

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní

Ústav materiálového inženýrství



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**Vliv základního materiálu a přípravy povrchu na mechanické
vlastnosti povlaků operačních instrumentářií**

**Effect of base material and surface preparation on the
mechanical properties of coatings for medical instrumentarium**

Autor: Lucie Škorpíková

Studijní program: Výroba a ekonomika ve strojírenství

Vedoucí práce: Ing. František Denk

Praha 2018

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Škorpíková** Jméno: **Lucie** Osobní číslo: **459633**
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:

Vliv základního materiálu a přípravy povrchu na mechanické vlastnosti povlaků operačních instrumentárií

Název bakalářské práce anglicky:

Effect of base material and surface preparation on the mechanical properties of coatings for medical instrumentarium

Pokyny pro vypracování:

Současné požadavky na bezpečnost pacientů a zajištění správné výrobní praxe vedou ke zvýšeným požadavkům na lékařské nástroje. Jednou z cest je aplikace povlaků se zvýšenou odolností proti korozi a otěru. Zkušenosti z aplikací těchto povlaků jsou zatím minimální, což dokazuje absence publikací v této oblasti. Cílem práce je zmapovat informace o materiálech používaných k výrobě chirurgických a operačních nástrojů, povlacích a úpravách povrchů používaných ke zvýšení odolnosti proti opotřebení a korozi, testech pro hodnocení povlaků, jako je přilnavost, tribologie a další mechanické vlastnosti. Provést návrh základních materiálů (kalitelné, nekalitelné) a povlaků pro experimentální testy. Realizovat experimentální testy měření aplikovaných povlaků. Vyhodnotit výsledky přilnavosti ve vazbě na materiál a drsnost.

Seznam doporučené literatury:

- 1) GLOCKER, David A. a Shrirang RANADE. Medical coatings and deposition technologies. Salem, Massachusetts: Scrivener Publishing, 2016. ISBN 9781118031940.
- 2) Coatings Technology Handbook, Third Edition, Edited by Arthur A. Tracton, CRC Press 2005, ISBN 978-1-4200-2732-7,

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

Ing. František Denk, ústav materiálového inženýrství FS

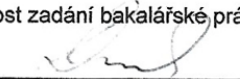
Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:


Ing. Stanislav Krum, Ph.D., ústav materiálového inženýrství FS


Datum zadání bakalářské práce: **03.04.2018**

Termín odevzdání bakalářské práce: **30.07.2018**

Platnost zadání bakalářské práce: _____

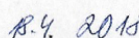

Ing. František Denk
podpis vedoucí(ho) práce

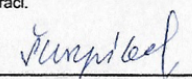

prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry


prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.
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.


Datum převzetí zadání


Podpis studentky

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci vypracovala samostatně, a to výhradně s použitím pramenů a literatury uvedených v seznamu citované literatury.

V Praze dne:


.....

Poděkování

Velké poděkování patří vedoucímu bakalářské práce panu Ing. Františku Denkovi za jeho odborné vedení, cenné rady a připomínky při vypracování této bakalářské práce a za jeho trpělivost a čas, který mi byl ochoten věnovat při konzultacích.

Dále bych chtěla poděkovat panu Ing. Stanislavu Krumovi, Ph. D. a panu Ing. Ladislavu Cvrčkovi, Ph. D. za jejich odborné rady a čas při provádění experimentů. Poděkování také patří společnosti ProSpon spol. s r. o., která poskytla vzorky pro experimentální část.

Abstrakt

Bakalářská práce se zabývá problematikou povlaků, které se aplikují na lékařské nástroje. Zaměřuje se také na vliv základního materiálu, jeho tepelné zpracování a přípravu povrchu na konečné vlastnosti povlaku. V experimentální části byly aplikovány tři druhy povlaků – TiN, který je standardně používán na lékařské nástroje; TiAlN, běžně používaný pro obrábění kovů a TiNbN, speciálně navržený pro tuto bakalářskou práci. Cílem této práce bylo zhodnotit a porovnat mezi sebou jednotlivé povlaky a také vyhodnotit, jaký vliv měl základní materiál a příprava povrchu na tribologické a mechanické vlastnosti povlaku.

Klíčová slova

Lékařské nástroje, řezné nástroje, povlaky na bázi titanu, příprava povrchu, tribologie

Abstract

This bachelor thesis deals with the issues of coatings, which are applied on medical instruments. It is also focused on the influence of the base material, its heat treatment and surface preparation for the final properties of the coating. Three types of coatings were applied during the experimental part – TiN which is mainly used as a coating for medical instruments; TiAlN which is usually used for metal cutting tools and TiNbN which was specially designed for this experiment. The main aim of this thesis was to analyse and compare the individual coatings and also to evaluate the influence of the base material and surface preparation on tribological and mechanical properties of the coatings.

Key words

Medical instruments, cutting tools, titanium-based coatings, surface preparation, tribology

Obsah

Seznam obrázků	8
Seznam tabulek	9
Seznam použitých zkratek a symbolů.....	10
Úvod.....	11
1. Teoretická část	12
1.1. Materiály používané k výrobě chirurgických a operačních nástrojů	12
1.1.1. Korozivzdorné oceli.....	12
1.1.1.1. ČSN 17 021 (EN X10Cr13; W. Nr 1.4006)	13
1.1.1.2. ČSN 17 022 (EN X20Cr13; W. Nr 1.4021)	13
1.1.1.3. ČSN 17 029 (EN X46Cr13; W. Nr 1.4043)	14
1.1.1.4. ČSN 17 042 (EN X90CrMoV18; W. Nr 1.4112).....	14
1.1.1.5. ČSN 17 241 (EN X12CrNi18-8; W. Nr 1.4301).....	15
1.1.1.6. ČSN 17 351 (žádný přímý ekvivalent)	15
1.1.2. Slinuté karbidy.....	16
1.1.3. Slitiny hliníku	16
1.1.4. Slitiny titanu	17
1.2. Tepelné zpracování, úprava povrchu a povlaky používané ke zvýšení odolnosti proti opotřebení a korozi	17
1.2.1. Tepelné zpracování ocelí.....	17
1.2.1.1. Kalení.....	18
1.2.1.2. Popouštění.....	18
1.2.1.3. Tváření za studena	19
1.2.2. Příprava povrchu základního materiálu.....	19
1.2.2.1. Tryskání	20
1.2.2.2. Kartáčování a broušení.....	20
1.2.2.3. Leštění.....	21
1.2.3. Metody povlakování	22
1.2.3.1. PVD metoda.....	22
1.2.3.2. CVD metoda.....	23

1.2.4.	Mechanismus vytváření povlaků	24
1.2.5.	Druhy povlaků.....	25
1.2.5.1.	Keramické povlaky	25
1.2.5.2.	Povlaky na bázi uhlíku (DLC povlaky).....	25
1.2.5.3.	Povlaky na bázi titanu	25
1.3.	Měření mechanických vlastností povlaků.....	26
1.3.1.	Měření nanotvrdosti	26
1.3.2.	Měření tloušťky povlaku	26
1.3.3.	Měření drsnosti	27
1.3.4.	Měření adheze povlaku.....	28
1.3.5.	Měření kluzných vlastností.....	29
2.	Experimentální část	30
2.1.	Charakteristika dodaných vzorků.....	30
2.2.	Charakteristika aplikovaných povlaků	31
2.2.1.	TiN	31
2.2.2.	TiAlN.....	31
2.2.3.	TiNbN	32
2.3.	Měření drsnosti povrchu.....	32
2.3.1.	Výsledky měření drsnosti povrchu	32
2.4.	Měření tloušťky povlaků.....	36
2.4.1.	Výsledné tloušťky povlaků	38
2.5.	Měření nanotvrdosti.....	38
2.5.1.	Výsledky měření nanotvrdosti.....	39
2.6.	Měření adheze povlaku	41
2.6.1.	Vyhodnocení scratch-testu	42
2.7.	Měření koeficientu tření.....	45
2.7.1.	Vyhodnocení tribotestu	46
3.	Závěr.....	47
4.	Seznam použité literatury	49
	Přílohy	53

Seznam obrázků

Obr. 1 Průběh tepelného zpracování [7].....	17
Obr. 2 Oblast kalících teplot v diagramu Fe–Fe ₃ C [10]	18
Obr. 3 Povrch korozivzdorné oceli po úpravě povrchu	20
Obr. 4 Schéma PVD povlakování [19]	23
Obr. 5 Schéma CVD povlakování [20]	24
Obr. 6 Schéma růstu povlaku [21]	24
Obr. 7 Příklad indentační křivky [26]	26
Obr. 8 Princip kalotestu [28]	27
Obr. 9 Schéma parametru drsnosti Ra [29]	27
Obr. 10 Schéma parametru drsnosti Rz [29].....	27
Obr. 11 Princip Scratch testu [31].....	28
Obr. 12 Předloha pro hodnocení porušení vtisku [31]	28
Obr. 13 Přenosný drsnoměr Hommel Tester T1000.....	32
Obr. 14 CSM Calotest Compact	36
Obr. 15 Optický mikroskop Neophot 30	36
Obr. 16 Kalotest; snímky vzorků oceli AK5 s povlakem TiAlN.....	37
Obr. 17 Kalotest; snímky oceli AK5 s povlakem TiN	37
Obr. 18 Kalotest; snímky oceli AK5 s povlakem TiNbN.....	37
Obr. 19 Scratch-test; snímky vzorků tryskané oceli AK5 s povlakem TiNbN	44
Obr. 20 Scratch-test; snímky vzorků kartáčované oceli AK5 s povlakem TiNbN	44
Obr. 21 Scratch-test; snímky vzorků leštěné oceli AK5 s povlakem TiNbN	44

Seznam tabulek

Tab. 1 Technologický postup úprav povrchu před elektrolyt. leštění [12]	21
Tab. 2 Technologický postup elektrolyt. leštění [12].....	21
Tab. 3 Technologický postup dokončovacích úprav po elektrolyt. leštění [12].....	22
Tab. 4 Rozdělení vzorků dodaných od výrobce	30
Tab. 5 Parametry depozice.....	31
Tab. 6 Průměrné naměřené hodnoty parametrů Ra, Rz na nenapovlakovaných ocelích	33
Tab. 7 Průměrné naměřené hodnoty parametrů Ra, Rz s povlakem TiAlN.....	34
Tab. 8 Průměrné naměřené hodnoty parametrů Ra, Rz s povlakem TiN.....	34
Tab. 9 Průměrné naměřené hodnoty parametrů Ra, Rz s povlakem TiNbN	35
Tab. 10 Výsledky naměřených tloušťek jednotlivých povlaků	38
Tab. 11 Výsledky měření nanotvrdosti leštěných vzorků bez povlaku.....	39
Tab. 12 Výsledky měření nanotvrdosti leštěných vzorků s povlakem TiAlN.....	40
Tab. 13 Výsledky měření nanotvrdosti leštěných vzorků s povlakem TiN.....	40
Tab. 14 Výsledky měření nanotvrdosti leštěných vzorků s povlakem TiNbN	41
Tab. 15 Hodnoty kritických sil porušení adheze tenké vrstvy pro povlak TiAlN	42
Tab. 16 Hodnoty kritických sil porušení adheze tenké vrstvy pro povlak TiN	43
Tab. 17 Hodnoty kritických sil porušení adheze tenké vrstvy pro povlak TiNbN.....	43
Tab. 18 Parametry testu Pin-on-disc	45
Tab. 19 Výsledné hodnoty koeficientu tření pro všechny druhy povlaků	46

Seznam použitých zkratek a symbolů

Zkratka	Význam zkratky	Překlad
PVD	Physical Vapour Deposition	<i>Fyzikální depozice z plynné fáze</i>
PACVD	Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition	<i>Plasmou asistovaná chemická depozice z plynné fáze</i>
CVD	Chemical Vapour Deposition	<i>Chemická depozice z plynné fáze</i>
DLC	Diamond Like Carbon	<i>Diamantu podobný uhlík</i>
Ra	Arithmetical mean roughness	<i>Střední aritmetická odchylka povrchu</i>
Rz	Ten-point mean roughness	<i>Výška nerovnosti profilu určená z 10 bodů</i>
T_t	Teplota tání	
SK	Slinuté karbidy	
SD	Standard Deviation	<i>Směrodatná odchylka</i>
A_{c1}	Překryštalizační teplota	
A_{c3}	Překryštalizační teplota	
L_c	Kritické zatížení	
HB	<i>Brinell Hardness</i>	Tvrdoš dle Brinella
HV	<i>Vickers Hardness</i>	Tvrdoš dle Vickers
HRC	<i>Rockwell C Hardness</i>	Tvrdoš dle Rockwella diamantovým kuželovým indentorem

Úvod

Na výrobu lékařských instrumentů jsou v dnešní době kladeny velmi vysoké požadavky. Lékařské nástroje vyžadují vysokou přesnost a dokonale opracovaný povrch. Pro dlouhou životnost lékařských nástrojů je důležité, aby s nimi bylo opatrně manipulováno, důraz je kladen i na správnou údržbu a ošetřování během používání. Aby byly lékařské instrumenty funkční a zároveň byla zajištěna jejich dlouhá životnost, je důležité vhodně vybrat základní materiál, vhodně ho upravit a následně aplikovat povlak, který nejen prodlouží životnost nástroje, ale i zlepší jeho mechanické a řezné vlastnosti. Hlavní problém při používání lékařských řezných nástrojů je vznik koroze, opotřebení řezných hran a odlupování povlaku. Materiál, používaný na lékařské nástroje, musí být biokompatibilní a nesmí u něj docházet k degradaci při styku s lidskými tkáněmi. Lidské tělo je navíc velmi citlivé na cizí předměty, a proto může nevhodně zvolený materiál způsobit závažné alergické a toxické reakce. V dnešní době roste zájem aplikovat na lékařské řezné nástroje povlaky příbuzné těm, které jsou standardně aplikovány na řezné nástroje obrábějící kovy.

Cílem této bakalářské práce je zjistit vliv základního materiálu a následné přípravy povrchu na mechanické vlastnosti lékařského nástroje a doporučit, který materiál, úprava povrchu a povlak se nejvíce hodí na chirurgické instrumentarium. Hodnoceny byly tři druhy korozivzdorných ocelí odlišného chemického složení a tepelného zpracování se třemi druhy úprav povrchů. Na vzorky dodané společností ProSpon spol. s r. o., byly aplikovány tři typy povlaků, z nichž jeden byl speciálně navržený pro tuto bakalářskou práci. Od všech tří aplikovaných povlaků se očekávají přibližně stejné mechanické vlastnosti. Po zhodnocení výsledků vybraných testů bude navržena optimální kombinace základního materiálu, přípravy povrchu a povlaku, která by mohla být použita pro skutečné lékařské aplikace.

1. Teoretická část

1.1. Materiály používané k výrobě chirurgických a operačních nástrojů

V této části jsou uvedeny charakteristiky materiálů, které se nejčastěji používají k výrobě chirurgických nástrojů a dílů operačních instrumentárií. Řezné části operačních instrumentárií jsou obvykle vyrobeny z kvalitních korozivzdorných ocelí, které zaručují břitům obráběcího nástroje vysokou tvrdost a pevnost. Chirurgické frézy jsou vystaveny různým druhům namáhání, které při pronikání řezné části do kostní tkáně způsobují vibrace, jež jsou pro nástroj velmi nebezpečné a můžou ho nenávratně poškodit. Proto je také důležité, aby byla u těchto materiálů zaručena dobrá řezivost a odolnost proti otěru.

Součástí chirurgických nástrojů a operačních instrumentárií jsou ale i části, které vyžadují odlišné vlastnosti, než mají ty řezné. Tyto díly – držadla, vodítka atd., musí mít nízkou hmotnost, ale zároveň musí být dostatečně pevné, aby odolávaly vibracím a jiným druhům namáhání. Tyto držáky či zavaděče mohou být navíc tvarově složité, a proto často není ani možné, aby byly vyrobeny z korozivzdorných ocelí.

1.1.1. Korozivzdorné oceli

Korozivzdorné oceli jsou jedním z nejpoužívanějších materiálů k výrobě chirurgických nástrojů. Korozní odolnost tohoto druhu ocelí je založena na jejich schopnosti pasivace. Pasivace povrchu korozivzdorných ocelí závisí na přítomnosti dostatečného množství oxidů. V místech, kde je pasivní vrstva poškozená či nehomogenní, dochází k nestabilitě vrstvy a může dojít ke koroznímu napadení oceli. [1, 2]

Korozivzdorné oceli se rozdělují podle struktury do těchto skupin:

- martenzitické
- feritické
- austenitické
- dvoufázové
- precipitačně vytvrzené

Pro výrobu řezných lékařských nástrojů se nejčastěji používají chromové oceli třídy 17 dle ČSN, z důvodu jejich dobré korozivzdornosti, odolnosti proti otěru a pevnosti. Oceli třídy 17 patří mezi konstrukční kovové materiály, které se vyznačují typickým chemickým složením a obsahují více než 12 % Cr (až 30 %). Dále se používají legující prvky jako např. Ni (až 30 %), Mn (až 24 %), Mo, Cu, V, Al, Ti. Charakteristikou těchto ocelí je nízký obsah S a P. U těchto vysokolegovaných ocelí je zaručené přesné chemické složení a speciální podmínky pro jejich výrobu, včetně tepelného zpracování. [1]

1.1.1.1. ČSN 17 021 (EN X10Cr13; W. Nr 1.4006)

Ocel je chromová, korozivzdorná a žáruvzdorná. Obsah prvků této oceli je max. 0,1 % C a 13 % Cr. Ocel je kalitelná, dobře tvárná za tepla, v žíhaném i zušlechtěném stavu dobře obrobitelná. Je vhodná pro výrobu zařízení pracujících s parami či kapalinami, používá se pro výrobu broušených tyčí, lékařských nástrojů, bezešvých trubek, plechů a dalších. V zušlechtěném stavu s kovově lesklým povrchem ocel odolává korozi, v pasivním stavu některým slabým organickým kyselinám a zředěné kyselině dusičné, do které je ocel namáčena při elektrolytickém leštění. V žíhaném stavu poměrně dobře odolává žáru do 800 °C a její korozivzdornost zlepšuje právě leštění. Svařitelnost oceli je zaručená podmíněná a před svařením je doporučen předehřev na teplotu 200 – 300 °C.

Způsob tepelného zpracování:

- kování
- základní žíhání 1 h na teplotě 800 – 840 °C, poté ochlazovat 30 °C/h až na teplotu 650 °C
- kalení do oleje (vzduchem) při teplotě 920 – 960 °C
- popouštění 2 h při teplotě 640 – 700 °C [1]

1.1.1.2. ČSN 17 022 (EN X20Cr13; W. Nr 1.4021)

Ocel je chromová a korozivzdorná. Obsah prvků této oceli je max. 0,20 % C a 13 % Cr. Ocel je kalitelná, dobře tvárná za tepla a dobře obrobitelná. Ocel se nedoporučuje používat v žíhaném stavu, v němž má nižší korozní odolnost. Svařitelnost je u tohoto

typu oceli obtížná. Používá se v zušlechťeném stavu na součásti pracující v prostředí páry a vody jako např. lopatky, ventilové kroužky, písty, šrouby, matice a lékařské nástroje.

Způsob tepelného zpracování:

- základní žíhání 1 h na teplotě 800 – 840 °C, poté ochlazovat 30 °C/h až na teplotu 650 °C
- kalení do oleje 1000 – 1050 °C
- popouštění 2 h při teplotě 650 – 710 °C [1]

1.1.1.3. ČSN 17 029 (EN X46Cr13; W. Nr 1.4043)

Ocel je chromová a korozivzdorná. Obsah prvků této oceli je max. 0,46 % C a 13 % Cr. Ocel je kalitelná, dobře tvárná za tepla a dobře obrobitelná. Ocel v kaleném stavu s kovově lesklým povrchem odolává korozi, kyselině dusičné a slabým organickým kyselinám. V kaleném stavu se používá na součásti a výrobky, které mají být tvrdé nebo mají odolávat abrazivnímu opotřebení, např. strojní, kuchyňské či kapesní nože, měřidla a lékařské nástroje. Ocel se nedoporučuje používat ve stavu žíhaném, v němž má nižší korozní odolnost. Odolnosti proti korozi se zvyšuje leštěním povrchu.

Způsob tepelného zpracování:

- základní žíhání 1 h na teplotě 800 – 840 °C, poté ochlazovat 30 °C/h až na teplotu 650 °C
- žíhání ke snížení pnutí při teplotě 700 – 750 °C
- kalení do oleje při teplotě 1000 – 1050 °C
- popouštění 2 h při teplotě 150 – 200 °C na min. HRC 52 [1]

1.1.1.4. ČSN 17 042 (EN X90CrMoV18; W. Nr 1.4112)

Ocel je chromová a korozivzdorná, řadí se mezi poloferitické, feromagnetické. Obsah prvků činí max. 1,05 % C a 18 % Cr. V kaleném stavu s kovově lesklým povrchem odolává korozi, zředěné kyselině dusičné a slabým organickým kyselinám. V žíhaném stavu má nižší korozní odolnost. Je vhodná k výrobě nástrojů s vysokou tvrdostí, např. chirurgických nástrojů, nerezavějících nožů, měřidel, kalibrů, ložiskových kroužků a kuliček.

Způsob tepelného zpracování:

- žíhání naměkko 6 až 10 h na teplotě 760 – 790 °C, poté ochlazovat v peci rychlostí 30 °C/h až na teplotu 400 °C
- žíhání ke snížení pnutí při teplotě 650 – 700 °C
- kalení na teplotě 980 – 1020 °C, ochlazování v oleji
- popouštění po dobu 2 h při teplotě 150 – 200 °C na min. HRC 56 [1]

Všechny výše uvedené materiály jsou kalitelné a je u nich zaručena korozní odolnost právě ve stavu kaleném s příslušným povrchovým opracováním (např. kovově lesklý povrch).

1.1.1.5. ČSN 17 241 (EN X12CrNi18-8; W. Nr 1.4301)

Ocel je chromová a korozivzdorná. Obsah prvků této oceli je max. 0,12 % C, 20 % Cr a 11 % Ni. Ocel je vhodná k výrobě plechů, tyčí, a tupých chirurgických nástrojů. Odolává korozi v pasivním a v některých prostředích i v aktivním stavu. Odolává kyselině dusičné, zředěné kyselině sírové a za přístupu vzduchu i některým silnějším organickým kyselinám. Velmi dobře odolává atmosférické korozi; odolnost lze leštěním povrchu zvýšit. Ocel má sklon k deformačnímu zpevnění za studena při tažení. Zpevnění vzniká přetvořením austenitu na martenzit, který zvýší pevnost, ale sníží tažnost. Ocel je vhodná pro součásti a zařízení v chemickém a potravinářském průmyslu, pro chirurgické nástroje a na zubní protézy. Ocel je svařitelná elektrickým obloukem či plamenem, ale v oblasti svaru je náchylná k mezikrystalové korozi.

Způsob tepelného zpracování:

- rozpouštěcí žíhání na teplotě 1020 – 1070 °C, poté ochlazení ve vodě
- pevnost lze zvýšit pouze tvářením za studena [1, 3]

1.1.1.6. ČSN 17 351 (žádný přímý ekvivalent)

Ocel je korozivzdorná a chromová. Obsah prvků činí 0,08 % C, 17 % Cr, 7 % Ni, 0,6 % Mn, stopově Al, Ti, Si. Ocel je martenzitická vytvrditelná a dobře svařitelná. Ocel je vhodná na výrobky, u kterých se vyžaduje podstatně vyšší pevnost a mez kluzu, než vykazují

austenitické oceli, avšak nelze je vyrábět z kalitelné chromové oceli pro nebezpečí vzniku deformací při kalení. Používá se pro tvarově složité výrobky, chirurgické nástroje nebo letecké konstrukce.

Způsob tepelného zpracování:

- Rozpouštěcí žíhání po dobu 1 h na teplotě 940 – 960 °C, poté ochlazení na vzduchu
- Vytvrzování až 6 h na teplotě 500 – 560 °C, následné ochlazení ve vodě
- Popouštění 30 minut na teplotě 680 – 720 °C, ochlazování na vzduchu [3, 4]

1.1.2. Slinuté karbidy

Jedná se o materiály vyráběné práškovou metalurgií. Slinuté karbidy jsou tvořeny jemnými částicemi karbidů vybraných kovů, např. titan, tantal, wolfram či vanad, které jsou vzájemně spojeny pojivem, nejčastěji kobaltem. Množství karbidů a pojiva určuje mechanické a fyzikální vlastnosti. Tvrdost SK je ovlivněná nejen objemovým množstvím pojiva, ale také velikostí zrna. Čím jemnější struktura, tím vyšší tvrdost. Další vlastnosti, ovlivněné obsahem pojiva a velikostí zrn karbidů, jsou lomová houževnatost a pevnost v ohybu, které s větším obsahem pojiva rostou. Ačkoliv jsou SK velmi tvrdé, jejich velkou nevýhodou je jejich křehkost, a proto jsou použitelné ve zdravotnictví pouze v omezení míře. [5]

1.1.3. Slitiny hliníku

Hliník je neušlechtilý neželezný kov, jehož slitiny, převážně dural, jsou používány k výrobě dílů operačního instrumentária nebo částí chirurgických nástrojů. Dural je slitina hliníku (90 – 96 %) a mědi (4 – 6 %) s přísadami hořčíku a křemíku. Mezi hlavní výhody duralu patří nízká měrná hmotnost, pevnost od 350 do 400 MPa a tvrdost dosahující hodnot okolo 100 – 120 HB. Je odolný proti korozi a je možné ho obrábět, povrchově upravovat a eloxovat, což je vhodné zejména k rozlišování různých typů či velikostí chirurgických nástrojů. [6]

1.1.4. Slitiny titanu

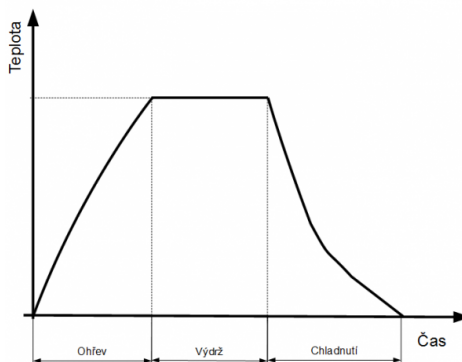
Dalším z neušlechtilých kovů, využívaných k výrobě chirurgických nástrojů, je titan a jeho slitiny. Titan vyniká výbornými korozivzdornými vlastnostmi – je biokompatibilní a odolný proti anorganickým i organickým kyselinám, a z toho důvodů je vhodný především k výrobě lékařských implantátů. Své uplatnění nachází především ve formě nitridu nanášeného fyzikálními procesy na povrchy nástrojů. Titan je lehký a vysoce pevný, avšak velkou nevýhodou je jeho obtížné zpracování ve výrobě a jeho vysoká cena. [6]

1.2. Tepelné zpracování, úprava povrchu a povlaky používané ke zvýšení odolnosti proti opotřebení a korozi

Většina ocelí používaná k výrobě chirurgických nástrojů musí být před aplikací povlaku tepelně zpracována a musí mít vhodně připravený povrch. Po tepelném zpracování obvykle následuje úprava povrchu, jako je jemné tryskání, kartáčování, broušení či leštění.

1.2.1. Tepelné zpracování ocelí

Tepelným zpracováním kovů se rozumí postup, při kterém se řízeně mění mechanické, fyzikální a do jisté míry i chemické vlastnosti kovů působením tepla. Účelem tepelného zpracování je dosažení požadovaných mechanických a technologických vlastností kovových materiálů. Princip tepelného zpracování (Obr. 1) spočívá v ohřevu materiálu na požadovanou teplotu, výdrži na této teplotě a následném ochlazení vhodnou rychlostí ve vhodném médiu.

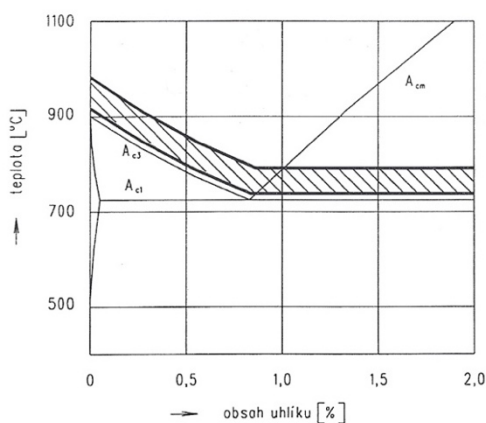


Obr. 1 Průběh tepelného zpracování [7]

1.2.1.1. Kalení

Jedním z nejpoužívanějších způsobů tepelného zpracování je kalení. Cílem tohoto tepelného zpracování je zlepšení mechanických (tvrdost, pevnost, odolnost proti opotřebení), fyzikálních a chemických (korozi-vzdornost) vlastností materiálů, využívaných nejen na lékařské nástroje. Během kalení dochází ke změně perlitické nebo ferito-perlitické struktury na tvrdší bainitickou a martenzitickou. Průběh kalení můžeme rozdělit do dvou fází, a to na ohřev asi 30 až 50 °C nad teplotu A_{c3} u podeutektoidních ocelí a 30 až 50 °C nad A_{c1} u nadeutektoidních ocelí. Oblast kalících teplot v závislosti na obsahu uhlíku v oceli je jasně vidět na Obr. 2. Nedodržení kalících teplot může vést k nežádoucím změnám ve struktuře a ke vzniku trhlin, případně k náchylnosti materiálu k mezikrystalové korozi. Po ohřevu následuje výdrž na teplotě a ochlazení. Ochlazovací rychlost, musí být tak velká, tzv. nadkritická, aby zajistila přeměnu austenitické struktury na bainitickou či martenzitickou. [8, 9]

Během rychlého ochlazování dochází k velkému rozdílu teplot na povrchu a uvnitř materiálu a vzniká tak pnutí, které může při větším zatížení materiálu způsobit až destrukci nástroje. [9]



Obr. 2 Oblast kalících teplot v diagramu Fe–Fe₃C [10]

1.2.1.2. Popouštění

Popouštění slouží ke snížení vnitřních pnutí zakaleného materiálu, přičemž dochází k mírnému poklesu tvrdosti a pevnosti. Jelikož vnitřní pnutí mohou vést k tvorbě trhlin nebo dokonce k lomu zakaleného materiálu, mělo by popouštění následovat ihned po kalení. Popouštění se skládá z ohřevu na teplotě nižší než A_{c1} , výdrži a ochlazování

vhodnou rychlostí ve vhodném médiu. Podle hodnoty popouštěcí teploty, která má zásadní vliv na strukturní a mechanické vlastnosti popouštěného kovu, se rozlišuje popouštění při nízkých a vysokých teplotách. Popouštění při nízkých teplotách se uskutečňuje zpravidla v rozmezí teplot 100 až 300 °C. U vysokolegovaných ocelí může popouštěcí teplota dosáhnout až 600 °C. Cílem tohoto druhu popouštění je snížit vnitřní pnutí a zmenšit obsah zbytkového austenitu. Popouštění při vysokých teplotách se uskutečňuje při teplotě 400 až 650 °C a používá se k dosažení optimálních pevnostních vlastností, houževnatosti a plasticity. [9, 10]

1.2.1.3. Tváření za studena

Tento zpevňovací děj můžeme nazývat také tváření pod rekrystalizační teplotou. Teplota tváření se nachází pod hodnotou $0,4T_t$ [K]. Při tomto procesu dochází ke zpevňování materiálu, které nakonec vede až k trvalé plastické deformaci. Zpevňováním se zvyšují pevnostní charakteristiky, jako jsou mez kluzu a pevnosti, ale naopak klesá tažnost. Opětovným zahřátím kovu je možné plasticitu materiálu obnovit a kov tak znovu získá schopnost být plasticky tvářen. Výhodou tohoto zpracování je vysoká přesnost rozměrů, kvalitní povrch bez okují a zlepšení mechanických vlastností. Nevýhodou jsou velké tvářecí síly, které je nutné při tváření používat a omezená tvárnost materiálu. [11]

1.2.2. Příprava povrchu základního materiálu

Mezi povrchové úpravy lze považovat ošetření základního materiálu za využití fyzikálních, chemických, elektrochemických a mechanických postupů. Povlaky používané na lékařské nástroje musí disponovat určitými vlastnostmi a musí splňovat požadavky, jako je například vysoká tvrdost, kluznost, vysoká adheze k základnímu materiálu, otěruvzdornost, drsnost, odolnosti proti korozi, dlouhá životnost nebo odolnost proti opotřebení. Lékařské nástroje mohou být povlakovány několika způsoby, z nichž nejrozšířenější jsou metody na bázi PVD či CVD. Depozice vrstev se provádí jako finální operace na hotovém, již tepelně zpracovaném materiálu. Pro zajištění dobrých adhezních vlastností musí být povrch základního materiálu dokonale čistý, zbaven veškerých organických a anorganických nečistot. Mezi přípravy povrchu řadíme

kartáčování, jemné tryskání, omílání, broušení, mechanické či elektrolytické leštění, které předchází povlakování a zajišťuje tak dokonalou přípravu základního materiálu. Mikroskopické snímky broušené, mechanicky a elektrolyticky leštěné korozivzdorné oceli jsou vidět na Obr. 3. [6, 12]



Obr. 3 Povrch korozivzdorné oceli po úpravě povrchu broušený (vlevo), mechanicky leštěný (uprostřed), elektrolyticky leštěný (vpravo) [12]

1.2.2.1. Tryskání

Tryskání je technologický proces, při kterém dochází k čištění povrchu materiálu nárazem abrazivních částic. Nejčastěji se používá před nátěrem nebo povlakováním. Tento proces je velmi účinný při odstraňování otřepů, okují, starých nátěrů nebo strusek po svařování. [13]

1.2.2.2. Kartáčování a broušení

Kartáčování je další druh technologie, kterým lze nejen očistit povrch základního materiálu od nečistot, ale provést i konečnou úpravu. Kartáčování lze provádět ručně, pomocí ocelového kartáče nebo strojně, za využití rotujícího kartáče s ocelovými vlákny. [14]

Při broušení povrchů bychom měli dbát na správný výběr nosiče a brusiva, mohou totiž velmi negativně ovlivnit broušený povrch a výrazně tak snížit adhezi základního materiálu k povlaku. V případě, že dojde k nesprávnému broušení povrchu základního materiálu, může dojít až k odloupenutí jednotlivých částí povlaku, což rapidně snižuje životnost řezného nástroje. V některých případech lze broušení nahradit i jemným obráběním pomocí dokončovacích destiček ze slinutých karbidů. Touto metodou je možné dosáhnout hodnoty drsnosti R_a až $0,4 \mu\text{m}$. [14]

1.2.2.3. Leštění

Kovové materiály jsou obvykle leštěny, aby se na povrchu materiálu snížila mikrodrsnost. Leštění lze použít mechanické či elektrolytické. Mechanické leštění však není zdaleka tak dokonalé jako elektrolytické, protože se na povrchu mohou stále vyskytovat mikroskopické rýhy, výstupky, úlomky a zbytky brusiva. Navíc po něm vzniká v materiálu pnutí, které zhoršuje metalurgické vlastnosti, a tím i odolnost materiálu v agresivním prostředí. Z tohoto důvodu se používá elektrolytické leštění, které snižuje mikrodrsnost a vyhlazuje výstupky na povrchu základního materiálu. Princip této metody je založen na elektrolýze, kde elektrolytem bývají roztoky kyseliny sírové nebo ortofosforečné. Celý proces trvá 2 – 20 minut. Působením stejnosměrného proudu se v elektrolytu odděluje materiál z povrchu leštěného dílu, přičemž elektrolyticky leštěná komponenta tvoří anodu. Po zapnutí proudu se kov na povrchu anody rozpouští a přechází do elektrolytu. Technologický postup elektrolytického leštění se skládá ze tří částí – předúpravy kovového povrchu, elektrolytického leštění povrchu a dokončovacích úprav (viz Tab. 1 – 3). [12, 15]

Tab. 1 Technologický postup úprav povrchu před elektrolyt. leštění [12]

Předúpravy povrchu základního materiálu
1. čištění
2. oplach
3. moření
4. oplach

Tab. 2 Technologický postup elektrolyt. leštění [12]

Elektrolytické leštění
1. elektrolytické leštění
2. neutralizace (výnos z lázně)
3. oplach

Tab. 3 Technologický postup dokončovacích úprav po elektrolyt. leštění [12]

Dokončování úprav
1. ponor do kyseliny dusičné
2. oplach
3. oplach za tepla
4. sušení

Většina nástrojů vyrobených k lékařským účelům (pily, svorky, skalpely atd.) jsou elektrolyticky leštěny, protože poté dochází ke snadnějšímu čištění a je zde výrazně nižší míra kontaminace. Tento druh leštění je také velmi významný pro součásti, které jsou často vystavovány radiaci a musí být pravidelně dekontaminovány. [12]

1.2.3. Metody povlakování

Základními depozičními procesy jsou CVD a PVD. Metoda CVD byla objevena dříve, nebylo ale možné ji použít pro deponování povlaků na rychlořeznou ocel, což vedlo k vývoji metody PVD. V současnosti jsou obě metody zhruba stejně rozšířené.

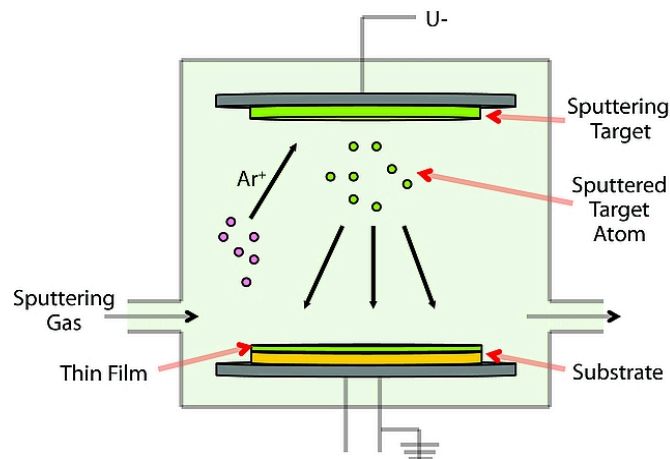
1.2.3.1. PVD metoda

Physical vapour deposition je metoda, při níž jsou velmi tenké povlaky vytvářeny kondenzací atomů (např. Ti, Al, Cr, Si atd.), které jsou uvolňovány ze zdroje (terčů, targetů) fyzikálními metodami – napařováním a odpařováním. Proces PVD probíhá ve speciálních komorách v prostředí vysokého vakua (0,1 – 1,0 Pa) a teplotách dosahujících obvykle 150 – 500 °C. [14, 16]

Metody vytváření PVD povlaků jsou:

- napařování
- napařování (sputtering)
- magnetronové napařování
- iontová implementace

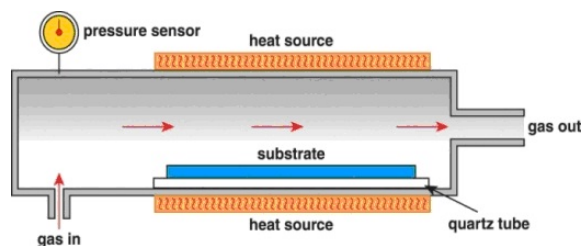
Metoda PVD se používá pro vytváření tenkých vrstev na nástrojových ocelích, součástech z hliníků a plastů. Velkou výhodou této metody je schopnost povlakovat i ostré hrany, můžeme tedy povlakovat i tzv. „ostré“ ostří nástroje s poloměrem zaoblení pod 20 μm . Dalšími výhodami PVD depozice je vysoká odolnost vytvořených vrstev. Dalším kladem této metody je, že aplikací PVD povlaků nevznikají žádné toxické zplodiny, které by mohly ohrožovat životní prostředí. Princip PVD povlakování je popsán na Obr. 4. [16, 17, 18]



Obr. 4 Schéma PVD povlakování [19]

1.2.3.2. CVD metoda

Metoda Chemical vapour deposition probíhá v depoziční komoře, kam jsou v plynné fázi přiváděny reakční složky, které se za vysokých teplot (300 – 900 $^{\circ}\text{C}$) rozkládají a vzniká tak vrstva, která se vytváří na povrchu základního materiálu důsledkem chemických procesů. CVD metoda se využívá zejména k povlakování vyměnitelných břitových destiček a slinutých karbidů. Je možné ji také použít v případě povlakování složitých dílů a těžce přístupných dutin či drážek. Navíc je ekonomicky nejvýhodnější pro tvorbu silných vrstev, což je v případě povlakování hran nežádoucí, protože dochází k jejich zaoblování. Další problém představuje také vysoká teplota při depozici, která zapříčiňuje dlouhý pracovní cyklus. Schéma depoziční komory pro metodu CVD je na Obr. 5. [14, 17, 20]

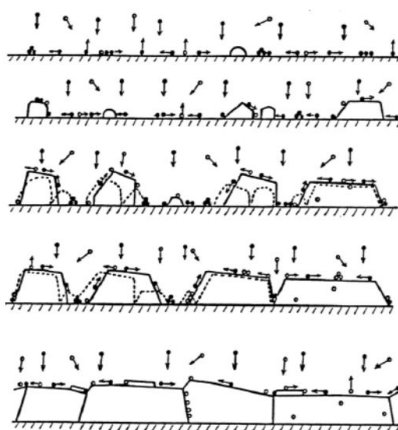


Obr. 5 Schéma CVD povlakování [20]

1.2.4. Mechanismus vytváření povlaků

Mechanismus vytváření povlaků (Obr. 6) lze rozdělit do následujících stádií:

1. kondenzace atomů, přičemž vznikají malé zárodky, které se staticky rozkládají po povrchu základního materiálu
2. růst zárodků a vytváření nových ostrůvků povlaku, které mají často tvar polykrystalů
3. srůstání ostrůvků povlaku a vytváření téměř souvislé vrstvy, prostoupené kanálky
4. zaplňování kanálků [21]



Obr. 6 Schéma růstu povlaku [21]

1.2.5. Druhy povlaků

V této kapitole jsou uvedeny druhy povlaků, které se nejčastěji aplikují na chirurgické instrumenty či chirurgické implantáty.

1.2.5.1. Keramické povlaky

Keramické povlaky patří mezi povlaky, které se nazývají smaltované. Smalt je ve své podstatě anorganické sklo, které je nanesené na kovovém materiálu. Smalt v této kombinaci vytváří velmi odolný povrch proti korozi a dalším chemickým a přírodním vlivům. Jsou barevně i chemicky stálé, dokáží odolávat vysokým teplotám a jsou odolné proti abrazi. Mezi negativní vlastnosti lze považovat jejich křehkost a také omezenou možnost opravy (svařitelnost, opravitelnost). Tyto povlaky se používají převážně pro rozlišování lékařských instrumentů díky širokému spektru jejich možných barev. [22]

1.2.5.2. Povlaky na bázi uhlíku (DLC povlaky)

Povlaky Diamond Like Carbon jsou velmi často používané kvůli svým jedinečným vlastnostem, jako jsou např. vysoká tvrdost, chemická stálost, nízký koeficient tření a především biokompatibilita. V závislosti na poměru složek (grafit, diamant) se mohou měnit mechanické a chemické vlastnosti těchto povlaků, např. tvrdost, součinitel tření, Youngův modul, lomová houževnatost a další. DLC povlaky se aplikují různými způsoby. Mezi nejčastější metody patří PVD (Physical Vapour Deposition) nebo PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition). DLC povlaky vynikají vysokou biokompatibilitou a odolností proti opotřebení, což je předurčuje k použití při výrobě lékařských instrumentářií. [23]

1.2.5.3. Povlaky na bázi titanu

Povlaky na bázi titanu vynikají vysokou tvrdostí, adhezí k základnímu materiálu, dobrou odolností proti korozi a oxidaci, odolností proti opotřebení, a především jsou biokompatibilní a nereagují negativně s lidským tělem. Vzhledem k uvedeným vlastnostem jsou to nejčastěji používané povlaky pro lékařské aplikace. V kombinaci

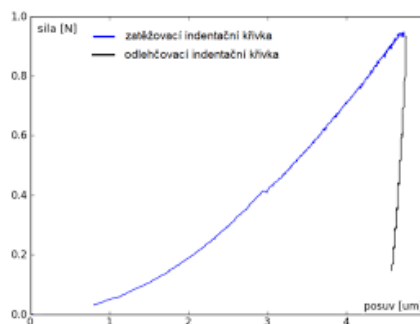
s vysokolegovanou chromovou ocelí tvoří ideální kombinaci pro lékařské řezné nástroje. [24]

1.3. Měření mechanických vlastností povlaků

V této kapitole budou popsány postupy nejčastěji prováděných testů, sloužící k analýze mechanických vlastností povlaků.

1.3.1. Měření nanotvrdomosti

Tvrdomost je definována jako odolnost proti vnikání cizího tělesa do povrchu daného materiálu. Běžná tloušťka vrstev vytvořených metodou PVD je pouze několik mikrometrů, a proto je důležité zajistit, aby měřící hrot pronikl maximálně do desetiny tloušťky vrstvy. Velikost zátěže se při měření vrstev volí v řádu desítek mN. Indentor vytváří do malých vzorků s tenkou vrstvou vtisky přitlačnou silou, která je během procesu kontinuálně zvyšována a poté snižována až na nulovou hodnotu. Celý tento proces je monitorován a výsledkem je indentační křivka (Obr. 7), kterou program na základě naměřených hodnot polohy indentoru a zatěžovací síly vyhodnotí, a následně z této křivky vypočítá tvrdost a modul pružnosti vzorku. [25]

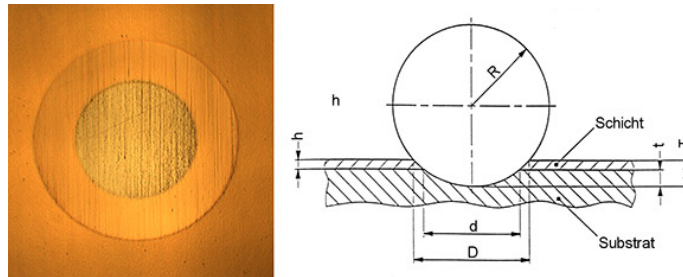


Obr. 7 Příklad indentační křivky [26]

1.3.2. Měření tloušťky povlaku

Z hlediska praktické aplikace je volba tloušťky povlaku na břitech řezných nástrojů jednou z nejdůležitějších charakteristik, která může v konečném důsledku ovlivňovat jak trvanlivost nástroje, tak jeho chování během obrábění. Kalotest poskytuje rychlé, jednoduché a ekonomicky výhodné měření tloušťky povlaku. Toto měření lze použít také

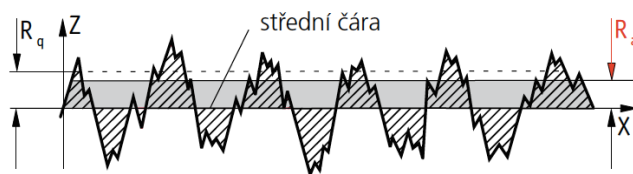
ke zjištění otěruvzdornosti povrchu. Měření se provádí za pomoci kalené ocelové kuličky s přesně daným průměrem za přítomnosti brusné diamantové pasty. Kulička vybrušuje do vrstvy důlek, tzv. kalotu (Obr. 8). Mikroskopickým proměřením průměrů důlků lze získat příslušné rozměry umožňující vypočítat tloušťku posuzované vrstvy. Mikrostrukturní vyhodnocení této metody vyžaduje maximální drsnost povlaku $R_a = 0,4 \mu\text{m}$ nebo velmi precizní vyleštění. [25, 27]



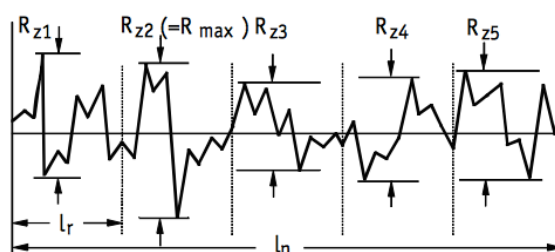
Obr. 8 Princip kalotestu [28]

1.3.3. Měření drsnosti

V případě aplikování tenkých vrstev je výsledná drsnost ovlivněna kvalitou a drsností základního materiálu a povlaku. Měření drsnosti je vhodné provádět na řádně vyčištěných vzorcích, protože zdrojem zvýšené drsnosti mohou být i nečistoty či jiné mikročástice, které ulpívají na povrchu během povlakování, a může tedy dojít ke zkreslení výsledných hodnot. V experimentální části byly měřeny parametry R_a a R_z (Obr. 9 a 10). [25]



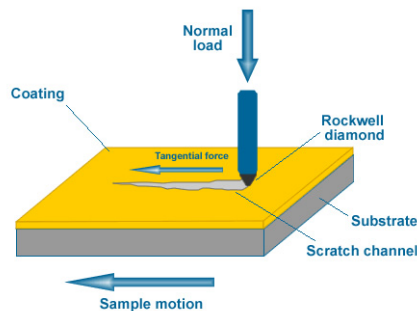
Obr. 9 Schéma parametru drsnosti R_a [29]



Obr. 10 Schéma parametru drsnosti R_z [29]

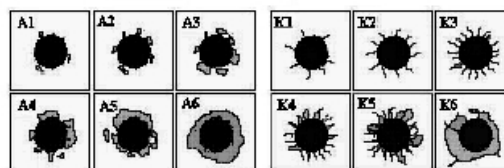
1.3.4. Měření adheze povlaku

Standartní metodou pro vyhodnocování přilnavosti povlaku je tzv. Scratch – test. Pro měření se využívá principu postupně se zvyšující zátěžné síly na diamantový Rockwellův hrot při současném posouvání špičky hrotu po měřené vrstvě. Pohybem hrotu se ve vrstvě vytvoří vryp a při dosažení kritické hodnoty zátěžné síly (L_{c3}) dojde vlivem pnutí k odtržení vrstvy od základního materiálu (Obr.9). Tato hodnota je také používána jako míra adheze dané vrstvy. [25, 30]



Obr. 11 Princip Scratch testu [31]

Další metodou, kterou lze hodnotit adhezivní chování povlaku, je Mercedes test. Jedná se o nenáročnou vnikací metodu, při které vzniká pnutí mezi povlakem a základním materiálem. Toto pnutí je způsobeno vtiskem Rockwellova diamantového indentoru, který je vtlačován do vzorku. Toto napětí vyvolá mezi povlakem a základním materiálem vznik trhlinek, které se šíří po povrchu vzorku. Vyhodnocování vtisků se provádí vizuální kontrolou a následným přiřazením vtisků do jednotlivých kategorií s adhezivním číslem, které charakterizuje stupeň popraskání či odloupení povlaku (Obr. 10). Výhodou této metody je jednoduchost, rychlost a není zde nutné používat nejmodernější měřicí zařízení. [31]



Obr. 12 Předloha pro hodnocení porušení vtisku [31]

1.3.5. Měření kluzných vlastností

Jednou z nejpoužívanějších metod pro změření kluzných vlastností je tzv. pin-on-disc. Vzorek je umístěn na otočný stolek a v určité vzdálenosti od středu vzorku je nerotující kulička („pin“ tělísko) zatížena předem definovanou silou. Disk se začne otáčet zvolenou rychlostí a vykoná předem stanovený počet otáček, resp. stanovenou dráhu. „Pin“ tělísko vytvoří na povrchu vzorku stopu, která je analyzována. Touto metodou se měří otěr kuličky, frikční koeficient, otěr povlaku, profil otěru apod. Při měření metodou pin – on – disc se používá zátěžná síla v řádu jednotek N, zatímco při řezných zkouškách jsou řezné síly o dva řády vyšší. Navíc i teplota je při běžných řezných podmínkách mnohanásobně vyšší než při testech pin-on-disc. Z toho vyplývá, že tato laboratorní metoda slouží spíše k porovnávání různých typů vrstev a pro získání představy o jejich kluzných vlastnostech. [25]

2. Experimentální část

V experimentální části byly na tři různé korozivzdorné oceli s třemi různými druhy úprav povrchu aplikovány tři druhy povlaků, u nichž pak budou hodnoceny jejich vlastnosti. Jedná se o povlak TiN, který se běžně používá na řezné lékařské instrumenty, povlak TiAlN, který se v současnosti používá na obrábění kovů a povlak TiNbN, který byl speciálně navržen pro tento experiment a od kterého se očekávají srovnatelné vlastnosti s povlakem TiN a TiAlN. Na deponovaných povlacích byla měřena drsnost, tloušťka, nanotvrdost, adheze a koeficient tření.

2.1. Charakteristika dodaných vzorků

K experimentálnímu testu byly firmou ProSpon spol. s r. o. dodány vzorky korozivzdorných ocelí dle W. Nr. 1.4301, 1.4542, 1.4112. ve třech úpravách povrchu – leštěné, jemné tryskané a kartáčované/broušené a bez dalšího ošetření povrchu. Rozměry vzorků byly $\varnothing 22 \times 4$ mm a každý vzorek byl opatřen identifikačním číslem. Chemická složení, charakteristiky a tepelná zpracování ocelí jsou uvedeny v teoretické části. Přesné rozdělení vzorků je v Tab. 4.

Tab. 4 Rozdělení vzorků dodaných od výrobce

Materiál	Povrchová úprava	Počet kusů
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	Leštěno	20
	Kartáčováno	20
	Tryskáno	20
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	Leštěno	20
	Kartáčováno	20
	Tryskáno	20
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	Leštěno	20
	Broušeno	20
	Tryskáno	20

2.2. Charakteristika aplikovaných povlaků

Na všechny druhy ocelí byly deponovány metodou PVD, konkrétně nevyváženým magnetronovým naprašováním, tři druhy povlaků – TiAlN, TiN a TiNbN. Povlaky byly deponovány v zařízení Hauzer Flexicoat 850. Parametry depozice jsou v Tab. 5.

Tab. 5 Parametry depozice

Povlak	Depoziční teplota [°C]	Bias [V]	Pracovní tlak [MPa]	Příkon na katodách [kW]	Tok argonu [sccm]		Tok dusíku [sccm]	
					start	end	start	end
TiAlN	350	75	4	3	90	10	20	
TiN	350	80	4	5	105	10	43	
TiNbN	350	75	4	3	105	10	45	

2.2.1. TiN

Tento povlak zlaté barvy se vzhledem ke svým vyváženým řezným vlastnostem řadí mezi běžně užívané chirurgické obráběcí povlaky. Mezi jeho hlavní výhody patří poměrně vysoká tvrdost, dobrá adheze k základnímu materiálu a dobrá chemická stabilita. Tvrdost povlaku se pohybuje okolo 2400 HV a je použitelný do teplot 500 °C. Povlak TiN je často používán při obrábění materiálů na bázi železa, ale vzhledem ke své barvě najde své uplatnění i pro dekorativní účely. Jedná se tedy o velmi univerzální druh povlaku, který je vhodný i pro kombinované operace, tzn. obrábění několika rozdílných materiálů jedním nástrojem během jednoho procesu. [24, 32]

2.2.2. TiAlN

Antracitově zbarvený povlak TiAlN je v současné době jedním z nejpoužívanějších povlaků. Povlaky TiAlN jsou odolné vůči oxidaci a umožňují vyšší obráběcí výkony zhruba o 20 – 30 % vyšší než s povlakem TiN. Tvrdost tohoto povlaku může být až 3000 HV a max. pracovní teplota 800 °C. Aplikační oblast povlaku TiAlN je v obrábění abrazivních a těžkoobrobitelných materiálů. Obsah hliníku v těchto povlacích je zhruba 50 % hm.,

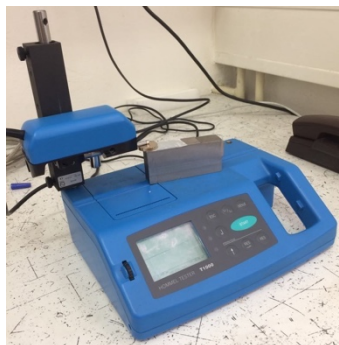
avšak s přibývajícím obsahem hliníku klesá tvrdost povlaku a odolnost proti opotřebení. [32]

2.2.3. TiNbN

Povlak TiNbN má stříbrnou barvu a patří mezi nejmodernější povlaky s vysokou biokompatibilitou a odolností proti korozi, které se začínají v dnešní době uplatňovat v lékařství. Povlak TiNbN se v současné době používá jako povlak na kostních, kloubních a dentálních implantátech.

2.3. Měření drsnosti povrchu

Drsnost povrchu je jedním z parametrů, který výrazně ovlivňuje tribologické vlastnosti povlaků. Profil povrchu po aplikaci povlaku byl měřen na přenosném drsnoměru Hommel Tester T1000. Cílem tohoto měření bylo porovnat drsnost vzorků před povlakováním a po aplikování tří druhů povlaků. Byla vždy provedena minimálně tři měření drsnosti profilu a z výsledných hodnot byly posléze vypočteny průměrné hodnoty parametrů Ra a Rz. Drsnost byla měřená ve směru kartáčování či broušení.



Obr. 13 Přenosný drsnoměr Hommel Tester T1000

2.3.1. Výsledky měření drsnosti povrchu

Drsnost povrchů byla měřena na všech typech vzorků před aplikací povlaků a výsledky průměrných hodnot Ra a Rz jsou uvedeny v Tab. 6.

Pro hodnocení povrchů dodaných vzorků před a po aplikaci povlaků jsou použity hodnoty Ra, protože toto označení drsnosti je použito na výkresové dokumentaci společnosti ProSpon spol. s r. o. (viz Příloha 8)

Tab. 6 Průměrné naměřené hodnoty parametrů Ra, Rz na nenapovlakovaných ocelích

Materiál	Číslo vzorku	Úprava povrchu	Ra	Rz
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-054	Tryskáno	1,19	6,69
	18-037	Kartáčováno	0,10	0,75
	18-018	Leštěno	0,03	0,22
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-026	Tryskáno	1,08	6,92
	18-020	Kartáčováno	0,16	1,19
	18-008	Leštěno	0,03	0,22
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-021	Tryskáno	0,21	1,57
	18-026	Broušeno	0,09	0,63
	18-024	Leštěno	0,03	0,21

Z hodnot uvedených v Tab. 6 můžeme porovnat naměřené hodnoty drsnosti jednotlivých materiálů v závislosti na úpravě povrchu. Ve vyleštěném stavu vykazují všechny druhy ocelí přibližně stejné hodnoty drsností. V tryskané úpravě povrchu se hodnoty drsností liší v závislosti na druhu materiálu.

Shodným způsobem byla provedena měření drsností povrchů vzorků po aplikaci povlaků. Výsledky jsou uvedeny v Tab. 7 – 9.

Tab. 7 Průměrné naměřené hodnoty parametrů Ra, Rz s povlakem TiAlN

Materiál	Číslo vzorku	Úprava povrchu	Ra	Rz
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-045	Tryskáno	1,07	6,88
	18-026	Kartáčováno	0,25	1,62
	18-008	Leštěno	0,08	0,64
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-014	Tryskáno	0,78	4,96
	18-012	Kartáčováno	0,22	2,06
	18-011	Leštěno	0,05	0,61
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-011	Tryskáno	0,25	1,80
	18-013	Broušeno	0,11	1,07
	18-014	Leštěno	0,06	0,44

V Tab. 7 můžeme vidět, že povlak TiAlN zvýraznil reliéf základního materiálu. Zvýšily se tak hodnoty drsností povrchu kartáčovaných/broušených a leštěných vzorků. Naopak došlo ke snížení hodnot drsnosti u tryskané vytvrzované oceli AKVN a AKVH. Nejnižší hodnoty drsnosti povrchu vykazuje vytvrzovaná ocel AKVH s leštěným povrchem.

Tab. 8 Průměrné naměřené hodnoty parametrů Ra, Rz s povlakem TiN

Materiál	Číslo vzorku	Úprava povrchu	Ra	Rz
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-044	Tryskáno	0,84	5,39
	18-024	Kartáčováno	0,43	2,99
	18-003	Leštěno	0,10	0,75
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-008	Tryskáno	0,69	4,44
	18-010	Kartáčováno	0,17	1,55
	18-023	Leštěno	0,06	0,60
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-010	Tryskáno	0,25	2,34
	18-009	Broušeno	0,10	0,80
	18-010	Leštěno	0,08	0,61

Z Tab. 8 je zjevné, že po aplikaci povlaku TiN měla nejnižší hodnoty drsnosti povrchu leštěná vytvrzovaná ocel AKVH. Drsnost leštěných vzorků s povlakem TiN se v porovnání se stejně upravenými vzorky s povlakem TiAlN nepatrně zvýšila. Naopak hodnoty drsností kartáčovaných/broušených a tryskaných povrchů se oproti vzorkům s povlakem TiAlN snížily.

Tab. 9 Průměrné naměřené hodnoty parametrů Ra, Rz s povlakem TiNbN

Materiál	Číslo vzorku	Úprava povrchu	Ra	Rz
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-052	Tryskáno	1,02	6,19
	18-031	Kartáčováno	0,35	2,29
	18-009	Leštěno	0,04	0,32
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-018	Tryskáno	0,65	4,35
	18-016	Kartáčováno	0,22	1,52
	18-015	Leštěno	0,02	0,20
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-015	Tryskáno	0,21	1,69
	18-017	Broušeno	0,09	0,79
	18-016	Leštěno	0,03	0,34

Z hodnot v Tab. 9 vyplývá, že po aplikaci povlaku TiNbN byly naměřeny prakticky stejné hodnoty drsností povrchů u leštěných vzorků všech druhů ocelí. Shodně jako u předchozích povlaků došlo ke snížení hodnoty Ra u tryskaných povrchů.

Z výsledků měření (tab. 6 – 9) drsností povrchu před a po aplikaci povlaků vyplývá, že deponované povlaky prakticky nemají žádný vliv na změnu hodnoty drsnosti Ra u leštěných povrchů všech testovaných materiálů. Naopak u tryskaných vzorků všech typů ocelí po aplikaci povlaků došlo ke značnému vyhlazení povrchu. Otázkou zůstává, do jaké míry lze využít snížení hodnoty Ra u tryskaných povrchů.

2.4. Měření tloušťky povlaků

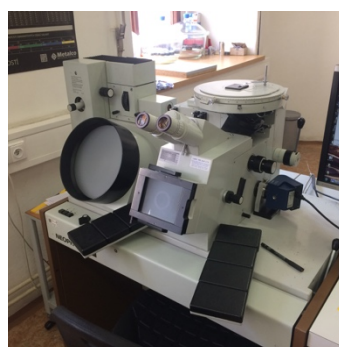
Pro zjištění tloušťky aplikovaných povlaků bylo provedeno měření metodou kalotest na vzorcích kalené oceli AK5, (W. Nr 1.4112). Tento typ oceli byl vybrán proto, že oceli AKVH a AKVN nemají tak vysokou tvrdost. Z toho důvodu by byly průměry kalot pod mikroskopem nepřesně definovatelné, a mohlo by tak dojít ke zkreslení výsledků měření. V případě ocelí AKVH a AKVN by tedy bylo nutné provést metalografický řez k určení tloušťky povlaku. K vybroušení povlaku byla použita ocelová kulička o průměru 30 mm a abrazivní diamantová suspenze o velikosti zrna 0,2 až 0,5 μm , při rychlosti 700 ot/min po dobu 20 s. Ke změření tloušťky povlaku byl použit přístroj Calotest Compact (Obr. 11) od firmy CSM Instruments a následně byly kaloty vyhodnocovány na optickém mikroskopu Neophot 30 (Obr. 12). Snímky kalot jsou na Obr. 13 – 15. Tloušťka vrstev byla následně pomocí naměřených průměrů kalot vypočtena ze vzorce:

$$t = \sqrt{R^2 - r_1^2} - \sqrt{R^2 - r_2^2}$$

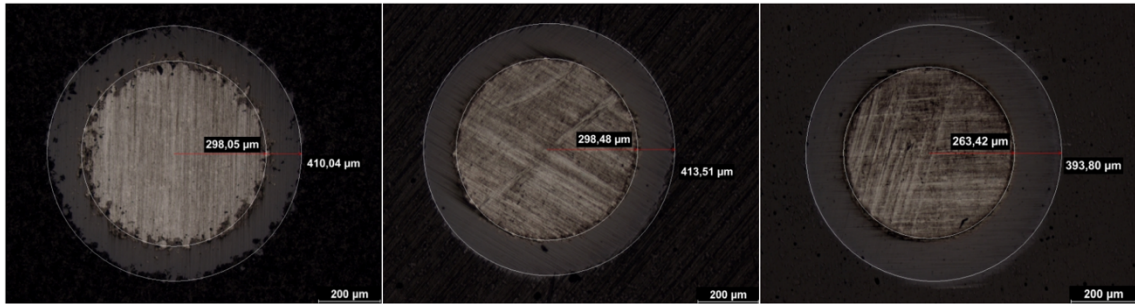
Kde: t ... tloušťka povlaku [mm]
R ... poloměr kuličky [mm]
r₁ .. malý průměr kaloty [mm]
r₂ .. velký průměr kaloty [mm]



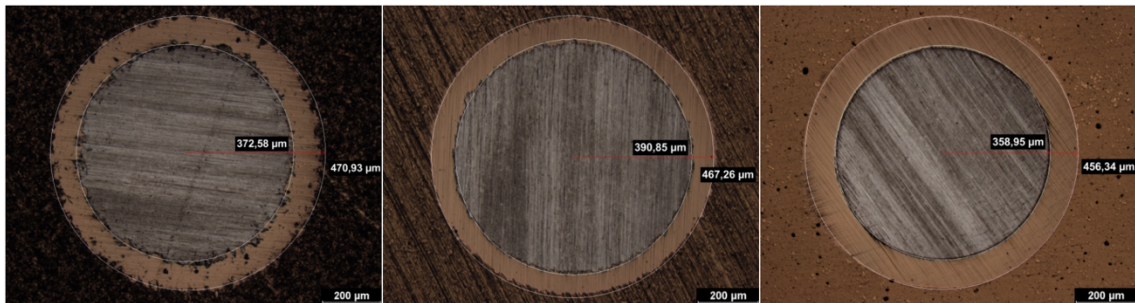
Obr. 14 CSM Calotest Compact



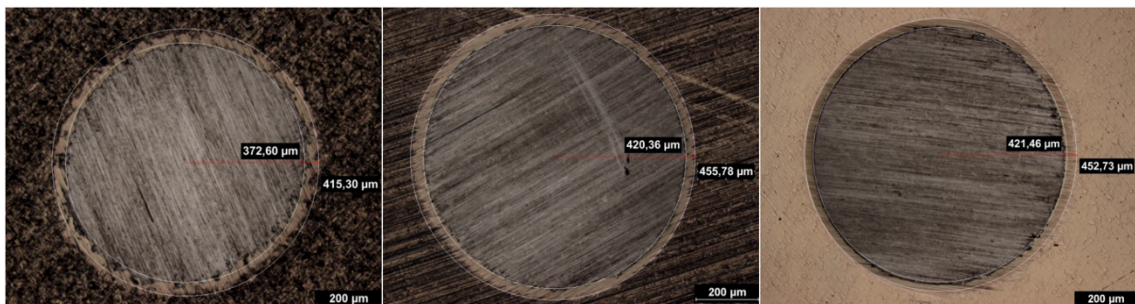
Obr. 15 Optický mikroskop Neophot 30



Obr. 16 Kalotest; snímky vzorků oceli AK5 s povlakem TiAlN
 Základní povrch – jemně tryskaný (vlevo), broušený (uprostřed), leštěný (vpravo)



Obr. 17 Kalotest; snímky oceli AK5 s povlakem TiN
 Základní povrch – jemně tryskaný (vlevo), broušený (uprostřed), leštěný (vpravo)



Obr. 18 Kalotest; snímky oceli AK5 s povlakem TiNbN
 Základní povrch – jemně tryskaný (vlevo), broušený (uprostřed), leštěný (vpravo)

2.4.1. Výsledné tloušťky povlaků

Výsledné hodnoty tlouštěk povlaků, měřených na kalené oceli AK5 jsou v Tab. 10.

Tab. 10 Výsledky naměřených tlouštěk jednotlivých povlaků

Materiál	Druh povlaku	Číslo vzorku	Povrchová úprava	Tloušťka povlaku [μm]
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	TiAlN	18-012	Tryskáno	2,64
		18-011	Broušeno	2,81
		18-013	Leštěno	2,86
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	TiN	18-009	Tryskáno	2,77
		18-010	Broušeno	2,46
		18-008	Leštěno	2,65
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	TiNbN	18-017	Tryskáno	1,12
		18-015	Broušeno	1,00
		18-018	Leštěno	0,91

Naměřené hodnoty tloušťky povlaků (Tab. 10) jsou dány technologickým procesem povlakovacího zařízení a jsou určující pro stanovení parametrů následných testů – nanotvrdost a tribologie. Na odchylky v tloušťkách u jednotlivých povlaků může mít vliv typ povrchové úpravy, především to je drsnost povrchu a přesnost stanovení průměrů kalot.

2.5. Měření nanotvrdosti

Měření nanotvrdosti bylo provedeno na zařízení NanoTest od firmy Micro test. Principem tohoto měření je, že indentor vytváří do malých vzorků s tenkou vrstvou vtisky přítlačnou silou, která je během procesu kontinuálně zvyšována a poté snižována až na nulovou hodnotu. Celý tento proces je monitorován a výsledkem je indentační křivka, kterou program na základě naměřených hodnot polohy indentoru a zatěžovací

síly vyhodnotí, a následně z indentační křivky vypočítá tvrdost a modul pružnosti vzorku. Hloubka vpichu indentoru by neměla přesáhnout 10 % tloušťky povlaku.

2.5.1. Výsledky měření nanotvrdosti

Měření nanotvrdosti bylo měřeno na leštěných vzorcích bez povlaku a s povlakem. Cílem tohoto měření bylo mezi sebou porovnat nanotvrdosti základních materiálů vzorků a povlakovaných vzorků. Byly zvoleny pouze leštěné vzorky, protože pro měření na zařízení NanoTest je nutné, aby měly zkoušené vzorky co nejmenší drsnost povrchu.

Tab. 11 Výsledky měření nanotvrdosti leštěných vzorků bez povlaku

Materiál	Číslo vzorku		Tvrdost [GPa]	Modul pružnosti [GPa]
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-016	Měření	4,573	205,823
		SD	0,20	11,72
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-022	Měření	6,503	221,361
		SD	0,20	6,42
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-026	Měření	9,415	228,643
		SD	0,33	6,55

Změřená tvrdost vzorku nekalené oceli AKVN bez povlaku byla $4,573 \pm 0,20$ GPa. Tvrdost nepovlakované vytvrzované oceli AKVH byla $6,503 \pm 0,20$ GPa a tvrdost jediné kalené oceli z výběru, oceli AK5 byla $9,415 \pm 0,33$ GPa. V Tab. 11 jsou zaznamenány kromě hodnot tvrdosti i hodnoty modulu pružnosti, včetně směrodatných odchylek měření. Změřené hodnoty slouží k hodnocení konečných vlastností povlakovaných vzorků.

Tab. 12 Výsledky měření nanotvrdosti leštěných vzorků s povlakem TiAlN

Materiál	Číslo vzorku		Tvrдост [GPa]	Modul pružnosti [GPa]
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-005	Měření	23,786	273,730
		SD	1,50	8,91
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-013	Měření	24,469	285,279
		SD	2,09	14,76
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-012	Měření	25,324	296,267
		SD	1,52	10,27

Z Tab. 12 je patrné, že vliv povlaku se projevil značným navýšením tvrdosti povrchu vzorků a sjednotil jejich hodnoty na téměř stejnou úroveň. Tvrдост nekalené oceli AKVN je $23,786 \pm 1,50$ GPa, vytvrzované oceli AKVH je $24,469 \pm 2,09$ GPa a kalená oceli AK5 je $25,324 \pm 1,52$ GPa. Současně je na povrchu povlakovaných vzorků vidět nárůst hodnoty modulu pružnosti, avšak je patrné, že zůstaly zachovány rozdílné hodnoty dle základních materiálů vzorků.

Tab. 13 Výsledky měření nanotvrdosti leštěných vzorků s povlakem TiN

Materiál	Číslo vzorku		Tvrдост [GPa]	Modul pružnosti [GPa]
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-002	Měření	24,655	310,546
		SD	1,28	11,76
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-026	Měření	24,468	323,904
		SD	1,34	19,67
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-007	Měření	24,411	321,159
		SD	1,09	12,03

Z Tab. 13 vyplývá, že vlivem povlaku TiN se zvýšila tvrdost povrchů vzorků a sjednotila se na přibližně shodnou úroveň. Tvrдост nekalené oceli AKVN je $24,655 \pm 1,28$ GPa, vytvrzované oceli AKVH je $24,468 \pm 1,34$ GPa a kalená oceli

AK5 je $24,411 \pm 1,09$ GPa. Současně je patrné, že se hodnoty modulu pružnosti na povrchu vzorků oproti Tab. 8 zvýšily o několik desítek GPa. Hodnoty modulu pružnosti jsou také nejvyšší ze všech hodnocených vzorků.

Tab. 14 Výsledky měření nanotvrdosti leštěných vzorků s povlakem TiNbN

Materiál	Číslo vzorku		Tvrdost [GPa]	Modul pružnosti [GPa]
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-010	Měření	23,451	257,046
		SD	1,06	9,20
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-017	Měření	24,544	276,498
		SD	1,30	8,66
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-015	Měření	25,246	283,086
		SD	0,96	7,22

Vlivem povlaku TiNbN došlo k navýšení tvrdostí povrchů vzorků a došlo k sjednocení jejich hodnot (Tab. 14) přibližně na stejnou hodnotu. Tvrdost nekalené oceli AKVN je $23,451 \pm 1,06$ GPa, vytvrzované oceli AKVH je $24,544 \pm 1,30$ GPa a kalené oceli AK5 je $25,246 \pm 0,96$ GPa.

Lze konstatovat, že u všech testovaných materiálů došlo aplikací zvolených povlaků k navýšení tvrdostí povrchů vzorků na hodnoty v rozmezí 23 až 25 GPa. Současně se u všech materiálů též v povrchové oblasti vzorků zvýšil modul pružnosti, avšak hodnoty pro jednotlivé materiály a povlaky se mírně liší.

2.6. Měření adheze povlaku

Metodou scratch-test byly otestovány všechny povlakované vzorky. Měření bylo provedeno na zařízení CSM Revetest, kde bylo nastaveno plynulé zatěžování od 1 N do 100 N na stopě dlouhé 10 mm. Pro měření byl zvolen Rockwellův diamantový indentor s radiusem 200 μ m. Vyhodnocení probíhalo na mikroskopu, který byl součástí

měřicího zařízení. Měření na jednotlivých vzorcích proběhly vždy dvě, v Tab. 15 – 17 jsou proto uvedeny průměrné hodnoty kritických sil L_{c1} , L_{c2} a L_{c3} .

2.6.1. Vyhodnocení scratch-testu

Tab. 15 Hodnoty kritických sil porušení adheze tenké vrstvy pro povlak TiAlN

Materiál	Číslo vzorku	Úprava povrchu	L_{c1} [N]	L_{c2} [N]	L_{c3} [N]
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-045	Tryskáno	29,95	35,20	43,40
	18-026	Kartáčováno	37,60	44,15	59,80
	18-008	Leštěno	44,65	50,70	65,25
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-014	Tryskáno	24,10	29,80	39,05
	18-012	Kartáčováno	30,05	33,15	42,85
	18-011	Leštěno	30,10	46,50	57,25
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-011	Tryskáno	41,00	53,50	69,10
	18-013	Broušeno	48,15	59,40	76,50
	18-014	Leštěno	45,35	67,55	85,35

Z naměřených hodnot v Tab. 15 je patrné, že nejlepší adhezní vlastnosti vykazuje povlak TiAlN v kombinaci s kalenou ocelí AK5. Také platí, že čím menší drsnost základního materiálu, tím vyšší je míra adheze povlaku.

Tab. 16 Hodnoty kritických sil porušení adheze tenké vrstvy pro povlak TiN

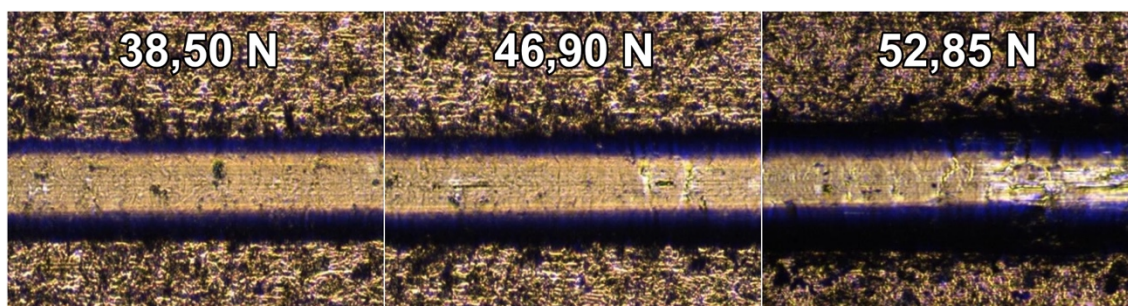
Materiál	Číslo vzorku	Úprava povrchu	L _{c1} [N]	L _{c2} [N]	L _{c3} [N]
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-044	Tryskáno	36,95	44,80	55,05
	18-024	Kartáčováno	46,25	53,60	68,85
	18-003	Leštěno	47,60	55,85	70,55
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-008	Tryskáno	30,80	38,45	46,85
	18-010	Kartáčováno	41,70	46,30	52,35
	18-023	Leštěno	44,35	52,40	55,15
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-010	Tryskáno	48,05	54,50	70,20
	18-009	Broušeno	47,10	62,90	84,90
	18-010	Leštěno	56,55	65,35	86,75

Z naměřených hodnot z Tab. 16 vyplývá, že nejlepší adhezni vlastnosti vykazuje povlak TiN v kombinaci s kalenou ocelí AK5. Zároveň opět platí, že čím menší je drsnost základního materiálu, tím vyšší je míra adheze.

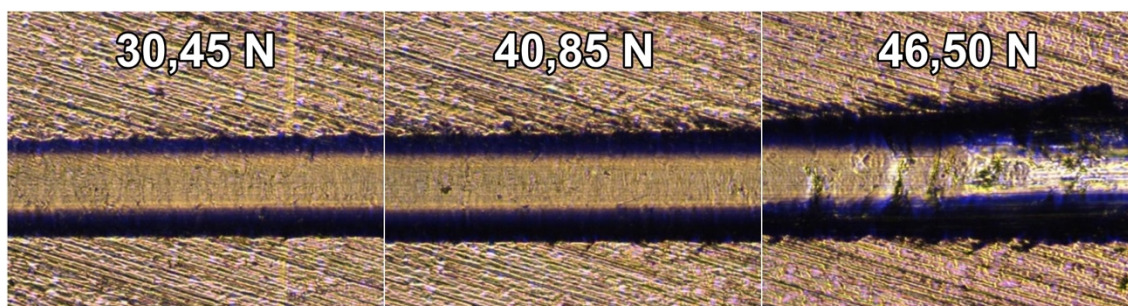
Tab. 17 Hodnoty kritických sil porušení adheze tenké vrstvy pro povlak TiNbN

Materiál	Číslo vzorku	Úprava povrchu	L _{c1} [N]	L _{c2} [N]	L _{c3} [N]
AKVN (W. Nr. 1.4301) nekalená	18-052	Tryskáno	19,25	29,10	45,25
	18-031	Kartáčováno	17,80	23,35	42,30
	18-009	Leštěno	13,85	20,05	39,20
AKVH (W. Nr. 1.4542) vytvrzovaná	18-018	Tryskáno	20,90	26,25	37,75
	18-016	Kartáčováno	20,60	25,15	39,25
	18-015	Leštěno	19,75	25,35	31,15
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	18-015	Tryskáno	38,50	46,90	52,85
	18-017	Broušeno	30,45	40,85	46,50
	18-016	Leštěno	33,70	41,20	46,20

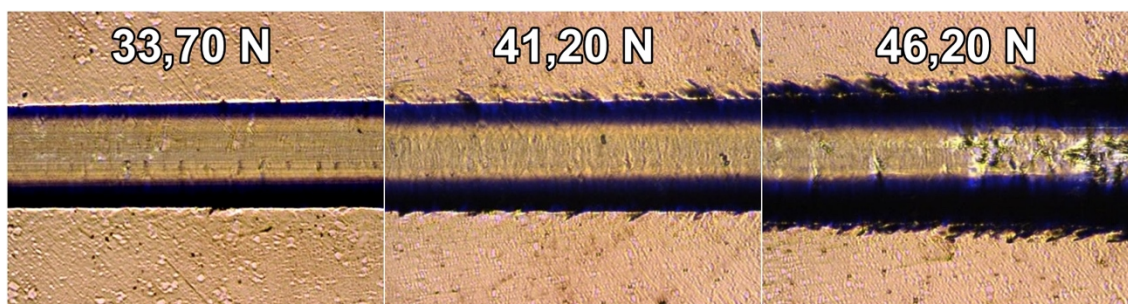
V Tab. 17 jsou výsledky scratch-testu na povlaku TiNbN. Za pozornost stojí to, že čím drsnější povrch základního materiálu, tím lepší adheze povlaku k základnímu materiálu (Obr. 19 – 21). Míra adheze povlaku TiNbN je oproti jiným zkoušeným povlakům poloviční, a proto tento druh povlaku není vhodný pro aplikaci na řezné nástroje, protože už při nízkém zatížení by mohlo docházet k odlupování povlaku.



Obr. 19 Scratch-test; snímky vzorků tryskané oceli AK5 s povlakem TiNbN
Zatížení v místech, kdy začalo docházet k porušení adheze povlaku – L_{c1} (vlevo), L_{c2} (uprostřed), L_{c3} (vpravo)



Obr. 20 Scratch-test; snímky vzorků kartáčované oceli AK5 s povlakem TiNbN
Zatížení v místech, kdy začalo docházet k porušení adheze povlaku – L_{c1} (vlevo), L_{c2} (uprostřed), L_{c3} (vpravo)



Obr. 21 Scratch-test; snímky vzorků leštěné oceli AK5 s povlakem TiNbN
Zatížení v místech, kdy začalo docházet k porušení adheze povlaku – L_{c1} (vlevo), L_{c2} (uprostřed), L_{c3} (vpravo)

Provedená měření ukazují, že povlaky TiN a TiAlN dosahují u všech materiálů téměř shodné výsledky, přičemž u oceli AK5 jsou tyto hodnoty nejvyšší. Výsledky testu s povlakem TiNbN mohou nabízet využití pro jiné díly operačního instrumentária s neleštěným povrchem, u nichž je požadována vyšší povrchová odolnost a korozivzdornost.

2.7. Měření koeficientu tření

K měření koeficientu tření byla zvolena metoda pin-on-disc. Kromě součinitele tření lze z měření získat také informace o adhezivně – kohezním chování povlaků. Test spočívá v interakci rotujícího vzorku (disc) a kuličky (pin). Jako „pin“ byla zvolena kulička z ložiskové oceli 100Cr6. Cílem tohoto testu bylo zjistit, jak by se chovaly povlaky, které byly aplikovány na korozivzdorné oceli, při obráběcím procesu. Měření probíhalo na tribometru THT-S-CE-0000 a parametry zkoušky jsou uvedeny v Tab. 18.

Tab. 18 Parametry testu Pin-on-disc

Průměr kuličky [mm]	Zatížení F [N]	Poloměr r [mm]	Rychlost v [cm/s]	Teplota [°C]	Počet cyklů [-]
6	5	4	10	22	5000

Měření proběhlo na vzorcích z kalené oceli AK5, která byla vybrána jako nejperspektivnější materiál pro řezné lékařské nástroje. Tribotest byl na povlaku TiN proveden třikrát pro ověření stálosti naměřených výsledků. Další měření byla na každém povlaku provedena jednou.

Pro povlak TiNbN byl nastaven menší počet cyklů, protože při standartním nastavení se zhruba po 2800 cyklech probrousila ocelová kulička na základní materiál. Vzhledem k tomu, že se jedná o dvojnásobně tenčí povlak, než je TiAlN a TiN, byl snížen počet cyklů na 2500.

2.7.1. Vyhodnocení tribotestu

Tab. 19 Výsledné hodnoty koeficientu tření pro všechny druhy povlaků

Materiál	Druh povlaku	Koeficient tření
AK5 (W. Nr. 1.4112) kalená	TiAlN	0,88
	TiN	0,61
	TiNbN	1,13

Z výsledných hodnot v Tab. 19 vyplývá, že nejlepší kluzné vlastnosti má povlak TiN. Průběhy koeficientu tření jednotlivých povlaků na oceli AK5 jsou k nahlédnutí v přílohách (Příloha 5 – 7).

3. Závěr

Cílem bakalářské práce bylo zjistit, který z aplikovaných povlaků vykazuje nejlepší mechanické vlastnosti, a je tak nejvhodnější pro použití na lékařské nástroje, v závislosti na základním materiálu a jeho přípravě povrchu. Na základě provedených testů byly porovnány výsledky jednotlivých povlaků pro zvolené materiály a jejich povrchové úpravy.

Nejvyšší hodnoty nanotvrdosti vykazovaly povlaky TiAlN a TiNbN aplikované na vzorky oceli AK5 s leštěnou povrchovou úpravou. Při měření nanotvrdosti byl zároveň měřen i modul pružnosti. Nejvyšších hodnoty modulu pružnosti na povrchu povlaku vykazoval povlak TiN deponovaný na leštěné povrchy, zejména pak na vytvrzovanou ocel AKVH.

Po deponování povlaků na testovací vzorky bylo měřením parametru drsnosti Ra zjištěno, že u leštěných povrchů nemá aplikace povlaku prakticky žádný vliv na změnu drsnosti. Za pozornost však stojí to, že aplikací povlaků došlo ke snížení hodnot parametru drsnosti Ra u tryskaných vzorků. Aplikací povlaků tedy došlo k vyhlazení tryskaných povrchů.

Nejlepší adhezní vlastnosti vykazují povlaky TiAlN a TiN. Hodnoty kritických zatížení byly nejvyšší u kalené oceli AK5 s leštěným povrchem. Za pozornost také stojí to, že nejlepší adhezní vlastnosti u povlaku TiNbN vykazovaly vzorky s nejvyšší drsností povlaku, což byly vzorky ocelí AKVN a AK5 s jemně tryskaným povrchem.

Metodou pin-on-disc byly z grafů odečteny hodnoty koeficientů tření. Nejlepší kluzné vlastnosti měl povlak TiN.

Z výsledků měření tedy vyplývá, že nejlepší předpoklady pro použití na řezné lékařské nástroje má povlak TiN, deponovaný na leštěnou kalenou ocel AK5. Povlak v kombinaci s takto upravenou ocelí vykazuje nejlepší adhezní a kluzné vlastnosti. Zároveň vykazuje vysokou tvrdost a vysoký modul pružnosti. Téměř shodné výsledky vykazuje povlak TiAlN a bylo by možné rovněž jeho použití na řezné či vodící části operačních instrumentáří. Použití povlaku TiNbN na řezné části lékařských nástrojů dle výsledků z provedených testů zřejmě není vhodné.

Na nekalené díly lékařských instrumentů, kde není potřeba leštěných povrchů (držáky, zavaděče atd.), by bylo vhodné aplikovat povlak TiNbN, protože vykazuje

vysokou adhezi a dostatečnou odolnost povrchu u tryskaných a kartáčovaných/broušených povrchů.

Pro komplexní posouzení použití povlaků v medicínských aplikacích by bylo vhodné provést další metody zkoušení povlaků, jako je např. měření tloušťky a rovnoměrnosti povlaku na příčném řezu, trvanlivost ostří obráběcím testem, otěruvzdornost, korozivzdornost apod.

4. Seznam použité literatury

- [1] Korozivzdorné a žárupevné oceli třídy 17, jejich složení a tepelné zpracování. *Tumlikovo; Metal Cutting Technologies*[online]. [cit. 2018-01-02]. Dostupné z: <http://www.tumlikovo.cz/korozivzdorne-a-zarupevne-oceli-tridy-17jejich-slozeni-a-tepelne-zpracovani/>
- [2] Korozivzdorné oceli jako konstrukční materiály. *MM Průmyslové spektrum* [online]. **2003**(4), 84 [cit. 2018-01-02]. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/korozivzdorne-oceli-jako-konstrukcni-materialy.html>
- [3] Převodní tabulka značení ocelí v různých normách -ČSN, EN, ISO, W.NR., AISI. *E-konstrukter* [online]. [cit. 2018-01-09]. Dostupné z: <https://e-konstrukter.cz/prakticka-informace/prevodni-tabulka-znaceni-oceli>
- [4] FÜRBAKER, Ing. Ivan. *Korozivzdorná Cr-Ni-Ti-Al ocel 17 351* [online]. , 3 [cit. 2018-07-19]. Dostupné z: <https://www.techportal.cz/33/korozivzdorna-cr-ni-ti-al-ocel-17351-uniqueidmRRWSbk196FNf8-jVUh4EjAdvhwLK8uUIMo8FVZNSyw9PBWuC7BmQ/>
- [5] VLK, Michal. *Slinuté karbidy*. Brno, 2011. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Doc. Ing. Anton Humár, CSc.
- [6] JANOUŠKOVÁ, Miroslava. *Chirurgické nástroje a péče o ně*. Brno, 2012. Bakalářská práce. Masarykova univerzita. Vedoucí práce PhDr. Andrea Pokorná, Ph.D.
- [7] *Tepelné zpracování oceli* [online]. [cit. 2017-12-10]. Dostupné z: <http://ebook.veda-hrou.cz/cms/14-kapitola-4-tepelne-zpracovani-oceli.html>
- [8] MACEK, Karel a Petr ZUNA. *Strojírenské materiály*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2003. ISBN 80-01-02798-8.
- [9] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 8072042483.
- [10] *Tepelné zpracování kovů* [online]. [cit. 2017-12-10]. Dostupné také z: http://uvp3d.cz/drtic/?page_id=2888

- [11] *Technologie tváření kovů* [online]. Technická univerzita Liberec [cit. 2017-12-16]. Dostupné z:
http://www.ksp.tul.cz/cz/kpt/obsah/vyuka/skripta_tkp/sekce/01.htm
- [12] KOSMA, Alenka. *Elektrolytické leštění korozivzdorných ocelí*. Belgie: Euro Inox, 2009. ISBN 978-2-87997-319-7.
- [13] Tryskání. Dama spol. s r. o. [online]. [cit. 2018-06-25]. Dostupné z:
<https://www.idama.cz/hutni-material/tryskani-5720>
- [14] HUMÁR, A., *Materiály pro řezné nástroje*. Praha: MM Publishing, s.r.o., 2008. 236 s. ISBN 978-80-254-2250-2.
- [15] *Elektrolytické leštění* [online]. [cit. 2018-07-19]. Dostupné z: <https://henkel-epol.com/cs/sluzby/elektrolyticke-lestni/>
- [16] HUGHES, Matt. *What is PVD coating?* [online]. In: . [cit. 2017-12-19]. Dostupné z: <http://www.semicore.com/what-is-pvd-coating>
- [17] TRACTON, Arthur A. *Coatings Technology Handbook*. Third edition. CRC Press, 2005. ISBN 9781574446494.
- [18] HUDGES, Matt. *What is thin film deposition?* [online]. In: . [cit. 2017-12-19]. Dostupné z: <http://www.semicore.com/news/81-what-is-thin-film-deposition>
- [19] *Physical Vapor Deposition (PVD)* [online]. In: . [cit. 2017-12-19]. Dostupné z: <https://www.sigmaaldrich.com/materials-science/material-science-products.html?TablePage=108832720>
- [20] *Applications of Metal Halide Precursors in CVD/ALD Processes*[online]. In: . [cit. 2017-12-19]. Dostupné z:
<https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3432>
- [21] *Fundamentals of Nucleation and Growth; Control of microstructure evolution* [online]. In: . [cit. 2018-07-22]. Dostupné z:
http://summerinstitute.mech.northwestern.edu//_links/_courses/Surface%20Engineering%20and%20Coatings/Surface%20Engineering%20and%20Coatings%20pdf/Surface%20Engineering%20and%20Coatings%20pdf/L04.pdf
- [22] *Anorganické povlaky* [online]. [cit. 2018-05-25]. Dostupné z:
<http://martin.feld.cvut.cz/%7Ekudlacek/ETP/apovlaky.pdf>

- [23] JECH, Ing. Vladimír. Vlastnosti tenkých DLC vrstev [online]. [cit. 2018-05-25].
Dostupné z:
<http://stc.fs.cvut.cz/history/2009/sbornik/Papers/pdf/JechVladimir-307381.pdf>
- [24] GLOCKER, David A. a Shirang V. RANADE. *Medical Coatings and Deposition Technologies*. Salem, Massachusetts: Scrivener Publishing, 2016. ISBN 978-1-118-03194-0.
- [25] Měření vlastností povlaků na nástrojích. *MM Průmyslové spektrum* [online]. **2004**(6), 30 [cit. 2017-12-19]. Dostupné z:
<https://www.mmspektrum.com/clanek/mereni-vlastnosti-povlaku-na-nastrojich.html>
- [26] STODOLA, Ing. Martin. Stanovení mechanických vlastností materiálů svarového spoje na základě měření tvrdosti. Brno, 2016. Disertační práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Ing. Lubomír Junek, Ph. D.
- [27] Kalotest. *Materiálový výzkum ATeam* [online]. [cit. 2017-12-31]. Dostupné z:
<https://www.opi.zcu.cz/kalotest.html>
- [28] Kalottenschleifverfahren. In: *Forschungsinstitut edelmetalle + metallchemie* [online]. [cit. 2017-12-31]. Dostupné z: <http://www.fem-online.de/sites/default/files/inline/Kalotest.jpg>
- [29] *MarSurf. Parametry drsnosti povrchu* [online]. In: . Mahr, spol. s r.o. [cit. 2018-07-15]. Dostupné z:
<http://www.klz.inshop.cz/inshop/files/6910230/Parametry%20drsnosti%20Mahr-NEW.pdf>
- [30] Metody měření a hodnocení adhezivně kohezivního chování systémů tenká vrstva - substrát. *Materiálový výzkum ATeam*[online]. [cit. 2018-01-01]. Dostupné z: <https://www.opi.zcu.cz/adheze.html>
- [31] Scratch tester. In: *PVD Coatings* [online]. [cit. 2018-01-01]. Dostupné z:
<https://www.pvd-coatings.co.uk/pvd-coating-technology/testing-equipment/scratch-tester/>

[32] Výkonné vrtací nástroje – vysoká produktivita obrábění. *MM Spektrum* [online]. [cit. 2018-07-10]. Dostupné z:
<https://www.mmspektrum.com/clanek/vykonne-vrtaci-nastroje-vysoka-produktivita-obrabeni-2.html>

Přílohy

Příloha 1 Výsledky měření nanotvrdosti vzorků bez povlaku

14542	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	222,5494	199,055	10,06	6,502732	221,3608	0,118056	3,1139	0,714749	0,199838	0,003086
	Errors	3,979016	3,825398	0	0,204863	6,42233	0,002814	0,061424	0,023229	0,007085	0,000332
14301	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	267,9606	246,7313	10,06	4,573414	205,823	0,086082	2,813691	0,939325	0,191914	0,005991
	Errors	6,636458	6,433365	0	0,198434	11,72323	0,00474	0,144748	0,021537	0,014016	0,001225
14112	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	236,9786	203,1983	15,06	9,414617	228,6426	0,166292	2,990725	1,022124	0,412616	0,006137
	Errors	4,554507	4,357327	0	0,331731	6,549588	0,004098	0,057187	0,043844	0,007541	0,00098

Příloha 2 Výsledky měření nanotvrdosti vzorků s povlakem TiAlN

14542	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	198,3795	144,1753	23,69952	24,46936	285,2792	0,376187	3,05792	0,831025	1,042878	0,005478
	Errors	1,7368	2,489518	1,66737	2,0857	14,76315	0,017096	0,147375	0,066047	0,105473	0,000624
14301	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	197,9607	143,2646	22,82363	23,7859	273,7296	0,381985	3,197972	0,852396	1,014663	0,005365
	Errors	1,241881	2,000005	1,056574	1,500979	8,905659	0,017667	0,095778	0,068828	0,072972	0,000815
14112	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	195,8344	142,3043	24,05682	25,32365	296,267	0,376352	2,970108	0,868057	1,049007	0,004787
	Errors	1,346912	2,179364	1,084775	1,518098	10,27397	0,014624	0,095623	0,066515	0,066663	0,001531

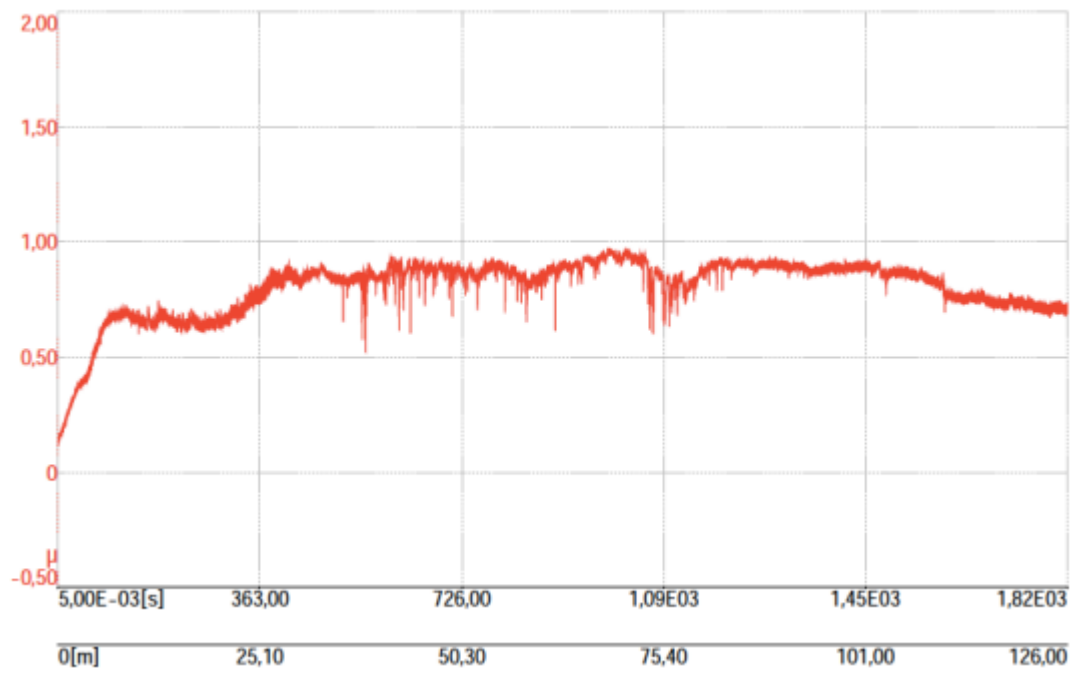
Příloha 3 Výsledky měření nanotvrdosti vzorků s povlakem TiN

14542	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	196,9387	148,0459	24,67003	24,46809	323,9045	0,330767	2,644163	1,054503	0,982577	0,019822
	Errors	4,566724	4,580828	1,105076	1,337595	19,67161	0,027644	0,173889	0,115439	0,07583	0,046563
14301	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	196,7662	146,0457	24,3609	24,65518	310,5455	0,347378	2,778822	0,954785	0,994499	0,004899
	Errors	2,746044	2,537748	0,948313	1,280539	11,76288	0,007926	0,086181	0,064569	0,054103	0,002116
14112	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	199,5112	149,9519	25,10769	24,4106	321,1589	0,330666	2,634724	0,989448	1,008442	0,008296
	Errors	1,474161	2,274624	0,929828	1,0944	12,02858	0,012781	0,105665	0,070866	0,054298	0,001357

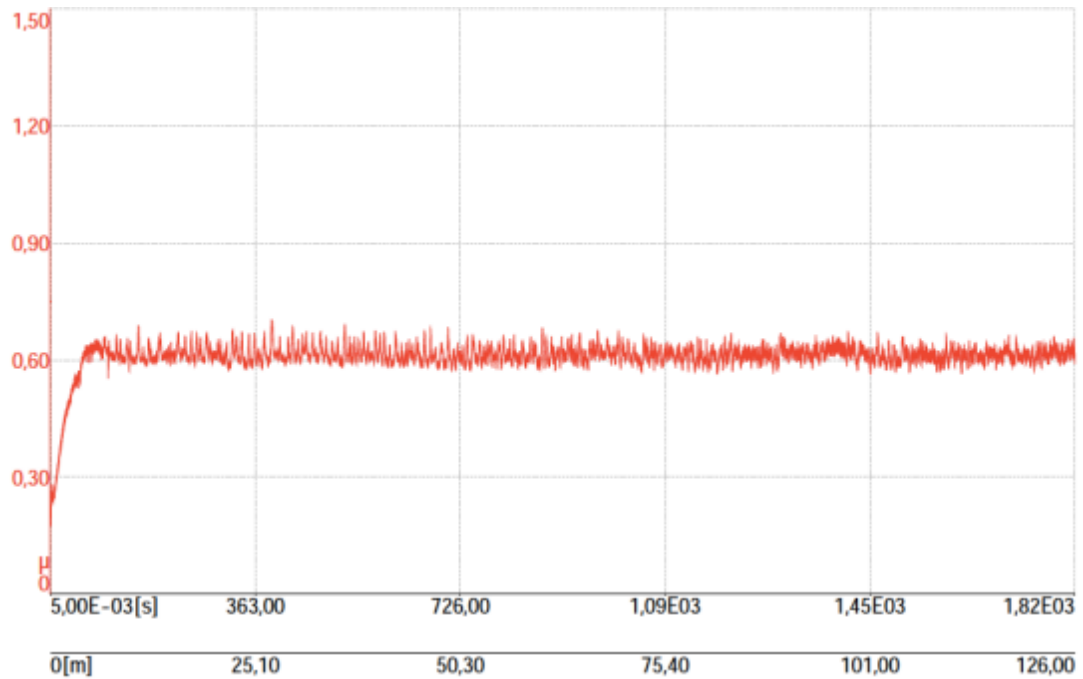
Příloha 4 Výsledky měření nanotvrdosti vzorků s povlakem TiNbn

14542	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	102,7656	70,07679	7,742235	25,54436	276,4981	0,467064	5,634604	0,133581	0,21394	0,000956
	Errors	1,947699	2,213191	0,259786	1,30497	8,656803	0,022234	0,20614	0,01158	0,010645	0,000222
14301	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	100,5849	68,73749	6,910066	23,45057	257,0459	0,463686	6,149543	0,111595	0,186292	0,000924
	Errors	0,967463	1,352129	0,213889	1,057609	9,299734	0,023028	0,253699	0,009829	0,007539	0,000272
14112	Indent	Max.	Plastic	Max.				Contact	Plastic	Elastic	Fit
		Depth	Depth	Load	Hardness	Er	ERP	Complianc	Work	Work	MSE
		(nm)	(nm)	(mN)	(GPa)	(GPa)		(nm/mN)	(nJ)	(nJ)	
	Mean	101,2659	69,79159	7,61063	25,24594	283,0857	0,451237	5,516904	0,12936	0,202583	0,000995
	Errors	1,232428	1,451934	0,184623	0,956223	7,218816	0,014979	0,153981	0,010095	0,006395	0,000199

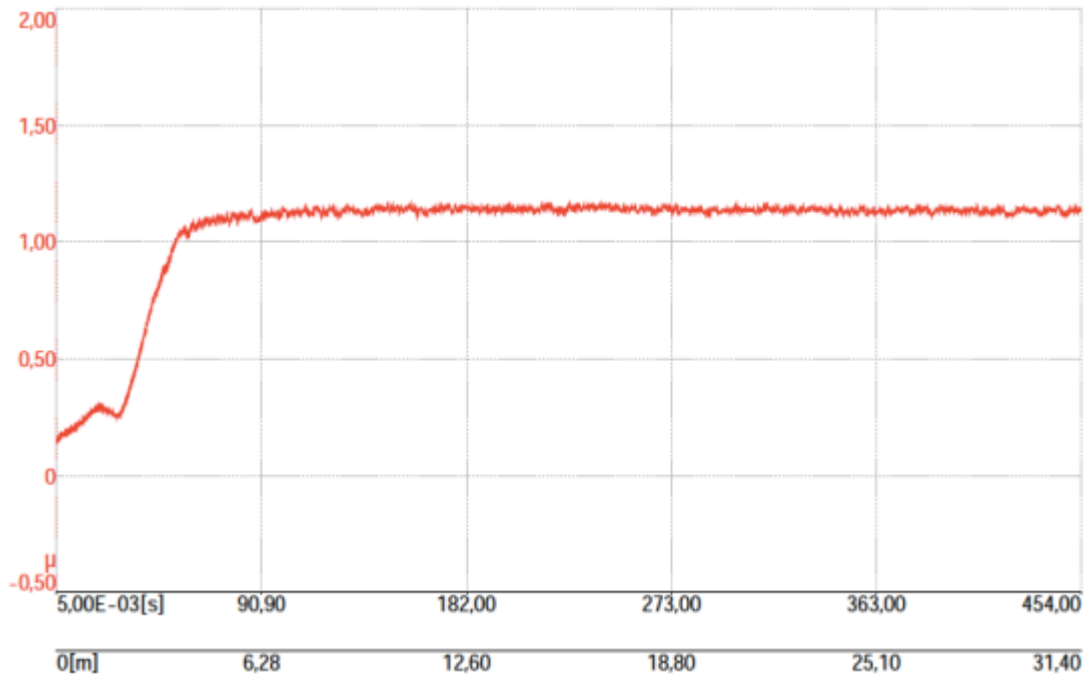
Příloha 5 Průběh koeficientu tření mezi TiAlN a ocelí AK5



Příloha 6 Průběh koeficientu tření mezi TiN a ocelí AK5



Příloha 7 Průběh koeficientu tření mezi TiNbN a ocelí AK5



Příloha 8 Materiálový list dodaný společně se vzorky společností ProSpon spol. s r. o.

