



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

**ÚSTAV MECHANIKY TĚLES, MECHATRONIKY A
BIOMECHANIKY**

INSTITUTE OF SOLID MECHANICS, MECHATRONICS AND BIOMECHANICS

**ZPRACOVÁNÍ MĚŘENÍ MECHANICKÝCH
CHARAKTERISTIK MATERIÁLŮ S TVAROVOU PAMĚTÍ
NA BÁZI NITI PŘI CYKlickÉM ZATĚŽOVÁNÍ TAHEM**

EVALUATION OF MECHANICAL CHARACTERISTICS OF SHAPE MEMORY ALLOYS UNDER CYCLIC
LOADING IN TENSION

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

František Faltýnek

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Jana Horníková, Ph.D.

BRNO 2016

Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav mechaniky těles, mechatroniky a biomechaniky
Student:	František Faltýnek
Studijní program:	Strojírenství
Studijní obor:	Základy strojírenství
Vedoucí práce:	doc. Ing. Jana Horníková, Ph.D.
Akademický rok:	2015/16

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:

Zpracování měření mechanických charakteristik materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi při cyklickém zatěžování tahem

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Studium chování materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi zatěžovaných cyklickým tahem.

Cíle bakalářské práce:

Zpracování experimentálních výsledků únavových zkoušek materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi cyklicky namáhaných tahem. Porovnání výsledků a jejich zhodnocení.

Seznam literatury:

Kohl M: Shape Memory Microactuators. Springer, 2004.

Lagoudas D.C.: Shape Memory Alloys. Modeling and Engineering Applications. Springer, 2008.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2015/16

V Brně, dne

L. S.

prof. Ing. Jindřich Petruška, CSc.
ředitel ústavu

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

Abstrakt

Bakalářská práce „Zpracování měření mechanických charakteristik materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi při cyklickém zatěžování tahem“ se zabývá únavou kovových materiálů, především slitiny NiTi označovanou jako Nitinol. V rešeršní části je obecně popsána únava materiálu, neobvyklé vlastnosti Nitinolu v souvislosti s tepelným a mechanickým zpracováním, a jeho únavové chování. V praktické části jsou zpracována data, která byla získána provedením únavových zkoušek Nitinolu ve formě drátu.

Abstract

This bachelor thesis „Evaluation of mechanical characteristics of Shape Memory Alloys under cyclic loading in tension“ is focused on fatigue of metal materials, especially fatigue of NiTi alloy named Nitinol. In the review section, there is generally described material fatigue, unusual properties of Nitinol in connection with thermal and mechanical treatment, and the fatigue behavior of Nitinol. The practical part is based on processing the data, which were obtained from fatigue tests of Nitinol wire.

Klíčová slova

Únava materiálu, Nitinol, austenit, martenzit, fázová transformace, superelastická

Key Words

Material fatigue, Nitinol, Austenite, Martensite, phase transformation, superelasticity

Bibliografická citace

FALTÝNEK, F. *Zpracování měření mechanických charakteristik materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi při cyklickém zatěžování tahem*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 39 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Jana Horníková, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci na téma *Zpracování měření mechanických charakteristik materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi při cyklickém zatěžování tahem* vypracoval samostatně pod vedením doc. Ing. Jany Horníkové Ph.D. s použitím literatury a dalších pramenů uvedených v seznamu použitých zdrojů.

V Brně dne 27. 5. 2016

.....
František Faltýnek

Poděkování

Tímto děkuji vedoucí práce, paní doc. Ing. Janě Horníkové, Ph.D., za cenné rady a připomínky a také za pomoc s praktickou částí této práce. Dále děkuji rodině a přátelům za jejich podporu v průběhu studia.

Obsah

1	Úvod.....	8
2	Únava materiálu.....	9
2.1	Stadium změn mechanických vlastností.....	10
2.2	Hysterezní smyčka a cyklické zpevnění/změkčení materiálu.....	10
2.3	Stadium nukleace trhlin a stadium šíření trhlin.....	11
2.4	Parametry popisující zátěžný cyklus.....	12
3	Materiály s tvarovou pamětí.....	13
3.1	Historie objevu materiálů s tvarovou pamětí.....	13
3.2	Vývoj slitin na bázi NiTi.....	13
3.3	Nitinol.....	14
3.4	Martenzitická transformace.....	15
3.5	Přeměna v martenzitické fázi.....	16
3.6	Efekt tvarové paměti.....	17
3.7	Zpracování tvarové paměti.....	18
3.8	Superelastická nebo pseudoelastická.....	18
3.9	Dvoucestný paměťový efekt.....	19
3.10	Tepelné zpracování Nitinolu.....	20
3.11	Použití Nitinolu.....	21
4	Nízkocyklová únava Nitinolu.....	22
4.1	Strukturní a funkční únava.....	22
4.2	Způsoby testování.....	22
4.3	Popis únavového porušování Nitinolu.....	24
5	Zpracování měření mechanických charakteristik.....	26
5.1	Materiál a vzorky.....	26
5.2	Tahový diagram a Youngův modul pružnosti.....	26
5.3	Průběh zkoušky.....	27
5.4	Cyklické zpevnění a změkčení.....	28
5.5	Relaxace středního napětí.....	31
5.6	Hysterezní smyčky.....	32
6	Závěr.....	34
7	Seznam použitých zdrojů.....	35
	Seznam použitých symbolů a zkratk.....	38

1 Úvod

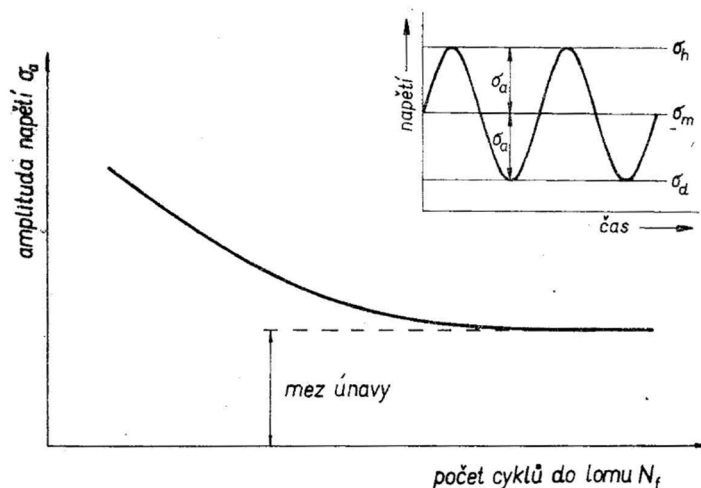
Slitiny niklu a titanu s dalšími neželeznými kovy mají obecně zajímavé a užitečné vlastnosti. Vyznačují se například výbornou odolností vůči korozi, vysokou pevností, houževnatostí nebo žárovečností. Když se zaměříme na slitinu samotného niklu a titanu nazývanou Nitinol, objevíme další pozoruhodné vlastnosti, jako je superelastická a tvarová paměť. Zvláště tvarová paměť nabízí množství využití, jelikož je teplotně závislá a po dosažení určité teploty způsobí, že se i značně zdeformovaný materiál vrátí do výchozího tvaru. Superelastická umožňuje, ve srovnání s konvenčními kovovými materiály, velké vratné deformace. Z praktických aplikací lze jmenovat dráty pro fixaci frakturovaných čelistí, převlečná pouzdra pro spojování hydraulických potrubí, drátky v rovnátkách nebo jako stenty k rozšíření špatně průchozích míst cév.

Cílem této práce je zpracovat měření mechanických charakteristik materiálů s tvarovou pamětí na bázi NiTi při cyklickém zatěžování tahem. V první části budou vysvětleny základní pojmy z únavy kovových materiálů, v navazujících oddílech bude přiblížen princip materiálů s tvarovou pamětí a jejich charakteristické vlastnosti s ohledem na tepelné zpracování, které je pro tyto vlastnosti důležité. Dále bude ukázáno únavové chování Nitinolu nejprve literární rešerší, poté vlastními únavovými testy, jejichž výsledky budou uvedeny v závěrečné části této práce.

2 Únava materiálu

Jen malá část strojních dílců a konstrukcí je namáhána v provozu stálými nebo pomalu plynule se měnícími silami. Většinou jde naopak o opakující se proměnné namáhání (hřídele, čepy kol vozidel, pružiny, ale i tlaková potrubí, mostní konstrukce apod.). Takto namáhané součásti se mohou po určité době provozu porušit při nižším napětí, než je mez pevnosti R_m i mez kluzu R_e materiálu, zjištěné statickou tahovou zkouškou. V takovém případě mluvíme o únavě materiálu a o únavovém lomu [1].

První systematické experimenty prováděl August Wöhler v letech 1852 – 1870. Dodnes je jednou ze základních únavových charakteristik Wöhlerova křivka, která udává závislost amplitudy napětí σ_a (při dané střední hodnotě napětí σ_m) na počtu cyklů do lomu N_f (obr. 2.1). Amplituda napětí, při které nedochází k lomu ani po vysokém počtu cyklů (řádu 10^7), se nazývá mez únavy a značí se σ_c [2]. U některých materiálů není mez únavy zřetelná ani po 10^7 až 10^9 cyklů, a proto byla zavedena smluvní mez únavy vztažená pro cyklické napětí k určitému počtu cyklů do lomu, např. 10^8 [3].

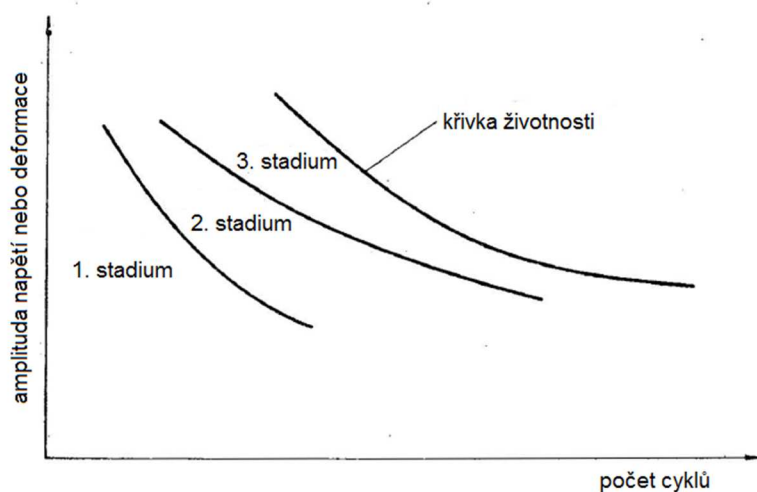


Obrázek 2.1: Wöhlerova křivka. Převzato z [2].

Existence únavy kovů je podmíněna a determinována cyklickou plastickou deformací. Např. amplituda cyklické plastické deformace na mezi únavy (u hladkých vzorků) je bez ohledu na typ materiálu řádu 10^{-5} ; jednosměrná, neopakovaná deformace tohoto řádu nevede k žádným závažnějším změnám ve struktuře materiálu, ani v jeho vlastnostech. Teprve mnohonásobné opakování plastické deformace, byť tak malé, že z hlediska běžného pojetí jde o zatěžování elastické, vede ke kumulativnímu poškození, končícímu únavovým lomu. Elastická deformace nevede k žádným nevratným změnám materiálu, naproti tomu opakovaná plastická deformace k nevratným změnám ve struktuře a v důsledku toho ve vlastnostech materiálu vede. V této souvislosti by bylo dobré připomenout vžitě dělení únavy na vysokocyklovou (počet cyklů do lomu řádu 10^5 a výše) a na nízkocyklovou (počet cyklů do lomu řádu 10^4 a méně). Toto dělení lze považovat za užitečnou konvenci, i když nemá žádné hlubší opodstatnění. Na základě druhů nevratných změn, způsobených cyklickou plastickou deformací, lze celý únavový proces rozdělit na tři po sobě jdoucí a do jisté míry se překrývající stadia:

- a) Stadium změn mechanických vlastností.
- b) Stadium nukleace trhlin.
- c) Stadium šíření trhlin.

Tato stadia jsou znázorněna na obrázku 2.2 v závislosti na amplitudě napětí nebo deformace a počtu cyklů do lomu. Křivka ohraničující 3. stadium je křivkou životnosti neboli Wöhlerovou křivkou. Při jejím dosažení dojde k únavovému lomu [2].



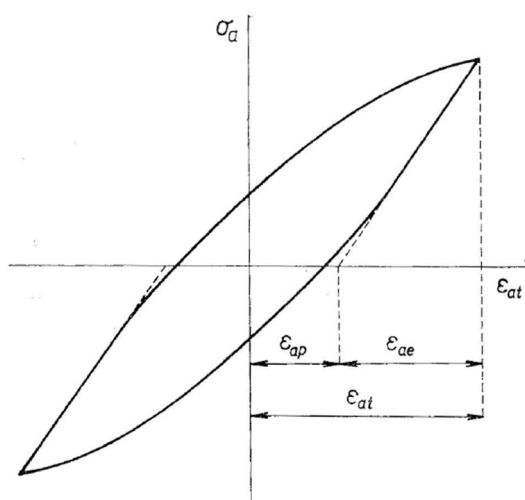
Obrázek 2.2: Stadia únavového porušování. Převzato z [2].

2.1 Stadium změn mechanických vlastností

První stadium únavy je charakteristické zvětšováním hustoty poruch v krystalické mřížce a nerovnoměrnosti jejich rozložení (vznik pásů s vysokou dislokační hustotou). Zároveň se mění vlastnosti materiálu až do určité hodnoty, která pro dané podmínky odpovídá stavu nasycení [1]. Ke změnám dochází s největší intenzitou na počátku cyklického zatěžování, s rostoucím počtem cyklů jejich intenzita klesá a po poměrně malém počtu cyklů (ve srovnání s celkovou životností) se probíhající změny vlastností měřené veličiny zastaví úplně, nebo jsou jen nevýrazné [2].

2.2 Hysterezní smyčka a cyklické zpevnění/změkčení materiálu

Jednou z nejvíce patrných změn při cyklickém zatěžování je zvýšení nebo snížení odporu vůči deformaci. Tyto změny jsou nazývány zpevněním nebo změkčením materiálu. Nejlepší a nejadekvátnější způsob detekce změn mechanických vlastností je přímé měření parametrů hysterezních smyček za chodu zkušebního stroje.

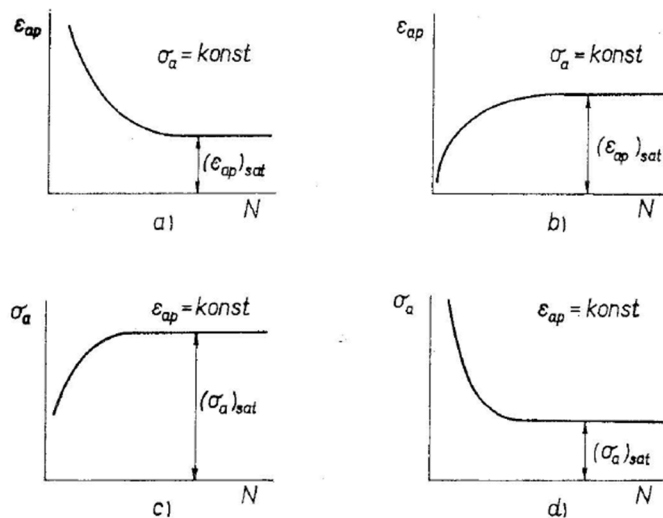


Obrázek 2.3: Schematické znázornění hysterezní smyčky. Převzato z [2].

Hysterezní smyčka je závislost napětí a deformace v jednom zátěžném cyklu. Na obr. 2.3 je schematicky zakreslen její průběh: σ_a je amplituda napětí, ε_{at} je amplituda celkové deformace, ε_{ap} je amplituda plastické deformace, ε_{ae} je amplituda elastické deformace. Pokud dochází ke změnám mechanických vlastností, mění se také tvar hysterezní smyčky.

Při cyklickém zatěžování s konstantní amplitudou napětí (které se také označuje jako měkký režim) se může měnit jen amplituda deformace. Pokud amplituda deformace s počtem cyklů klesá, jde o případ cyklického zpevnění (obr. 2.4 a). Cyklické změkčení se naopak projevuje růstem amplitudy deformace (b). Pro režim zatěžování s konstantní amplitudou deformace (tvrdý režim) se mění jen amplituda napětí. Zde se cyklické zpevnění projevuje růstem amplitudy napětí – roste napětí potřebné k dosažení téže deformace (c), cyklické změkčení je naopak charakterizováno poklesem amplitudy napětí – klesá napětí potřebné k dosažení téže deformace (d). Obecně lze říci, že ke zpevnění dochází u materiálů vyžíhaných. Změkčení můžeme očekávat u materiálů dříve zpevněných např. objemovým tvářením, vytvrzováním nebo tepelným zpracováním [2,3]. Podle empirického pravidla, které bylo zformulováno pomocí údajů z nízkocyklové únavy, lze na základě konvenčních tahových parametrů předpovědět, zda bude materiál cyklicky zpevňovat nebo změkčovat. Pokud poměr pevnosti R_m k mezi kluzu R_e (nebo $R_{p0,2}$) je:

- $(R_m / R_e) > 1,4$ - materiál bude zpevňovat,
- $(R_m / R_e) < 1,2$ - dojde ke změkčení,
- $1,2 < (R_m / R_e) < 1,4$ - cyklické chování nelze předpovědět [2].



Obrázek 2.4: Křivky cyklického zpevnění/změkčení. Převzato z [2].

2.3 Stadium nukleace trhlin a stadium šíření trhlin

Ve druhém stadiu dochází k nukleaci trhlin, a to vždy na volném povrchu zatěžovaného kovu. Oblasti nukleace jsou místa s koncentrací cyklické plastické deformace. Ta souvisí s koncentrací napětí. Nukleaci trhlin lze tedy očekávat v kořenech vrubů, ať jsou to makroskopické vruby plnící určitou funkci, nebo jsou to mikroskopické vruby způsobené povrchovým zpracováním. Z toho vyplývá, že únavová životnost vysoce závisí na povrchové úpravě. Právě mikroskopické vruby se uplatňují v případě homogenního zatěžování. Dokonce i při zatěžování jednoosým tahem, které bude použito v této

práci, je nutné připustit jistou excentricitu zátěžné síly vedoucí ke vzniku malého ohybového napětí na povrchu. Tím se zvýší skutečné napětí v povrchové vrstvě.

Při přechodu na třetí stadium únavového života je nukleace trhlin postupně nahrazena jejich růstem. Při jednoosém zatěžování působí největší smykové napětí v rovině svírající se směrem působícího napětí úhel 45°. Trhliny se tedy šíří ve vhodné skluzové rovině se sklonem blízkým 45°. V průběhu dalšího cyklického zatěžování se podél skluzových rovin trhliny propojují a rostou. S narůstající délkou se však většina trhlin po několika desítkách mikrometrů zastavuje. V růstu pokračuje především hlavní (magistrální) trhlina, která se navíc stáčí do směru kolmého na působící vnější napětí. Na jejím čele vzniká vlivem vysoké koncentrace napětí plastická zóna. Podrobný popis šíření trhliny a modely plastické zóny však nejsou předmětem této práce. Velice pečlivě jsou popsány v práci Klesnila a Lukáše [2].

2.4 Parametry popisující zátěžný cyklus

Zátěžný cyklus má často v důsledku rotačního charakteru strojů harmonický průběh amplitudy napětí (nebo deformace) v závislosti na čase. Narazit můžeme také na jiné průběhy, např. pilovitý nebo trojúhelníkový. Protože ne vždy se jedná o symetrický cyklus, byl zaveden parametr popisující asymetrii R a amplitudový poměr A . Pro jejich vyjádření bude nejprve popsán obecný zátěžný cyklus na obrázku 2.5, kde můžeme nalézt tyto veličiny: amplituda napětí σ_a , střední napětí σ_m , minimální napětí σ_{min} , maximální napětí σ_{max} a rozkmit napětí $\Delta\sigma$. Mezi nimi existují tyto vztahy:

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{max} + \sigma_{min}}{2} \quad (1)$$

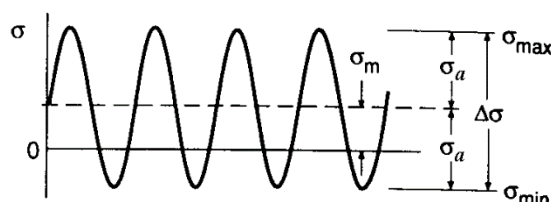
$$\sigma_a = \left| \frac{\sigma_{max} - \sigma_{min}}{2} \right| = \frac{\Delta\sigma}{2} \quad (2)$$

Parametr R a amplitudový poměr A jsou definovány takto:

$$R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{max}} \quad (3)$$

$$A = \frac{\sigma_a}{\sigma_m} \quad (4)$$

Podle výše uvedených vztahů potom pro symetrický cyklus bude $R = -1$, $\sigma_m = 0$, pro pulzující cyklus v tahu $0 < R < 1$; $\sigma_m > \sigma_a > 0$; $0 < A < 1$. Stejně vztahy lze použít také pro zatěžování s konstantní amplitudou deformace, parametr asymetrie se potom značí R_ϵ a amplitudový poměr A_ϵ . [4,5].



Obrázek 2.5: Průběh napětí při cyklickém zatěžování. Převzato z [5].

3 Materiály s tvarovou pamětí

Materiály s tvarovou pamětí jsou vždy slitiny několika vhodných prvků, v angličtině se nazývají Shape Memory Alloys (SMAs). Tato zkratka se obvykle objevuje v odborné literatuře, v této práci bude také používána. SMAs byly v posledních desetiletích hojně zkoumány pro své výjimečné vlastnosti, tvarovou paměť a pseudoelasticitu. Byly pro- věřovány možnosti využití těchto slitin jako funkčních a inteligentních prvků v nejrůz- nějších aplikacích v letectví, medicíně nebo automobilovém průmyslu. V této kapitole bude popsána stručná historie objevu a vývoje SMAs a budou zde přiblíženy jejich charakteristické vlastnosti.

3.1 Historie objevu materiálů s tvarovou pamětí

Objev SMAs dostal své základy již na přelomu 19. a 20. století, kdy německý fyzik Adolf Martens popsal jednu z krystalických fází vyskytující se v kovech, která je cha- rakteristická také pro SMAs – martenzit. Druhou krystalickou fází vyskytující se v SMAs je austenit, pojmenovaný po svém objeviteli anglickém fyzikovi Charlesu Austenovi [6].

V roce 1932 byla poprvé pozorována pseudoelasticitu u slitiny Au-Cd. Ve své práci ji popsal Ölander [7] a prameny se shodují, že to byl právě on, kdo poprvé spatřil chování charakteristické pro SMAs [6] a [8]. V dalších letech byla tato vlastnost zjištěna například u slitiny na bázi mědi Cu-Zn. V roce 1949 Kurdjumov a Khandros a také Chang a Read v roce 1951 podrobně popsali termoelastickou transformaci martenzitu, která vysvětluje vratnou martenzitickou transformaci [8]. Poté na tomto poli nedochá- zelo k žádným významným objevům až do roku 1963, kdy byla v Naval Ordnance La- boratory objevena slitina NiTi týmem vedeným Buehlerem při zkoumání materiálů po- užitelných pro tepelné stínění. Ze spojení chemických značek prvků a zkratky labora- toře, kde byla slitina objevena, vzniklo označení Nitinol [9]. Objev Nitinolu otevřel pro SMAs cestu ke komerčnímu využití.

3.2 Vývoj slitin na bázi NiTi

Bylo objeveno, že přidání třetího prvku (Co, Fe) do systému NiTi vede k razantnímu snížení transformační teploty z austenitické fáze do martenzitické [10]. Naproti tomu v některých aplikacích, např. v automobilovém průmyslu čidla teploty motoru [11], je nutná vysoká transformační teplota. I zde toho lze dosáhnout přidáním třetího prvku (Pd, Pt) do slitiny na bázi NiTi, nebo přímo nahrazením niklu paladiem. Transformační teploty poté dosahují hodnot až 570°C (pro slitinu TiPd) [12,13].

V oblasti únavového života došlo k objevu v roce 1978, kdy Melton a Mercier ukázali, že přidání Cu do systému NiTi výrazně nezmění transformační teploty, ale zmenší napěťovou hysterezi [10]. Tento fakt potvrdil v roce 1999 Miyazaki, nicméně poukázal na horší odolnost vůči únavovému namáhání u slitin NiTiCu oproti základ- nímu systému NiTi [14]. V současnosti jsou slitiny na bázi NiTi nejvíce zkoumanými a používanými.

V tabulce 3.1 jsou zařazeny některé vybrané SMAs k porovnání s Nitinolem z hlediska transformačních teplot a transformačních hysterezí¹.

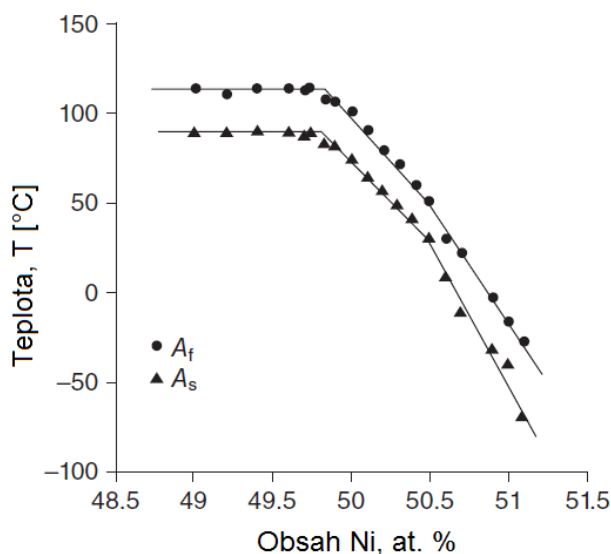
¹ Transformační hysterezi se rozumí rozdíl teplot mezi přímou a zpětnou fázovou transformací.

Tabulka 3.1: Přehled vybraných existujících SMAů [15].

Slitina	Složení	Rozsah transformačních teplot (A_s) [°C]	Transformační hystereze [°C]
AgCd	44~49 at. % Cd	-190~50	~15
AuCd	46,5~50 at. % Cd	30~100	~15
CuZn	38,5~41,5 hm. % Zn	-180~-10	~10
InTi	18~23 at. % Ti	60~100	~4
NiAl	36~38 at. % Al	-180~100	~10
TiNi	49~51 at. % Ni	-50~110	~30
TiNi X	50 at. % Ni+X	-200~700	~100
(X=Pd, Pt)	5~50 at. % X		
TiNiCu	~15 at. % Cu	-150~100	~50
TiNiNb	~15 at. % Nb	-200~50	~125
MnCu	5~35 at. % Cu	-250~180	~25
FePt	~25 at. % Pt	~-130	~4
FePd	~30 at. % Pd	~50	

3.3 Nitinol

Nitinol je komerční název intermetalické slitiny niklu a titanu s obsahem Ni 50 at. %². Jejich přesný obsah je pro konkrétní aplikace důležitý, protože jen malé zvýšení obsahu niklu (at. %) má za následek radikální snížení transformační teploty, což demonstruje obrázek 3.1.



Obrázek 3.1: Vliv obsahu niklu na transformační teplotu. Převzato z [16] a upraveno.

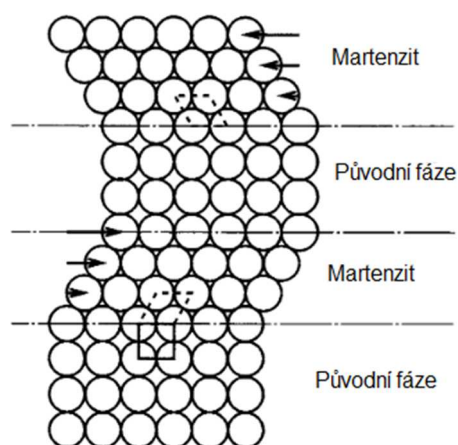
Řízením obsahu niklu při výrobě lze dosáhnout libovolné transformační teploty v rozmezí od -100 °C až do 100 °C. To klade velké nároky na proces výroby a na čistotu samotného niklu a titanu vstupujících do slitiny. Tavení slitiny probíhá většinou ve vakuu nebo v ochranné atmosféře inertního plynu, aby se zamezilo tvorbě karbidu a oxidu titanu, a tím změně koncentrace titanu ve slitině [10,17]. Tavení vysokofrekvenční indukci je nejpoužívanější, z dalších způsobů lze jmenovat tavení elektronovým

² Složení konkrétních slitin se účelně mění podle potřeby v rozmezí obsahu Ni 49 – 51 at. %.

Někdy bývá tato transformace označována za předmartenzitickou transformaci a následuje po ní další transformace na strukturu B19'. Třetí typ martenzitické transformace nastává u slitin, kde je nikl substitučně nahrazen mědí v určitém poměru. V tomto případě nejprve probíhá transformace na martenzit s ortorombickou strukturou B19 a poté z B19 na B19'. Ovšem Otsuka uvádí, že není jasné, za jakých podmínek a zda vůbec proběhne druhá část transformace, tedy B19-B19' [21].

Při transformaci austenitu na martenzit v SMAs může mít každá elementární buňka vůči své původní poloze v kubické mřížce jinou krystalografickou orientaci, tzv. variantu. Počet variant, které se mohou při přeměně vytvořit, závisí na koherenci jednotlivých fází. V systému NiTi existuje 24 různých variant martenzitu vznikajících z jediné možné varianty mateřské fáze austenitu [10].

Na rozdíl od ocelových slitin je zde možná také zpětná transformace, která začíná zvýšením teploty nad teplotu A_s a končí dosažením teploty A_f [22]. Martenzit existující v různých variantách se přemění zpět na jedinou možnou variantu austenitu, což má za následek dále popsanou tvarovou paměť.

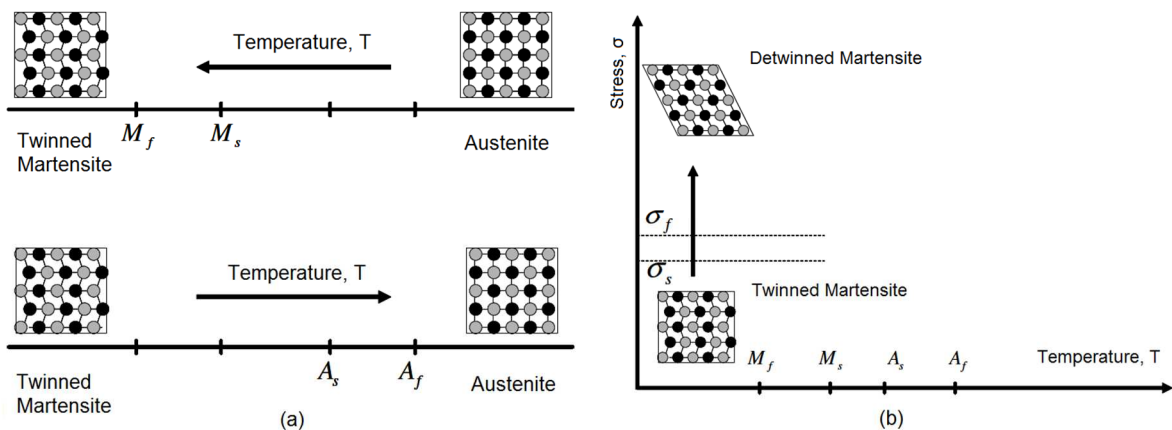


Obrázek 3.2: Martenzitická transformace binárního Ni-Ti systému [21].

Pro doplnění je třeba uvést ještě jednu martenzitickou strukturu, a to B33. Hovoří se o ní například zde [23]. Teoreticky podle výpočtů ab initio je to základní struktura martenzitu. Ve skutečnosti tomu tak není pravděpodobně kvůli vnitřním smykovým napětím, díky nimž se uskutečňuje stabilizace struktury B19' na úkor B33 [24].

3.5 Přeměna v martenzitické fázi

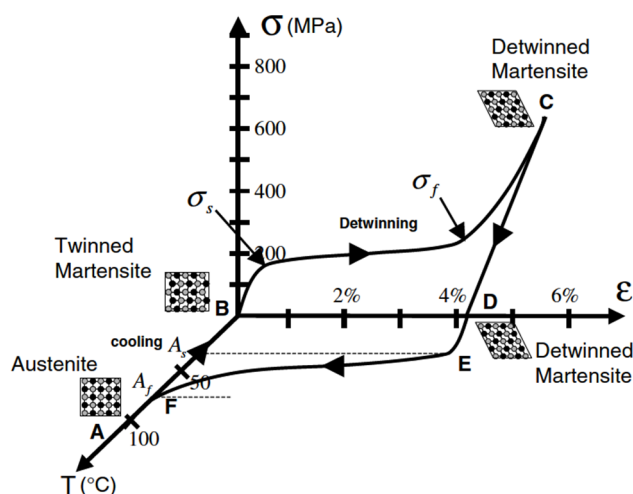
Jak bylo uvedeno v předchozím odstavci, v martenzitické fázi existuje až 24 různých variant uspořádání. Která varianta se bude právě uplatňovat, záleží zejména na aplikovaném zatížení. Transformací z austenitu vzniká martenzit (při nulovém zatížení) dvojčatěním bez makroskopické změny tvaru. Tento martenzit obsahuje varianty uspořádané tak, aby došlo k eliminaci celkové deformace vzniklé při transformaci. V anglické literatuře se označuje pojmem „twinned martensite“ (obr. 3.3, a). Pokud je při zatížení dosaženo kritické hodnoty napětí, výhodnější varianty martenzitu rostou na úkor méně výhodných variant vzhledem k působícímu napětí. Tento proces je doprovázen rozsáhlou deformací při konstantní hodnotě kritického napětí. V anglické literatuře je proces nazýván „detwinning“ a výsledkem je „detwinned martensite“ (obr. 3.3, b) [10].



Obrázek 3.3: Schematicky znázorněná přeměna austenitu na twinned martensite (a) a následná napětím indukovaná přeměna na detwinned martensite. Převzato z [10].

3.6 Efekt tvarové paměti

Vzorek SMA vykazuje jev tvarové paměti (SME - z anglického shape memory effect), když je zdeformován v martenzitické fázi pod teplotou A_s a následně ohříván až nad teplotu A_f . Transformací z martenzitické do mateřské fáze získá vzorek svůj původní tvar před deformací. Na obrázku 3.4 je SME zachycen v prostoru napětí-deformace-teplota. Celý proces začíná nad teplotou A_f v bodě A. Snížením teploty dojde k transformaci na martenzit (bod B). Působením vnějšího zatížení dojde ke zvyšování napětí. Po překročení hodnoty, označované σ_s^3 , je zahájen proces růstu výhodných martenzitických variant na úkor méně výhodných variant vzhledem k působícímu napětí. Dochází k makroskopicky pozorovatelné deformaci. Tento proces končí při dosažení hodnoty napětí σ_f . Odlehčení vzorku znázorňuje cesta z C do D. Při něm odezní elastická deformace, ale zůstává přeorientovaný martenzit a tedy i deformace spojená s jeho vznikem. Ohřívání vzorku z bodu D nejprve při teplotě A_s indukuje transformaci na austenit (bod E). Nad teplotou A_f (bod F) existuje už jen mateřská fáze. Je obnoven výchozí tvar a proces může začít znovu. Opětovným ochlazením vzorku pod M_f dojde k přeměně na martenzit bez jakýchkoliv pozorovatelných známek předchozí deformace. S ohledem na další jevy probíhající v SMAs bývá tento nazýván také jako jednocestný paměťový efekt [6,10].



Obrázek 3.4: SME charakteristický pro slitiny s tvarovou pamětí. Převzato z [10].

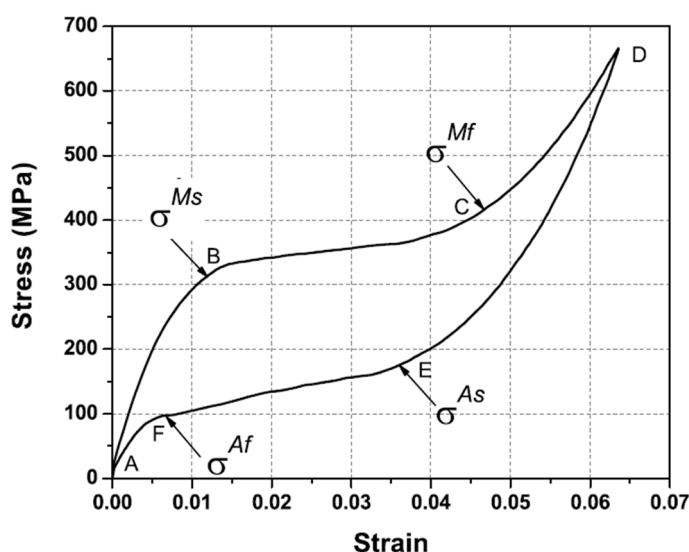
³ Napětí σ_s i σ_f jsou mnohem menší, než mez kluzu martenzitu.

3.7 Zpracování tvarové paměti

Aby se např. drát Nitinolu se změnou teploty vrátil do požadovaného tvaru, je nutné ho nejprve v tomto výchozím tvaru vhodně tepelně zpracovat. Nejpoužívanější způsob se nazývá zpracování střední teplotou. Tento proces je poměrně jednoduchý. Drát pevně zajištěný ve výchozím požadovaném tvaru je vložen do pece a ohříván na teplotu 623-723 K (přesná teplota je určena podle budoucího použití). Časová prodleva na této teplotě se pohybuje v rozmezí 10-100 minut v závislosti na velikosti zpracovávaného dílu. Po uplynutí určeného času je drát vytažen z pece a ochlazen na pokojovou teplotu. Z dalších metod lze jmenovat umělé stárnutí, které dosahuje srovnatelných účinků se zpracováním střední teplotou [18].

3.8 Superelastická nebo pseudoelastická

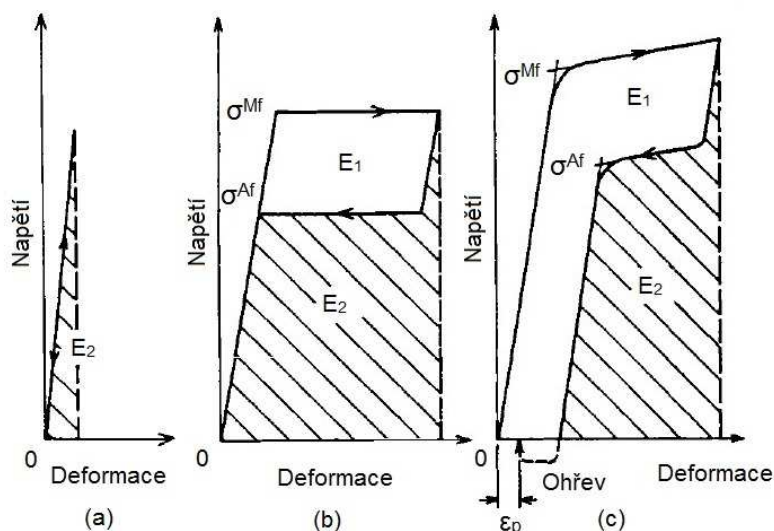
Superelastické chování (SE) je spojeno s transformací vyvolanou působícím napětím. Průběh deformace v závislosti na napětí je na obrázku 3.5. V případě zatěžování za konstantní teploty vyšší než A_f se nejprve elasticky deformuje austenit (body A - B). Při napětí označeném σ^{Ms} se vytváří napěťové plato a dochází k transformaci austenitu na martenzit. Přeměna končí dosažením napětí σ^{Mf} (bod C) a s dalším zvyšováním napětí k žádné další transformaci nedochází, jen se pružně deformuje martenzit (C - D). V průběhu odlehčování se uvolňuje elastická deformace martenzitu a napětí se postupně dostane až na úroveň σ^{As} (bod E). V tomto bodě se martenzitická fáze stává nestabilní. Dochází ke zpětné transformaci provázené zotavením nepružné deformace vzniklé transformací z austenitu na martenzit. S poklesem napětí pod σ^{Af} je přeměna kompletní. Dalším odlehčováním se uvolní zbývající elastická deformace austenitu a smyčka se uzavře (F - A) [8,10].



Obrázek 3.5: Zátěžný cyklus SMA vykazující pseudoelastické chování. Převzato z [10] a upraveno.

Díky výše popsanému jevu lze v případě Nitinolu dosáhnout vratné deformace až 8 %. Tímto obecně všechny SMAs vybočují z řady ostatních kovových materiálů, které nedosahují zdaleka takových hodnot. Většina kovových materiálů je schopná vratně se deformovat do 1 % [6]. Na obrázku 3.6 je pro srovnání zobrazena závislost deformace na napětí elastického (a) a superelastického (b) materiálu. Šrafovaná plocha pod křivkou vyjadřuje množství potenciální energie E_2 akumulované v materiálu. Energie E_1 uvnitř smyčky superelastického materiálu se spotřebovává na

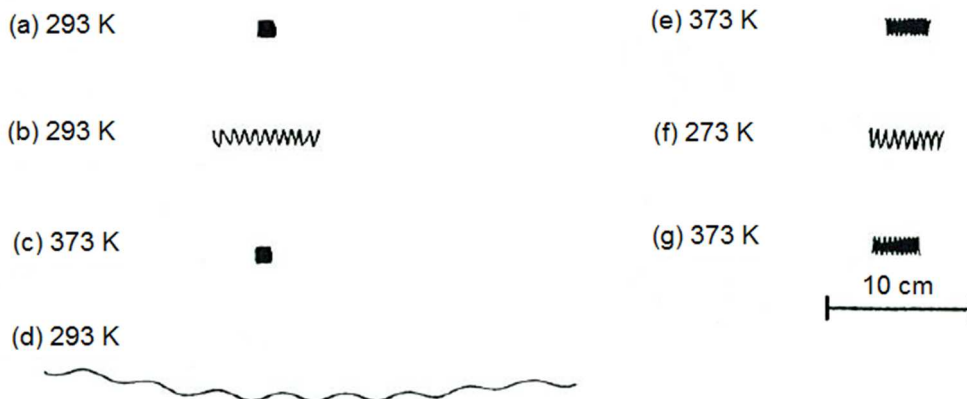
fázovou přeměnu. Z obrázku vyplývá, že superelastický materiál dokáže uchovat mnohem více potenciální energie. Tato schopnost se ještě zvyšuje se zvyšujícím se napětím σ^{Ms} . Avšak po překročení kritického skluzového napětí dochází k nevratným deformacím (c), které mohou být částečně zotaveny ohřevem. Ovšem jistá zbytková deformace ϵ_p již zůstane a superelastická smyčka se stává neuzavřenou [25].



Obrázek 3.6: Schematické křivky představující elastickou (a) a superelastickou deformaci (b,c). Převzato z [25] a upraveno.

3.9 Dvoucestný paměťový efekt

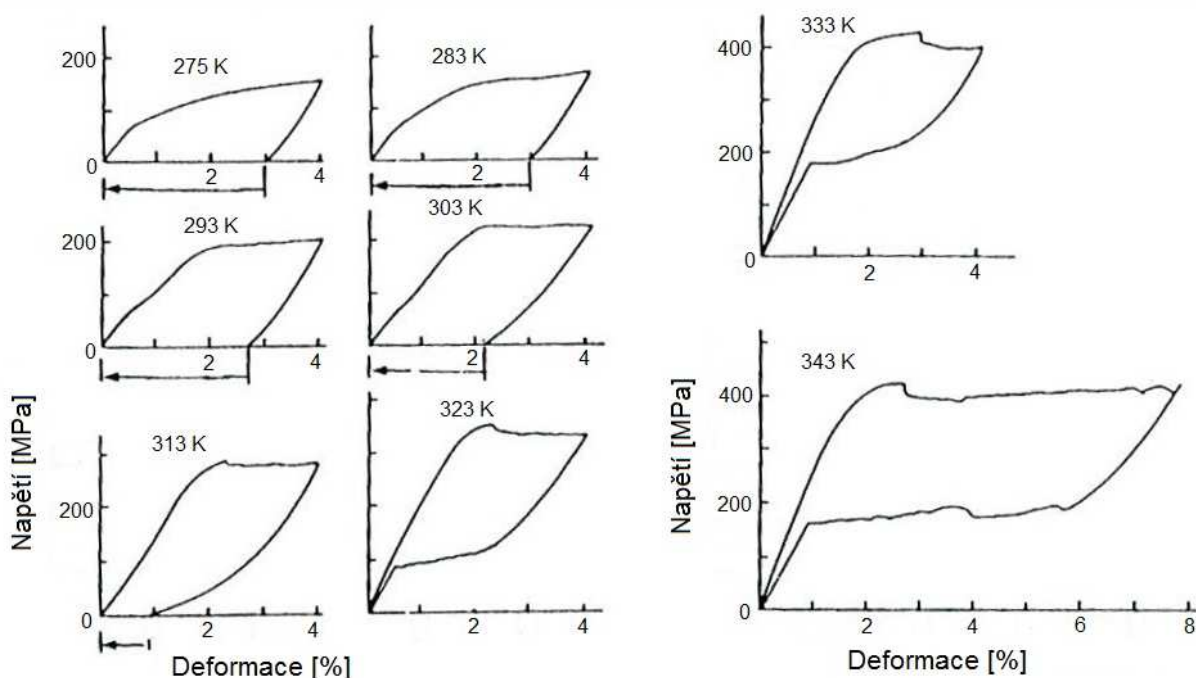
Při SME si vzorek pamatuje výchozí tvar v austenitické fázi. Za určitých podmínek je však možné, aby si vzorek pamatoval svůj tvar martenzitické fáze. Proces bude vysvětlen pomocí obrázku 3.7. Situace označené a – c zobrazují SME. Když na vzorek pružiny v martenzitické fázi aplikujeme velké vnější zatížení, dojde k nevratnému skluzu (d). Ani po ohřátí nad teplotu A_f nenastane návrat do původního tvaru (e). Ale při dalším ochlazení vzorek získá nový tvar, jak je zobrazeno v bodě f. Opakovaným zvyšováním a snižováním teploty se tvar vzorku mění mezi body f a g. Tento proces se nazývá dvoucestný paměťový efekt (TWSME - Two-way shape memory effect) [18].



Obrázek 3.7: Demonstrace SME (a-b) a TWSME (d-g) slitiny Ti-50 at % Ni. Převzato z [18] a upraveno.

3.10 Tepelné zpracování Nitinolu

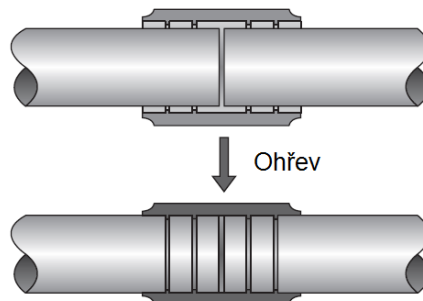
V odstavci 3.3 bylo zmíněno tepelné zpracování Nitinolu jako součást výrobního procesu drátu. Zde bude o tomto tématu pojednáno šířeji, zejména kvůli jeho významu pro experimentální část práce. Vlastnosti slitiny NiTi, SME a SE, silně závisí na způsobu výroby a dodatečném tepelném zpracování. Bylo zjištěno, že tváření za studena v martenzitickém stavu zvyšuje mez kluzu materiálu, ale bez dodatečného tepelného zpracování ničí martenzitické plato v napětově-deformační charakteristice (obr. 3.5, část křivky od σ^{Ms} do σ^{Mf}). Ve struktuře vzniká vysoká hustota náhodných dislokací, která brání procesu dvojčatění (vzniku Twinned Martensite). Z toho vyplývá, že takový materiál nevykazuje fázovou transformaci. Obnovitelná deformace je možná jen v omezené míře. Žihání je cestou, jak náhodně rozmístěné dislokace uspořádat tak, aby se vytvořily relativně volné oblasti umožňující dvojčatění [25]. Výzkumy se shodují na žihací teplotě kolem 400 °C, která, aplikovaná po zpracování za studena, vede ke snadné fázové transformaci [18,26]. Na obrázku 3.8 jsou zobrazeny křivky závislosti deformace vzorku na napětí pro slitinu s obsahem Ni 50,2 at. % a pro různé testovací teploty. Materiál byl zpracován válcováním za studena s redukcí průřezu 25 % a poté žihán teplotou 673 K (400 °C) po dobu 1 hodiny. Do teploty 313 K (40 °C) lze pozorovat po odlehčení plastickou deformaci, kterou je možné odstranit zahřátím vzorku nad teplotu A_r , což je vlastně SME (ohřev je vyznačen šipkami pod osou deformace). Od teploty 323 K (50 °C) dochází k napětím indukované fázové přeměně a deformace je s odlehčením vratná do 100 % [18].



Obrázek 3.8: Deformační křivky v závislosti na napětí slitiny Ni 50,2 at. % válcované a následně žihané při 673 K (400 °C). Převzato z [18] a upraveno.

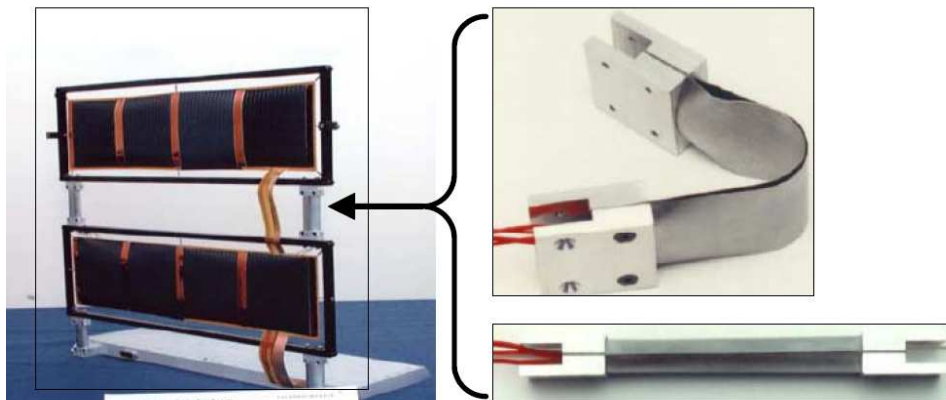
3.11 Použití Nitinolu

Historicky prvním použitím této slitiny byly spojky pro olejové a palivové trubičky tryskového letadla F-14. Sloužily ke spolehlivému a nepropustnému spojení v místech, kde byly trubičky nějakým způsobem porušeny. Schematicky je to znázorněno na obrázku 3.8. V tekutém dusíku, a tedy v martenzitické fázi, byl spojce zvětšen průměr. Poté došlo k nasazení na místo porušení a k zafixování zvýšením teploty [16].



Obrázek 3.8: Spojka olejových a palivových trubiček. Převzato z [16] a upraveno.

V kosmonautice byla tvarová paměť úspěšně použita například pro rozevírání slunečních panelů na kosmických sondách. Solární panely byly spojeny panty ze slitiny s tvarovou pamětí, které byly ohnuty a tím zdeformovány. K pantům byl připevněn také elektrický ohříváč. Po zahřátí se panty narovnal a tím rozevřely panely. Tento systém označený LFSAH (Lightweight Flexible Solar Array Hinge) je na obrázku 3.9. [10]



Obrázek 3.9: Závěs slunečního panelu z SMA. Převzato z [10].

Stenty jsou jedním z nejlepších příkladů, co se týče uplatnění Nitinolu v medicíně. Jde o vhodně tvarovaný drát, který je vložen do tepny. Jeho úkolem je rozevřít zúžené místo a zajistit tak průchodnost cév a tím průtok krve například do mozku. Superelastického jevu je úspěšně využíváno ve stomatologii v rovnátkách, kde je Nitinol ve formě drátu používán místo nerezové oceli [16].

Dále je Nitinol vhodný k použití jako akční člen různých čidel, ventilů a spínačů, kde je využíváno teplotně závislé vratné deformace. Zasahuje do leteckého, automobilního nebo stavebního průmyslu, elektroniky a robotiky [8].

4 Nízkocyklová únava Nitinolu

Vzhledem ke stále častějšímu využívání Nitinolu a dalších SMAs v nejrůznějších aplikacích, je nutné se zabývat chováním materiálu v případě cyklického namáhání. S tím je spojená životnost materiálu. V tabulce 4.1 jsou uvedeny některé typické aplikace SMAs a jejich předpokládaný počet cyklů do konce životnosti. Obecné pojednání o únavě kovových materiálů bylo uvedeno v kapitole 2. Zde bude pozornost zaměřena především na SMAs a speciálně na Nitinol, který je v současnosti komerčně nejpoužívanější slitinou s tvarovou pamětí. Existuje několik typů únavového porušování, které může nastat v případě Nitinolu:

- a) Čistě mechanické namáhání (např. v tahu, v ohybu – se střídavým působením tahu a tlaku, v krutu) při konstantní teplotě, které končí lomem.
- b) Teplotní cyklování mezi takovými teplotami, aby docházelo k fázové transformaci. Výsledkem jsou změny mechanických, fyzikálních a funkčních vlastností, jako jsou transformační teplota, transformační hystereze nebo TWSMA.
- c) Degradace SME působením napětí, deformace nebo teplotními změnami uskutečňující se mimo nebo skrz fázovou transformaci [18].

Tabulka 4.1: Typické použití SMAs a jejich předpokládaná životnost [27].

Aplikace	Využívaný jev	Předpokládaná životnost N_f
Spojky hydr. hadic	SME	10^1
Tepelný ventil	SME	10^4
Ortodontické dráty	SE	10^5
Robotická chapadla	TWSME	10^6
Stenty	SME	10^8
Tlumení, vnitřní tření	SE	10^8

4.1 Strukturní a funkční únava

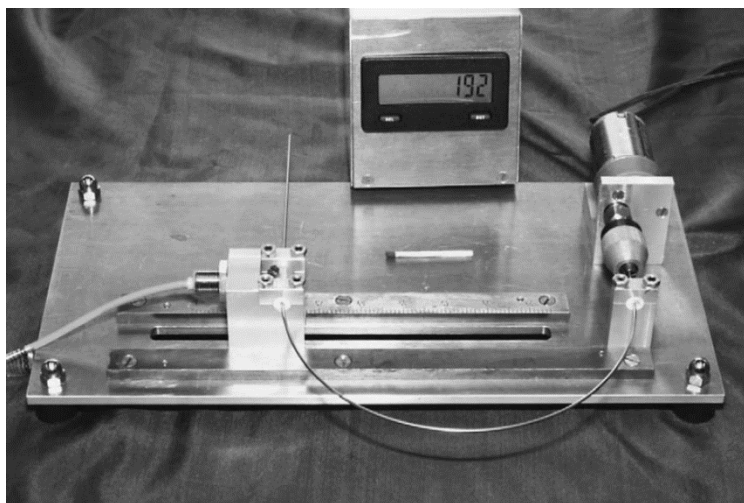
Únavu Nitinolu je také možné hodnotit pouze ve dvou oblastech, tak jak to bylo použito v těchto pracích [28,29]. Strukturní únava zahrnuje vznik a hromadění poruch v mikrostruktuře, šíření trhlin a lom. Zabývá se také vlivem složení slitiny na délku únavového života. Změnami v mikrostruktuře jsou ovlivněny také charakteristické vlastnosti slitiny, jako je tvarová paměť nebo pseudoelasticita, které degradují se zvyšujícím se počtem cyklů. Mění se také transformační teplota. Toto chování shrnuje pojem funkční únava. Při navrhování aplikací využívajících SMAs je tedy nutné počítat s oběma projevy únavy.

4.2 Způsoby testování

Nitinol je často používán ve formě drátu, a proto je mnoho únavových testů zaměřeno na dráty vyrobené ze slitiny NiTi. Autoři těchto prací uvádí mnoho údajů potřebných k reprodukovatelnosti měření. Patří mezi ně způsob výroby drátu (tažení za tepla nebo za studena), tepelné zpracování, velikost zrna ve struktuře, přesné složení slitiny, ověřená transformační teplota provedená metodou DSC (Differential Scanning Calorimeter)⁴, rozměry testovaných kusů drátu atd. Poté se uvádí také podmínky, za kterých zkouška probíhá, důležitá je zejména okolní teplota.

⁴ Diferenční kompenzační metoda. Dle teplotního programu je v uzavřené soustavě ochlazován vzorek spolu s referenčním vzorkem z jiného materiálu. S fázovou přeměnou vznikne teplotní rozdíl mezi vzorky, který přístroj zachytí. [39]

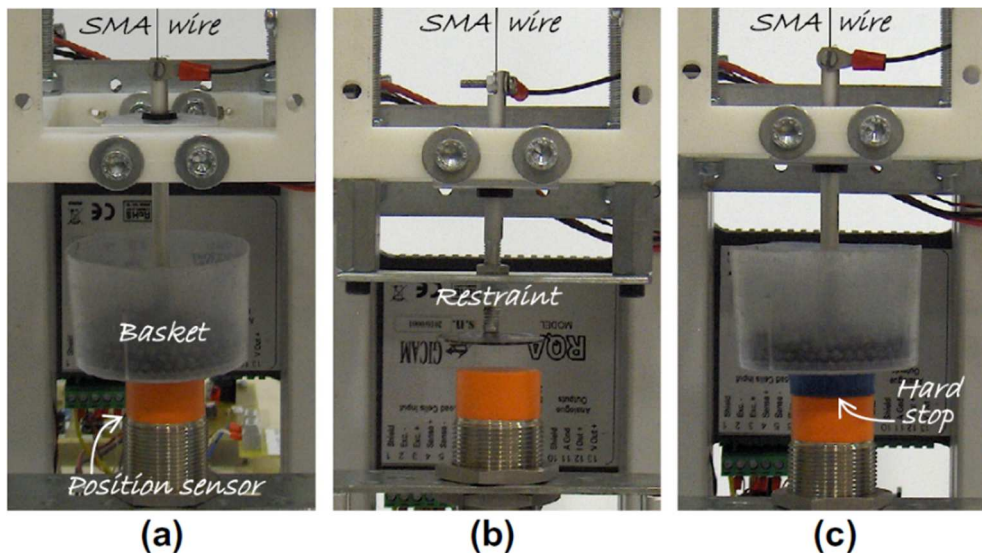
Zkoušení strukturní únavy drátu NiTi a zkoumání faktorů, které ovlivňují životnost, probíhá formou ohybu za rotace BRF (Bending Rotation Fatigue). Drát je na jednom konci upnut k pohonu, ohnut do půlkruhu a na obou koncích upevněn do ložisek s nízkým koeficientem tření (obr. 4.1). Otáčením působí na vzorek v ohybu střídavě tahové a tlakové napětí s maximální hodnotou na povrchu. Pohon je vybaven počítadlem otáček. Počet otáček udává počet cyklů. V této práci [30] bylo zjištěno, že na výsledky BRF testu má vliv průměr drátu d a rychlost rotace ω . Při provedení zkoušky v oleji se stálou teplotou lze odfiltrovat vliv ω . Pokud bude test proveden navíc také nízkou rychlostí rotace, nebude únavovou životnost ovlivňovat průměr drátu.



Obrázek 4.1: Testování strukturní únavy BRF testem. Převzato z [30].

Dalším způsobem zkoušení strukturní únavy je cyklování v tahu (zde se pro dráty nabízí míjivý nebo pulsující cyklus v tahu). Tento test je vhodný k získání změn hysteretických smyček v oblasti nízkocyklové únavy a nejčastěji se provádí řízením amplitudy celkové deformace. Stejným způsobem lze testovat také ploché vzorky Nitinolu, které jsou vhodné k pozorování vlivu změn mikrostruktury na napěťově-deformační odezvu.

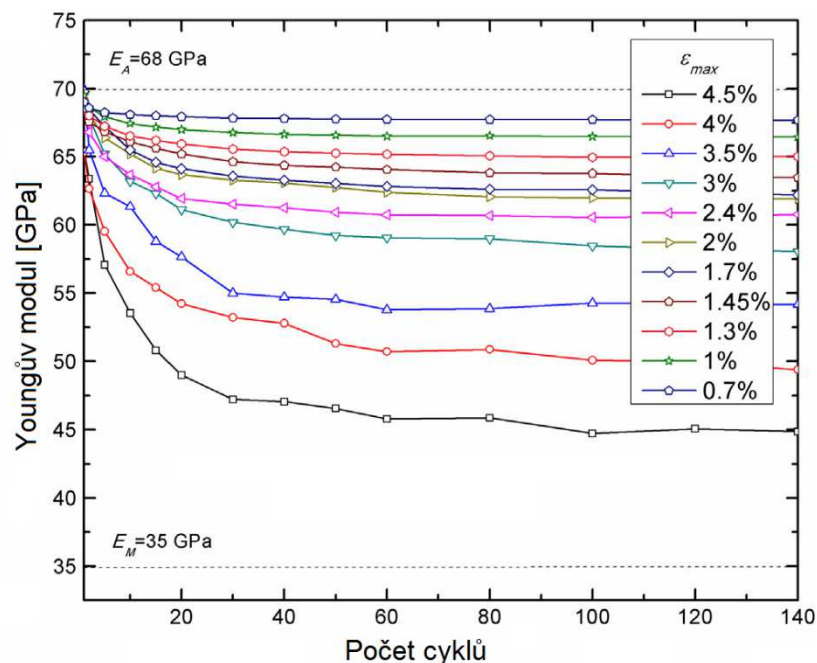
Předešlé zkoušky byly zaměřeny na strukturní únavu. Nyní zde budou předloženy detaily o testování funkční únavy. Snahou je, aby bylo dosaženo podobných závažných podmínek jako při běžném provozu. Proto byly navrženy cyklické termomechanické zkoušky za různých podmínek: konstantní napětí, konstantní deformace a konstantní napětí s definovanou maximální hodnotou deformace [31]. Všechny tři zkoušky jsou znázorněny na obrázku 4.2. Nitinol ve formě drátu je vždy za horní konec pevně upnut do čelisti, která není bohužel na obrázku vidět. Dolní konec je zatížen podle definovaných podmínek. Vlevo je vidět dosažení konstantního napětí pomocí koše s olověnými kuličkami. Pevné uchycení a předpětí spodního konce drátu k vyvolání konstantní deformace lze vidět uprostřed. Obrázek vpravo zachycuje opět test s konstantním napětím, ale pro definování maximální hodnoty deformace je pod košem instalován doraz. Cyklování je zajištěno ohříváním drátu pomocí elektrického proudu a ochlazováním za pomoci větráku.



Obrázek 4.2: Detailní zachycení zařízení pro zkoušky s (a) konstantním napětím, (b) konstantní deformací, (c) konstantním napětím a omezenou maximální deformací. Převzato z [31].

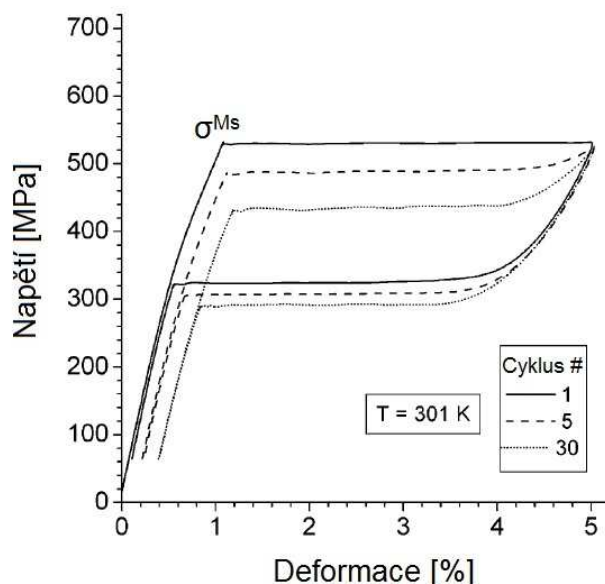
4.3 Popis únavového porušování Nitinolu

Počáteční cykly únavového zatěžování jsou charakteristické změnami mechanických vlastností materiálu. Stejně je tomu i v případě Nitinolu. Podobně jako u většiny kovových materiálů jsou změny nejvýraznější v prvních cyklech a postupně dochází k jejich saturaci [28]. Ta nastává přibližně po 100 [32] až 140 [29] cyklech. Mění se hodnota Youngova modulu v průběhu prvních zátěžných cyklů je znázorněna v obr. 4.3, kde E_A představuje Youngův modul austenitu, E_M martenzitu a ϵ_{max} maximální hodnota amplitudy deformace. Změna se stává zřetelnější s narůstající hodnotou amplitudy deformace.



Obrázek 4.3: Hodnota Youngova modulu v závislosti na počtu cyklů. Převzato z [29] a upraveno.

Na dalším obrázku 4.4 je ilustrována především změna napětí σ^{Ms} v počátečních cyklech zatěžování. S přibývajícými cykly se horní plato napětí posouvá směrem k nižším hodnotám mnohem výrazněji než spodní plato a tím se zmenšuje plocha hysterezní smyčky. Na vodorovné ose lze pozorovat hromadění nevratné deformace. Výsledky byly získány cyklickým namáháním drátu Nitinolu v tahu za konstantní teploty [28].



Obrázek 4.4: Křivky závislosti deformace a napětí v 1., 5. a 30. cyklu. Převzato z [28] a upraveno.

Vzhledem k tomu, že Nitinol existuje ve dvou tuhých, teplotně závislých fázích, je důležité, za jaké teploty T je materiál mechanicky namáhán. Z tohoto pohledu může nastat několik případů:

- 1) Stabilní austenit, teplotní interval $T > M_D$, kde M_D je teplota, při které již není možná napětím vyvolaná martenzitická přeměna.
- 2) Pseudoelastický stav, teplotní interval $A_f < T < M_D$. Fázová přeměna je možná.
- 3) Stabilní martenzit, teplotní interval $T < M_f$ [28].

Chování stabilního austenitu i martenzitu při cyklickém zatěžování je podobné klasickému kovovému materiálu (avšak není stejné, jak bude ukázáno na v praktické části této práce). Nicméně při únavových zkouškách s konstantní amplitudou deformace provedených metodou BRF [33] bylo zjištěno, že únavový život NiTi ve stabilní martenzitické fázi je mnohem delší než ve fázi austenitické. Je to pravděpodobně způsobeno reorientací martenzitických variant. Tato reorientace udržuje napětí ve struktuře na relativně nízké úrovni.

V případě cyklicky namáhané pseudoelastické slitiny dosáhne mnoho přednostně orientovaných martenzitických variant určitého napěťového stavu, kdy už nejsou schopny po odlehčení získat zpět svoji původní austenitickou konfiguraci. Zjednodušeně lze říci, že dochází ke stabilizaci martenzitu. V důsledku smykové deformace na rozhraní martenzitu a austenitu roste také hustota dislokací [29].

5 Zpracování měření mechanických charakteristik

5.1 Materiál a vzorky

K únavovým testům byl použit Nitinol s obsahem niklu 55,86 hm. %, což odpovídá složení přibližně 50,7 at. % niklu. Transformační teplota nebyla zjištěna, lze uvést pouze údaje z materiálového listu. V něm byly teploty pomocí metody DSC stanoveny takto: $A_s = -22,64$ °C, $A_f = -10,76$ °C. Materiál byl zpracován do tvaru drátu o průměru 2 mm. Důležité je poznamenat, že podle materiálového listu nebylo provedeno žádné dodatečné tepelné zpracování. Pokud je drát tažen za studena bez následného žíhání, pak podle odstavce 3.10 hustá síť dislokací brání fázové transformaci. Jak je vidět na záznamu tahové zkoušky (obr. 5.1), slitina skutečně nevykazovala napěťově-deformační odezvu charakteristickou pro SMA z obrázku 3.5.

5.2 Tahový diagram a Youngův modul pružnosti

Před únavovými testy byla provedena tahová zkouška. Data byla vynesena do grafu na obrázku 5.1. Prezentovaná zkouška nebyla provedena až do lomu, ale jen k hranici napětí 1400 MPa, aby bylo možné sledovat napěťově-deformační závislost při odlehčování. Tím vznikla neuzavřená smyčka závislosti napětí na deformaci. Na ose deformace je patrná nevratná deformace. Z počáteční lineární závislosti napětí σ na deformaci ε byl stanoven Youngův modul pružnosti E podle Hookova zákona (1).

$$\sigma = E\varepsilon \quad (5)$$

Napětí i deformace byly zaznamenávány přímo měřicím strojem a jsou definovány vztahy (2) a (3), kde F je síla působící na nominální průřez vzorku S_0 , ΔL je prodloužení a L_0 je počáteční délka vzorku.

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad (6)$$

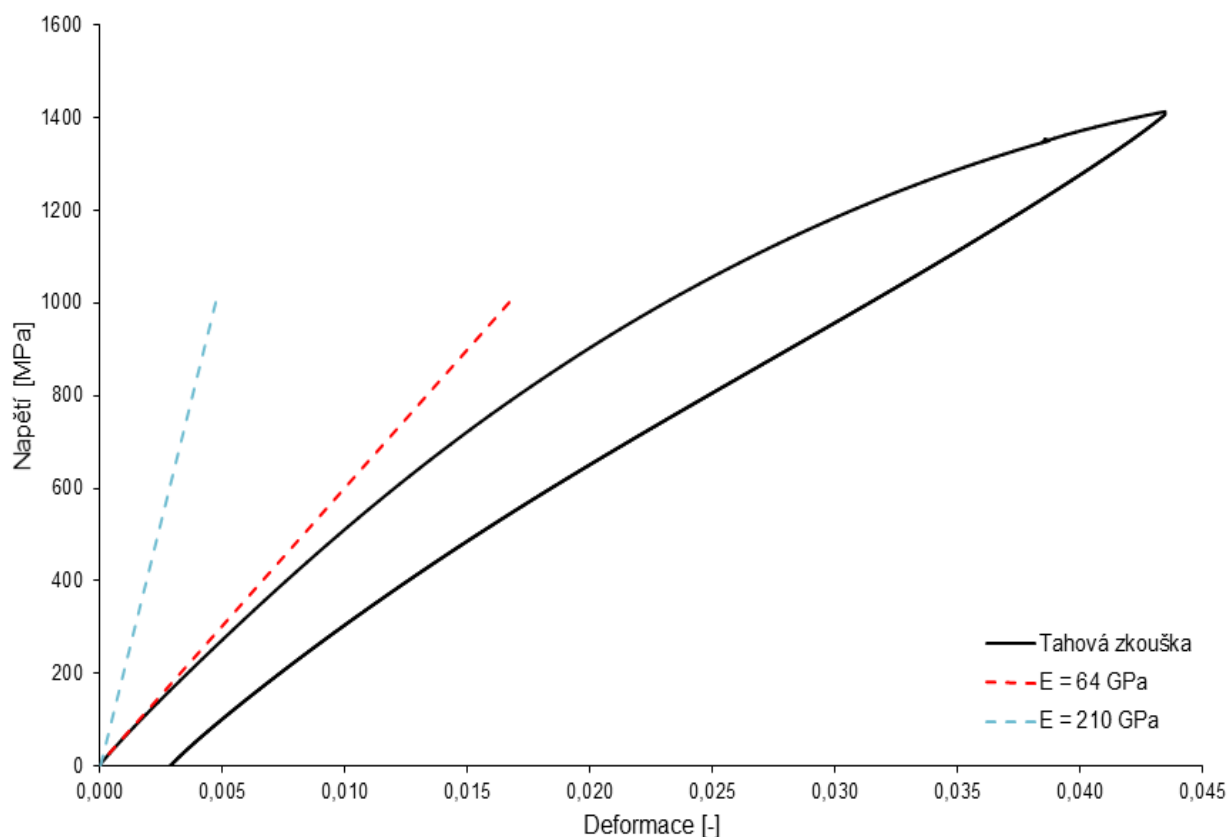
$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (7)$$

Hodnota E byla porovnána s rozsahem hodnot uváděných pro Nitinol v austenitické fázi [34], s teoretickou hodnotou vypočtenou ab-initio výpočty pro austenitickou fázi B2 [35] a s modulem pružnosti tažené oceli [36] (tab. 5.1).

Tabulka 5.1: Porovnání modulů pružnosti.

E (tahová zkouška)	E (austenit)	E (ab-initio)	E (ocel)
[GPa]			
64	41 - 75	72	210

Z tahového diagramu se obvykle určuje mez kluzu R_e nebo smluvní mez kluzu R_p . Z obrázku 5.1 je jasné, že v případě Nitinolu neexistuje výrazná mez kluzu, a proto se nabízí určit smluvní hodnotu. Nejčastěji (zejména pro ocel) se používá $R_{p0,2}$, dále $R_{p0,1}$ nebo R_{p1} [5]. Otázkou však zůstává, kterou hodnotu zvolit a zda lze vůbec tento postup k určení meze kluzu použít.



Obrázek 5.1: Tahový diagram NiTi s vyznačenými směrnicemi Youngova modulu.

5.3 Průběh zkoušky

Testování se skládalo z několika kroků. Po upnutí byl drát předepnut na určitou hodnotu deformace, následně bylo provedeno 30 stabilizačních cyklů v tahu s konstantní ϵ_a a frekvencí 0,5 Hz. Další namáhání až do lomu probíhalo se stejnou ϵ_a ale zvýšenou frekvencí na 3 Hz. Amplitudy byly voleny tak, aby se maximální deformace shodovaly pro různá předpětí. Konstantní amplituda deformace byla nastavena a řízena pomocí pozice čelistí. Data byla zaznamenána extenzometrem umístěným na vzorku. Do výsledků se tedy promítá také deformace rámu stroje a plastická deformace hromadí se ve vzorku. Pro každý test byl spočítán deformační poměr R_ϵ a amplitudový poměr asymetrie cyklu A_ϵ dle vztahů 8 a 9, které byly sestaveny na základě vztahů 3 a 4 uvedených v odstavci 2.4:

$$R_\epsilon = \frac{\epsilon_{min}}{\epsilon_{max}} \quad (8)$$

$$A_\epsilon = \frac{\epsilon_a}{\epsilon_m} \quad (9)$$

kde značí ϵ_{min} minimální deformaci, ϵ_{max} maximální deformaci, ϵ_a amplitudu deformace a ϵ_m střední hodnotu deformace.

Lom nastal u některých vzorků přímo v místě upnutí, kde docházelo ke koncentraci napětí vlivem vroubkování čelistí svírajících vzorek. Pro další testy by bylo vhodné navrhnout jiný způsob upnutí drátu do čelistí.

Tabulka 5.1: Přehled použitých amplitud deformace.

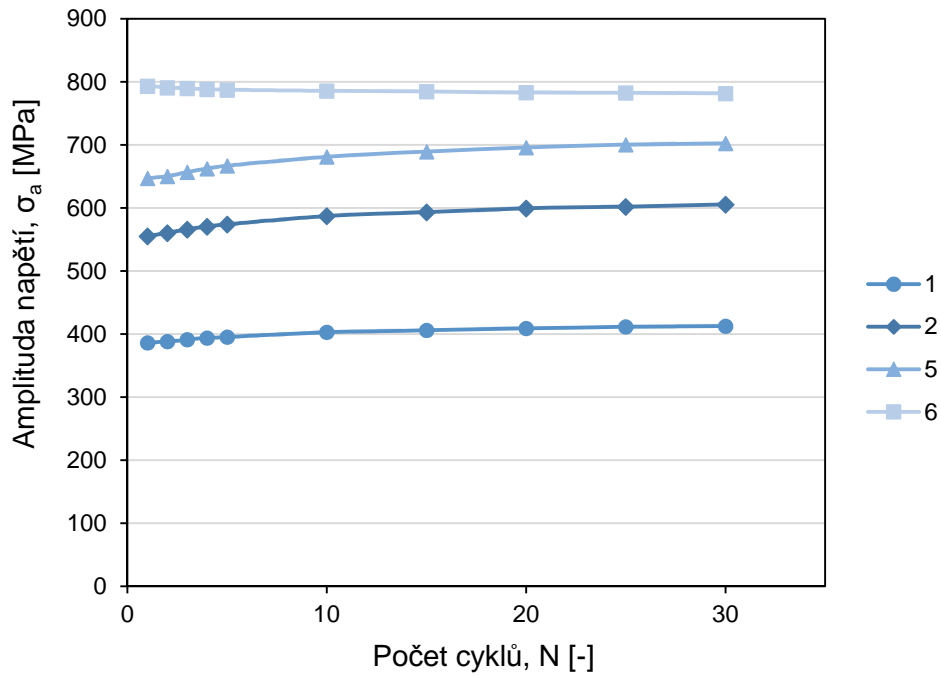
Vzorek	Předpětí [mm]	Amplituda [mm]	R_{ϵ} [-]	A_{ϵ} [-]
1	0,50	0,60	0,29	0,55
2	0,50	1,00	0,20	0,67
3	0,50	1,08	0,19	0,68
4	0,50	1,15	0,18	0,70
5	0,50	1,20	0,17	0,71
6	0,50	1,70	0,13	0,77
7	1,00	0,35	0,59	0,26
8	1,00	0,90	0,36	0,47
9	1,00	0,95	0,34	0,49
10	1,00	1,45	0,26	0,59
11	1,24	0,23	0,73	0,16
12	1,24	0,83	0,43	0,40
13	1,24	1,33	0,32	0,52

5.4 Cyklické zpevnění a změkčení

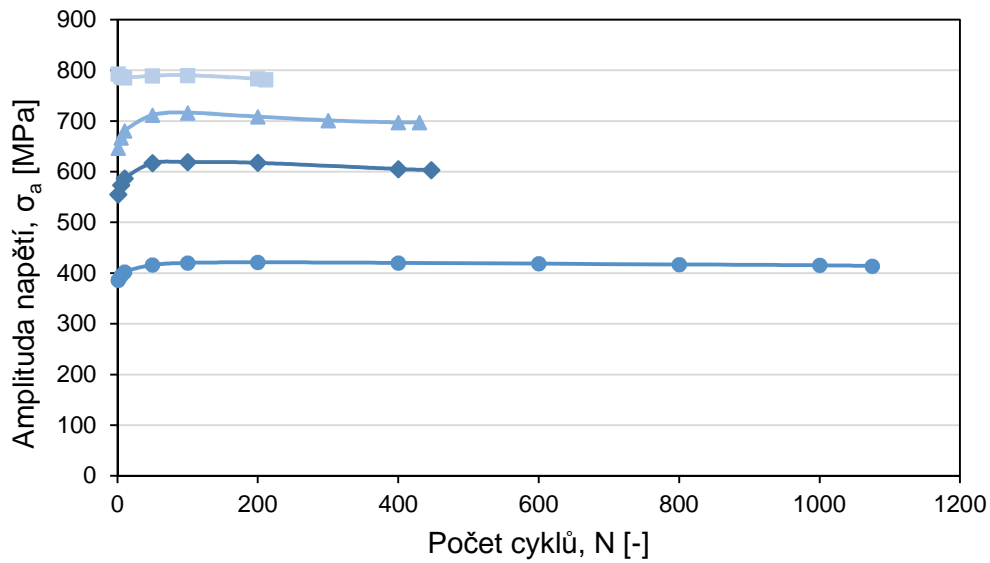
Z naměřených dat v průběhu cyklických zkoušek byly sestaveny grafy prezentující změny amplitudy napětí σ_a v závislosti na počtu cyklů N . Pro srovnání byly vytvořeny 3 skupiny vzorků podle velikosti předpětí. Vzorky 3, 4 a 9 byly vynechány z důvodu malých rozdílů mezi amplitudami deformace. Průběhy σ_a dané skupiny vzorků jsou vždy zachyceny v prvních 30 cyklech a také v celém rozsahu životnosti.

Podle empirického pravidla uvedeného v odstavci 2.2 bylo předpovězeno, že materiál bude zpevňovat. Do poměru R_m / R_e byly dosazeny hodnoty z materiálového listu ($R_m = 1491$ MPa, $R_e = 862$ MPa), výsledná hodnota $1,7 > 1,4$.

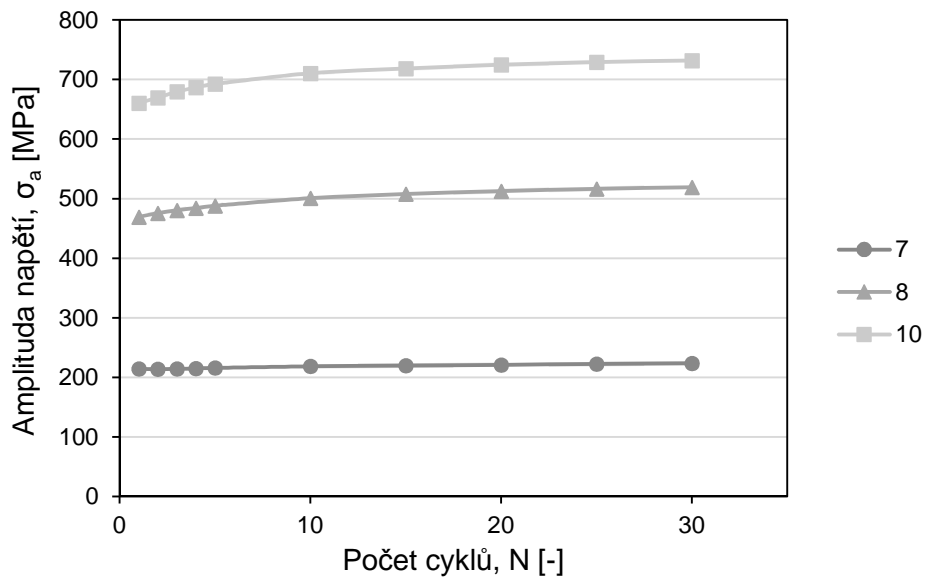
Jak je vidět v obrázku 5.2, 5.4 a 5.6, k relativně nejvýraznějšímu zpevnění dochází podle očekávání během prvních cyklů. V případě vzorků zatěžovaných nejnižšími ϵ_a (1, 7, 11) lze vidět také nejmenší změny velikosti σ_a , jejíž hodnota se po ustálení až do lomu nemění. Naopak vysoká hodnota ϵ_a u vzorku 6 má za následek místo zpevnění cyklické změkčení způsobené zřejmě velkou plastickou deformací. Méně výrazné změny σ_a (obr. 5.3, 5.5 a 5.7) probíhají až do 50. – 100. cyklu, kdy u vzorků 1, 7 a 11 nastává saturace σ_a . U ostatních vzorků místo ustálení dochází vlivem hromadící se plastické deformace ke změkčení.



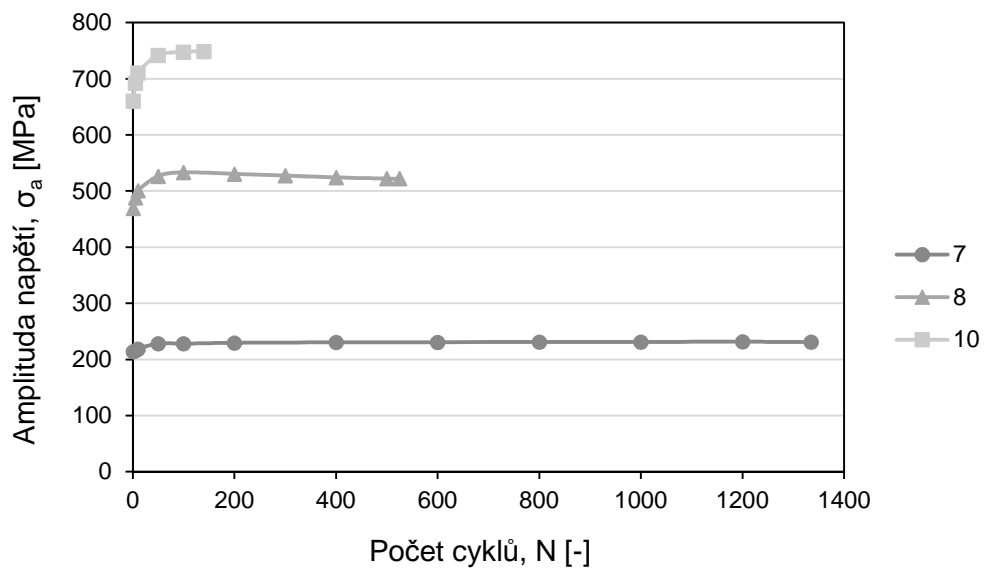
Obrázek 5.2: Křivky cyklického zpevnění drátu NiTi při stejném předpětí a různých ϵ_a v prvních 30 cyklech.



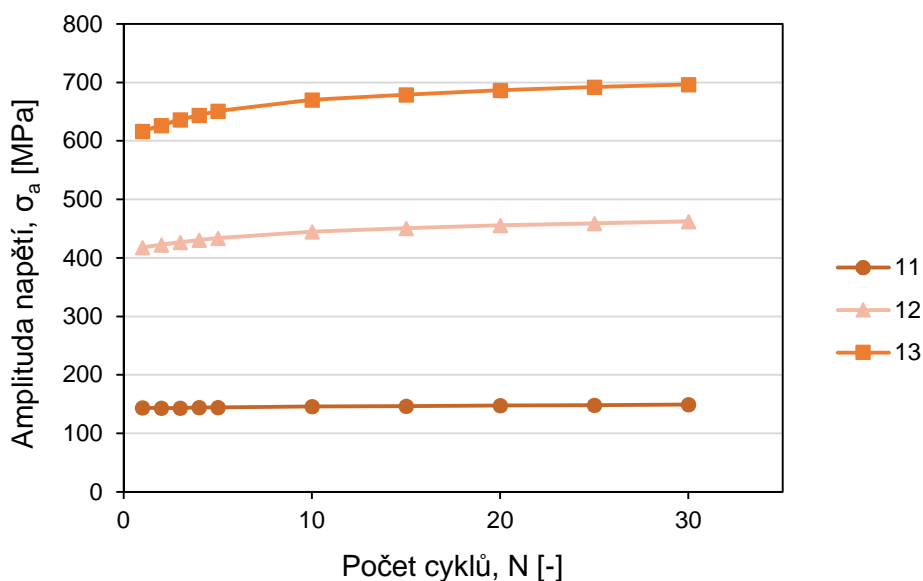
Obrázek 5.3: Křivky cyklického zpevnění a změkčení drátu NiTi při stejném předpětí a různých ϵ_a v celém rozsahu životnosti.



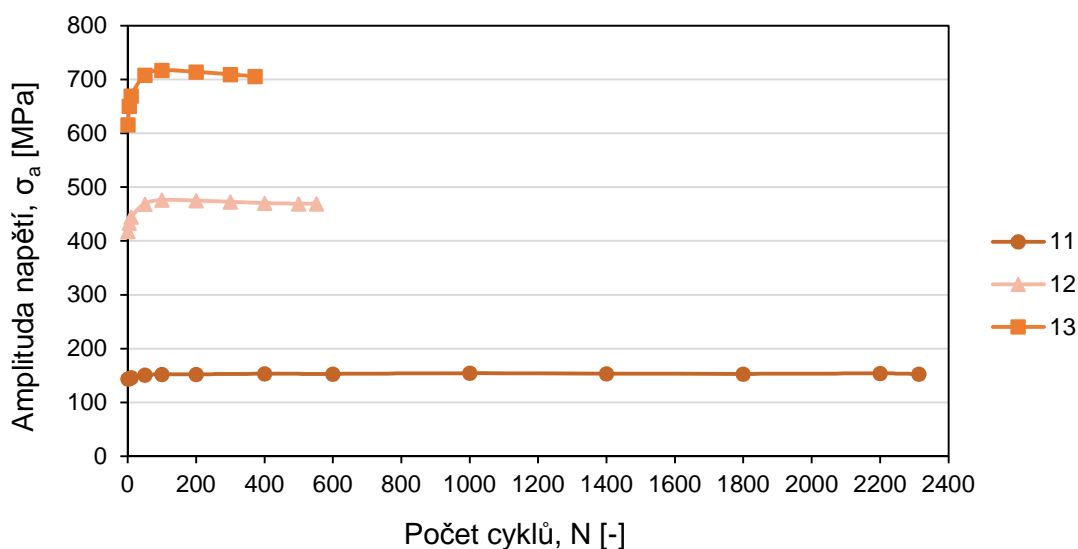
Obrázek 5.4: Křivky cyklického zpevnění drátu NiTi při stejném předpětí a různých ϵ_a v prvních 30 cyklech.



Obrázek 5.5: Křivky cyklického zpevnění a změkčení drátu NiTi při stejném předpětí a různých ϵ_a v celém rozsahu životnosti.



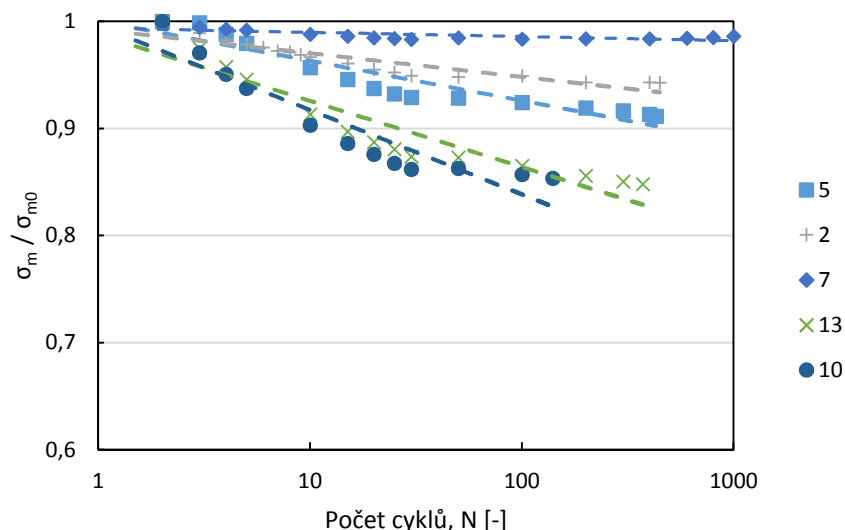
Obrázek 5.6: Křivky cyklického zpevnění drátu NiTi při stejném předpětí a různých ϵ_a v prvních 30 cyklech.



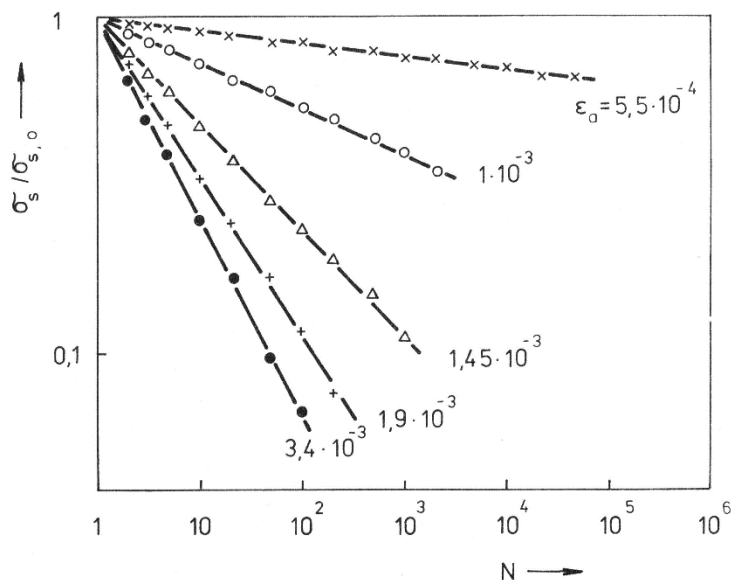
Obrázek 5.7: Křivky cyklického zpevnění a změkčení drátu NiTi při stejném předpětí a různých ϵ_a v celém rozsahu životnosti.

5.5 Relaxace středního napětí

Asymetrický zátěžný cyklus charakterizuje mimo jiné také střední hodnota napětí σ_m , které se snižuje s přibývajícím počtem cyklů – cyklicky relaxuje. Při různých amplitudách deformace probíhá relaxace různě rychle. Ukázáno to může být v grafu (obr. 5.8), na jehož svislou osu bude vyneseno poměr středního napětí k jeho počáteční hodnotě σ_m / σ_{m0} a na vodorovnou osu počet cyklů v logaritmických souřadnicích [37]. V porovnání s nízkouhlíkovou ocelí (obr. 5.9) probíhá relaxace středního napětí u Nitinolu velmi pozvolna, dokonce i pro vyšší amplitudy deformace.



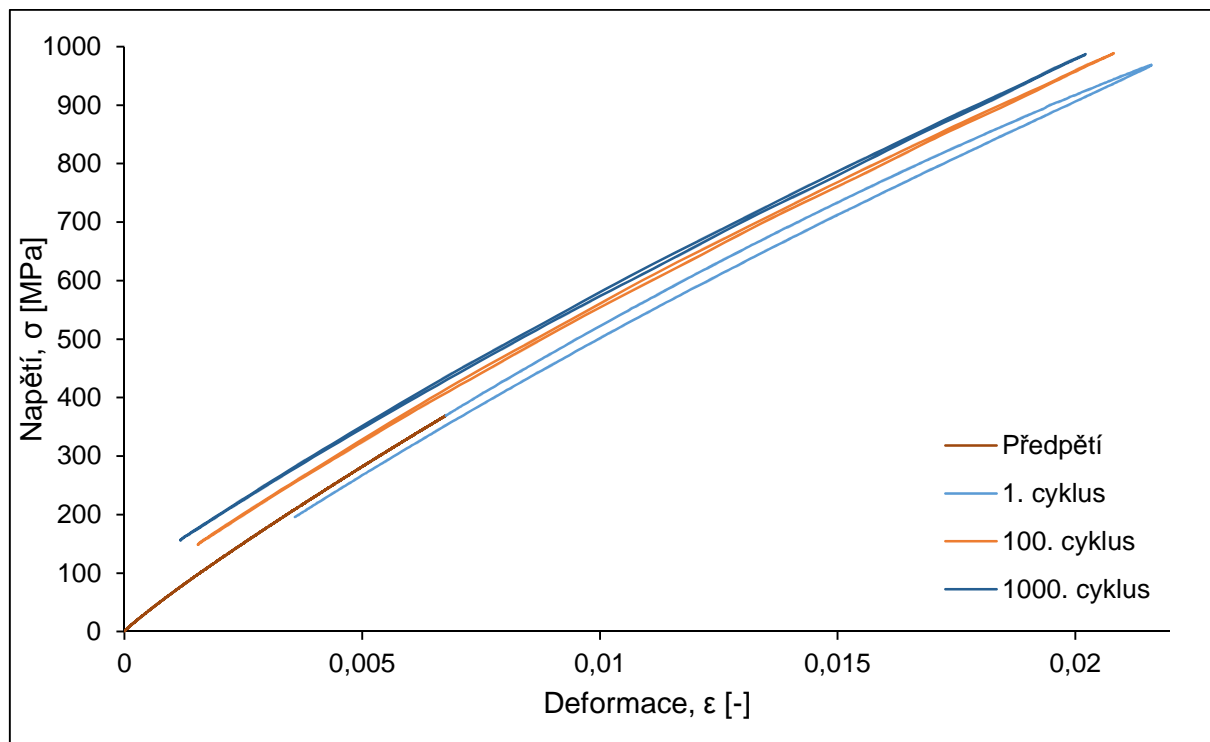
Obrázek 5.8: Poměr středních napětí σ_m / σ_{m0} v závislosti na počtu cyklů N pro různě vysoké amplitudy deformace drátu NiTi.



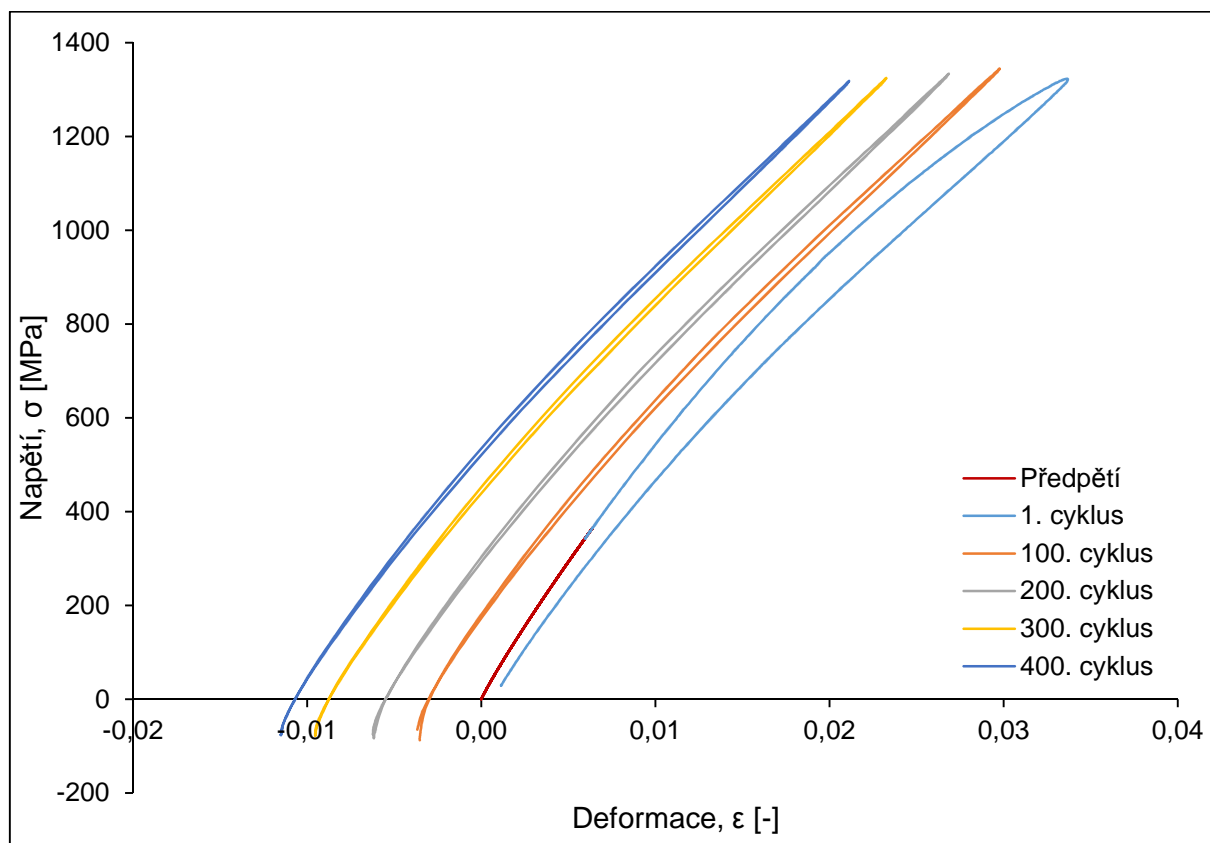
Obrázek 5.9: Poměr středních napětí σ_m / σ_{m0} v závislosti na počtu cyklů N pro různě vysoké amplitudy deformace nízkouhlíkové ocele. Převzato z [37].

5.6 Hysterezní smyčky

Hysterezní smyčky byly sestaveny z hodnot okamžitého napětí a deformace získaných během únavových zkoušek. Jejich průběh ukazuje závislost napětí na deformaci ve vybraných cyklech. Plochy hysterezních smyček jsou malé, jejich průběh kopíruje tvar zjištěný tahovou zkouškou (obr. 5.1). Na obrázku 5.10 jsou vykresleny smyčky vzorku 1 namáhaného relativně nízkou amplitudou vzhledem k ostatním použitým ϵ_a . Obrázek 5.11 ukazuje vzorek číslo 5 namáhaný dvojnásobnou amplitudou. Výsledné grafy jsou opět ovlivněny způsobem testování, kdy byla deformace řízena podle polohy čelistí stroje.



Obrázek 5.10: Hysterezní smyčky vzorku 1.



Obrázek 5.11: Hysterezní smyčky vzorku 5.

6 Závěr

V úvodních částech této práce byly prezentovány nejprve základní pojmy z únavy kovových materiálů, následně byla představena slitina na bázi NiTi nazývaná Nitinol. Byly vysvětleny její neobvyklé vlastnosti, tvarová paměť a superelastická, které se uskutečňují díky bezdifuzní martenzitické transformaci vysokoteplotního austenitu na nízkoteplotní martenzit. Z literárních zdrojů bylo zjištěno, že tyto vlastnosti materiál vykazuje po tepelném zpracování, přičemž významnou roli hraje žíhání. Významný vliv má také mechanické zpracování v kombinaci s tepelnou úpravou.

V následujícím oddíle bylo ukázáno chování Nitinolu při cyklickém zatěžování a také možnosti provádění únavových zkoušek strukturní a funkční únavy. Pro testování chování Nitinolu při mechanickém cyklickém zatěžování za konstantní teploty je používán BRF test nebo cyklování v tahu s konstantní amplitudou deformace.

Cílem této práce bylo zpracovat měření mechanických charakteristik slitiny s tvarovou pamětí na bázi NiTi při cyklickém zatěžování tahem. Pro tyto účely byl dodán drát NiTi bez tepelného zpracování. Za pokojové teploty byl materiál v austenitické vysokoteplotní fázi. Tahovou zkouškou a následnými únavovými testy bylo zjištěno:

- Youngův modul pružnosti v tahu Nitinolu má mnohem nižší hodnotu než Youngův modul pro ocel,
- ve slitině NiTi bez tepelného zpracování nebyla pozorována napětím vyvolaná martenzitická transformace,
- při cyklickém namáhání v tahu materiál zpevňuje, nebo se chová neutrálně,
- k relaxaci středního napětí dochází ve srovnání s nízkouhlikovou ocelí velmi pozvolna nebo vůbec.

Na tuto práci lze navázat únavovými zkouškami s konstantní amplitudou deformace řízenou extenzometrem a výsledky takových zkoušek porovnat s výsledky zde uvedenými. Dále může být navázáno zkouškami tepelně zpracované slitiny NiTi. Literární rešerši je možné použít jako zdroj informací pro další práce o slitině NiTi a jejích vlastnostech.

7 Seznam použitých zdrojů

- [1] PLUHAŘ, Jaroslav. *Nauka o materiálech*. Vyd. 1. Praha: SNTL, 1989, 549 s.
- [2] KLESNIL, Mirko a Petr LUKÁŠ. *Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání*. Vyd. 1. Praha: Academia, 1975, 222 s.
- [3] SEDLÁČEK, Vladimír. *Únava hliníkových a titanových slitin*. Vyd. 1. Praha: SNTL, 1989, 351 s. ISBN 8003001803.
- [4] SHIGLEY, Joseph, Charles MISCHKE, Richard BUDYNAS, Martin HARTL a Miloš VLK. *Konstruování strojních součástí*. 1. vyd. Brno: VUTIUM, 2010, 1159 s. ISBN 9788021426290.
- [5] VLACH, Bohumil. Únava materiálu: Úvod. In: *Podklady pro výuku na ÚMVI* [online]. s. 1-14 [cit. 2016-05-05]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/index.php/cs/studium/podklady-pro-vyuku-zimni-semestr>
- [6] LECCE, Leonardo a Antonio CONCILIO. *Shape memory alloy engineering: for aerospace, structural and other*. S.I.: Elsevier Butterworth-Hein, 2014. ISBN 978-008-0999-203.
- [7] ÖLANDER, Arne. AN ELECTROCHEMICAL INVESTIGATION OF SOLID CADMIUM-GOLD ALLOYS. *Journal of the American Chemical Society*. 1932, **54**(10), 3819-3833. DOI: 10.1021/ja01349a004. ISSN 0002-7863.
- [8] MOHD JANI, Jaronie, Martin LEARY, Aleksandar SUBIC a Mark GIBSON A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials*. 2014, **56**, 1078-1113. DOI: 10.1016/j.matdes.2013.11.084. ISSN 02613069.
- [9] KAUFFMAN, George a Isaac MAYO. *The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and Its Applications*. New York: Springer, 1996, 1(2). ISSN 1430-4171.
- [10] LAGOUDAS, Dimitris (ed.) *Shape memory alloys: modeling and engineering applications*. Editor Dimitris C Lagoudas. New York: Springer, 2008, xx, 435 s. ISBN 978-0-387-47684-1.
- [11] STOECKEL, Dieter. Shape memory actuators for automotive applications. *Materials*. 1990, **11**(6), 302-307. DOI: 10.1016/0261-3069(90)90013-A. ISSN 02613069.
- [12] QUANDT, E., C. HALENE, H. HOLLECK, K. FEIT, M. KOHL a P. SCHLOSSMACHER. Sputter Deposition Of TiNi And TiNiPd Films Displaying The Two Way Shape Memory Effect. *Proceedings of the International Solid-State Sensors and Actuators Conference - TRANSDUCERS '95*. IEEE, 1995, , 202-205. DOI: 10.1109/SENSOR.1995.721780.
- [13] NOEBE, Ronald. Properties and potential of two (Ni,Pt)Ti alloys for use as high temperature actuator materials. ARMSTRONG, William D. (ed.). *Smart structures and materials 2005*. Bellingham, Wash.: SPIE, 2005, s. 364-376. Proceedings of SPIE, 5761. ISBN 0819457426.

- [14] MIYAZAKI, S., K. MIZUKOSHI, T. UEKI, T. SAKUMA a Yinong LIU. Fatigue life of Ti–50 at.% Ni and Ti–40Ni–10Cu (at.%) shape memory alloy wires. *Materials Science and Engineering: A*. 1999, **273-275**, 658-663. DOI: 10.1016/S0921-5093(99)00344-5. ISSN 09215093.
- [15] HUANG, Weimin. *Shape Memory Alloys and their Application to Actuators for Deployable Structures*. Peterhouse, 1998, 175 s. Disertační práce. University of Cambridge. Vedoucí práce Dr. Sergio Pellegrino.
- [16] YAMAUCHI, K. (ed.) *Shape memory and superelastic alloys technologies and applications*. První vydání. Cambridge: Woodhead, 2011. ISBN 978-0-85709-262-5.
- [17] KURSA, M. a P. PACHOLEK Metalurgické charakteristiky tvarově paměťových materiálů na bázi Ni-Ti-Me. In: *Metal 2002: 11. mezinárodní konference metalurgie a materiálů : 11th international metallurgical*. Vyd. 1. Ostrava: Tanger, 2002, s. 137-147. ISBN 9788085988765. Dostupné také z: <http://www.fmfi.vsb.cz/cs/katedry-a-pracoviste/637/publikace/>
- [18] OTSUKA, Kazuhiro a Clarence Marvin WAYMAN. *Shape memory materials*. New York: Cambridge University Press, 1998, 284 p. ISBN 05-214-4487-X.
- [19] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002, 392 s. ISBN 80-720-4248-3.
- [20] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2003, 516 s. ISBN 80-720-4283-1.
- [21] OTSUKA, K. a X. REN. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*. 2005, **50**(5), 511-678. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2004.10.001. ISSN 00796425.
- [22] LOBO, Paulo, João ALMEIDA a Lúis GUERREIRO. Shape Memory Alloys Behaviour: A Review. *Procedia Engineering*. 2015, **114**, 776-783. DOI: 10.1016/j.proeng.2015.08.025. ISSN 18777058.
- [23] HUANG, X., G. ACKLAND a K. RABE Crystal structures and shape-memory behaviour of NiTi. *Nature Materials*. 2003, **2**(5), 307-311.
- [24] WAGNER, M.F.-X. a W. WINDL Lattice stability, elastic constants and macroscopic moduli of NiTi martensites from first principles. *Acta Materialia*. 2008, **56**(20), 6232-6245. DOI: 10.1016/j.actamat.2008.08.043. ISSN 13596454.
- [25] DUERIG, T., K. MELTON, D. STÖCKEL a C. WAYMAN *Engineering aspects of shape memory alloys*. První vydání. Boston: Butterworth-Heinemann, 1990, 499 p. ISBN 07-506-1009-3.
- [26] PARYAB, M., A. NASR, O. BAYAT, V. ABOUEI a A. ESHRAGHI Effect of heat treatment on the microstructural and superelastic behavior of NiTi alloy with 58.5wt% Ni. *Metalurgija*. 2010, **16**(2), 123-131. ISSN 0354-6306.

- [27] HORNBOGEN, E. Review Thermo-mechanical fatigue of shape memory alloys. *Journal of Materials Science*. Norwell: Kluwer Academic Publishers, 2004, **39**(2), 385-399. ISSN 0022-2461.
- [28] EGGELER, G., E. HORNBOGEN, A. YAWNY, A. HECKMANN a M. WAGNER Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2004, **378**(1-2), 24-33. DOI: 10.1016/j.msea.2003.10.327. ISSN 09215093.
- [29] MALETTA, C., E. SGAMBITTERRA, F. FURGIUELE, R. CASATI a A. TUISSI Fatigue properties of a pseudoelastic NiTi alloy: Strain ratcheting and hysteresis under cyclic tensile loading. *International Journal of Fatigue*. 2014, **66**, 78-85. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2014.03.011. ISSN 01421123.
- [30] WAGNER, M., T. SAWAGUCHI, G. KAUSRÄTER, D. HÖFFKEN a G. EGGELER Structural fatigue of pseudoelastic NiTi shape memory wires. *Materials Science and Engineering: A*. 2004, **378**(1-2), 105-109. DOI: 10.1016/j.msea.2003.11.058. ISSN 09215093.
- [31] MAMMANO, G. a E. DRAGONI Functional fatigue of shape memory wires under constant-stress and constant-strain loading conditions. *Procedia Engineering*. 2011, **10**, 3692-3707. DOI: 10.1016/j.proeng.2011.04.607. ISSN 18777058.
- [32] SOUL, H. a A. YAWNY Superelastic Behaviour of Niti Wires Under General Cycling Conditions: Thermomechanic 1-D Modelling. *Procedia Materials Science*. 2012, **1**, 141-148. DOI: 10.1016/j.mspro.2012.06.019. ISSN 22118128.
- [33] FIGUEIREDO, A., P. MODENESI a V. BUONO Low-cycle fatigue life of superelastic NiTi wires. *International Journal of Fatigue*. 2009, **31**(4), 751-758. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2008.03.014. ISSN 01421123.
- [34] *Nitinol Material* [online]. 2016 [cit. 2016-05-04].
Dostupné z: <https://confluentmedical.com/nitinol-material/>
- [35] ŠESTÁK, Petr. *Strukturní a mechanické charakteristiky slitiny NiTi stanovené ab-initio metodami*. Brno, 2009. Disertační práce. VUT Brno.
Vedoucí práce Prof. RNDr. Jaroslav Pokluda, CSc.
- [36] LEINVEBER, Jan a Pavel VÁVRA. *Strojnické tabulky*. 4., dopl. vyd. Úvaly: Albra, 2008. ISBN 978-80-7361-051-7.
- [37] POLÁK, Jaroslav. *Cyklická plasticita a nízkocyklová únavová odolnost kovových materiálů*. 1. vyd. Praha: Academia, 1986.
- [38] KUČERÍK, Jiří. Termická analýza: Diferenční kompenzační kalorimetrie (DSC). In: *Chempoint: Vědci pro průmysl a praxi* [online]. 2011 [cit. 2016-04-01].
Dostupné z: <http://www.chempoint.cz/kucerik-2>

Seznam použitých symbolů a zkratk

Symbol	Rozměr	Veličina
A	[-]	amplitudový poměr
A _f	[°C]	teplota konce austenitické transformace
A _s	[°C]	teplota počátku austenitické transformace
A _ε	[-]	amplitudový poměr při tvrdém zatěžování
d	[m]	průměr
E	[GPa]	Youngův modul pružnosti v tahu
E ₁	[J]	energie rozptýlená v materiálu
E ₂	[J]	potenciální energie
E _A	[GPa]	Youngův modul austenitu
E _M	[GPa]	Youngův modul martenzitu
F	[N]	síla
L ₀	[m]	počáteční délka vzorku
N	[-]	počet cyklů
N _f	[-]	počet cyklů do lomu
M _D	[°C]	nejvyšší teplota napětím indukované martenzitické transformace
M _f	[°C]	teplota konce martenzitické transformace
M _s	[°C]	teplota počátku martenzitické transformace
R	[-]	parametr popisující asymetrii cyklu
R _ε	[-]	parametr popisující asymetrii cyklu při tvrdém zatěžování
R _e	[MPa]	mez kluzu
R _m	[MPa]	mez pevnosti
R _{p0,1}	[MPa]	smluvní mez kluzu
R _{p0,2}	[MPa]	smluvní mez kluzu
R _{p1}	[MPa]	smluvní mez kluzu
S ₀	[mm ²]	počáteční průřez
T	[°C]	teplota
ε	[-]	deformace
ε _{ae}	[-]	amplituda elastické deformace
ε _{ap}	[-]	amplituda plastické deformace
ε _{at}	[-]	amplituda celkové deformace
ε _m	[%]	střední hodnota amplitudy deformace
ε _{max}	[%]	maximální hodnota amplitudy deformace
ε _{min}	[%]	minimální hodnota amplitudy deformace
ε _p	[-]	trvalá deformace
Δσ	[MPa]	rozkmit napětí
ΔL	[m]	prodloužení vzorku
σ	[MPa]	normálové napětí
σ _a	[MPa]	amplituda napětí
σ ^{Af}	[MPa]	konec austenitické transformace
σ ^{As}	[MPa]	začátek austenitické transformace
σ _c	[MPa]	mez únavy
σ _f	[MPa]	konec dvojčatění martenzitu
σ _m	[MPa]	střední hodnota napětí
σ _{m0}	[MPa]	střední hodnota napětí v prvním cyklu
σ ^{Mf}	[MPa]	konec martenzitické transformace

σ^{Ms}	[MPa]	počátek martenzitické transformace
σ_s	[MPa]	počátek dvojčatění martenzitu
σ_{min}	[MPa]	minimální napětí v zátěžném cyklu
σ_{max}	[MPa]	maximální napětí v zátěžném cyklu
ω	[rad·s ⁻¹]	úhlová rychlost

Zkratka	Význam
B19	ortorombická struktura martenzitu
B19'	monoklinická struktura martenzitu
B2	uspořádaná struktura v austenitu
B33	ortorombická bazálně centrovaná struktura martenzitu
BCC	body center cubic – kubická prostorově středěná krystalická mřížka
BRF	Bending Rotation Fatigue – únavový rotační test za ohybu
DSC	Differential Scanning Calorimeter – diferenční kompenzační metoda
LFSAH	Lightweight Flexible Solar Array Hinge
Nitinol	Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory – komerční název pro slitinu niklu a titanu objevenou v Naval Ordnance Laboratory
SE	superelasticity – superelastický jev
SMA	shape memory alloy – materiál s tvarovou pamětí
SME	shape memory effect – jev tvarové paměti
TWSME	two-way shape memory effect – dvoucestný jev tvarové paměti