



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

POZOROVÁNÍ HRANIC DVOJČATĚNÍ VE SLITINĚ

Ni-Mn-Ga

OBSERVATION OF TWIN BOUNDARIES IN Ni-Mn-Ga ALLOYS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Jan Čech

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Martin Zelený, Ph.D.

BRNO 2017

Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Student:	Jan Čech
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Materiálové inženýrství
Vedoucí práce:	Ing. Martin Zelený, Ph.D.
Akademický rok:	2016/17

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Pozorování hranic dvojčatění ve slitině Ni-Mn-Ga

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Slitiny na bázi Ni-Mn-Ga patří mezi tzv. magnetické slitiny s tvarovou pamětí, které mimo paměťového efektu vykazují i další specifické vlastnosti jako velké deformace indukované magnetickým polem, superelasticitu nebo magnetokalorický jev. Takovéto chování je umožněno díky mikrostrukturu tvořené dvojčaty, které je dosaženo při martensitické transformaci z vysokoteplotní fáze - austenitu do nízkoteplotní fáze - martenzitu. Pro výše zmíněné vlastnosti je rozhodující i rychlost pohybu hranice dvojčatění v krystalu martenzitu. Hranice dvojčatění jsou dobře patrné na monokrystalech, kde mohou být pozorovány pomocí elektronové i světelné mikroskopie.

Cíle bakalářské práce:

Cílem práce je pozorování hranic dvojčatění v monokrystalu martenzitu slitiny Ni-Mn-Ga pomocí elektronové i světelné mikroskopie. Mikrostruktura s dvojčaty může být v monokrystalu velice snadno vytvořena aplikováním velmi malých napětí. Toto je naopak nevýhodou při přípravě vzorku pro mikroskopické pozorování, neboť nemůže být použito standardních postupů běžných v metalografii, protože by došlo ke změně struktury. Jedním z cílů práce bude i vyvinutí speciálního přípravku pro uchycení vzorku do optického mikroskopu. S jeho využitím se pak nabízí i přímé pozorování vzniku hranic dvojčatění při aplikaci vnějšího napětí.

Seznam literatury:

Bhattacharya, K. Microstructure of Martensite (Oxford University Press, New York, 2003)

Söderberg, O., Y. Ge, A. Sozinov, S.-P. Hannula, and V. K. Lindroos. Handbook of Magnetic Materials. Vol. 16, edited by K. H. J. Buschow (Elsevier Science, Amsterdam, 2006) pp. 1–39.

Heczko, O. , N. Scheerbaum and O. Gutfleisch. Nanoscale Magnetic Materials and Applications, edited by J. Liu, E. Fullerton, O. Gutfleisch, and D. Sellmyer (Springer Science & Business Media, 2009) pp. 339–439.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2016/17

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Tato bakalářská práce se zabývá pozorováním hranic dvojčatění v 10M martenzitu slitiny s magnetickou tvarovou pamětí na bázi Ni_2MnGa . Teoretická část definuje materiály s tvarovou pamětí, jejich odezvu na mechanické nebo magnetické zatížení, pojem dvojčatění, který s jevem tvarové paměti úzce souvisí, a jednotlivé úrovně dvojčatění. Experimentální část studuje jednotlivé typy hranic dvojčatění na monokrystalu slitiny $\text{Ni}_{49,2}\text{Mn}_{30,4}\text{Ga}_{20,4}$ pomocí světelné i elektronové mikroskopie. Dále se zabývá detekcí strukturní orientace jednotlivých variant dvojčatění. Pro pozorování pohybu hranic dvojčatění v reálném čase byl navržen a vyroben přípravek, který uchycuje vzorek do světelného mikroskopu. Pomocí deformace tlakem bylo určeno, že k pohybu hranic Typu II dochází přibližně při napětích $\sim 0,2$ MPa, zatímco pro uvedení hranic Typu I do pohybu je třeba napětí $\sim 0,6$ MPa.

Abstract

This bachelor's thesis is focused on observation of twin boundaries in a magnetic shape memory alloy based on Ni_2MnGa with 10M martensitic structure. Theoretical part of the thesis describes materials with shape memory effect, their response on mechanical or magnetic loading, phenomenon of twinning, which is closely connected to the shape memory effect, and various levels of twinning. Experimental part studies different types of twin boundaries in monocrystal of alloy $\text{Ni}_{49,2}\text{Mn}_{30,4}\text{Ga}_{20,4}$ using optical and electron microscopy. The thesis also deals with detection of structural orientations in different twin variants. A holder of samples was designed and constructed for real time observation of twin-boundary movement by optical microscopy. Deformation by pressure shows, that stress necessary for movement of Type II twin boundaries is ~ 0.2 MPa, whereas it is ~ 0.6 MPa for movement of Type I.

Klíčová slova

Slitiny s tvarovou pamětí, magnetická tvarová paměť, dvojčatění, Heuslerovy slitiny

Key words

Shape memory alloys, magnetic shape memory, twinning, Heusler alloys

Bibliografická citace

ČECH, J. *Pozorování hranic dvojčatění ve slitině Ni-Mn-Ga*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 45 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Martin Zelený, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma *Pozorování hranic dvojčatění ve slitině Ni-Mn-Ga* vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu použitých zdrojů.

V Brně dne 19. 5. 2017

.....

Jan Čech

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Martinu Zelenému, Ph.D. za cenné připomínky a odborné rady. Dále bych chtěl poděkovat Mgr. Janu Čuperovi za pomoc při uskutečnění experimentu na elektronovém mikroskopu a Ing. Zdeňku Chlupovi, Ph.D. za umožnění zkoušky tlakem na Ústavu fyziky materiálů AV ČR v Brně. V neposlední řadě bych také chtěl poděkovat Ing. Ladislavu Strakovi, D. Sc. (Tech.) z Fyzikálního ústavu AV ČR v Praze za zapůjčení vzorku slitiny Ni-Mn-Ga.

OBSAH

1	Úvod.....	11
2	Tvarová paměť.....	12
2.1	Rozdělení SMA.....	12
2.2	Superelasticita.....	13
3	Magnetická tvarová paměť.....	14
3.1	Reorientace vytvořená magnetickým polem.....	16
3.2	Fázová transformace indukovaná magnetickým polem.....	17
4	Heuslerovy slitiny.....	18
4.1	Ni-Mn-Ga.....	19
4.2	Martenzit.....	20
5	Dvojčatění.....	22
5.1	Rozdělení dvojčatění podle způsobu vzniku.....	22
5.2	Rozdělení dvojčatění podle rozlišovací úrovně.....	23
6	Metody pro pozorování.....	26
6.1	Světelná mikroskopie.....	26
6.2	Elektronová mikroskopie.....	28
7	Pozorování.....	30
7.1	Studovaný vzorek.....	30
7.2	Pozorování hranic dvojčatění.....	31
7.3	Analýza strukturní orientace.....	34
7.4	Pohyb hranic dvojčatění.....	35
8	Závěr.....	38
	SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ.....	39
	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ.....	44
	SEZNAM PŘÍLOH.....	45

1 Úvod

Do nedaleké minulosti byla plastická deformace považována za hlavní jev způsobující nevratné makroskopické změny jakéhokoliv zatěžovaného materiálu. V posledních desetiletích jsou však vyvíjeny slitiny, které je možné po přetvoření opakovaně navracet do výchozího stavu, aniž by v nich docházelo k postupnému nakupení dislokací.

Tuto vlastnost označovanou termínem tvarová paměť umožňuje fázová transformace v tuhém stavu, při níž vzniká martenzitická struktura obsahující plošné poruchy krystalové mřížky. Ty se nazývají hranice dvojčatění a jejich pohyb, stejně jako u konvenčních materiálů posuv dislokací, umožňuje makroskopickou deformaci tělesa [1].

Jelikož má mikrostruktura tak zásadní vliv na efekt tvarové paměti, je její studium základním předpokladem pro pochopení celého fenoménu. V současnosti se pro tento účel používají světelné a elektronové mikroskopy, protože umožňují dostatečné rozlišení a kontrast mezi jednotlivými oblastmi vzorku. V této práci bude mikrostruktura pozorována na slitině Ni_2MnGa , která se řadí mezi nejvíce zkoumané materiály s magnetickou tvarovou pamětí [1].

Příprava vzorku na pozorování není v tomto případě uskutečnitelná obvyklými metalografickými postupy, při nichž je vzorek zaléván pryskyřicí. Zabránilo by se tím totiž zatěžování vzorku, a tak by nebyl umožněn pohyb hranic dvojčatění. Proto je důležitou úlohou této práce vytvoření přípravku, který zajistí částečné zafixování vzorku a zároveň umožní jeho zatěžování v požadovaném směru.

Použití přípravku je tedy spojeno s pozorováním pohybu hranic dvojčatění na světelném mikroskopu v reálném čase pomocí metody diferenciálního interferenčního kontrastu. Protože však dvojčatění způsobuje deformaci povrchu, jsou při této metodě použitelná jen malá zvětšení. Z toho důvodu se využívá elektronový mikroskop, jenž umožňuje pozorování struktury při velkých zvětšeních a s dostatečně rozsáhlou hloubkou ostrosti. Díky tomu je možné sledovat některé detaily na povrchu vzorku včetně různých druhů dvojčatění. Elektronový mikroskop dále nabízí možnost strukturní a chemické analýzy.

Jednou z možností, jak zkoumat mechanické vlastnosti materiálu z tvarové paměti je zatěžování tahem či tlakem. To umožňuje zjistit, jaká napětí jsou potřeba pro pohyb hranic dvojčatění nebo k jakým deformacím dochází. V této práci bylo studováno zatížení tlakem.

2 Tvarová paměť

Tak zvané slitiny s tvarovou pamětí (SMA – Shape Memory Alloys) jsou speciální polymorfni materiály, které se po zdeformování v důsledku termodynamických dějů navrací do původních makroskopických rozměrů. Samotného efektu tvarové paměti je u nich dosaženo fázovou transformací v pevném stavu, při které dochází k vratné přeměně mezi vysokoteplotní fází a fází nízkoteplotní [2, 3].

Vysokoteplotní fáze se nazývá austenit. Má, jako totožně pojmenovaná fáze v diagramu Fe-Fe₃C, kubickou mřížku. Jedním z atributů této mřížky je její vysoká symetrie. Nízkoteplotní fáze bývá označována termínem martenzit. Její mřížka vykazuje nižší symetrii a vzniká z mřížky kubické během martenzitické transformace. Jednu ze zajímavých vlastností této fáze představuje jev dvojčatění, který způsobuje, že geometrické rozměry tělesa zůstávají i po přeměně přibližně konstantní [1, 2].

Děj, při kterém dochází k přechodu mezi austenitem a martenzitem se nazývá fázová transformace. Ta by se dala definovat jako reorganizace atomů v důsledku změny vnějších podmínek, jež způsobují vychýlení soustavy z termodynamické rovnováhy. Transformace je tedy snahou soustavy dosáhnout co nejnižší možné volné entalpie. Podle toho, jak změnu struktury ovlivňuje difuze, se přeměny dělí na difuzní a bezdifuzní [1, 2, 4].

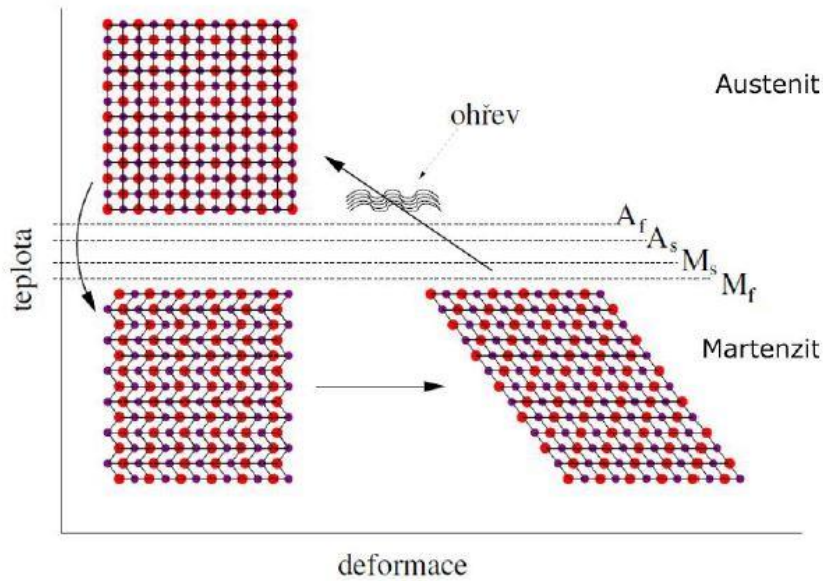
Ve slitinách SMA zapřičiňuje tvorbu nových struktur martenzitická fázová transformace. Ta je definována jako bezdifuzní přeměna v pevném stavu, při které původní vysokoteplotní fáze z důvodu rychlé změny okolní teploty, zatížení či magnetického pole již není termodynamicky výhodná a je nucena k okamžitému přeuspořádání za velmi krátký čas. Protože během tak krátkého okamžiku není umožněna aktivace procesů difuze, dojde alespoň k posuvu atomů o úsek kratší, než je meziatomová vzdálenost, čímž vznikne nová nízkoteplotní fáze – martenzit. V případě, že výsledné uspořádání struktury umožňuje návrat do původních rozměrů vysokoteplotní fáze, hovoří se o termoelastické martenzitické transformaci způsobené dvojčatěním [1, 2, 4].

2.1 Rozdělení SMA

Slitiny s tvarovou pamětí se dají rozdělit podle několika hledisek. Jedním z nich je, zda mají paměť jednocestnou či dvoucestnou [5].

Materiál s jednocestnou tvarovou pamětí má zpočátku austenitickou strukturu, která při ochlazení transformuje na martenzit obsahující hranice dvojčatění. Pokud je těleso s touto strukturou deformováno a následně zahřáto na dostatečně vysokou teplotu, martenzit transformuje zpět na austenit, což způsobí návrat tělesa do původních rozměrů (tento efekt se nazývá pseudoplasticita). Materiál si tedy v tomto případě pamatuje pouze tvar vytvořený při vysokoteplotní fázi (**obr. 2.1**) [6, 7, 8].

Nejnámějším materiálem s jednocestnou tvarovou pamětí je intermetalická slitina niklu a titanu používaná pod názvem Nitinol (Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory). Byla objevena v šedesátých letech dvacátého století v Spojených státech amerických, a ačkoliv se nejedná o nejstarší slitinu s tvarovou pamětí (tou je slitina zlata a kadmia), stala se nejnámější a nejčastěji používanou slitinou s širokým uplatněním především v lékařství z důvodu biokompatibility (samotný nikl je oproti ní toxický), výborné koroziivzdornosti a stabilitě [7, 9, 10].

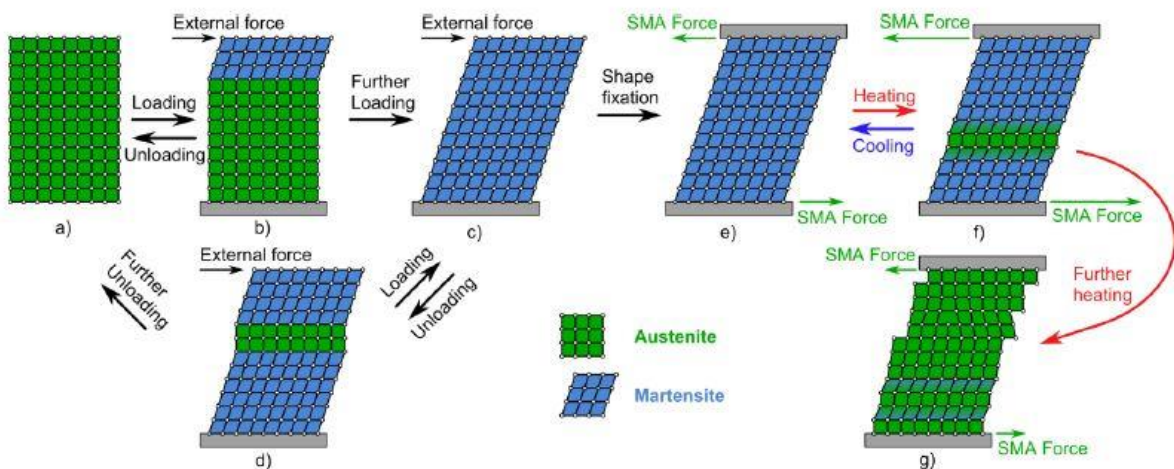


Obr. 2.1: Schéma jednocestného efektu tvarové paměti [11].

Pokud je třeba dosáhnout tvarové paměti u nízkoteplotní fáze, dá se modifikací jednocestné paměti vytvořit paměť dvoucestná. Dosahuje se jí cyklickým zatěžováním, při kterém dochází v materiálu ke vzniku poruch a napětí. V konečném důsledku existuje různý tvar tělesa pro austenitickou i martenzickou fázi [5, 8, 12].

2.2 Superelasticita

Superelasticita je základní schopností SMA umožňující dosažení velkých vratných deformací v důsledku napětím vytvořené martenzické fáze. Na počátku tohoto jevu nastává nejdříve elastická odezva austenitu na namáhání. Poté, co vysokoteplotní fáze vyčerpá své elastické schopnosti, nastává přeměna na zdvojitelný martenzitu, který má nahodilé, avšak na zatížení částečně reagující, natočení. Pokud okolní napětí nevymizí, dochází k reorientaci nízkoteplotní fáze (v důsledku nízké symetrie a zdvojitelnosti) a deformaci tělesa. Po odtižení nastane návrat do původních rozměrů v důsledku přetransformování struktury zpět na austenit (**obr. 2.2**) [6, 13].



Obr. 2.2: Schématické znázornění superelastického chování (a – d) a nízkoteplotního tvarování (e - g) [3].

3 Magnetická tvarová paměť

Termín magnetická tvarová paměť (magnetic shape memory) MSM se využívá k označení velkého množství efektů vzniklých v magnetickém poli, přičemž jedním z nejvýznamnějších je deformace vytvořená magnetickým polem označovaná zkratkou MFIS (magnetic field-induced strain). Ta představuje vnější projev martenzitické transformace nebo postupné reorientace struktury tvořené nízkoteplotním martenzitem. Protože se materiál kvůli přetvoření roztahuje nebo stahuje, koná práci, jejíž velikost vyjadřuje obsah hysterezní smyčky [1, 14].

MFIS bývá často zaměňována za magnetostrikci, ačkoliv jde o rozdílné jevy. Magnetostrikce je deformace, která se obvykle vyskytuje u feromagnetických látek jako důsledek rotace magnetických momentů v magnetickém poli. Její maximální hodnoty většinou nepřesahují 0,1 % [1] a nedochází při ní ke změně krystalové orientace nebo struktury. MFIS lze nalézt jen u několika materiálů. Maximální deformace dosahuje u tohoto jevu velikosti až 12 % [15], což je způsobeno přeskupením krystalové mřížky [1, 14].

Materiály mohou být klasifikovány podle toho, jak se chovají jejich subatomární částice uvnitř i vně magnetického pole. Nejvýznamnější jsou v tomto ohledu elektrony, protože mají svůj vlastní dipólový moment a spinové číslo, což umožňuje určit velikost a směr magnetického momentu atomu pomocí vektorového součtu příspěvků od všech elektronů. Materiály se poté podle uspořádání všech atomových magnetických momentů dělí na látky [6, 16, 17]:

- diamagnetické,
- feromagnetické,
- antiiferomagnetické,
- paramagnetické,
- ferimagnetické.

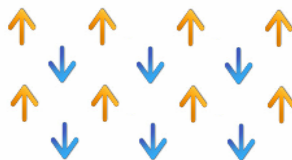
Diamagnetické látky mají v přirozeném stavu nulové magnetické momenty. Po vložení do vnějšího pole vznikají slabé momenty, které mají opačný směr vzhledem k magnetickým indukčním čarám [6, 16, 17].

Dále existují materiály, které mají nenulové magnetické momenty vůči sobě uspořádány paralelně na značné vzdálenosti (**obr. 3.1**), čímž dochází ke vzniku vnějšího magnetického pole. Označují se jako feromagnetické. Je důležité zmínit, že všechny tyto látky se stávají paramagnetickými nad Curieho teplotou T_C (například u čistého železa má tato teplota přibližně hodnotu 760 °C) v důsledku přerušení magnetické interakce. To způsobuje taková amplituda vibrací krystalové mřížky, při které materiál již není schopen udržovat jednotný směr orientace magnetických momentů [6, 16, 17].



Obr. 3.1: Schéma natočení magnetických momentů feromagnetických materiálů [18].

Někdy je pro sloučeniny, prvky či ionty nejvýhodnější, aby se jejich sousední magnetické momenty uspořádaly obráceně vůči sobě (**obr. 3.2**). Pro ně existuje název antiferomagnetické materiály. I v tomto případě platí, že nad určitou teplotou (v tomto případě teplotou Néelovou) T_N nastává přeuspořádání a vzniká paramagnetismus, který je následným ochlazením přeměněn zpět na antiferomagnetismus [6, 17].



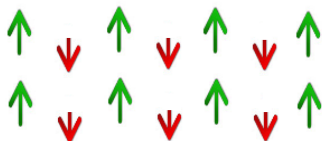
Obr. 3.2: Schéma natočení magnetických momentů antiferomagnetických materiálů [18].

Feromagnetismus a antiferomagnetismus tvoří extrémy na škále možných meziatomových orientací magnetických momentů. U mnohých pevných látek jsou magnetické momenty vůči sobě uspořádány náhodně již za nízkých teplot (**obr. 3.3**). To je způsobeno vzájemnou izolací, která zapříčiňuje nedostatečné ovlivňování momentů mezi sebou. V magnetickém poli budou mít tyto materiály, známé pod termínem paramagnetické, natočené elementární magnetické momenty souběžně s magnetickým polem [6, 16].



Obr. 3.3: Schéma natočení magnetických momentů paramagnetických materiálů [18].

Poslední zmíněnou skupinu tvoří látky nazývané ferimagnetické, u kterých se nacházejí zároveň dva různé magnetické momenty, přičemž jeden má větší velikost než druhý. Když jsou uspořádány tak, aby působily proti sobě, je výsledek podobný feromagnetickému chování (**obr. 3.4**) [6, 17].



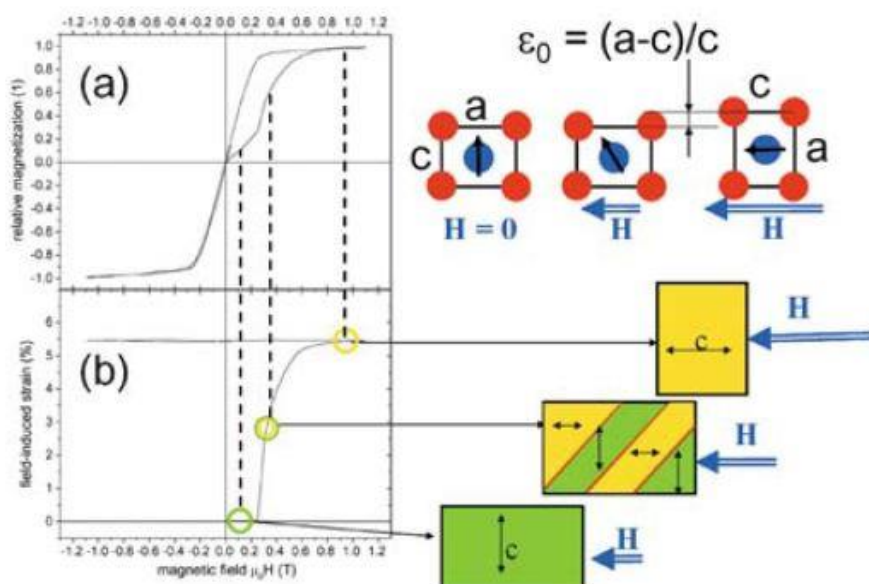
Obr. 3.4: Schéma natočení magnetických momentů ferimagnetických materiálů [18].

Speciální případ orientace magnetických momentů představují materiály s magnetickou anizotropií. U těchto látek existuje určitá preferovaná orientace magnetických momentů vzhledem ke krystalové mřížce, při které soustava vykazuje nejnižší energii. V případě existence dostatečně velkého magnetického pole dochází k natočení momentů ve směru tohoto pole, což je ale energeticky méně výhodné. Čím větší je energetický rozdíl mezi jednotlivými směry magnetizace, tím silnější pole je ke změně směru magnetizace potřeba [17, 19]. MSM materiály jsou feromagnetické a vykazují značně velkou magnetickou anizotropii. Pokud jsou vloženy do magnetického pole, je pro ně energeticky výhodnější takové přeuspořádání krystalové struktury, které umožní, aby nejvýhodnější směry magnetizace ve všech částech

krystalu odpovídaly směru magnetického pole. To je způsobeno snadnou pohyblivostí hranic dvojčatění nebo snadnou martenzitickou transformací, jenž se navenek projeví makroskopickou deformací [1, 14].

3.1 Reorientace vytvořená magnetickým polem

Tento jev, označovaný zkráceně MIR (magnetically induced reorientation), způsobuje strukturní deformaci indukovanou magnetickým polem (MFIS) bez fázové transformace. To znamená, že materiál je už na počátku tvořen různě natočenými martenzitickými dvojčaty oddělenými hranicemi dvojčatění, což umožňuje následnou vratnou makroskopickou deformaci. Působením vnějších sil – v tomto případě magnetických – dochází k přeorientování krystalové struktury tak, aby výsledné uspořádání bylo energeticky výhodné (obr. 3.5). Důležitou podmínkou pro vznik a průběh vratné reorientace je vysoká pohyblivost hranic dvojčatění, která je tím vyšší, čím nižší je napětí potřebné k uvedení hranic do pohybu [1, 14].



Obr. 3.5: Při MIR u monokrystalu Ni-Mn-Ga dojde po vložení do magnetického pole k pootočení magnetického momentu nebo k natočení strany c rovnoběžně se směrem pole. Výskyt těchto jevů je ovlivněn pohyblivostí hranic dvojčatění a velikostí magnetického pole (a). Měření závislosti MFIS na magnetickém poli a schéma deformace zobrazuje (b) [1].

Ihned po iniciaci nastává nukleace nových dvojčat, která jsou vhodně natočená vůči magnetickému poli. Následný pohyb hranic dvojčatění způsobuje růst vhodně natočených fází. Magnetické pole působící na materiál musí vykonat práci, aby do systému dodalo dostatečné množství energie potřebné pro odstartování reorientace. Energetická bariéra bránící strukturnímu přeskupení bývá vyjadřována napětím potřebným pro nukleaci dvojčatění σ^{nucl} , zatímco energetická překážka, kterou je nutné překonat, aby nastal růst, závisí na napětí potřebném pro pohyb dvojčatění σ_{nw} . Obecně platí, že nukleace spotřebuje více energie než pohyb, z čehož plyne upřednostnění posunu původních hranic dvojčatění oproti růstu nových [1, 14, 20].

V okamžiku překonání energetických bariér již nic nebrání procesu pokračovat, dokud nevznikne téměř stoprocentně jednosměrně orientovaný krystal s minimálním počtem hranic dvojčatění. K úplnému přeskupení materiálu většinou nedojde, protože by bylo potřeba silné magnetické pole, které by vygenerovalo dostatečné množství energie [1, 14].

Na stejném principu jako MIR funguje strukturní reorientace vytvořená elektrickým polem, která již byla pozorována u mnoha feroelektrických materiálů. Říká se jí elektrická tvarová paměť [1].

3.2 Fázová transformace indukovaná magnetickým polem

Fázová transformace indukovaná magnetickým polem je jev podobný přeměně austenitu na martenzit u SMA s tím rozdílem, že v tomto případě nezpůsobuje fázovou transformaci ani mechanická síla ani změna teploty, ale magnetické pole. To může být uvažováno jako jedna z alternativ zatížení, ale s tím omezením, že takováto náhrada vnějších sil může být uvažována jen u feromagnetických slitin [1, 14].

Přeměnu vytvořenou vnějším polem způsobuje rozdíl magnetizací – magnetických momentů v jednotkovém objemu látky – mezi jednotlivými fázemi. Fáze, u které se vyskytuje vyšší magnetizace, má v magnetickém poli nižší vnitřní energii oproti fázi druhé, což slouží jako hnací síla transformace. Přeměna může probíhat, pokud je k dispozici dostatečně silné pole, které dokáže vygenerovat odpovídající množství energie za teploty, při které se odehrává transformace. Vzniká při tom deformace, která je reversibilní, protože v okamžiku vypnutí pole nastává návrat do výchozího stavu [1, 14, 21].

Pokud je fázi s vyšší magnetizací austenit, materiál transformuje do magneticky indukovaného austenitu (MIA – magnetically induced austenite). V opačném případě vzniká magneticky indukovaný martenzit (MIM – magnetically induced martensite). Oba dva typy fázových transformací jsou doprovázeny změnou makroskopických rozměrů tělesa [14].

4 Heuslerovy slitiny

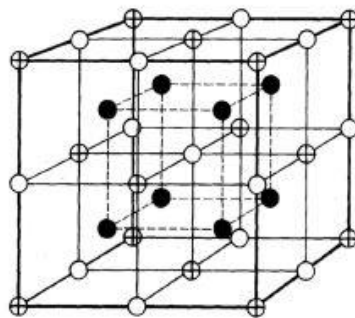
Do počátku 20. století se předpokládalo, že feromagnetické slitiny musí obsahovat alespoň jednu feromagnetickou složku (například železo, nikl či kobalt). Zásadní změnu přinesl až objev Fritze Heuslera na slitině Cu_2MnAl , při kterém zjistil nepravdivost tohoto tvrzení. Za to se mu dostalo té cti, že skupina feromagnetických materiálů tvořených látkami negenerujícími externí magnetické pole byla pojmenována po něm – Heuslerovy slitiny [22].

V současnosti existuje až 1500 těchto látek [23], jenž jsou užívány pro svou druhovou rozmanitost, která umožňuje jejich využití jako SMA, supravodiče či například feromagnetické polovodiče. Pro jejich základní klasifikaci jsou uvažovány dvě velké podskupiny těchto materiálů, jenž jsou podle stechiometrického vzorce označovány jako [23]:

- poloviční Heuslerovy slitiny,
- úplné Heuslerovy slitiny.

Poloviční Heuslerovy slitiny jsou látky se stechiometrií XYZ (1:1:1). Jejich základní buňku tvoří čtyři vzájemně se prolínající kubické plošně centrované mřížky, přičemž tři z nich jsou obsazeny prvky X, Y a Z, zatímco poslední vakancemi. Zástupci této skupiny jsou například slitiny LiAlSi , LiAlGe , LuAuSn a TiCoSb [23].

Úplná Heuslerova slitina je definována stechiometrickým vzorcem X_2YZ (2:1:1). I v tomto případě se vyskytují čtyři prostupující se fcc mřížky, nicméně zde jsou dvě z nich obsazeny prvky X a zbylé dvě prvky Y, Z (**obr. 4.1**) [22]. V dnešní době se však označení Heuslerovy slitiny vžilo pro všechny krystalické látky vykazující tuto strukturu (**obr. 4.1**), i když jsou tvořeny magnetickými prvky (**obr. 4.2**). Reprezentativním představitelem proto může být Ni_2MnGa , i když již nesplňuje původní Heuslerovu definici, protože obsahuje feromagnetický nikl.



Obr. 4.1: Základní austenitická ($L2_1$) struktura [24].

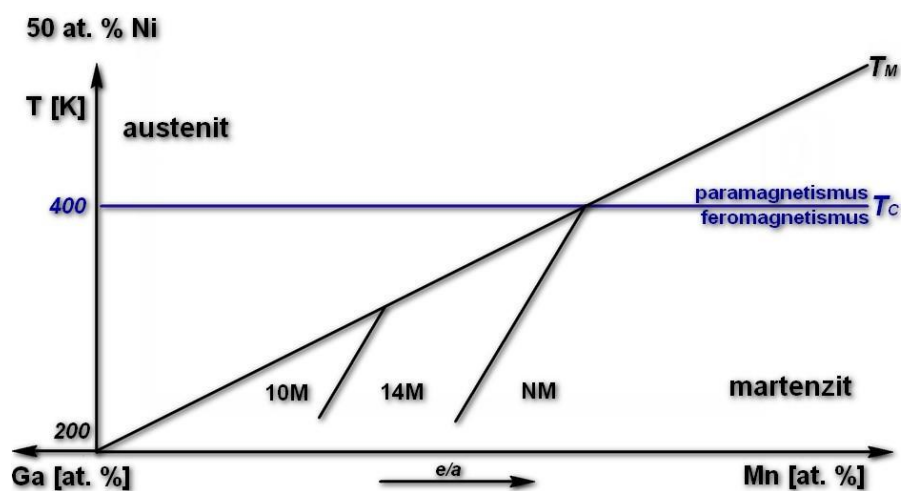
X₂YZ Heusler compounds

H																	He	
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	
Cs	Ba		Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn	
Fr	Ra																	
		La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
		Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr		

Obr. 4.2: Barevné schéma znázorňující různé kombinace prvků tvořících Heuslerovy slitiny [23].

4.1 Ni-Mn-Ga

Slitiny Ni-Mn-Ga se řadí mezi feromagnetické Heuslerovy slitiny (jejich stechiometrický vzorec je Ni₂MnGa), které jsou studovány pro své chování v magnetickém poli. Výzkum těchto látek sice komplikuje jejich velká citlivost na drobné odchylky chemického složení nebo na termální a mechanickou historii, na druhé straně však tento fakt otvírá dveře tvorbě velkého počtu různých nových modifikací materiálů, o jejichž vlastnostech se zatím může jen spekulovat [1, 14].



Obr. 4.3: Fázový diagram slitiny Ni-Mn-Ga s obsahem Ni přibližně 50 at. % - přejato a upraveno z [14, 25].

Pro teoretické určení co nejpřesnějšího složení lze využít e/a poměr, což je vyjádření počtu valenčních elektronů na atom. V případě Ni₂MnGa je uvažováno 10 elektronů pro atomy niklu, 7 pro atomy manganu a 3 elektrony pro galium [14]. Celkový součet podle stechiometrického vzorce této slitiny proto dává 30 elektronů připadajících na 4 atomy.

Slitiny Ni-Mn-Ga jsou z 50 at. % tvořeny niklem, přičemž i nepatrná odchylka může způsobit obrovské změny v struktuře a chování. Transformační teplota roste s přibývajícím obsahem niklu z 200 K pro 50 at. %, na 330 K při 55 at. % [1]. Z fázového diagramu slitiny (**obr. 4.3**) je také patrné, že přidáváním manganu a snižováním množství galia dochází k postupnému růstu teploty martenzitické přeměny. Při tom nedochází k výraznější změně Curieho teploty T_C . Při pokračujícím dopování manganem teplota martenzitické přeměny nakonec vzroste nad Curieho teplotu T_C , což způsobí paramagnetické chování materiálu. Podobný růst transformační teploty může také způsobit postupné snižování niklu na úkor manganu. Pokud však bude dodáváno galium na úkor niklu, dojde naopak k poklesu transformační teploty. To se projeví existencí austenitické fáze tvořené $L2_1$ mřížkou (**obr. 4.1**) za pokojové teploty [1, 14].

4.2 Martenzit

V slitinách Ni-Mn-Ga se martenzit vyskytuje v několika modifikacích závislých na složení (**obr. 4.3**). U některých z nich můžeme pozorovat posun atomárních rovin označovaný termínem modulace. Ta může být chápána jako harmonická vlna procházející krystalovou mřížkou. Výsledkem jsou tyto struktury [1, 14]:

- 10M martenzit,
- 14M martenzit,
- NM martenzit,
- 4O martenzit.

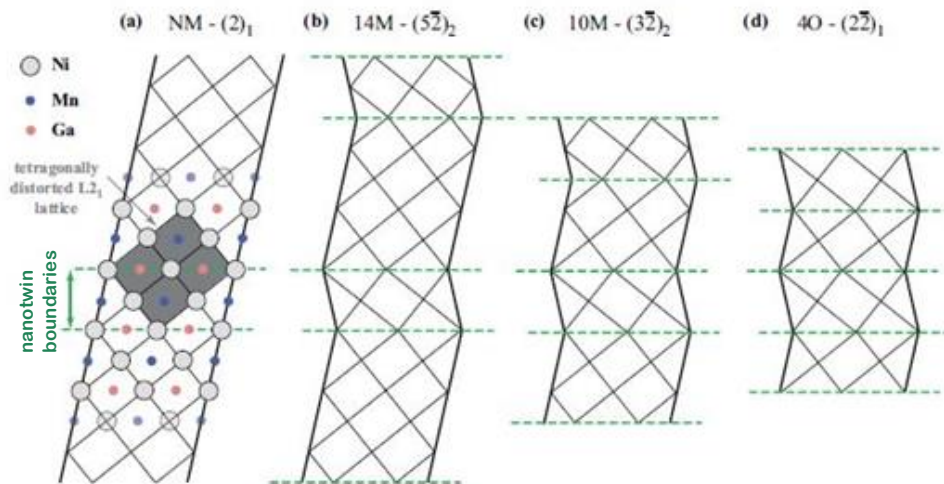
Pětivrstvý modulovaný martenzit je označením pro austenitickou buňku zdeformovanou do tetragonálního tvaru vykazujícího malý monoklinický úhel. Strany a , b mají téměř totožnou velikost, zatímco poměr c/a dosahuje hodnoty přibližně 0,94 [1]. Základ tvoří skupina 5 atomových rovin (z toho vychází staré označení 5M), které jsou posunuty - 3 jedním směrem a zbylé 2 opačným (**obr. 4.4 c**). Pro zachování chemické periodicity je však nutné posunutí všech rovin zopakovat ještě jednou (odtud pochází symbol 10M). U této fáze byl pozorován MFIS o velikosti 6 % v poli přibližně 1 T [26] [1, 14].

Druhým typem je sedmivrstvý modulovaný martenzit 14M, jenž má ortorombickou mřížku a zároveň větší monoklinický úhel než 10M martenzit. Jeho parametry jsou $a > b > c$, kde c/a má přibližnou velikost 0,89 [1]. Zde modulace vytváří posunutí pěti rovin jedním směrem a zbylých dvou směrem opačným (**obr. 4.4 b**). Výsledkem je skupina sedmi vrstev (proto byl dříve značen 7M), která ale musí být jako v případě 10M martenzitu opakována dvakrát, čímž vzniká 14M martenzit. Deformace vlivem magnetického pole vykazuje u této fáze hodnotu až 10 % [27] [1, 14].

Pokud martenzit není modulován (**obr. 4.4 a**), označuje se NM. Obvykle se vyskytuje u slitin s velmi nestechiometrickým složením. Vytváří tetragonálně deformovanou $L2_1$ strukturu s poměrem $c/a = 1,2$ [1]. MFIS nebyl u této fáze pozorován [1, 14].

Nedávné výpočty elektronové struktury ukázaly, že slitina Ni-Mn-Ga může vykazovat modulovaný 4O martenzit s ortorombickou strukturou. Ten je vytvořen posunem 4 rovin (2 se posunou v jednom směr a 2 v opačném) (**obr. 4.4 d**). V tomto případě není potřeba toto pořadí z důvodu periodicity opakovat. Experimentální důkaz o této struktuře však zatím chybí [28].

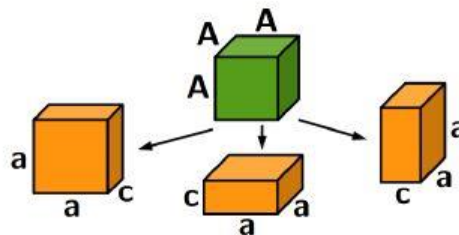
Jednou z možností, jak nahlížet na modulované fáze je alternativní popis struktury vycházející z teorie adaptivního martenzitu. Modulovanou strukturu tvoří NM martenzit, který obsahuje hranice dvojčatění na nano úrovni podél rovin (101). Během transformace označované pojmem intermartenzitická pak tato struktura může s klesající teplotou postupně hrubnout z 10M na NM martenzit [29].



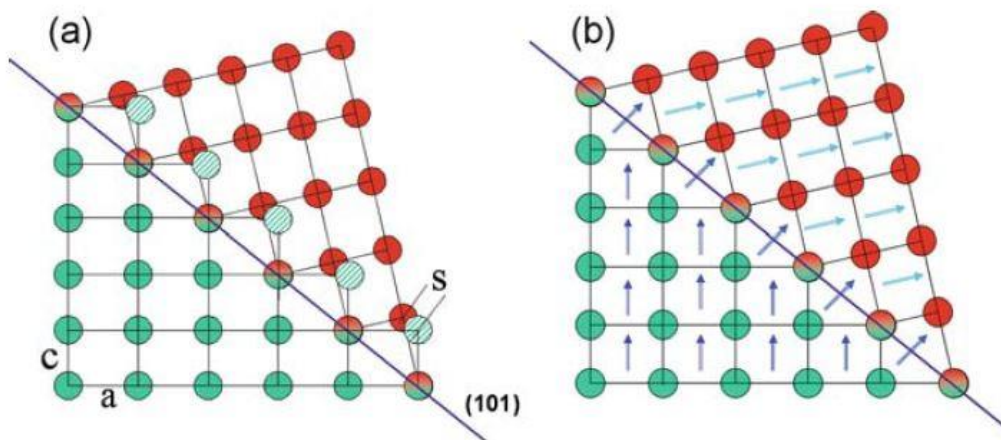
Obr. 4.4: Struktura NM (a), 14M (b), 10M (c) a 4O (d) martenzitu se zeleně zvýrazněnými rovinami nano dvojčatění [28].

5 Dvojčatění

V průběhu martenzitické transformace dochází v materiálu k tvorbě vnitřních pnutí. Mřížka nové fáze se proto snaží růst způsobem alespoň částečně kompenzujícím napětí, čímž mohou vznikat tři různé orientace martenzitu (**obr. 5.1**), které jsou obvykle odlišovány pomocí strany symbolizované písmenem c . Protože je nejvýhodnější, aby bylo spojení jednotlivých strukturních orientací koherentní z důvodu co nejnižšího uloženého množství energie v soustavě, dochází u některých oblastí k posuvu atomů smykovým nebo skluzovým mechanismem do takové polohy, v níž budou spojeny zrcadlově souměrně s atomy umístěnými v netotožně natočené mřížce (**obr. 5.2**). Vytvořený spoj představuje rovinu souměrnosti, která se označuje termínem hranice dvojčatění. Samotný pojem dvojčatění lze následně definovat jako typ deformace materiálu způsobující plošnou poruchu krystalové mřížky [3, 4].



Obr 5.1: Schéma vzniku 3 orientací martenzitu během martenzitické přeměny [20].



Obr: 5.2: Znázornění roviny dvojčatění (a), směr magnetických momentů kolem hranice dvojčatění (b) [1].

5.1 Rozdělení dvojčatění podle způsobu vzniku

Obecně existuje několik možností, jak nahlížet na druhy dvojčatění. Zprv je to podle toho, jaké vnější podmínky způsobily posuv atomů v mřížce a tvorbu hranic. Jsou to především [17]:

- mechanické zatížení,
- tepelné zpracování.

V případě zatížení se hovoří o mechanickém dvojčatění vytvořeném vnějšími silami. Tento typ přetvoření vzniká u kovových materiálů s mřížkou kubickou prostorově centrovanou a s mřížkou hexagonální při nízkých teplotách a vysokých nárazových zatíženích. Důvodem je nedostatek použitelných skluzových rovin umožňujících přetvoření pohybem dislokací. Jedna z úloh dvojčatění proto zahrnuje způsobení takového natočení krystalové struktury, při kterém by byly zpřístupněny nové, k namáhání vhodně natočené, skluzové systémy. Vedlejší produkt tvoří deformace, které má sice měřitelnou, avšak oproti skluzu dislokací zanedbatelnou hodnotu [4, 17].

Další možností dosažení dvojčatění v mřížce je jeho vytvoření v důsledku pozvolného ohřevu materiálu na vysoké (žihací) teploty, výdrži a následném ochlazení. Toto dvojčatění se nachází u materiálů s mřížkou kubickou plošně centrovanou, přičemž jej lze nalézt pod označením dvojčatění vytvořené žiháním [17].

U SMA vzniká dvojčatění během martenzitické transformace vyvolané mechanickým zatížením, magnetickým polem (u feromagnetických SMA) či ochlazením pod teplotu martenzitické přeměny T_M . Nová struktura vykazuje plošné poruchy (dvojčatění), které kompenzují pnutí v materiálu [1, 14].

6.2 Rozdělení dvojčatění podle rozlišovací úrovně

Druhý způsob klasifikuje dělení v závislosti na skutečnosti, při jaké rozlišovací úrovni je možné dvojčatění pozorovat. Protože se tato práce zabývá slitinou Ni-Mn-Ga, budou v rámci následujícího rozdělení uvažovány jen druhy pozorované v tomto materiálu. Jsou to [30]:

- makro dvojčatění,
- meso dvojčatění,
- mikro dvojčatění,
- nano dvojčatění.

Název makro dvojčatění je označením přetvoření způsobujícím vznik roviny zrcadlení, kterou nazýváme a/c hranicí, kde a/c symbolizuje, jaké dvě strany na sebe vzájemně navazují. Deformace takového druhu reprezentuje v rámci výše zmíněného rozdělení nejčastější a nejlépe pozorovatelnou skupinu. Ta se následně člení na Typ I a Typ II [30, 31, 32].

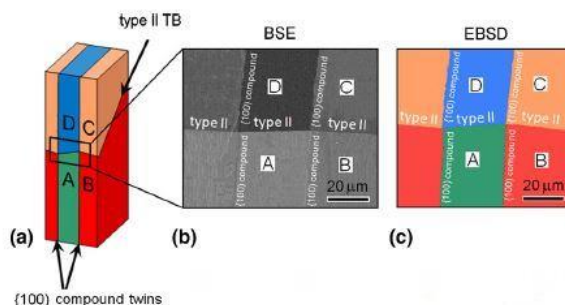
Pokud bude uvažována například výše zmíněná martenzitická transformace do struktury 10M, nastane vznik roviny zrcadlení v předem dané pozici v rovině $\{101\}$. To vychází z vlastností původní austenitické fáze, přičemž fáze nová má navíc rozdílné rozměry mřížkových parametrů, a proto musí dojít k natočení mřížky. Vzniklá hranice dvojčatění, která se nachází v dané pozici, může být poté označena jako Typ I [33, 34].

V případě Typu I tvoří hranici dvojčatění rovina zrcadlení jedné varianty struktury vůči druhé. U Typu II jde o spojení dvou fází pootočených vůči sobě o 180° v ose roviny. Pokud bude uvažována tetragonální mřížka, pak jsou oba dva typy stejné, avšak vezme-li se v patrnost monoklinická mřížka 10M nebo 14M martenzitu, vytvoří rotace diametrálně jiný typ hranice dvojčatění. Nedávné experimentální výsledky navíc ukázaly, že pohyblivost Typu II je výrazně vyšší než u Typu I. To dále umocňuje vliv teploty na pohyblivost Typu I, jenž se však nevyskytuje u Typu II [35] (**obr. 5.3**) [34].



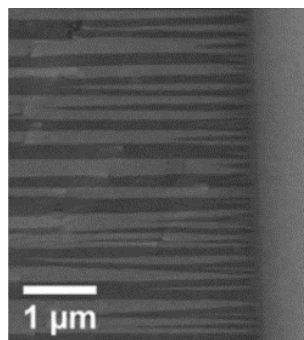
Obr 5.3: Dvojčatění Typu I a Typu II pozorované pomocí optického mikroskopu. Hranice dvojčatění nacházející se výše je Typu I, níže je Typu II [20].

Meso dvojčatění (známé též jako modulační dvojčatění) je typ deformace monoklinické mřížky, při které jsou dvě odlišně natočené oblasti spojeny v jednu tak, že dojde k změně orientace modulačního vektoru (natočení stran zůstane nezměněno) (**obr. 5.4**) [36].



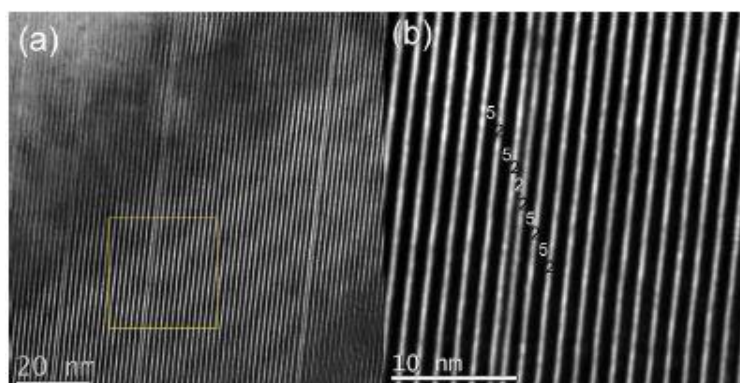
Obr. 5.4: Zobrazení hranic meso dvojčatění (compound twins) na modelu (a), pomocí BSE (b) a EBSD (c) [34].

Další druh se nazývá mikro dvojčatění (jinak také složené dvojčatění) (**obr. 5.5**) a je charakteristický hranicí označovanou a/b . Označení, stejně jako v případě a/c , říká, které strany spolu vstupují do kontaktu. Bylo dokázáno, že může existovat až pět různých poddruhů tohoto typu dvojčatění, přičemž čtyři už byly pozorovány. Jediné nepozorované se nazývá nekonvenční podle očekávané neobvyklé orientace roviny zrcadlení [30, 37, 38].



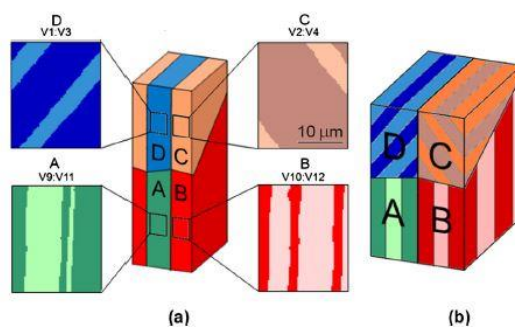
Obr. 5.5: Hranice a/b dvojčatění zachycené pomocí elektronového mikroskopu [37].

Nejnižší úroveň dvojčatění je nano dvojčatění. Tento zatím nejméně prozkoumaný typ zastupuje představu tvorby hranic dvojčatění na úrovni atomárních rovin a vysvětluje vznik modulace ve strukturách 10M a 14M martenzitu. Ta již byla potvrzena pro 14M martenzit při pozorování na transmisním elektronovém mikroskopu s vysokým rozlišením (**obr. 5.6**) [29, 39].



Obr. 5.6: Nano dvojčatění pozorované v 14M martenzitu pomocí HRTEM [39].

Není nutnou podmínkou, že materiál musí obsahovat jen jeden typ dvojčatění. Příkladem může být právě slitina Ni-Mn-Ga, ve které lze pozorovat všechny výše popsané druhy (**obr. 5.7**). Velká pohyblivost hranic dvojčatění u této slitiny je pravděpodobně důsledkem dvojčatění na všech popsaných úrovních [34, 36].



Obr. 5.7: Schématické znázornění několika úrovní dvojčatění. Oblasti AB a CD jsou odděleny *a/c* hranicí dvojčatění, přičemž meso hranice dále rozděluje obě oddělené plochy na další úseky. Dále je zde v rámečcích (a) a modelovém tělese (b) naznačena orientace *a/b* hranic dvojčatění [34].

6 Metody pro pozorování

Pro pochopení dějů, které probíhají v materiálech, je zapotřebí studium struktury. Bohužel, samotné lidské oko toho není schopno, a proto byly vyvinuty přístroje umožňující dostatečné optické zvětšení. Příkladem takovýchto zařízení mohou být lupa, světelný mikroskop či elektronový mikroskop.

6.1 Světelná mikroskopie

Světelný mikroskop patří do skupiny zařízení umožňujících pozorovat struktury, které jsou pouhým okem nepostřehnutelné. Tvoří jej soustava čoček (objektiv a okulár), jejichž úkolem je dosáhnout co největšího zvětšení při dostatečné rozlišovací úrovni. Ta sice představuje jednu z nejdůležitějších veličin ovlivňujících možnosti pozorování, avšak negarantuje rozpoznatelnost jednotlivých objektů. Proto byl zaveden termín kontrast, který představuje rozdíl jasu mezi pozorovaným objektem a pozadím. Jeho velikost ovlivňuje příprava vzorku či použité optické metody. Mezi ty nejčastější patří [4, 40]:

- světlé pole,
- tmavé pole,
- šikmé osvětlení,
- polarizované světlo,
- fázový kontrast,
- diferenciální interferenční kontrast.

Světlé pole je jednou z nejčastěji používaných metod. Využívá osvětlení z externího zdroje, které se odráží od vzorku a dopadá do objektivu nebo mimo něj v závislosti na úhlu odrazu. Plochy kolmé k záření se jeví světle (dochází k odrazu paprsků zpět do objektivu), zatímco plochy šikmé tmavě (odraz mimo objektiv) [4, 40].

Tmavé pole funguje na podobném principu jako světlé pole. Zásadní rozdíl představuje kosé osvětlení vzorku, při kterém se plochy kolmé k objektivu jeví tmavě, zatímco ostatní plochy světle [4, 40].

Termín šikmé osvětlení představuje modifikaci pozorování v světlém poli, při které dochází k ne zcela kolmému osvětlení povrch vzorku. To zvyšuje kontrast a utváří jakoby prostorový vjem struktury [4, 40, 41].

Metoda polarizovaného světla využívá principu světlého pole obohaceného o dvě polarizační destičky označované jako analyzátor a polarizátor (**obr. 6.1**). Polarizátor vytváří polarizované světlo dopadající na vzorek, které způsobuje změnu směru polarizace. Odtud je světlo odraženo přes analyzátor do okuláru. Tento způsob využívá optické izotropie a anizotropie různých druhů krystalových mřížek [16, 40, 42].

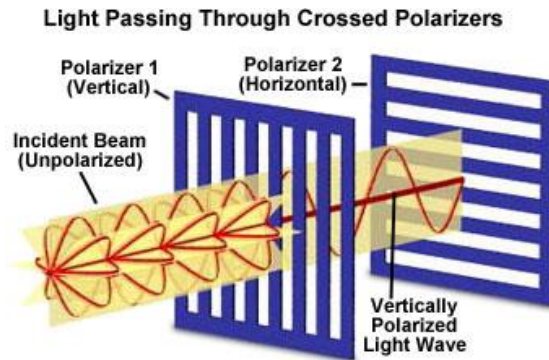


Figure 1

Obr. 6.1: Průchod světla přes analyzátor a polarizátor [42].

Další metodou je fázový kontrast, který využívá vlivu intenzity obrazu na fázové posuvy vzniklé při kontaktu záření s reliéfem vzorku. To umožňuje zvýraznění i velmi malých detailů [40, 42].

Diferenciální interferenční kontrast (DIC) je metoda, kterou objevil George Nomarski (proto se také označuje jako Nomarského metoda). Používá dva modifikované Wollastonovy hranoly k rozkládání a následnému skládání světelných paprsků za vzniku barevného kontrastu (obr. 6.2). Protože tato technika zvýrazňuje především oblasti s různým výškovým reliéfem nebo úhlem natočení povrchu vůči dopadajícímu paprsku, je DIC ideálním pomocníkem při pozorování hranic dvojčatění [40, 42].

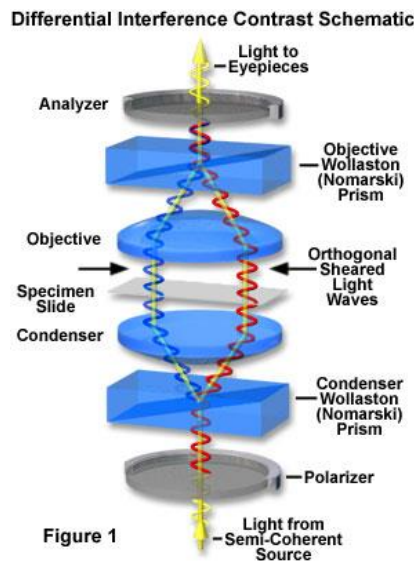


Figure 1

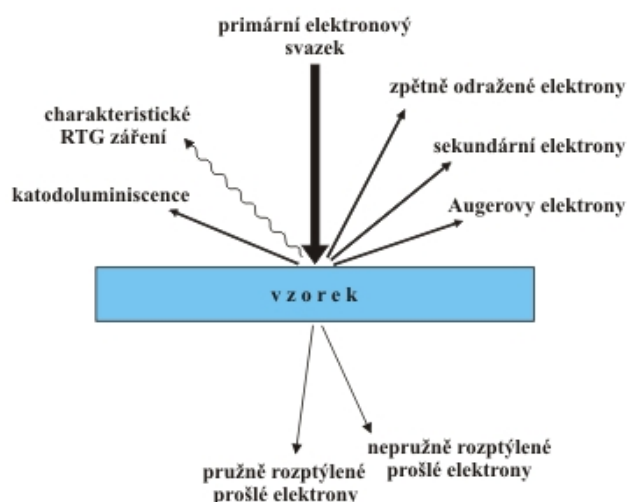
Obr. 6.2: Průchod světla optickou soustavou při použití DIC [42].

V této práci bylo pozorování hranic dvojčatění uskutečněno světelným mikroskopem Olympus GX51 nacházejícím se na Ústavu materiálových věd a inženýrství na FSI v Brně. Pro zachycení videa a obrázků byla k mikroskopu připojena kamera Nikon DS-Fi 1 a počítač s nainstalovaným programem NIS-Elements Advanced Research (pro vytváření videa byl navíc nainstalován program CamStudio). Aby se pozorovaná struktura během zvětšení (maximální bylo 200x) lépe pozorovala, byly použity filtry umožňující DIC.

6.2 Elektronová mikroskopie

Elektronová mikroskopie pracuje na podobném principu jako světelná, avšak v tomto případě není k pozorování užito světlo, ale elektrony, které díky své vlnové délce umožňují větší rozlišovací schopnost. Vylétají z katody přes elektromagnetické čočky na povrch vzorku. Na něm může nastat absorpce, odraz nebo vyražení elektronu (označovaného sekundární) z materiálu za vzniku charakteristického záření (**obr. 6.3**). Protože chemické složení pozorované oblasti má zásadní vliv na některé fyzikální faktory (energie a vlnová délka záření, množství absorbovaných a odražených elektronů), slouží elektronový mikroskop také jako výborný pomocník při lokálním zjišťování obsahu chemických prvků. Pro určování chemických a strukturních vlastností se nejčastěji používají [4]:

- energiově disperzní spektroskopie,
- vlnově disperzní spektroskopie,
- difrakce zpětně odražených elektronů.



Obr. 6.3: Schéma interakce dopadajícího elektronového svazku s povrchem [43].

Jednu z možností zjišťování chemického složení pomocí elektronového mikroskopu představuje energiově disperzní spektroskopie (EDS). Principem této metody je analýza energie záření, při které je možné určit lokální obsah chemických prvků (velikost energie záření totiž nabývá konkrétních hodnot pro každý prvek) [4].

Dalším typem je metoda známá pod zkratkou WDS (Wave Dispersive Spectroscopy), která využívá podobně jako EDS vlnění vzniklé při interakci elektronů se vzorkem. Rozdíl spočívá v tom, že se pro určení chemického složení nepoužívá rozdílů v energiích, ale ve vlnových délkách záření [4].

Elektronový mikroskop může být použit i v případě určování krystalové orientace jednotlivých zrn materiálu. K tomuto účelu se využívá difrakce zpětně odražených elektronů označovaná EBSD (Electron Backscatter Diffraction). Během EBSD je vzorek nakloněn a odráží elektrony na detektor, který posílá informace výpočetnímu zařízení. To po zpracování dat vykreslí Kikuchiho linie, jenž ukazují úhly a vzdálenosti mezi rovinami. Pokud pozorovatel zná strukturu pozorovaného vzorku, může pomocí nich určit výslednou krystalovou orientaci,

protože počet a šířka linií je předurčena typem krystalové mřížky. Při pozorování dvojčatění tak můžeme zjistit, jakými krystalovými rovinami probíhá rovina zrcadlení [44, 45].

Z výše uvedeného textu by mohlo vyplýnout, že elektronové mikroskopy jsou jen analytické přístroje pro určování chemického složení a strukturní orientace. Ve skutečnosti tato zařízení slouží hlavně pro pozorování při velkých zvětšeních. Zásadním pomocníkem zvýrazňujícím odlišnosti zkoumané struktury je kanálovací kontrast. Ten využívá závislosti množství zpětně odražených elektronů na krystalové orientaci (přesněji řečeno na tom, jak moc je mřížka při daném natočení propustná). Dopadající elektrony totiž mohou být v určitých částech vzorku pohlcovány více nebo méně intenzivněji než u oblastí s jiným natočením mřížky. Tím dochází ke kolísání množství zpětně odražených elektronů, což se projevuje odlišným kontrastem [4, 45].

Pro pozorování vzorku byl použit rastrovací elektronový mikroskop Zeiss Ultra Plus, který se také nachází na Ústavu materiálových věd a inženýrství. Pro zpracování informací byl použit software AZtec. Kromě pozorování povrchu vzorku byla provedena chemická a strukturní analýza.

Chemická analýza byla testována EDS metodou pomocí detektoru Oxford Instruments X Max. Strukturní analýza byla uskutečněna EBSD zařízením Nordlys Nano od společnosti Oxford Instruments. Při pozorování bylo použito urychlovací napětí 10 kV.

7 Pozorování

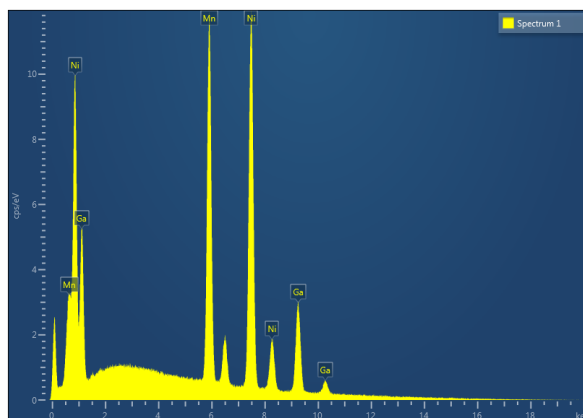
7.1 Studovaný vzorek

Pro experiment byl použit monokrystalický vzorek ze slitiny Ni-Mn-Ga (**obr. 7.1**) s 10M martenzitem a nominálním chemickým složením: 48 hm. % Ni, 28 hm. % Mn a 24 hm. % Ga. Výroba vzorku, kterou uskutečnila finská společnost AdaptaMat Ltd., probíhala následujícím způsobem: modifikovanou Bridgmanovou metodou byl odlit ingot, jenž po ztuhnutí prošel procesem rozřezání souběžně s rovinou (100) a následně leštěním. Opracované těleso má délku 20 mm, šířku 2,5 mm a tloušťku 1 mm. Vzorek byl zapůjčen z Fyzikálního ústavu AV ČR v Praze. Všechna pozorování byla provedena za pokojové teploty.



Obr. 7.1: Použitý vzorek.

Před vlastním pozorováním struktury proběhla na elektronovém mikroskopu metodou EDS chemická analýza, aby byla známa přesná hodnota chemického složení vzorku. Výsledkem, který ukazuje **tabulka 7.1** vycházející z EDS spektra (**obr. 7.2**), je, že složení vzorku odpovídá hodnotám uváděným výrobcem.



Obr. 7.2: EDS spektrum zkoumaného vzorku.

Prvek	Hm. %	Hm. % Sigma	At. %
Ni	48,30	0,17	49,21
Mn	27,94	0,13	30,41
Ga	23,76	0,19	20,38
Celkem:	100,00		100,00

Tabulka 7.1: Chemické složení vzorku (zjištěné pomocí EDS metody) popsané hmotnostními procenty s odchylkou měření a atomovými procenty pro jednotlivé prvky.

7.2 Pozorování hranic dvojčatění

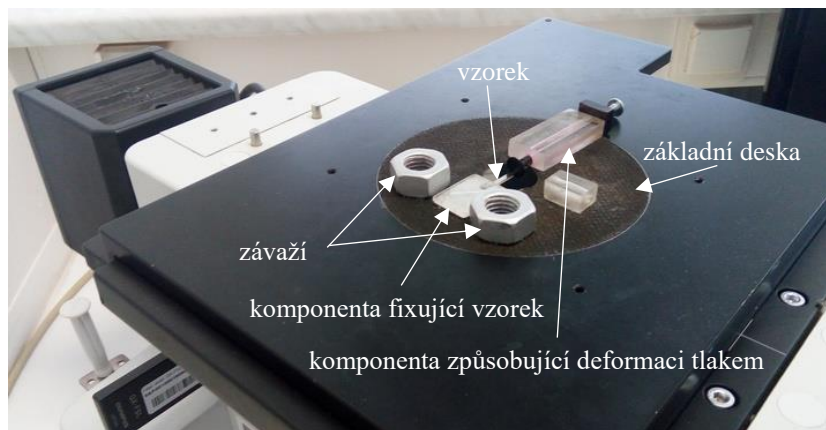
Pro pozorování hranic dvojčatění ve slitině Ni-Mn-Ga bylo zapotřebí vytvořit přípravek, který by umožnil deformaci vzorku a zároveň její pozorování. Při tom muselo zůstat na paměti, že: přílišné přetvoření může způsobit poškození vzorku, hloubka ostrosti světelného mikroskopu dosahuje pouze nízkých hodnot, tloušťka výrobního materiálu musí být co nejmenší. V konečném důsledku proto výsledný přípravek tvoří (**obr. 7.3**):

- základní deska,
- komponenta fixující vzorek,
- komponenta způsobující deformaci tlakem,
- závaží.

Základní desku tvoří mezikruží o tloušťce 1 mm, vnějším průměru 110 mm a vnitřním průměru 22 mm. Jakákoliv jiná velikost by přivodila nepoužitelnost přípravku z důvodu nekompatibility rozměru mezikruží se stolem mikroskopu. Základní deska slouží jako základna pro umístění všech komponent.

Ačkoliv bylo potřeba vzorek deformovat během pozorování, muselo být zajištěno jeho částečné ukotvení, protože nadměrný pohyb by způsobil neefektivnost celého procesu. Z toho důvodu byl do přípravku zahrnut prvek (komponenta fixující vzorek), který odebírá některé stupně volnosti zkoumaného tělesa a tím jej udržuje skoro celou dobu v poloze kolmé na směr deformace.

Pro odstranění dvojčatění je možné použít tlak (**kapitola 7.4**). K tomu slouží komponenta způsobující deformaci tlakem. Skládá se z malého ocelového válce zakončeného kruhovitou plochou působící v ose vzorku. Součástí mechanismu je navíc pružina a šroubení, které umožňuje rovnoměrné a citlivé použití síly, což slouží jako prevence poškození vzorku.

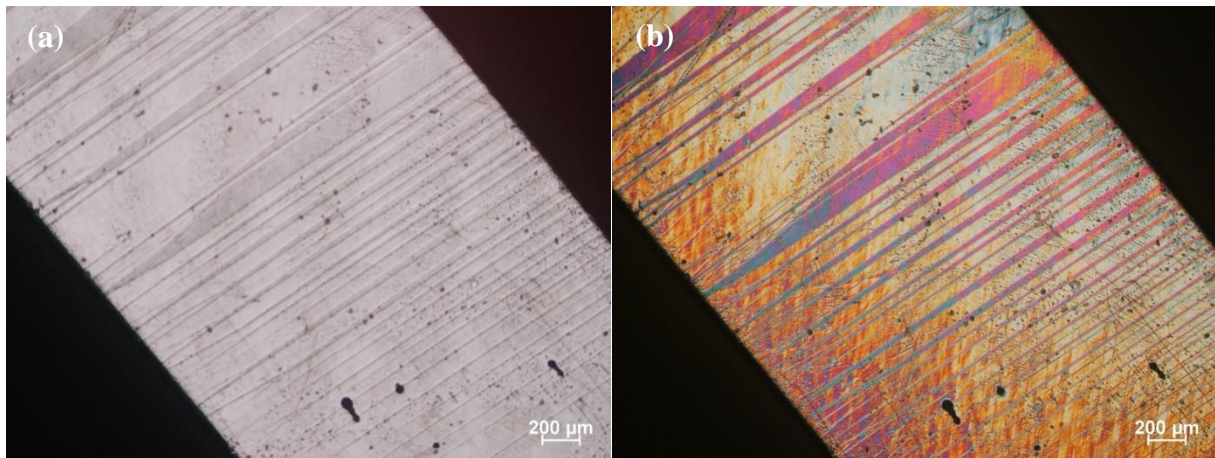


Obr. 7.3: Přípravek použitý pro deformaci vzorku.

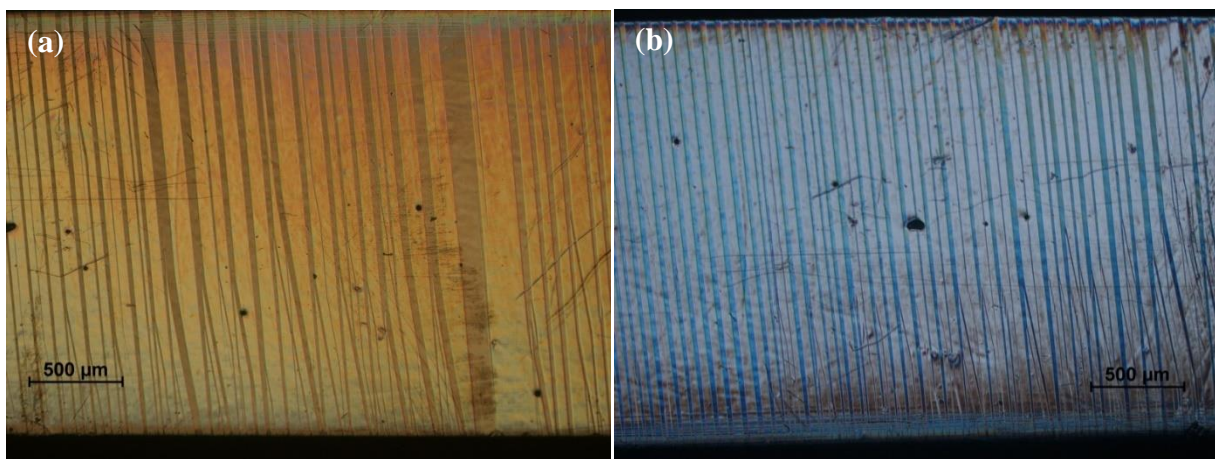
Před pozorováním vzorku bylo nutné ve struktuře vytvořit hranice dvojčatění. Jelikož, jak dále ukazuje kapitola 7.4, napětí potřebné pro práci s dvojčatěním nedosahuje vysokých hodnot, stačilo při experimentu aplikovat velmi malé síly. K tomu účelu byla použita pinzeta.

Prvním přístrojem použitým pro pozorování struktury slitiny Ni-Mn-Ga byl světelný mikroskop. Zpočátku byl při padesátinásobném zvětšení porovnán vliv Nomarského kontrastu na viditelnost hranic dvojčatění. Z **obr. 7.4** je zřejmé, že DIC různě zbarvil oblasti s odlišným natočením povrchu, což umožnilo lepší rozlišení sledované plochy. Vyvolaná barva mohla být následně upravena tak, aby vznikl co největší kontrast (**obr. 7.5**).

Jelikož je *a/c* dvojčatění pozorovatelné pouhým okem, umožnila už malá zvětšení dostatečné zvýraznění hranic dvojčatění (**obr. 7.4** a **obr. 7.5**). To je velmi výhodné, neboť členitý povrch vzorku vytvořený dvojčatěním a malá hloubka ostrosti světelného mikroskopu způsobují při velkých zvětšeních neostrost obrazu.

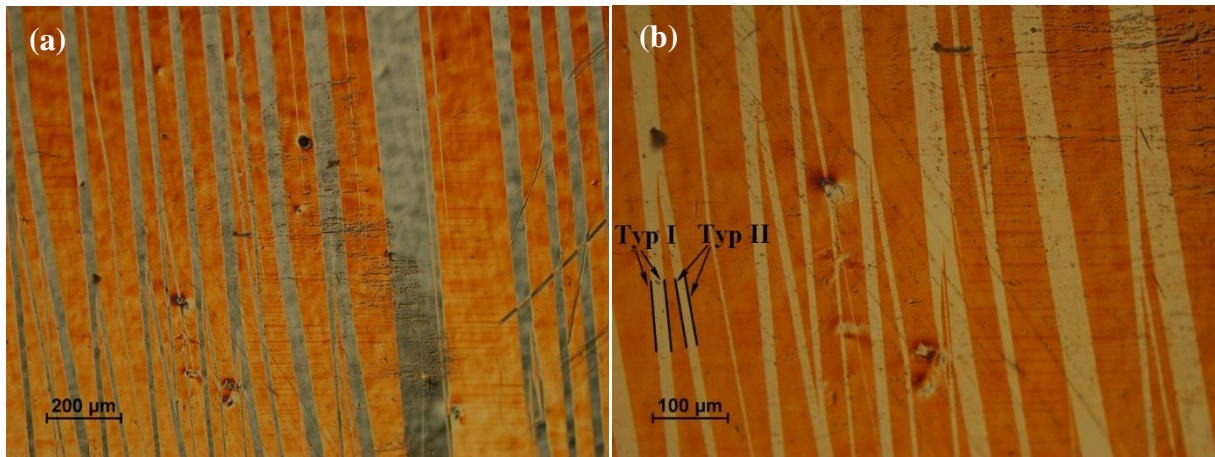


Obr. 7.4: Pozorování *a/c* dvojčatění na světelném mikroskopu při zvětšení 50x bez použití DIC (a) a s jeho použitím (b).



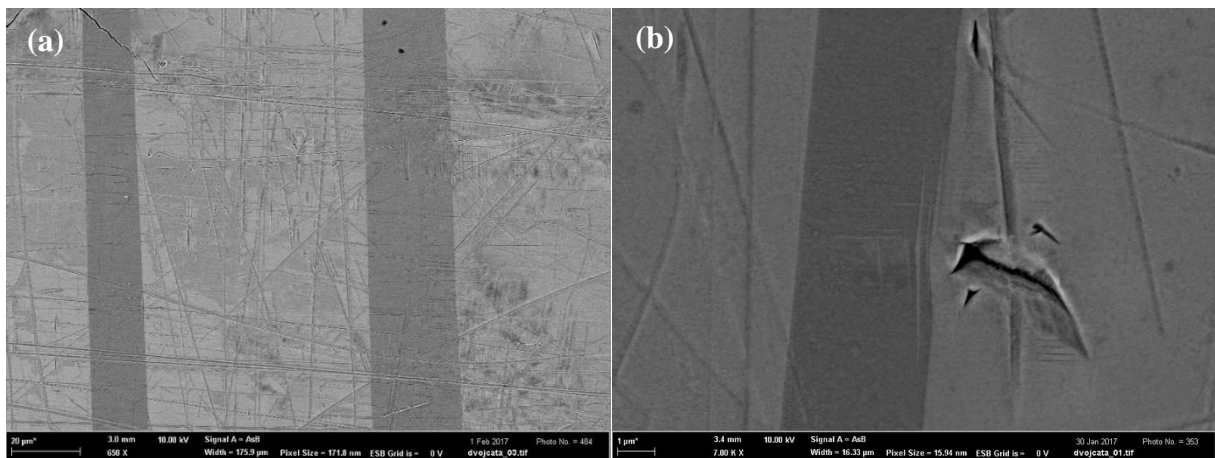
Obr. 7.5: Různá zbarvení struktury obsahující *a/c* dvojčatění vyvolaná metodou DIC při zvětšení 50x.

Světelný mikroskop umožnil pozorování rozdílu mezi *a/c* dvojčatěním Typu I a Typu II. Jak je vidět na **obr. 7.6** (při stonásobném a dvětnásobném zvětšení), ale také na **obr. 7.5** (při padesátinásobném zvětšení), kraje vzorku obsahovaly hranice dvojčatění, které se protínaly pod určitým úhlem. Protože každý typ probíhá specifickou krystalovou rovinou, leží různé druhy vůči sobě nerovnoběžně. Pozorované hranice dvojčatění tedy představují kombinaci obou dvou typů.



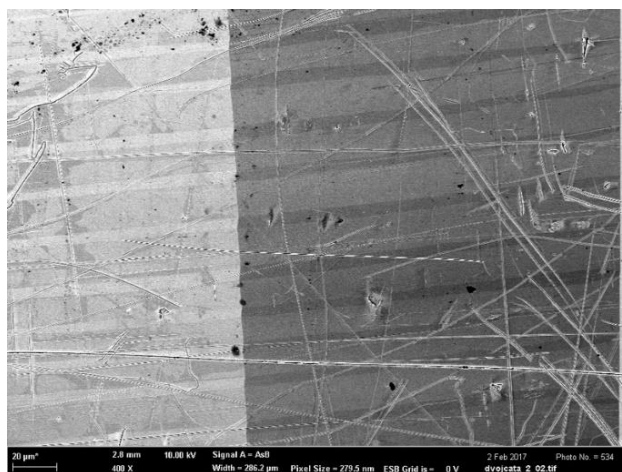
Obr. 7.6: Makro dvojčatění Typu I a Typu II při zvětšení 100x (a) a 200x (b).

Protože světelný mikroskop již neumožnil získávání nových informací ze sledovaného obrazu, musel se aplikovat mikroskop elektronový. Nejprve byl pozorován stav povrchu vzorku s patrnými *a/c* hranicemi dvojčatění (**obr. 7.7a**) při zvětšení 100x – 7000x. Výhodu této metody představovala velká hloubka ostroty a kanálovací kontrast, což umožnilo zachycení struktury i při zvětšení nedosažitelných pro světelný mikroskop. Díky tomu bylo možné pozorovat interakci hranic dvojčatění s defekty (**obr. 7.7b**), jenž způsobila vznik sub dvojčatění, které má za cíl eliminovat napětí koncentrované v okolí trhliny.



Obr. 7.7: Povrch vzorku pozorovaný pomocí elektronového mikroskopu při zvětšení 650x (a) a interakce hranic dvojčatění s defektem při zvětšení 7000x (b).

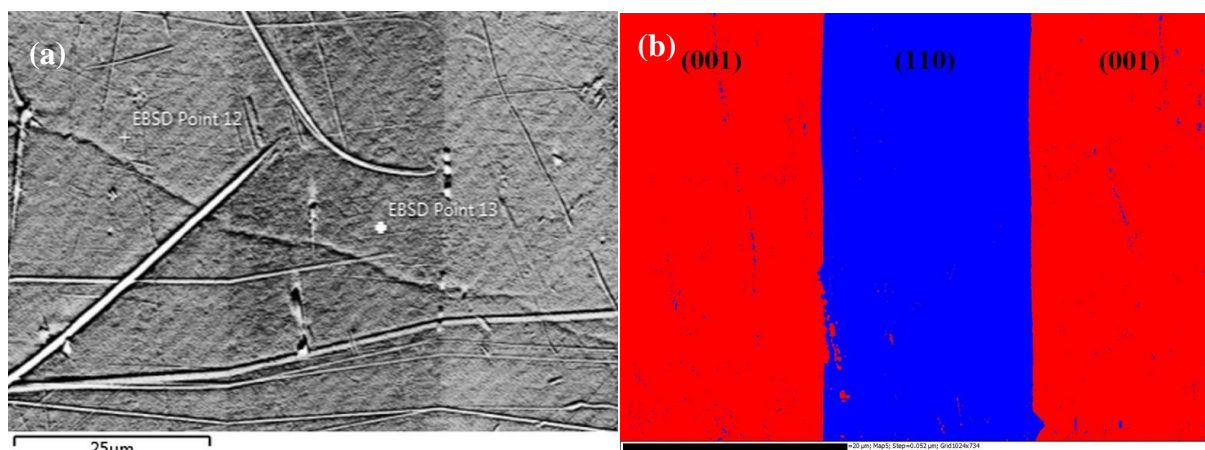
Jedním z cílů použití elektronového mikroskopu také bylo zachycení dalších úrovní dvojčatění. **Obr. 7.8** ukazuje již dříve pozorovaný typ *a/c*, který je pravidelně protínán nižší úrovní dvojčatění – složeným dvojčatěním. To rozděluje materiál na jednotlivé oblasti (domény), které jsou v případě **obr. 7.8** odlišeny různými odstíny šedé barvy. Jejich existence souhlasí s literárními zdroji (například [34] a [36]), které tvrdí, že ve slitinách s tvarovou pamětí existuje více úrovní dvojčatění, což má za následek jejich velkou pohyblivost. Pro pozorování nižších úrovní by bylo nutné pracovat s metodami, které jsou mnohem pokročilejší vzhledem k metodám užitým při tvorbě této práce.



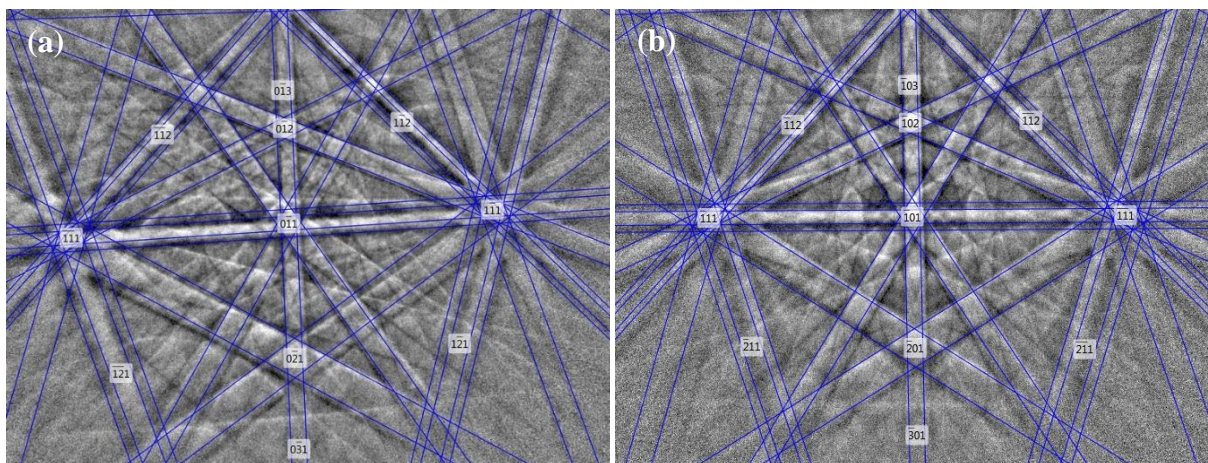
Obr. 7.8: Interakce a/c dvojčatění se složeným dvojčatěním při zvětšení 400x.

7.3 Analýza strukturální orientace

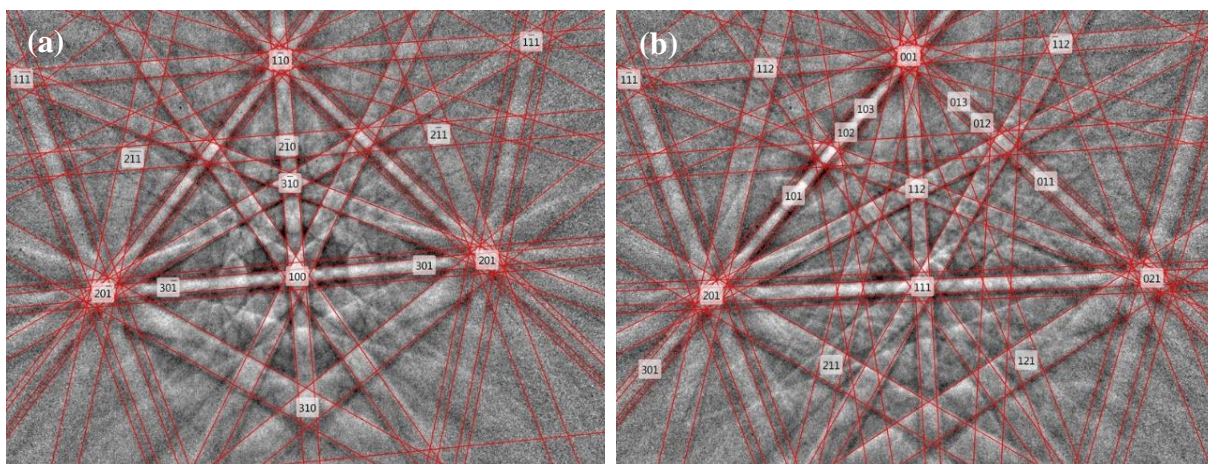
Na elektronovém mikroskopu byla dále provedena analýza strukturální orientace mřížky dvou různě natočených variant dvojčatění odlišených na **obr. 7.9a** odstínem šedé barvy (světlá a tmavá oblast). Jako model původně sloužila kubická mřížka, ale jak ukazuje **obr. 7.10**, Kikuchiho linie úplně nekorrespondovaly s těmi vygenerovanými pomocí databáze měřícího zařízení. Z toho důvodu byly vzaty parametry mřížky 10M ortorombické o rozměrech $a = 4.22 \text{ \AA}$, $b = 4.19 \text{ \AA}$ a $c = 5.55 \text{ \AA}$, které souhlasily více, což potvrzuje **obr. 7.11**. Modelová monoklinická mřížka nebyla uvažována, protože struktura slitiny Ni-Mn-Ga vykazuje pouze malý monoklinický úhel. Výsledek představuje **obr. 7.9b**, jenž barevně odlišuje oblasti s různou orientací mřížky. Analýza EBSD dále ukazuje, že deformace dvojčatěním způsobuje natočení rovin k povrchu ve směrech (001) a (110) (**obr. 7.9b**). To potvrzuje, že struktura SMA se v důsledku tvorby hranic dvojčatění uspořádává do oblastí s rozdílným natočením krystalických rovin, jejichž cílem je omezení napětí v materiálu.



Obr. 7.9: Místa zkoumání strukturální orientace (a) a výsledné barevné odlišení oblastí s různým natočením mřížky doplněná o Millerovy indexy rovin (b).



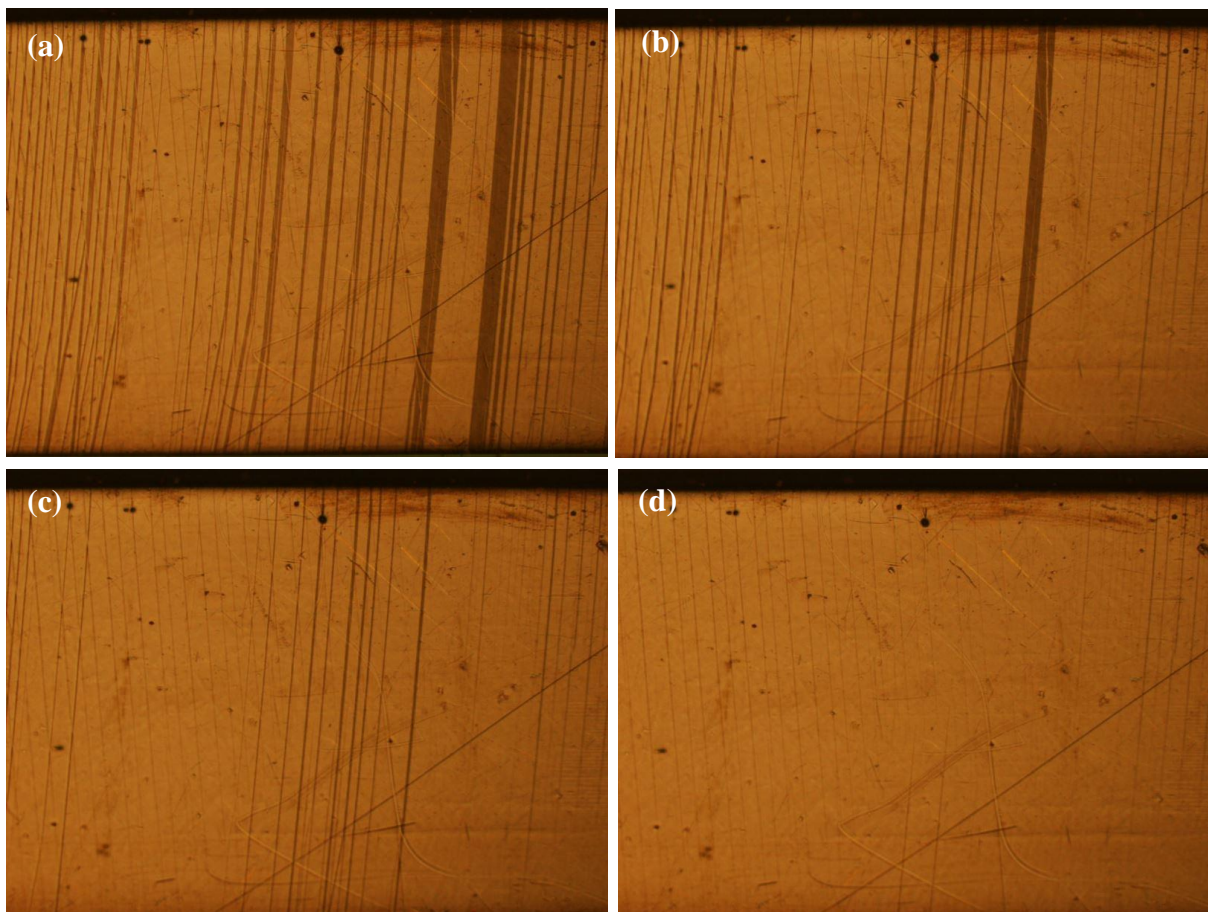
Obr. 7.10: Kikuchiho linie s předpokládaným rozmístěním krystalických rovin uvažované kubické mřížky pro světlou (a) a tmavou (b) oblast.



Obr. 7.11: Kikuchiho linie s předpokládaným rozmístěním krystalických rovin uvažované ortorombické mřížky pro světlou (a) a tmavou (b) oblast.

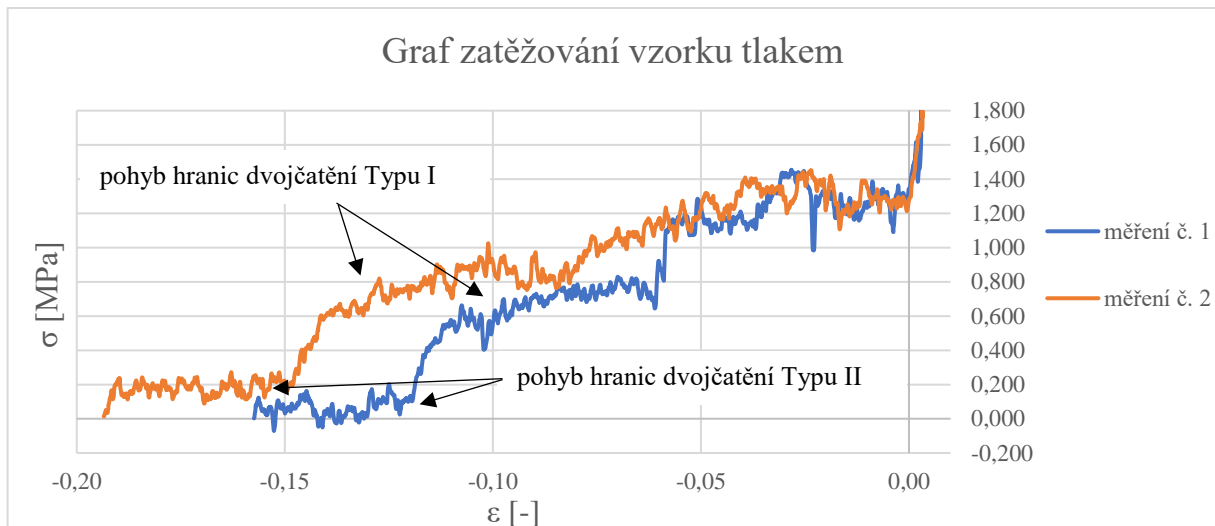
7.4 Pohyb hranic dvojčatění

Pohyb hranic dvojčatění byl vyvolán zatížením tlakem, jelikož pro vznik tahového napětím by se musel použitý přípravek opatřit velmi komplikovanou konstrukcí s úchyty geometrického tvaru vzorku umožňujícími jeho přesné a pevné uchopení. Protože celý průběh zániku hranic dvojčatění v důsledku vnějšího zatížení se nejlépe pozoruje na sekvenci obrázků, byla pomocí světelného mikroskopu a vyrobeného přípravku natočena videa, která zachycují reakci vzorku na zatěžování tlakem. **Obr. 7.12** jasně ukazuje, že hranice dvojčatění v důsledku mechanického zatížení nezánikaly najednou, ale postupně. Dá se předpokládat, že pozvolný zánik je způsoben pomalým zvyšováním napětí, při kterém se jednotlivé hranice dvojčatění staly pro materiál energeticky nevýhodné. Vytvořená videodokumentace zachytávající průběh tohoto jevu je součástí příloh.



Obr. 7.12: Ukázka postupného zániku hranic dvojčatění zachycená na videu č. 2 při zvětšení 50x.

Experimentální zatěžování vzorku tlakem bylo dále provedeno na elektromechanickém zkušebním stroji ZWICK 250 využívaném pro zkoušky tahem/tlakem na Ústavu fyziky materiálů AV ČR v Brně. Cílem bylo pomocí dvou na sobě nezávislých měření určit, jak velké napětí je potřebné pro pohyb hranic dvojčatění. Protože výchozím stavem je struktura, která neobsahuje hranice dvojčatění, muselo dojít i v tomto případě k jejich umělému vytvoření pomocí pinzety. To mělo za následek nepatrné prodloužení materiálu. Výsledek měření představuje graf závislosti napětí na deformaci (**obr 7.13**). Hodnoty napětí na ose y byly vypočteny ze získaných hodnot použité síly při uvažovaném průřezu vzorku 2,5 mm x 1 mm.



Obr. 7.13: Závislost napětí na deformaci při zatěžování zdvojčatělého vzorku tlakem.

Jak ukazuje **obr 7.13**, byla provedena 2 měření, jejichž výsledkem jsou křivky s podobným průběhem, ale rozdílnými hodnotami napětí a deformace, což zapříčinila rozdílná délka vzorku na počátku každé zkoušky tlakem způsobená jiným počtem hranic dvojčatění. Obě dvě křivky by se však daly rozdělit na 4 charakteristické části: Na počátku nastal pohyb hranic dvojčatění Typu II, což se projevilo napětím okolo hodnoty 0,2 MPa. V 2. oblasti již byl pohyb Typu II vyčerpán a došlo k postupnému růstu pnutí. Přibližně od hodnoty 0,6 MPa nastaly nové poklesy napětí způsobené pohyby hranic Typu I, které pokračovaly až do okamžiku vymizení všech hranic dvojčatění. Následkem toho byl prudký růst napětí a počátek konvenční elastické deformace materiálu.

Ze získané závislosti je tedy patrné, že napětí potřebné pro pohyb hranic dvojčatění Typu I dosahuje přibližné hodnoty 0,6 MPa. Hodnotu napjatosti, při které došlo k pohybu Typu II se nepodařilo přesně zachytit, jelikož má tak nízkou hodnotu, že ani použité měřicí zařízení nezaznamenalo počátek deformace. Naměřená data však dokazují, že slitina Ni-Mn-Ga se řadí mezi materiály s malým napětím potřebným pro pohyb hranic dvojčatění, což se shoduje s výsledky experimentu v [35].

8 Závěr

Cílem této bakalářské práce bylo pozorování hranic dvojčatění na monokrystalu magnetické slitiny s tvarovou pamětí Ni-Mn-Ga se strukturou 10M martenzitu pomocí světelné a elektronové mikroskopie. Teoretická část této práce popisuje koncept tvarové paměti, zkoumanou slitinu a pojem dvojčatění, jeho jednotlivé úrovně a typy hranic dvojčatění. Dále popisuje některé experimentální metody, které mohou sloužit k studiu mikrostruktury.

Prvořadou úlohou této práce bylo vytvoření přípravku pro uchycení vzorku do světelného mikroskopu. Přípravek umožňuje snímání obrázků, které zachycují strukturu a potvrzují zásadní vliv kontrastu na rozlišitelnost hranic dvojčatění. Hlavně však umožňuje záznam videosekvencí s pohybem hranic dvojčatění v reálném čase.

Pomocí EDS bylo zjištěno, že přesné složení studované slitiny odpovídá 49,2 at. % Ni, 30,4 at. % Mn a 20,4 at. % Ga. Analýza pomocí EBSD ukázala, že jednotlivé varianty dvojčat jsou natočeny ke studovanému povrchu buď rovinami (001) nebo (110) uvažované ortorombické struktury 10M. Součástí práce jsou také naměřené hodnoty napětí a deformace při zatěžování vzorku tlakem. Ty ve shodě s použitou literaturou ukazují, že zatížení 0,6 MPa nastartuje pohyb hranic dvojčatění Typu I a 1,3 MPa způsobí vymizení dvojčatění z celého objemu vzorku. Hodnoty napětí potřebného pro pohyb hranic dvojčatění Typu II nepřesahují ~0,2 MPa a jsou tedy oproti Typu I výrazně nižší.

Pro vytvoření mikrostruktury s dvojčaty a jejich následnou eliminaci bylo použito mechanické zatížení, protože vytvořený přípravek neumožňuje zatěžování magnetickým polem. Samotné zkoumání na mikroskopu poté ověřilo funkčnost použitého přípravku, potvrdilo účinnost tlakového zatížení a naznačilo náměty na zlepšení, které by zvýšily kvalitu pozorování či zatěžování vzorku. Jejich uskutečnění by vyžadovalo specializovanější výrobou jednotlivých komponent, úpravu konstrukce a změnu použitého materiálu.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] HECZKO, Oleg, Nils SCHEERBAUM a Oliver GUTFLEISCH. Magnetic Shape Memory Phenomena. In: LIU, J. Ping, Eric FULLERTON, Oliver GUTFLEISCH a David J. SELLMYER. *Nanoscale Magnetic Materials and Application*. New York: Springer, 2009, s. 399-439. ISBN 978-0-387-85598-1.
- [2] BHATTACHARYA, Kaushik. *Microstructure of martensite: why it forms and how it gives rise to the shape-memory effect*. Oxford: Oxford University Press, 2003, xi, 288 s. : il., čb. fot. ISBN 0198509340.
- [3] PILCH, Jan. *Studium funkčních vlastností tenkých vláken NiTi pro aplikace v smart strukturách a textiliích*. Praha: Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2011. Disertační práce. Vedoucí práce prof. RNDr. JAROSLAV POKLUDA, CSc.
- [4] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. Brno: CERM, 2001, 505 s. : il. ISBN 8072041932.
- [5] FREED, Yuval a Jacob ABOUDI. Micromechanical prediction of the two-way shape memory effect in shape memory alloy composites. *International Journal of Solids and Structures*. 2009, **46**(7–8), 1634-1647. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2008.12.004>. ISSN 00207683. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020768308005076>
- [6] TILLEY, Richard J. D. *Understanding Solids: The Science of Materials*. 2nd ed. New York: John Wiley, 2013. ISBN 978-1-118-42346-2.
- [7] OTSUKA, K. a X. REN. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*. 2005, **50**(5), 511-678. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2004.10.001>. ISSN 00796425. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642504000647>
- [8] KIM, Hyun-Chul, Young-Ik YOO a Jung-Ju LEE. Development of a NiTi actuator using a two-way shape memory effect induced by compressive loading cycles. *Sensors and Actuators A: Physical*. 2008, **148**(2), 437-442. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2008.08.019>. ISSN 09244247. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924424708004639>
- [9] BUEHLER, W. J., J. V. GILFRICH a R. C. WILEY. Effect of Low-Temperature Phase Changes on the Mechanical Properties of Alloys near Composition TiNi. *Journal of Applied Physics*. American Institute of Physics, 1963/05/01, **34**(5), 1475-1477. DOI: 10.1063/1.1729603. ISSN 00218979. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1729603>
- [10] KAUFFMAN, GEORGE B. a ISAAC MAYO. The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications. *The Chemical Educator*. 1997, **2**(2), 1-21. DOI: 10.1007/s00897970111a. ISSN 14304171. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.1007/s00897970111a>

- [11] ŠESTÁK, Petr. *Strukturní a mechanické charakteristiky slitiny NiTi stanovené ab-initio metodami*. Brno, 2009, 88 s. Disertační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce prof. RNDr. Jaroslav Pokluda, CSc.
- [12] NAGASAWA, A., K. ENAMI, Y. ISHINO, Y. ABE a S. NENNO. Reversible shape memory effect. *Scripta Metallurgica*. 1974, **8**(9), 1055-1060. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/S0036-9748\(74\)80003-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0036-9748(74)80003-7). ISSN 00369748. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0036974874800037>
- [13] GREEN, Martin L a Morris COHEN. Pseudotwinning and pseudoelasticity in β Fe-Be alloys. *Acta Metallurgica*. 1979, **27**(9), 1523-1538. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(79\)90175-5](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(79)90175-5). ISSN 00016160. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0001616079901755>
- [14] HECZKO, O. Magnetic shape memory effect and highly mobile twin boundaries. *Materials Science and Technology*. Taylor & Francis, 2014/11/01, **30**(13), 1559-1578. DOI: 10.1179/1743284714Y.0000000599. ISSN 02670836. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000599>
- [15] SOZINOV, A., N. LANSKA, A. SOROKA a W. ZOU. 12% magnetic field-induced strain in Ni-Mn-Ga-based non-modulated martensite. *Applied Physics Letters*. American Institute of Physics, 2013/01/14, **102**(2), 021902. DOI: 10.1063/1.4775677. ISSN 00036951. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.1063/1.4775677>
- [16] HALLIDAY, David, Robert RESNICK, Jearl WALKER a Petr DUB. *Fyzika. Svazek 2*. 2. přeprac. vyd. Brno: VUTIUM, 2013, 1 sv. (různé stránkování) : obr., barev. fot., gra. ISBN 9788021441231.
- [17] CALLISTER, William D. a David G. RETHWISCH. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. 9th Edition. New York: John Wiley, 2013. ISBN 978-1-118-32457-8.
- [18] Properties of Magnets. *TutorVista.com* [online]. ©2017 [cit. 2017-03-22]. Dostupné z: <http://physics.tutorvista.com/electricity-and-magnetism/properties-of-magnets.html>
- [19] GIVORD, Dominique. Magnetic Order. In: BASSANI, Franco, Gerald L. LIEDL a Peter WYDER. *Encyclopedia of Condensed Matter Physics*. Volume one. Amsterdam: Elsevier, 2005, s. 211-219. ISBN 978-0122276101.
- [20] KOPECKÝ, Vít. *Twin boundaries in 10M martensite of Ni-MN-Ga alloy*. Praha, 2016, 61 s. Diplomová práce. České vysoké učení technické v Praze, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská. Vedoucí práce Mgr. Ing. Oleg Heczko, Ph.D.
- [21] KAINUMA, R., Y. IMANO, W. ITO, et al. Magnetic-field-induced shape recovery by reverse phase transformation. *Nature*. 2006/02/23/print, **439**(7079), 957-960. ISSN 00280836. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.1038/nature04493>
- [22] HEUSLER, F., W. STRACK a E. HAUPT. Über magnetische Manganlegierungen. In: SCHEEL, Karl. *Verhandlungen der Deutschen Physikalischen Gesellschaft*. 5. Jahrg. Nr.12. Braunschweig, 1903.

- [23] GRAF, Tanja, Claudia FELSER a Stuart S.P. PARKIN. Simple rules for the understanding of Heusler compounds. *Progress in Solid State Chemistry*. 2011, **39**(1), 1-50. DOI: <http://doi.org/10.1016/j.progsolidstchem.2011.02.001>. ISSN 00796786. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079678611000021>
- [24] WEBSTER, P. J., K. R. A. ZIEBECK, S. L. TOWN a M. S. PEAK. Magnetic order and phase transformation in Ni₂MnGa. *Philosophical Magazine Part B*. Taylor & Francis, 1984/03/01, **49**(3), 295-310. DOI: 10.1080/13642817408246515. ISSN 13642812. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.1080/13642817408246515>
- [25] DUTTA, B., A. ÇAKIR, C. GIACOBBE, A. AL-ZUBI, T. HICKEL, M. ACET a J. NEUGEBAUER. Ab initio. *Physical Review Letters*. American Physical Society, 2016, **116**(2), 025503--. Dostupné také z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.116.025503>
- [26] MURRAY, S. J., M. MARIONI, S. M. ALLEN, R. C. O'HANDLEY a T. A. LOGRASSO. 6% magnetic-field-induced strain by twin-boundary motion in ferromagnetic Ni–Mn–Ga. *Applied Physics Letters*. American Institute of Physics, 2000/08/02, **77**(6), 886-888. DOI: 10.1063/1.1306635. ISSN 00036951. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1306635>
- [27] SOZINOV, A., A. A. LIKHACHEV, N. LANSKA a K. ULLAKKO. Giant magnetic-field-induced strain in NiMnGa seven-layered martensitic phase. *Applied Physics Letters*. American Institute of Physics, 2002/03/04, **80**(10), 1746-1748. DOI: 10.1063/1.1458075. ISSN 00036951. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.1063/1.1458075>
- [28] ZELENÝ, Martin, Ladislav STRAKA, Alexei SOZINOV a Oleg HECZKO. Ab initio. *Physical Review B*. American Physical Society, 2016, **94**(22), 224108--. Dostupné také z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevB.94.224108>
- [29] KAUFMANN, S., U. K. RÖBLER, O. HECZKO, M. WUTTIG, J. BUSCHBECK, L. SCHULTZ a S. FÄHLER. Adaptive Modulations of Martensites. *Physical Review Letters*. American Physical Society, 2010, **104**(14), 145702--. Dostupné také z: <https://link.aps.org/doi/10.1103/PhysRevLett.104.145702>
- [30] SEINER, Hanuš, Ladislav STRAKA a Oleg HECZKO. A microstructural model of motion of macro-twin interfaces in Ni–Mn–Ga 10 M martensite. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 2014, **64**, 198-211. DOI: <http://doi.org/10.1016/j.jmps.2013.11.004>. ISSN 00225096. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022509613002366>
- [31] CAHN, R.W. Twinned crystals. *Advances in Physics*. Taylor & Francis, 1954/10/01, **3**(12), 363-445. DOI: 10.1080/00018735400101223. ISSN 00018732. Dostupné také z: <http://dx.doi.org/10.1080/00018735400101223>

- [32] CHRISTIAN, J.W. a S. MAHAJAN. Deformation twinning. *Progress in Materials Science*. 1995, **39**(1), 1-157. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0079-6425\(94\)00007-7](http://dx.doi.org/10.1016/0079-6425(94)00007-7). ISSN 00796425. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0079642594000077>
- [33] CHRISTIAN, J.W. a D.E. LAUGHLIN. Overview no. 67 The deformation twinning of superlattice structures derived from disordered B.C.C. or F.C.C. solid solutions. *Acta Metallurgica*. 1988, **36**(7), 1617-1642. DOI: [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90230-1](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(88)90230-1). ISSN 00016160. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0001616088902301>
- [34] CHULIST, R., L. STRAKA, N. LANSKA, A. SOROKA, A. SOZINOV a W. SKROTZKI. Characterization of mobile type I and type II twin boundaries in 10M modulated Ni–Mn–Ga martensite by electron backscatter diffraction. *Acta Materialia*. 2013, **61**(6), 1913-1920. DOI: <http://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.12.012>. ISSN 13596454. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645412008701>
- [35] STRAKA, L., A. SOROKA, H. SEINER, H. HÄNNINEN a A. SOZINOV. Temperature dependence of twinning stress of Type I and Type II twins in 10M modulated Ni–Mn–Ga martensite. *Scripta Materialia*. 2012, **67**(1), 25-28. DOI: <http://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.03.012>. ISSN 13596462. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646212001753>
- [36] STRAKA, L., O. HECZKO, H. SEINER, et al. Highly mobile twinned interface in 10 M modulated Ni–Mn–Ga martensite: Analysis beyond the tetragonal approximation of lattice: Analysis beyond the tetragonal approximation of lattice. *Acta Materialia*. 2011, **59**(20), 7450-7463. DOI: <http://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.09.020>. ISSN 13596454. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645411006574>
- [37] HECZKO, Oleg, Ladislav KLIMŠA a Jaromír KOPEČEK. Direct observation of a-b twin laminate in monoclinic five-layered martensite of Ni–Mn–Ga magnetic shape memory single crystal. *Scripta Materialia*. 2017, **131**, 76-79. DOI: <http://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.01.010>. ISSN 13596462. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359646217300106>
- [38] HECZKO, O., L. STRAKA a H. SEINER. Different microstructures of mobile twin boundaries in 10 M modulated Ni–Mn–Ga martensite. *Acta Materialia*. 2013, **61**(2), 622-631. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.10.007>. ISSN 13596454. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S135964541200732X>
- [39] GE, Y., N. ZÁRUBOVÁ, O. HECZKO a S-P. HANNULA. Stress-induced transition from modulated 14M to non-modulated martensite in Ni–Mn–Ga alloy. *Acta Materialia*. 2015, **90**, 151-160. DOI: <http://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.02.028>. ISSN 13596454. Dostupné také z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645415001287>

- [40] PLÁŠEK, Jaromír a Josef REISCHIG. Kontrast v optické mikroskopii. *Vesmír* [online]. 1995, **74**(11) [cit. 2017-03-18]. ISSN 1214-4029. Dostupné z: <http://casopis.vesmir.cz/clanek/kontrast-v-opticke-mikroskopii>
- [41] *Mikroskopické metody* [online]. ©2008-2017 [cit. 2017-03-26]. Dostupné z: <http://www.mikroskop-mikroskopy.cz/mikroskopicke-metody>
- [42] *Specialized Microscopy Techniques* [online]. Olympus Microscopy Resource Center, ©2012 [cit. 2017-03-18]. Dostupné z: <http://www.olympusmicro.com/primer/techniques/index.html>
- [43] JÄGER, Aleš a Viera GÄRTNEROVÁ. Elektronovým mikroskopem do nitra materiálů aneb jak vypadá jejich struktura. In: *Fyzikální ústav Akademie věd ČR* [online]. ©2008-2014 [cit. 2017-03-18]. Dostupné z: <http://www.fzu.cz/popularizace/elektronovym-mikroskopem-do-nitra-materialu-aneb-jak-vypada-jejich-struktura>
- [44] HAUŠILD, Petr. *Aplikace difrakce elektronů v řádkovací elektronové mikroskopii (EBSD)* [online]. Praha [cit. 2017-03-18]. Dostupné z: <https://www.xray.cz/xray/csca/kol2005/abst/hausild.htm>
- [45] *Techniques* [online]. Mnichov: Max-Planck-Institut für Eisenforschung, c2003-2017 [cit. 2017-03-22]. Dostupné z: <http://www.mpie.de/3078651/Techniques>

SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

zkratka	význam
10M	pětivrstvý modulovaný martenzit s monoklinickou mřížkou
14M	sedmivrstvý modulovaný martenzit s monoklinickou mřížkou
4O	čtyřvrstvý modulovaný martenzit s ortorombickou mřížkou
at. %	atomová procenta
DIC	diferenciální interferenční kontrast
EBSD	difrakce zpětně odražených elektronů
EDS	energieově disperzní spektrometrie
hm. %	hmotnostní procenta
hm. % Sigma	odchylka hmotnostních procent
MFIS	deformace vytvořená magnetickým polem
MIA	magnetickým polem indukovaný austenit
MIM	magnetickým polem indukovaný martenzit
MIR	strukturní reorientace vytvořená magnetickým polem
MSM	magnetické tvarová paměť
NM	nemodulovaný martenzit s tetragonální mřížkou
SMA	slitina s tvarovou pamětí
WDS	vlnově disperzní spektrometrie

symbol	jednotka	popis
σ^{nucl}	[MPa]	napětí potřebné pro nukleaci hranic dvojčatění
σ_{tw}	[MPa]	napětí potřebné pro pohyb hranic dvojčatění
e/a	[-]	počet valenčních elektronů na atom
c/a	[-]	tetragonalita základní buňky
T_C	[°C]	Curieho teplota
T_M	[°C]	teplota martenzitické transformace
T_N	[°C]	Néelova teplota

SEZNAM PŘÍLOH

Příloha č. 1: Videá zachycující pohyb hranic dvojčatění - CD