

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE



DIPLOMOVÁ PRÁCE

MOŽNOSTI SPOJOVÁNÍ NITINOLU – MĚKKÉ PÁJENÍ TENKÝCH
DRÁTŮ

JOINING OF THIN NITINOL WIRES

AUTOR: Bc. Jakub Křivánek

STUDIJNÍ PROGRAM: Výrobní a materiálové inženýrství

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Petr Vondrouš, Ph.D., IWE

PRAHA 2019

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Křivánek** Jméno: **Jakub** Osobní číslo: **420237**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávající katedra/ústav: **Ústav strojírenské technologie**
Studijní program: **Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Výrobní a materiálové inženýrství**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Možnosti spojení nitanolu - měkké pájení tenkých drátů

Název diplomové práce anglicky:

Joining of thin nitinol wires

Pokyny pro vypracování:

1. vlastnosti NiTi
2. pájení
3. měkké pájení
4. experimentální část
5. vyhodnocení

Seznam doporučené literatury:

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

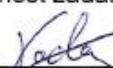
Ing. Petr Vondrouš, Ph.D., ústav strojírenské technologie FS


Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **30.04.2019**

Termín odevzdání diplomové práce: **05.08.2019**

Platnost zadání diplomové práce: **31.12.2019**


Ing. Petr Vondrouš, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce


doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry


prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací.
Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

30.4.2019
Datum převzetí zadání

Křivánek
Podpis studenta

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat panu Ing. Petru Vondroušovi, Ph.D., IWE za odborné rady a vedení práce. Dále panu doc. Ing. Karlu Duškovi, Ph.D. za veškeré konzultace ohledně pájení a umožnění přístupu do laboratoří FEL ČVUT. Nakonec děkuji své rodině za jejich podporu nejen během psaní diplomové práce, ale i po celou dobu studia i mimo něj.

Prohlášení

Prohlašuji, že tuto diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, které jsou uvedeny v příloze této práce.

V Praze dne.....

Podpis.....

Abstrakt

První část práce se zabývá technologií pájení, podmínkami pájení a měkkým pájením. Dále je tato část zaměřena na nitinol, slitinu niklu a titanu s unikátními vlastnostmi jako efekt tvarové paměti a superelastické chování. Poslední kapitola první části je věnována využití nitinolu.

V experimentální části je hodnocena vhodnost měkkého pájení pro spojování tenkých nitinolových drátů. Je zde hodnocena smáčivost měkké pájky na nitinolu, dále jsou zde uvedeny přeplátované a tupé spoje pájené ručním pájedlem a hodnocení jejich pevnostních charakteristik. Využitím konfokální mikroskopie jsou hodnoceny průběh pájky v přeplátovaných spojih. V poslední části je představen jednoduchý pákový aktuátor.

Klíčová slova:

Nitinol, slitina s tvarovou pamětí, měkké pájení, smáčivost

Abstract

The first part of this thesis deals with soldering technology and soldering condition. It is also focused on nitinol, a nickel-titanium alloy with unique properties such as shape memory effect and superelastic behavior. The last chapter is devoted to the use of nitinol.

In the experimental part the suitability of soldering for joining thin nitinol wires is evaluated. There is evaluated the wettability of solder on nitinol, there are also mentioned lap and butt joints made by hand soldering and evaluation of their strength characteristics. Using confocal microscopy, the solder flow in overlap joints is evaluated. The last part introduces a simple lever actuator.

Keywords:

Nitinol, shape memory alloy, soldering, wettability

Obsah

1	Úvod.....	7
2	Pájení.....	8
2.1	Historie pájení.....	11
2.2	Podmínky pájení.....	12
2.3	Druhy pájení.....	14
2.3.1	Tvrdé pájení.....	14
2.3.2	Měkké pájení.....	15
3	Nitinol.....	17
3.1	Vlastnosti nitinolu.....	18
3.1.1	Tvarová paměť.....	19
3.1.2	Superelastické chování.....	21
3.1.3	Biokompatibilita.....	24
3.2	Výroba nitinolu.....	25
3.3	Spojování nitinolu.....	28
3.4	Využití nitinolu.....	29
4	Experimentální část.....	33
4.1	Pájitelnost nitinolu.....	36
4.2	Překlátované spoje.....	43
4.3	Tupé spoje.....	46
4.4	Konfokální mikroskopie.....	47
4.5	Pákový aktuátor.....	52
5	Závěr.....	55
6	Citovaná literatura.....	57
7	Seznam obrázků.....	60
8	Seznam tabulek.....	63

1 Úvod

Nitinol, slitina niklu a titanu s přibližně ekvatomárním složením, je jednou z neznámějších a nepoužívanějších slitin s tvarovou pamětí zvaných *shape memory alloys* (SMA). Tyto slitiny jsou schopné vlivem fázové transformace po určité deformaci obnovit svůj původní tvar.

Díky pasivační vrstvě oxidu titaničitého je nitinol biokompatibilní, což z něj dělá velmi žádaný materiál pro aplikace v biomedicíně. První aplikací nitinolu v medicíně byly ortodontické dráty kolem roku 1970. Velmi rozšířenou aplikací nitinolu jsou máloinvasivní chirurgické nástroje. Nejvýznamnější jsou však nitinolové stenty, které se používají pro obnovení krevního oběhu ucpaných cév.

Další unikátní vlastností nitinolu je superelastické chování, které mu umožňuje až 8% elastickou deformaci. Tyto vlastnosti jsou však velmi citlivé na chemické složení, obsah nečistot a tepelné ovlivnění materiálu. Nejen proto je výroba nitinolu velmi nákladná. Nicméně s tím, jak v poslední době SMA materiály, a hlavně nitinol, nabývají stále větší důležitosti, roste i kvalita jejich zpracování a klesá tak jejich cena.

Pájením se spojují materiály stejného nebo i různého složení, spojení se provádí přídavným materiálem – pájkami, které mají teplotu tavení nižší než pájený materiál. Při měkkém pájení se používají pájky, které mají teplotu tavení pod 450 °C, cínové pájky mají teplotu tání kolem 230 °C. Právě díky nízkému teplotnímu ovlivnění se měkké pájení jeví jako ideální možnost spojování nitinolu. Další výhodou pájení je vodivost spojení, díky tomu se měkké pájení výborně hodí pro výrobu nitinolových aktuátorů, které mají nejlepší poměr akuační síly k hmotnosti.

Tato diplomová práce se zabývá technologií pájení a nitinolem, hodnocením smáčivosti cínové pájky s obsahem stříbra na nitinolových drátech s různou tloušťkou oxidické vrstvy. Dále pak zkoumá pevnostní charakteristiky přeplátovaných a tupých spojů. Závěr práce je věnován konstrukci pákového aktuátoru s využitím efektu tvarové paměti.

2 Pájení

Pájením vzniká nerozebíratelný spoj působením vhodného zdroje tepla pomocí pájky, která se taví při teplotě nižší, než je teplota tavení základního materiálu. Ke spojení dochází v důsledku difuze a vzájemné rozpustnosti pájky a základního materiálu. Oproti svařování, kde jsou využívány přídavné materiály stejného nebo podobného složení, jsou kovy pájeného spoje značně rozdílné. Kromě pájek se při pájení využívá také tavidel. Jedná se o látky, které podporují vznik pájeného spoje, používají se buď samostatně, nebo jsou součástí kombinovaných pájek. Postup pájení začíná přípravou pájených ploch, jejich očištěním a odmaštěním. Dále je pájené místo zahřáto na pracovní teplotu a očištěno tavidly, následuje samotné pájení – roztavení a přidání pájky do místa spoje. [1] [2]

Při pájení je spoj dosažen natavením přídavného materiálu s nízkou teplotou tavení, zatímco základní materiál zůstává pod teplotou solidu. Jakmile se pájka roztaví obloukem nebo chemickým procesem, smáčí povrch základního materiálu, čímž vytváří vazbu pomocí difuzních mechanismů působících na krátkou vzdálenost. Během pájení vzniká mezi povrchy roztavené pájky a tuhého kovu mezifázové rozhraní. Atomy roztaveného kovu na tomto rozhraní přechází do mřížky tuhého kovu, spojují se valenční elektrony a vytváří tak kovovou vazbu. Přitom klesá volná povrchová energie. [2] [3]

Oproti tavnému svařování, kde svařovací teploty převyšují teplotu tavení základního materiálu, je pájecí teplota podstatně nižší. Teploty pájení jsou nižší než teplota tavení základního materiálu, u měkkého pájení bývají teploty mezi 50 a 450 °C, pro pájení tvrdé jsou pájecí teploty mezi 600 a 1 200 °C. Výhody pájení oproti svařování tedy vyplývají zejména z tepelného ovlivnění materiálů, které je u pájených spojů minimální. S tím souvisí také menší spotřeba energie, menší vnitřní pnutí a méně strukturálních změn základního materiálu. [4]

Technologie pájení nachází využití tam, kde z metalurgických anebo technologických důvodů není možné použít tavné svařování. Pájení je výhodné

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie

pro spojování různorodých kovů, například železných kovů s neželeznými, pro spojování slitin s vysokou pevností nebo složitých výrobků z žáruvzdorných, žárupevných a korozivzdorných ocelí. Využívá se při výrobě oběžných kol turbokompresorů a parních turbín. V elektrotechnice slouží pájení pro tvorbu vodivých spojů, možné je využít pájení i na opravy vad a utěsnění trhlin. [2] [5]

Pájením je možné spojovat různou škálu materiálů, od železných kovů, slinitých karbidů až po kovy s vysokou teplotou tavení nebo keramiku. Mezi důležité fyzikální vlastnosti pájených materiálů patří:

- Teplota tavení – musí být vyšší než teplota tavení pájky
- Součinitel tepelné roztažnosti – souvisí se vznikem deformací a prnutí při smršťování
- Tepelná vodivost a měrné teplo – vyjadřují potřebnou energii k ohřátí materiálu na pájecí teplotu
- Měrný elektrický odpor – má zásadní vliv na množství vzniklého tepla při odporovém pájení
- Mechanické vlastnosti – pevnost, tvrdost, tažnost [1]

Existuje několik různých metod pájení, které se liší zejména způsobem ohřevu a jeho rychlostí. Ohřev může být pouze v místě pájeného spoje, nebo se může ohřát celá pájená součást. Rozdíl metod je i v provozních a investičních nákladech, nebo možnosti automatizace a mechanizace pájecího procesu. Nejrozšířenějšími metodami jsou pájení páječkou, pájení v peci, pájení ultrazvukem, pájení ponorem, pájení ve vakuu. Pájení ultrazvukem a ve vakuu probíhá bez použití tavidel. Ultrazvukem se pájí hlavně hliník a jeho slitiny, oxidy jsou odstraňovány kavitací. Mezi zvláštní metody pájení patří difuzní, které probíhá působením tepla a tlaku pod solidem pájky, dále pájení infračervenými paprsky a pájení elektrickým obloukem. [2] [4]

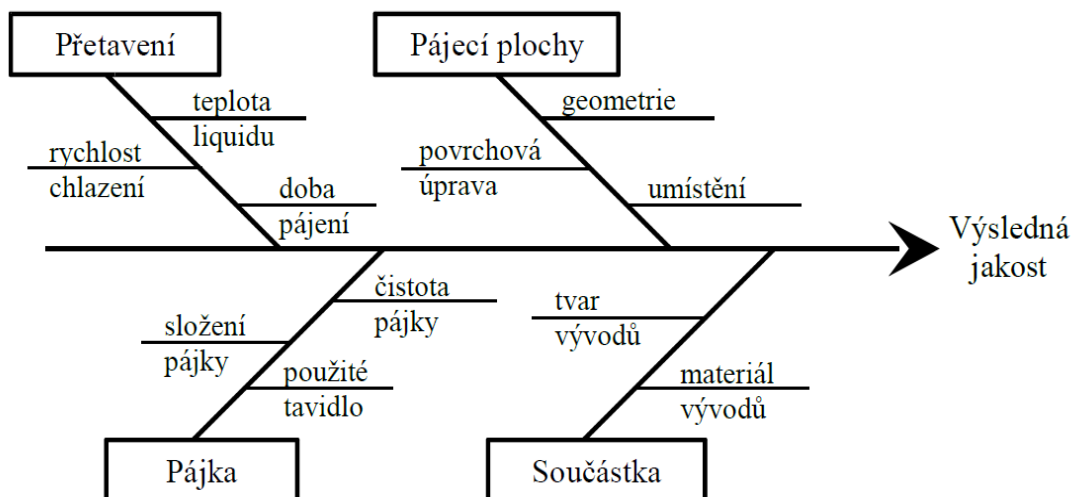
ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie

Mezi nevýhody pájení patří menší pevnost spojů a možnost zhoršení odolnosti proti korozi. Naopak hlavní výhody pájení jsou následující:

- Malá spotřeba tepelné energie,
- vysoká pracovní rychlost a produktivita,
- možnost mechanizace a automatizace,
- možnost spojení nekovových materiálů a téměř všech kovů a slitin,
- velká rozměrová přesnost,
- menší pnutí ve spoji a menší strukturní změny pájeného materiálu. [5]

Nejdůležitější parametry procesu pájení jsou zachyceny na Ishikawově diagramu na Obr. 1. Teplotní profil pájení, tedy průběh teploty v závislosti na čase, má zásadní vliv na výslednou kvalitu spoje. Dále je životnost spoje ovlivněna geometrií pájených ploch, jejich čistotou a materiálem, a také složením pájky a použitého tavidla. Volba správného materiálu pájky je klíčová pro výsledné mechanické vlastnosti spoje, smáčivost pájky a případnou tvorbu křehkých intermetalických částic. [5] [6]



Obr. 1 Ishikawův diagram – různé vlivy na kvalitu spoje [6]

2.1 Historie pájení

Pájení je technologie stará několik tisíc let. Nejstarší pájené předměty nalezené v hrobkách sumerských králů pochází z doby přibližně 3 200 př. n. l. Jedná se o vázy a nádoby ze zlata zdobené pomocí tvrdého pájení. Dále se v této době pájením zpracovávalo stříbro a slitiny zlata se 14 až 22 % stříbra. Kolem roku 2 500 př. n. l. pájeli staří Egypťané řetězové články, později pájením vytvářeli náhrdelníky, sošky a další ozdobné práce, například pájení různých ornamentů a hieroglyfů na ozdobné předměty. Měkké pájení se rozšířilo z Řecka, kde na počátku našeho letopočtu zhotovovali olověné vodovodní trubky. Kolem roku 990 jsou již zmínky o pájkách ze slitiny mosazi a cínu, které se používaly k pájení zlata, stříbra, mědi a mosazi, byly však velmi křehké. Ve středověku se tvrdé pájení používalo pro výrobu zbraní a spojování článků drátěných košil. [1]

Vývoj technologie pájení souvisí s rozvojem hutnictví a schopností dosažení vysokých teplot. Zpočátku byla pájená místa ohřívána dmuchavkou, v případě větších předmětů probíhal ohřev v kovářské výhni. Pokrok nastal v roce 1798, kdy Petr Theodor Bertin vynalezl a nechal si patentovat pájecí lampu, ačkoli jednodušší lampy se objevovaly i o desítky let dříve. Roku 1838 Desbassayns de Richemont sestrojil plynový hořák, ve kterém se mísil vodík se stlačeným vzduchem. Později se jako hořlavého plynu využívalo svítiplynu, který byl poté nahrazen acetylenem. [1]

Převod tepla potřebného k dosažení teploty pájení probíhá dvěma způsoby – sáláním tepla od hořících plynů (pájení hořákem, pájecí lampa), nebo vedením tepla z kovu do kovu (elektrické odporové pájení). Jako zdroj tepla pro pájení se v minulosti využívaly:

- Uhlí a koks
- Kapalně látky – benzin, petrolej, etanol, metanol
- Hořlavé plyny – vodík, svítiplyn, propan, acetylen
- Elektrické teplo [1]

2.2 Podmínky pájení

Při vystavení kovu vlivu okolní atmosféry vzniká na povrchu materiálu vrstva oxidu, jejíž tloušťka závisí na druhu materiálu, teplotě a době ohřevu. Pro dosažení dobrého pájeného spoje materiálů, které intenzivně tvoří oxidy, je zásadním faktorem správné působení tavidla a rychlost jeho reakce. Zejména u kovů, které vytváří oxidy s vysokou teplotou tavení (například Al_2O_3), je třeba využít ochranné atmosféry vakua nebo redukčního prostředí. Jelikož oxidické vrstvy brání přímému kontaktu pájky se základním materiálem, je nutné, aby před samotným pájením byly odstraněny. [1] [4]

Nejjednodušší metodou je odstranění oxidů mechanickým způsobem, většinou broušením, případně obráběním nebo otryskáváním ocelovou drtí. Další možností je nanášet pájku na povrch kartáčováním. Chemickou cestou se povrch od oxidů očistí tavidly, účelem těchto látek není změna chemického složení pájeného spoje, ale pouze odstranění vrstvy oxidů. Teplota, při které tavidla odstraňují vrstvy oxidů, musí být nižší než teplota pájení, a zároveň rychlost odstraňování oxidů musí být vyšší než rychlost pájení. Výsledná reakce pájky, tavidla a základního materiálu závisí na viskozitě (vnitřní tření) a povrchové energii. Viskozita pájky a tavidla by měla být malá, aby kapaliny byly pohyblivé a došlo tak k spojení materiálů. [1] [2]

Při výběru tavidla je nutné zvážit následující faktory vzhledem k dané aplikaci tak, aby byla zajištěna požadovaná životnost zařízení:

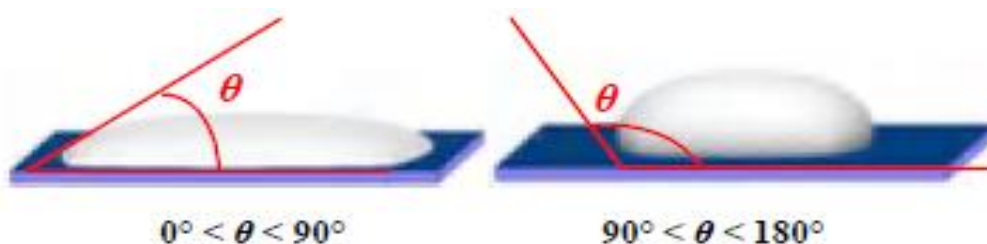
- Podpora smáčení základního materiálu pájkou v co největší míře,
- v maximální možné míře a co nejrychleji rozpouštět oxidy na povrchu základního materiálu,
- zlepšení roztékavosti pájky snížením jejího povrchového napětí,
- minimální viskozita tavidla v oblasti pájecích teplot,
- konstantní povrchové napětí po dobu pájení,
- snadné odstranění zbytků tavidla,
- minimální tvorba zdraví škodlivých látek a hygiena práce,
- reakční teplota tavidla musí být o 50 až 150 °C nižší než teplota tavení pájky. [4] [7]

Důležité je dosažení rovnoměrné vrstvy tavidla, která pokryje povrch pájeného materiálu a zabrání přístupu vzduchu do roztavené pájky. K takové ochraně proti oxidaci je nutné, aby změnou chemického složení vlivem rozpuštěných oxidů výrazně nevzrostlo povrchové napětí tavidla. [4]

Smáčivost je jednou z charakteristik pájitelnosti. Určuje, zda je povrch materiálu smáčen roztavenou pájkou během doby potřebné pro vytvoření pájeného spoje, a zda při tom nedochází k odsmáčení (stažení pájky z povrchu materiálu vlivem zvětšení kontaktního úhlu při delším působení povrchového napětí). Jde o fyzikálně-chemické působení atomů na povrchu pájeného materiálu a roztavené pájky. [3]

Smáčení je buď fyzikální, nebo chemické (také reaktivní). U fyzikálního nedochází na rozhraní k chemické reakci a nemění se tak chemické složení. Tímto způsobem vzniká adhezní spoj. Chemickou smáčivostí vzniká na mezifázovém rozhraní tuhý roztok nebo intermetalická fáze. Dochází k vytváření přechodové oblasti vlivem difuze nebo rozpouštěcími procesy, přestože kovy mohou mít minimální vzájemnou rozpustnost. Vyšší pevnosti se obecně dosáhne chemickým smáčením. [3]

Charakter smáčení je dán velikostí kontaktního (nebo také smáčecího) úhlu, který je zobrazen na obr. Při $\theta = 0^\circ$ nastává dokonalá (úplná) smáčivost. Pokud je $\theta < 20^\circ$ dochází k velmi dobré smáčivosti. V případě úhlů $20^\circ < \theta < 90^\circ$ je smáčivost dobrá, překročí-li kontaktní úhel 90° je smáčivost špatná. [3]



Obr. 2 Kontaktní úhel [3]

Smáčecí charakteristiky jako je doba smáčení nebo smáčecí síla, jsou ovlivněny povrchovým napětím, stavem povrchu pájeného materiálu, hustotou a viskozitou pájky, ale také okolní atmosférou. Tyto vlivy je možné otestovat

zkouškami smáčivosti, které zjišťují kvalitu smáčení vzorku pájkou za definovaných podmínek. Smáčivost lze hodnotit kvalitativně vizuální kontrolou nebo kvantitativně měřením síly, která vlivem povrchového napětí pájky působí na vzorek. [3]

Vzhledem k tomu, že nečistoty na povrchu spojovaných materiálů brání smáčení pájky, je třeba zaručit čistotu pájených ploch. Mezi další pracovní podmínky, které je nutné během pájení dodržet patří:

- vhodná kombinace základního materiálu, pájky a tavidla
- zajištění polohy pájené součásti
- vhodný způsob ohřevu, ochlazování a konečné úpravy
- vytvoření optimálních podmínek pro tečení pájky [4]

2.3 Druhy pájení

Pájení se dělí podle teploty tavení pájky na měkké a tvrdé. Měkké pájky mají teplotu tavení pod 450 °C, měkkou pájkou s nejvyšší teplotou tavení 419 °C je zinek. U tvrdých pájek se většinou dosahuje vyšších pevností spojů, minimální teplota tavení tvrdých pájek je přibližně 650 °C. Jelikož se práce zaměřuje na měkké pájení, bude tvrdé pájení pouze krátce zmíněno. [1]

2.3.1 Tvrdé pájení

Tvrdé pájení je definováno v normě ČSN EN 14324 jako „postup spojování, ve kterém se používá pájka, jejíž likvidus je nad 450 °C, avšak pod solidem základního materiálu, a která se v pájecí mezeře hlavně šíří kapilárními silami“. Tvrdé pájení je vhodné pro spoje s vyšší pevností. Pracovní teploty tvrdých pájek jsou většinou nad 700 °C. Pevnost spojů dosahuje až 400 MPa, pevnost ve stříhu bývá mezi 100 až 300 MPa. Tvrdé pájky bývají z mědi, niklu, stříbra, zlata a jejich slitin. Jako tavidla se u tvrdého pájení využívá nejčastěji boraxu, nebo jeho směsi s kyselinou boritou. [2] [8]

2.3.2 Měkké pájení

Měkké pájení se používá na spoje, které nemůžou být příliš zahřívány, a na spoje, kterým stačí menší pevnost. Pevnost spojů v tahu pro měkké pájení je většinou do 80 MPa, pevnost ve stříhu do 50 MPa. Nejvíce používané měkké pájky jsou cínové, s rozsahem pracovních teplot 190 až 350 °C. Spoje při měkkém pájení jsou konstruovány taky, aby pájka přenášela co nejmenší část zatížení. Měkké pájení se používá především pro vodivá spojení. [2]

Norma ČSN EN ISO 9453 definuje měkké pájky jako „*kovový přídavný materiál, který se používá ke spojování kovových částí, mající teplotu tavení (likvidus) nižší, než teplota tavení spojovaných částí a obvykle nižší než 450 °C, a který smáčí základní materiál*“. Dodávají se v různých formách, například deska, drát, tyč, pájecí pasta nebo prášek. Většina pájek je tvořena binárními nebo ternárními slitinami kovů, nejčastějšími prvky obsaženými v měkkých pájkách jsou cín, olovo, antimon, měď, stříbro, zinek nebo kadmium. Pájené spoje jsou většinou tvořeny až 75% pájky, proto je zvolení správné pájky naprosto klíčové. Při výběru je třeba zvážit následující kritéria: cena a dostupnost pájky, její mechanické vlastnosti a dále pájitelnost v dané aplikaci. [6] [9]

Oproti olovnatým pájkám, jejichž použití je omezeno od roku 2006 z nařízení Evropské Unie, jsou bezolovnaté pájky nákladnější. Nejčastěji obsahují minimálně 60 % cínu, zbytek je tvořen drahými kovy. Zásadní rozdíl mezi olovnatými a bezolovnatými pájkami je jejich teplota tavení. Pájky Sn/Pb se taví při 183 °C, zatímco teplota tavení bezolovnatých pájek se běžně pohybuje mezi 195 a 227 °C v závislosti na složení. Navíc je povrchové napětí bezolovnatých pájek vyšší, obecně tedy mají menší smáčivost než pájky s obsahem olova. [3] [6]

Tavidla se dělí na pryskyřicové, organické a anorganické, a mohou obsahovat aktivátory – přídavné látky, které zvyšují jejich chemickou aktivitu. Tavidla mohou být pevná, tekutá nebo pastovitá. Nejpoužívanějším pryskyřicovým tavidlem je kalafuna, tvrdá přírodní pryskyřice, složená z kyseliny abietové a pimarové, mastných kyselin a terpenových uhlohydrátů. Získává se

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

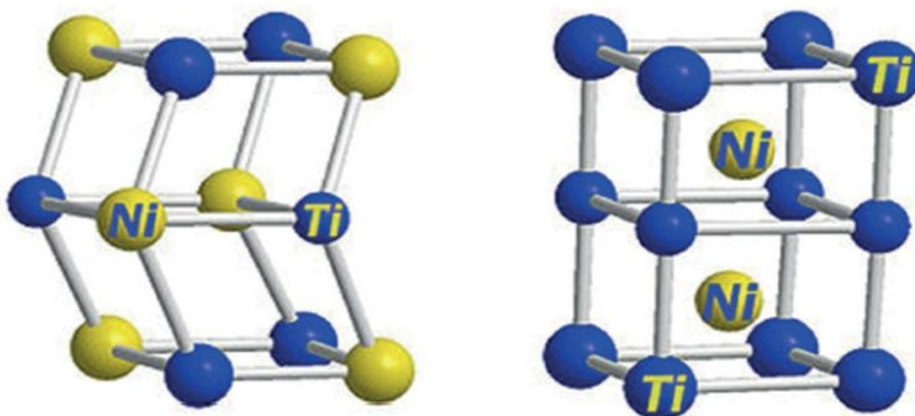
Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie

extrakcí a rafinací olejových pryskyřic z borovicových stromů. Kalafuna odstraňuje jen tenké oxidické vrstvy, její výhodou je, že její zbytky nezpůsobují korozi. Anorganická tavidla pro měkké pájení bývají nejčastěji složena ze zředěné kyseliny fosforečné nebo solné, chloridu zinečnatého nebo chloridů alkalických kovů. [4] [7] [10]

3 Nitinol

V posledních letech vzrostla poptávka po materiálech s tvarovou pamětí, a to kvůli jejich funkčním vlastnostem – efekt tvarové paměti, superelastické chování, vysoký podíl aktivační síly k hmotnosti. Jednou z nejznámějších a nejpoužívanější slitinou s tvarovou pamětí je nitinol, slitina niklu a titanu přibližně ekvatomárního složení. Tato slitina byla objevena roku 1963 v Naval Ordnance Laboratory v USA, odtud pochází název materiálu nitinol – *Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory*. Díky intenzivním výzkumům se dnes SMA materiály využívají v širokých oblastech, například biomedicíně, automobilovém průmyslu nebo kosmonautice. Mezi nejdůležitější SMA materiály patří Nitinol, mezi jehož vlastnosti kromě tvarové paměti a superelasticity patří také vysoká pevnost a tažnost. [11] [12]

SMA materiály mají dvě odlišné fáze – nízkoteplotní martenzitickou a vysokoteplotní austenitickou, jejich krystalická mřížka je zobrazena na Obr. 3. Během ochlazování se při dosažení teploty M_s začne austenitické fáze transformovat na martenzit, transformace končí při teplotě M_f . Této transformaci se říká přímá. Naopak při ohřevu začíná transformace na austenit při teplotě A_s a končí teplotou A_f . Tato transformace se nazývá zpětná. Teploty M_s , M_f , A_s a A_f jsou důležitými charakteristikami materiálů s tvarovou pamětí. [11]



Obr. 3 Krystalická mřížka vlevo martenzitické a vpravo austenitické fáze [13]

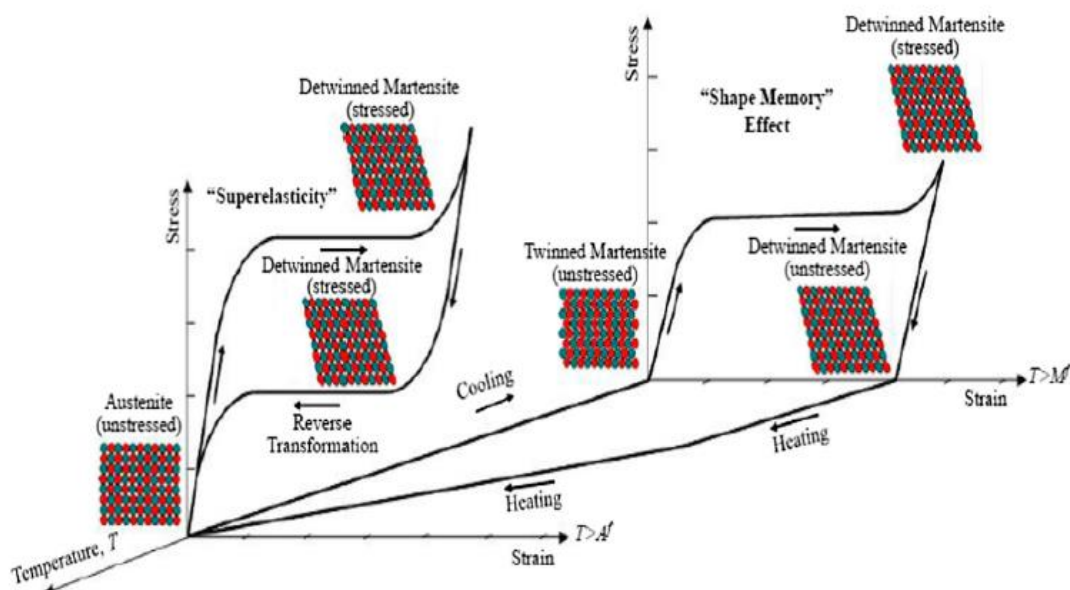
3.1 Vlastnosti nitinolu

Unikátní vlastnosti nitinolu – tvarová paměť a superelastická, jejichž průběh je zobrazen na Obr. 4 – jsou výsledkem vratné fázové přeměny v tuhém stavu. Jedná se o bezdifúzní martenzitickou přeměnu austenitické fáze s mřížkou B2 na martenzitickou fázi s mřížkou B19'. Tato okamžitá změna v krystalické mřížce probíhá dvojčatěním rychlostí zvuku. Transformace nastane, pokud v materiálu dojde ke změně termodynamické stability, a to buď změnou teploty, nebo pokud je materiál vystaven napětí. Efekt tvarové paměti způsobuje transformace vlivem změny teploty, naopak superelastická je důsledkem fázové přeměny vyvozené napětím. [14]

Tabulka udává fyzikální vlastnosti nitinolu. Tam, kde jsou udány dvě hodnoty, značí M martenzitickou fázi a A austenitickou. Hodnoty pevnosti v tahu se liší v závislosti na složení a tepelném zpracování. [14]

Tab. 1 Fyzikální vlastnosti nitinolu [14]

Vlastnost	Nitinol
Bod tání [°C]	1 310
Hustota [kg/m ³]	6 500
Koeficient teplotní roztažnosti [10 ⁻⁶ °C ⁻¹]	M – 6,6
	A – 11
Tepelná vodivost [W·m ⁻¹ ·°C ⁻¹]	18
Youngův modul pružnosti [GPa]	M – 40
	A – 75
Pevnost v tahu [MPa]	1 100 – 1 500



Obr. 4 Diagram napětí-deformace-teplota zobrazující efekt tvarové paměti a superelastické chování [11]

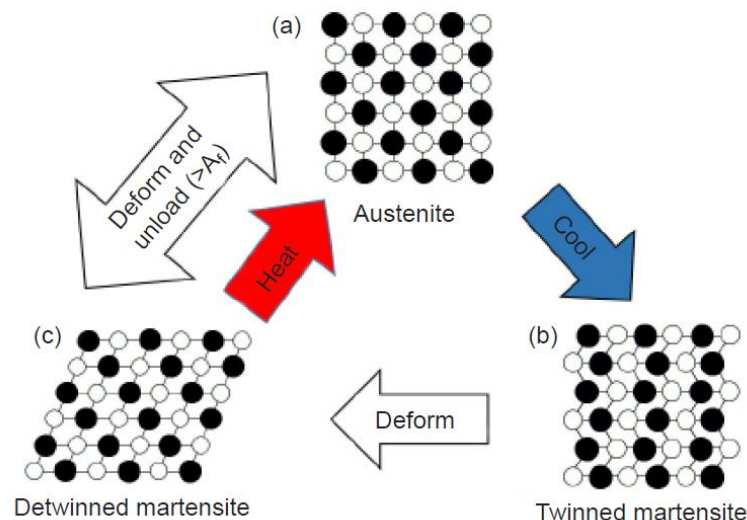
3.1.1 Tvarová paměť

Materiály s tvarovou pamětí (SMA – *shape memory alloys*) jsou poté, co projdou plastickou deformací, schopné zahřátím dosáhnout svého původního tvaru. Kromě nitanolu existuje ještě mnoho dalších slitin s tvarovou pamětí jako například Cu-Al nebo Fe-Mn slitiny, nedosahují však takových vlastností jako nitanol a jejich využití není tak široké. [15] [16]

Přestože byl efekt tvarové paměti objeven již dříve u slitin Au-Cd a Cu-Zn, byl větší zájem o tento jev zaznamenán teprve až s objevem ekviatomárního nitanolu v roce 1962. Nicméně širšímu k širšímu využití nitanolu dochází až později kvůli nákladné výrobě a obtížnému zpracování. [17]

Tvarová paměť materiálu znamená obnovení deformované součásti do původního tvaru zahřátím přes transformační teploty. Průběh tvarové paměti je viditelný z Obr. 5. Nejprve je součást vyžíhaná na tvar, dojde tak k uložení tvaru nitanolu ve vysokoteplotní austenitické fázi. Při chladnutí se martenzitickou transformací mění austenit na tzv. dvojčatový martenzit (*twinned martensite*). Jeho struktura je tvořena zlomy v atomových rovinách s různou možností orientace, zatížením se reorientují jedním směrem, čímž vzniká deformovaný

martenzit (*detwinned martensite*). Tímto způsobem nedojde k dislokaci v kovové mřížce a nenastane plastická deformace. Zpětnou transformací na austenit dojde k obnovení původního tvaru během přibližně 0,2 s. Z jedné orientace austenitické struktury může vzniknout až 24 různých orientací krystalové mřížky martenzitu. Martenzitická transformace probíhá na vzdálenosti kratší, než je vzdálenost mezi jednotlivými atomy, přesto se projeví jako makroskopická změna tvaru. [12] [13] [16]

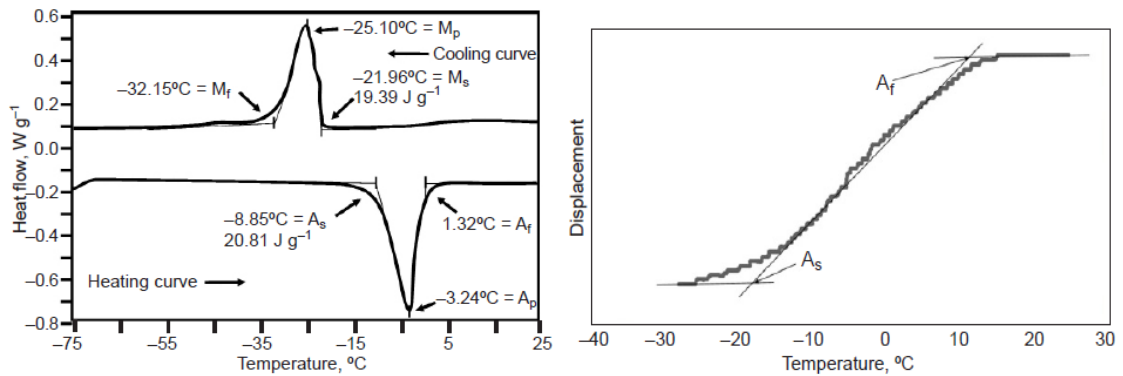


Obr. 5 Změna struktury nitinolu při tvarové paměti [18]

Rozsah transformačních teplot je možné ovlivnit tepelným zpracováním a složením slitiny – obsahem niklu nebo přidáním dalších prvků jako měď nebo niob. Tento rozsah se pohybuje mezi -200 až do 110 °C, pro použití nitinolu je rozsah transformačních teplot rozhodující, obzvláště v medicíně. Transformační teploty jsou zjišťovány diferenciální skenovací kalorimetrií (DSC) a ohybovým BFR testem (*bend and free test*). [12] [18]

Při DSC se měří vydané nebo absorbované teplo malého množství materiálu (méně než 50 mg), které je zahříváno a ochlazováno tak, aby proběhly strukturální změny v materiálu. Výsledná DSC křivka je na Obr. 6 vlevo, tento nitinolový vzorek je při pokojové teplotě ve stavu austenitu. Na Obr. 6 vpravo je příklad BFR testu, vzorek je ochlazen do martenzitické fáze a deformován, při následném ohřívání se zkoumá podíl obnoveného původního tvaru až do teploty

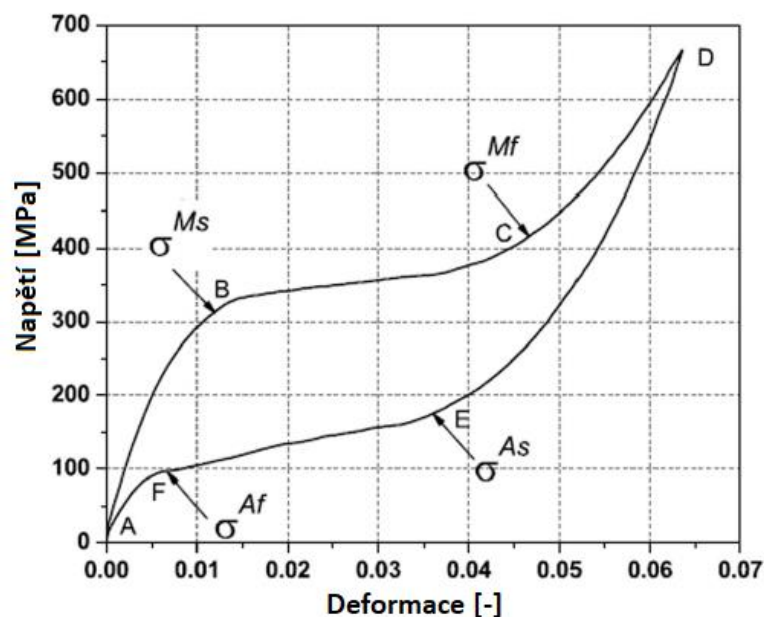
A_f . Zatímco DSC se většinou používá pro hodnocení surového materiálu a ingotů, BFR testem je zjišťována teplota A_f již zpracovaného produktu. [18]



Obr. 6 Vlevo DSC křivka, v pravo záznam z BFR testu [18]

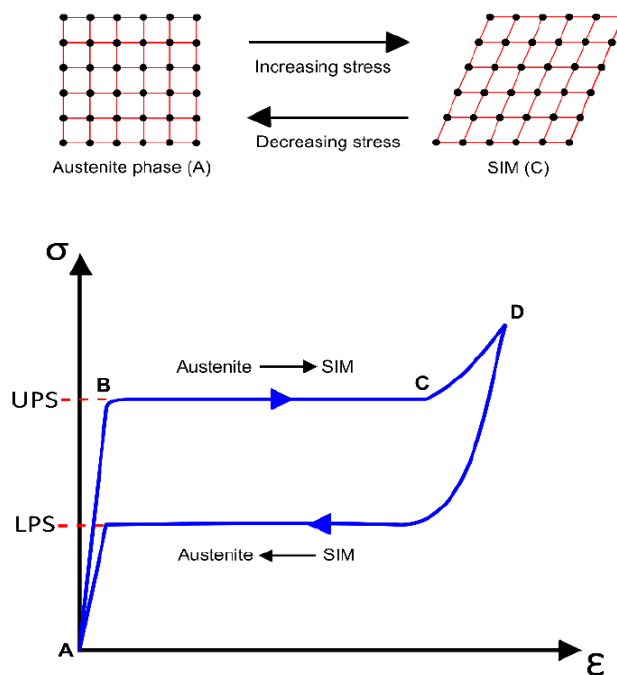
3.1.2 Superelastické chování

Pokud je nitinol vystaven napětí nad teplotou A_f , dojde k přeměně fáze austenitu na takzvaný SIM – napětím vyvolaný martenzit (*stress induced martensite*). Tato transformace je příčinou superelastického (nebo také pseudoelastického) chování nitinolu. Typický průběh zatížení superelastického nitinolu je na Obr. 7. Tento průběh zatěžování je podobný jako u kosti, šlachy nebo vlasu, které mohou být zatíženy až 10% deformací. [14] [18]



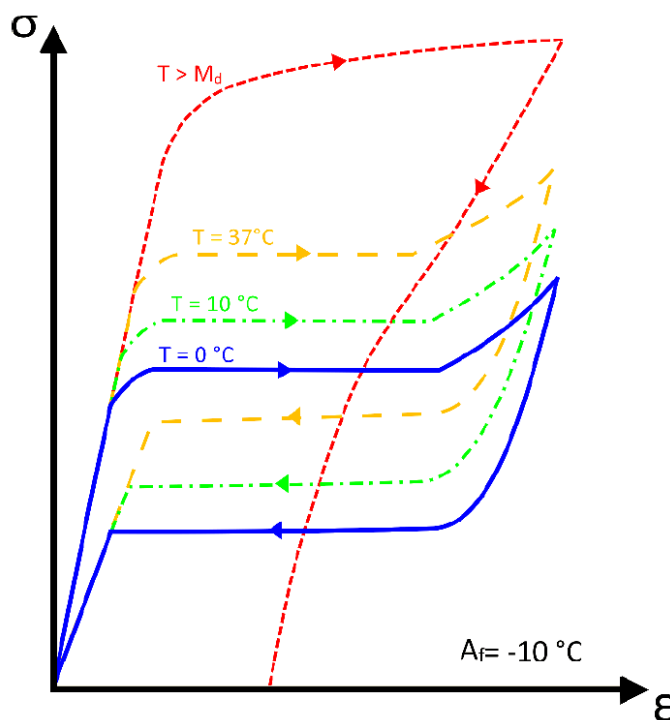
Obr. 7 Reálný průběh superelastického zatížení [11]

Během počáteční fáze zatěžování v úseku A-B (Obr. 8) je nitinol v austenitické fázi a je elasticky deformována. V momentu dosažení horního pseudoelastického plata UPS (*Upper Plateau Stress*) začne probíhat fázová transformace austenitu na deformačně indukovaný martenzit. To způsobí velký nárůst deformace bez zvýšení napětí v úseku B-C, dále pak probíhá elastická deformace SIM do bodu D. Po odlehčení se deformačně indukovaný martenzit mění zpět na austenit při stejné hodnotě napětí zvané dolní pseudoelastické plató LPS (*Lower Plateau Stress*), které je nižší než UPS. Rozdíl mezi UPS a LPS se nazývá mechanická hystereze, a je důsledkem vnitřního tření a defektů v krystalové mřížce. [14]



Obr. 8 Superelastické chování nitinolu [14]

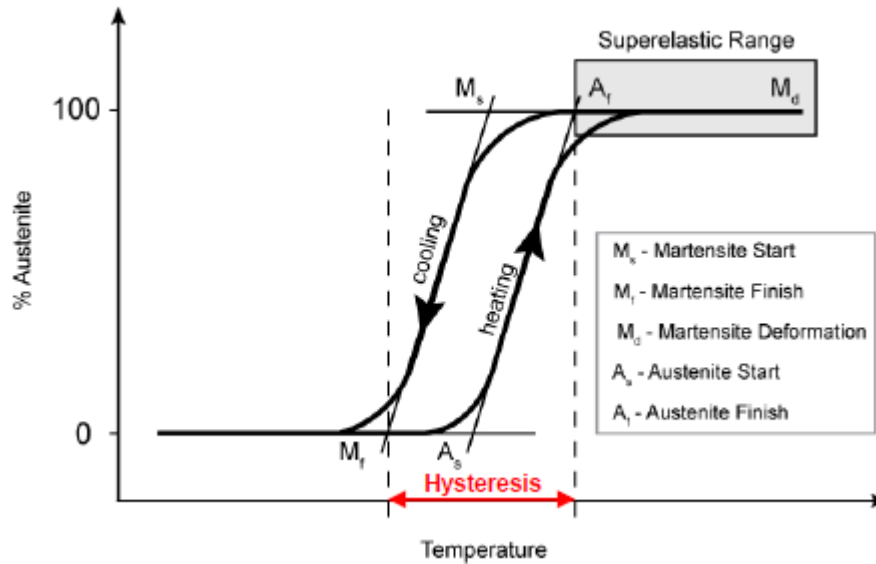
Závislost velikosti napětí UPS a LPS na teplotě je vyobrazena na Obr. 9. Hodnota těchto napětí roste s každým °C o 3 až 20 MPa podle složení slitiny a předchozího zpracování. Příčinou tohoto jevu je zvyšující se termodynamická stabilita austenitické fáze. Stabilita austenitu roste tím více, čím více teplota překračuje A_f . Kritická teplota pak nastává přibližně při 80 °C nad A_f , kdy hodnota UPS dosáhne meze kluzu. Teplota se označuje jako teplota martenzitické deformace M_d , nad touto teplotou nitinol ztrácí superelastické vlastnosti a stává se elastickoplastickým. [14]



Obr. 9 Pseudoelastické chování v závislosti na teplotě [14]

Nitinol může dosáhnout elastické deformace až 8 %, zároveň se však vždy objeví určité procento zbytkové (trvalé) deformace. Velikost této deformace je závislá na předchozím tepelně-mechanickém zpracování. Kromě mechanické hystereze nitinol vykazuje i teplotní hysterezi. Jde o rozdíl teplot fázové transformace při ohřevu a při chladnutí materiálu. Například pro nitinol používaný v lékařství se rozdíl teplot mezi A_f a M_f běžně pohybuje mezi 20 a 30 °C. Teplotní

hystereze souvisí s mechanickou, čím vyšší je teplotní hystereze, tím vyšší je i hystereze mechanická. Graf zobrazující teplotní hysterezi je na Obr. 10 [14]



Obr. 10 Teplotní hystereze [14]

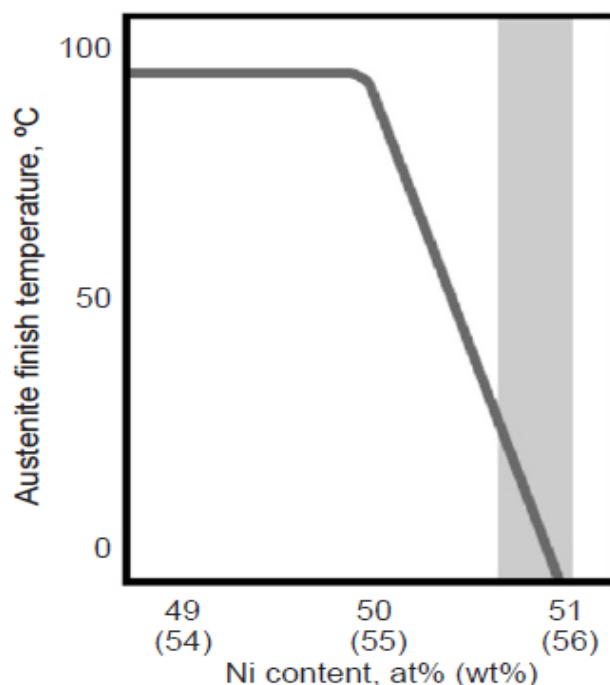
3.1.3 Biokompatibilita

Na povrchu nitinolu reakcí titanových iontů s kyslíkem vzniká pasivační vrstva oxidu titaničitého TiO₂. Je příčinou výborné korozní odolnosti nitinolu a hlavně biokompatibility, jelikož brání vylučování niklových iontů z povrchu implantátu. Samotný nikl biokompatibilní není, jeho přítomnost v těle bez pasivační vrstvy by mohla vést k rozsáhlé alergické reakci. [14]

Biokompatibilita materiálu znamená, že daný materiál je možné dlouhodobě použít v bio-prostředí (lidském těle), aniž by došlo k jakékoli reakci. Nitinol je značně využíván v mnoha lékařských oborech, například v ortopedii, kardiovaskulární medicíně nebo ortodontii. Nejčastější aplikací nitinolu v lékařství jsou chirurgické nástroje a samoexpanzivní stenty. Toto použití je možné díky antitrombotickým vlastnostem, to znamená, že na povrchu nitinolu nedochází ke krevním sraženinám. [14] [17]

3.2 Výroba nitinolu

Chemické složení nitinolu a obsah nečistot mají zásadní vliv na transformační teploty fází nitinolu a jeho vlastnosti. Běžný podíl atomů niklu a titanu je přibližně 50:50, pokud by tento podíl vzrostl na 51:49 klesla by transformační teplota A_f o 100 °C, vliv obsahu niklu na teplotu A_f je viditelný na Obr. 11. Výběr tavícího procesu a výchozí materiál při tavení nitinolových ingotů má zásadní význam pro dosažení požadované čistoty materiálu a dosažení stabilních vlastností. Nejpoužívanějšími metodami pro tavení nitinolu jsou vakuové obloukové přetavování (VAR) a vakuové indukční tavení (VIM). [14] [18]



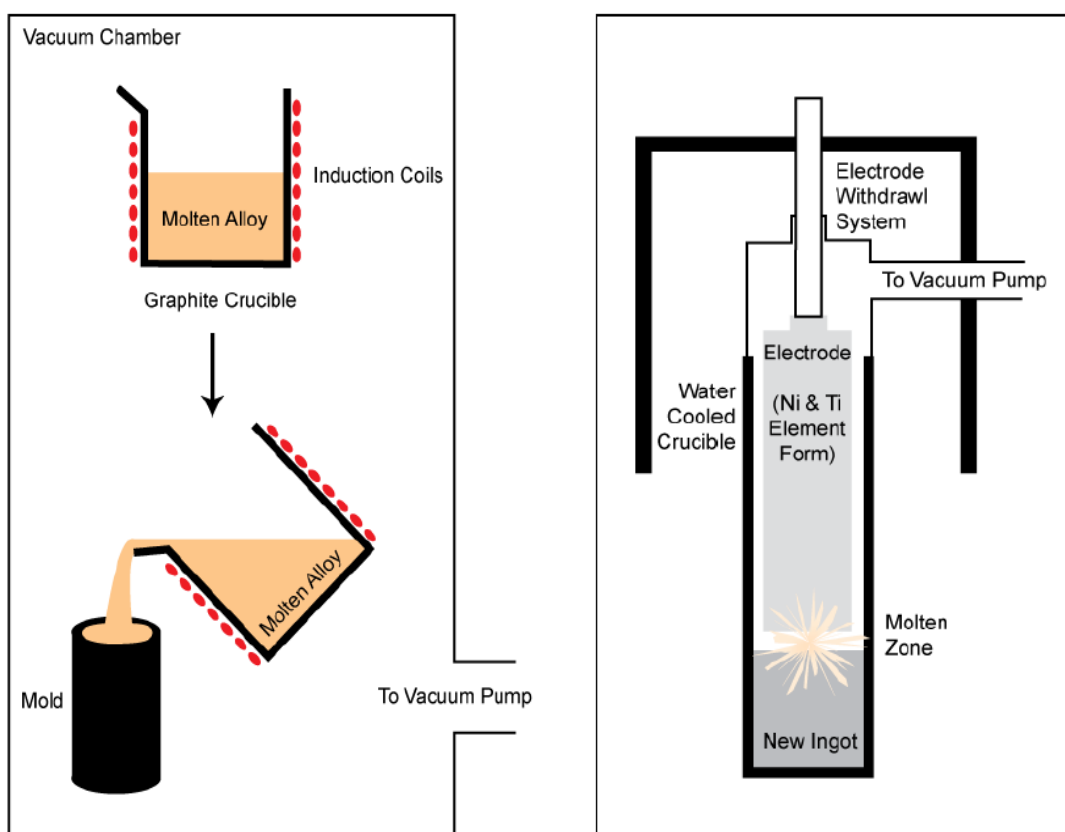
Obr. 11 Vliv obsahu niklu na teplotu A_f [18]

U metody VIM jsou nikl a titan taveny v grafitovém kelímku ve vakuové komoře. Působením elektrického proudu se indukují střídavé magnetické pole, které zahřívá materiál a zároveň promíchává tavbu. [14]

Při odlévání nitinolových ingotů metodou VAR jsou nikl a titan využity jako elektrody uložené v měděném kelímku, který je chlazen vodou. Elektroda je roztavena působením elektrického oblouku, roztavený materiál se hromadí na

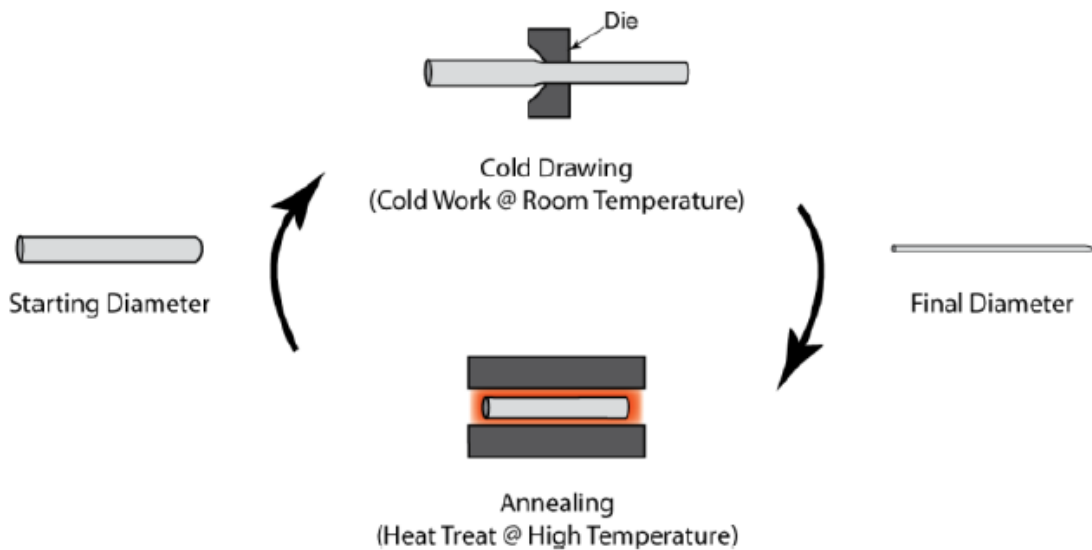
dně kelímku. Vzniklý ingot je poté použit v dalším procesu jako elektroda pro dosažení vyššího stupně čistoty nitinolu. [14]

Pro dosažení vysokého stupně čistoty jsou tyto metody kombinovány, kdy nejprve je surový materiál roztaven ve vakuové indukční peci a poté následuje obloukové přetavování. Schéma vakuového obloukového přetavování a vakuového indukčního tavení je na Obr. 12. [14]



Obr. 12 Vlevo schéma VIM, vpravo schéma VAR [14]

V této fázi jsou zpracované ingoty křehké a je třeba je rafinovat pro dosažení čisté struktury s požadovanými funkčními vlastnostmi. Dále je nitinol zpracován do formy tyčí nebo plechů válcováním za tepla při 600 až 800 °C. Tyče jsou poté několikrát zpracovány za studena protahováním s mezioperačním žiháním pro dosažení požadovaného průměru drátu (Obr. 13). Následuje pečlivě kontrolované tepelné zpracování v upínacím přípravku pro uložení požadovaného tvar, tepelné zpracování probíhá po dobu 1 až 5 minut při 450 až 550 °C. [12]



Obr. 13 Schéma protahování nitinolových drátů [14]

Někdy se v nitinolu objevují intermediální fáze, které jsou termodynamicky stabilní při teplotách nebo napětích mezi austenitickou a martenzitickou fází. U tradičních binárních NiTi slitinách jde nejčastěji o R-fázi s romboedrickou krystalickou mřížkou. Jde o intermediální martenzitickou fázi, která se objevuje v například v případě, kdy byl nitinol tvářen za studena a má vysokou hustotu dislokací. Dále se může objevit, pokud byl nitinol tepelně zpracován a obsahuje precipitáty bohaté na nikl. [14]

Jedinečné vlastnosti nitinolu jako superelastická nebo tvarová paměť jsou závislé na chemickém složení a mikrostruktuře materiálu. Přesná kontrola chemického složení a vhodně zvolené tepelné zpracování jsou klíčovými faktory pro dosažení správných vlastností. Při zpracování nitinolu konvenčními metodami dochází přítomností kyslíku, dusíku a uhlíku k tvorbě tvrdých inkluzí, které výrazně snižují únavovou odolnost materiálu. Proto je nutné tavit nitinolové ingoty v inertním prostředí. [14]

Nejznámějším výrobcem nitinolu je Fort Wayne Metals. Dodávají superelastický nitinol s transformačními teplotami mezi -15 a 22 °C, jehož hlavní využití je v lékařství. Dále nitinol s tvarovou pamětí s transformačními teplotami 22 až 80 °C. Mezi dodávané tvary nitinolu touto společností jsou tenké dráty s průměrem od $0,02$ mm do $2,5$ mm, silné dráty o průměru $1,5$ mm až $5,1$ mm, a další

polotovary. Fort Wayne Metals a další výrobci dodávají nitinol s následujícími stavy povrchů:

- Light oxide – slabá oxidická vrstva, zlatá až hnědá barva
- Dark oxide – silná oxidická vrstva, modrá až černá barva
- Etched – chemicky odstraněná oxidická vrstva s hladkým povrchem
- Ground – broušený povrch
- Etched and mechanically polished – chemické ošetření povrchu s následným leštěním
- Electropolished – nejlepší korozní odolnost, biokompatibilita a únavová odolnost
- Passivated [14]

3.3 Spojování nitinolu

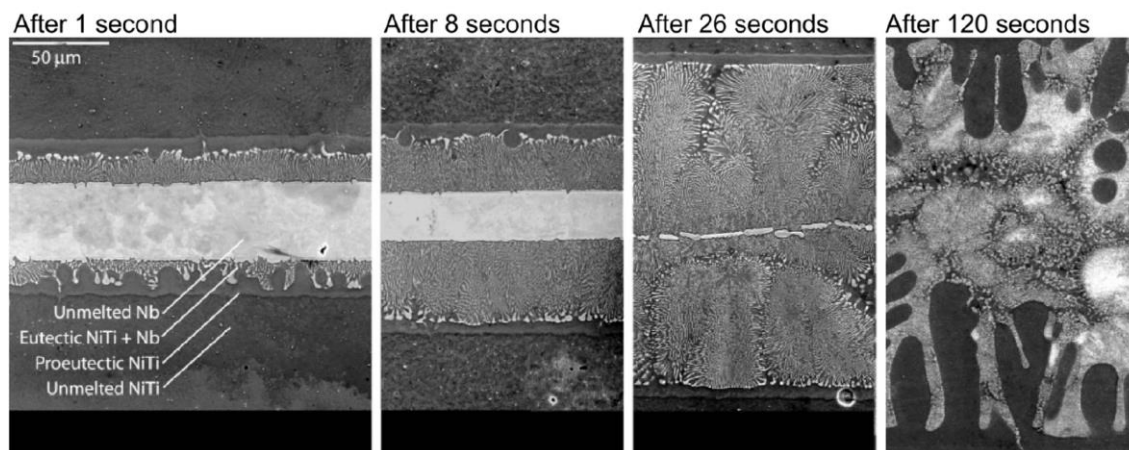
Nitinol se nejčastěji svařuje laserem, plasmou nebo odporovým svařováním. Problémem svarových spojů u nitinolu je velké množství vneseného tepla a jeho důsledky. Svar a tepelně ovlivněná oblast vykazují oproti základnímu materiálu rozdílné mechanické i funkční vlastnosti. V tepelně ovlivněné oblasti dochází k rekrystalizaci a růstu zrn, to se projeví v poklesu pevnosti a posunu transformačních teplot. V oblasti natavení budou vlastnosti nitinolu podobné jako po odlití ingotu. Dále pak může docházet k prasklinám a formování křehkých intermetalických fází. [14]

Obecně všechny metody spojování materiálu využívající větší množství tepla zhoršují superelastické vlastnosti nitinolu a zároveň snižují efekt tvarové paměti. Nejvíce jsou funkční vlastnosti ovlivněny obloukovým svařováním. V případě spojování nitinolu s jiným materiálem dochází k vylučování tenkých intermetalických částic. [15]

Nejčastější nestejnorodé pájené spoje Nitinolu jsou NiTi – korozivzdorná ocel, NiTi – Ti6Al4V a NiTi – NiAl. Spoj NiTi – NiTi provedený laserovým pájením měděnou pájkou dosahuje plného efektu tvarové paměti, zatímco spojení pájkou

Ti-15Cu-15Ni je příliš křehký na provedení ohybového testu díky přítomnosti křehké fáze $Ti_2(Ni, Cu)$. [11]

Mezi často používané pájky patří stříbro a jeho slitiny, a to kvůli nízké teplotě tavení. Pájením nitinolových spojů stříbrnými pájkami se zabývalo několik prací, které zkoušely různá složení pájek a různé metody ohřevu. Laserovým pájením Nitinolu slitinou Ag-Cu-Ti vznikly ve spoji fáze bohaté na stříbro, měď i titan. Tyto fáze sice neovlivnili pevnost materiálu ve smyku, ale mají významný vliv na tvarovou paměť pájeného spoje. Čím vyšší je obsah titanu, tím vyšší je podíl tvarové paměti, naopak obsah fáze CuNiTi má negativní vliv na tvarovou paměť. [11]



Obr. 14 Struktura spoje Nitinolového spoje pájeného niobovou pájkou v závislosti na čase [11]

3.4 Využití nitinolu

Přestože jsou materiály schopné efektu tvarové paměti známé již padesát let, jsou jejich aplikace neustále vyvíjeny. Využití nitinolových slitin s tvarovou pamětí je díky unikátním funkčním a výborným mechanickým vlastnostem velmi široké, nejdůležitějšími obory využívající nitinol jsou biomedicína, automobilový průmysl a letectví a kosmonautika. [16] [19]

Nitinol má dobré tlumící vlastnosti, díky rozdílným orientacím ve struktuře atomů martenzitu je potlačováno šíření vibrací v kovu. Zajímavé je použití nitinolu ve stavebním inženýrství jako ochrany budov proti seismickým aktivitám a také k jejich případným opravám s využitím efektu tvarové paměti. [12] [14]

Nitinol je významný pro aktuátor, jde o akční člen určitého mechanismu, který změnou svého tvaru nebo velikosti vyvolá určitý mechanický pohyb. Využitím komponent z materiálu s tvarovou pamětí lze účinně snížit složitost systému oproti použití standardních technologií, jako je například elektromechanický nebo hydraulický aktuátor. Takovéto nahrazení několika pohyblivých součástí jedním aktivním členem vede k celkovému zlepšení spolehlivosti. [16]

V leteckém průmyslu se změna tepelné energie na mechanickou práci pomocí fázové transformace slitin s tvarovou pamětí využívá již řadu let. Jednou z prvních takových aplikací byla hydraulická spojka používaná ve vojenském letounu Grumman F-14 Tomcat v roce 1978. [16] [18]

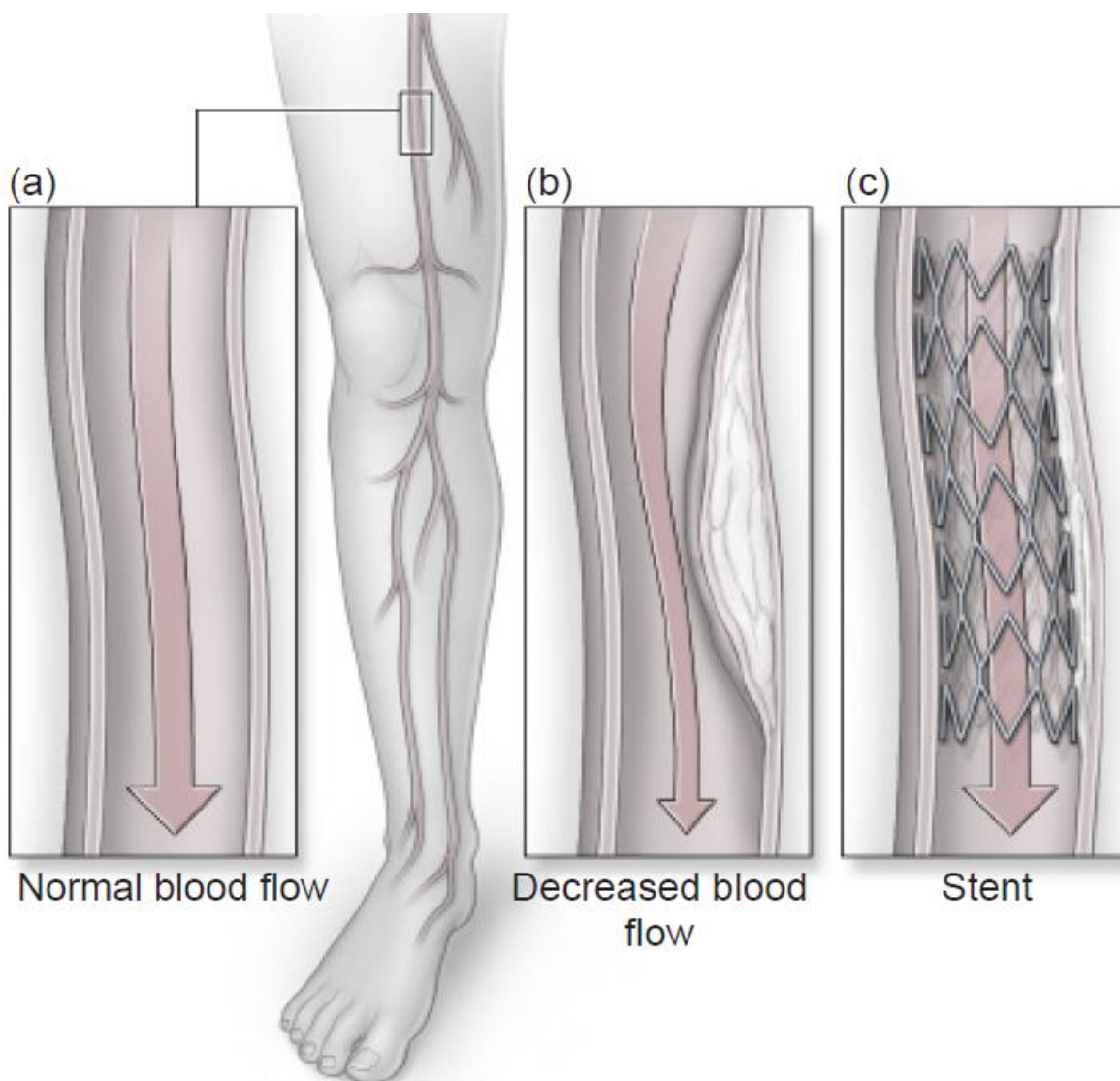
Efekt tvarové paměti se využívá v různých senzorech. Například ventil zabraňující opaření ve sprše, akční člen systému protipožární ochrany nebo spínač v kávovarech. Další aplikací nitinolu jsou vysoce odolné deformovatelné obroučky brýlí. Nitinol byl využit při misi Pathfinder ve vozítku Sojourner jako aktivační člen systému pro sběr prachu na Marsu. [12]

V lékařství se nitinol používá k výrobě stentů, katetrů, zaváděcích drátů, filtrů, jehel, ortodontických drátů a dalších chirurgických nástrojů. Ortodontické dráty se začaly používat v roce 1976, výhodou nitinolových rovnátek je vyvinutí dlouhodobě konstantního napětí na zuby (dolní pseudoelastické plato), tím se zamezí potřebě bolestivého dotahování rovnátek u ortodontisty. V pozdních 80. letech začaly být dostupné první komerční medicínské výrobky – Homer Mammalok®, který slouží k lokalizaci rakoviny prsu, a první nitinolový implantát Mitek®. [17] [18]

Podobnost zatěžování nitinolu a kostí z něj činí výbornou variantu pro ortopedické implantáty jako svorky a destičky. Superelastické chování se využívá také u endoskopů pro dosažení obtížně přístupných míst v těle. Zaváděcí dráty se používají pro zavedení katetrů do špatně přístupných míst, díky

superelastickým vlastnostem mohou bez poškození a zalomení proniknout klikatou cestou na místo určení. [17] [18]

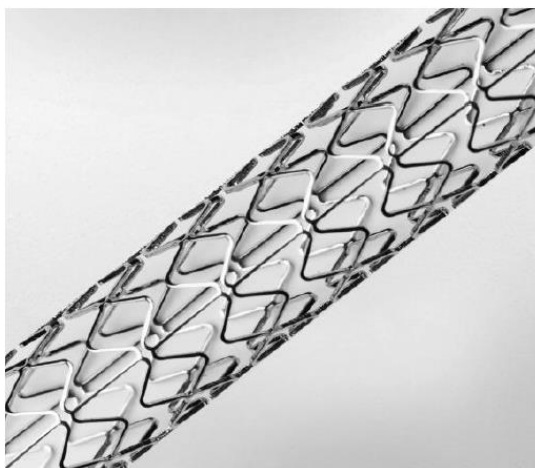
Nejčastěji se však nitinol využívá v podobě stentů, jejich aplikaci ilustruje Obr. 15, (a) značí normální proudění krve v tepně, v (b) je proud krve v tepně snížen vlivem nahromadění plaku, pro obnovu toku krve je tepna roztažena stentem (c). Stenty implantované do periferních tepen v dolních končetinách jsou výrazně mechanicky namáhány ohybem kolene, při chůzi či běhu. [18]



Obr. 15 Použití samoexpanzivního stentu v periférní tepně [18]

Podle způsobu zavedení se stenty dělí na samoexpanzivní a balónem expandující stenty. Samoexpanzivní stenty jsou zalisovány do zaváděcího katetru o menším průměru, poté co je zaveden a uvolněn se stent rozpíná a rozšiřuje tak tepnu. Princip balónem expandujících stentů je podobný, ve chvíli, kdy je stent zaveden na požadované místo, je balón nafouknut čímž dojde k rozevření stentu a cévy. Stenty jsou buď vyřezávané laserem z nitinolové trubice, nebo jsou pletené z drátů. [18]

Nevýhodou nitinolových stentů (Obr. 16) je špatná viditelnost nitinolu rentgenem. Aby bylo možné lokalizovat stent v těle, jsou stenty značeny materiály s větší radioopacitou, například tantalem. [18]

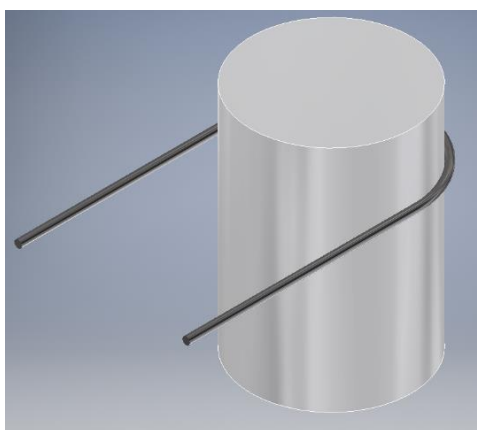


Obr. 16 Nitinolový stent [14]

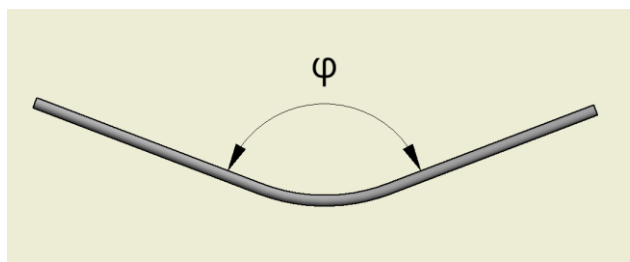
4 Experimentální část

Spojováním nitinolu tepelnými zdroji (např. obloukové, plasmové nebo laserové svařování) dochází k posunům transformačních teplot A_s , A_f , M_s a M_f . To výrazně ovlivňuje schopnost tvarové paměti a superelastické chování. Právě z důvodů zachování funkčních vlastností se pro spojování nitinolu jeví jako vhodná metoda pájení, kde je vnesené teplo do materiálu výrazně nižší než u svařování.

Pro stanovení teploty, při které dochází k ovlivnění superelastického chování byl nitinolový drátek o průměru 0,18 mm v různých místech postupně zahříván horkovzdušnou pistolí (svářečka na plasty) po dobu 1 min od 250 °C až do 650 °C, a to s odstupem 50 °C. Následně byla na ohybovém trnu o průměru 2,4 mm, 3,3 mm, 4,1 mm a 9,8 mm v místě ohřevu vyvinuta odpovídající deformace ohnutím o 180°, schéma ohybu je na Obr. 17. Bylo zkoumáno, při které teplotě dojde k přechodu z elastické deformace do deformace s podílem plastické deformace. Plastická deformace byla hodnocena podle úhlu trvalé deformace drátu naznačené na Obr. 18.



Obr. 17: Schéma provedeného ohybu



Obr. 18: Trvalý ohyb v důsledku překročení

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie

Tab. 2 Změna superelastických vlastností v závislosti na teplotě ohřevu

Průměr ohybového trnu [mm]	Deformace při ohybu ve vnějším vlákně [%]	Zahřáto na teplotu: [°C]								
		650	600	550	500	450	400	350	300	250
		Zbytková úhlová deformace φ [°]								
9,8	1,8	0	0	0	0	0	0	0	0	0
4,1	4,2	67	32	0	0	0	0	0	0	0
3,3	5,17	43	25	15	6	0	0	0	0	0
2,4	6,97	85	76	17	10	2	2	2	2	2

K poklesu superelastického chování dochází při teplotě 500 °C, kdy je deformace 5,17 % již částečně plastická, pod teplotou 450 °C je elastická. U teploty 550 °C se objevuje plastická deformace od 5,17 % celkové deformace. Deformace 1,8 % je elastická pro všechny teploty.

Z výsledků v Tab. 2 vyplývá že pro zachování superelastických vlastností nitinolu (schopnost elastické deformace 6 až 8 %) nesmí teplota při zpracování přesáhnout 450 °C. Z těchto důvodů se pro spojování nitinolu jako nejvhodnější metoda jeví měkké pájení, kde se teploty pájení pohybují pod hranicí 450 °C.

Podle očekávání při pokusu o spájení nitinolu cínovou pájkou s kalafunou nedošlo ke smáčení. Proto byla objednána sada pro pájení Nitinol Solder Research Kit (Obr. 19) od firmy Indium Corporation obsahující tavidlo Flux 2 na bázi kyseliny fosforečné a tavidlo Flux 3, které je na bázi halogenů. Složení tavidel uvádí Tab. 3. Sada dále obsahuje dvě bezolovnaté pájky 96,5Sn/3,5Ag s eutektickým složením o průměru 0,76 mm a vzorky nitinolových drátů, vlastnosti pájky jsou uvedené v Tab. 4. Informace v Tab. 3 a Tab. 4 čerpány z prospektů přiložených v sadě Nitinol Solder Research Kit.

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie



Obr. 19 Sada pro pájení nitinolu [20]

Tab. 3 Složení tavidel Flux 2 a Flux 3

Složení tavidla Flux 2		Složení tavidla Flux 3	
Kyselina fosforečná	40-65 hm. %	Chlorid zinečnatý	8,51-8,96 hm. %
Voda	20 hm. %	Organické fluoridy	17,92-18,87 hm. %
Aditiva	15-40 hm. %	Chlorid cínatý	10-15 hm. %
		Monoetanolamin	56,6 hm. %

Tab. 4 Vlastnosti pájky 9,5Sn/3,5Ag

Složení	Liquidus	Solidus	Mez pevnosti
96,5Sn/3,5Ag	221 °C	221 °C	40 MPa

Nitinolové drátky byly dodány ve stavech etched (chemicky odstraněná oxidická vrstva), light oxide (tenká oxidická vrstva) a dark oxide. Dodány byly tenké drátky o několika průměrech, použity byly průměry 0,15 mm, 0,18 mm, 0,25 mm a 0,45 mm.

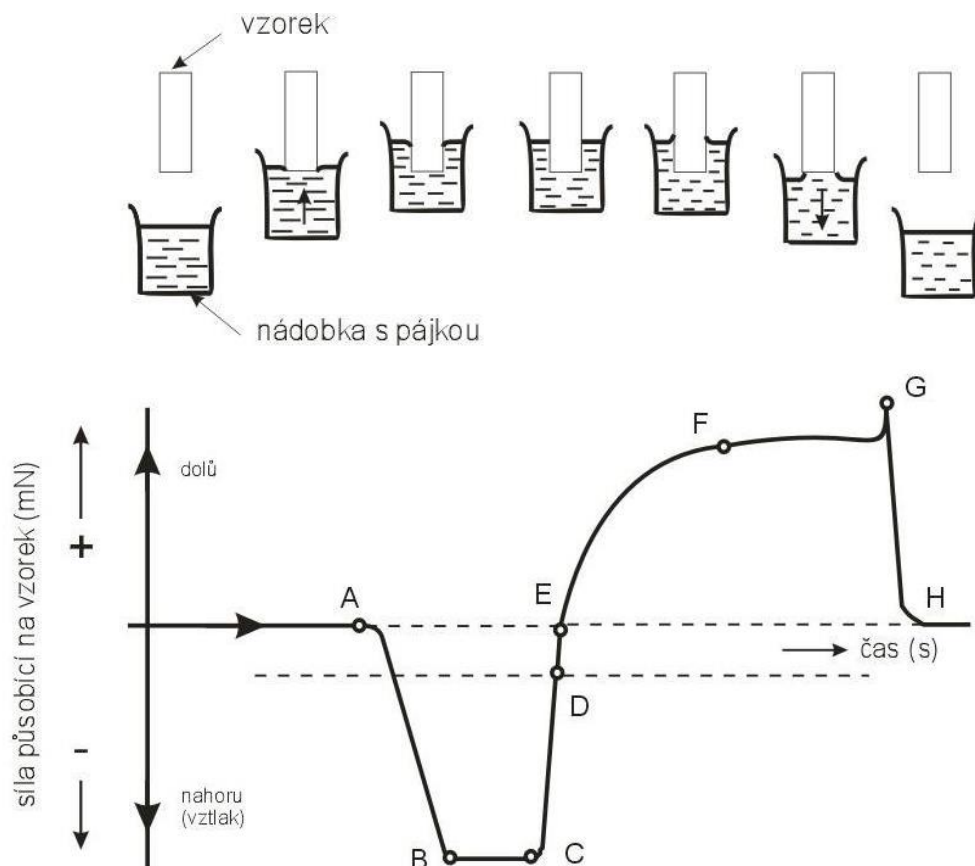
4.1 Pájitelnost nitinolu

Pájitelnost nitinolu byla ověřena zkouškou smáčivosti metodou smáčecích vah na drátu o průměru 0,45 mm ve třech variantách povrchu – ve stavu „etched“, tedy s chemicky odstraněnou oxidickou vrstvou, dále se oxidickou vrstvou light oxide a se silnou vrstvou oxidů dark oxide. Byla použita pájka 96Sn/4Ag, která oproti pájce ze sady Nitinol Solder Reasearch Kit obsahuje o 0,5 % více Ag. Zkouška probíhala na meniskografu MK6 (zařízení pro zkoušení smáčivosti metodou smáčecích vah, na Obr. 20) v laboratořích katedry elektrotechnologie FEL ČVUT ve spolupráci s doc. Ing. Karlem Duškem, Ph.D.



Obr. 20 Meniskograf MK6 [21]

Postup zkoušky je patrný z Obr. 21. Na zkoušenou součást je nejprve nanášeno tavidlo, poté je součást zavěšena na citlivé mikrováhy nad nádobku s tekutou pájkou. Součást je po definované době postupně ponořována do nádoby s roztavenou pájkou (Obr. 23) o konstantní teplotě. Měří se průběh sil, které působí na zavěšenou součást vlivem povrchového napětí pájky. V bodě A dochází k prvnímu kontaktu součásti s lázní pájky. V tomto bodě nedosahuje součást teploty potřebné ke smáčení, součást je vtlačována do lázně větší silou až do bodu B. Sklon křivky A-B je dán rychlostí posuvu. V bodě C začíná pájka smáčet povrch zkoušené součásti. Pájka vytlačuje součást směrem vzhůru vztakovou silou, s postupným smáčením dochází k táhnutí součásti směrem do lázně vlivem povrchového napětí pájky. Roste tak síla potřebná k vytažení součásti. Bod D odpovídá momentu, kdy je síla působící na součást rovna vztakové síle. V bodě E nastává rovnováha sil, výsledná síla je nulová. Průběh křivky mezi body C a F je klíčový pro určení kvality smáčení. V bodě G dochází k odtržení součásti od lázně s pájkou, síla klesá na nulu (bod H). [3]

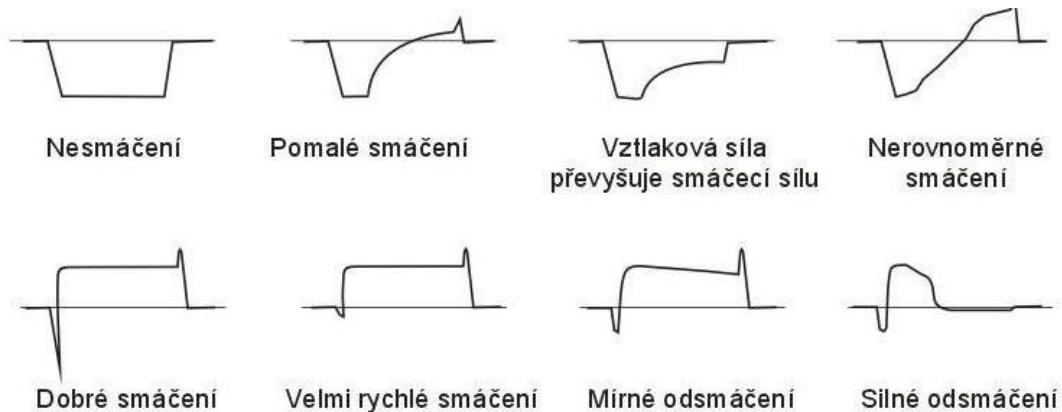


Obr. 21 Princip metody a průběh smáčivosti [3]

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie

Hodnocení smáčivosti podle průběhu naměřených sil je na Obr. 3. Dalšími parametry, podle kterých se hodnotí smáčivost pájky, je například čas začátku smáčení, maximální smáčecí síla nebo smáčecí síla po předem definované době (většinou 2 s). [3]



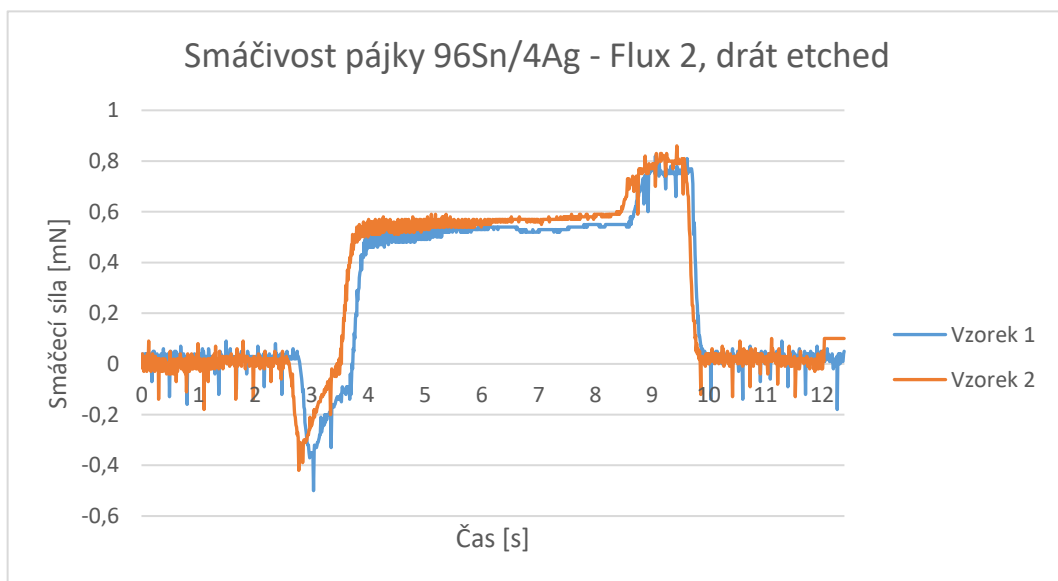
Obr. 22 Vyhodnocení průběhu smáčivosti [3]



Obr. 23 Postupné ponoření nitinolového drátku do lázně s pájkou

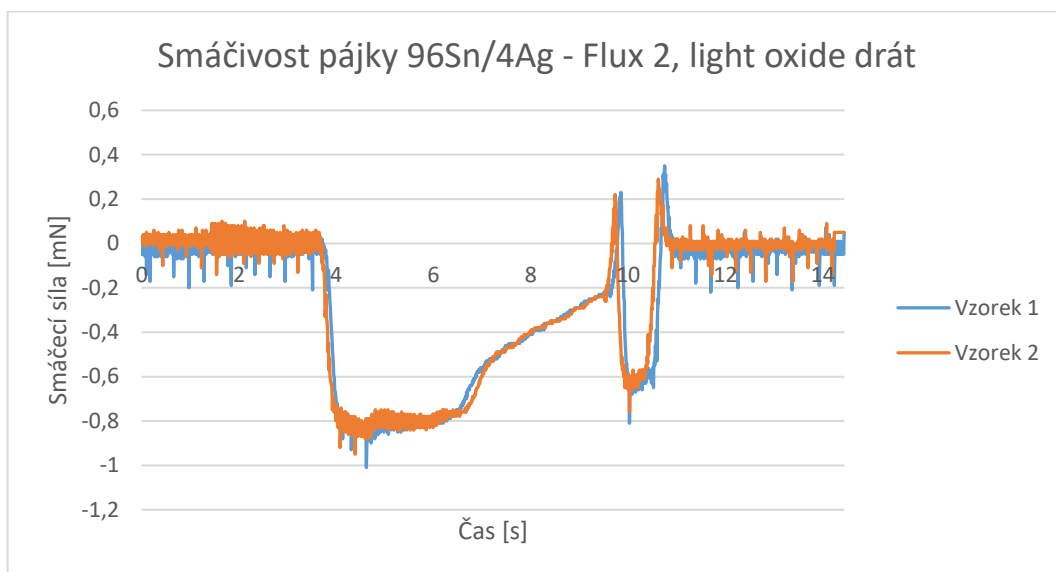
Metoda smáčecích vah slouží pro hodnocení účinnosti tavidla pro měkké pájení a je popsána normou ČSN EN ISO 9455-16. Zkoušené tavidlo je srovnáváno s účinností standardního tavidla na předepsaném zkušebním kuse (nejčastěji měděná tyč), který je vhodný pro zkoušenou třídu tavidla. Měření probíhá pětkrát pro standardní i pro zkoušené tavidlo. Použitý postup pro hodnocení smáčivosti nebyl dodržen, jelikož bylo vyžadováno hodnocení smáčivosti pájky v kombinaci s danými tavidly přímo na nitinolu. [22]

Před samotným nanesením tavidla na nitinol byly drátky očištěny isopropanolem. Následně byla nanesena tenká vrstva tavidla Flux 2, zkoušeny byly všechny tři stavy povrchu nitinolu. Poté bylo zkoušeno smáčení při použití tavidla Flux 3. Každé měření proběhlo dvakrát pro ověření výsledku a důkazu opakovatelnosti měření.



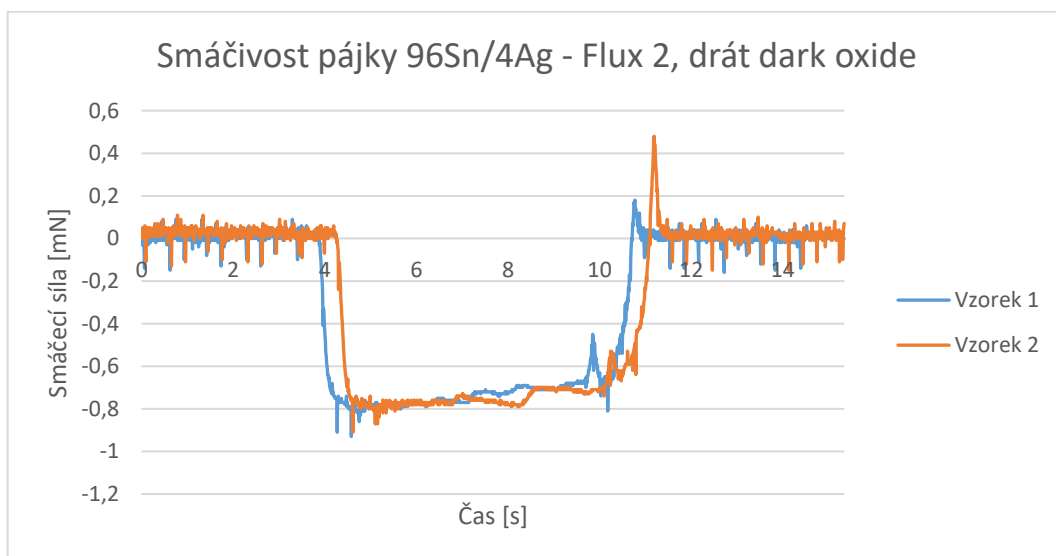
Obr. 24 Smáčivost pájky na drátu etched s použitím Flux 2

Drát ve stavu „etched“ je při použití tavidla Flux 2 dobře smáčitelný (Obr. 24), ke smáčení dochází po 0,21 s u vzorku 1, při druhém měření po 0,17 s. Maximální smáčecí síla byla 0,55 mN u prvního měření a 0,58 mN u druhého.



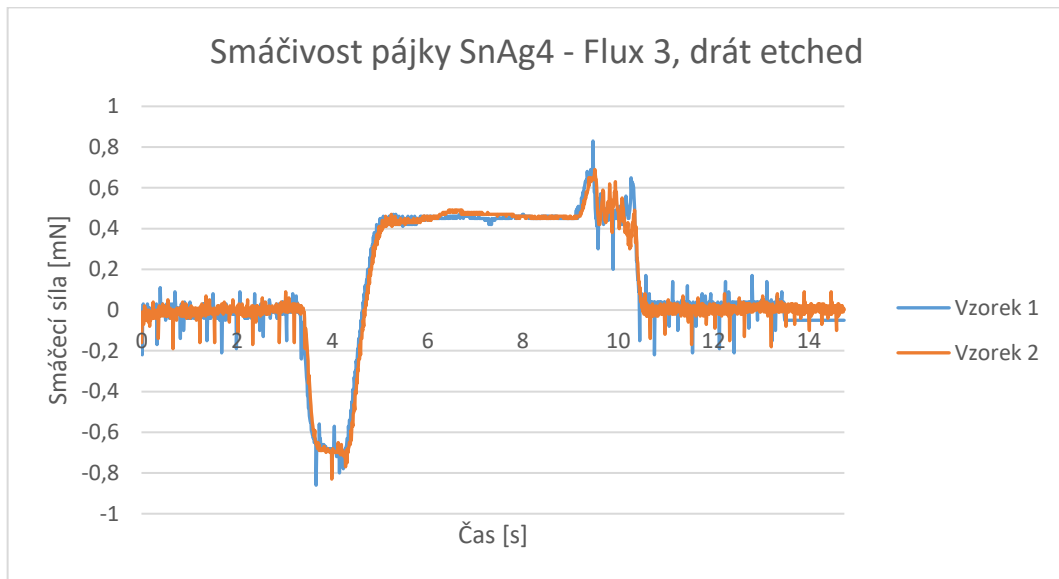
Obr. 25 Smáčivost pájky na drátu light oxide s použitím Flux 2

Smáčivost nitanolu s oxidickou vrstvou z výroby s tavidlem Flux 2 je pomalá (Obr. 25). Vztlaková síla převýšila smáčecí sílu a k mírnému smáčení dochází až po 2,54 s. Maximální smáčecí síla byla -0,21 mN.



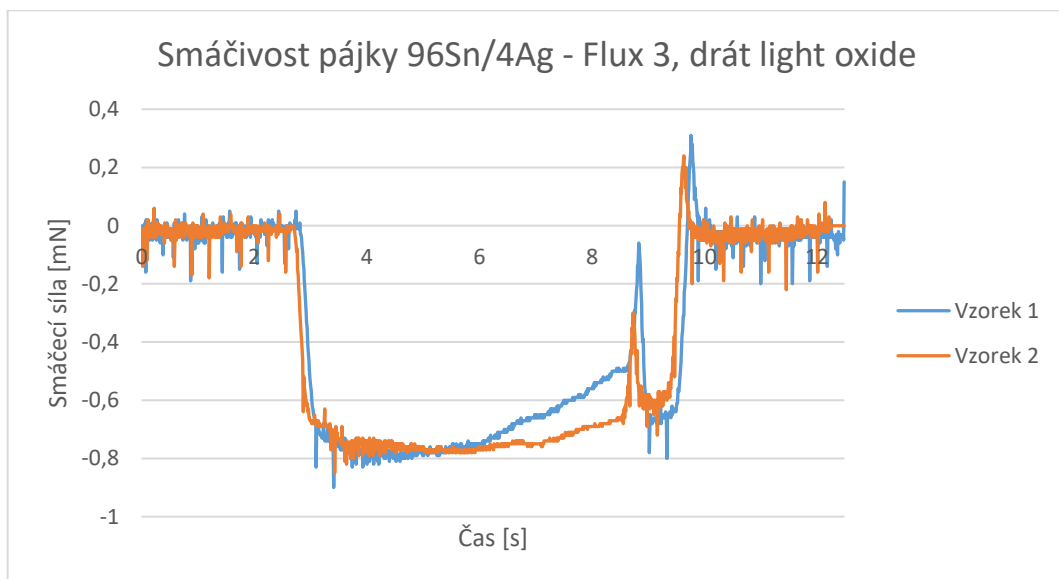
Obr. 26 Smáčivost pájky na drátu dark oxide s použitím Flux 2

V případě ještě více zoxidovaného drátu, nedošlo ke smáčení drátku vůbec (Obr. 26). Pouhé působení tavidla již dostatečně neodstranilo oxidickou vrstvu, která tak brání ve smáčení. Takto silnou oxidickou vrstvu je třeba odstranit mechanicky.



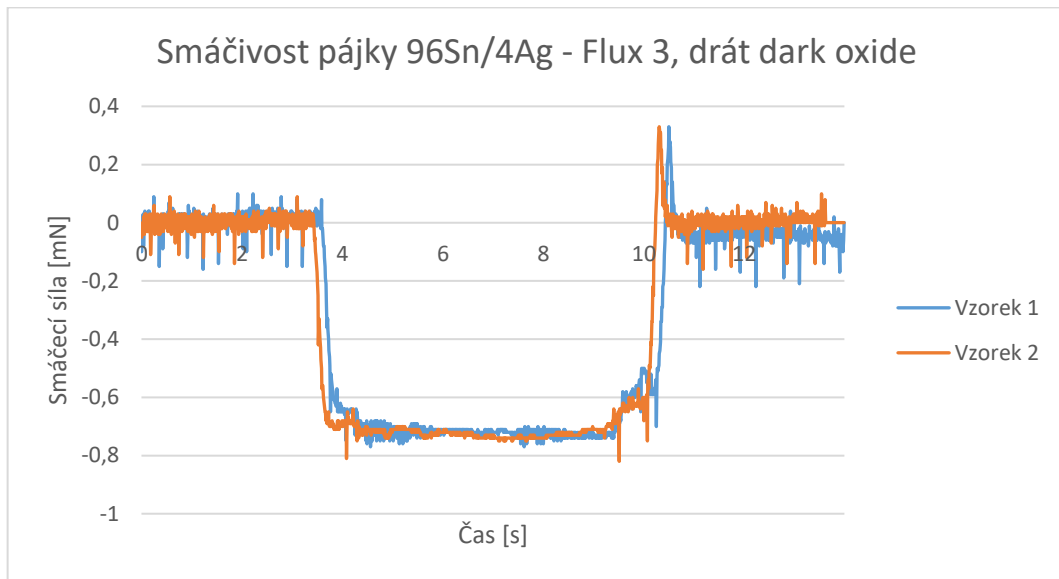
Obr. 27 Smáčivost pájky na drátu etched s použitím Flux 3

Drát ve stavu etched je při použití tavidla Flux 3 dobře smáčitelný (Obr. 27), ke smáčení dochází po 0,91 s, tedy o 0,7 s později než u Flux 2. Maximální smáčecí síla byla 0,45 mN, což je o 0,1 mN méně než s tavidlem Flux 2.



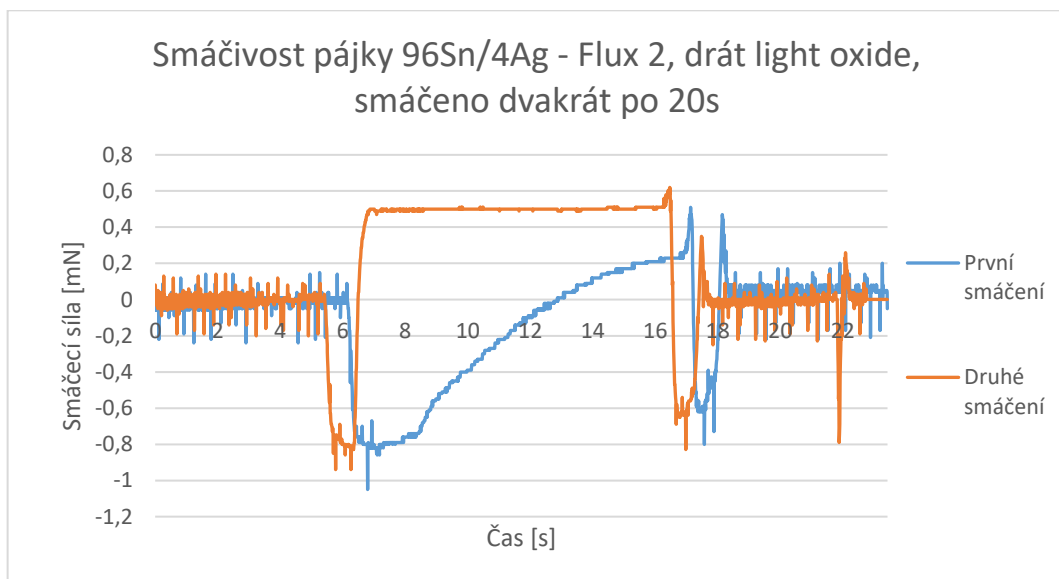
Obr. 28 Smáčivost pájky na drátu light oxide s použitím Flux 3

Smáčivost pájky na light oxide nitinolu s tavidlem Flux 3 je pomalá, u vzorku 2 je téměř nepatrná (Obr. 28). U vzorku 1 dochází k mírnému smáčení po 3,31 s, maximální smáčecí síla byla -0,48 mN.



Obr. 29 Smáčivost pájky na drátu dark oxide s použitím Flux 3

Ani tavidlo Flux 3, stejně jako Flux 2, dostatečně nenaruší silnou oxidickou vrstvu dark oxide (Obr. 29). Pro všechny případy platí, že tavidlo Flux 2 reaguje rychleji a lépe než tavidlo Flux 3.



Obr. 30 Smáčivost pájky na drátu light oxide s použitím Flux 2, smáčeno dvakrát

Na základě zjištění pomalé smačivosti pájky 96Sn/4Ag s tavidlem H_3PO_4 u drátu light oxide (Obr. 25) bylo provedeno další měření s delší dobou ponoru drátu do lázně s pájkou. Zde bylo potvrzeno, že po delší době dojde k smáčení pájky. Po dalším nanesení tavidla a ponoření drátu do lázně je oxidická vrstva již narušena a dochází tak k rychlému smáčení (Obr. 30).

4.2 Přeplátované spoje

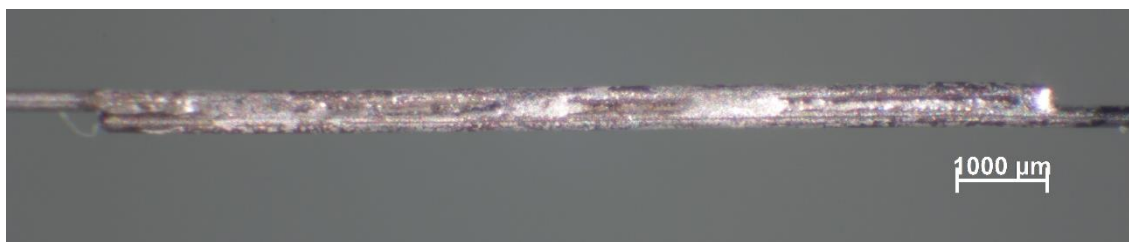
Dále byly zhotoveny přeplátované spoje pájkou 96,5Sn/3,5Ag s tavidlem Flux 2 (50% H₃PO₄) ručním pájedlem na pájecí stanici Ersa I-CON 2S (Obr. 31). Spoje byly zhotoveny z drátů s odstraněnou oxidickou vrstvou o průměru 0,25 mm. Velikost přeplátování byla od 8 do 12 mm. Pájeno bylo vždy pět spojů při teplotách 230, 240 až 270 °C. Následně byly hodnoceny průběhy spojů na běžném mikroskopu a dále v kapitole 4.4 na konfokálním mikroskopu. Ve většině případů byl průběh spoje hladký s rovnoměrně roztečenou pájkou, viz Obr. 32. U některých spojů byl však průběh pájky nerovnoměrný jako na Obr. 33, pravděpodobným vlivem nedostatečné smáčivosti pájky jsou nečistoty. Jednoznačný vliv teploty pájení nebyl zpozorován.



Obr. 31 Pájecí stanice ERSO I-NOC 2S



Obr. 32 Rovnoměrný spoj s hladkým průběhem pájky zhotovený při teplotě pájení 260 °C



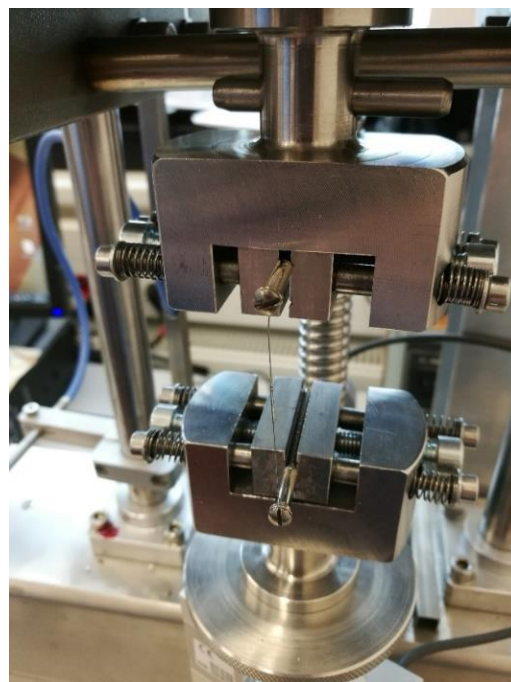
Obr. 33: Spoj s nerovnoměrným průběhem pájky zhotovený při teplotě pájení 240 °C.

Následně byly hodnoceny mechanické vlastnosti. Překlátované spoje byly přetrženy na trhačce DEFORM 02 (na

Obr. 34) v laboratořích katedry elektrotechnologie FEL ČVUT. Rychlost deformace byla nastavena na 1 mm/min. Vzorky byly upevněny pomocí upínek uchycených v čelistech trhačky (Obr. 35). Měřen byl průběh střížné síly zobrazený na Obr. 36, hodnocena byla maximální střížná síla a odpovídající střížné napětí. U každého měření se objevuje takzvané horní pseudoelastické plato UPS, pokaždé v přibližně stejné úrovni zatížení, při střížné síle 27 N (Obr. 36).



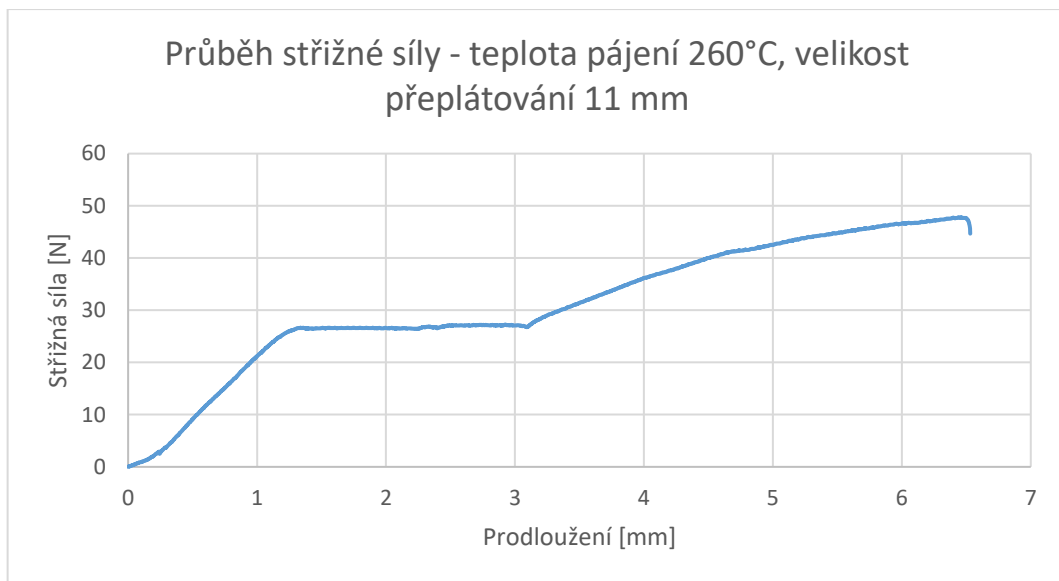
Obr. 34 Trhačka DEFORM 02 [23]



Obr. 35 Upnutí nitinolového drátku

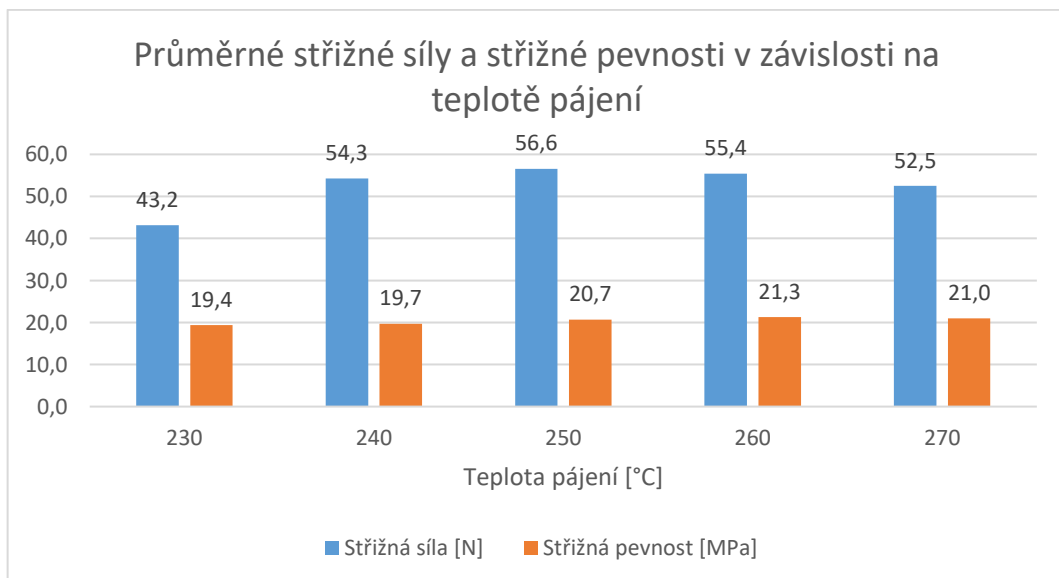
ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie



Obr. 36 Průběh sřížné síly v přeplátovaném spoji s viditelným UPS

Výsledné hodnoty pevností charakteristiky znázorňuje Obr. 37. Hodnoty jsou průměrem měření pěti vzorků při každé teplotě pájení, extrémní hodnoty byly vyřazeny. Hodnoty sřížných sil jsou ovlivněny různou velikostí přeplátování. Průběh sřížných pevností se s teplotou stabilně drží kolem 20 MPa, pevnost lehce klesá směrem k teplotě tavení pájky.



Obr. 37 Maximální sřížné síly a sřížná napětí přeplátovaných spojů podle teploty pájení

4.3 Tupé spoje

Dalším krokem bylo vytvoření tupých spojů. Tupé spoje jsou oproti přeplátovaným namáhány tahem. Bylo zhotoveno pět spojů pájkou 96,5Sn/3,5Ag s tavidlem Flux 2 (50% H₃PO₄). Spoje byly zhotoveny z drátů s odstraněnou oxidickou vrstvou o průměru 0,25 mm. Následně byly přetrženy na trhačce DEFORM 02, výsledné pevnosti udává Tab. 5. Únosnost tupých spojů je příliš nízká, k lomu často docházelo i při samotné manipulaci se vzorky. Pro měkké pájení tenkých drátků nejsou tupé spoje vhodné.

Tab. 5 Pevnost tupých spojů v tahu

Vzorek	Teplota pájení [°C]	Síla na mezi pevnosti [N]	Mez pevnosti [MPa]	Poznámka
1	250	-	-	Nehodnoceno, lom při manipulaci
2	250	-	-	Nehodnoceno, lom při manipulaci
3	250	1,21	24,6	
4	250	1,67	34	
5	250	0,49	10	

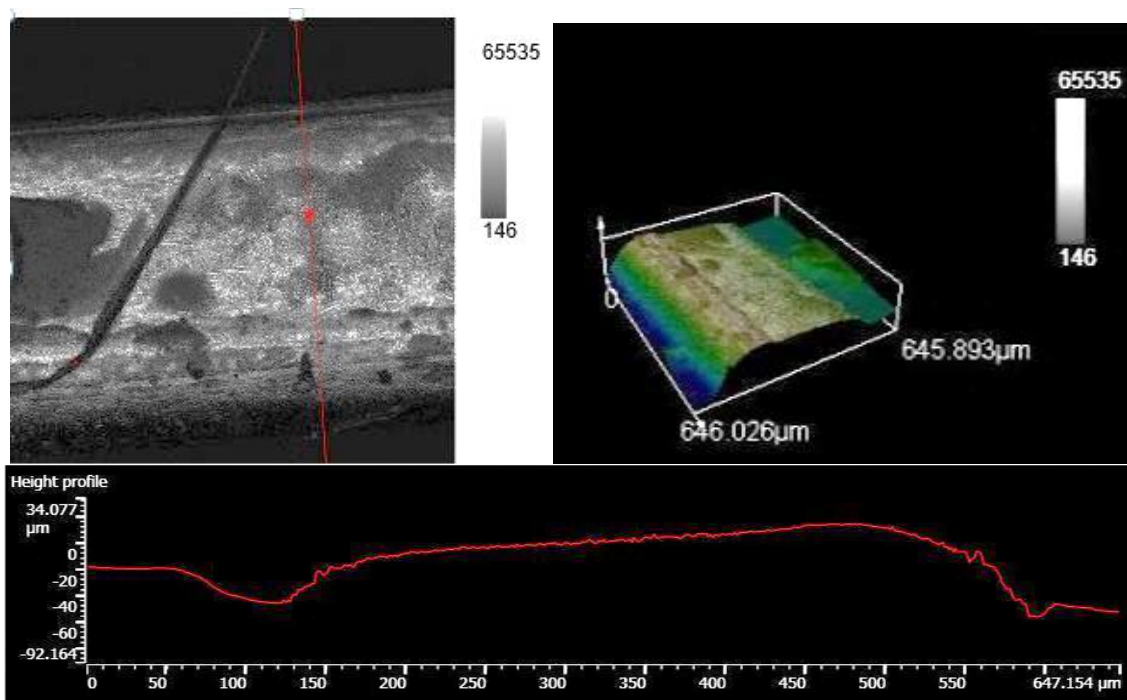
4.4 Konfokální mikroskopie

Měření konfokálním laserovým mikroskopem LEXT OLS 5000 (na Obr. 38) probíhalo během workshopu firmy Olympus na FS a FEL ČVUT.

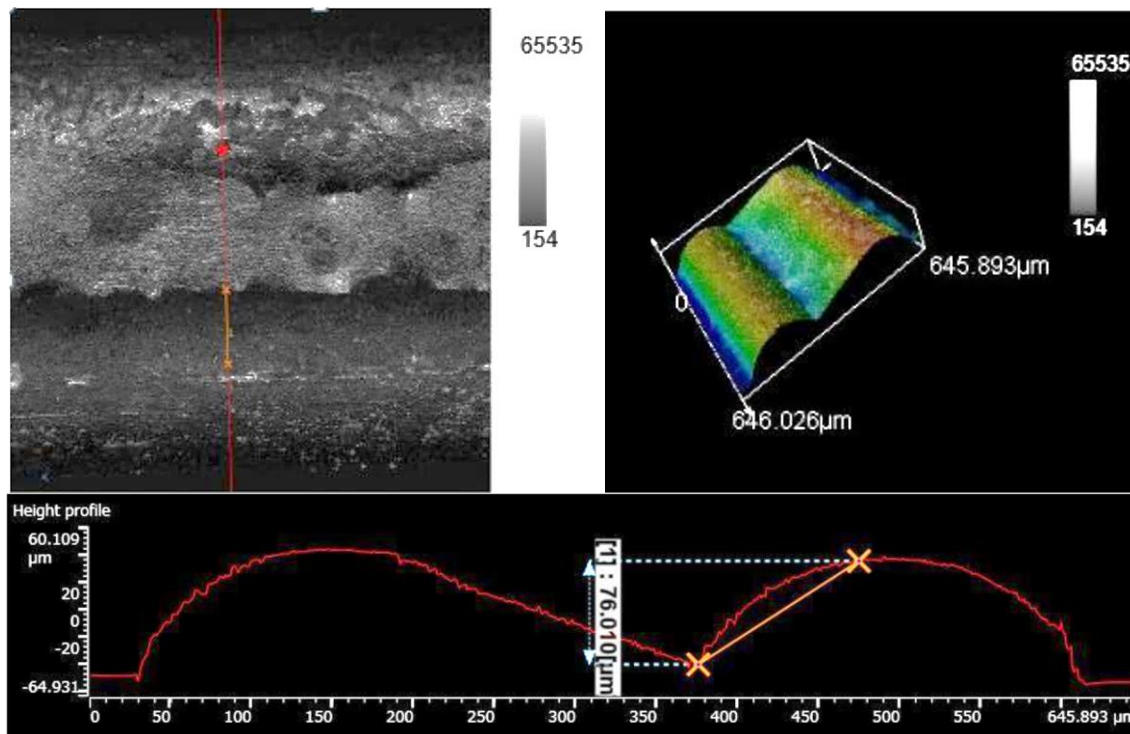


Obr. 38: Konfokální mikroskop LEXT OLS5000 [24]

Nejprve byly pořízeny snímky 3D profilu přeplátovaných spojů, a to v místě s hladkým průběhem pájeného spoje (Obr. 39) a v místě, kde bylo smáčení pájky nedostatečné (Obr. 40). Přeplátované spoje byly zhotoveny z nitinolových drátků o průměru 0,25 mm ve stavu etched, tedy s chemicky odstraněnou oxidickou vrstvou.



Obr. 39: 3D profil přeplátovaného spoje v místě s dobrým smáčením

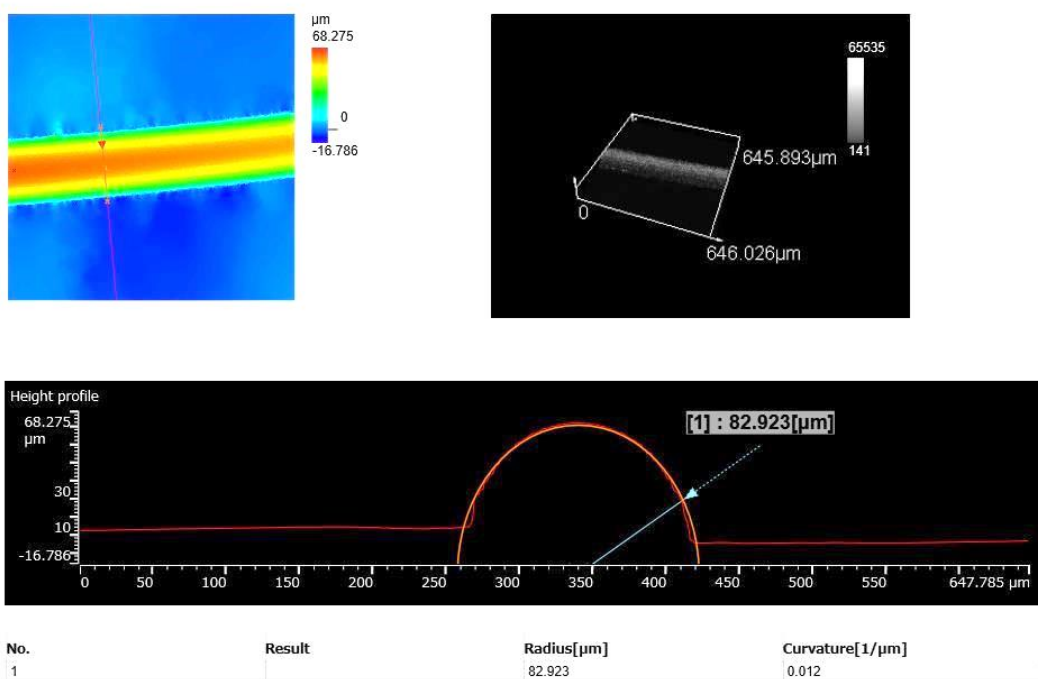


Obr. 40: 3D profil přeplátovaného spoje v místě s nedostatečným smáčením

Dále byl zkoumán nárůst oxidické vrstvy při zahřívání nitinolu. Tloušťka oxidické vrstvy byla stanovena z příčného řezu, vytvořeného v softwaru z 3D profilu drátku. Nitinolový drátek byl různých místech postupně zahříván, měření poloměru, a tedy nárůstu oxidické vrstvy, proběhlo nejprve na nezahřátém místě, a poté v místě zahřátí na 650 °C (Obr. 41). V místě bez tepelného ovlivnění byl naměřen poloměr 81,85 μm, v místě zahřátí 82,92 μm. Z toho vyplývá nárůst oxidické vrstvy přibližně o 1 μm při zahřátí na 650°C.

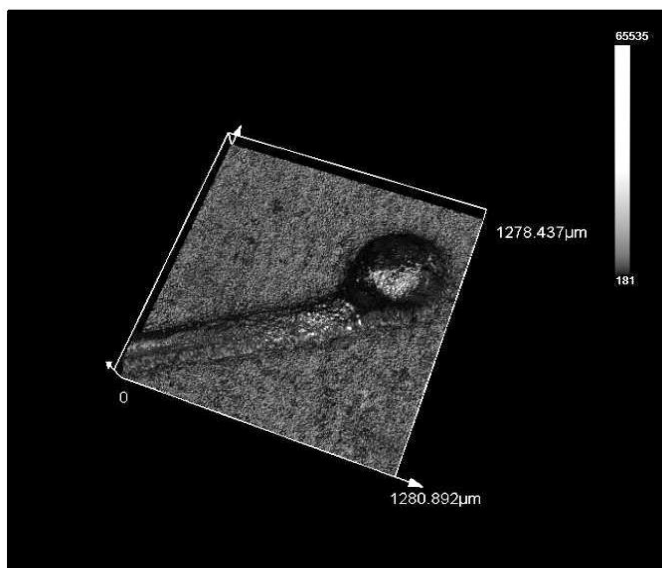
Report Title

LEXT



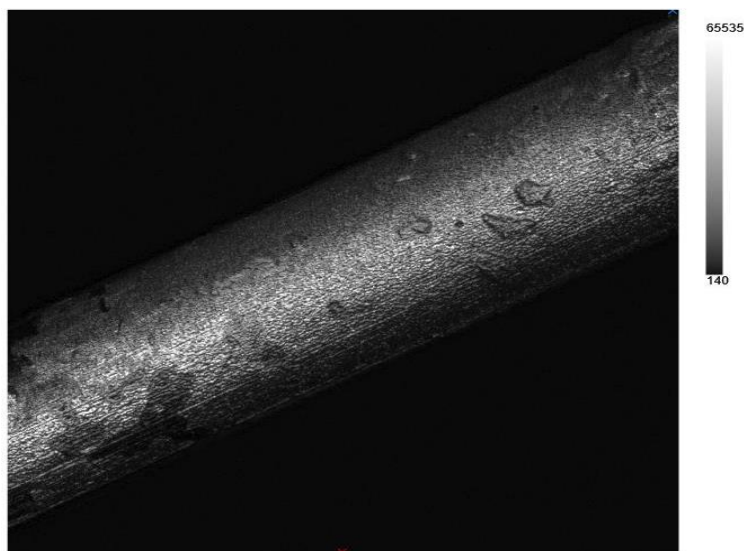
Obr. 41: Výškový profil drátku po zahřátí na 650 °C

Pokus o zahřátí na vyšší teplotu vyžadoval použití plynového hořáku. Zde došlo k přetavení drátku (Obr. 42), tomu by odpovídala teplota 1 300 °C. V tomto místě byl naměřen poloměr 83,93 μm, tomu odpovídá nárůst oxidické vrstvy přibližně o 2 μm oproti původnímu stavu.



Obr. 42: Oblast přetavení během zahřívání

Dále byl při tomto měření pořízen snímek struktury nitinolového drátku Obr. 43, na kterém jsou viditelné tmavé oblasti. Tyto oblasti jsou pravděpodobně karbidy, které se na drátek dostaly ve výrobě během fáze tažení.



Obr. 43 Mikrostruktura nitinolového drátku s karbidy

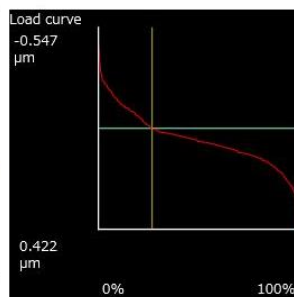
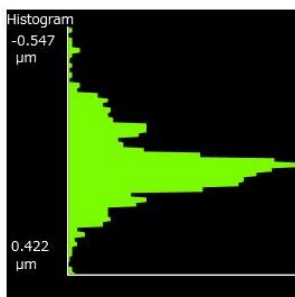
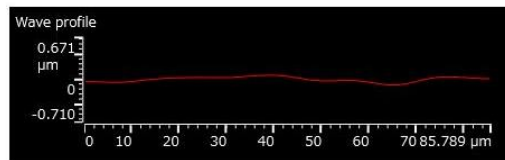
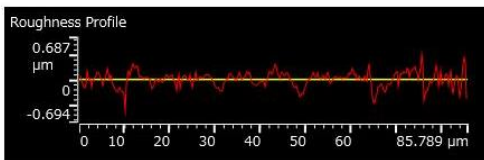
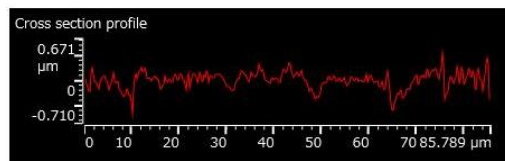
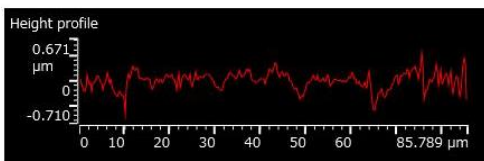
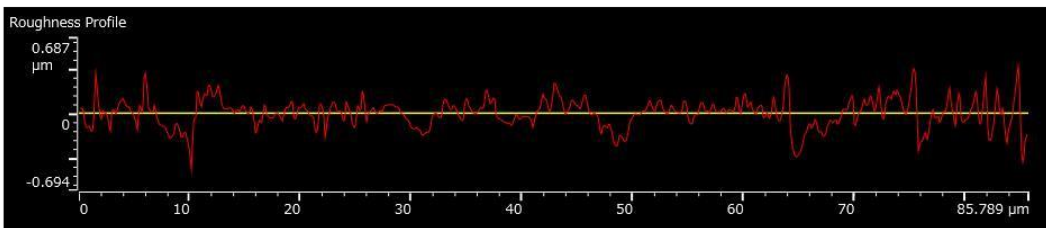
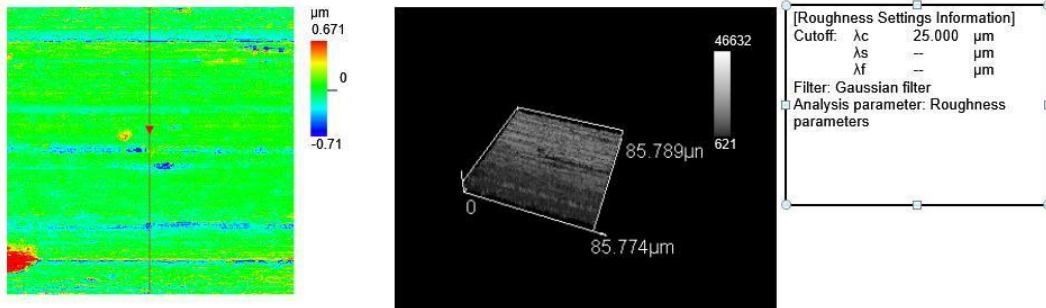
Posledním měřením konfokálním laserovým mikroskopem byla změřena příčná textura povrchu. Nicméně toto měření má spíše informační charakter, jelikož bylo provedeno na základní délce λ_c 25 μm , nejmenší normalizovaná hodnota podle GPS je 80 μm . Záznam z měření je na Obr. 44.

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie

Report Title

LEXT

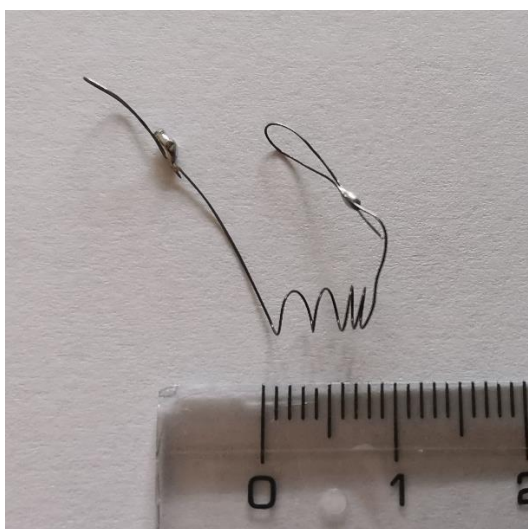


No.	Result	Rp [μm]	Rv [μm]	Rz [μm]	Rc [μm]	Rt [μm]	Ra [μm]	Rq [μm]	Rsk	Rku	Rsm [μm]	Rdq [$^\circ$]	Rdc [μm]	Rmr [%]	Rzjis [μm]	λ_c [μm]	As [μm]	Af [μm]
1		0.332	0.393	0.725	0.321	0.918	0.087	0.117	-0.412	4.185	3.372	23.758	0.180	100.00	0.552	25.000	-	-

Obr. 44 Záznam z měření textury povrchu nitinolového drátku v příčném směru

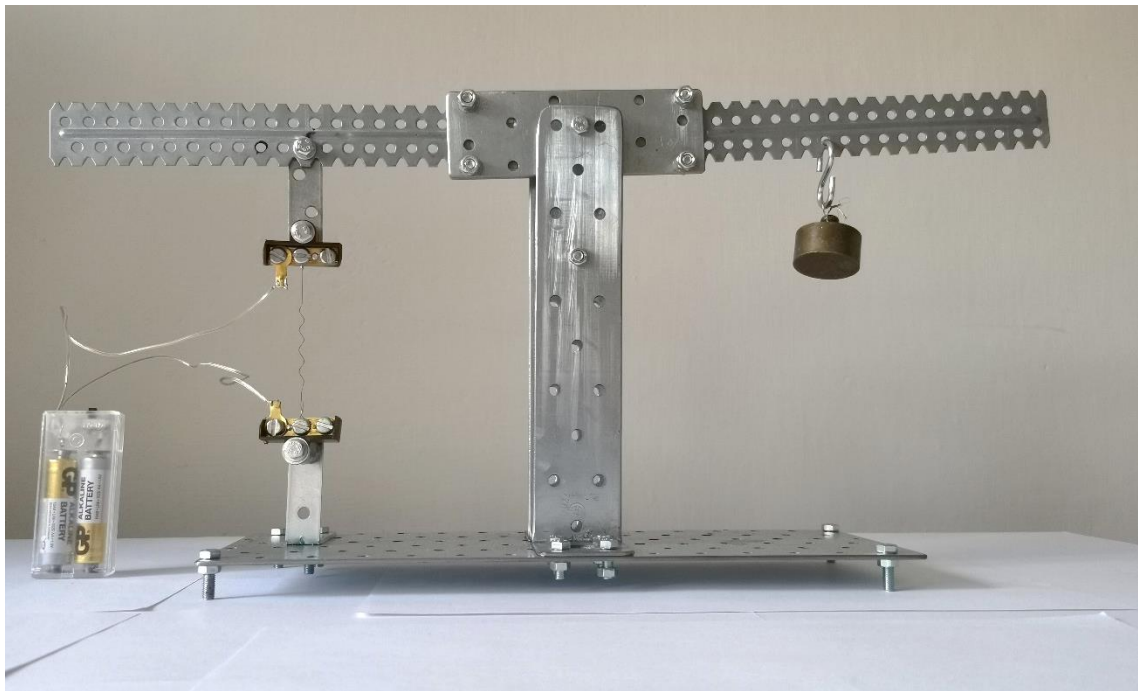
4.5 Pákový aktuátor

V poslední části experimentální části bylo využito dosažených znalostí o nitinolu a jeho pájení pro tvorbu jednoduchého aktuátoru pracujícího na principu tvarové paměti. Nitinolový drátek o průměru 0,2 mm s aktivací teplotou 40 °C byl vyžehán na tvar pružiny (Obr. 45) při 550 °C po dobu 60 s horkovzdušnou pistolí. Toto tepelné zpracování není ideální vzhledem k jednostrannému ohřevu, nicméně pro účely této aplikace je postačující. Následně byly konce drátu napájeny do smyčky tak, aby bylo možné drátek jednoduše upnout. Oxidická vrstva na pájených plochách byla odstraněna smirkovým papírem.

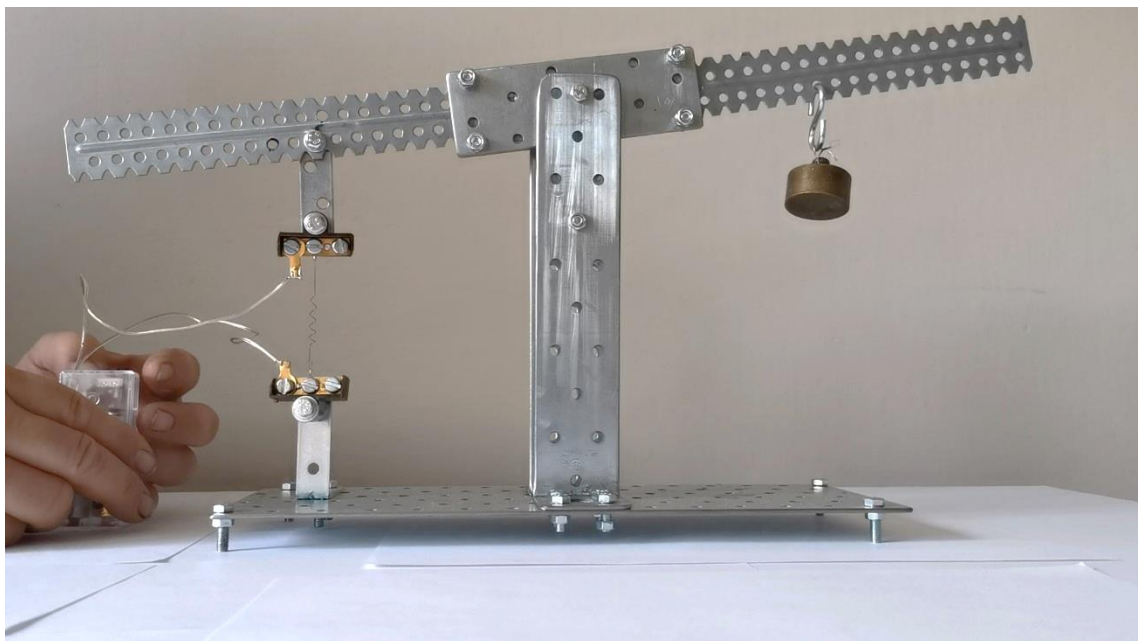


Obr. 45 Původní tvar aktuátorové pružiny

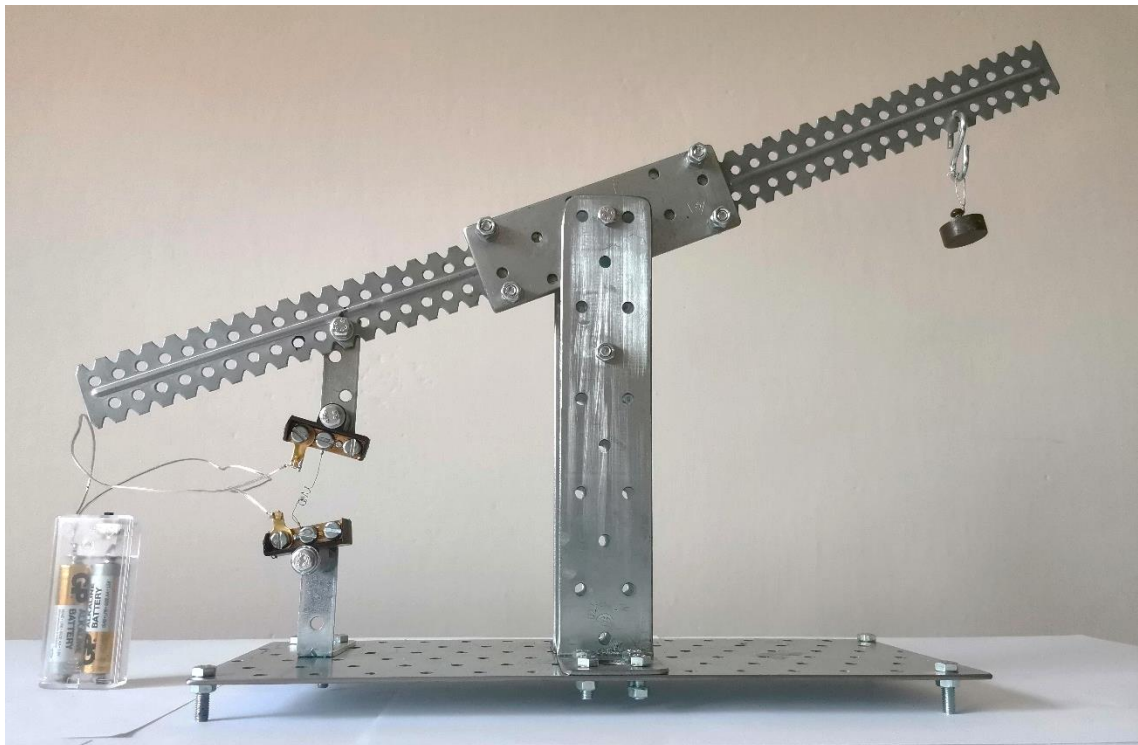
Na páce je zavěšeno závaží, pro experiment byla použita závaží o hmotnosti 20, 100 a 200 g, na Obr. 46 je páka zatížena 100 g. Zatížení pružiny lze nastavit posunutím závaží po páce. Průchodem proudu dodaného dvěma tužkovými bateriemi o napětí 1,5 V se natažená pružina zahřeje a navrátí do svého původního tvaru. První použitá pružina byla znehodnocena pravděpodobně vlivem tepla z častého spínání proudu a přepětí závažím o 200 g. U druhé pružiny již bylo 200 g závaží vynecháno. Úplného obnovení původního tvaru se dosáhlo jen při zatížení 30 g, viz Obr. 48. Větším zatížením se pružina zatáhne jen částečně (Obr. 49). Maximálním zatížením, při kterém ještě dojde k alespoň částečné změně tvaru je 100 g na Obr. 47.



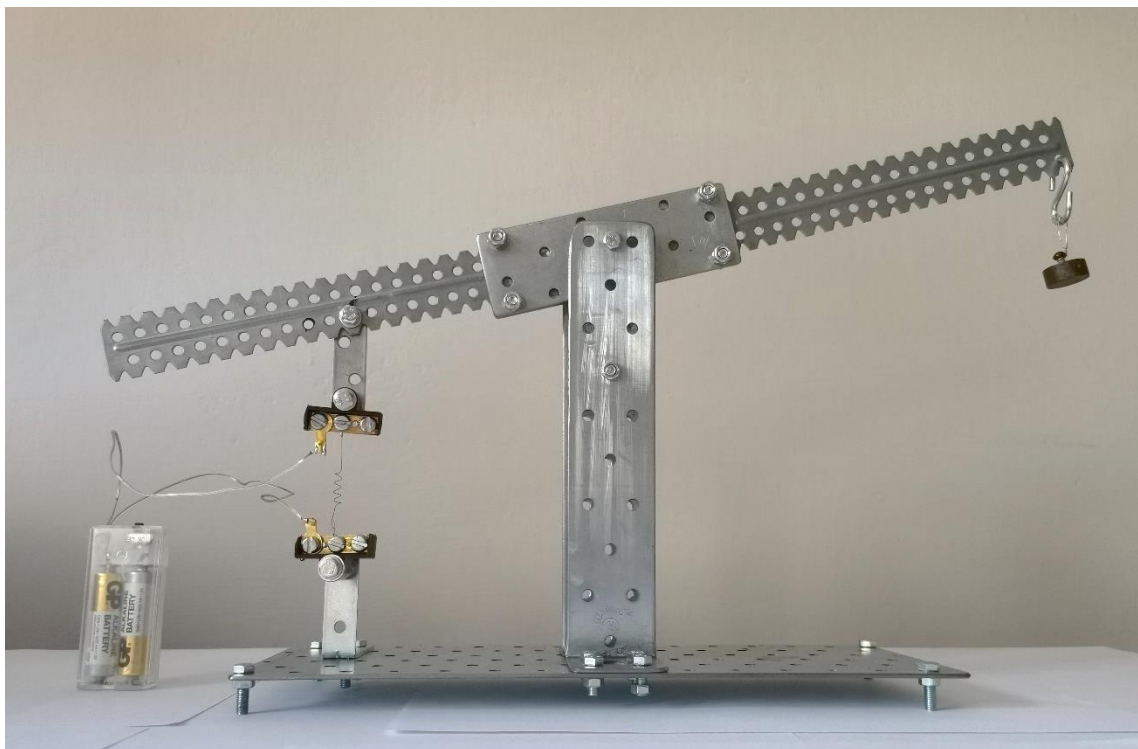
Obr. 46 Zatížení pružiny pákového aktuátoru závažím o 100 g



Obr. 47 Částečné obnovení původního tvaru pružiny při zatížení 100 g.



Obr. 48 Plné obnovení původního tvaru pružiny při zatížení 30 g.



Obr. 49 Částečné obnovení původního tvaru pružiny při zatížení 40 g.

5 Závěr

Tato diplomová práce se zabývala měkkým pájením tenkých drátů z nitinolu. Pro diplomovou práci bylo stanoveno několik cílů. První částí práce bylo vytvoření rešerše zaměřené na proces pájení a na slitinu niklu a titanu zvanou nitinol. Část o pájení se zabývá samotným procesem pájení, jeho fyzikální podstatou a podmínkami pájení, a dále samostatně na měkké pájení, kde jsou například popsány používaná tavidla a pájky. Rešeršní část o nitinolu se zabývá jeho unikátními vlastnostmi, jako je efekt tvarové paměti, superelastické chování a biokompatibilita, a jejich využitím v praxi. Cílem experimentální části bylo zhodnocení použitelnosti měkkého pájení pro spojování tenkých nitinolových drátků, pro hodnocení byly použity drátky ve stavu etched, light oxide a hard oxide. Z tohoto důvodu bylo hodnocena smáčivost pájky 96Sn/4Ag na nitinolovém drátu s použitím tavidel Flux 2, 50% roztok H_3PO_4 a tavidla Flux 3, jehož hlavní složkou je $ZnCl_2$. Dalším krokem hodnocení bylo vytvoření přeplátovaných a tupých spojů a zjištění jejich mechanické únosnosti. Pro zhodnocení bylo důležité i stanovení tvorby oxidické vrstvy při zahřívání nitinolu. Třetím a zároveň posledním úkolem diplomové práce bylo zrealizování jednoduchého pákového aktuátoru využívajícího efekt tvarové paměti.

I díky malému tepelnému ovlivnění, které je klíčové pro zachování unikátních vlastností nitinolu, je měkké pájení pro spojování nitinolu vhodné. Pro dosažení dobré smáčivosti a tím kvalitního spoje je nutné odstranit oxidickou vrstvu. Ve stavu light oxide lze oxidickou vrstvu odstranit několikanásobným působením tavidla. Vrstva hard oxide je příliš silná pro pouhé odstranění tavidlem a je třeba ji odstranit mechanicky. Stav povrchu etched dosahuje dobré a rychlé smáčivosti. Tavidlo Flux 2 reaguje rychleji a dosahuje lepší a rychlejší smáčivosti než tavidlo Flux 3.

Pro spojování nitinolu jsou vhodné pouze přeplátované spoje, které při zhotovení pájkou 96,5Sn/3,5Ag dosahují pevnosti ve stříhu 20 MPa. Pokud jde o pevnost přeplátovaných spojů, bylo by do budoucna zajímavé vyzkoušet pevnost spojů s vysokopevnostní pájkou 80Au/20Sn, která podle materiálu firmy Fort

Wayne dosahuje meze pevnosti až 275 MPa, nicméně tato pájka je špatně dostupná. Tupé spoje mají podle očekávání příliš malou únosnost pro reálné využití. Výrazným problémem při pájení tupých spojů z tenkých drátků je špatné polohování, které je nutnou podmínkou pro dosažení kvalitních spojů.

V závěru práce byl vykonstruován jednoduchý pákový aktuátor, který vlivem tvarové paměti pružiny z drátu o průměru 0,2 mm vyvine maximální aktuační sílu 1 N a zdvihne závaží o 100 g. Pro dosažení úplného původního tvaru pružiny je maximální zatížení 30 g.

6 Citovaná literatura

- [1] LÜDER, Erich. *Příručka pájení*. Přeložil J. KRAUSER, přeložil B. HELLMAN, přeložil J. MIKULÁŠ. Praha: SNTL, 1958.
- [2] PROCHÁZKA, Jiří. *Technologie slévání, tváření a svařování*. Vyd. 3. Praha: ČVUT, 1990. ISBN 80-01-00345-0.
- [3] HARANT, Petr; STEINER, František. *Testování pájitelnosti metodou smáčecích vah*. 2007.
- [4] RUŽA, Viliam. *Pájení*. 2.uprav.a dopl.vyd. Praha: SNTL, 1988.
- [5] DUNOVSKÝ, Jiří. *Speciální technologie*. Praha: ČVUT, 1984.
- [6] SZENDIUCH, Ivan. *Pájení a bezolovnaté pájky* [online]. In: . [cit. 2019-08-02]. Dostupné z: <https://www.printed.cz/assets/photos/pb-free.pdf>
- [7] ČSN EN ISO 9454-1. *Tavidla pro měkké pájení – Klasifikace a požadavky – Část 1: Klasifikace, označování a balení*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2018
- [8] ČSN EN ISO 14324. *Tvrdé pájení – Směrnice pro aplikaci pájených spojů*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2005
- [9] ČSN EN ISO 9453. *Slitiny pro měkké pájení – Chemické složení a tvary*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2015
- [10] ČSN EN ISO 9454-2. *Tavidla pro měkké pájení – Klasifikace a požadavky – Část 2: Požadavky na provedení*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2001
- [11] OLIVEIRA, J. P.; MIRANDA, R. M.; FERNANDES, FM Braz. *Welding and joining of NiTi shape memory alloys: A review*. *Progress in Materials Science*, 2017, 88: 412-466.

- [12] BARRAS, C. D. J.; MYERS, K. A. Nitinol—its use in vascular surgery and other applications. *European Journal of Vascular and Endovascular Surgery*, 2000, 19.6: 564-569.
- [13] *Kovové materiály s tvarovou pamětí* [online]. In: . [cit. 2019-08-03]. Dostupné z: <https://www.engineering.sk/strojarstvo-extra/2742-kovove-materialy-s-tvarovou-pameti>
- [14] Introduction to Nitinol. In: *Memry.com* [online]. Bethel (USA): Memry Corporation, 2017 [cit. 2019-07-21]. Dostupné z: <https://www.memry.com/intro-to-nitinol>
- [15] AKSELSEN, Odd. Joining of shape memory alloys. In: *Shape Memory Alloys*. IntechOpen, 2010.
- [16] HARTL, Darren J.; LAGOUDAS, Dimitris C. Aerospace applications of shape memory alloys. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part G: Journal of Aerospace Engineering*, 2007, 221.4: 535-552.
- [17] DUERIG, T.; PELTON, A.; STÖCKEL, D. An overview of nitinol medical applications. *Materials Science and Engineering: A*, 1999, 273: 149-160.
- [18] KAPOOR, Deepak. Nitinol for medical applications: A brief introduction to the properties and processing of nickel titanium shape memory alloys and their use in stents. *Johnson Matthey Technology Review*, 2017, 61.1: 66-76.
- [19] DAYANANDA, G. N.; RAO, M. Subba. Effect of strain rate on properties of superelastic NiTi thin wires. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, 486.1-2: 96-103.
- [20] Nitinol Solder Research Kit. In: *Indium Corporation* [online]. [cit. 2019-08-03]. Dostupné z: https://buy.solder.com/Nitinol-Solder-Research-Kit/C1042_1/
- [21] Prototypová pracoviště. In: *Katedra elektrotechnologie: České vysoké učení technické v Praze, FEL* [online]. [cit. 2019-07-10]. Dostupné z: <https://technology.fel.cvut.cz/laboratore/prototypove-pracoviste/>

[22] ČSN EN ISO 9455-16: *Tavidla pro měkké pájení – Zkušební metody – Část 16: Zkouška účinnosti tavidla, metoda smáčecích vah*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2015

[23] Trhačka DEFORM 02 - přenosné zkušební deformační zařízení. In: *Deform: Přenosné zkušební zařízení* [online]. [cit. 2019-07-10]. Dostupné z: <http://www.trhacka.cz/page-index>

[24] Laser confocal microscopes. In: *Olympus* [online]. [cit. 2019-07-10]. Dostupné z: <https://www.olympus-ims.com/cs/metrology/ols/>

7 Seznam obrázků

Obr. 1 Ishikawův diagram – různé vlivy na kvalitu spoje [6]	10
Obr. 2 Kontaktní úhel [3]	13
Obr. 3 Krystalická mřížka vlevo martenzitické a vpravo austenitické fáze [13]	17
Obr. 4 Diagram napětí-deformace-teplota zobrazující efekt tvarové paměti a superelastické chování [11].....	19
Obr. 5 Změna struktury nitinolu při tvarové paměti [18]	20
Obr. 6 Vlevo DSC křivka, v pravo záznam z BFR testu [18]	21
Obr. 7 Reálný průběh superelastického zatížení [11].....	21
Obr. 8 Superelastické chování nitinolu [14].....	22
Obr. 9 Pseudoelastické chování v závislosti na teplotě [14].....	23
Obr. 10 Teplotní hystereze [14].....	24
Obr. 11 Vliv obsahu niklu na teplot A_f [18].....	25
Obr. 12 Vlevo schéma VIM, vpravo schéma VAR [14].....	26
Obr. 13 Schéma protahování nitinolových drátů [14]	27
Obr. 14 Struktura spoje Nitinového spoje pájeného niobovou pájkou v závislosti na čase [11].....	29
Obr. 15 Použití samoexpanzivního stentu v periférní tepně [18].....	31
Obr. 16 Nitinový stent [14]	32
Obr. 17: Schéma provedení ohybu	33
Obr. 18: Trvalý ohyb v důsledku překročení.....	33
Obr. 19 Sada pro pájení nitinolu [20].....	35
Obr. 20 Meniskograf MK6 [21]	36

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie

Obr. 21 Princip metody a průběh smáčivosti [3].....	37
Obr. 22 Vyhodnocení průběhu smáčivosti [3]	38
Obr. 23 Postupné ponoření nitinolového drátku do lázně s pájkou	38
Obr. 24 Smáčivost pájky na drátu etched s použitím Flux 2	39
Obr. 25 Smáčivost pájky na drátu light oxide s použitím Flux 2	40
Obr. 26 Smáčivost pájky na drátu dark oxide s použitím Flux 2.....	40
Obr. 27 Smáčivost pájky na drátu etched s použitím Flux 3	41
Obr. 28 Smáčivost pájky na drátu light oxide s použitím Flux 3	41
Obr. 29 Smáčivost pájky na drátu dark oxide s použitím Flux 3.....	42
Obr. 30 Smáčivost pájky na drátu light oxide s použitím Flux 2, smáčeno dvakrát	42
Obr. 31 Pájecí stanice ERSO I-NOC 2S	43
Obr. 32 Rovnoměrný spoj s hladkým průběhem pájky zhotovený při teplotě pájení 260 °C.....	43
Obr. 33: Spoj s nerovnoměrným průběhem pájky zhotovený při teplotě pájení 240 °C.....	44
Obr. 34 Trhačka DEFORM 02 [23].....	44
Obr. 35 Upnutí nitinolového drátku.....	44
Obr. 36 Průběh střížné síly v přeplátovaném spoji s viditelným UPS	45
Obr. 37 Maximální střížné síly a střížná napětí přeplátovaných spojů podle teploty pájení	45
Obr. 38: Konfokální mikroskop LEXT OLS5000 [24]	47
Obr. 39: 3D profil přeplátovaného spoje v místě s dobrým smáčením	48
Obr. 40: 3D profil přeplátovaného spoje v místě s nedostatečným smáčením.	48

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní
Ústav strojírenské technologie

Obr. 41: Výškový profil drátku po zahřátí na 650 °C	49
Obr. 42: Oblast přetavení během zahřívání	50
Obr. 43 Mikrostruktura nitinolového drátku s karbidy	50
Obr. 44 Záznam z měření textury povrchu nitinolového drátku v příčném směru	51
Obr. 45 Původní tvar aktuátorové pružiny	52
Obr. 46 Zatížení pružiny pákového aktuátoru závažím o 100 g	53
Obr. 47 Částečné obnovení původního tvaru pružiny při zatížení 100 g.....	53
Obr. 48 Plné obnovení původního tvaru pružiny při zatížení 30 g.....	54
Obr. 49 Částečné obnovení původního tvaru pružiny při zatížení 40 g.....	54

8 Seznam tabulek

Tab. 1 Fyzikální vlastnosti nitinolu [14]	18
Tab. 2 Změna superelastických vlastností v závislosti na teplotě ohřevu	34
Tab. 3 Složení tavidel Flux 2 a Flux 3	35
Tab. 4 Vlastnosti pájky 9,5Sn/3,5Ag	36
Tab. 5 Pevnost tupých spojů v tahu	46