



**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**  
**ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ**

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

## **NÍZKOCYKLOVÁ ÚNAVA PSEUDOELASTICKÉ SLITINY NITI**

LOW CYCLE FATIGUE OF PSEUDOELASTIC NITI ALLOY

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

MASTER'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

**Bc. MONIKA KAŇOVÁ**

**VEDOUCÍ PRÁCE**

SUPERVISOR

**doc. Ing. LIBOR PANTĚLEJEV, Ph.D.**

BRNO 2013

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství  
Akademický rok: 2012/2013

## **ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE**

student(ka): Bc. Monika Kaňová

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

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 diplomové práce:

### **Nízkocyklová únava pseudoelastické slitiny NiTi**

v anglickém jazyce:

### **Low cycle fatigue of pseudoelastic NiTi alloy**

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Zkušebním materiálem bude tažený drát ze slitiny Ti-50.9at%Ni. Materiál ve výchozím stavu má velmi jemná zrna o střední velikosti 70nm. Za pokojové teploty při mechanickém namáhání materiál vykazuje tzv. pseudoelastické chování, tedy schopnost vratně se deformovat až do cca 8% deformace. Reverzibilita deformace ovšem není ideální a při cyklickém namáhání dochází k degradačním procesům a lomu. Detaily tohoto procesu nejsou příliš známé. Hlavním úkolem diplomanta bude provést a vyhodnotit sérii únavových testů toho materiálu. Experimentální část práce bude provedena na Ústavu fyziky materiálů, AVČR.

Cíle diplomové práce:

- vyzkoušet různé způsoby uchycení vzorku do čelistí;
- provést tahové a únavové zkoušky na servohydraulickém stroji MTS 810, ověřit reproduktibilitu měření;
- provést systematické měření únavových vlastností slitiny NiTi v míjivém cyklu.

Seznam odborné literatury:

- [1] K. Otsuka, C.M Wayman, "Shape memory materials", Cambridge university press 1998
- [2] G. Eggeler, E. Hornbogen, A. Yawny, A. Heckmann, M. Wagner, "Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys", Mat. Sci. Eng. A 378 (2004), 24
- [3] studijní podpory k předmětu Dislokace a plastická deformace

Vedoucí diplomové práce: doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2012/2013.

V Brně, dne 22.11.2012

L.S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
Ředitel ústavu

---

prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.  
Děkan fakulty

## **Abstrakt**

Tato práce se zabývá studiem mechanických vlastností slitiny NiTi, která vykazuje jev pseudoelasticity a paměťového efektu. V části zabývající se únavou je zkoumána oblast funkční a strukturní únavy. Cílem této práce bylo provést a vyhodnotit sérii únavových testů. Materiál k experimentům byl dodán ve formě drátu, který byl upnut do speciálních čelistí. V první části experimentu jsou vyhodnoceny tahové zkoušky, kterými lze dokázat reprodukovatelnost měření. Dále byla provedena série únavových zkoušek. Výsledky těchto testů byly vyhodnoceny společně s výsledky již dříve provedených zkoušek. Jedna část diskuse byla zaměřena na porovnání změn tvaru hysterezních smyček při cyklickém zatěžování v závislosti na rychlosti zatěžování. Ve druhé části byly vyneseny křivky únavové životnosti. Bylo zjištěno, že tyto křivky mají nestandardní tvar, který je v práci vysvětlen.

## **Abstract**

This work is focused on study of mechanical properties of NiTi alloy which shows pseudoelastic and shape memory behaviour. Functional and structural fatigue of the material is examined. The main aim of this work was to perform and to evaluate a series of fatigue tests. The material was supplied in the form of wire which was gripped in the machine using special grips. In the first part of the experiment, tensile tests are evaluated and the reproducibility of measurements is demonstrated. Then, a series of cyclic tests was performed. Results were analysed together with previous measurements. One part of discussion concerned changes of the hysteresis loops during cycling and their dependence on strain rate. The fatigue life curves were plotted. It was found that these curves have non-standard shapes. The reasons for this are explained in the work.

## **Klíčová slova**

Pseudoelastická NiTi slitina, materiály s tvarovou pamětí, martenzitická transformace, hysterezní smyčky, nízkocyklové únavy

## **Key words**

Pseudoelastic NiTi alloy, shape memory materials, martensitic transformation, hysteresis loop, low cycle fatigue



## **Bibliografická citace**

KAŇOVÁ, M. Nízkocyklová únava pseudoelastické slitiny NiTi. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 69 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D..



## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma: „Nízkocyklová únava pseudoelastické slitiny NiTi“ vypracovala samostatně pod vedením doc. Ing. Libora Pantělejeva, Ph.D. a prof. Mgr. Tomáše Krumla, CSc. s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených na seznamu, který je uveden na konci této práce.

V Brně dne: 24. 5. 2013

-----  
Monika Kaňová



## **Poděkování**

Tímto bych chtěla poděkovat svému vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Liboru Pantělejevovi, Ph.D., prof. Mgr. Tomáši Krumlovi, CSc. za jeho vedení, cenné rady a připomínky. Dále chci poděkovat Ing. Jiřímu Tobiášovi za pomoc při vyhodnocování experimentálních údajů.

# Obsah

<b>1</b>	<b>Úvod</b> .....	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Únava materiálů</b> .....	<b>4</b>
2.1	Stadium změn mechanických vlastností .....	6
2.2	Hysterezní smyčka .....	6
2.3	Křivky cyklického zpevnění / změkčení .....	7
2.4	Cyklická křivka napětí – deformace .....	8
2.5	Stadium iniciace únavových trhlin .....	9
2.6	Stadium šíření trhlin .....	10
2.7	Křivky životnosti .....	11
<b>3</b>	<b>Slitiny s tvarovou pamětí</b> .....	<b>13</b>
<b>4</b>	<b>Nitinol</b> .....	<b>14</b>
4.1	Chemické a fyzikální vlastnosti NiTi .....	15
4.2	Výroba slitiny NiTi .....	15
4.3	Krystalografie martenzitické transformace .....	16
4.4	Neobvyklé mechanické vlastnosti .....	17
4.4.1	Pseudoelasticita .....	17
4.4.2	Jednocestný paměťový efekt .....	18
4.4.3	Dvoucestný paměťový efekt .....	19
4.5	Aplikace NiTi .....	20
4.6	Nízkocyklová únava NiTi .....	21
4.7	Životnost .....	24
<b>5</b>	<b>Cíle práce</b> .....	<b>32</b>
<b>6</b>	<b>Experimentální část</b> .....	<b>33</b>
6.1	Materiál .....	33
6.2	Zkušební zařízení pro nízkocyklovou zkoušku .....	34
6.3	Provádění zkoušek .....	35
<b>7</b>	<b>Výsledky</b> .....	<b>37</b>
7.1	Upnutí vzorku .....	37

7.2	Tahový diagram.....	37
7.3	Únava .....	40
7.3.1	Změny tvaru hysterezních smyček při cyklickém zatěžování .....	41
7.3.2	Závislost tvaru hysterezních smyček na rychlosti deformace .....	49
7.4	Životnost.....	50
<b>8</b>	<b>Diskuze.....</b>	<b>52</b>
8.1	Chování materiálu při cyklické deformaci .....	52
8.1.1	Nízké rychlosti zatěžování.....	52
8.1.2	Vysoké rychlosti zatěžování .....	55
8.2	Životnost vzorků .....	55
<b>9</b>	<b>Závěry .....</b>	<b>59</b>
<b>10</b>	<b>Seznam použité literatury .....</b>	<b>60</b>
<b>11</b>	<b>Seznam použitých symbolů a zkratek.....</b>	<b>63</b>
<b>12</b>	<b>Seznam obrázků.....</b>	<b>65</b>
<b>13</b>	<b>Seznam tabulek a příloh.....</b>	<b>68</b>
<b>14</b>	<b>Příloha 1 – Výkres čelisti NiTi.....</b>	<b>69</b>

# 1 Úvod

Materiál, který by byl schopný reagovat na podněty z okolí, jako je například tlak, teplota, napětí, magnetické či elektrické pole, byl před několika desítkami let brán jako výstřednost a hodně vzdálená budoucnost, dnes hraje hlavní roli ve vývoji inovativních (smart) materiálů. Důvodů pro volbu smart materiálů je několik, umělá svalová vlákna, samoregulační ztmavovací skla, airbagová čidla nebo termochromní tkaniny. Změny probíhají námi přesně definovaným způsobem, což umožňuje tyto inteligentní materiály čím dál častěji zařazovat do praktického využití.

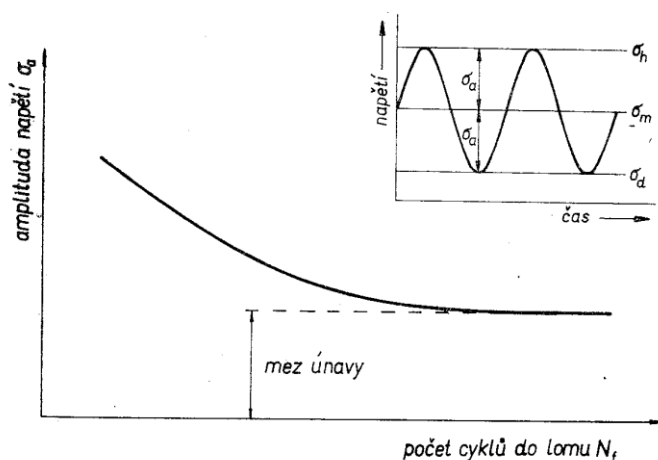
Oblast vývoje smart materiálů, mezi které se řadí i slitiny s tvarovou pamětí, přitahuje pozornost vědců z oboru fyziky pevných látek, chemie, krystalografie a oborů strojního inženýrství.

Nitinol byl původně vyvinut jako materiál vysoce odolný korozi. V dnešní době má největší využití převážně v lékařství pro své tlumící účinky, tělu nedělá potíže ho přijmout a navíc má schopnost po zdeformování tlakem nebo tahem vrátit se do původního tvaru. Z NiTi se vyrábí například rovnátka, která udržují stálý tlak na zuby, ale i umělé zubní kořeny, cévní a průduškové výztuže nebo různé chirurgické nástroje. Při komplikovaných zlomeninách se do obou částí zlomené kosti vyvrtnají otvory, do kterých se vloží hroty zdravotnické skobičky, která byla za nízké teploty roztažena. Po ohřátí se její hroty stáhnou a tím přitáhnou a zafixují k sobě části zlomené kosti.

Tato práce je zaměřena na zkoumání degradačních procesů slitiny NiTi během cyklické deformace, a to jak v oblasti funkční únavy, tak v oblasti strukturní únavy.

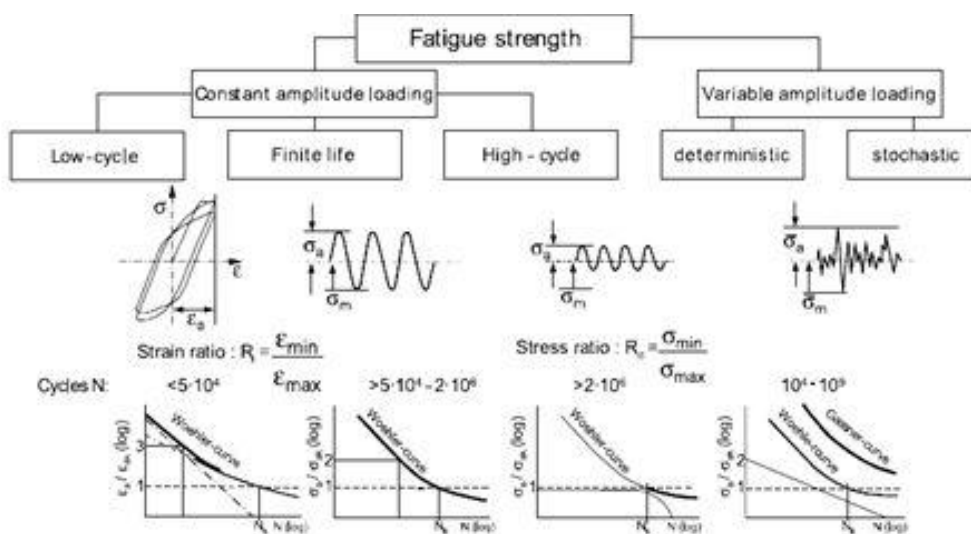
## 2 Únava materiálů

Únava materiálu je proces změn v mikrostruktuře materiálu a jeho vlastností vyvolaný proměnným zatěžováním, přičemž nejvyšší napětí je menší než mez pevnosti v tahu  $R_m$  a ve většině případů i menší než je mez kluzu  $R_e$ . První systematicky uspořádané zkoušky prováděl August Wöhler v letech 1852 - 1870. Své experimenty prováděl pro určení obecných konstrukčních principů pro výrobu lokomotiv a vagonů, mostních konstrukcí a železničních profilů. Dodnes je jednou ze základních únavových charakteristik Wöhlerova křivka (obr. 2. 1.), která udává závislost amplitudy napětí  $\sigma_a$  na počtu cyklů do lomu  $N_F$ , kdy  $N_F$  se vynášá do logaritmických souřadnic. Tato křivka je známá také pod názvem S – N křivka. Amplituda napětí  $\sigma_C$ , při které nedochází k lomu ani při vysokém počtu cyklů (řádu  $10^7$ ), se nazývá mez únavy.



Obr. 2. 1. Wöhlerova křivka [1].

Způsobů provádění únavových zkoušek je celá řada. Některé z nich ukazuje obr. 2. 2. Testy únavové odolnosti se dělí dle použité amplitudy zatěžování a oblastí počtů cyklů do lomu.



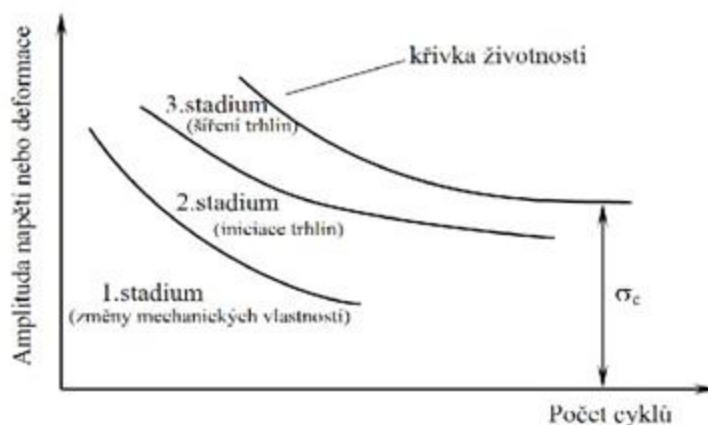
Obr. 2. 2. Rozdělení únavového zatěžování [2].

Existence únavy kovových materiálů je podmíněna cyklickou plastickou deformací, kvůli které dochází k řadě procesů v materiálu (obr. 2. 3.). Mnohonásobné opakování plastické deformace, byť tak malé, že z hlediska běžného pojetí se jedná o prakticky elastické, vede ke kumulativnímu poškození, které končí únavovým lomem. Únava se rozděluje na únavu vysokocyklovou, s počtem cyklů do lomu řádu  $10^5$  a výše, a na únavu nízkocyklovou, kde se udává počet cyklů do lomu  $5 \cdot 10^4$  a méně. Pojem kvazistatická únava se používá při počtech cyklů  $10^2$  symetrického zátěžného cyklu a v oblastech cyklického creepu při asymetrickém zatížení s tahovým předpětím. Oblast gigacyklové únavy se udává od počtu cyklů do lomu vyšších než  $10^8$  [3].



Obr. 2. 3. Schéma únavového života [4].

Rozdělení únavového života na jeho jednotlivá stádia je ukázáno na obr. 2. 4. Vlastní křivka životnosti sama o sobě reprezentuje konec třetího stádia. Zbývající dvě čáry popisují konce předchozích dvou stádií [1].



Obr. 2. 4. Stádia únavového procesu [5].

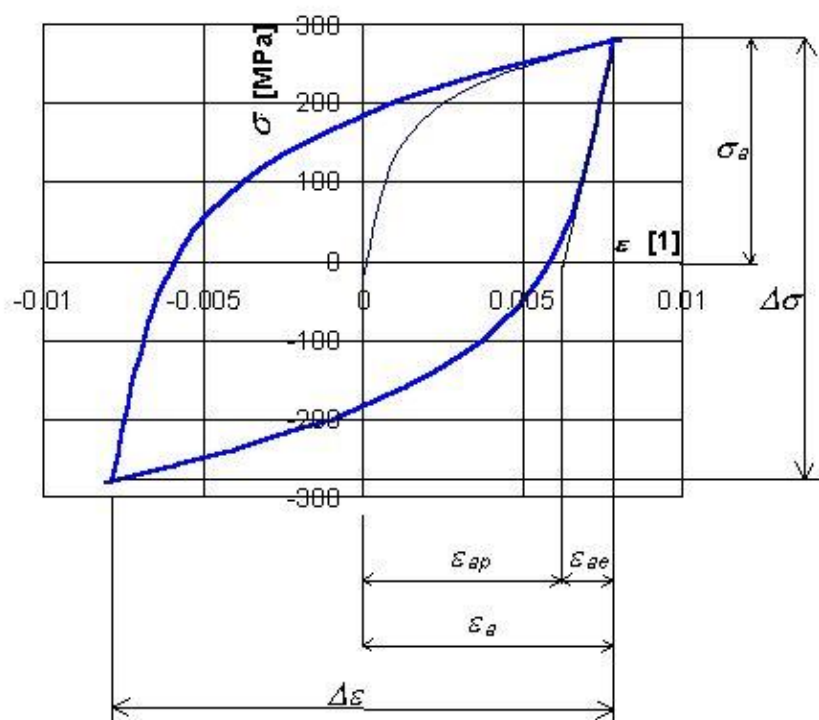
## 2.1 Stadium změn mechanických vlastností

Za mechanické vlastnosti zde budeme považovat vlastnosti, které charakterizují odpor materiálu proti deformaci vyvolané vnějšími silami. Nejlepší a nejjednodušší způsob detekce změn mechanických vlastností je přímé měření parametrů hysterezních smyček [1].

V důsledku vzniku a kumulace cyklické plastické deformace se mění hustota a uspořádání dislokací v materiálu. Materiál tak mění své mechanické vlastnosti, dochází k cyklickému změkčování nebo zpevňování, toto chování se popisuje pomocí křivek zpevnění / změkčení [5].

## 2.2 Hysterezní smyčka

Hysterezní smyčka ukazuje závislost napětí a deformace v průběhu cyklického zatěžování (obr. 2. 5.).



Obr. 2. 5. Schéma ustálené hysterezní smyčky a její parametry [6]:  $\sigma_a$  – amplituda napětí,  $\varepsilon_a$  – amplituda deformace,  $\varepsilon_{ap}$  – amplituda plastické deformace,  $\Delta \varepsilon_p$  – šířka hysterezní smyčky.

Pro výpočet amplitudy plastické deformace se používá vztah, který se vypočítá jako poloviční šířka hysterezní smyčky při střední hodnotě napětí [4]:

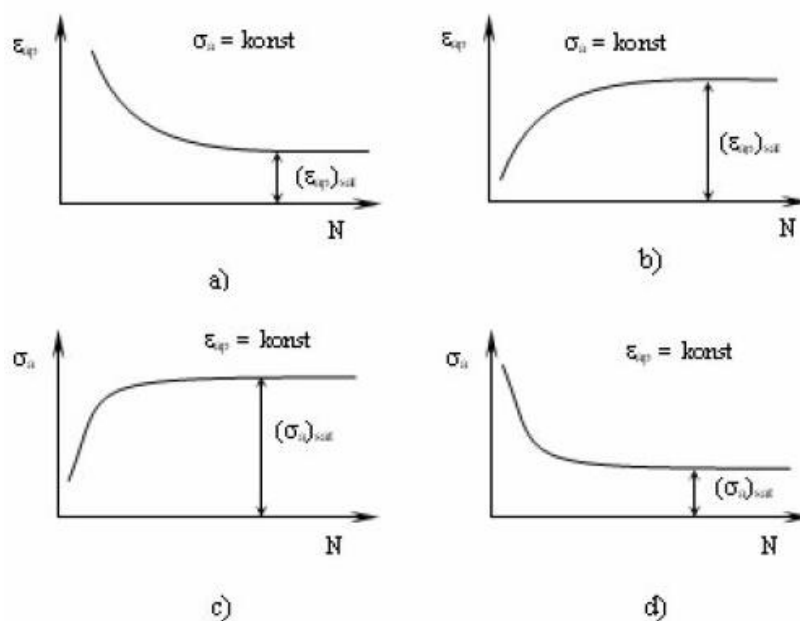
$$\varepsilon_{ap} = \frac{\Delta \varepsilon}{2} \quad (1)$$

Plocha hysterezní smyčky má význam specifické energie disipované v materiálu v průběhu jednoho cyklu [3]. Po ukončení počátečního stádia cyklické deformace, kdy materiál cyklicky zpevňuje nebo změkčuje, nastává u většiny materiálů stádium

saturatione mechanických vlastností, dojde k ustálení hysterezní smyčky a její tvar se nemění vůbec nebo pouze nepatrně. Závislost napětí na deformaci je charakterizována neuzavřenými hysterezními smyčkami.

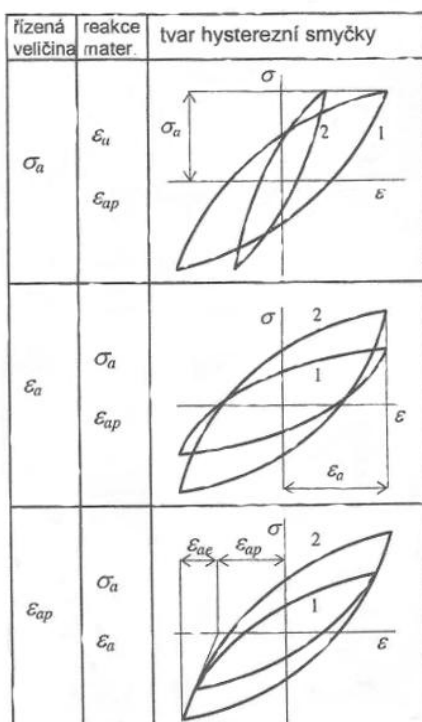
### 2.3 Křivky cyklického zpevnění / změkčení

Křivky cyklického zpevnění nebo změkčení slouží k vyhodnocení chování materiálu u cyklického zatěžování. U tvrdého módu zatěžování, tj.  $\sigma_a$  je konstantní v průběhu zatěžování, se jedná o závislost amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu. Při použití měkkého módu, tj.  $\sigma_a$  je konstantní, se vynáší do grafu s logaritmickými souřadnicemi závislost amplitudy plastické deformace na počtu cyklů do lomu. Pokud amplituda plastické deformace s počtem cyklů klesá, jedná se o cyklické zpevnění. Cyklické změkčení vykazují materiály, u kterých amplituda plastické deformace narůstá (obr. 2. 6).



Obr. 2. 6. Definice cyklického zpevnění a změkčení pro různé režimy zatěžování [1]:  
a) cyklické zpevnění, b) cyklické změkčení, c) cyklické zpevnění, d) cyklické změkčení.



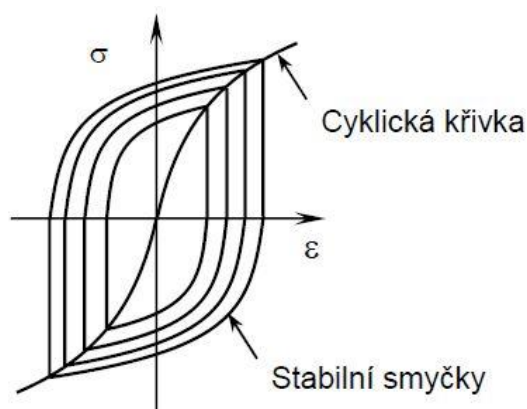


Obr. 2. 7. Změna tvaru hysterese smyček pro cyklicky zpevňující materiál [7]

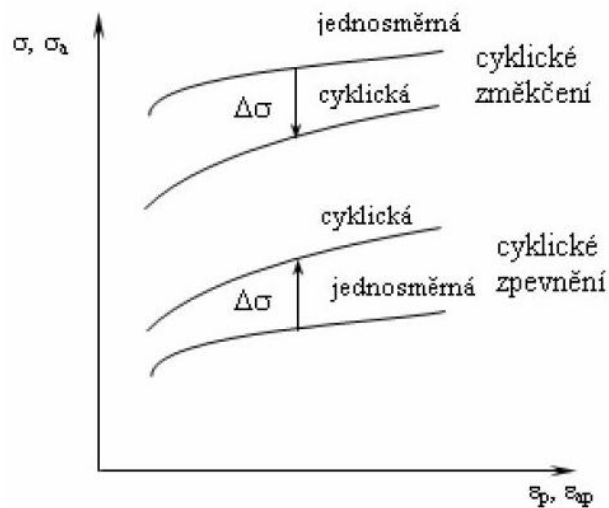
## 2.4 Cyklická křivka napětí – deformace

Stádium napět'ově – deformačních změn končí saturovanou hysterese smyčkou. Saturované hodnoty  $\sigma_a$  a  $\varepsilon_{ap}$  se vynášejí jako cyklická křivka napětí - deformace . Tato křivka popisuje chování materiálu při plastické deformaci po převážnou část jeho životnosti (obr. 2. 8.). Matematicky lze závislost popsat vzorcem [4]:

$$\sigma_a = K' \cdot \varepsilon_{ap}^n \quad (2)$$



Obr. 2. 8. Cyklická křivka napětí – deformace [5].

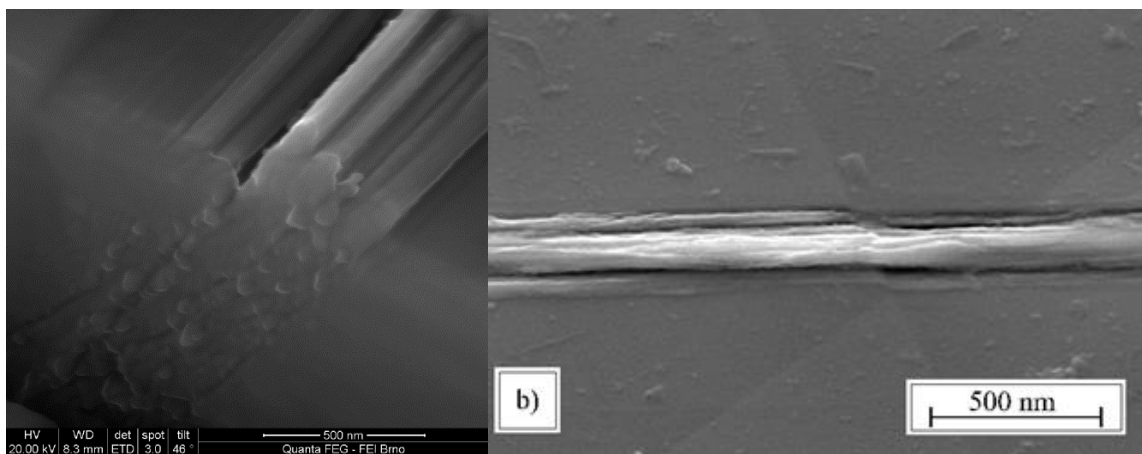


Obr. 2. 9. Srovnání jednosměrných tahových diagramů a cyklických křivek napětí – deformace [5].

Leží – li tahová křivka napětí – deformace pod cyklickou křivkou napětí – deformace, materiál cyklicky zpevňuje (obr. 2. 9.). Pokud se tahová křivka nachází nad křivkou cyklickou, jde o cyklické změkčení [9].

## 2.5 Stadium iniciace únavových trhlin

Druhé stádium (obr. 2. 4.) popisuje vznik únavových trhlin, kde samotná iniciace závisí na typu materiálu, vnitřní struktuře a na amplitudě cyklické plastické deformace. Trhliny se iniciují na povrchu. Cyklická plastická deformace se postupně lokalizuje do míst, kde je materiál nejméně pevný. Na povrchu vznikají perzistentní skluzové pásy, tj. úzké oblasti, kde je původní povrch materiálu zvrásněný díky lokálně intenzivní cyklické plastické deformaci. Bylo zjištěno, že tyto pásy nezmizí ani při odleštění. Na povrchu vzorku tak vzniká hrubý povrchový reliéf, který způsobuje lokální koncentraci napětí (obr. 2. 10.). Místa, kde materiál je vytlačen nad původní povrch, se nazývají extruze, oblasti, kde je část pásu pod původním povrchem, se nazývají intruze.



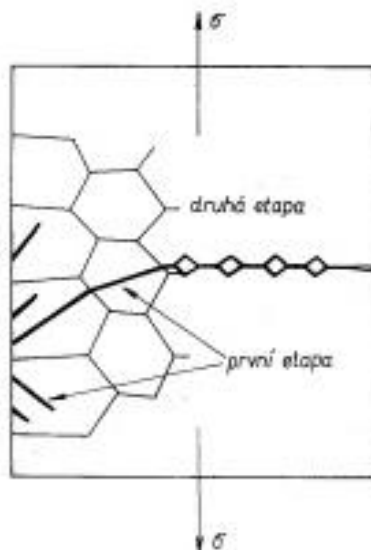
Obr. 2. 10. Reálné snímky povrchového reliéfu [8].

Intruze působí jako koncentrátor napětí a podporuje další skluz. V těchto místech proto vznikají zárodky samotných únavových trhlin. V oblasti vysokých amplitud plastické deformace, kdy se skluzové perzistentní pásy vyskytují po celém objemu zkoumaného materiálu, hrají podstatnou roli při iniciaci únavové trhliny hranice zrn. Iniciační trhliny v perzistentním skluzovém pásu probíhá na krystalografické rovině, která je blízká rovině svírající úhel  $45^\circ$  se směrem osy zatěžování [4].

K hlavním typům iniciačních míst se řadí již zmíněné perzistentní skluzové pásy, dále častým případem jsou hranice zrn, kde se trhliny iniciují zejména při vysokoamplitudové únavě za zvýšených teplot. U vícefázových materiálů vznikají trhliny často na rozhraní mezi inkluzemi a matricí. Iniciační trhliny na hranicích zrn nebo mezifázových rozhraních je podporována segregací nečistot a slabými vazbami mezi různými fázemi.

## 2.6 Stadium šíření trhlin

Ve stádiu šíření únavových trhlin se trhliny nejprve šíří ve stejném směru, jako proběhla iniciace, tedy v úhlu blízkém  $45^\circ$  ke směru hlavního napětí (první etapa šíření trhlin, obr. 2. 11.). V průběhu dalšího cyklického zatěžování dochází k propojování mikrotrhlin a k růstu do objemu materiálu. Velká většina mikrotrhlin se zastavuje a jen menší počet z nich proniká do hloubky větší než desítky mikrometrů. Čím je trhlina delší, tím více se stáčí ke směru kolmému k vektoru hlavního napětí. Tento přechod roviny trhliny z aktivní skluzové roviny do roviny kolmé na vnější napětí se označuje jako přechod z krystalografického šíření trhliny do nekrystalického šíření trhliny (druhá etapa růstu trhliny). Zde se již většinou šíří pouze jediná magistralní trhlina.



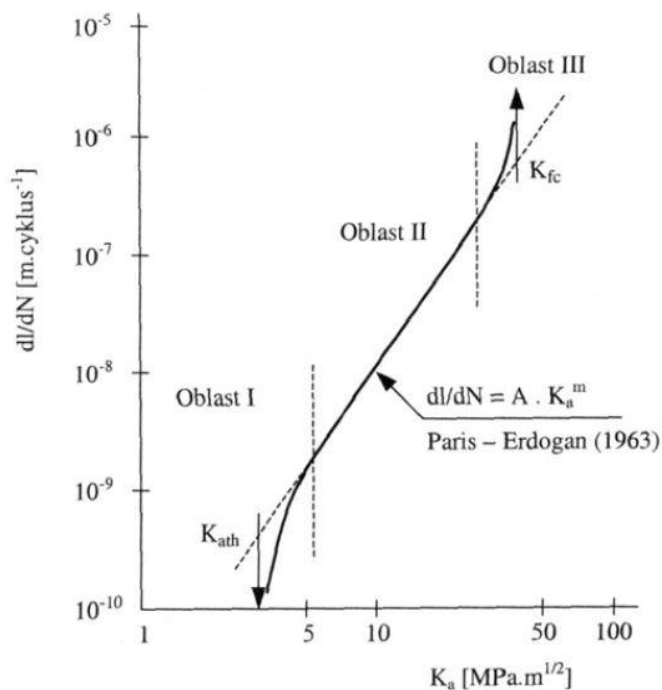
Obr. 2. 11. Schéma etap šíření únavové trhliny [1].

Velký vliv zde má samotný typ materiálu, rychlost šíření trhliny a úroveň napjatosti. Mechanismus šíření trhlin probíhá opakovaným střídáním otupování a novým zotříváním čela trhliny v tahové a tlakové části cyklu. Tomuto mechanismu se říká Lairdův model [4].

Šíření dlouhých únavových trhlin lze popsat pomocí parametrů lomové mechaniky. Stadium šíření trhlin popisuje Parisův – Erdoganův vztah (obr. 2. 12.), který lze popsat matematicky [5]:

$$\frac{dl}{dN} = A \cdot K_a^m \quad (3)$$

kde  $dl / dN$  je rychlost šíření únavové trhliny [ $m \cdot \text{cyklus}^{-1}$ ],  $A$ ,  $m$  jsou materiálové parametry a  $K_a$  je amplituda součinitele intenzity napětí [ $\text{MPa} \cdot m^{1/2}$ ].



Obr. 2. 12. Parisův - Erdoganův diagram šíření únavových trhlin [5].

## 2.7 Křivky životnosti

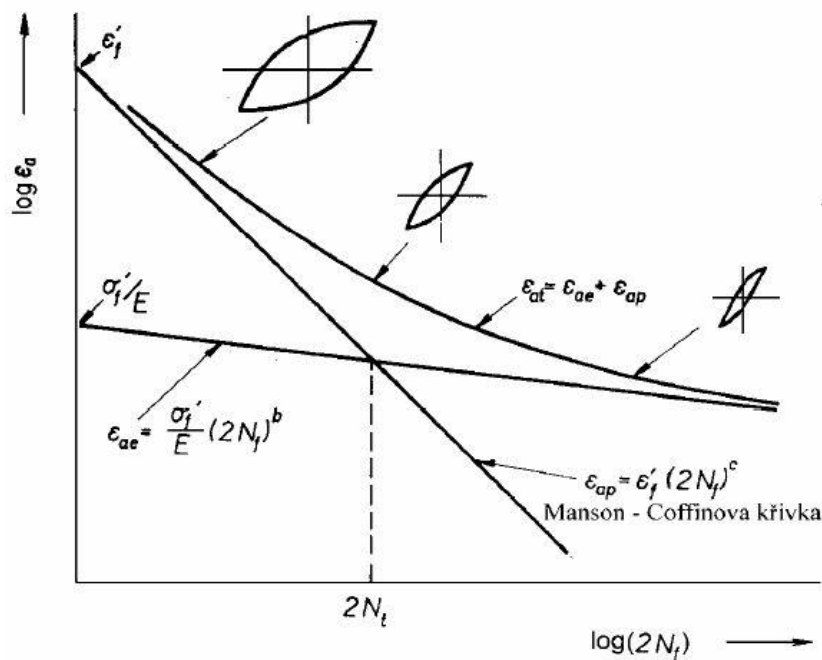
V nízkocyklové oblasti únavy lze životnost materiálu popsat pomocí Wöhlerovy křivky (závislost mezi počtem cyklů do lomu  $N_F$  a  $\epsilon_a$ ), Coffinovy - Mansonovy křivky (závislost mezi  $N_F$  a  $\epsilon_{ap}$ ) nebo křivky kombinované (závislost mezi  $N_F$  a  $\epsilon_a$ , obr. 2.13).

Kombinovaná křivka životnosti se skládá z plastické ( $\epsilon_{ap}$ ) a elastické ( $\epsilon_{ae}$ ) části. V místě jejich průtoku se nachází tranzitní počet cyklů ( $N_T$ ).

Matematicky se tyto tři případy popisují empirickými mocninnými závislostmi: Coffinův - Mansonův vztah píšeme ve tvaru [4]:

$$\epsilon_{ap} = \epsilon_f' \cdot (2N_f)^c \quad (4)$$

Z této rovnice se stanovuje materiálová charakteristika součinitel únavové tažnosti  $\epsilon_f'$  a plastický exponent  $c$ .



Obr. 2. 13. Kombinovaná křivka únavové životnosti [1].

Wöhlerova křivka se dříve stanovovala pouze ve vysokocyklové oblasti. Při rostoucím počtu cyklů do lomu klesá amplituda napětí. Vynesená závislost se asymptoticky blíží mezi únavy  $\sigma_c$ . Mez únavy bývá definována jako největší výkmit napětí při daném středním napětí, který daný materiál teoreticky vydrží po nekonečný počet cyklů, případně jako amplituda napětí, kterou materiál snese po  $10^7$  cyklů.

Křivku životnosti  $\sigma_a - N_F$  popisuje Basquinova závislost [4]:

$$\sigma_a = \sigma_f' \cdot (2N_f)^b \quad (5)$$

kdy  $\sigma_a$  značí amplitudu napětí,  $\sigma_f'$  popisuje koeficient únavové pevnosti, parametr  $N_F$  je označení počtu cyklů do lomu a parametr  $b$  je exponent únavové pevnosti. Při srovnání rovnic křivek životnosti s rovnicí popisující cyklickou deformační křivku je patrné, že ze šesti uvedených parametrů v těchto rovnicích jsou nezávislé pouze čtyři. Dva parametry lze vyjádřit pomocí ostatních čtyř.

Platí tyto vztahy [4]:

$$b = n_c' \cdot c \quad (6)$$

$$K = \frac{\sigma_f'}{\varepsilon_f^n} \quad (7)$$

Parametry rovnic byly určeny regresní analýzou z experimentálních údajů. Díky tomu můžeme za základní parametry charakterizující cyklickou plasticitu a únavovou životnost v nízkocyklové oblasti volit čtyři parametry, tj.  $K'$ ,  $n'$ ,  $\varepsilon_f'$ ,  $c$ .

### 3 Slitiny s tvarovou pamětí

Efekt tvarové paměti byl objeven a poprvé dokázán v roce 1951 na slitině Au – Cd [10]. Nejvyužívanější slitina s tvarovou pamětí (shape memory alloy, SMA) NiTi byla objevena v roce 1963 americkou firmou The Naval Ordnance Laboratory pod vedením Williama J. Buehlera [11]. Slitiny s tvarovou pamětí se řadí mezi intermetalika, tedy slitiny kovů, které se svou strukturou a vlastnostmi liší od jednotlivých složek a jejich konečné vlastnosti nelze s určitou platností předpovědět.

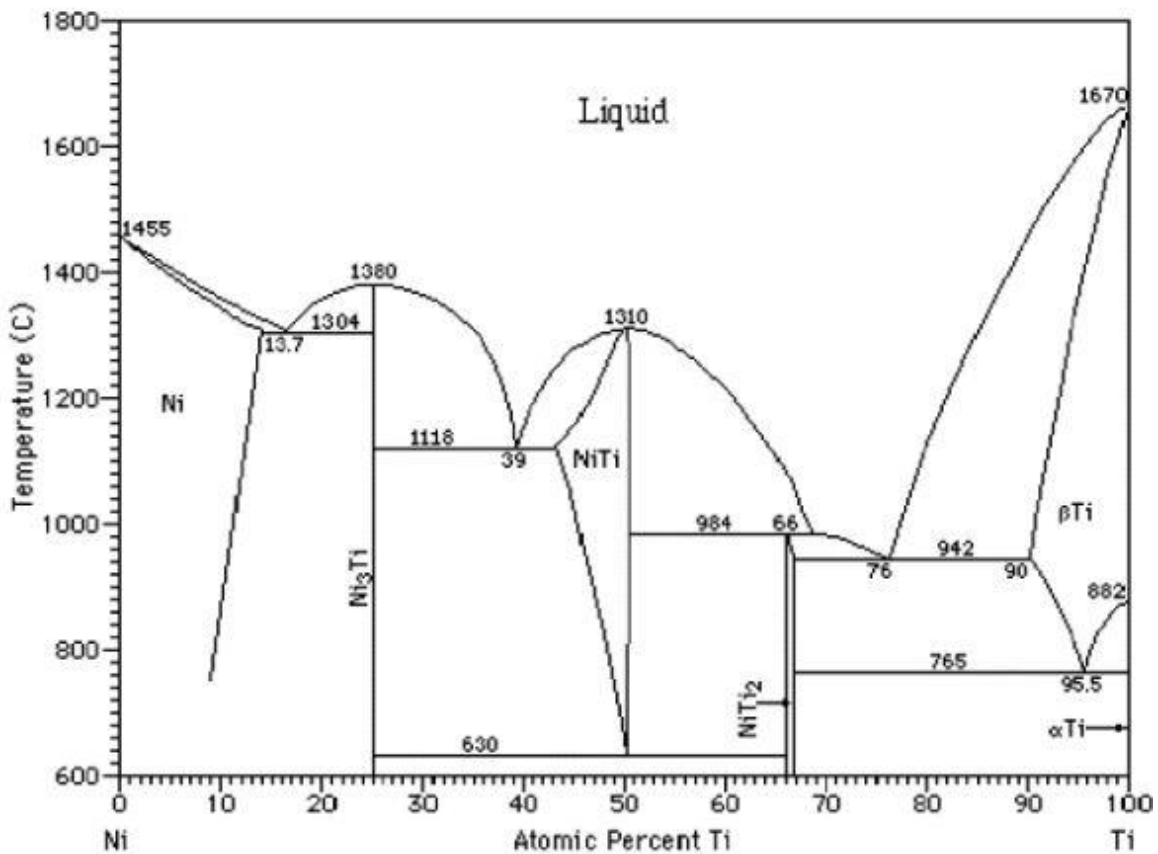
Tab. 3. 1. Materiály s tvarovou pamětí [12]

slitina	složení	rozmezí teplot transformací ( $A_s$ ) [°C]
AgCd	44 ~ 49 at % Cd	190 ~ 50
AuCd	46,5 ~ 50 at % Cd	30 ~ 100
CuAlNi	14 ~ 14,5 wt % Al 3 ~ 4,5 wt % Ni	140 ~ 100
CuSn	~ 15 at % X	120 ~ 30
CuZn	38,5 ~ 41,5 wt % Zn	180 ~ 10
CuZn X (X = Si, Sn, Al)	small wt % X	180 ~ 200
InTl	18 ~ 23 at % Tl	60 ~ 100
NiAl	36 ~ 38 at % Al	180 ~ 100
TiNi	46,2 ~ 51 at % Ti	50 ~ 110
TiNi X (X = Pd, Pt)	50 at % Ni + X 5 ~ 50 at % X	200 ~ 700
TiNiCu	~ 15 at % Cu	150 ~ 100
TiNiNb	~ 15 at % Nb	200 ~ 50
TiNiAu	50 at % Ni + Au	20 ~ 610
TiPd X (X = Cr, Fe)	50 at % Pd + X ~ 15 at % X	0 ~ 600
MnCu	5 ~ 35 at % Cu	250 ~ 180
FeMnSi	32 wt % Mn, 6 wt % Si	200 ~ 150
FePt	~ 25 at % Pt	~ 130
FeNi X (X = C, Co, Cr)	small wt % X	

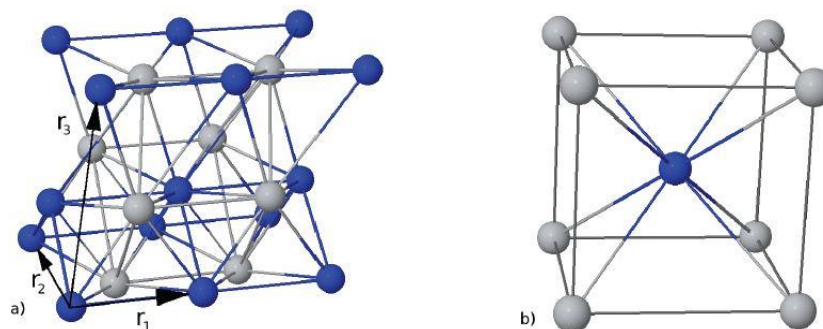
Intermetalika se vyskytují většinou jen v úzkém rozmezí koncentrací s přesně daným chemickým složením, jejich atomy jsou v krystalové mřížce chemicky uspořádány. Materiály s tvarovou pamětí jsou specifickou třídou kovových slitin, u kterých dochází i při velkých deformacích následným ohřevem k obnovení jejich původního tvaru. Mezi jejich neobvyklé vlastnosti se řadí kromě jevu tvarové paměti i pseudoelastická a schopnost vyvíjet sílu při ohřevu. Tvarová paměť je způsobena tím, že kov, u kterého se tato vlastnost vyskytuje, přechází při určité teplotě z jedné krystalové struktury do jiné. Tento přechod je vyvolán tím, že slitina se snaží udržet v energeticky nejvýhodnějším stavu, a tak dochází ke změně krystalové mřížky. Fáze, která je stabilní při nízké teplotě, je nazývána martenzit, vysokoteplotní fáze austenit. Mezi slitiny s tvarovou pamětí patří již zmiňovaný Nitinol, tedy slitina na bázi Ni - Ti, ale také slitiny Cu – Al- Zn, Cu – Al – Ni a řada dalších, tabulka 3. 1.

## 4 Nitinol

Slitina NiTi označovaná jako Nitinol obsahuje 50 at. % niklu i titanu. Na obr. 4.1. je uveden fázový diagram Ni - Ti. Z diagramu je patrné, že při teplotách nad 600 °C je uspořádána intermetalická fáze B2 ve slitině termodynamicky stabilní. Při ochlazení austenitické fáze pod kritickou teplotu  $M_s$  („martensite start“) dojde k nukleaci a růstu nízkoteplotní fáze martenzitu s monoklinickým uspořádáním typu B19'. Pro úplnost je třeba poznamenat, že u slitiny Ni - Ti, při ochlazování austenitické fáze, je před transformací do martenzitu někdy pozorován přechod do další strukturní fáze, která je označována jako R-fáze, podle rhombohedrální distorze kubické austenitické fáze. Naopak, při zvýšení teploty nízkoteplotní fáze B19' nad kritickou hodnotu  $A_s$  („austenite start“), dojde ke zpětné transformaci, při které krystalografické uspořádání martenzitické fáze B19' s nižší symetrií přechází do původního krystalografického uspořádání austenitické fáze B2 s vyšší symetrií [13]. Transformace je dokončena za teploty  $A_f$  („austenite finish“).



Obr. 4. 1. Fázový diagram binárního systému Ni - Ti [14].



Obr. 4. 2. Struktury NiTi slitiny: a) martenzitická, b) austenitická [13].

#### 4.1 Chemické a fyzikální vlastnosti NiTi

Chemické a fyzikální vlastnosti jsou uvedeny v tabulce 4.1.

Tab. 4.1. Chemické a fyzikální vlastnosti NiTi [15].

teplota tavení [°C]	1310
hustota [ $\text{kg} \cdot \text{dm}^{-3}$ ]	6,45
elektrická rezistivita [ $10^{-6} \Omega\text{m}$ ]	0,5 ÷ 1,1
tepelná vodivost [ $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]	10 ÷ 18
transformační entalpie [ $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ]	490
pevnost v tahu [MPa]	700 ÷ 1000
rozsah transformačních teplot [K]	173 ÷ 383
hystereze [K]	30
maximum jednocestného jevu [%]	8
normální dvoucestný jev [%]	1,2
počet tepelných cyklů	100 000
maximální teplota ohřevu [°C]	400
korozní odolnost	výborná
biologická kompatibility	výborná

#### 4.2 Výroba slitiny NiTi

Nitinol je binární intermetalická slitina niklu a titanu. Metalurgické vlastnosti NiTi dovolují změnit jeho mechanické vlastnosti a teplotu, při níž dochází k fázové transformaci. Tato změna se provádí přidáním dalšího prvku do slitiny, případně změnou poměrů obsažených kovů ve slitině. Zvýší – li se procentuální zastoupení niklu v NiTi o 1 %, sníží se tak teplota, při níž dochází k fázové transformaci a vzroste zároveň mez kluzu v austenitu. Transformační teplotu snižuje přidání Fe, Cu. Přidáním těchto prvků se transformační teplota dá zvolit v rozmezí -200 až 110 °C. Pro zmenšení hystereze a snížení deformační síly v martenzitické fázi se přidává měď.

K výrobě NiTi se používají dvě metody. Jedná se o odlévání ingotů nebo výroba metodou práškové metalurgie. Výroba je velmi obtížná, a to z důvodu vysoké reaktivity titanu.



Při tavení vznikají oxidy a karbidy, proto se používá tavení v ochranné atmosféře. Tavení se provádí pomocí plasmového oblouku, indukčně ve vakuu nebo použitím elektronových paprsků.

### 4.3 Krystalografie martenzitické transformace

Hodnoty transformačních teplot jsou závislé na obsahu niklu v matici, obsahu intersticiálních prvků, tepelném a tepelně – mechanickém zpracování. S rostoucí hustotou dislokací narůstá teplotní interval začátku a konce martenzitické přeměny.

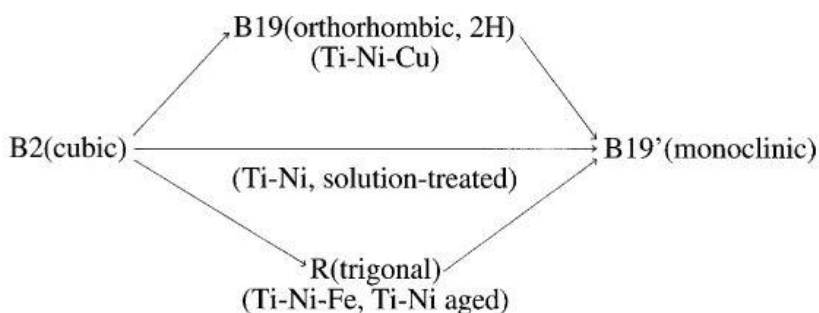
Vysokoteplotní fáze B2 je intermetalickou fází s uspořádáním kubickou prostorově středěnou mřížkou (bcc). Mřížková konstanta má hodnotu 0,3015 nm. Při teplotách 1090°C přechází tato uspořádaná struktura na neuspořádanou. Tato fáze je výchozí strukturou při martenzitické přeměně a vzniku paměťového efektu [16].

Romboedrická R- fáze vzniká romboedrickou distorzí austenitu, která bývá doprovázena nízkým napětím a malou hysterezí [17].

Přímá přeměna mezi B2 a B19' je možná jen při aplikaci rozpouštěcího žíhání.

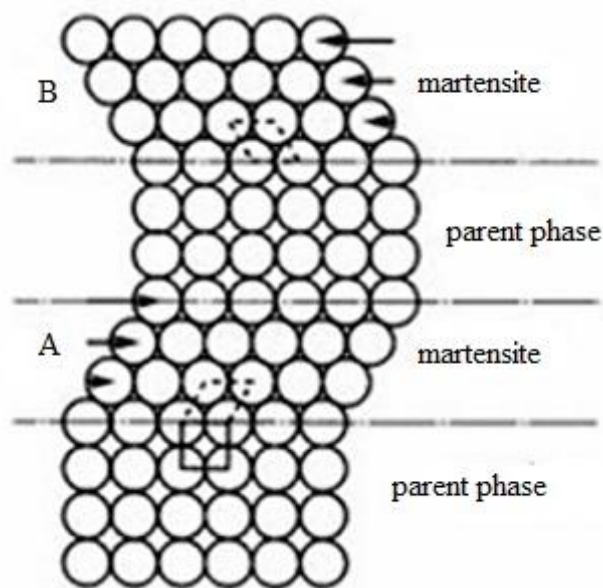
Martenzitická B19' fáze má monoklinickou krystalovou strukturu. Tato fáze má důležitou roli při tvorbě tvarového efektu, protože její důležitou vlastností je vratná deformace tohoto typu martenzitu. [17].

Martenzitická B19 fáze má ortorombickou strukturu. Vyskytuje se u slitin s tvarovou pamětí na bázi Ni - Ti, Au, Cd, Cu, Al [17].



Obr. 4. 3. Tři možné druhy přechodů mezi austenitickou a martenzitickou fází slitin NiTi [18].

Martenzitická transformace je znázorněna na obr. 4. 4. Probíhá stříhovým mechanismem, pokud dojde k rychlému snížení teploty. Martenzit v oblastech A a B má stejnou strukturu, avšak odlišnou krystalografickou orientaci. Tyto oblasti se nazývají varianty martenzitické fáze. Protože martenzit má malou symetrii, hodně jeho variant se vytváří ze základní vysokoteplotní fáze. Při vyšších teplotách je martenzit nestabilní a dochází tak k vratné transformaci. Na schématu je vidět, že transformace se uskutečňuje malými kolektivními posuny atomů, díky tomuto efektu se často martenzitická transformace nazývá vojenskou transformací.



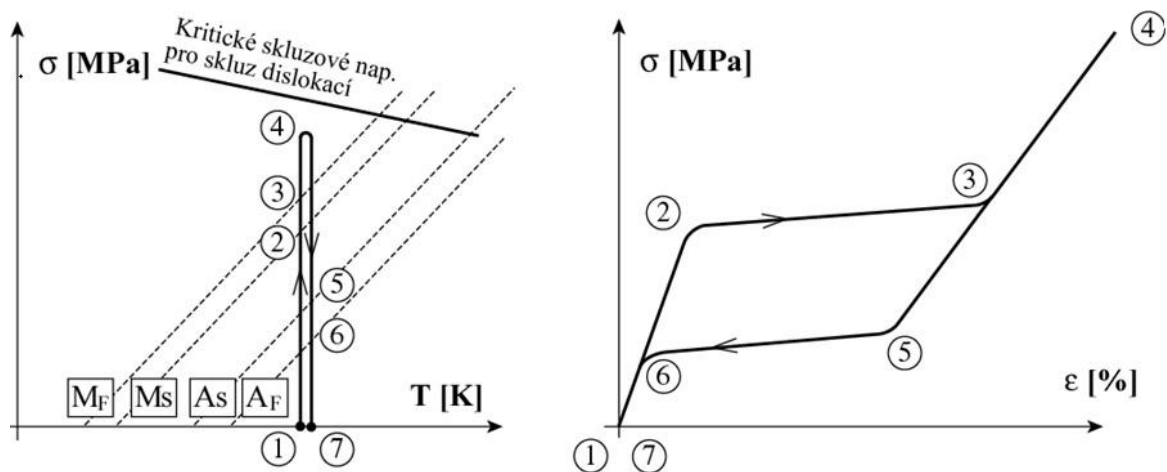
Obr. 4. 4. Schéma martenzitické deformace [19].

## 4.4 Neobvyklé mechanické vlastnosti

### 4.4.1 Pseudoelasticita

Pseudoelasticita (často také nazývaná superelasticita) je založena na podobnosti mechanismu termoplastické martenzitické přeměny, kdy se zvyšováním aplikovaného napětí nastává přeměna austenitu na martenzit a souběžně se zvyšuje tvarová deformace. Zvláštností SMA (shape memory alloy) materiálu je to, že zpětná fázová transformace probíhá plně reverzibilně, tj. atomy se vracejí na své původní místo a navazují vazby s původními sousedy. Tento zásadní rozdíl ve zpětné fázové transformaci je příčinou neobvyklých mechanických vlastností SMA slitin. Pseudoelastická křivka SMA slitin je silně nelineární a vždy doprovázená hysterezí. Tímto způsobem lze vratně deformovat materiál přibližně až do 10%. Do této hodnoty deformace nedochází k plastické deformaci dislokačním skluzem, ten by vedl k nevratnému efektu, ale dochází pouze k pohybu fázových a vnitřních rozhraní typu dvojčat [19].

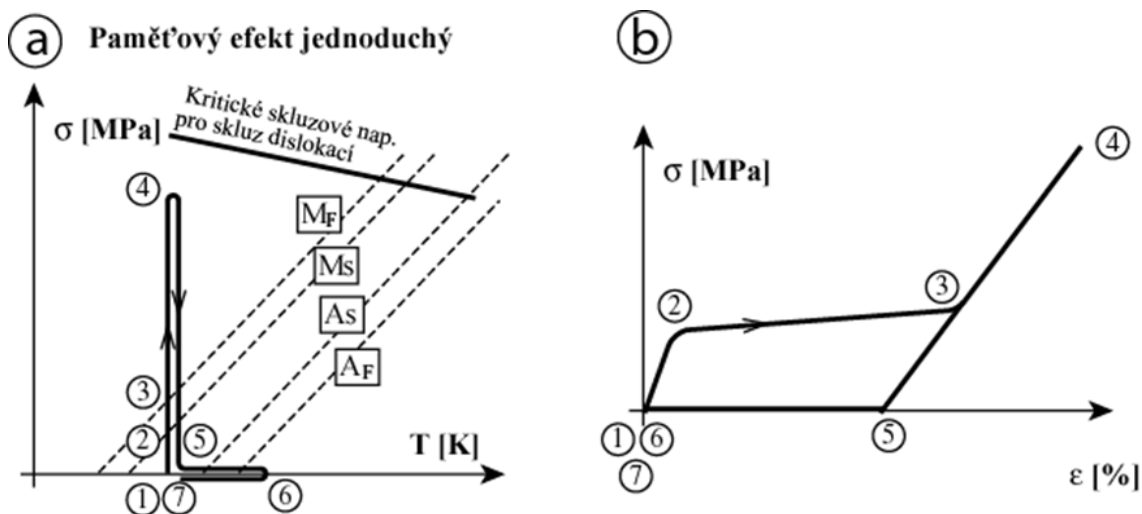
Princip pseudoelasticity je schématicky znázorněn na obr. 4. 5. Mezi body 2 - 3 dojde k tvorbě napěťově indukovaného martenzitu, v této oblasti vzniká nejvýhodnější orientační varianta martenzitu; výskyt elastické deformace martenzitu se objevuje v oblasti bodů 3 - 4; nad bodem 4 by došlo k plastické deformaci martenzitu; při následném snižování napětí dochází k elastickému odlehčení martenzitu mezi body 4 - 5; k zpětné přeměně na austenit dochází v oblasti bodů 5 - 6; elastické odlehčení austenitu probíhá v rozmezí bodů 6 - 7; podíl nevratné deformace spojený s pohybem dislokacím znázorněn vzdáleností bodů 1 - 7.



Obr. 4. 5. Princip pseudoelasticity [20].

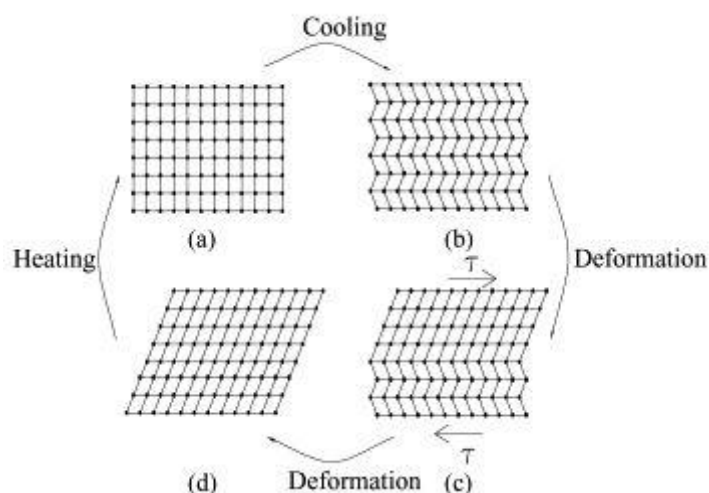
#### 4.4.2 Jednocestný paměťový efekt

V oblasti mezi teplotami  $A_s$  a  $M_s$  může materiál existovat jak v plně martenzitickém, tak austenitickém stavu. Předpokládejme austenitický výchozí stav. Při jednocestném paměťovém efektu dochází nejprve k elastické deformaci austenitu (oblast 1-2, obr. 4. 6), poté k fázové přeměně na martenzit (body 2 - 3) a elastické deformaci martenzitu (oblast 3 - 4). Při odlehčení (4 - 5) není dosaženo křivky  $A_s$ , martenzit tedy zpětně netransformuje a deformace zůstane trvalou i po odlehčení a uvolnění napětí. Po následném ohřevu do intervalu teplot  $A_s - A_F$  probíhá zpětná fázová přeměna nízkoteplotní fáze na vysokoteplotní (5 - 6) a vzorek se dostává do původní geometrického tvaru, který se nezmění ani po zchladnutí vzorku (6 - 7). K aktivaci nového jednocestného paměťového efektu dojde po další deformaci martenzitu, nesmí ale být překročena její mezní hodnota, kdy začnou vznikat dislokace a probíhá tak plastická deformace, kterou již nelze odstranit ani po ohřevu nad teplotu úplné zpětné fázové transformace [21].



Obr. 4. 6. Jednocestný paměťový efekt [20].

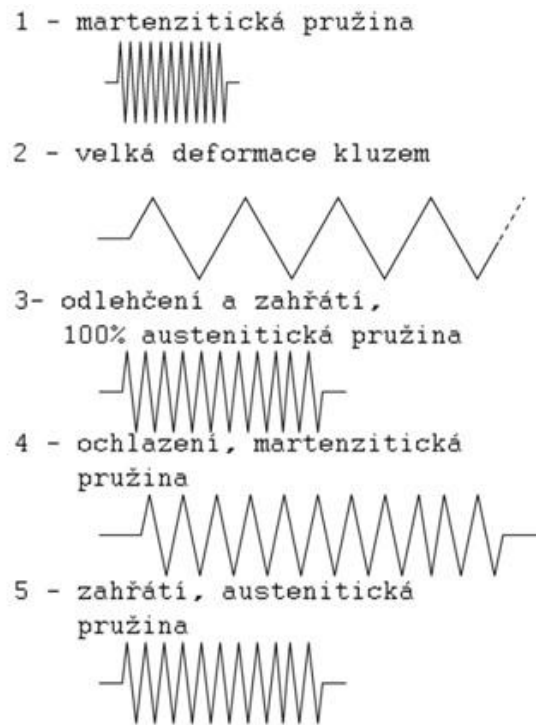
Změny krystalové mřížky při popsaném efektu jsou znázorněny na následujícím obrázku. Na obr. 4. 7.(a) je zobrazen monokrystal základní fáze austenitu, po ochlazení materiálu pod teplotu  $M_F$  dojde k transformaci na martenzitu stříhovým mechanismem, ve struktuře se ale vyskytují dvě (nebo více) varianty martenzitu (obr. 4. 7.(b)). Po úplné přeměně austenitu na martenzitu se martenziticke varianty nacházejí vzájemně v pozici dvojčat. V dalším kroku probíhá deformace díky přechodu jedné varianty v druhou, což je v podstatě dvojčatění martenzitu (obr. 4. 7.(c)). Dvojčatění postupuje až do stadia obr. 4. 7.(d), kde je stále martenziticke struktura, přitom převládá varianta s vhodnou orientací na směr působícího napětí. Při následném ohřevu dojde k zpětné transformaci opět do austenitické fáze.



Obr. 4. 7. Mechanismus paměťového efektu [22].

#### 4.4.3 Dvoucestný paměťový efekt

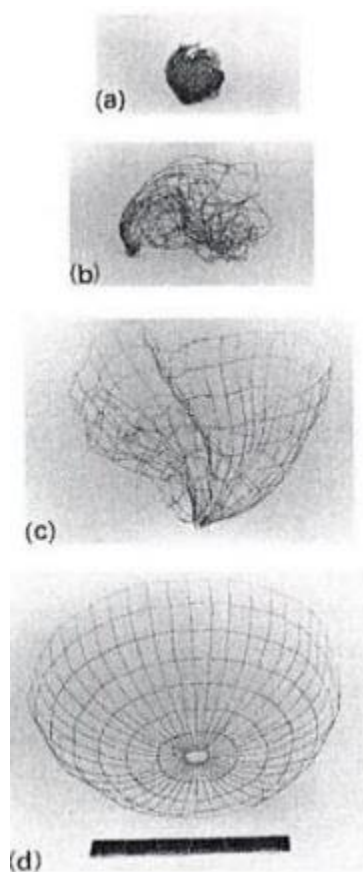
Jedná se o vratný tvarově paměťový jev, který se vyznačuje samovolnou změnou tvaru doprovázející vznik teplotně indukovaného martenzitu a při zpětné transformaci dochází k úplnému zotavení tvaru (obr. 4. 8.). Při transformacích dochází ke změnám strukturní stability daných fází a změn substruktury díky vzniku dislokací. Dvoucestný paměťový efekt reprezentuje odezvu materiálu na změnu vnějších parametrů. Hlavní strukturní změny ovlivňující vznik dvoucestného paměťového efektu jsou založeny na vytváření charakteristického uspořádání dislokací a na přítomnosti stabilizovaného austenitu. [21]. Příklad takového efektu je schématicky znázorněn na obr. 4. 8. Martenzitická pružina (obr. 4. 8. a) je deformována plasticky dislokačním skluzem (b.). Po transformaci do vysokoteplotní fáze je pružina plně austenitická (c.) a při zpětném ochlazení se dostává do původního nízkoteplotního stavu (d.). Dvoucestný paměťový efekt se projeví při následných opětovných ohřevech, kdy se martenzitu přemění na austenit s vyšší symetrií fáze (e.).



Obr. 4. 8. Dvoucestný paměťový efekt [20].

#### 4.5 Aplikace NiTi

Slitina NiTi se využívá v lékařství, v oboru kardiovaskulární chirurgie jako stenty nebo při výrobě rovnátek. Další aplikací je filtr, který se rozevře v tepně a zachytává z krve různé krevní sraženiny, které by jinak mohly způsobit ucpání cév v srdci nebo mozku. Superelastické chování nabízí velkou vratnou deformaci a zároveň velmi nelineární průběh deformační křivky. Superelasticitu se výrazně projevuje při ohybu, krutu nebo deformaci pružin a sítí. Příkladem těchto aplikací mohou být obroučky brýlí nebo antény přenosných telefonů, které tak vydrží i hrubší zacházení. Vozítko vyrobené pro pohyb na Marsu (Mars Pathfinder) bylo vybaveno detektorem dopadajícího mart'anského prachu, jehož pohyb byl zajištěn elektricky zahřívaným SMA drátkem. Další aplikace SMA ve vesmírném programu je ukázána na obr. 4.9. Směšovací vodovodní baterie pracují díky SMA pružince, která mění svoji tuhost v závislosti na teplotě [23].



*Obr. 4. 9. Princip paměťového efektu - rozevření antény z NiTi po zahřátí sluncem v kosmickém prostoru [19].*

#### **4.6 Nízkocyklová únava NiTi**

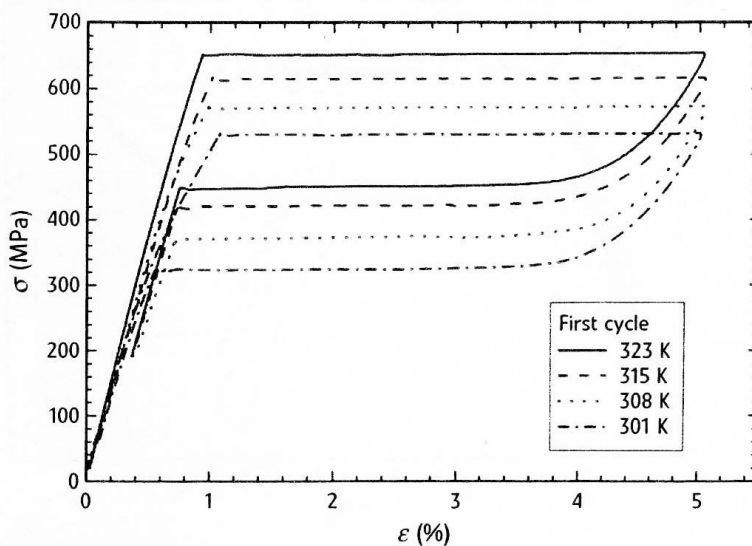
Cyklické zatížení je jedním z obecných charakteristických rysů mnoha aplikací slitiny NiTi, bez ohledu na to, zda aplikace využívají její mechanickou nebo tepelnou tvarovou paměť.

Únavové vlastnosti SMA slitiny NiTi lze rozdělit na vlastnosti v závislosti na funkční únavě, kde dochází k poklesu tvarového paměťového efektu při rostoucím počtu cyklů, a na strukturní únavu, kde uvažujeme mikrostrukturní poškození, které se kumuluje během cyklického zatěžování, a nakonec vedou k únavovému lomu. SMA slitiny mohou selhat stejně jako ostatní technické materiály, pokud jsou vystavené vysokým cyklickým zatížením. Na rozdíl od ostatních technických slitin je závislost únavového chování NiTi velmi silně závislé na teplotě a je proto nutné přesně stanovit charakteristický teplotní rozsah při uvádění únavových charakteristik. Na obrázku 4. 10. je ukázána transformace martenzitu s poklesem horního platu o 100 MPa / 20 °C.

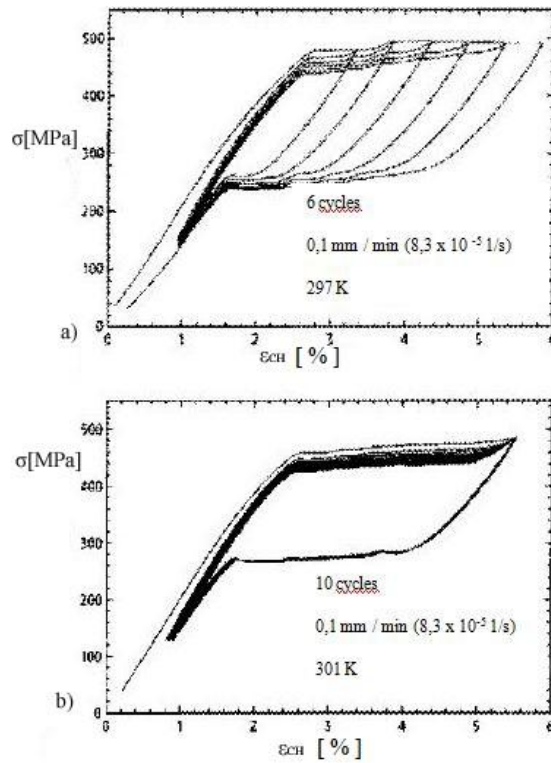
Musí se také stanovit, jak vyvolané napětí martenzickou transformací ovlivňuje cyklické deformační napětí a únavové poškození [24].

Melton a Mercier prozkoumali vliv teploty na mechanické vlastnosti slitiny NiTi [26]. Byly prováděny testy při pokojové teplotě, s teplotou nad  $M_s$  a testy při teplotách, které se pohybovaly pod i nad pokojovou teplotou. Na obr. 4. 10. je ukázáno, že mechanické vlastnosti NiTi závisí extrémně silně na teplotě. Napětí, při kterém

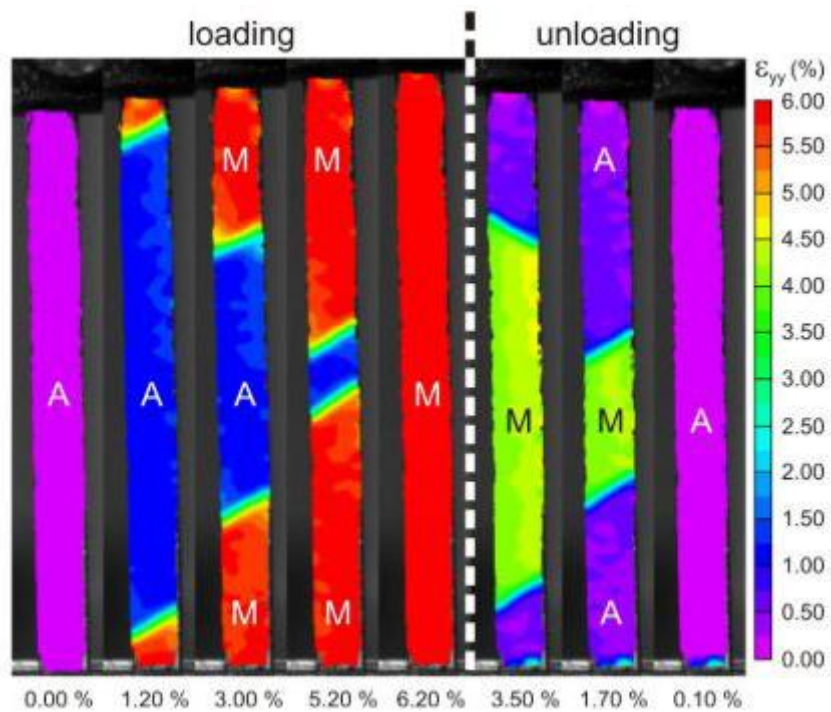
dochází k transformaci austenitu na martenzit (horní plato křivky) je nižší asi o 100 MPa při změně teploty o 20 K. Ukázalo se, že u křivek napětí – deformace získané při zatěžování tah – tlak se deformační charakteristiky vyvíjí v průběhu cyklování (obr. 4. 11). Snížením transformačního napětí při rostoucím počtem cyklů zatěžování se vysvětlilo vnitřní pnutí v souvislosti s plastickou deformací, která vede k tvorbě martenzitu. Pokles šířek napěťovo – deformační hystereze byl zdůvodněn na základě klesajícího třecího napětí při rostoucím počtu cyklů. Zvýšení sklonu křivky závislosti napětí – deformace bylo vysvětleno díky působení vnitřního napětí. Do této doby nebylo podáno vysvětlení důvodu změny sklonu deformačně – napěťové hystereze, i když se o této problematice dříve zmínil ve svých pracích Miazaki se svým kolektivem [25].



Obr. 4. 10. První cyklus při cyklické deformaci NiTi v pseudoelastické oblasti v závislosti na teplotě zatěžování [25].



Obr. 4. 11. Změny v chování materiálu v závislosti na počtu cyklů[25]: a) změna materiálu při 6 cyklech, b) změna materiálu při 10 cyklech.



Obr 4. 12. Postup transformace austenitu na martenzitu a zpět při tahu a odlehčení [27].

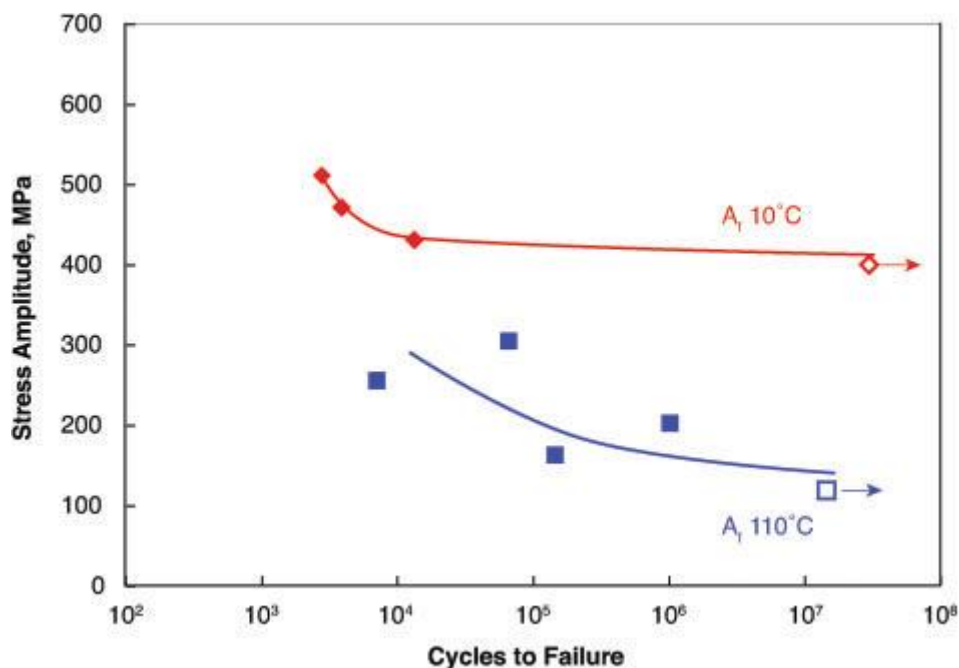


Barevné kódování (obr. 4. 12) bylo získáno pomocí srovnání nezatíženého stavu a stavu po deformaci pomocí Digital image correlation (DIC). Barvy reprezentují lokální deformace při zatěžování, makroskopická deformace je uvedena pro každou oblast deformace. A značí austenit, M – martensit. Je zřetelné, že během tahové deformace martenzitická fáze nukleuje v čelistech a šíří se směrem ke středu vzorku. Pokud je deformace tak velká, že celý objem vzorku přejde do martenzitického stavu, zpětná austenitická transformace také začíná v čelistech vzorku.

#### 4.7 Životnost

Opakované cyklování s řízeným napětím vede k deformačním změnám. Dochází při tom k zvyšování maximální deformace při konstantní amplitudě napětí. Velikost těchto deformačních změn závisí na způsobu prvotního zpracování a zkušebních podmínkách. Únavová životnost je odlišná u superelastického nitanolu ve srovnání s termálním martenzitem. V obrázku 4. 13. je znázorněn tento rozdíl, je zde ukázáno, že deformační plató, které zastupuje jev superelastivity leží výše než plato termálního martenzitu s jevem dvojčatění.

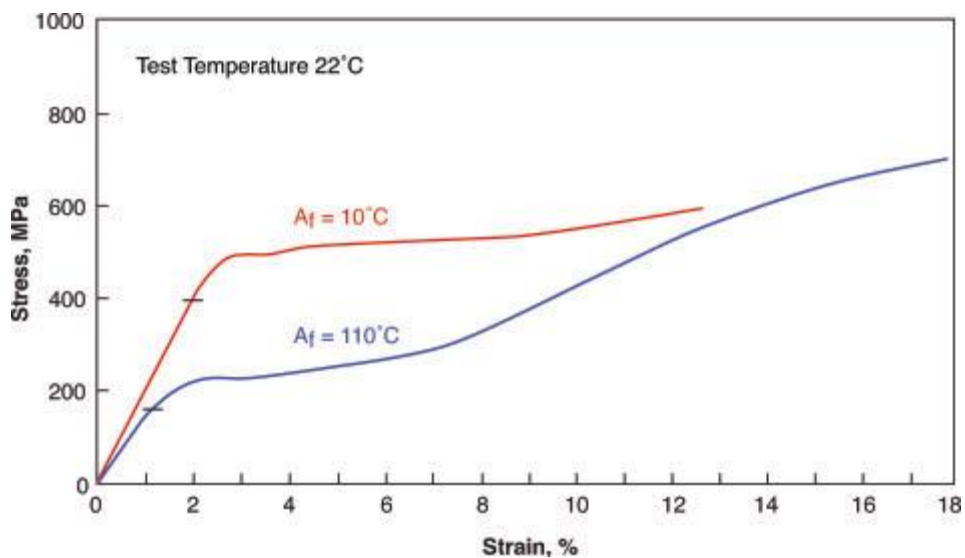
S postupně se zvyšujícím počtem cyklů rostlo napětí vyvolané vznikem martenzitu, při odlehčení zůstával ve zkoumaném materiálu zbytkový martenzit. Lokalizovaná plastická deformace se objevuje v blízkosti martenzitických desek, které vznikají zároveň s narůstající trvalou deformací při každém cyklu.



Obr. 4. 13. S – N křivky, závislost amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu, srovnání superelastického a termálního martenzitu[28].

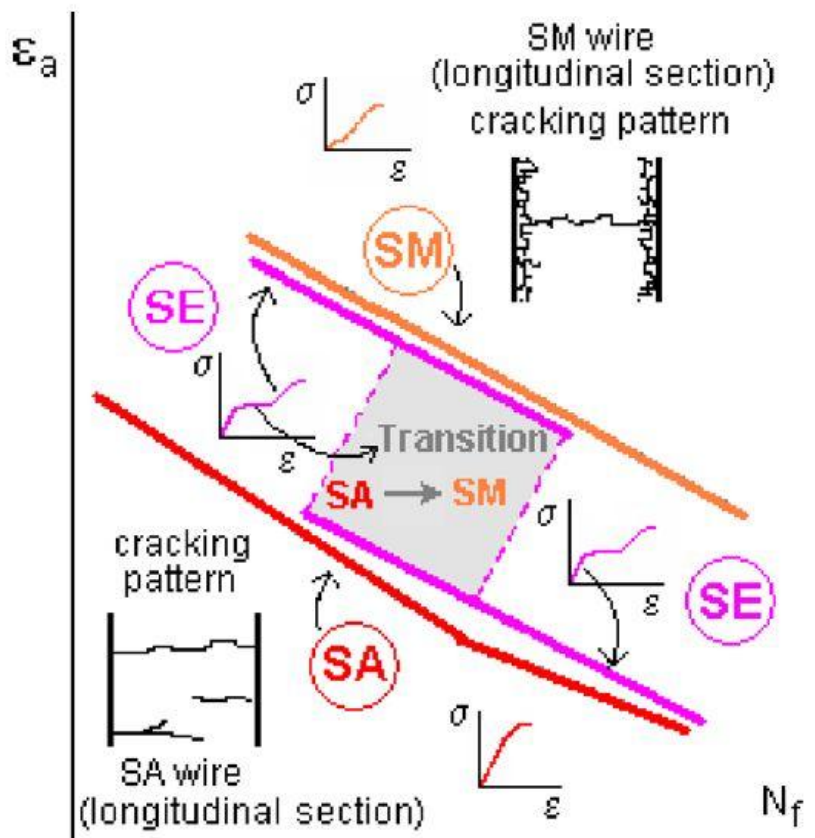
Melton a Mercier se ve svých pracích [28] domnívají, že počáteční deformační mechanismy v lineární oblasti při vzniku termálního martenzitu jsou elastické procesy. Deformaci při cyklování nad platem zahrnuje martenzit vzniklý dvojčatěním, deformační martenzit i plasticitu (obr. 4. 14.). Na obr. 4. 14. je znázorněna závislost

napětí – deformace 2 typů nitinolu, horní křivka popisuje chování superelastického nitinolu při teplotě  $A_f = 10^\circ\text{C}$ , spodní křivka reprezentuje termální martenzit s teplotou  $A_f = 110^\circ\text{C}$ . Únavové limity cyklů  $10^7$  z předešlého obrázku 4. 13. jsou znázorněny v tomto grafu vodorovnými čarami na lineární části, popisující elastickou oblast, příslušných křivek.



Obr. 4. 14. Jednoosé tahové křivky závislosti napětí – deformace při pokojové teplotě [28].

Při cyklech s řízenou deformací dochází k cyklickému zpevňování, tj. k zvyšování napětí při konstantní amplitudě deformace. Ke zpevňování dojde díky zvyšování hustoty dislokací v průběhu rostoucího počtu cyklů.



Obr. 4. 15. Schéma přechodu mezi stabilním austenitem a stabilním martenzitem v závislosti  $\epsilon_a$  a  $N_f$  [29].

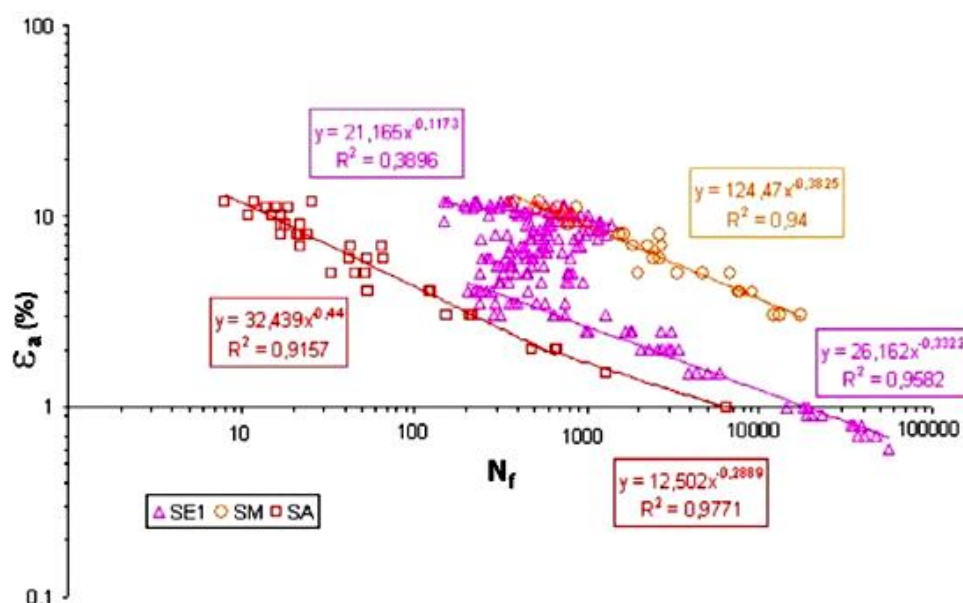
Jak ukazuje schéma na obrázku 4. 15., při nízkých amplitudách napětí je chování drátů s jevem pseudoelasticity a se stabilním austenitem podobné. Při dostatečně velkém odlehčení amplitudy napětí dojde u materiálu s jevem pseudoelasticity k rozvětvení trhliny, u drátu se stabilním austenitem k tomuto jevu nedochází. Výsledky ze studie [28] dokazují, že větvičí mechanismus je typický pro martenzitický materiál. Změny morfologie trhlin jsou častější v drátech, které mají více stabilní austenit a jsou vystaveny působení vyšším amplitudám napětí. Změny struktury trhlin bývají spojovány se přeměnou martenzitu v pseudoelastický materiál, pokud jsou deformovány. Tento jev změny morfologie trhlin může být jedním z mechanismů, který zvyšuje únavovou životnost [29].

Obr. 4. 16. je obdobou obr. 4.15., ale jsou v něm vyneseny experimentální data.

Únavové křivky životnosti  $\epsilon_a$  a  $N_f$  NiTi se stabilním austenitem nebo stabilním martenzitem mají přibližně stejnou směrnici (obr. 4. 16.). Rozdíl je pouze v tom, že drát se stabilním martenzitem má asi 100 krát delší únavovou životnost než drát se stabilním austenitem [29].

Křivky životnosti  $\epsilon_a = f(N_f)$  drátů s pseudoelastickou strukturou leží mezi křivkami životností stabilního austenitu a stabilního martenzitu. Při nízké amplitudě deformace se křivka blíží ke křivce stabilního austenitu. Naopak při vyšších amplitudách deformace se křivka životnosti pseudoelastického drátu blíží ke křivce stabilního martenzitu [29].

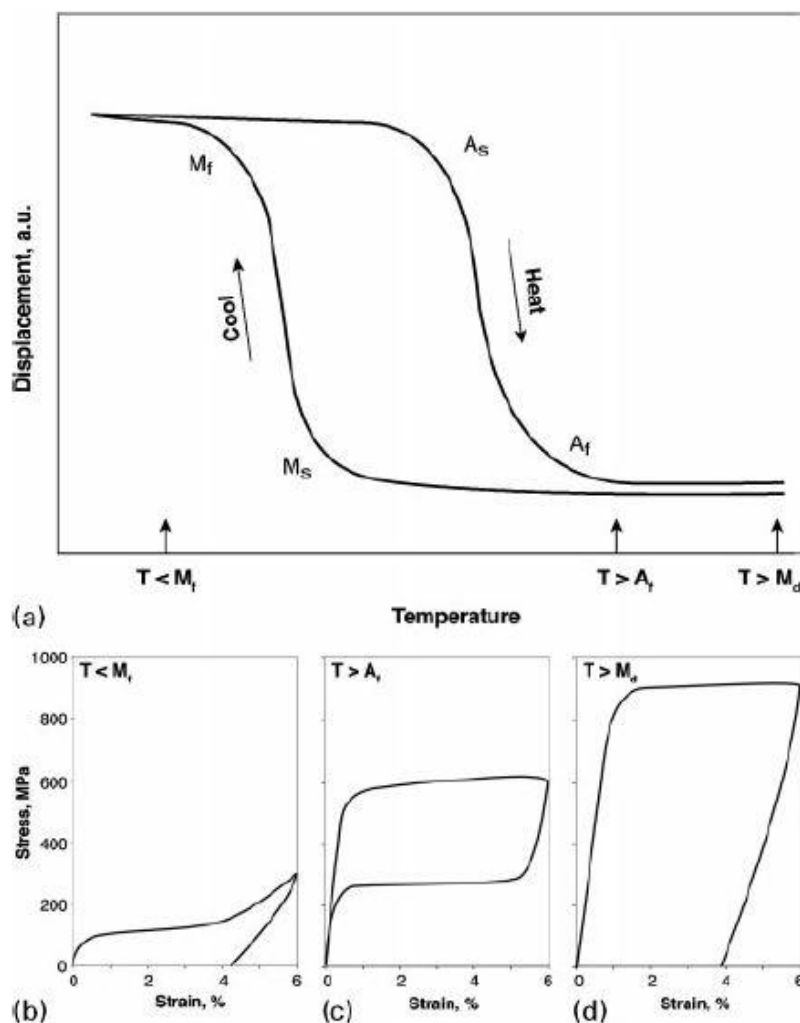
Schéma tohoto chování z obrázku 4. 15. je doplněno experimentálními měřeními uvedenými na obr. 4. 16.



Obr. 4. 16. Křivky životnosti stabilního martenzitu, austenitu a pseudoelastického materiálu [29].

Na obr. 4. 17. a) je zobrazeno schéma závislosti deformace – teplota při zatěžování konstantní silou. Je zde znázorněn princip paměťového efektu s jednoosými křivkami závislosti napětí – deformace při různých teplotách. Na obr. 4. 17. a) je ukázán vznik martenzitické fáze po ochlazení austenitické fáze při současném zvyšování působení deformace. Obr. 4. 17. b) ukazuje jednoosou křivku závislosti napětí – deformace s plně martenzitickou fází, která před zatěžováním obsahuje značné množství dvojčat. Plastická deformace se uskutečňuje pomocí odstraňování dvojčat (detwinning). Je vidět, že vzorek zatížený 6 % deformací se zcela nevrátí zpět do počátečního stavu ani po odstranění napětí, úplné zotavení by nastalo až při ohřátí nad  $A_f$ . Obr. 4. 17. c) znázorňuje probíhající děje probíhající při teplotě, kdy materiál vykazuje pseudoelastické chování [27].

Autoři zmiňují, že martenzitická transformace zohledňuje Schmidovy faktory při výběru vznikající martenzitické varianty. Při ještě vyšší teplotě se austenit netransformuje na martensit a deformuje se tradičními dislokačními procesy (obr. 4. 17. d).

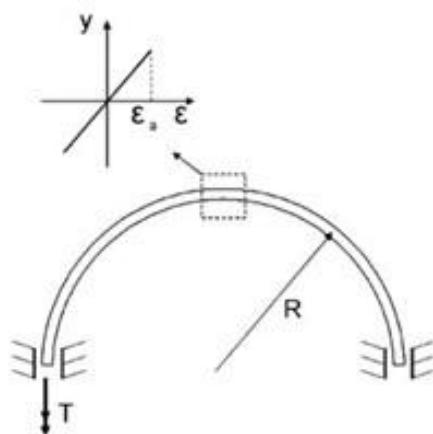


Obr. 4. 17. Schéma zatěžování [28]: křivka závislosti posuv – teplota při konstantním působení síly; b) závislost napětí a deformace pro teploty pod  $M_f$ , 100% martenzitu ve struktuře, velká zbytková deformace po odlehčení; c)  $T$  nad  $A_f$ , pseudoelastické chování, d) teplota vyšší než  $M_D$ , kdy se plastická deformace uskutečňuje dislokačním skluzem a nikoli fázovou transformací.

Nitinol, který je termomechanicky zpracován má vyšší únavovou životnost než vyžiháný materiál, v kterém dojde k zhrubnutí zrn, a tím se zkrátí únavový život.

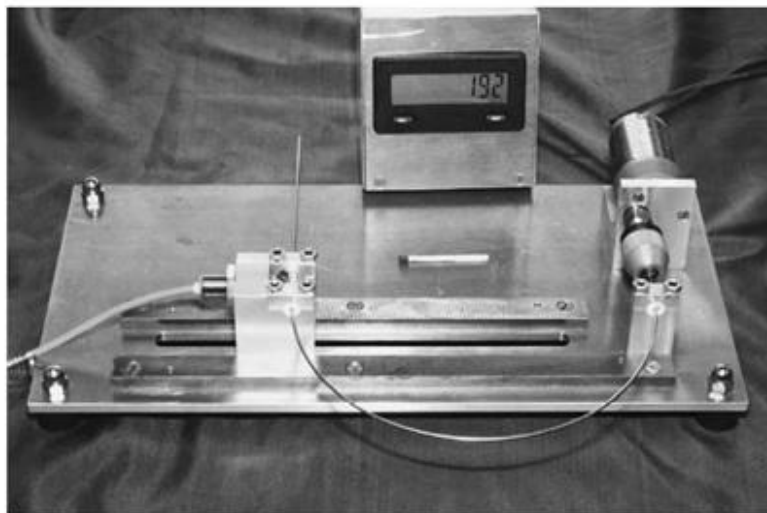
Pro posuzování životnosti u nízkocyklové únavy se používá Mansonova – Coffinova závislost. Je to závislost počtu cyklů do lomu  $N_F$  na amplitudě plastické deformace.

Byly prováděny studie na únavu v ohybu za rotace (BRF). Drát je ohnut do polokruhového tvaru s daným poloměrem zakřivení  $R$  a je přiveden do rotace kolem vlastní osy (obr. 4. 18., 4. 19.). Z jedné strany je pevně upnut. Deformace v průřezu je lineární funkcí vzdálenosti od neutrální osy [23]. Rychlost deformace je přímo úměrná rychlosti otáčení.



Obr. 4. 18. Schéma provádění zkoušek ohybu za rotace [24].

Tímto testem se zkoumá strukturální únava. Účelem provádění této zkoušky bylo prokázat, že rozdíl mezi  $\epsilon_a$  a lokální povrchovou deformací  $\epsilon_L$ , která se vyskytuje podél měřené délky drátu z důvodu malé odchylky od polokruhového tvaru, nikdy nepřesáhne 5 % [30]. Na displeji se zobrazují počty cyklů.



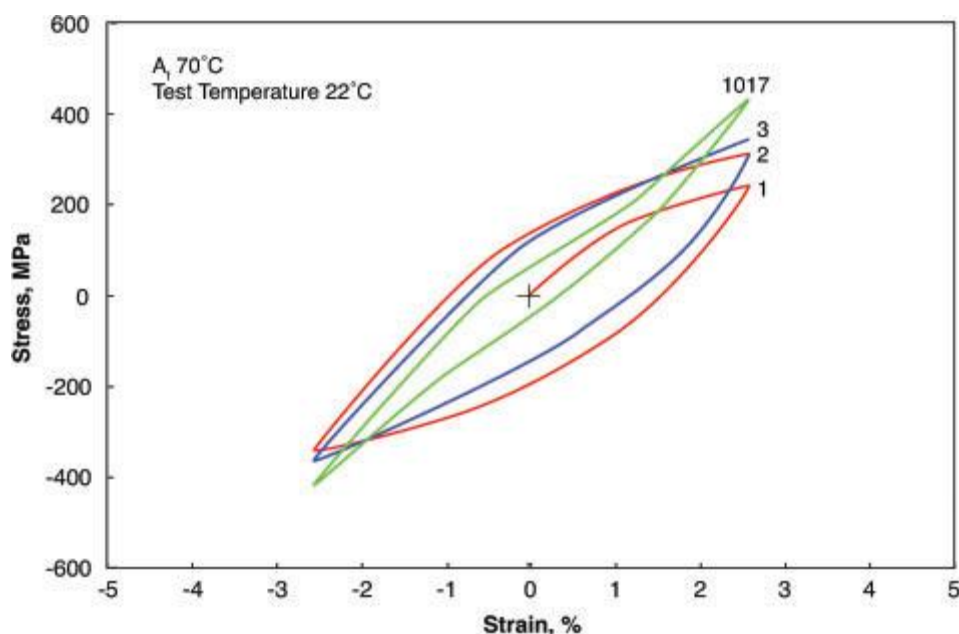
Obr. 4. 19. Zkouška ohybu za rotace [31].

Většina zkoušek zkoumajících únavu u NiTi se provádí v režimu konstantní amplitudy deformace. Přednost zkoušek únavové životnosti založené při konstantní amplitudě deformace před zkouškami při  $\sigma_a = \text{konst.}$  je patrná při jednoduchých kontrolách monotonických křivek zatěžování napětí – deformace pro materiál v plně martenzitickém stavu nebo v superelastickém stavu (obr. 4. 17. b) a 4. 17. c)). Na těchto křivkách je patrné, že napětí je přímo úměrné namáhání pouze v oblasti lineárně – elastické.

V důsledku toho je celková deformace kontinuální, zatímco napětí se sklání k platu v důsledku mechanismu dvojčatní martensitu nebo v důsledku napětím indukované martenzitické transformace u superelastického stavu[28].

Tyto zkoušky založené na závislosti deformace se dělí na dvě skupiny. Jedná se o nulovou průměrnou deformaci, kde hraje roli asymetrie vnitřních mechanických vlastností a druhou skupinu tvoří zkoušky s nenulovými průměrnými deformačními podmínkami. Ty platí tehdy, když jsou snadněji izolovatelné mikrostrukturní a fázové účinky v materiálu v průběhu cyklování.

Melton a Mercier ve svých pracích [27] zkoumali únavu v nízkocyklové oblasti pomocí jednoosého zatěžování tah – tlak. Smyčky cyklického namáhání napětí – deformace jsou zobrazeny na obr. 4. 20. Materiál podrobený cyklování byl ve vyžíhaném stavu  $A_f \sim 70^\circ\text{C}$  s tepelným martenzitem ve struktuře. Cyklování probíhalo v mezích deformace  $\sim 2,5\%$  při pokojové teplotě. Materiál cyklicky zpevňuje, přičemž maximální deformace se zvyšuje při maximálním napětí s rostoucím počtem cyklů.

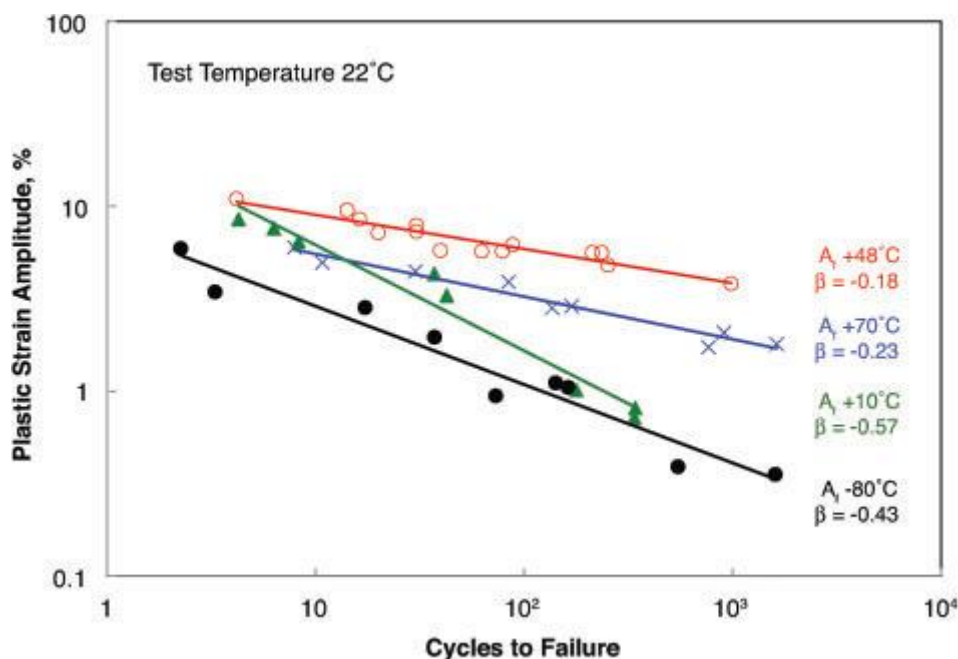


Obr. 4. 20. Smyčky cyklického namáhání napětí – deformace při pokojové teplotě s  $A_f \sim 70^\circ\text{C}$  [28].

Ke zpevňování docházelo nejvíce v prvních deseti cyklech. Na křivkách je patrná určitá anizotropie v tahu ve srovnání s tlakovou složkou, maximální hodnota vyvinutého napětí v prvním cyklu u  $+2,5\%$  napětí je podstatně nižší, než je maximální hodnota při  $-2,5\%$  napětí. Toto chování je připisováno anizotropii elastických konstant [28]. U NiTi obecně platí, že varianty martenzitu, vytvořené v tahu, jsou odlišné od těch vzniklých v kompresi. U tlakových variant martenzitu jsou patrné rozdíly u hodnot vyvinutých napětí a tvaru napěťových plat, při deformačně obnovitelném paměťovém efektu a při řešení kritických smykových napětí.

Amplituda řízené plastické deformace jednoho cyklu z výše uvedených zkoušek je znázorněna na obr. 4. 21., jako funkce počtu cyklů do lomu při nízkocyklové únavě. V tomto případě je amplituda plastické deformace definovaná jako polovina šířky

hysterezní smyčky při nulovém napětí. Nelze tak určit zda se projev plastické deformace vztahuje ke skutečné plasticitě nebo k efektu tvarové paměti díky termálnímu martenzitu [28].



Obr. 4. 21. Závislost amplitudy plastické deformace na počtu cyklů do lomu při nízkocyklové únavě při pokojové teplotě [28].

V grafu jsou zaneseny výsledky testů vzorky se stabilním austenitem ( $A_f = -80^\circ\text{C}$ ) ve struktuře, superelastickým austenitem ( $A_f = +10^\circ\text{C}$ ), koexistující fáze austenitu s termálním martenzitem ( $A_f = +48^\circ\text{C}$ ) a termálním martenzitem ( $A_f = +70^\circ\text{C}$ ) [28].

Vzorky s teplotou  $A_f \sim 48^\circ\text{C}$  byly podrobeny testům za deformačních teplot, které se pohybovaly v rozmezí  $A_s$  a  $A_f$ . Napětově indukovaný martenzit vznikl již při prvním cyklu zatížení a udržoval se po zbytek testu. Tento stabilizovaný martenzit je výhodný pro zkoumání nízkocyklové únavy, protože nedochází k velké akumulaci poškození. Oproti tomu stabilní austenit, který netransformuje při pokojové teplotě a vykazuje elastoplastické chování má nejnižší amplitudu plastické deformace a dochází u něj k vyšší akumulaci plastického poškození [28].



## 5 Cíle práce

Cílem této práce je provést a vyhodnotit sérii únavových testů taženého drátu ze slitiny Ti – 50,5 at % Ni. Materiál za pokojové teploty vykazuje schopnost se vratně deformovat až do cca 8 % deformace. Reverzibilita deformace není ideální a při cyklickém namáhání dochází k degradačním procesům a lomu. Pomocí analýz je úkolem stanovit u přidělené slitiny únavové parametry a tyto porovnat s literaturou. Dále predikovat únavové chování a životnost.

Cíle, kterých má být dosaženo:

- 1) vyzkoušet různé způsoby uchycení vzorku do čelistí;
- 2) provést tahové a únavové zkoušky na servohydraulickém stroji MTS 810, ověřit reprodukovatelnost měření;
- 3) provést systematické měření únavových vlastností slitiny NiTi v míjivém cyklu.

## 6 Experimentální část

### 6.1 Materiál

Pro vlastní experimentální část byl použit materiál s chemickým složením Ti – 50,5 at % Ni. Materiál byl dodán ve formě drátu, vyrobený metodou protlačování za tepla 650 °C při tažení drátu 45 – 55 %, žháno na teplotu 520 °C při zatížení 60 s. Výsledný průměr drátu byl 1,4 mm.

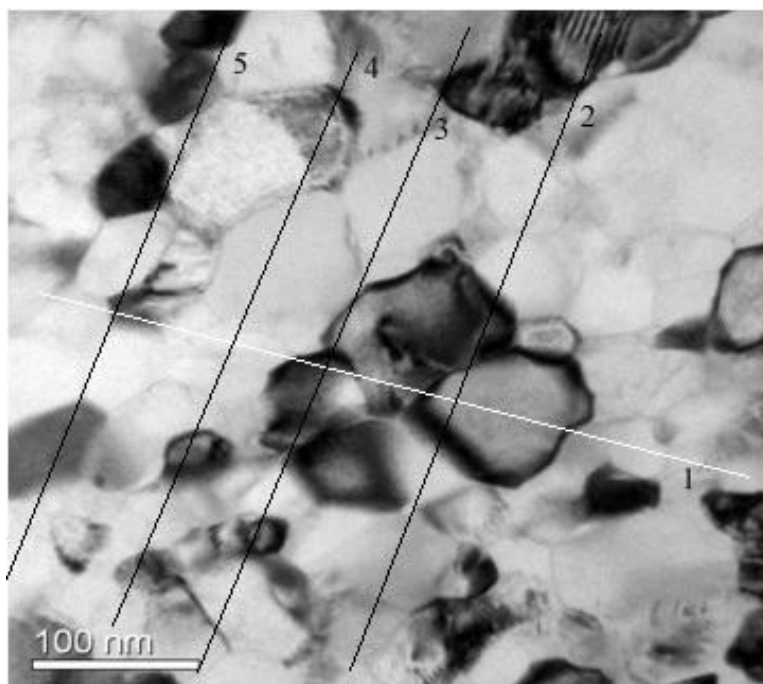


*Obr. 6. 1. Experimentální materiál*

Pro výpočet střední velikosti zrna byla použita lineární metoda, kdy do snímku bylo nakresleno celkově 5 úseček navzájem sobě kolmých o známé délce. Každá úsečka protíná minimálně 10 zrn. Při určování velikosti zrna touto metodou se první neúplně prořaté zrno nepočítá a poslední neúplně prořaté se započítává. Zrna, které protne úsečka mezi krajními zrny, se započítávají celá.

Bylo využito vztahu, kdy  $\bar{L}$  značí střední velikost zrna,  $L$  zastupuje střední délku úseku a  $N$  je počet zrn prořatých souhrnnou délkou úseček (obr. 6. 2.).

$$\bar{L} = \frac{L}{N} = 81 \pm 15,5 \text{ nm} \quad (8)$$



*Obr. 6. 2. Mikrostruktura NiTi*

## **6.2 Zkušební zařízení pro nízkocyklovou zkoušku**

Měření nízkocyklové únavy bylo provedeno na servohydraulickém stroji MTS 810 (obr. 6. 3.). Do čelistí lze upínat válcová zkušební tělesa. Tento stroj je primárně určen pro zkoušky za nízkých teplot, kterých se docílí chlazením pomocí par tekutého dusíku. Pokud je požadovaná zkouška za vysokých teplot, vymění se upínací čelisti a dodá se vhodná ohřívací pec. Tento zkušební stroj umožňuje zatížení maximální silou o velikosti 30 kN. Skutečná zatěžující síla se měří pomocí tenzometru. Délka jednoho cyklu je typicky od 1 do 15 s. Doba trvání celé zkoušky bývá v rozmezí 4 hodin až 2 týdnů, záleží na parametrech prováděného experimentu. Pro prokazatelnost zkoušky je nutné provést testy několika vzorků.



*Obr. 6. 3. Zkušební stroj MTS 810*

Na tomto stroji lze měřit celkovou deformaci, její plastickou složku, velikost zátěžné síly, teplotu vzorku, čelistí a okolí. Výsledky měření jsou Mansonova – Coffinova křivka a Basquinova křivka. Při vyhodnocování zkoušek se analyzuje tvar a plocha hysterezní smyčky. Na ÚFM AV ČR je stroj vybaven CCD kamerou, díky níž lze ve vzorku pozorovat šíření trhlin [34].

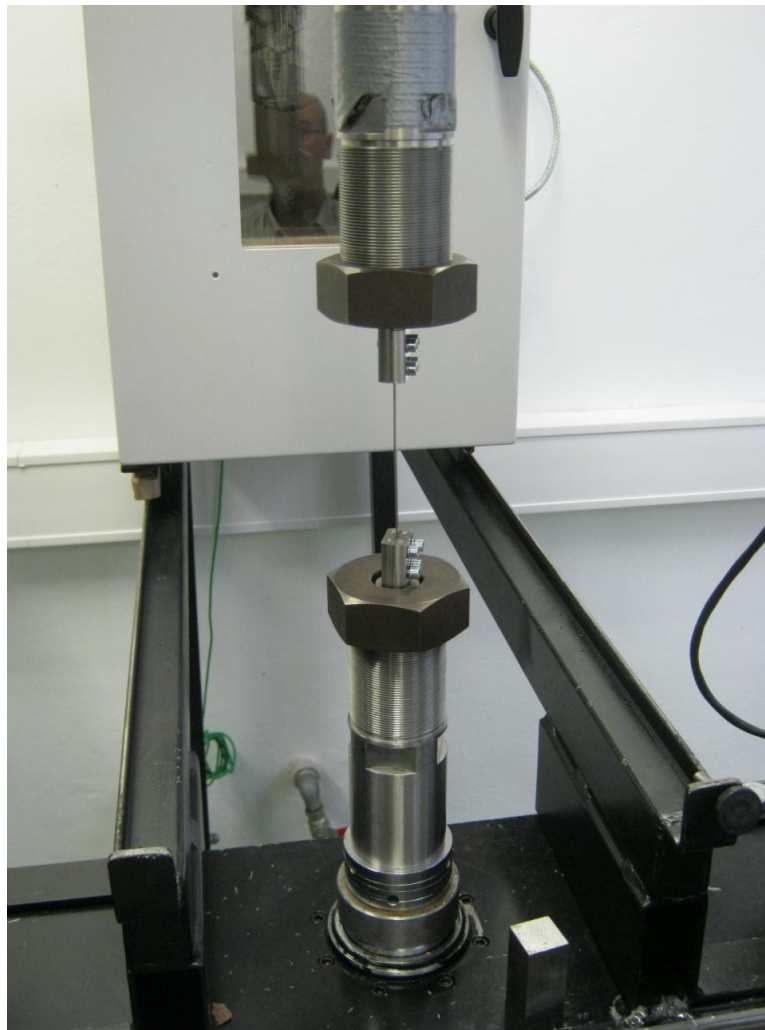
### **6.3 Provádění zkoušek**

Zkoušky byly prováděny na servohydraulickém stroji MTS 810. Délka celého vzorku byla 100 mm, měrná délka dosahovala hodnoty 50 mm. Průběh upínání vzorku a provedení zkoušky probíhal takto:

- Z každé strany vzorku se označily orientační značky 25 mm.
- Spodní pístnice se v režimu řízení posuvu přiblížila k horní čelisti, režim řízení stroje byl změněn na řízení síly a při velmi pomalém posuvu pístnice došlo k dotknutí obou čelistí. V tomto okamžiku byla vynulována poloha pístnice a následně se pístnice

přemístila zpět o 50 mm. Tím bylo zajištěno, že měrná délka vzorku mezi čelistmi byla 50 mm.

- Vzorek byl upnut do speciálních čelistí (obr. 6. 4.). Upínání bylo provedeno pomocí šroubů utahovaných momentovým klíčem na hodnotu 4 Nm, upínání probíhalo postupně z hodnot 2 Nm až do výsledných 4 Nm.
- Následovalo nastavení ochranných hodnot u parametrů síly a posuvu. Pro sílu byla nastavovaná hodnota  $\pm 2$  kN, u posuvu +5mm a – 2 mm. Po těchto krocích mohla být zkouška spuštěna.
- Rychlost průběhu zkoušek byla konstantní, pohyb pístu byl 1 mm/s.
- Při této rychlosti byly provedeny nejprve dvě tahové zkoušky a poté únavové zkoušky.
- Cyklické zkoušky probíhaly v tahu do maximálního přemístění pístu  $L_{\max}$ , který odpovídá maximální deformaci vzorku  $\varepsilon_{\max}$ . Následovalo odlehčení do  $F = 0$  N a opětovné natažení do  $L_{\max}$ , po celou dobu průběhu únavové zkoušky daného vzorku.
- K řízení stroje a ukládání dat byl použit software firmy MTS.

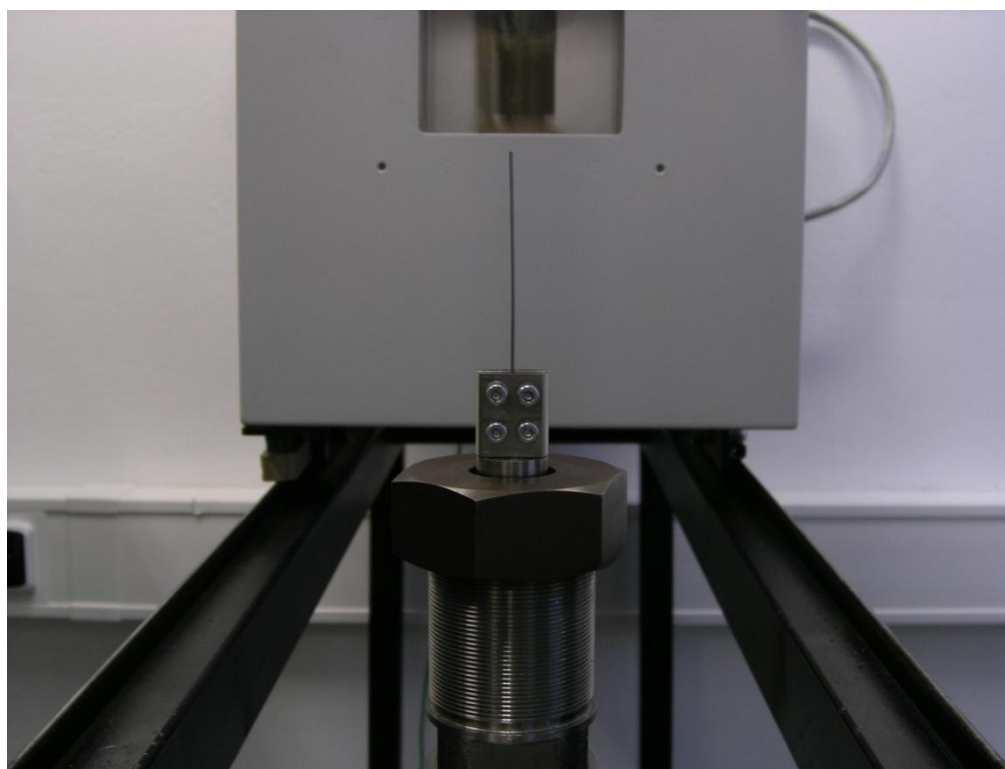


*Obr. 6. 4. Upnutý vzorek v čelistech stroje*

## 7 Výsledky

### 7.1 Upnutí vzorku

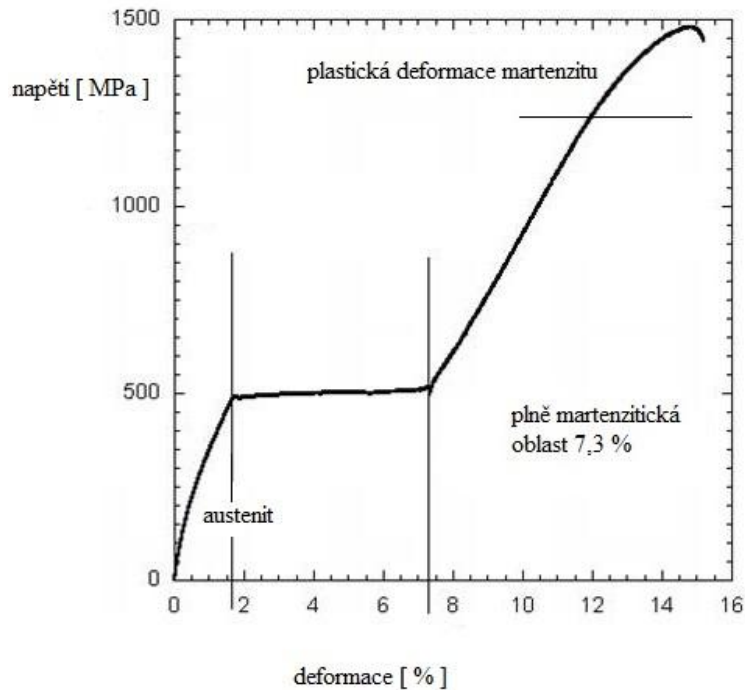
S ohledem na formu dodaného materiálu ve formě drátu nebylo možné vyrobit standardní únavové vzorky, proto byly navrženy speciální čelisti (Příloha 1). Protože drát v čelistech (obr. 7. 1.) je sevřený a materiál ukazuje transformaci austenit – martenzit, není jasné, jestli sevřená část drátu je austenitická nebo martenzitická. Očekává se, že transformační zóna se rozšiřuje od čelistí (viz obr. 4. 12), proto je kvůli reprodukovatelnosti výsledků nutné použít stejné upnutí, vzorek v čelistech utahovat momentovým klíčem, při provádění experimentů se šrouby utáhly na hodnotu 4 Nm. Pro neovlivnění základní struktury bylo nutné šrouby dotahovat postupně, aby nikde nevznikla mezera mezi čelistmi a vzorek při cyklování neprokluzoval a neprotáčet se.



*Obr. 7. 1. Detail čelistí*

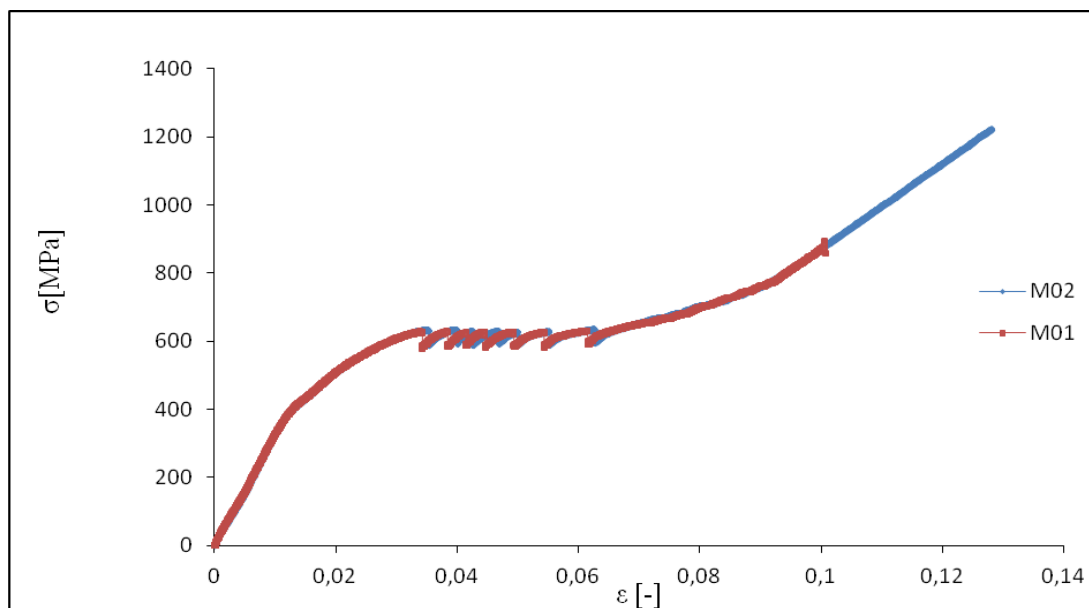
### 7.2 Tahový diagram

Na obr. 7. 2. je znázorněn tahový diagram zkoušky při rychlosti zatěžování  $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Napěťové plató se vyskytuje v rozmezí hodnot napětí 486 až 513 MPa a deformace 1,7 až 7,3 %. V tomto intervalu dochází k transformaci austenitu na martenzit. Martenzitická fáze se dále deformovala elasticky a při nejvyšších úrovních napětí došlo k plastické deformaci martenzitu;  $R_{p0,2}$  martenzitické fáze byla 1320 MPa. Mez pevnosti martenzitu  $R_m$  dosáhla hodnoty 1480 MPa.



Obr. 7. 2. Schéma oblastí transformací v tahovém diagramu [20].

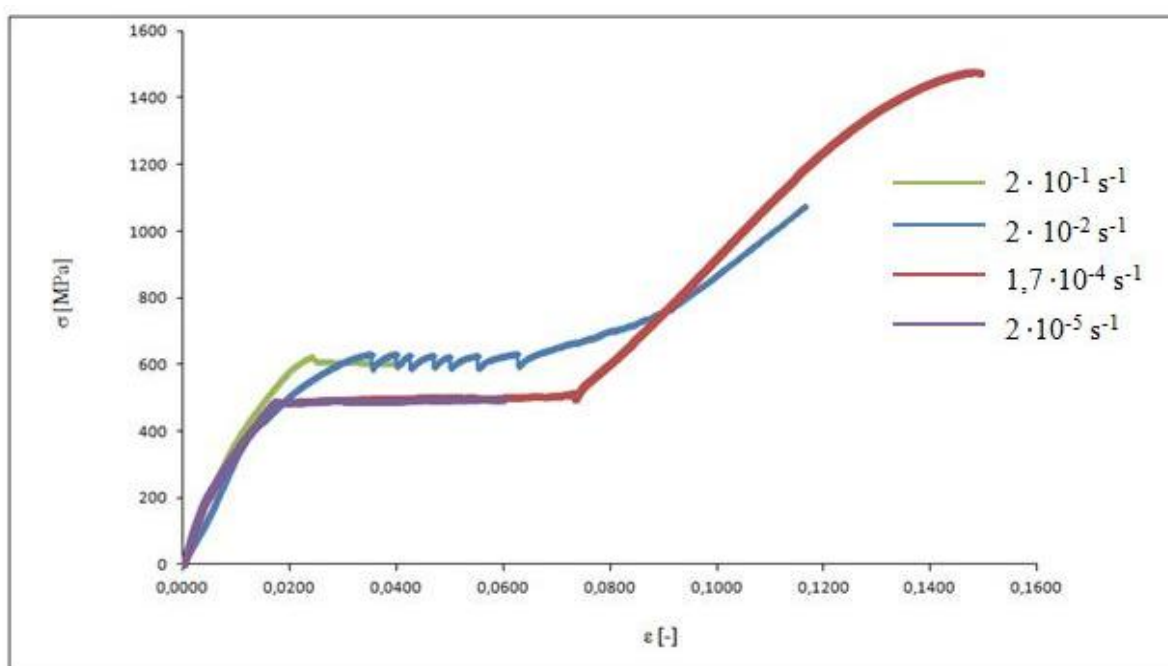
Při vlastních experimentech pro tuto diplomovou práci byla použita rychlost zatěžování  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  při posuvu pístu 1 mm/s. Na obr. 7. 3. jsou zakresleny dvě tahové křivky, provedené při této rychlosti zatěžování. Je vidět, že oba tahové diagramy jsou prakticky identické. Tím byla ověřena reprodukovatelnost měření a použitelnost metody uchycení vzorku [31, 32], popsané v kapitole 7.1.



Obr. 7. 3. Reprodukovatelnost tahových křivek vzorků M01, M02 při  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

Dále jsou porovnány i průběhy tahových zkoušek při různých rychlostech zatěžování (obr. 7. 4.). Tvar tahových křivek je pro každou rychlost jiný:

- nízká rychlost zatěžování ( $\dot{\varepsilon} = 1,7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ,  $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) – transformační plató rovné, širší se zóna od čelistí, jasně definované plató, napětí při transformaci 485-515MPa;
- rychlost zatěžování  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  – nestability při transformaci na horním platu, vyšší úroveň napětí 589 – 632 MPa, počátek a konec transformace není z tvaru křivky dobře definovatelný;
- nejvyšší rychlost zatěžování  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  vykazuje transformační napětí podobné jako u předchozího vzorku 615 – 626 MPa, ale nestability na tahovém diagramu jsou mnohem méně výrazné, došlo k předčasnému lomu ještě před úplnou transformací materiálu.



Obr. 7. 4. Vliv rychlosti zatěžování.



### 7.3 Únava

Úkolem této práce bylo provést únavové zkoušky, ověřit reproduktibilitu měření a vyhodnotit experimentální data. Byly vyhodnoceny společně výsledky již dříve provedených zkoušek (tabulka 1) a výsledky experimentů vykonaných během této práce (tabulka 2).

Tab. 7. 1. Výsledky dříve naměřených zkoušek.

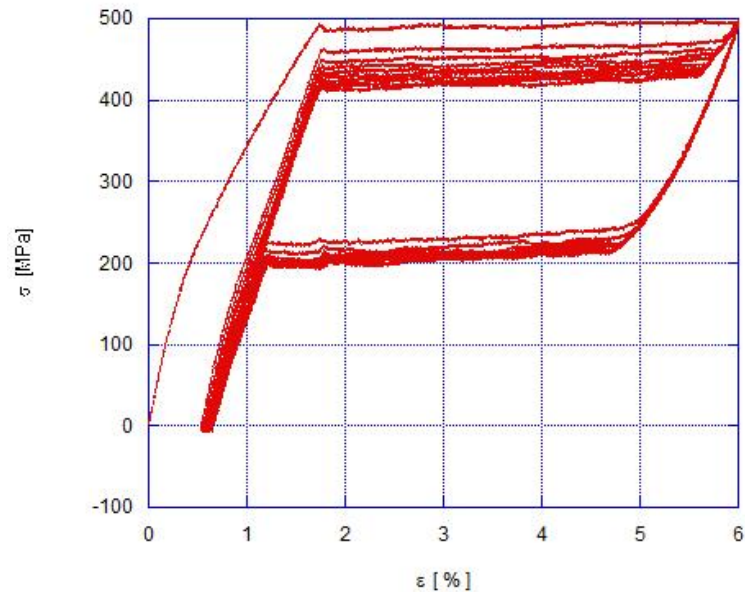
číslo vzorku	rychlost zatížení		typ zkoušky	$\Delta L_{\max}$	$\varepsilon_{\max}$	$N_F$
	$\dot{\varepsilon}$ [1/s]	$\Delta L/s$ [mm/s]		[mm]	[-]	
A01	$1,7 \cdot 10^{-4}$	0,0083	Únava, po 34 cyklech přerušeno	3	0,060	
A02	$2 \cdot 10^{-3}$	0,1	$N_{100}$	3	0,060	
A03	$2 \cdot 10^{-2}$	1	$N_{100}$	3	0,060	
A04	$2 \cdot 10^{-1}$	10	$N_{100}$	2,3	0,046	
A05	$1,7 \cdot 10^{-4}$	0,0083	$N_{100}$	3	0,060	
A06	$1,7 \cdot 10^{-4}$	0,0083	tah do lomu			
A07	$1,7 \cdot 10^{-4}$	0,0083	$N_{100}$	3	0,060	
A08	$2 \cdot 10^{-5}$	0,001	$N_{10}$	3	0,060	
A09	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	3	0,060	7205
A10	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	3,5	0,070	1599
A11	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	2,4	0,048	1771
A12	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	4	0,080	724

Tab. 7. 2. Shrnutí výsledků experimentů provedených v této práci.

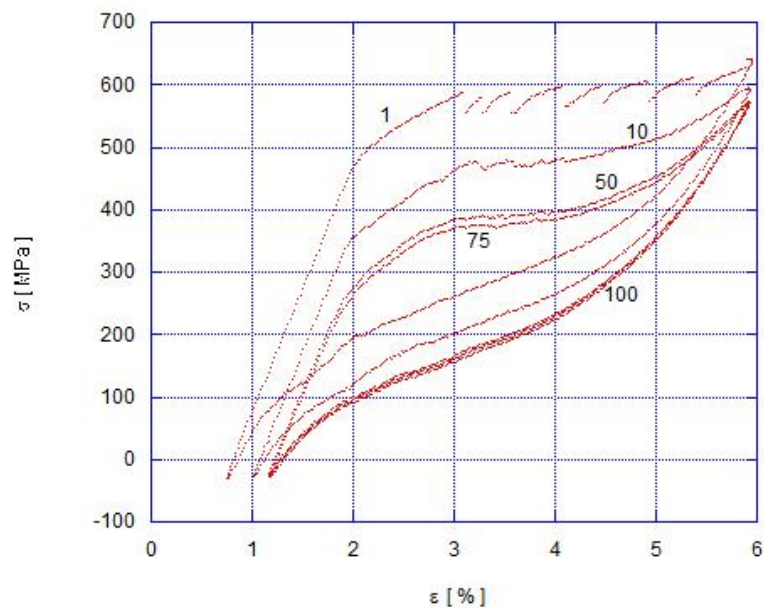
číslo vzorku	rychlost zatížení		typ zkoušky	$\Delta L_{\max}$	$\varepsilon_{\max}$	$N_F$
	$\dot{\varepsilon}$ [1/s]	$\Delta L/s$ [mm/s]		[mm]	[-]	
M4	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	5	0,1	3572
M5	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	7	0,14	5692
M6	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	3	0,060	2852
M7	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	4	0,080	894
M8	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	2	0,040	3379
M9	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	3,5	0,070	2236
M10	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	4,5	0,090	1051
M11	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	10	0,20	3554
M12	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	1	0,020	15335
M13	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	6	0,120	3173
M14	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	4,25	0,085	1789
M15	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	8	0,16	3235
M16	$2 \cdot 10^{-2}$	1	únava	3,75	0,075	1923
M01	$2 \cdot 10^{-2}$	1	tah do lomu			
M02	$2 \cdot 10^{-2}$	1	tah do lomu			

### 7.3.1 Změny tvaru hysterezních smyček při cyklickém zatěžování

Na obr. 7. 5. jsou vykresleny hysterezní smyčky při 10 cyklech, rychlosti zatěžování  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  a  $L_{\text{max}} = 3 \text{ mm}$ , tj.  $\varepsilon_{\text{max}} = 6\%$ . Jedná se o zatěžování nízkou rychlostí, proto jsou napěťová plata víceméně vodorovná. Dochází pouze k jejich poklesu, lze tedy říci, že k transformacím při cyklování je potřeba při každém dalším cyklu nižší napětí. Důvodem, proč všechny hysterezní smyčky nevycházejí z počátečního bodu, ale posouvají se doprava, je určité procento nevratné plastické deformace martenzitu v blízkosti čelistí.

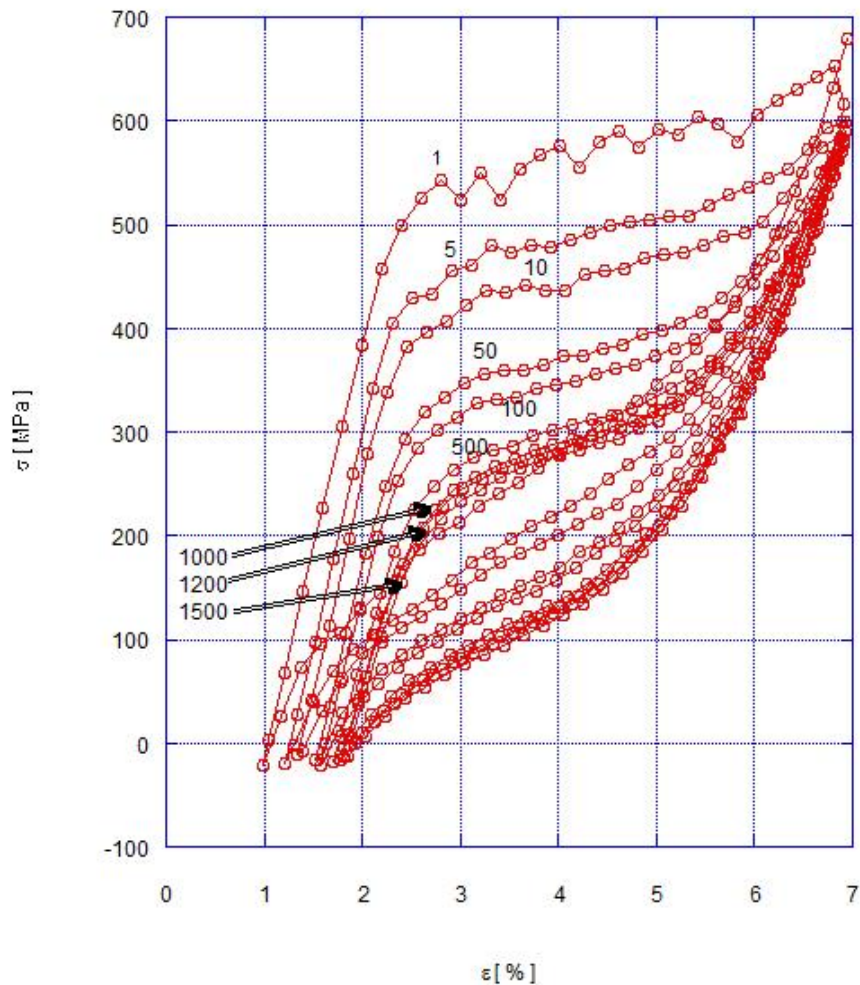


Obr. 7. 5. Hysterezní smyčky vzorku A08 při 10 cyklech,  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

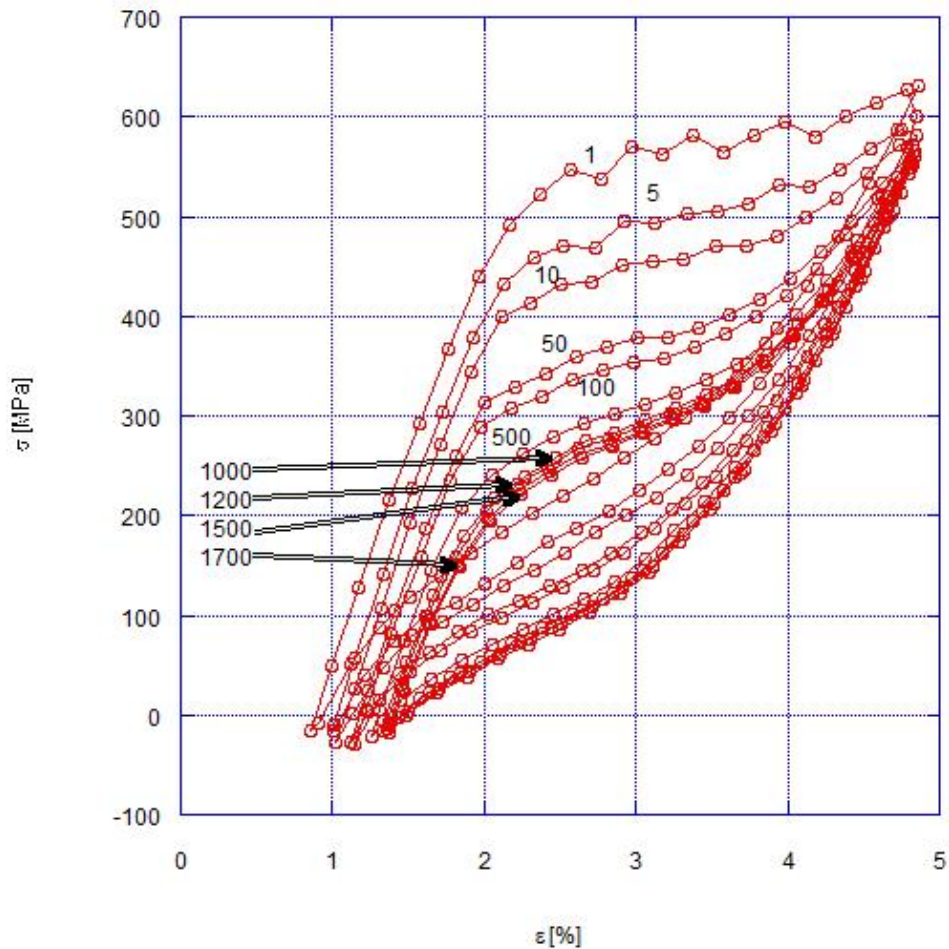


Obr. 7. 6. Hysterezní smyčky vzorku A03 při 1, 10, 50, 75 a 100 cyklu,  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

Při vyšších rychlostech zatěžování dochází k zešikmování smyček, jejich zužování a ještě markantnějšího snižování napěťových plat. Na obr. 7. 6. je vzorek A03 cyklován do 100 cyklů, pro názornost jsou v grafu vyneseny jen některé cykly, aby změny v poloze hysterezních smyček byly lépe viditelné. Tento vzorek byl zatěžován rychlostí  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  s hodnotou  $\varepsilon_{\max} = 6 \%$ . Opět se zde projevuje nevratná plastická deformace, hysterezní smyčky při cyklování jsou posunuty doprava od výchozího bodu. Na obr. 7. 7. jsou vykresleny některé cykly z celkového počtu  $N_F = 1599$  vzorku A10, který byl zatěžovaný  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  s posuvem pístu  $\varepsilon_{\max} = 7 \%$ . Je to vzorek ze série dříve naměřených experimentů. Naměřené hodnoty daných cyklů byly spojeny křivkami.

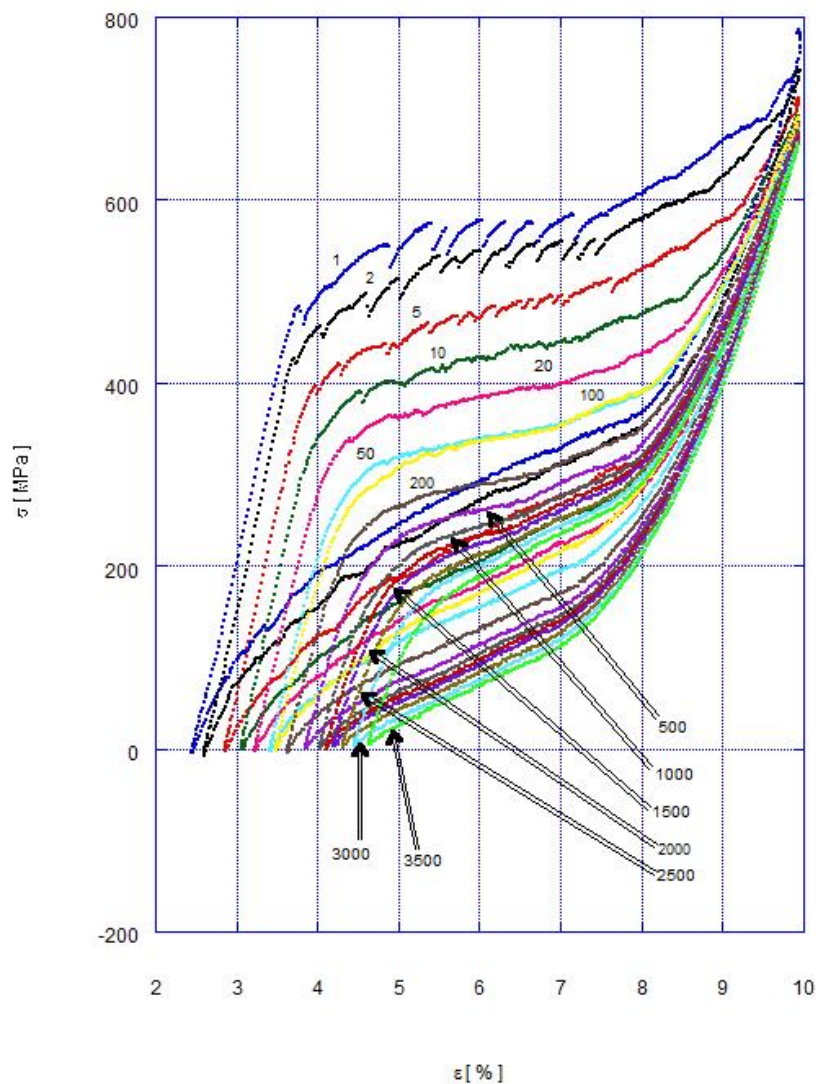


Obr. 7. 7. Hysterezní smyčky vzorku A10 při 1, 5, 10, 50, 100, 500, 1000, 1200 a 1500 cyklu,  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .



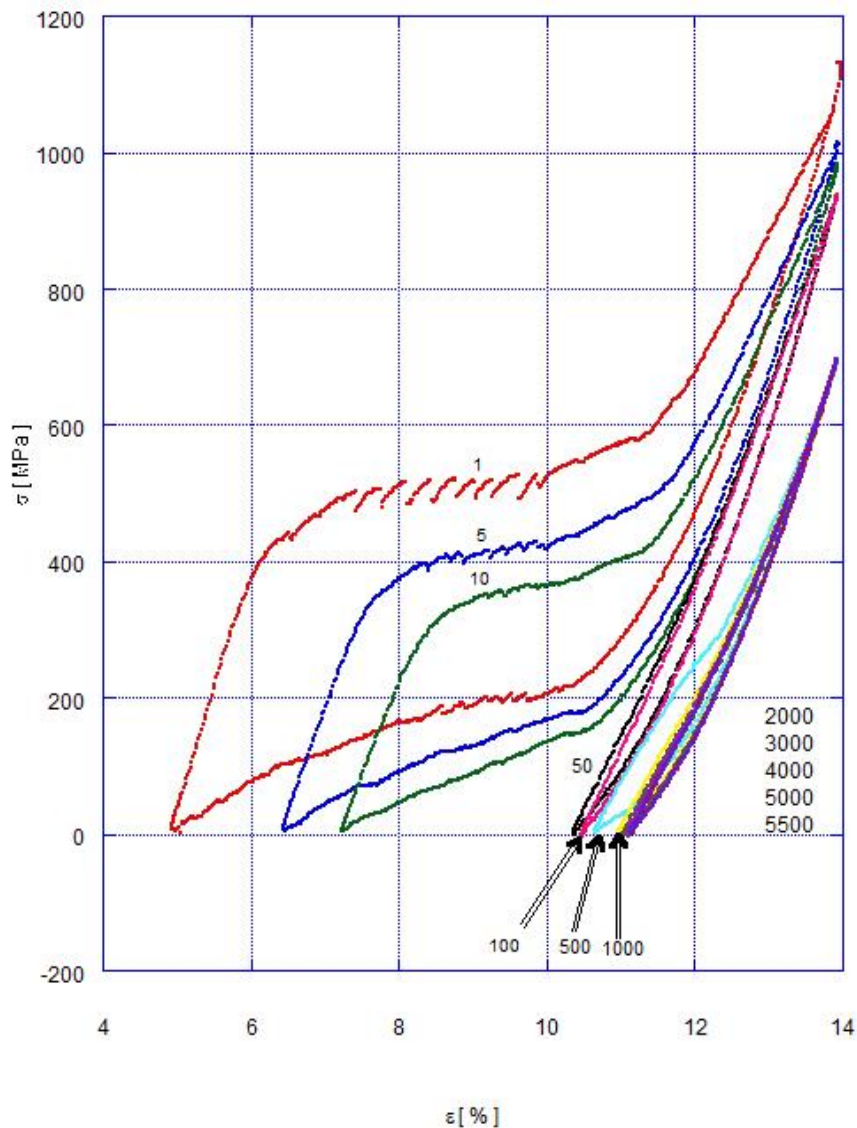
Obr. 7. 8. Hysterezní smyčky vzorku A11 při 1, 5, 10, 50, 100, 500, 1000, 1200, 1500 a 1700 cyklu,  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

Tvar hysterezní smyčky se mění v závislosti na velikosti maximální deformace  $\epsilon_{\max}$ . Vzorek A11 byl cyklován rychlostí  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a s  $\epsilon_{\max} = 4.8 \%$ . Na obr. 7. 8. jsou vyneseny některé cykly, které vystihují chování materiálu. Hysterezní smyčka v prvním cyklu mnohem širší než smyčka 1500 cyklu, má i jiné maximální hodnoty napětí. Smyčky ke konci únavového života vzorku jsou již hodně zešíkmené, ne tolik široké a dosahují nižších hodnot napětí.



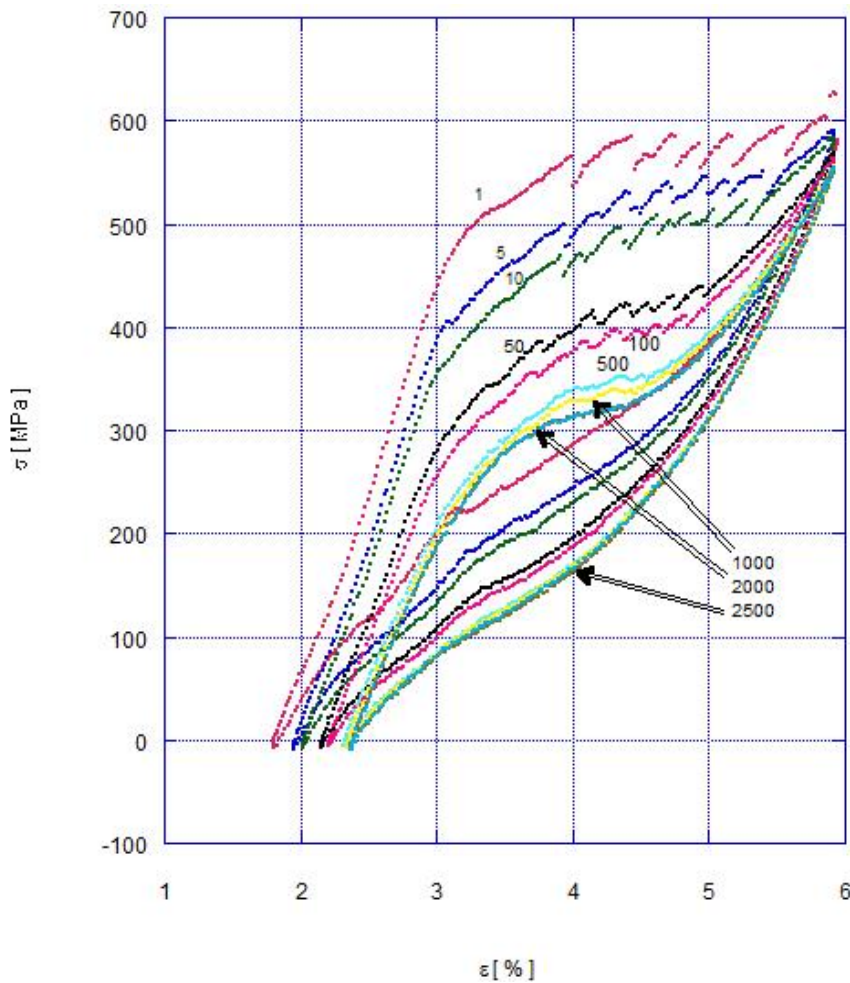
Obr. 7. 9. Hysterezní smyčky vzorku M4 při 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000 a 3500 cyklu,  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

Nyní budou popsány vzorky, které byly testovány v této práci. Na obr. 7. 9. jsou vykresleny hysterezní smyčky z dat změřených v této práci. Vzorek byl cyklován až do lomu. Lom nastal při 3572 cyklu. Zkouška probíhala při rychlosti zatěžování  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a  $\epsilon_{\max} = 10 \%$ . Jedná se o zkoušku s vyšší rychlostí zatěžování, proto nejsou napěťová plata vodorovná, ale každý cyklus jsou šikmější. Je také vidět, že šířka hysterezní smyčky se s cyklováním zmenšuje a plocha smyčky, která odpovídá energii absorbované materiálem při jednom cyklu, se také zmenšuje.



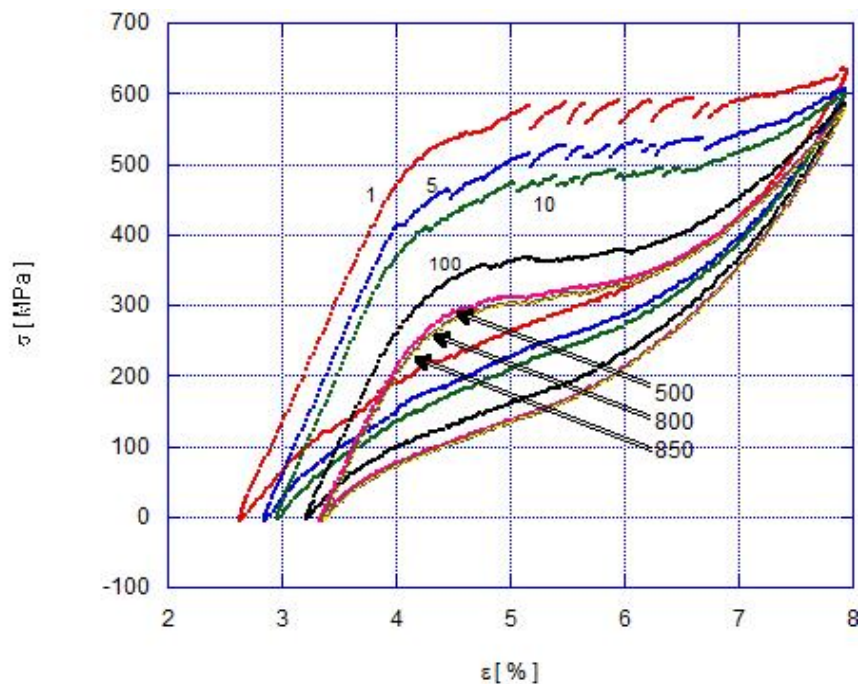
Obr. 7. 10. Hysterezní smyčky vzorku M5 při 1, 5, 10, 50, 100, 500, 1000, 2000, 3000, 4000, 5000 a 5500 cyklu,  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

Velké změny tvaru hysterezních smyček během cyklování jsou ukázány na obr. 7. 10. Vzorek M5 byl zatěžován rychlostí cyklování  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , a s  $\epsilon_{\text{max}} = 14 \%$ . Smyčka prvního cyklu má výrazná napěťová plata, dosahuje při deformaci 14% mnohem vyššího napětí než další smyčky. Je vidět, že od zhruba  $N = 100$  už nedochází ke zpětné transformaci martenzitu na austenit, smyčka je velmi úzká.



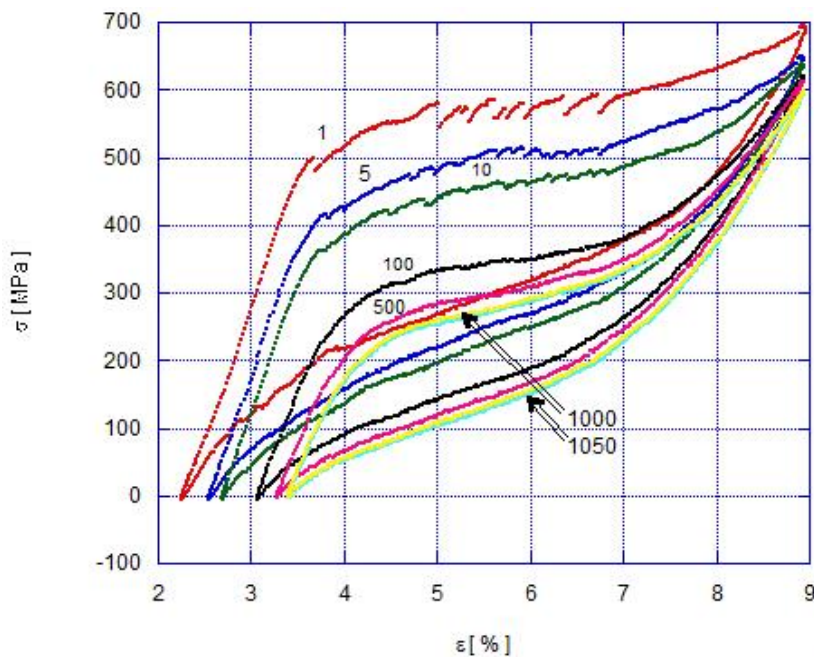
Obr. 7. 11. Hysterezní smyčky vzorku M6 při 1, 5, 10, 50, 100, 500, 1000, 2000 a 2500 cyklu,  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

Vzorek M6 byl cyklován do  $N_F = 2852$ , v obr. 7. 11. jsou zaneseny jen vybrané cykly. Byla použita zatěžující rychlost  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a  $\epsilon_{\max} = 6 \%$ , tedy při stejných podmínkách jako vzorek A3 na obr. 7. 5. I zde lze konstatovat dobrou reprodukovatelnost výsledků.



Obr. 7. 12. Hysterezní smyčky vzorku M7 při 1, 5, 10, 100, 500, 800 a 850 cyklu,  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

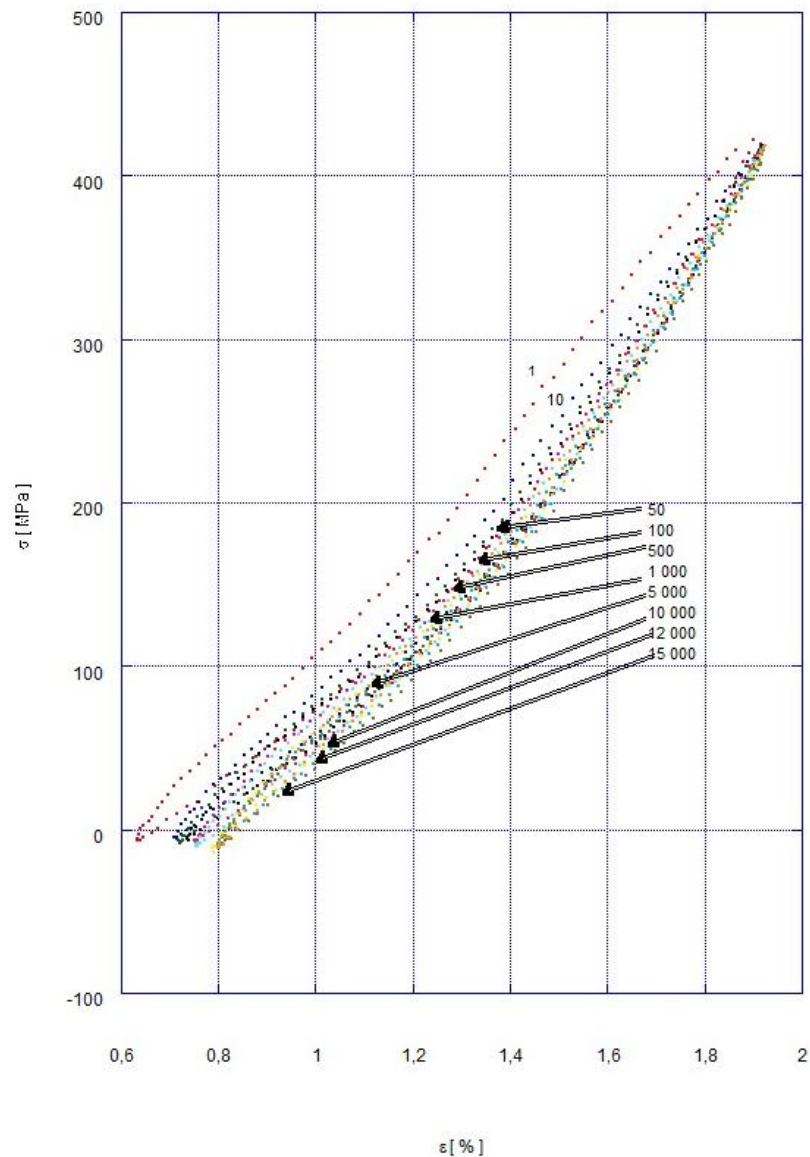
Zatímco typické délky únavového života se pohybovaly u ostatních vzorků v řádu tisíců, u vzorku M7 (obr. 7. 12) došlo k lomu již při 894 cyklu. Tento vzorek byl zatěžován  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  s maximální deformací 8 %. Hysterezní smyčka se během cyklování i tak zešikmuje a zužuje a napětí postupně klesá.



Obr. 7. 13. Hysterezní smyčky vzorku M10 při 1, 5, 10, 100, 500, 1000 a 1050 cyklu,  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .



Podobný průběh má i cyklování vzorku M10. Na obr. 7. 13. jsou vyneseny cykly, které popisují změny hysterezních smyček pro daný cyklus. Vzorek byl zatěžován  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a  $\varepsilon_{\max} = 9 \%$ .

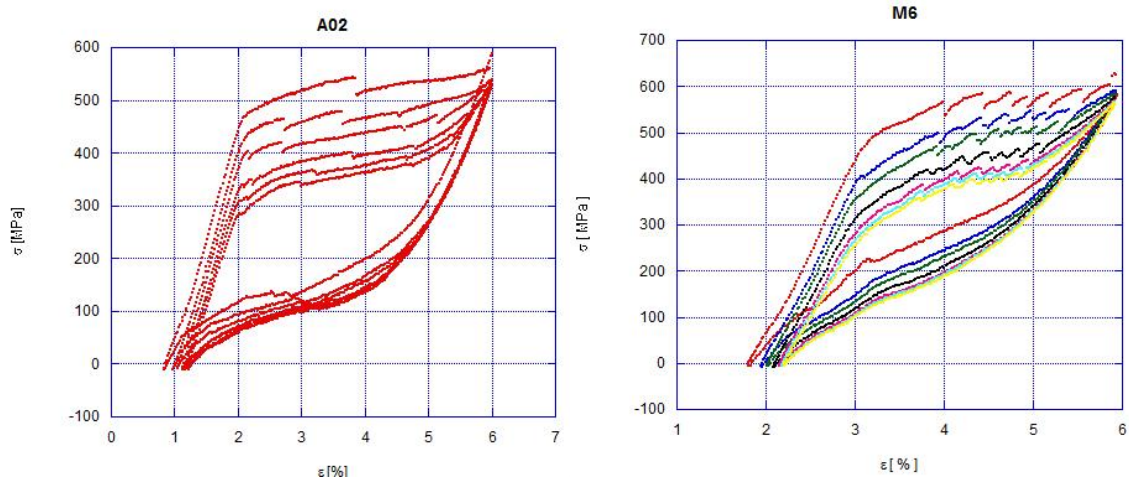


Obr. 7. 14. Hysterezní smyčky vzorku M12 při 1, 10, 50, 100, 500, 1000, 5000, 10 000, 12 000 a 15000 cyklu,  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

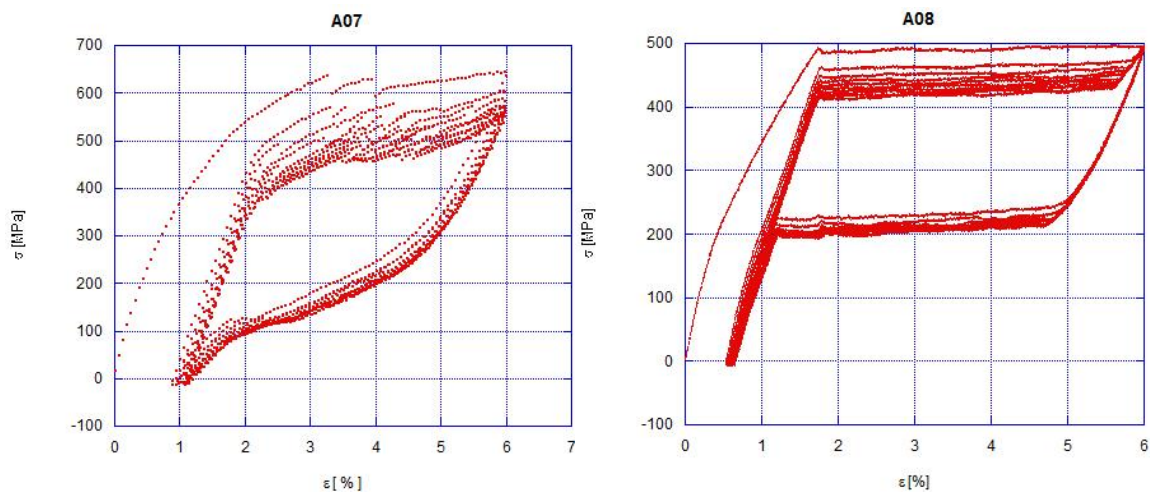
Vzorek M12 (obr. 7. 14.) byl zatěžován rychlostí  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  s nejmenší maximální deformací  $\varepsilon_{\max} = 1,9 \%$ . Hysterezní smyčky se zcela odlišují od předešlých vzorků. Napětí nedosáhlo potřebné hodnoty pro transformaci, a tedy vzorek byl po celou dobu cyklování v austenitickém stavu. Hysterezní smyčky jsou úzké, tedy cyklování proběhlo s malou cyklickou plastickou deformací. Tento vzorek vydržel ze všech experimentů největší počet cyklů,  $N_F = 15\,535$ .

### 7.3.2 Závislost tvaru hysterezních smyček na rychlosti deformace

V této práci jsou porovnány některé vzorky, u kterých byla použita stejná  $\varepsilon_{\max}$ , ale při jiné rychlosti zatěžování. V případě vzorků A02, kdy byla použita rychlost  $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  a vzorku M6 s rychlostí  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  je viditelný rozdíl zešíkmení smyček, v případě vzorku M6 bylo na deformaci vyvinuto vyšší napětí. U vzorku A02 je šířka mezi horním a dolním platem mnohem větší než u druhého srovnávaného vzorku (obr. 7. 15.).

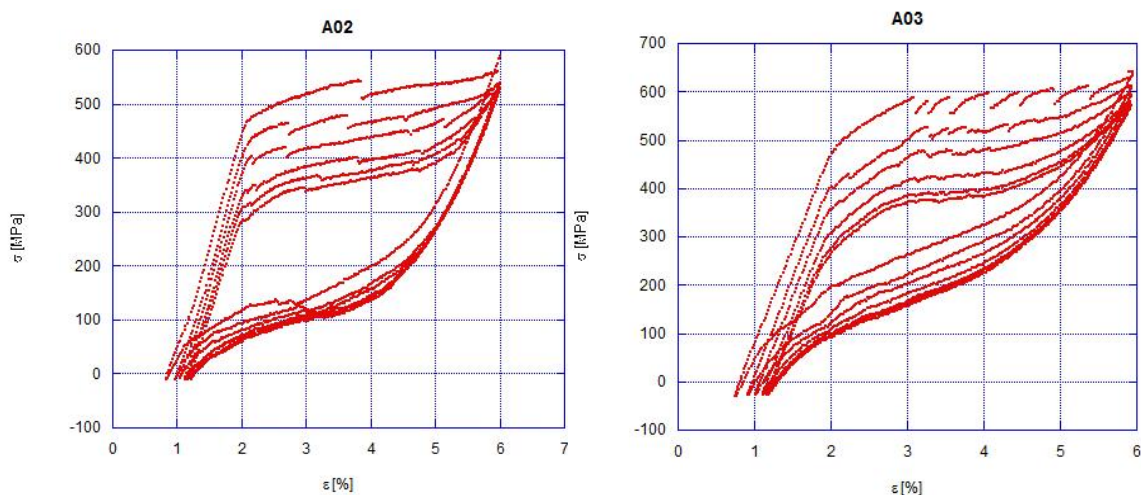


Obr. 7.15. Porovnání hysterezních smyček při 1, 5, 10, 25, 50, 75 a 100 cyklu při stejné  $L_{\max}$  a různých rychlostech zatěžování ( $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pro vzorek A02 a  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  pro M6).



Obr. 7.16. Porovnání hysterezních smyček prvních 10 cyklů při stejné  $L_{\max}$  a různých rychlostech zatěžování ( $\dot{\varepsilon} = 1,7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pro vzorek A07 a  $\dot{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  pro A08).

Na obr. 7. 16. Jsou porovnány vzorky z dřívějších experimentů, A07 a A08. Posuv pístu dosahoval hodnoty 3 mm. První vzorek byl zatěžován rychlostí  $1,7 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a vzorek A08 rychlostí  $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . U druhého vzorku je horní i dolní plato napětí téměř vodorovné, dochází pouze k jeho posuvu k nižším hodnotám. V obou případech se v materiálu vyskytuje viditelná nevratná plastická deformace martenzitu.



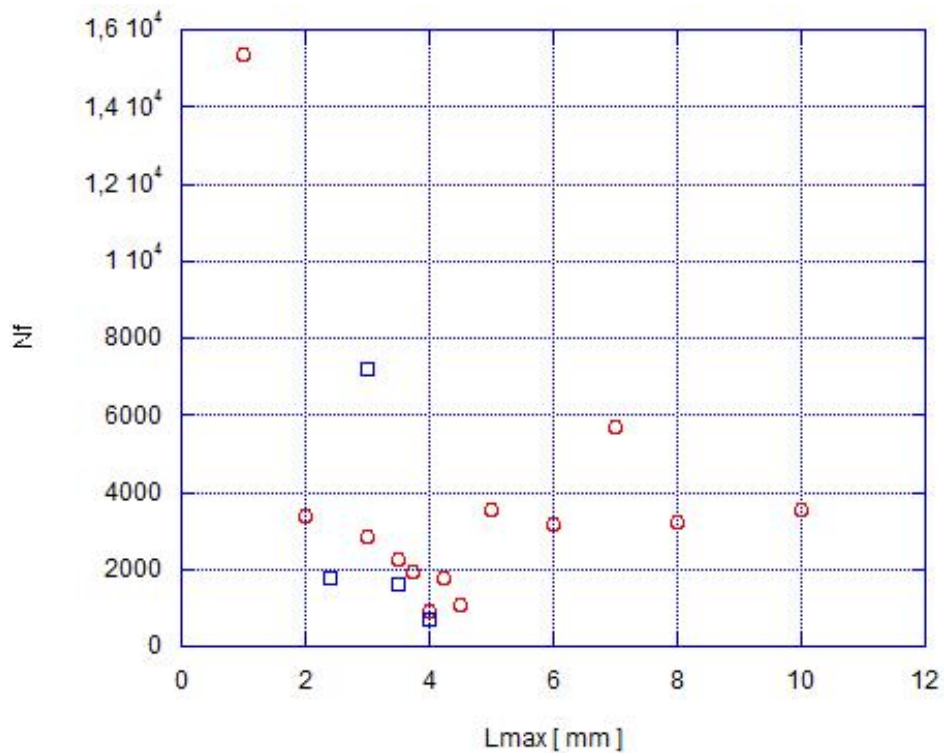
Obr. 7. 17 Porovnání hysterezních smyček 1, 5, 10, 25, 50, 75 a 100 cyklu při stejné  $L_{\max}$  a různých rychlostech zatěžování ( $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pro vzorek A02 a  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  pro A03)

V posledním srovnání dvou vzorků (obr. 7. 17) se stejným posuvem pístu, který dosahoval hodnoty 3 mm a odlišných rychlostí zatěžování byly porovnány vzorky z dřívějších experimentů, A02 a A03. Na první z dvojice vzorků byla použita rychlost zatěžování  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  a na druhý rychlost  $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Je zde opět patrný rozdíl v poloze napěťových plat, u druhého vzorku jsou v průběhu cyklování více šikmá a celkově se hysterezní smyčka zužuje.

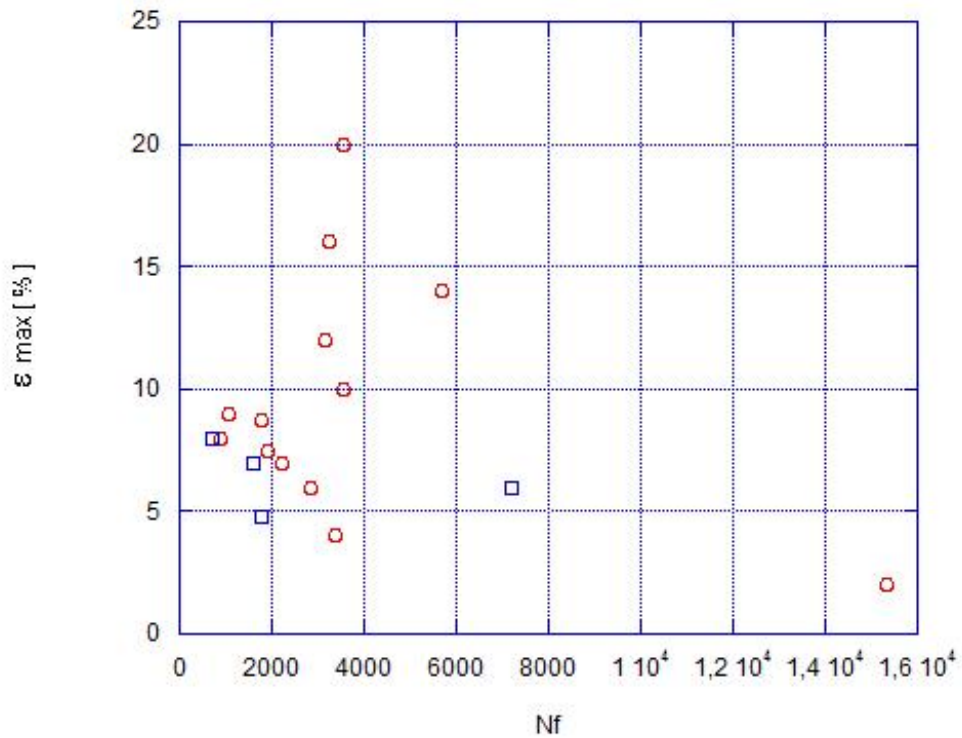
## 7.4 Životnost

Únavové zkoušky probíhaly při zvolené a konstantní hodnotě maximálního posuvu pístu  $L_{\max}$ . V obr. 7. 18. je vynesena závislost  $N_F$  na  $L_{\max}$ . V grafu jsou modrou barvou vyznačeny hodnoty z dříve provedených experimentů (tabulka 1) a červenou hodnoty experimentů prováděných pro tuto práci (tabulka 2). Nejvyšší hodnotou posuvu pístu je hodnota u vzorku M11, kdy  $L_{\max} = 10 \text{ mm}$ . Nejvyššího  $N_F$  dosáhl vzorek M12, a to  $N_F = 15\,335$ . Tato závislost má velmi netypický průběh, kdy největším posuvům pístnice neodpovídá nejkratší životnost. Tento jev bude diskutován v kapitole Diskuze.

V literatuře se nejčastěji vynáší počet cyklů do lomu  $N_F$  na osu x. Závislost mezi  $\epsilon_{\max}$  na  $N_F$  je zobrazena na obr. 7. 19. Jedná se vlastně o obrázek 7.18 s přehozenými osami a  $\epsilon_{\max}$  místo  $L_{\max}$ . Jeho průběh je velmi netypický a bude diskutován v kapitole Diskuse.



Obr. 7. 18. Závislost  $N_F$  na  $\Delta L_{max}$ ; modré body: dříve naměřené hodnoty, červené body: hodnoty experimentů provedených v této práci.



Obr. 7. 19. Závislost mezi  $\epsilon_{max}$  a  $N_F$ ; modré body: dříve naměřené hodnoty, červené body: hodnoty experimentů provedených v této práci.

## 8 Diskuze

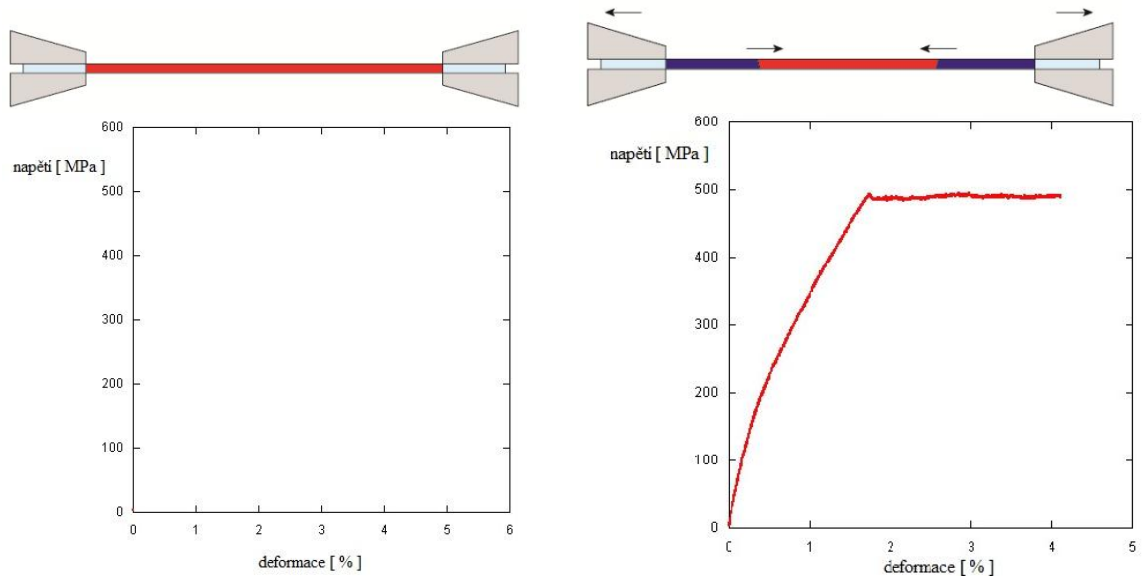
Experimentální studie provedená v této práci určila únavové vlastnosti slitiny NiTi v míjivém cyklu. Byly provedeny i dvě tahové zkoušky do lomu. Experimenty probíhaly za pokojových teplot při rychlosti zatěžování  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a při různých hodnotách  $\Delta L_{\max}$ . V této práci byla i použita experimentální data dříve naměřených zkoušek při různých rychlostech zatěžování, které byly také vyhodnoceny.

### 8.1 Chování materiálu při cyklické deformaci

Z jednotlivých zátěžných cyklů byly získány hysterezní smyčky. Obecně lze zhodnotit vliv rychlosti zatěžování a velikost posuvu při cyklování na velikost, tvar a polohu hysterezních smyček. Materiál, který byl podroben vysoké rychlosti zatěžování má výslednou křivku mnohem více zešikmenou, napěťové plato není vodorovné a smyčka je mnohem užší než v případě vzorku, který byl cyklován malou rychlostí. Tvar hysterezních smyček se mění kvůli změnám v mikrostruktuře. Aby se tyto změny daly popsat, bylo by potřebné provést detailní studium struktury před a po zatěžování pomocí transmisní elektronové mikroskopie. To přesahuje rozsah diplomové práce. Materiál je také velmi citlivý na změny teploty, avšak nezdá se pravděpodobné, že by nárůst teploty během cyklování byl odpovědný za změny v chování materiálu. Podle údajů z literatury se NiTi během cyklování zahřívá poměrně málo. Frotscher et al. [35] testovali NiTi stent v pseudoelastickém stavu při frekvencích 5 a 30 Hz. I při takto rychlém zatěžování byl maximální nárůst teploty materiálu jen asi  $1 \text{ }^\circ\text{C}$ .

#### 8.1.1 Nízké rychlosti zatěžování

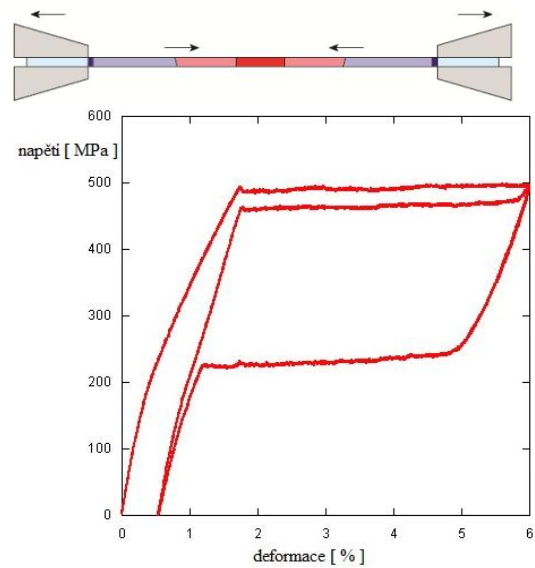
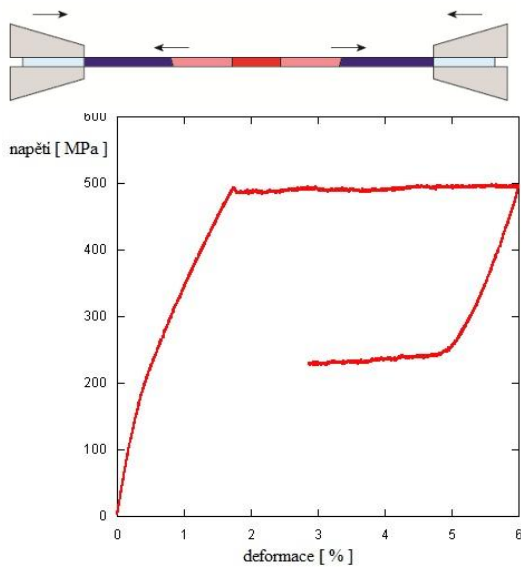
Na následujících obrázcích je popsán postupný průběh transformace austenitu na martenzit a zpět. Zatěžování v tomto příkladu probíhá do  $\epsilon_{\max} = 6\%$  při rychlosti  $2 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Jeden cyklus trval 100 minut. Na obr. 8. 1. a) je celý zkušební vzorek v austenitickém stavu, austenitickou oblast tu zastupuje červená barva. Část materiálu, který je upnut v čelistech, může být ovlivněn svíracím napětím čelistí. V práci je zkoumána pouze měrná část vzorků. Na obr. 8. 1. b) probíhá již transformace austenitu na martenzit, který je zde znázorňován modrou barvou. Rychlost postupu transformační zóny je  $7 \text{ } \mu\text{m} / \text{s}$ , což odpovídá zhruba transformaci 100 zrn / s. Obr. 8. 1. c) znázorňuje zpětnou transformaci martenzitu do původního stavu, austenitu. Tato fáze transformace je vyznačena růžovou barvou, zpětná přeměna probíhá od středu vzorku směrem k čelistem. Zatěžování probíhá stále za stejných podmínek,  $7 \text{ } \mu\text{m} / \text{s}$  (100 zrn / s). Následný další cyklus zatěžování je popsán na obr. 8. 1. d). Může dojít k ne úplné přetransformaci zpět do austenitické fáze a v materiálu zůstane malé procento přetransformovaného martenzitu v blízkosti čelistí, díky trojosé napjatosti způsobené tlakem čelistí na vzorek. Toto je vysvětleno na tvaru hysterezní smyčky, kdy i při odlehčení se materiál nedostane do počátečního bodu, ale poloha smyčky se posune doprava oproti prvnímu cyklu. Je vidět, jak pokleslo horní i dolní napěťové plató, k oběma transformacím je již potřeba menší napětí. Postupným cyklováním dochází k dalšímu snižování horního i spodního plata.



Obr. 8. 1. Průběh transformací:

a) plně austenitický stav

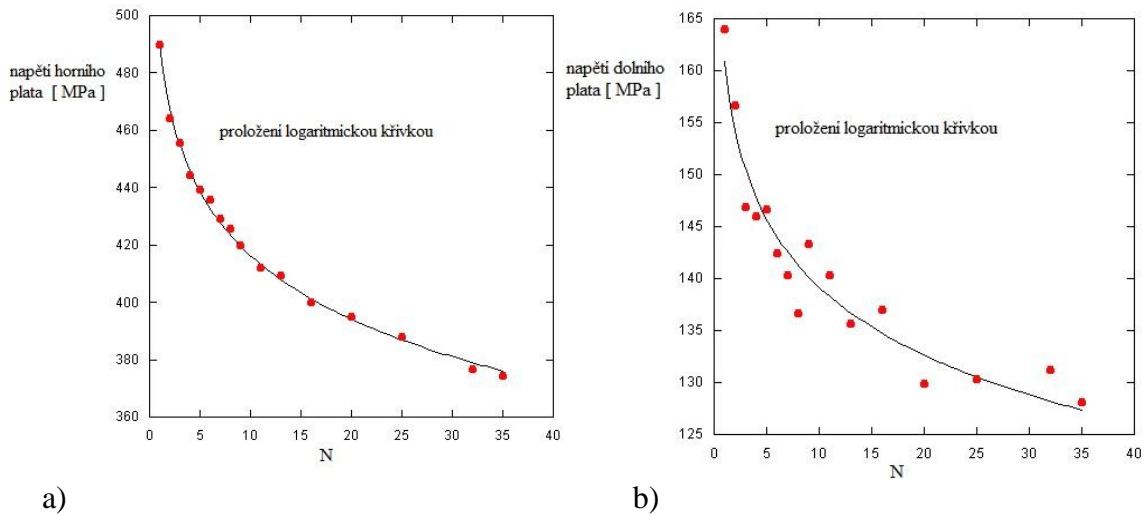
b) začátek první transformace austenitu na martenzit



c) zpětná transformace z martenzitu na austenit

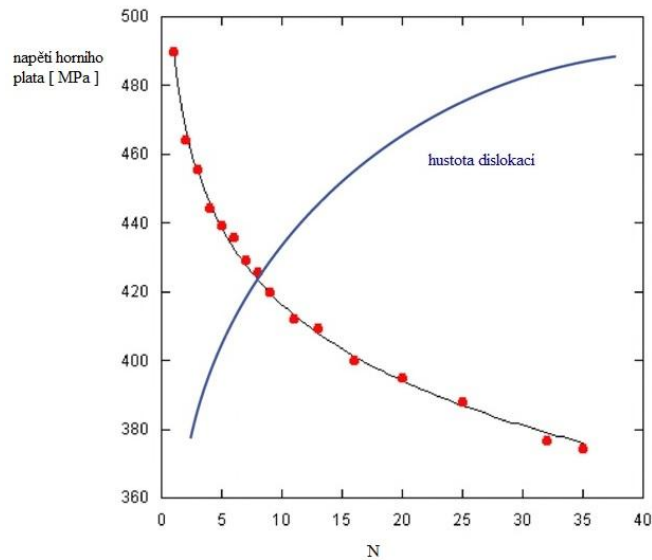
d) druhý cyklus transformací

Na následujícím obrázku 8. 2. je vidět, jak při rostoucím počtu cyklů logaritmičsky klesá napětí horního plata hysterezních smyček (obr. 8. 2. a)). Stejná logaritmičká závislost se objevuje i v případě závislosti napětí na počtu cyklů u spodního napětíového plata, obr. 8. 2. b), také zde dochází k jeho poklesu.



Obr. 8. 2. Závislost změn velikosti napěťového plata na počtu cyklů: a) horní plató, b) dolní plató.

Důvod tohoto poklesu není v současnosti zcela objasněn. Yawny et. al [16] předložili hypotézu, že během transformací vznikají kvůli akomodaci deformace dislokace, které pak usnadňují fázovou transformaci během dalších cyklů. Tato myšlenka je znázorněna na obr. 8. 3. Napětí horního plata se snižuje logaritmicky s narůstajícím počtem cyklů. Do grafu je zanesena schématická křivka, která ukazuje, jak roste hustota dislokací při cyklování. Pokles napětí potřebného pro transformaci uvnitř materiálu je v této hypotéze způsoben zvýšením počtu dislokací, které mohou sloužit jako místa, kde fázová transformace může iniciovat.



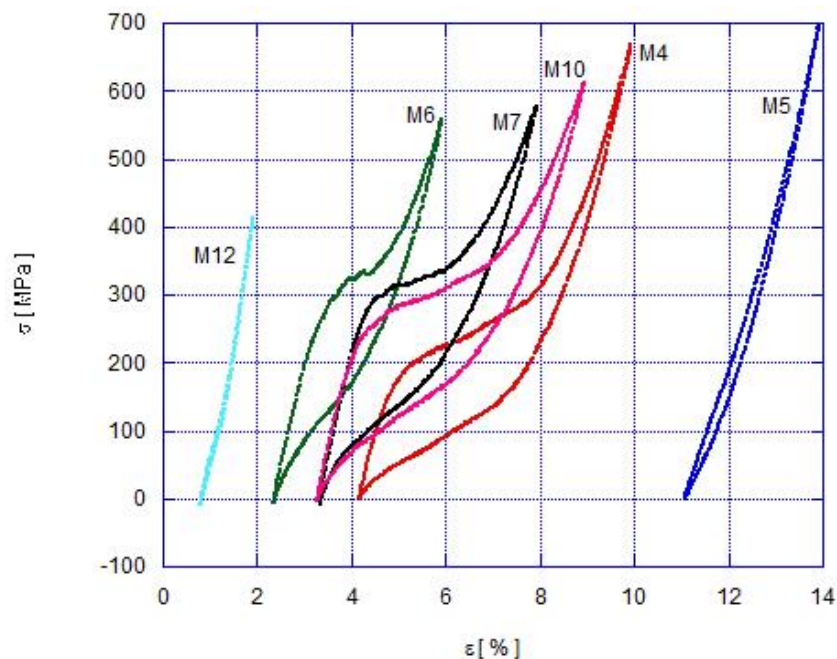
Obr. 8. 3. Schéma poklesu napěťového plata při růstu hustoty výskytu dislokací v závislosti počtu cyklů.

### 8.1.2 Vysoké rychlosti zatěžování

Při vysokých rychlostech zatěžování (obr. 7. 8.) dochází k poklesu napětí, potřebného k transformacím. Postupně dochází k zešíklování hysterezních smyček a k jejich zužování. Navíc se hysterezní smyčky posouvají směrem doprava. Rozdíl mezi počátečním bodem v prvním cyklu a v tom následujícím vyjadřuje procento nevratné deformace martenzitu. Nestability na horním platu jsou pravděpodobně způsobeny vznikem nových transformačních zón na několika místech měrné části vzorku. Na obrázku 7. 11., kde je zaznamenán průběh cyklování vzorku při rychlostech  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , je tento jev posuvu polohy smyček lépe viditelný. Pro zbytkovou nevratnou plastickou deformaci se smyčky nedostávají do výchozího bodu, ale posouvají se doprava.

### 8.2 Životnost vzorků

U běžných materiálů je pravidlem, že životnost vzorků klesá se vzrůstající úrovní zatěžování, která může být charakterizovaná buď amplitudou napětí (Wöhlerova křivka) nebo amplitudou plastické deformace (Coffinova-Mansonova křivka). Dalo by se tedy očekávat, že průběh závislosti počtu cyklů do lomu na maximální hodnotě deformace na obr. 7. 19 by měl být monotónně klesající. Je vidět, že tomu tak není a že např. vzorky zatěžované při velkých  $\epsilon_{\max}$  ( $\epsilon_{\max} > 10\%$ ) mají životnosti poměrně dlouhé. Tento jev je možné vysvětlit podstatnými změnami v chování materiálů během cyklické deformace. Na obr. 8. 4. jsou vyneseny hysterezní smyčky v polovině života šesti vzorků, u nichž se zatěžování lišilo hodnotou  $\epsilon_{\max}$ .



Obr. 8. 4. Hysterezní smyčky vybraných vzorků při  $0,5 N_F$ .

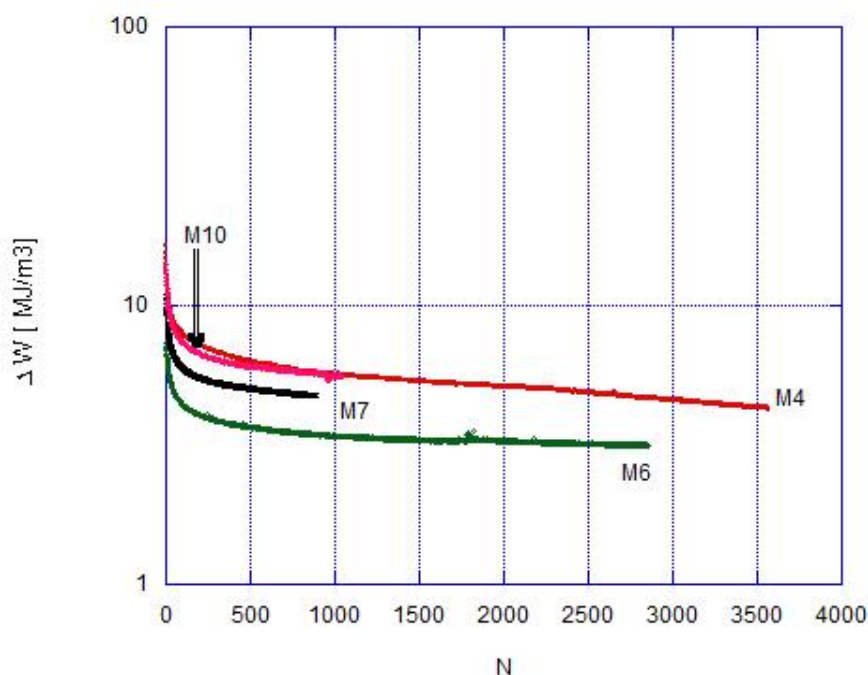
U vzorku M12 s maximální deformací 2 % se ukazuje fakt, který byl zmíněn již v části věnované výsledkům, že materiál je v polovině života při cyklování plně v austenitickém stavu bez transformace do oblasti martenzitu. Při cyklování tedy dochází pouze k téměř elastické deformaci austenitu.



U vzorků s maximální deformací v rozmezí 6 – 10 % je výrazné napěťové plato, během cyklování probíhá transformace z austenitické fáze na martenzitickou a zpět.

U vzorku M5, kdy  $\epsilon_{\max}$  dosahovala hodnoty 14 %, došlo během cyklování k takovým změnám v jeho chování, že v polovině života je vzorek v plně martenzitickém stavu, zpětná transformace na austenit neprobíhá a hysterezní smyčka je velmi úzká; jedná se tedy o téměř elastickou deformaci martenzitu.

Abychom zohlednili změny tvaru hysterezních smyček během cyklování a jejich vliv na únavovou životnost vzorků, byl ve spolupráci s Ing. Tobiášem vytvořen program, který numericky zpracoval naměřená data a vypočítal plochy jednotlivých hysterezních smyček. Plocha uzavřená smyčkou  $\Delta W$  odpovídá energii vložené do vzorku během cyklu, její jednotka je  $J/m^3$ . V dalším grafu (obr. 8. 5.) je vyneseno vývoj plochy smyček vybraných vzorků během cyklování. Je vidět, že  $\Delta W$  pro uvedené vzorky klesá s počtem cyklů.

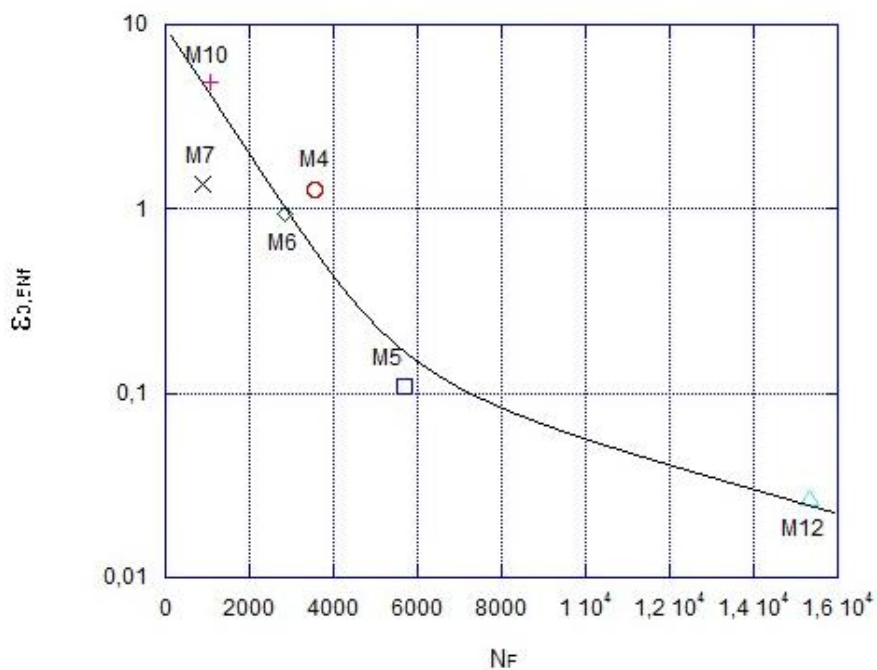


Obr. 8. 5. Závislost  $\Delta W / N$ .

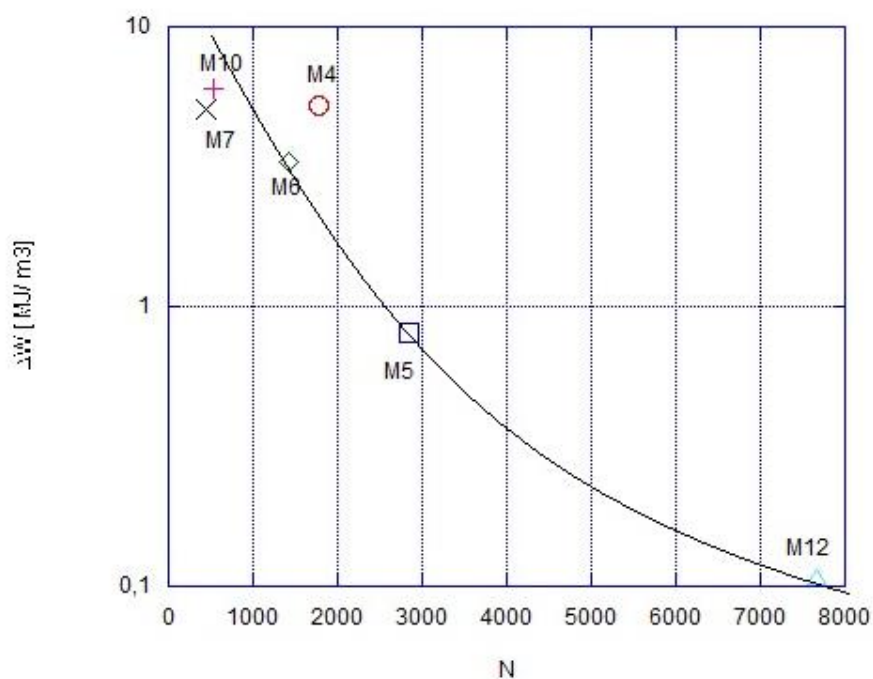
Kromě závislosti  $\Delta W = f(N)$  byla také změřena hodnota maximální šířky smyčky  $\Delta\epsilon_s$ . Tyto parametry byly využity ke konstrukci 3 dalších křivek životnosti:

- $N_F$  v závislosti na  $\Delta\epsilon_s$  v polovině života (obr. 8.6);
- $N_F$  v závislosti na  $\Delta W$  v polovině života (obr. 8.7);
- $N_F$  v závislosti na celkové energii vložené do vzorku  $\Sigma\Delta W$  během celého života (obr. 8.8).

Na obr. 8. 6. je vykreslena závislost maximální šířky smyčky  $\Delta\epsilon_s$  v polovině života na celkovém počtu cyklů do lomu. Výsledné body jsou proloženy křivkou.

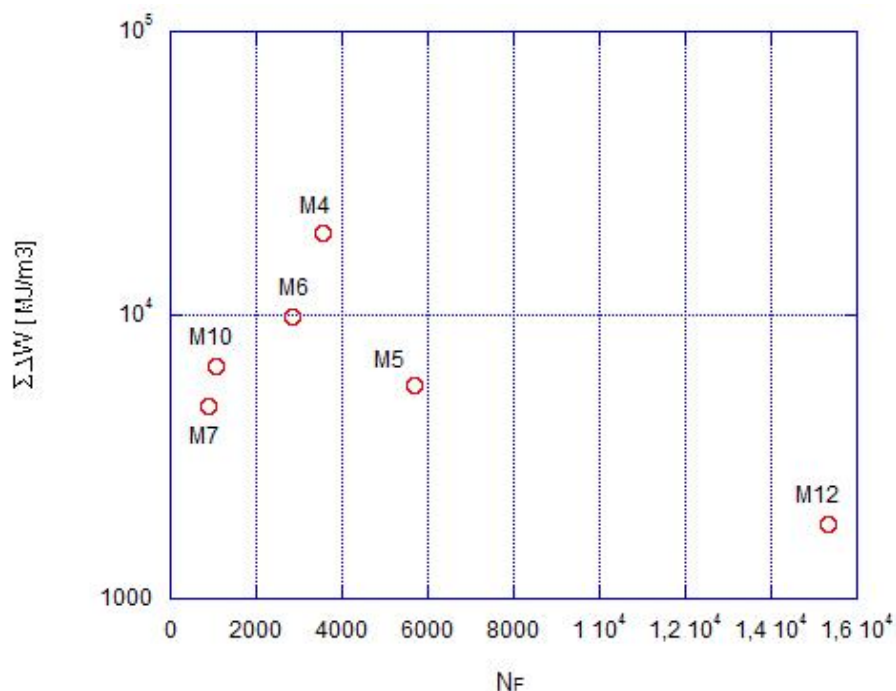


Obr. 8. 6. Graf  $\epsilon_{0,5 N_F} / N_F$ .



Obr. 8. 7. Závislost  $\Delta W / N$ .

Na obr. 8. 7. je proložena křivkou závislost práce na polovině počtů cyklů do lomu u vybraných vorků. Svislá osa je vykreslena v logaritmických souřadnicích pro větší přehled výsledných bodů.



Obr. 8. 8. Závislost  $\Sigma \Delta W / N_F$ .

Na obrázku 8. 8. jsou vyneseny závislosti celkové práce na počtu cyklů do lomu u vzorků, zanesených v grafu 8. 4. Svislá osa je vynesena v logaritmických souřadnicích. Nejvyšší hodnotu celkové vložené práce do vzorku při cyklování má vzorek M4, kdy  $\Sigma \Delta W = 19\,401 \text{ MJ/m}^3$ , nejnižší naopak vzorek M12 s nejvyšším počtem cyklů do lomu, kdy  $\Sigma \Delta W = 1\,826 \text{ MJ/m}^3$ . Je vidět, že grafem není monotónně klesající funkce jako v případě dvou předešlých grafů, vynesené body sice leží na klesající křivce, ale s velkým rozptylem. Největšího rozptylu dosahují vzorky s nízkým počtem cyklů, konkrétně M7 a M10, kdy jejich životnost se blížila 1000 cyklů. Lze tedy říci, že  $\Sigma \Delta W$  není parametrem, který by bylo možné jednoduše spojit s životností vzorku.

Srovnáme-li všechny vynesené křivky životnosti (obr. 7. 18., 7. 19., 8. 6 – 8. 8), je možné shrnout, že křivky  $N_F = f(L_{\max})$  a  $N_F = f(\epsilon_{\max})$  mají nezvyklý tvar, kdy nejvyšší maximální hodnotě deformace v jednom cyklu neodpovídá nejkratší životnost. Důvodem jsou změny ve tvaru hysterezních smyček. Ukazuje se, že lepšími parametry pro popis únavové životnosti je buď závislost  $N_F$  na šířce smyčky v polovině života (obr. 8. 6) nebo na ploše hysterezní smyčky v polovině života (obr. 8.7). Obr. 8.8 pak dokumentuje, že celková energie vložená do materiálu během cyklování není vhodný parametr pro predikci únavové životnosti.

## 9 Závěry

Cílem předložené diplomové práce bylo v rešerši zpracovat problematiku nízkocyklové únavy, vlastnosti materiálu NiTi s jevem jednocestné a dvoucestné tvarové paměti, pseudoelasticity, jeho životnost a využití v praxi.

Na základě výsledků získaných v řešení diplomové práce lze stanovit tyto závěry:

- Při zkoušce v tahu bylo zjištěno, že tahové diagramy vzorků zatěžovaných při stejných podmínkách jsou identické. Tím byla ověřena reprodukovatelnost měření.
- Na základě porovnání průběhů tahových zkoušek při různých rychlostech zatěžování lze stanovit, že tvar tahových křivek se pro každou rychlost liší. U nízkých rychlostí zatěžování je jasně definované napět'ové plató. Při vyšších rychlostech není počátek a konec transformace snadno definovatelný, v horním napět'ovém platu dochází k určitým nestabilitám při transformaci. U nejvyšší rychlosti nejsou nestability při transformaci tak výrazné, došlo ale k předčasnému lomu.
- Výsledky nízkocyklové únavy dříve naměřených zkoušek a experimentů vykonaných pro tuto práci ukázaly, jak se mění tvar hysterezních smyček při cyklickém zatěžování při určených rychlostech. Tvar hysterezní smyčky se mění v závislosti na velikosti maximální deformace  $\epsilon_{\max}$ . Při zatěžování nízkou rychlostí jsou napět'ová plata téměř vodorovná, dochází pouze k jejich poklesu. Při vyšších rychlostech zatěžování dochází k zešikmování smyček, jejich zužování a ještě markantnějšího snižování napět'ových plat. U vzorku, který byl deformován do maximální hodnoty deformace v jednom cyklu  $\epsilon_{\max} = 14 \%$ , nedocházelo po určitém počtu cyklů ke zpětné transformaci na austenit z martenzitu. U vzorku zatěžovaném s nejmenší maximální hodnotou  $\epsilon_{\max} = 2 \%$  transformace ani neproběhla, celou dobu cyklování byl vzorek v austenitickém stavu. U vzorků s  $\epsilon_{\max}$  mezi těmito hodnotami probíhaly transformační děje po celou dobu cyklování.
- Při vyhodnocování závislosti tvaru hysterezních smyček na rychlosti deformace byly porovnány vzorky zatěžované stejnou  $\epsilon_{\max}$  s odlišnou rychlostí zatěžování. Z celkového počtu vzorků bylo porovnáno 6 vzorků.
- Počet cyklů do lomu byl vyneseno v závislosti na  $\epsilon_{\max}$ . Bylo zjištěno, že tato křivka není klesající, jak je zvykem u běžných materiálů.
- Z naměřených dat byl u reprezentativních vzorků vyneseno vývoj plochy smyček  $\Delta W$  a šířky smyček  $\Delta \epsilon_s$  během cyklování a bylo ukázáno, že energie vložená do vzorku během jednoho cyklu klesá s počtem cyklů.
- Na základě změřených hodnot maximální šířky smyčky  $\Delta \epsilon_s$  byla vykreslena křivka životnosti jako závislost celkového počtu cyklů do lomu  $N_F$  na  $\Delta \epsilon_s$  v polovině života a jako závislost  $N_F$  na  $\Delta W$ . Obě tyto křivky mají hladký klesající průběh. Tím je ukázáno, že únavová životnost závisí na parametrech  $\Delta \epsilon_s$  nebo  $\Delta W$ , spíše než  $\epsilon_{\max}$ .
- Počet cyklů do lomu byl také vyneseno v závislosti na celkové práci vložené do vzorku během všech cyklů  $\Sigma \Delta W$ . Ukázalo se, že ani tento parametr není vhodný pro popis únavové životnosti.

## 10 Seznam použité literatury

- [1] KLESNIL, M.; LUKÁŠ, P. *Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání*. 1. vyd. Praha: Academia, 1975. 224 s.
- [2] SONSINO, C. M.; DIETRICH, K. *Fatigue design with cast magnesium alloys under constant and variable amplitude loading*. International Journal of Fatigue 28, 2006, s. 183 – 193.
- [3] POLÁK, J. *Cyclic Deformation, Crack Initiation, and Low Cycle Fatigue*. In Milne, I., Ritchie, R. O., Karihaloo, B., Eds. Comprehensive Structural Integrity, Elsevier, Amsterdam, 2003. vol. 4, p. 1-39.
- [4] POLÁK, J. *Cyklická plasticita a nízkocyklová únavová odolnost kovových materiálů*. 1. vyd. Praha: Academia, 1986. 136 s.
- [5] VĚCHET, S.; KOHOUT, J.; BOKŮVKA, O. *Únavové vlastnosti tvárné litiny*. Žilina: EDIS, 2002. 157 s. ISBN 80-7100-973-3.
- [6] RŮŽIČKA, M. *Kritéria a postupy při posuzování únavové pevnosti a životnosti konstrukcí* [online]. 2002 [cit. 2013-01-12]. Dostupné z WWW: [http://mechanika2.fs.cvut.cz/sources\\_old/pzk/3\\_2.html](http://mechanika2.fs.cvut.cz/sources_old/pzk/3_2.html).
- [7] LAUSCHMANN, H. *Mezní stavy I: Únava materiálu*. 2. přeprac. vyd. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2007. 71 s. ISBN 978-80-01-03671-6.
- [8] POLÁK, J.; KRUML, T. *Topography of the crack nuclei at the emerging persistent slip band in austenitic 316L steel, Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials*. eds. K.T. Rie and P.D. Portella, Elsevier, Amsterdam 1998, 559-564.
- [9] PANTĚLEJEV, L. *Únava kovových materiálů*. Opory pro výuku předmětů na ÚMVI [online]. 2007 [citováno 2013-03-02]. Dostupné z WWW: <http://ime.fme.vutbr.cz/studijni%20opory.html>
- [10] CHANG, L. C.; READ, L. C., Trans. AIME, 1951.
- [11] BUEHLER, W. J.; GILFRICH, J. W.; WILEY, R. C. J. Appl. Phys., 1963.
- [12] HUANG, W. *Shape Memory Alloys and their Application to Actuators for Deployable Structures*. University of Cambridge, Department of Engineering, 1998. 175s.
- [13] ŠESTÁK, P. *Strukturní a mechanické charakteristiky slitiny NiTi stanovené ab-initio metodami*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. 88 s. Vedoucí doktorské práce prof. RNDr. Jaroslav Pokluda, CSc.
- [14] LOCCI, A. M.; ORRÙ, R.; CAO, B.; MUNIR, Z. A. *Field-activated pressure-assisted synthesis of NiTi*. Intermetallics 11, 2003, s. 555 – 571.

- [15] KURSA, M., PACHOLEK, P. *Metalurgické charakteristiky tvarově paměťových materiálů na bázi Ni-Ti*. 11. mezinárodní metalurgická konference METAL 2002. Ostrava, Tanger s.r.o., 2002, Paper No. 137. ISBN 80-85988-48-8.
- [16] KURSA, M., SZURMAN, I., DRÁPALA, J., LOSERTO VÁ, M., GREGER M. *Paměťové materiály Ni-Ti-Me a možnosti řízení jejich transformačních charakteristik*. 1. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita, 2005. 155 s. ISBN 80-248 - 0894-3.
- [17] OTSUKA, K., REN, X. *Progress in Material Science*. 2005. vol. 50, s. 511-678.
- [18] OTSUKA, K.; REN, X. *Physical metalurgy of Ti –Ni based shape memory alloys*. Progress in Materials Science 50, 2005, s. 511 – 678.
- [19] OTSUKA, K.; WAYMAN, C. M. *Shape memory materials*. Cambridge university press 1998.
- [20] studijní podpory k předmětu Dislokace a plastická deformace
- [21] KURSA, M., PACHOLEK P. *Metalurgické charakteristiky tvarově paměťových materiálů na bázi Ni-Ti-Me*. Hradec nad Moravicí: Metal, 2002.
- [22] DILIBAL, S.; TABANLI, R. M.; DIKICIOGLU, A. *Development of shape memory actuated ITU Robot Hand and its mine clearance kompatibility*. Journal of Materials Processing Technology 155 – 156, 2004, s. 1390 – 1394.
- [23] NOVÁK, V., ŠITTNER, P. *Materiály s tvarovou pamětí (SMA)*. Praha: Fyzikální ústav AVČR. [online]. [cit. 2013-01-05]. Dostupný z WWW: [http://department.fzu.cz/ofm/sma//brana\\_cz/](http://department.fzu.cz/ofm/sma//brana_cz/)
- [24] EGGELER, G.; HORNBOKEN, E.; YAWNY, A.; HECKMANN, A.; WAGNER, M. *Structural and functional fatigue of NiTi shape memory alloys*. Mat. Sci. Eng. A 378, 2004.
- [25] YAWNY, A.; SADE, M.; EGGELER, G. *Pseudoelastic cycling of ultra fine grained NiTi shape memory wires*. Zeitschrift für metallkunde 29, 2005, s. 608 – 618.
- [26] MELTON, K. N.; MERCIER, O. *Fatigue of NiTi thermoelastic martensites*. Acta Metall. 27, 1979, s. 137 - 144.
- [27] SCHAEFER, A.; WAGNER, M. F. – X. *Strain mapping at propagating interfaces in pseudoelastic NiTi*. ESOMAT, 2009, s. 6.
- [28] ROBERSTON, S. W.; PELTON, A. R.; RITCHIE, R. O. *Mechanical fatigue and fracture of Nitinol*. International Materials Reviews 57, 2012, s. 36.
- [29] FIGUEIREDO, A. M.; MODENESI, P.; BUONO, V. *Low cycle fatigue of superelastic NiTi wires*. International Journal of Fatigue 31, 2009, s. 751 – 758.

- [30] SAWAGUCHI, T.; KAUSTRÄTER, G.; YAWNY, A.; WAGNER, M.; EGGELER, G. *Metall. Mater. Trans. A*. 2003, 34, s. 2847-2859.
- [31] WAGNER, M.; SAWAGUCHI, T.; KAUSTRÄTER, G.; HÖFFKEN, D.; EGGELER, G. *Structural fatigue of pseudoelastic NiTi shape memory wires*. *Materials Science and Engineering A* 378, 2004, s. 105 – 109.
- [32] ČSN EN ISO 6892-1. *Kovové materiály - Zkoušení tahem- Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty*. Praha: Český normalizační institut, 2010.
- [33] DIN 50125. *Testing of metallic materials- Tensile test recess*.
- [34] ČSN ISO 12108. *Kovové materiály – Zkoušení únavy – Metoda růstu únavové trhliny*, Praha: Český normalizační institut, 2013.
- [35] FROTSCHER, M.; WU, S.; SIMON, T.; SOMSEN, C.; DLOUHÝ, A.; EGGELER, G. *Elementary deformation and damage mechanisms during fatigue of pseudoelastic NiTi microstents*. *Advanced biomaterials* 13, 2011, s. B181-B186.

## 11 Seznam použitých symbolů a zkratek

A	[%]	tažnost
$A_f$		austenit finish
$A_s$		austenit start
b		exponent únavové pevnosti
B2		uspořádaná intermetalická fáze v NiTi
B19		ortorombická fáze martenzitu
B19'		monoklinická fáze martenzitu
c		exponent únavové tažnosti
CDK		cyklická deformační křivka
$d_0$	[mm]	průměr zkušebního tělesa
DIC		digital image correlation
$dl/dN$	$[m \cdot \text{cyklus}^{-1}]$	rychlost šíření únavové trhliny
F	[N]	síla
$K'$		koeficient cyklického zpevnění
$K_a$	$[MPa \cdot m^{1/2}]$	
L	[mm]	střední délka úseku
$L_0$	[mm]	měrná délka
$\bar{L}$	[ $\mu\text{m}$ ]	střední velikost zrna
$\Delta L_{\max}$	[mm]	posuv pístu
m		exponent funkce Rambergovy - Osgoodovy
$M_f$		martenzit finish
$M_s$		martenzit start
$n'$		exponent CDK
N		počet cyklů
$N_F$		počet cyklů do lomu



$N_T$		tranzitní počet cyklů
$R_e$	[MPa]	mez kluzu
$R_m$	[MPa]	mez pevnosti v tahu
$R_{p0,2}$	[MPa]	smluvní mez kluzu
R - fáze		romboedrická fáze martenzitu
s		směrodatná odchylka
SMA		shape memory alloys
T	[K]	absolutní teplota
T	[°C]	teplota
t	[min]	čas
$\Delta$		rozkmit
$\varepsilon$	[ - ]	deformace
$\dot{\varepsilon}$	[ - ]	rychlost celkové deformace
$\varepsilon_{0,5NF}$	[ - ]	deformace v polovině únavového života
$\varepsilon'f$	[ - ]	součinitel únavové tažnosti
$\varepsilon_a$	[ - ]	amplituda deformace
$\varepsilon_{ae}$	[ - ]	amplituda elastické deformace
$\varepsilon_{ap}$	[ - ]	amplituda plastické deformace
$\Delta\varepsilon_p$	[ - ]	šířka hysterezní smyčky
$\varepsilon_L$	[ - ]	lokální povrchová deformace
$\varepsilon_{max}$	[ - ]	maximální deformace
$\sigma$	[MPa]	napětí
$\sigma_a$	[MPa]	amplituda napětí
$\sigma_c$	[MPa]	mez únavy
$\sigma_{max}$	[MPa]	maximální napětí
$\sigma_{min}$	[MPa]	minimální napětí

## 12 Seznam obrázků

- Obr. 2.1. Wöhlerova křivka [1]
- Obr. 2. 2. Rozdělení únavového zatěžování [2]
- Obr. 2.3. Schéma únavového života [3]
- Obr. 2.4. Stádia únavového procesu [5]
- Obr. 2. 5. Schéma ustálené hysterezní smyčky a její parametry [4]
- Obr. 2. 6. Definice cyklického zpevnění a změkčení pro různé režimy zatěžování [1]
- Obr. 2. 7. Chování hysterezních smyček [7]
- Obr. 2. 8. Cyklická křivka napětí – deformace [5]
- Obr. 2. 9. Srovnání jednosměrných tahových diagramů a cyklických křivek napětí – deformace [5]
- Obr. 2. 10. Reálné snímky povrchového reliéfu [9]
- Obr. 2. 11. Schéma etap šíření únavové trhliny [1]
- Obr. 2. 12. Parisův-Erdoganův diagram šíření únavových trhlin [5]
- Obr. 2. 13. Kombinovaná křivka únavové životnosti [1]
- Obr. 4. 1. Fázový diagram binárního systému Ni - Ti [14]
- Obr. 4. 2. Struktury NiTi slitiny [13]
- Obr. 4. 3. Tři možné druhy přechodů mezi austenitickou a martenzitickou fází slitin NiTi [18]
- Obr. 4. 4. Schéma martenzitické deformace [19]
- Obr. 4. 5. Princip pseudoelasticity [20]
- Obr. 4. 6. Jednocestný paměťový efekt [20]
- Obr. 4. 7. Mechanismus paměťového efektu [22]
- Obr. 4. 8. Dvoucestný paměťový efekt [23]
- Obr. 4. 9. Princip paměťového efektu - rozevření antény z nitinolu po zahřátí sluncem v kosmickém prostoru [19]
- Obr. 4. 10. První cyklus při cyklické deformaci NiTi v pseudoelastické oblasti v závislosti na teplotě zatěžování [26]
- Obr. 4.11. Změny v chování materiálu v závislosti na počtu cyklů [26].
- Obr. 4. 12 Postup transformace austenitu na martenzit a zpět při tahu a odlehčení. [ 27].

Obr. 4. 13. S – N křivky, závislost amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu, srovnání superelastického a termálního martenzitu [28]

Obr. 4. 14. Jednoosé tahové křivky závislosti napětí – deformace při pokojové teplotě [28]

Obr. 4. 15. Křivky životnosti stabilního martenzitu, austenitu a pseudoelastického materiálu [29].

Obr. 4. 16. Schéma přechodu mezi stabilním austenitem a stabilním martenzitem v závislosti  $\epsilon_a$  a  $N_F$  [29]

Obr. 4. 17. Schéma zatěžování [28]

Obr. 4. 18. Schéma provádění zkoušek ohybu za rotace [25]

Obr. 4. 19. Zkouška ohybu za rotace [31]

Obr. 4. 20. Smyčky cyklického namáhání napětí – deformace při pokojové teplotě s  $A_f \sim 70^\circ\text{C}$  [28]

Obr. 4. 21 Závislost amplitudy plastické deformace na počtu cyklů do lomu při nízkocyklové únavě při pokojové teplotě [28]

Obr. 6. 1. Experimentální materiál

Obr. 6. 2. Mikrostruktura NiTi

Obr. 6. 3. Zkušební stroj MTS 810

Obr. 6. 4 Upnutý vzorek v čelistech stroje

Obr. 7. 1. Detail čelistí

Obr. 7. 2. Schéma oblastí transformací v tahovém diagramu

Obr. 7. 3. Reprodukovatelnost tahových křivek vzorků M01, M02

Obr. 7. 4. Vliv rychlosti zatěžování

Obr. 7. 5. Hysterezní smyčky vzorku A08 při 10 cyklech

Obr. 7. 6. Hysterezní smyčky vzorku A03 při 1, 10, 50, 75 a 100 cyklu

Obr. 7. 7. Hysterezní smyčky vzorku A10 při 1, 5, 10, 50, 100, 500, 1000, 1200 a 1500 cyklu

Obr. 7. 8. Hysterezní smyčky vzorku A11 při 1, 5, 10, 50, 100, 500, 1000, 1200, 1500 a 1700 cyklu

Obr. 7. 9. Hysterezní smyčky vzorku M4 při 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000, 1500, 2000, 2500, 3000 a 3500 cyklu

Obr. 7. 10. Hysterezní smyčky vzorku M5 při 1, 5, 10, 50, 100, 500, 1000, 2000, 3000, 4000, 5000 a 5500 cyklu

Obr. 7. 11. Hysterezní smyčky vzorku M6 při 1,5, 10, 50, 100, 500, 1000, 2000 a 2500 cyklu

Obr. 7. 12. Hysterezní smyčky vzorku M7 při 1, 5, 10, 100, 500, 800 a 850 cyklu

Obr. 7. 13. Hysterezní smyčky vzorku M10 při 1, 5, 10, 100, 500, 1000 a 1050 cyklu

Obr. 7. 14. Hysterezní smyčky vzorku M12 při 1, 10, 50, 100, 500, 1000, 5000, 10 000, 12 000 a 15000 cyklu

Obr. 7.15. Porovnání hysterezních smyček při 1, 5, 10, 25, 50, 75 a 100 cyklu při stejné  $L_{max}$  a různých rychlostech zatěžování

Obr. 7.16. Porovnání hysterezních smyček prvních 10 cyklů při stejné  $L_{max}$  a různých rychlostech zatěžování

Obr. 7. 17 Porovnání hysterezních smyček 1, 5, 10, 25, 50, 75 a 100 cyklu při stejné  $L_{max}$  a různých rychlostech zatěžování

Obr. 7. 18. Závislost  $\Delta L_{max}$  na  $N_F$

Obr. 7. 19. Závislost  $\epsilon_{max}$  na  $N_F$

Obr. 8. 1. Průběh transformací

Obr. 8. 2. Závislost změn velikosti napěťového plata na počtu cyklů

Obr. 8. 3. Schéma poklesu napěťového plata při růstu hustoty výskytu dislokací v závislosti počtu cyklů

Obr. 8.4. Hysterezní smyčky vybraných vzorků při  $0,5 N_F$

Obr. 8. 5. Závislost  $\epsilon_{0,5 N_F} / N_F$

Obr. 8. 6. Závislost  $\Delta W / N$

Obr. 8. 7. Závislost  $\Delta W / N$

Obr. 8. 8. Závislost  $\sum \Delta W / N_F$

## **13 Seznam tabulek a příloh**

Tab. 2. 1. Materiály s tvarovou pamětí [12]

Tab. 3.1. Chemické a fyzikální vlastnosti NiTi [15]

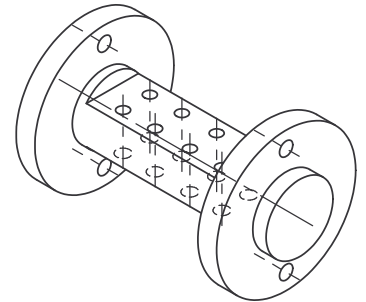
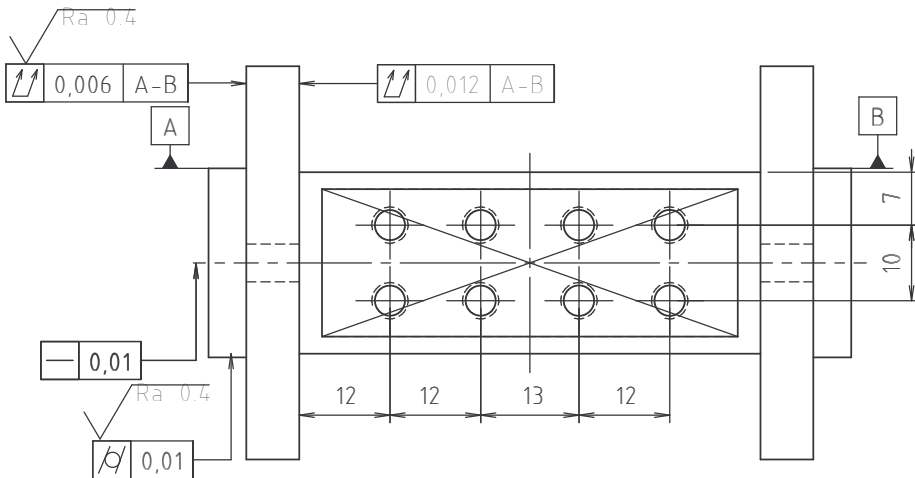
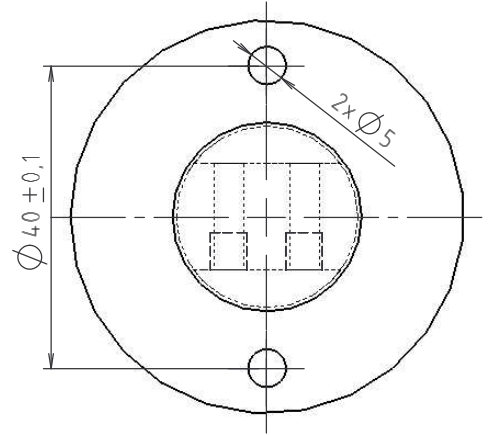
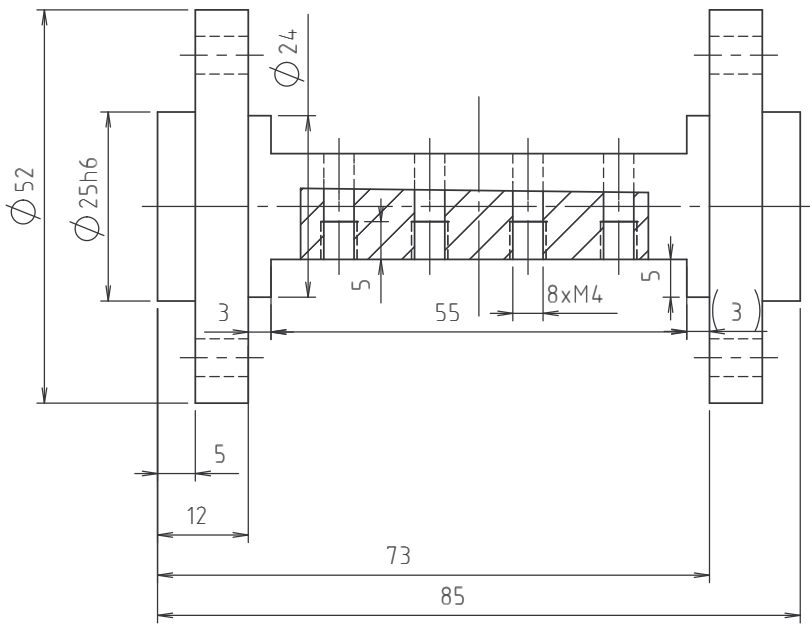
Tab. 7.1. Výsledky dříve naměřených zkoušek

Tab. 7. 2. Shrnutí výsledků experimentů provedených v této práci

Příloha 1 Výkres čelisti NiTi

## **14 Příloha 1 – Výkres čelisti NiTi**

$\sqrt{Ra\ 3,4}$  ( $\sqrt{Ra\ 0,4}$ )



			Přesnost	Materiál 17 029	T.O.
			Tolerování	Polotovár	
			Promítání	Hrubá hmotnost	kg
			<b>AV ČR</b>		
			<b>Ústav fyziky materiálů</b>		
Změna	Datum	Podpis	<b>Čelist NiTi</b>		
Navrhl KUBĚNA	Poznámka	Měřítko 1:1			
Přezkoušel					
Technolog					
Normalizace	Starý výkres		Číslo výkresu	<b>4-AVČR-NÚ-009</b>	
Schválil	Č.seznamu		Listů		
Datum 8.10.2009	Č.sestavy				
					List