

Pseudoelastisches Materialverhalten in der reinen Biegung

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

Doctor rerum naturalium

(Dr. rer. nat.)

der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität zu Bonn

vorgelegt von

Ralf Hönscheid

geboren am 27.12.1970 in Siegburg

Bonn 2009

Angefertigt mit Genehmigung der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der
Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität zu Bonn

Gutachter:

1. Prof. Dr. Dieter Drescher
2. Prof. Dr. Karl Maier
3. PD Dr. Bernard Ch. Metsch
4. Prof. Dr. Werner Mader

Tag der Promotion: 11.12.2009

Erscheinungsjahr 2010

Abstract

The presented work analyses the mechanical behaviour of cold-drawn pseudo-elastic Nickel-Titanium-Alloys under pure bending. The test setup assures at any time of the measurement a circular arc form of the specimen without any shearing force. Material parameters as the elastic and pseudo-elastic Young's modulus of loading and unloading are determined as well as the initial critical stresses. The results are compared to those of standardised test setups such as the three-point-bending-test as in ISO 15841. Further analyzed are the dependencies of the material parameters from the specimen temperature als well as from the equilibrium temperature. The study examines quantitatively the Young's modulus of loading and unloading in stress-strain-characteristics. One of the outcomes is that the pseudoelastic Young's modulus of the unloading branch exceeds the one of the loading branch by nearly one magnitude. An explanation to this finding is proposed. The study compares the development of the stress-strain-hysteresis with theoretical models and their consequences for documented characteristic temperatures such as the martensite destructure temperature. The study also provides a prospect to the possibilities of application of the data, for example the better adaption of shape memory alloys to demanded stress- and/or torsional moment-characteristics by an appropriate thermal treatment. Thus, shifts of the equilibrium- or the specimen temperature cannot be considered as equivalent.

Keywords:

Shape memory alloy, pure bending, pseudoelasticity, temperature dependance

Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit untersucht das mechanische Verhalten von gezogenen pseudoelastischen Nickel-Titan-Legierungen in der reinen Biegung. Der Prüfaufbau garantiert zu jedem Zeitpunkt der Messung eine querkraftfreie Kreisbogenform der untersuchten Probe. Die Materialparameter wie elastische und pseudoelastische E-Moduli der Be- und Entlastung werden bestimmt sowie die initialen kritischen Spannungen. Die Ergebnisse werden mit jenen standardisierter Messaufbauten, u.A. dem Dreipunkt-Biegeversuch nach ISO 15841 verglichen. Desweiteren werden die Temperaturabhängigkeiten der Materialparameter sowohl von der Proben- als auch von der Gleichgewichtstemperatur untersucht. Die Arbeit untersucht quantitativ die E-Moduli von Be- und Entlastung in Spannungs-Dehnungs-Charakteristiken. Demnach liegt der pseudoelastische E-Modul des Entlastungszweiges um nahezu eine Größenordnung über jener des Belastungszweiges. Hierzu wird eine Erklärung vorgeschlagen. Die Arbeit vergleicht die Temperaturentwicklung der Spannungs-Hysterese mit theoretischen Modellen und deren Konsequenzen für dokumentierte charakteristische Temperaturen, wie etwa der Martensit-Deconstructure-Temperatur. Die Arbeit gibt einen Ausblick auf die Verwendungsmöglichkeiten der Daten, beispielsweise die bessere Adaption von Formgedächtnis-Legierungen an geforderte Spannungs- und/oder Drehmoment-Kennlinien durch eine entsprechende Wärmebehandlung. Demnach können Verschiebungen der Gleichgewichts- oder Austenit-Finish-Temperatur und der Proben-temperatur nicht als äquivalent angesehen werden.

Schlagwörter:

Formgedächtnislegierung, reine Biegung, Pseudoelastizität, Temperaturabhängigkeit

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	i
Abbildungsverzeichnis	iii
Tabellenverzeichnis	v
1 Einleitung	1
1.1 Überblick	1
1.2 Motivation	2
1.3 Gliederung	3
2 Literaturübersicht	5
2.1 Eigenschaften der Formgedächtnislegierungen	5
2.1.1 Kristallographie	5
2.1.2 Thermodynamik	8
2.1.2.1 Phasenübergang erster Ordnung	8
2.1.2.2 Phasenübergang zweiter Ordnung	13
2.1.3 Effekte	17
2.1.3.1 Einweg-Formgedächtnis-Effekt	17
2.1.3.2 Zweiweg-Effekt	18
2.1.3.3 Pseudoelastizität	19
2.2 Prüfverfahren für pseudoelastische Materialien	21
2.2.1 Zugversuch	22
2.2.2 Torsion	23
2.2.3 Nanoindenter	23
2.2.4 Biegeversuch	25
2.2.4.1 Einpunkt-Biegeversuch	25
2.2.4.2 Dreipunkt-Biegeversuch	25
2.2.4.3 Vierpunkt-Biegeversuch	29
2.2.4.4 Reine Biegung	30
2.2.5 Weitere Methoden	31
2.2.5.1 Ultraschall	31
3 Fragestellungen	32
4 Material und Methode	33
4.1 Aufbau	33

4.1.1	Prinzip der Messung	33
4.1.2	Messaufbau	34
4.1.3	Messprogramm	36
4.2	Durchführung der Messungen und Datenaufbereitung	38
4.2.1	Aufnahme der Messdaten	38
4.2.2	Datenaufbereitung	38
5	Ergebnisse	39
5.1	Probenmaterial	39
5.2	Auswertung	40
5.2.1	Unterscheidung der Elastizitätsparameter	41
5.3	Umfang der Messungen und Messfehler	42
5.4	Temperaturverhalten für festes T_0 und variables T	44
5.4.1	Elastische E-Moduli E_1 und E_4	44
5.4.2	Pseudoelastische Elastische E-Moduli E_2 und E_5	45
5.4.3	Kritische Spannungen σ_1 , σ_{S_3} und σ_4	46
5.4.4	Elastische Dehnung ϵ_1	48
5.5	Temperaturverhalten für festes T und variables T_0	48
5.5.1	Elastische E-Moduli E_1 und E_4	49
5.5.2	Pseudoelastische Elastische E-Moduli E_2 und E_5	49
5.5.3	Kritische Spannungen σ_1 , σ_{S_3} und σ_4	51
5.5.4	Elastische Dehnung ϵ_1	53
5.6	Vergleich zwischen Drei-Punkt-Biegung und reiner Biegung	53
5.7	Maximale pseudoelastische Dehnung	54
5.8	Zusammenfassung der Ergebnisse	56
5.8.1	Materialverhalten für feste Gleichgewichtstemperatur T_0	56
5.8.2	Materialverhalten für festes T	57
6	Diskussion	58
6.1	Elastische Parameter E_1 , E_4 , σ_1 und σ_4 bei steigender Temperatur	58
6.2	Pseudoelastische Parameter E_2 und E_5 bei steigender Temperatur	58
6.3	Elastische Parameter E_1 , E_4 , σ_1 und σ_4 bei steigendem T_0	59
6.4	Pseudoelastische Parameter E_2 und E_5 bei steigendem T_0	60
6.5	Vergleiche mit Ergebnissen aus der Literatur	61
6.5.1	Vergleich zum Zugversuch	61
6.5.2	Vergleich zu Biegeversuch	62
6.6	Mögliche Ursachen des Größenunterschiedes von E_2 und E_5	65

6.7 Einfluss des Probenquerschnittes	67
7 Zusammenfassung und Ausblick	69
A Anhang	71
A.1 Analyse der Elastizitäts-Parameter	71
A.2 Adaption der Drehmomente	72

Abbildungsverzeichnis

1.1	Raumstation ISS mit Sonnensegeln	1
1.2	Modell einer Roboterhand aus NiTi	2
2.1	Phasendiagramm NiTi	6
2.2	Martensit-Start-Temperatur in Abhängigkeit vom Nickel-Gehalt	7
2.3	Atomare Struktur NiTi mit Gitterdimensionen, Austenit und Martensit	7
2.4	Atomare Struktur NiTi, Übergang zum monoklinen Martensit	8
2.5	Atomare Struktur NiTi mit Miller-Indizes, Austenit und Martensit	8
2.6	Thermodynamische Phasenübergänge erster Ordnung	9
2.7	Temperaturabhängige Hysterese in der Austenit-Konzentration	10
2.8	Thermodynamische Phasenübergänge zweiter Ordnung	14
2.9	Freie Energie nach Landau	15
2.10	Freie Energie nach Landau mit äußerer Spannung	15
2.11	Spannungs-Dehnungs-Diagramme nach Devonshire	16
2.12	Einweg-Formgedächtnis-Effekt	18
2.13	Zweiweg-Formgedächtnis-Effekt	19
2.14	Pseudoelastischer Effekt	20
2.15	Nano-Indentation von NiTi	24
2.16	Biegemoment-Krümmungs-Diagramm mit markierter kritischer Spannung	27
2.17	Kraft-Weg-Diagramm mit markierter kritischer Spannung	28
2.18	Martensitanteil bei Dreipunkt-Biegung	28
2.19	Bestimmung der Materialparameter mittels Ultraschall	31
4.1	Schema des Meßaufbaus	33
4.2	Komplettansicht des Messaufbaus	34
4.3	Detailansicht der Spiralfeder-Einheit	34
4.4	Detailansicht der Probenlagerung mit Temperatursensor	35
4.5	Wärmetauscher und thermische Isolierung des Aufbaus	36
4.6	Meßwertaufnahme und Verluste durch Reibmomente	37
4.7	Biegemoment-Biegewinkel-Diagramm einer Messung	37
5.1	Querschliff der verwendeten Proben	39
5.2	Querschliff der verwendeten Proben mit reduzierter Wandstärke	40
5.3	DSC-Analyse des verwendeten Materials	40
5.4	Parameter der Spannungs-Dehnungs-Hysterese	42
5.5	Anpassung der Spannungs-Dehnungs-Daten	43
5.6	Elastischer E-Modul E_1 bei variabler Probertemperatur	44
5.7	Elastischer E-Modul E_4 bei variabler Probertemperatur	45
5.8	Pseudoelastischer E-Modul E_2 bei variabler Probertemperatur	45

5.9	Pseudoelastischer E-Modul E_5 bei variabler Probertemperatur	46
5.10	Kritische Spannung σ_1 bei variabler Probertemperatur	46
5.11	Kritische Spannung σ_{S_3} bei variabler Probertemperatur	47
5.12	Kritische Spannung σ_4 bei variabler Probertemperatur	47
5.13	Elastische Dehnung bei variabler Probertemperatur	48
5.14	Elastischer E-Modul E_1 bei variabler Gleichgewichts-Temperatur	49
5.15	Elastischer E-Modul E_4 bei variabler Gleichgewichts-Temperatur	50
5.16	Pseudoelastischer E-Modul E_2 bei variabler Gleichgewichts-Temperatur	50
5.17	Pseudoelastischer E-Modul E_5 bei variabler Gleichgewichts-Temperatur	51
5.18	Kritische Spannung σ_1 bei variabler Gleichgewichts-Temperatur	52
5.19	Kritische Spannung σ_{S_3} bei variabler Gleichgewichts-Temperatur	52
5.20	Kritische Spannung σ_4 bei variabler Gleichgewichts-Temperatur	53
5.21	Elastische Dehnung bei variabler Gleichgewichts-Temperatur	54
5.22	Maximale pseudoelastische Dehnung	55
5.23	Zugversuch des verwendeten Materials	55
6.1	Spannungs-Dehnungs-Hysterese bei steigender Probertemperatur	59
6.2	Spannungs-Dehnungs-Hysterese bei steigender Gleichgewichtstemperatur	60
6.3	Vergleich von Meßwerten aus Zug- und Biegeversuchen	61
6.4	Vergleichsdaten zur Temperaturabhängigkeit von σ_1 und σ_{S_3}	62
6.5	Vergleichsdaten zur reinen Biegung	63
6.6	Vergleichsdaten zur Spannungs-Dehnungs-Hysterese der reinen Biegung	64
6.7	Asymmetrie in Druck und Zug	65
6.8	Wandern der neutralen Faser in Abhängigkeit der Krümmung	66

Tabellenverzeichnis

5.1	E-Moduli E_1 (s. Kap. 5.2.1) aus Dreipunkt-Biegung und reiner Biegung . . .	54
5.2	Zusammenstellung der Entwicklung der E-Moduli für veränderliche Temperatur; $A_F = 20^\circ\text{K}-33^\circ\text{K}$	56
5.3	Zusammenstellung der Entwicklung der kritischen Spannungen für veränderliche Temperatur; $A_F = 20^\circ\text{K}-33^\circ\text{K}$	56
5.4	Elastische Dehnung ϵ_1 für veränderliche Temperatur; $A_F = 20^\circ\text{K}-33^\circ\text{K}$	56
5.5	Zusammenstellung der Entwicklung der E-Moduli für veränderliche Gleichgewichts-Temperatur; $T = 37^\circ\text{C}$	57
5.6	Zusammenstellung der Entwicklung der kritischen Spannungen für veränderliche Gleichgewichts-Temperatur; $T = 37^\circ\text{C}$	57
5.7	Elastische Dehnung ϵ_1 für veränderliche Gleichgewichts-Temperatur; $A_F = 20^\circ\text{K}-33^\circ\text{K}$	57
6.1	Kritische Spannungen σ_1 und σ_{S_3} für verschiedene Probenquerschnitte	67

Kapitel 1 - Einleitung

1.1 Überblick

Die sogenannten *Formgedächtnislegierungen* (FGL) bilden, obwohl sie, wie im Fall des Nitinols (1958, Naval Ordnance Laboratory, USA), schon seit einigen Jahrzehnten bekannt sind, aktuell immer noch eine Sparte reger Entwicklung und einiger Forschungsaktivitäten. Eine ihrer wesentlichen Eigenschaften, temperaturabhängig makroskopische Formänderungen zu vollziehen, wird vielfältig genutzt, so z.B. in

- zahlreichen Aktoranwendungen,
- Ventilen und Sicherungen,
- Lagerkomponenten,
- Schaltungstechniken,
- medizinischen Anwendungen (Stents zur Gefäßerweiterung, endoskopischen Geräten (s. z.B. Veeramani et al. (2008)), kieferorthopädischen Materialien (s. z.B. Drescher et al. (1990))), und
- zahlreichen Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt (z.B. Aufrichten von Sonnensegeln der internationalen Raumstation ISS)

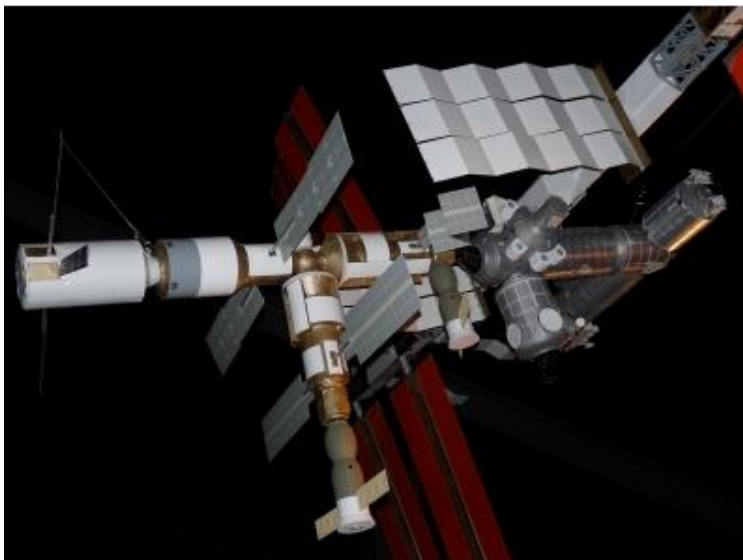


Abbildung 1.1: *Internationale Raumstation ISS mit aufgeklappten Sonnensegeln*

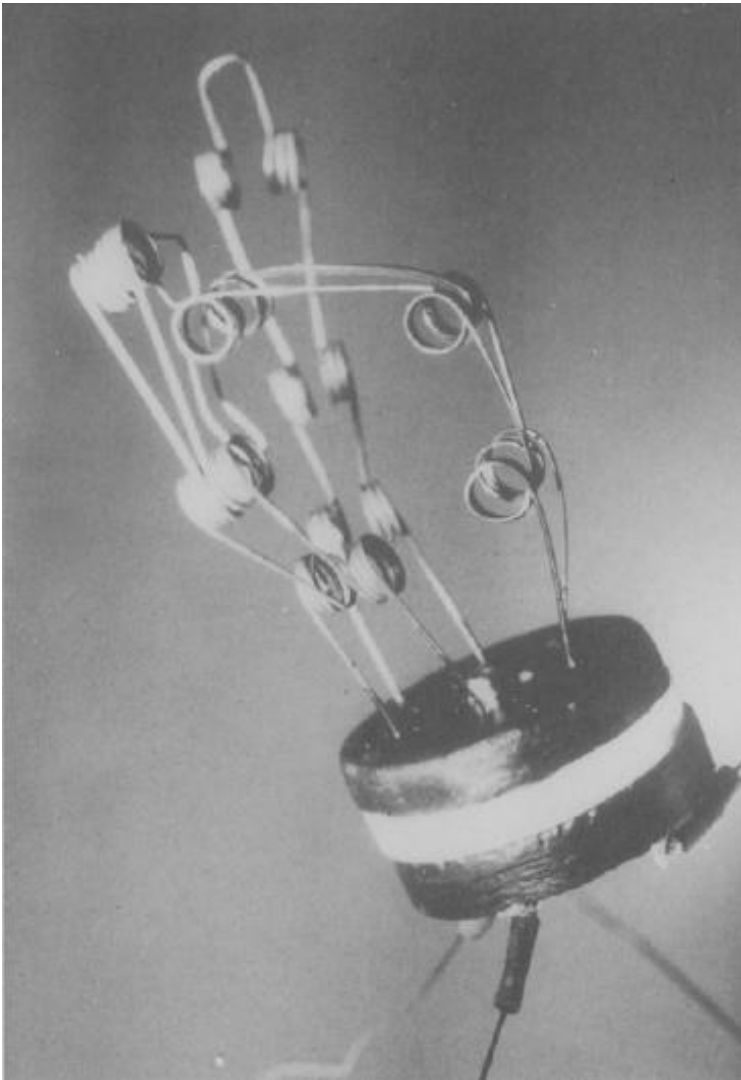


Abbildung 1.2: *Modell einer Roboterhand aus NiTi, (Jost et al., 1992, S. 49, Abb.8)*

Ebenfalls weitreichend genutzt wird die Eigenschaft, temperaturabhängig den elektrischen Widerstand zu ändern (s. z.B. Skrobanek (1998)). Die mechanischen Eigenschaften der FGL werden wesentlich sowohl durch den Herstellungsprozess als auch durch eine geeignete Wärmebehandlung beeinflusst. So unterscheiden sich z.B. gezogene Materialien deutlich in ihrer Charakteristik von solchen mittels Kathodenzerstäubung, dem sogenannten Sputter-Verfahren hergestellten.

1.2 Motivation

Beweggrund zur Anfertigung der vorliegenden Arbeit war im Wesentlichen der Umstand, dass die für technische Anwendungen wesentlichen mechanischen Materialparameter wie E-Moduli und kritische Spannungen (zur Phasentransformation notwendige mechanische Spannung) zwar zahlreich in standardisierten Versuchsaufbauten ermittelt und dokumentiert werden, oftmals allerdings große Differenzen zu mittels vergleichbarer Test-Aufbauten

ermittelten Daten aufweisen. Diese Diskrepanzen lassen sich zu einem gewissen Grad mit unbekanntem Materialzusammensetzungen erklären, da speziell das in dieser Arbeit verwendete Nickel-Titan-System in seinen mechanischen Eigenschaften empfindlich auf kleinste Änderungen der atomaren Zusammensetzung reagiert (s. Abhängigkeit der Martensit-Start-Temperatur, Abb. 2.2). Durch unbekanntem Materialzusammensetzung nicht abgedeckte Differenzen dokumentierter mechanischer Parameter könnten allerdings Ihren Ursprung in Analyse-Prinzipien haben, welche die vollständige Kenntnis und Kontrolle der Materialspannung an jedem Punkt der verwendeten Proben aufbaubedingt nicht gewährleisten können. Daher befaßt sich diese Arbeit mit der Fragestellung, welcher Prüfaufbau prinzipiell dazu geeignet wäre, dieser Anforderung zu genügen und stellt diesbezüglich eine Implementation, die der „reinen Biegung“, vor. Hierbei wird mittels geeigneter Drehmomente eine Probe in einer Weise gebogen, dass zu jedem Zeitpunkt der Messung die Probe eine Kreisbogenform, also über ihre gesamte Länge einen konstanten Biegeradius besitzt. Einen großen Einfluss auf das Verhalten der FGL hat desweiteren die thermische Vorbehandlung des Materials, die zur Verschiebung charakteristischer Umwandlungstemperaturen führt. Da diese allerdings mitunter im Vorfeld einer Analyse aus verschiedenen Gründen nicht bekannt bzw. nicht bestimmt ist, schränkt dies die Vergleichbarkeit von dokumentierten Parametern weiter ein. Aus diesem Grund befaßt sich die vorliegende Arbeit speziell mit der Temperaturabhängigkeit der Materialparameter. In einigen Fällen werden Formgedächtnis-Legierungen mittels Aufbauten charakterisiert, die ursprünglich für die Prüfung linear-elastischer Stoffe erdacht wurden und folglich zur Erzeugung relativ hoher Spannungen bei vergleichsweise kleinen Dehnungen geeignet sind. Daher weisen die so erzeugten Daten mitunter eine Auflösungsuntergrenze auf, die eine quantitative Betrachtung der Verhältnisse einzelner Materialparameter nicht oder nur grob zuläßt. Aus diesem Grund war eine weitgehende Skalierungsfreiheit bei dem in dieser Arbeit entwickelten Prüf-Aufbau eine der wesentlichen Anforderungen.

1.3 Gliederung

Die vorliegende Arbeit gliedert sich wie folgt: Kap. 2.1 bietet einen Überblick über die Ursachen und Eigenschaften der Formgedächtnislegierungen, speziell der Kristallographie (Kap. 2.1.1) und der Thermodynamik (Kap. 2.1.2). Kap. 2.1.3 stellt die wichtigsten Effekte der FGL dar. Kap. 2.2 gibt einen Überblick über die Standard-Testverfahren zur Charakterisierung der FGL und befasst sich in Kap. 2.2.4.2 ausführlich mit der Anwendbarkeit des Dreipunkt-Biegeversuches auf pseudoelastische Materialien. Kap. 4.1 erklärt das Analyseprinzip, welches in dieser Arbeit benutzt wurde, die technische (Kap. 4.1.2) und

die Software-Implementation (Kap. 4.1.3). Kap. 4.2 erläutert die Art und den Umfang der generierten Experimentdaten und deren Weiterverarbeitung. In Kap. 5 werden die Ergebnisse der Messreihen vorgestellt und mit theoretischen Modellen aus Kap. 2.1.2 verglichen. Schließlich vergleicht Kap. 6 diese Ergebnisse mit entsprechenden Literaturwerten. Kap. 7 erörtert Möglichkeiten zur Verwendung der Ergebnisse dieser Arbeit. Der Anhang stellt Überlegungen zu den Spannungsverläufen innerhalb der verwendeten Proben dar (Kap. A.1) und erläutert algorithmische Details der numerischen Auswertung.

Kapitel 2 - Literaturübersicht

2.1 Eigenschaften der Formgedächtnislegierungen

Nachfolgend werden die Grundlagen der Formgedächtnislegierungen sowie deren technologisch interessanten Effekte beschrieben. Kap. 2.1.1 behandelt die kristallographischen Ursachen und leitet die theoretisch maximal zu erzielende, pseudoelastische Dehnung ab. Kap. 2.1.2 erläutert die thermodynamisch relevanten Größen der Formgedächtnislegierungen und stellt zwei Modelle vor, die der Temperatur-Entwicklung der mechanischen Materialparameter zugrunde gelegt werden und anhand derer in Kap. 6 das Verhalten der Hysterese, sowohl des linear elastischen als auch des pseudoelastischen Teils, im Spannungs-Dehnungs-Diagramm analysiert wird. Kap. 2.1.3 beschreibt schließlich die technologisch interessanten Effekte der FGL und stellt diese unterschieden nach dem jeweiligen Temperaturbereich ihres Auftretens vor.

2.1.1 Kristallographie

Die Eigenschaft von NiTi-Legierungen, spannungs- oder thermisch induziert ihre Kristallstruktur zu ändern, ist ursächlich bedingt durch hochverschiebbare Kristallebenen. Abhängig von thermischen Vorbehandlungen genügen bereits relativ geringe Temperaturen im Bereich zwischen 300°K und 400°K und/oder Spannungen im Bereich einiger Hundert MPa, um entweder die monokline Martensit-Struktur in die kubisch raumzentrierte Austenit-Struktur oder Austenit in eine martensitische Struktur zu transformieren. Allerdings existiert der Austenit, je nach thermischer Vorbehandlung, bei Zimmertemperatur lediglich in einem sehr schmalen Homogenitätsbereich (einem Bereich, in dem homogene Mischungen der beiden beteiligten Stoffe mit leicht variablen Anteilen existieren) zwischen ca. 50,0 at% und 50,2 at% Nickel. Außerhalb dieses Homogenitätsbereiches beginnt aufgrund mangelnder gegenseitiger Löslichkeit die Entmischung beider Materialien durch die Produktion sogenannter *Ausscheidungen*. Ausscheidungs-Produkte dieser Entmischung sind Ni_3Ti , Ni_3Ti_2 und Ni_4Ti_3 . Um das Material bei Zimmertemperatur oberhalb von ca. 47,0 at% Nickel zumindest metastabil in den austenitischen Zustand zu bekommen, werden Legierungen der relevanten Zusammensetzung bis in den Homogenitätsbereich erhitzt (s. Phasendiagramm NiTi, Abb. 2.1) und anschließend abgeschreckt. Als Konsequenz hieraus lösen sich vorhandene Ausscheidungen auf und können sich aufgrund der Abschreckung nicht oder nur in geringem Maße wieder neu bilden (s. Abb. 2.1). Desweiteren bietet eine Wärmebehandlung des im Homogenitätsbereich befindlichen Materials, das sogenannte *Anlassen*, die Möglichkeit, die A_F -Temperatur des Materials (Temperatur, oberhalb derer im Idealfall ausschließlich Austenit existiert) durch den Abbau intrinsischer Gefüge-Spannungen innerhalb von ca. 30°K zu variieren. Der hierfür

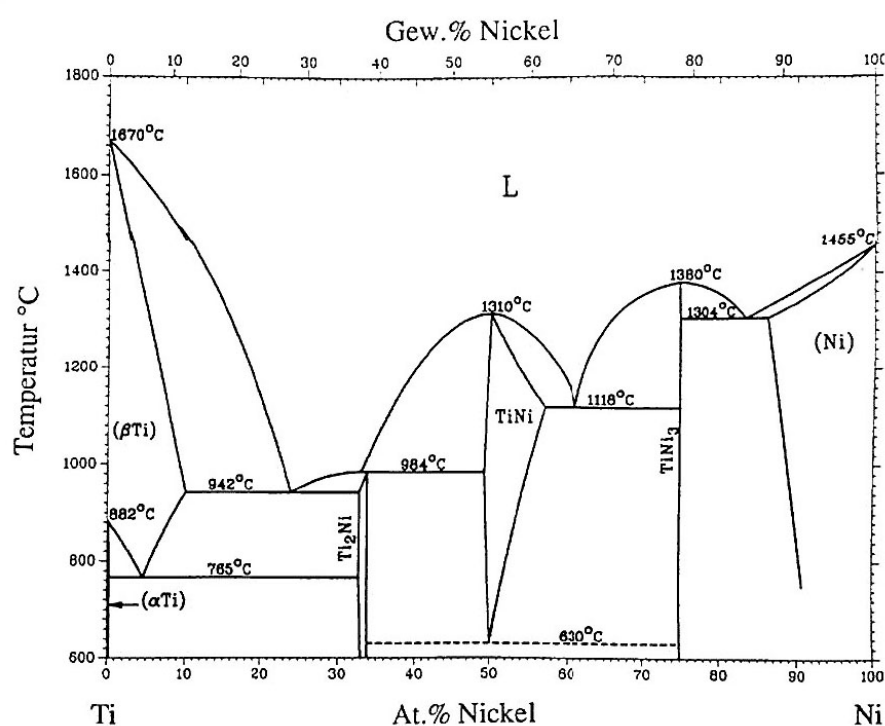


Abbildung 2.1: Phasendiagramm NiTi, Ewert (1994)

typische Temperaturbereich liegt zwischen ca. 450°C und 520°C, typische Glühdauern zwischen einigen Minuten und ca. 2 Stunden. Die Austenit-Start-Temperatur A_S (Temperatur, bei der die Bildung von Austenit beginnt) und Austenit-Finish-Temperatur A_F werden z.B. durch Dynamische Differenzkalorimetrie-Analysen (engl.: DSC, *Differential Scanning Calorimetry*) oder durch die „Bend and free recovery“-Methode ermittelt (s. ASTM (2006)). Das NiTi-System reagiert bezüglich seiner Umwandlungstemperaturen oberhalb von ca. 50 at% Nickel sehr empfindlich auf kleine Abweichungen der stöchiometrischen Zusammensetzung, so nimmt die M_S -Temperatur zwischen ca. 50 at% und 51 at% Nickel um mehr als 100°K ab.

Im austenitischen, kubisch-raumzentrierten B2-Zustand beträgt die Gitterkonstante 0,3015 nm (Kaack (2002)). Im martensitischen, monoklin-flächenzentrierten Zustand betragen die jeweiligen Gitterkonstanten (s. Vergleich der Gitterzellen zwischen Austenit und Martensit, Abb. 2.3 rechts) $a = 0,2898$ nm, $b = 0,4646$ nm und $c = 0,4108$ nm (Kudoh et al. (1985)). Der monokline Winkel ist $\beta = 97,78^\circ$. Abb. 2.5 verdeutlicht den Unterschied zwischen der normalen orthorhombischen B19-Struktur und dem NiTi-Martensit B19', in welchem der Scherwinkel β nicht auftritt.

Letztlich ergibt sich aus den Scherwinkeln der martensitischen Übergänge die maximale Dehnung von NiTi. Da die maximal möglichen Dehnungen durch Bildung von spannungsinduziertem Martensit in $[233]_{B2}$ -Richtung 10,7 %, in $[111]_{B2}$ -Richtung 9,8 %, in $[011]_{B2}$ -

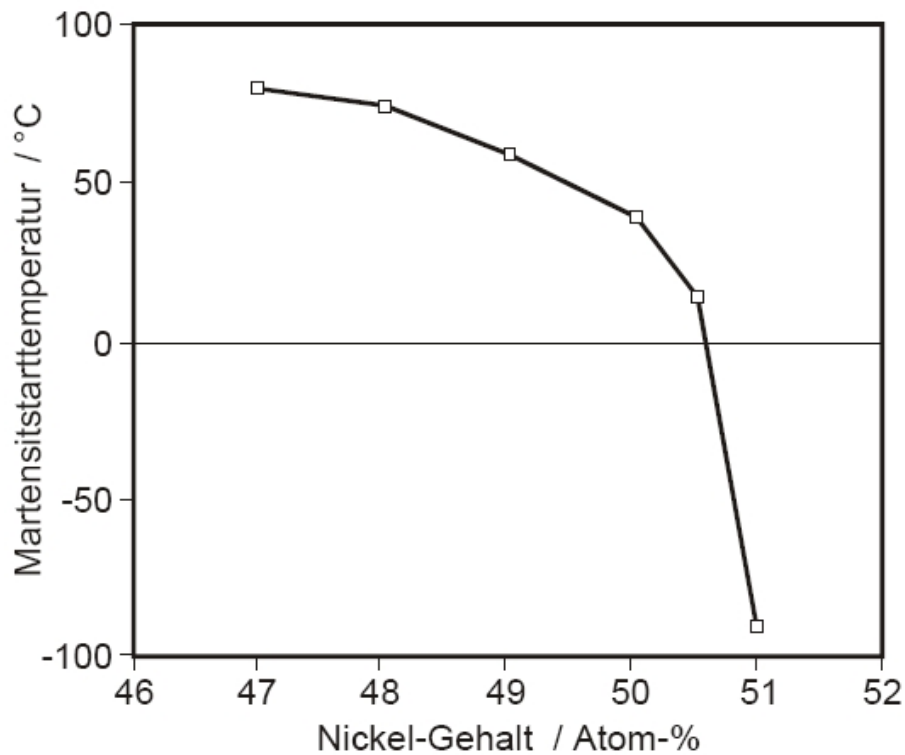


Abbildung 2.2: *Abhängigkeit der Martensit-Start-Temperatur vom Nickel-Gehalt der Probe, Roos und Maile (2004)*

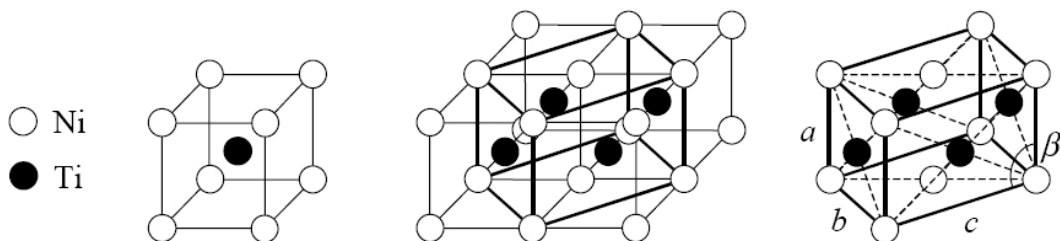


Abbildung 2.3: *Kristallographischer Übergang vom bcc-Austenit zum monoklinen Martensit. Links: bcc Einheits-Zelle, Mitte: Vier benachbarte Einheits-Zellen, Rechts: bcc-Einheitszelle mit Gitter-Konstanten. Winzek (2000)*

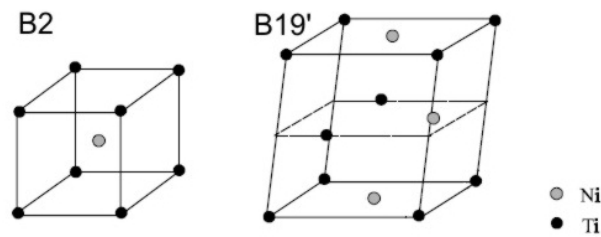


Abbildung 2.4: Kristallographischer Übergang vom bcc-Austenit zum monoklinen Martensit, Krone (2005)

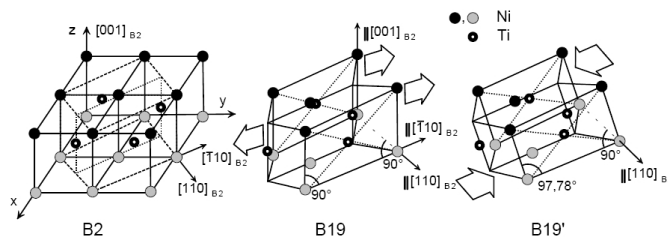


Abbildung 2.5: Kristallographischer Übergang vom bcc-Austenit zum monoklinen Martensit mit Millerschen Indizes, Kaack (2002)

Richtung 8,4 % und in $[001]_{B2}$ -Richtung 2,7 % betragen, ergibt sich demzufolge idealerweise im Einkristall eine maximale reversible Dehnung (s. Kap. 2.1.3.3) von 10,7 %. In isotropen Proben liegt die maximale reversible Dehnung bei 8,4 % (Miyazaki et al. (1995)). Die maximalen reversiblen Kompressionen der jeweiligen Kristall-Koordinaten ergeben sich zu 3,6 % in $[111]_{B2}$ -Richtung, 5,2 % in $[011]_{B2}$ -Richtung und 4,2 % in $[001]_{B2}$ -Richtung.

2.1.2 Thermodynamik

2.1.2.1 Phasenübergang erster Ordnung

Thermodynamisch ließe sich der Phasenübergang zwischen Austenit und Martensit in erster Näherung klassisch in der sog. Ehrenfestschen Klassifikation als Transformation erster Ordnung beschreiben. Ein solcher Übergang erster Ordnung liegt vor, wenn mindestens eine der ersten Ableitungen der chemischen Potentiale (z. B. der Gibbschen freien Energie H , der Wärmekapazität c_p oder der Entropie S) nach der Temperatur T oder dem Druck p am Übergangspunkt eine Unstetigkeit aufweisen. Im Folgenden soll nun zunächst der martensitische Phasenübergang als solcher erster Ordnung angesehen und die sich hieraus ergebenden Konsequenzen betrachtet werden.

Bei der martensitischen Umwandlung handelt es sich um eine diffusionslose, also *durchmischungsfreie* und hinsichtlich ihrer atomaren Zusammensetzung konstante Strukturände-

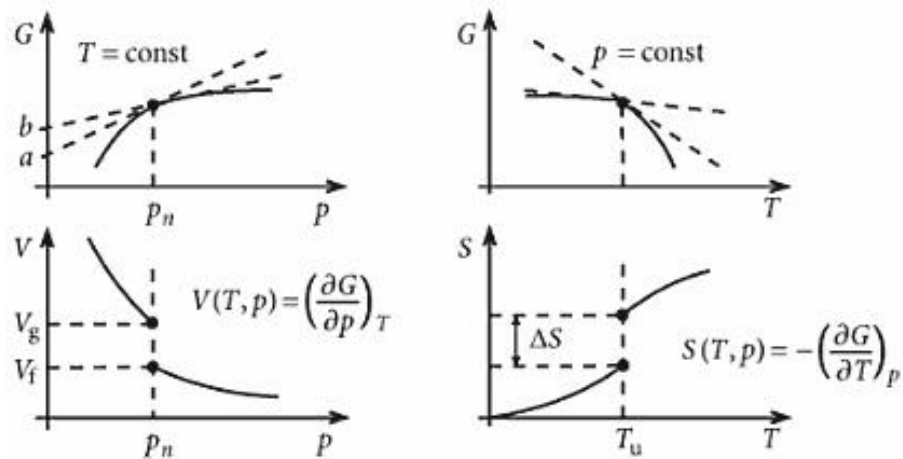


Abbildung 2.6: Phasenübergänge erster Ordnung am Beispiel von Volumen V und Entropie S eines Stoffes als Ableitung der freien Energie nach Druck p und Temperatur T , (Nolting, 2007, S. 281, Abb. 4.2)

rung. Ursache der diffusionslosen Umwandlung sind, speziell bei NiTi, die erheblich niedrigeren als für eine Diffusion notwendigen Umwandlungstemperaturen, welche, unter entsprechender Wärme-Vorbehandlung, in einen Bereich zwischen -100°C und $+100^{\circ}\text{C}$ gebracht werden können. Im theoretischen Modell der Transformation erster Ordnung findet diese Umwandlung bei einer scharfen und wohldefinierten Umwandlungstemperatur, der sog. *Gleichgewichtstemperatur* T_0 , statt. In realen Systemen erstreckt sich diese Umwandlung allerdings über einen ausgedehnten Bereich verschiedener charakteristischer Temperaturen. Im Einzelnen sind dies:

- Die *Austenit-Start-Temperatur* A_S . Bei dieser Temperatur beginnt, ohne äußere mechanische Spannung, die Bildung des Austenits. Mit weiter steigender Temperatur liegt das Material bei der
- *Austenit-Finish-Temperatur* A_F vollständig im Austenit vor. Bei fallender Temperatur beginnt der Martensit bei der
- *Martensit-Start-Temperatur* M_S an lokalen Versetzungen, Gitterdefekten oder intrinsischen Spannungsfeldern zu keimen. Bei weiter fallender Temperatur ist die Umwandlung ab der
- *Martensit-Finish-Temperatur* M_F abgeschlossen, dass Material liegt vollständig im Martensit vor.

Oberhalb der *Martensit-Destruction-Temperatur* M_D ist durch Anlegen einer äußeren mechanischen Spannung das Material nicht mehr in den Martensit zu transformieren. Das Material verhält sich nahezu linear elastisch. Die maßgebliche, in zahlreichen Anwendungen

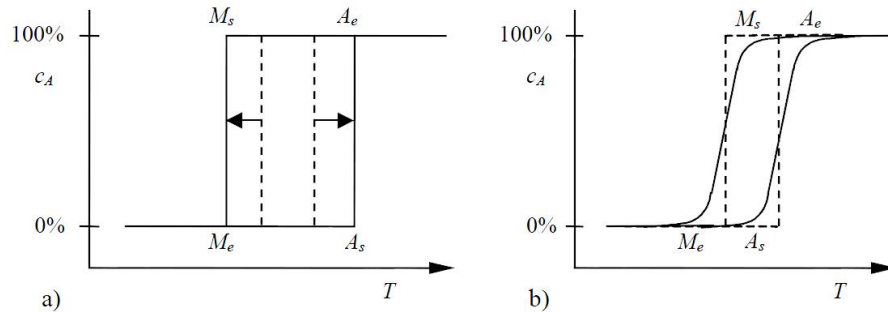


Abbildung 2.7: Austenit-Konzentration in Abhängigkeit der Proben-temperatur. Hysterese und zugehörige charakteristische Temperaturen , (Winzek, 2000, S. 6, Abb. 2.3)

genutzte Eigenschaft ist die Möglichkeit, die Phasenumwandlung zwischen Austenit und Martensit sowohl durch Absenkung der Materialtemperatur unter M_F (*Martensit-finish*) als auch durch Anlegen einer äußeren mechanischen Spannung zu induzieren und durch anschließende Erwärmung über die A_F -Temperatur (*Austenit-finish*) wieder rückgängig machen zu können. Desweiteren ist der Martensit unterhalb der A_S -Temperatur in der Lage, unter einer äußeren Spannung die als Folge vorangegangener Abkühlung entstandenen Martensit-Zwillinge durch Entzwillung abzubauen, womit eine große ($\leq 10\%$), reversible Materialdehnung verbunden sein kann (s. Kap. 2.1.3.1). Thermodynamisch definiert wird die Gleichgewichtstemperatur T_0 durch das Minimum der Gibbschen freien Energie

$$G = U - TS + pV \quad (2.1)$$

Da allerdings zwischen Martensit und Austenit kein nennenswerter Volumenunterschied besteht und unter Standardbedingungen außer dem umgebenden Luftdruck kein weiterer auf das Material einwirkt, genügt es im Allgemeinen, die Helmholtzsche Freie Energie

$$F = U - TS \quad (2.2)$$

zu betrachten. Am Minimum der freien Energie liegt das ideale System in der Gleichgewichtstemperatur T_0 vor. Da das Gitterpotential des Austenits höher als das des Martensits liegt, erscheint es zunächst unverständlich, warum es überhaupt gelingen sollte, mittels Temperaturerhöhung den Austenit zu erzeugen. Allerdings kann es für Gitteratome hinsichtlich des Strebens nach minimaler freier Energie sinnvoll sein, bei höherer Temperatur und damit

dem größer werdenden Anteil aus dem Summanden TS in der Freien Energie (s. Gl. 2.2) das höhere Potential U des Austenits zu besetzen, um dem Streben nach minimalem $U-TS$ zu genügen. Unterstützt wird dieser Vorgang durch die höhere Entropie S des Austenits. Dieses Phänomen ist auch als *entropische Stabilisierung* des Austenits bekannt. Weitere Erläuterungen hierzu, speziell zur Folge einer äußeren Belastung (s. a. Abb. 2.10) auf die Umwandlungstemperaturen, finden sich in Kaack (2002). Bei der Gleichgewichtstemperatur T_0 liegen Martensit und Austenit gleichermaßen vor und ihre Volumenanteile sind zeitlich konstant. Näherungsweise wird für die Gleichgewichtstemperatur oft

$$T_0 = \frac{M_S + A_F}{2} \quad (2.3)$$

gesetzt (Salzbrenner und Cohen (1979)). Die experimentell schwierig zu ermittelnde und daher meist ersatzweise Ansetzung der Gleichgewichtstemperatur als arithmetischer Mittelwert von A_F und M_S hat mehrere Ursachen:

- In einem idealen Einkristall, der inhomogen (an einer Ecke beginnend) erwärmt wird, wäre die Gleichgewichtstemperatur scharf definiert durch die Gleichheit der Gibbschen freien Energien von Martensit und Austenit. Oberhalb von T_0 läge ausnahmslos Austenit, unterhalb ausnahmslos Martensit vor. In realen polykristallinen Strukturen wird allerdings zum Durchlaufen der Phasengrenze (mangels kohärenter Ausrichtung der lokalen Matrizen) Energie benötigt, die als Reibungsenergie oftmals akustisch abgeführt wird und damit irreversibel verloren geht. Diese Energie muss aus der Differenz der freien Gibbschen Energien von Austenit und Martensit gespeist werden und führt aufgrund der Tatsache, dass sie in jeder Transformationsrichtung nahezu in gleicher Größe auftritt, zu einer Absenkung der Martensit-Temperatur bzw. einer Erhöhung der Austenit-Temperatur. Unter ausschließlicher Betrachtung der irreversiblen Reibungsverluste wären Martensit- und Austenittemperatur symmetrisch um T_0 verteilt.
- Die nicht durch Zwillingsbildung abbaubaren Spannungen sowie die zur Bildung der Austenit-Martensit-Grenzflächen nötigen Energien müssen ebenfalls durch die Differenz der Gibbschen Energien von Martensit und Austenit aufgebracht werden, bleiben allerdings elastisch im Gefüge gespeichert und stehen im Verlauf der Rücktransformation wieder zur Verfügung. Auch diese Energiebeiträge würden die Martensit- und die Austenittemperatur symmetrisch um T_0 anordnen, da allerdings oberhalb von T_0 aufgrund der negativen Differenz zwischen der Gibbschen Energie von Austenit und Martensit diese, zusätzlich zu den elastisch gespeicherten Energien, die Transformation unterstützt, sinken sowohl Martensit- als auch Austenittemperatur, was zu einer asymmetrischen Verteilung um T_0 führt, mit der Austenittemperatur näher an T_0 .

- Da der Martensit inhomogen an lokalen Gitterdefekten zu Keimen beginnt, wird ein realer wachsender Martensitkristall durch Gitterdefekte oder einen bereits weiter fortgeschrittenen Martensit in seiner unmittelbaren Umgebung dahingehend am Wachstum gehindert, dass die Austenit-Matrix verzerrt wird und aufgrund der lokal höheren Spannung der Martensit bei einer anderen Temperatur transformiert als an Orten kleinerer „Vor“-Spannung. Die Abhängigkeit der Transformationsspannung von der lokalen Temperatur ergibt sich aus der Clausius-Clapeyronschen Gleichung unter Kenntnis der Materialdichte ρ , der Umwandlungsenthalpie ΔH , der pseudoelastischen Dehnung ϵ in Spannungsrichtung (s.a. Eucken und Duerig (1989) oder Winzek (2000)) und der Gleichgewichtstemperatur T_0 :

$$\frac{\partial \sigma}{\partial T} = \frac{\Delta H \cdot \rho}{\epsilon \cdot T_0} \quad (2.4)$$

Eine alternative Form der Clausius-Clapeyronschen Gleichung zur Anwendung auf die martensitische Transformation beschreiben Rejzner et al. (2002). Somit transformiert der Martensit nicht mehr scharf bei einer definierten Temperatur, sondern die Umwandlung entwickelt sich einem Temperaturfenster, beginnend mit der Martensit-Start-Temperatur M_S und endend mit der Martensit-Finish-Temperatur M_F . Analoges gilt für die Transformation der Austenits.

Erläuterungen hierzu finden sich in Kaack (2002). Zusammenfassend läßt sich sagen:

- Die Reibungsverluste durch das Wandern der Phasengrenze verursachen eine symmetrische Verlagerung der Martensit- und Austenittemperatur um T_0 .
- Elastisch gespeicherte, nicht durch Verzwilligung abgebaute Spannungsenergien unterstützen die Transformation in einer Richtung und infolgedessen verschieben sich die Martensit- und die Austenittemperatur um vergleichbare Beiträge zu tieferen Temperaturen, verursachen also eine Asymmetrie von Martensit- und Austenittemperatur um T_0 (s. Abb. 2.7).
- Der Martensit transformiert aufgrund lokal verschiedener intrinsischer Spannungen bei verschiedenen Temperaturen, somit erstreckt sich die Martensit-Bildung, ebenso wie die Rücktransformation, über einen endlichen Temperaturbereich von M_S bis M_F bzw. A_S bis A_F (s. Abb. 2.7).

Aus der Clausius-Clapeyronschen Gleichung 2.4 folgt demnach ein linearer Zusammenhang zwischen der Lage des Spannungs-Plateaus und der Proben temperatur. Legt man nun an eine Probe oberhalb von A_F eine äußere mechanische Spannung an, so versucht der bei dieser Temperatur existierende Austenit, die Materialspannungen zunächst über Zwillingsbildung

in den Martensit abzubauen (s. z.B. Falk (1982)). Bei weiterer (isothermer) Spannungszunahme findet unter Entzwillung wiederum eine große Dehnung im Material statt (s. Kap. 2.1.3.3), an deren Ende die Verformung in plastische, irreversible Versetzungen im Material mündet. Läßt die angelegte äußere Spannung nach, so bildet sich der, ohne äußere Spannung oberhalb von A_F existente, Austenit zurück. In (Kaack, 2002, S. 16ff.) findet sich eine zur Clausius-Clapeyronschen Gleichung 2.4 alternative Erklärung anhand der Gitterpotentiale, warum bei steigender Umgebungs- und Proben temperatur oberhalb von A_F die zur Bildung von Martensit notwendige Spannung ansteigt. Da sich der E-Modul in der klassischen Hookeschen Theorie als Quotient aus Spannung und Dehnung des Materials ergibt, wurde mit Blick auf die Temperaturabhängigkeit der E-Moduli E_2 und E_5 Folgendes betrachtet: Die sogenannte *Biegespannung* (s. Berg (1995a)) ergibt sich aus Biegemoment M , Flächenträgheitsmoment I , E-Modul E , Biegeradius R und halber Probenhöhe z mit $M = E \cdot I / R$ und $\epsilon = z / R$ zu

$$\frac{Mz}{I} = \frac{Ez}{R} = \sigma \quad (2.5)$$

und unter der Annahme, dass das totale Differential des E-Moduls lediglich von der jeweiligen Proben temperatur abhängt, gilt:

$$dE = \frac{\partial dE}{\partial T} dT \Rightarrow \frac{dE}{dT} = \frac{\partial E}{\partial T} \Rightarrow \frac{\partial \sigma}{\partial T} = \frac{z}{R} \frac{\partial E}{\partial T} = \frac{\Delta H \cdot \rho}{\epsilon \cdot T_0} \Rightarrow \frac{\partial E}{\partial T} = \frac{\Delta H \cdot \rho}{\epsilon^2 \cdot T_0} \quad (2.6)$$

Entsprechend ergibt sich die Abhängigkeit der zur Erzeugung von spannungsinduziertem Martensit nötigen Spannung von der Gleichgewichtstemperatur zu

$$\frac{\partial \sigma}{\partial T_0} = - \frac{\Delta H \cdot \rho \cdot T}{\epsilon \cdot T_0^2} \quad (2.7)$$

2.1.2.2 Phasenübergang zweiter Ordnung

In einem Temperaturbereich $A_F < T < M_D$ bildet sich Martensit deshalb als Folge einer von außen angelegten Spannung, weil dieser die freie Energie minimiert und dies stetig über einen großen Dehnungsbereich geschieht, sich also Volumen und Entropie als erste Ableitung der freien Energie nicht sprunghaft ändern. Abb. 2.8 verdeutlicht beispielsweise für das Volumen V und die Entropie S des Verhalten des Systems bei der Umwandlungstemperatur T_{trans} . Als Konsequenz diesen Verhaltens wird der martensitische Phasenübergang in Formgedächtnislegierungen oftmals im Modell der Landau-Theorie beschrieben. Diese entwickelt die freie Energie eines Systems nach Potenzen eines sog. *Ordnungsparameters*, welcher ein Maß für den jeweiligen stochastischen Zustand des Systems darstellt, und paßt die Koeffizienten der Entwicklung den jeweiligen Randbedingungen entsprechend an. Für den Fall des martensitischen Übergangs in FGL wird als Ordnungsparameter traditionell die Scherung

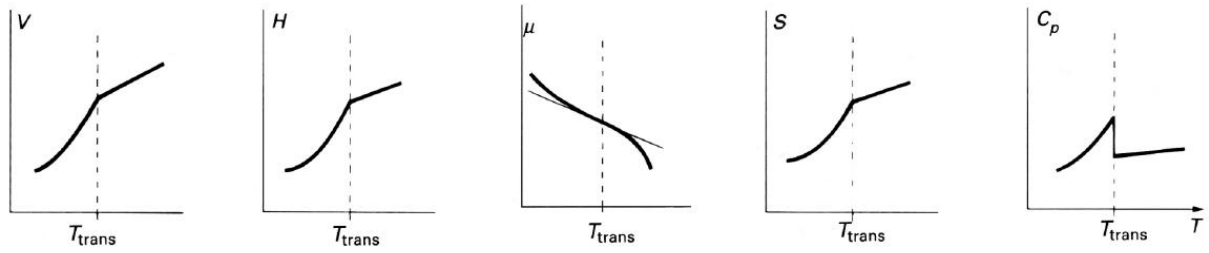


Abbildung 2.8: *Phasenübergänge zweiter Ordnung am Beispiel von Volumen, Enthalpie, chemischem Potential, Entropie und Wärmekapazität, Atkins und De Paula (2006)*

des Gitters oder auch die Dehnung ϵ verwendet. In Verbindung mit den Materialparametern wie z.B. den E-Moduli fungiert diese naturgemäß als gutes Maß für den jeweiligen Zustand des Gitters. Auf die Anwendung in der reinen Biegung bezogen läßt sich für eine Gitterebene im Abstand z zur neutralen Faser anhand der Dehnung ϵ idealerweise exakt sagen, ab welchem Biegeradius die Ebene oberhalb von A_F im Martensit vorliegt. Die Landau-Devonshire-Theorie verfolgt für die freie Energie f abhängig vom Ordnungsparameter ϵ den Ansatz

$$\begin{aligned} f(\epsilon, T) &= f_0(T) + A(T)\epsilon^2 - B\epsilon^4 + C\epsilon^6 & (2.8) \\ A(T) &= a(T - T_1) \\ a, B, C, T_1 &> 0 \end{aligned}$$

Hier bilden die Koeffizienten A , B und C analytische Funktionen, wobei lediglich der Koeffizient des in ϵ quadratischen Terms linear temperaturabhängig ist. Die Spannung wird als partielle Ableitung des Ordnungsparameters identifiziert:

$$\sigma(\epsilon, T) = \frac{\partial f}{\partial \epsilon} = 2A(T)\epsilon - 4B\epsilon^3 + 6C\epsilon^5 \quad (2.9)$$

Die Abwesenheit sämtlicher Terme mit ungeraden Potenzen von ϵ ist dahingehend sinnvoll, dass die Verteilung der freien Energie achsensymmetrisch zu $\epsilon = 0$ sein sollte, also z.B. für Temperaturen unterhalb von M_F ohne äußere Spannung das Vorliegen beider Martensitvarianten gleich wahrscheinlich sein sollte. Legt man nun eine äußere Spannung an, verzerrt diese die freie Energie zugunsten einer Martensit-Variante dergestalt, dass ab einer bestimmten Dehnung die Wahrscheinlichkeit für das Vorliegen einer Variante der Martensitzwillinge deutlich zu Ungunsten der jeweils anderen erhöht ist, da die Martensitzustände im „tieferen“ Potentialtopf die freie Energie minimieren.

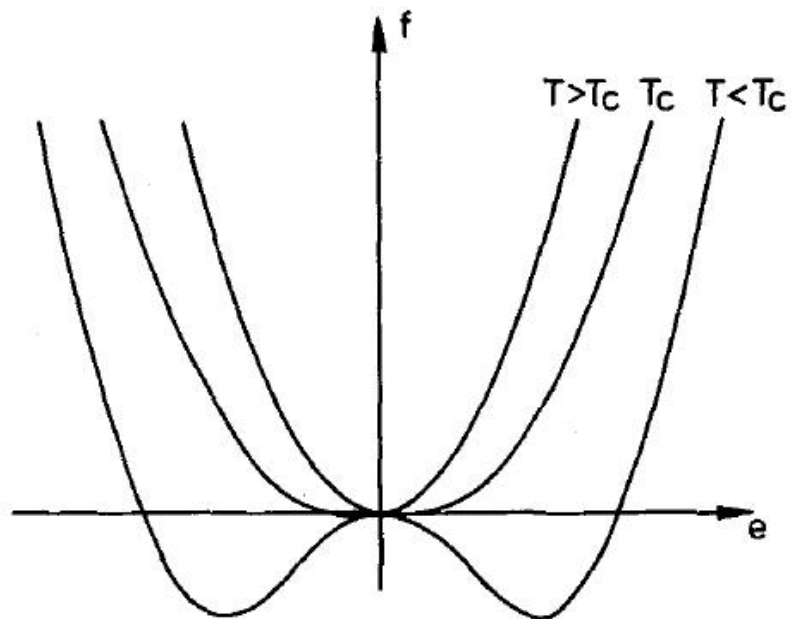
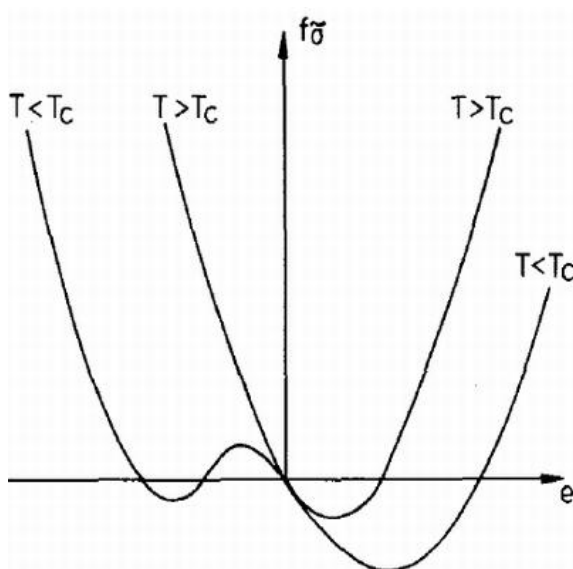
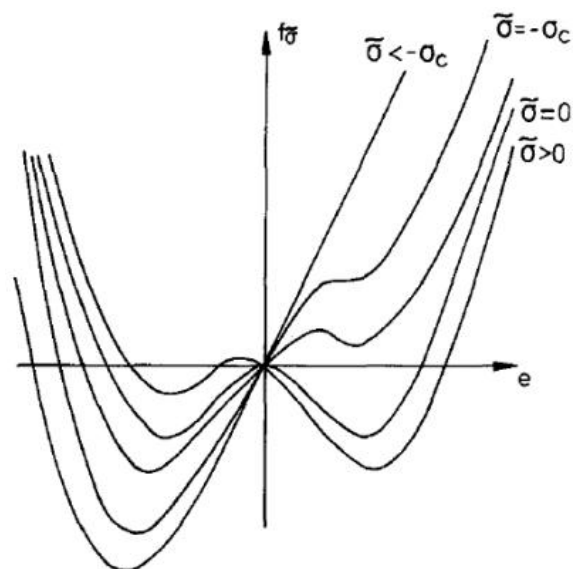


Abbildung 2.9: Freie Energie im Ansatz nach Landau als Funktion des Ordnungsparameters ϵ für verschiedene Probestemperaturen, (Falk, 1982, S. C4-5, Abb. 1a)



(a) Freie Energie nach Landau unter Anliegen einer äußeren Spannung bei verschiedenen Temperaturen



(b) Freie Energie nach Landau unter Anliegen verschiedener äußerer Spannungen

Abbildung 2.10: Freie Energie nach Landau unter einer äußeren Spannung als Funktion des Ordnungsparameters ϵ

Da die Landau-Theorie einige Eigenschaften der Formgedächtnismaterialien allerdings nicht oder nicht vollständig abbilden kann (wie z.B. den spannungsinduzierten Martensit oberhalb von A_F), stellt die freie Energie aus dem Ansatz 2.8 auch streng genommen nicht den Ansatz nach Landau, sondern jenen nach Devonshire dar. Der Unterschied zwischen beiden liegt im Term $C\epsilon^6$. Abb. 2.11 zeigt den Verlauf der freien Energie nach Devonshire. Die Temperaturen aus Abb. 2.11 können folgendermaßen identifiziert werden: T_C entspricht

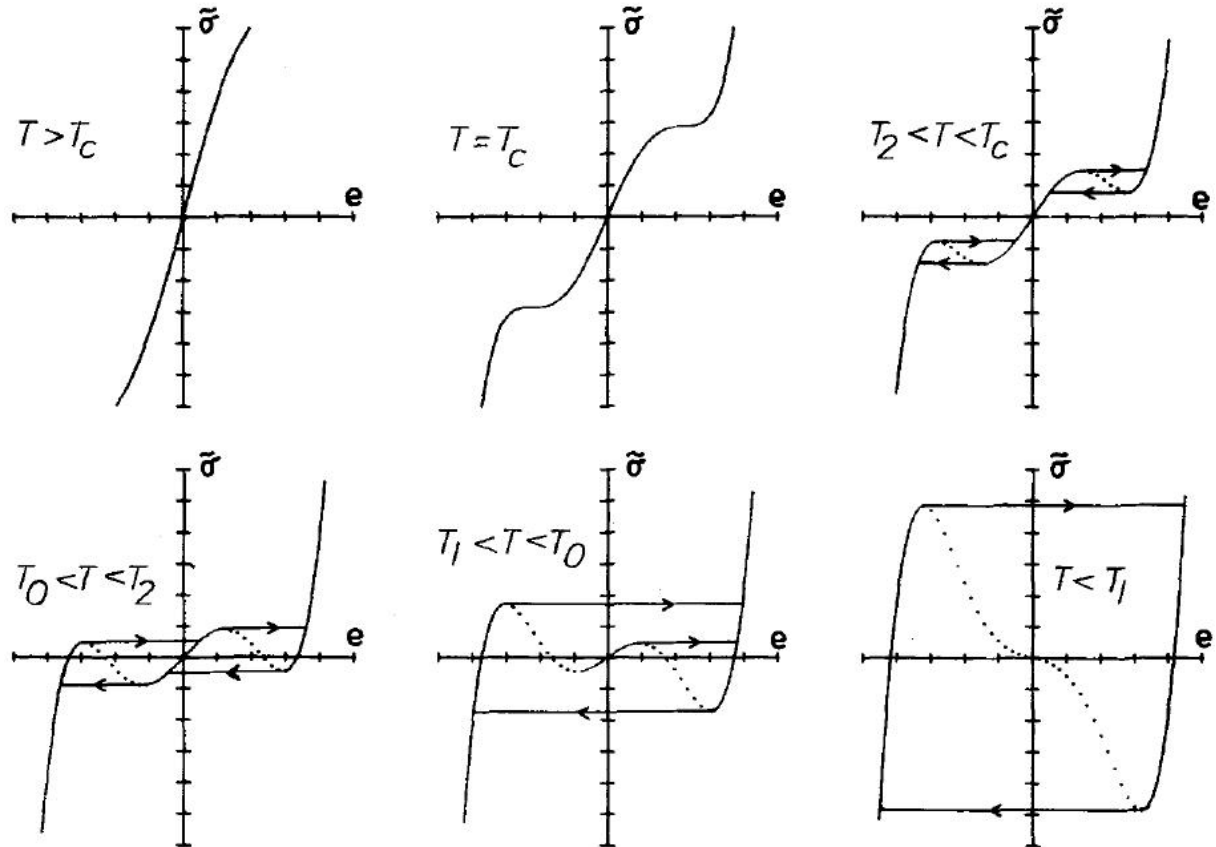


Abbildung 2.11: Spannungs-Dehnungs-Verlauf nach Devonshire für verschiedene Proben-temperaturen, (Falk, 1982, S. C4-10, Abb. 6)

M_D , T_2 entspricht A_S , T_1 entspricht M_S und T_0 der Gleichgewichtstemperatur. Für den E-Modul folgt nunmehr aus der Hookeschen Theorie

$$\begin{aligned}
 E &= \frac{\sigma(\epsilon, T)}{\epsilon} \\
 &= \frac{1}{\epsilon} \cdot \frac{\partial f(\epsilon, T)}{\partial \epsilon} \\
 &= 2a(T - T_1) - 12B\epsilon^2 + 30C\epsilon^4.
 \end{aligned} \tag{2.10}$$

Für den E-Modul des Austenits ($\epsilon = 0$) resultiert der elastische E-Modul daher zu

$$E = 2a(T - T_1) \tag{2.11}$$

Dies ist sinnvoll, da der austenitische E-Modul bei T_1 , identifiziert mit M_S , bei eben jenem M_S instabil wird. Für die Temperaturabhängigkeit von der Gleichgewichtstemperatur T_0 wurde angenommen, dass deren Differenz zur Martensit-Finish-Temperatur M_F , bzw. zu T_1 in (Falk, 1982, S. C4-7, G. (5)), bezüglich der Entwicklung von T_0 konstant ist, also

$$\frac{\partial(T_0 - M_s)}{\partial T_0} = 0 \quad (2.12)$$

ist. Somit ergibt sich letztlich für die Abhängigkeit des austenitischen E-Moduls ($\epsilon = 0$) von T_0

$$\frac{\partial E}{\partial T_0} = -2a \quad (2.13)$$

ebenso linear wie die Abhängigkeit von der Probestemperatur

$$\frac{\partial E}{\partial T} = 2a. \quad (2.14)$$

2.1.3 Effekte

Nachfolgend werden die FGL-eigenen Effekte abhängig vom Temperaturbereich ihres Auftretens erläutert und die technologischen Verwendungsmöglichkeiten erörtert. Der in dieser Arbeit speziell untersuchte Pseudoelastische Effekt wird in Kap. 2.1.3.3 behandelt.

2.1.3.1 Einweg-Formgedächtnis-Effekt

Der Einweg-Formgedächtnis-Effekt zeigt sich für Verformungen von FGL, deren Temperatur unterhalb von A_S liegt. In diesem Temperaturbereich haben äußere Spannungen eine Ent-Zwilligung des durch vorhergehende Abkühlung unter A_S verzwilligten Martensits zur Folge. Hierbei wird bei amorphen Proben zunächst die äußere Spannung durch Bildung solcher Martensit-Varianten abgebaut, die durch die Spannungsrichtung (durch günstige Orientierung zu dieser) bevorzugt werden. Da die zur Transformation notwendigen Spannungen für alle Martensit-Varianten in etwa gleich groß sind, ergibt sich bis zur kompletten Umwandlung aller möglichen Martensit-Kristalle der Probe eine große Dehnung unter nahezu konstanter Spannung. Nach Ende der Reorganisation der Probe verhält sich der entstandene Martensit nahezu linear-elastisch. Nach Entlastung der Probe verbleibt eine Restdehnung ϵ . Diese wird durch Erwärmung der Probe über die Austenit-Finish-Temperatur A_F rückgängig gemacht, da sich nunmehr der entzwilligte Martensit wieder zu Austenit wandelt, welcher vor dem Abkühlen der Probe unter die Austenit-Start-Temperatur A_S vorherrschte. Die Bildung von Martensit-Zwillingen bei Abkühlung unter A_S hat also keine makroskopische Formänderung zur Folge, da die Zwillings-Bildung nicht ursächlich für größere makroskopische Formänderungen sein kann. Der durch äußere Spannung entzwilligte Martensit

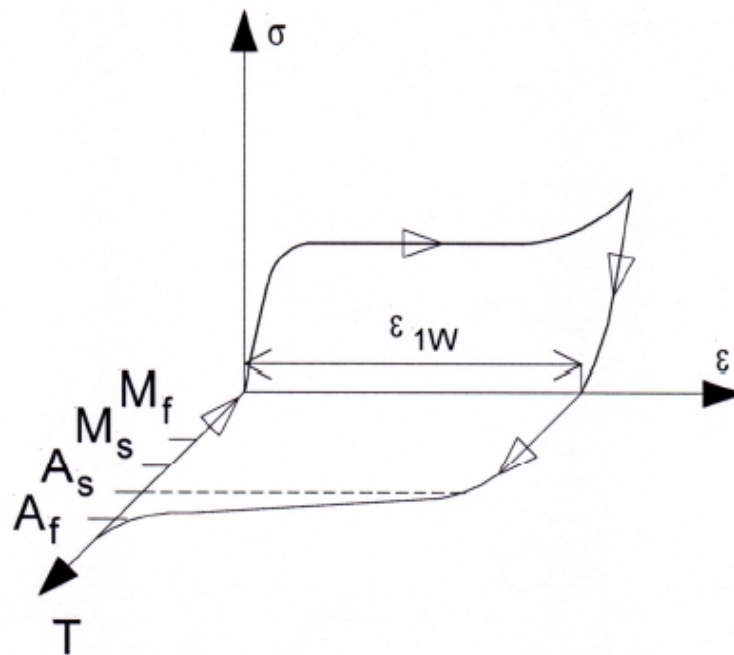


Abbildung 2.12: Spannungs-Temperatur-Verlauf des Einweg-Formgedächtnis-Effektes, Liu und Kohl (2003)

hingegen hat nach Entlastung der Probe aufgrund des über große Bereiche gescherten Martensits eine deutliche Formänderung zur Folge, welche bei Rückkehr in den Austenit wieder verschwindet, das Material „erinnert“ sich also an seine Ausgangsform im Austenit. Eine fortschreitende Abkühlung des Materials hat keine weitere Formänderung zur Folge. Die zahlreichen technologischen Einsatzmöglichkeiten des Einwegeffektes umfassen beispielsweise neben unzerbrechlichen Brillengestellen und Anwendungen in der Medizintechnik auch Stents zur Gefäßweiterung oder Elemente zur Fixierung fragmentierter Knochen.

2.1.3.2 Zweiweg-Effekt

Bei Erwärmung einer im Martensit verformten Probe ergibt sich im Zuge des Einweg-Effektes ein *spannungsfreier* Rückgang der Dehnung im Material. Eine makroskopische Änderung der äußeren Form unterbleibt. Der *intrinsische* Zweiweg-Effekt zeigt sich, wenn es durch mechanisches Training und/oder gezielte Bildung von Ausscheidungen durch entsprechende thermische Behandlung (s. Phasendiagramm NiTi, Abb. 2.1) im belasteten Zustand gelingt, die Bildung von „günstig“ zur Spannungsrichtung gelegenen Martensit-Varianten im Zuge der Rückumwandlung in diesen zu bevorzugen, also vermehrt zu produzieren. Folge dieses Trainings-Effektes ist, dass sich für eine Probe sowohl eine makroskopische Hochtemperatur- als auch Niedertemperatur-Form ergibt, zwischen denen mittels Temperaturänderung ge-

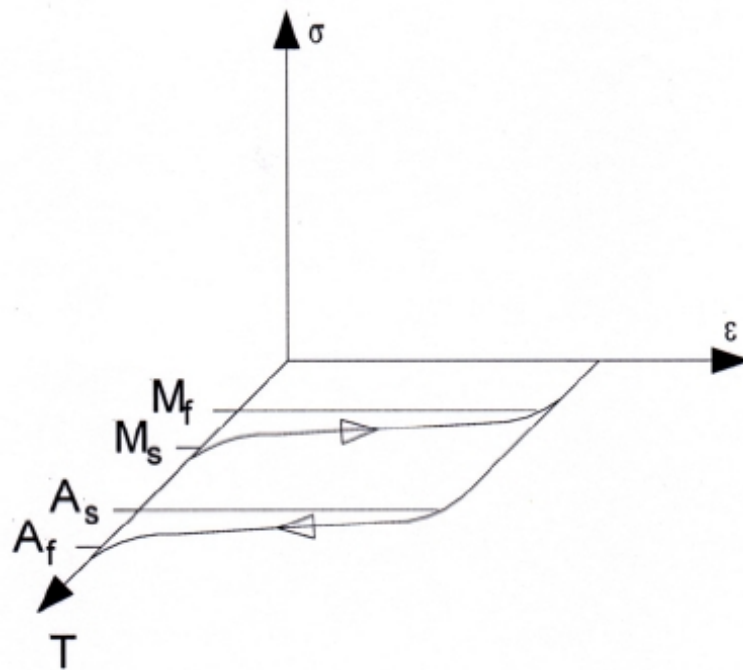


Abbildung 2.13: *Spannungs-Temperatur-Verlauf des Zweiweg-Formgedächtnis-Effektes, Liu und Kohl (2003)*

wechselt werden kann. Dies erfolgt allerdings nur, solange keine äußere Belastung anliegt, da die Formänderung lediglich durch die intrinsische Umwandlung zwischen Austenit und den durch Training bevorzugten Martensit-Varianten verläuft und somit keine äußeren Spannungen am Material entstehen. Der Zweiweg-Effekt findet hauptsächlich in Aktoren Verwendung, in denen er, unter gleichzeitiger Verwendung eines rückstellenden Elementes wie etwa einer Feder, temperaturabhängig als Schalter dient. Ebenfalls werden Mikroventile auf Basis des Zweiweg-Effektes gefertigt (s. Skrobanek (1998)) und das Temperaturverhalten von Lagern mittels diesem reguliert.

2.1.3.3 Pseudoelastizität

Der Pseudoelastische Effekt tritt in einem Temperatur-Bereich zwischen der Austenit-Finish-Temperatur A_F und der *Martensit destructure temperature* M_D auf, oberhalb derer sich (spannungsinduziert) kein Martensit mehr bilden kann und das Material sich konventionell elastisch verhält. Merkmal dieses Effektes ist der Abbau von Spannungen als Folge äußerer Belastungen über die Bildung von Martensit. Dieser entsteht ab einer kritischen Spannung σ_1 (in Abb. 2.14 identifiziert mit σ_P), welche abhängig von der Temperatur und der Materialzusammensetzung ist (s.a. Abhängigkeit der Martensit-Start-Temperatur von der Probestemperatur, Abb.2.2). Ähnlich zum Einweg-Effekt (s. Kap. 2.1.3.1) entzivil-

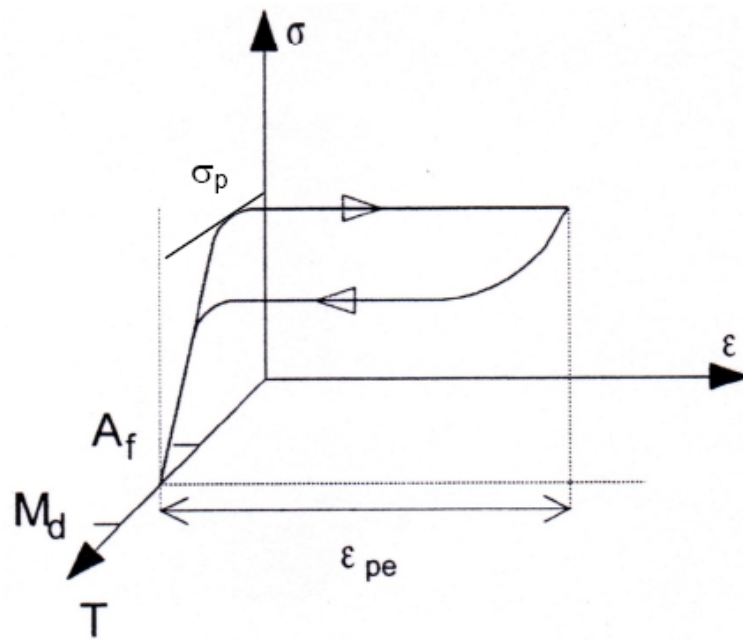


Abbildung 2.14: Spannungs-Dehnungs-Verlauf des Pseudoelastischen Effektes, Liu und Kohl (2003)

lingt sich der Martensit bei weiterer Belastung, woraus sich ein Plateau in der Spannungs-Dehnungs-Charakteristik ergibt (s. Abb. 2.14). Die Lage des Plateaus wird bestimmt durch die Clausius-Clapeyronsche Gleichung 2.4, aus welcher sich für konstante Materialzusammensetzung mit konstanter Gleichgewichtstemperatur (konstante rechte Seite von Gleichung 2.4) ein linearer Zusammenhang zwischen Proben temperatur und Plateau-Spannung ergibt. Ist das gesamte Probenmaterial spannungsinduziert in Martensit umgewandelt, steigt die Spannungs-Dehnungs-Charakteristik am Ende des pseudoelastischen Plateaus wieder an und verhält sich bei weiter steigender Belastung zunächst linear-elastisch. Bei zurückgehender Belastung beginnt die Probe, analog zu der Tatsache, dass sich die Proben temperatur natürlich weiterhin (konstant) oberhalb der Austenit-Finish-Temperatur A_F befindet, sich wiederum in Austenit zu wandeln, bis sie bei gänzlich verschwindender Spannung wieder ihre Ausgangsform annimmt, also die gesamte Dehnung reversibel abgebaut hat. Der pseudoelastische Effekt erzeugt reversible Dehnungen des Materials von bis zu 8 %, wodurch er, aufgrund seiner im Plateau-Bereich nahezu konstanten Spannungs-Dehnungs-Charakteristik, zahlreiche technische Anwendung findet. So nutzen etwa kieferorthopädische Drähte die Fähigkeit des Materials, über große Strecken nahezu konstante Kräfte bzw. über große Biegewinkel nahezu konstante Drehmomente zu erzeugen (s. Drescher et al. (1990) oder Fischer-Brandies et al. (2003)). Über eine geeignete Wärmebehandlung (s. Kapitel 2.1.2) kann die Gleichgewichtstemperatur T_0 (in den meisten Fällen über Variation der A_F -Temperatur)

entsprechend eingestellt werden, sodass die Plateau-Spannung je nach Anwendung das gewünschte Niveau hat.

2.2 Prüfverfahren für pseudoelastische Materialien

Die Entwicklung von sogenannten Formgedächtnislegierungen (FGL) hat ca. seit der Mitte der Neunziger Jahre stetig an Umfang und Bedeutung gewonnen. Zahlreiche Anwendungen z.B. in der Luft- und Raumfahrt, Robotik (s. a. Jost et al. (1992)), Messtechnik, Medizintechnik (s. a. Drescher et al. (1990)) und der Automobiltechnik bedienen sich der Fähigkeit der FGL's, wie etwa mittels Temperaturänderungen mechanische Arbeit zu verrichten. Einer großen Anzahl weitreichend genormter Testverfahren zur Quantifizierung von linear-elastischen Werkstoffen steht bislang allerdings lediglich eine sehr kleine Anzahl von entsprechenden Standard-Tests für pseudoelastische Materialien gegenüber (siehe z.B. ISO (2006)). Der größere Teil der mechanischen Standard-Testverfahren für linear-elastische Werkstoffe läßt sich allerdings auf pseudoelastische Materialien nicht oder nur eingeschränkt anwenden. Gründe hierfür sind

1. Die Eigenschaft der FGL, sich unter bestimmten Voraussetzungen nicht mehr linear-elastisch zu verhalten, sondern unter nahezu konstanter Spannung Dehnungen von bis 10 Prozent zu durchlaufen. Klassische Testaufbauten, deren Ziel es ist, einzelne Materialcharakteristika, wie z.B. den (linear-elastischen) E-Modul E (s. Dreipunkt-Biegeversuch, Kap.2.2.4.2) oder den Schermodul G zu ermitteln, können in dieser Hinsicht nur noch sehr eingeschränkt Anwendung finden.
2. Das Merkmal unterschiedlich zusammengesetzter und/oder wärmebehandelter FGL's, sich unter verschiedenen Belastungsformen unterschiedlich bezüglich der Spannungs-Dehnungs-Charakteristik zu verhalten; Unterschiede zwischen Zug- und Torsionsbelastung finden sich z.B. in McNaney et al. (2003).
3. Der Umstand, dass einige FGL in klassischen Tests die zum Eintritt in ein pseudoelastisches Plateau notwendige Spannung nicht erzeugen können (s.a. Fischer-Brandies et al. (2003)).
4. Das in Zug- und Druckbelastung asymmetrische Verhalten von FGL (z.B. in Auricchio und Sacco (1997), Rejzner et al. (2002) und Orgéas und Favier (1995a)), das in linear elastischen Materialien nicht bekannt ist.

Im Folgenden werden einige der materialtechnischen Standardtests dargestellt und Ihre Anwendbarkeit zur Quantifizierung pseudoelastischer Effekte erläutert.

2.2.1 Zugversuch

Der Zugversuch bildet eines der klassischen Grundprinzipien zur Bestimmung der mechanischen Materialeigenschaften. Die Anwendungsgebiete erstrecken sich von Textilien über diverse Schäume, Kunststoffe und sonstige Verbundwerkstoffe bis hin zu Metallen. Der Zugversuch ist, abhängig von den zu prüfenden Materialien, weitreichend genormt, so z.B. für Metalle in der ISO 6892, der DIN 488 und DIN 50154.

Bei Durchführung des Zugversuchs werden primär die Observablen Zugkraft und die damit erzeugte Längenänderung der Probe in Zugrichtung dokumentiert. Über die Längenänderung relativ zur initialen Probenlänge ergibt sich die Dehnung des Materials. Im sog. *nicht instrumentierten* Zugversuch ergibt sich unter der Prämisse, dass sich der Probenquerschnitt für der Dauer der Prüfung nicht ändert, die Spannung im Material. Typischerweise werden einzelne Proben des zu testenden Materials, deren Länge mindestens ein zur Einspannung ausreichendes Vielfaches ihres Durchmessers beträgt (in DIN 50125 das genau Fünf- oder Zehnfache), mittels Spannbacken arretiert und mit typischen Dehnungsraten in der Größenordnung von $10^{-5} s^{-1}$ bis $10^{-2} s^{-1}$ gedehnt. Verschiedene mittels einachsigen Zugversuch ermittelte Materialcharakteristika finden sich z.B. in Macherauch und Vöhringer (1978). Die elastische Dehnung kann, speziell bei NiTi, bis zu 10% betragen. Typische Zugversuche an NiTi finden sich in Tan et al. (2004). Abwandlungen des Zugversuches gibt es z.B. in der Form des sog. *Laser Speckle Extensometers*, mittels dessen auch die Dehnung sehr dünner pseudoelastische Folien in zwei Dimensionen vermessen werden kann. Das Prinzip der Laser-Speckle-Messung ist unter Anderem in Anwander et al. (2000) beschrieben. Während des Zugversuchs bilden sich bei Verwendung von pseudoelastischen Werkstoffen abhängig von Zuggeschwindigkeit, Umgebungstemperatur und Belastungsvorgeschichte mitunter statt homogener Dehnungen über die gesamte Probenlänge lokale Defomationen aus, typischerweise an den Einspannstellen beginnend und im Verlauf des Versuchs über die gesamte Probenlänge fortschreitend. Sun und Li (2002) beschreibt diese makroskopischen Unterschiede beim Phasenübergang zwischen Zug- und Torsionsbelastung, quantifiziert Morphologie und Entwicklung der Phasengrenze und analysiert Zug- und Torsionsdaten hinsichtlich der Beziehung

$$G = \frac{E}{2(1 + \mu)}. \quad (2.15)$$

Speziell für NiTi wurden diese lokalen Einschnürungen unter konstantem Spannungs-Dehnungs-Verlauf, auch als *Lüders-artige* Verformung bezeichnet, bisher ausschließlich im Zugversuch beobachtet (s. a. Sittner et al. (2005)). Ursächlich für diesen Effekt könnten Bewegungen von Scherversetzungen sein; Theorien hierzu finden sich in (Sittner et al. (2005)). Zur Bestimmung der Spannungs-Dehnungs-Charakteristik ist dann die Ermittlung der lokalen Formänderung notwendig. In der Regel geschieht dies kontaktlos mittels Laserextensome-

tern. Oftmals werden stark abweichende Ergebnisse in der Bestimmung der Materialparameter aus Zug- und Biegeversuch beobachtet (s. (Wick et al., 1995, S. C8-792, Abb. 4)), da beispielsweise in der reinen Biegung die Dehnung innerhalb einer Ebene festen Abstands zur neutralen Faser nahezu konstant ist und somit die Bildung von spannungsinduziertem Martensit relativ genau eingegrenzt werden kann. Dagegen beginnt beim Zugversuch die Bildung des Martensits lokal zu keimen, weshalb sich nur schwer Aussagen über die jeweiligen Anteile von Austenit und Martensit zu einem bestimmten Punkt im σ/ϵ -Diagramm treffen lassen. Ebenfalls einen großen Einfluss auf das Verhalten einer Probe in Zug- und Biegeversuch haben herstellungsbedingte Unterschiede in der Materialstruktur zwischen der Probenoberfläche und dem Probeninneren. Plietsch et al. (1994b) liefert hierzu einige Erläuterungen und stellt Ergebnisse aus Zug- und Biegeversuch gegenüber.

2.2.2 Torsion

Ein weiteres Prüfverfahren zur mechanischen Werkstoffanalyse bildet der Torsionsversuch. Hierbei wird über das zur Verdrillung ϕ eines Probenkörpers notwendige Drehmoment M der Torsionsmodul G bestimmt (etwa für eine zylinderförmige Probe $M = -D \cdot \phi$, $-D = \pi/2 \cdot G \cdot R^4/L \cdot \phi$). Über den Zusammenhang 2.15 zwischen Torsions- und E-Modul läßt sich dann bei bekannter Poisson-Zahl ν (zur Ermittlung s.a. Kaack (2002)) der E-Modul ermitteln. McNaney et al. (2003) kombiniert Zug- und Torsionsversuche und stellt sog. „äquivalente Cauchy-Spannungen“ und „äquivalente Lagrange-Dehnungen“ gegenüber. Abweichend vom Zugversuch ergeben sich unter einer Torsionsbelastung weitestgehend homogene Belastungen, d.h. die Entwicklung von Lüders-Bändern (s. Sun und Li (2002)) bleibt aus. Allerdings erwachsen aus dem anisotropen Verhalten zwischen Zug- und Torsionsbelastung oftmals große Schwierigkeiten, die aus der Torsion gewonnenen Resultate beispielsweise mittels des Zugversuches zu verifizieren. So findet sich z.B. in McNaney et al. (2003) das Ergebnis, dass die zur martensitischen Phasentransformation nötigen Spannungen in der Torsion deutlich oberhalb derer im Zugversuch liegen.

2.2.3 Nanoindenter

Eine eingeschränkte Methode zur Analyse pseudoelastischer Materialien bietet die Nano-Indenter-Methode (s. z.B. Su et al. (2007)). Hierbei wird mittels einer pyramiden- oder kegelförmigen Spitze, dem *Indenter*, eine entsprechend präparierte Probe (polierte Oberfläche, Korngröße sehr viel kleiner als Eindringtiefe, Probendicke sehr viel größer als Eindringtiefe) typischerweise einige μm eingedrückt und die dazu notwendige Einprägkraft, je nach Indenter-Abmessung einige Hundert mN, dokumentiert. In Oliver und Pharr (1992) findet

sich der Ansatz, dass mittels

$$\frac{F}{s} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \cdot E_r \cdot \sqrt{A} \quad (2.16)$$

aus der belastenden Kraft F und der Eindringtiefe s zu Beginn der Entlastung bei Kenntnis der Kontaktfläche A ein *reduzierter* E-Modul E_r ermittelt werden kann. Dieser ergibt sich zu

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (2.17)$$

aus E-Modul E und Poisson-Zahl ν des Probenmaterials und dem E-Modul E_i und der Poisson-Zahl ν_i des Indenters, Ähnliches findet sich in Feng und Kang (2008). Zhang et al. (2005) untersuchen das Auftreten des Pseudoelastischen Effektes bei Temperaturen deutlich oberhalb von A_F und kommen zu dem Schluß, dass aufgrund spezieller Druckverhältnisse zwischen Indenterspitze und Probe der pseudoelastische Effekt auch bei Temperaturen von 100°K oberhalb der A_F -Temperatur auftritt, wohingegen in Standard-Zugversuchen dies lediglich bis ca. 60°K oberhalb der A_F der Fall ist. Daß die Nanoindentation zur quantitativen Analyse pseudoelastischer Materialien nur sehr eingeschränkt anwendbar ist, verdeutlicht Abb.2.15: Im Bereich des unmittelbar durch den hydrostatischen Indenterdruck (s. Zhang

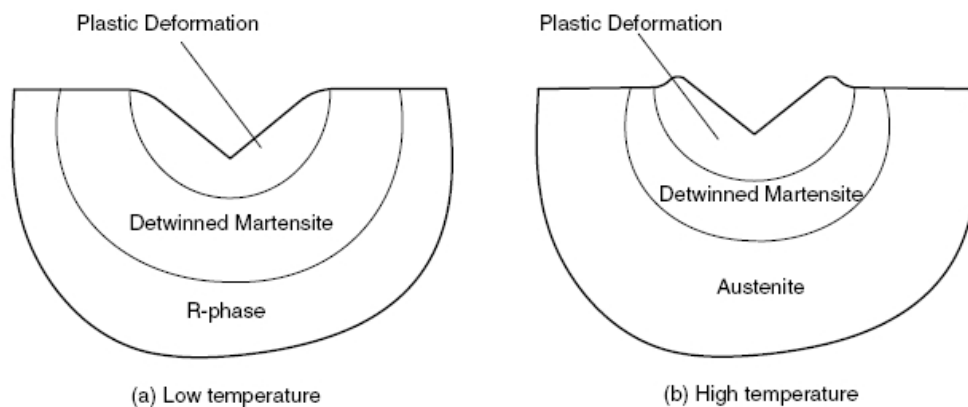


Abbildung 2.15: *Materialzustände einer Probe nach Nano-Indentation, Martensit und Austenit, Su et al. (2007)*

et al. (2005)) beeinflussten Probenmaterials können, je nach Zusammensetzung, verschiedene Materialzustände und damit verschiedene E-Moduli vorliegen, die eine konkrete Bestimmung des E-Moduls *eines* Zustands verhindern. Lediglich quantitative Analysen über das Auftreten und das Ausmaß von Einweg- (s. Zhang et al. (2005)) bzw. Zweiweg-Effekten (s. Su et al. (2007)) können mittels der Nano-Indentermethode erreicht werden.

2.2.4 Biegeversuch

2.2.4.1 Einpunkt-Biegeversuch

Der *Einpunkt-Biegeversuch* entspricht dem *einseitig eingespannten Balken*. Trägt man die im Abstand d von der Einspannung eingebrachte Kraft F gegen die Auslenkung s auf, so ergibt sich mit dem Flächenträgheitsmoment I aus

$$F = \frac{3EIs}{d^3} \Rightarrow E = \frac{Fd^3}{3Is} \quad (2.18)$$

der E-Modul des Materials. Setzt man eine konstante Umgebungstemperatur voraus, so eignet sich diese Methode jedoch nur sehr bedingt zur Ermittlung der mechanischen Charakteristika pseudoelastischen Materials, da der E-Modul lediglich im linear elastischen Teil der Belastung konstant ist. Ein Abflachen des Graphen in der F/s -Auftragung resultiert aus dem Beginn der Martensit-Bildung und hat einen deutlichen Abfall des E-Moduls zur Folge. Ein weiteres Problem in der Analyse pseudoelastischer Werkstoffe würde sich außerdem dadurch ergeben, dass der Punkt der Krafteinleitung stets dem Probenende nachgeführt werden müßte, da sich im Verlauf der Biegung die gesamte Probenlänge zwar nicht ändert, jedoch aufgrund der Durchbiegung das Probenende näher an den Einspannpunkt rückt. Somit eignet sich der 1-Punkt Biegeversuch kaum zur Analyse pseudoelastischer Werkstoffe.

2.2.4.2 Dreipunkt-Biegeversuch

Der sog. *Dreipunkt-Biegeversuch* (s. Abb. 2.18) stellt eine der am häufigsten verwendeten Biege-Prüfmethode von Materialien dar, z.B. zur Ermittlung des E-Moduls (DIN 53452). Hierbei wird der Prüfkörper in der geometrischen Mitte zwischen zwei Lagerpunkten mit Abstand l mittels eines Stempels (z.B. in ISO (2006) oder Tonner und Waters (1994)) in einer quasi-statischen Belastung, das heißt unter sehr geringen Dehnraten, um die Strecke s ausgelenkt und die zur jeweiligen Auslenkung erforderliche Kraft F dokumentiert. Mit dem Flächenträgheitsmoment I läßt sich nach

$$F = \frac{48EIs}{l^3} \Rightarrow E = \frac{Fl^3}{48Is} \quad (2.19)$$

der E-Modul eines Materials bestimmen. Berg (1995b) unterscheidet desweiteren zwischen Laststeuerung und Biegesteuerung, also im ersten Fall der Durchbiegung abhängig von der belastenden Kraft und im zweiten Fall der sich ergebenden Kraft abhängig vom Maß der Biegung. Allerdings unterliegt diese Art der E-Modul-Bestimmung einigen Einschränkungen:

- Nur kleine Auslenkungen, oder besser große lokale Biegeradien garantieren einen stabilen Probenquerschnitt über die gesamte Probenlänge und somit ein bekanntes Flächenträgheitsmoment bezüglich der neutralen Faser.

- Lediglich Materialien, die sich linear-elastisch verhalten, also dem Hookeschen Gesetz folgen, können nach diesem Prinzip exakt charakterisiert werden

Als Konsequenz dieser beiden Anforderungen kann der Dreipunkt-Biegeversuch zur Charakterisierung von pseudoelastischen Materialien nicht oder nur sehr bedingt Verwendung finden (z.B. in Sernetz (2005) nicht erwähnt, vgl. auch Orgéas und Favier (1995a) oder Oliver und Pharr (1992)). Dies begründet sich wie folgt:

- Pseudoelastische Materialien folgen nur für Spannungen unterhalb der zur Martensitbildung nötigen dem Hookeschen Gesetz. Da im linear elastischen Bereich der E-Modul z.B. von NiTi von einer Vielzahl von Parametern, wie beispielsweise der Umgebungstemperatur, des Probenquerschnittes (s. Kafka und Vokoun (2000)), der stöchiometrischen Probenzusammensetzung oder der mechanischen und/oder thermischen Vorgeschichte, abhängt (s. a. Orgéas und Favier (1995a) oder Fischer-Brandies et al. (2003)), sind quantitativ vergleichende Analysen der Elastizität-Parameter zwischen verschiedenen Materialien und Probenquerschnitten nur schwer möglich.
- Große Auslenkungen, wie z.B. in ISO (2006), führen zu Reibungsverlusten zwischen Auflagern und Probe, welche sich in Form einer Hysterese im Kraft-Weg-Diagramm dokumentieren. Diese Hysterese überdeckt allerdings die des pseudoelastischen Effektes, sodass auch hierdurch eine quantitative Analyse des Materials erschwert wird.
- Da beim Dreipunkt-Biegeversuch die Probe in den Lagern gleiten kann, führen große Durchbiegungen, wie z.B. in ISO (2006), zur Änderung der in die Messung einbezogenen Bogenlänge der Probe zwischen den Lagerpunkten. Da diese als „effektiver Lagerabstand“ mit ihrer dritten Potenz in die gemessene Kraft eingeht (s. 2.19), führt dies in Verbindung mit unterschiedlichen kritischen Spannungen zu nur bedingt vergleichbaren Ergebnissen verschiedener Probenzusammensetzungen. Bei einer Normierung der gemessenen Kraft mit der Bogenlänge l abhängig von der jeweiligen Durchbiegung (ermittelt durch die Biegelinie f der Dreipunkt-Biegung nach Bernoulli)

$$l = \int_0^L \sqrt{1 + f'^2(x)} dx \quad (2.20)$$

$$f = \frac{G}{4EI} \left(\frac{x^3}{3} - \frac{L^2 x}{4} \right) \quad (2.21)$$

ließen sich zumindest qualitative Vergleiche zwischen verschiedenen Materialien ziehen. Erläuterungen hierzu finden sich in Hönscheid und Drescher (2007).

- Naturgemäß entwickeln sich unter Verwendung des Dreipunkt-Biegeversuchs paarweise nur jeweils zwei Punkte entlang der gesamten Biegelinie mit gleichem Biegeradius.

Daraus ergeben sich vom Lagerpunkt zur Probenmitte hin steigende Spannungsverhältnisse in der Probe und damit, abhängig von der zur Martensitbildung notwendigen Spannung, verschiedene Zustandsanteile der Probe. Auch dies führt infolge der verschiedenen E-Moduli in der Probe zu kaum vergleichbaren Messungen.

Die Abbildungen 2.16 und 2.17 verdeutlichen den letzten Punkt anhand eines Dreipunkt-Aufbaus nach ISO (2006):

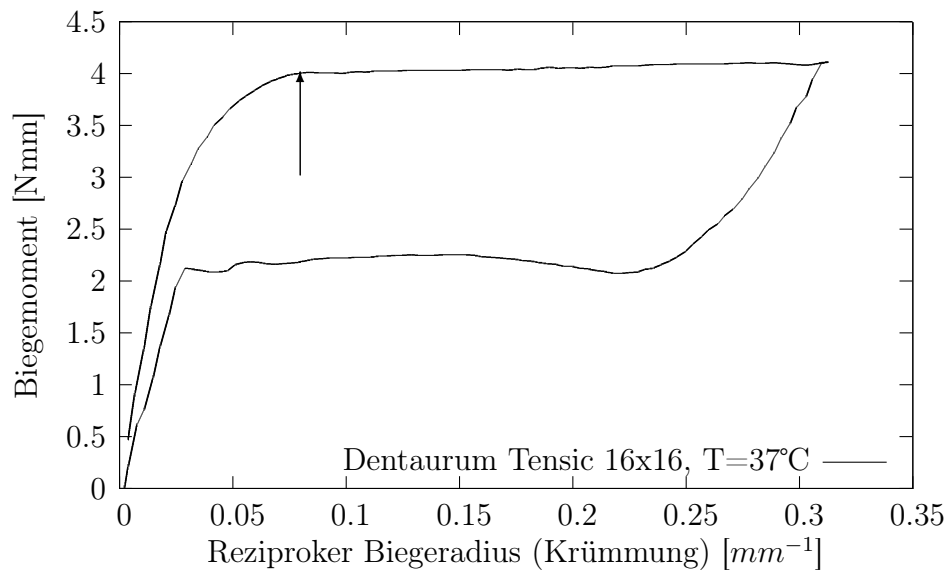


Abbildung 2.16: *Biegemoment-Krümmungs-Diagramm aus reiner Biegung mit markierter kritischer Spannung σ_1*

In Abb. 2.16 ist in der Auftragung Biegemoment gegen Krümmung eines Materials in der reinen Biegung die kritische Spannung markiert, ab der in den Randfasern die Bildung von spannungsinduziertem Martensit beginnt. Abb. (2.17) zeigt einen Dreipunkt-Biegeversuch desselben Materials bei gleicher Temperatur, in dem diejenige Auslenkung markiert ist, ab der die in Abb. 2.16 markierte kritische Dehnung $\epsilon = \sigma/E$ (E : E-Modul des Materials) in der Mitte der Probe, also am Punkt der maximalen Biegung und ebenfalls zunächst nur in den Randfasern, erreicht wird. Diese wurde algebraisch für die Krümmung κ einer Kurve nach

$$\kappa(x) = \frac{1}{r(x)} = \left| \frac{\frac{d^2}{dx^2} f(x)}{\left(1 + \frac{d}{dx} f(x)^2\right)^{\frac{3}{2}}} \right| \quad (2.22)$$

ermittelt, mit $f(x)$ als der Biegelinie des Dreipunktversuches ($x=0$ an den Lagerpunkten)

$$f(x) = \frac{F}{E \cdot I} \left(\frac{lx^2}{8} - \frac{x^3}{12} \right). \quad (2.23)$$

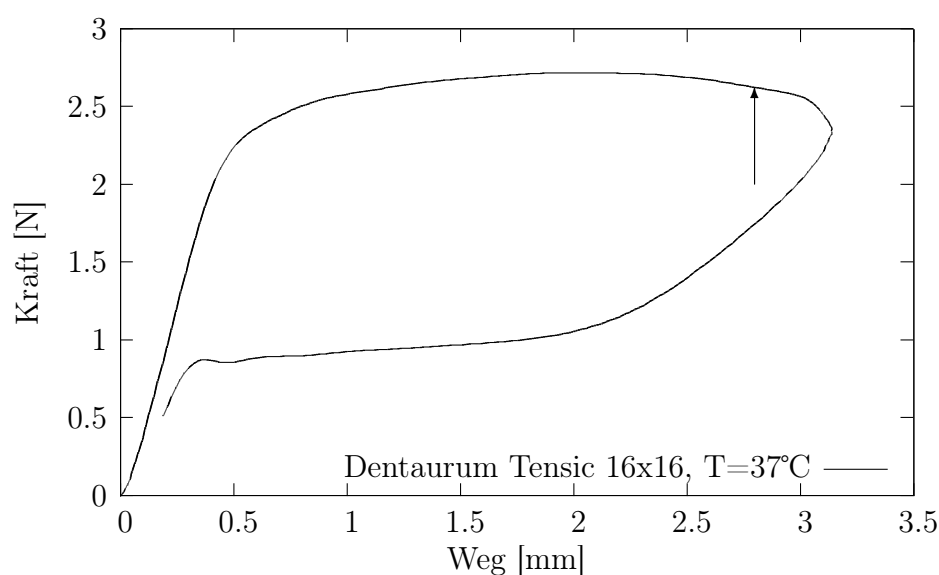


Abbildung 2.17: Kraft-Weg-Diagramm aus Dreipunkt-Biegung des Materials aus Abb. 2.16 mit markierter kritischer Spannung σ_1

Abb. 2.18 verdeutlicht den ungefähren Anteil des spannungsinduzierten Martensits einer in einem Aufbau nach ISO (2006) befindlichen Probe, ermittelt nach 2.22 und 2.23 und Kenntnis der entsprechenden kritischen Spannung (s. Abb. 2.16). Das letztgenannte Beispiel mag

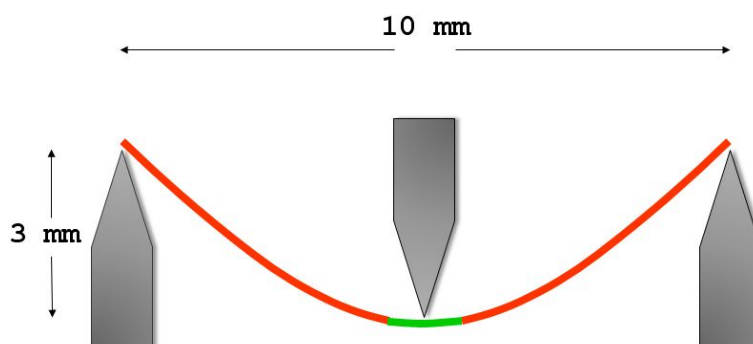


Abbildung 2.18: Dreipunkt-Biegung eines pseudoelastischen Materials, Rot: Austenit, Grün: Spannungsinduzierter Martensit

in der Frage der Anwendbarkeit des Dreipunkt-Biegeversuchs zur pseudoelastischen Materialprüfung als stärkstes Ausschlußkriterium gelten. Da selbst bei gleicher Probendimension und gleicher Auslenkung verschiedene Materialien aufgrund unterschiedlicher kritischer Spannungen möglicherweise verschiedene Volumenanteile spannungsinduzierten Martensits

beinhalten, lassen sich insbesondere in der Variante nach ISO (2006) keine quantitativen und nur begrenzt qualitative Aussagen über die analysierten Stoffe treffen. Fischer-Brandies et al. (2003) und Hönscheid und Drescher (2007) führen an, dass einige kommerziell verfügbare pseudoelastische orthodontische Drahtmaterialien im Dreipunkt-Biegeversuch die zur Bildung von spannungsinduziertem Martensit notwendige Spannung nie erlangen und somit keinen pseudoelastischen Effekt zeigen können. Dieser Umstand ist allerdings in Fällen, in denen ausschließlich Messdaten ähnlich zu Abb. 2.17 verfügbar sind, nicht ersichtlich. Desweiteren weisen sowohl Auricchio und Sacco (1997) also auch Rejzner et al. (2002) und Kafka und Vokoun (2000) darauf hin, dass das Spannungs-Dehnungs-Verhalten von pseudoelastischen Werkstoffen zwischen Zug- und Druckbelastung asymmetrisch verläuft, was in aller Regel zu einer Verschiebung der neutralen Faser während des Versuchs führt. Experimentelle Daten hierzu finden sich in Orgéas und Favier (1995b). Abschließend sei erwähnt, dass auch die Ermittlung der Austenit-Finish-Temperatur mittels ASTM (2006) sich im Wesentlichen der Dreipunkt-Biegung bedient.

2.2.4.3 Vierpunkt-Biegeversuch

Der Vierpunkt-Biegeversuch stellt eine Abwandlung des Dreipunkt-Biegeversuchs (s. Kap. 2.2.4.2) dar, indem die Belastung durch zwei Stempel jeweils im Abstand a von einem der Lagerpunkte mit jeweils gleicher Auslenkung s eingebracht wird. Mittels

$$E = \frac{48EI_s}{FL^2a \left(1 - \frac{4}{3} \frac{a^2}{L^2}\right)} \quad (2.24)$$

läßt sich bei bekanntem Flächenträgheitsmoment I und Lagerabstand L aus der zur Auslenkung s nötigen Kraft F der E-Modul der Probe bestimmen. Der Vierpunkt-Biegeversuch unterliegt hierbei in weiten Teilen Einschränkungen ähnlich wie der Dreipunkt-Biegeversuch hinsichtlich der Analyse pseudoelastischer Werkstoffe. Lediglich in der Frage der Biegeradien ergeben sich Unterschiede:

- Gegenüber dem Dreipunkt-Biegeversuch ergeben sich kleinere Krümmungen. Dies hat zur Folge, dass gegenüber dem Dreipunkt-Biegeversuch die Probe kleineren Spannungen unterliegt und somit kleinere oder gar keine Volumenanteile der Probe im Martensit vorliegen
- Allerdings sind die Krümmungen über die Probenlänge „homogener“ verteilt. Dies führt zu homogener verteilten Spannungszuständen innerhalb der Probe und zu vergleichbareren Werten für die Elastizitätskonstanten in Relation zur Reinen Biegung (vgl. Wick et al. (1995))

Somit stellt auch der Vierpunkt-Biegeversuch kein geeignetes Verfahren zur Charakterisierung pseudoelastischer Materialien dar, da ähnlich wie im Dreipunkt-Versuch für kleine Auslenkungen die notwendigen Spannungen zur martensitischen Transformation nicht erreicht werden und für große Auslenkungen aufgrund von verschiedenen kritischen Spannungen als Folge verschiedener Materialien die Volumenanteile der Probe, die im spannungsinduzierten Martensit vorliegen, stark differieren. Quantitative Analysen wie beispielsweise der Plateau-Spannungen oder numerisch integrierter Hysteresen sind somit kaum möglich.

2.2.4.4 Reine Biegung

In der sogenannten *reinen Biegung* erfährt das zu prüfende Material eine Biegung in einer Weise, dass die Probe in allen Ebenen gleichen Abstands zur neutralen Faser zu jedem Zeitpunkt der Messung konstante Biegeradien aufweist. Realisiert wird dies im hier verwendeten Prüfaufbau, indem auf beide Probenenden querkraftfreie, parallel entgegengerichtete Drehmomente appliziert werden. Hierbei bildet sich, weitestgehend isotrope Materialeigenschaften vorausgesetzt, zu jedem Zeitpunkt der Messung eine Kreisbogenform aus. Ein entsprechender Aufbau findet sich z.B. in Berg (1995a). In Berg (1995b) findet sich ein Ansatz, der unter Verwendung der Drehmoment/Krümmungs-Daten aus Berg (1995a) eine Funktion $M(s)$ vorschlägt, die zu jedem Punkt der Probe gemessen für die Variable Bogenlänge s das resultierende Drehmoment angibt und diese anschließend auf die Dreipunkt-Biegung (s. Kap. 2.2.4.2) anwendet. Die reine Biegung stellt insofern eine zur Charakterisierung von pseudoelastischen Werkstoffen geeignete Anordnung dar, als hier zumindest zu jedem Zeitpunkt der Messung ein lagenweise gleicher Spannungszustand herrscht und somit z.B. nach Atanacković und Achenbach (1989) oder auch Thier et al. (1991) zu jedem Probenquerschnitt in jedem Spannungszustand der Probe (Be- oder Entlastungszeit) aus dem Zusammenhang zwischen Biegemoment und Krümmung der jeweilige E-Modul ermittelt werden kann. Allerdings wird auch dieser Aufbau möglicherweise durch die gleichen Effekte beeinflusst, die sich unter den zuvor genannten Bedingungen ergeben. So unterliegen die vom Kreisbogenmittelpunkt aus jenseits der neutralen Faser gelegenen Probenbereiche einer Zugspannung, die diesseitigen Bereiche einer Druckspannung. Orgéas und Favier (1995b) und Rejzner et al. (2002) beschreiben die asymmetrischen Effekte unterschiedlichen Verhaltens in Zug- und Druckbelastung. Desweiteren ist möglicherweise an der dem Biegemittelpunkt abgewandten Probenoberfläche für ausreichende Spannungen das Entstehen und Fortschreiten von sog. *Lüders-Bändern* zu erwarten. Nach Sittner et al. (2005) sind diese bisher lediglich im Zugversuch beobachtet worden, allerdings findet sich der dort beschriebene „yield drop“ auch in vielen anderen Messdaten aus pseudoelastischen Biegeversuchen. Ebenso untersucht Kafka und Vokoun (2000) den Einfluss der Querschnittsform auf die Größe der Rückstell-

Drehmomente, die sich nach einer reinen Biegung (Einwegeffekt) beim Erwärmen der Probe ergeben und findet, dass bei gleicher Querschnittsfläche runde Probenquerschnitte das Rückstellmoment gegenüber rechteckigen Formen um bis zu 80% reduzieren. Plietsch et al. (1994b) vergleicht aus Zugversuchen und reiner Biegung bestimmte E-Module ebenfalls auch nach der Probenform.

2.2.5 Weitere Methoden

2.2.5.1 Ultraschall

Eine weitere Möglichkeit zur Bestimmung der elastischen Parameter einer FGL bietet die Laufzeitbestimmung eines Ultraschall-Impulses in einem präparierten FGL-Einkristall. Hierbei werden aus der Laufzeit und dem Abklingverhalten eines zwischen den polierten Seiten eines Einkristalls reflektierten Ultraschall-Impulses zunächst die Komponenten C_{11} , C_{12} und C_{44} des allgemeinen Elastizitätstensors bestimmt und aus diesen schließlich der Elastizitätsmodul E , der Schermodul G und der Kompressionsmodul B bestimmt. Detaillierte Erläuterungen hierzu finden sich in Kaack (2002), Brill et al. (1991) listet weitere Experimentaldaten auf.

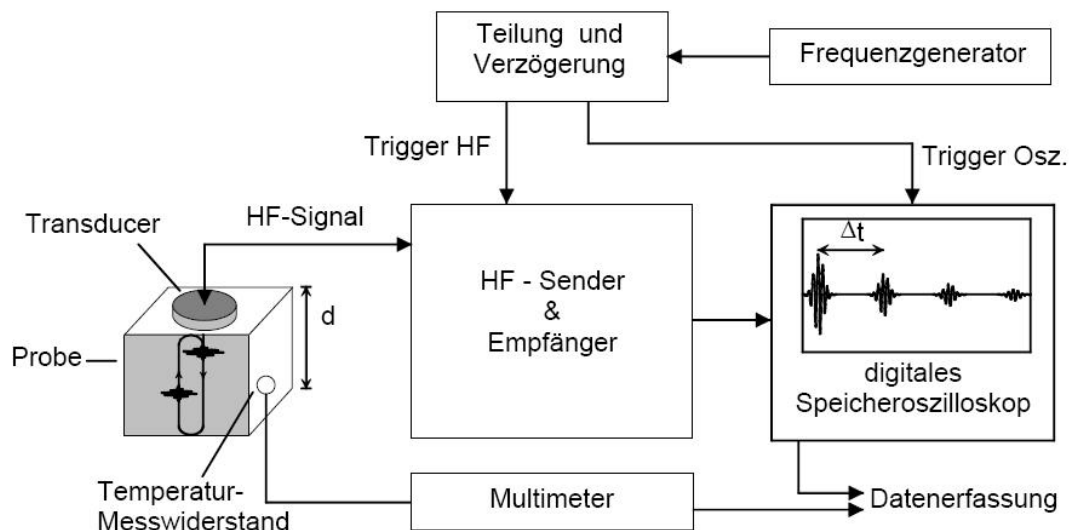


Abbildung 2.19: Schema eines Aufbaus zur Ermittlung der mechanischen Materialparameter aus einer Ultraschall-Laufzeit ((Kaack, 2002, S. 58, Abb. 4.1))

Kapitel 3 - Fragestellungen

Die vorliegende Arbeit befasst sich mit den folgenden Fragestellungen:

- Ist es möglich, die wesentlichen Materialparameter der pseudoelastischen Verformung bei reiner Biegung messtechnisch zu erfassen ?
- In welchem Verhältnis stehen die erfassten Parameter zu denen, die im Zugversuch bzw. Dreipunkt-Biegeversuch ermittelbar sind ?
- Welchen Einfluss haben die Probenform und der Probenquerschnitt auf die sich ergebenden Messdaten ?
- Wie beeinflussen verschiedene thermische Behandlungen die Ergebnisse ?
- Welche konkrete Probenform und welches Probenmaterial führen zu einem maximalen Volumenanteil im pseudoelastischen Plateau ?

Die oben genannten Fragestellungen sollen zum Einen das Prinzip der reinen Biegung quantitativ und qualitativ im Spektrum der in Kap. 2.2 genannten Prüfverfahren positionieren und zum Zweiten überprüfen, inwiefern die ermittelten elastischen und pseudoelastischen Materialparameter vom jeweiligen Prüfaufbau abhängen. Ebenso soll anhand der Ergebnisse aus der reinen Biegung speziell von NiTi-Legierungen überprüft werden, inwieweit konkrete Formgebungen das mechanische Verhalten hinsichtlich bestimmter Vorgaben vor- oder nachteilig beeinflussen.

Kapitel 4 - Material und Methode

4.1 Aufbau

4.1.1 Prinzip der Messung

Das zur Analyse der Proben verwendete Messprinzip stellt eine Erweiterung eines bereits verwendeten Aufbaus dar (s. Plietsch et al. (1994b)). Zentrales Charakteristikum der reinen Biegung ist die Eigenschaft, zu jedem Zeitpunkt der Messung an jedem Punkt der Probe einen konstanten Biegeradius zu gewährleisten, oder genauer: Die Probe bildet zu jedem Zeitpunkt der Messung über ihre gesamte Länge einen Kreisbogenabschnitt. Realisiert wird dies durch Synchronisation zweier Rotationen und einer Translation: Die Probe der Länge l befindet sich fest eingespannt zwischen den Rotationsantrieben, während der feststehende Rotationstisch (in Abb. 4.1 rechts dargestellt) per kontinuierlicher Drehung den jeweiligen Drehwinkel (bzw. halben Biegewinkel) ϕ vorgibt und die Einheit aus Linearantrieb und zweitem Rotationsantrieb (in Abb. 4.1 links dargestellt) den identischen Drehwinkel im jeweils entgegengesetzten Drehsinn fährt und den Abstand der Lagerpunkte um

$$d = \left(1 - \frac{\sin \phi}{\phi}\right) l \quad (4.1)$$

reduziert. Das jeweils anliegende Biegemoment wird aus der Differenz der Rotationen zwi-

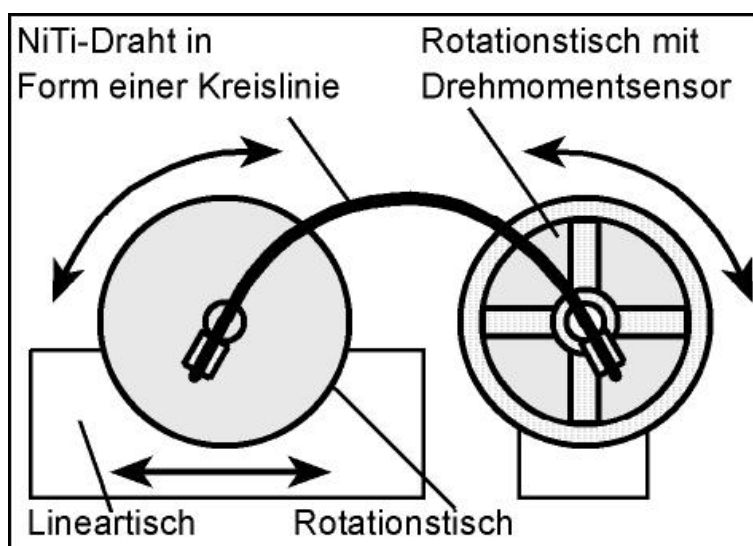


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau der Apparatur, Plietsch et al. (1994b)

schen antreibendem Rotationstrieb (in Abb. 4.4 rechts) und dem mittels des Winkelsensors ermittelten, tatsächlichen Biegewinkel der Probe unter Verwendung der Drehwinkel-Drehmoment-Kalibrierung der Spiralfeder ermittelt.

4.1.2 Messaufbau

Da alle bisher bekannten Aufbauten, die auf dem Prinzip der reinen Biegung basieren (s. Berg (1995a) oder Sawaguchi et al. (2003)), durch den Messbereich und die Auflösung des verwendeten Sensors zur Dreh- bzw. Biegemomentermittlung limitiert sind, wurde beim vorliegenden Aufbau auf ein hohes Maß an Flexibilität in der Skalierbarkeit geachtet. Prinzipielle Unterschiede zum Aufbau in Abb. 4.1 finden sich in folgenden Punkten:

- Die in Abb. 4.1 rechts dargestellte Welle der Probenlagerung ist zweigeteilt: Auf der mit dem rechten Rotationsantrieb verbundenen Teilwelle sitzt eine Spiralfeder, welche über einen auf der zweiten Teilwelle befestigten Ausleger die Rotation vermittelt.
- Auf der zweiten Teilwelle befindet sich ein optischer Winkelsensor, welcher den tatsächlichen aktuellen Rotations- (bzw. halben Biegewinkel) kontaktlos erfasst.

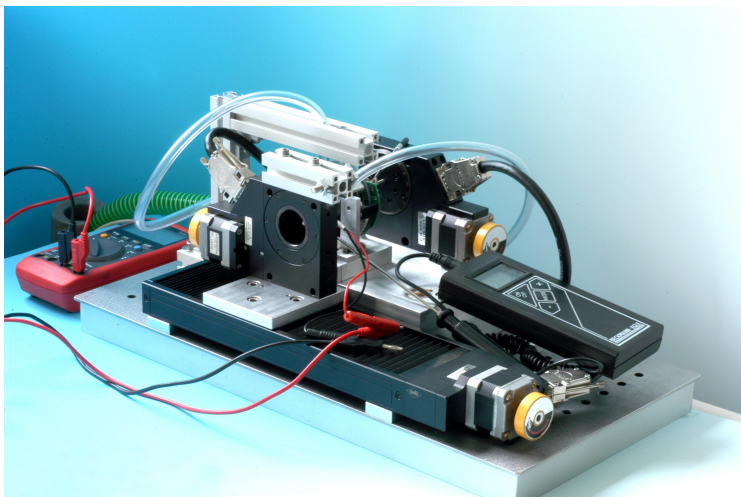


Abbildung 4.2:
*Komplettansicht des
Messaufbaus*

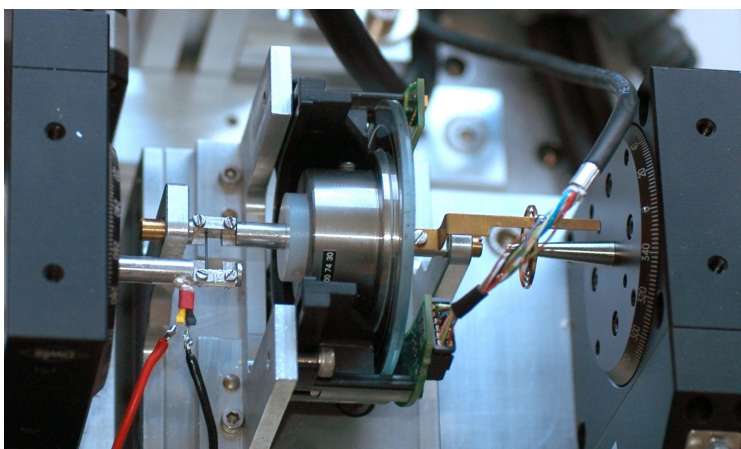


Abbildung 4.3: *Detailansicht der Slave-Seite mit Spiralfeder*

Die austauschbare Spiralfeder wird vorausgehend in einem Drehmoment-Drehwinkel-Diagramm kalibriert. Die verwendeten Lager der probenfassenden Welle bestehen aus einem

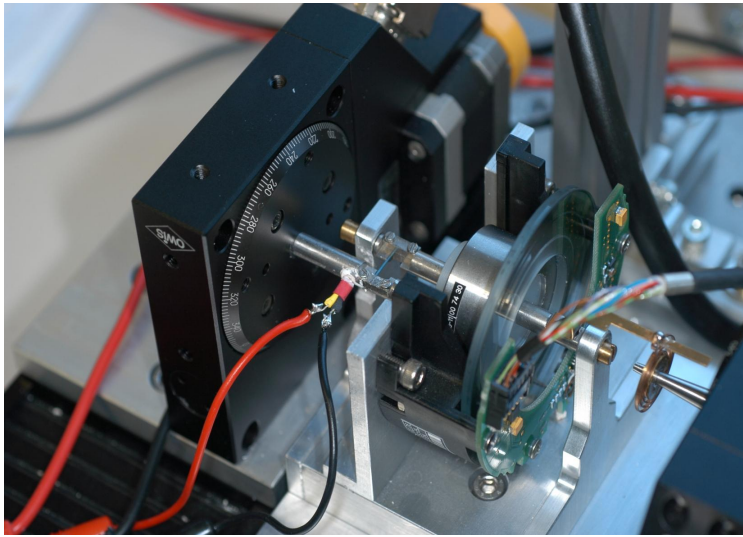


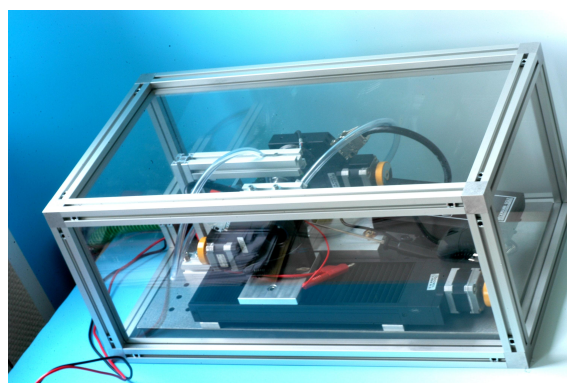
Abbildung 4.4: *Detailansicht der Master-Seite mit Temperatur-Sensor*

Paar Edelstein-Lager (ein Lager ungefedert, ein Lager gefedert, Lochstein-Deckstein-Prinzip) der Firma Oskar Moser. In dieser läuft ein ein Edelstahl-Zapfen der Probenwelle mit 1 mm Durchmesser. Der Messvorgang startet mit einer gleichförmigen Rotation des in Abb. 4.3 rechts sichtbaren Rotationsantriebes. Über die vermittelnde Spiralfeder wird die Rotation an die probenlagernde Teilwelle übertragen, während jeweils das durch die Spiralfeder eingebrachte Drehmoment und das Biegemoment der Probe im Gleichgewicht stehen. Der jeweilige halbe Biegewinkel der Probe wird mithilfe des auf der probenseitigen Teilwelle befindlichen Winkelsensors aufgenommen, während der Rotationswinkel der Linear-Rotationseinheit permanent mit diesem synchronisiert wird. Der verwendete optische Winkelsensor des Typs ERO 1348 der Firma Heidenhain besitzt 5000 Striche auf der Kreisscheibe, definiert folglich eine minimale Winkelauflösung des Systems von $0,072^\circ$. In Verbindung mit dem Kalibrierungsfaktor der für die Messreihen in Kap. 5 verwendeten Spiralfeder von $0,0142 \cdot 10^{-3} \text{ Nm}/^\circ$ ergibt sich eine theoretische Drehmomentauflösung des Systems von $\approx 10^{-3} \text{ Nm}$. Die verwendeten Rotationstische des Typs DMT 65 der Firma OWIS werden mittels Schrittmotoren und einer Getriebeuntersetzung von 180:1 betrieben. Sie liefern ein maximales Drehmoment von 0,5 Nm und erreichen via 200 Pulse/ 360° eine Winkelauflösung von $0,01^\circ$. Die Probentemperatur wird mittels des in Abb. 4.4 (Rot-Schwarzes Kabel) erkennbaren Temperatursensors des Typs KTY21-6 der Firma Infineon in Verbindung mit einem Multimeter des Typs Voltcraft VC 820 über eine RS232-Schnittstelle ermittelt. Hierbei wird, wie in Abb. 4.4 ersichtlich, primär die Temperatur der probenlagernden Halbwelle ermittelt. Da während der Datenaufnahme allerdings der gesamte Aufbau in einer Plexiglaskammer unter permanenter Zufuhr temperierter Warmluft gehalten und vor der Datenaufnahme der gesamte Aufbau mittels dieser Warmluft ausreichend ($> 1\text{h}$) durchwärmt wird, mag, unter der Annahme, dass zwischen Probe und lagernder Welle kein größeres statisches Temperaturgefälle existiert, diese Temperatur der Probentemperatur gleichgesetzt werden. Die

Temperierung der zugeführten Warmluft erfolgt mittels eines Wärmetauschers, der in einem Wasserbad der Firma Julabo, Typ TW20, befindlich von Druckluft durchströmt wird. Die Vorlauftemperatur des Wasserbades ergibt sich mittels eines innerhalb der Betriebssoftware implementierten PID-Reglers mit der Differenz aus Probensoll- und -ist-Temperatur als Stellgröße. Die möglichen Messtemperaturen bewegen sich im Bereich zwischen Zimmertem-



(a) Wasserbad und Wärmetauscher



(b) Plexigaskammer des Aufbaus

Abbildung 4.5: *Temperaturregelung des Messaufbaus*

peratur und ca. 55°C. Durch bessere thermische Isolierung des Systems können gegebenenfalls Messtemperaturen bis ca. 70°C erzielt werden.

Entscheidend für die Adaptionsfähigkeit des Messaufbaus ist die Verwendung der Spiralfeder, da solche am Markt in beliebigen Dimensionen kostengünstig verfügbar sind und einen Messbereich des Aufbaus über drei Größenordnungen erlauben. In Verbindung mit optischen Winkelaufnehmer bildet diese Spiralfeder faktisch einen skalierbaren Drehmomentsensor, da letztlich das durch den feststehenden Rotationstisch an das Probenende eingebrachte Biegemoment durch diese Gruppe erfaßt wird. Als limitierender Faktor für die Skalierung wirken lediglich die durch die Lagerreibung erzeugten „Verlustmomente“ in einer Größenordnung von 100 μNm . In einer kommenden Ausbaustufe des Messplatzes ist hier die Verwendung von Luftlagern angedacht.

4.1.3 Messprogramm

Zur gesamten Steuerung des Messablaufes, bestehend aus der Motorensteuerung, der Datenerfassung und der thermischen Regelung wurde die vorliegende Software *RMSBiomech* um entsprechende Module erweitert. Alle für den Messablauf grundlegenden Routinen wurden in eigenen Threads implementiert. Die für den mechanischen Messbetrieb wesentlichen Parameter wie Probenlänge, Messgeschwindigkeit (Standard: 1°/s, $\hat{=}$ einer Dehnrates der

äußeren Faser von $7.175 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$), Biegewinkel und der Kalibrierfaktor der verwendeten Spiralfeder können ebenso im System hinterlegt werden wie die Parameter der thermischen Regelung, beispielsweise die PID-Koeffizienten und die Probensolltemperatur.

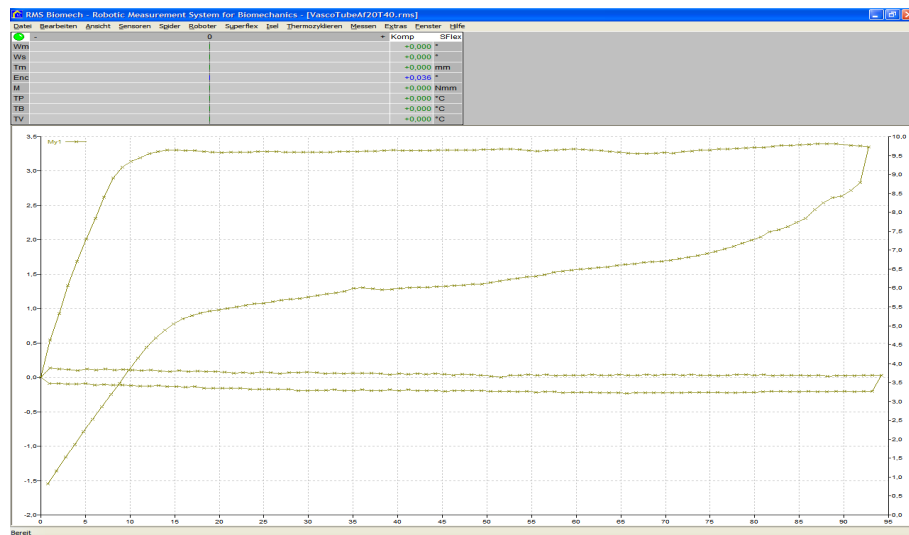


Abbildung 4.6: Visualisierung der Messdaten mit Leermessung

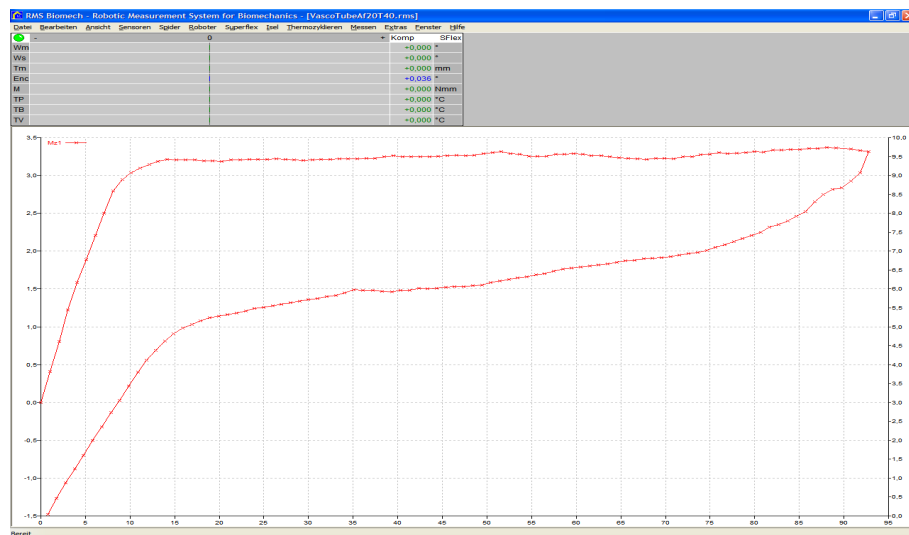


Abbildung 4.7: Biegemoment-Biegewinkel-Diagramm einer Messung. Dargestellt ist das Biegemoment in Nmm gegen den halben Biegewinkel in °.

Als Steuerrechner diente ein PC, P5, 3.2 GHz, 512 MB RAM. Die Software RMSBiomech wurde in C implementiert und mittels Visual Studio 2008 kompiliert.

4.2 Durchführung der Messungen und Datenaufbereitung

4.2.1 Aufnahme der Messdaten

Bei ausreichend stabiler Proben­temperatur startet zunächst eine Leermessung, welche das „Reibmoment“ der Lager zum jeweiligen Biege­winkel ermittelt und zur Bereini­gung der spä­teren Messreihe vorgehalten wird (im in dieser Arbeit verwendeten Aufbau beträgt dieses Reibmoment in Hin- und Rückrichtung ca. 10^{-4} Nm). Im Anschluß an die Leermessung wird die Probe eingespannt und wiederum bei ausreichend stabiler Temperatur die eigent­liche Analyse gestartet. Nach Beendi­gung des Messvorgangs werden die Daten wahlweise graphisch oder in tabellarischer Form dargestellt und im ASCII-Format (CSV) abgelegt. Der Datensatz einer Messung umfaßt alle Betriebszustände zu jedem Zeitpunkt der Mes­sung:

- alle translatorischen bzw. rotatorischen Positionen der Motoren und des Winkelsen­sors,
- die gesamte Leermessung, sowie
- die Proben­temperatur zu jedem Zeitpunkt der Messung.

4.2.2 Datenaufbereitung

Die Daten wurden mittels eines *Least-Square-Fits* (s. Kap. 5) hinsichtlich der in Kap. 5 un­terschiedenen E-Moduli und kritischen Spannungen an ein theoretisches Modell angepasst. Mittels der Software GNUplot (Ver. 4.2.5) wurden die Temperaturentwicklungen dieser Pa­rameter an die theoretischen Modelle aus Kap. 2.1.2 angepasst und visualisiert.

Kapitel 5 - Ergebnisse

5.1 Probenmaterial

Der größte Teil der verwendeten Materialproben stammt aus der Produktion der Firma Vasco tube (®), Birkenfeld. Hierbei handelt es sich um gezogene NiTi-Hohlröhrchen mit rechteckigem Querschnitt in den Abmessungen 0,41 mm mal 0,56 mm und Wandstärken von ca. 30µm und ca. 17 µm. Die Verwendung von Hohlröhrchen resultiert aus der Vorstellung,

- aufgrund der großen Dehnungen in den Randfasern den elastischen Austenit-Volumenanteil der Probe jeweils gering zu halten und somit einen großen Volumenanteil zur Untersuchung in den jeweiligen Umwandlungsphasen zur Verfügung zu haben und
- um den Einfluss aus der Asymmetrie zwischen Zug- und Druckverhalten der Probe, z.B. durch das Wandern der neutralen Faser (s. Auricchio und Sacco (1997), (Plietsch und Ehrlich, 1997, S. 2422, Abb. 7c) oder (Orgéas und Favier, 1998, S. 5582, Abb. 4)) zu verringern.

Die Proben lagen in einer Zusammensetzung von 55,95 Gew.% Nickel und 44,05 Gew.% Titan vor (Datenblatt Vasco tube). Die Übergangstemperaturen (lt. DSC-Analyse Vasco tube (®)) lagen bei $A_S = -15,92^\circ\text{C}$, $A_F = -1,35^\circ\text{C}$, $M_S = -24,4^\circ\text{C}$ und $M_F = -47,24^\circ\text{C}$.

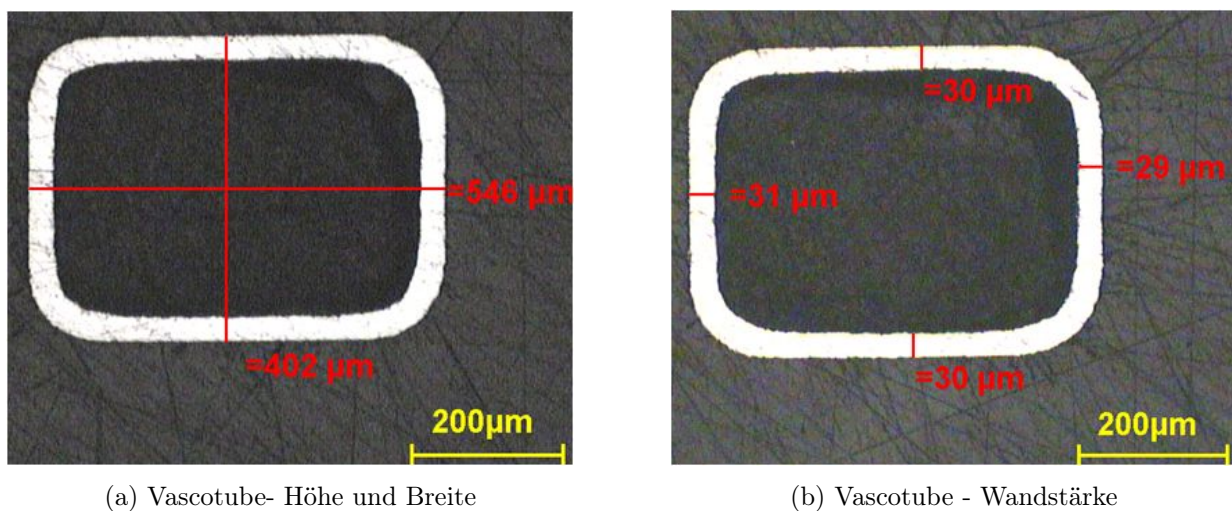


Abbildung 5.1: Dimensionen des verwendeten Materials (Lichtmikroskopische Aufnahme des Querschliffs), © Dentaurum (®)

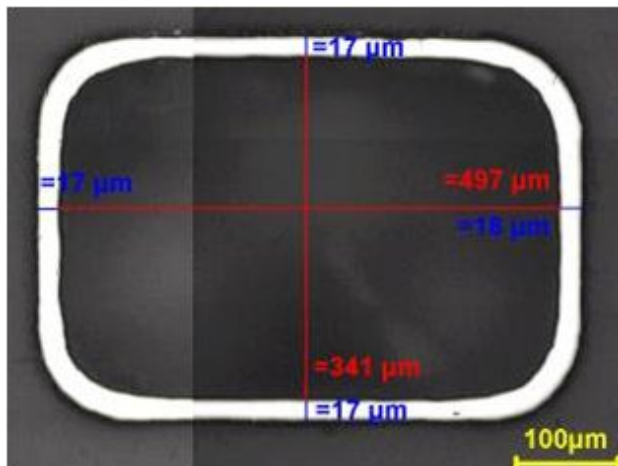


Abbildung 5.2: Vascotube - reduzierte Wandstärke durch Anätzen des Materials, © Vascotube ®

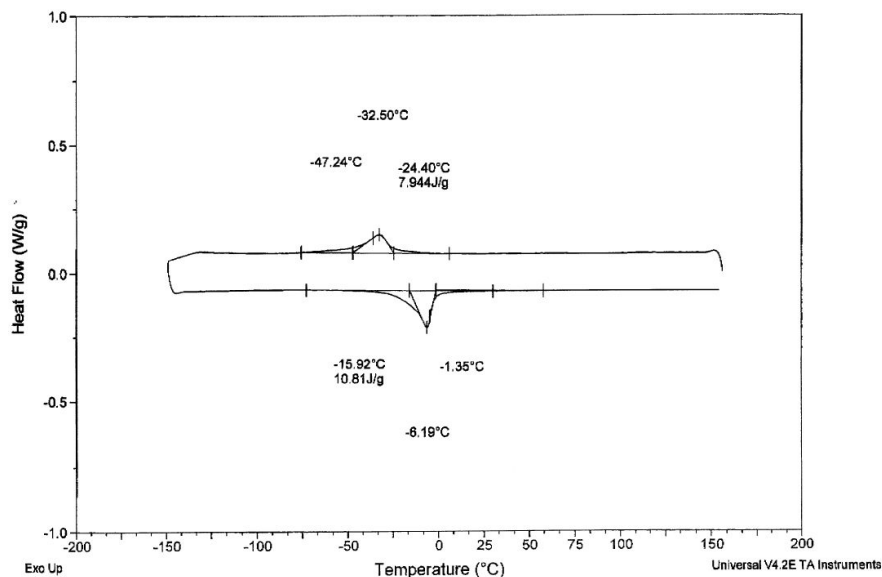


Abbildung 5.3: DSC-Analyse des verwendeten Materials, © Vascotube ®

Mittels verschiedener Wärmebehandlungen wurde das Probenmaterial in einen A_F -Bereich zwischen ca. 16°C und 33°C gebracht (Angabe Dentaurum J. P. Winkelstroeter KG ®).

5.2 Auswertung

Die E-Module, die jeweiligen kritischen Spannungen zur Erzeugung von spannungsinduziertem Martensit und im Übergang von/zu vollständigem Martensit als auch die jeweilige Lage der Phasengrenze zwischen Austenit und Martensit wurden analog zur *Multi-Group-Theory* in Plietsch et al. (1994a) anhand des *Levenberg-Marquardt-Algorithmus* in der *minpack*-Implementierung des Python-Paketes *Scipy*, Version 0.6.0, ermittelt. Die Drehmomente für

rechteckige Probenquerschnitte wurden hinsichtlich der Flächenträgheitsmomente für rechteckige Hohldrähte entsprechend angepasst (s. Anhang A.2).

5.2.1 Unterscheidung der Elastizitätsparameter

Hinsichtlich der auftretenden E-Moduli zeigt sich in der Literatur, dass in den meisten Fällen einige verallgemeinernde Annahmen in die jeweiligen Analysen einfließen:

- Die E-Moduli der Be- und Entlastungsbranche der jeweils vollständig austenitischen und/oder vollständig martensitischen Probe werden als gleich angenommen (s. Atanacković und Achenbach (1989), Fischer-Brandies et al. (2003) etc.)
- Die E-Moduli von Entlastungsbranchen nicht vollständig in spannungsinduzierten Martensit umgewandelter Proben, an einem beliebigen Punkt des Belastungsplateaus beginnend, werden ebenfalls als gleich zum E-Modul der (elastischen) austenitischen Probe angenommen.

Im verwendeten Ansatz der Auswertung wurde, im Gegensatz zu oben genannten Annahmen, ein Spektrum von insgesamt sechs E-Moduli unterschieden:

- E_1 in der (elastischen) Belastung derjenigen austenitischen Fasern, die die kritische Spannung zur Bildung von spannungsinduziertem Martensit nicht überschreiten,
- E_2 zur Bildung der Plateau-Spannung in der Belastung,
- E_3 für die Belastung der Fasern, die vollständig in Martensit umgewandelt sind,
- E_6 in der Entlastung derjenigen Fasern, die vollständig in Martensit umgewandelt sind,
- E_5 zur Bildung des Entlastungs-Plateaus und
- E_4 in der Entlastung des rückgebildeten Austenits.

Desweiteren gingen vier kritische Dehnungen in den Parametersatz ein:

- ϵ_1 als Dehnungsgrenze zwischen (elastischem) Austenit und spannungsinduziertem Martensit,
- ϵ_g als die maximale Dehnung, von der ein Entlastungsbranch gerade nicht mehr das Entlastungsplateau schneidet,
- ϵ_2 als diejenige Dehnung, bei der eine Faser vollständig in Martensit umgewandelt ist und

- ϵ_4 als diejenige Dehnung am Ende des Entlastungsplateaus, bei der eine Faser wieder vollständig in Austenit umgewandelt ist.

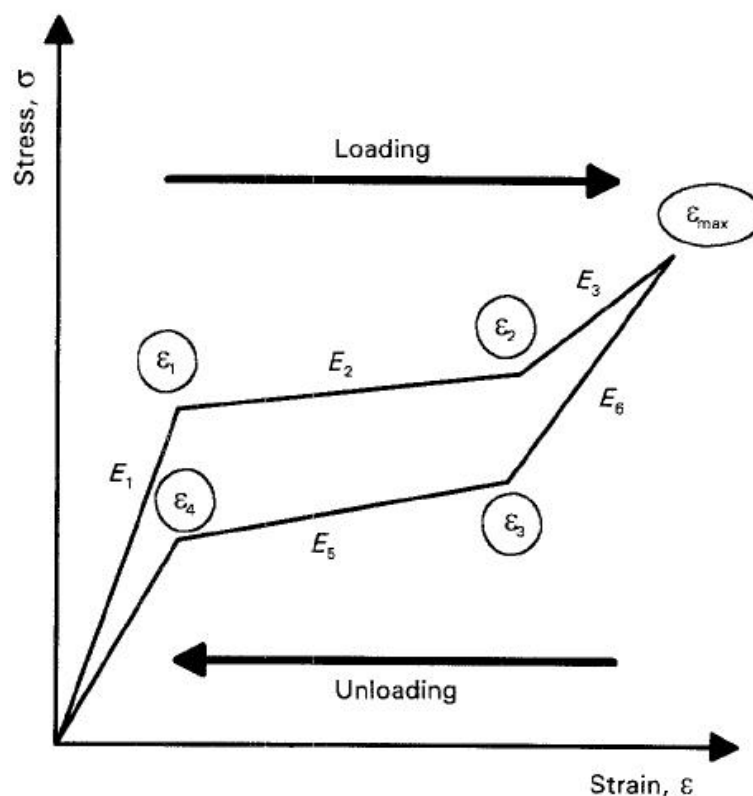


Abbildung 5.4: Mechanische Parameter der Spannungs-Dehnungs-Hysterese, (Plietsch et al., 1994b, S. 5893, Abb. 1)

Zur Analyse der Elastizitätsparameter mittels der in Plietsch et al. (1994a) beschriebenen Multi-Group-Theorie wurde darauf geachtet, dass gemäß des *Nyquist-Shannonschen Abtasttheorems* der Bereich zwischen ϵ_g und ϵ_2 in ausreichend viele Gruppen (jeweils konstanten E-Moduls) aufgeteilt wird. Die Gitterkonstante von NiTi liegt im Bereich einiger \AA (s. z.B. Kaack (2002)), also existieren ca. $h/2.1\text{\AA} \approx 10^6$ Gitterebenen innerhalb des Probenquerschnittes senkrecht zur neutralen Faser. Da allerdings auch die Ausdehnung von Domänen der verschiedenen Gittervarianten in der Größenordnung einiger $10\ \mu\text{m}$ liegt (also $h/2.10\ \mu\text{m} \approx 10$, s. z.B. (Tan et al., 2004, S. 197, Abb. 6a)), wurde für die *least-square-Analyse* eine Größenordnung von 10^2 Gruppen konstanten E-Moduls als ausreichend angenommen.

5.3 Umfang der Messungen und Messfehler

Zur Ermittlung der Messwerte für konstante Gleichgewichts- und variable Proben temperatur wurde eine Probe der Länge von ca. 50 mm in 5 Teilproben zu ca. 10 mm unterteilt

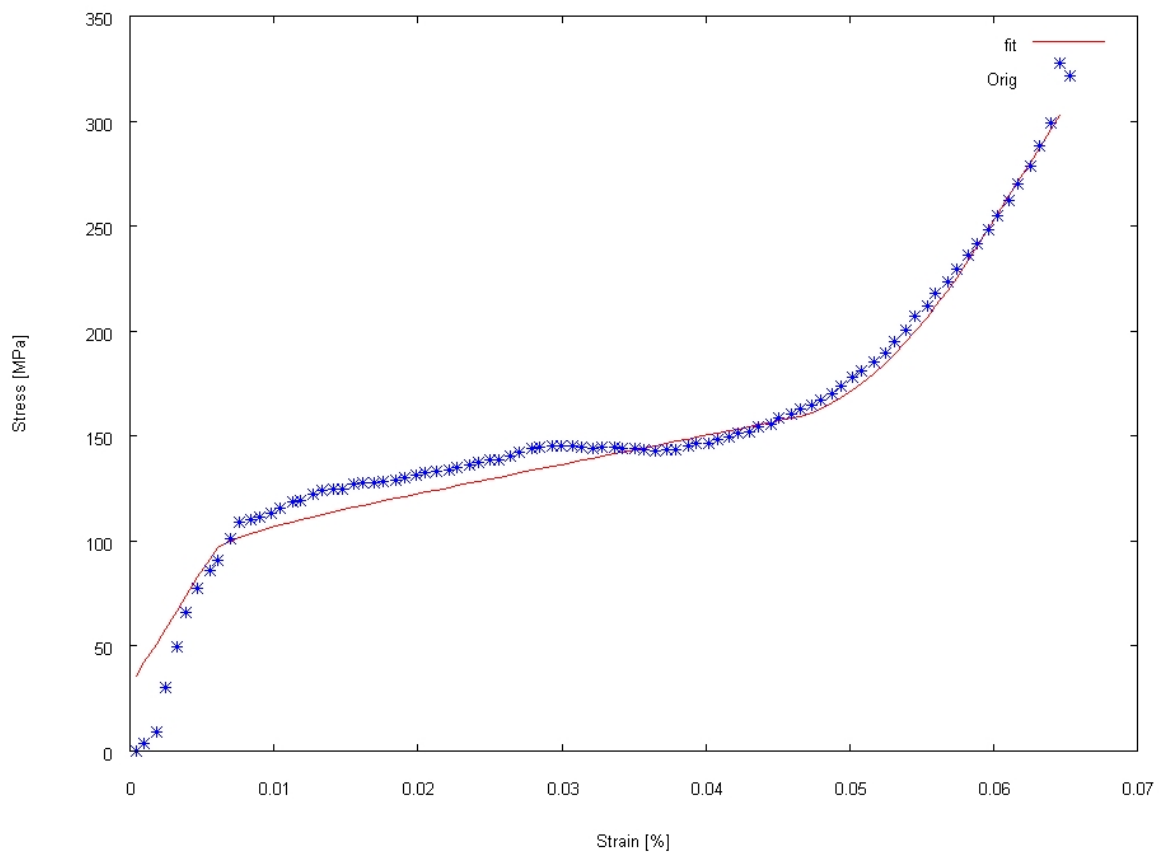


Abbildung 5.5: *Spannungs-Dehnungs-Diagramm des Entlastungszeitastes und Least-Square-Anpassung*

und für diese 5 Teilproben jeweils bei 37°C die Biegemoment-Biegewinkel-Kurve dokumentiert. Anschließend wurden die Mittelwerte der jeweiligen mechanischen Parameter gebildet und als Fehler jeweils die Standardabweichungen der Least-Square-Anpassungen verwendet. In einigen Fällen lieferte der entwickelte Adaptions-Algorithmus keine ausreichend stabilen und reproduzierbaren Anpassungen. In diesen Fällen wurde der jeweilige Parameter, beispielsweise der E-Modul E_4 , graphisch ermittelt und als Fehler eine graphische worst-case-Anpassung verwendet. Es wurden Proben in den Wandstärken $d = 30\mu\text{m}$ und $d = 17\mu\text{m}$ mit den A_F -Temperaturen 16°C, 20°C, 22°C, 23°C, 31°C und 33°C untersucht. Für das Verhalten bei variabler Proben­temperatur wurde der Bereich zwischen 25°C und 50°C in 5°C-Schritten vermessen. In den Messungen für variable Proben­temperatur wurde zunächst versucht, den gesamten Bereich zwischen 25°C und 50°C mit derselben Probe zu erfassen. Da einige Proben durch eine mechanische Fehlfunktion des Aufbaus zerstört wurden und andere Proben nach zwei Messungen als Folge eines Trainings-Effektes unbrauchbar wurden (die E-Moduli E_1 und E_4 sinken stark, s. Kap. 2.1.3.2), reduzierte sich in einigen Fällen die Anzahl der Messungen. Da die Anzahl der zur Verfügung stehenden Proben für verschie-

dene Austenit-Finish-Temperaturen stark begrenzt war, konnten einige Messbereiche nicht vollständig durchfahren werden.

5.4 Temperaturverhalten für festes T_0 und variables T

Proben mit A_F -Temperaturen zwischen 16°C und 33°C wurden auf Temperaturen zwischen 25°C und 50°C erwärmt und ihre entsprechenden Drehmoment-Biegeradius-Kurve aufgenommen. Die Messgeschwindigkeit betrug $1^\circ/\text{s}$ (s. Kap. 4.2.1).

5.4.1 Elastische E-Moduli E_1 und E_4

Für den linear-elastischen E-Modul E_1 erwartet man aus der Landau-Devonshire-Theorie in einem Temperaturbereich $A_F < T < M_D$ eine monoton steigende Funktion der Probentemperatur. Da allerdings mangels ausreichender Probenanzahl die Biegeversuche jeweils mit ein und derselben Probe bei aufsteigenden Probentemperaturen ausgeführt wurden, machte sich bei den Spannungs-Dehnungs-Diagrammen der Einfluss eines Trainings-Effektes (s. Kap. 2.1.3.2, vgl. Lahoz et al. (2002)) bei konstanter Temperatur stark bemerkbar: Aus den je-

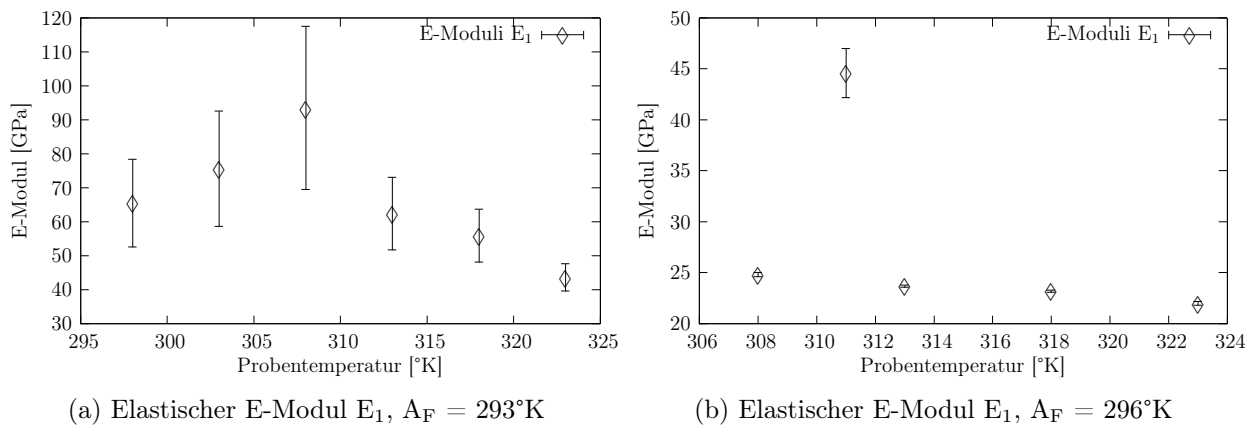
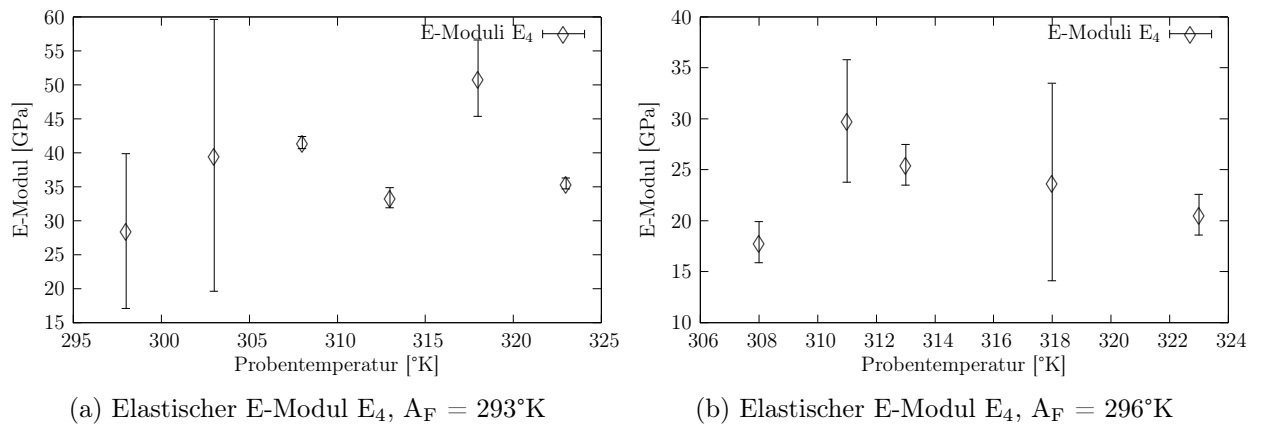


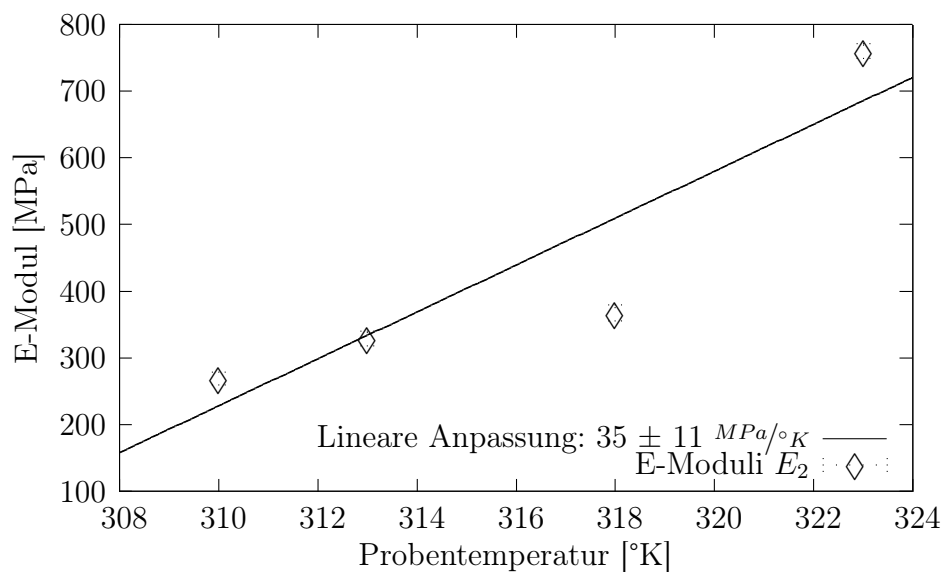
Abbildung 5.6: Elastischer E-Modul E_1 bei variabler Probentemperatur

weils ersten Messungen einer aufsteigenden Temperaturreihe konnte allerdings eine Steigung von $5 \pm 3 \text{ GPa}/^\circ\text{K}$ ermittelt werden. Da der elastische E-Modul E_1 des Belastungszweiges linear mit steigender Probentemperatur steigt, erwartet man ein eben solches Verhalten für den elastischen E-Modul des Entlastungszweiges E_4 . Abb. 5.4.1 zeigt eine lineare Anpassung für Proben mit $A_F = 20^\circ\text{C}$ und $A_F = 23^\circ\text{C}$. Auch Abb. 5.4.1 dokumentiert den starken Einfluss eines Trainingseffektes auf die Spannungs-Dehnungsdiagramme, da jeweils mit einer Probe der gesamte Temperaturbereich von 25°C bis 50°C durchfahren wurde. Für den jeweiligen Anfangsbereich konnte allerdings, ähnlich wie im Fall für E_4 , ein Steigungsfaktor von ca. $4 \pm 2,5 \text{ GPa}/^\circ\text{K}$, also in ähnlicher Größenordnung zum Fall für E_1 , ermittelt werden.

Abbildung 5.7: Elastischer E-Modul E_4 bei variabler Proben temperatur

5.4.2 Pseudoelastische Elastische E-Moduli E_2 und E_5

Die Bestimmung des pseudoelastischen E-Moduls E_2 gelang aufgrund des Auftretens einiger Lüders-artiger Spannungs-Überhöhungen zu Beginn der Belastungs-Plateaus und der daraus resultierenden Schwierigkeit der numerischen Anpassung zusammenhängend nur für eine Probe mit $A_F=23^\circ\text{C}$. Für das Belastungsplateau wurde, analog zu 2.6, eine lineare Zu-

Abbildung 5.8: Temperaturabhängigkeit des pseudoelastischen E-Moduls E_2 ; $A_F = 296^\circ\text{K}$

nahme angepasst. Der Steigungsfaktor ergibt sich aus Abb. 5.8 zu ca. $35 \pm 10 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$, diese Größenordnung wird durch einzelne Daten weiterer Proben mit verschiedenem A_F gestützt. Ebenfalls wurde für den E-Modul des Entlastungsplateaus eine in T lineare Zunahme angepasst. Hierbei ergab sich ein Steigungsfaktor von $50 \pm 39 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$. Damit liegt die Rate der

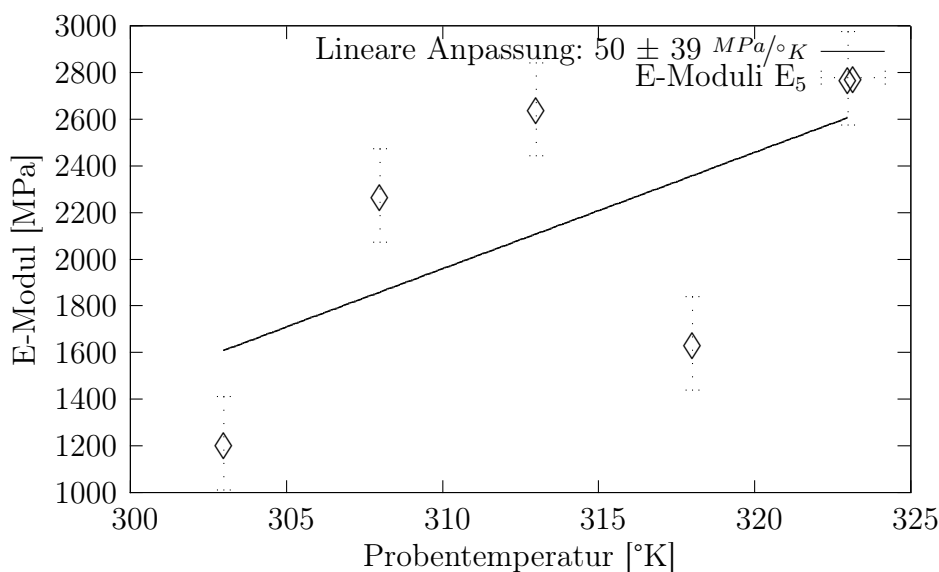


Abbildung 5.9: Temperaturabhängigkeit des pseudoelastischen E-Moduls E_5 ; $A_F = 293^\circ\text{K}$

Zunahme im gleichen Bereich wie die entsprechende Rate für E_2 und festes T_0 .

5.4.3 Kritische Spannungen σ_1 , σ_{S_3} und σ_4

Sowohl aus der Claudius-Clapeyronschen Beziehung als auch aus der Landau-Devonshire-Theorie ergibt sich unmittelbar eine linear steigende kritische Spannung σ_1 für eine steigende Proben temperatur T . Dies erscheint plausibel, da den Gitterbindungen thermische Energie in der Größenordnung einiger $k \cdot T$ zugeführt wird, diese also „aufgeweicht“ werden. Die

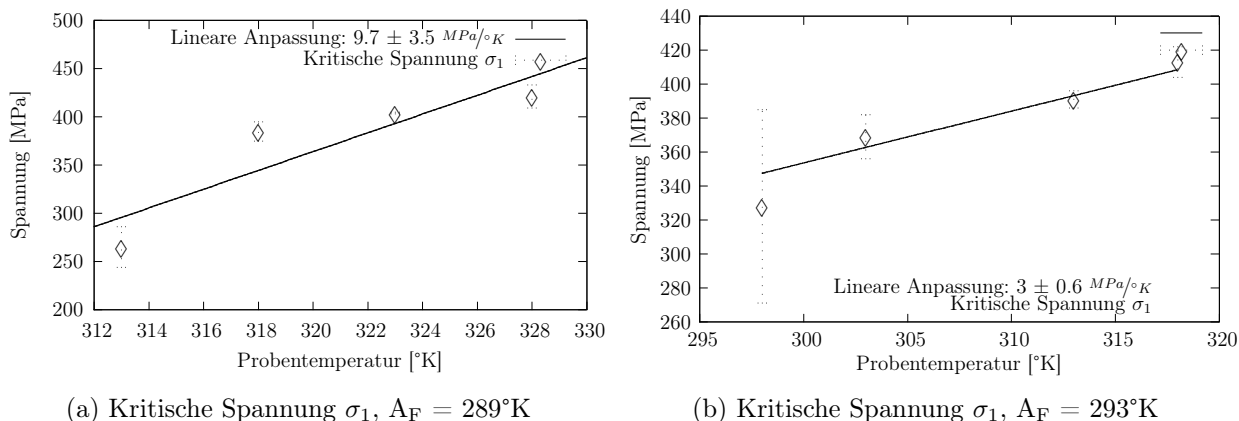


Abbildung 5.10: Kritische Spannung σ_1 bei variabler Proben temperatur

jeweiligen Steigungen in Abb. 5.10 korrespondieren, unter Annahme einer Dehnung von ca. 7,5% (s. 5.23), gut mit dem sich aus 2.4 ergebenden Wert von $\Delta H\rho/\epsilon T_0 = 2,63 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$, obwohl

es sich nach (McKelvey und Ritchie, 2000, S. 1766, Gl. (4)) bei obigem ϵ konkret um die Differenz der Dehnungen $\epsilon_A - \epsilon_M$ an Anfang und Ende des Belastungsplateaus handelt. Für die kritische Steigung σ_{S_3} zu Beginn des Entlastungsplateaus wurde, analog zur kritischen Spannung zu Beginn des Belastungsplateaus, ebenfalls eine lineare Abhängigkeit von der Proben temperatur T angenommen. Abb. 5.11 zeigt die Messergebnisse und eine lineare Anpassung. Innerhalb der Fehlergrenzen korrelieren die beiden Steigungen mit einem Wert

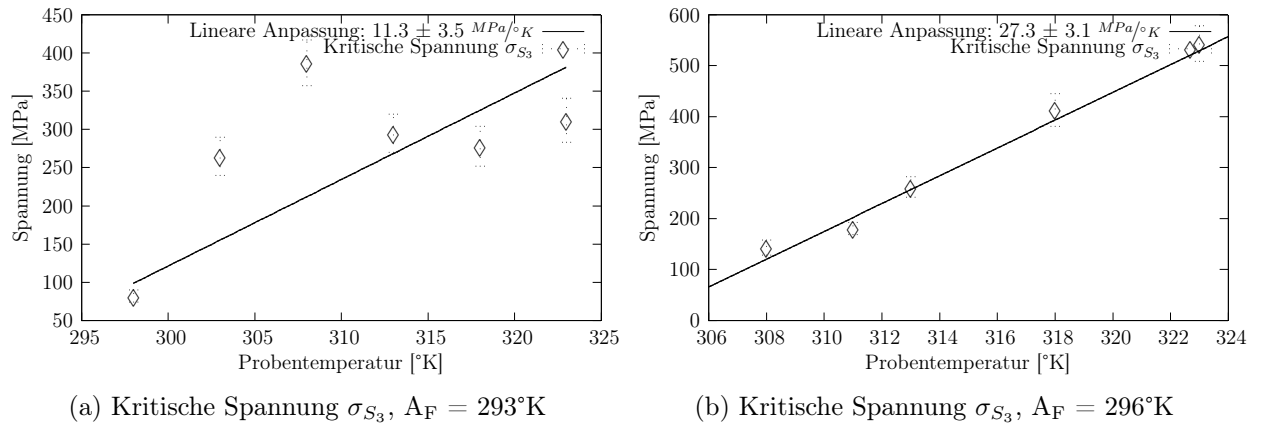


Abbildung 5.11: Kritische Spannung σ_{S_3} bei variabler Proben temperatur

zwischen ca. 10 und 20 $\text{MPa}/^\circ\text{K}$. Auch wurde für die Temperaturentwicklung der Spannung zu Beginn des austenitischen Entlastungsplateaus ein linearer Zusammenhang angenommen. Abb. 5.4.3 zeigt die Messdaten und jeweils eine lineare Anpassung. Obwohl die jeweiligen

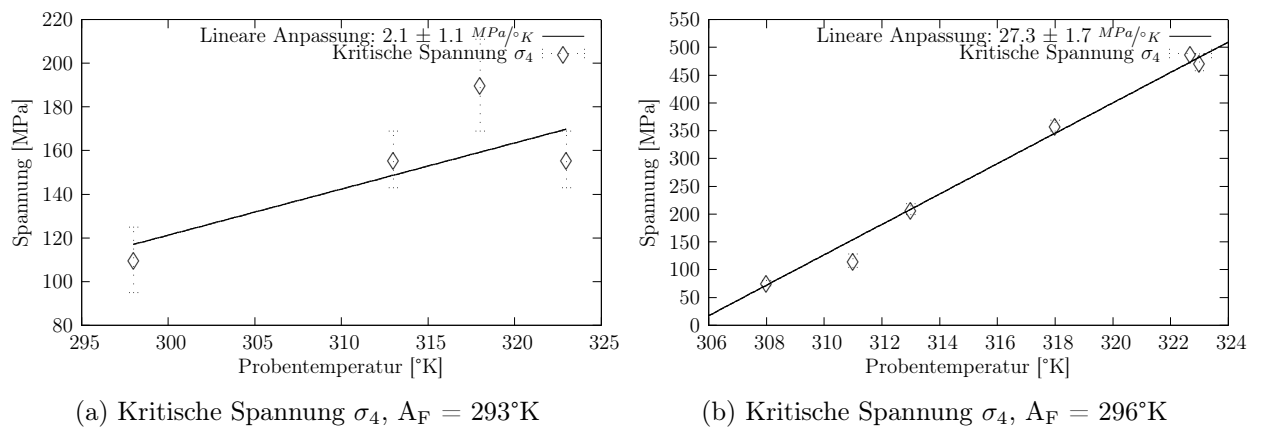


Abbildung 5.12: Kritische Spannung σ_4 bei variabler Proben temperatur

Steigungsfaktoren der beiden Messreihen um nahezu eine Größenordnung differieren, korrespondieren sie gut mit der entsprechenden Rate der gleichen Probe für die Zunahme bei σ_1 . Allerdings liegt die Zunahme für σ_4 pro $^\circ\text{K}$ leicht oberhalb der von σ_1 . Dies ist plausibel, da die Hysterese sich bei steigender Temperatur verkleinern muß, um oberhalb von M_D schließlich ganz zu verschwinden.

5.4.4 Elastische Dehnung ϵ_1

Da nach der Clausius-Clapeyronschen Gleichung (s. 2.4) zumindest die kritische Spannung σ_1 linear mit der Temperatur T steigt und, basierend auf den Messergebnissen (s. Kap. 5.4.1), eine lineare Abnahme des elastischen E-Moduls E_1 angenommen wurde, muß folgerichtig die elastische Dehngrenze des Materials mit steigender Temperatur ebenfalls zunehmen. Analog zu E_1 wurde hier zunächst eine lineare Abhängigkeit angenommen: Interessant ist hierbei die

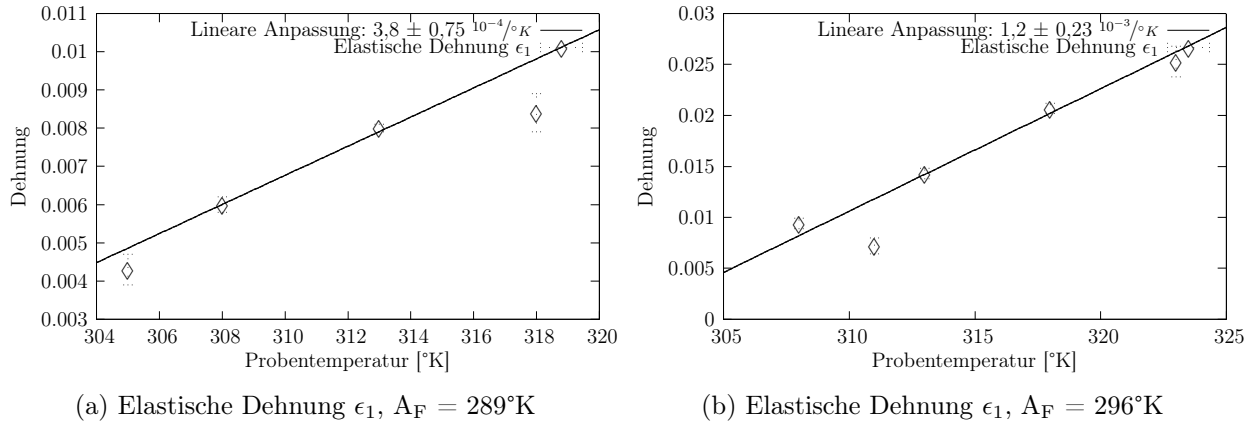


Abbildung 5.13: Temperaturabhängigkeit der elastischen Dehnung ϵ_1 von der Gleichgewichtstemperatur T_0

verhältnismäßig große Steigung von ca. $10^{-3}/^\circ\text{K}$, da diese, in Summe zur weiterhin existenten pseudoelastischen Dehnung, die insgesamt ohne plastische Deformation mögliche Dehnung deutlich erhöht.

5.5 Temperaturverhalten für festes T und variables T₀

Proben im Bereich zwischen $A_F=16^\circ\text{C}$ und $A_F=33^\circ\text{C}$ wurden hinsichtlich der Clausius-Clapeyronschen Gleichung 2.4 auf ihre Abhängigkeit bezüglich T_0 untersucht. Insbesondere wurden die Entwicklung der jeweiligen E-Moduli und der kritischen Spannungen bei verschiedenen Austenit-Finish-Temperaturen A_F -Temperaturen (und damit verschiedenen T_0 -Temperaturen) nach der in Gl. 2.7 abgeleiteten Abhängigkeit der E-Moduli von der Gleichgewichtstemperatur analysiert. Da die Gleichgewichtstemperatur T_0 sehr schwer direkt zu bestimmen ist (s. Kap. 2.1.2), wurde wie folgt verfahren:

- Aus den DSC-Daten der Firma Vasco tube (®) wurde eine Gleichgewichtstemperatur von $T_0=-18,875^\circ\text{C}$ für das Produkt im Auslieferungszustand ermittelt ($A_F=-1,35^\circ\text{C}$)
- Unter der Annahme, dass sich alle ursprünglichen Übergangstemperaturen infolge der Wärmebehandlung um ähnliche Beträge verändern, wurde z.B. für eine Probe mit

$A_F=23^\circ\text{C}$ eine Gleichgewichtstemperatur T_0 von ca. 5°C angenommen

5.5.1 Elastische E-Moduli E_1 und E_4

Die Entwicklung des austenitischen E-Moduls E_1 wurde unter Annahme einer linearen Abhängigkeit von der Gleichgewichtstemperatur T_0 gemäß $\partial E/\partial T_0 = -2a, a = \text{const.}$ (s. 2.13) untersucht. Der sich ergebende Steigungsfaktor liegt zwar in der gleichen Größenordnung wie

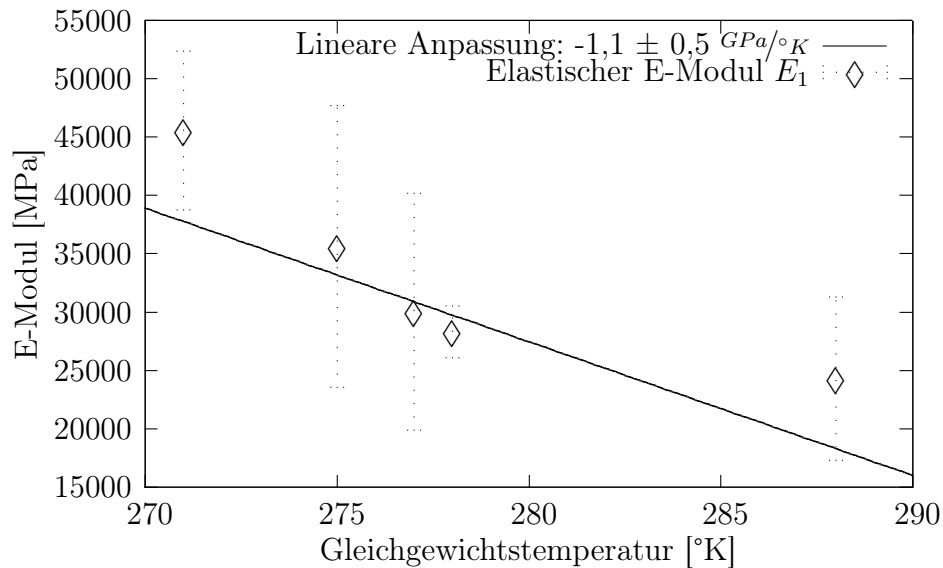


Abbildung 5.14: Abhängigkeit des austenitischen E-Moduls E_1 von der Gleichgewichtstemperatur; $T = 310^\circ\text{K}$

derjenige für festes T_0 und variables T , allerdings liegt dieser mit $1,1 \pm 0,5 \text{ GPa}/^\circ\text{K}$ deutlich unterhalb der sich ergebenden $3-4 \text{ GPa}/^\circ\text{K}$ für festes T_0 und variables T . Aus Symmetriegründen wurde für die Temperaturabhängigkeit des elastischen E-Moduls der Entlastung E_4 ebenfalls eine Linearität angenommen. Abb. 5.15 zeigt die Messdaten und die entsprechende Anpassung. Hierbei fällt ähnlich zum Fall der kritischen Spannung σ_1 bei festem T eine deutlich höhere Änderung des E-Moduls bei variablem T_0 gegenüber dem Fall für variables T auf, hier ca. $2 \text{ GPa}/^\circ\text{K}$ gegenüber ca. $1 \text{ GPa}/^\circ\text{K}$.

5.5.2 Pseudoelastische Elastische E-Moduli E_2 und E_5

Da sich nach Clausius-Clapeyron (s. 2.4) für festes T_0 und variables T eine lineare Zunahme von E_2 ergibt, wurde gegenüber dieser das Verhalten des Materials für festes T und variables T_0 unter Annahme einer $1/T_0$ -Abhängigkeit untersucht. Abb. 5.16 zeigt die Messwerte für $T=37^\circ\text{C}$. Die Größenordnung der linearen Abnahme von einigen zehn $\text{MPa}/^\circ\text{K}$ liegt im

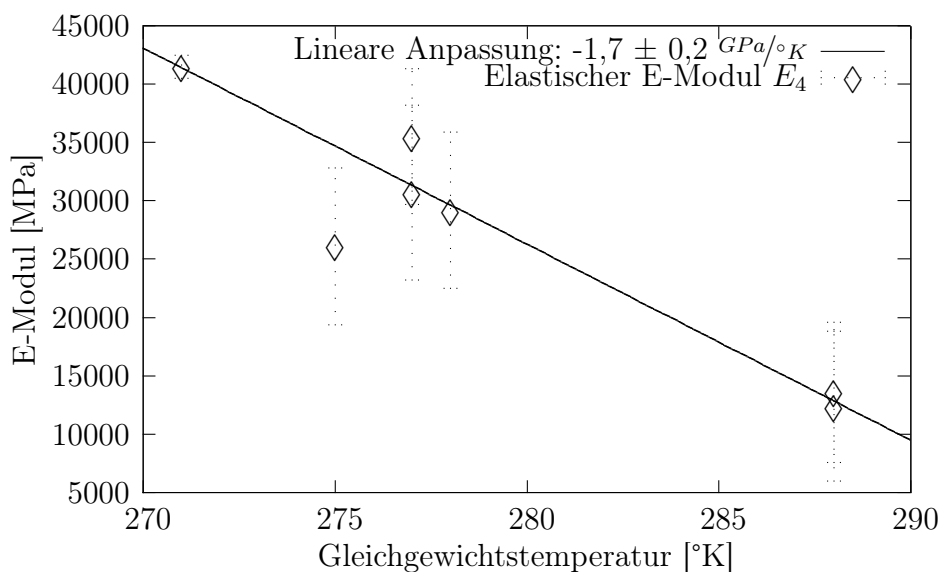


Abbildung 5.15: Temperaturabhängigkeit des austenitischen E-Moduls E_4 ; $T = 310^\circ\text{K}$

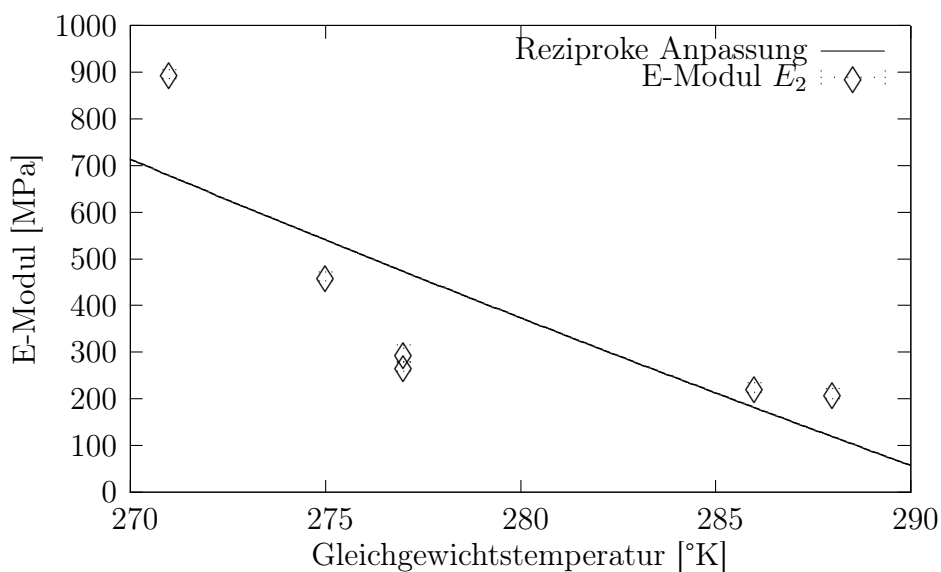


Abbildung 5.16: Temperaturabhängigkeit des pseudoelastischen E-Moduls E_2 ; $T = 310^\circ\text{K}$

gleichen Bereich wie jener der Zunahme von E_2 für festes T_0 und variables T . Da allerdings hier der χ^2 -Fehler der Anpassung relativ hoch ist, lässt sich dieses Ergebnis nicht weiter präzisieren. Ebenfalls unter der Annahme einer $1/T_0$ -Abhängigkeit wurde das Verhalten des E-Moduls des Entlastungsziweiges E_5 untersucht. Abb. zeigt die Messwerte und eine entsprechende Datenanpassung: Auch hier liegt die Rate der Abnahme, ebenso wie im Fall für

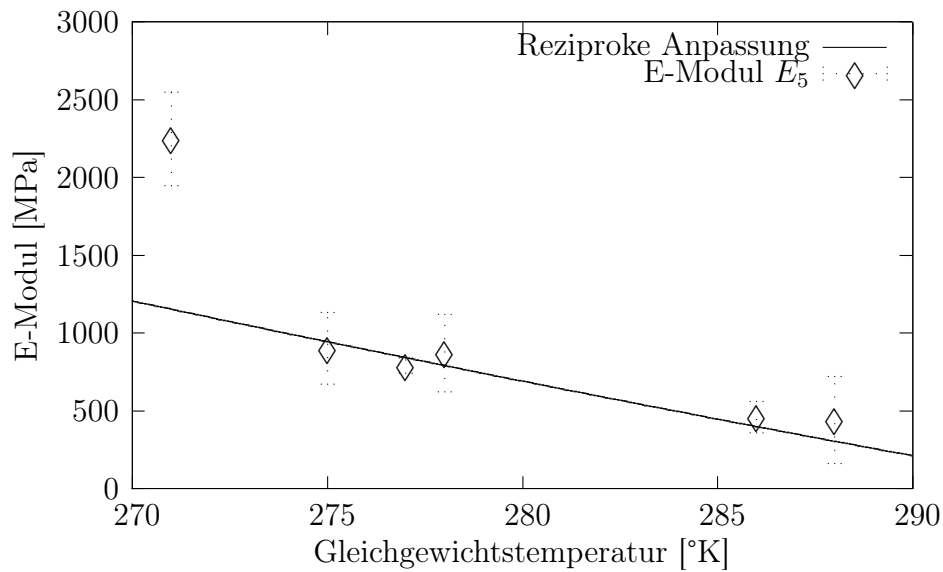


Abbildung 5.17: Temperaturabhängigkeit des pseudoelastischen E-Moduls E_5 ; $T = 310^\circ\text{K}$

festes T_0 und variables T , in der gleichen Größenordnung wie jene für E_2 (im T_0 -Bereich der verwendeten Proben einige Zehn $\text{MPa}/^\circ\text{K}$).

5.5.3 Kritische Spannungen σ_1 , σ_{S_3} und σ_4

Analog zu Kap. 5.4.3 wurde für die Entwicklung der kritischen Spannungen bei fester Proben-temperatur und veränderlicher Gleichgewichtstemperatur auch die Geltung der Clausius-Clapeyronsche Gleichung 2.4, also eine $1/T_0$ -Abhängigkeit der Spannung von T_0 angenommen. Auch hier korrespondiert die Nullstelle der Anpassung im Fehlerrahmen gut mit den typischen Werten für M_D (für σ_1 etwa bei $268 \pm 136^\circ\text{K}$). Auffällig in Relation zum Betrag der Spannungszunahme bei steigendem T und festem T_0 ist die Abnahme von näherungsweise $4 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$ für festes T gegenüber einer Abnahme von ca. $2 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$ für festes T_0 . Diese verschiedenen Einflüsse von T und T_0 auf die Entwicklung der kritischen Spannungen haben zur Folge, dass die Einstellung des Materialverhaltens über eine Wärmebehandlung nicht in äquivalenter Weise über T oder T_0 erfolgen kann. Für die Entwicklung der kritischen Spannung zu Beginn des Entlastungsplateaus wurde in Analogie zu σ_1 ebenfalls eine $1/T_0$ -Abhängigkeit angenommen. Abb. 5.19 zeigt die Messergebnisse und die entsprechende Anpassung: Über den Bereich der verwendeten A_F -Temperaturen von 271°K bis 288°K ergab sich eine Abnahme von ca. $6 \pm 2,5 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$. Dies liegt in ähnlicher Größenordnung zum entsprechenden Fall für festes T_0 und variables T , wenn auch deutlich unterhalb dieses Wertes. Die Abhängigkeit der kritischen Spannung σ_4 von der Gleichgewichtstemperatur

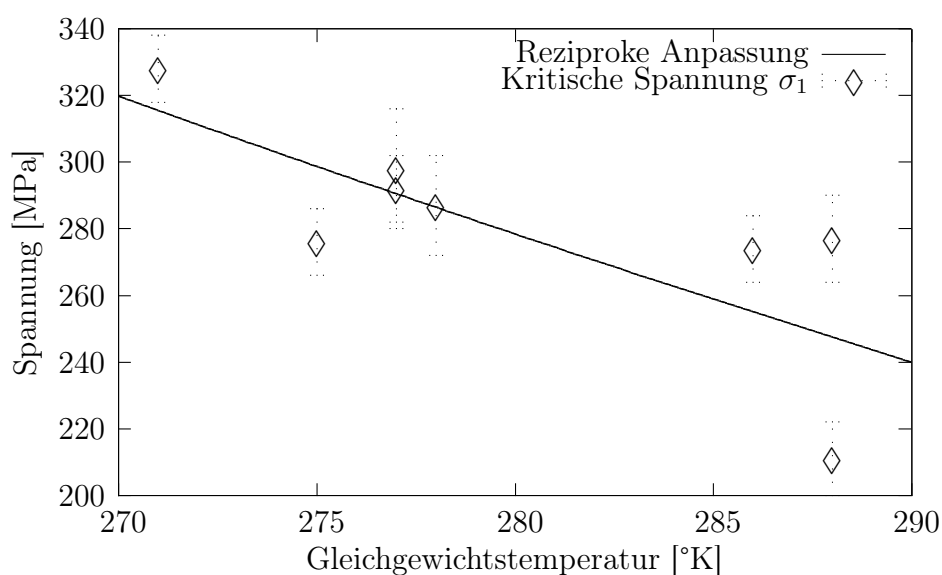


Abbildung 5.18: Temperaturabhängigkeit der kritischen Spannung σ_1 von der Gleichgewichtstemperatur T_0 ; $T = 310^\circ\text{K}$

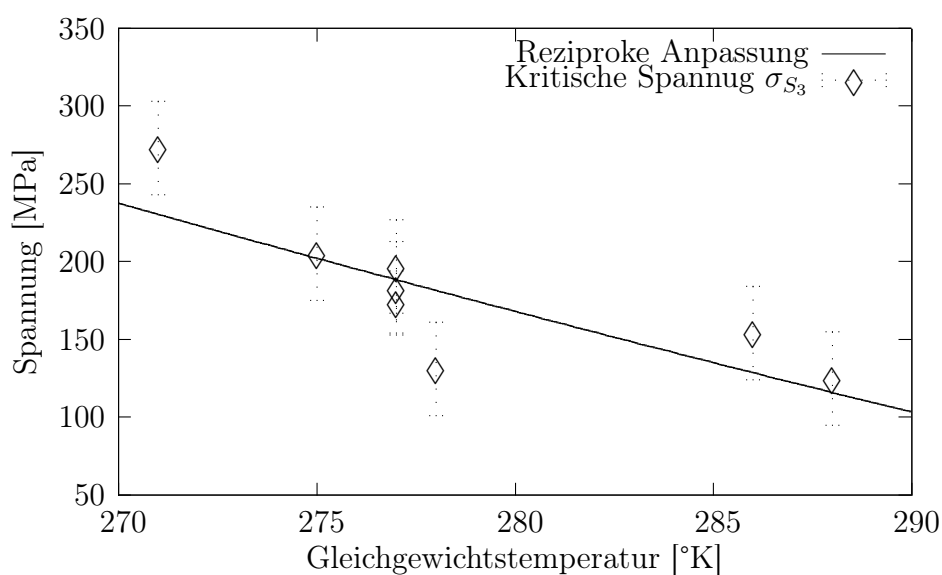


Abbildung 5.19: Temperaturabhängigkeit der kritischen Spannung σ_{S_3} von der Gleichgewichtstemperatur T_0 ; $T = 310^\circ\text{K}$

T_0 wurde, in Analogie zu σ_1 , ebenfalls linear angenommen. Abb. 5.20 stellt die Messwerte und die entsprechende lineare Anpassung dar. Interessant ist, ähnlich zu den pseudoelastischen E-Moduli E_2 und E_5 , auch hier eine Übereinstimmung im Fehlerrahmen mit der entsprechenden Abnahme der kritischen Spannung σ_1 von ca. $4 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$.

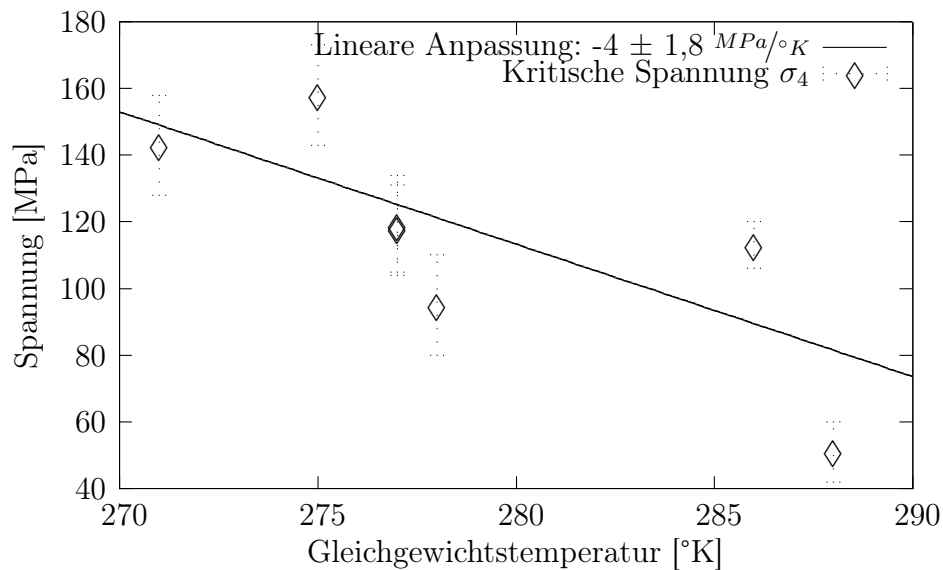


Abbildung 5.20: Temperaturabhängigkeit der kritischen Spannung σ_4 von der Gleichgewichtstemperatur T_0 ; $T = 310^\circ\text{K}$

5.5.4 Elastische Dehnung ϵ_1

Aus Symmetriegründen zur Konstellation für festes T_0 wurde für die Entwicklung der elastischen Dehnung bei variablem T_0 ebenfalls ein linearer Ansatz gewählt. Hierbei zeigt sich allerdings die erwartete Abnahme mit steigender Temperatur wenig eindeutig und um eine Größenordnung kleiner als die entsprechende Rate für festes T_0 .

5.6 Vergleich zwischen Drei-Punkt-Biegung und reiner Biegung

Analog zu Abb. 2.18 wurden verschiedene kommerziell verfügbare Materialien, die bei Körpertemperatur im austenitischen Zustand vorlagen, auf Ihre E-Moduli geprüft und mit den entsprechenden Ergebnissen aus der reinen Biegung verglichen. Da sich naturgemäß der Aufbau nach ISO (2006) nur zur Analyse des elastischen Anteils eignet, werden in Tab. 5.1 der E-Modul E_1 der reinen Biegung und der E-Modul der Drei-Punkt-Biegung, ermittelt nach 2.19, angegeben. Zur Ermittlung des E-Moduls aus der Drei-Punkt-Biegung wurde, um die durch die Reibung der Probe auf den Lagern verursachte Hysterese (s. Kap. 2.2.4.2) auf ein Mindestmaß zu reduzieren, der Mittelwert aus den Biegekräften aus Be- und Entlastung bei der Durchbiegung $s = 2\text{mm}$ verwendet (auf die Angabe eines Fehlers wurde aus den in Kap. 2.2.4.2 angegebenen Gründen verzichtet). Zur Ermittlung des E-Moduls E_1 aus

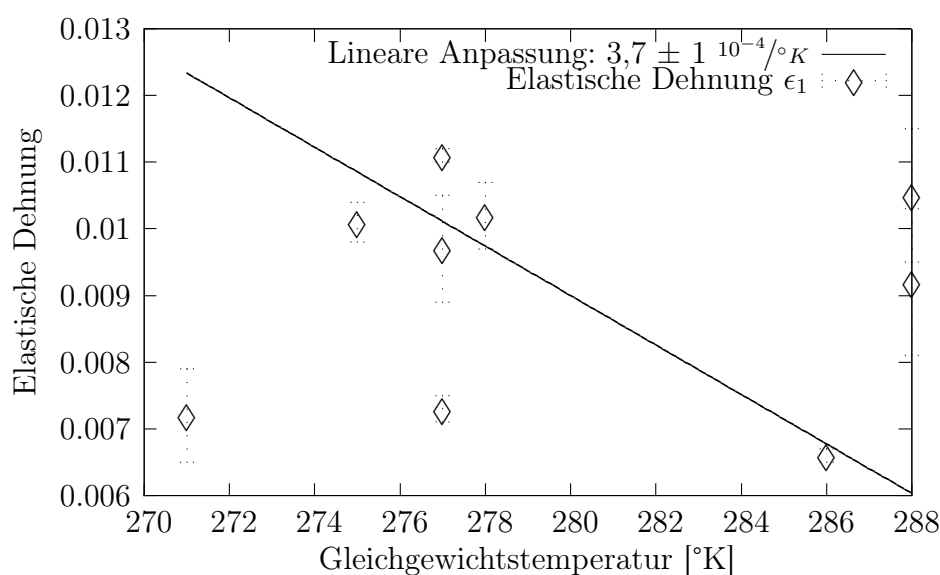


Abbildung 5.21: Temperaturabhängigkeit der elastischen Dehnung ϵ_1 von der Gleichgewichtstemperatur T_0

der reinen Biegung wurden die Mittelwerte der *Least-Square-Fits* aus Be- und Entlastung verwendet, als Fehler wird die Standardabweichung aus Be- und Entlastung angegeben. Aus

	GAC Sentalloy 16x22	GAC Sentalloy 16x16
Dreipunkt-Biegung	7,29 GPa	8,65 GPa
Reine Biegung	$38,3 \pm 19.1$ GPa	$29,2 \pm 1,6$ GPa

Tabelle 5.1: E-Moduli E_1 (s. Kap. 5.2.1) aus Dreipunkt-Biegung und reiner Biegung

Tab. 5.1 wird deutlich, dass insbesondere das Gleiten der Probe auf den Lagern bei einer Dreipunkt-Biegung nach ISO (2006) und die hieraus resultierende Änderung der zwischen den Lagern befindliche Probenlänge durch ihre dritte Potenz die abgeleiteten Werte der elastischen E-Moduli erheblich herabsetzt, vergleichende Messungen deuten auf zu zwischen 35% und 65% zu gering ermittelte E-Moduli hin.

5.7 Maximale pseudoelastische Dehnung

Zur Verifizierung der maximalen pseudoelastischen Dehnung wurde der Ansatz aus McKelvey und Ritchie (2000) verwendet. Dieser integriert 2.4 zu

$$\sigma - \sigma_0 = \frac{\Delta H \cdot \rho}{\epsilon} \cdot \ln\left(\frac{T}{T_0}\right) \quad (5.1)$$

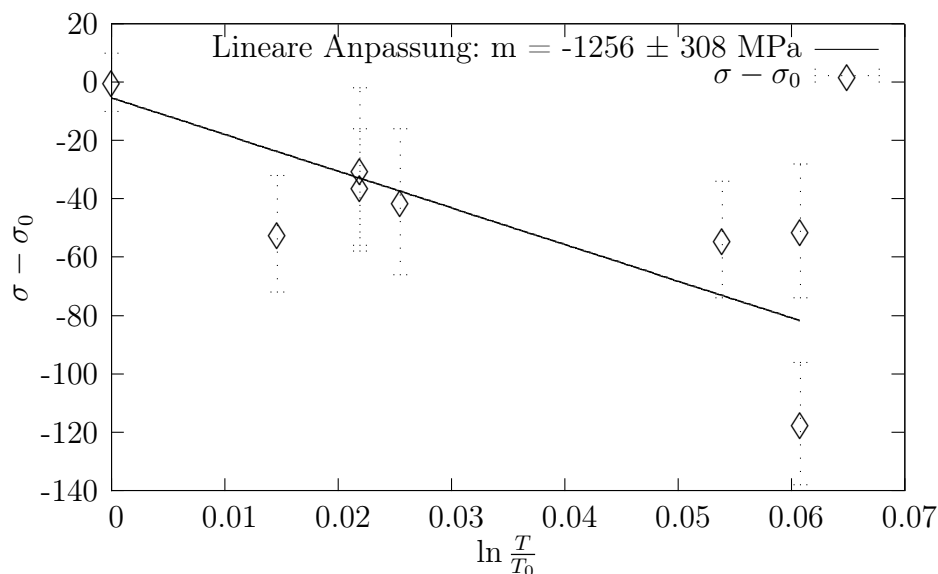


Abbildung 5.22: Integrierte Plateau-Spannungen und Gleichgewichts-Temperaturen aus 5.1; Linearer Fit für $\sigma - \sigma_0$ gegen $\ln \frac{T}{T_0}$

und ermittelt ϵ aus der Geradensteigung der Auftragung $\sigma - \sigma_0$ gegen $\ln \frac{T}{T_0}$. Mittels der Geradensteigung aus 5.22 ergibt sich für die maximale pseudoelastische Dehnung zunächst ein Wert von $\epsilon = 4,45 \pm 0,95\%$, addiert man allerdings, da dieses ϵ die Differenz der *kritischen Dehnungen* $\epsilon_M - \epsilon_A$ darstellt (s. (McKelvey und Ritchie, 2000, S. 1766, Gl. (4))), die elastische Dehnung σ_1/E_1 , z.B. 1,06% für $A_F=33^\circ\text{C}$, hinzu, ergibt sich ein σ_2 von ca. $5,5 \pm 0,95\%$, welches vom den im Zugversuch (s. Abb. 5.23) ermittelten 7,5% um einen Fehler von 9% abweicht.

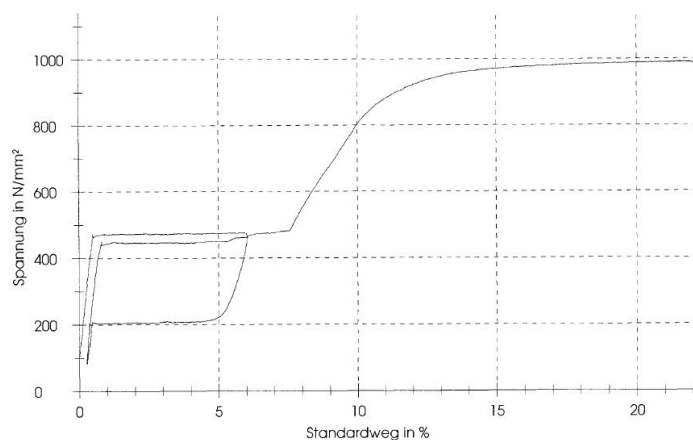


Abbildung 5.23: Zugversuch des verwendeten Materials,
© Vascotube ®

5.8 Zusammenfassung der Ergebnisse

Abschließend werden nochmals die gesamten Ergebnisse gegenübergestellt und verglichen. Unterschieden werden die Entwicklungen für feste Gleichgewichtstemperatur T_0 bei veränderlicher Probertemperatur und umgekehrt, desweiteren wird jeweils das dynamische Zusammenspiel der E-Moduli und der kritischen Spannungen analysiert. Ziel dessen ist eine konkrete Analyse der Form des Spannungs-Dehnungsdiagramms und seiner geometrischen Entwicklung bei veränderlichen Temperaturen. Im Fall der kritischen Spannung σ_{S_3} und der E-Moduli E_2 und E_5 wurden die $1/T_0$ -Anpassungen aus Kap. 5.5 zum Zweck der Angabe einer sinnvollen Rate im Messbereich linearisiert. Es wird jeweils nur der Fall für steigende Temperaturen betrachtet.

5.8.1 Materialverhalten für feste Gleichgewichtstemperatur T_0

Die Ergebnisse aus Kap. 5.4 können wie folgt zusammengefaßt werden:

E-Modul	Bereich	Rate
E_1	44 - 93 GPa	$5 \pm 3 \text{ GPa}/^\circ K$
E_2	185 - 760 MPa	$35 \pm 10 \text{ MPa}/^\circ K$
E_4	29 - 51 GPa	$4 \pm 2,5 \text{ GPa}/^\circ K$
E_5	1,2 - 2,7 GPa	$50 \pm 39 \text{ MPa}/^\circ K$

Tabelle 5.2: Zusammenstellung der Entwicklung der E-Moduli für veränderliche Temperatur; $A_F = 20^\circ K - 33^\circ K$

Spannung	Bereich	Rate
σ_1	249 - 688 MPa	$7,5 \pm 4,5 \text{ MPa}/^\circ K$
σ_{S_3}	143 - 544 MPa	$19 \pm 11 \text{ MPa}/^\circ K$
σ_4	76 - 473 MPa	$15 \pm 14 \text{ MPa}/^\circ K$

Tabelle 5.3: Zusammenstellung der Entwicklung der kritischen Spannungen für veränderliche Temperatur; $A_F = 20^\circ K - 33^\circ K$

	Bereich	Rate
Elastische Dehnung ϵ	0,0043 - 0,0253	$2,5 \pm 1,5 \cdot 10^{-3}/^\circ K$

Tabelle 5.4: Elastische Dehnung ϵ_1 für veränderliche Temperatur; $A_F = 20^\circ K - 33^\circ K$

5.8.2 Materialverhalten für festes T

Die Ergebnisse aus Kap. 5.5 werden wie folgt zusammengefaßt:

E-Modul	Bereich	Rate
E_1	24,3 - 45,6 GPa	$-1,1 \pm 0,5 \text{ GPa}/^\circ K$
E_2	180 - 819 MPa	$-33 \pm 20 \text{ MPa}/^\circ K$
E_4	12,4 - 41,5 GPa	$-1,7 \pm 0,2 \text{ GPa}/^\circ K$
E_5	0,5 - 2,3 GPa	$-52 \pm 15 \text{ MPa}/^\circ K$

Tabelle 5.5: Zusammenstellung der Entwicklung der E-Moduli für veränderliche Gleichgewichts-Temperatur; $T = 37^\circ C$

Spannung	Bereich	Rate
σ_1	211 - 328 MPa	$-4 \pm 1 \text{ MPa}/^\circ K$
σ_{S_3}	125 - 273 MPa	$-6,5 \pm 3,5 \text{ MPa}/^\circ K$
σ_4	51 - 158 MPa	$-4 \pm 1,8 \text{ MPa}/^\circ K$

Tabelle 5.6: Zusammenstellung der Entwicklung der kritischen Spannungen für veränderliche Gleichgewichts-Temperatur; $T = 37^\circ C$

	Bereich	Rate
Elastische Dehnung ϵ	0,0066 - 0,0105	$-4,6 \pm 0,6 \cdot 10^{-4}/^\circ K$

Tabelle 5.7: Elastische Dehnung ϵ_1 für veränderliche Gleichgewichts-Temperatur; $A_F = 20^\circ K$ - $33^\circ K$

Kapitel 6 - Diskussion

6.1 Elastische Parameter E_1 , E_4 , σ_1 und σ_4 bei steigender Temperatur

Anhand Tab. 5.2 fällt zunächst auf, dass sich E_4 zwar, im Gegensatz zu den σ/ϵ -Diagrammen z.B. in (Kafka, 1994b, S. 822, Abb. 8) oder (Raniecki et al., 2001, S. 1347, Abb. 1), in seinem Wertebereich grob um einen Faktor 2 vom E-Modul E_1 der Belastung unterscheidet, in seiner Temperaturentwicklung allerdings nahezu identisch zu jener von E_1 verläuft. Konsequenz dessen ist, da die Beträge der Raten klein im Vergleich zu den Beträgen der E-Moduli sind, dass sich im untersuchten Temperaturbereich dieses Verhältnis von E_1 und E_4 nicht wesentlich ändert. Betrachtet man nun zusätzlich die Temperaturentwicklung der kritischen Spannungen σ_1 und σ_4 in Tab. 5.3, so fällt auf, dass σ_4 relativ zu σ_1 mit wachsender Temperatur schneller steigt. Dies hat zur Folge, dass eine Temperatur mit $\sigma_1 = \sigma_4$ existiert, also eine Temperatur, bei der die Spannungs-Hysterese verschwindet. Im Fall der Probe mit $A_F = 16^\circ\text{C}$ liegt diese bei ca. 371°K , welche gut mit den dokumentierten Werten für M_D korrespondiert. Hinzu kommt eine mit steigender Temperatur steigende elastische Dehnung in der Größenordnung einiger Promille pro $^\circ\text{K}$. Zusammenfassend bedeutet dies für den elastischen Teil des σ/ϵ -Diagramms, dass sich mit steigender Temperatur die Breite der Hysterese aus Richtung des Entlastungsplateaus verringert und sich die Lage der Hysterese nach oben rechts verschiebt, ihre Gesamtform allerdings im Wesentlichen beibehält. Dieses Ergebnis ist konsistent mit den dokumentierten Temperatur-Verläufen der Hysterese von NiTi (vgl. Spannungs-Dehnungs-Verläufe nach Devonshire, Abb. 2.11 und 6.1).

6.2 Pseudoelastische Parameter E_2 und E_5 bei steigender Temperatur

Ebenfalls wird bei Betrachtung der Werte für E_2 und E_5 in Tab. 5.2 deutlich, dass sich die pseudoelastischen E-Moduli des Belastungs- und des Entlastungszweiges, E_2 und E_5 , ähnlich zu den elastischen E-Moduli, zwar in ihrem absoluten Wertebereich um mindestens einen Faktor Zwei unterscheiden, sich allerdings in der Temperaturentwicklung nahezu identisch verhalten. Dies führt auch hier im Wesentlichen zur Beibehaltung der gegenseitigen Lage von Be- und Entlastungsplateau bei steigender Temperatur, obgleich das Entlastungsplateau deutlich steiler als das Belastungsplateau verläuft. Vergleicht man diese Konsequenz noch mit der kritischen Spannung σ_{S_3} zu Beginn des Entlastungsplateaus, bei welcher der spannungsinduzierte Martensit thermisch instabil wird und die Rückumwandlung in den

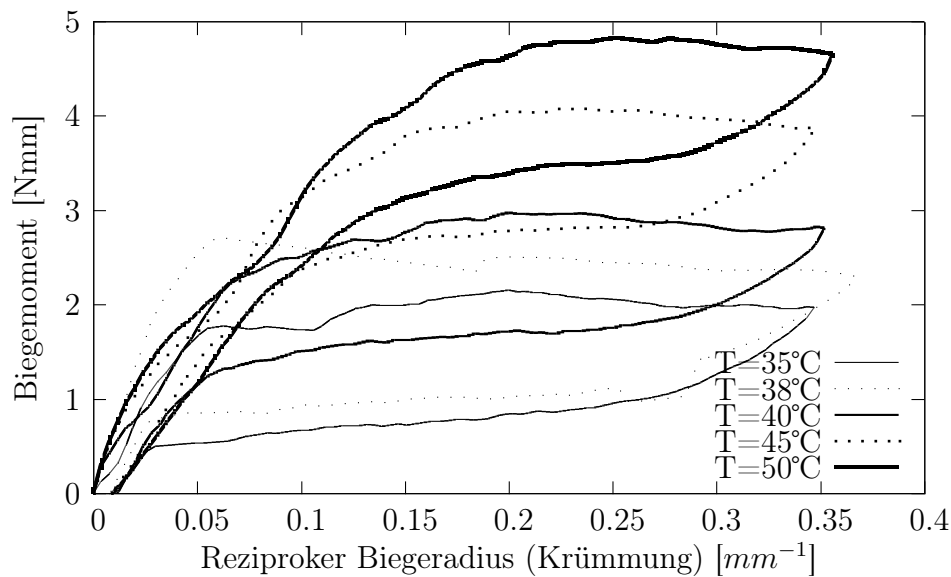


Abbildung 6.1: *Spannungs-Dehnungs-Hysterese bei steigender Proben-temperatur, $A_F=23^\circ\text{C}$*

Austenit beginnt, so bestätigt auch dies aufgrund der zu σ_4 nahezu identischen Rate der Temperaturentwicklung das oben beschriebene Gesamtverhalten des pseudoelastischen Teils für steigendes T .

6.3 Elastische Parameter E_1 , E_4 , σ_1 und σ_4 bei steigendem T_0

Da die Wertebereiche der austenitischen E-Moduli E_1 in stark unterschiedlicher Weise von der Proben-temperatur und von ihrer Gleichgewichtstemperatur abhängen (vgl. Tab. 5.2 und 5.6), ist naturgemäß ein direkter Vergleich wenig sinnvoll. Betrachtet man allerdings die Verhältnisse z.B. von E_1 und E_4 bei variablem T_0 zueinander, so wird deutlich, dass auch in diesem Fall die E_4 , wenn auch in ähnlicher Größenordnung, als dennoch unterhalb der E_1 liegen und die Rate ihrer Änderung mit steigender Gleichgewichts-Temperatur T_0 nahezu identisch zu jener der E_1 ist. Analog zum Fall für festes T_0 und variables T hat dies zur Folge, dass sich die gegenseitige Lage des austenitischen Be- und Entlastungszweiges bei steigender Temperatur nicht wesentlich ändert. Die Werte der elastischen Dehnung waren für verschiedene A_F im Fehlerrahmen zwar vergleichbar mit denjenigen für festes A_F bzw. T_0 , allerdings konnte keine signifikant eindeutige Tendenz für deren Rate ermittelt werden, obgleich aus Symmetriegründen eine $1/T_0$ -Abnahme zu erwarten wäre. Bei Betrachtung der Entwicklung der kritischen Spannungen σ_1 und σ_1 in Tab. 5.5 fällt zunächst auf, dass die

Temperaturentwicklung in beiden Fällen im Fehlerrahmen nahezu identisch ist. Dies wäre natürlich zunächst mit einer für steigendes T_0 zunehmenden Hysteresebreite nicht vereinbar. Betrachtet man allerdings desweiteren die mit T_0 stärker als σ_1 abnehmende Spannung σ_{S_3} vor dem Hintergrund der Entwicklung von E_1 und E_4 , so wird deutlich, dass hieraus die erwartete Zunahme der Hysteresebreite im Fehlerrahmen für wachsendes T_0 resultiert.

6.4 Pseudoelastische Parameter E_2 und E_5 bei steigendem T_0

Ebenso wie im Fall für veränderliches T unterscheiden sich die E-Moduli E_2 und E_5 des Be- und Entlastungsplateaus in ihren Wertebereichen deutlich, allerdings sind auch hier die Raten ihrer Abnahme für steigendes T_0 im Fehlerrahmen nahezu identisch. Auch hier hat dies, symmetrisch zum Fall für variables T , zur Folge, dass sich einzig die Breite der Hysterese für steigendes T_0 erhöht, sich ihre prinzipielle Form, d.h. die gegenseitige Lage der Be- und Entlastungsäste im Wesentlichen nicht ändert. Unter Berücksichtigung einer sinkenden elastischen Dehnung hat dies für die gesamte Spannungshysterese bei fallendem T_0 eine Verbreiterung der Hysterese unter Verschiebung nach links unten im σ/ϵ -Diagramm zur Folge. Mit Betrachtung der linearen Abhängigkeit des E-Moduls E_1 von Proben- und

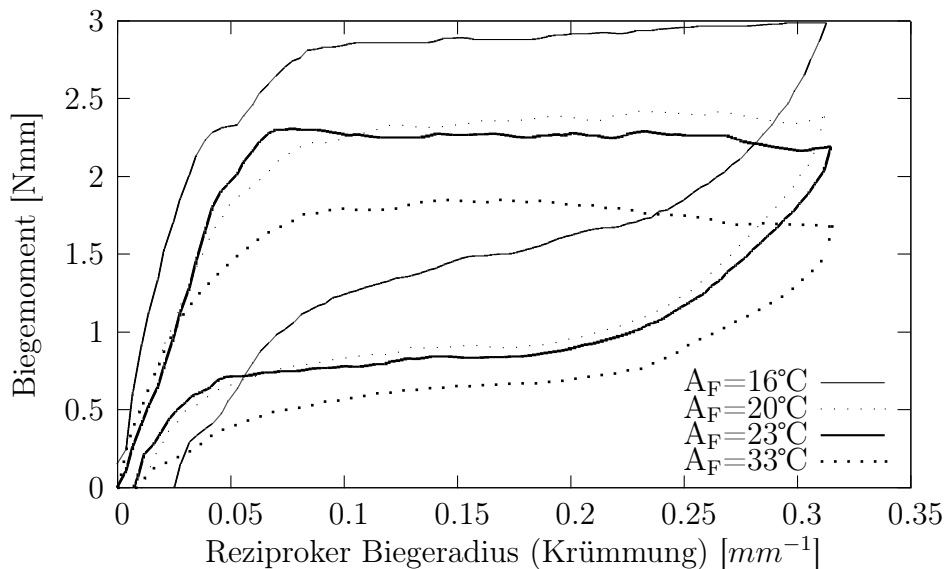


Abbildung 6.2: *Spannungs-Dehnungshysterese bei steigender A_F -Temperatur, $T=37^\circ\text{C}$*

Martensit-Start- (bzw. Gleichgewichtstemperatur, s. Gl. 2.11) wird darüberhinaus deutlich, dass die Nullstelle der linearen Anpassung des E_1/T_0 -Diagramms (s. Abb. 5.14) im Fehler-

rahmen gut mit dem „Weichwerden“ von E_1 für eine Probentemperatur in der Nähe der von M_S (bzw. T_1), also hier bei ca. 304°K, korrespondiert.

6.5 Vergleiche mit Ergebnissen aus der Literatur

6.5.1 Vergleich zum Zugversuch

Da Ergebnisse zwischen dem klassischen Zugversuch und jenen aus reinen Biegungen bezüglich ihrer Materialparameter aufgrund inhomogener Martensitbildung beim Zugversuch stark differieren können, lassen sich diese entsprechend schwierig vergleichen. Wick et al. (1995) stellen Spannungs-Dehnungs-Diagramme aus Zugversuch, Dreipunkt-, Vierpunkt- und Reiner Biegung gegenüber. Hierbei werden große Unterschiede für σ_1 zwischen Zugver-

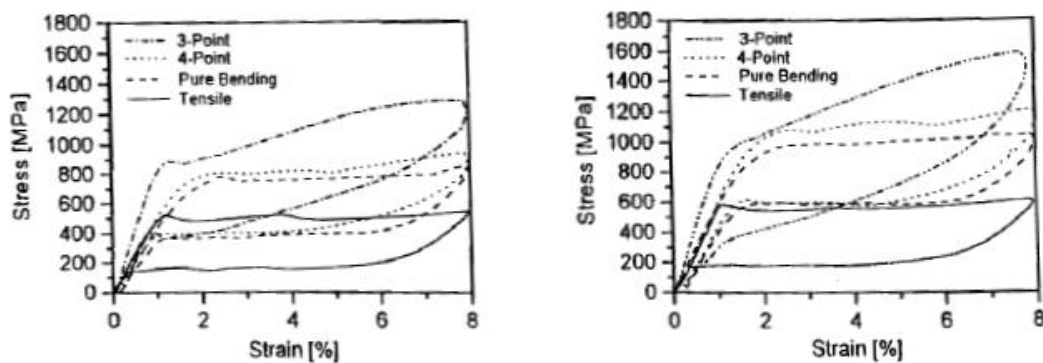
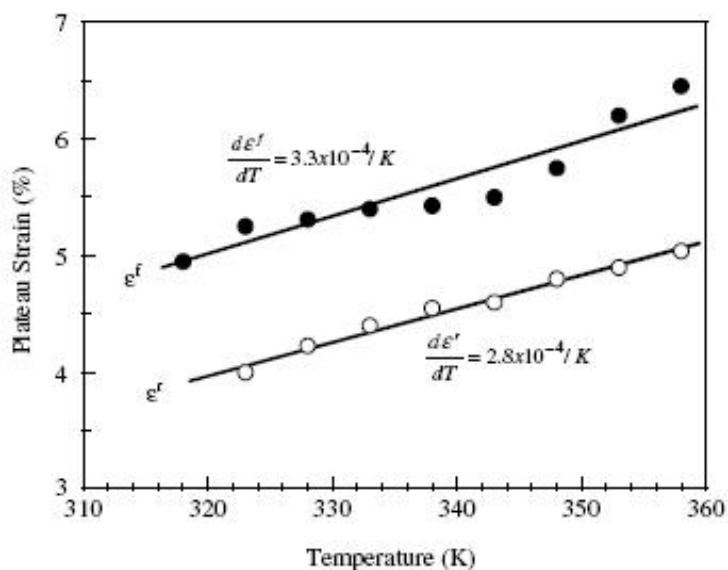


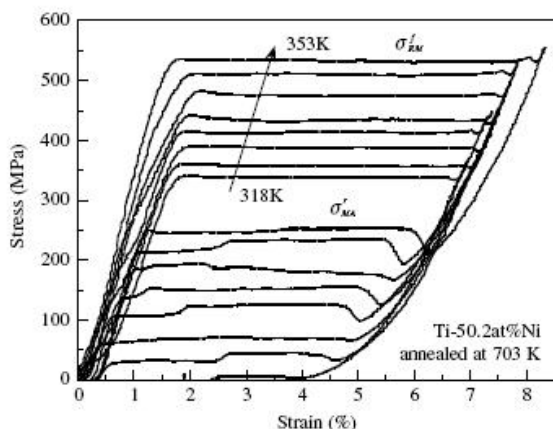
Abbildung 6.3: Vergleich von Zugversuch, Dreipunkt-, Vierpunkt- und Reiner Biegung, (Wick et al., 1995, S. C8-792, Abb. 4)

such und reiner Biegung beschrieben, die möglicherweise aus inhomogenen Transformationen in der Umgebung der Einspannstellen resultieren. Klamp et al. (1996) beschreibt eine Temperaturabhängigkeit von E_1 und E_2 , welche von der in dieser Arbeit ermittelten stark abweicht. So ergeben sich aus (Klamp et al., 1996, S. 597, Tab. 2) Zunahmeraten von 0,44 $GPa/^\circ K$ für E_1 und 104 $MPa/^\circ K$ für E_2 , wobei in Relation zu Tab. 5.2 erstere sehr viel kleiner und zweitere sehr viel größer ist. Ein Vergleich mit (Uebel, 2002, S. 88, Abb. 46) scheint zumindest qualitativ die Temperaturentwicklung von der elastischen Dehnung ϵ zu bestätigen, obwohl die Breite der Spannungs-Dehnungs-Hysterese nicht im Einklang mit denjenigen in dieser Arbeit steht, allerdings untersucht Uebel (2002) das Verhalten von $Cu_{82}Al_{14}Ni_4$ -Legierungen, welche im martensitischen Übergang nicht von einem kubisch-raumzentrierten B2- in ein monoklines B19'-Gitter, sondern in eine R18-Struktur transformieren, wobei sich diese Transformation durch eine schmale Hysterese auszeichnet. Liu und Yang (2007) bestätigt ebenfalls nahezu exakt, wenn auch aus einem Zugversuch ermittelt, die Raten der

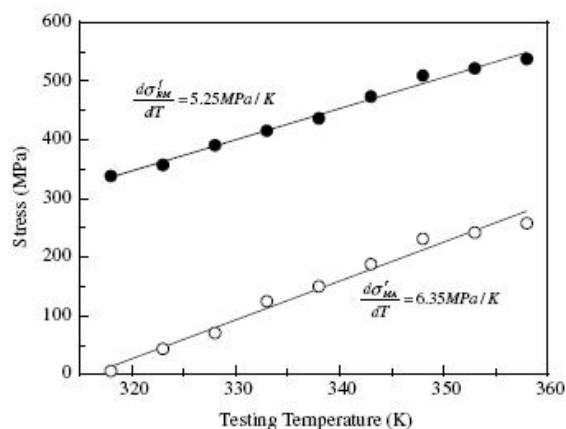


Temperaturabhängigkeit
der elastischen Dehnung,
(Liu und Yang, 2007, S.
S25, Abb. 5)

Temperaturabhängigkeit für σ_1 und σ_{S_3} sowie die Temperaturabhängigkeit der elastischen Dehnung ϵ :



(a) Entwicklung der kritischen Spannungen $\sigma_{AM} = \sigma_1$ und $\sigma_{MA} = \sigma_{S_3}$ mit der Probentemperatur T



(b) Lineare Anpassung der Abhängigkeit der kritischen Spannungen $\sigma_{AM} = \sigma_1$ und $\sigma_{MA} = \sigma_{S_3}$ von der Probentemperatur T

Abbildung 6.4: Temperaturabhängigkeit von σ_1 und σ_{S_3} , Liu und Yang (2007), vgl. Abb. 5.10 und 5.11

6.5.2 Vergleich zu Biegeversuch

Da die mechanischen Materialparameter der FGL überwiegend in Zugversuchen ermittelt werden und darüberhinaus die dokumentierten Experimentdaten aus Versuchen reiner Biegung auf relativ großen Biegeradien und folglich kleinen Dehnungen basieren, lassen sich diesbezüglich Vergleiche zur Literatur nur bedingt herleiten. Betrachtet man z.B. die Ex-

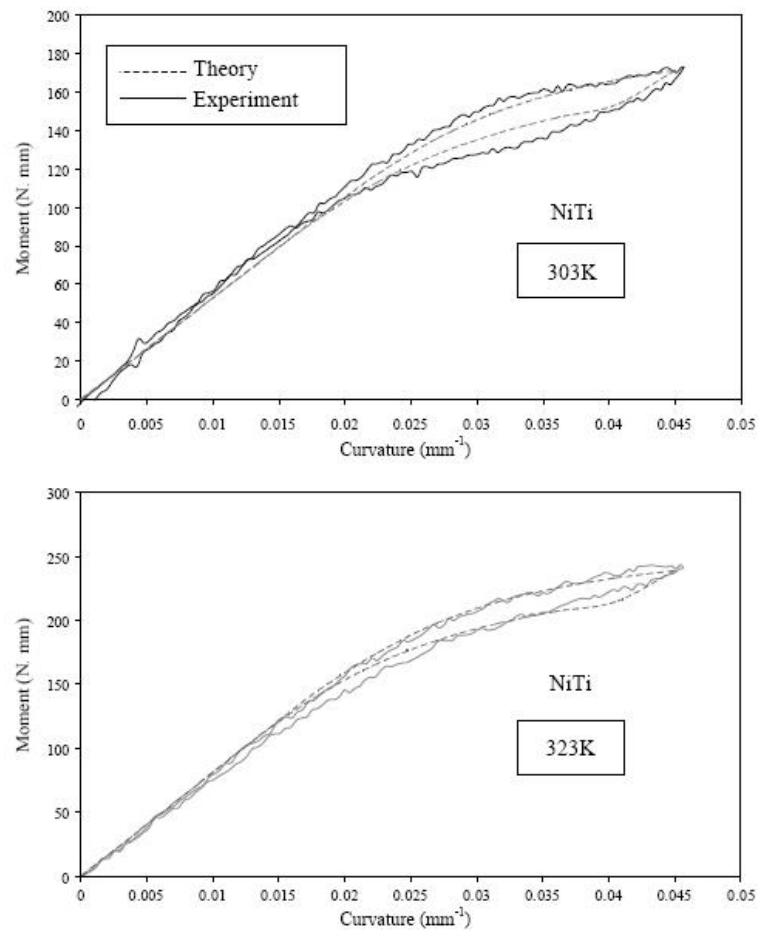


Abbildung 6.5: Experimentdaten für polykristallines Ni-Ti aus reiner Biegung, (Rejzner et al., 2002, S. 677, Abb. 6)

perimentdaten in Rejzner et al. (2002), so fällt auf, dass die kritischen Spannungen σ_1 in Abb. 6.5, verglichen mit Tab. 5.3, weitaus höher angesiedelt sind (919 MPa bei 303°K, 1521 MPa bei 323°K, ermittelt aus Gl. 2.5). Die Temperaturabhängigkeit von σ_1 mit $\approx 5 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$ korrespondiert innerhalb der Fehlergrenzen gut mit dem entsprechenden Wert in Tab. 5.3, obgleich der Artikel zu dem Ergebnis kommt, dass sich die Raten $\partial\sigma_1/\partial T$ und $\partial\sigma_{S_3}/\partial T$ in ihren absoluten Werten nicht signifikant unterscheiden. Dies allerdings ist mit einer sich für steigendes T verschmälernden Spannungs-Hysterese nur schwer vereinbar. Die Diskrepanzen zu den Ergebnissen dieser Arbeit könnten allerdings zum einen mit einer fehlenden Information bezüglich der T_0 - bzw. A_F -Temperatur und zum zweiten mit dem in Kafka und Vokoun (2000) erläuterten Einfluss des Probenquerschnittes auf die sich ergebenden Materialparameter erklärt werden. (Raniecki und Lexcelent, 1998, S. 201, Gl. 64) kommen als Ergebnis eines theoretischen Modells zu unterschiedlichen Raten für σ_1 und σ_{S_3}

($\partial\sigma_1/\partial T = 8,125 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$, $\partial\sigma_{S_3}/\partial T = 11,45 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$). Diese korrespondieren sowohl in ihrer absoluten Größe als auch hinsichtlich des Verhältnisses $\partial\sigma_{S_3}/\partial T / \partial\sigma_1/\partial T > 1$ mit den Ergebnissen in Tab. 5.3. (Raniecki et al., 2001, S. 1362, Abb. 6) bestätigt ebenfalls theoretisch die Temperaturentwicklung der elastischen Dehnung ϵ . (Bourauel et al., 1993, S. 48, Tab. 1) bestätigt den Wertebereich der E-Moduli aus Tab. 5.2, insbesondere das Verhältnis E_5/E_2 . Allerdings korrespondiert der Wert aus Bourauel et al. (1993) innerhalb der Fehlergrenze nicht mehr mit jenem in Tab. 5.2. Ursächlich hierfür könnte eine größere Differenz zwischen T und T_0 als im Fall der vorliegenden Arbeit sein. Die T_0 - und/oder A_F -Temperatur wird in Bourauel et al. (1993), möglicherweise da es sich um ein kommerzielles Produkt handelt, nicht genannt. (Berg, 1995a, S. 462, Abb. 5) gibt für die Probe mit der Nummer # 41236 mit $A_S=0^\circ\text{C}$ nahezu identische Werte für E_1 und E_2 im Vergleich zu den entsprechenden Werten der Probe mit $A_F = 16^\circ\text{C}$ bei $T = 30^\circ\text{C}$ an, allerdings liegt der angegebene Werte für σ_1 mit $850 \pm 50 \text{ MPa}$ deutlich oberhalb des in dieser Arbeit ermittelten Wertes für $T=30^\circ\text{C}$ von 277 MPa . Ursache hierfür könnten der größere Abstand z der äußeren Probenfaser und/oder kleinere Gleichgewichtstemperaturen bei der hier untersuchten Probe mit $A_F=16^\circ\text{C}$ sein.

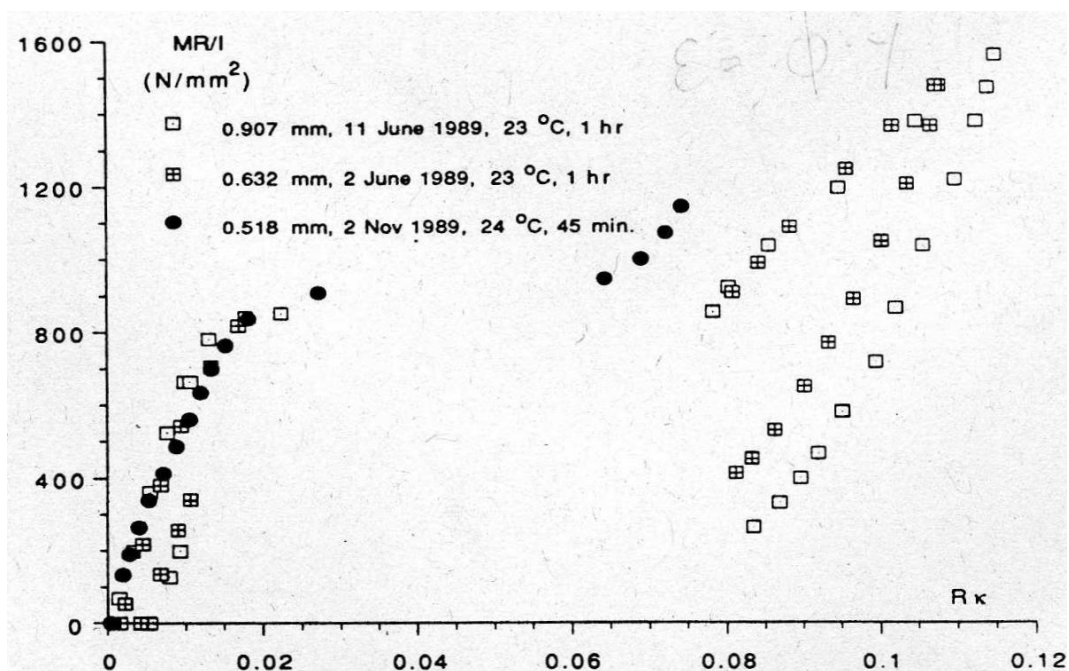


Abbildung 6.6: Spannungs-Dehnungsdiagramme für Runddrähte verschiedenen Durchmessers, (Berg, 1995a, S. 462, Abb. 5)

6.6 Mögliche Ursachen des Größenunterschiedes von E_2 und E_5

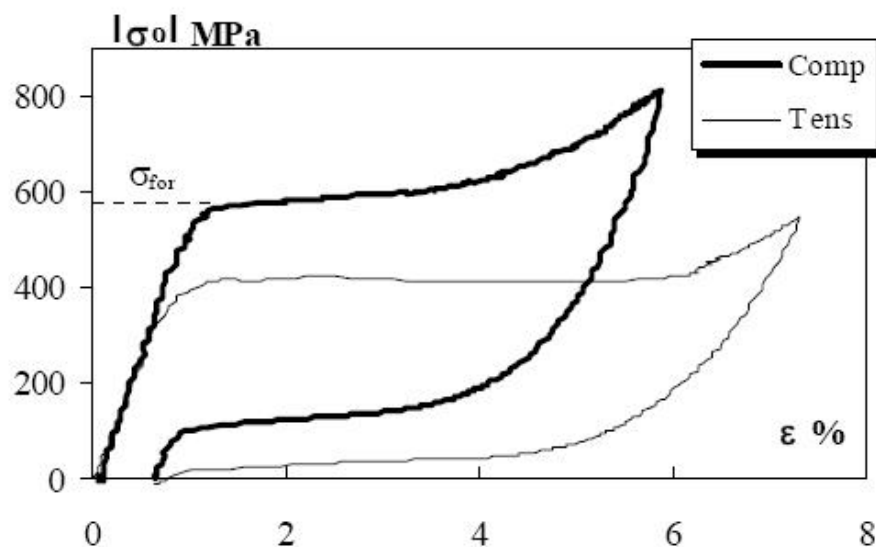


Abbildung 6.7: *Asymmetrie in Zug- und Druckbelastung von $Ni_{50}Ti_{50}$ aus Zugversuchen, $A_F=56^\circ C$, (Orgéas und Favier, 1995b, S. 608, Abb. 5)*

Der signifikante Größenunterschied in den E-Moduli des Be- und Entlastungsplateaus könnte durch die Asymmetrie zwischen Zug- und Druckverhalten für polykristallines NiTi erklärt werden. Abb. 6.7 zeigt Messdaten aus Zug- und Druckversuchen an NiTi-Proben. In diesen unterscheiden sich die E-Moduli der Entlastungsäste zwischen Zug- und Druckbelastung näherungsweise um einen Faktor Zwei. Rejzner et al. (2002) führen als Konsequenz aus, dass die neutrale Faser in einer Probe pseudoelastischen Materials (Höhe $h = 2\text{ mm}$, Breite $b = 12\text{ mm}$) schon für Krümmungen ab etwa $0,06\text{ mm}^{-1}$ um ca. $0,5\text{ mm}$ in Richtung der Zugregion wandert.

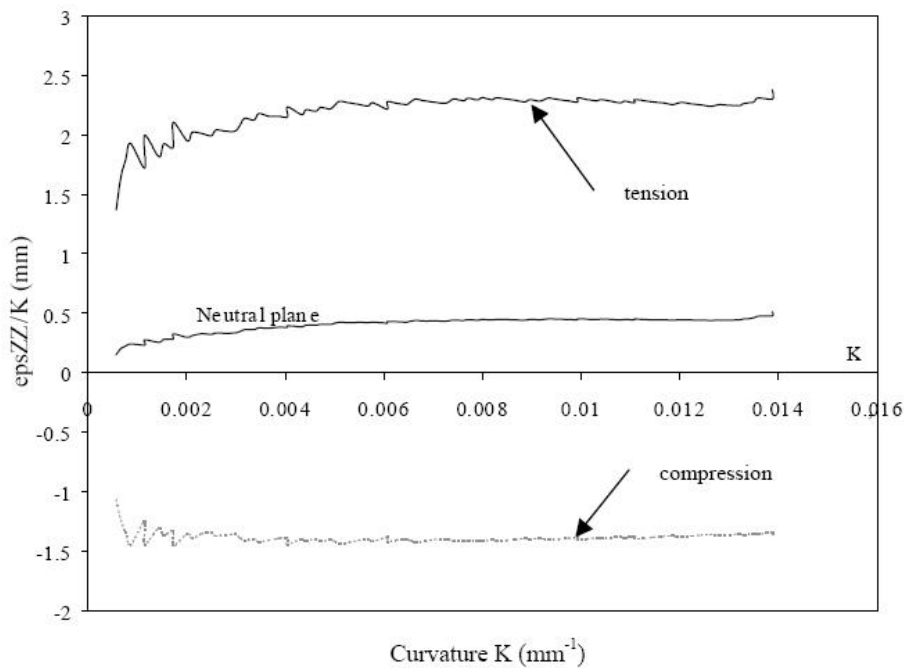


Abbildung 6.8: Wandern der neutralen Faser in Abhängigkeit der Krümmung einer Cu-Zn-Al-Probe, (Rejzner et al., 2002, S. 680, Abb. 9)

Wird zumindest die Größenordnung dieser Verschiebung auf die in der vorliegenden Arbeit untersuchten Proben (Höhe $h = 0,41$ mm) transferiert, so wird deutlich, daß sich am Ende der Belastungsphase ein sehr viel größerer Volumenanteil des Materials in einer Druckregion als in einer Zugregion befinden muß. Hieraus folgt, dass der E-Modul des Entlastungsastes vom E-Modul E_5 der Druckregion gegenüber dem entsprechenden E-Modul E_5 der Zugregion dominiert wird. Da der Faktor Zwei im Verhältnis der Entlastungs-E-Moduli in Abb. 6.7 aus Zugversuchen resultiert, wären weitergehende Untersuchungen zur Zug-Druck-Asymmetrie notwendig, um den ungefähren Faktor 4-7 dieses Verhältnisses aus den Ergebnissen in Tab. 5.2 und 5.5 zu verifizieren. Eine signifikante Abhängigkeit dieses Quotienten E_5/E_2 , sowohl von einer veränderlichen Probestemperatur als auch einer veränderlichen Gleichgewichtstemperatur, konnte auf Basis der Messdaten dieser Arbeit nicht nachgewiesen werden. Dies könnte darauf hin deuten, dass eine solche Zug-Druck-Asymmetrie weitestgehend temperaturunabhängig ist. Eine mögliche Ursache der Zug-Druck-Asymmetrie könnte im Ungleichgewicht der maximalen reversiblen Kompressionen gegenüber den maximalen reversiblen Dehnungen liegen (s. Kap. 2.1.1). Kafka (1994a) führt die martensitische Umwandlung auf verschiedene Änderungen der atomaren Abstände unter veränderlicher Temperatur aus. Konkret benennt er verschiedene thermische Ausdehnungskoeffizienten der Subsysteme aus

Ni-Ni, Ti-Ti und Ni-Ti, welche teils zu elastischem und teils zu inelastischem Verhalten bezüglich des Abbaus äußerer mechanischer Spannungen führen. Ein Zusammenhang der Zug-Druck-Asymmetrie zur Temperaturabhängigkeit der interatomaren Bindungsenergien könnte Gegenstand künftiger Studien sein.

6.7 Einfluss des Probenquerschnittes

Um etwaige Konsequenzen aus der Asymmetrie des Zug-Druck-Verhaltens qualitativ zu analysieren, wurden Biegemoment-Biegewinkel-Diagramme verschiedener Probenquerschnitte eines kommerziellen Materials aufgenommen und deren kritische Spannungen σ_1 und σ_{S_3} miteinander verglichen. Da seitens des Herstellers keine Informationen zur Austenit-Finish-Temperatur vorlagen, wurde lediglich angenommen, dass diese für alle analysierten verschiedenen Probenquerschnitte eines Materials identisch war. Die Probentemperatur betrug in allen Fällen 37°C, die Probenquerschnitte „16x16“ waren quadratisch mit der Kantenlänge 0,41 mm und die Probenquerschnitte „16“ waren rund mit Durchmesser 0,41 mm. Tabelle 6.1 listet die Mittelwerte und Standardabweichung der kritischen Spannungen von zwei Produkten auf:

Produkt	σ_1	σ_{S_3}
Dentaurum Tensic 16x16	380±26 MPa	87±26 MPa
Dentaurum Tensic 16	589±23 MPa	206±37 MPa
GAC Sentalloy 16x16	405±90 MPa	178±83 MPa
GAC Sentalloy 16	582±66 MPa	120±28 MPa

Tabelle 6.1: Kritische Spannungen σ_1 und σ_{S_3} für verschiedene Probenquerschnitte

Die Spannungen der runden Querschnitte für die Proben Tensic lagen jeweils deutlich oberhalb der entsprechenden Spannungen der quadratischen Querschnitte, für die Proben GAC gilt dies lediglich für σ_1 , wobei diese Tendenz im Fehlerrahmen auch hier von σ_{S_3} gestützt wird. Eine Erklärung für dieses Verhalten könnte hier ebenfalls das Wandern der neutralen Faser in Richtung der Zugregion der Probe sein (s. Abb. 6.8). Beim Wandern der neutralen Faser aus dem Symmetriezentrum der Probe (hier: dem Kreismittelpunkt und dem Diagonalschnittpunkt) um die gleiche Strecke befindet sich im Fall des runden Querschnitts relativ zum Gesamtvolumen der Probe ein größerer Teil des Probenvolumens in der Druckregion als im Fall des quadratischen Querschnitts. Beispielsweise beträgt der Quotient der Volumina in der Druckregion gegenüber dem Volumen in der Zugregion bei einem Wandern der neutralen Faser um 0,1 mm bei den in Tab. 6.1 genannten Proben für den kreisförmig-

gen Querschnitt 4:1, während sich dieser für den quadratischen Querschnitt lediglich zu 3:1 ergibt. Rahman et al. (2008) ermittelt numerisch kritische Spannungen σ_1 für verschiedene Probenquerschnitte (rechteckig, quadratisch mit gleicher Querschnittsfläche, quadratisch mit gleichem E-Modul), welche im Fehlerrahmen für die Verhältnisse von $\sigma_{16}/\sigma_{16 \times 16}$ aus Tabelle 6.1 gut mit den Überlegungen der Verhältnisse von Druck- und Zuganteil korrespondieren. Somit würde die Spannungs-Dehnungs-Hysterese von den höheren kritischen Spannungen der Druckregion gegenüber der Zugregion dominiert.

Kapitel 7 - Zusammenfassung und Ausblick

Als wesentliche Konsequenz im Vergleich der Tabellen 5.3 und 5.6 fallen die unterschiedlichen Raten der Temperaturentwicklung für die kritische Spannung σ_1 auf. Diese unterscheiden sich zwischen variablem T und variablem T_0 (bzw. Austenit-Finish-Temperatur A_F) nahezu um einen Faktor Zwei. Dies hat zur Folge, dass die Einstellung einer konkreten Plateau-Spannung für eine feste Materialzusammensetzung nicht äquivalent über die Änderung der Proben temperatur oder die Änderung der A_F -Temperatur vorgenommen werden kann. Nimmt man also beispielsweise den Faktor aus der Clausius-Clapeyronschen Gleichung $\Delta H \cdot \rho / \epsilon \cdot T_0$, hier ca. $2,4 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$ für $\epsilon = 0,075$ und $T_0 = 280^\circ\text{K}$, und würde bezüglich der Einstellung von σ_1 eine Änderung von A_F um 1°K als äquivalent zur Änderung der Proben temperatur in gleicher Größe ansehen, würde dies statt in der angestrebten Erhöhung von σ_1 um $2,4 \text{ MPa}$ lediglich in einer Erhöhung von ca. $1,2 \text{ MPa}$ resultieren. Basierend auf den Experimentdaten würde die Annahme einer näherungsweisen Äquivalenz der Änderung von T und T_0 für die kritische Spannung σ_{S_3} zu Beginn des Entlastungsplateaus eine noch höhere Diskrepanz zwischen dem angestrebten und dem tatsächlich angestrebten Wert zur Folge haben: Statt einer Senkung der Spannung um $19,5 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$ erhält man lediglich in diesem Fall eine Abnahme um lediglich $6,5 \text{ MPa}/^\circ\text{K}$. Als weitere Konsequenz fällt im Fall für steigendes T die Erweiterung des elastischen bzw. pseudoelastischen Bereiches auf, innerhalb dessen die Probe als Summe dieser Bereiche ohne plastische Verformung gedehnt werden kann. Diese Erweiterung des Bereiches kann insgesamt im Bereich einiger Prozente liegen. Für die E-Moduli der Be- und Entlastungsbranche hingegen sind, nach Lage der Experiment-Daten, die Änderungen von T und T_0 nahezu äquivalent. Weiterhin bemerkenswert ist die große Differenz des Wertebereiches für die pseudoelastischen E-Moduli E_2 und E_5 . Während sich die Werte für E_2 im Bereich einiger Hundert MPa bewegen, unterscheidet sich E_5 von diesen um nahezu eine Größenordnung. Dies ist insbesondere für technische Anwendungen von Interesse, die aufgrund des Bestrebens nach geringen Kraft- und Drehmomententwicklungen das Entlastungsplateau als Arbeitsbereich einer Anwendung nutzen wollen und aufgrund der näherungsweisen Gleichsetzung der E-Moduli von Be- und Entlastungsplateau (s. Kap. 5.2.1) E_2 als Größenordnung von E_5 ansehen. So machen sich z.B. kieferorthopädische Geräte den Effekt der großen Dehnung unter quasi-konstanter Spannung des Materials zunutze. Hier allerdings könnte ein näherungsweises Gleichsetzen von E_2 und E_5 kontraproduktiv sein, da die Biegemomententfaltung bei sinkendem Biegeradius aufgrund des größeren E_5 stärker als erwartet wäre. Ursächlich für die großen Unterschiede zwischen den E-Moduli E_2 und E_5 könnte, trotz Verwendung dünnwandiger NiTi-Röhrchen in der vorliegenden Arbeit, das Wandern der neutralen Faser in einem größeren als angenommenen Umfang sein. Ziel künftiger Studien könnte daher sein, das Wandern der neutralen Faser in Abhängigkeit der

Dehnung und der thermischen Vorbehandlung weiter zu untersuchen. Als Konsequenz könnten Produkte auf Basis von Formgedächtnis-Werkstoffen, deren wesentlicher Einsatzzweck die Biegung ist, je nach Anforderung speziell auf die Nutzung des Entlastungsplateaus in Zug- oder in Druckbelastung entwickelt werden. Da beispielsweise für kieferorthopädische Drähte das Hauptaugenmerk auf kleinen Kraft- und Drehmomententwicklungen liegt (also die Zugregion bevorzugt wird), könnte ein entsprechender Drahtquerschnitt diese Materialeigenschaft effizienter nutzen. Etwa könnte ein T-förmiger Drahtquerschnitt bei reiner Biegung und außenliegendem horizontalen Teil des T's den relativen Volumenanteil der Probe unter Zugbelastung (und damit kleinerem E-Modul E_5) maximieren.

Anhang A - Anhang

A.1 Analyse der Elastizitäts-Parameter

In allen Phasen der Probenentlastung (Entlastung des vollständig martensitischen Teils, Entlastungsplateau, Entlastung des vollständig austenitisch umgewandelten Teils) ist zu unterscheiden, ob fallende Spannungen sich jeweils in Richtung der neutralen Faser bewegen oder sich von ihr entfernen. Hierzu werden die partiellen Ableitungen der z-Koordinaten der betreffenden Fasern nach der Krümmung $1/R_\alpha$ betrachtet, in welchen gerade die jeweilige Spannung vorliegt (z_{S_2} , $z_{S_3}^{nk}$ und z_{S_4} , s. (Plietsch et al., 1994a, A7, A18 u. A32)). Für die z-Koordinate des Schnittpunktes des Entlastungsastes im Spannungs-Dehnungs-Diagramm mit dem austenitischen Entlastungsteil ergibt sich beispielsweise:

$$z_{S_2}(\alpha) = \frac{R_{min} \cdot \epsilon_1}{1 - \frac{R_{min}}{R_\alpha} \cdot \frac{E_1 - E_4}{E_1 - E_2}} \quad (\text{A.1})$$

Die partielle Ableitung von A.1 nach der Krümmung $1/R_\alpha$ ergibt sich zu

$$\frac{\partial z_{S_2}(\alpha)}{\partial \frac{1}{R_\alpha}} = \frac{R_{min}^2 \cdot \epsilon_1}{\left(1 - \frac{R_{min}}{R_\alpha}\right)^2 \cdot \frac{E_1 - E_4}{E_1 - E_2}} \quad (\text{A.2})$$

Somit definiert A.2 den Dehnungsverlauf für M2 innerhalb der Probe bei fallender Krümmung ($1/R_\alpha \rightarrow 0$): Für

$$\frac{\partial z_{S_2}(\alpha)}{\partial \frac{1}{R_\alpha}} > 0 \quad (\text{A.3})$$

sinken die Dehnungen der Randfasern schneller als die Dehnungen der Fasern in der Nähe des elastischen Kerns ($\epsilon \leq \epsilon_1$, vgl. (Atanacković und Achenbach, 1989, S. 77, Abb. 5)). Entsprechend durchläuft bei fallender Krümmung für

$$\frac{\partial z_{S_2}(\alpha)}{\partial \frac{1}{R_\alpha}} < 0 \quad (\text{A.4})$$

die sinkende Dehnung die Probe vom elastischen Kerns in Richtung der Probenhülle, die Dehnung fällt nahe der neutralen Faser stärker als in den Randschichten der Probe. Mit der Annahme $\epsilon_1 > 0$ und $E_1 > E_2$ hängt allerdings das Vorzeichen von A.2 lediglich von der Differenz $E_1 - E_4$ ab: Für $E_1 > E_4$ verhält sich die Probe gemäß A.3, für $E_1 < E_4$ wie unter A.4.

Für die partielle Ableitung von $z_{S_3}^{nk}$ wird hier nur der sich ergebende Zähler angegeben, da lediglich das Vorzeichen von Interesse und das Quadrat des Nenners positiv ist:

$$\frac{\partial z_{S_3}^{nk}(\alpha)}{\partial \frac{1}{R_\alpha}} = - \frac{(R_{min}\epsilon_1(E_1 - E_2) + R_{min}\epsilon_4(E_5 - E_4)) \cdot \frac{R_{min}}{E_5 - E_{nk}}}{N^2} \quad (\text{A.5})$$

Da $R_{min} > 0$ und $(E_5 - E_{nk}) < 0$ ist, bleibt jeweils zu untersuchen, für welche Parameter $\epsilon_1, \epsilon_4, E_1, E_2, E_4$ und E_5

$$(\epsilon_1(E_1 - E_2) + \epsilon_4(E_5 - E_4)) \geq 0 \quad (\text{A.6})$$

ist. Analog ist für z_{S_4} zu untersuchen, für welches E_1 bis $E_5, \epsilon_1, \epsilon_2$ und ϵ_4 gilt :

$$(\epsilon_1(E_1 - E_2) + \epsilon_2(E_2 - E_3) + \epsilon_4(E_5 - E_4)) \geq 0. \quad (\text{A.7})$$

A.2 Adaption der Drehmomente

Die Drehmomente aus (Plietsch et al., 1994a, S. 5894, (5) bis (10)) wurden sowohl für den Belastungs- als auch für den Entlastungszweig hinsichtlich der entsprechenden Flächenträgheitsmomente an die verwendeten Probenquerschnitte angepasst. Hierbei muß bezüglich der Integrationsgrenzen der entsprechenden Integrale jeweils unterschieden werden, ob diese in der horizontalen oder in der vertikalen Rohrwandung liegen. Exemplarisch wird hier nur der Fall aus der Belastung des elastischen Kerns angegeben. Sei z_1 der Abstand der Grenze des elastischen Kerns der Probe von Ihrer neutralen Faser, h die Höhe und d die Dicke der Probe. Dann gilt für das Drehmoment M_1 , erzeugt durch den austenitischen Anteil der Probe, falls $z_1 < h/2 - d$ (z_1 liegt in der vertikalen Probenwandung):

$$M_1 = 4dE_1 \frac{z_1^3}{3R_\alpha} \quad (\text{A.8})$$

Falls z_1 innerhalb der horizontalen Probenwandung ($z_1 \in [h/2 - d, h/2]$), liegt, gilt:

$$M_1 = 2bE_1 \frac{z_1^3}{3R_\alpha} - 2(b - 2d)E_1 \frac{(h/2 - d)^3}{3R_\alpha} \quad (\text{A.9})$$

Literaturverzeichnis

- Anwander, Marcus, Zagar, Bernhard G., Weiss, Brigitte und Weiss, H.: Noncontacting strain measurements at high temperatures by the digital laser speckle technique. In: *Experimental Mechanics*, Band 40(1):S. 98–105, 2000. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF02327556>.
- ASTM: ASTM F2082-06: Standard Test Method for Determination of Transformation Temperature of Nickel-Titanium Shape Memory Alloys by Bend and Free Recovery. Book of Standards, Volume 13, 2006.
- Atanacković, Teodor und Achenbach, Manfred: Moment-curvature relations for a pseudoelastic beam. In: *Continuum Mechanics and Thermodynamics*, Band 1(1):S. 73–80, 1989. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF01125887>.
- Atkins, Peter William und De Paula, Julio: *Physikalische Chemie*. Wiley Verlag, Weinheim, vierte Auflage, 2006. ISBN 3-5273-1546-2.
- Auricchio, Ferdinando und Sacco, Elio: A Superelastic Shape-Memory-Alloy Beam Model. In: *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Band 8(6):S. 489–501, 1997. URL <http://dx.doi.org/10.1177/1045389X9700800602>.
- Berg, Brian Thomas: Bending of Superelastic Wires, Part 1: Experimental Aspects. In: *Journal of Applied Mechanics*, Band 62:S. 459–465, 1995a. URL <http://link.aip.org/link/?AMJ/62/459/1>.
- Berg, Brian Thomas: Bending of Superelastic Wires, Part 2: Application to Three-Point Bending. In: *Journal of Applied Mechanics*, Band 62(2):S. 466–470, 1995b. URL <http://link.aip.org/link/?AMJ/62/466/1>.
- Bourauel, Christoph, Drescher, Dieter und Nolte, Lutz-Peter: Computergestützte Entwicklung kieferorthopädischer Behandlungselemente aus NiTi-Memory-Legierungen am Beispiel einer pseudoelastischen Retraktionsfeder. In: *Journal of Orofacial Orthopedics*, Band 54(1):S. 45–65, 1993. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF02168019>.
- Brill, T. M., Mittelbach, S., Assmus, Wolf, Müllner, M. und Lüthi, Bruno: Elastic properties of NiTi. In: *Journal of Physics: Condensed Matter*, Band 3(48):S. 9621–9627, 1991. URL <http://dx.doi.org/10.1088/0953-8984/3/48/004>.
- Cheng, F. T., Shi, P. und Man, H. C.: Correlation of cavitation erosion resistance with indentation-derived properties for a NiTi alloy. In: *Scripta Materialia*, Band 45(9):S. 1083–1089, 2001. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6462\(01\)01143-5](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6462(01)01143-5).

- Drescher, Dieter, Bourauel, Christoph und Thier, Martin: Materialtechnische Besonderheiten orthodontischer Nickel-Titan-Drähte. In: *Journal of Orofacial Orthopedics*, Band 51(6):S. 320–326, 1990. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF02167540>.
- Eucken, Stephan und Duerig, Thomas W.: The Effects of Pseudoelastic Prestraining on the Tensile Behaviour and Two-Way Shape Memory Effect in aged NiTi. In: *Acta Metallurgica*, Band 37(8):S. 2245–2252, 1989. URL [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(89\)90151-X](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(89)90151-X).
- Ewert, Jörg Christian: Untersuchungen der Gefügeentwicklung an einachsdruckverformtem Nickel-Titan bei höheren Temperaturen. 1994. Institut für Metallphysik, Georg-August-Universität Göttingen.
- Falk, Fritz: Landau theory and martensitic phase transitions. In: *Journal de Physique*, Band 43(12):S. C4–3–C4–15, 1982. URL <http://dx.doi.org/10.1051/jphyscol:1982401>.
- Feng, C. und Kang, B.S.: Young's Modulus Measurement Using a Simplified Transparent Indenter Measurement Technique. In: *Experimental Mechanics*, Band 48(1):S. 9–15, 2008. URL <http://dx.doi.org/10.1007/s11340-007-9074-4>.
- Feng, P. und Sun, Qing-Ping: *In situ* profilometry for non-uniform strain field measurement of niti shape memory alloy microtubing under complex stress states. In: *Smart Materials and Structures*, Band 16(1):S. 179–186, 2007. URL <http://dx.doi.org/10.1088/0964-1726/16/1/S18>.
- Fischer-Brandies, Helge, Es-Souni, Mohammed, Kock, Norman, Raetzke, Klaus und Bock, Ole: Umwandlungsverhalten, chemische Zusammensetzung, Oberflächenbeschaffenheit und mechanische Biegeeigenschaften fünf ausgewählter NiTi-Bogenmaterialien der Dimension 0.016x0.022. In: *Journal of Orofacial Orthopedics*, Band 64(2):S. 88–99, 2003. URL <http://dx.doi.org/10.1007/s00056-003-0062-8>.
- Harms, Henning: *Mechanische Spannungen und Mikrostruktur dünner TiNi- und Ti₅₀Ni_{50-x}Cu_x-Formgedächtnisschichten*. Dissertation, Georg-August-Universität Göttingen, Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät, 2003. URL http://deposit.ddb.de/cgi-bin/dokserv?idn=97189454x&dok_var=d1&dok_ext=pdf&filename=97189454x.pdf.
- Hönscheid, Ralf und Drescher, Dieter: Applicability of the 3-point-bending test (ISO 15841) for superelastic arch wires. Poster zur Jahrestagung EOS/DGKFO in Berlin, 2007.

- Hornbogen, Erhard: *Legierungen mit Formgedächtnis*. Nummer 388 in Rheinisch-Westfälische Akademie der Wissenschaften, Vorträge. Westdeutscher Verlag, Opladen, 1991. ISBN 3-531-08388-0. 372. Sitzung am 6. Februar in Düsseldorf.
- Hornbogen, Erhard und Thumann, Manfred: *Die martensitische Phasenumwandlung und deren werkstofftechnische Anwendungen*. Deutsche Gesellschaft für Metallkunde Informationsgesellschaft Verlag, Oberursel, 1986. ISBN 3-88355-096-5.
- ISO: ISO 15841: Dentistry. Wires for use in orthodontics. 2006.
- Jost, Norbert, Escher, Knut, Halter, Klaus und Hornbogen, Erhard: Modell eines Roboters aus Formgedächtnismetall. In: *Forschung im Ingenieurwesen*, Band 58(3):S. 46–49, 1992. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF02575326>.
- Kaack, Michael: *Elastische Eigenschaften von NiTi-Formgedächtnis-Legierungen*. Dissertation, Ruhr-Universität Bochum, Fakultät für Physik und Astronomie, 2002. URL http://deposit.ddb.de/cgi-bin/dokserv?idn=967316812&dok_var=d1&dok_ext=pdf&filename=967316812.pdf.
- Kafka, Vratislav: Shape Memory: A New Concept of Explanation and of Mathematical Modelling. Part I: Micromechanical Explanation of the Causality in the SM Process. In: *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Band 5(6):S. 809–814, 1994a. URL <http://dx.doi.org/10.1177/1045389X9400500612>.
- Kafka, Vratislav: Shape Memory: A New Concept of Explanation and of Mathematical Modelling. Part II: Mathematical Modelling of the SM effect and of Pseudoelasticity. In: *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Band 5(6):S. 815–824, 1994b. URL <http://dx.doi.org/10.1177/1045389X9400500613>.
- Kafka, Vratislav und Vokoun, David: Shape Memory Elements in Bending: Influence of the Shape of their Cross-Section. In: *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Band 11(12):S. 977–984, 2000. URL <http://dx.doi.org/10.1106/2X89-BXGE-877L-KHKV>.
- Klamp, M., Behrend, D., Rafoth, A., Schmid, W., Mrugowsky, H. und Schmitz, K.-P.: NiTi-Formgedächtnislegierungen für die Steuerung medizinischer Instrumente - Experimentelle Untersuchungen. In: *Biomedizinische Technik*, Band 41(s1):S. 596–597, 1996. URL <http://dx.doi.org/10.1515/bmte.1996.41.s1.596>.
- Krone, Lars: *Metal-Injection-Moulding (MIM) von NiTi Bauteilen mit Formgedächtniseigenschaften*. Dissertation, Ruhr-Universität Bochum, Fakultät für Maschinenbau, 2005.

URL: http://deposit.d-nb.de/cgi-bin/dokserv?idn=978118170&dok_var=d1&dok_ext=pdf&filename=978118170.pdf.

Kudoh, Yasuhiro, Tokonami, Masayasu, Miyazaki, S. und Otsuka, Kazuhiro: Crystal structure of the martensite in Ti-49.2 at.% Ni alloy analyzed by the single crystal X-ray diffraction method. In: *Acta Metallurgica*, Band 33(11):S. 2049–2056, 1985. URL [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(85\)90128-2](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(85)90128-2).

Lahoz, R., Gracia-Villa, Luis und Puértolas, José Antonio: Training of the Two-Way Shape Memory Effect by Bending in NiTi Alloys. In: *Journal of Engineering Materials and Technology*, Band 124:S. 397–401, 2002. URL <http://dx.doi.org/10.1115/1.1495001>.

Liu, Yinong, Liu, Yong und Van Humbeeck, Jan: Two-way shape memory effect developed by martensite deformation in NiTi. In: *Acta Materialia*, Band 47(1):S. 199–209, 1998. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00325-5](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00325-5).

Liu, Yinong und Yang, Hong: Strain dependence of the Clausius-Clapeyron relation for thermoelastic martensitic transformations in NiTi. In: *Smart Materials and Structures*, Band 16(1):S. S22–S27, 2007. URL <http://dx.doi.org/10.1088/0964-1726/16/1/S03>.

Liu, Yong und Kohl, Manfred: *Formgedächtnis - Mikroventile mit hoher Energiedichte*. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), Fakultät für Maschinenbau, 2003. URL: <http://bibliothek.fzk.de/zb/berichte/FZKA6934.pdf>.

Liu, Yong, Xie, Zeliang L., van Humbeeck, Jan und Delaey, Luc: Effect of texture orientation on the martensite deformation of NiTi shape memory alloy sheet. In: *Acta materialia*, Band 47(2):S. 645–660, 1999. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00376-0](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00376-0).

Macherauch, Eckard und Vöhringer, Otmar: Das Verhalten metallischer Werkstoffe unter mechanischer Beanspruchung. In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Band 9(11):S. 370–391, 1978. URL <http://dx.doi.org/10.1002/mawe.19780091105>.

McKelvey, Aindrea L. und Ritchie, Robert O.: On the temperature dependence of the superelastic strength and the prediction of the theoretical uniaxial transformation strain in Nitinol. In: *Philosophical Magazine A*, Band 80(3):S. 1759–1768, 2000. URL <http://dx.doi.org/10.1080/01418610008219082>.

McNaney, James M., Imbeni, Valentina, Jung, Youn Ho, Papadopoulos, Panayiotis und Ritchie, Robert O.: An experimental study of the superelastic effect in a shape-memory

- Nitinol alloy under biaxial loading. In: *Mechanics of Materials*, Band 35(10):S. 969–986, 2003. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S0167-6636\(02\)00310-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0167-6636(02)00310-1).
- Miyazaki, S., Nomura, K. und Ishida, A.: Shape Memory Effects Associated with the Martensitic and R-Phase Transformations in Sputter-Deposited Ti-Ni Thin Films. In: *Journal de Physique IV*, Band 5(C8):S. 677–682, 1995.
- Nolting, Wolfgang: *Statistische Physik*. Grundkurs Theoretische Physik. Springer Verlag, Berlin, 6. Auflage, 2007. ISBN 3-5406-8870-6.
- Olier, Patrick, Matheron, Ph. und Sicre, José Antonio: Experimental study of torsion behaviour of NiTi alloy. In: *Journal de Physique IV*, Band 115:S. 185–194, 2004. URL <http://dx.doi.org/10.1051/jp4:2004115023>.
- Oliver, Warren Carl und Pharr, George Mathews: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. In: *Journal of Materials Research*, Band 7(6):S. 1564–1583, 1992. URL <http://dx.doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>.
- Orgéas, Laurent und Favier, Denis: Application of the Beam Theory to Model the Pseudoelastic and Ferroelastic Bending of SMA Beams. In: *Journal de Physique IV*, Band 5(C2):S. 519–524, 1995a. URL <http://dx.doi.org/10.1051/jp4:1995280>.
- Orgéas, Laurent und Favier, Denis: Non-symmetric tension-compression behavior of Ni Ti alloy. Proceedings of the ICOMAT '95. In: *Journal de Physique IV*, Band 5(C8):S. 605–610, 1995b.
- Orgéas, Laurent und Favier, Denis: Stress-induced martensitic transformation of a NiTi alloy in isothermal shear, tension and compression. In: *Acta Materialia*, Band 46(15):S. 5579–5591, 1998. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00167-0](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00167-0).
- Plietsch, Reinhard, Bourauel, Christoph, Drescher, Dieter und Nellen, Bernd: Analytical description of the bending behaviour of NiTi shape-memory alloys. In: *Journal of Material Science*, Band 29(22):S. 5892–5902, 1994a. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF00366873>.
- Plietsch, Reinhard, Bourauel, Christoph, Drescher, Dieter und Nellen, Bernd: Ein rechnergesteuerter Biegemessplatz zur Bestimmung der Elastizitätsparameter hochflexibler orthodontischer Drähte. In: *Journal of Orofacial Orthopedics*, Band 55(2):S. 84–95, 1994b. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF02174361>.

- Plietsch, Reinhard und Ehrlich, Karl: Strength differential effect in pseudoelastic NiTi shape memory alloys. In: *Acta materialia*, Band 45(6):S. 2417–2424, 1997. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(96\)00354-0](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(96)00354-0).
- Predki, Wolfgang und Klönne, Martin: Superelastic NiTi-alloys under torsional loading. In: *Journal de Physique IV (Proceedings)*, Band 112(1):S. 807–810, 2003. URL <http://dx.doi.org/10.1051/jp4:20031004>.
- Rahman, Muhammad Ashiqur, Akanda, Sajedur Rahman und Hossain, Muhammad Anwar: Effect of Cross Section Geometry on the Response of an SMA Column. In: *Journal of Intelligent Materials Systems and Structures*, Band 19(2):S. 243–252, 2008. URL <http://dx.doi.org/10.1177/1045389X06075028>.
- Rajagopal, Kumbakonam Ramamani und Srinivasa, Arun R.: On the Bending of Shape Memory Wires. In: *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, Band 12(5):S. 319–330, 2005. URL <http://dx.doi.org/10.1080/15376490590953581>.
- Raniecki, Bogdan und Lexcellent, Christian: Thermodynamics of isotropic pseudoelasticity in shape memory alloys. In: *European Journal of Mechanics and Solids*, Band 17(2):S. 185–205, 1998. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S0997-7538\(98\)80082-X](http://dx.doi.org/10.1016/S0997-7538(98)80082-X).
- Raniecki, Bogdan, Rejzner, James und Lexcellent, Christian: Anatomization of hysteresis loops in pure bending of ideal pseudoelastic SMA beams. In: *International Journal of Mechanical Sciences*, Band 43(5):S. 1339–1368, 2001. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7403\(00\)00033-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7403(00)00033-3).
- Rejzner, James, Lexcellent, Christian und Raniecki, Bogdan: Pseudoelastic behaviour of shape memory alloy beams under pure bending: experiments and modelling. In: *International Journal of Mechanical Sciences*, Band 44:S. 665–686, 2002. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7403\(02\)00011-5](http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7403(02)00011-5).
- Roos, Eberhard und Maile, Karl: *Werkstoffkunde für Ingenieure*. Springer Verlag, Berlin, zweite Auflage, 2004. ISBN 978-3-540-22034-3. Kapitel 7: Nichteisenmetalle, URL <http://dx.doi.org/10.1007/b138047>.
- Salzbrenner, R. J. und Cohen, Morris: On the thermodynamics of thermoelastic martensitic transformations. In: *Acta Metallurgica*, Band 27(5):S. 739–748, 1979. URL [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(79\)90107-X](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(79)90107-X).
- Sawaguchi, Takahiro, Kausträter, Gregor, Yawny, Alejandro, Wagner, Martin und Egeler, Gunther: Crack initiation and propagation in 50.9 at. pct Ni-Ti pseudoelastic shape-memory wires in bending-rotation fatigue. In: *Metallurgical and Materials*

- Transactions A*, Band 34(12):S. 2847–2860, 2003. URL <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-003-0186-x>.
- Sernetz, Friedrich: Standardization of Orthodontic Products - Does it Make Sense? In: *Journal of Orofacial Orthopedics*, Band 66(4):S. 307–318, 2005. URL <http://dx.doi.org/10.1007/s00056-005-0503-7>.
- Siddons, Daniel J. und Moon, J.R.: Behaviour in torsion of superelastic NiTi. In: *Materials Science and Technology*, Band 18(6):S. 702–706, 2002. URL <http://dx.doi.org/10.1179/026708302225002164>.
- Sittner, Petr, Liu, Yinong und Novák, Václav: On the origin of Lüders-like deformation of Ni-Ti shape memory alloys. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Band 53(8):S. 1719–1746, 2005. URL <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmps.2005.03.005>.
- Skrobanek, Klaus Dietmar: *Entwicklung von Mikromembranaktoren mit NiTi-Formgedächtnislegierungen*. Dissertation, Universität Karlsruhe, Fakultät für Maschinenbau, 1998. URL <http://bibliothek.fzk.de/zb/berichte/FZKA6052.pdf>.
- Stöckel, Dieter: *Legierungen mit Formgedächtnis*, Band 259 von *Kontakt und Studium*. Expert Verlag, Ehningen, 1988. ISBN 3-8169-0323-1.
- Su, J. F., Huang, Wei Min und Hong, Ming Hui: Indentation and two-way shape memory in a NiTi polycrystalline shape-memory alloy. In: *Smart Materials and Structures*, Band 16(1):S. 137–144, 2007. URL <http://dx.doi.org/10.1088/0964-1726/16/1/S14>.
- Sun, Qinq-Ping und Li, Zhi-Qi: Phase transformation in superelastic NiTi polycrystalline micro-tubes under tension and torsion - from localization to homogeneous deformation. In: *International Journal of Solids and Structures*, Band 39(13):S. 3797–3809, 2002. URL [http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7683\(02\)00182-8](http://dx.doi.org/10.1016/S0020-7683(02)00182-8).
- Tan, Geraldine, Liu, Yinong, Sittner, Petr und Saunders, Martin: Lüders-like deformation associated with stress-induced martensitic transformation in NiTi. In: *Scripta Materialia*, Band 50(2):S. 193–198, 2004. URL <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2003.09.018>.
- Thier, Martin, Mick, A., Drescher, Dieter und Bourauel, Christoph: Deformation behaviour of NiTi shape memory alloys in bending. In: *Journal of Materials Science*, Band 26(23):S. 6473–6478, 1991. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF00551899>.
- Tonner, R. I. M. und Waters, N. E.: The characteristics of super-elastic Ni-Ti wires in three-point bending. Part I: The effect of temperature. In: *European Journal of Orthodontics*,

- Band 16:S. 409–419, 1994. URL <http://ejo.oxfordjournals.org/cgi/reprint/16/5/409>.
- Uebel, Andreas: *Untersuchung des thermischen und mechanischen Hystereseverhaltens von einkristallinen $Cu_{82}Al_{14}Ni_4$ -Formgedächtnislegierungen*. Dissertation, Technische Universität Berlin, Fakultät 3 - Prozesswissenschaften, 2002. URL http://edocs.tu-berlin.de/diss/2002/uebel_andreas.pdf.
- Veeramani, Ar., Buckner, Gregory D. und Owen, Stephen B.: Modeling the dynamic behavior of a shape memory alloy actuated catheter. In: *Smart Materials and Structures*, Band 17(1):S. 1–14, 2008. URL <http://dx.doi.org/10.1088/0964-1726/17/01/015037>.
- Wick, Andreas, Vöhringer, Otmar und Pelton, Alan R.: The Bending Behavior of NiTi. In: *Journal de Physique IV*, Band 5(C8):S. 789–794, 1995.
- Winzek, Bernhard: *Entwicklung, Herstellung und Charakterisierung von Mikroaktoren mit Formgedächtnisschichten auf der Basis von TiNi*. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), Fakultät für Maschinenbau, 2000. URL <http://digbib.ubka.uni-karlsruhe.de/eva/fzk/6467>.
- Wurzel, Dirk: *Mikrostruktur und funktionelle sowie mechanische Eigenschaften von NiTi-Formgedächtnislegierungen*. Nummer 626 in Reihe 5. VDI Verlag, Düsseldorf, 2004. ISBN 3-18-362605-5. Fortschritt-Berichte VDI.
- Zhang, Yijun, Cheng, Yang-Tse und Grummon, David S.: Indentation stress dependence of the temperature range of microscopic superelastic behaviour of nickel-titanium thin films. In: *Journal of Applied Physics*, Band 98(3):S. 033505–1–033505–4, 2005. URL <http://dx.doi.org/10.1063/1.1994934>.

Danksagung

Vorweg möchte ich Herrn Univ.-Prof. Dr. Dieter Drescher für die Anregung der vorliegenden Arbeit, die Unterstützung bei der Durchführung und für die wertvolle Hilfe in großen Teilen der Software-Implementation danken.

Herrn Prof. Dr. Karl Maier möchte ich für die Bereitschaft der Betreuung einer externen Promotion sowie zahlreiche wertvolle Tips bei der Anfertigung dieser Arbeit danken.

Großer Dank gilt desweiteren einigen Mitarbeitern mechanischer bzw. feinmechanischer Werkstätten, ohne deren stets sehr schnelle, qualitativ exzellente und unbürokratische Hilfe die vorliegende Arbeit nicht entstanden wäre. Namentlich sind dies die Herren Bernhard Kump und Bernd Münstermann der feinmechanischen Werkstätten der Universität Düsseldorf sowie Herr Michael Straussfeld der feinmechanischen Werkstatt der Stiftung caesar in Bonn.

Herr Rudolf Frei-Wendlandt von der Firma VascoTube überließ mir dankenswerterweise die DSC-Analyse und die Daten des Zugversuchs des untersuchten Materials und stand mir mehrfach mit praktischen Erfahrungen zur Seite.

Mein Dank gilt Herrn PD Dr. Michael Moske, ohne dessen Unterstützung der Meßaufbau dieser Arbeit nicht realisiert worden wäre.

Der unerschütterliche Glaube meiner Ehefrau an die Realisierung dieser Arbeit war für mich gleichermaßen verblüffend wie auch Ansporn.

Selbständigkeitserklärung

Hiermit versichere ich, die vorliegende Dissertation eigenständig und ausschließlich unter Verwendung der angegebenen Hilfsmittel angefertigt zu haben. Alle öffentlichen Quellen sind als solche kenntlich gemacht. Die vorliegende Arbeit ist in dieser oder anderer Form zuvor nicht als Prüfungsarbeit zur Begutachtung vorgelegt worden.