ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní

Ústav materiálového inženýrství

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Hodnocení povrchu lékařských nástrojů při opakovaném sterilizačním procesu

Autor: Michaela Krausová

Studijní obor: Technologie, materiály a ekonomika strojírenství

Vedoucí práce: Ing. Ladislav Cvrček Ph.D.

Praha 2017

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Krausová** Jméno: **Michaela** Osobní číslo: **438613**

Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**

Zadávající katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**

Studijní program: **Výroba a ekonomika ve strojírenství**

Studijní obor: **Technologie, materiály a ekonomika strojírenství**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Hodnocení změn povrchu lékařských nástrojů při opakovaném sterilizačním procesu

Název bakalářské práce anglicky:

Evaluation of surface changes of medical instruments during repeated sterilization process

Pokyny pro vypracování:

Cíl: Hodnocen bude vliv chemického složení a drsnosti povrchu vybraných materiálů používaných pro výrobu lékařských nástrojů na korozní napadení způsobené sterilizačním procesem a působením zbytků krevních sraženin.
Postup:
1. Literární rešerše.
2. Návrh testovaných materiálů a jejich povrchových úprav.
3. Provedení sterilizačních testů.
4. Analýza povrchového a hloubkového korozního poškození.
5. V kritických místech materiálu analyzovat chemické složení.
6. Diskuze a závěry

Seznam doporučené literatury:

LIPSCOMB, I.P., H. PINCHIN, R. COLLIN a C.W. KEEVIL. Effect of drying time, ambient temperature and pre-soaks on prion-infected tissue contamination levels on surgical stainless steel: concerns over prolonged transportation of instruments from theatre to central sterile service departments. Journal of Hospital Infection [online]. 2007, 65(1), 72-77 [cit. 2017-03-08]. DOI: 10.1016/j.jhin.2006.09.025. ISSN 01956701.
BIRAN, Roy a Daniel POND. Heparin coatings for improving blood compatibility of medical devices. Advanced Drug Delivery Reviews [online]. 2016, , - [cit. 2017-03-08]. DOI: 10.1016/j.addr.2016.12.002. ISSN 0169409x.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

Ing. Ladislav Cvrček Ph.D., ústav materiálového inženýrství FS

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

doc. RNDr. Vladimír Starý CSc., ústav materiálového inženýrství FS

Datum zadání bakalářské práce: **24.04.2017** Termín odevzdání bakalářské práce: **31.07.2017**

Platnost zadání bakalářské práce: _____

Podpis vedoucí(ho) práce	Podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry	Podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Studentka bere na vědomí, že je povinna 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.

26.4.2017
Datum převzetí zadání

Krausová
Podpis studentky

© ČVUT v Praze. Design: ČVUT v Praze, VIC

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracovala samostatně a použila jsem literárních pramenů a informací, které uvádím v seznamu použité literatury a zdrojů informací. 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).

V Praze dne 23.7.2017 ..... Krausová .....

Poděkování

Chtěla bych poděkovat vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Ladislavu Cvčkovi, Ph.D. za cenné rady, čas a pomoc, které mi věnoval. Dále bych ráda poděkovala mé rodině a blízkým přátelům za podporu a pomoc během studia.

Abstrakt

Bakalářská práce se zabývá problematikou materiálů, které se používají pro výrobu lékařských nástrojů. Zaměřuje se na korozivzdorné oceli a jejich povrchové úpravy, včetně dějů. Dále jsou představeny děje, které probíhají na povrchu lékařských nástrojů. V experimentální části byly zkoumány povrchy vzorků s různou drsností vyrobených z korozivzdorné oceli s povlakem DLC. Hodnoceny byly vzorky, které prošly opakovanou sterilizací včetně kontaktu s krví a dalšími organickými látkami. Z výsledků testů provedených na vzorcích je patrné, že usazeniny ulpělé na povrchu jsou organického původu a na jejich množství má výrazný vliv drsnost a smáčivost povrchu. V závěru jsou navrženy možnosti, které mohou vést k potlačení tvorby povrchových usazenin nebo mohou snížit jejich tvorbu.

Klíčová slova

DLC povlaky; drsnost; smáčivost; sterilizace; koroze; lékařské nástroje

Abstract

The bachelor thesis deals with the issue of materials that are used for the production of medical instruments. It focuses on stainless steel and, their finishes, including stories. In addition, the stories that occur on the surface of medical instruments are presented. In the experimental section, surface samples of different roughness were made from DLC coated stainless steel. Samples that have undergone repeated sterilization, including contact with blood and other organic substances, have been evaluated. From the results of the tests carried out on the samples, it is clear that the deposits adhering to the surface are of organic origin and have a significant influence on their surface roughness and wettability. At the end, options are suggested that can lead to the suppression of surface deposits or reduce their formation.

Key words

DLC coatings; roughness; wettability; sterilization; corrosion; medical instruments

Obsah

1 Úvod 11
2 Teoretická část 12
2.1 Korozivzdorné oceli 12
2.2 Neželezné kovy 12
2.2.1 Slitiny hliníku 12
2.2.2 Titanové slitiny 12
2.3 Slinuté karbidy 13
2.3.1 Wolfram karbid 13
2.4 Úprava ocelí 13
2.4.1 Tepelné zpracování ocelí 13
2.4.2 Povrchové úpravy ocelí 16
2.5 DLC povlaky 19
2.6 Média využívaná pro ošetření nástrojů 21
2.6.1 Voda 21
2.6.2 Procesní chemikálie 22
2.7 Sterilizace lékařských nástrojů 22
2.7.1 Fáze sterilizace 23
2.7.2 Druhy sterilizace 23
2.8 Povrchové změny nástrojů 25
2.8.1 Degradace povrchu nástrojů 25
2.8.2 Koroze 27
2.8.3 Oxidace 29
2.8.4 Barevné změny 30
3 Experimentální část 31
3.1 Charakteristika dodaných vzorků 31
3.2 Postupy sterilizace 31
3.3 Analýza poškození povrchu 32
3.3.1 Optická mikroskopie 32
3.3.2 Měření kontaktního úhlu 33
3.3.3 Měření drsnosti povrchu 34
3.4 Analýza hloubkového poškození povrchu 35
3.4.1 Měření tloušťky DLC vrstvy 35

3.4.2 Měření nanotvrdosti 37
3.4.3 Měření adheze tenké vrstvy 38
3.5 Analýza chemického složení povrchu 40
3.5.1 Elektronová mikroskopie 40
4 Závěr 55

Seznam obrázků

Obr. 1. Schéma průběhu tepelného zpracování [12] 14
Obr. 2. Oblast kalících teplot v diagramu Fe-Fe3C [9] 14
Obr. 3. Změna mechanických vlastností v závislosti na stupni deformace [11] 15
Obr. 4. Změna tvaru zrn v důsledku tvářen [11] 15
Obr. 5. Povrch korozivzdorné oceli: mechanicky broušený (nahoře), mechanicky leštěný (uprostřed), elektrolyticky leštěný (dole) [13] 16
Obr. 6. Tentýž povrch před elektrolytickým leštěním a po něm [13] 17
Obr. 7. Sendvičový kovokeramický povlak [15] 19
Obr. 8. SložkyDLC povlaků [17] 20
Obr. 9. Vytváření nárůstku na břitu nástroje při obrábění hliníkových slitin [26] 21
Obr. 10. Parní sterilizátor STERIMAT [37] 24
Obr. 11. Barevné povlaky vzniklé z krve, bílkovin a zbytků léků [20] 26
Obr. 12. Povlaky vzniklé díky procesním chemikáliím [20] 26
Obr. 13. Ukázka důlkové koroze [20] 27
Obr. 14. Třecí koroze na kostních nůžkách [20] 28
Obr. 15. Spoj nůžek s typickou mezikrystalovou trhlinou [20] 28
Obr. 16. Naleptání pájených spojů. U tvrdokovových nůžek, tvrdokovových držáků pinzet a jehelců. Příčina: narušení kyselosti při predávkování neutralizačních prostředků nebo použití základních čistících prostředků [20] 29
Obr. 17. Oxidace háku na rány a svorky [20] 29
Obr. 18. Barevné změny na štípacích kleštích s povlakem z TiAlN. Duhově zbarvené štípací kleště. Štípací kleště nové. [20] 30
Obr. 20. Smáčivost různých kapalin. A je málo smáčivá kapalina zatímco C je dokonale smáčivá kapalina.[25] 33
Obr. 21. SeeSystem Stolek s CCD kamerou a posuvem [24] 34
Obr. 22. Laserový interferometr Zygo NewView 7200 [24] 35
Obr. 23. Princip kalotestu [29] 36
Obr. 24. Industrial Calotest [29] 37
Obr. 25. Příklad indentační křivky [41] 38
Obr. 26. Progresivní zatížení [32] 38
Obr. 27. Scratch-tester Revetest Xpress RSX+ [32] 39

Obr. 28. Elektronový mikroskop JOEL JSM-7600F [36]..... 40
Obr. 29. Detail nečistot na povrchu vzorku, který byl leštěn pastami 41
Obr. 30. Detail nečistot na povrchu, kde byl pouze původní povrch Medinu 42
Obr. 31. Detail nečistot na povrchu vzorku, který byl tryskán 42
Obr. 32. Detail nečistot na povrchu, kde byl konečný povlak leštěn brusným rounem 42
Obr. 33. Drsnost leštěného povrchu pastami 43
Obr. 34. Drsnost původního povrchu Medinu 43
Obr. 35. Drsnost tryskaného povrchu 44
Obr. 36. Drsnost původního povrchu leštěného po nanešení povlaku..... 44
Obr. 37. Detail povrchu vzorku 10x sterilizovaný, po 24hodinovém zatížení krví a organických zbytků (vlevo) a detail povrchu vzorku bez organického zatížení a po jedné sterilizaci (vpravo). 46
Obr. 38. 1000x zvětšený snímek vzorku bez zatížení organickými látkami. 46
Obr. 39. 5000x zvětšený vzorek, který byl před desetinásobnou sterilizací ponechán 24 hodin v krvi a dalších organických nečistotách. 47
Obr. 40. Nečistota, u které byla provedena chemická analýza EDS metodou..... 48
Obr. 41. Vzorek pro provedení kalotestu..... 49
Obr. 42. Zatížení 10 N, při kterém nedocházelo k adhezi vrstvy 50
Obr. 43. Ukázka zatížení v místech, kde začalo docházet porušení adheze tenké vrstvy 51
Obr. 44. Vzorek leštěn pastami, voda (vlevo) a ethylenglycol (vpravo) 52
Obr. 45. Vzorek s původním povrchem Medinu, voda (vlevo) a ethylenglycol (vpravo) 52
Obr. 46. Vzorek tryskán, voda (vlevo) a ethylenglycol (vpravo) 52
Obr. 47. Vzorek s původním povrchem, povlak přeleštěn brusným rounem, voda (vlevo) a ethylenglycol (vpravo)..... 53

Seznam tabulek

Tab. 1. Technologický postup předúpravy kovového povrchu [13] 17
Tab. 2. Technologický postup elektrolytického leštění [13] 18
Tab. 3. Technologický postup dokončovacích úprav [13] 18
Tab. 4. Předsterilizační příprava nástrojů [21] 23
Tab. 5. Vlastnosti vzorků dodané od výrobce 31
Tab. 6. Parametry Zygo NeWView 7200 [42] 35
Tab. 7. Parametry Revetest Xpress RSX+ [43] 39
Tab. 8. Parametry JOEL JSM-7600F [44] 41
Tab. 9. Porovnání drsností vzorků 45
Tab. 10. Procentuální porovnání prvků obsažených ve dvou místech vzorku 48
Tab. 11. Výsledek výpočtu tvrdosti a modulu pružnosti z NanoTestu 50
Tab. 12. Vybrané hodnoty zatížení 51
Tab. 13. Kontaktní úhly vody a ethylenglycolu 53
Tab. 14. Povrchová energie dle Owens-Wendt modelu 54

1 Úvod

Při výrobě lékařských nástrojů je vyžadována vysoká přesnost a dokonale obrobený povrch. Způsob výroby závisí na materiálů, velikosti nástroje, tvaru nástroje, funkci nástroje i počtu vyrobených kusů. Pro dlouhou výdrž lékařských nástrojů musí být kladen důraz na správnou manipulaci s nástroji, údržbu nástrojů a lékařské nástroje musí být též dobře ošetřovány v průběhu používání. Musí být správně zvolen materiál, konstrukce i povrchové úpravy. Z materiálového hlediska je nejdůležitější výběr vhodného materiálu, jeho výroba a technologické řešení. Pro dosažení vysoké odolnosti se využívají různé povrchové úpravy a následné nanášení povlaků. Nejzásadnějším problémem při používání lékařských nástrojů je vznik koroze, která může vznikat i při samotné sterilizaci.

Materiál, který má být používán pro práci s tkáněmi lidského těla by měl být biokompatibilní. Nejvhodnějšími materiály jsou tedy ty, u kterých nedochází k degradaci při styku s lidským tělem. Tyto procesy mezi lidským tělem a materiálem mohou způsobit jak změnu mechanických vlastností nástroje, chemických vlastností nástroje, tak i procesy v lidské tkáni, jako například alergické a toxické reakce.

Cílem této práce je zhodnotit vliv chemického složení a drsnosti povrchu vybraných materiálů používaných pro výrobu lékařských nástrojů na korozní napadení způsobené sterilizačním procesem a působením krve a dalších organických látek. Po zhodnocení vybraných materiálů bude navržena povrchová úprava, která by mohla vést k odstranění nebo snížení degradace povrchu lékařských nástrojů.

2 Teoretická část

2.1 Korozivzdorné oceli

Oceli jsou jedny z nejpoužívanějších materiálů určených k výrobě lékařských nástrojů. Jde o slitinu železa, uhlíku a dalších legujících prvků. Při výrobě lékařských nástrojů jsou nejpoužívanější oceli vysokolegované, které nazýváme oceli korozivzdorné. Korozivzdorné oceli se využívají pro jejich vysokou odolnost vůči korozi, která je jedním z nejběžnějších důvodů opotřebování lékařských nástrojů. Mezi nejčastěji používané legující prvky v lékařském průmyslu patří chrom a nikl. Chrom je využíván pro jeho vysokou odolnost vůči korozi a nikl pro vysokou odolnost v agresivních prostředích. Korozivzdorné oceli je možné rozdělit podle struktury a chemického složení do základních skupin, jako jsou oceli feritické, martenzitické a austenitické [1,2].

2.2 Neželezné kovy

2.2.1 Slitiny hliníku

Mezi nejpoužívanější neželezné, neboli ušlechtilé kovy využívané na výrobu lékařských nástrojů patří dural, který je využíván u mikroskopických nástrojů. Mezi jeho hlavní vlastnosti patří lehkost, korozní odolnost a možnost jej eloxovat a barvit. Duraly jsou slitiny hliníku (90-96%) obsahující měď (4-6%) s přísadami hořčíku, manganu a dalších prvků. Mají velmi dobrou pevnost od 350 do 400 MPa, nadprůměrnou tvrdost dosahující okolo 100 až 120 HB, díky čemuž jsou dobře obrobitelné. Je chemicky odolný a je možno ho povrchově upravovat [2,3,4].

2.2.2 Titanové slitiny

Dalším používaným neželezným kovem je titan, který vyniká výbornou korozní odolností. Je velmi lehký a vysoce pevný. Využívá se spíše jako nitrid nanášený fyzikálními procesy na povrchy nástrojů. Mezi jeho vlastnosti využívající se při výrobě lékařských nástrojů patří jeho odolnosti vůči všem anorganickým i organickým kyselinám a také alkalickým roztokům. Titan vyniká v lékařství hlavně díky své biokompatibilitě [2,5,6].

2.3 Slinuté karbidy

Slinuté karbidy jsou výrobky práškové metalurgie. Jsou tvořeny jemnými částicemi tvrdých karbidů některých kovů, jako wolfram, titan, tantal, které jsou navzájem pojeny zpravidla kobaltem. Poměrné množství jednotlivých druhů karbidů a kobaltu určuje pak vlastnosti slinutého karbidu. Slinuté karbidy mají větší tvrdost než rychlořezné oceli a chromkobaltové slitiny Co-Cr. Díky své tvrdosti si zachovávají své vlastnosti i při vysokých teplotách. Tvrdost slinutých karbidů je ovlivněna množstvím pojiva a také velikostí zrna karbidické fáze, kde platí pravidlo, že čím jemnější je struktura zrna, tím je vyšší tvrdost. Lomová houževnatost slinutých karbidů je ovlivněna obsahem pojiva, jelikož karbidická fáze je méně houževnatá než pojivo, tak se zvyšujícím nárůstem pojiva roste i lomová houževnatost. Stejně tak je tomu i v případě pevnosti v ohybu, která je též závislá na obsahu pojiva [7,8].

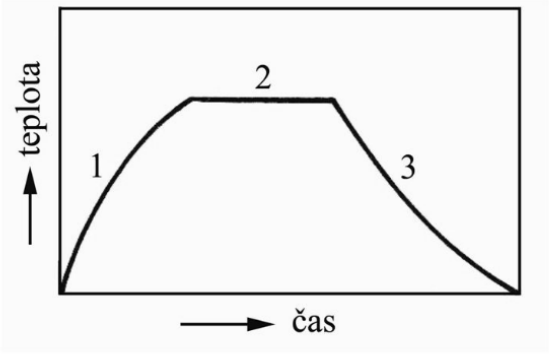
2.3.1 Wolfram karbid

Karbid wolframu je keramická látka bez kyslíku. Je složena z uhlíku a wolframu. Jde o kompozitní materiál, kde jsou pevné částice karbidu wolframu zality v kobaltu s měkčí kovovou matricí. Wolfram karbid vyniká svou vysokou tvrdostí, které nelze dosáhnout ani při kalení oceli. Za nevýhodu používání slinutých karbidů lze považovat nemožnost vystavení alkalických roztoků, jako je například louh sodný nebo peroxid vodíku [2].

2.4 Úprava ocelí

2.4.1 Tepelné zpracování ocelí

Tepelné zpracování u ocelí se zakládá na difuzi atomů daných materiálů. Lze jej rozdělit do dvou skupin, a to na první způsob, při kterém je difuze podporována tak, že děje probíhají pomalu, až se stav soustavy blíží k rovnováze (například žíhání). Druhý způsob je typický rychlým průběhem teplotních změn, při kterém je rovnováha soustavy porušena. Další možné dělení je z hlediska teploty ohřevu. První skupina bez překrystalizace, kde je zachována feritická a perlitická struktura a druhá skupina, kde se přeměňuje perlitická a feritická struktura na strukturu austenitickou (austenitizace) [10].

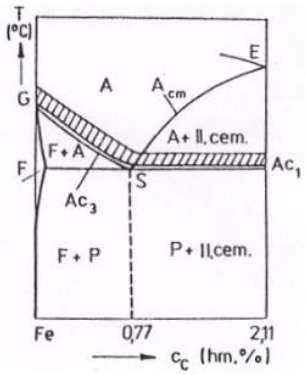


1 – ohřev, 2 – výdrž na teplotě, 3 – ochlazování

Obr. 1. Schéma průběhu tepelného zpracování [12]

2.4.1.1 Kalení

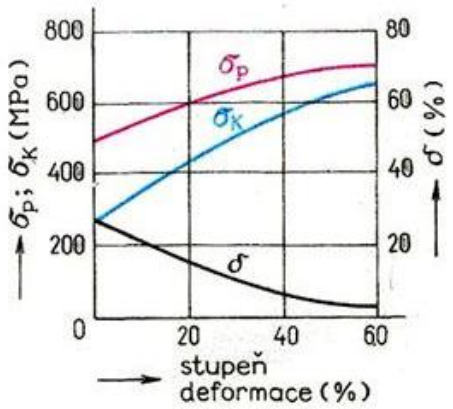
Mezi nejpoužívanější tepelné zpracování, na které se klade velký důraz u lékařských nástrojů, patří kalení, které má za důsledek změnu mechanických (pevnost, tvrdost) a chemických (korozivzdornost) vlastností. Během kalení dochází k převodu perlitické nebo perliticko-feritické struktury na strukturu martenzitickou nebo bainitickou. Postup kalení lze rozdělit do tří skupin, a to na ohřev, prohřátí a ochlazení. Ochlazování oceli po ohřevu musí být dostatečně rychlé, kvůli přeměně austenitu na martenzit. Během rychlého ochlazování dochází k velkému rozdílu teplot na povrchu a uvnitř materiálu, díky tomu vzniká uvnitř materiálu pnutí, proto se využívají další legující prvky [2,10].



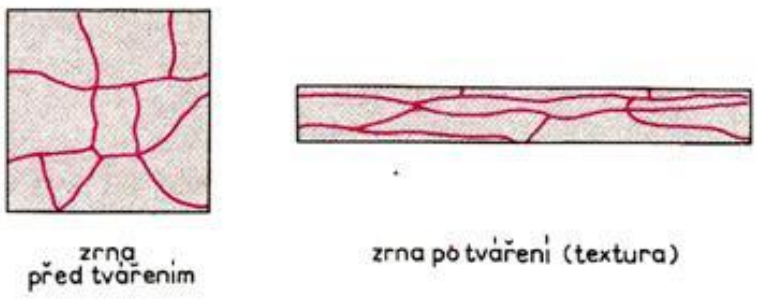
Obr. 2. Oblast kalících teplot v diagramu Fe-Fe3C [9]

2.4.1.2 Tváření ocelí za studena

Tváření za studena je možno nazývat také tváření pod rekrystalizační teplotu, kdy teplota tváření je pod hodnotu 30% teploty tání tvářeného materiálu. Během procesu tváření dochází k zpevňování materiálu, které se zachová až k nárůstu odporu proti dalšímu tváření. Zrna se deformují ve směru tváření a vytváří se textura, díky které dochází k anizotropii mechanických vlastností. Zpevněním se zvyšuje mez pevnosti a mez kluzu. Dalším zahřátím je možné obnovit deformační schopnost. Tvářením za studena se dosahuje u nástrojů velmi dobrých pružných vlastností [2,11].



Obr. 3. Změna mechanických vlastností v závislosti na stupni deformace [11]



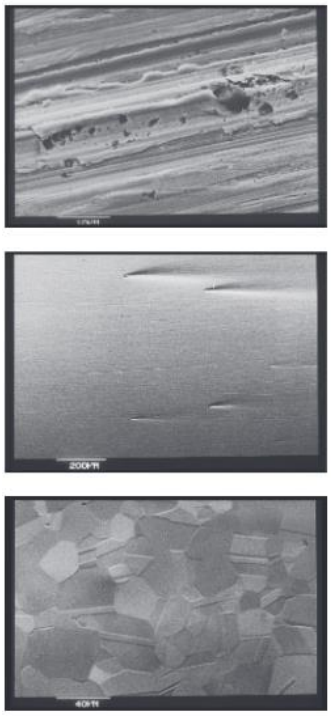
Obr. 4. Změna tvaru zrn v důsledku tvářen [11]

2.4.2 Povrchové úpravy ocelí

Jako povrchové úpravy lze považovat ošetření povrchu materiálu určitým způsobem, který využívá fyzikální, chemické, elektrochemické i mechanické postupy. Pro dosažení požadované kvality povrchu se musí před samotným procesem kov upravit a připravit. Nejčastějším důvodem povrchové úpravy je většinou protikorozní ochrana kovu. Jsou ale také kladeny nároky na další funkční vlastnosti, jako například tvrdost, kluznost, životnost a otěruschopnost. Mezi povrchové úpravy řadíme leštění mechanické, leštění elektrolytické a broušení. Lékařské nástroje mohou být také potahovány keramickým povlakem [2].

2.4.2.1 Mechanické leštění

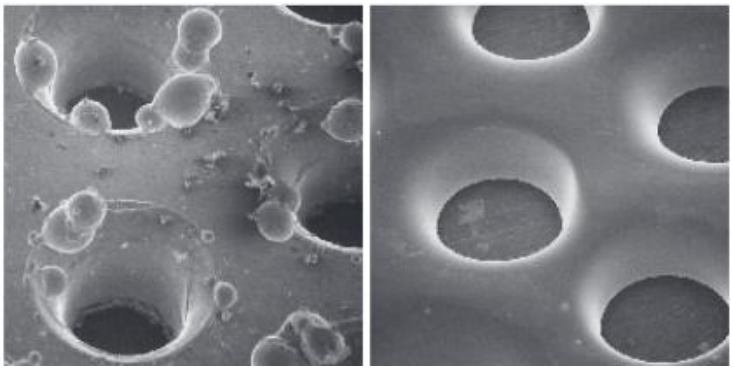
Po mechanickém leštění vzniká pnutí, které může zhoršit metalurgické vlastnosti a odolnost v agresivním prostředí. Oproti elektrolyticky leštěnému povrchu se mohou na mechanicky leštěném povrchu vyskytovat mikroskopické škrábance, úlomky i zbytky brusiva [13].



Obr. 5. Povrch korozivzdorné oceli: mechanicky broušený (nahoře), mechanicky leštěný (uprostřed), elektrolyticky leštěný (dole) [13]

2.4.2.2 Elektrolytické leštění

Kovové povrchy se elektrolyticky leští hlavně kvůli snížení mikrodrsnosti. Princip elektrolytického leštění je založen na elektrolýze, kde elektrolytem bývají roztoky kyseliny sírové a ortofosforečné. Celý proces leštění trvá 2-20 minut. Během elektrolytického leštění se dociluje vysoké proudové hustoty v místě výstupků na povrchu, které se tímto způsobem vyhlazují.



Obr. 6. Tentýž povrch před elektrolytickým leštěním a po něm [13]

Při leštění korozivzdorných ocelí se využívá rozdílů v rychlostech odběru jednotlivých složek slitin. Atomy železa a niklu se z krystalové mřížky uvolňují snadněji než atomy chromu. Aby byla výsledná jakost povrchu vysoká, musí se dodržet určitý technologický postup elektrolytického leštění. Tento způsob se skládá ze tří částí: předúpravy kovového povrchu, vlastního elektrolytického leštění povrchu a dokončovacích úprav [13].

Tab. 1. Technologický postup předúpravy kovového povrchu [13]

Předúprava kovového povrchu
1. Čištění
2. Oplach
3. Moření
4. Oplach

Tab. 2. Technologický postup elektrolytického leštění [13]

Elektrolytické leštění
1. Elektrolytické leštění
2. Neutralizace (výnos z lázně)
3. Oplach

Tab. 3. Technologický postup dokončovacích úprav [13]

Dokončovací úprava
1. Ponor do kyseliny dusičné
2. Oplach
3. Oplach za tepla
4. Sušení

Většina lékařských nástrojů (svorky, pily, implantáty, skalpely) jsou elektrolyticky leštěny. Poté dochází k snadnému čištění a nízké kontaminaci. Tento druh leštění má velký význam pro součásti vystavené radiaci, které musí být pravidelně dekontaminovány [13].

2.4.2.3 Keramické povlaky

Keramické povlaky patří mezi povlakování nazývané smaltování. Smalt je ve své podstatě anorganické sklo, které je nanesené na kovovém podkladu. Smalt na tomto podkladu vytváří velmi odolný povrch proti korozi a přírodním i chemickým vlivům. Barevnost smaltovaných výrobků je stálá. Smalt je významný nejen v oblasti průmyslové výroby, ale stále častěji plní dekorativní funkci. Keramické povlaky jsou v podstatě nekovové anorganické povlaky vytvářející celistvé vrstvy, které jsou natavené na podkladovém kovu. Mezi významné kladné vlastnosti keramických povlaků patří jejich chemická a barevná stálost, též vysoká odolnost proti nízkým i vysokým teplotám, které se mohou často měnit. Jsou velmi tvrdé a odolné proti abrazi, díky jejich hygienické

nezávadnosti je možno je využít právě pro výrobu lékařských nástrojů. Mezi negativní vlastnosti lze považovat jejich křehkost a také možnost opracování (svařitelnost, opravitelnost).

Technologie smaltování je rozdělena na určité operace, a to předběžnou úpravu povrchu, kde se využívá například odmašťování, tryskání nebo žíhání. Dále dochází k přípravě skloviny s přísadami (frity), poté se smalt nanese na materiál například máčením, stříkáním, poléváním, aplikací smaltového proudu nebo využitím elektrostatického pole. V neposlední řadě se smalt, který je nanesen mokrým způsobem, vysuší v sušárně a poté se vypálí v tunelových pecích a tím vznikne sklovitý povlak namísto pórovitého povlaku [14,15].

Obr. 7. Sendvičový kovokeramický povlak [15]

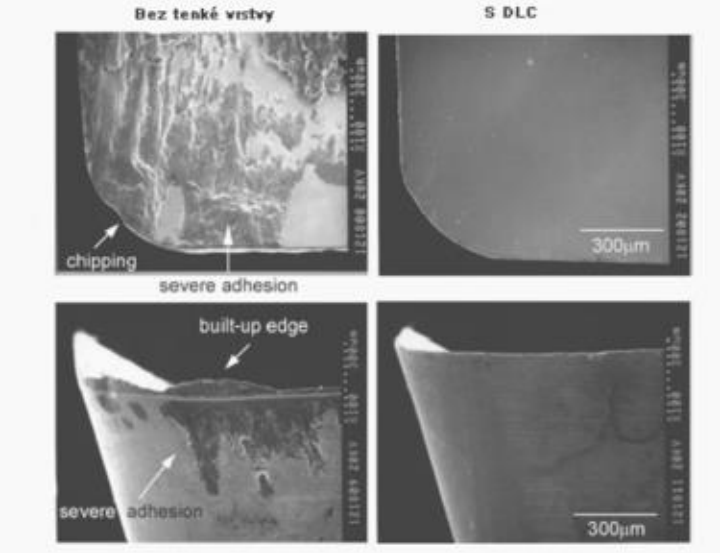
2.5 DLC povlaky

Povlaky DLC (Diamond-Like Carbon) mají své jedinečné vlastnosti, kvůli kterým jsou velmi často používány. Vyznačují se svou vysokou tvrdostí, chemickou stálostí, nízkým koeficientem tření a také svou biokompatibilitou. DLC povlaky jsou amorfní povlaky, které se skládají ze směsi grafitu (Sp2 vazby) a směsi diamantu (sp3 vazby).

Obr. 8. SložkyDLC povlaků [17]

Dle různých poměrů se mohou měnit mechanické a chemické vlastnosti těchto tenkých vrstev. Tímto způsobem je možné měnit Youngův modul, tvrdost, lomovou houževnatost, součinitel tření i chemickou reaktivnost. K získávání DLC povlaků se využívají různé procesy. Mezi nejpoužívanější procesy patří například PVD (Physical Vapour Deposition) nebo PECVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition).

Materiály v lékařství musí být velmi odolné proti opotřebení, proto se využívají DLC povlaky. Bylo provedeno mnoho výzkumů a testů, díky kterým byla určena jejich vysoká biokompatibilita. V mnoha biomedicínských aplikacích musí být rychlost opotřebení a tření velmi nízká a tvrdost povlaku nesmí způsobovat nadměrné opotřebení materiálu u protikusu. Drsnost povrchu tvrdých povlaků má silný vliv na opotřebení protikusu, zejména pokud se jedná o měkký materiál. Všechny do nedávna provedené studie biokompatibility DLC povlaků dokázaly, že nedochází při jejich využití k cytotoxicitě [16,17,18].



Obr. 9. Vytváření nárůstku na břitu nástroje při obrábění hliníkových slitin [26]

2.6 Média využívaná pro ošetření nástrojů

2.6.1 Voda

Kvalitu vody lze považovat za jeden z nejvýznamnějších vlivů při čištění lékařských nástrojů. Při procesu péče o nástroje plní voda důležité funkce, jako jsou ředění chemikálií, přenos tepla a mechanických sil na nástroj, rozpouštění nečistot, které lze ve vodě rozpustit a v neposlední řadě oplach chemikálií. Voda může obsahovat různé látky, které mohou nepříznivě ovlivňovat čistící proces nástrojů, jejich vzhled a vlastnosti materiálu. Ve vodě jsou obsaženy látky, způsobující tvrdost vody, kvůli které vznikají na lékařských nástrojích povlaky, pod kterými se může vyskytovat též koroze. Další nepříznivou složkou jsou barevné kovy, těžké kovy a silikáty, které zapříčiňují zbarvení lékařských nástrojů. Mezi nejkritičtější látky obsažené ve vodě jsou chloridy, které způsobují korozi, zejména důlkovou, i na nástrojích z nerezové oceli. Aby došlo k odstranění nežádoucích látek ve vodě, využívají se různé metody pro úpravu vody. Například při změkčování vody nahradí ionty sodíku kationty vápníku a hořčíku, přičemž se nesníží celkové zatížení látkami. Proto je jako lepší metoda využíván proces determineralizace vody, kde se odstraní všechny minerální látky. Tato determineralizovaná voda je využívána zejména ke konečnému oplachu lékařských nástrojů [20].

2.6.2 Procesní chemikálie

Procesní chemikálie využívané pro čištění lékařských nástrojů musí splňovat určitá kritéria. Mezi nejdůležitější kritéria patří čistící schopnost, schopnost dosáhnout účinné dezinfekce, ale také snášenlivost lidských tkání, v případě že by došlo k ulpění zbytků chemikálií na nástrojích při případném použití. V některých procesech se mohou složky procesních chemikálií navzájem ovlivňovat. Je zde možnost reakce mezi chemikáliemi využitými při předběžném ošetřením, samotném čištění i oplachu, kde mohou zůstat zbytky látek, které se mohou negativně ovlivňovat. Je proto zapotřebí využívat procesní chemikálie od jednoho výrobce pro celý proces čištění, aby byla zaručena neutralizace látek. Prostředky k ošetření předběžnému jsou prostředky čistící, dezinfekční a protimikrobiální, které jsou využívány ve formě sprejů nebo kapalin. Čistícími prostředky snižujeme kontaminaci lékařských nástrojů tak, že je možno je využívat k dalšímu použití. Dezinfekční prostředky se používají k usmrcení zárodků a snižují počet mikroorganismů, které ulpívají na povrchu. Používanými látkami pro konečnou dezinfekci jsou oxidační prostředky (kyselina chlorná, peroxid vodíku), aldehydy (formaldehyd) a aktivní látky (alkoholy). Neutralizační prostředky se využívají k neutralizaci zásaditosti při oplachu tím, že jsou přidány do oplachové vody. Jedná se o kyselé látky na bázi kyseliny citrónové nebo fosforečné. Aby se po oplachu zamezilo zachytávání zbytkové vlhkosti, jsou používány také oplachovací prostředky, snižující mezipovrchové napětí vody. V neposlední řadě jsou používaný prostředky konzervativní na bázi parafínového oleje, emulgátorů a silikonového oleje [20].

2.7 Sterilizace lékařských nástrojů

Sterilizace je proces, který zabezpečuje odstranění všech mikroorganismů z lékařského nástroje. Probíhá v přístrojích, které jsou nazývány sterilizátory. Sterilizátory jsou specifické pro různé druhy sterilizací. Použití sterilních lékařských nástrojů na pacientovi vyžaduje správnou předsterilizační přípravu, následnou sterilizaci v obalu potvrzeným sterilizačním postupem v rozsahu platných evropských norem. Lékařský nástroj musí být skladován podle pravidel a nařízení, určených pro sterilní obaly. Je velice důležité využívat pouze sterilizátory a metody, které umožňují potvrzené sterilizační postupy [20].

2.7.1 Fáze sterilizace

Fáze sterilizace se dělí do tří skupin. První skupinou je předsterilizační příprava nástrojů, kterou lze rozdělit dle kontaminace biologickým materiálem. Druhou skupinou je vlastní sterilizace, kde dochází k zahřátí na sterilizační teplotu, k účinné sterilizaci a následně k vypnutí přístroje do ochlazení obsahu na 60°C. Třetí skupinou je fáze konečná, kde je nástroj vyjmut z přístroje a označen datem sterilizace. V konečné fázi je zkontrolováno, zda byla provedená uskutečněná sterilizace účinná a provede se záznam. V poslední řadě dochází k expedici a uskladnění nástroje [21].

Tab. 4. Předsterilizační příprava nástrojů [21]

Předsterilizační příprava nástrojů	
kontaminované biologickým materiálem	nekontaminované biologickým materiálem
dezinfekce	mechanická očista
mechanická očista	oplach pitnou vodou
oplach pitnou vodou	osušení
osušení	funkční a technická kontrola
funkční a technická kontrola	zabalení
zabalení	
Vložení a uspořádání do vhodného sterilizačního přístroje a vložení kontrolních testů	

Z tabulky 4 je patrné, že předsterilizační příprava se liší podle kontaminace nástroje. Příprava je složitější v případě, že je nástroj kontaminován biologickým materiálem. V tom případě dochází navíc k dezinfekci, která je provedena jako první předsterilizační příprava.

2.7.2 Druhy sterilizace

Sterilizace se rozděluje do dvou základních skupin na fyzikální a chemickou. Fyzikální sterilizace se provádí vlhkým teplem, proudícím horkým vzduchem a plazmatem. Chemická sterilizace je určena pro materiál, který nelze sterilizovat fyzikálními způsoby.

Mezi nejběžnější metody sterilizace patří sterilizace parou, sterilizace horkým vzduchem a chemická sterilizace [22].

2.7.2.1 Sterilizace parou

Sterilizace parou je prováděna nasycenou parou nejčastěji při 134°C. U potvrzených postupů sterilizace parou podle EN 554 je možno se vzdát chemických indikátorů nebo indikátorů biologických, které mohou vést k tvorbě skvrn při přímém kontaktu nástroje a indikátoru. Pára využívána ke sterilizaci nesmí obsahovat nečistoty ani narušit postup sterilizace, nebo poškodit sterilizátor či nástroj. Aby se zabránilo tomuto problému, nesmí pára překročit směrné hodnoty dle tabulek [20].

Obr. 10. Parní sterilizátor STERIMAT [37]

2.7.2.2 Sterilizace horkým vzduchem

Sterilizace horkým vzduchem je v dnešní době metodou zastaralou, která je ale v ojedinělých případech stále používána. Jelikož při využití horkého vzduchu musí být zaručena funkce mazání, nesmí teplota překročit teplotu 185°C, při které dochází k tuhnutí parafínového oleje. Při důrazném překročení přípustné teploty hrozí nebezpečí ztráty tvrdosti a funkce nástrojů jakož i koroze. Aby byla zajištěna rovnoměrnost rozložení tepla v sterilizační komoře, ale i uvnitř materiálu, musí být opět dodržet přesný návod k použití [20].

2.7.2.3 Chemická sterilizace

Mezi metody chemické sterilizace patří sterilizace plynem s použitím ethylenoxidu (ethylenoxid v podtlaku či přetlaku) nebo formaldehydu (35 – 39% roztok formalínu) a plazmová sterilizace s použitím peroxidu vodíku. Tyto metody sterilizace se používají pouze v případě, že nelze lékařské nástroje sterilizovat parou, z důvodu ochrany životního prostředí, personálu i pacientů. Takto sterilizované lékařské nástroje vyžadují po sterilizaci odvětrání, které je určeno výrobcem nástrojů [20].

2.8 Povrchové změny nástrojů

V praxi dochází na velké části zdravotnického materiálu k povrchovým změnám působením chemických a fyzikálních vlivů. Příčiny těchto povrchových změn bývají obvykle nalezeny v podmínkách předsterilizační přípravy, pokud nejsou přímo způsobeny běžným používáním. V případě výskytu povrchových změn, je nezbytné při jejich odstranění a zábraně postupovat v systematickém pořadí.

V první řadě je důležité určit druh, způsob a příčinu povrchové změny nástroje, dále musí dojít k odhadnutí rizika opětovaného výskytu povrchových změn. Po této analýze musí být dodrženo doporučení od výrobce, sloužící k odstranění povrchových změn a v neposlední řadě zavedení vhodného postupu, který bude schopný zamezit opakovaným problémů [20].

2.8.1 Degradace povrchu nástrojů

2.8.1.1 Povlaky vytvářeny organickými zbytky

Rozlišujeme různé druhy povlaků, a to například povlaky organických zbytků, vznikajících znečištěním při operaci krví, bílkovinami, soli a zbytků léků. Za příčiny vzniku organických povlaků se dá považovat například zaschnutí mezi aplikací a ošetřením, nedostatečný oplach lékařských nástrojů, ale také nedostatečná údržba čistícího a dezinfekčního prostředku. Jeden z důvodů je též fixace proteinů v důsledku

nadměrné vstupní teploty vody. Jako preventivní opatření proti organickým povlakům je nutné lékařské nástroje očistit od hrubých nečistot a odstranit faktory způsobující zasychání nebo fixaci těchto nečistot, a to například opakovaným čištěním ultrazvukem, ručním dodatečným čištěním a uložením do 3% roztoku H_2O_2. Při nesprávném odstranění organických zbytků může dojít k infekci pacienta. Na nerezové oceli může také docházet ke korozi, díky chloridovým iontům, které jsou obsaženy v krvi [20].

Obr. 11. Barevné povlaky vzniklé z krve, bílkovin a zbytků léků [20]

2.8.1.2 Povlaky ze zbytkových procesních chemikálií

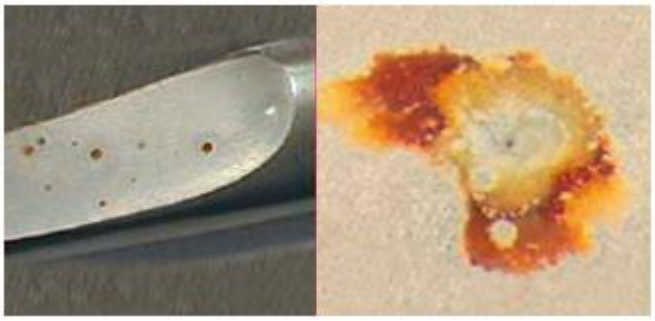
Další skupinou povlaků jsou povlaky ze zbytkových procesních chemikálií. Povlaky nebo zbarvení se liší podle množství zbytků chemikálií, typu nástroje a povrchu nástroje. Vznikají v důsledku nedostatečného odstranění procesní chemikálie. Tomuto poškození nástroje se dá zabránit konečným oplachem demineralizovanou vodou. I v tomto případě je jako možné riziko ohrožení pacienta, kterému může hrozit poleptání zbytků zásad a tenzidů [20].

Obr. 12. Povlaky vzniklé díky procesním chemikáliím [20]

2.8.2 Koroze

Pří používání a sterilizaci lékařských nástrojů je nejčastějším poškozením koroze. Rozlišujeme mnoho druhů koroze, které vznikají za určitých podmínek.

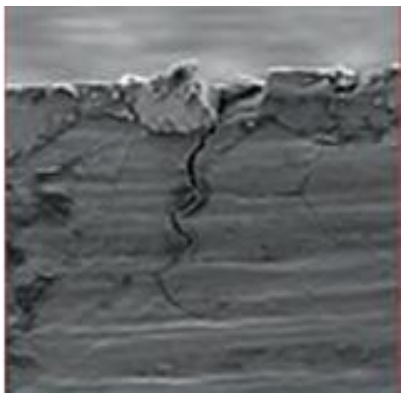
- Důlková koroze, neboli koroze kontaktní, se projevuje mikroskopickými dírkami na povrchu z nerezové oceli. Příčinou mohou být ionty halogenidů (bromid, jodid), chloridů, ale také zaschlé organické zbytky (krev, hnis, sekrety). K odstranění dochází pomocí čištění kyselým prostředkem a poté přeleštěním.



Obr. 13. Ukázka důlkové koroze [20]

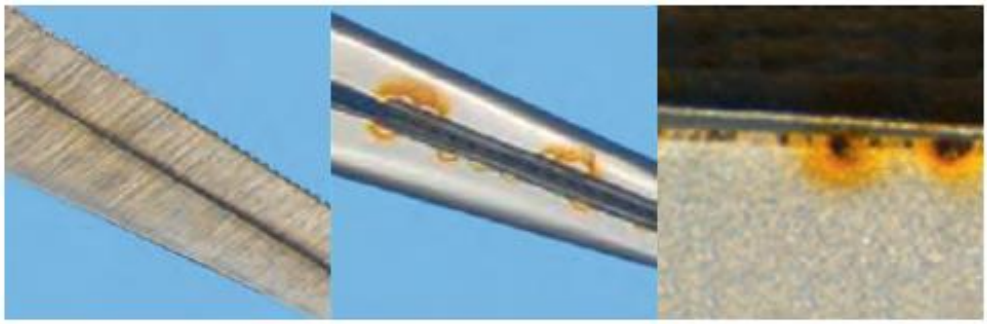
- Podobným druhem koroze je koroze spárová. Tato koroze vzniká v oblasti spár a je často zaměňována s neodstraněnými organickými zbytky.
- Dalším druhem koroze je koroze třecí, která vzniká v oblasti otěru. Důvodem vzniku třecí koroze je nedostatečné mazání nebo zadírání sousedních ploch nástroje. K odstranění dojde pomocí leštění nebo broušení.
- Napěťová koroze vzniká při vystavení velkého pnutí, špatné konstrukci nástroje nebo neodborné opravě nástroje. Projevuje se trhlinkami, které vedou až k vzniku zřetelných trhlin. Takto porušený lékařský nástroj nelze opravit, proto se musí dodržovat preventivní opatření.

Obr. 14. Třecí koroze na kostních nůžkách [20]



Obr. 15. Spoj nůžek s typickou mezikrystalovou trhlinou [20]

- Plošná koroze je nejčastějším typem koroze na povrchu lékařských nástrojích. Většinou jde o stejnoměrné narušení povrchu, které může mít různé podoby (sloupnutý povrch, krátery, zmizení barvy). Tento druh koroze vzniká díky chemickým nebo elektrochemickým vlivům a to kvůli dlouhodobému vystavení vodě [20].



Obr. 16. Naleptání pájených spojů. U tvrdokovových nůžek, tvrdokovových držáků pinzet a jehelců. Příčina: narušení kyselosti při predávkování neutralizačních prostředků nebo použití základních čistících prostředků [20]

2.8.3 Oxidace

Oxidace je rozdílná u nerezových materiálů a materiálů titanových. U nerezových ocelí dochází ke vzniku vrstvy oxidů chromu (lesklá, šedočerná), která závisí na složení materiálu, nejvíce však na obsahu chromu a uhlíku. Na rozdíl od titanových slitin nebo čistého titanu, kde vzniká skvrnitá, vícebarevná nebo barevně obměnlivá stejnoměrná vrstva (šedá, modrá, fialová, zelená) následkem vlhkého tepla a čistících látek. Oxidace se odstraňuje pomocí chemických povrchových úprav (u titanu) a mechanických povrchových úprav (u oceli). Při této povrchové změně nedochází k žádným rizikům, jedná se pouze o kosmetický účinek [20].

Obr. 17. Oxidace háku na rány a svorky [20]

2.8.4 Barevné změny

Barevné změny vznikají při nedostatečném vymytí prostředku na čištění, který obsahuje silikáty a jeho ulpění na nástroji po celou dobu oplachu, nebo pouze minerálními látkami z vodovodního potrubí. Tyto vady je možno odstranit pomocí kyselých čistících prostředků (např. kyselina fluorovodíková) nebo přeleštěním povrchu. V tomto případě se též nejedná o žádné riziko, jde jen o kosmetickou vadu [20].

Obr. 18. Barevné změny na štípacích kleštích s povlakem z TiAlN. Duhově zbarvené štípací kleště. Štípací kleště nové. [20]

3 Experimentální část

3.1 Charakteristika dodaných vzorků

Vzorky z korozivzdorné oceli 1.4034 s povlakem DLC dodala firma VÚHŽ a.s. Rozměry vzorků byly d 16 x 3 mm s povlakem Cr/WC-C:H/DLC. Na těchto vzorcích byly provedeny různé povrchové úpravy s různou drsností. K úpravám povrchu docházelo různými způsoby leštění a tryskáním.

Tab. 5. Vlastnosti vzorků dodané od výrobce

typ	Ozn.	ks	Úprava povrchu	Ra µm	Rz µm	povlak	Ra µm	Rz µm	Typ zátěže
A1	160981 - 160990	9	Leštěno pastami 5 a 1 µm	0,08	0,53	DLCcomp B332	0,14	2,5	A-3ks B-3ks C-3ks
B1	160771 - 160780	10	Původní povrch Medinu	0,1	1,05		0,18	3,2	A-3ks B-3ks C-4ks
C1	160381 - 160390	10	Tryskáno Balotina 65 - 105 µm; 1,75 bar	0,45	4,15		0,49	4,8	A-3ks B-3ks C-4ks
D1	160701 - 160710	10	Povrch původní, povlak přeleštěn brusným rounem (Scotch-Brite)	-	-		0,16	2,3	A-3ks B-3ks C-4ks

3.2 Postupy sterilizace

Sterilizaci provedla Fakultní nemocnice Olomouc standardním procesem používaným pro lékařské nástroje.

Kontrolní sada 1x sterilizace s dezinfekcí (vzorky A)

Při předsterilizační přípravě dochází k dekontaminaci, kde byly vzorky naloženy do dekontaminačního roztoku STABIMED 2% na 15 minut. Dále bylo nutné vzorky ručně umýt pod tekoucí vodou a osušit. Poté se vzorky v podobě terčíků zabalily do materiálu Steriking (papírová fólie). Nakonec byla provedena sterilizace. Jedná se o sterilizační

program P3 v univerzálních kontejnerech při 134 °C po dobu 7 minut. O celé této akci je proveden počítačový záznam.

Zátěžový test a 1x sterilizace a kontakt s krví 24h (vzorky B)

Jako v prvním případě došlo k předsterilizační přípravě v podobě dekontaminace, kde byly vzorky naloženy do dekontaminačního roztoku STABIMED 2% na 15 minut. Následovalo ruční mytí v podobě oplachu pod tekoucí vodou a osušení nástroje. Vzorky byly 24 hodin v intenzivním kontaktu s krví a dalšími biologickými tekutinami a po 24 hodinách okartáčovány. Celý proces sterilizace se opakoval od dekontaminace až po ruční mytí. Terčíky byly zabaleny do balícího materiálu Steriking (papírová fólie) a sterilizovány na sterilizační program P3 v univerzálních kontejnerech při 134 °C po dobu 7 minut. Záznam o průběhu sterilizace je opět přes počítačový program k dispozici.

Zátěžový test 10x sterilizace a kontakt s krví 24h (vzorky C)

Došlo k předsterilizační přípravě, kterou je opět dekontaminace, kde byly vzorky naloženy do dekontaminačního roztoku STABIMED 2% na 15 minut. Jako další krok bylo využito ruční mytí pod tekoucí vodou a následné osušení. Terčíky byly zabaleny do materiálu Steriking (papírová fólie). Provedená sterilizace při sterilizačním programu P3 v univerzálních kontejnerech při 134°C po dobu 7 minut se opakuje 9x i s předchozími operacemi. Dále probíhal postup stejně jak u předchozích testů, tedy 24 hodinový kontakt s krví a dalším biologickým odpadem, dekontaminace v roztoku STABIMED, ruční mytí, balení terčíků a nakonec sterilizace při programu P3 opět i s počítačovým záznamem.

3.3 Analýza poškození povrchu

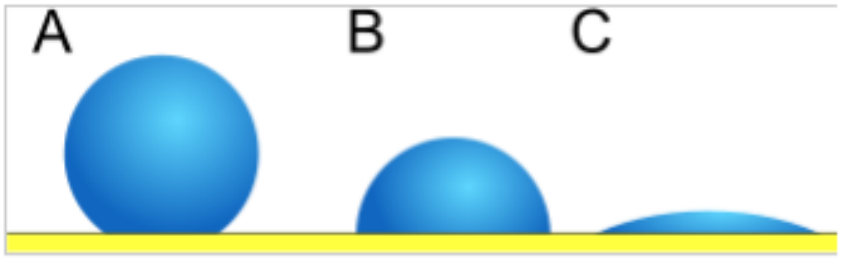
3.3.1 Optická mikroskopie

Pro zjištění poškození povrchu a zbytků organických i chemických na vzorcích byla využita optická mikroskopie. Jde o jednu z nejběžnějších zobrazovacích metod, která slouží k zobrazení, zvětšení a přiblížení materiálů. Zkoumány byly všechny vzorky, tedy vzorky s různými povrchovými úpravami, které byly různě zatíženy krví, biologickým

odpadem a následnou sterilizací. K měření byl použit světelný mikroskop NIKON s CCD kamerou a programem pro analýzu obrazu NIS-Elements [39].

3.3.2 Měření kontaktního úhlu

K měření povrchové energie se využívá metoda měření kontaktního úhlu. Na základě zjištěného kontaktního úhlu lze vypočítat povrchovou energii daného materiálu a tyto informace použít pro lepší porozumění interakcím mezi daným materiálem a kapalinou, což hraje klíčovou roli v mnoha průmyslových odvětvích. Dochází zde k měření smáčivosti, kterou lze považovat za schopnost udržení kontaktu s pevným povrchem. Stupeň smáčení se určuje dle přitažlivých a odpudivých sil mezi částicemi vrstev na povrchu u dvou stýkajících se látek. Míra smáčení je určována pomocí tzv. úhlu smáčení. Zda kapalina povrch smáčí či ne, je závislé na velikosti úhlu smáčení. Smáčivost může být ovlivňována drsností povrchu, chemickou nehomogenitou povrchu, absorbcí látek a v neposlední řadě hysterzním úhlem smáčení.



Obr. 19. Smáčivost různých kapalin. A je málo smáčivá kapalina zatímco C je dokonale smáčivá kapalina.[25]

K měření byl použit přístroj SeeSystem, který se skládá ze stolku, CCD kamery a posuvu. Jde o zařízení, které je možné měřit kontaktní úhel a následně vypočítat povrchovou energii měřeného vzorku. Videokamera, kterou je systém vybaven má rozlišení 1,3 Mpx. Měření probíhá tak, že tvar kapky je zaznamenán na videokameru, která ji následně promítá v programu SEE Software. Tento systém převede profil kapky na kružnici pomocí tří bodů, které jsou vyznačeny na povrchu kapky. Systém poté vypočítá povrchovou energii dle určitých modelů. Při tomto měření byl použit model Owens-Wend. Použitými kapalinami byly voda a ethylenglykol s relativně nízkým povrchovým napětím. Tyto kapaliny musí splňovat určité podmínky. Kapaliny nesmí reagovat s povrchem, musí být dostatečně čisté a netoxické, jejich povrchová energie nesmí být větší než povrchová energie povrchů měřených vzorků [24,25].

Obr. 20. SeeSystem Stolek s CCD kamerou a posuvem [24]

3.3.3 Měření drsnosti povrchu

Drsnost patří k základním kritériím kontroly kvality povrchu. Při měření byla porovnána drsnost povrchu vzorků, která byla uvedena výrobcem a drsnost povrchu po sterilizačních procesech. Zkoumány byly vzorky všech povrchových úprav, které nebyly v kontaktu s krví ani dalším biologickým odpadem a podstoupily pouze jeden proces sterilizace. Vyhodnoceny byly hodnoty Ra a Rz.

K měření drsnosti byl využit laserový interferometr Zygo NewView 7200, který pracuje na principu optické interferometrie. Tak vznikají interferenční vzory mezi světlem odraženým od velmi plochého zrcadla a světlem odraženým od povrchu vzorku. Optická osa musí být při použití kolmá na povrch vzorku, aby bylo měření přesné [27,28].

Obr. 21. Laserový interferometr Zygo NewView 7200 [24]

Tab. 6. Parametry Zygo NeWView 7200 [42]

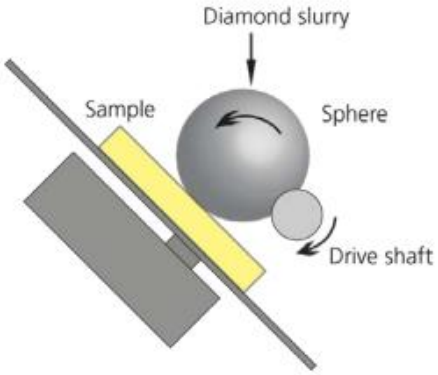
Drsnost RMS	od 0,01 nm
Výškové profily	max cca 1mm
Rozlišení kamery	992x992 px
Motorizovaný stolek	150x150
Zobrazení	2D a 3D
Používané objektivy	2,5x, 10x, 50x

3.4 Analýza hloubkového poškození povrchu

3.4.1 Měření tloušťky DLC vrstvy

Kalotest poskytuje rychlé, jednoduché a nenákladné určení tloušťky povlaku. Pracuje na principu rotující koule s určitým průměrem, která je na povrch povlaku přitlačována předem zvoleným zatížením. Po přidání abrazivní suspenze do zóny kontaktu se vytvoří prohlubeň tvaru kulového uzávěru, jak do povlaku, tak do základního materiálu. Optická prohlídka prohlubně odhaluje promítané povrchy obroušených povlaků a podkladových

částí. Dle určených parametrů lze tloušťka vrstvy vypočítat pomocí jednoduché geometrické rovnice. Přesnost měření závisí na kvalitě povrchu a/nebo povlaku, kontrastu mezi různými povrchy a přesností optického měřícího systému. Tolerance měření je ± 5%.



Obr. 22. Princip kalotestu [29]

Měření probíhalo po dobu jedné minuty s otáčkami 500. Průměr kuličky byl použit 30mm a abrazivní suspenze 0,0 – 0,2 ηm. Testován byl pouze vzorek A1/1, který je nejméně zatížen jak biologickým odpadem, tak průběhy sterilizace. Zjišťována byla mezivrstva chromu a funkční tloušťka DLC vrstvy pomocí optického mikroskopu s využitím tří kružnic, kde poté došlo k dopočítání tlouštěk vrstev.

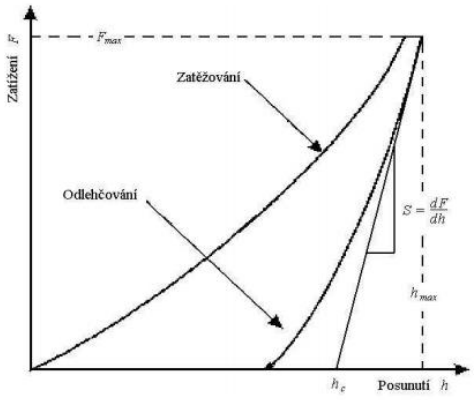
Přístroj Calotest měří tloušťku povlaku ve velmi krátkém čase (1-2minuty). Představuje ideální nástroj pro rychlé a přesné stanovení tloušťky povlaku. Přístroj Calotest je široce využíván pro analýzu povlaků o tloušťce typicky mezi 0,1 – 50 ηm.

Obr. 23. Industrial Calotest [29]

Industrial Calotest se skládá z univerzálního svěráku se stojanem, hydraulickým ramenem a elektronickým modulem. Mezi potřebné příslušenství patří sady kuliček s různými průměry (10, 15, 20 ,2,5 ,30 mm) a abrazivní suspenze s diamantovými částicemi s rozměry 0,5–1 ηm a s částicemi většími než 0,2 ηm. Calotest nabízí velký držák vzorku, který dokáže přizpůsobit vzorky různých velikostí a tvarů. U obzvláště objemných vzorků, které jsou příliš velké k tomu, aby byly namontovány na standardní držák, lze vyjmout sestavu ramene a motoru a vzorek přímo upnout na stranu vzorku pomocí magnetů [29].

3.4.2 Měření nanotvrdosti

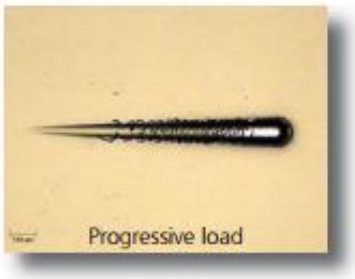
Měření nanotvrdosti na zařízení NanoTest od firmy Micro Test je metoda, při které se vyšetřují elastické a plastické vlastnosti malých vzorků, tenkých vrstev a povlaků. Indentor vytváří vtisky do vzorku při zadané přítlačné síle a celý tento proces je monitorován. Pří procesu je zatěžovací síla zvyšována a poté opět snižována na nulovou hodnotu. Dle toho se hodnotí elasticita materiálu. Indentační křivka, kterou vyhodnotí program vyjadřuje závislost naměřených hodnot polohy indentoru a zatěžovací síle. Z této křivky je následně dopočítána tvrdost a modul pružnosti [41].



Obr. 24. Příklad indentační křivky [41]

3.4.3 Měření adheze tenké vrstvy

Scratch test je jedním z nejčastěji používaných, rychlých a účinných metod pro získání kritického zatížení, které souvisí s adhezními vlastnostmi povlaku. Vzorek, který byl testován se pohyboval kolmo na sondu pro poškrábání. Během testu se průběžně sledovaly hloubky průniku sondy a tangenciální neboli třecí zatížení. Při provádění scratch testu je možno použít různé druhy zatížení a to zatížení konstantní, progresivní nebo přírůstkové. Pro naše měření bylo využito zatížení progresivní od 0 N do 10 N. Po provedení měření byl průběh adheze zkoumán pomocí softwaru s mikroskopem. Z celého průběhu bylo vybráno pět, pro toto měření, důležitých hodnot, z kterých se dále stanovilo zatížení, při kterém začne docházet k viditelnému porušení vrstvy.



Obr. 25. Progresivní zatížení [32]

Revetest Xpress neboli RSX je jeden z nejlepších přístrojů pro měření adheze a odolnosti proti poškrábání povlaku. RSX je speciálně určen pro průmyslové řízení jakosti. Jde o robustní, vyzkoušený a testovaný nástroj, který je navržen pro snadné použití při charakterizaci mechanických vlastností povlaků. Provoz RSX je velice jednoduchý. Jedinečnou vlastností tohoto přístroje je jeho poskytnutí aktivní zpětné vazby síly při aplikovaném zatížení. Umožňuje měření plochých i zakřivených povrchů až do výšky 2mm.

Obr. 26. Scratch-tester Revetest Xpress RSX+ [32]

Tento přístroj je dodáván se softwarem, který umožňuje vlastníkovi předefinovat protokol měření na samostatném počítači. Jde zde o stisknutí tlačítka START, nacházející se na dotykovém displeji, které zahájí zkušební postup. Pro provedení testu má uživatel možnost na tomto displeji, díky mikroskopu, studovat vzorek [30,31,32,33].

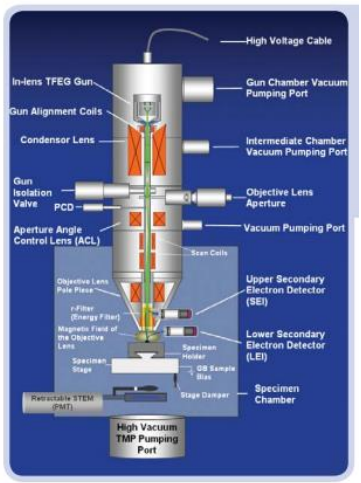
Tab. 7. Parametry Revetest Xpress RSX+ [43]

Rozsah zatížení	0 - 200 N
Rychlost	0 - 500 N/min
Délka poškrábání	0 - 30 min
Rychlost stírání	0 - 600 mm/min
Třecí síla	0 - 200 N
Akustická emise	snímač 150 kHz
Video mikroskop	zvětšení 300x
Software	Windows

3.5 Analýza chemického složení povrchu

3.5.1 Elektronová mikroskopie

Na principu elektronové mikroskopie bylo provedeno jedno z nejdůležitějších měření této práce. Jedná se o zjištění ulpívání organických zbytků na povrchu vzorků. Elektronová mikroskopie pracuje na principu podobném světelné mikroskopii pouze s tím rozdílem, že využívá elektrony namísto fotonů. Využívají se elektronové mikroskopy, které využívají proud elektronů ve vakuu. Pro měření byl využit rastovací neboli skenovací elektronový mikroskop JOEL JSM-7600F, který pracuje tak, že na všechny místa vzorku postupně dopadá velmi tenký svazek elektronů. Na daném vzorku byl zjišťován možný výskyt zbytků krve a jiných organických látek, které nemusely být zničeny sterilizací a při dalším používání by mohly vést až k degradaci povrchu materiálu. Díky elektronovému mikroskopu byly na povrchu vzorku nalezeny nečistoty a bylo analyzováno jejich chemické složení z výstupu EDS analýzy [34,35,36].



Obr. 27. Elektronový mikroskop JOEL JSM-7600F [36]

Tab. 8. Parametry JOEL JSM-7600F [44]

Rozlišení SEI	1.0nm（15kV）, 1.5nm（1kV）
Zvětšení	25x - 1 000 000 x
Zrychlující napětí	0,1 kV - 30 kV
Proud	1 pA - 200 nA

3.6 Výsledky a diskuze

Optická mikroskopie

V první řadě byl zkoumán povrch vzorků na optickém mikroskopu. Postupně byly prohlédnuty vzorky A1-D1 s různými povrchovými úpravami a se všemi průběhy sterilizace A-C; sterilizace bez zatížení organických zbytků a krve (A), sterilizace se zatížením organických zbytků a krve jednou sterilizovaná (B) a desetinásobná sterilizace se stejným zatížením jako v předchozích případech (C).

Obr. 28. Detail nečistot na povrchu vzorku, který byl leštěn pastami

Obr. 29. Detail nečistot na povrchu, kde byl pouze původní povrch Medinu

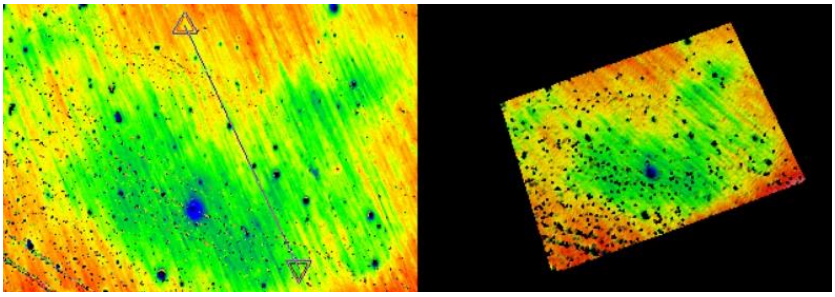
Obr. 30. Detail nečistot na povrchu vzorku, který byl tryskán

Obr. 31. Detail nečistot na povrchu, kde byl konečný povlak leštěn brusným rounem

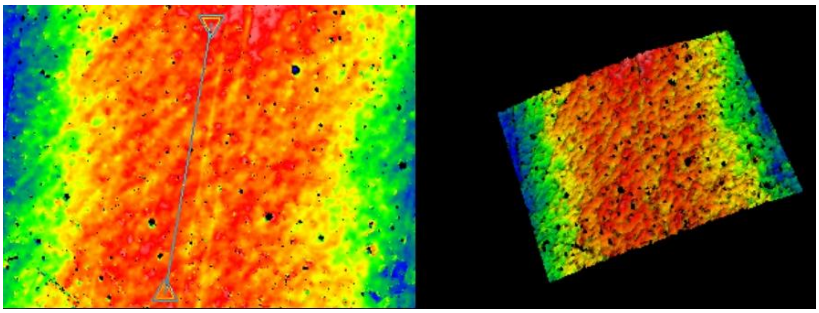
Na obrázcích z optického mikroskopu je jasně vidět, že povrch vzorků není tak čistý jak by měl skutečně být. Tyto nečistoty nebo začínající koroze byly jasně viditelné i při pohledu okem. Při prohlédnutí vzorků pod mikroskopem je patrné, že koroze, chemické nebo organické usazeniny se vyskytují více na povrchu, který byl v kontaktu s krví a dalším biologickým odpadem po jedné sterilizaci (B) a nejvíce na povrchu, který byl 10x sterilizován (C), než na materiálu pouze sterilizovaném bez zatížení (A). Při pozorování na optickém mikroskopu není možné určit původ znečištění, je však již potvrzeno, že povrchy vzorků nejsou dokonale čisté ani po provedení sterilizace.

Drsnost povrchu

U vzorků byly použity různé povrchové úpravy, kde každá tato úprava způsobuje jinou drsnost povrchu materiálu. Z poskytnutých podkladů o výrobě vzorků a jejich kvality povrchu je patrné že se drsnost povrchu mění po nanesení DLC povlaku. Při měření drsnosti byla porovnávána kvalita vzorků po sterilizačních procesech. Zkoumány byli vzorky A1 – C1 po jedné sterilizace s desinfekcí bez zatížení organických zbytků a krve.

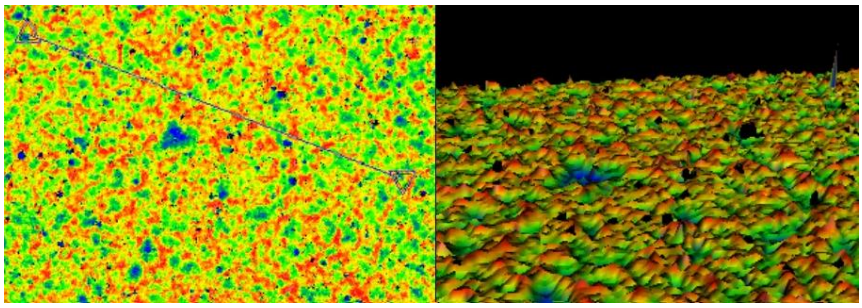


Obr. 32. Drsnost leštěného povrchu pastami

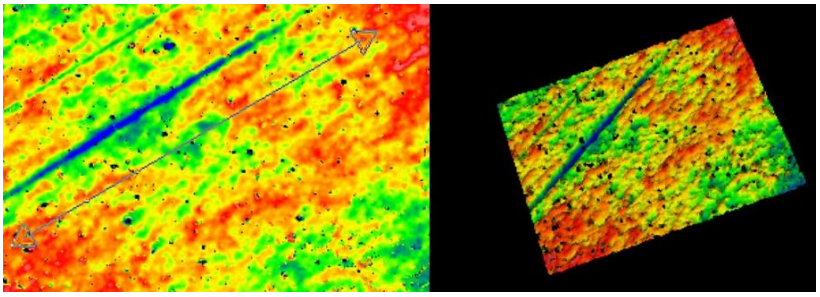


Obr. 33. Drsnost původního povrchu Medinu

.



Obr. 34. Drsnost tryskaného povrchu



Obr. 35. Drsnost původního povrchu leštěného po nanešení povlaku

Prvním zkoumaným vzorkem byl vzorek A1, který byl leštěn pastami 5 a 1 μm. U tohoto vzorku došlo k měření drsnosti po přímce vyznačené v levé části, v pravé části je viditelný výškový 3D model vzorku (obrázek 34). Druhým zkoumaným vzorkem byl vzorek B1, kde byl původní povrch Medinu. Drsnost povrchu byla též měřena po přímce na levé straně obrázku. V pravé části je možno vidět výškový 3D model vzorku (obrázek 35). Jako třetí byl zkoumán vzorek C1, který byl tryskán Boltina 65 – 105 μm při 1,75 barech. Též byla u tohoto vzorku změřena po přímce drsnost povrchu v levé straně i s 3D modelem na straně pravé (obrázek 36). Poslední pozorovaný vzorek byl vzorek D1, kde byl též původní povrch, avšak u tohoto povrchu byl po povlakování povrch přeleštěn brusným rounem (obrázek 37).

Střední aritmetická úchylka povrchu neboli Ra patří mezi důležité faktory ovlivňující ulpívání nečistot na povrchu materiálů, které mohou vést k následní korozi. Hodnoceny byly také hodnoty Rz, neboli rozdíl mezi nejvyšším a nejnižším bodem měřeného úseku.

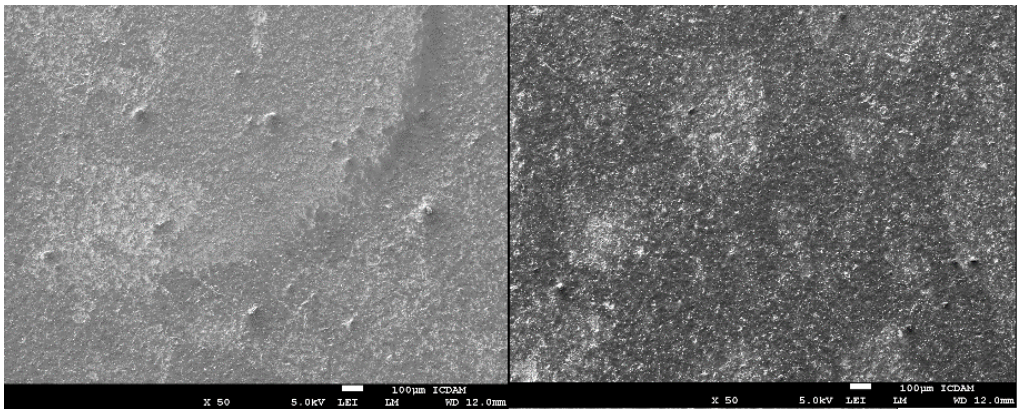
Tab. 9. Porovnání drsností vzorků

	Drsnosti po úpravě povrchu		Drsnosti po nanešení povlaku		Naměřené drsnosti	
	Ra [ηm]	Rz [ηm]	Ra [ηm]	Rz [ηm]	Ra [ηm]	Rz [ηm]
A1	0,08	0,53	0,14	2,5	0,05	0,58
B1	0,1	1,05	0,18	3,2	0,3	4,1
C1	0,45	4,11	0,49	4,8	0,51	4,7
D1	-	-	0,16	2,3	0,14	0,68

Tabulka 10 porovnává hodnoty Ra a Rz před a po sterilizaci vzorků. Z výsledků je možno určit, že jsou hodnoty velice podobné. U hodnot, které se liší je možnost chyby v měření a to kvůli použití odlišné metody nebo špatným nakloněním přímky, po které se drsnost měřila. Drsnost povrchu lékařských nástrojů je důležitým faktorem, proto je nutné aby povrchové úpravy na nástrojích vykazovali nízkou hodnotu drsnosti. Tímto měřením bylo prověřeno, že drsnost materiálu zadaná od výrobce je velmi podobná drsnosti, která byla měřena v tomto experimentu.

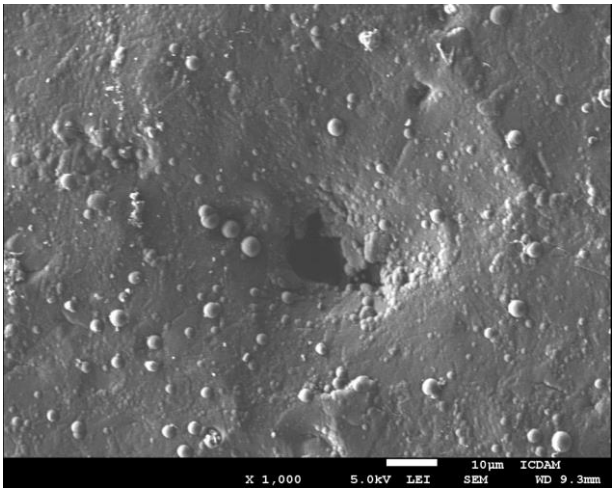
Elektronová mikroskopie

K určení zbytkových organických částic na vzorcích byla využita elektronová mikroskopie. Zkoušce byly podrobeny vzorky C1, které jsou tryskány, a proto dosahují nejvyšších hodnot drsnosti, kvůli kterým je zde největší možnost ulpívání nečistot. Aby bylo patrné organické znečištění, použity byly vzorky sterilizované s dezinfekcí bez organického zatížení a vzorky 10x sterilizované s dezinfekcí, které byly v přímém kontaktu s krví a dalšími organickými zbytky po dobu 24 hodin.



Obr. 36. Detail povrchu vzorku 10x sterilizovaný, po 24hodinovém zatížení krví a organických zbytků (vlevo) a detail povrchu vzorku bez organického zatížení a po jedné sterilizaci (vpravo).

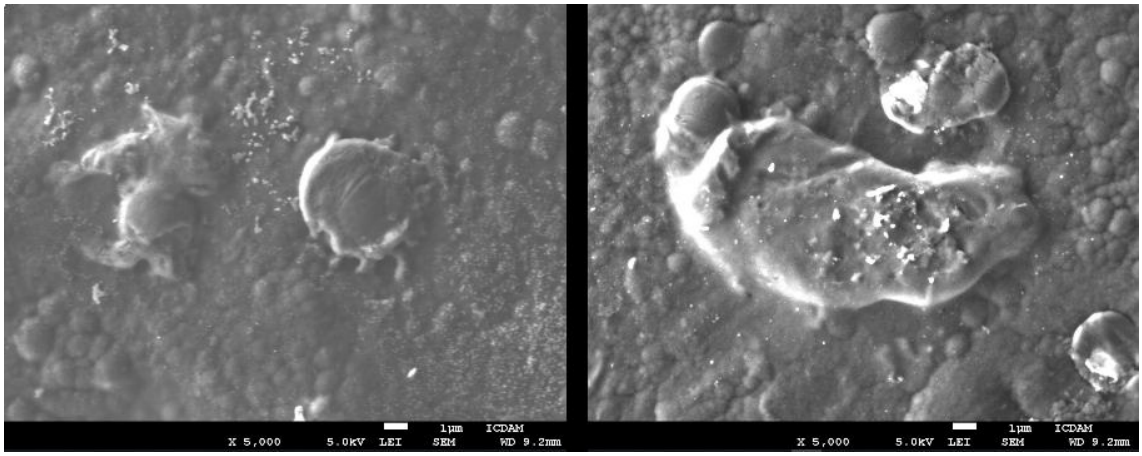
Na první pohled je viditelné, že elektronová mikroskopie je schopna zobrazit na zkoumaném vzorku (obrázek 38) velice kvalitně všechny nedostatky povrchu. Na obrázku jsou vidět jak poruchy na povlaku, tak usazené nečistoty. Povrch, který je pouze 50x zvětšený je velice podobný u obou způsobů sterilizace.



Obr. 37. 1000x zvětšený snímek vzorku bez zatížení organickými látkami.

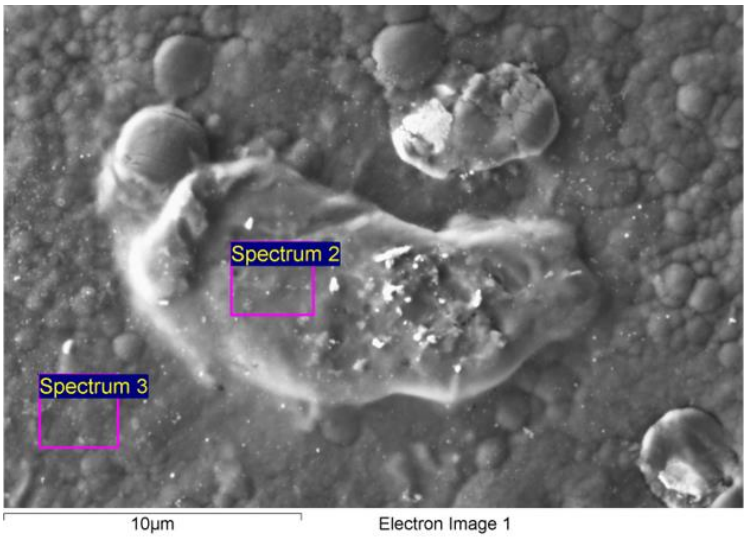
Na obrázku 39 lze vidět porušení povlaku. Toto porušení mohlo vzniknout například při povrchové úpravě materiálu, kterým bylo tryskání, nebo se mohla vrstva povlaku oddělit díky sterilizaci. I v případě že zde nejsou viditelná žádná závažná

znečištění, je zde možnost zanešení sterilizačních nebo organických látek, které mohou vést až k následné degradaci materiálu, jako například korozi.



Obr. 38. 5000x zvětšený vzorek, který byl před desetinásobnou sterilizací ponechán 24 hodin v krvi a dalších organických nečistotách.

Při větším zvětšení je viditelné výrazné znečištění (obrázek 40). Znečištění vzorků způsobily částice, které jsou na první pohled odlišné od okolního materiálu. Jedná se tedy o látku, která musela na povrchu materiálu ulpět během znečištění nebo během sterilizace. Z toho důvodu byla dále provedena analýza chemického složení v těchto místech (obrázek 41). Porovnáno bylo chemické složení místa, kde je viditelná nečistota s místem bez znečištění. Tím určíme rozdílné složení povrchu vzorku a nečistoty.



Obr. 39. Nečistota, u které byla provedena chemická analýza EDS metodou

Tab. 10. Procentuální porovnání prvků obsažených ve dvou místech vzorku

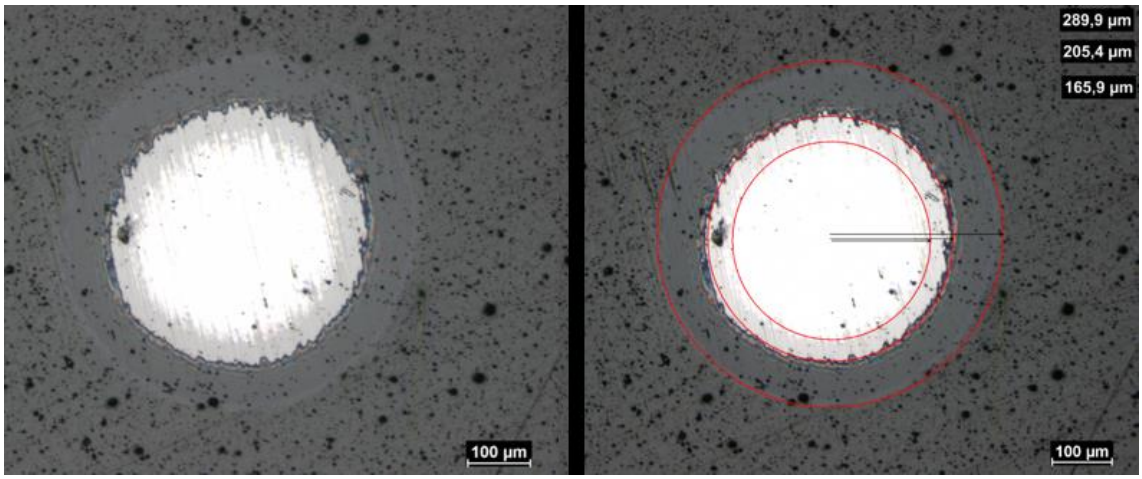
Prvky	hm. % Spectrum 2	hm. % Spectrum 3
C	76,35	97,69
N	9,26	-
O	9,72	1,39
Na	1,38	0,12
P	0,05	-
S	0,61	0,03
Cl	0,73	0,07
Cr	1,8	0,56
Fe	0,08	0,13
W	0,03	0,01

Při chemickém porovnání dvou míst vzorku v tabulce 11 bylo prokázáno, že nečistota, která byla pomocí elektronového mikroskopu nalezena, je nejspíše organický zbytek, který zůstal na povrchu. Z tabulky je zřejmé, že nečistota obsahuje navíc prvky jako je dusík a fosfor, který se na základním povrchu nenachází. Dusík je součástí mnoha látek, které jsou obsaženy v organismu, jako jsou například aminokyseliny. Fosfor tvoří důležitou složku organických molekul jako DNA a RNA. Z tohoto důvodu můžeme říci,

že se jedná o organický zbytek. Zbytkové množství Na a Cl potvrzuje původ částic fyziologického roztoku.

Tloušťka DLC vrstvy

Při kalotestu byl použit vzorek A1/A, tedy vzorek který byl sterilizován pouze jednou bez organického zatížení a jeho povrch byl pouze leštěn. Zatížení trvalo 1 minutu při 500 otáčkách. Rotující kulička, která byla přitlačována na povrch vzorku měla průměr 30mm. Z obrázku 42 je viditelné, že vnější plocha je tvořena DLC povlakem, mezi tímto DLC povlakem a základním materiálem, který tvoří vybroušená bílá část, se nachází mezivrstva chromu.



Obr. 40. Vzorek pro provedení kalotestu

Po odměření vzorku pod optickým mikroskopem bylo vypočteno, že funkční tloušťka DLC vrstvy je 1,4 µm a mezivrstva chromu 0,49 µm. Měření proběhlo díky využití tří kružnic, které určily průměry obroušených vrstev.

Nanotvrdost

Měření nanotvrdosti proběhlo na vzorku A1/A, kde je povrch leštěn pastami a byl pouze jednou sterilizován. Zatížení bylo 25 mN.

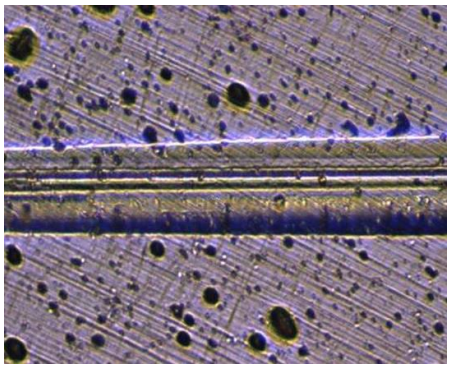
Tab. 11. Výsledek výpočtu tvrdosti a modulu pružnosti z NanoTestu

	Tvrdost	Modul pružnosti
	(GPa)	(GPa)
Měření	17,228106	162,968941
Chyba	0,791728	8,293869

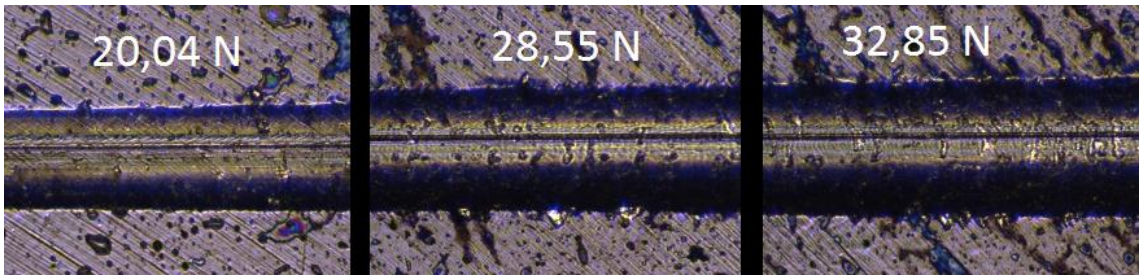
Změřená tvrdost vzorku byla přibližně 17,23 ± 0,8 GPa a modul pružnosti 162,97 ± 8,3 GPa.

Měření adheze tenké vrstvy

Pomocí scratch testu byla změřena adheze tenké vrstvy. Pro naše měření bylo použito zatížení progresivní od 0 N do 100 N. Rychlost vrypování byla 10,1 mm/min. Jako indentor byl použit diamantový jehlan s radiusem 200 µm. Z průběhu zkoušky bylo vybráno pět hodnot.



Obr. 41. Zatížení 10 N, při kterém nedocházelo k adhezi vrstvy



Obr. 42. Ukázka zatížení v místech, kde začalo docházet k porušení adheze tenké vrstvy

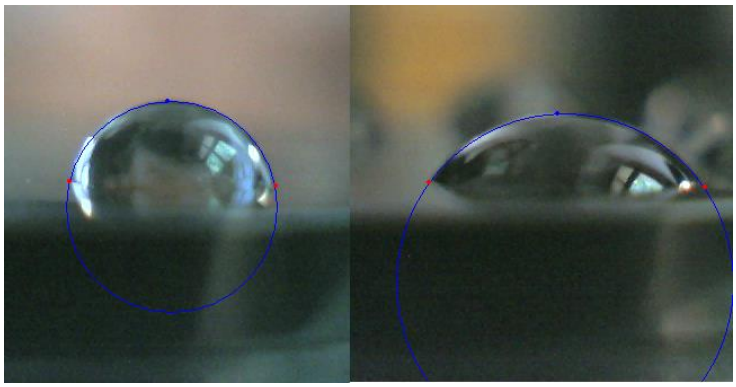
Při pozorování průběhu zatížení jde vidět, že při nízkém zatížení (20,04 N) nedochází k adhezi na povrchu materiálu. K viditelné adhezi začalo docházet až během zatížení mezi 28 a 33 N. Dochází zde k odlupování DLC vrstvy z povrchu vzorku. (28,55 N – 32,85 N).

Tab. 12. Vybrané hodnoty zatížení

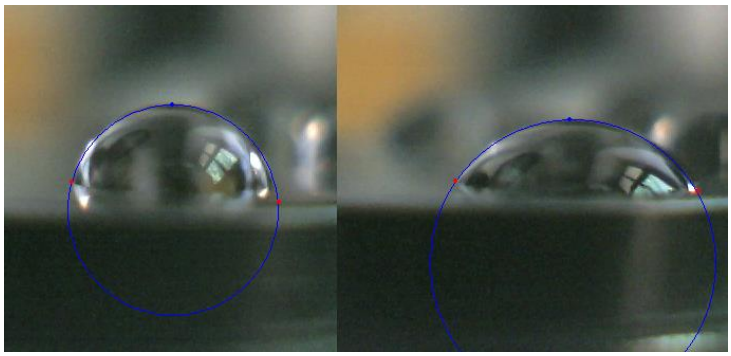
Vybraná měření	Zatížení [N]
1	10
2	20,04
3	28,55
4	32,82
5	51,45

Měření kontaktního úhlu

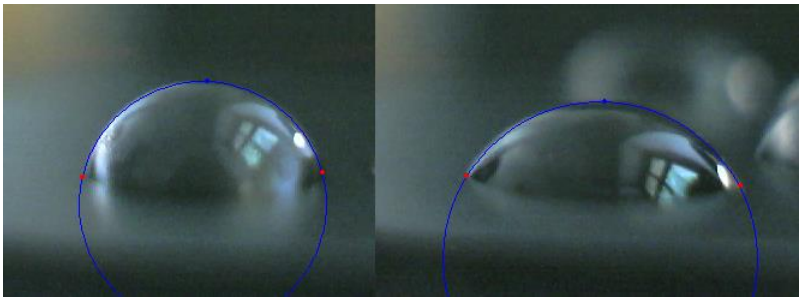
Měření povrchového napětí proběhlo kapkovou metodou. Porovnávána byla smáčivost u vzorků A1-D1 s různými povrchovými úpravami, bez kontaktu s krví a dalším biologickým odpadem po sterilizaci s desinfekcí. Použité kapaliny byly voda (vlevo) a ethylenglycol (vpravo).



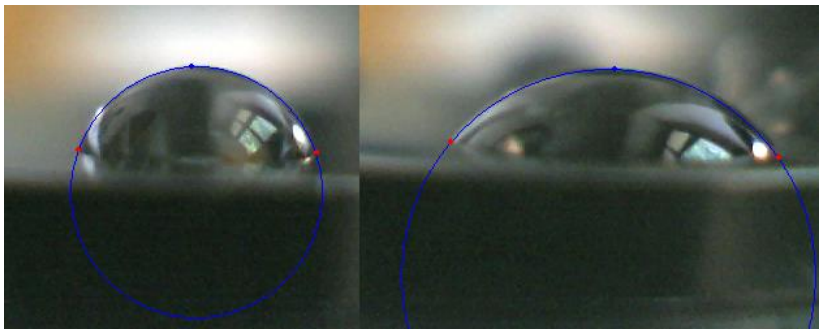
Obr. 43. Vzorek leštěn pastami, voda (vlevo) a ethylenglycol (vpravo)



Obr. 44. Vzorek s původním povrchem Medinu, voda (vlevo) a ethylenglycol (vpravo)



Obr. 45. Vzorek tryskán, voda (vlevo) a ethylenglycol (vpravo)



Obr. 46. Vzorek s původním povrchem, povlak přeleštěn brusným rounem, voda (vlevo) a ethylenglycol (vpravo)

Materiály lékařských nástrojů mají poměrně nízkou smáčivost. Na první pohled je též viditelné, že kapky jsou si velmi podobné ve všech případech.

Tab. 13. Kontaktní úhly vody a ethylenglycolu

	voda [°]	ethylenglycol [°]
A1	82.67 ± 55.82	57.80 ± 34.50
B1	78.13 ± 31.72	60.27 ± 40.62
C1	73.97 ± 22.79	58.47 ± 26.74
D1	70.34 ± 5.08	52.08 ± 38.61

Program dopočítal kontaktní úhly, dle tří měření u každého vzorku (tabulka 14). Kontaktní úhel při použití vody je výrazně vyšší než při použití ethylenglycolu. Tento výsledek je možné potvrdit dle obrázků, kde je jasně vidět, že voda se oproti ethylenglycolu nerozlila do stran natolik.

Tab. 14. Povrchová energie dle Owens-Wendt modelu

	Povrchová energie [mJ/m2]
A1	28.83
B1	27.33
C1	29.73
D1	32.80

Měření povrchové energie proběhlo dle Owens-Wendt modelu. Dle tabulky 12 má největší povrchovou energii vzorek s původním povrchem, který byl přeleštěn až po nanesení povlaku a nejmenší povrchovou energii má vzorek, kde je pouze původní povrch Medinu. Čím větší je povrchové napětí, tím horší je smáčivost materiálu, proto pro materiály lékařských nástrojů je lepší využití takových materiálů, povrchových úprav nebo povlaků, aby byla jejich povrchová energie co možná nejvyšší.

4 Závěr

Lékařské nástroje mohou vykazovat již při první sterilizaci degradaci povrchu. Z velké části se jedná o vysrážené produkty, které mohou být nebezpečné jako cizorodý biologický materiál. Při experimentálním měření bylo cílem určit, zda nečistoty na povrchu nástrojů vznikly v důsledku působení chemikálií použitých při sterilizaci nebo z důvodu přímého působení zbytkových tělních tekutin, včetně krve. Potvrzeno bylo:

1. Hodnocením povrchu pod optickým a elektronovým mikroskopem bylo potvrzeno, že na povrchu testovaných vzorků ulpívají nečistoty v rozmezí desítek mikrometrů.
2. Analýzou chemického složení byl potvrzen organický původ některých nečistot na vzorcích.
3. Vzorky s nejvyšší drsnosti vykazovaly nejvyšší smáčivost a zároveň zde bylo potvrzeno největší množství povrchových nečistot.

Jako řešení daného problému bych navrhla důkladnější průběhy sterilizace, dezinfekce a sušení nástrojů. Další možností může být vylepšení povrchových úprav, které by vedly k snížení drsnosti a smáčivosti povrchu. Nízkými hodnotami drsnosti a smáčivosti bychom mohli dosáhnout minimálního ulpívání látek, především organického původu, na povrchu nástroje. Částice, které jsou usazené na povrchu nejsou toxické, ale snižují životnosti nástrojů a při jejich uvolnění mohou negativně působit na okolní tkáň, z tohoto důvodu je velmi důležité se tomuto problému vyhnout.

Použitá literatura

[1] *Italinox: mechanické vlastnosti* [online]. Dostupné z: http://www.italinox.cz/plechy/prehled-rozmeru-a-povrchu/mechanicke-vlastnosti

[2] JANOUŠKOVÁ, Miroslava. *Chirurgické nástroje a péče o ně*. Brno, 2012. Bakalářská práce. Masarykova univerzita. Vedoucí práce PhDr. Andrea Pokorná, Ph.D.

[3] *Praktický přehled hliníkových slitin dostupných v ČR* [online]. Dostupné také z: http://www.kovo-spacil.cz/alloys/cz.htm

[4] *OEHLING CZ: Dural* [online]. Dostupné také z: https://www.oehling.cz/dural

[5] *PROTON s.r.o.: Titan* [online]. Dostupné také z: http://pronton.cz/?page_id=10

[6] HRUŠÁK, Daniel, Michal ZEMKO a Libor KRAUS. *POUŽITÍ NANOSTRUKTURNÍHO TITANU PRO NITROKOSTNÍ IMPLANTÁTY: USAGE OF NANOSTRUCTURED TITANIUM FOR ENDOSTEAL IMPLANTS*. Rožnov pod Radhoštěm, Česká Republika, 2009.

[7] *Slinuté karbidy v nástrojařství* [online]. 2010. Dostupné také z: http://www.tumlikovo.cz/slinute-karbidy-v-nastrojarstvi/

[8] VLK, Michal. *Slinuté karbidy*. Brno, 2010. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Doc. Ing. Anton Humár, CSc

[9] ROSECKÁ, Eva. *Tepelné zpracování ocelí*. Brno, 2013. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Doc. Ing. Jaroslav Šenberger CSc.

[10] *Základy tepelného zpracování kovů* [online]. Dostupné také z: http://jhamernik.sweb.cz/tepelne_zpracovani.htm

[11] *Technologie tváření kovů* [online]. Dostupné také z: http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/sekce/01.htm

[12] VĚCHET, Stanislav a Karel NĚMEC. *Tepelné zpracování ocelí: druhy a způsoby* [online]. In: . Dostupné z: http://slideplayer.cz/slide/2810347/

[13] KOSMA, Alenka. *Elektrolytické leštění korozivzdorných ocelí*. Belgie: Euro Inox, 2009. ISBN 978-2-87997-319-7.

[14] *Smalty a polotovary* [online]. Dostupné také z: http://www.crhak.cz/crhakshop/eshop/5-1-Smalty-a-polotovary

[15] *Anorganické povlaky* [online]. Dostupné také z: http://martin.feld.cvut.cz/~kudlacek/ETP/apovlaky.pdf

[16] JECH, Vladimír. *Vlastnosti tenkých DLC vrstev*. Praha, 2009. Dostupné také z: http://stc.fs.cvut.cz/history/2009/sbornik/Papers/pdf/JechVladimir-307381.pdf

[17] *DLC COATINGS* [online]. Dostupné také z: http://www.pvdadvancedtech.com/dlc/

[18] F. LEDRAPPIER, L. HOUZE, C. HEAU a J.GERSTENBERGER. *TENKÉ POVLAKY PRO SNÍŽENÍ ZTRÁT TŘENÍM: TRIBOLOGIE POVLAKŮ TYPU DLC: THIN COATINGS FOR REDUCTION OF FRICTIONAL LOSSES: TRIBOLOGY OF DLC POVLAKŮ*. Hradec nad Moravicí, 2008.

[19] DEARNALEY, Geoffrey a James H. ARPS. Biomedical applications of diamond-like carbon (DLC) coatings: A review. *Science Direct*. USA: Elsevier, 2004.

[20] DROUIN, Hans Jörg, ed. *Péče o nástroje: Šetrná péče o nástroje*. 10. vydání. Daimlerstraße 2 | D-64546 Mörfelden-Walldorf, 2010.

[21] *Sterilizace* [online]. Tonderová Irena Bc., 2009. Dostupné také z: http://www.szsmb.cz/admin/upload/sekce_materialy/sterilizace.pdf

[22] *Sterilizace, vyšší stupeň dezinfekce, metody dezinfekce, způsoby a postupy při jejich vykonávání včetně jejich kontroly* [online]. Dostupné také z: https://is.bivs.cz/el/6110/zima2013/B104PON/um/Sterilizace__vyssi_stupen_dezinfekce__metody_dezinfekce.pdf

[23] *Světelná mikroskopie* [online]. Dostupné také z: http://umi.fs.cvut.cz/veda-a-vyzkum/laboratore/svetelna-mikroskopie/

[24] KEDROŇOVÁ, Eva. *Měření kontaktního úhlu sedící kapky jako metoda charakterizace povrchu*[online]. 2010. Dostupné z:

http://www.chempoint.cz/mereni-kontaktniho-uhlu-sedici-kapky-jako-metoda-charakterizace-povrchu

[25] HOLUB, Jiří. *SMÁČIVOST POVRCHU VŮČI KAPALINÁM A DRUHÁ VISKOZITA KAPALIN*. Brno, 2010. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Ing. Simona Fialová, Ph.D.

[26] *Aplikace tenkých vrstev ve strojírenství* [online]. Dostupné také z: https://www.opi.zcu.cz/tz_prednaska.pdf

[27] NOVÁK, Zdeněk. Interferometrická měření v nanometrologii. *MM Průmyslové spektrum*[online]. 2010, , 20. Dostupné z: http://www.mmspektrum.com/clanek/interferometricka-mereni-v-nanometrologii.html

[28] WIEDENBECK, Michael. Optical Profilometry. *ELEMENTS Toolkit* [online]. 2016. DOI: 0.2113/gselements.12.1.75. Dostupné z: http://elementsmagazine.org/2016/02/01/optical-profilometry/

[29] *Technical Features 2011: CALOTEST*. Parkwood Trading Estate, Maidstone, Kent, ME15 9NJ, UK, 2011. Dostupné také z: http://www.kemet.co.uk/images/downloads/Calotest.pdf

[30] KUIRY, Suresh. *Advanced Scratch Testing for Evaluation of Coatings: CALOTEST*. 1717 Dell Ave, Campbell, CA 95008, U.S.A., 2011. Dostupné také z: https://www.bruker.com/fileadmin/user_upload/8-PDF-Docs/SurfaceAnalysis/TMT/Webinars/Advanced-Scratch-Testing-for-Evaluation-of-Coatings-Slides.pdf

[31] *Nano-Scratch & Wear: Nano-Scratch & Wear module with the NanoTest Vantage*. Wrexham LL13 7YL, UK, 2013. Dostupné také z: http://www.micromaterials.co.uk/wp-content/uploads/2013/01/nanoscratch.pdf

[32] *REVETEST Xpress: The cost effective Scratch Tester*. Rue de la Gare 4 Galileo Center, 2008. Dostupné také z: https://lists.man.lodz.pl/pipermail/odlew-pl/2008/09/att-0006/RSX_EN.pdf

[33] *The Revetest Xpress Scratch Tester from CSM Instruments - Operation and Features* [online]. 2008. Dostupné také z: http://www.azonano.com/nanotechnology-video-details.aspx?VidID=288

[34] *Elektronová mikroskopie transmisní a rastrovací* [online]. Dostupné také z: http://jointlab.upol.cz/~soubusta/OSYS/El_mikr/El_mikr.html

[35] *All you wanted to know about Electron Microscopy.*. Hillsboro, OR 97124-5793 USA, 2006. Dostupné také z:

http://web.pdx.edu/~pmoeck/pdf/all%20you%20wanted%20to%20know%20abou t%20electron%20microscopy.pdf

[36] *JSM - 7600F: Ultrahigh Resolution Analytical Thermal FE SEM*. USA, 2008. Dostupné také z: http://www.jeolusa.com/DesktopModules/Bring2mind/DMX/Download.aspx?EntryId=570 &Command=Core_Download&language=en-US&PortalId=2&TabId=320

[37] *Sterilizátory parní* [online]. Dostupné také z: https://www.mediset.cz/sterilizatory/sterilizatory_parni.htm

[38] *Steriking* [online]. Dostupné také z: http://www.medipos.cz/zdravotnicky-material/sterilizace/parni/steriking-samol-sacek-250x400mm-200ks-para.html

[39] *Nikon Eclipse ME600 Microscope* [online]. Dostupné také z: http://www.oulu.fi/cmnt/node/15695

[40] ZYGO, corporation. *NewViewTM 7100 Specifications*. 2013. Dostupné také z: http://www.lao.cz/data/ke-stazeni/datasheet-7100-d834.pdf

[41] MICHAL, Stanislav. *Studium vlastností povrchů kovových materiálů po laserové expozici SPM přístrojem NTEGRA: The surface properties study of metal materials after laser exposition by SPM NTEGRA*. Olomouc, 2009. Diplomová práce. Univerzita Palackého v Olomouci. Vedoucí práce Doc. RNDr. Roman Kubínek, CSc.

[42] *Interferometrická laboratoř* [online]. Dostupné z: http://meopta.edituj.cz/cz/interferometricka-laborator-1404041244.htm

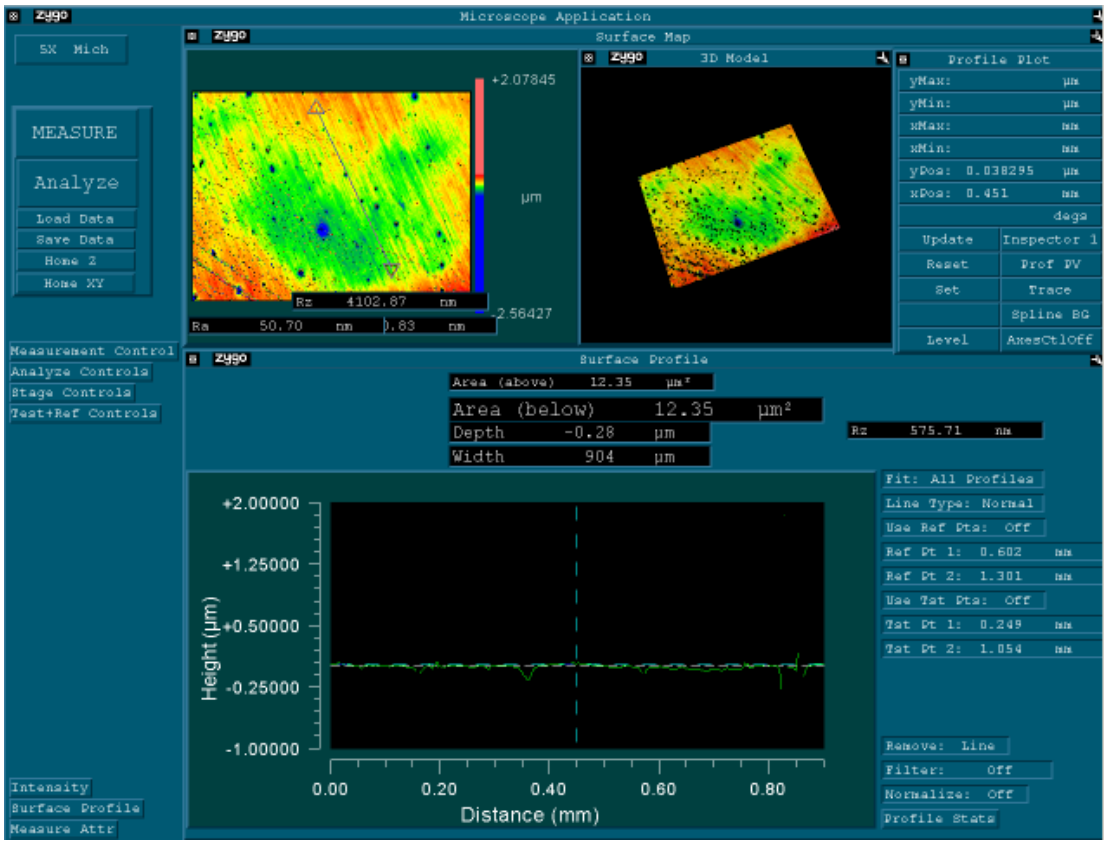
[43] *REVETEST Xpress: The cost effective Scratch Tester*. 2008. Switzerland. Dostupné také z: https://lists.man.lodz.pl/pipermail/odlew-pl/2008/09/att-0006/RSX_EN.pdf

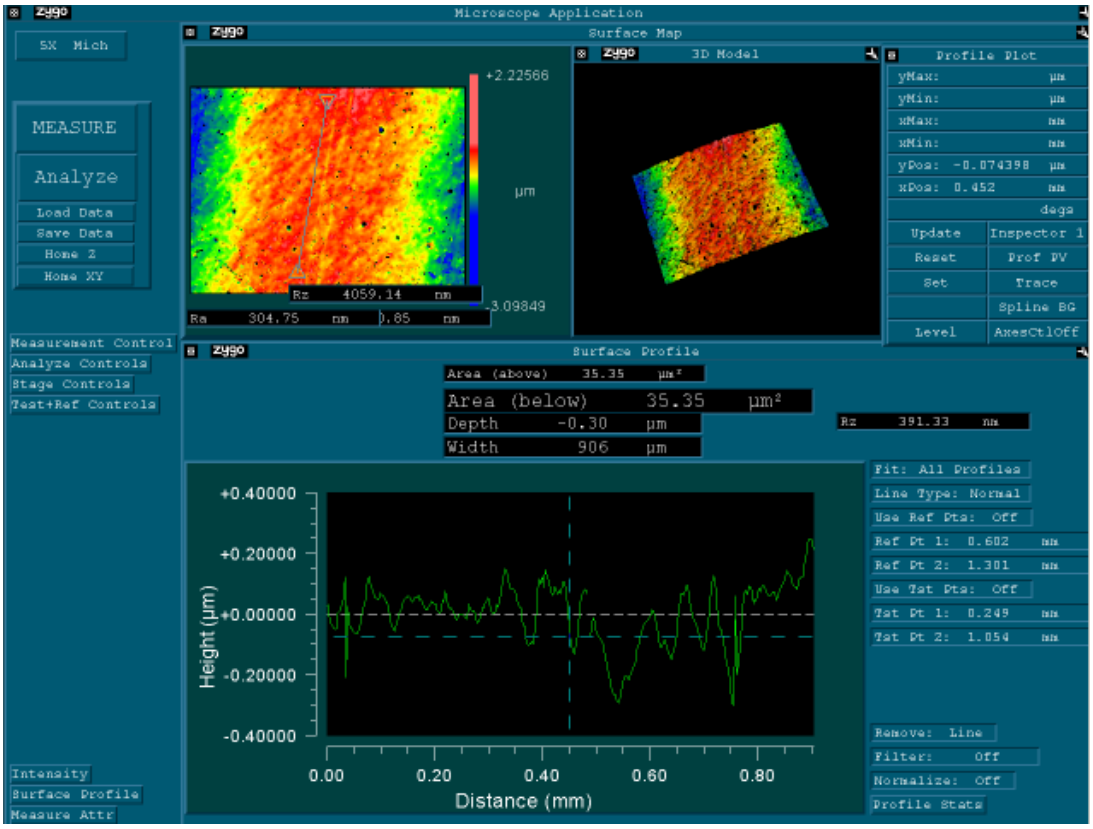
[44] *JSM-7600F Schottky Field Emission Scanning Electron Microscope* [online]. Dostupné z: https://www.jeol.co.jp/en/products/detail/JSM-7600F.html

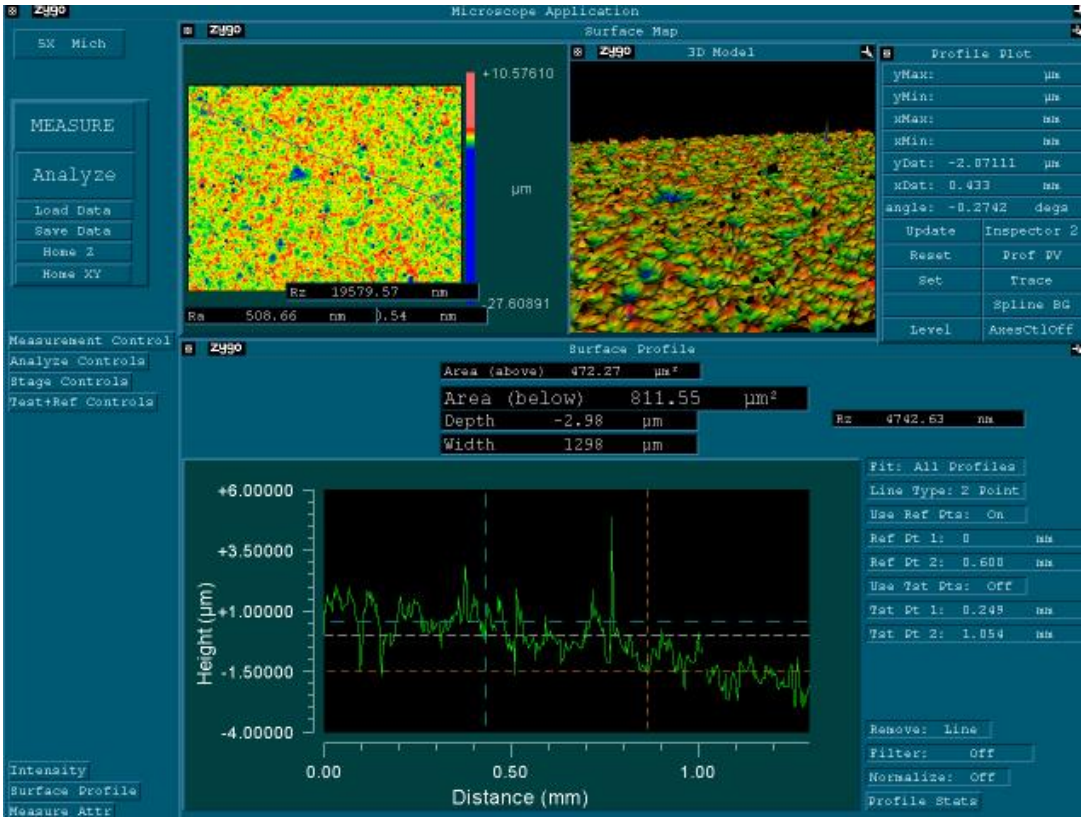
Přílohy

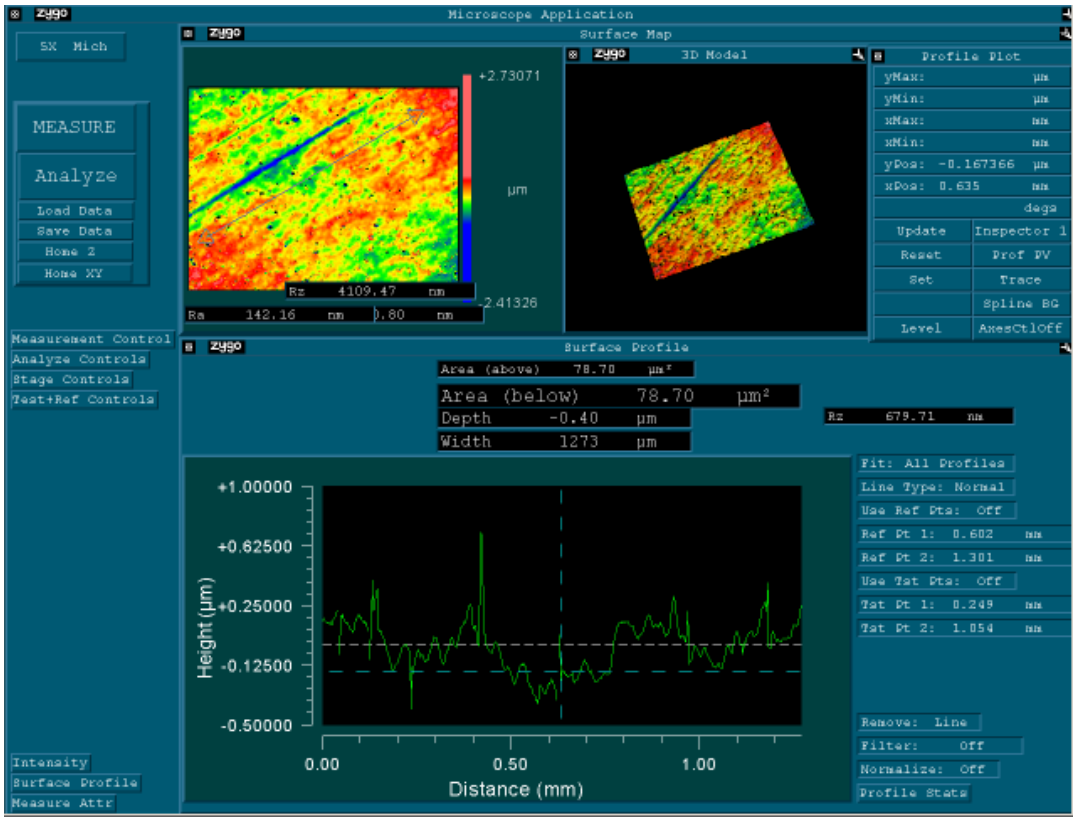
Příloha 1

Změřené drsnosti pomocí laserového interferometru Zygo NewView 7100 u vzorků A1-D1




Microscope Application
Surface Map
3D Model
Profile Plot
MEASURE
Analyze
Load Data
Save Data
Home Z
Home XY
Measurement Control
Analyze Controls
Stage Controls
Test+Ref Controls
Intensity
Surface Profile
Measure Attr
+2.22566
µm
-3.09849
Rz 4059.14 nm
Ra 304.75 nm
Surface Profile
Area (above) 35.35 µm²
Area (below) 35.35 µm²
Depth -0.30 µm
Width 906 µm
Rz 391.33 nm
+0.40000
+0.20000
+0.00000
-0.20000
-0.40000
Height (µm)
0.00
0.20
0.40
0.60
0.80
Distance (mm)
Update
Inspector 1
Reset
Prof PV
Set
Trace
Spline BG
Level
AxesCtlOff
Fit: All Profiles
Line Type: Normal
Use Ref Pts: Off
Ref Pt 1: 0.602
Ref Pt 2: 1.301
Use Tst Pts: Off
Tst Pt 1: 0.249
Tst Pt 2: 1.054
Remove: Line
Filter: Off
Normalize: Off
Profile Stats


Microscope Application
Surface Map
3D Model
Profile Plot
MEASURE
Analyze
Load Data
Save Data
Home Z
Home XY
Measurement Control
Analyze Controls
Stage Controls
Test+Ref Controls
Intensity
Surface Profile
Measure Attr
+10.57610
µm
-27.60891
Rz 19579.57 nm
Ra 508.66 nm
Surface Profile
Area (above) 472.27 µm²
Area (below) 811.55 µm²
Depth -2.98 µm
Width 1298 µm
Rz 4742.63 nm
+6.00000
+3.50000
+1.00000
-1.50000
-4.00000
Height (µm)
0.00
0.50
1.00
Distance (mm)
Update
Inspector 2
Reset
Prof PV
Set
Trace
Spline BG
Level
AxesCtlOff
Fit: All Profiles
Line Type: 2 Point
Use Ref Pts: On
Ref Pt 1: 0
Ref Pt 2: 0.600
Use Tst Pts: Off
Tst Pt 1: 0.249
Tst Pt 2: 1.054
Remove: Line
Filter: Off
Normalize: Off
Profile Stats



Příloha 2

Protokol o měření adheze z přístroje Scratch-tester Revetest Xpress RSX+

```
DLC

group #          1        Auto-created &group

================================================
================================================

group #          2        Auto-created _group

scratch test # 1

Scratch test parameters
Linear Scratch
Type :  Progressive
Begin Load (N) :         1
End Load (N) :  100
Loading rate (N/min) :   100

Speed (mm/min) :         10,1
Length (mm) :   10
Position X (mm) :        0
Position Y (mm) :        0
AESensitivity : 0
Acquisition Rate :       30,0 [Hz]

Indenter
Type :  Rockwell
Serial number : AD-252
Material :       Diamond
Radius (µm) :    200

Critical loads (N)
Lc       Optical AE      Pd
1        10
2        20,04
3        28,55
4        32,82
5        51,45

Date :  13.7.2017
Hour :  16:29:42
```

Příloha 3

Výsledky nanotvrdosti pomocí NanoTestu

Indent	Cycle	Max. Depth (nm)	Plastic Depth (nm)	Max. Load (mN)	Hardness (GPa)	Er (GPa)	ERP	Contact Compliance (nm/mN)	Plastic Work (nJ)	Elastic Work (nJ)	Fit MSE
1	1	294,5887	213,2255	27,38222	17,45846	172,7408	0,381583	3,961851	0,974222	1,956584	0,00195
2	1	296,3146	212,0781	25,85733	16,63569	158,2697	0,397196	4,343655	1,009699	1,894887	0,002459
3	1	295,1772	208,851	27,14596	17,91791	164,225	0,413339	4,240101	1,000939	2,013976	0,002707
4	1	292,2518	209,472	28,01158	18,39787	176,2843	0,395183	3,940267	0,8898	2,033361	0,009465
5	1	293,7027	210,4847	26,0817	16,99291	162,6185	0,395364	4,254223	0,910153	1,891781	0,001917
6	1	293,9478	209,8745	27,11757	17,75369	167,7635	0,400588	4,133766	0,912261	1,94763	0,001809
7	1	294,4766	207,8059	26,28906	17,49816	159,0732	0,417075	4,395781	1,027436	1,926894	0,001401
8	1	294,8013	210,0733	25,31709	16,54873	155,2917	0,403326	4,462228	0,946285	1,818357	0,001207
9	1	295,0063	210,9552	24,41773	15,84955	150,4538	0,398431	4,589623	0,923367	1,77164	0,004603
Indent	Cycle	Max. Depth (nm)	Plastic Depth (nm)	Max. Load (mN)	Hardness (GPa)	Er (GPa)	ERP	Contact Compliance (nm/mN)	Plastic Work (nJ)	Elastic Work (nJ)	Fit MSE
Mean		294,4741	210,3134	26,40225	17,22811	162,9689	0,400232	4,257944	0,954907	1,917235	0,003058
Errors		1,123382	1,636307	1,126024	0,791728	8,293869	0,010456	0,218641	0,049855	0,084803	0,002602

Příloha 4

Povrchová energie podle Owens-Wendt modelu z SEE systému u vzorků A1-D1

```
================================================================================
Report of Free Surface Energy Measurement
Created with See Software 6.0 on 15.6.2017, 11:35:59.

1. Calculated contact angles [°]

   1: water                    82.67  ± 55.82   99.9%
   2: ethylene glycol          57.80  ± 34.50   99.9%

2. Calculated free surface energy [mJ/m^2], Owens-Wendt model

   component                 g         Sg-       Sg+
--------------------------------------------------------------------------------
   gtotal                28.83       1.93      6.07
   gLW                   21.44       9.63     10.53
   gAB                    7.40       4.46      8.43
```

```
================================================================================
Report of Free Surface Energy Measurement
Created with See Software 6.0 on 15.6.2017, 11:26:03.

1. Calculated contact angles [°]

   1: water                    78.13  ± 31.72   99.9%
   2: ethylene glycol          60.27  ± 40.62   99.9%

2. Calculated free surface energy [mJ/m^2], Owens-Wendt model

   component                 g         Sg-       Sg+
--------------------------------------------------------------------------------
   gtotal                  27.33       1.76      2.00
   gLW                     12.92       6.47      5.03
   gAB                     14.40       4.02      8.25
```

```
================================================================================
Report of Free Surface Energy Measurement
Created with See Software 6.0 on 15.6.2017, 10:55:26.

1. Calculated contact angles [°]

   1: water                    73.97  ± 22.79   99.9%
   2: ethylene glycol          58.47  ± 26.74   99.9%

2. Calculated free surface energy [mJ/m^2], Owens-Wendt model

   component                 g         Sg-       Sg+
--------------------------------------------------------------------------------
   gtotal                  29.73       1.40      1.64
   gLW                     10.45       3.11      4.70
   gAB                     19.28       4.91      4.75

================================================================================
Report of Free Surface Energy Measurement
Created with See Software 6.0 on 15.6.2017, 10:55:59.
```

```
================================================================================
Report of Free Surface Energy Measurement
Created with See Software 6.0 on 15.6.2017, 11:12:31.

1. Calculated contact angles [°]

   1: water                    70.34  ± 5.08    99.9%
   2: ethylene glycol          52.08  ± 38.61   99.9%

2. Calculated free surface energy [mJ/m^2], Owens-Wendt model

   component                 g         Sg-       Sg+
--------------------------------------------------------------------------------
   gtotal                  32.80       0.68      0.94
   gLW                     12.76       3.12      3.94
   gAB                     20.04       3.25      3.04
```