

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV STROJÍRENSKÉ TECHNOLOGIE



BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

**SPOJOVÁNÍ NITINOLU S KOROZIVZDORNOU OCELÍ U MEDICÍNSKÝCH
KATETRŮ**

Autor: Jan Tauer

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

2018



ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ 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:	Teoretický základ strojního inženýrství				
Studijní obor:	bez oboru				

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:
Spojování nitinolu s korozivzdornou ocelí u medicínských katetrů.

Název bakalářské práce anglicky:
Joining of nitinol with stainless steel in medical catheters.

Pokyny pro vypracování:
popis technologie svařování a pájení elektronovým svazkem, vlastnosti a použití nitinolu a austenitické oceli, problematika spojování těchto materiálů při výrobě medicínských katetrů, návrh podmínek svařování, zhotovení zkušebních vzorků elektronovým paprskem, destruktivní a nedestruktivní zkoušky spojů, shrnutí výsledků.

Seznam doporučené literatury:
Zváranie a zvariteľnosť materiálů - Ivan Hrivňák

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:
Ing. Tomáš Kramár, Ph.D., ústav strojírenské technologie FS

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

Datum zadání bakalářské práce: **30.04.2018** Termín odevzdání bakalářské práce: **10.08.2018**

Platnost zadání bakalářské práce: **10.08.2018**

 Ing. Tomáš Kramár, Ph.D. podpis vedoucí(ho) práce	 doc. Ing. Ladislav Kolařík, Ph.D. podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry	 prof. Ing. Michael Valašek, DrSc. podpis děkana(ky)
--	--	--

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

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

<u>9.5.2018</u> Datum převzetí zadání	 Podpis studenta
--	---------------------

Anotační list

Jméno autora: Jan Tauer

Fakulta: Fakulta strojní

Zadávací ústav: Ústav strojírenské technologie

Studijní program: Teoretický základ strojírenského inženýrství

Studijní obor: bez oboru

Rok: 2018

Název bakalářské práce: Spojování nitinolu s korozi-vzdornou ocelí u medicínských katetrů

Název bakalářské práce anglicky: Joining of nitinol with stainless steel in medical catheters

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

Bibliografické údaje: Počet stran: 45

Počet obrázků: 44

Klíčová slova: svařování elektronovým paprskem, katetr, nitinol, korozi-vzdorná ocel

Key words: electron beam welding, catheter, nitinol, stainless steel

Anotace: Bakalářská práce se zabývá experimentálním spojením nitinolu s korozi-vzdornou ocelí svazkem urychlených elektronů. Obsahuje rešerši EBW technologie, korozi-vzdorné oceli, niklu, titanu a jejich slitině zvané nitinol. V praktické části je popsán postup od přípravy až po vyhodnocení vzorků.

Abstract: The bachelor thesis describes the experimental connection of nitinol with stainless steel by electron beam welding. Thesis contains informations of EBW technology, stainless steel, nickel, titanium and their alloy called nitinol. In experimental part is described the process from preparation to sample evaluation.

Prohlášení:

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně s tím, že její výsledky mohou být dále použity podle uvážení vedoucího bakalářské práce Ing. Tomáše Kramára, Ph.D., IWE. Souhlasím také s případnou publikací výsledků bakalářské práce nebo její podstatné části, pokud budu uveden jako její spoluautor.

Dne:.....

Podpis:.....

Poděkování

Děkuji panu Ing. Tomášovi Kramárovi, Ph.D., IWE za odborné vedení bakalářské práce, za pomoc při provádění experimentální části a za vstřícnou pomoc při jakýchkoliv dotazech. Dále bych chtěl poděkovat panu Ing. Petru Vondroušovi, Ph.D., IWE za věcné rady a za možnost se zúčastnit projektu v Německu.

Obsah

Seznam použitých zkratk a symbolů	7
1 Úvod	8
2 Teoretická část	9
2.1 Spojování materiálu	9
2.1.1 Spojování materiálu elektronovým svazkem	9
2.2 Nikl a jeho slitiny	13
2.2.1 Slitiny niklu	15
2.2.2 Svařitelnost niklu a jeho slitin:	15
2.3 Titan a jeho slitiny	16
2.3.1 Slitiny titanu	18
2.3.2 Svařitelnost titanu:.....	18
2.4 Nitinol.....	19
2.5 Austenitické korozivzdorné oceli	23
2.6 Současné možnosti spojování NiTi.....	26
2.7 Medicínské katetry.....	29
3 Praktická část	31
3.1 Příprava vzorků	31
3.2 Svářecí pracoviště	31
3.3 Proces spojování	34
3.4 Destruktivní zkouška	36
3.5 Metalografická zkouška	37
3.6 Zkouška tvrdosti	39
4 Závěr:.....	43
5 Bibliografie	44
6 Seznam obrázků:	46
7 Seznam tabulek:	47

Seznam použitých zkratk a symbolů:

A	tažnost
EBW	elektron beam weldind
HV	tvrdost dle Vickerse
MIG	metal inert gas
NiTi	nitinol
Rm	mez pevnosti
Rp	mez kluzu
SMA _s	shape memory alloys
TIG	tungsten inert gas

1 Úvod

V posledních letech došlo k obrovskému rozvoji nejrůznějších vyšetřovacích metod cév a srdce. Zavedení katetru, tzv. katetrizace, je považováno za nepřekonatelnou technologii v této oblasti. Vyšetření katetrem patří dnes mezi běžné zákroky, v ČR je ročně provedeno zhruba 80 000 takovýchto vyšetření. Průměrný věk pacientů, kteří navštíví v ČR přes 25 registrovaných pracovišť za tímto účelem, je 66 let [1; 2].

Cílem praktické části je dosáhnout specifického spoje medicínského katetru tvořeného NiTi vláknem a pružinkou z koroziivzdorné oceli. Spojení bude realizováno technologií svařování, kdy paprsek bude vždy soustředěn pouze na jeden ze dvou uvedených materiálů. Natavením vznikne tavná lázeň, která smáčí druhý nenatavený materiál a zajistí jejich spojení. Protože se jedná o velice jemnou geometrii, je potřeba zařízení, které disponuje přesným fokusováním elektronového paprsku o průměru v řádu desítek mikrometrů. Tvar výsledného spoje musí odpovídat specifickým požadavkům uvedených v normě ČSN EN ISO 11070 [19]. Podle těchto kritérií musí být zhotovený spoj ve tvaru pravidelné hladké kuličky bez ostrých výstupků, který snese v tahu zatížení vyšší než 10 N. Aby mohl výrobce u zhotoveného produktu garantovat předpokládané chování, je zde navíc požadavek pravidelného porušení spoje při zatížení tahem v úzkém rozsahu hodnot působící síly [1; 2].

Práce probíhá v rámci spolupráce firmy Tereflex medical s.r.o a ČVUT FS – skupinou svařování. Firma Teleflex, zabývající se výrobou katetrů, zhotovuje svařené spoje metodou TIG. V současnosti řeší společnost otázku, v jakém stavu odebírat NiTi materiál od dodavatele z USA (oxidovaném nebo broušeném). Oxidované jsou levnější, ale obtížněji se svařují, broušené naopak. Další otázkou při svařování metodou TIG je určení přesného dávkování tepelného příkonu, který je u takto malých nástrojů velmi důležitý. Z tohoto důvodu budou vzorky v praktické části spojeny metodou EBW, u které lze dodané teplo přesně určit.

2 Teoretická část

Následující text je shrnutím informací o technologii a použitém materiálu v praktické části.

2.1 Spojování materiálu

Existuje velké množství spojovacích metod, které by mohly být rozděleny do následujících tří skupin: mechanické spojení, lepení a svařování [3].

Mechanickým spojením nazýváme spojení dvou dílů za pomoci třetí součásti, jako jsou svorky, nýty, šrouby apod. Jedná se o jednoduchou a snadno použitelnou metodu, která se vhodná pro případy s požadovanou jednoduchou demontáží. Nevytváří však jednotný spoj. Problémy s únavou a korozí mohou omezit jeho aplikaci [3].

Lepených spojů je dosahováno za použití vhodného lepidla naneseného na povrch dílů. Nevytváří se však spoj se stejnými nebo podobnými vlastnostmi jako má základní materiál a stejně jako mechanické spoje se zde vyskytují problémy s únavou a omezení použití v chemickém prostředí [3].

Klasické svařovací procesy mohou být také dále rozděleny do následujících tří skupin: fúzní procesy založené na tavení a tuhnutí oblasti, která má být spojena; procesy v pevném stavu, kdy nedochází k tavení a spojení se dosahuje plastickou deformací a difúzí v pevné fázi; pájení, kdy se jeden z materiálů nebo plniva roztaví a ztuhne a části jsou takto spojeny difúzí. Proces založený na difúzní reakci lze zařadit také do této skupiny. V závislosti na velikosti součástí a jejich aplikaci je nutné zvolit vhodnou spojovací metodu [3].

V průmyslu je nejpoužívanějším procesem fúzní svařování. Existuje klasifikace založená na typu zdroje energie používaného k tavení materiálů: elektrický oblouk, tepelná chemická energie, zářivá energie a elektrický odpor. Mezi nejvíce studované procesy tavného svařování NiTi řadíme: TIG, laser, plazmu a elektronový svazek. Pro spojování nitinolu s jinými materiály je vhodná metoda pájení [3].

2.1.1 Spojování materiálu elektronovým svazkem

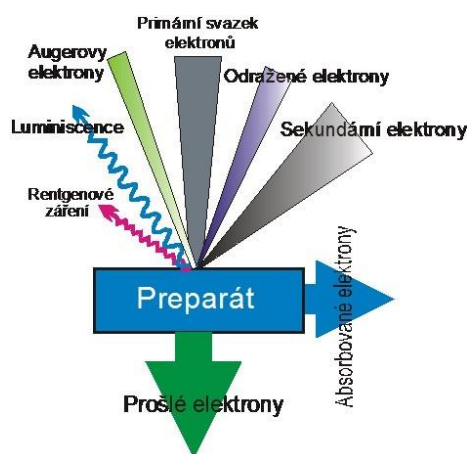
Využití elektronového svazku je dnes používáno v mnoha odvětvích průmyslové výroby. Ve strojírenství nachází uplatnění jak pro spojování kovových i nekovových materiálů, tak i pro navařování, povrchové úpravy, legování povrchu, PVD povlakování, gravírování, dělení materiálu a 3D tisk kovových materiálů. Nejčastějším použitím této technologie je v oblasti svařování homogenních i heterogenních materiálů [4].

Protože svařování je definováno jako spojení dvou natavených materiálů, navařování znamená nanášení nového materiálu na povrch základního materiálu a pájení je spojení dvou materiálů pomocí pájky, bylo by označení výsledného spoje metodou EBW jedním z těchto termínů zavádějící.

Svařování elektronovým paprskem je založeno na principu urychlených elektronů. Svazek urychlených a zaostřených elektronů při dopadu na materiál proniká hluboko do materiálu díky vysoké kinetické energii. Elektrony narážejí do částic materiálu a mění svoji pohybovou energii na teplo. Hustota energie elektronového svazku je až $10^5 - 10^9 \text{ Wcm}^{-2}$. Kvůli volnému pohybu elektronů je nutné provádět svařování ve vakuu. Hloubka vniku elektronů do materiálu je dána vztahem (1):

$$h = 2,1 \cdot 10^{-5} \frac{1}{\rho} U^2 [\text{mm}] \quad (1)$$

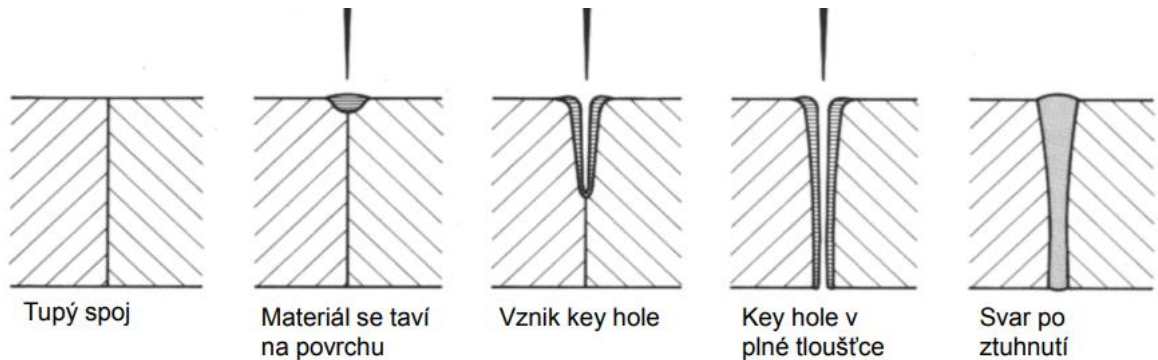
Pro svařování je důležité, aby část elektronů předala svou kinetickou energii krystalové mřížce (většinou v několika nepružných odrazech). Část primárních elektronů se od povrchu pružně odrazí (bez ztráty energie nebo jen částečně) viz. obr. 1. Některé vodivostní elektrony jsou vyraženy do prostoru nad povrchem primárními elektrony. Kvůli změně rychlosti elektronů vzniká kromě charakteristického záření také rentgenové záření. Část energie se spotřebuje na vyzářené světlo, teplo a ionizaci. Všechny tyto jevy považujeme za ztráty, pohybují se v rozmezí 10 – 40 % energie svazku [4].



Obrázek 1: Průnik elektronů do materiálu [5]

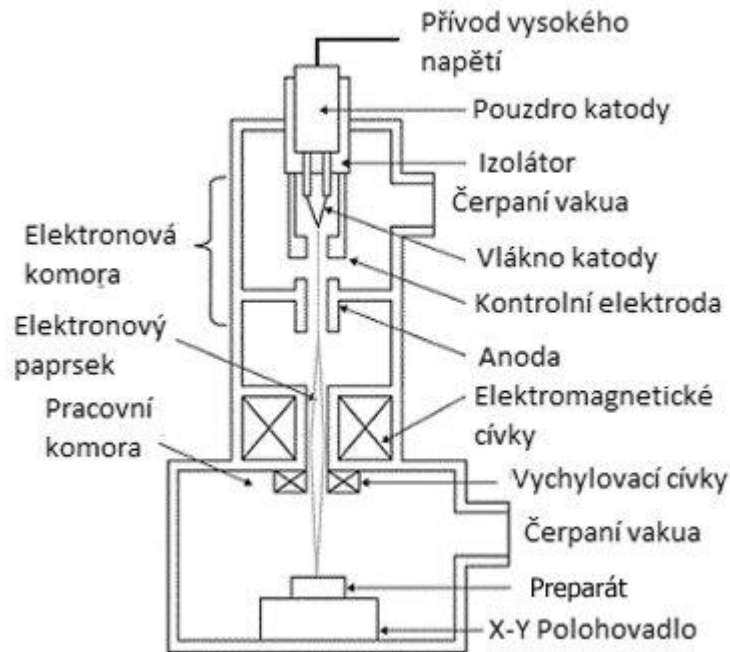
Elektrony jako jedny ze základních částic hmoty nesou záporný náboj a mají extrémně malou hmotnost. Pro potřeby svařování se vysokým napětím urychlí na přibližně 30 % až 70 % rychlosti světla, čímž se vytvoří energie dostatečná na roztavení svařovaných materiálů. Po dopadu elektronů se materiál taví, sublimuje a vzniká válcová dutina obklopená roztaveným

materiálem (tzv. keyhole - obr. 2). Díky vakuu páry kovu rychle expandují a dutina se rychle prohlubuje. Její hloubka závisí na energii elektronů, posuvu a vlastnostech materiálu [4; 6].



Obrázek 2: Fáze vzniku keyhole [7]

Zařízení pro svařování se skládá z elektronového děla, elektronové optiky, řídicího systému, vakuového systému a samotné pracovní komory. Elektronová tryska je zdrojem elektronového svazku. Vnitřní prostor trysky je odsát na vakuum vyšší než 10^{-5} Pa. Elektrony se emitují tepelnou emisí z povrchu žhavicí katody (emitor) a urychlovacím napětím několika desítek až stovek kilovoltů jsou urychlovány na potřebnou energetickou úroveň. Elektrony se elektromagnetickými poli fokusují do úzkého elektronového svazku, který je možné dalšími soustavami elektromagnetických čoček vychylovat či rozdělovat do potřebných směrů. Emitorem elektronů je nejčastěji wolframové nebo tantalové vlákno ohnuté do tvaru písmene V, vyhřáté na emisní teplotu (cca 2 700 °C), a to buď přímo průchodem el. proudu, nebo nepřímo pomocí vinutých vláken. Vlákno je umístěno v kovové válcové elektrodě, tzv. Wehneltově elektrodě s otvorem (clonou). Vnější obal elektrody je na potenciálu nižším než katoda. Hodnotou potenciálu je nastavováno množství emitovaných elektronů a tím výkon elektronového svazku [4; 6; 7].



Obrázek 3: Zařízení pro svařování svazkem el. [4]

Elektronová optika a řídicí systém obsahuje sadu elektromagnetických cívek sloužících k fokusaci (zaostření) svazku na povrch svařence. Dále je možný výskyt další čočky sloužící pro skenování povrchu svaru, případně pro oscilaci paprsku a získání širšího svařového švu. Do této části jsou vsunuta i zařízení na pozorování pracovního procesu, optické prizma a okulár, případně kamera. Kompletní popis zařízení zobrazuje obrázek 3 [6].

Třetí částí zařízení je vakuová pracovní komora, jejíž rozměry mohou dosahovat nejrůznějších rozměrů, záleží na druhu a velikosti svařenců, které se realizují. V pracovní komoře je obvykle umístěn posuvný stůl s několika stupni volnosti (X, Y, C), ke kterému je obrobek uchycen. Celý systém je intenzivně odčerpáván vakuovými vývěvami v několika stupních. Základem je rotační vývěva s vysokou kapacitou, která umožňuje získat vakuum řádu 10^{-2} Pa. V dalším stupni se spouští rotační molekulární vývěva, případně difúzní vývěva, jejichž účelem je získání vysokého vakua. Difúzní vývěva pracuje se silikonovým olejem a molekulární vývěva pracuje na principu otáček rotoru při velmi vysokých otáčkách [6].

V závislosti na plošné hustotě výkonu jsou v elektronovém svařování používány dva hlavní svařovací režimy:

- 1) režim vedením tepla, který se obvykle aplikuje na tenké materiály a fólie (až 50 μm)
- 2) režim hluboké penetrace (keyhole), který se používá v případech, kdy se vyžaduje hluboký průvar (až desítky mm) [4].

Nejčastěji při svařování využíváme vysoké plošné hustoty elektronového svazku (kolem 10^8 W.cm^{-2}), tedy režim hluboké penetrace, a dosahujeme tak i při vysokých rychlostech svařování velmi úzkého a hlubokého závaru s malou tepelně ovlivněnou oblastí. V opačném případě lze nastavit ohnisko svazku na povrch materiálu [6; 7].

Volba svařovacích parametrů ovlivní výsledný tvar svaru a jeho mechanické vlastnosti. Urychlovací napětí se volí blízké maximální hodnotě zařízení. Proud svazku je základní svařovací parametr, příliš velký proud způsobuje rozprašování taveniny. Zaostření se pro tloušťky do 10 mm volí na povrch materiálu, pro silnější materiály do $1/3$ tloušťky. Rychlost posuvu se volí optimálně k svařovanému materiálu a požadované hloubce průvaru. Vyšší rychlosti vedou k svarovým vadám a zhrubnutí svarové housenky [6; 7].

Podmínkou úspěšného svařování je vodivost materiálů, které musejí být na stejném potenciálu jako vakuová komora, aby nedošlo ke vzniku elektrostatického náboje. Při svařování se může, ale nemusí používat přídavný materiál. Obvykle se používá systém keyhole bez využití přídavného materiálu, kdy je svar vytvářen na jeden průchod elektronového svazku přes celou tloušťku materiálu. Typicky jsou tak vytvářeny tupé „I“ svary i na relativně velkých tloušťkách (běžně až 50 mm). Úzká oblast svaru a svařování ve vysokém vakuu dává těmto spojům velmi dobré vlastnosti. Díky vakuové ochraně lze svařovat speciální materiály jako žáruvzdorné oceli, Ni a další materiály používané v energetickém průmyslu, neželezné slitiny Al, Ti používané v letectví, jakož i materiály a jejich kombinace, které jsou konvenčními způsoby tavného svařování obtížně svařitelné. Pokud jsou kovy náchylné na vznik trhlin za tepla, může se to objevit při elektronovém svařování, ale v menší míře [4; 6; 7].

2.2 Nikl a jeho slitiny

Tabulka 1: Mechanické vlastnosti Ni [8; 9]

	E [MPa]	Rm [MPa]	Rp [MPa]	A [%]
Litý nikl	$210 \cdot 10^3$	350 - 400	150	50
Tvářený a žíhaný	$203 \cdot 10^3$	190 - 240	115	25

Nikl je drahý feromagnetický kov s velmi dobrou korozní odolností. Je stálý vůči působení vzduchu, vody i alkáliím, a proto se často používá k povrchové ochraně jiných kovů či výrobě zařízení pro práci s alkalickými hydroxidy. V tabulce 1 jsou uvedeny základní mechanické vlastnosti čistého niklu [8; 9].

V přírodě je hojně zastoupen. V čisté podobě zobrazené na obrázku 4 se však nevyskytuje. Nejčastější výskyt je ve směsi s železem ve formě oxidů. Složitý výrobní proces závislý na použité rudě. V konečné fázi se získává oxid nikelnatý, který se redukuje koksem a vzniká nikl. Pro vznik rafinovaného niklu je však potřeba přečištění elektrolýzou. Nikl se nejvíce využívá jako přísada do slitinových ocelí za účelem zvýšení vrubové houževnatosti při nízkých teplotách. V elektrotechnice najde Ni využití v regulačních obvodech nebo odporových teploměrech. Čtvrtinu spotřeby představují vlastní Ni slitiny [8; 9].



Obrázek 4: Nikl jako čistý kov [10]

Nikl má negativní vliv na zdravotní stav lidského organismu. Při kontaktu hrozí vznik kožní dermatitidy (niklový svrab). Nepříjemná je alergie na nikl, kdy kůže zarudne a vzniká kožní ekzém. Dalším rizikem jsou náušnice. Oblast ucha je velice citlivá a alergie může způsobit otoky hlavy a vyvolat astmatické záchvaty. V ohrožení jsou také kuřáci. Cigaretový kouř obsahuje toxický tetrakarbonyl niklu [8].

Mechanické vlastnosti niklu rostou s klesající teplotou. Rekrystalizace zastudena tvářeného niklu nastává přibližně při 600 °C, pevnostní vlastnosti se do 400 °C nemění. Důležitá je však jeho čistota. Nikl je velmi stabilní prvek, proto má na jeho vlastnosti zásadní vliv obsah příměsí. Síra je s Ni velmi málo rozpustitelná, při 645 °C vzniká eutektikum, které způsobuje křehkost materiálu za studena i za tepla (Ni_3S_2 – křehká fáze na hranicích zrn). Vliv síry eliminujeme pomocí manganu. Křemík působí podobně jako mangan – výborně váže síru. V niklu se částečně rozpouští [9].

2.2.1 Slitiny niklu

Slitiny niklu jsou obecně pevnější, tvrdší a houževnatější než většina slitin neželezných kovů a při tváření se rychle zpevňují. Slitiny můžeme rozdělit do tří kategorií dle použití na *slitiny konstrukční, slitiny se zvláštními fyzikálními schopnostmi a slitiny žáruvzdorné a žárovevné* [7; 8; 9].

Konstrukční slitiny:

- Monely (slitiny Ni-Cu) se vyznačují vysokou pevností, odolností proti korozi. Obsahují (29-32) % Cu, Si, Mn, Al Fe. S přísadou Al jsou vytvrditelné a dosahují pevnosti až 1400 MPa. Použití: pro zařízení potravinářského, farmaceutického a chemického průmyslu, součásti čerpadel nebo lopatek turbín.
- Slitiny Ni-Be obsahují Be do 2 %, po vytvrzení mají pevnost až 1800 MPa při dobré houževnatosti. Použití: do 500 °C na pružiny, membrány, trysky.
- Slitiny Ni-Mo mají výbornou odolnost proti korozi i za vyšších teplot v prostředí sirných sloučenin. Použití: pro elektrody zapalovacích svíček.
- Slitiny Ni-Mn se využívají pro odlitky v prostředí HCl a chloridů [7; 8; 9].

Slitiny se zvláštními fyzikálními vlastnostmi můžeme dále rozdělit na magneticky měkké slitiny, termočláňkové slitiny a slitiny odporové:

- Termočláňkové Ni-Cr – chromel.
- Odporové Ni-Cr (20%) – topné odpory do 1150°C.
- Magneticky měkké Ni-Fe (22-64%) – Permaloy, používá se jako jádra transformátorů měřících zařízení
- slitiny s malou roztažností – invar, elinvar, kovar [7; 8; 9].

Žáruvzdorné a žárovevné slitiny niklu jsou určeny pro teplotně a napěťově nejvíce namáhané součásti, tavení a odlévání vyžaduje vakuovou technologii [7; 8; 9].

2.2.2 Svařitelnost niklu a jeho slitin:

Nikl je velmi dobře svařitelný, svařitelnost je však závislá na jeho čistotě, zejména na obsahu síry. Protože čistý nikl má vysokou tepelnou vodivost, bude se při jeho svařování rychle ohřívat okolní materiál. To vyžaduje vyšší tepelný příkon zařízení. Legováním niklu jeho tepelný koeficient klesá. Rozdílné hodnoty vodivosti slitin niklu mohou vyžadovat změny v aplikovaném

svářečím napětí pro získání totožné šířky svaru. Při svařování slitin niklu jsou nejčastějšími typy trhlin likvační trhliny podporované hrubým zrnem v tepelně ovlivněné oblasti a trhliny připisované deformačnímu stárnutí. Nikl a jeho slitiny se svařují bez přehřevu metodami TIG a MIG s ochranou svaru a kořene argonem [7].

2.3 Titan a jeho slitiny

Tabulka 2: Mechanické vlastnosti titanu [7; 8; 11]

	E [MPa]	Rm [MPa]	Rp [MPa]	A [%]
Titan	$117 \cdot 10^3$	290 – 610	170 – 655	16 – 30

Titan je tvrdý a lehký kov, dobře odolný vůči korozi, po specifické úpravě i vůči kyselinám. V období studené války byl titan strategickou surovinou a jeho výroba v SSSR byla přísně tajná. Díky špionážím byl zjištěný výrobní postup předán do USA a Evropy. Raketoplány jsou tvořeny z 85 % právě slitinami z titanu. Mechanické vlastnosti čistého titanu jsou uvedeny v tabulce 2 [3, 4, 6].

Ti je desátý nejrozšířenější prvek v zemské kůře, protože velmi mnoho minerálů obsahuje v různém množství jeho sloučeniny (vyvřeliny, usazeniny, rašelina, uhlí). Pro výrobu se nejčastěji používají rutil a ilmenit [7; 8; 12].

Ilmenit (obr. 5) se vyskytuje v přeměnných a vyvřelých horách. Je to krystalický titaničitan železnatý s chemickým vzorcem FeTiO_3 . Obsahuje 40 – 60 % titanu. Výhodou je, že se ilmenit používá jak pro výrobu titanu, tak železa. Ložiska se nachází jen v malé hloubce pod povrchem. Cena ilmenitu je dána obsahem Ti, ale obecně je 2 - 4 x levnější než rutil [7; 8; 12].

Rutil (obr. 6) se v přírodě vyskytuje jako modifikace oxidu titaničitého, nejbohatší titanový minerál s chemickým vzorcem TiO_2 . Bohatá ložiska se však vyskytují jen ojediněle, proto je jeho cena vysoká. Nejvíce rutilu se spotřebuje na výrobu titanové houby a jako přísady do obalů svařovacích elektrod [7; 8; 12]



Obrázek 5: Ilmenit [13]

Obrázek 6: Rutil [14]

Běžné hutní metody jsou v případě Ti neúčinné. Důvodem je reakce titanu za vyšších teplot s kyslíkem, vodíkem, dusíkem a uhlíkem, které i ve velmi malém množství zvyšují tvrdost a křehkost a snižují tvářitelnost. Nejčastěji se tedy titan vyrábí redukcí par chloridu titaničitého hořčíkem nebo sodíkem v inertní argonové atmosféře – tzv. Krollovým procesem. Podobným způsobem se zpracovávají všechny minerály titanu. Rozkladu koncentrátů kyselinou sírovou dnes používají pouze chemické závody vyrábějící titanovou bělobu [8; 12].

Synteticky vyrobená titanová běloba (oxid titaničitý, TiO_2) se hojně využívá v různých průmyslových odvětvích. Neškodná, pro děti však nevhodná, je používána v potravinářství jako potravinářské barvivo E171, vyskytující se nejčastěji ve žvýkačkách a cukrovinkách. Dále se přidává do opalovacích krémů, kosmetiky, inkoustů, papíru a léčiv [15].

Na rozdíl od niklu je titan biokompatibilní. Jde o akceptování umělého implantátu okolních tkání a těla jako celek. Jakmile je nějaký cizí materiál uvedený do prostředí lidského těla, nastane odmítavá reakce, která může znamenat od mírného podráždění nebo zánětu i prudkou reakci a smrt. Biokompatibilita tedy znamená, že materiál musí způsobovat minimální stupeň odmítavé reakce. Produkty vyplývající z reakcí s tělními tekutinami musí být přípustné pro okolní tělní tkáň tak, že nedojde k porušení její normální funkce. Biokompatibilita je závislá na umístění implantátu v těle stejně tak jako na jeho chemickém složení a tvaru [12].

Titan má tedy dobré mechanické vlastnosti, je schopen tepelné zátěže, má vysokou odolnost vůči korozi, je biokompatibilní, má nejvyšší poměr mezi pevností a hustotou a jeho cena je příznivá. Jeho špatné třecí vlastnosti jsou dány vysokým součinitelem tření, velkým otěrem a vysokou náchylností k zadírání. Obrobitelnost titanu je horší kvůli křehkému povrchu. Ten vzniká reakcí s kyslíkem a dusíkem [8; 12].

Titan tvoří slitiny s mnoha prvky, a proto lze při jejich rozdělování vycházet z mnoha hledisek. Nejobvyklejší je rozdělení podle struktury v rovnovážném stavu. Titan má dvě krystalové modifikace mřížky, titan α s hexagonální mřížkou, stabilní do 882 °C a titan β s kubickou plošně středěnou mřížkou, stabilní od 882 °C. Přísady se v obou modifikacích titanu rozpouštějí úplně nebo částečně a tvoří roztoky α a β , které mají zachovanou mřížku dané modifikace titanu [12].

2.3.1 Slitiny titanu

Slitiny typu α – obsahují hliník (7 hm. %) jako stabilizátor a neutrální cín. Používají se pro jejich velkou tepelnou stabilitu, pevnost a odolnost proti křehkému porušení i za nízkých teplot, žárupevnost do 300 °C a dobrou svařitelnost. Nejvýznamnější slitinou této skupiny je TiAl5Sn2,5 [8; 12].

Slitiny typu β – obsahují více než 20 % legujících prvků. Jsou legovány Fe, Cr, Mo, V nebo jejich kombinacemi. Jsou to slitiny s dobrou svařitelností, odolností vůči korozi a dobrou tvářitelností za studena. Jako zástupce můžeme jmenovat např. TiMo₁₅ či TiV10Fe2Al3 [8; 12].

2.3.2 Svařitelnost titanu:

Svařování titanu a jeho slitin se nejčastěji provádí metodami TIG a MIG v ochranné atmosféře argonu. Pro dosažení bezchybného svaru je nutné chránit kořen i okolí svaru téměř čistým argonem (99,9hm. % Ar). Další používané metody pro svařování Ti jsou elektronový paprsek, laser a ultrazvuk. Hotové svarové spoje se žíhají na snížení vnitřních pnutí [8; 12].

Svařitelnost titanu a jeho slitin závisí na čistotě, afinitě titanu ke kyslíku, dusíku a vodíku a obsah uhlíku. Povrch materiálu musí být čistý, odmaštěný, bez povlaků a oxidů. Olej a maziva způsobují pórovitost. Také uhlík má nepříznivý vliv na svařitelnost titanu, proto je jeho obsah ve slitinách menší než 0,1 %. S vodíkem tvoří titan hybridy TiH₂, které při chladnutí výrazně snižují vrubovou houževnatost svarového spoje, zvětšují objem a způsobují náchylnost k trhlinám za nízkých teplot. Jako důsledek rychlého ochlazení svarové lázně je vodík také zdrojem pórů. Kvůli již zmíněné reaktivitě s plyny se k svaření titanu nevyužívá plamene, obalených elektrod a svařování pod tavidlem, pokud tavidlo obsahuje kyslíkaté sloučeniny. Za vysokých teplot (nad 450 °C) dochází k reakci s kyslíkem a dusíkem způsobující hrubnutí zrn, proto je možné Ti svařovat pouze v dokonalé ochranné atmosféře (argon, helium) nebo ve vakuové komoře. Kvalita ochranné atmosféry se projeví na zbarvení okolí svaru. Bronzovo-hnědá znamená dobré ochranné prostředí, modré zbarvení značí nevhodnou ochranu a bílé zbarvení povrchu svaru

značí špatnou ochranu. Pro svaření titanu můžeme použít obloukové procesy s ochranou Ar nebo He, svařování plazmou nebo svařování elektronovým a laserovým paprskem [7; 8; 12].

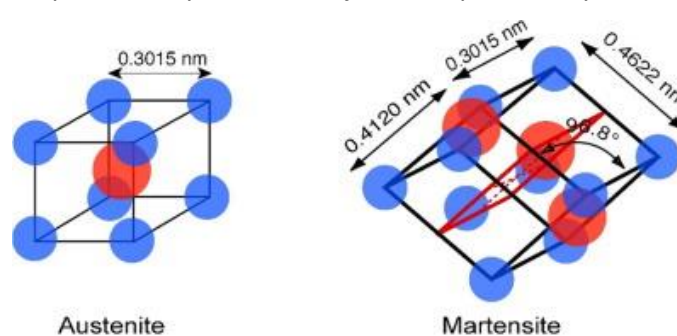
Titan a jeho slitiny jsou hojně využívány v letectví a kosmonautice, ve zbrojním průmyslu. Materiál je možné také použít na šperky a hodinky, rámy a ochranné kryty a sportovní potřeby. Svoji nenahraditelnou pozici má v lékařství (klouby, cévní stenty, zubní implantáty) [8; 12].

2.4 Nitinol

Tabulka 3: Mechanické vlastnosti NiTi [11; 16]

	E [MPa]	Rm [MPa]	Rp [GPa]	A [%]	Teplota tání [°C]
Nitinol	$62 \cdot 10^3$	898 – 1900	195 – 690	5 – 50	1240 - 1310

V posledních letech narůstá zájem o slitiny s tvarovou pamětí (SMAs – shape memory alloys) kvůli jejich jedinečným vlastnostem, zejména tvarové paměti a superelasticitě, které jsou unikátní pro řešení nejmodernějších technologií. SMAs najdou uplatnění v mnoha nejrůznějších odvětvích, např. biomechanika, automobilový průmysl. Hlavní výhodou těchto slitin je kromě jejich jedinečných vlastností poměr pevnosti a hmotnosti. NiTi (tvořen např. 55hm. % Ni a 45hm. % Ti) je jeden z nejvýznamnějších zástupců SMAs díky jeho vysoké pevnosti a tažnosti viz. tabulka 3. Přes intenzivní výzkum tohoto materiálu nejsou zcela ještě vyřešeny otázky týkající se svařování či spojování s jinými materiály. Největší problémy při svařování nitinolu jsou: snížení pevnosti, tvorba intermetalických sloučenin, změna fázového přechodu a transformační teploty. Dochází tedy ke změně superelastivity materiálu a jeho schopnosti nazývané tvarová paměť [3].



Obrázek 7: Krystalické struktura austenitu a martenzitu NiTi [3]

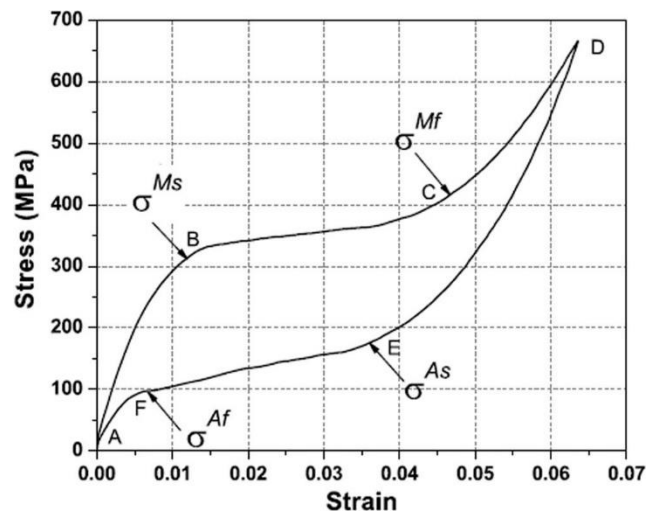
Jedinečné vlastnosti těchto slitin jsou způsobeny martenzitickou transformací. SMAs mají dvě fáze (nízkoteplotní fáze – martenzit, vysokoteplotní fáze – austenit) zobrazené na obrázku 7 [3; 17].

Při ochlazení materiálu z austenitu začne transformace v martenzitickou strukturu ne teplotě značené M_s . Transformace končí teplotou M_f . Naopak pokud materiál o nízké teplotě –

strukturu martenzitu - začneme ohřívat na teplotu A_s , nastane okamžitá transformace martenzitu na austenit [3; 17].

Martenzitická transformace je bez difúze; způsobená pouze teplotou a nemění tvar slitiny v makroskopickém měřítku [3].

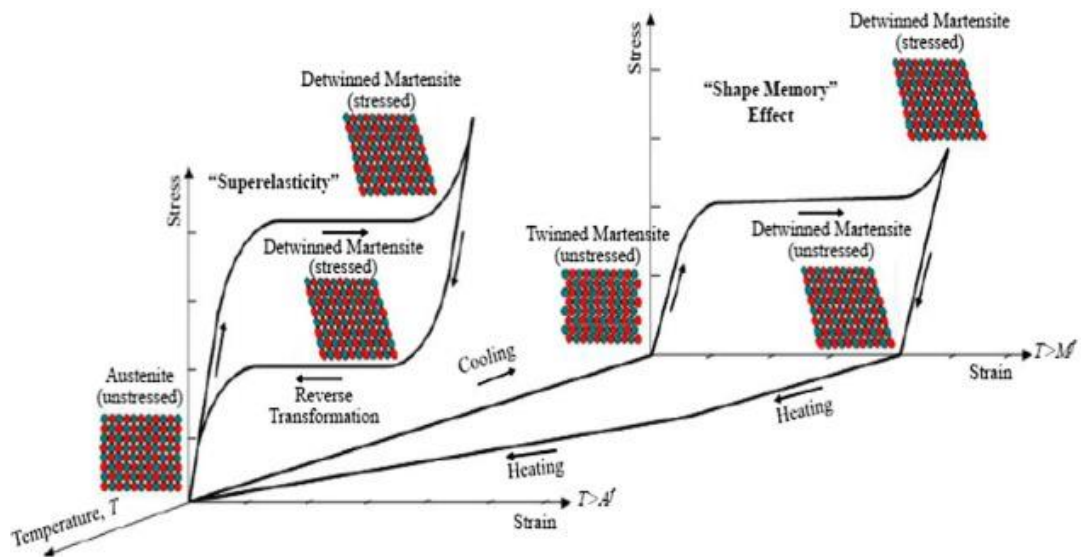
V těchto slitinách má každý martenzitický krystal rozdílnou orientaci. Uspořádáním těchto krystalů získá dvě struktury: "twinned martensit" a "detwinned martensit". První z nich je vytvořena kombinací martenzitických variant, které udržují celkový tvar, když je martenzit tepelně indukován, zatímco druhá je obvykle v důsledku aplikovaného vnějšího zatížení [3].



Obrázek 8: Superelastické chování slitiny s tvarovou pamětí [3]

Martenzitická transformace může být způsobena kromě změnou teploty také napětím, které zvýší elasticitu materiálu. Superelasticita se objeví v případě, že je materiál vystaven tahu v teplotním rozsahu austenitu. To znamená, že materiál je schopen podstoupit deformaci, prodlouží se a po odtížení se vrátí původního tvaru. Na obr. 8 je materiál za konstantní teploty nad A_f vystaven jednoosému napětí. Nejdříve pozorujeme elastickou deformaci austenitu mezi body A-B. V bodě B se při napětí σ_{Ms} nachází počátek martenzitické transformace a probíhá přibližně za konstantní hodnoty napětí až do σ_{Mf} . Při dosažení σ_{Mf} je materiál tvořen pouze martenzitickou strukturou [3].

Oproti superelasticitě se efekt tvarové paměti vyskytuje v martenzitickém stavu. Slitinu je třeba ochladit z austenitu na stabilní martenzit, zdeformovat v určitém rozmezí teplot pro zachování stabilní struktury a následně zahřát nad teplotu A_f . Při překročení teploty A_s začne materiál obnovovat svůj původní tvar až do dosažení teploty A_f , kdy je obnova dokončena - viz. obr. 8. Při zpětném ochlazení na martenzit jsou makroskopické změny materiálu nepatrné. Na obr. 9 je zobrazeno 3D schéma zobrazující efekt tvarové paměti i superelasticitu v závislosti na napětí, deformaci a teplotě [3].



Obrázek 9: 3D schéma zobrazující efekt tvarové paměti a superelasticitu [3]

Přesto, že superelasticita a tvarová paměť byly diskutovány odděleně, blíže spolu souvisejí. Je očekáváno, že každá slitina s tvarovou pamětí má obě výše uvedené vlastnosti, záleží na teplotě testovaného vzorku a aplikovaného napětí [3].

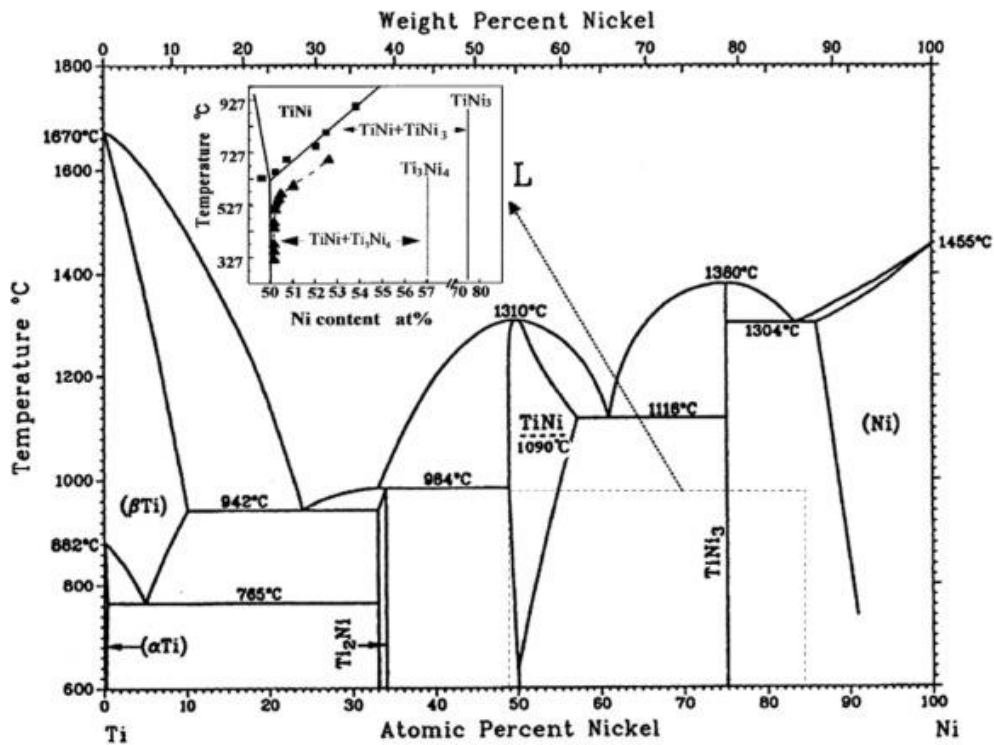
Chování kritického napětí pro transformaci martenzitu popisuje vztah (2), kde σ – aplikované napětí, T – teplota, ΔS – změna entropie, ε - prodloužení [3; 17].

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

Zvýšením teploty je tedy třeba většího napětí. Na druhou stranu kritické napětí vyvolává skluz, tedy plastickou deformaci, která se snižuje s rostoucí teplotou. Je tedy možné, že za dané teploty nastane kritické napětí pro skluz dříve, než je materiál schopen elasticity. Hodnotu kritického napětí vyvolávajícího skluz jsme schopni pro danou teplotu měnit změkčením či vytvrzením materiálu [3; 17].

Další vlastností těchto materiálů je dvousměrný paměťový efekt. Materiál je schopen si zapamatovat svůj geometrický tvar jak pro austenitickou fázi, tak pro martenzitickou. Oba dva tvary se získají bez mechanického zatížení [3].

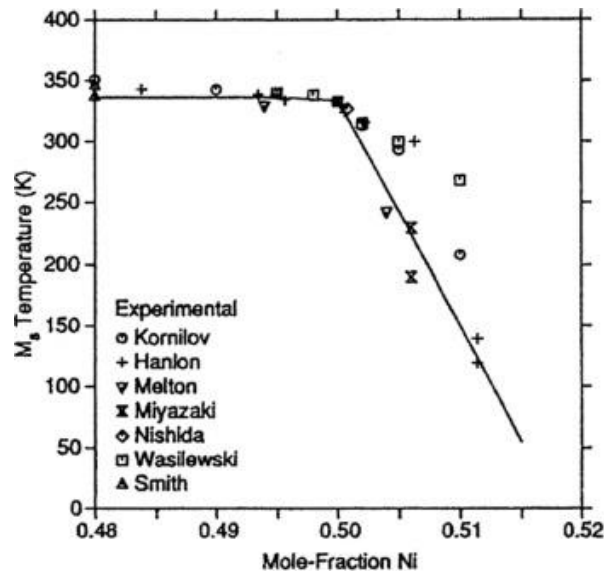
Kromě austenitu a martenzitu je NiTi schopen další fáze – tzv. R-fáze s trigonální strukturou, která se za jistých okolností může vyskytovat mezi martenzitem a austenitem, jejichž struktura je zobrazena na obr.3. Struktura krystalu R-fáze může být zobrazena jako úsek krystalu austenitu ve směru $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ [3].



Obrázek 10: Fázový diagram Ti- Ni [3]

Na obr. 10 je znázorněn fázový diagram Ti – Ni. Jak můžeme vidět, nad určitou teplotou není NiTi lineární sloučeninou s pevnou kompozicí, ale má určitou rozpustnost, která je mnohem větší na straně Ni než na straně Ti. U tohoto systému jsou dále pozorovány precipitáty Ti₂Ni, Ni₃Ti, Ni₃Ti₂ a Ni₄Ti₃. Sraženiny Ni₃Ti, Ni₃Ti₂ a Ni₄Ti₃ se mohou vytvořit pouze v případě, že je slitina NiTi bohatší na nikl, v opačném případě, kdy je ve slitině obsažen větší podíl titanu, může vznikat pouze jeden precipitát Ti₂Ni. Jako důsledek těchto srážek se může vytvořit meziprostorová R-fáze systému NiTi. Je-li přítomna tato transformace R-fáze, je vždy mezistupněm pro transformaci austenitu na martenzit a naopak [3].

Matricová kompozice dané NiTi slitiny ovlivňuje její transformační teploty a tím i funkční vlastnosti při dané teplotě. Vliv složení slitiny na transformační teplotu se významně liší, jestliže jde o NiTi bohatý na Ni nebo Ti – viz. obr. č. 11. Můžeme pozorovat, že nitinol bohatší na nikl výrazně snižuje transformační teplotu se zvyšujícím se obsahem Ni. Naopak zvyšováním obsahu titanu teplotu Ms nijak výrazně neovlivníme [3].

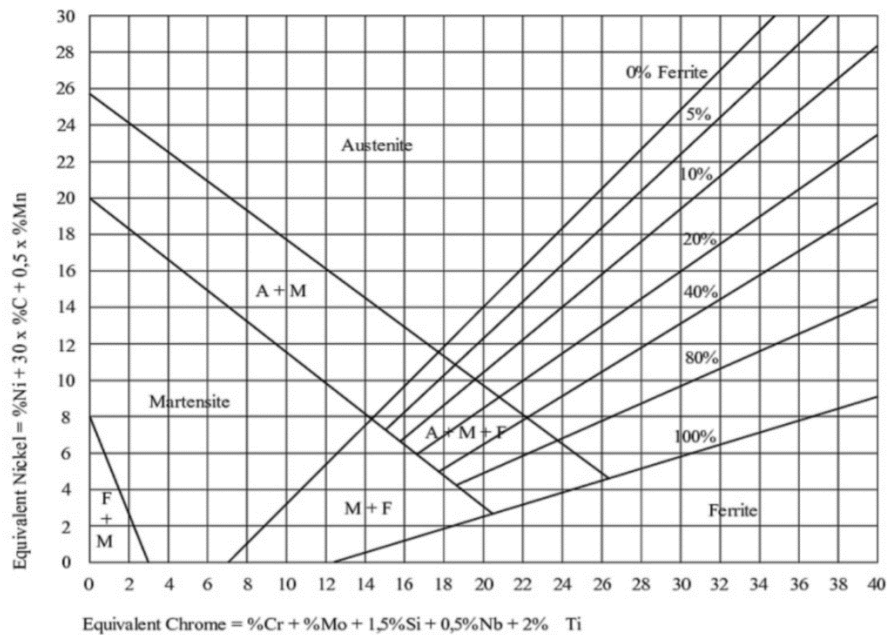


Obrázek 11: Varianty teploty M_s jako funkční hodnoty obsahu Ni [3]

Špatná zpracovatelnost SMAs konvenčními obráběcími procesy je dána vysokou tužností a silným vytvrzením NiTi zvyšuje poptávku na vhodné způsoby spojování materiálu za účelem komplexních tvarů. Byly testovány klasické svařovací postupy, ale s rostoucí poptávkou a vysokými nároky se nejvíce prosadilo použití nejmodernějších technologií, jako je např. laserové svařování [3].

2.5 Austenitické korozivzdorné oceli

U austenitických korozivzdorných ocelí jsou obsahy legujících prvků, kterými jsou nikl, mangan, molybden, křemík, poměrně vysoké, jejich použití musí být správně vyvážené, aby bylo docíleno austenitické struktury – viz. obr. 12. Základním typem austenitických korozivzdorných ocelí je ocel obsahující 18 % chromu, 9 % niklu při obsahu uhlíku kolem 0,08 %, popřípadě obsahuje od 9 do 19 % manganu s možnou kombinací příměsi dusíku až do 0,5 %, jako náhradou za nikl. Úpravou chemického složení, co do obsahu uhlíku tak i legujících prvků, lze u austenitických korozivzdorných ocelí vylepšit celkovou korozní odolnost, odolnost proti mezikrystalové korozi, bodové a štěrbinové korozi, odolnost proti koroznímu praskání, mechanické vlastnosti, obrobitelnost nebo odolnost proti praskání svarů. Austenitické korozivzdorné oceli lze rozdělit podle chemického složení a podle struktury. Podle chemického složení je dělíme na chromniklové, chrom-manganové, chrom-mangan-niklové a podle struktury je dělíme na austenitické a austenitickoferitické [18; 19; 20].



Obrázek 12: Schefflerův diagram [18]

Korozivzdorná ocel 304, nově značená dle ČSN 10088-1 1.4301 (X5CrNi 18-10), je jednou z nejpoužívanějších korozivzdorných ocelí na trhu. Označení používané v následujícím textu 304 plyne z americké normy AISI [21].

Tabulka 4: Mechanické vlastnosti oceli 304 [18]

	E [MPa]	Rm [MPa]	Rp [GPa]	A [%]	Teplota tání [°C]
ocel 304	195 * 10 ³	520 - 720	210	45	1398 - 1454

Řadíme ji do skupiny austenitických chrom-niklových ocelí, které nejčastěji obsahují 18 až 20 % Cr a 8 až 11 % Ni. Rozpustnost uhlíku v austenitu těchto ocelí je 0,03 %, při vyšším obsahu je nutné austenitické Cr-Ni podrobit rozpouštěcímu žhání při teplotě cca 1050 °C a z této teploty rychle chladit. Zisk austenitické struktury u ocelí s obsahem uhlíku 0,10 % je dosažen potlačením karbidů rychlým ochlazením (nejčastěji vodou). Oceli s vyšším obsahem uhlíku nejsou vhodné pro svařování. V tepelně ovlivněné oblasti dochází k vylučování karbidů chrómu na hranicích zrn, jehož důsledkem je mezikrystalická koroze. Zcitlivěním je označováno žhání na teploty 400 – 800 °C, při kterém dochází k precipitaci karbidů a současně k ochuzení hranic zrn o chróm. Vyrábějí se nestabilizované nebo ve stavu stabilizovaném titanem nebo niobem, čímž je také zajištěna dobrá svařitelnost. Tyto oceli je možné svařovat i při obsahu uhlíku nad 0,03 %. Bývají však nahrazovány svařitelnými oceli s nízkým obsahem uhlíku. Austenitické oceli jsou houževnaté s tažností až do 40 %. Mají však nízkou mez kluzu okolo 200 MPa při pevnosti 550 až

650 MPa. Vykazují se velmi dobrou korozní odolností v oxidačním prostředí, např. v kyselině dusičné [18; 19; 20].

Mechanické vlastnosti oceli jsou uvedeny v tabulce 4. Žíhací teplota se pohybuje v rozmezí hodnot 1000 – 1100 °C. Ocel se může zpevňovat při tváření za studena nebo při třískovém obrábění nevhodnými řeznými podmínkami. Zpevnění vzniká přetvořením austenitu na deformační martenzit, který zvyšuje pevnost, snižuje tažnost a způsobí magnetovatelnost. Deformační martenzit lze odstranit stejně jako zbytkový martenzit žíháním. Tyto změny struktury nemají vliv na korozní odolnost materiálu a jeho svařitelnost. Ocel se dobře ohýbá, ohraňuje a odolává teplotám do 300 – 350 °C. Vzdoruje vodě, vodní páře, vlhkosti vzduchu, jedlým kyselinám a slabým organickým i anorganickým kyselinám. Má široké spektrum použití, nejvíce v potravinářském, chemickém, mlékárenském, pivovarnickém a vinařském průmyslu. Své uplatnění najde také ve farmaceutickém a kosmetickém průmyslu, v architektuře a designu, ve zdravotnictví nebo v oblasti motorových vozidel [18; 19; 20].

Vedle chrom-niklových ocelí můžeme uvést chrom-nikl-molybdenové oceli obsahující Mo až do 5 % a Ni až do 16 %. Při legování molybdenem je nutné zvýšit obsah Ni, za účelem kompenzace feritotvorného účinku Mo a dosažení austenitické struktury. Čím vyšší je obsah molybdenu, tím má ocel vyšší odolnost proti bodové, štěrbinové korozi nebo proti rovnoměrné korozi v prostředí neoxidujících anorganických kyselin (kyselina dusičná). Ocel dále nachází využití ve více agresivních prostředích, jako je například mořská voda nebo v prostředí obsahujícím halogenidy (průmyslové vody, chlazení systémů) [18; 19; 20].

Chrom manganové oceli obsahují Cr 10 až 18 %, Mn 14 až 25% při obsahu C 0,02 až 0,08 %. V minulosti se tato ocel používala především z úspory niklu a nacházela své využití v méně agresivních korozních prostředích. Ovšem v posledních letech představují chrommanganové austenitické korozivzdorné oceli nový a významný trend. Vývoj těchto ocelí se zaměřuje na zvýšení obsahů chromu a manganu za současného zvyšování obsahu dusíku a s možným legováním molybdenem, kde se obsahy uhlíku pohybují v rozmezí od 0,02 po 0,08 % a dusíku od 0,2 po 0,3 %. Zvýšením chromu a manganu se zajišťuje stabilita austenitu, dosahuje se vyšší pevnosti, tažnosti a odolnosti proti opotřebení, to vše se zaručenou vysokou korozní odolností v mnoha oxidačních a redukčních prostředích. Chrommanganové oceli se používají na výrobu armatur a čerpadel pro chemická a potravinářská zařízení, pro přístrojovou techniku hlubokých vrtů kyselých rop a plynů, která musí být zcela nemagnetická a musí vzdorovat vysoce agresivnímu prostředí a podobně [18; 19; 20].

Vliv jednotlivých legujících prvků na vlastnosti austenitických ocelí:

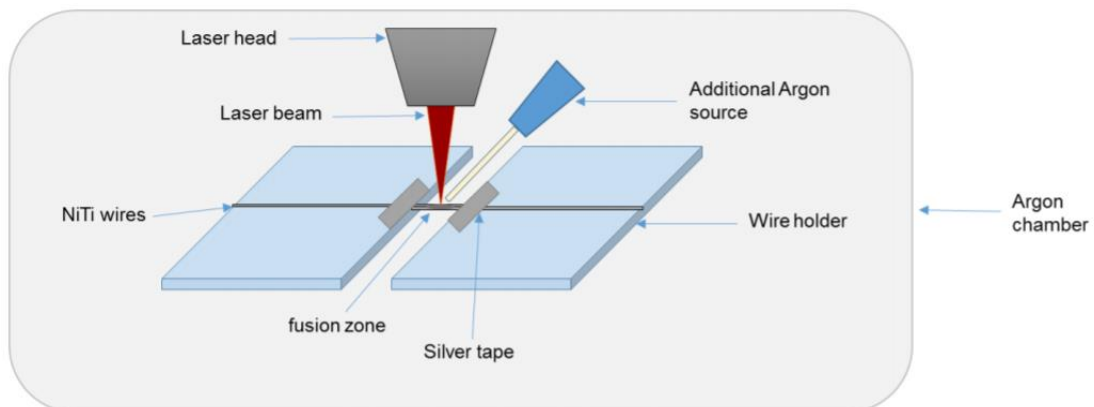
- Chrom je nutnou přísadou pro zajištění pasivovatelnosti ocelí a jejich odolnosti proti oxidaci. S rostoucím obsahem chromu se zvyšuje korozní odolnost v oxidačních prostředích.
- Nikl stabilizuje austenit za normální teploty a zvyšuje korozní odolnost v redukčních kyselinách.
- Mangan je austenitotvorný prvek, který může nahradit dražší nikl. Při koncentraci na 3 % snižuje sklon praskání svarů. Mangan zhoršuje obrobiteľnosť.
- Dusík je stejně silně austenitotvorný jako uhlík. Dusík zvyšuje pevnostní hodnoty a spolu s Mo zvyšuje odolnost proti bodové a štěrbinové korozi.
- Křemík vyvolává praskavost svarů. V koncentraci 3 až 4 % odstraňuje náchylnost k mezikrystalické korozi a zvyšuje odolnost proti korozi ve vroucí kyselině dusičné.
- Molybden zvyšuje odolnost proti korozi ve všech prostředích kromě vroucích roztoků kyseliny dusičné, zvyšuje žárovevnost a podporuje vylučování intermediálních fází. Molybden je feritotvorný prvek a po jeho přísadě je nutné zvýšit obsah niklu nebo jiného austenitického prvku má-li být zachována austenitická struktura.
- Měď je slabě austenitotvorný prvek, zvyšuje korozní odolnost v prostředích kyseliny sírové a zlepšuje obrobiteľnosť. Používá se k legování vytvrditelných ocelí.
- Titan a niob jsou karbidotvorné prvky. Vzhledem k vysoké afinitě k uhlíku tvoří v ocelích karbidy, a tak snižují obsah uhlíku v matici – stabilizace ocelí. Oba prvky mají rovněž vysokou afinitu k dusíku. Přidávají se do vytvrditelných ocelí.
- Hliník zvyšuje žáruvzdornost a s niklem tvoří intermediální fáze, používaná k precipitačnímu vytvrzení.
- Síra, selen, fosfor a olovo zvyšují obrobiteľnosť, ale snižují korozní odolnost.
- Bór zlepšuje tvářitelnost a zvyšuje žárovevnost. Při vyšších koncentracích se tvářitelnost zhoršuje a vyvolává sklon k praskavosti svarů. Pro výstavbu kompaktních skladů na umístění vyhořelých článků bezprostředně vyjmutých z atomových reaktorů se používají nerezavějící oceli s obsahem 0,75 až 2 % B [7].

2.6 Současné možnosti spojování NiTi



V roce 2016 se studenti na univerzitě v Londýně zabývali spojením tenkých nitalových drátků o průměru 0,44 mm pomocí laserového paprsku. Schéma experimentu je zobrazeno na obr. 13. Výsledky ukazují, že výsledný spoj má vyšší

mechanické vlastnosti v porovnání s odporovým nebo obloukovým svařováním a tato metoda bude dále podrobně zkoumána [22].



Obrázek 13: Svařování NiTi laserovým paprskem [22]

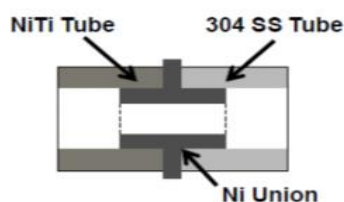
A. Shojaei Zoeram a S.A.A. Akbari Mousavi ve svém článku publikují výsledky svařování NiTi se slitinou titanu Ti-6Al-4V (obr. 14) a výsledky porovnávají s variantou použití mezivrstvy mědi. Výsledky ukazují, že při svařování dochází k tvorbě křehké fáze Ti_2Ni ve svarovém kovu, která má za následek tvorbu příčných prasklin. Při použití měděné fólie jako mezivrstvy se tvorba těchto fází výrazně sníží a riziko prasklin se eliminuje. Z výsledků měření tvrdosti vyplývá, že při použití měděné mezivrstvy dochází však k snížení tvrdostí svarového kovu [23].



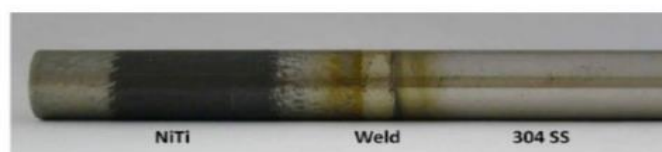
Obrázek 14: Svar NiTi se slitinou titanu [23]



Student státní univerzity v Oháiu Mark Riggs ve své diplomové práci publikuje výsledky spojení trubek z NiTi a 304 metodou TIG nebo za použití adhezního lepidla [24].

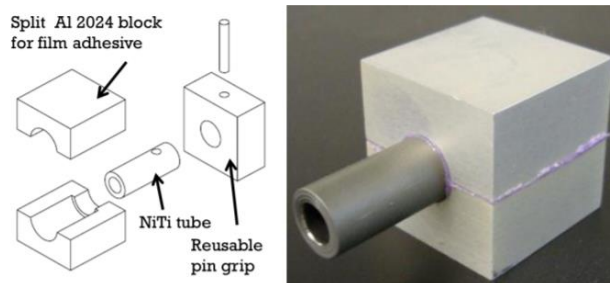


Obrázek 15: Schéma [24]



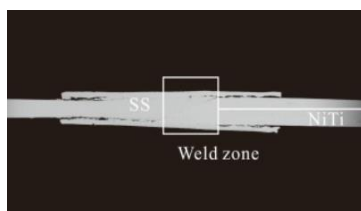
Obrázek 16: Svar metodou TIG [24]

Metodou TIG byly svařeny dvě trubky s vnějším průměrem 9,5 mm a s tloušťkou stěny 1,91 mm pro NiTi a 1,65 mm pro ocel. Na obrázku 15 je schéma s uspořádáním materiálů, na obr. 16 je znázorněn hotový svar. Výsledné spoje jsou hodnocené jako nadějně a budou déle testovány. Vykazovaly dobré chování při cyklickém tepelném namáhání. Díky tomu je tato metoda hodnocena jako možné řešení pro dlouhodobé spojení NiTi s konstrukčními materiály. Faktory, ovlivňující tvorbu TIG svaru, by mohly být studovány ve snaze vytvoření co nepevnějšího svaru. Mezi tyto faktory patří tloušťka Ni plniva, vnějšího a vnitřního průměru plniva Ni a tepelného zpracování konstrukčního materiálu spojeného s NiTi [24].



Obrázek 17: Spojení NiTi adhézním lepidlem [24]

V případě lepení se jednalo o spojení NiTi trubky s blokem Al 2024 – viz. obr. 17. Materiály byly spojeny lepidly EA9696, EA9394 a Hysol EA9696 SOT grade 10. Ve všech případech vykazovala lepidla lepší pevnost pro pokojovou teplotu, při zvyšování teploty pevnost klesala. Testování lepených spojů kroutícím momentem nepřineslo kladné výsledky kvůli problémům spojenými trvanlivostí spojů. Budou dále testovány další varianty s jinými tloušťkami lepidla [24].



Obrázek 18: Obrys spoje

Qiao Li, Yuanxiang Zhu a Jialin Guo ve svém článku publikují výsledky svařených spojů NiTi a korozivzdornou ocelí zhotovené odporovým svařováním – viz. obr. 18. Při svařovacím proudu 40 A bylo dosaženo spojení NiTi a oceli s reakční vrstvou několika mikronů. Pevnost v tahu spoje dosáhla 440 MPa s protažením 7,9 % a prasknutím na straně NiTi. Plasticita a ohebnost spoje byly ověřeny ohybovou zkouškou. Při zvýšení proudu na 45 A došlo k místnímu ohřevu nitinolu, zhrubnutí zrna a zkrěhnutí materiálu. Pevnost v tahu byla stanovena na 340 MPa s prodloužením 5,8 %.



Obrázek 19: Svar NiTi \varnothing 0,2mm na CVE (32:1)

Ing. Petr Vondrouš, Ph.D., IWE se zabýval svařováním drátků NiTi mikroplazmou a elektronovým paprskem. Svary zhotovené EWM

Microplasma 50 s energií pulzu 0,15 J byly křehké z důvodu nedokonalé ochrany před kyslíkem a zhodnoceny jako nevyhovující. Svary technologií EBW byly zhotoveny ve vakuu zajišťující zachování čistoty. Na zdroji PTR 1000 (FS ČVUT) byly vytvořeny přeplátované spoje vykazující pseudoelastické chování. Energie v pulsu byla dosahována v rozmezí 0,05 - 0,5 J. Na zdroji od firmy CVE byly provedeny průtavy na drátcích NiTi s průměrem 0,2 mm zobrazené na obr. 19. Jako dostatečná byla vyhodnocena energie při proudu 0,1 mA. Zhotovené svary byly dále podrobeny tahové zkoušce.

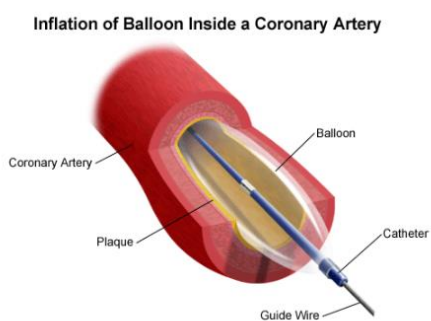
2.7 Medicínské katetry

Katetr či katétr je lékařský nástroj k vyšetření nejčastěji srdce, cév a močového měchýře. Slouží k podávání léků, tekutin, anestetik či k přímému měření krevního tlaku, koncentrace kyslíku, teploty nebo rychlosti proudění krve. Zavedení katetru se nazývá katetrizace, místa zavedení jsou cévy v oblasti třísel a předloktí. Nejčastějším typem vyšetření katetry je koronarografie – podezření na zúžení či uzavření věnčitých cév v důsledku nahromadění cholesterolu, kalcia a jiných látek. V takovém případě je na kritické místo vstříkována kontrastní látka pomocí zavedeného katetru nebo se přebytečné látky odstraní samotným zavedením žilního katetru (obr 20). Další možností je zavedení katetru, který obsahuje dilatační balónek (obr. 21). Ten se v nejužším místě nafoukne, cévu rozšíří a opět vyfoukne. Dle výsledku se rozhoduje o opakovaném nafouknutí balonku či zavedením katetru se stentem. V druhém případě obsahuje zavedený katetr dilatační balonek se stentem (obr. 22), který se v důsledku nafouknutí balonku v zúženém místě roztáhne a vtláčí do stěny cévy. Po vyfouknutí však stent zůstává trvale ve stěně. S další variantou katetru se můžeme setkat např. při léčbě poruchy srdečního rytmu – tzv. ablací. Na místo vzniku poruchy je přiveden katetr se speciálním hrotem, který je schopen přenosu vysokofrekvenčního proudu. Dochází tak k lokálnímu ohřevu na teplotu 60–70 °C a tímto „spálením“ je zdroj poruchy odstraněn [25; 26].

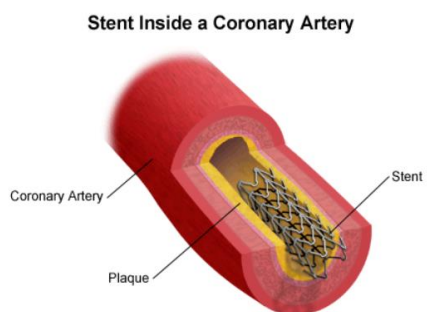
Firma Teleflex vyrábí katetry standardně z oceli 304 – jádro i opleť, které nejsou v případech složitějších operací či špatného přístupu vyhovující. Kombinace oceli s nitinolem nabízí řešení v mnoha ohledech.



Obrázek 20: Žilního katetr [27]



Obrázek 21: Katetr s dilatačním balónkem [28]



Obrázek 22: Zavedený stent [28]

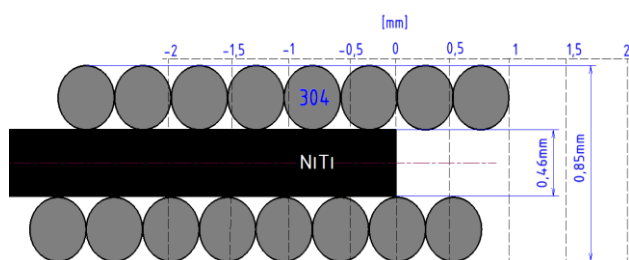
3 Praktická část

Cílem praktické části bylo vytvořit spoje vyhovující kvalitou a opakovatelnou pevností mezi drátkem z NiTi a pružinkou z korozi-vzdorné oceli. Práce vychází z dosavadních poznatků firmy Teleflex medical s.r.o. Protože nitinol při svaření s ocelí ztrácí své jedinečné mechanické vlastnosti, byla zvolena metoda spojení materiálů elektronovým svazkem. Paprsek bude soustředěn pouze na povrch přesahujícího materiálu. Protože v případech přesahující oceli nebude nitinol přímo nataven, je očekáváno, že se jeho mechanické vlastnosti nezmění. Pouze v případě zarovnání konců obou materiálů a jejich natavení jsou splněny podmínky pro definici svarového spoje.

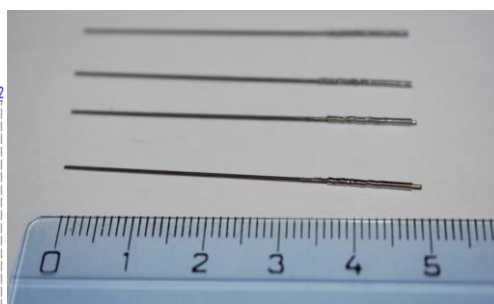
3.1 Příprava vzorků

Protože NiTi kvůli afinitě ke kyslíku na vzduchu oxiduje, lze připravené vzorky rozdělit na dvě základní skupiny: vzorky s oxid. vrstvou na povrchu NiTi a vzorky bez oxid. vrstvy, která byla mechanicky odstraněna pomocí brusného papíru. V praxi se oxidická vrstva odstraňuje chemickou reakcí nebo na bruskách na kulato.

Dále můžeme vzorky rozdělit dle vzájemné pozice konců drátku a pružiny – viz obr. 23, 24. V nulové poloze byl zarovnán poslední závit 304 s koncem drátku, pro další varianty byl posunut o 0,5 mm, až do vzdálenosti 2 mm od nulové polohy v obou směrech. Pro zafixování dané pozice se druhý konec pružinky lehce mechanicky zdeformoval. Od každé varianty bylo zhotoveno minimálně 5 zkušebních vzorků, každý o celkové délce 50 mm.



Obrázek 23: Schéma variant přesahů



Obrázek 24: Ukázka zhotovených před spojením vzorků

3.2 Svářecí pracoviště

Svařovací zařízení PTR ESW 1000/12–L umístěné v halových prostorách FS ČVUT v Praze bylo shledáno jako nevyhovující pro požadovaná spojení. Svářecí zdroj, jak jeho zobrazení na obr. 25 napovídá, není určen pro takovéto rozměry spojovaných součástí a neumožňuje přesné nastavení času pro působící paprsek. Tím nelze garantovat vždy identickou hodnotu

přivedeného tepla do spoje. Navíc došlo po prvních vzorcích k technické závadě a zařízení je dočasně mimo provoz.



Obrázek 25: PTR ESW 1000/12-L

Vedoucí práce Ing. Tomáš Kramár, Ph.D., IWE vyzkoušel spojit vzorky na Slovensku v Trnavě na zařízení s označením PZ EZ 30 STU zobrazeném na obr. 26. Hmotnost zařízení činí 25 tun, minimální nastavitelný proud byl 1 mA, přičemž pro danou geometrii je potřeba pracovat v řádech μA .



Obrázek 26: PZ EZ 30 STU

Vzorky byly spojovány v Německu na pronajatém zařízení od firmy Focus MEBW – 60 L8 (obr. 27), jehož základní parametry jsou uvedeny v tabulce 5. Obsluha zařízení a nastavování svařovacích parametrů byly zprostředkovány technikem z firmy Focus.



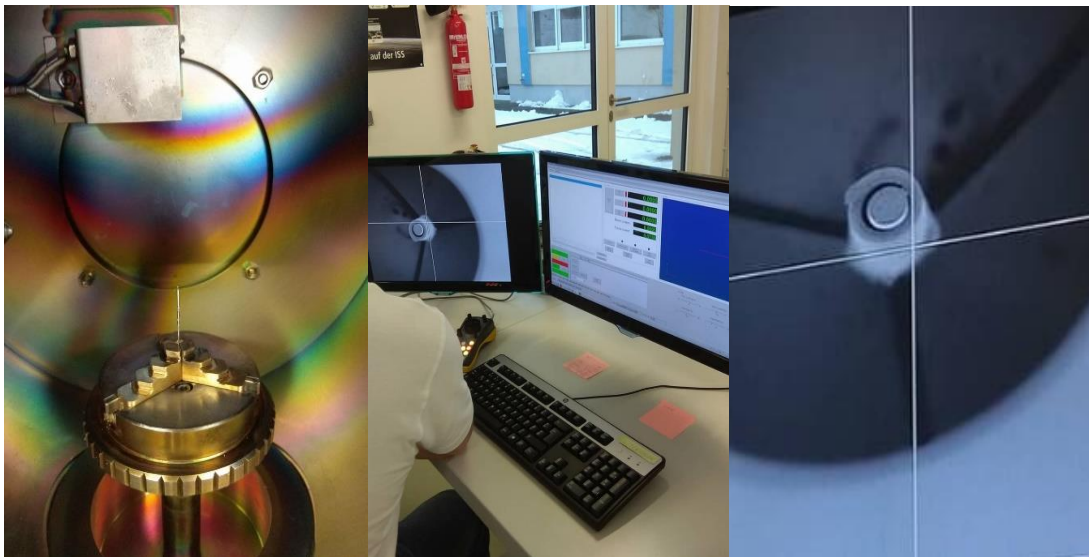
Obrázek 27: MEBW – 60 L8 [29]

Tabulka 5: Parametry MEBW – 60 [29]

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

3.3 Proces spojování

Pracovní komora byla vybavena tříčelistovým sklíčidlem – obr. 28. Zkušební vzorky byly spojovány postupně po jednom kusu, pro každý vzorek musela být vždy manuálně nastavena trajektorie paprsku a zadány jeho parametry – obr. 29. Nejčastěji měněnou veličinou byla velikost proudu, jehož hodnota se měnila v rozmezí (200–500) μA , dále pak trajektorie paprsku (fokusování vyčnívajícího NiTi nebo přesahující 304) a jeho rychlost (5 mm/s, 30 mm/s).



Obrázek 28: Pracovní komora

Obrázek 29: Odladění parametrů + detail

Celková doba trvání pro zhotovení jednoho spoje činila cca. 5 minut, zejména kvůli časové náročnosti přípravě vakua v komoře a jeho odvakování. Z tohoto důvodu bylo spojeno pouze 31 vzorků ze 110 připravených. Pro přehlednost zvolených parametrů slouží tabulka 6.

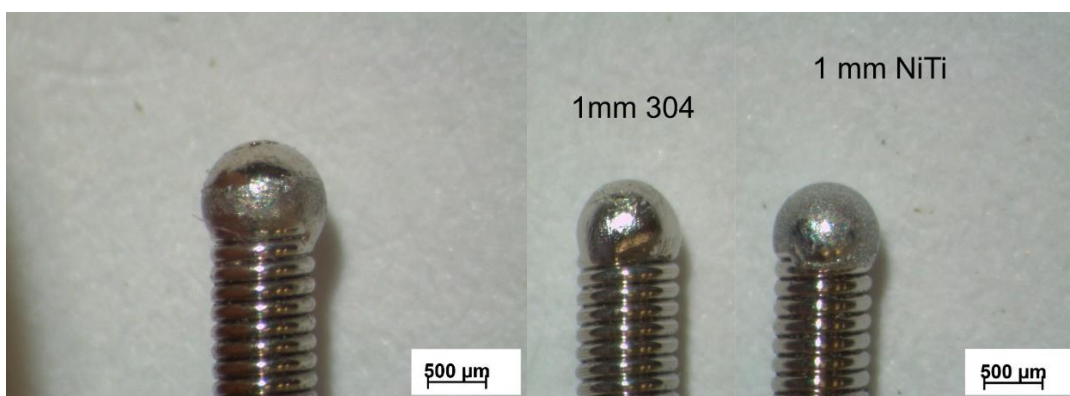
	povrch nitanolu	přesahující materiál	proud [μA]	rychlost [mm/s]	počet rotací paprsku
vzorky 1 - 4	broušený	bez přesahu	300	5	1x
vzorky 5 - 8	broušený	0,5 mm NiTi	200	5	1x
vzorek 9	broušený	1 mm NiTi	500	30	1x
vzorky 10 - 13	broušený	1 mm NiTi	200	30	2x
vzorky 14	broušený	0,5 mm ocel	200	9	1x
vzorky 15 - 18	broušený	0,5 mm ocel	300	30	5x
vzorky 19 - 22	broušený	1 mm ocel	300	30	5x
vzorky 23 - 26	oxidovaný	bez přesahu	300	5	1x
vzorky 27 - 29	oxidovaný	0,5 mm NiTi	200	5	1x
vzorky 30 - 31	oxidovaný	1 mm NiTi	250	5	1x

Každý spoj prošel ihned po zhotovení vizuální kontrolou pod makroskopem. Z výsledků byly navrženy spojovací parametry pro následující vzorky. Vizuální zkouškou bylo možné určit, zda výsledný tvar spoje splňuje vytyčené požadavky.

Z pořízených snímků vyplývá, že hodnota proudu 200 μA nevytvořila dostatečně hladký a kulatý spoj – viz obr. 30. Naopak výsledkem zvoleného proudu o velikosti 500 μA byl spoj o tvaru hladké kuličky s větším průměrem, než je vnější průměr pružinky – viz obr. 31. Jako optimální velikost urychlovacího proudu bylo vyhodnoceno rozmezí hodnot (250–300) μA . Takto zhotovené spoje mají pravidelný hladký tvar bez viditelných vad, ostrých výstupků a požadovaná maximální průměr je téměř shodný s vnějším průměrem vzorku viz obr. 32.



Obrázek 30: Nevyhovující spoje (200 μA – vzorky 16, 17, 27, 8), měřítko 25:1



Obrázek 31: Nevyhovující spoj (500 μA – vzorek 9)

Obrázek 32: Vyhovující spoje (300 μA - vzorky 19, 30)

Podle pořízených snímků lze také vyhodnotit, jaký materiál byl natavený paprskem a více se tak na spoji podílel. V případě, kdy byla fokusována přesahující pružinka, je výsledný spoj na povrchu lesklý a stříbrný. Naopak ze vzorku s nataveným přesahujícím nitinolem pozorujeme zrnitý, šedostříbrný povrch - viz obr. 32.

3.4 Destruktivní zkouška

Pro určení pevnosti vytvořených spojů byly navrženy dva způsoby měření. V prvním případě byl jeden konec vzorku umístěn do svěráku a k druhému byl připevněn průvlak s háčkem, na který se postupně umisťovala závaží o hmotnosti 0,5 a 1 kg. Maximální síly zatížení při přetržení vzorku byly získána vynásobením celkové hmotnosti závaží gravitačním zrychlením a jsou uvedeny v tab. 6.

V druhém případě se k měření síly potřebné k přetržení spoje použil siloměr Sauter FA 200. Jeden konec zkušební vzorku byl umístěn do svěráku a druhý byl připevněn k již zmíněnému měřicímu přístroji vyrobeným průvlakem. Na siloměr bylo působeno zvyšující se silou až do přetržení spoje. Hodnota této síly byla odečtena ze stupnice siloměru a zaznamenána do tabulky 6.

Protože byl nevyhovující vzorek č. 9 vystaven nejvyšší hodnotě nastaveného proudu, nebyl určen destruktivní zkoušce tahem. Byla provedena podrobnější analýza průběhu tvrdosti vláknem.

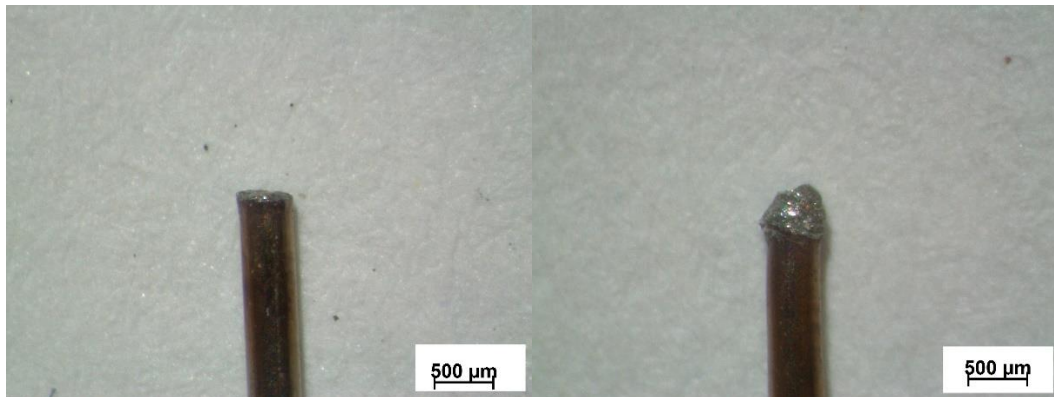
Tabulka 6: Výsledek zkoušky únosnosti spojů

	síla přetržení [N]				Průměrná síla [N]
vzorky 1 - 4	124	70	145	87	107
vzorky 5 - 8	190	180	205	60	159
vzorek 9					
vzorky 10 - 13	180	205	60	špatný spoj	148
vzorek 14	78				78
vzorky 15	108				108
vzorky 16 - 18	špatný spoj	špatný spoj	91		91
vzorky 19 - 22	93	50	20	20	46
vzorky 23 - 26	88	141	137,5	špatný spoj	122
vzorky 27 - 29	70	104	120		98
vzorky 30 - 31	80	140			110

- (hodnoty v modrých polích změřeny pomocí závaží, ostatní pomocí siloměru)

Zhodnocení: Z naměřených hodnot vyplývá, že spoje, vytvořené focusováním el. paprsku na přesahující drát NiTi, vykazují větší odolnost proti porušení než vzorky s přesahující ocelovou pružinkou. Průměrná hodnota broušených vzorků s přesahem NiTi je 148,2 N, průměrná

hodnota s přesahem oxidovaného NiTi dosahuje 102,8 N. Průměrná hodnota síly pro přetržení vzorků s přesahující ocelí činí 65,7 N. V případech, kdy byly konce obou materiálů zarovnaný, je průměrná hodnota jejich přetržení 113,2 N. Téměř všechny vzorky byly porušeny v tepelně ovlivněné oblasti křehkým lomem znázorněném na obr. 33. Křehký lom je nežádoucí a byla snaha jeho vytvoření eliminovat. Ojedinělým případem je porušení vzorku 11, kdy došlo k porušení opletu a vytržení spoje – viz obr. 34.



Obrázek 33: Křehký lom

Obrázek 34: Vytržený spoj

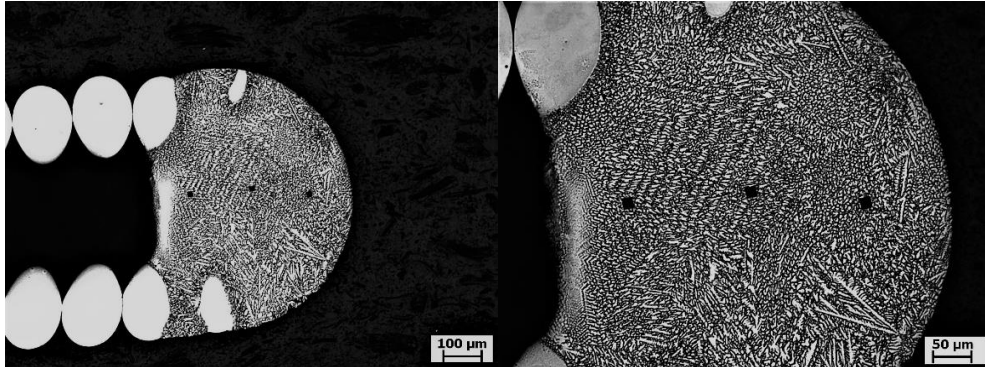
Focusováním paprsku na přesahující ocel došlo ve dvou případech k deformaci konce pružinky, vychýlení a natavení tak, že nedošlo ke spojení s NiTi. Podobně tomu bylo i v případě zarovnaných konců obou materiálů a spoje byly vyhodnoceny jako nezdařené. Ve všech ostatních případech bylo dosaženo minimální požadované únosnosti svaru 10 N. Svary se však ani v jednom případě zvolených parametrů neporušily při stejné nebo podobné hodnotě zatížení z důvodu tvorby křehkých lomů. Z časové náročnosti nebyly některé navržené vzorky provedeny.

3.5 Metalografická zkouška

Cílem metalografických výbrusů je zviditelnění struktury materiálu a následné studium pomocí světelného či elektronového mikroskopu. Metalografie umožňuje zjišťovat souvislosti mezi strukturou materiálu a jeho vlastnostmi, sledovat a kontrolovat vlastnosti materiálu či hledat příčiny vad [30].

Vybrané vzorky byly zalisované za tepla do pryskyřice. Následovalo odbroušení vrstvy do geometrického středu vzorků (cca. 0,4 mm) na brusných papírech s brusností 600, 1000 a 2000. Dokončovací operací bylo leštění na kotouči s diamantovou suspenzí o zrnitosti 3 a 0,05 mikrometru po dobu 3 minut. Výbrusy byly zhotoveny na zařízení od Buehler v laboratořích FS ČVUT.

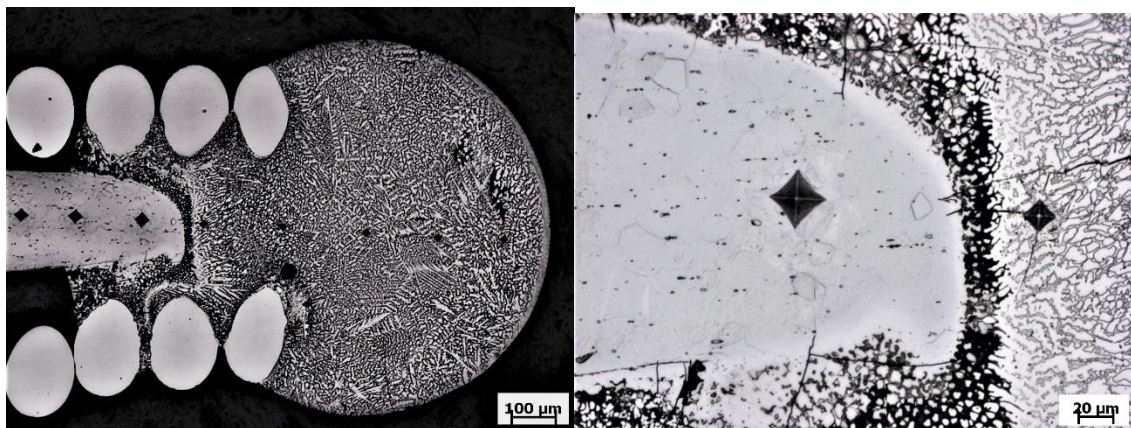
Metalografické výbrusy byly vytvořeny ze vzorků 1, 5, 6, 9, 15, 19, 23, 28. Po zhotovení vzorků následovala jejich dokumentace a leptání. Po neúspěšném leptání leptadly Kalling a Vilella - Bain bylo použito leptadlo HF HNO₃ H₂O 2:10:40, které zviditelnilo strukturu nitanolu. Doba leptání byla 10 s.



Obrázek 35: Vzorek č. 1

Obrázek 36: Vzorek č. 1 - detail

Na obr. 35 a 36 je zobrazen přetržený spoj vzorku 1 – bez přesahu. Protože došlo k natavení nitanolu i oceli, můžeme v tomto případě mluvit o svarovém spoji. K porušení ve zkoušce tahem došlo v tepelně ovlivněné oblasti, kdy se drátek NiTi oddělil od spoje křehkým lomem. Z vtisků po zkoušce tvrdosti nejsou pozorovány žádné trhlinky.

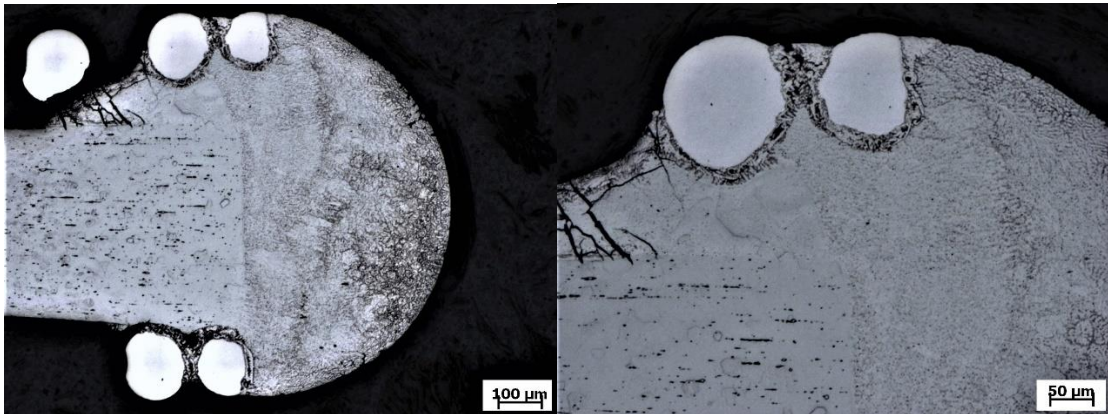


Obrázek 37: Vzorek č. 9

Obrázek 38: Vzorek č. 9

Na obr. 37 je zobrazen naleptaný vzorek č. 9. Protože nesplňoval požadavky na zhotovený spoj, nebyl tedy podroben destruktivní zkoušce. Na zhotoveném výbrusu pozorujeme přechod z natavené oblasti, přes tepelně ovlivněnou oblast, do základního materiálu. Na detailním obrázku 38 pozorujeme trhlinky vycházející z indentorem vytvořeného vtisku a také trhlinky na rozhraní vlákna a tepelně ovlivněné oblasti. Trhlinky, značící křehkost materiálu, jsou způsobeny vznikem precipitátů NiTi. Při aplikaci dostatečného zatížení lze předpokládat, že by

se i tento vzorek porušil právě v tepelně ovlivněné oblasti křehkým lomem. Dále lze vidět, že natavený nitinol smáčející ocel její povrch pouze smáčel a výrazně nenatavil.



Obrázek 39: Vzorek č. 18

Obrázek 40: Vzorek č. 18

Na obrázcích 39 a 40 je zobrazen spoj vzorku 18, kdy byla natavena přesahující pružinka. Roztavená ocel smáčela obvod vlákna, jehož natavení je minimální a lze pozorovat hranici mezi jeho koncem a roztaveným kovem. Trhlinky ve vrstvě oceli smáčející nitinol naznačují křehké chování kovu. Vlákno nebylo smáčeno po obvodu rovnoměrnou vrstvou tavné lázně z důvodu nesymetrické polohy v pružině.

3.6 Zkouška tvrdosti

Na všech zhotovených metalografických výbrusech byla provedena zkouška tvrdosti dle Vickerse. Jedná se o vtiskovou zkoušku, při které dochází k vtlačování diamantového čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem $136^\circ \pm 0,5^\circ$ do povrchu vzorku silou F a tím k jeho plastické deformaci. Po odlehčení je stanovena hodnota tvrdosti ze vztahu (3):

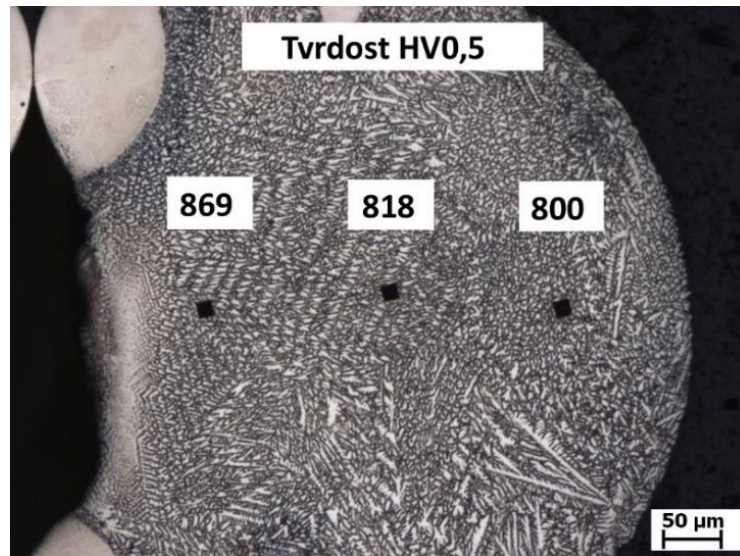
$$HV = 01891 \frac{F}{d^2} \quad (3)$$

kde F [N] je zkušební síla a d [mm] je průměr úhlopříček vtisku. Nominální hodnota zkušebního zatížení F činila 4,903 N a čas působení byl 10 s. Jednalo se tedy o zkoušku tvrdosti dle Vickerse při malém zatížení s označením HV0,5 [15, 16].

Výsledky zkoušky:

Zkouška byla provedena u všech zhotovených metalografických vzorků na zařízení IdentaMet 1100 od firmy Buehler. Hodnota tvrdosti tepelně neovlivněného nitinolu byla změřena na 371 HV0,5, tvrdost korozivzdorné austenitické oceli 304 dosahovala cca 583 HV0,5.

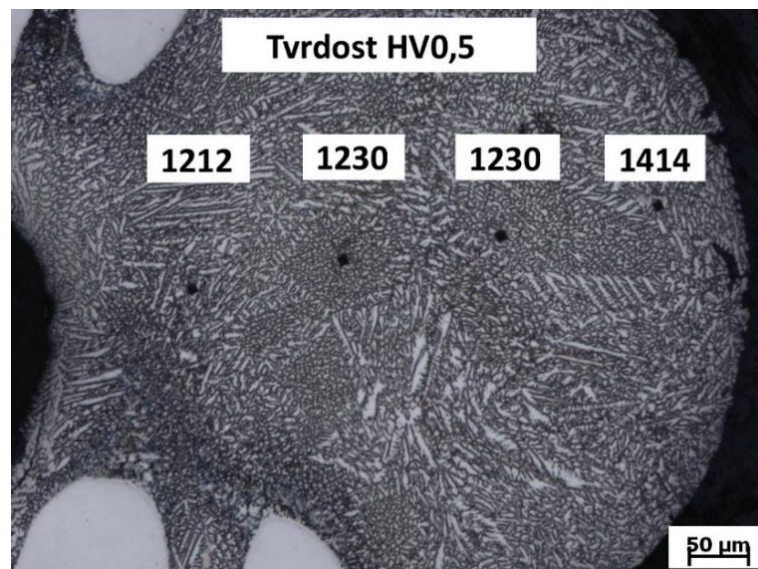
Metalografie vzorku č. 1, obr. 41:



Obrázek 41: Vzorek č. 1

Zhodnocení: Průměrná tvrdost spoje tvořeného nataveným nitinolem dosahuje oproti tvrdosti základního materiálu o cca 470 HV0,5 vyšší hodnoty. Důsledkem zpevnění je vznik precipitátů.

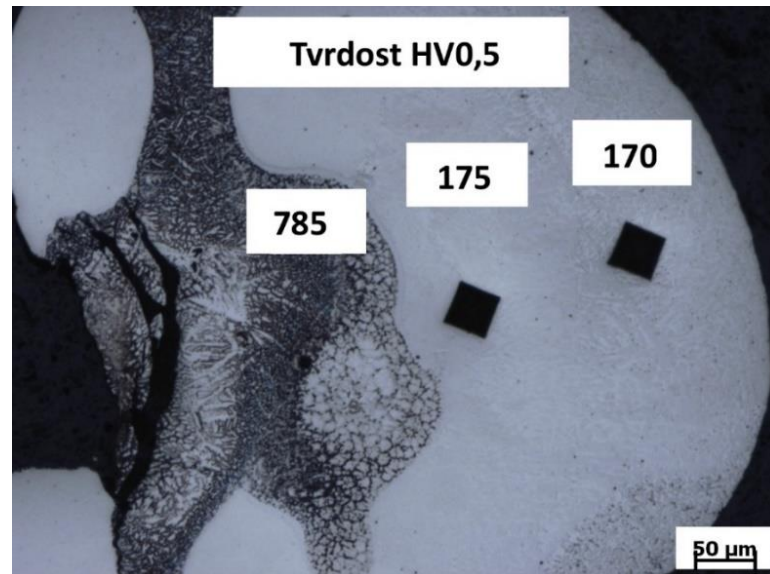
Metalografie vzorku č. 3, obr. 42:



Obrázek 42: Vzorek č. 3

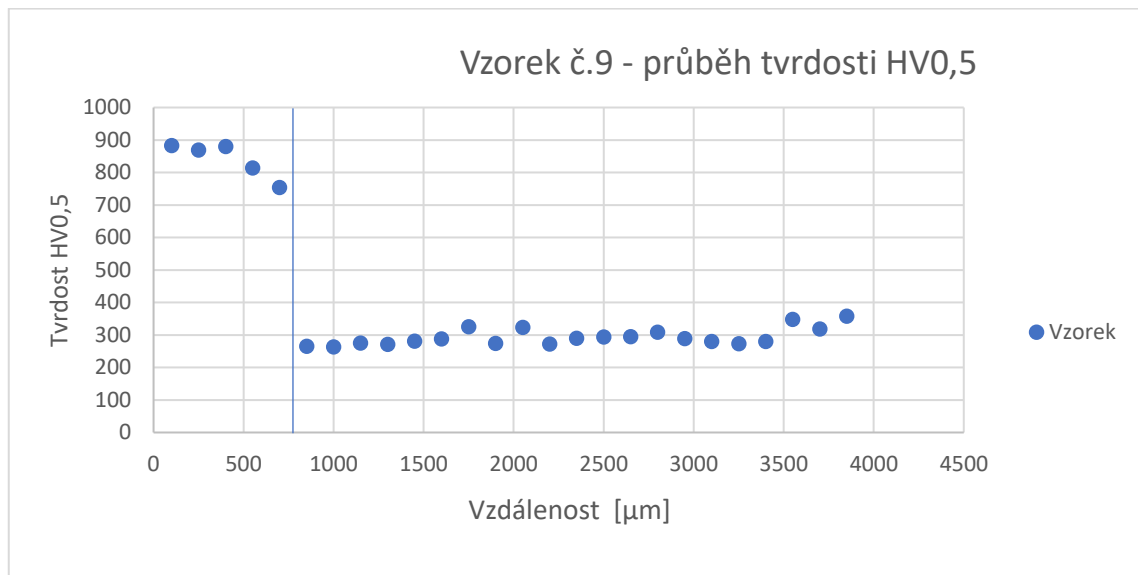
Zhodnocení: Ze všech změřených tvrdostí dosahuje vzorek č. 2 nejvyšších hodnot. Průměrná tvrdost spoje tvořeného nataveným nitinolem dosahuje oproti tvrdosti základního materiálu o cca 900 HV0,5 vyšší hodnoty. Důsledkem zpevnění je vznik precipitátů.

Metalografie vzorku č. 19, obr. 43:



Obrázek 43: Vzorek č. 19

Zhodnocení: Na obr. 43 můžeme vidět, že výsledný spoj je tvořen natavenou ocelí (nenaleptaná část), která smáčela nitinol a z části ho natavila. Tvrdość natavené 304 je o cca 410 HV0,5 nižší než tvrdość původního materiálu. Nižší tvrdość je způsobena vznikem hrubých zrn při zvýšení teploty oceli. To má za následek změknutí oceli. Naopak tvrdość nataveného NiTi je zhruba o 400 HV0,5 vyšší.



Obrázek 44: Průběh tvrdosti vzorku č. 9

Na obr. č. 44 je zobrazen změřený průběh tvrdosti vzorku č. 9. Strmí pokles hodnot, vyznačený svislou moudrou čárou, značí přechod z roztaveného kovu do tepelně ovlivněné oblasti. Tvrdost dále narůstá až do hodnoty základního materiálu.

4 Závěr:

Žilní katetry vyrobené z nitinolu a korozivzdorné austenitické oceli jsou silným konkurentem dnes běžně používaných katetrů z korozivzdorných ocelí. Výroba heterogenních spojů je však složitější a nákladnější. Metody spojování těchto materiálů jsou intenzivně zkoumány, stejně jako samotný nitinol, který díky svým unikátním vlastnostem nachází všestranné využití.

Tato práce je shrnutím informací o niklu a titanu, jejich slitinách, svažitelnosti a použití. Obsahuje podrobnější popis slitiny NiTi – tzv. nitinolu, která je jedinečná díky vysoké elasticitě a efektu tvarové paměti. V práci jsou uvedeny vlastnosti austenitických korozivzdorných ocelí, jejich rozdělení a svažitelnost. Teoretická část také obsahuje základní informace o technologii spojování materiálů EBW.

Praktická část se věnuje zhotovením katetrů z NiTi a korozivzdorné austenitické oceli. Technologií EBW byly zhotoveny spoje, které vizuálně vyhovovali stanoveným požadavkům. Na zařízení MEBW – 60 L8 byly odladěny následující svařovací parametry vhodné pro zhotovení vizuálně uspokojivých spojů: 250 - 300 μ A, 60kV, 5 mm/s, 1 x rotace paprsku.

K porušení spojů při zkoušce tahem docházelo nežádoucím křehkým lomem vždy v tepelně ovlivněné oblasti drátku NiTi. Byla snaha metodou natavení pouze jednoho materiálu křehké chování eliminovat. V tomto ohledu cíle nebyly splněny. Ve zkoušce tahem (tab. 6) vykazovali nejmenší odchylku od průměrné hodnoty vzorky 27 – 29 (oxidovaný NiTi, 0,5 mm přesah NiTi, 200 μ A, 5 mm/s) průměrnou odchylkou 25 %.

Z měření tvrdosti vyplývá, že spoje s nataveným NiTi vykazují větší pevnost než základní materiál, a to o cca 700 HV_{0,5}. Příčinnou zpevnění je pravděpodobně vznik precipitátů NiTi. Naopak u spoje tvořeného natavenou ocelí byla změřena tvrdost o 410 HV_{0,5} menší oproti základnímu materiálu. Varianty spojů tvořené natavením přesahujícího NiTi mají vyšší tvrdost a vyšší pevnost v tahu než ostatní zhotovené spoje.

Z metalografických výbrusů je vidět přechod z nataveného materiálu do základního materiálu přes tepelně ovlivněnou oblast. Viditelné trhlinky v této oblasti jdou důkazem křehkého chování materiálu.

Jako možné konstrukční řešení se nabízí změnit tvar nitinolového vlákna. Další možností je vytvoření pájených spojů za použití vhodných pájek pro spojení nitinolu s korozivzdornou ocelí.

5 Bibliografie

- [1] VIČÍKOVÁ, Irena. *ZHODNOCENÍ KATETRIZAČNÍHO VYŠETŘENÍ SRDCE Z POHLEDU KLIENTA* [online]. Brno, 2009 [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: https://is.muni.cz/th/tdhxi/Finalni_verze_diplomky.pdf. Diplomová práce. Masarykova univerzita.
- [2] *Přehled vybraných kardiovaskulárních intervencí v ČR* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://www.uzis.cz/katalog/zdravotnicka-statistika/prehled-vybranych-kardiovaskularnich-intervenci-cr>
- [3] OLIVIERA, 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>
- [4] *Elektronové svařování - perspektivní metoda pro speciální materiály* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/elektronove-svarovani-perspektivni-metoda-pro-specialni-materialy.html>
- [5] *Elektronová mikroskopie SEM, TEM, AFM* [online]. In: . 2016 [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <http://docplayer.cz/1571003-Elektronova-mikroskopie-sem-tem-afm.html>
- [6] *Svařování svazkem elektronů* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/svarovani/img/opory/hsv_specialni_metody_svarovani_svarovani_svazkem_elektronu_2013_mrna.pdf
- [7] HRIVŇÁK, Ivan. *Zváranie a zvariteľnosť materiálov*. 1. vyd. V Bratislave: Slovenská technická univerzita, 2009. Edícia vysokoškolských učebníc. ISBN 978-80-227-3167-6.
- [8] Nikl a jeho slitiny, Titan a jeho slitiny. *Oddělení povrchového inženýrství* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/download/nikl-titan-09_10.pdf
- [9] Nikl a jeho slitiny. *Katedra materiálu* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_bakalari/NOM2/NIKL_A_JEHO_SLITINY_podklady.ppt
- [10] Nickel. In: *Angloamerican* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <http://www.angloamerican.com/products/nickel>
- [11] Properties of some metals and alloys. *Nickel institute* [online]. 1982 [cit. 2018-05-28]. Dostupné z: https://www.nickelinstitute.org/~media/files/technicalliterature/propertiesofsome-metalsandalloys_297_.pdf

- [12] KLAPKOVÁ, Alena. *Mechanické vlastnosti titanových slitin* [online]. Brno, 2012 [cit. 2018-05-31]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=52258. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Prof. Ing. STANISLAV VĚCHET, CSc.
- [13] *Ilmenit* [online]. In: . b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://www.mindat.org/photo-173863.html>
- [14] Rutil. In: *Minerals* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <http://www.minerals.cz/mineral/rutil-hematit4>
- [15] Review of functional titanium oxides. I: TiO₂ and its modifications. *ScienceDirect* [online]. 2016 [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0079678616300139>
- [16] *Nitinol Technical Properties* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <http://jmmedical.com/resources/221/Nitinol-Technical-Properties.html>
- [17] *NITINOL FACTS* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://confluentmedical.com/tech-center/nitinol-facts/>
- [18] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-720-4248-3.
- [19] 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.
- [20] 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.
- [21] *NEREZOVÁ OCEL 1.4301* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <http://www.inoxspol.cz/nerezova-ocel-14301.html>
- [22] M. RAJU, Rashmi, Farshad SALAMAT-ZADEH a Gaetano BRRIESCI. *Laser Micro Welding Of Nitinol for Cardiovascular Applications* [online]. In: . b.r., s. 8 [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://pdfs.semanticscholar.org/18f2/9984b6bc631356b516512d8fb9c700702e9b.pdf>
- [23] ZOERAM, A.Shojaei a S.A.A.Akbari MOUSAVI. Laser welding of Ti–6Al–4V to Nitinol. *ScienceDirect* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0261306914003537?via%3Dihub>

- [24] RIGGS, Mark. *Adhesive and TIG Joining Nickel-Titanium to 304 Stainless Steel* [online]. Ohio, 2012 [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: https://kb.osu.edu/dspace/bitstream/handle/1811/53179/1/Riggs_BS_Thesis.pdf. Diplomová práce. The Ohio State University.
- [25] *Katetrizační vyšetření srdce* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <http://int2.lf1.cuni.cz/pruvodce-pro-pacienty-pred-katetrizacnim-vysetrenim-srdce>
- [26] *Katetrizační ablace arytmií* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://www.ikem.cz/cs/katetrizacni-ablace-arytmii/a-406/>
- [27] *Guidewires for coronary interventions* [online]. In: . b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <https://www.teleflex.com/usa/product-areas/interventional/coronary-interventions/guidewires/>
- [28] *Cardiac catheterization* [online]. In: . b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <http://www.imusenvironmentalhealth.org/our-services/heart-vascular-hospital/cardiac-catheterization-and-cardiac-intervention/>
- [29] Micro Electron Beam Processing Machines. In: *Focus GmbH* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <http://www.focus-e-welding.de/Electron%20Beam.html>
- [30] METALOGRAFIE I. *Ústav korozních materiálů a korozního inženýrství VŠCHT Praha* [online]. b.r. [cit. 2018-05-22]. Dostupné z: <http://ukmki.vscht.cz/files/uzel/0016736/Metalografie%20I.pdf?redirected>

6 Seznam obrázků:

Obrázek 1: Průnik elektronů do materiálu [5]	10
Obrázek 2: Fáze vzniku keyhole [7]	11
Obrázek 3: Zařízení pro svařování svazkem el. [4]	12
Obrázek 4: Nikl jako čistý kov [10]	14
Obrázek 5: Ilmenit [13]	17
Obrázek 6: Rutil [14]	17
Obrázek 7: Krystalické struktura austenitu a martenzitu NiTi [3]	19
Obrázek 8: Superelastické chování slitiny s tvarovou pamětí [3]	20
Obrázek 9: 3D schéma zobrazující efekt tvarové paměti a superelasticitu [3]	21
Obrázek 10: Fázový diagram Ti- Ni [3]	22
Obrázek 11: Varianty teploty M_s jako funkční hodnoty obsahu Ni [3]	23
Obrázek 12: Schefflerův diagram [18]	24
Obrázek 13: Svařování NiTi laserovým paprskem [22]	27
Obrázek 14: Svar NiTi se slitinou titanu [23]	27
Obrázek 15: Schéma [24]	27
Obrázek 16: Svar metodou TIG [24]	27

Obrázek 17: Spojení NiTi adhézním lepidlem [24]	28
Obrázek 18: Obrys spoje	28
Obrázek 19: Svar NiTi Ø 0,2mm na CVE (32:1).....	29
Obrázek 20: Žilního katetr [27]	30
Obrázek 21: Katetr s dilatačním balónkem [28].....	30
Obrázek 22: Zavedený stent [28]	30
Obrázek 23: Schéma variant přesahů	31
Obrázek 24: Ukázka zhotovených před spojením vzorků	31
Obrázek 25: PTR ESW 1000/12–L.....	32
Obrázek 26: PZ EZ 30 STU	32
Obrázek 27: MEBW – 60 L8 [29]	33
Obrázek 28: Pracovní komora	34
Obrázek 29: Odladění parametrů + detail	34
Obrázek 30: Nevyhovující spoje (200 µA – vzorky 16 ,17, 27, 8), měřítko 25:1.....	35
Obrázek 31: Nevyhovující spoj (500 µA – vzorek 9)	35
Obrázek 32: Vyhovující spoje (300 µA - vzorky 19, 30).....	35
Obrázek 33: Křehký lom	37
Obrázek 34: Vytržený spoj	37
Obrázek 35: Vzorek č. 1	38
Obrázek 36: Vzorek č. 1 - detail	38
Obrázek 37: Vzorek č. 9.....	38
Obrázek 38: Vzorek č. 9.....	38
Obrázek 39: Vzorek č. 18	39
Obrázek 40: Vzorek č. 18.....	39
Obrázek 41: Vzorek č. 1.....	40
Obrázek 42: Vzorek č. 3.....	40
Obrázek 43: Vzorek č. 19.....	41
Obrázek 44: Průběh tvrdosti vzorku č. 9	41

7 Seznam tabulek:

Tabulka 1: Mechanické vlastnosti Ni [8; 9]	13
Tabulka 2: Mechanické vlastnosti titanu [7; 8; 11]	16
Tabulka 3: Mechanické vlastnosti NiTi [11; 16]	19
Tabulka 4: Mechanické vlastnosti oceli 304 [18]	24
Tabulka 5: Parametry MEBW – 60 [29]	33
Tabulka 6: Výsledek zkoušky únosnosti spojů	36