

AIAS 2014 - 370

CICLAGGIO TERMOMECCANICO DI FILI NiTi CON ELEVATE PRESTAZIONI BASATI SU HIGH PERFORMANCE SHAPE MEMORY EFFECT (HP-SME)R. Casati^{1,2}, C.A. Biffi¹, M. Vedani², A. Tuissi¹¹ *CNR-IENI Istituto per l'Energetica e le Interfasi, C.so Promessi Sposi 29- 23900 Lecco*² *Dipartimento di Meccanica, Politecnico di Milano, Via La Masa, 1 Milano***Sommario**

Recentemente è stato proposto un innovativo approccio termo-meccanico per l'impiego dei materiali a memoria di forma basato sul ciclaggio termico della martensite indotta da sforzo. Esso è stato denominato High-Performance Shape Memory Effect (HP-SME). Questa soluzione consente un notevole incremento dell'entità degli sforzi recuperabili e mantiene elevata la capacità di recupero della deformazione, con conseguente miglioramento delle proprietà funzionali degli attuatori basati su tale effetto (High Performance Shape Memory Actuator HP-SMAC). In questo lavoro vengono riportate le caratteristiche termo-meccaniche e di fatica funzionale di micro-fili di NiTi superelastici.

Abstract

Recently, an innovative new thermo-mechanical approach for using shape memory alloys was proposed. It is based on the thermal cycling of stress induced martensite (SIM) and it is named High-Performance Shape Memory Effect (HP-SME). This new approach allows using higher applied stress and a good capability of deformation recovery. The actuator based on this effect (High Performance Shape Memory Actuator, HP-SMAC) can achieved better functional properties. In this work, we report the thermo-mechanical characteristics and the functional fatigue properties of superelastic NiTi shape memory micro-wires.

Parole chiave: Shape Memory Alloys (SMA), High Performance Shape Memory Effect (HP-SME), Stress Induced Martensite (SIM), Ciclaggio Termomeccanico.

1. INTRODUZIONE

I materiali a memoria di forma (Shape Memory Alloys -SMAs) sono materiali funzionali in grado di recuperare elevate deformazioni attraverso una trasformazione di fase, che avviene allo stato solido senza diffusione. Questa trasformazione, di tipo martensitico, avviene mediante il passaggio, reversibile, da una struttura ad alta simmetria (austenite) ad una a simmetria inferiore (martensite). La trasformazione martensitica viene definita mediante quattro temperature caratteristiche, che indicano la temperatura di inizio e fine trasformazione da austenite a martensite (M_s e M_f), e viceversa (A_s e A_f). Tale cambiamento di fase può essere indotto tramite una variazione di temperatura, operando all'interno dell'intervallo di temperatura dove avviene la trasformazione, oppure tramite l'applicazione di un carico, al di sopra di un valore critico nel campo austenitico.

Le due fasi, martensite ed austenite, possono coesistere in due intervalli di temperatura:

- (i) $M_f < T < M_s$ quando il materiale è sottoposto ad un raffreddamento da una temperatura superiore a A_f ; oppure
- (ii) $A_s < T < A_f$ quando il materiale è sottoposto ad un riscaldamento a partire da una temperatura non superiore a M_f [1-3].

A seguito di un carico applicato ad un materiale a memoria di forma, la fase martensitica viene stabilizzata e le relative temperature di trasformazione si alzano, in accordo con la relazione di Clausius-Clapeyron.

I materiali a memoria di forma vengono generalmente distinti in due categorie, che dipendono dal tipo di fase che è stabile a temperatura ambiente, in assenza di carico applicato [1-2].

Il primo gruppo presenta quelle leghe che esibiscono la fase martensitica a temperatura ambiente ($T < M_f$); di conseguenza, queste leghe mostrano il cosiddetto “effetto a memoria di forma” (Shape Memory Effect - SME). Un esempio di queste leghe sono quelle NiTi eccedentarie in Ti. Quando viene applicato un carico a questi materiali, superiore ad un valore critico (σ_{DTW}), la deformazione procede per movimento dei twin, portando ad un fenomeno di auto-accomodamento della martensite lungo alcune direzioni preferenziali. In questo caso, si parla di martensite “detwinned”. Successivamente, a seguito di un riscaldamento al di sopra di A_f , the martensite si trasforma completamente in austenite, portando al recupero della forma originale. L’effetto di memoria di forma (SME) è schematizzato in Figura 1.

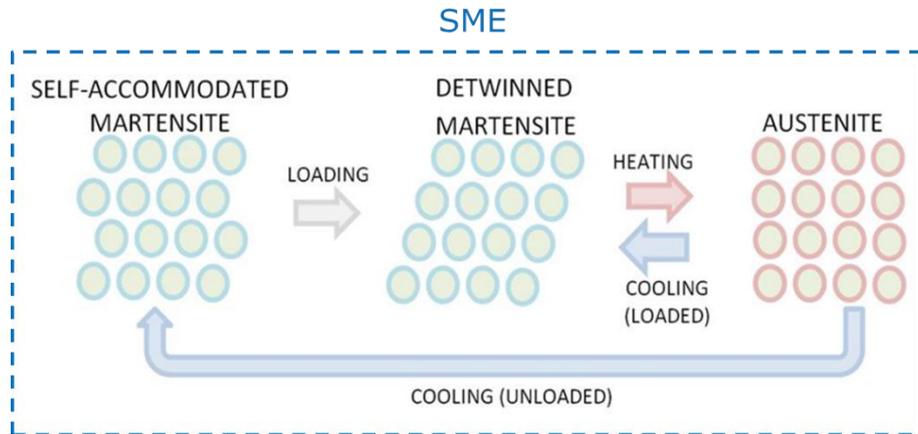


Figura 1 Schema dell’effetto di memoria di forma (SME)

Nel caso in cui il materiale fosse raffreddato fino ad una temperatura al di sotto di M_f , si ottiene martensite auto-accomodata. Questo effetto SME viene generalmente utilizzato nel campo degli attuatori e dei microattuatori. Al contrario, nel caso in cui il libero recupero della deformazione fino alla forma originale non viene permesso mediante l’applicazione di un carico, viene generata all’interno del materiale stesso una sollecitazione, che si traduce in una forza utile per l’attuazione [1-3].

Il secondo gruppo, invece, fa riferimento alla proprietà detta pseudo-elasticità oppure super-elasticità (Superelastic Effect - SE), caratteristica delle leghe NiTi con eccedenza di Ni in lega. La fase caratteristica a temperature ambiente è quella austenitica. Nel caso in cui un materiale SMA sia sottoposto all’applicazione di un carico superiore al carico critico (σ_{LSE}), la trasformazione martensitica viene di conseguenza indotta. E’ possibile aspettarsi una relazione, analogamente a quella proposta dalla legge di Clausius/Clapeyron, pressoché lineare tra il carico critico σ_{LSE} e la temperatura di inizio trasformazione da austenite a martensite (M_s). In questa situazione, la forza che induce la trasformazione di fase è una sollecitazione, legata al carico applicato. La martensite che viene generata in questa modalità viene chiamata martensite indotta da sforzo (Stress Induced Martensite - SIM). A seguito della fase di rimozione del carico applicato, esiste uno sforzo critico ($\sigma_{USE} < \sigma_{LSE}$), tale che si ottenga martensite a temperatura ambiente nel corso di una trasformazione di fase martensitica indiretta (Figura 2). Si osserva, dunque, che esiste un comportamento meccanico di tipo isteretico.

Questi materiali superelastici sono largamente impiegati nel settore biomedicale, per applicazioni come lo stent coronarico, e nel campo dello smorzamento delle vibrazioni meccaniche ed acustiche. Entrambe le tipologie di materiali che mostrano l'effetto a memoria di forma oppure la superelasticità sono stati largamente studiati sia dal punto di vista degli aspetti fondamentali sia dai punti di vista degli aspetti ingegneristici [1-2].

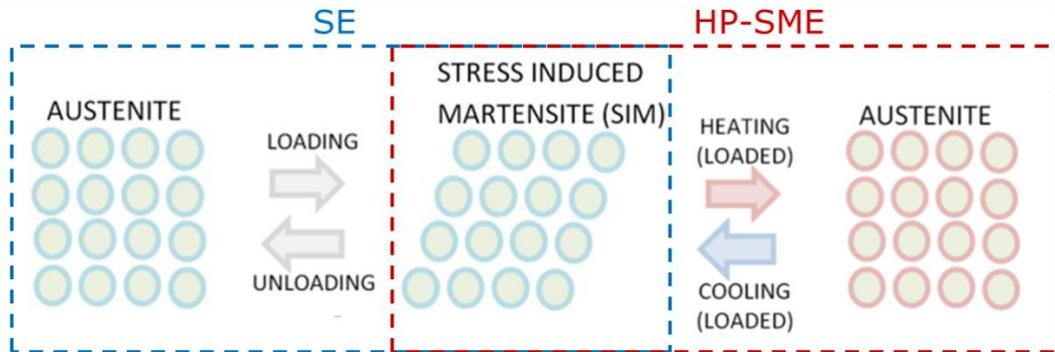


Figura 2 Effetto superelastico e HP-SME

Recentemente è stato proposto un nuovo approccio per utilizzare le proprietà dei materiali a memoria di forma, in cui è stato possibile ottenere delle proprietà funzionali eccezionali, superiori rispetto a quanto ottenuto in passato mediante il classico impiego di questa classe di materiali funzionali. In particolare, è stato mostrato come una lega NiTi superelastica possa mostrare l'effetto a memoria di forma, richiesto per il suo impiego come attuatore, imponendo cicli termici ripetuti, partendo dalla SIM. Quando un materiale austenitico viene caricato sopra uno stress critico (σ_{LSE}), la SIM viene indotta e la deformazione del materiale procede a stress quasi costante (plateau superelastico). Quando la SIM viene riscaldata sopra A_f sotto l'effetto di un carico costante, essa si ritrasforma in austenite. Infatti, avviene una MT, la struttura austenitica viene generata e la deformazione macroscopica viene recuperata. In fine, quando il materiale viene raffreddato fino a temperatura ambiente, la SIM viene prodotta nuovamente e la deformazione nuovamente indotta (Figura 2). Per distinguere dall'effetto memoria di forma tradizionale, questo effetto è stato denominato High Performance Shape Memory Effect (HP-SME) [4-5].

L'obiettivo di questo lavoro consiste nell'analisi del comportamento funzionale a fatica di fili di diametro 80 μm superelastici sottoposti a ciclaggio termomeccanico così da sfruttare il loro effetto HP-SME. I risultati ottenuti sono stati confrontati con quelli relativi a un filo martensitico utilizzato in modo convenzionale, cioè sfruttando l'effetto di memoria di forma SME. Successivamente, le superfici di frattura sono state analizzate mediante microscopio elettronico a scansione.

2. MATERIALI E METODI SPERIMENTALI

Due leghe, le cui composizioni sono $\text{Ni}_{49}\text{Ti}_{51}$ (at.%) e $\text{Ni}_{50.8}\text{Ti}_{49.2}$ (at.%), sono state prodotte mediante un forno in vuoto ad induzione magnetica (Vacuum Induction Melting -VIM ; mod. Balzers VSG10) in atmosfera inerte di Argon, a partire da elementi puri [6]. I due lingotti (di dimensione pari a circa 70 x 70 x 160 mm³) sono stati forgiati, laminati a caldo e successivamente trafilati a freddo, ottenendo fili da 80 μm di diametro.

Sui fili così prodotti, sono state eseguite delle prove di fatica per valutare la stabilità del comportamento termo-meccanico mediante un sistema realizzato ad hoc. Campioni di 100 mm in lunghezza sono stati caratterizzati in posizione verticale e vincolati superiormente alla struttura di prova mentre all'altra estremità libera è stato applicato un carico. Entrambe le estremità del filo sono state connesse ad un generatore di corrente controllato mediante Labview per fornire impulsi di corrente per scaldare il filo mediante effetto Joule. I test di fatica sono stati effettuati in controllo di deformazione, fino ad un valore massimo pari a 4% per evitare il surriscaldamento del filo.

L'allungamento del filo è stato misurato mediante un trasduttore di posizione (LVDT; mod. Macro Sensors HSTA 750-125). I dettagli dell'apparato di prova sono riportati in altri lavori [7-8]

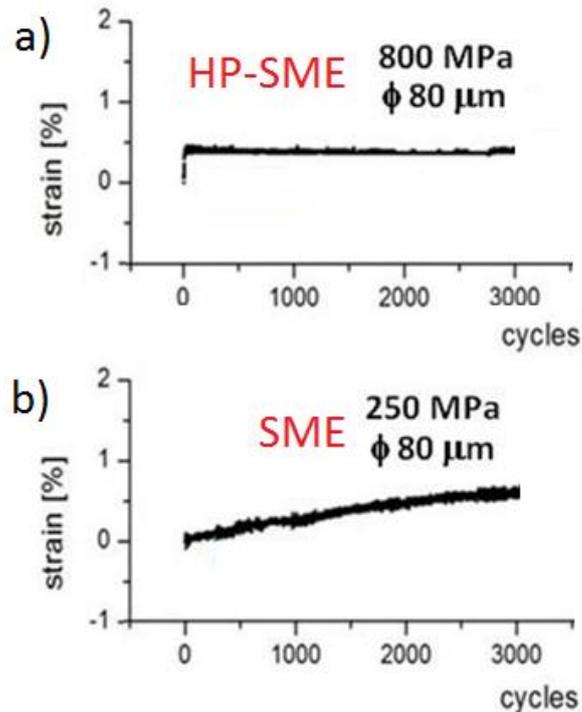


Figura 3 Comportamento a fatica di un filo austenitico che sfrutta l'effetto HP-SME e di un filo martensitico che sfrutta il convenzionale SME.

3. RISULTATI

Sono state eseguite delle prove di ciclaggio sotto carico costante: 250 MPa per il filo in $\text{Ni}_{49}\text{Ti}_{51}$ e 800 MPa per il filo in $\text{Ni}_{50.8}\text{Ti}_{49.2}$. Durante i test, la fase di attuazione dei fili è stata effettuata fornendo un impulso di corrente in configurazione verticale. Come mostrato in Figura 3, durante le prove è stata misurata la deformazione massima del filo, indicativa della massima lunghezza raggiunta dal filo. Il lavoro è finalizzato a mettere in luce i differenti comportamenti del materiale sottoposto a fatica funzionale nelle prime fasi di stabilizzazione delle proprietà (tipicamente entro un numero di cicli dell'ordine di 10^3).

Il filo martensitico (vedi Figura 3b) ha accumulato durante il ciclaggio della deformazione plastica residua di circa 0.6% con un carico applicato di 250 MPa. Il comportamento a fatica del filo austenitico, sottoposto ad un carico applicato di 800 MPa, è sensibilmente diverso, come mostrato in Figura 3a. Infatti, l'elevato livello di sollecitazione ha portato ad un accumulo della deformazione plastica quasi esclusivamente nei primi cicli di attuazione pari a circa 0.4%; successivamente, il materiale mostra un'eccellente stabilità al ciclaggio, in quanto non avviene più accumulo di deformazione plastica. L'elevato carico applicato ha portato ad una stabilizzazione del ciclo di isteresi (ϵ -T) ad un numero di cicli significativamente inferiore rispetto alla condizione operative della prova SME. Questo comporta una riduzione delle procedure di "educazione" necessarie alla stabilizzazione delle proprietà funzionali del filo. E' possibile dunque affermare che un ciclaggio termo-meccanico preventivo all'esercizio del dispositivo (detto training) potrebbe evitare l'accumulazione di deformazione plastica durante l'esercizio del filo, favorendo quindi una semplificazione dell'impiego del materiale stesso in applicazioni che richiedono una vita a fatica medio-lunga.

In Figura 4 sono riportate le superfici di frattura dei due fili, esse mostrano caratteristiche simili. Un punto di innesco della frattura, caratterizzato dalla presenza di un'inclusione nella zona subito adiacente la superficie laterale, un zona di propagazione instabile della cricca e infine una zona

caratterizzata da microcavità (dimples) caratteristica dei materiali duttili. Il filo superelastico mostra una microcavità di dimensioni maggiori.

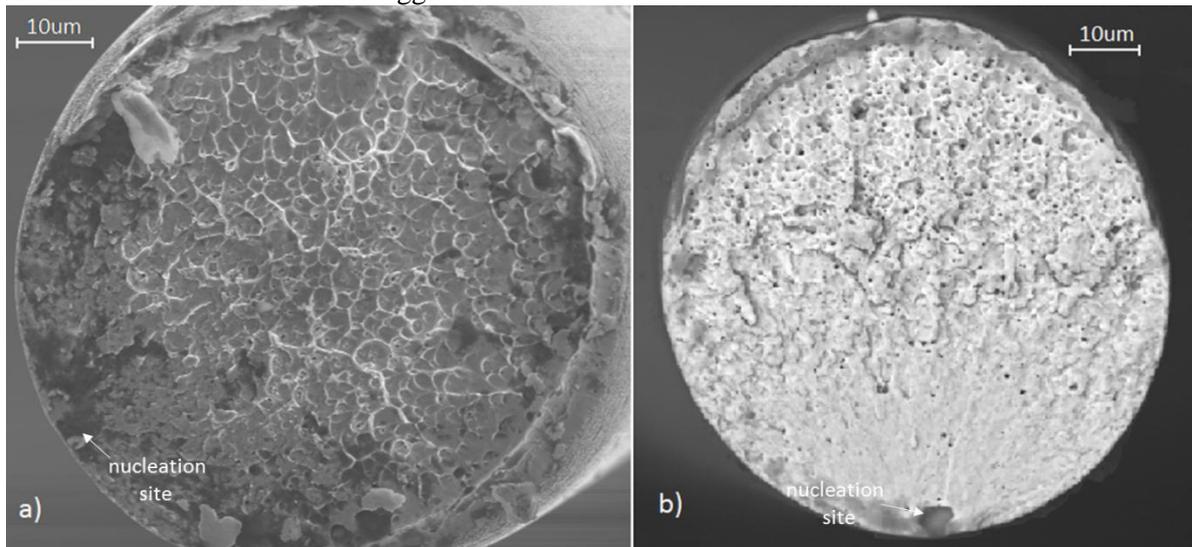


Figura 4 Superficie di frattura a fatica del filo austenitico (a) e del filo martensitico (b)

4. CONCLUSIONI

Sono stati riportati i risultati di prove a fatica, entro 3,000 cicli, di fili sottili sia martensitici che austenitici, con carichi applicati differenti. Tali prove hanno messo in evidenza che il materiale, soggetto a cicli completi di riscaldamento/raffreddamento della martensite ottenuta sotto sforzo (HP-SME) mostra una stabilità funzionale decisamente superiore rispetto a quanto osservabile rispetto al ciclaggio classico basato sul tradizionale effetto di memoria di forma. I livelli di carico, sono inoltre superiori (800 MPa) rispetto alla condizione di riferimento (250 MPa). Per valori di deformazione recuperata di 3-4%, la vita a fatica di fili basati su HP-SME risulta dell'ordine di 10^3 ; vite a fatica di almeno due ordini di grandezza superiori si ottengono con deformazioni recuperate di $\leq 1\%$ (dati non riportati in questo lavoro).

BIBLIOGRAFIA

- [1] K. Otsuka, X. Ren “Physical metallurgy of TiNi-based shape memory alloys”, *Progress in Material Science*, 50, 511–678 (2005).
- [2] K. Otsuka, C. M. Wayman *Shape Memory Materials* Cambridge University Press (1998).
- [3] H. Funakubo “Shape Memory Alloys”, *Robotica*, 6, 259-259.
- [4] R. Casati, M. Vedani, A. Tuissi “Thermal cycling of stress induced martensite for High Performance Shape Memory Effect”, *Scripta Materialia*, 80, 13-16 (2014).
- [5] R. Casati, C.A. Biffi, M. Vedani, A. Tuissi “High performance shape memory effect in nitinol wire for actuators with increased operating temperature range”, *Functional Materials Letters*, 1450063 (2014).
- [6] Besseghini S. Tuissi A. Olzi E., Cito F., Carcano G. *Vuoto Sci Tecnol*, 26 (1997) 5-9
- [7] R. Casati, F. Passaretti, A. Tuissi *Proc Eng*, 10 (2011) 3423-3428.
- [8] R. Casati, A. Tuissi *JMEP*, 21 (2012) 2633-2637