Oberflächenrelief erzeugt, das sich nach Polieren der Proben im Lichtmikroskop darstellen läßt. Hierzu wurde ein NiTi SE508- Blech der Stärke 0.5mm auf einem Reiter montiert, der einen festen und einen über eine Mikrometerschraube verstellbaren Anschlag besitzt. An diesen Anschlägen werden die Probenenden durch kleine Einkerbungen gehalten. Durch Zusammenfahren der Anschläge läßt sich eine kontrollierte Längenänderung der Lagerungsstrecke erreichen, wobei das Blech mit einem annähernd gleichmäßigen Krümmungsradius ausbeult (Bild 79).

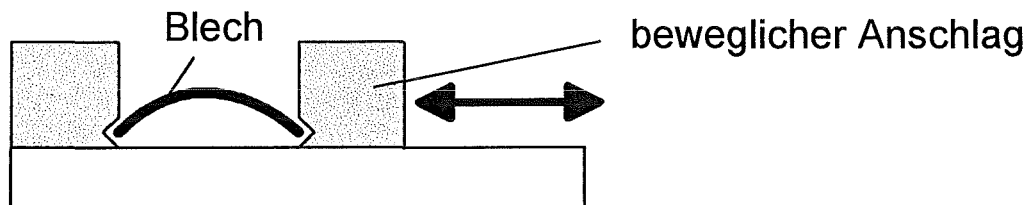


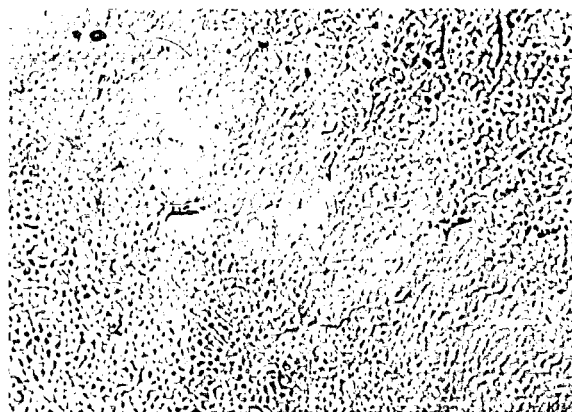
Bild 79 Aufbau eines mechanischen Biegegerätes zur in situ-Beobachtung von SIM

Die Bilderfolge 80 veranschaulicht das Wachstum spannungsinduzierten Martensits unter Dehnbeanspruchung der Oberfläche eines Biegeblechs. Die reversible Natur der Umwandlung wird darin deutlich, daß die Streifentopologie nach Entlastung von 3% Maximaldehnung wieder vollständig verschwindet (Teilbild b)). Bei höheren Dehnungen (ab 5-6%) tragen plastische Anteile bereits nach einem Lastzyklus bei und erhalten einen Teil der SIM-Strukturen (Teilbild d)). Man erkennt deutlich, daß selektiv genau eine Variantenrichtung pro Korn gebildet wird, wie es für SIM üblich ist. In Bild 80c) wurden zur besseren Orientierung die Korngrenzen eines Korns schwarz nachgezeichnet. Parallele TEM-Beugungsuntersuchungen ergaben, daß die Streifenstruktur im lastfreien Zustand nicht auf die Existenz einer rein martensitischen Phase zurückzuführen ist, sondern daß lediglich ein kleiner Volumenanteil SIM erhalten bleibt; ansonsten werden nur Grenzflächen der unter Last martensitischen Varianten in das B2-Gitter des Austenits übertragen und bleiben dort als Kleinwinkelgrenzen bzw. als makroskopische Streifung sichtbar. Dieser Prozeß ist auf plastische Verformungsanteile im SIM zurückzuführen, welche durch lokale Spannungsüberhöhungen wegen Gitterfehlpassungen zwischen Martensit und Austenit hervorgerufen werden.

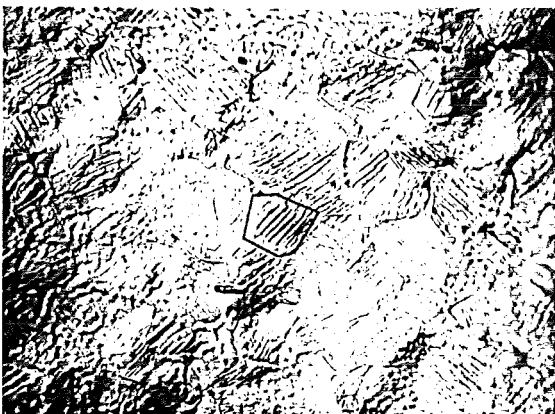
a) belastet auf $\epsilon_{\max}=3\%$



b) wieder entlastet, reversibel



c) belastet auf $\epsilon_{\max}=6\%$



d) wieder entlastet, irreversible Anteile

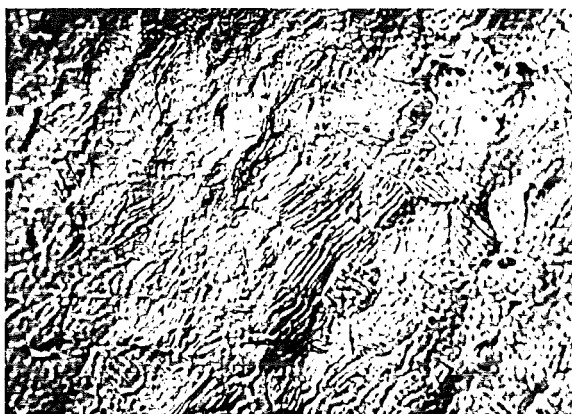


Bild 80 Reversible und irreversible Prozesse bei der SIM-Umwandlung

5.1.2 Mechanische Prüfung in querkräftfreier Wechselbiegung

5.1.2.1 Biegemoment/Biegewinkel-Kurven

Zur Messung des mechanischen Verhaltens von pseudoelastischen NiTi-Bleichen unter querkräftfreier Wechselbiegung wurden elektropolierte Proben im Biegemessplatz FATIBEND untersucht. Einen typischen Meßschrieb mit Auftragung des Biegemoments gegen den Biegewinkel bzw. die Krümmung zeigt Bild 81. In Teilbild a) wurde die Verformung eines 100 μm dicken Blechs auf den linear-elastischen Bereich begrenzt, wodurch eine lineare Abhängigkeit von der Krümmung $\frac{1}{R}$ (R: Krümmungsradius) gegeben ist. Bei höheren Lasten spiegelt sich die für pseudoelastisches Material charakteristische Hystereseform des Zugversuchs auch in der Biegeprüfung wider (Teilbild b), allerdings sind die Übergänge vom elastischen Ast in den Plateaubereich weicher wegen der inhomogenen Spannungsverteilung über dem Querschnitt und der damit verbundenen Nivellierung sprunghafter Veränderungen in den Lastantworten. Wie erwartet ist die Kurve für beidseitige Biegung nahezu symmetrisch. Für den medizintechnischen Einsatz werden Dehnungen im Bereich von 1-4% gefordert. Daher orientieren sich alle Biegeexperimente an dieser Vorgabe. Nach Gleichung (15) ergeben sich dabei für Probendicken um 100 μm Krümmungsradien von 1.25-5mm oder Krümmungen von 0.2-0.8 mm^{-1} .

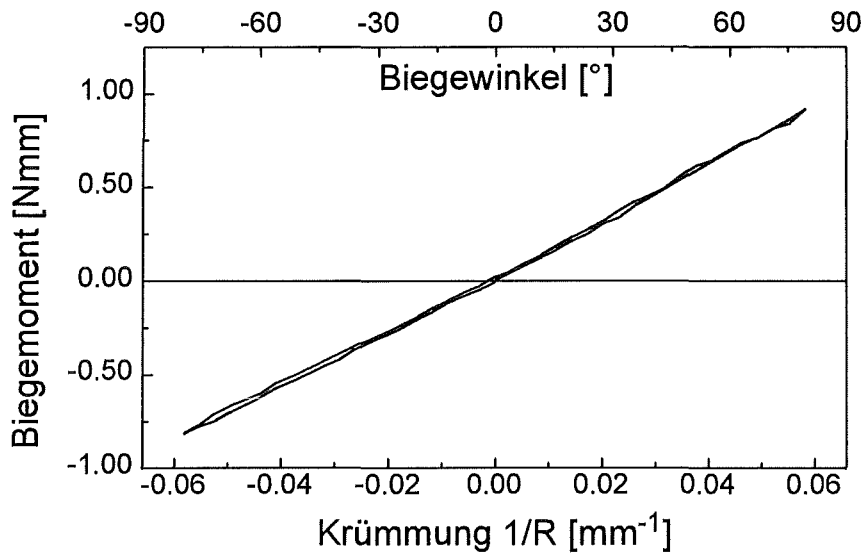


Bild 81 Biegeprüfung im elastischen Deformationsbereich

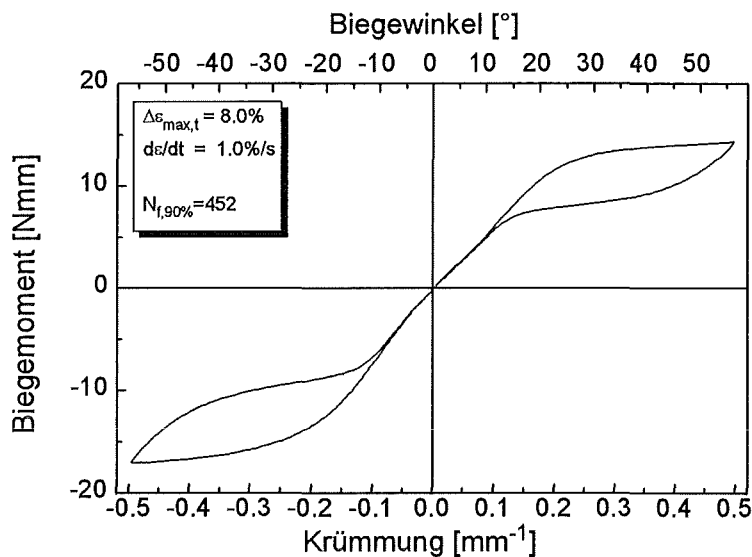


Bild 82 Pseudoelastische Biegung (Blechstärke 161µm)

5.1.2.2 Abhängigkeit von der Probengeometrie

Um die Abhängigkeit des Biegemoments von Variationen in der Probengeometrie zu untersuchen, wurden 36 Biegebleche aus Nitinol SE508 mit folgenden Abmessungen geprüft:

- Meßlänge l : 1-4mm
- Blechbreite b : 1-4mm
- Blechdicke h : 84-106µm

Die Ergebnisse der Messungen sind in den Diagrammen 83-85 zusammengestellt.

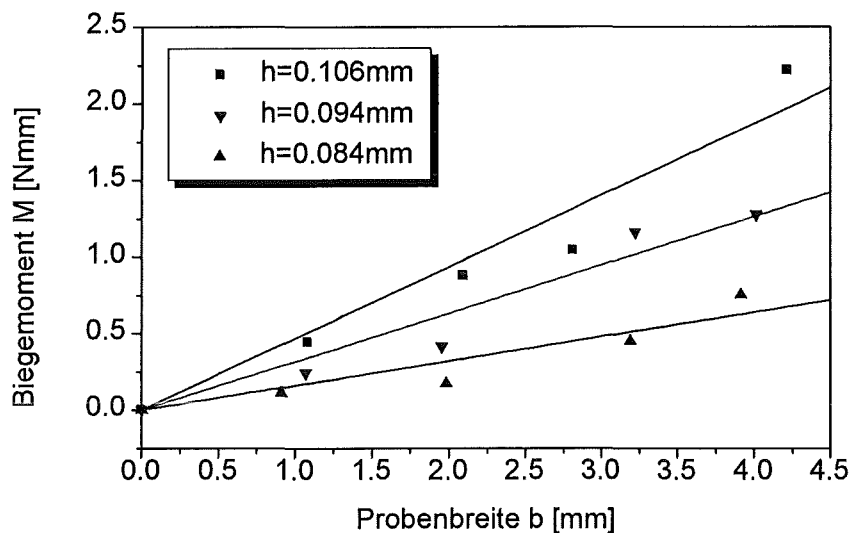


Bild 83 Abhängigkeit des Biegemoments von der Probenbreite b

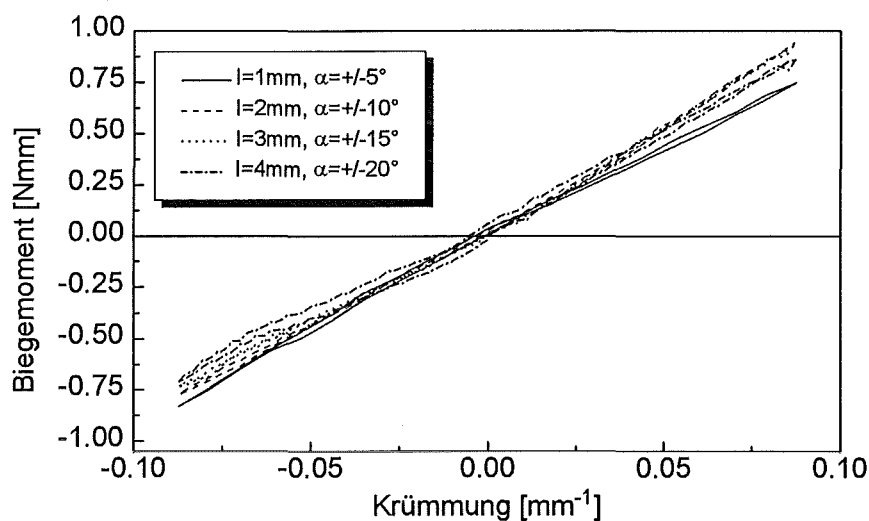


Bild 84 Abhängigkeit des Biegemoments von der Probenlänge l

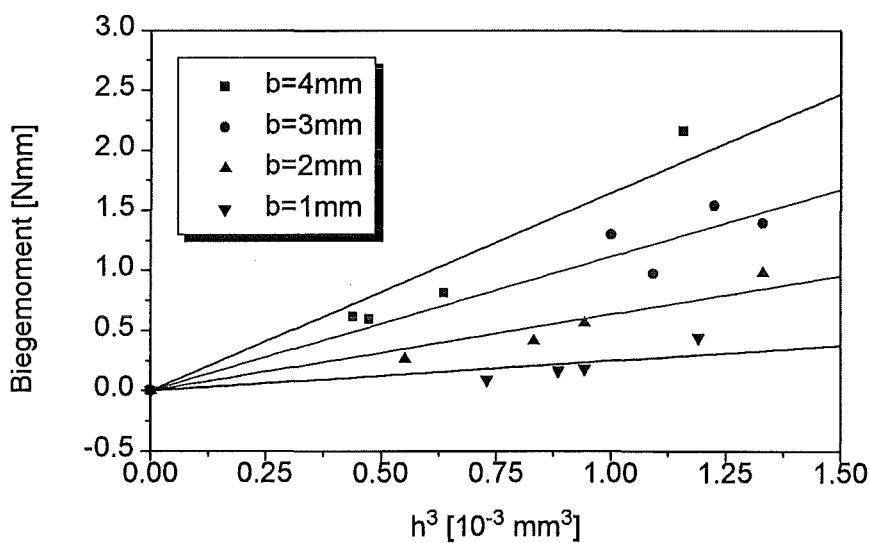


Bild 85 Abhängigkeit des Biegemoments von der Blechdicke h

Unabhängig von der Probendicke h ergibt sich eine lineare Abhängigkeit von der Probenbreite b (Bild 83). Die Meßlänge l hat keinen Einfluß auf die Biegemomentkurve, solange die maximale Krümmung durch Anpassung des Biegewinkels beibehalten wird (Bild 84). M ist folglich proportional zur Krümmung $\frac{1}{R}$. Für verschiedene Probenbreiten b zeigt das Biegemoment eine Proportionalität zur dritten Potenz der Materialstärke h^3 . Diese Abhängigkeiten entsprechen vollständig den Erwartungen gemäß der Theorie einer reinen elastischen Biegung und werden in Kap. 6.1.1 diskutiert.

5.1.3 Querkräftfreie Biegeermüdung

Für die Biegeermüdung wurden 145 Proben in FATIBEND unter Vorgabe unterschiedlicher Belastungsparameter in zyklischer Beanspruchung untersucht. Die Vorgabe der Biegelinie entspricht einer deformationsgesteuerten Experimentführung mit Aufzeichnung der Lastantwort. Diese Art der Versuchsführung ist typisch für den LCF (low cycle fatigue)-Bereich, dem auch die durchgeführten Biegeprüfungen wegen ihrer vergleichsweise hohen Lasten zuzurechnen sind. Zunächst wurde der vollständige Bruch eines Blechs als Versagenskriterium verwendet. Später wurde anhand der erhaltenen Dehnungs-Wöhlerkurven eine Versagenslastspielzahl $N_{f,90\%}$ definiert, bei der die Biegemoment-Schwingbreite $\Delta M(N_{f,90\%})$ auf 90% des Ausgangswertes ΔM_i abgefallen ist (s. Kap. 6.1.2.4). 27 Proben wurden nicht bis an ihre Versagensgrenze gefahren, sondern bereits nach 25%, 50% und 75% der zu erwartenden Lebensdauer für Nachuntersuchungen ausgebaut. Bild 86 beschreibt den typischen Verlauf einer Biegemoment/Biegewinkel-Kurve während der zyklischen Belastung einer 2mm langen und 100µm dicken Biegeprobe zwischen den symmetrischen Winkelgrenzen $\pm 80^\circ$, entsprechend den Dehngrenzen $\pm 3.5\%$. Die angegebenen Dehnungen bezeichnen stets die maximalen, in den Randfasern der Probe angenommenen Werte.

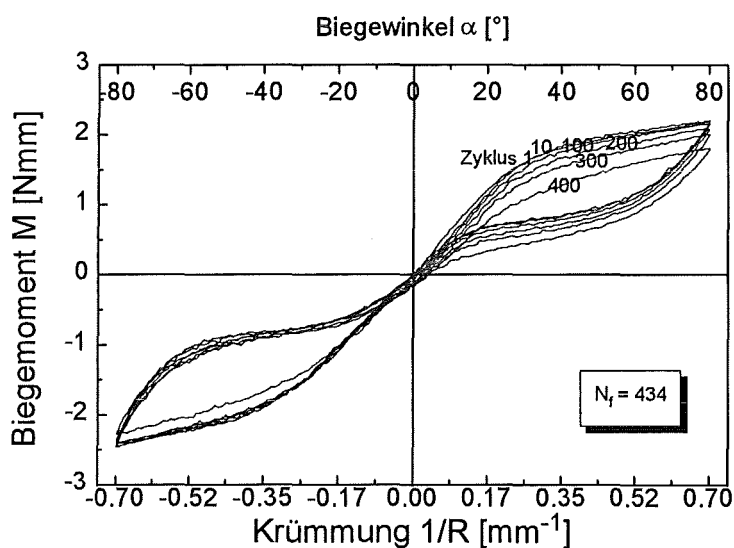


Bild 86 Biegeermüdung einer dünnen Blechprobe Nitinol SE508: $h=100\mu\text{m}$, $l=2.0\text{mm}$, $b = 2.0\text{mm}$, $\Delta\varepsilon_{\text{max,t}} = 7.0\%$

Bei reversierender Belastung laufen die ersten 50 Zyklen abgesehen von geringen Einfahreffekten ohne signifikante Veränderungen in der Momentantwort ab. Ab etwa 100 Zyklen fällt die Plateaulast zunächst allmählich, dann bis zum Versagenszyklus $N_f=434$ immer schneller ab. Diese Veränderungen sind meist auf einen Ast der Belastungskurve beschränkt, was darauf hinweist, daß kritisches Rißwachstum oft nur von einer Oberfläche ausgeht.

5.1.4 Experimentelle Parameter

Der Einfluß folgender Parameter auf das Ermüdungsverhalten wurde studiert:

5.1.4.1 Probengeometrie

Zur Untersuchung von Geometrieinflüssen wurden Bleche mit Breiten von 1-4mm, Dicken von 70 bis 200µm und Meßlängen von 1 bis 2mm eingesetzt. Im Rahmen dieser Variationen ergaben sich keine systematischen Abweichungen der erzielten Lebensdauern von den Probenabmessungen. Die Dehnungs-Wöhlerkurven zeigen unabhängig von der Geometrie ein sehr enges Streuband (s. Kap. 6.1.2.4). Allerdings war eine Abhängigkeit der Lebensdauer von der Orientierung der Probe zu beobachten. Bei einer Beanspruchung der Oberfläche (Zug/Druck) senkrecht zur Walzrichtung ergaben sich in Vorversuchen Lebensdauern, die um bis zu einen Faktor 1.5 kürzer waren als in Ermüdungsversuchen mit Lastachse parallel zur Walzrichtung. Dieses Verhalten kann durch die Texturierung der Probe sowie eine oft zeilige Strukturierung harter titanreicher Einschlüsse während des Herstellungsprozesses begründet werden. Entlang dieser Primärausscheidungen bilden sich bevorzugt Risse, die schnell wachsen. Für die weiteren Untersuchungen wurden daher alle Proben parallel zur Walzrichtung belastet.

5.1.4.2 Lastparameter

- Maximallast $\Delta\varepsilon_{\max,t}$: Der pseudoelastische Bereich von NiTi erstreckt sich bis zu 8% Dehnung. Wird allerdings in medizintechnischen Applikationen eine Wiederholbarkeit von mehreren hundert Zyklen gewünscht, sollte die Last auf maximal 4% begrenzt werden. Andererseits machen sich pseudoelastische Deformationsanteile erst oberhalb von 0.8% Dehnung bemerkbar. Daher wurde in den Ermüdungsexperimenten ein nomineller Lastbereich von 1% bis 4% abgedeckt.
- Dehnungsverhältnis R: Neben den reversierenden Biegeversuchen mit $R \equiv \frac{\varepsilon_{\min}}{\varepsilon_{\max}} = -1$ wurde auch einsinnige Biegeermüdung ($R = 0$) untersucht. Mit diesen zwei Fällen ist die Mehrheit der Biegelastfälle in technischen Applikationen von pseudoelastischem NiTi abgedeckt.
- Dehnrate $\frac{d\varepsilon}{dt}$: Typische Deformationsgeschwindigkeiten bei Mikrogreifern, Stents oder Endoskopen liegen im Bereich von 0.1%/s bis 5%/s. Die Biege-Ermüdungsexperimente überdecken einen Bereich von 0.1%/s bis 7%/s. Dabei wurden gezielt Kurven mit Dehnraten 0.1%/s und 1-3%/s aufgenommen, um die Ergebnisse mit analogen Beobachtungen im Zugversuch vergleichen zu können, wo aus meßtechnischen Gründen keine schnelleren Verformungsgeschwindigkeiten möglich waren.

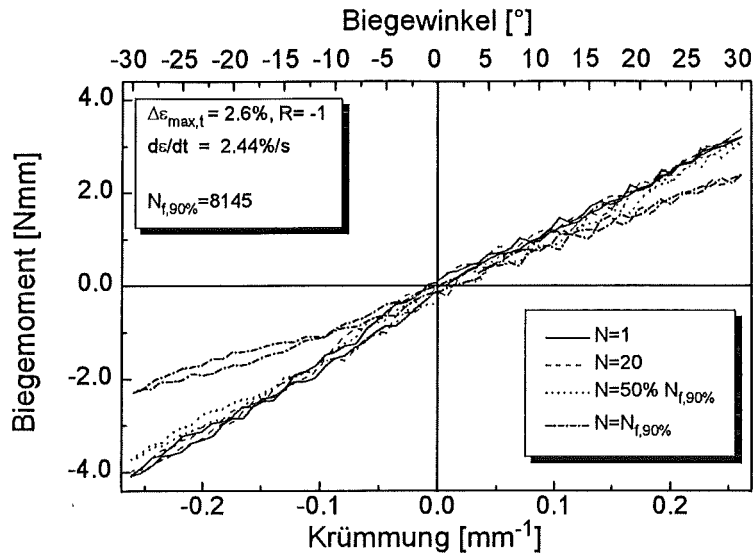
Die Meßkurven zu diesen Parameterstudien sind in den Bildern 87-89 zusammengestellt. Jedes Teilbild enthält den ersten und zwanzigsten Meßzyklus zur Beurteilung des Einlaufverhaltens, sowie einen Zyklus nach 50% der Lebensdauer und nach Versagen der Probe (Abnahme der Biegemoment-Schwingbreite auf 90% des Ausgangswertes ΔM_i). Die Meßkurven für 1%, 2% und 4% Dehnungsamplitude sind für jeweils drei verschiedene Lastzustände a), b) und c) aufgetragen:

Teilbilder	a): $R = -1, \frac{d\varepsilon}{dt} \geq 1\% / s$	(schnelles, reversierendes Zyklieren)
	b): $R = -1, \frac{d\varepsilon}{dt} = 0.1\% / s$	(langsames, reversierendes Zyklieren)
	c): $R = 0, \frac{d\varepsilon}{dt} \geq 1\% / s$	(schnelles, einsinniges Zyklieren).

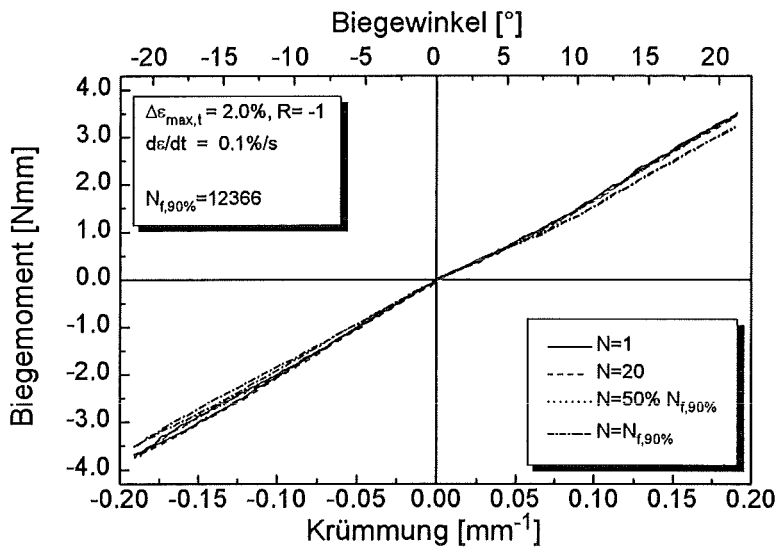
Die Wiederholbarkeit der Lastkurven an derselben Probe bei mehrmaligem Einspannen lag bei 2-3%, für unterschiedliche Proben derselben Geometrie bei 7-15% Differenz im momentanen Biegemoment. Die größten Abweichungen ergaben sich für dünne Proben mit einer Schwingbreite unterhalb 1Nmm. In einigen Messungen zeigte sich eine leichte Asymmetrie in den Lastkurven für verschiedene

Biegerichtungen. Dafür ist die nicht vollständig auskompensierte Querkraftempfindlichkeit des Biegemomentsensors verantwortlich: Bei um 60° gedrehter Montage des Sensors verhielt sich die Asymmetrie entgegengesetzt.

a)



b)



c)

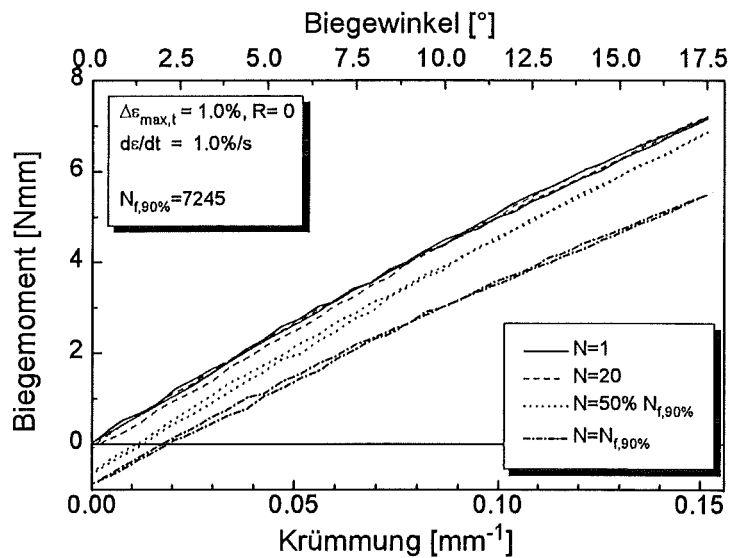
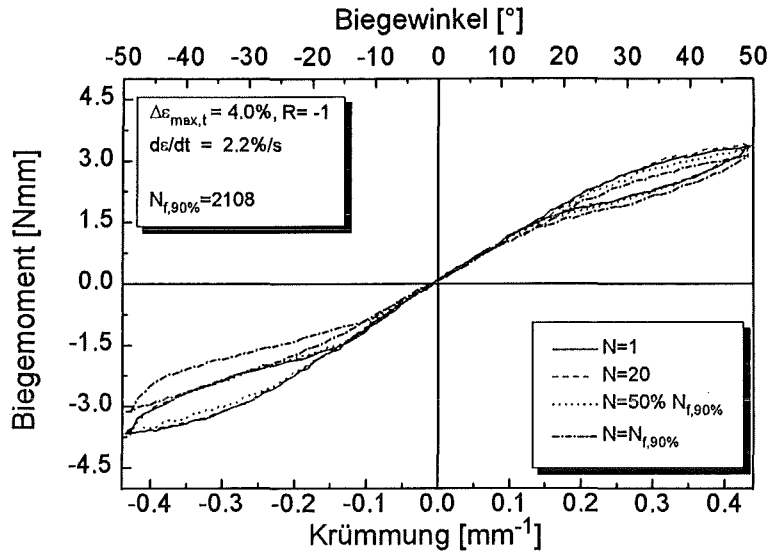
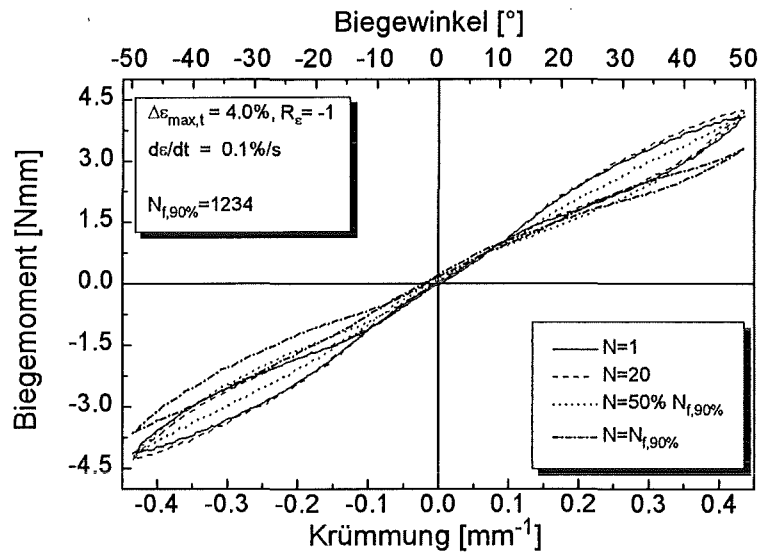


Bild 87 Biegeermüdung mit +/-1%. Blechstärken: a)98µm, b)105µm, c)130µm

a)



b)



c)

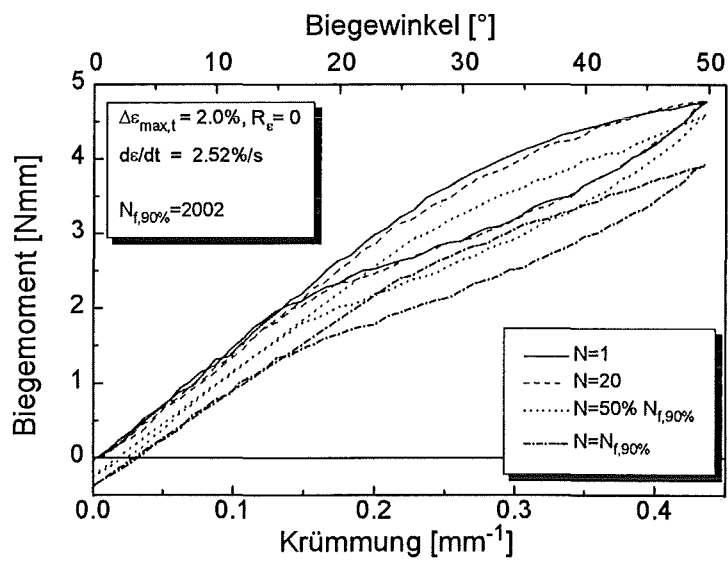


Bild 88 Biegeermüdung mit +/-(-)2%. Blechstärken: a)88µm, b)92µm, c)101µm

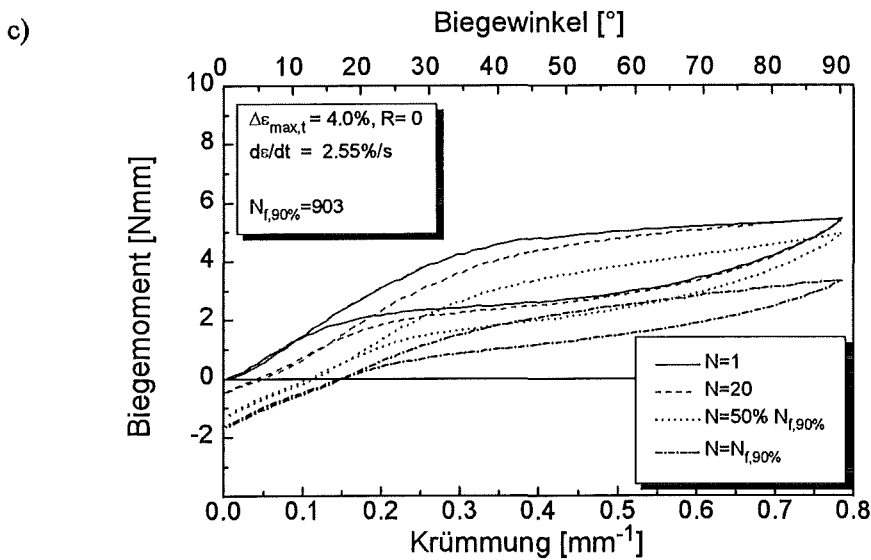
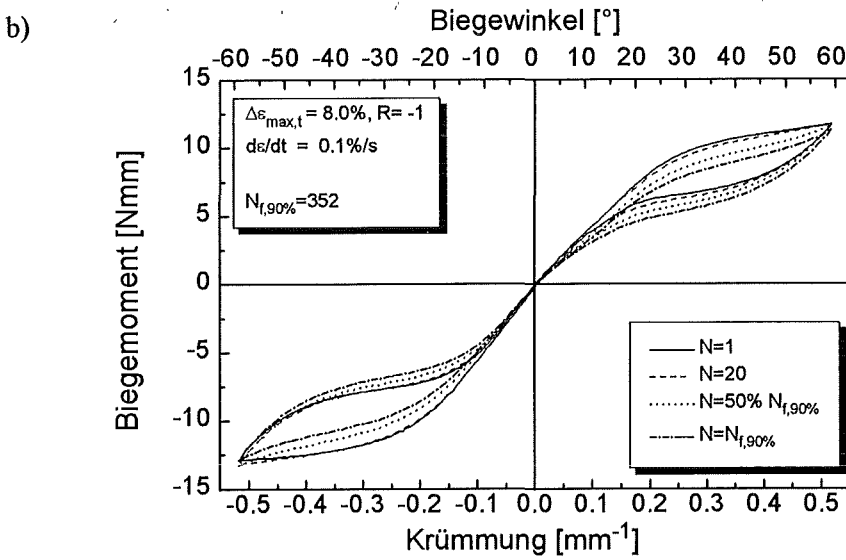
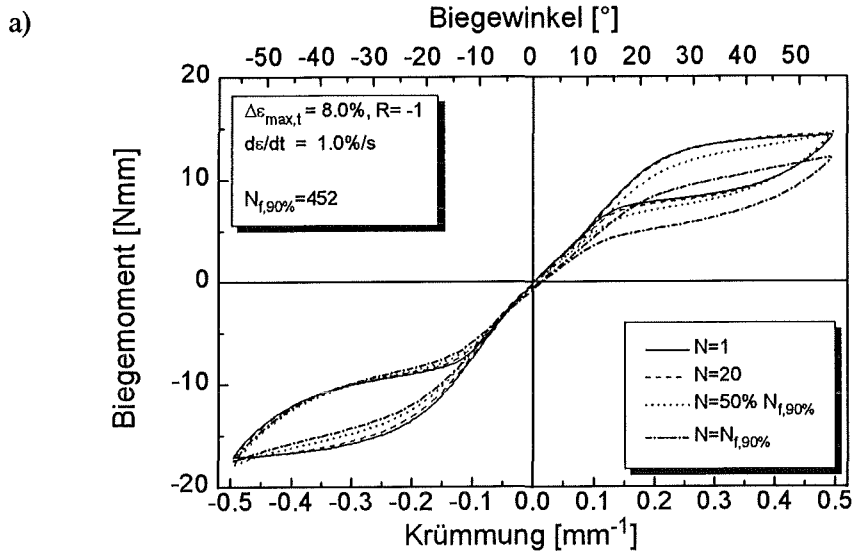


Bild 89 Biegeermüdung mit +/-4%. Blechstärken: a)161µm, b)154µm, c)102µm

Die verschiedenen Lastbedingungen wirken sich qualitativ wie folgt in den Lastkurven aus:

➤ ≈ 1% maximale Dehnungsamplitude (Bildfolge 87a-c))

Der Verlauf der Lastkurven zeigt weitgehend linear-elastisches Verhalten mit kaum sichtbarer pseudoelastischer Deformation. Nur für die höchste Dehnungsamplitude von 1.3% in Teilbild a) deutet sich eine leichte Hysterese an. Wegen der unterschiedlichen Probenstärken (98µm, 105µm und 130µm) ergeben sich für die drei Lastfälle verschieden hohe Biegemoment-Schwingbreiten. Die Kurvenverläufe der reversierenden Experimente (a) und b)) zeigen nahezu keine Veränderung bis 50% der Lebensdauer. In Teilbild a) fällt das Biegemoment anschließend vornehmlich im negativen Winkelbereich ab, was der Ausbreitung des Versagensrisses von nur einer Oberflächenseite der Probe entspricht. In b) nimmt die Lastantwort symmetrisch ab, entsprechend zeigten beide Oberflächen einen dominanten Makroriss. Insgesamt lassen sich in den reversierenden Experimenten keine Unterschiede für verschiedene Dehnraten feststellen. Bei einsinniger Belastung (Teilbild c)) relaxiert die Mittellast bereits nach 20 Zyklen leicht, nach 50% der Lebensdauer deutlich.

➤ 2% maximale Dehnungsamplitude (Bildfolge 88a-c))

Bei 2% Dehnungsamplitude unterliegen bereits merkliche Anteile des Probenquerschnitts pseudoelastischer Deformation, was sich in klaren Hysteresen manifestiert. Irreversible Dehnanteile sind nicht beobachtbar. Bei allen drei Lastfällen erkennt man die Tendenz, daß die Hysteresen mit zunehmender Zyklenzahl flacher werden. Dieses Verhalten ist für einsinnige Belastung (Teilbild c)) am stärksten, für schnelle reversierende Last (Teilbild a)) am schwächsten ausgeprägt und tritt bei 50% der Lebensdauer bereits deutlich auf. Für einsinnige Versuchsführung zeigt sich wiederum eine deutliche Relaxation der Mittellast.

➤ 4% maximale Dehnungsamplitude (Bildfolge 89a-c))

Für 4% Dehnungsamplitude erhält man breite pseudoelastische Hysteresen mit flachen Plateauverläufen. Auch hier lassen sich keine irreversiblen Dehnanteile auflösen. Im Vergleich zu den Lastkurven mit 2% Dehnungsamplitude ist die Einengung der Hysteresen stärker ausgeprägt und beginnt in allen drei Lastfällen bereits nach 20 Zyklen. Wiederum ist der Effekt für einsinnige Last (Teilbild c)) am deutlichsten, für schnelle reversierende Beanspruchung am schwächsten (Teilbild a)). In b) und c) läßt sich zusätzlich eine Verfestigung des Materials ab N=20 feststellen. Die Relaxation der Mittellast in c) beträgt rund 35% des Maximalmoments.

Generell lassen sich zwischen schnell und langsam reversierendem Zyklieren keine signifikanten Unterschiede feststellen. Eine systematische Darstellung und Beurteilung von Veränderungen im mechanischen und Formgedächtnisverhalten im Laufe der Ermüdung folgt in Kap. 6.1.2.

5.2 Zug/Druck-Versuche an unverschweißtem Material

5.2.1 Bestimmung mechanischer Kenngrößen in Festigkeitsuntersuchungen

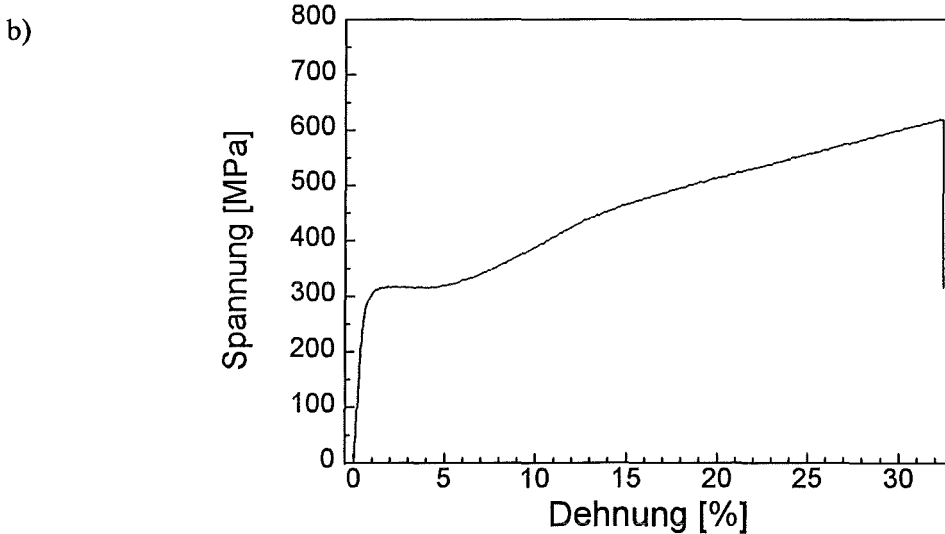
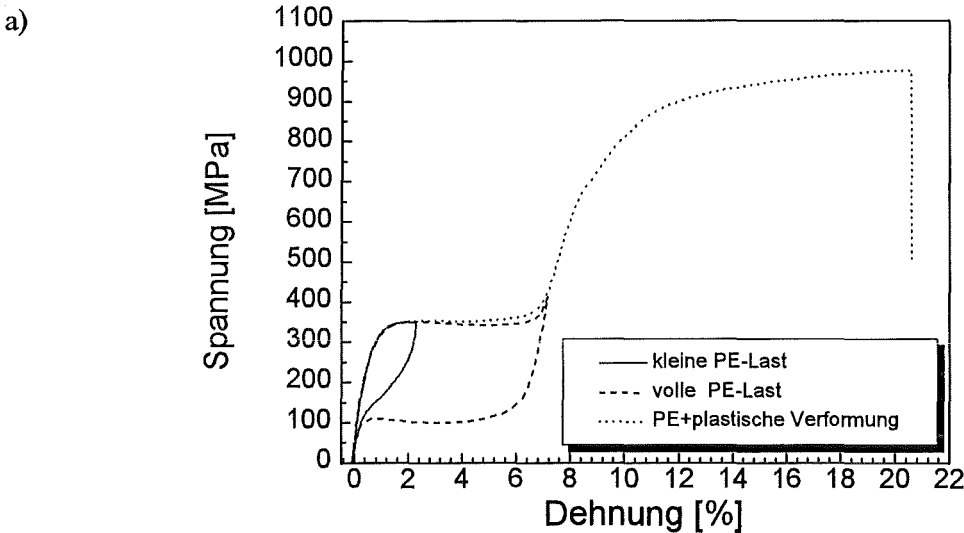
Da mechanische Eigenschaften wie Elastizitätsmodul, Streckgrenze (oder Einsatzspannung für spannungsinduzierten Martensit bei pseudoelastischem Material), Bruchdehnung und Zugfestigkeit stark von der thermomechanischen Vorbehandlung abhängen, wurden diese Kenngrößen im Zug- bzw. Zerreißversuch an insgesamt 6 Hourglass-Proben in drei verschiedenen Materialzuständen bestimmt.

Dazu wurde das angelieferte, kaltverformte Material folgenden Wärmebehandlungen mit nachfolgender Abschreckung in Wasser unterzogen:

- > **Probenzustand P:** Pseudoelastische Konditionierung bei 475°C, 10min
- > **Probenzustand M:** Martensitisierungsglühung bei 600°C, 24h
- > **Probenzustand A:** Austenitisierungsglühung bei 700°C, 2h

In der Konditionierungsglühung P werden neben dem Abbau von Kaltverformung genügend nickelreiche Phasen ausgeschieden, um die Martensit-Umwandlungstemperatur M_s und die Rückumwandlungstemperaturen A_s und A_f aufwärts bis knapp unterhalb der Raumtemperatur zu verschieben, wodurch spannungsinduzierter Martensit ermöglicht wird. Bei Glüfung M werden weitere nickelreiche Ausscheidungen produziert, so daß die Umwandlungstemperaturen zum Teil oberhalb von Raumtemperatur liegen. Die Probe verhält sich dann bei Raumtemperatur martensitisch. Glüfung A schließlich löst alle nickelreichen Ausscheidungen auf. Die Matrix reichert sich wieder mit Nickel an, die Umwandlungstemperaturen sinken. Spannungsinduzierter Martensit kann bei Raumtemperatur nicht mehr gebildet werden, weil das Material oberhalb T_d beansprucht wird (s. Kap. 2.1.1).

Die Zerreißkurven der drei Materialzustände sind in Bild 90 zusammengestellt. Jeweils zwei Proben pro Zustand wurden vermessen. Die Dehnrates betrug $5 \cdot 10^{-4}/s$, die größte Spannungsabweichung innerhalb eines Zustands betrug unterhalb der Gleichmaßdehnung $\pm 7\%$ des Momentanwertes.



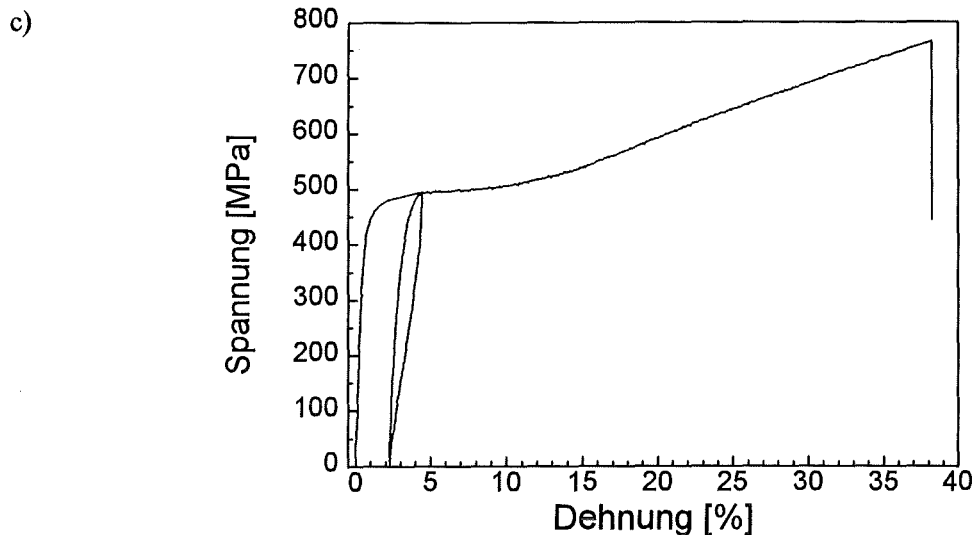


Bild 90 Zerreikurven: a) pseudoelastisch b) martensitisch c) austenitisch

Das Spannungs/Dehnungs-Diagramm 90a) beinhaltet drei verschiedene Maximaldehnungen: 2%, 7% und die Bruchdehnung bei etwa 21%. Bis 7% Beanspruchung ist keine bleibende Dehnung nach Entlastung aufzulsen. Ab 6% beginnt die elastische Verformung des spannungsinduzierten Martensits. Ab 8% wird die Streckgrenze des Materials berschritten, und plastische Deformation setzt ein. Es werden Bruchdehnungen zwischen 20% und 35% erreicht.

Das martensitische Material (Bild 90b)) weist eine vergleichsweise niedrige Plateauspannung auf, da im Gegensatz zum SIM bereits bestehende Martensitvarianten lediglich umorientiert werden mssen, was mit deutlich weniger Energieaufwand mglich ist als die Bildung neuer Grenzflchen Austenit/Martensit. Das Plateau reicht bis 5% Dehnung, anschließend setzen zunchst elastische und schlielich plastische Deformation des Martensits bis zu typischen Bruchdehnungen von 25-40% ein.

Das austenitische Material (Bild 90c)) besitzt eine mit Tangentenschnittverfahren bestimmte Streckgrenze von etwa 500MPa und eine Bruchdehnung von 30-40%. Die rcklufige Dehnung im intermittierende Entlastungsschritt bei 3.5% und die niedrige Streckgrenze deuten an, da es immer noch einen kleinen Volumenanteil gibt, der eine SIM-Umwandlung durchlaufen kann. Um diesen Effekt vllig auszuschlieen, mte die Versuchstemperatur noch weiter erhht werden.

Die charakteristischen Festigkeitsgren sind in Tab. 4 aufgefhrt.

Zust.	E-Modul [N/mm ²]	Plateau-dehnung [%]	Plateauspannung [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
P	58000	0.8-6	355	980	20-35
M	62000	0.6-4.5	315	610	25-40
A	78000	0.8-9.6	500	770	30-40

Tabelle 4 Mechanische Daten der Probenzustnde P, M und A

5.2.2 Vergleich von Zug- und Drucklastbereich

Als einsatzrelevante Belastung wurde das Zug-/Druck-Verhalten von Nitinol SE508 untersucht. Da bei der Biegung gleichberechtigt Zug- und Druckbeanspruchungen beteiligt sind, sind diese

Messungen auch für einen Vergleich mit den Biegeexperimenten unerlässlich. Bild 91 zeigt die Spannungs/Dehnungskurve einer bis maximal 4% Druckdehnung und maximal 8% Zugdehnung in drei Lastzyklen belasteten Probe. Die Dehnrage betrug 1%/s. Besonders auffällig ist die Asymmetrie in Zug- und Druckverhalten. Bei etwa der halben Dehnung werden im Druck bereits die doppelten Spannungen im Vergleich mit Zugbeanspruchung aufgebaut. Selbst bei kleinen Dehnungsamplituden um 1% ist diese Asymmetrie deutlich sichtbar. Der Effekt ist unabhängig von der Reihenfolge durchlaufener Zug- bzw. Druckhalbzyklen.

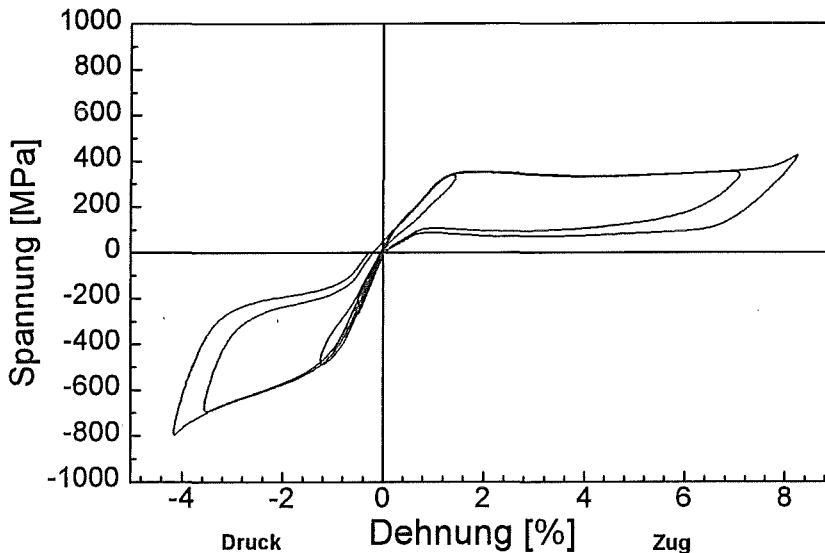


Bild 91 Zug/Druck-Asymmetrie von NiTi Hourglass-Proben

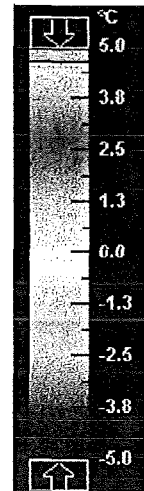
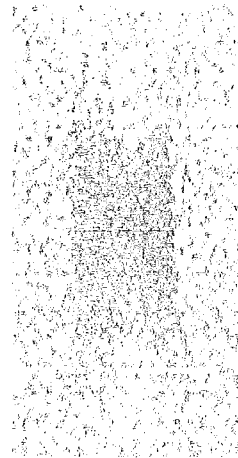
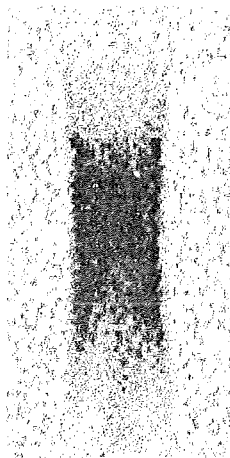
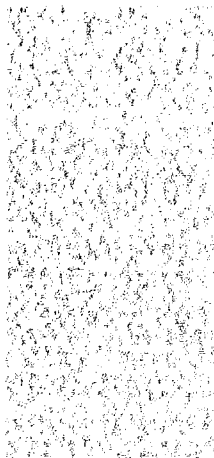
5.2.3 Darstellung von SIM im Zugversuch

Die reversible Natur der SIM-Umwandlung ist an der Oberfläche elektropolierter Hourglass-Proben zu beobachten, die mit einer Dehnrage von 1%/s reversierend mit +/-4% Dehnung beansprucht wurden. In Videoaufnahmen erkennt man bei streifender Beleuchtung unter Zug- und Drucklast jeweils facettenartige Streifen, die nach Entlastung wieder vollständig verschwinden, solange man nur wenige Male zyklert. Begleitend zu diesen Prozessen, die in graphischer Reproduktion nur schwer wiederzugeben sind, kann man auch thermische Veränderungen beobachten. Die Bildserie 92 enthält Schnappschüsse von Thermobildern, die mit einer Infrarot-Kamera bei verschiedenen Lasten aufgenommen wurden. Gemessen wurden Temperaturänderungen relativ zum unbelasteten Ausgangszustand. Die Temperaturwerte wurden durch Anpassung des Emissionsfaktors auf eine Referenzmessung kalibriert. Der Temperaturbalken rechts zeigt die Falschfarbenskalierung von -5 bis +5°C. Die Bildfolge zeigt eindrucksvoll das exotherme Verhalten der SIM-Bildung und die endotherme Eigenschaft der Rückumwandlung, wie es die DSC-Messungen erwarten lassen. Das Temperaturmaximum wird sowohl im Zug- als auch im Druckbereich auf dem oberen pseudoelastischen Hysteresisplateau erreicht (3-4% Dehnung), das Minimum auf dem unteren (Entlastung auf 2-3%). Die Abkühlung ist mit maximal ca. 2°C etwas schwächer als die Erwärmung (ca. 3°C), da der zeitliche Abstand zwischen SIM-Bildung und der anschließenden Auflösung kürzer ist als der Abstand zwischen SIM-Rückumwandlung und der nächsten SIM-Entstehung im anderen Lastregime. Dadurch wird die bei der SIM-Bildung entstandene Umwandlungswärme zum Großteil für die Rücktransformation aufgewendet, und eine zusätzliche Abkühlung der Probe ist sehr gering. Andererseits verstreicht danach eine genügend lange Zeitspanne (einige Sekunden) bis zur erneuten SIM-Bildung, so daß die Abkühlung über den Mechanismus der Wärmeleitung weitgehend ausgeglichen ist. Daher entsteht erneut eine deutlich sichtbare Erwärmung bei der nächsten SIM-Umwandlung.

a) lastfreier Zustand

b) Zuglast $\epsilon=3-4\%$

c) entlastet auf $\epsilon=2\%$



d) entlastet auf $\epsilon=0\%$

e) Drucklast $\epsilon=-(3-4)\%$

f) entlastet auf $\epsilon=-2\%$

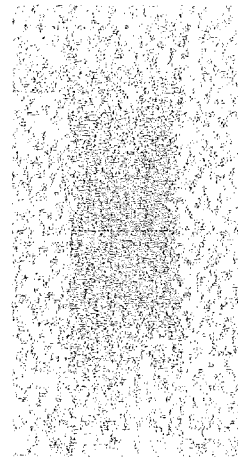
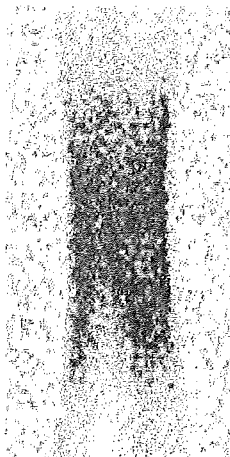
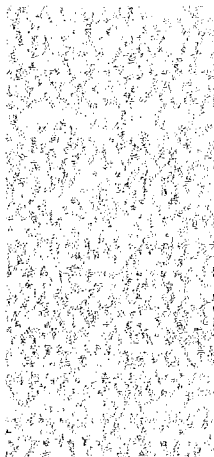


Bild 92 Thermobilder von SIM-Bildung an Zugproben

5.2.4 Zug/Druck-Ermüdung

58 Hourglassproben wurden in Ermüdungsexperimenten unter Variation verschiedener Lastparameter untersucht. Die Versuche wurden stets in Dehnungsregelung durchgeführt, wie es im LCF-Regime üblich ist. 37 Proben wurden bis zum Bruch gefahren, eine Serie von 18 Prüflingen wurde nach 50 Zyklen bzw. 25%, 50% und 75% der erwarteten Lebensdauer für mikroskopische und bruchmechanische Untersuchungen bereitgestellt. Das Versagen der Proben war stets im Zugbereich zu beobachten und von einem lauten Knall begleitet, der eine spröde Trennung unter großer Last charakterisiert. Für die Datenauswertung wurden die ersten 100 Zyklen jeder Messung mit 200 Datenpunkten pro Zyklus abgespeichert, spätere Zyklen nur noch in periodischen Intervallen. Bild 93 gibt die typische Entwicklung der Ermüdungskurven am Beispiel einer reversierend mit $\pm 4\%$ Dehnungsamplitude und $1\%/s$ Dehnrates beanspruchten Probe wieder, die nach 1642 Zyklen versagte.

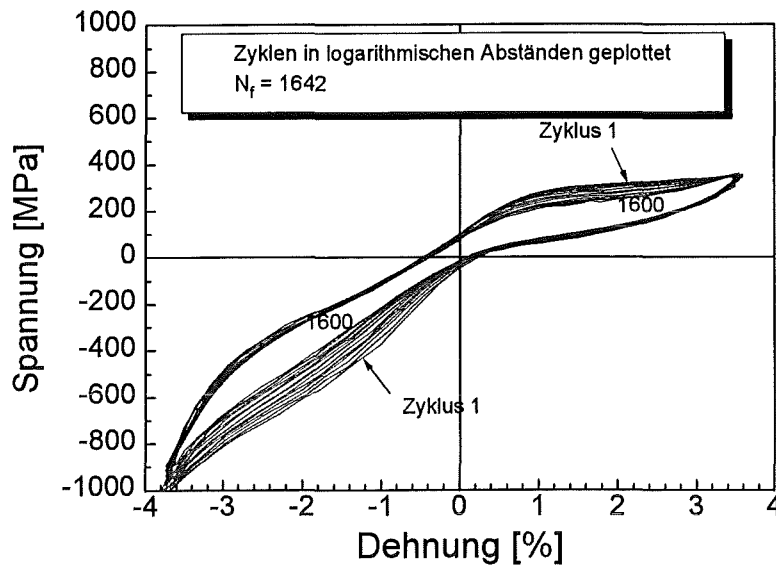


Bild 93 Zug/Druck-Ermüdung einer Hourglass-Probe

Charakteristisch neben einer verglichen mit den Biegemessungen hohen plastischen Restdehnung von bis zu 0.5% beim Spannungs-Nulldurchgang sind eine Abnahme der Hysteresisbreite sowie deren Tendenz zu einem steileren Verlauf mit wachsender Lastspielzahl, wie es auch in den Biegeermüdungsexperimenten zu beobachten war.

5.2.5 Experimentelle Parameter

- **Maximallast $\Delta\epsilon_t$:** Analog zu den Biegeversuchen wurde in den Ermüdungsexperimenten ein nomineller Lastbereich von 1% bis 4% in Zug und Druck abgedeckt. Einsinnige Experimente reichten bis zu 8% Zugdehnung.
- **Dehnungsverhältnis R:** Neben symmetrischer Zug/Druck-Dehnung ($R = -1$) wurden reine Zugschwell- ($R=0$) und einige Druckschwellexperimente ($R = -\infty$) durchgeführt.
- **Dehnrate $\frac{d\epsilon}{dt}$:** Da mit einem mechanischen Dehnungsaufnehmer gearbeitet wurde, mußte die maximale Dehnrate mit Rücksicht auf das Schwingverhalten des Aufnehmers auf 1%/s begrenzt werden. Als minimale, für die Anwendung relevante Dehnrate wurde 0.1%/s gewählt. Langsamere Dehnraten sind eher für Konstruktionswerkstoffe relevant, weniger für aktive, pseudoelastische Stellglieder.

Die zugehörigen Meßergebnisse sind in den Bildern 94-96 zusammengefaßt. Ähnlich wie bei den Biegeversuchsdaten enthält jedes Teilbild den ersten und zwanzigsten Meßzyklus, einen Zyklus nach 50% der Lebensdauer und nach 99% der Lebensdauer. Jeder Zyklus entspricht einem Durchlauf von Zugbeanspruchung, gefolgt von Druckbelastung. Für die Darstellung des ersten Meßzyklus wurde aus Gründen der Übersichtlichkeit die Neukurve der Hysteresis weggelassen und durch den Anstiegszweig des zweiten Zughalbzyklus ersetzt. Die Meßkurven für 1%, 2% und 4% Dehnungsamplitude sind jeweils in separaten Bildern für die Lastzustände a), b) und c) (untereinander) aufgetragen:

- | | | |
|------------|--|---|
| Teilbilder | a): $R = -1, \frac{d\epsilon}{dt} = 1\%/s$ | (schnelles, reversierendes Zyklieren) |
| | b): $R = -1, \frac{d\epsilon}{dt} = 0.1\%/s$ | (langsameres, reversierendes Zyklieren) |
| | c): $R = 0, \frac{d\epsilon}{dt} = 1\%/s$ | (schnelles, einsinniges Zyklieren). |

Die Wiederholbarkeit der Lastkurven für unterschiedliche Proben desselben Zustands lag bei 5-10% der Momentanspannung mit den größten Abweichungen in den ersten zwanzig Zyklen. Für langsame

Versuchsführung war die Reproduzierbarkeit am besten (<5%). Die bauchigen Umkehrzonen einiger Lastkurven liegen in der Meßrate darstellbarer Datenpunkten begründet.

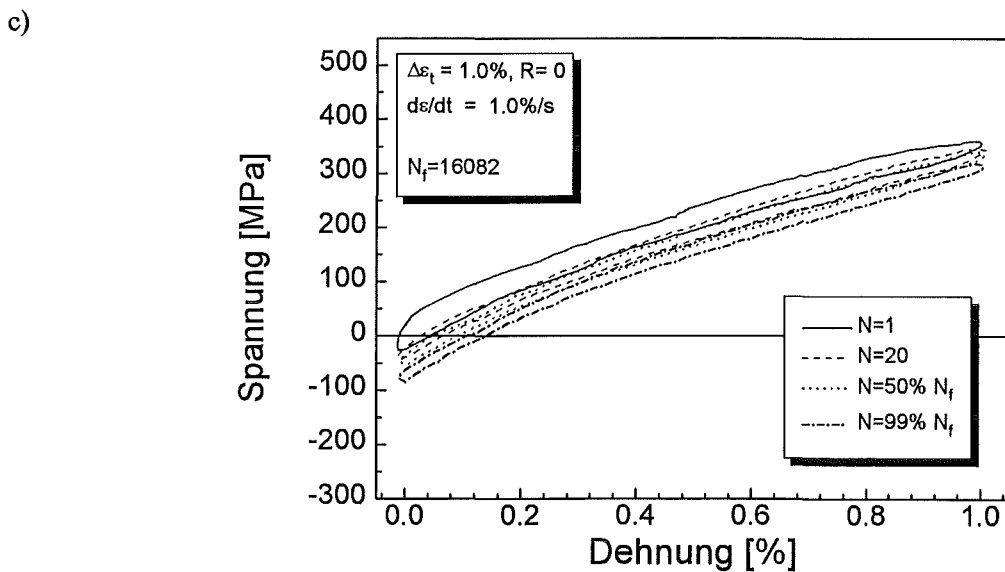
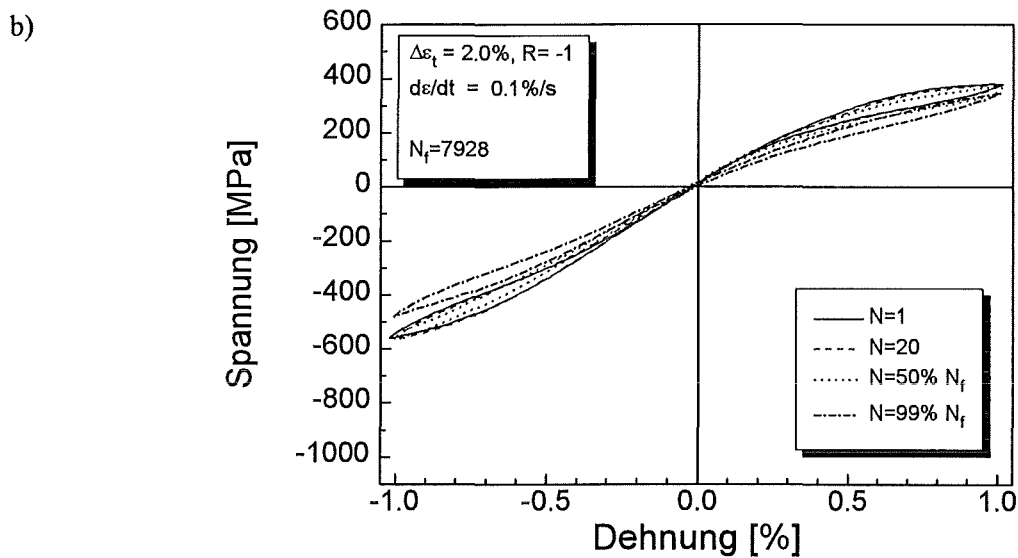
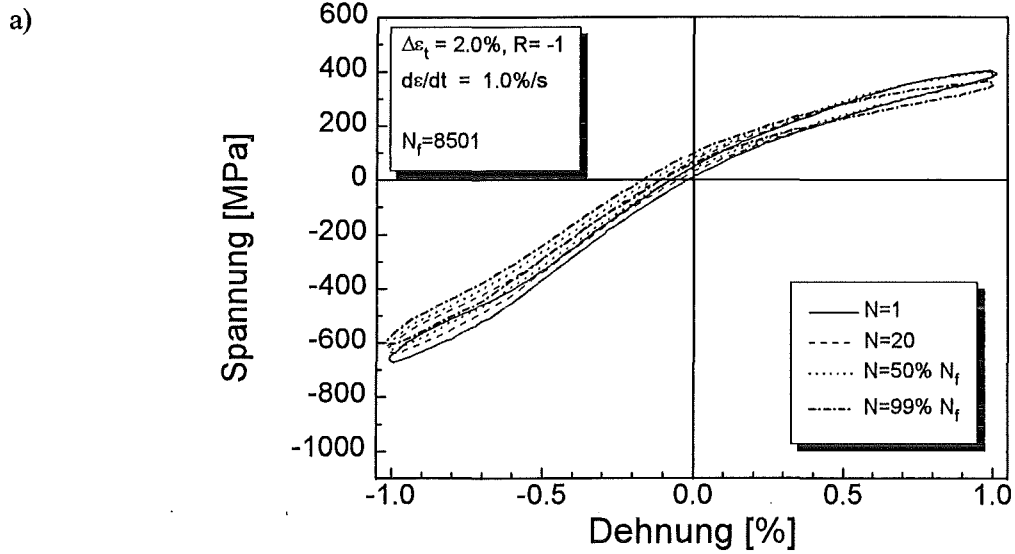
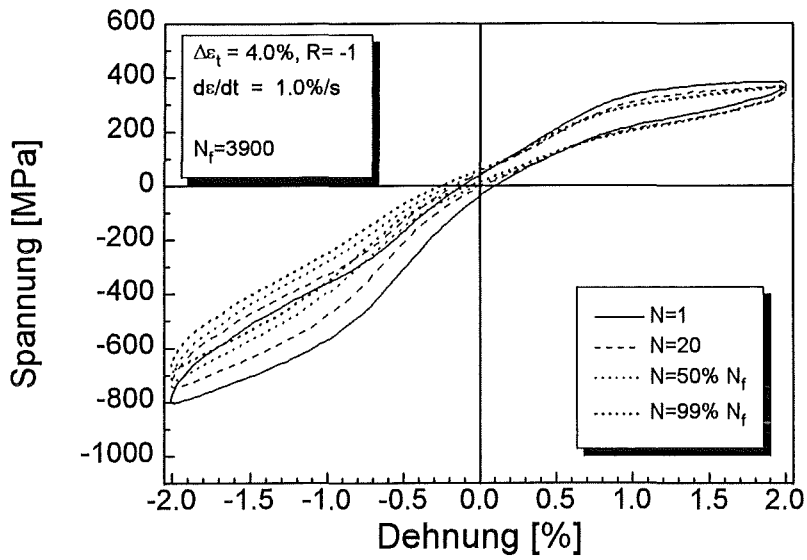
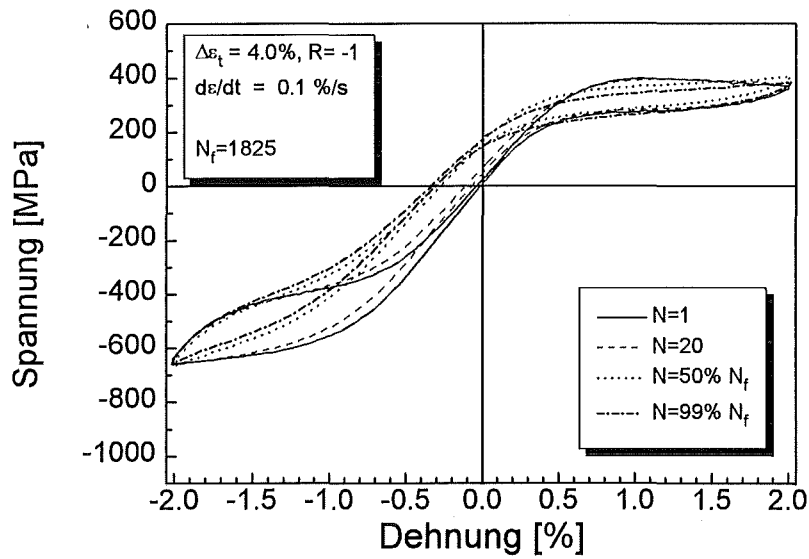


Bild 94 Last-Ermüdungskurven für +/-1%: a),b) $R = -1$, c) $R = 0$

a)



b)



c)

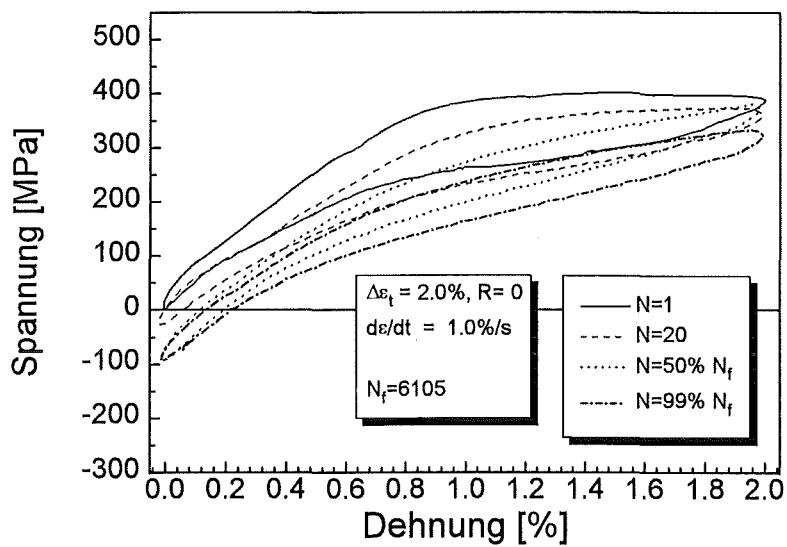


Bild 95 Last-Ermüdungskurven für +/-2%: a),b) $R = -1$, c) $R = 0$

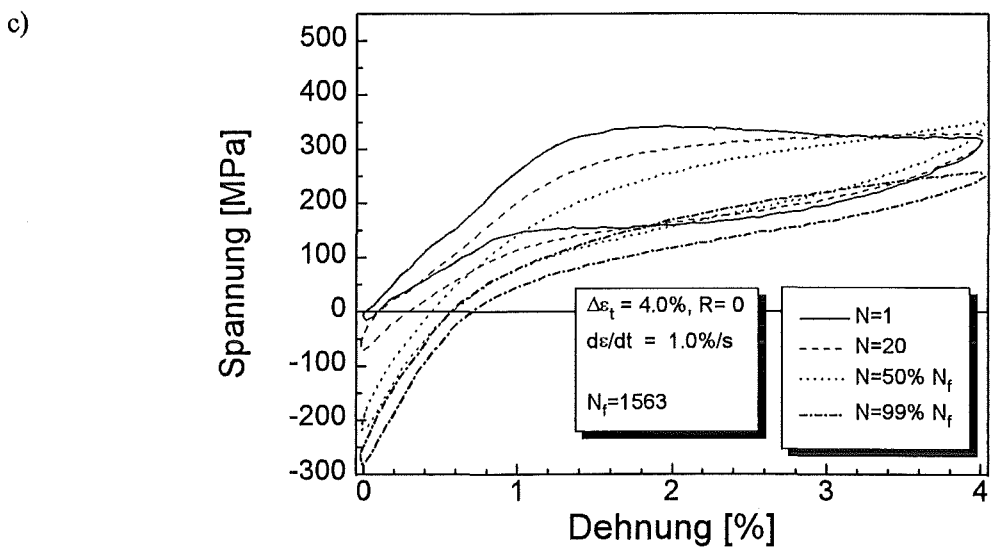
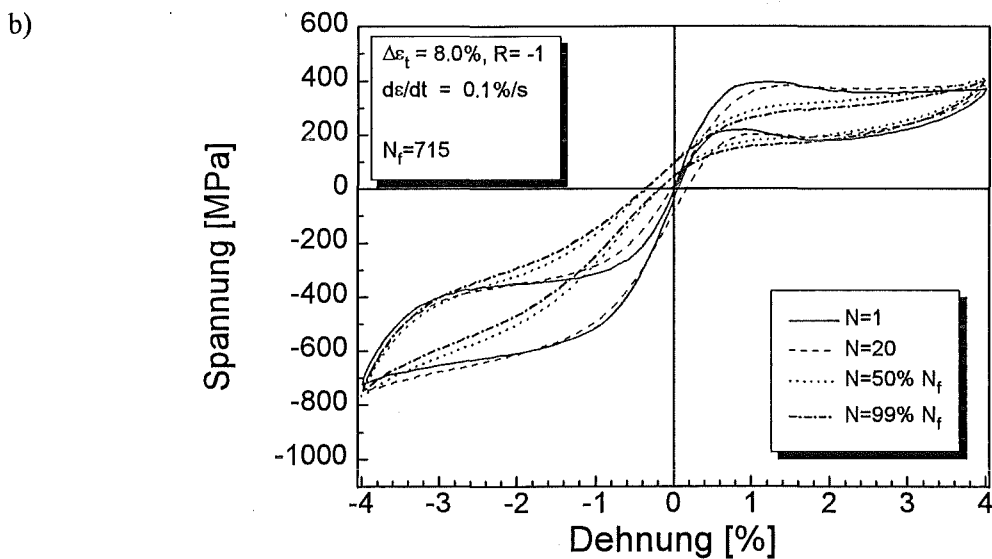
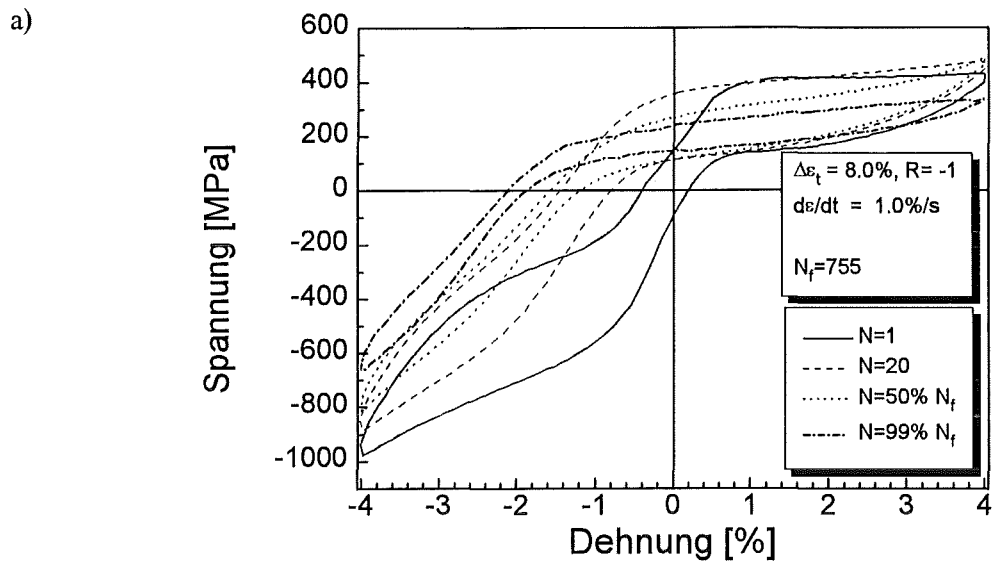


Bild 96 Last-Ermüdungskurven für +/-4%: a),b) $R = -1$, c) $R = 0$

Nachfolgend werden Systematiken in den Lastkurven unter den verschiedenen Versuchsbedingungen zusammengestellt. Die Diskussion entsprechender Abhängigkeiten der Lebensdauer von den Lastparametern ist in Kap. 6.1.2 angegeben.

➤ 1% maximale Dehnungsamplitude (Bildfolge 94a)-c))

Im Gegensatz zur Biegeermüdung zeigen sich bei diesen niedrigen Lastamplituden bereits pseudoelastische Hysteresen. Durch die homogene Beanspruchung des Probenquerschnitts mit einer Dehnung oberhalb der Einsatzdehnung von SIM (0.8%) wird dies auch erwartet. Bei den reversierenden Versuchen a) und b) zeigt sich bereits eine ausgeprägte Zug/Druck-Asymmetrie. Bei schnellem Zyklieren (Teilbild a)) fällt außerdem der Knick im elastischen Kurvenbereich auf. Die Hooke'sche Gerade in der Druckphase verläuft wesentlich steiler als in der Zugphase. Dieses Merkmal fehlt bei langsamem Zyklieren (b)) völlig. Es kann zwanglos mit der dehnratenabhängigen Wärmeentwicklung in der Probe während spannungsinduzierter Martensitumwandlung anhand von Wärmeleitungsmodellen und thermodynamischen Betrachtungen erklärt werden (Kap. 6.3.2). Auch die plastischen Dehnungen nach Entlastung sind für schnelles Zyklieren (a), c)) wesentlich höher als in b). Bereits nach 20 Zyklen ist in a) eine deutliche Relaxation der negativen Mittelspannung zu erkennen. Bei einsinniger Zugbeanspruchung relaxiert entsprechend eine positive Mittelspannung (Teilbild c). Die Hysteresen werden ab 50% der Lebensdauer schmaler und steiler, besonders bei langsam reversierender Belastung.

➤ 2% maximale Dehnungsamplitude (Bildfolge 95a)-c))

Die oben genannten Phänomene wie Zug/Druck-Asymmetrie, schmaler und steiler werdende Hysterese und große irreversible Dehnanteile nach Entlastung sind für 2% Maximaldehnung noch stärker ausgeprägt. Die Veränderung der pseudoelastischen Hysterese beginnt bereits nach 20 Zyklen, erstreckt sich besonders deutlich auf den Druckbereich und ist nun auch für langsames Zyklieren (Teilbild b)) erkennbar. Die einsinnige Belastung weist nach 50% der Lebensdauer eine Abnahme der Hysteresisbreite um etwa die Hälfte auf. Die Zug/Druck-Asymmetrie ist in b) allerdings wesentlich schwächer ausgeprägt als für schnell reversierende Belastung, da alle pseudoelastischen Plateaus für kleine Dehnraten flacher verlaufen. Wegen der hohen erreichten Druckspannungen ist für die Beanspruchungen a) und c) die Relaxation der Mittelspannung deutlich stärker ausgeprägt als für kleinere Lastamplituden.

➤ 4% maximale Dehnungsamplitude (Bildfolge 96a)-c))

Teilbild a) (schnell reversierend) zeigt die größten Veränderungen in Kurvenform und -lage: Die Hysteresisbreite in der Druckphase geht nach 50% der Lebensdauer bis auf 25% der anfänglichen Breite zurück. Gleichzeitig wächst dabei die Plateausteigung im Druckbereich auf das Doppelte. Auch im Zugbereich zeigen sich diese Tendenzen, wenngleich schwächer. Irreversible Dehnanteile fallen ab 50% der Lebensdauer rapide. Die negative Mittelspannung relaxiert bis zu 300MPa. Durch diese kombinierten Effekte verschiebt sich der Spannungs-Nulldurchgang während der Ermüdung nach unten. Für langsam reversierendes Zyklieren (Teilbild b)) nimmt die Hysteresebreite nach 50% der Lebensdauer auf 70% der Ausgangsbreite ab, während die Plateausteigung wie in a) um etwa einen Faktor 2 zunimmt. Die plastischen Restdehnungen sind anfangs vernachlässigbar, nehmen aber ab dem 20. Zyklus bis zu einem Endwert von 0.15% zu. Die Relaxation der Mittelspannung ist sehr gering im Vergleich zu a) oder c). Die Spannungs-Extremwerte bleiben ebenfalls weitgehend konstant. Für einsinnige Beanspruchung beträgt die Mittellast-Relaxation bis zu 300MPa, ähnlich wie für schnell reversierende Lastart. Dieser hohe Wert wird dadurch erreicht, daß die Lastkurve zunehmend in die Druckphase läuft, wo der verhältnismäßig steile elastische Zweig schnell hohe Druckspannungen aufbaut. Für einsinnige

Last treten die Veränderungen der Hysterese bereits nach 20 Zyklen auf. Der Maximalwert der Spannung bleibt aber bis 50% der Lebensdauer nahezu konstant.

Bei den Bildern 96b) und c) fällt eine negative Plateausteigung während des ersten Lastzyklus auf. Dieses Phänomen wird bei spannungsinduzierter martensitischer Umwandlung häufig beobachtet und spiegelt die Lüdersband-artige Natur der Martensitentstehung wider: Wenn die Last die Grenze σ_1 für das Wachstum einer SIM-Variante übersteigt, breitet sich die Umwandlungsfront mit Schallgeschwindigkeit in der Probe aus und erfaßt einen größeren Volumenbereich in der Umgebung der Ankeimstellen (z.B. Korngrenzen) [Xu95]. Dadurch wird soviel Umwandlungsdehnung bereitgestellt, daß die Last momentan absinkt. Bei weiter ansteigender Dehnungsbeaufschlagung muß nun eine etwas höhere Spannung $\sigma_2 > \sigma_1$ erreicht werden, um weitere Volumenteile umzuwandeln, die von der ersten Umwandlungsfront noch nicht erfaßt wurden usw.. So kommt es bei der SIM-Entstehung in Einkristallen in der Spannungs/Dehnungskurve zu einem gezackten Verlauf auf dem pseudoelastischen Plateau, wie man es für Stähle im Bereich der Streckgrenze aufgrund von Lüdersband-Ausbildung kennt. Für polykristallines Material ist dieser Effekt schwächer ausgeprägt.

6 Ergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel werden theoretische Zusammenhänge zur Erklärung der Meßergebnisse ausgearbeitet und generelle Mechanismen des Ermüdungsverhaltens mit Hilfe mikrostruktureller Befunde bestimmt. Anschließend sollen Biege- und Zug/Druckermüdung miteinander verglichen werden. Bruchuntersuchungen und Finite-Elemente-Modellierung führen schließlich zu einer Lebensdauerabschätzung für Komponenten des pseudoelastischen Werkstoffes Nitinol SE508 in Kap. 7. Exemplarisch werden diese Berechnungen auf minimal invasive, mikrochirurgischen Zangen angewandt, mit experimentellen Befunden verglichen und auf ihre Aussagequalität hin überprüft.

6.1 Biegeversuche

6.1.1 Analytische Beschreibung der reinen, elastischen Biegung

Die Messungen an dünnen Blechen im linear-elastischen Dehnungsbereich hatten folgende Proportionalitäten zwischen Biegemoment M und der Proben- bzw. Biegegeometrie ergeben (s. Kap. 5.1.2.2):

- > $M \sim b$ (Probenbreite)
- > $M \sim \frac{1}{R}$ (R : Krümmungsradius)
- > $M \sim h^3$ (h : Probendicke)

Diese Abhängigkeiten ergeben sich aus der Theorie der reinen elastischen Balkenbiegung, wie Bild 97 veranschaulicht. Auf ein Flächenelement dA im Querschnitt eines Biegebalkens wirkt bei Biegebelastung eine Kraft $dF = \sigma(z) dA$. Die Spannung σ hängt vom Abstand z des betrachteten Flächenelementes von der neutralen Faser ab. Auf der Außenseite der Biegekontur entstehen Zugspannungen, auf der Innenseite Druckspannungen.

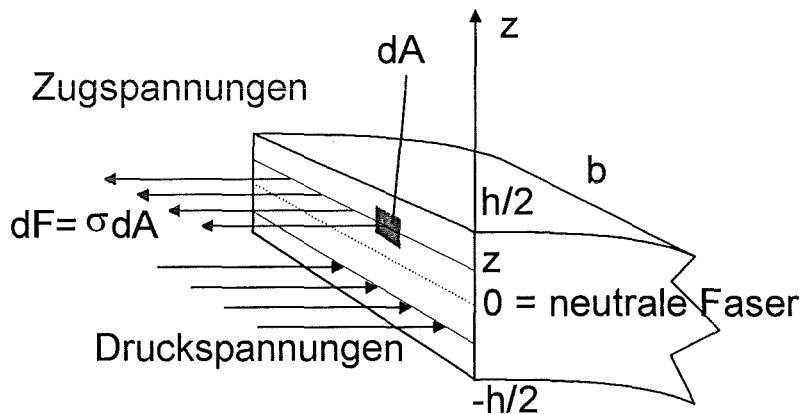


Bild 97 Biegebalkenquerschnitt mit Schnittlasten

Nimmt man ferner das Hooke'sche Gesetz mit Elastizitätsmodul E an und setzt für die Dehnung $\varepsilon(z) = \frac{z}{R}$ ein (s. Gl. 15), erhält man folgende Ausdrücke:

$$\begin{aligned}
 (23) \quad M &= \int_A \sigma(A) \cdot z \, dA = b \int_{-\frac{h}{2}}^{\frac{h}{2}} \sigma(z) \cdot z \, dz = bE \int_{-\frac{h}{2}}^{\frac{h}{2}} \varepsilon(z) \cdot z \, dz \\
 &= bE \int_{-\frac{h}{2}}^{\frac{h}{2}} \frac{z}{R} \cdot z \, dz = \frac{bh^3}{12} \frac{E}{R}
 \end{aligned}$$

Daraus folgen alle experimentell beobachteten Proportionalitäten von Geometriedaten der Probe sowie von der Krümmung $\frac{1}{R}$. Außerdem sollte das Biegemoment proportional zum E-Modul des Prüfmaterials sein, was im folgenden anhand der Meßergebnisse verifiziert werden soll. Dazu wurde das Biegemoment M in Bild 98 für alle Messungen gegen den Ausdruck $\frac{bh^3}{12R}$ aufgetragen und E aus der Steigung einer linearen Regression bestimmt.

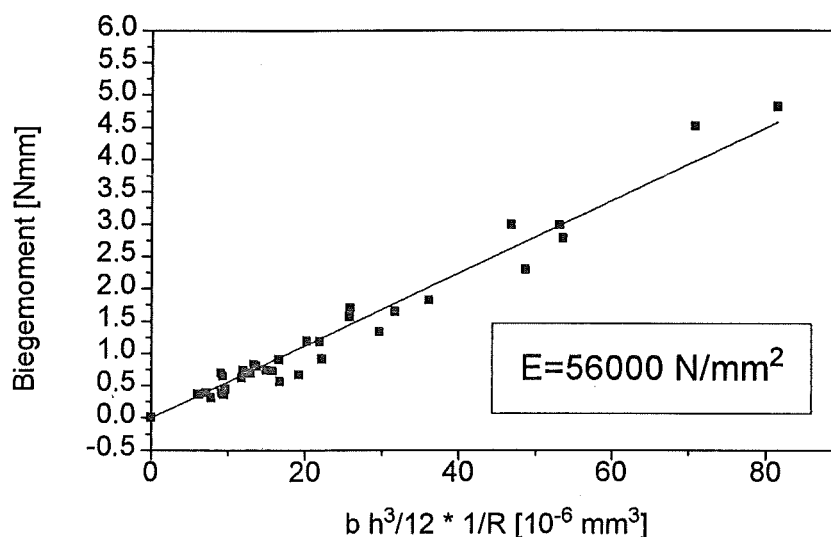


Bild 98 Bestimmung des E-Moduls der Biegebleche

Das Ergebnis dieser Auswertung liefert einen Elastizitätsmodul von 56000 N/mm^2 , was sich gut mit dem im Zugversuch ermittelten Wert von 58000 N/mm^2 (s. Kap. 5.2.1) sowie mit Literaturwerten deckt, die je nach thermomechanischer Vorgeschichte und Legierungszusammensetzung zwischen 55000 N/mm^2 und 70000 N/mm^2 schwanken.

6.1.2 Biegeermüdung

6.1.2.1 FEM-Modellierung der reinen, pseudoelastischen Biege- ermüdung

Die Messungen und Rechnungen mit rein elastischen Biegedeformationen (Kap. 6.1.1) sollten in erster Linie die Qualität der Bahnkurvensteuerung in der Meßapparatur FATIBEND bestätigen. Für die Biege-Ermüdungsmessungen wurden Dehnungen jedoch bis weit in das pseudoelastische Regime ausgedehnt, so daß eine erweiterte theoretische Beschreibung zur Modellierung des Materialverhaltens nötig ist. Die Entwicklung eines geeigneten Materialmodells für pseudoelastisches Deformationsverhalten und dessen Anwendung auf die FEM-Beschreibung der reinen Biegung wurde bereits ausführlich behandelt. Da die Extraktion von mechanischen Kenngrößen aus Biegeversuchen wegen der inhomogenen Beanspruchung des Querschnitts sehr aufwendig und nur mit vereinfachenden Annahmen möglich ist, werden die Parameter zur Simulation des pseudoelastischen Deformationsverhalten - auch für die reine Biegung - aus Zugexperimenten gewonnen. Zur Anwendung dieses Modells auf Ermüdungsexperimente muß die Evolution der mechanischen Materialkenngrößen mit fortschreitender Zyklenzahl berücksichtigt werden. Da sich jedoch in den Ermüdungs-Lastkurven gezeigt hat, daß die mechanischen Eigenschaften nach etwa 10% der Lebensdauer bis kurz vor Versagen der Probe weitgehend stabil bleiben, reicht es zur Modellierung der Lastverteilung aus, mechanische Parameter aus Lastkurven teilermüdeter Proben zu gewinnen. Typische Spannungs/Dehnungs-Kennlinien für eine erstbelastete bzw. eine teilermüdete Probe sind in Bild 99 für zyklische einachsige Zugbeanspruchung dargestellt.

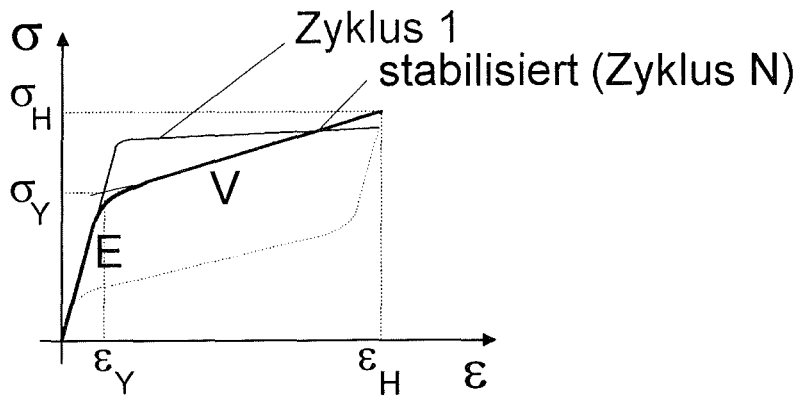


Bild 99 Stabilisierung der pseudoelastischen Hysterese

Aus den Daten von 20 stabilisierten Ermüdungsproben wurden folgende Parameter gemittelt:

- $E = 60000$ MPa (Elastizitätsmodul)
- $\sigma_Y = 360$ MPa (SIM-Einsatzspannung)
- $V = 550$ MPa (Hysteresesteigung)

Die Parameter wurden unkommentiert bereits in Kap. 3.1.2 für sämtliche FEM-Berechnungen verwendet.

Mit diesem Ansatz ist es möglich, auch für mehrachsige Ermüdungslasten eine Aussage über die Dehnungsverteilung in einer ermüdeten Probe anzugeben. Dabei geht man von der Annahme aus, daß die charakteristischen mechanischen Parameter für stabilisiertes Material, die aus Zugexperimenten gewonnen wurden, für das gesamte Volumen einer mehrachsig beanspruchten Probe gültig sind. Bei komplexen Lastsystemen ist dies sicherlich nicht der Fall; zudem bleibt die experimentell beobachtete Zug/Druck-Asymmetrie von pseudoelastischem NiTi in diesem Modell vollständig unberücksichtigt. Dennoch gibt die berechnete Dehnungsverteilung einen guten Anhaltspunkt für Ort und Betrag der maximalen Belastung einer Komponente.

6.1.2.2 Mechanismen zur Erklärung der Veränderung von mechanischen und pseudoelastischen Eigenschaften

In den Experimenten an Biegeblechen der Stärken 70-200µm hat sich gezeigt, daß die Materialantwort für pseudoelastische Beanspruchungen im ersten Zyklus deutlich vom Verhalten einer ermüdeten Probe abweicht. Generell zeigen sich steiler und schmaler werdende pseudoelastische Hysteresen bei etwa gleich bleibender Spannungsschwingbreite. Diese Unterschiede manifestieren sich bereits in einem frühen Ermüdungsstadium (je nach Lastbedingungen ab 20 Zyklen bis 50% der Lebensdauer); die mechanischen Eigenschaften bleiben dann für den Rest der Lebensdauer weitgehend stabil. Erst kurz vor Versagen der Probe tritt ein merklicher Abfall der Lastantwort auf. Eine Variation der Dehnraten zwischen 0.1%/s und 2.2%/s bewirkt keine signifikanten Unterschiede in den Lastantworten der dünnen Bleche.

Die Veränderungen in der Hystereseform werden wie folgt erklärt [Miy86]: Mit jedem pseudoelastischen Zyklus wird SIM gebildet, wobei diejenigen Varianten bevorzugt sind, welche die größte Umwandlungsdehnung entlang der Lastrichtung bereitstellen. Wie in Kap. 5.1.1 gezeigt wurde, bleiben während der zyklischen Transformation mehr und mehr durch lokale Eigenspannungsfelder stabilisierte Restmartensitanteile sowie plastische Verformung entlang dieser Varianten (Streifenbildung an den teilermüdeten Oberflächen) nach der Entlastung zurück. Die plastischen Verformungen entstehen aufgrund makroskopischer Fehlpassungen der je nach Komorientierung in verschiedene

Richtungen wachsenden SIM-Latten. Bemerkenswerterweise wird bereits bei zyklischen Lasten mit kleinen Dehnungsamplituden von 1% eine bleibende Streifenbildung an der Oberfläche beobachtet. Die plastische Verformung entlang der favorisierten SIM-Grenzflächen sowie die vorhandenen Restmartensitkeime erleichtern in nachfolgenden Zyklen die Entstehung von Latten derselben Varianten. Daher sinkt die SIM-Einsatzspannung mit zunehmender Lastspielzahl. Gleichzeitig werden aber während der zyklischen Verformung Versetzungsstrukturen erzeugt [Lim95], die eine ungestörte Ausbreitung einer Martensitvariante behindern und eine heranlaufende Umwandlungsfront pinnen können. Daher wird das Wachstum der vorhandenen SIM-Keime gebremst, und im pseudoelastischen Plateaubereich wird eine weitere Erhöhung der Spannung zur Überwindung des Hindernisses benötigt. Dadurch erhöhen sich Plateauanstieg V und Maximalspannung σ_H . Dieselbe Argumentation gilt für die Rückumwandlung. Daraus ergibt sich insgesamt eine mit der Zyklenzahl schmaler werdende pseudoelastische Hysterese mit steilerem Plateauverlauf.

6.1.2.3 Mechanisches Ermüdungsverhalten

Nach der qualitativen Beschreibung der Veränderung von Materialeigenschaften während der Biegeermüdung in Kap. 5.1.4.2 werden diese Effekte nun quantifiziert und aufgrund von experimentellen Befunden erklärt. Dazu wurden folgende charakteristische Größen über der Lastspielzahl aufgetragen:

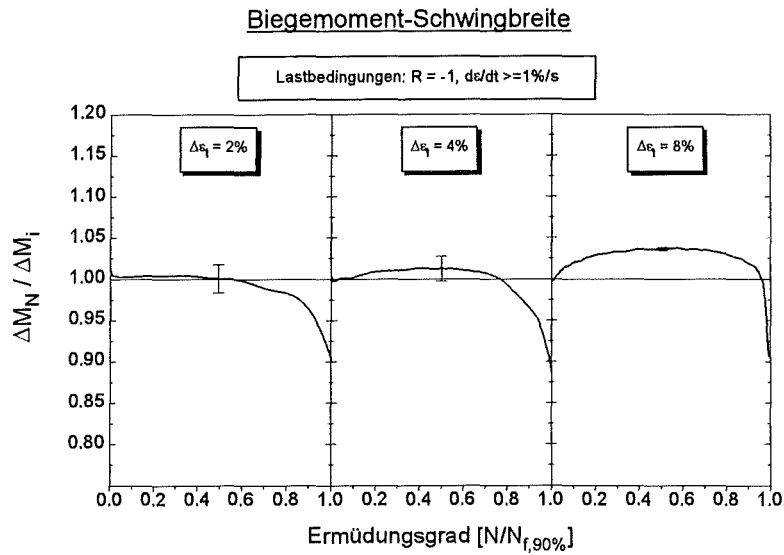
- Biegemoment-Schwingbreite ΔM_N : Die Entwicklung dieser Größe ermöglicht bei dehnungskontrollierter Versuchsführung eine Aussage über Ver- oder Entfestigungsmechanismen sowie einsetzende Makrorißbildung während der Ermüdung. Um einen Vergleich der unterschiedlichen Probengeometrien zu ermöglichen, wurde die Biegemoment-Schwingbreite auf ihren Anfangswert ΔM_i bezogen und somit als einheitenlose und geometrieunabhängige Größe geplottet.
- Mittel-Biegemoment M_0 : M_0 ist definiert als das Biegemoment am Mittelpunkt des Biege winkelbereiches. Eine Verschiebung des Mittel-Biegemoments war wegen der winkelsymmetrischen Lastantwort bei reversierenden Experimenten nur in den einsinnigen Versuchen beobachtbar. Mit der Relaxation von M_0 sind eine Veränderung der maximalen Lastantwort und bleibende Dehnung beim Last-Nulldurchgang verbunden. Diese Größen sind besonders im Hinblick auf pseudoelastische Bauteile interessant. Für die vergleichende, geometrieunabhängige Darstellung wurde ΔM_0 wiederum auf die anfängliche Biegemoment-Schwingbreite bezogen. So wird in den Diagrammen die Größe $\frac{M_0}{\Delta M_i}$ dargestellt.

Um außerdem den Einfluß der Maximallast herauszustellen, wurden für jeden Lastfall die drei gewählten Maximaldehnungsamplituden 1%, 2% und 4% nebeneinander in ein Diagramm eingetragen. Die Biegemoment-Schwingbreite ist in Bild 100 dargestellt und teilt sich wiederum nach Lastfällen auf die folgenden Teilbilder auf:

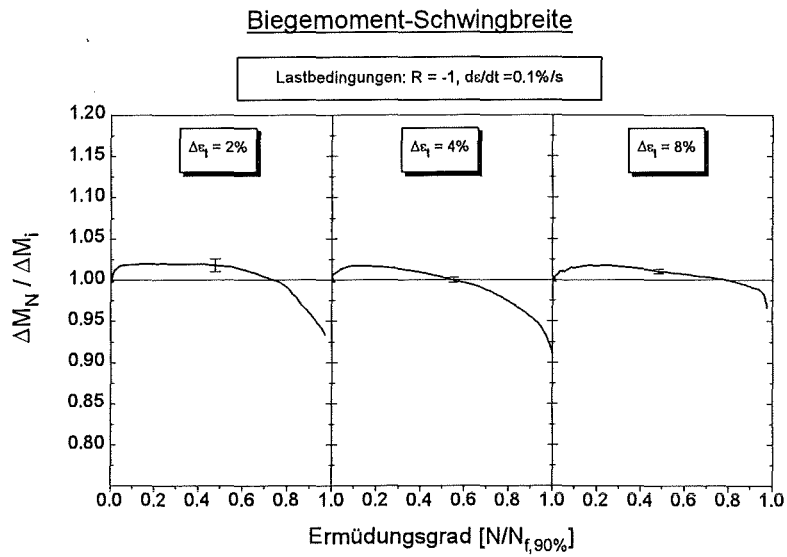
- | | | |
|------------|---|---------------------------------------|
| Teilbilder | a): $R = -1, \frac{d\epsilon}{dt} \geq 1\% / s$ | (schnelles, reversierendes Zyklieren) |
| | b): $R = -1, \frac{d\epsilon}{dt} = 0.1\% / s$ | (langsames, reversierendes Zyklieren) |
| | c): $R = 0, \frac{d\epsilon}{dt} \geq 1\% / s$ | (schnelles, einsinniges Zyklieren). |

Bild 101 zeigt die Entwicklung der Mittel-Biegemomente für die einsinnigen Experimente. Die Fehlerbalken in allen Plots geben die maximalen Schwankungen der Meßschriebe an, für das Mittel-Biegemoment sind diese Variationen direkt aus dem Graphen ablesbar.

a)



b)



c)

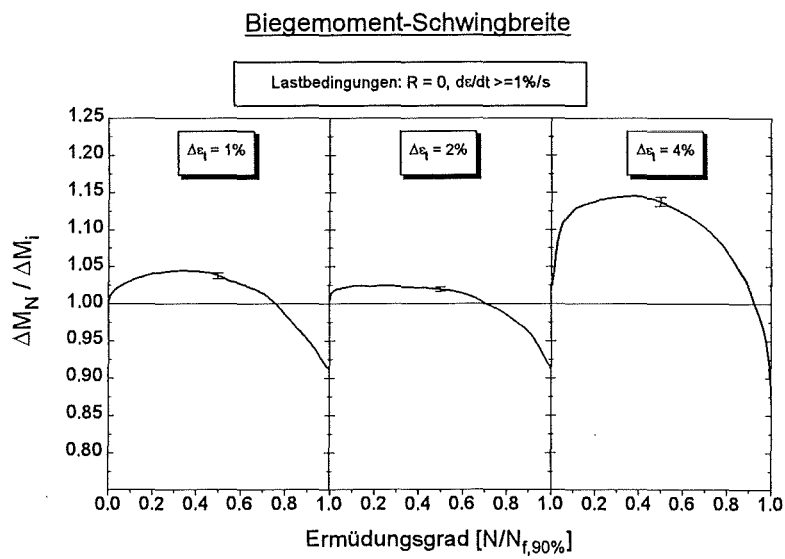


Bild 100 Biegemoment-Schwingbreite für verschiedene Lastbedingungen

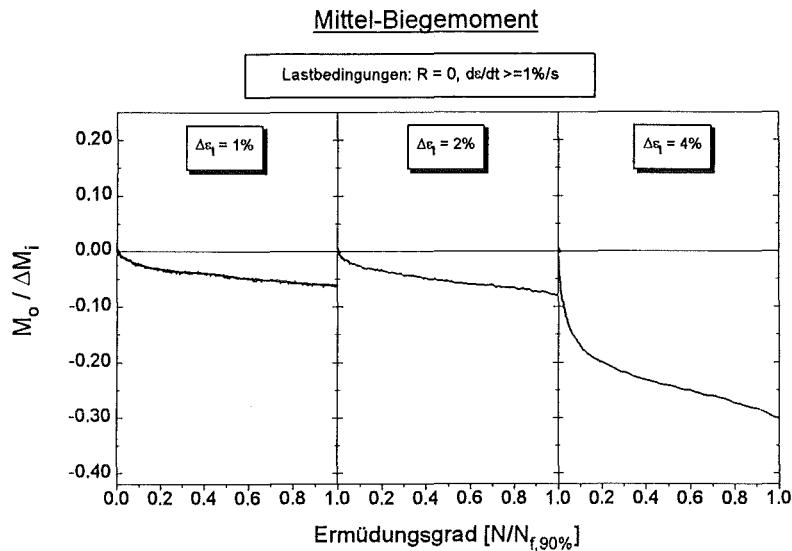


Bild 101 Mittel-Biegemoment für $R=0$ und verschiedene Maximallasten

Die Entwicklung der Biegemoment-Schwingbreite erlaubt folgende Aussagen:

Bild 100a) $R = -1$, $\frac{da}{dt} \geq 1\%/s$ (schnell reversierende Last):

Für alle drei Lastamplituden bleibt die Schwingbreite bis zu 80% der Lebensdauer stabil in einem Intervall von 97% bis 103% des Ausgangswertes. Danach fällt sie wegen Makrorißausbreitung rasch ab, was sich bei niedrigerer Beanspruchung etwas früher zeigt. Andererseits besitzt die Schwingbreite in der Einlaufphase (bis zu 10% der Lebensdauer) einen leichten Anstieg, der für größere Dehnungsamplituden stärker ausgeprägt ist und bei 8% Totaldehnungs-Schwingbreite bis zu 3% betragen kann. Diese Verfestigung geht auf die in Kap. 6.1.2.2 angeführten Stabilisierungsvorgänge von Versetzungsstrukturen entlang der SIM/Austenit-Grenzflächen und damit verbundene Akkumulation von Eigenspannungen zurück, welche das Wachstum von SIM behindern und somit die pseudoelastischen Hysteresen steiler machen. Der abrupte Abfall der Biegemoment-Schwingbreite gegen Ende der Lebensdauer verläuft für große Dehnungen am steilsten, da dort der Versagensriß am schnellsten wächst.

Bild 100b) $R = -1$, $\frac{da}{dt} = 0.1\%/s$ (langsam reversierende Last):

Für langsames Zyklieren ergibt sich ein nahezu identischer Verlauf der Lastschwingbreite mit zunehmender Ermüdung. Bis 80% der Lebensdauer bleiben die Werte auf das enge Intervall [0.98, 1.02] beschränkt, bevor sie steil abfallen. Für Dehnungsschwingbreiten von 4% und 8% beginnt die Abnahme leicht früher als bei schnell reversierendem Zyklieren, was für eine etwas frühere Ermüdungsrißausbreitung spricht.

Bild 100c) $R = 0$, $\frac{da}{dt} \geq 1\%/s$ (schnelle, einsinnige Beanspruchung):

Bei einsinniger Belastung verhält sich die Lastschwingbreite nur für kleine Lasten weitgehend konstant. Die Variation bis 80% der Lebensdauer erstreckt sich von 98% bis 105% des Anfangswertes. Bei 8% Dehnungsschwingbreite zeigt sich demgegenüber ein steiler Anfangsanstieg bis zu einem Maximalwert von 114% bei etwa 35% der Lebensdauer, der dann zunehmend steil abfällt.

Bild 101 zeigt den Grund für dieses Verhalten: Das Mittel-Biegemoment geht bei einsinniger Beanspruchung wegen des akkumulierten Aufbaus von last-gegengerichteten Eigenspannungen monoton

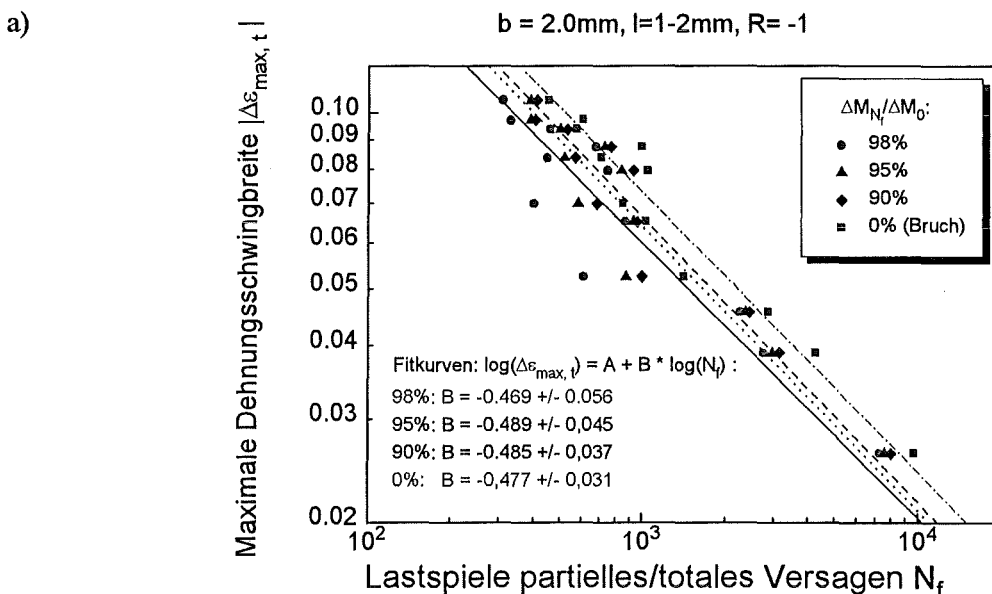
zurück. Bei 1% und 2% Dehnungsamplitude ist diese Relaxation auf maximal -5% der Lastschwingbreite beschränkt, bei 4% hingegen steigt sie im Verlauf der Ermüdung bis auf -30% mit dem steilsten Verlauf in den ersten 10% der Lebensdauer. Dadurch wird in diesem Bereich die Lastkurve zu negativen Biegemomenten verschoben (s. Bild 89c)), was wiederum die Minimallast stark nach unten drückt. Wegen des flachen pseudoelastischen Plateaus bleibt das maximale Biegemoment hingegen unbeeinflusst. Insgesamt ergibt sich damit der beobachtete steile Anstieg der Lastschwingbreite in der Anfangsphase der Ermüdung.

6.1.2.4 Äquivalente Dehnungs-Wöhlerkurven

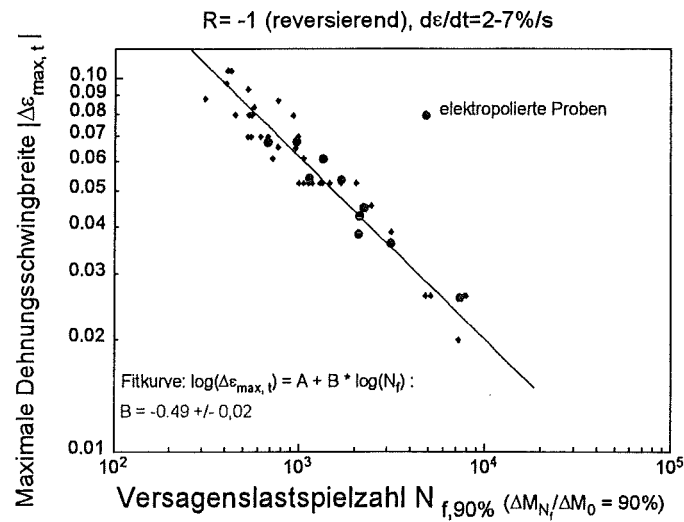
Zur Beschreibung einer Abhängigkeit der beobachteten Lebensdauern von der Ermüdungslast wird im Low-Cycle-Fatigue (LCF) oft das Coffin-Manson-Gesetz verwendet:

$$(24) \quad \Delta \epsilon^c \cdot N_f = \text{const.}$$

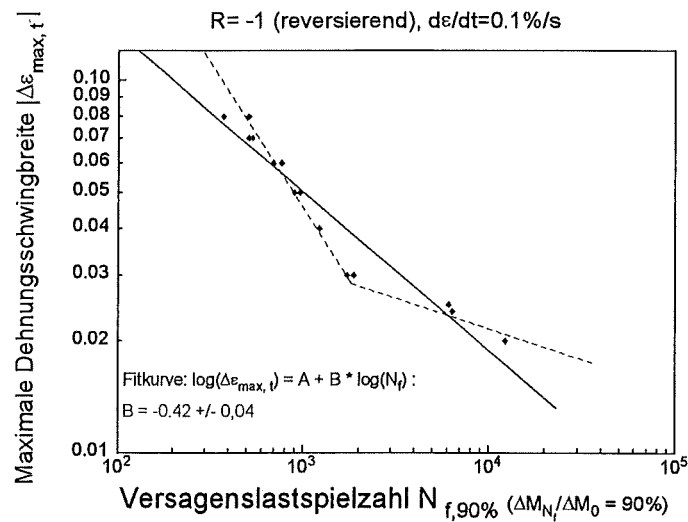
Hierbei wird in der Regel die plastische Dehnungsschwingbreite $\Delta \epsilon_p$ verwendet. Für pseudoelastisches Material gibt es allerdings nur vernachlässigbar kleine irreversible Dehnanteile, und die Schädigung erstreckt sich nach den experimentellen Befunden auch auf den linear-elastischen Bereich. Somit wurde zur Auftragung in Dehnungs-Wöhlerkurven die maximale Gesamtdehnungsschwingbreite verwendet, die sich nach der Gleichung $\epsilon_{\max} = \frac{h}{2R}$ an der Probenoberfläche ergibt (h: Probendicke, R: Krümmungsradius). Als Versagenslastspielzahl wurden der Bruch der Probe (N_f) sowie die Abnahme der Lastschwingbreite auf 98%, 95% und 90% ($N_{f,x\%}$) des Anfangswertes eingesetzt. Bild 102a) veranschaulicht, daß ein Abbruch des Experiments nach Erreichen von $N_{f,90\%}$ bereits bis auf 1.7% dieselbe Steigung B der Wöhlerkurve ergibt wie bei Abbruch nach N_f . Da teilgerissene Bleche zum Verkanten neigen und die Zyklenzahl bis zum vollständige Bruch weit streut, wurde $N_{f,90\%}$ als Lebensdauer der Proben festgelegt. Die Bruchlastspielzahlen N_f können durch einfache Verschiebung der Wöhlerkurve anhand von Bild 102a) generiert werden. In den Abbildungen 102b)-d) sind die Wöhlerkurven für schnell und langsam reversierende sowie einsinnige Biegeermüdungsexperimente zusammengestellt.



b)



c)



d)

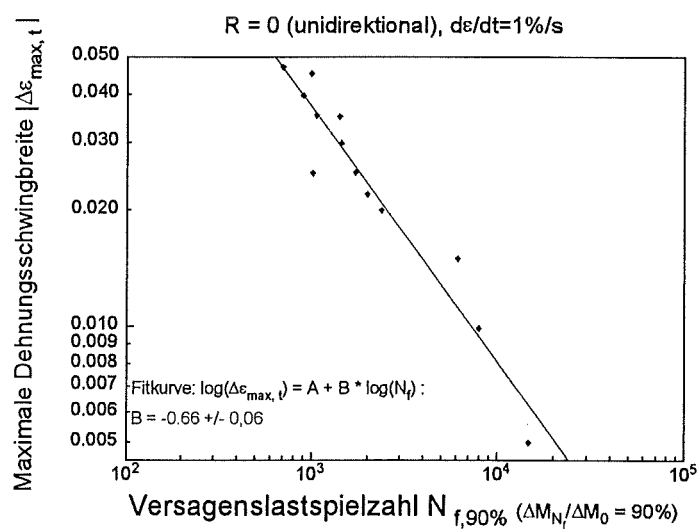


Bild 102 Dehnungswöhlerkurven für Biegeermüdung: a) Möglichkeiten einer Coffin-Manson-Anpassung, b) schnelles Reversieren, c) langsames Reversieren, d) einsinnige Ermüdung

Der Wöhlerplot für schnell reversierendes Zyklieren (Bild 102b)) gibt sehr gut die experimentellen Daten wieder für eine Kurvensteigung von -0.49 ± 0.02 , also $c \approx 2$. Dabei erweist sich die Lebensdauer als unabhängig von der Probengeometrie (Breiten von 1-4mm, Meßlängen von 1-2mm und Dicken von 70-200 μ m). Ebenso zeigt das Polieren der Laser-Schnittkanten keinen verbessernden Einfluß auf die Lebensdauer. Dazu paßt auch die Beobachtung der Makrorißentstehung auf der Probenoberfläche fern von den Kanten (Kap. 6.1.2.7). Bis hinab zu 2% Total-Dehnungsschwingbreite zeigt sich keine Dauerfestigkeit des Materials. Typische erzielte Lebensdauern liegen bei 10000 Zyklen für +/-1% Dehnung und 600 Zyklen bei +/-4% Dehnung.

Bei langsam reversierender Beanspruchung (Bild 102c)) deutet sich ein Kurvenverlauf an, der durch zwei Geradenabschnitte approximiert werden kann und auf unterschiedliche Schädigungsmechanismen unter- und oberhalb von 3% Dehnungsschwingbreite hinweist. Andererseits konnte in den Rißuntersuchungen kein systematischer Unterschied zu dem Verhalten bei schnell reversierender Versuchsführung beobachtet werden. Leider standen für die Lebensdaueruntersuchungen nicht genügend Proben zur Verfügung, um eine ausreichende Statistik zu gewährleisten und damit eindeutig das Vorhandensein zweier unabhängiger Ermüdungsregimes zu erhärten. Daher wurden die Abweichungen von einer einzigen Fitgeraden mit $B = -0.42$ Steigung als Streuung interpretiert. Somit liegt der Coffin-Manson-Exponent nahe bei dem Wert für schnelles Reversieren. Typische Lebensdauern sind 8600 für +/-1% Dehnung und 330 für +/-4% Dehnung. Diese Werte liegen um 14% bzw. 45% unter den Lebensdauern bei schnell reversierender Last und weisen auf einen dehnratensensitiven Schädigungsmechanismus hin, der sich für lange Haltezeiten bei hohen Lasten besonders stark auswirkt.

Bei einsinniger Biegeermüdung (Bild 102d)) läßt sich eine Fitgerade mit $B = -0.66$ an die Daten anpassen. Um die Daten mit reversierenden Experimenten zu vergleichen, müssen nun Datenpunkte derselben Dehnungsamplitude nebeneinandergestellt werden. Die reversierenden Lasten von +/-1% und +/-4% entsprechen somit je zwei Halbzyklen mit einsinnigen Dehnungen von 1% bzw. 4%. Dafür entnimmt man aus der Wöhlerkurve Lebensdauern von 7300 bzw. 900, gleichbedeutend mit 3650 bzw. 450 Vollzyklen im reversierenden Fall. Folglich ermüden diese Proben sehr viel schneller als in reversierenden Experimenten, was bedeutet, daß ein Halbzyklus mit Druckbeanspruchung der Oberfläche kaum Schädigung beiträgt im Vergleich zu einem Zuglasthalbzyklus. Dies ist verständlich anhand des Rißentstehungsmechanismus, der in Kap. 6.1.2.7 erläutert wird. Außerdem bleiben Zug- bzw. Drucklasten für $R=0$ auf stets dieselben Volumenanteile der Probe verteilt, es bildet sich während jedem Zyklus im Zug- bzw. Druckbereich nur eine einzige, durch die vorgegebene lokale Spannung favorisierte SIM-Variantengruppe. Damit werden monotone, schnell ansteigende Eigenspannungen aufgebaut, die Rißentstehung und -wachstum begünstigen. Bei reversierender Beanspruchung hingegen werden dieselben Volumenanteile während eines Halbzyklus in Zug, anschließend in Druck belastet. Dabei werden mindestens zwei unterschiedliche Variantengruppen spannungsinduzierten Martensits abwechselnd gebildet. Die Wechselwirkung der jeweils aufgebauten Versetzungsstrukturen erzeugt Eigenspannungen mit unterschiedlichem Vorzeichen, so daß es wesentlich länger dauert, bis eine lokal kritische Last für die Rißausbreitung erreicht wird. Überdies fehlt bei vorhandenen Rissen für einsinniges Zyklieren der Mechanismus des Rißschließens in einem Halbzyklus.

6.1.2.5 Mikrostrukturelle Charakterisierung

Für die mikrostrukturelle Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens dünner Biegebleche wurden Härtemessungen, raster- und transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen an Proben mit verschiedenen Ermüdungsgraden durchgeführt. Die Ergebnisse der Härtemessungen an elektropolier-ten Biegeproben mit Dehnungsschwingbreiten von 2% bzw. 8% für den unbelasteten Zustand sowie nach 25%, 50%, 75% und 100% der Lebensdauer sind in Bild 103 dargestellt.

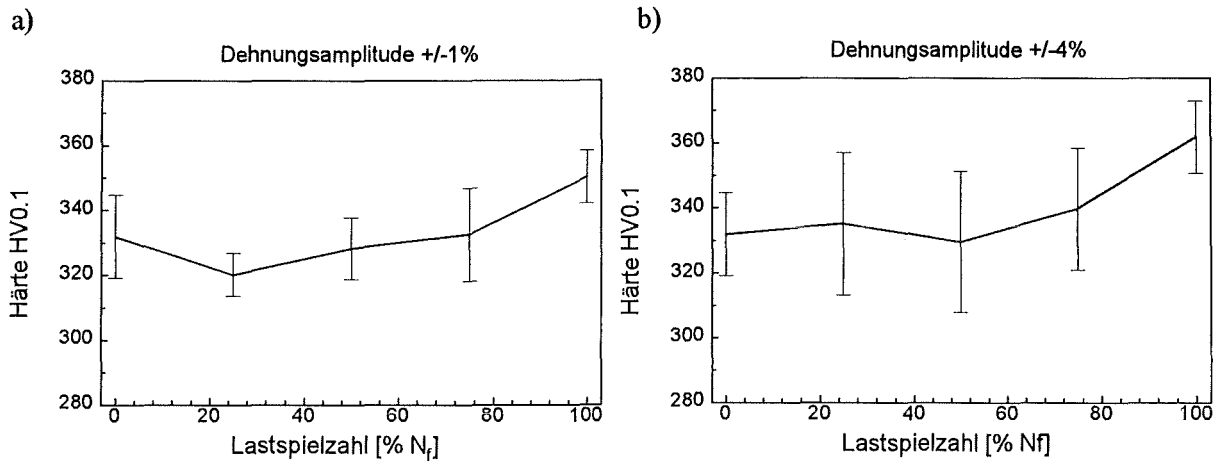


Bild 103 Härteentwicklung während der Biegeermüdung a) kleine Last b) große Last

Jeder Meßpunkt entspricht dem Mittelwert aus 5 Messungen, der Fehlerbalken zeigt die Standardabweichung. Die Problematik der Härtmessung an pseudoelastischem Material wurde bereits in Kap. 4.1.3 dargelegt. Für 2% Dehnungsschwingbreite erkennt man keinen signifikanten Anstieg der Härte HV0.1 bis 75% der Lebensdauer. Erst dann deutet sich ein leichtes Anwachsen von 330 auf 350 an. Für 8% Dehnungsschwingbreite steigt der Wert entsprechend auf HV0.1=360. Insgesamt stellt sich damit ein nur unwesentlicher Anstieg der Kaltverformung bis kurz vor Ende der Lebensdauer dar. Dementsprechend gaben auch die TEM-Aufnahmen von verschiedenen Ermüdungszuständen wenig Aufschluß. Sie waren für alle Dehnungsschwingbreiten bis 8% und Lastspielzahlen bis N_f identisch mit dem unbelasteten Ausgangszustand, der in Bild 104a) wiedergegeben ist. Die Biegebleche wurden einseitig präpariert, um die stark beanspruchten, oberflächennahen Bereiche zu untersuchen. Aufnahme 104b) zeigt eine reversierend mit 8% Dehnungsschwingbreite belastete Probe nach 50% der Versagenslastspielzahl. Die Dehnrates betrug 1%/s. Da der Kaltverformungsgrad des Ausgangsmaterials hoch ist, können eventuell ablaufende Strukturierungsphänomene der Versetzungen nicht aufgelöst werden. In Bild 104c) ist das Hellfeldbild einer Probe derselben Lastgeschichte dargestellt, die bis zum Bruch gefahren wurde. Alle Aufnahmen zeigen einen ähnlichen Anteil an Restmartensit und vergleichbaren Grad von Kaltverformung und X-Phasenausscheidung.

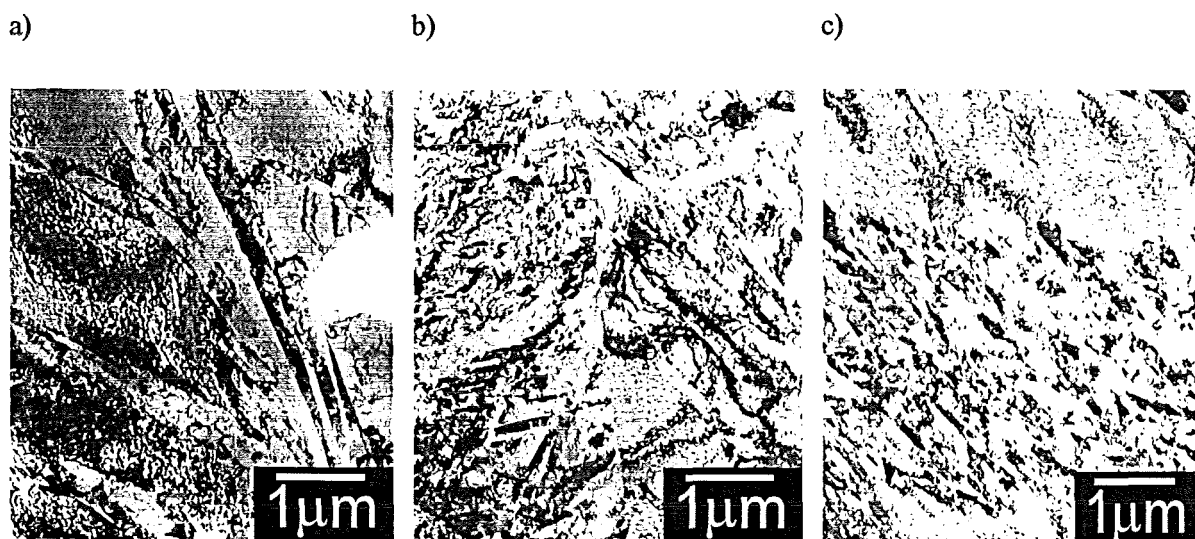


Bild 104 Vergleich unbelastete/ermüdete Mikrostruktur im TEM:
a) unbelastete Biegeprobe, b) $\Delta\epsilon_t=8\%$, $N=50\%N_{f,90\%}$, c) $\Delta\epsilon_t=8\%$, $N=N_{f,90\%}$

Weiteren Aufschluß über die mikrostrukturellen Ermüdungsvorgänge gaben REM-Aufnahmen der Bruchflächen von Biegeblechen, die bis an ihre Versagenslastspielzahl gefahren wurden. Bild 105a) zeigt lattenartige Strukturen im Inneren des Materials, Teilbild b) dokumentiert einen lokal duktilen Versagenscharakter mit typischen Wabenstrukturen. In Abbildung c) erkennt man innere Risse, in deren Umgebung die Primärausscheidungsphase $Ti_4Ni_2O_x$ mit EDX-Analysen nachgewiesen werden konnte. Der Bruchcharakter ist dominant transkristallin mit vereinzelt Komgrenzenversagen. Teilbild d) stellt Schwingstreifen dar, die sich von einer Anrißstelle auf der Probenoberfläche ins Blechinnere ausbreiten.

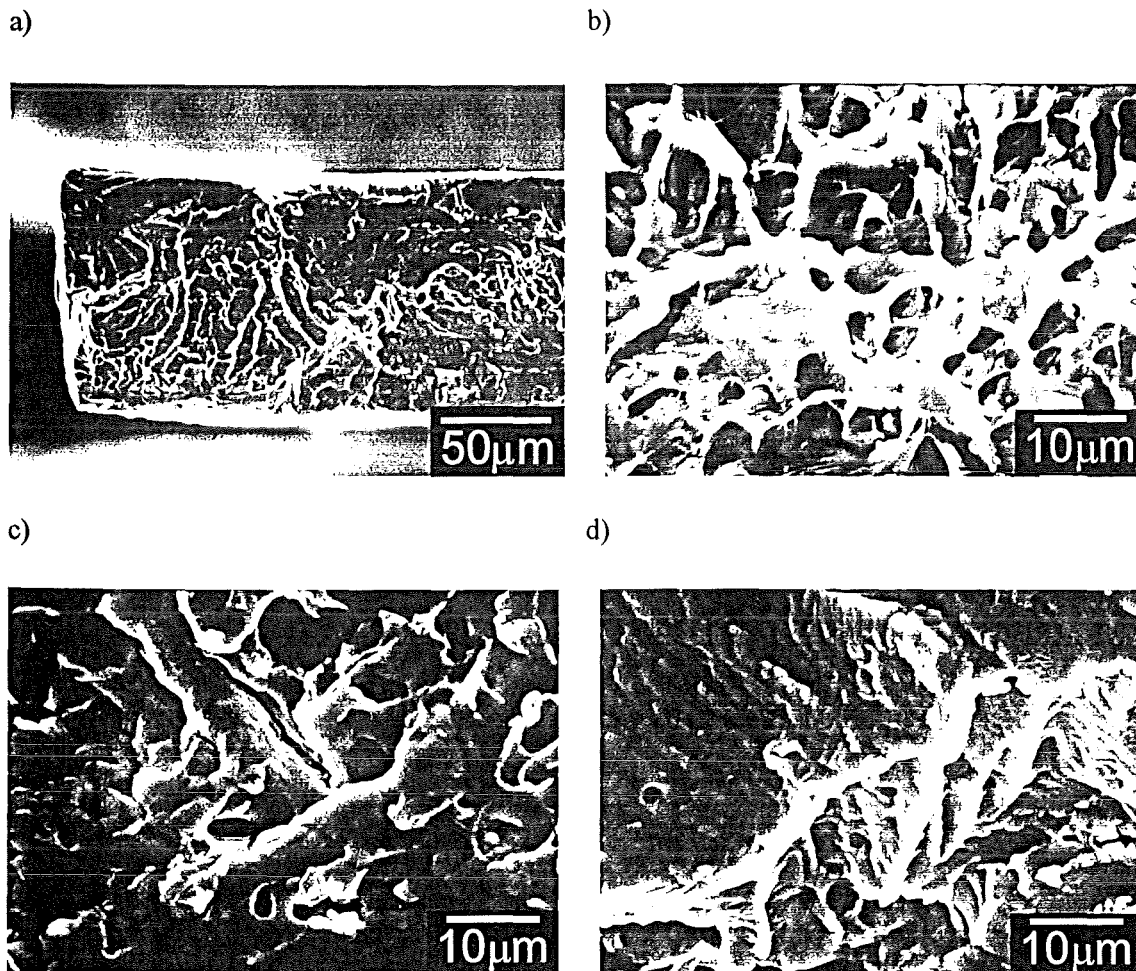


Bild 105 Bruchfläche von Biegeproben mit Details im REM: a) SIM-Lattenstrukturen, b) duktile Wabenmuster, c) innere Risse an $Ti_4Ni_2O_x$ -Einschlüssen, d) Schwingstreifen

Unabhängig von Dehnungsschwingbreite (1%-4%), Dehnrates (0.1%/s-2.2%/s) und Dehnungsverhältnis ($R = -1, R = 0$) wurde stets dasselbe Bruchverhalten beobachtet. Lediglich die Flächenanteile mit Wabenstruktur stiegen für höhere Belastungen gegenüber den Lattenmustern geringfügig an.

6.1.2.6 Entwicklung der Pseudoelastizität

Für die Qualität der in medizintechnischen Applikationen ausgenutzten Formgedächtniseigenschaften ist in erster Linie Lage und Breite der pseudoelastischen Hysterese maßgeblich. Zur Quantifizierung der Stabilität der Hysteresecharakteristik bei Biegeermüdung wurden Schwerpunktslage (=Biegewinkel in Grad, bei dem die Hysteresebreite maximal ist) und Ausdehnung des maximalen „Hysteresebauches“ (in Nmm) benutzt. Da die Ergebnisse für alle untersuchten Lastparameter

ähnliche, mit größerer Dehnungsamplitude stärker werdende Tendenzen zeigen, ist in Bild 106 nur ein repräsentatives Diagramm für $\Delta\epsilon_{\max,t}=8\%$, $\frac{d\epsilon}{dt}=1\%/s$ und $R=-1$ dargestellt. Die entsprechenden Kurven für alle anderen untersuchten Lastbedingungen (2% und 4% Dehnungsschwingbreite, $R=0$ und $R=-1$, Dehnraten 0.1%/s und 1%/s) sind in Anhang A angegeben.

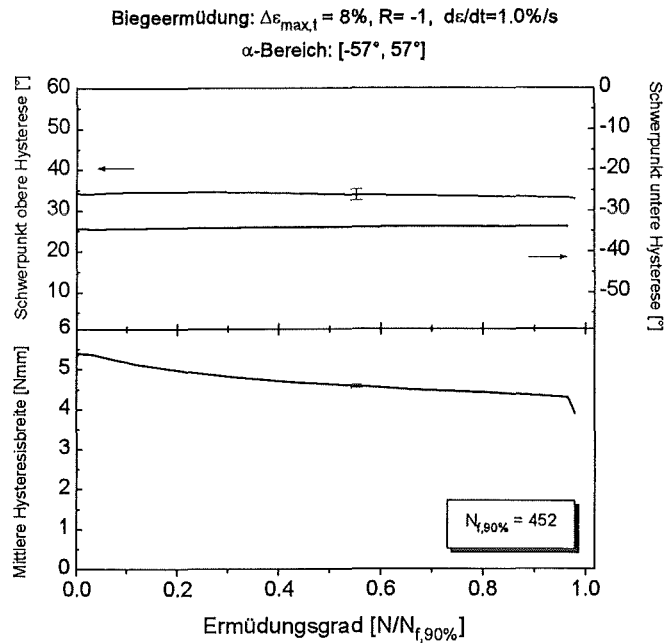


Bild 106 Entwicklung der pseudoelastischen Hysterese während der Biegeermüdung für $\Delta\epsilon=8\%$

Universell gilt für Dehnungsamplituden ab 1% eine sehr gute Konstanz in der Lage der maximalen Hysteresebreiten. Für reversierende Biegung ist eine enge Symmetrie zwischen den Positionen der Hysterese im positiven und negativen Biegebereich gegeben. Nach einem kurzen Einlaufverhalten, das sich über maximal 3% der Lebensdauer erstreckt, liegen alle Hysterese bei einem Winkel, der nur um weniger als 10% des Gesamtwinkelbereichs während der Ermüdung schwankt. Für die meisten Lastparameter läßt sich die Tendenz erkennen, daß die Winkellage der Hysterese leicht in Richtung zu 0° hin zusammenlaufen, was mit der Stabilisierung der Hysterese zusammenhängt. Mit steigender Zyklenzahl sinkt aufgrund der zyklisch gebildeten Eigenspannungen die Einsatzspannung für die SIM-Bildung, wodurch der Hysteresebeginn zu betragsmäßig kleineren Winkeln wandert.

Die Hysteresebreiten nehmen weitgehend monoton ab mit einem besonders steilen Verlauf während der ersten 5-10% der Lebensdauer. Dafür ist die bereits diskutierte Akkumulation von Pinningzentren und von Restmartensitanteilen verantwortlich. Abgesehen von im Anhang diskutierten Einzelfällen können die pseudoelastischen Eigenschaften zusammenfassend als in erster Näherung dehnraten- und lastunabhängig sehr stabil bewertet werden.

Diese Aussage spiegelt sich auch in den DSC-Messungen an teilermüdeten Proben wider. Bild 107 zeigt den Verlauf der Umwandlungstemperaturen in Abhängigkeit vom Ermüdungsgrad $N/N_{f,90\%}$. Teilbild a) gilt für 2% Dehnungsschwingbreite, Teilbild b) für 8%. Die Dehnraten betrug in beiden Fällen 1%/s, der Bestimmungsfelder der Umwandlungspunkte lag bei maximal $\pm 3K$. Für jeden Ermüdungsgrad mußte eine Biegeprobe „geopfert“ werden, um für die Messung zulässige Geometrien (runde Scheiben mit maximal 4mm Durchmesser) herzustellen. Zur Unterdrückung von Einflüssen der thermischen Vorgeschichte von DSC-Proben während deren Präparation wurden zwei DSC-Läufe aufgezeichnet und erst der zweite Durchgang ausgewertet. Die Unterschiede zwischen diesen Durchgängen waren jedoch im allgemeinen sehr gering (Variation der T_U : $< 2K$).

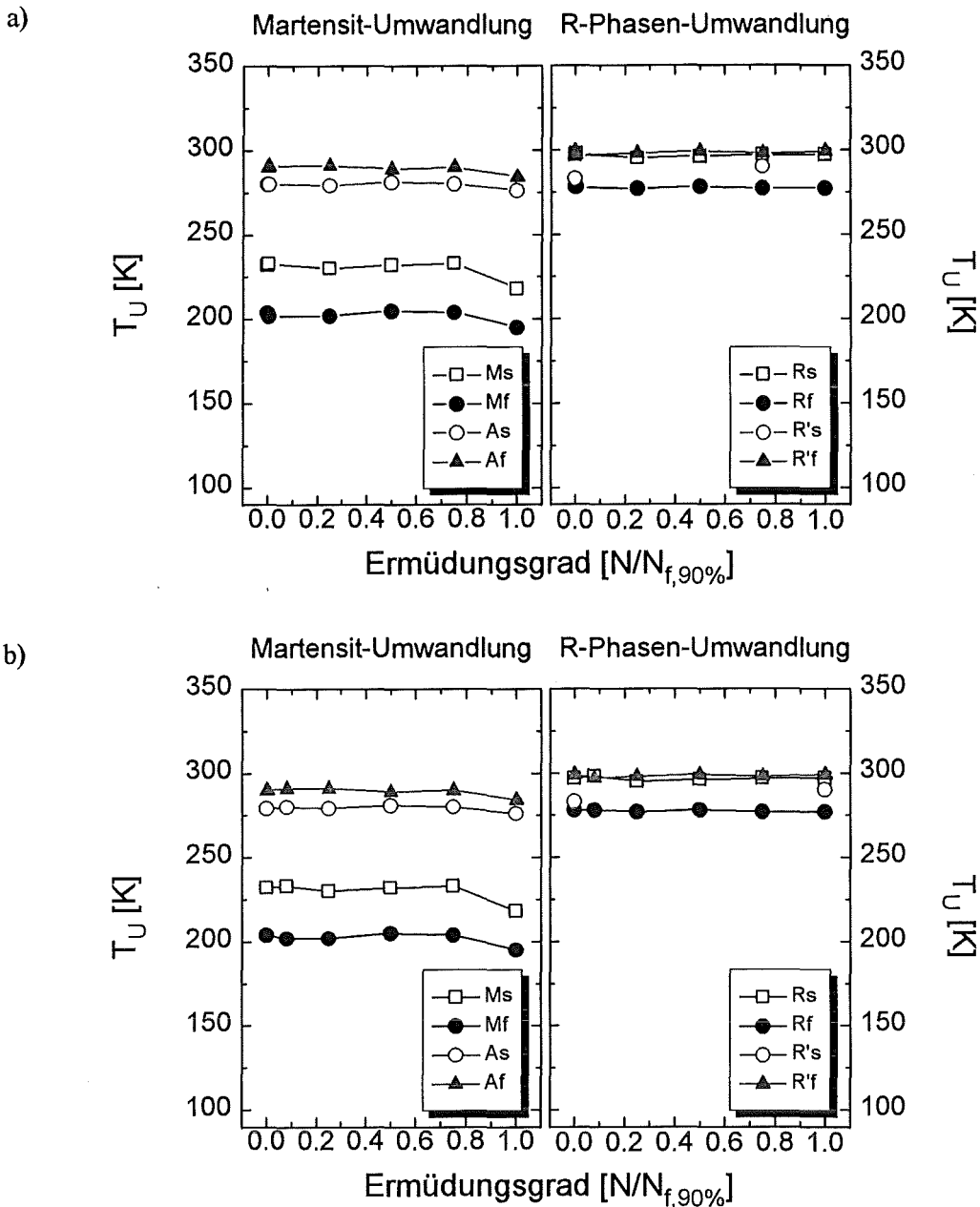


Bild 107 Einflüsse der Biegeermüdung auf die Übergangstemperaturen: a) $\Delta\epsilon=2\%$, b) $\Delta\epsilon=8\%$

Sämtliche Umwandlungstemperaturen sind sehr stabil gegen Ermüdungseinflüsse. Auch die Peakbreiten bleiben während der Lebensdauer unverändert. Dieser Befund spricht ebenfalls für einen unveränderten Kaltverformungsgrad während der Ermüdung und erklärt das Fehlen entsprechender Befunde in TEM-Untersuchungen. M_s , M_f , A_s und A_f sinken erst kurz vor Versagen der Probe spürbar um 4-15K ab, wobei M_s am stärksten, A_s am wenigsten betroffen ist. Diese Beobachtung gilt unabhängig von der Maximaldehnung und hängt mit der zunehmenden Schädigung des Gefüges durch Ribbildung zusammen. Dadurch entstehen zunehmend Hindernisse für die Propagation der martensitischen Umwandlungsfront bzw. für die Rückumwandlung, wodurch die Umwandlungstemperaturen sinken. Die R-Phasentransformation ist hingegen im Rahmen der Meßauflösung völlig unabhängig vom Grad der Ermüdung, was mit den verhältnismäßig kleinen, für den Phasenübergang benötigten Gitter-Scherwinkel von nur 0.5° im Vergleich zu 6.8° bei der SIM-Umwandlung erklärt werden kann.

6.1.2.7 Rißentstehung und -ausbreitung

i) Theoretische Erwartungen

Als Schwachstellen im Material kommen prinzipiell Korngrenzen, Martensitgrenzflächen oder Ausscheidungen für Rißentstehung in Frage. Da größere plastische Deformationsanteile entfallen, sind keine Gleitprozesse als primärer Schädigungsmechanismus zu erwarten. Als rißkritische Ausscheidungen kommen wegen ihrer scharfkantigen, oft polyedrischen Gestalt vor allem die $Ti_4Ni_2O_x$ -Einschlüsse in Betracht.

➤ Einfluß der titanreichen Einschlüsse

Da $Ti_4Ni_2O_x$ -Einschlüsse inkohärent zur Matrix liegen und einen beinahe um den Faktor 3 größeren E-Modul gegenüber NiTi besitzen [Man94], ist bereits für linear-elastische Beanspruchungen mit erheblichen Spannungsüberhöhungen an den Grenzflächen zur Matrix zu rechnen. Zusätzlich sind diese Inklusionen häufig durch Walzen bzw. Drahtziehprozesse gebrochen und liegen als scharfkantige Fragmente vor. Demgegenüber ist der Einfluß der kohärenten, intermetallischen X-Phase mit typischen Ausscheidungsgrößen um 50nm und einer vergleichbaren Festigkeit wie NiTi zu vernachlässigen. Das Spannungsfeld um einen in erster Näherung kugelförmig angenommenen Einschlus in mitten einer umgebenden Matrix wurde nach [Ros86] für den Fall einer makroskopischen, vorgegebenen Zugspannung σ berechnet. Außerhalb des Einschlusses ergibt sich:

$$(25) \quad \sigma_{rr} = \frac{\sigma}{2} [1 + \cos(2\theta)] + \sigma \left\{ \frac{4A}{\rho^3} - \frac{4\nu_M}{1-2\nu_M} \frac{C}{\rho^3} + \frac{24B}{\rho^5} + \left[-\frac{4(5-\nu_M)}{1-2\nu_M} \frac{C}{\rho^3} + \frac{72B}{\rho^5} \right] \cos(2\theta) \right\},$$

$$(26) \quad \sigma_{\theta\theta} = \frac{\sigma}{2} [1 - \cos(2\theta)] + \sigma \left\{ -\frac{2A}{\rho^3} - \frac{4\nu_M}{1-2\nu_M} \frac{C}{\rho^3} - \frac{6B}{\rho^5} + \left[\frac{2C}{\rho^3} - \frac{42B}{\rho^5} \right] \cos(2\theta) \right\}.$$

mit den Konstanten:

$$A = - \frac{[\mu_M - \mu_E](1-2\nu_E)(6-5\nu_M)2\mu_M + (3+19\nu_E-20\nu_M\nu_E)\mu_E}{8[(7-5\nu_M)\mu_M + (8-10\nu_M)\mu_E][(1-2\nu_E)2\mu_M + (1+\nu_E)\mu_E]} + \frac{[(1-\nu_M)(1+\nu_E)/(1+\nu_M)-\nu_E]\mu_E - (1-2\nu_E)\mu_M}{4[(1-2\nu_E)2\mu_M + (1+\nu_E)\mu_E]},$$

$$B = \frac{\mu_M - \mu_E}{8[(7-5\nu_M)\mu_M + (8-10\nu_M)\mu_E]},$$

$$C = \frac{5(1-2\nu_M)(\mu_M - \mu_E)}{8[(7-5\nu_M)\mu_M + (8-10\nu_M)\mu_E]}.$$

Innerhalb des Einschlusses gilt:

$$(27) \quad \sigma_{rr} = 2\sigma \left[\frac{1+\nu_E}{1-2\nu_E} H + F + 3F \cos(2\theta) \right],$$

$$(28) \quad \sigma_{\theta\theta} = 2\sigma \left[\frac{1+\nu_E}{1-2\nu_E} H + F - 3F \cos(2\theta) \right].$$

mit den Konstanten:

$$F = \frac{1}{12} \left[1 - \frac{(7-5\nu_M)(\mu_M - \mu_E)}{(7-5\nu_M)\mu_M + (8-10\nu_M)\mu_E} \right],$$

$$H = \frac{\frac{1}{4} \left[\frac{1-\nu_M}{1+\nu_M} + \frac{1}{2} \right] + \frac{(\mu_M - \mu_E)(3-5\nu_M) - 5(1-\nu_M)(\mu_E + 2\mu_M)}{8(7-5\nu_M)\mu_M + (8-10\nu_M)\mu_E}}{\mu_E \left[\frac{\mu_M}{\mu_E} + \frac{1+\nu_E}{2(1-2\nu_E)} \right]}$$

Dabei steht der Index $_E$ für den Einschuß, $_M$ für die Matrix. ν ist jeweils die Querkontraktionszahl, μ steht für den Schubmodul, der über folgende Gleichung mit dem Elastizitätsmodul E verknüpft ist:

$$(29) \quad \mu_{E/M} = \frac{E_{E/M}}{2(1+\nu_{E/M})}$$

σ bezeichnet die angelegte Zugspannung, $\sigma_{r,r}$ und $\sigma_{\theta\theta}$ geben die Radial- bzw. Tangentialkomponente der Reaktionsspannung für einen dimensionslosen Abstand $\rho = \frac{r}{R}$ (r : Abstand, R : Radius des Einschlusses) vom Zentrum des Einschlusses an. θ beschreibt den Inklinationswinkel relativ zur Zugrichtung (Bild 108).

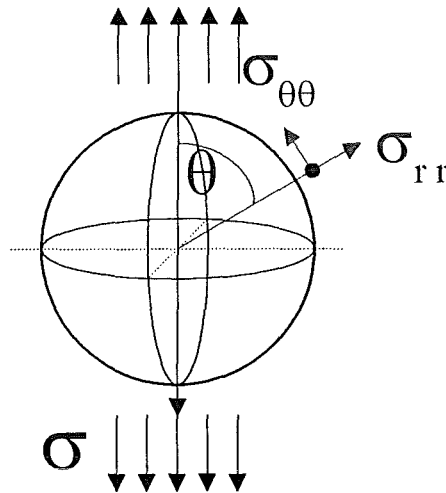


Bild 108 Koordinatenfestlegung an einem kugelförmigen Einschuß in einer umgebenden Matrix unter der makroskopischen Spannung σ

Die größten Kontaktspannungen werden für den ebenen Äquator bei $\theta=0^\circ$ erwartet, wie vergleichende Rechnungen für $\theta=90^\circ$ bestätigten. Als Materialparameter wurden folgende Werte eingesetzt:

- $E_M = E_{NiTi} = 60000 \text{ N/mm}^2$
- $E_E = E_{Ti4Ni2Ox} = 185600 \text{ N/mm}^2$ [Man94]
- $\nu_M = \nu_E = 0.3$

Mit diesen Zahlenwerten ergeben sich für die Konstanten die Werte:

$A=0.10799$, $B= -0.01248$, $C= -0.02496$, $F=0.12909$, $H=9.42999 \cdot 10^{-7}$. Daraus lassen sich für $\theta=0^\circ$ folgende radialen und tangentialen Spannungskomponenten berechnen:

In der Matrix:

$$(30) \quad \sigma_{rr} = \sigma \left(1 + \frac{1.67996}{\rho^3} - \frac{1.19808}{\rho^5} \right)$$

$$(31) \quad \sigma_{\theta\theta} = \sigma \left(-\frac{0.19102}{\rho^3} + \frac{0.59904}{\rho^5} \right)$$

Innerhalb des Einschlusses:

$$(32) \quad \sigma_{rr} = 1.03273 \sigma$$

$$(33) \quad \sigma_{\theta\theta} = -0.516354 \sigma$$

Diese Funktionen sind, bezogen auf die makroskopisch einwirkende Normalspannung σ_N , in Bild 109 dargestellt.

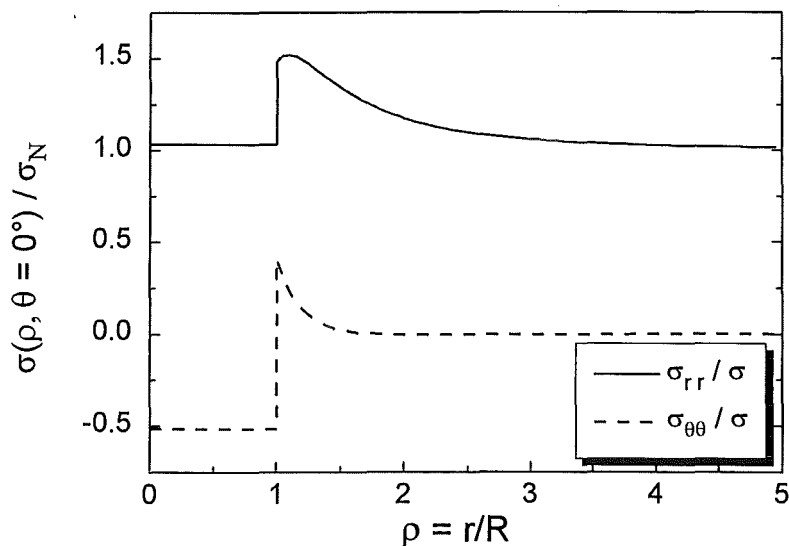


Bild 109 Spannungsüberhöhungen an den Grenzflächen der Ausscheidung mit Radius R

Wie man erkennt, ergibt sich für beide Spannungskomponenten am Rand der Ausscheidung eine Überhöhung, die bis zum 1.5-fachen der makroskopischen Last betragen kann und nach etwa einem Radius von der Ausscheidung entfernt auf den Wert ohne Ausscheidungsbetrachtung abfällt. Unter Berücksichtigung der Beiträge beider Komponenten ergibt sich insgesamt für den Betrag des Spannungsvektors eine Überhöhung von 54%. Innerhalb des Einschlusses ($\rho < 1$) sind die Spannungen moderat, so daß in erster Linie mit der Konsequenz der Matrixschädigung in Form von Ribbildung an Ausscheidungsgrenzen gerechnet werden muß. Für die realen, titanreichen Primärausscheidungen ist die Annahme einer Kugelgestalt lediglich eine untere Abschätzungsgrenze für die Spannungsüberhöhung. Stattdessen treten flache und polyedrische Geometrien auf, die weitaus höhere Lastspitzen erwarten lassen.

> Rißrichtungen

Falls es Vorzugsrichtungen für die Rißentwicklung geben sollte, könnten diese neben der unter 45° zur Zugrichtung verlaufenden Orientierung maximaler Schubspannungskomponenten durch die Richtungen der SIM-Lattenvarianten vorgegeben sein. Für den Fall der Biegebleche ergibt sich aus der experimentell nachgewiesenen $(111)\langle 110 \rangle$ -Textur ((111)-Ebene in der Blechoberfläche und $\langle 110 \rangle$ -Walzrichtung) eine Oberflächenbeanspruchung entlang einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung, da die Proben stets parallel zur Walzrichtung belastet wurden. Die kristallographische Theorie (s. Kap. 6.2.1.2) sagt für diesen Fall die bevorzugte Entstehung von SIM-Varianten voraus, die durch die beteiligte Scherkomponente ein Oberflächenrelief unter 90° zur Zugrichtung erwarten lassen (in der Bezeichnung von Kap. 6.2.1.2 Varianten 10 und 12 mit der größten Umwandlungsdehnung von 8,4% unter Zug). Zur Erklärung kleinerer auftretender Winkel kommen auch noch die Varianten 3, 4, 5, 6 mit jeweils 3,6% Umwandlungsdehnung und mit Lattenwinkeln von 30° bzw. 60° zur Lastachse in Frage. Die in der Druckphase erwarteten Varianten 1, 2, 7 und 8 mit -5,2% Umwandlungsdehnung liegen parallel zur Lastrichtung und lassen daher kein Oberflächenrelief erwarten.

ii) Phänomenologie

Für die Beurteilung des Anriß- und Rißwachstumsverhaltens wurden Biege-Ermüdungsexperimente nach bestimmten Inspektionsintervallen unterbrochen, um eine statistische Auswertung der Rißlängen und -richtungen vorzunehmen. Insgesamt wurden 4 verschiedene Lastzustände (2%/8% Dehnungsschwingbreite, Dehnraten 1%/s, 0,1%/s) an jeweils 2 Proben mit Blechdicken um $100\mu\text{m}$ und Meßlängen von 2mm in je 4 Inspektionsintervallen (25%, 50%, 75% und 100% der Lebensdauer) untersucht. Von den Oberflächen der Biegebleche wurden dazu unter einem Lichtmikroskop bei Vergrößerungen zwischen 80 und 940 und einer Nachvergrößerung von etwa 5 im Video-Bildbearbeitungssystem "Proimage" (Fa. Micromotion, Landshut) in der gesamten belasteten Fläche Einzelbilder aufgenommen und digital abgespeichert. Anschließend wurden diese Bilder nach Anzahl von Rissen, deren Länge sowie Winkellage in Bezug zur Lastrichtung (Längs-Oberflächendehnung) klassifiziert. Pro Inspektionsintervall wurden durchschnittlich 25-30 Bilder in diese Auswertung einbezogen. Da unabhängig von den Lastbedingungen ein einheitlicher Versagensmechanismus festgestellt wurde, ist in Bild 110 stellvertretend die Rißentwicklung für die Beanspruchungsparameter $\Delta\varepsilon_{\text{max,t}}=8\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt}=1\%/s$ und $R=-1$ dargestellt. Eine detaillierte Darstellung der Ergebnisse für alle untersuchten Lastbedingungen findet sich in Anhang B. In der Abbildung ist die Korrelation von Rißlänge und -richtung in Stapelbalkendarstellung angegeben. Die Farbkodierung der Balken gibt die Zuordnung der jeweiligen Rißlängensklasse zu bestimmten Rißrichtungen in Intervallen von 10° wieder. Die Teilbilder a) -d) beziehen sich jeweils auf die Inspektionsintervalle 25%, 50%, 75% und 100% der Lebensdauer $N_{f,90\%}$. Aus der Anzahl der detektierten Risse und der erfaßten Gesamtfläche wurde außerdem eine mittlere Flächen-Rißdichte bestimmt, die über den Diagrammen in mm^{-2} angegeben ist. Bei der Entstehung von Makrorissen mußte die Skalierung der Abszisse gebrochen werden, um das gesamte Spektrum der gefundenen Rißlängen übersichtlich darzustellen. Rechts neben der statistischen Auswertung ist jeweils eine licht- oder rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines typischen, im jeweiligen Ermüdungsstadium beobachteten Risses bzw. einer auffälligen Oberflächenstruktur abgebildet. Die Lastrichtung in den Rißbildern verläuft vertikal.

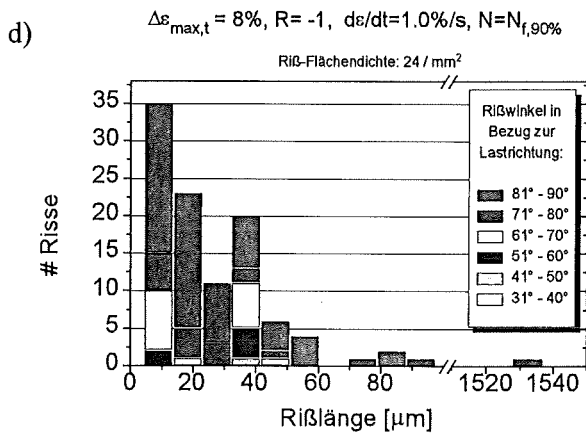
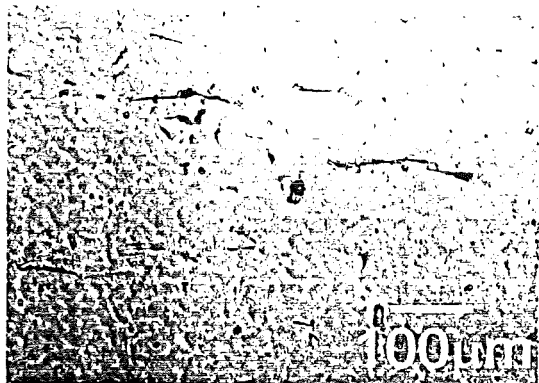
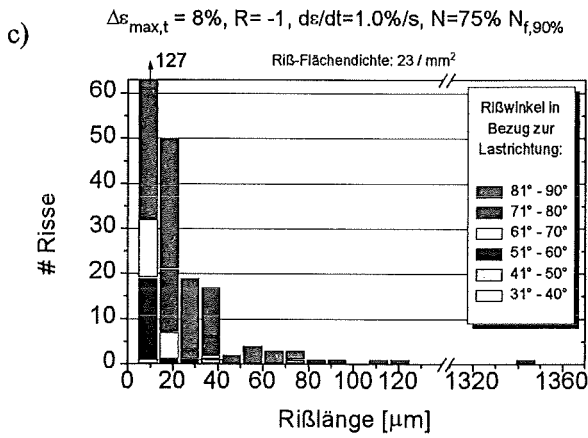
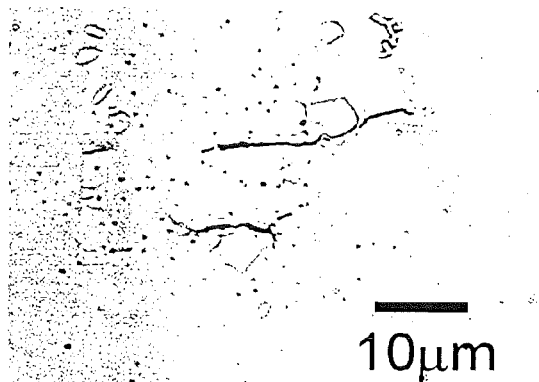
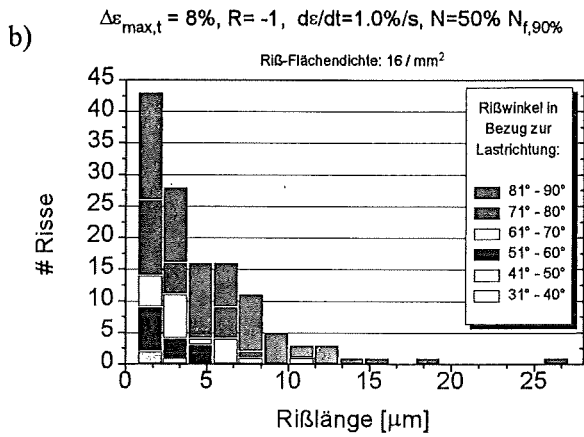
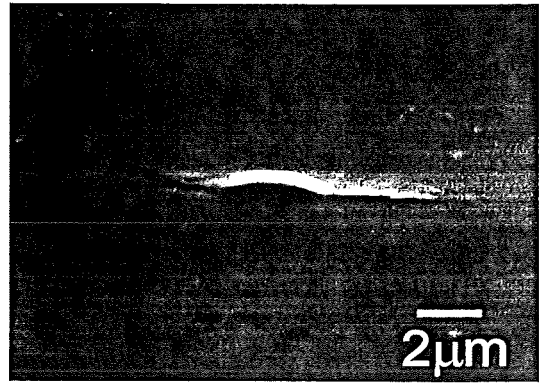
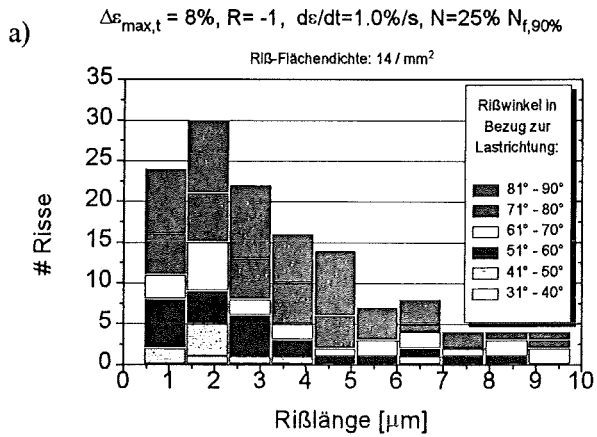


Bild 110 Rißstatistiken und Rißbilder für Biegemüdung mit $\Delta\epsilon_t = 8\%$, schnell reversierend

Die Ribbildserien erlauben folgende Feststellungen:

Risse unterhalb von 30° zur Lastrichtung wurden nicht gefunden, auch die Winkelklassen 31° - 40° und 41° - 50° kommen sehr selten vor. Demgegenüber gibt es für alle Lastfälle eine starke Tendenz zu normalspannungskontrolliertem Ribwachstum unter 90° zur Beanspruchungsrichtung. Sämtliche Risse beginnen an $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}_x$ -Einschlüssen und wachsen meist beidseitig aus (Diese Risse wurden jeweils als zwei Einzelrisse gezählt). Damit bestätigt sich die theoretische Vorhersage der schädigenden Wirkung von Spannungsüberhöhungen an den Primärausscheidungen. Für sehr kurze Risse (typischerweise $1\text{-}5\mu\text{m}$) werden häufig Ribwinkel um 60° beobachtet, die mit einer aus der Variantentheorie vorhergesagten Vorzugsrichtung von SIM-Grenzflächen übereinstimmt. Die anderen vorhergesagten Vorzugsrichtungen von Habitusebenen waren 90° und 30° . Bei großen Lastamplituden lassen sich besonders die 60° -Winkel in einer Streifung der Probenoberfläche wiederfinden, welche eine bleibende Schädigung der Oberflächenmorphologie durch zyklische SIM-Transformationen widerspiegelt: Im entlasteten Zustand verbleibt Restmartensit oder plastische Deformationen des SIM werden nach der Rückumwandlung in den Austenit übertragen und treten als bleibende Verformungen zu Tage. Warum die erwartete 90° -Streifenrichtung nur sehr selten zu finden ist, konnte nicht aufgeklärt werden. Der erwartete Ribwinkel bei 30° wurde in keinem Fall beobachtet, da diese Richtung zu weit von der dominierenden Normalspannung entfernt liegt und daher gegenüber den anderen Variantenrichtungen stark unterdrückt ist. Ab Riblängen von $50\mu\text{m}$ überwiegt der Normalspannungseinfluß vollständig, sämtliche Risse wachsen unter 90° weiter. Durch die strenge Richtungskorrelation gibt es auch keine sichtbaren Wechselwirkung zwischen Einzelrissen, mit Ausnahme von wenigen Fällen, in denen Ausscheidungen in einer Linie unter 90° zur Lastrichtung hintereinander angeordnet liegen und deren Einzelrisse zusammenwachsen können. Ansonsten breiten sich die Risse völlig unabhängig voneinander aus, wobei in den Endstadien mehrere konkurrierende Makrorisse festgestellt werden können, von denen schließlich einer zum Versagen führt (Teilbild d)). Am Beginn der Ribausbreitung äußern sich häufig zunächst Delaminationserscheinungen an den Kanten der $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}_x$ -Primärausscheidungen, bevor die umgebende Matrix anreißt.

Für 2% Dehnungsschwingbreite ergeben sich bei langsamem und schnellem Reversieren vergleichbare Rib-Flächendichten, erst nach Erreichen von $N_{f,90\%}$ liegt das schnelle Zyklieren mit $7/\text{mm}^2$ deutlich höher als das langsame mit $4/\text{mm}^2$. Anzahlmäßiges Ribwachstum setzt für beide Dehnraten erst ab 75% der Lebensdauer ein, vorher wachsen die wenigen vorhandenen Risse ($2/\text{mm}^2$) nur in der Länge. Für 8% Dehnungsschwingbreite treten im Kleinribstadium häufiger Richtungen zwischen 30° und 50° auf, was für einen stärkeren Einfluß der Vorschädigung durch zyklische SIM-Bildung spricht. Dennoch gehen auch diese Risse ab einer Länge von etwa $50\mu\text{m}$ in Normalspannungsrisse unter 90° über. Die Flächen-Ribdichte steigt für schnelles Reversieren bei 75% der Lebensdauer am stärksten (von $16/\text{mm}^2$ auf $23/\text{mm}^2$), für langsames Reversieren bereits bei 50% (von $9/\text{mm}^2$ auf $15/\text{mm}^2$), um dann weitgehend konstant zu bleiben. Die Ribdichten liegen für große Dehnraten systematisch höher. Obwohl die Biege-Lastkurven kaum dehnratenabhängiges Verhalten zeigten, weist dieser Befund doch auf eine von der Zykliergeschwindigkeit abhängige Schädigung an Ausscheidungsgrenzen und Ribflanken hin. Diese Dehnratenabhängigkeit resultiert jedoch nur in einer größeren Anzahl von Rissen, die dann gleichbleibend schnell wachsen und zum Versagen führen. Die mittleren Riblängen hingegen sind für $\frac{d\epsilon}{dt} = 0.1\%/s$ und $\frac{d\epsilon}{dt} = 1\%/s$ etwa gleich.

iii) Bewertung des Ribwachstums

Für eine Beurteilung des mittleren Ribwachstums muß aus den statistischen Längenverteilungen eines Zustands jeweils eine repräsentative Riblänge ermittelt werden. Dabei stellt sich das Problem, daß Makrorisse mit einer großen statistischen Unsicherheit auftreten und in ihrer Länge stark streuen. Andererseits kann man etwa den Mittelwert einer Poissonverteilung nicht als repräsentative Riblänge betrachten, da man damit die effektive Schädigung durch die größeren Risse unterschätzen würde. Zudem läßt sich an viele der Verteilungen eine Poissonkurve nur sehr schlecht anpassen. Daher

wurde ein anderes Verfahren eingesetzt: Man klassifiziert die Risse anhand einer Rißlängenobergrenze. Alle Risse, die unterhalb dieser Grenze liegen, werden gezählt. So ergibt sich eine monoton ansteigende Kurve, die bis zur Maximallänge der beobachteten Risse ansteigt und dort die Gesamtzahl aller Risse umfaßt. Eine charakteristische Rißlänge wurde so definiert, daß 98% der insgesamt vorkommenden Risse unterhalb dieser liegen müssen. Damit läßt man nur 2% der längsten Risse außer acht, legt aber zugleich ein starkes Gewicht auf die größeren Risse. Bild 111 veranschaulicht das Vorgehen am Beispiel einer Rißverteilung: Bei einer Obergrenze von $8.80\mu\text{m}$ sind 98% der Risse erfaßt, so daß dieser Wert als typische Rißlänge festgelegt wird. Die Punkte der verschiedenen Rißklassen wurden zur besseren Auswertbarkeit jeweils mit einer Sigmoidfunktion angepaßt.

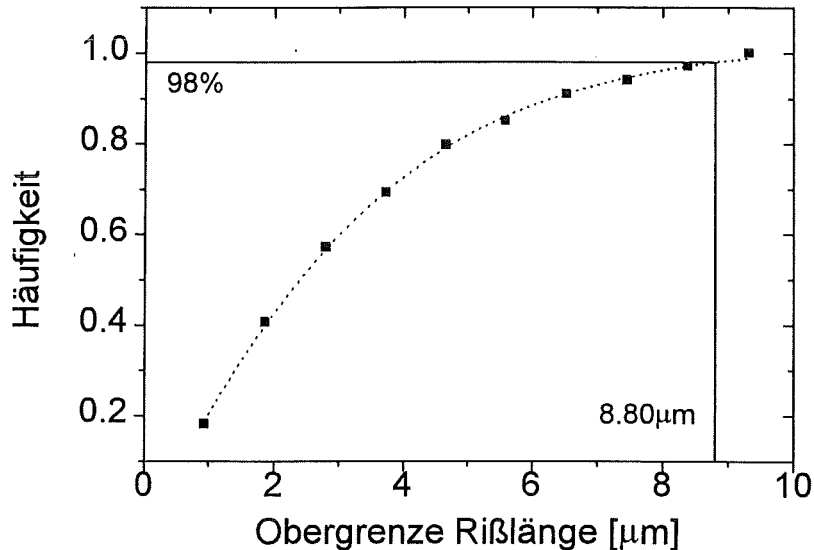
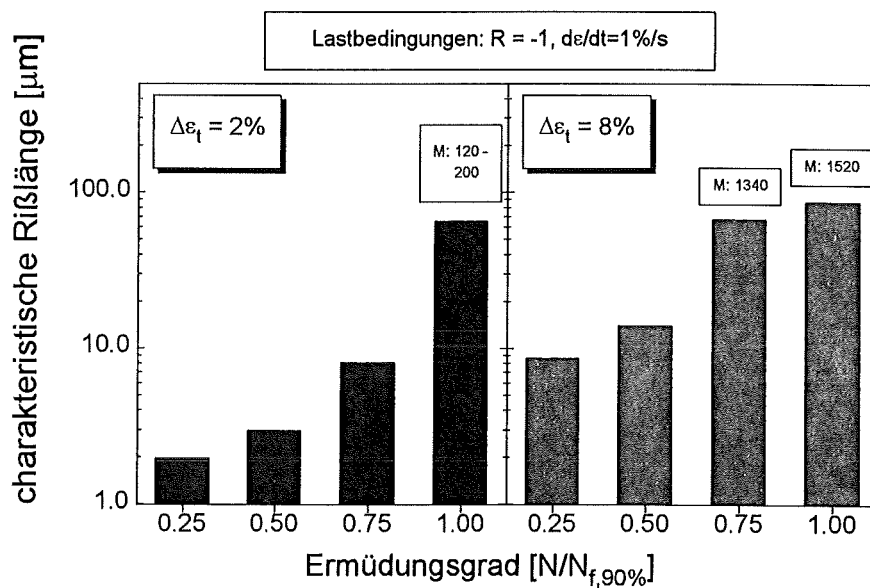


Bild 111 Verfahren zur Ermittlung einer charakteristischen Rißlänge

Nach diesem Verfahren kommt man für die reversierenden Ermüdungsexperimente zu folgenden Diagrammen:

a)



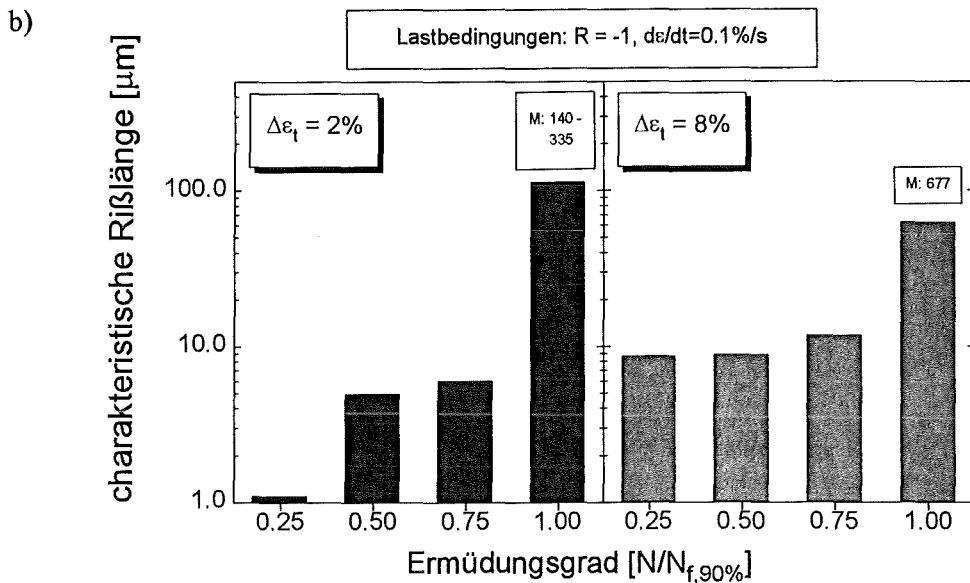


Bild 112 Rißwachstum in Biegeermüdung: a) schnell reversierend, b) langsam reversierend

Teilbild a) zeigt das mittlere Rißwachstum für Dehnraten von 1%/s, Teilbild b) für 0.1%/s. In beiden Diagrammen sind links die ansteigenden Rißlängen für 2% Dehnungsschwingbreite, rechts für 8% angegeben. Über den Balken sind zusätzlich vorhandene Makrorisse mit einem typischen Längenbereich angegeben. Das Rißwachstum erweist sich als nur schwach abhängig von der Dehnrates. Für schnelles Reversieren mit $\Delta\epsilon_t = 2\%$ bilden sich bereits bei 25% der Lebensdauer mit 2µm größere Risse als für 0.1%/s Dehnrates. Allgemein wachsen die Rißlängen für schnelles Reversieren zwischen 50% und 75% der Lebensdauer stärker. Bei langsamem Zyklieren setzt die Makrorißbildung erst später (**nach 75% der Lebensdauer**) ein, führt dann aber bei $N_{f,90\%}$ zu ähnlich langen Rissen wie für die Dehnrates 1%/s.

6.1.2.8 Einflüsse verschiedener Versuchsparameter

Die Einflüsse der verschiedenen Versuchsparameter auf das Ermüdungsverhalten sind in Tabelle 5 zusammengefaßt.

Versuchsparameter	Einfluß auf die Ermüdung
<i>Probengeometrie</i>	kein Einfluß für $l=1-2\text{mm}$, $b=1-4\text{mm}$, $h=70-200\mu\text{m}$
<i>Dehnungsschwingbreite</i> $\Delta\epsilon_{\text{max,t}}$	Coffin-Manson-Verlauf mit Versagenslastspielzahlen: für $\Delta\epsilon_{\text{max,t}}=2\%$: ca. 9000, für $\Delta\epsilon_{\text{max,t}}=8\%$: ca. 600
<i>Dehnungsverhältnis</i> R	$R=0$: stärkere Last-Relaxationsprozesse, kürzere Lebensdauern verglichen mit $R=-1$
<i>Dehnrates</i> $\frac{d\epsilon}{dt}$	keine gravierenden Unterschiede zwischen 0.1%/s und 1%/s in den Lastkurven, jedoch deutlich kürzere Lebensdauern und insgesamt weniger Risse für kleine Dehnrates
<i>allgemein gültig:</i>	schmäler und steiler werdende pseudoelastische Hysterese, stabile Umwandlungstemperaturen und mechanische Eigenschaften, Rißentstehung an $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}_x$ -Einschlüssen

Tabelle 5 Biegeermüdung: Einflüsse der Versuchsparameter

6.2 Zug/Druck-Versuche an unverschweißtem Material

6.2.1 Zug/Druck-Asymmetrie

6.2.1.1 Phänomenologie

Im Unterschied zu plastischer Verformung bei Stählen bewirkt der pseudoelastische Deformationsmechanismus eine ausgeprägte räumliche Anisotropie, die sich beispielsweise in einer Zug/Druck-Asymmetrie in einachsigen Experimenten äußert. Bei Dehnraten von 1%/s und Testtemperaturen von -68°C , 20°C und 111°C wurden kraftgeregelte Zug/Druck-Experimente an taillierten NiTi-Hourglassproben durchgeführt. Die Wahl dieser Temperaturen erfolgte anhand von DSC-Meßkurven und hatte zum Ziel, das Material im rein martensitischen (Probe M, -68°C), im pseudoelastischen (Probe P, 20°C) und im rein austenitischen Zustand (Probe A, 111°C) zu prüfen. Für konstante Temperierung sorgte ein Glycerin- bzw. Silikonölbad, in das die Proben vollständig eintauchten. Als Referenz für das Dehnungssignal diente der gemessene Maschinenweg, der mit Hilfe des bei Raumtemperatur mitgeschriebenen Dehnungssignals korrigiert wurde. Jede Probe wurde einige Zyklen gefahren, bis sich die mechanischen Kurven stabilisiert hatten. Erst dann wurde ein vollständiger Lastzyklus aufgezeichnet. Die Wiederholbarkeit der Spannungs/Dehnungs-Kennlinien lag bei etwa $\pm 60\text{MPa}$. Die Kurven waren unabhängig von der Reihenfolge der Belastung in Zug- bzw. Druckphase gut reproduzierbar. Die Meßreihe ist in Bild 113 wiedergegeben.

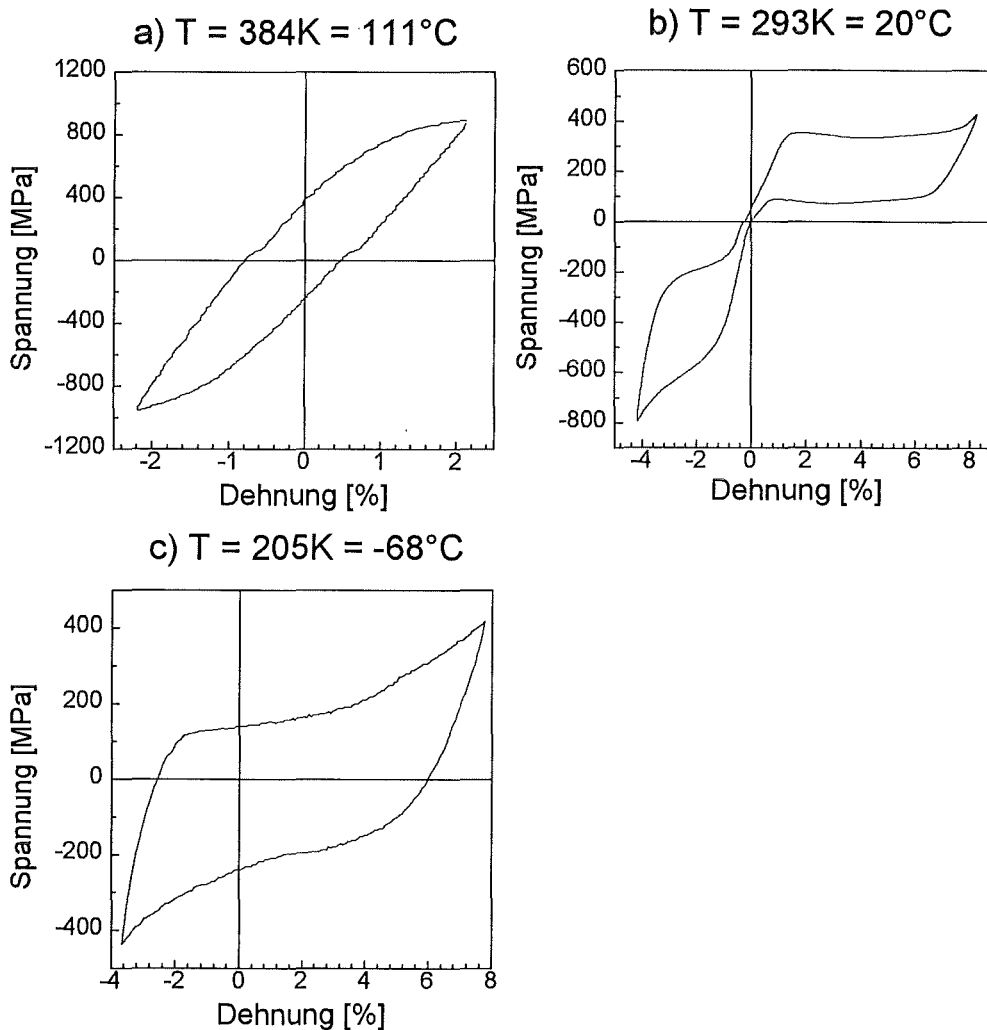


Bild 113 Zug/Druck-Hysteresen für a) austenitische ($T=384\text{K}=111^{\circ}\text{C}$), b) pseudoelastische ($T=293\text{K}=20^{\circ}\text{C}$) und c) martensitische ($T=205\text{K}=-68^{\circ}\text{C}$) NiTi-Zugproben

Probe A zeigt eine für plastische Deformation typische, symmetrische Hysteresekurve. Die Zustände P und M hingegen weisen eine ausgeprägte Zug/Druck-Asymmetrie auf, die für die pseudoelastische Probe am größten ist. Dort können Zugdehnungen von 8% realisiert werden mit einer Spannungsantwort unterhalb von 400MPa. Andererseits werden in Druckbelastung 400MPa bereits unterhalb von 1% Dehnung erreicht. Ähnlich generiert Probe M eine Rückspannung von 200MPa bei 4% Zugdehnung, jedoch über 300MPa bei nur 1.6% Druckdehnung.

6.2.1.2 Kristallographisches Erklärungsmodell

Die in Zug/Druckversuchen beobachteten Phänomene sind bereits (in kleinerem Ausmaß) bei TRIM-Stählen oder anderen martensitischen Materialien als „strength differential effect“ bekannt [Dry86]. Falls Mikrorisse, $Ti_4Ni_2O_x$ -Einschlüssen oder Eigenspannungen für den bei NiTi beobachteten strength differential-Effekt in NiTi verantwortlich wären, müßten diese Einflüsse auch für die austenitische Probe A wirksam sein, und man würde dort ebenfalls eine Zug/Druck-Asymmetrie erwarten, was den experimentellen Befunden widerspricht. Patel und Cohen [Pat53] analysierten den Einfluß einachsiger Dehnung bzw. Kompression sowie hydrostatischen Drucks auf die martensitische Transformation. Ihre Studien zeigten, daß sich Martensit leichter unter Zuglast als unter Drucklast formt. Sie argumentierten mit verschiedenen Beiträgen der angelegten Spannung zur freien Energie über Scher- und Normalspannungskomponenten. Die Theorie von Patel und Cohen basiert jedoch auf kontinuumsmechanischen Annahmen, d.h. Martensit kann entlang jeder beliebigen Raumorientierung wachsen, und ist daher für texturiertes Material wenig zutreffend.

Kulin, Cohen und Averbach [Kul52] beobachteten, daß sich die Entstehung spannungsinduzierten Martensits in Biegebalken nur auf den unter Zugspannung stehenden Teil des Balkenquerschnitts beschränkt. Als Erklärung lösten sie Zug- und Druckspannungen mit Hilfe des Mohr'schen Spannungskreises jeweils in Normal- und Scherkomponenten auf und fanden eine Asymmetrie, welche die SIM-Entstehung im Zug begünstigt. Für Ni-0.5%C-Stahl berechneten sie die Druckspannungen, die zur Erzeugung von SIM benötigt werden und erhielten Werte, die bis zu einem Faktor 1.8 größer sind als entsprechende Zugspannungen. Auch sie setzten aber eine zufällige räumliche Verteilung möglicher Martensitvarianten voraus und machten keine Aussage über die Richtungsabhängigkeit der Lastachse in Bezug auf Kristallorientierungen.

Saburi und Nenno [Sab82] benutzten ein kristallographisches Modell basierend auf der Wechsler-Liebermann-Read-Theorie zur Beschreibung eines auf Phasentransformation beruhenden Deformationsverhaltens. Sie berechneten für einkristallines NiTi eine anisotrope Dehnungsverteilung in Abhängigkeit von der gewählten Lastrichtung. Von dieser Theorie ist die folgende Darstellung abgeleitet.

Die Gittertypen von NiTi wurden bereits in Kap. 2.3 vorgestellt. Die austenitische Phase besitzt eine CsCl-Struktur (B2) mit Gitterparameter $a=0.3015\text{nm}$, die Martensitstruktur ist monoklin (2H) mit Gitterabständen: $a=0.4120\text{nm}$, $b=0.2889\text{nm}$, $c=0.4622\text{nm}$ und $\alpha=96.8^\circ$. Die Orientierungsbeziehung zwischen beiden Phasen lautet:

$$(001)_m // (011)_{B2}, [\bar{1}10]_m // [\bar{1}\bar{1}1]_{B2}$$

Der Index m bezieht sich auf das Martensitgitter, B2 auf das Austenitgitter. Diese Relation kann von insgesamt 12 kristallographisch unterscheidbaren Varianten erfüllt werden, die in Tabelle 6 aufgelistet sind.

Variante	$[100]_m$	$[010]_m$	$[001]_m$
1	$[011]_{B2}$	$[\bar{1}00]_{B2}$	$[0\bar{1}1]_{B2}$
2	$[0\bar{1}1]_{B2}$	$[\bar{1}00]_{B2}$	$[011]_{B2}$
3	$[011]_{B2}$	$[\bar{1}00]_{B2}$	$[0\bar{1}1]_{B2}$
4	$[0\bar{1}1]_{B2}$	$[\bar{1}00]_{B2}$	$[011]_{B2}$
5	$[101]_{B2}$	$[0\bar{1}0]_{B2}$	$[10\bar{1}]_{B2}$
6	$[\bar{1}01]_{B2}$	$[0\bar{1}0]_{B2}$	$[101]_{B2}$
7	$[\bar{1}0\bar{1}]_{B2}$	$[0\bar{1}0]_{B2}$	$[\bar{1}01]_{B2}$
8	$[10\bar{1}]_{B2}$	$[0\bar{1}0]_{B2}$	$[\bar{1}0\bar{1}]_{B2}$
9	$[110]_{B2}$	$[00\bar{1}]_{B2}$	$[\bar{1}\bar{1}0]_{B2}$
10	$[\bar{1}\bar{1}0]_{B2}$	$[00\bar{1}]_{B2}$	$[110]_{B2}$
11	$[\bar{1}\bar{1}0]_{B2}$	$[00\bar{1}]_{B2}$	$[1\bar{1}0]_{B2}$
12	$[1\bar{1}0]_{B2}$	$[00\bar{1}]_{B2}$	$[110]_{B2}$

Tabelle 6 Orientierungsbeziehung zwischen Martensitvarianten (Index m) und Austenitphase (Index B2)

Bild 114 ist eine exemplarische Darstellung der speziellen Orientierungsbeziehung für die Variante 4.

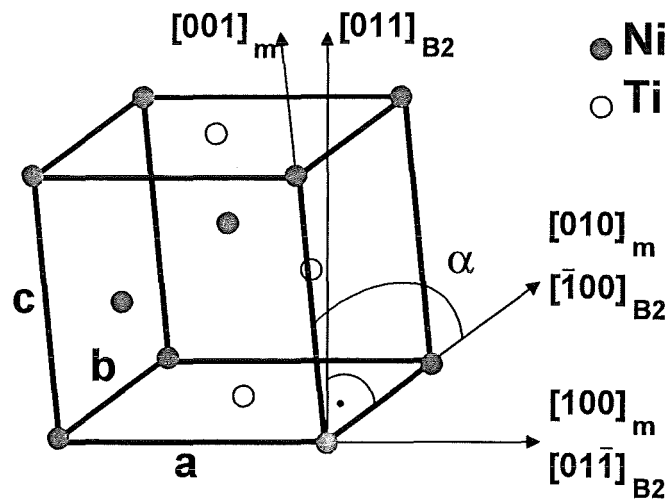


Bild 114 Gitterbeziehung zwischen 2H Martensit (Index m) und Austenit (Index B2)

Es soll nun die räumliche Verteilung der Umwandlungsdehnung berechnet werden, die bei der Transformation einer austenitischen Matrix in jede der 12 möglichen Martensitvarianten entsteht. Die Umwandlung von Austenit in eine bestimmte SIM-Variante kann in Anlehnung an Kap. 2.3 durch einen Transformationstensor T beschrieben werden, der sich aus einer Rotation R , einer Verzerrung D und einer Scherkomponente S zusammensetzt: $T(\mathbf{v}) = RDSR^{-1}(\mathbf{v})$, wobei \mathbf{v} ein beliebiger Vektor im Austenitgitter sein soll. $G = DS$ wird als 'Deformationsgradiententensor' bezeichnet [Sab82]. Die Rotationskomponente R dreht die Hauptachsen einer Martensitvariante auf die Hauptachsen der austenitischen Ausgangsphase, gemäß der vorgegebenen Orientierungsrelation. D paßt die Längen der beiden Hauptachsensysteme an und S stellt die Scherung bereit, die für die beobachtete monokline Martensitstruktur benötigt wird. Die nichtverschwindenden Komponenten des Deformationsgradiententensors können anhand einfacher geometrischer Betrachtungen mit Hilfe von Bild 114 unter

Ausnutzung der austenitischen Gitterabstände $d_{100,B2} = 0.3015\text{nm}$ und $d_{110,B2} = 0.2132\text{nm}$ berechnet werden:

$$(34) \quad \begin{aligned} G_{11} &= \frac{a}{2 d_{110,B2}} = 0.966, \\ G_{22} &= \frac{b}{d_{100,B2}} = 0.958, \\ G_{33} &= \frac{c}{2 d_{110,B2}} \cos(6.8[^\circ]) = 1.076, \\ G_{23} &= -C \frac{\cos(6.8[^\circ])}{2 d_{110,B2}} = -0.128. \end{aligned}$$

Die Drehmatrix R für jede der 12 möglichen Martensitvarianten ist durch die spezielle Orientierungsbeziehung (Tab. 6) festgelegt. Für Variante 4 ergibt sich beispielsweise:

$$(35) \quad R_{\text{Variante 4}} = \begin{bmatrix} 0 & -1 & 0 \\ \frac{1}{\sqrt{2}} & 0 & \frac{1}{\sqrt{2}} \\ \frac{-1}{\sqrt{2}} & 0 & \frac{1}{\sqrt{2}} \end{bmatrix}.$$

Auf diese Weise kann der Tensor $T = RDSR^T$ für jede Variante berechnet werden. Die Umwandlungsdehnung entlang einer bestimmten, vorgegebenen Lastrichtung in Vektordarstellung $v = (x \ y \ z)$ kann nun ausgedrückt werden als Quotient aus transformiertem und untransformiertem Gittervektor:

$$(36) \quad \varepsilon_{\text{Variante } n}(v) = \frac{|T_{\text{Variante } n}(v)|}{|v|}.$$

Die Resultate dieser Rechnungen sind in Bild 115 dargestellt. Dort ist die räumliche Verteilung der Umwandlungsdehnungen für Variante 4 über stereographischen Koordinaten ($x_{\text{stereo}} = \frac{x}{1+z}$, $y_{\text{stereo}} = \frac{y}{1+z}$) aufgetragen. Zur besseren Orientierung sind zusätzlich einige kristallographische Richtungen, jeweils bezogen auf das B2-Gitter, eingezeichnet. Ähnliche Graphen lassen sich für die anderen 11 Martensitvarianten erzeugen. Dabei entstehen wegen der kubischen Symmetrie des Austenitgitters jeweils identische Teilbilder in allen vier Quadranten.

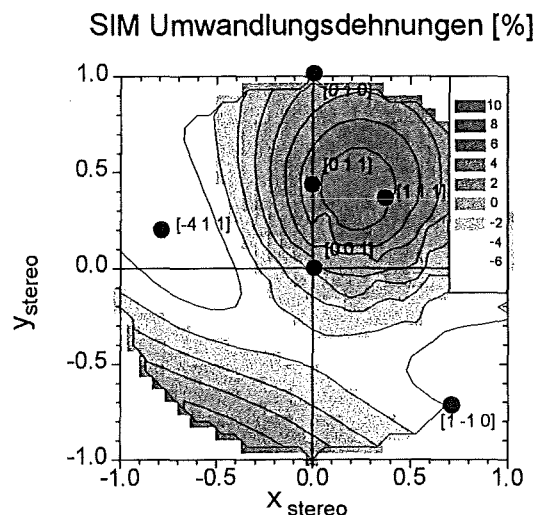


Bild 115 Räumliche Verteilung der SIM-Umwandlungsdehnung für Variante 4. Maximale Zugdehnungen erhält man zwischen $[011]_{B2}$ und $[111]_{B2}$ -Richtungen.

Tabelle 7 listet die berechneten Umwandlungsdehnungen für alle Varianten entlang der kristallographischen Achsen $[111]_{B2}$, $[110]_{B2}$ und $[100]_{B2}$ auf.

Variante	$[111]_{B2}$	$[110]_{B2}$	$[100]_{B2}$
1	-4	-5	-4
2	-1	-5	-4
3	-4	4	-4
4	10	4	-4
5	-4	4	3
6	10	4	3
7	-4	-5	3
8	-1	-5	3
9	-4	-3	3
10	-1	8	3
11	-4	-3	3
12	10	8	3

Tabelle 7 SIM-Umwandlungsdehnungen (in Prozent) entlang $[111]_{B2}$, $[110]_{B2}$ und $[100]_{B2}$ -Richtungen. Zugdehnungen sind mit positivem Vorzeichen angegeben, Stauchungen negativ.

Für die SIM-Entstehung unter uniaxialer Zug- oder Druckbelastung entlang einer dieser drei kristallographischen Orientierungen kann man aus Tab. 7 entnehmen, welche Martensitvariante entstehen wird, um der angelegten Spannung eine möglichst große, vorzeichengleiche Umwandlungsdehnung bereitzustellen. Rechnerisch ergibt sich beispielsweise unter einer Zugbeanspruchung für Variante 4 eine maximale Dehnung von 10.6% bei einer Lastrichtung zwischen $[011]$ und $[111]$, während die maximale Stauchung auf etwa 6.8% bei der $[\bar{4}11]$ - oder nahe der $[1\bar{1}0]$ -Lastrichtung beschränkt ist (s. auch Bild 115). Für die Berechnung einer Zug/Druck-Asymmetrie definiert man die Dehnungsasymmetrie r wie folgt:

$$(37) \quad r \equiv \left| \frac{\varepsilon_{\max, \text{Zug}}}{\varepsilon_{\max, \text{Druck}}} \right| . \text{ Das Maximum ist jeweils über alle Varianten zu bilden.}$$

Damit ist berücksichtigt, daß bei Zug- und Druckbeanspruchung die SIM-Varianten mit der größten lastgerichteten Umwandlungsdehnung unabhängig voneinander gebildet werden. Bild 116 zeigt die räumliche Verteilung der Zug/Druck-Dehnungsasymmetrie r . Ein ausgeprägter strength differential-Effekt nahe $\langle 111 \rangle_{B2}$ -Orientierungen kann vorhergesagt werden. Dort beträgt die Umwandlungsdehnung unter Zuglast mehr als das 2.5-fache der entsprechenden Druckdehnung. Entlang $\langle 110 \rangle_{B2}$ -Achsen wird immer noch eine Asymmetrie von 1.5 erwartet. Bei $\langle 100 \rangle$ -Achsen kehrt sich das Verhalten um: Druckdehnungen (4.2%) übersteigen Zugdehnungen (2.6%) deutlich. Dennoch sind dort die Absolutwerte der Dehnungen viel kleiner als nahe an $\langle 110 \rangle_{B2}$ oder $\langle 111 \rangle_{B2}$. Um eine Aussage für polykristallines Material mit einer angenommenen statistischen Kornorientierung zu treffen, wurde die Dehnungsasymmetrie $r(x,y,z)$ über alle Lastrichtungen gemittelt, was einen Wert von $\bar{r}=1.46$ liefert. Folglich ist auch für untexturiertes, polykristallines Material eine meßbarer Zug/Druck-Asymmetrie zu erwarten, bei der Zugdehnungen im Mittel etwa 50% höher liegen als Druckdehnungen.

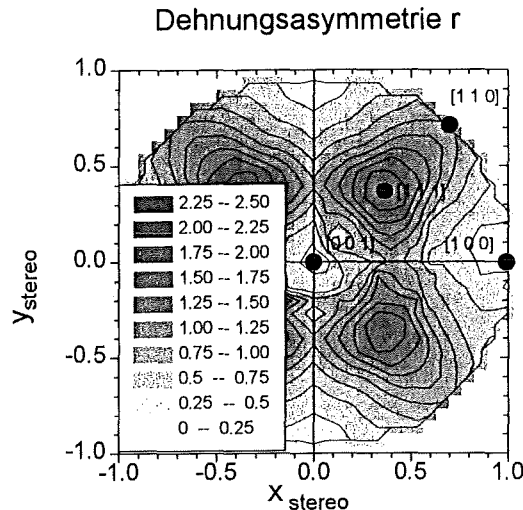


Bild 116 Räumliche Verteilung der Dehnungsasymmetrie r

Für die in der Messung eingesetzten Zugproben wurde in Kap. 4.2.4.4 eine scharfe (111)-Drahttextur bestimmt. Daher ist anhand von Bild 116 zu erwarten, daß sich die Zug/Druck-Asymmetrie für diese Proben besonders stark auswirkt.

Im Rahmen der dargestellten kristallographischen Theorie lassen sich die Meßkurven der Proben A, P und M (Bild 113) nun wie folgt erklären:

Probe A bleibt während des Experiments vollständig austenitisch und zeigt dabei plastische Verformung, die sich in Form einer symmetrischen Zug/Druck-Hysterese äußert).

Bei Probe M stellt sich im lastfreien Zustand während des Abkühlens auf -68°C eine thermisch induzierte, martensitische Mikrostruktur mit statistischer Verteilung der 12 möglichen Orientierungsvarianten in selbstakkommodierten Gruppen ein. Während einer Zug- oder Druckbelastung werden zunächst Varianten entzwillingt und dann schrittweise spannungsinduziert in einen einzigen, durch die Last favorisierten Variantentyp V_{ϵ} umgewandelt. Für einige Lastrichtungen umfaßt V_{ϵ} mehrere Varianten, die sich gleichberechtigt bilden und symmetrisch zur Lastachse angeordnet sind (Vgl. auch Tab. 7). Die durchgeführten Zug/Druck-Versuche entsprechen der Belastung einer (111)-texturierten Probe entlang der $[111]_{\text{B2}}$ -Richtung. Für Zugbeanspruchung sind dort die drei SIM-Varianten 4, 6 und 12 mit der gleichen Umwandlungsdehnung von 9.7% symmetrisch um den $[111]_{\text{B2}}$ -Pol angeordnet. Dieser Variantentyp sei mit $V_{\epsilon,t}$ (t =tension) bezeichnet. Entsprechend liegen für Druckbelastung eine Klasse $V_{\epsilon,c}$ (c =compression) aus den sechs Varianten 1, 3, 5, 7, 9 und 11 mit einheitlicher Umwandlungsdehnung von 3.7% symmetrisch um den $[111]_{\text{B2}}$ -Pol und können gleichberechtigt wachsen. Aus dem Vergleich der Zug- und Druck-Umwandlungsdehnungen ergibt sich, daß die Lastkurve für eine vorgegebene Spannung im Zugbereich weitaus größere Dehnungen aufweisen muß als im Druckbereich, wie das Experiment belegt (Bild 113c).

Die pseudeolastische Probe P (Bild 113b) ist im lastfreien Zustand austenitisch und bildet SIM während der Beanspruchung. Wiederum bilden sich die Variantenklassen $V_{\epsilon,t}$ im Zugbereich und $V_{\epsilon,c}$ im Druckbereich. Da im Druckbereich nur maximal 3.7% Umwandlungsdehnung bereitgestellt werden können, steigt die Rückspannung schnell an, und plastische Verformung gewinnt an Bedeutung. Im Vergleich mit der martensitischen Probe liegen die Spannungswerte systematisch höher, da die Bildung von SIM-Varianten aus der austenitischen Phase gemäß der Clausius-Clapeyron-Gleichung wesentlich höhere Energiebeträge erfordert als die Reorientierung bereits bestehender Martensitvarianten in Probe M.

6.2.2 Zug/Druck-Ermüdung

6.2.2.1 Mechanismen zur Erklärung der Veränderung von mechanischen und pseudoelastischen Eigenschaften

Ähnlich wie in den Biege-Ermüdungsexperimenten zeigen sich für die Hourglass-Zug/Druck-Proben steiler und schmaler werdende pseudoelastische Hysteresen bei etwa gleich bleibender Spannungsschwingbreite. Als zusätzliche Phänomene treten eine (zur Beanspruchung proportionale) Relaxation der Mittelspannung auch in reversierenden Experimenten sowie eine deutliche Dehnratenabhängigkeit der Lastkurven hinzu.

Die Relaxation der Mittelspannung liegt begründet in der asymmetrischen Lastantwort unter Zug- und Druckdehnungsbeanspruchung. Da im Druckbereich sehr viel höhere Spannungen aufgebaut werden und plastische Deformation stärker ausgeprägt ist als im Zugregime, entsteht ein Eigenspannungsfeld, das vornehmlich Drucklasten entgegengerichtet ist und die Mittelspannung in den Zugbereich verschiebt.

Für Dehnraten von 1%/s zeigen die Lastkurven plastische Verformungsanteile von anfänglich bis zu 0.5% irreversibler Dehnung und einen steilen Plateauverlauf. Außerdem findet man einen Knick in den linear-elastischen Abschnitten beim Last-Nulldurchgang. Für kleinere Dehnraten (0.1%/s) hingegen sind die irreversiblen Dehnungen deutlich geringer und die Hysteresebreiten kleiner. Ebenso liegt das Hystereseplateau bei Neubelastung wesentlich flacher, und der linear-elastische Zweig verläuft geradlinig zwischen Zug- und Druckbereich.

Diese Effekte werden maßgeblich von thermischen Vorgängen hervorgerufen. Wie DSC-Messungen zeigen, liegt die mittlere Umwandlungswärme für NiTi bei etwa 20J/g. Während der exothermen Martensitbildung wird diese große Wärmemenge an die Umgebung abgeführt, bei der Rückumwandlung wird ungefähr derselbe Betrag der Umgebung entzogen. Der wesentliche Wärmeaustauschprozeß bei einer im Zugstrang eingespannten Hourglassprobe ist die Wärmeleitung in das anschließende Metallgestänge. Wie quantitative Untersuchungen ergeben (s. Kap. 6.3.2), liegen die typischen Austauschzeiten für die Zugprobengeometrie in der Größenordnung einiger Sekunden. Diese thermische Trägheit hat zur Folge, daß eine bei hohen Dehnraten zyklisierte Probe während der einsetzenden Umwandlung, die nicht im ganzen Volumen schlagartig abläuft, in der Nähe der Umwandlungsfront bleibend erwärmt wird und dadurch gemäß der Clausius-Clapeyron-Gleichung eine höhere Einsatzspannung für die Bildung weiteren SIMs benötigt wird. Mit jedem umwandelnden Volumenanteil entsteht zusätzliche Wärme, die sich anstaut, so daß die SIM-Einsatzspannung während der gesamten Umwandlung ansteigt. Die umgekehrte Argumentation gilt für die Abkühlung der Probe bei der Rückumwandlung. Insgesamt ergeben sich daraus steilere Plateausteigungen in der pseudoelastischen Hystereseurve. Da das Wachstum der Grenzflächen martensitischer Varianten abschnittsweise bei ständig steigender Spannung abläuft, entsteht ein hohes Maß an Fehlpassung und damit verbunden lokale plastische Deformation, wodurch Energie dissipiert wird. Dieser Energieaufwand spiegelt sich in der großen Hysteresebreite wider. Im Falle kleiner Dehnraten (0.1%/s) wird die Umwandlungswärme schnell genug abgeführt, um eine weitgehend konstante SIM-Einsatzspannung über den gesamten Transformationsbereich weg zu erhalten. Die dissipierte Energie ist geringer, woraus sich schmalere Hystereseverläufe ergeben.

Die genannten Prozesse sind während der ersten Belastungszyklen besonders deutlich und werden im späteren Verlauf der Ermüdung durch die Akkumulation von Eigenspannungen und irreversiblen Umwandlungsanteilen zunehmend verdeckt.

6.2.2.2 Mechanisches Ermüdungsverhalten

Die qualitative Darstellung der mechanischen Ermüdung von NiTi-Hourglassproben in Kap. 6.1.2.3 wird in diesem Abschnitt detailliert quantifiziert. Dazu werden die folgenden mechanischen Kenngrößen benötigt:

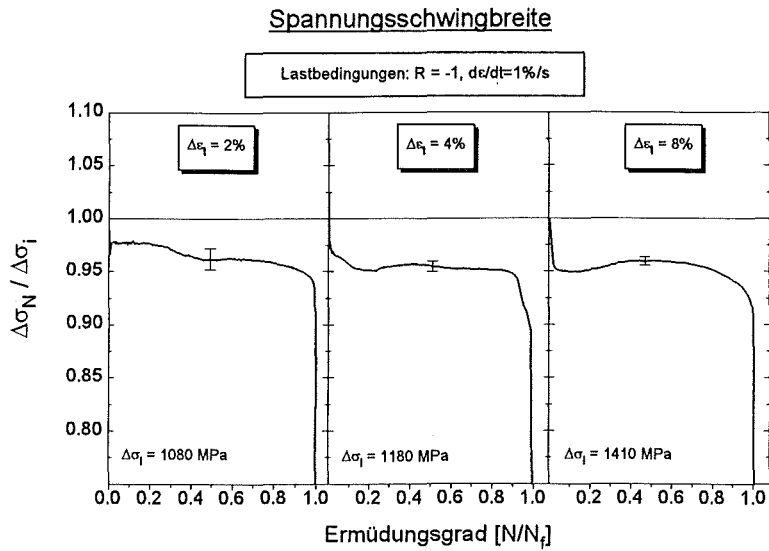
- Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma_N$: Zum Vergleich unterschiedlicher Lastbedingungen wurde die Schwingbreite auf ihren Anfangswert $\Delta\sigma_i$ bezogen aufgetragen.
- Mittel-Spannung σ_0 : σ_0 ist definiert als die am Zyklermittelpunkt $\frac{\varepsilon_{\max} + \varepsilon_{\min}}{2}$ angenommene Spannung und wird für reversierende Experimente aus den zwei Dehnungsnulldurchgängen gemittelt. Im Gegensatz zu den Biege-Ermüdungsversuchen bleibt die Mittelspannung wegen der Zug/Druck-Asymmetrie auch bei reversierender Versuchsführung nicht konstant und variiert mit der Ermüdungslastspielzahl. Als einheitenlose Größe wurde σ_0 als Bruchteil von $\Delta\sigma_i$ aufgetragen.
- Plastische Dehnung ε_p : Anders als für die Biegeermüdung waren in Zug/Druck-Experimenten für einige Lastbedingungen irreversible Dehnanteile nach Entlastung festzustellen, deren Größe sich während der Ermüdung veränderte. Diese plastische Dehnung ist in Prozent angegeben.

Wieder wurden für jeden Lastfall die drei gewählten Maximaldehnungsamplituden 1%, 2% und 4% nebeneinander in jeweils ein Diagramm eingetragen. Bild 117 gibt die Lastschwingbreite, Bild 118 die Mittelspannung und Bild 119 die plastische Dehnung wieder. Die Teilbilder a), b), c) beinhalten jeweils die Lastbedingungen:

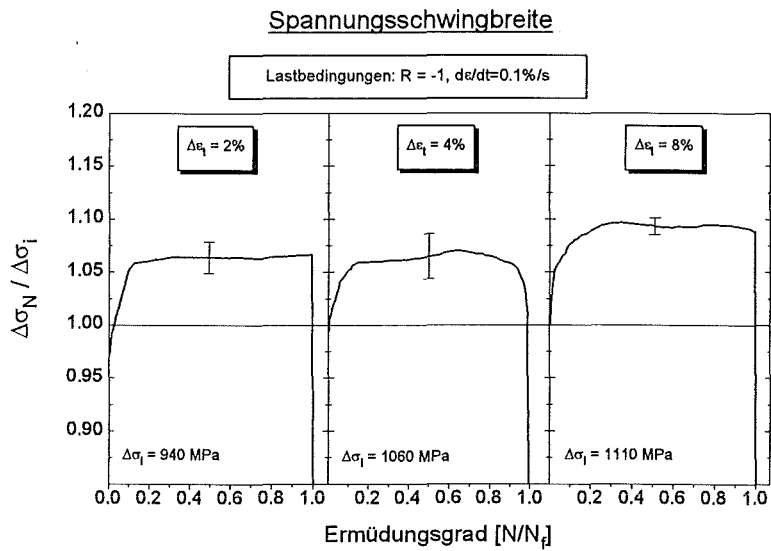
Teilbilder	a): $R = -1, \frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$	(schnelles, reversierendes Zyklieren)
	b): $R = -1, \frac{d\varepsilon}{dt} = 0.1\%/s$	(langsames, reversierendes Zyklieren)
	c): $R = 0, \frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$	(schnelles, einsinniges Zyklieren).

Die Fehlerbalken in allen Graphen geben die maximalen Schwankungen der Meßschriebe an.

a)



b)



c)

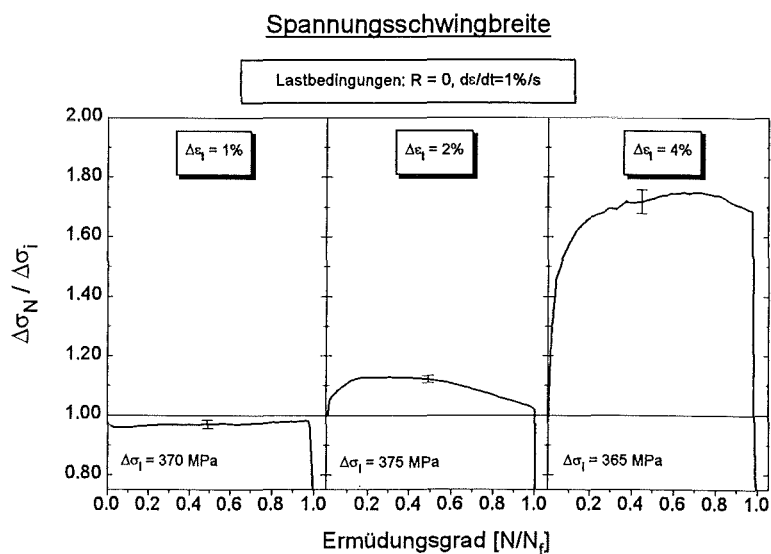
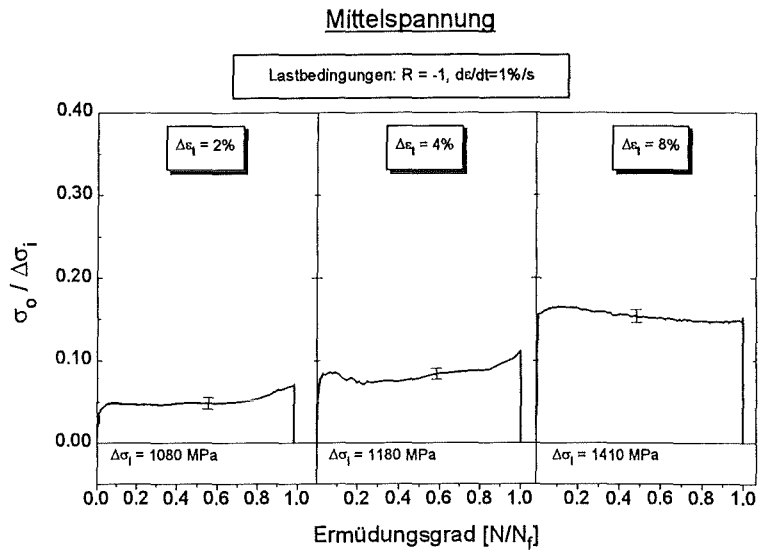
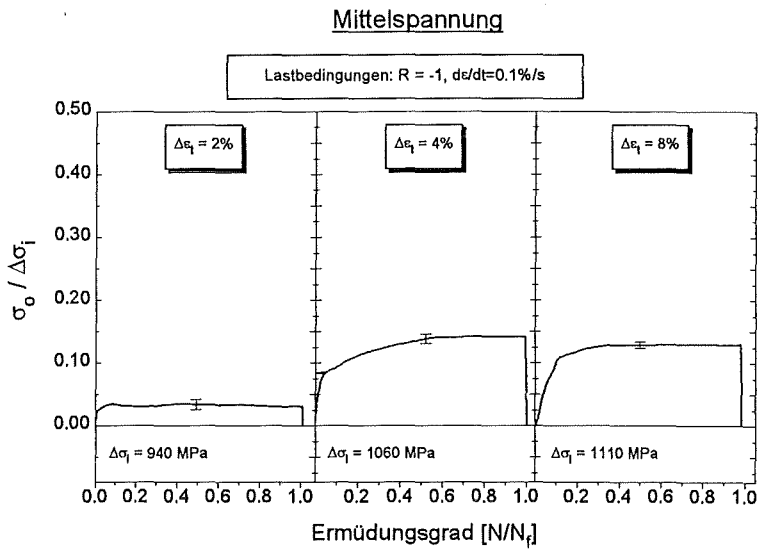


Bild 117 Spannungsschwingbreite für verschiedene Lastbedingungen in Zug/Druck-Ermüdung

a)



b)



c)

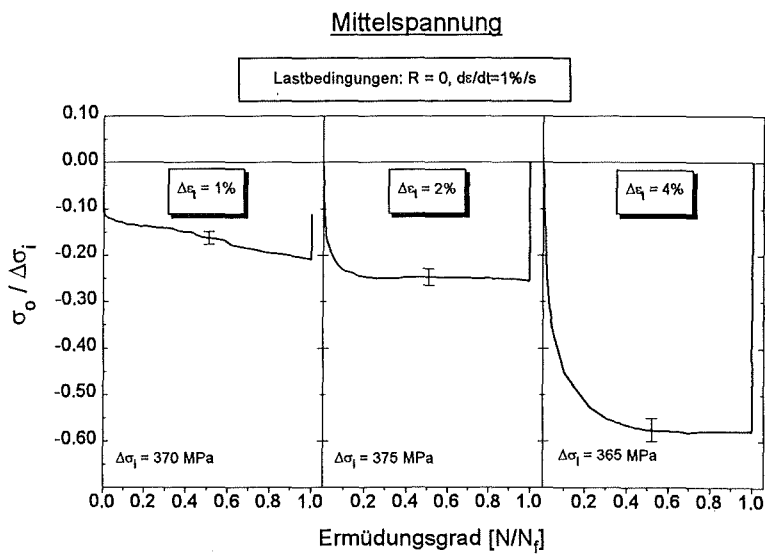
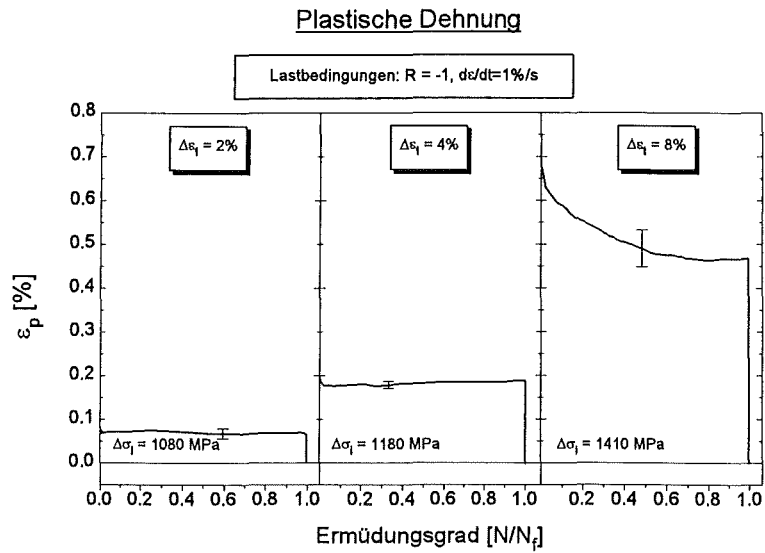
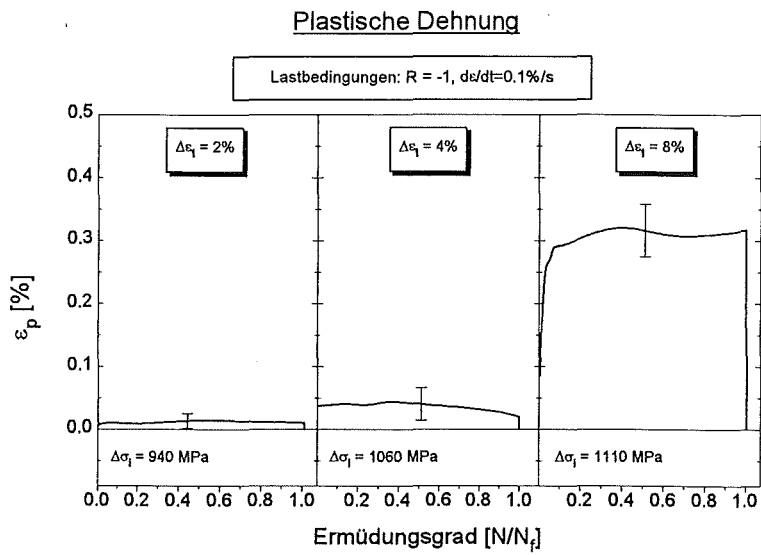


Bild 118 Mittelspannung für verschiedene Lastbedingungen in Zug/Druck-Ermüdung

a)



b)



c)

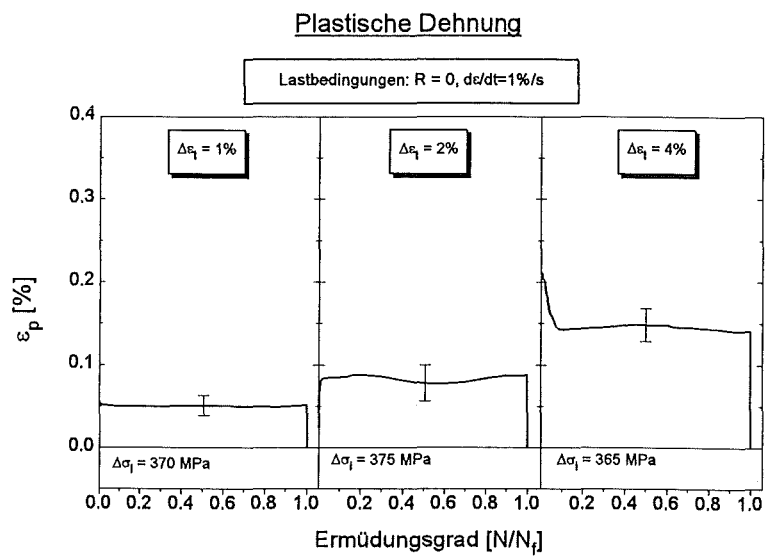


Bild 119 Plastische Dehnung für verschiedene Lastbedingungen in Zug/Druck-Ermüdung

Aus den Bildfolgen lassen sich folgende Schlüsse ziehen:

Bild 117-119a) $R = -1$, $\frac{d\epsilon}{dt} = 1\%/s$ (schnell reversierende Last):

Während einer Einlaufphase, die sich maximal über die ersten 5% der Lebensdauer erstreckt, relaxiert die Mittelspannung deutlich zu positiven Werten: für $\Delta\epsilon_i=2\%$ um 5%, für $\Delta\epsilon_i=4\%$ um 8% und für $\Delta\epsilon_i=8\%$ um 16% der Lastschwingbreite. Da die Spannungsasymmetrie mit wachsender Dehnungsschwingbreite zunimmt, ist dieses Verhalten verständlich. Parallel dazu fällt die Spannungsschwingbreite steil ab (bis auf 97% für $\Delta\epsilon_i=2\%$ und 95% für $\Delta\epsilon_i=8\%$), da eine Verschiebung der Mittelspannung in den Zugbereich wegen der Lastasymmetrie das Spannungsminimum stark anhebt, das Spannungsmaximum aber kaum. Ein angedeuteter Anstieg der Lastschwingbreite bis 50% der Lebensdauer liegt wie bei den Biegeversuchen in der Ansteilung der pseudoelastischen Hysterese begründet. Bis 95% der Lebensdauer bleibt die Spannungsschwingbreite jedoch sehr konstant in einem Intervall von 94% bis 97% der Anfangsschwingbreite und fällt sehr steil. Die Mittelspannung σ_0 steigt für Dehnungsschwingbreiten bis 4% in den letzten 20% der Ermüdung noch einmal leicht an: Die fortschreitende Ribentwicklung macht den Kurvenverlauf inklusive der elastischen Zweige flacher. Wiederum wegen der Last-Asymmetrie wandert dadurch das Spannungsminimum stärker als das Maximum, und die Mittelspannung steigt. Plastische Dehnanteile betragen für $\Delta\epsilon_i=2\%$ konstant 0.07%, für $\Delta\epsilon_i=4\%$ konstant 0.18% und für $\Delta\epsilon_i=8\%$ anfänglich 0.67%, dann langsam zurückgehend auf 0.47%. Damit scheint die plastische Dehnung proportional zu der betragsmäßig größten Spannung zu verlaufen, die im Druckbereich angenommen wird. Diese relaxiert für $\Delta\epsilon_i=8\%$ von anfänglich -1000MPa auf etwa -650MPa. Spannungen unterhalb von 800MPa bewirken keine nennenswerte plastische Deformation.

Bild 117-119b) $R = -1$, $\frac{d\epsilon}{dt} = 0.1\%/s$ (langsam reversierende Last):

Für langsam reversierendes Zyklieren zeigt die Spannungsschwingbreite während der ersten Zyklen auch einen Abfall um 1-4% des Anfangswertes, steigt dann jedoch im Gegensatz zu schneller Versuchsführung rasch an auf Werte oberhalb von 1 (im Intervall [1.06, 1.10]). Dieser Anstieg beschreibt die Stabilisierungsprozesse der pseudoelastischen Hysterese zu einem steileren und schmaleren Verlauf. Im Gegensatz zu schnellem Zyklieren ist dieser Effekt nun nicht mehr von einem Abfall der Lastschwingbreite überdeckt, der dort von der Relaxation der hohen Druckspannungen herrührt. Diese hohen Drucklasten werden dadurch aufgebaut, daß die Probe einerseits im Druckbereich generell höhere Spannungen erzeugt und daß sie sich während der exothermen spannungsinduzierten Martensitbildung um einige Grad erwärmt und somit der Bildung weiteren Martensits eine höhere Energiebarriere entgegensetzt. Dies bewirkt steile Plateauverläufe bei hohen Dehnraten. Für langsames Zyklieren hingegen führt die Probe die Umwandlungswärme genügend schnell ab; die pseudoelastischen Plateaus verlaufen deutlich flacher. Der signifikante Abfall der Spannungsschwingbreite beginnt erst kurz vor Ende der Lebensdauer und spricht für eine späte Makrorißbildung. Ähnlich wie bei schnell reversierender Beanspruchung relaxiert die Mittelspannung für alle drei Dehnungsschwingbreiten um bis zu 14% nach oben. Der Anstieg bis 10% der Lebensdauer verläuft allerdings für $\Delta\epsilon_i=4\%$ und $\Delta\epsilon_i=8\%$ deutlich flacher, weil die Relaxation mit der Größe der Spannungsschwingbreite gekoppelt ist und diese ebenfalls langsamer ansteigt. Die plastische Dehnung ϵ_p ist mit maximal 0.03% bis $\Delta\epsilon_i=4\%$ und 0.3% für $\Delta\epsilon_i=8\%$ durchweg wesentlich geringer als bei schnellem Zyklieren wegen der kleineren entstehenden Maximallasten und der geringeren, in die Bildung von Austenit/Martensit-Grenzflächen dissipierten Energie bei kleineren Dehnraten. ϵ_p zeigt für $\Delta\epsilon_i=8\%$ einen rasch ansteigenden Anfangsverlauf, der damit zusammenhängt, daß die plastische Verformung anfangs sehr gering ist und erst im Laufe der Ermüdung durch den Anstieg der Lastschwingbreite und die Ansammlung irreversibler Deformationsanteile bis zu einem Gleichgewichtswert wächst.

Bild 117-119c) $R = 0$, $\frac{d\epsilon}{dt} = 1\%/s$ (schnelle, einsinnige Beanspruchung):

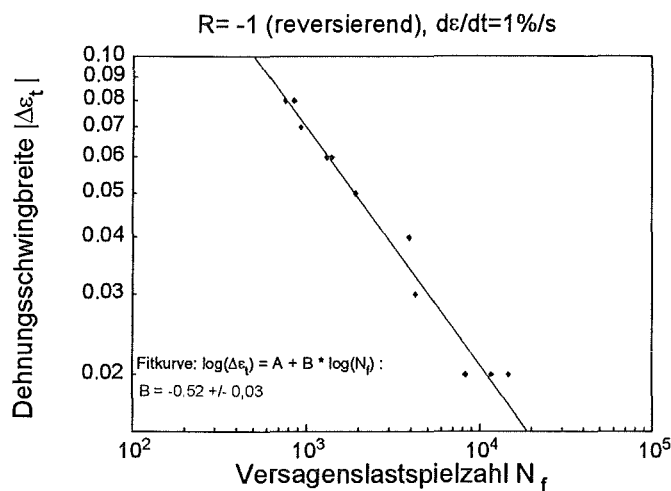
Bei einsinniger Belastung variiert die Spannungsschwingbreite deutlich stärker als bei reversierender Beanspruchung und schwankt für $\Delta\epsilon_i=2\%$ in den Grenzen [0.97, 1.09], für $\Delta\epsilon_i=4\%$ im Intervall [0.96,

1.12] und für $\Delta\varepsilon_i=8\%$ im Intervall [0.96, 1.74]. Diese hohen Lastantworten werden dadurch aufgebaut, daß die Mittelspannung in den linear-elastischen Druckbereich relaxiert, was die Minimalspannung eines Zyklus stark absenkt, die Maximallast hingegen weitgehend konstant läßt und somit die Gesamtschwingbreite ausdehnt. Zusätzlich werden die Hysteresen für $R=0$ sehr schnell steiler. Die Mittelspannung relaxiert dabei bis 40% der Lebensdauer für $\Delta\varepsilon_i=2\%$ auf -20%, für $\Delta\varepsilon_i=4\%$ auf -27% und für $\Delta\varepsilon_i=8\%$ gar auf -57% der Anfangslastschwingbreite. Die plastische Dehnung ε_p nimmt einerseits wegen der geringeren Maximallasten kleinere Werte als in schnell reversierender Versuchsführung an und bleibt bis zum Ende der Lebensdauer konstant auf den Werten 0.05%, 0.08% und 0.14% für die Dehnungsschwingbreiten $\Delta\varepsilon_i=2\%$, 4% und 8%.

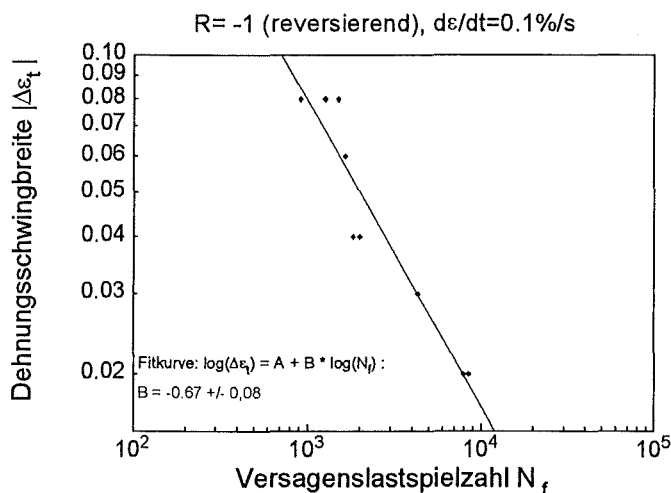
6.2.2.3 Dehnungs-Wöhlerkurven

Zur Beschreibung der Abhängigkeit der Versagenslastspielzahl von der Dehnungsschwingbreite eignet sich wie in den Biegeversuchen das Coffin-Manson-Gesetz. In Bild 120 sind die Dehnungs-Wöhlerkurven für a) schnell reversierende ($R= -1, \frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$), b) langsam reversierende ($R= -1, \frac{d\varepsilon}{dt} = 0.1\%/s$) und c) einsinnige ($R=0, \frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$) Beanspruchungen dargestellt. Wie bei den Biege-Wöhlerkurven wurde jeweils die Gesamdehnungsschwingbreite aufgetragen. Man erkennt eine verhältnismäßig geringe Streuung außerhalb der Fitgeraden. Eine Dauerfestigkeit ist für keine der Lastbedingungen feststellbar.

a)



b)



c)

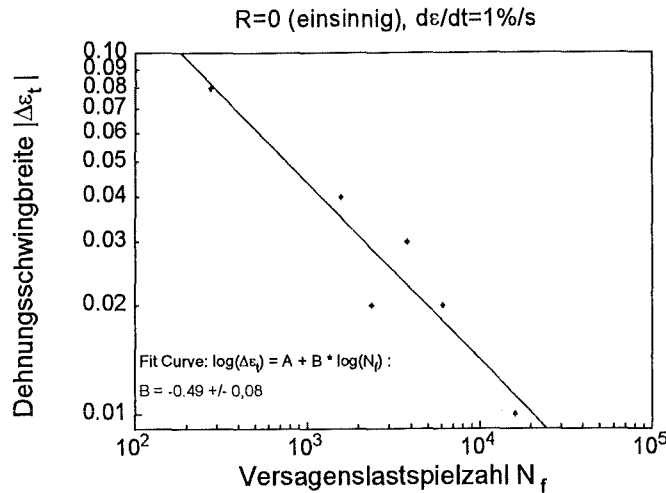


Bild 120 Dehnungswöhlerkurven für Zug/Druck-Ermüdung: a) schnelles Reversieren, b) langsames Reversieren, c) einsinnige Ermüdung

Der Wöhlerplot für schnell reversierendes Zyklieren gibt die Daten mit einer Steigung von $B = -0.52 \pm 0.03$, entsprechend einem Coffin-Manson-Exponenten von $c = -B^{-1} = 1.9$ gut wieder. Typische erzielte Lebensdauern liegen bei 11000 Zyklen für $\pm 1\%$ Dehnung und 770 Zyklen bei $\pm 4\%$ Dehnung.

Bei langsam reversierender Beanspruchung beträgt erhält man $B = -0.67 \pm 0.08$, entsprechend $c = 1.5$, mit Lebensdauern von 7800 Zyklen für $\pm 1\%$ Dehnung und 1000 für $\pm 4\%$ Dehnung. Diese Werte liegen um 29% unter bzw. 17% über den vergleichbaren Lebensdauern für schnell reversierende Last. Die höheren Lebensdauern insbesondere bei großen Dehnungsschwingbreiten rühren von der geringeren Lastantwort bei langsamer Versuchsführung her. Die reduzierte Standzeit bei kleinen Dehnbeanspruchungen könnte von einer einsetzenden Schwingungsrißkorrosion und damit stärkerer Lokalisierung der Schädigung herrühren: Bei den langsam reversierenden Experimenten war bei geringer Belastung in 70% der Versuche eine Makrorißbildung auf die Zone der Hourglass-Probe begrenzt, die gerade noch in die zyklische SIM-Umwandlung einbezogen wurde. Der zu den Probenenden hin anschließende Bereich hatte wegen der Taillierung bereits einen zu großen Durchmesser, um die zur Phasenumwandlung nötige Mindestspannung zu erreichen. Diese Zone ließ sich auch optisch klar differenzieren, da alle zyklisch umwandelnden Flächenteile mit zunehmender Ermüdung eine streifige Strukturierung annehmen (s. Kap. 6.2.2.6); außerhalb blieben die Proben blank. Bei schnell reversierender Versuchsführung hingegen versagten die Proben stets an der engsten Taille, mitten im SIM-Bereich. Demnach scheint für langsames Zyklieren die Umwandlungsfront am stärksten geschädigt zu werden. Dies erscheint plausibel, da die Erwärmung einer schnell zyklisierten Probe eine inhomogene SIM-Bildung mit ständig steigender Umwandlungsspannung und damit verbundenen lokalen Spannungsfeldern im gesamten SIM-Bereich bewirkt, während das Volumen bei langsamer Wechsellast homogen umwandelt mit den größten Gitterfehlpassungen an den Grenzflächen zum Austenit.

Bei einsinniger Zug/Druck-Ermüdung läßt sich eine Fitgerade mit $B = -0.49 \pm 0.08$ an die Daten anpassen, was einen Coffin-Manson-Exponenten von 2.0 ergibt. Um die Werte mit reversierenden Experimenten zu vergleichen, müssen wie bei der Biegeermüdung Datenpunkte derselben Dehnungsamplitude nebeneinandergestellt werden. Die reversierenden Lasten von $\pm 1\%$ und $\pm 4\%$ entsprechen jeweils zwei Halbzyklen mit einsinnigen Dehnungen von 1% bzw. 4%. Dafür ergeben sich aus der Wöhlerkurve Lebensdauern von 20000 bzw. 1200, was 10000 bzw. 600 Vollzyklen bei reversierender Last bedeutete und nur knapp unter den Ergebnissen für schnelle Beanspruchung liegt. Also ist der Anteil der Schädigung durch einen Druckzyklus ungefähr genauso hoch wie der Einfluß

eines Zugzyklus mit gleicher Dehnung. Andererseits wurden an 4 Hourglass-Proben auch einsinnige Drucklastexperimente durchgeführt mit dem Ergebnis, daß selbst bei 4% Druckdehnung nach 90000 Zyklen noch kein Versagen auf der Meßlänge zu beobachten war. Stattdessen brachen die Proben systematisch im Gewinde. Daraus ist zu schließen, daß ein Druckzyklus nur dann dieselbe schädigende Wirkung eines Zugzyklus erzielt, wenn er alternierend mit Zuglasten auf die Probe gegeben wird und damit die Gesamtschwingbreiten von Dehnung und Spannung vergrößert.

6.2.2.4 Mikrostrukturelle Charakterisierung

Zur mikrostrukturellen Charakterisierung des Ermüdungsverhaltens wurden Härtemessungen, raster- und transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen an Zerreißproben sowie an Proben mit verschiedenem Ermüdungsalter durchgeführt.

i) Zerreißproben

Bild 121 zeigt das Ergebnis für den Längs-Flachschiiff einer Zerreißprobe. Ein Datenpunkt entspricht der Mittelung aus 5 Härteeindrücken. Der Fehlerbalken gibt die Standardabweichung der Meßreihe an.

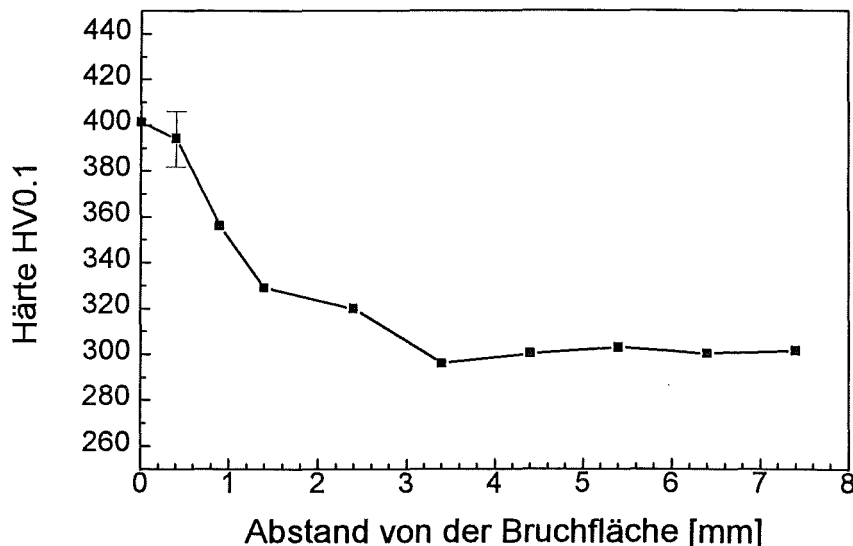


Bild 121 Härteverlauf in einem Längs-Flachschiiff einer Zerreißprobe

Man erkennt eine konstante Härte von HV0.1=300 bis auf etwa 3mm an die Bruchfläche heran. Dann steigt die Härte bis auf 400 an, was den Eintrag einer erheblichen Kaltverformung widerspiegelt.

ii) Ermüdungsproben

Die Resultate der Härtemessungen an Zug/Druck-Proben mit Dehnungsschwingbreiten von 2% bzw. 8% für den unbelasteten Zustand sowie nach 25%, 50%, 75% und 100% der Lebensdauer sind in Bild 122 dargestellt. Hierzu wurden die Proben jeweils in der Mitte der Meßlänge getrennt zur Anfertigung von Querschliffen. Die Teilbilder c) und d) zeigen die Härteverlaufskurven nach dem Versagen zweier Proben unter einer reversierenden, dynamischen Zug/Druck-Beanspruchung mit $\Delta\epsilon_t=2\%$ bzw. 7% in Abhängigkeit vom Abstand zur Bruchfläche. Dazu wurden Längs-Flachschiiffe präpariert.

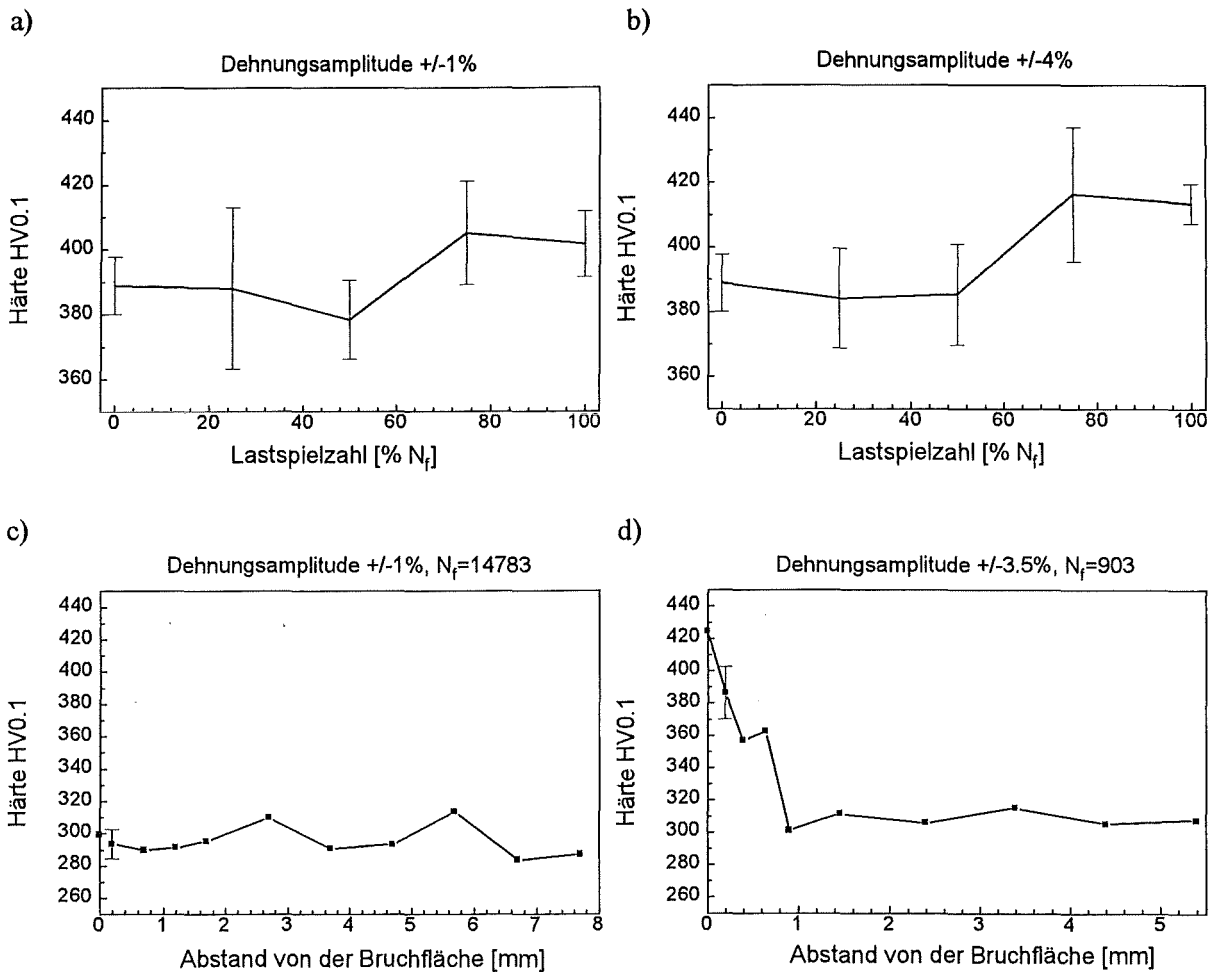


Bild 122 Härteentwicklung während der Zug/Druck-Ermüdung im Querschliff: a) kleine Last, b) große Last. c), d): entsprechende Härteverlaufskurven im Längs-Flachschliff nach dem Probenbruch

Im direkten Vergleich der Härtewerte von Quer- und Längs-Flachschliffen fällt auf, daß letztere systematisch um etwa 90 niedriger liegen. Darin spiegelt sich die Dehnungsanisotropie des Materials wider. Drucklasten entlang einer $\langle 111 \rangle$ -Texturrichtung erreichen bereits für kleine Deformationen sehr viel höhere Werte als entlang von dazu senkrechten Richtungen. Daher sind die Härteeindrücke in Querschliffen kleiner als in Längsschliffen. Während der Ermüdung nimmt die Härte erst ab 75% der Lebensdauer um etwa 4-5% zu und bleibt dann bis zum Bruch der Probe konstant. In der Härteverteilung über der Probenlänge (Teilbilder c) und d)) fällt auf, daß der mit +/-1% beanspruchte Prüfling einen leichten, der mit +/-4% beanspruchte einen deutlichen Härteanstieg, beginnend etwa 1mm vor der Bruchfläche aufweist.

Ausgehend von diesen Resultaten wurden teilermüdete Zustände im TEM untersucht, um Anzeichen von zunehmender Kaltverformung und/oder Versetzungsstrukturierung nachweisen zu können. Leider gaben die Aufnahmen wie bei den Biegeproben wenig Aufschluß. Die ermüdeten Zustände für Dehnungsschwingbreiten bis 8% und Lastspielzahlen bis N_f waren stets identisch mit dem unbelasteten Ausgangszustand, der in Bild 123a) gezeigt ist. Die Aufnahmen b) und c) wurden an einer reversierend mit 8% Dehnungsschwingbreite und bei 1%/s Dehnrates belasteten Hourglassprobe nach dem Versagen aufgenommen. Dazu wurde die Bruchfläche kurz angeschliffen, um dann in unmittelbarer Nähe eine Scheibe für die mikroskopischen Untersuchungen herauszutrennen.

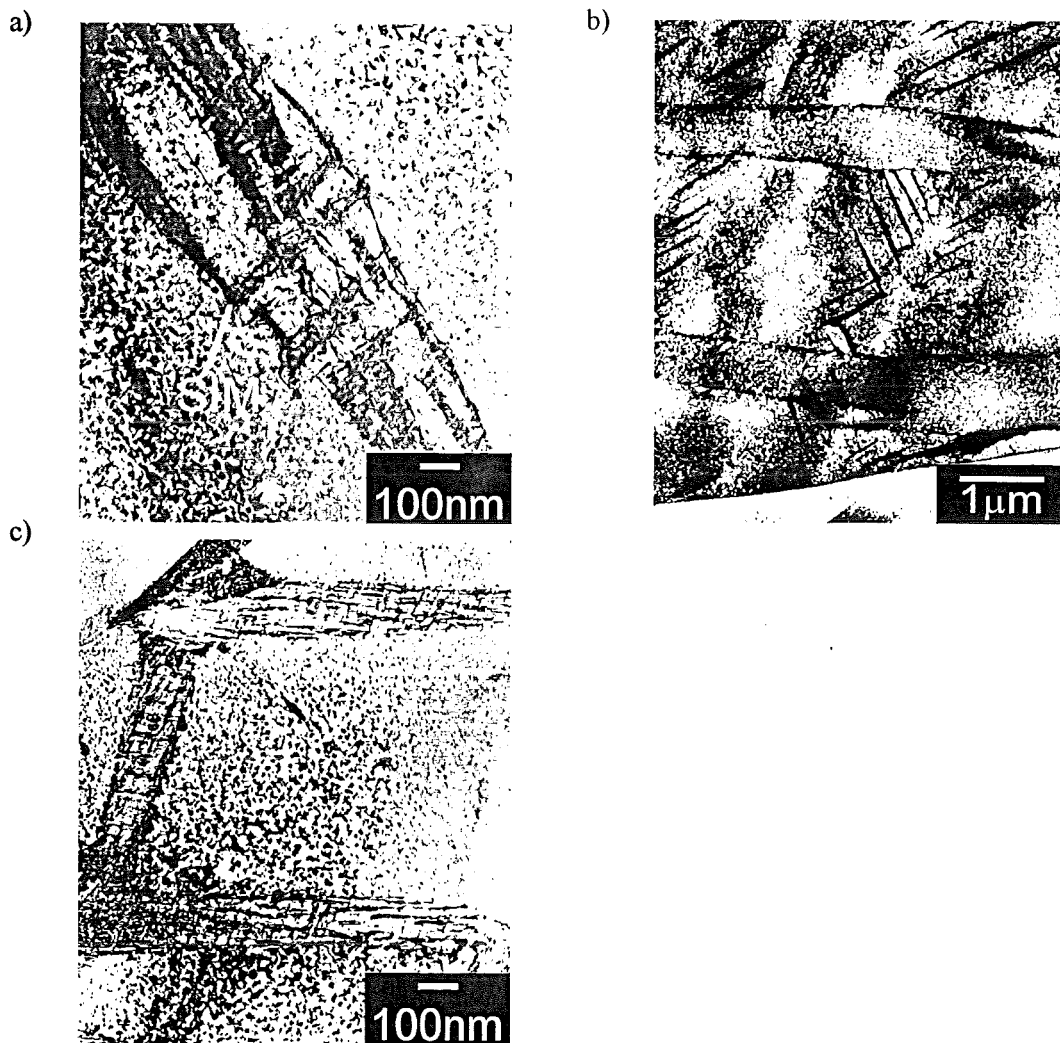


Bild 123 Vergleich unbelastete/ermüdete Mikrostruktur im TEM:
 a) unbelastete Zug/Druck-Probe, b), c) 8% Dehnungsschwingbreite bei $N=N_f$

Im Vergleich mit Bild a) ist nach dem Ermüdungsbruch lediglich ein vermehrter Anteil an Martensitlatten zu erkennen, der von der SIM-Stabilisierung herrühren kann. Dieser Prozeß scheint allerdings auf die letzten 25% der Lebensdauer beschränkt und wurde für kleinere Dehnungsschwingbreiten (2% und 4%) und frühere Inspektionsintervalle (bis 75% N_f) überhaupt nicht nachgewiesen.

REM-Aufnahmen der Bruchflächen hingegen gaben Aufschluß über den Ablauf der Rißausbreitung im Inneren der Hourglassproben. Bild 124 gibt eine Übersicht über charakteristische Merkmale des Versagens am Beispiel eines mit den Lastparametern $\Delta\varepsilon_t=2\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$ und $R= -1$ beanspruchten Prüflings. Die Bruchfläche a) verläuft unter 90° zur Zugrichtung und bestätigt einen normalspannungskontrollierten Trennbruch. Rechts oben ist die Anrißzone zu erkennen, links unten eine kleine Scherlippe des Restbruches. Die gesamte Bruchfläche ist von dichten Lattenstrukturen verschiedener Richtungen durchsetzt (Teilbild b), welche SIM-Varianten mit einer korabhängigen Orientierung entsprechen. Die SIM/Austenit-Grenzflächen weisen eine höhere Stabilität als das Latteninnere auf und werden duktil aus der Trennfläche herausgezogen, bevor sie versagen. Makroskopisch ist demgegenüber der Restbruchcharakter als spröde einzustufen, da die Prüflinge ohne erkennbare Einschnürung oder echt plastische Deformationsanteile spontan und von einem Knall begleitet versagen. Bei höherer Vergrößerung stellt man in der Bruchfläche regelmäßig Einschlüsse fest, die in EDX-Analysen als $Ti_4Ni_2O_x$ identifiziert wurden und häufig gebrochen sind (Abbildung 124c).

Ausgehend von der Anrißzone lassen sich Schwingstreifen nachweisen (Teilbild d), deren Abstand in Richtung der Restbruchstelle anwächst.

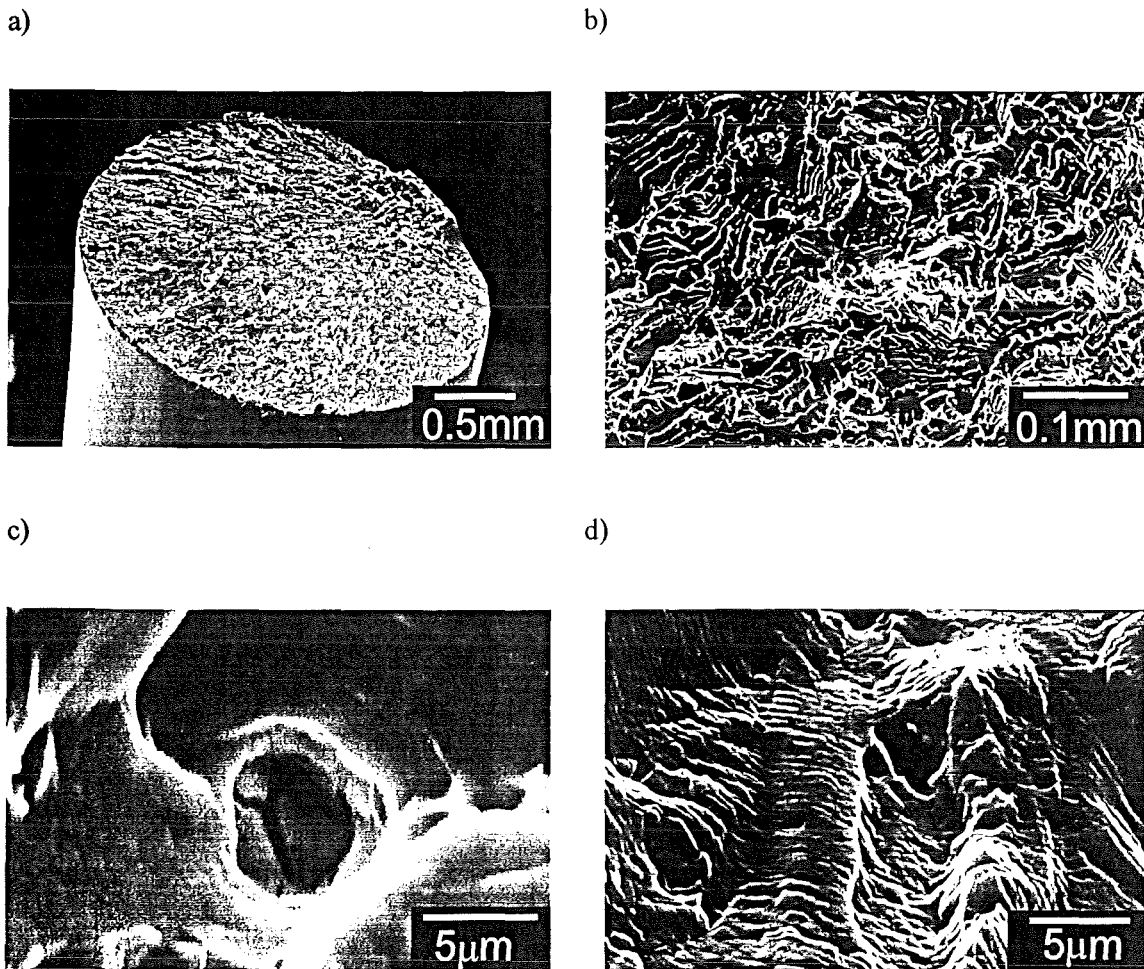


Bild 124 Bruchflächen von Zug/Druck-Proben mit Details im REM: a) Bruchfläche mit Anrißzone und Scherlippe, b) SIM-Lattenstrukturen, c) $Ti_4Ni_2O_x$ -Einschluß, d) Schwingstreifen

Die obengenannten Merkmale konnten allesamt auch für Dehnungsschwingbreiten von 2%, 3% und 4% sowie niedrigere Dehnraten (0.1%/s) oder einsinnige Beanspruchung nachgewiesen werden. Lediglich die Abstände der Schwingstreifen und Flächenanteile mit duktilen Wabenmustern lagen für große Lasten geringfügig höher. Anhand von Längs-Flachschnitten konnte nachgewiesen werden, daß der Bruchverlauf transkristallin Charakter hat und einzelne Körner nur dann an ihren Korngrenzen getrennt werden, wenn diese sehr nahe an Rissen oder fast parallel zum Bruchverlauf orientiert liegen.

6.2.2.5 Entwicklung der Pseudoelastizität

Zur Quantifizierung der Effektstabilität wurden wie in der Biegeermüdung Lage und Breite des maximalen „Hysteresebauches“ benutzt. Diese Größen sind exemplarisch in Abbildung 125 für eine Dehnungsschwingbreite von 8%, Dehnraten von 1%/s bzw. 0.1%/s und $R = -1$ dargestellt. Die Hysteresebreite wurde aus Zug- und Druckhysteres gemittelt. Fehlerbalken geben die maximale Streuung der Meßpunkte in den Meßschieben an. Entsprechende Kurven für die übrigen Lastbedingungen (2% und 4% Dehnungsschwingbreite, $R=0$ und $R = -1$, Dehnraten 0.1%/s und 1%/s) sind in Anhang C zusammengestellt.

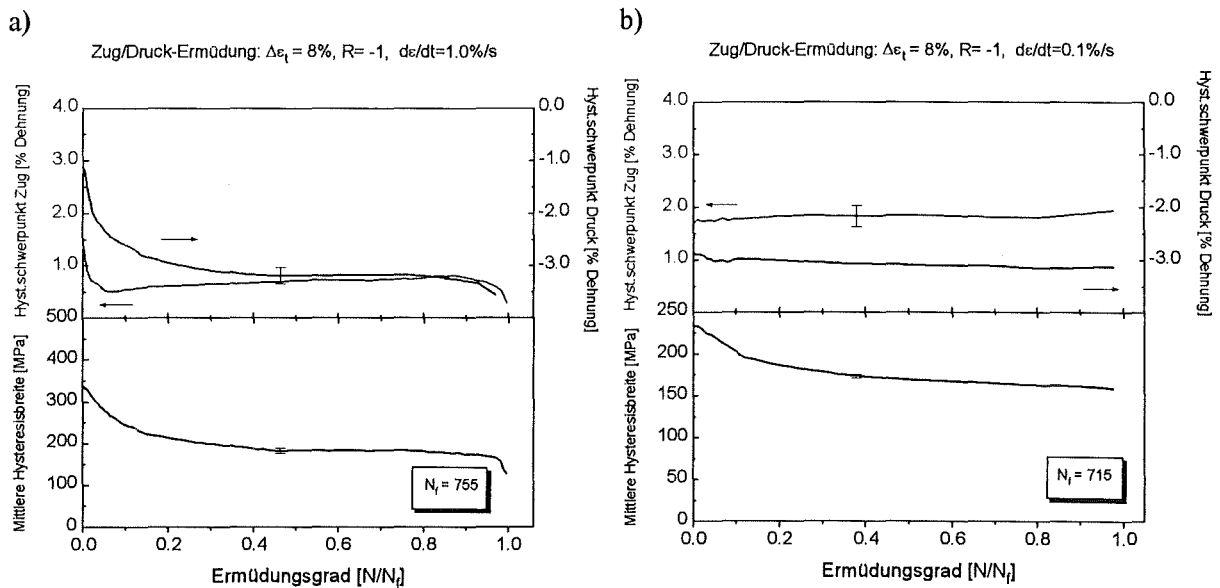


Bild 125 Entwicklung der pseudoelastischen Eigenschaften unter Zug/Druck-Ermüdung mit $\Delta\epsilon_i=8\%$: a) hohe Dehnrates (1%/s), b) niedrige Dehnrates (0.1%/s)

Generell ergibt sich für alle Dehnungsamplituden eine sehr gute Konstanz der Lage maximaler Hysteresebreite mit Variationen von maximal 10% des Dehnungsbereichs. Eine Ausnahme bildet das schnell reversierende Zyklieren mit $\Delta\epsilon_i=8\%$. Beide Hysteresenpositionen fallen anfänglich um bis zu 2% absolut (Bild 125), was anhand der gravierenden Änderungen in der zugehörigen Lastkurve (Bild 96) aufgrund von Stabilisierungseffekten nachzuvollziehen ist. Nach einer Einlaufphase von 10% der Lebensdauer verhalten sich die Positionen jedoch bis kurz vor Erreichen der Bruchlastspielzahl sehr stabil. Für langsames Reversieren ist dieser Effekt nicht zu beobachten, da diese Asymmetrie wegen der flacheren Plateauanstiegen der Druckhysteresis (fehlender Einfluß der Umwandlungswärme) weniger zur Geltung kommt. Die Zug/Druck-Asymmetrie bewirkt auch, daß die entsprechenden Hysteresen nicht symmetrisch zum Dehnungsursprung liegen. Die Druckhysteresis liegt grundsätzlich bei betragsmäßig größeren Dehnungen als die Zughysteresis. Die Position der Druckhysteresen erweist sich als unabhängig von der Dehnrates, während die Zughysteresis bei langsam reversierendem Zyklieren besonders für $\Delta\epsilon_i=8\%$ bei weitaus höheren Dehnungen liegt als in schneller Beanspruchung. Der Grund dafür ist das Fehlen größerer plastischer Dehnanteile bei niedrigen Dehnrates, so daß die Hysteresis bei kleineren Dehnungen dadurch nicht zusätzlich aufgeweitet wird (Lastkurve Bild 96a)). Für einsinnige Experimente liegt die Zughysteresis ab einer Dehnungsamplitude von 2% etwa vergleichbar mit entsprechenden Positionen der schnell reversierenden Experimente (für 1% ist die Lage der Hysteresis in der Lastkurve kaum auswertbar).

Die Hysteresebreiten nehmen monoton ab mit dem stärksten Rückgang bei der höchsten Belastung. Für eine Dehnungsamplitude von 4% kann die Reduzierung nach 10% der Lebensdauer bis zu 40% betragen, bleibt dann aber für alle Lastbedingungen bis auf etwa 10% des Ausgangswertes stabil, bis mindestens 90% der Lebensdauer verstrichen sind. Die Hysteresebreiten für kleine Dehnrates 0.1%/s sind deutlich kleiner als für 1%/s wegen der fehlenden plastischen Deformation bei langsamem Zyklieren. Für einsinnige Beanspruchung sind die Breiten noch einmal deutlich reduziert, da nur eine schmale Zughysteresis existiert. Bei der Berechnung der Hysteresebreiten in reversierenden Experimenten wurde demgegenüber mit der breiteren Druckhysteresis gemittelt. Insgesamt sind die pseudoelastischen Eigenschaften für alle Lastfälle sehr stabil über der Zyklenzahl. Die relevanten Beschreibungsgrößen nehmen jedoch dehnraten- und lastabhängig stark unterschiedliche Werte an.

Bild 126 zeigt die Ergebnisse begleitender DSC-Messungen an teilermüdeten Hourglass-Proben. Teilbild a) gibt den Verlauf der Übergangstemperaturen mit zunehmendem Ermüdungsgrad für 2%

Dehnungsschwingbreite an, Teilbild b) für 8%. Die Dehnrage betrug 1%/s, die Umwandlungspunkte ließen sich mit einem maximalen Fehler von maximal $\pm 4\text{K}$ identifizieren. Wie bei den Biegemessungen wurden zwei DSC-Zyklen aufgezeichnet und erst der zweite Durchlauf ausgewertet. Für jeden Teilermüdungsschritt mußte eine Hourglassprobe zerstört werden, um eine dünne Scheibe aus der maximal belasteten Zone nahe der Taille herauszutrennen. In Teilbild b) konnten einige R-Phasen-Übergangstemperaturen nicht ermittelt werden, da die entsprechenden Peaks sehr breit und flach verliefen und sich nicht eindeutig vom Untergrund abhoben.

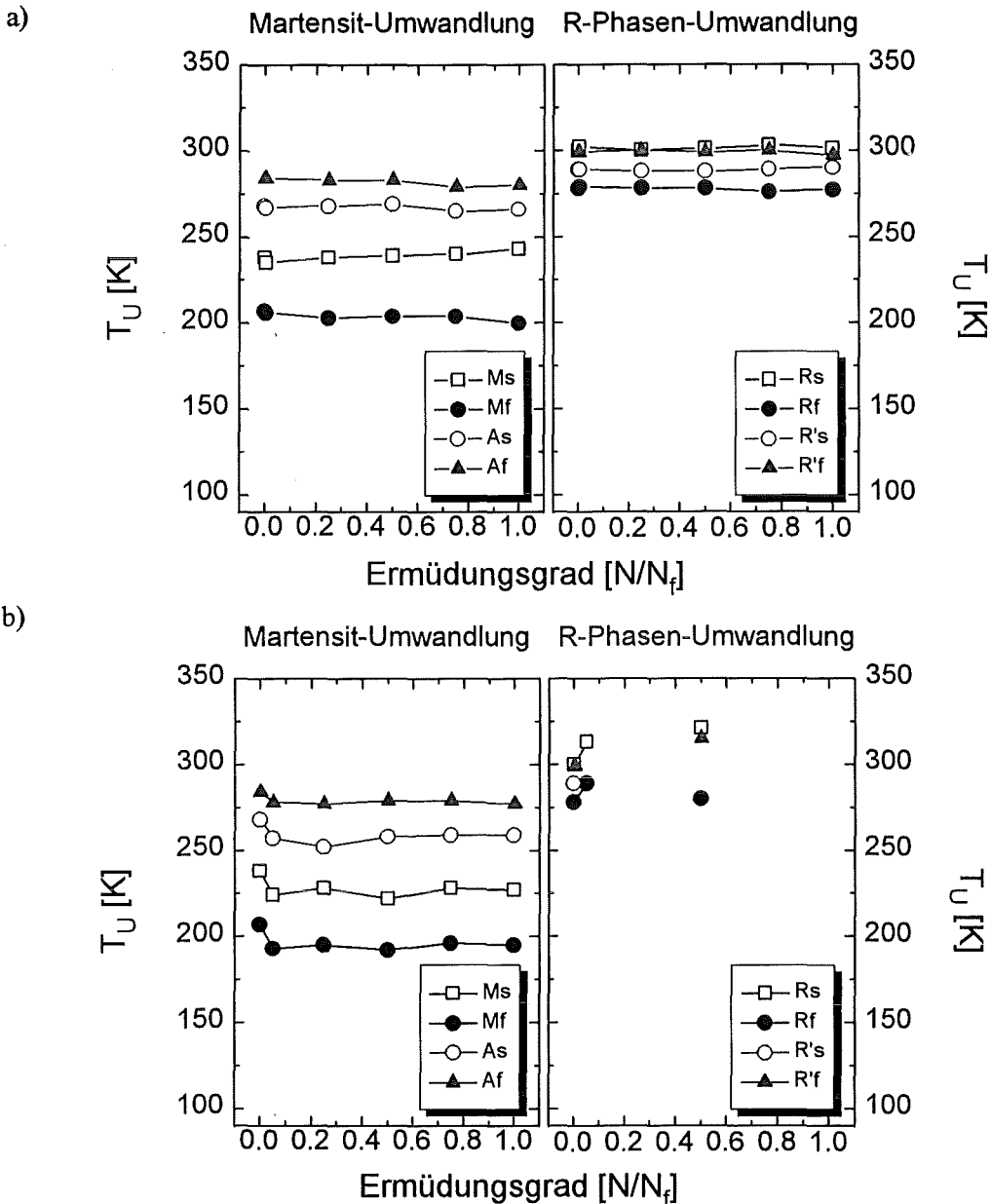


Bild 126 Zug/Druck-Ermüdungseinflüsse auf die Übergangstemperaturen: a) $\Delta\epsilon=2\%$, b) $\Delta\epsilon=8\%$

Bei 2% Dehnungsschwingbreite (Teilbild a)) sind alle Umwandlungstemperaturen stabil gegen Ermüdungseinflüsse. Besonders die R-Phase zeigt keine signifikanten Veränderungen. Kleine Temperaturschwankungen in den Martensitübergängen sind eher einer Streuung zwischen den verschiedenen Proben zuzuordnen. Für hohe Belastungen ($\Delta\epsilon=8\%$, Teilbild b)) ergibt sich dasselbe Verhalten mit einer Ausnahme: Zu Beginn der Ermüdung fallen sämtliche martensitischen Umwandlungstemperaturen um bis zu 14K ab, die R-Phasenübergänge steigen hingegen um etwa den gleichen Betrag an.

Darin zeigt sich die gegenüber den Biegeblechen geringere Kaltverformung der Zug/Druck-Proben. Während der ersten 50-100 Zyklen wird im Druckbereich eine so große Last aufgebaut, daß neben der pseudoelastischen Verformung eine starke plastische Deformation Versetzungen im Material erzeugt, welche die SIM-Umwandlung behindern. Die R-Phasenumwandlung scheint hingegen durch diese Vorgänge begünstigt. Da die Peak-Lagebestimmung dieser Phase jedoch mit einer großen Unsicherheit behaftet ist, werden keine weiteren Schlüsse gezogen.

Im Gegensatz zu den Befunden bei teilermüdeten Biegeblechen konnte kein Absinken der Übergangstemperaturen gegen Ende der Lebensdauer beobachtet werden. Dies ist verständlich, wenn man sich vor Augen führt, daß der Beitrag der an der Oberfläche gebildeten Ermüdungsrisse zum insgesamt gemessenen Volumen für dünne Bleche um Größenordnungen höher ist als für Scheiben, die aus dem Querschnitt einer Zugprobe herausgetrennt wurden und hauptsächlich Oberflächenrisse aufweisen.

6.2.2.6 Rißentstehung und -ausbreitung

i) Theoretische Erwartungen

> Einfluß der titanreichen Ausscheidungen

Betrag und Wirkung der Spannungsüberhöhung an $Ti_4Ni_2O_x$ -Ausscheidungen wurden in Kap. 6.1.2.7 abgeschätzt. Wieder ist mit einer Delamination der Einschlüsse mit nachfolgender Ribbildung an den Kontaktflächen zu rechnen.

> Rißrichtungen

Unter Zug/Druck-Bearbeitung werden für eine (111)-texturierte Probe (Textur der Hourglassproben) maximale Umwandlungsdehnungen für die Varianten 4, 6 und 12 im Zug (9.7%) sowie die Varianten 1, 3, 5, 7, 9 und 11 im Druck (-3.7%) erwartet. Die Habitusebene der Scherung liegt wegen des Drehfreiheitsgrades der Drahttextur unter einem Winkel von 55-90° zur Lastrichtung. Daher ist eine SIM-Streifung entlang dieser Richtungen zu erwarten. Fehlpassungen bei den makroskopischen Formänderungen während der Umwandlung können eine Rißentstehung entlang dieser Grenzflächenrichtungen an der Oberfläche hervorrufen.

ii) Phänomenologie

Zur Beurteilung des Anriß- und Rißwachstumsverhaltens wurden die Zug/Druck-Ermüdungsexperimente wie in der Biegeermüdung nach Inspektionsintervallen von 25%, 50%, 75% und 100% der Lebensdauer unterbrochen, um eine statistische Auswertung der Riblängen und -richtungen in Bezug auf die Lastrichtung vorzunehmen. Wiederum wurden 4 verschiedene Lastzustände (2% und 8% Dehnungsschwingbreite, Dehnraten 1%/s und 0.1%/s) in jeder Inspektionsunterbrechung untersucht. Die Oberflächen der Hourglassproben wurden dazu unter einem Lichtmikroskop bei Vergrößerungen zwischen 80 und 250 und einer Nachvergrößerung von etwa 5 in einem Video-Bildbearbeitungssystem als Einzelbilder aufgenommen und digital abgespeichert. Dabei wurden Längenabmessungen über eine Strecke von ca. 4mm in vier verschiedenen Drehorientierungen (0°, 90°, 180° und 270°) der Probe gefahren. Anschließend wurden die digitalisierten Bilder nach Anzahl von Rissen, deren Länge sowie Winkellage in Bezug auf die Lastrichtung untersucht. Pro Inspektionsintervall wurden so durchschnittlich 20 Bilder zur Auswertung herangezogen.

Für die Korrelation von Riblänge und -richtung wurde wieder eine Stapelbalkendarstellung gewählt, welche die Ribrichtungen in 10°-Klassen einteilt. Die Teilbilder a) -d) beziehen sich jeweils auf die Inspektionsintervalle 25%, 50%, 75% und 100% der Lebensdauer N_f . Als repräsentative Darstellung der Ribentwicklung wurde der Lastfall $\Delta\epsilon_f=8\%$, $\frac{d\epsilon}{dt} = 1\%/s$, $R = -1$ in Bild 127 ausgewählt.

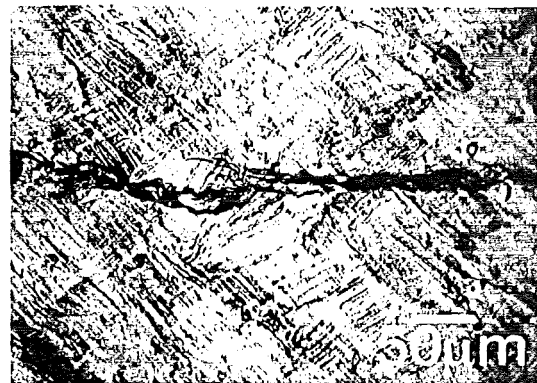
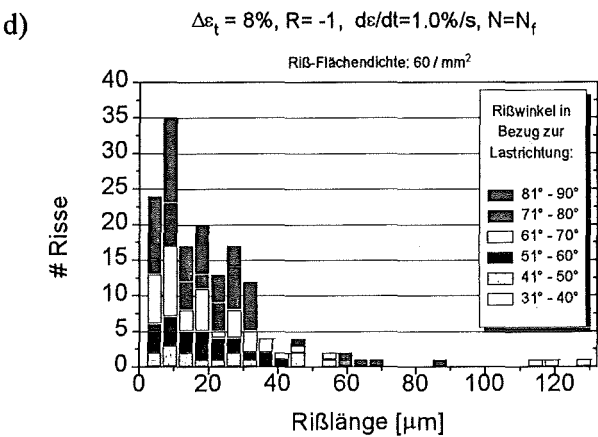
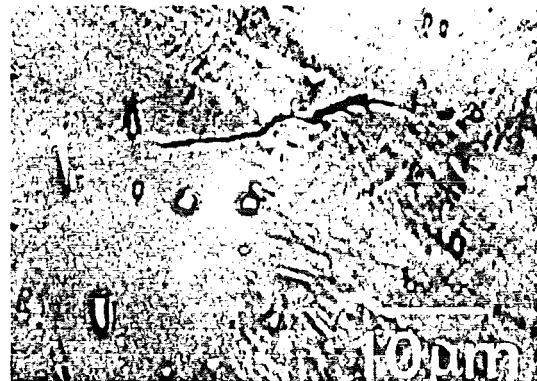
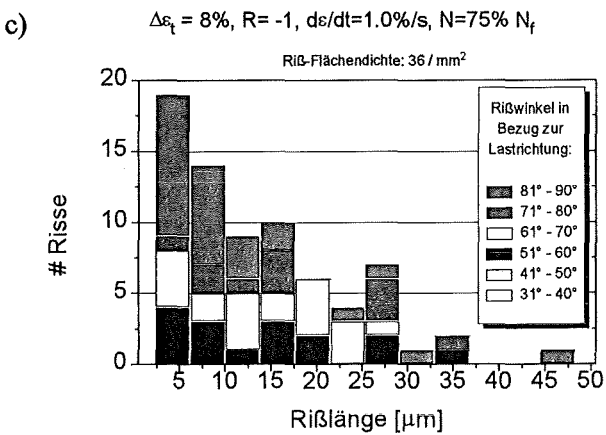
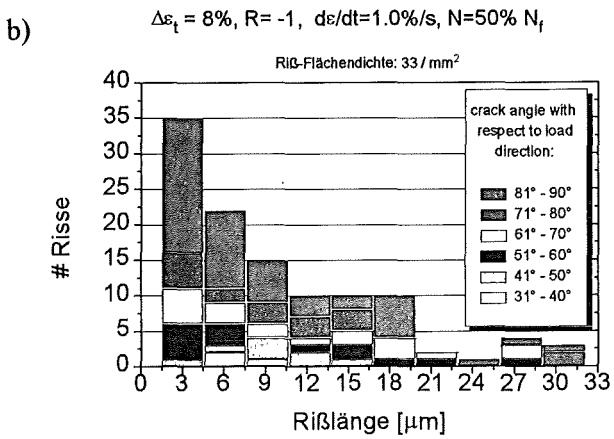
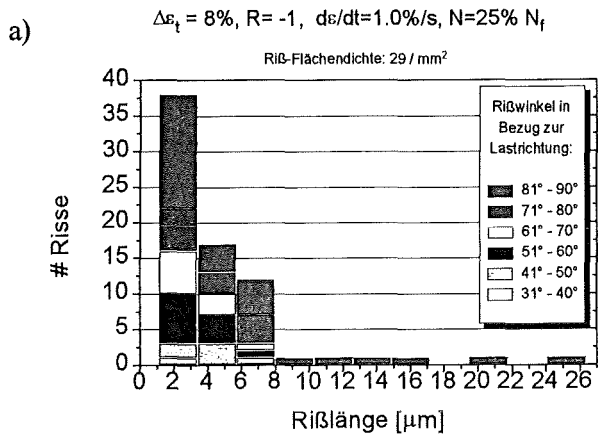


Bild 127 RiBstatistiken und Rißbilder für Zug/Druck-Ermüdung mit $\Delta\epsilon_t=8\%$, schnell reversierend

Entsprechende Abbildungen für die drei übrigen Beanspruchungsbedingungen werden in Anhang D angegeben. Die gemessene mittlere Flächen-Rißdichte ist jeweils im Diagrammkopf in mm^{-2} angegeben. Rechts neben der statistischen Auswertung ist jeweils eine licht- oder rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines typischen, für das jeweilige Stadium charakteristischen Risses oder einer auffälligen Oberflächenstruktur dargestellt. Die Lastrichtung verläuft vertikal durch die Bilder.

Die Beobachtungen lassen sich wie folgt zusammenfassen:

Für alle Lastfälle wurden keine Risse unterhalb von 30° zur Lastachse gemessen. Bis etwa $50\mu\text{m}$ läßt sich eine Konzentration der Rißwinkel zwischen 50° und 70° feststellen, die auch bei weiterem Rißwachstum und sogar bei einigen Makrorissen erhalten bleibt. Dennoch ist ebenso ein starker Trend zu 90° -Orientierungen und damit einem normalspannungskontrolliertem Rißwachstum zu erkennen. Wie bei der Biegeermüdung entstehen Risse ausschließlich entlang an der Oberfläche liegender $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}_x$ -Primärausscheidungen, wobei diese zunächst von der Matrix delaminieren und dann meist beidseitig unter 50 - 90° Teilrisse ausbilden. Die beobachteten Risse mit Winkellagen von 50 - 70° korrelieren gut mit der erwarteten SIM-Habitusebenenbildung nahe 55° . Die bleibenden Veränderungen an der Oberfläche durch zyklische SIM-Bildung mit diesem Variantentyp spiegeln sich in der gestreiften Topologie wider, die bei höheren Lasten bereits nach 25% der Lebensdauer zu erkennen ist. Es gibt es in der Zug/Druck-Ermüdung keine sichtbare Wechselwirkung zwischen Einzelrisen; das Rißwachstum verläuft völlig unabhängig, wobei sich schon bei relativ geringen Riß-Flächendichten von $16/\text{mm}^2$ (Bild 127d)) mehrere konkurrierende Makrorisse ausbilden und schnell zum Versagen führen.

Für 2% Dehnungsschwingbreite ergeben sich bei langsamem Reversieren durchweg niedrigere Riß-Flächendichten (Faktor 0.7) als bei höherer Dehnrates, was an den geringeren erreichten Lastschwingbreiten und damit auch plastischen Deformationsanteilen liegt. Außerdem kommt für diese Schädigungslokalisierung wiederum eine durch die Sauerstoffaffinität von Titan geförderte Schwingungsrißkorrosion in Betracht, welche neu entstandene Rißflanken und delaminierte Hohlräume zwischen Ausscheidungen und Matrix mit Oberflächenoxiden belegt, ein Rißschließen verhindert und so das Rißwachstum beschleunigt. Anzahlmäßiges Rißwachstum setzt für beide Dehnrates bereits ab 25% der Lebensdauer ein und hält bis zum Versagen an. Dennoch ist die Steigerung der Rißzahl von 25% N_f bis zum Versagen unterhalb eines Faktors 2, während die Rißlängen von $2\mu\text{m}$ auf 0.7mm anwachsen. Ab $30\mu\text{m}$ nimmt der Anteil der unter 50 - 70° zur Lastrichtung gerichteten Risse rapide ab, und normalspannungskontrolliertes Rißwachstum unter 90° herrscht vor. Für beide Dehnrates setzt zwischen 50% und 75% der Lebensdauer ein explosives überkritisches Rißwachstum von einer mittleren Länge um $2\mu\text{m}$ auf bis zu $40\mu\text{m}$ ein, das sich mit Makrorißbildung bei 75% N_f fortsetzt.

Für 8% Dehnungsschwingbreite bleibt im Gegensatz zu den kleinen Dehnungsbeanspruchungen eine dominante Komponente mit Rißwinkeln zwischen 50° und 70° auch für lange Risse erhalten, in Einzelfällen bis hin zu Makrorissen. Dies spricht dafür, daß die irreversiblen Anteile der zyklisch entstehenden SIM/Austenit-Grenzflächen für stark pseudoelastische Deformationen größer sind und dabei offensichtlich Gleitsysteme hinterlassen, die einerseits nach Entastung als deutliche Streifenstruktur auf der Oberfläche zurückbleiben und andererseits bevorzugte Anrißpfade vorgeben. Angesichts der höheren Lastschwingbreite und der stärkeren plastischen Deformationsanteile bei 8% Dehnungsschwingbreite ist dieser Trend verständlich. Insgesamt entstehen jedoch im Mittel gleich viele und ähnlich lange Risse in allen Inspektionsintervallen im Vergleich mit $\Delta\epsilon_f=2\%$.

iii) Bewertung des Rißwachstums

Aus den Rißverteilungsbildern wurden nach dem Verfahren aus Kap. 6.2.2.6 für jeden Ermüdungsgrad bei reversierender Ermüdung repräsentative Rißlängen bestimmt, die in Bild 128 aufgetragen sind. Teilbild a) zeigt das mittlere Rißwachstum für Dehnrates von 1%/s, Teilbild b) für 0.1%/s.

Rechts ist die Rißvergrößerung jeweils für 2% Dehnungsschwingbreite, rechts für 8% dargestellt. Über den Balken sind zusätzlich detektierte Makrorisse mit einem typischen Längenbereich angegeben.

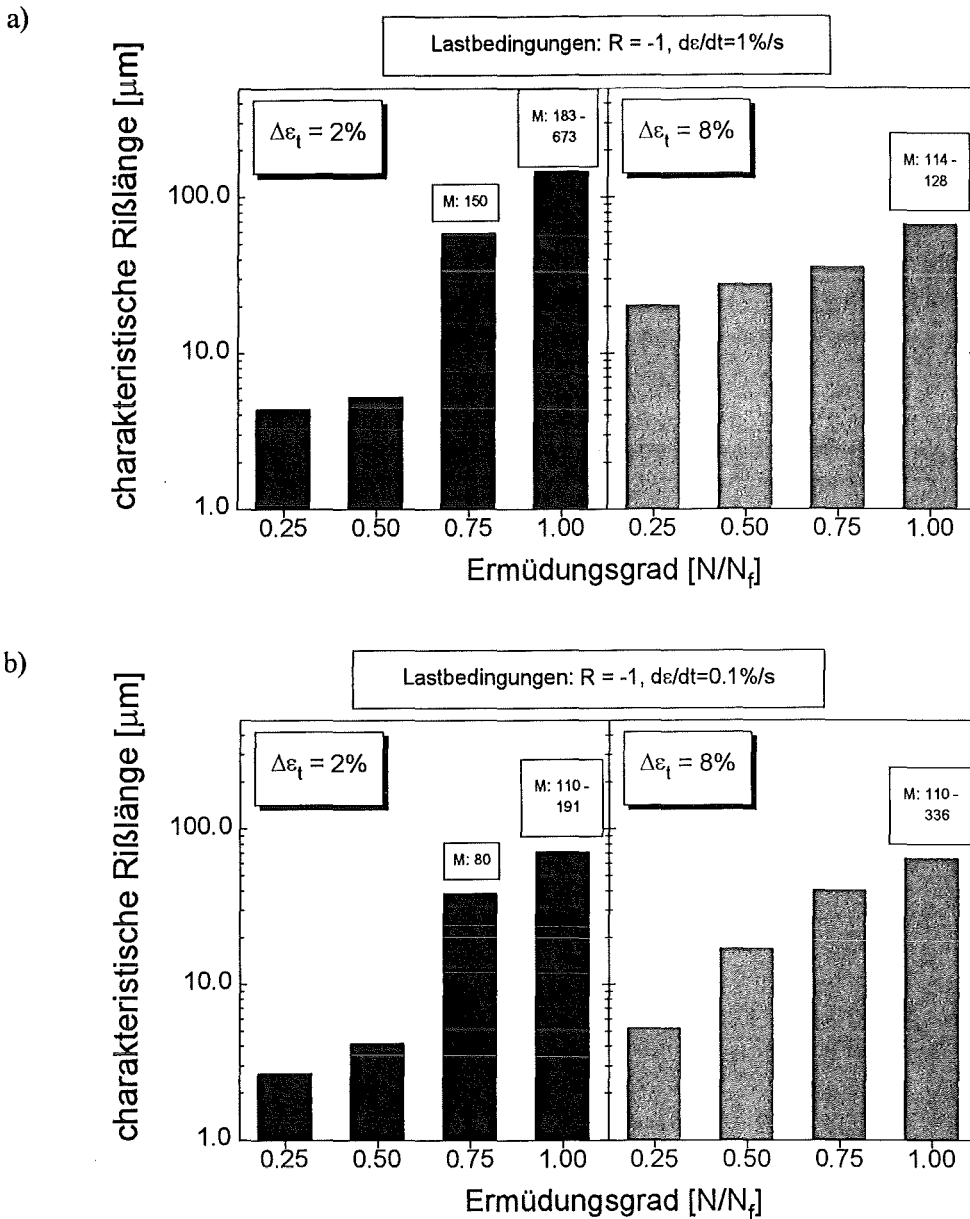


Bild 128 Rißwachstum in Zug/Druck-Ermüdung: a) schnell reversierend, b) langsam reversierend

Das Rißwachstum ist deutlich abhängig von der Dehnrates. Sowohl für kleine als auch große Dehnungsschwingbreiten ergibt sich (mit einer einzigen Ausnahme) in allen Ermüdungsstadien für hohe Dehnrates eine größere charakteristische Rißlänge. Für hohe Beanspruchung ist bereits nach 25% der Lebensdauer eine mittlere Rißlänge von $11\mu m$ erreicht, die dann nur noch langsam ansteigt. Dies ist mit dem stärkeren plastischen Deformationsanteil gegenüber Dehnrates von $0.1\%/s$ zu begründen. Die Makrorißbildung setzt insgesamt früher ein als bei den Biege-Ermüdungsexperimenten und beginnt oft bereits bei 75% der Lebensdauer. Auffällig ist dabei die Tatsache, daß bei $\Delta\varepsilon_1=2\%$ ab 75% der Lebensdauer zum Teil größere charakteristische Rißlängen erreicht werden als bei $\Delta\varepsilon_1=8\%$. Bei der Untersuchung der Oberflächen fiel auf, daß die Schädigung bei kleinen Lasten sehr viel stärker lokalisiert ist mit wesentlich geringerer Rißdichte (maximal $23/mm^2$ im Vergleich zu

67/mm²). Daher kann sich die auf einen wachsenden Riß einwirkende Spannung nicht auf mehrere Nebenrisse verteilen und führt schneller zum Erreichen einer kritischen Größe.

6.2.2.7 Einflüsse verschiedener Versuchsparameter

Eine Übersicht von Einflußfaktoren bei der Zug/Druck-Ermüdung ist in Tabelle 8 zusammengestellt.

Versuchsparameter	Einfluß auf die Ermüdung
<i>Dehnungsschwingbreite</i> $\Delta\varepsilon_t$	Coffin-Manson-Verlauf mit Versagenslastspielzahlen: für $\Delta\varepsilon_{\max,t}=2\%$: ca. 10000, für $\Delta\varepsilon_{\max,t}=8\%$: ca. 1000
<i>Dehnungsverhältnis</i> R	R=0: stärkere Last-Relaxationsprozesse, kürzere Lebensdauern verglichen mit R=-1
<i>Dehnrate</i> $\frac{d\varepsilon}{dt}$	große Unterschiede zwischen 0.1%/s und 1%/s: steilere und breitere Hysterese bei 1%/s wegen thermischer Trägheit, etwas kürzere Lebensdauern und insgesamt deutlich weniger Risse für kleine Dehnraten
<i>allgemein gültig:</i>	schmäler und steiler werdende pseudoelastische Hysterese, Einlaufphase mit sinkenden Umwandlungstemperaturen und starke Relaxation der mechanischen und pseudoelastischen Ei- genschaften, später stabiler Verlauf, Rißentstehung an $Ti_4Ni_2O_x$ -Einschlüssen

Tabelle 8 Zug/Druck-Ermüdung: Einflüsse der Versuchsparameter

6.3 Vergleich der Biege- und Zug/Druck-Experimente

6.3.1 Reale Lastverteilungen

Zur Erstellung der Wöhlerkurven wurden bisher für Biegebleche die nach Gleichung (15) berechnete nominelle Oberflächendehnung, für Zug/Druck-Proben die über 1.5-2mm mit dem Dehnungsaufnehmer an der Oberfläche gemessene Dehnung verwendet. Für den Vergleich der erzielten Lebensdauern in Biege- bzw. Zug/Druck-Experimenten müssen die realen Lastverteilungen in den Proben näher untersucht werden.

Die in FEM-Simulationen berechnete Maximaldehnung an der Oberfläche von Biegeblechen stimmt gut mit der analytischen Abschätzung überein. Die dominanten Spannungskomponenten liegen tangential zur Biegelinie, alle anderen Komponenten sind verschwindend gering. Allerdings wird bei beiden Verfahren (FEM-Simulation und analytische Berechnung) eine Zug/Druck-Asymmetrie des Materials außer acht gelassen. Eine größere Drucksteifigkeit, wie sie in den Zug/Druck-Versuchen beobachtet wurde, hätte zur Folge, daß sich die neutrale Faser in Richtung der Krümmungsinnenseite eines Biegeblechs verschiebt (Bild 129b). Dadurch ergeben sich Korrekturen für die tatsächlich erreichten Oberflächendehnungen, die im folgenden quantifiziert werden.

Die Biegebleche werden aufgrund ihrer Textur entlang von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen in Zug und Druck beansprucht. Tabelle 7 sagt für diese Lastachse eine etwas geringere Asymmetrie im Vergleich mit den (111)-texturierten Zugproben voraus. Die maximale Umwandlungsdehnung im Zugbereich ist 8.4% (Biegeproben) gegenüber 9.7% (Zugproben), im Druckbereich -5.2% gegenüber -3.7%. Zur Abschätzung des ungünstigsten Falls wurden jedoch die asymmetrischen Lastantworten der Zug/Druck-Experimente zugrunde gelegt. Dabei sollte man die Ergebnisse für langsam reversierende Beanspruchung verwenden, da sich dort ein ähnlich geringer Einfluß der Umwandlungswärme zeigt wie für die Biegebleche. Wie Bild 129 veranschaulicht, geht man in der allgemeinsten Betrachtung davon aus, daß in Zug und Druck unterschiedliche SIM-Einsatzspannungen und damit Fließdehnungen ϵ_{1t} und ϵ_{1c} existieren (Index t =Zug (tension), c =Druck (compression)). Der E-Modul des Materials ist mit E_1 bezeichnet, die Steigungen der pseudoelastischen Plateaus mit E_{2t} (Zugbereich) bzw. E_{2c} (Druckbereich).

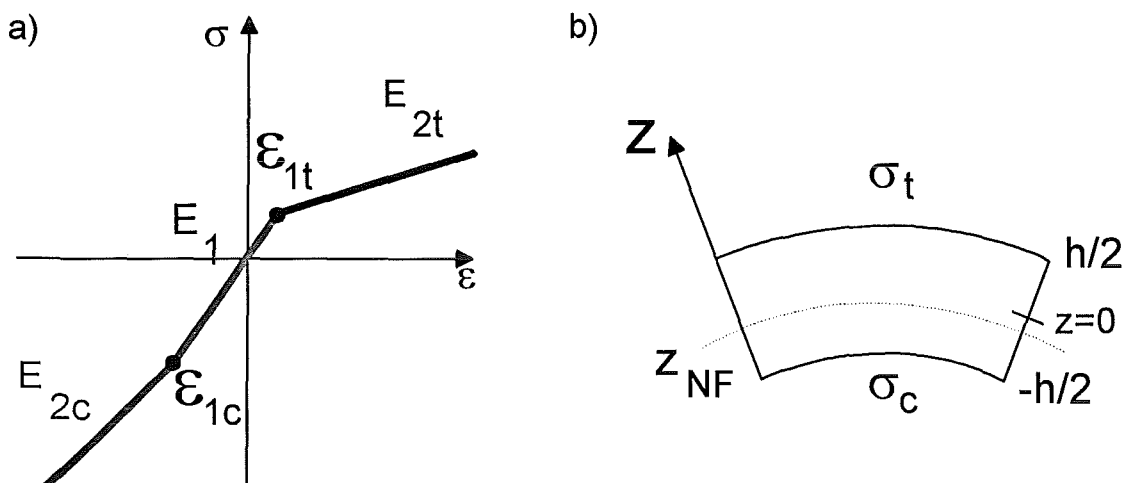


Bild 129 Modellierung der Asymmetrie zur Bestimmung der Lage der neutralen Faser

Für einen unter Biegebeanspruchung stehenden Balken summieren sich stets die Flächenkräfte auf Zug- und Druckseite zu Null:

$$(38) \quad F_t + F_c = 0 \Leftrightarrow \int_{z_{NF}}^{h/2} \sigma_t dz + \int_{-h/2}^{z_{NF}} \sigma_c dz = 0.$$

Dabei sind σ_t bzw. σ_c die Spannungen im Zug- bzw. Druckbereich, h ist die Dicke des Biegebalkens und z_{NF} ist die Position der neutralen Faser, bezogen auf $z=0$ in der Mittelfaser des Querschnitts. Für die Spannungen ergibt sich im linear-elastischen Fall:

$$(39) \quad \sigma_t = \begin{cases} \varepsilon_t E_1 & \text{für } \varepsilon_t < \varepsilon_{1t} \\ \varepsilon_{1t} E_1 + (\varepsilon_t - \varepsilon_{1t}) E_{2t} & \text{für } \varepsilon_t \geq \varepsilon_{1t} \end{cases}$$

bzw.

$$(40) \quad \sigma_c = \begin{cases} \varepsilon_c E_1 & \text{für } \varepsilon_c > \varepsilon_{1c} \\ \varepsilon_{1c} E_1 + (\varepsilon_c - \varepsilon_{1c}) E_{2c} & \text{für } \varepsilon_c \leq \varepsilon_{1c} \end{cases}$$

Die Dehnungen ε_t und ε_c lassen sich wiederum darstellen als:

$$(41) \quad \varepsilon(z) = \frac{z - z_{NF}}{R}.$$

Zur weiteren Betrachtung führt man Fließlimits z_t^* bzw. z_c^* ein, welche die z -Positionen innerhalb der Probe bezeichnen, an denen die jeweiligen Fließdehnungen ε_{1t} und ε_{1c} erreicht werden. Dann lassen sich diese schreiben als:

$$(42) \quad \varepsilon_{1t} = \frac{z_t^* - z_{NF}}{R} \quad \text{bzw.} \quad \varepsilon_{1c} = \frac{z_c^* - z_{NF}}{R}.$$

Mit den obigen Festlegungen läßt sich aus Gleichung (38) die Position der neutralen Faser in Abhängigkeit von den Parametern der Zug/Druck-Asymmetrie bestimmen:

$$(43) \quad z_{NF,1/2} = p \pm \sqrt{p^2 + (\varepsilon_{1t}^2 R^2 - \varepsilon_{1t} R h) \frac{E_1 - E_{2t}}{E_{2t} - E_{2c}} - (\varepsilon_{1c}^2 R^2 + \varepsilon_{1c} R h) \frac{E_1 - E_{2c}}{E_{2t} - E_{2c}} - \frac{h^2}{4}} \quad \text{mit:}$$

$$(44) \quad p = R \varepsilon_{1t} \frac{E_1 - E_{2t}}{E_{2t} - E_{2c}} - R \varepsilon_{1c} \frac{E_1 - E_{2c}}{E_{2t} - E_{2c}} + \frac{h}{2} \frac{E_{2t} + E_{2c}}{E_{2t} - E_{2c}}.$$

Für einen direkten Vergleich der nominellen, unter der Annahme symmetrischer Lastantwort berechneten Dehnung und der korrigierten, realen Dehnung eignet sich die Darstellung:

$$(45) \quad \varepsilon_{\text{nominell}} = \frac{h}{2R} \Rightarrow \varepsilon_{\text{real}} = \frac{h/2 - z_{NF}}{R} = \varepsilon_{\text{nominell}} \left(1 - \frac{2 z_{NF}}{h}\right).$$

Für den Zugbereich wurden die bislang in der FEM-Simulation verwendeten Parameter benutzt: $E_1=60000\text{MPa}$, $E_{2t}=545\text{MPa}$, $\varepsilon_{1t}=0.0067$. Für das Druckregime leitet man aus den experimentellen Daten für 0.1%/s Dehnrate und $R=-1$ die mittleren Parameter ab: $E_{2c}=15000\text{MPa}$, $\varepsilon_{1c}=0.013$. Damit ergibt sich für eine Blechdicke von $h=0.1\text{mm}$ die in Bild 130 dargestellte Beziehung zwischen realer und nomineller Dehnung:

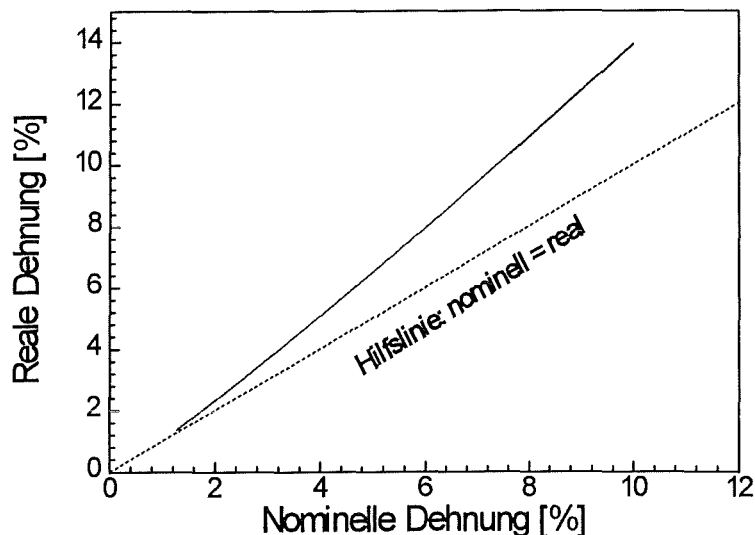


Bild 130 Zusammenhang zwischen nomineller und tatsächlicher Oberflächendehnung in der Zugphase

Die durchgezogene Linie stellt die Abhängigkeit der Dehnung von der nominellen Dehnung dar. Die gestrichelte Linie mit der Steigung 1 dient nur zur Orientierung. Wie man sieht, liegen die real erreichten Dehnungen deutlich über den angenommenen nominellen Dehnungen. Bereits bei 2% nomineller Dehnung beträgt der Realwert 2.3%, für 4% steigt er auf 5.1% und bei 8% gar auf 10.9%. Die neutrale Faser verschiebt sich dabei für 8% nominelle Dehnung um $18\mu\text{m}$ nach innen, für 2% immerhin noch um $8\mu\text{m}$. Dabei werden gleichzeitig auf der Druckseite der Biegebleche entsprechend geringere reale Deformationen erreicht.

Für einen Vergleich der Wöhlerdaten in Biege- und Zug/Druck-Ermüdung sollten die Nominaldehnungen mit den Korrekturen für reale Zug- und Druckdehnungen versehen werden. Reversierende Biegeversuche würden dadurch asymmetrisch ($R \neq -1$) und nur noch schlecht mit Zug/Druck-Experimenten vergleichbar. Da sich jedoch sowohl in einsinniger Biegung als auch in Drucker-müdung gezeigt hat, daß der Druckhalbzyklus keinen maßgeblichen Anteil zur Schädigung beiträgt, wurde für Zug- und Druckseite mit der berechneten realen Zugdehnung korrigiert, womit man eine Überschätzung der Druckdehnung in Kauf nimmt. Somit wird in den Biege-Wöhlerkurven weiterhin Zyklieren innerhalb symmetrischer Dehngrenzen ($R = -1$) mit einer nach Bild 130 errechneten Dehnungsamplitude angenommen.

Auch für die Hourglassproben sind Korrekturen der gemessenen Oberflächendehnungen nötig. Wie die FEM-Simulation des Zugversuchs zeigt, ist die Dehnungsverteilung im Probeninneren keineswegs homogen. Das FEM-Netz eines Viertels des Probenlängsschnitts ist in Bild 131a) dargestellt. Zur Segmentierung wurden rotationssymmetrische Elementtypen ausgewählt. Wegen der zusätzlichen Probensymmetrie mußte somit nur der gezeigte Ausschnitt modelliert werden. Alle folgenden Teilbilder enthalten Zahlenangaben und Farbbalken für die Längsdehnungskomponente ϵ_{22} . Man findet für Beanspruchungen im elastischen Bereich (Bild 131b), Maximaldehnung 0.2%) eine Dehnungsüberhöhung am äußeren Umfang der Probe. Dieses Verhalten kehrt sich jedoch um, sobald man das pseudoelastische Plateau erreicht (Teilbild c), 0.9%). In diesem Fall unterschätzt man die tatsächliche Maximaldehnung bei einer Messung an der Probenoberfläche. Diese Unterbewertung kann bei der experimentell realisierten Dehnungsmessung über einer Strecke von 1.5-2mm für 4% reale Maximaldehnung etwa 1.2% betragen, für 10% reale Maximaldehnung sogar ca. 2.6%. Weil andererseits jedoch die Schädigung der Zugproben an deren Oberflächen einsetzt und nicht im Probeninneren und da die genannten Dehnungsunterschiede aufgrund der flachen Plateauverläufe nur unwirksam kleine Spannungsveränderungen mit sich bringen, sind die gemessenen Oberflächendehnungen der

Zug/Druck-Proben als schädigungsrelevant anzusehen und wurden für einen Vergleich mit den Biegeproben nicht korrigiert. Für pseudoelastische Materialien mit einem dominant im Inneren der Proben ablaufenden Schädigungsmechanismus sollte man die Dehnungsüberhöhung gegenüber der Oberflächendehnung jedoch berücksichtigen.

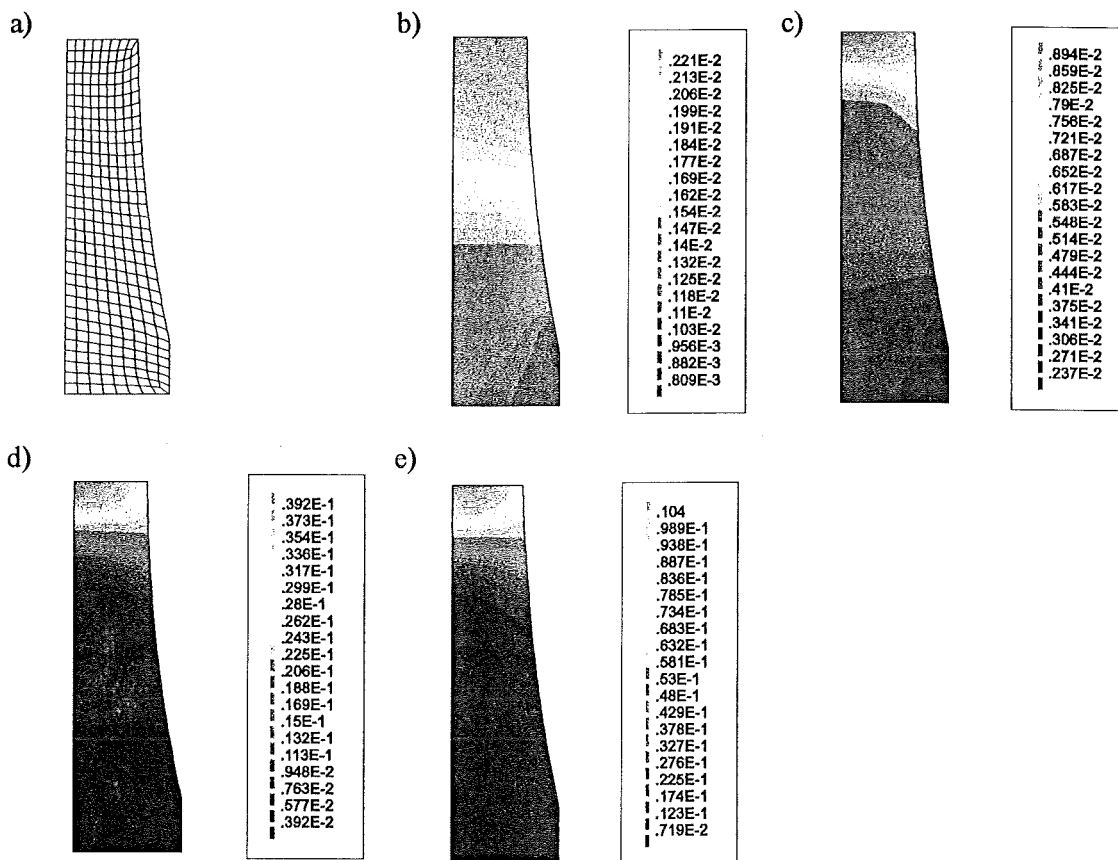


Bild 131 Längsdehnungs-Verteilung in einer taillierten Probe:
a) FEM-Netz, Maximaldehnungen: b) 0.2%, c) 0.9% d) 4% e) 10%

Die Lokalisierung der Maximaldehnung in Nähe der Probenachse kann auch durch eine andere Wahl der Taillierung nicht wesentlich beeinflusst werden. Bild 132 zeigt eine Vergrößerung des Hourglass-Radius von 30mm auf 300mm (Teilbild a)) bzw. 3000mm (Teilbild b)) bei einer Probengesamtlänge von 30mm. Selbst bei der optisch nicht mehr wahrnehmbaren Taillierung mit 3000mm zeigt sich für eine Maximaldehnung von 5% noch eine Dehnungsüberhöhung von 0.1% im Probenzentrum.

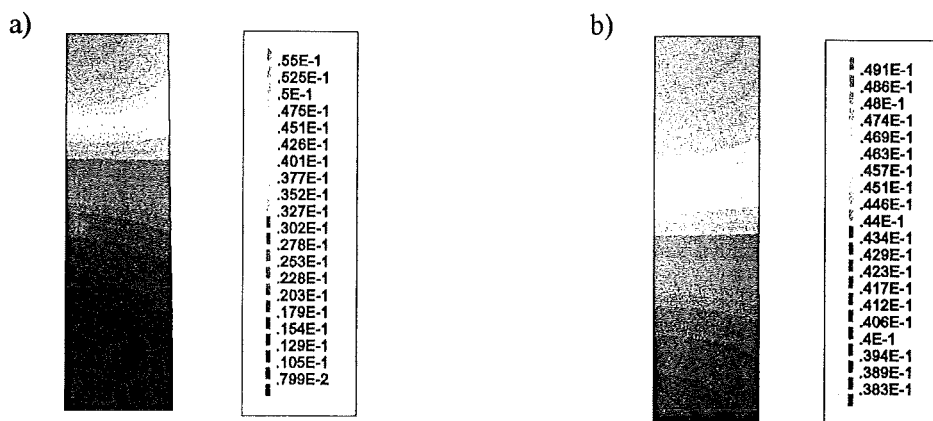


Bild 132 Einfluß einer schwächeren Taillierung: a) R=300mm b) R=3000mm

6.3.2 Vergleich des thermischen Verhaltens

Im Gegensatz zu den Biegeblechen zeigen die Zug/Druck-Proben eine starke Dehnratenabhängigkeit des Coffin-Manson-Exponenten c und eine Tendenz zu vergleichsweise kürzeren Lebensdauern bei schneller Versuchsführung und hohen Beanspruchungen. Die zugrundeliegenden thermischen Prozesse werden nun quantitativ dargestellt. Schätzt man für eine Dehnungsschwingbreite von 4% oder 8% das umwandelnde Volumen anhand der SIM-Streifenbildung an der Probenoberfläche ab, kann man davon ausgehen, daß die Umwandlungswärme ausgehend von der engsten Taille der Proben etwa über 2mm entlang der Längsachse entsteht. Der Phasenübergang wird als homogen ablaufend über dem Durchmesser von 3mm angenommen. Die Umwandlungsfront durchläuft dieses Volumen sehr schnell, so daß bei der SIM-Bildung von einer spontan freigesetzten Gesamtwärmemenge Q ausgegangen werden kann. Für die Berechnung der Wärmeabfuhr kann das Problem aus Symmetriegründen auf eine halbe Probe reduziert und als zylindrische Stange der Länge L betrachtet werden, an deren einem Ende ein Wärmepuls Q entsteht. Dieser sei zur Zeit $t=0$ bis zu einer Tiefe $d=2\text{mm}$ homogen verteilt und fließe dann aufgrund der Wärmeleitung in Richtung des anderen Endes ab. Die bei der martensitischen Umwandlung in einem Zylindervolumen von 2mm Länge und 3mm Durchmesser erzeugte Wärmemenge beträgt demnach mit der Dichte von NiTi $\rho=6.5\text{g/cm}^3$: $Q=20\text{J/g}\cdot\rho\cdot 2\text{mm}\cdot(1.5\text{mm})^2\cdot\pi=1.84\text{J}$. Für einen halbumendlichen Zylinder, der auf seiner Stirnfläche mit einem Wärmepuls Q beansprucht wird, gibt es eine geschlossene Lösung der Wärmeleitungsgleichung für den Spezialfall $T(x, t=0) = 0\text{K}$, was für den betrachteten Fall nur als grobe Näherung angesehen werden soll [Mag84]:

$$(46) \quad T(x, t) = \frac{Q}{\rho c_p V} \left| 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos \frac{n\pi x}{L} \frac{\sin(n\pi d/L)}{n\pi d/L} \exp\left(-\frac{n^2 \pi^2}{L^2} \alpha t\right) \right|$$

mit T : Temperatur, c_p : spezifische Wärme, α : Temperaturleitfähigkeit, V : Gesamtvolumen der Stange. Die Koordinate x läuft entlang der Zylinderachse, $x=0$ entspricht dem Mittelpunkt auf der realen Probenlänge. α hängt über folgende Beziehung von der Wärmeleitfähigkeit λ ab:

$$(47) \quad \alpha = \frac{\lambda}{\rho c_p}$$

Nun soll die Temperaturänderung bei $x=2\text{mm}$, also am Randbereich der Umwandlungszone über die Zeit verfolgt werden. Damit kann man beurteilen, wie schnell die Übergangswärme aus dem Umwandlungsbereich der Probe abfließt. Für sehr große Verhältnisse von x zu L wird Gleichung (46) unabhängig von L . Daher wurde $L=1000\text{mm}$ für die Rechnungen benutzt. Dies simuliert einen Übergangskontakt zu einem sehr großen Volumen, wie es auch im Zuggestänge der Prüfmaschine gegeben ist. Benutzt man ferner die thermischen Werte für NiTi: $\lambda=0.175\text{W/cmK}$ und $c_p=0.4\text{J/gK}$ [Roh96], ergibt sich eine zeitliche Entwicklung gemäß Bild 133.

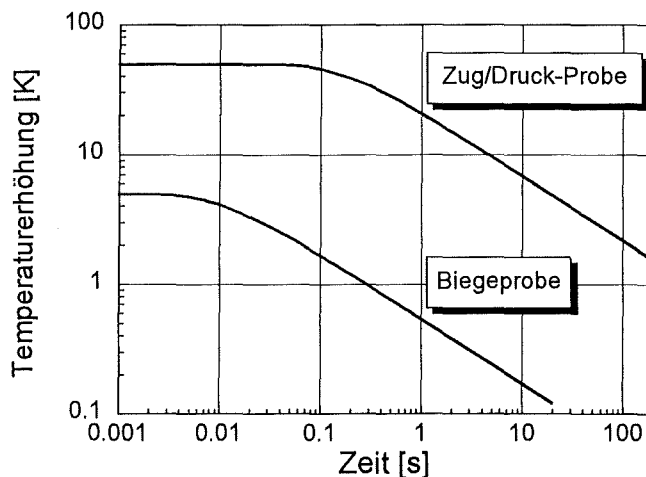


Bild 133 Ableitung der SIM-Umwandlungswärme aus Zug/Druck- bzw. Biegeproben

Neben dem Verlauf für die Zug/Druck-Probe ist die Temperaturkurve für eine Biegeprobe mit Meßlänge 2mm, Dicke $h=0.1\text{mm}$ und Breite 4mm angegeben, die nach demselben Verfahren berechnet wurde. Dabei wurde das gesamte Meßvolumen der reinen Biegung für die Umwandlung berücksichtigt. Der Wärmefluß ist für $x=1\text{mm}$, also am Einspannrand des Biegeblechs dargestellt. Wie man sieht, kühlt die Biegeprobe wegen ihrer geringeren Masse um Größenordnungen schneller ab als die Hourglassprobe. Für ein Biegeblech dauert es etwa 0.3 Sekunden, bis die Erwärmung auf 20% abgefallen ist, für die Zug/Druck-Probe hingegen 5 Sekunden.

Die thermische Trägheit der Hourglassproben konnte auch experimentell mit einer Thermokamera nachgewiesen werden. Ein Prüfling wurde mit einer Dehngeschwindigkeit von 5%/s auf 4% Zugdehnung belastet und dort gehalten. Dabei wurden die zeitlichen Temperaturänderungen auf der Oberfläche beobachtet. Abbildung 134 stellt die unter Last entstandene Erwärmung aufgrund der SIM-Umwandlungsenthalpie sowie deren Abkühlen über Wärmeleitung dar. Die Falschfarben entsprechen nach dem rechts eingezeichneten Skalierungsbalken Temperaturschwankungen von -5 bis $+5^\circ\text{C}$, bezogen auf die Temperatur des unbelasteten Probenzustands.

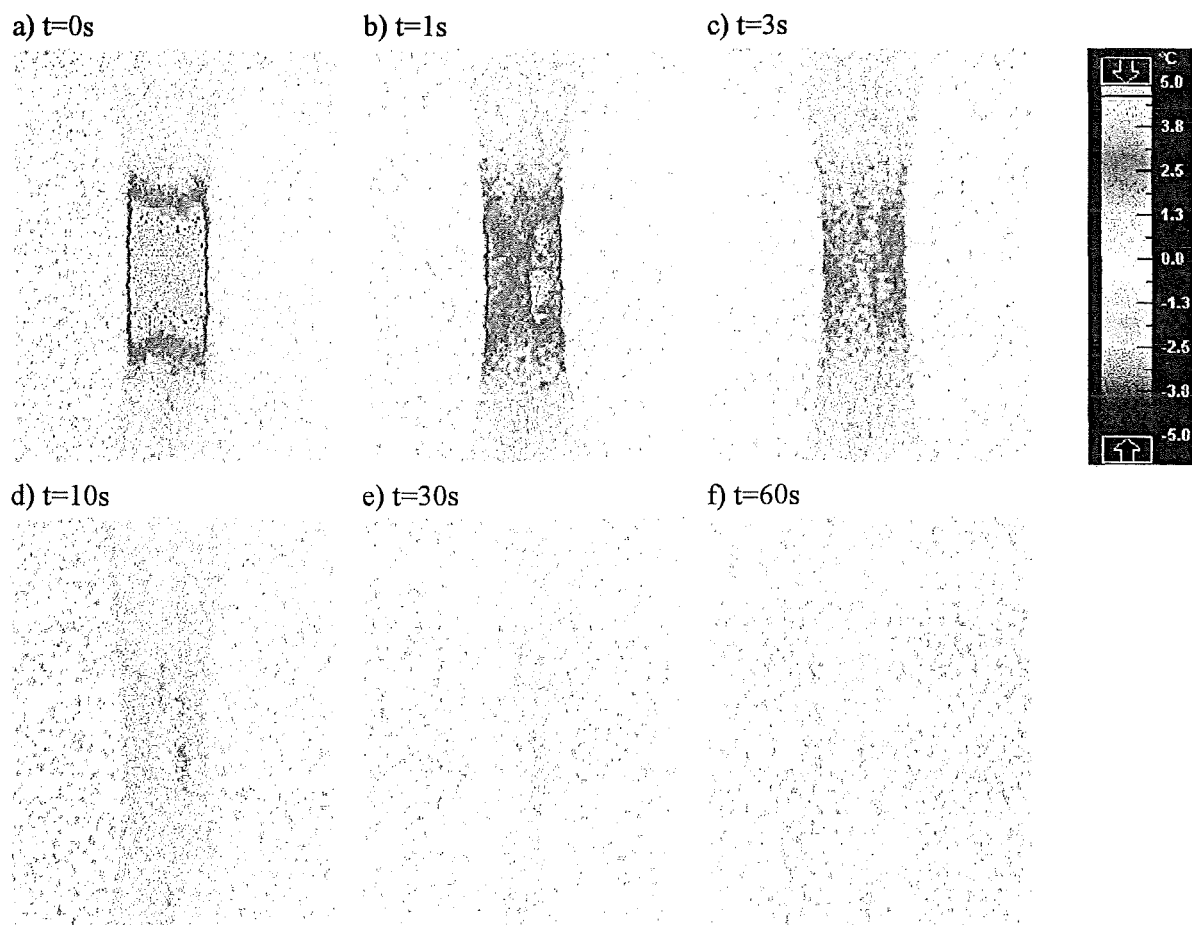


Bild 134 Abkühlung einer im SIM-Zustand gehaltenen Hourglassprobe

Die maximale Erwärmung beträgt ca. 5°C , nach 10 Sekunden ist die Probe um 4°C abgekühlt. Damit stehen die Abkühlzeiten in Einklang mit den theoretischen Erwartungen. Mit dieser starken thermischen Trägheit können auch die für schnelle Dehnraten beobachteten Knicke in den linear-elastischen Zweigen zwischen Zug- und Druckbereich (Bilder 94-96) erklärt werden. Die SIM-Bildung im Zugbereich beginnt bereits bei sehr viel kleineren Spannungen als im Druckbereich. Da die Probe bei der Rückumwandlung im Druckhalbzyklus abkühlt und diese Temperatur bis in den folgenden Zughalbzyklus beibehält, wird nach der Clausius-Clapeyron-Gleichung die SIM-Einsatzspannung pro Grad Abkühlung um etwa 7MPa herabgesetzt. Damit knickt der elastische Ast

im Zuglastbereich schon bei sehr kleinen Spannungen ab und enthält pseudoelastische Verformungsanteile. Umgekehrt macht sich die Absenkung der Einsatzspannung für den Druckzyklus kaum bemerkbar, da die relative Änderung dort wesentlich geringer ist.

6.3.3 Vergleich der Last/Deformationskurven

Im Verlauf der pseudoelastischen Plateaus fällt auf, daß die Plateausteigungen in Biegeexperimenten durchweg höher liegen als in Zug/Druck-Versuchen. Im Probenquerschnitt eines Balkens unter starker Biegebeanspruchung gibt es jedoch immer einen Anteil nahe der neutralen Faser, der elastisch beansprucht wird und pro Dehnungsincrement größere Lastinkremente beiträgt als bereits pseudoelastisch deformierenden Volumenanteile. Dadurch wird die Plateausteigung erhöht im Vergleich zu Lastkurven von Zugproben, die weitgehend homogen pseudoelastische Verformung im gesamten Volumen zeigen.

6.3.4 Vergleich der pro Zyklus dissipierten Energie

Der Flächeninhalt einer pseudoelastischen Schleife gibt sowohl für einen Biege- als auch einen Zug- oder Druckhalbzyklus ein Maß für die dissipierte Energie an. Der dominante dissipative Prozeß ist Wachstum und Rückbildung von SIM/Austenit-Grenzflächen während der Be- bzw. Entlastung. Zusätzlich treten besonders in Zug/Druck-Ermüdung Energieanteile auf, die in plastische Verformung dissipiert werden. Für einen quantitativen Vergleich der Dissipationsenergien benutzt man für Biegung die Formel [Dub95]:

$$(48) \quad \frac{E_{\text{diss,B}}}{V} = \int \frac{1}{V} M d\alpha \quad \text{mit: } V: \text{ betrachtetes Volumen, } M: \text{ Biegemoment, } \alpha: \text{ Biegewinkel.}$$

Für Zug/Druck-Beanspruchung gilt entsprechend [Dub95]:

$$(49) \quad \frac{E_{\text{diss,ZD}}}{V} = \int \sigma d\epsilon,$$

wobei zwischen Zug- und Druckhalbzyklus große Unterschiede erwartet werden. Ebenso ist eine Betrachtung der Energieumsätze in einem frühen ($N=1$) und einem späteren ($N=50\%N_f$) Stadium der Ermüdung interessant. Für 2% Dehnungsschwingbreite war die Hysteresisfläche in Biegeexperimenten noch zu klein für eine Auswertung. Daher wurden nur $\Delta\epsilon_t=4\%$ und $\Delta\epsilon_t=8\%$ betrachtet. Mit graphisch aus den Lastkurven ermittelten Flächeninhalten ergeben sich für die reversierenden Experimente folgende Dissipationsenergien (als Einheit wurde die massebezogene Größe J/g gewählt):

Dehnungsschwingbreite [%]	Dehnrates [%/s]	Ermüdungsgrad	Biegung	Zug/Druck	
			$E_{\text{diss,B}}$ [J/g]	$E_{\text{diss,ZD}}$ [J/g] Zughalbzyklus	$E_{\text{diss,ZD}}$ [J/g] Druckhalbzyklus
4	1	N=1	0	0	1
		N=50%N _f	0	0	0
	0	N=1	0	0	0
		N=50%N _f	0	0	0
8	1	N=1	0	1	2
		N=50%N _f	0	1	1
	0	N=1	0	1	1
		N=50%N _f	0	1	1

Bild 135 Dissipationsenergien vor und während der Ermüdung

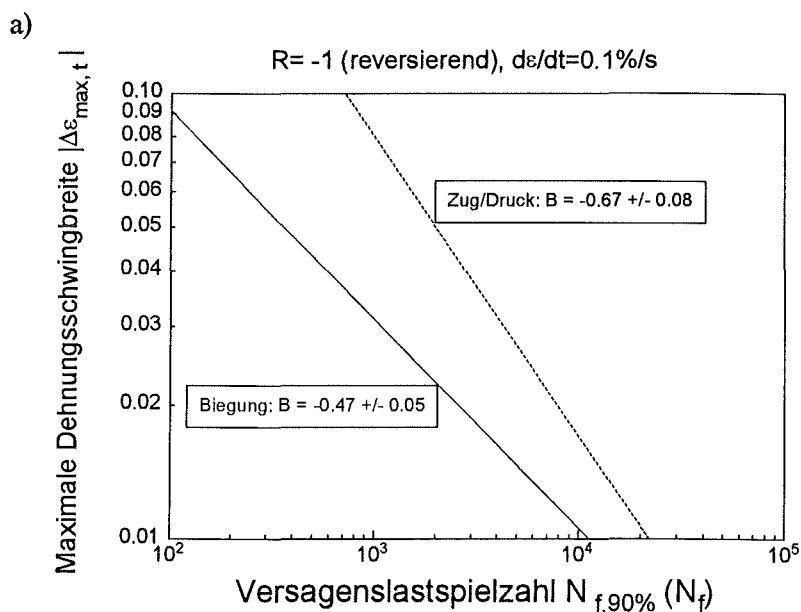
Für Zug/Druck-Ermüdung wurde wegen der Asymmetrie der Lastkurven zwischen Zug- ($\epsilon > 0$) und Druckhalbzyklus ($\epsilon < 0$) unterschieden, bei der Biegung wurde über die Hysteresefflächen beider Biegerichtungen gemittelt, da diese weitgehend symmetrisch sind. Der maximale relative Fehler der ermittelten Werte liegt bei 3%.

Sämtliche dissipierten Energien sind klein gegenüber der latenten Umwandlungswärme der martensitischen Transformation, die bei etwa 20J/g liegt. Für 4% Dehnungsschwingbreite erhält man besonders in Biegung noch sehr geringe dissipative Anteile, die jedoch für $\Delta\epsilon_r=8\%$ um einen Faktor 5 ansteigen. Zu Beginn der Ermüdungsprüfung liegen die Werte für Biegeermüdung systematisch um einen Faktor 4-5 unter den entsprechenden Werten des Zughalbzyklus der Zug/Druck-Ermüdung. Im Druckhalbzyklus werden wegen der großen plastischen Deformationsanteile noch einmal ca. 50% höhere Energieumsätze beobachtet. Die geringere dissipierte Energie in Biegeermüdung erscheint plausibel angesichts der Tatsache, daß unter der inhomogenen Beanspruchung ein kleinerer Volumenanteil martensitisch umwandelt als in Zug/Druck-Belastung.

Allgemein geht die pro Lastspiel dissipierte Energiemenge während der Ermüdung deutlich zurück, da die zyklische SIM-Bildung „eingelaufen“ ist, d.h. durch geeignete Eigenspannungsfelder, Restmartensitkeime und Versetzungsstrukturierungen erleichtert wird. Dieser Rückgang ist für den Druckhalbzyklus in Zug/Druck-Ermüdung am deutlichsten ausgeprägt, da dort zusätzlich plastische Verformungen abnehmen. Nach 50% der Lebensdauer kann dabei eine Reduzierung auf unter 50% der im ersten Zyklus dissipierten Energie beobachtet werden. Weiterhin sind die Werte besonders für Zug/Druck-Proben stark dehnratenabhängig. Dabei kommen die thermischen Mechanismen zum Tragen, die bereits bei der Dehnratenabhängigkeit der Lastkurven in Kap. 6.3.2 diskutiert wurden.

6.3.5 Vergleich der Ermüdungsdaten

Nach den Betrachtungen aus Kap. 6.3.1 wurden die Wöhlerkurven für Biegeermüdung um den Beitrag der Zug/Druck-Asymmetrie korrigiert und neu aufgetragen. Die Fitgeraden für Biege- und Zug/Druckermüdung für die drei untersuchten Lastfälle sind in Bild 136 zusammengestellt. Die gestrichelte Linie gilt jeweils für die Zug/Druck-Experimente, die durchgezogene für die Wechselbiegung. Der negative Kehrwert $-B^{-1}$ des angegebenen Zahlenwerts B entspricht dem Coffin-Manson-Exponenten c.



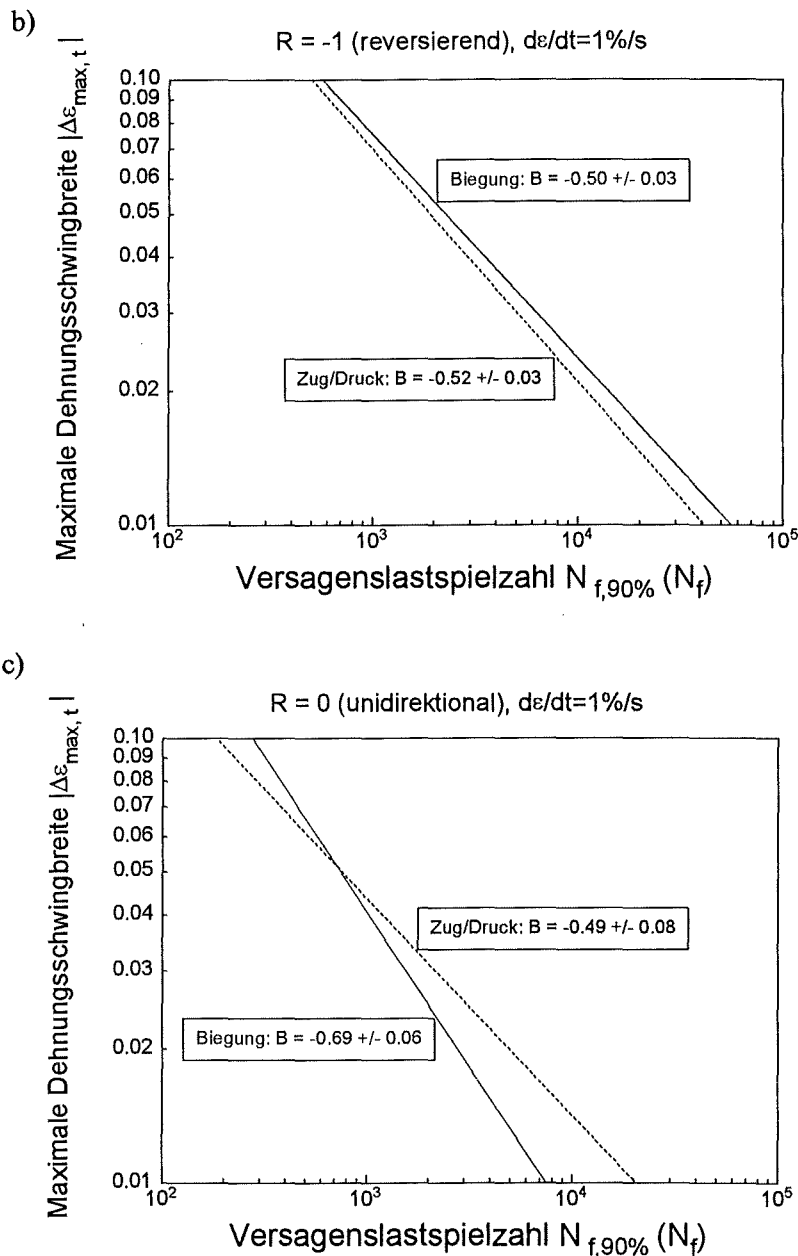


Bild 136 Asymmetrie-korrigierte Dehnungswöhlerkurven: a) $R = -1$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 0.1\%/s$, b) $R = -1$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$, c) $R = 0$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$

Ausgehend von Teilbild a) erkennt man, daß sich für kleine Dehnraten ($0.1\%/s$) in Wechselbiegung weitaus kürzere Lebensdauern ergeben als für Zug/Druck-Ermüdung. Dies spricht dafür, daß eine frühere und stärkere Schädigung durch Ribbildung vorliegt und ist als Dimensionseffekt verständlich. Dieselbe Ribflächendichte und -längenverteilung ruft bei einem $100\mu\text{m}$ dünnen Blech, bei dem Ausscheidungsdurchmesser bis zu 5% der Blechstärke erreichen und $10\mu\text{m}$ -Risse im Verhältnis zu den Abmessungen bereits als Makrorisse oder zumindest überkritisch wachsende Risse gewertet werden können, eine wesentlich stärkere Schädigung hervor als in einer makroskopischen Vollprobe. Ein prinzipiell unterschiedliches bruchmechanisches Verhalten in Biegung und Zug/Druck kommt nach den Ergebnissen der Kapitel 6.1.2.7 und 6.2.2.6 nicht in Betracht, da der Ribfortschritt in Abhängigkeit von den jeweiligen Ermüdungsgraden gut vergleichbar ist. Der Dimensionseinfluß ist für hohe Dehnschwingbreiten am größten, da das Ribwachstum dort am schnellsten fortschreitet. Bei dem Vergleich mit höheren Dehnraten von $1\%/s$ (Teilbild b)) zeigt sich für Biegeermüdung eine deutliche

Verschiebung der Coffin-Manson-Geraden zu höheren Lebensdauern. In den Ribuntersuchungen (Kap. 6.1.2.7, 6.2.2.6) hat sich eine stärkere Lokalisierung der Schädigung bei langsamer Versuchsführung gezeigt, was sich anhand stark reduzierter Rib-Flächendichten bei vergleichbaren Riblängen nachweisen ließ. Als Ursachen für dieses zeitabhängige Schädigungsverhalten wurden bereits Schwingungsrißkorrosion sowie zeitabhängige Delaminationseffekte der harten $Ti_4Ni_2O_x$ -Ausscheidungen von der Matrix diskutiert. Alle im REM beobachteten Bruchflächen wiesen eine mehrere nm starke Oxidschicht auf, welche durch die hohe Sauerstoffaffinität des Titans begünstigt wird. Neu gebildete Ribufer werden innerhalb weniger Sekunden mit einer Oberflächenoxidschicht bedeckt, welche ein vollständiges Ribschließen nach Entlastung verhindert und so Ribwachstum fördern kann. Für eine endgültige Beurteilung der Dehnratenabhängigkeit müßten Vergleichsexperimente im Hochvakuum oder in einer geeigneten Schutzgasatmosphäre gefahren werden.

Die beobachtete Dehnratenabhängigkeit der Lebensdauer ist auch für Zug/Druck-Proben sichtbar, wird allerdings besonders im Bereich hoher Dehnungsbeanspruchungen von einem gegenläufigen Prozeß kompensiert. Die starke Erwärmung der Probe bei hohen Lasten und die thermische Trägheit bewirken für große Dehnraten von 1%/s stärkere plastische Deformation sowie wegen der steileren Plateauanstiegung insgesamt höhere Lastschwingbreiten als bei 0.1%/s. Dadurch verkürzen sich für schnelles Reversieren die Lebensdauern der Zugproben ab ca. 3% Dehnungsschwingbreite. Zusätzlich verändert sich die Steigung der Zug/Druck-Wöhlerkurve gegenüber der Vergleichskurve für langsames Reversieren (0.1%/s) wegen der Lastabhängigkeit des thermischen Effekts.

Die Wöhlerkurven der unidirektionalen Beanspruchung zeigen für hohe Dehnungen ein ähnliches Verhalten wie im reversierenden Fall. Unterhalb von etwa 5% Dehnungsschwingbreite jedoch fallen die Lebensdauern der Biegeexperimente unter die Vergleichswerte der Zug/Druck-Ermüdung. Der Dimensionseffekt macht sich offensichtlich bei einsinniger Beanspruchung und geringen Lasten sehr viel deutlicher bemerkbar als in reversierender Versuchsführung. Für hohe Dehnungsschwingbreiten wird dieser Mechanismus wiederum durch die stärkere Erwärmung und plastische Verformung der Hourglassproben ausgeglichen. Die stärkere Abhängigkeit der Lebensdauern vom Dehnungsverhältnis R unter Biegebeanspruchung wurde bereits in den Kapiteln 6.1.2.4 bzw. 6.2.2.3 herausgestellt.

Für einen direkten Vergleich der Ermüdungseigenschaften unter Biegewechsel- und Zug/Druck-Beanspruchung sind in Tabelle 9 einige charakteristische Zahlenwerte, jeweils bezogen auf den Ausgangswert, zusammengestellt. Der obere Wert eines Tabellenfeldes bezieht sich jeweils auf Biegeermüdung (B), der untere auf Zug/Druck-Ermüdung (Z/D). Es wurden nur die Lastfälle mit den größten Dehnungsschwingbreiten (8% für reversierende und 4% für einsinnige Experimente) berücksichtigt, da sich dort insgesamt die stärksten Veränderungen in mechanischen und Formgedächtniseigenschaften ergaben. Die mittlere Riblänge ist für die Ermüdungsstadien 25%, 50% und 100% N_f angegeben.

Veränderung der Eigenschaft zu $N=1$ [Prozent des Anfangswerts]	R= -1, $d\epsilon/dt \geq 1\%/s$			R= -1, $d\epsilon/dt = 0.1\%/s$			R= 0, $d\epsilon/dt \geq 1\%/s$		
	Ermüdungsgrad			Ermüdungsgrad			Ermüdungsgrad		
	10%	50%	90%	10%	50%	90%	10%	50%	90%
Lastschwingbreite B Z/D	+2.5	+4	+2	+1.5	+1	-1	+13	+13	+2
	-5	-3.5	-5.5	+8	+9	+9	+58	+73	+71
Hysteresisbreite B Z/D	-4	-15	-19	-1	-13	-17	-27	-38	-47
	-26	-47	-54	-15	-30	-34	-43	-48	-58
	Ermüdungsgrad			Ermüdungsgrad					
	25%	50%	100%	25%	50%	100%			
Rißlänge [μm] B Z/D	9	14	88	9	9	63			
	21	28	67	5	17	65			

Tabelle 9 Vergleich des Ermüdungsverhaltens in Biege- und Zug/Druck-Versuchen

Die absoluten Abweichungen der Lastschwingbreite und der Hysteresisbreite vom Anfangswert sind durchweg in Zug/Druck-Ermüdung wesentlich stärker ausgeprägt, da dort einerseits die Zug/Druck-Asymmetrie wirksam werden kann (sie sorgt für die unterschiedlichen Vorzeichen bei der Variation der Spannungsschwingbreite) und außerdem das gesamte Verformungsvolumen homogen den hohen Lasten ausgesetzt ist. Andererseits fällt auf, daß die Spannungsschwingbreite in Zugversuchen während der gesamten Lebensdauer sehr viel stabiler bleibt und dann steiler abfällt als die Biegemoment-Schwingbreite in Biegeermüdung. Der Grund dafür liegt im Bruchmechanismus: Während des Rißwachstums bei Zugermüdung wird der effektive Tragquerschnitt der Probe fortlaufend geringfügig verkleinert, so daß die reale Maximalspannung ansteigt. Das Versagen läuft schlagartig ab, wenn der Restquerschnitt durch einige Makrorisse so weit geschwächt worden ist, daß die Probe die angelegte Spannung nicht mehr tragen kann. Anders führt das Rißwachstum bei Biegeblechen zu einer Abnahme der effektiven Probendicke an dieser Stelle. Dadurch werden etwas kleinere Maximallasten erreicht, und die Rißausbreitung bis zu einem kritischen Versagensriß nimmt längere Zeit in Anspruch. Dieses Verhalten spiegelt sich ebenso in den Rißlängendaten wider, insbesondere in der Entwicklung ab 50% Ermüdungsgrad.

7 Anwendungen

7.1 Festigkeit von widerstandsgeschweißten NiTi-Verbindungen

Als verfahrenstechnische Anwendung sollen statische und dynamische Festigkeiten einer widerstandsgeschweißten intermetallischen Verbindung von Nitinol SE508 ermittelt werden. Das Fügen von NiTi mit artgleichem und artfremdem Material ist eine Herausforderung für die Verbindungstechnik. Die herkömmlichen Methoden sind nur in Reinst- und Schutzgasatmosphäre praktikabel, da sich beim Erstarren der Schmelze schnell spröde intermetallische Phasen bilden, die eine homogene und stabile Verbindung erschweren. Fügemethoden, welche die Schmelze nahezu vollständig aus der Verbindungszone austreiben oder durch extrem schnelle Aufheiz- und Abkühlraten bestimmte Ausscheidungsphasen vermeiden, sind Laserschweißen [Schü94], Diffusionsschweißen [Hin88], Reibschweißen [Shi91] und Widerstands-Stoßschweißen [Bey89]. Laserschweißen ist je nach Laserleistung für Durchmesser einiger Millimeter bis Zentimeter bereits nicht mehr anwendbar, Diffusionsschweißen ist sehr zeitaufwendig, und Reibschweißen ist im wesentlichen an radialsymmetrische Geometrien gebunden. Publikationen über Widerstandsschweißen belegen die Machbarkeit der Fügung von NiTi, allerdings nur für kleine Dimensionen (Drähte bis 1mm Durchmesser).

7.1.1 Herstellung

Aus den oben genannten Gründen wurde das Widerstandsschweißen zum Fügen von zylindrischen Halbzeugen ausgewählt. Die Schweißversuche wurden in Zusammenarbeit mit der MPA Stuttgart (Staatliche Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart) durchgeführt. 280 Halbzeuge mit planparallelen Stirnflächen des Durchmessers 6mm und jeweils 16mm Länge wurden paarweise unter einer Anpreßkraft von 250N aufeinandergedrückt und von einem konstantgeregelten, gerampten 3.8kA-Strompuls durchflossen. Die gesamte Pulsdauer betrug 260ms bei linearen Rampen von 80ms bzw. 90ms. Der Elektrodeneinsinkweg wurde während des Schweißens überwacht. Bei einer Überschreitung von 120µm wurde der Strom automatisch abgeschaltet.

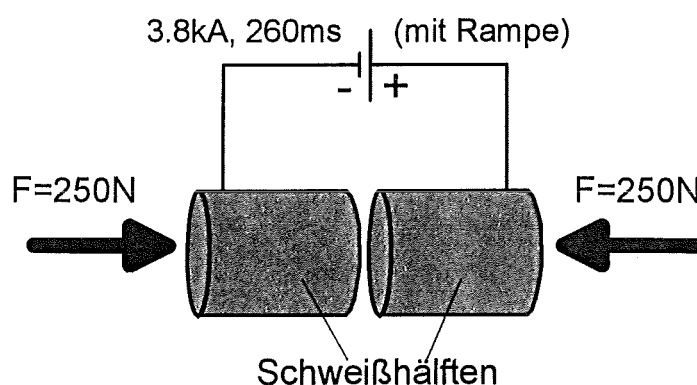


Bild 137 Schemabild zum Widerstands-Stoßschweißen

Die Verbindung von 98 geschweißten Zylindern der Länge 32mm erwies sich als ausreichend stabil für das Drehen der Hourglassgeometrie. Die Behandlungsschritte zur Konditionierung der Pseudoelastizität sowie der Oberflächenvergütung entsprechen der Herstellung unverschweißter Proben. Aus entsprechenden Laserschweißversuchen ist bekannt [Haa96], daß die Konditionierungsglühung **nach** dem Schweißen durchgeführt werden sollte, um eine über der Fügezone konstante Härte zu erhalten. Daher wurden die Proben nach dem Schweißen und Drehen bei 475°C für 10 Minuten ausgelagert.

Bild 138 zeigt eine widerstandsgeschweißte Zug/Druckprobe nach dem Schleifen und Elektropolieren neben einem Rohling.

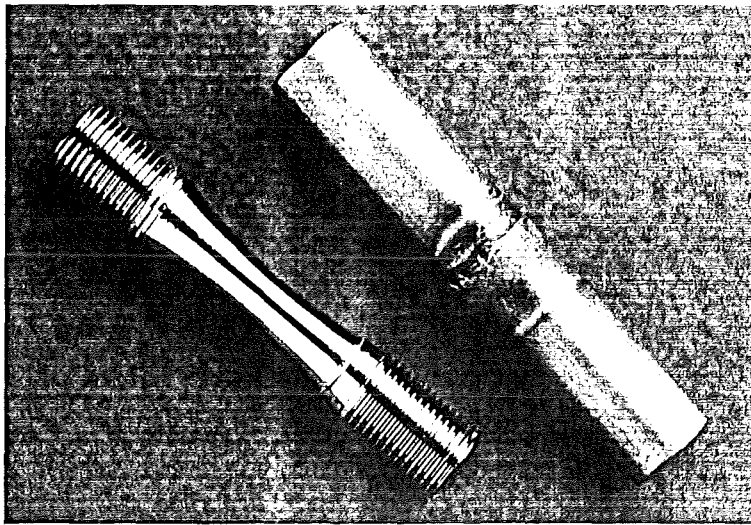


Bild 138 Rohling und Hourglassprobe, gedreht aus widerstandsgeschweißten 6mm-Zylindern

7.1.2 Zug/Druck-Versuche an widerstandsgeschweißtem Material

7.1.2.1 Messungen zu den mechanischen Eigenschaften

Orientierende Versuche an widerstandsgeschweißtem Material deuteten an, daß nahezu alle Proben bei Dehnungsschwingbreiten oberhalb von 6-7% spontan brechen. In Bild 139 ist eine typische Lastkurve für $\Delta\epsilon_t=5\%$ und eine Dehnrates von 1%/s dargestellt.

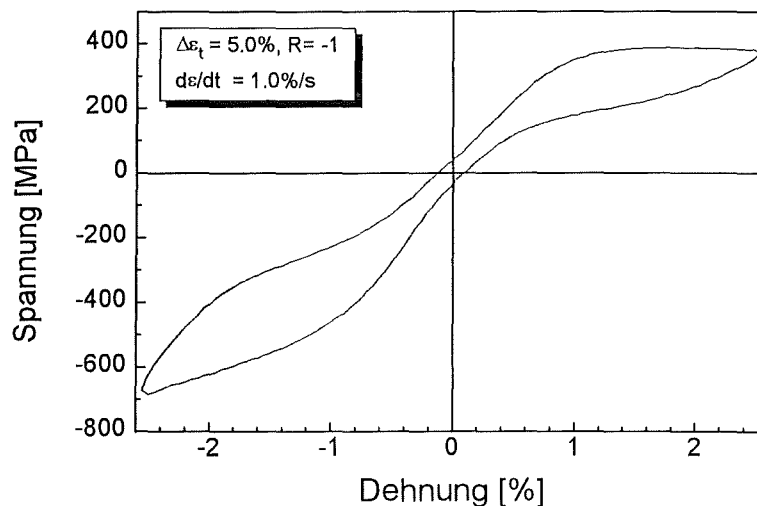


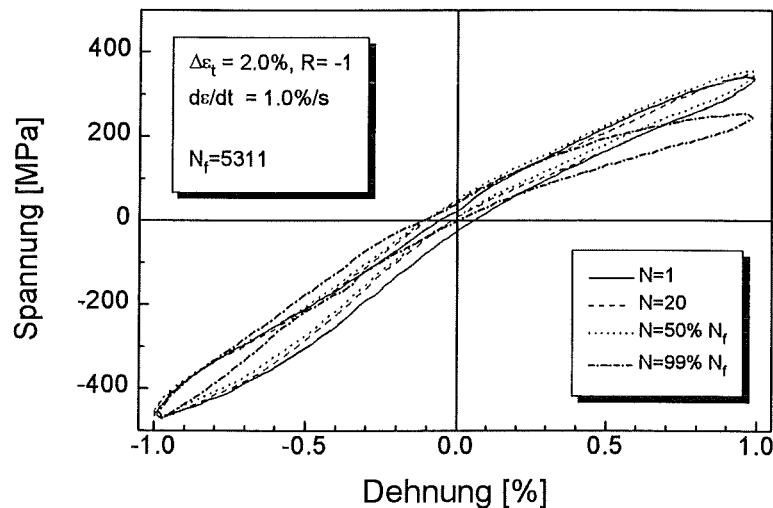
Bild 139 Lastkurve einer widerstandsgeschweißten Hourglass-Probe

Da die Dehnungsmessung an der engsten Taille, d.h. unmittelbar im Bereich der Schweißzone bzw. Wärmeinflußzone durchgeführt wird, kann man feststellen, daß das Material auch nach der Fügung eine ausgeprägte pseudoelastische Charakteristik zeigt. Verlauf und Reproduzierbarkeit der Meßkurven sind identisch mit dem unverschweißtem Material.

7.1.2.2 Ermüdungsexperimente

Auch die Ermüdungsexperimente lieferten keine neuen Erkenntnisse im Vergleich mit dem unverschweißten Material. Veränderungen in Form und Verlauf der Hysterese sowie Zug/Druck-Asymmetrie und Relaxation der Mittelspannung zeigen sich unverändert. Allerdings sind die erzielten Lebensdauern ab 4% Gesamt-Dehnungsschwingbreite um einen Faktor 5-10 kürzer als für das unverschweißte Material.

a)



b)

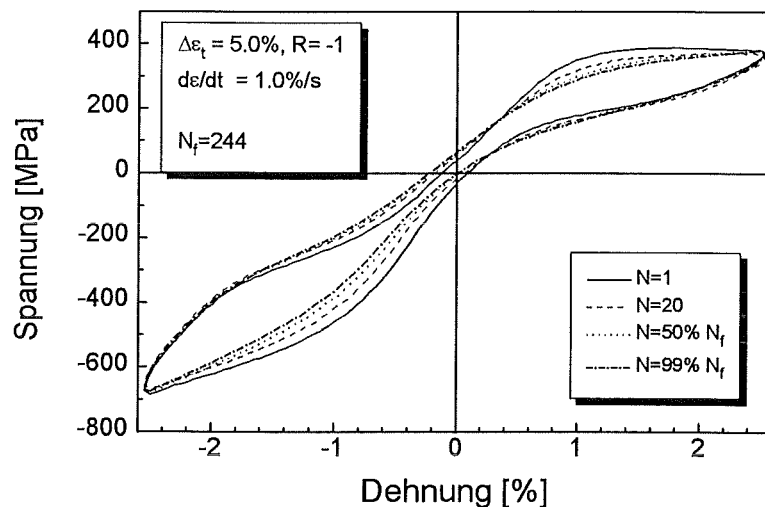


Bild 140 Last-Ermüdungskurven für widerstandsgeschweißtes Material: a) +/-1% b) +/-2.5%

7.1.3 Ergebnisse

7.1.3.1 Ermüdungsverhalten / Dehnungs-Wöhlerkurve

Bei Lasten ab 6% Dehnungsschwingbreite brachen alle drei untersuchten Proben spontan bei $N=1$ (angedeutet durch die Meßpunkte links in Bild 141). Unterhalb von 5% läßt sich eine Coffin-Manson-Relation mit Geradensteigung $B = -0.28 \pm 0.04$ (entsprechend einem Dehnungsexponenten von $c=3.6$) anpassen, die um etwa einen Faktor 2 unter dem Wert für unverschweißtes Material liegt und auf stark verkürzte Lebensdauern im Hochlastbereich hinweist.

Widerstandsgeschweißte Zug/Druck-Proben
 $R = -1$ (reversierend), $d\epsilon/dt = 1\%/s$

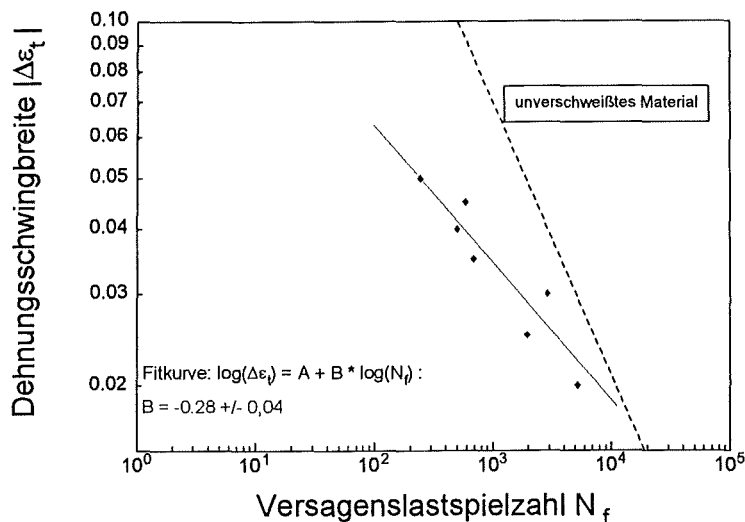


Bild 141 Dehnungswöhlerkurve für widerstandsgeschweißte Zug/Druck-Proben

Erst für $\Delta\epsilon_t < 2\%$ werden mit unverschweißtem Material vergleichbare Versagenslastspiele erreicht.

7.1.3.2 Mikrostrukturelle Untersuchung der Schweißzone

In Bild 142 ist ein metallographischer Längs-Flachschliff der Fügezone abgebildet. Die an die Schweißnaht anschließende Wärmeeinflusszone weist ein typisches Stengelwachstum entlang des Wärmegradienten während des Erstarrungsprozesses auf. Die Schweißnaht zeigt eine homogene Verbindung der Hälften. Allerdings ist die gesamte Fügezone von einem dichten Netz aus Poren durchsetzt.

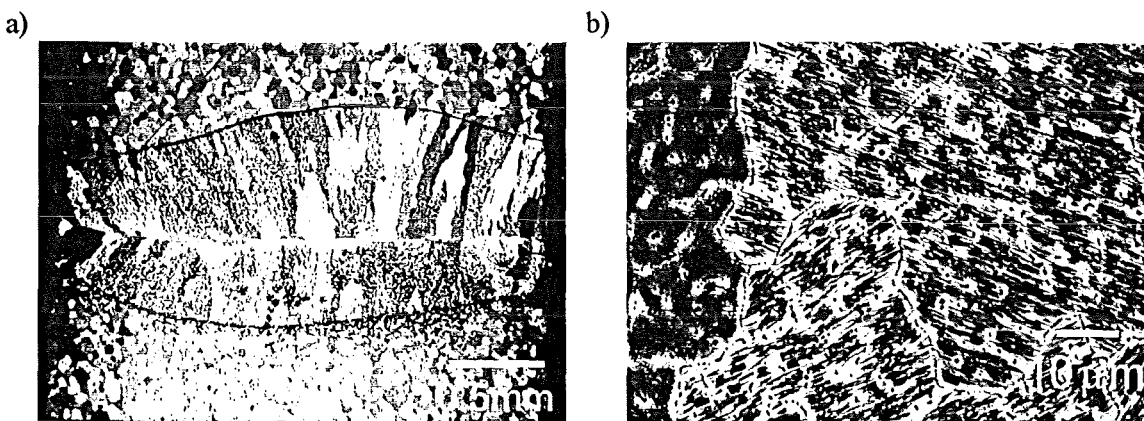


Bild 142 a) Fügezone mit b) dichtem Porennetzwerk

In einigen Prüflingen wurden in Querschliffen der Bruchflächen Lunker mit einem Durchmesser bis zu 0.4mm gefunden (Bild 143). Die Porenbildung beim Fügen wird durch zu das starke Aufheizen der Probe hervorgerufen, so daß bereits ein Teil der dabei entstehenden Schmelze in die Nähe des Siedepunkts erhitzt wird und Bläschen bildet, die beim Abkühlen als Lunker eingefroren werden. Zur Vermeidung derartiger Erscheinungen müßte ein noch kürzerer Strompuls verwendet werden. Eine stärkere Kathode stand jedoch an der MPA Stuttgart nicht zur Verfügung. Versprödende Fremdphasen im Schweißgut konnten nicht nachgewiesen werden.

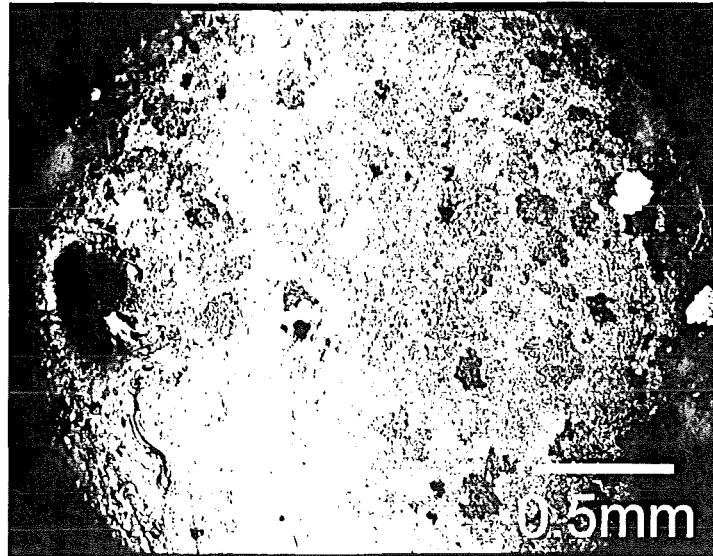


Bild 143 Großer Lunker (links) in der Fügezone einer widerstandsgeschweißten Probe

Härtemessungen ergeben erwartungsgemäß keine signifikanten Abweichungen von den Werten des unverschweißten Ausgangsmaterials und zeigen einen konstanten Verlauf über die Schweißnaht und Wärmeinflußzone hinweg. Die Härtewerte in Längs-Flachschnitten lagen wie bei unverschweißtem Material um $HV_{0.1}=300$.

7.2 Lebensdauervorhersage für MIC-Mikrozangen

In einer weiteren Applikation sollen nun die Ergebnisse der Biege- und Zug/Druck-Ermüdungsexperimente zur Lebensdauervorhersage für ein reales Bauteil herangezogen werden. Als anwendungsrelevantes Beispiel für den Einsatz pseudoelastischen NiTi-Materials in der Medizintechnik wurden mikrochirurgische Zangen hergestellt und zyklisch ermüdet. Werkzeuge dieser Art mit mannigfaltigen Funktionen sind bereits in Anwendung: Sie fungieren als Schneid-, Koagulations- oder Kauterwerkzeuge, sind als Greifer für Nierensteinextraktionen oder als kleine Nähapparate ausgelegt [Gub96, Dau95]. Das Funktionsprinzip der Mikrozangen ist in Bild 144 dargestellt.

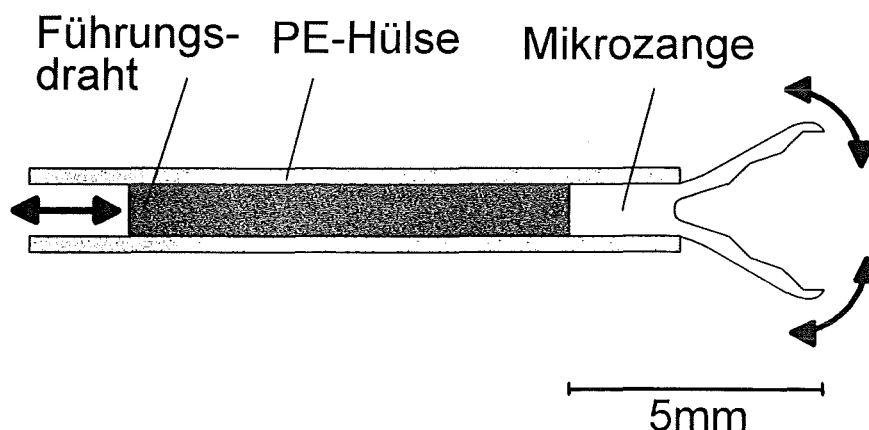


Bild 144 Funktionsprinzip der MIC-Mikrozange

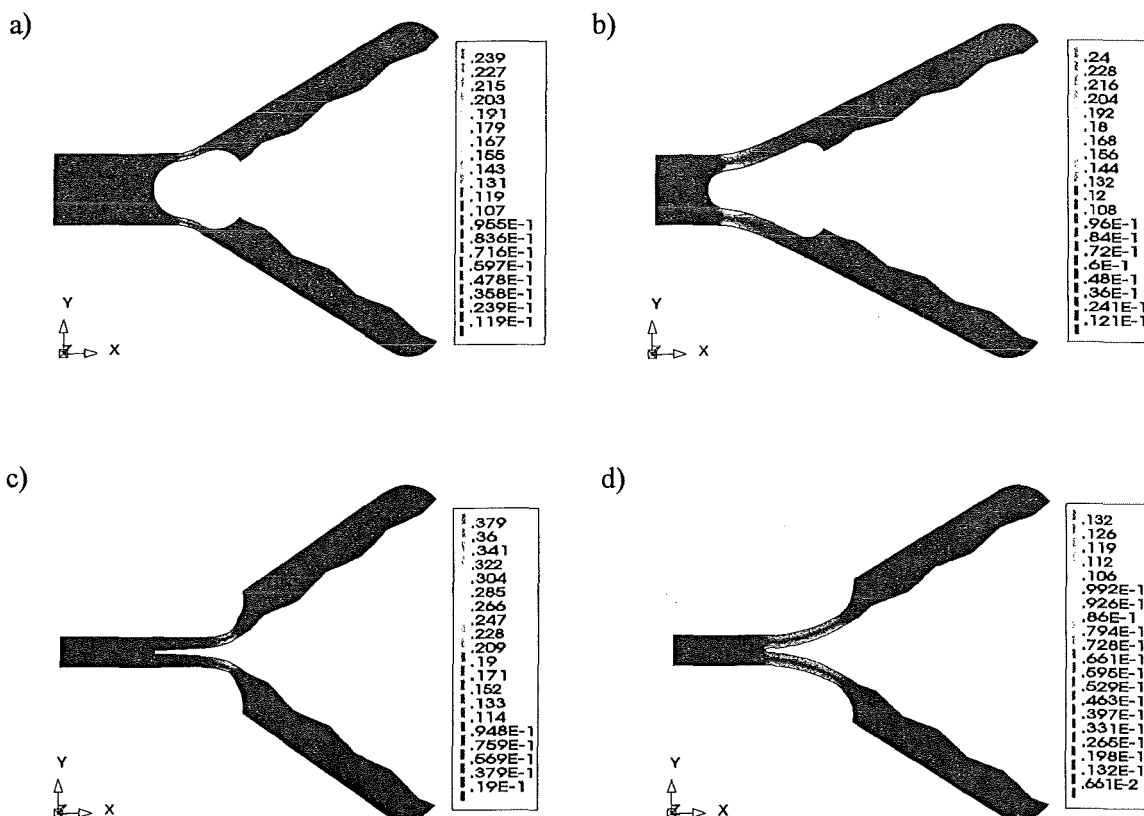
Das Werkzeug wird mit einem Führungsdraht verbunden, der in einer flexiblen Polyethylenhülse läuft. Im lastfreien Zustand muß die Zange geöffnet und pseudoelastisch sein. So kann man das Maulteil durch Einziehen des Führungsdrahtes in den Schlauch schließen, wobei es pseudoelastisch verformt wird. Nach dem Vorschieben des Drahtes öffnet sich die Zange wieder vollständig, da keine

plastische Dehnung wirksam wird. Im klinischen Einsatz geht man von einer zyklischen Beanspruchung des Werkzeugs durch wiederholtes Greifen und Loslassen von Gewebebestandteilen aus.

7.2.1 Herstellung

Die Zangen wurden mit Draht-Funkenerosion aus 0.75mm starkem, mechanisch polierten Blechmaterial der Legierung Nitinol SE508 auf einer CNC-Erodiermaschine hergestellt. Auf oberflächen- oder schnittkantenvergütende Nachbehandlungen wurde verzichtet. Die Schnittbreite des verwendeten Erodierdrahtes betrug 50µm und wurde bei der Programmierung der Schnittkurve als Verlustmaß berücksichtigt.

Das Design für die Zange wurde mit Hilfe von Finite-Elemente-Methoden dahingehend optimiert, eine maximale Rückstellkraft von etwa 0.6-0.7N bei vollständigem Öffnen abzugeben bei einer möglichst gleichmäßigen Spannungsverteilung über den Flanken. Dazu wurden das Verhalten verschiedener Zangengeometrien bei einer vorgegeben Öffnungsweite von 5mm mit dem pseudoelastischen FEM-Modell (Kap. 2.6.2) untersucht. Dabei wurden Form und Stegbreiten der maximal belasteten Abschnitte variiert sowie zwei grundsätzlich verschiedene Konzepte erprobt: einerseits der Außenflankengreifer mit einer Schlitzöffnung im Inneren (Bilder 145 a) und b)) sowie der Innenflankengreifer (Bilder c) und d)), der sich schließlich als überlegen herausstellte. In allen FEM-Bildern ist die von Mises-Dehnung farblich dargestellt. Mit einer geeigneten konischen Ausformung der Flanken (Teilbild d)) konnte eine sehr gleichmäßige Lastverteilung erzielt werden. Dabei ist allerdings eine hohe Anforderung an die Fertigungstoleranzen gestellt, da bereits eine Maßabweichung von nur 3µm eine Lokalisierung der Last bewirkt, wie er in starkem Maße im Bild c) dargestellt ist. Teilbild e) zeigt die Struktur der in allen Berechnungen verwendeten Vernetzung, die weitgehend manuell erstellt werden mußte.



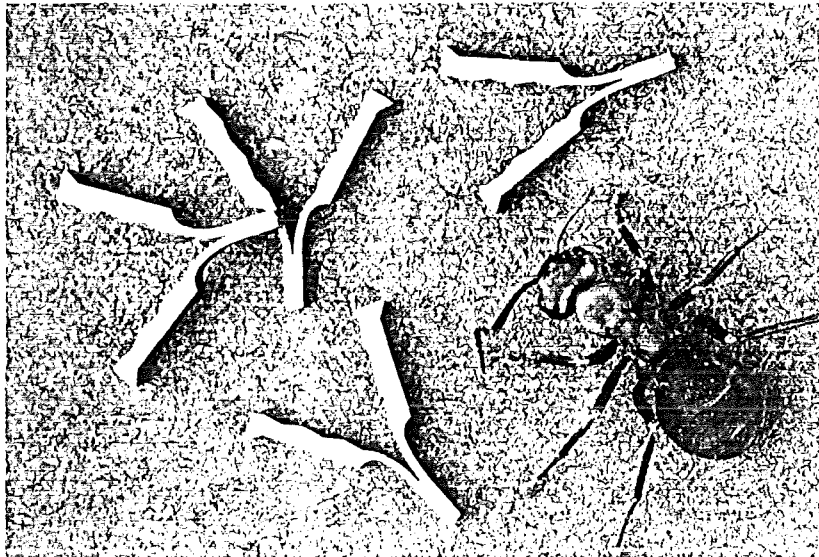
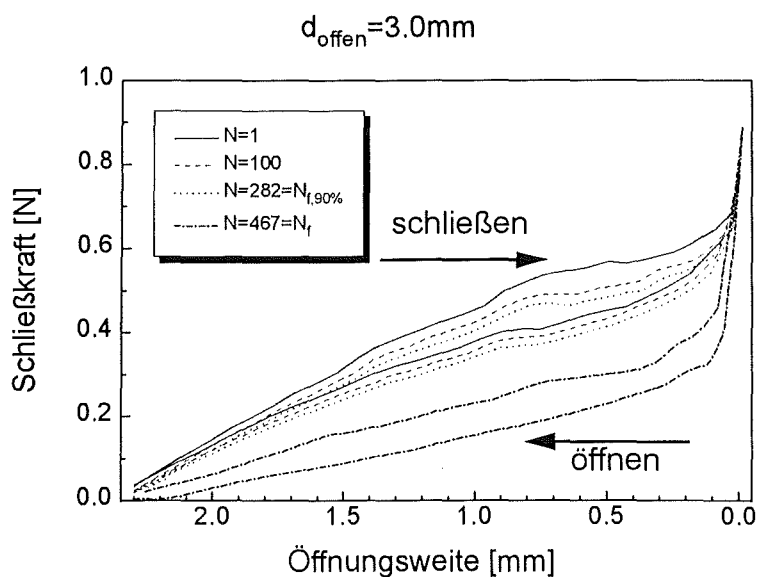


Bild 147 MIC-Mikrozangen nach der thermischen Einprägung des geöffneten und pseudoelastischen Zustands

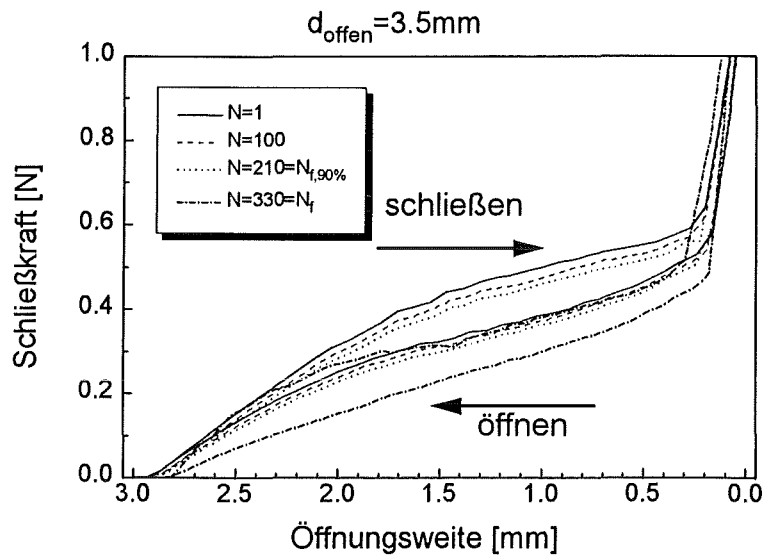
7.2.2 Zyklische Lastwechselversuche

Zur Beurteilung des Ermüdungsverhaltens wurden MIC-Zangen mit thermisch eingepprägten Öffnungsweiten von 3mm, 3.5mm, 4mm und 4.5mm zyklisch bis auf Kontakt der Schenkel geschlossen und wieder geöffnet. Um einen ausreichenden Kraftschluß im geöffneten Zustand zu gewährleisten, wurden die Zangen jeweils nur bis 0.5mm unterhalb der maximalen Öffnungsweite gefahren. Die Belastungsgeschwindigkeit betrug 0.67mm/s, was einer für typische Anwendungen realistischen Aktivierungszeit von 4-10 Sekunden entspricht. Die Proben wurden ausnahmslos bis zum Bruch zyklisch beansprucht. Bild 148 zeigt Meßkurven für die vier verschiedenen Öffnungsweiten bei den Zyklen 1 und 50 sowie bei $N_{f,90\%}$ und N_f . Ähnlich wie in den Biegeexperimenten ist $N_{f,90\%}$ definiert als die Zyklenzahl, bei der die maximale Lastantwort (in diesem Fall die Schließkraft) 90% des Anfangswertes unterschreitet. Die Kraftpeaks bei Schließkontakt blieben hierbei unberücksichtigt (Erklärung s.u.). Der Versagenszyklus N_f wurde festgelegt als diejenige Lastspielzahl, bei der ein abrupter Abfall der Schließkraft kurz vor dem endgültigen Bruch zu beobachten war.

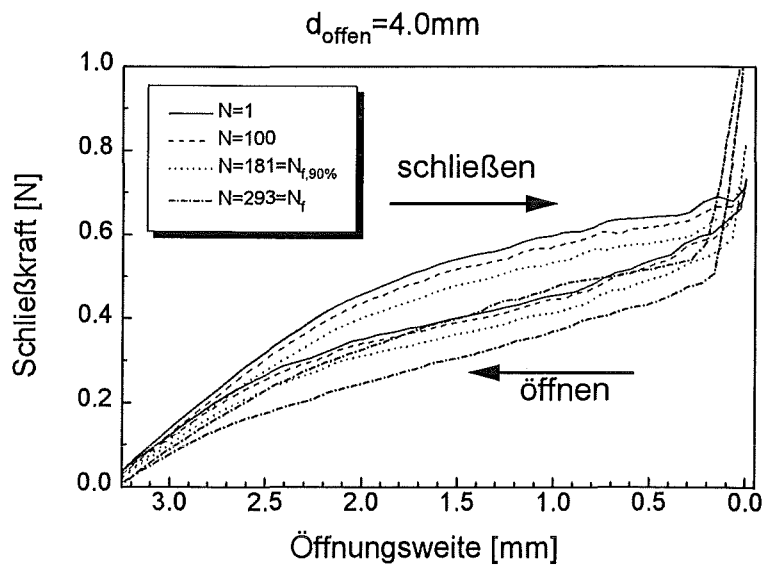
a)



b)



c)



d)

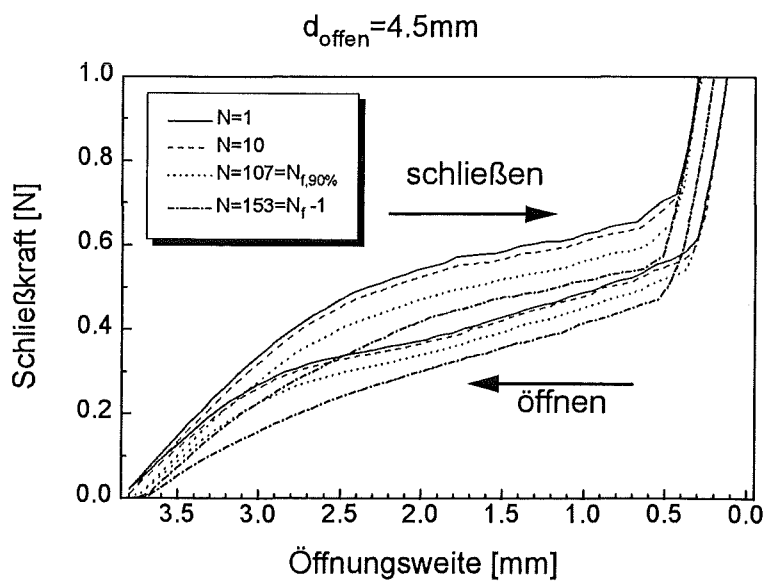


Bild 148 Last-Ermüdungskurven von MIC-Zangen der Öffnungsweiten 3.0-4.5mm

Je nach Öffnungsweite ergeben sich beim Schließen der Zangen Lastantworten von 0.6-0.7N. Die abrupte Krafterhöhung am Ende der Meßschiebe entspricht dem Formschluß der Schenkel. Um ein ganzflächiges Schließen der Mikrozangen zu gewährleisten, wurde dieser Bereich mit in die Messungen aufgenommen. Für die Lebensdauer der Bauteile sollte dieser Peak keine Bedeutung haben, da er nur vernachlässigbare zusätzliche Dehnungen und reine Druckkräfte mit sich bringt. Für 4.0mm und 4.5mm Öffnungsweite reproduziert sich die pseudoelastische Hysterese deutlich in der Lastkurve. Im Vergleich zu den Biegeermüdungs-Versuchen nimmt die Breite der Hysterese mit zunehmender Zyklenzahl nur wenig ab; erst nahe dem Versagen des Bauteils stellen sich stark abfallende Lastantwort und schmalere Hysterese ein. Insgesamt bleibt die Funktion der Mikrozange bis zur Zyklenzahl $N_{f,90\%}$ nahezu unbeeinflusst von Ermüdungseffekten. Restdehnung und Kraftabfall liegen unterhalb von 12% der Maximalwerte. Für die vier Öffnungsweiten wurden folgende Lebensdauern $N_{f,90\%}$ ermittelt:

- 3.0mm: $N_{f,90\%} = 282$
- 3.5mm: $N_{f,90\%} = 210$
- 4.0mm: $N_{f,90\%} = 181$
- 4.5mm: $N_{f,90\%} = 107$

Die Lebensdauern oberhalb von 200 Zyklen mögen für ein einmalig zu benutzendes Instrument, wie es aus reinigungstechnischen Gründen in der Medizin üblich ist, ausreichen. Die Vorgabe für das Design der vorliegenden Zangen waren die Gesamtabmessungen und die Maximal-Schließkraft. Für eine Optimierung hin zu höheren Lebensdauern müssen entweder eine geringere Kraft in Kauf genommen oder größere Dimensionen gewählt werden.

7.2.3 Ergebnisse

7.2.3.1 Allgemeines Verfahren zur Lebensdauerabschätzung

Mit Hilfe der Dehnungswöhlerkurven für Biegung soll nun die Lebensdauer für ein reales Bauteil unter biegeähnlicher Last vorhergesagt werden. Da nun keine reine Biegung mehr gegeben ist, benötigt man eine Vergleichsgröße, welche die mehrdimensionale Belastung der Komponente beschreibt. Dazu wird wieder die von Mises-Dehnung ε'_{vm} verwendet. Die maximale von Mises-Dehnung eines Lastzustandes des Bauteils muß nun einem Zustand reiner Biegung zugeordnet werden, um die Lebensdauer anhand der Wöhlerkurve abzuschätzen. Da in den Wöhlerdaten nur die Oberflächen-Maximaldehnungen $\varepsilon_{max} = \frac{h}{2R}$ angegeben sind, muß für jeden dieser Datenpunkte zunächst die entsprechende von Mises-Dehnung bestimmt werden. Diese Größe kann in der Simulation der reinen Biegung von ABAQUS ausgegeben werden. Führt man diese Berechnungen für verschiedene Krümmungsradien durch, erhält man den Zusammenhang zwischen analytisch berechneter Oberflächen-Längsdehnung ε_{tang} und der zugehörigen von Mises-Vergleichsdehnung (Bild 149). Diese unterscheiden sich für große Deformationen von 4% Längsdehnung bis zu einem Faktor 3.5. Mit diesen Berechnungen lassen sich die in Bauteilen unter biegeähnlicher Beanspruchung erreichten Maximal-Vergleichsdehnungen auf äquivalente Längsdehnungen unter reiner Biegung zurückführen. Damit kann man aus den Wöhlerkurven der reinen Biegeermüdung Lebensdauerabschätzungen für das betrachtete Bauteil angeben.

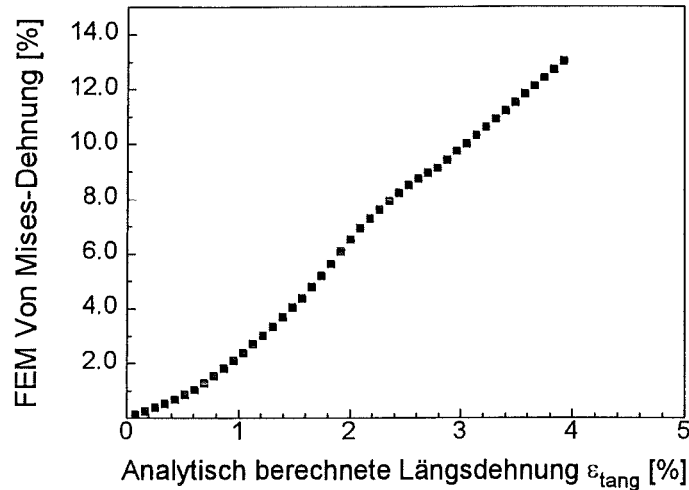
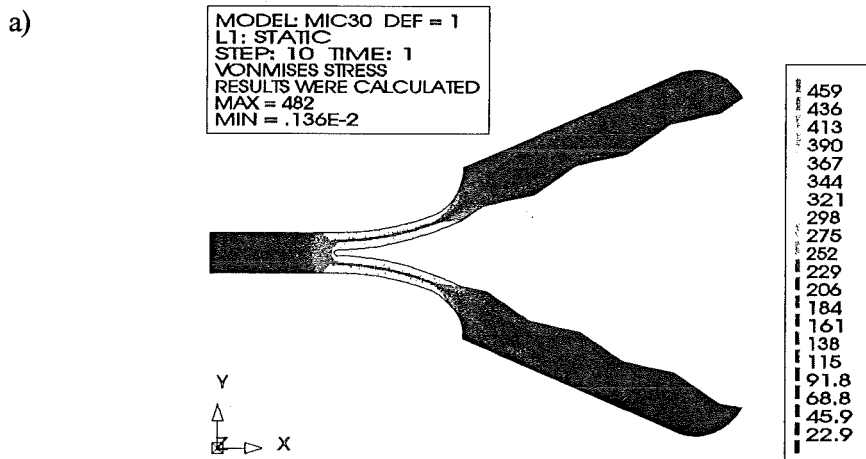


Bild 149 Relation zwischen Oberflächenlängs- und von Mises-Dehnung

7.2.3.2 Validierung der Lebensdauervorhersage an den MIC-Zangen

Die oben angegebene Strategie zur Ermittlung einer Lebensdauervorhersage für ein beliebig geformtes, in einer zyklischen biegeähnlichen Beanspruchung ermüdetes Bauteil soll nun an den mikrochirurgischen Zangen erprobt werden. Zur Beschreibung des Ermüdungsverhaltens ist es nötig, die Zange in geöffnetem Zustand als lastfrei zu beschreiben. Dazu könnte man die offene Geometrie als Ausgangszustand für die FEM-Simulation verwenden. Um aber dem Herstellungsprozeß mit Spannungsarmglühen Rechnung zu tragen, wurde ein anderer Weg gewählt. Bild 150 beschreibt die Einzelschritte der Simulation. Zunächst wurden die in geschlossener Form vernetzten Zangen auf eine vorgegebene Öffnungsweite vorgespannt. Die daraus resultierenden Lastantworten in Form der von Mises-Spannung (bis 480MPa) sind in Teilbild a) dargestellt. Der anschließende Prozeßschritt des Spannungsarmglühens bedeutet die Umwandlung dieser elasto-plastischen Lasten in rein plastische Verformungen. Zur Simulation wurde daher eine temperaturabhängige Fließkurve definiert, die bei der Auslagerungstemperatur 475°C eine sehr niedrige Fließgrenze (1MPa) und nahezu idealplastisches Verhalten (Verfestigung: 1MPa auf 10% Dehnung) besitzt (noch kleinere Werte führten zu numerischen Instabilitäten bei der Berechnung der Gleichgewichtsbedingungen). Teilbild b) zeigt die Zange bei 475°C. Die Lasten haben sich völlig entspannt und betragen nur noch maximal 2MPa. Ausgehend von diesem spannungsarmen Zustand kann man nun das Schließen der Zange simulieren, indem man Verschiebungen der Schenkelpositionen bis zum Schluß vorgibt. Teilbild c) zeigt die Reaktionslasten aufgrund des Schließens der Zange. Sie sind vergleichbar mit den Öffnungslasten in Bild a), jedoch nicht identisch.



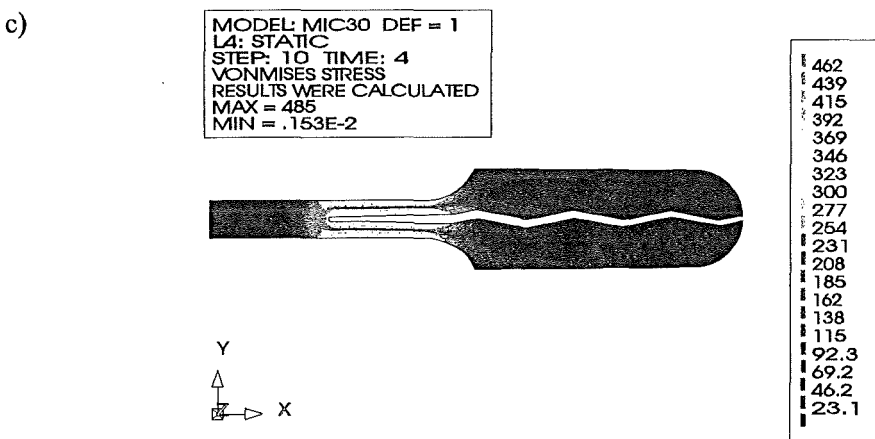
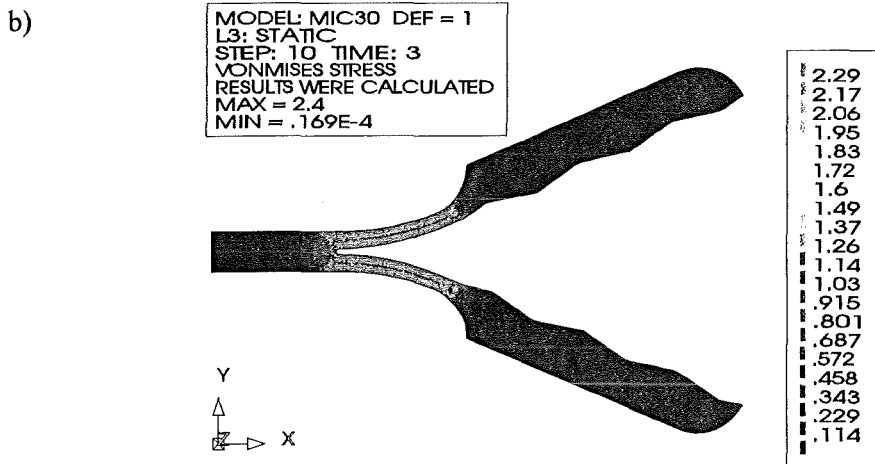
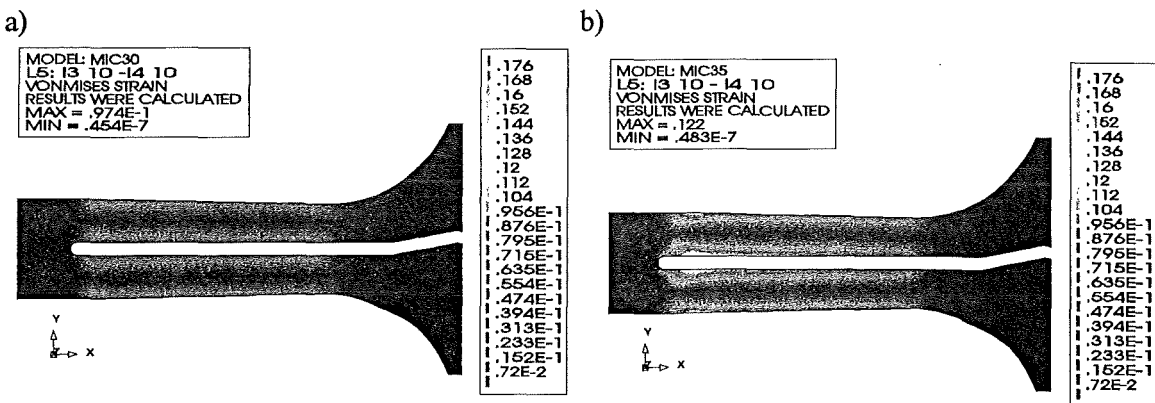


Bild 150 FEM-Simulation der Herstellungsschritte: a) Aufbiegen und Halten, b) Spannung-
sarmglühen, c) Schließen im Gebrauch

Anstelle der von Mises-Spannung (Bild 150c)) wurde für die 4 experimentell untersuchten Öffnungs-
weiten von 3mm, 3.5mm, 4mm und 4.5mm die von Mises-Dehnung, bezogen auf eine Dehnung
 $\epsilon'_{vm}=0$ im geöffneten Zustand, berechnet (durch das Spannungarmglühen eingeprägte plastische
Dehnungen dürfen dabei nicht berücksichtigt werden - zu diesem Zweck erlaubt ABAQUS,
Differenzdehnungen zwischen verschiedenen Lastzuständen auszugeben). Die so bestimmten
Dehnungslasten sind in Bild 151 dargestellt.



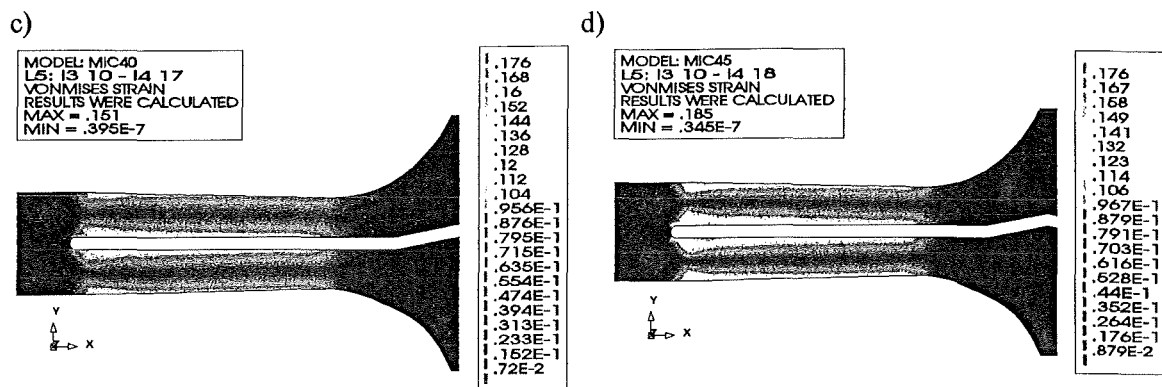


Bild 151 Von Mises-Dehnungsverteilung in den geschlossenen MIC-Zangen

Die Maximalwerte entlang der Flanken betragen $\epsilon'_{vm}=9.74\%$ für 3.0mm, $\epsilon'_{vm}=12.2\%$ für 3.5mm, $\epsilon'_{vm}=15.1\%$ für 4.0mm und $\epsilon'_{vm}=18.5\%$ für 4.5mm Öffnungsweite. Mit diesen Werten berechnet man nun anhand von Bild 149 die äquivalenten Längsdehnungen in reiner Biegung. Sie lauten: 3.0%, 3.7%, 4.5% und 5.5%. Aus der Wöhlerkurve für einsinnige Beanspruchung (Bild 102d)) liest man damit die geschätzten Lebensdauern ab. Dabei wird keine Korrektur für die Zug/Druck-Asymmetrie berücksichtigt, weil diese auch im Materialmodell der Simulation nicht erfaßt ist. Es ergibt sich:

- $d=3.0mm$: $N_{f,90\%}= 1380$ (experimentell: 282)
- $d=3.5mm$: $N_{f,90\%}= 1000$ (210)
- $d=4.0mm$: $N_{f,90\%}= 740$ (181)
- $d=4.5mm$: $N_{f,90\%}= 550$ (107)

Die Schätzwerte geben zwar den richtigen Trend und auch die grobe Größenordnung an, liegen aber weit oberhalb der experimentellen Ergebnisse. Dies kann folgende Ursachen haben:

- i) Für das Konditionieren müssen die Zangen im kaltverformten Ausgangszustand aufgebogen werden. Da noch keine Pseudoelastizität eingepreßt ist, welche die großen Verformungen auffangen kann, ist eine Vorschädigung wahrscheinlich.
- ii) Das Materialmodell berücksichtigt noch keine Zug/Druck-Asymmetrie. Wie die Korrekturrechnung gezeigt hat, liegen die tatsächlichen Dehnungen um etwa 25% höher als die Längsdehnungen. Für eine konsequente Lebensdauerberechnung müßte über ein asymmetrisches Fließkriterium ein neues FEM-Materialgesetz entworfen werden.
- iii) Die Dehnrates der Vergleichs-Wöhlerkurve war mit 1%/s höher als die experimentelle Dehnrates (etwa 0.6%/s). Nach den Ergebnissen der Wöhlerkurven senken geringere Dehnrates die Lebensdauer.
- iv) Der spannungsarmgeglühte Zustand wurde als lastfreie Referenz modelliert. Es ist denkbar, daß die Eigenspannungen im Material, welche die geöffnete Form stabilisieren, einen störenden Einfluß auf die zyklische SIM-Bildung ausüben und die Lebensdauer verkürzen.

8 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurden die Ermüdungseigenschaften der kommerziellen Nickel-Titan-Formgedächtnislegierung Nitinol SE508 unter mechanischer Wechselbeanspruchung untersucht. Diese Legierung ist vornehmlich für die Verwendung in der Medizintechnik und Mikrosystemtechnik konzipiert und wird thermomechanisch derart konditioniert, daß sich bei Betriebstemperatur pseudelastische Eigenschaften einstellen. Die von Kaltverformung und der Lastvorgeschichte abhängigen Anlaßbehandlungen lagen für das verwendete 6mm-Stangenmaterial sowie für rund 0.1mm dicke Biegebleche bei etwa 500°C für Auslagerungszeiten um 10 Minuten. Begleitende mikroskopische TEM-Untersuchungen dokumentieren die den Wärmebehandlungen zugrundeliegende Ausscheidungsbildung nickelreicher Phasen. Im pseudoelastischen Zustand kann das Material mit Verformungen bis zu 8% beansprucht werden, ohne daß nach Entlastung irreversible Deformationen zurückbleiben. Die großen Formänderungen werden durch Umwandlungsdehnungen zwischen einer austenitischen Ausgangsphase und einer spannungsinduzierten Martensitphase ermöglicht. Neben der Bildung spannungsinduzierten Martensits ist bei Abkühlung unterhalb einer kritischen Temperatur M_s auch eine thermisch induzierte martensitische Transformation möglich. Verformt man thermisch induzierten Martensit, bleiben die Formänderungen nach Entlastung erhalten, erholen sich jedoch bei anschließendem Erwärmen der Probe (Formgedächtniseffekt, Einwegeffekt). Der Zusammenhang zwischen M_s und der Einsatzspannung für die SIM-Bildung wird durch die Clausius-Clapeyron-Gleichung beschrieben. Im Gegensatz zu den Stählen ist dieser diffusionslose Phasenübergang reversibel.

Aus dem Stangenmaterial wurden sanduhrförmige Zug/Druck-Proben hergestellt, an deren engster Taille mit einer lokalen Dehnungsmeßeinrichtung die Längsdehnung gemessen und für dehnungskontrollierte Zug/Druck-Ermüdungsexperimente eingesetzt werden konnte. Biegebleche wurden aus kaltgewalztem Blechmaterial mit einem Laser ausgeschnitten. Für die Biegeprüfung wurde ein neuartiger Meßplatz (FATIBEND) aufgebaut, der es erlaubt, dünne flexible Proben einer reinen Momentenbiegung zu unterwerfen. Dazu wird ein Biegeblech beidseitig in Klemmhaltern gelagert, von denen einer mit Hilfe motorischer Verstelleinheiten auf einer Bahnkurve derart verfahren wird, daß stets eine kreisbogenförmige Biegelinie eingehalten wird. Mit dem Einsatz eines hochempfindlichen Biegemomentsensors und von Positionsresolvern an den Antriebseinheiten ist es möglich, präzise zyklische Biegemoment/Biegewinkel-Kurven aufzunehmen. Die reine Biegung pseudoelastischer Bleche wurde mit Hilfe von FEM-Rechnungen simuliert und bestätigt die experimentellen Befunde. Zur Modellierung kam eine Beschreibung auf der Basis eines plastischen Materialgesetzes mit isotroper Verfestigung zur Anwendung.

Bei der mechanischen Prüfung der Hourglassproben fällt eine ausgeprägte Zug/Druck-Asymmetrie auf, die mit Hilfe der diskreten Variantentheorie der martensitischen Umwandlung erklärt werden kann. Daraus ergibt sich eine anisotrope Verteilung möglicher Umwandlungsdehnungen bei der spannungsinduzierten Transformation. Die Zug/Druck-Asymmetrie kann je nach Probestextur und Lastrichtung bis zu 2.5 betragen (Spannungsüberhöhung im Druckbereich gegenüber dem Zugbereich bei gleicher nomineller Dehnung).

Zur Quantifizierung von Änderungen in den mechanischen oder Formgedächtniseigenschaften des Materials während einer zyklischen Ermüdungsbeanspruchung wurden Lastschwingbreite, Mittellast, plastische Verformungsanteile, Lage und Breite der pseudoelastischen Hysteresen sowie mikrostrukturelle Kenngrößen wie Härte und Phasenumwandlungstemperaturen in verschiedenen Ermüdungsstadien verfolgt. In den Experimenten wurden Dehnungsschwingbreite, Dehnrate und Dehnungsverhältnis R variiert. Insgesamt zeigte sich ein Trend zu einer schmalen und steiler werdenden pseudoelastischen Hystereseform bei stabiler Lastschwingbreite. Insgesamt nimmt die Hysterese fläche und damit die dissipierte Energie pro Zyklus mit wachsender Zyklenzahl ab. Für Zug/Druck-Proben waren für große Dehnraten zusätzlich starke plastische Deformationsanteile und

steiler verlaufende Lastkurven zu beobachten. Die Erklärung wurde in der thermischen Trägheit der massiven Hourglassproben im Verhältnis zu den dünnen Biegeblechen gefunden. Angestaute Umwandlungswärme steht nach der Clausius-Clapeyron-Ungleichung der weiteren SIM-Umwandlung im Wege und favorisiert daher irreversible Gleitprozesse.

Die Ermüdungsdaten lassen sich gut mit einer Coffin-Manson-Relation $\Delta \varepsilon^c \cdot N_f = \text{const}$ beschreiben, wobei die Dehnungsexponenten c in der Größenordnung von 1.5-2 liegen. Bei 2% Dehnungsschwingbreite lassen sich in reversierenden Experimenten typische Versagenslastspiele um 10000, bei 8% Dehnungsschwingbreite um 600 erzielen. Generell ergeben sich für niedrige Dehnraten (0.1%/s) deutlich reduzierte Lebensdauern im Verhältnis zu schnellem Zyklieren (1%/s), was mit einem stärkeren Einfluß von Schwingungsrißkorrosion oder einem vergleichbaren, zykliefrequenzabhängigen Effekt erklärt werden kann. Dieses Verhalten könnte Gegenstand zukünftiger Untersuchungen im Vakuum bzw. unter einer Schutzgasatmosphäre sein.

Ein Vergleich des Ermüdungsverhaltens unter Biege- und Zug/Druck-Beanspruchung zeigt zunächst tendenziell kürzere Lebensdauern für Biegeproben, was mit einem Dimensionseffekt (ungünstigeres Oberflächen/Volumen-Verhältnis als für Zug/Druck-Proben) erklärbar ist. Die Steigung B der Wöhlerkurven ist für diese Proben dehnratenunabhängig, während sie für Zug/Druck-Proben mit zunehmender Dehnrates abfällt mit entsprechend verkürzten Lebensdauern bei starker Beanspruchung. Dieses Verhalten wird wiederum durch eine verzögerte Abfuhr der Umwandlungswärme in den massiven Zug/Druck-Prüflingen hervorgerufen, wodurch sich höhere Lastantworten und damit früher einsetzende Schädigung ergeben.

Härtemessungen, TEM-Untersuchungen sowie die Beobachtung der Übergangstemperaturen während der Ermüdung bestätigten eine stabile Mikrostruktur ohne sichtbare Ermüdungserscheinungen. Der Schädigungsmechanismus ist an der Probenoberfläche zu beobachten: Herstellungsbedingt findet man titanreiche Einschlüsse ($\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}_x$) in der NiTi-Matrix, die durch Sauerstoff stabilisiert sind und unterhalb des Schmelzpunktes von NiTi nicht aufgelöst werden können. In Rißuntersuchungen an teilermüdeten Proben wurden Entstehung und Wachstum versagensrelevanter Risse verfolgt. Der Schädigungsmechanismus wurde eindeutig als Anriß an den Grenzflächen dieser titanreichen Einschlüssen aufgrund lokaler Spannungsüberhöhungen identifiziert. Für eine Verlängerung der Lebensdauer müßte man daher bei den metallurgischen Herstellungsschritten für einen Sauerstoffabschluß sorgen, um $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}_x$ -Einschlüsse zu vermeiden. Die Rißausbreitung verläuft dominant normalspannungskontrolliert unter 90° zur Lastrichtung. Kleinere Beiträge bei etwa 60° rühren von Rißverläufen entlang der zyklisch an der Oberfläche gebildeten SIM/Austenit-Grenzflächen her, die im Verlauf der Ermüdung wegen Gitterfehlpassungen zunehmend plastische Verformung ansammeln.

Als Beitrag zur Fügetechnik wurden NiTi-Halbzeuge widerstandsverschweißt und daraus ebenfalls Zug/Druck-Ermüdungsproben hergestellt. Die pseudoelastischen Eigenschaften bleiben in den verschweißten Proben voll erhalten, ebenso werden etwa 70% der Ausgangszugfestigkeit erreicht. Versprödende Phasen wurden in der Fügezone nicht gefunden. Allerdings begrenzt Porenbildung die dynamische Festigkeit erheblich.

Am Beispiel pseudoelastischer Mikrozangen für die minimal-invasive Chirurgie wurde eine Lebensdauervorhersage auf der Basis der Ergebnisse aus den Ermüdungsexperimenten überprüft. Die Zangen wurden mit Drahterosion nach einer FEM-optimierten Geometrievorlage hergestellt. Nach Einprägen des geöffneten Zustands und der Pseudoelastizität in einer Wärmebehandlung wurden die Mikro-Werkzeuge zyklisch geschlossen und geöffnet bis zum Bruch. Die experimentellen Lebensdauern liegen in etwa derselben Größenordnung wie die Vorhersage. Allerdings sind viele Aspekte wie Zug/Druck-Asymmetrie, diskrete Variantenmodellierung und Entlastungsverhalten noch nicht in dem Materialmodell enthalten und sollten Inhalt zukünftiger Arbeiten sein.

Literaturverzeichnis

- [Aba94] ABAQUS User Manuals, Hibbit, Karlsson & Sorensen Inc., Pawtucket RI, USA (1994)
- [Abu90] D.N. Abujudom, P.E. Thoma, S. Fariabi: The Effect of Cold Work and Heat Treatment on the Phase Transformation of Near Equiatomic NiTi Shape Memory Alloy, *Mat.Sc.Forum* 56-58 (1990) 565
- [Air95] G. Airoidi, T. Ranucci, G. Riva, A. Sciacca: The Two-Way Memory Effect in a 50at.%Ti-40at.%Ni-10at.%Cu Alloy, *J.Phys.: Condens. Matter* 7 (1995) 3709
- [Bar95] D.J. Barret, B.J. Sullivan: A Three-Dimensional Phase Transformation Model for Shape Memory Alloys, *J.Intell.Mat.Syst.Struct.* 6 (1995) 831
- [Bas74] G.F. Bastin, G.D. Rieck: Diffusion in the Titanium-Nickel System: I. Occurrence and Growth of the Various Intermetallic Compounds, *Met.Trans.* 5 8 (1974) 1817
- [Bau76] F. Baumgart, J. Jorde, H.-G. Reiß: Memory-Legierungen - Eigenschaften, phänomenologische Theorie und Anwendungen, *Techn.Mitt.Krupp Forsch.Ber.* 34 1 (1976) 1
- [Bau78] F. Baumgart, G. Bensmann, J. Haasters, A. Nölker, K.F. Schlegel: Zur Dwyerschen Skoliosenoperation mittels Drähten aus Memory-Legierungen, *Arch.Orth.Traum.Surg.* 91 (1978) 67
- [Ben79] G. Bensmann, F. Baumgart, J. Hartwig: Untersuchungen der Memory-Legierung Nickel-Titan und Überlegungen zu ihrer Anwendung im Bereich der Medizin, *Tech.Mitt. Krupp* 37 1 (1979) 21
- [Bey86] J. Beyer, P.A. Besselin, J.H. Lindenhovius: Shape Memory and Microstructure of Welded NiTi Alloys, *Conf. Proc. SMA, Guilin, China* (1986) 492
- [Bey89] J. Beyer, E.J.M. Hiensch, P.A. Besselin: Resistance Welding of TiNi-Shape Memory Alloys, in: E. Hombogen, N. Jost (Editoren): *Martensitic Transformations in Science and Technology*, *Pap.Eur.Conf.*, DGM Informationsgesellschaft Verlag (1989) 199
- [Bey95] J. Beyer, J.H. Mulder: Recent Development in High Temperature Shape Memory Alloys, *Mat.Res.Soc.Symp.Proc.* 360 (1995) 443
- [Bri95] L.C. Brinson, M.-S. Huang: A New Look at Shape Memory Alloy Constitutive Models - Comparisons and Micromechanics, *Adaptive Material Systems ASME, AMD-Vol. 206/MD-Vol.58* (1995) 129
- [Bue63] W.J. Buehler, J.V. Gilfrich, R.C. Wiley: Effect of Low-Temperature Phase Changes on the Mechanical Properties of Alloys near Composition NiTi, *J.Appl.Phys.* 34 (1963) 1475
- [Bue68] W.J. Buehler, F.E. Wang: A Summary of Recent Research of the Nitinol Alloys and their Potential Application in Ocean Engineering, *Ocean Engng.* 1 (1968) 105
- [Cai94] W. Cai, C.S. Zhang, L.C. Zhao: Recovery Stress of Ni-Ti-Nb Wide-Hysteresis Shape Memory Alloy under Constant Strain and Thermomechanical Cycling, *J.Mater.Sc.Letters* 13, (1994) 8
- [Cha51] L.C. Chang, T.A. Read: Plastic Deformation and Diffusionless Phase Changes in Metals - The Gold-Cadmium Beta Phase, *Trans. AIME Vol.* 191 (1951) 47
- [Cha92] L. Chang, D.S. Grummon: Orthorhombic Martensite, Intermetallic Precipitates and Retained Austenite in Ti-Rich Ti(Ni+Cu) Sputtered Thin Films, *Mat.Res.Soc.Symp.Proc.* 246 (1992) 141
- [Cin95] E. Cingolani, M. Ahlers, M. Sade: The Two Way Shape Memory Effect in Cu-Zn-Al Single Crystals: Role of Dislocations and Stabilization, *Acta Met.Mater.* 43 6 (1995) 2451

- [Dau95] P. Dautzenberg, B. Neisius, R. Trapp, G. Buess, M.O. Schurr: Flexible Instrumente für die minimal invasive Chirurgie, 25. Kongreß der Deutschen Gesellschaft für Endoskopie und bildgebende Verfahren e.V., München 9.-11. März 1995
- [Dry86] J.R. Dryden, D.F. Watt: Dependence of the Strength Differential Effect in Dual Phase Steel upon the Martensite Morphology, *Scr.Met.* 20 (1986) 1727
- [Dub95] W. Beitz, K.-H. Küttner (Editoren): *Dubbel - Taschenbuch für den Maschinenbau*, 18. Auflage, Springer Verlag Berlin (1995) C42
- [Due90] *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, T.W. Duerig, K.N. Melton, D. Stöckel, C.M. Wayman (Editors), Butterworth-Heinemann Ltd., London (1990)
- [Due95] T.W. Duerig: Present and Future Applications of Shape Memory and Superelastic Materials, *Mat.Res.Soc.Symp.Proc.* 360 (1995) 497
- [Dut90] R.S. Dutta, K. Madangopal, H.S. Gadiyar, S. Banerjee: Corrosion Behaviour of Ni-Ti Shape Memory Alloy, *Metallic Corrosion* (1990) 112
- [Esc92] K. Escher, E. Hornbogen: Robot Grippers - an Application of Two Way Shape Memory, in: S. Eucken (Editor): *Progress in Shape Memory Alloys*, DGM Informationsgesellschaft Verlag (1992) 301
- [Fgv94] *FEMGV User Manual*, Femsys Ltd., Leicester, UK (1994)
- [Fil94] P. Filip, K. Mazanec: Influence of Cycling on the Reversible Martensitic Transformation and Shape Memory Phenomena in TiNi Alloys, *Scr.Met.Mater.* 30 (1994) 67
- [Fun84] *Shape Memory Alloys*, H. Funakubo (Editor), Gordon and Breach Science Publishers, New York (1984)
- [Fur88] Y. Furuya, H. Shimada, M. Matsumoto, T. Honma: Cyclic Deformation and Degradation in Shape Memory Effect of Ti-Ni Wire, *J. Japan Inst. Metals* 52 2 (1988) 139
- [Gil95] Y. Gillet, M.-A. Meunier, V. Brailovski, F. Trochu, E. Patoor, M. Berveiller: Comparison of Thermomechanical Models for Shape Memory Alloy, *J. de Phys. IV C8 5* (1995) 1165
- [Gom94] *Informationsschrift: Gesellschaft für optische Meßtechnik GmbH: Elektronisches Speckle Interferometer (ESPI)*, Braunschweig (1994)
- [Gra94] E.J. Graesser, F.A. Cozzarelli: A Proposed Three-Dimensional Model for Shape Memory Alloys, *J.Intell.Mat.Syst.Struct.* 5 1 (1994) 78
- [Gub96] A.E. Guber, N. Giordano, A. Schübler, O. Baldinus, M. Loser, P. Wieneke: Nitinol-Based Microinstruments for Endoscopic Neurosurgery, *Conference Proc. Actuator 96*, H. Borgman (Editor), Bremen (1996)
- [Gue89] G. Guénin: The Two Way Memory Effect in Relation to the Growth of Martensite, in: E. Hornbogen, N. Jost (Editoren): *The Martensitic Transformation in Science and Technology*, DGM Informationsgesellschaft Verlag (1989) 39
- [Haa96] T. Haas: *Laserstrahl-Schweißen von NiTi-Formgedächtnislegierungen*, Dissertation Forschungszentrum Karlsruhe, IMF I (1996)
- [Hal91] K. Halter, N. Jost, J.L. Stalder: Programmable - shape memory alloys - trends in research and industry, *Wireworld* Vol. 6 (1991) 18
- [Hal95] K. Halter: SMA Household-Applications from Superelastic Tooth Brush to Fully Automated Cat's Toilet, *J. de Phys. IV C8 5* (1995) 1235
- [Hin88] S. Hinotani, Y. Ohmori: The Microstructure of Diffusion-Bonded Ti/Ni Interface, *Trans. JIM* 29 2 (1988) 116

- [Hor56] E. Hornbogen: Über den Einfluß von Spannungen und das Auftreten von Umwandlungsplastizität bei der β_1 - β'' -Umwandlung des Messings, Dissertation Bergakademie Clausthal, Fakultät für Bergbau und Hüttenwesen (1956)
- [Hor89] The Martensitic Transformation in Science and Technologie, E. Hornbogen, N. Jost (Editoren), DGM Informationsgesellschaft GmbH, Oberursel (1989)
- [Hori92] T. Hori, H. Tobushi, Y. Ohashi, H. Saida: Cyclic Deformation of a Bias-Type Two-Way Shape Memory Component Using NiTi Alloy, JSME Int.J. I 35 2 (1992) 179
- [Hum92] J. Van Humbeeck: From a Seed to a Need: The Growth of Shape Memory Applications in Europe, Mat.Res.Soc.Symp.Proc. 246 (1992) 377
- [Kai88] R. Kainuma, M. Matsumoto: Shape Memory Effect by Diffusional Transformation in Ti-52%Ni Alloy, Scr.Met. 22 (1988) 475
- [Krä93] J. Krämer, R. Renz: Neues Werkzeug-Präzisionsspannsystem, VDI-Z-Spec. Werkzeuge 9 (1993) 6
- [Kre87] E. Krempl: Models of Viscoplasticity: Some Comments on Equilibrium (Back) Stress and Drag Stress, Acta Mech. 69 (1987) 25
- [Kub95] G. Kubla, M. Mertmann, D. Treppmann: Legierungen mit Formgedächtnis - Entwicklungsstand und Perspektiven in Deutschland, Metall 49 3 (1995) 180
- [Kul52] S.A. Kulin, M. Cohen, B.L. Averbach: Effect of Applied Stress on the Martensitic Transformation, Trans. AIME (1952) 661
- [Kur50] G. Kurdjumov, O.P. Makssimova: Doklady Akad. Nauk, SSSR 73 (1950) 95
- [Lan68] R.G. DeLange, J.A. Zijderfeld: Shape-Memory Effect and the Martensitic Transformation of TiNi, J.Appl.Phys. 39 5 (1968) 2195
- [Leo93] P.H. Leo, T.W. Shield, O.P. Bruno: Transient Heat Transfer Effects on the Pseudoelastic Behavior of Shape-Memory Wires, Acta Met.Mater. 41 8 (1993) 2477
- [Li90] D.Y. Li, X.F. Wu, T. Ko: The Texture of Ti-51at.%Ni Rolling Plate and its Effect on the All-Round Shape Memory Effect, Acta Metall.Mater. 38 1 (1990) 19
- [Lie55] D.S. Lieberman, M.S. Wechsler, T.A. Read: Cubic to Orthorombic Diffusionless Phase Change - Experimental and Theoretical Studies of AuCd, J.Appl.Phys. 26 4 (1955) 473
- [Lim94] T.J. Lim, D.L. McDowell: Degradation of an Ni-Ti Alloy during Cyclic Loading, SPIE Vol. 2189 (1994) 326
- [Lim95] T.J. Lim, D.L. McDowell: Path Dependence of Shape Memory Alloys during Cyclic Loading, J.Intell.Mat.Syst.Struct. 6 (1995) 817
- [Lin81] H.C. Ling, R. Kaplow: Stress-Induced Shape Changes and Shape Memory in the R and Martensite Transformations in Equiatomic NiTi, Met.Trans. A 12 (1981) 2101
- [Lin95] P.H. Lin, H. Tobushi, K. Tanaka, C. LExcellent, A. Ikai: Recovery Stress of TiNi Shape Memory Alloy under Constant Strain, Arch.Mech. 47 2 (1995) 281
- [Lub95] J. Lubliner, F. Auricchio: Generalized Plasticity and Shape-Memory Alloys, Int.J.Solids Structures 7 (1996) 991
- [Mad88] K. Madangopal, R. Ganesh, R. Krishnan, S. Banerjee: Reversion Stresses in Ni-Ti Shape Memory Alloys, Scr.Met. 22 (1988) 1593
- [Man94] D.N. Manh, A. Pasturel, A.T. Paxton, M. van Schilfgaarde: Electronic Structure and Stability of the Transition Metal Oxide Ni₂Ti₄O, J. Phys.: Condens. Matter 6 (1994) 2861

- [Mar96] F. Marketz, F.D. Fischer: Modelling the Mechanical Behavior of Shape Memory Alloys under Variant Coalescence, *Comp.Mats.Sci.* 5 (1996) 210
- [Mas90] T.B. Massalski: Binary Alloy Phase Diagrams, 2nd edition, Vol. 1, ASM International (1990) 2874
- [Mat92] H. Matsumoto: Electrical Resistivity of NiTi with a High Transformation Temperature, *J.Mat.Sc.Let.* 11 (1992) 367
- [Mat95] H. Matsui, M. Enoki, T. Kato: Application of Shape Memory Alloy to Thermostatic Mixing Valve, *J. de Phys. IV C8 5* (1995) 1253
- [Mel79] K.N. Melton, O. Mercier: Fatigue of NiTi Thermoelastic Martensites, *Acta Metall.Mater.* 27 (1979) 137
- [Mel80] K.N. Melton, O. Mercier: Fatigue of NiTi and CuZnAl Shape Memory Alloys, in: *Strength of Metals and Alloys, 5th Int. Conference, Aachen, Vol. 2, Pergamon Press Ltd., Oxford* (1980) 1243
- [Mic81] G.M. Michal, R. Sinclair: The Structure of TiNi Martensite, *Acta Cryst.* B37 (1981) 1803
- [Miy84] S. Miyazaki, S. Kimura, K. Otsuka, Y. Suzuki: The Habit Plane and Transformation Strains Associated with the Martensitic Transformation in Ti-Ni Single Crystals, *Scr.Met.* 18 (1984) 883
- [Miy86] S. Miyazaki, T. Imai, Y. Igo, K. Otsuka: Effect of Cyclic Deformation on the Pseudoelasticity Characteristics of Ti-Ni Alloys, *Met.Trans.* 17A (1986) 115
- [Miy89₅] S. Miyazaki, M. Suizu, K. Otsuka, T. Takashima: Effect of Various Factors on Fatigue Crack Propagation in Ti-Ni Alloys, *MRS Int.'l Mtg. on Adv.Mats.* Vol. 9 (1989) 263
- [Miy89₆] S. Miyazaki, Y. Sugaya, K. Otsuka: Mechanism of Fatigue Crack Nucleation in Ti-Ni Alloys, *MRS Int.'l Mtg. on Adv.Mats.* Vol. 9 (1989) 257
- [Miy89₄] S. Miyazaki, K. Otsuka: The Shape Memory Mechanism Associated with the Martensitic Transformation in Ti-Ni Alloys, II. Variant Coalescence and Shape Recovery, *Acta Metall.Mater.* 37 7 (1989) 1885
- [Miy89₁] S. Miyazaki, K. Otsuka: Development of Shape Memory Alloys, *ISIJ Int.* 29 5 (1989) 353
- [Miy89₂] S. Miyazaki, Y. Sugaya, K. Otsuka: Effects of Various Factors on Fatigue Life of Ti-Ni Alloys, *MRS Int.'l Mtg. on Adv.Mats.* Vol. 9 (1989) 251
- [Miy89₃] S. Miyazaki, K. Otsuka: The Shape Memory Mechanism Associated with the Martensitic Transformation in Ti-Ni Alloys, I. Self-Accommodation, *Acta Metall.Mater.* 37 7 (1989) 1873
- [Mon80] L.A. Monasevich, Y.I. Paskal, V.E. Prib, G.D. Timonin, D.B. Chernov: Effect of Texture on the Shape Memory Effect in Titanium Nickelide, *Metal Sc. and Heat Treatm.* 21 7/8 (1979) 735
- [Mul94] J.H. Mulder, P.E. Thoma, J. Beyer: Anisotropy of Thermal Fatigue Properties of Cold-Rolled TiNi Sheet, *Mats.Character.* 32 (1994) 161
- [Mül95] I. Müller: Thermodynamics of Ideal Pseudoelasticity, *J. de Phys. IV C2 5* (1995) 423
- [Nic81] J.L. McNichols, P.C. Brookes Jr., J.S. Cory: NiTi Fatigue Behaviour, *J.Appl.Phys.* 52 12 (1981) 7442
- [Nis82] M. Nishikawa, H. Tanaka, M. Kohda, T. Nagaura, K. Watanabe: Behaviour of Welded Part of Ni-Ti Shape Memory Alloy, *J. de Phys. C4 12 43* (1982) 839

- [Nis86] M. Nishida, C.M. Wayman: Precipitation Processes in Near-Equiatomic TiNi Shape Memory Alloys, *Met.Trans.A* 17 9 (1986) 1505
- [Nis87] M. Nishida, C.M. Wayman: Electron Microscopy Studies of Precipitation Processes in Near-Equiatomic TiNi Shape Memory Alloys, *Mat.Sc.Eng.* 93 (1987) 191
- [Öla32] A. Ölander: The Crystal Structure of AuCd, *Z.Krist.* 83 (1932) 145
- [Ots71₁] K. Otsuka: Origin of the Shape Memory Effect in Cu-Al-Ni Alloy, *Jap.J.Appl.Phys.* 10 5 (1971) 571
- [Ots71₃] K. Otsuka, T. Sawamura, K. Shimizu: Crystal Structure and Internal Defects of Equiatomic TiNi Martensite, *Phys.Stat.Sol. (a)* 5 (1971) 457
- [Ots71₂] K. Otsuka, T. Sawamura, K. Shimizu, C.M. Wayman: Characteristics of the Martensitic Transformation in TiNi and the Memory Effect, *Met.Trans.* 2 9 (1971) 2583
- [Owe86] W.S. Owen: Martensitic Transformation as a Deformation Process, in: *Phase Transformations*, E.C.Aifantis, J. Gittus (Editors), Elsevier Publ. Comp., London, New York (1986) 97
- [Ozd76] H. Ozdemir: Nonlinear Transient Dynamic Analysis of Yielding Structures, Ph.D. Dissertation, University of California at Berkeley (CA), USA (1976)
- [Pat53] J.R. Patel, M. Cohen: Criterion for the Action of Applied Stress in the Martensitic Transformation, *Acta Met.* 1 (1953) 531
- [Pat88] E. Patoor, A. Eberhardt, M. Berveiller: Thermomechanical Behaviour of Shape Memory Alloys, *Arch.Mech.* 40 Vol. 5-6 (1988) 775
- [Per75] Shape Memory Effects in Alloys, Jeff Perkins (Editor, SMEA Perkins), Plenum Press NewYork, London (1975)
- [Pli93] R. Plietsch: Aufbau und Erprobung eines rechnergesteuerten Biegemessplatzes zur Bestimmung der Elastizitätsparameter hochflexibler Drähte, Diplomarbeit Universität Bonn (1993)
- [Ray93] Herstellerangabe Raychem, Menlo Park (CA), USA
- [Roh] M. Rohde, IMF I, Forschungszentrum Karlsruhe: Private Mitteilung
- [Ros86] O. Rosenfelder: Fraktografische und bruchmechanische Untersuchungen zur Beschreibung des Versagensverhaltens von Si₃N₄ und SiC bei Raumtemperatur, Dissertation Universität Karlsruhe (1986)
- [Sab80] T. Saburi, C.M. Wayman, K. Takata, S. Nenno: The Shape Memory Mechanism in 18R Martensitic Alloys, *Acta Met.* 28 (1980) 15
- [Sab82] T. Saburi, S. Nenno: The Shape Memory Effect and Related Phenomena, in: *Proc.Int.Conf. on Solid Solid Phase Transformations*, H.I.Aaronson (Editor), Pittsburgh, Pa., USA (1982) 1455
- [Sac89] R. Sachdewa, S. Miyazaki: Application of Shape Memory Nickel-Titanium Alloys to Orthodontics, *MRS Int.'l Mtg. on Adv.Mats.* Vol. 9 (1989) 605
- [Sche82] Carl Schenck AG, Darmstadt: Hydropuls[®]-System, Betriebsanleitung (1982)
- [Schu83] H. Schumann: Metallographie, 11. Auflage, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie (1983) 52
- [Schü94] A. Schüßler, T. Haas, P. Schloßmacher: Micro Welding of Shape Memory Alloys, *Conference Proc. Actuator 94*, H. Borgmann, K. Lenz (Editoren), Bremen (1994) 372
- [Sek82] Y. Sekiguchi, Y. Watanabe, K. Funami, H. Funakubo, Y. Suzuki: Effects of SME Cycle on the Mechanical Properties of the TiNi Alloys, *J. of the Fac. of Engin., The University of Tokyo (B)*, XXXVI 4 (1982) 777

- [Sha90] S.M. Shapiro: Neutron Scattering Studies of Premartensitic Phenomena, Proc.Mat.Sci. Forum 6th Conf., Part II: Martensitic Transformations (1990) 393
- [Sha94] A.R. Shahin, P.H. Meckl, J.D. Jones, M.A. Thrasher: Enhanced Cooling of Shape Memory Alloy Wires Using Semiconductor "Heat Pump" Modules, J.Intell.Mat.Syst.Struct. 5 1 (1994) 95
- [Shi91] T. Shinoda, T. Tsuchiya, H. Takahashi: Functional Characteristics of Friction Welded Near-Equiatomic TiNi Shape Memory Alloys, Trans.Jap.Weld.Soc. 22 2 (1991) 30
- [Sti89] J.D. Stice, C.E. Sievert, S.J. Lind, D.D.S. Andreasen: Medical Applications and Fabrication Processes Using NiTi Alloys, MRS Int.'l Mtg. on Adv.Mats. Vol. 9 (1989) 611
- [Stö93] D. Stöckel: Superelastische Nickel-Titan-Legierungen, Eigenschaften und Anwendung, Metall 47 8 (1993) 728
- [Str95] B. Strnadel, S. Ohashi, H. Ohtsuka, T. Ishihara, S. Miyazaki: Cyclic Stress-Strain Characteristics of Ti-Ni and Ti-Ni-Cu Shape Memory Alloys, Mat.Sc.Eng. A202 (1995) 148
- [Tan88] K. Tanaka, H. Tobushi, H. Iwanaga: Continuum Mechanical Approach to Thermomechanical Behavior of TiNi Alloys, Proc. 31st Japan Congress on Mat.Res., Kyoto, Japan (1988) 51
- [Tau91] P. Tautzenberger: Superelastisches Verhalten von Formgedächtnislegierungen, Blech Rohre Profile 38 10 (1991) 782
- [Tay84] Taylor, K.D. Maglic: Pulse Method for Thermal Diffusivity Measurement, in: in: Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods, K.D. Maglic, A. Cezairliyan, V.E. Peletsky (eds.), Plenum Press, New York (1984) 305
- [Tob92] H. Tobushi, Y. Ohashi, T. Hori, H. Yamamoto: Cyclic Deformation of TiNi Shape-Memory Alloy Helical Spring, Exp.Mechanics 12 (1992) 304
- [Tsu95] K. Tsuzaki, N. Harada, T. Maki: Potency of Grain Boundaries as Martensitic Nucleation Sites, J. de Phys. IV C8 5 (1995) 167
- [Wan65] F.E. Wang, W.J. Buehler, S.J. Pickart: Crystal Structure and a Unique Martensitic Transition of NiTi, J.Appl.Phys. 36 10 (1965) 3232
- [Wu89] S.K. Wu, C.M. Wayman: On the Reciprocal Lattice of the "Premartensitic" R-Phase in TiNi Shape Memory Alloys, Acta Metall.Mater. 37 10 (1989) 2805
- [Xu95] Y.B. Xu, R.J. Wang, Z.G. Wang: In-Situ Investigation of Stress-Induced Martensitic Transformation in the Ti-Ni Shape Memory Alloy during Transformation, Mat. Letters 24 (1995) 355
- [Yan95] L.X. Yang, W. Steinchen, M. Schuth, G. Kupfer: Precision Measurement and Nondestructive Testing by Means of Digital Phase Shifting Speckle Pattern and Speckle Pattern Shearing Interferometry, Measurement 16 (1995) 149
- [Yu92] W. Yu: The Application of Thermal Analysis in the Study of Ni-Ti Shape Memory Alloys, in: R.D. Shull, A. Joshi (Editors): Thermal Analysis in Metallurgy, The Minerals, Metals & Materials Soc. Vol. 1 (1992) 187

Anhang A:

Entwicklung der Pseudoelastizität in Biegeermüdung

Für die Qualität der in medizintechnischen Applikationen ausgenutzten Formgedächtniseigenschaften ist in erster Linie Lage (Biegewinkellage des Hysteresisschwerpunkts, in Grad) und Breite (in Nmm) der pseudoelastischen Hysterese und damit auch der martensitischen Umwandlungstemperaturen maßgeblich. Zur Quantifizierung der Stabilität der Hysteresecharakteristik bei Biegeermüdung wurden Position und Ausdehnung des maximalen „Hysteresebauches“ benutzt.

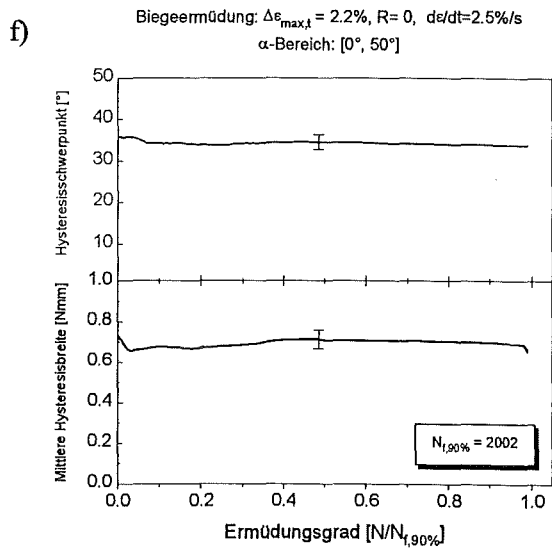
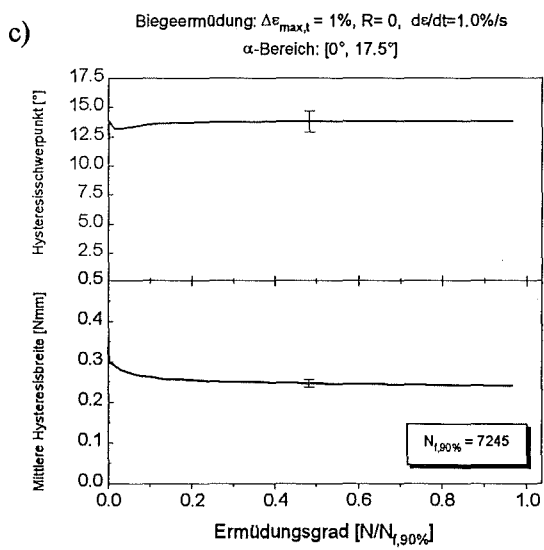
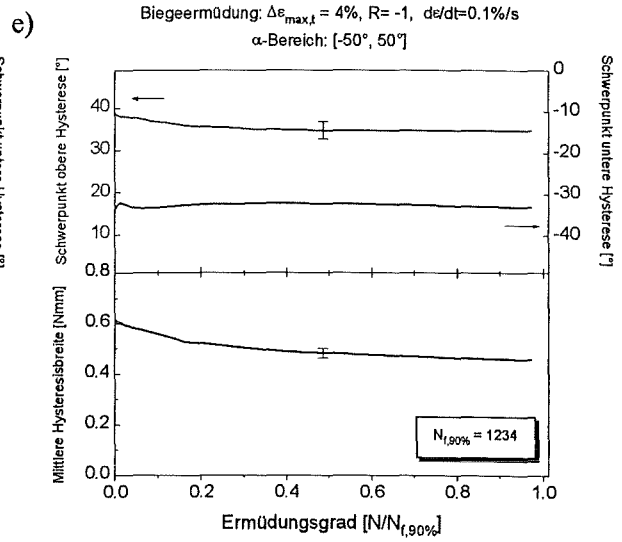
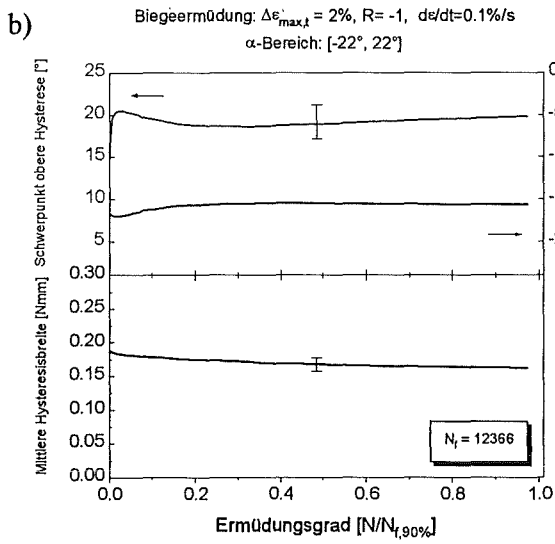
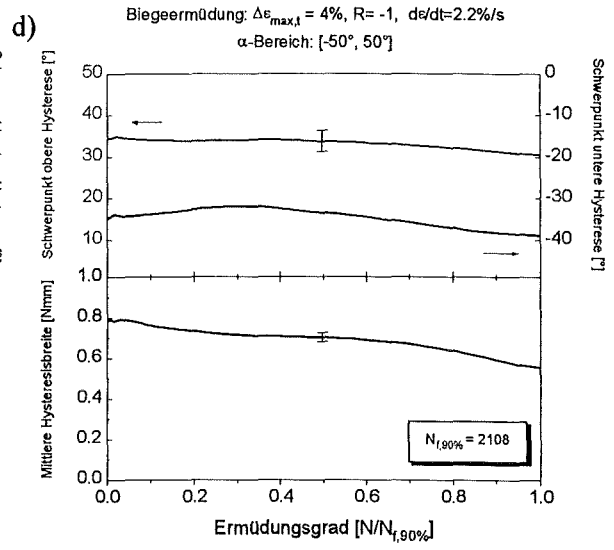
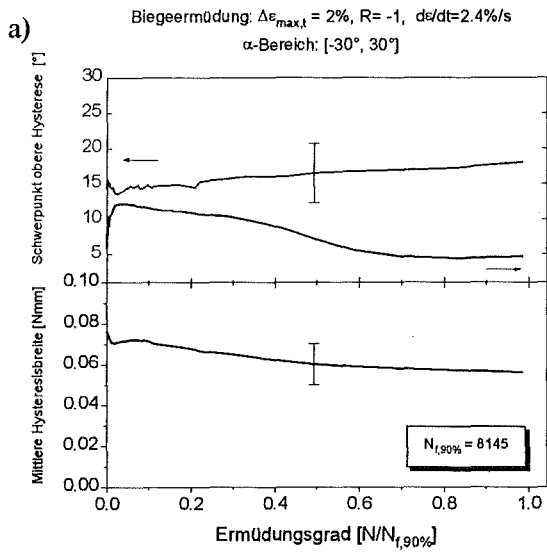
In Abbildung 152 sind diese Größen in folgender Anordnung dargestellt:

Teilbilder a)-c): Dehnungsamplitude 1%

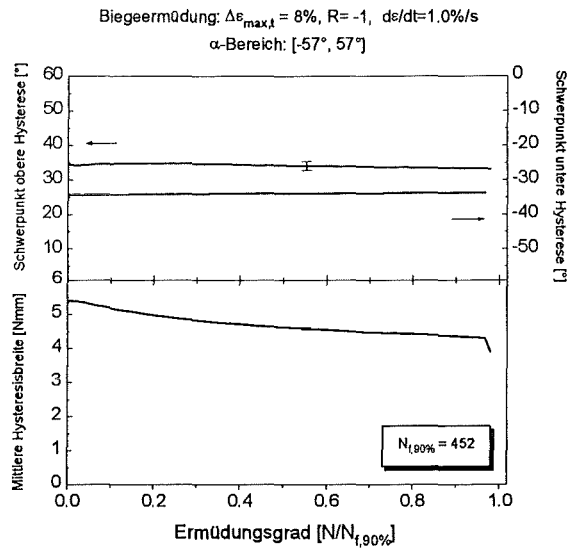
Teilbilder d)-f): Dehnungsamplitude 2%

Teilbilder g)-i): Dehnungsamplitude 4%

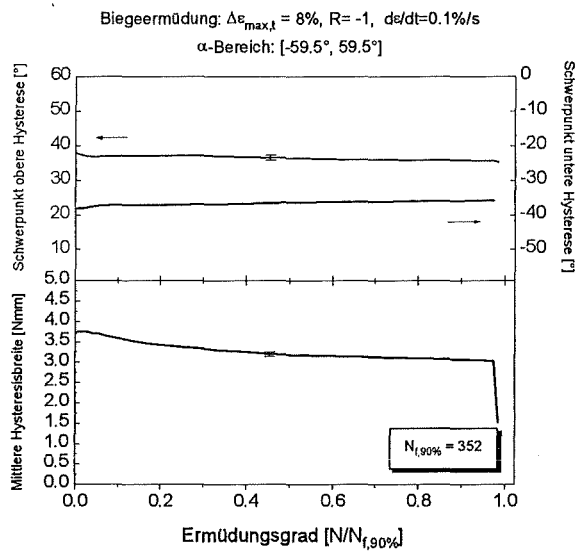
Das erste Teilbild einer Serie beschreibt jeweils schnell reversierende ($R = -1$, $\frac{de}{dt} \geq 1\%/s$), das zweite langsam reversierende ($\frac{de}{dt} = 0.1\%/s$) und das dritte einsinnige ($R = 0$, $\frac{de}{dt} \geq 1\%/s$) Experimente. Für reversierende Experimente ist die Lage für beide Hysteresen (im negativen und positiven Biegewinkelbereich) angegeben, die Hysteresebreite wurde aus diesen beiden gemittelt. Die Fehlerbalken zeigen die maximale Streuung der Meßpunkte in den Meßschrieben.



g)



h)



i)

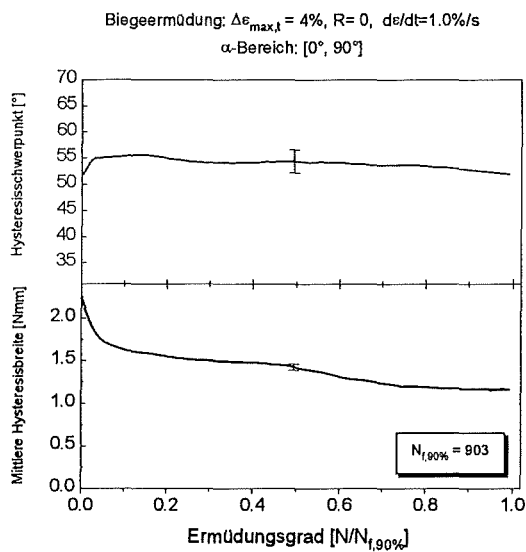


Bild 152 Entwicklung der Pseudoelastizität während der Biegeermüdung

Als Ergänzung zu der Diskussion in Kap. 6.1.2.6 lassen sich folgende Punkte festhalten: Bei 1% Dehnungsamplitude (Teilbilder a), b), c)) zeigen die Lastkurven noch kaum auswertbare Hysterese, sondern weitgehend linear-elastische Verformungsanteile. Daher streut die Lage der als Hysterese interpretierten Datenausschnitte sehr viel stärker. Für die meisten Lastparameter läuft die Winkellage der Hysterese leicht in Richtung 0° zusammen, da die Einsatzspannung für die SIM-Bildung mit steigender Zyklenzahl sinkt. Bei beginnender Ribbildung verschieben sich die Winkellagen wieder zu betragsmäßig größeren Winkeln (deutlich in d) und e)), da die Hysterese wegen des Lastabfalls abflacht und sich dabei ihre breiteste Stelle vom Winkelursprung weg verlagert.

Die Hysteresebreiten nehmen weitgehend monoton ab mit einem besonders steilen Verlauf während der ersten 5% der Lebensdauer. Wegen der empfindlichen Geometrieabhängigkeit des Biegemoments können die Absolutgrößen der Breite schlecht miteinander verglichen werden. Als relative Richtwerte kann festgehalten werden, daß bei Dehnungsamplituden unter 4% nach 95% der Lebensdauer keine Hysteresebreite unter 75% des Anfangswertes fällt. Für 4% Dehnungsamplitude gilt diese Aussage nur für reversierende Belastung. Im einsinnigen Versuch ergab sich eine Reduktion der Breite auf 45% des Ausgangswerts. Dies kann damit begründet werden, daß für einsinnige und große Deformationen sehr schnell ein monotones, der Last entgegengerichtetes Eigenspannungsfeld aufgebaut wird, das die Hysterese zunehmend verkleinert. Abgesehen von diesem Fall können die pseudoelastischen Eigenschaften zusammenfassend als in erster Näherung dehnraten- und lastunabhängig sehr stabil bewertet werden.

Anhang B:

Rißfortschritt in Biegeermüdung

In den Abbildungen 153 bis 156 ist die Korrelation von Riblänge und -richtung in Stapelbalkendarstellung angegeben. Die Farbkodierung der Balken gibt die Zuordnung der jeweiligen Riblängensklasse zu bestimmten Ribrichtungen in Intervallen von 10° wieder. Die Teilbilder a) -d) beziehen sich jeweils auf die Inspektionsintervalle 25%, 50%, 75% und 100% der Lebensdauer $N_{t,90\%}$. Die vier untersuchten Lastfälle sind:

Bild 153: $\Delta\varepsilon_{\max,t}=2\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$ (schnell reversierendes Zyklieren, kleine Last)

Bild 154: $\Delta\varepsilon_{\max,t}=2\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 0.1\%/s$ (langsam reversierendes Zyklieren, kleine Last)

Bild 155: $\Delta\varepsilon_{\max,t}=8\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$ (schnell reversierendes Zyklieren, große Last)

Bild 156: $\Delta\varepsilon_{\max,t}=8\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 0.1\%/s$ (langsam reversierendes Zyklieren, große Last)

Aus der Anzahl der detektierten Risse und der erfaßten Gesamtfläche wurde außerdem eine mittlere Flächen-Rißdichte bestimmt, die über den Diagrammen in mm^{-2} angegeben ist. Bei der Entstehung von Makrorissen mußte die Skalierung der Abszisse gebrochen werden, um das gesamte Spektrum der gefundenen Riblängen übersichtlich darzustellen. Rechts neben der statistischen Auswertung ist jeweils eine licht- oder rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines typischen, im jeweiligen Ermüdungsstadium beobachteten Risses bzw. einer auffälligen Oberflächenstruktur abgebildet. Die Lastrichtung in den Ribbildern verläuft immer vertikal. Die Ergebnisse wurden bereits in Kap. 6.1.2.7 ausführlich diskutiert.

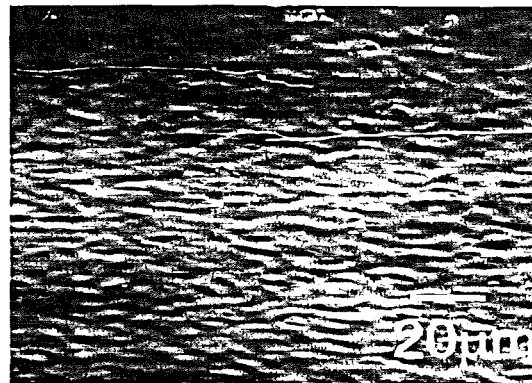
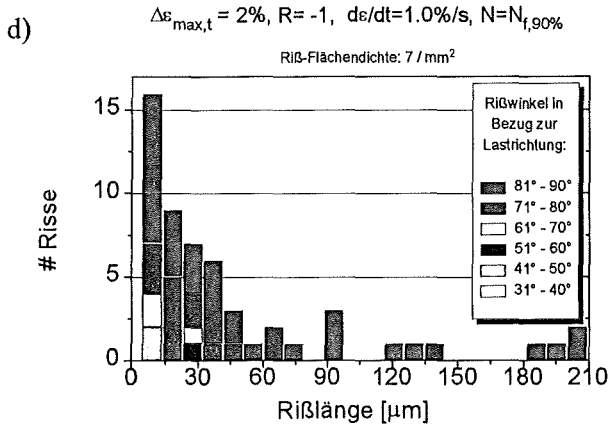
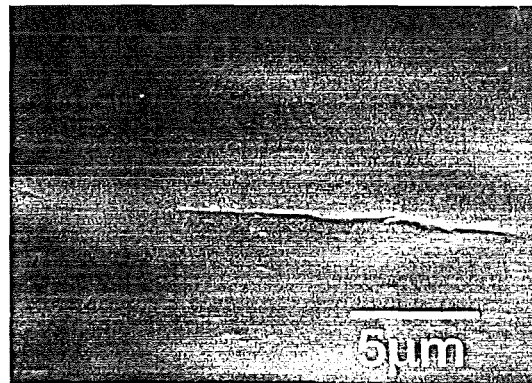
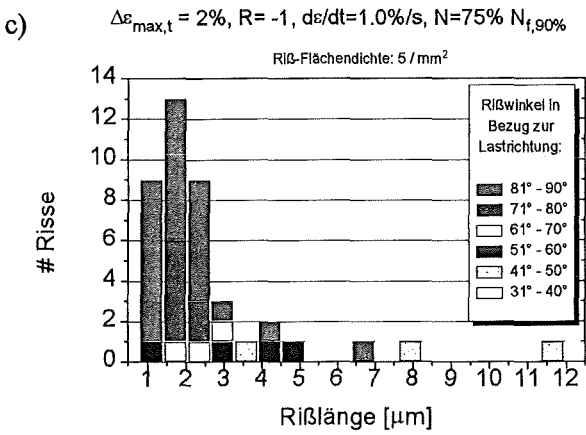
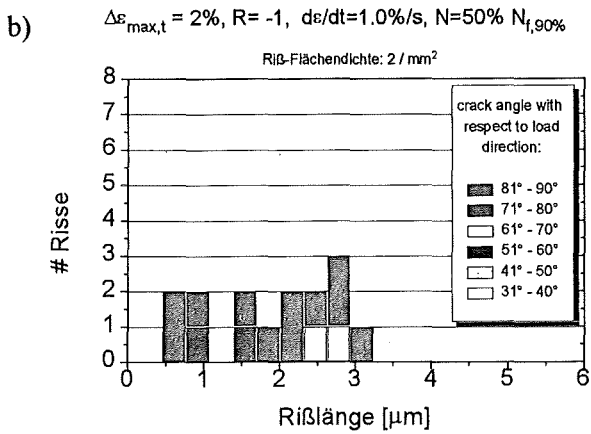
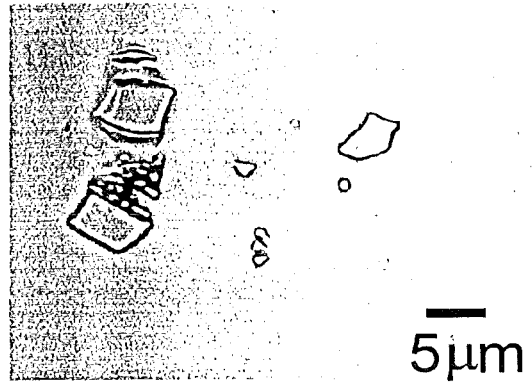
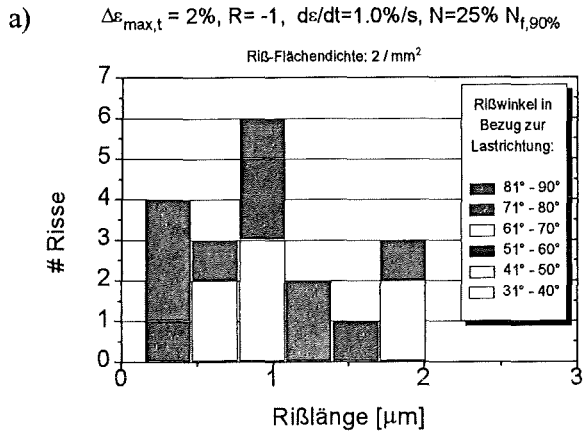


Bild 153 Biegeermüdung: Rißstatistiken und Rißbilder für kleine Last, schnell reversierend

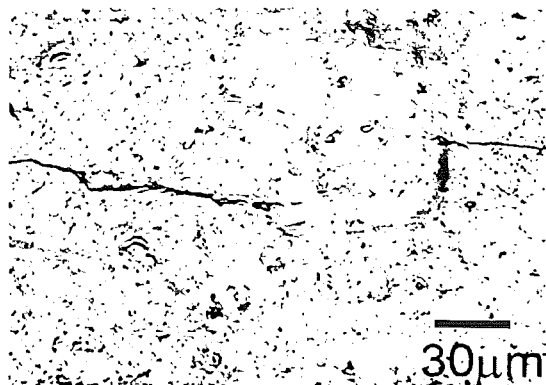
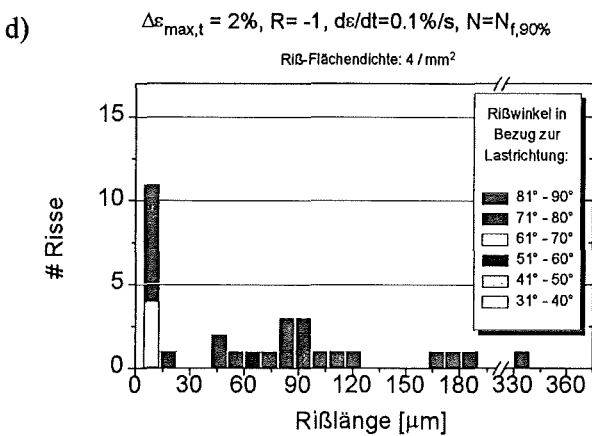
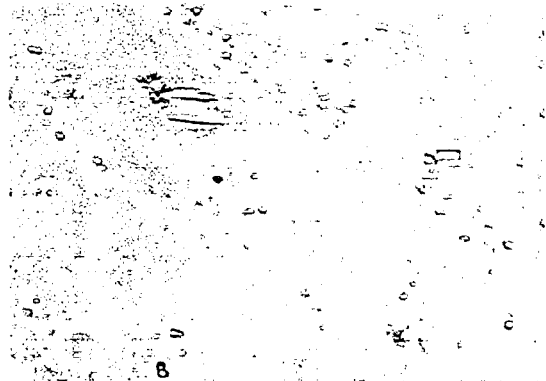
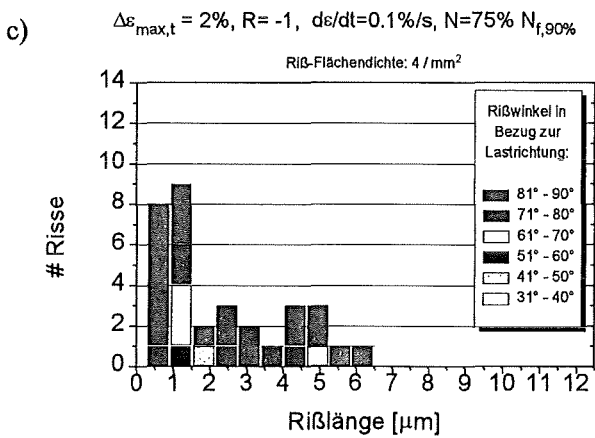
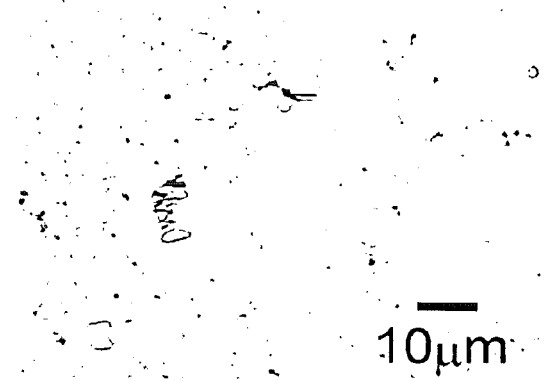
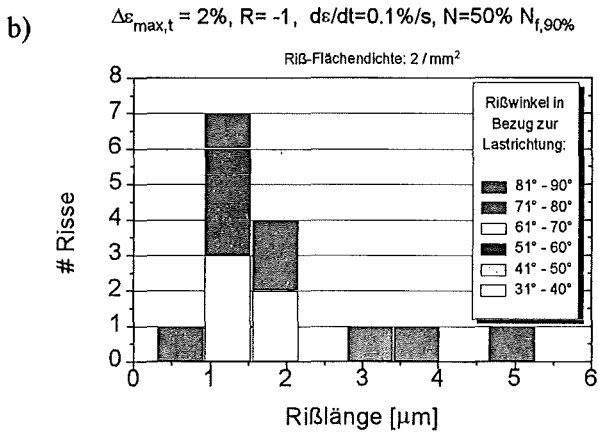
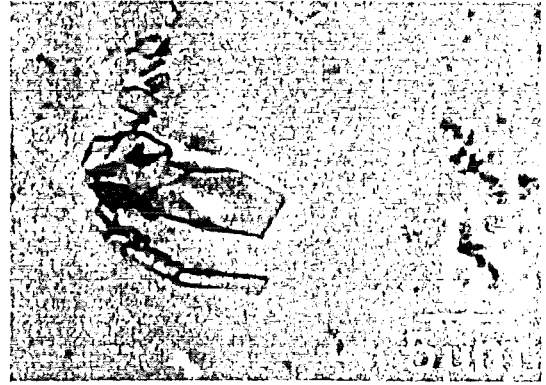
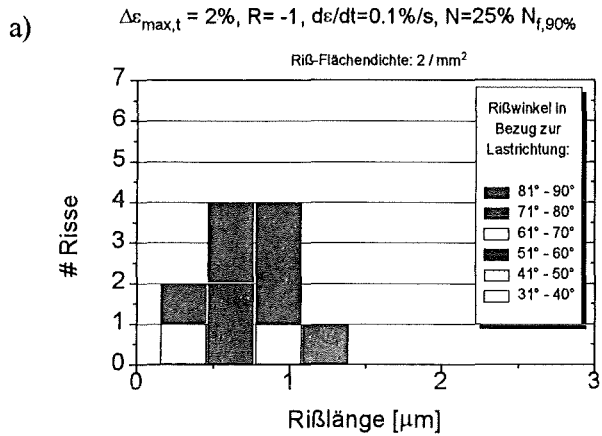


Bild 154 Biegeermüdung: Rißstatistiken und Rißbilder für kleine Last, langsam reversierend

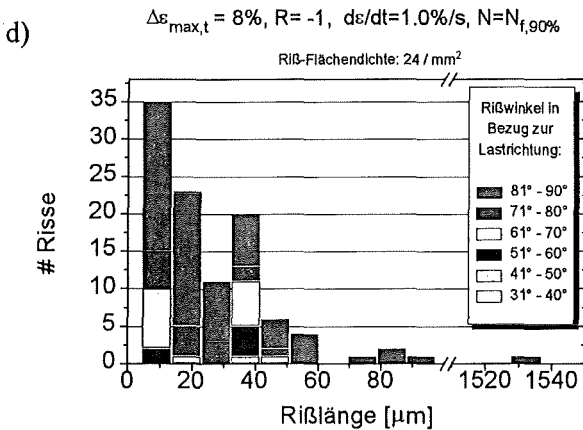
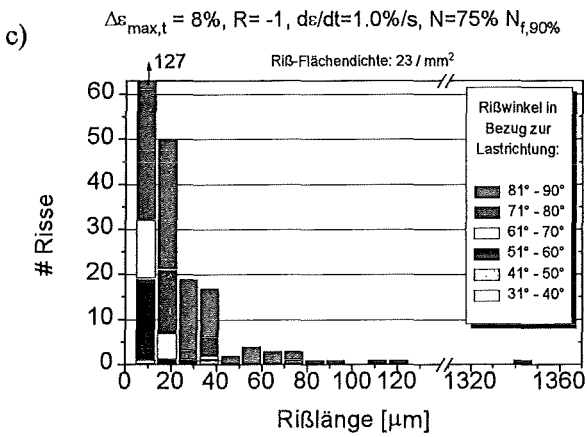
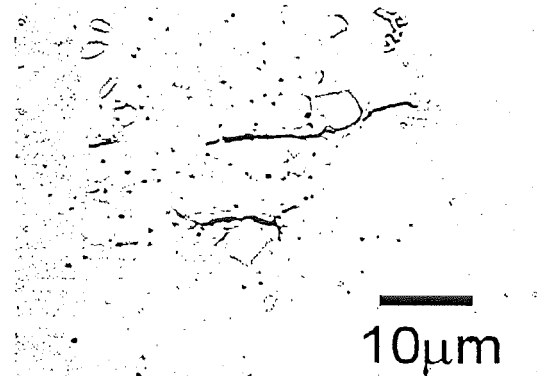
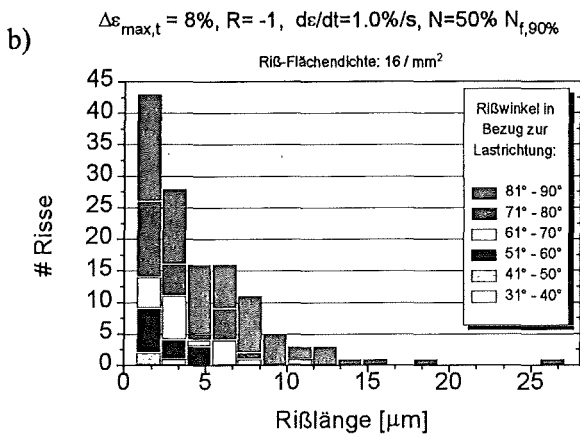
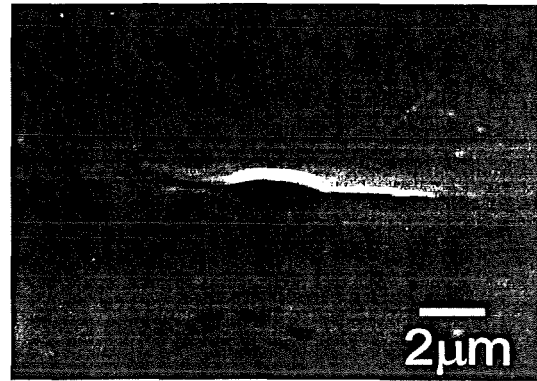
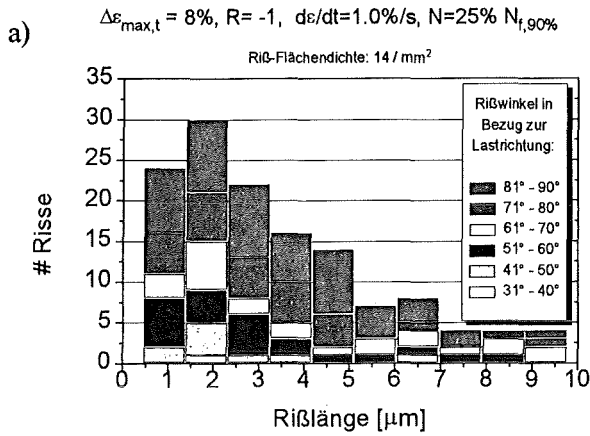


Bild 155 Biegemüdung: RiBstatistiken und RiBbilder für große Last, schnell reversierend

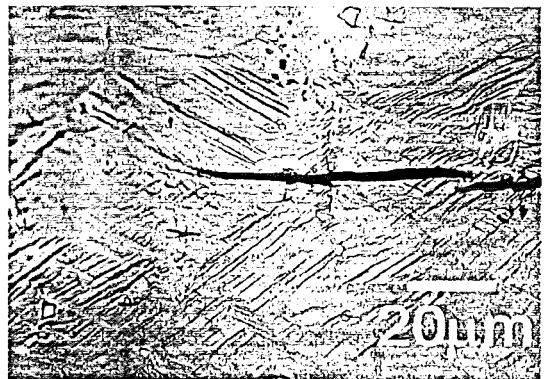
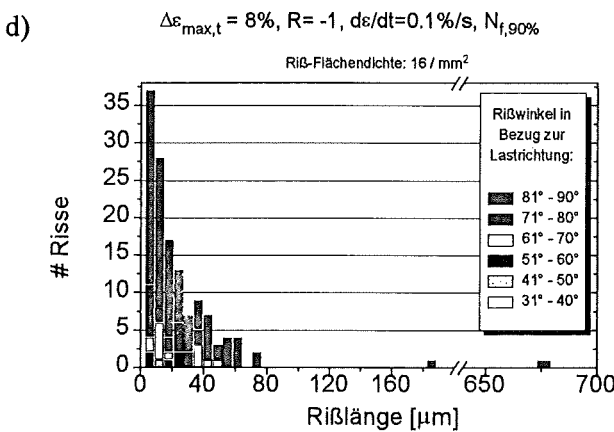
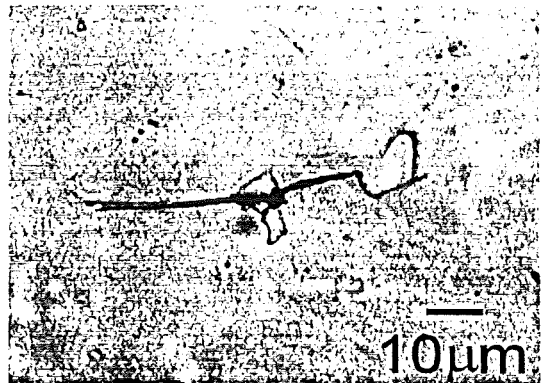
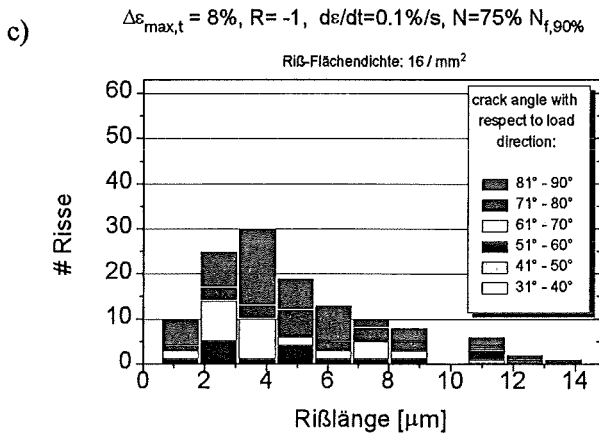
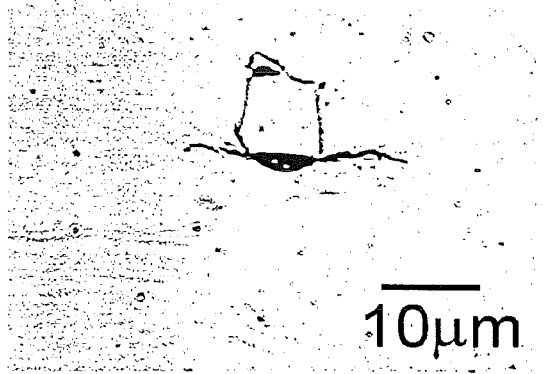
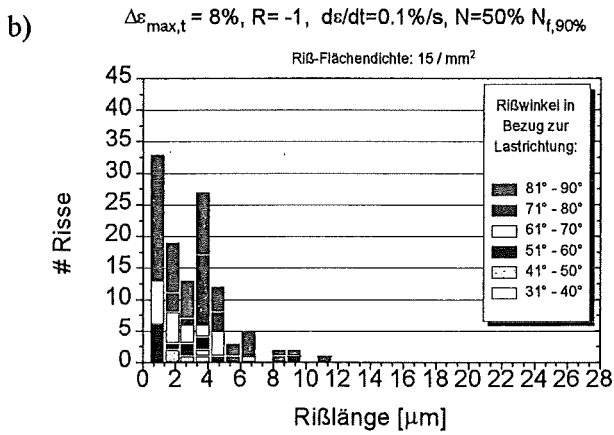
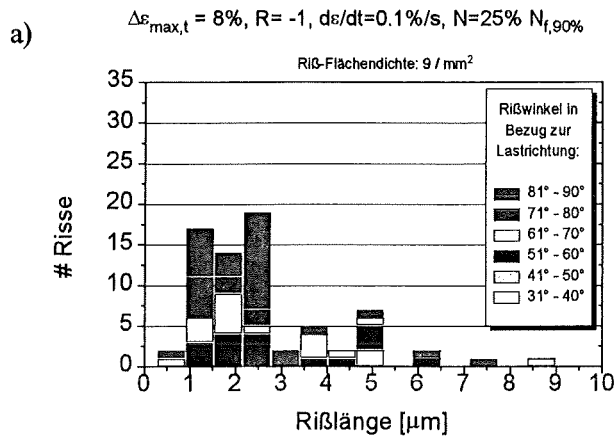


Bild 156 Biegeermüdung: Rißstatistiken und Rißbilder für große Last, langsam reversierend

Anhang C:

Entwicklung der Pseudoelastizität in Zug/Druck-Ermüdung

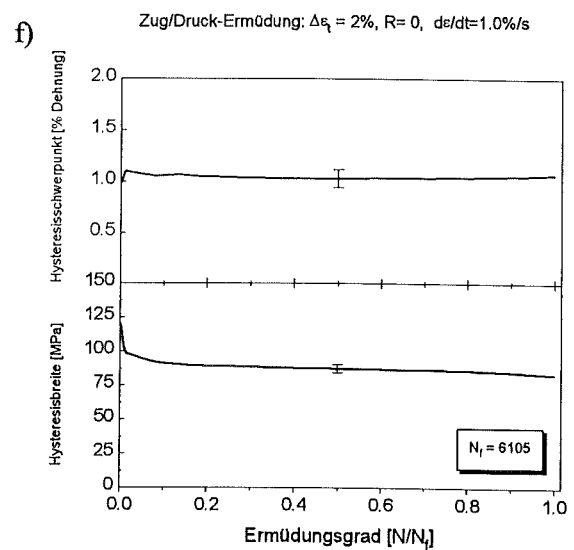
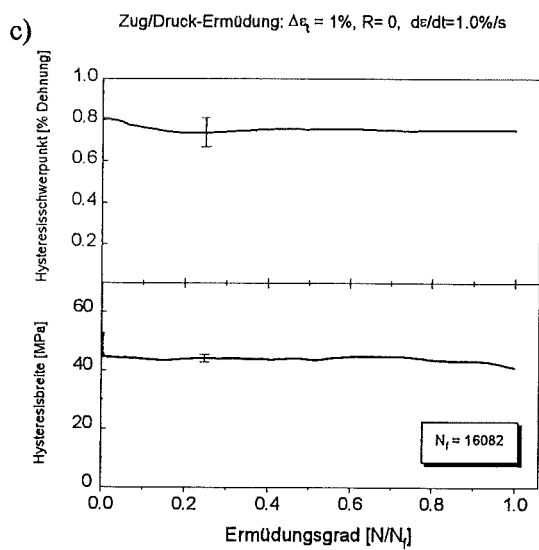
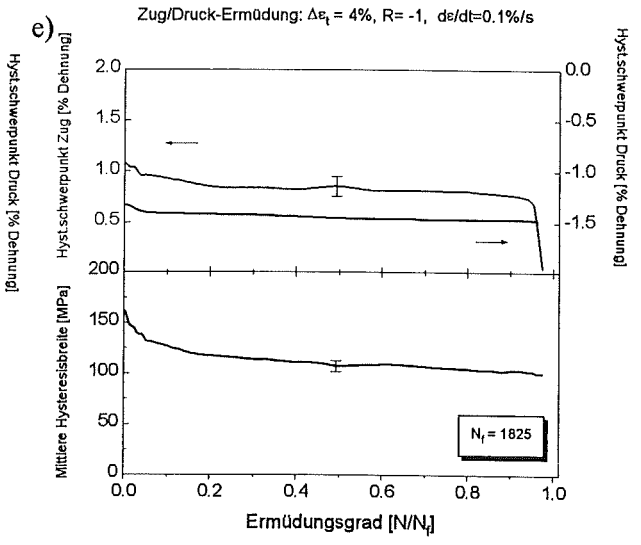
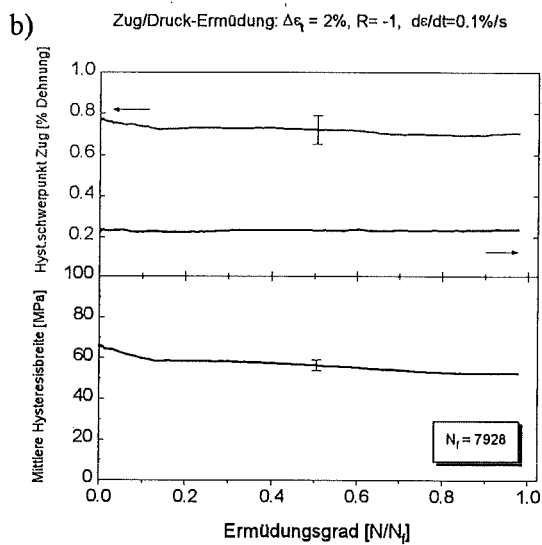
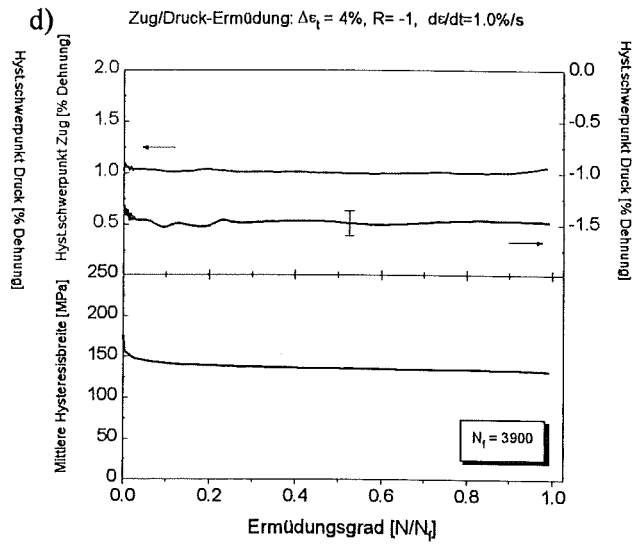
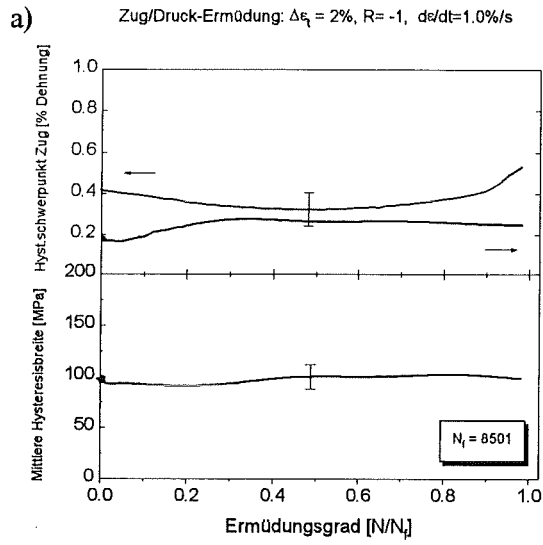
Zur Quantifizierung der Effektstabilität wurden wie in der Biegeermüdung Lage und Breite des maximalen „Hysteresebauches“ benutzt. Diese Größen sind in Abbildung 157 nach folgendem Schema angeordnet:

Teilbilder a)-c): Dehnungsamplitude 1%

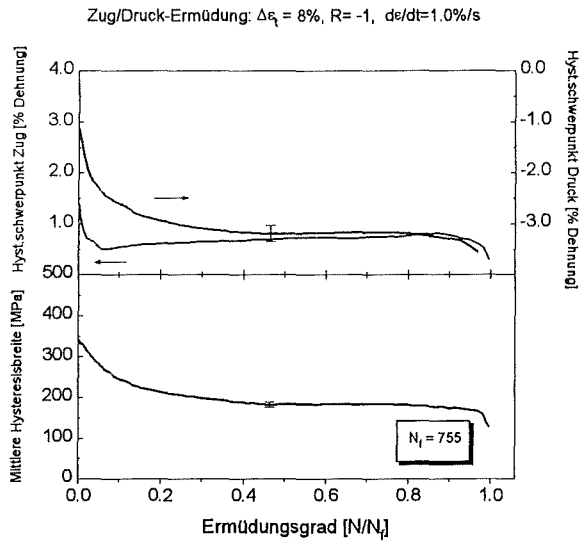
Teilbilder d)-f): Dehnungsamplitude 2%

Teilbilder g)-i): Dehnungsamplitude 4%

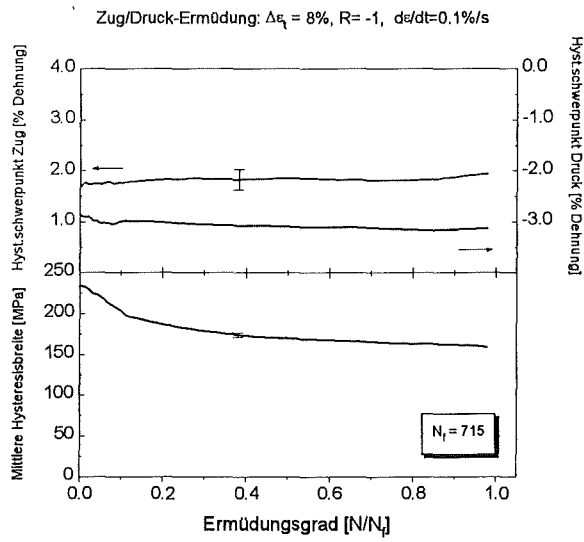
Das erste Teilbild einer Serie beschreibt jeweils schnell reversierende (Dehnrates: 1%/s), das zweite langsam reversierende (Dehnrates: 0.1%/s) und das dritte einsinnige (Dehnrates: 1%/s) Experimente. Für reversierende Experimente ist die Lage für beide Hysteresen (im negativen und positiven Biegewinkelbereich) eingetragen, die Hysteresebreite wurde aus diesen beiden gemittelt. Die Fehlerbalken geben die maximale Streuung der Meßpunkte in den Meßschrieben an. Die ausführliche Diskussion der Ergebnisse wurde bereits in Kap. 6.2.2.5 dargelegt.



g)



h)



i)

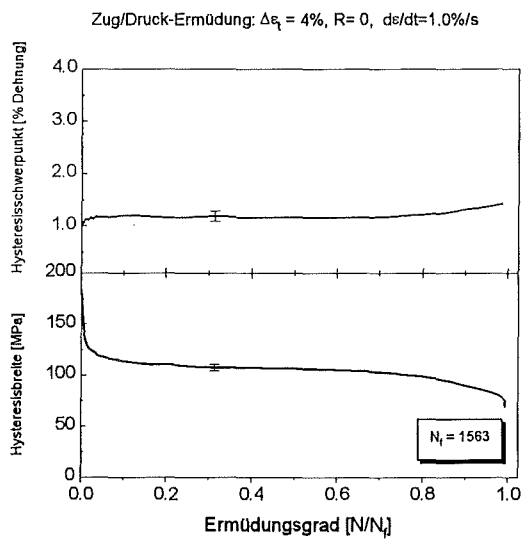


Bild 157 Entwicklung der Pseudoelastizität während der Zug/Druck-Ermüdung

Anhang D:

Rißfortschritt in Zug/Druck-Ermüdung

Analog zur Biegeermüdung wurde in den Abbildungen 158 bis 161 für die Korrelation von Rißlänge und -richtung eine Stapelbalkendarstellung gewählt, welche die Rißrichtungen in 10°-Klassen einteilt. Die Teilbilder a) -d) beziehen sich jeweils auf die Inspektionsintervalle 25%, 50%, 75% und 100% der Lebensdauer N_f . Die vier untersuchten Lastfälle sind:

Bild 158: $\Delta\varepsilon_t=2\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$ (schnell reversierendes Zyklieren, kleine Last)

Bild 159: $\Delta\varepsilon_t=2\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 0.1\%/s$ (langsam reversierendes Zyklieren, kleine Last)

Bild 160: $\Delta\varepsilon_t=8\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 1\%/s$ (schnell reversierendes Zyklieren, große Last)

Bild 161: $\Delta\varepsilon_t=8\%$, $\frac{d\varepsilon}{dt} = 0.1\%/s$ (langsam reversierendes Zyklieren, große Last)

Die gemessene mittlere Flächen-Rißdichte ist im Diagrammkopf in mm^{-2} angegeben. Rechts neben der statistischen Auswertung ist jeweils eine licht- oder rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines typischen, für das jeweilige Stadium charakteristischen Risses oder einer auffälligen Oberflächenstruktur dargestellt. Die Lastrichtung verläuft vertikal durch die Bilder. Die Ergebnisse wurden bereits in Kap. 6.2.2.6 ausführlich diskutiert.

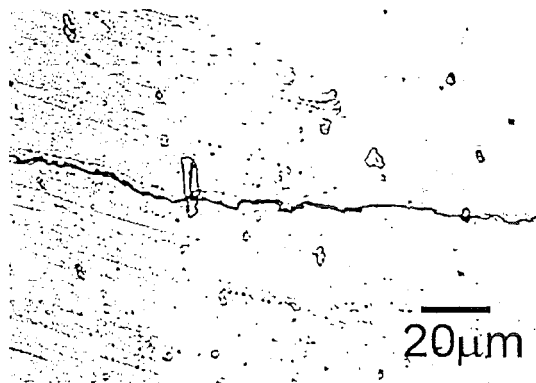
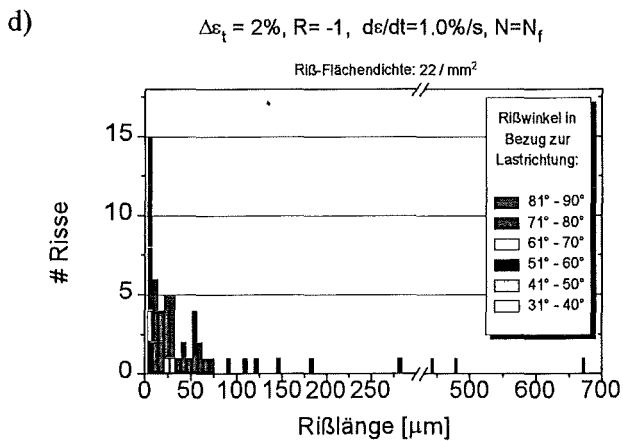
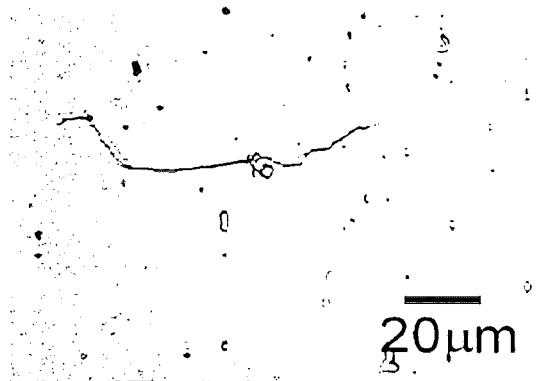
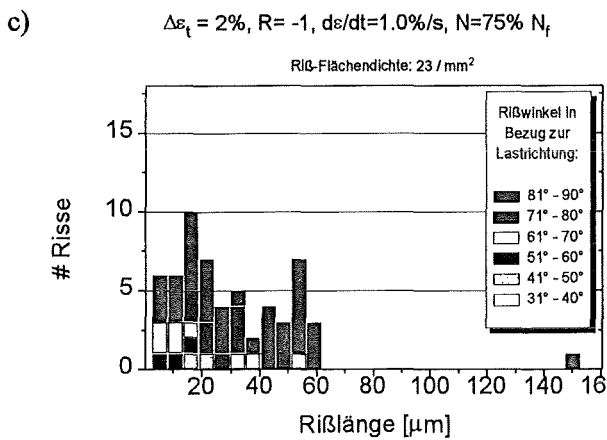
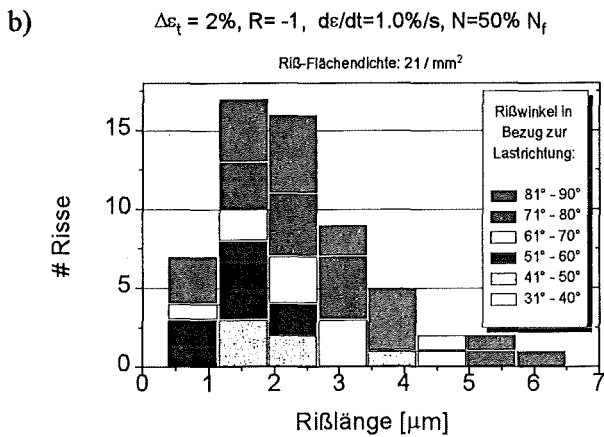
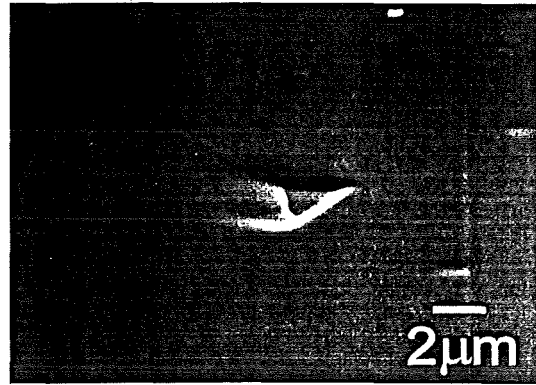
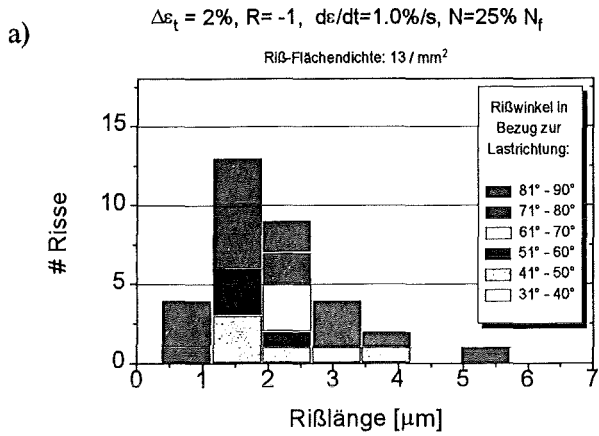


Bild 158 Zug/Druck-Ermüdung: Rißstatistiken und Rißbilder für kleine Last, schnell reversierend

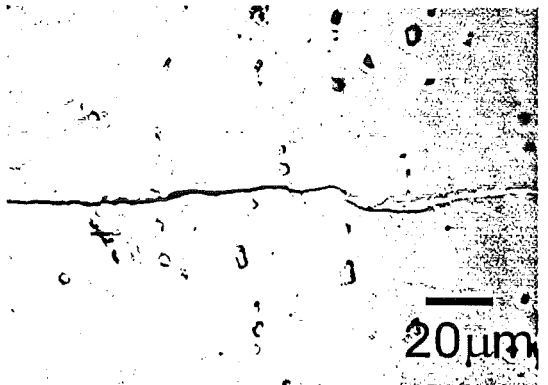
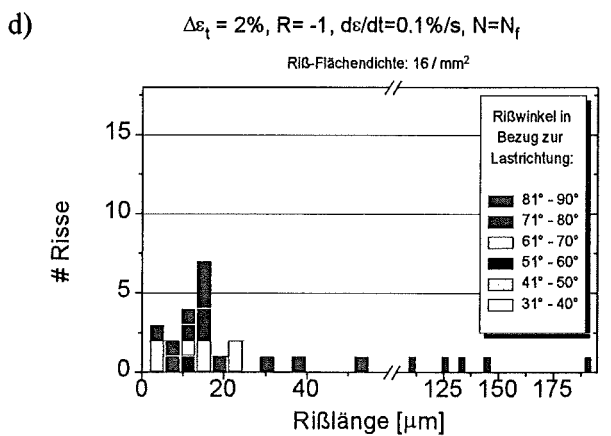
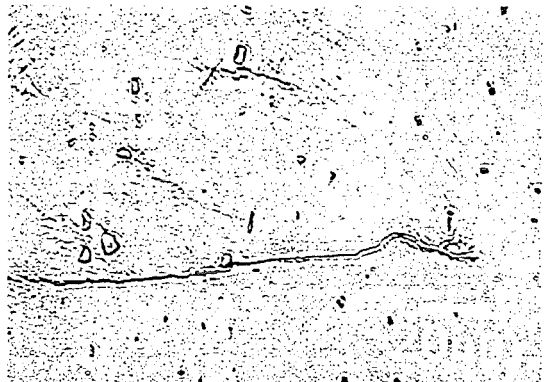
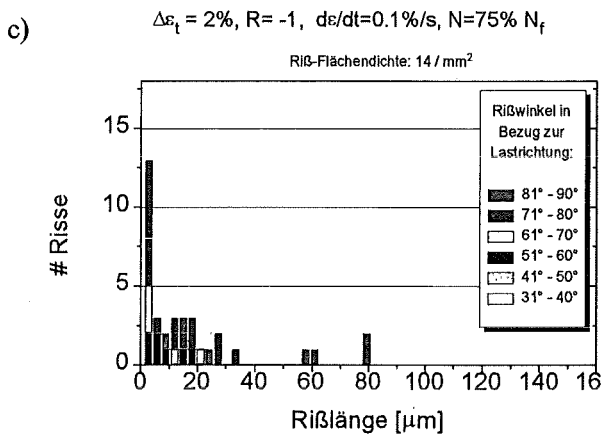
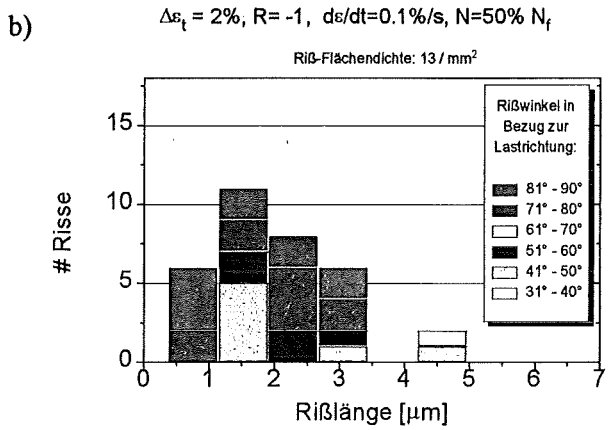
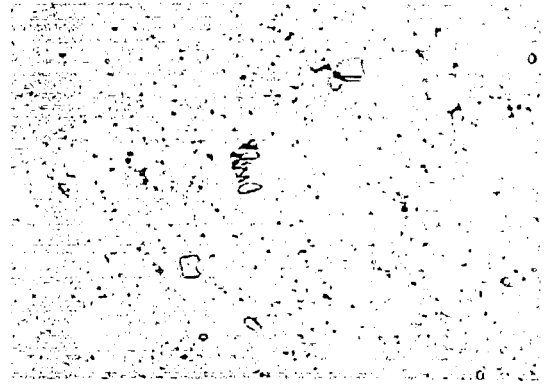
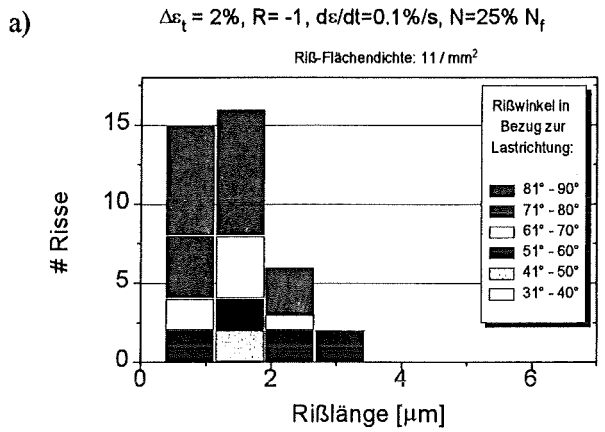


Bild 159 Zug/Druck-Ermüdung: RiBstatistiken und RiBbilder für kleine Last, langsam reversierend

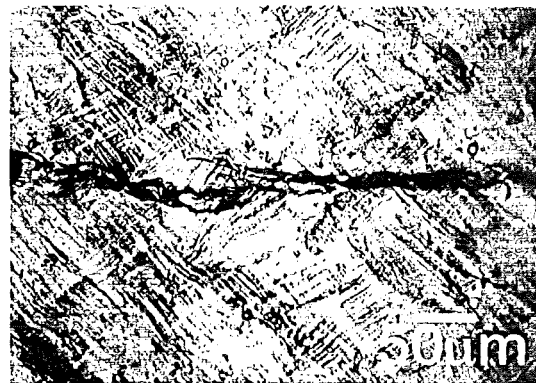
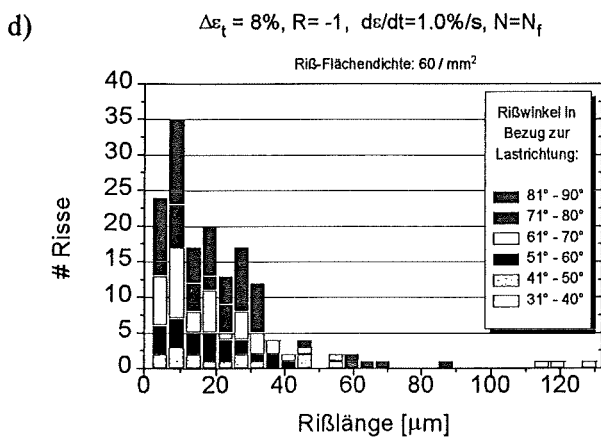
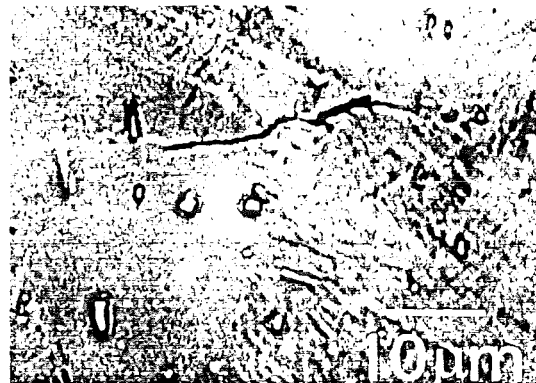
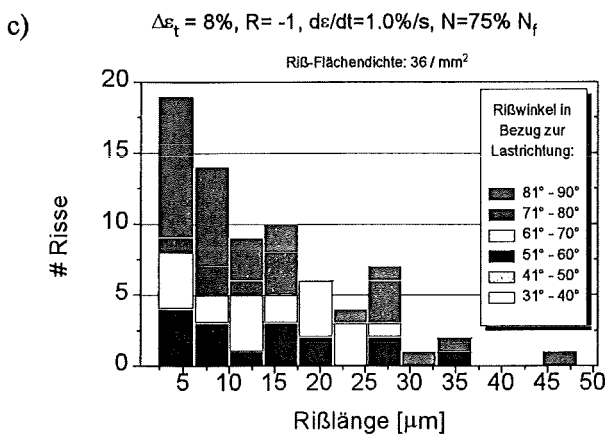
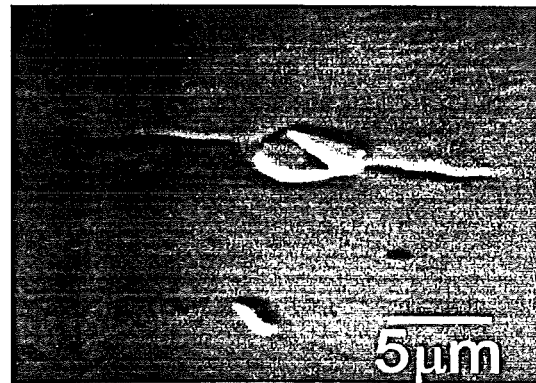
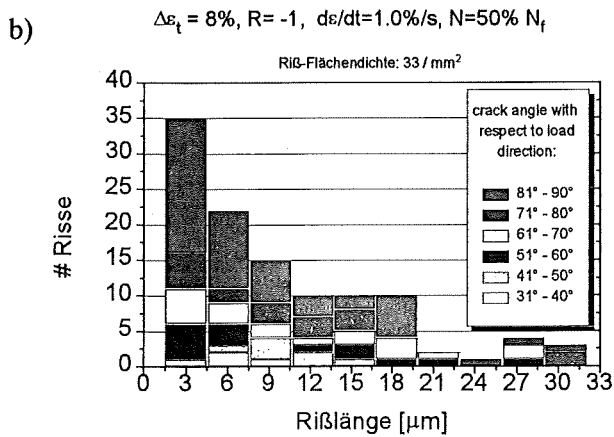
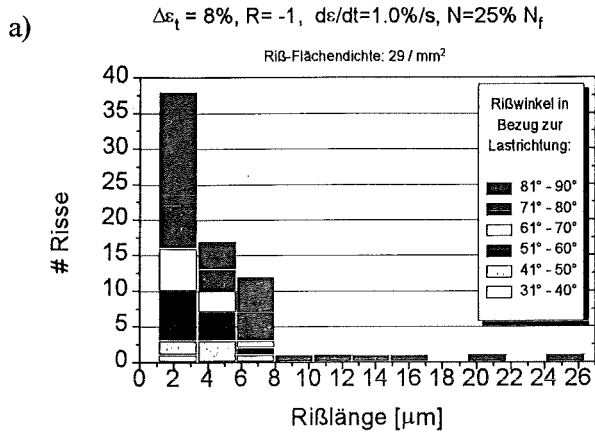


Bild 160 Zug/Druck-Ermüdung: RiBstatistiken und RiBbilder für große Last, schnell reversierend

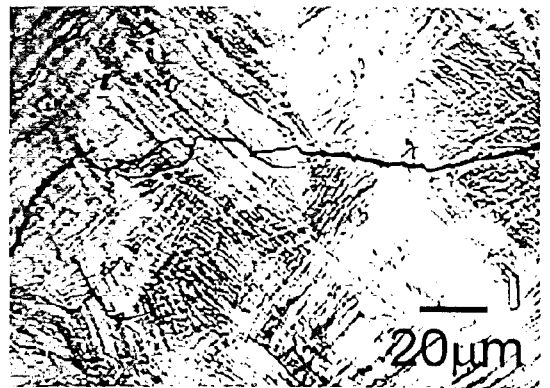
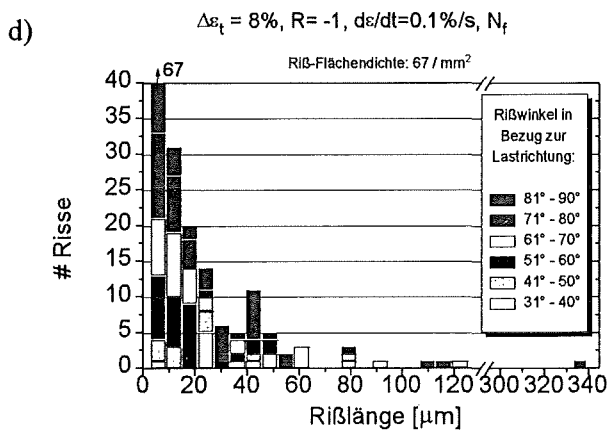
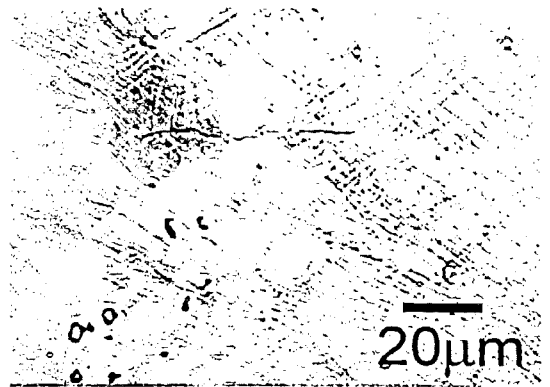
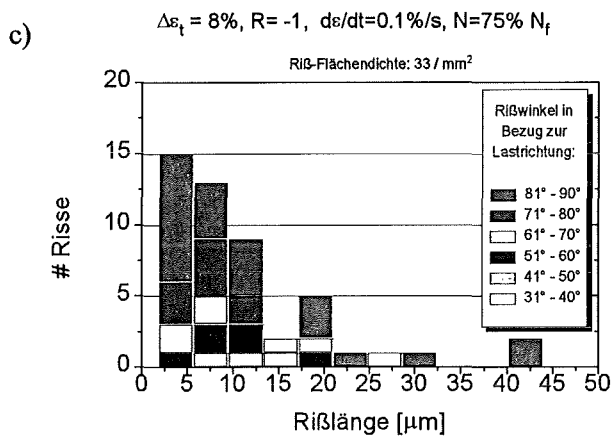
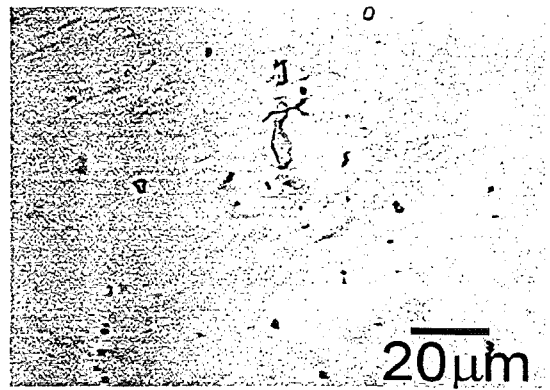
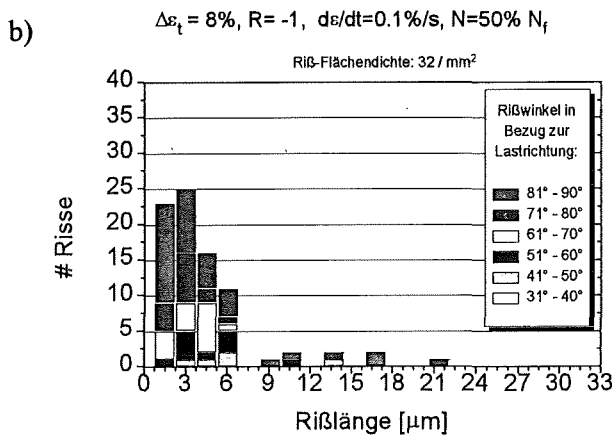
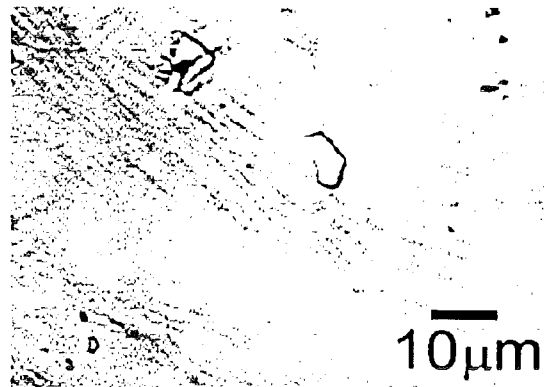
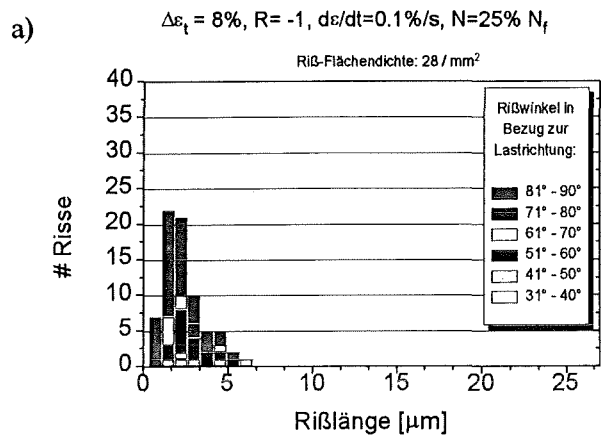


Bild 161 Zug/Druck-Ermüdung: RiBstatistiken und RiBbilder für große Last, langsam reversierend

Danksagung

Die vorliegende Dissertation ist das Ergebnis eines dreijährigen Stipendiums am Institut für Materialforschung I des Forschungszentrums Karlsruhe.

Herrn Prof. Dr. K. Ehrlich danke ich für die Orientierung des Themas, die fachliche Betreuung und stetige Diskussionsbereitschaft. Frau Prof. Dr. Ch. Berger und Herrn Prof. Dr. R. Loth möchte ich ebenso danken für die Übernahme des Korreferats sowie ihr Interesse und ihre Geduld hinsichtlich der Fragestellungen der Dissertation. Herrn Prof. Dr. K.-H. Zum Gahr danke ich für die Einbindung der Arbeit in die thematische Ausrichtung des Instituts und für wertvolle fachliche Hinweise.

Herrn Dr. P. Schloßmacher gebührt mein Dank für die enge Zusammenarbeit und die lebendige Diskussion über das Themengebiet Formgedächtnislegierungen. Er und Herr T. Stober haben insbesondere umfangreiche Untersuchungen im Transmissionselektronenmikroskop durchgeführt, meist einschließlich der aufwendigen Probenpräparation durch Herrn T. Stober, wofür ich herzlich danke. Ebenso danke ich allen weiteren Mitarbeitern des IMF-I, die mich tatkräftig bei meiner Arbeit unterstützt haben.

Speziell Herrn S. Müller und Herrn G. Thun sowie stellvertretend für das gesamte IMF II Herrn Prof. Dr. D. Munz möchte ich herzlich danken für die entgegenkommende, institutsübergreifende Zusammenarbeit, die sich fruchtbar in zahlreichen Diskussionen über Modellierung, FEM-Simulation und Materialprüfung geäußert hat.

Dr. K. Feit und Herr W. Boesen (IMT) unterstützten die Arbeit mit zahlreichen DSC-Messungen. Bei der Probenoberflächenbearbeitung wurde ich von Herrn R. Trapp und Herrn K.-P. Brhel (HIT), bei der mechanischen Feinjustierung des Biegeprüfstandes von Herrn H. Braun (HVT-QS) unterstützt, wofür ich hiermit danken möchte. Herrn W. Wiedewilt (HPE) danke ich für die enge Zusammenarbeit bei Fragen der Elektronik und der Realisierung einer Rundtischsteuerung.

Die Widerstandsschweißversuche wurden an der MPA Stuttgart von Herrn Dr. M. J. Greitmann und Herrn G. Deutschmann betreut. Für die gute Zusammenarbeit gilt ihnen mein Dank.

Bei Werkstattaufträgen konnte ich mich mit Konstruktionsfragen immer an Herrn K. Schlipf (BTI-F) wenden, der engagiert eine schnelle Lösung fand. Neben ihm möchte ich ebenso allen seinen Mitarbeitern danken, die mit zügiger Auftragsabwicklung eine große Hilfe waren.

Bei Frau D. Stern und Frau D. Picano (HBK-ZB) stieß ich stets auf entgegenkommende Hilfsbereitschaft bei Literaturrecherchen und Quellenbeschaffung. Dafür möchte ich ihnen herzlich danken.

Im Rahmen der zahlreichen Arbeitskreise und Fachveranstaltungen trug eine große Zahl weiterer Mitarbeiter des Forschungszentrum und Angestellter anderer wissenschaftlicher und industrieller Einrichtungen zum Erfolg der Arbeiten bei, denen ich allen hiermit stellvertretend danken möchte. Das allgemein wachsende Interesse am Themenkreis der Formgedächtnislegierungen hat stets dazu ermutigt, die Diskussion zu suchen und hat damit viele Aspekte der Untersuchungen belebt und neu beleuchtet.