

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE



DIPLOMOVÁ PRÁCE

HETEROGENNÍ SVARY NITI A AUSTENITICKÉ OCELI

A JEJICH ZPRACOVÁNÍ

Autor: Jan Tauer

Vedoucí práce: Ing. Tomáš Kramár, Ph.D., IWE

Ing. Petr Vondrouš, Ph.D., IWE

2020



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení:	Tauer	Jméno: Jan	Osobní číslo: 459868
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:
Heterogenní svary NiTi a austenitické oceli a jejich zpracování

Název diplomové práce anglicky:
Welding NiTi and austenitic stainless steel and their processing

Pokyny pro vypracování:

1. Současný stav v oboru
2. Možné přístupy k řešení obtížné svařitelnosti, teoretická rozpracování - optimální parametry, TZ a TMZ, podchlazení, geometrie spoje...
3. Výběr přístupu, zdůvodnění a návrh experimentu
4. Experimentální část
5. Závěr

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:
Ing. Tomáš Kramár, Ph.D., ústav strojírenské technologie FS

Datum zadání diplomové práce: **29.04.2020** Termín odevzdání diplomové práce: **31.07.2020**

Platnost zadání diplomové práce: **31.12.2020**

 Ing. Petr Vondrouš, Ph.D. <small>podpis vedoucí(ho) práce</small>	 doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D. <small>podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry</small>	 prof. Ing. Michael Valášek, DrSc. <small>podpis děkana(ky)</small>
--	---	---

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.

16.6.2020 Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Anotační list

Jméno autora: Jan Tauer

Fakulta: Fakulta strojní

Zadávací ústav: Ústav strojírenské technologie

Studijní program: Strojní inženýrství

Studijní obor: Výrobní a materiálové inženýrství

Rok: 2020

Název diplomové práce: Heterogenní svary NiTi a austenitické oceli a jejich zpracování

Název diplomové práce anglicky: Welding NiTi and austenitic stainless steel and their processing

Vedoucí práce: Ing. Tomáš Kramár, Ph.D., IWE

Ing. Petr Vondrouš, Ph.D., IWE

Bibliografické údaje: Počet stran: 70

Počet obrázků: 45

Klíčová slova: Nitinol, korozivzdorná ocel, svařování laserovým paprskem, katetr

Key words: Nitinol, stainless steel, laser beam welding, laser, catheter

Anotace: Diplomová práce se zabývá experimentálním spojením nitinolu s korozivzdornou ocelí vybranými technologiemi. Literární rešerše popisuje technologii laserového svařování a obsahuje přehled o korozivzdorných ocelích a nitinolu. V praktické části je v první polovině popsán postup přípravy, zhotovení vzorků technologií mikrotig, laserovým paprskem a pájením a jejich vyhodnocení. V druhé části byly navrženy a aplikovány úpravy svařovacího procesu pro zlepšení pevnostních výsledků.

Abstract: The diploma thesis deals with the experimental connection of nitinol with stainless steel by selected technologies. The literature research describes the technology of laser welding and contains an overview of stainless steels and nitinol. The experimental part describes the procedure of preparation of samples by microtig, laser beam and soldering and their evaluation. In the second part, modifications of the welding process were designed and applied to improve the strength results.

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci na téma Heterogenní svary NiTi a austenitické oceli a jejich zpracování vypracoval samostatně a veškeré literární prameny a zdroje informací, které jsem použil, cituji a uvádím v seznamu použité literatury a zdrojů informací.

Dále prohlašuji, že nemám závažný důvod proti užití tohoto školního díla ve smyslu § 60 zákona č. 121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

Dne:.....

Podpis:.....

Poděkování

Děkuji pánům Ing. Tomášovi Kramárovi, Ph.D., IWE a Ing. Petru Vondroušovi, Ph.D., IWE za odborné vedení diplomové práce, za ochotu a vstřícnost při jakýchkoliv dotazech. Dále děkuji Ing. Josefu Bártovi, Ph.D. za pomoc při provádění experimentální části, navrhování svařovacích parametrů a svařovacího přípravku. V neposlední řadě bych rád poděkoval své rodině za podporu nejen při psaní diplomové práce, ale i po celou dobu studia na ČVUT.

Obsah

Seznam použitých zkratk a symbolů	7
1 Úvod	8
2 Spojování materiálu	9
2.1 Svařování	9
2.2 Definice svažitelnosti.....	11
3 Laser	13
3.1 Diskové lasery.....	15
4 Korozivzdorné oceli	17
4.1 Austenitické oceli	18
5 Nitinol.....	22
5.1 Vlastnosti nitinolu	22
5.2 Efekt tvarové paměti a superelastická	24
5.3 Biokompatibilita	28
5.4 Výroba nitinolu.....	31
5.5 Svažitelnost nitinolu s korozivzdornou ocelí	33
6 Experimentální část.....	39
6.1 Spojování metodou EBW	39
6.2 Spojování metodou mikrotig.....	45
6.3 Pájení	48
6.4 Spojování NiTi s ocelí AISI 304 laserovým paprskem	51
7 Optimalizace vybrané technologie.....	53
7.1 Možné přístupy ke zlepšení svažitelnosti NiTi + SS laserovým paprskem.....	55
7.2 Teoretický výpočet vnesené energie	56
7.3 Svařovací přípravek	57
8 Optimalizovaný proces svařování NiTi+SS laserovým paprskem	58
8.1 Zkouška tahem	61
9 Závěr.....	65
10 Citovaná literatura	66
11 Seznam obrázků	69
12 Seznam tabulek.....	70

Seznam použitých zkratk a symbolů:

<u>Označení</u>	<u>Veličina</u>
A	tažnost
apod.	a podobně
atd.	a tak dále
ČSN	česká státní norma
ČVUT	České vysoké učení technické
E	modul pružnosti v tahu
EBW	electron beam welding
EN	evropská norma
F	síla (zatížení)
HV	tvrdost dle Vickerse
ISO	mezinárodní organizace pro normalizace
LBW	Laser Beam Welding
LPS	Lower Plateau Stress
max.	maximum
min.	minimum
např.	například
R _m	mez pevnosti
R _{p0,2}	mez kluzu
SS	směrodatná odchylka
TIG	Tungsten Inert Gas
TZ	tepelné zpracování
TOO	tepelně ovlivněná oblast
UPS	Upper Plateau Stress
VAR	vacuum arc remelting
VIM	vakuum induction melting

1 Úvod

Nitinol (NiTi), slitina niklu a titanu, je významným zástupcem ze skupiny materiálů s tvarovou pamětí (SMA – shape memory alloy). V posledních letech intenzivně vzrostl zájem o využití těchto materiálů zejména v lékařství, letectví a automobilovém průmyslu. S touto problematikou úzce souvisí svařitelnost nitinolu. Navzdory všem unikátním vlastnostem - superelasticitě a tvarová paměť - je tato ekviatomární slitina niklu a titanu obtížně svařitelná. Nitinol je velmi citlivý na vyšší teploty a atmosférické plyny a při teplotním zásahu tvoří nestabilní NiTi nežádoucí křehké fáze [1].

Medicínský katetr je lékařský nástroj k vyšetření např. cév a srdce. Zjednodušeně se žilní katetr skládá z pružinky s tenkým drátkem uvnitř. Jádro a pružinka jsou na svých koncích svařeny, přičemž geometrie a pevnostní charakteristiky svaru jsou definovány normou ČSN EN ISO 11070. Katetry bývají běžně zhotoveny z korozi vzdorné oceli. Nahrazením ocelového jádra za nitinolové jsou od této lékařské pomůcky očekávány vyšší pevnostní vlastnosti a elasticita, a tedy snadnější manipulace umožňující složitější zákroky [1].

Diplomová práce navazuje na výsledky autorovy bakalářské práce „*Spojování nitinolu s korozi vzdornou ocelí u medicínských katetrů*“, kde byly nitinol a austenitická korozi vzdorná ocel AISI 304 spojovány elektronovým paprskem s cílem. Z výsledků plyne, že lze dosáhnout specifického spojení nitinolu s korozi vzdornou ocelí, které vyhovuje stanoveným geometrickým a pevnostním požadavkům. Nebyla však vyřešena problematika křehkého porušení nitinolu při zkoušce tahem a s tím spojena nízká opakovatelnost procesu [1].

Experiment diplomové práce je rozdělen na dvě části. V první části je cílem zhotovit přehled svařitelnosti nitinolu s ocelí AISI 304 vybranými technologiemi mikrotig a laserovým paprskem. Spolu s pájenými spoji jsou výsledky vzájemně porovnány nejen z hlediska vizuálních a pevnostních charakteristik, ale i z pohledu pracnosti, přesnosti fokusování materiálu, dávkování tepla a dalších možností optimalizace. Rozhodujícím parametrem pro srovnání výsledků je směrodatná odchylka síly při porušení spoje ze zkoušky tahem reflektující jednotnost a opakovatelnost procesu.

V druhé části experimentu je cílem zlepšení pevnostních vlastností svarů zhotovených laserovým paprskem. Pro dosažení nejnížší směrodatné odchylky jsou aplikovány předchozí znalosti z dané problematiky a doporučení z literatury. Je porovnán vliv změny dodávané energie do svarové lázně, zlepšení ochranné atmosféry, změny geometrie svařence či následné tepelné zpracování svarů na výslednou kontrolovanou pevnost svarů.

2 Spojování materiálu

Nepřeberné množství různých spojovacích metod a technologií může být obecně rozděleno do tří skupin: mechanické spoje, lepené spoje a svařované spoje [1; 2].

Mechanická spojení lze definovat jako spojení dvou dílů za pomoci třetí součásti. Typickým příkladem jsou šroubové spoje, nýty, svorky apod. Jedná se často o jednoduchá spojení jejich hlavní výhodou je nekomplikovaná demontáž, nedochází však k vytvoření jednotného spoje. Mezi časté problémy těchto spojů lze zařadit únavové namáhání a koroze [1; 2].

U lepených spojů je využíváno vhodného lepidla aplikovaného na povrch spojovaných dílů. Vytvořený spoj je obtížně demontovatelný a jeho vlastnosti se výrazně liší od základního materiálu. Stejně jako u mechanických spojů souvisí s lepením problémy ohledně únavy. Spoje mají omezené použití v chemickém prostředí [1; 2].

Třetí skupina svařovaných procesů může být dále rozdělena na podskupiny: tavné svařování, jehož principem je tavení a tuhnutí v oblasti požadovaného spojení; procesy v pevném stavu využívající plastickou deformaci a difúzi; pájení, kterým je dosahováno nerozebíratelných spojení za pomoci pájky. Do této skupiny mohou být zařazeny i spoje založené na difúzi [1; 2].

Volba vhodné spojovací technologie závisí zejména na velikosti dané součásti a její aplikaci. V průmyslu je hojně využíváno tavného svařování, jehož klasifikace se odvíjí od typu zdroje energie potřebné k tavení materiálů: elektrický oblouk, tepelná chemická energie, zářivá energie a elektrický odpor. Mezi intenzivně zkoumané procesy tavného svařování nitanolu můžeme zařadit: laser, elektronový svazek, plazmu a metodu TIG [1; 2].

2.1 Svařování

První historické případy o svaření dvou kovových částí se uvádějí z doby bronzové. Jednalo se tzv. kovářské svařování, kdy byly oba konce svařenců ohřáty na teplotu bílého žáru a následně skovány do sebe. Objevení technologie svařování v dnešním pojetí se datuje na počátek 19. století, kdy bylo díky objevu acetylénu využíváno svařování a řezání plynem. Postupně se na trhu objevovaly další svařovací technologie (např.: elektrický oblouk v roce 1881, odporové svařování v roce 1885, plazmové svařování v roce 1957), jejichž vývoj není dnes zdaleka dovršen. Rostoucí požadavky na nerozebíratelné spoje konvenčních i nekonvenčních materiálů kladou vyšší nároky na svařovací postupy, výkony a automatizaci svařovacích procesů [3].

Svařování je proces spojování součástí a jeho výsledkem je nerozebíratelný celek. Podstatou technologie je vytvoření metalurgických spojení, jejichž principem je působení meziatomárních vazebných sil, která zapříčiní soudružnost a pevnost svařenců [3].

Jako základní pojmy technologie svařování lze uvést: základní materiál (materiál svařovaných součástí charakterizován chemickým složením, stavem struktury a tloušťkou), přídavný materiál (materiál nejčastěji ve formě tyčinek, drátu, elektrod či prášku odtavovaný zdrojem tepla k tavnému svařování), svarová lázeň (okamžitý objem roztaveného kovu základního a případně i přídavného materiálu v místě svařování), svarové/stykové plochy (plochy základního materiálu určené k natavení) a svarový spoj (tvořen ztuhlou svarovou lázní a tepelně ovlivněnou oblastí) [3; 4; 5; 6; 7].

Mezi základní požadavky na svařovací metody je považováno: snížení spotřeby tepla na jednotku svaru, snížení pnutí a deformací, malé teplotní ovlivnění a poškození struktury materiálu. S problematikou svařování souvisí stále nová konstrukční řešení a nové typy svarů (často heterogenní) bez přídavného materiálu [5].

Jako dva hlavní vývojové směry můžeme označit:

- 1) metody využívající zvýšení hustoty výkonu (plazma, laser, elektronový svazek)
- 2) metody se sníženou spotřebou tepelné energie (tlakem za studena, difúzí, třením, výbuchem, ultrazvukem) [5]

Popis metalurgických procesů svařování je značně obtížný. V každém okamžiku svařování probíhají současně různé metalurgické procesy s vysokou intenzitou v soustavě tekutého kovu, plynné fáze a tekuté strusky. Metalurgické reakce se uskutečňují ve velmi krátkém čase a dosažení rovnovážného stavu těchto reakcí mezi kovem a struskou je nemožné. Výsledné vlastnosti svarového spoje jsou ovlivněny zejména plyny, vyskytující se v okolní atmosféře (kyslík, dusík, vodík), produkty metalurgických reakcí (oxidy), přídavnými prvky (žádoucí, nežádoucí) [3; 4; 5; 6; 7].

Při popisování změny teploty svařovaného materiálu na čase se jedná o tzv. teplotní cyklus, který je specifický pro daný druh spoje (jednovrstvý, dvouvrstvý atd.). Průběh teplotního cyklu lze rozdělit do tří hlavních částí: ohřev, vlastní svařování, chladnutí svarového kovu. Rychlost ohřevu základního materiálu v okolí svarových ploch a šířka ohřáté oblasti jsou ovlivněna: druhem materiálu (tepelnou vodivostí), způsobem svařování, velikostí spoje, ztrátami (např. vedení okolního vzduchu), rozměry, tvarem a členitostí svařenců. Vlastní svařování by mělo probíhat za ustálené teploty svarové lázně, přičemž svarový kov je v kontaktu mimo jiné se

sploidinami (plyny, páry), se kterými dále reaguje. Chladnutí svarového kovu představuje krystalizaci materiálu, strukturální změny a tuhnutí materiálu. Současně dochází k postupnému vylučování rozpuštěných plynů a strusky, které buď vystupují z povrchu svarové lázně (při pomalém chladnutí), nebo zůstávají obsaženy ve svarovém kovu (při rychlém chladnutí) a mohou tvořit póry a vměstky. Např. u ocelí dochází k největšímu ovlivnění materiálu mezi teplotami 800 až 500 °C (izotermický rozpad austenitu). S tím souvisí definována kritická rychlost ochlazování označována jako $t_{8/5}$, která dle normy upřesňuje chladnutí svarové housenky a její TOO právě mezi těmito teplotami. V závislosti na době ochlazování $t_{8/5}$ feritických (kalitelných) ocelí můžeme předem stanovit výslednou mikrostrukturu (martenzit, bainit) [3; 5; 6; 7].

Jedním z důležitých parametrů při svařování elektrickým obloukem, který ovlivňuje vlastnosti svarového spoje, je tepelný příkon, který lze definovat rovnicí (1):

$$Q = \eta \frac{U \cdot I}{1000 \cdot v} \left[\frac{kJ}{mm} \right] \quad (1)$$

V rovnici η [-] značí účinnost svařovací metody, U [V] napětí na oblouku, I [A] svařovací proud a v [mm/s] svařovací rychlost. Koeficient účinnosti nabývá hodnot v rozmezí (0 - 1), např. pro plazmové svařování je udáván cca $\eta = 0,6$, pro svařování pod tavidlem cca $\eta = 1$ [5].

2.2 Definice svařitelnosti

Termín svařitelnost představuje dle normy ČSN 05 1309 komplexní charakteristiku vhodnosti materiálu pro zhotovení svařenců s požadovaným účelem a konstrukční spolehlivostí spoje. Na svařitelnost, která musí zabezpečit metalurgické funkce (spojení bez vytvoření nežádoucích složek), mechanické podmínky (spoj bez vad, strusky, smršnění a deformace) a vlastnosti spoje (funkce při daných provozních podmínkách - teplota, korozní prostředí, cyklické namáhání, vysoký tlak atd.), mají vliv: technologie, materiál a konstrukce [3; 5; 6; 7].

Technologická svařitelnost představuje vliv použité technologie svařování na výsledné vlastnosti svaru. Skládá se z následujících faktorů: tepelný příkon, přídavný materiál, svařovací parametry, svařovací postup (vícevrstvé svary), tepelný režim svařování a tepelné zpracování spoje [3; 5; 6; 7].

Materiálová svařitelnost vyjadřuje vhodnost materiálu ke svařování. Popisuje změny vlastností materiálu ve svaru a tepelně ovlivněné oblasti v důsledku působení tepla. Vhodnost materiálu ke svařování je dána především: chemickým složením (chování svarové lázně, sklon ke stárnutí a náchylnost ke vzniku trhlin), metalurgickým způsobem výroby materiálu (čistota, vměstky, velikost zrna, mikrostruktura, anizotropie) a tepelným zpracováním [3; 5; 6; 7].

Konstrukční svařitelnost znamená vliv konstrukčního řešení svarového spoje pro stanovené provozní podmínky. Mezi základní faktory můžeme zařadit: tloušťku materiálu, tvar, velikost, uspořádání a počet spojů, tvar a úprava svarových ploch, tuhost spoje a rozložení svarů dle namáhání [3; 5; 6; 7].

Tabulka 1: Hodnocení svařitelnosti dle ČSN 05 1309 [5]

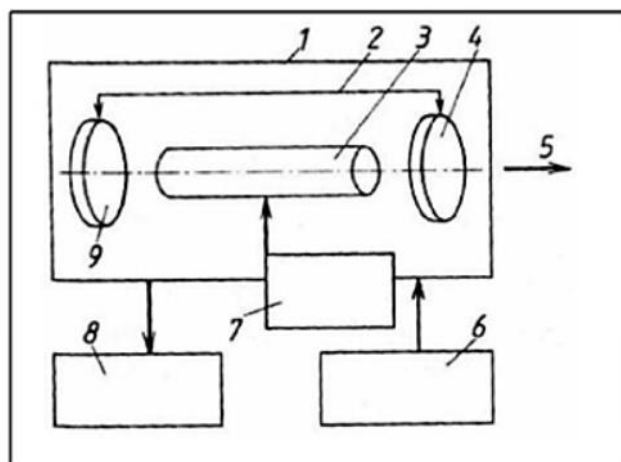
stupeň 1a) - zaručená svařitelnost	Výrobce zaručuje svařitelnost bez zvláštních opatření.
stupeň 1b) - zaručená podmíněná svařitelnost	Výrobce zaručuje svařitelnost při dodržení určitých podmínek (např. předehřev).
stupeň 2 - dobrá svařitelnost	Výrobce nezaručuje svařitelnost, ve většině případů je však dosaženo vyhovujících spojení.
stupeň 3 - obtížná svařitelnost	Tyto materiály většinou nedosahují vyhovující jakosti svarových spojů.

Hodnocením svařitelnosti (Tab. 1) je určována vhodnost materiálu ke svařování v daných technologických či konstrukčních podmínkách nebo jsou stanoveny technologické podmínky svařování materiálu pro docílení funkčně vyhovujícího spoje. Údaje o vhodnosti materiálu ke svařování jsou uvedeny v materiálových listech [5].

3 Laser

Laser (Light Amplification by simulated Emmision of Radiation), který se z technologického hlediska začal využívat v 60. letech 20. století, si můžeme představit jako koncentrovaný světelný svazek. Kvůli zvyšujícím se nárokům na kvalitu, rychlost a životnost prošla laserová zařízení podstatným vývojem a inovacemi. Proto jsou dnešní laserová zařízení levnější, menších rozměrů a dosahují vysokých výkonů. S technologií laseru se běžně setkáváme v elektrotechnice, v medicíně či v komunikačních a informačních technologiích. Své uplatnění nachází však nejvíce ve strojírenském průmyslu. Laser lze použít pro řezání, svařování a pájení, popisování a gravírování, mikroobrábění či vrtání [8; 9; 10; 11].

Stavbu laserového zařízení lze rozdělit na dvě části - kvantový generátor a zesilovač. Zesílené záření je unikátní vysokou monochromatickostí (jednobarevností), nízkou rozbíhavostí a schopností přenést vysoké množství energie. Mezi nejdůležitější vlastnosti laserového paprsku můžeme tedy zařadit: monochromatickost, koherence, divergence a polarizace [8; 9; 10; 11].



Obrázek 1: Schéma laseru [8]

Z konstrukčního hlediska obsahují lasery stejné základní sestavení (viz Obrázek 1):

- 1) laserová hlavice (rám obsahující všechny aktivní prvky)
- 2) rezonátor (dutina uzavřená dvěma zrcadly obsahující aktivní látku)
- 3) laserové medium (průhledný, snadno buditelný materiál; plyn, kapalina, krystal, polovodič, plazma)
- 4) polopropustné zrcadlo (pokryté tenkým filmem kovu)
- 5) výstup paprsku
- 6) zdroj energie buzení
- 7) budící zařízení
- 8) chladicí systém
- 9) nepropustné zrcátko

Jak již z názvu vyplývá, principem laseru je stimulovaná emise. Elektron při absorbování kvanta energie přechází do excitovaného stavu - vyšší energetické hladiny. Z důvodu termodynamické nestability se však vrací zpět do původního stavu. Tento přestup do původní energetické hladiny, při kterém dochází k vyzáření fotonu (kvanta energie), nazýváme emisí. Emisi rozdělujeme na spontánní, kdy elektron přechází bez vnějšího působení, a na stimulovanou, kde dochází k nucenému pohybu interakcí fotonu s elektronem v excitovaném stavu. Výsledkem stimulované emise je vyzáření fotonu s identickým směrem a polarizací jako u fotonu, který přestup vyvolal. K termodynamické nestabilitě dochází v aktivním prostředí rezonátoru, který slouží jako kvantový zesilovač [8; 9; 10; 11].

Aktivním prostředím je nejčastěji válec či kvádr, jejichž osa je shodná s osou rezonátoru. Vzniklé záření pohybující se ve směru optické osy je zesilováno dvěma zrcadly (jedno odrazivé, druhé polopropustné), mezi kterými je proud fotonů usměrněn. V případě překročení mezní energie polopropustného zrcadla dochází k vyzáření paprsku. Aktivní prostředí jsou pevná kapalná či plynná a k jejich buzení je využíváno diod nebo výbojek. Paprsek opouštějící laser vstupuje do soustavy zrcadel a čoček, které jej dále usměrňují a fokusují na požadované místo [8; 9; 10; 11].

Lasery lze rozdělit do několika kategorií. Vysoká četnost druhů laserů je dána úzkou specifikací jednotlivých zařízení, a tedy jeho nízkou univerzálností. Lasery mohou být děleny do kategorií dle:

- použití
- aktivního prostředí (pevné, plynové, kapalinové, polovodičové)
- vlnové délky (submilimetrové. lasery viditelného pásma, rentgenové lasery, ultrafialové lasery, infračervené lasery)
- způsobu čerpání energie (opticky, elektricky, chemicky, tepelnými změnami, jadernou energií)
- druhu paprsku/režimu paprsku (kontinuální režim, pulsní režim, Q režim)
- výkonu (nízkovýkonné, vysokovýkonné)
- konstrukce (pevný laser + pohyblivý pracovní stůl, pevný laser + pohyblivý pracovní stůl, pohyblivý laser + pevný pracovní stůl, pevný laser + pevný stůl) [8; 9]

3.1 Diskové lasery

V současnosti je používáno hlavních pět typů laserů (Nd:(YAG), CO₂, diskový, vláknový a diodový), které se dále mohou dělit podle typu buzení či dalších parametrů. Každý z těchto typů má své výhody, nevýhody a typické aplikace. V Tabulce 2 je uveden základní přehled průmyslových laserů a jejich orientační základní parametry [12].

Tabulka 2: Základní přehled průmyslových laserů [12].

Laser	Vlnová délka [nm]	Buzení	Efek. ^a	Režim ^b	Výkon / Energie	Typické aplikace ^c	Údržba	Život. (h)
Nd:YAG	1064	LD	~7 %	CW	až 6 kW	Ř,S	ano	~10 000
				pulsní*	~ mJ@ns (~100 W)	Z,G		
		lampy	~3 %	pulsní*	~ J@ms (~600 W)	S,V		~1000
CO ₂	10 600	RF	~10 %	CW / pulsní	10 - 250 W	Z,G, Ř nk.	ano	~20 000
					až 5kW (Slab)	Ř,S		
		El.	~25 %		až 20 kW (průtočné)	Ř,S		--
Diskový	1070	LD	~15 %	CW	až 16 kW	Ř,S	ano	~10 000
Vláknový	1070	LD	~30 %	CW	až 80 kW	Ř,S	ne	~100 000
				QCW	~ J@ms (~1,2 kW)	Z,G,M		
				Pulsní	~ mJ@ns (~100 W)	Z,G,M		
Diodový	808 - 980	El.	~60 %	CW	až 10 kW	S,K,N	ne	~15 000

^a Efektivita (účinnost) přeměny elektrické energie na světelnou (optickou)

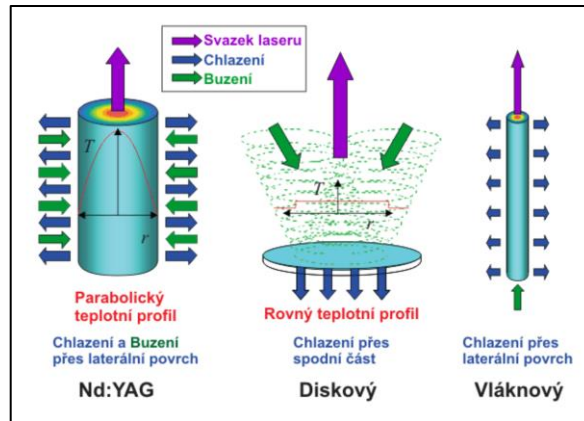
^b U pulsních laserů se udává energie v pulsu a doba pulsu, případně střední výkon (v závorce).

CW - kontinuální, QCW - kvazi kontinuální.

^c Ř – řezání, S - svařování, Z – značení, G – gravírování, K – kalení, N – nanášení vrstev, M- mikro-obrábění, nk – nekovů.

Buzení: LD - laserové diody, RF - radio frekvenčně, El. - elektricky (výboj, proud).

Nd:YAG, vláknový a diodový laser mají vlnovou délku ~1μm a jsou řazeny do kategorie pevnolátkových laserů. Aktivní prostředí je tvořeno maticí umělého YAG krystalu (*ytrium aluminium granát*) dopovaného ionty neodymu (Nd) nebo yterbia (Yb). Hlavním rozdílem mezi těmito lasery je samotná geometrie aktivního prostředí. Na Obr. 2 lze pozorovat, že u Nd:YAG laseru je aktivní prostředí tyčinka (délka 15 - 20 cm, průměr v řádu mm), u diskového je tvořeno tenkým diskem (průměr 10 mm, tloušťka 0,25 mm) a u vláknového laseru lze pozorovat dlouhé optické vlákno (délka v řádu m, průměr 50 - 300 μm). Jednou z hlavních výhod těchto tří typů je možnost vedení záření flexibilním optickým vláknem do požadovaného místa (proces svařování/obrábění) [12].



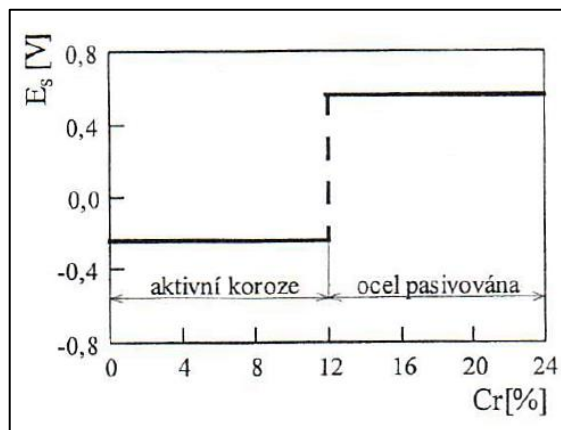
Obrázek 2: Geometrie aktivního prostředí Nd:YAG, diskového a vláknového laseru [12]

Hlavní výhodou diskových laserů je rovnoměrný teplotní profil po celém disku. Díky tomu lze dosáhnout vysokých výkonů (až 16 kW) s kvalitním výstupním svazkem (problém u Nd:YAG laserů). Dalšími důvody použití mohou být: eliminace zakřivení ploch způsobená tepelným namáháním, nízké požadavky čerpacích diod na světlost, změna výkonu při zachování vnitřních hustot energie (změna velikosti plochy průřezu paprsku) či eliminace zpětných odrazů hlubokou saturací [12; 13].

Mezi přední vývojáře diskových laserů lze zařadit firmu TRUMPF Praha, spol. s.r.o. Diskové lasery se používají pro výkonově náročné operace (svařování, řezání kovů). Jako nevýhody můžeme uvést menší účinnost a nižší životnost zařízení na rozdíl od vláknových laserů [12; 13].

4 Korozivzdorné oceli

Chemické nebo elektrochemické reakce na povrchu kovů a slitin jsou nejčastější příčinou korozního procesu. Materiál přechází do tzv. okysličeného stavu a dochází tak zpravidla k jeho znehodnocení. Fyzikálně metalurgická podstata korozní odolnosti tkví ve schopnosti pasivace materiálu, čímž dochází k výraznému zpomalení chemických a elektrochemických reakcí. Pasivace znamená vytváření tenkých oxidických povrchových vrstev, které jsou výsledkem reakcí s okolním prostředím. V případě železa tak dochází nejčastěji k tvorbě tří oxidů, jimiž jsou: Fe_2O_3 - hematit, Fe_3O_4 - magnetit a FeO - wüstid [14; 15].



Obrázek 3: Vliv legování chromem na pasivaci korozivzdorných ocelí [12]

Pro nejrůznější typy korozivzdorných ocelí je základním legujícím prvkem chrom, protože elektrochemický potenciál se při obsahu nad 12 % Cr skokově mění - viz Obr. 3, přičemž stálost ocelí se s rostoucím obsahem chromu zvyšuje. Princip pasivace slitin Fe s Cr je v absorbování elektronů železa chromem. Železo se stává pasivní ztrátou jednoho elektronu, přičemž chrom je při daném chemickém složení tento elektron schopen absorbovat [14].

Dalším významným legujícím prvkem korozivzdorných ocelí je nikl, který je elektrochemicky ušlechtilý, podporuje tvorbu oxidačních vrstev, zvyšuje odolnost vůči redukčním kyselinám a pozitivně ovlivňuje mechanické vlastnosti materiálu. A protože nikl je austenitotvorný prvek a chrom naopak rozšiřuje oblast feritu, jsou korozivzdorné oceli rozdělovány dle jejich struktury na: feritické, martenzitické, austenitické a austeniticko-feritické [14; 16].

Martenzitické oceli mají tetragonálně prostorově středěnou mřížku, která díky vysokému obsahu chromu (12 - 18) % vzniká i při malých rychlostech ochlazování. Obsah uhlíku se pohybuje od 0,1 do 1,5 %. Protože chrom také snižuje teplotu M_s , kalí se tyto oceli do oleje nebo na vzduchu a jsou označovány jako samokalitelné. Strukturu martenzitických ocelí tvoří při

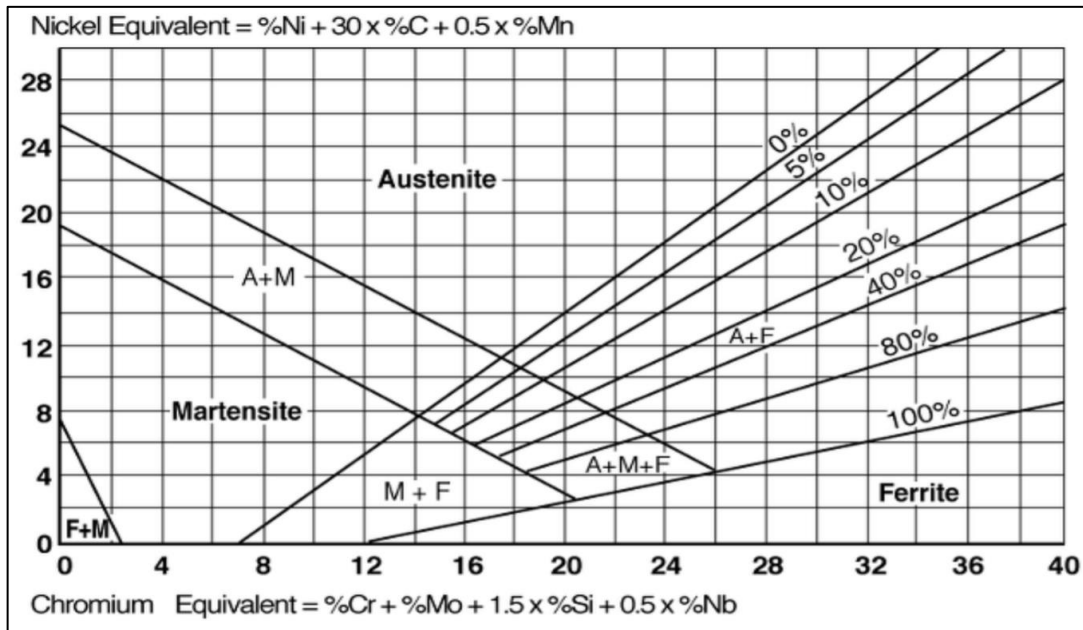
normální teplotě základní martenzitická fáze α' , přičemž obsah zbytkového austenitu či feritu nepřesahuje 10 %. Mezi tepelné zpracování martenzitických ocelí řadíme kalení a popouštění. Kalící teploty se nejčastěji pohybují v rozmezí (1000 - 1050) °C. Rozpuštění karbidů chromu a vzniku homogenní austenitické struktury je dosahováno dlouhým ohřevem. Kvůli popouštěcí křehkosti, ke které dochází při 450 - 550 °C, se martenzitické oceli (např. 0,08 - 0,20 %; 13 % C) popouštějí na teplotách kolem 700 °C [14; 15; 16].

Feritické oceli, obsahující nejčastěji obsah uhlíku pod 0,1 % a obsah Cr v rozmezí (13 - 30) %, jsou typické dobrou korozivzdorností a žárovou odolností, nižší nárazovou prací (<27 J) a vysokou vrubovou citlivostí. Motivací pro použití těchto ocelí je úspora niklu a vysoká chemická odolnost (při obsahu Cr od 25 do 30 %). K snižování plasticity feritických ocelí dochází kvůli zhrubnutí zrna nad teplotou 900 °C. Ke zkřehnutí dochází také při dlouhodobé výdrži na teplotách (500 - 800) °C či kolem 475 °C. Feritotvorné prvky Ti a Nb zamezují vzniku křehké fáze a také zvyšují svařitelnost. Pro zlepšení mechanických vlastností je využíváno plastické deformace za studena následované rekrytalizačním žháním (750 - 800) °C. Pro odstranění křehkosti se feritické oceli opakovaně zahřívají (na cca 775 °C, 15 - 20 min) a rychle ochlazují. Jiné tepelné zpracování se běžně nevyužívá [14; 15; 16].

4.1 Austenitické oceli

V případě korozivzdorných a žáruvzdorných ocelí dominuje produkce austenitických ocelí. Obohacení základní Fe-Cr báze niklem zvyšuje odolnost vůči elektrochemické a plynné korozi a dochází ke stabilizaci kubické plošně středěné mřížky (FCC). Legování dalšími prvky, jako jsou mangan, molybden a křemík, musí být správně vyvážené, aby bylo docíleno požadované austenitické struktury - viz Obr. 4: Schaefflerův diagram. Po vypočítání ekvivalentů chromu a niklu, jejichž rovnice jsou uvedeny na Obrázku 4, slouží Schaefflerův diagram pro rychlý odhad výsledné struktury. Jako základní typ austenitické korozivzdorné oceli můžeme označit ocel obsahující 0,08 % uhlíku, (9 až 19) % manganu, 18 % chromu, 9 % niklu s možnou kombinací příměsí dusíku až do 0,5 % jako náhrady za nikel (uhlíkový ekvivalent cca 20; ekvivalent niklu cca 15,9 - 20,9). Upravením obsahu uhlíku či legujících prvků lze zvyšovat celkovou korozní odolnost (odolnost proti mezikrystalové, bodové a šterbinové korozi), odolnost proti koroznímu praskání, mechanické vlastnosti, obrobitelnost či odolnost proti praskání svarů. Legování např. manganem či dusíkem má podobný účinek jako výše zmíněný nikel. Obecně jsou tyto oceli dobře tvářitelné, mohou být stabilní při nízkých teplotách a pevné při vyšších teplotách. Austenitické korozivzdorné oceli můžeme dále rozdělit podle chemického složení a podle struktury. Podle

chemického složení jsou děleny na chrom-niklové, chrom-manganové, chrom-mangan-niklové. Podle struktury je dělíme na austenitické a austenitickoferitické [1; 14; 16; 17; 18].



Obrázek 4: Schaefflerův diagram [16]

Austenitické korozivzdorné oceli vykazují v porovnání s martenzitickými a feritickými oceli vyšší celkovou korozní odolnost, které je docíleno vyšším obsahem chromu a niklu a legováním molybdenem, mědí a křemíkem. Nikl zvyšuje korozivzdornost v redukčních kyselinách, chrom v oxidačním prostředí. Proto je lze na rozdíl od chromových ocelí používat v pasivním i v aktivním stavu. Tyto oceli podléhají koroznímu praskání a při dlouhém setrvání na teplotách (500 - 950) °C se zvyšuje riziko mezikystalové koroze (kvůli vylučování karbidu Cr₂₃C₆). Díky legování (2 - 4,5) % molybdenem je zvýšena korozní odolnost vůči bodové štěrbinové korozi, kyselině chlorovodíkové a chloridovým iontům. Měď zvyšuje odolnost proti kyselině sírové a legování křemíkem je prováděno kvůli zvýšení odolnosti vůči kyselině dusičné [1; 14; 16; 17; 18].

Austenitické oceli jsou charakteristické nízkou mezí kluzu (190 - 250 MPa), stabilitou mechanických vlastností v širokém intervalu teplot a velmi dobrou svažitelností a ořezivzdorností. Kvůli jednofázové struktuře nelze ovlivnit mechanické vlastnosti tepelným zpracováním. Je využíváno deformace za studena a případně rekrytalizace kolem teploty 950 °C. Austenitické oceli jsou využívány konstrukčním materiálem i v oblasti jaderné energetiky. Teplotní rozsah použitelnosti je uváděn od -269 °C do 800 °C [1; 14; 16; 17; 18].

V experimentální části je použita korozivzdorná ocel s označením z americké normy AISI 304, nově značená dle ČSN 10088-1 1.4301 (X5CrNi 18-10). Tato ocel, spadající do kategorie austenitických chrom-niklových ocelí, je jednou z nejpoužívanějších korozivzdorných ocelí na trhu. Obecně jsou základní chrom-niklové oceli Cr18Ni10 legovány (2 - 4,5) % molybdenu pro zvýšení pasivace. Protože molybden je feritotvorný prvek, je snaha snižovat obsah chromu a naopak zvyšovat podíl austenitotvorného niklu. Dále je snížena horní hranice obsahu uhlíku do cca max. 0,07 %C pro zlepšení odolnosti vůči mezikrystalové korozi a v neposlední řadě mohou být tyto oceli stabilizovány titanem či niobem pro zajištění dobré svařitelnosti. Maximální rozpustnost uhlíku v austenitu chrom-niklových ocelí je 0,03 % a při tomto obsahu dosahují optimálních vlastností. V případě vyššího obsahu uhlíku jsou Cr-Ni oceli podrobeny rozpouštěcímu žíhání při 1050 °C a rychlému ochlazení. Rychlé ochlazení zapříčiní u ocelí s obsahem uhlíku 0,10 % potlačení vzniku karbidu a získání austenitické struktury. Vyšší obsahy uhlíku zhoršují svařitelnost materiálu a vznikající karbidy chromu vylučované na hranicích zrn v tepelně ovlivněné oblasti zvyšují riziko mezikrystalové koroze. Austenitické Cr-Ni jsou charakteristické mezí kluzu kolem 200 MPa při pevnosti (550 - 650) MPa, jsou houževnaté a tažnost dosahuje až 45 % [1; 14; 16; 17; 18].

Tabulka 3 - Mechanické vlastnosti oceli AISI 304 [16]

	E [MPa]	Rm [MPa]	Rp _{0,2} [GPa]	A ₈₀ [%]	Teplota tání [°C]
ocel AISI 304	195 · 10 ³	520 - 720	210	45	1398 - 1454

V Tabulce 3 jsou uvedeny mechanické vlastnosti oceli AISI 304. Z chemického složení je nutné zmínit obsah uhlíku max. 0,07 %, obsah chromu (17 - 19,5) % a nikl v rozmezí (8 - 10,5) %. Žíhací teplota je uváděna v rozmezí teplot (1000 - 1100) °C. Oceli mohou být zpevněny tvářením za studena nebo nevhodnými řeznými podmínkami při třískovém obrábění. Princip zpevnění spočívá v přetvoření austenitu na deformační martenzit. Ten zvyšuje pevnost, snižuje tažnost a materiál se stává magnetickým. Snižování podílu deformačního či zbytkového martenzitu je dosahováno žíháním, přičemž tyto strukturní změny neovlivňují korozní odolnost a svařitelnost materiálu. Ocel AISI 304, použitelná do teploty 400 °C, je kromě svařování vhodná pro ohýbání a ohraňování, použití ve vodě, vodní páře či vlhkém vzduchu a vzdoruje jedlým kyselinám a slabým organickým i anorganickým kyselinám. Díky všem těmto vlastnostem je ocel v průmyslu hojně využívána. Najdeme ji v potravinářském, chemickém, mlékárenském, pivovarnickém a vinařském, farmaceutickém a kosmetickém průmyslu, v architektuře a designu, ve zdravotnictví nebo v oblasti motorových vozidel [1; 16; 17; 18].

Na závěr kapitoly jsou v Tabulce 4 shrnuty legující prvky a jejich vliv na vlastnosti korozivzdorných austenitických ocelí [1; 14; 16].

Tabulka 4: Legující prvky ocelí [1; 14; 16]

Chrom	Zásadní přísada pro zajištění pasivovatelnosti ocelí a jejich odolnosti proti oxidaci. S rostoucím obsahem chromu se zvyšuje korozní odolnost v oxidačních prostředích.
Nikl	Za normální teploty austenitotvorný prvek, zvyšuje korozní odolnost v redukčních kyselinách.
Mangan	Austenitotvorný prvek, může nahradit dražší nikl, zhoršuje obrobitelnost. Při koncentraci nad 3 % snižuje sklon praskání svarů.
Dusík	Silně austenitotvorný prvek (jako uhlík). Zvyšuje pevnostní hodnoty a spolu s molybdenem zvyšuje odolnost proti bodové a štěrbinové korozi.
Křemík	V koncentraci 3 až 4 % odstraňuje náchylnost k mezikrystalické korozi a zvyšuje odolnost proti korozi ve vroucí kyselině dusičné. Může vyvolat praskavost svarů.
Molybden	Ve všech prostředích kromě vroucích roztoků kyseliny dusičné zvyšuje odolnost proti korozi, zvyšuje žárovevnost a podporuje vylučování intermediálních fází. Je feritotvorný prvek a v případě použití je nutné zvýšit obsah niklu nebo jiného austenitického prvku pro zachování austenitické struktury.
Měď	Silně austenitotvorný prvek zvyšující korozní odolnost v prostředích kyseliny sírové, zlepšuje obrobitelnost. Používá se k legování vytvrditelných ocelí.
Titan, Niob	Ti a Nb jsou karbidotvorné prvky (díky vysoké afinitě k uhlíku tvoří v ocelích karbidy) a snižují tak obsah uhlíku v matici, čímž dochází ke stabilizaci ocelí. Oba prvky mají rovněž vysokou afinitu k dusíku. Přidávají se do vytvrditelných ocelí.
Hliník	Prvek zvyšuje žáruvzdornost. S niklem tvoří intermediální fáze, používány k precipitačnímu vytvrzení.
Síra, selen, fosfor, olovo	Prvky zvyšující obrobitelnost a snižující korozní odolnost.
Bór	Bór zvyšuje tvářitelnost a žárovevnost. Při vyšších koncentracích se však tvářitelnost zhoršuje a oceli jsou více náchylnější k praskání svarů.

5 Nitinol

V posledních letech patří slitiny s tvarovou pamětí mezi žádané a intenzivně zkoumané materiály, a to kvůli jejich jedinečným funkčním vlastnostem jako jsou efekt tvarové paměti, superelastické chování, vysoký poměr pevnosti ku hmotnosti, biokompatibilita a korozní odolnost. Nitinol je jedním z neznámějších a nepoužívanějších zástupců slitin s tvarovou pamětí (SMAs - shape memory alloys). Tato slitina byla objevena již v roce 1963 v USA v laboratoři Naval Ordnance Laboratory. Místo objevení je ukryto v samotném názvu slitiny (nitinol - Nickel Titanium Naval Ordnance Laboratory). Jedná se tedy o slitinu s přibližně ekvatomárním složením niklu a titanu [1; 19; 20; 21].

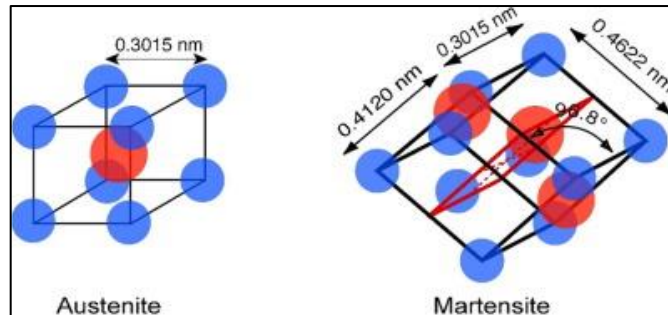
Slitiny s tvarovou pamětí nacházejí své uplatnění zejména v biomedicíně, automobilovém průmyslu či v letectví a kosmonautice. Mezi další zástupce SMAs řadíme kromě nitinolu slitiny Cu-Al, Au-Cd, Cu-Zn nebo Fe-Mn. Intenzivní výzkumy ukazují, že jedním z problémů SMAs je jejich svařování či spojování s jinými materiály související s degradací a ztrátou jejich unikátních mechanických vlastností. [1; 19; 20; 21].

5.1 Vlastnosti nitinolu

Tabulka 5: Fyzikální vlastnosti nitinolu [19; 22]

Hustota [kg/m³]	6500
Teplota solidu [°C]	1240
Teplota likvidu [°C]	1310
Tepelná vodivost [W.m⁻¹.°C⁻¹]	M - 8,5
	A - 18
Koef. teplotní roztažnosti [10⁻⁶.°C⁻¹]	M - 6,6
	A - 11
Měrná tepelná kapacita [J.kg⁻¹.°C⁻¹]	0,84
Youngův modul pružnosti E [GPa]	M - 40
	A - 75
Pevnost v tahu [MPa]	1100 - 1500
Tažnost A [%]	5 - 50

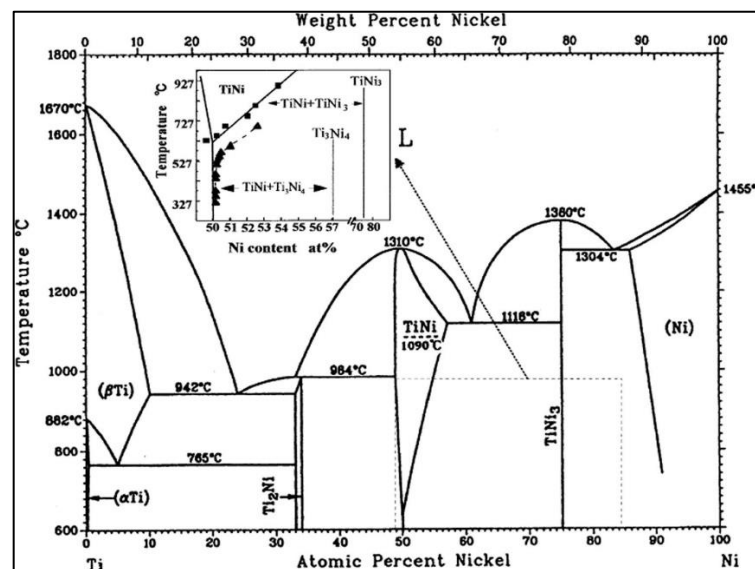
V Tabulce 5 jsou uvedeny fyzikální vlastnosti nitinolu. Dvě stabilní fáze (M - martenzitická, A - austenitická) způsobují značný rozptyl některých hodnot. Rozsah pevnosti v tahu závisí na chemickém složení a tepelném zpracování [1; 2; 19; 21].



Obrázek 5: Krystalické mřížky nitinolu

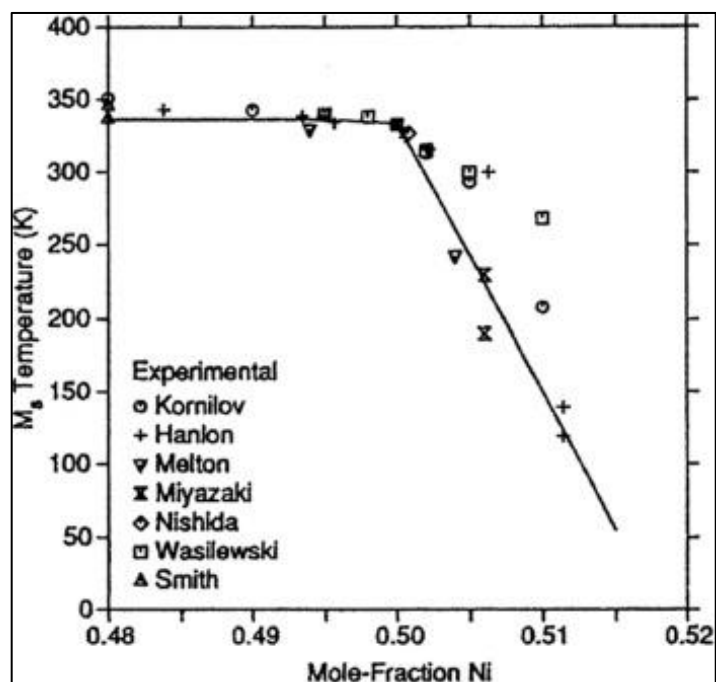
Tvarová paměť a superelastické chování závisí s vratnou fázovou transformací v tuhém stavu - tzv. martenzitickou transformací. Tato bezdifúzní transformace je způsobena teplotou nebo pokud je materiál vystaven napětí. SMAs mají obecně dvě hlavní fáze: martenzitickou fázi - nízkoteplotní a austenitickou fázi - vysokoteplotní. Jejich krystalické mřížky jsou zobrazeny na Obr. 5. Pokud je materiál ochlazován z austenitické fáze s mřížkou B2, začne na teplotě značené M_s transformovat na martenzit do mřížky B19. Ukončení této takzvané přímé transformace značí teplota M_f . Při proměně krystalické mřížky, které dosahuje rychlosti zvuku, se uplatňuje princip dvojčatění. V opačném případě nepřímé transformace je materiál ve fázi martenzitu zahříván, transformace na austenit začíná na teplotě A_s a končí při teplotě A_f . Proto jsou teploty M_s M_f A_s A_f významnými charakteristikami SMAs [1; 2; 19; 21].

Kromě martenzitické a austenitické fáze může nitinol vytvářet další intermediální tzv. R - fáze s romboedrickou krystalickou mřížkou. Ty jsou termodynamicky stabilní mezi martenzitem a austenitem při konkrétních teplotách a daném napětí. V materiálu se objevují, pokud byl například tvářen za studena a má vysokou hustotu dislokací nebo pokud došlo k tepelnému zpracování a výskytu precipitátů bohatých na nikel [1; 2; 19; 21].



Obrázek 6: Binární diagram Ti-Ni [23]

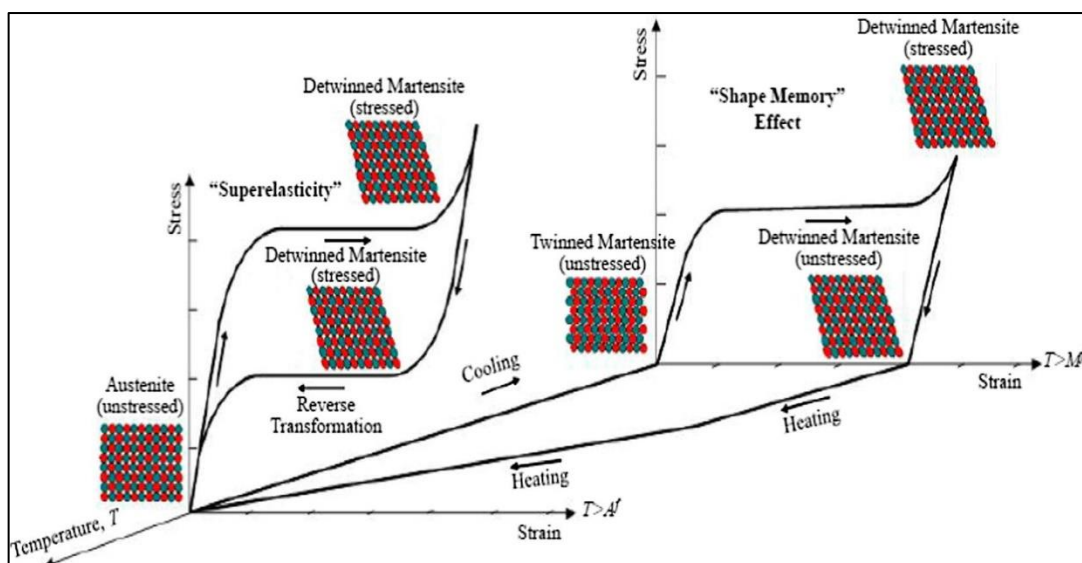
Obr. 6 znázorňuje binární diagram Ti - Ni. Lze pozorovat, že NiTi je lineární sloučeninou až do teploty 1116°C. Nad touto teplotou vidíme určitou rozpustnost, která převažuje na straně Ni. Dále můžeme pozorovat precipitáty Ti_2Ni , Ni_3Ti , Ni_3Ti_2 a Ni_4Ti_3 , jejichž důsledkem může být vytvoření výše komentované R-fáze. Precipitáty Ni_3Ti , Ni_3Ti_2 a Ni_4Ti_3 se vytváří v případě, že je slitina bohatší na nikl, v případě, kdy je ve slitině obsažen větší podíl titanu, může vznikat precipitát Ti_2Ni . Chemické složení slitiny ovlivňuje hodnotu transformačních teplot a tím funkční vlastnosti materiálu. Na Obr. č. 7 můžeme vidět, že nitinol bohatší na nikl výrazně snižuje transformační teplotu M_s . Zvyšováním podílu titanu se hodnota transformační teploty v podstatě nemění [1; 2; 19; 21].



Obrázek 7: Vliv niklu na transformační teplotu nitinolu [2]

5.2 Efekt tvarové paměti a superelasticitu

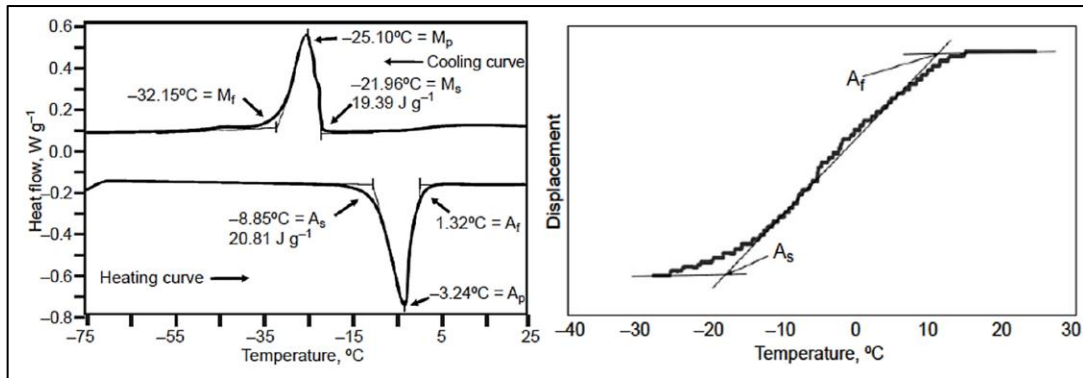
SMA s jsou schopné absorbovat plastickou deformaci a zahřátím se vrátit do svého původního tvaru. Kromě nitinolu, zástupce ze skupiny Ni-Ti slitin, je efekt s tvarovou pamětí uváděn u slitin Cu-Al, Au-Cd, Cu-Zn či Fe-Mn, jejichž využití však není rozsáhlé jako u nitinolu, a to z důvodu nižších dosahovaných hodnot mechanických vlastností [1; 2; 19; 21].



Obrázek 8: 3D diagram znázorňující efekt tvarové paměti a superelastické chování NiTi [2]

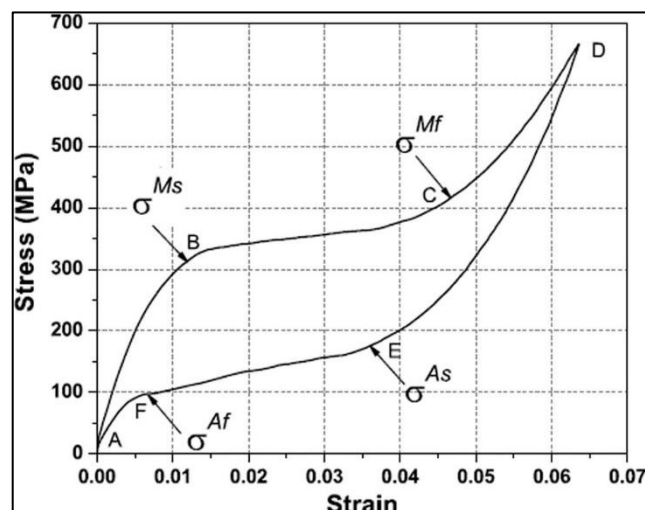
Na prostorovém grafu (Obr. 8), jehož osy tvoří teplota, napětí a prodloužení, je vpravo znázorněn průběh tvarové paměti (shape memory effect). Vyžíhané součásti do požadovaných tvarů jsou v austenitické vysokoteplotní fázi. Ochlazováním dochází k martenzitické transformaci austenitu na dvojčatový martenzit (twinned martensite), jehož struktura je tvořena zlomy s různou orientací v atomových rovinách. Zatížením dochází k reorientaci do jednoho směru, vzniká takzvaný deformovaný martenzit (detwinned martensite). Nedochozí však k plastické deformaci a s ní spojené dislokaci kovové mřížky. Obnovení do původního tvaru dochází zpětnou transformací na austenit za dobu přibližně 0,2 s. K makroskopické změně tvaru dochází i přesto, že martenzitická transformace probíhá na vzdálenost kratší, než je vzdálenost jednotlivých atomů [1; 2; 19; 21].

Transformační teploty se pohybují v rozmezí od $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $110\text{ }^{\circ}\text{C}$. Teploty je možno ovlivnit chemickým složením slitiny, zejména obsahem niklu či dalšími prvky jako měď a niob, nebo tepelným zpracováním. U nitinolových medicínských pomůcek je nutné tyto teploty přesně stanovit, proto je materiál podroben diferenciální skenovací kalorimetrii (DSC) a ohybovým BFR testům (bend and free test). Výsledkem DSC, při které je zkoumáno absorbované teplo malého množství materiálu ($> 50\text{ mg}$) je křivka - viz Obr. 9. Materiál (při pokojové teplotě v austenitickém stavu) je zahříván a ochlazován takovým způsobem, aby v něm proběhly strukturální změny. V případě BFR testu, zobrazeném na Obr. 9, je zkoumán podíl obnoveného původního tvaru až do konečné teploty A_f . V tomto případě byl vzorek ochlazen do martenzitické struktury, deformován a následně zahříván. DSC metoda se většinou využívá pro vyhodnocení surových materiálů a ingotů. Zpracované produkty procházejí pro zjištění teploty A_f BFR testem [1; 2; 19; 21; 22].



Obrázek 9: DSC křivka a záznam z BFR testu [19; 24]

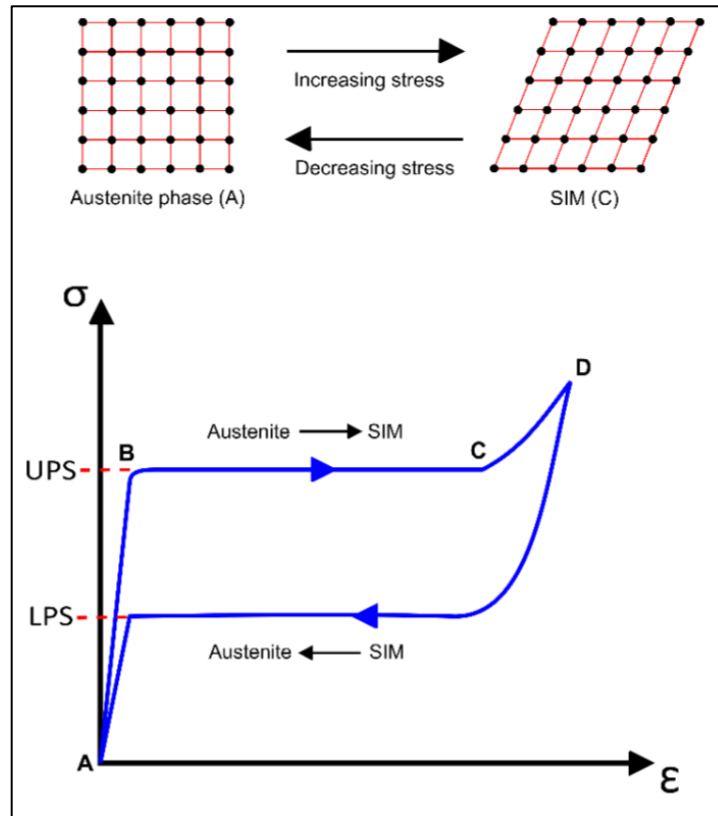
V případě vystavení nitanolu teplotě nad A_f a napětí, dochází k přeměně austenitické fáze na martenzit vyvolaný napětím (tzv. SIM - stress induced martensite). Tato transformace značí superelastické (pseudoeelastické) chování nitanolu, jehož typický průběh napětí a deformace je znázorněn na Obr. 10. Takovéto chování je podobné lidským kostem, šlachám nebo vlasům, které mohou být zatěžovány až 10 % deformací [1; 2; 19].



Obrázek 10: Superelastické chování nitanolu [2]

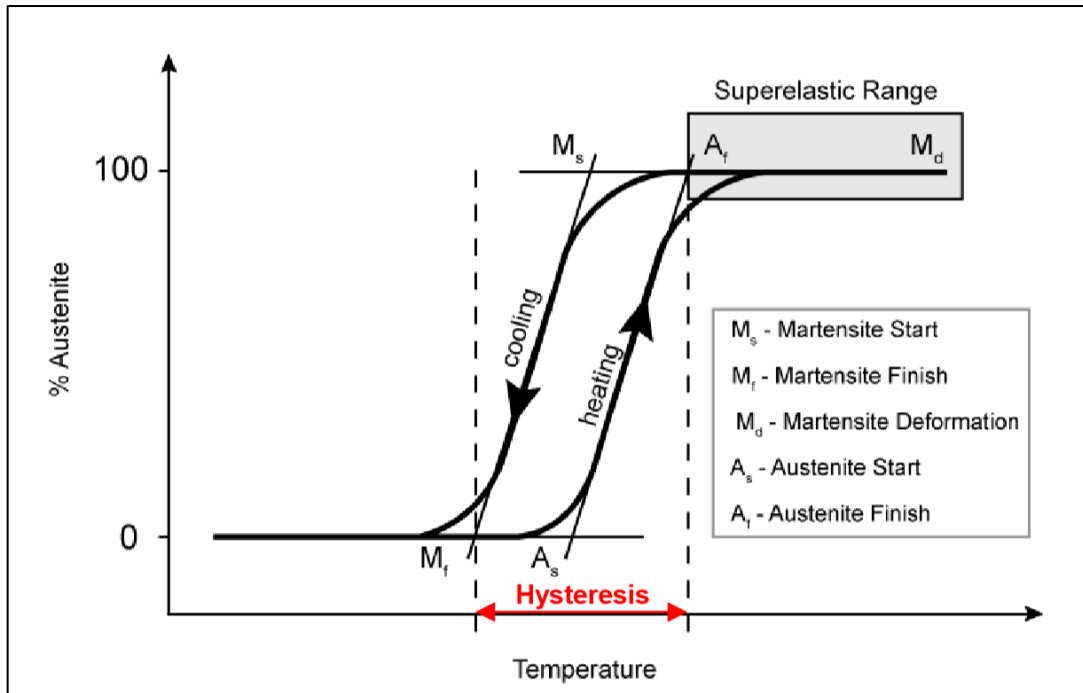
Průběh je rozdělen písmeny A až F. Téměř přímkový úsek A-B značí začátek zatěžování nitanolu, který je v austenitické fázi elasticky deformován. Po dosažení horního pseudoeelastického plata (UPS - Upper Plateau Stress) probíhá fázová transformace austenitu na výše zmíněný deformačně indukovaný martenzit. Můžeme pozorovat značný nárůst deformace bez navýšení napětí - viz úsek B-C. V rozmezí C-D probíhá elastická deformace martenzitu. Po odlehčení dochází ke změně deformačně indukovaného martenzitu zpět na austenit při hodnotě napětí označované jako dolní pseudoeelastické plato (LPS - Lower Plateau Stress), jehož hodnota je nižší než UPS. Rozdíl mezi UPS a LPS je nazýván jako mechanická hystereze, jejíž příčinou je vnitřní tření a defekty krystalové mřížky. Na Obr. 11 je zobrazena závislost velikostí napětí UPS

a LPS, jejichž hodnota roste s každým stupněm celsia o 3 až 20 MPa (závisí na zpracování a chemickém složení slitiny). Čím více překračuje teplota hodnotu A_f , tím více je austenitická fáze stabilnější. Materiál ztrácí stabilitu (superelastické vlastnosti) při takzvané teplotě martenzitické deformace M_d kolem $80\text{ }^\circ\text{C}$ nad A_f a stává se elastickoplastickým [1; 2; 19; 21].



Obrázek 11: Mechanická hystereze nitinolu [22]

I přesto, že nitinol je schopen dosahovat elastické deformace až 8 %, se vždy objevuje určité procento trvalé zbytkové deformace, jejíž velikost je závislá zejména na předchozím tepelně-mechanickém zpracování. Z Obr. 12 je patrný rozdíl teplot fázových transformací při ohřevu a při ochlazování. V případě nitinolu používaného v lékařství se rozdíl mezi teplotami A_f a M_f pohybuje v rozsahu 20 až 30 $^\circ\text{C}$. Tato takzvaná teplotní hystereze úzce souvisí s mechanickou hysterezí a její hodnota roste s rostoucí mechanickou hysterezí [1; 2; 19; 21; 22].



Obrázek 12: Teplotní hysterezi nitinolu [22]

Přestože bývají superelastická a efekt tvarové paměti diskutovány odděleně, úzce spolu souvisejí. Je očekáváno, že slitina s tvarovou pamětí má superelastický charakter a naopak. Vždy však záleží na teplotě a aplikovaném napětí. Hodnotu kritického napětí pro transformaci martenzitu popisuje vztah (2), kde σ – aplikované napětí, T – teplota, ΔS – změna entropie, ϵ - prodloužení [1; 2].

$$\frac{d\sigma}{dT} = -\frac{\Delta S}{\epsilon} \quad (2)$$

Zvýšením teploty je tedy třeba většího napětí. Naopak kritické napětí vyvolá plastickou deformaci, která se snižuje s rostoucí teplotou. Může nastat situace, kdy za dané teploty nastane kritické napětí dříve, než je materiál schopen elasticity. Hodnota kritického napětí se pro danou teplotu mění změkčením či vytvrzováním materiálu [1; 2].

5.3 Biokompatibilita

Význam slova biokompatibilita lze vysvětlit jako akceptování implantátu okolními tkáněmi a obecně těla jako celku. Závisí na konkrétním umístění implantátu v těle, na chemickém složení a v neposlední řadě na geometrii samotné součásti. V případě zavedení cizího tělesa do lidského těla nastává přirozená odmítavá reakce organismu. Může se jednat o mírná podráždění, záněty, prudké reakce, v některých případech i úmrtí. Za biokompatibilní materiál tedy můžeme označit takový, který způsobuje minimální stupeň odmítavé reakce těla.

Důležitým aspektem jsou také produkty chemických reakcí implantátu a tělních tekutin, které nesmí porušit funkci okolní tkáně. [1; 20; 25].

Dle biologické tolerance můžeme biokompatibilní materiály rozdělit do následujících kategorií: biotolerantní materiály (tolerance materiálu z pohledu živé tkáně), bioinertní materiály (biologicky neaktivní materiály) a bioaktivní materiály (biologicky aktivní materiály ve snaze dosažení vyššího stupně biokompatibility). Další samostatnou skupinu tvoří biodegradabilní materiály, které v organismu postupně ustupují živé tkáni a po určitém čase se rozkládají. V Tabulce 6 jsou rozděleny implantáty do skupin dle materiálu a jeho použití [25].

Tabulka 6: Rozdělení biomateriálů [25]

Rozdělení biomateriálů	
Materiály	Hlavní použití
Kovy a slitiny	
316L korozi-vzdorná ocel	Fixace zlomenin, stenty, chirurgické nástroje
CP-Ti, Ti-Al-V, Ti-Al-Nb, Ti13Nb-13Zr, Ti-Mo-Zr-Fe	Kostní a kloubní náhrady, fixace zlomenin, dentální implantáty, srdeční stimulátory
Co-Cr-Mo, Cr-Ni-Cr-Mo	Kostní a kloubní náhrady, dentální implantáty, dentální náhrady, srdeční chlopně
Ni-Ti	Kostní štítky, stenty, ortodontická vedení
Slitiny zlata	Dentální náhrady
Slitiny stříbra	Antibakteriální látky
Amalgámy Hg-Ag-Sn	Zubní náhrady
Keramika a sklo	
Oxid titaničitý	Kloubní náhrady a dentální implantáty
Oxid hlinitý	Kloubní náhrady a dentální implantáty
Oxid zirkoničitý	Kloubní náhrady
Fosforečnan vápenatý	Kostní opravy a rozšíření, krycí povlaky na kovech
Bioaktivní sklo	Kostní náhrady
Porcelán	Zubní náhrady
Uhlík	Srdeční chlopně, dentální implantáty
Polymery	
Polyethylen	Kloubní náhrady
Polypropylen	Sutury
PET	Cévní protézy, stehy
Polyamidy	Stehy
PTFE	Cévní protézy, rozšíření měkké tkáně
Polyestery	Cévní protézy, systémy na doručování léků
Polyuretany	Zařízení pro kontakt s krví
PVC	Tubičky, dutiny
PMMA	Dentální náhrady, nitrooční čočky, kloubní náhrady (kostní pojivo)
Silikony	Náhrady měkké tkáně, oční lékařství
Hydrogely	Oční lékařství, systémy na doručení léků
Kompozity	
BIS-GMA-Křemenné/křemičité výplně	Dentální náhrady
PMMA-Skleněné výplně	Dentální náhrady (dentální pojiva)

Nitinol na svém povrchu vytváří pasivační oxidickou vrstvu oxidu titaničitého (TiO₂), která je výsledkem reakce iontů titanu s kyslíkem. Právě tato vrstva zajišťuje biokompatibilitu NiTi, protože zamezuje difúzi atomů niklu do těla, zajišťuje korozní odolnost povrchu a snižuje riziko srážení krve na povrchu implantátu [1; 20; 21; 25].

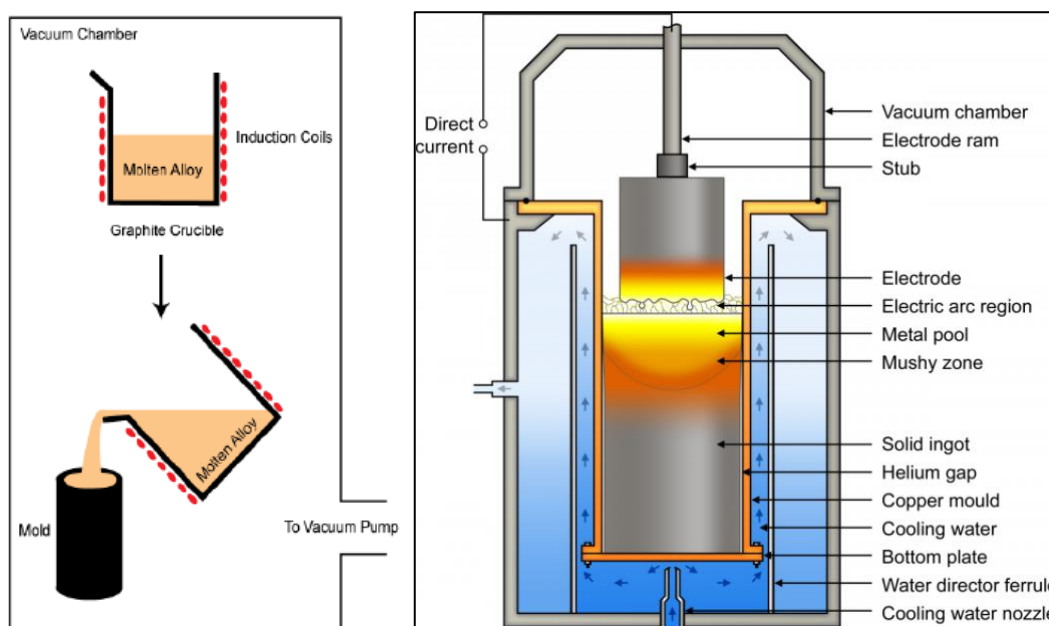
5.4 Výroba nitinolu

Volba výrobního procesu a výchozích materiálů pro tavení ingotů nitinolu je nejdůležitějším aspektem pro výslednou požadovanou čistotu materiálů a dosažení mechanických vlastností. Mezi dvě nejpoužívanější metody pro tavení nitinolu řadíme vakuové obloukové přetavování (VAR) a vakuové indukční tavení (VIM) [19; 22; 26].

V případě metody VIM je využíváno grafitového kelímku. Titan a nikl jsou taveny díky působení elektrického proudu, který indukuje střídavé magnetické pole zahřívající materiál. Zároveň dochází k samovolnému promíchávání tavby [19; 22; 26].

Metoda VAR využívá vodou chlazený měděný kelímek, ve kterém jsou nikl a titan elektrodami. Ty jsou roztaveny působením elektrického oblouku. Tavenina se hromadí na dně kelímku a takto vyrobený ingot nitinolu bývá opět použit jako elektroda v dalším tavícím procesu za účelem dosažení vyššího stupně čistoty [19; 22; 26].

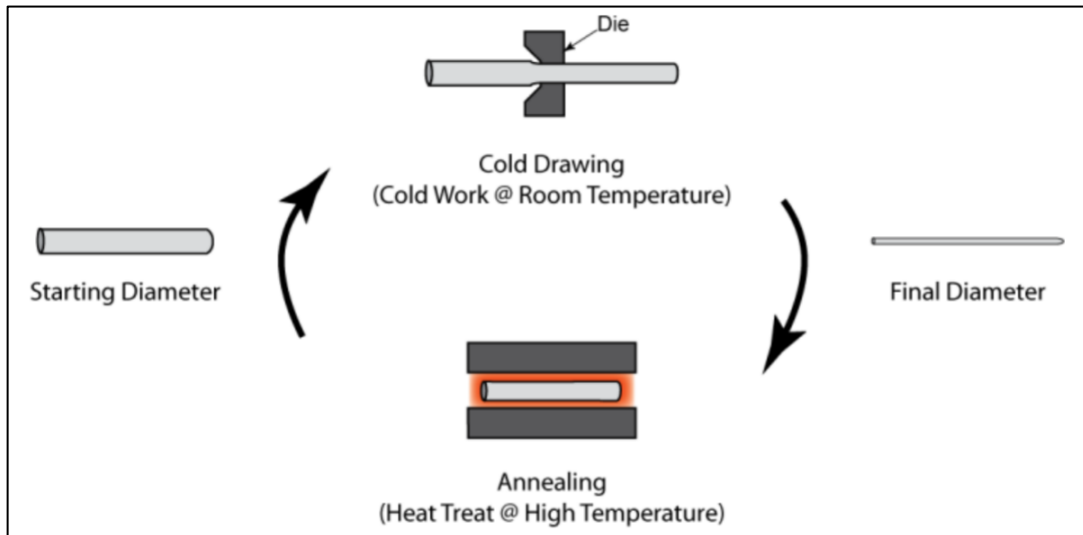
Tyto dvě metody bývají kombinovány. Pro dosažení vyšší čistoty je nejdříve vstupní materiál roztaven ve vakuové indukční peci a následně obloukově přetaven. Schéma metod VIM a VAR je zobrazeno na Obr. 13 [19; 22; 26].



Obrázek 13: Výrobní metody VIM a VAR [19; 27]

Takto zhotovený ingot nitinolu je křehký a pro dosažení čisté struktury a požadovaných funkčních vlastností je nutné materiál rafinovat. Polotovary jsou dále válcovány za tepla - výroba tyčí a plechů. Teplota válcování se pohybuje v rozmezí (600 - 800) °C. Pro dosažení požadovaného průměru bývají tyče dále několikanásobně protahovány za studena

s mezioperačním žíháním - viz Obr. 14. Na závěr jsou výrobky tepelně zpracovány v upínacím přípravku pro „uložení“ požadovaného tvaru. Toto tepelné zpracování probíhá při teplotách 450 - 550 °C po dobu 1 - 5 minut [19; 22; 26].



Obrázek 14: Schéma protahování drátů [22]

Tvarová paměť a superelasticitu nitinolu se odvíjí od přesnosti chemického složení a mikrostruktury materiálu. Klíčovými faktory pro dosažení těchto parametrů jsou precizní kontrola samotného chemického složení a správná volba tepelného zpracování. Zpracování nitinolu běžnými konvenčními metodami není možné z důvodu výskytu kyslíku, dusíku a uhlíku, které zapříčiní tvorbu tvrdých inkluzí. Ty výrazně snižují únavovou odolnost materiálu. Nitinolové ingoty je nutné tavit v inertním prostředí [19; 22; 26].

U efektu tvarové paměti se hovoří o navrácení součásti do původního uloženého tvaru. V případě nitinolových drátů se uložením do tvaru rozumí nastavení a zapamatování specifické a často složité geometrie. Materiál je opatrně zatížen do požadované pozice nejčastěji pomocí trnu nebo upínacích přípravků. Následuje specifické tepelné zpracování pro uložení tvaru, které probíhá nejčastěji nad teplotou 500 °C. Teplota a výdrž závisí na konkrétním chemickém složení materiálu, na požadovaných mechanických vlastnostech a na složitosti požadované geometrie. V případě velké složitosti součásti či zvýšeného rizika výskytu lomů materiálu je tento proces realizován vícenásobnými operacemi a je zakončen rychlým ochlazením ve vodě pro zamezení stárnutí a snížení variability operace. Možnosti tepelného zpracování: ponoření do roztavené solné lázně, zpracování vzduchem z pece, zpracování ve vytápěné formě (Heated Die) či zpracování ve vzduchové konvenční peci [19; 22; 26].

Povrch nitinolu významně ovlivňuje jeho biokompatibilitu (viz kapitola 4.3). Mezi nejčastější povrchové úpravy patří pasivace, která zvyšuje odolnost povrchu proti elektrochemickým korozním reakcím a zabraňuje difúzi nežádoucích iontů. Pasivace se nejčastěji provádí chemickou reakcí s roztokem kyseliny dusičné. Mezi další časté úpravy řadíme mechanické leštění pro zajištění požadované drsnosti povrchu. U lékařských nástrojů je dnes hojně využíváno aplikace silikonu, který dosahuje výborné biokompatibility a na povrchu snižuje trombogenní potenciál [19; 22].

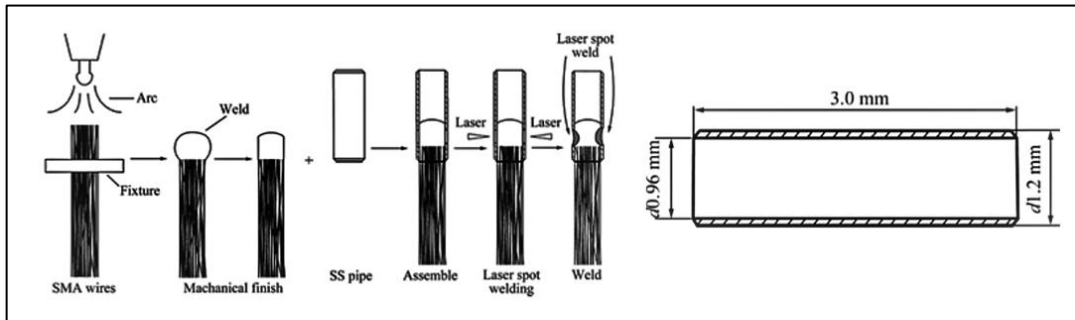
Jedním z předních výrobců nitinolu je Fort Wayne Metals , který dodává superelastický nitinol s transformačními teplotami mezi -15 a 22 °C. Hlavní využití nachází v lékařství. V sortimentu se dále nachází nitinol s tvarovou pamětí, jehož transformační teploty se pohybují od 22 do 80 °C. Fort Wayne Metals dodávají zejména nitinolové dráty s průměrem od $0,02$ do $5,1$ mm. Zákazník si dále může vybrat mezi nejrůznějšími stavy povrchu:

- 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 [19; 22]

5.5 Svařitelnost nitinolu s korozi-vzdornou ocelí

Spojení TiNi s korozi-vzdornou ocelí je v poslední době velmi intenzivně zkoumané téma. Z nejrůznějších experimentů bylo získáno mnoho užitečných informací pro spojení těchto dvou materiálů pomocí difúzního svařování, třecího svařování, pájení, mikroplazmy, kondenzátorového výboje či laserového paprsku. Bylo popsáno, že YAG laser je účinný pro mikro svařování v důsledku nízkého a přesného tepelného příkonu, tvorby malé tepelně ovlivněné oblasti, nízkého zbytkového napětí a přesné geometrie svaru a vysoké rychlosti svařování. Je příznivý pro výrobu menších zdravotnických prostředků se složitými tvary. Zprávy v publikované literatuře týkající se laserového mikro svařování TiNi a korozi-vzdorné oceli nejčastěji prezentují neuspokojivé mechanické vlastnosti svarů zejména kvůli tvorbě křehkých intermetalických sloučenin (TiFe_2 , TiCr_2 atd.). V případech, kde byl TiNi svařován přímo na ocel. Proto přidání vhodných kovových prvků může být dostupnou metodou pro úpravu chemického složení svaru a zlepšení mechanických vlastností spoje [28].

V článku „Welding of shape memory alloy to stainless steel for medical occluder“ jsou svařovány nitinolové drátky s trubicí z korozivzdorné oceli za vytvoření lékařského okluzoru. Postup experimentu vystihuje Obr. 15 [29].



Obrázek 15: a) Svařování NiTi+SS metodami TIG a laserovým paprskem, b) rozměry trubky [29]

Třicet nitinolových drátků o průměru 0,1 mm bylo na konci svařeno metodou TIG (proud 10 A). Vzniklý kulový svar byl mechanicky zarovnán pilníkem a vložen do ocelové trubky z oceli 316L (rozměry viz Obr. 15 b)). Následovalo bodové spojení laserovým paprskem o výkonu 1,1 kW, doba svařování 0,5 ms [29].

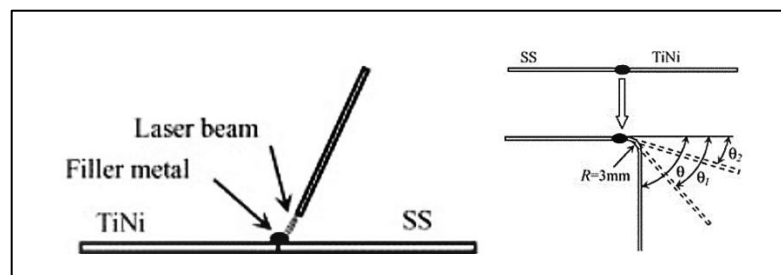
Spot No.	w(Ti)/%	w(Ni)/%	w(Fe)/%	w(Cr)/%	w(C)/%	Possible phase
1	24.014	40.285	24.910	5.158	5.543	
2	16.825	23.529	44.418	11.625	3.602	
3	17.352	28.144	42.906	10.111	1.487	
4	10.678	14.014	57.825	16.083	1.152	
5	25.481	28.429	36.113	8.612	1.365	
6	37.648	55.521	4.942	0.738	1.152	Ni ₃ Ti+ (Fe,Ni)Ti
7	7.824	14.500	60.229	15.417	1.926	
8	42.554	56.315	0.109	0.021	1.001	NiTi
9	53.764	41.946	0.022	0.000	4.269	TiC+NiTi
10	40.029	59.055	0.029	0.000	0.887	NiTi
11	42.349	56.517	0.023	0.000	1.111	NiTi

Obrázek 16: Výsledky kvantitativní analýzy [29]

Obrázek 16 shrnuje výsledky kvantitativní analýzy z jedenácti bodů měření. Místa s označením 1, 2, 3 a 7 se nacházejí na straně z oceli. Měření na bodech 1, 2 a 3 však ukazuje, že obsahy Ti a Ni jsou mnohem vyšší než nominální složení základního kovu z korozivzdorné oceli. Zejména v místě 1 bylo detekováno 24 % Ti a 40 % Ni. Naopak v místě 7 lze pozorovat vyšší obsahy Ti a Ni v místě 7, naopak obsah Fe a Cr je nižší než nominální složení SS. Místa 4, 5 a 6 se nacházejí na rozhraní obou materiálů, přičemž bod 4 je blíže k oceli a naopak bod 6 se nachází

v blízkosti NiTi. Z obrázku je patrné, že obsah Ti a Ni vzrostl, ale obsah Fe a Cr se snížil z bodu 4 na místo 6 tepelně ovlivněnou oblast. Tato změna složení odráží charakter difúzních pochodů na hranici spoje. Podle výsledků kvantitativní analýzy a ternárního fázového diagramu Fe – Ni – Ti lze odvodit, že se bod 6 skládal hlavně z intermetalických sloučenin Ni – Ti a Fe – Ti, jako je Ni_3Ti + (Fe, Ni) Ti. Místa 8, 9, 10 a 11 se nacházejí ve slitině NiTi, takže v této oblasti byla detekována většina Ti a Ni. Díky obsahu uhlíku můžeme tvrdit, že v místě 9 se materiál skládal z NiTi a karbidu TiC [29].

Autoři textu „*Effects of laser brazing parameters on microstructure and properties of TiNi shape memory alloy and stainless steel joint*“ zkoumali vliv parametrů laserového pájení (Obr. 17 a)) na mikrostrukturu a vlastnosti spoje TiNi a korozivzdorné oceli se zaměřením na zónu ovlivněnou teplem. Účelem výzkumu bylo odhalit vztah mezi mikrostrukturou a vlastnostmi svaru a poskytnout určitý základ pro výběr správných parametrů pájení laserem a zlepšení vlastností spoje. Dále byla také zkoumána odolnost spojů proti korozi. Pro experiment byly použity dráty slitiny TiNi (Ti50,2Ni49,8 at%) a korozivzdorné oceli (S32100) o rozměrech 50 x 0,55 x 0,40 mm [30].

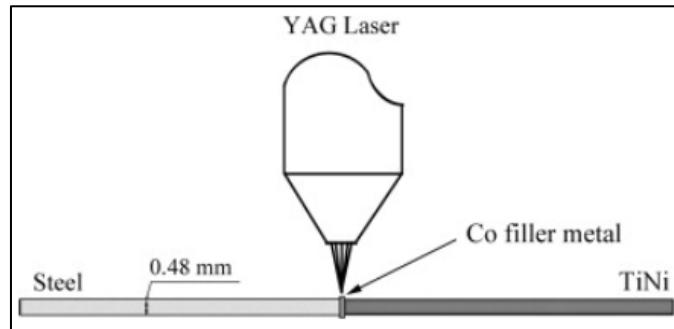


Obrázek 17: a) schéma pájení laserem, b) zkouška obnovení tvaru NiTi [30]

Z výsledků byla technologie pájení označena jako vhodná metoda pro spojování slitin TiNi s ocelí za použití pájky 52 % Ag, 22 % Cu, 18 % Zn a 8 % Sn (hm.%). Odolnost vůči korozi laserem pájeného spoje v umělých slinách je výrazně lepší než odolnost samotné pájky a je téměř shodná s odolností základního materiálu. Korozivzdornost v umělých slinách závisí na hodnotách pH roztoků. Čím nižší jsou hodnoty pH roztoků, tím vyšší je rychlost ztráty korozní hmoty. Stejně jako v předchozím článku byly zkorodované vzorky podrobeny měření tvarové paměti (ohybový test - Obr. 17 b)) a pevnosti v tahu. Tyto mechanické vlastnosti materiálu nebyly korozi významně ovlivněny [30].

V článku „*Laser welding of TiNi shape memory alloy and stainless steel using Co filler metal*“ jsou prezentovány výsledky laserového svařování TiNi s korozivzdornou ocelí. Pro eliminaci křehkých fází bylo využito kobaltové mezivrstvy (Obr. 18), protože vysoká tažnost a

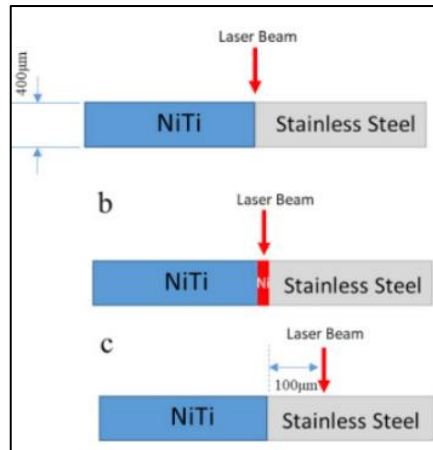
deformační kapacita kobaltu by mohla zlepšit mechanické vlastnosti svaru. V neposlední řadě má kobalt vynikající odolnost proti korozi. V experimentu byly použity dráty TiNi dráty z oceli AISI 304. Jako mezivrstva byly použity čisté kobaltové fólie (99,95 % Co) o tloušťce 10 μm , 20 μm nebo 50 μm [28].



Obrázek 18 Schéma experimentu s Co mezivrstvou [28]

Laserové svary vykazovaly nerovnoměrné rozdělení chemického složení a mikrostruktury v důsledku toku tekutého kovu, přenosu tepla, vysokých rychlostí ohřevu a ochlazení materiálu. Složení svaru se měnilo se změnou tloušťky kovového plniva Co. Využití kobaltové mezivrstvy Co vedlo ke snížení křehkých intermetalických sloučenin (TiFe_2 , TiCr_2 atd.) ve svaru, což napomohlo zlepšení mechanických vlastností spojů. Vlastnosti svarů dosáhly maximální pevnosti v tahu 347 MPa a prodloužení 4,2 % v případě, kdy bylo použito kobaltové fólie o tloušťce 20 μm . S dalším zvyšováním tloušťky kovového plniva se vlastnosti spojů značně snížily, protože se ve svařovaných kovech vytvořilo více intermetalických sloučenin Co-Ti. Přidání vhodné tloušťky kobaltové mezivrstvy pro spoje TiNi+SS vede ke zlepšení mechanických vlastností [28].

Při navrhování zdravotnických prostředků má laserové svařování nitanolu s korozivzdornou ocelí velký význam. K eliminování tvrdých a křehkých intermetalických sloučenin, které vedou k snížení pevnosti spojů, je využíváno různých materiálových mezivrstev. Ty slouží jako fyzikální a chemické bariéry, je jimi v rámci možností řízena mikrostruktura spojů, s čímž je spojeno zlepšení mechanických vlastností. Tento postup je však nákladný a časově náročný. Proces je dále vystaven riziku vytvoření dalších intermetalických fází v závislosti na použité mezivrstvě. V článku „Controlling intermetallic compounds...“ [Shamsolhodaei, Oliviera, Schnell.] je srovnáno laserová ofsetové svařování NiTi s ocelí AISI 316L s a bez využití niklové mezivrstvy - viz Obr. 19 [31].

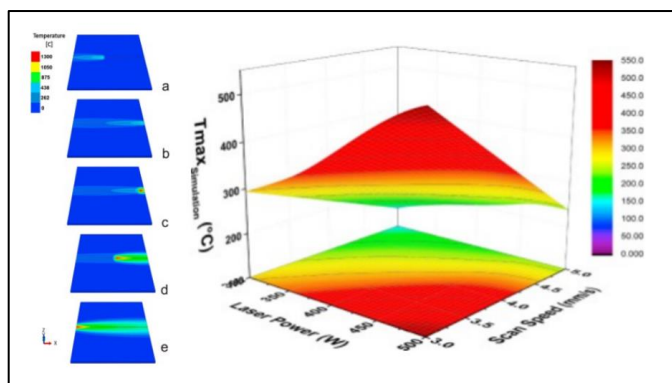


Obrázek 19: Varianty spojů NiTi+SS a) na tupo, b) s mezivrstvou, c) ofsetové [31]

Byly použity drátky o průměru 0,4 mm z následujících materiálů: NiTi (50,2% Ni) a AISI 316. Důvodem ofsetového zaměření laserového paprsku na korozivzdornou ocel (obr. 29 c)) je teplota tání a tepelná difuzivita. Dále je očekáváno menší míšení prvků, což by mělo vést k snížení rizika tvorby křehkých fází. Je třeba zmínit, že spoje c) vykazovaly ve výsledku špatné mechanické vlastnosti nebo nedošlo ke spojení materiálů [31].

Laserové ofsetové svařování lze dle výsledků považovat jako účinnou strategii pro zlepšení mechanických vlastností svarů NiTi s 316L a omezení tvorby intermetalických sloučenin. Výsledky ukázaly, že umístěním laserového paprsku na středovou linii dvou základních materiálů dochází uvnitř svařované zóny k vytvoření křehkých intermetalických sloučenin (Fe_2Ti , Cr_2Ti a Ti_2Ni) v důsledku rovnoměrného rozložení prvků. Posun laserového paprsku na povrch korozivzdorné oceli způsobil menší distribuci prvků, čímž omezil intermetalickou tvorbu [31].

Jak již bylo zmíněno, je nitinol díky svým unikátním mechanickým vlastnostem vhodným materiálem pro aplikaci mimo jiné v leteckém či automobilovém průmyslu. Může se jednat o geometricky složité nebo únavově namáhané součásti a jejich prototypování představuje časově náročný a nákladný proces. Pro docílení té nejlepší kvality, rychlé optimalizaci a finanční úspory jsou simulační softwary různých výrobních technologií významným pomocníkem. Autoři článku „Numerical study for prediction of optimum operational parameters in laser welding of NiTi alloy“ publikují výsledky z teplotního modelu v systému ABAQUS, který s využitím uživatelského podprogramu predikoval distribuci tepla ve svarovém kovu a tepelně ovlivněné oblasti nitinolových plechů (Ni54,76Ti) o tloušťce 0,5 mm. Svařence byly v poloze natupo, přičemž délka svaru činila 20 mm. Nitinol byl z výroby po tepelném zpracování, aby byly optimalizovány mechanické vlastnosti [32].



Obrázek 20: Výsledky simulace svařování NiTi [32].

Je známo, že laserový svar značně ovlivní funkční vlastnosti NiTi. Díky tomu lze označit optimální svařovací parametry za klíčové. Autoři textu shrnují, že proces svařování ovlivňuje velikost zrn v oblastech svarového kovu a TOO. Svarový kov vykazuje hrubší zrno než tepelně ovlivněná oblast kvůli odlišným teplotám a rychlosti tuhnutí. TOO vykazuje v blízkosti základního materiálu jemné krystaly. Z výsledků analýzy vedení tepla (3D mapa – viz Obr. 20) lze ze zkoumaného rozsahu svařovacích parametrů určit maximální teplotu v oblasti rozhraní svarová lázeň/tepelně ovlivněná oblast. Jako důležitý poznatek uvádí samotné srovnání simulace s experimenty, protože studie prokázala shodu počítačových modelů s reálnými svařenci. Lze tedy považovat metodu konečných prvků za účinný nástroj v dané problematice [32].

V článku „*Influence of heat treatment of shape memory niti alloy on its mechanical properties*“ je zkoumán vliv tepelného zpracování na pevnost v tahu nitalového drátu o průměru 0,2 mm. NiTi byl žíhán v rozpětí teplot (410 - 540) °C po dobu (2 - 16) min. Z výsledků plyne, že krátkodobé žíhání na teplotách (410 - 460) °C po dobu (2-16) min zvyšuje pevnost v tahu o cca 50 MPa. Naopak byl pozorován pokles pevnosti u vzorků žíháných nad teplotou 485 °C. Důvodem poklesu pevnosti byl vznik precipitátů vzniklých během TZ [33].

6 Experimentální část

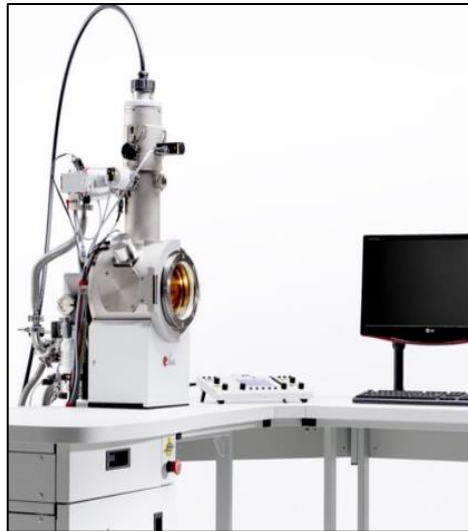
Experimentální část této diplomové práce volně navazuje na výsledky bakalářské práce „Spojování nitinolu s korozivzdornou ocelí u medicínských katetrů“, kde byly v praktické části experimentálně spojovány nitinolový drát o průměru 0,46 mm a ocelový oplet s průměrem drátu 0,2 mm elektronovým paprskem. Experiment simuloval vytvoření jednoduchého medicínského žilního katetru, které jsou v současné době zhotovovány z korozivzdorné oceli. Kombinace nitinolového jádra a pružinky z korozivzdorné oceli přináší vhodnější mechanické vlastnosti, větší elasticitu, možnost využití efektu tvarové paměti a další výhody, které by byly uplatněny při komplikovanějších zákrocích [1].

Protože se jedná o zdravotnický prostředek, byly stanoveny přísné požadavky zejména na geometrii a pevnost spoje. Vyhovující spoj je tvořen kulovým zakončením o průměru shodným s ocelovým opletem bez povrchových vad (ostrých výstupků či propadlin). Při jednoosém zatížení byla stanovena požadovaná minimální hodnota síly při přetržení na 10 N a směrodatná odchylka $\delta \leq 5$ N [1].

Cílem experimentu je zhotovit zjednodušený medicínský katetr z nitinolu a korozivzdorné oceli vybranými technologiemi mikrotig a laser. Pevnostní charakteristiky budou společně s pájenými spoji NiTi + SS porovnány s bakalářskou prací zejména z hlediska opakovatelnosti procesu. Rozhodujícím parametrem je směrodatná odchylka síly při zkoušce tahem spojů reflektující jednotnost a opakovatelnost porušení a úzce související s problematikou očekávaného křehkého chování NiTi, které je nežádoucí a je snaha ho eliminovat.

6.1 Spojování metodou EBW

Kapitola 6.1 stručně popisuje experimentální část bakalářské práce a shrnuje její výsledky. Experiment byl realizován na zařízení MEBW - 60 L8 (Obr. 21), jehož základní parametry uvádí Tabulka č. 7. Ke zhotovení docházelo díky zvolené metodě EBW ve vakuu, čímž byla zajištěna téměř perfektní ochrana svarového kovu. Zhotovené spoje byly kontrolovány a vyhodnocovány jak nedestruktivní vizuální zkouškou, tak destruktivní zkouškou tahem pro zjištění pevnosti spoje. Dále byly zhotoveny a pozorovány metalografické výbrusy a byla provedena zkouška tvrdosti dle Vickerse [1].



Obrázek 21: MEBW - 60 L8 [1]

Tabulka 7: Specifikace zařízení MEBW - 60 L8 [1]

Specifikace zařízení	MEBW – 60 L8
Urychlovací napětí	mezi 5 až 60 kV plynule nastavitelné
Maximální proud paprsku	33 mA @ 60 kV / 40 mA @ 50 kV
Maximální výkon paprsku	2 kW
Průměr paprsku	méně než 50 μm
Maximální úhel vychýlení paprsku	$\pm 15^\circ$
Rozměry pracovní komory	$\varnothing 235 \text{ mm} \times 155 \text{ mm}$
Rozměr preparátu	$\varnothing 150 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$
Lineární rychlost	0.1 to 100 mm/s
Otáčky	od 0.1 do 1000 rpm plynule nastavitelné
Přesnost polohy	méně než 30 μm
SEM rozlišení obrazu	do cca 25 μm
Doba vývěvy	cca 2 minuty
Zdroj napájení	230 V / 3.6 kW, jednofázový
Celková hmotnost	cca 350 kg

Celkem bylo zhotoveno 31 zkušebních vzorků, které byly jednotlivě umísťovány do vakuové komory vybavené tříčelistovým sklíčidlem. Pro každý vzorek byly individuálně nastaveny trajektorie paprsku a svařovací parametry. Nejčastěji proměnlivými veličinami byly velikost proudu, jehož hodnota se pohybovala v rozmezí (200 - 500) μA , rychlost paprsku

(5 mm/s nebo 30mm/s) a na závěr již výše zmíněná trajektorie paprsku s přesností v řádu setin milimetrů. Průměrná doba zhotovení jednoho spoje činila zhruba 5 min. Důvodem zdouhавého procesu bylo zejména příprava vakua a následné odvakuvání. V Tabulce 8 jsou pro specifickou skupinu vzorků uvedeny svařovací parametry a výsledná průměrná pevnost spojů [1].

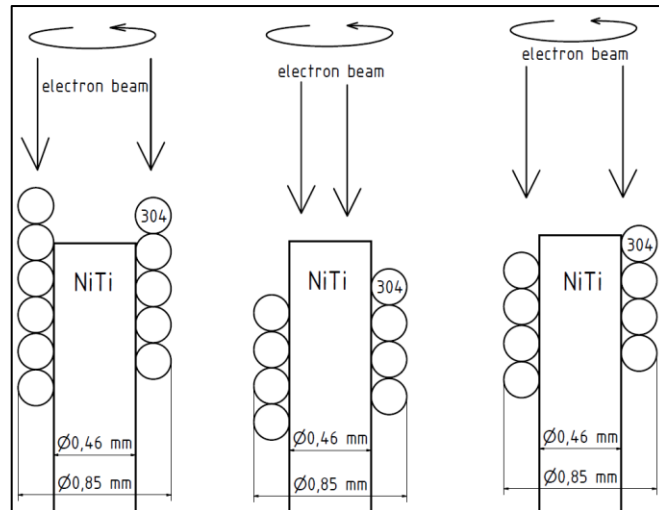
Tabulka 8: Přehled zkušebních vzorků, svařovacích parametrů a pevnosti spojů [1]

	povrch NiTi	přesahující materiál	proud [μA]	rychlost [mm/s]	počet rotací paprsku	Ø síla porušení [N]	δ [N]
E1 - E4	broušený	bez přesahu	300	5	1x	107	34,1
E5 - E8	broušený	0,5 mm NiTi	200	5	1x	159	66,6
E9	broušený	1 mm NiTi	500	30	1x	x	x
E10 - E13	broušený	1 mm NiTi	200	30	2x	148	77,5
E14	broušený	0,5 mm ocel	200	9	1x	x	x
E15	broušený	0,5 mm ocel	200	9	1x	x	x
E16 - E18	broušený	0,5 mm ocel	300	30	5x	x	x
E19 - E22	broušený	1 mm ocel	300	30	5x	46	34,5
E23 - E26	oxidovaný	bez přesahu	300	5	1x	122	29,6
E27 - E29	oxidovaný	0,5 mm NiTi	200	5	1x	98	25,5
E30 - E31	oxidovaný	1 mm NiTi	250	5	1x	110	42,4

x - nevyhodnoceno (zmetky)

Zhotovené spoje lze rozdělit do dvou odlišných skupin: spoje s oxidovaným povrchem NiTi a vzorky bez této vrstvy, manuálně broušené brusným papírem. Pro dokonalejší odstranění bylo však doporučováno odstranit zoxidovaný povrch chemickou reakcí nebo broušením na kulato [1].

Dále byly vzorky rozděleny dle vzájemné polohy konců pružinky a NiTi drátu do tří skupin: zarovnání konců obou materiálů, přesahující ocelový oplet, přesahující nitinolové jádro. V případě zarovnaných konců byl paprsek směřován do rozhraní mezi oběma materiály a výsledkem byl tedy heterogenní spoj. Jednotlivá přesazení dosahovala hodnot 0,5 a 1 mm. Obrázek 22 je grafickým znázorněním principu fokusování a jednotlivých variant [1].



Obrázek 22: Schéma variant experimentu a) přesah ocelové pružinky, b) přesah NiTi, c) zarovnané konce [1]

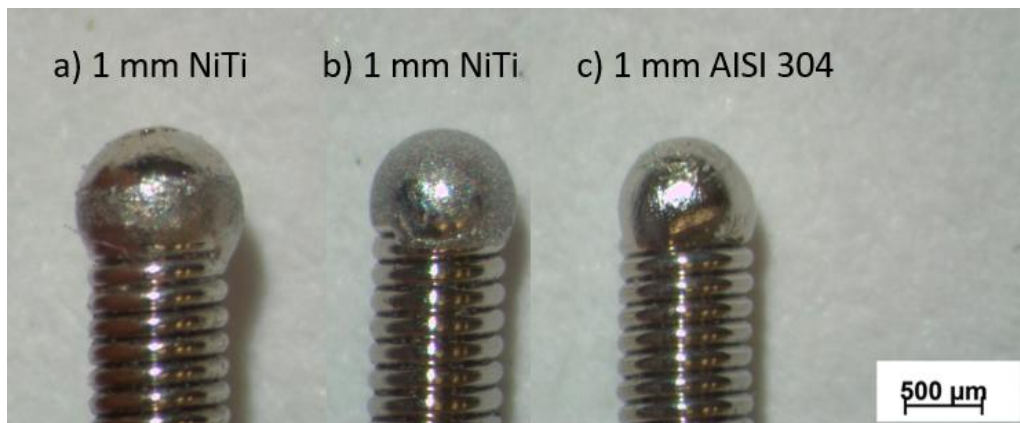
V případě svařovacího proudu byla hodnota $200 \mu\text{A}$ shledána jako nedostačující. Na zhotovených spojkách zobrazených na Obr. 23 nedošlo k vytvoření požadované geometrie. Z důvodu malého množství nataveného materiálu jsou pro tyto spoje charakteristické ostré výstupky či nesymetrická kulová zakončení.



Obrázek 23: Nevyhovující spoje s nedostatečným natavením materiálu ($200 \mu\text{A}$) [1]

Naopak proud o velikosti $500 \mu\text{A}$ znamenal příliš velké dodání energie (Obr. 24 a)). Docházelo k natavení většího množství materiálu než bylo požadováno a výsledkem byl hladký kulovitý spoj s průměrem větším než vnější průměr pružinky. Proto lze v případě takovéto geometrie svařenců označit rozmezí hodnot urychlovacího proudu ($250 - 300 \mu\text{A}$) jako optimální. Takto zhotovené spoje měly pravidelný hladký tvar bez viditelných vad, ostrých výstupků a požadovaný maximální průměr se shodoval s vnějším průměrem ocelového opletu – viz Obr. 24 b) a c). Na Obrázku 24 lze také pozorovat, jaký materiál byl natavený paprskem a více se podílel na spoji. V případě fokusování přesahující pružinky je výsledný spoj na povrchu lesklý a stříbrný.

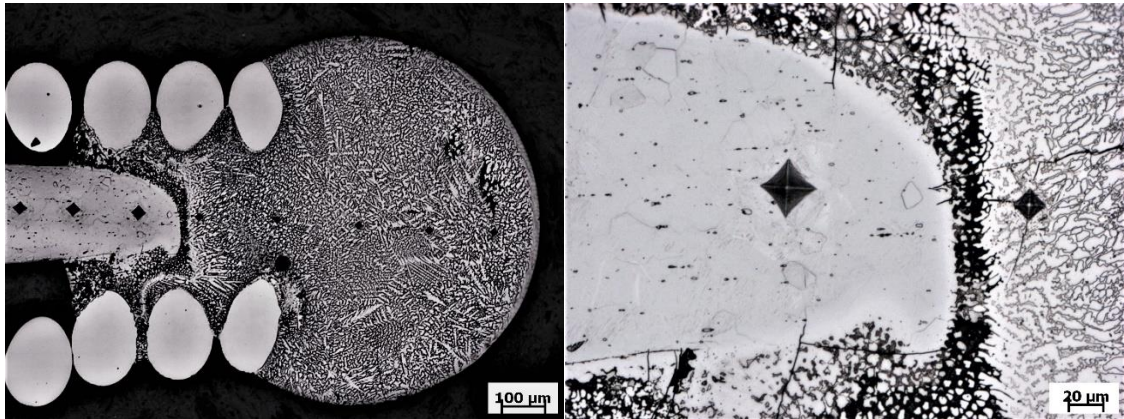
Naopak ze vzorku s nataveným vyčnívajícím nitinolem pozorujeme zrnitý, šedostříbrný povrch [1].



Obrázek 24: Srovnání vzorků E9, E11 a E20 [1]

Průměrné hodnoty síly pro přetržení spojů se stejnými svařovacími parametry jsou uvedeny v Tabulce 8. Z naměřených hodnot ze zkoušky tahem je patrné, že v případě fokusování NiTi vykazují spoje obecně větší pevnost než vzorky s přesahující ocelovou pružinkou. Dále lze konstatovat, že broušené spoje dosahovaly vyšších hodnot síly pro porušení spoje než nebroušené vzorky spojené identickými svařovacími parametry. Průměrná hodnota broušených vzorků s přesahujícím NiTi je 148,2 N, průměrná hodnota s přesahem oxidovaného NiTi činí 102,8 N. V případech zarovnání konců obou materiálů je průměrná hodnota jejich přetržení 113,2 N. Téměř všechny vzorky byly porušeny nežádoucím křehkým lomem v tepelně ovlivněné oblasti [1].

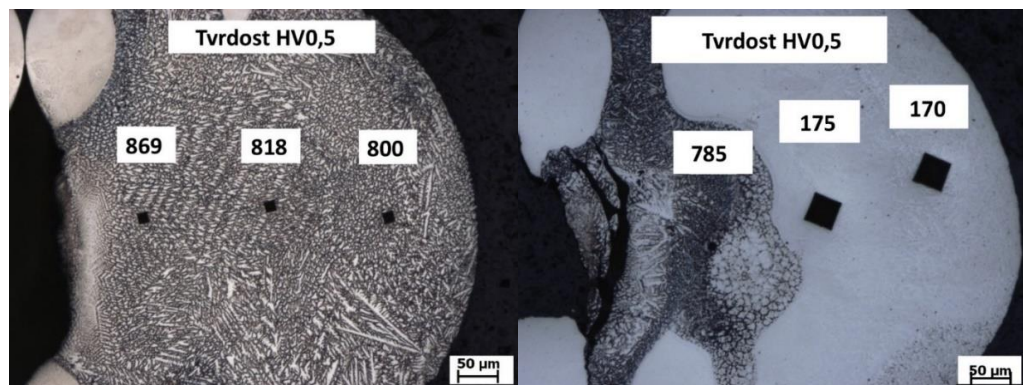
Pro zjištění souvislostí mezi strukturou materiálu a jeho vlastnostmi byly zhotoveny metalografické výbrusy vybraných vzorků. Pro zviditelnění struktury nitinolu bylo použito leptadlo HF HNO₃ H₂O v poměru 2:10:40 (doba leptání 10 s). Na Obr. 25 a) je zobrazen metalografický výbrus vzorku č. 9, který nebyl podroben destruktivní zkoušce tahem. Lze pozorovat přechod z natavené oblasti přes tepelně ovlivněnou oblast až do základního materiálu. Můžeme vidět mírné natavení ocelové pružinky, která byla smáčena přesahujícím nitinolem. Trhlinky, zobrazené na detailním snímku č. 25 b), značí přítomnost křehkých precipitátů NiTi. Jsou typické jak pro natavený materiál (trhlinky vycházející z indentorem vytvořeného vtisku), tak pro tepelně ovlivněnou oblast, ve které lze při zatížení očekávat porušení křehkým lomem [1].



Obrázek 25: a) metalografický výbrus vzorku E9; b) detail na TOO [1]

Vybrané vzorky byly podrobeny zkoušce tvrdosti podle Vickerse při nízkém zatížení ($F = 4,903 \text{ N}$; $t = 10 \text{ s}$). Tepelně neovlivněný nitinol dosahoval tvrdosti 371 HV_{0,5}; korozivzdorná austenitická ocel AISI304 vykazovala tvrdost cca 583 HV_{0,5} [1].

Podstatný rozdíl v přesahu jednoho či druhého materiálu a jejich následného fokusování a tavení je znázorněn na Obrázku 26. V prvním případě, kdy byl taven nitinol, byla změřena tvrdost spoje průměrně o cca 470 HV_{0,5} vyšší než tvrdost základního materiálu. Zpevnění lze opět zdůvodnit vznikem tvrdých precipitátů. Naopak v druhém případě, kde byl paprsek soustředěn na ocel, lze vidět pokles tvrdosti spoje o cca 410 HV_{0,5}. Důvodem změknutí oceli, která byla původně z výroby deformačně zpevněna, je tepelný zásah do materiálu a eliminace vneseného deformačního zpevnění [1].



Obrázek 26: Vlevo nataven NiTi, vpravo SS [1]

V bakalářské práci bylo dosaženo charakteristického spojení NiTi + SS, které vyhovovalo geometrickým a pevnostním požadavkům. Vhodná dodávaná energie do svaru byla 3.6 J. Z hlediska pevnosti dosahovaly vzorky vysokého rozpětí hodnot síly při přetržení (46 - 159) N. Směrodatná odchylka δ v rozsahu (25 - 77) N značí nízkou opakovatelnost procesu.

Vysoké směrodatné odchylky u EBW mohly být zapříčiněny nepřesným zhotovením vzorků se vzájemným přesahem konců NiTi a SS v řádu desetin milimetru, protože byly zhotovovány manuálně s určitou chybou měření. Pro další experimenty a možnost vzájemného porovnávání výsledků je nutno stanovit jednotnou geometrii s nízkým rizikem nepřesného pozicování konců svařence. Proto budou v rámci diplomové práce svařovány vzorky bez přesahu.

6.2 Spojování metodou mikrotig



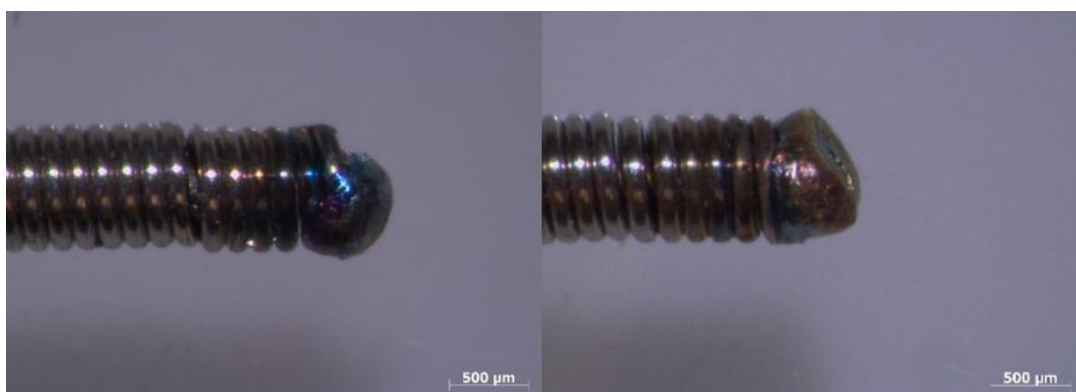
Obrázek 27: Orion 200i²

Na bakalářskou práci navazuje experimentální svařování NiTi + SS technologií mikrotig, která je využívána zejména ve šperkařství či ve výrobním průmyslu pro opravu forem do lisů (navarování zdeformovaných hran). Jedná se o manuální technologii s automaticky zasouvající se wolframovou elektrodou disponující nízkými svařovacími parametry. Experiment proběhl na fakultě strojní ČVUT v Praze na zařízení Orion 200i² (Obr. 27). Základní parametry zdroje jsou zobrazeny v Tabulce č. 9. Svářečka disponuje několika svařovacími módy s různým dávkováním pulzů a jejich charakteristikami.

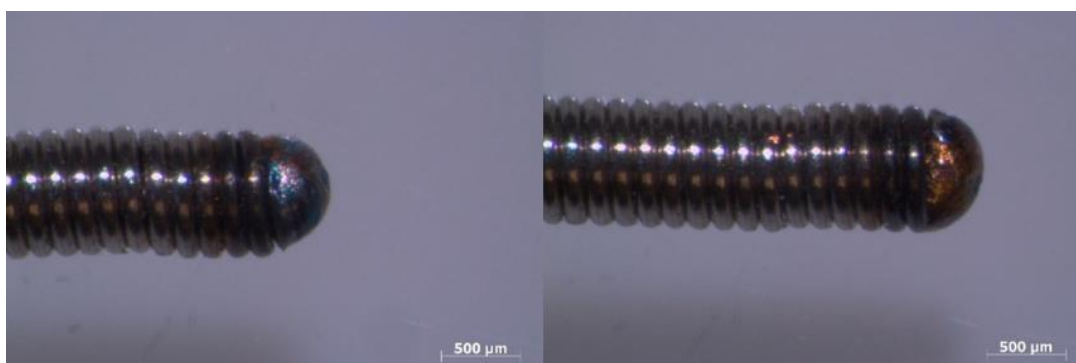
Tabulka 9: Parametry zdroje Orion 200i²

Orion 200i ² Pulse Arc and Resistace Welder	
Typ zdroje	Pulzní obloukový/odporový
Svařovací režimy	5
Předprogramovaná nastavení materiálů	15
Počet uložení uživatelského nastavení	Bez limitů
Jazyky	20
Display	10'' dotykový
Energie (ms)	0.01 – 200 ms
Průměr svarového bodu	0.1 – 4.5 mm
Rozměry	L x W x H – 10 x 12.5 x 68.5 cm
Váha	13 kg
Zvětšení mikroskopem	5x
Ochrana zraku;	IR 16/UV 16

Celkem bylo zhotoveno 17 vzorků, přičemž všechny měly zarovnané konce obou materiálů a lišily pouze povrchem NiTi (broušený/zoxidovaný). Jediným proměnlivým svařovacím parametrem byla energie v rozsahu hodnot (10 - 25) J. Druhým svařovacím parametrem byl čas, pevně stanoven na hodnotu 2 ms.



Obrázek 28: Vizually nevyhovující spoje M11 a M6 (10 J, 2 ms)



Obrázek 29: Vizually vyhovující spoje M9 a M2 (10 J, 2 ms)

Na Obr. 28 jsou znázorněny vizually nevyhovující spoje M6 a M11. Můžeme pozorovat neúplné natavení hlavičky svaru a patrné ostré hrany. Požadovaný kulový tvar spoje (znázorněn

na Obrázku 29) je utvářen povrchovým napětím materiálu. Nevyhovující geometrie mohla být zapříčiněna: nepřesným fokusováním vzorku mimo svou podélnou osu, vychýlením konce pružinky či nedokonalou ochranou svaru. Z makrosnímků 28 a 29 jsou viditelná modrá, modrofialová zbarvení či hnědá zbarvení značící kvalitu inertní ochrany svarového kovu před oxidací. Bronzově hnědá znamená vhodné ochranné prostředí, modré zbarvení značí nevhodnou ochranu. Špatnou ochranu by značilo bílé zbarvení, které však u vzorků nebylo pozorováno.

Tabulka 10: Přehled svařovacích parametrů a výsledné pevnosti spojů

označení vzorku	povrch NiTi	energie [J]	čas [ms]	síla porušení [N]	Ø síla porušení [N]	δ [N]
M1	nebroušený	10	2	25	26,6	5,2
M2				29		
M3				20		
M4				25		
M5				34		
M6				x		
M7	broušený	10	2	34	38	18,5
M8				20		
M9				64		
M10				34		
M11				x		
M12	broušený	15	2	88	x	x
M13	broušený	20	2	29	x	x
M14	broušený	25	2	39	x	x
M15	nebroušený	15	2	15	x	x
M16	nebroušený	20	2	34	x	x
M17	nebroušený	25	2	103	x	x

x - nevyhodnoceno

Vzorky byly podrobeny zkoušce tahem. Hodnoty síly pro přetržení spojů a jednotlivé svařovací parametry jsou uvedeny v Tabulce 10. Všechny odolaly minimálnímu požadovanému zatížení 10 N. Nejlepší směrodatnou odchylku $\delta = 5,2$ N od průměru vykazují nečekaně vzorky M1 - M5 se zoxidovaným povrchem NiTi. Se zvyšující se vnesenou energií do svaru nelze pozorovat pravidelnou rostoucí pevnost svarů NiTi+SS. Výsledky potvrzují křehké chování tepelně ovlivněného materiálu. Hodnoty pevnosti potvrzují, že přítomnost oxidické vrstvy snižuje podobně jako u EBW pevnost spojů, v případě mikrotigu však neovlivňuje směrodatnou odchylku.

6.3 Pájení

Hlavní myšlenkou pájených spojů nitinolového drátu a ocelového opletu bylo omezení vneseného tepla do materiálu. Z literatury, fázového diagramu a z předchozích experimentů vyplývá, že teploty nad 500 °C nitinol degradují a způsobují vznik křehkých fází, které vedou k předvídatelnému lomu při destruktivních zkouškách. V případě použití vhodných pájek do cca 450 °C lze předpokládat závislost pevnosti pájených spojů pouze na samotném materiálu pájky a smáčivosti daných materiálů. Nevyhovujícímu křehkému chování nitinolu by mělo být zabráněno.

V Tabulce 11 jsou zobrazeny parametry a výsledky všech zkušebních vzorků. Protože literatura a předchozí experimenty ukázaly, že spoje broušených vzorků vykazují obecně lepší svařitelnost a mechanické vlastnosti, byl v tomto případě povrch nitinolu u všech vzorků broušený. Vzhledem k dané technologii nebyly zvoleny žádné vzájemné přesahy konců nitinolu a oceli. Byla použita dvě tavidla, jejichž vhodnost byla garantována výrobcem: FLUX 2 na korozivzdorné oceli a nitinol; FLUX 3 vhodný na pájení hliníku a nitinolu. Teplota lázně závisela na materiálu pájky a pohybovala se v rozmezí (245 - 430) °C. Pájení bylo prováděno manuálně ponořením požadovaného konce vzorku do lázně. Doba ponoru trvala cca 1 s.

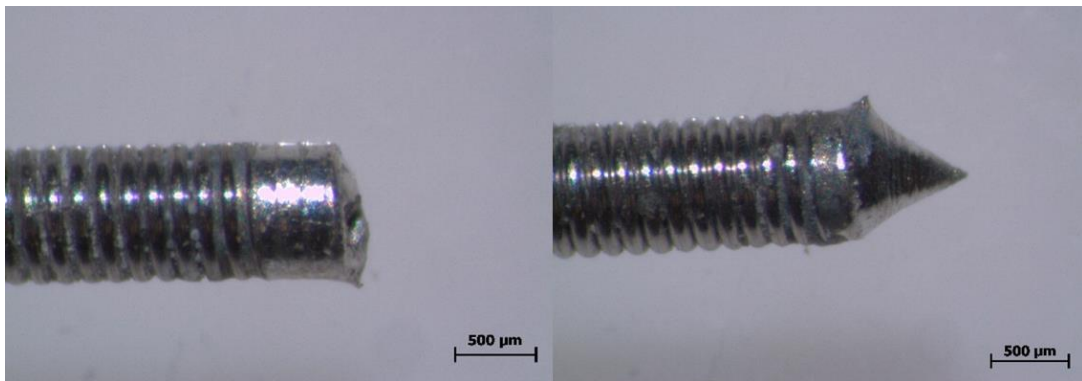
Tabulka 11: Pájecí parametry a pevnost spojů

označení	povrch NiTi	tavidlo*	pájka	teplota lázně [°C]	zhotovení spoje	síla porušení [N]	Ø síla porušení [N]	δ [N]		
P1	broušený	flux 3	SnAg	245	x	x	14,5	6,4		
P2	broušený	flux 2	SnAg	245	ano	20				
P3	broušený	flux 2	SnAg	245	ano	20				
P4	broušený	flux 2	SnAg	245	ano (výbrus)	x				
P5	broušený	flux 2	SnAg	245	ano	10				
P6	broušený	flux 3	SnAg	245	ano (výbrus)	x				
P7	broušený	flux 3	SnAg	245	x	x				
P8	broušený	flux 3	SnAg	245	ano	8				
P9	broušený	bez	96,5Sn+Ag	245	x	x			13,3	11,1
P10	broušený	flux 2	96,5Sn+Ag	295	ano (výbrus)	x				
P11	broušený	flux 2	96,5Sn+Ag	295	ano	12				
P12	broušený	x	96,5Sn+Ag	295	x	x				
P13	broušený	flux 3	96,5Sn+Ag	295	x	x				
P14	broušený	flux 3	96,5Sn+Ag	295	ano	3				
P15	broušený	flux 3	96,5Sn+Ag	295	ano	25				
P20	broušený	flux 2	Zn	430	ano (výbrus)	x	x	x		
P21	broušený	flux 2	Zn	430	x	x				
P22	broušený	flux 2	Zn	430	ano	5				
P23	broušený	flux 3	Zn	430	ano	151				
P24	broušený	flux 2	Zn	430	ano	8				
P25	broušený	flux 2	Zn	430	x	x				
P26	broušený	flux 2	Zn	430	x	x				
P27	broušený	flux 2	Zn	430	x	x				
P28	broušený	flux 2	Zn	430	ano	5				
P29	broušený	flux 2	Zn	430	x	x				
P30	broušený	flux 2	Zn	430	x	x				
P31	broušený	flux 2	Zn	430	x	x				
P40	broušený	flux 2	Zn1,7Mg0,15Sr	430	x	x			x	x
P41	broušený	flux 2	Zn1,7Mg0,15Sr	430	x	x				
P42	broušený	flux 2	Zn1,7Mg0,15Sr	430	x	x				

*Flux 2 = Kyselina fosforečná (40-65 hm. %) + voda (20 hm. %) + aditiva (15-40 hm. %); teplotní rozsah (100-371) °C, doporučené materiály: korozivzdorná ocel, nitinol.

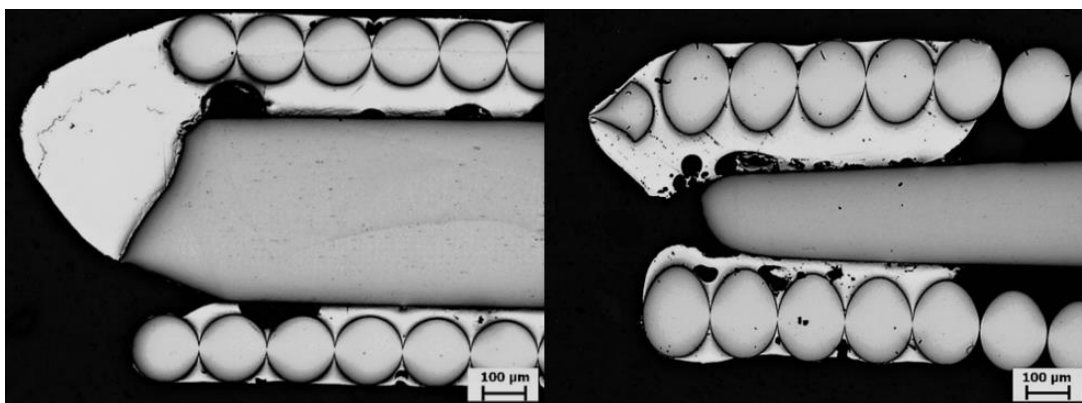
Flux 3 = Chlorid zinečnatý (8,51-8,96 hm. %) + organické fluoridy (17,92-18,87 hm. %) + chlorid cínatý (10-15 hm. %) + monoetanolamin (56,6 hm. %); teplotní rozsah (96-343) °C, doporučené materiály: hliník, nitinol.

Z výsledků lze označit takovýto způsob pájení jako neuspokojivý, protože celková úspěšnost vytvoření spoje činila pouze 35 %. V ostatních případech nedošlo k pevnému spájení materiálů. I přes vizuálně nevyhovující spoje byla vyhodnocena pevnost z důvodu porovnání výsledků s ostatními technologiemi. Kvůli vysoké zmetkovitosti je uvedena směrodatná odchylka pouze vzorků P1 - P8 a P9 - P15. Z obrázku 30 je patrné, že pájka neměla tendenci vytvářet hladký kulovitý spoj. Příčinou mohly být povrchové napětí lázně a s ním spojený proces interakce hladiny s koncem vzorku, vhodná teplota pájky či lidský faktor samotného procesu manuálního pájení.



Obrázek 30: Pájené spoje NiTi+SS

Z vybraných metalografických výbrusů vzorků P5 a P11, zobrazených na Obr. 31, lze pozorovat nedokonalou smáčivost jak oceli, tak zejména nitanolového vlákna. I přes nevýrazné naleptání můžeme označit strukturu nitanolu jako shodnou se základním materiálem - tepelně neovlivněnou. Byla potvrzen předpoklad, že při pájení NiTi nedochází pod pájecí teplotou do 430 °C ke změnám struktury.



Obrázek 31: Metalografické výbrusy pájených spojů NiTi+SS

6.4 Spojování NiTi s ocelí AISI 304 laserovým paprskem

Tabulka 12: Parametry diskového laseru

Parametry diskového laseru	
zdroj	Trumpf TruDisk 4002
průměr vlákno	200 μm
ohnisková vzdálenost	200 mm
ochranná atmosféra	Ar (čistota 99,99 %)

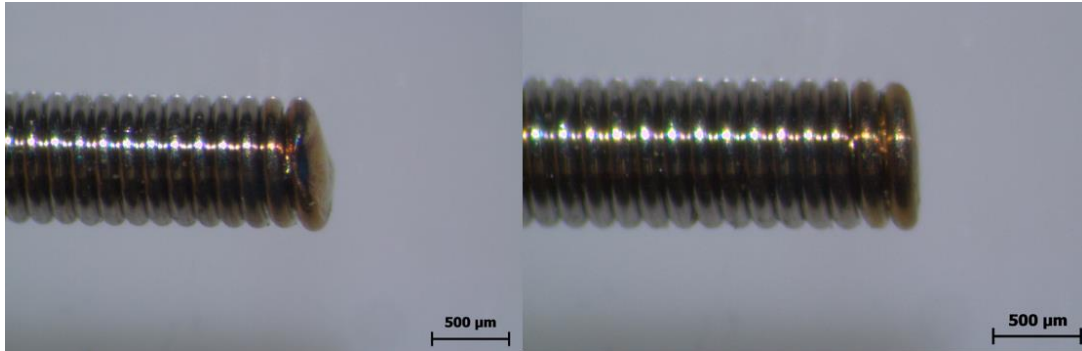
V případě svařování NiTi či jeho spojování s jinými materiály je technologie laseru jednou z nejrozšířenějších. Samotné provedení není časově náročné, lze zajistit přívod ochranného plynu a přesné dávkování energie. Experiment byl prováděn v prostorách Materiálovotechnologické fakulty se sídlem v Trnavě. Základní údaje o zdroji a některé z pevně stanovených svařovacích parametrů jsou uvedeny v Tabulce 12.

Tabulka 13 prezentuje zvolené parametry a výsledky destruktivní zkoušky tahem. Pro tento experiment byly opět zvoleny dvě základní sady vzorků rozlišující se povrchem nitanolu (zoxidovaný a manuálně broušený). Dávkování energie bylo zkoumáno v rozsahu (3 - 4) J, svařovací čas se pohyboval v rozmezí (7,5 - 10) ms, výkon laseru byl pevně stanoven na 400 W a pro ochranu svarové lázně byl zajištěn přívod argonu.

Tabulka 13: Přehled svařovacích parametrů a výsledné pevnosti vzorků

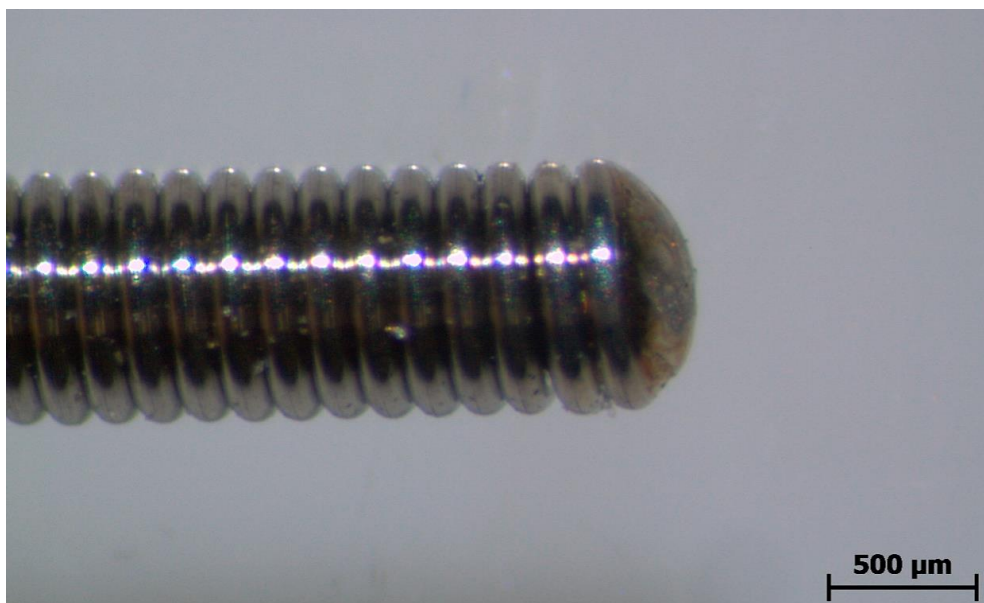
označení	spojované materiály	povrch NiTi	laser eng. [J]	laser čas [ms]	laser výkon [W]	ochrana	síla pro přetržení [N]	Øsíla pro přetržení [N]	δ [N]
L1	304+NiTi	oxid	3	7,5	400	bez Ar	39	x	x
L2	304+NiTi	oxid	3,5	8,75	400	Ar	78	x	x
L3	304+NiTi	oxid	4	10	400	Ar	49	x	x
L4	304+NiTi	oxid	3,75	9,37	400	Ar	39	55,9	23,7
L5	304+NiTi	oxid	3,75	9,37	400	Ar	78		
L6	304+NiTi	oxid	3,75	9,37	400	Ar	29		
L7	304+NiTi	oxid	3,75	9,37	400	Ar	34		
L8	304+NiTi	oxid	3,75	9,37	400	Ar	49		
L9	304+NiTi	oxid	3,75	9,37	400	Ar	74		
L10	304+NiTi	oxid	3,75	9,37	400	Ar	88		
L11	304+NiTi	broušený	3,75	9,37	400	Ar	49	53,4	7,4
L12	304+NiTi	broušený	3,75	9,37	400	Ar	66		
L13	304+NiTi	broušený	3,75	9,37	400	Ar	54		
L14	304+NiTi	broušený	3,75	9,37	400	Ar	49		
L15	304+NiTi	broušený	3,75	9,37	400	Ar	49		

Na vzorcích L1 - L4 byly odladěny výše uvedené svařovací parametry. Makrosnímek spoje L1 na Obr. 32 značí nedostatečný přívod energie 3 J. Můžeme konstatovat, že malé množství nataveného materiálu pro tuto konfiguraci je typické buď tupým zakončením, vytvořením kuličky s ostrými hranami nebo hladké kulové zakončení s průměrem menším než vnější průměr pružinky.



Obrázek 32: Snímek vzorku L1 (3 J; 7,5 ms; 400 W; Ar)

Vizuálně vyhovující svar zhotovený odladěnými parametry, kterými byly zbylé vzorky spojeny, je zobrazen na Obr. 33. Lze vidět hladké kulové spojení bez ostrých hran a nerovností. U všech zhotovených vzorků byl pozorován stříbrně-zlatý povrch značící dostatečnou ochrannou atmosféru. Důležitým závěrem z laserového svařování je opakovatelnost a jednotnost procesu. V případě nastavení vhodných parametrů potvrzují výsledky zkoušky tendenci vytvářet identické spoje s průměrnou silou porušení 53 N a směrodatnou odchylkou $\sigma = 7,4$ N. Vliv oxidické vrstvy v případě svařování laserovým paprskem nevykazoval očekávaný pokles pevnosti spojů (průměrně 56 N), ale byl pozorován značný vliv na směrodatnou odchylku ($\sigma = 23,7$ N).



Obrázek 33: Vzorek L9

7 Optimalizace vybrané technologie

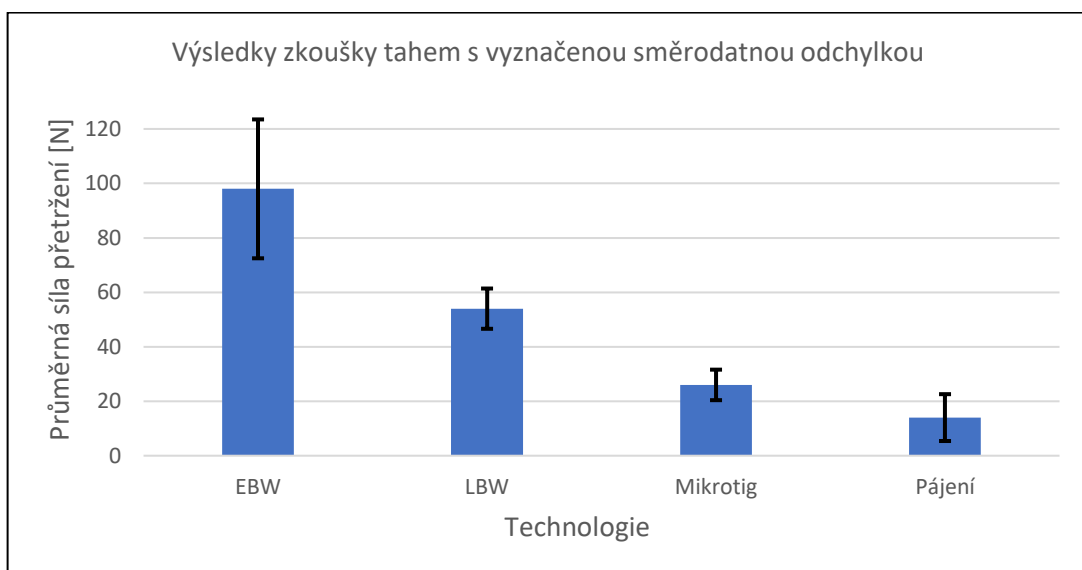
Pro zhodnocení svažitelnosti nitanolu s korozivzdornou ocelí prezentovanými technologiemi byla zvolena směrodatná odchylka pevnosti spojů δ jako rozhodující parametr.

Obrázky 34 a 35 představují celkové zhodnocení předešlých experimentů :

- EBW: E27 - E29, $\delta = 25,5$ N (nebroušené, přesah NiTi, 200 μ A, 5 mm/s, vakuum)
- Laser: L11 - L15, $\delta = 7,4$ N (broušené, 3,75 J, 9,37 ms, 400 W, ochrana Ar)
- Mikrotig: M1 - M5, $\delta = 5,2$ N (nebroušené, 10 W/s, 2 ms, ochrana Ar)
- Pájení: P1 - P8, $\delta = 6,4$ N (broušené, tavidla 2/3, pájka SnAg, 245 °C, zmetkovitost 25 %)



Obrázek 34: Srovnání spojů NiTi+SS zhotovených různými technologiemi (zleva: EBW, LBW, mikrotig, pájení)



Obrázek 35: Porovnání průměrných hodnot a směrodatných odchylek (δ) zkoušky tahem

Vzorky zhotovené technologií EBW vykazují nejvyšší průměrnou pevnost spojů (síla přetržení 98 N). Naopak z pohledu opakovatelnosti je tato metoda nejhorší, směrodatná odchylka činí 25,5 N, tzn. odchylka 26 % od průměru. Z pohledu pracnosti byla tato technologie časově velice náročná z důvodu vakuování pracovní komory. Mezi výhody EBW patří přesné dávkování energie do svaru (průměrně 3,6 J), precizní ochrana svarové lázně díky vakuu, nízké riziko zmetkovitosti lidským faktorem a fokusování vzorku s přesností na desítky mikrometrů (možnost fokusování pouze jednoho z použitých materiálů). V případě dalšího postupu touto metodou je doporučeno zefektivnit samotný proces zakládání vzorků do pracovní komory pomocí vhodného přípravku.

Metodu mikrotig lze z uvedených tavných metod svařování označit jako horší z hlediska vyhodnocovaných kritérií. Průměrná hodnota síly při přetržení dosahuje 26 N a směrodatná odchylka činí z tohoto průměru cca 21 %. Mezi výhody technologie patří její dostupnost (nízké pořizovací náklady). Na rozdíl od LBW a EBW však nelze zaručit přesné fokusování vzorku a riziko nízké opakovatelnosti, protože se jedná o manuální metodu. Možnosti dávkování energie a ochrana svarového kovu jsou také hodnoceny jako horší v porovnání s dvěma uvedenými technologiemi. V porovnání s LBW a EBW (3,7 J) byla potřeba nastavit na zdroji mikrotigu více než dvojnásobná energie pulzu pro natavení stejného množství materiálu (10 J). Kvůli vysokým ztrátám energie a lidskému faktoru nebude technologie dále zkoumána.

Experiment pájení v lázni roztavené pájky lze označit jako neúspěšný. Důvodem byla velice nízká smáčivost pájky a základního materiálu, kterou se nepodařilo zlepšit za použití doporučených tavidel. V případě zlepšení právě smáčivosti disponuje tato metoda mnoha potenciálními výhodami. Díky nízké teplotě tavení pájky je eliminována degradace NiTi.

Vybraná sada vzorků zhotovených laserovým paprskem dosahuje nejlepších výsledků z hlediska pravidelného porušení. Směrodatná odchylka 7,4 N činí pouze 13 % z průměrné hodnoty přetržení svaru 54 N. Mezi výhody patřila zejména efektivita (rychlost) procesu, přesné fokusování dané geometrie a dávkování energie (průměrně 3,75 J). Jako nevýhody lze označit ochranu svarové lázně, která byla realizována tryskami přivedenými do místa svaru. Po srovnání všech výsledků je technologie laseru vyhodnocena jako nejvhodnější pro další experiment. Z hlediska optimalizace se nabízí zlepšit ochranu svarové lázně pomocí vhodného přípravku a upravit dávkování energie s cílem zlepšit celkovou pevnost a směrodatnou odchylku svarů.

7.1 Možné přístupy ke zlepšení svažitelnosti NiTi + SS laserovým paprskem

Díky výše uvedenému zhodnocení svažitelnosti NiTi + SS vybranými technologiemi byla pro další optimalizaci procesu zvolena technologie laserového paprsku jako nejvhodnější pro další optimalizaci. Cílem je snížení směrodatné odchylky na požadovaných 5 N s tím, že se celková (průměrná) pevnost svarů nesníží.

K problematice svažitelnosti NiTi s korozivzdornou ocelí lze přistupovat několika způsoby:

- zlepšení ochrany svaru
- optimalizovat/minimalizovat dávkování energie do svaru
- eliminovat křehké chování svaru úpravou geometrie
- eliminovat křehké chování svaru vhodným tepelným zpracováním
- eliminovat křehké chování za použití mezivrstvy (Cu, Mg, Co, Ni)
- záměrně degradovat vlastnosti materiálu pro zajištění opakovatelného porušení

Pro zlepšení ochrany svaru bude navržen svařovací přípravek, který zároveň sníží pracnost pracovního postupu. V případě minimalizace dodaného tepla byly již v předchozím experimentu stanoveny doporučené hodnoty energie a času jednoho pulzu, které lze dále variovat a optimalizovat. Nabízí se také možnost zhotovení svaru na dva pulzy (či více pulzů) s cílem rozložit dávkování tepla do svaru a ovlivnit tak velikost TOO. Dále lze v případě krátkého časového intervalu mezi pulzy využít jeden z pulzů pouze jako předehřev či dohřev. V neposlední řadě lze zvýšit pevnost spoje za použití vhodné mezivrstvy.

Úprava geometrie je již využívaná a zkoumaná metoda v této problematice. Drátek nitinolu je v konkrétním místě mechanicky upraven (broušen). Dochází tak k výrazné změně průřezu a tím ke zcela odlišnému chování materiálu v TOO. Z pohledu komplikovaného tepelného zpracování nitinolu se nabízí možnost žíhání vzorků kolem teplot 410 – 460 °C po dobu 2 - 16 min s cílem zvýšení celkové pevnosti. Od lokální záměrné degradace nitinolu je očekáváno výrazné zlepšení opakovatelného porušení spoje při konkrétní hodnotě zatížení. Realizace by v případě využití laseru spočívala v tepelném zásahu do nitinolového drátku s cílem vytvoření oblasti s křehkými fázemi, ve které by pak docházelo při zkoušce tahem k přetržení.

7.2 Teoretický výpočet vnesené energie

Před realizací dalšího experimentu je nutno pomocí výpočtu stanovit teoretickou hodnotu vnesené energie do svaru a výsledek porovnat s předchozími experimenty. Vstupní hodnoty objemu svaru byly stanoveny na základě CAD modelu svařence a makrosnímků zhotovených vzorků. Výchozí hodnoty výpočtu jsou uvedeny v Tab. 14.

Tabulka 14: Výchozí hodnoty pro teoretický výpočet potřebné energie

Výchozí hodnoty	
Objem svaru	0,25 * 10 ⁻³ cm ³
Hustota NiTi	6,45 g/cm ³
Měrná tepelná kapacita NiTi	0,32 J/gK
Měrné skupenské teplo tání NiTi	24,2 J/g
Teplota tavení NiTi	1310 °C
Hustota oceli	7,85 g/cm ³
Měrná tepelná kapacita oceli	0,45 J/gK
Měrné skupenské teplo tání oceli	28,5 J/g
Teplota tavení oceli	1539 °C

Výpočet hmotnosti spoje:

$$m_{NiTi} = \rho \cdot V = 6,45 \cdot \frac{0,25}{1000} = 0,0016125 \text{ g} \quad (3)$$

Výpočet energie pro tavení materiálu:

$$E_{NiTi} = (t_{tav} - 10) \cdot m \cdot t_l = (1310 - 10) \cdot 0,0016125 \cdot 0,32 = 0,67 \text{ J} \quad (4)$$

Výpočet latentního tepla:

$$Q_{NiTi} = m \cdot L = 0,0016125 \cdot 24,2 = 0,039 \quad (5)$$

Celková dodaná energie:

$$E_{celkNiTi} = E_{NiTi} + Q_{NiTi} = 0,67 + 0,039 = \mathbf{0,709 \text{ J}} \quad (6)$$

Obdobným výpočtem získáme celkovou energii pro natavení stejného objemu oceli:

$$E_{celk304} = \mathbf{1,148 \text{ J}} \quad (7)$$

Z předpokladu, že je svar tvořen NiTi a SS v poměru 50:50, získáváme po zprůměrování vypočítaných hodnot teoretickou potřebnou energii $E = 0,93 \text{ J}$. Oproti teoretické hodnotě byla reálná vnesená energie do svarů pomocí vybraných technologií 2x - 14x vyšší. Násobně vyšší

hodnoty lze vysvětlit ztrátami energie při svařovacím procesu a vypařováním nataveného materiálu. Z předchozích experimentů je patrné, že geometrická podmínka na výsledný svar je v rozporu s doporučením z literatury, a to s co nejmenší dodávanou energií do svaru (zamezení degradace NiTi). Při nízké dodané energii není nataveno dostatečného množství materiálu (Obr. 32) a nedochází k vytvoření požadovaného kulového svaru.

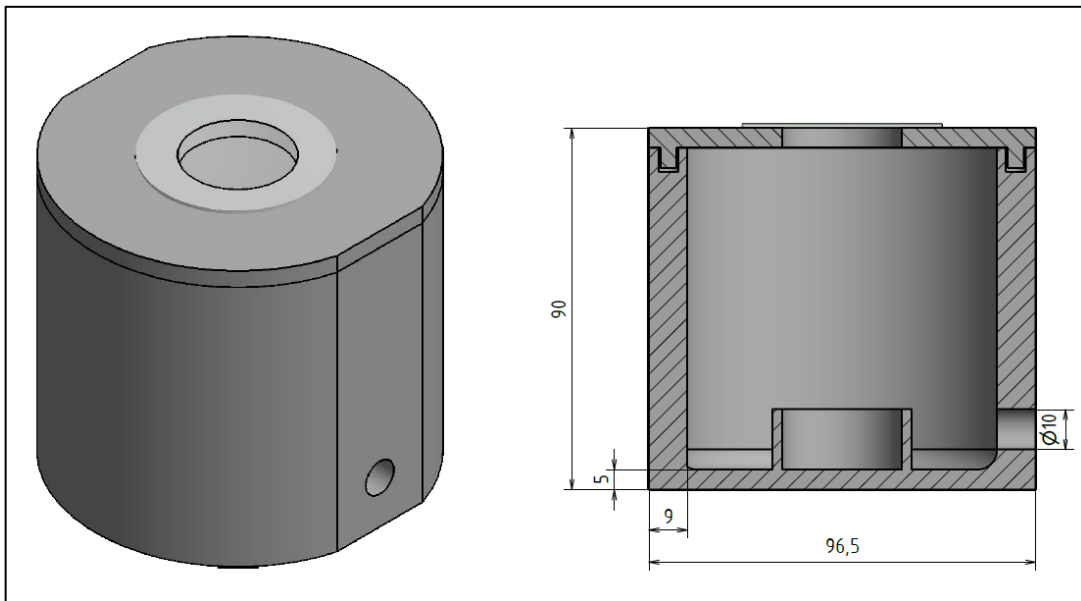
7.3 Svařovací přípravek

Navržený přípravek byl zhotoven technologií 3D tisku platů. 3D tisk, který se v posledních letech celosvětově rozšířil, představuje bezkonkurenční technologii pro rychlé a levné zhotovení např. prototypových součástí. Parametry tisku jsou uvedeny v Tabulce 15.

Tabulka 15: Parametry 3D tisku

Tiskárna	Průša MK2,5S
Materiál	PLA (original prusament)
Teplota podložky	60 °C
Teplota tiskové hlavy	210 °C
Hustota výplně	5 %
Použito materiálu	85,4 g
Doba tisku	cca 8,5 hod

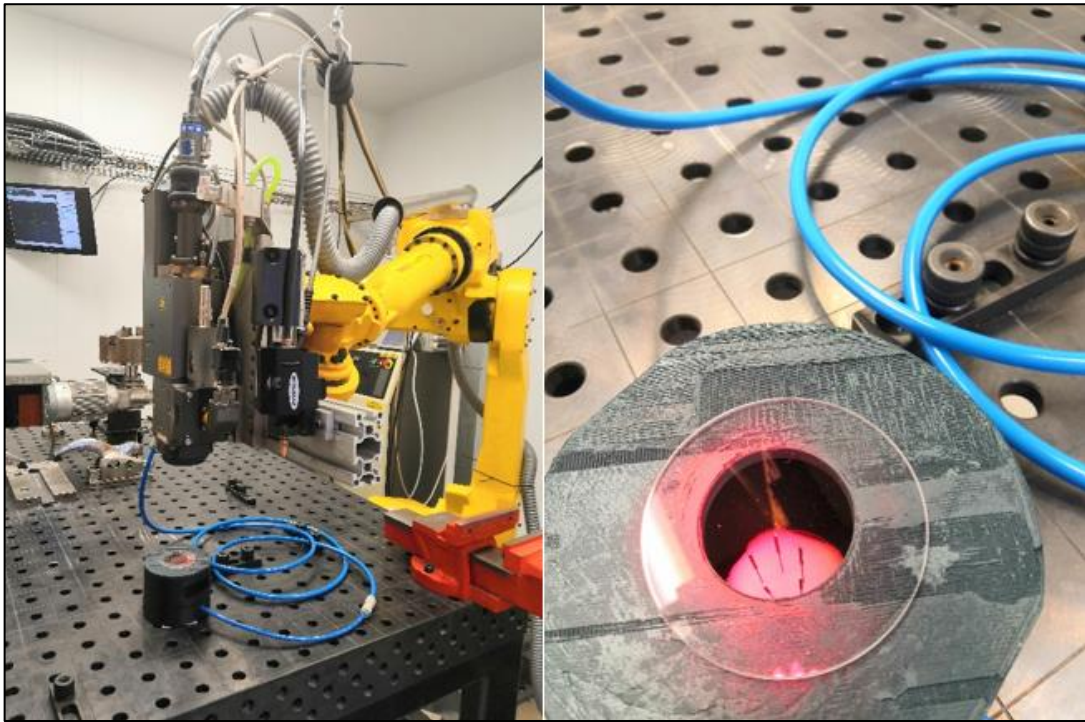
Přípravek se skládal z válcové komory s bočním otvorem pro přívod ochranného plynu, víčka s otvorem pro průchod laserového paprsku a propustného zrcátka, které bránilo unikání argonu. Na Obr. 36 je znázorněno schéma a základní rozměry přípravku.



Obrázek 36: Schéma svařovacího přípravku a základní rozměry

8 Optimalizovaný proces svařování NiTi+SS laserovým paprskem

Experiment proběhl v laboratoři na Materiálovotechnologické fakultě se sídlem v Trnavě (Obr. 37). Dle předchozí kapitoly 6.1 bylo připraveno celkem osm různých kategorií vzorků s různými optimalizovanými parametry, přičemž z každé kategorie bylo zhotoveno minimálně pět identických spojů (Tab. 16).



Obrázek 37: Vlevo svařovací pracoviště, vpravo detail použití přípravku

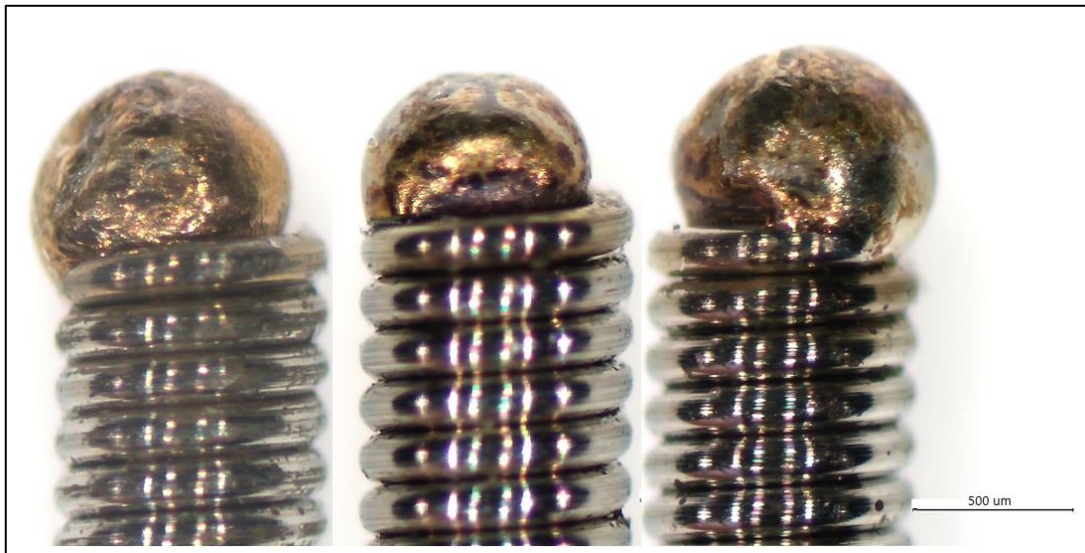
Tabulka 16: Zhotovené sady vzorků

Označení sady vzorků	průměr NiTi [mm]	energie [J]	čas [ms]	výkon [W]	focus [mm]
LBW1	0,46	6,0	10,00	400	+4
LBW2	0,46	4,2	9,37	440	+2
LBW3	0,38	4,2	9,37	440	+2
LBW4	0,50	4,2	9,37	440	+2
LBW5-TZ ₂ *	0,46	4,2	9,37	440	+2
LBW6-TZ ₈ *	0,46	4,2	9,37	440	+2
LBW7*	0,46	4,2	9,37	440	+2
LBW8*	0,46	4,2	9,37	440 (220)	+2

*Zhotovené spoje s označením LBW5-TZ₂ byly žíhány na teplotě 430 °C po dobu 2 minut. Spoje LBW6-TZ₈ byly této teplotě žíhány 8 minut. V obou případech následovalo samovolné ochlazení na vzduchu. Vzorky s označením LBW7 byly zhotoveny dvěma identickými pulzy s intervalem

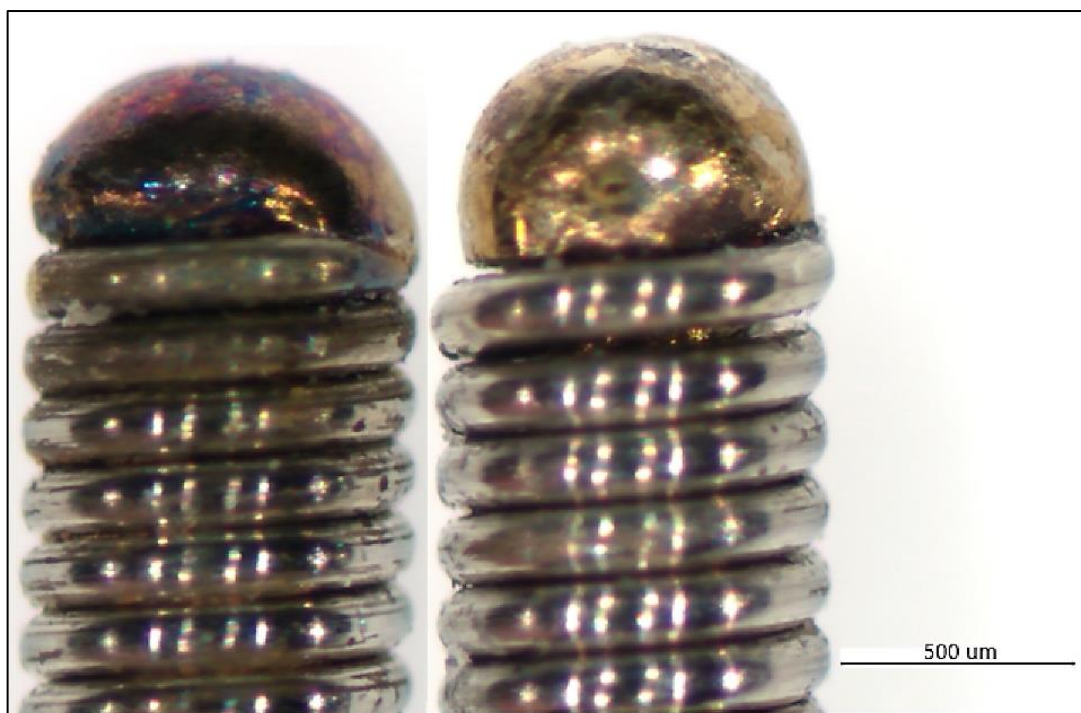
2 sec. Sada LBW8 byla zhotovena třemi pulzy přičemž první pulz o výkonu 440 W byl následovaný dvěma pulzy o polovičním výkonu 220 W s intervalem 0,5 s.

Z důvodu použití přípravku s propustným zrcátkem bylo potřeba odladěné parametry z předchozího experimentu (viz kapitola 5.4.) znovu upravit. Docházelo k nedostatečnému natavení materiálu a vytváření nevyhovujících nesymetrických spojů. Důvodem byly ztráty energie při průchodu propustným zrcátkem přípravku či vliv ocelového opletu. Svarový kov měl tendenci utvářet nesymetrický kulový svar směřující do místa volného konce pružinky (Obr. 38). Tento poznatek značí vysokou citlivost svařovacího procesu na jakékoliv změny parametrů. Asymetrie byla eliminována zvýšením energie pulzu a zejména kontrolou vzorků před svařením. U několika vzorků musel být manuálně upraven nevhodně zdeformovaný konec ocelového opletu, který vnikal při dělení materiálu.



Obrázek 38: Nevyhovující spoje při odladění parametrů

Před svařením každé ze sady vzorku byl do pracovního prostoru přípravku přiváděn čistý argon po dobu 10 s, aby byla zajištěna maximální možná ochranná atmosféra. Plyn byl dále přiváděn vždy 3 s před a 1 s po samotném svaření jednotlivých vzorků. I přes to můžeme u vzorků LBW1 pozorovat rozdílnou kvalitu ochranné atmosféry mezi prvním a posledním vzorkem (Obr. 39). Tento jev byl dále pozorován u vzorků LBW7.



Obrázek 39: První a poslední vzorek v sadě LBW1 - vliv ochranné atmosféry

Na rozdíl od předchozího experimentu (kapitola 5.4), kde byly ze svařovacích parametrů měněny energie a čas, byl zde navíc zkoumán vliv fokusační vzdálenosti laseru na množství nataveného materiálu - viz Obr. 40. Lze pozorovat postupnou ztrátu energie s posouváním ohniska nad povrch materiálu. Z výsledků byla pro další svařování vyhodnocena fokusační vzdálenost +2 mm jako nejvhodnější.



Obrázek 40: Vliv postupně zvyšované fokusační vzdálenosti na geometrii svaru, zleva: fokus (0, +2, +4, +6, +8) mm

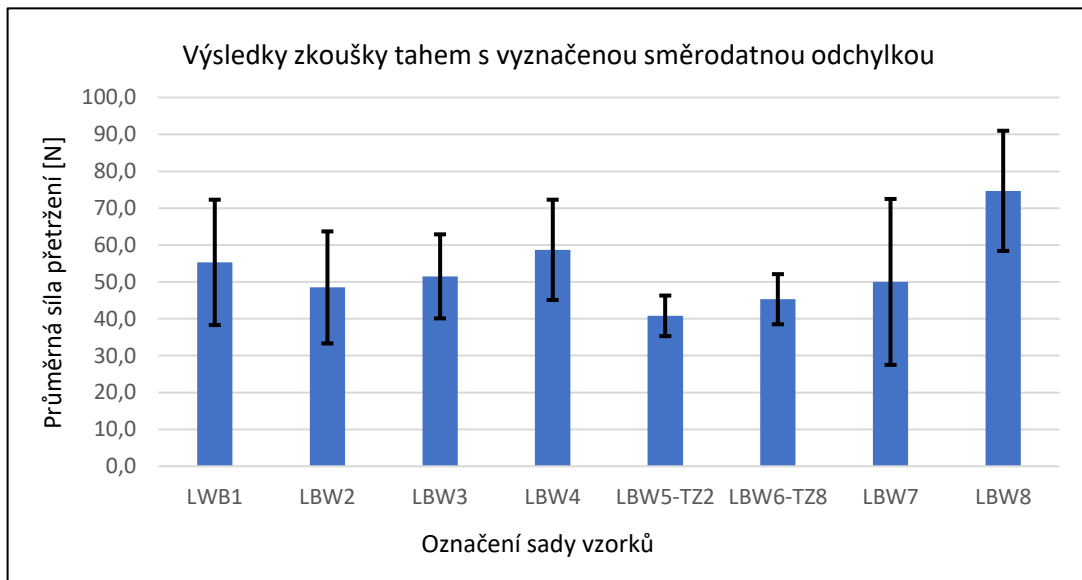
8.1 Zkouška tahem

V Tabulce 17 jsou uvedeny výsledky zkoušky tahem. Zkouška probíhala na testovacím stojanu se siloměrem od výrobce Insize CO. Problematické upevnění vzorku bylo realizováno pomocí průvzlaku se závitem a čelistmi.

Tabulka 17: Zkouška tahem

Označení sady vzorků	síla při přetržení [N]	průměrná síla [N]	δ [N]
LBW1	72,8	55,3	17,0
	46,1		
	63,2		
	26,4		
	55,6		
	67,5		
LBW2	25,6	48,5	15,2
	62,9		
	42,2		
	51,7		
	60,2		
LBW3	71,9	51,5	11,4
	44,8		
	55,2		
	51,0		
	39,4		
	46,5		
LBW4	58,1	58,7	13,6
	65,6		
	39,3		
	76,1		
	54,6		
LBW5-TZ ₂	40,1	40,8	5,5
	50,1		
	38,5		
	40,1		
	35,4		
LBW6-TZ ₈	45,2	45,3	6,8
	40,2		
	38,4		
	47,2		
	55,7		
LBW7	25,1	50,0	22,5
	85,0		
	38,3		
	55,8		
	46,0		
LBW8	73,2	74,7	16,3
	99,7		
	53,8		
	74,3		
	72,5		

Výsledky průměrných sil přetržení jednotlivých sad vzorků a jejich směrodatné odchylky δ jsou porovnány na Obrázku 41. Nejlepší směrodatnou odchylku vykazují vzorky LBW5-TZ₂ (Obr. 42) a LBW6-TZ₈. Důvodem je částečné odstranění pnutí a vnitřních vad podporujících křehké chování materiálu. Parametry tepelného zpracování (430 °C; 2 - 8 min) můžeme v tomto ohledu označit za vyhovující. U těchto vzorků byla v rámci zkoušky tahem dosažena nejnižší směrodatná odchylka $\delta = 5,5$ N. V tomto ohledu byl cíl práce splněn. Na rozdíl od ostatních svarů vykazují tepelně zpracované vzorky nižší pevnost (40 N; pokles o cca 35 %). Výsledky TZ se neshodují s literaturou, kde žíháním došlo ke zvýšení pevnosti NiTi. Důvodem může být vliv teplotního zásahu do materiálu při svaření a vytvoření precipitátů nebo přítomnost a difúze prvků z korozivzdorné oceli.



Obrázek 41: Zkouška tahem LWB vzorků

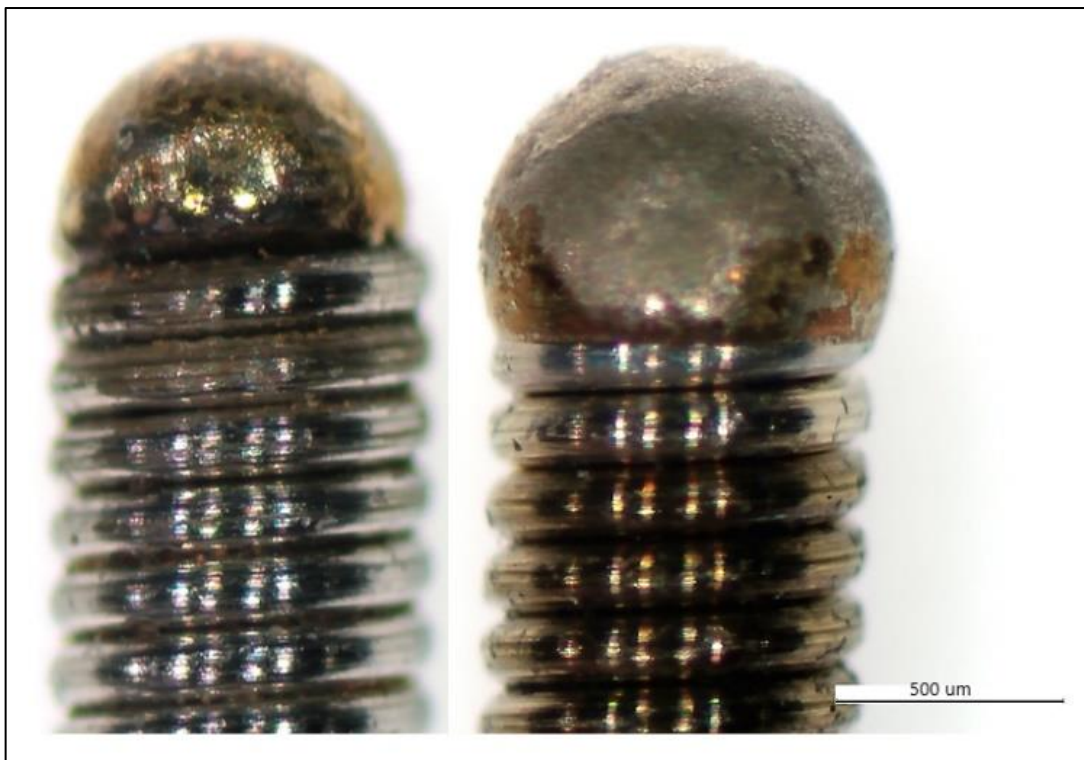


Obrázek 42: Vzorky LBW5-TZ₂

Při vzájemném porovnání všech variant můžeme konstatovat, že nežádoucí křehké chování nebylo zcela eliminováno žádnou z navrhovaných úprav. Zvýšená ochrana svaru pomocí

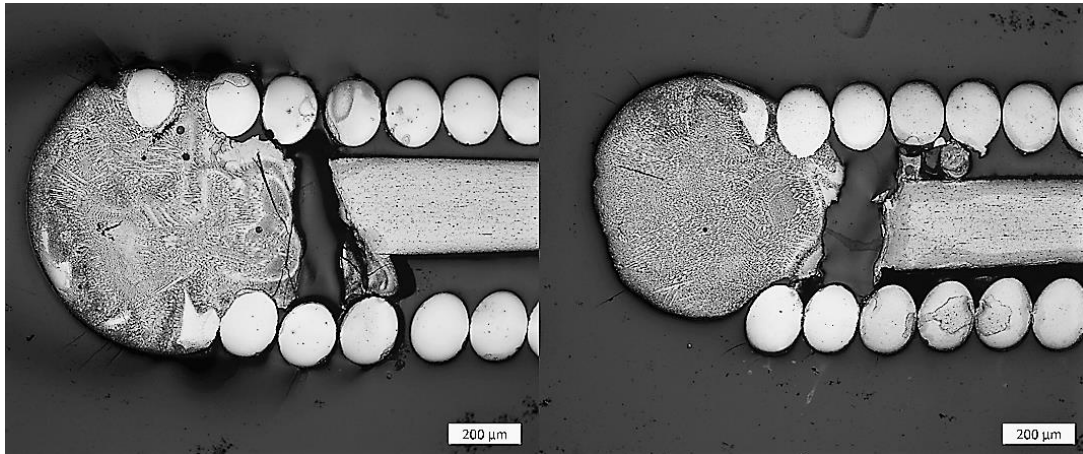
přípravku neměla vliv na výslednou pevnost a opakovatelnost, přípravek však zajistil dostatečnou ochranu svarového kovu (zlato-stříbrný povrch). Přestože byl u vzorků LBW3 a LBW4 použit jiný průměr NiTi vláknů, hodnoty pevností nebyly výrazně ovlivněny. Tento poznatek potvrzuje nahodilé křehké porušení.

Nejvyšší pevnosti bylo dosaženo u vzorků LBW8 zhotovených na tři po sobě následující pulzy. Druhý a třetí pulz o polovičním výkonu představovaly určitou formu tepelného zpracování v řádu sekund. Bylo pozorováno, že druhý a třetí pulz přetavily pouze povrchovou vrstvu a odstranily případné vady a nerovnosti. Na Obrázku 43 je viditelný rozdíl ve svaru zhotoveném na jeden pulz s převažující zlatou barvou, a ve svaru s čistě stříbrnou hlavičkou zhotoveném na 3 pulzy.



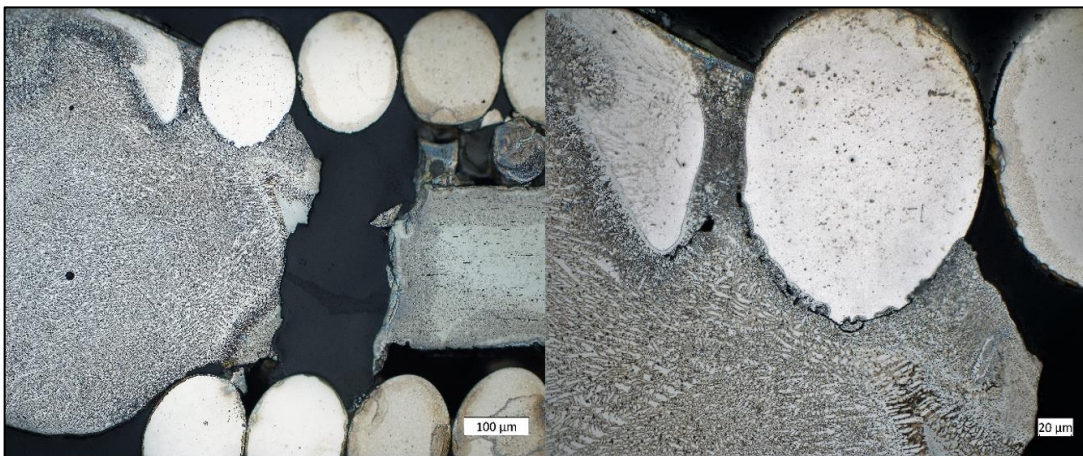
Obrázek 43: Vlevo vzorek zhotovený na jeden pulz, vpravo vzorek zhotovený třemi pulzy

Na Obr. 44 můžeme pozorovat metalografické výbrusy porušených vzorků LBW2 a LBW5-TZ₂. Přes stejné svařovací parametry můžeme pozorovat rozdílné množství nataveného materiálu a u vzorku LBW5-TZ₂ nesymetrický svar směřující ke konci opletu. Vzorek LBW2 na rozdíl od tepelně zpracovaného vzorku vykazuje větší množství doprovodných trhlin patrných i ve svarovém kovu značící vyšší křehkost spoje.



Obrázek 44: Srovnání metalografických výbrusů přetržených vzorků LBW2 a LBW5-TZ₂

I přes dosaženou směrodatnou odchylku ($\delta = 5,5$ N) můžeme u těchto tepelně zpracovaných vzorků pozorovat transkrystalické trhliny značící křehký charakter lomu (Obr. 45). Na detailu vpravo můžeme vidět značně natavenou ocelovou pružinku, jejíž zbylá část je po obvodu dokonale smáčena svarovým kovem. Průřez dalšího závitu pružinky je téměř nenatavený, lze pozorovat drobné trhliny na rozhraní se svarovým kovem. Jemná dendritická struktura značí rychlé ochlazení materiálu.



Obrázek 45: Metalografický výbrus vzorku LBW5-TZ₂

Vzorek LBW5-TZ₂ byl dále podroben zkoušce tvrdosti dle Vickerse. Tvrdost svarového kovu vzorku činí 931 HV_{0,5} a spolu s tvrdostí základního materiálu (NiTi: 372 HV_{0,5}; SS: 560 HV_{0,5}) se shoduje s naměřenými hodnotami u předchozích vzorků (kapitola 6.1). Tepelné zpracování tvrdost materiálu zásadně neovlivnilo.

9 Závěr

Diplomová práce se zabývá svařováním NiTi drátku o průměru 0,46 mm s pružinkou z oceli AISI 304 o průměru 0,20 mm. Navazuje na autorovu bakalářskou práci, kde bylo cílem vytvořit zjednodušený medicínský katétr skládající se z NiTi drátku a ocelové pružinky technologií EWB. Byly kladeny geometrické a pevnostní požadavky na výsledný kulový svar bez ostrých výstupků a nerovností. Z hlediska pevnosti byla stanovena podmínka minimální síly pro porušení svaru $F = 10 \text{ N}$ ve zkoušce tahem. Pro zajištění opakovatelnosti procesu byla stanovena směrodatná odchylka $\delta = 5 \text{ N}$, které nebylo dosaženo.

Experiment diplomové práce, pro který bylo stanoveno několik cílů, je rozdělen na dvě části. První část experimentu představuje přehled svažitelnosti NiTi + SS technologiemi elektronovým paprskem, laserovým paprskem, mikrotigem a pájené spoje, přičemž hlavním cílem bylo porovnat použité metody a splnit výše uvedené pevnostní a geometrické požadavky na svar. Zhotovené vzorky byly podrobeny vizuální zkoušce (byl zhotoven svar NiTi + SS o požadované geometrii), zkoušce tahem ($F = 15 - 159 \text{ N}$; $\delta = 5,2 - 25,5 \text{ N}$) a zkoušce tvrdosti (tvrdost svarového kovu NiTi + SS cca 850 HV0,5). Metalografické výbrusy potvrdily nežádoucí křehká, nahodilá porušení spojů v TOO. Z výsledků plyne, že vznik křehkých fází NiTi nelze eliminovat použitím odlišného zdroje energie.

Druhá polovina experimentu se zabývala pouze laserovým svařováním NiTi + SS s navrženým svařovacím přípravkem, geometrickými úpravami a navrženým tepelným zpracováním svarů. Cílem bylo zvýšit houževnatost spojů a dosáhnout tak stanovené směrodatné odchylky pevnosti. Z navržených úprav dosahovaly z hlediska opakovatelnosti nejlepších výsledků vzorky LBW5-TZ₂, které byly po svaření s celkovou vnesenou energií 4,2 J žižány na teplotě 430 °C po dobu 2 minut. Spoje byly charakteristické nižší pevností (síla pro porušení 41 N). Přestože nebyl zcela eliminován charakter křehkého porušení v TOO, naměřená směrodatná odchylka δ dosahovala uspokojivých 5,5 N. V tomto ohledu byl cíl práce splněn.

Pro další výzkum je doporučeno využít kovových mezivrstev, blíže prozkoumat laserové ofsetové svařování, svařování na více pulzů následujících po sobě či zefektivnit proces svařování elektronovým paprskem ve vakuu.

10 Citovaná literatura

- [1] TAUER, Jan. *Spojování nitinolu s korozivzdornou ocelí u medicínských katetrů*. Praha, 2018. Bakalářská práce. FS ČVUT. Vedoucí práce Tomáš Kramár.
- [2] OLIVEIRA, J.P., R.M. MIRANDA a F.M. BRAZ FERNANDES. Welding and Joining of NiTi Shape Memory Alloys: A Review. *Sciencedirect* [online]. 2017 [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642517300385>
- [3] NĚMEC, Milan, Jan SUCHÁNEK a Jan ŠANOVEC. *Základy strojírenské technologie I*. 3. vydání. V Praze: České vysoké učení technické, 2016. ISBN 978-80-01-06056-8.
- [4] KOVANDA, Karel. *Technologie I: přednášky*. FS ČVUT v Praze, 2017.
- [5] KOLAŘÍK, Ladislav. *Teorie spojování a dělení materiálu: přednášky*. FS ČVUT v Praze, 2020.
- [6] KOUKAL, Jaroslav a Tomáš ZMYDLENÝ. *Svařování I*. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2005. ISBN 80-248-0870-6.
- [7] KOVAŘÍK, Rudolf a František ČERNÝ. *Technologie svařování*. Plzeň: Západočeská univerzita v Plzni, 2008. ISBN 978-80-7082-697-3.
- [8] JANOŠKO, Martin. *Aplikační možnosti laserového gravírování při značení vzorků* [online]. Ostrava, 2018 [cit. 2018-11-28]. Dostupné z: https://dspace.vsb.cz/bitstream/handle/10084/129373/JAN0562_FS_B2341_2303R002_2018.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Bakalářská práce. VŠB – Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Ing. Šárka Malotová.
- [9] PŘASLICA, Martin. *Technologie gravírování laserem* [online]. Ostrava, 2014 [cit. 2018-11-28]. Dostupné z: https://dspace.vsb.cz/bitstream/handle/10084/104930/PRA0054_FS_B2341_2303R002_2014.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Bakalářská práce. VŠB – Technická univerzita Ostrava. Vedoucí práce Doc. Ing. Marek Sadílek, Ph.D.
- [10] KŘÍŽ, Václav. *Technologie svařování tenkostěnné tlakové nádoby saturátoru laserem*. Praha, 2015. Bakalářská práce. FS ČVUT v Praze.
- [11] PRIMUS, Tomáš. *Tvorba bionicky motivovaných povrchů laserem 2019 Bc*. Praha, 2019. Diplomová práce. FS ČVUT v Praze.
- [12] Průmyslové lasery (4) - Hlavní typy laserů v průmyslové praxi. *MM spektrum* [online]. 2012, **2012**(9), 6 [cit. 2020-07-20]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/prumyslove-lasery-4-hlavni-typy-laseru-v-prumyslove-praxi.html>
- [13] Třetí generace diskových laserů. *MM spektrum* [online]. 2009, **2009**(1), 5 [cit. 2020-07-20]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/treti-generace-diskovych-laseru.html>

- [14] MACEK, Karel. *Kovové materiály*. V Praze: Nakladatelství ČVUT, 2006. ISBN 80-010-3513-1.
- [15] JANOVEC, Jiří, Petr ZUNA a Karel MACEK. *Fyzikální metalurgie*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2004. ISBN 80-010-2935-2.
- [16] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-720-4248-3.
- [17] ZAJÍC, Milan. *KOROZNÍ ODOLNOST KOROZIVZDORNÝCH OCELÍ PRO POTRAVINÁŘSKÝ PRŮMYSL* [online]. Praha, 2017 [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://dspace.cvut.cz/handle/10467/69040>. Bakalářská práce. ČVUT - FS. Vedoucí práce Ing. Jaroslav Červený Ph.D.
- [18] KOLÁČEK, DAVID. *VÝROBA A POUŽITÍ ODLITKŮ Z VYSOKOLEGOVANÝCH OCELÍ* [online]. Brno, 2013 [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: https://dspace.vutbr.cz/bitstream/handle/11012/20934/2013_BP_Kolacek_David_120260.pdf?sequence=1. Bakalářská práce. VUTBR - FSI. Vedoucí práce Ing. VÍTĚZSLAV PERNICA.
- [19] KŘIVÁNEK, Jakub. *MOŽNOSTI SPOJOVÁNÍ NITINOLU – MĚKKÉ PÁJENÍ TENKÝCH DRÁTŮ*. Praha, 2019. Diplomová práce. FS ČVUT v Praze.
- [20] KROUPOVÁ, MUDr. *Výroba NiTi stentů a jejich využití v medicíně* [online]. Praha, 2018 [cit. 2020-06-01]. Dostupné z: <https://dspace.cvut.cz/bitstream/handle/10467/80419/F2-BP-2018-Kroupova-Ludmila-Vyroba%20NiTi%20stentu%20a%20jejich%20vyuziti%20v%20medicine.pdf?sequence=-1&isAllowed=y>. Bakalářská práce. FS ČVUT v Praze.
- [21] OTSUKA, K. a X. REN. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys. *Progress in material science* [online]. 2005, **1**(1), 205 [cit. 2020-06-23]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079642504000647?via%3Dihub>
- [22] Introduction to nitinol. *Introduction to Nitinol* [online]. USA: Memry Corporation, 2020 [cit. 2020-06-01]. Dostupné z: <https://www.memry.com/intro-to-nitinol>
- [23] OLIVEIRA, J.P., R.M. MIRANDA a F.M. BRAZ FERNANDES. Welding and Joining of NiTi Shape Memory Alloys: A Review. *Progress in Materials Science* [online]. 2017, **88**, 412-466 [cit. 2019-05-20]. ISSN 00796425. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642517300385>
- [24] DAYANANDA, G.N. a M. SUBBA RAO. Effect of strain rate on properties of superelastic NiTi thin wires. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2008, **1**(1), 19 [cit. 2020-06-01]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509307016449>
- [25] TOLDE, Ing. *OXIDICKÉ VRSTVY NA TITANOVÝCH SLITINÁCH PRO LÉKAŘSKÉ APLIKACE* [online]. Praha, 2018 [cit. 2020-06-01]. Dostupné z: <https://dspace.cvut.cz/handle/10467/81464>. Disertační práce. FS ČVUT v Praze.

- [26] Nitinol manufacturing and micromachining: A review of processes and their suitability in processing medical-grade nitinol. *Journal of material process* [online]. 2019, **1**(1), 51 [cit. 2020-06-22]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1526612519300039>
- [27] Numerical modeling of the momentum, heat and mass transfer in the Vacuum Arc Remelting process. *RWTH Aachen university* [online]. Aachen: -, 2020 [cit. 2020-07-23]. Dostupné z: <https://www.iob.rwth-aachen.de/en/research/high-temperature-flows/numerical-modeling-of-the-momentum-heat-and-mass-transfer-in-the-vacuum-arc-remelting-process/>
- [28] Laser welding of TiNi shape memory alloy and stainless steel using Co filler metal. *Optics a laser technology* [online]. 2013, **1**(1), 18 [cit. 2020-06-03]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0030399212002782>
- [29] Welding of shape memory alloy to stainless steel for medical occluder. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* [online]. 2013, **1**(1), 5 [cit. 2020-06-03]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1003632613624425>
- [30] Effects of laser brazing parameters on microstructure and properties of TiNi shape memory alloy and stainless steel joint. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2006, **1**(1), 15 [cit. 2020-06-03]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509306001407>
- [31] Controlling intermetallic compounds formation during laser welding of NiTi to 316L stainless steel. *Intermetallics* [online]. 2020, **1**(116), 19 [cit. 2020-07-21]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0966979519307083>
- [32] Numerical study for prediction of optimum operational parameters in laser welding of NiTi alloy. *Optics & Laser Technology* [online]. 2019, **1**(1), 37 [cit. 2020-07-21]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0030399219300349>
- [33] DALIBOR, Vojtěch. INFLUENCE OF HEAT TREATMENT OF SHAPE MEMORY NiTi ALLOY ON ITS MECHANICAL PROPERTIES. *Metal* [online]. 2010, **1**(1), 5 [cit. 2020-05-12]. Dostupné z: http://metal2013.tanger.cz/files/proceedings/metal_10/lists/papers/74.pdf

11 Seznam obrázků

Obrázek 1: Schéma laseru [8]	13
Obrázek 2: Geometrie aktivního prostředí Nd:YAG, diskového a vláknového laseru [12]	16
Obrázek 3: Vliv legování chromem na pasivaci korozivzdorných ocelí [12].....	17
Obrázek 4: Schaefflerův diagram [16]	19
Obrázek 5: Krystalické mřížky nitinolu	23
Obrázek 6: Binární diagram Ti-Ni [23].....	23
Obrázek 7: Vliv niklu na transformační teplotu nitinolu [2].....	24
Obrázek 8: 3D diagram znázorňující efekt tvarové paměti a superelastické chování NiTi [2]	25
Obrázek 9: DSC křivka a záznam z BFR testu [19; 24]	26
Obrázek 10: Superelastické chování nitinolu [2]	26
Obrázek 11: Mechanická hystereze nitinolu [22]	27
Obrázek 12: Teplotní hysterezi nitinolu [22]	28
Obrázek 13: Výrobní metody VIM a VAR [19; 27].....	31
Obrázek 14: Schéma protahování drátů [22].....	32
Obrázek 15: a) Svařování NiTi+SS metodami TIG a laserovým paprskem, b) rozměry trubky [29]	34
Obrázek 16: Výsledky kvantitativní analýzy [29].....	34
Obrázek 17: a) schéma pájení laserem, b) zkouška obnovení tvaru NiTi [30]	35
Obrázek 18 Schéma experimentu s Co mezivrstvou [28]	36
Obrázek 19: Varianty spojů NiTi+SS a) na tupo, b) s mezivrstvou, c) ofsetové [31]	37
Obrázek 20: Výsledky simulace svařování NiTi [32].....	38
Obrázek 21: MEBW - 60 L8 [1]	40
Obrázek 22: Schéma variant experimentu a) přesah ocelové pružinky, b) přesah NiTi, c) zarovnané konce [1].....	42
Obrázek 23: Nevyhovující spoje s nedoostatečným natavením materiálu (200 μ A) [1]	42
Obrázek 24: Srovnání vzorků E9, E11 a E20 [1].....	43
Obrázek 25: a) metalografický výbrus vzorku E9; b) detail na TOO [1]	44
Obrázek 26: Vlevo nataven NiTi, vpravo SS [1]	44
Obrázek 27: Orion 200i ²	45
Obrázek 28: Vizualně nevyhovující spoje M11 a M6 (10 J, 2 ms)	46
Obrázek 29: Vizualně vyhovující spoje M9 a M2 (10 J, 2 ms)	46
Obrázek 30: Pájené spoje NiTi+SS.....	50
Obrázek 31: Metalografické výbrusy pájených spojů NiTi+SS.....	50
Obrázek 32: Snímek vzorku L1 (3 J; 7,5 ms; 400 W; Ar)	52
Obrázek 33: Vzorek L9	52
Obrázek 34: Srovnání spojů NiTi+SS zhotovených různými technologiemi (zleva: EBW, LBW, mikrotig, pájení)	53
Obrázek 35: Porovnání průměrných hodnot a směrodatných odchylek (δ) zkoušky tahem	53
Obrázek 36: Schéma svařovacího přípravku a základní rozměry	57
Obrázek 37: Vlevo svařovací pracoviště, vpravo detail použití přípravku	58
Obrázek 38: Nevyhovující spoje při odladění parametrů	59
Obrázek 39: První a poslední vzorek v sadě LBW1 - vliv ochranné atmosféry.....	60
Obrázek 40: Vliv postupně zvyšované fokusační vzdálenosti na geometrii svaru, zleva: focus (0, +2, +4, +6, +8) mm	60
Obrázek 41: Zkouška tahem LWB vzorků.....	62
Obrázek 42: Vzorky LBW5-TZ ₂	62
Obrázek 43: Vlevo vzorek zhotovený na jeden pulz, vpravo vzorek zhotovený třemi pulzy	63
Obrázek 44: Srovnání metalografických výbrusů přetržených vzorků LBW2 a LBW5-TZ ₂	64
Obrázek 45: Metalografický výbrus vzorku LBW5-TZ ₂	64

12 Seznam tabulek

Tabulka 1: Hodnocení svažitelnosti dle ČSN 05 1309 [5]	12
Tabulka 2: Základní přehled průmyslových laserů [13].	15
Tabulka 3 - Mechanické vlastnosti oceli AISI 304 [17]	20
Tabulka 4: Legující prvky ocelí [1; 15; 17]	21
Tabulka 5: Fyzikální vlastnosti nitinolu [20; 23]	22
Tabulka 6: Rozdělení biomateriálů [26]	30
Tabulka 7: Specifikace zařízení MEBW - 60 L8 [1].....	40
Tabulka 8: Přehled zkušebních vzorků, svařovacích parametrů a pevnosti spojů [1].....	41
Tabulka 9: Parametry zdroje Orion 200i ²	46
Tabulka 10: Přehled svařovacích parametrů a výsledné pevnosti spojů	47
Tabulka 11: Pájecí parametry a pevnost spojů	49
Tabulka 12: Parametry diskového laseru.....	51
Tabulka 13: Přehled svařovacích parametrů a výsledné pevnosti vzorků	51
Tabulka 14: Výchozí hodnoty pro teoretický výpočet potřebné energie.....	56
Tabulka 15: Parametry 3D tisku.....	57
Tabulka 16: Zhotovené sady vzorků	58
Tabulka 17: Zkouška tahem	61