Charakterisierung von additiv gefertigten Formgedächtnisdraht/Polymer-Verbunden

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurswissenschaften

Dr.-Ing.

eingereicht an der

Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät

der Universität Augsburg

von

M. Sc. Philipp Lork (geb. Eyer)

Augsburg im Dezember 2024



Erstgutachter: Prof. Dr.-Ing. Kay André Weidenmann Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. Michael Kupke Tag der mündlichen Prüfung: 05.12. 2024

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Materials Resource Management (MRM) der Universität Augsburg.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Kay André Weidenmann für die umfangreiche Betreuung, die anregenden Diskussionen zu wissenschaftlichen Fragestellungen und die Übernahme des Erstgutachtens dieser Dissertation.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Michael Kupke danke ich für die Übernahme des Zweitgutachtens.

Weiterhin möchte ich mich bei Frau Dr.-Ing. Anna Trauth für ihre wertvolle Unterstützung bei fachlichen Fragestellungen während der Projektlaufzeit sowie beim Erstellen dieser Dissertation bedanken.

Darüber hinaus möchte ich mich bei meinem Projektpartner Herrn Jörg Dittus vom wbk-Institut für Produktionstechnik am Karlsruher Institut für Technologie für die Herstellung der Proben auf dem Arburg Freeformer sowie die stets gute Zusammenarbeit bedanken.

Des Weiteren möchte ich Carina Gruber, Simon Gass, Sarah Enzler, Florian Härle und Aleksandar Askovic danken, die im Rahmen ihrer Bachelorarbeiten zum Gelingen der vorliegenden Arbeit beigetragen haben.

Mein Dank gilt weiterhin allen Mitarbeitenden des Institutes für Materials Resource Management für ihre wertvollen Anregungen und die angenehme kollegiale Atmosphäre. Besonders hervorheben möchte ich dabei meine Bürokollegen Kerstin Dittmann und Joél Schukraft, die mir stets für fachliche Diskussionen zur Verfügung standen und immerzu für eine unterhaltsame Bürostimmung gesorgt haben, sowie Dr. Robert Horny und Stefan Schmitt, die zum Gelingen der vorliegenden Arbeit beigetragen haben.

Zuletzt möchte ich mich bei meiner Familie und meiner Frau Rebecca Lork für ihre immerwährende Unterstützung und Ermutigungen bedanken.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis		
A	v	
Fc	ormelzeichen	vi
1	Einleitung	1
	1.1 Motivation	1
2	Kenntnisstand	5
	2.1 Formgedächtnislegierungen	5
	2.1 Formgedächtnisaktoren	11
	2.2 Verbundwerkstoffe mit Formgedächtnislegierungen	15
	2.3 Grenzflächeneigenschaften von FGL-Polymer-Verbunden	21
	2.3.1 Mechanische Charakterisierung der Grenzfläche	21
	2.3.2 Oberflächenbehandlungen	23
3	Werkstoffauswahl	29
	3.1 Matrixauswahl	29
	3.2 Auswahl der Formgedächtnislegierung des Drahtes	31
4	Probenherstellung	33
	4.1 Manuelle Drahtablage	34
	4.2 Automatisierte Drahtablage	35
5	Experimentelle Arbeiten	37

	5.1	Versu	uche zur Charakterisierung des Matrixmaterials	37
		5.1.1	Zugversuche am Matrixmaterial	37
		5.1.2	Biegeversuche am Matrixmaterial	38
		5.1.3	Dynamische Differenzkalorimetrie der Matrixmaterialien	39
	5.2	Versu	uche zur Charakterisierung des NiTi-Drahtes	40
		5.2.1	Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) des Drahtes	40
		5.2.2	Zugversuche am NiTi-Draht	41
		5.2.3	Einfluss von Zugspannungen auf die Phasenumwandlung	42
		5.2.4	Einfluss der Phasenumwandlung auf den elektrischen Widerstand des Drahtes	43
	5.3	Ober	flächenbehandlungen des NiTi-Drahtes	45
		5.3.1	Laser-Gas-Nitrierung der Drahtoberfläche	46
		5.3.2	Beschichtung der Drahtoberfläche mit gelöstem Matrixmaterial	48
	5.4	Versu	uche am Verbund zur Charakterisierung der Grenzfläche	49
		5.4.1	Pull-out-Versuche	50
		5.4.2	In-situ pull-out-Versuche	51
		5.4.3	Nachträgliche Beeinflussung der Grenzfläche	53
		5.4.4	Charakterisierung mittels Computertomographie	54
5.5 Versuche zur Verbundcharakterisierung		Versu	uche zur Verbundcharakterisierung	55
		5.5.1	Quasistatische Untersuchungen	55
		5.5.2	Zyklische Untersuchungen	57
		5.5.3	Charakterisierung der Aktorfunktion	58
6	N	lodel	lierung der Aktorfunktion	63
7	E	rgebr	isse	67
	7.1	Versu	uche am Matrixmaterial	67

7.2 Werkstoffauswahlprozess	69
7.3 Versuche am NiTi-Draht	70
7.3.1 Thermomechanische Versuche am NiTi-Draht	70
7.3.2 Oberflächenbehandlungen	75
7.4 Charakterisierung der Grenzfläche	76
7.5 Quasistatische und zyklische Versuche	79
7.6 Aktorversuche	88
7.7 Ergebnisse der Modellierung	93
8 Diskussion	97
8.1 Matrixversuche	97
8.2 Drahtversuche	98
8.3 Grenzflächencharakterisierung	102
8.4 Quasistatische Versuche	105
8.5 Zyklische Versuche	106
8.6 Aktorversuche	108
8.7 Modellierung	110
8.8 Gesamtbeurteilung des Verbundwerkstoffes	112
9 Zusammenfassung und Ausblick	117
Literaturverzeichnis	121
Abbildungsverzeichnis	135
Tabellenverzeichnis	141
Anhang	143

Abkürzungen

FGL	Formgedächtnislegierung
NiTi	Nickel-Titan
ABS	AcryInitril-Butadien-Styrol
FEM	Finite Elemente Methode
TDCB	Tapered Double Cantilever Beam
PC	Polycarbonat
PEI	Polyetherimid
EP	Epoxidharz
PTFE	Polytetrafluorethylen
PA	Polyamid
PMMA	Polymethylmethacrylat
TPU	Thermoplastisches Polyurethan
AKF	Arburg-Kunststoff-Freiformen
DMA	Dynamisch-Mechanische-Analyse
CAD	Computer-Aided-Design
СТ	Computertomograph
LGN	Laser-Gas-Nitrierung

Formelzeichen

Formelzeichen	Bezeichnung	Einheit
As	Austenitstarttemperatur	°C
A _f	Austenitfinishtemperatur	°C
Ms	Martensitstarttemperatur	°C
Mf	Martensitfinishtemperatur	°C
Q _w	Wärmeenergie	J
I	Stromstärke	А
U	Elektrische Spannung	V
R	Elektrischer Widerstand	Ω
t	Zeit	S
C _{Draht}	Wärmekapazität	J/K
ΔΤ	Temperaturdifferenz	К
٤	Dehnung	%
$ au_{GSF}$	Grenzflächenflächenscherfestigkeit	MPa
F	Kraft	Ν
L	Länge	mm
L _{krit}	Kritische Drahtlänge	mm
d	Durchmesser	mm
R _m	Zugfestigkeit	MPa
σ	Normalspannung	MPa
R _a	Mittlere Rauheit	mm
E	Elastizitätsmodul	MPa
U _{el}	Elastisch gespeicherte Energie	J

1 Einleitung

1.1 Motivation

Materialwissenschaften und Robotik haben in den letzten Jahrzehnten bemerkenswerte Fortschritte gemacht, die die Entwicklung von Technologien mit neuen Fähigkeiten und Anwendungen ermöglicht haben. Ein bemerkenswertes Feld, das in diesem Zusammenhang immer mehr Aufmerksamkeit auf sich zieht, sind sogenannte Formgedächtnislegierungen (FGL). Diese außergewöhnlichen Materialien besitzen die Fähigkeit, ihre ursprüngliche Form nach einer mechanischen Verformung durch eine Erwärmung wieder zu erlangen. Diese Fähigkeit eröffnet die Möglichkeit adaptive Systeme zu entwickeln, die in der Lage sind, auf wechselnde Umgebungen und Anforderungen zu reagieren, ohne dass eine externe Steuerung erforderlich ist. Die Entwicklung steht jedoch erst am Anfang und zahlreiche Herausforderungen sind noch zu bewältigen, um die Eigenschaften dieser Materialien besser zu verstehen, die Herstellungsprozesse zu optimieren und innovative Anwendungen für eine Vielzahl von Branchen zu entwickeln.

Bisher werden Formgedächtnislegierungen vor allem in der Medizintechnik eingesetzt, wo sie als Stents zur Behandlung von koronaren Herzkrankheiten [1, S. 1], als Drähte in der Kieferorthopädie [2, S. 187] oder für die Fixierung von Knochenbrüchen zum Einsatz kommen [3]. Im Maschinen- und Anlagenbau finden sie vereinzelt Anwendung als Federn für Regelventile [1, S. 153, 4]. Eine breite Nutzung scheitert bisher jedoch häufig noch an den hohen Materialkosten und der schwierigen Verarbeitbarkeit. Eine Lösung ist hier der Einsatz von einfachen Halbzeugen, z.B. Drähten, die in eine Metall- oder Polymermatrix eingebettet werden. Auf diese Weise lässt sich die Geometrie der Matrixkomponente individuell an die Anforderungen anpassen. Anwendungen reichen hier von einfachen Biegeaktoren [5] bis hin zu Spoilern für die Fahrzeugindustrie [6]. Die Gestaltungsfreiheit lässt sich darüber hinaus durch die Verwendung additiver Fertigungsverfahren weiter erhöhen [7, 8].

Alle bisherigen Systeme haben jedoch gemeinsam, dass die Verbundwerkstoffe in zwei aufeinander folgenden Prozessen hergestellt werden. Zunächst wird das Matrixmaterial urformend hergestellt und anschließend mit der Formgedächtnislegierung gefügt. Darüber hinaus findet die Lastübertragung zwischen FGL und Matrixmaterial während der Aktivierung oftmals durch Crimpverbindungen oder Clips statt, wodurch der Fügeprozess komplexer und die Designfreiheit einschränkt wird. [9]

Bei dem in der vorliegenden Arbeit vorgestellten Prozess, wird die FGL während eines additiven Fertigungsverfahrens in eine Polymermatrix integriert und erlaubt somit die Herstellung eines dreidimensionalen Verbundwerkstoffes mit Aktoreigenschaften in einem Fertigungsschritt. Die Lasteinleitung geschieht über eine feste Verbindung zwischen Draht und Polymer. Durch den Wegfall des nachträglichen Fügeschrittes kann die Prozesszeit erheblich verkürzt werden. Zudem ermöglicht das additive Fertigungsverfahren eine große Designfreiheit und die Fertigung einer dreidimensionalen Bauteilstruktur in der auch unterschiedliche Matrixmaterialien kombiniert werden können. Auf diese Weise lassen sich die Verbundwerkstoffe schnell und kostengünstig herstellen und eventuelle Änderungen und Weiterentwicklungen lassen sich kurzfristig umsetzen, ohne dass beispielsweise eine neue Gießform oder ein neues Spritzgusswerkzeug hergestellt werden muss. Darüber hinaus können, je nach Anforderung, ein oder mehrere FGL-Drähte in das Matrixmaterial eingebettet werden. Dadurch ergeben sich vier übergeordnete wissenschaftliche Fragestellungen:

- Ist es möglich, mit dem hier verwendeten Fertigungsverfahren des Arburg-Kunststoff-Freiformens eine Aktorfunktion mit Zweiwegeffekt zu realisieren und kann die Aktorfunktion ebenfalls durch ein Modell mit der Finite-Elemente-Methode (FEM) beschrieben werden?
- Inwiefern werden die mechanischen Eigenschaften des Verbundes durch das Fertigungsverfahren beeinflusst?
- Wie wird die Grenzfläche durch das Fertigungsverfahren beeinflusst und ist die Grenzflächenscherfestigkeit für eine Aktorfunktion ausreichend?
- Wie ist das Ermüdungsverhalten des Verbundwerkstoffes zu beurteilen und bleibt die Systemfunktion bei einer zyklischen Nutzung erhalten?

Die Fragestellungen sind dadurch motiviert, dass das Arburg-Kunststoff-Freiformen, ursprünglich für die Herstellung von reinen Polymerwerkstoffen entwickelt, inzwischen die Einbettung von Endlosfasern aus Kohlenstoff bzw. Glas in eine Polymermatrix ermöglicht. Inwieweit sich das Verfahren jedoch auch für die Einbettung von Drähten aus Formgedächtnislegierungen eignet, soll im Rahmen der vorliegenden Arbeit untersucht werden. Aufgrund der großen Gestaltfreiheit des additiven Fertigungsverfahrens, könnte die komplexe Fertigung, einer der großen Nachteile bisheriger Aktoren auf Basis von Formgedächtnislegierungen, erheblich vereinfacht werden. Das Einbetten der Formgedächtnislegierung in die Polymermatrix ist mit einem Wärmeeintrag in die Legierung verbunden, der potenziell zu einer Phasenumwandlung während der Herstellung des Verbundes führen könnte. Da dadurch die Aktorfunktion nicht mehr nutzbar wäre, wird diskutiert, welche Möglichkeiten es gibt die Phasenumwandlung zu beeinflussen und ob sich diese mit dem additiven Fertigungsverfahren kombinieren lassen. Weiterhin soll das Ermüdungsverhalten der Aktorfunktion untersucht werden. Ein weiterer wichtiger Aspekt ist die Grenzfläche zwischen Polymer und Formgedächtnislegierung. Diese ist essenziell für die Kraftübertragung zwischen beiden Komponenten und beeinflusst somit entscheidend die Aktorfunktion. Aus diesem Grund wird untersucht, ob Oberflächenbehandlungen an der Formgedächtnislegierung eine Möglichkeit darstellen, die Grenzflächenanbindung zu verbessern.

Die vorliegende Arbeit soll Möglichkeiten und Methoden zur mechanischen und funktionellen Charakterisierung des Formgedächtnisdraht/Polymer-Verbundes aufzeigen.

Die Arbeit beginnt in Kapitel 2 mit einem Überblick über den aktuellen Stand der Technik Formgedächtnislegierungen, zu den Themen Aktoren auf Basis von Formgedächtnislegierungen, Herstellung und Charakterisierung von Formgedächtnis/Polymer-Verbunden sowie Methoden zur Charakterisierung der Grenzfläche. Anschließend werden in Kapitel 3 mithilfe einer systematischen Werkstoffauswahl geeignete Materialkombinationen für die Herstelluna von Formgedächtnisdraht/Polymer-Verbunden ausgewählt. Im darauffolgenden Kapitel 4 wird näher auf das verwendete Fertigungsverfahren eingegangen, bevor im Kapitel 5 die

verwendeten Methoden zur Charakterisierung der Einzelkomponenten und des Verbundes sowie zur funktionellen Charakterisierung der Aktorfunktion im Detail erläutert werden. Kapitel 6 beschreibt den Aufbau der Modellierung der Aktorfunktion in der Software Comsol Multiphysics. Im anschließenden Kapitel 7 werden die Ergebnisse aller experimentellen Versuche sowie der Modellierung dargestellt, bevor diese im Kapitel 8 diskutiert werden. Abgeschlossen wird die Arbeit mit einer Zusammenfassung und einem Ausblick in Kapitel 9 und 10.

2 Kenntnisstand

2.1 Formgedächtnislegierungen

Formgedächtnislegierungen zählen zu den aktiven Materialien und weisen neben einer Aktorfunktion auch eine Sensorfunktion auf [1, S. 3]. Beispiele solcher aktiven Materialien piezoelektrische Keramiken und Polymere, magnetostriktive sind Keramiken, Formgedächtnispolymere sowie Formgedächtnislegierungen. Letztere weisen dabei mit etwa 10 MJ/m³ das höchste spezifische Arbeitsvermögen (Verhältnis von geleisteter Arbeit zu Werkstoffvolumen) auf [10, S. 1-3]. Der Begriff Formgedächtnis besagt, dass die Legierung eine Gestalterinnerungseigenschaft aufweist, die thermisch oder mechanisch ausgelöst wird. Die mechanische Antwort dieser Materialien ist jedoch in der Regel einige Größenordnungen größer als beispielsweise die thermische Ausdehnung. Neben NiTi-Legierungen besitzen außerdem einige Legierungen auf Eisen- oder Kupferbasis (z.B. FeNiCoTi, FeMnSi, CuZnAl, CuAlNi) Formgedächtniseigenschaften. Allerdings ist der Formgedächtniseffekt bei den NiTi-Legierungen am stärksten ausgeprägt und weist gegenüber den anderen genannten Legierungen eine höhere Langzeitstabilität auf, weshalb sich im Folgenden auf NiTi-Legierungen beschränkt wird. Darüber hinaus ist diese Legierung biokompatibel und damit besonders für Medizintechnikanwendungen interessant. Der Formgedächtniseffekt beruht auf einer diffusionslosen, reversiblen Phasenumwandlung von einer Tieftemperaturphase in eine Hochtemperaturphase. [1, S. 3-10]

Die Hochtemperaturphase weist eine kubisch raumzentrierte Struktur auf, die auch als CsCl bzw. B2-Struktur oder analog zum Stahl als Austenitphase bezeichnet wird. Die Tieftemperaturphase weist eine monokline B19' Struktur auf und wird auch als Martensitphase bezeichnet. Eine geringfügige Verschiebung der Atome ermöglicht die Entstehung der Martensitphase aus der Austenitphase, ohne dass Atome ihre Plätze durch Diffusion wechseln müssen. Die plastische Deformation der Martensitphase findet durch Zwillingsbildung statt, weshalb sie auch als pseudoplastische Verformung bezeichnet wird, da die Verformung im Gegensatz zu den meisten Metallen nicht mit einer Versetzungsbewegung einhergeht. Die Zwillingsbildung beruht auf einem Umklappen einzelner Martensitbereiche in die jeweils entgegengesetzte Orientierung, wie Abbildung 1 veranschaulicht. Wird die Temperatur erhöht, so bildet sich oberhalb der Austenitstarttemperatur (A_s) die ursprüngliche Orientierung der Austenitphase zurück. Die unterschiedlichen Orientierungen der Martensitphase, die durch eine Verformung bei niedrigen Temperaturen entstehen, gehören alle zur gleichen Austenitphase und bilden sich daher bei Temperaturerhöhung zurück. [11, S. 39-45]



Abbildung 1: Eine Belastung der Martensitphase führt zum Umklappen einiger Bereiche des Atomgitters, die sich beim erneuten Aufheizen in Austenit rückumwandeln [11, S. 41].

Entsprechend Abbildung 2 liegt das Material bei tiefen Temperaturen als Martensit vor (Bereich 1). Wird das Material plastisch verformt, so kommt es zum Umklappen der Martensitstruktur durch Zwillingsbildung (Bereich 2). Das Spannungsniveau bleibt gleich und bildet ein Plateau, bis alle Martensitbereiche umgeklappt sind, da dies energetisch günstiger als eine Versetzungsbewegung ist. Eine weitere Belastung des Materials über das Plateau hinaus würde zu einer irreversiblen plastischen Deformation führen (Bereich 3). Nach Entlastung bleibt die pseudoplastische Verformung erhalten. Wird das Material über die Austenitstarttemperatur erwärmt, so beginnt die Phasenumwandlung (Bereich 5) vom Martensit in den Austenit und die pseudoplastische Verformung bildet sich bis zum Erreichen der Austenitfinishtemperatur (A_f) (Bereich 6) zurück. [11, S. 41]

Bei dem in Abbildung 2 dargestellten Einwegeffekt findet nur während der Aufheizung, sprich während der Martensit-Austenit-Umwandlung, eine Formänderung statt. Wird das Material abgekühlt, so findet nach Erreichen der Martensitstarttemperatur (M_s) bis zum Erreichen der Martensitfinishtemperatur (M_f) (Schritt 6 bis Schritt 1) die Austenit-Martensit-Phasenumwandlung statt, die jedoch beim Einwegeffekt keine Formänderung hervorruft. Anders ist das beim sogenannten Zweiwegeffekt, bei dem auch während der Abkühlung eine Formänderung stattfindet.



Abbildung 2: Spannungs-Dehnungs-Temperatur-Diagramm des Einwegeffektes. In Rot dargestellt sind die Austenitphase und in Blau die Martensitphase [1, S. 6].

Um eine Formänderung bei der Martensitbildung zu ermöglichen, ist eine zusätzliche Spannung im Material erforderlich, die eine Martensitbildung mit einer bestimmten Vorzugsorientierung begünstigt. Diese Spannung kann entweder von außen aufgebracht werden oder durch Eigenspannungen im Material, die durch eine wiederholte plastische Verformung und Wärmebehandlung erzeugt werden können. Dementsprechend wird zwischen dem intrinsischen und dem extrinsischen Zweiwegeffekt unterschieden. Beim extrinsischen Zweiwegeffekt wird die Rückstellkraft durch eine äußere Kraft aufgebracht. Das kann beispielsweise eine Feder sein oder ein FGL/Polymer-Verbund, bei dem die Polymermatrix die Rückstellkraft aufbringt. Beim intrinsischen Zweiwegeffekt wird die Rückstellkraft hingegen durch die FGL selbst aufgebracht. Dabei werden bevorzugte Martensitvarianten durch wiederholte Aufheiz- und Abkühlvorgänge unter mechanischer Belastung stabilisiert, sodass sich Versetzungsstrukturen bilden, die dem Material eine bestimmte Niedertemperaturform aufprägen. Allerdings hat der intrinsische Effekt aufgrund seiner geringen mechanischen Arbeit keine technische Relevanz. [1, S. 6]

Aufgrund der anliegenden Spannung ist es energetisch günstiger, wenn die Martensitphase eine Vorzugsorientierung aufweist, wohingegen sich die Martensitphase ohne das Einwirken einer äußeren Spannung so orientieren würde, dass die makroskopische Form gleichbliebe. Aufgrund der äußeren Spannung entstehen zwar zunächst Martensitbereiche mit beliebiger Orientierung, allerdings wachsen die günstig orientierten Bereiche schneller, sodass das ungleichmäßige Wachstum der unterschiedlichen Orientierungen zu einer makroskopischen Verformung führt, die das innere bzw. äußere Spannungsfeld abbaut. Die gewünschte Form, die der Werkstoff bei der Phasenumwandlung in die Austenitphase annehmen soll, wird dem Werkstoff "antrainiert", indem er bei hoher Temperatur, oberhalb der Austenitfinishtemperatur mechanisch in die gewünschte Form gebracht wird. Bei NiTi-Legierungen sind dafür Temperaturen von etwa 500 °C notwendig, um die bei der Verformung entstandenen Eigenspannungen durch Kriechen abzubauen und die erzwungene Form aufzuprägen. [11, S. 42-45]

Die Martensit-Austenit-Phasenumwandlung wird thermisch induziert. Dabei sind die charakteristischen Temperaturen der Phasenumwandlung jedoch stark von der Zusammensetzung der Legierung abhängig. So verschiebt eine Änderung des Nickelgehaltes um 0,1 % die A_s Temperatur bereits um 10 °C [1, S. 9]. Die äquiatomare Zusammensetzung (je 50 at. % Ni und Ti) weist die höchste Austenitfinishtemperatur von

etwa 120 °C auf. Während eine Verringerung des Nickelgehaltes unter 50 at. % keine Änderung der Umwandlungstemperaturen hervorruft, bedingt eine Erhöhung des Nickelgehaltes über 51 at. % eine Absenkung der Austenitfinishtemperatur auf bis zu -40 °C. [10, S. 24]

Für die vorliegende Arbeit wurde eine Legierung mit einem Nickelgehalt von 49,7 at. % (vgl. Anhang 2) verwendet. Durch Zulegieren von Hafnium, Platin oder Palladium lassen sich die Umwandlungstemperaturen in den Bereich von 100 °C bis 800 °C verschieben. Forschungen an diesen Legierungen stehen jedoch erst am Anfang und diese Legierungen sind noch nicht kommerziell verfügbar [10, S. 25]. Die Umwandlungstemperaturen lassen sich weiterhin durch mechanische Spannungen beeinflussen. So nehmen diese mit steigenden Zugspannungen linear zu, wie Abbildung 3 verdeutlicht [10, S. 78-82]. Weitere Veröffentlichungen, die den Einfluss von Zugspannungen auf die Phasenumwandlung beschreiben, sind in [12–14] zu finden.



Abbildung 3: Spannungsabhängigkeit der Umwandlungstemperaturen an einer NiTi-Legierung: Darstellung übersetzt aus [10, S. 81].

Für die Initiierung der Phasenumwandlung muss die Temperatur in der Legierung über die Austenitstarttemperatur erhöht werden. Dies kann einerseits durch einen Wärmeeintrag von außen geschehen oder durch elektrischen Stromfluss. Wird die Legierung mit einem elektrischen Strom durchflossen, so erwärmt sich das Material nach dem ersten Jouleschen Gesetz. Dieses besagt nach Gleichung 1, dass durch den Widerstand R in einem elektrischen Leiter, der mit dem Strom I in der Zeit t durchflossen wird, die Wärmeenergie Qw erzeugt wird. Mit Hilfe des Ohmschen Gesetzes lässt sich die Wärmeenergie ebenfalls durch die angelegte Spannung U ausdrücken.

$$Q_{W} = I^{2} \cdot R \cdot t = \frac{U^{2}}{R} \cdot t$$
(1)

Der elektrische Widerstand einer Formgedächtnislegierung ist jedoch sowohl von der Temperatur als auch von der vorliegenden kristallographischen Phase abhängig. Abbildung 4 veranschaulicht den Verlauf des elektrischen Widerstandes bei Temperaturänderung und stattfindender Phasenumwandlung. Der elektrische Widerstand steigt zunächst bis zum Erreichen der A_s-Temperatur linear an, bevor er durch die stattfindende Phasenumwandlung von der Martensit- in die Austenitphase wieder leicht abnimmt. Nach Erreichen der A_t-Temperatur und damit nach Abschluss der Phasenumwandlung, nimmt der Widerstand erneut linear mit der Temperatur zu. Bei der Abkühlung nimmt der Widerstand zunächst linear ab, bevor er erneut ansteigt und sein Maximum bei Erreichen der M_s-Temperatur erreicht. Der sprunghafte Anstieg des Widerstandes wird dabei durch die Umwandlung vom kubisch-raumzentrierten Gitter der Austenitphase in das monokline Gitter der Martensitphase hervorgerufen, wobei eine rhomboedrische Zwischenphase (R-Phase) auftritt. [15–17]



Abbildung 4: Qualitativer Verlauf des elektrischen Widerstandes bei Temperaturänderung und stattfindender Phasenumwandlung: Darstellung übersetzt aus [16].

2.1 Formgedächtnisaktoren

Formgedächtnislegierungen erfüllen sowohl eine Aktor- als auch eine Sensorfunktion, d.h. ein mechanisches Signal wird in ein nicht-mechanisches Signal (z. B. elektrische Spannung) umgewandelt. Die Aktorfunktion hingegen beschreibt die Umwandlung eines nichtmechanischen Signals (z.B. elektrische Spannung oder Temperatur) in ein mechanisches Signal [10, S. 1-3]. Für einen konventionellen elektromechanischen Aktor sind neben dem Aktor sowohl ein Sensor, als auch ein Steuergerät notwendig. Dieses errechnet aus dem Eingangssignal des Sensors das passende Ausgangssignal. Für alle drei Komponenten ist jedoch eine permanente Stromversorgung notwendig. Dem gegenüber haben Formgedächtnisaktoren den entscheidenden Vorteil, dass sie alle drei Komponenten vereinen und weiterhin eine hohe Arbeitsleistung (ca. 10 MJ/m³ [10, S. 2]) aufweisen sowie keine Geräuschemissionen und keinen Abrieb erzeugen, da sie auf keinen beweglichen Teilen basieren. Außerdem besitzen sie durch den "inneren Sensor" einen sehr geringen Bauraumbedarf und können als temperatursensitive Aktoren ohne Stromzufuhr betrieben werden. Andererseits ist die Entwicklung von Formgedächtnisaktoren sehr komplex und erfordert ein tiefgreifendes Verständnis des Mechanismus. Im Gegensatz zu elektromechanischen Aktoren gibt es keine standardisierten Formgedächtnisaktoren. Die

Zahl der Lieferanten und Verarbeiter ist noch sehr gering, da es bisher noch an einheitlichen Normen und Halbzeugen fehlt. Aufgrund der hohen Materialkosten und der schwierigen Verarbeitung liegen die Preise für Aktoren auf Basis von NiTi-Legierungen um ein Vielfaches höher als für elektromechanische Aktoren. Darüber hinaus sind die geringen Umwandlungstemperaturen und das Stabilitätsverhalten ein Problem für viele technische Anwendungen. [1, S. 31-33]

Formgedächtnisaktoren mit dem Einwegeffekt werden beispielsweise in der Chirurgie als Klammern für die Knochenfixierung verwendet. Die Klammern werden an zwei zu verbindenden Knochen befestigt und durch die Körpertemperatur aktiviert. Die Klammern verformen sich und drücken die beiden Knochenstücke aufeinander [11, S. 46]. Während im vorangegangenen Beispiel die gesamte Klammer aus einer Formgedächtnislegierung besteht und die Klammer als solche den Aktor darstellt, existieren auch Aktorbauformen, in denen nur einzelne Teile aus einer FGL bestehen. Die Formgedächtnislegierung initiiert in diesem Fall nur die Bewegung des gesamten Aktors. Die Kontraktion eines Formgedächtnisdrahtes kann dadurch beispielsweise auch in eine Translations- oder eine Rotationsbewegung umgewandelt werden [1, S. 49]. In der Heizungstechnik kommen Formgedächtnisaktoren daher beispielsweise in Regelventilen zum Einsatz. Dabei verschiebt bei einer festgelegten Temperatur die aus einer Formgedächtnislegierung bestehende Feder einen Kolben und verschließt dadurch ein Ventil gegen eine Rückstellfeder aus Stahl [1, S. 153]. Das Prinzip verdeutlicht Abbildung 5.



1- Gehäuse 2- Deckel 3- Kolben 4- Stahlfeder 5- FGL-Feder

Abbildung 5: Thermostat-Kombiventil mit einer FGL-Feder zum Verschließen des Ventils und einer Stahlfeder als Rückstellelement: Veränderte Darstellung nach [18].

Kühlt das Medium wieder ab, sorgt die Rückstellfeder für erneuten Durchfluss. Je nach verwendeter Legierungszusammensetzung öffnet und schließt das Ventil bei unterschiedlichen Temperaturen. Möglich ist dadurch beispielsweise ein Einsatz als Verbrühschutz, der in einigen öffentlichen Gebäuden vorgeschrieben ist. Ab einer vorgegebenen Wassertemperatur schließt das Ventil und unterbricht die Wasserzufuhr, sodass ein Verbrühen der Haut verhindert wird. [1, S. 153]

Ein weiteres Anwendungsbeispiel ist der Einsatz in Fahrzeug-Außenspiegeln. Anstatt der sonst verwendeten Elektromotoren zur Spiegeleinstellung, erfolgt die Einstellung in diesem Beispiel über vier Drähte aus einer Formgedächtnislegierung, die einzeln über ihren elektrischen Widerstand erwärmt werden können (Abbildung 6). Die Drähte sind jeweils an den Außenkanten der Inneschale befestigt und können einzeln aktiviert werden. Eine Stahlfeder drückt die Innenschale und die Außenschale aufeinander und erhöht so die Reibung zwischen beiden. Dadurch wird die Positionsänderung der Innenschale an die Außenschale übertragen. Je nach verwendeter Stromstärke, können so beliebige Einstellwinkel des Spiegels realisiert werden. Die hohe Reibung zwischen den beiden Schalen sorgt außerdem dafür, dass die Spiegelposition sich nicht mehr verändert, sobald die FGL-Drähte nicht mehr aktiviert sind. [19]



Abbildung 6: Konzept zur Einstellung eines Fahrzeug-Außenspiegels mithilfe von vier Formgedächtnisdrähten: Darstellung übersetzt und verändert aus [19]. Im Vergleich zu den sonst üblichen Elektromotoren für die Spiegeleinstellung, reduziert sich die Anzahl an beweglichen Teilen, die Fertigung vereinfacht sich und das Gewicht der Spiegel wird reduziert [19].

In der Gebäudetechnik und der Luftfahrt kommen Formgedächtnisaktoren außerdem für Türverriegelungen und zur Befestigung von Sitzgruppen zum Einsatz (Abbildung 7). Die Formgedächtnislegierung verriegelt und entriegelt den Bolzen durch Widerstandsheizung und erlaubt so eine zentral gesteuerte Freigabe über ein Bussystem. So können beispielsweise Sicherheitszellen für Fertigungsanlagen sowie Schaltschränke automatisiert freigegeben werden, sobald die Anlage steht bzw. die im Schrank befindliche Anlage stromlos geschaltet wurde. In der Luftfahrt erlaubt das System die zentrale Entriegelung der Sitzreihen in einem Schienensystem, um diese anschließend verschieben oder entfernen zu können. [1, S. 156]



Abbildung 7: Entriegelungsbolzen für Befestigungssysteme auf Basis von Formgedächtnisaktoren: Veränderte Darstellung nach [20].

2.2 Verbundwerkstoffe mit Formgedächtnislegierungen

Um dem Problem der hohen Materialkosten und der schwierigen Bearbeitbarkeit der NiTi-Legierungen entgegenzuwirken, können standardisierte Geometrien wie beispielsweise Drähte in eine Polymer- oder Metallmatrix eingebettet werden. Dadurch lässt sich die Geometrie des Matrixmaterials sowie das Matrixmaterial selbst individuell an die Anforderungen anpassen und es wird weniger kostenintensives Formgedächtnismaterial benötigt. Dieser Werkstoff, der aus zwei oder mehr ineinander nicht lösbaren Komponenten besteht, wird als Verbundwerkstoff bezeichnet. Dabei werden die positiven Eigenschaften verschiedener Werkstoffe in einem quasihomogenen Werkstoff kombiniert.

Als Matrixmaterialien kommen beispielsweise Metalle oder Polymere in Frage. Eine Metallmatrix hat jedoch den Nachteil, dass, aufgrund ihrer geringeren elastischen Verformbarkeit, keine großen Stellwege möglich sind. Darüber hinaus besitzen sie im Vergleich zu Polymeren einen höheren Elastizitätsmodul, wodurch ein höherer Volumenanteile der FGL notwendig ist, um eine Verformung des Verbundes zu erreichen. Außerdem sind elektrisch leitend, wodurch sie eine Aktivierung des Formgedächtniseffektes durch Widerstandsheizung unmöglich ist. Weiterhin sind für die Herstellung metallischer Verbunde hohe Temperaturen notwendig, wodurch es bereits bei der Herstellung des Verbundes zu einer unerwünschten Aktivierung des FGL kommen kann. Beispiele für einen NiTi/Aluminiummatrix-Verbund sind in [13, 21–23] beschrieben. Die Grenzflächenscherfestigkeit zwischen dem NiTi-Draht und der Aluminiummatrix wurde durch push-out-Versuche (vgl. Kapitel 2.3.1) bestimmt und es wurden Werte bis 46 MPa erreicht. Weiterhin konnte eine Aktorfunktion realisiert werden [13, 22].

Im Gegensatz dazu bieten Verbunde mit einer Polymermatrix einige Vorteile, die im Folgenden näher erläutert werden, da diese Verbunde ebenfalls für die vorliegende Arbeit genutzt werden. Polymere als Matrixmaterial bieten zum einen den Vorteil, dass ihr Elastizitätsmodul geringer als der von Metallen ist und damit ein geringerer Volumenanteil an FGL notwendig ist, um eine Verformung des Verbundes zu erreichen. Des Weiteren sind sie elektrisch isolierend, wodurch eine Aktivierung des Formgedächtniseffektes durch Widerstandsheizung möglich ist. Die Ur- und Umformung von Polymeren erfolgt darüber hinaus bei geringeren Temperaturen als bei Metallen, wodurch eine Aktivierung der Formgedächtnisfunktion bei der Verbundherstellung verhindert wird. Durch die additiver Fertigungsverfahren wird darüber hinaus eine Verwendung hohe Gestaltungsfreiheit ermöglicht. Die Verwendung eines Elastomers als Matrixmaterial bringt außerdem noch den Zusatzeffekt, dass das Elastomer als Rückstellkraft für die Realisierung des Zweiwegeffektes genutzt werden kann. In der Literatur gibt es bereits Beispiele für einen Verbund aus einer Polydimethylsiloxan-Matrix und einer NiTi-Legierung, die darüber hinaus auch Aktoreigenschaften aufweisen. Zunächst wurde dabei additiv mithilfe von fused filament fabrication, umgangssprachlich auch als 3D-Druck bezeichnet, eine Stützgeometrie aus Acrylnitril-Butadien-Styrol (ABS) hergestellt. In die Stützgeometrie wurden entlang der Diagonalen auf der Ober- und Unterseite vier Kanäle eingelassen, in die anschließend jeweils ein NiTi-Draht eingefügt wurde. Der Draht wurde an den Ecken jeweils mithilfe einer Spannvorrichtung unter Zugspannung befestigt und die Kanäle mit einer Polydimethylsiloxan-Lösung ausgegossen, die ausgehärtet wurde. Das ABS-Gerüst wurde anschließend entfernt, sodass ein Polydimethylsiloxan/NiTi-Verbund entstand. Je nachdem welcher der Drähte mit einem elektrischen Strom von 650 mA durchflossen wurde, konnte der Aktor eine reine Biegebewegung oder eine kombinierte Biege- und Verdrehbewegung ausführen. Mithilfe von Positionsmarkern und einem 3D Kamerasystem wurde die Auslenkung und Verdrehung bei der Aktivierung quantifiziert. Für Aktorproben mit einer Länge von 120 mm wurden im reinen Biegemodus vertikale Auslenkwinkel bis zu 160 Grad (160°) gemessen. Allerdings wurde beobachtet, dass der Aktor sich dabei ebenfalls leicht verdrehte. So ging die vertikale Auslenkung von 160° mit einer gleichzeitigen Verdrehung um 10° einher. Im umgekehrten Fall einer angestrebten reinen Verdrehung des Aktors von 160°, wurde eine gleichzeitige vertikale Auslenkung von 15° beobachtet. Bei einer Verdrehung im Uhrzeigersinn wurde ein Winkel von 160° erreicht, wohingegen eine Verdrehung gegen den Uhrzeigersinn nur einen Winkel von 150° ergab. Begründet wurde dies mit Ungenauigkeiten bei der Einbettung der Drähte, sodass diese nicht exakt auf beiden Seiten des Aktors perfekt zueinander orientiert waren. [5]

Die in der zuvor genannten Veröffentlichung beschriebene Herstellung der Verbunde basierte auf einer Gießform, die zunächst hergestellt wurde und in die anschließend das Matrixmaterial gegossen und ausgehärtet wurde. Dadurch entsteht jedoch ein zusätzlicher zeitaufwendiger Fertigungsschritt und die prinzipiell möglichen Aktorgeometrien waren auf einfache Geometrien beschränkt. Eine Methode, bei der direkt das Matrixmaterial additiv gefertigt wurde, der FGL-Draht anschließend eingefügt und außerhalb des Matrixmaterials mithilfe einer Crimpverbindung befestigt wurde, ist in Akbari et al. beschrieben. Die Verformung des Drahtes bei dessen Phasenumwandlung wurde durch die Crimpverbindung auf das Matrixmaterial übertragen. Sobald der Draht abkühlte, sorgte die in der Verformung des Matrixmaterials gespeicherte elastische Energie für eine Rückverformung des Drahtes in seine Ausgangsform. Die Aktorfunktion wurde ebenfalls durch ein FEM-Modell dargestellt, das gute Übereinstimmung mit den Experimenten zeigte. Für eine Länge der Aktorprobe von 40 mm wurde bei einseitiger Einspannung und einer Stromstärke von 1 A eine vertikale Auslenkung der freien Probenseite von 30 mm gemessen und das Ergebnis durch das FEM-Modell bestätigt. Bei einer Probenlänge von 80 mm ergab sich eine Auslenkung von 90 mm [8]. In einer späteren Veröffentlichung wurde außerdem die Kombination eines steifen Formgedächtnispolymers, eines Elastomers sowie einer NiTi-Legierung betrachtet. Die beiden Polymere wurden dabei additiv durch die Verwendung von Photopolymeren im Polyjet Druckverfahren (Stratsys Objet500 Connex3) hergestellt. In Aktivierungsversuchen zeigte der Verbund Auslenkungen bis zu 46 mm und bestätigte damit die Ergebnisse der FEM Modellierung [24]. Das gleiche Verfahren wurden ebenfalls in [25] verwendet.

In der Veröffentlichung von Schrooten et al. wurde ein Rahmen konstruiert, der es ermöglichte, parallel liegende NiTi- oder NiTiCu-Drähte in mehreren Lagen unter mechanischer Vorspannung in einen Epoxidharz/Aramidfaser-Verbund einzubetten und im Autoklav auszuhärten. Aus diesem Verbund wurden Zugproben mit den Abmessungen 120 x 12 x 0,5 mm³ bei einer Frequenz von 2 Hz im Zugschwellbereich von ε =0,7 % bis ε =1,8 % getestet. Zu Beginn des Versuches betrug die Zugspannung 614 MPa. Die ersten Schädigungen traten im Mittel nach ca. 700 000 Zyklen bei einer Spannung von 446 MPa auf, wobei die Spannung noch bis zu einer Anzahl von 860 000 Zyklen gehalten werden konnte [26]. Eine ähnliche Methode kam in [27] zum Einsatz, um NiTi-Drähte in einen Kohlenstofffaser/Glasfaser/Epoxid-Verbund einzubetten. Pull-out-Versuche (vgl. Kapitel

2.3.1) zeigten, dass die Grenzflächenscherfestigkeit um einen Faktor 3 höher war, wenn sich der NiTi-Draht während des Versuches in der Austenitphase (τ_{GSF} =20,05±1,43 MPa) befand, statt in der Martensitphase (τ_{GSF} =7,59±1,32 MPa) [27].

Eine ähnliche Methode für die Herstellung wurde außerdem in der Veröffentlichung von Du et al. genutzt, um NiTi-Drähte in eine Polyvinylchlorid-Matrix einzubetten. Untersucht wurde die vertikale Auslenkung in Abhängigkeit der angelegten elektrischen Spannung zur Aktivierung des Formgedächtniseffektes sowie des Drahtdurchmessers. Mit zunehmender Spannung nahm der Auslenkwinkel zu. Je größer der Drahtdurchmesser war, desto höhere Auslenkungswinkel wurden erreicht. Für einen Durchmesser von 0,15 mm wurde bei 3 V eine Auslenkung von ca. 0° erreicht, während eine Spannung von 13 V eine Auslenkung von 60° ermöglichte. Für einen Durchmesser von 0,4 mm wurde bereits bei 4 V eine Auslenkung von 130° erreicht. Weiterhin wurde gezeigt, dass die Auslenkung im Verlauf der Aktivierungszeit abnimmt. Während die Auslenkung zu Beginn der Aktivierung noch 100° beträgt, verringert sich dieser Wert nach einer Zeit von 80 s auf 0°. Das Biegemoment hingegen nahm für steigende Auslenkungen linear ab. Bei einer Auslenkung von 1° wurde ein Biegemoment von ca. 9 N·mm gemessen, während das Biegemoment bei einer Auslenkung von 45° nur noch 1 N·mm betrug. Gleiches galt für den zeitlichen Verlauf des Biegemomentes während der Aktivierung. So erreichte das Biegemoment nach einer Aktivierungszeit von 80 s nur noch Werte von etwa 1 N·mm. Das erreichte Biegemoment war weiterhin von der angelegten elektrischen Spannung sowie dem Drahtdurchmesser abhängig. Das maximale Biegemoment von 37,5 N·mm wurde für einen Drahtdurchmesser von 0,4 mm bei einer Aktivierungsspannung von 5 V erreicht, während das Biegemoment für einen Drahtdurchmesser von 0,15 mm lediglich 5,5 N·betrug. [12]

Weitere Veröffentlichungen, die sich dieser Herstellungsmethode bedienen, sind in [28–31] zu finden.

Oliveira et al. nutzen Formgedächtnisdrähte, um die Dämpfungseigenschaften von kohlenstofffaserverstärktem Kunststoff zu verbessern. Dazu wurden NiTi-Drähte in den Lagenaufbau aus Kohlenstofffasergewebe eingelegt, bevor der Verbund mit Epoxidharz durch Vakuuminfusion infiltriert wurde. Durch die NiTi-Drähte, die in der Martensitphase vorlagen, konnten die Dämpfungseigenschaften um 14 % gegenüber den Referenzproben ohne NiTi-Drähte verbessert werden. Wurde auf die NiTi-Drähte während der Einbettung durch eine Klemmvorrichtung eine Zugspannung aufgebracht, so lagen die Drähte während der Versuche in der Austenitphase vor und es konnte ein Anstieg des Dämpfungsverhaltens von 87 % gegenüber den Referenzproben erreicht werden. [32]

In den Veröffentlichungen von Cohades et al. und Kirkby et al. werden in Polymere eingebettete FGL genutzt, um die Risse im Material während der durchgeführten Maßnahmen zur Selbstheilung geschlossen zu halten. Dazu wurden in die Proben (Tapered Double Cantilever Beam, TDCB) drei FGL-Drähte senkrecht zur erwarteten Rissausbreitungsrichtung eingebracht und die Proben anschließend belastet, bis das Polymer durch Rissausbreitung über die gesamte Probelänge versagte. Die Drähte blieben dabei aufgrund ihrer hohen ertragbaren Dehnung von 13 % und ihrer Zugfestigkeit von 1,34 GPa intakt. In den Riss wurde anschließend eine Flüssigkeit (Dicyclopentadien) eingespritzt und der Formgedächtniseffekt der FGL-Drähte mit einer Stromstärke von 0,5 A aktiviert. In diesem Zustand wurden die Proben für 24 Stunden gehalten, bevor die FGL-Drähte aus den Proben entfernt wurden und die Proben erneut geprüft wurden. Der Erfolg der Selbstheilungsmaßnahem konnte so um 77 % gegenüber Proben, bei denen keine FGL-Drähte verwendet wurden, erhöht werden. [33–35]

In der Arbeit von Murasawa et al. wurden NiTi-Drähte mithilfe einer Spannvorrichtung in einem Spritzgusswerkzeug fixiert und anschließend mit Polycarbonat als Matrixmaterial umspritzt. Weiterhin wurden vorgespannte Drähte mithilfe eines Rahmens in eine Epoxidmatrix eingebettet und daraus Zugproben hergestellt. In quasistatischen Zugversuchen mit Drahtdurchmessern von 0,3 mm und 0,5 mm versagte der NiTi-Draht vor dem Matrixmaterial bei etwa 60 MPa. Für Drahtdurchmesser von 0,7 mm und 1 mm versagte hingegen zunächst die Matrix und anschließend erst der Draht bei 70 MPa (d=0,3 mm) und 88 MPa (d=1 mm). Weiterhin zeigte der Verbund nach der Entlastung bei einer erneuten Belastung höhere Spannungswerte bei gleicher Dehnung als im ersten Belastungszyklus. [36]

Bodkhe et al. konstruierten eine Anlage zum Robocasting (Direct Ink Writing) auf Basis eines 3-Achs Roboterarmes, sodass während des schichtweisen Austragens der Polymerpaste ein NiTi-Draht eingebracht werden konnte. Da das Polymer als Paste vorlag, war während des Einbettungsprozesses keinerlei Wärme oder UV-Licht notwendig, das zu einer unerwünschten Phasenumwandlung der FGL hätte führen können. Als Matrixmaterial für die Grundstruktur wurde Polycarbonat (PC) verwendet, das in Chloroform aufgelöst wurde, um eine Paste zu erzeugen. Nach dem Aufbringen von vier PC-Schichten, wurde der NiTi-Draht in einer Polyetherimid-Matrix (PEI) aufgebracht, die ebenfalls in Chloroform gelöst wurde. Anschließend wurden erneut vier Schichten PC aufgetragen, bevor der Verbund in einem Vakuumsack im Autoklav aushärtete. Auf diese Weise entstand ein Aktor, wobei die Rückstellkraft durch die PC-Matrix aufgebracht wurde. Dieses Prinzip wurde bereits in [37, 38] genutzt. Die Aktivierung des Aktors erfolgte durch einen elektrischen Strom von 1,5 A. Für Proben mit einem eingebetteten NiTi-Draht und einer Länge von 50 mm wurde bei einseitiger Einspannung eine vertikale Auslenkung von 18 mm festgestellt. Während einer Aktivierung von 1000 Zyklen wurde beobachtet, dass der Aktor sich plastisch verformte, sodass die Ausgangslage beim Ausschalten der Stromquelle nicht mehr erreicht wurde. [39]

Weitere Beispiele für Verbundwerkstoffe mit Formgedächtnislegierungen sind in den Veröffentlichungen [40–43] zu finden. Bei allen bisher genannten Beispielen wurden die Verbunde durch nachträgliches Fügen des Matrixmaterials und der Formgedächtnislegierung hergestellt. Dadurch ergibt sich eine länger dauernde und komplexere Fertigung. Aus diesem Grund soll im Rahmen der vorliegenden Arbeit ein Ansatz vorgestellt werden, der die intrinsische Fertigung eines NiTi-Draht/Polymer-Verbundes in einem Fertigungsschritt ermöglicht.

2.3 Grenzflächeneigenschaften von FGL-Polymer-Verbunden

2.3.1 Mechanische Charakterisierung der Grenzfläche

Um die Festigkeit der Grenzfläche zwischen Draht und Matrix quantifizieren zu können, bieten sich unterschiedliche mechanische Prüfverfahren an, die bereits für faserverstärkte Kunststoffe etabliert sind. Zum einen existiert der push-out Versuch, bei dem der Draht mithilfe eines feinen Prüfstempels entlang der Drahtlängsachse aus dem Verbund herausgedrückt wird. Dazu darf der Prüfstempeldurchmesser (englisch indenter) nur geringfügig kleiner als der Drahtdurchmesser sein, um einerseits eine gute Krafteinleitung zu gewährleisten und um andererseits zu verhindern, dass sich der Prüfstempel in den Draht eindrückt und diesen verformt, anstatt den Draht aus dem Kunststoff herauszudrücken. Um eine Verformung des Drahtes zu verhindern, muss der Verbund für den Versuch so dünn präpariert werden, dass zuerst die Grenzfläche versagt, bevor der Draht plastisch verformt wird. [44, 45]

Eine weitere Methode ist der pull-out-Versuch, der auch in der vorliegenden Arbeit verwendet wird. Für den pull-out-Versuch wird der Draht so in das Matrixmaterial eingebettet, dass ein freies Ende vorhanden bleibt, an dem der Draht herausgezogen wird, während das Matrixmaterial durch eine Einspannung festgehalten wird. Der Aufbau ist schematisch in Abbildung 23 dargestellt. Im aufgezeichneten Kraft-Weg-Verlauf entspricht der Maximalwert der Kraft in den meisten Fällen dem Kraftwert, bei dem die Grenzfläche versagt. In einigen Fällen kommt es nach dem Versagen der Grenzfläche zwar zu einem Kraftabfall, jedoch kann es bedingt durch die Reibung beim Herausziehen des Drahtes zu einem erneuten Anstieg des Kraftwertes kommen. Somit können auch höhere Kraftwerte erreicht werden, als beim Versagen der Grenzfläche. In diesen Fällen stellt der letzte Kraftwert vor dem ersten Kraftabfall den entsprechenden Kraftwert für das Grenzflächenversagen dar. Mithilfe von Gleichung 2 lässt sich daraus die Grenzflächenscherfestigkeit (τ_{GSF}) berechnen, wobei L die Einbettlänge des Drahtes und d den Drahtdurchmesser bezeichnen. Zu beachten ist, dass die Einbettlänge nicht größer als

die kritische Einbettlänge L_{krit} ist, die sich entsprechend Gleichung 3 aus der Zugfestigkeit (R_m) des Drahtes berechnet.

$$\tau_{\rm GSF} = \frac{F_{\rm max}}{L \cdot d \cdot \pi} \tag{2}$$

$$L_{krit} = \frac{d \cdot R_m}{2 \cdot \tau_{GSF}}$$
(3)

Wird die kritische Einbettlänge überschritten, so versagt der freiliegende Draht, bevor die Grenzfläche versagt und der Versuch liefert keinerlei Aussagen über die Festigkeit der Grenzfläche. Gegenüber dem push-out-Versuch entfällt beim pull-out-Versuch die aufwendige Präparation der Probenoberfläche durch Schleifen und Polieren, da die push-out-Proben in der Regel nur wenige Mikrometer dick sein dürfen. [46, 47]

Der pull-out-Versuch wurde ursprünglich von Kelly und Tyson für Kupferlegierungen, die mit Wolfram- und Molybdändrähten verstärkt wurden, entwickelt [46]. Neuere Veröffentlichungen nutzen den pull-out-Versuch jedoch auch für kohlenstofffaserverstärkte Polymere. Zhou et al. untersuchten in ihrer Veröffentlichung die Grenzflächenscherfestigkeit mithilfe des pull-out-Versuches. Die unidirektional angeordneten Kohlenstofffaserbündel (3K) wurden zunächst mit einem Epoxidharz aus Bisphenol-A-Diglycidylether (Harz) und Methyltetrahydrophthalsäureanhydrid (Härter) beschichtet und anschließend in einem Ofen ausgehärtet. Als Alternative zur Ofenaushärtung wurde außerdem eine Aushärtung durch Mikrowellen untersucht. In beiden Fällen wurden die Proben für 30 Minuten auf 90 °C und anschließend für 120 Minuten auf 140 °C erwärmt. Die beschichteten Faserbündel wurden anschließend in eine Epoxidharzmatrix aus Bisphenol-A-Diglycidylether (Harz) und Diethyltriamin (Härter) eingebettet und bei Raumtemperatur ausgehärtet. Für die Proben mit der im Ofen ausgehärteten Oberflächenbeschichtung wurde eine Grenzflächenscherfestigkeit von 36,01 ± 3,25 MPa gemessen, während die Proben mit der durch Mikrowellen ausgehärteten Beschichtung Grenzflächenscherfestigkeiten von 51,76 ± 5,19 MPa erreichten. Zusätzlich wurde auch ein kürzerer Aushärtezyklus der Beschichtung durch Mikrowellen untersucht. Die Proben wurden dafür zunächst für 15 Minuten auf 90 °C und

120 °C anschließend für 60 Minuten auf erwärmt. Dadurch konnte die Grenzflächenscherfestigkeit auf einen Wert von 55,03 ± 5,48 MPa erhöht werden. [48] In der Veröffentlichung von Shiqiang Deng und Mai wurde die Grenzflächenscherfestigkeit von Kohlenstofffasern mit unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen in einer Epoxidmatrix untersucht. Neben einer unbehandelten Faseroberfläche wurde auch eine durch elektrochemische Oxidation behandelte Faseroberfläche untersucht. Die Proben wurden anschließend für 16 Stunden bei 120 °C ausgehärtet. Im pull-out-Versuch ergaben sich für die unbehandelten Kohlenstofffasern Grenzflächenscherfestigkeiten von ca. 60 MPa, während die Oberflächenbehandlung eine Steigerung auf ca. 80 MPa ermöglichte. [49]

Die Veröffentlichung von Schulz et al. untersucht die Grenzflächenscherfestigkeit einer kohlenstofffaserverstärkten Polyphenylensulfidmatrix mithilfe von pull-out-Versuchen. Dazu wurde auf einem Aluminiumträger zunächst ein Tropfen Polyphenylensulfid (PPS) bei 290 °C aufgeschmolzen und anschließend eine einzelne Kohlenstofffaser (HM-Faser) vertikal in dem Tropfen platziert. Die Hälfte der Proben wurde anschließend mit 20 K/s auf Raumtemperatur abgekühlt. Die andere Hälfte der Proben wurde zunächst für 5 Minuten auf 240 °C gehalten, bevor sie für eine 1 Stunde bei 210 °C wärmebehandelt wurde. Die pull-out-Versuche ergaben für die Proben ohne anschließende Wärmebehandlung eine Grenzflächenscherfestigkeit von ca. 65 MPa, mit Wärmebehandlung von bis zu 80 MPa. Außerdem wurde beobachtet, dass sich das Versagensverhalten durch die Wärmebehandlung von einem duktilen Versagen zu einem spröden Versagen änderte. [50] Darüber hinaus gibt es bereits einige Veröffentlichungen, in denen pull-out-Versuche für NiTi-Draht/Polymer-Verbunde Anwendung finden. Die für die vorliegende Arbeit relevanten Veröffentlichungen werden im nachfolgenden Kapitel zusammengefasst.

2.3.2 Oberflächenbehandlungen

Oberflächenbehandlungen der zu fügenden Komponenten eignen sich, um die übertragbaren Lasten zu steigern. Die Oberfläche des Drahtes kann durch chemische, thermische oder mechanische Prozesse verändert werden. Auf diese Weise werden, beispielsweise durch einen Ätzprozess oder durch einen Sandstrahlprozess, mikroskopische Rauheiten erzeugt, die einen Mikroformschluss ermöglichen [51, S. 295]. Nach DIN EN ISO 4287 wird die Oberflächenrauheit durch folgende Kenngrößen definiert: Die gemittelte Rautiefe R_z definiert den Mittelwert der größten Profilhöhen von fünf Einzelmessstrecken (Abbildung 8). Die mittlere Rauheit dagegen R_a definiert den Mittelwert des Abstandes eines Messpunktes auf der Oberfläche von der Mittellinie von 5 Einzelmesstrecken [52, S. 50-53].



Abbildung 8: Bestimmung der Oberflächenrauheitskennwerte R_a (links) und R_z (rechts): eigene, erweiterte Darstellung nach [52, S. 51-52].

Eine Strukturierung bzw. eine Erhöhung der Oberflächenrauigkeit lässt sich ebenfalls durch ein gezieltes Aufschmelzen der Drahtoberfläche mit einem Laser in einer Stickstoffatmosphäre erreichen. In der Veröffentlichung von Man et al. wurden rechteckige Platten aus einer NiTi-Legierung lokal mit einem Nd:YAG-Laser aufgeschmolzen und währenddessen mit Stickstoffgas überströmt. Die Proben wurden anschließend poliert und mit einer Lösung aus 10 % HF + 40 % HNO₃ + 50 % H₂O geätzt. Des Weiteren wurden Überlappproben (Lap-shear Proben) zur Bestimmung der Grenzflächenscherfestigkeit in Abhängigkeit der durchgeführten Oberflächenbehandlungen hergestellt. Dazu wurden zwei behandelte Platten mit einem Epoxidharz unter Druckbeanspruchung verklebt und anschließend in einer Universalprüfmaschine auseinandergezogen. Die mittlere Rautiefe Ra der Oberfläche konnte für eine Ätzdauer von 30 Minuten auf Werte bis 1,5 µm der gesteigert werden, wobei die mittlere Rautiefe vor der Behandlung 0 µm betrug. Die lapshear Versuche zeigten, dass sich die Grenzflächenscherfestigkeit durch eine 30-minütige Ätzbehandlung von etwa 15,5 MPa auf etwa 20 MPa erhöhen ließ. [53, 54]

Darüber hinaus gibt es weitere Arbeiten zum Thema Laserstrukturierung [55]. Eine weitere Möglichkeit zur Erhöhung der Oberflächenrauigkeit ist das Aufbringen einer Oxidschicht auf der Oberfläche, wie es in Di et al. beschrieben wird. Quadratische Platten (30 x 30 x 3 mm³) einer NiTi-Legierung mit einem Nickelgehalt von 45,7 at. % wurden geschliffen und poliert, um eine eventuell bereits vorhandene Oxidschicht zu entfernen. Die Platten wurden anschließend gereinigt und für eine Dauer von 20 bis 50 Minuten bei Temperaturen zwischen 300 °C und 700 °C in einem Ofen in Umgebungsatmosphäre erwärmt. Die Proben wurden anschließend in ein Polymerblend (EP, PTFE und PA) eingebettet und im Ofen ausgehärtet. Die Analyse der Oberflächenrauigkeit ergab für eine Temperatur von 300 °C und eine Dauer von 30 Minuten eine mittlere Rauheit R_a von 8,41 nm und für eine Temperatut von 700 C und 30 Minuten eine mittlere Rauheit von 68,7 nm. Die Grenzflächenscherfestigkeit konnte für eine Temperatur von 550 °C und eine Dauer von 30 Minuten auf einen Wert von 6,5 MPa gesteigert werden, wobei die unbehandelten Proben lediglich einen Wert von 1 MPa erreichten. [56]

Rossi et al. untersuchten den Einfluss unterschiedlicher mechanischer und chemischer Oberflächenbehandlungen auf die Grenzflächenscherfestigkeit eines NiTi-Drahtes mit einem Durchmesser von 0,8 mm und einem Nickelgehalt von 49,69 at. %. Die mechanische Oberflächenbehandlung bestand aus einer Schleifbehandlung mit Schleifpapieren der Körnung 180 und 400. Als chemische Behandlung wurde eine Ätzung in 32,5-prozentiger Salpetersäure bei einer Temperatur von 80 °C und einer Dauer von 2 Stunden untersucht. Darüber hinaus wurde der Einfluss einer Ätzung in einer 1,2 M Natriumhydroxid-Lösung bei 80 °C für 4 Stunden im Anschluss an die Säurebehandlung betrachtet. Die Drähte wurden anschließen in einen 5 mm langen Zylinder aus einem Zweikomponenten Epoxidharz (EC57/K21) eingebettet. Die durchgeführten pull-out-Versuche ergaben, dass durch Schleifen der Oberfläche die Grenzflächenscherfestigkeit von ca. 6,5 MPa auf 13 MPa gesteigert werden konnte, während eine Ätzung der Oberfläche mit Salpetersäure, gefolgt von Natriumhydroxid und abschließend erneut mit Salpetersäure lediglich eine Steigerung auf ca. 7,3 MPa bewirkte. [57]

Schrooten et al. erhielten hingegen für eine oxidische Drahtoberfläche im pull-out-Versuch eine mittlere Grenzflächenscherfestigkeit von 23,93 MPa. Wurde die Oxidschicht durch Polieren oder Ätzen jedoch entfernt, so wurde eine mittlere Grenzflächenscherfestigkeit von nur 18,96 MPa bzw. 17,02 MPa erreicht [26]

Neuking et al. untersuchten die Grenzflächeneigenschaften eines NiTi/PA6-Verbundes, der durch Spritzguss hergestellt wurde. Auf Blechstreifen mit einem Querschnitt von 0,63 mm x 3,3 mm aus einer NiTi-Legierung mit einem Nickelgehalt von 50,8 at. % wurden unterschiedliche Oberflächenbehandlungen durchgeführt. Neben einem mechanischen Schleifprozess, kam unter Anderem noch ein chemischer Elektropolierprozess, eine Niederdruck-Plasmabehandlung, zwei unterschiedliche Haftvermittler sowie Kombinationen der genannten Behandlungen zum Einsatz. Die durchgeführten pull-out-Versuche zeigten, dass die höchste Grenzflächenscherfestigkeit durch eine Kombination aus einem mechanischen Schleifprozess, einer Plasmabehandlung für 1800 s in einem Sauerstoffniederdruckplasma, der Anwendung eines Haftvermittlers (Chemosil 597E) sowie einer nochmaligen Plasmabehandlung für 600 s erreicht wurde. Mit dieser Kombination wurde eine Grenzflächenscherfestigkeit von ca. 9 MPa erreicht. [58]

Smith Einfluss al. untersuchten Silan Haftvermittlers et den eines (3-acryloxypropyltrichlorosolane, ATPS) auf die Grenzflächenscherfestigkeit. Dieser hat die Eigenschaft, dass er einerseits eine Silangruppe enthält, die nachweislich mit oxidierten Metalloberflächen reagiert und andererseits die gleiche funktionale Gruppe wie das Monomer (Methacrylsäuremethylester) enthält. Somit kann der Haftvermittler während des Polymerisationsprozesses des Matrixmateriales (Polymethylmethacryltat, PMMA) in die Struktur integriert werden und eine chemische Bindung zwischen dem Draht und dem Matrixmaterial herstellen. Die durchgeführten pull-out-Versuche zeigten, dass eine Steigerung der Grenzflächenscherfestigkeit um bis zu 400 % gegenüber einer unbehandelten Drahtoberfläche realisiert werden konnte. Die dadurch erreichten Grenzflächenscherfestigkeiten betrug 25 MPa [59]. Eine ähnliche Methode wird in [60]
verwendet. Beispiele für eine Steigerung der Grenzflächenscherfestigkeit durch eine Nano-Silica-Beschichtung der Drahtoberfläche sind in [61, 62] dargestellt, während weitere Oberflächenbehandlungen an NiTi-Drähten in [63–65] veröffentlicht wurden.

3 Werkstoffauswahl

Für die Funktion des Aktors, sprich eine Auslenkung bei Erwärmung der FGL, sowie eine hohe aufbringbare Kraft des Aktors, ist eine Abstimmung von Draht- und Matrixmaterial zueinander von entscheidender Bedeutung. Aus diesem Grund wurden im ersten Schritt die erforderlichen Randbedingungen an den Draht- und Matrixwerkstoff definiert und im darauffolgenden Schritt eine systematische Auswahl potenziell in Frage kommender Werkstoffe erstellt.

3.1 Matrixauswahl

Das Matrixmaterial dient in erster Linie der Formgebung, der Lastübertragung und dem Schutz des Drahtwerkstoffes [51, S. 341]. Es muss mit dem AKF-Verfahren verarbeitbar sein, das jedoch bei allen thermoplastischen Kunststoffen der Fall ist. Darüber hinaus sollte die Schwindung möglichst gering sein, um eine endkonturnahe Fertigung zu ermöglichen. Dies ist vor allem bei amorphen Thermoplasten der Fall. Für eine Verformung des Matrixmaterials beim Überschreiten der Austenitstarttemperatur des FGL-Drahtes und eine Rückverformung sowohl der Matrix als auch des Drahtes bei der erneuten Abkühlung, muss das Matrixmaterial weiterhin eine hohe elastische Verformung ermöglichen. Weiterhin sollte der Widerstand gegen elastische Verformung – der Elastizitätsmodul – möglichst gering sein, damit nur ein geringer Volumenanteil der FGL notwendig ist, um eine Aktorfunktion des Verbundwerkstoffes zu ermöglichen.

Zur Auswahl geeigneter Matrixmaterialien eignen sich Werkstoffauswahldiagramme wie sie von Michael F. Ashby entwickelt wurden [66]. Diese stellen die erforderlichen Zielgrößen grafisch dar und erlauben eine erste Abschätzung der Eignung verschiedener Werkstoffe. Für die die in dieser Arbeit betrachtete Anwendung sind folgende Zielgrößen relevant:

- 1. Hohe elastische Dehnung (ϵ_{el})
- 2. Geringer Elastizitätsmodul (E)
- 3. Hohe elastisch gespeicherte Energie (U_{el})

Entsprechend der Werkstoffauswahlmethodik nach Ashby [66, S. 82] wird ein doppellogarithmisches Diagramm mit den beiden Zielgrößen auf den Koordinatenachsen erstellt (Abbildung 9). Für die oben angegebenen Zielgrößen kann der Werkstoffindex M wie in Gleichung 4 formuliert werden, wobei E den Elastizitätsmodul und ε_{el} die elastische Dehnung bezeichnet. Für die Erfüllung der Zielgrößen, muss der Index entsprechend maximiert werden. Die am besten geeignetsten Werkstoffe, d.h. jene, die einen geringen Elastizitätsmodul und eine hohe elastische Dehngrenze kombinieren, liegen damit in der rechten unteren Ecke des Werkstoffauswahldiagramms in Abbildung 9.



$$M_1 = \frac{\varepsilon_{el}}{F}$$
(4)

Abbildung 9: Werkstoffauswahldiagramm für den Elastizitätsmodul und die elastische Dehngrenze.

Abbildung 10 zeigt ein Werkstoffauswahldiagramm für die Werkstoffkennwerte "elastische Dehngrenze, ϵ_{el} " und "elastisch gespeicherte Energie, U_{el} ". Werkstoffe, die mehr elastische Energie speichern können, sind für den Einsatzzweck besser geeignet und liegen entsprechend des Auswahlkriteriums, in der rechten oberen Ecke (Abbildung 10). Der zugehörige Werkstoffindex, der ebenfalls maximiert werden muss, lautet dementsprechend:

$$M_2 = \varepsilon_{el} \cdot U_{el} \tag{5}$$



Abbildung 10: Werkstoffauswahldiagramm für die elastisch gespeicherte Energie.

Dementsprechend kommen für die vorliegende Arbeit unter anderem folgende Werkstoffe in Frage: Thermoplastisches Polyurethan (TPU), Polycarbonat (PC) und Acrylnitril-Butadien-Styrol (ABS). An den genannten Werkstoffen werden zusätzliche mechanische und thermische Versuche zur näheren Charakterisierung und Beurteilung ihrer Eignung durchgeführt, die in Kapitel 5.1 beschrieben werden.

3.2 Auswahl der Formgedächtnislegierung des Drahtes

Als Formgedächtnislegierung wird eine Nickel-Titan-Legierung verwendet, da bei dieser, wie in Kapitel 2.1 erläutert wurde, der Formgedächtniseffekt gegenüber anderen Legierungen am stärksten ausgeprägt ist und sie eine höhere Langzeitstabilität aufweist. Darüber hinaus bedingt das additive Fertigungsverfahren für die FGL-Polymer-Verbunde einige Anforderungen an die FGL. Zum einen muss die Legierung als Draht mit einem maximalen Durchmesser von 0,1 mm verfügbar sein, um die automatisierte Drahtförderung und -ablage im Arburg Freeformer zu ermöglichen (Kapitel 4). Zum anderen muss sichergestellt werden, dass in der FGL durch den Wärmeeintrag während des Herstellungsverfahrens keine Phasenumwandlung initiiert wird. Dies hätte zur Folge, dass der Draht bereits während der Fertigung seine Hochtemperaturform annehmen

würde. Somit hätte eine erneute Erwärmung des Verbundes keine Verformung des Drahtes mehr zur Folge und der Verbund würde keine Aktorfunktion mehr aufweisen. Aus diesem Grund muss die Legierung so gewählt werden, dass die Austenitstarttemperatur ausreichend hoch ist, sodass eine Phasenumwandlung während des Herstellungsprozesses verhindert wird. Auf Basis der oben genannten Anforderungen wurde eine NiTi-Legierung mit einem Nickelgehalt von 54,8 Masseprozent und einem Drahtdurchmesser von 0,074 mm gewählt. Laut Hersteller beträgt die Austenitstarttemperatur 83 °C (Anhang 3). NiTi-Legierungen mit höheren Austenitstarttemperaturen sind bisher nicht kommerziell verfügbar. Eine weitere Erhöhung der Austenitstarttemperatur lässt sich daher nur durch eine Vorspannung des Drahtes während der Erwärmung ermöglichen, wie sie in Kapitel 5.2.3 untersucht wird.

4 Probenherstellung

Für die Herstellung des Verbundwerkstoffes aus NiTi-Draht und einer Polymermatrix wird ein Verfahren verwendet, das auf dem von der Firma Arburg GmbH & Co. KG entwickelten Verfahren des Arburg-Kunststoff-Freiformens (AKF) beruht. Beim AKF-Verfahren wird Polymergranulat (Abbildung 11-1), wie es sonst beim Spritzgussverfahren verwendet wird, in einer beheizten Plastifiziereinheit (Abbildung 11-2) mit einer Schnecke mit einem Durchmesser von 15 mm aufgeschmolzen. Das aufgeschmolzene Polymer wird anschließend tropfenweise mit einem hochfrequent getakteten Piezoaktor über den Düsenverschluss (Abbildung 11-3) auf der Bauteilplattform (Abbildung 11-5) abgelegt. Die Bauteilplattform ist in x-, y-, und z-Richtung positionierbar und ermöglicht somit die exakte Tropfenablage entsprechend eines zuvor berechneten CAD-Modells des Bauteils. Durch die Verbindung der Tropfen mit dem bereits abgelegten Material entsteht ein schichtweise aufgebautes Bauteil. [67]



Abbildung 11: Arburg Freeformer, erweiterte Darstellung nach [67].

Das AKF-Verfahren wurde in [68] um eine Einheit zur automatisierten Einbringung von Endlosfasern ergänzt, die anschließend für den Prototypen des Arburg Freeformer 300-4X weiterentwickelt wurde. Dieser wurde im Rahmen des bearbeiteten DFG-Projektes am wbk-Institut für Produktionstechnik des Karlsruher Institutes für Technologie für die Herstellung aller Proben für die vorliegende Arbeit verwendet.

4.1 Manuelle Drahtablage

Für eine manuelle Drahtablage wurde am Institut für Produktionstechnik des Karlsruher Instituts für Technologie zunächst eine Vorrichtung entwickelt, die das manuelle Einbringen der NiTi Drähte unter Zugspannung während des AKF-Verfahrens ermöglicht (Abbildung 12) [9]. Für die Herstellung der Proben wurden zunächst zehn Schichten TPU auf der Bauteilplattform aufgedruckt, bevor der Prozess pausiert wurde und der Draht manuell mit einer Zugkraft von 1,5 N mithilfe der Vorrichtung in das gedruckte Material eingebracht wurde. Anschließend wurde der Draht mit zehn weiteren Schichten überdruckt. Je nach Versuch wurden unterschiedliche Breiten und Längen der Proben realisiert, die in den jeweiligen Kapiteln behandelt werden. Die Probendicke betrug bei allen Proben (außer den Aktorproben) 4 mm (entspricht 20 Schichten). Für die Herstellung der Proben wurden die in Tabelle 1 aufgeführten Prozessparameter verwendet. [69]



Abbildung 12: Einspannvorrichtung zur manuellen Drahteinbringung in das AKF-Verfahren: Darstellung übersetzt aus [9].

Parameter	Wert
Austragszahl	39,5 %
Düsentemperatur	215 °C
Bauraumtemperatur	80 °C
Schichthöhe	0,2 mm
Verhältnis Tropfenbreite zu Tropfenhöhe	1
Füllgrad	95,48 %

Tabelle 1: Prozessparameter für die manuelle Drahteinbringung [69].

4.2 Automatisierte Drahtablage

Das Modul für die automatisierte Drahteinbringung besteht aus zwei Komponenten. Zum einen wurde die Bauteilplattform (vgl. Abbildung 12) um eine Fixierung für den Draht ergänzt, die mithilfe eines Pneumatikzylinders das Drahtende festhält. Durch Verfahren der Bauteilplattform kann der Draht abgewickelt werden. Die Drahtspule befindet sich dabei im freefomer. Der Draht wird über eine Kanüle, direkt neben den Austragsdüsen, in den Bauraum gebracht und kann durch Verfahren der Bauteilplattform in die Fixierung eingefädelt werden. Ein zentraler Punkt des neuentwickelten Moduls ist die Drahtablage unter Zugspannung, um eine Phasenumwandlung des Drahtes aufgrund der direkten Nähe zu den heißen Austragsdüsen des Polymers zu verhindern. Dazu wurde zwischen Drahtspule und Kanüle eine Bremse eingebaut, mit der sich die Vorspannung des Drahtes einstellen lässt (Abbildung 13). Weiterhin wurde die Software dahingehend modifiziert, dass bei der Ablage der Polymertropfen in der zehnten Schicht eine Reihe freigelassen wurde, um Platz für den im Anschluss eingelegten NiTi-Draht zu schaffen. Ab der elften Lage wurden erneut alle Reihen befüllt und der Draht damit in die Polymermatrix eingebettet. Den Lagenaufbau verdeutlicht Abbildung 14, wobei zu sehen ist, dass, aufgrund der unterschiedlichen Durchmesser von NiTi-Draht und Polymertropfen, der Draht eventuell nicht vollständig von der Polymermatrix umschlossen ist, obwohl die Tropfen beim Aufbringen noch viskos sind. [69]



Abbildung 13: Modul zur automatisierten Drahtablage. Bauteilplattform mit pneumatischer Drahtfixierung (links) und Drahtspule mit Bremse zum Aufbau der Vorspannung (rechts) [69].



Abbildung 14: Schematischer Aufbau der Verbundproben. Schnittbild (links), 3D-Darstellung (rechts). Aufgrund des Durchmesserunterschiedes zwischen dem Draht und den Polymertropfen ergibt sich ein Kanal mit annähernd rechteckigem Querschnitt.

5 Experimentelle Arbeiten

Nach Abschluss der in Kapitel 3.1 beschriebenen systematischen Werkstoffauswahl, wurden die mechanischen und thermischen Eigenschaften der potenziellen Matrixwerkstoffen untersucht, ihre Eignung die um für Herstellung von Formgedächtnisdraht-Polymer-Verbunden, zu bewerten. Weiterhin wurden der ausgewählte NiTi-Draht sowie die hergestellten Formgedächtnisdraht-Polymer-Verbunde mechanisch und thermisch charakterisiert. Zusätzlich wurden auch Versuche zur Charakterisierung der Draht-Matrix-Grenzfläche sowie der Aktorfunktion durchgeführt.

5.1 Versuche zur Charakterisierung des Matrixmaterials

Da während der Aktivierung des Drahtes das Matrixmaterial elastisch verformt werden muss und diese Verformung wiederum die Rückstellkraft für den Aktor darstellt, ist, wie in Kapitel 3.1 bereits erläutert, vor allem der Elastizitätsmodul der potenziellen Matrixmaterialien wichtig. Als Matrixmaterialien wurden auf Basis der systematischen Werkstoffauswahl Polycarbonat (PC, Covestro, Makrolon 2805), Acrylnitril-Butadien-Styrol (ABS, Ineos Styrolution, Terluran GP35), ein Blend aus Polycarbonat/ABS (Covestro, Bayblend FR3010) sowie thermoplastisches Polyurethan (TPU, Covestro, Desmopan 9385A) untersucht. Die potenziellen Matrixmaterialien wurden anhand von Zugversuchen sowie Dreipunktbiegeversuchen charakterisiert. Darüber hinaus wurde die von Glasübergangstemperatur der potenziellen Matrixmaterialen mithilfe der dynamischen Differenzkalorimetrie bestimmt.

5.1.1 Zugversuche am Matrixmaterial

Die Probengeometrie für die quasistatischen Zugversuche wurde entsprechend der Norm DIN EN ISO 527-2 nach Probenkörpertyp 1A (s. Abbildung 15) ausgeführt. Die Zugversuche wurden an einer Z010 Universalprüfmaschine der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG durchgeführt. Für jedes der oben genannten Materialien wurden sechs Proben mit einer Messlänge von 80 mm lagegeregelt mit einer Traversengeschwindigkeit von 5 mm/min bis zum Erreichen der Vorkraft bei 0,2 MPa belastet, bevor die Prüfung mit einer Geschwindigkeit von 1 mm/min fortgesetzt wurde. Die an der Probe anliegende Kraft wurde mithilfe einer Kraftmessdose mit einer Kapazität von 10 kN gemessen, während die Dehnung mithilfe eines Videoextensometers (ZwickRoell VideoXtens) optisch ermittelt wurde. Der Elastizitätsmodul wurde entsprechend DIN ISO EN 527-1 mittels Sekantensteigung im Dehnungsbereich zwischen ϵ =0,05 % und ϵ =0,25 % nach Gl. 6 bestimmt [70].

$$\mathsf{E} = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \tag{6}$$



Abbildung 15: Probekörper Typ 1A nach DIN EN ISO 527-2 für quasistatische Zugprüfung: eigene, erweiterte Darstellung nach [70].

5.1.2 Biegeversuche am Matrixmaterial

Für die Dreipunktbiegeversuche wurden entsprechend DIN EN ISO 178 Rechteckproben mit den Abmessungen 80 x 10 x 4 mm³ hergestellt Die Versuche wurden an einer zwickiLine Z5.0 Universalprüfmaschine der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG durchgeführt. Der Biegemodul wurde für jedes Matrixmaterial an sechs Proben lagegeregelt mit einer Prüfgeschwindigkeit von 2 mm/min bestimmt und durch die Software testXpert der gleichen Firma auf Basis von DIN EN ISO 178 ausgewertet [71]. Dabei berechnet sich der Biegemodul nach Gl. 7, wobei σ_{f1} die Biegespannung in MPa bei der Durchbiegung s₁ ist, die sich nach Gl. 8 berechnet.

$$E_{f} = \frac{\sigma_{f2} - \sigma_{f1}}{\varepsilon_{f2} - \varepsilon_{f1}}$$
(7)

In Gl. 8 bezeichnet ϵ_f die Biegedehnung, die sich aus Gl. 9 berechnet. L bezeichnet den Abstand der Auflager, während s₁ die Durchbiegung der Probe in Millimeter und h die Probendicke darstellt.

$$s_1 = \frac{\varepsilon_{f1} \cdot L^2}{6 \cdot h}$$
(8)

$$\varepsilon_{f1} = \frac{6 \cdot s_1 \cdot h}{L^2} \tag{9}$$

5.1.3 Dynamische Differenzkalorimetrie der Matrixmaterialien

Die Glasübergangstemperatur der untersuchten Matrixmaterialien wurde mittels Dynamischer Differenzkalorimetrie mithilfe des Gerätes DSC 214 Polyma der Firma NETZSCH-Gerätebau GmbH bestimmt. Dazu wurde der in Abbildung 16 dargestellte Temperaturverlauf vorgegeben.



Abbildung 16: Temperaturprogramm für die Bestimmung der Glasübergangstemperatur der potenziellen Matrixwerkstoffe.

5.2 Versuche zur Charakterisierung des NiTi-Drahtes

Der bei der Firma G. Rau GmbH & Co. KG erworbene NiTi-Draht mit einem Durchmesser von 73,6 µm, einer Kaltverformung von 35 % (Anhang 3) und einem Nickelgehalt von 49,7 at. % (Anhang 4) wurde umfassend hinsichtlich seiner thermischen-, elektrischen- und mechanischen Eigenschaften charakterisiert.

5.2.1 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) des Drahtes

Zur Bestimmung der für die Phasenumwandlung charakteristischen Temperaturen (Mf, Ms, As und Af), wurde am NiTi-Draht ebenfalls eine Dynamische Differenzkalorimetrie in einer DSC 214 Polyma der Firma NETZSCH-Gerätebau GmbH durchgeführt. Das dafür verwendete Temperaturprogramm ist in Abbildung 17 dargestellt. In drei Zyklen wurden jeweils drei Proben mit einer Heizrate von 10 K/min auf 180 °C aufgeheizt und anschließend wieder mit einer Kühlrate von 10 K/min auf 0 °C abgekühlt, um zunächst Einflüsse von der Fertigung zu eliminieren. Für die Auswertung wurde der dritte Zyklus herangezogen.



Abbildung 17: Temperaturprogramm zur Bestimmung der Umwandlungstemperaturen des NiTi-Drahtes.

5.2.2 Zugversuche am NiTi-Draht

In Zugversuchen an einer Zwick Kappa 05DS Universalprüfmaschine der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG wurde die Zugfestigkeit der Martensitphase sowie der Elastizitätsmodul bei Raumtemperatur bestimmt. Die Versuche wurden lagegeregelt mit einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min bis zum Erreichen der Zugfestigkeit durchgeführt. Die an der Probe anliegende Kraft wurde mithilfe einer Kraftmessdose mit einer Kapazität von 500 N gemessen, während die Dehnung mithilfe der optischer Bildkorrelation mit einem Aramis 4M System der Firma Carls Zeiss GOM Metrology GmbH und drei GOM Referenzpunkten im Abstand von jeweils 50 mm aufgezeichnet wurde. Weiterhin wurde der Elastizitätsmodul der Austenitphase bei 120 °C bestimmt. Dafür wurde der gesamte Prüfaufbau in einer Temperierkammer der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG auf 120 °C erwärmt. Für den E-Modul beider Phasen wurden jeweils drei Drahtproben im Dehnungsbereich von ε =0,05 % und ε =0,25 % nach Gl. 6 untersucht. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 18 dargestellt.



Abbildung 18: Versuchsaufbau zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der Zugfestigkeit bei Raumtemperatur und bei 120 °C an einer Kappa 050DS mit Temperierkammer der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG.

Darüber hinaus wurde mithilfe einer ZwickiLine Z0.5 Universalprüfmaschine die freigesetzte Kraft bestimmt, die der Draht bei der Phasenumwandlung aufbringt. Hierfür wurde der Draht eingespannt und an den freien Enden elektrisch kontaktiert. Nach Anfahren einer Vorspannung von 0,02 N, wurde die elektrische Spannung schrittweise auf 9 V erhöht und mit der Kraftmessdose die anliegende Kraft aufgezeichnet. Den Prüfaufbau veranschaulicht Abbildung 19. Bei Überschreiten der Austenitstarttemperatur kommt es zur Kontraktion des Drahts in seine ihm aufgeprägte Form und eine Zugkraft wird messbar. Die freiwerdende Kraft bei der Umwandlung wurde an insgesamt vier Drahtproben untersucht. Die Dehnung des Drahtes wurde in allen Versuchen mit Hilfe des Aramis 4M Systems und GOM Referenzpunkten mit einem Durchmesser von 0,4 mm mit einer Bildaufnahmerate von 1 Hz gemessen.



Abbildung 19: Prüfaufbau zur Bestimmung der freigesetzten Kraft bei der Aktivierung.

5.2.3 Einfluss von Zugspannungen auf die Phasenumwandlung

Wie in Kapitel 2.1 erläutert, lassen sich die charakteristischen Temperaturen der Phasenumwandlung (M_f, M_s, A_s, A_f) durch eine mechanische Spannung zu höheren Werten verschieben. Dieser Zusammenhang sollte bei der vorliegenden Legierung näher untersucht werden. Hierzu wurde eine Dynamisch-Mechanischen-Analyse mit einer DMA 242 Artemis der Firma Netzsch Gerätebau GmbH verwendet. Diese ermöglichte das Anlegen einer statischen Zugkraft an den Draht, während der Draht einem festgelegten Temperaturzyklus unterworfen wurde. Währenddessen wurde kontinuierlich die Längenänderungen des Drahtes gemessen. Die Temperatur, bei der während des Aufheizvorgangs eine Längenänderung auftritt, entspricht dabei der A_s-Temperatur. Die Temperatur, bei Beendigung der Längenänderung entspricht der Af-Temperatur. Analog lassen sich während der Abkühlung die Ms- sowie die Mf-Temperaturen bestimmen. Der Versuch wurde jeweils sechs Mal für die Zugspannungen 200 MPa, 300 MPa, 400 MPa, 500 MPa und 550 MPa durchgeführt. Jede Probe wurde sechs Mal geprüft, um den Einfluss auf die Umwandlungstemperaturen nach mehreren Zyklen zu untersuchen. Für jedes Spannungsniveau wurde zunächst die Kalibrierprobe aus Stahl als Referenz gemessen. Das Temperaturprogramm startete bei Raumtemperatur und kühlte zunächst mit einer Abkühlrate von 2 K/min auf -6 °C herunter. Anschließend wurde der Draht mit der jeweiligen Zugspannung belastet und mit einer Heizrate von 2 K/min auf 250 °C erwärmt. Nach Erreichen von 250 °C wurde die Probe bei konstant anliegender Zugspannung erneut mit 2 K/min auf -6 °C abgekühlt bevor sie abschließend nochmal auf 250 °C erwärmt wurde. Durch Auftragung der Längenänderung gegen die Temperatur konnte die As-Temperatur als Schnittpunkt der Tangenten vor der Längenänderung und während der Längenänderung graphisch bestimmt werden. Analog wurden die Af-, Ms-, und Mf-Temperaturen bestimmt. Die Ergebnisse der DMA sind in Kapitel 7.3.1 dargestellt.

5.2.4 Einfluss der Phasenumwandlung auf den elektrischen Widerstand des Drahtes

Für die Bestimmung des elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit von der Temperatur sowie der kristallographischen Phase wurde das oben genannte Gerät zur Dynamisch-Mechanischen-Analyse (DMA 242 Artemis) um einen Aufbau zur Widerstandsmessung erweitert. Der elektrische Widerstand des Drahtes wurde mittels Vierpunktkontaktierung gemessen. Entsprechend Abbildung 20 wurden an den NiTi-Draht an vier Stellen mithilfe einer Punktschweißverbindung vier weitere NiTi-Drähte angeschweißt. Die Punktschweißverbindung wurde mit einem UIP 1000 der Firma Schmidt Instruments GmbH bei einer Spannung von 1,1 V und einer Pulsdauer von 1,5 Millisekunden unter Stickstoffatmosphäre durchgeführt, um eine Oxidation des Schweißpunktes zu verhindern. Anschließend wurde unter einem Lichtmikroskop (VHX 6000 der Firma Keyence Deutschland GmbH) der Abstand der beiden inneren Kontakte vermessen, um daraus den spezifischen elektrischen Widerstand zu berechnen. Entsprechend Abbildung 20 wurde über die beiden außenliegenden Kontakte ein Strom von 10 mA (Keithley 2400 Source Meter) durch den Draht geleitet und an den beiden innenliegenden Kontakten mit Hilfe eines hochohmigen Voltmeters (Keithley 182) der Spannungsabfall gemessen. Mithilfe eines Labview Auswerteprogramms lässt sich aus dem Spannungsabfall der elektrische Widerstand mithilfe des ohmschen Gesetzes berechnen. Der Vorteil der Vierpunktmessung liegt darin, dass die Messergebnisse unabhängig von den Innenwiderständen der Messgeräte und der Zuleitungen sind [72, S. 57-58]. Aus dem Widerstand wird anschließend mithilfe des Drahtdurchmessers sowie der Länge der Messstrecke der spezifische Widerstand des Drahtes berechnet. In der DMA wurde der zu untersuchende Draht mit einer Heizrate von 5 K/min auf 150 °C erwärmt und anschließend durch Abschalten der Heizung ungeregelt auf 25 °C abgekühlt. Während des Versuches wurde der Draht mit einer statischen Spannung von 0,01 N belastet, um ihn gestreckt zu halten. Die vier Zuleitungen aus NiTi-Draht wurden über vier WAGO® Klemmen mit lackisoliertem Manganin-Draht mit einem Durchmesser von 0,2 mm verbunden, um sicherzustellen, dass in der Anlage keine Kurzschlüsse oder Massekontakte über den Versuchsaufbau entstehen. Zu diesem Zweck wurden ebenfalls die Drahteinspannungen mit Hilfe von Flashbreaker®1 Klebeband elektrisch isoliert. Zusätzlich wurde noch ein Thermoelement in Probennähe angebracht und über einen Redlab TC Adapter der Firma Meilhaus Electronic GmbH ebenfalls mit dem LabView Programm verbunden. Auf diese Weise konnte in dem Programm der spezifische elektrische Widerstand direkt in Abhängigkeit der vorliegenden Temperatur gemessen werden.



Abbildung 20: Vierpunktkontaktierung des NiTi-Drahtes zur Messung des elektrischen Widerstandes innerhalb der DMA.

5.3 Oberflächenbehandlungen des NiTi-Drahtes

Wie in Kapitel 2.3.2 erläutert, lässt sich die Anbindung des Matrixwerkstoffes an die Drahtoberfläche durch verschiedene Oberflächenbehandlungen des Drahtes verbessern.

Vorversuchen vorliegenden In zu der Arbeit wurden bereits folgende Oberflächenbehandlungen an NiTi-Drähten durchgeführt: Ätzung mit HNO₃, Oxidation in einem Rohrofen, Laser-Gas-Nitrierung (LGN) sowie die Beschichtung mit gelöstem ABS. Die behandelten Drähte wurden anschließend in eine ABS-Matrix eingebettet und pullout-Versuche durchgeführt. Gegenüber den unbehandelten Drähten konnte die Grenzflächenscherfestigkeit erheblich gesteigert werden, wobei die LGN und die ABS-Beschichtung die größten Steigerungen ergaben. Die Ergebnisse der Vorversuche wurden in [73] veröffentlicht. Auf Basis der Vorversuche wurden in der vorliegenden Arbeit unter anderem eine Beschichtung des NiTi-Drahtes mit TPU sowie eine Laser-Gas-Nitrierung der Drahtoberfläche durchgeführt. Nach Abschluss der im Folgenden genauer beschriebenen Oberflächenbehandlungen wurden die NiTi-Drähte mit dem in Kapitel 4.1 beschriebenen Verfahren in eine TPU-Matrix eingebettet und auf diese Weise Proben für die pull-out-Prüfung (s. Kapitel 5.4.1) hergestellt.

5.3.1 Laser-Gas-Nitrierung der Drahtoberfläche

Die Laser-Gas-Nitrierung der NiTi Drähte wurde mit einem gepulsten Faserlaser GieMark30++ der Firma GieTec GmbH durchgeführt. Um eine gleichmäßige Behandlung der gesamten Drahtoberfläche zu ermöglichen, wurde eine Anlage konzipiert, die den Draht, wie im Folgeneden beschrieben, kontinuierlich durch den Brennpunkt des Laserstrahls hindurchführt. Das Prinzip und den schematischen Aufbau der Anlage veranschaulicht Abbildung 21. Da die Spotgröße des Lasers (vgl. Tabelle 2) kleiner als der Drahtdurchmesser ist, pendelt der Laserstrahl auf einer Laserlinienlänge von 3 mm mit einer Geschwindigkeit von 100 mm/s orthogonal zur Drahtlängsachse. Somit wird sichergestellt, dass der Draht zuverlässig getroffen wird. Der Draht wird von der Spule an Position 1 abgewickelt und mithilfe zweier Ösen so ausgerichtet, dass er durch den Auftreffpunkt des Laserstrahls an Position A hindurchgeführt und mithilfe eines Schrittmotors auf der Spule an Position 2 aufgewickelt wird. Die abgebende Spule (Position 1) ist dabei so gelagert, dass der Draht stets unter Zugspannung steht. Während des Laservorgangs, bei dem die Drahtoberfläche lokal angeschmolzen wird, wird der Draht kontinuierlich mit einem Stickstoffvolumenstrom von 10 l/min überströmt. Da der Draht bei diesem ersten Prozessschritt nur einseitig vom Laser getroffen wird, wird die Spule in Position 2 abgenommen, um 180 Grad gedreht und wieder an Position 1 angebracht. Der Draht wird nun im zweiten Prozessschritt erneut durch die beiden Nadelöhre geführt, vom Laserstrahl an der gegenüberliegenden Oberfläche angeschmolzen und an Position 2 aufgewickelt. Um jedoch die gesamte Drahtoberfläche zuverlässig behandeln zu können, wurde die Anlage um ein 90 Grad Getriebe und zwei weitere Spulenaufnahmen ergänzt, wie Abbildung 21 verdeutlicht. Die zuvor an Position 2 aufgewickelte Spule wird nun als abgebende Spule an Position 4 auf der vertikalen Achse montiert und im dritten Prozessschritt wird der Draht auf der durch das Kegelgetriebe angetriebenen Spule an Position 3 aufgewickelt. Der Laserkopf wird so verfahren, dass sich der Auftreffpunkt des Lasers nun an Laserposition B befindet. Anschließend wird die Spule von Position 3 wieder

um 180 Grad gedreht, an Position 4 angebracht und ein letzter vierter Durchgang durchgeführt. Auf diese Weise lässt sich der Draht von vier Seiten mit den in Tabelle 2 aufgeführten Parametern, behandeln, sodass die gesamte Drahtoberfläche nitriert wird. Die Laserlinienlänge gibt dabei den Weg an, auf dem sich der Laser orthogonal zur Drahtlängsachse mit der angegebenen Laserverfahrgeschwindigkeit bewegt. Da der Laser entlang dieser Linie "pendelt", könnte man bei der Laserlinienlänge auch von der Amplitude der Pendelbewegung sprechen. [Härle2022]



Abbildung 21: Schematischer Aufbau der konstruierten Anlage zur Laser-Gas-Nitrierung: Abbildung entnommen und verändert aus [Härle2022].

Tabelle 2: Verwendete Parameter fü	ür die Laser-Gas-Nitrierung.
------------------------------------	------------------------------

Parameter	Wert
Laserleistung	6 Watt
Frequenz	50 Hz
Laserlinienlänge	3 mm
Laserverfahrgeschwindigkeit	100 mm/s
Spotgröße	40 µm
Scanlinienabstand	20 µm
Stickstoffvolumenstrom	10 l/min

5.3.2 Beschichtung der Drahtoberfläche mit gelöstem Matrixmaterial

Als weitere Option zur Verbesserung der Anbindung zwischen dem TPU-Matrixmaterial und dem NiTi-Draht, wurde eine Beschichtung der Drähte mit TPU durchgeführt. Durch die TPU-Schicht auf der Drahtoberfläche soll die Anbindung an das Matrixmaterial verbessert werden. Zu diesem Zweck wird ein Lösungsmittel benötigt, das in der Lage ist, das TPU-Granulat vollständig zu lösen und das, nach dem Beschichtungsvorgang, wieder verdampft. Als Lösungsmittel kam N, N-Dimethylformamid zum Einsatz, dessen Produktdatenblatt sich in Anhang 6 befindet. Das TPU-Granulat wurde zunächst für 2 Stunden bei 75 °C im Ofen getrocknet, bevor eine Suspension aus 100 ml N, N-Dimethylformamid hergestellt wurde. Dazu wurde unter konstantem Rühren mit einem Magnetrührer, 30 g TPU-Granulat zu dem N, N-Dimethylformamid zugegeben, bis sich eine gleichmäßige dünnflüssige Suspension bildete. Anschließend wurden die Drähte drei Mal durch die Suspension gezogen und zwischendurch für 10 Minuten an der Raumluft getrocknet.

5.4 Versuche am Verbund zur Charakterisierung der Grenzfläche

Nach Abschluss der mechanischen und thermischen Versuche an den potenziellen Matrixwerkstoffen, wurde TPU als der am besten geeignete Matrixwerkstoff ausgewählt (vgl. Kapitel 7.2). Aus diesem Grund wurde für die Versuche am Verbund nur noch TPU als Matrixmaterial verwendet.

Um die Anbindung zwischen dem NiTi-Draht und dem Matrixmaterial zu quantifizieren sowie Aussagen über den Einfluss der unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen treffen zu können, wurden Drahtauszug-Versuche (engl. pull-out-test) zur Bestimmung der Grenzflächenscherfestigkeit durchgeführt. In Vorversuchen zur vorliegenden Arbeit wurden ebenfalls push-out-Versuche durchgeführt, die jedoch keine aussagekräftigen Ergebnisse lieferten. Grund dafür war zum einen die Präparation der Proben, die Schwierigkeiten bereitete. Wie in Kapitel 2.3.1 beschrieben, müssen die Proben für den push-out Versuch sehr dünn präpariert werden, um ein Eindrücken des Prüfstempels in die Drahtoberfläche zu verhindern. Aufgrund der großen Härteunterschiede zwischen TPU-Matrix und dem Matrixmaterial kam es beim Schleifen der Proben mehrfach zu einer Ablösung des Drahtes aus dem Matrixmaterial, da diese unterschiedlich schnell abgeschliffen wurden. Somit konnte eine Beschädigung der Grenzfläche bei der Präparation der Proben nicht ausgeschlossen werden. Für pull-out-Versuche wurden Proben mit den Abmessungen 10 x 10 x 4 mm³ verwendet, in die über eine Einbettlänge von 10 mm, ein NiTi-Draht eingebettet wurde. Der Abstand des Drahtes vom Probenrand betrug 5 mm und der Draht wurde bei einer Probenhöhe von 2 mm eingelegt, bevor er wiederum mit 2 mm Polymer überdruckt wurde. Die Länge des freiliegenden Drahtes betrug einseitig 30 mm, um eine einfache Einspannung in die Prüfmaschine zu gewährleisten. Abbildung 22 veranschaulicht die Probengeometrie. Die Abmessungen entsprechen somit, bis auf die Länge, denen der Proben für die Dreipunktbiegeversuche aus Kapitel 5.1.2.



Abbildung 22: Pull-out-Probe zur Charakterisierung der Draht-Matrix-Grenzfläche.

5.4.1 Pull-out-Versuche

Für die Durchführung der pull-out-Versuche wurde zunächst eine Halterung konzipiert, die eine Einspannung der Proben ermöglicht, ohne dabei Kräfte auf die Grenzfläche auszuüben. Die Halterung wurde wie in Abbildung 23 abgebildet konstruiert und verfügt über ein Loch in der Mitte, durch das der Draht hindurchgeführt wird. Die Halterung wird an der unteren Verjüngung beidseitig in die Spannbacke der Prüfmaschine eingespannt. Auf diese Weise hängt die Probe frei unter der Halterung und zentriert sich durch ihr Eigengewicht selbst. Während der Prüfung wird die Probe durch die Halterung in Position gehalten, während der Draht durch das Loch aus der Polymermatrix herausgezogen wird. Als Prüfmaschine wurde eine ZwickiLine Z0.5 Universalprüfmaschine der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG mit einer Kraftmessdosenkapazität von 5 N verwendet, wie sie in Abbildung 24 dargestellt ist. Zunächst wurde mit einer Geschwindigkeit von 5 mm/min eine Vorkraft von 0,05 N angefahren. Die Prüfgeschwindigkeit betrug dann lagegeregelt 1 mm/min. Für die Erstellung der Kraft-Weg-Diagramme wurde der Traversenweg zugrunde gelegt. Aus den resultierenden Diagrammen lässt sich zum Zeitpunkt des ersten Kraftabfalls die Kraft (F_{max}) ablesen, bei welcher die Grenzfläche versagt. Mit Hilfe dieser lässt sich entsprechend Gleichung 10 die Grenzflächenscherfestigkeit (GSF) berechnen, wobei L die Einbettlänge des Drahtes und d den Drahtdurchmesser bezeichnen.





Abbildung 23: CAD Skizze der Probenhalterung für die pull-out-Versuche.



Abbildung 24: Versuchsaufbau für die pull-out-Versuche.

5.4.2 In-situ pull-out-Versuche

Um das Versagensverhalten beim pull-out-Versuch genauer untersuchen zu können, wurden zusätzlich pull-out-Versuche durchgeführt, bei denen während des Versuches die

(10)

Grenzfläche unter einem Lichtmikroskop beobachtet wurde. Dazu mussten die Prozessparameter für die Herstellung der Proben aus Tabelle 1 teilweise verändert werden. Anstatt einer Austragszahl von 39,5 %, wurde eine Austragszahl von 45 % gewählt. Dadurch wurden die Proben transparent. Zum Einsatz kam ein Lichtmikroskop VHX 6000 der Firma Keyence Deutschland GmbH sowie ein Zug- & Druck Modul der Firma Kammrath & Weiss GmbH mit einer Kapazität der Kraftmessdose von 10 N. Für das Zug- & Druck Modul wurde eine neue Probenaufnahme konzipiert, die die Verbundprobe in der richtigen Position hält, während der Draht herausgezogen wird. Außerdem wurde die Probenaufnahme um eine LED-Lichtquelle erweitert, die Durchlichtaufnahmen im Mikroskop während des pull-out-Versuches ermöglicht. Zwischen der Probe und der LED-Lichtquelle wurde ein Polarisationsfilter eingebaut, um die spannungsdoppelbrechenden Eigenschaften des verwendeten Matrixmaterials TPU sichtbar zu machen (Abbildung 25). Ein zweiter Polarisationsfilter, der um 90 Grad gegenüber dem ersten gedreht ist, wurde zwischen Probe und Mikroskopobjektiv platziert. Die beiden um 90 Grad versetzten Polarisationsfilter sorgen für eine komplette Auslöschung des Lichtes im Ausgangszustand, sodass kein Licht in das Objektiv einfällt. Um den pull-out-Versuch aus Kapitel 5.4.1 nachzubilden, wurden die Drahteinspannung und die Probenaufnahme durch einen Spindelantrieb mit einer kontanten Geschwindigkeit von 10 µm/s (0,06 mm/min) auseinandergefahren. Die geringere Geschwindigkeit im Vergleich zum pull-out-Versuch aus Kapitel 5.4.1 ist notwendig, um die Videoaufnahme des Versagensverhaltens zu realisieren. Vorversuche haben gezeigt, dass bei einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min, das Versagen der Grenzfläche zu schnell vonstattengeht, um dies auf einer Videoaufnahme sichtbar zu machen. Der Draht wird dadurch aus dem Verbund herausgezogen, während das Matrixmaterial durch einen Anschlag in Position gehalten wird. Die Kraftmessdose zeichnet die dafür notwendige Kraft auf. Auf diese Weise wird in der Grenzfläche ein Spannungsfeld aufgebaut, welches durch die spannungsdoppelbrechenden Eigenschaften des Polymers im Mikroskop als "Leuchten" sichtbar wird, wie Abbildung 25 zeigt. Der Versuch wird mit Hilfe des Lichtmikroskops als Video mit einer Bildrate von 15 Bildern pro Sekunde und einer Auflösung von 1600 x 1200 Pixeln² aufgezeichnet.



Abbildung 25: Versuchsaufbau für die in-situ pull-out-Versuche unter einem Lichtmikroskop.

5.4.3 Nachträgliche Beeinflussung der Grenzfläche

Über die Oberflächenbehandlungen am NiTi Draht hinaus, wurde der Einfluss einer nachträglichen und Druckbehandlung Wärmeisostatischen auf die Grenzflächenscherfestigkeit untersucht. Ziel der Untersuchungen war es, durch eine nachträgliche Temperatur und Überdruckbehandlung den Porengehalt in der Grenzfläche zwischen NiTi-Draht und Matrixmaterial zu verringern und damit die Anbindung zu verbessern. Dazu wurden pull-out-Proben mit unbehandelten NiTi Drähten nach deren Herstellung in eine Gasdruckinfiltrationsanlage gebracht. Der Aufbau dieser Anlage wird in [74] beschrieben, wobei sie in diesem Fall als Autoklav genutzt wurde, d.h. die Proben wurden mit einem geregelten Überdruck- und Temperaturprogramm beaufschlagt. Zunächst wurde ein Vakuum von 0,1 mbar erzeugt, um ein Oxidieren des Graphitsuszeptors zu verhindern, bevor die Gasdruckinfiltrationsanlage mit einer Heizrate von 5 K/min auf 190° C Prozesstemperatur aufgeheizt wurde. Anschließend wurde der Druck mit Argongas auf 8 bar erhöht und bei 190 °C für 30 Minuten konstant gehalten.

5.4.4 Charakterisierung mittels Computertomographie

Um den Einfluss der in 5.4.3 beschriebenen thermo-mechanischen Nachbehandlung zu untersuchen, wurden vor und nach der Behandlung Aufnahmen des Verbundes mit einem Computertomographen (CT) erstellt. Der besondere Fokus lag hier auf der Untersuchung der Grenzfläche, da diese, wie oben beschrieben, einen entscheidenden Einfluss auf die Aktorfunktion hat. Für die Aufnahmen wurde ein Phoenix Nanotom der Firma GE Sensing and Inspection Technology GmbH benutzt. Es wurden Proben mit der Geometrie von pullout-Proben verwendet und diese auf eine Breite und Dicke von je 1 mm heruntergeschliffen, um die Sichtbarkeit der Grenzfläche im CT zu verbessern. Die Länge der Probe wurde bei 10 mm belassen. Für die CT-Aufnahmen wurden die in Tabelle 3 aufgeführten Parameter genutzt.

Parameter	Wert
Spannung	120 kV
Strom	100 µA
Voxelsize	2,8 μm
Number of Images	2000
Timing	3000 ms
Average	5
Skip Frames	1
Binning	1 x 1
Sensitivity	0,5

Tabelle 3: Verwendete Parameter für die durchgeführte Computertomographie der Grenzfläche.

5.5 Versuche zur Verbundcharakterisierung

Neben den Einzelkomponenten und der Grenzfläche, wurden im nächsten Schritt die Eigenschaften des Verbundes näher untersucht. Neben quasistatischen Versuchen wurden hier auch zyklische Versuche im Zugschwellbereich durchgeführt, um das Ermüdungsverhalten des Verbundes näher zu betrachten.

5.5.1 Quasistatische Untersuchungen

Für die quasistatischen Versuche wurde eine Prüfmaschine E10000 der Firma Instron GmbH verwendet, die mit einer 1000 N Kraftmessdose ausgestattet wurde. Die Dehnung der Verbundproben wurde optisch mit Hilfe des Instron Video-Extensometers bestimmt. Die Verbundeigenschaften wurden an 80 x 10 x 4 mm³ Proben mit fünf nebeneinander eingebetteten NiTi-Drähten bei einer Probenhöhe von 2 mm untersucht, wie Abbildung 26 verdeutlicht.



Abbildung 26: Links: Schematische Skizze der elektrischen Kontaktierung der 5 NiTi Drähte für die Widerstandsmessung. Rechts: Verbundprobe mit Messpunkten für Extensometer.

Um ein Versagen der NiTi-Drähte im Inneren des Verbundes zu detektieren, wurde an die Drähte ein elektrischer Strom von 10 mA angelegt und über den elektrischen Widerstand der Zustand der Drähte überwacht. Dazu müssen die freien Drahtlängen auf beiden Seiten mindestens 40 mm betragen. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 27 dargestellt. Der NiTi-Draht wird mit zwei WAGO® Klemmen, die sich auf den Spannbacken befinden, mit einem Manganin-Draht verbunden, der die Bewegungen der Spannbacken ausgleichen soll. Die Manganin-Drähte sind wiederum mit der Stromquelle (Keithley 2400 Source Meter) verbunden. Der Gesamtstrom beträgt 10 mA. Ein Labview Programm berechnet aus der dafür erforderlichen Spannung den aktuellen Gesamtwiderstand und zeichnet diesen mit einer Frequenz von 100 Hz während des Versuches auf.

Die quasistatischen Eigenschaften wurden durch Zugversuche mit Entlastungen untersucht, wobei die Belastungen weggeregelt durchgeführt wurden. Nach jeder Auslenkungsstufe wurde die Probe wieder auf 0 N entlastet, bevor die nächste Laststufe angefahren wurde. Mit einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min wurden die Auslenkungen 2 mm, 4 mm, 6 mm, 8 mm, 10 mm und 12 mm angefahren und in der Entlastungsphase jeweils der E-Modul durch lineare Regression ausgewertet. Da die Proben bei der Entlastung nicht wieder einen Dehnungswert von 0 % erreichten, musste der Steigungsbereich händisch und individuell festgelegt werden. Jeweils drei Proben wurden bei Raumtemperatur und drei bei einer Temperatur von 60 °C untersucht. Für die Prüfungen bei erhöhten Temperaturen kam eine Temperierkammer HP1235Y der Firma Instron GmbH zum Einsatz.



Abbildung 27: Versuchsaufbau für die Charakterisierung der quasistatischen und zyklischen Verbundeigenschaften.

5.5.2 Zyklische Untersuchungen

Für die Charakterisierung der Verbundproben bei zyklischer Belastung wurden Versuche im Zugschwellbereich mit dem in Kapitel 5.5.1 beschriebenen Versuchsaufbau durchgeführt. Dazu wurde zunächst ein Laststeigerungsversuch durchgeführt, wobei die Laststufen erneut weggeregelt angefahren wurden, wie Tabelle 4 verdeutlicht. Auf jeder Auslenkungsstufe wurden 5000 Zyklen mit einer Frequenz von 1 Hz durchgeführt, bevor die nächste Auslenkungsstufe angefahren wurde. Im Anschluss daran wurden jeweils drei Proben auf den Laststufen 1, 3 und 5 für jeweils 10⁵ Zyklen getestet, um die Schwingfestigkeit des Verbundwerkstoffes zu bestimmen.

Laststufe	Statische Auslenkung in mm	Amplitude in mm
1	2	0,5
2	4	1
3	6	1,5
4	8	2
5	10	2,5

Tabelle 4: Laststufen des Laststeigerungsversuches.

5.5.3 Charakterisierung der Aktorfunktion

Für die Charakterisierung der Aktorfunktion kam die in Abbildung 28 dargestellte Probengeometrie zum Einsatz. Der Draht wurde auf beiden Seiten in einem Bereich von 20 x 4 x 0,8 mm³ eingebettet und lag dazwischen frei. Außerhalb des eingebetteten Bereiches lag der Draht ebenfalls frei, um eine elektrische Kontaktierung zu ermöglichen. Dadurch dass der Draht nicht mittig bezüglich der Probenhöhe eingebettet ist, sollte eine Kontraktion des Drahtes eine Biegeverformung des TPUs verursachen. Die Aktorfunktion wurde zum einen durch die Bestimmung der maximal aufbringbaren Kraft als auch durch die Bestimmung der maximalen Auslenkung des Aktors charakterisiert. Für die Bestimmung der aufbringbaren Kraft des Aktors wurde ein Versuchsaufbau, wie er in Abbildung 29 zu sehen ist, gewählt. Der Abstand der Auflager betrug 80 mm und die Kante hatte einen Radius von 0°. Der Radius der Finne an der Kraftmessdose betrug 3,5 mm. Die Auflager wurden mit Isolierband abgeklebt, um einen Massekontakt der Drähte während der Aktivierung zu verhindern. Die aufgebrachte Kraft wurde in der Mitte der Probe gemessen, während die Verformung des Aktors mit Hilfe eines Aramis 4M Systems der Firma Carl Zeiss GOM Metrology GmbH mit einer Messfrequenz von 5 Hz erfasst wurde. Für die Erfassung der Verformungen wurde auf der Oberfläche des Aktors ein Specklepattern aufgebracht.



Abbildung 28: Probengeometrie der Aktorproben. In der Mitte der Probe wurden drei GOM-Referenzpunkte aufgeklebt.

Dazu wurden die Probenoberflächen zunächst mit Ethanol gereinigt und anschließend mit einer Lackierpistole mit einem Druck von 0,8 bar bei halb geöffneter Düse mit weißer Farbe (Schmincke Aero Color Professional Acrylic Ink, 28101 SUPRA-Weiß, deckend) grundiert. Nach dem Abtrocknen der weißen Farbe, wurde mit 0,5 bar Druck und einer zu einem Viertel geöffneten Düse das Specklepattern mit schwarzer Farbe (Schmincke Aero Color Professional Acrylic Ink, 28-702 SUPRA-Schwarz, deckend) aufgebracht. Für die Bestimmung der Auslenkung wurden mittig unter die Finne der Kraftmessdose zusätzlich drei GOM-Referenzpunkte mit einem Durchmesser von 0,4 mm aufgeklebt und als Punktkomponente in der Aramis Software definiert.



Abbildung 29: Versuchsaufbau für die Bestimmung der maximal aufbringbaren Kraft des Aktors.

Die Aktorproben wurden mit einem Strom von 200 mA über ihren elektrischen Widerstand thermisch aktiviert. Zu diesem Zweck wurden die freiliegenden Drähte der Aktorproben an eine Keithley 2400 SourceMeter Stromquelle angeschlossen und über ein LabView Programm der Strom von 10 mA schrittweise auf 200 mA erhöht. Die Schrittweite betrug 10 mA und die Zyklusdauer 60 Sekunden. Insgesamt wurden zehn Zyklen abgefahren. Die ausgelenkte Probe zeigt Abbildung 30.



Abbildung 30: Aktorprobe im ausgelenkten Zustand bei einem anliegenden Strom von 200 mA.

Zusätzlich wurde das aufgenommene Kraftsignal aus der TestXpert Software sowie die elektrische Spannung aus der Labview Software als Analogsignal in die Aramis Software eingepflegt, um eine direkte Korrelation aller Messgrößen in der Aramis Software zu ermöglichen. Um eine Erhöhung der aufbringbaren Kraft zu erreichen, wurden außerdem Versuche mit einer Stromstärke von 300 mA durchgeführt. Neben der Bestimmung der Auslenkung des Aktors bei einer Aktivierung von 10 Zyklen, wurde ebenfalls die maximal aufgebrachte Kraft während einer Aktivierung von zweimal 10 Zyklen und einer Pause von 20 Minuten nach den ersten zehn Zyklen untersucht. Zusätzlich wurde eine Messung mit 1000 Zyklen durchgeführt, wobei zwischen jedem Zyklus eine Pause von 5 Minuten gemacht wurde, um das Relaxationsverhalten des Aktors näher zu untersuchen. Auf eine separate Aufzeichnung der Verformung mittels GOM Aramis 4M wurde hier verzichtet, da die Speicherkapazität des Messrechners für die hohe Anzahl an Zyklen nicht ausgereicht hätte.
6 Modellierung der Aktorfunktion

Die Aktorfunktion beruht auf dem komplexen Zusammenspiel von mehreren Mechanismen. Zum einen wird an den Draht eine elektrische Spannung angelegt, die aufgrund des elektrischen Widerstandes des Drahtes zu dessen Erwärmung führt. Diese führt beim Überschreiten Austenitstarttemperatur Erwärmung der zu einer Phasenumwandlung des Drahtwerkstoffes. Da sich der Draht durch eine mechanische Vordehnung in Längsrichtung, vor der Einbettung in die Polymermatrix, in einem entzwillingten Zustand befindet, führt diese Phasenumwandlung zu einem Zusammenziehen des Drahtes in seine ursprüngliche Form. Der Draht bildet über die Grenzfläche eine feste Verbindung mit dem Polymer, wodurch sich dieses durch das Zusammenziehen des Drahtes ebenfalls mitverformt. Um die Auswirkungen der Einzelmechanismen auf das Gesamtsystem genauer untersuchen zu können, wurde ein Finite-Elemente-Modell des Aktors mithilfe der Software COMSOL Multiphysics 6.1 erstellt.

Die Geometrie für das Modell wurde analog zu den experimentellen Versuchen der Aktorfunktion gewählt. Um den Rechenaufwand und die Komplexität des Modells zu verringern, wurde das Bauteil entlang der Symmetrieebene der Drahtlängsachse in zwei spiegelbildliche Entitäten geteilt, wovon eine wieder entfernt wurde, wie Abbildung 31 veranschaulicht. Anschließend wurden dem Matrixmaterial sowie dem NiTi-Draht die in Tabelle 5 aufgeführten Materialeigenschaften zugewiesen. Die Elastizitätsmoduln der Martensit- und Austenitphase wurden den Ergebnissen der Zugversuche aus Kapitel 5.2.2 entnommen. Die M_s-, M_f-, A_s- und A_f-Temperaturen wurden den Ergebnissen der DSC-Prüfung aus Kapitel 5.2.1 entnommen. Aus den Ergebnissen der Versuche zur Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes aus Kapitel 5.2.4 wurde die elektrische Leitfähigkeit (S/m) bei 20 °C berechnet, die sich aus dem Kehrwert des spezifischen elektrischen Widerstandes (Ω^*m) ergibt.



Abbildung 31: Geometrie für die Modellierung der Aktorfunktion in Comsol Multiphysics.

Die Werte für den thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Austenit- und der Martensitphase, die spezifische Wärmekapazität, die Dichte sowie die Wärmeleitfähigkeit der beiden Phasen wurden dem in Anhang 5 beigefügten Datenblatt des Drahtherstellers entnommen, da aufgrund des Drahtdurchmessers von 73 µm eine Messung dieser Parameter mit den verfügbaren Messmethoden nicht möglich war. Die Werte für die der Martensitund Austenit-Grenzkurve sowie die maximale Steigung Transformationsdehnung, wurden folgender Quelle entnommen [10, S. 219]. Im Modul Elektrische Ströme wurde die eine Stirnfläche als Erdung gekennzeichnet, während die andere Stirnfläche als elektrisches Potential mit dem Spannungsparameter Voltage definiert wurde, der in der später durchgeführten Studie variiert wird. Im Modul Festkörpermechanik wurde der Draht als Formgedächtnislegierung definiert, das Materialmodell nach Lagoudas ausgewählt und die Temperatur als Transformationsparameter gewählt. Die Temperatur wird dem Modul Elektromagnetische Erwärmung entnommen. Für die Beschreibung der Phasenumwandlungskinetik, wurde die quadratische Transformationsfunktion ausgewählt. In Analogie zu den experimentellen Versuchen zur Bestimmung der maximalen Auslenkung des Aktors, wurde eine Probenseite in ihren Freiheitsgraden eingeschränkt und als Loslager definiert. Im Modul

Wärmetransport in Feststoffen wurde für den Draht ebenfalls Formgedächtnislegierung als spezifisches Medium gewählt. Zusätzlich wurde ein Wärmefluss für den Draht definiert, um die Wärmekonvektion des Drahtes an die Umgebung abzubilden. Dazu wurde der in Comsol implementierte Ansatz zur Berechnung der freien Konvektion anhand eines horizontalen Zylinders genutzt, da dieser der Realität am nächsten kommt. Der Wärmefluss wurde auf der freiliegenden Mantelfläche außerhalb des Einbettbereiches definiert. Als Flusstyp wurde konvektiver Wärmefluss mit den Zusatzangaben Externe natürliche Konvektion und Langer horizontaler Zylinder ausgewählt. Der Zylinderdurchmesser entspricht dem Drahtdurchmesser von 0,0736 mm. Die Umgebung wurde als Luft definiert mit einem Absolutdruck (p_A) von 1 atm und einer Temperatur (T) von 293,15 K. Die Wärmestrahlung der freiliegenden Mantelfläche an die Umgebung wird mit dem Modul Oberfläche-zu-Umgebung Strahlung abgebildet. In Anlehnung an [75], wurde ein Emissionsgrad (ɛ) der Oberfläche von 0,3 angenommen. Ein weiterer Wärmefluss wurde auf der Außenseite des Polymers definiert, um die Wärmekonvektion des Polymers an die Umgebung abzubilden. Der Konvektive Wärmefluss wurde analog zur Konvektion des Drahtes, als externe natürliche Konvektion eines langen horizontalen Zylinders angenommen. Der Zylinderdurchmesser entspricht in diesem Fall der Höhe des Polymers von 3,8 mm. Als Fluid, wurde ebenfalls Luft mit einem Absolutdruck (p) von 1 atm sowie einer externen Temperatur (T) von 293,15 K angenommen. Für den Wärmeübergang zwischen Draht und Polymer, wurde eine dünne Schicht mit einer Wärmeleitfähigkeit von 0,1 W/(m*K) und den in Tabelle 5 für TPU definierten Materialeigenschaften, definiert. Die Schichtdicke wurde mit 0,1 mm angegeben. Im Unterpunkt Multiphysics, wurden die beiden Module Thermische Ausdehnung und Elektromagnetische Erwärmung ausgewählt, um die Wechselwirkungen aller Module abzubilden. Es wurde eine stationäre Studie mit einem Parametrischen Sweep durchgeführt, der eine schrittweise Erhöhung der angelegten eklektischen Spannung von 0 V auf 9 V mit einer Schrittweite von 1 V beinhaltete.

Parameter	NiTi	TPU
Drahtdurchmesser in mm	0,0736	
Dichte in kg/m³	6500	1120
Poissonzahl	0,33	0,33
Elektrische Leitfähigkeit in S/m	1333333,33	5,6 x 10 ⁻¹⁶
Wärmeleitfähigkeit in W/(m·K)	9 (Martensit)	0,236
Wärmeleitfähigkeit in W/(m·K)	18 (Austenit)	
Wärmekapazität in J/(kg·K)	500	1,6 x 10 ³
Elastizitätsmodul in Pa	55 x 10 ⁹ (Martensit)	2 x 10 ⁷
Elastizitätsmodul in Pa	46 x 10 ⁹ (Austenit)	
Thermischer Ausdehnungskoeffizient in 1/K	10,5 x 10 ⁻⁶ (Martensit)	150 x 10 ⁻⁶
Thermischer Ausdehnungskoeffizient in 1/K	6,6 x 10 ⁻⁶ (Austenit)	
Relative Permittivität	1	1
Referenztemperatur in °C	20	20
Martensit-Anfangstemperatur in °C	46,4	
Martensit-Endtemperatur in °C	35,36	
Austenit-Anfangstemperatur in °C	80,64	
Austenit-Endtemperatur in °C	90,3	
Steigung der Martensit-Grenzkurve in Pa/K	7,4 x 10 ⁶	
Steigung der Austenit-Grenzkurve in Pa/K	7,4 x 10 ⁶	
Maximale Transformationsdehnung	0,056	
Kalibrierungs-Stressniveau in N/m ²	0	

Tabelle 5: Materialparameter für die Modellierung. Die Einheiten sind analog zu denen in Comsol aufgeführt.

7 Ergebnisse

7.1 Versuche am Matrixmaterial

Zur Auswahl eines geeigneten Matrixmaterials für die Aktoranwendungen wurden, wie in Kapitel 5.1 erwähnt, Zug- und Biegeversuche durchgeführt. Dabei wurde neben dem Zugmodul auch das Biegemodul bestimmt, um sowohl Aussagen über den Widerstand gegen die elastische Verformung bei einer Zugbelastung als auch bei einer Biegebelastung der Proben treffen zu können. Die experimentell bestimmten Zugmoduln liegen im Mittel mit Ausnahme von TPU alle im gleichen Bereich von 2000-2300 MPa, wie Abbildung 32 veranschaulicht, wobei der E-Modul für PC mit 1966,93 ± 93,76 MPa am niedrigsten ist. Dafür ist die Standardabweichung für PC mit 93,76 MPa am höchsten, gefolgt von Bayblend mit 79,67 MPa und ABS mit 44,0 MPa. Da der errechnete Zugmodul für TPU mit 20,95 ± 0,94 MPa einen Faktor zehn niedriger liegt als der der anderen betrachteten Werkstoffe, wird dieses Ergebnis in einem separaten Bild dargestellt.





Zu einem ähnlichen Ergebnis kommt die Auswertung des Biegemoduls. Auch hier liegen die Ergebnisse für ABS, PC und Bayblend auf einem ähnlichen Niveau, wobei der Biegemodul für PC mit 1653,56 \pm 76,45 MPa am niedrigsten ist. Die Standardabweichung ist für Bayblend mit 182,95 MPa am höchsten, gefolgt von PC mit 76,45 MPa und ABS mit 55,0 MPa. Der Biegemodul für TPU ist mit 24,58 \pm 0,65 MPa eine Zehnerpotenz niedriger als der der anderen Materialien. Für TPU konnten abweichend nur 5 Proben ausgewertet werden, während für die anderen Materialien 6 Proben ausgewertet wurden.



Abbildung 33: Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen der Biegemoduln der untersuchten Materialien. (Die mit * markierte Daten wurden aus [Enzler2021] entnommen).

Neben der zerstörenden Prüfung zur Bestimmung des Zug- und Biegemoduls wurde noch eine Methode auf Basis der Ultraschallphasenspektroskopie als Vergleich untersucht. Die Ergebnisse aus diesem Vergleich sowie der untersuchte Einfluss des Fertigungsverfahrens wurden in [76] veröffentlicht. Darüber hinaus werden dort die hier aufgeführten Ergebnisse mit anderen (additiven) Fertigungsverfahren verglichen.

Über die mechanischen Eigenschaften hinaus, wurden auch die thermischen Eigenschaften der Matrixmaterialien untersucht. Tabelle 6 zeigt die Mittelwerte der mittels Dynamischer Differenzkalorimetrie bestimmten Glasübergangstemperaturen der untersuchten Matrixwerkstoffe. Von jedem Werkstoff wurden drei Proben untersucht. Für die Bestimmung der Glasübergangstemperatur wurde die automatisierte Auswertemethode der Proteus Software der Firma NETZSCH-Gerätebau GmbH genutzt. Polycarbonat weist dabei die höchste Glasübergangstemperatur auf, TPU die niedrigste.

Werkstoff	Mittelwert in °C	Standardabweichung in °C
ABS	107,47	2,7
PC	146,15	0,16
PA10	99,61	1,52
TPU	-33,59	1,78
Bayblend	111,8	0,46

Tabelle 6: Ergebnisse der Dynamischen Differenzkalorimetrie zur Bestimmung der Glasübergangstemperaturen.

7.2 Werkstoffauswahlprozess

Nach Abschluss der mechanischen und thermo-mechanischen Versuche an den potenziellen Matrixmaterialien, wurde TPU als das am besten geeignete Matrixmaterial festgelegt. Zum einen ist der Elastizitätsmodul im Vergleich zu den anderen Matrixwerkstoffen deutlich geringer, sodass weniger Kraft und damit ein geringerer Drahtvolumenanteil notwendig ist, um eine Verformung des Materials zu ermöglichen. Weiterhin sind die Verarbeitungstemperaturen für TPU am niedrigsten, wodurch der Wärmeeintrag in den NiTi-Draht während des Herstellungsverfahrens minimiert wird. Ein positiver Nebeneffekt ist, dass sich TPU, durch Variation der Prozessparameter im AKF-Prozess so verarbeiten lässt, dass transparente Proben entstehen. Das wiederum ermöglicht es die Grenzflächeneigenschaften besser zu charakterisieren. Für die Aktorfunktion ist die Transparenz jedoch irrelevant. Darüber hinaus ermöglichen die spannungsoptischen Eigenschaften des TPU das Sichtbarmachen der Spannungsfelder im Material.

7.3 Versuche am NiTi-Draht

7.3.1 Thermomechanische Versuche am NiTi-Draht

Für die Auswertung der in Kapitel 5.2.1 beschriebenen Versuche zur Dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) wurde die Peak-Analysefunktion der Proteus Software der Firma NETZSCH-Gerätebau GmbH genutzt. Für jeden Peak wurde jeweils der Beginn (Onset) und das Ende der Phasenumwandlung bestimmt (Abbildung 34). Die Ergebnisse der DSC-Untersuchung sind in Tabelle 7 aufgeführt.



Abbildung 34: Ergebnis der DSC-Untersuchung des NiTi-Drahtes.

Temperatur	Mittelwert in °C	Standardabweichung in °C
M _f	35,36	3,04
Ms	46,4	0,96
As	80,64	0,66
A _f	90,3	0,78

Tabelle 7: Ergebnisse der Dynamischen Differenzkalorimetrie zur Bestimmung der Umwandlungstemperaturen.

Wie in Kapitel 5.2.2 beschrieben, wurden Zugversuche am NiTi-Draht durchgeführt, um die Elastizitätsmoduln der Martensit- und Austenitphase zu bestimmen. Aus dem Spannungs-Dehnungs-Verlauf wurde dafür, wie Abbildung 35 verdeutlicht, die Steigung durch lineare Regression im elastischen Bereich bestimmt. Der Steigungswert muss noch mit 100 multipliziert werden, um den Elastizitätsmodul zu erhalten, da für die Berechnung die Absolutwerte der Dehnung herangezogen werden müssen, im Diagramm jedoch die Dehnung in Prozent angegeben wird. Den Mittelwert sowie die Standardabweichung der bestimmten E-Moduln für beide Phasen veranschaulicht Tabelle 8.



Abbildung 35: Repräsentativer Spannungs-Dehnungs-Verlauf der Zugversuche im Martensitbereich zur Bestimmung des E-Moduls. In Rot dargestellt ist die Regressionsgerade im Bereich 0,05-0,25 % Dehnung.

Phase	Mittelwert des E-Moduls in GPa	Standardabweichung in GPa
Martensit	30,75	2,49
Austenit	29,37	2,33

Tabelle 8: Ergebnisse der E-Modulbestimmung durch Zugversuche.

In einem weiteren Versuch wurde die Zugkraft gemessen, die der Draht bei der Aktivierung aufbringen kann. Um die gemessenen Kraftwerte vergleichen zu können, muss die Kraft auf das Drahtvolumen normiert werden. Der Versuch ergab einen Kraftwert von $10,63 \pm 0,28 \text{ N/mm}^3$.

Der Einfluss von Zugspannungen auf die Martensit-Austenit-Phasenumwandlung, insbesondere auf die Umwandlungstemperaturen, wurde mithilfe einer Dynamisch-Mechanischen-Analyse (DMA) untersucht. Die Ergebnisse sind in Abbildung 36 dargestellt. Mit steigender Zugspannung erhöht sich die Austenitstarttemperatur, wobei dieser Effekt mit zunehmender Zykluszahl abnimmt. Die Ergebnisse wurden ebenfalls in [77] veröffentlicht. Um den Einfluss quantifizieren zu können, wurden die vier charakteristischen Umwandlungstemperaturen (M_f, M_s, A_s und A_f) über die Vorspannung aufgetragen und eine Ausgleichskurve angenähert, wie Abbildung 37 verdeutlicht. Während sich die Messpunkte für die A_s und A_f Temperaturen durch eine Gerade annähern lassen, ist bei den Messpunkten der M_s und M_f Temperaturen keine lineare Abhängigkeit erkennbar. Die Gleichungen der Annäherungskurven für die Umwandlungstemperaturen in °C in Abhängigkeit der Vorspannung in MPa lauten wie folgt:

 $M_{s}(\sigma) = 52,04+0,1\cdot\sigma$ (11)

$$M_{f}(\sigma) = 35,02 + 0,12 \cdot \sigma$$
 (12)

$$A_{s}(\sigma) = 100,91 + 0,097 \cdot \sigma \tag{13}$$

$$A_{\rm f}(\sigma) = 76,48 + 0,20 \cdot \sigma$$
 (14)



Abbildung 36: Ergebnisse der DMA-Untersuchungen zum Einfluss von Zugspannungen auf die Austenitstarttemperatur.



Abbildung 37: Linearer Fit der Umwandlungstemperaturen in Abhängigkeit der Zugspannung.

Des Weiteren wurde der Einfluss der thermisch induzierten Phasenumwandlung auf den spezifischen elektrischen Widerstand mit Hilfe der DMA untersucht. Den Verlauf in Abhängigkeit von der Temperatur zeigt beispielhaft Abbildung 38. Im ersten Bereich steigt der Widerstand erwartungsgemäß mit steigender Temperatur an. Bei ca. 100 °C nimmt der Widerstand aufgrund der stattfindenden Phasenumwandlung vom Martensit in den Austenit ab, die bei ca. 112 °C abgeschlossen ist. Mit fortschreitender Abkühlung nimmt der spezifische elektrische Widerstand ab, wobei er im Bereich zwischen 71 °C und 39 °C, bedingt durch die Phasenumwandlung vom Austenit in den Martensit, nochmal sprunghaft ansteigt. Die Mittelwerte des spezifischen elektrischen Widerstandes wurden für die Martensitphase bei 35 °C und für die Austenitphase bei 120 °C ausgewertet und in Tabelle 9 aufgeführt. Die Änderung des spezifischen elektrischen Widerstandes bietet sich daher als Indikator für eine stattfindende Phasenumwandlung an und die gewonnene Information wurde für die Versuche in Kapitel 5.5 verwendet.



Abbildung 38: Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur während der Aufheizung und der Abkühlung.

Tabelle 9: Mittelwerte des spezifischen elektrischen Widerstandes der Martensit- und Austenitphase.

Phase	Mittelwert in mΩ*mm	Standardabweichung in m Ω^* mm
Martensit (35 °C)	0,739	0,026
Austenit (120 °C)	0,786	0,010

7.3.2 Oberflächenbehandlungen

Abbildung 39 zeigt Mikroskopieaufnahmen der Drahtoberfläche nach den in Kapitel 5.3 beschriebenen Oberflächenbehandlungen. Durch die Ätzung mit HNO₃ entstand keine sichtbare Änderung der Drahtoberfläche, während die Oxidation in synthetischer Luft anfänglich eine deutliche Grünfärbung der Oberfläche verursachte, die sich im Laufe von fünf Stunden in eine Lilafärbung änderte. Die TPU-Schicht auf der Drahtoberfläche ist in Abbildung 39e deutlich erkennbar und die Bereiche, in denen der Laserstrahl die Drahtoberfläche aufgeschmolzen hat, zeichnen sich in Abbildung 39f als sichelförmige Schmelzfronten ab. Um den Einfluss der Oberflächenbehandlungen auf die Grenzflächeneigenschaften des Verbundes näher zu untersuchen, wurden pull-out-Versuche durchgeführt, deren Ergebnisse im folgenden Kapitel dargestellt werden.



Abbildung 39: Mikroskopiebilder der unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen des NiTi-Drahtes: a) unbehandelt, b) geätzt mit HNO_3 , c) oxidiert für 2 h, d) oxidiert für 5 h, e) TPU beschichtet, f) Laser-Gas-nitriert.

7.4 Charakterisierung der Grenzfläche

Zur Charakterisierung der Grenzfläche wurden unter anderem pull-out-Versuche an Proben durchgeführt, die mit den in Kapitel 7.3.2 erwähnten NiTi Drähten hergestellt wurden. Die Einbettlänge wird, wie in Kapitel 2.3.1 beschrieben, maßgeblich von der kritischen Einbettlänge beeinflusst. Bei einigen Versuchen wurde die Grenzflächenscherfestigkeit durch die Oberflächenbehandlungen so weit erhöht, dass das freie Drahtende früher als die Grenzfläche versagte. Dadurch war keine Prüfung der Grenzfläche mehr möglich, weshalb die Einbettlänge auf 5 mm reduziert wurde, indem die Proben in der Mitte getrennt wurden.

Der Einfluss der Laser-Gas-Nitrierung auf die Drahtoberfläche wurde näher untersucht. Dazu wurde an drei unbehandelten sowie sechs LGN-Drähten mithilfe eines Keyence VK-X1000 die mittlere Rauheit R_a bestimmt. Dazu wurden mithilfe der Software MultiFileAnalyzer der Firma Keyence zunächst zwei Bereiche definiert, in denen der höchste hervorstehende Punkt von der Software mit einem roten Kreuz markiert wird, wie Abbildung 40 verdeutlicht. Zwischen diesen Punkten wird die Mehrlinienrauigkeit gemessen (in Abbildung 40 blau markiert). Die Mittelwerte und Standardabweichungen der mittleren Rauheit Ra aus drei unbehandelten Drahtproben und sechs LGN-Drahtproben sind in Tabelle 10 aufgeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass die Oberflächenrauheit durch die Laser-Gas-Nitrierung erhöht wurde.

Tabelle 10: Mittlere Rauheiten der LGN-Drähte im Vergleich zu unbehandelten Drähten, nach [Härle2022].

Oberflächenbehandlung	Mittelwert von R_a in μm	Standardabweichung in µm
Unbehandelt	0,336	0,154
Laser-Gas-Nitriert	2,946	1,23



Abbildung 40: Ausgabe der Software MultiFileAnalyzer. Der höchste Punkt in den rot markierten Flächen wir mit einem Kreuz markiert. Zwischen den Kreuzen wird eine Linie gezogen entlang derer abschließend die mittlere Rauigkeit ausgewertet wird. Abbildung entnommen aus [Härle2022].

Zusätzlich wurde noch eine Beschichtung des Drahtes mit flüssigem TPU untersucht, wie bereits in Kapitel 5.3.2 erläutert. Durch die zusätzliche TPU-Beschichtung konnte die Grenzflächenscherfestigkeit gegenüber den unbehandelten Drähten nochmals gesteigert werden, wie Abbildung 41 verdeutlicht. Das Ergebnis der nachträglichen Wärme- und Druckbehandlung zeigt Abbildung 42. Durch die Behandlung konnte der Porengehalt deutlich reduziert wurden und die Grenzflächenscherfestigkeit ebenfalls erheblich gesteigert werden.



Abbildung 41: Vergleich der Grenzflächenscherfestigkeiten in MPa für TPU pull-out-Proben mit unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen.





Für die Untersuchung des Versagensverhaltens der Grenzfläche wurden in-situ pull-out-Versuche durchgeführt. Aufgrund der spannungsdoppelbrechenden Eigenschaften von TPU kann das Spannungsfeld an der Grenzfläche während der Zugbelastung unter dem Lichtmikroskop sichtbar gemacht werden. Abbildung 43 zeigt das Mikroskopiebild für drei verschiedene Spannungszustände. Entlang der Grenzfläche bildet sich bei Punkt b ein Spannungsfeld, das bei Erreichen von Punkt c durch Versagen der Grenzfläche abgebaut wird. Das komplette Video des in-situ Versuches kann unter dem in Anhang 7 dargestellten QR-Code abgerufen werden.



Abbildung 43: Ergebnisse des in-situ pull-out-Versuchs mit drei beispielhaften Spannungszuständen (a, b, c).

7.5 Quasistatische und zyklische Versuche

Der Kraft-Weg-Verlauf der quasistatischen Versuche ist beispielhaft in Abbildung 44 dargestellt. Aus dem Kraftsignal lässt sich mit der anfänglichen Querschnittsfläche der Probe die anliegende technische Zugspannung berechnen. Den Spannungs-Dehnungs-Verlauf zeigt beispielhaft Abbildung 45. Der Elastizitätsmodul des Verbundes wurde über die Steigung der Kurve im Entlastungsbereich bestimmt, wie der Ausschnitt in Abbildung 45 verdeutlicht. Mit steigender Zyklenzahl nimmt der Elastizitätsmodul ab (Tabelle 11).



Abbildung 44: Beispielhafter Kraft-Auslenkungs-Verlauf der quasistatischen Versuche.



Abbildung 45: Beispielhafter Spannungs-Dehnungs-Verlauf der quasistatischen Versuche. Farblich markiert sind die Regressionsgeraden zur Bestimmung der Steigung.

Zyklus	Mittelwert des Elastizitätsmoduls	Standardabweichung in
	in MPa	МРа
1	34,40	3,00
2	25,54	2,51
3	22,45	4,10
4	18,75	4,59

Tabelle 11: Mittelwerte und Standardabweichungen des Elastizitätsmoduls resultierend aus den quasistatischen Prüfungen am Verbund.

Vor der Durchführung der zyklischen Versuche wurde, wie in Kapitel 5.5.2 beschrieben, zunächst ein Laststeigerungsversuch durchgeführt, dessen Ergebnis in Abbildung 46 dargestellt ist. Der Versuch wurde weggeregelt durchgeführt und zeigt, dass ab der zweiten Laststufe, die durch eine statische Auslenkung von 4 mm und einer zusätzlichen dynamischen Belastung mit einer Amplitude von 1 mm (vgl. Tabelle 4) hervorgerufen wurde, die Kraft mit steigender Zyklenzahl abnimmt. Der zusätzliche Bildausschnitt in Abbildung 46 zeigt dabei die Änderung der anliegenden Kraft beim Wechsel von der ersten auf die zweite Laststufe. Da die dynamische Prüfung mit 1 Hz durgeführt wurde, entspricht die Gesamtzeit in Sekunden ebenfalls der Anzahl an absolvierten Zyklen. Abbildung 47 zeigt den Verlauf der Auslenkung und der Dehnung für den Laststeigerungsversuch. Basierend auf diesen Ergebnissen wurden die Laststufen für die dynamische Prüfung des Verbundes festgelegt. Es wurden Versuche mit jeweils drei Proben auf den Laststufen 1, 3, und 5 durchgeführt. Laststufe 1 wurde ausgewählt, da die Dehnung auf dieser Laststufe, zumindest während einer Belastung von fünftausend Zyklen, nicht abnimmt und damit vermutlich noch keine Schädigung des Verbundes auftritt. Während der Laststufen 3 und 5 verringert sich im Laufe des Versuches die anliegende Kraft und die auftretenden Dehnungen nehmen zu. Die Probenbezeichnung erfolgte nach dem Schema: (statische Auslenkung)_(Amplitude)_(laufende Nummer).



Abbildung 46: Kraftverlauf des Laststeigerungsversuchs. Der Ausschnitt zeigt den Kraftverlauf während der ersten Laststufe.



Abbildung 47: Auslenkung (links) und Dehnungsverlauf (rechts) des Laststeigerungsversuchs.

Die Ergebnisse der dynamischen Prüfung bei Laststufe 1 zeigt Abbildung 48. Die an der Probe anliegende Kraft nimmt für alle drei Proben mit zunehmender Zyklenzahl ab. Darüber hinaus zeigt Abbildung 49, dass sich der elektrische Widerstand bei zwei Proben mit zunehmender Zyklenzahl stufenweise erhöht. Außerdem ist zu beobachten, dass der Widerstand nach Erreichen eines höheren Wertes in den darauffolgenden Zyklen wieder für kurze Zeit abnimmt. Bei Probe 2mm_0,5mm_3 hingegen nimmt der Widerstand gleich zu Beginn des Versuches einen Wert von 100 Ω an und nimmt danach mehrmals für kurze Zeit ab. Da sich die Rücksetzer über mehrere aufeinanderfolgende Messwerte erstrecken, ist jedoch nicht von einem Messfehler auszugehen. 100 Ω stellt den maximalen Widerstand dar, der sich bei einem konstanten Strom von 10 mA und der maximal möglichen Nennspannung der Stromquelle von 1 V ergibt. Aus diesem Grund zeigt die Messung einen Gesamtwiderstand von 100 Ω , selbst wenn der Widerstand in der Realität höher liegt oder sogar unendlich wird. Damit liegt der Gesamtwiderstand der Probe 2mm_0,5mm_3 gleich zu Beginn des Versuches an der Grenze des Messsystems.



Abbildung 48: Kraftverlauf während der dynamischen Prüfung mit einer statischen Auslenkung von 2 mm und einer Amplitude von 0,5 mm für alle drei geprüften Proben.



Abbildung 49: Verlauf des elektrischen Widerstandes während der dynamischen Prüfung der Proben 2mm_0,5mm.

Abbildung 50 zeigt den Kraftverlauf für die drei auf Stufe 3 belasteten Proben. Die anliegende Kraft nimmt ebenfalls kontinuierlich ab. Die Prüfung der Probe 6mm_1,5mm_1 wurde nach 76000 Zyklen aufgrund eines technischen Problems abgebrochen. Die Probe wurde im Nachgang für weitere 24000 Zyklen belastet und zeigt, dass die anliegende Kraft bei der erneuten Belastung höher ist als die, bei der der vorherige Versuch abgebrochen wurde. Der korrespondierende Verlauf des elektrischen Widerstandes in Abbildung 51 zeigt, dass einzelne Drähte bereits nach 300 Sekunden versagen und bereits nach 3000 Sekunden bei allen Proben alle Drähte versagt haben, wobei auch hier ein stufenweiser Anstieg des Widerstandes zu beobachten ist. Allerdings treten auch hier kurzzeitige Abfälle des elektrischen Widerstandes im Versuchsverlauf auf.



Abbildung 50: Kraftverlauf während der dynamischen Prüfung mit einer statischen Auslenkung von 6 mm und einer Amplitude von 1,5 mm für alle drei geprüften Proben.



Abbildung 51: Verlauf des elektrischen Widerstandes während der dynamischen Prüfung der Proben 6mm_1,5mm.

Das Ergebnis der auf Stufe 5 belasteten Proben zeigt Abbildung 52. Die anliegende Kraft nimmt auf dieser Laststufe ebenfalls mit zunehmender Zyklenzahl ab. Die Probe 10mm_2,5mm_1 ist während der Prüfung aus der Spannbacke gerutscht, weshalb die Prüfung unterbrochen wurde.

Der Verlauf des elektrischen Widerstandes ist in Abbildung 53 gezeigt. Der Widerstand aller Proben steigt bereits beim Anfahren der statischen Auslenkung von 10 mm sprunghaft auf einen Wert von 100 Ohm und bleibt anschließend während der weiteren Prüfung konstant. Eine Ausnahme bildet die Probe 10mm_2,5mm_2, deren Widerstand im Versuchsverlauf absinkt, wobei kurzzeitige Sprünge auf 100 Ω auftreten. Ab einer Zyklenzahl von ca. 55000 beträgt der Widerstand bis Versuchsende 30 Ω .



Abbildung 52: Kraftverlauf während der dynamischen Prüfung mit einer statischen Auslenkung von 10 mm und einer Amplitude von 2,5 mm für alle drei geprüften Proben.



Abbildung 53: Verlauf des elektrischen Widerstandes während der dynamischen Prüfung der Proben 10mm_2,5mm.

7.6 Aktorversuche

Neben der Charakterisierung des Verbundes wurde auch die Aktorfunktion als solche charakterisiert. Dafür wurden, wie in Kapitel 5.5.3 beschrieben, Proben verwendet, bei denen der freiliegende Draht auf beiden Seiten kontaktierbar war (vgl. Abbildung 28). Zunächst wurde an die Drahtenden an eine Stromquelle angeschlossen und die Stromstärke schrittweise von 0 mA auf 200 mA mit einer Schrittweite von 10 mA und einer Zyklusdauer von zehn Sekunden erhöht. Es wurden zehn Zyklen abgefahren und jeweils die aufgebrachte Kraft in der Mitte der Probe gemessen. Den Versuchsaufbau zeigt Abbildung 29, der Verlauf der korrespondierenden elektrischen Spannung ist in Abbildung 54 dargestellt.



Abbildung 54: Verlauf der elektrischen Spannung während der Prüfung der Aktorproben.

Eine Erwärmung des Drahtes bei Stromdurchgang führt zu der gewünschten Auslenkung der Verbundprobe und ein Kraftsignal ist messbar. Während zehn Zyklen bleibt der Mittelwert der aufgebrachten Kraft für die vier ausgewerteten Proben näherungsweise gleich, wie Abbildung 55 veranschaulicht. Es fällt auf, dass die Proben ab dem dritten Zyklus bei der Entlastung nicht mehr in die Ausgangslage zurückkehren, wie beispielhaft in Abbildung 56 für eine Probe dargestellt,



Abbildung 55: Mittelwerte und Standardabweichungen der aufgebrachten Kraft für eine Aktivierung mit 200 mA.



Abbildung 56: Bespielhafte Auslenkung der Aktorproben bei einer Aktivierung mit 200 mA.

Um zu untersuchen, ob ein höherer Aktivierungsstrom (und damit eine größere Erwärmung) mit einer Erhöhung der aufbringbaren Kraft einhergeht, wurden Versuche mit einer Stromstärke von 300 mA durchgeführt. Das Ergebnis zeigt Abbildung 57. Des Weiteren wurde in Anhang 8 ein QR-Code eingefügt, der die Aktorversuche in Form eines Videos veranschaulicht. Die Aktivierung mit 300 mA sorgt für eine Erhöhung der aufbringbaren Kraft, allerdings mit dem Nebeneffekt, dass die aufbringbare Kraft während der ersten zehn Zyklen um etwa 18 % abnimmt.



Abbildung 57: Mittelwerte und Standardabweichungen der aufgebrachten Kraft für eine Aktivierung mit 300 mA.



Abbildung 58: Bespielhafte Auslenkung der Aktorproben bei einer Aktivierung mit 300 mA.

Durch Entfernen der Kraftmessdose kann sich der Aktor frei bewegen und die maximale Auslenkung während der Aktivierung lässt sich bestimmen, wie Abbildung 59 verdeutlicht. Die Auslenkung wird mithilfe der optischen Bildkorrelation an dem in der Abbildung zu erkennenden schwarzen Messpunkt mit einem Aramis 4M System der Firma Carls Zeiss GOM Metrology GmbH gemessen. Abbildung 60 zeigt, dass der Mittelwert der maximalen Auslenkungen der drei untersuchten Proben mit zunehmender Zyklenzahl in etwa gleichbleibt. Das gilt ebenfalls für die minimale Auslenkung, also die Auslenkung der Probe bei keiner Aktivierung (0 mA). Auffällig ist jedoch, dass sich das Minimum nicht bei 0 mm Auslenkung befindet, sondern etwa 5 mm darüber. Um die Kraftabnahme aus Abbildung 57 näher zu untersuchen, wurde eine Probe mit tausend Zyklen aktiviert, wobei nach jedem Zyklus eine Pause von fünf Minuten gemacht wurde, um eine Relaxation der Probe zu ermöglichen. Nach einem anfänglichen Abfallen der Kraft wird ein konstantes Kraftniveau erreicht, wie Abbildung 61 zeigt.



Abbildung 59: Auslenkung der Aktorprobe während des Versuches zu den Zeitpunkten 0 s, 2 s und 4 s. Die Auslenkung wurde an dem schwarzen Messpunkt mithilfe der optischen Bildkorrelation gemessen.



Abbildung 60: Mittelwerte und Standardabweichungen der maximalen und minimalen Auslenkungen bei einer Aktivierung mit 300 mA.



Abbildung 61: Aufgebrachte Kraft bei Aktivierung mit 300 mA und einer Pause von 5 Minuten nach jeder Aktivierung für 1000 Zyklen.

Zusätzlich zu diesen Versuchen mit manuell eingebrachten Drähten wurden Proben untersucht, bei denen der Draht, wie in Kapitel 4.2 beschrieben, automatisiert in die TPU-Matrix eingebracht wurde. Das Ergebnis veranschaulicht Abbildung 62. Ebenso wie bei den manuell einbrachten Drähten nimmt die aufgebrachte Kraft hier innerhalb der ersten zehn Zyklen ab.



Abbildung 62: Mittelwerte und Standardabweichungen der aufgebrachten Kraft der Proben mit automatisiert eingebrachtem Draht.

7.7 Ergebnisse der Modellierung

Abbildung 63 zeigt den simulierten Verlauf der Drahtoberflächentemperatur bei einer angelegten Spannung von 9 V. Im eingebetteten Bereich erreicht der Draht eine höhere Temperatur als im freiliegenden Bereich. Den prozentualen Anteil der Austenitphase entlang der Dahtlängsachse bei einer angelegten Spannung von 9 V veranschaulicht Abbildung 64. Der NiTi-Draht wurde vollständig in die Austenitphase umgewandelt. Die Auslenkung der Aktorprobe bei einseitiger Einspannung auf der rechten Seite der Probe zeigt Abbildung 65. Die Auslenkung lässt sich quantitativ darstellen, indem die Auslenkung in vertikaler Richtung (y-Achse) entlang der x-Achse aufgetragen wird, wie Abbildung 66 veranschaulicht. Somit erreicht das freie Ende der Aktorprobe bei einer Aktivierung mit 9 V eine Auslenkung von 20 mm.



Abbildung 63: Temperaturverlauf entlang der Drahtlängsachse.



Abbildung 64: Anteil der Austenitphase entlang der Drahtlängsachse bei einer Spannung von 9 V.



Abbildung 65: Auslenkung der Aktorprobe für eine Aktivierung mit 9 V.



Abbildung 66: Auslenkung der Aktorprobe entlang der x-Achse für eine Aktivierung mit 9 V.

8 Diskussion

In den nachfolgenden Kapiteln werden die in Kapitel 7 erläuterten Ergebnisse diskutiert. Zunächst werden die Ergebnisse der einzelnen Versuche betrachtet, bevor im Kapitel 8.8 alle Ergebnisse im Hinblick auf die in Kapitel 1.1 formulierten wissenschaftlichen Fragestellungen eingeordnet werden.

8.1 Matrixversuche

Der in der vorliegenden Arbeit ermittelte Zugmodul der ABS-Proben liegt mit 2309 \pm 44 MPa im gleichen Bereich wie der von Pinter et. al bestimmte Zugmodul. In beiden Fällen wurden die Proben durch das Arburg-Kunststoff-Freiformen (AKF) hergestellt. Gleiches gilt für den Biegemodul von ABS [78]. Zu einem ähnlichen Ergebnis kommen Ramezana Dana et al., die einen Wert von 2200 MPa für den Zugmodul erhalten [79] sowie Eisele et al. mit einem Zugmodul von 2040 \pm 100 MPa [80].

Für Polycarbonat wurde ein Zugmodul von 1966 \pm 93,76 MPa bestimmt. Der von Mele et al. bestimmte Wert von 1872 \pm 78 MPa liegt innerhalb der Standardabweichung des in der vorliegenden Arbeit bestimmten Wertes [81]. Für TPU und Bayblend existieren keine Veröffentlichungen, in denen die Elastizitätsmoduln an Proben aus dem AKF-Prozess bestimmt wurden. Somit bleibt lediglich der Vergleich mit den Werten aus den Herstellerdatenblättern (vgl. Anhang 1 + 2), die jedoch an Proben aus dem Spritzgussverfahren bestimmt wurden. Im Datenblatt ist für TPU ein Wert von 32 MPa angegeben, während in der vorliegenden Arbeit ein Wert von 20,95 \pm 0,94 MPa bestimmt wurde. Für Bayblend wurde ein Wert von 2301,53 \pm 79,67 MPa bestimmt, während das Datenblatt einen Wert von 2700 MPa angibt. Bedingt durch den hohen Einspritzdruck sowie die Nachdruckphase, kann im Spritzgussverfahren eine höhere Dichte der Proben erreicht werden, als dies beim AKF-Verfahren der Fall ist. Das wiederum führt zu einer höheren Steifigkeit der Proben [76].

Die systematische Werkstoffauswahl in Kapitel 3 ergab, dass Elastomere den Anforderungen am besten gerecht werden. Lester et al. erstellten Werkstoffauswahldiagramme nach Ashby auf Basis unterschiedlicher Matrixwerkstoffe für die Herstellung von Verbundwerkstoffen mit Formgedächtnislegierungen (FGL). Es wurden die Parameter Dichte, Zugmodul, Spannung bei Aktivierung und Dehnung bei Aktivierung betrachtet [4]. Für die in Kapitel 3.1 formulierten Randbedingungen ergibt sich auch unter Verwendung der Werkstoffauswahldiagrammen von Lester et al. das Ergebnis, dass sich Elastomere für den in dieser Arbeit angestrebten Einsatz am besten eignen. FGL/Elastomer-Verbunde weisen die höchsten Dehnungen bei der Aktivierung und den geringsten E-Modul auf. Weiterhin ist die zur Verformung benötigte Spannung am geringsten.

8.2 Drahtversuche

Tabelle 12 vergleicht die vorliegenden Arbeit bestimmten in der Umwandlungstemperaturen (vgl. Tabelle 7) mit den Temperaturangaben des Herstellers (s. Anhang 3). Die in der vorliegenden Arbeit bestimmte Austenitstarttemperatur A_s liegt bei 80,64 ± 0,66 °C, während die DSC-Untersuchung des Herstellers eine A_s-Temperatur von 83,4 °C ergab. Dennoch liegen beide Temperaturen innerhalb des vom Hersteller angegebenen Zielbereichs der Austenitstarttemperatur von 80 °C bis 85 °C. Während die Herstellerangaben für die M_s und M_f-Temperaturen höher sind als die in der vorliegenden Arbeit bestimmten, gibt der Hersteller für die Af-Temperatur einen niedrigeren Wert an. Am größten ist die Abweichung bei der M_f-Temperatur, wobei für diese in der vorliegenden Arbeit auch die höchste Standardabweichung bestimmt wurde. Generell liegen die Messwerte jedoch maximal 10 % auseinander.

Tabelle 12: Vergleich der Umwandlungstemperaturen aus der vorliegenden Arbeit mit den Angaben des Drahtherstellers.

Temperatur	Temperatur in vorliegender	Temperaturangabe des
	Arbeit in °C	Herstellers in °C
M _f	35,36 ± 3,04	44,9
Ms	46,4 ± 0,96	50,6
As	80,64 ± 0,66	83,4
A _f	90,3 ± 0,78	88,5
Die in [82] angegebenen Umwandlungstemperaturen für eine äquiatomare Legierungszusammensetzung stimmen mit den in der vorliegenden Arbeit bestimmten Umwandlungstemperaturen nur teilweise überein. Die A_s-Temperatur (80 °C) und die A_f-Temperatur (89 °C) in der zuvor genannten Quelle liegen innerhalb der Standardabweichung der Messwerte der in der vorliegenden Arbeit bestimmten Messwerte (Tabelle 12). Die in der Quelle angegebenen M_s- und M_f-Temperaturen (M_s=55 °C und M_f=15 °C) weichen hingegen von den in der vorliegenden Arbeit gemessenen Temperaturen (M_s=46,4 ± 0,96 °C und M_f=35,36 ± 3,04°C) ab. Grund dafür könnten eventuelle Unterschiede im Herstellprozess der Proben sein.

Der Verlauf der DSC-Kurve zeigt zu Beginn des ersten Aufheizzyklus sowie beim Wechsel vom Abkühlzyklus zum nachfolgenden Aufheizzyklus einen Peak, der durch Schwankungen der Aufheizrate beim Einschalten des Ofens bedingt ist. Sobald die Aufheizrate sich stabilisiert hat, bleibt das DSC-Signal konstant. Der bei der weiteren Erwärmung des Drahtes auftretende Peak ist durch die Phasenumwandlung vom martensitischen in das austenitische Gefüge bedingt. Die Phasenumwandlung ist endotherm, weshalb zusätzliche Energie nötig ist, um die Aufheizrate konstant zu halten. Der Startpunkt des Peaks kennzeichnet somit die As-Temperatur, während das Ende die Af-Temperatur kennzeichnet. Der erste Aufheizzyklus unterscheidet sich in seiner Form vom zweiten und dritten. Der Draht wurde während der Fertigung gezogen, um den gewünschten Durchmesser zu erreichen. Aus diesem Grund befindet er sich zu Beginn der DSC-Untersuchung noch im entzwillingten, martensitischen Zustand. Bei der ersten Aufheizung findet daher eine Formänderung statt und Eigenspannungen, die durch die Wärmebehandlung bei der Fertigung entstanden sind, werden abgebaut. Aus diesem Grund wurde für die Auswertung der Umwandlungstemperaturen der dritte Aufheizzyklus betrachtet. Zu Beginn des ersten Abkühlzyklus, tritt erneut ein Peak auf, der durch Schwankungen in der Abkühlrate zustande kommt. Die zwei bei der Phasenumwandlung vom austenitischen Gefüge in das martensitische Gefüge auftretenden Peaks sind durch die rhomboedrische Zwischenphase (R-Phase) zu erklären, weshalb die Rückumwandlung zweistufig stattfindet. Der Kurvenverlauf entspricht qualitativ dem in der Literatur [10, S. 71, 83–85] beschriebenen Verlauf.

Abbildung 35 zeigt den charakteristischen Verlauf einer Formgedächtnislegierung in der Martensitphase unter Zugbelastung. Nach einem Anstieg der Kurve, der den elastischen Verformungsbereich der FGL abbildet, in dem der Elastizitätsmodul bestimmt wird, folgt eine Abflachung der Kurve, die die Entzwilligung der martensitischen Phase darstellt. Anschließend steigt die Spannung erneut an, während die Probe plastisch verformt wird und schließlich versagt. [10, S. 73]

Die in [85] aufgeführten Elastizitätsmoduln für eine NiTi-Legierung mit einem Nickelgehalt von 49,7 at. % unterscheiden sich nur geringfügig von den in der vorliegenden Arbeit bestimmten Werten. Für die Martensitphase wird ein E-Modul von 31,5 GPa und für die Austenitphase von 32,5 GPa angegeben [85]. Beide liegen innerhalb der Standardabweichung der in der vorliegenden Arbeit bestimmten Moduln von 30,75 \pm 2,49 GPa für die Martensitphase und 29,37 \pm 2,33 GPa für die Austenitphase (vgl. Tabelle 8).

Die Umwandlungstemperaturen konnten durch das Aufbringen einer Vorspannung auf den Draht erhöht werden, wie Abbildung 36 verdeutlicht. Der Einfluss der Vorspannung auf die A_s- und A_f-Temperatur lässt sich durch eine lineare Abhängigkeit beschreiben, während der Einfluss auf die M_s- und M_f-Temperatur keiner linearen Abhängigkeit folgt. Zu einem ähnlichen Ergebnis kommen Du et al. Sie beobachten ebenfalls eine lineare Abhängigkeit für die A_s- und A_f-Temperaturen, während die M_s- und M_f-Temperaturen keiner linearen Abhängigkeit folgen. Durch Anlegen einer Vorspannung von 200 MPa konnte die A_s-Temperatur um 55 % gesteigert werden. Übereinstimmend dazu, wurde auch in der vorliegenden Arbeit eine Steigerung von 56 % erreicht. Da jedoch keine äquiatomare Legierungszusammensetzung verwendet wurde, ist ein Vergleich der absoluten Umwandlungstemperaturen nicht möglich. [12]

In der Veröffentlichung von Poon et al. wird eine lineare Abhängigkeit zwischen der Temperatur und der mechanischen Vorspannung angegeben. Die Steigungen sind jedoch für die beiden Austenit- und die beiden Martensitumwandlungstemperaturen jeweils identisch. Die Legierungszusammensetzung ist nicht angegeben, jedoch kann aufgrund der angegebenen Umwandlungstemperaturen angenommen werden, dass es sich um keine äquiatomare Zusammensetzung handelt [14]. Auf den Vergleich der experimentell gefundenen Steigungswerte mit den Literaturwerten, die für die Modellierung verwendet werden, wird in Kapitel 8.7 näher eingegangen. Ebenso werden dort die Werte mit anderen Literaturangaben verglichen.

Der Verlauf des elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit von der Temperatur stimmt mit dem Verlauf in [16, 86] überein. Der Widerstand nimmt erwartungsgemäß mit steigender Temperatur zu, bevor er durch die Martensit-Austenit-Phasenumwandlung wieder abnimmt (Abbildung 67). Grund hierfür ist die höhere Raumordnung der Atome im kubisch-raumzentrierten Gitter gegenüber der im monoklinen Gitter. Nach Erreichen der Af-Temperatur nimmt der Widerstand wieder linear mit der Temperatur zu. Zu Beginn der Abkühlung nimmt der Widerstand erwartungsgemäß ab, bevor er, aufgrund der Umwandlung vom kubisch-raumzentrierten Austenit in die rhomboedrische Zwischenphase (R-Phase) sprungartig zunimmt. Mit Beginn der Umwandlung in die monokline Martensitphase, nimmt der Widerstand aufgrund der höheren Symmetrie der Kristallstruktur wieder ab [16]. Der von Novák et al. veröffentlichte Wert für den spezifischen Widerstand der Martensitphase (0,75 m Ω *mm) liegt innerhalb der Standardabweichung des in der vorliegenden Arbeit bestimmten Wertes von $0,739 \pm 0,026 \text{ m}\Omega^{*}\text{mm}$ (vgl. Tabelle 9). Der Literaturwert für den spezifischen Widerstand der Austenitphase (86,5 m Ω *mm) liegt hingegen oberhalb des Wertes aus der Arbeit $0,786 \pm 0,010 \text{ m}\Omega^{*}\text{mm}.$ vorliegenden Allerdings weicht die von Legierungszusammensetzung (45,5 at. % Ni) sowie die Kaltverformung (30 %) des Drahtes aus der Veröffentlichung von dem in der vorliegenden Arbeit verwendeten Draht ab (49,7 at. % Ni und 36 % Kaltverformung), wodurch die Abweichungen der Messwerte zustande kommen könnten. [86]

Der elektrische Widerstand eines Materials wird entscheidend von der Beweglichkeit der Elektronen beeinflusst. Im kompakten kubisch raumzentrierten Kristallgitter des Austenits ist der Widerstand daher geringer als im monoklinen Gitter des Martensits, in dem die Leitungselektronen stärker gestreut werden. [1, S. 109, 87, 88]



Abbildung 67: Verlauf des spezifischen elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit von der Temperatur und der vorliegenden kristallographischen Phase.

Die Laser-Gas-Nitrierung (LGN) der Drahtoberfläche ergab eine Steigerung der mittleren Rauheit um den Faktor 9 auf einen Wert von R_a=2,946±1,23 µm. In der in Kapitel 2.3.2 beschriebenen Arbeit von Man et al. wurden durch eine Laser-Gas-Nitrierung gemittelte Rautiefen bis 0,1 µm erreicht und durch eine zusätzliche Ätzung ergaben sich Rautiefen bis 1,5 µm [54]. Somit liegt die in der vorliegenden Arbeit erreichte Rautiefe um einen Faktor zwei höher, als die höchste erreichte Rautiefe in der Veröffentlichung. Allerdings unterscheiden sich die Messverfahren zur Bestimmung der Rautiefe sowie die Parameter für die LGN. Während in der vorliegenden Arbeit die Rautiefe optisch bestimmt wurde, wurde in der angegebenen Veröffentlichung ein Mikrotaster verwendet.

8.3 Grenzflächencharakterisierung

Beim Vergleich der Ergebnisse der pull-out-Versuche zwischen Proben mit einer ABS-Matrix in [73] und denen mit einer TPU-Matrix, lässt sich festhalten, dass innerhalb der Standardabweichung die gleichen Grenzflächenscherfestigkeiten von etwa 0,12 MPa erreicht werden. Gleiches gilt für die Drähte mit einer Laser-Gas-Nitrierung. Die größte Steigerung der Grenzflächenscherfestigkeit (1,71 \pm 0,62 MPa) war durch die nachträgliche Druck- und Temperaturbehandlung (190 °C und 8 bar) der Proben im Autoklav möglich, auch wenn hier die Standardabweichung sehr hoch ist. Das könnte ein Hinweis darauf sein, dass sich weiterhin Poren an der Grenzfläche befinden, die die Scherfestigkeit verringern. Eine Erhöhung der Temperatur und/oder des Druckes sowie der Verweilzeit im Autoklav, könnte den Porengehalt weiter verringern und die Streuung der Ergebnisse reduzieren. Die in [54] erreichte Grenzflächenscherfestigkeit bei einer Laser-Gas-nitrierten Oberfläche liegt mit etwa 15 MPa einen Faktor 30 höher als die in der vorliegenden Arbeit erreichte Grenzflächenscherfestigkeit. Allerdings wurde in der Veröffentlichung auch ein NiTi-Blech mit einer Fläche von 6 mm x 7 mm verwendet. Das ermöglicht eine gleichmäßigere Behandlung im Vergleich zur Drahtoberfläche bei einem Durchmesser von 0,072 mm. Des Weiteren ermöglicht die Verwendung von Blechen eine flächigere Anbindung an das Polymer. Im Gegensatz dazu wird in der vorliegenden Arbeit durch das AKF ein Kanal mit annähernd rechteckigem Querschnitt im Polymer ausgespart (vgl. Abbildung 14), in den anschließend der Draht eingebracht wird. Die Anbindung zwischen der Zylinderoberfläche des Drahtes und der rechteckigen Vertiefung im Polymer ist daher vermutlich nicht so gut wie bei einer flächigen Verbindung auf einem Blech. Außerdem wurde die Scherfestigkeit durch einen lap shear test bestimmt, wohingegen die Scherfestigkeit in der vorliegenden Arbeit durch pull-out-Versuche bestimmt wurde. Im Vergleich dazu erreichten Rossi et al. beim pull-out-Versuch mit einem NiTi-Draht/Epoxidharz-Verbund eine Grenzflächenscherfestigkeit von ca. 6,5 MPa für unbehandelte Drähte und Werte bis 12 MPa für geschliffene Drähte [57]. Dieses Ergebnis steht im Widerspruch mit der Veröffentlichung von Schrooten et al., die für unbehandelte NiTi-Drähte mit einer oxidischen Oberfläche eine höhere Grenzflächenscherfestigkeit (23,93 MPa) erreichten als für die Drähte, bei denen die Oxidschicht durch Schleifen entfernt wurde (18,96 MPa) [26]. Ein Grund für die Unterschiede und die, absolut gesehen, höheren Grenzflächenscherfestigkeiten in der Arbeit von Schrooten et al., könnte die Tatsache sein, dass eine NiTi-Legierung verwendet wurde, die sich bei Raumtemperatur in der Austenitphase befindet, während Rossi et al. eine martensitische Legierung nutzten. Nach Bettini et al. führt ein pull-out-Versuch mit einem austenitischen NiTi-Draht zu einer höheren Grenzflächenscherfestigkeit, als mit einem martensitischen Draht [27]. Generell sind die erreichten Grenzflächenscherfestigkeiten in Verbunden mit NiTi-Drähten jedoch deutlich geringer als die in kohlenstofffaserverstärkten Polymeren. Dort lassen sich durch Oberflächenbehandlungen der Fasern Grenzflächenscherfestigkeiten bis zu 80 MPa erreichen [49], wie in Kapitel 2.3.1 beschrieben wurde.

Abschließend kann festgehalten werden, dass eine Laser-Gas-Nitrierung der Drahtoberfläche zur größten Steigerung der Grenzflächenscherfestigkeit führte. Allerdings haben Zugversuche an LGN-Drähten gezeigt, dass die Zugfestigkeit der Drähte durch die Behandlung soweit reduziert wurde, dass eine Einbettung der Drähte in die Polymermatrix unter Zugspannung nicht möglich war. Für die Herstellung des Verbundwerkstoffes muss daher eine Oberflächenbehandlung gewählt werden, die keine strukturelle Schädigung des Drahtes hervorruft. Es konnte gezeigt werden, dass das beispielsweise bei der Beschichtung der Drahtoberfläche mit TPU der Fall ist.

Die Grenzflächenscherfestigkeit beim in-situ pull-out-Versuch kann aus dem Kraftwert zu Beginn der Grenzflächenablösung (Abbildung 43) sowie dem Drahtdurchmesser mithilfe von Gleichung 10 ausgerechnet werden. Sie beträgt in etwa 2,3 MPa. Allerdings ist der Wert nicht direkt mit den Ergebnissen der anderen pull-out Versuche vergleichbar, da für die Herstellung der Matrix andere Parameter genutzt wurden, um transparente Proben zu ermöglichen. Wie in Kapitel 4.1 beschrieben, wurde durch die veränderten Parameter ein höherer Füllgrad erreicht. Aufgrund der dadurch entstandenen höheren Dichte lassen sich die Ergebnisse eher mit den Proben aus dem Autoklav (1,71 ± 0,62 MPa) vergleichen. Die erreichten Grenzflächenscherfestigkeiten liegen zwar im gleichen Bereich, für den abschließenden Vergleich wäre allerdings eine Bestimmung der Dichte notwendig. Die insitu pull-out-Versuche haben weiterhin gezeigt, dass sich bei Zugbelastung des Drahtes ein Spannungsfeld entlang der Grenzfläche ausbildet. Die höchsten Spannungen treten dabei im Randbereich zwischen dem eingebettetem und dem freilegenden Draht auf. Das Versagen der Grenzfläche und damit einhergehend die Ablösung des Matrixmaterials von der Drahtoberfläche beginnt somit im Randbereich und setzt sich anschließend entlang der Drahtlängsachse bis zum vollständigen Versagen fort. Dieses Ergebnis konnte durch eine Simulation des pull-out Versuches im Rahmen der Arbeit von [Askovic2023] bestätigt werden. Nach dem Versagen der Grenzfläche wird der Draht aus dem Matrixmaterial

herausgezogen. Zu dem gleichen Ergebnis kamen auch Payandeh et al. bei der Betrachtung der Grenzfläche eines NiTi/Epoxidharz-Verbunds während des pull-out-Versuches [28, 29]. Die gleichen Erkenntnisse wurden ebenfalls von Vázgues-Rodríguez et al. für den pull-out-Versuch von Polyesterfasern aus einer Epoxidmatrix [89] sowie von Dawood et al. für den pull-out-Versuch eines NiTi-Drahtes aus einer kohlenstofffaserverstärkten Epoxidmatrix erlangt [90]. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass das Versagen exakt entlang der Grenzfläche zwischen NiTi-Draht und TPU-Matrix auftritt und keine Polymerreste mehr am Draht verbleiben, wie Abbildung 68 veranschaulicht.



Abbildung 68: Mikroskopbild der Drahtoberfläche nach dem in-situ-pull-out-Versuch.

8.4 Quasistatische Versuche

Die quasistatischen Versuche zeigen, dass der Elastizitätsmodul mit steigender Zyklenzahl abnimmt (Tabelle 11). Der bestimmte E-Modul von 34,4 ± 3,0 MPa im ersten Entlastungszyklus liegt höher als der E-Modul für das reine TPU von 20,95 ± 0,94 MPa, der in Kapitel 5.1.1 bestimmt wurde. Das lässt sich durch die fünf parallel in Zugrichtig liegenden NiTi-Drähte erklären. Damit erreicht der Verbund in etwa den gleichen E-Modul wie der im Datenblatt angegebene Modul der Spritzgussproben aus TPU (Anhang 1). Des Weiteren zeigen die Ergebnisse, dass ab einer Auslenkung von 6 mm die Kurve im Spannungs-Dehnungs-Diagramm nicht mehr im Ursprung startet. Das bedeutet, dass bei der Probe bereits Kriechen eingesetzt hat. Dafür spricht ebenfalls, dass sich die verbleibende Dehnung bei Entlastung teilweise zurückbildet, wie Abbildung 69 verdeutlicht. Grund dafür ist das zeitabhängige und viskoelastische Verhalten der Polymere bedingt durch deren Molekülkettenstruktur. Wird die Molekülkette belastet, findet ein Gleiten und Entflechten der Ketten statt, um die Belastung zu kompensieren. Gleiches gilt bei der Entlastung, um die vorhandene Dehnung abzubauen [91, S. 78-80]. Eventuell könnte sich die verbleibende Dehnung vollständig zurückbilden, wenn die Zeitspanne bis zur nächsten Belastung länger wäre. Das wiederum würde bedeuten, dass der Verbund bei den hier aufgebrachten Belastungen noch keine plastischen Verformungen erfährt.



Abbildung 69: Beispielhafter Verlauf der Dehnung bei der quasistatischen Prüfung.

8.5 Zyklische Versuche

Die Ergebnisse der zyklischen Versuche zeigen, dass die an den Proben anliegende Kraft mit zunehmender Zyklenzahl zunächst abnimmt, sich dann jedoch einem stabilen konstanten Kraftwert annähert. Der Verlauf entspricht dem Kraft-Zeit-Verlauf eines Elastomers im Relaxationsversuch. Die mechanischen Eigenschaften im Schwingversuch werden daher in erster Linie vom Matrixmaterial geprägt. Bei einem Thermoplast würde eine kontinuierliche Abnahme der Kraft und der Spannung erwartet werden. Aufgrund der Tatsache, dass TPU zwar ein Thermoplast ist, aufgrund seiner physikalischen Vernetzung jedoch auch Eigenschaften eines Elastomers aufweist, ist dieses Verhalten zu erwarten. Bei einer Erhöhung der mittleren Auslenkung sowie der Amplitude, findet der Kraftabfall jedoch nicht zu einem früheren Zeitpunkt statt. Das spricht dafür, dass der Kraftabfall nicht schädigungsbedingt ist. Die Fortsetzung der dynamischen Prüfung nach Abbruch des Versuches bei Probe 6mm_1,5mm_1 zeigt, dass die anliegende Kraft bei der erneuten Belastung wieder auf den ursprünglichen Wert zurückgeht (Abbildung 50). Dies ist ein weiterer Hinweis darauf, dass durch die Belastung keine Schädigung auftritt, sondern der Kraftabfall durch eine Belastungspause reversibel ist. Der Verlauf entspricht dem in [92] für Polyamid dargestellten Verlauf. Darüber hinaus lassen sich Ähnlichkeiten mit den Ergebnisse aus [93] für Polytetrafluorethylen (PTFE) feststellen, das ebenfalls Eigenschaften von Thermoplasten als auch von Duromeren aufweist.

Bei den zyklischen Versuchen nimmt der elektrische Widerstand stufenartig mit der Zyklenzahl zu, wobei er innerhalb der Stufen kurzzeitige Schwankungen zeigt (vgl. Abbildung 49). Das lässt sich dadurch erklären, dass durch die zyklische Belastung der Probe der bereits gerissene Draht zum Zeitpunkt der geringsten Auslenkung erneut Kontakt hat und sich damit der Gesamtwiderstand kurzeitig verringert, während er zum Zeitpunkt der maximalen Auslenkung keinen Kontakt mehr hat. Allerdings zeigt der Verlauf des elektrischen Widerstandes der Probe 2mm_0,5mm_2 (siehe Abbildung 49), dass auch nach 10⁵ Zyklen noch einige Drähte intakt sind. Anders sieht dies bei der Probe 2mm_0,5mm_3 aus, bei der der Widerstand gleich zu Beginn des Versuches einen Wert von 100 Ω annimmt und anschließend nur noch kurzzeitig auf einen niedrigeren Wert absinkt. Eventuell könnten bei dieser Probe Messfehler aufgetreten sein, wobei die Rücksetzer aus mehreren aufeinanderfolgenden Widerstandswerten bestehen. Bei den höher belasteten Proben erreicht der Widerstand innerhalb von 4000 Zyklen einen Wert von 100 Ω . Der Widerstand von 100 Ω stellt allerdings nicht den wahren Widerstand dar, sondern nur den Widerstand bei Erreichen der maximalen Nennspannung (1 V) der Stromquelle. Die Leistung der Stromquelle reicht zu diesem Zeitpunkt nicht mehr aus, um einen Strom von 10 mA aufrechtzuerhalten. Anhand der Probe 2mm_0,5mm_2 lässt sich mithilfe von Gleichung 15 der Widerstand des Einzeldrahtes sowie der Zuleitungen berechnen.

$$R_{ges} = \frac{R_{Draht}}{5} + R_{Zuleitung}$$
(15)

Die Widerstände der fünf Drähte in der Probe liegen parallel und der Gesamtwiderstand dieser Drähte ist wiederum in Reihe mit dem Widerstand der Zuleitungen geschaltet. Der Gesamtwiderstand zu Beginn des Versuches beträgt in etwa 24,3 Ω und bei Erreichen der ersten Stufe erhöht er sich auf 24,8 Ω . Unter der Annahme, dass die Widerstandsabnahme durch das Versagen von nur einem Draht bedingt ist und bei Erreichen der ersten Stufe nur noch 4 Drähte intakt sind, ergeben sich durch Lösung des linearen Gleichungssystems folgende Ergebnisse:

$$R_{\text{Draht}} = 10 \ \Omega \tag{16}$$

$$R_{Zuleitung} = 22,3 \Omega \tag{17}$$

Den größten Anteil am Gesamtwiderstand hat daher der Widerstand der Zuleitungsdrähte. Da sich der NiTi-Draht jedoch nicht mit anderen Materialien verlöten oder verschweißen ließ, musste für die Zuleitungen ebenfalls ein NiTi-Draht genutzt werden. Die Widerstandsmessungen zeigen, dass eine Zustandsüberwachung der Drähte mithilfe der Widerstandsmessung während der zyklischen Prüfung der Verbunde möglich ist. Die starke Streuung der Ergebnisse ist durch die unzureichenden Punktschweißverbindungen zwischen den Zuleitungen und den parallel liegenden Drähten bedingt. Die optische Prüfung der Proben nach Versuchsende ergab, dass für die Versuche mit einer mittleren Auslenkung von 2 mm und 6 mm die parallel liegenden Drähte in den Proben noch alle intakt waren, während viele der Schweißpunkte zwischen den Drähten und dem Zuleitungsdraht abgerissen waren. Bei den Proben mit einer mittleren Auslenkung von 10 mm war nach Versuchsende an keinem der parallel liegenden Drähte mehr ein elektrischer Strom zu messen. Außerdem waren auch hier die meisten Schweißpunkte abgerissen.

8.6 Aktorversuche

Die Aktivierung der Proben mit einem Strom von 200 mA führt innerhalb von 10 Zyklen zu keiner relevanten Abnahme der aufbringbaren Kraft (Abbildung 55). Allerdings ist der

Kraftwert mit 0,075 N sehr niedrig. Dennoch zeigt der Verlauf der Auslenkung, dass die Aktorproben bei Entlastung nicht in die Ausgangslage zurückkehren (Abbildung 56). Dieses Verhalten ist ein Anzeichen für beginnendes Kriechen des Matrixmaterials. Jedoch haben weitere Versuche gezeigt, dass sich die Verformung bei Entlastung nach einigen Minuten zurückbildet und die Proben die Ausgangslage wieder erreichen. Eine Erhöhung der Stromstärke auf 300 mA bewirkt hingegen eine Steigerung der aufbringbaren Kraft um den Faktor 1,7. Der höhere Aktivierungsstrom bedingt jedoch auch eine Abnahme der aufbringbaren Kraft innerhalb der ersten zehn Zyklen durch Ermüdung des Formgedächtniseffektes. Allerdings zeigt der Kraftverlauf über 1000 Zyklen hinweg, dass sich der Kraftwert nach etwa 500 Zyklen auf einem konstanten Wert von etwa 0,05 N einpendelt (Abbildung 61). Das bedeutet, dass der Effekt nicht komplett ermüdet, sondern nur abgeschwächt wird. Nach Lagoudas nimmt die Lebensdauer mit steigender Dehnung bei der Umwandlung ab, wodurch erklärbar ist, dass die höhere Stromstärke nur kurzzeitig zu einem höheren Kraftwert führt [10, S. 104]. Außerdem wird das Ermüdungsverhalten von der Phasenumwandlung beeinflusst. Wird bei der thermisch induzierten Phasenumwandlung nicht das gesamte Material von einem martensitischen in ein austenitisches Gefüge umgewandelt, wirkt sich das positiv auf die Lebensdauer des Materials aus [10, S. 17-18].

In der Veröffentlichung von Du et al. wurde für eine Aktorprobe aus PVC, in die ein NiTi-Draht mit einem Durchmesser von 0,4 mm eingebettet wurde, ein Biegemoment von 37,5 N·mm bei einer angelegten Spannung von 5 V gemessen. Bei einer Einbettlänge von 80 mm entspricht das einer aufgebrachten Kraft des Drahtes von 0,47 N. Allerdings ist der Wert aufgrund des unterschiedlichen Matrixmaterials und des größeren Drahtdurchmessers nicht direkt mit den in der vorliegenden Arbeit erreichten Werten vergleichbar. Die in Abbildung 28 dargestellte Probenform, bei der der NiTi-Draht in der Mitte der Probe über eine Länge von 80 mm freiliegt, wurde gewählt, um eine möglichst große Auslenkung der Probe bei der Aktivierung zu erreichen. Die Auswirkungen der Probengeometrie auf die Ergebnisse der Aktorversuche wurden untersucht, in dem der gleiche Versuch mit Proben durchgeführt wurde, bei denen der Draht auf der kompletten Länge von 120 mm eingebettet wurde. Der Vergleich der Ergebnisse mit denen der teilweise eingebetteten Drähte zeigt, dass eine vollständige Einbettung des Drahtes zu einer deutlichen Verringerung der aufbringbaren Kraft führt (Abbildung 70). Grund hierfür ist das höhere Volumen an Matrixmaterial, das der Draht verformen muss. Ein weiterer Grund könnte sein, dass der Draht im vollständig eingebetteten Fall eine geringere Temperatur erreicht, da durch die höhere Wärmeleitfähigkeit des TPUs gegenüber Luft mehr Wärme an das Matrixmaterial abgegeben wird. Dadurch wäre der Anteil an der Austenitphase geringer und die Dehnung des Drahtes würde geringer ausfallen.



Abbildung 70: Mittelwerte und Standardabweichungen der aufgebrachten Kraft für eine Aktivierung mit 300 mA bei vollständig eingebettetem NiTi-Draht (links) und teilweise eingebettetem Draht (rechts).

8.7 Modellierung

Der aus dem Comsol-Modell abgeleitete Temperaturverlauf entlang der Drahtlängsachse (Abbildung 63) entspricht der Erwartung. Dass die Drahttemperatur im Einbettbereich am höchsten ist, könnte daran liegen, dass aufgrund der fehlenden Konvektion weniger Wärme von der Drahtoberfläche abgeführt wird. Im Bereich des freiliegenden Drahtes wird hingegen mehr Wärme an die Umgebung abgegeben, weshalb die Drahttemperatur dort geringer ist.

Mithilfe von Gleichung 18 lässt sich die erzeugte Wärmeenergie des stromdurchflossenen Drahtes berechnen. Bei einem Strom von 200 mA, einer angenommenen Zeit von 2 Sekunden und einem aus den Ergebnissen in Tabelle 9 berechneten Gesamtwiderstand von 21,2 Ω ergibt sich für die Wärmeenergie ein Wert von 1,69 J. Mit der Wärmekapazität von 0,0017 J/K, die sich aus der spezifischen Wärmekapazität in Tabelle 5 berechnet, folgt damit aus Gleichung 19 eine Erwärmung des Drahtes um 1020,98 K. Der Wert liegt oberhalb der durch Comsol berechneten Maximaltemperatur von 600 °C. Allerdings wird im Comsol-Modell zusätzlich die Wärmeabgabe durch Konvektion und Abstrahlung sowie die Wärmeleitung an das Polymer berücksichtigt. Dadurch könnte die Drahttemperatur aus dem Comsol-Modell realistisch sein.

$$Q_{w} = l^{2} \cdot R \cdot t$$
(18)

$$\Delta T = \frac{Q_W}{C_{Draht}}$$
(19)

Die durch den Versuch in Kapitel 5.2.3 experimentell ermittelte Steigung der A_s-Kurve beträgt 10,31 MPa/K (Gleichung 13), wobei von dem in der Gleichung angegebenen Steigungswert der Kehrwert betrachtet werden muss, um ihn mit den Literaturangaben zu vergleichen. Die ermittelte Steigung der A_f-Kurve beträgt hingegen 5 MPa/K (Gleichung 14). Leider ist es in Comsol Multiphysics programmtechnisch nicht möglich unterschiedliche Steigungen für die Martensit- und die Austenitgrenzkurve anzugeben, weshalb für beide Parameter der Wert von 7,4 MPa/K gewählt wurde, der der Literatur [10, S. 219] entnommen wurde. Dieser Wert liegt ungefähr in der Mitte der beiden experimentell bestimmten Steigungswerte für die A_s- und die A_f-Kurve. Brinson hingegen gibt einen Steigungswert für die Martensitgrenzkurve von 8 MPa/K und für die Austenitgrenzkurve von 13,8 MPa/K an [93].

In den meisten Veröffentlichungen, sowie in Comsol Multiphysics, wird nur ein Steigungswert für die jeweiligen Grenzkurven angegeben, die in jedem Fall auch immer als Geraden betrachtet werden. In der Veröffentlichung von Lagoudas (Abbildung 3) wird die Spannungsabhängigkeit der Temperatur zwar durch eine Gerade approximiert, jedoch ist auch zu erkennen, dass die Messwerte nicht einer linearen Abhängigkeit folgen [10, S. 81].

Der Vergleich der experimentell bestimmten Auslenkung (Abbildung 71) mit der durch Comsol Multiphysics berechneten Auslenkung (Abbildung 66), zeigt eine gute Übereinstimmung. Während der Aktor im Experiment eine maximale Auslenkung von ca. 32 mm erreichte, ergab das Modell eine maximale Auslenkung von ca. 22 mm. Allerdings wird für das Modell auch ein idealer Zustand betrachtet, in dem das Matrixmaterial sowie die Grenzfläche über die komplette Probe als homogen angesehen werden. Die CT-Aufnahmen aus Kapitel 7.4 haben jedoch gezeigt, dass herstellungsbedingt entlang der Grenzfläche zahlreiche Poren auftreten (Abbildung 42). Dadurch könnte die Wärmeleitung zwischen Matrixmaterial und Draht im Modell höher sein als in der Realität, wodurch sich die geringere Auslenkung erklären ließe. Weiterhin wurden die Ortsabhängigkeit sowie die Temperaturabhängigkeit der Materialparameter vernachlässigt.

In der Veröffentlichung von Akbari et al. wurden Auslenkungen von bis zu 93 mm erreicht, wobei sich der Aufbau der Proben von dem in der vorliegenden Arbeit verwendeten stark unterscheidet. Die Proben bestehen dort jeweils aus zwei unterschiedlichen Polymeren und die Anbindung der NiTi-Drähte an die Polymere erfolgt über eine Crimpverbindung. [8]



Abbildung 71: Auslenkung der Aktorprobe A21 bei einseitiger Einspannung und einer Stromstärke von 200 mA.

8.8 Gesamtbeurteilung des Verbundwerkstoffes

Für die Gesamtbeurteilung des Verbundwerkstoffes werden die in Kapitel 1.1 formulierten wissenschaftlichen Fragestellungen erneut aufgegriffen und beantwortet.

 Ist es möglich, mit dem hier verwendeten Fertigungsverfahren des Arburg-Kunststoff-Freiformens eine Aktorfunktion mit Zweiwegeffekt zu realisieren und kann die Aktorfunktion ebenfalls durch ein Modell mit der Finite-Elemente-Methode (FEM) beschrieben werden?

In der vorliegenden Arbeit konnte die intrinsische Herstellung von Aktoren mit einem Zweiwegeffekt durch eine Weiterentwicklung des Arburg-Kunststoff-Freiformens erfolgreich realisiert werden. Entscheidend dafür war, dass die NiTi-Drähte unter mechanischer Zugspannung in das Polymer eingebettet werden konnten, wodurch die Umwandlungstemperaturen für eine Phasenumwandlung erhöht wurden. Damit wurde eine Phasenumwandlung während des Herstellungsprozesses verhindert und der Formgedächtniseffekt blieb erhalten. Nach der Herstellung des Verbundes konnte der Formgedächtniseffekt durch eine Widerstandserwärmung des Drahtes aktiviert werden. Das für den Verbundwerkstoff ausgewählte Matrixmaterial TPU eignete sich darüber hinaus hervorragend zur Aufbringung der Rückstellkraft und ermöglichte so die Realisierung des extrinsischen Zweiwegeffektes und damit die wiederholte Nutzung der Aktorfunktion. Dieses Fertigungsverfahren erlaubt weiterhin eine einfache Anpassung der Aktorgeometrie an den gewünschten Einsatzbereich. So kann über die Position, sowie die Anzahl der Drähte, die aufbringbare Kraft beeinflusst werden. Um bei einer Änderung des Aktordesigns direkt Rückschlüsse auf die zu erwartende resultierende aufbringbare Kraft zu ermöglichen, wurde für den Aktor ein FEM-Modell erstellt und anschließend durch Experimente validiert. Die berechnete Auslenkung des Aktors zeigte eine gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Experimente. Das Modell eignet sich daher gut für die Abschätzung der Auswirkungen bei einer Parameteränderung. So lässt sich das Aktorverhalten bei einer Änderung der Drahtposition, der Aktivierungsspannung sowie bei einem Wechsel des Matrixsystems vorhersagen und der Einfluss auf den Temperaturverlauf sowie auf die aufbringbare Kraft des Aktors modellieren.

 Inwiefern werden die mechanischen Eigenschaften des Verbundes durch das Fertigungsverfahren beeinflusst?

Die in der vorliegenden Arbeit erzielten Ergebnisse zeigen, dass das verwendete Arburg-Kunststoff-Freiformen-Verfahren einen Einfluss auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften des TPU-Verbundwerkstoffes hat. Das Verfahren reduziert die Dichte des verwendeten Polymers und führt dadurch zu geringeren mechanischen Kennwerten im Vergleich zu anderen Fertigungsverfahren, wie beispielsweise dem Spritzguss. So liegt der E-Modul von TPU-Proben aus dem Spritzgussverfahren im Durchschnitt 50 % höher als der in der vorliegenden Arbeit bestimmte E-Modul der TPU-Proben aus dem Arburg-Kunststoff-Freiformen-Verfahren. Die Ursachen hierfür wurden zusätzlich durch Computertomographie-Aufnahmen untersucht. Diese zeigten, dass sich durch den tropfenweisen Aufbau der Matrix nachteilige Poren bilden. Diese wurden bereits in Kapitel 4.2 bei der Veranschaulichung des schichtweisen Aufbaus (Abbildung 14) der TPU-Proben vermutet und konnten im Rahmen der durchgeführten Versuche bestätigt werden. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit konnte durch die Nachbehandlung der Proben in einem Autoklav gezeigt werden, dass sich durch diese nachträgliche Druckund Temperaturbehandlung der Porengehalt in den Proben erheblich verringern lässt.

• Wie wird die Grenzfläche durch das Fertigungsverfahren beeinflusst und ist die Grenzflächenscherfestigkeit für eine Aktorfunktion ausreichend?

Durch den fertigungsbedingten Porengehalt verringert sich weiterhin die Grenzflächenscherfestigkeit. Die nachträgliche Druck- und Temperaturbehandlung der Proben im Autoklav hat jedoch gezeigt, dass sich die Grenzflächenscherfestigkeit dadurch erheblich steigern lässt. Zwar kann nicht mehr von einer intrinsischen Fertigung der Aktoren gesprochen werden, wenn an das eigentliche Herstellungsverfahren noch ein Nachbehandlungsprozess angeschlossen wird. Dennoch bleibt der Vorteil einer werkzeugfreien Fertigung bestehen. Der Vergleich mit der Literatur zeigt, dass die in der vorliegenden Arbeit erreichten Grenzflächenscherfestigkeiten (0,17 \pm 0,04 MPa) geringer sind als beispielsweise in einem NiTi-Draht/Epoxidharz-Verbund (6,5 MPa) [57]. Das legt

die Vermutung nahe, dass sich, aufgrund des annähernd rechteckigen Kanals, der im Lagenaufbau der TPU-Matrix für die Einbettung des runden Drahtes gelassen wird (s. Abbildung 14), keine vollflächige Anbindung zwischen Draht und TPU-Matrix erreichen lässt. Zum einen, da der Kanal annähernd rechteckig ist, während der Draht rund ist und andererseits, da durch den größeren Tropfendurchmesser im Vergleich zum Durchmesser des Drahtes Lufteinschlüsse entstehen. Eine lokale Überfüllung des Einbettbereiches durch eine kurzeitige Erhöhung der TPU-Austragsmenge nach dem Einlegen des Drahtes könnte die Anbindung verbessern und somit höhere Grenzflächenscherfestigkeiten ermöglichen. Versuche dazu konnten nicht durchgeführt werden, da eine kurzzeitige Änderung der Austragsrate am Arburg freeformer wegen werksseitiger Sperrung des Programmcodes nicht möglich war. Die in der vorliegenden Arbeit erreichte Grenzflächenscherfestigkeit ist jedoch auch ohne zusätzliche Oberflächenbehandlungen immer noch ausreichend, um eine Aktorfunktion über mindestens 1000 Zyklen zu ermöglichen.

• Wie ist das Ermüdungsverhalten des Verbundwerkstoffes zu beurteilen und inwiefern bleibt die Systemfunktion bei einer zyklischen Nutzung erhalten?

Es konnte gezeigt werden, dass das Ermüdungsverhalten des Verbundes in erster Linie durch das Matrixmaterial geprägt wird und den charakteristischen Kraft-Zeit-Verlauf eines Elastomers im Relaxationsversuch zeigt. Allerdings wurde festgestellt, dass bei einer Erhöhung der statischen Auslenkung sowie der Amplitude der Kraftabfall nicht zu einem früheren Zeitpunkt auftritt. Das spricht dafür, dass der beobachtete Kraftabfall nicht schädigungsbedingt ist, sondern durch eine Belastungspause reversibel ist. Weiterhin konnte der Zustand der NiTi-Drähte durch die in der vorliegenden Arbeit entwickelte Methode zur in-situ Widerstandsmessung während der mechanischen Versuche überwacht werden. Dadurch konnte der Zeitpunkt des Versagens jedes einzelnen Drahtes ermittelt werden. Bezogen auf das Ermüdungsverhalten der Systemfunktion wurde festgestellt, dass die Aktorfunktion auch nach 1000 Zyklen noch ausreichend vorhanden ist. Allerdings verringert sich die aufbringbare Kraft innerhalb der ersten 300 Zyklen und verbleibt anschließend auf einem konstanten Niveau. Je nach gewünschtem Einsatzbereich der Aktoren ist diese Lebensdauer vollständig ausreichend. Der Einsatzzweck entscheidet ebenfalls darüber, welche Kräfte der Aktor aufbringen muss. Daraus lässt sich das Aktordesign ableiten, anhand dessen dann über die Anzahl der Drähte und deren Position im Matrixmaterial entschieden wird.

9 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden Messvorrichtungen und Prüfverfahren zur Charakterisierung von additiv gefertigten Formgedächtnisdraht/Polymer-Verbunden entwickelt. Mithilfe einer systematischen Werkstoffauswahl sowie Zugund Biegeversuchen an verschiedenen Polymeren wurde thermoplastisches Polyurethan als das geeignetste Matrixmaterial ausgewählt. Daneben wurde der ausgewählte NiTi-Draht auf seine thermischen-, elektrischen- und mechanischen Eigenschaften hin untersucht. Die Messung des elektrischen Widerstandes während einer thermisch induzierten Phasenumwandlung des Drahtes zeigte, dass dieser stark von der vorliegenden kristallographischen Phase abhängig ist und sich sein Wert somit als Indikator für den aktuellen Phasenzustand für weitere Untersuchungen eignet. Der Versuchsaufbau brachte sehr gute Ergebnisse, die mit der Literatur übereinstimmen, weshalb er ebenfalls für weitere Untersuchungen verwendet werden könnte. So wäre beispielsweise eine Bestimmung des elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit unterschiedlicher mechanischer Vorspannungen möglich. Ein Problem war jedoch die richtige elektrische Kontaktierung der NiTi-Drähte, da ein Verlöten und ein Verschweißen mit anderen Metallen unmöglich ist. Die deshalb genutzten Punktschweißverbindungen waren hingegen empfindlich für mechanische Belastungen und haben stellenweise zu einem großen Rauschen des Messsignals geführt. Für künftige Versuche könnte der NiTi-Draht zuvor galvanisch beschichtet werden, sodass ein Verlöten mit anderen Metallen ermöglicht wird. Damit könnten beispielsweise Kupferdrähte als Zuleitung genutzt werden, die einen deutlich geringen Leitungswiederstand haben als NiTi und damit das Messergebnis für den zu untersuchenden NiTi-Draht weniger beeinflussen. Des Weiteren würde ein Lötpunkt mehr mechanische Stabilität bringen, als die in der vorliegenden Arbeit genutzten Punktschweißverbindungen.

In einer Dynamisch-Mechanischen-Analyse wurde der Einfluss einer mechanischen Zugspannung auf die charakteristischen Umwandlungstemperaturen (M_s, M_f, A_s und A_f) untersucht. Mit steigender Zugspannung steigen die Umwandlungstemperaturen zu höheren Werten an.

Die Abhängigkeit konnte in der vorliegenden Arbeit quantifiziert werden und für die Asund die Af-Temperatur wurde eine lineare Abhängigkeit festgestellt. Die Erhöhung der Umwandlungstemperaturen durch das Aufbringen einer Zugspannung konnte genutzt werden, um eine Phasenumwandlung der NiTi-Drähte durch den Wärmeeintrag während der Einbettung in die Polymermatrix zu verhindern. Daher wurden die Drähte unter Zugspannung gebracht, bevor sie durch eine am Institut für Produktionstechnik des Karlsruher Institutes für Technologie durchgeführte Weiterentwicklung des Arburg-Kunststoff-Freiformens in die Polymermatrix eingebettet wurden. Jedoch hatte dies weitere Herausforderungen und Einschränkungen zur Folge. So musste eine aufwendige Vorrichtung konzipiert werden, die es erlaubte, dass die Drähte unter Zugspannung eingebracht werden konnten. Darüber hinaus war es nicht möglich, die Drähte unter Zugspannung kurvenförmig abzulegen, um beispielsweise komplexere Aktorgeometrien zu realisieren. Eine Lösung des Problems könnte der Einsatz von NiTiPd- oder NiTiHf-Legierungen sein, die in der Literatur bereits beschrieben wurden. Durch das Zulegieren von Pd, Pt oder Hf, werden die Umwandlungstemperaturen zu höheren Werten verschoben [10, S. 25]. Dadurch wäre keine zusätzliche Zugspannung beim Einbetten der Drähte mehr nötig, um eine Phasenumwandlung während der Fertigung zu verhindern und es würden sich größere Geometriefreiheiten ergeben. Solche Legierungen befinden sich allerdings noch im Entwicklungsstadium und sind noch nicht kommerziell verfügbar.

Zur Verbesserung der mechanischen Anbindung des NiTi-Drahtes an das Polymer wurden unterschiedliche Oberflächenbehandlungen des Drahtes untersucht. Die größte Steigerung der Grenzflächenscherfestigkeit wurde dabei durch eine Laser-Gas-Nitrierung der Drahtoberfläche erreicht. Allerdings hatte diese Behandlung eine Verringerung der Zugfestigkeit des Drahtes zur Folge, sodass eine Einbettung des Drahtes unter Zugspannung nicht mehr möglich war. Für zukünftige Untersuchungen könnte der Einsatz eines chemischen Haftvermittlers untersucht werden, der in der Veröffentlichung von Neuking et al. zu einer Steigerung der Grenzflächenscherfestigkeit geführt hat [58].

Eine thermomechanische Nachbehandlung der Proben im Autoklav hat gezeigt, dass sich die Grenzflächenscherfestigkeit dadurch nochmal erheblich steigern lässt. Um den Einfluss des Autoklavs quantifizieren zu können, könnte eine Porenanalyse der Proben vor und nach dem Autoklav mithilfe der Computertomographie durchgeführt werden. Ein in-situ pull-out Versuch unter Ausnutzung der spannungsoptischen Eigenschaften von TPU konnte Aufschluss über das Versagensverhalten der Grenzfläche liefern. Quasistatische sowie zyklische Versuche am Verbundwerkstoff haben darüber hinaus gezeigt, dass die mechanischen Eigenschaften des Verbundes in erster Linie vom Matrixmaterial geprägt werden und dass dieses sowohl Eigenschaften von Duromeren als auch von Thermoplasten aufweist. Die Entlastungsversuche haben gezeigt, dass sich die zunächst verbleibende Dehnung bei der Entlastung teilweise zurückbildet. Eine vollständige Rückbildung konnte nicht beobachtet werden, da der zeitliche Abstand zur nächsten Belastung zu kurz war. Eine Anpassung des Prüfprogrammes mit längeren Haltezeiten bei 0 N vor der nächsten Belastung könnte Aufschluss darüber geben, ob eine vollständige Dehnungsrückbildung bei den verwendeten Laststufen möglich ist. Bei einer zyklischen Belastung im Zugschwellbereich über 10⁵ Zyklen konnte keine Schädigung festgestellt werden. Zur endgültigen Klärung müssten allerdings Versuche bis 10⁷ Zyklen durchgeführt werden, die jedoch zur Einhaltung einer akzeptablen Versuchsdauer eine deutliche Erhöhung der Prüffrequenz erfordern würde. Dabei müsste aber der Einfluss der Erwärmung der Probe auf das Schädigungsverhalten berücksichtigt werden.

Des Weiteren konnte im Rahmen der vorliegenden Arbeit eine Methode entwickelt werden, um den exakten Zustand aller parallel liegenden NiTi-Drähte während des Versuches zu registrieren und dadurch den Zeitpunkt des Bruchs eines oder mehrerer Drähte zu erfassen. Möglich war dies über die kontinuierliche Messung des elektrischen Widerstandes aller Drähte. Allerdings kam auch hier das zuvor erläuterte Problem der geringen mechanischen Stabilität der Punktschweißverbindungen zum Tragen. Eine stabilere Kontaktierung der Drähte würde die Qualität der Ergebnisse nochmals verbessern. Darüber hinaus könnte eine leistungsfähigere Stromquelle eine exaktere Aussage zum Schädigungsverlauf ermöglichen, da auch dann noch ein Widerstandswert gemessen werden könnte, wenn fast alle Drähte bereits versagt haben. Durch die Weiterentwicklung des Arburg-Kunststoff-Freiformen war es möglich, NiTi-Drähte intrinsisch in die Polymermatrix einzubetten und dabei die Formgedächtniseigenschaften zu erhalten. Eine anschließende Erwärmung der Drähte über deren elektrischen Widerstand, führte zur Phasenumwandlung und zur Verformung des Aktors. Die Aktorfunktion konnte über 1000 Zyklen aufrechterhalten werden, wobei sich die aufgebrachte Kraft jedoch innerhalb der ersten 50 Zyklen halbierte und anschließend auf konstantem Niveau verblieb. Das bisher genutzte Prüfprogramm der ZwickRoell Prüfmaschine erlaubte nur eine Prüfung von 1000 Aktivierungszyklen, da der Messwertspeicher der Software begrenzt war. Durch eine Weiterentwicklung des Prüfprogrammes könnte eventuell auch eine höhere Zyklenzahl geprüft werden.

Weiterhin wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit die Aktorfunktion in Comsol Multiphysics modelliert. Das Modell zeigte bezogen auf die Drahttemperatur sowie die Auslenkung des Aktors eine gute Übereinstimmung mit den Experimenten. Allerdings wurden bei der Modellierung für die Materialparameter Wärmeleitfähigkeit, Wärmekapazität und Wärmeausdehnung des NiTi-Drahtes Werte aus der Literatur verwendet, da eine Messung dieser Parameter am Drahtmaterial mit den vorhandenen Messsystemen nicht möglich war. Die genannten Materialparameter könnten jedoch an einem NiTi-Blech bzw. -Quader mit der gleichen Legierungszusammensetzung wie die des Drahtes bestimmt werden, sodass keine Literaturdaten mehr notwendig wären.

Literaturverzeichnis

Die fett gedruckten Literaturangaben beziehen sich auf eigene Veröffentlichungen.

- [1] S. Langbein, A. Czechowicz, "Konstruktionspraxis Formgedächtnistechnik: Potentiale
 Auslegung Beispiele". Wiesbaden: Springer Fachmedien, 2013.
- [2] W. Harzer, "Kieferorthopädie: Checklisten der Zahnmedizin", 2. Aufl. Stuttgart: Georg Thieme Verlag KG, 2021. [Online]. Verfügbar unter: http://ebooks.thieme.de/9783131469212/1.
- [3] N.B. Morgan, "Medical shape memory alloy applications—the market and its products", *Mater. Sci. Eng. A*, Jg. 378, Nr. 1, S. 16–23, 2004, doi: 10.1016/j.msea.2003.10.326.
- [4] B. T. Lester, T. Baxevanis, Y. Chemisky, D. C. Lagoudas, "Review and perspectives: shape memory alloy composite systems", *Acta Mech*, Jg. 226, Nr. 12, S. 3907–3960, 2015, doi: 10.1007/s00707-015-1433-0.
- [5] H. Rodrigue, W. Wang, B. Bhandari, M.-W. Han, S.-H. Ahn, "SMA-based smart soft composite structure capable of multiple modes of actuation", *Compos. B. Eng.*, Jg. 82, S. 152–158, 2015, doi: 10.1016/j.compositesb.2015.08.020.
- [6] M.-W. Han, H. Rodrigue, S. Cho, S.-H. Song, W. Wang, W.-S. Chu, S.-H. Ahn, "Woven type smart soft composite for soft morphing car spoiler", *Compos. B. Eng.*, Jg. 86, S. 285–298, 2016, doi: 10.1016/j.compositesb.2015.10.009.
- [7] N. A. Meisel, A. M. Elliott, C. B. Williams, "A procedure for creating actuated joints via embedding shape memory alloys in PolyJet 3D printing", *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Jg. 26, Nr. 12, S. 1498–1512, 2015, doi: 10.1177/1045389X14544144.
- [8] S. Akbari, A. H. Sakhaei, S. Panjwani, K. Kowsari, A. Serjouei, Q. Ge, "Multimaterial 3D Printed Soft Actuators Powered by Shape Memory Alloy Wires", *Sensors and Actuators A: Physical*, Jg. 290, S. 177–189, 2019, doi: 10.1016/j.sna.2019.03.015.

- [9] J. Dittus, P. Eyer, M. Friedmann, A. Trauth, K. A. Weidenmann, J. Fleischer, "Additive Manufacturing of Functional Polymer-SMA Composites", *Materials and Manufacturing Processes*, 2024, (eingereicht).
- [10] D. C. Lagoudas, "Shape memory alloys: Modeling and engineering applications". New York, London: Springer, 2008. [Online]. Verfügbar unter: http://site.ebrary.com/lib/alltitles/docDetail.action?docID=10284712.
- [11] M. Bäker, "Funktionswerkstoffe: Physikalische Grundlagen und Prinzipien".Wiesbaden: Springer Vieweg, 2014.
- Y. Du, B. Liu, M. Xu, E. Dong, S. Zhang, J. Yang, "Dynamic characteristics of planar bending actuator embedded with shape memory alloy", *Mechatronics*, Jg. 25, S. 18– 26, 2015, doi: 10.1016/j.mechatronics.2014.11.001.
- [13] P. Pinter, A. Reeb, K. A. Weidenmann, "The Influence of Stress and Heat on the Transformation Behaviour of NiTi for Actuator Applications in Extruded Aluminium Matrix Composites", *Mater. Sci. Forum*, 825-826, S. 205–212, 2015, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.825-826.205.
- [14] C. K. Poon, K. T. Lau, L. M. Zhou, "Design of pull-out stresses for prestrained SMA wire/polymer hybrid composites", *Compos. B. Eng.*, Jg. 36, Nr. 1, S. 25–31, 2005, doi: 10.1016/j.compositesb.2004.04.002.
- [15] B. Senf, T. M\u00e4der, I. N. y. d. Sosa, A. Bucht, M. Knobloch, D. L\u00f6pitz, W.-G. Drossel, "Sensing and Actuating Functions by Shape Memory Alloy Wires Integrated into Fiber Reinforced Plastics", *Procedia CIRP*, Jg. 66, S. 249–253, 2017, doi: 10.1016/j.procir.2017.03.291.
- [16] S. Civjan, E. F. Huget, L. B. DeSimon, "Potential applications of certain nickel-titanium (nitinol) alloys", *Journal of dental research*, Jg. 54, Nr. 1, S. 89–96, 1975, doi: 10.1177/00220345750540014301.
- [17] V. Antonucci, G. Faiella, M. Giordano, F. Mennella, L. Nicolais, "Electrical resistivity study and characterization during NiTi phase transformations", *Thermochimica Acta*, Jg. 462, 1-2, S. 64–69, 2007, doi: 10.1016/j.tca.2007.05.024.
- [18] M. Humburg, G. Eggeler, M. Wagner, "Thermo-Kombiventil", *ATZ Automobiltech Z*, Jg. 108, Nr. 3, S. 196–203, 2006, doi: 10.1007/BF03221776.

- [19] E. A. Williams, G. Shaw, M. Elahinia, "Control of an automotive shape memory alloy mirror actuator", *Mechatronics*, Jg. 20, Nr. 5, S. 527–534, 2010, doi: 10.1016/j.mechatronics.2010.04.002.
- [20] EDP Europe, TZ Radial[™]: Intelligent lock for rack cabinet side panels. [Online]. Verfügbar unter: https://www.edpeurope.com/product/tz-radial-intelligent-lockingdevice/ (Zugriff am: 11. März 2024).
- [21] R. Hahnlen, M. J. Dapino, "NiTi–Al interface strength in ultrasonic additive manufacturing composites", *Composites Part B: Engineering*, Jg. 59, S. 101–108, 2014, doi: 10.1016/j.compositesb.2013.10.024.
- [22] C. Dahnke, F. Pottmeyer, P. Pinter, K. A. Weidenmann, A. E. Tekkaya, "Influence of SMA-induced stress on shape memory alloy metal matrix composites manufactured by continuous composite extrusion", *Smart Mater. Struct.*, Jg. 28, Nr. 8, S. 84006, 2019, doi: 10.1088/1361-665X/ab2d6a.
- [23] C. Dahnke, A. Shapovalov, A. E. Tekkaya, "Thermally activated lightweight actuator based on hot extruded shape memory metal matrix composites (SMA-MMC)", *Procedia Eng.*, Jg. 207, S. 1511–1516, 2017, doi: 10.1016/j.proeng.2017.10.1083.
- [24] S. Akbari, A. H. Sakhaei, S. Panjwani, K. Kowsari, Q. Ge, "Shape memory alloy based 3D printed composite actuators with variable stiffness and large reversible deformation", *Sensors and Actuators A: Physical*, Jg. 321, S. 112598, 2021, doi: 10.1016/j.sna.2021.112598.
- [25] Q. Ge, H. J. Qi, M. L. Dunn, "Active materials by four-dimension printing", *Appl. Phys. Lett.*, Jg. 103, Nr. 13, 2013, doi: 10.1063/1.4819837.
- [26] J. Schrooten, V. Michaud, John Parthenios, Georgios C. Psarras, Costas Galiotis, Rolf Gotthardt, Jan-Anders Månson, Jan Van Humbeeck, "Progress on Composites with Embedded Shape Memory Alloy Wires", *Mater. Trans.*, Jg. 43, Nr. 5, S. 961–973, 2002, doi: 10.2320/matertrans.43.961.
- [27] P. Bettini, M. Riva, G. Sala, L. Di Landro, A. Airoldi, J. Cucco, "Carbon Fiber Reinforced Smart Laminates with Embedded SMA Actuators—Part I: Embedding Techniques and Interface Analysis", J. of Materi Eng and Perform, Jg. 18, 5-6, S. 664–671, 2009, doi: 10.1007/s11665-009-9384-z.

- [28] Y. Payandeh, F. Meraghni, E. Patoor, A. Eberhardt, "Debonding initiation in a NiTi shape memory wire–epoxy matrix composite. Influence of martensitic transformation", *Materials & Design*, Jg. 31, Nr. 3, S. 1077–1084, 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2009.09.048.
- [29] Y. Payandeh, F. Meraghni, E. Patoor, A. Eberhardt, "Effect of martensitic transformation on the debonding propagation in Ni–Ti shape memory wire composite", *Materials Science and Engineering: A*, Jg. 518, 1-2, S. 35–40, 2009, doi: 10.1016/j.msea.2009.04.019.
- [30] E. L. Kirkby, R. de Oliveira, V. Michaud, J.-A. E. Månson, "Tailored processing of epoxy with embedded shape memory alloy wires", *Smart Mater. Struct.*, Jg. 18, Nr. 9, S. 95043, 2009, doi: 10.1088/0964-1726/18/9/095043.
- [31] J. Raghavan, T. Bartkiewicz, S. Boyko, M. Kupriyanov, N. Rajapakse, B. Yu, "Damping, tensile, and impact properties of superelastic shape memory alloy (SMA) fiberreinforced polymer composites", *Composites Part B: Engineering*, Jg. 41, Nr. 3, S. 214–222, 2010, doi: 10.1016/j.compositesb.2009.10.009.
- [32] R. de Oliveira, E. Bigi, A. Sigg, V. Michaud, J.-A. E. Månson, "Passive damping of composites with embedded shape memory alloy wires" in *Behavior and Mechanics of Multifunctional Materials and Composites 2010*, S. 133–143, doi: 10.1117/12.847570.
- [33] A. M. Cohades, "Functional composites with damage control and repair".
 Dissertation, EPFL, Lausanne, 2018. [Online]. Verfügbar unter: https://infoscience.epfl.ch/record/233706.
- [34] A. Cohades, N. Hostettler, M. Pauchard, C. J.G. Plummer, V. Michaud, "Stitched shape memory alloy wires enhance damage recovery in self-healing fibre-reinforced polymer composites", *Composites Science and Technology*, Jg. 161, S. 22–31, 2018, doi: 10.1016/j.compscitech.2018.03.040.
- [35] E. L. Kirkby, J. D. Rule, V. J. Michaud, N. R. Sottos, S. R. White, J.-A. E. Månson, "Embedded Shape-Memory Alloy Wires for Improved Performance of Self-Healing Polymers", *Advanced Functional Materials*, Jg. 18, Nr. 15, S. 2253–2260, 2008, doi: 10.1002/adfm.200701208.

- [36] G. Murasawa, K. Tohgo, H. Ishii, "Deformation Behavior of NiTi/Polymer Shape Memory Alloy Composites – Experimental Verifications", *Journal of Composite Materials*, Jg. 38, Nr. 5, S. 399–416, 2004, doi: 10.1177/0021998304040553.
- [37] L. F. Campanile, R. Keimer, E. J. Breitbach, "The "Fish-Mouth" Actuator: Design Issues and Test Results", *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, Jg. 15, 9-10, S. 711–719, 2004, doi: 10.1177/1045389X04044452.
- [38] O. Testoni, S. Bodkhe, A. Bergamini, P. Ermanni, "A Novel Concept of a Modular Shape-Adaptable Sandwich Panel Able to Achieve Multiple Shapes", Proceeding of IX ECCOMAS Thematic Conference on Smart Structures and Materials, 2019, doi: 10.3929/ETHZ-B-000386591.
- [39] S. Bodkhe, L. Vigo, S. Zhu, O. Testoni, N. Aegerter, P. Ermanni, "3D printing to integrate actuators into composites", *Additive Manufacturing*, Jg. 35, S. 101290, 2020, doi: 10.1016/j.addma.2020.101290.
- [40] T. Akbari, S. M. R. Khalili, "Experimental investigations on the mechanical properties and buckling behavior of the filament wound composite shells embedded with shape memory alloy wires", *Mechanics of Advanced Materials and Structures*, Jg. 26, Nr. 17, S. 1491–1497, 2019, doi: 10.1080/15376494.2018.1434260.
- [41] M. Meo, F. Marulo, M. Guida, S. Russo, "Shape memory alloy hybrid composites for improved impact properties for aeronautical applications", *Composite Structures*, Jg. 95, S. 756–766, 2013, doi: 10.1016/j.compstruct.2012.08.011.
- [42] M.-S. Kim, W.-S. Chu, J.-H. Lee, Y.-M. Kim, S.-H. Ahn, "Manufacturing of inchworm robot using shape memory alloy (SMA) embedded composite structure", *Int. J. Precis. Eng. Manuf.*, Jg. 12, Nr. 3, S. 565–568, 2011, doi: 10.1007/s12541-011-0071-2.
- [43] M. Lalegani Dezaki, M. Bodaghi, A. Serjouei, S. Afazov, A. Zolfagharian, "Adaptive reversible composite-based shape memory alloy soft actuators", *Sensors and Actuators A: Physical*, Jq. 345, S. 113779, 2022, doi: 10.1016/j.sna.2022.113779.
- [44] David B. Marshall, "An Indentation Method for Measuring Matrix-Fiber Frictional Stresses in Ceramic Composites", *Journal of the American Ceramic Society*, Jg. 67, Nr. 12, C-259-C-260, 1984, doi: 10.1111/j.1151-2916.1984.tb19690.x.

- [45] A. Dollar, P. S. Steif, Y. C. Wang, C. Y. Hui, "Analyses of the fiber push-out test", *International Journal of Solids and Structures*, Jg. 30, Nr. 10, S. 1313–1329, 1993, doi: 10.1016/0020-7683(93)90214-R.
- [46] A. Kelly, W. R. Tyson, "Tensile properties of fibre-reinforced metals: Copper/tungsten and copper/molybdenum", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Jg. 13, Nr. 6, S. 329–350, 1965, doi: 10.1016/0022-5096(65)90035-9.
- [47] J. Pristavok, "Mikromechanische Untersuchungen an Epoxidharz-Glasfaser-Verbundwerkstoffen unter zyklischer Wechselbelastung". Dissertation, Institut für Polymerforschung, Technische Universität Dresden, Dresden, 2005. [Online]. Verfügbar unter: https://tud.qucosa.de/landingpage/?tx_dlf[id]=https%3A%2F%2Ftud.qucosa.de%2Fapi%2Fqucosa%253A24914%2 Fmets.
- [48] J. Zhou, Y. Li, N. Li, X. Hao, C. Liu, "Interfacial shear strength of microwave processed carbon fiber/epoxy composites characterized by an improved fiber-bundle pull-out test", *Composites Science and Technology*, Jg. 133, S. 173–183, 2016, doi: 10.1016/j.compscitech.2016.07.033.
- [49] Shiqiang Deng, Lin Ye, Y.-W. Mai, "Measurement of interfacial shear strength of carbon fibre/epoxy composites using a single fibre pull-out test", Advanced Composite Materials, Jg. 7, Nr. 2, S. 169–182, 1998, doi: 10.1163/156855198X00129.
- [50] E. Schulz, G. Kalinka, W. Auersch, "Effect of transcrystallization in carbon fiber reinforced poly(p-phenylene sulfide) composites on the interfacial shear strength investigated with the single fiber pull-out test", *Journal of Macromolecular Science*, *Part B*, Jg. 35, 3-4, S. 527–546, 1996, doi: 10.1080/00222349608220393.
- [51] F. Henning, "Handbuch Leichtbau: Methoden, Werkstoffe, Fertigung". München: Hanser Verlag, 2011. [Online]. Verfügbar unter: http://www.hanserelibrary.com/doi/book/10.3139/9783446428911.
- [52] A. Albers, L. Deters, J. Feldhusen, E. Leidich, H. Linke, B. Sauer, "Konstruktionselemente des Maschinenbaus 1: Grundlagen der Berechnung und Gestaltung von Maschinenelementen", 9. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer, 2016.

[Online]. Verfügbar unter: http://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:bsz:31-epflicht-1614653.

- [53] Z. D. Cui, H. C. Man, X. J. Yang, "Characterization of the laser gas nitrided surface of NiTi shape memory alloy", *Applied Surface Science*, 208-209, S. 388–393, 2003, doi: 10.1016/S0169-4332(02)01414-9.
- [54] H. C. Man, N. Q. Zhao, "Enhancing the adhesive bonding strength of NiTi shape memory alloys by laser gas nitriding and selective etching", *Applied Surface Science*, Jg. 253, Nr. 3, S. 1595–1600, 2006, doi: 10.1016/j.apsusc.2006.02.057.
- [55] S. Samal, O. Tyc, L. Heller, P. Šittner, M. Malik, P. Poddar, M. Catauro, I. Blanco, "Study of Interfacial Adhesion between Nickel-Titanium Shape Memory Alloy and a Polymer Matrix by Laser Surface Pattern", *Applied Sciences*, Jg. 10, Nr. 6, S. 2172, 2020, doi: 10.3390/app10062172.
- [56] Di Shan, X. He, C. Fang, H. Shao, Y. Cheng, N. An, "Effects of surface oxidation behavior of NiTi shape memory alloy on adhesion of epoxy resin/polytetrafluoroethylene composite coating", *Journal of Alloys and Compounds*, Jg. 699, S. 345–350, 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.01.021.
- [57] S. Rossi, F. Deflorian, A. Pegoretti, D. D'Orazio, S. Gialanella, "Chemical and mechanical treatments to improve the surface properties of shape memory NiTi wires", *Surface and Coatings Technology*, Jg. 202, Nr. 10, S. 2214–2222, 2008, doi: 10.1016/j.surfcoat.2007.09.013.
- [58] K. Neuking, A. Abu-Zarifa, G. Eggeler, "Surface engineering of shape memory alloy/polymer-composites: Improvement of the adhesion between polymers and pseudoelastic shape memory alloys", *Mater. Sci. Eng. A*, 481-482, S. 606–611, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.05.118.
- [59] N. A. Smith, G. G. Antoun, A. B. Ellis, W. C. Crone, "Improved adhesion between nickel–titanium shape memory alloy and a polymer matrix via silane coupling agents", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Jg. 35, Nr. 11, S. 1307–1312, 2004, doi: 10.1016/j.compositesa.2004.03.025.
- [60] F. C. Antico, P. D. Zavattieri, L. G. Hector Jr, A. Mance, W. R. Rodgers, D. A. Okonski, "Adhesion of nickel–titanium shape memory alloy wires to thermoplastic materials:

theory and experiments", *Smart Mater. Struct.*, Jg. 21, Nr. 3, S. 35022, 2012, doi: 10.1088/0964-1726/21/3/035022.

- [61] Y. Zhang, C. Mi, "Strengthening bonding strength in NiTi SMA fiber-reinforced polymer composites through acid immersion and Nanosilica coating", *Composite Structures*, Jg. 239, S. 112001, 2020, doi: 10.1016/j.compstruct.2020.112001.
- [62] Zhenqing Wang, Yanfei Liu, Hongqing Lv, Bin Yang, "Enhancement of interface performance between shape memory alloy fiber and polymer matrix using silane coupling agent KH550 and Al2O3 nanoparticles", *Polymer Composites*, Jg. 39, Nr. 9, S. 3040–3047, 2018, doi: 10.1002/pc.24308.
- [63] T. Rey, F. Razan, E. Robin, S. Faure, J.-B. Le Cam, G. Chagnon, A. Girard, D. Favier, "Mechanical characterization and comparison of different NiTi/silicone rubber interfaces", *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Jg. 48, S. 67–74, 2014, doi: 10.1016/j.ijadhadh.2013.09.028.
- [64] Y. Liu, Z. Wang, H. Li, M. Sun, F. Wang, B. Chen, "Influence of Embedding SMA Fibres and SMA Fibre Surface Modification on the Mechanical Performance of BFRP Composite Laminates", *Materials*, Jg. 11, Nr. 1, S. 70, 2018, doi: 10.3390/ma11010070.
- [65] S. Spriano, C. Balagna, A. Ferri, F. Dotti, E. Villa, A. Nespoli, A. Tori, "Processing and surface treatments for pseudoelastic wires and strands", *Materials and Manufacturing Processes*, Jg. 32, Nr. 4, S. 394–403, 2017, doi: 10.1080/10426914.2016.1198031.
- [66] M. F. Ashby, "Materials Selection in Mechanical Design", 3. Aufl. Oxford: Elsevier, 2005. [Online]. Verfügbar unter: http://gbv.eblib.com/patron/FullRecord.aspx?p=288921.
- [67] A. Kloke, "Tröpfchen im Millisekundentakt", *Kunststoffe International*, Jg. 11, Nr. 11, S. 15–21, 2018.
- [68] F. Baumann, "Additive Fertigung von endlosfaserverstärkten Kunststoffen mit dem ARBURG Kunststoff- Freiform Verfahren". Dissertation, Institut für Produktionstechnik, Karlsruher Institut für Technologie, Karlsruhe, 2019.

- [69] Jörg Dittus, wbk-Institut für Produktionstechnik, Karlsruher Institut für Technologie, "persönliche Mitteilung", mündlich, schriftlich.
- [70] "Kunststoffe-Bestimmung der Zugeigenschaften: Teil 2: Prüfbedingungen für Formund Extrusionsmassen", DIN EN ISO 527-2, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, Jun. 2012.
- [71] "Kunststoffe-Bestimmung der Biegeeigenschaften", DIN EN ISO 178, Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, Aug. 2019.
- [72] H.-R. Tränkler, "Taschenbuch der Meßtechnik: Mit Schwerpunkt Sensortechnik", 4.
 Aufl. München, Wien: Oldenbourg, 1996. [Online]. Verfügbar unter: https://www.degruyter.com/isbn/9783486790184.
- [73] P. Eyer, J. Dittus, A. Trauth, S. Coutandin, J. Fleischer, K. A. Weidenmann, "Improvement of the adhesion in functional NiTi wire/polymer composites made by additive manufacturing", *Composite Structures*, Jg. 275, S. 114455, 2021, doi: 10.1016/j.compstruct.2021.114455.
- [74] D. Horny, J. Schukraft, K. A. Weidenmann, K. Schulz, "Numerical and Experimental Characterization of Elastic Properties of a Novel, Highly Homogeneous Interpenetrating Metal Ceramic Composite", *Advanced Engineering Materials*, Jg. 22, Nr. 7, S. 1901556, 2020, doi: 10.1002/adem.201901556.
- [75] T. C. Da Silva, M. V. Costa Sá, E. P. Da Silva, F. C. Da Silva, "Emissivity Measurements on Shape Memory Alloys", *e-Journal of Nondestructive Testing*, Jg. 22, Nr. 02, 2017.
 [Online]. Verfügbar unter: https://www.ndt.net/search/docs.php3?id=20738.
- [76] P. Eyer, S. Enzler, A. Trauth, K. A. Weidenmann, "Investigating the Mechanical Properties of Polymer Samples from Different Additive Manufacturing Processes Using Ultrasonic Phase Spectroscopy", *3D Printing and Additive Manufacturing*, 2022, 3dp.2022.0148, doi: 10.1089/3dp.2022.0148.
- [77] P. Eyer, "Influence of Stress on the Transition Behaviour of NiTi Shape Memory Alloys for Actuator Applications" in 60 years of nitinol: Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies (SMST): Carlsbad, California, USA, 16-20 May 2022.

- [78] P. Pinter, S. Baumann, C. Lohr, A. Heuer, L. Englert, K. A. Weidenmann, "Mechanical Properties of Additively Manufactured Polymer Samples using a Piezo Controlled Injection Molding Unit and Fused Filament Fabrication compared with a Conventional Injection Molding Process", *Proceedings of the 29th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium- An Additive Manufacturing Conference*, S. 2219, 2018. [Online]. Verfügbar unter: https://publikationen.bibliothek.kit.edu/1000120477.
- [79] H. Ramezani Dana, F. Barbe, L. Delbreilh, M. B. Azzouna, A. Guillet, T. Breteau, "Polymer additive manufacturing of ABS structure: Influence of printing direction on mechanical properties", *Journal of Manufacturing Processes*, Jg. 44, S. 288–298, 2019, doi: 10.1016/j.jmapro.2019.06.015.
- [80] L. Eisele, A. Heuer, K. A. Weidenmann, W. V. Liebig, "Can Different Parameter Sets Lead to Equivalent Optima between Geometric Accuracy and Mechanical Properties in Arburg Plastic Freeforming?", *Polymers*, Jg. 15, Nr. 6, S. 1516, 2023, doi: 10.3390/polym15061516.
- [81] M. Mele, G. Pisaneschi, A. Zucchelli, G. Campana, M. Fiorini, "Effects of short-loop material recycling on mechanical properties of parts by Arburg Plastic Freeforming", *Prog Addit Manuf*, S. 1–9, 2023, doi: 10.1007/s40964-023-00447-2.
- [82] Lindquist P.G., Wayman C. M., "Shape Memory and Transformation Behavior of Martensitic Ti-Pd-Ni and Ti-Pt-Ni Alloys" in *Engineering Aspects of Shape Memory Alloys*, T. W. Duerig, K. N. Melton, D. Stöckel und Wayman C. M., Hg., Elsevier Science, S. 58–68, 1990.
- [83] M. G. Faulkner, J. J. Amalraj, A. Bhattacharyya, "Experimental determination of thermal and electrical properties of Ni-Ti shape memory wires", *Smart Mater. Struct.*, Jg. 9, Nr. 5, S. 632–639, 2000, doi: 10.1088/0964-1726/9/5/307.
- [84] M. A. Mohammed, A. A. Aljubouri, S. H. Mohammed, "Preparation and characterization of equiatomic NiTi shape memory alloy", *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, Jg. 757, Nr. 1, S. 12059, 2020, doi: 10.1088/1757-899X/757/1/012059.
- [85] D. Depriester, A. Maynadier, K. Lavernhe-Taillard, O. Hubert, "Thermomechanical modelling of a NiTi SMA sample submitted to displacement-controlled tensile test",

International Journal of Solids and Structures, Jg. 51, Nr. 10, S. 1901–1922, 2014, doi: 10.1016/j.ijsolstr.2014.01.027.

- [86] V. Novák, P. Šittner, G. N. Dayananda, F. M. Braz-Fernandes, K. K. Mahesh, "Electric resistance variation of NiTi shape memory alloy wires in thermomechanical tests: Experiments and simulation", *Mater. Sci. Eng. A*, 481-482, S. 127–133, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.02.162.
- [87] S. Chatterjee, S. Giri, S. Majumdar, S. K. De, "Compositional variation of magnetic properties in Ni71-xCoxAl29 alloys", *Journal of Alloys and Compounds*, Jg. 477, Nr. 1, S. 27–31, 2009, doi: 10.1016/j.jallcom.2008.10.132.
- [88] H. Hedayati, P. Kameli, A. G. Varzaneh, S. Jannati, H. Salamati, "Effects of Sn vacancy and excess Sn doping on structural, magnetic and electrical properties of Ni 47 Mn 40 Sn 13 ferromagnetic shape memory alloy", *Intermetallics*, Jg. 82, S. 14–19, 2017, doi: 10.1016/j.intermet.2016.11.008.
- [89] J. M. Vázquez-Rodríguez, E. A. Flores-Johnson, P. J. Herrera-Franco, P. I. Gonzalez-Chi, "Photoelastic and numerical analyses of the stress distribution around a fiber in a pull-out test for a thermoplastic fiber/epoxy resin composite", *Polym. Compos.*, Jg. 39, S4, E2397-E2406, 2018, doi: 10.1002/pc.24709.
- [90] M. Dawood, M. W. El-Tahan, B. Zheng, "Bond behavior of superelastic shape memory alloys to carbon fiber reinforced polymer composites", *Composites Part B: Engineering*, Jg. 77, S. 238–247, 2015, doi: 10.1016/j.compositesb.2015.03.043.
- [91] H. F. Brinson, L. C. Brinson, "Polymer engineering science and viscoelasticity: An introduction". New York: Springer, 2015.
- [92] S. Rabinowitz, P. Beardmore, "Cyclic deformation and fracture of polymers", J Mater Sci, Jg. 9, Nr. 1, S. 81–99, 1974, doi: 10.1007/BF00554758.
- [93] M. N. Riddell, G. P. Koo, J. L. O'Toole, "Fatigue mechanisms of thermoplastics", *Polym. Eng. Sci.*, Jg. 6, Nr. 4, S. 363–368, 1966, doi: 10.1002/pen.760060414.
- [94] Covestro AG, Desmopan 9385 A. [Online]. Verfügbar unter: https://solutions.covestro.com/de/products/desmopan/desmopan-9385a_80630778-00009145?SelectedCountry=AU (Zugriff am: 18. April 2024.897Z).

- [95] Covestro, Bayblend FR3010. [Online]. Verfügbar unter: https://solutions.covestro.com/de/products/bayblend/bayblend-fr3010_56968281-00001688?SelectedCountry=DE (Zugriff am: 28. Januar 2020).
- [96] Charles Castillo, G. Rau GmbH & Co. KG, "persönliche Mitteilung", E-Mail, Jan. 2023.
- [97] VWR, N,N-Dimethylformamid, Supelco® | VWR. [Online]. Verfügbar unter: https://de.vwr.com/store/catalog/product.jsp?catalog_number=1.03034.1000 (Zugriff am: 1. März 2023).

Angeleitete Abschlussarbeiten

- [Gruber2020] C. Gruber, "Charakterisierung der Grenzfläche von Formgedächtnis-Polymer-Verbunden mit Hilfe von Pull-out Versuchen", Bachelorarbeit, 2020.
- [Gass2021] S. Gass, "Optimierung der Grenzflächeneigenschaften von Formgedächtnis-Polymer-Verbunden mit Hilfe einer laser-Gas-Nitrierung", Bachelorarbeit, 2021.
- [Enzler2022] S. Enzler, "Mechanische Eigenschaften additiv gefertigter Polymerproben im Vergleich zu konventionellem Spritzguss", Bachelorarbeit, 2021.
- [Härle2022] F. Härle, "Konstruktion einer Vorrichtung zur Lasergasnitrierung von Nickel-Titan-Formgedächtnislegierungen", Bachelorarbeit, 2022.
- [Askovic2023] A. Askovic, "Simulation of pull-out tests on shape memory alloy/polymer compounds", Bachelorarbeit, 2023.
Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Eine Belastung der Martensitphase führt zum Umklappen einiger Bereich	าย
des Atomgitters, die sich beim erneuten Aufheizen in Austenit rückumwandeln [11, S.	41].
	6
Abbildung 2: Spannungs-Dehnungs-Temperatur-Diagramm des Einwegeffektes. In Ro	ot
dargestellt sind die Austenitphase und in Blau die Martensitphase [1, S. 6].	7
Abbildung 3: Spannungsabhängigkeit der Umwandlungstemperaturen an einer NiTi-	
Legierung: Darstellung übersetzt aus [10, S. 81].	9
Abbildung 4: Qualitativer Verlauf des elektrischen Widerstandes bei Temperaturänder	ung
und stattfindender Phasenumwandlung: Darstellung übersetzt aus [16].	11
Abbildung 5: Thermostat-Kombiventil mit einer FGL-Feder zum Verschließen des Vent	tils
und einer Stahlfeder als Rückstellelement: Veränderte Darstellung nach [18].	12
Abbildung 6: Konzept zur Einstellung eines Fahrzeug-Außenspiegels mithilfe von vier	
Formgedächtnisdrähten: Darstellung übersetzt und verändert aus [19].	13
Abbildung 7: Entriegelungsbolzen für Befestigungssysteme auf Basis von	
Formgedächtnisaktoren: Veränderte Darstellung nach [20].	14
Abbildung 8: Bestimmung der Oberflächenrauheitskennwerte R_a (links) und R_z (rechts)):
eigene, erweiterte Darstellung nach [52, S. 51-52].	24
Abbildung 9: Werkstoffauswahldiagramm für den Elastizitätsmodul und die elastische	I
Dehngrenze.	30
Abbildung 10: Werkstoffauswahldiagramm für die elastisch gespeicherte Energie.	31
Abbildung 11: Arburg Freeformer, erweiterte Darstellung nach [67].	33
Abbildung 12: Einspannvorrichtung zur manuellen Drahteinbringung in das AKF-	
Verfahren: Darstellung übersetzt aus [9].	34

Abbildung 13: Modul zur automatisierten Drahtablage. Bauteilplattform mit	
pneumatischer Drahtfixierung (links) und Drahtspule mit Bremse zum Aufbau der	
Vorspannung (rechts) [69].	36
Abbildung 14: Schematischer Aufbau der Verbundproben. Schnittbild (links), 3D-	
Darstellung (rechts). Aufgrund des Durchmesserunterschiedes zwischen dem Draht un	d
den Polymertropfen ergibt sich ein Kanal mit annähernd rechteckigem Querschnitt.	36
Abbildung 15: Probekörper Typ 1A nach DIN EN ISO 527-2 für quasistatische	
Zugprüfung: eigene, erweiterte Darstellung nach [70].	38
Abbildung 16: Temperaturprogramm für die Bestimmung der Glasübergangstemperat	ur
der potenziellen Matrixwerkstoffe.	39
Abbildung 17: Temperaturprogramm zur Bestimmung der Umwandlungstemperaturer	n
des NiTi-Drahtes.	40
Abbildung 18: Versuchsaufbau zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls und der	
Zugfestigkeit bei Raumtemperatur und bei 120 °C an einer Kappa 050DS mit	
Temperierkammer der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG.	41
Abbildung 19: Prüfaufbau zur Bestimmung der freigesetzten Kraft bei der Aktivierung.	42
Abbildung 20: Vierpunktkontaktierung des NiTi-Drahtes zur Messung des elektrischen	Ì
Widerstandes innerhalb der DMA.	45
Abbildung 21: Schematischer Aufbau der konstruierten Anlage zur Laser-Gas-Nitrierur	ng:
Abbildung entnommen und verändert aus [Härle2022].	47
Abbildung 22: Pull-out-Probe zur Charakterisierung der Draht-Matrix-Grenzfläche.	50
Abbildung 23: CAD Skizze der Probenhalterung für die pull-out-Versuche.	51
Abbildung 24: Versuchsaufbau für die pull-out-Versuche.	51
Abbildung 25: Versuchsaufbau für die in-situ pull-out-Versuche unter einem	
Lichtmikroskop.	53

Abbildung 26: Links: Schematische Skizze der elektrischen Kontaktierung der 5 NiTi	
Drähte für die Widerstandsmessung. Rechts: Verbundprobe mit Messpunkten für	
Extensometer.	55
Abbildung 27: Versuchsaufbau für die Charakterisierung der quasistatischen und	
zyklischen Verbundeigenschaften.	57
Abbildung 28: Probengeometrie der Aktorproben. In der Mitte der Probe wurden drei	
GOM-Referenzpunkte aufgeklebt.	59
Abbildung 29: Versuchsaufbau für die Bestimmung der maximal aufbringbaren Kraft de	es
Aktors.	60
Abbildung 30: Aktorprobe im ausgelenkten Zustand bei einem anliegenden Strom von	I
200 mA.	60
Abbildung 31: Geometrie für die Modellierung der Aktorfunktion in Comsol Multiphysi	ics.
	64
Abbildung 32: Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen der	
Elastizitätsmoduln der untersuchten Materialien. (Die mit * markierte Daten wurden aus	S
[Enzler2021] entnommen).	67
Abbildung 33: Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen der Biegemoduln	۱
der untersuchten Materialien. (Die mit * markierte Daten wurden aus [Enzler2021]	
entnommen).	68
Abbildung 34: Ergebnis der DSC-Untersuchung des NiTi-Drahtes.	70
Abbildung 35: Repräsentativer Spannungs-Dehnungs-Verlauf der Zugversuche im	
Martensitbereich zur Bestimmung des E-Moduls. In Rot dargestellt ist die	
Regressionsgerade im Bereich 0,05-0,25 % Dehnung.	72
Abbildung 36: Ergebnisse der DMA-Untersuchungen zum Einfluss von Zugspannunger	۱
auf die Austenitstarttemperatur.	73
Abbildung 37: Linearer Fit der Umwandlungstemperaturen in Abhängigkeit der	
Zugspannung.	74

Abbildung 38: Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperate	ur
während der Aufheizung und der Abkühlung.	75
Abbildung 39: Mikroskopiebilder der unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen des	5
NiTi-Drahtes: a) unbehandelt, b) geätzt mit HNO ₃ , c) oxidiert für 2 h, d) oxidiert für 5 h	, e)
TPU beschichtet, f) Laser-Gas-nitriert.	76
Abbildung 40: Ausgabe der Software MultiFileAnalyzer. Der höchste Punkt in den rot	
markierten Flächen wir mit einem Kreuz markiert. Zwischen den Kreuzen wird eine Lini	e
gezogen entlang derer abschließend die mittlere Rauigkeit ausgewertet wird. Abbildur	ng
entnommen aus [Härle2022].	77
Abbildung 41: Vergleich der Grenzflächenscherfestigkeiten in MPa für TPU pull-out-	
Proben mit unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen.	78
Abbildung 42: Einfluss einer nachträglichen Wärme- und Druckbehandlung in der	
Gasinfiltrationsanlage. Vor der Behandlung (links), nach der Behandlung (rechts).	78
Abbildung 43: Ergebnisse des in-situ pull-out-Versuchs mit drei beispielhaften	
Spannungszuständen (a, b, c).	79
Abbildung 44: Beispielhafter Kraft-Auslenkungs-Verlauf der quasistatischen Versuche.	80
Abbildung 45: Beispielhafter Spannungs-Dehnungs-Verlauf der quasistatischen Versuc	che.
Farblich markiert sind die Regressionsgeraden zur Bestimmung der Steigung.	80
Abbildung 46: Kraftverlauf des Laststeigerungsversuchs. Der Ausschnitt zeigt den	
Kraftverlauf während der ersten Laststufe.	82
Abbildung 47: Auslenkung (links) und Dehnungsverlauf (rechts) des	
Laststeigerungsversuchs.	82
Abbildung 48: Kraftverlauf während der dynamischen Prüfung mit einer statischen	
Auslenkung von 2 mm und einer Amplitude von 0,5 mm für alle drei geprüften Prober	າ.83
Abbildung 49: Verlauf des elektrischen Widerstandes während der dynamischen Prüfu	ng
der Proben 2mm_0,5mm.	84

Abbildung 50: Kraftverlauf während der dynamischen Prüfung mit einer statischen	
Auslenkung von 6 mm und einer Amplitude von 1,5 mm für alle drei geprüften Proben	.85
Abbildung 51: Verlauf des elektrischen Widerstandes während der dynamischen Prüfur	١g
der Proben 6mm_1,5mm.	86
Abbildung 52: Kraftverlauf während der dynamischen Prüfung mit einer statischen	
Auslenkung von 10 mm und einer Amplitude von 2,5 mm für alle drei geprüften Probe	n.
	87
Abbildung 53: Verlauf des elektrischen Widerstandes während der dynamischen Prüfur der Proben 10mm_2,5mm.	וg 87
Abbildung 54: Verlauf der elektrischen Spannung während der Prüfung der Aktorprobe	en.
	88
Abbildung 55: Mittelwerte und Standardabweichungen der aufgebrachten Kraft für ein	e
Aktivierung mit 200 mA.	89
Abbildung 56: Bespielhafte Auslenkung der Aktorproben bei einer Aktivierung mit 200	
mA.	89
Abbildung 57: Mittelwerte und Standardabweichungen der aufgebrachten Kraft für ein	e
Aktivierung mit 300 mA.	90
Abbildung 58: Bespielhafte Auslenkung der Aktorproben bei einer Aktivierung mit 300	
mA.	90
Abbildung 59: Auslenkung der Aktorprobe während des Versuches zu den Zeitpunkten s, 2 s und 4 s. Die Auslenkung wurde an dem schwarzen Messpunkt mithilfe der	ı 0
optischen Bildkorrelation gemessen.	91
Abbildung 60: Mittelwerte und Standardabweichungen der maximalen und minimalen	
Auslenkungen bei einer Aktivierung mit 300 mA.	92
Abbildung 61: Aufgebrachte Kraft bei Aktivierung mit 300 mA und einer Pause von 5	
Minuten nach jeder Aktivierung für 1000 Zyklen.	92

Stromstärke von 200 mA.

Abbildung 62: Mittelwerte und Standardabweichungen der aufgebrachten Kraft der	
Proben mit automatisiert eingebrachtem Draht.	93
Abbildung 63: Temperaturverlauf entlang der Drahtlängsachse.	94
Abbildung 64: Anteil der Austenitphase entlang der Drahtlängsachse bei einer Spannu von 9 V.	ung 94
Abbildung 65: Auslenkung der Aktorprobe für eine Aktivierung mit 9 V.	95
Abbildung 66: Auslenkung der Aktorprobe entlang der x-Achse für eine Aktivierung m 9 V.	nit 95
Abbildung 67: Verlauf des spezifischen elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit vor	า
der Temperatur und der vorliegenden kristallographischen Phase.	102
Abbildung 68: Mikroskopbild der Drahtoberfläche nach dem in-situ-pull-out-Versuch.	105
Abbildung 69: Beispielhafter Verlauf der Dehnung bei der quasistatischen Prüfung.	106
Abbildung 70: Mittelwerte und Standardabweichungen der aufgebrachten Kraft für eine	
Aktivierung mit 300 mA bei vollständig eingebettetem NiTi-Draht (links) und teilweise	
eingebettetem Draht (rechts).	110
Abbildung 71: Auslenkung der Aktorprobe A21 bei einseitiger Einspannung und einer	

112

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Prozessparameter für die manuelle Drahteinbringung [69].	35
Tabelle 2: Verwendete Parameter für die Laser-Gas-Nitrierung.	48
Tabelle 3: Verwendete Parameter für die durchgeführte Computertomographie der	
Grenzfläche.	54
Tabelle 4: Laststufen des Laststeigerungsversuches.	58
Tabelle 5: Materialparameter für die Modellierung. Die Einheiten sind analog zu denen	ı in
Comsol aufgeführt.	66
Tabelle 6: Ergebnisse der Dynamischen Differenzkalorimetrie zur Bestimmung der	
Glasübergangstemperaturen.	69
Tabelle 7: Ergebnisse der Dynamischen Differenzkalorimetrie zur Bestimmung der	
Umwandlungstemperaturen.	71
Tabelle 8: Ergebnisse der E-Modulbestimmung durch Zugversuche.	72
Tabelle 9: Mittelwerte des spezifischen elektrischen Widerstandes der Martensit- und	
Austenitphase.	75
Tabelle 10: Mittlere Rauheiten der LGN-Drähte im Vergleich zu unbehandelten Drähte	n,
nach [Härle2022].	77
Tabelle 11: Mittelwerte und Standardabweichungen des Elastizitätsmoduls resultierend	t
aus den quasistatischen Prüfungen am Verbund.	81
Tabelle 12: Vergleich der Umwandlungstemperaturen aus der vorliegenden Arbeit mit	
den Angaben des Drahtherstellers.	98

Anhang

Anhang 1: Werkstoffdatenblatt TPU-Granulat [94]



Desmopan 9385 A

Reihe 900, Ethertypen / Shore-Härte A 86 - 89

18O Formmassenbezeiohnung

Extrusions- und Spritzglesstyp; sehr gule Hydrolyse- und Mikrobenbeständigkeit; gute Kälteflexibilität; erfüllt DIN VDE 0252-10; Anwendung; Kabelmänlet; Schläuche, unverstärkt

Eigencohaft	Prüfbedingung	Einheit	Norm	typisohe Wert rash Vorschift gebooknet	er gelacipet	
C Britmeize-Volumentietzete (WVR)	190 °C/ 21 8 kg	cmW10 min	180 1133	45		60
a accurate role in the role of the role	and coloring		1001100	-10		
Nechanische Eigenschaften (23 *C/50 % r. F.)						
Cishore Harts A	19	-	DIN ISO 7619-1		88	
C Shore Harte D	19	-	DIN ISO 7619-1		30	
ReiSfeetigkeit	200 mmmin	мра	DIN 53504		39,1	
Reißdehnung	200 mm/nin	%	DIN 53504		597	
Spannung bei 10 % Dehnung	200 mm/min	MPa	DIN 53504		2,0	
Spannung bei 50 % Dehnung	200 mm/nin	MPa	DIN 53504		5,3	
Spannung bei 100 % Dehnung	200 mm/min	MPa	DIN 53504		6,8	
Spannung bei 300 % Dehnung	200 mm/min	MPa	DIN 53504		12,2	
C Druckverformungarest	24 ≥; 70 °C	*	DIN ISO 815-1, Verfahren A		41	
C Druckverformungsreat	72 h; 23 ℃	%	DIN ISO 815-1		25	
C Druckverformungarest	24 h; 70 ℃	*	DIN ISO 815-1, Verfahren C		30	
C Abriebverlust		mm*	ISO 4649 method A		25	
Rückprafielastizität		%	ISO 4662		40	
Weiterreit/widerstand	500 mm/min	kN/m	ISO 34-1		65	
Thermische Elgenschaften						
Zugspeichermodul	-20 °C	MPa	ISO 6721-1,-4		118	
Zugspeichermodul	20 °C	MPa	180 6721-1,-4		32	
Zugspeichermodul	60 °C	MPa	ISO 6721-1,-4		23	
Sonstige Eigenschaften (25 °C)						
C Dichte		kg/m²	ISO 1183-1			1120
Empfohlene Verarbeitungs- und Trockenbedingungen						
Spritzgießen - Massetemperatur		°C	-	205 - 225		
Spritzgießen - Werkzeugtemperatur		°C	-			20 - 40
Extrudieren - Massetemperatur		°C	-	195 - 215		
Maximale Trocknungatemperatur		°C	-			80

C Diese Eigenschaftsmerkmale sind Bestandtell der Kunststoffdalenbank CAMPUS und basieren auf dem international festgelegten Katalog von Grunddaten für Kunststoffe ISO 10350.

Schlagelgenschaften: N = Nicht-Bruch, P = Teilbruch, C = Voliständiger Bruch

Selte 1 von 2 Selten

🕀 Desmopan"

Ausgabe 19.11.2015

ISO Datenblatt

Anhang 2: Werkstoffdatenblatt Bayblend-Granulat [95].



Bayblend® FR3010

FR-Typen / Unverstärkt

180 Formmassenbezelohnung

(PC+ABS)-Blend; flammgeschützt; Vicat/B 120 = 110 °C; erhöhte Wärmeformbeständigkett; UL-Registrierung 94 V-0 ab 1,5 mm; Glühdrahtprüfung (GWFI): 960 °C bei 2,0 mm; verbesserte Chemikalienbeständigkeit und verbessertes Spannungsrissverhalten; Nachfolgetyp von FR2010 PC+ABS-FR(40)

Eigenschaft	Prüfbedingung	Einheit	Norm	typischer Wert
				1
Rheologische Eigenschaften	240 201 5 kg	ambitic min	180 1133	16
Schmeizevisionitet	and of ong	Para	IA ISO 11443-A	245
Nanosha Marana sha da da na marafad	1000 s ; 260 °C		14 100 1000	05.07
Versibeitungsschwindung, parailei	150x100x3 mm, 240 °C / W2 60 °C	*	LA 100 25/7	05-07
Veranderungsschwerdung, seinurecht	100010000 HIT 240 -C / 42 80 -C	*	IX 100 2017	0.5-0.7
Mechanische Eigenschaften (23 °C/50 % r. F.)		20	-	-
C Zug-Modul	1 mm/min	MPa	ISO 527-1,-2	2700
C Streckspennung	50 mm/min	MPa	ISO 527-1,-2	60
C Streckdehnung	50 mm/min	%	180 527-1,-2	4.0
Bruchapannung	50 mm/min	MPa	180 527-1,-2	50
Bruchdehnung	50 mm/min	*	IA 180 527-1,-2	> 60
Izod-Schlagzähigkeit	23 °C	k.Mm ²	ISO 180-U	N
Izod-Kerbschlagzähigkeit	23 °C	k.J/m²	180 180-A	35
Izod-Kerbschlagzähigkeit	-30 °C	k.Mm ²	ISO 180-A	10
Thermische Eigenschaften				
C Formbeständigkeitstemperatur	1.80 MPa	*C	ISO 75-1,-2	90
C Formbeständigkeitstemperatur	0.45 MPa	*C	ISO 75-1,-2	100
C Vicat-Erweichungstemperatur	50 N; 50 °C/h	°C	180 306	106
Vicat-Erweichungstemperatur	50 N; 120 °C/h	*C	ISO 306	110
C Linearer Warmeausdehnungskoeffizient, panallel	23 bis 55 °C	10 ⁻⁴ XK	ISO 11359-1,-2	0.76
C Linearer Warmeausdehnungskoeffizient, senkrecht	23 bis 55 °C	10 ⁻⁴ XK	ISO 11359-1,-2	0.8
C Brennverhalten UL 94 (1.5 mm) [UL Registierung]	1.5 mm	Klasse	UL 94	V-0
C Brennverhalten UL 94-6V [UL Registrierung]	2.0 mm	Klasse	UL 94	5VB
Brennverhalten UL 94-6V [UL Registrierung]	3.0 mm	Klasse	UL 94	5VA
C Saverstoff-Index	Verfahren A	%	ISO 4589-2	32
Elektrische Eigenschaften (23 °C/50 % r. F.)	20c	10	172	22 S
C Relative Dielektrizitätszahl	100 Hz	-	IEC 60250	3.2
C Relative Dielektrizitätszahl	1 MHz	-	IEC 60250	3.1
C Dislektrischer Verlustfaktor	100 Hz	10-4	IEC 60250	50
C Dielektrischer Verlustfektor	1 MHz	10-4	IEC 60250	70
C Spezifischer Durchgangswiderstand		Ohm m	IEC 60093	1E14
C Spezifischer Oberflächenwiderstand		Ohm	IEC 60093	1E16
C Elektrische Durchschlagfestigkeit	5 mm	k//mm	IEC 60243-1	35
C Vergleichszahl zur Krischwegbildung CTI	Profesung A	Stute	IEC 60112	350
Sonstige Eigenschaften (23 °C)				
C Wasseraufnahme (Sätigungeweit)	Wasser bei 23 °C	*	180 62	0.5
C Wasseraufnahme (Gleichgewichtsweit)	23 °C; 50 % r.F.	*	180 62	0.2
C Dichte		kg/m*	ISO 1183-1	1180
Herstellbedingungen für Probekörper				
C Spritzgießen-Massetsmperatur		°C	ISO 294	240
C Spritzgießen-Werkzeugtemperatur		°C	180 294	80
C-Spritzgießen-Einspritzgeschwindigkeit		mm/s	180 294	240

Sette 1 von 3 Seiten



Ausgabe 03.12.2018

Anhang 3: Prüfbescheinigung NiTi Draht.

Pruter / Inspector	Rosano	Simone			Untersch	rift / signat	ure
Datum / Date	17.09.2	021			i A H		Su.
Kaltverformung	/ cold work	chatten / me	chanical pr	Soll / req. :	30,00 - 35,00 35.0	%	
Austenit-Start-T	emp by DSC			Soll / req. : Ist / act. :	80,00 - 85,00 83,4	°C	
Durchmesser / o	liameter	chaften / ph	vsical prop	Soll / req. : Ist / act. : erties	0,068 - 0,084 0,0736 - 0,0736	mm	
Liefermenge / quar Es wird bestätigt, with the requirem Maße / dime	ntity: 1 Sp dass die Lieft ents of the ord	n. / 2190 m erung den Vereint ler.	Vorr	naterial / pre-ma Bestellannahme	terial : 1838735	8 ied, that th	e product complies
				21 65 mm	Betriebsauftrag / Kunden-Nr. / cus	Lot No : tomer No :	312694 : 53125
Gegenstand / subje Abmessung / dime BestNr. / custome EUROFLEX custon	ect: nsion: erPO: nerPO:	Aktuatordraht I 0.076 mrm-028/21 mrm-028/21	NiTi hell oxidiso	:h	Teile-Nr. / our pa Auftrags-Nr. / Ord	rt No: ler No:	30637-05 27/740258
P rüfbeschei Werkszeugnis	/ test report	Certificate o EN 10204 - 2	of Conform .2)	nance			Nr. / No 177003 Seite / page 1
Universität Aug Institut für Mate Universitätsstra D 86159 Augsl	gsburg erials Reso aße 1 ourg	ource					
G. RAU GmbH & Co. KG	Postfach 10 14	40 D-75114 Pforz	heim				
						OVATI	VE METALLE



Element	Masseprozent
Nickel	54,8 (entspricht 49,7 at. %)
Eisen	0,018
Sauerstoff	0,014
Kohlenstoff	0,004
Chrom	<0,003
Kupfer	<0,003
Kobalt	<0,003
Niob	<0,003
Stickstoff	0,002
Wasserstoff	<0,001
Andere Fremdelemente	<0,01
Titan (Ti)	Rest

Anhang 4: Zusammensetzung der verwendeten NiTi Legierung in Masseprozent [96].

Anhang 5: Werkstoffdatenblatt NiTi Draht [96].

Werkstoffdatenblatt	NiTi SE508
Material data sheet	NiTi SE508



Eigenschaften und Werkstoffkennwerte * *Properties and material data* *

G.RAU Werkstoff-Nr. 4901

G.RAU material no. 4901

Legierungszusammen- setzung nach ASTM F 2063	Alloy composition according to ASTM F 2063		Einheit Dimension unit
Nickel	nickel	54,5 - 57	Gew% wt%
Titan	titanium	Rest balance	Gew% wt%
Sauerstoff und Stickstoff	oxygen and nitrogen	max. 0,05	Gew% wt%
Kohlenstoff	carbon	max. 0,05	Gew% wt%

Mechanische Eigenschaften	Mechanical properties		Einheit Dimension unit
Härte	hardness martensite		HV
Härte	hardness austenite		HV
Zugfestigkeit vollständig geglüht	tensile strength full annealed	~900	N/mm ²
Zugfestigkeit kaltverformt	tensile strength cold worked	bis 1900	N/mm ²
Streckgrenze Austenit (konventionell)	yield point austenite?????	550 - 700	N/mm²
Plateauspannung Martensit	plateau stress martensite	70 - 200	N/mm ²
Plateauspannung Austenit	plateau stress austenite	200 - 650	N/mm ²
Bruchdehnung kaltverformt	breaking elongation cold worked		%
Bruchdehnung vollständig geglüht	breaking elongation full annealed		%
E-Modul des Martensits ***	modulus of elasticity of martensite ***	23 - 41	10 ³ N/mm ²
E-Modul des Austenits ***	modulus of elasticity of austenite ***	70 - 80	10 ³ N/mm ²
Querkontraktionszahl	poisson's number	0,33	

Seite/Page 1 von/of 3

RDB-0139 Druckdatum/Date of printing 05.05.2023

Physikalische Eigenschaften	Physical properties		Einheit Dimension unit
Dichte	densitiy	6,5	g/cm ³
Schmelzpunkt	melting point	1310	°C
Linearer Wärmeausdehnungskoeffizient des Martensits	linear thermal expansion coefficient of martensite	10 - 11	10 ⁻⁶ *K ⁻¹
Linearer Wäremeausdehnungskoeffizient des Austenits	linear thermal expansion coefficient of austenite	~6,6	10 ⁻⁶ *K ⁻¹
Spez. Wärmekapazität	specific heat capacity	~500	J/(kg*K)
Wärmeleitfähigkeit des Martensits	coefficient of thermal conduction of martensite	~9	W/(m*K)
Wärmeleitfähigkeit des Austenits	coefficient of thermal conduction of austenite	~18	W/(m*K)
Verschleißfestigkeit	wear resistance	gut good	
Korrosionseigenschaften und Biokompatibilität	corrosion properties and biocompatibility	sehr gut very good	

Elektrische und magnetische Eigenschaften	Electrical and magnetic properties		Einheit Dimension unit
Spezifischer elektrischer Widerstand des Martensits	specific electrical resistivity of martensite		μΩcm
Spezifischer elektrischer Widerstand des Austenits	specific electrical resistivity of austenite	0,82	μΩcm
Magnetische Permeabilität	magnetic permeability	<1,002	
Magnetische Suszeptibilität	magnetic susceptibility	3,0	*106

Umwandlungs- und Formgedächtnis- eigenschaften	Transformation and shape memory properties		Einheit Dimension unit
Umwandlungstemperaturen	transformationtemperature	-50 - +110	°C
Temperaturhysterese**	temperatrue hysteresis**	30 - 80	°C
Max. Beanspruchungs- temperatur, kurzzeitg	max. application temperature, short time		°C
Max. Beanspruchungs- temperatur, längere Zeit	max. application temperature, long time		°C
Max. Belastung	max. load		N/mm ²
Max. pseudoelastische / pseudoplastische Dehnung			%
Umwandlungsenthalpie	transformation enthalpy	0,47 - 0,62	J/kg
Pseudoelastische Energiespeicherung			J/g
Max. Arbeitsvermögen			J/mm
Bealastungsrate			MPa/K
Dämpfungskapazität			%SDC

Seite/Page 2 von/of 3

RDB-0139 Druckdatum/Date of printing 05.05.2023

Lebensdauer abhängig von der Umwandlungsdehnung	Lifetime depends on the transformation elongation	Dehnung <i>Elongat.</i>	Spannung <i>Stress</i>
1 Zyklus	cycle	8 %	600 MPa
100 Zyklen	cycles	4 %	400 MPa
100.000 Zyklen	cycles	2 %	200 MPa
über 100.000 Zyklen	cycles	1 %	150 Mpa
Verarbeitungseigenschaften	Processing properties		
Verarbeitungseigenschaften Warmumformbarkeit	Processing properties hot workability	gut good	
Verarbeitungseigenschaften Warmumformbarkeit Kaltumformbarkeit	Processing properties hot workability vold workability	gut good schnelle Kaltv rapid cold wo	verfestigung rk hardening

* Richtwerte

- * recommended values
- ** Angaben für einen vollständigen Umwandlungszyklus. Teilzyklen führen zu geringeren Hysterese
- ** data for a complete transformation cycle. Partial cycles result in lower hysteresis
- *** Bereich, Werkstoff hat ein stark nicht lineares Verhalten
- *** range, material has a strong non-linear behaviour

Seite/Page 3 von/of 3

RDB-0139 Druckdatum/Date of printing 05.05.2023 Anhang 6: Produktdatenblatt N,N-Dimethylformamid EMPARTA [97]



Spezifikation

1.03034.0000 N,N-Dimethylformamid EMPARTA®

	Spezifikation	
Reinheit (GC)	≥ 99.5	%
ldentität (IR)	entspricht	
Dichte (d 20 °C/ 4 °C)	0.948 - 0.949	
Acidität	≤ 0.0005	meq/g
Alkalität	≤ 0.0002	meq/g
Schwermetalle	≤ 0.0002	%
Abdampfrückstand	≤ 0.001	%
Wasser	≤ 0.1	%

Jeannette David Verantwortlicher Laborleiter Qualitätskontrolle

Dieses Dokument wurde maschinell erstellt und ist ohne Unterschrift gültig.

Merck KGaA, Frankfurter Straße 250, 64293 Darmstadt (Germany): +49 6151 72-0 EMD Millipore Corporation - A subsidiary of Merck KGaA, Darmstadt, Germany 400 Summit Drive, Burlington, MA 01803, USA, Phone +1 (781) 533-6000 SALSA Version 1059987/00000000000/ Deturm 31.03.2021

Seite 1 von 1

Anhang 7: QR-Code zum Video des in-situ pull-out-Versuchs.



Anhang 8: QR-Code zum Video des Versuchsaufbaus zur Messung der aufgebrachten Kraft für eine Aktivierung mit 300 mA.

