

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ

FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



## BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Tribologické vlastnosti oxidovaných a nitrídaných povrchů

Tribological properties of oxidized and nitrided surfaces

**Autor:** Tomáš Jánský

**Vedoucí práce:** doc. RNDr. Vladimír Starý, CSc.

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

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

**Praha:** 2017

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Jánský** Jméno: **Tomáš** Osobní číslo: **412242**  
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**  
Zadávací 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:

**Tribologické vlastnosti oxidovaných a nitrídaných povrchů**

Název bakalářské práce anglicky:

**Tribological properties of oxidized and nitrided surfaces**

Pokyny pro vypracování:

- Cíl: Studium materiálů pro výrobu kloubových náhrad a u používaných materiálů možnosti jejich povrchové úpravy. Pro CoCrMo se jedná o posouzení možnosti technologické úpravy povrchu z hlediska zvýšení jeho tvrdosti a otěruvzdornosti.  
Postup: 1. Prostudovat literaturu a sestavit rešerši vhodných materiálů, technologií a metod pro jejich hodnocení.  
2. Vybrat vhodný materiál a připravit vzorky pro měření (tj. provést broušení, leštění a připravit nitrídací vzorků).  
3. Změřit otěr a charakteristiky povrchu (především změnu tvrdosti u povrchu původního a nitrídaných vzorků).  
4. Vyhodnotit a srovnat výsledky měření obou povrchů.  
5. Zpracovat tabulky, grafy a obrazové přílohy, sepsat bakalářskou práci.

Seznam doporučené literatury:

- [1] Tribologie - Základní učebnice v češtině nebo studijní materiály na webu: [www.ateam.zcu.cz/TRIBOLOGICKA\\_ANALYZA\\_PIN-ON-DISC.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/TRIBOLOGICKA_ANALYZA_PIN-ON-DISC.pdf), [www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/stud\\_materialy/spt/tribologie.pdf](http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/stud_materialy/spt/tribologie.pdf)  
[2] M. F. Doerner, W.D. Nix, A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. J. Mater. Res. 1 (1986) 601 - 609  
[3] Guocheng Wang and Hala Zreiqat. Functional Coatings of Films for Hard-Tissue Applications. Materiale [online]. 9. 7. 2010 [cit. 2014-12-20]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: <http://www.mdpi.com/1996-1944/3/7/3994>  
[4] J. Čelik, Ö. Bayrak, A. Alsaran, Kaymaz, A.F. Yetim, Effects of plasma nitriding on mechanical and tribological properties of CoCrMo alloy. Surface & Coatings Technology 202 (2008) 2433-2438

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

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

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


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

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

28.4.2017  
Datum převzetí zadání

  
Podpis studenta

**Prohlášení:**

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci na téma „**Tribologické vlastnosti oxidovaných a nitridovaných povrchů**“ vypracoval samostatně pod vedením vedoucího práce a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů.

V Praze, dne.....

.....  
Tomáš Jánský

## **Poděkování**

Za trpělivost a konstruktivní připomínky děkuji především vedoucímu mé bakalářské práce panu doc. RNDr. Vladimírovi Starému, CSc. a také panu Ing. Ladislavovi Cvrčkovi, Ph.D za cenné rady a poskytnutý materiál k provedení experimentů. Dále bych rád poděkoval panu Ing. Zdenkovi Toldemu, prof. Rudolfovi Novákovi, DrSc. a panu Pavlovi Sachrovi za přípravu a asistenci u samotných měření. V neposlední řadě děkuji za podporu mé rodině.

Tato studie byla podpořena Agenturou pro zdravotnický výzkum České republiky, grant č. 15-27726A

## **ANOTACE**

**Název práce:** Tribologické vlastnosti oxidovaných a nitridovaných povrchů

**Autor práce:** Tomáš Jánský

**Vedoucí práce:** doc. RNDr. Vladimír Starý, CSc.

**Ústav:** 12132 - Ústav materiálového inženýrství

**Vedoucí ústavu:** prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.

**Univerzita:** České vysoké učení technické v Praze - Fakulta strojní

Bakalářská práce se zabývá problematikou kloubních náhrad, a to zejména hodnocením „otěruvzdorností“ vytvořené vrstvy nebo naneseného povlaku, která určuje životnost samotné kloubní náhrady. Část teoretická popisuje materiály a povrchové úpravy, které zlepšují mechanické vlastnosti. Jednotlivé materiály pak konkrétně charakterizuje z hlediska mechanických vlastností. Stručně je také zmíněn historický vývoj z hlediska konstrukčních typů a materiálů používaných k výrobě kloubních náhrad. Experimentální část se již konkrétně zabývá posuzováním otěruvzdornosti použitého materiálu po úpravě povrchu iontovou nitridací.

**Rozsah práce:** 62 stran, 45 obrázků, 17 tabulek

**Klíčová slova:** kloubní náhrada, tribologie, otěruvzdornost, tvrdost, iontová nitridace

## **ANNOTATION**

**Title:** Tribological properties of oxidized and nitrided surfaces

**Author:** Tomáš Jánský

**Supervisor:** doc. RNDr. Vladimír Starý, CSc.

**Department:** 12132 – Department of Materials Engineering

**Head of department:** prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.

**University:** Czech Technical University in Prague

The bachelor thesis deals with the issue of joint replacements, especially their surface mechanical properties "abrasion resistance", which determines the lifetime of the articular replacement itself. The theoretical part describes materials and finishes the enhance of their mechanical properties. Specifically, the individual materials are characterized in terms of mechanical properties. There is also briefly mentioned the historical development in terms of structural types and materials used for the manufacture of joint replacements. The experimental part deals specifically with the wear-resistance assessment of the material used after surface treatment by ionic nitridation.

**Scope of the thesis:** 62 pages, 45 pictures, 17 tables

**Keywords:** joint replacement, tribology, abrasion resistance, hardness, ionic nitridation

# Obsah

Úvod .....	9
1 Teoretická část .....	10
1.1 Tribologie.....	10
1.2 Stručný exkurs do historie kloubních náhrad.....	10
1.3 Materiály kloubních náhrad .....	12
1.3.1 Kovy .....	12
1.3.2 Plasty .....	14
1.3.3 Keramika.....	14
1.3.4 Ostatní materiály .....	16
1.3.5 Materiálové kombinace.....	18
1.4 Otěruvzdorné povrchové úpravy .....	19
1.5 Použitá experimentální metoda .....	24
1.6 Metody hodnocení nitridované vrstvy .....	26
1.6.1 Analýza chemického složení povrchu metodou užívající elektronového buzení (EDS) .....	26
1.6.2 Měření koeficientu tření (metoda „PIN-on-DISC“). .....	28
1.6.3 Měření tvrdosti podle Vickerse .....	29
1.6.4 Měření tvrdosti podle Rockwella .....	31
1.6.5 Měření nanotvrdosti a profilu tvrdosti do hloubky vrstvy .....	31
2 Experimentální část .....	33
2.1 Příprava vzorků.....	33
2.2 Postup iontové nitridace .....	34
2.3 Postup a podmínky měření .....	34
2.3.1 Analýza povrchu metodou EDS .....	34
2.3.2 Měření koeficientu tření metodou „PIN-on-DISC“ a otěru .....	35
2.3.3 Měření tvrdosti podle Rockwella a mikrotvrdosti podle Vickerse .....	36
2.3.4 Měření nanotvrdosti .....	37
2.4 Výsledky měření .....	38
2.4.1 EDS.....	38
2.5 Měření koeficientu tření metodou „PIN-on-DISC“ a otěru .....	40
2.5.1 Metoda „PIN-on-DISC“ .....	40
2.5.2 Měření úběru materiálu a výpočet specifického otěru .....	42
2.6 Tvrdost a nanotvrdost .....	47
2.6.1 Zkouška tvrdosti podle Rockwella .....	47

2.6.2 Zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse .....	48
2.6.3 Zkouška nanotvrdosti .....	49
3 Diskuse.....	52
4 Závěr .....	55
5 Literatura .....	56
Seznam obrázků .....	60
Seznam tabulek .....	62



# Úvod

Se zlepšující se zdravotní péčí i výživou se stále více lidí dožívá vysokého věku. Chtějí zůstat dlouho aktivní jak v práci, tak třeba ve sportu. Lidské tělo a jeho části ale mají svou životnost a někdy začnou vypovídat službu dřív, než by si jejich „majitel“ přál. K nejvíce namáhaným částem a tudíž i často náchylným k opotřebení patří kloubní spojení. Nejenom že zajišťují pohyb většinou ve všech třech směrech, ale přenášejí silové působení, musí být schopny tlumit a snášet dynamické rázy vyvolané například prostou chůzí ze schodů nebo během. Často dochází v pozdějším věku k opotřebení kloubních spojení a omezení pohybu, který postiženým působí bolesti. Moderní medicína má ale řešení. Umí opotřebené klouby nahradit umělými stejně, jako se nahrazují součástky v technických zařízeních. Jednou z ambicí vědecké inženýrské práce je proto zaměření na zdokonalování náhrad kloubů. Aby kloubní náhrady dobře sloužily, musí se vyvíjet stále lepší materiály, které budou splňovat vysoké nároky na mechanické vlastnosti jako je pevnost, pružnost a také otěruvzdornost. Stejně důležitý je dokonalý tvar a velikost kloubní náhrady. Předkládaná bakalářská práce se zabývá povrchovou mechanickou vlastností „otěruvzdorností“, která má na životnost kloubní náhrady zásadní vliv.

Bakalářskou práci tvoří dvě části. Část teoretická popisuje materiály a povrchové úpravy, které zvyšují mechanické vlastnosti. Jednotlivé materiály pak konkrétně charakterizuje z hlediska mechanických vlastností. Stručně je také zmíněna historie vývoje kloubních náhrad, konkrétně pak kolenního a kyčelního kloubu. Experimentální část se již konkrétně zabývá posuzováním otěruvzdornosti použitého materiálu po úpravě povrchu iontovou nitridací.

Cílem práce je studium materiálů pro výrobu kloubních náhrad a u používaných materiálů možnosti zlepšení jejich vlastností pomocí povrchové úpravy. Pro materiál Co-Cr-Mo se jedná o posouzení možností technologické úpravy povrchu z hlediska zvýšení jeho tvrdosti a otěruvzdornosti pomocí nitridace. Problematika oxidace zatím nebyla řešena.

# 1 Teoretická část

## 1.1 Tribologie

Tribologie (z řeckého τριβω - třít) je vědní obor, jež se zabývá chováním dotýkajících se povrchů ve vzájemném pohybu anebo při pokusu o vzájemný pohyb. Tento pohyb může být obecně kluzný, valivý, nárazový nebo kmitavý. Ve skutečnosti se často uplatňují dva i více druhů pohybu současně. Tribologický proces charakterizují materiální interakce třecích těles, mezilátky a okolí, které probíhají v prostoru a čase. Tribologie je využívána v celé řadě technických oblastí. Tzv. biotribologie se zabývá tribologickými procesy v biologických systémech, a to např. umělými kloubními náhradami. Z mechanického hlediska je třeba kloub chápat jako ložisko, tj. místo, kde se rotační pohyb převádí na vzájemný posun mezi dvěma válcovými, resp. kulovými plochami [37, 39].

Jedním ze základních východisek tribologie je zákon úměrnosti mezi přítláčnou  $F_n$  a třecí silou  $F_t$

$$F_t = \mu \cdot F_n,$$

přičemž  $\mu$  je konstanta úměrnosti tzv. koeficient smykového tření. Za původ tření jsou považovány dva mechanismy:

- deformace (a strhávání) drobných výčnělků,
- vznik mikrosvárů v místech lokálně největšího tlaku a jejich následné trhání [39].

**Při tribologických procesech se řeší především otázky:**

- jaké jsou mechanismy přeměny užitečných veličin v systému,
- jaké jsou fyzikální procesy přeměny energie,
- jaké jsou procesy vedoucí všeobecně ke ztrátám v systému,
- jaké jsou možnosti pozitivního působení na systém s ohledem na minimalizaci ztrát [37].

## 1.2 Stručný exkurs do historie kloubních náhrad

V této subkapitole je zmíněna historie vývoje kloubních náhrad, a to kolenní a kyčelní náhrada, jelikož ty jsou v oblasti ortopedie nejvíce frekventované. Počátkem šedesátých let

se zdálo, že ortopedická chirurgie zmizí a o ortopedech se uvažovalo jako o „ohroženém druhu“. Ale nové operace - náhrady artritických kloubů - v masovém měřítku zachránily obor i ortopedické chirurgy. Teď mají práce víc než dost a sotva ji stačí. Jenom v Británii se vymění 40 000 kyčelních kloubů ročně. Operace se staly běžnou rutinou, ale jejich vývoj vyžadoval stejnou oddanost a štěstí jako každá převratná novinka [2].

### **Kolenní endoprotéza**

Obecně první snahy nahrazování lidských kloubů sahají až do 2. poloviny 19. století. Tyto pokusy byly však jen dílčími experimenty, které zatím nevedly k velkému rozvoji aloplastiky. V literatuře můžeme nalézt, že první snahou o nahrazení části kolenního kloubu, byla nesečční artroplastika provedena Fergussonem v roce 1861. Po tomto výkonu bylo koleno pohyblivé, ne však stabilní. Vůbec prvním pokusem o totální endoprotézu kolena v pravém slova smyslu byla Gluckova náhrada, kterou zavedl roku 1890 v Berlíně. Jednalo se o první kompletní nahrazení kolenního aparátu a velkého lidského kloubu vůbec. Kolenní kloub, jenž byl zničen tuberkulózním zánětem, byl nahrazen protézou tzv. závěsného typu. Byla zhotovena ze slonové kosti, do femuru a kosti bércové byla fixována pemzou, sádrrou, kalafunou a poniklovanými hřeby. Spojení obou kloubních komponent zajišťoval čepový spoj. Roku 1938 je zavedena hemiplastika kolenního kloubu, kterou provedli Boyd a Campbell a která byla vymodelována z vitalia (Co-Cr-Mo) kolem kondylů femurů. Tato plastika dosahovala úspěšnosti až 41%. Zcela novou éru ve vývoji totální endoprotézy započal v roce 1968 Gunston, když se jako první pokusil vydat jiným směrem, než bylo doposud chirurgické praxi běžné a zavedl bezzávěsový polycentrický model náhrady kolenního kloubu, jehož typickým rysem byla možnost polycentrického pohybu ve všech třech rovinách a zachování zkřížených a postranních vazů, dovolující minimální resekci kosti [1, 4].

### **Kyčelní endoprotéza**

Základní princip a technika implantace totální endoprotézy kyčelního kloubu prodělaly od svého uvedení do klinické praxe v šedesátých letech minulého století značné změny. Základem zůstává femorální a acetabulární komponenta – kovový dřík a polyetylenová jamka. Obě komponenty jsou cementované nebo necementované. Cement umožňuje okamžitou fixaci implantátu do kosti s následnou časnou zátěží. Nejdůležitějším principem stále zůstává náhrada s nízkým třením (low friction arthroplasty). Původní průměr hlavičky 22 mm se postupně měnil a dnešní trh nabízí průměry 22, 26, 28, 32 a 36 mm. V 80. letech minulého století začaly převládat titanové femorální komponenty, hlavičky z korundu

a zirkonia a do klinické praxe byly zavedeny necementované implantáty. Výzkum objasnil roli otěrových částic při selhání implantátů. V roce 1961 propracoval sir John Charnley systém cementovaných endoprotéz a po neúspěchu s teflonem doporučil pro výrobu acetabulární komponenty polyetylen. Podle jeho vzoru vznikla v 70. letech celá řada nových typů endoprotéz spojovaná s dalšími slavnými jmény – Müller, Harris, Aufranc a Turner, Amstutz, atd. O rozvoj endoprotetiky v našich zemích se zasloužil prof. Chlumský, který kolem roku 1900 prováděl pokusy s transplantací kovů a umělých hmot. Dále to byl prof. Čech, který v roce 1970 ve spolupráci s Poldi Kladno vyvinul českou modifikaci Müllerovy endoprotézy. Ta byla implantována tisícům pacientů s úspěšným výsledkem.

## **1.3 Materiály kloubních náhrad**

Tato subkapitola popisuje materiály, které se k výrobě kloubních náhrad používají a zmiňuje jejich výhody a nevýhody. Jedná se především o kovové materiály, ale jsou zmíněny také materiály nekovové, které po původních nezdarech byly na dlouhou dobu opomenuty. Postupně však našly svou funkci například kostní cement (polymethylmetakrylát) výhradně používaný k fixaci implantátu nebo vysokomolekulární polyetylen sloužící jako jedna z dvojice artikulačních ploch například v kombinaci s kovem u náhrad kolenního kloubu. V dnešní době stále většího významu nabývají také keramické materiály.

Materiálové požadavky kladené obecně na kloubní náhrady jsou velmi vysoké. Materiály kloubních náhrad musí splňovat určitá kritéria pro konstrukci. První důležité kritérium je biomechanické (vysoká únavová pevnost materiálu, odolnost proti opotřebení) a druhé je biochemické (biokompatibilita – korozní odolnost, nedráždivost, biologická nezávadnost) [3].

### **1.3.1 Kovy**

Kovy patří k nejstarším materiálům používaným pro implantáty. První pokusy proběhly již v roce 1565, kdy byla použita zlatá destička na opravu rozštěpu patra. V roce 1936 se začala používat slitina založená na bázi Co, zatím pouze na kloubní hlavice. Celokovové náhrady ze slitiny titanu se objevily v roce 1958. Používané kovy lze rozdělit do dvou skupin, a to na vzácné kovy, které jsou elektrochemicky velmi stabilní a na slitiny s pasivační schopností. Kovy a jejich slitiny představují nejvýznamnější skupinu materiálů používanou nejen k výrobě kolenních náhrad ale i v celé aloplastice. Příčinu můžeme hledat

v dobrých mechanických vlastnostech, které lze modifikovat podle potřeby a druhu aplikace technologií výroby (použitím přísadových prvků, tepelným zpracováním). Dále snadné reprodukovatelnosti a v dlouholetých zkušenostech získaných v nejrůznějších odvětvích inženýrství a vědy [3, 4, 6].

- Korozivzdorná ocel typu Cr-Ni-Mo

Její výhodou je relativně nízká cena a snadné technologické zpracování. Není náchylná na plastické lomy. Pro implantáty se snižuje obsah uhlíku, aby se snížilo riziko mezikrystalové koroze [3].

- Slitiny typu Co-Cr-Mo

Mají dobré mechanické vlastnosti, jsou korozivzdorné, biokompatibilní a mají vynikající odolnost proti otěru. Díky tomu patří tyto slitiny mezi jistěji používané kovy v aloartroplastice. Komponenty se vyrábí odléváním a pro zlepšení vlastností struktury materiálu se dále provádí vysokoteplotní izostatické lisování při teplotě 1200°C a tlaku 103 MPa po dobu 4 hodin, poté následuje žíhání. Po tepelném zpracování se povrch leští (Obr. 1) [7].

*Obr. 1 Náhrada z Co-Cr-Mo slitiny [28]*



- Slitiny titanu

Jsou vysoce korozivzdorné a mají poměrně nízkou hustotu (4500 kg/m<sup>3</sup>). Základním legujícím prvkem titanu je hliník a dále vanad, který zvyšuje pevnost a snižuje plasticitu. Slitiny titanu jsou složité na výrobu, výroba titanového polotovaru vyjde asi osmkrát draž než korozivzdorného [3].

- Povlaky TiNbN

Nanášejí se na dokončený funkční povrch náhrad z CoCrMo slitin pomocí technologie PVD (physical vapor deposition). Keramický povlak TiNbN (Obr. 2) se integruje do kovového povrchu náhrady, aniž by ovlivnil jeho mechanické a biochemické vlastnosti. Zlepšuje se tak

odolnost proti opotřebení, korozivzdornost a zmenšuje tření [8].

*Obr. 2 Náhrada povlakem TiNbN [29]*



### 1.3.2 Plasty

Plasty jsou tvořeny makromolekulami polymerních látek. Pro kloubní náhrady se v současnosti používá ultra vysokomolekulární polyetylen (UHMWPE), který má vysokou vrubovou houževnatost, nízký součinitel tření a dobrou odolnost proti opotřebení. Rovněž je odolný proti biologické korozi a málo náchylný ke creepu. U kyčelních kloubů se z UHMWPE vyrábí lůžko (Obr. 3). Uvedený materiál je dnes nahrazován vysoce síťovaným polyetylénem (HXPE), který ve srovnání s UHMWPE vykazuje až o 90 % menší opotřebení. Dříve se používaly i PTFE, PET a PE, z důvodu nízké životnosti, nadměrného opotřebení a nebezpečnosti otěrových částic se přestaly pacientům implantovat [7].

*Obr. 3 Lůžko z UHMWPE [30]*



### 1.3.3 Keramika

Keramické materiály jsou anorganické nekovové materiály. Keramika se používá v ortopedické chirurgii pro totální náhrady kolene a kyčle již od 70. let 20. stol. Vysoká

odolnost proti opotřebení jak v kombinaci s měkkým tak s tvrdým materiálem předurčuje její použití v náhradách zejména pro mladé a aktivní pacienty. Je chemicky inertní a odolná proti korozi, na druhou stranu je u celokeramických náhrad riziko prasklin, které však bylo sníženo na minimum. Keramika, nejvíce používaná v aloartroplastice, se dělí na oxidovou buď založené na bázi oxidu hliníku  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nebo na bázi oxidu zirkonu ( $\text{ZrO}_2$ ) a kompozitovou [9].

- Oxidová (korundová) keramika

Použití oxidové keramiky má nejdelší historii v aplikacích klinické ortopedie (Obr. 4).  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se skládá z polykrystalové monofázové struktury. Chemicky je identická s korundem a safírem. Je chemicky inertní, odolná vůči korozi a stabilní vůči projevům stárnutí. Vysoká tvrdost poskytuje povrchu odolnost proti poškození opotřebením. Ve srovnání s ostatními typy keramiky má nižší pevnost v ohybu a lomovou houževnatost [9].

*Obr. 4 Náhrada z  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [31]*



- Zirkonová keramika

Zirkonová keramika ( $\text{ZrO}_2$ ) se začala používat na kloubní náhrady v roce 1985 se záměrem nahradit mechanicky horší  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .  $\text{ZrO}_2$  se skládá z polykrystalové tetragonální a monoklinické struktury. Kvůli riziku změny struktury během stárnutí se stabilizuje ytriem ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), v ortopedických aplikacích se tedy používá ytriem stabilizovaná zirkonová keramika (Y-TZP) Na základě špatných dlouhodobých výsledků v současné době použití tohoto druhu keramiky ustupuje do pozadí [9].

- Keramické kompozity

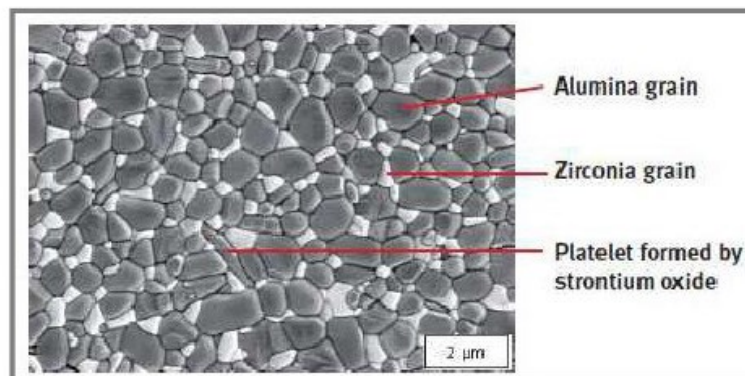
Keramické kompozity byly vyvinuty, aby překonaly riziko změny struktury při stárnutí u Y-TZP a horší mechanické vlastnosti oxidové keramiky. Běžně používané kompozity v ortopedické chirurgii jsou  $\text{ZrO}_2$  tvrzená  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Y-TZP s průměrně 20 % hliníku),  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tvrzená  $\text{ZrO}_2$  ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  s průměrně 25 %  $\text{ZrO}_2$ ), do jejíž matrice se pro zlepšení vlastností může

přidávat ještě oxid chromitý, který způsobuje růžovou barvu (Obr. 5) a oxid strontnatý. Posledně jmenovaný vytváří v matrici ploché zrna, které zabraňují vzniku a šíření trhlin (Obr. 6) [9].

*Obr. 5 Náhrada z keramického kompozitu [31]*



*Obr. 6 Struktura keramického kompozitu [32]*



### 1.3.4 Ostatní materiály

Vývoj kloubních náhrad se ubírá dvěma směry, jednou je vývoj nových materiálů, které kombinují nejlepší vlastnosti kovů a keramiky a druhou je zcela nový koncept konstrukce kyčelních náhrad.

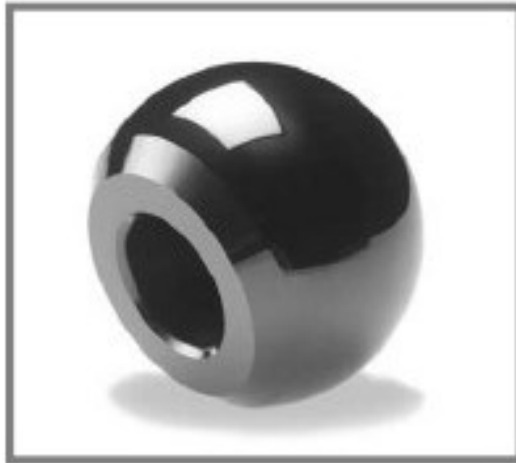
- Oxinium

Název oxinium vznikl zkrácením slov oxidized zirconium a jedná se o kovovou slitinu zirkonia a niobu, dvou vysoce biokompatibilních kovů (Obr. 7). U výrobků je kovový povrch chemickým procesem pod vysokým tlakem a teplotou transformován na keramiku. Vzniká tak dvakrát tvrdší materiál než CoCr, ale jeho povrch má vlastností keramiky. Kontrolní



povrchová analýza použitých implantátů ukázala, že může docházet ke vzniku makroskopických trhlin a delaminaci a to až ke kovovému substrátu. V současné době se tento druh náhrady dává mladým a velmi aktivním pacientům. Potenciál náhrad z oxinia potvrdí až dlouhodobé klinické studie [10].

*Obr. 7 Hlavice z oxinia [33]*



- Polštářové náhrady (Cushion bearings)

Jedná se upravený koncept konstrukce kyčelních náhrad, ve kterém je tvrdá kloubní hlavice, která zapadá do tvrdého lůžka s měkkou výstelkou (Obr. 8). Toto řešení je podobné principu přírodního kloubu. Měkká přírodní chrupavka dovoluje velkou konformitu třecích povrchů a díky své elasticitě je velmi odolná proti opotřebení. Elastický modul pružnosti materiálu výstelky je velmi podobný tomu u přírodní chrupavky, výstelka tak dokáže minimalizovat nárazy. Předpokládá se, že náhrady na principu „cushion bearings“ pracují ve vlastním hydrodynamickém režimu mazání [11].

*Obr. 8 Polštářová náhrada [34]*



### 1.3.5 Materiálové kombinace

Kov (keramika) - plast. V 60. letech 20. století byla nejpoužívanější kombinace materiálů kovová hlavice na UHMWPE lůžko. Po čase se ovšem ukázalo, že tento druh náhrad produkuje otěrové částice, které způsobují reakci okolní tkáně a následně selhání náhrady. V 90. letech 20. století ve snaze zlepšit otěru vzdornost byl vyvinut HXPE, který vykazoval podstatně menší produkci otěrových částic. V současné době se používá i kombinace s keramickou hlavicí, ale nedoporučuje se tuto materiálovou kombinaci dávat mladším a aktivním pacientům [12].

- Kov – kov

Náhrady typu kov-kov (MoM) se začaly poprvé rozšiřovat v 60. letech 20. století. Špatný materiál a nevhodná konstrukce v kombinaci s nevhodnou fixací však vedly k velmi rychlému selhání náhrad. Nicméně další generace náhrad tyto problémy překonaly a vykazovaly mnohem menší opotřebení než kombinace s UHMWPE navíc bez komplikací spojených s reakcí okolní tkáně. Nicméně přetrvávají obavy, že ionty uvolňované z otěrových částic mohou způsobovat další komplikace a zvýšenou hladinu železa a kobaltu v krvi [12].

- Keramika – keramika

Náhrady z keramiky (CoC) byly představeny v 70. letech minulého století. Mají nízký součinitel tření a produkují méně otěrových částic, jsou odolné proti poškrábání, neuvolňují nebezpečné ionty a otěrové částice jsou biologicky téměř neaktivní. V počátcích byly keramické náhrady ze své křehké podstaty náchylné na praskliny, tento problém byl téměř odstraněn zlepšením materiálových vlastností, výrobních postupů a změnou konstrukce. Tento druh náhrad je doporučován mladými aktivními pacienty [9, 12].

- Keramika – kov

Nejmladší z kombinace materiálů byla představena v roce 2002 společností DePuyOrthopaedics. Nápad na spojení nového typu keramické hlavice a kovového lůžka (CoM) pochází z univerzity v Leedsu. Tato kombinace produkuje méně otěrových částic než MoM a nezpůsobuje velké poškození okolních tkání jako běžně používané kloubní náhrady. Jedinečnost konstrukce spočívá ve větší keramické hlavici a tenčím, kovovém lůžku. CoM náhrady jsou určeny pro mladé a aktivní pacienty, jejichž počty každým rokem rostou. V současné době zastupují náhrady CoM méně než jedno procento z celkového počtu operací, nicméně je pravděpodobné, že se počty implantovaných náhrad tohoto druhu budou zvyšovat

[13].

Z výše uvedeného je zřejmé, že největším problémem v kyčelních náhradách je opotřebení a množství uvolněných otěrových částic (Obr. 9), což souvisí s velikostí součinitele tření a utvářením mazacího filmu. Přehled součinitelů tření pro nejpoužívanější materiálové kombinace je uveden v Tab. 1

*Obr. 9 Srovnání množství otěrových částic pro různé materiálové dvojice [35]*



*Tab. 1 Součinitel tření pro různé třecí dvojice [36]*

Třecí dvojice	Součinitel tření [-]
Lidský kloub	0,005-0,02
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – UHMWPE	0,05
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> – Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,09
Kov – UHMWPE	0,2
Kov – kov	0,4

## 1.4 Otěruvzdorné povrchové úpravy

I přes velké pokroky v oblasti kloubních náhrad v posledních letech, je tzv. opotřebení stále problémem, který snižuje životnost a zvyšuje riziko selhání u kloubních náhrad. Proto i přes značné úspěchy dosažené u těchto druhů operací, není životnost kloubních náhrad plně uspokojivá. Např. u mladých pacientů, jejichž životní styl je více aktivní, než u pacientů starších, nedosahují kloubní náhrady ani poloviny své životnosti, která se pohybuje mezi

15 – 20 lety. Životnost kloubní náhrady mohou nepříznivě ovlivnit chyby při operacích, např. špatné usazení náhrady. Velkým rizikem je také infekce. Z dlouhodobého hlediska ovlivňuje životnost náhrady opotřebení v důsledku otěru, a to u všech druhů povrchů. Kloubní náhrady z keramiky jsou oproti ocelovým náchylnější na velké dynamické rázy, které mohou způsobit vznik a šíření trhliny a následné selhání náhrady. S novou generací celokovových náhrad bylo sice opotřebení značně sníženo, stále však přetrvávají obavy z následků formování otěrových nanočástic, které vedou ke zvýšení hladiny chromu a kobaltu v těle. K minimalizaci nežádoucích vlivů tření, jehož důsledkem je opotřebení, by mohlo přispět další vědecké bádání v oblasti mazání systému kloubních náhrad. Tzn., že je důležité studovat vliv synoviální kapaliny na součinitel tření, čímž se může zvýšit životnost endoprotéz. Synoviální kapalina je přírodní mazivo ve zdravých kloubech produkované synoviální membránou, která po operaci kloubní náhrady změní své vlastnosti a dochází tak k narušení přirozeného procesu mazání [42, 43]. V současné době je kvalita a životnost kovových kloubních náhrad ovlivňována především povrchovými úpravami, které zlepšují jejich tribologické vlastnosti.

#### **Povrchové úpravy zlepšující tribologické charakteristiky kovových materiálů:**

- A. Povrchové vrstvy a povlaky s vysokou tvrdostí - pro podmínky adhezivního i abrazivního opotřebení.
- B. Měkké a houževnaté povrchové vrstvy a povlaky - pro podmínky adhezivního opotřebení.
  - 1. Povrchové vrstvy - modifikuje se chemické složení, struktura nebo substruktura na povrchu a v podpovrchových vrstvách základního materiálu. Od povrchu do jádra materiálu se vytváří gradient fyzikálně-mechanických i chemických vlastností bez jejich náhlé změny.
  - 2. Povlaky - nanáší se na původní povrch materiálu a obvykle mají odlišné chemické složení i strukturu než základní materiál. Přitom vzniká rozhraní s výraznou změnou fyzikálně-mechanických i chemických vlastností, což může vytvářet problémy jak při vytváření povlaků, tak při jejich aplikaci.
  - 3. Duplexní povlaky - kombinují modifikaci povrchových vrstev s nanesením povlaku. Zabrání se náhlé změně fyzikálně-mechanických i chemických vlastností směrem od povrchu do jádra a docílí se požadované vlastnosti povrchu. Duplexní procesy vyžadují kombinaci dvou i více technologických postupů [40].

Tab. 2 Jednoduchý přehled otěruvzdorných povrchových úprav [40]

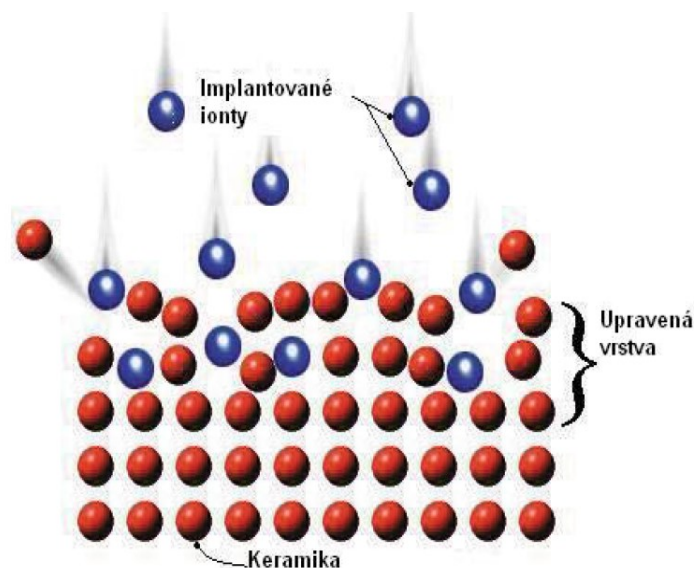
Povrchové vrstvy	Povlaky	Duplexní povlaky
<p>1. Mechanické procesy</p> <p>a) zpevnění povrchových vrstev plastickou deformací za studena</p> <p>b) speciální metody opracování</p> <p>2. Fyzikální procesy</p> <p>a) iontová implantace</p> <p>3. Tepelné procesy</p> <p>a) povrchové kalení plamenem</p> <p>b) povrchové kalení indukci</p> <p>c) povrchové kalení laserem</p> <p>d) povrchové kalení elektronovým svazkem</p> <p>4. Chemicko – tepelné procesy</p> <p>a) cementace</p> <p>b) nitridace</p> <p>c) karbonitridace</p> <p>d) nitrocementace</p> <p>e) difúzní sírování</p> <p>f) bórování</p> <p>g) difúzní chromování</p> <p>h) vanadování</p> <p>5. Elektrochemické procesy</p> <p>a) tvrdá anodizace</p>	<p>1. Tepelně – mechanické procesy</p> <p>a) plátování</p> <p>b) termické nástriky</p> <p>c) odlévání</p> <p>2. Tepelně – fyzikální procesy</p> <p>a) navařování</p> <p>b) přislinování</p> <p>c) procesy PVD</p> <p>3. Elektrochemické procesy</p> <p>a) katodové</p> <p>b) elektroforetické</p> <p>4. Tepelně – chemické procesy</p> <p>a) chemické niklování</p> <p>b) procesy CVD</p> <p>c) elektrojiskrové povlaky</p>	<p>a) Duplexní galvanické povlaky</p> <p>b) Iontové směšování</p> <p>c) IBAD</p> <p>d) Kombinace ChTZ a PVD</p>

## Moderní metody povrchové úpravy materiálů

### a) Iontová implantace

Existuje mnoho metod úprav povrchů. Iontová implantace poskytuje jedinečné výhody, čímž je vhodná zvláště k aplikacím v medicíně. Do jakéhokoliv pevného materiálu můžeme přidat jakoukoli látku, teplota tohoto procesu je nízká (blízko pokojové), vytváří se přijatelné modifikace polymerů a předchází se nechtěným změnám v rozměrových znacích nebo změnách na konečném povrchu. Hlavní nevýhodou techniky je malá penetrační hloubka a poměrně vysoká cena. Ovšem v případě lékařských aplikací není tato nevýhoda tak závažná, protože implantáty jsou většinou drahé a zaměřeny na nízkou míru opotřebení. V případě problému s buněčnou adhezí nebo snášivostí je úprava nejsvrchnější vrstvy dostačující. Iontová implantace může být použita nejen jako metoda přenosu energie do povrchu materiálu ale i jako legovací technika. To umožňuje modifikaci materiálu beze změn chemického stavu povrchu. Tato možnost je zvláště významná tam, kde je důležitá i chemická inertnost materiálu [38].

*Obr. 10 Průběh iontové implantace [15]*



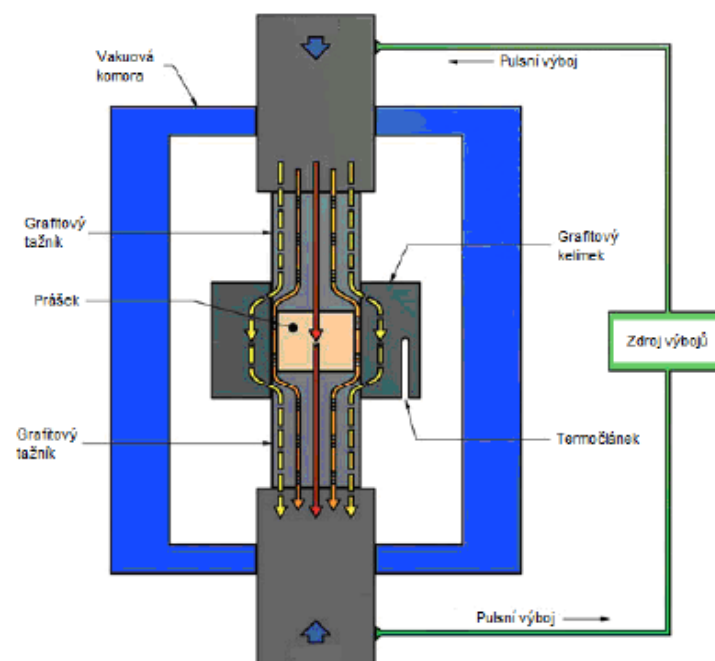
### b) Slinování plazmovým výbojem – SPS (Spark Plasma Sintering)

Tato metoda (Obr. 11) využívá zatížení jednoosým tlakem v kombinaci s pulzním napětím, které vytváří plazmový výboj. Jde o proces zhutnění kombinovaný se slinováním. Díky vysoké frekvenci pulzního napětí se výboj rozšíří v celém objemu prášku, tím je dosaženo vysoké teploty a požadovaného zhutnění. Tato metoda je vhodná pro elektricky

vodivé i nevodivé materiály. Výhodou metody SPS oproti izostatickému lisování je výrazně kratší výrobní čas. Jiskrové výboje plazmatu vznikají mezi jednotlivými povrchy práškových částic. Vzniká tak velmi vysoká teplota (až 10 000°C), díky čemuž se odpařují nečistoty na povrchu jednotlivých zrn a dochází ke spojování částic prášku. Proces probíhá velmi rychle, a to od několika minut do 1 hodiny. Tlakovým zatížením zde dochází k vyššímu zhutnění. Metoda SPS využívá grafitovou formu, ve které je umístěn prášek. Do grafitové formy je přiváděn pulzní stejnosměrný proud, který společně s tlakovým zatížením umožní proces slinování.

Například při výrobě součástí z titanových kompozitů se využívá rychlého ohřevu až 600°C za minutu. Slinování probíhá ve vakuové komoře s vodním chlazením, pomocí pulzů stejnosměrného napětí o délce 3,3 ms, při působení tlaků v rozmezí 150 až 200 MPa. Maximální možnou velikost použitého tlaku ovlivňují mechanické vlastnosti grafitové formy [16, 17, 18, 19].

*Obr. 11 Schéma metody SPS [20]*



### c) Žárové stříkání

Žárové stříkání je také užitečná technika povlakování pro zvýšení odolnosti proti korozi a opotřebení u biomedicínských kovových implantátů. Žárové stříkání je proces, ve kterém se roztavené nebo částečně roztavené částice nastříkají na povrch substrátu. Žárové stříkání může být rozděleno do mnoha kategorií podle používaných zdrojů energie pro

vytápění nebo tavení prachových částic, jako je plazmové stříkání, stříkání plamenem, autogenní postřík a tak dále. Existuje také široká škála keramických povlaků jako je například  $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-TiO}_2$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-Ni-Cr}$ ,  $\text{WC-Co}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a podobně, které byly studovány pro jejich tribologické vlastnosti. Avšak pouze  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{ZrO}_2$  povlaky byly testovány pro biomedicínské použití vzhledem k jejich dobré biokompatibilitě [21].

Další metoda, iontová nitridace, je popsána v následující subkapitole.

## 1.5 Použitá experimentální metoda

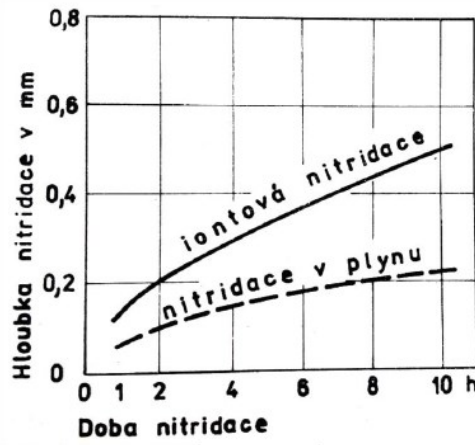
### Iontová nitridace

Principem iontové nitridace je ovlivnění struktury povrchové vrstvy. Iontová nitridace je někdy označována také jako plazmová nitridace nebo nitridace v doutnavém výboji. Pro sycení povrchu dusíkem je využíváno částečně ionizovaného plazmatu, které obsahuje ionty, elektrony a také značné množství neutrálních částic. Nitridované komponenty (katoda) jsou izolovaně umístěné ve vakuové nádobě (anoda). V nádobě je udržovaný podtlak se zředěnou směsí nitridačního plynu. Po zapojení stejnosměrného proudu o napětí 400 – 1000V vznikne mezi katodou a anodou elektrické pole o parametrech, aby odpovídalo oblasti anomálního doutnavého výboje. V elektrickém poli dochází ke štěpení plynu a ionizaci. Kladné ionty jsou urychlovány směrem k povrchu nitridovaných komponent. Při dopadu kladných iontů dusíku na součásti se část energie mění na teplo, tím jsou komponenty ohřívány. Nárazem jsou z povrchu vyráženy atomy železa a jiných prvků (odprašování), které se dále srážejí na ionty a kondenzují na povrchu součásti. Odsud pomocí difuze se dusík dostává do povrchu součásti. Část atomů dusíku při srážce s nitridovanými součástmi přímo vstupuje do povrchu.

Oproti klasickým způsobům nitridace má iontová nitridace značné výhody. Nitridovaná vrstva se vytváří rychleji, což umožňuje dvojnásobné až pětinasobné zkrácení doby nitridace (Obr. 12). Po iontové nitridaci má povrch vysokou tvrdost, odolnost proti opotřeбенí a teple, odolnost proti určitým prostředím, odolnost proti zadírání a vyšší mez únavy. Jedná se o ekologický proces bez znečištění a odpadů. Další výhodou jsou nižší náklady na zpracování. Na druhou stranu je tento proces technologicky náročný a je nutné dodržovat přísná technologická pravidla. [45, 46].



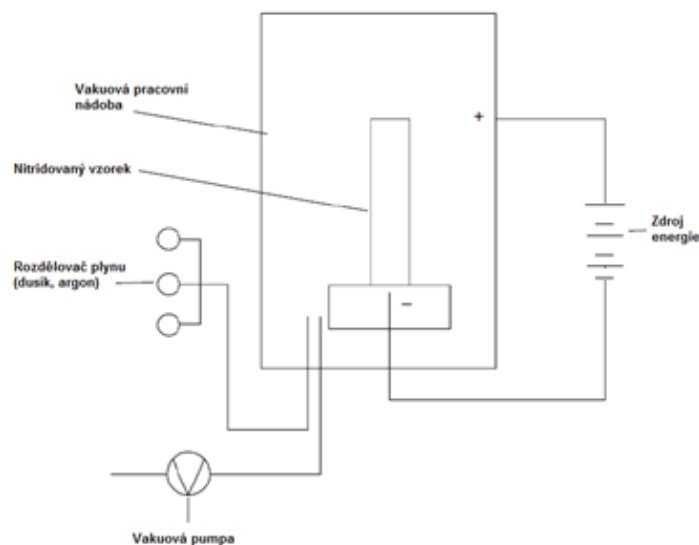
Obr. 12 Porovnání růstu nitrídační vrstvy[45]



### Zařízení pro iontovou nitridaci

Iontová nitridace probíhá v jednotkách pro iontovou nitridaci (Obr. 13), které se skládají z vakuové pracovní nádoby (recipient), vakuové pumpy, napájecí elektrické jednotky, elektronické řídicí jednotky a rozdělovače plynů. Vakuová pumpa má za úkol odčerpání vzduchu z prostoru vakuové pracovní nádoby (recipientu). Napájecí elektrická jednotka slouží jako zdroj stejnosměrného proudu. Řídicí jednotka zabezpečuje podmínky a průběh iontové nitridace. Rozdělovač plynů připravuje nitrídační atmosféru a dodává ji do prostoru vakuové nádoby. Jednotky pro iontovou nitridaci jsou v dnešní době už plně automatizované a musí splňovat určité podmínky, aby došlo k doutnavému výboji při vysokém proudu v recipientu a vytvoření nitrídační vrstvy o požadovaných vlastnostech. [45].

Obr. 13 Jednoduché schéma jednotky pro iontovou nitridaci [47]



## 1.6 Metody hodnocení nitrídané vrstvy

Metoda analýzy chemického složení povrchu (EDS) dává informace o procentuálním množství obsažených prvků v materiálu. Další subkapitoly popisují jednotlivé metody hodnocení nitrídané vrstvy: měření koeficientu tření, měření tvrdosti podle Rockwella, měření mikrotvrdosti podle Vickerse a měření nanotvrdosti a profilu tvrdosti do hloubky vrstvy. Podrobněji jsou tyto metody popsány v následujících subkapitolách.

### 1.6.1 Analýza chemického složení povrchu metodou užívající elektronového buzení (EDS)

Metody s elektronovým buzením se používají s výhodou v analytických elektronových mikroskopech, v systému TEM, STEM, nebo SEM, kde jsou elektrony primárně využity k vytváření obrazu. Při vstupu a pohybu urychlených elektronů s energií  $E_0$  (tzv. primárních elektronů) materiálem, např. v řádkovacím nebo prozařovacím elektronovém mikroskopu, dochází v materiálu k nepružným srážkám těchto elektronů s atomy materiálu. Přitom vzniká kromě jiných produktů i rtg. záření. Záření můžeme rozdělit na záření charakteristické pro daný druh atomů ve formě spektrálních čar, tj. nespojitě, a brzdné, které je „bílé“, tj. spojitě. Vlnové délky příp. energie jednotlivých spektrálních čar (píků) charakteristického záření odpovídají rozdílům energií vazebních elektronů a jsou charakteristické pro jednotlivé prvky. Jednotlivé píky tvoří série nazvané podle elektronových hladin v atomech, na kterých byla vytvořena vakance. Energie nutná pro vznik rtg. záření odpovídající série se nazývá kritická energie  $E_c$ , příp. energie absorpční hrany  $E_{ab}$ . Jestliže energie elektronů je větší než  $E_c$ , vznikají všechny linie dané série. Maximální energie emitovaného rtg. záření je rovna energii primárních elektronů, která je v SEM obvykle 10 – 30 keV, takže u těžších prvků nemusí být ve spektru čáry všech sérií. Pokud je vyzařované charakteristické záření detekováno vhodným detektorem a analyzováno ve spektrometru (analysátoru), která záření rozdělí podle energie nebo vlnové délky, je jej možno využít pro určení prvkového složení materiálu.

#### Detekce a analýza rentgenového záření

Pro detekci a analýzu rtg. záření ze vzorku se užívají dva základní systémy: první rozděljuje elektrony podle energie (EDS), druhý rozděljuje elektrony podle vlnové délky (WDS). V energetickém disperzním systému (EDS) je vznikající rtg. záření zachycováno detektorem (Obr. 14) umístěným ve vakuové komoře mikroskopu co nejbližší vzorku. Detektor je chlazen kapalným dusíkem a je od evakuovaného prostoru se vzorkem oddělen

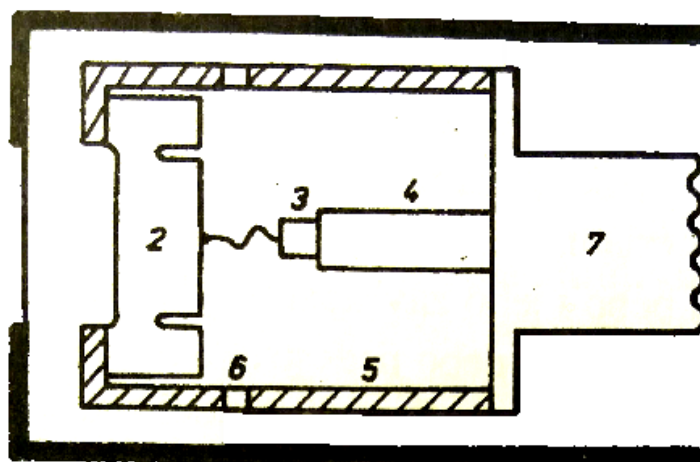
obvykle beryliovým nebo plastovým okénkem. Nejčastěji používaný detektor je tvořen krystalem čistého křemíku, dopovaným Li (tzv. Si(Li) detektor). V detektoru jsou fotony přeměněny na elektrický signál tak, že rtg. foton, který vletí do detektoru, vyvolá přechod elektronů do vodivostního pásu Si, vzniklý náboj se sebere elektrodami na povrchu krystalu a vytvoří elektrický puls. Tento puls se přiřadí ve spektru určité hodnotě na ose x. Střední počet elektronů a tedy i velikost pulsu je úměrná energii fotonu, díky statistickým odchylkám při buzení elektronů v detektoru má pík vytvořený ve spektru určitou danou šířku. Ta je závislá na energii fotonů a je měřítkem kvality detektoru.

V další části zařízení, mnohokanálovém analyzátoru, jsou pulsy rozděleny podle velikosti a vytvořeno spektrum. Spektrum má na vodorovné ose energii rtg. fotonů, na svislé ose počet fotonů s danou energií (Obr. 15). To je důvod, proč se tento systém nazývá energeticky disperzní (EDS). Spektrum je tvořeno píky charakteristického záření prvků přítomných v materiálu a pozadím vytvořeným brzdným zářením. Detekce tímto způsobem se také nazývá paralelní detekce.

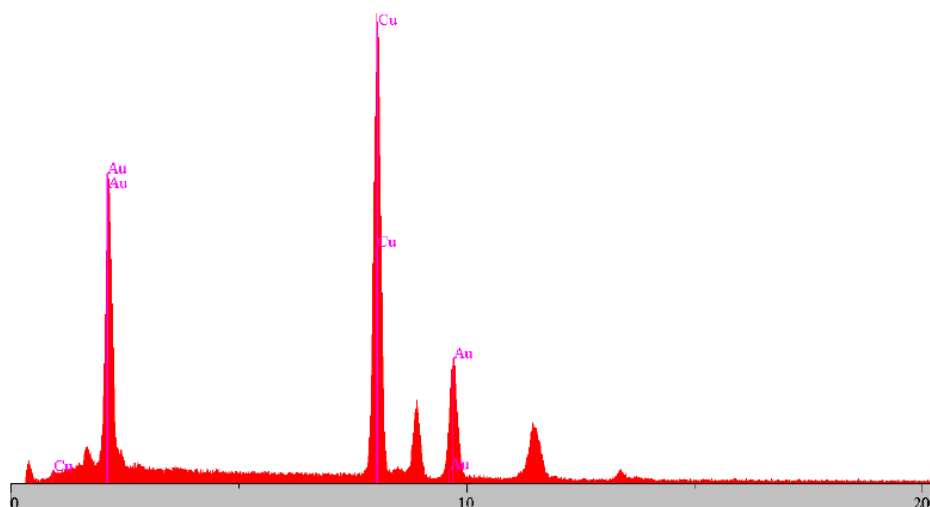
### Použití elektronové mikroanalýzy

Pokud určíme energii píků ve změřeném spektru, můžeme provést tzv. kvalitativní analýzu a určit prvky obsažené v materiálu. Kvantitativní analýza je založena na faktu, že intenzita příp. počet pulsů v píku je v prvním přiblížení úměrná koncentraci prvků v interakčním objemu, pro homogenní materiál pak koncentraci v celém objemu. Za koncentraci považujeme obvykle hmotnostní zlomek sledovaného prvku [22].

*Obr. 14 EDS detektor rentgenového záření [22]*



*Obr. 15 Příklad EDS spektra (zlatem pokovená latexová kulička na povrchu měděné podložky) [41]*



### 1.6.2 Měření koeficientu tření (metoda „PIN-on-DISC“)

Zařízení pro provádění testů metodou „PIN-on-DISC“ se nazývá tribometr a je konstruován tak, aby část, kde dochází k měření, nebyla ovlivněna podmínkami okolního prostředí. K tomu slouží ochranný kryt, uvnitř kterého se sleduje teplota a vlhkost vzduchu. Nejdůležitější částí zařízení je elastické rameno, v němž je uchycen přípravek, do kterého se vkládá „PIN“ tělísko (kulička, váleček). Nezbytnou součástí je i třecí snímač. Koeficient tření mezi tělískem a diskem je určován během testu měřením odchylky elastického ramene. Disk se vkládá do sklíčidla, které se otáčí zvolenou rychlostí. Na rameno je možné ukládat zatížení od 0,25 N do 60 N.

Výsledky rozsahu opotřebení a průběh koeficientu tření jsou závislé na těchto parametrech:

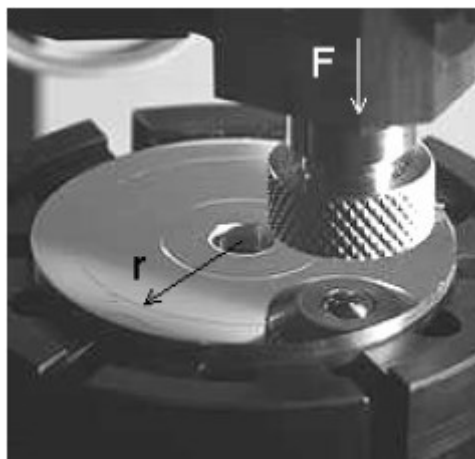
- zatěžující síla
- velikost styčné plochy (geometrie „PIN“ tělíska)
- relativní rychlost pohybu mezi kuličkou a vzorkem
- počet cyklů
- teplota povrchu vzorku
- použití definovaného prostředí (mazací látky)
- stav a kvalita povrchu vzorku
- mechanické a fyzikální vlastnosti materiálu vzorku i kuličky

### Princip metody „PIN-on-DISC“

Při analýze „PIN-on-DISC“ je na povrch vzorku ve tvaru disku přiloženo „PIN“ tělíčko, které je v určité zvolené vzdálenosti od středu vzorku ( $r$ ) zatíženo definovanou silou ( $F$ ). Disk se začne otáčet zvolenými otáčkami a vykoná předem stanovený počet kol. „PIN“ tělíčko tak vytvoří na povrchu vzorku stopu, jež je analyzována (hloubka, tvar, okolí apod.) (Obr. 16).

Stanovení parametrů zkoušky je třeba věnovat velkou pozornost. Mezi nejčastější problémy patří použití „PIN“ tělíška z vhodného materiálu. Ocelová kulička (ČSN 14 109) je nejdostupnější a z tohoto důvodu také nejpoužívanější. Vážný problém nastává při analýze tvrdých vzorků například ze slinutých karbidů opatřených otěruvzdornou vrstvou. Zde je vhodné použít kuličku z tvrdšího materiálu nebo jiný tvar tělíška (váleček). Dalším používaným materiálem pro „PIN“ tělíška je keramika [23].

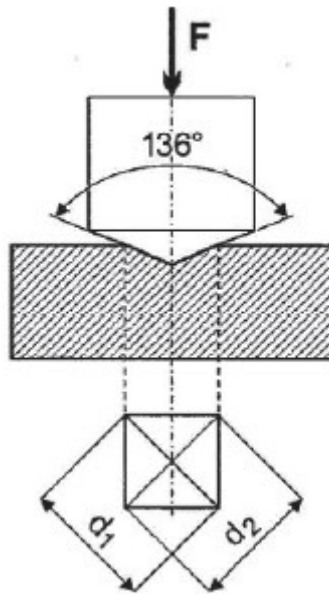
*Obr. 16 Analýza „PIN-on-DISC“ [23]*



### 1.6.3 Měření tvrdosti podle Vickerse

Princip zkoušky tvrdosti podle Vickerse (ČSN EN ISO 6507) spočívá ve vtláčování diamantového pravidelného čtyřbokého jehlanu do povrchu tělesa zkušebním zatížením  $F$ . Po odlehčení se změří délky úhlopříček vtisku  $d_1$  a  $d_2$  (Obr. 17) a vypočte se jejich aritmetický průměr  $d$ . Tloušťka zkoušeného vzorku musí být alespoň  $1,5d$ . Vzdálenost mezi středy dvou sousedních vtisků u ocelí, mědí a jiných slitin musí být alespoň  $3d$ . Doba plného zkušebního zatížení je 10 až 15 sekund. V Tab. 3 jsou uvedeny rozsahy zkušebního zatížení při zkoušce dle Vickerse [24].

*Obr. 17 Schéma zkoušky tvrdosti podle Vickerse [24]*



Vzorec pro výpočet tvrdosti podle Vickerse:

$$HV = 0,1891 \frac{F}{d^2}$$

*Tab. 3 Rozsahy zkušebního zatížení při zkoušce dle Vickerse [24]*

Rozsahy zkušebních zatížení $F$ [N]	Značka tvrdosti	Název
$F \geq 49,03$	$\geq HV 5$	Zkouška tvrdosti podle Vickerse
$1,961 \leq F < 49,03$	HV 0,2 až $< HV 5$	Zkouška tvrdosti podle Vickerse při nízkém zatížení
$0,09807 \leq F < 1,961$	HV 0,01 až $< HV 0,2$	Zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse

Tvrdot podle Vickerse se zapisuje hodnotou tvrdosti, za kterou následují písmena HV a číslice charakterizující velikost zkušebního zatížení v kilopondech. Pokud byla použita jiná doba zatížení než 10 až 15 s, následuje za lomítkem ještě použitá doba zátěže v sekundách. [24].

## 1.6.4 Měření tvrdosti podle Rockwella

Princip zkoušky spočívá ve vtlačování diamantového kuželu nebo kuličky z tvrdokovu do povrchu zkušební tělesa ve dvou krocích za předepsaných podmínek. V Tab. 4 jsou stupnice Rockwella, které se v technické praxi používají nejvíce.

*Tab. 4 Stupnice podle Rockwella [24]*

Stupnice tvrdosti podle Rockwella	Zkouška tvrdosti	Typ vnikacího tělesa	Předběžné zkušební zatížení F0 [N]	Přídavné zkušební zatížení F1 [N]	Celkové zkušební zatížení F [N]	Oblast použití (tvrdost podle Rockwella)
A	HRA	diamantový kužel	98,07	490,3	588,4	20 – 88 HRA
B	HRB	kulička 1,587 mm	98,07	882,6	980,7	20 – 100 HRB
C	HRC	diamantový kužel	98,07	1373	1471	20 – 70 HRC

Ploušťka zkušební vzorku musí být pro kuželová vnikací tělesa alespoň desetinásobek trvalé hloubky vtisku a pro tělesa ve tvaru kuličky alespoň patnáctinásobek trvalé hloubky vtisku. Vzdálenosti mezi středem dvou sousedících vtisků musí být alespoň čtyřnásobek průměru vtisku (nejméně však 2 mm). Vzdálenost středu každého vtisku od okraje zkušební tělesa musí být nejméně 2,5násobek vtisku (nejméně 1 mm) [24].

## 1.6.5 Měření nanotvrdosti a profilu tvrdosti do hloubky vrstvy

Nanotvrdost je tvrdost materiálu, která je zjištěna při extrémně nízkých hodnotách zatížení (až 1 nN). Vtisky vytvořené při takovémto zatížení mají často rozměry menší než 100 nm. Princip měření je velmi podobný principu měření u mikrotvrdosti, rozdílem je pouze snížení zatížení a zmenšení hloubky vtisku. Podstatou měření je zatěžování indentoru, které je ovládáno elektromagnetem. Elektromagnet musí být pro tuto činnost náležitě kalibrován. Indentory používané pro nanotvrdost jsou vyrobené z diamantu obvykle s tří- nebo čtyřbokým jehlanem podle Berkoviche nebo Vickerse. Výsledky měřené tvrdosti jsou definovány jako

zatížení dělené průmětem vpichu do roviny povrchu, které zanechá hrot v materiálu po odlehčení.

Plocha vpichu je závislá s hloubkou vniku  $h$  podle vztahu:

$$h_{ef} = \frac{\sqrt{A}}{24,5}$$

kdy  $A$  je průmětem plochy vtisku, který platí pro indentor Berkoviche a Vickerse. Hloubka vniku indentoru se značí jako  $h_{ef}$  a hloubka měřená přístrojem jako  $h_p$ . Tyto zmíněné hodnoty musíme zjistit experimentální metodou. Pomocí nanotvrdoměru je možné měřit další faktory důležité pro určené charakteristiky materiálu, např. modul pružnosti, plasticitu, elasticitu a vnitřní pnutí materiálu, které souvisí s modulem pružnosti.

Přístroj je umístěn v ochranné skříni kvůli potlačení vnějších vlivů, které mohou ovlivnit měření. Ukázka takového zařízení je uvedena na Obr. 18. [25, 26].

**Obr. 18** Nanoindentor Nanotest [27]





## 2 Experimentální část

Experimentální část bakalářské práce se zabývá užitím iontové nitridace ke zlepšení tribologických vlastností materiálu Co-Cr-Mo ISO 5832-12 (Wrought Co-Cr-Mo alloy). Tyto vlastnosti jsou ověřovány metodami pro hodnocení nitridované vrstvy. Naměřené hodnoty mezi povrchem upraveným iontovou nitridací a povrchem neupraveným jsou následně porovnány.

Cílem experimentální části je změření hodnot koeficientu tření a otěru a kvantitativní posouzení změn vlastností studovaného materiálu po iontové nitridaci a dále vhodnosti iontové nitridace pro toto zlepšení.

### 2.1 Příprava vzorků

Použité vzorky byly ve tvaru disku o průměru 28,5 mm a tloušťce 4,5 mm v počtu 15 kusů. Nejprve byly vzorky nalepeny na upínací válečky pro lepší manipulaci se vzorky při broušení a leštění. Tyto vzorky byly broušeny na automatické kotoučové brusce (Leco GPX300, USA), kdy byly postupně použity brusné papíry s hrubostí 120, 180, 240, 400, 600, 800, 1000, 1200 a nakonec 2000. Po broušení byly vzorky leštěny leštícím kotoučem na automatické kotoučové brusce (Leco GPX300, USA) až do zrcadlového povrchu. Jako leštící roztok byl použit roztok  $\text{Si(OH)}_2$  (Leco, USA). Automatická bruska a nádoba s leštícím roztokem jsou zobrazeny na Obr. 19. Po odstranění vzorků z upínacích válečků byly vzorky rozděleny do 3 skupin A, B a C po 5 kusech. Skupina A pro vzorky bez úpravy, skupina B pro vzorky pro iontovou nitridaci a skupina C pro vzorky pro další možné budoucí úpravy povrchu. Všechny vzorky byly označeny římskými číslicemi I až V.

Speciálně pro měření nanotvrdosti byl vzorek ze skupiny A a vzorek ze skupiny B příčně rozříznut na přesné pile (MTH MIKRON 3000, ČR). Odříznutá část byla v obou případech zatavena do bakelitu na montážním lisu (Leco PR-4X, USA) tak, aby po lisování byla viditelná právě odříznutá část vzorku. Takto zalisované vzorky byly broušeny na automatické kotoučové brusce (Leco GPX300, USA), kdy byly postupně použity brusné papíry s hrubostí 60, 320, 500, 1000 a nakonec 2500. Po broušení byly vzorky leštěny leštícím kotoučem na automatické kotoučové brusce (Leco GPX300, USA) až do zrcadlového povrchu. Jako leštící roztok byl opět použit roztok  $\text{Si(OH)}_2$  (Leco, USA).

*Obr. 19 Automatické bruska Leco GPX300 a nádoba s leštícím roztokem Leco Si (OH)<sub>2</sub> [fotografy autora BP]*



## 2.2 Postup iontové nitridace

Vzorky byly nitridovány v povlakovacím zařízení Flexicoat 850 (Hauzer, Holandsko). Proces byl proveden ve třech krocích. Prvním krokem bylo zahřátí ve vakuu, druhým krokem bylo čištění za použití argonu a třetím krokem byla samotná iontová nitridace při těchto parametrech:

Teplota: 530°C  
Doba nitridace: 4 hodiny  
Předpětí: 100V  
Proud výboje: 60A  
Průtok Ar: 60 sccm/min  
Průtok N: 60 sccm/min

## 2.3 Postup a podmínky měření

### 2.3.1 Analýza povrchu metodou EDS

Na vzorku A byla provedena analýza povrchu pod mikroskopem. Tato analýza byla provedena na elektronovém mikroskopu (SEM) JSM 7600F (LEOL, Ltd., Japonsko) se systémem EBSD a EDS analýzou. Kvantitativní analýza složení metodou EDS byla provedena při urychlovacím napětí 10 keV. V tomto případě analýza probíhá přibližně do hloubky 1 – 2  $\mu\text{m}$  [22]. Byla prováděna analýza bodová a plošná. U plošné byl analyzován

celý, pod mikroskopem viditelný obraz, kdežto u bodové byly analyzovány vybrané fáze na vzorku (šedá skvrna, bílá skvrna, atd.).

### 2.3.2 Měření koeficientu tření metodou „PIN-on-DISC“ a otěru

Zkouška otěruvzdornosti byla provedena na jednom vzorku A a B. Zkouška byla provedena na vysokoteplotním tribometru (CSM THT, Švýcarsko). Jako protikus byla použita ložisková kulička z ocele (100C6) o průměru 6 mm a vzorek i kulička byla před samotnou zkouškou očištěna acetonem.

Na vzorku A byla zkouška otěruvzdornosti provedena na kruhové dráze o průměru 10 mm.

Na vzorku B byla zkouška otěruvzdornosti provedena na kruhové dráze o průměrech 3 a 10 mm.

Nastavení tribometru pro dráhu kruhu o průměru 3 mm:

Rychlost: 4 cm/s

Zatížení: 5,0 N

Počet otáček: 5000

Nastavení tribometru pro dráhu kruhu o průměru 10 mm:

Rychlost: 10 cm/s

Zatížení: 5,0 N

Počet otáček: 5000

Měření probíhalo za pokojové teploty (20°C).

Po zkoušce otěruvzdornosti byly oba vzorky měřeny na optickém profilometru (Zygo NewView 7200, USA) na FEL ČVUT (prof. Rudolf Novák, DrSc.). U obou vzorků se měřil profil dráhy o průměru 10 mm. Metodou popsanou v kapitole 2.5.2 byla zjištěna velikost úběru při tribologické zkoušce a následně vypočtena velikost otěru, příp. specifického otěru materiálu. Pro výpočet specifického otěru byl použit vzorec:

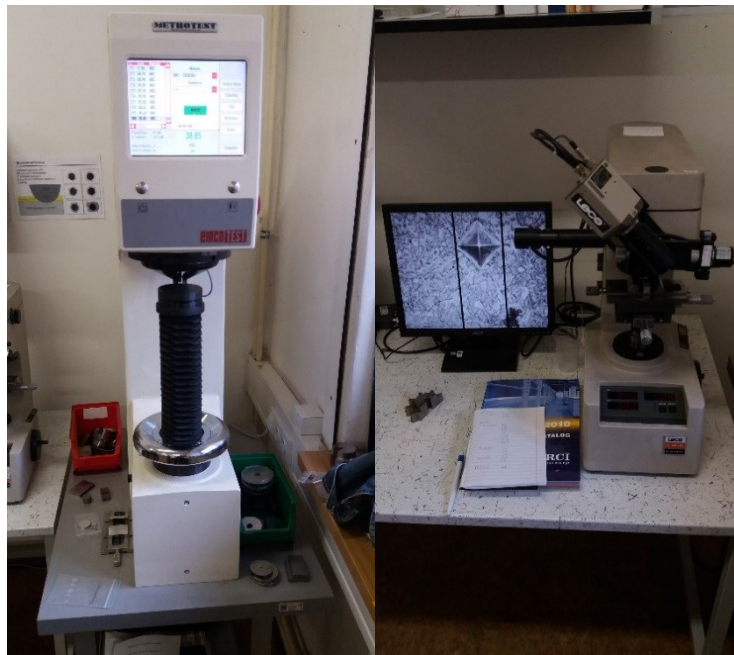
$$w = \frac{V_0}{l \cdot F}$$

kdy  $V_0$  je celkový objem ubraného materiálu,  $l$  je celková uběhnutá dráha kuličky v metrech a  $F$  je zatížení. [44].

### 2.3.3 Měření tvrdosti podle Rockwella a mikrotvrdomosti podle Vickerse

Zkoušku tvrdosti byla prováděna na tvrdoměru pro tvrdost podle Rockwella (EMCOTEST M4C, ČR) a poté byla provedena zkouška mikrotvrdomosti na tvrdoměru pro mikrotvrdomost podle Vickerse (Leco M-400-G1, USA). Oba tvrdoměry jsou zobrazeny na Obr. 20.

*Obr. 20 Tvrdoměr pro zkoušku podle Rockwella (EMCOTEST M4C, ČR) a tvrdoměr pro zkoušku mikrotvrdomosti podle Vickerse (Leco M-400-G1, USA) [fotózáznam autora BP]*



Na Obr. 21 a 22 jsou znázorněny automatické výstupy výsledných tvrdosti u zkoušky podle Rockwella a Vickerse.

*Obr. 21 Automatický výstup výsledné tvrdosti u zkoušky podle Rockwella [fotózáznam autora BP]*



*Obr. 22 Automatický výstup výsledné mikrotvrdomosti u zkoušky podle Vickerse [fotografická zpráva autora BP]*



### Parametry tvrdoměru HRC

Předzatížení: 98,10 N

Hlavní zatížení: 1471,50 N

Doba předzatížení: 1 s

Doba hlavního zatížení: 4s

### Parametry tvrdoměru HV pro mikrotvrdomost

Zatížení: 100 p, 200 p, 300 p, 500 p

## **2.3.4 Měření nanotvrdomosti**

Měření nanotvrdomosti bylo prováděno na nanotvrdoměru s hrotem typu Berkovich (Nanotest, UK). Podle předpokladu, že tvrdost na vzorku A bude po celé ploše řezu konstantní, bylo provedeno 7 vtisků. Na vzorku B bylo provedeno 45 vtisků ve směru z hloubky vzorku na povrch. Zkouška sama o sobě je velice pomalá, proto byly nastaveny pouze základní parametry a zkouška probíhala automaticky bez přítomnosti obsluhy.

### Parametry zkoušky:

Zatížení: < 70 mN

Hloubka vtisku:  $\leq 500$  nm

Vzdálenost vtisků u vzorku A: 20  $\mu$ m

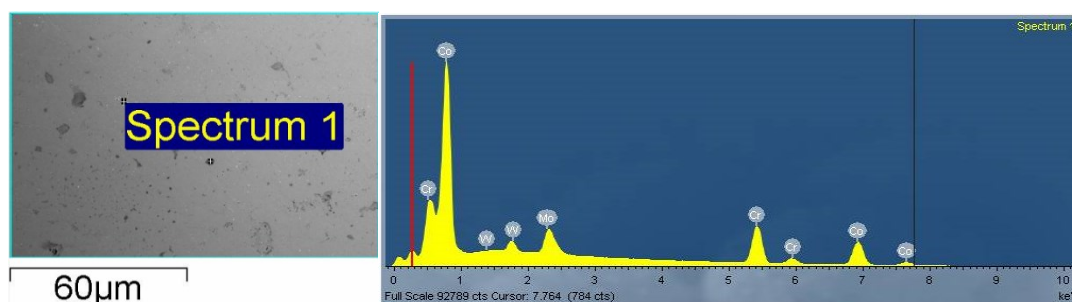
Vzdálenost vtisků u vzorku B:  $\sim 3,3$   $\mu$ m

## 2.4 Výsledky měření

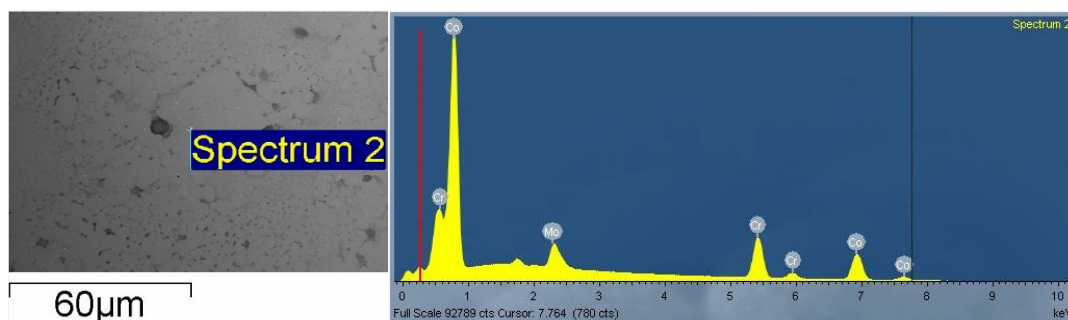
### 2.4.1 EDS

Kvalitativní analýza povrchu byla provedena pouze na jednom vzorku A. Při analýze byly nalezeny tyto prvky: kobalt – Co, chrom – Cr, molybden – Mo a wolfram – W. Byly prováděny dva typy analýzy – bodová, z vybraného bodu na pozorovaném povrchu, a plošná, z celého zorného pole. Výsledky kvantitativní analýzy vzorku typu A uvedené v Tab. 5 ukazují, že ve spektrech 2,3,4 a 5 zdnalivě není obsažen wolfram. Z Obr. 23, 24, 25, 26, 27 je ale patrné (pík v přibližně 1,7 keV), že wolfram ve spektrech obsažený je. Tato situace vznikla nejspíše nezahrnutím wolframu mezi vyhodnocované prvky, tedy jako chyba programu nebo obsluhy.

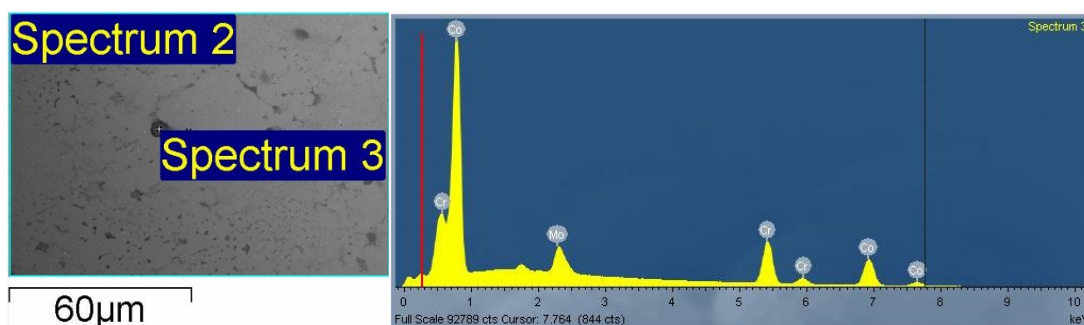
*Obr. 23 Bodová analýza šedé fáze a spektrum 1 [výstup z měřicího přístroje]*



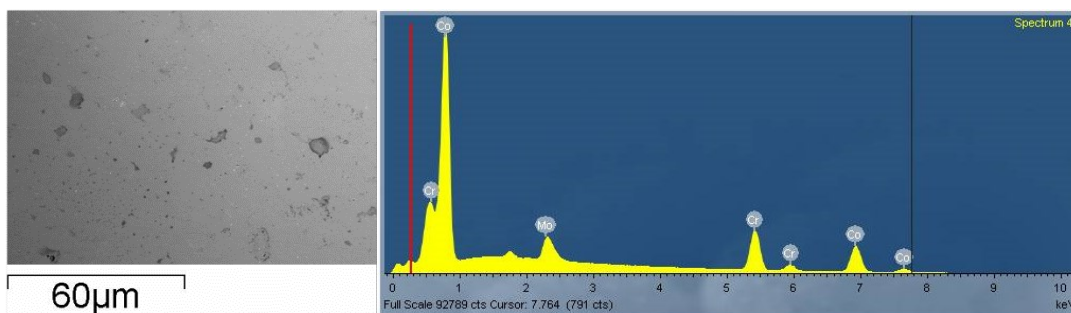
*Obr. 24 Bodová analýza bílé fáze a spektrum 2 [výstup z měřicího přístroje]*



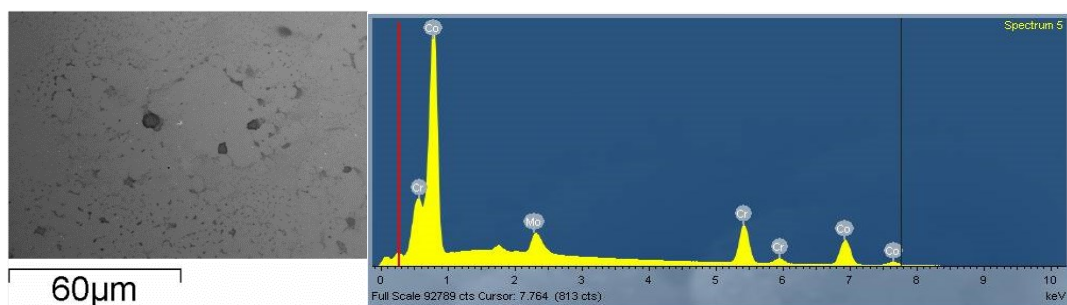
*Obr. 25 Bodová analýza černé fáze a spektrum 3 [výstup z měřicího přístroje]*



**Obr. 26** Plošná analýza a spektrum 4 [výstup z měřicího přístroje]



**Obr. 27** Plošná analýza a spektrum 5 [výstup z měřicího přístroje]



**Tab. 5** Obsah prvků v jednotlivých spektrech [autor BP]

Spektrum	Cr [%]	Co [%]	Mo [%]	W [%]
Spectrum 1 (bodové)	37,51	59,31	2,85	0,34
Spectrum 2 (bodové)	33,98	63,55	2,48	-
Spectrum 3 (bodové)	32,82	64,88	2,30	-
Spectrum 4 (plošné)	33,15	64,32	2,52	-
Spectrum 5 (plošné)	33,03	64,44	2,53	-

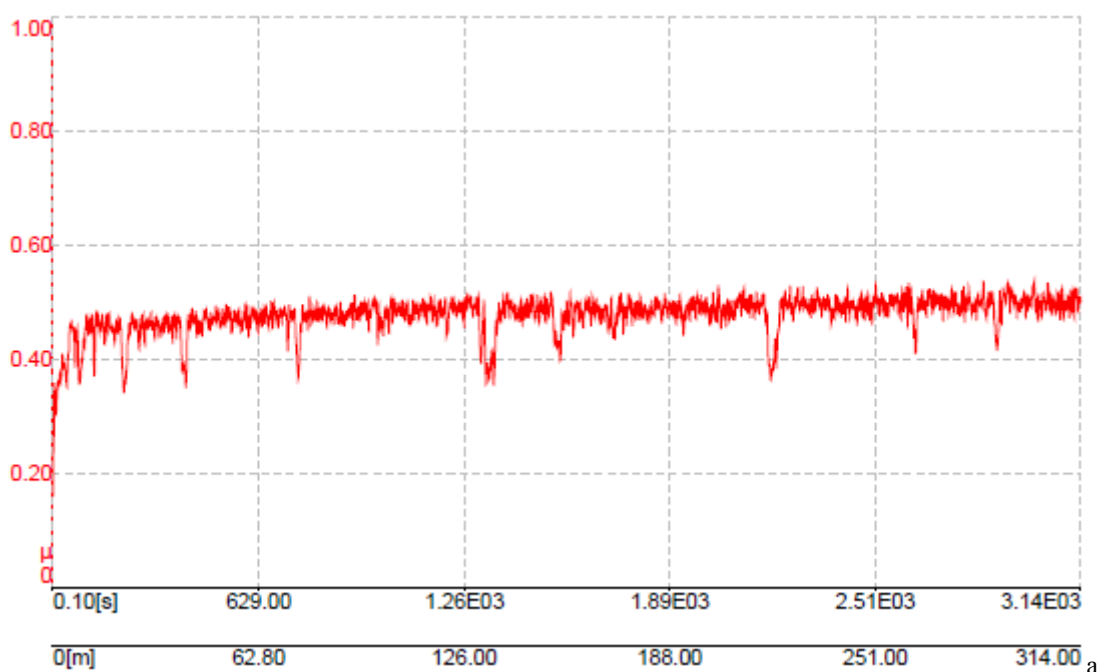
## 2.5 Měření koeficientu tření metodou “PIN-on-DISC” a otěru

### 2.5.1 Metoda „PIN-on-DISC“

#### Vzorek A

Grafické znázornění průběhu zkoušky na vzorku A je uvedeno na Obr. 28. Průměrná hodnota koeficientu tření vzorku A je uvedena v Tab. 6.

*Obr. 28 Závislost koeficientu tření  $\mu$  na čase (horní osa X) a na proběhnuté dráze (dolní osa X), průměr kruhu 10 mm [výstup z měřicího přístroje]*



*Tab. 6 Průměrná hodnota koeficientu tření u vzorku A (bez úpravy) [autor BP]*

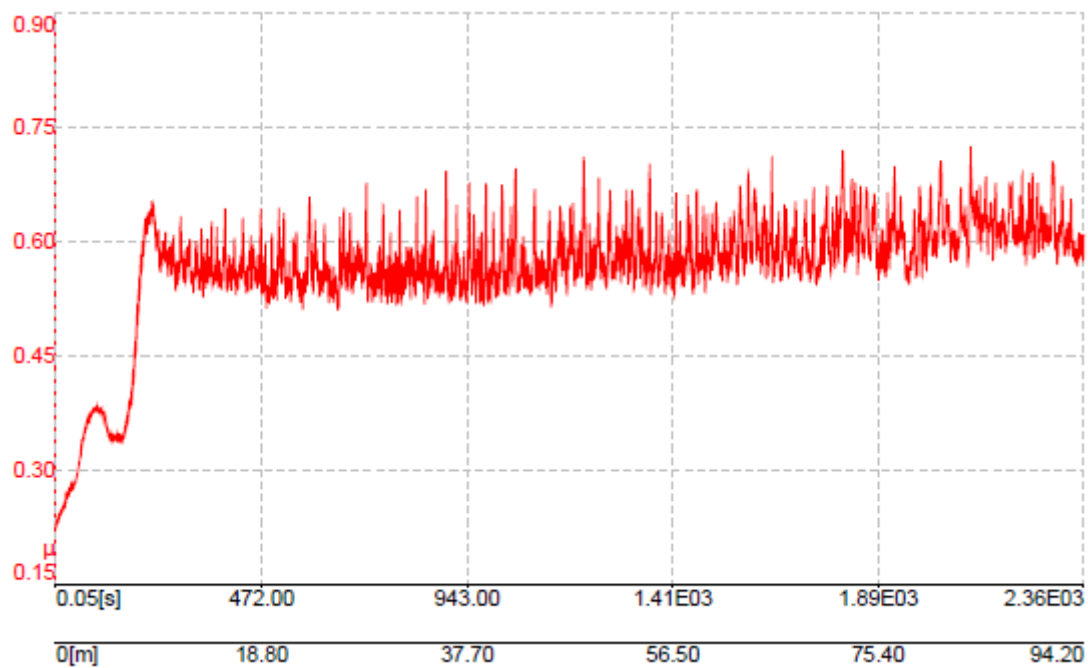
Průměr kruhu [mm]	Koeficient tření $\mu$
10	0,478

#### Vzorek B

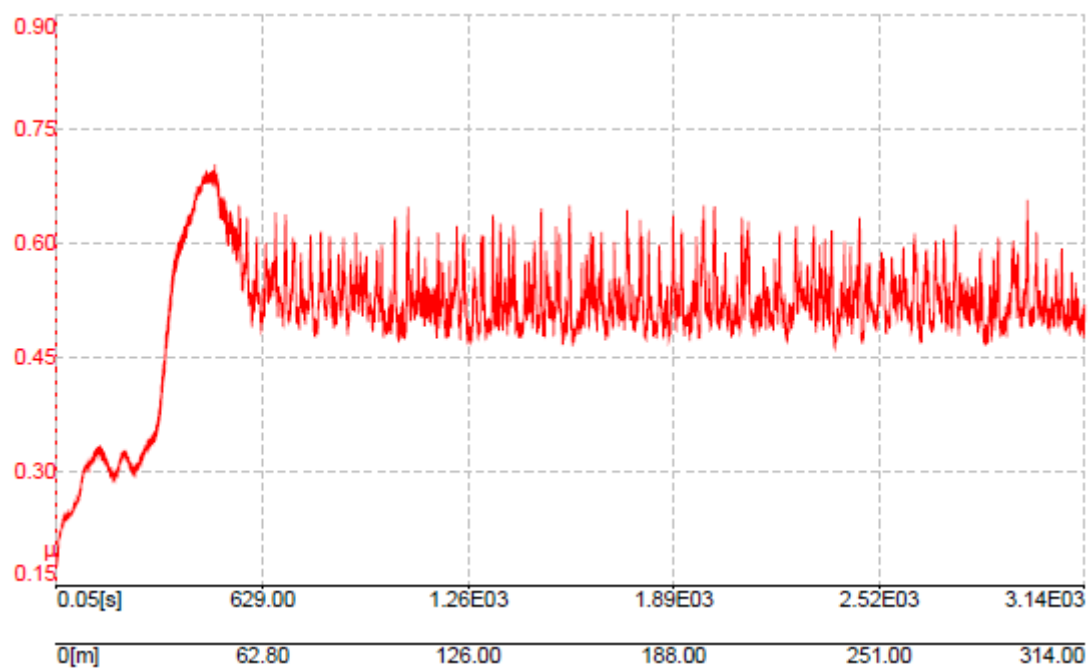
Grafická znázornění průběhů zkoušky na vzorku B jsou uvedena na Obr. 29 a 30. Průměrná hodnoty koeficientu tření vzorku B jsou uvedeny v Tab. 7.



**Obr. 29** Závislost koeficientu tření  $\mu$  na čase a proběhnuté dráze, průměr kruhu 3 mm  
[výstup z měřicího přístroje]



**Obr. 30** Závislost koeficientu tření  $\mu$  na čase a proběhnuté dráze, průměr kruhu 10 mm  
[výstup z měřicího přístroje]



**Tab. 7** Průměrná hodnota koeficientu tření u vzorku B (po iontové nitridaci) [autor BP]

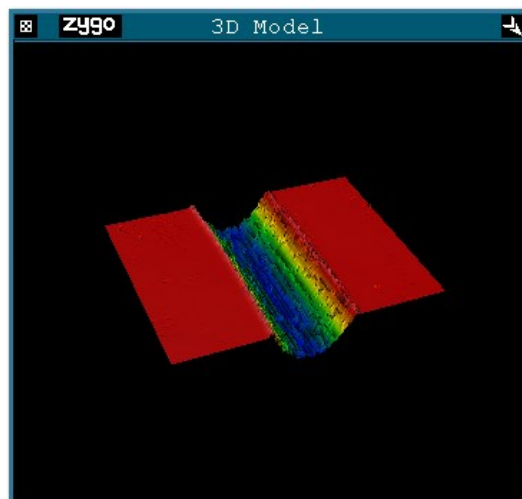
Průměr kruhu [mm]	Koeficient tření $\mu$
3	0,566
10	0,510

## 2.5.2 Měření úběru materiálu a výpočet specifického otěru

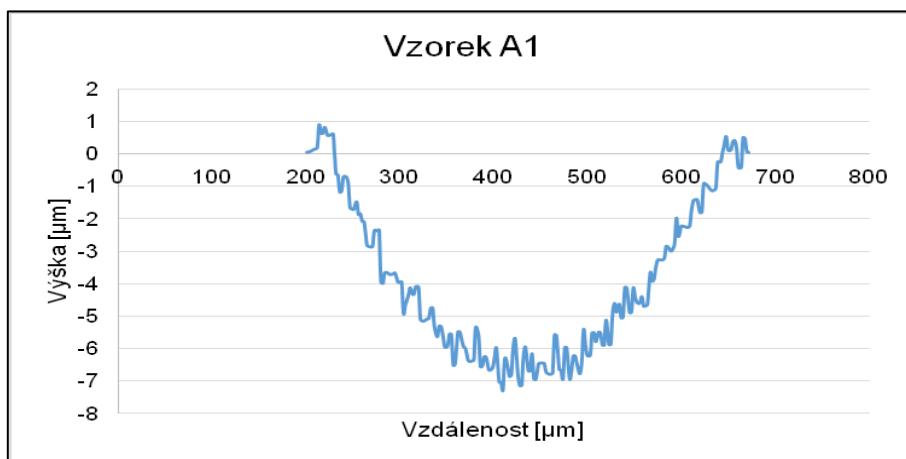
### Vzorek A

Modely profilů drážek vzorku A z optického profilometru Zygo jsou uvedeny na Obr. 31 a 33. Grafické modely profilů drážek sloužící k výpočtu objemu ubraného materiálu jsou na Obr. 32 a 34. Drážka na vzorku A byla měřena ve dvou místech, proto A1 a A2.

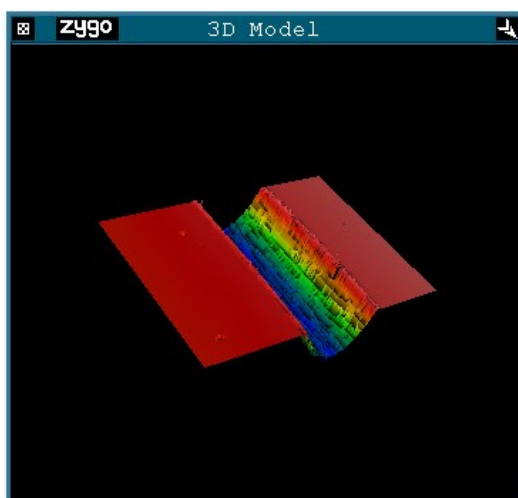
**Obr. 31** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (A1)  
[výstup z měřicího přístroje]



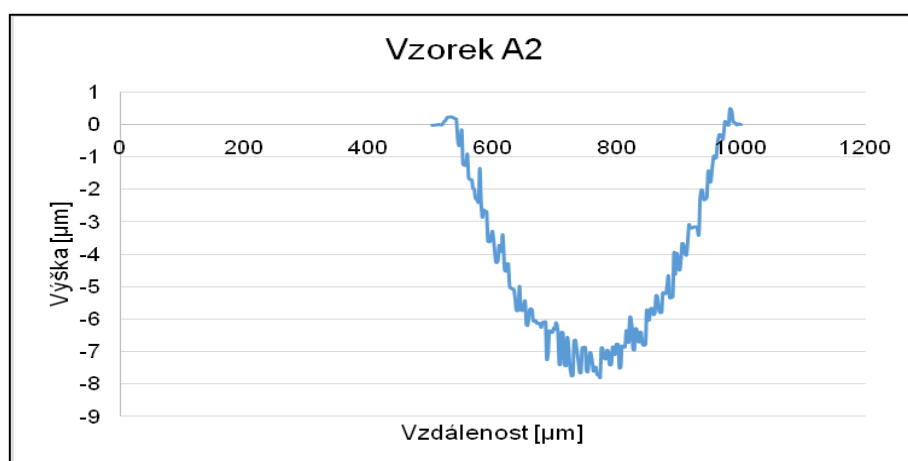
**Obr. 32** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (A1)[autor BP]



**Obr. 33** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (A2)  
[výstup z měřicího přístroje]



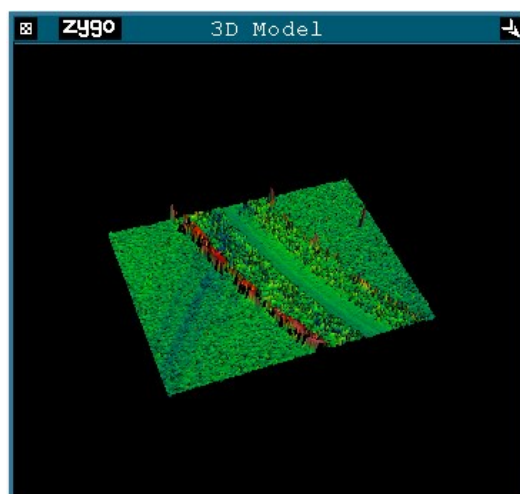
**Obr. 34** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (A2)  
[autor BP]



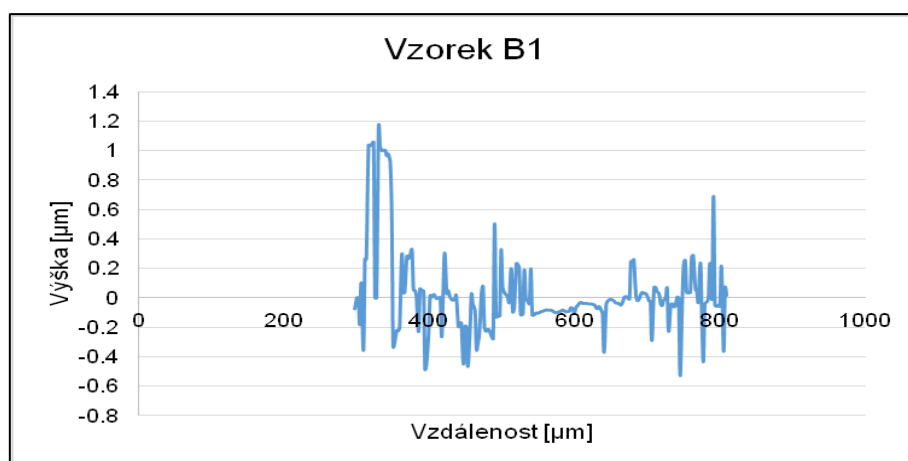
### Vzorek B

Modely profilů drážek vzorku B z optického profilometru Zygo jsou uvedeny na Obr. 35, 37 a 39. Grafické modely profilů drážek sloužící k výpočtu objemu ubraného materiálu jsou na Obr. 36, 38 a 40. Drážka na vzorku B byla měřena ve třech místech, proto B1, B2 a B3.

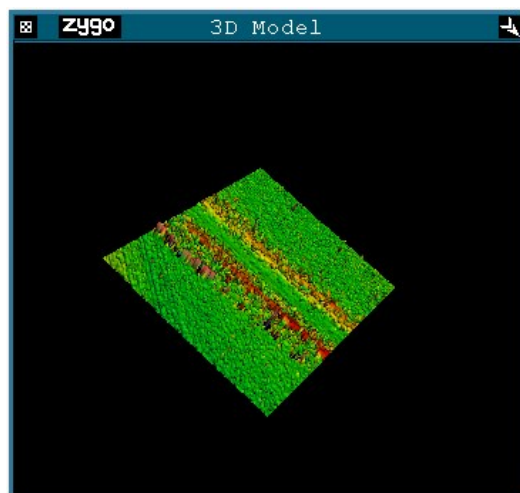
**Obr. 35** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (B1)  
[výstup z měřicího přístroje]



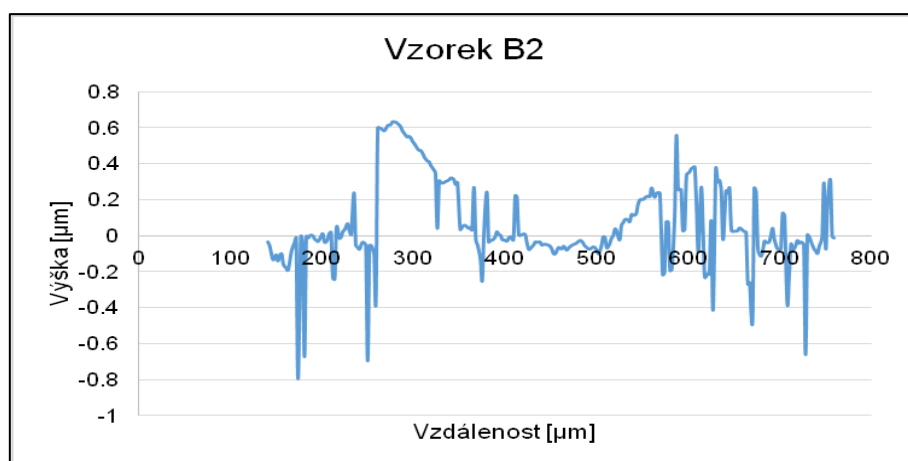
**Obr. 36** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (B1)  
[autor BP]



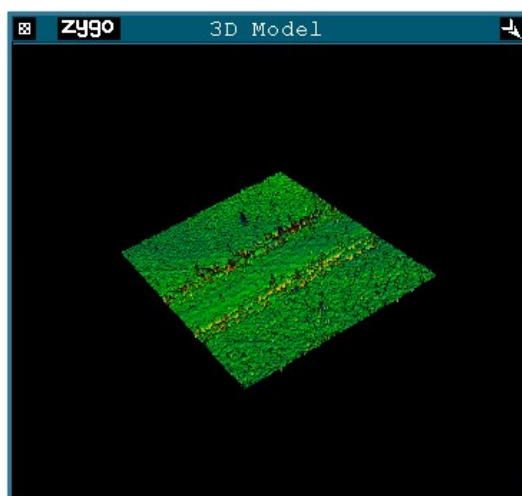
**Obr. 37** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (B2)  
[výstup z měřicího přístroje]



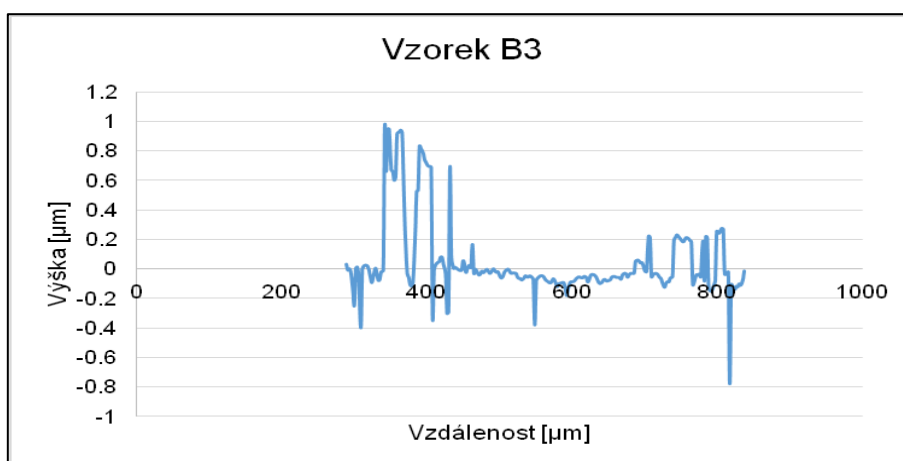
**Obr. 38** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (B2)  
[autor BP]



**Obr. 39** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (B3)  
[výstup z měřicího přístroje]



**Obr. 40** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (B3)  
[autor BP]



### Výpočet úběru materiálu a specifického otěru

Vychází se z obrázků 31, 33, 35, 37 a 39, kdy data z měření byla převedena do textového souboru. Tato data byla dále převedena do Excelu, kde byla vytvořena grafická znázornění profilů (obrázky 32, 34, 36, 38 a 40). K uvedeným výsledkům v Tab. 8 a 9 se došlo pomocí numerické integrace, kdy byl tvar profilu nahrazen obdélníky, u kterých se vypočítal obsah. Tyto obsahy byly poté sečteny a celkový součet pak tvořil hrubý obsah celého profilu S. Pro vyšší přesnost výsledku, byly k výpočtům použity pouze záporné

hodnoty, tedy hodnoty, které by nám měly ukazovat ubraný materiál a ne okolní nános materiálu (tzv. debris).

Objem odebraného materiálu  $V_0$  byl vypočítán jako obvod kružnice ( $2\pi R$ ), vynásobeno obsahem profilu S.

Otěr byl vypočítán podle vzorce pro specifický otěr, který je uvedený výše. Všechny výpočty a grafy byly provedeny pomocí Excelu. Zpracované výsledky jsou v Tab. 8 a 9.

### Vzorek A

*Tab. 8 Celkový úběr materiálu a výsledný otěr vzorku A [autor BP]*

Profil	A1	A2	Průměr
Úběr materiálu [ $\text{mm}^3$ ]	0,058	0,067	<b><math>0,062 \pm 0,006</math></b>
Otěr ( $\text{mm}^3/\text{Nm}$ )	x	x	<b><math>2,48\text{E-}4</math></b>

### Vzorek B

*Tab. 9 Celkový úběr materiálu a výsledný otěr vzorku B [autor BP]*

Profil	B2	B3	B4	Průměr
Úběr materiálu [ $\text{mm}^3$ ]	0,00115	0,00099	0,00084	<b><math>0,00099 \pm 0,00016</math></b>
Otěr ( $\text{mm}^3/\text{Nm}$ )	x	x	x	<b><math>3,96\text{E-}6</math></b>

## 2.6 Tvrdość a nanotvrdość

### 2.6.1 Zkouška tvrdosti podle Rockwella

Naměřené hodnoty tvrdosti vzorku A a B na tvrdoměru pro zkoušku podle Rockwella jsou v Tab. 10 a 11.

### Vzorek A

*Tab. 10 Tvrdość vzorku A podle Rockwella [autor BP]*

Č. měření	1	2	3	Průměr
Tvrdość HRC	38,65	38,58	38,85	<b><math>38,69 \pm 0,14</math></b>

## Vzorek B

**Tab. 11** Tvrdost vzorku A podle Rockwella [autor BP]

Č. měření	1	2	3	4	5	Průměr
Tvrdost HRC	38,98	39,30	39,10	39,20	39,20	<b>39,16 ± 0,12</b>

## 2.6.2 Zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse

Naměřené hodnoty mikrotvrdosti vzorku A a B na tvrdoměru pro mikrotvrdost podle Vickerse jsou v Tab. 12, 13, 14, 15, 16

### Vzorek A

HV 100 p

**Tab. 12** Mikrotvrdost vzorku A podle Vickerse, zatížení 100 p [autor BP]

Č. měření	1	2	Průměr
Tvrdost HV	551	548	<b>550 ± 2</b>

### Vzorek B

HV 100 p

**Tab. 13** Mikrotvrdost vzorku B podle Vickerse, zatížení 100 p [autor BP]

Č. měření	1	2	3	4	5	Průměr
Tvrdost HV	988	988	1033	1048	1040	<b>1019 ± 29</b>

HV 200 p

**Tab. 14** Mikrotvrdost vzorku B podle Vickerse, zatížení 200 p [autor BP]

Č. měření	1	2	3	Průměr
Tvrdost HV	742	763	763	<b>756 ± 12</b>



HV 300 p

**Tab. 15** Mikrotvrdost vzorku B podle Vickerse, zatížení 300 p [autor BP]

Č. měření	1	2	Průměr
Tvrdost HV	678	709	<b>694 ± 22</b>

HV 500 p

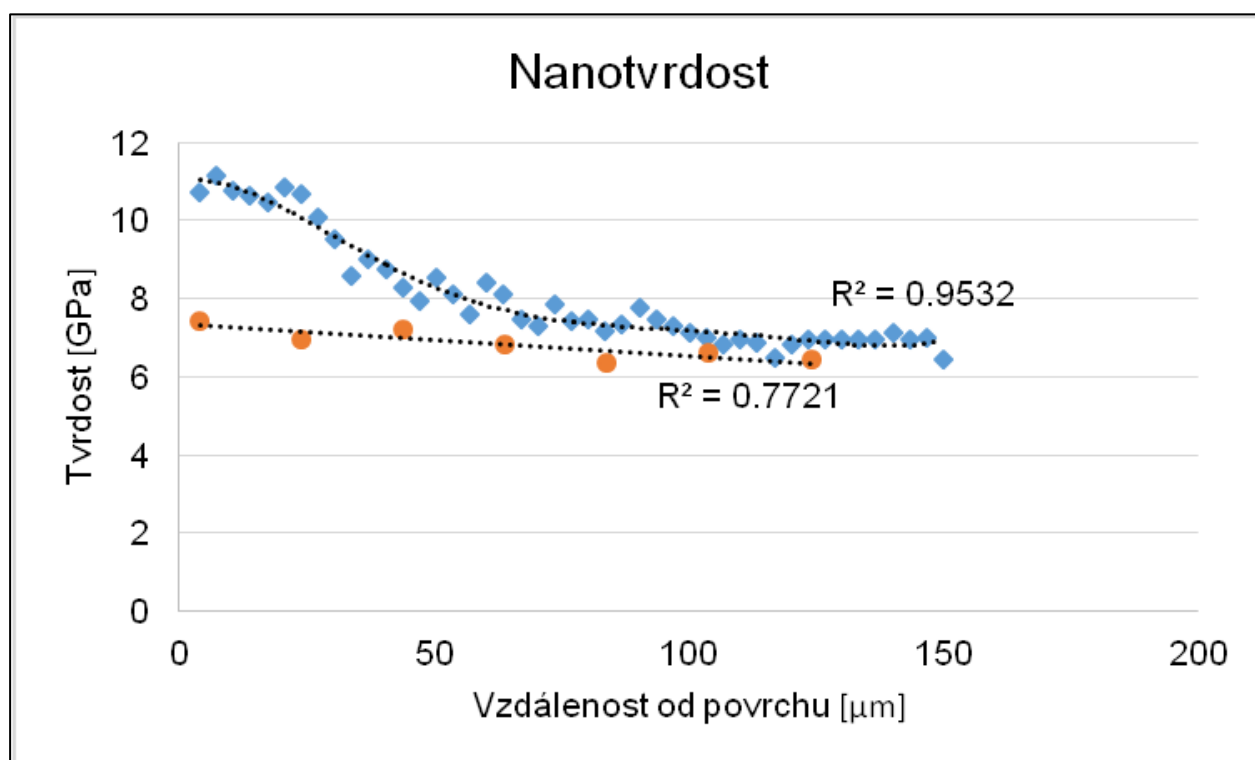
**Tab. 16** Mikrotvrdost vzorku B podle Vickerse, zatížení 500 p [autor BP]

Č. měření	1
Tvrdost HV	<b>609</b>

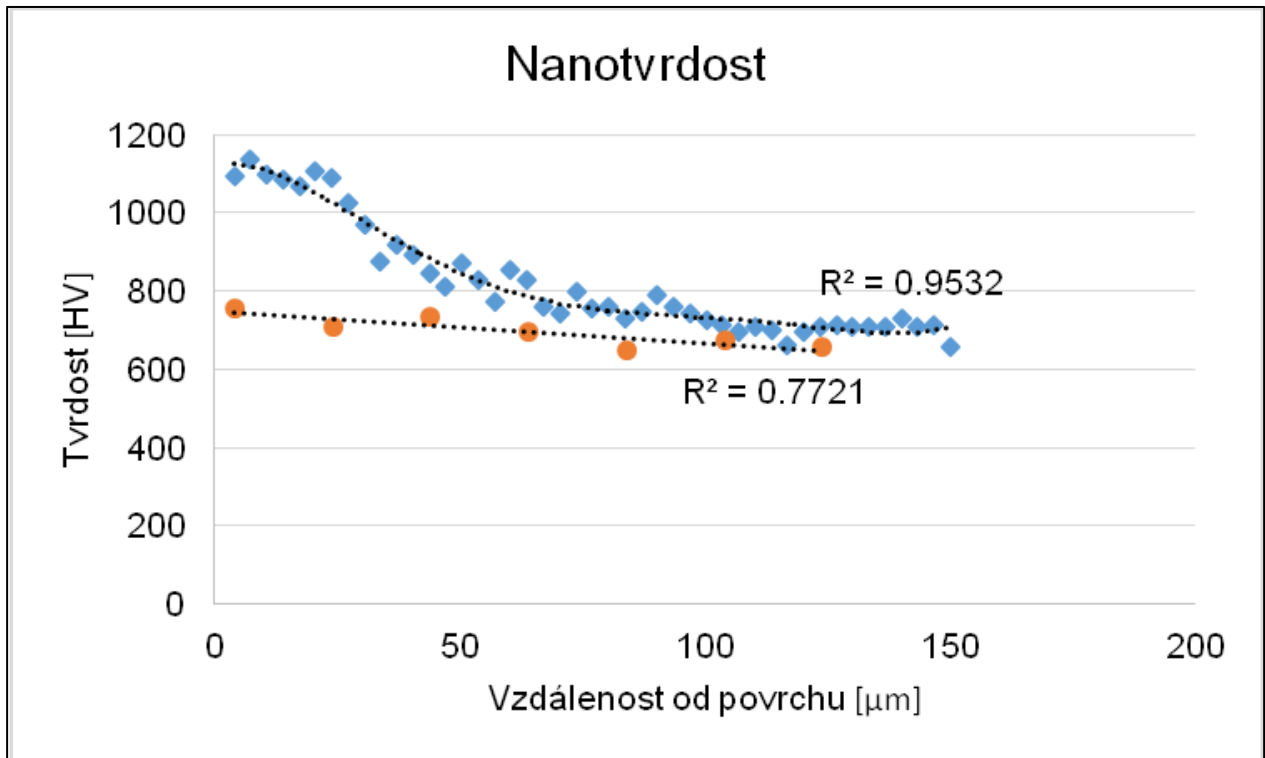
### 2.6.3 Zkouška nanotvrdosti

Grafické znázornění závislosti tvrdosti na vzdálenosti od povrchu je na Obr. 41 a 42

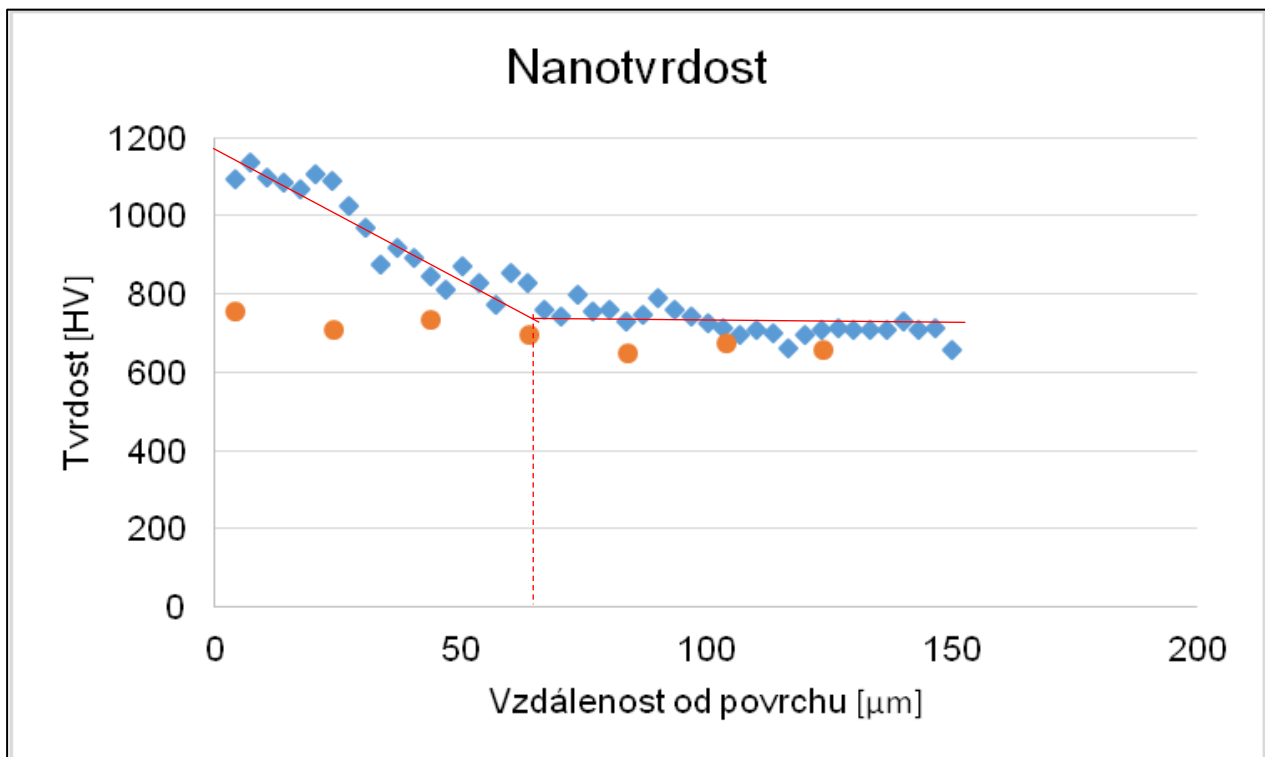
**Obr. 41** Závislost tvrdosti na vzdálenosti od povrchu, tvrdost v GPa [autor BP]



Obr. 42 Závislost tvrdosti na vzdálenosti od povrchu, tvrdost v HV [autor BP]



Obr. 43 Odhad hloubky nitridované vrstvy [autor BP]



Z grafu na Obr. 43 byla odhadnuta hloubka nitridované vrstvy. Pro tento odhad byla vytvořena metoda, kdy byl graf závislosti tvrdosti na vzdálenosti od povrchu vzorku B proložen dvěma přímkami. Z průniku těchto přímek byla snesena svislice na osu X (Vzdálenost od povrchu), která určila přibližnou hodnotu hloubky nitridované vrstvy, tedy 65  $\mu\text{m}$ .

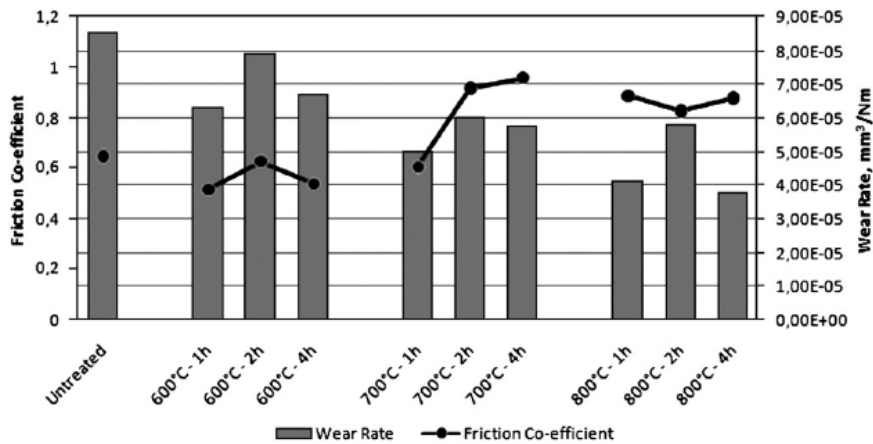
### 3 Diskuse

Jako první experimentální metoda byla použita analýza chemického složení povrchu (EDS). Analýza ukázala, že na povrchu vzorku se nachází několik fází, které se liší obsahem prvků. Dále pak dokázala, že v materiálu Co-Cr-Mo je v největším množství obsažen kobalt Co ( $\approx 63\%$ ) a ve velmi malém množství také wolfram W.

Další použitou metodou byla metoda „PIN-on-DISC“. Jedná se o aktuálně nepoužívanější metodou pro určení otěrových vlastností materiálu. Výsledkem této metody je určení koeficientu tření  $\mu$ . Tento experiment ukázal, že rozdíl mezi koeficientem tření vzorku bez povrchové úpravy (A) a vzorku po iontové nitridaci (B) je velice malý (Tab. 6 a 7). Z Tab. 7 je také patrné, že na koeficient tření má pravděpodobně vliv rychlost otáčení vzorku v přístroji, kdy je při vyšší rychlosti koeficient tření nižší. K tomuto rozdílu však mohlo dojít i chybou měření. Dále je pak z grafu koeficientu tření vzorku A (Obr. 28) patrné, že závislost koeficientu tření na čase a proběhnuté dráze je po celé délce téměř konstantní. Naopak u vzorku B (Obr. 29 a 30) byl koeficient tření na začátku měření podstatně nižší, po určitém čase došlo k rapidnímu nárůstu a až po té k poklesu, ustálení a konstantnímu průběhu. Je pravděpodobné, že nižší koeficient tření byl měřen do té doby, než došlo k prodření nitridované vrstvy. Rapidní nárůst byl zapříčiněn abrazivními částicemi vzorku a kuličky a k ustálení došlo až po odstranění těchto částic z dráhy kuličky.

Po tomto měření bylo možné přejít k druhé části experimentu, a to k vypočítání úběru materiálu  $V_0$  a následně k určení specifického otěru  $w$ . Jak naznačují obrázky profilů drážek v subkapitole 2.5.2, je úběr materiálu na vzorku A markantnější než u vzorku B. Pro číselný výsledek byla data z optického profilometru převedena do Excelu, kde byla vytvořena grafická znázornění profilů drážek, viz obrázky grafických modelů profilů drážek v subkapitole 2.5.2. V této subkapitole je také popsán postup výpočtu. Z výsledků v Tab. 8 a 9 vyplývá, že úběr materiálu a specifický otěr u vzorku A byl přibližně 60x větší než u vzorku B. Tento výsledek dokládá, že materiál Co-Cr-Mo má po iontové nitridaci znatelně vyšší otěruvzdornost. V porovnání s již publikovanými výsledky na Obr. 44 je hodnota specifického otěru u vzorku bez povrchové úpravy A vyšší ( $2,48E-4 \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ), než hodnota v publikovaném experimentu ( $8,5E-5 \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ). Je možné, že rozdíl je způsoben úpravou vzorků pro tuto bakalářskou práci, nebo jinými parametry zkoušky (materiál kuličky, rychlost otáčení atd.). Vzorky byly broušeny a leštěny a tak mohlo dojít k určitým změnám pnutí na povrchu vzorku. Vzorek po iontové nitridaci nelze v tomto případě tak snadno porovnat, protože parametry iontové nitridace jsou rozdílné.

Obr. 44 Hodnoty otěru materiálu Co-Cr-Mo před a po iontové nitridaci [48]



Z naměřených hodnot tvrdosti podle Rockwella v Tab. 10 a 11 vyplývá, že vyšší tvrdost má vzorek po iontové nitridaci. Rozdíl těchto výsledků je ovšem velice malý, což je pravděpodobně zapříčiněno velikostí hlavního zatížení. Z tohoto důvodu bylo použito měření mikrotvrdosti podle Vickerse při zatížení 100, 200, 300 a 500 p. Vzorek A byl zkoušen pouze při zatížení 100 p, vzorek B pak při všech zatíženích. Jak je patrné z Tab. 12 a 13, vzorek A má při zatížení 100 p téměř 2x nižší tvrdost než vzorek B. Dále pak výsledky z Tab. 12 a 16 ukazují, že až při zatížení 500 p vykazoval vzorek B podobnou tvrdost jako vzorek A při zatížení 100 p. Tyto výsledky dokazují, že materiál Co-Cr-Mo má po iontové nitridaci vyšší tvrdost. S rostoucím zatížením se měřená hodnota tvrdosti blíží tvrdosti materiálu bez vrstvy, protože při vyšším zatížení dochází k proražení nitridované vrstvy.

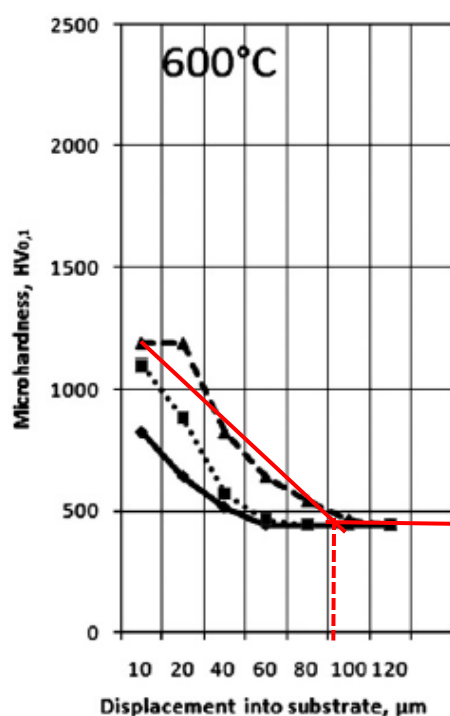
Poslední metodou pro hodnocení nitridované vrstvy v tomto experimentu bylo měření nanotvrdosti. Z grafu na Obr. 41 a 42 je patrné, že závislost tvrdosti na vzdálenosti od povrchu u vzorku A má takřka lineární průběh. Je zde ale také patrné, že blíže povrchu vzorku je tvrdost nepatrně vyšší. To je pravděpodobně způsobeno úpravou vzorků, kdy tyto vzorky byly broušeny a leštěny, což mohlo vést ke změnám pnutí na povrchu vzorku. V Tab. 17 je uvedeno srovnání tvrdosti vzorku A/B a vzorků X/Y/Z, z již publikovaného experimentu [48]. Vzorky z tohoto experimentu byly nitridovány při jiných teplotách, než byla teplota iontové nitridace v této bakalářské práci (530°C). Doba iontové nitridace byla v obou experimentech shodná (4 hod). Výsledky v této tabulce dokládají, že materiál Co-Cr-Mo má po iontové nitridaci znatelně vyšší hodnotu nanotvrdosti. Dále pak dokazují, že kromě doby trvání iontové nitridace, má na tvrdost povrchu zásadní vliv teplota procesu. Při malém zatížení se mikrotvrdost a nanotvrdost číselně samozřejmě neshodují, metody se podstatně liší.

**Tab. 17** Porovnání tvrdosti vzorku A/B a [48], měřeno na povrchu vzorku [autor BP]

Vzorek	Teplota nitridace [°C]	Vzdálenost od povrchu [μm]	Tvrdost [GPa]	Tvrdost [HV]
A	530	4	7,42	757,09
B	530	4	10,73	1093,89
X	600	4	-	≈ 1200
Y	700	4	-	≈ 1500
Z	800	4	-	≈ 2000

Z grafu na Obr. 43 byla také odhadnuta hloubka nitridované vrstvy. Pro tento odhad byla vytvořena metoda, kdy byl graf závislosti tvrdosti na vzdálenosti od povrchu vzorku B proložen dvěma přímkami. Z průniku těchto přímek byla snesena svislice na osu X (Vzdálenost od povrchu), která určila přibližnou hodnotu hloubky nitridované vrstvy, která byla v případě této bakalářské práce 65 μm. Tento způsob odhadu byl aplikován na graf z již publikovaného experimentu a byla odečtena vyšší hodnota hloubky nitridované vrstvy, tedy přibližně 80 μm (Obr. 45). Rozdíl mezi těmito hodnotami může být způsoben teplotním rozdílem iontové nitridace, kdy v případě této bakalářské práce se nitridovalo při teplotě 530°C, kdežto v publikovaném experimentu při teplotě 600°C.

**Obr. 45** Odhad hloubky nitridované vrstvy na publikovaném experimentu[48]



## 4 Závěr

Cílem práce bylo studium materiálů používaných pro výrobu kloubních náhrad a u používaných materiálů možnosti jejich povrchové úpravy. V případě Co-Cr-Mo se jednalo o posouzení možnosti technologické úpravy povrchu z hlediska zvýšení tvrdosti a otěruvzdornosti.

Po mechanické úpravě povrchu materiálu, tedy broušení a leštění, byla jako povrchová úprava zvolena iontová nitridace. Tato metoda byla zvolena pro svou jednoduchost a dostupnost (povlakovací zařízení je k dispozici na Ústavu materiálového inženýrství FS ČVUT). Jako metoda pro hodnocení nitridované vrstvy bylo zvoleno měření tvrdosti, mikrotvrdosti a nanotvrdosti, dále pak metoda „PIN-on-DISC“, aktuálně nejpoužívanější metoda pro určení otěrových vlastností materiálu.

Již z měření mikrotvrdosti podle Vickerse bylo patrné, že vzorek Co-Cr-Mo po iontové nitridaci má při zatížení 100 p téměř 2x vyšší tvrdost, než vzorek bez povrchové úpravy (Tab. 12 a 13).

Po měření otěrových vlastností metodou „PIN-on-DISC“ došlo k zajímavému výsledku, kdy koeficient tření byl u obou vzorků téměř totožný. Až měření na optickém profilometru ukázalo markantní rozdíl mezi otěrovými vlastnostmi vzorku po iontové nitridaci a vzorku bez povrchové úpravy. Jak je patrné z Tab. 8 a 9, hodnota ubraného materiálu  $V_0$  a specifického otěru  $w$ , je přibližně 60x vyšší u vzorku bez povrchové úpravy. Na druhou stranu z tohoto měření také vyplynulo, že při tření ocelové kuličky proti vzorku z materiálů Co-Cr-Mo po iontové nitridaci, vznikalo velké množství otěrového materiálu, tzv. debris.

Z těchto výsledků tedy plyne, že iontová nitridace má na tvrdost a otěruvzdornost materiálu Co-Cr-Mo zásadní vliv. Iontová nitridace by mohla být vhodná například jako předúprava povrchu pro další povlakování a další zlepšování otěrových vlastností tak, aby takto upravený materiál splňoval velice přísná kritéria pro výrobu kloubních náhrad.

## 5 Literatura

- [1] RYBKA, V. – LANDOR, I. Časopis lékařů českých: *Historie náhrad kolenního kloubu*. 1988, roč. 127, č. 37-38. ISSN: 0008-7335.
- [2] LE FANU, J. *Vzestup a pád moderní medicíny*. Academia, Praha: 2001, 310 s. ISBN 80-200-0879-9.
- [3] DAVIS, J. R. *Handbook of materials for medical devices*. ASM International: 2003. ISBN 0-87170-790-X.
- [4] BEZNOSKA, S., ČECH, O., LÖBL, K. *Umělé náhrady lidských kloubů: biomechanické, materiálové a technologické aspekty*. SNTL, 1. vyd. Praha: 1987, 240 s.
- [5] BOZDĚCH, Z., STRYHAL, J. *Acta chirurgie orthopaedicae et traumatologie čechoslovaca: První zkušenosti s totálními protézami kolena*. 1980, roč. 47, č. 1. ISSN: 0001-5415.
- [6] PTÁČEK, L. a kol. *Nauka o materiálu II*. 2. vyd. Brno: 2002, Akademické nakladatelství CERM. ISBN: 80-7204-248-3.
- [7] KNAHR, Karl. *Tribology in total arthroplasty*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin: 2011. ISBN 978-3-642-19428-3.
- [8] HAMELYNCK, K., *Ceramic Surfaře Engineered Metal-on-Metal Hips System for Total Hip Arthroplasty and Resurfacing Hip Arthroplasty: The design rationale, pre-clinical testing and interim report on 2-7 years of clinical results*. Germany: 2010. [cit. 2016-12-20].  
Dostupné z: <http://www.accis.nl/resources>
- [9] ZIETZ, C., KLUSS, D. and BERGSCHMIDT, P. Tribological aspects of ceramics in total hip and kneearthroplasty: *Seminars in Arthroplasty*. 2011, roč. 22, č. 4, s. 258-263 [cit. 2016-12-20]. Dostupné z: <http://www.semearthroplasty.com/article/S1045-4527%2811%2900125-8/abstract>
- [10] SONNTAG, R., REINDERS, J. and KRETZER, J. P. What's next? Alternative materials for articulation in total joint replacement. *Acta biomaterialia*. 2012, č. 8, s. 2434-2441 [cit. 2016-10-12]. Dostupné z: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22446959>
- [11] TriboFit. *Medgadget*[online]. 2008 [cit. 2016-12-20]. Dostupné z: <http://www.medgadget.com/2008/07>



- [12] MATTEI, L., PUCCIO, F. Di, PICCIGALLO, B. and CIULLI, E. Lubrication and wear modelling of artificial hip joints: A review. *Tribology international*. 2010, roč. 44, č. 5, s. 532-549 [cit. 2016-11-02]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301679X10001647>
- [13] Ceramic on metal hip creates ten times less wear: DePuyOrthopaedics. *University of Leeds*. Leeds: 2013 [cit. 2017-04-18]. Dostupné z: [http://www.leeds.ac.uk/info/125077/working\\_with\\_business/1545/ceramic\\_on\\_metal\\_hip\\_creates\\_ten\\_times\\_less\\_wear](http://www.leeds.ac.uk/info/125077/working_with_business/1545/ceramic_on_metal_hip_creates_ten_times_less_wear)
- [14] Němec, M., Suchánek, J., Šanovec, J., *Základy technologie*. ČVUT, 1. vyd. Praha: 2011. ISBN 978-80-01-03530-6.
- [15] BÍLEK, F. *Příprava bioaktivních povrchů pomocí fyzikálně-chemických metod a jejich aplikace*. Bakalářská práce. Univerzita Tomáš Bati ve Zlíně. Fakulta technologická – Ústav fyziky a materiálového inženýrství. Zlín. 2006.
- [16] Chreed.com. 2010 [cit. 2017-06-02]. Atomization. Dostupné z: [http://www.chreed.com/help\\_pages/atomization\\_321-027.pdf](http://www.chreed.com/help_pages/atomization_321-027.pdf).
- [17] MICHNA, Š. *Prášková metalurgie*. Stefanmichna.com: 2007. [cit. 2017-06-05]. Dostupné z: [http://www.stefanmichna.com/download/progresivni-technologie/praskova\\_metalurgie.pdf](http://www.stefanmichna.com/download/progresivni-technologie/praskova_metalurgie.pdf).
- [18] Ceramicindustry.com. *Spark Plasma Sintering*. 2011. [cit. 2017-02-25]. Dostupné z: [http://www.ceramicindustry.com/Articles/Feature\\_Article/BNP\\_GUID\\_9-5-2006\\_A\\_1000000000000321084](http://www.ceramicindustry.com/Articles/Feature_Article/BNP_GUID_9-5-2006_A_1000000000000321084).
- [19] ERIKSSON, M. Spark plasma sintering and deformation behaviour of Titanium and Titanium/TiB<sub>2</sub> composites. [s.l.] : Stockholm University, 2007. 33 s. Dostupné z: [http://www.fos.su.se/documents/publications/Lic\\_SPS\\_Ti\\_TiB2.pdf](http://www.fos.su.se/documents/publications/Lic_SPS_Ti_TiB2.pdf).
- [20] FOLTÝNEK, J. *Prášková metalurgie a základy procesu slinování*. Bakalářská práce. VUT v Brně, Fakulta strojního inženýrství – Brno: 2011.
- [21] GuochengWang and Hala Zreiqat. Functional Coatings of Films for Hard-Tissue Applications. *Materials*. 2010 [cit. 2016-10-24]. Dostupné z: <http://www.mdpi.com/1996-1944/3/7/3994>
- [22] Macek, K.; Hnilica, F., Starý, V. Experimentální metody v materiálovém inženýrství. ČVUT, Praha: 2008, s. 152 – 156. ISBN 978-80-01-03934-2.
- [23] KŘÍŽ, Antonín. *Tribologická analýza pin-on-disc*. ZČU, Plzeň: 2004 [cit. 2016-10-24]. Dostupné z: [https://www.opi.zcu.cz/TRIBOLOGICKA\\_ANALYZA\\_PIN-ON-DISC.pdf](https://www.opi.zcu.cz/TRIBOLOGICKA_ANALYZA_PIN-ON-DISC.pdf)

- [24] SOBOTOVÁ, J. *Nauka o materiálu I. a II., Cvičení*. ČVUT, 1. vyd. Praha: 2014. ISBN 978-80-01-05550-2.
- [25] Kolektiv autorů ATeam ZCU: *Zkoušky tvrdosti*. [cit. 2017-05-17]. Dostupné z: [http://ateam.zcu.cz/Zkousky\\_tvrdosti.pdf](http://ateam.zcu.cz/Zkousky_tvrdosti.pdf)
- [26] NOVÁK, R., STARÝ, V., KROUPA, F. *Mechanické vlastnosti a adheze tenkých vrstev.*, ČVUT - Ústav materiálového inženýrství.
- [27] PERTLÍK, D. *Vliv podložky na mechanické vlastnosti povlaků při magnetronovém naprašování*. Bakalářská práce. ČVUT v Praze, Fakulta strojní. Praha: 2016.
- [28] Metal-on-Metal Technology. Zimmer. 2012 [cit. 2017-03-11]. Dostupné z: <http://www.zimmer.com/en-US/hcp/hip/our-science/metasul-metal-on-metal.jsp>
- [29] Anthroplasty. Werkomed. 2012 [cit. 2016-11-02]. Dostupné z: [http://www.werkomed.co.za/?page\\_id=232](http://www.werkomed.co.za/?page_id=232)
- [30] Kloubní náhrady, Beznoska. 2013 [cit. 2016-11-13]. Dostupné z: <http://www.beznoska.cz/kloubni-nahrady/kycle.html>
- [31] BIOLOX Forte head. Altimed JSC. 2012 [cit. 2016-11-26]. Dostupné z: [http://www.altimed.by/en/products/hips/heads/biolox\\_forte\\_femoral\\_head/](http://www.altimed.by/en/products/hips/heads/biolox_forte_femoral_head/)
- [32] Kyčel, keramika-keramika. Zimmer. 2012 [cit. 2013-11-26]. Dostupné z: <http://www.zimmer.com/cs-CZ/hcp/hip/our-science/ceramic-on-ceramic.aspx>
- [33] Oxinium femoral head. Smith & Nephew Catalog. Smith & Nephew Corporate Website, 2012 [cit. 2016-12-01]. Dostupné z: <http://orthocatalog.smithnephew.com/?cat=3&cat1=5&cat2=17&cat3=50&pID=308>
- [34] TriboFit. Medgadget. 2008 [cit. 2017-01-14]. Dostupné z: <http://www.medgadget.com/2008/07>
- [35] Total hip replacement. Sports & orthopaedic clinic. 2011 [cit. 2017-02-18]. Dostupné z: <http://ctorth.com/dr-munting/total-hip-replacement.html>
- [36] Tribologie náhrad lidských kloubů. Intranet EuroMISE. 2012 [cit. 2017-02-18]. Dostupné z: <http://ucebnice.euromise.cz/index.php?conn=0&section=biomech&node=node62>
- [37] Tribologie. In: Tribologie [online]. TU v Liberci: 2010 [cit. 2017-02-20]. Dostupné z: [http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/stud\\_materialy/ttv/tribologie.pdf](http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/stud_materialy/ttv/tribologie.pdf)
- [38] SEAL, B. L., OTERO, T. C., PANITCH, A. *Polymeric biomaterials for tissue and organ regeneration: Material science and Engineering R 34*. 2001 [cit. 2017-02-14]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927796X01000353>
- [39] PRAŽÁK, J. *Úvod do biomechaniky*. 1. vyd. ČVUT, Praha: 2004, str. 71-76. ISBN 80-01-03034-2.

- [40] SUCHÁNEK, J., KUKLÍK, V., ZDRAVECKÁ, E. *Abrázivní opotřebení materiálů*. 1. vyd. ČVUT, Praha: 2007, str. 104 – 121. ISBN 978-80-01-03659-4.
- [41] KUBÍNEK, R., ŠAFÁŘOVÁ K., VŮJTEK, M. *Elektronová mikroskopie*. 1. vyd. Univerzita Palackého, Olomouc: 2011. ISBN 978-80-244-2739-3.
- [42] ROBA, M. *Interaction of Synovial Fluid Components with Artificial Hip Joint Material*. Zurich: 2009. Diss. ETH No. 18273. Disertační práce. ETH Zurich.
- [43] VRBKA, M., NÁVRAT, T., KŘUPKA, I., HARTL, M., GALLO, J., ZIMMERMAN, M. and ADAM, T. *Mapping of Film Thickness in Bovine Serum Lubricated Contacts*. In: International Conference on BioTribology (ICoBT 2011). Londýn: Imperial College, 2011, s. 1-2.
- [44] TOLDE, Z., STARÝ, V. KUBART, T. *Tribological Properties of Carbon-Carbon Composite and of a Surface Layer of Pyrolytic Carbon*. Czech Technical University in Prague, Faculty of Mechanical Engineering, Prague: 2007. [cit. 2016-11-18]. Dostupné z: [https://www.irsm.cas.cz/materialy/cs\\_content/2008/Tolde\\_CS\\_2008\\_0000.pdf](https://www.irsm.cas.cz/materialy/cs_content/2008/Tolde_CS_2008_0000.pdf)
- [45] HOLEMÁŘ, A., HRUBÝ, V. *Iontová nitridace v praxi*. 1. vyd. Praha: 1989 ISBN 80-030-0001-7.
- [46] HRUBÝ, V., HOLEMÁŘ, A. *Katalog technologických listů iontové nitridace*. STROJTECH, 229 s. Brno: 1991
- [47] HADIANSYAH KAUSAR, S.T. *High Temperature Tribology Properties of T91 Alloy*. Diploma Thesis. ČVUT v Praze, Fakulta strojní, Praha: 2016
- [48] ÇELIK, A., BAYRAK, Ö., ALSARAN, A., KAYMAZ, I., YETIM, A. F. *Effects of plasma nitriding on mechanical and tribological properties of CoCrMo alloy*. 2007 [cit. 2017-07-14]. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897207009139>

## Seznam obrázků

- Obr. 1** Náhrada z Co-Cr-Mo slitiny [28]
- Obr. 2** Náhrada povlakem TiNbN [29]
- Obr. 3** Lůžko z UHMWPE [30]
- Obr. 4** Náhrada z  $Al_2O_3$  [31]
- Obr. 5** Náhrada z keramického kompozitu [31]
- Obr. 6** Struktura keramického kompozitu [32]
- Obr. 7** Hlavice z oxinia [33]
- Obr. 8** Polštářová náhrada [34]
- Obr. 9** Srovnání množství ořezových částic pro různé materiálové dvojice [35]
- Obr. 10** Průběh iontové implantace [15]
- Obr. 11** Schéma metody SPS [20]
- Obr. 12** Porovnání růstu nitridační vrstvy [45]
- Obr. 13** Jednoduché schéma jednotky pro iontovou nitridaci [47]
- Obr. 14** EDS detektor rentgenového záření [22]
- Obr. 15** Příklad EDS spektra (zlatem pokovená latexová kulička na povrchu měděné podložky) [40]
- Obr. 16** Analýza „PIN-on-DISC“ [23]
- Obr. 17** Schéma zkoušky tvrdosti podle Vickerse [24]
- Obr. 18** Nanoindentor Nanotest [27]
- Obr. 19** Automatické bruska Leco GPX300 a nádoba s leštícím roztokem Leco Si (OH)<sub>2</sub> [fotózáznam autora BP]
- Obr. 20** Tvrdoměr pro zkoušku podle Rockwella (EMCOTEST M4C, ČR) a tvrdoměr pro zkoušku mikrotvrdosti podle Vickerse (Leco M-400-G1, USA) [fotózáznam autora BP]
- Obr. 21** Automatický výstup výsledné tvrdosti u zkoušky podle Rockwella [fotózáznam autora BP]
- Obr. 22** Automatický výstup výsledné mikrotvrdosti u zkoušky podle Vickerse [fotózáznam autora BP]
- Obr. 23** Bodová analýza šedé fáze a spektrum 1 [výstup z měřícího přístroje]
- Obr. 24** Bodová analýza bílé fáze a spektrum 2 [výstup z měřícího přístroje]
- Obr. 25** Bodová analýza černé fáze a spektrum 3 [výstup z měřícího přístroje]

- Obr. 26** Plošná analýza a spektrum 4 [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 27** Plošná analýza a spektrum 5 [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 28** Závislost koeficientu tření  $\mu$  na čase (horní osa X) proběhnuté dráze (dolní osa X), průměr kruhu 10 mm [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 29** Závislost koeficientu tření  $\mu$  na čase a proběhnuté dráze, průměr kruhu 3 mm [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 30** Závislost koeficientu tření  $\mu$  na čase a proběhnuté dráze, průměr kruhu 10 mm [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 31** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (A1) [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 32** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (A1) [autor BP]
- Obr. 33** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (A2) [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 34** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (A2) [autor BP]
- Obr. 35** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (B1) [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 36** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (B1) [autor BP]
- Obr. 37** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (B2) [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 38** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (B2) [autor BP]
- Obr. 39** Model profilu drážky z optického profilometru Zygo (B3) [výstup z měřicího přístroje]
- Obr. 40** Grafický model profilu drážky pro výpočet objemu ubraného materiálu (B3) [autor BP]
- Obr. 41** Závislost tvrdosti na vzdálenosti od povrchu, tvrdost v GPa [autor BP]
- Obr. 42** Závislost tvrdosti na vzdálenosti od povrchu, tvrdost v HV [autor BP]
- Obr. 43** Odhad hloubky nitridované vrstvy [autor BP]
- Obr. 44** Hodnoty otěru materiálu Co-Cr-Mo před a po iontové nitridaci [48]
- Obr. 45** Odhad hloubky nitridované vrstvy na publikovaném experimentu [48]

## Seznam tabulek

- Tab. 1** Součinitel tření pro různé třecí dvojice [36]
- Tab. 2** Jednoduchý přehled otěruvzdorných povrchových úprav [40]
- Tab. 3** Rozsahy zkušebního zatížení při zkoušce dle Vickerse [24]
- Tab. 4** Stupnice podle Rockwella [24]
- Tab. 5** Obsah prvků v jednotlivých spektrech [autor BP]
- Tab. 6** Průměrná hodnota koeficientu tření u vzorku A (bez úpravy) [autor BP]
- Tab. 7** Průměrná hodnota koeficientu tření u vzorku B (po iontové nitridaci) [autor BP]
- Tab. 8** Celkový úběr materiálu a výsledný otěr vzorku A [autor BP]
- Tab. 9** Celkový úběr materiálu a výsledný otěr vzorku B [autor BP]
- Tab. 10** Tvrdost vzorku A podle Rockwella [autor BP]
- Tab. 11** Tvrdost vzorku A podle Rockwella [autor BP]
- Tab. 12** Mikrotvrdost vzorku A podle Vickerse, zatížení 100 p [autor BP]
- Tab. 13** Mikrotvrdost vzorku B podle Vickerse, zatížení 100 p [autor BP]
- Tab. 14** Mikrotvrdost vzorku B podle Vickerse, zatížení 200 p [autor BP]
- Tab. 15** Mikrotvrdost vzorku B podle Vickerse, zatížení 300 p [autor BP]
- Tab. 16** Mikrotvrdost vzorku B podle Vickerse, zatížení 500 p [autor BP]
- Tab. 17** Porovnání tvrdosti vzorku A/B, měřeno na povrchu vzorku [autor BP]