Industrielle Gemeinschaftsforschung

Schlussbericht

zu IGF-Vorhaben Nr. 19.282 N

Thema

Mikro-Elektronenstrahlschweißen der Mischverbindungen aus Nitinol und nichtrostenden Stählen ohne Zusatzwerkstoff - MINION

Berichtszeitraum

01.12.2016 – 28.2.2019

Forschungsvereinigung

DVS – Deutscher Verband für Schweißen und verwandte Verfahren e.V.

Forschungseinrichtungen

Universität Kassel, Fachgebiet für Trennende und Fügende Fertigungsverfahren (tff)

Naturwissenschaftlich-Medizinisches Institut an der Universtität Tübingen, Reutlingen (NMI)

Kassel, Reutlingen, 29.08.2019	S. Hellberg	Dr. D. Martin
Ort, Datum	Name und Unterschrift aller Projektleiterinnen und Projektleiter der Forschungseinrichtung(en)	

Gefördert durch:

Bundesministerium für Wirtschaft und Energie

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Forschungsnetzwerk Mittelstand

DVS FORSCHUNG

Förderhinweis und Danksagung

Das IGF-Vorhaben Nr.: 19.242 N / DVS-Nr.: 10.087 der Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren e.V. des DVS, Aachener Str. 172, 40223 Düsseldorf, wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Wir danken für die Finanzierung und Projektbetreuung sowie den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses (PA) für die technische Unterstützung, die Bereitstellung von Untersuchungsmaterial, die intensiven Diskussionen, die wertvollen fachlichen Hinweise und die konstruktiven Ergänzungen.

Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei den Autoren.

Zusammenfassung

Legierungen aus den beiden Elementen Nickel und Titan gehören zu den sogenannten Formgedächtnislegierungen (FGL). Nickel-Titan-Legierungen sind anderen FGL (z.B. Kupfer-Zink-Aluminium-Legierungen, spezielle Eisen-Mangan-Silizium-Legierungen) in fast allen Formgedächtniseigenschaften überlegen und aufgrund ihrer Biokompatibilität für den Einsatz in der Medizintechnik prädestiniert. (Arnold 2013)

NiTi-FGL finden verbreitet Anwendung als Werkstoffe für Rohrverbinder, Befestigungselemente, Stellelemente und vor allem für Komponenten chirurgischer und interventioneller Instrumente sowie wegen ihrer ausgezeichneten Biokompatibilität und Korrosionsfestigkeit als Implantate (Stöckel, 2001). Für Mikroaktoren sind die hohen Kräfte bzw. Stellwege interessant, beim Bau von mikrochirurgischen Instrumenten nutzt man das pseudoelastische Verhalten und die gute Biokompatibilität der Legierungen aus (Schüßler et al. 1996).

Es ist jedoch aufgrund unterschiedlicher Anforderungen an z.B. die Verformungsfähigkeit oder auch aus Kostengründen notwendig, Werkstoffe miteinander zu kombinieren. Schweißen ist prinzipiell als Fügeverfahren gut geeignet, bringt jedoch je nach Fügeteilwerkstoff Herausforderungen hinsichtlich auszuwählender Parameter, Prozessführung sowie deren Auswirkungen auf die Festigkeit und Korrosionsbeständigkeit sowie Sauberkeit (im Sinne der Partikelfreiheit) mit sich. Insbesondere bei der Verbindung artfremder Werkstoffe stoßen (Schmelz)Schweißverfahren oft an ihre Grenzen.

Während artgleiche NiTi-FGL Verbindungen z.B, durch Laserschweißen mit bis zu 80% der Zugfestigkeit des Grundwerkstoffs hergestellt werden können, bereitet das Verbinden von NiTi mit artfremden Materialien, wie etwa mit nicht rostenden Stählen erhebliche Probleme. Bei der metallurgischen Verbindung dieser Werkstoffe entstehen versprödend wirkende intermetallische Phasen, so dass Schmelzschweißverfahren, wie beispielsweise das Laserstrahlschweißen, nur bedingt und nur mit deutlich reduzierten Verbindungseigenschaften eingesetzt werden können. (Schüßler et al. 1996)

Bisherige Lösungsansätze zum Fügen von Nitinol mit nicht rostenden Stählen wiesen alle individuelle Probleme oder Nachteile auf. Bei mechanischen Fügeverfahren wie Nieten, Crimpen oder Klemmen von Nitinol-FGL und nicht rostenden Stählen sind die geringen ertragbaren Zugkräfte, der relative große Bauraum der Verbindungen sowie das erhöhte Gewicht der Verbindung problematisch. Ein Lösen der Verbindungen im Betrieb der FGL besonders bei thermomechanischer, zyklischer Be- und Entlastung stellt ein weiteres Problem dieser Verbindungen dar. (Gugel 2010)

Auch das Kleben und Löten von FGL wurde untersucht. Diese Fügeverfahren bieten zwar ebenso wie die mechanischen Verfahren die Möglichkeit, unterschiedliche Querschnitte miteinander zu verbinden, haben sich bisher in der medizinischen Anwendung aber nicht durchsetzen können. Der Grund hierfür sind Bestandteile in den Klebstoffen und Loten, die als toxisch gelten. Beim Löten werden flusssäurehaltige Flussmittel, die gesundheitsschädlich sind, zum Auflösen der TiO_2-Schicht eingesetzt. Daher kommen diese Fügetechniken in der medizintechnischen Anwendung nicht zum Einsatz. In der Aktorik spielt die Biokompatibilität in den meisten Fällen nur eine untergeordnete Rolle. Jedoch sind die Löt- und Klebverbindungen durch die Schmelztemperatur

des Lots bzw. des Erweichungsintervalls der Klebverbindung begrenzt, so dass der Einsatz bei thermisch aktivierten FGL nicht problemlos möglich ist (Gugel 2010).

Daher ergibt sich ein großer Forschungsbedarf bei der Herstellung der (stoffschlüssigen) Verbindung von Nitinol mit nichtrostenden Stählen. An dieser Stelle setzt das Forschungsvorhaben „MINION“ an. Ziel des Projektes ist die Verbesserung der Eigenschaften schmelzgeschweißter Verbindungen zwischen Nitinol und nichtrostendem Stahl unter der Verwendung der Mikro-Elektronenstrahltechnologie.

Im Projektverlauf konnte gezeigt werden, dass das Mikro-Elektronenstrahlschweißen ein geeignetes Verfahren zur Herstellung haltbarer, korrosionsbeständiger und biokompatibler Verbindungen zwischen Nitinol und nichtrostendem Stahl ist. Es konnte nachgewiesen werden, dass bei Schweißungen am Stumpfstoß durch eine geschickte Prozessführung Festigkeiten bis an das superelastische Plateau der Nitinol-Werkstoffe heran erreicht werden können. Bei geeigneter Auslegung der Fügestellen kann das Spannungsplateau erreicht und sogar zyklisch durchfahren werden, ohne dass es zur Schädigung der Verbindung kommt. Zusätzlich konnte gezeigt werden, dass sich die Mikro-Elektronenstrahltechnologie mit der schnellen Strahlablenkung zur In-situ-Reinigung zu verschweißender Rohteile und geschweißter Bauteile eignet und mittels der elektronenoptischen Beobachtung eine prozessintegrierte Qualitätssicherung der geschweißten Verbindung realisierbar ist. Hierdurch ist es möglich, dass die gefertigten Bauteile mit einem nur geringen nachgelagerten Reinigungsaufwand eine für den Einsatz in der Medizintechnik genügende Sauberkeit und Korrosionsbeständigkeit aufweisen, was durch aussagekräftige Versuche belegt werden konnte.

Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.

Angaben zu den am Projekt beteiligten Forschungseinrichtungen und Firmen

Forschungseinrichtungen

Forschungseinrichtung 1:

Institut für Produktionstechnik und Logistik
Fachgebiet für Trennende und Fügende Fertigungsverfahren (tff)
Universität Kassel
Kurt-Wolters-Straße 3
DE-34125 Kassel

Telefon:	0561 804-7542
Fax:	0561 804-2045
Homepage:	http://www.tff-kassel.de
Leiter der FST:	Prof. Dr.-Ing. Prof. h.c. Stefan Böhm
Projektleiter:	Dipl.-Ing., IWE Sebastian Hellberg

Forschungseinrichtung 2:

NMI Naturwissenschaftliches und Medizinisches Institut an der Universität Tübingen
Markwiesenstraße 55
DE-72770 Reutlingen

Telefon:	07121 51530-0
Fax:	07121 51530-16
Homepage:	http://www.nmi.de
Leiter der FST:	Prof. Dr. Katja Schenke-Layland
Projektleiter:	Dr. rer. nat. Dagmar Martin

Zusammensetzung des projektbegleitenden Ausschusses (PA)

Der PA setzte sich aus einer recht umfangreichen Anzahl von Unternehmen aus der Medizintechnik, der Aktorikbranche sowie Elektronenstrahl-Anlagenherstellern und Jobshops zusammen. Aus Datenschutzgründen können jedoch die Daten der entsprechenden Firmen in dieser Veröffentlichung nicht genannt werden.

Verwendung der Zuwendungen durch die Forschungseinrichtungen

Forschungseinrichtung 1 (tff)

AP 1

In AP 1 wurden in Zusammenarbeit mit der FE 2 und dem projektbegleitenden Ausschuss die Rahmenbedingungen für das Forschungsvorhaben festgelegt. Dazu zählte, in Abstimmung mit dem projektbegleitenden Ausschuss, Werkstoffe und Geometrien der zu schweißenden Proben festzulegen und die Werkstoffe zu beschaffen. Ferner mussten die Proben vorbereitet werden.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 1 wurde insgesamt 1 Mannmonat (MM) an wissenschaftlichem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 2

In AP 2 wurde in Zusammenarbeit mit der FE 2 die Möglichkeit der Elektronenstrahl-Oberflächenreinigung von zu verschweißenden Bauteilen untersucht. Der Schwerpunkt der FE 1 lag auf der Erstellung eines DoE (Design of Experiments) über zu verwendende Parameter sowie der Durchführung der Reinigungsversuche an nichtrostendem Stahl.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 2 wurde insgesamt 2 MM an wissenschaftlichem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 3

Das AP 3 beschäftigte sich mit dem Einfluss des Strahlablenkens und Strahlwobbelns auf das Schweißergebnis. Hauptaufgabe war in diesem AP das Festlegen geeigneter Strahlparameter, die Vorbereitung der Schweißproben sowie die Durchführung der Schweißversuche

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 3 wurde insgesamt 4 MM an wissenschaftlichem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 4

Das AP 4 umfasste die Untersuchung von induzierten Wärmefeldern auf die (Heiß-)Rissbildung an geschweißten Blechproben.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 4 wurden insgesamt 2 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 5

In AP 5 wurde in Zusammenarbeit mit der FE 2 das elektronenoptische Monitoring („REM-Modus“) in Bezug auf geometrische Messungen qualifiziert und die Möglichkeit zur Detektion von Schweißnahtunregelmäßigkeiten validiert.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 5 wurde insgesamt 1 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 6

In AP 6 wurden in Zusammenarbeit mit der FE 2 die mechanisch-technologischen Untersuchungen der geschweißten Proben durchgeführt. Schwerpunkt der Bearbeitung lag auf der Herstellung der Probenform aus geschweißten Blechen sowie der Vorbereitung und Durchführung von Härtemessungen.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 6 wurden insgesamt 3 MM an wissenschaftlichem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 7

Das AP 7 befasste sich projektbegleitend mit der Charakterisierung der elektronenstrahlgeschweißten Proben, wobei der Schwerpunkt hier auf der Metallographie und darauffolgend der Bestimmung des Mikrogefüges lag.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 7 wurde insgesamt 3 MM an wissenschaftlichem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 8

In AP 8 wurden in Zusammenarbeit mit der FE 2 die Funktionsmuster gefertigt. Schwerpunkt der Bearbeitung lag auf bei der FE 1 auf der Vorbereitung der Einzelteile und dem Schweißen der Funktionsmuster, sowie anschließender Metallographie und Härtemessungen.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 8 wurden insgesamt 3 MM an wissenschaftlichem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 9

AP 9 wurde vollständig von FE 2 bearbeitet.

AP 10

AP 10 wurde vollständig von FE 2 bearbeitet.

AP 11

In AP 11 wurde in Zusammenarbeit mit der FE 2 eine Optimierung der Nahtgeometrie vorgenommen. Schwerpunkt der Bearbeitung lag auf der Optimierung der Schweißparameter und der Schweißvorrichtung hinsichtlich der Korrosionsbeständigkeit der geschweißten Verbindungen.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 11 wurden insgesamt 2 MM an wissenschaftlichem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 12

Die generelle Projektkoordination sowie das Erstellen der Zwischen- und Abschlussberichte bzw. der Weitergabe von Forschungsergebnissen an die Mitglieder des projektbegleitenden Ausschusses waren Teil des AP 12. Zudem wurden Veröffentlichungen und Konferenzbeiträge verfasst sowie Ergebnisse auf Konferenzen und Tagungen vorgestellt.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 12 wurden insgesamt 3 MM an wissenschaftlichem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

An der FE wurden insgesamt 24 MM an wissenschaftlichem Personal (A1) benötigt.

Forschungseinrichtung 2 (NMI)

AP 1

In AP 1 wurden in Zusammenarbeit mit der FE 1 und dem projektbegleitenden Ausschuss die Rahmenbedingungen für das Forschungsvorhaben festgelegt. Dazu zählte, in Abstimmung mit dem projektbegleitenden Ausschuss, Werkstoffe und Geometrien der zu schweißenden Proben festzulegen und die Werkstoffe zu beschaffen.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 1 wurden insgesamt 1 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 2

In AP 2 wurden in Zusammenarbeit mit der FE 1 die Möglichkeit der Elektronenstrahl-Oberflächenreinigung von zu verschweißenden Bauteilen untersucht. Der Schwerpunkt der FE 2 lag hierbei auf der Bestimmung des Reinigungsergebnisses mittels verschiedener oberflächenanalytischer Verfahren.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 2 wurde insgesamt 3,5 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 3

AP 3 wurde vollständig von FE 1 bearbeitet.

AP 4

AP 4 wurde vollständig von FE 1 bearbeitet.

AP 5

In AP 5 wurde in Zusammenarbeit mit der FE 1 das elektronenoptische Monitoring („REM-Modus“) in Bezug auf geometrische Messungen qualifiziert und die Möglichkeit zur Detektion von Schweißnahtunregelmäßigkeiten validiert.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 5 wurde insgesamt 1 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 6

In AP 6 wurden in Zusammenarbeit mit der FE 1 die mechanisch-technologischen Untersuchungen der geschweißten Proben durchgeführt. Schwerpunkt der Bearbeitung lag auf der Durchführung von quasistatischen und zyklischen Versuchen zur Bestimmung von Plateauspannung und Festigkeiten sowie der Durchführung von DSC- (Differential Scanning Calorimetry) Messungen von Schweißgut und Grundmaterial.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 6 wurden insgesamt 5 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 7

AP 7 wurde vollständig von FE1 bearbeitet.

AP 8

In AP 8 wurden in Zusammenarbeit mit der FE 1 die Funktionsmuster gefertigt. Schwerpunkt der Bearbeitung lag bei der FE 2 auf der Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften (quasi-statisch und zyklisch) der Proben.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 8 wurden insgesamt 4,08 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 9

Das AP 9 umfasste die Erarbeitung von Reinigungsstrategien für ungeschweißte und geschweißte Bauteile.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 9 wurden insgesamt 3 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 10

Das AP 10 beschäftigte sich mit der Untersuchung des Einflusses der Elektronenstrahlschweißungen auf das Korrosionsverhalten der Bauteile mittels elektrochemischer Verfahren.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 10 wurden insgesamt 4 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 11

In AP 11 wurde in Zusammenarbeit mit der FE 1 eine Optimierung der Nahtgeometrie vorgenommen. Schwerpunkt der Bearbeitung lag auf der Optimierung der Korrosionsbeständigkeit der geschweißten Verbindungen.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 11 wurde insgesamt 1,5 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

AP 12

Die generelle Projektkoordination sowie das Erstellen der Zwischen- und Abschlussberichte bzw. der Weitergabe von Forschungsergebnissen an die Mitglieder des projektbegleitenden Ausschusses waren Teil des AP 12. Zudem wurden Veröffentlichungen und Konferenzbeiträge verfasst sowie Projektergebnisse auf Messen vorgestellt.

Für die Bearbeitung des Arbeitspakets AP 12 wurden insgesamt 4 MM an wissenschaftlich-technischem Personal benötigt. Ausgaben für Gerätebeschaffung oder Leistungen Dritter erfolgten nicht. Die Ziele des Arbeitspakets konnten in vollem Umfang erreicht werden.

An der FE 2 wurden insgesamt 27,08 MM an wissenschaftlich-technischem Personal (A1) benötigt.

Begründung und Notwendigkeit der beantragten Mittel

Forschungseinrichtung 1 – tff

Personalausgaben A1 – Personal mit abgeschlossener wissenschaftlicher Ausbildung

Der wissenschaftliche Mitarbeiter war für die Durchführung des Projektes und der damit verbundenen Durchführung von Schweißversuchen verantwortlich. Dafür war ein Diplom-Ingenieur (m/w/d), Masterabsolvent (m/w/d) oder vergleichbar erforderlich, der über wissenschaftliche Erfahrungen im Bereich des Mikro-Elektronenstrahlschweißens sowie der statistischen Versuchsplanung und -auswertung verfügt. Insbesondere waren Erfahrungen bei der Herstellung und Analyse metallischer Mischverbindungen sowie Kenntnisse über deren wissenschaftliche Auswertung notwendig. Ein vertieftes Werkstoffwissen war für eine fundierte Analyse der auftretenden Effekte erforderlich. Ihm oblag die Planung der Versuche sowie die Durchführung und Überwachung der Experimente und die Beurteilung der Ergebnisse im Bereich des Elektronenstrahlschweißens und der Metallographie. Er war zudem verantwortlich für die Koordination der Arbeiten mit der FE 2. Zusätzlich waren Dokumentationen ebenso wie die Abfassung des Abschlussberichtes Teil seiner Arbeiten.

Die dazu notwendigen Personalausgaben waren notwendig und angemessen.

Personalausgaben A2 – Personal mit staatlichem Abschluss

Der Techniker (m/w/d) unterstützte den wissenschaftlichen Mitarbeiter bei der Durchführung der Versuche. Er musste Kenntnisse über die Probenherstellung und Probenpräparation für die Auswertungen und Dokumentation, insbesondere im Feld der Metallographie aufweisen. Für die Durchführung dieser Arbeiten war ein Techniker mit einer Ausbildung zum Metallographen erforderlich.

Die dazu notwendigen Personalausgaben waren notwendig und angemessen.

Personalausgaben A3 – Studentische Hilfskräfte

Die studentische Hilfskraft unterstützte den wissenschaftlichen Mitarbeiter und den Techniker bei der Durchführung der Versuche. Er fertigte unter Anleitung Versuchsproben an, prüfte diese und bereitete die Auswertungen vor. Hierfür war ein Student (m/w/d) eines technischen Studiengangs im fortgeschrittenen Semester erforderlich.

Die dazu notwendigen Personalausgaben waren notwendig und angemessen.

Forschungseinrichtung 2 – NMI

Personalausgaben A1 – Personal mit abgeschlossener wissenschaftlicher Ausbildung

Der als Projektleiter eingesetzte wissenschaftliche Mitarbeiter (m/w/d) war während der Projektlaufzeit für die Koordination aller damit verbundenen Teilbereiche zuständig. Dies beinhaltete die Organisation von Prüfabläufen sowie der Bereitstellung der dafür benötigten Mittel, Materialien und Prüfvorrichtungen. Des Weiteren oblag ihm die Planung des zeitlichen Ablaufs dieser Arbeitsgebiete in Bezug auf Material- und Personaleinsatz (A1/Personal mit abgeschlossener wissenschaftlicher Ausbildung). Die weiteren beteiligten wissenschaftlichen Mitarbeiter (m/w/d) führten entsprechende Messung durch, arbeiteten die Prüfergebnisse auf und stimmten gemeinsam mit dem Projektleiter das daraus abzuleitende weitere wissenschaftliche Vorgehen ab. Im Rahmen des Ergebnistransfers in die Wirtschaft präsentierten sie Forschungsergebnisse auf nationalen Tagungen, Messen und knüpften weitere Kontakte zu am Forschungsprojekt interessierten Industrievertretern. Der als Projektleiter eingesetzte wissenschaftliche Mitarbeiter (m/w/d) organisierte die Projekttreffen und führte diese durch und hielt laufenden Kontakt zu den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschuss im Rahmen des Wissenstransfers. Ferner fiel die Erstellung des Abschlussberichts in Zusammenarbeit mit den übrigen wissenschaftlichen Mitarbeitern (m/w/d) in seinen Aufgabenbereich.

Die dazu notwendigen Personalausgaben waren notwendig und angemessen.

Personalausgaben A2 – Personal mit staatlichem Abschluss

Es wurden kein Personal mit staatlichem Abschluss (A2) beantragt.

Personalausgaben A3 – Studentische Hilfskräfte

Es wurden keine studentischen Hilfskräfte (A3) beantragt.

Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Forschungseinrichtung 1 – tff

Zur Bearbeitung des Projektes wurden insgesamt 24 Monate wissenschaftliches Personal eingesetzt. Geräte und Leistungen Dritter wurden nicht beantragt und nicht in Anspruch genommen. Die Arbeiten wurden gemäß dem Forschungsantrag durchgeführt. Die für das Forschungsprojekt geleisteten Arbeiten waren angemessen und zur Erreichung des Forschungszieles notwendig.

Forschungseinrichtung 2 – NMI

Zur Bearbeitung des Projektes wurden insgesamt 27,08 Monate wissenschaftliches Personal eingesetzt, womit 0,68 MM mehr abgerechnet wurden als beantragt. Der Grund ist hier, dass umzugsbedingt temporär auf andere Geräte und Anlagen zurückgegriffen werden musste, wodurch sich die Bearbeitung der Arbeitspakete minimal verzögerte. Geräte und Leistungen Dritter wurden nicht beantragt und nicht in Anspruch genommen. Die Arbeiten wurden gemäß dem Forschungsantrag durchgeführt. Die für das Forschungsprojekt geleisteten Arbeiten waren angemessen und zur Erreichung des Forschungszieles notwendig.

Nutzen und industrielle Anwendungsmöglichkeiten der erzielten Ergebnisse

Um das Spektrum von NiTi-FGL Anwendungen zu erweitern, ist für die Medizintechnik die stoffschlüssige Anbindung von Nitinol an nichtrostende Stähle von besonderem Interesse, um beispielsweise Führungsdrahtmaterialien zu substituieren. Beispielhaft sind hier sogenannte Clot Retriever Cages (CRC) zu nennen. Diese Behandlungsinstrumente aus NiTi-FLG werden zur Entfernung von Thromben bei akutem Schlaganfall eingesetzt (Endovaskuläre Thrombektomie) (Killer-Oberpfalzer M et al. 2011). Um den CRC an die gewünschte Position zu bringen, ist die Anbindung an einen Führungsdraht erforderlich (Gugel 2010). Dieser erfüllt die Funktion der Positionierhilfe von Behandlungsinstrumenten bis in periphere Gefäße. Insbesondere bei Operationen von kleinen Gefäßen, z.B. im Bereich des Gehirns, sind die Eigenschaften der FGL´s von besonderer Bedeutung. (Vondrous et al. 2012) Um diese Führungsdrähte kostengünstiger herstellen zu können, ist es möglich, mithilfe der Projektergebnisse Drähte aus Nitinol an den Rest des Führungsdrahtes aus nichtrostendem Stahl anzubringen.

Es können weiterhin unterschiedliche Anwendungen durch einen Elektronenstrahl-Schweißprozess möglich werden, die aktuell noch nicht oder nur unzureichend realisiert werden können:

- Einsatz bei Führungsdrähten: Verbinden von Nitinol-Kern mit Edelstahldrahtumwicklung, ggf. Ersatz von Klebverbindungen durch Schweißen
- Verwendung von bis dato eingesetzten Kurzzeitimplantaten als Langzeitimplantate (verbesserte Korrosionsbeständigkeit durch den Mikroelektronenstrahlschweißprozess)
- Endoskopschäfte aus Nitinol

Durch die Eigenschaften von Nitinol ist es gewünscht, dieses Material für Endoskopschäfte zu verwenden, um ein „semi-flexibles“ Endoskop realisieren zu können. Der Handgriff selbst muss aus nichtrostendem Stahl oder Aluminium bestehen (elektr. Schirmung, Stabilität). Die Herausforderung hierbei ist die Montage des Nitinol-Schafts an das Gehäuse aus nichtrostendem Stahl mit ausreichender hermetischer Dichtheit.

Die Medizintechnikindustrie in Deutschland ist eine ausgesprochen innovative und wachstumsstarke Branche. Neben einigen Großunternehmen, die insbesondere bei Großgeräten den Markt dominieren, bilden die rund 1.200 kleinen und mittelständischen Unternehmen (KMU) mit 117.000 Beschäftigten und einem Jahresumsatz von 23 Milliarden Euro das innovative Rückgrat der Branche. Rund ein Drittel des Umsatzes der Medizintechnikindustrie wird mit Produkten erzielt, die jünger als drei Jahre sind [Quelle: BMBF KMU-innovativ: Medizintechnik].

Gerade der Einsatz von Produkten mit geschweißten Verbindungen von Nitinol und nichtrostenden Stählen, ohne die bisherigen Einschränkungen der mechanisch-technologischen Eigenschaften, ist für eine Vielzahl von KMU nicht nur der Medizintechnikbranche von hohem Interesse.

Von großem Nutzen sind die Projektergebnisse auch für die Hersteller von (Mikro-) Elektronenstrahlschweißanlagen sowie Elektronenstrahl-Jobshops. Durch den erweiterten Einsatzbereich der Anlagen erweitern sich deren Absatzmärkte sowie die Zahl angebotener Dienstleistungen der Jobshops. Die Projektergebnisse können von den Firmen direkt an vorhandenen Anlagen umgesetzt werden, da ebenfalls gezeigt werden konnte, dass die Strahlqualität auch von Makro-Elektronenstrahlschweißanlagen ausreichend ist, um Mikrobauteile aus Nitinol und nichtrostendem Stahl ohne Zusatzwerkstoff zu verschweißen.

Angaben über gewerbliche Schutzrechte

Es wurden im Rahmen des vorliegenden Projektes keine gewerblichen Schutzrechte erworben. Eine Anmeldung eines gewerblichen Schutzrechtes ist nicht beabsichtigt.

Ergebnistransfer in die Wirtschaft

Der Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft entspricht den im Antrag gemachten Angaben. Es folgt eine Auflistung der Veröffentlichungen sowie der Tagungs- und Messeteilnahmen, der Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses sowie Einbindung in die Lehre.

Bisherige Veröffentlichungen und wiss. Konferenzbeiträge

Hellberg, S.; Wagner, S.; Martin, D.; Böhm, S. (2018): Micro Electron Beam Welding of the hybrid material combination Nitinol and stainless steel without filler material. 13th EBT Conference. Institute of Electronics at the Bulgarian Academy of Science. Varna (Bulgaria), 19.06.2018.

Hellberg, S.; Wagner, S.; Martin, D.; Böhm, S. (2018): Micro electron beam welding of the hybrid material combination Nitinol and Stainless Steel without filler material. In: Institute of Electronics at the Bulgarian Academy of Science (Hg.): 13th International Conference on Electron Beam Technologies. Program, Abstracts, Manuscripts. Unter Mitarbeit von G. Mladenov, S. 131-136.

Hellberg, S.; Wagner, S.; Martin, D.; Böhm, S. (2018): Micro Electron Beam Welding of the hybrid material combination Nitinol and stainless steel without filler material. In: J. Phys.: Conf. Ser. 1089, S. 12003. DOI: 10.1088/1742-6596/1089/1/012003.

Hellberg, S.; Hummel, J.; Krooß, Ph.; Böhm, S.; Niendorf, Th.: Microstructural and mechanical properties of dissimilar Nitinol and stainless steel wire joints produced by Micro Electron Beam Welding without filler material. 72nd IIW Conference, Commission IV. International Institute of Welding. Bratislava (Slovakia), 08.07.2019.

Geplante / vorbereitete Veröffentlichungen und wiss. Konferenzbeiträge

Hellberg, S.; Hummel, J.; Krooß, Ph.; Böhm, S.; Niendorf, Th.: Microstructural and mechanical properties of dissimilar Nitinol and stainless steel wire joints produced by Micro Electron Beam Welding without filler material. Welding In The World, ISSN: 0043-2288 (Print) 1878-6669 (Online).

Hellberg, S.; Martin, D.; Hummel, J.; Böhm, S.: Mikro-Elektronenstrahlschweißen der Mischverbindungen aus Nitinol und nichtrostenden Stählen ohne Zusatzwerkstoff. Schweißen und Schneiden, ISSN: 0036-7184.

Böhm, S.; Hellberg, S.: EB Welding of Ni-Ti and steel wires for UHPC reinforcement. 5th International Electron Beam Welding Conference (IEBW), Chicago, 12. + 13.11.2019.

Hellberg, S.; Böhm, S.: Micro Electron Beam Welding of Fe-based Shape Memory Alloy wires. 5th International Electron Beam Welding Conference (IEBW), Chicago, 12. + 13.11.2019.

Hellberg, S.; Martin, D.; Hummel, J.; Böhm, S.: Mikro-Elektronenstrahlschweißen der Mischverbindungen aus Nitinol und nichtrostenden Stählen. DVS Congress 2020

Tagungs- und Messeteilnahmen

- Messe BondExpo in Stuttgart, NMI, 9.-12.10.2017
- Messe BondExpo in Stuttgart, NMI, 8.-11.10.2018
- Messe MedTech in Stuttgart, NMI, 17.-19.4.2018
- Innovationsforum Medizintechnik Tuttlingen, NMI, 11.10.2018 Vortrag D. Martin „Fügen ohne Gedächtnisverlust“
- Messe EuroBlech in Hannover, tff, 23.-26.10.2018

Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses

1. Projekttreffen (Kick-Off), 24.01.2017, Fachgebiet für Trennende und Fügende Fertigungsverfahren (tff), Kassel
2. Projekttreffen, 21.06.2017, NMI Naturwissenschaftliches und medizinisches Institut an der Universität Tübingen, Reutlingen
3. Projekttreffen, 28.11.2017, Heraeus Medical Components, Heraeus Deutschland GmbH & Co. KG, Hanau
4. Projekttreffen, 05.06.2018, NMI Naturwissenschaftliches und medizinisches Institut an der Universität Tübingen, Reutlingen
5. Projekttreffen, 29.11.2018, Fachgebiet für Trennende und Fügende Fertigungsverfahren (tff), Kassel
6. Projekttreffen (Abschlusstreffen), 26.02.2019, NMI Naturwissenschaftliches und medizinisches Institut an der Universität Tübingen, Reutlingen

Einbindung in die Lehre

Im Rahmen der Vorlesung „Strahltechnische Fertigungsverfahren“, welche jährlich jeweils im Sommersemester an der Universität Kassel gehalten wird, werden die verwendeten Technologien und Projektergebnisse der Studierendenschaft Maschinenbau (inklusive des Wirtschaftsingenierwesens Maschinenbau) der Universität Kassel zugänglich gemacht.

Tabellarische Auflistung der Transfermaßnahmen während der Projektlaufzeit

blau = durchgeführt

Maßnahme	Ziel(e)	Rahmen	Datum/Zeitraum
A: Weiterbildung/Transfer der Projektergebnisse in die Industrie über Fachveranstaltungen	Weiterbildung von Mitarbeitern von Forschungseinrichtungen sowie kleiner und mittlerer Unternehmen ohne eigene Forschungskapazitäten	A1: Vortrag auf der GST 2018 (Angebot abgelehnt) A2: Präsentation auf Sensor-Symposium (noch keine aussegekr. Ergebnisse) A3: Messe BondExpo A4: Messe MedTech A5: Messe EuroBlech A6: InnoForum Medizin	September 2018 Dezember 2017 4. Q 2017, 4. Q 2018 2. Q 2018 4. Q 2018 4. Q 2018
B: Vorstellung und Diskussion der Ergebnisse im Fachausschuss	Austausch mit Experten im Rahmen des DVS Fachausschusses „Mikrofügen“ (FA10), Anpassung der Ausrichtung des Projektes und Synergiebildung aufgrund aktueller F&E-Ergebnisse anderer Projekte	B1: Fachausschuss FA10 „Mikrofügen“ des DVS	2. Q 2017 4. Q 2017 2. Q 2018 4. Q 2018 2. Q 2019
C: Einbindung in die Lehre	Wissenstransfer in zukünftige Ingenieure der Fertigungstechnik	C1: Diverse Vorlesungen, z.B. Strahltechnische Fertigungsverfahren	kontinuierlich
D: Projektbegleitender Ausschuss	Die Forschungsergebnisse werden fortlaufend im PA ausführlich diskutiert	D1: Vorstellung des Projektes und Diskussion der geplanten Arbeiten D2: Vorstellung der erzielten Ergebnisse und Diskussion des weiteren Vorgehens D3: Abschlusspräsentation und Diskussion aller erzielter Ergebnisse D4: kontinuierliche Ansprache potenziell interessierter Firmen auch außerhalb des PA im Mitgliedernetzwerk des DVS (z.B. Netzwerke Tuttlingen, Hechingen)	1. Q 2017 3. Q 2017 1. Q 2018 3. Q 2018 4. Q 2018 1. Q 2019 Kontinuierlich, PA wurde erweitert
E: Vorstellung der ersten Ergebnisse/Zwischenergebnisse	Die Forschungsergebnisse werden fortlaufend AfT des DVS vorgestellt	E1: Vorstellung und Diskussion im Ausschuss für Technik (AfT) des DVS (AG V 9.1)	kontinuierlich
F: Veröffentlichung der Zwischenergebnisse	Veröffentlichung der Zwischenergebnisse in Zeitschriften / auf nat. + internat. wiss. Konferenzen	F1: Konf. EBT Varna F2: VÖ Journal of Physics: Conf. Ser. F3: Bereitstellung der Zwischenberichte zum Download auf der Webseite des FA 10	2. Q 2018 3. Q 2018 kontinuierlich

Tabellarische Auflistung der Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit und geplante Transfermaßnahmen

blau = durchgeführt

Maßnahme	Ziel(e)	Rahmen	Datum/Zeitraum
G: Weiterbildung/Transfer der Projektergebnisse in die Industrie über DVS Fachveranstaltungen	Weiterbildung von Mitarbeitern von Forschungseinrichtungen sowie kleiner und mittlerer Unternehmen ohne eigene Forschungskapazitäten	G1: Vortrag auf der GST 2019, ~~8~~Vortragsangebot abgelehnt G1: Vortrag auf der GST 2020 G2: Vortragsangebote im Rahmen des DVS Vortragsforum	3. Q 2019 3. Q 2020 kontinuierlich
H: Transfer in die Industrie durch Tagungs- und Messeteilnahme	Ergebnistransfer in die Wirtschaft	H1: Große Schweißtechnische Tagung des DVS H2: Messe EuroBlech H3: Messe BondExpo H4: Messe MedTech	3. Q 2020 2. Q 2020 4. Q 2019 4. Q 2020 2. Q 2020
I: Transfer in die Industrie durch Merkblatterstellung	Ergebnistransfer in die Wirtschaft	I1: Mitarbeit in dem Gemeinschaftsausschuss DVS / DIN AG V 9.1 / NA 092-00-15 AA „Elektronenstrahlschweißen" zur Erstellung eines Merkblattes o. ä. Transferform	3. Q 2019
J: Veröffentlichung	Ergebnistransfer in die Wirtschaft	J1: Beitrag in einer Fachzeitschrift z.B. Schweißen und Schneiden, Welding In The World, … J2: Internet-Auftritt des tff/NMI J3: Veröffentlichung der Schlussergebnisse in Schweißen und Schneiden J4: Vorträge im Rahmen der Netzwerke Medical Mountains Tuttlingen, Medical Valley Hechingen, MedTed DS J5: Vortrag auf der Konferenz IEBW 2019, Chicago	1. Q 2020 3. Q 2019 4. Q 2019 (einger.) ab 3. Q 2018 4. Q 2019
K: Transfer in die Industrie durch den Verband	Ergebnistransfer in die Wirtschaft	K1: Beitrag und Projektdarstellung im Geschäftsbericht der Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren K2: Bereitstellung des Schlussberichtes zum Download auf der Webseite der Forschungsvereinigung des DVS sowie der Forschungsstellen	2. Q 2020 3. Q 2019

L: Einbindung in die Lehre	Wissenstransfer in zukünftige Ingenieure der Fertigungs-technik	L1: Diverse Vorlesungen, z.B. Strahltechnische Fertigungs-verfahren	kontinuierlich
M: Maßnahme zur Übernahme in die Berufliche Aus- und Weiterbildung im DVS	Übernahme der Ergebnisse in die Ausbildungsinhalte im DVS-Bildungssystem beim Schweißfachingenieur (SFI)		3. Q 2019

Gegenüberstellung der Ergebnisse mit den Zielsetzungen des Forschungsantrags

Das Forschungsvorhaben verfolgte das Ziel, wissenschaftliche und wirtschaftliche Lösungsansätze für die Verbindung zwischen nichtrostendem Stahl ohne Zusatzwerkstoff mittels des Mikro-Elektronenstrahlschweißens mit ausreichender Festigkeit und Biokompatibilität zu entwickeln.

Im Projektverlauf konnte gezeigt werden, dass das Mikro-Elektronenstrahlschweißen ein geeignetes Verfahren zur Herstellung haltbarer, korrosionsbeständiger und biokompatibler Verbindungen zwischen Nitinol und nichtrostendem Stahl ist. Es konnte nachgewiesen werden, dass bei Schweißungen am Stumpfstoß durch eine geschickte Prozessführung Festigkeiten bis an das superelastische Plateau der Nitinol-Werkstoffe heran erreicht werden können. Bei geeigneter Auslegung der Fügestellen kann das Spannungsplateau erreicht und sogar zyklisch durchfahren werden, ohne dass es zur Schädigung der Verbindung kommt. Zusätzlich konnte gezeigt werden, dass sich die Mikro-Elektronenstrahltechnologie mit der schnellen Strahlablenkung zur In-situ-Reinigung zu verschweißender Rohteile und geschweißter Bauteile eignet und mittels der elektronenoptischen Beobachtung eine prozessintegrierte Qualitätssicherung der geschweißten Verbindung realisierbar ist. Hierdurch ist es möglich, dass die gefertigten Bauteile mit einem nur geringen nachgelagerten Reinigungsaufwand eine für den Einsatz in der Medizintechnik genügende Sauberkeit und Korrosionsbeständigkeit aufweisen, was durch aussagekräftige Versuche belegt werden konnte.

Vergleicht man die geplanten Arbeiten im Abschnitt „Gliederung und Inhalte des Projekts“ mit den durchgeführten Arbeiten im Kapitel „Ergebnisse der Arbeitspakete“, so **wurden alle geplanten Versuchsumfänge durchgeführt und mit aussagekräftigen Ergebnissen belegt.**

Inhaltsverzeichnis

Thema ... 1
Berichtszeitraum ... 1
Forschungsvereinigung ... 1
Forschungseinrichtungen ... 1
Förderhinweis und Danksagung ... 2
Zusammenfassung ... 3
Angaben zu den am Projekt beteiligten Forschungseinrichtungen und Firmen ... 5
Verwendung der Zuwendungen durch die Forschungseinrichtungen ... 5
Begründung und Notwendigkeit der beantragten Mittel ... 10
Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit ... 12
Nutzen und industrielle Anwendungsmöglichkeiten der erzielten Ergebnisse ... 12
Angaben über gewerbliche Schutzrechte ... 13
Ergebnistransfer in die Wirtschaft ... 14
Gegenüberstellung der Ergebnisse mit den Zielsetzungen des Forschungsantrags ... 18
Abbildungsverzeichnis ... 22
Tabellenverzeichnis ... 28
Einleitung ... 29
Grundlagen und Stand der Technik ... 32
- Nitinol ... 32
- Nichtrostende Stähle (Edelstähle) ... 34
- Artgleiche Schweißungen von Nitinol mit Nitinol ... 34
- Artfremde Schweißungen von Nitinol mit nichtrostenden Stählen ... 35
  - Laserstrahlschweißen mit Strahlversatz in Richtung des Nitinol-Fügepartners ... 35
  - Gepulste Laserstrahlschweißen mit Pulsformung ... 36
  - Laserstrahlschweißen mit Zusatzwerkstoff ... 36
- (Mikro)Elektronenstrahlschweißen ... 37
- Marangoniströmung ... 39

Eigene Vorarbeiten im Rahmen der Antragstellung ... 42
Inhalt und Ablauf des Forschungsvorhabens ... 44
- Arbeitshypothese ... 44
- Lösungsweg ... 45
- Gliederung und Inhalte des Projekts ... 45
  - AP 1: Werkstoffauswahl und Beschaffung (NMI, tff) ... 45
  - AP 2: Einfluss einer vorgelagerten Reinigung auf die Bildung von Oxiden und Nitriden (tff/NMI) ... 46

AP 3: Einfluss des Strahlwobbelns und Strahlablenkens auf den intermetallischen Phasensaum und die Korngröße (tff) ... 46
AP 4: Einfluss von Elektronenstrahl Hotspots auf die Heißrissneigung und die Korngröße (tff) ... 46
AP 5: Qualitätssicherung durch die REM Funktionalität (NMI, tff) ... 47
AP 6: Mechanisch-technologische Untersuchungen (NMI, tff) ... 47
AP 7: Charakterisierung der elektronenstrahlgeschweißten Proben (tff) ... 48
AP 8: Herstellung der Funktionsmuster (NMI, tff) ... 48
AP 9: Erarbeitung von Reinigungsstrategien (NMI) ... 48
AP 10: Einfluss der Elektronstrahlschweißungen auf das Korrosionsverhalten (NMI) ... 49
AP 11: Optimierung der Nahtgeometrie NMI, tff) ... 49
AP 12: Berichterstellung (NMI, tff) ... 50
Verwendete Geräte + Materialien, Untersuchungsmethoden ... 51
Analysemethoden ... 51
Mikro-Elektronenstrahlanlage pro-beam / selmi SEM108 ... 51
Hochaufgelöste Photoelektronenmikroskopie (HRXPS) ... 52
Lichtmikroskopie ... 53
Polarographie ... 53
Rasterelektronenmikroskopie in Verbindung mit der energiedispersiven Röntgenspektroskopie ... 54
Focused Ion Beam Technik (FIB) ... 54
Elektronenrückstreubeugung (Electron backscatter diffraction - EBSD) ... 55
Sekundärneutralteilchen-Massenspektroskopie ... 55
Mechanisch-technologische Untersuchungen ... 56
Zugprüfung an Standardprüfkörpern ... 56
Mehrstufenschwingversuch an Nitinolstreifen ... 58
Zugprüfungen an Funktionsmustern ... 59
Dynamische Differenzkalorimetrie ... 61
Ergebnisse der Arbeitspakete ... 64
AP 1: Werkstoffauswahl und Beschaffung ... 64
AP 2: Einfluss einer vorgelagerten Reinigung auf die Bildung von Oxiden und Nitriden ... 66
Elektronenstrahlreinigung der Bleche ... 67
Charakterisierung der Oberfläche nach Reinigung ... 68
AP 3: Einfluss des Strahlwobbelns und Strahlablenkens auf den intermetallischen Phasensaum und die Korngröße ... 78
Entwicklung von Schweißvorrichtungen für die zu schweißenden Proben ... 78
Durchführung der Referenzschweißungen ... 80

Schweißen der Mischverbindungen aus Nitinol und nichtrostendem Stahl 83
AP 4: Einfluss von Elektronenstrahl Hotspots auf die Heißrissneigung und die Korngröße ... 92
AP 5: Qualitätssicherung durch die REM Funktionalität der Mikroelektronenstrahlschweißanlage 93
AP 6: Mechanisch-technologische Untersuchungen 95
Zugprüfung an geschweißten und ungeschweißten Normprüfkörpern 95
Mechanisch-technologische Prüfungen an Funktionsmustern 108
Mehrstufenschwingversuch an Nitinolstreifen 119
Dynamische Differenzkalorimetrie 121
AP 7: Charakterisierung der elektronenstrahlgeschweißten Proben 122
AP 8: Herstellung der Funktionsmuster 122
Herstellung von geschweißten, nichtostender Stahl-Nitinol-Drähten 122
Herstellung eines geschweißten Nitinol-Überlastschutz 127
AP 9: Erarbeitung von Reinigungsstrategien 131
AP 10: Einfluss der Elektronstrahlschweißungen auf das Korrosionsverhalten 139
AP 11: Optimierung der Nahtgeometrie 144
AP 12: Berichterstellung 144
Schlussfolgerungen 145
Literaturverzeichnis ..... **Fehler! Textmarke nicht definiert.**
Anhang 149
XPS-Spektren der EB-gereinigten Proben und Referenzen 149
Zeichnung aller getesteten Normprüfkörper 161

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Steinfangkörbchen links, selbstexpandierender Nitinol-Stent rechts (EPflex Feinwerktechnik GmbH 2013; medicut Stent Technology GmbH) 30

Abbildung 2: links Laserstrahlschweißungen Nitinol 50/50 an 1.4301 ohne Zusatzwerkstoff, mittig Laserstrahlschweißungen Nitinol 50/50 an 1.4301 mit Ni-Zusatzwerkstoff, rechts Heißrisse bei Laserstrahlschweißungen Nitinol 50/50 an 1.4301 mit Ni-Zusatzwerkstoff (Hall 2004) 30

Abbildung 3: links: Korngrößenverteilung bei einer Nitinol 50,8/49,2 - nichtrostender Stahl Schweißung. Die Schweißung wurde ohne Zusatzwerkstoff und mit einer Verschiebung des Schmelzbades zu 70% der Schmelzbadbreite zum Nitinol hin ausgeführt (Gugel und Theisen 2009). Mitte und Rechts: I-Stoß an einer Überlappnaht bei einer Nitinol 43,6/56.4 - nichtrostender Stahl Schweißung mit gepulsten Laserstrahl und eingelegter Nickelfolie als Zusatzwerkstoff, in der Mitte liegt der Stahl oben, auf dem rechten Bild das Nitinol (Miranda 2013). 31

Abbildung 4: Herstellung superelastischer Lokalisierungshaken (Stoeckel 2001) 33

Abbildung 5: Gelenklose Instrumente (Stoeckel 2001) 33

Abbildung 6: Stents im lasergeschnittenen (li.) und aufgedehnten Zustand (re.) (Stoeckel 2001) ……33

Abbildung 7: Prinzipieller Aufbaueiner makroskopischen Elektronenstrahl-Schweißmaschine (Dilthey 2006) 37

Abbildung 8: Prinzipieller Aufbau einer Mikro-Elektronenstrahlanlage (Böhm et al. 2008)..... 38

Abbildung 9: Mehrprozesstechnik beim Elektronenstrahlschweißen mit verschiedenen, möglichen Prozessen und Kombinationen daraus (Böhm et al. 2008) 39

Abbildung 10: Marangoni-Strömung in Abhängigkeit der Oberflächenspannung (Härtl und Zäh 2002) 40

Abbildung 11: Schematische Darstellung der Schmelzbadströmung für dσ/dT < 0 beim Laserstrahlumschmelzen, (a) Querschnitt des Schmelzbades, (b) Längsschnitt des Schmelzbades (Poprawe 2005) 41

Abbildung 12: Vergleich des Mikrogefüges im Schweißgut von Durchschweißungen am 9 mm dicken NiCr25FeAlY verschiedener EB-Schweißtechniken (Seefeld und Pries 2012) 42

Abbildung 13: Mikroelektronenstrahlschweißmaschine MEBW-60 L95 der Fa. Focus, rechts ein Beispiel für die REM Funktionalität (FOCUS GmbH) 43

Abbildung 14: Links: Elektronenstrahlschweißung Nitinol an 1.4301, Drahtdurchmesser 0,508 mm und rechts: Bruchflächen einer zerstörend geprüften Probe einer Elektronenstrahlschweißung Nitinol an 1.4301, Drahtdurchmesser 0,254 mm 43

Abbildung 15: Mikro-Elektronenstrahlanlage pro-beam / selmi SEM108 51

Abbildung 16: Schematische Darstellung eines FIB-Schnittes 55

Abbildung 17: Form und Maße der Zugproben in Anlehnung an Norm DIN 50125 57

Abbildung 18: Prüfmaschine Zwick Z020 (links) und Zugprobe mit Messmarken (rechts)..... 57

Abbildung 19: Aufbau der dynamischen Prüfung auf der Prüfmaschine DYNA-MESS mit Nitinol-Probe 58

Abbildung 20: Sinusförmige Lastaufbringung (links) und die Darstellungen der Krafterhöhung alle 500 Zyklen um 50 N im Mehrstufenschwingversuch (Rechts)..... 58

Abbildung 21: Aufbau der Zugprüfung von Drähten an der Zwick Z020 mit Nitinol-Draht..... 60

Abbildung 22: Aufbau der Zugprüfung an Nitinol-Rohr 61

Abbildung 23: Schematische Darstellung einer DSC-Kurve mit möglichen Effekten (Tieke 2005) 62

Abbildung 24: gewähltes Temperaturprogramm für die DSC-Untersuchungen..... 63

Abbildung 25: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von Nitinol SE508 bei verschiedenen Temperaturen..... 65

Abbildung 26: Schnittkante einer mittels Wasserstrahl geschnittenen Schweißprobe 65

Abbildung 27: Zugprobe nach DIN 50125 Form H 66

Abbildung 28: Gereinigte Blechoberflachen: Ablativ (links) und mit Anschmelzung (rechts) 67

Abbildung 29: Elementkonzentration Referenz (ungereinigt) und mit Aceton entfettete Probe.. 70

Abbildung 30: Elementkonzentration ablativ EB-gereinigter Proben mit und ohne Aceton-Vorreinigung..... 71

Abbildung 31: Elementkonzentration mit Anschmelzung EB-gereinigter Proben mit und ohne Aceton-Vorreinigung..... 71

Abbildung 32: REM-Bilder der ungereinigten Probenoberfläche (Referenz) 74

Abbildung 33: REM-Bilder der mit Aceton gereinigten Probenoberfläche 75

Abbildung 34: REM-Bilder der vorgereinigten und ablativ EB-gereinigten Oberfläche 75

Abbildung 35: REM-Bilder der vorgereinigten und mit Anschmelzung EB-gereinigten Oberfläche 76

Abbildung 36: Schweißvorrichtung. Links: CAD-Modell, Mitte: Foto, Rechts: ELO-Bild des Fügespalts..... 78

Abbildung 37: Erste Probeschweißung..... 79

Abbildung 38: Starker Verzug des Blechs..... 79

Abbildung 39: Optimierte Schweißvorrichtung 80

Abbildung 40: Referenzschweißungen mit Schweißgeschwindigkeit 50 mm/s, Blechdicke 0,3 mm. Vergleich zwischen FOCUS MEBW 60 (unten) und pro-beam SEM108 (oben)..... 81

Abbildung 41: Schweißungen mit unterschiedlicher Blechdicke und langsamerer Schweißgeschwindigkeiten von 30 und 50 mm/s, Vergleich zwischen FOCUS MEBW 60 (links) und pro-beam SEM108 (tff) (rechts) 82

Abbildung 42: Parameterkennlinien für Durchschweißungen an 0,3 mm und 0,5 mm dicken Blech aus 1.4310 82

Abbildung 43: Schweißung einer Mischverbindung NiTi / 1.4310. Links: Übersicht, rechts: linker schmalerer Bereich der Naht. 83

Abbildung 44: Schweißung einer Mischverbindung NiTi / 1.4310. Links: breiterer Bereich mit großer Anzahl von Heißrissen, rechts: ELO-Bild..... 84

Abbildung 45: Querschliffe einer mit 15 mm/s (links) und 50 mm/s (rechts) geschweißten Verbindung ohne Strahlversatz 85

Abbildung 46: Unterschiedlicher Versatz auf Stahl, geschweißt mit 15 mm/s (ELO-Bilder):..... 86

Abbildung 47: Unterschiedlicher Versatz auf Stahl, geschweißt mit 30 mm/s (ELO-Bilder)..... 87

Abbildung 48: Unterschiedlicher Versatz auf Stahl, geschweißt mit 30 mm/s (ELO-Bilder)..... 87

Abbildung 49: Versatz auf Stahl, geschweißt mit 15 mm/s sowie Längspendelung 100Hz, Dreieck, 0,25mm Amplitude (ELO Bilder) 87

Abbildung 50: Schliffbilder Versatz auf Stahl, geschweißt mit 15 mm/s, Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht 88

Abbildung 51: Schliffbilder Versatz auf Stahl, geschweißt mit 30mm/s, Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht 89

Abbildung 52: Schliffbilder Versatz auf Stahl, geschweißt mit 15mm/s, Längspendelung 100Hz, Dreieck, 0,25mm Amplitude, Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht..... 89

Abbildung 53: Schliffbilder Versatz auf Stahl, geschweißt mit 50mm/s, Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht 90

Abbildung 54: Härtemessungen, geschweißt mit 50mm/s, oben Schliffbilder nach Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht, unten korrespondierender Härteverlauf 91

Abbildung 55: EBSD-Mapping einer mit 50 mm/s und 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl geschweißten Naht..... 92

Abbildung 56: ELO Bild (oben) und rasterelektronenmikroskopische Abbildung (unten). Es handelt sich nicht um die gleichen Proben..... 94

Abbildung 57: REM-Abbildung am Riss links und vergrößerte Abbildung s. Rechteck..... 94

Abbildung 58: REM-Abbildung Ausschnitt aus Abbildung 57 95

Abbildung 59: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung: unterschiedliche Probenformen von nicht rostendem Stahl (1.4310)..... 96

Abbildung 60: Zugspannung (links) und Bruchdehnung (rechts) von nicht rostendem Stahl 1.4310: Vergleich verschiedener Probenformen (* Mittelwert aus 2 Messungen; ** Mittelwert aus 3 Messungen) 96

Abbildung 61: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung exemplarisch an weichen Proben H25-1.4310 97

Abbildung 62: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung exemplarisch an harten Proben H25-1.4310 98

Abbildung 63: Zugspannung der „weichen“ Proben (links) und „harten“ Proben (rechts) mit Vergleich zwischen den Herstellungsverfahren Erodieren und Elektropolieren..... 98

Abbildung 64: Zugspannung der 0,5 mm dicken (links) und der 0,3 mm dicken Proben (rechts) mit Vergleich zwischen den „weichen“ und „harten“ Proben 98

Abbildung 65: Mikroskopischer Vergleich der Herstellungsverfahren: Wasserstrahlschneiden (oben), Erodieren (mittig) und Erodieren + Elektropolieren (unten)..... 99

Abbildung 66: Zugspannung der Reinstoffproben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl 1.4310: unbehandelt und elektronenstrahlgereinigt (* mit Darstellung der Plateauspannung bei 450 MPa) 100

Abbildung 67: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung exemplarisch an Nitinol Reinstoffproben: Plateauspannung zu erkennen 100

Abbildung 68: Zugspannung der geschweißten Reinstoffproben aus nicht rostendem Stahl 1.4310 hart und weich sowie Nitinol SE508: Vergleich zwischen langsam und schnell geschweißten Herstellungsverfahren 101

Abbildung 69: Zugspannung der geschweißten Proben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl 1.4310: Ergebnisse der ersten Screening-Versuche 102

Abbildung 70: Zugspannung der geschweißten Proben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl 1.4310: Vergleich verschiedener Strahlgeschwindigkeiten und Strahlversätzen (mit Darstellung der Plateauspannung bei 450 MPa) 104

Abbildung 71: Zugspannung der geschweißten Proben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl 1.4310: Vergleich verschiedener Strahlgeschwindigkeiten und Strahlversätzen (mit Darstellung der Plateauspannung bei 450 MPa) 104

Abbildung 72: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung exemplarisch an geschweißten Proben 105

Abbildung 73: Exemplarische Bruchbilder der Zugprüfung: Schweißgeschwindigkeit 15 mm/s; Versatz 0,05 bis 0,2 mm 106

Abbildung 74: Exemplarische Bruchbilder der Zugprüfung: Schweißgeschwindigkeit 30 mm/s; Versatz 0,1 bis 0,2 mm 107

Abbildung 75: Zugspannung von geschweißten Nitinol-Edelstahldrähten: Vergleich verschiedener Stromstärken und Versatzarten des Schweißstrahles 108

Abbildung 76: Exemplarische Bilder von geschweißten Drähten im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung: Dicke 0,5 mm; Strahlversatz 0,2 mm auf Stahl, Strahlstrom 1 mA bis 2 mA 109

Abbildung 77 :Exemplarische Bilder von geschweißten Drähten im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung: Dicke 0,5 mm; Strahlversatz 0,2 mm auf Nitinol; Strahlstrom 1 mA und 1,5 mA 110

Abbildung 78 Exemplarische Bilder von geschweißten Drähten im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung: Dicke 0,5 mm; keinen Strahlversatz; Strahlstrom 1 mA und 1,5 mA 111

Abbildung 79 Exemplarische Bilder von geschweißten Drähten im Ausgangzustand sowie das Bruchbild nach der Zugprüfung: Dicke 0,1 mm; keinen Strahlversatz; Strahlstrom 0,25 mA ... 111

Abbildung 80: Zugspannung der geschweißten Mischverbindungen mit verschiedenen Parametern 112

Abbildung 81: Zugspannung von geschweißten Drähten aus Nitinol,Nitinol SE508 und nicht rostendem Stahl (1.4310) sowie Referenzproben aus Reinmaterial und der Vergleich verschiedener Schweißparameter 113

Abbildung 82: Exemplarische Bruchbilder von geschweißten und ungeschweißten Drähten: Material 1.4310 und SE508 115

Abbildung 83: Geschäfteter Draht vor und nach der Zugprüfung 115

Abbildung 84: Zugspannung von geschweißtem Nitinol-Edelstahl-Rohr und reinem Nitinol-Rohr als Referenz mit zusätzlicher Plateauspannung von Nitinol bei etwa 450 MPa..... 116

Abbildung 85: Exemplarische Bilder von geschweißten Nitinol-Edelstahl-Rohren im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung 117

Abbildung 86: Exemplarische Bilder von geschweißten Nitinol-Edelstahl-Rohren mit Längsnaht im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung 118

Abbildung 87: Ergebnisse Zyklische Zugprüfung an Nitinol-Rohr 118

Abbildung 88: Zugspannung und Weg gegenüber Anzahl der Lastwechsel Probe 1 119

Abbildung 89: Zugspannung und Weg gegenüber Anzahl der Lastwechsel Probe 2 120

Abbildung 90: DSC-Kurven von Nitinol rein, rostfreien Stahl 1.4310 rein und Schweißverbindungen aus beiden Materialien 121

Abbildung 91: Schweißvorrichtung für Drähte mit eingelegten und fixierten Drähten unter dem Mikroskop..... 123

Abbildung 92: Außenansicht der und Querschliff der Probe St.2 124

Abbildung 93: Querschliff der Drahtschweißung 0,5 mm mit höherer Schweißgeschwindigkeit 124

Abbildung 94: Geschäftete Drähte vor dem Schweißen. Oben: Geringer Fügespalt. Unten: 0,1 mm Fügespalt. 125

Abbildung 95: Geschäftete Drähte nach dem Schweißen. Oben: Geringer Fügespalt. Unten: 0,1 mm Fügespalt. 126

Abbildung 96: Querschliff der Schweißung der geschäfteten Drähte. Die obere Schweißnaht wurde zuerst ausgeführt 126

Abbildung 97: Härtemapping am Querschliff aus Abbildung 96 127

Abbildung 98: Schematischer Aufbau einer Seite des Überlastschutzes 127

Abbildung 99: Rohteile des Nitinol-Überlastschutzes..... 128

Abbildung 100: Rundschweißvorrichtung für den Nitinol-Überlastschutz 128

Abbildung 101: Geschweißtes Funktionsmuster mit Rundnaht 129

Abbildung 102: Schliffbilder der Rundnaht..... 129

Abbildung 103: Links: Geschweißtes Funktionsmuster mit zusätzlicher Längsnaht. Rechts: Schliffbild einer der vier Längsnähte..... 130

Abbildung 104: Fertiges Funktionsmuster nach dem Schweißen, ohne nachgelagerte Reinigung. 130

Abbildung 105: Untersuchungsstellen an einer Mischverbindung aus Nitinol und nichtrostendem Stahl..... 132

Abbildung 106: Messstelle in der Schweißnaht von links nach rechts - 1,2,3. Probe 35410-A6-01-00 134

Abbildung 107: Messstelle in der Schweißnaht von links nach rechts - 1,2,3. Probe 35410-B-01-00 136

Abbildung 108: Messstelle in der Schweißnaht von links nach rechts - 1,2,3. Probe 35410-C-01-00 138

Abbildung 109: Nichtr. Stahl 1.4310 weich Probe 35420-Kor-01-00 (oben) und 35420-Kor-02-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung 139

Abbildung 110: Nichtr. Stahl 1.4310 hart Probe 35420-Kor-03-00 (oben) und 35420-Kor-04-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung 140

Abbildung 111: Nitinol Probe 35420-Kor-05-00 (oben) und 35420-Kor-06-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung ... 140

Abbildung 112: 1.4310 nichtr. Stahl weich mit Elektronenstrahl gereinigt, Probe 35420-Kor-07-00 (oben) und 35420-Kor-08-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung 141

Abbildung 113: 1.4310 nichtr. Stahl weich mit Elektronenstrahl geschweißt (Blindschweißung), Probe 35420-Kor-09-00 (oben) und 35420-Kor-10-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung 142

Abbildung 114: Links: Probe teilweise isoliert mit Korrosionserscheinungen an der Schnittkante; Mitte: Korrosionspits entlang der Auflagefläche der Spannvorrichtung; Rechts: An den Schnittkanten vollständig isolierte Probe, mit einer mittels 3M 98C-1 Hochtemperaturklebeband (Polyimid) abgeklebten Vorrichtung geschweißt, Kontaktierung erfolgte über die rückseitige Stirnseite am Nitinolblech 143

Abbildung 115: Proben: 1-5 gebeizt 50mm/s 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl; 6-10 gebeizt elektrochemisch in 75 %-iger H_3PO_4 15mm/s 0,2 mm Strahlversatz auf Stahl; 11-15 Nitinol-Stahl Probe, isoliert geschweißt, 15mm/s 0,2 mm Strahlversatz auf Stahl; 16-20 50mm/s 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl; 21-25 elektropoliert vor Schweißen, geschweißt, 15 mm/s 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl; 26-30 elektropoliert vor Schweißen, geschweißt, 50 mm/s 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl 143

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Technische Daten der Mikro-Elektronenstrahlanlage SEM108 51

Tabelle 2: Technische Daten des verwendeten HRXPS-Geräts 53

Tabelle 3: Technische Daten der verwendeten Lichtmikroskope 53

Tabelle 4: Technische Daten des verwendeten Rasterelektronenmikroskops 54

Tabelle 5: Technische Daten des Sekundärteilchen-Massenspektrometers 56

Tabelle 6: Lastaufbringung im Blockverfahren 59

Tabelle 7: Im Projektverlauf verwendete Werkstoffe 64

Tabelle 8: Untersuchte EB-gereinigte Proben 68

Tabelle 9: Tabellarische Zusammenfassung der Elementkonzentrationen 69

Tabelle 10: Messparameter der Photoelektronenspektoskopie 70

Tabelle 11: Verhältnis von Element- und Verbindungskonzentration von Fe und Cr von 1.4301 nach unterschiedlicher Vorbehandlung und Passivierung 72

Tabelle 12: Chrom/Eisen-Verhältnis der mittels XPS untersuchten Probenoberflächen 73

Tabelle 13: Zusammenfassung der Ergebnisse der Reinigungsversuche 77

Tabelle 14: Parameterplan der Schweißungen 86

Tabelle 15: ausgewählte Probenformen der Zugproben nach DIN 50125 95

Tabelle 16: Probenbezeichnung sowie Dicke und Herstellverfahren der untersuchten Zugproben 97

Tabelle 17: Probenbezeichnung sowie Schweißparameter der untersuchten Zugproben im ersten Screening-Versuchsplan 102

Tabelle 18: Probenbezeichnung sowie Schweißparameter der untersuchten Zugproben im zweiten Versuchsplan 103

Tabelle 19: Probenbezeichnung sowie der Angabe des Strahlversatzes der untersuchten Proben 108

Tabelle 20: Schweißparameter des ersten Versuchsumfangs der Drahtschweißungen 123

Tabelle 21: Proben zur Untersuchung des Einflusses des Schweißvorgangs auf die Verunreinigung 132

Tabelle 22: Elementkonzentrationen nach XPS, Probe 35410-A6-01-00 133

Tabelle 23: Elementkonzentrationen nach XPS, Probe 35410-B6-01-00 135

Tabelle 24: Elementkonzentrationen nach XPS, Probe 35410-C6-01-00 137

Tabelle 25: Elektrochemische Charakterisierung der Ausgangsmaterialien 142

Einleitung

Der Einsatz metallischer Werkstoffe in der Medizintechnik ist aufgrund ihrer hervorragenden mechanisch-technologischen Eigenschaften sowie, je nach Werkstoff, sehr guten Korrosionsbeständigkeit und Biokompatibilität, nicht wegzudenken und wird auch in Zukunft von polymeren Werkstoffen nicht verdrängt werden.

Es ist jedoch aufgrund unterschiedlicher Anforderungen an z.B. die Verformungsfähigkeit oder auch aus Kostengründen notwendig, Werkstoffe miteinander zu kombinieren. Schweißen ist prinzipiell als Fügeverfahren gut geeignet, bringt jedoch je nach Fügeteilwerkstoff Herausforderungen hinsichtlich auszuwählender Parameter, Prozessführung sowie deren Auswirkungen auf die Festigkeit und Korrosionsbeständigkeit sowie Sauberkeit (im Sinne der Partikelfreiheit) mit sich. Insbesondere bei der Verbindung artfremder Werkstoffe stoßen (Schmelz)Schweißverfahren oft an ihre Grenzen.

Legierungen aus den beiden Elementen Nickel und Titan im Mischungsverhältnis etwa 1 : 1 (bezogen auf at.-%) gehören zu den sogenannten Formgedächtnislegierungen (FGL). Formgedächtniswerkstoffe zeichnen sich dadurch aus, dass sie bei bestimmten von außen angeregten Umwandlungen definierte Formänderungen vollziehen. Sie werden auch als Nitinol (Ni-Ti-NOL des US-Naval Ordnance Laboratory) bezeichnet. Nickel-Titan-Legierungen sind anderen FGL (z.B. Kupfer-Zink-Aluminium-Legierungen, spezielle Eisen-Mangan-Silizium-Legierungen) in fast allen Formgedächtniseigenschaften überlegen und aufgrund ihrer Biokompatibilität für den Einsatz in der Medizintechnik prädestiniert. (Arnold 2013)

NiTi-FGL finden verbreitet Anwendung als Werkstoffe für Rohrverbinder, Befestigungselemente, Stellelemente und vor allem für Komponenten chirurgischer und interventioneller Instrumente sowie wegen ihrer ausgezeichneten Biokompatibilität und Korrosionsfestigkeit als Implantate (Stoeckel 2001). Für Mikroaktoren sind die hohen Kräfte bzw. Stellwege interessant, beim Bau von mikrochirurgischen Instrumenten nutzt man das pseudoelastische Verhalten und die gute Biokompatibilität der Legierungen aus (Schüßler et al. 1996).

Neben mikrochirurgischen Instrumenten haben sich Stents, s. Abbildung 1, und Implantate aus NiTi-FGL für medizintechnische Anwendungen bewährt. Beispielhafte Anwendungen sind Blutfilter, flexible Punktiernadeln, Greifer, Fangkörbe für laparoskopische Eingriffe, s. Abbildung 1, und Prothesen zum Verschluss von Löchern in der Herzscheidewand. Dabei sind die Anforderungen an die medizintechnischen Produkte höchst anspruchsvoll und müssen die unterschiedlichsten Eigenschaften erfüllen. Hierzu zählen die statische und dynamische Festigkeit, die Biokompatibilität, die Korrosionsbeständigkeit und die Röntgensichtbarkeit. (Gugel 2010).

Die artfremde Verbindung einer Komponente aus einer NiTi-FGL und einer Komponente aus einem nicht rostenden Stahl wird für die Einbindung von FGL-Komponenten in diverse Baugruppen in der Aktorik benötigt. In der Medizintechnik ist die artfremde Verbindung von Interesse, um beispielsweise Führungsdrahtmaterialien zu substituieren (Gugel 2010).

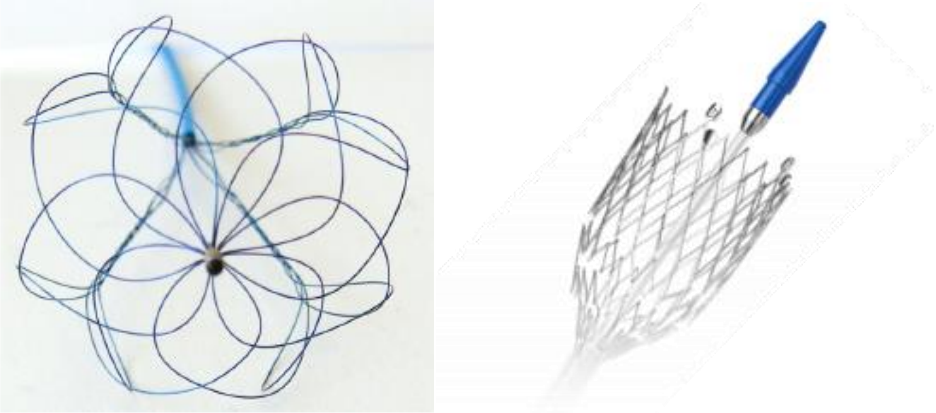


Abbildung 1: Steinfangkörbchen links, selbstexpandierender Nitinol-Stent rechts (EPflex Feinwerktechnik GmbH 2013; medicut Stent Technology GmbH)

Neuere Entwicklungen aus dem Automobilbau setzen verstärkt FGL als Stellelemente ein, um das Gewicht von Stellmotoren einzusparen. Weitere Anwendungen im nicht-medizinischen Bereich finden sich in Dämpfungselementen für Gebäude, in Brillengestellen, Golfschlägern, Angelschnüren sowie selbstregelnden Aktoren. In all diesen Anwendungsbereichen ist es ebenfalls erforderlich, die NiTi-Komponenten entweder mit einander zu verbinden oder in bereits bestehende Baugruppen einzufügen (Gugel 2010).

Während artgleiche NiTi-FGL Verbindungen z.B, durch Laserschweißen mit bis zu 80% der Zugfestigkeit des Grundwerkstoffs hergestellt werden können, bereitet das Verbinden von NiTi mit artfremden Materialien, wie etwa mit nicht rostenden Stählen erhebliche Probleme. Bei der metallurgischen Verbindung dieser Werkstoffe entstehen versprödend wirkende intermetallische Phasen, so dass Schmelzschweißverfahren nur bedingt und nur mit deutlich reduzierten Verbindungseigenschaften eingesetzt werden können (Schüßler et al. 1996).

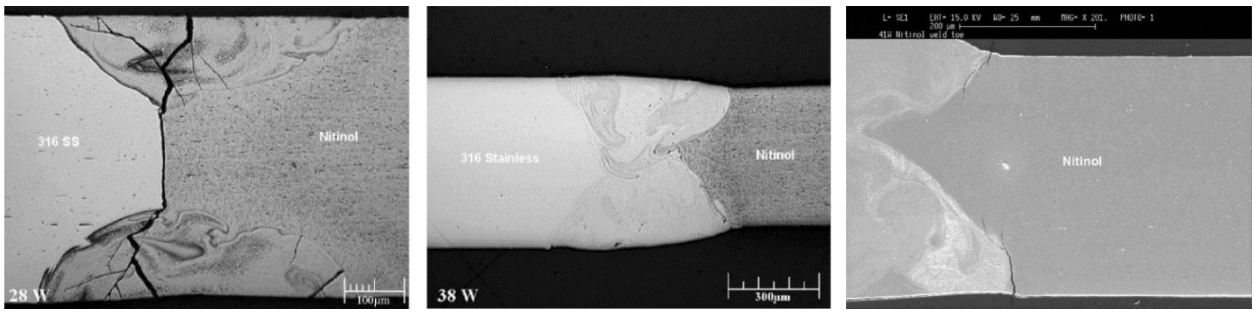


Abbildung 2: links Laserstrahlschweißungen Nitinol 50/50 an 1.4301 ohne Zusatzwerkstoff, mittig Laserstrahlschweißungen Nitinol 50/50 an 1.4301 mit Ni-Zusatzwerkstoff, rechts Heißrisse bei Laserstrahlschweißungen Nitinol 50/50 an 1.4301 mit Ni-Zusatzwerkstoff (Hall 2004)

Neben der Versprödung durch kritische Phasen (FeTi und Fe_2Ti) kann die Versprödung auch durch Reaktionsprodukte aus der Atmosphäre wie Oxide (Ti_4Ni_2O) oder Nitride oder die dendritische Erstarrungsstruktur hervorgerufen werden. Auch die Heißrissneigung führt zu einer deutlichen Reduzierung der erreichbaren Festigkeiten, Abbildung 2.

Bisherige Lösungsansätze zum Fügen von Nitinol mit nicht rostenden Stählen wiesen alle individuelle Probleme oder Nachteile auf. Bei mechanischen Fügeverfahren wie Nieten, Crimpen oder Klemmen von Nitinol-FGL und nicht rostenden Stählen sind die geringen ertragbaren Zugkräfte,

der relative große Bauraum der Verbindungen sowie das erhöhtes Gewicht der Verbindung problematisch. Ein Lösen der Verbindungen im Betrieb der FGL besonders bei thermomechanischer, zyklischer Be- und Entlastung stellt ein weiteres Problem dieser Verbindungen dar (Gugel 2010).

Auch das Kleben und Löten von FGL wurde untersucht. Diese Fügeverfahren bieten zwar ebenso wie die mechanischen Verfahren die Möglichkeit, unterschiedliche Querschnitte miteinander zu verbinden, haben sich bisher in der medizinischen Anwendung aber nicht durchsetzen können. Der Grund hierfür sind Bestandteile in den Klebstoffen und Loten, die als toxisch gelten. Beim Löten werden flusssäurehaltige Flussmittel, die gesundheitsschädlich sind, zum Auflösen der TiO_2-Schicht eingesetzt. Daher kommen diese Fügetechniken in der medizintechnischen Anwendung nicht zum Einsatz. In der Aktorik spielt die Biokompatibilität in den meisten Fällen nur eine untergeordnete Rolle. Jedoch sind die Löt- und Klebverbindungen durch die Schmelztemperatur des Lots bzw. des Erweichungsintervals der Klebverbindung begrenzt, so dass der Einsatz bei thermisch aktivierten FGL nicht problemlos möglich ist (Gugel 2010).

Der Einsatz gepulster Laser ohne (oder mit) Strahlformung - außermittig zum Stoß positioniert - führt zu einem fehlerfreien Schweißergebnis, das aber sowohl einen ausgeprägten intermetallischen Phasensaum als auch eine deutliche Kornvergröberung aufweist, Abbildung 3 (Gugel und Theisen 2009). Weiterhin ist eine Verschiebung der Strahlachse zur einer Werkstoffseite aus geometrischen Gründen nicht immer möglich.

Ein weiterer Ansatz ist das Laserstrahlschweißen mit Zusatzwerkstoff, z.B. Nickel oder Tantal, der vor dem Schweißen und die Fügezone eingelegt wird (Miranda 2013). Dies ist mit einem deutlichen Mehraufwand verbunden und verhindert ebenfalls nicht das Ausbilden einer spröden Zone intermetallischer Phasen.

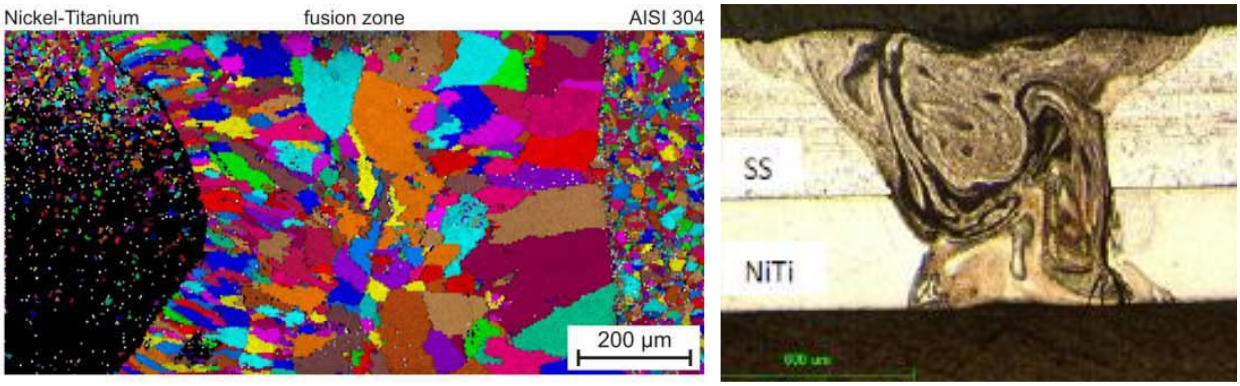


Abbildung 3: links: Korngrößenverteilung bei einer Nitinol 50,8/49,2 - nichtrostender Stahl Schweißung. Die Schweißung wurde ohne Zusatzwerkstoff und mit einer Verschiebung des Schmelzbades zu 70% der Schmelzbadbreite zum Nitinol hin ausgeführt (Gugel und Theisen 2009). Mitte und Rechts: I-Stoß an einer Überlappnaht bei einer Nitinol 43,6/56.4 - nichtrostender Stahl Schweißung mit gepulsten Laserstrahl und eingelegter Nickelfolie als Zusatzwerkstoff, in der Mitte liegt der Stahl oben, auf dem rechten Bild das Nitinol (Miranda 2013).

Reibschweißen von Nitinol/Edelstahl, führt zu einer starken Einschränkung möglicher Geometrien (Zuckschwerdt et al. 2000). Plasmastrahlschweißen zeigt sich für das artfremde Schweißen von Nitinol und nicht rostenden Stahl aufgrund seiner starken Kornvergröberung ebenfalls als nicht geeignet. (Vondrous et al. 2012).

Daher ergibt sich die Problemstellung, dass es derzeit kein Fügeverfahren gibt, mit dem Nitinol und nicht rostende Stähle mit zufriedenstellenden Eigenschaften gefügt werden können (Zuckschwerdt et al. 2000; Kelkar 2006)

Grundlagen und Stand der Technik

Nitinol

Als NITINOL-Legierungen werden nahezu stöchiometrisch zusammengesetzte Nickel-Titan-Legierungen bezeichnet, die den Formgedächtniseffekt (FGE) aufweisen. Dieser Effekt wurde Ende der fünfziger Jahre am Naval Ordnance Laboratory in den USA entdeckt und die ihn aufweisenden Nickel-Titan-Legierungen NITINOL genannt. Nitinol-Legierungen kehren nach einer plastischen Verformung in ihre ursprüngliche Gestalt zurück, wenn man sie erwärmt. Dieselben Materialien können in einem bestimmten Temperaturbereich bis annähernd 10% gedehnt werden und kehren bei Entlastung ebenfalls in ihre Ausgangsform zurück. Das thermische Formgedächtnis (Shape Memory) und das mechanische Formgedächtnis (Superelastizität) sind das Ergebnis einer thermoelastischen, martensitischen Umwandlung im festen Zustand“ (Stoeckel 2001).

Zum Verständnis der thermoelastischen, martensitischen Umwandlung sowie des Formgedächtniseffektes und der Superelastizität wird auf die Ausführungen z.B. in (Stoeckel 2001) verwiesen, es wird hier nicht vertiefend auf diese Aspekte eingegangen.

„Superelastische Bauteile sind heute vor allem in der Medizintechnik weit verbreitet. Dieser Industriezweig stellt das größte Wachstumspotential für Nitinol dar. Einfache Bauteile sind Drahtbiegeteile, die gestreckt durch Kanülen, Katheter oder andere Zuführinstrumente in den Körper eingebracht werden und dort elastisch in ihre Ausgangsform zurückkehren. Eines der frühesten Beispiele sind Lokalisierungshaken für die Tumorbiopsie. Die Herstellung erfolgt auf einfache Weise durch Wickeln von vorverformtem Draht auf eine entsprechende Vorrichtung, Wärmebehandlung der Anordnung und anschließendes Trennen und Vereinzeln der Teile, Abbildung 4. Bei der Wärmebehandlung wird wiederum sowohl die Form eingestellt als auch die Superelastizität induziert“ (Stoeckel 2001).

„Komplexere Instrumententeile werden vielfach durch Drahterosion vorverformter Rohlinge hergestellt. In Abbildung 5 ist schematisch die Funktionsweise einer gelenklosen Fasszange dargestellt, wie sie in der Laparoskopie verwendet wird. Es handelt sich um ein monolithisches Teil, das wegen des Fehlens von Schrauben, Stiften und anderer Einzelteile leicht zu reinigen und sterilisieren ist. Durch Vor- und Zurückschieben eines Überrohres wird die Zange geschlossen und geöffnet. Zur Herstellung wird ein vorverformter Drahtabschnitt profilgeschliffen und die Zangenkontur drahterodiert. In einer Vorrichtung wird die geöffnete Zangenform eingespannt und wärmebehandelt, wobei auch hierbei sowohl die Form als auch die Eigenschaften eingestellt werden“ (Stoeckel 2001).

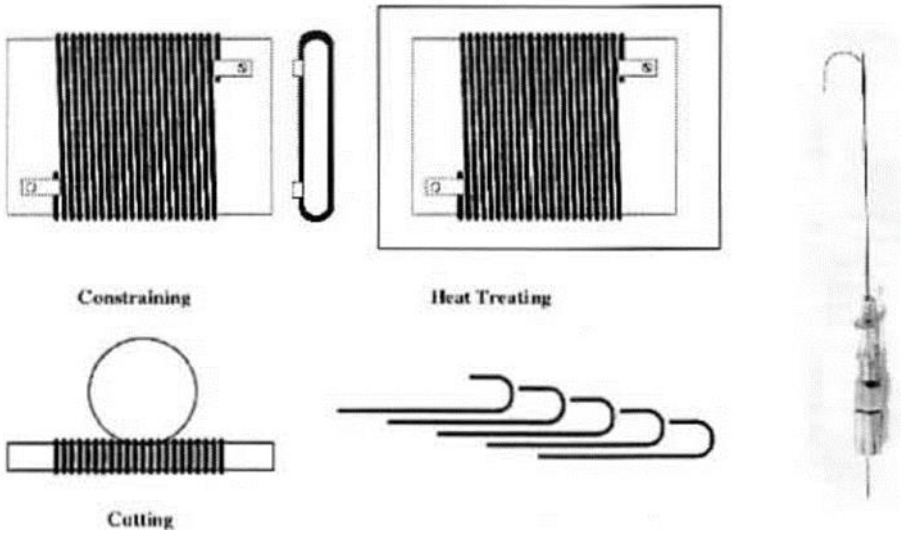


Abbildung 4: Herstellung superelastischer Lokalisierungshaken (Stoeckel 2001)

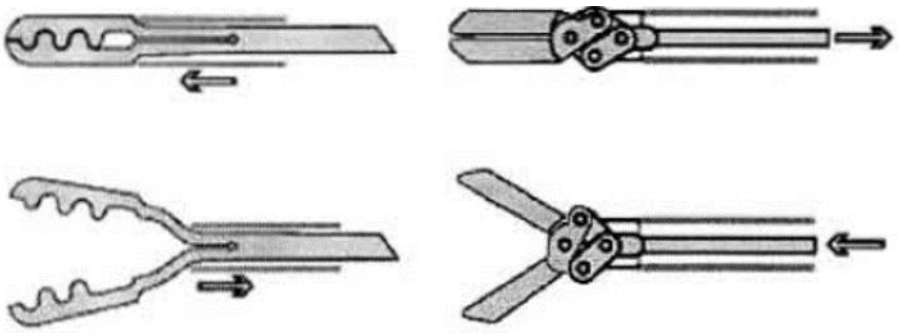


Abbildung 5: Gelenklose Instrumente (Stoeckel 2001)

„Die wohl erfolgreichste Anwendung superelastischer Nitinol Legierungen sind selbstexpandierende Stents. Stents sind Gefäßstützen, die Blutgefäße und andere Gefäße im Körper offen halten. Sie werden in Kathetern im komprimierten Zustand in das Gefäß eingebracht und an der zu behandelnden Stelle aus dem Zuführsystem geschoben. Sie dehnen sich dabei elastisch oder durch den Shape Memory Effekt aus bis sie die Gefäßwand berühren und eine weitere Ausdehnung behindert wird. Stents werden im Allgemeinen durch Laserschneiden aus Nitinolrohren hergestellt. Nach dem Schneiden werden sie auf Dornen aufgedehnt und wärmebehandelt. Dabei wird die Umwandlungstemperatur auf ca 30°C eingestellt. Abbildung 6 zeigt Stents im geschnittenen und eine Ausführungsform im aufgedehnten (Funktions-) Zustand“ (Stoeckel 2001).

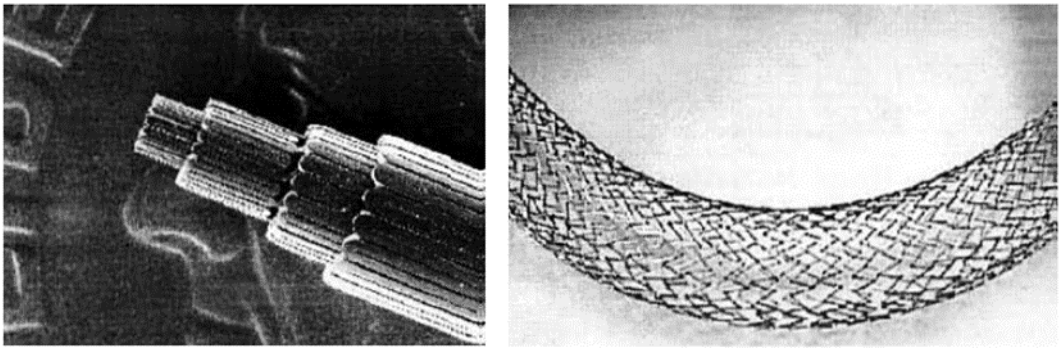


Abbildung 6: Stents im lasergeschnittenen (li.) und aufgedehnten Zustand (re.) (Stoeckel 2001)

Nichtrostende Stähle (Edelstähle)

In der Medizin, z. B. für chirurgische Instrumente, wird hauptsächlich ein hochlegierter Stahl mit 17-20% Chrom, 12-14% Nickel und 2-4% Molybdän (AISI-Bezeichnung: 316L) verwendet. Durch den niedrigen Kohlenstoffgehalt von max. 0,03% wird die Ausscheidung von Chromkarbid an den Korngrenzen verhindert und somit die Beständigkeit gegen interkristalline Spannungsrisskorrosion erhöht. Durch Zulegieren von 2-4 Gew.% Molybdän wird die Beständigkeit gegen Spannungsrisskorrosion weiter erhöht. In jüngerer Zeit wurden Duplexstähle (25Cr-7Ni-4Mo-N) für medizinische Anwendungen untersucht. Diese weisen einen höheren Molybdän- und Stickstoffgehalt als austenitische Stähle auf und sind somit beständiger gegen Lochfrass- und Spaltkorrosion. Die Korrosionsbeständigkeit der Chrom-Nickel-Stähle beruht im wesentlichen auf der Bildung eines dünnen Passivfilms (1-5 nm) auf der Werkstoffoberfläche, der eine allgemeine Korrosion in der Regel verhindert. Bei Vorliegen von lokalen mechanischen Oberflächenzerstörungen, Heterogenitäten oder Verunreinigungen kann dieser Passivfilm durchbrochen werden (Wintermantel & Ha, 2008).

Artgleiche Schweißungen von Nitinol mit Nitinol

Untersuchungen zum Laserschweißen von reinen Nitinol-Legierungen haben gezeigt, dass durch geeignete Auswahl der Parameter eine Verbindung mit 80% der Zugfestigkeit vom Ausgangsmaterial mit einem duktilen Bruchverhalten erreicht werden kann (Haas 1996). Das pseudoelastische Verhalten entspricht dabei nahezu dem von massiven Bauteilen (Schloßmacher et al. 1994; Haas und Schüßler 1995).

Andere Veröffentlichungen zeigen ebenfalls, dass Laserschweißprozesse zu reduzierten Festigkeiten führen und spröde intermetallische Phasen entstehen. Zudem verändert es das pseudoelastische Verhalten wie auch den Form-Gedächtniseffekt (Tam et al. 2011).

Weitere Untersuchungen an mit Laser geschnittenen Nitinol-Stents im Vergleich zu Draht-geformten Stents weisen darauf hin, dass Laserschweißen zu einer niedrigeren Korrosionsbeständigkeit führt (Decker et al. 2011; Haider und Munroe 2011).

Die Abnahme der Zugfestigkeit und der Dehnung werden durch Ausscheidungen an den Korngrenzen. Kornvergrößerung und die dendritische Erstarrung hervorgerufen. Beim Laserstrahlschweißen artgleicher Nitinol-FGLen kann dies eine Abnahme der Zugfestigkeit um bis zu 50% im Vergleich zum Grundwerkstoff bedeuten (Vondrous et al. 2012).

Die hohe Affinität von Titan zu Sauerstoff und Stickstoff ist die Ursache für die Bildung von Oxiden vom Typ TiO_2 bzw. Nitriden vom Typ TiN. Wird der Werkstoff oberhalb von 500°C erhitzt, reduziert sich der Widerstand gegen Oxidation und es kommt zur Bildung der oxidischen Phase TiO_2 sowie zur interstitiellen Aufnahme von Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff aus der Atmosphäre. Dies muss beim Schweißen berücksichtigt werden, indem geeignete Maßnahmen zum Schutz vor Oxidation getroffen werden, da bereits geringe Mengen an Oxiden zu einer nennenswerten Reduktion der Festigkeit führen können (Gugel 2010; Vondrous et al. 2012).

Eine Versprödung der Schweißnaht kann zum einen durch Verunreinigungen aus der Atmosphäre zum anderen aber auch durch unzureichend gesäuberte Ausgangsmaterialien hervorgerufen werden. Schweißen von Titanwerkstoffen erfolgt daher generell unter Vakuum bzw. unter einer Schutzgasatmosphäre, die die gesamte Schweißnaht schützt. Hierbei kommen vorwiegend Schutzgase wie Argon oder Helium zu Einsatz. Die Güte der Schutzgasatmosphäre bzw. der Grad der Oxidation kann anhand der Anlauffarben bestimmt werden. Sind die Anlauffarben silber- oder heufarben ist der Oxidationsschutz ausreichend, färbt sich die Oberfläche hingegen hellblau bis weiß ist der Schutz vor Oxidation unzureichend und ist im Regelfall mit verminderten mechanischen Eigenschaften verbunden.“ (Gugel 2010)

Das artgleiche Schmelzschweißen von Nitinol mit Nitinol weist somit folgende Probleme auf:

- Die unterschiedlichen thermomechanischen Eigenschaften von Nickel und Titan (z.B. Schmelzpunkte, Wärmeleitfähigkeit) verlangen bei der Herstellung der Legierung einen sehr exakten Prozess, der im Vakuum stattfinden muss.
- Die Eigenschaften der Nitinol-FGL wie z.B. die Phasenübergangstemperatur hängen von der chemischen Zusammensetzung ab. Selbst geringe Abweichungen führen zu einem veränderten Schweißverhalten
- Titan ist sehr reaktiv in Verbindung mit Sauerstoff und Stickstoff und kann zu Ausbildung spröder Phasen (z.B. TiO_2, TiN_2) führen.
- Beim Schweißen können die spröden intermetallischen Phasen $NiTi_2$, Ni_4Ti_3, Ni_4Ti_2 entstehen (Vondrous et al. 2012)

Artfremde Schweißungen von Nitinol mit nichtrostenden Stählen

Wie bereits in der Einleitung ausgeführt, ist für die artfremde Schweißung von Nitinol mit nicht rostenden Stählen von den untersuchten Fügeverfahren das Laserstrahlschweißen das bisher am besten geeignete. Hierbei werden drei unterschiedliche Ansätze der Verfahrensmodifikation eingesetzt. Dies sind

- das Laserstrahlschweißen mit Strahlversatz in Richtung des Nitinol-Fügepartners
- das gepulste Laserstrahlschweißen mit Pulsformung und
- das Laserstrahlschweißen mit Zusatzwerkstoff

sowie Kombinationen der drei Verfahrensmodifikationen.

Laserstrahlschweißen mit Strahlversatz in Richtung des Nitinol-Fügepartners

Aus der Überlegung heraus, die spröden Phasen weitestgehend zu reduzieren, wird versucht, die Schmelzbadzusammensetzung durch Verlagerung des Laserspots hin zur NiTi-Komponente gezielt zu beeinflussen. Hierdurch wird eine Steigerung der Festigkeiten mit steigenden Anteilen an Nickel und Titan erreicht (Stark 2013; Gugel 2010).

Die Schmelzzone weist nach dem Fügen eine Kristallstruktur vom Typ B2 auf. Mit Ausnahme der lokalen Steigerungen der Elemente Eisen und Chrom zeigt die Schmelzzone eine (Fe,Ni)Ti Struktur. Die Bildung der spröden Phase Fe_2Ti kann bei der Herstellung von Fügeverbindungen mittels Schmelzschweißverfahren nicht unterbunden werden, kann aber durch geringe Schmelzbadvolumina und den damit verbundenen höheren Abkühlgeschwindigkeiten reduziert werden. Die Phase vom Typ Fe_2Ti bildet sich als durchgängige Grenzfläche auf der Stahlseite und trägt zusätzlich zur Verminderung der Festigkeiten der Verbindung bei. Bei Mikrodrähten kann ein Verbund mit entsprechenden Festigkeiten erzeugt werden, so dass der Verbund von den FG-Eigenschaften der NiTi-Komponente profitieren kann. Unter zyklischer Beanspruchung zeigen die Verbunde ein dem Ausgangsmaterial ähnliches mechanisches Verhalten.

Im Fall von Blechverbindungen ist zwar eine Steigerung der Festigkeiten zu beobachten, aufgrund der Probengeometrie als auch des Schmelzbadvolumens erreichen die Verbindungen jedoch nicht die Plateauspannung und zeigen weder in der Schmelzzone noch im NiTi-Grundmaterial eine martensitischen Umwandlung. Bei größeren Schmelzbadvolumina ist eine erfolgreiche Verbindung der Materialkombination von NiTi-Formgedächtnislegierungen und Stählen vermutlich nur mit geeigneten Zusatzwerkstoffen möglich (Gugel 2010).

Gepulste Laserstrahlschweißen mit Pulsformung

Es gibt beim gepulsten Laserstrahlschweißen eine untere Energieschwelle, unter der Schweißungen nicht möglich sind. Längere Pulse sorgen für eine bessere Durchmischung im Schweißgut (Quintino und Miranda 2012). Dies bestätigt auch Vannod (Vannod 2011).

Durch angepasste Schweißparameter, geschickte Auswahl der Pulsform und besonders einer Laserstrahlpositionierung auf NiTi konnten Mischverbindungen aus Cr-Ni-Stahl mit NiTi FGL prozesssicher und rissfrei gefügt werden. Obwohl die NiTi- und Stahlbleche sich poren- und rissfrei schweißen lassen, bestätigten die REM-Untersuchungen, dass in der Schweißnaht ein hoher Gehalt an Eisen zu finden ist, was die Bildung von spröden intermetallischen Phasen nicht unterdrücken lässt. Neben der spröden intermetallischen Phase Fe_2Ti haben die Entfestigungen durch TiO und Karbide große Wirkung auf die Verbindungseigenschaften.

Ein weiterer negativer Einfluss auf die Festigkeitskennwerte ist das größere Schmelzbadvolumen. Dabei wurde festgestellt, dass die Festigkeit mit der Laserstrahlpositionierung auf NiTi deutlich gesteigert werden konnte, was aber für die relevante industrielle Anwendung nicht zu empfehlen ist (Stark 2013).

Laserstrahlschweißen mit Zusatzwerkstoff

Beim artfremden Schweißen von Nitinol mit nichtrostenden Stählen bestimmt die Zusammensetzung des Schweißgutes die Sprödigkeit der Schweißnaht. Die Verwendung von Nickelzusatzwerkstoff vermindert die Ausbildung der spröden intermetallischen Phasen Fe_2Ti, da die primäre Erstarrung in Form von FeNi und Ni_3Ti erfolgt. Sind im Schweißgut mehr als 40% Nickel oder Eisen und weniger als 45% Titan ist das Gefüge weniger rissanfällig. (Miranda 2013)

Die erfolgreiche Verwendung von Zusatzwerkstoffen zeigte bereits die Arbeit von Wang (Wang 1997). Für die Verbindung von Drähten aus NiTi und NiCr22Mo9Nb verwendete er Tantal als Zwischenschicht und konnte die Festigkeiten der Verbindungen von σ_{max} = 333 MPa ohne Zusatzwerkstoff auf σ_{max} = 520 MPa steigern.

Die Arbeit von Hall et al. befasst sich mit dem Laserfügen von Nitinol und Stahl unter der Verwendung von Zusatzwerkstoffen (Hall 2004). Um die optimale Schmelzzonenzusammensetzung zu ermitteln stellte er 50 Versuchsschmelzen mit unterschiedlichen Volumenanteilen an der NiTi-Legierung und der Stahl-Komponente her und testete sie mit einem Kugelhammer auf ihr Versagensverhalten. Für die Schweißversuche mit Zusatzwerkstoff wurde Nickel ausgewählt. Der Zusatzwerkstoff wurde in Form einer dünnen Nickel-Folie zwischen die Drähte platziert und verschweißt. Die mit den gewählten Parametern hergestellten artgleichen Verbindungen erzielten Bruchspannungen von σ_{max} = 802 MPa. Die artfremden Verbindungen ohne Zusatzwerkstoff zeigten aufgrund der Rissbildung unmittelbar während des Schweißprozesses in den Untersuchungen keinerlei Festigkeit. Mit einer Steigerung des Nickel-Gehalts in der Schmelzzone auf 61 At.-% Ni konnten die Festigkeiten hingegen bis auf σ_{max} = 586 MPa erhöht werden (Gugel 2010).

(Mikro)Elektronenstrahlschweißen

Das Elektronenstrahlschweißen hat sich als Fügeverfahren im Makrobereich längst industriell etabliert, wobei seit Anfang an in der Geschichte des Elektronenstrahls auch Feinschweißungen durchgeführt wurden. Die Anlagentechnik im Mikro/Feinwerktechnikbereich und Makrobereich unterscheidet sich nur gering, Abbildung 7 und Abbildung 8.

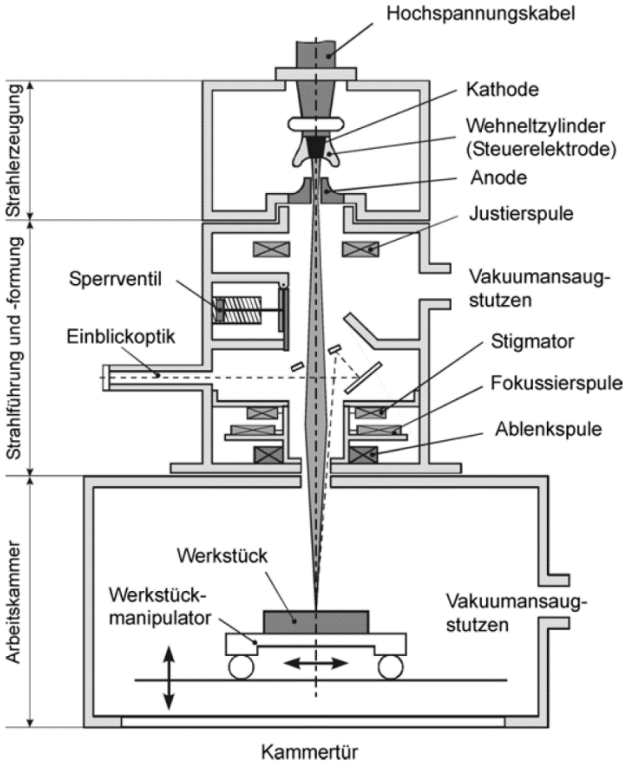


Abbildung 7: Prinzipieller Aufbaueiner makroskopischen Elektronenstrahl-Schweißmaschine (Dilthey 2006)

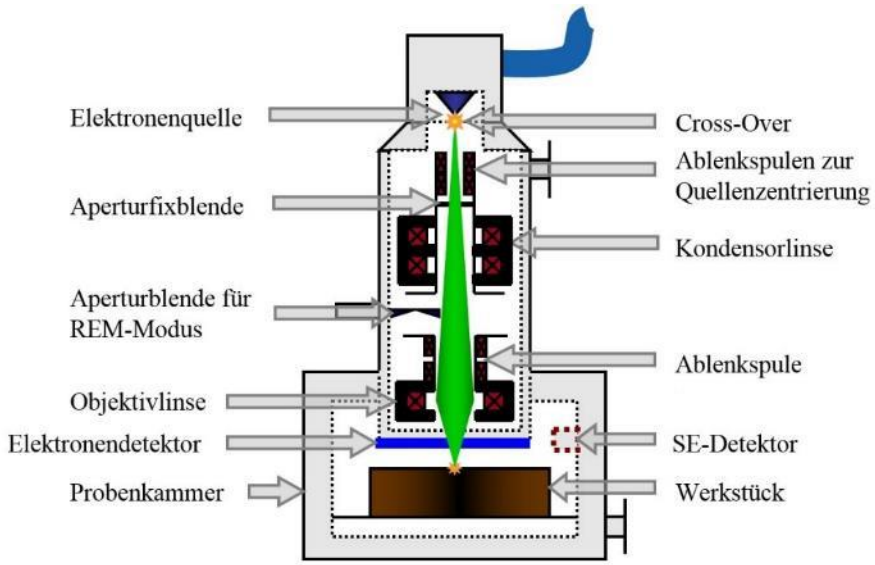


Abbildung 8: Prinzipieller Aufbau einer Mikro-Elektronenstrahlanlage (Böhm et al. 2008)

Die Vorteile des Elektronenstrahlschweißens (Miko/Makro) sind:

- Das Schweißen mit dem Elektronenstrahl findet im Vakuum statt und bietet somit optimalen Schutz vor Verunreinigungen.
- Alle Parameter des Werkzeugs Elektronenstrahl sind elektrische Größen, sodass sie sich mit der Geschwindigkeit und Genauigkeit elektrischer Größen einstellen und regeln und auch sehr gut überwachen lassen.
- Der Elektronenstrahl lässt sich im µm-Bereich genau positionieren und seine Bewegung kann exakt dem Nahtverlauf angepasst werden
- Das Werkzeug Elektronenstrahl kann bei entsprechender Elektronensäule nahezu beliebig klein werden und verschiedenste Prozesse durchführen, sodass sich die Prozesse ohne den sonst üblichen Werkzeug- oder Anlagenwechsel nacheinander durchführen lassen.
- Durch die elektromagnetische, trägheitsfreie Ablenkung ist der Elektronenstrahl mehrprozess- und mehrstrahlfähig. Der Elektronenstrahl kann in Strahlrichtung gewobbelt und in X/Y-Richtung beliebig abgelenkt werden, Abbildung 9.
- Am Markt verfügbare Mikroelektronenstrahlschweißanlagen verfügen über die Möglichkeit, die rückgestreuten Elektronen zum Beobachten des Prozesses zu nutzen (REM-Funktionalität)

Hierbei dient der Einsatz der Mehrstrahl- und Mehrprozesstechnik zur Lösung von Aufgaben, die sich im Umfeld des Elektronenstrahlschweißens ergeben. Dazu gehört die automatische Nahtsuche genauso wie das Härten, das Vorwärmen oder das Anlassen des Werkstücks. Insbesondere die Nutzung Bild gebender Informationen vor dem Schweißen (Positionieren), während des Schweißens (Nahtsuche) und nach dem Schweißen (Inspektion, QS-Aufgaben) wird beim Elektronenstrahlschweißen zunehmend wichtiger (Böhm et al. 2008).

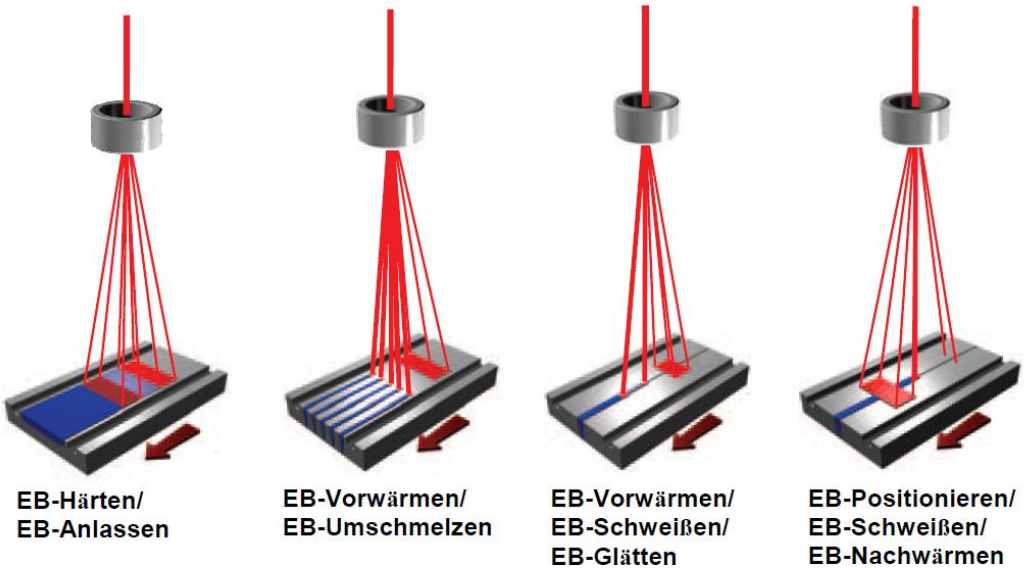


Abbildung 9: Mehrprozesstechnik beim Elektronenstrahlschweißen mit verschiedenen, möglichen Prozessen und Kombinationen daraus (Böhm et al. 2008)

Alle möglichen Arten der Prozessführung werden dabei über die sogenannte „schnelle Strahlablenkung“ realisiert. Diese ermöglicht es, den Strahl mit Frequenzen bis in den einstelligen MHz-Bereich abzulenken und damit extrem schnell von Bearbeitungsstelle zu Bearbeitungsstelle zu springen und die Fokuslage anzupassen, sodass eine Bildgebung oder metallurgische Beeinflussung des Werkstoffs an mehreren Stellen quasi simultan erfolgen kann. Grenzen liegen dabei nur in der verwendeten Elektronik zur Ansteuerung des Ablenk-Spulenpaars und dem Spuelnpaar selbst, da der Elektronenstrahl selbst ein nahezu trägheitsloses Werkzeug darstellt. (Dilthey 2006)

Marangoniströmung

Wie bereits ausgeführt worden ist, ist der Grad der Durchmischung des Schweißgutes ein Maß für die Qualität der Schweißverbindung von Nitinol mit nichtrostenden Stählen. Deshalb wird im Folgenden der Einfluss der Marangoniströmung auf die Durchmischung dargestellt,

Wird der Werkstoff aufgrund der absorbierten Energie der Strahlung aufgeschmolzen, so kommt es zu Konvektionsströmungen im Schmelzbad, die auf den Temperaturgradienten an der Schmelzbadoberfläche zurückzuführen sind. Die Konvektion im Schmelzbad ist als Marangoniströmung bekannt (Beyer 1995) und wurde von Arata mit einer röntgenografischen Methode untersucht (Beck 1996). Die Beobachtung einzelner in das Schmelzbad eingebrachter Partikel aus Wolframkarbid zeigt deren komplizierte Bewegung durch das gesamte Schmelzbad im Nachlauf der Dampfkapillare. Die dabei erreichten Geschwindigkeiten sind um ein Vielfaches höher als die eigentliche Vorschubgeschwindigkeit (Beck 1996).

Unter der Voraussetzung einer Intensitätsverteilung mit einem Maximum im Strahlzentrum entsteht an der Oberfläche des Schmelzbades ein Temperaturgradient in radialer Richtung, d.h. im

Zentrum des Schmelzbades ist die Temperatur höher als im Randbereich (Poprawe 2005), Abbildung 10. Der Temperaturgradient hat einen Oberflächenspannungsgradienten zur Folge, da die Oberflächenspannung σ mit der Temperatur variiert. Für den Gradienten von σ gilt

$$\tau = \frac{\partial \sigma}{\partial T}\frac{\partial T}{\partial x} \qquad \text{(Formel 1)}$$

wobei x von der Schweißbadmitte zum Rand angetragen wird. Durch die Abhängigkeit der Oberflächenspannung von der Temperatur bildet sich eine Strömung aus. Da die Temperaturverteilung über dem Schmelzbad $\partial T / \partial x$ gegeben ist, hängt die Strömungsrichtung vom Temperaturgradienten der Oberflächenspannung ab. Ist $\partial \sigma / \partial T$ negativ, ergibt sich an der Oberfläche eine Strömung von der Schweißbadmitte (hohe Temperatur) zum Rand (niedrige Temperatur); ändert sich das Vorzeichen von $\partial \sigma / \partial T$ kehrt sich die Strömung um, Abbildung 11.

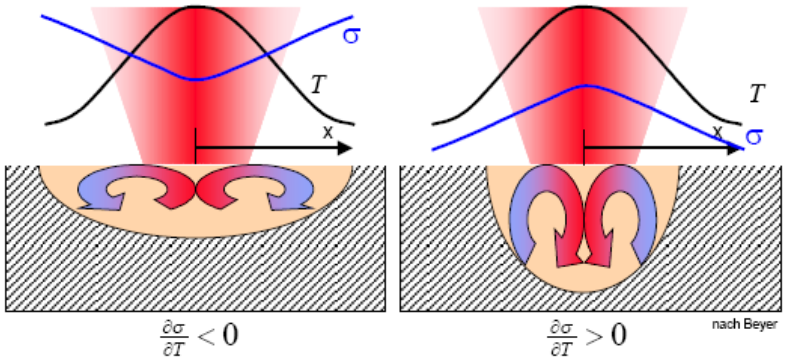


Abbildung 10: Marangoni-Strömung in Abhängigkeit der Oberflächenspannung (Härtl und Zäh 2002)

Für $\partial \sigma / \partial T < 0$ resultiert aus dem Temperaturfeld an der Oberfläche eine Spannungsverteilung mit kleinen Werten in der Mitte und großen Werten im Randbereich des Schmelzbades. Dieser Gradient verursacht eine oberflächennahe Schmelzbadströmung vom Zentrum zum Rand hin. Scherkräfte führen am Rand zu einer Strömung entlang der Solidus-Liquidus-Linie. In der Mitte des Schmelzbades treffen die Strömungen aufeinander und steigen zur Oberfläche. Auf diese Weise entstehen im Schmelzbad zwei charakteristische Strömungswirbel. Die nach außen gerichtete Strömung führt zu einer Deformation des Schmelzbades, Abbildung 11 und Abbildung 11. Die Strömungsgeschwindigkeit der Schmelze liegt im Bereich von mehreren Metern pro Sekunde (Poprawe 2005).

Die Oberflächenspannung und deren Temperaturabhängigkeit werden durch die Legierungs- und Begleitelemente bestimmt. Bei Stahl führen z.B. die Elemente Sauerstoff und Schwefel zu einer signifikanten Senkung der Oberflächenspannung. In seltenen Fällen kann ein positiver Gradient entstehen, so dass sich die Richtung der Konvektionsströme umkehrt. Für Metalle und deren Legierungen gilt aber in der Regel $\partial \sigma / \partial T < 0$ (Poprawe 2005; Härtl und Zäh 2002; Dilthey et al. 2008).

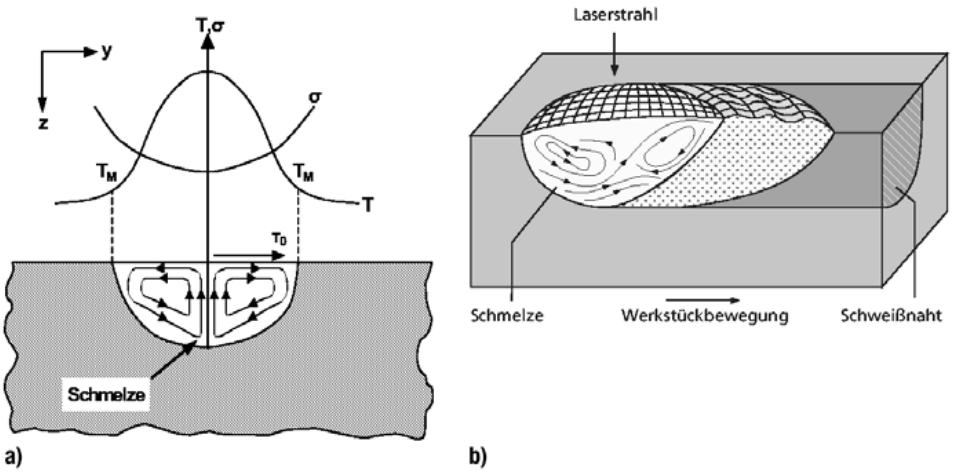


Abbildung 11: Schematische Darstellung der Schmelzbadströmung für dσ/dT < 0 beim Laserstrahlumschmelzen, (a) Querschnitt des Schmelzbades, (b) Längsschnitt des Schmelzbades (Poprawe 2005)

Die Fokusposition beim Laser- und Elektronenstrahlschweißen beeinflusst die Energiedeposition in der Dampfkapillare und somit das Aussehen der Dampfkapillare und des Schmelzbads und beeinflusst die konvektive Wärmeströmung (Stone et al. 2000). Eine Erhöhung der Laserleistung und eine Verringerung des Strahldurchmessers verstärken die Marangoni-Konvektion; die rotierenden Bereiche werden stärker an den Rand des Schmelzbads verdrängt. Die Konvektionstiefe geht mit steigender Laserleistung zurück und nimmt mit einer Verkleinerung des Strahldurchmessers zu (Beck 1996; Limaneevichtr und Kou 2000).

Bei Metallen mit schlechter Wärmeleitfähigkeit wie Messing, Titan oder Eisenwerkstoffen bilden sich seitlich der Kapillare nur dünne Schmelzfilme aus, durch die der gesamte vor der Kapillare aufgeschmolzene Werkstoff fließen muss. Dadurch kommt es dort zu hohen Geschwindigkeiten, die das Mehrfache der Schweißgeschwindigkeit betragen (Beck 1996). Dieser Effekt ist umso ausgeprägter, je höher die Schweißgeschwindigkeit ist. Es entsteht geradezu ein Flüssigkeitsstrahl innerhalb der Schmelze. Bei hohen Schweißgeschwindigkeiten tritt dieser Effekt deutlich in Erscheinung. Aus der resultierenden schlanken und langen Gestalt des Schmelzbades kann man folgern, dass der Wärmetransport in diesem Flüssigkeitsstrahl entscheidend für die resultierende Schmelzbadgestalt ist.

Auch beim Tiefschweißprozess mit Laserstrahlung kann die Schmelzbadgeometrie durch den Einfluss von Oberflächenspannungsgradienten verändert werden kann. Allerdings ist bei tiefen Schweißungen und einer Fokuslage die Geometrieänderung auf einen oberflächennahen Bereich begrenzt. Dort treten in der Schmelze heftige Wirbel auf. Typisch sind Wirbel zu beiden Seiten der Kapillare, die sich im hinteren Teil des Schmelzbades zu einem großen Wirbel vereinigen. In diesem Wirbelsystem wird Wärme zum großen Teil konvektiv durch die Strömung transportiert. *Berger* weist aber auch darauf hin, dass die temperaturabhängigen Oberflächenspannungsgradienten für die Schmelzbadgeometrie verantwortlich sind (Berger 2007).

Eigene Vorarbeiten im Rahmen der Antragstellung

Im Rahmen des abgeschlossenen AiF IGF Vorhabens 16.517 N: Einsatz der Mehrfokustechnik beim Laser- und Elektronenstrahlschweißen zur Beeinflussung der Schmelzbaddynamik am Beispiel ausscheidungshärtender heißrissempfindlicher Nickelbasis-Superlegierungen (FokuWob) konnte erfolgreich nachgewiesen werden, dass beim Elektronenstrahlschweißen durch eine Kombination einer Strahlpendelung mit überlagertem Fokuswobbeln die Durchmischung im Schweißgut dermaßen verbessert wurde, dass es zu einer deutlichen Kornverkleinerung und einer Unterdrückung von Heißrissen bei Nickelbasislegierungen kam (Seefeld und Pries 2012). Da dieses Projekt vom Leiter der FE 1 in Braunschweig beantragt und begonnen wurde, ist es unter den „eigenen Vorarbeiten“ aufgeführt. Obwohl dieses Projekt bei Nickelbasis Superlegierungen und Blechdicken zwischen 5 und 20 mm angesiedelt war, sind die Ergebnisse der gezielten Durchmischung auf das Schweißen von Nitinol-Stahl Verbindungen im Submillimeterbereich übertragbar.

Die Anwendung der dynamischen Mehrfokustechnik mit geringem Fokushub von f_H = 10 mm bei einer geringen Frequenz von f_{Wob} = 500 Hz zeigte im Rahmen des genannten Projektes den größten Einfluss auf die Durchmischung und die Vermeidung von Rissen. Jedoch konnte mit Hilfe des alleinigen Mittels der Mehrfokustechnik keine vollständig heißrissfreien Schweißnähte hergestellt werden. Der Elektronenstrahl wurde deshalb zusätzlich zur dynamischen Mehrfokustechnik mit einer lateralen Strahlpendelung moduliert. Mit Hilfe dieser EB-Schweißmethode konnten Schweißnähte ohne das Auftreten von Heißrissen hergestellt werden. Der Grund für diese heißrissfreien Nähte liegt im globular fein erstarrten Schweißgefüge, Abbildung 12. Es konnte nachgewiesen werden, dass ein feinkörniges Schweißgefüge mit vielen klein ausgeprägten Körnern eine stark heißrissvermeidende Wirkung besitzt. Insbesondere eine überlagerte Strahlbewegung aus lateraler Pendelung und dynamischer Mehrfokustechnik zeigte äußerst klein ausgebildete Kornstrukturen, die mit einer hohen Heißrissbeständigkeit einhergehen.

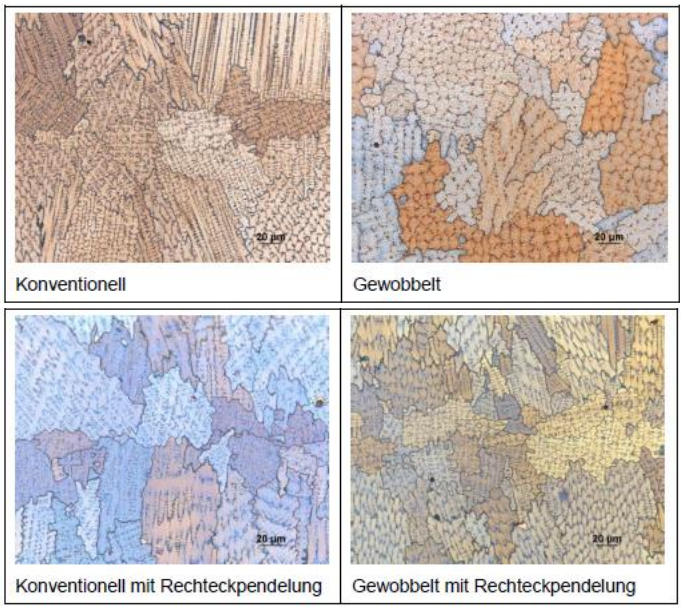


Abbildung 12: Vergleich des Mikrogefüges im Schweißgut von Durchschweißungen am 9 mm dicken NiCr25FeAlY verschiedener EB-Schweißtechniken (Seefeld und Pries 2012)

Weiterhin wurden im Rahmen der Vorversuche Schweißungen mit der Mikroelektronenstrahlschweißmaschine MEBW-60 L95, Abbildung 13, an drahtförmigen Bauteilen aus Nitinol und dem Edelstahl 1.4301 durchgeführt.

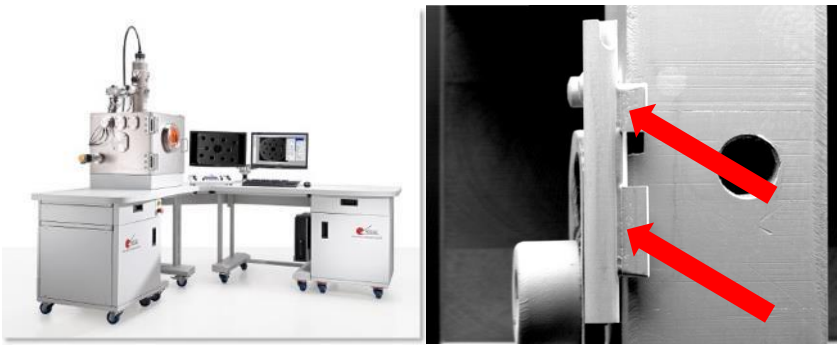


Abbildung 13: Mikroelektronenstrahlschweißmaschine MEBW-60 L95 der Fa. Focus, rechts ein Beispiel für die REM Funktionalität (FOCUS GmbH)

In den Vorversuchen wurden die Schweißparameter für fehlerfreie Schweißungen ermittelt und diese soweit optimiert, dass 180° Biegungen überstanden werden konnten, Abbildung 14.

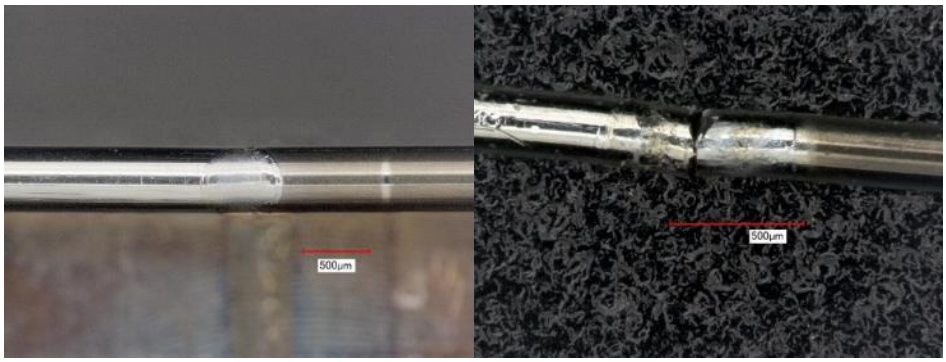


Abbildung 14: Links: Elektronenstrahlschweißung Nitinol an 1.4301, Drahtdurchmesser 0,508 mm und rechts: Bruchflächen einer zerstörend geprüften Probe einer Elektronenstrahlschweißung Nitinol an 1.4301, Drahtdurchmesser 0,254 mm

Inhalt und Ablauf des Forschungsvorhabens

Arbeitshypothese

Das Projektziel liegt im prozesssicheren und wirtschaftlichen Schweißen der Mischverbindung Nitinol / nicht rostende Edelstähle **ohne** Zusatzwerkstoff. Hierbei müssen folgende Teilziele erreicht werden:

- Erhöhung des Prozessverständnisses des Mikro-Elektronenstrahlschweißens Nitinol / nicht rostende Edelstähle
- Einstellung eines optimierten Gefüges durch Steuerung des Erstarrungsverhaltens
- Verbessern der mechanisch-technologischen Eigenschaften der Mischverbindung
- Ermittlung des Einflusses von Fokuswobbeln, Strahlpendelung, Strahlpulsung und Strahlachsenversatz auf das Erstarrungsverhalten
- Nutzung von thermisch induzierten Druckspannungen zur Heißrissvermeidung
- Erarbeitung von QS-Strategien durch die REM Funktionalität
- Steigerung der Korrosionsbeständigkeit
- Verminderung des Reinigungsaufwandes bei der Herstellung der Mischverbindung Nitinol / nicht rostende Edelstähle
- Das **Vierfache** der nach der DIN EN ISO 11070 geforderten Festigkeit soll erreicht werden

Die Arbeitshypothese zur Erreichung der Ziele besagt, dass es mit Hilfe der Mikroelektronenstahlschweißtechnik möglich ist:

- durch das prozessbedingte Vakuum und die Möglichkeit in der Anlage in der gleichen Aufspannung die Fügepartner mit dem Elektronenstrahl zu reinigen Versprödungen durch Oxid- oder Nitridbildung zu vermeiden und eine nachgelagerte Reinigung zu vereinfachen oder sogar komplett einzusparen
- durch die gezielte Energieeinbringung in Kombination mit dem Fokuswobbeln und der Strahlablenkung die Durchmischung zu optimieren und somit intermetallische Phasen zu unterdrücken oder zumindest stark zu reduzieren
- durch die gezielte Energieeinbringung in Kombination mit dem Fokuswobbeln und der Strahlablenkung und zusätzlichen Hotspot, die ebenfalls mit dem Elektronenstrahl gebildet werden die dendritische Erstarrung zu beeinflussen und das Gefüge feinkörnig einzustellen
- die REM-Funktionalität zur QS während und nach dem Prozess zu verwenden.

Lösungsweg

Anhand einfacher Geometrien sollen im Projekt die Fügestellen mikrostrukturell charakterisiert werden. Dabei stehen vor allem die Änderungen der mechanischen Eigenschaften sowie die Korrosionsbeständigkeit im Vordergrund. Die Festigkeit wird benötigt, um die Funktion zu erfüllen, die Korrosionsbeständigkeit zur Zulassung der Produkte nach DIN EN 10995-15.

Eine weitere Anforderung ist die Sauberkeit der Oberflächen nach dem Schweißen.

Beim Schweißen entsteht Schweißrauch. Dieses Substanzgemisch enthält je nach Material und Schweißverfahren neben Eisenoxid und Gasen auch potenziell krebserregende Metalle wie Chrom oder Nickel. Diese spielen insbesondere beim Schweißen von Edelstählen eine Rolle. Im Projekt soll untersucht werden, mit welchen Reinigungsverfahren die gefügten Oberflächen hinsichtlich bewährten Standards ausreichend sauber sind um als Medizinprodukt eingesetzt zu werden.

Die Untersuchungen des Elektronenstrahlschweißens wurden an pseudoelastischen NiTi-Formgedächtnislegierungen (FGL) durchgeführt. Wegen des oben erwähnten Anwendungsfeldes sollte die Formgedächtnislegierung bei Umgebungsbedingungen pseudoelastische Eigenschaften zeigen. Es wurden kommerziell erhältliche NiTi-Legierungen mit einer chemischen Zusammensetzung von $Ni_{50.8}Ti_{bal}$ beschafft, welche der Legierung SE508 entspricht. Die Halbzeuge lagen bei Drähten in drei unterschiedlichen Abmessungen (d_D = 0,1 mm; d_D = 0,5 mm; d_D = 0,89 mm) und bei Blechen in zwei unterschiedlichen Abmessungen vor (d_B = 0,3 mm; d_B = 0,5 mm), um die für die Anwendung relevanten Größenskalen abzudecken.

Für die artfremden Verbindungen mit Eisenbasislegierungen wurden zwei austenitische CrNi-Stähle vom Typ X5CrNi18-10 (1.4301; AISI 304) bzw. X10CrNi18-8 (1.4310; AISI 301) beschafft. Diese Legierungen zeigen im Hinblick auf ihre Eigenschaften wie Wärmeleitfähigkeit (λ = 15 W/mK), Schmelztemperatur und erreichbare Zugfestigkeiten ein den FGL ähnliches Verhalten und sind in der Medizintechnik verbreitet.

Gliederung und Inhalte des Projekts

AP 1: Werkstoffauswahl und Beschaffung (NMI, tff)

Ziel: Festlegung der Werkstoffe für die experimentellen Untersuchungen zur Verminderung des intermetallischen Phasensaums, der Kornfeinung und der Vermeidung von Reaktionsprodukten im Gefüge und von Heißrissen sowie die Werkstoffe für die bauteilähnlichen Proben

Inhalt: In Zusammenarbeit mit dem PA werden neben einer pseudoelastischen NiTi-Formgedächtnislegierung zwei Stahllegierungen beschafft. Hierbei soll eine pseudoelastischen NiTi-Formgedächtnislegierung, die bei Umgebungsbedingungen pseudoelastische Eigenschaften zeigt, (z.B. Nitinol 50,8/49,2) beschafft werden. Als Stahlwerkstoffe sind der 1.4310 und der 1.4301 vorgesehen. Zusätzlich werden in diesem Arbeitspaket die Probengeometrien, ebenfalls in Zusammenarbeit mit dem PA, festgelegt.

AP 2: Einfluss einer vorgelagerten Reinigung auf die Bildung von Oxiden und Nitriden (tff/NMI)

Ziel: Verminderung der Reaktionsprodukte im Schweißgut

Inhalt: Fügeteile, die einmal nur im US Bad entfettet wurden und einmal zusätzlich mit dem Elektronenstrahl gereinigt wurden, werden mit den gleichen Schweißparametern geschweißt. Durch die Elektronenstrahlreinigung sollen Verunreinigungen, Adsorbat- oder Oxidschichten an den Oberflächen entfernt werden und dadurch die Entstehung von Oxiden (Ti_4Ni_2O) oder Nitriden vermieden werden. Mit Hilfe des Elektronenstrahls werden die Fügeflächen vor der eigentlichen Schweißung durch eine Abrasterung mit geringer Leistung gereinigt. Hierzu müssen mit Hilfe des Werkstückmanipulators in der evakuierten Arbeitskammer die Fügeflächen dem Elektronenstrahl zugänglich gemacht werden und nach der Reinigung innerhalb der Kammer in Schweißposition gebracht werden. Durch metallurgische Vergleiche des Schweißguts (AP7) wird der Einfluss einer vorgelagerten Elektronenstrahlreinigung untersucht. Von den Proben mit den geringsten Anteilen an Reaktionsprodukten wird jeweils die Korrosionsbeständigkeit in AP 10 ermittelt.

AP 3: Einfluss des Strahlwobbelns und Strahlablenkens auf den intermetallischen Phasensaum und die Korngröße (tff)

Ziel: Verminderung des Phasensaums und Erhöhung der quasistatischen Zugfestigkeit und der Schwingfestigkeit

Inhalt: Nach analytischer Abschätzung zielgerichteter Fokus- und Ablenkprofile werden die Strahleigenschaften soweit modifiziert, bis deutliche Effekte bei der Strahl-Stoff-Wechselwirkung eintreten. Unter Ausnutzung der sehr flexiblen Möglichkeiten der Strahlmanipulation beim EB werden sowohl dynamische Monofokus- und statische Multifokus-Strahlen mit variabler Leistungsvariation in den einzelnen Fokuspunkten erprobt und Ablenkfiguren eingesetzt. Zusätzlich wird auch die Strahlachse analog der beschriebenen Laserstrahlschweißansätze mit variablen Abständen versetzt. Es werden alle Schweißungen ohne Zusatzwerkstoff durchgeführt. Durch die unterschiedlichen Schmelzbadmorphologien, die durch die Variationen der Schweißparameter und der Mehrstrahl- und Mehrfokustechnologien erzeugt werden, sollen die Durchmischung und die Erstarrung dahingehend modifiziert werden, dass der Phasensaum reduziert wird und ein feinkörniges Gefüge über das gesamte Schweißgut erreicht wird. Die Wirksamkeit wird sowohl über die metallographische Auswertung (AP7) als auch die mechanisch-technologische Charakterisierung (AP6) nachgewiesen. Von den Proben mit den geringsten Phasensäumen wird jeweils die Korrosionsbeständigkeit (AP10) ermittelt.

AP 4: Einfluss von Elektronenstrahl Hotspots auf die Heißrissneigung und die Korngröße (tff)

Ziel: Reduzierung der Heißrissneigung und Erzeugung eines feinkörnigen Gefüges

Inhalt: In dem abgeschlossenen Abschlussbericht zu dem AiF-Projekt 17.264 N „Induzierte Wärmefelder zur Verminderung der Heißrissneigung“ konnte gezeigt werden, dass durch thermisch

indizierte Wärmefelder Druckspannungen parallel zu Schweißnaht erzeugt werden können, die die Heißrissanfälligkeit dramatisch absenken können . In dem genannten Projekt wurde diese mittels Induktion erzeugt, indem hier vorliegenden Projekt bietet es sich an, diese mit der schnellen Strahlablenkung durch den Elektronenstrahl selbst erzeugen zu lassen. In dem genannten Projekt wurde ein FEM-Tool entwickelt, das genutzt werden kann, die für eine Reduzierung der Heißrissanfälligkeit notwendigen Temperaturfelder zu berechnen, wodurch der experimentelle Aufwand deutlich reduziert werden kann. Durch die Wärmefelder können auch die Abkühlbedingungen eingestellt werden wodurch auch die Feinkörnigkeit des Gefüges positiv beeinflusst werden kann. Die Erfolge der Hotspots und der Temperaturfelder werden in AP7 und AP6 ermittelt.

AP 5: Qualitätssicherung durch die REM Funktionalität (NMI, tff)

Ziel: Nutzung der REM Funktionalität zur Bestimmung der Schweißnahtqualität

Inhalt: Die Möglichkeit der Beobachtung des Fügevorgangs mit Hilfe der REM Funktionalität ist ein weiterer Vorteil des Mikroelektronenstrahlschweißens. Durch die elektronenoptische Beobachtung (über Rückstreuelektronen) können sowohl Aussagen über den Schweißprozess selbst online während des Schweißens getroffen werden als auch nach dem Schweißen oberflächennahe Schweißunregelmäßigkeiten erfasst werden. Durch ein Kalibrieren der elektronenoptischen Darstellung können auch absolute geometrische Größen gemessen werden. In diesem Arbeitspunkt wird die Auswertung des elektronenoptisches Einblicks zur Erfassung absoluter geometrischer Daten und zur Erkennung von Schweißunregelmäßigkeiten untersucht. Die Ergebnisse werden zum Ende des Projektes im AP 9 zur Qualitätssicherung an geschweißten Funktionsmustern genutzt.

AP 6: Mechanisch-technologische Untersuchungen (NMI, tff)

Ziel: Ermittlung des Einflusses der Elektronenstrahlschweißungen auf den FGE, die Zugfestigkeit und die Ermüdungsfestigkeit der geschweißten Proben und Demonstratoren.

Inhalt: Zur Bestimmung des FGE sollen die mechanischen Kennwerte wie Plateau-Kräfte, bzw. Plateau-Spannung und E-Modul mittels einer Zugprüfmaschine ermittelt werden. Weiterhin werden die mechanisch-technologischen Eigenschaften über Härteprüfung in der Schweißnaht und der WEZ und quasistatische und dynamische Zug- und Biegeversuche ermittelt. Bei den Zugversuchen werden die Fügestellen mit einer Universalprüfmaschine und berührungsloser Verformungsmessung zerstörend geprüft. Damit sollen die mechanischen Eigenschaften überprüft und mit den Referenzwerten (Grundwerkstoff) verglichen werden. Es soll weiterhin die Härte der Schweißnaht von der Wärmeeinflusszone in die Schweißnaht hinein und wieder nach außen gemessen werden. Damit sollen das pseudoelastische Verhalten im Vergleich zum Ausgangsmaterial überprüft werden. Mit Hilfe der Dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) können Phasenumwandlungstemperaturen der Schweißnähte ermittelt werden.

AP 7: Charakterisierung der elektronenstrahlgeschweißten Proben (tff)

Ziel: Ermittlung des Mikrogefüges, der Korngrößenverteilung, etwaiger Heißrisse und des Phasensaums

Inhalt: Die Untersuchung der Mikrostruktur vor und nach dem Schweißprozess soll zunächst mittels optischer Lichtmikroskopie durchgeführt werden. Die mittels Drahterosion ausgetrennten Schweißproben sollen für die Präparation von Quer- und Längsschliffen in einem Kalteinbettmittel eingebettet und anschließend geläppt werden. Durch das Kalteinbetten soll eine thermische Beeinflussung des Schweißgefüges vermieden werden. Die Beurteilung der Kornstruktur soll durch Farbniederschlagsätzung nach Frenzel (50 ml Behara I, 15 mg Kaliumdisulfit) und Mikrohärtemessungen (Nanointendierung) erfolgen. Die Darstellung des Primärgefüges mit den typischen dendritischen Strukturen sowie der Ausscheidungen sollen anhand von Tiefenätzungen mit 20 ml deionisiertes Wasser, 45 ml Glycerin, 25 ml Salpeter und 1 ml Flusssäure angesetzt werden (Gugel H., 2010). Im Rasterelektronenmikroskop sollen die Bruchflächen analysiert werden und die Untersuchungen der feinen Ausscheidungen durchgeführt werden. Zur Phasenanalyse und deren Zusammensetzung soll die energiedispersive Röntgenanalyse (EDX) verwendet werden. Mit Hilfe der Nano-Computertomografie kann neben der Anfertigung von Längs- und Querschliffen das Auftreten von Heißrissen erfasst werden.

AP 8: Herstellung der Funktionsmuster (NMI, tff)

Ziel: Nachweis der prinzipiellen Machbarkeit der Elektronenstrahlschweißungen an den festgelegten Demonstratoren mit den geforderten Eigenschaften.

Inhalt: Mit den Ergebnissen der AP2, AP3, AP4, AP6 und AP7 sollen die mit dem PA festgelegten Demonstratoren umgesetzt werden. Es soll neben der prinzipiellen Machbarkeit der Nachweis des rissfreien Schweißens bei prozessrelevanter Korngröße des Werkstoffs erbracht werden. Die Demonstratoren verbleiben nach Abschluss des Projektes bei den Forschungsstellen und werden nicht kostenlos oder gegen Entgelt an ein Unternehmen abgegeben. Die Eigenschaften der Demonstratoren werden in den AP 6 und AP7 ermittelt.

AP 9: Erarbeitung von Reinigungsstrategien (NMI)

Ziel: Vorgabe für notwendige Reinigungsschritte bei Elektronenstrahl geschweißten Nitinol-Stahl-Verbindungen

Inhalt: Im Gegensatz zu Laserstrahlschweißungen an Atmosphäre sind die Schweißrauche im Vakuum zu vernachlässigen. Trotzdem kann es zu einem Belag der Oberflächen durch Metalldampfkondensat kommen. Die Kontaminationen an den Oberflächen aus dem Schweißprozess sind mit geeigneten Reinigungsverfahren zu entfernen. Ein Belag kann durch oberflächenanalytische Untersuchungen durch Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) nachgewiesen werden. Im Projekt soll untersucht werden, mit welchen Reinigungsverfahren die gefügten Oberflächen hinsichtlich bewährter Standards ausreichend sauber sind um als Medizinprodukt eingesetzt zu werden. Es können sich im Metalldampfkondensat auch potenziell krebserregende Metalle,

wie Chrom oder Nickel, befinden. Diese spielen insbesondere beim Schweißen von Edelstählen eine Rolle.

AP 10: Einfluss der Elektronstrahlschweißungen auf das Korrosionsverhalten (NMI)

Ziel: Sicherstellung, dass durch das Elektronenstrahlschweißen das Korrosionsverhalten nicht verändert wird.

Inhalt: Aus dem makroskopischen Schweißen von nichtrostenden Stählen ist bekannt, dass die Anlauffarbenproblematik aufgrund des geringen Sauerstoffanteils an den Restmolekülen eher zu vernachlässigen ist. In einem laufenden Forschungsprojekt (BMBF „LaserPromise“), an dem beide Forschungsstellen beteiligt sind, konnte zudem gezeigt werden, dass sich die Korrosionsbeständigkeit von mit Laser vorbehandelten Edelstahloberflächen (Reinigung und Strukturierung) in Abhängigkeit der verwendeten Parameter signifikant ändert. Um neben den Anlauffarben auch mögliche andere Ursachen für eine Verschlechterung der Korrosionsbeständigkeit zu ermitteln, sollen elektrochemische Untersuchungen (Modellprüfkörper) sowie Realauslagerungen (Funktionsmuster) im Autoklav mit begleitender Oberflächenanalytik (Lichtmikroskopie, ggf. Rasterelektronenmikroskopie) durchgeführt werden. Für die Zulassung von metallischen Produkten für die Medizintechnik müssen elektrochemische Untersuchungen nach DIN EN 10993-15 (Biologische Beurteilung von Medizinprodukten - Teil 15: Qualitativer und quantitativer Nachweis von Abbauprodukten aus Metallen und Legierungen) durchgeführt werden. Dabei darf das Korrosionspotential der Fügeverbindung nicht niedriger sein als das der einzelnen eingesetzten Materialien. Dazu werden potentiostatische und potentiodynamische Messungen zur Messung von Ruhe- und Durchbruchspotentialen durchgeführt. Zudem ist eine Ausscheidung von Nickel an der Fügestelle zu untersuchen. Dazu werden Untersuchungen an den Prüflösungen aus den elektrochemischen Untersuchungen sowie an Proben aus dem Immersionstests (Lagerung bei 37°C über 7 Tage in wässrigem Medium, Vorgaben in der DIN EN ISO 10993-15) durchgeführt.

AP 11: Optimierung der Nahtgeometrie NMI, tff)

Ziel: Verbesserung der Reinigung und der Sterilisierbarkeit durch Vermeidung von Spaltbildungen

Inhalt: Die Reinigbarkeit eines Medizinproduktes wird beeinflusst durch die Geometrie des Medizinproduktes und konstruktive Details wie Spalten, Gelenke, Hohlräume, Gewinde, Art der Oberflächen etc. Es muss sichergestellt sein, dass im gesamten Reinigungsprozess alle inneren und äußeren Oberflächen des Medizinproduktes erreicht werden. Das bedeutet für die Herstellung der Fügestellen, dass diese weder Spalte noch Unregelmäßigkeiten auf/in der Oberfläche aufweisen dürfen, in die im Einsatz Körpermedien o.ä. oder bei der Reinigung Bestandteile der Reiniger eindringen können, die nicht entfernt werden können. Anhand der Schweißergebnisse der AP2, AP3, AP4 und AP8 soll eine Untersuchung der Nahtgeometrie zur Vermeidung von Spaltbildungen in der Fügezone (Realisierung einer optimalen Reinigung und Sterilisation) erfolgen.

AP 12: Berichterstellung (NMI, tff)

Ziel: Veröffentlichung der Ergebnisse in Form von Zwischenberichten, Veröffentlichungen und eines Abschlussberichtes

Inhalt: Das Arbeitspaket beinhaltet im Wesentlichen die Erstellung der Zwischenberichte sowie des Abschlussberichtes. Zudem sind diverse Veröffentlichungen in Fachzeitschriften (z.B. WOMAG, mt-medizintechnik, DeviceMed, …) bereits während der Projektlaufzeit geplant, um Betriebe aus dem Medizintechnikbereich bereits während der Laufzeit auf die Forschungsarbeiten aufmerksam zu machen.

Verwendete Geräte + Materialien, Untersuchungsmethoden

Analysemethoden

Mikro-Elektronenstrahlanlage pro-beam / selmi SEM108

Zur Durchführung der Schweißungen, der Elektronenstrahl-Reinigungsaufgaben sowie zur Qualitätssicherung wurde die am Fachgebiet tff vorhandene Mikro-Elektronenstrahlschweißanlage verwendet. Die technischen Daten der Maschine sind in Tabelle 1 aufgeführt, ein Foto der Anlage in Abbildung 15.

Tabelle 1: Technische Daten der Mikro-Elektronenstrahlanlage SEM108

Beschleunigungsspannung:	10 kV … 60 kV
Strahlstrom:	10 µA … 20 mA
Strahldurchmesser bei 1 mA:	~ 30 µm
Strahldurchmesser bei 20 µA:	< 3 µm
Vakuumerzeugung:	bis 10^{-6} mbar im Arbeitsraum, ölfrei durch Turbopumpen
Arbeitskammer:	Vergrößerung: 16x bis 1000x
Strahlablenkung:	Schnelle Strahlablenkung in X, Y und Z, pro-beam MiniMod, 5 MHz max. nutzbare Ablenkfrequenz
Elektronenoptische Auflösung:	>4 µm bei 60 kV und 5 MPx/s (materialabhängig)

Abbildung 15: Mikro-Elektronenstrahlanlage pro-beam / selmi SEM108

Bei der Anlage handelt es sich um ein umgebautes Rasterelektronenmikroskop der Fa. JSC selmi (Sumy, Ukraine), welches von der Fa. pro-beam mit einem neuen und leistungsfähigeren Strahlerzeuger, einer neuen Anlagensteuerung sowie neuen Ablenk- und einer dynamischen Fokussierungsspule ausgestattet wurde. Bedingt durch den geringen Arbeitsabstand, das Abbildungsverhältnis des Strahlerzeugers sowie durch eine einschwenkbare Blende lassen sich, bei kleinen Strahlströmen, sehr kleine Strahldurchmesser im unteren einstelligen Mikrometerbereich erzeugen. Daher eignet sich der Modus der elektronenoptischen Darstellung gut zur Erzeugung hochauflösender Bilder. Aufgrund der Beschleunigungsspannung von 60 kV und der Tatsache, dass Rückstreuelektronen von den Auffängerplatten aufgenommen werden, ergibt sich aufgrund der Eindringtiefe der Elektronen in den Werkstoff eine dichteabhängige Auflösung bei verschiedenen Werkstoffen. Sie beträgt bei Stahlwerkstoffen mit einer Dichte von ca. 8 g/cm³ etwa 10 µm, bei Aluminiumwerkstoffen mit 2,7 g/cm³ ca. 27 µm und bei Wolfram mit der sehr hohen Dichte von 19,25 g/cm³ etwa 4 µm (Lorenz 1997). Aufgrund der Möglichkeit, die Elektronen-Auffängerplatten mit einer negativen Spannung zu beaufschlagen, werden niederenergetische thermische Elektronen von den Auffängerplatten ferngehalten.

Beim Schweißen kann mit einem Strahlstrom von max. 20 mA, das entspricht einer Strahlleistung von 1,2 kW, gearbeitet werden, wodurch Einschweißtiefen im unteren einstelligen Millimeterbereich möglich werden. Durch die mit max. 5 MHz (Kleinwinkel) arbeitende, schnelle Strahlablenkung sind alle Möglichkeiten der Mehrprozess- und Mehrstrahltechnik anwendbar.

Hochaufgelöste Photoelektronenmikroskopie (HRXPS)

Bei der Photoelektronenspektroskopie wird die Oberfläche der Probe durch monoenergetische Strahlung angeregt. Aufgrund des Photoeffekts werden Elektronen emittiert, deren kinetische Energie charakteristisch für das jeweilige Element und dessen Oxidationszustand ist. Auf diese Art und Weise können die Elementzusammensetzung und die chemischen Verbindungen an der Oberfläche bestimmt werden.

Die Anregung wird über weiche Röntgenstrahlung (z.B. MgKα oder AlKα) durchgeführt. Außer Wasserstoff und Helium können alle Elemente detektiert werden. Aufgrund der geringen kinetischen Energie der Elektronen im Bereich von 50 eV bis zu 1500 eV hat dieses Verfahren eine sehr geringe Informationstiefe im Bereich von wenigen Atomlagen. XPS ist deshalb ein sehr oberflächensensitives Verfahren, mit dem vorteilhaft auch dünne Kontaminationsschichten bis hinunter zu Teilen von Atomlagen identifiziert werden können.

Aufgrund der vergleichsweisen Einfachheit des photoelektrischen Effektes ist XPS ein ausgezeichnetes quantitatives Verfahren, mit dem Element- und Verbindungskonzentrationen an der Oberfläche bestimmt werden können. Außerdem können Schichtdickenmessungen im Größenordnungsbereich der Informationstiefe vorgenommen werden.

Die Photoelektronenspektroskopie ist inzwischen zu einem kommerziellen Standardverfahren geworden und wird in vielen Bereichen eingesetzt. Das Spektrum reicht von Forschung und Entwicklung über Qualitätssicherung bis hin zur Untersuchung von Schadensfällen.

Tabelle 2: Technische Daten des verwendeten HRXPS-Geräts

Analysegerät:	Physical Instruments Quantera SXM
Meßparameter:	Röntgenquelle: Al Kα (1486,6 eV), monochromatisch Röntgenstrahl: 200 µm Ø, 50 W Untersuchungsgebiet: Fläche, 1,4 mm x 1,4 mm Passenergie: 224 eV (Übersicht) / 55 eV (Detail)

Lichtmikroskopie

Beim Lichtmikroskop wird die vergrößerte Darstellung der Probe durch die Bündelung des sichtbaren Lichtes durch zwei Linsensysteme das Objektiv- und das Okularsystem erreicht.

Die Linsen eines Mikroskops sind so angeordnet, dass das vom Objektiv erzeugte reelle, aber kopfstehende und seitenverkehrte Bild, das Zwischenbild („Reelles Bild“) im Brennpunkt des Okulars liegt. Der Betrachter sieht durch das Okular ein vergrößertes virtuelles Abbild dieses reellen Bildes des Objektivs.

Die Gesamtvergrößerungsleistung eines Mikroskops wird durch die Brennweiten der beiden verbauten Linsensysteme bestimmt, wobei durch die Verwendung verschiedener Objektivsysteme eine Variation der Vergrößerung erreicht wird.

Durch die Verwendung verschiedener Beleuchtungsarten ist sowohl die Betrachtung dünner lichttransparenter Proben („Durchlichtmodus“) als auch die Untersuchung von Probenoberflächen („Auflichtmodus“, bei dem das reflektierte Licht vom Objektiv erfasst wird) möglich.

Tabelle 3: Technische Daten der verwendeten Lichtmikroskope

Analysegerät:	Olympus SZX12 mit Digitalkamera Olympus ColorView IIIu
Gerätekenndaten:	Vergrößerung:5x bis 225x
Analysegerät:	Digitales Lichtmikroskop Keyence Typ VHX-600
Gerätekenndaten:	Vergrößerung: 20x bis 5000x
Analysegerät:	Digitales Lichtmikroskop Leica DM2700
Gerätekenndaten:	Vergrößerung: 16x bis 1000x

Polarographie

Die Nickelkonzentration nach dem Immersionstest DIN EN ISO 10993-15 wurde mit Hilfe der Polarographie bestimmt. Die Polarographie ist ein Sonderfall der Voltammetrie. Bei der Polarografie werden Quecksilbertropfelektroden eingesetzt, an der der Elektrolysestrom gemessen wird. Das zu bestimmende Metall (auch unedle Metalle) werden wegen der großen Überspannung von Wasserstoff an Quecksilber abgeschieden und der dabei fließende Strom wird gemessen. Dieser stellt das analytische Signal dar.

Es wurde ein Polarograph 757 VA Computrace der Firma Deutsche Metrohm verwendet.

Rasterelektronenmikroskopie in Verbindung mit der energiedispersiven Röntgenspektroskopie

Die Rasterelektronenmikroskopie ist ein abbildendes Analyseverfahren, bei welchem Oberflächen zeilenförmig mit einem Elektronenstrahl abgerastert werden. Die an jedem Punkt der Oberfläche ausgelösten Sekundärelektronen bestimmen durch ihre Intensität die Bildpunkthelligkeit. Die Intensität der Sekundärelektronen wird zum einen durch die Struktur der Oberfläche bestimmt, zum anderen ist sie von der jeweiligen Elementzusammensetzung abhängig.

Mittels Röntgenanalyse EDX (Energy Dispersive X-ray Analysis) kann zerstörungsfrei die Festkörperoberfläche auf deren Elementzusammensetzung hin untersucht werden. Dabei wird der Primärelektronenstrahl benutzt, um die Probe zur Emission von charakteristischer Röntgenstrahlung anzuregen. Dieses Messverfahren dient v.a. der lokalen Elementanalyse einzelner Fragmente in der Oberfläche.

Dieses Verfahren kann auch genutzt werden, um ein Elementmapping über das gesamte REM-Bild zu erstellen. Hierbei wird der ausgewählte Probenausschnitt mehrfach auf charakteristische Röntgenstrahlung gescannt, wobei die örtliche Verteilung von Elementen dargestellt werden kann.

Tabelle 4: Technische Daten des verwendeten Rasterelektronenmikroskops

Elektronenmikroskop:	Zeiss Auriga mit Gemini 500 Strahlerzeuger
Auflösung:	0,6 nm bei 15 kV
EDX-Detektor:	Bruker AXS XFlash Detector 5030

Focused Ion Beam Technik (FIB)

Mithilfe der Focused Ion Beam Technik werden Mikroquerschliffe an der Oberfläche erzeugt (bis zu 20µm). Der Mikroquerschliff kann mit der Rasterelektronenmikroskopie und der energiedispersiven Röntgenspektroskopie untersucht werden. In Abbildung 16 ist die schematische Darstellung eines FIB-Schnittes dargestellt. Die Querschnittsfläche eines FIB-Schnittes liegt dabei in der Regel senkrecht zur Oberfläche.

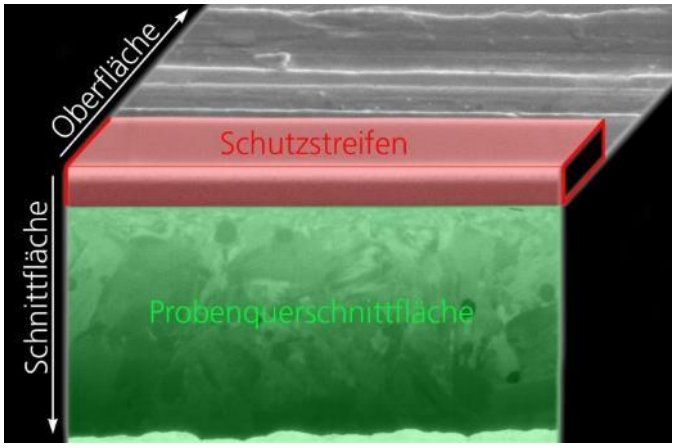


Abbildung 16: Schematische Darstellung eines FIB-Schnittes

Elektronenrückstreubeugung (Electron backscatter diffraction - EBSD)

EBSD Detektoren werden in Rasterelektronenmikroskopen oder Transmissionselektronenmikroskopen eingesetzt. Mit dieser Technik kann die Struktur von kristallinen Phasen, ihre kristalline Orientierung , Kornmorphologie, Korngrenzen an kristallinen, teilkristallinen oder polykristallinen Probenoberflächen.

Die Methode beruht auf einer Elektronenbeugung des fokussierten Elektronenstrahls, bei der sogenannte Kikuchi Muster erzeigt werden. Elektronen des Primärstrahls werden an den Kristallebenen gebeugt. Dabei entsteht durch die Modulation der Elektronen durch die Beugungsbedingungen am Kristall ein Beugungsmuster. Dieses ist spezifisch für die Kristallstruktur und ihre Orientierung. Das Beugungsbild wird aufgenommen und ausgewertet. Durch die hohe laterale Auflösung des Elektronenmikroskops und der automatisierte Bildauswertung wird die ortsaufgelöste Ermittlung (Mapping) der Kristallsymmetrien (Kristallstruktur) und deren Ausrichtung (Kristallorientierung) ermöglicht.

Gerät: Oxford XMax EDX Detector

Sekundärneutralteilchen-Massenspektroskopie

Die Sekundärneutralteilchen-Massenspektrometrie gehört wie SIMS zu den massenspektrometrischen Oberflächenanalysemethoden. Diese basieren auf dem Prinzip der Festkörperzerstäubung durch Beschuss mit primären Ionen und anschließendem Nachweis der zerstäubten Partikel in einem Massenspektrometer. Eingesetzt wird diese Methode zur qualitativen Analyse der chemischen Zusammensetzung von Oberflächen, dünnen Schichten und Bulkmaterial von Festkörpern. Es können sowohl elektrisch leitende (Metalle, Halbleiter, Legierungen) als auch nicht leitende (Glas, Keramik) Materialien untersucht werden. Mit Hilfe einer Referenzprobe können auch quantitative Analysen durchgeführt werden.

Die Informationstiefe beträgt bei diesem Messverfahren nur wenige Atomlagen, so dass auch sehr dünne Schichten, bis zu 10 nm Dicke, untersucht werden können. Weiter können Elementkonzentrationen in Abhängigkeit von der Tiefe bestimmt werden. (Langbein 2009)

Tabelle 5: Technische Daten des Sekundärteilchen-Massenspektrometers

Gerät:	Leybold / Specs INA X / INA 3
Ortsauflösung:	7mm / 2-5 mm
Tiefenauflösung:	bis 10 nm
Nachweisgrenze:	bis 1 ppm (nur Bulkanalyse)
Probengröße:	maximal 10 mm dick, Durchmesser < 20 mm

Mechanisch-technologische Untersuchungen

Zugprüfung an Standardprüfkörpern

Der einachsige, quasistatische Zugversuch gilt international als Grundversuch zur Messung von Festigkeiten von metallischen Werkstoffen und Schweißnähten. Es lassen sich die Streckgrenzen, Zugfestigkeiten, E-Module, Bruchdehnungen sowie Spannungs-Dehnungs-Diagramme bestimmen. Die Prüfungen im Projekt finden in Anlehnung an die *DIN EN ISO 6892-1: Metallische Werkstoffe – Zugversuch – Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur* statt.

Die Probenform der Zugproben wurde in Anlehnung an die Norm *DIN 50125: Prüfung metallischer Werkstoffe – Zugproben* ausgewählt. Da zum einen das Probenmaterial Nitinol teuer und zum anderen die Größe des Schweißraums am tff begrenzt ist, wurden möglichst kleine Probenformen aus nicht rostendem Stahl (1.4310; Zugfestigkeit 1100 – 1300 MPa) erprobt und eine reproduzierbar prüfbare Probengeometrie festgelegt. Untersucht wurden folgende Probenformen nach der Norm *DIN 50125*:

- Form H 25
- Form H 25M
- Form H 50
- Form E 25
- Form E 25M

Zudem wurde für die keinen Zugproben ein geeigneter Probenhalter erstellt und erprobt, der eine querkraftfreie und rutschsichere Einspannung ermöglicht.

Für die eigentlichen Prüfungen wurde die Probenform H25 (siehe folgende Abbildung), aufgrund des guten Handlings beim Schweißen und Prüfen ausgewählt.

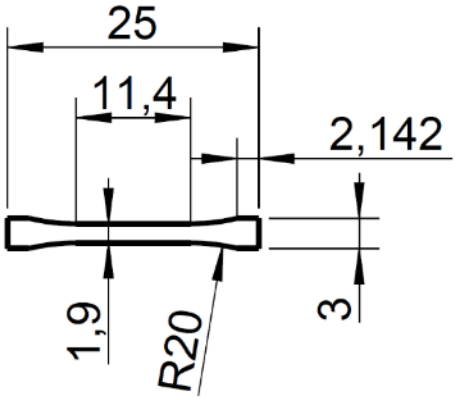


Abbildung 17: Form und Maße der Zugproben in Anlehnung an Norm DIN 50125

Daraufhin wurde der Einfluss der Probenherstellung bei nichtrostendem Stahl (1.4310) ermittelt und eine Probenherstellung festgelegt. Letzte Arbeiten bezogen sich auf erste mechanische Prüfungen an Reinstoffproben und geschweißten Mischverbindungen aus Nitinol und Edelstahl.

Die Messung wurden auf einer Universal-Prüfmaschine vom Typ Zwick Z020 durchgeführt, Abbildung 18 links. Die Messung der Längenänderung der Probe wurde mittels Video-Extensometers optisch oder mittels Traverse und Korrekturkurve aufgenommen. Die Markierung der Messlänge bei der Videoxtens erfolgte mittels selbstklebender Messmarken, Abbildung 18 rechts. Dabei muss sichergestellt werden, dass der Bruch innerhalb der Messmarken auftritt. Die Probenkörper wurden zentrisch in eine Spannvorrichtung eingespannt. Während der Prüfung wurden die Bruchkraft und die Bruchspannung ermittelt. Die Prüfung erfolgte bei einer Vorkraft von 0,01 MPa. Je nach elastischer und plastischer Verformung der Zugprobe erfolgten die Prüfungen bei Prüfgeschwindigkeiten von 30 bis 90 MPa/s. Die Einspannlänge wurde je nach Probenform in Anlehnung an die Norm DIN 50125 gewählt.

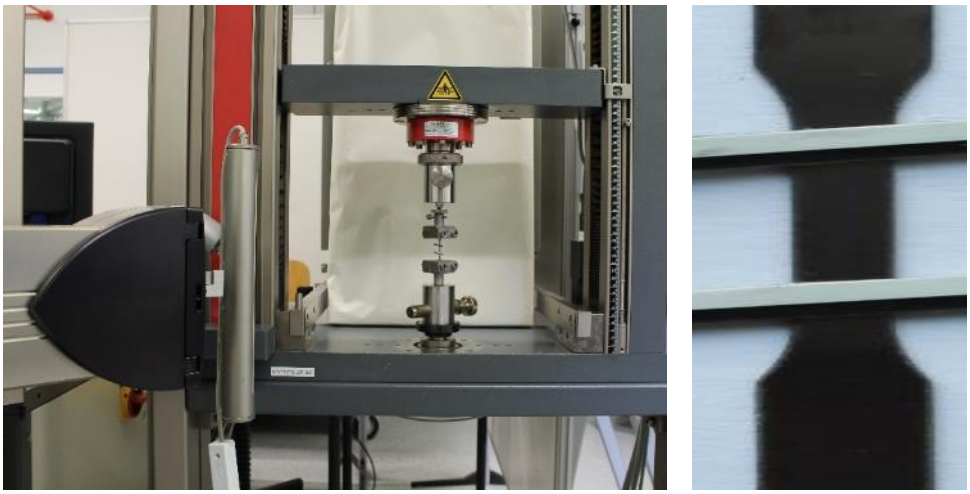


Abbildung 18: Prüfmaschine Zwick Z020 (links) und Zugprobe mit Messmarken (rechts)

Mehrstufenschwingversuch an Nitinolstreifen

Die dynamischen Prüfungen Prüfungen im Projekt wurden an der servoelektrischen 2-Säulen-Prüfmaschine 2kN der Firma DYNA-MESS Prüfsysteme GmbH (Aachen) an der Forschungseinrichtung 2 durchgeführt. Die Prüfkörper wurden zentrisch in einer Spannvorrichtung eingespannt (siehe Abbildung 19). Untersucht wurden reine Nitinolstreifen (25 mm x 2,9 mm x 0,5 mm).

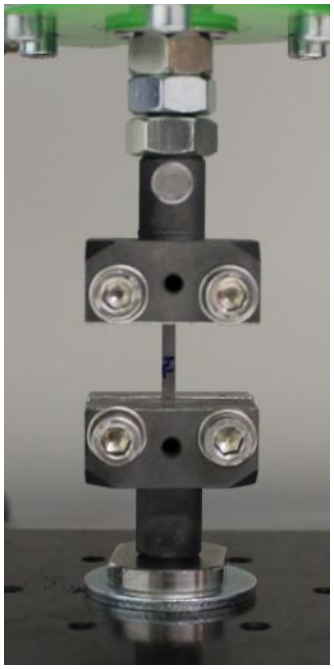


Abbildung 19: Aufbau der dynamischen Prüfung auf der Prüfmaschine DYNA-MESS mit Nitinol-Probe

Die Lastaufbringung erfolgt dabei sinusförmig zwischen der maximalen und minimalen Last (Abbildung 20). Die minimale Last entspricht 10 % der maximalen Last. Die Prüfung erfolgte in Blöcken (siehe Tabelle 6 und Abbildung 20), dabei wird alle 500 Zyklen das Lastmaximum um 50 N erhöht. Die Prüfung erfolgt bei einer Frequenz von 1 Hz.

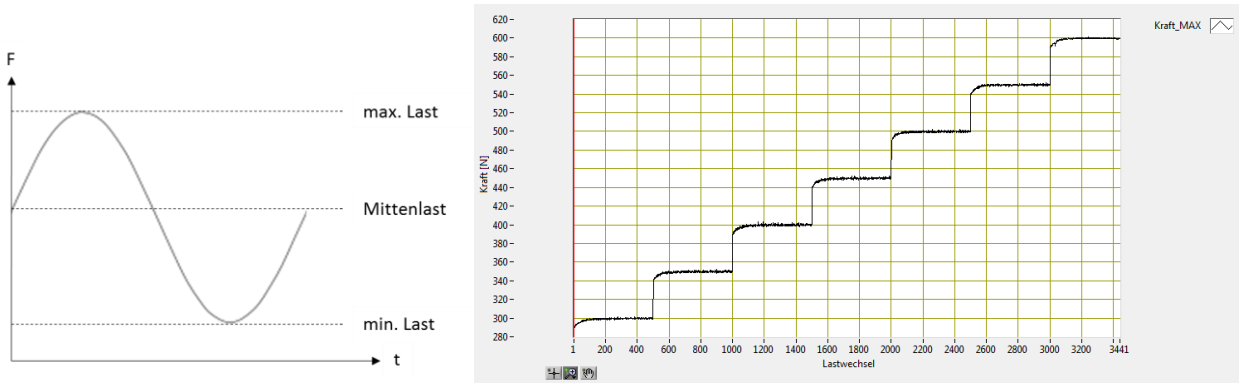


Abbildung 20: Sinusförmige Lastaufbringung (links) und die Darstellungen der Krafterhöhung alle 500 Zyklen um 50 N im Mehrstufenschwingversuch (Rechts)

Tabelle 6: Lastaufbringung im Blockverfahren

Block	Start bei Zyklen	Lastminimum Fmin [N]	Lastmaximum Fmax [N]
1	0	30	300
2	500	35	350
3	1000	40	400
4	1500	45	450
5	2000	50	500
6	2500	55	550
7	3000	60	600
8	3500	65	650
9	4000	70	700

Während der Prüfung erfolgten die Aufzeichnung der minimalen und maximalen Kraft, der minimale und der maximale Weg als auch die Aufnahme der Belastungsfrequenz und die Anzahl der Belastungszyklen.

Zugprüfungen an Funktionsmustern

Neben Zugprüfungen an Standardzugproben wurden auch Zugprüfungen am Funktionsmuster in diesem Forschungsprojekt durchgeführt, um Zugfestigkeiten, Bruchdehnungen und das Spannungs-Dehnungs-Verhalten von geschweißten Verbindungen zu ermitteln. Die Prüfungen im Projekt finden in Anlehnung an *die DIN EN ISO 6892-1: Metallische Werkstoffe – Zugversuch – Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur statt*.

Die festgelegten Funktionsmuster werden später im *Abschnitt AP 8: Herstellung der Funktionsmuster* detailliert erläutert.

Zugprüfungen an geschweißten Drähten

Die Messung wurden auf einer Universal-Prüfmaschine vom Typ Zwick Z020 durchgeführt, Abbildung 21. Die Probenkörper wurden zentrisch in eine Spannvorrichtung, bestehend aus einem Backenfutter unten und einem Schraubspannkopf oben, eingespannt. Während der Prüfung wurden die Bruchkraft und die Bruchspannung ermittelt. Die Prüfung erfolgte bei einer Vorkraft von 0,05 N und einer Prüfgeschwindigkeit von 30 MPa/s bis 90 MPa/s je nach Material der Probe.

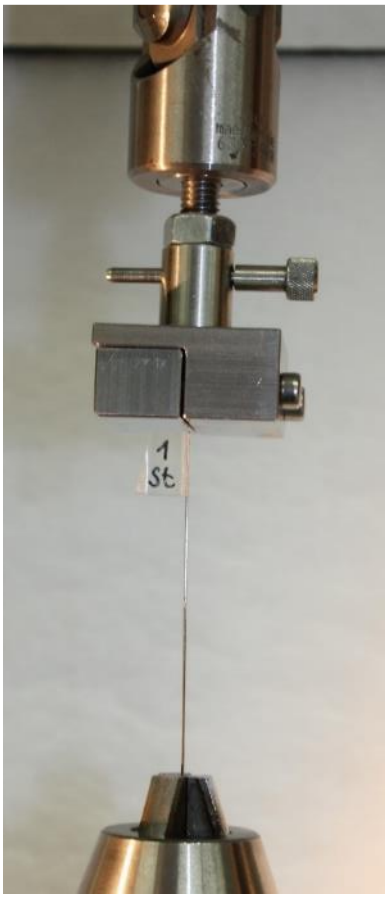


Abbildung 21: Aufbau der Zugprüfung von Drähten an der Zwick Z020 mit Nitinol-Draht

Zugprüfungen an geschweißten Edelstahl-Nitinol-Rohren

Die Messung wurden auf einer Universal-Prüfmaschine vom Typ Zwick Z020 durchgeführt, Abbildung 22. Die Probenkörper wurden zentrisch in eine Spannvorrichtung, bestehend aus einem Backenfutter unten und einer Spannzange oben, eingespannt. Während der Prüfung wurden die Bruchkraft und die Bruchspannung ermittelt. Die Prüfung erfolgte bei einer Vorkraft von 1 N und einer Prüfgeschwindigkeit von 30 MPa/s. Die Wandstärke der geschweißten Nitinol-Rohre beträgt 0,15 mm, der Außendurchmesser 2,5 mm.

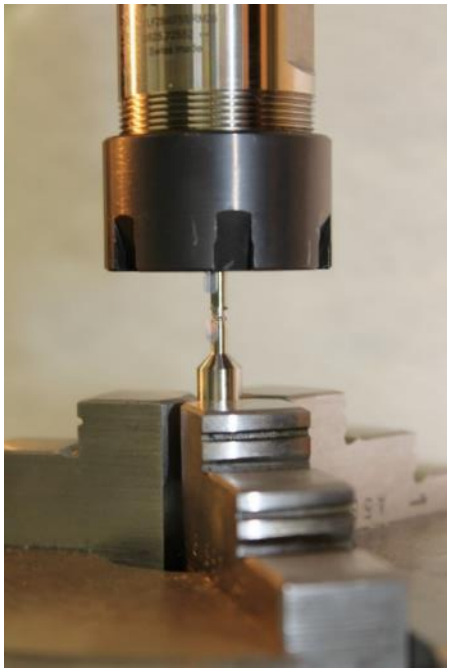


Abbildung 22: Aufbau der Zugprüfung an Nitinol-Rohr

In einer weiteren Prüfung wurden geschweißte Nitinol-Rohre einer zyklischen Prüfung unterzogen. Diese erfolgte ebenfalls an der Prüfmaschine Zwick Z020. Die Probenkörper wurden ebenfalls zentrisch in eine Spannvorrichtung eingespannt. Während der Prüfung wurden die Bruchkraft und die Bruchspannung ermittelt. Die Prüfung erfolgte bei einer Vorkraft von 0,1 N und einer Prüfgeschwindigkeit von 0,3 mm/s. Die Erhöhung der Kraft erfolgte bis zu einer maximalen Dehnung von 2 mm. Anschließend wurde die Kraft bis auf 0 N reduziert und der Vorgang mindestens fünf Mal wiederholt.

Dynamische Differenzkalorimetrie

Mit Hilfe der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC, englisch *differential scanning calorimetry*) wird die Wärmemenge bestimmt, die bei einer physikalischen oder chemischen Umwandlung eines Stoffes aufgebracht werden muss oder entsteht. Dementsprechend ändert sich die innere Energie des Stoffes, die bei konstantem Druck als Enthalpie bezeichnet wird.

Vorgänge, die zu einer Erhöhung der Enthalpie (Schmelzen, Verdampfen, Glasübergang) führen, werden als endotherm, Vorgänge, welche die Enthalpie erniedrigen (Kristallisation, Härtungsverlauf, Zersetzen) als exotherm bezeichnet.

Die Änderung der Enthalpie wird mit Hilfe eines sog. Kalorimeters als abweichender Verlauf des Wärmestroms von der Basislinie gemessen. Unter der Basislinie versteht man den aufgenommenen Teil der Kurve außerhalb der Reaktions- oder Umwandlungsbereich. In diesem Bereich selbst wird eine Gerade angelegt, von der man annimmt, dass die Reaktions- und/oder Umwandlungswärme gleich Null ist.

Die spezifische Wärmekapazität gibt an, wieviel Energie aufgewendet werden muss, um 1 g eines Stoffes um 1 °C bei konstantem Druck zu erwärmen. Da die Bestimmung der Wärmekapazität gerätetechnisch aufwendig ist, wird bei der Dynamischen Differenzkalorimetrie der Wärmestrom, d.h. die Wärmemenge pro Zeiteinheit und Masse ermittelt. Dieser ist der spezifischen Wärmekapazität direkt proportional. Der Proportionalitätsfaktor entspricht der Heizrate.

Bei der DWDK (Dynamische Wärmestrom- Differenzkalorimetrie) besteht die Messzelle aus einem Ofen, in dem die Probe und Referenz zusammen nach einem Temperaturprogramm aufgeheizt bzw. abgekühlt werden. Solange Probe und Referenz dem Temperaturprogramm gleichermaßen folgen können, sind die Wärmeströme von Ofen in die Probe und in die Referenz konstant. Kommt es nun zu einem endothermen Phasenübergang (z. B. Schmelzen) in der Probe, wird alle Energie zunächst für den Schmelzprozess benötigt, so dass die Probe der Referenz in der Temperatur hinterherhinkt und sich eine Temperaturdifferenz einstellt. Entsprechendes gilt für exotherme Phasenübergänge (z. B. Kristallisation), in der die Probe in der Temperatur der Referenz vorauseilt. Diese Temperaturdifferenz ist direkt proportional der Differenz des Wärmestromes in die Probe im Vergleich zur Referenz (Bonnet 2014; Ehrenstein et al. 2003).

DSC-Untersuchungen ermöglichen grundsätzlich die Messung endo- und exothermer Effekte, die auf der Enthalpieerhöhung bzw. -erniedrigung des Stoffes basieren. Abbildung 23 zeigt die schematische Darstellung einer DSC-Kurve mit den möglichen eintretenden endo- und exothermen Effekten. (Tieke 2005)

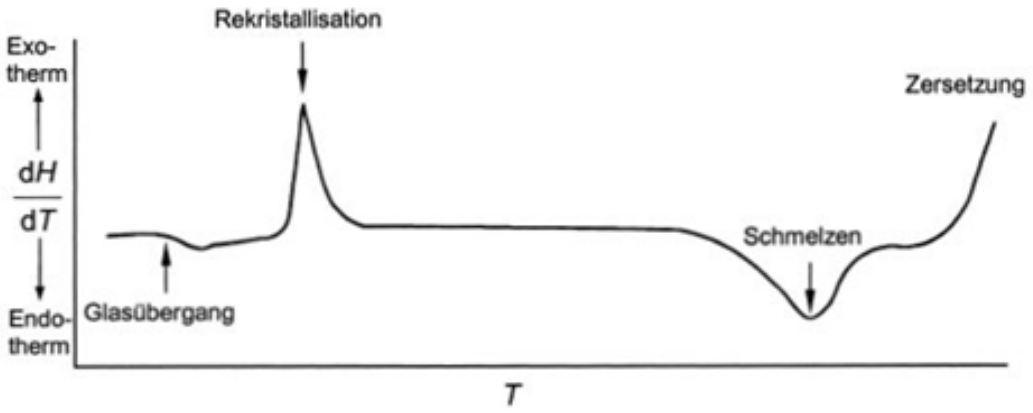


Abbildung 23: Schematische Darstellung einer DSC-Kurve mit möglichen Effekten (Tieke 2005)

Zur Verfügung stand an der Forschungseinrichtung 2 – NMI die DSC 204 F1 Phoenix der Fa. Netzsch, um die entscheidenden Phasenübergangstemperaturen der Schweißnähte im Vergleich zu den Ausgangsmaterialien nichtrostender Stahl (1.4310) und Nitinol zu bestimmen. Die Untersuchungen wurden nach den folgenden Bedingungen durchgeführt:

- Heiz-/ Kühlrate: 10 K/min
- Atmosphäre: Stickstoff
- Probenmenge: 2,8 g – 4,7 g
- Temperaturprogramm (= 1 Messzyklus):
    - Abkühlung: 25 °C – 70 °C (Startbedingungen)
    - Isotherm: 10 min
    - Aufheizung: 150 °C
    - Isotherm: 5 min
    - Abkühlung: – 70 °C
    - Isotherm: 10 min
    - Aufheizung: 150 °C
    - Isotherm: 5 min
    - Abkühlung: 25 °C

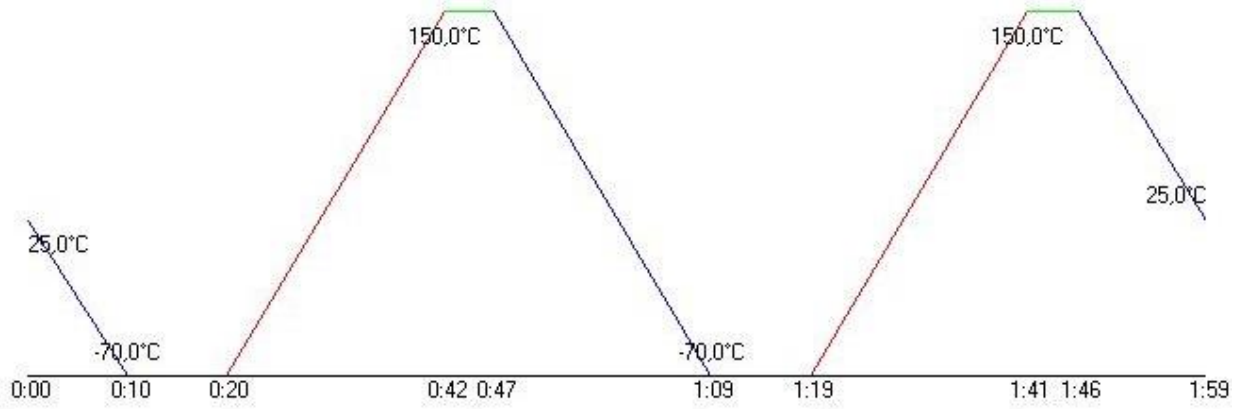


Abbildung 24: gewähltes Temperaturprogramm für die DSC-Untersuchungen

Alle Proben wurden zerkleinert, in Aluminium-Tiegel eingewogen und 1. Messzyklus unterzogen. Sämtliche Schritte des Temperaturprogramms wurden aufgezeichnet. Ausgewertet wurde pro Probe jedoch nur die zweite Aufheizphase.

Ergebnisse der Arbeitspakete

AP 1: Werkstoffauswahl und Beschaffung

In diesem gemeinsam von tff und NMI bearbeitetem Arbeitspaket wurden, in Zusammenarbeit mit dem PA, die im Projektverlauf zu verwendenden Werkstoffe festgelegt, Tabelle 7.

Tabelle 7: Im Projektverlauf verwendete Werkstoffe

	Nitinol SE508	***Nichtrostender Stahl 1.4310***	***Nichtrostender Stahl 1.4301***
Werkstoff-art	Superelastische Nickel-Titan-Leg.	Nichtrostender Cr-Ni-Stahl	Nichtrostender Cr-Ni-Stahl
Legierungs-elemente	55,8 Gew.-% Ni 44 Gew.-% Ti	18% Cr, 8% Ni max. 0,15% C	18% Cr, 10% Ni max. 0,05% C
Alternative Bezeich-nung		X10CrNi18-8 AISI 301	X5CrNi18-10 AISI 304
Besondere Eigenschaft	Plateauspannung ca. 400 MPa, 8% el. Dehnung	Hohe Zugfestigkeit bis 2100 MPa, Kaltverfestigung, Interkr. Korrosion (-)	Ger. Festigkeit als 1.4310 (700-1100 MPa) Interkr. Korrosion (o)

Bei der verwendeten Nickel-Titan-Legierung handelt es sich um eine superelastische Legierung mit der Bezeichnung SE508, welche zu 50,8 at.-% Nickel besteht. Sie zeichnet sich durch ein superelastisches Verhalten auf einem Plateau von ca. 400 - 500 MPa (bei Raumtemperatur) aus und kann etwa 6 - 8 % elastische Dehnung ertragen, Abbildung 25. Nitinol zeichnen sich, neben seinen hervorragenden mechanischen Eigenschaften, durch eine sehr gute Korrosionsbeständigkeit und Biokompatibilität aus (Wintermantel 2009).

Als nichtrostende Stähle wurden sowohl der Typ 1.4310 als auch 1.4301 ausgewählt. 1.4310 als typischer Vertreter der Federstähle (austenitisch) lässt sich stark kaltverfestigen (Bildung von Reibmartensit) und erreicht dadurch Zugfestigkeiten bis 2.100 MPa, wodurch er typischerweise als Federbandstahl oder als Draht verwendet wird. Er besitzt eine für die Anwendung in der Medizintechnik ausreichende Korrosionsbeständigkeit, durch den recht hohen Kohlenstoffgehalt ist er jedoch anfällig für interkristalline Korrosion aufgrund der Chromverarmung an den Korngrenzen, besonders beim Einsatz in chloridhaltigen Umgebungen. Der Cr-Ni-Stahl 1.4301 besitzt ein austenitisches Gefüge, durch seinen geringeren Kohlenstoffanteil neigt er nicht zur starken Bildung von Reibmartensit, was sich in einer geringeren Zugfestigkeit, aber höherer Duktilität ausdrückt. Auch die Anfälligkeit für interkristalline Korrosion ist geringer. (Deutsche Edelstahlwerke GmbH 2015, 2016; Wintermantel 2009)

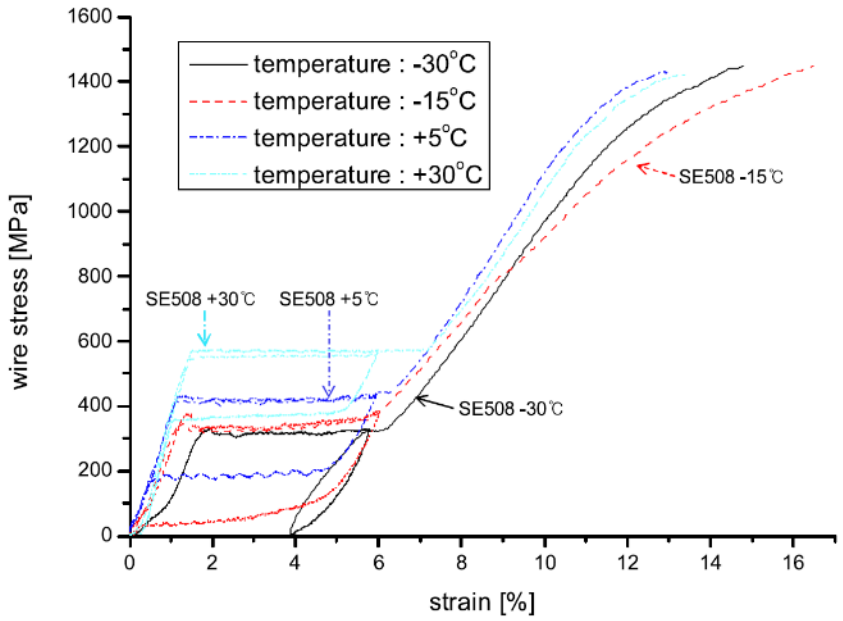


Abbildung 25: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von Nitinol SE508 bei verschiedenen Temperaturen (Y-oun et al. 2011)

Mit dem PA wurde vereinbart, dass Versuche primär mit Stahl vom Typ 1.4310 durchgeführt werden sollen und nur beim Auftreten von Problemen aufgrund des höheren Kohlenstoffgehalts auf 1.4301 zurückgegriffen wird. Als Flachproben werden Bleche mit 0,3 mm und 0,5 mm Blechdicke verwendet, Gefügt wird am Stumpfstoß. Die Probenform wurde auf eine quadratische Probe 25 x 25 mm² angepasst, damit ergeben sich Fügepartner mit den Abmessungen 12,5 x 25 mm². Die einfach geschweißten Proben können so „recycelt“ werden. Als Rundproben werden Drähte verwendet mit 0,1 mm und 0,5 mm Drahtdicke und 50 mm Länge. Gefügt wird am Stumpfstoß, zunächst ohne Drehung der Drahtenden.

Die Probenvorbereitung erfolgt durch Wasserstrahlschneiden, damit keine Beeinflussung der Materialeigenschaften stattfindet. Es ergibt sich eine hohe Maschinengenauigkeit, aber es entsteht ein leichter Grat sowie eine sowie eine recht große Rauhtiefe, s. Abbildung 26. Daher wurden die Schnittkanten auf einem Tellerschleifer (nass) mit SiC-Papier Korn 1200/2500 nachgearbeitet.

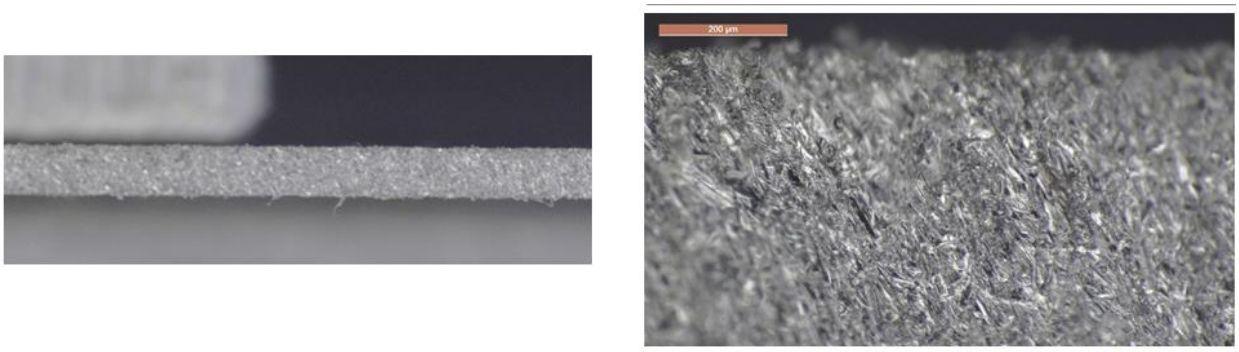


Abbildung 26: Schnittkante einer mittels Wasserstrahl geschnittenen Schweißprobe

Die Form der Zugprobe wurde in Anlehnung an die DIN 50125, Form H gewählt. Eine Zeichnung der Zugprobe ist in Abbildung 27 dargestellt. Als Fertigungsverfahren für Zugproben aus geschweißten Blechproben wurde, aufgrund der sehr hohen Maschinengenauigkeit, der guten Oberflächenqualität sowie der Gratfreiheit das Drahterodieren genutzt.

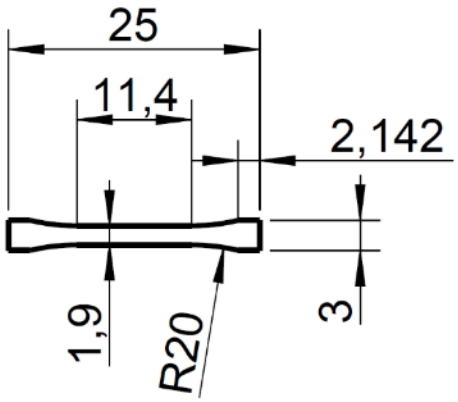


Abbildung 27: Zugprobe nach DIN 50125 Form H

Am Stumpfstoß zu verschweißende Drahtproben mussten stirnseitig geplant werden. Mittels einer speziellen Haltevorrichtung wurden die geschnittenen Drahtenden auf dem Tellerschleifer, mit abgestuften Körnungen bis hin zur Körnung 2500, plan geschliffen.

AP 2: Einfluss einer vorgelagerten Reinigung auf die Bildung von Oxiden und Nitriden

Untersucht wurde der Einfluss einer vorgelagerten Reinigung auf die Schweißnaht bei artgleichen Verbindungen an Blindschweißungen. Die Elementzusammensetzung wurde mittels XPS (ESCA) charakterisiert. Ein Schwerpunkt war hierbei der Gehalt an Kohlenstoff, Sauerstoff und Stickstoff, also die Verunreinigung mit Kohlenwasserstoffen, bzw. die Entfernung von Nitriden und Oxiden anhand der Zusammensetzung des Schweißgefüges. Die Experimente wurden zunächst an einem nichtrostenden Stahl vom Typ 1.4301 durchgeführt. Es zeigte sich, dass anhand des Schweißgefüges keine aussagekräftigen Analyseergebnisse in Bezug auf die Oberflächenverschmutzung generieren ließen, daher wurde in Absprache mit dem PA eine direkte Untersuchung der gereinigten und ungereinigten Oberflächen mittels oberflächenanalytischer Techniken vorgenommen.

Elektronenstrahlreinigung der Bleche

Bei der Elektronenstrahlreinigung wird die Blechoberfläche mit einem Elektronenstrahl niedriger Leistung, aber hoher Energiedichte, abgerastert. Durch die hohe Energiedichte wird in kurzer Zeit die Oberfläche erwärmt, sodass es entweder zu einem Verdampfen von (organischen) Oberflächenbelägen, einer Aufschmelzung der Oberfläche oder, bei noch höherer Leistungsdichte, zu einem Verdampfen der obersten Schicht des Substrats kommt. Für die Parameterfindung der Elektronenstrahlreinigung wurde ein Design of Experiment (DoE nach Box-Behnken) über 60 Proben durchgeführt. Dabei wurde ein Edelstahl 1.4301 verwendet.

Variiert wurden:

- Der Arbeitsabstand (40, 50, 60 mm)
- Die Fokuslage (0, +50 mA, -50 mA)
- Die Punktmuster (100%, 75%, 50% Flächendeckung)
- Die Verweilzeit pro Punkt (0,1 µs, 1 µs, 10 µs)
- Der Strahlstrom (0,1 mA, 0,3 mA, 0,5 mA)
- auf jeweils 3 Stufen.

Als Ergebnis stehen zwei Parametersätze zur Verfügung: einer für eine rein ablative Reinigung sowie einer für eine Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche. In Abbildung 28 sind die gereinigten Blechoberflächen dargestellt. Das gereinigte Feld hat eine Breite von ca. 10 mm. Die schwarze Oberfläche stellt eine spiegelblanke Oberfläche dar. Mittlere Leistungen, geringe Flächendeckung und kurze Verweilzeiten führen zu einer ablativen Reinigung, höhere Flächendeckung und längere Verweilzeiten bei mittleren und höheren Leistungen führen zu einer Aufschmelzung der Oberfläche.

Abbildung 28: Gereinigte Blechoberflachen: Ablativ (links) und mit Anschmelzung (rechts)

Charakterisierung der Oberfläche nach Reinigung

Darstellung der XPS-Ergebnisse

Untersucht wurden folgende Reinigungsmethoden:

- Vorreinigung mit Aceton
- Vorreinigung mit Aceton, Elektronenstrahlreinigung rein ablativ
- Ungereinigt, Elektronenstrahlreinigung rein ablativ
- Vorreinigung mit Aceton, Elektronenstrahlreinigung mit Anschmelzung
- Ungereinigt, Elektronenstrahlreinigung mit Anschmelzung

Untersucht wurden Edelstahlbleche (1.4301, Blechdicke: 0,3 mm, Zugfestigkeit: 1100 – 1300 MPa), mit der Photoelektronenspektroskopie und der Rasterelektronenmikroskopie.

Tabelle 8: Untersuchte EB-gereinigte Proben

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-021-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech ungereinigt
35410-PP-022-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech ungereinigt
35410-PP-023-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech mit Aceton entfettet
35410-PP-024-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech mit Aceton entfettet
35410-PP-025-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche
35410-PP-026-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche
35410-PP-027-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-028-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-029-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-030-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-031-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche
35410-PP-032-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche

Als Referenz wurde das Edelstahlblech wie erhalten mit der Photoelektronenspektroskopie (XPS) mit Parametern nach Tabelle 10 untersucht. Die Proben wurden im Eingangszustand dokumentiert und mittels Klebeband auf dem Probenhalter befestigt. Die XPS-Spektren sind im Anhang dargestellt, die tabellarische Zusammenfassung der Ergebnisse in Tabelle 9. Es wurde eine 100% Rechnung, bei homogener Verteilung ohne die Berücksichtigung von Wasserstoff durchgeführt.

Tabelle 9: Tabellarische Zusammenfassung der Elementkonzentrationen

Konzentration [at%] **Probe**	C	N	O	Na	Fe	Zn	Si	Ca	K	Cr	Mn	F	Ni
35410-PP-021-00 ungereinigt	85	<1 (0,5)	12	1,9	<1 (0,1)	<1 (0,2)	-	-	-	-	-	-	-
35410-PP-022-00 ungereinigt	85	<1 (0,5)	12	<1 (0,8)	-	-	<1 (0,8)	<1 (0,8)	-	-	-	-	-
35410-PP-023-00 mit Aceton entfettet	49	6,0	34	2,2	3,4	-	-	<1 (0,4)	<1 (0,4)	3,6	<1 (0,9)	-	-
35410-PP-024-00 mit Aceton entfettet	53	5,0	32	<1 (0,7)	3,3	-	-	<1 (0,5)	-	3,4	<1 (0,7)	<1 (0,9)	-
35410-PP-025-00 keine Vorreinigung EB Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche	40	-	44	<1 (0,4)	9,8	-	-	<1 (0,6)	-	2,7	2,6	-	-
35410-PP-026-00 keine Vorreinigung EB Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche	41	-	43	-	8,7	-	-	<1 (0,8)	-	2,8	3,8	-	-
35410-PP-027-00 Aceton Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ	34	-	44	2,0	6,4	-	-	<1 (0,3)	-	13	-	-	<1 (0,8)
35410-PP-028-00 Aceton Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ	39	1,3	40	3,8	3,9	-	-	1,0	<1 (0,8)	9,9	-	-	<1 (0,1)
35410-PP-029-00 Keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ	43	2,3	37	1,8	4,5	-	-	<1 (0,7)	<1 (0,5)	9,2	-	-	<1 (0,7)
35410-PP-030-00 Keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ	38	1,8	41	2,4	4,7	-	-	<1 (0,9)	<1 (0,6)	10	-	-	<1 (0,5)
35410-PP-031-00 Aceton Vorreinigung EB Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche	32	-	50	-	9,7	-	-	<1 (0,6)	-	3,1	4,5	-	-
35410-PP-032-00 Aceton Vorreinigung EB Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche	33	-	50	-	11	-	-	<1 (0,5)	-	2,7	3,2	-	-

Tabelle 10: Messparameter der Photoelektronenspektoskopie

Meßparameter:	Röntgenquelle:	Al Kα (1486,6 eV), monochromatisch
	Röntgenstrahl:	200 µm Ø, 50 W
	Untersuchungsgebiet:	Fläche, 1,4 mm x 1,4 mm
	Passenergie:	224 eV (Übersicht) / 55 eV (Detail)

In der Abbildung 29, Abbildung 30 und Abbildung 31 sind die in der Tabelle 9 dargestellten Ergebnisse grafisch wiedergegeben. Das Reinigungsergebnis lässt sich deutlich an der Kohlenstoffkonzentration, welche als Maß für organische Verschmutzung herangezogen werden kann, erkennen.

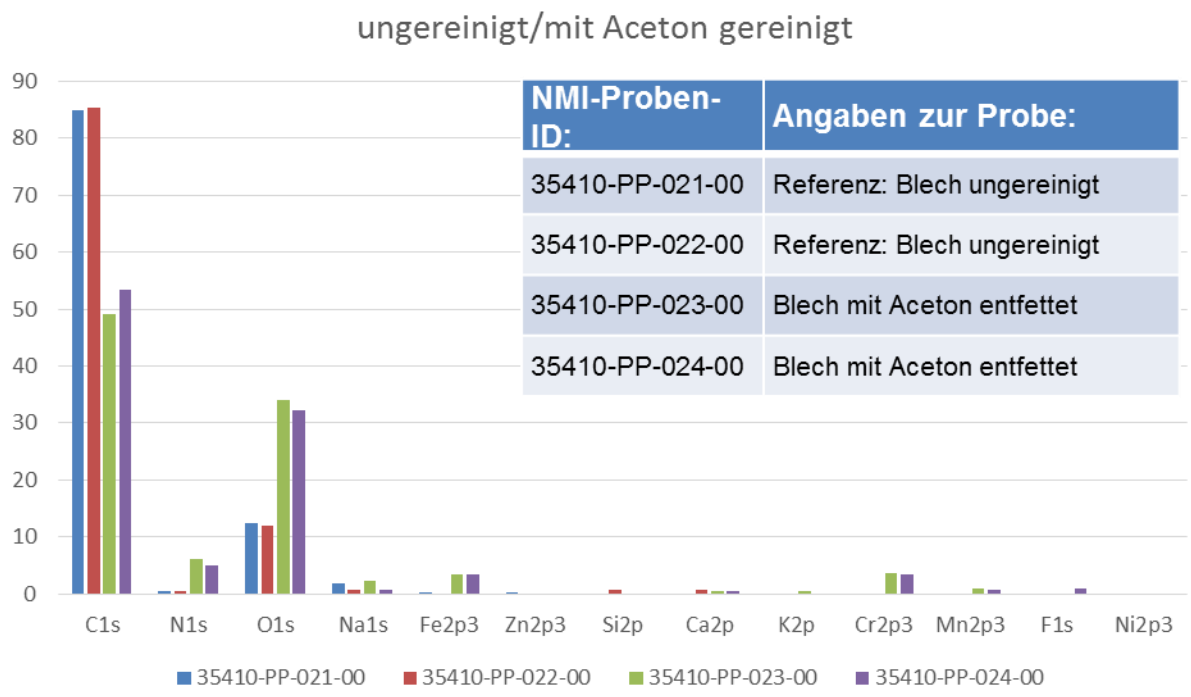
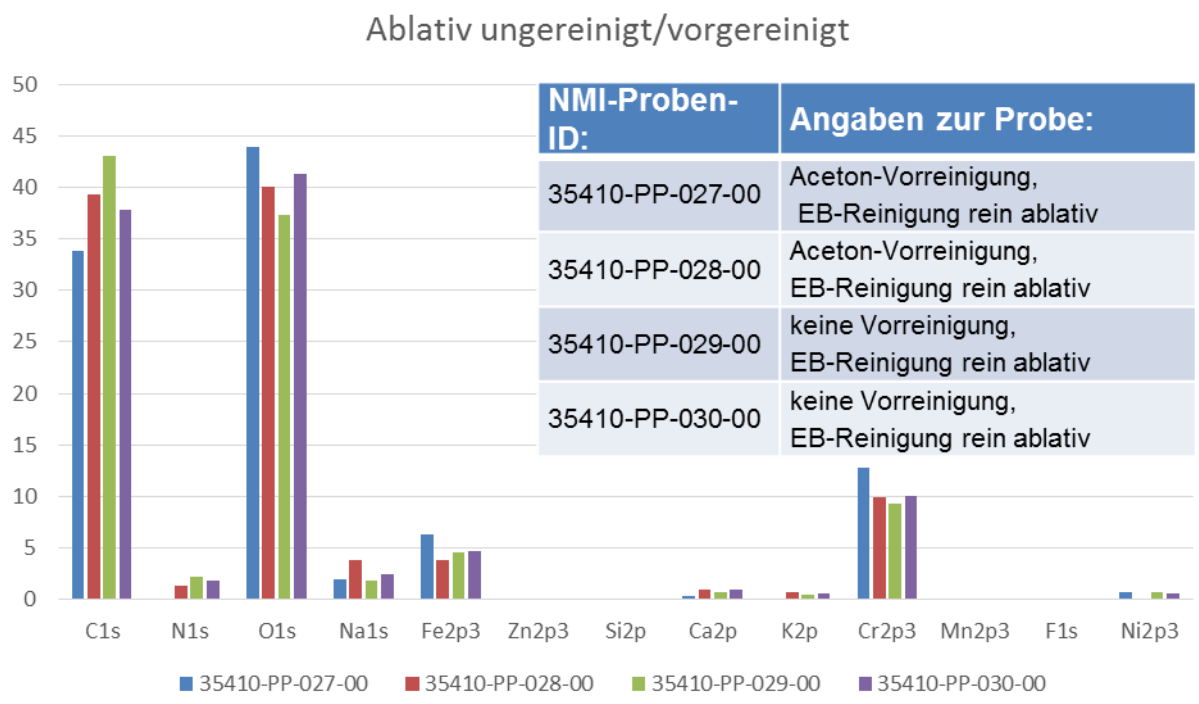
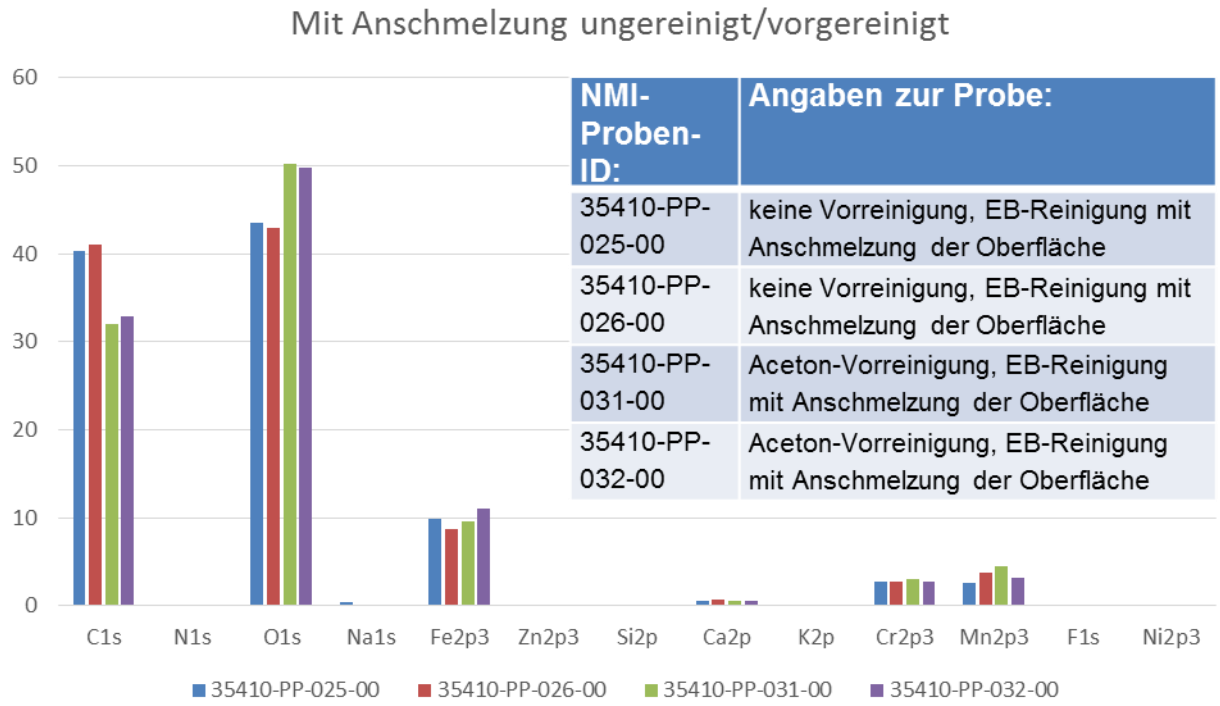


Abbildung 29: Elementkonzentration Referenz (ungereinigt) und mit Aceton entfettete Probe



NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-027-00	Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-028-00	Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-029-00	keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-030-00	keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ

Abbildung 30: Elementkonzentration ablativ EB-gereinigter Proben mit und ohne Aceton-Vorreinigung



NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-025-00	keine Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche
35410-PP-026-00	keine Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche
35410-PP-031-00	Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche
35410-PP-032-00	Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche

Abbildung 31: Elementkonzentration mit Anschmelzung EB-gereinigter Proben mit und ohne Aceton-Vorreinigung

Korrosionsbeständigkeit der Oberflächen

Das im nichtrostenden Stahl vorhandene Chrom bildet eine Chromoxidschicht, die als Passivierungsschicht fungiert. Durch die Reinigung mit Lösemitteln wird diese Passivierungsschicht nicht verändert. Wird die Oberfläche jedoch durch den Elektronenstrahl gereinigt, wird sich die Elementzusammensetzung an der Oberfläche ändern. Vor allem bei einem Reinigungsverfahren mit Umschmelzung der Oberfläche ist zu erwarten, dass die Passivierungsschicht zerstört wird. Ein Maß für die Güte der Chromanreicherungsschicht ist das Chrom/Eisen Verhältnis. Das Cr/Fe Verhältnis ist bei einer intakten Passivierungsschicht größer null.

In Tabelle 11 sind Ergebnisse des Projekts Projekt „Innovative Nanostrukturen zur Verbesserung der Korrosionsfestigkeit bei Edelstählen“ dargestellt, inwieweit sich andere Oberflächenreinigungs- oder Bearbeitungsverfahren auf das Chrom/Eisen-Verhältnis, und damit die Korrosionsbeständigkeit, nichtrostender Stähle auswirken. Zusätzlich ist der erreichbare Wert durch eine Passivierung mit Citrisurf angegeben. In Tabelle 12 sind die Ergebnisse der XPS-Untersuchungen im Hinblick auf das Cr/Fe-Verhältnis dargestellt. Es ist, gegenüber den Referenzproben, eine deutliche Erhöhung des Verhältnisses durch eine ablative Reinigung festzustellen. Ein Aufschmelzen der Oberfläche im Vakuum führt jedoch zu einer Verringerung, da im Vakuum der Elektronenstrahlanlagen-Kammer durch den fehlenden Sauerstoff keine Repassivierung der Oberfläche stattfinden kann.

Tabelle 11: Verhältnis von Element- und Verbindungskonzentration von Fe und Cr von 1.4301 nach unterschiedlicher Vorbehandlung und Passivierung

Probe	**Cr /Fe (Cr/Fe ohne Passivierung)**	**$Cr_{ox.}$ / $Fe_{ox.}$ ($Cr_{ox.}$ / $Fe_{ox.}$ ohne Passivierung)**
F1 (Fräsen)	1,00 (0,40)	1,28 (0,42)
F2 (Strahlen)	1,20 (0,40)	1,51 (0,38)
F3 (Scotchen/Bürsten)	1,75 (0,20)	2,03 (0,20)
F4 (Elektropolieren)	2,00 (1,75)	3,91 (2,82)
F5 (Laserstrahlschweißen)	1,17 (0,40)	1,45 (0,43)

Tabelle 12: Chrom/Eisen-Verhältnis der mittels XPS untersuchten Probenoberflächen

Konzentration [at%] Probe	Fe	Cr	Cr/Fe	Angaben zur Probe
35410-PP-021-00	<1 (0,1)	-	-	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech ungereinigt
35410-PP-022-00	-	-	-	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech ungereinigt
35410-PP-023-00	3,4	3,6	1,06	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Blech mit Aceton entfettet
35410-PP-024-00	3,3	3,4	1,03	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Blech mit Aceton entfettet
35410-PP-025-00	9,8	2,7	0,28	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche
35410-PP-026-00	8,7	2,8	0,32	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche
35410-PP-027-00	6,4	13	2,03	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-028-00	3,9	9,9	2,54	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-029-00	4,5	9,2	2,04	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-030-00	4,7	10	2,13	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ
35410-PP-031-00	9,7	3,1	0,32	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche
35410-PP-032-00	11	2,7	0,25	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche

Oberflächentopographie der gereinigten Oberflächen

Durch verschiedene (Elektronenstrahl-) Reinigungsverfahren kann eine Veränderung der Oberflächentopographie entstehen. Aufgrund dessen wurden die mit verschiedenen Verfahren gereinigten Proben im REM auf ihre Topographie untersucht, Abbildung 32 bis Abbildung 35.

Es ist deutlich zu erkennen, dass nur bei der Reinigung mit Anschmelzung eine Beeinflussung der Topographie stattfindet.

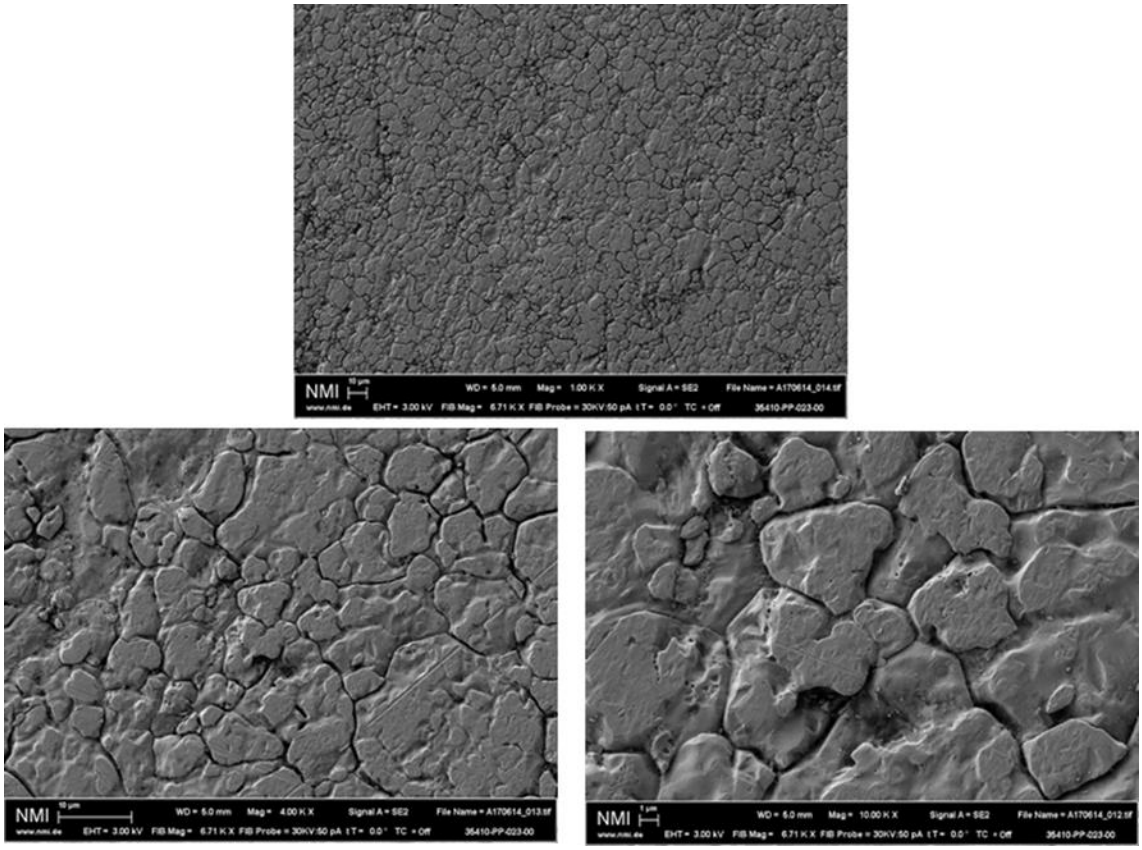


Abbildung 32: REM-Bilder der ungereinigten Probenoberfläche (Referenz)

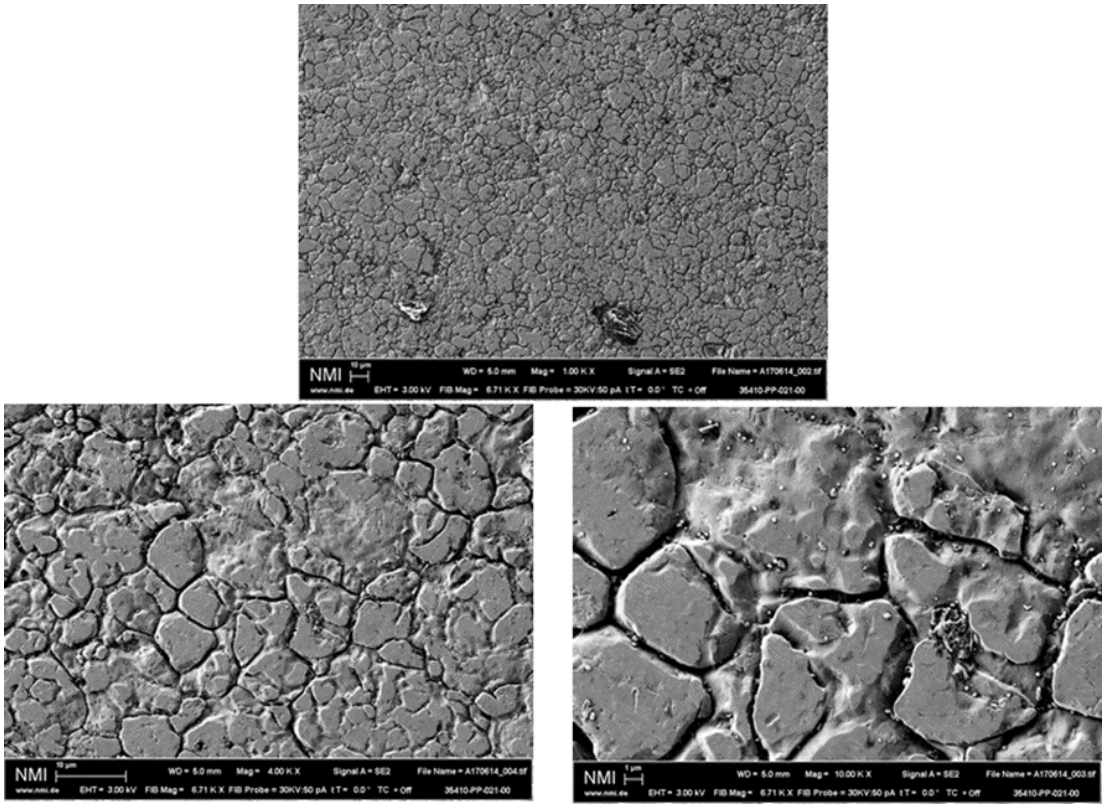


Abbildung 33: REM-Bilder der mit Aceton gereinigten Probenoberfläche

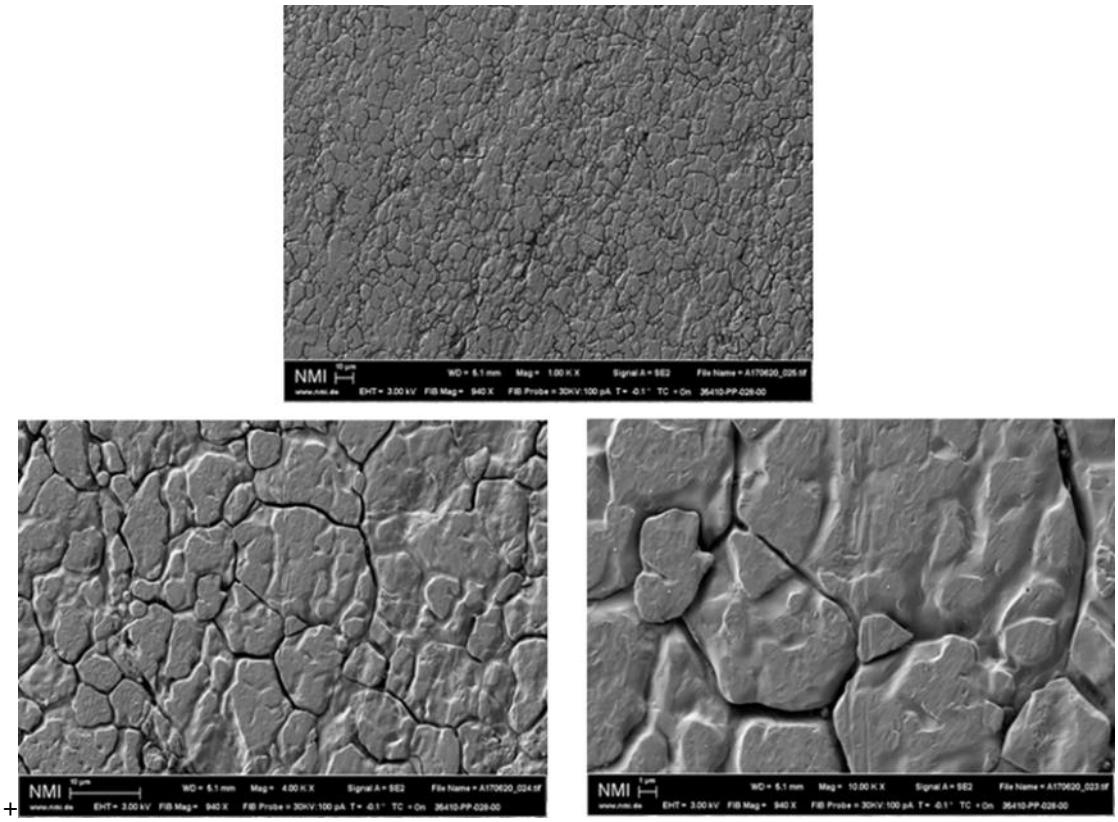


Abbildung 34: REM-Bilder der vorgereinigten und ablativ EB-gereinigten Oberfläche

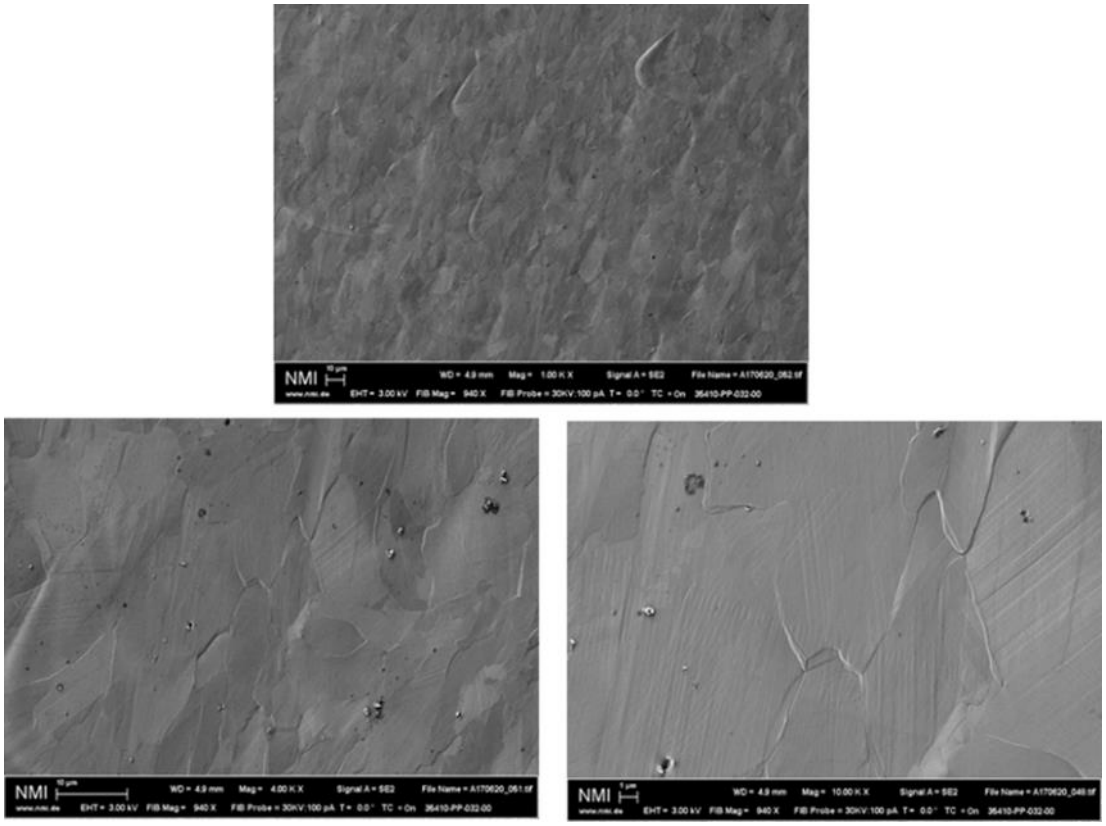


Abbildung 35: REM-Bilder der vorgereinigten und mit Anschmelzung EB-gereinigten Oberfläche

Bewertung der XPS Ergebnisse in Bezug auf Reinigung und Korrosionsbeständigkeit

Die ungereinigten Probeplättchen zeigen einen sehr hohen Gehalt an Kohlenstoff. Die Werkstoffoberfläche ist nicht zu sehen. Das Entfetten der Oberfläche mit Aceton entfernt einen Teil der Verunreinigung. Die Bestandteile des Werkstoffs (Eisen/Chrom) sind sichtbar. Zusätzlich ist hier auch Stickstoff deutlich zu sehen.

Die rein ablative EB-Reinigung reduziert den Kohlenstoffgehalt mit und ohne Vorreinigung nur noch um wenige Atomprozent, entfernt den Stickstoff nicht vollständig, die Werkstoffbestandteile Eisen, Chrom und Nickel sind erhöht, ebenso der Gehalt an Natrium. Kalzium und Kalium sind ebenfalls auf der Oberfläche zu sehen. Das Chrom/Eisenverhältnis ist größer 2, es findet also durch die Reinigung eine Anreicherung von Chrom an der Oberfläche statt.

Die EB Reinigung ohne Vorreinigung mit Anschmelzung der Oberfläche zeigt einen höheren Reinigungseffekt, der durch Vorreinigen mit Aceton noch verbessert werden kann. Insgesamt zeigen alle Reinigungsverfahren einen relativ hohen Restkohlenstoffgehalt (<30at%), der eventuell auf Redeposition zurückzuführen ist.

Bei der EB Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche erhöht sich der Eisengehalt im Vergleich zur ungereinigten Referenzprobe. Das Chrom/Eisenverhältnis ist kleiner 1, es findet also durch die Reinigung eine Verarmung von Chrom an der Oberfläche statt. Die Korrosionsbeständigkeit nimmt also ab, die mit Chrom angereicherte Schicht ist nicht mehr so stark vorhanden. Die Volumenbestandteile des Stahls wie Nickel sind nicht messbar, Mangan hingegen ist vorhanden.

Bei den ablativen Verfahren erhöht sich der Chromgehalt. Gleichzeitig ist aber der Volumenbestandteil Nickel, wenn auch nur in Spuren, zu sehen (<1%).

In Tabelle 13 werden alle wichtigen Erkenntnisse der Reinigungsversuche auf einen Blick dargestellt.

Tabelle 13: Zusammenfassung der Ergebnisse der Reinigungsversuche

Reinigungsverfahren	Entfernung Kohlenstoff	Cr/Fe Verhältnis	Entfernung Oxidationsschicht
Acetonreinigung	teilweise	Ca.1	nein
Elektronenstrahl ablativ ohne Vorreinigung	Besser als nur Acetonreinigung	Ca.2	nein
Elektronenstrahl ablativ mit Vorreinigung	Keine Verbesserung zu Elektronenstrahl ablativ ohne Vorreinigung	Ca.2	nein
Elektronenstrahl Anschmelzung ohne Vorreinigung	Im Bereich der ablativen Verfahren	<0,5	ja
Elektronenstrahl Anschmelzung mit Vorreinigung	Im Bereich der Standardoberfläche	<0,5	ja

Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften der Grundwerkstoffe durch die Elektronenstrahlreinigung

Zur Sicherstellung, dass keine Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften der Werkstoffe durch das Elektronenstrahlreinigen stattfindet, wurden Zugproben aus den gereinigten Blechen gefertigt. Diese wurden im Rahmen des AP 6 geprüft. Es konnte durch das Reinigen keine signifikante Beeinflussung festgestellt werden. Detaillierte Ergebnisse sind im Kapitel *AP 6: Mechanisch-technologische Untersuchungen* aufgeführt.

AP 3: Einfluss des Strahlwobbelns und Strahlablenkens auf den intermetallischen Phasensaum und die Korngröße

In diesem Arbeitspaket, welches ein zentrales Arbeitspaket im Projektverlauf darstellt, wurden sämtliche Schweißungen an Blechen und Drähten durchgeführt. Dazu zählten auch das Entwickeln von Schweißvorrichtungen, die Durchführung von Referenzschweißversuchen (auch an anderen EB-Schweißanlagen) sowie die letztendlichen Schweißversuche mit Variation der Strahlparameter an den festgelegten Proben.

Entwicklung von Schweißvorrichtungen für die zu schweißenden Proben

Folgende Anforderungen werden an die Schweißvorrichtung gestellt:

- Einfache Vorrichtung, bei denen die Probebleche mittels geschraubten Niederhaltern fixiert werden
- Nut unter der Naht sichert freie Wurzelausbildung
- Einstellung eines technischen Nullspalts möglich (ca. 0,01 mm)

Dazu wurde, basierend auf einer vorhandenen Trägerplatte, eine einfache Vorrichtung mit geschraubten Klemmblechen aufgebaut, Abbildung 36.

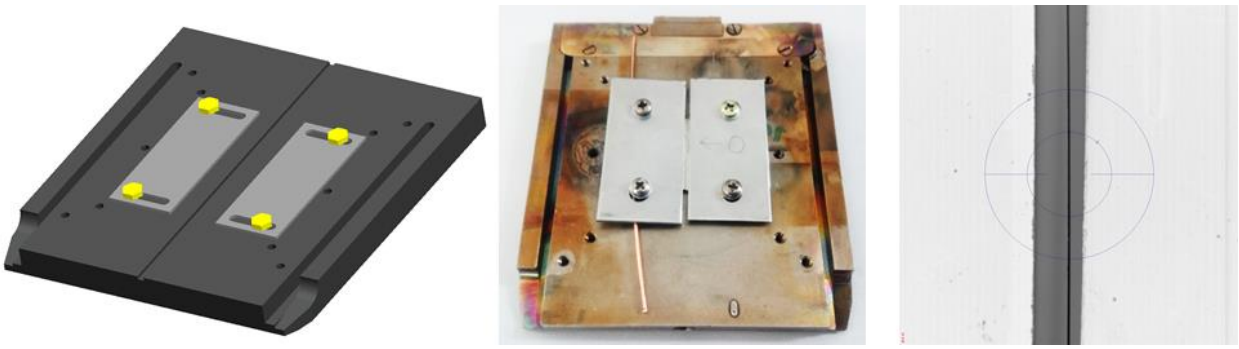


Abbildung 36: Schweißvorrichtung. Links: CAD-Modell, Mitte: Foto, Rechts: ELO-Bild des Fügespalts.

Es wurden Testschweißungen (artgleich) ohne Strahlablenkung mit Fokus auf der Blechoberfläche in der Vorrichtung durchgeführt. Es wurde ein Strahlstrom von 3 mA bei einer Beschleunigungsspannung von 60 kV gewählt (entsprechend 180 W Leistung) sowie eine Vorschubgeschwindigkeit von 15 mm/s.

Man sieht eine saubere Nahtoberfläche mit guter Wurzelausbildung, Die Schweißnahtbreite ist im Verhältnis zur Blechdicke jedoch recht hoch (0,65 … 0,8 mm), Abbildung 37.

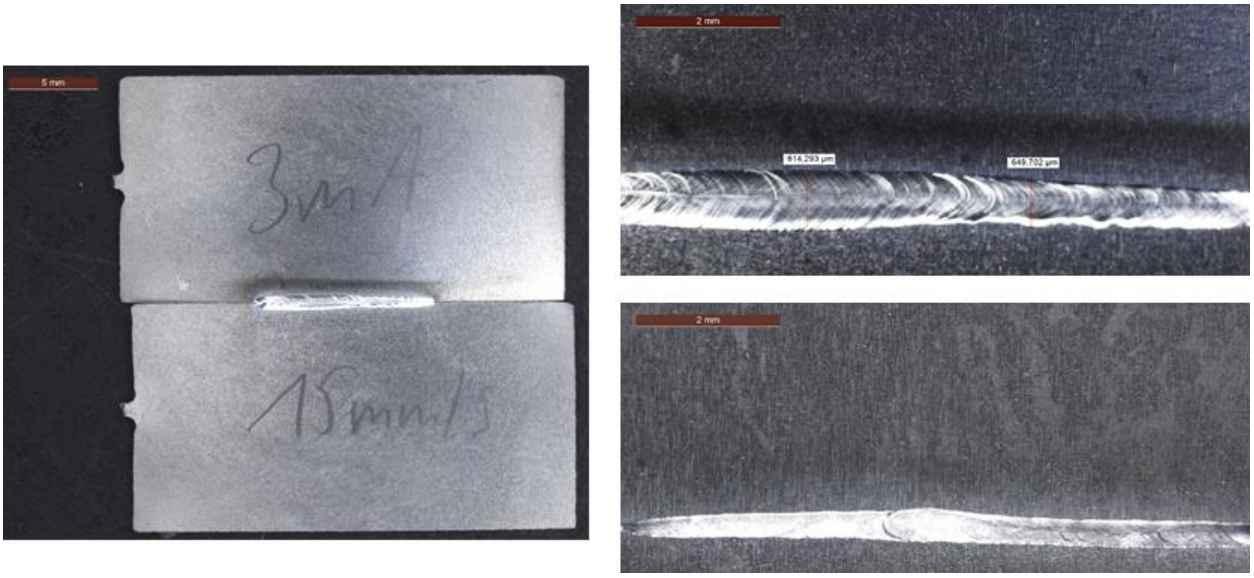


Abbildung 37: Erste Probeschweißung

Die Vorrichtung zeigte jedoch Schwächen. Es trat ein starker Verzug der Bleche auf, verbunden mit einem Kantenversatz und sich änderndem Fügespalt, Abbildung 38. Eine Optimierung der Vorrichtung war notwendig.

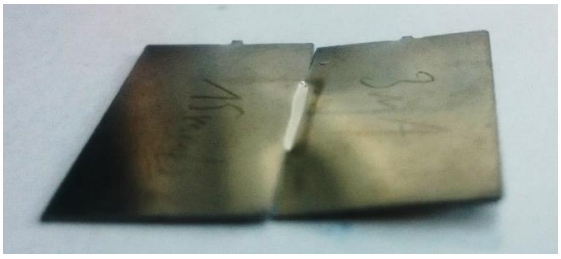


Abbildung 38: Starker Verzug des Blechs

Die einfache Vorrichtung erfüllte nicht die Anforderungen an Positionierbarkeit und Stabilität. An eine verbesserte Vorrichtung wurden folgende Anforderungen gestellt:

- Grundplatte (Probenträger) passend in die Aufnahme der EB-Maschine
- Wechselbare Einlage im Schweißbereich mit Nut zur freien Wurzelformung
- Verstellbare Spannleisten
- Mechanische Druckausübung auf die Proben möglich (Vermeidung Heißrisse)
- Hohe Positionsgenauigkeit
- Keine Kontamination der Proben durch die Vorrichtung, daher Fertigung aus nichtrostendem Stahl 1.4301

Abbildung 39 zeigt ein CAD- Modell der neuen Vorrichtung, in der alle in der obigen Aufzählung genannten Anforderungen eingearbeitet wurden. Über die rosafarbenen Spannleisten lassen sich

die Proben mittels der gelben Schrauben fixieren. Außerdem kann über die weißen Schauben der mittels eines Stifts geführte Anschlag verstellt werden, sodass eine reproduzierbare Spannsituation gewährleistet ist. Zusätzlich können die Anschläge genutzt werden, um über die Schrauben mechanischen Druck auf die Fügezone auszuüben, was sich in vorherigen Projekten (Rebensdorf 2014) vorteilhaft bezüglich der Vermeidung von Rissen herausgestellt hat.

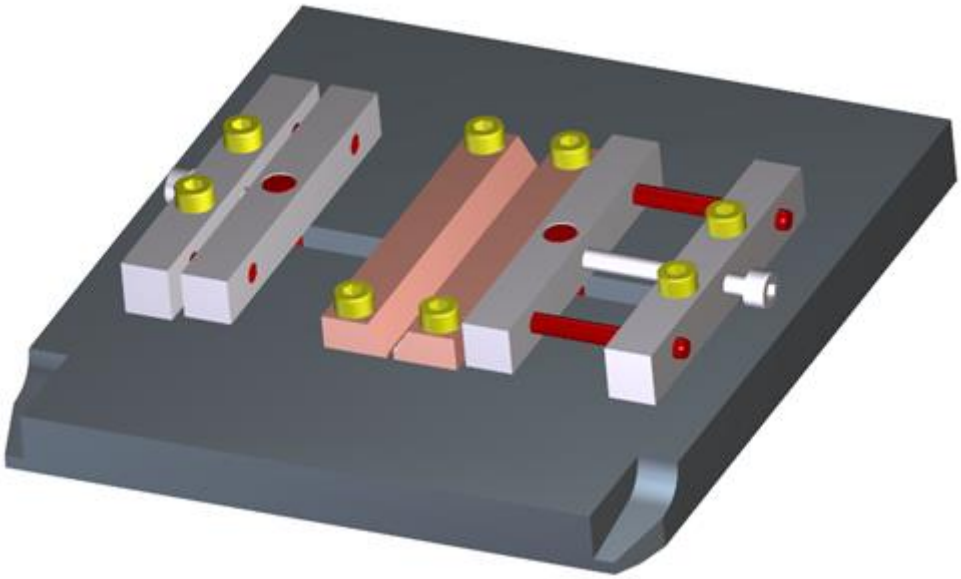


Abbildung 39: Optimierte Schweißvorrichtung

Die Korrosionsuntersuchungen in AP 10 zeigten, dass die elektrisch leitende Auflage der zu schweißenden Proben zu Korrosion führte. Deshalb wurde die Vorrichtung dahingehend geändert, dass ein isolierter Schweißvorgang möglich ist. Dazu wurden sowohl die Spannleisten als auch die Auflage der Grundplatte mit einem hochhitzebeständigem Polyimid-Klebeband isoliert. Da jedoch beim Elektronenstrahlschweißen eine elektrisch leitende Kontaktierung nötig ist, wurde diese über die verstellbaren Anschläge realisiert. Dieser Bereich wurde später bei den Korrosionsuntersuchungen mittels eines Lacks maskiert und damit nicht mit geprüft.

Durchführung der Referenzschweißungen

Im Folgenden werden die Referenzschweißungen zur Ermittlung eines Parameterfensters beschrieben. Die Referenzschweißungen wurden als Blindschweißungen an nichtrostenden Stahlblechen aus 1.4310 ausgeführt. Dabei wurden, auf Wunsch des PA, nicht nur die Mikro-Elektronenstrahlschweißanlage SEM108 des FG tff betrachtet, sondern auch verschiedene Mikro- und Makro-Anlagen unterschiedlicher Hersteller. Folgende Anlagen wurden bei den Schweißungen berücksichtigt:

- µ-EB pro-beam SEM108 mit Kathode BK0,9 (am tff vorhanden)
- µ-EB FOCUS MEBW60-L95 (bei Fa. FOCUS, Hünstetten)
- Makro-EB PTR K700 mit Kathode BK1 (bei Fa. PTR Strahltechnik, Langenselbold)
- Makro-EB pro-beam K6 mit 80-40-1 Strahlerzeuger (bei Fa. pro-beam, Planegg)

Die Ermittlung des Parameters erfolgte vollfaktoriell an Blechen mit der Dicke von 0,3 und 0,5 mm. Ziel der Versuche war das Erreichen einer Durchschweißung mit sauber ausgeprägter Ober- und Unterraupe bei möglichst geringem Energieeintrag. Folgende Parameter wurden für die Versuche verwendet:

- Beschleunigungsspannung: 60 kV
- Leistung von 60 … 300 W (1…5 mA @ 60 kV) (10 Stufen, sinnvoll zur Schweißgeschwindigkeit passend angeordnet, in Schritten von 0,2 mA)
- Schweißgeschwindigkeit 15 … 80 mm/s (4 Stufen: 15, 30, 50, 80 mm/s)
- Reine cw-Schweißungen ohne Strahlmodulation
- Fokus: Blechoberfläche
- Bei Makro-EB-Maschinen: minimaler Arbeitsabstand ca. 150 mm, bei Mikro-EB-Maschinen: mittlerer Arbeitsabstand, ca. 50 mm

Aus der den Parameterplänen ergibt sich eine Gesamtanzahl von 160 Proben, welche geschweißt und ausgewertet wurden. Zur Auswertung wurden Querschliffe hergestellt, präpariert und mittels eines Digitalmikroskops Aufnahmen erstellt. Die genaue Art der Präparation ist dem Kapitel *AP 7: Charakterisierung der elektronenstrahlgeschweißten Proben* zu entnehmen.

Beispielhafte Ergebnisse des Vergleichs der Anlagen sind in Form von Querschliffen in der Abbildung 40 und Abbildung 41 dargestellt. Bei allen untersuchten Anlagen stellten sich bei vergleichbaren Schweißparametern ähnliche Schweißnahtgeometrien ein. Damit konnte gezeigt werden, dass auch Makro-Elektronenstrahlschweißanlagen prinzipiell für die Herstellung von Mikro-Schweißnähten geeignet sind.

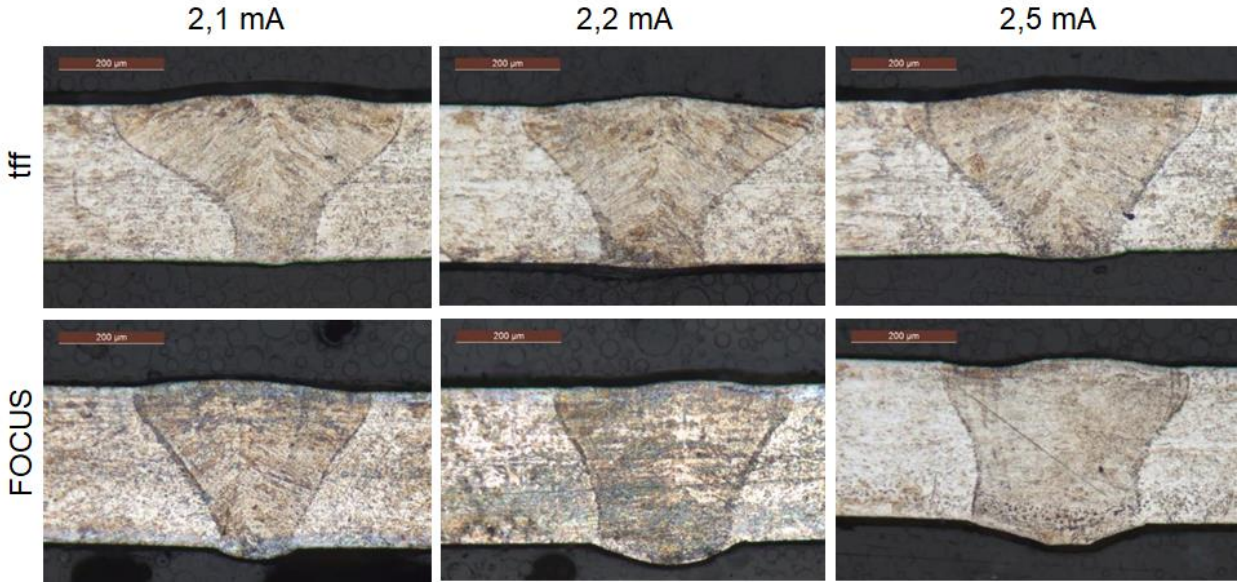


Abbildung 40: Referenzschweißungen mit Schweißgeschwindigkeit 50 mm/s, Blechdicke 0,3 mm. Vergleich zwischen FOCUS MEBW 60 (unten) und pro-beam SEM108 (oben)

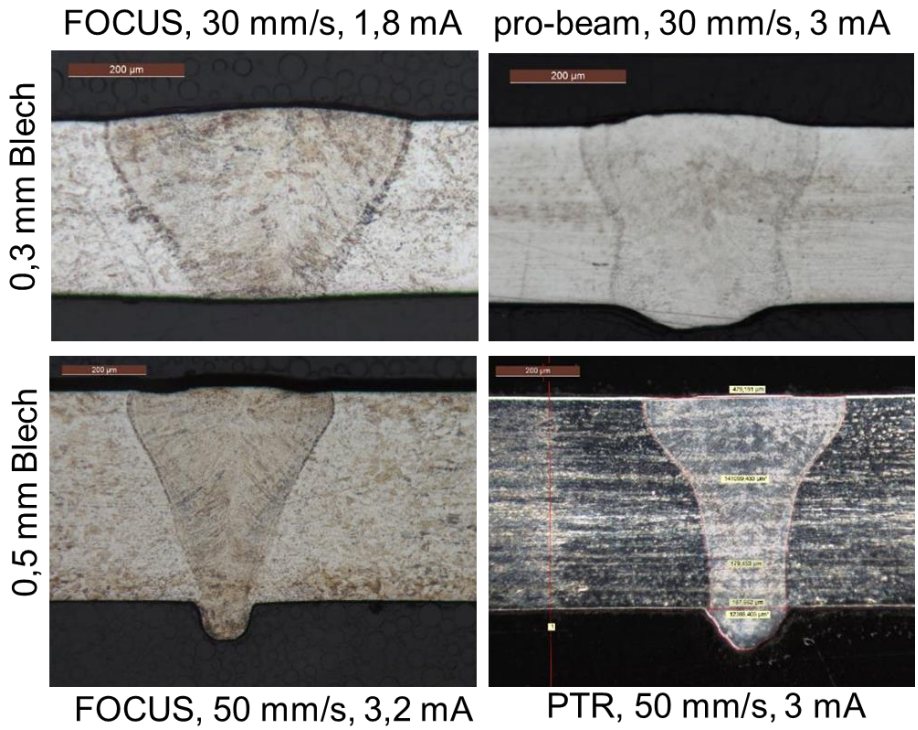


Abbildung 41: Schweißungen mit unterschiedlicher Blechdicke und langsamerer Schweißgeschwindigkeiten von 30 und 50 mm/s, Vergleich zwischen FOCUS MEBW 60 (links) und pro-beam SEM108 (tff) (rechts)

Anhand der durchgeführten Untersuchungen konnten Parameterkennlinien für eine Durchschweißung bei den beiden Blechdicken an der SEM108 generiert werden, Abbildung 42. Diese können im Verlauf der folgenden Untersuchungen als Anhaltspunkte für das DoE genutzt werden, um den Versuchsumfang auf „sinnvolle“ Parameterkombinationen einzugrenzen. Die Parameterkennlinien sind, mit nur geringen Abweichungen, auch für andere Elektronenstrahl-Schweißmaschinen verwendbar.

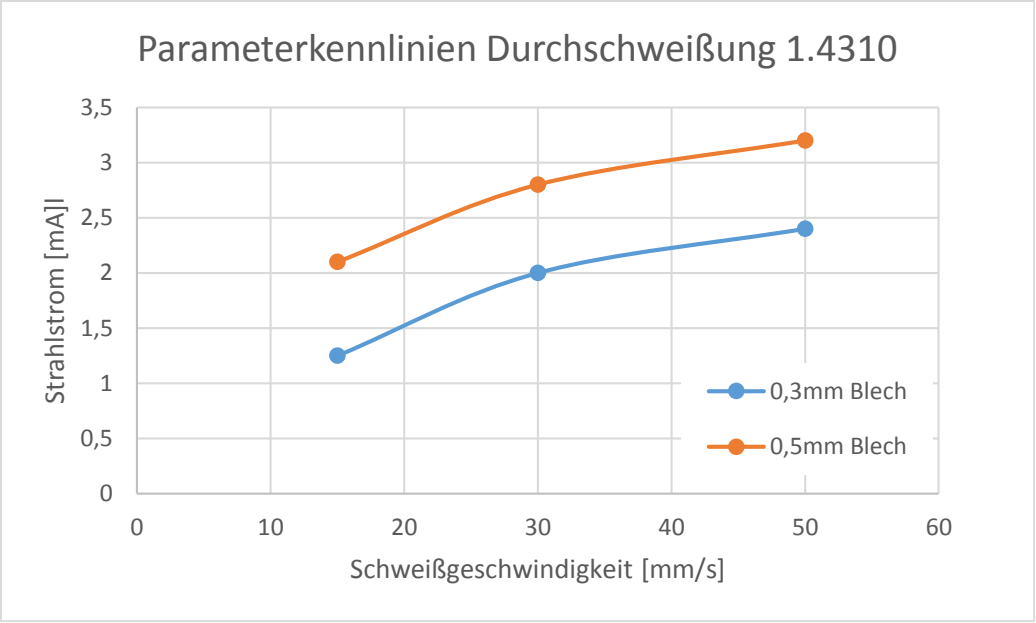


Abbildung 42: Parameterkennlinien für Durchschweißungen an 0,3 mm und 0,5 mm dicken Blech aus 1.4310

Schweißen der Mischverbindungen aus Nitinol und nichtrostendem Stahl

Als Ausgangspunkt für das folgende DoE wurden Schweißungen einer Mischverbindung zwischen Nitinol SE508 und 1.4310 (gering kaltverfestigt) in 0,3 mm Blechdicke mit folgenden Parametern ausgeführt:

- Strahlstrom 1,25 mA
- Schweißgeschwindigkeit: 15 mm/s
- Kein Strahlversatz
- Oberflächenfokus

Diese erste Schweißung einer Mischverbindung zeigt, vorrichtungsbedingt, unterschiedliche Nahtbreiten, da sie noch mit der alten Schweißvorrichtung geschweißt wurde und es zu einem starken Verzug kam. Im linken, schmaleren Bereich der Naht zeigen sich wenige Risse (Heißrisse), Abbildung 43. Im rechten, breiteren Bereich der Schweißnaht zeigen sich viele Risse. Diese sind besonders deutlich im ELO-Bild der Schweißnaht zu erkennen, Abbildung 44. Alle in der Literatur beschriebenen Phänomene ließen sich damit reproduzieren. Es zeigt sich an dieser Schweißung, dass schmale Schweißnähte tendenziell weniger rissanfällig sind als breitere.

Aufgrund der hohen Anzahl von Rissen wurde auf eine mechanische Prüfung dieser Proben verzichtet. Mechanische Kennwerte weiterer in diesem Kapitel durchgeführten Schweißungen werden im Abschnitt *AP 6: Mechanisch-technologische Untersuchungen* dargestellt.

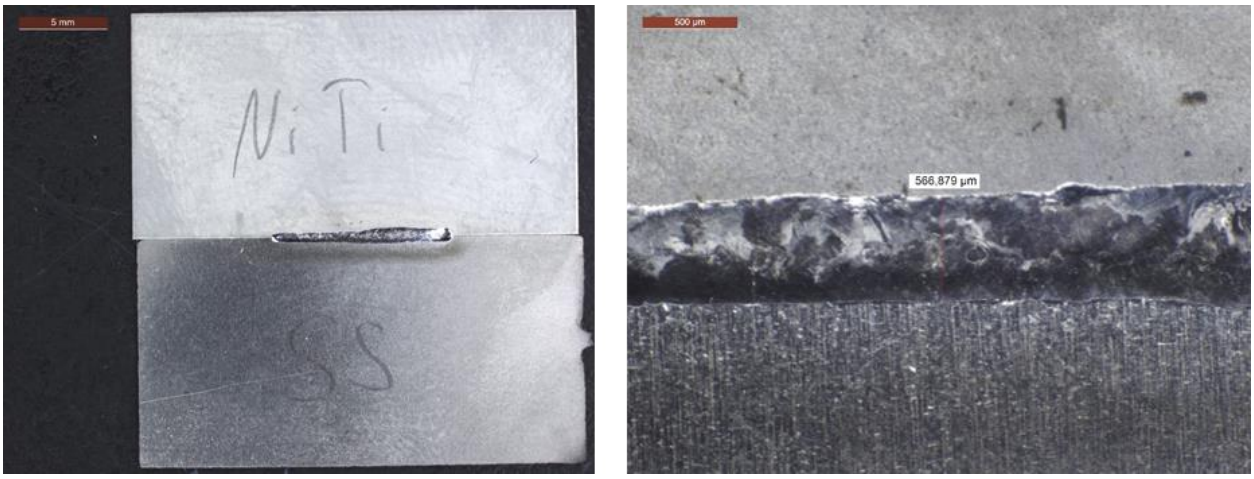


Abbildung 43: Schweißung einer Mischverbindung NiTi / 1.4310. Links: Übersicht, rechts: linker schmalerer Bereich der Naht.

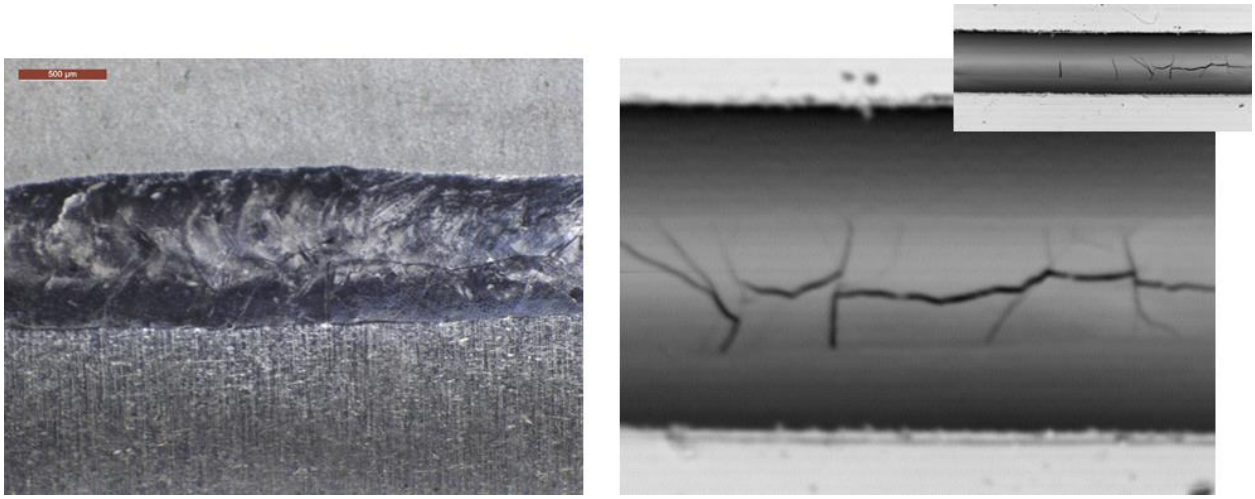


Abbildung 44: Schweißung einer Mischverbindung NiTi / 1.4310. Links: breiterer Bereich mit großer Anzahl von Heißrissen, rechts: ELO-Bild

Als nächster Schritt im mehrstufigen Versuchsplan wurde ein Screening-Versuchsplan mit nachfolgend aufgelisteten Parametern bzw. Parametervariationen durchgeführt. Die Methoden basieren auf Erfahrungen aus der Literatur, dass ein Strahlversatz, insbesondere auf die Nitinol-Seite, zu deutlich besseren mechanischen Kennwerten führen kann. Weiterhin wurde für die Wahl der Parameter die Annahme berücksichtigt, dass eine Strahlpendelung, insbesondere längs zur Vorschubrichtung, die Durchmischung im Schweißgut begünstigt.

- Gesamt: 10 Parametersätze
- Je 2 Schweißgeschwindigkeiten
    - „langsam“: 15 mm/s Schweißgeschwindigkeit, 1,25 mA Strahlstrom
    - „schnell“: 50 mm/s Schweißgeschwindigkeit, 2,5 mA Strahlstrom
- Schweißung ohne Strahlversatz
- Schweißung mit 0,15 mm Versatz auf Nitinol
- Schweißung mit 0,15 mm Versatz auf nichtr. Stahl
- Schweißung ohne Strahlversatz, linear längs pendeln 100 Hz, Amplitude 0,25 mm
- Schweißung ohne Strahlversatz, linear längs pendeln 1 kHz, Amplitude 0,25 mm

Alle nicht genannten Parameter entsprechen denen der Referenzversuche. Aus diesen geschweißten Proben wurden Zugproben gefertigt, welche im Projektverlauf auf ihre mechanischen Kennwerte hin untersucht wurden. Es wurden ebenfalls Querschliffe erstellt, von denen zwei Beispiele in Abbildung 45 dargestellt sind. Es zeigt sich hier deutlich, dass die bei niedrigen Schweißgeschwindigkeit gefügte Probe eine deutlich homogenere Durchmischung der Elemente aufweist als diejenige mit der höheren Schweißgeschwindigkeit.

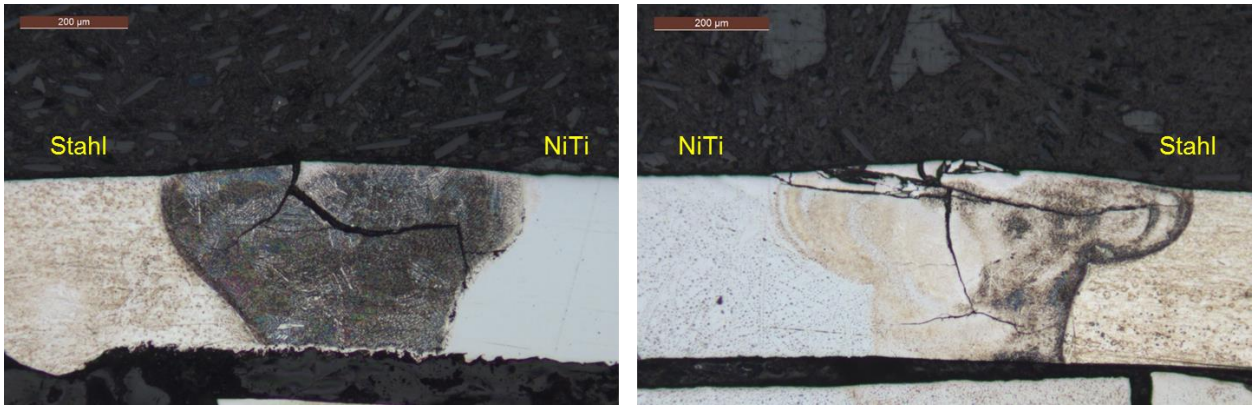


Abbildung 45: Querschliffe einer mit 15 mm/s (links) und 50 mm/s (rechts) geschweißten Verbindung ohne Strahlversatz

Die Ergebnisse dienen als Grundlage weiterer Versuchspläne. Als Fazit der Versuche ergibt sich:

- Langsame Schweißgeschwindigkeiten führen zu homogener Durchmischung, aber breite Schweißnähte und die Schweißnaht „wandert“ aufgrund eines vorlaufenden Wärmefelds in Richtung NiTi-Fügepartner
- Schnelle Schweißungen: Weniger homogene Durchmischung
- Strahlversatz auf NiTi führt zu einem Phasensaum, der Rissbildung begünstigt und für stark reduzierte Festigkeiten sorgt
- Strahlversatz auf Stahl reduziert den Ti-Gehalt der Verbindung und führt zu rissarmen oder rissfreien Verbindungen
- Schnelle Längspendelung (1 kHz) lässt Verbindungen schon in der Vorrichtung reißen
- Langsame Längspendelung (100 Hz) beeinflusst Durchmischung leicht positiv, verglichen mit dem Einfluss der Schweißgeschwindigkeit auf die Durchmischung ist der Einfluss jedoch gering.

Die Analyse der Zugproben (siehe dazu Kapitel AP 6) bestätigten die aus dem Erscheinungsbild der Naht und der Anzahl der Risse hervorgehenden Erwartungen. Proben mit einem Strahlversatz in Richtung des Stahl-Fügepartners weisen im Vergleich die höchsten Festigkeiten (über 400 MPa) auf, gefolgt von Proben, die mit Längspendelung geschweißt werden (ca. 300 MPa). Auf Basis dieser Ergebnisse wurden weitere Versuchspläne in Richtung Strahlversatz Stahl, verschiedener Schweißgeschwindigkeiten sowie langsamer Längspendelung ausgelegt.
Aus diesem Grund wurde folgender Parameterplan (Tabelle 14) aufgestellt und an jeder Position der Tabelle, an denen sich ein Kreuz befindet, wurden Schweißungen durchgeführt.
Längsp. steht dabei als Abkürzung für Längspendeln mit einer Frequenz von 100 Hz und einer Amplitude von 0,25 mm. Es wurden ebenfalls Bleche mit einer Dicke von 0,3 mm verwendet.

Tabelle 14: Parameterplan der Schweißungen

Strahl-versatz St.	**15 mm/s**	**30 mm/s**	**50 mm/s**	**15 mm/s, Längsp. 100 Hz**
0,05 mm	X	X	X	
0,1 mm	X	X	X	X
0,15 mm	X	X	X	X
0,2 mm	X	X	X	
0,25 mm	X			
0,3 mm	X			

Abbildung 46 bis Abbildung 49 zeigen ELO Bilder von Schweißungen mit unterschiedlichem Strahlversatz und unterschiedlichen Schweißgeschwindigkeiten sowie der Längspendelung. Der Strahlversatz ist immer in Richtung des Stahl-Fügepartners angegeben.

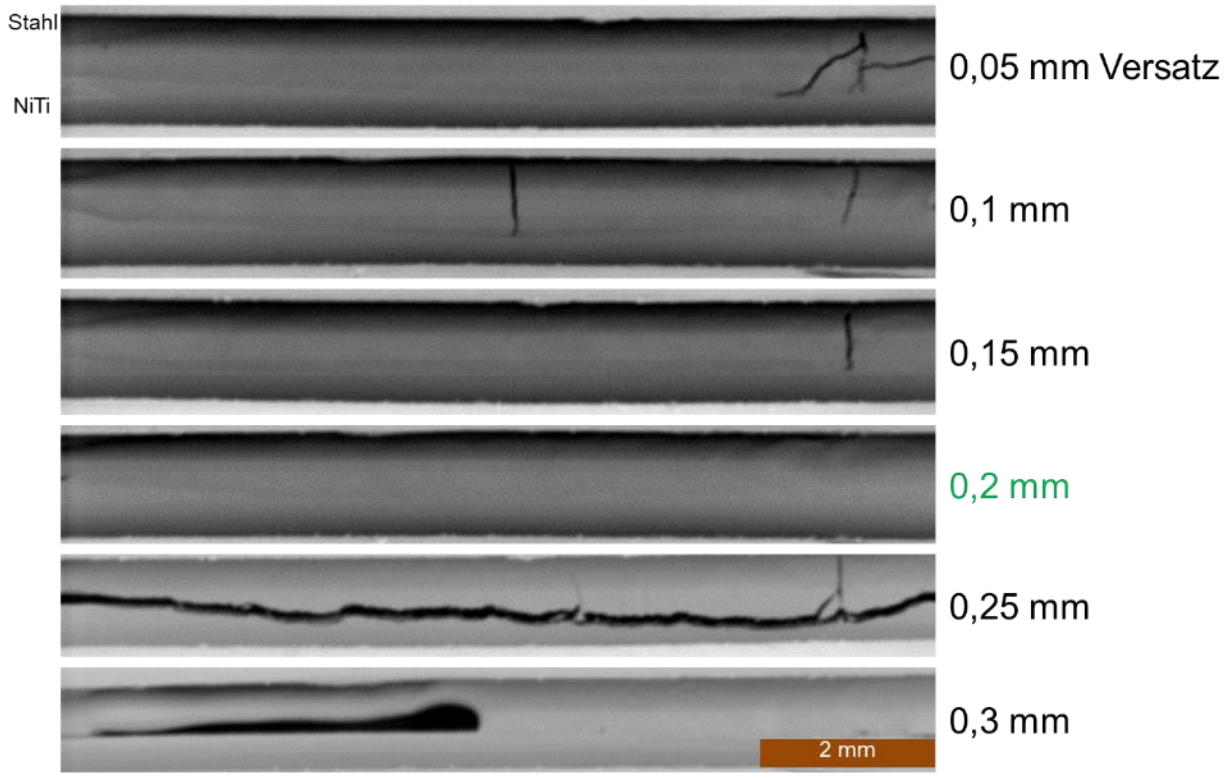


Abbildung 46: Unterschiedlicher Versatz auf Stahl, geschweißt mit 15 mm/s (ELO-Bilder):

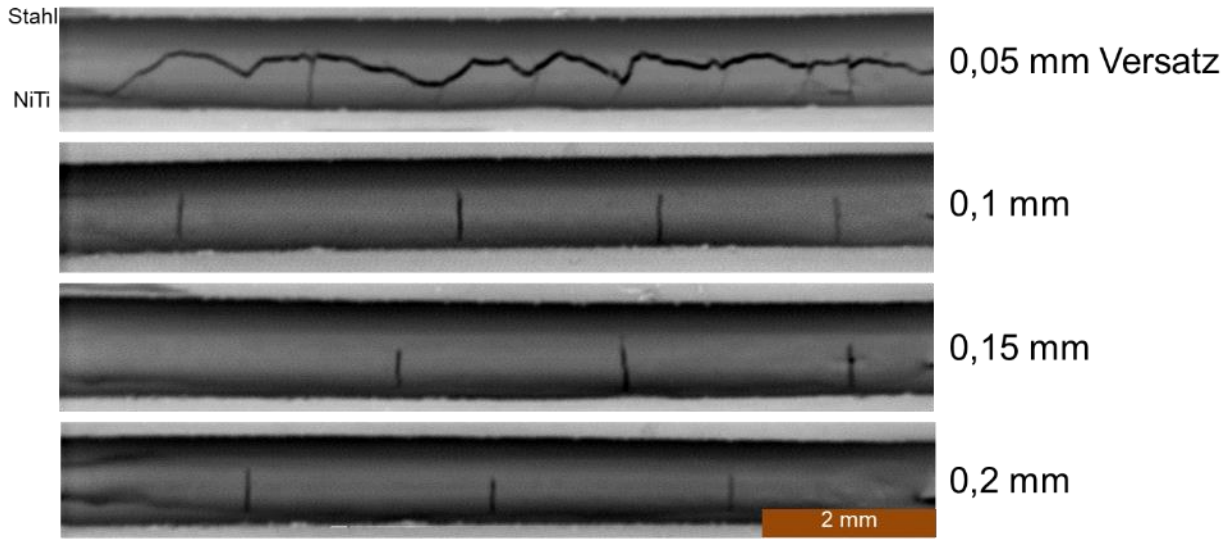


Abbildung 47: Unterschiedlicher Versatz auf Stahl, geschweißt mit 30 mm/s (ELO-Bilder)

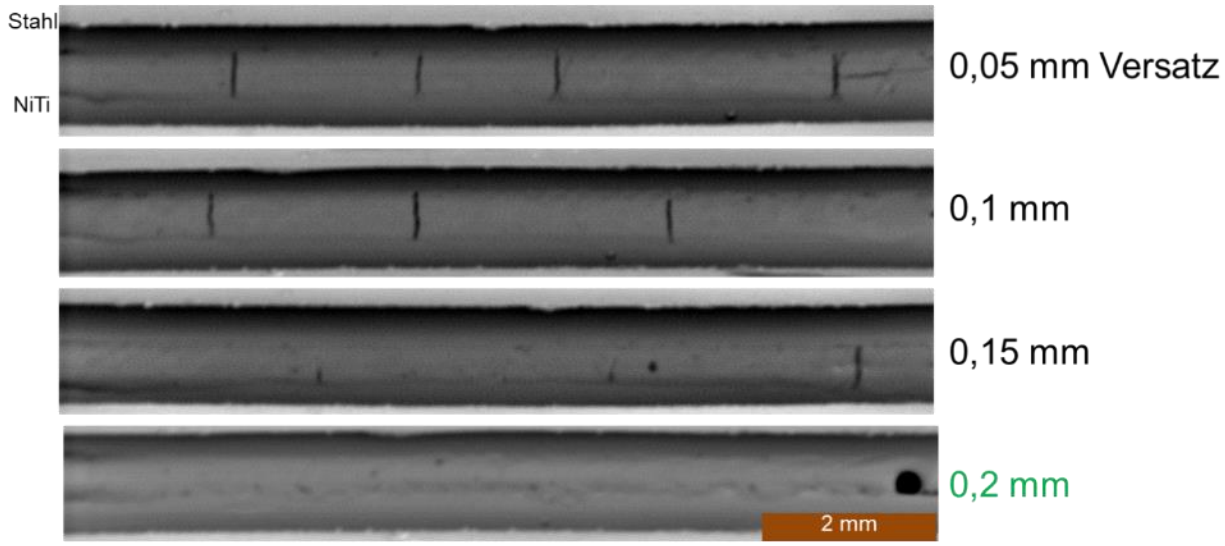


Abbildung 48: Unterschiedlicher Versatz auf Stahl, geschweißt mit 30 mm/s (ELO-Bilder)

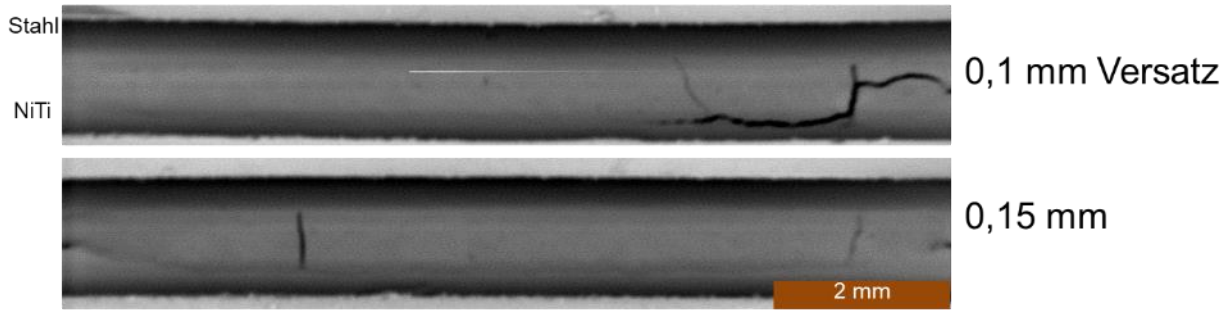


Abbildung 49: Versatz auf Stahl, geschweißt mit 15 mm/s sowie Längspendelung 100Hz, Dreieck, 0,25mm Amplitude (ELO Bilder)

Als Hauptproblem der Schweißungen werden Querrisse identifiziert, die sich auf Grund der Delta-Alpha-Problematik bilden:

- $\alpha_{NiTi,\ Martensit} = 7 \cdot 10^{-6}$ 1/K
- $\alpha_{NiTi,\ Austenit} = 11 \cdot 10^{-6}$ 1/K
- $\alpha_{1.4310} = 18 \cdot 10^{-6}$ 1/K

Aufgrund der Differenzen in den Wärmeausdehnungskoeffizienten kommt es beim Abkühlen der Fügepartner nach dem Schweißen zu großen Spannungen, welche vom Werkstoff aufgenommen werden müssen. Aufgrund dessen ist der Wärmeeintrag so gering wie möglich zu halten. Zuätzlich sind die E-Module der Werkstoffe (40 … 80 GPa bei Nitinol zu 200 GPa bei Stahl) komplett unterschiedlich und das pseudoelastische Plateau ist temperaturabhängig, sodass bei erhöhter Temperatur nach dem Schweißen nicht alle Spannungen durch das superelastische Nitinol aufgenommen werden können. Als entscheidend hat sich auch der Fügespalt bei den Schweißungen herausgestellt. Ein minimaler Spalt im Bereich weniger Hundertstelmillimeter führt zu verstärkter Rissbildung gegenüber einem technischen Nullspalt.

Die Untersuchungen zeigen aber, dass innerhalb eines schmalen Parameterfensters bei 15 mm/s und 50 mm/s Schweißgeschwindigkeit und einem Strahlversatz auf den Stahlfügepartner das rissfreie Schweißen möglich ist.

Abbildung 50 bis Abbildung 53 zeigen Schliffbilder der Schweißnähte.

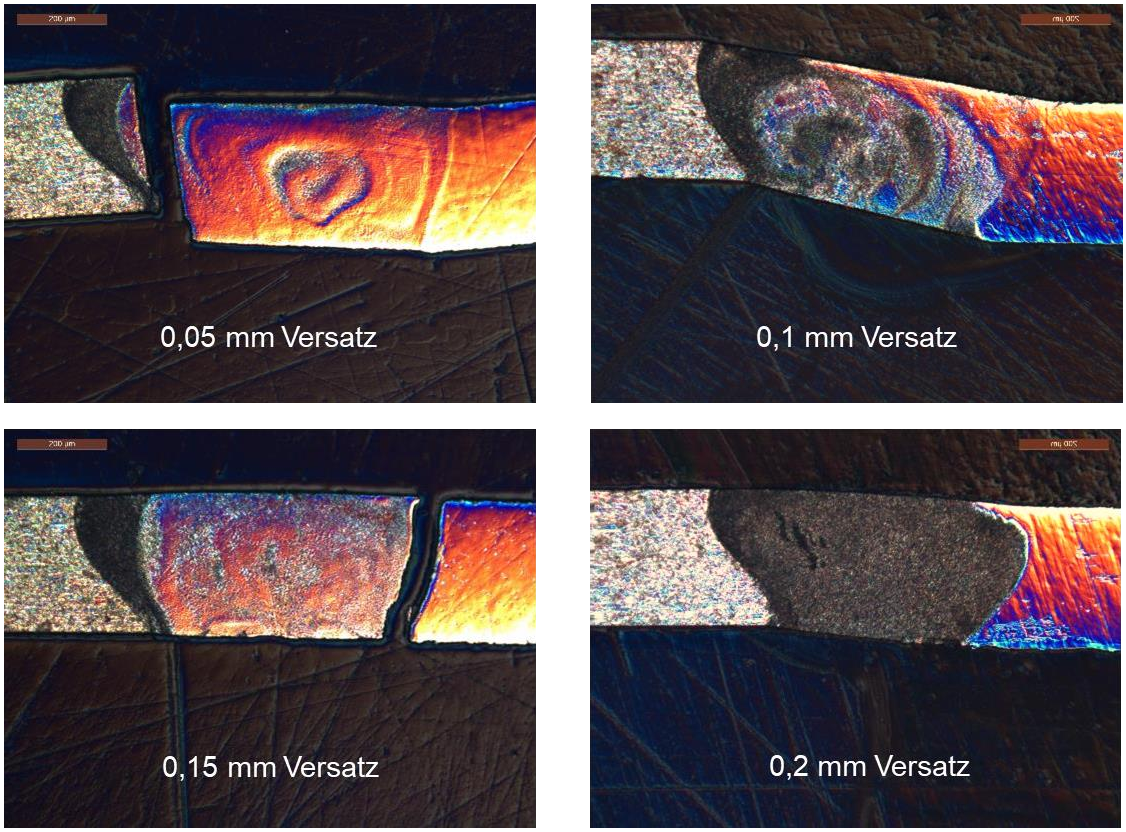


Abbildung 50: Schliffbilder Versatz auf Stahl, geschweißt mit 15 mm/s, Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht

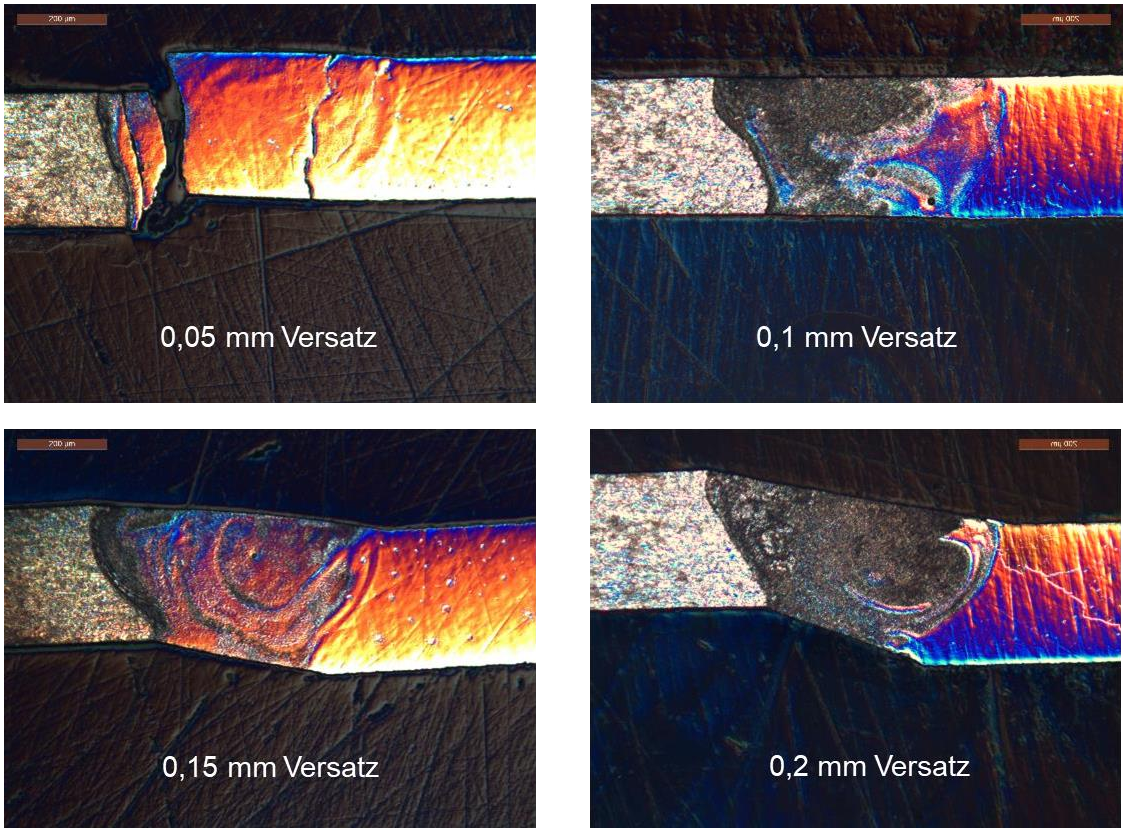


Abbildung 51: Schliffbilder Versatz auf Stahl, geschweißt mit 30mm/s, Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht

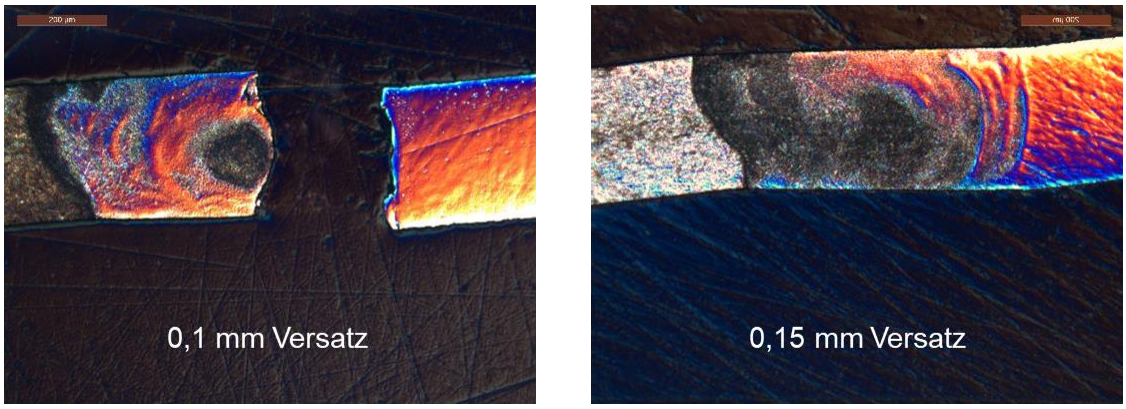


Abbildung 52: Schliffbilder Versatz auf Stahl, geschweißt mit 15mm/s, Längspendelung 100Hz, Dreieck, 0,25mm Amplitude, Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht

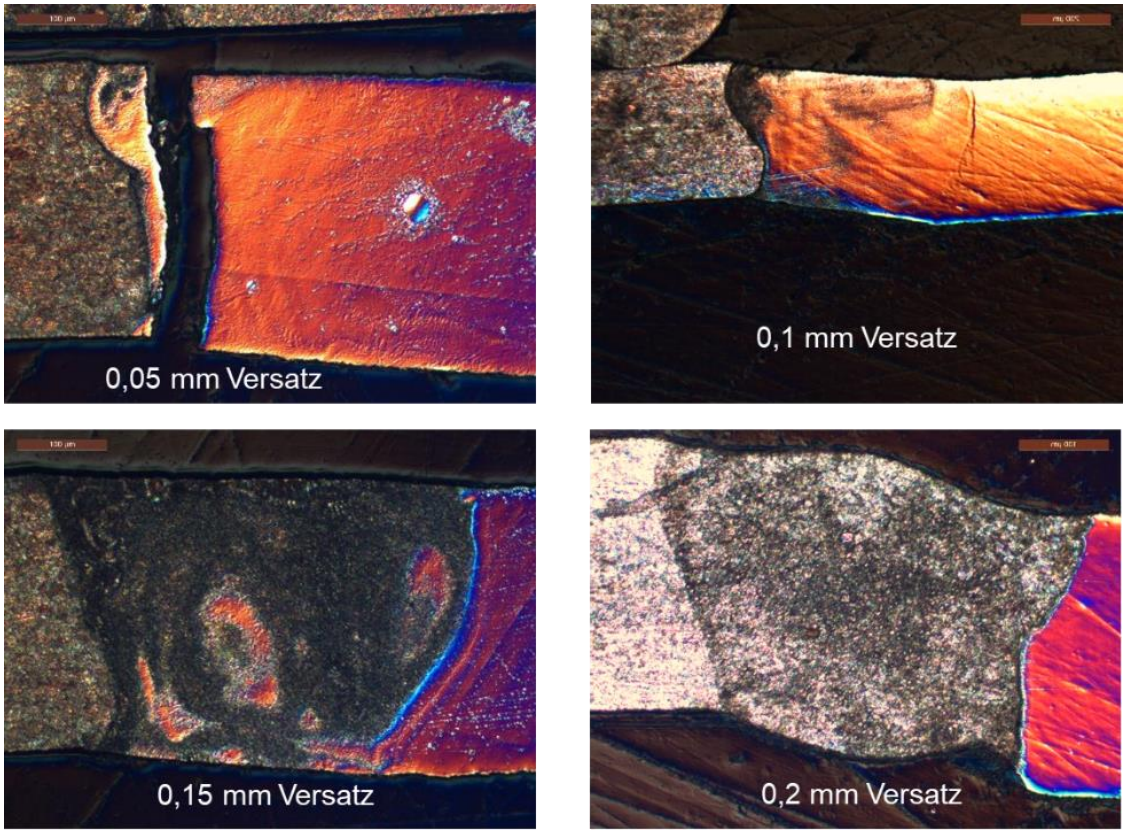


Abbildung 53: Schliffbilder Versatz auf Stahl, geschweißt mit 50mm/s, Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht

In den Schliffbildern stellen sich aufgrund der Verwendung polarisierten Lichts nitinolreiche Gefügezonen in gelben, roten und blauen Farbtönen dar, nichtrostender Stahl hellgrau, intermetallische Phasen zwischen Eisen und Titan dunkelgrau bis schwarz. Da die Schliffbilder nahe des Endkraters angefertigt wurden, sind bei einigen Verbindungen aufgrund vorhandener Risse bereits Brüche während der Präparation aufgetreten.

Die Aussage, dass langsamere Schweißgeschwindigkeit zu homogenerer Durchmischung und breiteren Schweißnähten führen, wird bestätigt. Dies lässt sich insbesondere gut an der Abbildung 50, unten rechts, sowie der Abbildung 53, unten links erkennen. Der Effekt ist durch die längere Interaktionszeit des Strahls mit dem Material zu erklären. In der längeren schmelzflüssigen Phase hat die sich ausbildende Marangoni-Strömung mehr Zeit, für eine Durchmischung zu sorgen. Verglichen dazu bringt die Strahlpendelung nur einen geringen Einfluss auf die Durchmischung.

Aufgrund der hohen erforderlichen Positioniergenauigkeit ist eine automatische Fugensuche, wie sie in den Versuchen verwendet wurden von Vorteil, da hier eine größere Genauigkeit als bei einer manuellen Positionierung möglich ist und eventuelle Positionierungenauigkeiten bis zu einem gewissen Grad kompensiert werden können..

Die folgende Abbildung 54 zeigen den Härteverlauf der Schweißnähte.

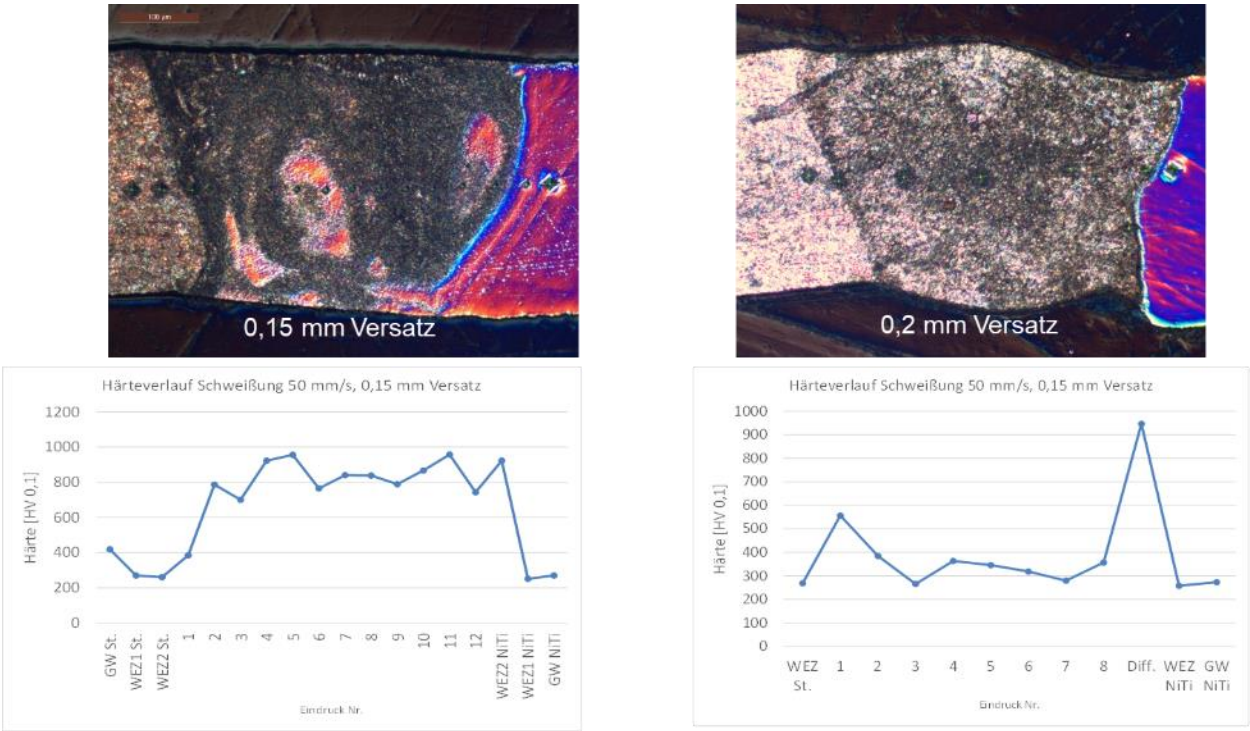


Abbildung 54: Härtemessungen, geschweißt mit 50mm/s, oben Schliffbilder nach Ätzung mit V2A-Beize, polarisiertes Licht, unten korrespondierender Härteverlauf

Die Auswertung des Härteverlaufs zeigt:

- Bereits geringe Mengen Titan in der Schmelze erhöhen die Härte sehr deutlich auf 900 … 1000 HV 0,1
- Bei entsprechender Strahlpositionierung stellt sich stahlseitig ein gradierter Härteübergang ein
- Zu großer Strahlversatz und dadurch eine diffusive Anbindung an das Nitinol führen zu einem sehr harten und schmalen Phasensaum („Schwöten“), welcher eine Schwachstelle im Fügeverbund darstellt.

Zur Beurteilung der Korngröße in der Schweißnaht wurden EBSD-Mappings angefertigt. Ein Beispiel dafür ist in der Abbildung 55 gegeben. Die Farben stehen für die Kornorientierung, ebenfalls kann man an der Abbildung die Korngrößen abschätzen. Es konnte über die Bilder nachgewiesen werden, dass die Schweißnaht ein sehr feinkörniges Gefüge mit aufweist und keine Grobkornbildung auftritt. Die Korngrößen liegen im unteren zweistelligen Mikrometerbereich. Bei den Versuchen hat sich herausgestellt, dass mit keiner Präparationsmethode EBSD-Informationen von Nitinol erreicht werden konnten, sodass über die Korngröße des Ausgangsmaterials keine Aussage getroffen werden kann.

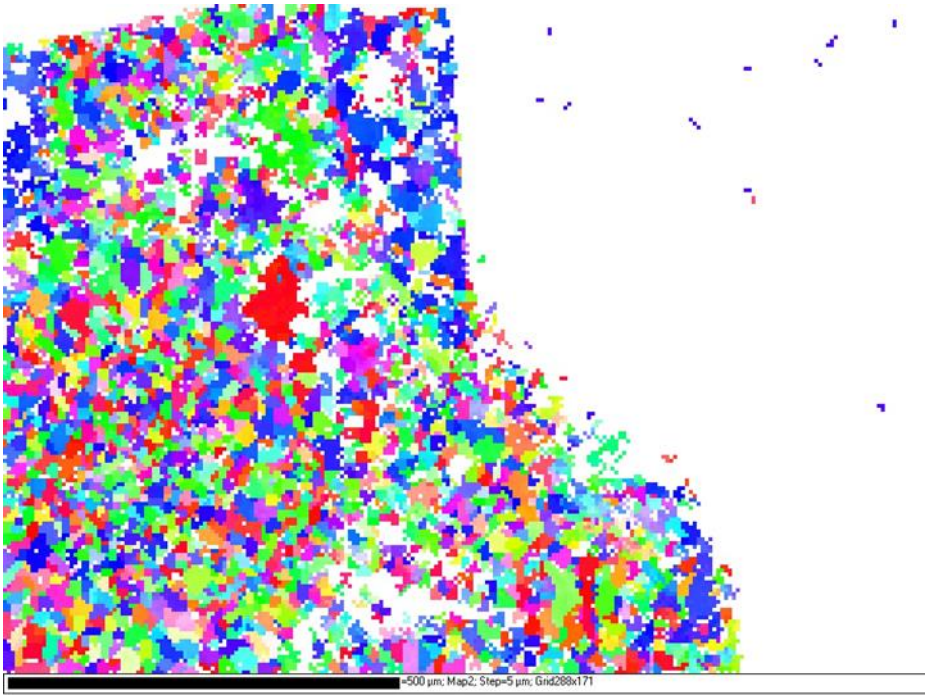


Abbildung 55: EBSD-Mapping einer mit 50 mm/s und 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl geschweißten Naht

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass es mittels der (Mikro-) Elektronenstrahltechnologie möglich ist, rissfreie Schweißnähte zwischen nichtrostendem Stahl 1.4310 und Nitinol SE508 herzustellen. Das Parameterfenster dazu ist allerdings sehr schmal und die einzuhaltenden Toleranzen bei der Bauteilvorbereitung sehr klein. Die Zugfestigkeit der hergestellten Zugproben reicht bis an das pseudoelastische Plateau heran, worauf im Kapitel *AP 6* noch genauer eingegangen wird. Eine Grobkornbildung konnte nicht beobachtet werde.

AP 4: Einfluss von Elektronenstrahl Hotspots auf die Heißrissneigung und die Korngröße

Im Arbeitspaket 4 wurde der Einfluss von Wärmefeldern auf die Ausbildung von Rissen in der Schweißnaht untersucht. Da bezüglich der Auswirkung der Wärmefelder auf die Schweißnahtqualität noch keine Ergebnisse von Voruntersuchungen vorlagen, wurden zunächst zwei Schweißparametersätze gewählt, welche im Arbeitspaket 3 zu fehlerfreien oder fehlerarmen Schweißungen geführt haben. Zur Erzeugung der Wärmefelder wurde die schnelle Strahlablenkung verwendet, welche den Strahl mit einer Frequenz von 100 kHz von der Schweißstelle zu den zu erwärmenden Stellen führt. Der Strahl selbst wurde dort, um Überhitzungen oder Anschmelzungen zu verhindern, defokussiert. Für die Einbringung der Wärmefelder wurde ein vollfaktorieller Versuchsplan aufgestellt, bei dem die folgenden Parameter variiert wurden:

- Leistung für beide Wärmefelder (30 W, 90 W)
- Position (vorlaufend 1 mm, parallel zur Fügezone, nachlaufend 1 mm)
- Durchmesser der Wärmefelder (0,2 mm und 0,5 mm Durchmesser)

Daraus ergeben sich, unter Berücksichtigung, dass zwei Schweißparametersätze („langsam“ und „schnell“ aus AP 3) verwendet werden, im ersten Versuchsdurchlauf eine Anzahl von 24 Proben.

Bei der Durchführung der Versuche konnte festgestellt werden, dass keine der Proben, welche ohne Wärmefelder fehlerfrei oder nur mit einer geringen Anzahl von Rissen gefügt werden konnten, nunmehr fehlerfrei zu schweißen sind. Bei allen Proben kam es bei geringer Leistung der Wärmefelder zu kleineren Rissen und bei höherer Wärmeleistung zum Bruch der kompletten Probe in der Vorrichtung. Um einen Defekt oder eine Fehlprogrammierung der Anlage auszuschließen, wurde der Prozess auf einem Phosphor-Leuchtschirm visualisiert, wobei sich aber kein Fehler feststellen ließ.

Die Ursache für die Verschlechterung der Nahteigenschaften liegt in der Delta-Alpha-Problematik, da sich aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten (6,7 … 11 • 10^{-6} 1/K bei Nitinol, 18 • 10^{-6} 1/K bei 1.4310) durch die stärkere Erwärmung der Fügepartner diese auch stärker ausdehnen, was zu größeren Schrumpfspannungen führt. Zudem führt eine höhere Temperatur auf der Nitinolseite zu einer Erhöhung der Plateauspannung (siehe dazu auch Abbildung 25), sodass die Schrumpfspannungen dadurch ebenfalls ansteigen. (Kaack 2002; Zuckschwerdt et al. 2000; Deutsche Edelstahlwerke GmbH 2016)

Die eingebrachten Wärmefelder eignen sich daher nicht zur Lösung einer Rissproblematik bei der Mischverbindung. In Absprache mit dem PA wurde daher auf eine weitere Versuchsdurchführung mit eingebrachten Wärmefeldern verzichtet.

AP 5: Qualitätssicherung durch die REM Funktionalität der Mikroelektronenstrahlschweißanlage

Die Möglichkeit der Beobachtung des Fügevorgangs mit Hilfe der REM-Funktionalität (auch genannt ELO-Bild, für elektronenoptisches Bild) ist ein weiterer Vorteil des Mikroelektronenstrahlschweißens. Durch die elektronenoptische Beobachtung (über Rückstreuelektronen) können sowohl Aussagen über den Schweißprozesses selbst online während des Schweißens getroffen werden als auch nach dem Schweißen oberflächennahe Schweißunregelmäßigkeiten erfasst werden. Zur Qualitätssicherung wurde in diesem Arbeitspaket die nachgelagerte Abbildung der Schweißnähte gewählt. Dazu wurde über eine Messreihe zunächst eine Kalibrierung der elektronenoptischen Abbildung vorgenommen, damit maßstabsgetreue Bilder erzeugt werden können. Die im Arbeitspaket 3 aufgenommenen ELO-Bilder zeigen sehr deutlich Risse sowie vorhandene Inhomogenitäten. Sie sind deutlicher zu sehen als in den lichtmikroskopischen Bildern. Die Auflösung in der Größenordnung 3…5 µm ist ausreichend um auch feinste Risse zu erkennen, Der Abgleich mit REM-Bildern zeigt die gleiche Anzahl an Rissen. Im ELO-Bild sind Risse noch deutlicher zu erkennen als in REM-Bildern, Abbildung 56.

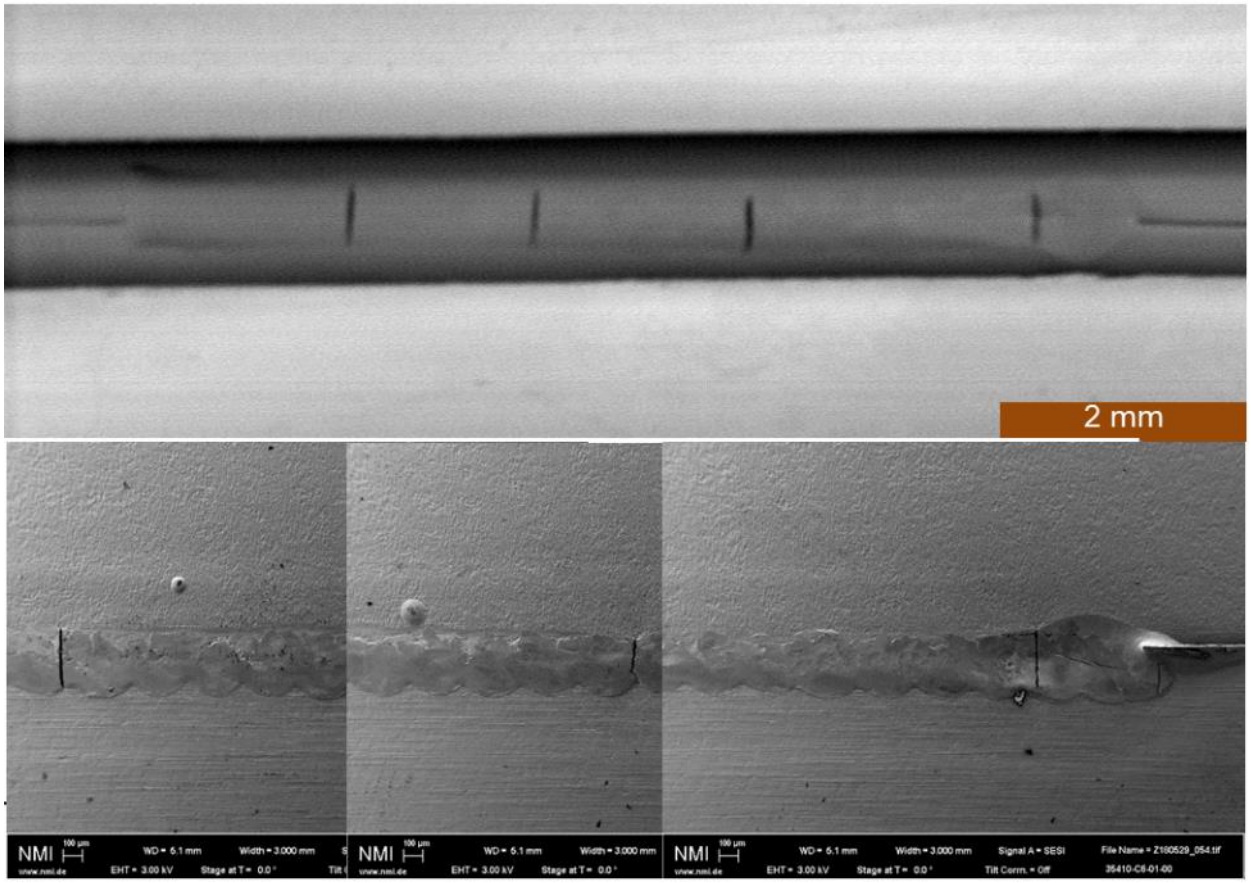


Abbildung 56: ELO Bild (oben) und rasterelektronenmikroskopische Abbildung (unten). Es handelt sich nicht um die gleichen Proben

Die Abbildung 57 und Abbildung 58 zeigen die Risse der Probe C6 im REM-Bild in höherer Vergrößerung.

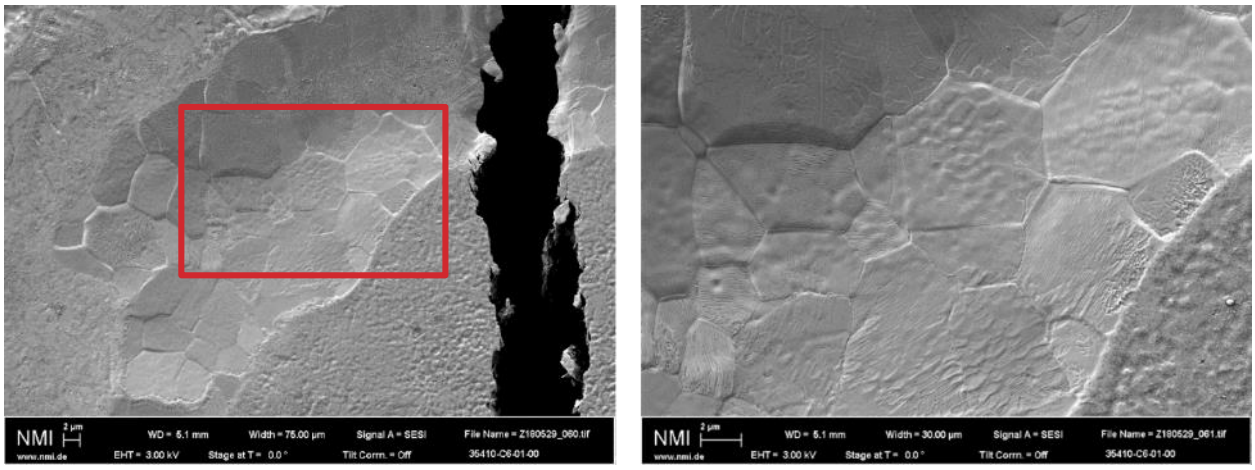


Abbildung 57: REM-Abbildung am Riss links und vergrößerte Abbildung s. Rechteck

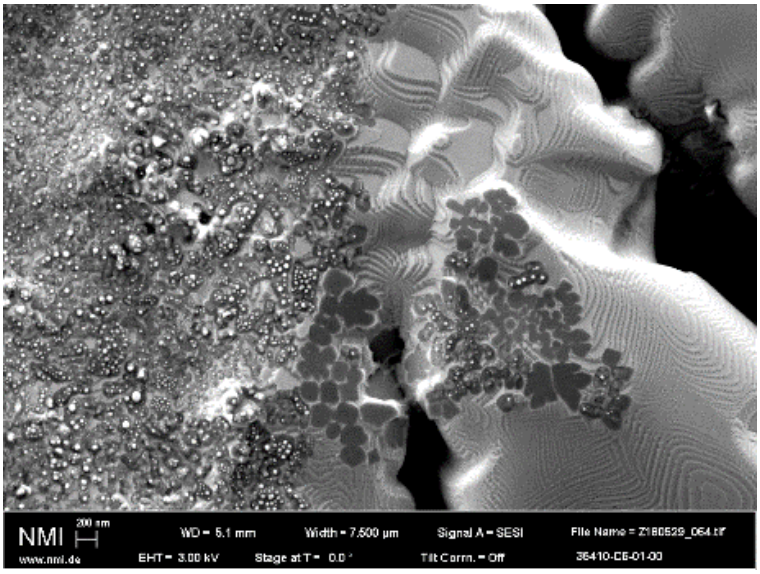


Abbildung 58: REM-Abbildung Ausschnitt aus Abbildung 57

Es hat sich im Verlauf des Arbeitspakets gezeigt, dass sich mittels der ELO-Bilder eine sehr gute Möglichkeit ergibt, Schweißnähte auf ihre Geometrie und auf Risse zu untersuchen. Die Erkennbarkeit von Rissen ist ELO-Bild deutlich besser als im Lichtmikroskop oder sogar im REM, was die Methode für den Einsatz als QS-Instrument qualifiziert.

AP 6: Mechanisch-technologische Untersuchungen

Zugprüfung an geschweißten und ungeschweißten Normprüfkörpern

Ermittlung der Probenform

Die Ermittlung der Probenform erfolgte zu Beginn des Forschungsprojekts. Da zum einen das Probenmaterial Nitinol teuer und zum anderen die Größe des Schweißraums am tff begrenzt ist, wurden möglichst kleine Probenformen aus nicht rostendem Stahl (1.4310; Zugfestigkeit 1100 – 1300 MPa) erprobt. Untersucht wurden dabei die Probenformen nach der Norm *DIN 50125* mit einer unterschiedlichen Länge des parallelen Teils, Tabelle 15. Der Buchstabe (H oder E) bezieht sich dabei auf die Probenform nach der Norm, die Zahl für die Gesamtlänge der Probe, das M am Ende steht für „modifiziert“ (längere Einspannlänge). Alle Zeichnungen der Prüfkörper sind im Anhang dargestellt. Die Probenherstellung erfolgte mittels einer Drahterodiermaschine.

Tabelle 15: ausgewählte Probenformen der Zugproben nach DIN 50125

Probenform	**Länge des parallelen Teils [mm]**
Form H 25	11,4
Form H 25M	9,5
Form H 50	22,7
Form E 25	7,7
Form E 25M	7,7
Form E 50	15,5

Die Abbildung 59 zeigt den aufgezeichneten Spannungs-Dehnungsverlauf der untersuchten Probenformen.

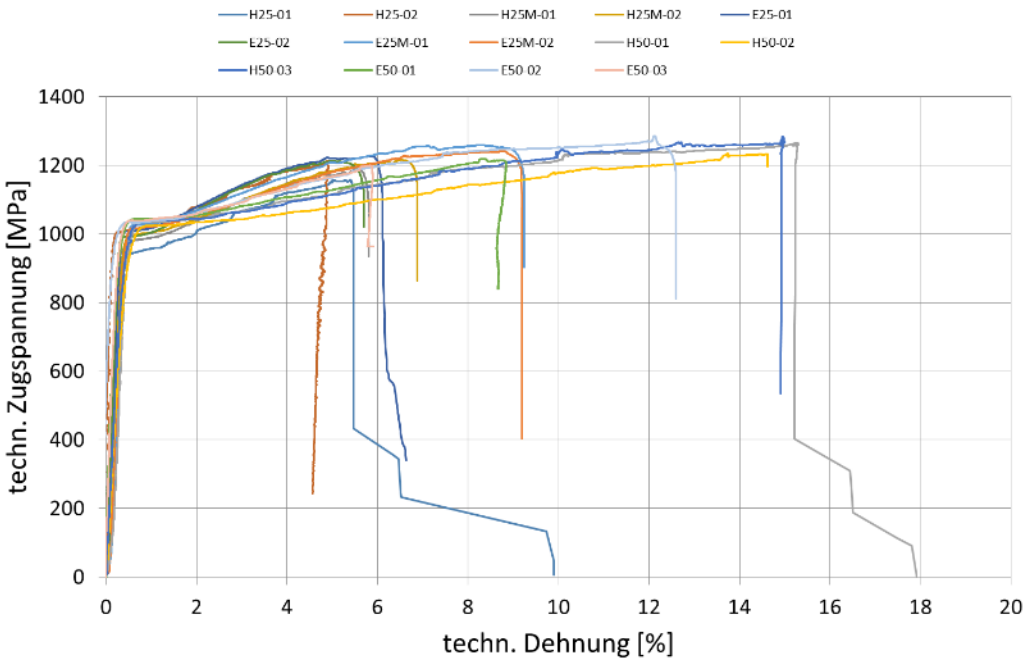


Abbildung 59: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung: unterschiedliche Probenformen von nicht rostendem Stahl (1.4310)

Wie aus den Diagrammen in Abbildung 60 hervorgeht, sind die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung abhängig vom Probentyp und deren Länge des parallelen Teils. Für alle weiteren Prüfungen an Zugproben wurde die Probenform H 25 ausgewählt, da diese eine möglichst große Länge des parallelen Teils von 11,4 mm aufweisen und ein gutes Handling beim Schweißen und bei der Zugprüfung zeigen. Ein weiterer Grund war die bei dieser Probenform geringere Streuung der Werte und die geringe Neigung zum Durchrutschen in der Spannvorrichtung.

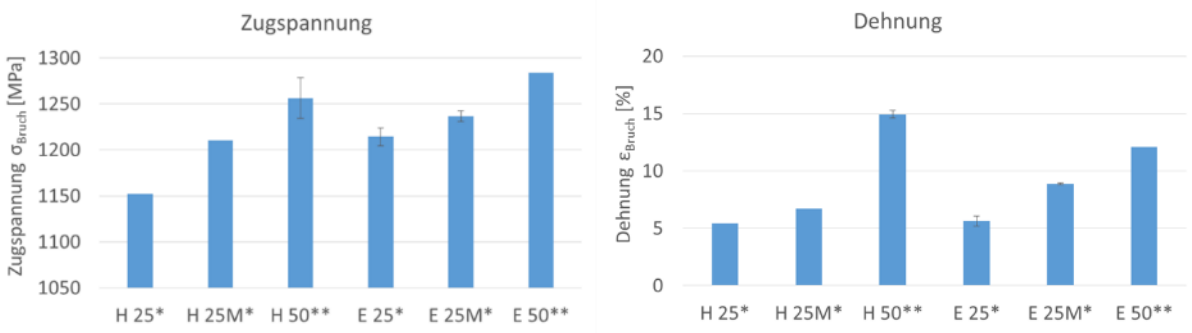


Abbildung 60: Zugspannung (links) und Bruchdehnung (rechts) von nicht rostendem Stahl 1.4310: Vergleich verschiedener Probenformen (Mittelwert aus 2 Messungen; ** Mittelwert aus 3 Messungen)*

Ermittlung der Referenzfestigkeiten des nichtrostenden Stahls (1.4310)

Aufgrund der nur ungenauen Festigkeitsangaben des nichtrostenden Stahls (1.4310) wurden mittels Normprüfkörpern die Festigkeiten ermittelt. Im gleichen Versuch wurde untersucht, welches Herstellungsverfahren sich am besten für die Herstellung der Prüfkörper eignet. Betrachtete Herstellungsverfahren waren Erodieren, Wasserstrahlschneiden und Erodieren + Elektropolieren. Zudem wurde der Einfluss unterschiedliche Dicken an Zugproben untersucht. In der folgenden Tabelle sind die Probenbezeichnung, die Dicke der Proben und das Herstellungsverfahren der untersuchten Proben aufgelistet:

Tabelle 16: Probenbezeichnung sowie Dicke und Herstellverfahren der untersuchten Zugproben

Probenbezeichnung	Dicke [mm]	Anmerkung zu Herstellungsverfahren und Material
H25-003	0,5	erodiert, weich
H25-004	0,3	erodiert, hart
H25-005	0,3	erodiert, weich
H25-006	0,3	Wasserstrahl geschnitten, hart
H25-007-1	0,5	Wasserstrahl geschnitten, hart
H25-007-2	0,5	Wasserstrahl geschnitten, weich
H25-008	0,5	Erodiert + elektropoliert, hart
H25-009	0,3	Erodiert + elektropoliert, hart
H25-010	0,3	Erodiert + elektropoliert, weich
H25-011	0,5	Erodiert + elektropoliert, weich

Aus den folgenden Spannungs-Dehnungs-Diagrammen in Abbildung 61 und Abbildung 62 geht hervor, dass sich die „weichen“ und „harten“ Proben im Dehnungsverhalten deutlich unterscheiden. Die weichen Proben können Dehnungen bis zu 12 % aufnehmen. Die harten Proben zeigen hauptsächlich eine elastische Verformung, eine plastische Verformung ist kaum vorhanden.

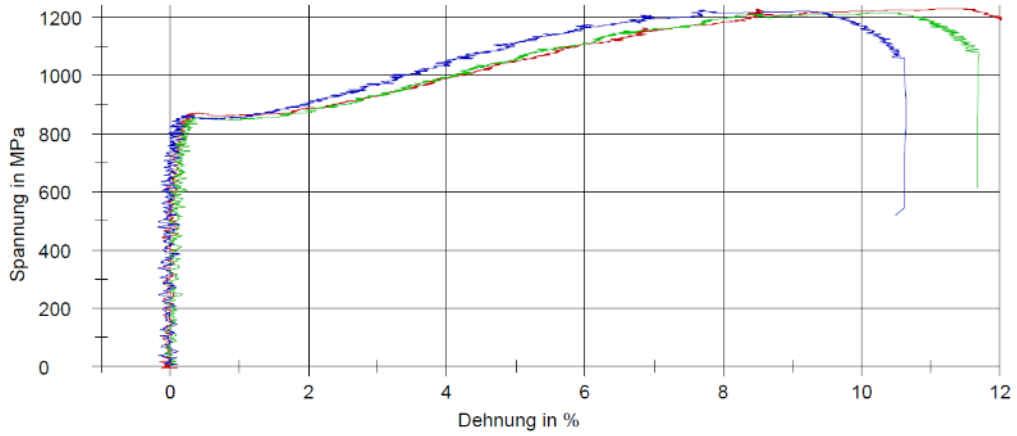


Abbildung 61: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung exemplarisch an weichen Proben H25-1.4310

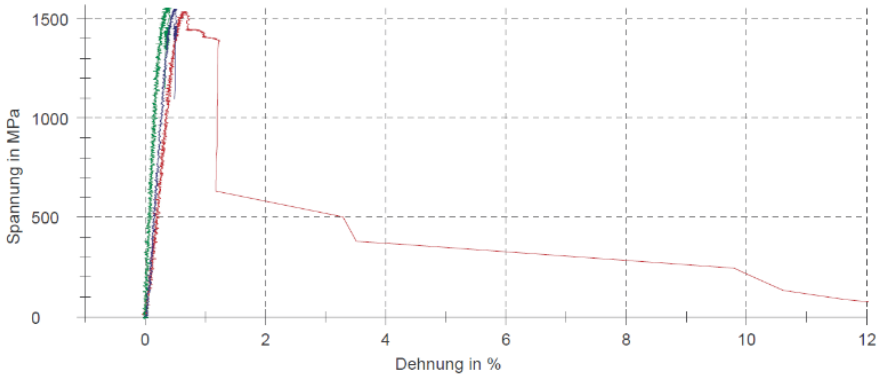


Abbildung 62: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung exemplarisch an harten Proben H25-1.4310

Abbildung 63 zeigt, dass tendenziell höhere Festigkeiten bei nach dem Erodieren elektropolierten Proben als bei ausschließlich erodierten Proben festzustellen sind. Nicht dargestellt sind wasserstrahlgeschnittene Proben, da hier sehr große Streuungen bei der Prüfung aufgetreten sind. Kein signifikanter Unterschied in der Zugfestigkeit ist bei der Dicke der Probe festzustellen. Aus Abbildung 64 geht zudem hervor, dass die „harten“ Proben eine höhere Zugspannung beim Bruch als die „weichen“ Proben aufweisen.

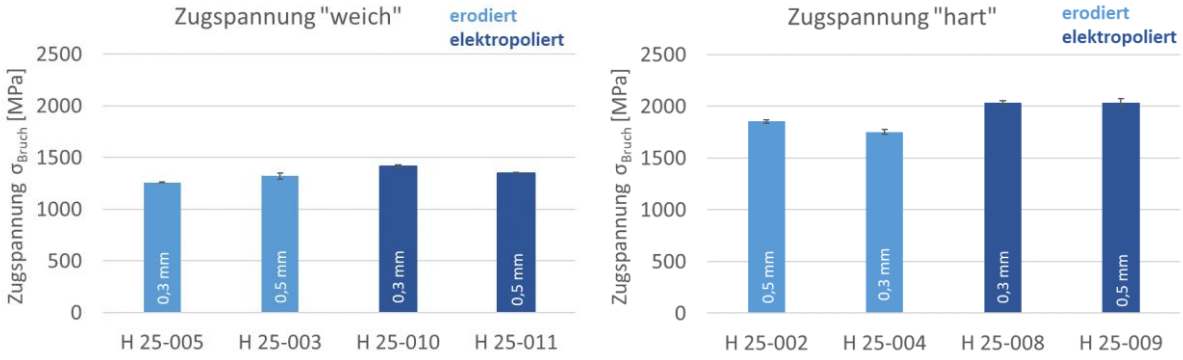


Abbildung 63: Zugspannung der „weichen“ Proben (links) und „harten“ Proben (rechts) mit Vergleich zwischen den Herstellungsverfahren Erodieren und Elektropolieren

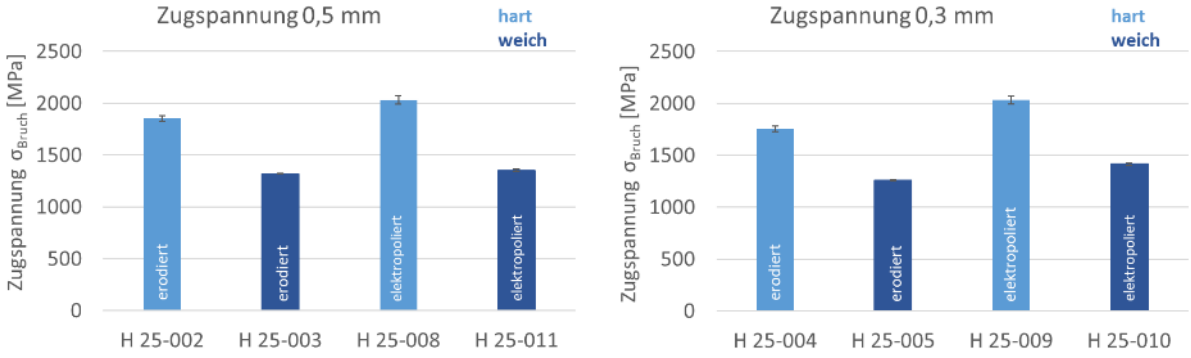


Abbildung 64: Zugspannung der 0,5 mm dicken (links) und der 0,3 mm dicken Proben (rechts) mit Vergleich zwischen den „weichen“ und „harten“ Proben

Des Weiteren wurden die verschiedenen angewandten Herstellungsverfahren bei den Zugproben einer mikroskopischen Untersuchung unterzogen, Abbildung 65. Das Wasserstrahlschneiden erzeugt, im Gegensatz zu Erodieren bzw. Erodieren + Elektropolieren, unsaubere Schnittkanten und ist somit ungeeignet für die Herstellung der Zugproben, da sehr große Streuungen im Zugversuch auftreten. Für die weitere Herstellung von Prüfkörpern wurde auf das Herstellungsverfahren Erodieren zurückgegriffen, da es einen guten Kompromiss zwischen Genauigkeit und Herstellungskosten aufweist und die Streuung der Proben untereinander ähnlich gering ist wie bei zusätzlich elektropolierten Prüfkörpern.

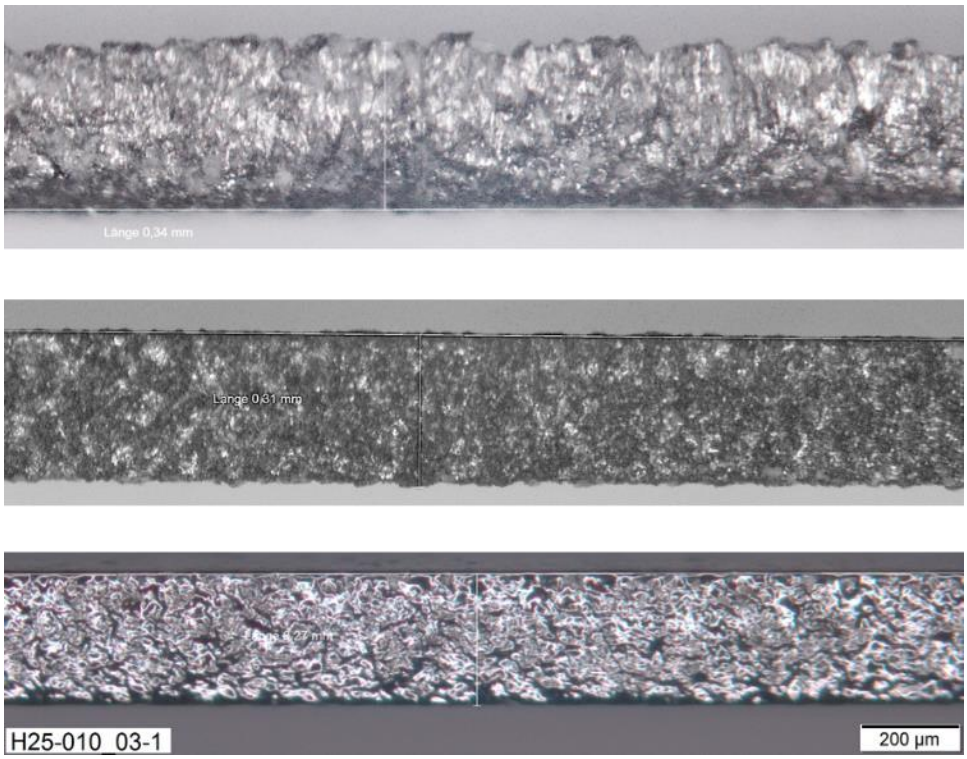


Abbildung 65: Mikroskopischer Vergleich der Herstellungsverfahren: Wasserstrahlschneiden (oben), Erodieren (mittig) und Erodieren + Elektropolieren (unten)

Zugprüfungen an Reinstoffproben aus Nitinol und elektronenstrahlgereinigten Proben aus Nitinol und 1.4310

Zur Ermittlung der Festigkeiten und der Plateauspannung von Nitinol und zur Untersuchung, ob das Elektronenstrahlreinigen einen Einfluss auf die Zugfestigkeit von Reinstoffproben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl (1.4310) hat, wurden Prüfungen an Zugproben der Probenform H25 durchgeführt.

Am Reinstoff Nitinol ist kein signifikanter Unterschied zwischen dem unbehandelten und dem elektronenstrahlgereinigten Prüfkörper festzustellen (Abbildung 66). Die maximale Zugspannung liegt bei beiden in etwa bei 1300 MPa. Die „harten“ Prüfkörper aus 1.4310 zeigen mit etwa 1650 MPa eine deutliche höhere Zugspannung als die „weichen“ Prüfkörper (etwa 1150 MPa). Gegenüber den unbehandelten Reinstoffproben in der Abbildung 63 in hellblau stellt sich ein

leichter Festigkeitsabfall von ca. 50 MPa („weiche“ Prüfkörper) bzw. 100 MPa („harte“ Prüfkörper) ein.

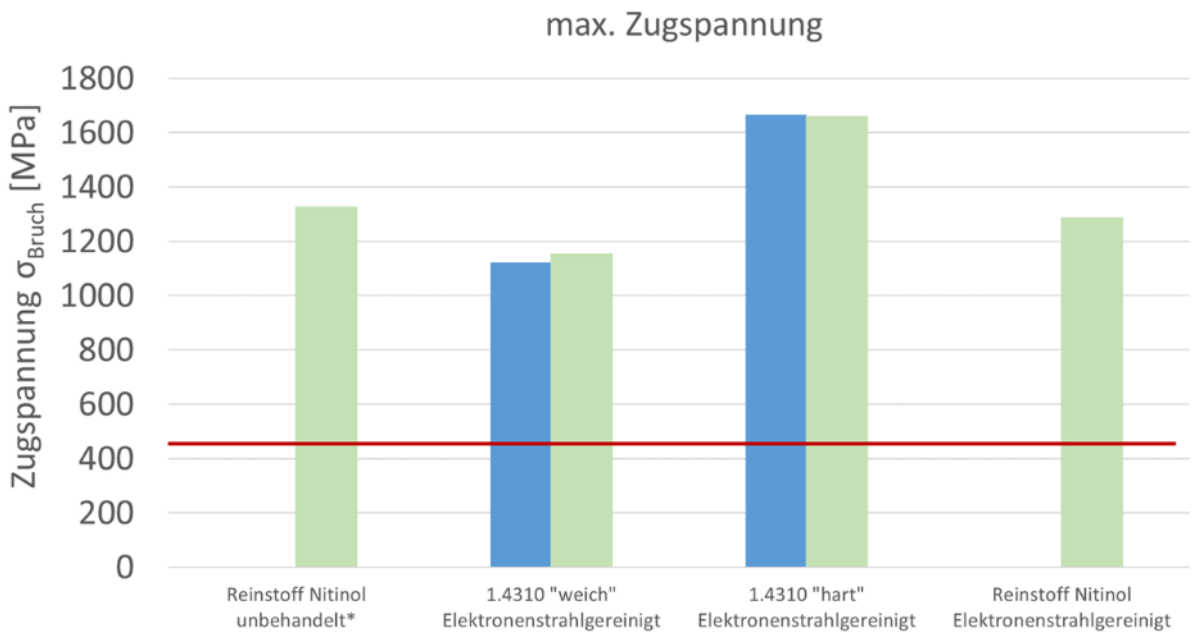


Abbildung 66: Zugspannung der Reinstoffproben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl 1.4310: unbehandelt und elektronenstrahlgereinigt (mit Darstellung der Plateauspannung bei 450 MPa)*

Abbildung 67 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Diagramm an Reinstoffproben aus Nitinol. Die Plateauspannung bei etwa 450 MPa ist deutlich zu erkennen. Die Elektronenstrahlreinigung hat keinen Einfluss auf die Lage des Spannungsplateaus (nicht in der Abbildung dargestellt).

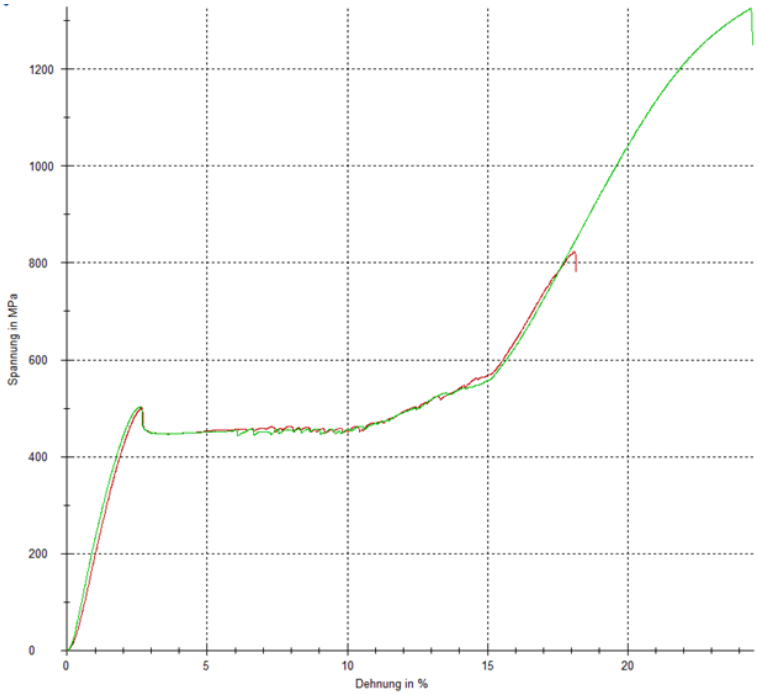


Abbildung 67: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung exemplarisch an Nitinol Reinstoffproben: Plateauspannung zu erkennen

Des Weiteren wurden geschweißte Reinstoffproben aus nicht rostendem Stahl „weich“ und „hart“, sowie Nitinol SE508 als Referenz untersucht. Dabei sollte zudem der Einfluss verschiedener Schweißgeschwindigkeiten und Stromstärken ermittelt werden. Es wurden jeweils Proben mit einer Dicke von 0,3 mm hergestellt. Einen Einfluss bei der Schweißgeschwindigkeit und der Stromstärke ist nur bei dem Material Nitinol SE508 auszumachen (Abbildung 68). Der Unterschied zwischen einer schnellen (616 MPa) und einer langsamen Schweißgeschwindigkeit mit entsprechender Stromstärke (684 MPa) beträgt 68 MPa. Keinen signifikanten Einfluss bei der Schweißgeschwindigkeit und der Stromstärke ist bei dem „weichen“ und „harten“ nichtrostendem Stahl zu ermitteln. Auch hier zeigt sich, dass der „harte“ Stahl eine höhere maximale Zugspannung als der „weiche“ Stahl aufnehmen kann. Im Vergleich zu den elektronenstrahlgeschweißten Proben (Abbildung 66) hat sich die maximale Zugspannung bei beiden Stahlsorten (1.4310 „hart“ und „weich“) reduziert, wobei die Reduktion bei dem „harten“ Material deutlich stärker ausgeprägt ist.

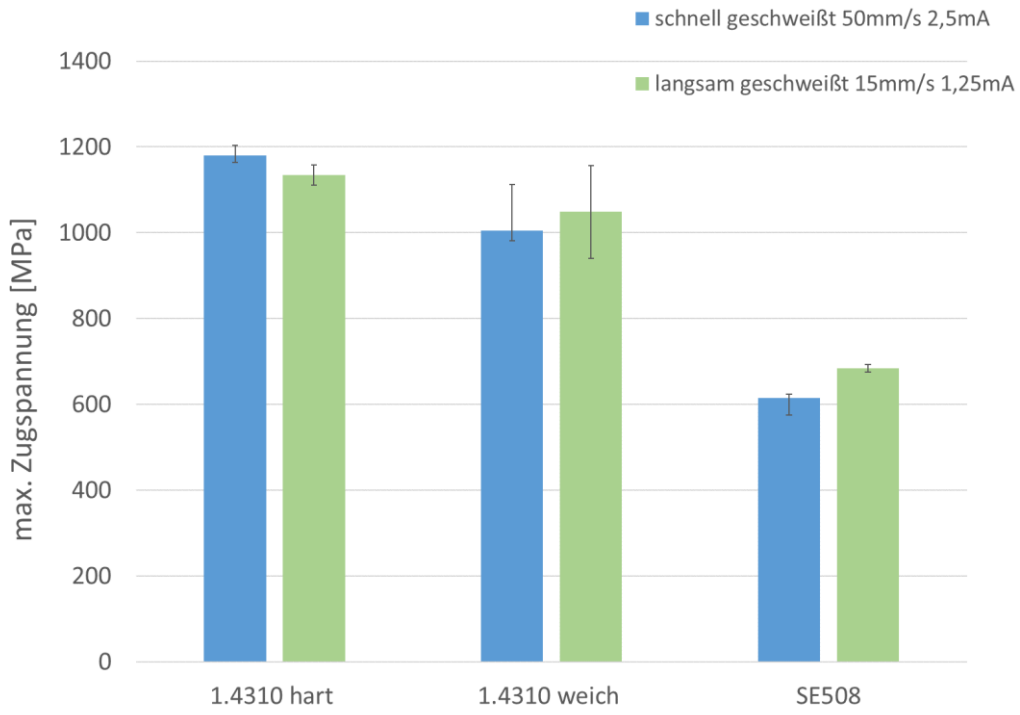


Abbildung 68: Zugspannung der geschweißten Reinstoffproben aus nicht rostendem Stahl 1.4310 hart und weich sowie Nitinol SE508: Vergleich zwischen langsam und schnell geschweißten Herstellungsverfahren

Zugprüfungen an geschweißten Mischverbunden aus Nitinol und nicht rostender Stahl

Der Einfluss der Schweißgeschwindigkeit und dem Strahlversatz an geschweißten Proben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl (1.4310) wurde ermittelt. Untersucht wurden im ersten Screening-Versuch Schweißgeschwindigkeiten von 15 mm/s und 50 mm/s. Zudem wurde der Einfluss von Längspendeln beim Schweißen von 100 Hz erprobt. In der folgenden Tabelle 17 sind die

Schweißgeschwindigkeit und der Strahlversatz der untersuchten Proben aufgelistet. Die Probenbezeichnung setzt sich dabei aus der Schweißgeschwindigkeit, dem Längspendeln und dem Strahlversatz zusammen.

Tabelle 17: Probenbezeichnung sowie Schweißparameter der untersuchten Zugproben im ersten Screening-Versuchsplan

Probenbezeichnung	**Schweiß-geschwindigkeit [mm/s]**	**Längspendeln**	**Strahlversatz [mm]**
15 mm/s, kein Versatz (Referenz)	15	-	0
50 mm/s, kein Versatz (Referenz)	50	-	0
15 mm/s 0,15 mm Versatz Nitinol	15	-	-0,15
50 mm/s 0,15 mm Versatz Nitinol	50	-	-0,15
15 mm/s, kein Vers., Pendeln 100Hz	15	Längspendeln bei 100 Hz	0
50 mm/s, kein Vers., Pendeln 100Hz	50	Längspendeln bei 100 Hz	0
15 mm/s 0,15 mm Versatz Stahl	15	-	0,15
50 mm/s 0,15 mm Versatz Stahl	50	-	0,15
15 mm/s, kein Vers., Pendeln 1kHz	15	Längspendeln bei 1 kHz	0
50 mm/s, kein Vers., Pendeln 1kHz	50	Längspendeln bei 1 kHz	0

In Abbildung 69 sind die erreichten Zugspannungen dargestellt. Nicht dargestellt sind die Proben, welche mit einer Längspendelung von 1 kHz geschweißt wurden, da diese bereits während des Schweißvorgangs gebrochen sind. Die Referenzproben ohne Strahlversatz zerbrachen bereits beim Aufbringen der Vorkraft in der Zugprüfmaschine. Entgegen der Erwartungen zeigten auch die Proben, welche mit einem Strahlversatz auf Nitinol geschweißt wurden, keinerlei Festigkeit. Dies ist insofern verwunderlich, da in der Literatur beim artverwandten Laserstrahlschweißen die besten Ergebnisse mit einem Strahlversatz auf Nitinol erreicht wurden. (Stark 2017; Gugel 2010)

Alle Proben zeigten ein sprödes Versagen entweder in der Schweißnaht oder an der Grenze zwischen der Schweißnaht und einem der Grundmaterialien.

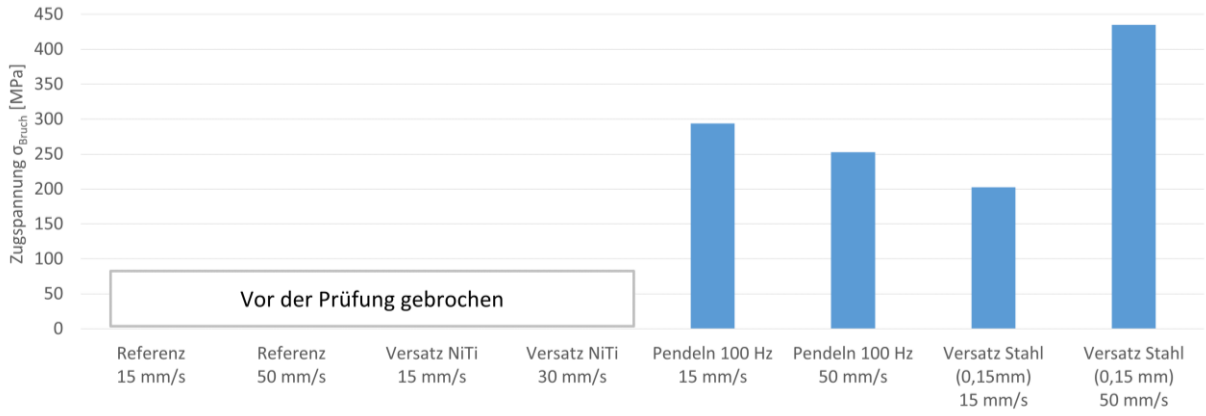


Abbildung 69: Zugspannung der geschweißten Proben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl 1.4310: Ergebnisse der ersten Screening-Versuche

Basierend auf den Ergebnissen des ersten Screening-Versuchsplans wurde ein zweiter Versuchsplan erstellt. Untersucht wurden im zweiten Versuchsplan Schweißgeschwindigkeiten von 15 mm/s, 30 mm/s und 50 mm/s. Zudem wurde der Einfluss von Längspendeln beim Schweißen von 100 Hz erprobt. Der Schwerpunkt lag aber, aufgrund der Ergebnisse der ersten Versuche, auf einem Strahlversatz auf dem Stahlfügepartner In der folgenden Tabelle 18 sind die Schweißgeschwindigkeit und der Strahlversatz der untersuchten Proben aufgelistet. Die Probenbezeichnung setzt sich dabei aus der Schweißgeschwindigkeit, dem Längspendeln und dem Strahlversatz zusammen.

Tabelle 18: Probenbezeichnung sowie Schweißparameter der untersuchten Zugproben im zweiten Versuchsplan

Probenbezeichnung	**Schweiß-geschwindigkeit [mm/s]**	**Längspendeln**	**Strahlversatz [mm]**
15mm/s Längspendeln 0,1 Versatz	15	Längspendeln bei 100 Hz	0,1
15mm/s Längspendeln 0,15 Versatz	15	Längspendeln bei 100 Hz	0,15
50mm/s 0,05 mm Versatz Stahl	50	-	0,05
50mm/s 0,1 Versatz Stahl	50	-	0,1
50mm/s 0,15 Versatz Stahl	50	-	0,15
50mm/s 0,2 Versatz Stahl	50	-	0,2
15mm/s 0,05 Versatz Stahl	15	-	0,05
15mm/s 0,1 Versatz Stahl	15	-	0,1
15mm/s 0,15 Versatz Stahl	15	-	0,15
15mm/s 0,2 Versatz Stahl	15	-	0,2
30mm/s 0,1 Versatz Stahl	30	-	0,1
30mm/s 0,15 Versatz Stahl	30	-	0,15
30mm/s 0,2 Versatz Stahl	30	-	0,2

In Abbildung 70 und Abbildung 71 sind die erreichten Zugfestigkeiten der untersuchten Proben dargestellt. Die beiden Balken geben den Maximal- und Minimalwert an. Unten im Balken sind Informationen zum Bruchverhalten angegeben. Die Werte entsprechen dem Anteil des Bruchs an der Nitinol-Fügelinie / an der Stahl-Fügelinie / in der Schweißnaht. Bei nur einem dargestellten Balken ist mindestens eine Probe beim Handling oder der Präparation gebrochen. Die höchsten Festigkeiten von im Mittel 375 MPa bei einer geringen Streuung können bei einer Schweißgeschwindigkeit von 15 mm/s und einem Strahlversatz von 0,15 mm auf den Stahl-Fügepartner erreicht werden. Ebenfalls gute Ergebnisse liefert der Parametersatz mit einer Schweißgeschwindigkeit von 50 mm/s und einem Strahlversatz von ebenfalls 0,15 mm auf den Stahlfügepartner.

Keine der Stumpfstoß-Schweißungen an Blechen erreicht das pseudoelastische Plateau des Nitinol-Werkstoffs, zudem tritt immer ein sprödes Versagen ein. Dennoch sind die Festigkeitswerte der Blechschweißungen mindestens etwa 30 % besser als die Werte in der Literatur, welche mit anderen Schweißverfahren an Blechen, auch mit Zusatzwerkstoff, erreicht wurden. (Gugel 2010; Miranda 2013; Schloßmacher et al. 1994; Stark 2017)

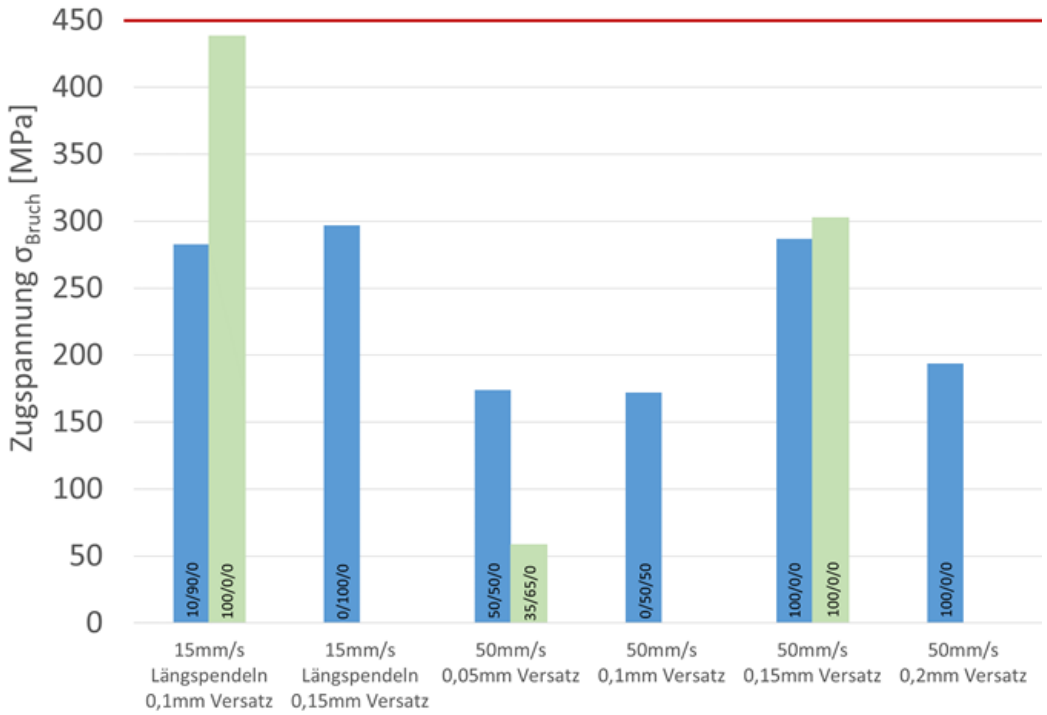


Abbildung 70: Zugspannung der geschweißten Proben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl 1.4310: Vergleich verschiedener Strahlgeschwindigkeiten und Strahlversätzen (mit Darstellung der Plateauspannung bei 450 MPa)

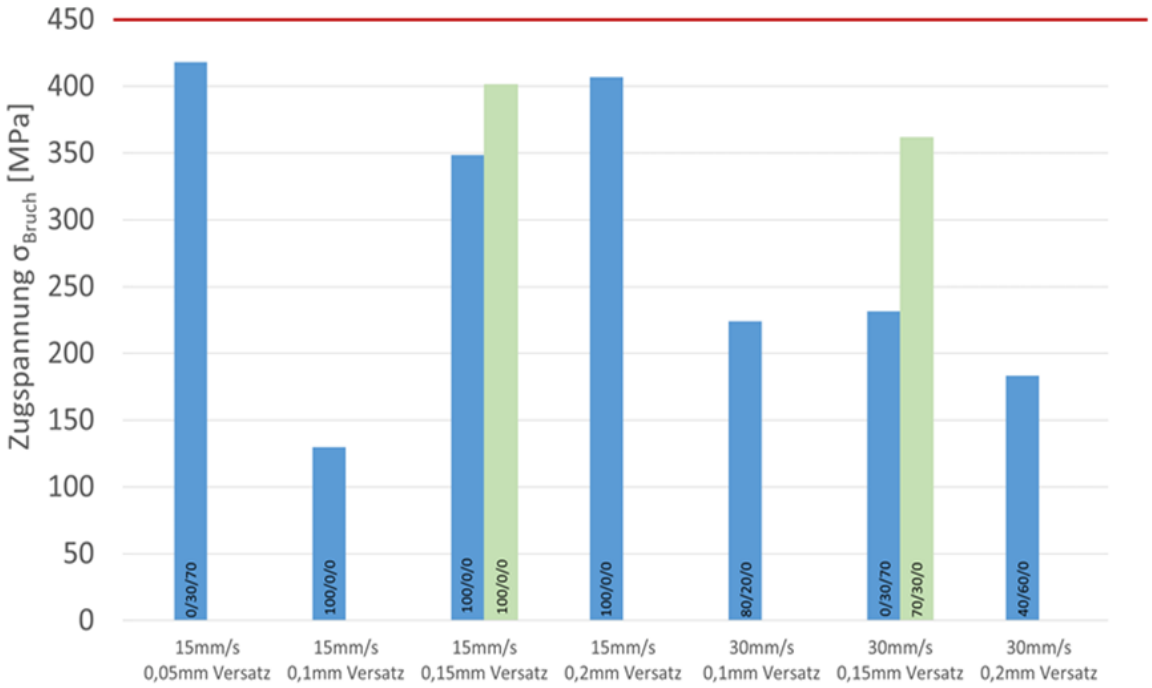


Abbildung 71: Zugspannung der geschweißten Proben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl 1.4310: Vergleich verschiedener Strahlgeschwindigkeiten und Strahlversätzen (mit Darstellung der Plateauspannung bei 450 MPa)

Abbildung 72 zeigt das Spannungs-Dehnungs-Diagramm von geschweißten Proben. Im Vergleich zu dem Spannungs-Dehnungs-Diagramm von reinem Nitinol (Abbildung 67) kann keine Plateauspannung erkannt werden, da die ermittelten Zugspannungen der Proben unter der Plateauspannung von etwa 450 MPa liegen. Zusätzlich ist hier deutlich das spröde Versagen der Proben erkennbar.

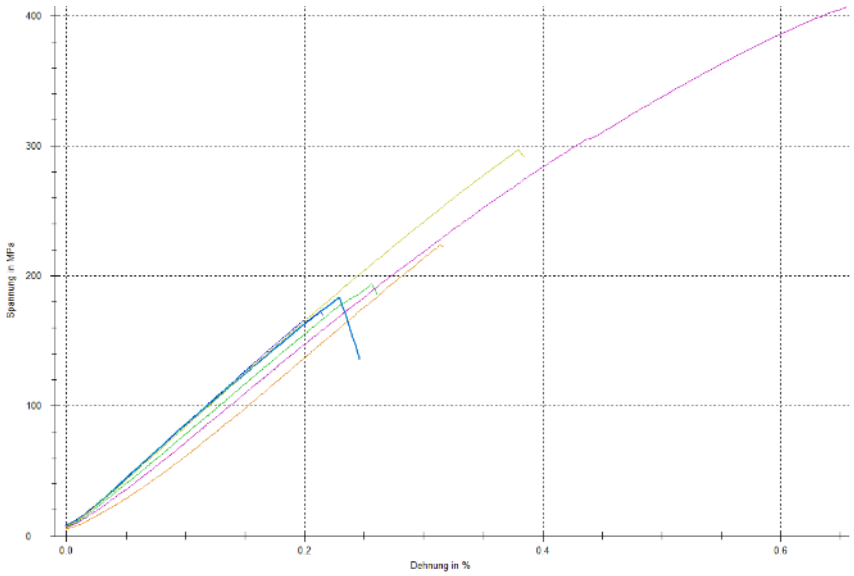


Abbildung 72: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Zugprüfung exemplarisch an geschweißten Proben

In den folgenden beiden Abbildung 73 und Abbildung 74 sind exemplarisch Bruchbilder an geschweißten Zugproben aus Nitinol und nicht rostendem Stahl 1.4310 dargestellt. Ein Bruch in der Schweißnaht oder am Rand der Schweißnaht kann festgestellt werden. Auch im Bruchbild zeigt sich der verformungslose, spröde Bruch der Prüfkörper.

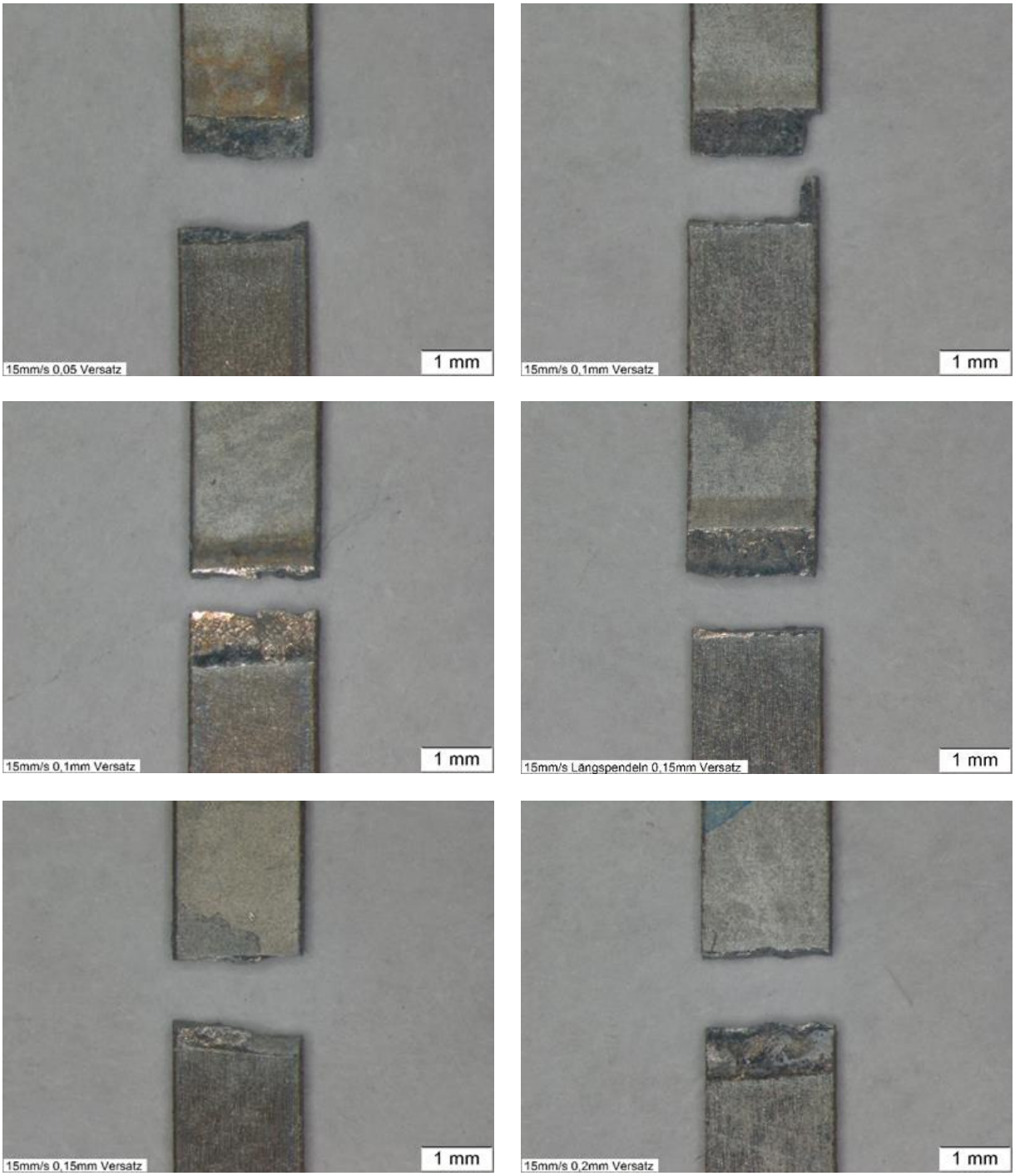


Abbildung 73: Exemplarische Bruchbilder der Zugprüfung: Schweißgeschwindigkeit 15 mm/s; Versatz 0,05 bis 0,2 mm

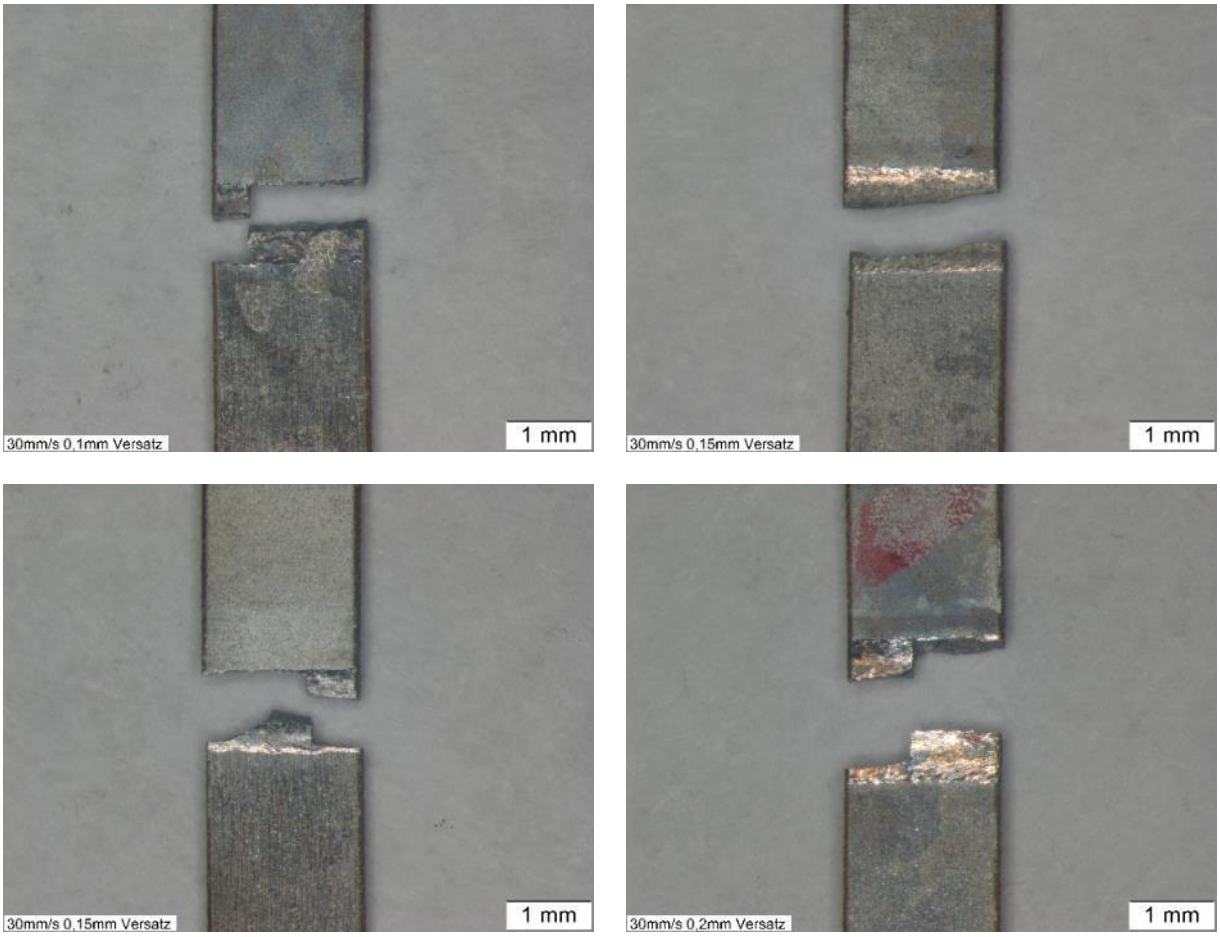


Abbildung 74: Exemplarische Bruchbilder der Zugprüfung: Schweißgeschwindigkeit 30 mm/s; Versatz 0,1 bis 0,2 mm

Mechanisch-technologische Prüfungen an Funktionsmustern

Zugprüfung an geschweißten Edelstahl-Nitinol-Drähten

Untersucht wurde die Zugspannung an geschweißten Drähten aus Nitinol und nicht rostendem Stahl. Der Einfluss der Stromstärke und des Strahlversatzes standen dabei im Fokus. Untersucht wurden Stromstärken von 0,25 bis 2 mA. Der Strahlversatz bei der Schweißung erfolgte zum einen in Richtung Stahl, zum anderen in Richtung Nitinol. Zudem wurden auch die Zugspannung an geschweißten proben ohne Strahlversatz ermittelt. In Tabelle 19 sind die untersuchten Proben aufgelistet:

Tabelle 19: Probenbezeichnung sowie der Angabe des Strahlversatzes der untersuchten Proben

Probenbezeichnung	Stromstärke [mA]	Versatz [mm]
St.1	2	0,2 auf Stahl
St.2	1,5	0,2 auf Stahl
St.3	1	0,2 auf Stahl
St.4	2	0,2 auf Nitinol
St.5	1,5	0,2 auf Nitinol
St.6	1	0,2 auf Nitinol
St.7	2	-
St.8	1,5	-
St.9	1	-
St.10	0,25	-

Der Strahlversatz auf Stahl erzeugt höchste Festigkeiten, gefolgt von dem Strahlversatz auf Nitinol und keinem Strahlversatz. Zudem werden bei Schweißungen mit einem Strahlversatz auf Stahl Festigkeiten bis zum Beginn des pseudoelastischen Bereichs erzielt. Nitinol* dient dabei als Referenzprobe zur Darstellung des pseudoelastischen Bereiches.

Von den Proben St.4, St.7 und St.9 konnte keine Zugspannung ermittelt werden.

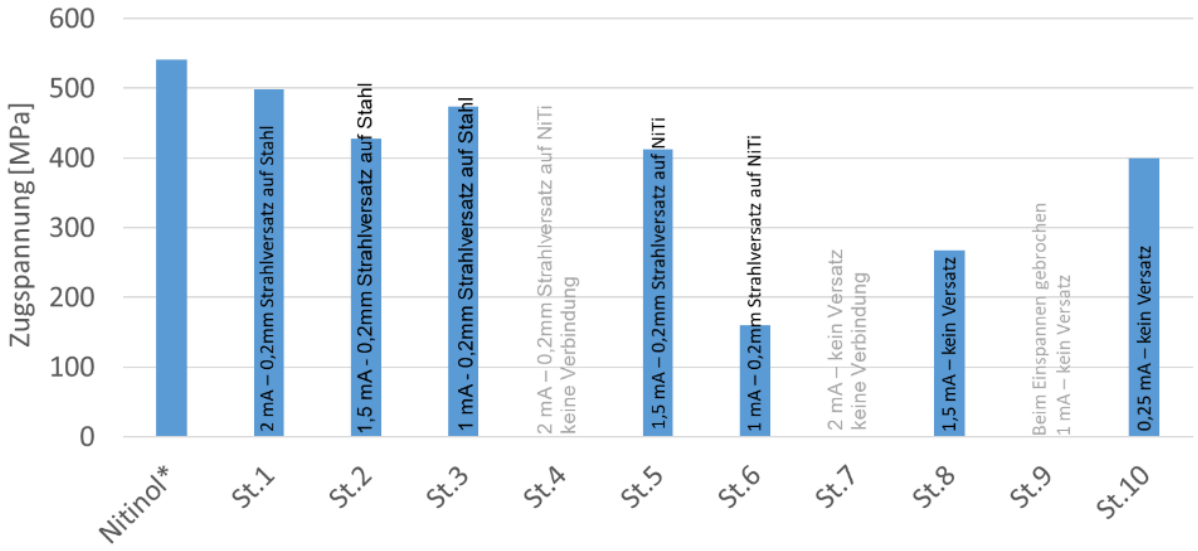
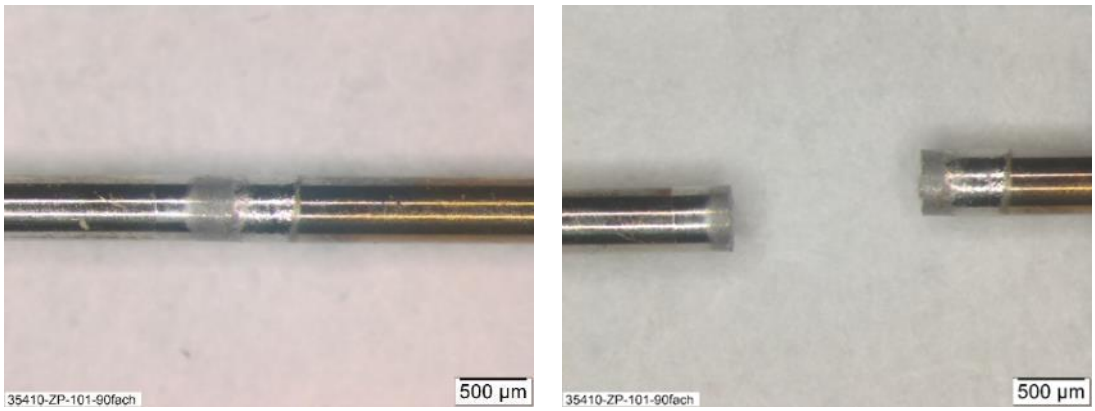


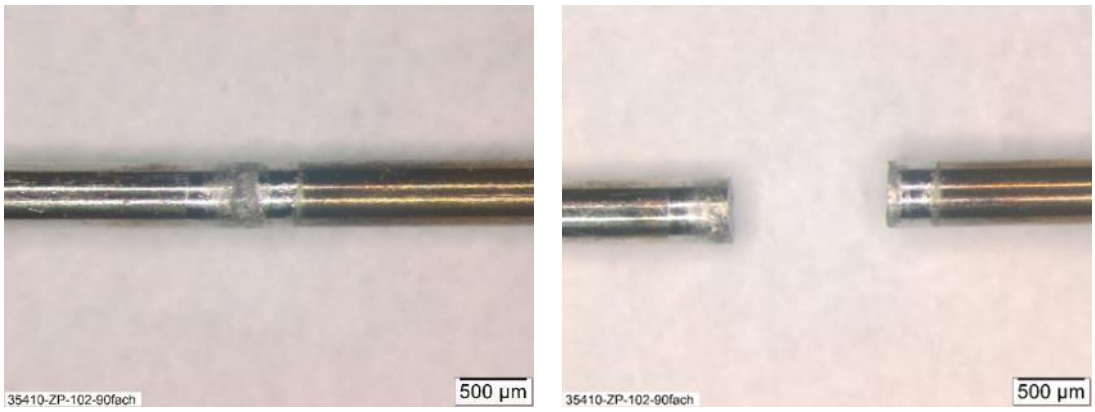
Abbildung 75: Zugspannung von geschweißten Nitinol-Edelstahldrähten: Vergleich verschiedener Stromstärken und Versatzarten des Schweißstrahles

In den folgenden Abbildungen sind exemplarisch Bruchbilder der Zugprüfung an Drähten dargestellt. Der Bruch der Schweißverbindung tritt nahezu immer zur Stahlseite hin auf.

2,0 mA



1,5 mA



1,0 mA

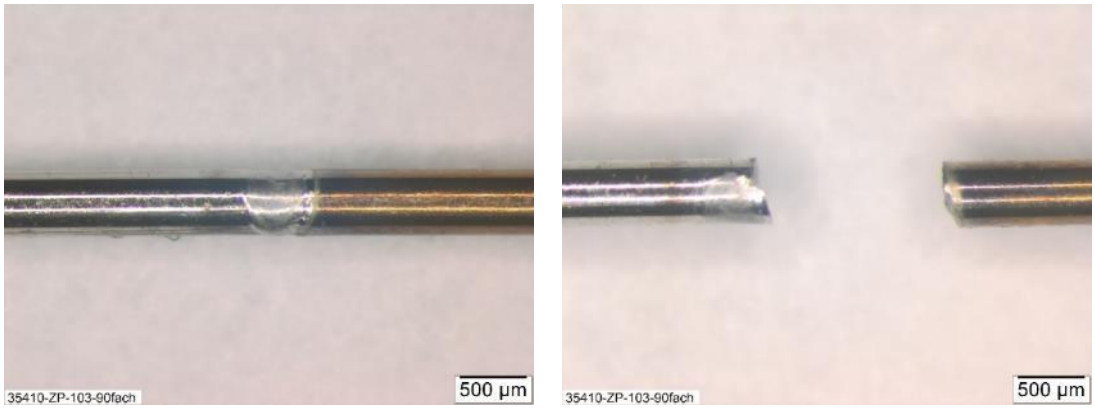
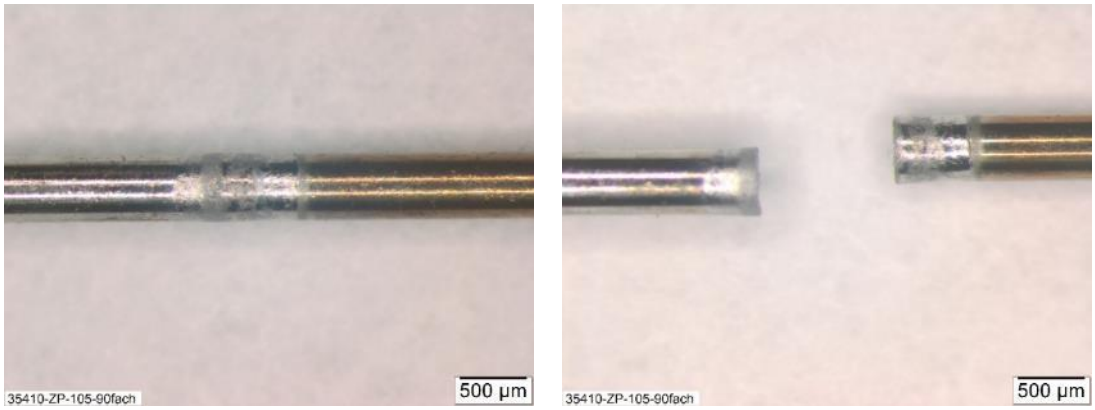


Abbildung 76: Exemplarische Bilder von geschweißten Drähten im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung: Dicke 0,5 mm; Strahlversatz 0,2 mm auf Stahl, Strahlstrom 1 mA bis 2 mA

1,5 mA



1,0 mA

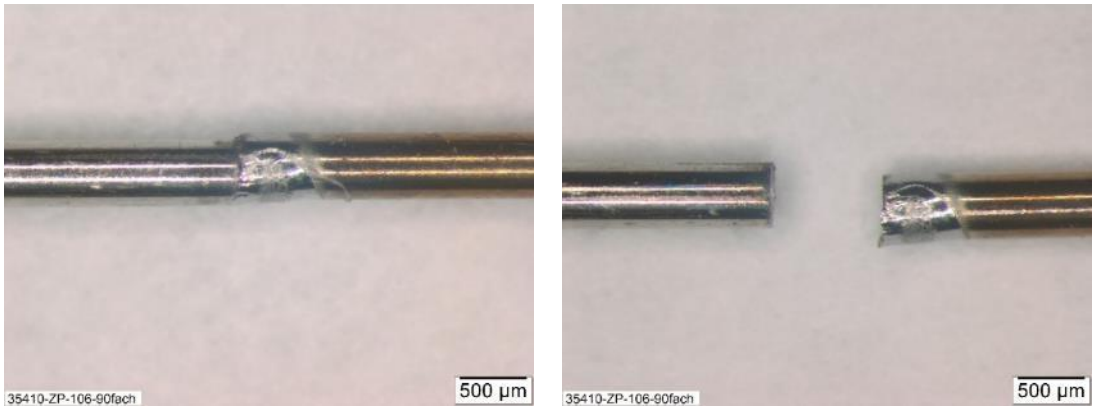
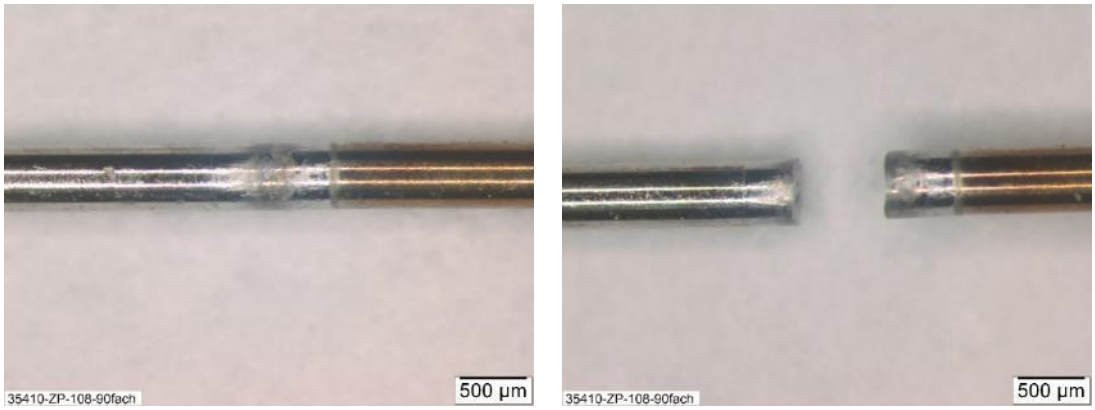


Abbildung 77: Exemplarische Bilder von geschweißten Drähten im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung: Dicke 0,5 mm; Strahlversatz 0,2 mm auf Nitinol; Strahlstrom 1 mA und 1,5 mA

1,5 mA



1,0 mA

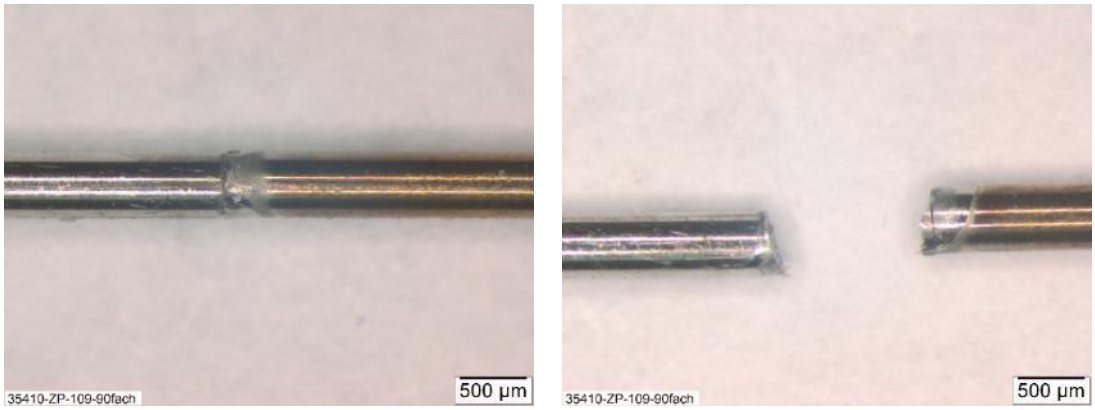


Abbildung 78: Exemplarische Bilder von geschweißten Drähten im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung: Dicke 0,5 mm; keinen Strahlversatz; Strahlstrom 1 mA und 1,5 mA

0,25 mA

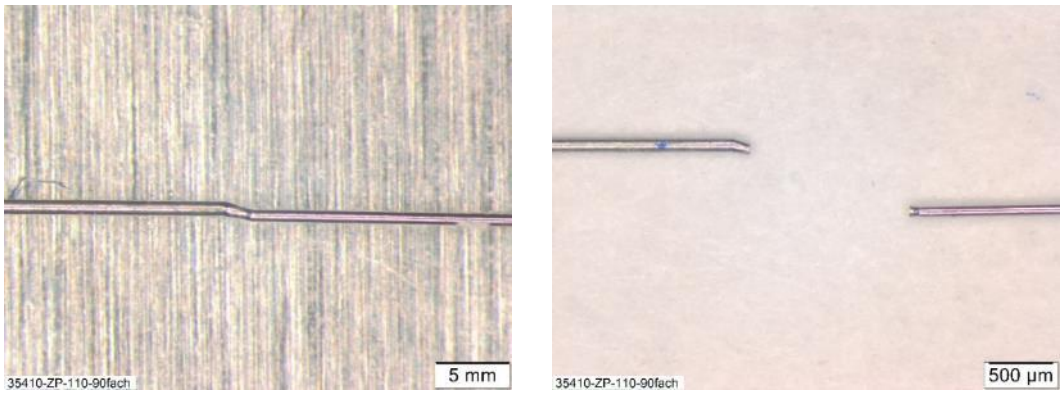


Abbildung 79: Exemplarische Bilder von geschweißten Drähten im Ausgangzustand sowie das Bruchbild nach der Zugprüfung: Dicke 0,1 mm; keinen Strahlversatz; Strahlstrom 0,25 mA

Auch von den Draht-Mischverbindungen, welche mit einer schnelleren Schweißgeschwindigkeit geschweißt wurden, wurden Proben gezogen. Die Ergebnisse der Zugprüfung, in Vergleich zu den „langsamen“ Schweißungen und der Plateauspannung des Nitinoldrahts sind in Abbildung 80 dargestellt.

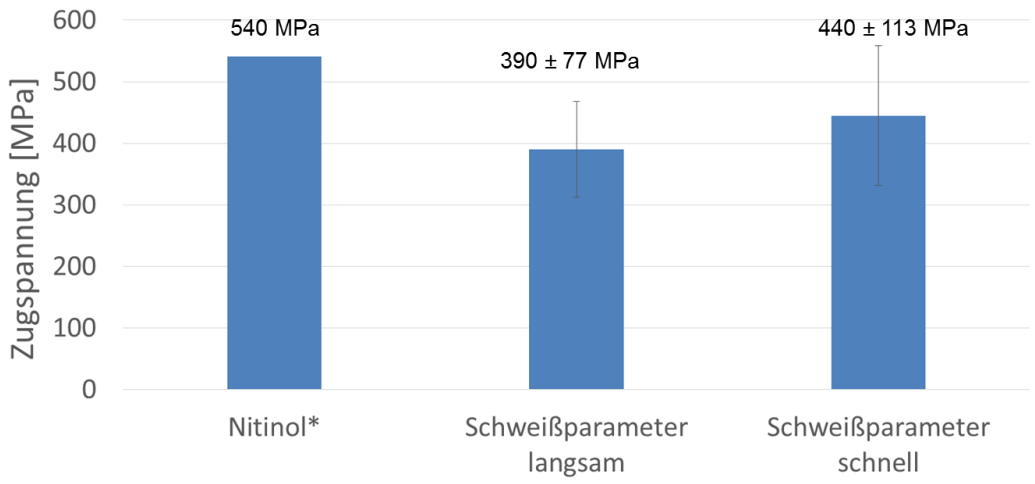


Abbildung 80: Zugspannung der geschweißten Mischverbindungen mit verschiedenen Parametern

Des Weiteren wurden die maximale Zugspannung an Referenzproben aus Nitinol, SE508 und nicht rostendem Stahl (1.4310) sowie geschweißten Verbindungen aus den identischen Materialien ermittelt, siehe Abbildung 81. Vergleichen wurden dabei zusätzlich verschiedene Schweißparameter:

- Schweißparameter langsam: Schweißgeschwindigkeit 15 mm/s, Stromstärke 1,5 mA
- Schweißparameter schnell: Schweißgeschwindigkeit 50 mm/s, Stromstärke 4 mA

Bei dem Materialien 1.4310 und SE508 wurde eine Blindschweißung gewählt. Bedingt durch die thermische Ausbildung bildeten sich in der Mitte tropfenförmige Schweißnähte aus, was aber keinen Einfluss auf die Festigkeit hat, da in den Randbereichen der Durchmesser der Schweißnaht dem Drahtdurchmesser entspricht. Die geschweißten Proben weisen eine Länge von 100 mm und einen Durchmesser von 0,5 mm auf. Geprüft wurden die Drähte aus nicht rostendem Stahl und Nitinol bei 30 MPa/s, die Drähte aus SE508 bei 90 MPa/s.

Im Vergleich zur Plateauspannung von Nitinol SE508 (540 MPa) und der Zugfestigkeit von Nitinol SE508 (1390 MPa) kann am Reinmaterial 1.4310 die höchste Zugspannung im Mittel von 1888 MPa festgestellt werden. Die maximale Zugspannung des 1.4310 liegt dabei über der der Plateauspannung von Nitinol (etwa 540 MPa). Der Festigkeitsabfall der geschweißten Proben im Vergleich zum Grundmaterial lässt sich durch die Kaltverfestigung, die bei der eigentlichen Drahtherstellung durch das Umformen eingebracht wird und welche im Schweißgefüge nicht mehr vorhanden ist, erklären. Die Festigkeiten entsprechen etwa den Literaturwerten für nicht kaltverfestigte Materialien. Die Festigkeit aller Grundmaterialien, auch im geschweißten Zustand, liegt immer über der Plateauspannung, während die Mischverbindungen (Schweißparameter langsam/schnell) leicht unter dieser liegen.

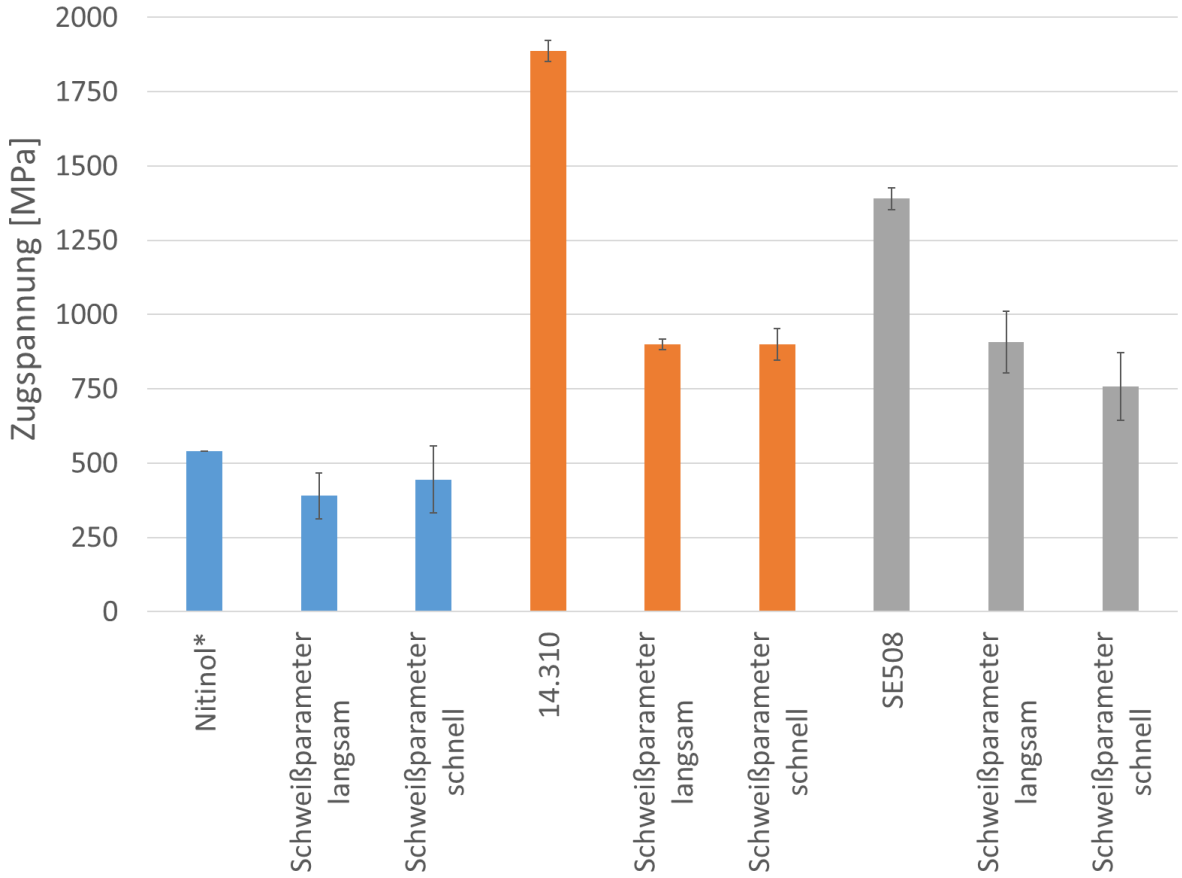


Abbildung 81: Zugspannung von geschweißten Drähten aus Nitinol,Nitinol SE508 und nicht rostendem Stahl (1.4310) sowie Referenzproben aus Reinmaterial und der Vergleich verschiedener Schweißparameter

Die folgende Abbildung 82 enthält Bruchbilder der Zugprüfung an geschweißten und ungeschweißten Drähten aus nicht rostendem Stahl 1.4310 und Nitinol SE508. Dabei ist bei den Schweißverbindungen ein Bruch entlang der Kugel-Schweißverbindung bei beiden Materialien festzustellen. An den ungeschweißten Proben trat der Bruch an der Einspannung auf.

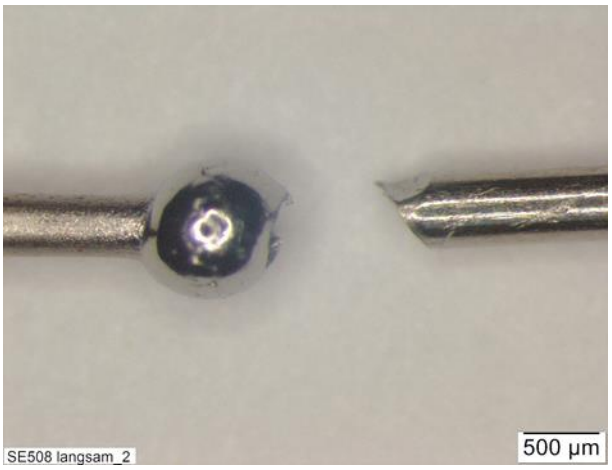
<u>1.4310 Schweißparameter langsam</u>

1.4310 Schweißparameter schnell

1.4310 ungeschweißt

SE508 ungeschweißt

SE508 Schweißparameter langsam



SE508 Schweißparameter schnell

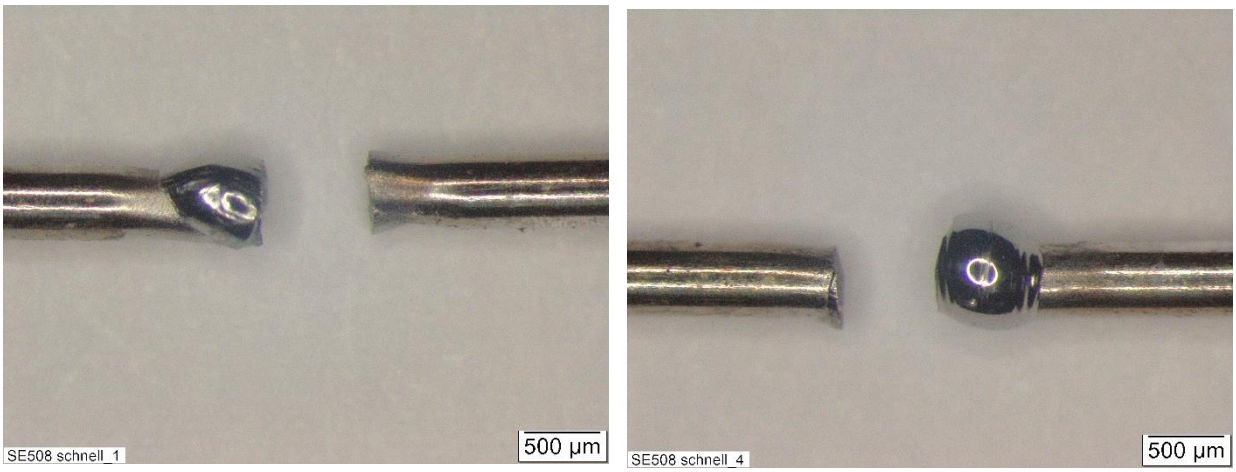


Abbildung 82: Exemplarische Bruchbilder von geschweißten und ungeschweißten Drähten: Material 1.4310 und SE508

Zugprüfung an Funktionsmuster „geschäfteter Draht“

An den Funktionsmustern „geschäfteter Draht“ wurden Zugprüfungen durchgeführt. Eine exemplarische Abbildung einer geprüften Probe ist in Abbildung 83 dargestellt.

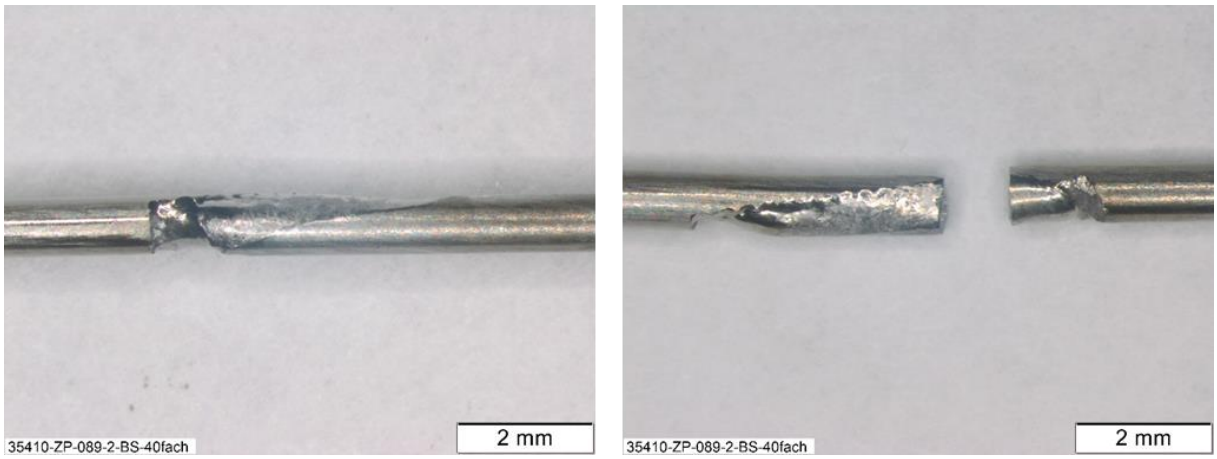


Abbildung 83: Geschäfteter Draht vor und nach der Zugprüfung

Entgegen der Annahme, dass durch den unverschweißten Bereich im Querschnitt die Festigkeit erhöht wird, lagen die Festigkeiten, verglichen mit reinen Stumpfstoßverbindungen, recht niedrig. Die gemessenen Festigkeiten lagen zwischen 217 MPa und 338 MPa.

Zugprüfung an Funktionsmuster „Nitinol-Überlastschutz“

Durch die Verstärkung mit Hilfe einer Längsschweißung beim Funktionsmuster konnten Festigkeiten bis etwa 150 MPa oberhalb der Plateauspannung von Nitinol (etwa 450 MPa, rote Linie) erreicht werden, siehe Abbildung 84. Damit kann das pseudoelastische Plateau der Nitinol-Röhrchens voll durchfahren werden, ohne dass ein Versagen der Probe eintritt.

Die Nitinol-Edelstahlverschweißung ohne Längsverschweißung erreicht Zugfestigkeiten von ca. 100 MPa. Als Referenz wurde noch die Zugspannung an ungeschweißten Nitinol-Rohren ermittelt. Diese weisen im Mittel eine Zugspannung von > 1400 MPa auf.

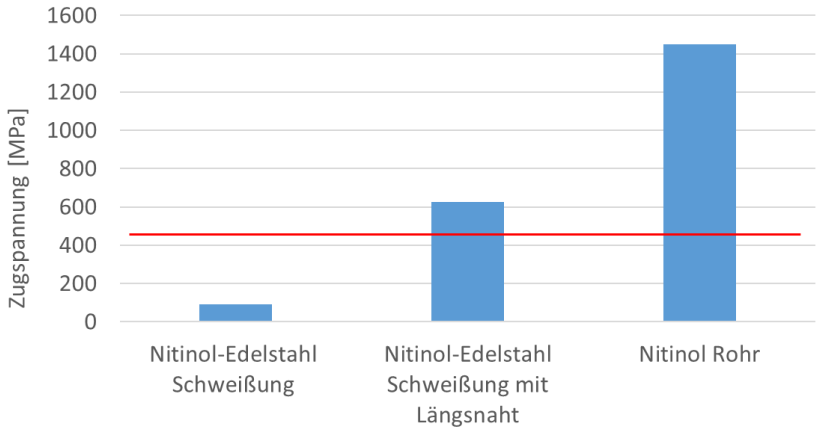
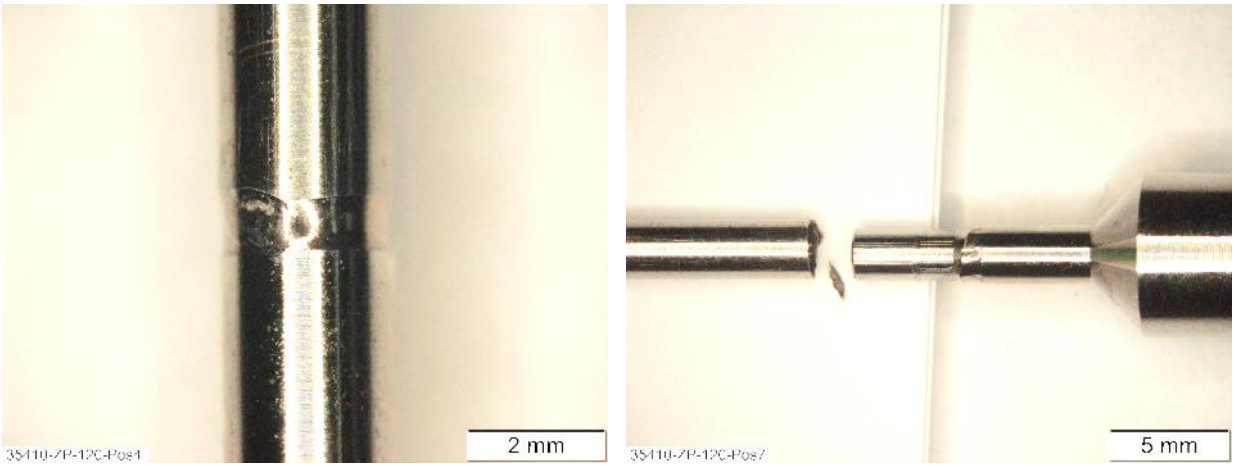


Abbildung 84: Zugspannung von geschweißtem Nitinol-Edelstahl-Rohr und reinem Nitinol-Rohr als Referenz mit zusätzlicher Plateauspannung von Nitinol bei etwa 450 MPa

Abbildung 85 zeigt exemplarisch geschweißte Nitinol-Rohre (ohne Längsnaht) vor und nach der Zugprüfung. Eine homogen geschlossene umlaufende Schweißnaht ist im Ausgangszustand zu erkennen. Der Bruch der Schweißnaht erfolgt an der Nitinolseite des Nitinol-Edelstahl-Rohres.



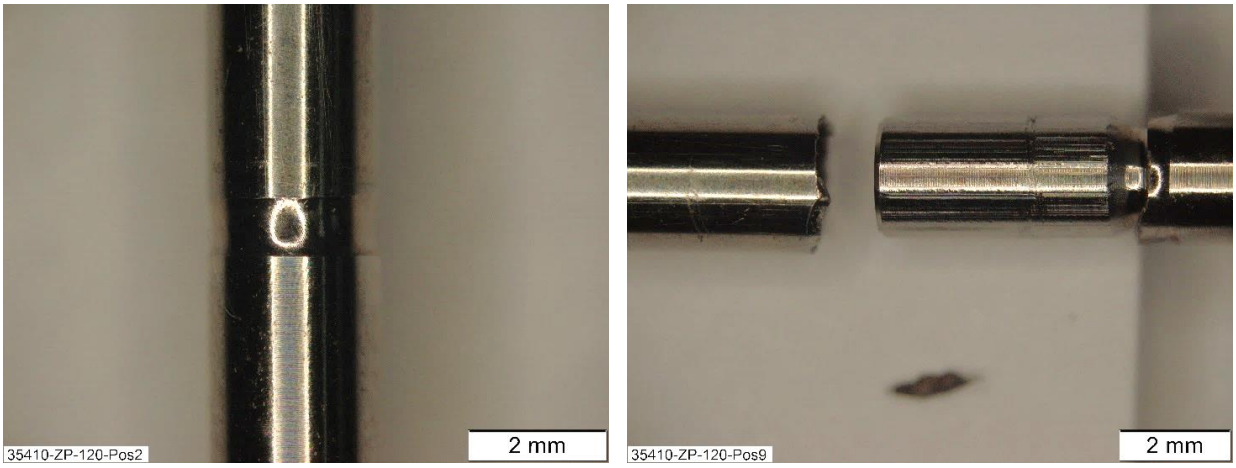
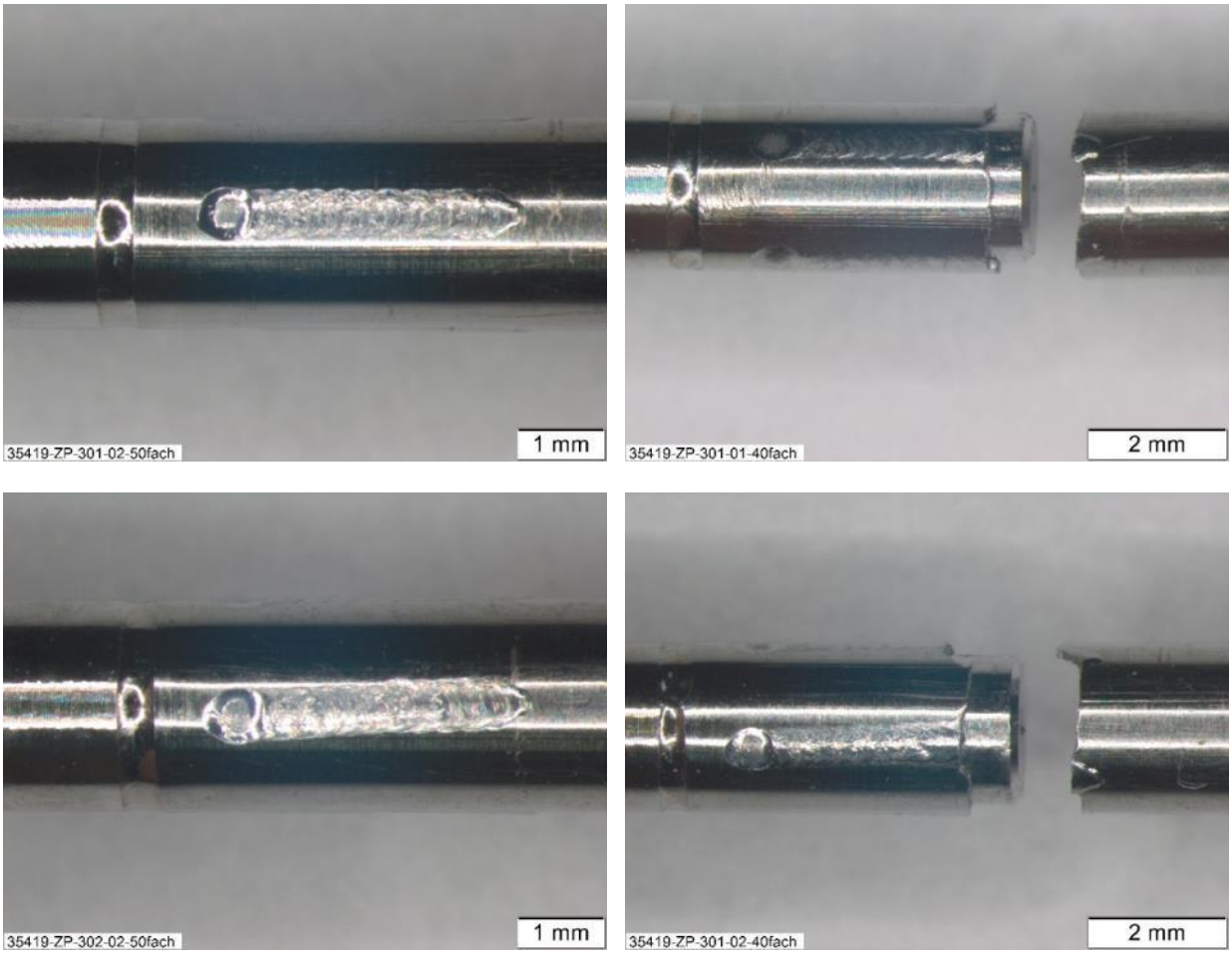


Abbildung 85: Exemplarische Bilder von geschweißten Nitinol-Edelstahl-Rohren im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung

In der folgenden Abbildung 86 sind exemplarische Bilder der geschweißten Nitinol-Edelstahl-Schweißverbindung mit zusätzlicher Längsnaht vor und nach der Zugprüfung dargestellt.



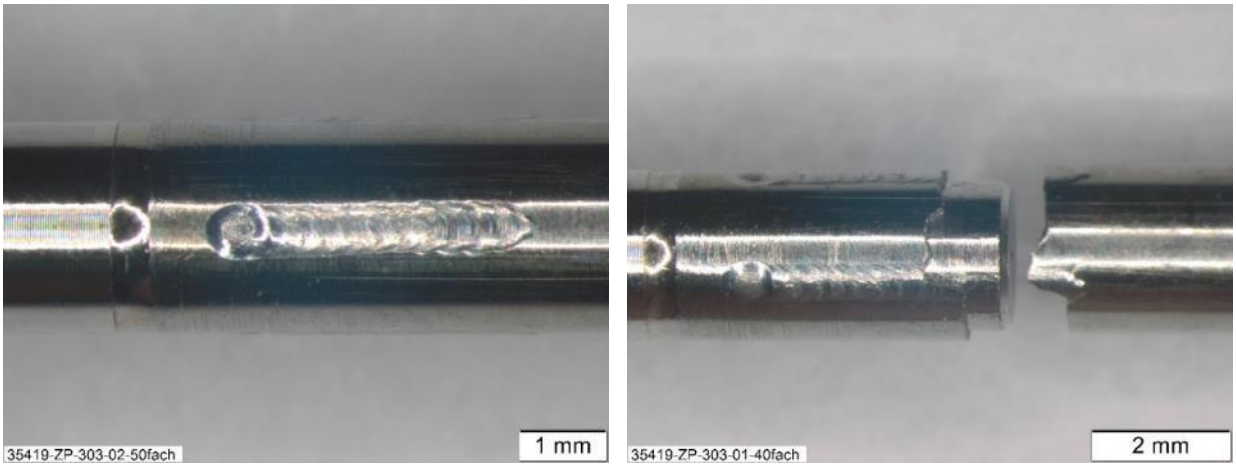


Abbildung 86: Exemplarische Bilder von geschweißten Nitinol-Edelstahl-Rohren mit Längsnaht im Ausgangzustand sowie Bruchbilder nach der Zugprüfung

Zyklische Zugprüfung an Nitinol-Rohren

Abbildung 87 zeigt den Kraft-Weg-Verlauf der zyklischen Zugprüfung an geschweißten Nitinol-Rohren exemplarisch. Die Krafteinwirkung von 500 N werden bei beiden Proben mehr als 20 Belastungszyklen standgehalten. Die Dehnung der Nitinol-Rohre liegt dabei bei ca. 4 %. Die Anforderungen an das Demonstratorbauteil werden somit erfüllt.

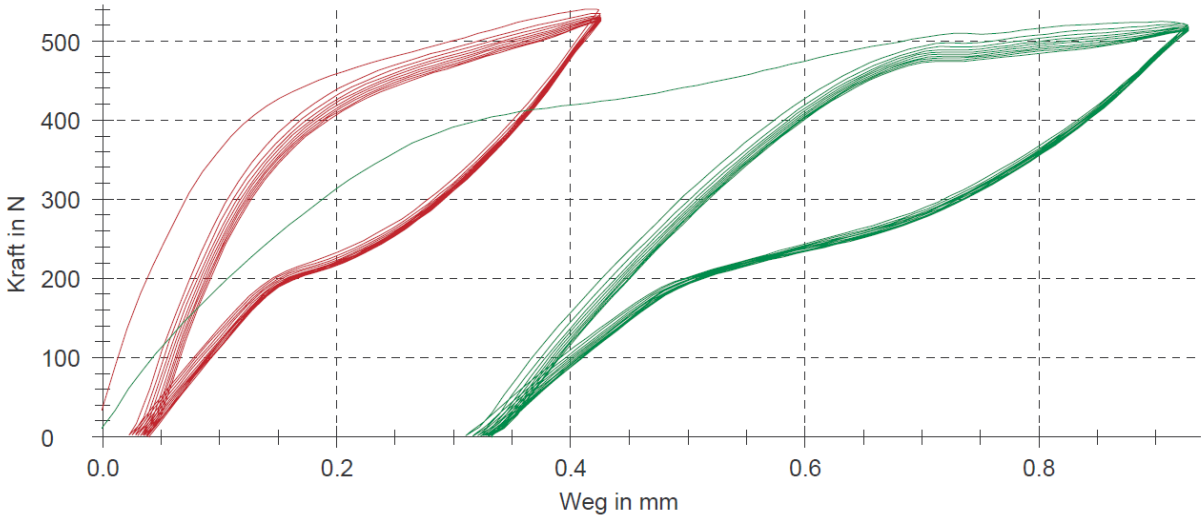


Abbildung 87: Ergebnisse Zyklische Zugprüfung an Nitinol-Rohr

Mehrstufenschwingversuch an Nitinolstreifen

Im Mehrstufenschwingversuch an der Prüfmaschine DYNA-MESS wurden Reinstoffproben aus Nitinol untersucht. Die aufgebrachte Belastung in Blöcken ist in den folgenden beiden Diagrammen deutlich zu erkennen. Alle 500 Zyklen wurde die maximale Last um 50 N erhöht. Die minimale Last entspricht jeweils 10 % der maximalen Last.

Probe 1 ist nach 3441 Lastwechseln, Probe 2 nach 3505 Lastwechseln gebrochen. In beiden Diagrammen (Abbildung 88 und Abbildung 89) ist zu erkennen, dass die Dehnung (orange und blau Kurven) mit zunehmen Zugspannung zunimmt. Am deutlichsten ist dieser Effekt bei dem Lastblock von 400 N auf 450 N bei Probe 1 und dem Lastblock von 450 N auf 500 N bei Probe 2 zu erkennen. Dies entspricht in etwa der Plateauspannung von Nitinol. An den Diagrammen ist deutlich zu erkennen, dass das Nitinol im pseudoelastischen Bereich nur eine kurze Lebensdauer aufweist. Nach rund 500 Zyklen im pseudoelastischen Bereich ist mit einem Versagen des Materials zu rechnen.

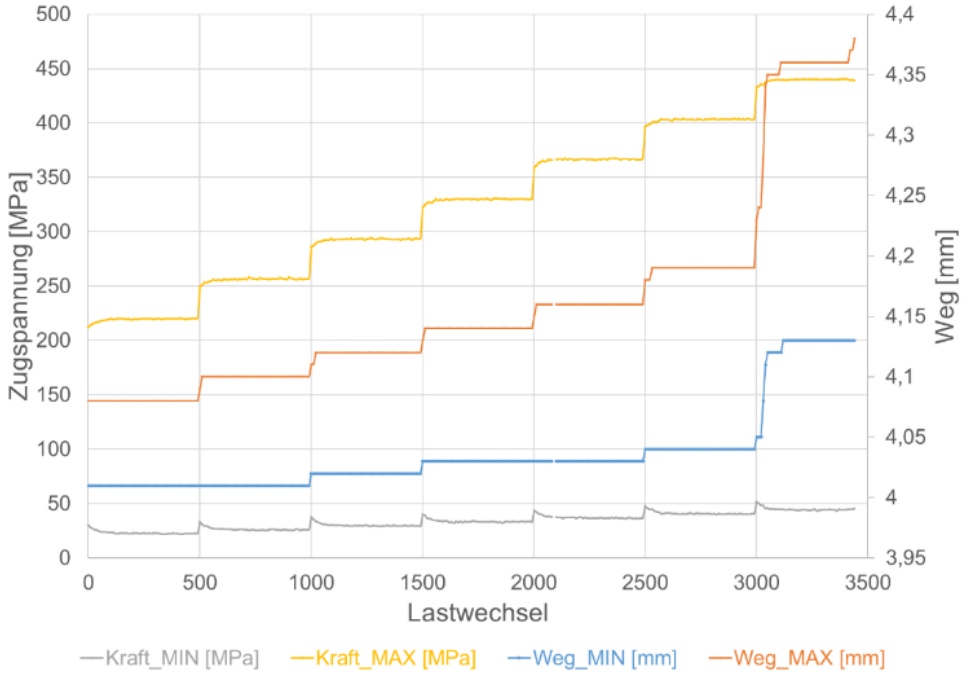


Abbildung 88: Zugspannung und Weg gegenüber Anzahl der Lastwechsel Probe 1

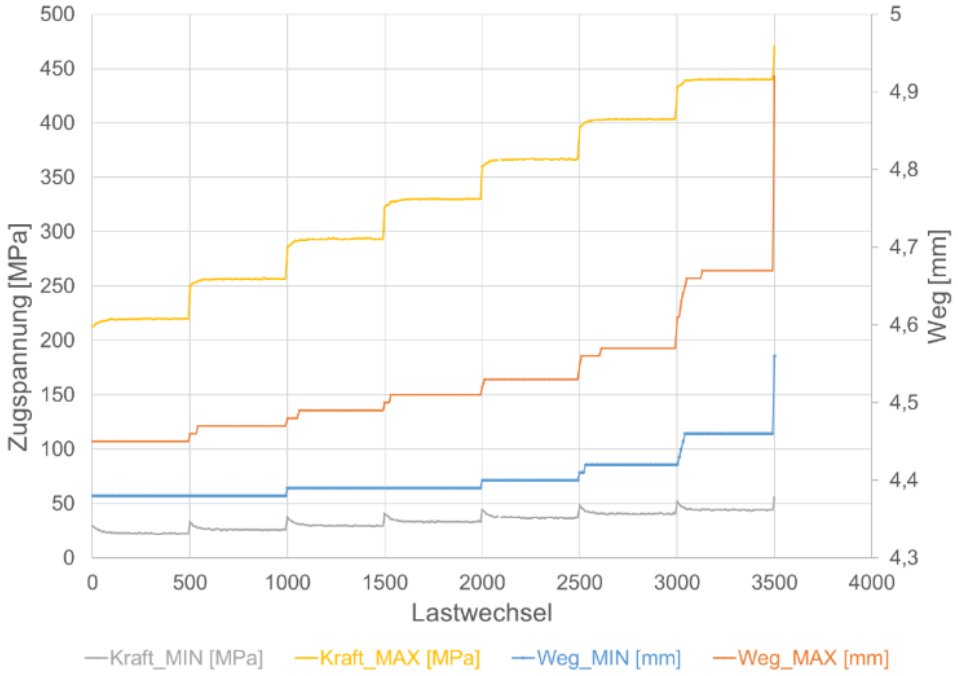


Abbildung 89: Zugspannung und Weg gegenüber Anzahl der Lastwechsel Probe 2

Dynamische Differenzkalorimetrie

Bei der DSC-Analyse wurden vier Proben untersucht und miteinander verglichen: Nitinol, nichtrostender Stahl 1.4310 und zwei Schweißverbindungen aus Nitinol und nichtrostenden Stahl, die mit unterschiedlichen Schweißgeschwindigkeiten (15 mm/s und 50 mm/s) gefügt wurden.

Zwischen dem Nitinol und dem Stahl (1.4310) sind deutliche Unterschiede im Verlauf zu erkennen (siehe Abbildung 90). Das Nitinol (rot) zeigt die Phasenübergänge zwischen Austenit und Martensit mit einem Mehrfachpeak zwischen -5 ° und +5 °C.

Die beiden Schweißverbindungen (Schweißgeschwindigkeit 15 mm/s und 50 mm/s) verhalten sich wie der nichtrostende Stahl 1.4310, der Superelastizitätseffekt ist hiermit in der Schweißnaht somit nicht mehr gegeben.

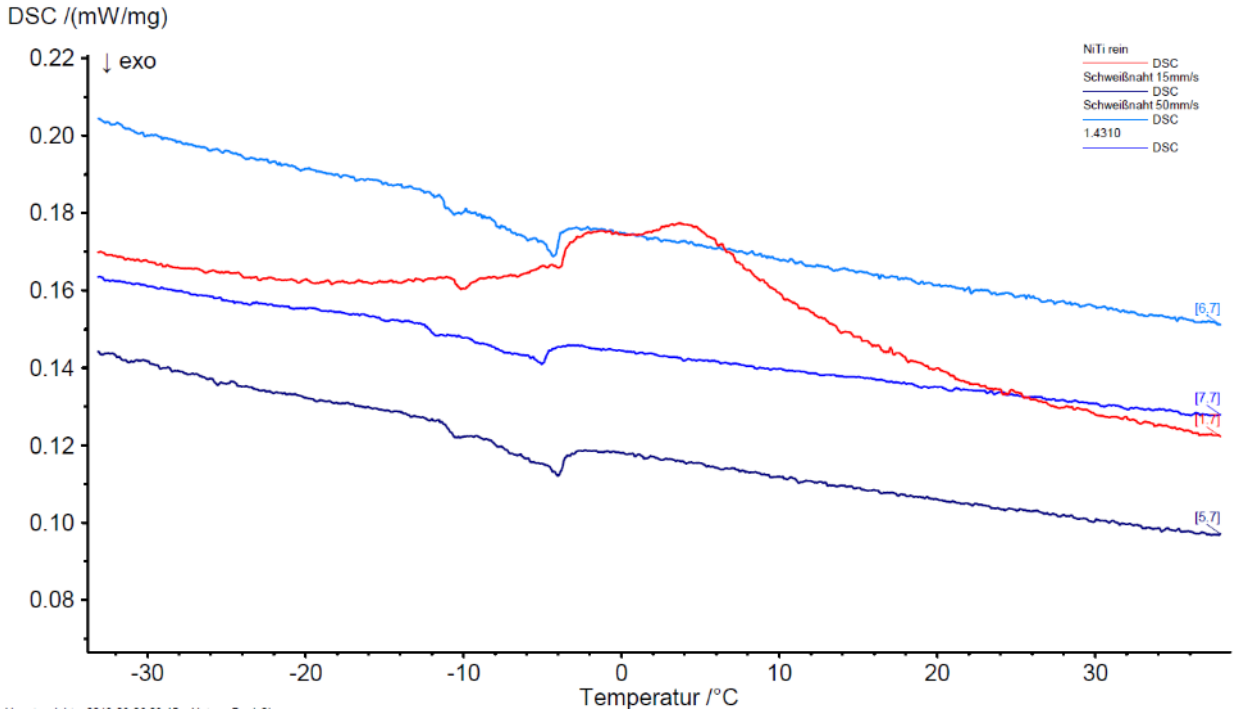


Abbildung 90: DSC-Kurven von Nitinol rein, rostfreien Stahl 1.4310 rein und Schweißverbindungen aus beiden Materialien

AP 7: Charakterisierung der elektronenstrahlgeschweißten Proben

Das AP 7 wurde als projektbegleitendes Arbeitspaket ausgeführt und beinhaltete primär die Metallographie und die Mikroskopie der Schweißnähte und des Gefüges

Die Untersuchung der Schweißnähte wurde zunächst mittels optischer Lichtmikroskopie durchgeführt. Die mittels Drahterosion ausgetrennten Schweißproben wurden für die Präparation von Querschliffen in einem Kalteinbettmittel eingebettet und anschließend mit SiC-Papier bis zu einer Körnung 4000 geschliffen. Durch das Kalteinbetten sollte eine thermische Beeinflussung des Schweißgefüges vermieden werden. Auf das Schleifen folgte eine Politur mit kollodialer SiO_2-Lösung mit einer Korngröße von 0,1 µm.

Bei der elektronenmikroskopischen Betrachtung wurden die polierten Proben direkt, ohne eine vorherige Ätzung, ins REM gegeben. Bei der Präparation wurde auch ein elektrisch leitendes Warmeinbettmittel anstelle des Kalteinbettmittels verwendet.

Für die lichtmikroskopische Betrachtung der Proben wurde hingegen eine Ätzung vorgenommen. Abweichend vom Antrag und in Absprache mit dem projektbegleitenden Ausschuss wurde das Ätzmittel „V2A-Beize“ eingesetzt, welches das Gefüge des nichtrostenden Stahls sichtbar macht und in den Schweißnähten bei Eisen-Titan-Verbindungen eine schwarze Färbung hervorruft. Auf eine Ätzung mit Behara-Ätzmittel oder eine Tiefenätzung wurde aufgrund der großen Gesundheits- und Umweltgefahr durch die Freisetzung bzw. Verwendung von Flusssäure verzichtet.

Zu diesem Arbeitspaket gehörte weiterhin die Erstellung der EBSD-Bilder, welche auf dem gleichen REM wie auch EDX-Aufnahmen, erstellt wurden.

Ergebnisse dieses Arbeitspakets sind in den Arbeitspaketen 3 und 8 wiedergegeben.

AP 8: Herstellung der Funktionsmuster

Herstellung von geschweißten, nichtostender Stahl-Nitinol-Drähten

Als Funktionsmuster wurden gemeinsam im Kick-Off-Treffen zwei (drei) Arten geschweißter Drähte festgelegt. Dazu zählten:

- Schweißungen an Drähten mit 0,5 mm Durchmesser am Stumpfstoß
- Schweißungen an Drähten mit 0,89 mm Durchmesser, geschäftet
- (Schweißungen an Drähten mit 0,1 mm Durchmesser am Stumpfstoß, Stichversuch)

Als Draht wurde ein 1.4310 verwendet, der durch das Ziehen recht stark kaltverfestigt wurde (ca. 1900 MPa) sowie ein Nitinoldraht SE508.

Für die Schweißungen an Drähten musste eine Vorrichtung angefertigt werden, in der die Drähte spaltfrei positioniert werden können. Dazu wurde eine Platte aus nichtrostendem Stahl 1.4301 mit gefrästen Nuten versehen, sodass die Drähte wie in einem Prisma eingelegt werden konnten. Eine Positionierung der auf dem Schleifteller mit einer speziellen Vorrichtung stirnseitig geplanten Drähte wurde unter dem Mikroskop durchgeführt und eine Fixierung über einen leitfähigen Klebstoff vorgenommen. Abbildung 91 zeigt ein Foto dieser Vorrichtung.

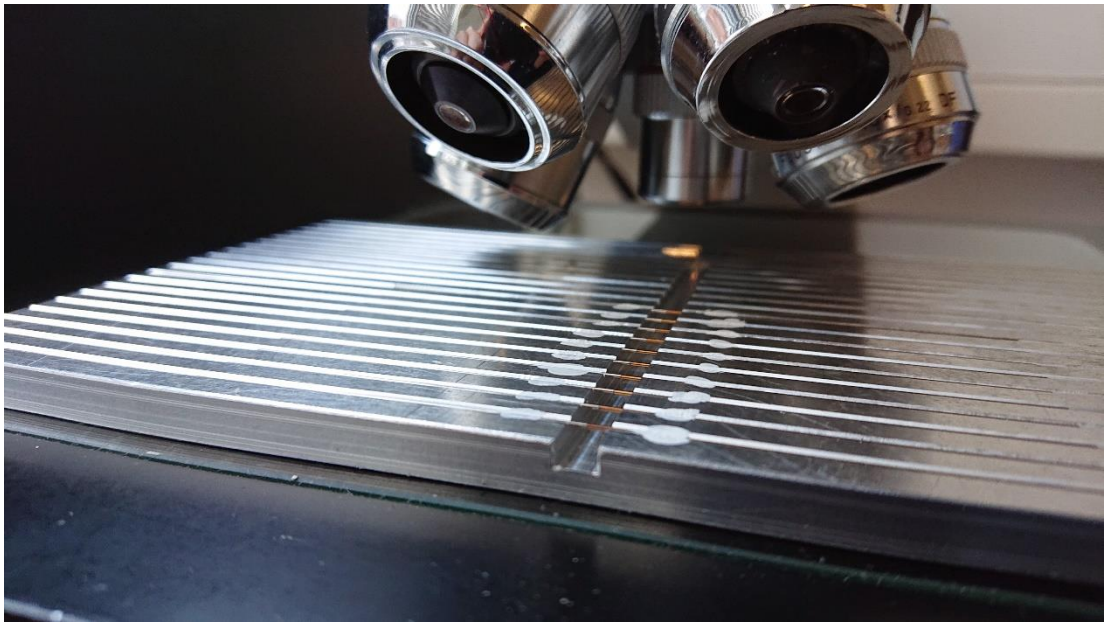


Abbildung 91: Schweißvorrichtung für Drähte mit eingelegten und fixierten Drähten unter dem Mikroskop

Im ersten Versuchsdurchlauf wurden Drähte im Stumpfstoß verschweißt. Dabei wurden die Drähte nicht gedreht, sondern im Tiefschweißverfahren von einer Seite her mit einem bewegten Elektronenstrahl durchgeschweißt. Die Schweißgeschwindigkeit wurde fix auf 15 mm/s festgesetzt, der Strahlstrom und der Strahlversatz wurden variiert. Die Parameter der Schweißungen sind in Tabelle 20 dargestellt.

Tabelle 20: Schweißparameter des ersten Versuchsumfangs der Drahtschweißungen

Probenbezeichnung	**Durchmesser [mm]**	**Stromstärke [mA]**	**Versatz [mm]**
St.1	0,5	2	0,2 auf Stahl
St.2	0,5	1,5	0,2 auf Stahl
St.3	0,5	1	0,2 auf Stahl
St.4	0,5	2	0,2 auf Nitinol
St.5	0,5	1,5	0,2 auf Nitinol
St.6	0,5	1	0,2 auf Nitinol
St.7	0,5	2	-
St.8	0,5	1,5	-
St.9	0,5	1	-
St.10	0,1	0,25	-

Bei allen Proben, außer den Proben St.4, St.7 und St.9 konnten äußerlich defektfreie Schweißungen hergestellt werden, Abbildung 92 links. Im Querschliff, Abbildung 92 rechts, zeigt sich eine rissfreie Naht, allerdings mit einer Pore. Die Naht zeigt die typische Form einer Tiefschweißung.

Die Zugfestigkeiten der geschweißten Drähte sind im Abschnitt *AP 6* dargestellt.

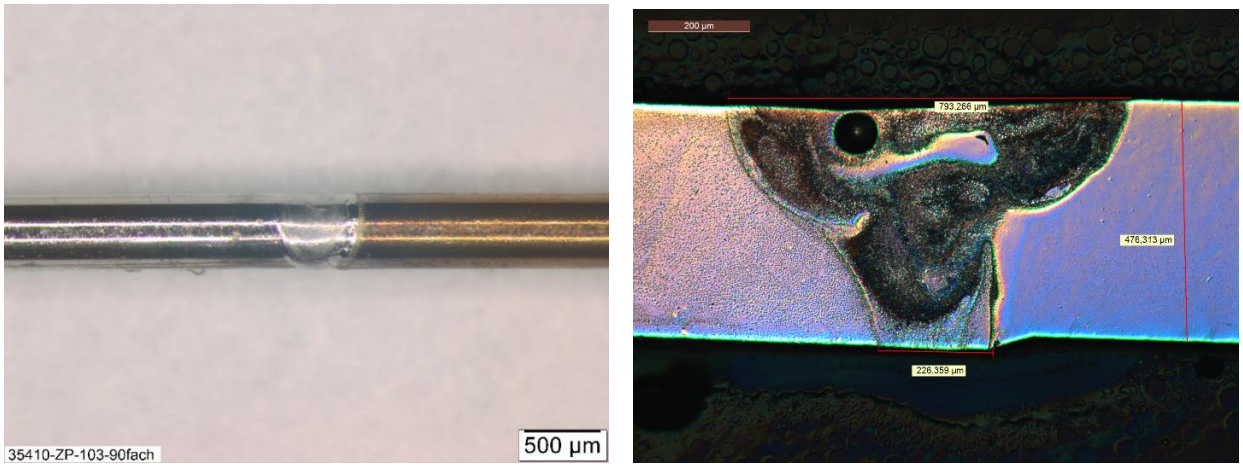


Abbildung 92: Außenansicht der und Querschliff der Probe St.2

Im nächsten Versuchsplan wurde eine statistische Absicherung des Parametersatzes St.2 vorgenommen und eine Erweiterung auf eine „schnelle“ Vorschubgeschwindigkeit quer zum Draht erweitert. Die Erweiterung beinhaltete folgenden Parametersatz:

- Einseitiges Schweißen
- Vorschub: 50 mm/s (quer zum Draht)
- 4 mA Strahlstrom (entspricht 240 W Strahlleistung)
- 0,1mm Versatz Richtung Stahldraht

Auch mit diesem Parametersatz konnten äußerlich riss- und fehlerfreie Schweißnähte hergestellt werden. Im Querschliff zeigt sich ebenfalls eine typische Tiefschweißung, welche allerdings durch die schnellere Schweißgeschwindigkeit schmaler und flankenparalleler ausfällt, Abbildung 93. Es sind keine Fehler in der Schweißnaht zu erkennen. Die mechanischen Kennwerte der Verbindung sind ebenfalls im Kapitel *AP 6* gegeben.

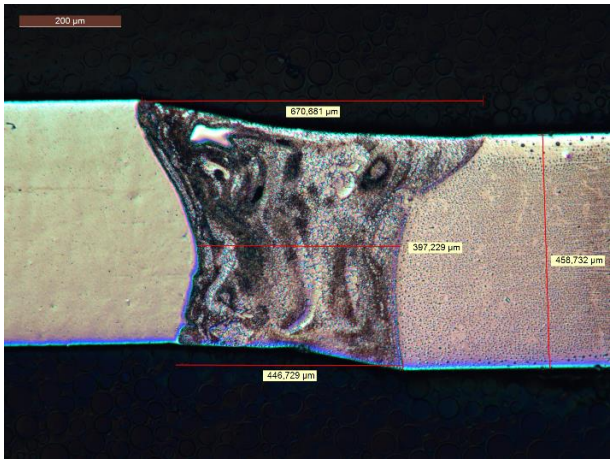


Abbildung 93: Querschliff der Drahtschweißung 0,5 mm mit höherer Schweißgeschwindigkeit

Als drittes Funktionsmuster „Draht am Stumpfstoß“ wurden geschäftete Drähte mit einem Durchmesser von 0,89 mm verschweißt. Auf Wunsch des PA wurde dieses Funktionsmuster beschlossen. Die mechanische Vorbereitung wurde durch ein PA-Mitglied als vAW-Leistung übernommen. Die vorbereiteten Teile sind in Abbildung 94 dargestellt. Es wurde dieselbe Schweißvorrichtung wie für die 0,5 mm Drähte verwendet. Aufgrund der mechanischen Vorbereitung der Fügepartner kam es teilweise zu unterschiedlich großen Fügespalten.

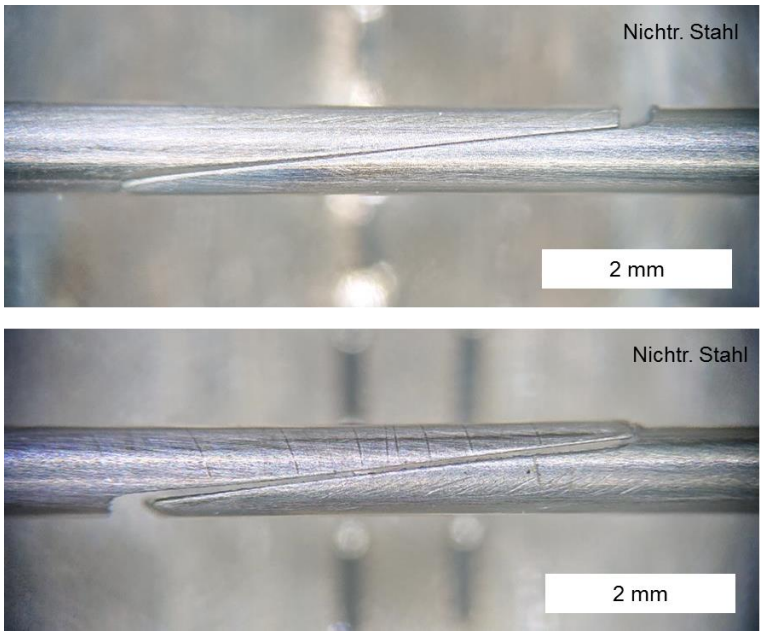


Abbildung 94: Geschäftete Drähte vor dem Schweißen. Oben: Geringer Fügespalt. Unten: 0,1 mm Fügespalt.

Als Schweißung wurde, nach einigen Fehlversuchen, eine Lage-Gegenlage-Schweißung gewählt. Folgende Schweißparameter wurden, auf Grundlage der vorhergehenden Versuche mit 0,5 mm Drähten, verwendet:

- Zweiseitiges Schweißen (Lage/Gegenlage)
- Vorschub: 50 mm/s (quer zum Draht)
- 3,5 mA Strahlstrom
- 0,1mm Versatz Richtung Stahl

Schweißungen mit einer niedrigeren Schweißgeschwindigkeit stellten sich als nicht zielführend heraus, da die entstehende Schmelze abtropfte und eine Verbindung unmöglich machte. Ein ähnlicher Sachverhalt stellte sich bei dem Versuch, einlagig zu schweißen, ein.

In Abbildung 95 sind die Nahtoberflächen von zwei geschäfteten Drahtpaaren nach dem Schweißen dargestellt. Abhängig vom Fügespalt stellt sich ein mehr oder weniger starker Nahteinfall ein. Alle geschweißten Bauteile waren dennoch rissfrei, sowohl an der Oberfläche als auch im Querschliff. Es waren auch keine anderen Schweißnahtfehler im Querschliff zu erkennen. Die mechanischen Kennwerte der Verbindung sind im Abschnitt *AP 6 angegeben.*

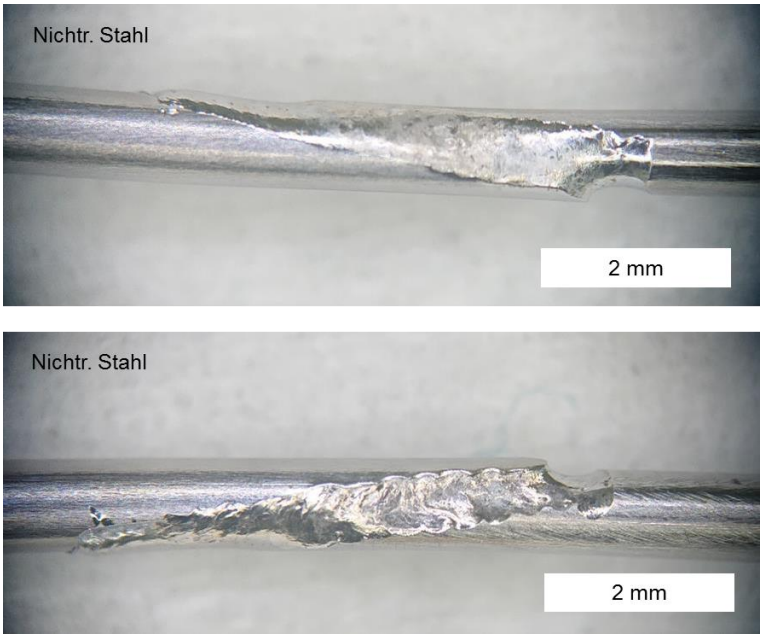


Abbildung 95: Geschäftete Drähte nach dem Schweißen. Oben: Geringer Fügespalt. Unten: 0,1 mm Fügespalt.

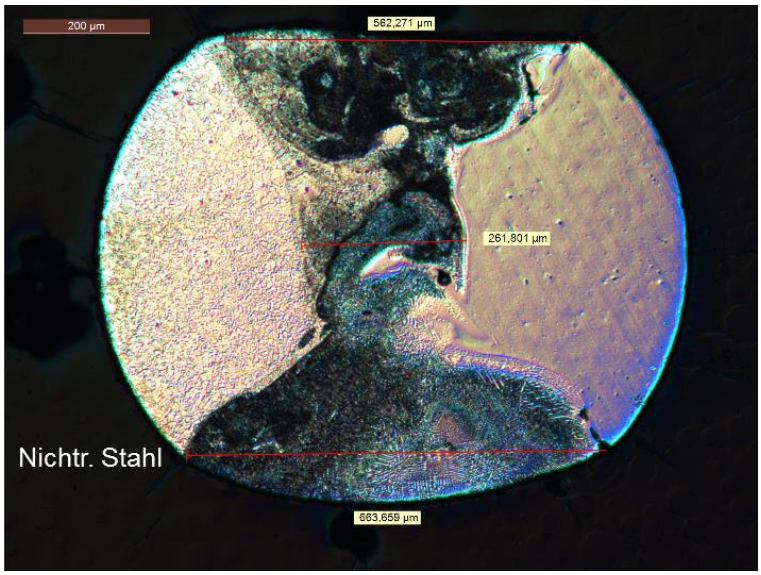


Abbildung 96: Querschliff der Schweißung der geschäfteten Drähte. Die obere Schweißnaht wurde zuerst ausgeführt

Zusätzlich zu den Querschliffen wurde ein Härtemapping angefertigt, Abbildung 97. Die Härtwerte entsprechen weitgehend den Werten, die im Kapitel AP 3 an Blechschweißungen gemessen wurden. Während die Grundwerkstoffe Härtewerte zwischen 250 und 300 HV0,1 aufweisen, werden in den Schweißnähten, besonders der zweiten Schweißnaht, Härtewerte bis 947 HV0,1 erreicht.

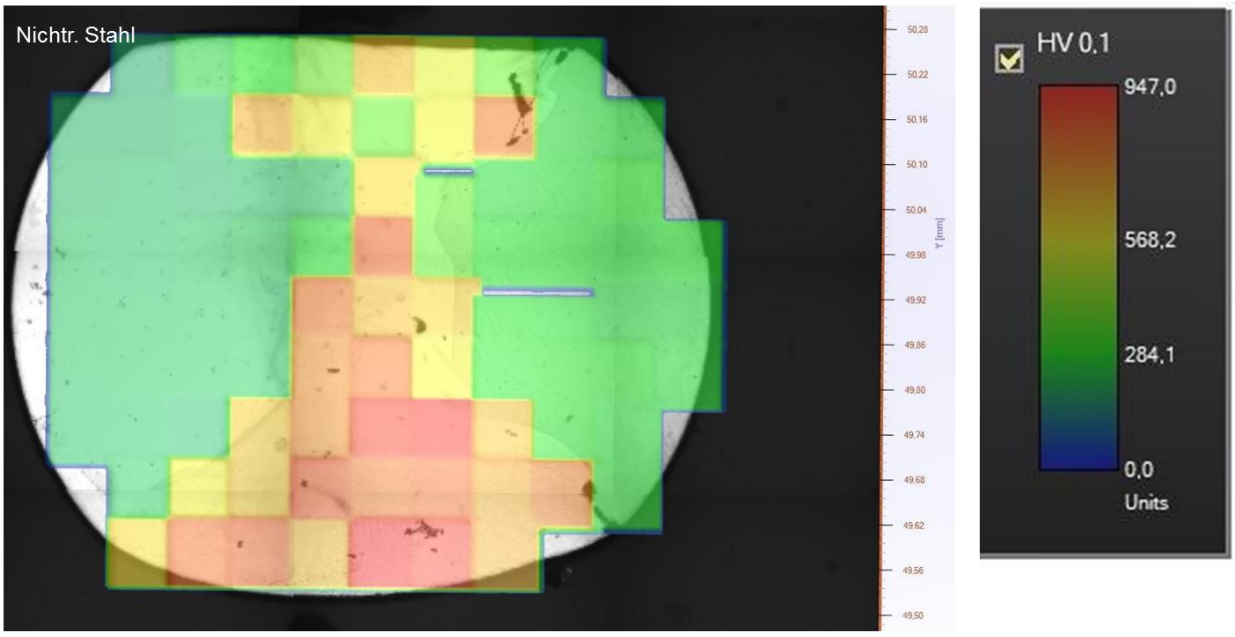


Abbildung 97: Härtemapping am Querschliff aus Abbildung 96

Herstellung eines geschweißten Nitinol-Überlastschutz

In Absprache mit dem PA wurde als weiteres Funktionsmuster ein „Nitinol-Überlastschutz“ ausgelegt und gefertigt. Dieser besteht aus zwei nichtrostenden Stahlstücken, welche den beidseitigen Abschluss und die Aufnahme des Überlastschutzes darstellen sowie einem Nitinolröhrchen, was durch den Superelastizitätseffekt einen Kraftbegrenzer darstellt. Eine schematische Darstellung einer Seite des Überlastschutzes ist in der Abbildung 98 dargestellt, die letztendlich gefertigten Rohteile in Abbildung 99. Die gefertigten Rohteile wurden so ausgelegt, dass die Plateauspannung bei ca. 500 MPa liegt. Zur Verbindung des Bauteils mussten insgesamt fünf Schweißnähte eingebracht werden, wovon eine Naht am Stumpfstoß umlaufend eingebracht werden muss und vier Längsnähte mittels der Strahlablenkung geschweißt werden können.

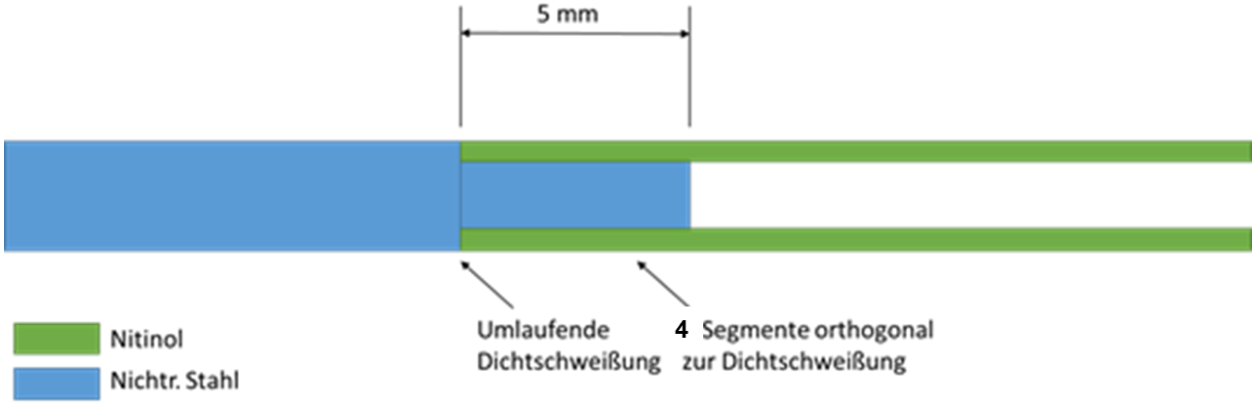


Abbildung 98: Schematischer Aufbau einer Seite des Überlastschutzes

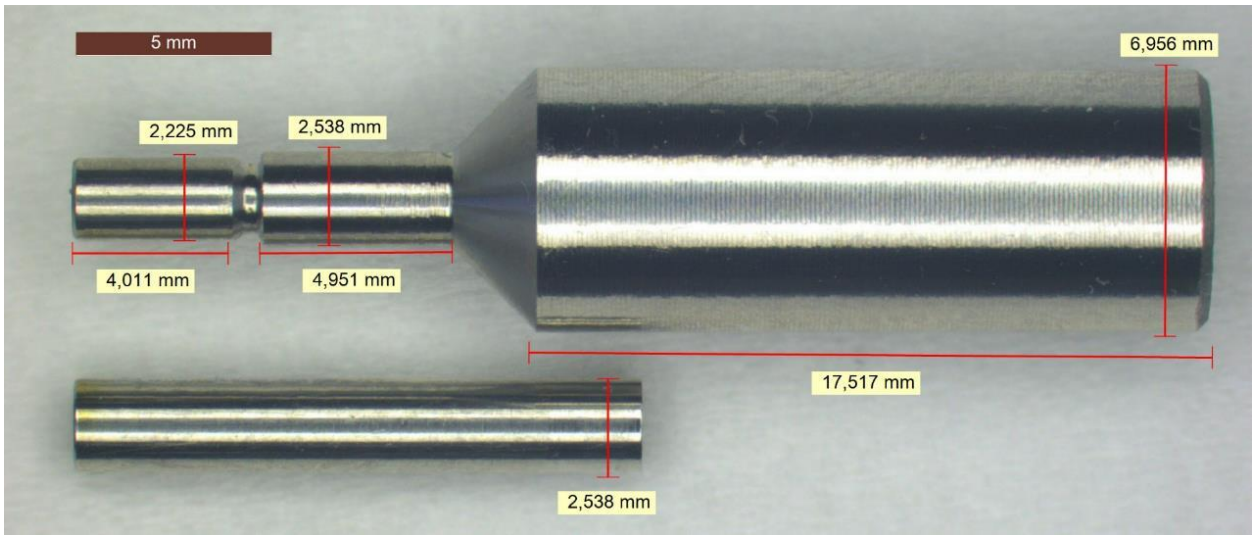


Abbildung 99: Rohteile des Nitinol-Überlastschutzes

Zur Durchführung der Rundschweißung musste eine Vorrichtung aufgebaut werden, welche das Bauteil definiert und mit hoher Präzision dreht. Dazu wurde eine Rundschweißvorrichtung konstruiert, Abbildung 100. Nach dem Prinzip einer Vorrichtung für das spitzenlose Schleifen wird das Bauteil (weiß) über zwei angetriebene Wellen (orange) gedreht. Über Andrückrollen (nicht im Modell dargestellt) wird das Bauteil in einer exakten Position gehalten. Der Antrieb über einen Elektromotor und Zahnriemen ist nicht im Modell dargestellt. Die Grundplatte passt in die Vorrichtungsaufnahme der Mikro-EB-Schweißmaschine. Die Vorrichtung wurde mittels 3D-Druck aus Kunststoff gefertigt uns mit Lagern und Wellen aus (nichtrostendem) Stahl versehen sowie an verschiedenen Stellen metallisiert, um eine Ableitung des Strahlstroms sicher zu gewährleisten.

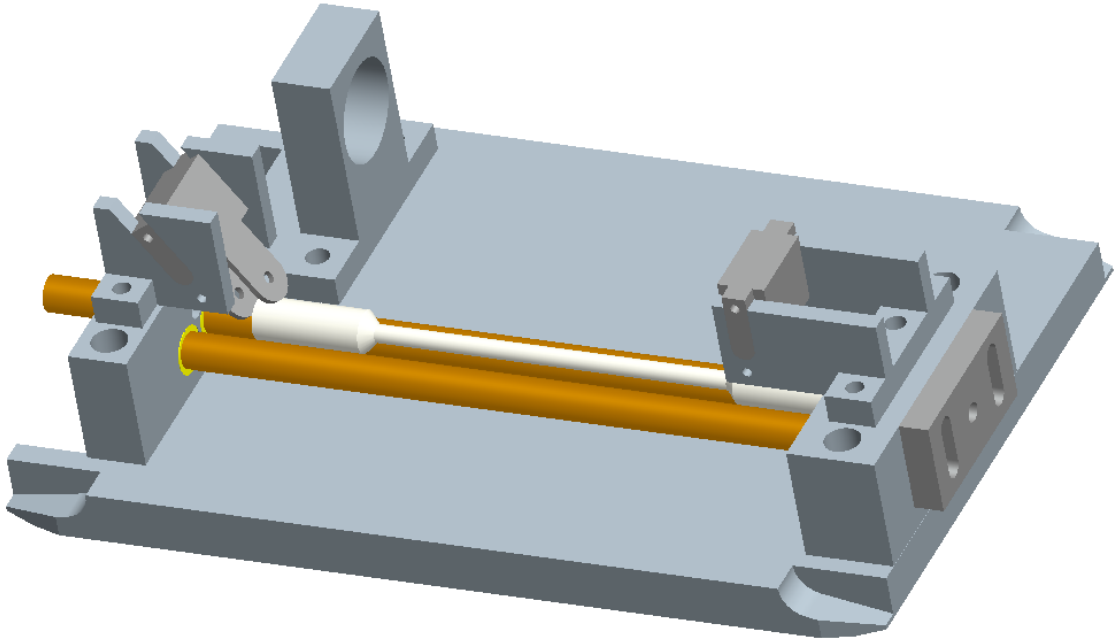


Abbildung 100: Rundschweißvorrichtung für den Nitinol-Überlastschutz

Mithilfe der Vorrichtung wurde es möglich, eine rissfreie Rundnaht (VT fehlerfrei) zu schweißen, Abbildung 101. Das Bauteil wurde während des Schweißvorgangs gedreht. Dabei wurde eine Drehzeit von 1,2 s bei einer Schweißgeschwindigkeit von 6,65 mm/s eingehalten. Der Strahlstrom betrug 0,7 mA, dies entspricht einer Leistung von 42 Watt. Ein Strahlversatz auf den Stahl-Fügepartner von 0,1 mm wurde eingestellt. Die Schweißnaht erscheint auch im Schliff fehlerfrei, siehe Abbildung 102.

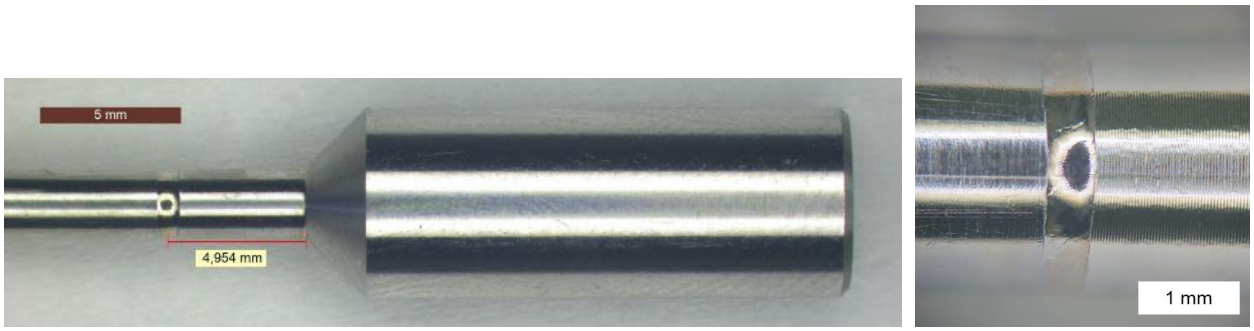


Abbildung 101: Geschweißtes Funktionsmuster mit Rundnaht

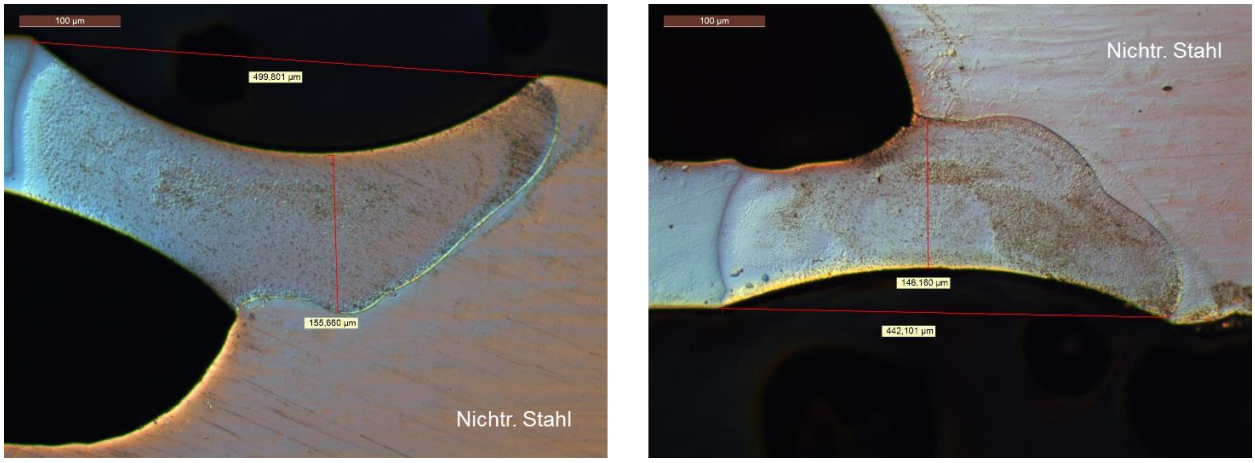


Abbildung 102: Schliffbilder der Rundnaht

Da die Festigkeit der Rundnaht allein nicht ausreicht um die geforderte Kraft zu übertragen, wurden vier zusätzliche Längsnahtsegmente als Überlappnähte mit einer Länge von je 3,5 mm eingebracht, Abbildung 103 links. Diese wurden mithilfe der Strahlablenkung bei einer Schweißgeschwindigkeit von 50 mm/s und einem Strahlstrom von 1,7 mA, entsprechend einer Leistung von 102 W, geschweißt. Die Schweißnaht zeigt sowohl im Schliff, siehe Abbildung 103 rechts, als auch an der Nahtoberseite keine Risse. In Abbildung 104 ist ein Foto eines fertig geschweißten Überlastschutzes dargestellt, welcher keiner nachfolgenden Reinigung unterzogen wurde. Mechanische Kennwerte aus Zugversuchen sind in Abschnitt *AP 6* angegeben.

Alle gestellten Anforderungen an das Bauteil konnten erfüllt werden.

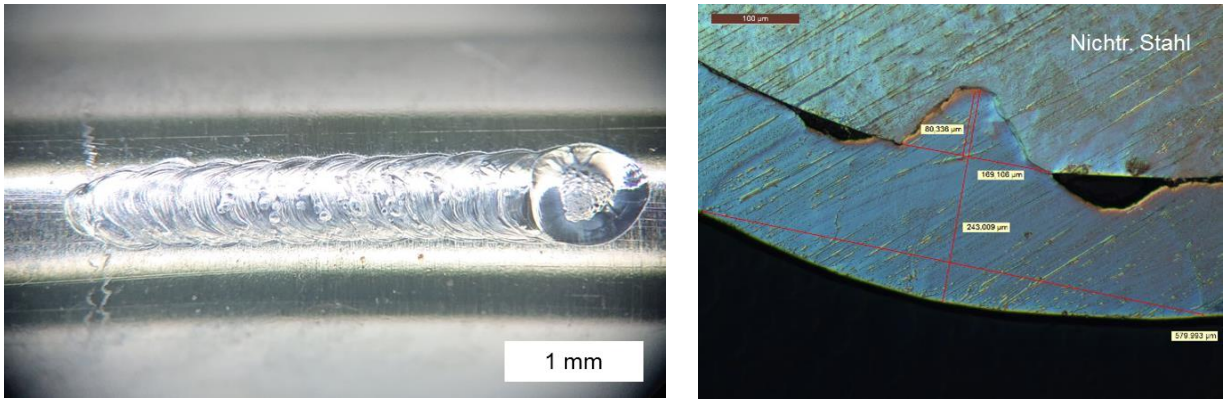


Abbildung 103: Links: Geschweißtes Funktionsmuster mit zusätzlicher Längsnaht. Rechts: Schliffbild einer der vier Längsnähte

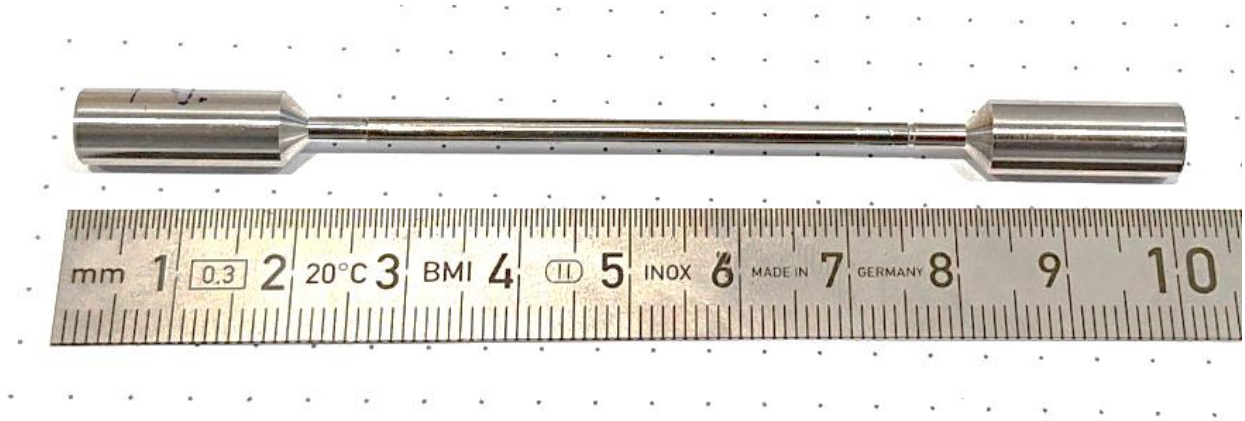


Abbildung 104: Fertiges Funktionsmuster nach dem Schweißen, ohne nachgelagerte Reinigung.

AP 9: Erarbeitung von Reinigungsstrategien

Eine Bauteilreinigung von geschweißten medizinischen Bauteilen gliedert sich in zwei Reinigungsschritte:

- Vorreinigung zur Herstellung definierter Oberflächenbedingungen beim Schweißen
- Nachreinigung zum Entfernen unerwünschter Metallkondensate oder Partikel auf der Oberfläche sowie eventuell Wiederherstellung der Passivierung

Für die Erarbeitung der Reinigungsstrategie wurden, bereits im AP 2, Probeplättchen zunächst entfettet und dann mit dem Elektronenstrahl (ablativ, mit Umschmelzung) gereinigt. Damit konnte der Einfluss einer Vorreinigung untersucht werden. Die Proben wurden zur Analyse mit der Photoelektronenspektroskopie auf Verunreinigungen untersucht. Die Ergebnisse können im Kapitel AP 2 in Tabelle 9, Tabelle 12, Tabelle 11 und Tabelle 13 eingesehen werden.

Das ungereinigte Blech zeigt eine sehr hohe Verschmutzung mit Kohlenstoff. Die Hauptwerkstoffbestandteil Eisen ist praktisch komplett abgedeckt Die Acetonreinigung zeigt einen Reinigungseffekt, die Verschmutzung ist aber mit 49 at-% C immer noch sehr hoch. Den besten Reinigungseffekt erzielt man mit einer Vorreinigung und einer anschließenden Elektronenstrahlreinigung mit Umschmelzung. Die Vorreinigung mit ablativer Elektronenstrahlreinigung ergibt vergleichbare Ergebnisse. Um zu prüfen in wieweit sich die Reinigung auf das Korrosionsverhalten auswirkt, wurde das Cr/Fe Verhältnis als Maß für die Ausbildung einer Passivierungsschicht, ebenfalls mittels XPS, ausgewertet.

Nichtrostender Stahl bildet eine Passivierungsschicht aus. Hierbei kommt es zu einer Chromanreicherung an der Oberfläche. Bei der ungereinigten Probe kann das Cr/Fe Verhältnis aufgrund der Abdeckung der Oberfläche durch Kohlenstoff nicht bestimmt werden. Nach der Entfettung der Oberfläche liegt der Wert bei ca. 1. Durch eine Anschmelzung der Oberfläche sinkt das Verhältnis unabhängig von einer Vorreinigung auf ca. 0,3. Die Passivierungsschicht ist nicht mehr vorhanden. Durch eine ablative Reinigung steigt das Cr/Fe Verhältnis auf zwei. Die Passivierungsschicht wird verstärkt. Durch das gute Reinigungsergebnis, den positiven Einfluss auf die Korrosionsbeständigkeit und die relativ geringe Wärmebelastung des Grundwerkstoffs kann die ablative Reinigung mit vorheriger Acetonentfettung als sinnvolle Vorreinigung angesehen werden.

Im nächsten Schritt wird der Einfluss der Vorreinigung auf den Schweißprozess und die Verschmutzung durch den Schweißprozess untersucht. Dazu wird ebenfalls die Photoelektronenspektroskopie verwendet. Als Proben werden die definierten Probebleche mit eingebrachter Schweißnaht verwendet, Abbildung 105.

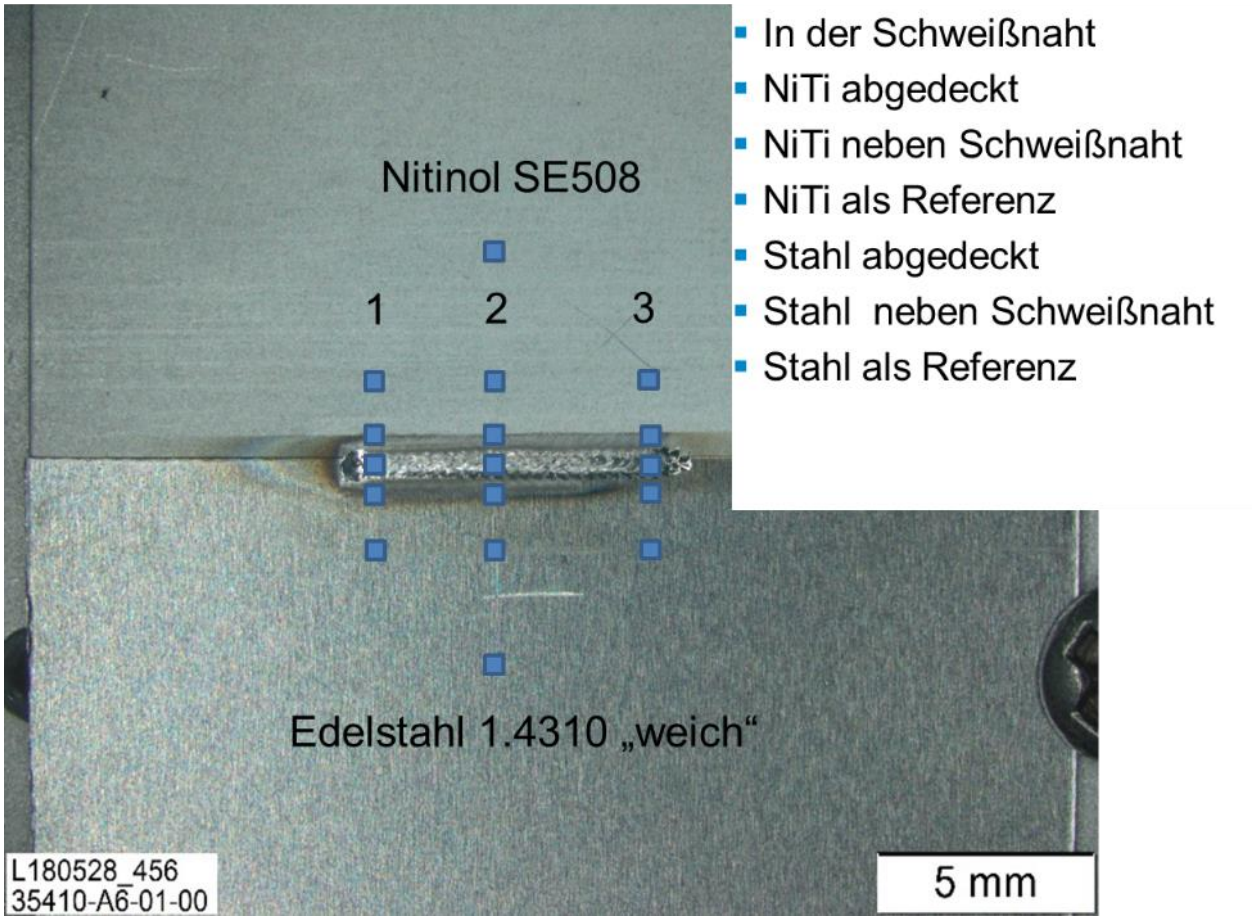


Abbildung 105: Untersuchungsstellen an einer Mischverbindung aus Nitinol und nichtrostendem Stahl

Stahl und Nitinol wurden während des Schweißvorgangs außerhalb des Schweißbereichs abgedeckt. Es wurden unterschiedlich vor- und nachgereinigte Proben untersucht, Tabelle 21.

Tabelle 21: Proben zur Untersuchung des Einflusses des Schweißvorgangs auf die Verunreinigung

NMI-Proben-ID:	**Schweißparameter**	**Angaben zur Probe:**
35410-A6-01-00	50 mm/s; 2,5 mA Strahlversatz auf Stahl 0,15 mm	vorgelagerte EB-Reinigung
35410-B6-01-00	50 mm/s; 2,5 mA Strahlversatz auf Stahl 0,15 mm	Vor- und nachgelagerte EB-Reinigung
35410-C6-01-00	50 mm/s; 2,5 mA Strahlversatz auf Stahl 0,15 mm	Keine EB-Reinigung

Die Tabelle 22 zeigt die Ergebnisse der Probe 35410-A6-01-00 mit vorgelagerter Elektronenstrahlreinigung. Die Werte beziehen sich auf eine 100% Rechnung, bei homogener Verteilung und ohne Berücksichtigung von Wasserstoff.

Tabelle 22: Elementkonzentrationen nach XPS, Probe 35410-A6-01-00

35410-A6-01-00	**C**	**N**	**O**	**Ti**	**Cr**	**Ni**	**Mn**	**Fe**	**Cu**	**Si**	**P**	**S**	**Ca**	**Co**	**Zn**	**Ba**	**F**	**Sn**	**Mg**
1 Mitte Schweißnaht	48	8	24	18	3	0,2													
2 Mitte Schweißnaht	58	2	20	1	5		6	7											
3 Mitte Schweißnaht	44	4	33		5		9	5	0,4										
1 NiTi abgedeckt	48	5	35	8		0,3	0,4			0,2	0,7	0,6	2	0,5	0,3	<0,1			
2 NiTi abgedeckt	42	4	39	9		0,2					1		2	0,4	0,4	<0,1	0,5	0,2	
3 NiTi abgedeckt	39	5	40	10		0,4			0,1		1		2		0,5		0,4	0,2	0,4
NiTi	39	6	42	9		0,5					1		2		0,8				
NiTi neben Schweißnaht	61	6	19	3	3		4	2	0,6										
2 NiTi neben Schweißnaht	60	3	16	0,8	5		7	7	1										
3 NiTi neben Schweißnaht	43	4	35		5		9	4	0,4										
1 Stahl abgedeckt	67	10	21		0,5		1	0,9											
2 Stahl abgedeckt	65	9	21		1		2	2					0,2						
3 Stahl abgedeckt	40	5	39		5		5	7					0,5						
Stahl	48	5	40		1			4					1		0,2				
1 Stahl neben Schweißnaht	53	6	24	1	5		5	5	0,4										
2 Stahl neben Schweißnaht	56	4	19		5		9	6	1										
3 Stahl neben Schweißnaht	39	5	36		5		9	5											

Die Abbildung 106 zeigt die SXI Abbildungen der Messstellen.

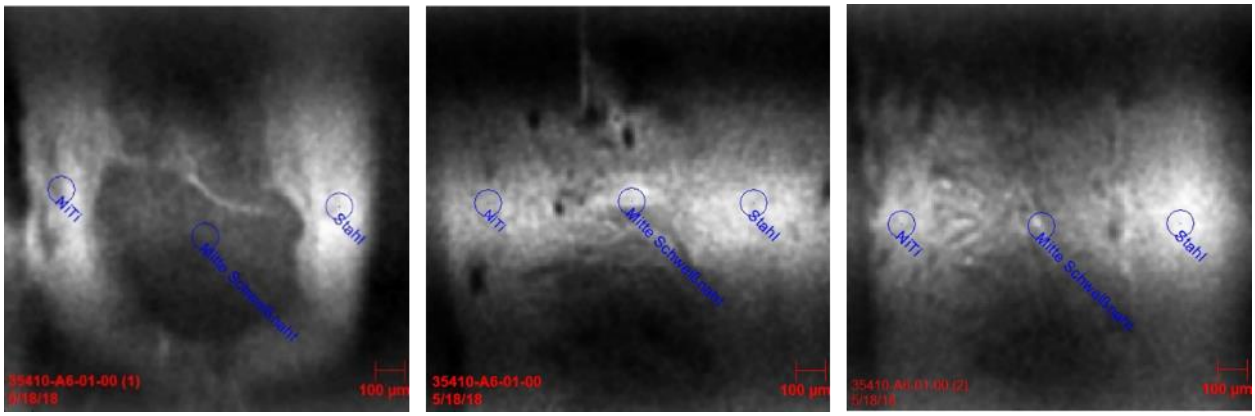


Abbildung 106: Messstelle in der Schweißnaht von links nach rechts - 1,2,3. Probe 35410-A6-01-00

Es sind Verunreinigungen auf den abgedeckten und auf den Referenzstellen erkennbar - auf allen Stellen einen hohen Kohlenstoffanteil, Stahlanteile (Fe, Cr, Mn) auf allen Stellen außer auf den abgedeckten Nitinolstellen und der Nitinolreferenz. Der Schweißschmauch besteht überwiegend aus Stahlbestandteilen, Titan als Hauptbestandteil von Nitinol ist stahlseitig nicht detektierbar.

Die Tabelle 23 zeigt die Ergebnisse der Probe 35410-B6-01-00 mit vor- und nachgelagerter Elektronenstrahlreinigung. Zugrunde gelegt wurde hier ebenfalls eine 100% Rechnung, bei homogener Verteilung und ohne Berücksichtigung von Wasserstoff. Abbildung 107 zeigt die zugehörigen SXI-Abbildungen der Messstellen.

Tabelle 23: Elementkonzentrationen nach XPS, Probe 35410-B6-01-00

35410-B6-01-00	C	N	O	Ti	Cr	Ni	Mn	Fe	Cu	Si	P	S	Ca	Co	Zn	Ba	F	Sn
1 Mitte Schweißnaht	28	7	40	22	3	0,7												
2 Mitte Schweißnaht	22	4	45	15	7		3	2	1									
3 Mitte Schweißnaht	22	2	48	15	5			4	4	0,6								
1 NiTi abge-deckt	26	2	51	17		0,2					0,4	2	0,6	0,2	0,4	0,1		
2 NiTi abge-deckt	21	0,7	54	22		0,3						2	0,7			0,2		
3 NiTi abge-deckt	26	1	50	19		0,1						2	0,6			0,1		
NiTi	50	6	35	6		0,4						1		0,9	0,5			
NiTi neben Schweißnaht	26	1	52	19		0,6						2						
2 NiTi neben Schweißnaht	21	0,4	52	18	4	0,9		2				1						
3 NiTi neben Schweißnaht	22		49	14	4			4	6			1						
1 Stahl abge-deckt	32	2	45		6			10	1		1	1			0,2		2	
2 Stahl abge-deckt	30	2	45		7		1	11	1		0,6	1			0,2		3	
3 Stahl abge-deckt	25	1	48		9			10	2			1			0,1		2	0,6
Stahl	46	4	40		4			2				1		0,4	0,4		2	
1 Stahl neben Schweißnaht	27	2	43	5	8			7,76	5			0,5					2	
2 Stahl neben Schweißnaht	24	1	45		8		0,7	10	8			0,8					3	
3 Stahl neben Schweißnaht	24	0,9	47		6			12	9			0,8						

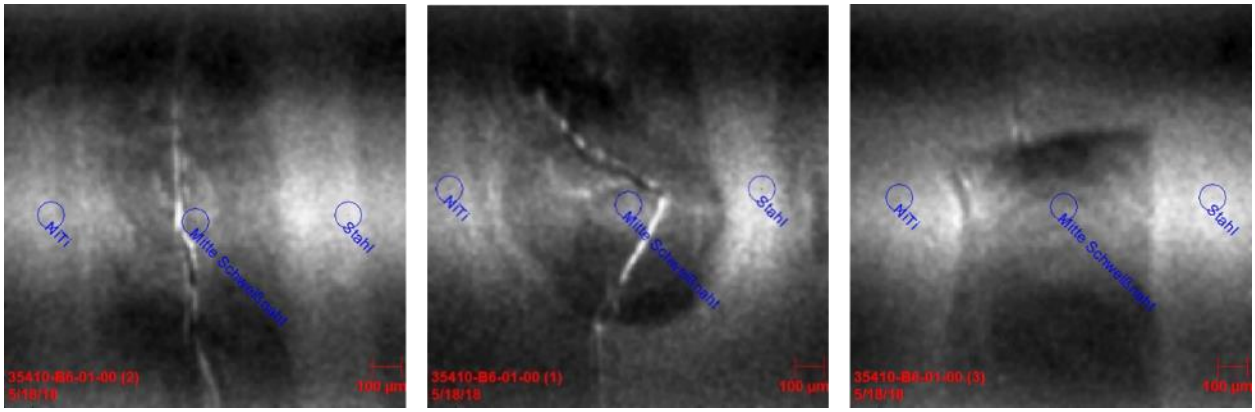


Abbildung 107: Messstelle in der Schweißnaht von links nach rechts - 1,2,3. Probe 35410-B-01-00

Alle Stellen zeigen Stahlanteile (Fe, Cr, Mn) außer die abgedeckten Nitinolstellen und die Nitinolreferenz. Es lässt sich erkennen, dass die nachträgliche Elektronenstrahlreinigung den Schweißschmauch zwar reduziert, aber nicht vollständig entfernt.
Die Tabelle 24 zeigt die Ergebnisse der Probe 35410-C6-01-00 ohne Elektronenstrahlreinigung, ebenfalls als 100% Rechnung, bei homogener Verteilung und ohne Berücksichtigung von Wasserstoff, die Abbildung 108 die zugehörigen SXI-Abbildungen.

Tabelle 24: Elementkonzentrationen nach XPS, Probe 35410-C6-01-00

35410-C6-01-00	**C**	**N**	**O**	**S**	**Ca**	**Ti**	**Cr**	**Mn**	**Fe**	**Ni**	**F**	**P**	**Co**	**Zn**	**Sn**	**Ba**	**Si**
1Mitte Schweißnaht	24	2	43	0,6	0,4	10	3	3	15								
2 Mitte Schweißnaht	22	3	45	0,4	0,2	14	3	2	11								
3 Mitte Schweißnaht	22	9	41		0,3	18	3		7	1							
1 NiTi abge-deckt	39	7	40	0,8	2	8				0,4	0,7	1	0,5	0,5	0,4	0,1	
2 NiTi abge-deckt	29	4	48		2	13				0,2	0,6	1	0,7	0,3			
3 NiTi abge-deckt	32	5	45		2	12				0,3	0,4	1,5	0,5	0,6	0,4	<0,1	
NiTi	42	6	39	0,5	2	7				04	0,7	1		0,6	0,4		0,4
NiTi neben Schweißnaht	25	1	47		2	8	2	5	11						0,3		
2 NiTi neben Schweißnaht	20	2	48	0,1	1	12	4	4	9						0,2		
3 NiTi neben Schweißnaht	23	2	50		1	23				0,9							
1 Stahl abge-deckt	49	6	35	0,7	1		1	0,7	5					0,2	0,1		1
2 Stahl abge-deckt	39	4	40		1		6	2	6			0,4			0,1		0,9
Stahl abge-deckt	53	6	33		1		2	1	3					0,2	0,2		0,8
Stahl	56	9	30		1		1		1			0,6			0,2		0,6
1 Stahl neben Schweißnaht	25	0,7	49	1	1	0,4	6	5	11						0,1		
2 Stahl neben Schweißnaht	13	2	48	0,6	1	0,7	7	5	18								4
3 Stahl neben Schweißnaht	23	2	47		1	0,6	9	4	10								3

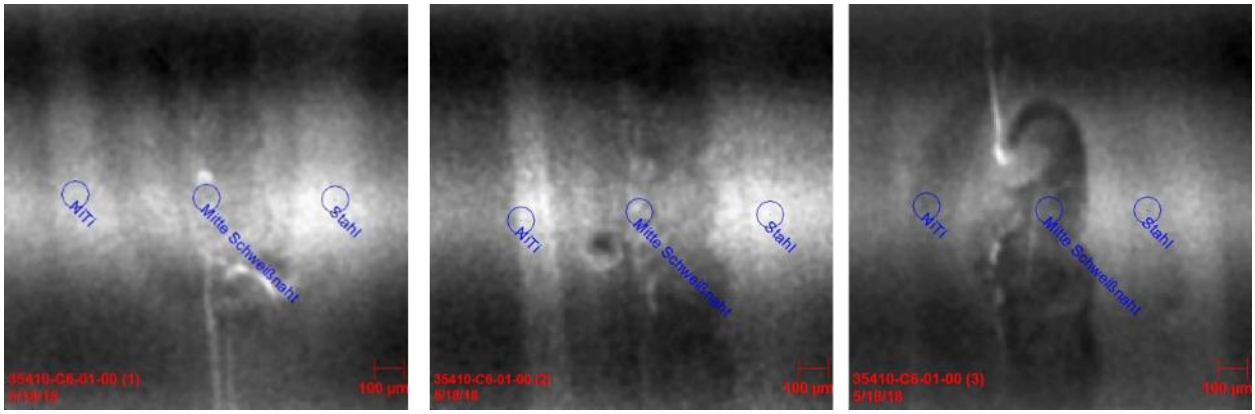


Abbildung 108: Messstelle in der Schweißnaht von links nach rechts - 1,2,3. Probe 35410-C-01-00

Auch hier zeigen alle Stellen Stahlanteile (Fe, Cr, Mn) außer die abgedeckten Nitinolstellen und die Nitinolreferenz. Man sieht Verunreinigungen auf allen Stellen außerhalb der Schweißnaht. Gegenüber den ungereinigten Proben zeugt sich hier, dass die vor- und nachgelagerte EB-Reinigung einen Teil der Verschmutzungen entfernen kann.

Die Reinigungsstrategie stellt sich daher folgendermaßen dar:

- Vorreinigung ist notwendig, um gleichmäßige Oberflächeneigenschaften zu erreichen. Sie kann als Elektronenstrahlreinigung mit vorgelagerter Entfettung direkt vor dem Schweißprozess erfolgen.
- Nach dem Schweißvorgang ist Schweißschmauch nachweisbar
- Schweißschmauch besteht hauptsächlich aus Stahlbestandteilen Fe, Cr, Mn
- Nachträgliche EB-Reinigung entfernt Schweißschmauch, aber nicht vollständig an allen Stellen
- EB-Reinigung ist kein zusätzlicher Prozessschritt, sondern im Schweißprozess integrierbar und damit wirtschaftlich darstellbar.
- Dennoch muss nach Abschluss der Schweißungen eine Repassivierung und Abreinigung der verbliebenen Schmauchanteile vorgenommen werden. Dazu bietet sich ein elektrochemisches Beizen in 75%iger Phosphorsäure an, siehe dazu auch AP 10.

AP 10: Einfluss der Elektronstrahlschweißungen auf das Korrosionsverhalten

Zunächst wurden als Referenz Korrosionsuntersuchungen an den Ausgangsstoffen durchgeführt. Die Proben wurden mit Hilfe der cyclischen Voltammetrie untersucht. Es wurden Durchbruchspotential E_b, Passivierungspotential E_p und das Ruhepotenzial E_r bestimmt.

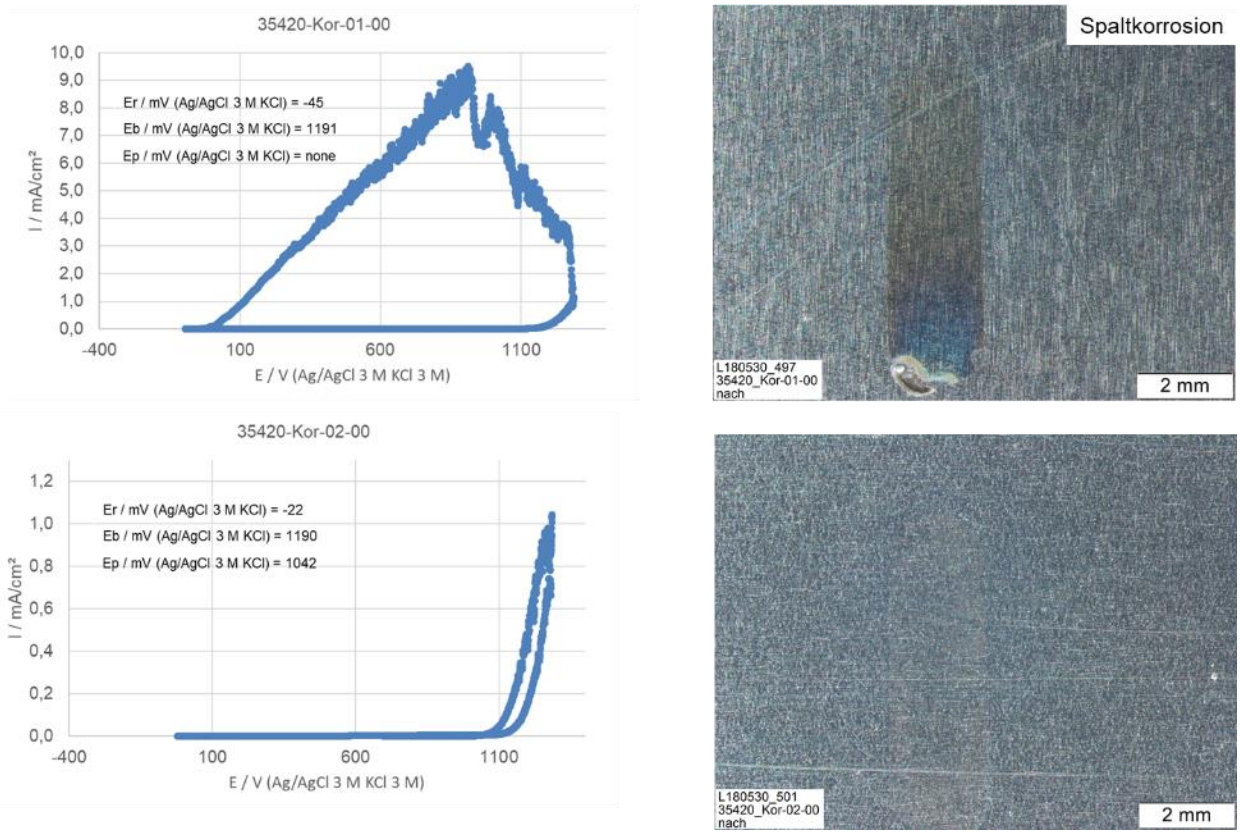
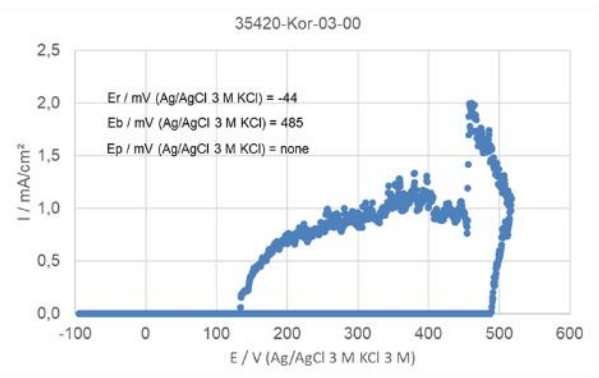
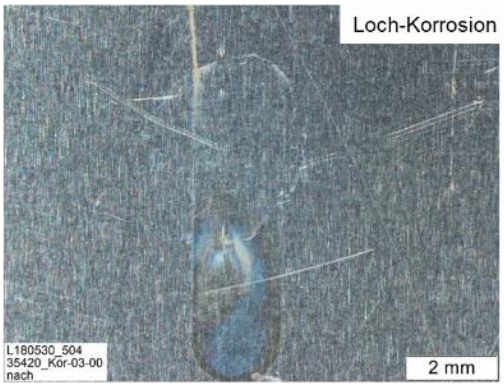


Abbildung 109: Nichtr. Stahl 1.4310 weich Probe 35420-Kor-01-00 (oben) und 35420-Kor-02-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung





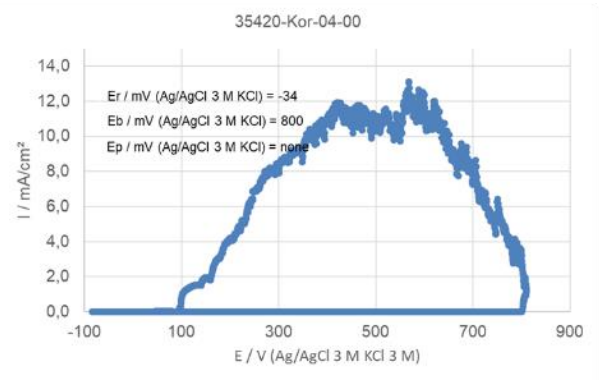
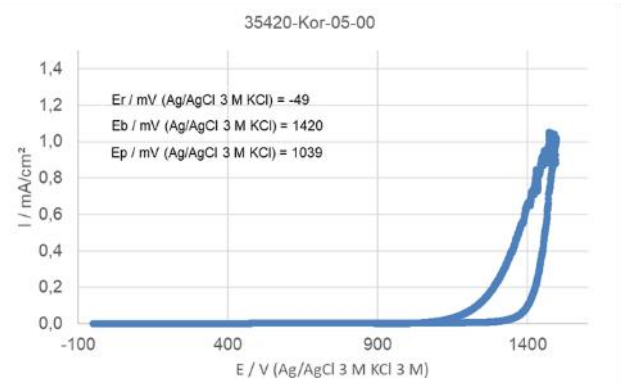
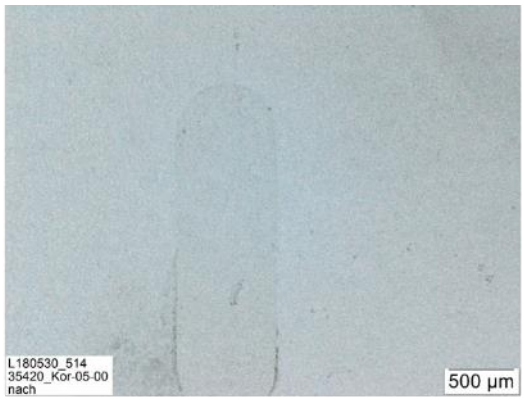
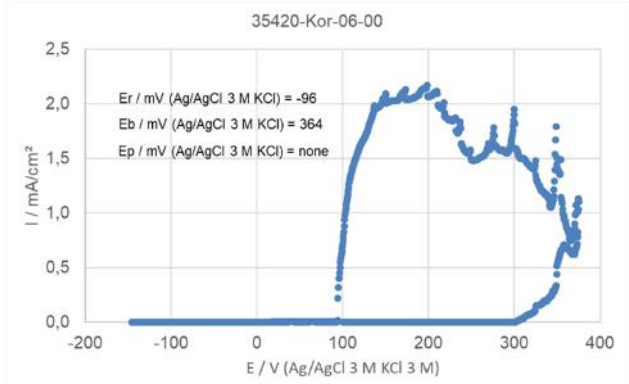


Abbildung 110: Nichtr. Stahl 1.4310 hart Probe 35420-Kor-03-00 (oben) und 35420-Kor-04-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung







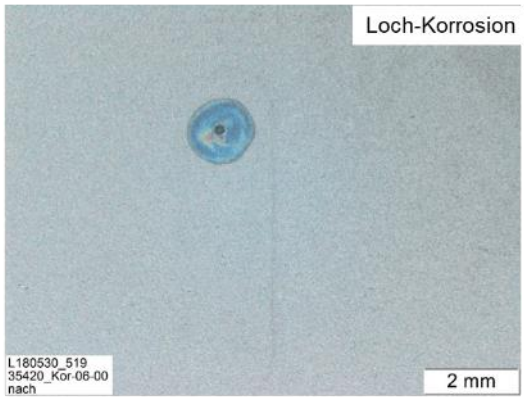


Abbildung 111: Nitinol Probe 35420-Kor-05-00 (oben) und 35420-Kor-06-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung

Anschließend wurden gereinigte Proben charakterisiert, um den Einfluss der Reinigung auf die Korrosionsbeständigkeit zu untersuchen.

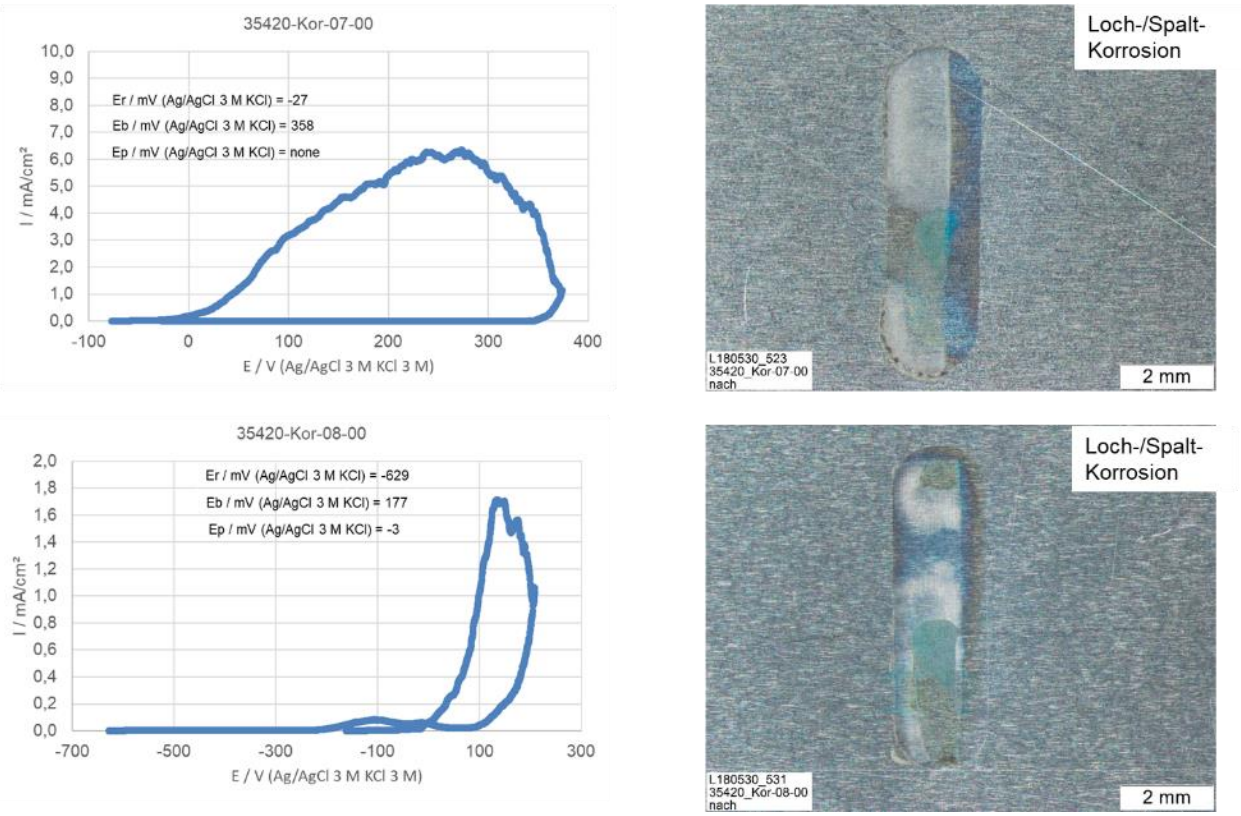


Abbildung 112: 1.4310 nichtr. Stahl weich mit Elektronenstrahl gereinigt, Probe 35420-Kor-07-00 (oben) und 35420-Kor-08-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung

Abschließend wurde eine Schweißnaht auf dem Referenzmaterial erzeugt und die Probe elektrochemisch charakterisiert.

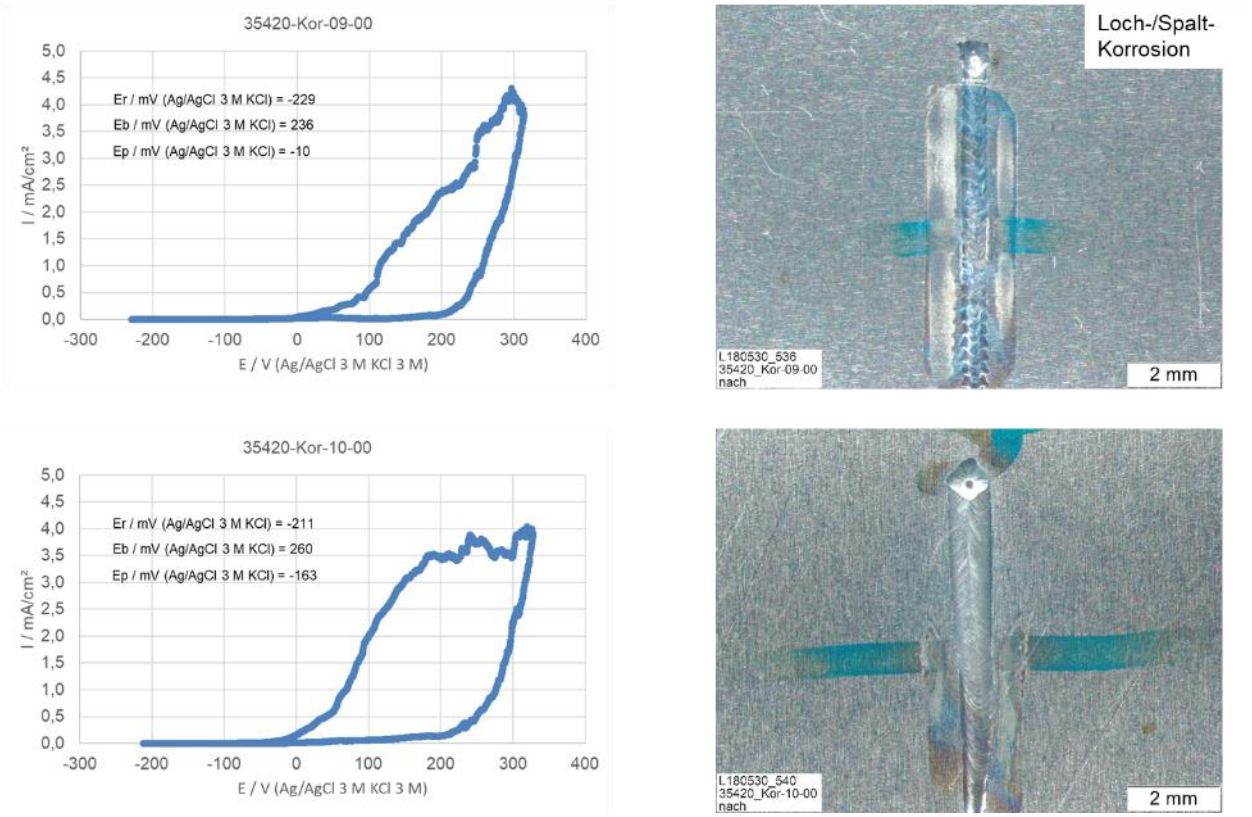


Abbildung 113: 1.4310 nichtr. Stahl weich mit Elektronenstrahl geschweißt (Blindschweißung), Probe 35420-Kor-09-00 (oben) und 35420-Kor-10-00 (unten) Links: Cyclovoltammogramm, rechts: lichtmikroskopische Abbildung nach der Charakterisierung

Fast alle Proben zeigten nach der Aufnahme der Cyclovoltammogramme Korrosionseffekte. Die Ergebnisse sind in Tabelle zusammengefasst.

Tabelle 25: Elektrochemische Charakterisierung der Ausgangsmaterialien

NMI-Proben-ID: 35420-Kor-	**Probe**	**Er / mV**	**Eb / mV**	**Ep / mV**
01-00 und 02-00	Ausgangswerkstoff 1.4310 weich	-34 ± 16	1191 ± 1	1042*
03-00 und 04-00	Ausgangswerkstoff 1.4310 hart	-39 ± 7	643 ± 223	none
05-00 und 06-00	Ausgangswerkstoff NiTi SE508	-73 ± 33	892 ± 747	1039*
07-00 und 08-01	1.4310 weich EB-gereinigt	-328 ± 426	268 ± 128	-3
09-00 und 10-01	1.4310 weich Schweißnaht + EB-gereinigt	-220 ± 13	248 ± 17	-87 ± 108

*Es wurde nur eine Probe vermessen

An elektronenstrahlgeschweißten Nitinol/Stahlverbindungen wurde das Korrosionsverhalten bestimmt, indem mittels cyclischer Voltammetrie das Durchbruchspotential bestimmt wurde. Dabei wurde festgestellt, dass die Korrosionserscheinungen zunächst an den Schnittkanten der Proben sichtbar wurden, bzw. die Auflagefläche auf der Spannvorrichtung sichtbar wurde.

Abbildung 114: Links: Probe teilweise isoliert mit Korrosionserscheinungen an der Schnittkante; Mitte: Korrosionspits entlang der Auflagefläche der Spannvorrichtung; Rechts: An den Schnittkanten vollständig isolierte Probe, mit einer mittels 3M 98C-1 Hochtemperaturklebeband (Polyimid) abgeklebten Vorrichtung geschweißt, Kontaktierung erfolgte über die rückseitige Stirnseite am Nitinolblech

Beim Schweißvorgang muss daher die Probe von der Vorrichtung isoliert werden. Das erfolgte in diesem Fall mittels eines Hochtemperaturklebebands. Die Kontaktierung für das Elektronenstrahlschweißen erfolgte über die Rückseite des Nitinolblechs. Abbildung 115 zeigt die Durchbruchspotenziale für Proben mit unterschiedlicher Schweißgeschwindigkeit (15 bzw. 50 mm/s), unterschiedlichem Strahlversatz. Zusätzlich wurden einzelne Proben nach dem Schweißen in 75 %iger H_3PO_4 elektrochemisch gebeizt bzw. vor dem Schweißen elektropoliert.

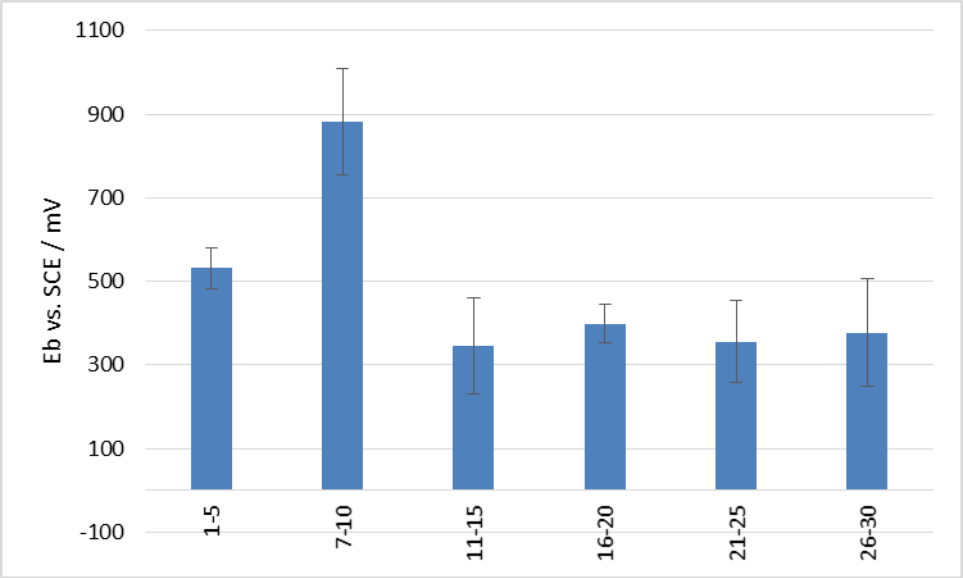


Abbildung 115: Proben: 1-5 gebeizt 50mm/s 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl; 6-10 gebeizt elektrochemisch in 75 %-iger H_3PO_4 15mm/s 0,2 mm Strahlversatz auf Stahl; 11-15 Nitinol-Stahl Probe, isoliert geschweißt, 15mm/s 0,2 mm Strahlversatz auf Stahl; 16-20 50mm/s 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl; 21-25 elektropoliert vor Schweißen, geschweißt, 15 mm/s 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl; 26-30 elektropoliert vor Schweißen, geschweißt, 50 mm/s 0,15 mm Strahlversatz auf Stahl

Bei den vor dem Schweißen elektropolierten Proben und den nicht vorbehandelten Proben führt eine Änderung der Schweißgeschwindigkeit nur zu einer geringen Veränderung des Durchbruchspotentials. Eine langsame Schweißgeschwindigkeit in Verbindung mit einem Beizprozess führt zu den besten Durchbruchspotentialen. In der Literatur (Lonn et al. 2015; Rosenbloom und Corbett 2007; Corbett 2004) wird ein Durchbruchspotential E_b < 300 mV als nicht akzeptabel, E_b zwischen 300 und 600 mV als grenzwertig und E_b > 600 mV als akzeptabel beurteilt. Diese Werte beziehen sich auf Edelstahl 316, Kobalt-Chrom-Legierungen, Titan und Nitinol). Zusammenfassend lässt sich sagen, dass ein isolierender Schweißprozess mit Beizen zu sehr guten und in der Literatur akzeptierten Korrosionseigenschaften führt.

AP 11: Optimierung der Nahtgeometrie

Das AP 11, dessen Ziel es war, die Nahtgeometrie im Hinblick auf die Reinigbarkeit und Sterilisierbarkeit sowie die Festigkeit zu erhöhen, wurde projektbegleitend in den Arbeitspaketen 3, 5, 6, 7 und 8 durchgeführt.

AP 12: Berichterstellung

Im Rahmen des AP 12 wurden sowohl der vorliegende Schlussbericht sowie die im entsprechenden Abschnitt genannten Veröffentlichung angefertigt. Zusätzlich wurden Messeausstellungen und Vorträge vorbereitet, in denen das Projekt MINION und dessen Ergebnisse vorgestellt wurde. Dies geschah in enger Zusammenarbeit der beiden Forschungseinrichtungen.

Schlussfolgerungen

Im Projekt „MINION“ konnte gezeigt werden, dass das Mikro-Elektronenstrahlschweißen ein geeignetes Schweißverfahren ist, um Nitinol mit nichtrostenden Stählen ohne Zusatzwerkstoff riss- und defektfrei zu fügen. Die erzielten Festigkeiten liegen dabei zum Teil deutlich über denen anderer Schweißverfahren. Dennoch tritt, am Stumpfstoß, ein sprödes Versagen der Schweißnaht beim Erreichen des superelastischen Spannungsplateaus auf. Durch geschickte konstruktive Auslegung der Schweißnaht bei dem Funktionsmuster „Nitinol-Überlastschutz“, einhergehend mit einer Vergrößerung der Fügefläche, lassen sich Bauteile herstellen, welche die superelastische Spannung des Nitinols ertragen und es erlauben, das Plateau auch zyklisch ohne nennenswerte Schäden zu durchfahren. Die Korrosionseigenschaften der nur mit einem einfachen Beizprozess behandelten Bauteile sind aus medizinischer Sicht sehr gut und für einen Einsatz im Körper geeignet, selbst unbehandelte Bauteile zeigen nach dem Schweißen eine noch grenzwertig gute Korrosionsbeständigkeit.

Alle Arbeitshypothesen konnten mit aussagekräftigen Ergebnissen belegt werden:

- durch das prozessbedingte Vakuum und die Möglichkeit in der Anlage in der gleichen Aufspannung die Fügepartner mit dem Elektronenstrahl zu reinigen, dadurch die Qualität der Fügestelle zu verbessern und eine nachgelagerte Reinigung stark zu vereinfachen
- durch die gezielte, präzise steuerbare Energieeinbringung die Durchmischung zu optimieren und somit intermetallische Phasen stark zu reduzieren
- durch die gezielte Energieeinbringung das Gefüge feinkörnig einzustellen
- die REM-Funktionalität zur QS während und nach dem Prozess zu verwenden.

Die Ergebnisse zeigen, dass das Mikro-Elektronenstrahlschweißen ein vielversprechendes Fügeverfahren ist, um in der Zukunft neuartige Medizinprodukte mit verbesserten Eigenschaften herzustellen oder die Wirtschaftlichkeit der Herstellung und/oder Haltbarkeit des Produkts zu erhöhen.

Literaturverzeichnis

Arnold, Bozena (2013): Werkstofftechnik für Wirtschaftsingenieure. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Beck, Markus (1996): Modellierung des Lasertiefschweissens. Stuttgart: Teubner (Laser in der Materialbearbeitung).

Berger, Peter (2007): Modellierung des Laserstrahlschweißens - Ein Weg zum Prozessverständnis. In: *Laser Technik Journal* 4 (2), 31-34, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Beyer, Eckhard (1995): Schweißen mit Laser. Grundlagen. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg (Laser in Technik und Forschung).

Böhm, S.; Tanasie, G.; Zäh, M. F.; Reiter, A.; Franzkowiak, M.; Löwer, T.; Müller, G. (2008): Abschlussbericht zum BMBF Projekt "Entwicklung eines elektronenstrahlbasierten Mikro-Produktions-Zentrums". MikroProd. Braunschweig.

Bonnet, Martin (2014): Kunststofftechnik. Grundlagen, Verarbeitung, Werkstoffauswahl und Fallbeispiele. 2., überarb. und erw. Aufl. Wiesbaden: Springer Vieweg (Lehrbuch).

Corbett, R. A. (2004): Laboratory corrosion testing of medical implants. Proceedings of Materials and Processes for Medical Devices Conference, S. 166–171.

Decker, Jennifer Fino; Trépanier, Christine; Vien, Lot; Pelton, Alan R. (2011): The Effect of Material Removal on the Corrosion Resistance and Biocompatibility of Nitinol Laser-Cut and Wire-Form Products. In: *J. of Materi Eng and Perform* 20 (4-5), S. 802–806. DOI: 10.1007/s11665-011-9882-7.

Deutsche Edelstahlwerke GmbH (2015): Werkstoffdatenblatt 1.4404. Witten.

Deutsche Edelstahlwerke GmbH (2016): Werkstoffdatenblatt 1.4310. Witten.

Dilthey, U.; Gumenyuk, A.; Olschok, S. (2008): Hydrodynamische Prozessanalyse beim Laserstrahl-MSG-Hybridschweissverfahren--Teil 3: Prozesssimulation und Vergleich mit Schweissversuchen. In: *Schweißen und Schneiden* 60 (3), S. 151.

Dilthey, Ulrich (2006): Schweißtechnische Fertigungsverfahren 1. Schweiß- und Schneidtechnologien. 3., bearbeitete Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg (VDI-Buch). Online verfügbar unter http://dx.doi.org/10.1007/3-540-33154-9.

Ehrenstein, Gottfried W.; Riedel, Gabriela; Trawiel, Pia (2003): Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen. 2., völlig überarb. Aufl. München: Hanser.

EPflex Feinwerktechnik GmbH (2013): Firmenpräsentation 2013. Dettingen/Ems, 2013, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Gugel, H.; Theisen, W. (2009): Microstructural investigations of laser welded dissimilar Nickel-Titanium-steel joints. In: ESOMAT 2009 - 8th European Symposium on Martensitic Transformations. Prague, Czech Republic, September 7-11, 2009, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Gugel, Hajo (2010): Laserschweißen artgleicher und artfremder Materialkombinationen mit Nickel-Titan Formgedächtnislegierungen. Dissertation. Ruhr-Universität Bochum, Bochum. Fakultät Maschinenbau, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Haas, T.; Schüßler, A. (1995): Laserschweißen von Nitinol-Legierungen für medizinische Anwendungen. In: *Laser Magazin*, S. 46–50.

Haas, Th. (1996): Laserstrahl-Schweißen von NiTi-Formgedächtnislegierungen. FZKA 5709. Forschungszentrum Karlsruhe. Karlsruhe, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Haider, Waseem; Munroe, Norman (2011): Assessment of Corrosion Resistance and Metal Ion Leaching of Nitinol Alloys. In: *Journal of materials engineering and performance* 20 (4), S. 812–815. DOI: 10.1007/s11665-011-9892-5.

Hall, Peter C. (2004): Laser welding Nitinol to stainless steel. In: Alan R. Pelton und T. W. Duerig (Hg.): SMST-2003. Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies, 5 May to 8 May 2003, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA. Menlo Park, CA: SMST Society, S. 219–228, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Härtl, J.; Zäh, M. (2002): Angepasste Prozessgase für das Schweißen mit Hochleistungsdiodenlasern. In: *Stahl*, S. 66–68, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Kaack, Michael (2002): Elastische Eigenschaften von NiTiFormgedächtnis-Legierungen (Diss.): Ruhr-Universität Bochum.

Kelkar, Girish P. (2006): Resistance and Laser Welding for Medical Devices. In: *Medical Device and Diagnostics Industry (MDDI),* zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Killer-Oberpfalzer M; Broussalis E; Trinka E (2011): Endovaskuläre Behandlungsmöglichkeiten des akuten ischämischen Schlaganfalls. In: *Journal für Neurologie Neurochirurgie und Psychiatrie* 12 (3), S. 229–234, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Langbein, Sven (2009): Lokale Konfiguration und partielle Aktivierung des Formgedächtniseffektes zur Erzeugung smarter Bauteilstrukturen. Dissertation. Ruhr-Universität Bochum, Bochum. Fakultät Maschinenbau, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Limaneevichtr, C.; Kou, S. (2000): Visualization of Marangoni convection in simulated weld pools. In: *Welding Journal* 79 (5), 126s-135s.

Lonn, Melissa K.; Metcalf, Justin M.; Choules, Brian D. (2015): In Vivo and In Vitro Nitinol Corrosion Properties. In: *Shap. Mem. Superelasticity* 1 (3), S. 328–338. DOI: 10.1007/s40830-015-0036-x.

Lorenz, A. (1997): Das Eindringen von Elektronen in Materie. Hg. v. EMTEC Labor für Elektronenmikroskopie. Online verfügbar unter http://www.elektronenmikroskopie.de/emtec/infoem11.pdf, zuletzt geprüft am 24.07.2018.

medicut Stent Technology GmbH: Fote eines Stents. Online verfügbar unter http://www.medicut.de/files/userImages/produkte/medizinprodukte/mc-aortic.png, zuletzt geprüft am 29.08.2019.

Miranda, Rosa M. (2013): Dissimilar Laser welding of NiTi to Stainless Steel and Ti alloys. Workshop Processing, Characterization and Applications of Shape Memory Alloys. Universidade Nove de Lisboa. Lissabon, 2013, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Poprawe, Reinhart (Hg.) (2005): Lasertechnik für die Fertigung. Grundlagen, Perspektiven und Beispiele für den innovativen Ingenieur. Berlin: Springer (VDI-Buch), zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Quintino, Luisa; Miranda, Rosa M. (2012): Welding shape memory alloys with NdYAG lasers. In: *Soldag. insp.* 17 (3), S. 210–217. DOI: 10.1590/S0104-92242012000300005.

Rebensdorf, A. (2014): Induzierte Wärmefelder zur Vermin-derung der Heißrissneigung. Abschlussbericht zu dem AiF Projekt 17264 N. Universität Kassel. Kassel.

Rosenbloom, S. N.; Corbett, R. (2007): An assessment of ASTM F2129 electrochemical testing of small medical implants - lessons learned. Proceedings of the NACE Corrosion Conference & Exposition, Nashville, TN, USA, S. 11-15.

Schloßmacher, P.; Haas, T.; Schüßler, A. (1994): Laser Welding of Ni-Ti shape memory alloys. In: 1st Intern. Conference on Shape memory and superelastic Technologies. 1st Intern. Conference on Shape memory and superelastic Technologies. California.

Schüßler, A.; Haas, T.; Kohl, M.; Schloßmacher, P.; Trapp, R. (1996): Laserbearbeitung in der Medizin- und Mikrosystemtechnik. In: W. Waidelich (Hg.): Laser in Forschung und Technik. Vorträge des 12. Internationalen Kongresses Laser 95. Berlin, New York: Springer-Verlag, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Seefeld, T.; Pries, H. (2012): Einsatz der Mehrfokustechnik beim Laser- und Elektronenstrahlschweißen zur Beeinflussung der Schmelzbaddynamik am Beispiel ausscheidungshärtender heißrissempfindlicher

Nickelbasis-Superlegierungen (FokuWob). AiF Schlussbricht. Technische Universität Braunschweig; BIAS - Bremer Institut für angewandte Strahltechnik GmbH. Braunschweig, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Stark, Rainer (2013): Laserstrahlfügen metallischer Funktionswerkstoffe in der Mikrotechnik. AiF Zwischenbericht. Technische Universität Berlin. Berlin, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Stark, Rainer (2017): Lasermikroschweißen von Nitinol/Stahl- und Nitinol/Titan-Mischverbindungen in der Medizintechnik. AiF Abschlussbericht. Technische Universität Berlin. Berlin.

Stoeckel, DIeter (2001): Umformung von NiTi-Legierungen - Eine Herausforderung. In: K. Siegert (Hg.): Neuere Entwicklungen in der Massivumformung, S. 141–157, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Stone, H. J.; Roberts, S. M.; Reed, R. C. (2000): A process model for the distortion induced by the electron-beam welding of a nickel-based superalloy. In: *Metall and Mat Trans A* 31 (9), S. 2261–2273. DOI: 10.1007/s11661-000-0143-x.

Tam, B.; Khan, M. I.; Zhou, Y. (2011): Mechanical and Functional Properties of Laser-Welded Ti-55.8 Wt Pct Ni Nitinol Wires. In: *Metall and Mat Trans A* 42 (8), S. 2166–2175. DOI: 10.1007/s11661-011-0639-6.

Tieke, B. (2005): Makromolekulare Chemie. Eine Einführung. 2., vollständig überarb. und erw. Aufl. Weinheim: Wiley-VCH. Online verfügbar unter ttp://search.ebscohost.com/login.aspx?direct=true&scope=site&db=nlebk&db=nlabk&AN=456843.

Vannod, Jonas (2011): Laser Welding of Nickel-Titanium and Stainless Steel Wires: Processing, Metallurgy and Properties. Dissertation, Lausanne, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Vondrous, Peter; Kolarik, Ladislav; Kolarikova, Marie (2012): PLASMA ARC WELDING OF NITI AND 304 STEEL. In: Branko Katalinić (Hg.): 23rd DAAAM International symposium Conference papers. Vienna: DAAAM International (Annals of DAAAM & Proceedings, Vol. 23, no. 1), S. 1–14, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Wang, G. (1997): Welding of Nitinol to stainless steel. In: Proceedings of the international conference on shape memory and super elastic technologies. Proceedings of the international conference on shape memory and super elastic technologies. Pacific Grove, S. 131–136.

Wintermantel, Erich (Hg.) (2009): Medizintechnik. Life Science Engineering ; Interdisziplinarität, Biokompatibilität, Technologien, Implantate, Diagnostik, Werkstoffe, Zertifizierung, Business. 5. überarb. und erw. Aufl. Berlin: Springer, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

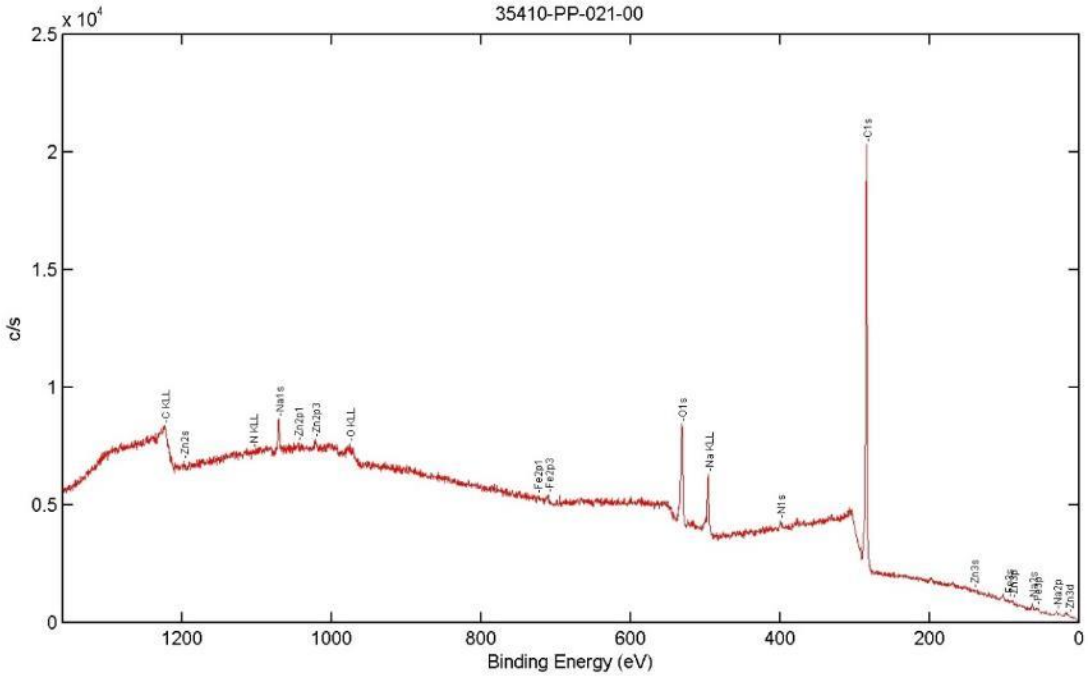
Youn, Se-Hyun; Jang, Young-Soon; Han, Jae-Hung (2011): Development of a three-axis hybrid mesh isolator using the pseudoelasticity of a shape memory alloy. In: *Smart Mater. Struct.* 20 (7), S. 75017. DOI: 10.1088/0964-1726/20/7/075017.

Zuckschwerdt, K.; Roos, E.; Greitmann, M. J.; Aslanidis, D.; Uihlein, B.; Nußkern, H.; Prodinger, M. (2000): Schweißen von NiTi-Formgedächtnislegierungen mit hochlegierten Stählen, zuletzt geprüft am 02.12.2016.

Anhang

XPS-Spektren der EB-gereinigten Proben und Referenzen

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-021-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech ungereinigt



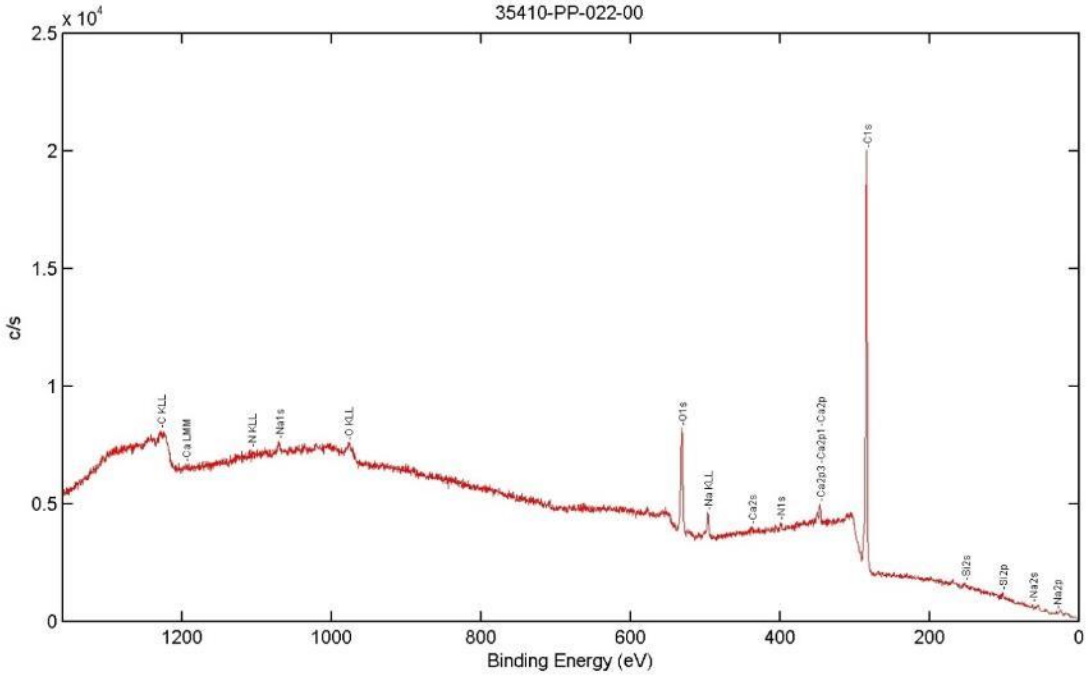
XPS-Spektrum 1.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C,N, O,Na, Fe, Zn

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-022-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech ungereinigt



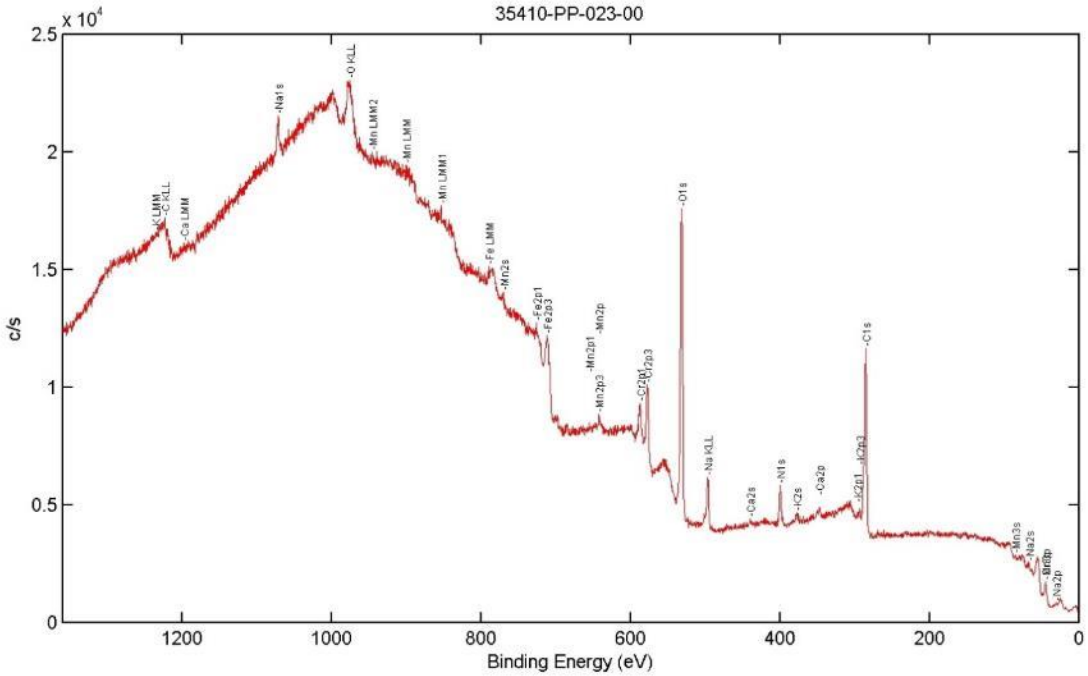
XPS-Spektrum 2.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, N, O, Na, Si, Ca

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-023-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech mit Aceton entfettet



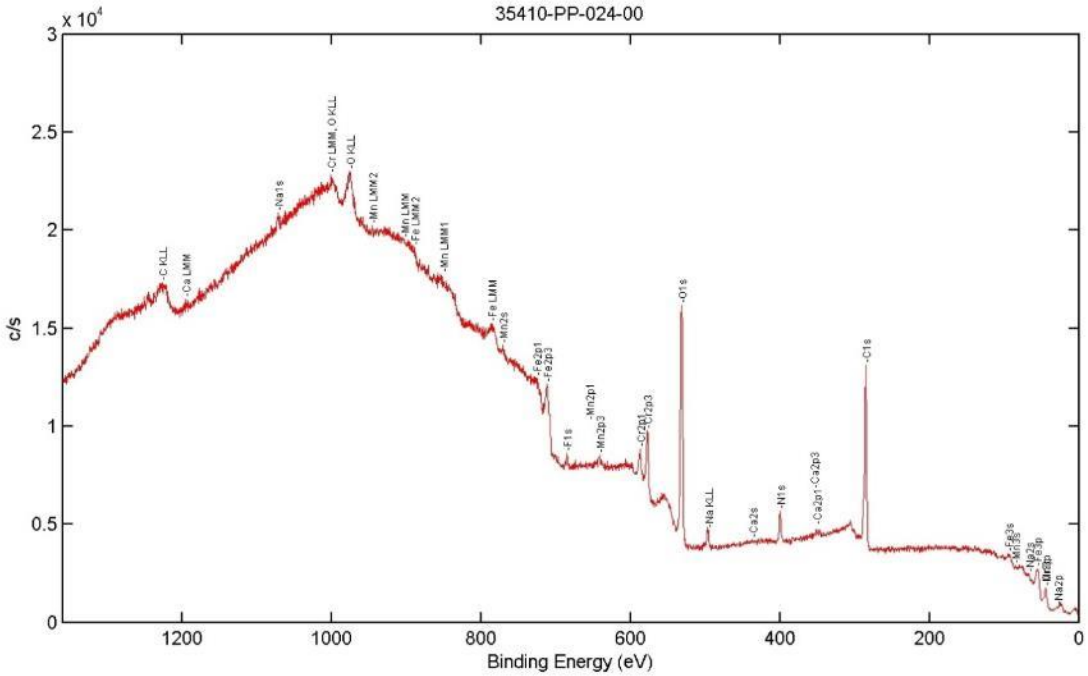
XPS-Spektrum 3.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, N, O, Na, Fe, Ca, K, Cr, Mn

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-024-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Referenz: Blech mit Aceton entfettet



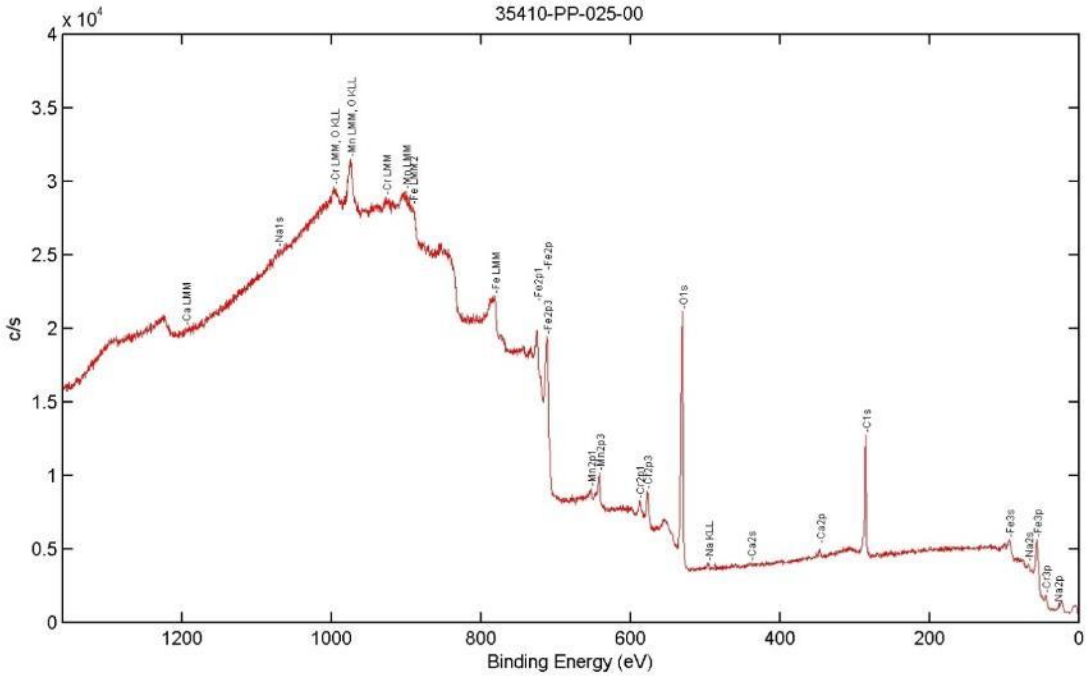
XPS-Spektrum 4.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, N, O, Na, Fe, Ca, Cr, Mn, F

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-025-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche



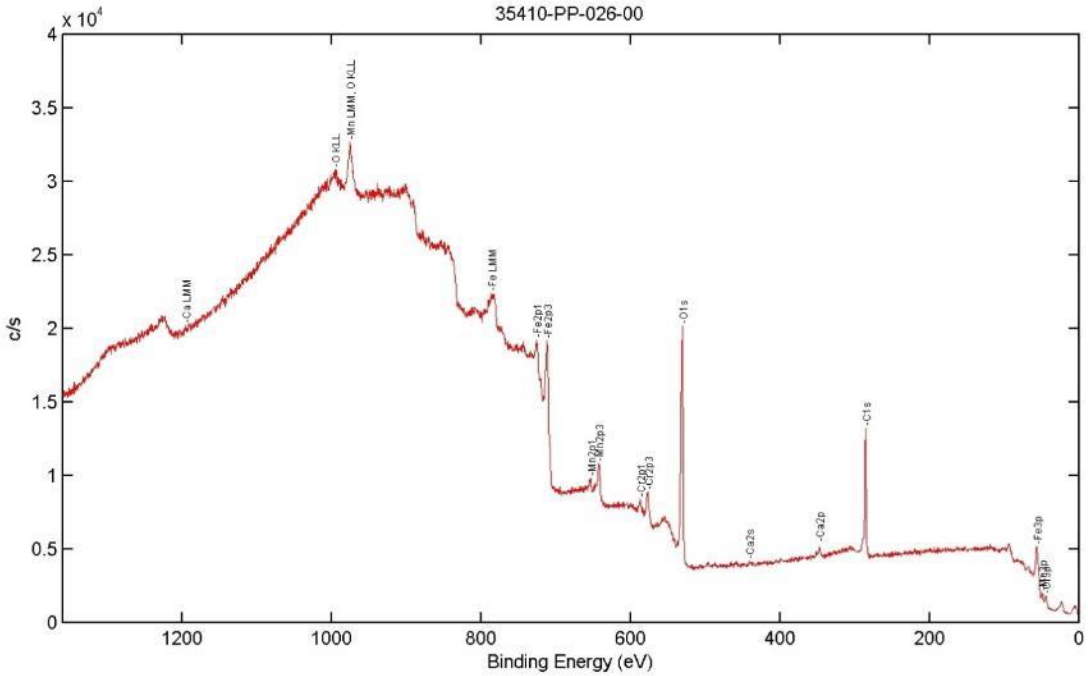
XPS-Spektrum 5.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, O, Na, Fe, Ca, Cr, Mn

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-026-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche



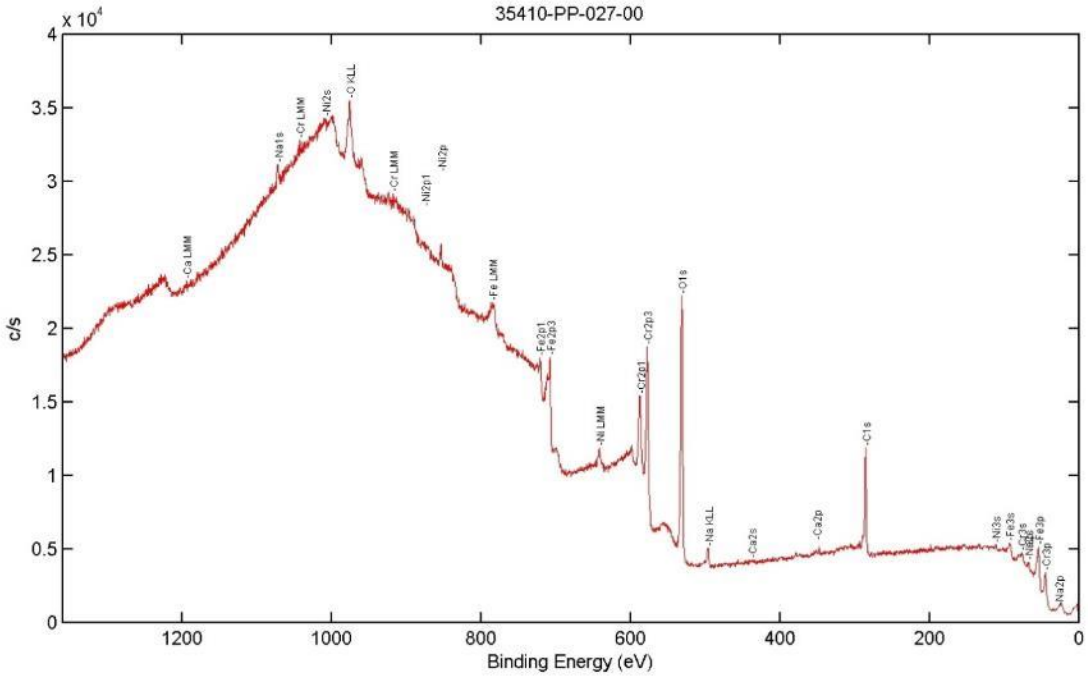
XPS-Spektrum 6.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, O, Fe, Ca, Cr, Mn

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-027-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ



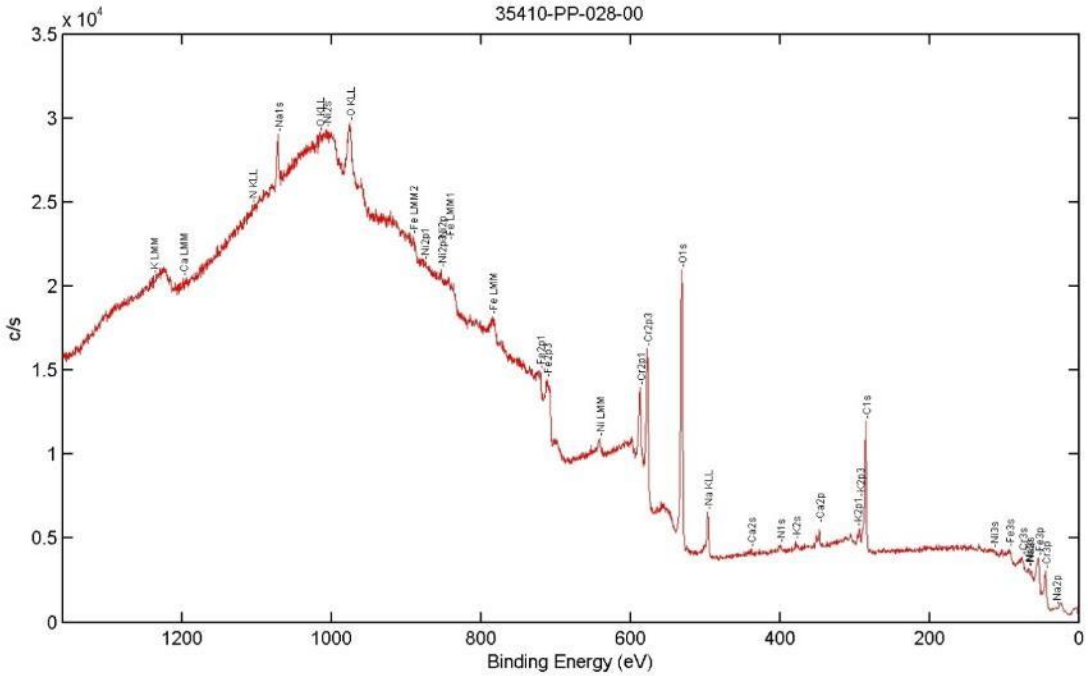
XPS-Spektrum 7.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, O, Na, Fe, Ca, Cr, Ni

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-028-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ



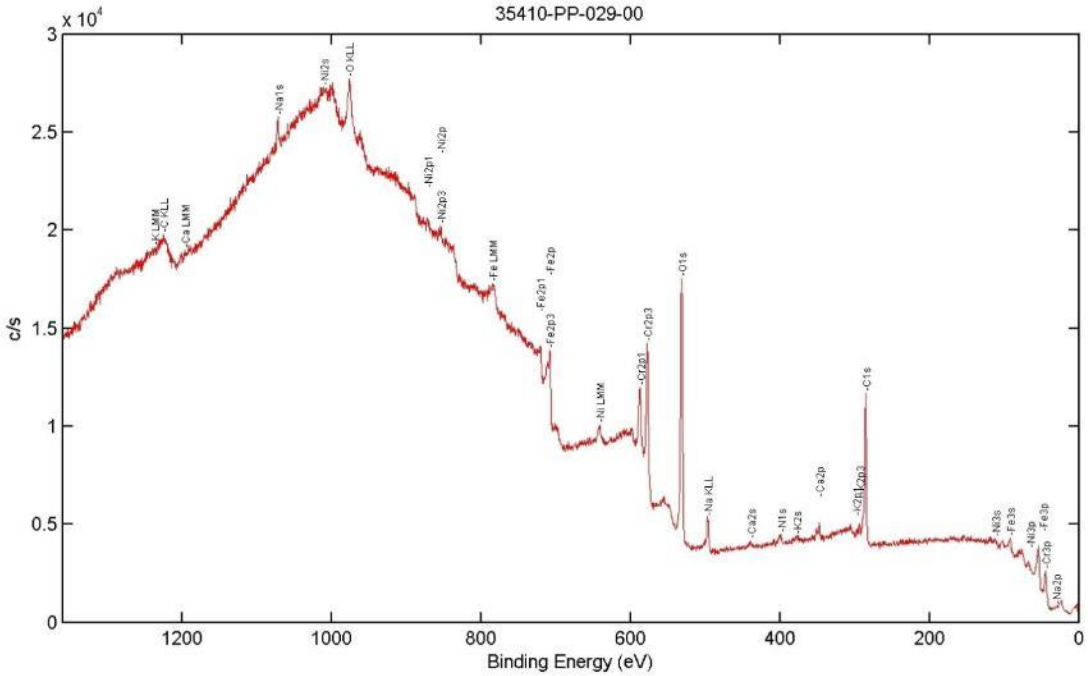
XPS-Spektrum 8.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, N, O, Na, Fe, Ca, K, Cr, Ni

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-029-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ



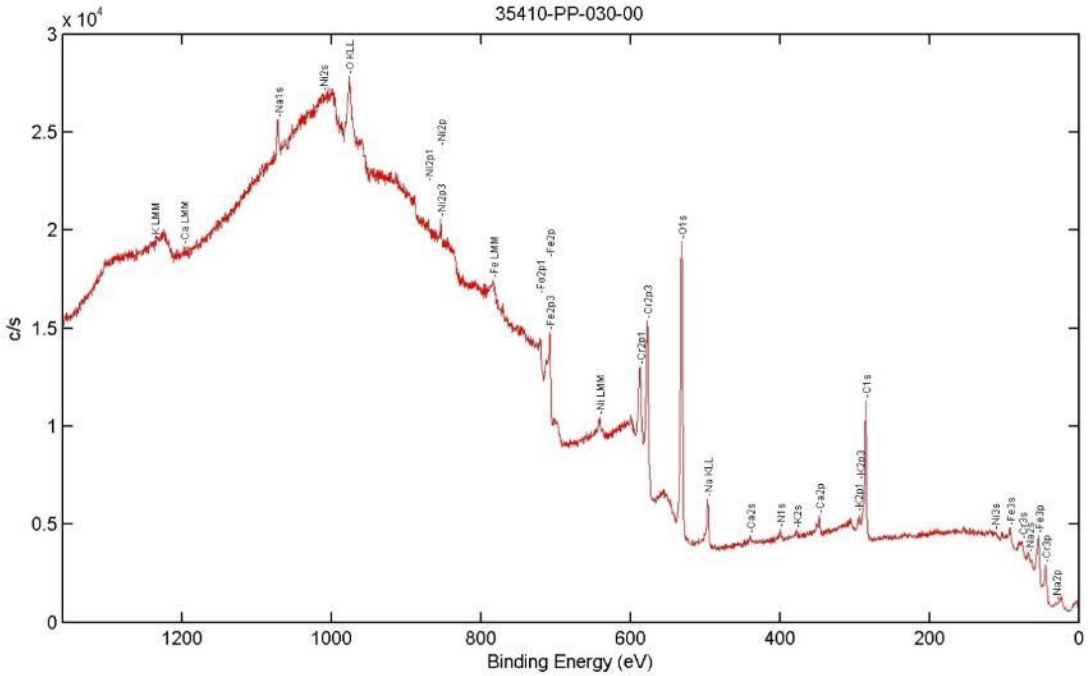
XPS-Spektrum 9.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C,N,O, Na, Fe, Ca, K, Cr, Ni

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-030-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) keine Vorreinigung, EB-Reinigung rein ablativ



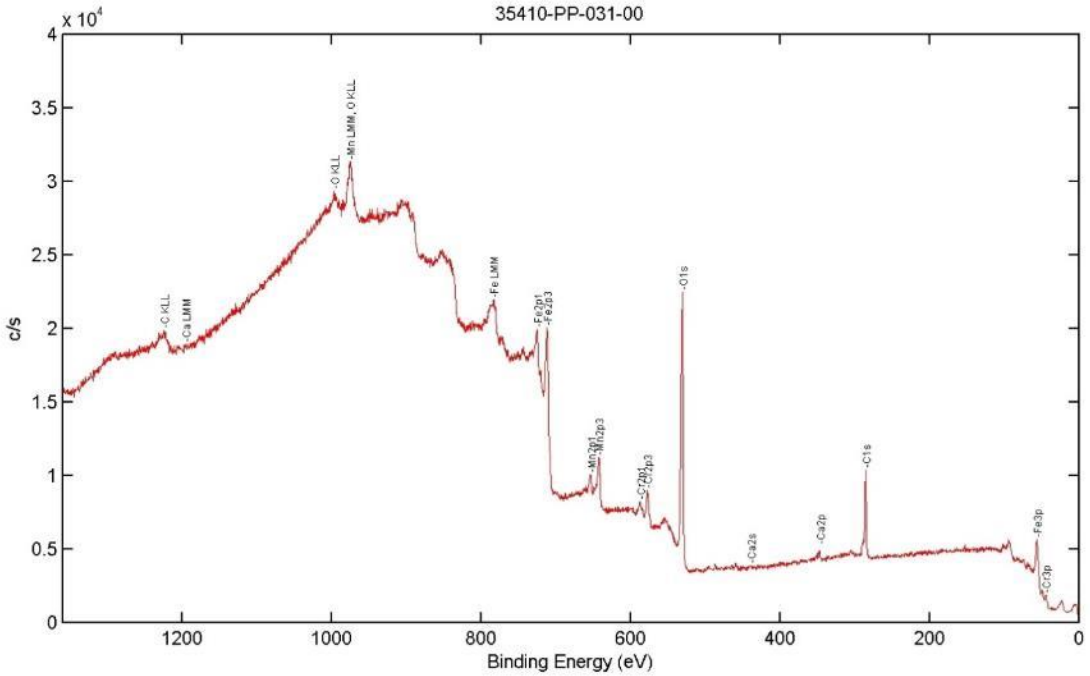
XPS-Spektrum 10.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, N, O, Na, Fe, Ca, K, Cr, Ni

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-031-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche



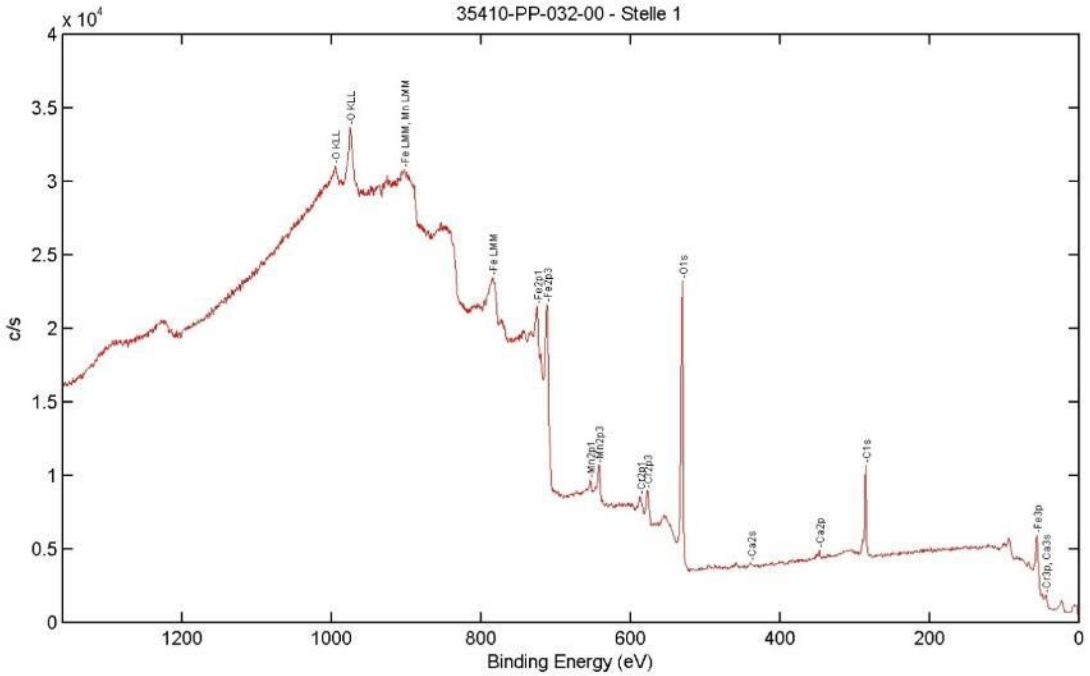
XPS-Spektrum 11.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, O, Fe, Ca, Cr, Mn

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

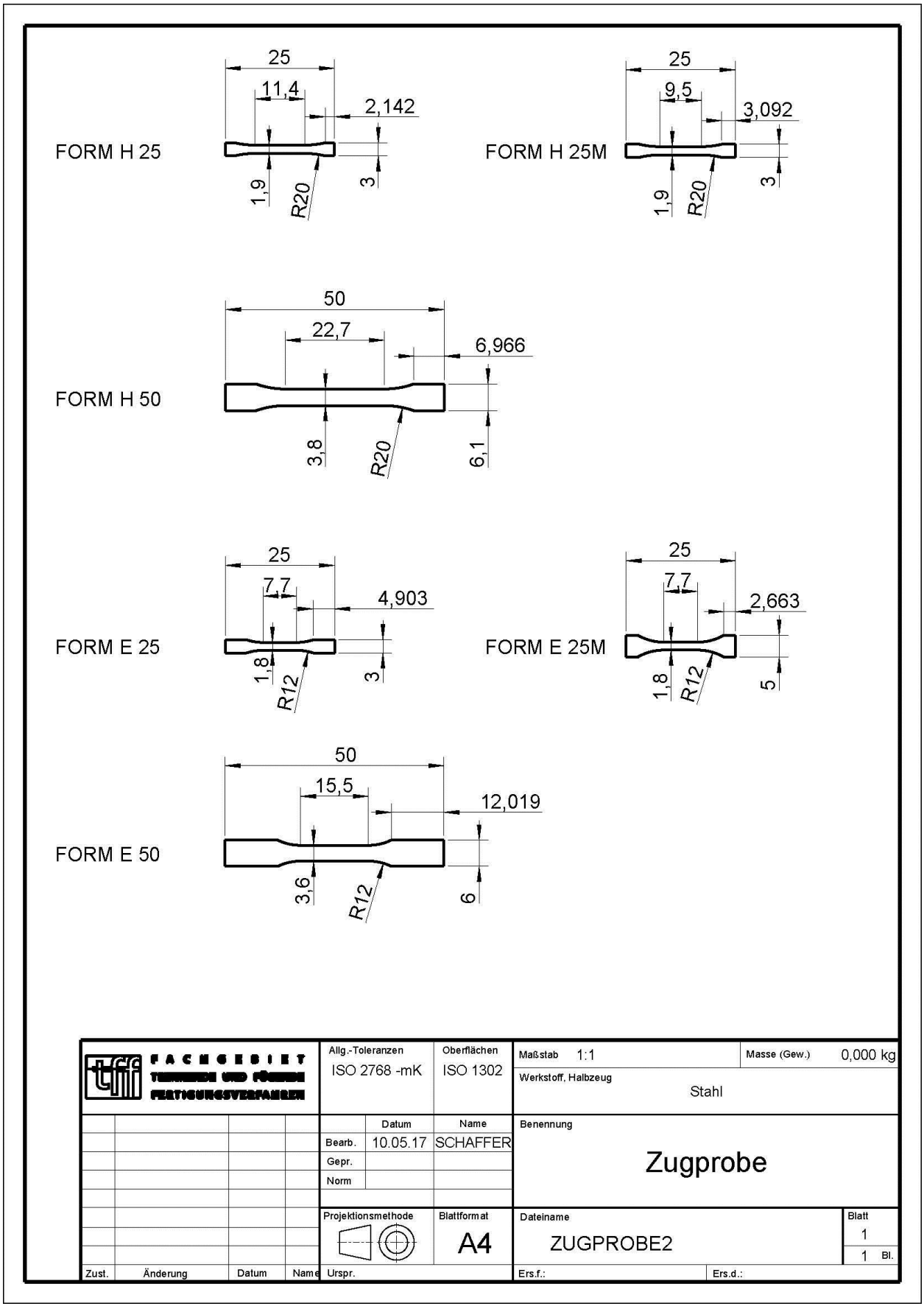
NMI-Proben-ID:	Angaben zur Probe:
35410-PP-032-00	Probeplättchen 1.4301 (X5CrNi18-10) Aceton-Vorreinigung, EB-Reinigung mit Anschmelzung der Oberfläche



XPS-Spektrum 12.

Ansicht: Übersichtsspektrum

Nachgewiesene Elemente:
C, O, Fe, Ca, Cr, Mn

Untersuchungsstelle: Behandelter Bereich
Analysefläche: 1,4 mm x 1,4 mm

Zeichnung aller getesteten Normprüfkörper