

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

**Tribologické vlastnosti 3D biokompatibilní
CoCrW slitiny a jejich ovlivnění nanosením
DLC povlaku**

AUTOR: Daniel Tringela

STUDIJNÍ PROGRAM: Výroba a ekonomika ve strojírenství

VEDOUCÍ PRÁCE: Doc. RNDr. Vladimír Starý, CSc.

PRAHA 2019



ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Tringela** Jméno: **Daniel** Osobní číslo: **467362**
 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:

Tribologické vlastnosti 3D biokompatibilní CoCrW slitiny a jejich ovlivnění nanesením DLC povlaku

Název bakalářské práce anglicky:

Tribological properties of 3D biocompatible CoCrW alloy and influence of DLC layer

Pokyny pro vypracování:

Pro materiál CoCrW připravený 3D technologií se provede posouzení možnosti technologické úpravy povrchu pro zvýšení otěruvzdornosti v prostředí lidského těla a jeho experimentální ověření.

1. Prostudovat literaturu a sestavit rešerši vlastností studovaného materiálu, posoudit vliv technologie přípravy materiálu a povrchových úprav na otěr a metod pro jejich hodnocení.
2. Připravit vzorky pro měření (tj. provést broušení, leštění a připravit povlakování vzorků).
3. Změřit charakteristiky povrchu (drsnost a tvrdost) původních a povlakovaných vzorků a hledat jejich vliv na otěr.
4. Vyhodnotit a srovnat výsledky měření obou povrchů.
5. Zpracovat tabulky, grafy a obrazové přílohy, sepsat bakalářskou práci.

Seznam doporučené literatury:

- [1] Tribologie – A. Kříž, Tribologická analýza Pin-on-Disc, Metal2004, Hradec nad Moravicí
- [2] A. Matthewset al, Tribological coatings: contact mechanisms and selection. J. Phys. D: Appl. Phys. 40 (2007) 5463–5475
- [3] Guocheng Wang and Hala Zreiqat. Functional Coatings of Films for Hard-Tissue Applications. Materiale. 9. 7. 2010
Dostupné z: <http://www.mdpi.com/1996-1944/3/7/3994>
- [4] J. Robertson, Diamond-like amorphous carbon, Materiál Science and Enginee-ring, R37 (2002) 129-281.
- [5] Shahira Liza et al., Deposition of boron doped DLC ..Science and Technol. Adv. Materials, 18:1 (2017) 76-87

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: **01.04.2019**

Termín odevzdání bakalářské práce: **26.07.2019**

Platnost zadání bakalářské práce: _____

doc. RNDr. Vladimír Starý, CSc.
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

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.

30.4.2019
Datum převzetí zadání

Podpis studenta

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci na téma „**Tribologické vlastnosti 3D biokompatibilní CoCrW slitiny a jejich ovlivnění nanesením DLC povlaku**“ vypracoval samostatně pod vedením vedoucího práce a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů.

V Praze, dne

.....

Daniel Tringela

Poděkování

Mé největší poděkování patří vedoucímu bakalářské práce panu doc. RNDr. Vladimírovi Starému, CSc. za jeho trpělivost, vstřícný přístup a poskytnuté vědomosti, díky kterým mohla tato bakalářská práce vzniknout.

Dále bych chtěl poděkovat panu Ing. Ladislavovi Cvrčkovi, Ph.D. za povlakování vzorků a mnoho cenných rad, panu Ing. Zdeňkovi Toldemu za provedení tribologických zkoušek, panu Ing. Stanislavovi Krumovi, Ph.D. za provedení mikroskopie a firmě Misan s.r.o., především panu Ing. Janu Hudcovi, Ph.D., za výrobu vzorků k bakalářské práci a za poskytnuté informace. Velké díky patří za podporu mé rodině.

Anotace

Název práce: Tribologické vlastnosti 3D biokompatibilní CoCrW slitiny a jejich ovlivnění nanosením DLC povlaku

Autor práce: Daniel Tringela

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

Tato bakalářská práce se zabývá porovnáním tribologických vlastností otryskané, leštěné a povlakované kobalt-chrom-wolframové (CoCrW) slitiny, vyrobené selektivním laserovým spékáním. Teoretická část popisuje technologie aditivní výroby, povlakování a charakteristiku CoCrW slitiny. Stručně je také zmíněn vývoj povlakovacích technologií. Experimentální část se zabývá posuzováním otěruvzdornosti a koeficientu tření použitého materiálu po povrchové úpravě leštění a povlakování DLC povlakem.

Rozsah práce: 59 stran, 31 obrázků, 14 tabulek

Klíčová slova: kovový 3D tisk, tribologické vlastnosti, DLC povlak

Annotation

Title: Tribological properties of 3D biocompatible CoCrW alloy and influence of DLC layer

Author: Daniel Tringela

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

This bachelor thesis focuses on the comparison of tribological properties of blasted, polished and coated cobalt-chromium-wolfram (CoCrW) alloy, produced by selective laser melting. The theoretical part describes technologies of additive production, coating and characterization of CoCrW alloy. The development of coating technologies is also briefly mentioned. The experimental part deals with the assessment of abrasion resistance and coefficient of friction of the material used after the surface treatment of polishing and DLC coating.

Scope of the thesis: 59 pages, 31 pictures, 14 tables

Keywords: Metal additive manufacturing, tribological properties, DLC coating

Obsah

Obsah	7
I. Úvod.....	10
II. Aditivní výroba – 3D tisk kovových materiálů	10
A. Selektivní laserové spékání	11
B. Spékání elektronovým svazkem.....	12
C. Spékání v termoplastové matrici.....	13
D. Vlastnosti 3D materiálu.....	14
III. Povlakování	15
A. Princip procesu povlakování	16
1. CVD – Chemical vapour deposition.....	16
2. PVD- Physical vapour deposition	17
B. Povlakovací zařízení	18
1. Napařovací zařízení	19
2. Napařovací zařízení	20
3. Iontová implantace	20
C. Vytváření a vlastnosti DLC povlaku.....	21
1. Složení povlaku – DLC	21
2. Povlakování DLC	22
3. Příprava DLC povlaku.....	23
IV. Biokompatibilita	24
V. Charakteristika CoCrW slitiny.....	25
VI. Použité metody	26
A. Drsnost povrchu	26
B. Tloušťka povlaku – Kalotest.....	26
C. Otěrová zkouška Pin-On-Disk	28

D.	Vrypová zkouška Scratch-test.....	28
E.	Mikroskopie	29
1.	Řádkovací elektronový mikroskop.....	29
2.	Laserová rastrovací konfokální mikroskopie	30
VII.	Příprava vzorků.....	31
A.	3D kovový tisk	31
B.	Rozdělení vzorků	32
C.	Příprava povrchu vzorků	33
D.	Depoziční proces	33
VIII.	Postup a podmínky měření.....	35
A.	Měření drsnosti povrchu	35
B.	Tloušťka povlaku – Kalotest.....	35
C.	Otěrová zkouška Pin-On-Disk	35
D.	Vrypová zkouška.....	36
IX.	Výsledky měření	37
A.	Drsnost povrchu	37
B.	Tloušťka povlaku – Kalotest.....	37
C.	Otěrová zkouška Pin-On-Disk	38
D.	Snímání profilu drážky a vyhodnocení otěru	40
E.	Mikroskopie	43
1.	Obrázky mikroskopie vzorku 9	43
2.	Analýza prvků povrchu	44
F.	Vrypová zkouška (tzv. „Scratch-test“)	45
1.	Data ze zkoušky.....	45
2.	Vyhodnocení adheze	45
X.	Diskuze	46
XI.	Závěr	48

XII. Literatura.....	49
Seznam obrázků.....	52
Seznam tabulek.....	53
Příloha 1- Další měření koeficientu tření a otěru.....	54
Příloha 2- Mikroskopie vzorku 5 a 7	57
Příloha 3- Data z vrypové zkoušky (Scratch-testu)	59

I. Úvod

Moderní strojírenské technologie přinesly významný pokrok v mnoha odvětvích, zvláště pak v moderní medicíně. Využitím magnetické rezonance lze získat přesný 3D (třidimenzionální) model zkoumané části těla, např. kloubu nebo kosti. V případě potřeby náhrady této části lze využít jednu z aditivních výrobních technologií, jako je například 3D laserové slinování. Tím lze vyrobit přesnou, lehkou a odolnou náhradu z biokompatibilních kovových materiálů [1]. V případě kloubních náhrad je velice výhodné činné plochy povlakovat pro zvýšení životnosti náhrady a zlepšení jejich užitných vlastností [2].

Bakalářská práce je rozdělena na teoretickou a praktickou část. V teoretické části jsou rozebrány vhodné povlaky pro kloubní náhrady, použitelné biokompatibilní materiály a technologie aditivní výroby. Praktická část se zabývá laboratorním měřením tribologických vlastností 3D laserově slinované CoCrW (cobalt-chrome-wolfram, kobalt-chrom-wolframové) slitiny povlakované vrstvou DLC (Diamond like carbon, Diamantu podobný uhlík) a porovnáním vlastností vzorků slinovaných při různých parametrech laseru.

Cílem bakalářské práce je studium tribologických vlastností CoCrW slitiny a jejich ovlivnění nanosením DLC povlakem.

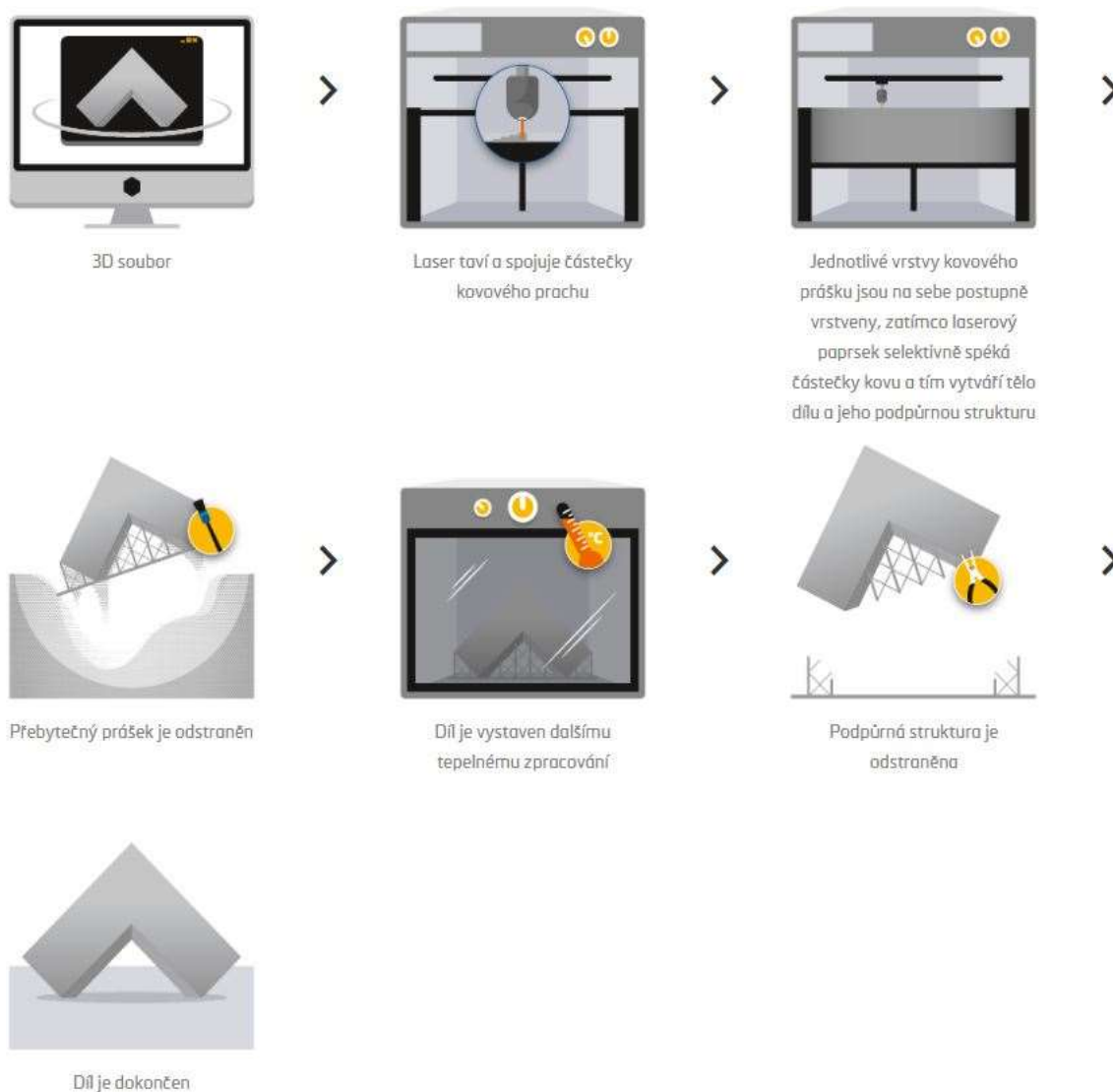
II. Aditivní výroba – 3D tisk kovových materiálů

3D tisk kovových materiálů je moderní metoda výroby součástí, která úspěšně nahrazuje technologie slévání a svařování malých a středně velkých součástí. Je ekologická, rychlá, přesná a přináší nám nespočet výhod oproti konvenčním technologiím. Můžeme s ní vytvářet vnitřní dutiny, složité geometrické tvary, spékat na sebe různé slitiny a vyrábět díly s téměř stoprocentní čistotou složení materiálu. Od vytvoření modelu je možné zkrátit výrobní dobu z běžných několika dní na pár desítek hodin. Také se nabízí moderní propojení s průmyslem 4.0, kde zařízení mohou komunikovat mezi sebou a výrobní linky jsou plně automatizovatelné. I přes neustálé zdokonalování technologií jsou tolerance dílů podobné odlitkům a je potřeba je dále opracovávat. Nejrozšířenější formou aditivní výrobní technologie v moderní medicíně je 3D laserové spékání (sintrování).

A. Selektivní laserové spékání

Selektivní laserové spékání (Selective laser melting – SLM) je slibná technologie pro rychlé prototypování produktů (výroby přímo z digitálního modelu). S touto komerčně dostupnou technologií mohou být pro biokompatibilní aplikace snímky z počítačové tomografie nebo magnetické rezonance použity k vytváření reálných objektů z 3D rekonstruovaných modelů. Přizpůsobené implantáty a odlitky mohou být vyrobeny tak, aby odpovídaly individuální anatomii [3].

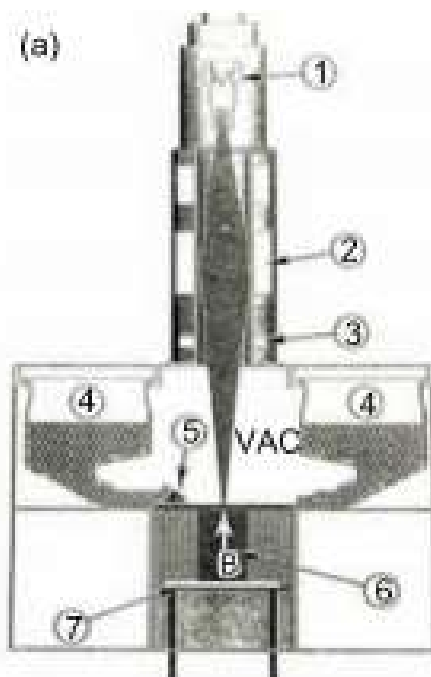
Metoda pracuje na principu spékání po vrstvách nanášeného kovového prášku počítačově řízeným laserovým paprskem. Ten lokálně nataví částice kovu a tím se sousedící částice spojí [4].



Obrázek 1-Postup selektivního laserového spékání [4]

B. Spékání elektronovým svazkem

Spékání elektronovým svazkem (Electron beam melting – EBM) je technologie velice podobná SLM. Také umožňuje výrobu komplexních kovových či slitinových součástí z CAD modelu pomocí spékání kovových prášků po vrstvách.

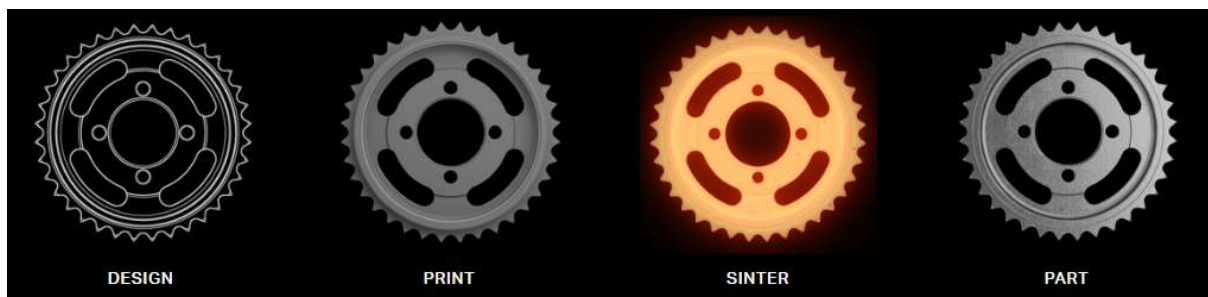


Obrázek 2- Princip technologie EBM [5]

Princip EBM technologie schematicky popisuje obrázek 2, kde elektronovým dělem (1) jsou generovány elektrony a zrychlovány na vysokou rychlost, elektromagnetickým polem usměrněny do svazku a pomocí elektromagnetických čoček (2) namířeny do ohniska paprsku (B). Proces je průběžně snímán elektromagnetickými skenery (3) pro aktivní kontrolu procesu. Pozice (4) označuje zásobníky kovového prášku rozmístované lištou (5) po pracovním prostoru (7). S každou vypálenou vrstvou požadovaného výrobku (6) se pracovní prostor posune dolů o tloušťku vrstvy. Stejně jako u SLM metody probíhá výroba v podtlakové atmosféře dusíku, helia nebo argonu. [5] [6].

C. Spékání v termoplastové matici

Další 3D aditivní technologii s odlišným principem výroby je spékání kovu v termoplastové matici, kde se kovový prášek nevypaluje přímo po vrstvách, ale součást se nejdříve kompletně 3D vytiskne z cívky (filamentu) a až následně se vypálí. Postup výroby lze zjednodušeně rozdělit do čtyř kroků. Zaprvé se z kompatibilního CAD souboru importuje model součásti, který si software převede na data tisku. Následuje samotný 3D tisk z filamentu do tvaru budoucího výtisku. Filament se skládá z plniva kovového prášku spojeného dočasným termoplastovým pojivem. Po omytí nečistot a části pojiva je výtisk sintrován za vysoké teploty v peci, kde dochází k tavení kovu do kompaktní formy výsledného celokovového dílu (zbytek pojiva je vypálen). Díly vyráběné touto metodou mohou dosáhnout téměř sto procentního podílu složení požadovaného materiálu a lze tak vyrábět díly například z nerezových a nástrojových ocelí, titanových slitin či Inconelu [7]. Oproti laserovému vypalování přináší bezpečnostní výhodu při manipulaci s materiálem, kde hrozí vdechnutí malých částic kovu. Oproti technologiím SLM nebo EBM může stejný materiál vykazovat lepší mechanické vlastnosti díky absenci vrstev a tím lepší homogenitě.



Obrázek 3- Postup výroby sintrovaného dílu [7]

D. Vlastnosti 3D materiálu

Laserové spékání je vhodné na tenkostěnné a tvarově složité součástky, zatímco u spékání prášku spojeného termoplastovou maticí je vhodnější výroba robustnějších a vysoce namáhaných dílů. [6] [7] Komplexnějšími tvary lze dosáhnout lepší výsledné pevnosti při snížení objemu materiálu, jako je tomu na obrázku 4.



Obrázek 4- Obráběná součástka (nahore), součástka vyrobená pomocí SLM (dole) [6]

Kovové slitiny spékané aditivními technologiemi mají obvykle vlastnosti totožné s materiály vyrobenými tradičními postupy. Příkladem může být 3D spékaná CoCrW slitina, která vykazuje: modul pružnosti $E=230\text{MPa}$ a mez kluzu $R_m=1136\text{MPa}$ [6].

III. Povlakování

Povlakování je povrchová úprava převážně kovových součástí. Nanesením tenkého povlaku na povrch vhodného materiálu lze výrazně zlepšit jeho užité vlastnosti, např. zvýšit tvrdost, otěruvzdornost, snížit koeficient tření a zlepšit odolnosti vůči oxidaci. Tvrdé povlaky byly úspěšně používány k ochraně materiálů a zejména ke zlepšení životnosti řezných nástrojů již od sedmdesátých let dvacátého století [8]. Jak technologický proces jejich výroby, tak jejich užité vlastnosti se neustále zlepšují, například pomocí přesnějšího řízení povlakovací teploty a inteligentním softwarům. Důležité milníky ve vývoji tvrdých povlaků jsou stručně shrnuty v Tabulce 1. Hlavní cíle vývoje byly snížit teplotu vytváření tvrdých povlaků, zvýšit jejich tvrdost a odolnosti proti oxidaci. Například při vysokorychlostním obrábění může špička nástroje snadno dosáhnout teploty 1000°C a povlak by měl být stabilní i při tak vysokých teplotách [9].

Vrstvení	Materiál	Tvrdost H [GPa]	Charakteristika
Jedna vrstva	TiN, TiC, Al ₂ O ₃	21, 28, 21	CVD při teplotě okolo 1000°C na slinutých karbidech
Jedna vrstva	TiN, TiC	21, 28	PVD při teplotě ≤550°C na ocelové podložce
Multivrstva	TiC/TiB ₂	23	Kompozit keramické matrice
Jedna vrstva	c – BN	50	Vysoká afinita k uhlíku v železe
Jedna vrstva	Diamant	90	Nejtvrdší známý materiál
Jedna vrstva	TiAlN	32	Odolný oxidaci až do 800°C
Jedna vrstva	DLC	65	Diamantu podobný uhlík
Jedna vrstva	CN _x	50-60	Nitrid karbonu (x=0,2-0,35) bez uspořádání vrstev
Multivrstva	TiN/VN, TiN/NbN	50	Vrstvení po 5-10 nm
Jedna vrstva	TiAlN, Ti ₄ Al ₆ N	32	Nanokompozit, odolný oxidaci až do 950°C

Tabulka 1- Nejdůležitější typy povlaků z hlediska vývoje [9]

Ve srovnání s velkým počtem tvrdých materiálů existuje jen několik supertvrdých materiálů (s tvrdostí větší, než 40 GPa); jsou to kubický nitrid bóru (c-BN), některé typy diamantu podobného uhlíku (DLC, viz tabulka 3 a 4), amorfni nitrid uhlíku (a-CN_x) a polykrystalický diamant (PKD, synteticky vyrobený diamant s tvrdostí ~100GPa). Navíc jsou tyto supertvrde materiály termodynamicky nestabilní. To zjednodušeně znamená, že při změně teploty materiálu probíhá změna jejich objemu a difúzní proces s okolím, který způsobuje výrazné omezení jejich využití v některých aplikacích. Například vysoká chemická afinita uhlíku k železu omezuje použitelnost řezných nástrojů opatřených diamantovým povlakem na obrábění pouze neželezných kovů a dřeva. Podobné problémy lze očekávat při použití povlaku c-BN při řezání ocelí z důvodu chemického rozpouštění bóru v železe [9].

Tyto problémy vedly k intenzivnímu výzkumu v tomto oboru a výsledkem byly nově vyvinuté supertvrde materiály založené na vrstvení několika povlaků a nanokompozitních materiálech.

A. Princip procesu povlakování

1. CVD – Chemical vapour deposition

CVD (Chemical vapour deposition, chemická metoda depozice) je technologie nanášení povlaků ze směsi plynných fází složek povlaku. Disociace plynů se obvykle provádí při teplotách nad 1000°C. Základními aplikacemi ve strojírenství byly slinuté karbidy s vrstvami ZrN, Al(O,N) a Al₂O₃, schopné vydržet tuto teplotu. CVD povlakované slinuté karbidy se osvědčovaly zejména u hrubovacích řezných nástrojů pro obrábění litých materiálů s kůrou [10].

CVD metoda je také vhodná pro povlakování nástrojů (ze slinutých karbidů) tvrdými vysokotavitelnými sloučeninami – karbidy, nitridy, oxidy a dalšími keramickými sloučeninami, např. TiC, TiN, TiCN, Al₂O₃ [8]. Výhoda přípravy DLC povlaků CVD metodou spočívá v lepší stabilizaci sp₃ vazeb uhlíku ve vrstvě. Na druhou stranu vysoké teploty deponování způsobují oduhličování substrátu a nižší houževnatost materiálu.

2. PVD – Physical vapour deposition

Vysoké teploty aplikací a nutnost střídání pracovních plynů za účelem změny chemického složení povlaků, zbytková tahová napjatost i praskání povlaků iniciovaly vznik PVD (Physical Vapour Deposition, fyzikální metoda depozice) metod povlakování, které znamenaly naprostou revoluci v možnosti řízení geneze (procesu vznikání) povlaků, chemického složení povlaků, jejich stechiometrie, zrnitosti a krystalografie [10].

Tento proces se uskutečňuje při teplotách 150–500 °C. Je to nejekologičtější metoda, jelikož při deponování se neužívá žádný nebezpečný materiál a nedochází k uvolnění toxických látek. Původně se tímto procesem povlakovaly nástroje HSS (High speed steel-Rychlořezná ocel). Dnes se však tato aplikace užívá i u slinitých karbidů. Princip technologie PVD spočívá v tom, že pevné látky jsou rozprašovány ve vhodné, obvykle inertní atmosféře. Povlaky vznikají při tlaku mezi 0,1 - 10 Pa ve vakuové komoře, do níž je vpouštěn pracovní plyn, např. argon [8] [11].

Celý proces PVD metody se dá obecně rozdělit do tří na sebe navazujících kroků:

1. převedení deponovaného materiálu do plynné fáze
2. transport par ze zdroje k substrátu
3. vytváření vrstvy na povrchu substrátu

PVD technologie se dnes používají i pro řadu dalších aplikací – lze s nimi vytvářet vrstvy se specifickými optickými vlastnostmi (například oxidické povlaky (Zr,Al)O se zvýšenou odolností proti lomovému porušení), vrstvy kovové (např. vrstvy hliníku na slitinách titanu, které se dále upravují plazmovou oxidací na Al₂O₃), speciální povlaky na křemíkových deskách atd. Nedílnou užitečnou vlastností tvrdých nitridů a oxidů je obecně zvyšování korozní odolnosti povlakovaných materiálů, zejména ocelí, přičemž tloušťka těchto vrstev bývá obvykle i větší než 10 μm. Tyto vrstvy se mohou také kombinovat jako oxidicko-nitridové vrstvy a pro zkrácení doby povlakování je výhodnější použití energeticky výkonnějších metod depozice – například magnetronovým naprašováním [10].

B. Povlakovací zařízení

Podle způsobu získávání kovových iontů můžeme povlakovací zařízení rozdělit do tří skupin:

- Zařízení pro napařování (sputtering)
- Zařízení pro napařování (steam evaporation)
- Zařízení pro iontovou implantaci (ion – plating)

Moderní metody využívají asistence plazmy při povlakování nejen u PVD, ale i u CVD metod. Často se také využívá kombinace technologií, jako je tomu například u technologie TripleCoating od výrobce zařízení PLATIT (viz obrázek 5), kde se nejdříve vytvoří slabá adhezní vrstva, dále střední vrstva (jádro) a jako poslední otěruvzdorná a vysoce tvrdá vrchní vrstva. To vše v jednom procesu.



Obrázek 5- Povlakovací zařízení Pi1511 (Platit, Švýcarsko) [28]

1. Naprašovací zařízení

Samotný systém pro magnetronové naprašování se skládá z vakuové komory, která je čerpána na snížený tlak. Obvyklý pracovní tlak v komoře je okolo jednoho pascalu. Uvnitř komory je umístěna podložka, na jejímž povrchu se vytváří povlak a terč (target), jehož materiálové složení určuje složení povlaku. Terč samotný je zapojen jako katoda a na něj se přivádí záporné napětí. Do komory se připouští pracovní plyn, nejčastěji argon. Před terčem se po přivedení napětí zapálí v argonu doutnavý výboj, vytvářející plazmu. Výboj se projeví jako zdroj světla. Argonové ionty z plazmatu bombardují povrch terče, materiál se fyzikálním odprašovacím procesem rozprašuje a je deponován na substrát. Pod materiálem terče je umístěn silný magnet, terč je často chlazený vodou. Přítomnost magnetického pole zefektivňuje ionizaci argonu v plazmatu a ve svém důsledku umožňuje rozprašování za nižšího tlaku a vytváření čistší vrstvy [12] [8] [13].

Rozprašování nevodivých materiálů (například keramik) je také možné, použije-li se střídavý vysokofrekvenční signál, který dokáže rychle vybíjet hromadící se elektrické náboje na terči. Pokud se do komory připouští spolu s pracovním plynem ještě plyn reaktivní, například kyslík nebo dusík, za vhodně nastavených podmínek budou růst oxidové nebo nitridové vrstvy rozprašovaného materiálu z terče. Mluvíme pak o reaktivním magnetronovém naprašování. Nevýhodou reaktivního magnetronového naprašování je ale nalezení a udržení vhodných depozičních podmínek. Vztah mezi složením materiálu a přívodu reaktivního plynu je silně nelineární [12].

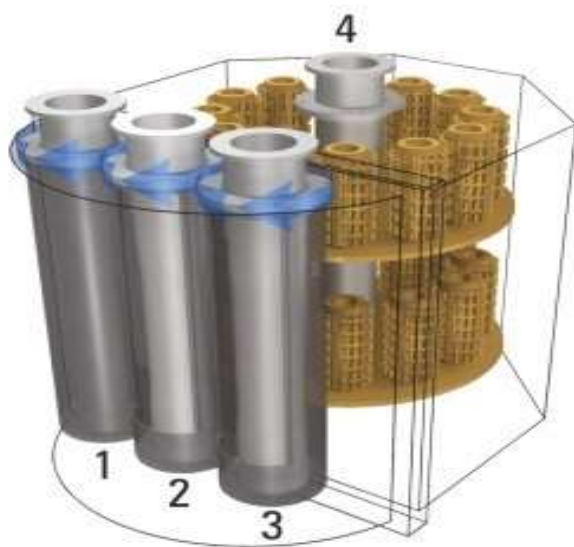
Magnetronové naprašování umožňuje rovnoměrně povlakovat i větší plochy. Další výhodou je fakt, že rostoucí povlak si zachovává přesný poměr složek, ze kterých je rozprašován.

2. Napařovací zařízení

Deponovaný materiál je z terče odpařován pomocí elektrického oblouku, svazkem elektronů nebo odporovým ohřevem. Dostatečným ohřevem dochází k uvolňování částic deponovaného materiálu tvořící oblak, částice z tohoto oblaku se pohybují prostorem. Místním snížením teploty v prostoru (napařovaným předmětem) dojde k narušení termodynamické rovnováhy systému s důsledkem lokální kondenzace par. Tímto způsobem je umožněn částicový přenos materiálu. [14] Materiál dopadající na povrch substrátu se usazuje jako tenká, homogenní vrstva povlaku [12]. Pokud komora obsahuje reaktivní plyny, např. směs inertního a neinertního plynu ($\text{Ar} + \text{N}_2$), vzniká odpovídající povlak (v tomto případě nitridy).

3. Iontová implantace

Iontová implantace je kombinace napařování a napařování za asistence silného elektrického pole. Tím v plynné atmosféře dojde k elektrickému výboji, ten ionizuje částice plynu i částice odpařené ze zdroje. Iontovou reakcí vzniká povlak, který se usazuje na povrch substrátu. [13].



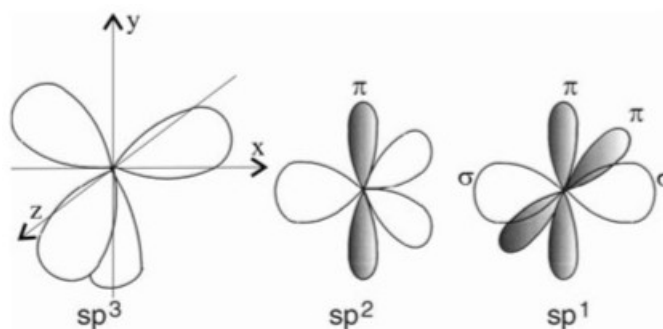
1,2,3- Terče (zdroje materiálu)
4- Rotační držák

*Obrázek 6- Uspořádání povlakovacího zařízení
Triple coating [28]*

C. Vytváření a vlastnosti DLC povlaku

1. Složení povlaku – DLC

DLC povlak je označení metastabilního amorfního uhlíku obsahující významný podíl sp^3 vazeb. Tím získává vlastnosti odlišné od základních modifikací uhlíku – grafitu a diamantu. Uhlík je schopen existovat ve třech různých stavech – sp^1 , sp^2 a sp^3 . V konfiguraci vazeb sp^2 (jako u grafitu), tři ze čtyř valenčních elektronů tvoří sigma vazby v jedné rovině a čtvrtý elektron tvoří π vazbu. V sp^3 konfiguraci (jako u diamantu) je každý ze čtyř valenčních elektronů nasměrován do čtyřtětenu, což umožňuje tvorbu velmi silných σ vazeb k dalším atomům. Právě tyto silné σ vazby ovlivňují různé fyzikální vlastnosti, jako např. velmi vysokou tvrdost $H > 80$ GPa [15].



Obrázek 7- Hybridizační stavy uhlíku [15]

Pro velký obsah sp^3 vazeb jsou za DLC vrstvy v literatuře označovány nejenom amorfní uhlíkové materiály (dále a-C), ale také a-C dopované vodíkem (dále a-C:H). Pro zvýšení podílu sp^3 vazeb ve vrstvách a-C (nebo a-C:H) jsou vyvíjeny různé depoziční metody. DLC vrstvy bez vodíku vykazují větší podíl sp^3 vazeb a s tím spojenou větší tvrdost, odolnost proti plastické deformaci, vyšší tepelnou stabilitu (při vyšších teplotách dochází u hydrogenovaných DLC vrstev k uvolňování vodíku) [15].

	Podíl sp ³ vazeb [%]	Podíl vodíku (H) [%]	Hustota [g/cm ³]	Tvrдость [GPa]
Diamant	100	0	3.515	100
Grafit	0	0	2.267	
Skelný uhlík	0	0	1.3-1.55	3
Napařený uhlík	0	0	1,9	3
Naprášený uhlík	5	0	2,2	
ta-C	80-88	0	3,1	80
a-C:H tvrdý	40	30-40	1.6-2.2	10-20
a-C:H měkký	60	40-50	1.2-1.6	<10
ta-C:H	70	30	2,4	50
Polyethylen	100	67	0.92	0.01

Tabulka 2- Základní rozdělení a parametry stavů uhlíku [16]

2. Povlakování DLC

DLC povlaky dnes nejvíce zastupují trend účinného snižování tření tribologickými vrstvami. Dříve se jednalo výhradně o vrstvy na bázi MoS₂, WC/C nebo kovy Ag, Cu, Au, Pb a In, resp. oxidy V₂O₅, Ag₂Mo₂O₇ [10].

Chování povlaku se může lišit v závislosti na jeho typu a prostředí. Hodnoty koeficientu tření se mohou pohybovat v rozsahu od 0,001 – 0,7. To je nejširší škála koeficientu tření mezi všemi dalšími materiály nebo povlaky. Stejně tak jsou velké rozdíly u odolnosti proti otěru. Některé DLC vrstvy jsou velmi měkké a náchylné k poškození, zatímco jiné jsou velmi tvrdé a odolné proti opotřebení (opotřebení těchto filmů je velmi nízké, cca 10-11 mm³.Nm⁻¹) [15].

Na povrch podkladového materiálu se deponuje velmi tenký DLC povlak o tloušťce 1 až 5 μm. Ten má zpravidla vysokou tvrdost a pevnost v porovnání se substrátem. Například při porovnání modulů pružnosti CoCrW slitiny a DLC povlaku dosahuje DLC povlak téměř dvojnásobné hodnoty modulu pružnosti ($E_{\text{CoCrW}} \approx 230$ MPa, $E_{\text{DLC}} \approx 550$ MPa) [6] [9]. K deponování obecně se postupně vyvíjejí technologie, které lze rozdělit do dvou skupin. Metody PVD (fyzikální depozice) a metody CVD (chemická depozice). Pro lepší přehlednost jsou některé vlastnosti vybraných DLC povlaků uvedeny v tabulkách 3 a 4.

Charakteristiky	DLC Comp	DLC Sillcomp	DLC Hardcomp
Mikrotvrdość (HV 0,025)	2 000 - 4 000	1 500 - 2 500	4 000 - 7 000
Tloušťka [μm]	1–4	1–5	1–3
Koeficient tření	0,05 - 0,15	0,02 - 0,1	0,05 - 0,15
Povlakovací teplota [°C]	160–300	160–300	80–200
Pracovní teplota [°C]	350	450	300
Barva	černá	černá	černá

Tabulka 3- Základní charakteristiky povlaků [15]

Vlastnosti DLC vrstev	ta-C	a-C, a-C:H
Obsah vodíku [%]	<5	0, 20–60
Sp ³ vazby [%]	5–90	20–65
Hustota [g/cm ³]	1,9 - 3	0,9 - 2,2
Tepelná stabilita [°C]	<600	<400
El. odpor [Ω/cm]	10 ² - 10 ¹⁶	10 ² - 10 ¹⁶
Tvrdość [GPa]	<80	<60
Youngův modul [GPa]	<900	<300

Tabulka 4- Struktura, složení a vlastnosti dvou forem DLC vrstev [15]

3. Příprava DLC povlaku

Většina metod přípravy DLC povlaků využívá reaktivní plyn na bázi uhlovodíků, například acetylen (C₂H₂) nebo methan (CH₄). To způsobuje přítomnost vodíku ve výsledné vrstvě, což spolu s podílem sp₃ vazeb nejvíce ovlivňuje výsledné vlastnosti povlaku. Výhoda přípravy DLC povlaků CVD metodou spočívá v lepší stabilizaci sp₃ vazeb uhlíku vrstvy. Na druhou stranu vysoké teploty deponování způsobují oduhličování substrátu a nižší houževnatost.

IV. Biokompatibilita

Obecně lze biokompatibilitu definovat jako snášenlivost materiálu v biologickém prostředí. Posuzuje se podle interakce s prostředím, zejm. podle cytotoxického působení, podle toxikologických a alergických reakcí, podle karcinogenních, teratogenních či mutagenních reakcí, podle vlivu na infekční procesy, podle rozsahu a kvality biodegradace. Důležité je, aby materiál neovlivňoval např. koagulace (srážení krve), nevyvolával zánětovou reakci, neuvolňoval potenciálně toxické látky apod. [17].

Nejdůležitější parametry nástříků jsou vedle jejich reakce s biosystémem především jeho pevnost a soudržnost se substrátem, obsah a velikost pórů, obsah neroztavených částic a množství trhlin v povlaku a v rozhraní povlak/substrát. Zvýšením porozity dojde k lepšímu prorůstání nástříků tkání a zvětšení kontaktní plochy. To má za následek snížení povrchových napětí na rozhraní implantát/biomateriál a snížení množství trhlin. Významné je také rozhraní povlak/substrát, neboť při dostatečně pevném uchycení implantátu v tkáni se může rozhraní povlak/substrát stát kritickým místem [18].

V. Charakteristika CoCrW slitiny

Použitá CoCrW slitina má dle výrobce následující složení:

Prvek	Podíl objemu [%]
Co	60,5
Cr	28
W	9
Si	1,5
Mn, N, Nb, Fe	<1

Tabulka 5- Složení CoCrW slitiny [6]

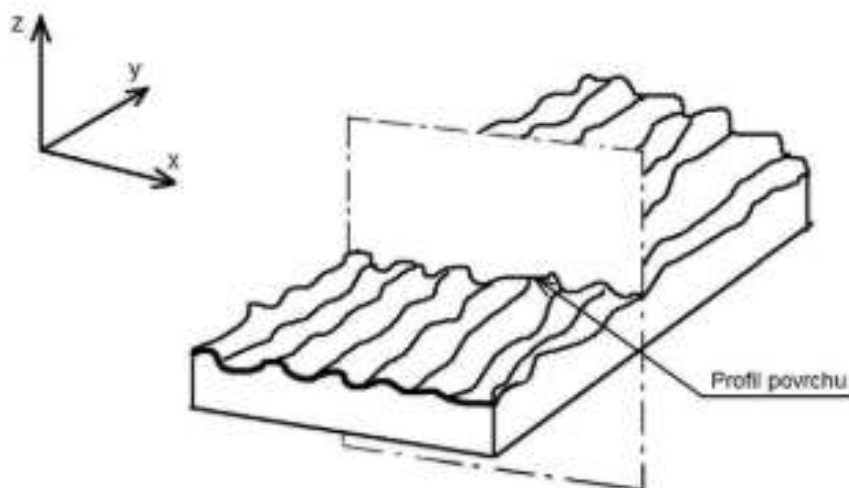
Jeho zkratka je CoCrW-alloy (powder) a jeho norma nese označení **EN ISO 9693 / DIN EN ISO 22674, Type 5**. Komerční označení je Remanium star CL. Tento materiál se běžně používá jako biomateriál pro implantáty [1]. Nebezpečné prvky jako nikl, berylium a galium materiál neobsahuje v měřitelném množství [6].

Použití takto vyrobené CoCrW slitiny je zejména v dentální medicíně pro výrobu protetik. Hlavním důvodem je biokompatibilita a pevnost kovových částí zubních náhrad. Jedná se o dlouhodobě zavedený a odzkoušený materiál, používaný i v případě frézování zubních náhrad. Další výhodou je vysoká korozní odolnost, ořezuvzdornost a lešitelnost. Drsný povrch se nechává pro místa určená ke srůstu s tkání, leští se snímatelná místa přicházející do kontaktu s tkání, kde je vrůst tkáně nežádoucí. Slitina má všechny potřebné dentální atesty a certifikáty [19].

VI. Použité metody

A. Drsnost povrchu

Drsnost povrchu je jedním ze základních ukazatelů jakosti povrchu. V současnosti se hodnocení struktury povrchu řídí normou ČSN EN ISO 4287. Ta nám říká, že výsledkem výrobního procesu, tedy vzájemným pohybem mezi nástrojem a obrobkem, vznikají nepravidelnosti povrchu. Tím se rozumí geometrické úchytky skutečného povrchu s poměrně malou vzdáleností sousedních nerovností. Pro orientační měření lze tuto problematiku zjednodušit na nalezení parametru střední aritmetické úchytky profilu R_a . Pro separaci dlouhovlnných a krátkovlnných složek profilu je vhodné použít λ_c filtr profilu, který určuje rozhraní mezi složkami vlnitosti a drsnosti. [20]



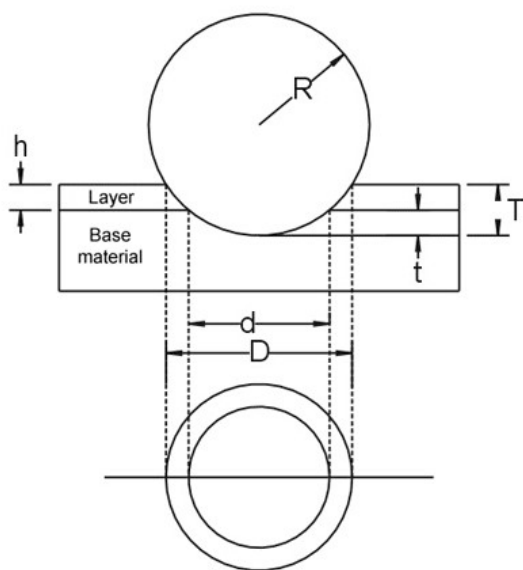
Obrázek 8- Profil povrchu [20]

B. Tloušťka povlaku – Kalotest

Základní charakteristika naneseného povlaku je jeho tloušťka, případně tloušťky jednotlivých vrstev při vícevrstevném povlaku. Měření je možné provést destruktivní nebo nedestruktivní zkouškou. Destruktivní měření se provádí na již vytvořeném povlaku a zpravidla je zkouška rychlá, jednoduchá a levná. Běžně se proto provádí metoda měření tloušťky kalotestem. Nedestruktivní metody měření tloušťky jsou například metody optické, elektrické nebo váhové. Jejich výhoda spočívá v možnosti použití měření v reálném čase a sledování

rychlosti vytváření povlaku již během povlakovacího procesu. Rychlost vytváření povlaku má zásadní vliv především na jeho strukturu, adhezi s podložkou a tvrdost [16].

Metoda kalotest umožňuje orientační měření tloušťky povlaku různého charakteru na podložce prostřednictvím výbrusu ve tvaru kulového vrchlíku (tzv. kaloty). Průměry používaných brousících kuliček jsou 10, 15, 25, 30 a 40 mm. [21] Vyhodnocení probíhá změřením průměrů mezikruží na optickém mikroskopu a jejich přepočtem závislým na použité brusné kuličce.



h – požadovaná tloušťka vrstvy

R – poloměr brousící kuličky

T – celková hloubka průniku brousící kuličky

t – hloubka průniku do podložky

D – průměr kaloty na povrchu vzorku

d – průměr hranice mezi povlakem a základním materiálem

Obrázek 9- Princip měření metodou Kalotest [22]

Potřebné vzorce pro výpočet:

Celková hloubka průniku brousící kuličky: $T = R - \left(R^2 - \frac{D^2}{4}\right)^{\frac{1}{2}}$

Hloubka průniku do podložky: $t = R - \left(R^2 - \frac{d^2}{4}\right)^{\frac{1}{2}}$

Tloušťka vrstvy vyplývá ze vztahu: $h = T - t = \left(R^2 - \frac{D^2}{4}\right)^{\frac{1}{2}} - \left(R^2 - \frac{d^2}{4}\right)^{\frac{1}{2}}$

Pokud je vrstva příliš tenká a není dosaženo potřebného průniku do podložky lze vztah zjednodušit na: $h = \frac{D^2 - d^2}{8R}$.

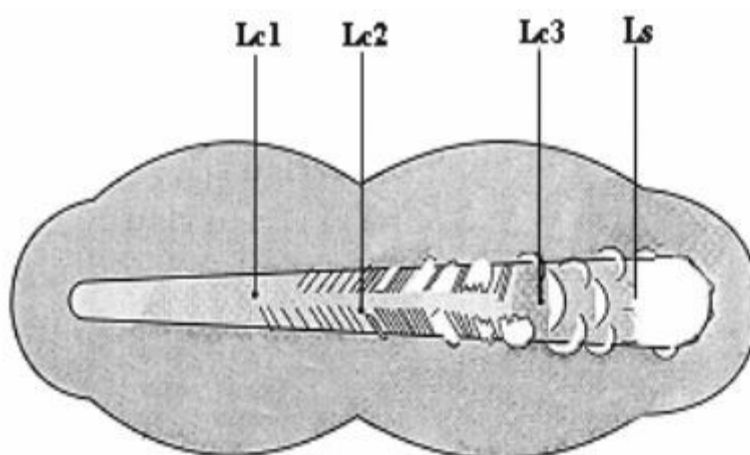
Přesnost měření tloušťky povlaku je závislé především na přesném měření a odečtení hodnot průměrů D a d [22].

C. Otěrová zkouška Pin-On-Disk

Nejjednodušší a také nejběžnější metoda měření kluzných vlastností je tzv. pin-on-disk test. Indentor ve tvaru kuličky tlačí silou na rotující povlakovaný vzorek. Tím se vytvoří kruhová stopa (drážka). Z této jednoduché metody lze analyzovat informace o koeficientu tření a otěru pro danou materiálovou dvojici indentor – vzorek. Zkoušku lze provádět i za zvýšených teplot (až 800°C) nebo v biologicky aktivním roztoku. Běžně používané průměry kuliček jsou 1,5; 3; 6 a 10 mm, zatěžované normálovou silou od 1 do 10N [21].

D. Vrypová zkouška Scratch-test

Abychom využili tribologické vlastnosti povrchu, musí mít povlak dostatečnou adhezi k substrátu. To zpravidla zajistíme přípravou před povlakováním, volbou vhodné metody a typu povlaku. Kromě toho volíme i teplotu substrátu při povlakování a tloušťku připravované vrstvy. Pro měření adheze se běžně používá tzv. scratch-test, kde se diamantovým Rockwellovým hrotem postupně zvyšuje zátěžná síla při současném posouvání špičky hrotu po měřené vrstvě. Při vytváření vrypu se měří akustická emise, hloubka vrypu a třecí síla. Zátěžná (normálová) síla může být konstantní nebo plynule rostoucí. Stopa se poté vyhodnotí pod světelným, nebo elektronovým mikroskopem a odečte se místo, kde došlo k utržení vrstvy od substrátu [23] [21].



Obrázek 10- Kritická místa zatížení Scratch-testu [23]

E. Mikroskopie

1. Řádkovací elektronový mikroskop

Řádkovací elektronová mikroskopie (SEM – scanning electron microscopy) umožňuje pomocí sekundárních nebo zpětně odražených elektronů zobrazit povrch vzorku s rozlišením několika nanometrů. Do SEM mikroskopu lze implementovat další přídavná zařízení, jako například energiově disperzní analyzátor (EDS), který detekcí rentgenového záření přináší informace o chemickém složení povrchu zkoumaného materiálu. Dohromady je možné provést strukturní, chemickou a fázovou analýzu materiálů. Nejčastější využití spočívá ve studiu kvality povrchových vrstev, iniciace a propagace trhlin, hodnocení morfologie lomových ploch, kvalitativních a kvantitativních analýzách rozložení strukturních složek materiálu. Pro zkoumání materiálů na submikronové úrovni lze využít prozařovací elektronovou mikroskopii a přípravy speciálních ultratenkých vzorků pomocí iontového odprašování. Tím lze provést strukturní analýzu s rozlišením několika nanometrů, komplexní hodnocení lomových ploch, kvalitativní a kvantitativní stanovení chemického složení, liniovou a plošnou analýzu koncentrací včetně grafického záznamu a určení krystalografické orientace zrn [21].

Povlaky jsou termodynamicky nestabilní, jelikož se vytváří za jiných teplot, než jsou jejich obvyklé pracovní teploty. Změnou vnitřní struktury se mění i mechanické vlastnosti. Pomocí prozařovací elektronové mikroskopie nebo rentgenové difrakce lze zjistit charakteristiky povlaku a tím i jeho mechanické vlastnosti [24].

2. Laserová rastrovací konfokální mikroskopie

Moderní konfokální mikroskopy dokáží rychle, přesně a jednoduše snímat tvar povrchu s vysokým rozlišením. Snímání probíhá dvoufázově, laserový paprsek (v našem měření o vlnové délce $\lambda = 405\text{nm}$) monochromaticky snímá detaily povrchu, poté se za použití druhého zdroje osvětlení (zpravidla bílé světlo) sejmou barvy povrchu a přirovnají se k monochromatickému obrazu z laserového paprsku. Konfokální clony zajišťují odříznutí obrazu z okolí roviny ostrosti. Rastrováním se docílí snímání povrchu bod po bodu (po pixelech) rozkmitaným laserovým paprskem s rozlišením 16MPx. Software zpracovává stovky řezů v ose z, v praxi nám to umožňuje přesnost měření $\pm 12\text{nm}$. Snímání laserovým paprskem s sebou přináší mnoho výhod, jako možnost plošného měření drsnosti povrchu různých materiálů, které jsou jinými metodami těžko snímatelné (sklo, guma, biologické vzorky, ...) [25].

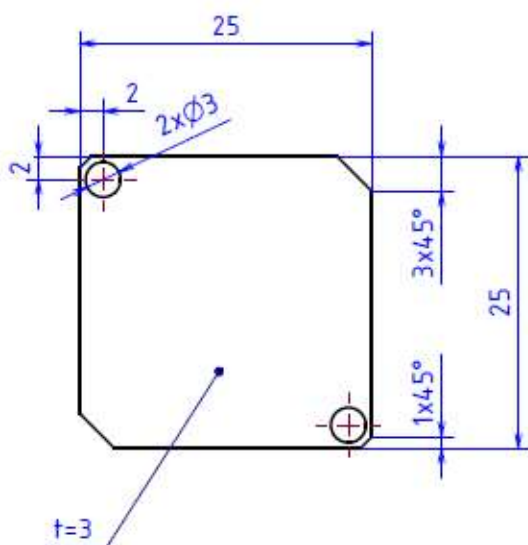


Obrázek 11- Laserový konfokální mikroskop LEXT OLS 5000 (Olympus, Japonsko) [25]

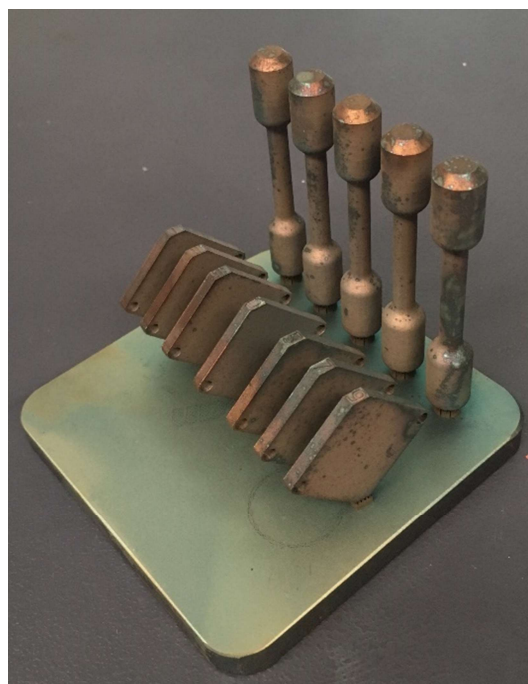
VII. Příprava vzorků

A. 3D kovový tisk

Vzorky zhotovila firma Misan s.r.o. v Lysé nad Labem, 3D slinovacím zařízením Mlab cusing R (Concept Laser GmbH., Německo). Zařízení od uvedení do provozu pracuje pouze s práškem tohoto složení, tudíž je zaručena jeho čistota i na medicínské úrovni. Součásti ze slitiny CoCrW, slinované tímto zařízením s předepsanými parametry, vykazují homogenní, bezpórovitou strukturu. Spékané součásti zpravidla vykazují materiálové pnutí. To bylo pro naše vzorky odstraněno vyžiháním v argonové atmosféře při zahřátí na 1150°C s výdrží 1 hodinu, poté se v peci nechaly vzorky vychladnout na 300°C [6].



Obrázek 12- Rozměry vzorků



Obrázek 13- Vzorky po 3D tisku a vyžihání

B. Rozdělení vzorků

Vzorky byly připraveny s různou energií spékání, vybrané vzorky se DLC povlakovaly. Byly také připraveny vzorky s různou mechanickou úpravou povrchu (tryskání). Pro přehlednost je v tabulce uvedeno rozdělení vzorků, jejich úpravy a označení. Vzorky byly označeny na jejich boku již při výrobě.

Přehled vzorků – Sada 1		
Sada 1: Spékané při různých výkonech laseru, DLC povlakované		
Výkon laseru	Označení vzorku před povlakováním	Označení vzorku po povlakování
50W	5	DLC5
70W	7	DLC7
90W	9	DLC9

Přehled vzorků – Sada 2	
Otryskané, Použitá abraziva:	Označení vzorku
korundový písek	I
korundový písek + ocelové kuličky	II
korundový písek + ocelové kuličky + keramické částice	III
Spékané bez okrajové kontury, bez povrchových úprav	0

Tabulka 6- Přehled vzorků

C. Příprava povrchu vzorků

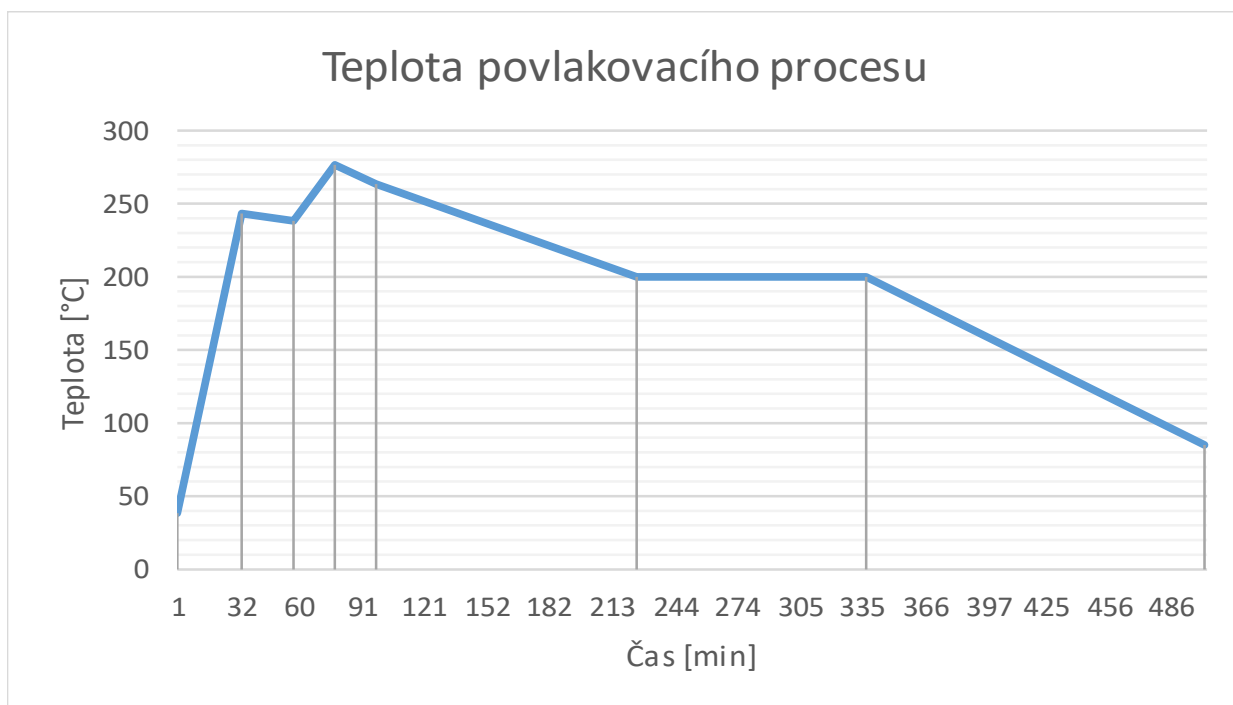
Vzorky s označením 5,7,9,0 se ručně brousily a leštily. Broušení probíhalo na kompaktním zařízení bruska-leštička MTH Kompakt 1031 (MTH Hrazdil, Česká republika), při chlazení vodou na brusných papírech o hrubosti 180, 240, 400, 800, 1000, 1200 a 2000, s rychlostí otáčení 150 ot/min. Pro následné leštění byl použit flanelový leštící kotouč a diamantová pasta s velikostí zrn 3 μm . Každý vzorek byl leštěn 75 minut.

D. Depoziční proces

Na vyleštěné vzorky 5,7,9 byl metodou PAPVD (Plasma Assisted Physical Vapour Deposition) proveden depoziční proces niobem dotovaného povlaku DLC v atmosféře acetylenu (C_2H_2). Pro zajištění lepší adheze mezi podložkou a DLC vrstvou byla naprášena adhezní vrstva Ti-Nb. Titan a niob byly naprašovány z různých terčů za přítomnosti argonu. Naprašování proběhlo v povlakovacím zařízení Flexicoat 850 (IHI Hauzer Techno Coating B.V., Nizozemsko) na Ústavu materiálového inženýrství Fakulty strojní ČVUT v Praze.

Pořadí	Operace	Začátek [min]	Konec [min]
1	Ohřev na 250°C	1	32
2	Čištění terče	32	58
3	PSE výboj	58	78
4	Povlakování Ti-Nb	78	98
5	Povlakování Nb-C:H	98	337
6	Chladnutí	337	503

Tabulka 7- Postup operací povlakování



Obrázek 14- Graf teploty povlakovacího procesu

	Povlakování Ti-Nb	Povlakování Nb-C:H
Doba procesu [min]	20	360
BIAS napětí [V]	-75	-120
Průtok Ar [sccm]	90 (konstantní)	90 (konstantní)
Průtok C₂H₂ [sccm]	0	20 (na začátku) 70 (na konci)
Výkon katody Nb [kW]	3	5
Výkon katody Ti [kW]	4	0

Tabulka 8- Parametry depozičního procesu

VIII. Postup a podmínky měření

A. Měření drsnosti povrchu

Na okrajích vzorků byla změřena drsnost za použití přenosného drsnoměru SURF SJ-210 (Mitutoyo, Česká republika). Každé měření probíhalo ve 3 směrech na různých místech, proto údaje jsou průměrem těchto měření. Pro měření byl použit profilový filtr $\lambda_c = 0,25 \mu\text{m}$.

B. Tloušťka povlaku – Kalotest

Měření tloušťky povlaku proběhlo použitím brusné kuličky o průměru 30mm na přístroji Calotest Compact (CSM Instruments SA, USA) a odečtením hodnot na optickém stereomikroskopu SMZ1500 (Nikon, Japonsko).

C. Otěrová zkouška Pin-On-Disk

Měření otěru probíhalo na zařízení Tribometr THT-S-CE-0000 (CSM Instruments SA, USA), kde pro měření všech vzorků byly nastaveny stejné parametry:

<i>Indentor</i>	Ložisková kulička 100Cr6
<i>Průměr indentoru [mm]</i>	6
<i>Čistidlo</i>	Aceton
<i>Teplota okolí</i>	22°C

Dráha 1 (označení r7)

<i>Poloměr mezikruží [mm]</i>	7
<i>Normálová síla [N]</i>	5
<i>Rychlost [cm/s]</i>	5
<i>Počet otáček</i>	4000
<i>Celková dráha [mm]</i>	175 930

Dráha 2 (označení r4)

<i>Poloměr mezikruží [mm]</i>	4
<i>Normálová síla [N]</i>	1
<i>Rychlost [cm/s]</i>	5
<i>Počet otáček</i>	4000
<i>Celková dráha [mm]</i>	100 530

Tabulka 9- Parametry otěrové zkoušky Pin-On-Disk



Obrázek 15- Tribometr THT-S-CE-0000 (CSM Instruments SA, USA)

D. Vrypová zkouška

Vrypová zkouška proběhla pouze na vzorku DLC 9 za pomoci měřícího přístroje Revetest Scratch-tester Xpress RSX+ (CSM Instruments SA, USA). Jako indentor byl použit Rockwellův hrot ze syntetického diamantu s poloměrem špičky 200 μm . Začínalo se zatížením 1N s plynulým zvyšováním zatížení na 80N. Rychlost posuvu indentoru byla 4mm/min na dráze dlouhé 8mm. Zařízení snímalo akustickou emisi, hloubku vrypu a použité zatížení v závislosti na uběhnuté dráze.



Obrázek 16- Měření vzorku DLC9 na scratch testeru

IX. Výsledky měření

A. Drsnost povrchu

Základní podmínkou pro správně nanesený povlak je jeho dostatečná povrchová příprava leštěním s drsností v rozmezí $R_a=0,01-0,02 \mu\text{m}$. Tuto podmínku splnily všechny leštěné vzorky.

Drsnost povrchu před povlakováním	
Vzorek	Ra
5	0,010
7	0,015
9	0,012
0	0,019

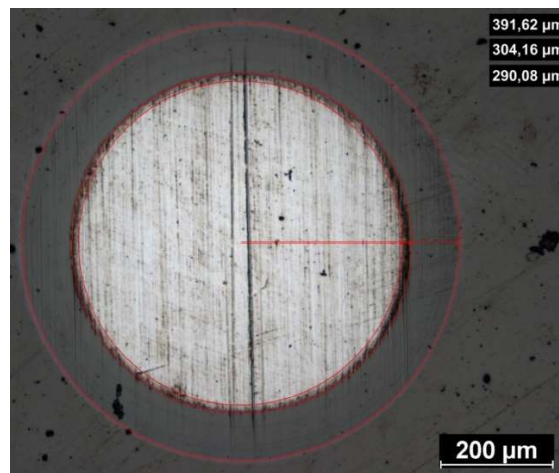
Tabulka 10- Drsnost povrchu před povlakováním

B. Tloušťka povlaku – Kalotest

Z údajů ze světelného mikroskopu byly vypočteny následující tloušťky vrstev povlaku:

Vrstva	Poloměr vrchlíku		Tloušťka vrstvy [μm]
	R vnější [mm]	R vnitřní [mm]	
Nb-DLC	0,39162	0,30416	2,03
TiNb	0,30416	0,29008	0,28
Celek	0,39162	0,29008	2,31

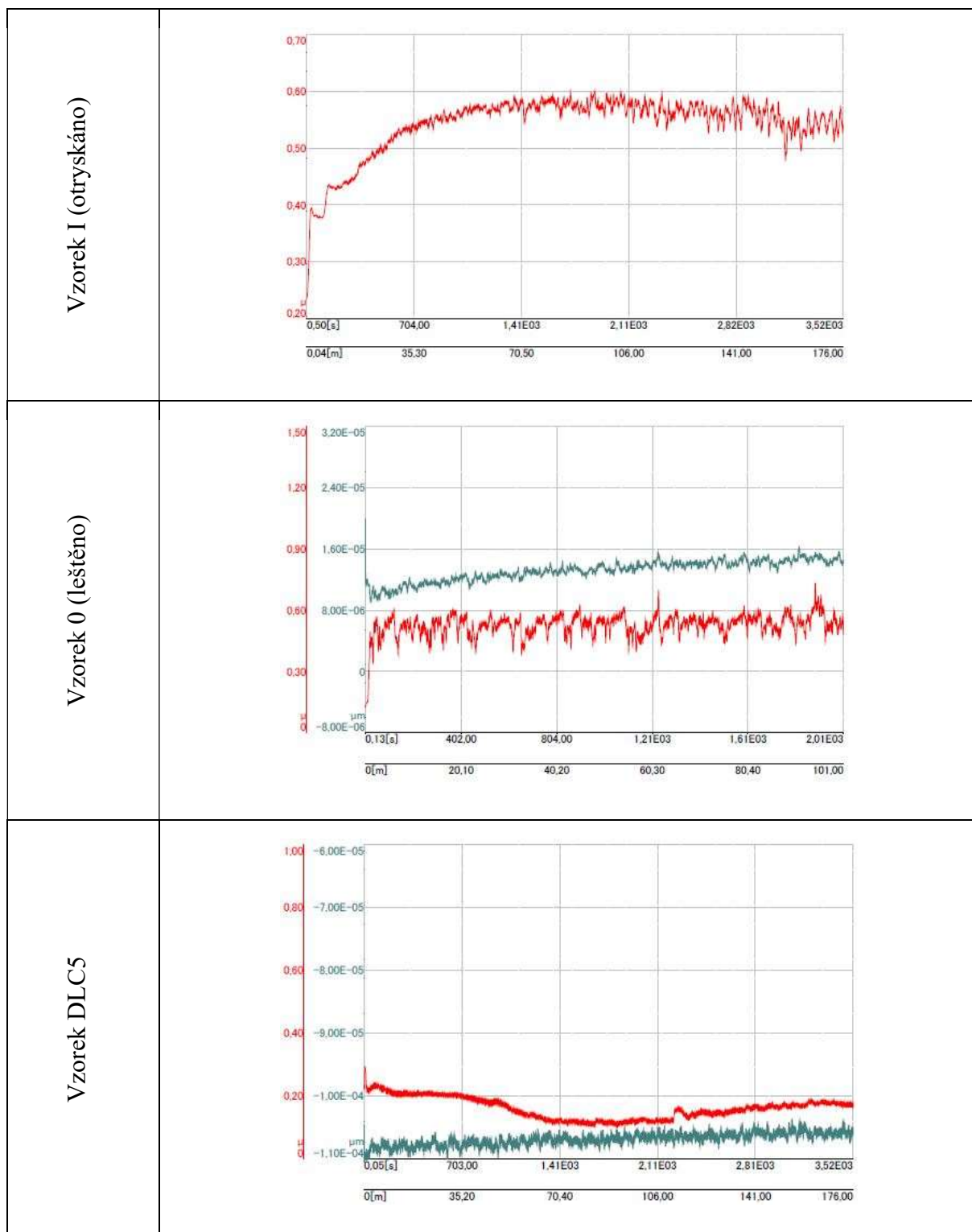
Tabulka 11- Výsledky kalotestu



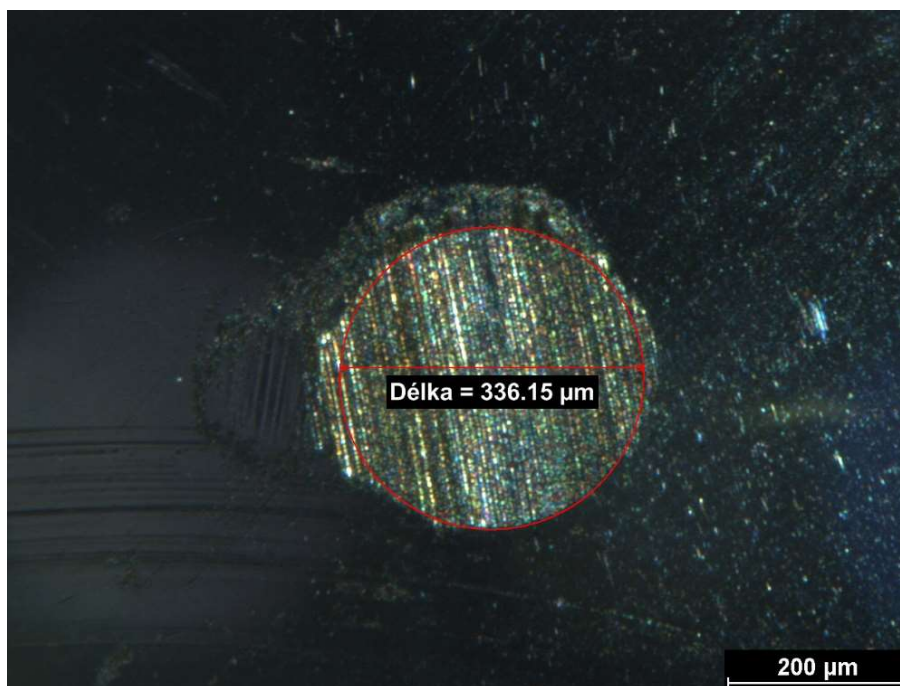
Obrázek 17- Kulový vrchlík z kalotestu, změřený světelným mikroskopem

C. Otěrová zkouška Pin-On-Disk

Na zobrazených grafech jsou znázorněny průběhy koeficientu tření (červená křivka) a hloubka průniku indentoru (zelená křivka). Zkoušky probíhaly za podmínek pro dráhu 1 (viz kapitola VIII.C.- Otěrová zkouška Pin-On-Disk) při zatížení 5N, s poloměrem dráhy 7mm.

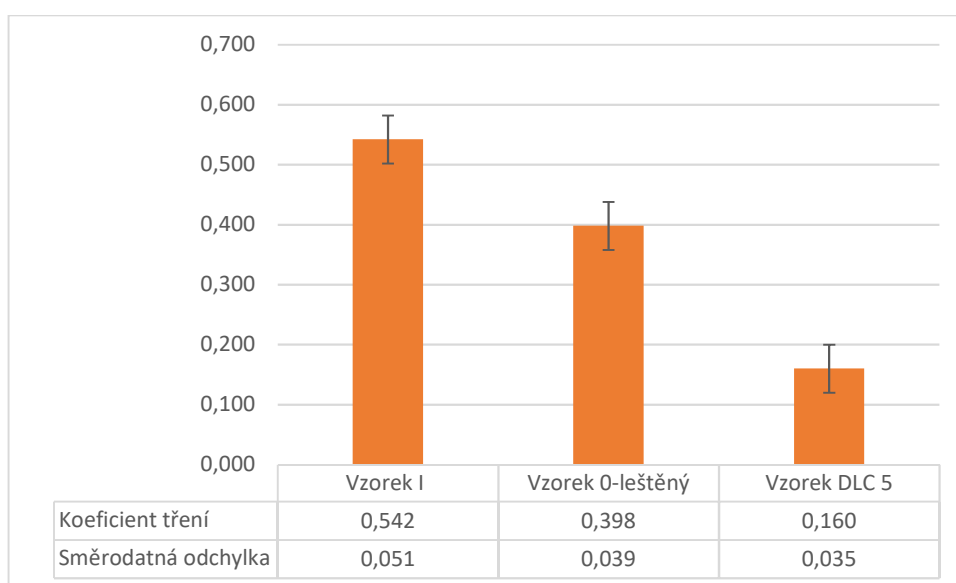


Obrázek 18- Grafy průběhů koeficientu tření zkoušky Pin-On-Disk na dráze r7



Obrázek 19- Opotřebení indentoru (100Cr6 kuličky) oproti DLC povlaku, dráha 1 (r7)

Měření otěru při parametrech pro dráhu 2 je přiloženo v příloze 1. Pro měření bylo použité příliš malé zatížení, které nevytvořilo potřebný úběr materiálu.



Obrázek 20- Graf průměrných hodnot koeficientu tření Pin-On-Disk zkoušky na dráze r7

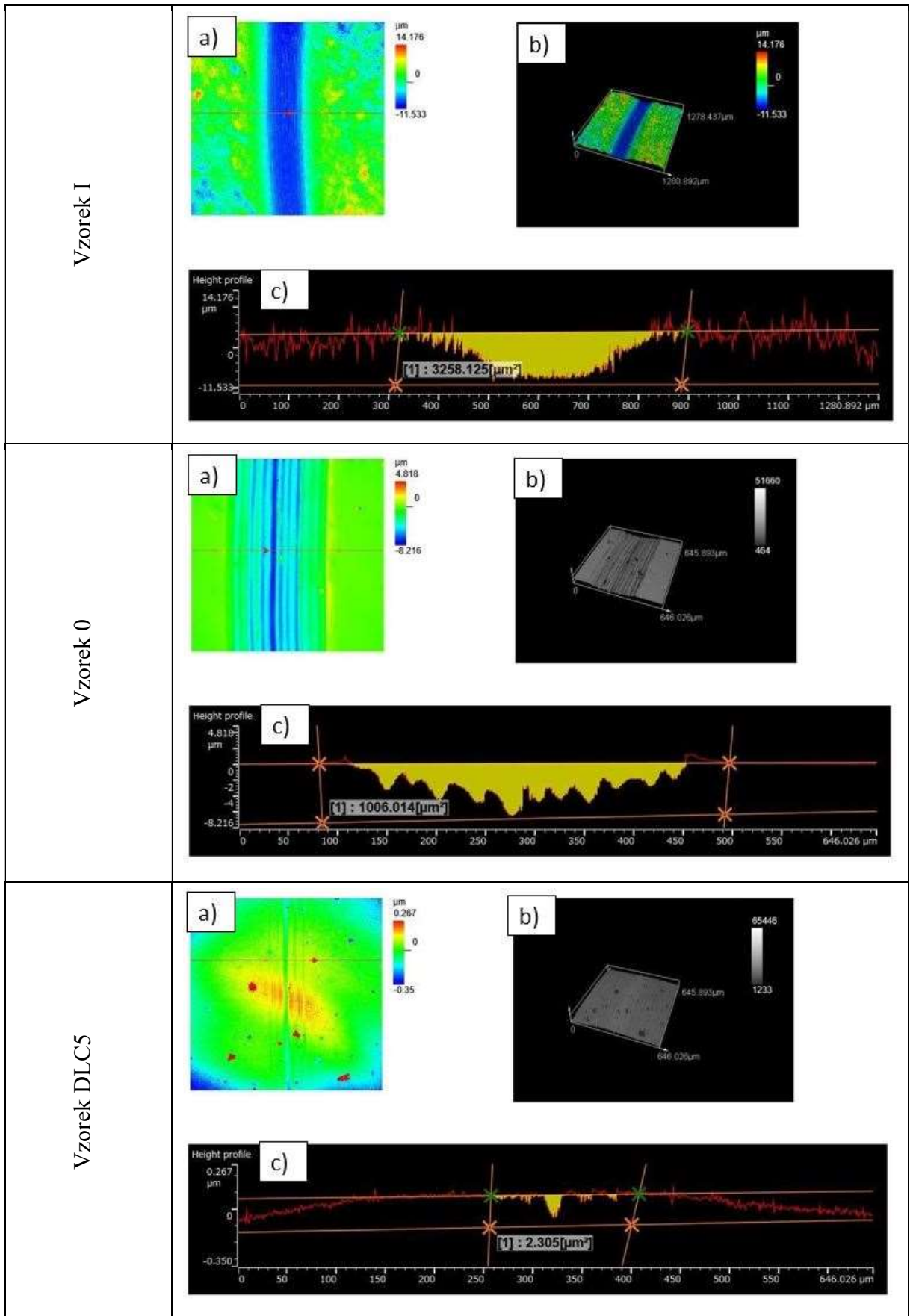
Otěrová zkouška probíhala při relativně nízkých rychlostech, proto energetické ztráty přeměňující se na teplo můžeme zanedbat a počítat primárně s abrazivním opotřebením. Na nepovlakovaných vzorcích docházelo k vydrolování materiálu (vzniku nečistot), ten působil jako abrazivo a vytvářel v drážce rýhy. Na DLC povlakovaných vzorcích bylo opotřebenění sotva viditelné. To může být způsobeno tím, že DLC povlak měl pravděpodobně větší otěruvzdornost a tvrdost než ocelové kulička. Tak by vznikal větší úběr materiálu na kuličce, její materiál by ulpíval na povrchu, tím by se zvětšila kontaktní plocha a snížil by se tlak působící na tuto plochu. To je vidět na hodnotách vzorku DLC 9, kde koeficient tření vykazuje mnohem menší hodnoty než u ostatních třech měření DLC povlaku.

D. Snímání profilu drážky a vyhodnocení otěru

Snímání profilu drážky probíhalo na semináři představení nového laserového konfokálního mikroskopu LEXT OLS 5000 (Olympus, Japonsko), kde samotné měření na tomto stroji prováděl Ing. Karel Jiříkovský. Dosažená přesnost měření byla $\pm 50\text{nm}$, a měření se řídilo normou ISO 25178-1 [25].

Z dat nasnímaných profilů v místě drážky laserovým konfokálním mikroskopem byla odečtena plocha profilu drážky S . Tato plocha vynásobená obvodem referenční kružnice ($O = 2\pi r$) se rovná celkovému objemu odebraného materiálu V_o . Výsledný specifický otěr w byl vypočítán dle vzorce $w = \frac{V_o}{F \cdot l}$, kdy F je zatížení v N a l je celková uběhnutá dráha kuličky v metrech. Pro výpočet byly použity hodnoty z měření otěru na dráze r7.

Výsledky měření profilů drážek (viz obrázek 21) se skládají ze tří obrázků. Obrázek označený *a*) zobrazuje vrchní pohled na zkoumaný povrch vzorku. Barevně jsou pak označeny výškové rozdíly na povrchu. Červená vodorovná linka představuje řez povrchu, který vytvořil software mikroskopu. Tento řez je zobrazen na obrázku *c*), kde je žlutě vybarvena a vypočtena plocha profilu drážky S . Na obrázku s označením *b*) je počítačově vytvořený 3D model měřeného místa povrchu vzorku s jeho rozměry.



Obrázek 21- Naměřené profily drážek dráhy r7

Vzorek	Jmenovitý poloměr dráhy r [mm]	Zatížení F [N]	Plocha profilu S [μm^2]	Obvod dráhy O [μm]	Celková dráha l [m]	Objem odebraného materiálu V_o [μm^3]	Specifický otěr w [mm^3/Nm]
I	7	5	3 258	43 982	175,93	143 294 324	$1,63 \cdot 10^{-4}$
0	7	5	1 006	43 982	175,93	44 246 191	$5,0 \cdot 10^{-5}$
DLC5	7	5	2,5	43 982	175,93	109 956	$1,25 \cdot 10^{-7}$

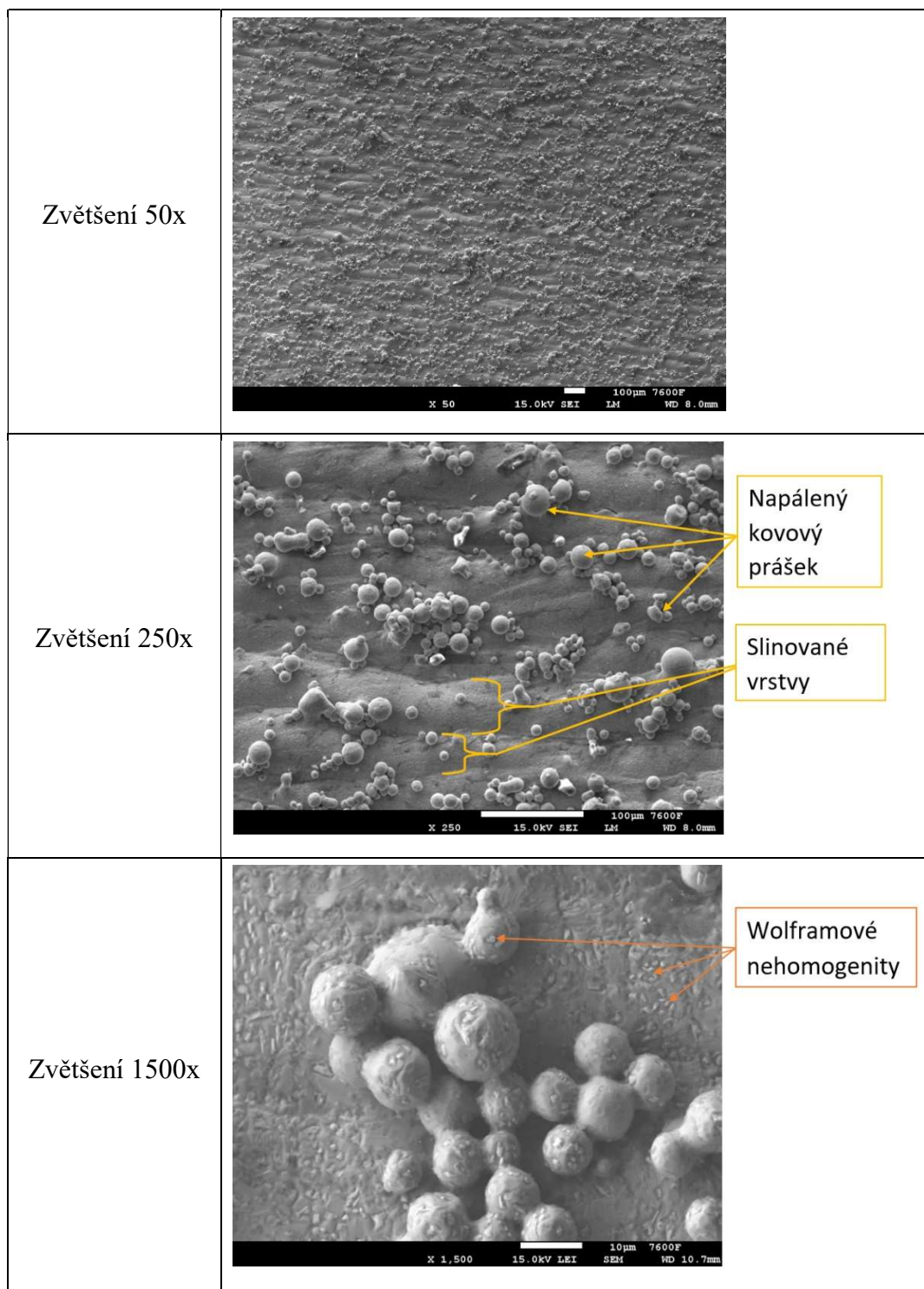
Tabulka 12- Hodnoty pro výpočet a výsledný specifický otěr

Důležitý je rozdíl hodnot specifických otěrů mezi vzorky 0 a DLC5 z důvodu stejné přípravy povrchu. Povlakovaný vzorek DLC5 vykazuje 400x menší otěr materiálu oproti vzorku 0 bez povlaku. Vzorek I byl po výrobě pouze otryskán, tudíž zůstal jeho drsný povrch, který vykazuje 3x větší specifický otěr oproti leštěnému vzorku 0 a těžko porovnatelný 1300x větší specifický otěr oproti povlakovanému vzorku.

E. Mikroskopie

Pro vytvoření snímků byl použit řádkovací elektronový mikroskop s vysokým rozlišením JSM 7600F (JEOL Ltd., Japonsko).

1. Obrázky mikroskopie vzorku 9

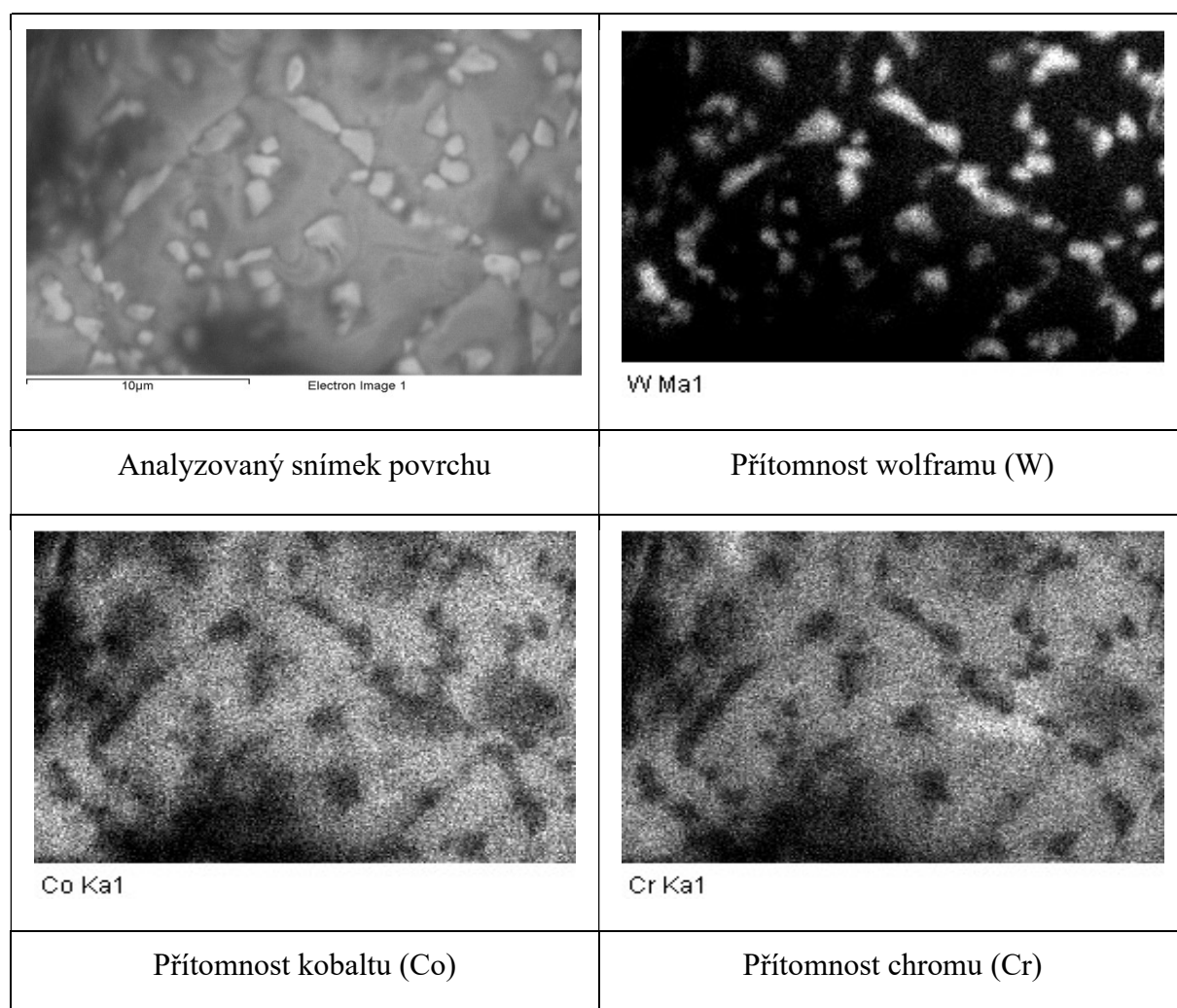


Obrázek 22- Obrázky mikroskopie vzorku 9

Mikroskopie vzorků 5 a 7 jsou uvedeny v příloze 2. Všechny vzorky vykazovaly po výrobě stejnou četnost napáleného kovového prášku a pravidelnost slinovaných vrstev. Při zvětšení 1500x jsou v povrchu viditelné nehomogenity (částice jiného materiálu). Pro ověření teorie, že se jedná o částice wolframu byla následně provedena analýza prvků řádkovacím elektronovým mikroskopem.

2. Analýza prvků povrchu

Pro analýzu prvků na povrchu vzorku byl použit stejný řádkovací elektronový mikroskop s vysokým rozlišením JSM 7600F (JEOL Ltd., Japonsko), kde se využilo přídatné metody vytváření prvkových map, pomocí energiového disperzního analyzátoru (EDS). Na obrázcích povrchu je detekcí rentgenového záření určitého prvku světlem označena plocha s přítomností zkoumaného prvku. Naopak tmavé plochy označují jeho absenci.

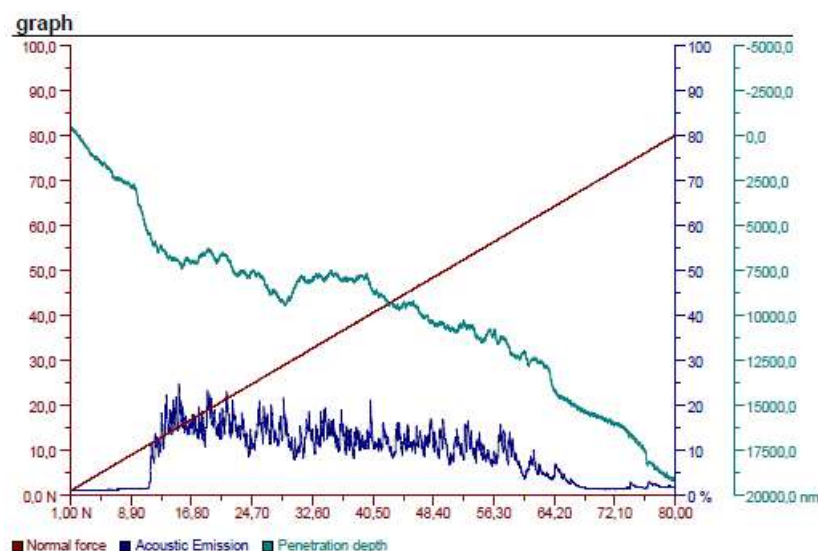


Obrázek 23- Analýza prvků v povrchu vzorku

F. Vrypová zkouška (tzv. „Scratch-test“)

Na vzorku DLC9 byly provedeny dvě vrypové zkoušky pro měření adheze povlaku na podložce. Červená křivka označuje lineárně rostoucí normálovou sílu indentoru. Modrá křivka označuje akustickou emisi tvořenou poškozujícím se povlakem a zelená křivka označuje hloubku vrypu indentoru. Barva stupnice odpovídá barvě křivky.

1. Data ze zkoušky



Obrázek 24- Složený graf scratch testu na vzorku DLC9

2. Vyhodnocení adheze

Z protokolů dvou měření na vzorku DLC9 byly odečteny následující hodnoty kritického zatížení:

Kritické zatížení [N]	L_{c1}	L_{c3}	L_{cs}
Scratch test 1	18,5	27,5	35,7
Scratch test 2	17,9	20,2	25,3
Průměrná hodnota	18,2	23,9	30,5

Tabulka 13- Odečtené hodnoty kritického zatížení ze Scratch testů

První trhliny v povlaku se začaly tvořit při zatížení L_{c1} . Průměrná hodnota L_{c1} byla 18,2N. Při zatížení L_{c3} , přibližně 23,9N, významná část povlaku popraskala a odštípla se. Při kritickém zatížení L_{cs} (průměrná hodnota $L_{cs} = 30,5N$) se povlak oddělil od podložky. Jelikož rozdíl výsledných hodnot obou měření vrypové zkoušky je 17%, bylo by vhodné provést další měření ve více směrech.

X. Diskuze

První experimentální metodou bylo snímání povrchu řádkovacím elektronovým mikroskopem (SEM) na vzorcích označených 5,7 a 9. Tyto vzorky byly vyráběny stejnou technologií, avšak při jiných výkonech laseru kovové tiskárny. Na snímcích povrchů vzorků (viz IX.E. Mikroskopie) jsou zjevné neroztavené, ale na povrch napálené kuličky kovového prášku. Dále jsou jasně vidět jednotlivé vypalované vrstvy (viz popis obrázku 22). Mezi snímky jednotlivých vzorků nebyly pozorovány žádné podstatné rozdíly. Při zvětšení 1500x byly v površích vzorků dobře viditelné částice (nehomogenity) a povrch byl nehomogenní. Proto na vzorku 9 byla následně provedena analýza prvků povrchu na přítomnost kobaltu, chromu a wolframu. Tato analýza potvrdila domněnku, že kobalt a chrom tvoří homogenní slitinu, ve které jsou mikroskopické částice čistého wolframu. To může být způsobeno velkými rozdíly mezi teplotami tání jednotlivých kovů, kde teplota tání chromu ($T_{t-Cr}=1857^{\circ}\text{C}$ [26]) a teplota tání kobaltu ($T_{t-Co}=1495^{\circ}\text{C}$ [26]) umožňuje vytvořit homogenní slitinu. Téměř dvojnásobně vyšší teplota tání wolframu ($T_{t-W}=3422^{\circ}\text{C}$ [26]) způsobí, že se při slinování wolfram nerozpustí v liquidu s ostatními prvky. Při chladnutí přejde z roztaveného kovu do pevné fáze mnohem dříve a vytvoří vlastní pevná zrna v ještě roztaveném kobaltu a chromu. Pro další studium by byly zajímavé snímky mikroskopie vzorků I, II a III, tedy těch, které mají povrch ovlivněný otryskáním.

Druhou experimentální metodou byla otěrová zkouška metodou Pin-On-Disk. Jedná se o jednoduchou a běžně používanou metodu pro přímé určení otěrových vlastností materiálu. Výsledkem tohoto měření je určení koeficientu tření a možnost jeho sledování v závislosti na uražené dráze indentoru (ložiskové kuličky 100Cr6) na vzorku. Touto zkouškou byly měřeny vzorky 0, I, DLC5 a DLC9. Na každém vzorku proběhly dvě měření, jedno s menším zatížením ($F=1\text{N}$) a druhé s větším zatížením ($F=5\text{N}$). Směrodatné se ukázaly měření s větším zatížením ($F=5\text{N}$) na dráze o poloměru $r=7\text{mm}$, protože otěry z měření s menšími zatíženími nebyly na vzorcích měřitelné a porovnatelné. Průběhy koeficientů tření mezi vzorky DLC5 a DLC9 byly téměř stejné, po záběhu téměř konstantní. Proto byl pro další vyhodnocování otěrových vlastností použit jen vzorek DLC5. Vzorek 0 (leštěný) vykazoval od začátku měření téměř lineární průběh hodnot pouze s malými výkyvy. Koeficient tření povlakovaného vzorku DLC5 se velmi rychle ustálil na poměrně nízké hodnotě. Po uražení zhruba jedné třetiny celkové dráhy se hodnoty prudce snížily, poté postupně narůstaly zpět na začínající hodnotu. Průběh koeficientu tření na vzorku I (otryskaném) byl z důvodu ponechání povrchu v téměř surovém

stavu po vyrobení nejvíce proměnný. Kulička nejdříve odskakovala po nerovnostech povrchu, poté si vytvořila drážku, ve které se materiál rychle vydroloval a tvořil abrazivní částice v drážce.

Pro vypočtení objemu ubraného materiálu V_0 a určení specifického otěru w byl laserovým konfokálním mikroskopem nasnímán profil drážek, pomocí kterého byly dopočítány výsledné hodnoty. Drážka na vzorku DLC5 (povlakovaný vzorek) byla sotva měřitelná, avšak vzorek vykazoval 400x menší otěr materiálu, než nepovlakovaný leštěný vzorek (označený 0).

Tyto výsledky mohou porovnat s bakalářskou prací kolegy Jánským, který provedl otěrovou zkoušku na vzorcích ze slitiny CoCrMo (kobalt-chrom-molybden – ISO 5832-12). Jedna skupina vzorků byla bez povrchové úpravy (A), druhá skupina byla nitridována (B). [27]

	Specifický otěr w [mm ³ /Nm]	Koeficient tření μ
CoCrW – vzorek bez úpravy (ozn. 0)	0,5 *10 ⁻⁴	0,398
CoCrW – povlakovaný vzorek (ozn. DLC5)	0,00125 *10 ⁻⁴	0,160
CoCrMo – vzorek bez úpravy (ozn. A)	2,48 *10 ⁻⁴	0,478
CoCrMo – nitridovaný vzorek (ozn. B)	0,0396 *10 ⁻⁴	0,510

Tabulka 14- Porovnání výsledků otěrových zkoušek CoCrW slitiny oproti CoCrMo slitině

[27]

CoCrW slitina vykazuje oproti CoCrMo slitině 5x menší specifický otěr společně s nižším koeficientem tření. Po nitridaci CoCrMo zůstal koeficient tření téměř stejný, avšak otěruvzdornost se výrazně zvýšila. Nejlepší otěrové vlastnosti však vykazuje povlakovaný CoCrW vzorek, a to díky snížení hodnoty specifického otěru o tři řády oproti nepovlakovanému CoCrW vzorku, resp. 30x nižšímu specifickému otěru oproti nitridovanému CoCrMo vzorku. Povlakovaný CoCrW vzorek má také 2,5x menší koeficient tření oproti nepovlakovanému CoCrW vzorku, resp. 3x menší oproti vzorkům z CoCrMo. Měření probíhala při téměř stejných podmínkách, avšak výsledky mohou být ovlivněny rozdílnou přípravou vzorků.

Pro základní vyhodnocení tribologických vlastností povlaku na podložce by bylo vhodné provést zkoušku nanotvrdosti. Z důvodu poruchy nanotvrdoměru jsem neměl možnost tuto zkoušku provést. Dále nebyly měřeny vzorky II a III (různě otryskané). Pro zjištění mechanických vlastností 3D tisknuté CoCrW slitiny byly společně s dalšími vzorky zhotoveny válečky pro zkoušku tahem, které se nestihly využít. Zajímavé by také bylo studium morfologie CoCrW slitiny.

XI. Závěr

Cílem práce bylo studium tribologických vlastností CoCrW slitiny a jejich ovlivnění DLC povlakem. Tento materiál se v medicíně běžně používá pro výrobu protetik či kloubních náhrad. Zlepšením otěruvzdornosti společně se snížením koeficientu tření by mohlo zlepšit užité vlastnosti a životnost těchto náhrad, proto se těmito parametry práce zabývá.

Po navržení digitálního modelu byly vzorky vyrobeny aditivní technologií selektivním laserovým spékáním. Po vyžhání byly vzorky rozděleny do dvou sad. První sada vzorků byla broušena, leštěna a povlakována DLC vrstvou. Tento postup byl zvolen pro jeho dostupnost provedení na Ústavu materiálového inženýrství FS ČVUT. Druhá sada vzorků byla mechanicky upravena otryskáním. Jako metoda hodnocení vlastností DLC povlaku bylo zvoleno měření tloušťky vrstvy metodou Kalotest, otěrová zkouška Pin-On-Disk a vrypová zkouška Scratch-test.

Při měření zkouškou Pin-On-Disk bylo zjištěno, že povlakovaný vzorek vykazuje 3x menší koeficient tření než vzorek pouze leštěný a 400x menší specifický otěr. Měření povlakovaného vzorku bylo na hranici vyhodnotitelnosti i pomocí snímání profilu moderním laserovým konfokálním mikroskopem, protože se v povlaku nevytvořila téměř žádná drážka.

Z těchto výsledků tedy plyne, že povlakováním DLC vrstvou získáme mnohonásobně lepší tribologické vlastnosti, než má samotná CoCrW slitina. Provedením dalších zkoušek jako například měřením tvrdosti, mikrotvrdosti nebo provedení otěrových zkoušek v biologickém roztoku by mohla být zjištěna aplikovatelnost tohoto materiálu s tímto povlakem v reálném použití, například jako povlakovaná kloubní náhrada vyrobená pacientovi na míru.

XII. Literatura

- [1] B. D. Ratner, et al. *Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine* [online]. Cambridge, USA: Academic Press, 2004. s. 137-153. ISBN 0-12-582463-7.
- [2] F. Baino, et al. *Full-ceramic monoblock acetabular cup with a bioactive trabecular coating: design, fabrication and characterization*. Ceramics International [online]. Torino, Italy: Elsevier, 2016, sv. 42, č. 6, s. 6833-6845. ISSN 0272-8842. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.01.065>.
- [3] A. Eltorai, et al. *Three-Dimensional Printing in Orthopedic Surgery*. The cutting edge [online]. Thorofare, USA: SLACK Incorporated, 2015, sv. 38, č. 11, s. 684-687. Dostupné z: <https://doi.org/10.3928/01477447-20151016-05>.
- [4] Materialise NV. *Laserové sintrování*. 2018. [Online]. Dostupné z: <https://www.materialise.com/cs/manufacturing/technologie-materialy-a-dokoncovaci-upravy/3d-tisk-kovu>.
- [5] L. E. Murr, et al. *Metal Fabrication by Additive Manufacturing Using Laser and Electron Beam Melting Technologies*. Journal of materials science and technology [Online]. El Paso, USA: Elsevier, 2012, sv. 28, č. 1, s. 1-14. ISSN 1005-0302. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(12\)60016-4](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(12)60016-4).
- [6] Misan s.r.o. *Souhrnný katalog Concept Laser*. 2017. [Online]. Dostupné z: <http://www.misan.cz/pdf/174-souhrnny-katalog-concept-laser-201702/>.
- [7] Markforged Inc. *Metal X* [Online]. 2018. Dostupné z: <https://markforged.com/metal-x/>.
- [8] A. Humár. *Materiály pro řezné nástroje*. Studijní materiály [Online]. Brno: Fakulta strojního inženýrství VUT v Brně, 2008. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf
- [9] J. Musil. *Hard and superhard nanocomposite coating*. Surface and Coatings Technology [Online]. Plzeň: Elsevier, 2000, sv. 125, č. 1-3, s. 322-330. ISSN 0257-8972. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00586-1](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00586-1).

- [10] M. Piška. *Trendy v PVD a CVD povlakování*. MM spektrum [Online]. Praha: 2014, sv. 11, s. 70. ISSN 1212-2572. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/trendy-v-pvd-a-cvd-povlakovani.html>
- [11] M. Piška. *Současnost a trendy povlakování technologií PVD*. MM Spektrum [Online]. Praha: 2003, sv. 4, s. 52. ISSN 1212-2572. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/soucasnost-a-trendy-povlakovani-technologie-pvd.html>
- [12] M. Libra. *Naprašování tenkých vrstev*. Elektro [Online]. Praha: FCC Public, s. r. o., 2003, č. 2, s. 8-10. ISSN 1210-0889. Dostupné z: <http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/naprasovani-tenkych-vrstev--14441>
- [13] A. Jaroš. *Aplikace PVD povlaků pro čelní frézování* [Online]. Brno, 2010. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/11012/16589>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Ústav strojírenské technologie. Vedoucí práce M. Piška.
- [14] I. Szendiuch. *Základy technologie mikroelektronických obvodů a systémů*. Brno: VUTIUM, 2006. ISBN 8021432926.
- [15] M. Louda. *Použití DLC povlaků (nejen) v automobilovém průmyslu*. MM spektrum [Online]. Praha: 2013, sv. 6, s. 92. ISSN 1212-2572. Dostupné z: <https://www.mmspektrum.com/clanek/pouziti-dlc-povlaku-nejen-v-automobilovem-prumyslu.html>
- [16] J. Robertson. *Diamond-like amorphous carbon*. Materials Science and Engineering: R: Reports [Online]. Cambridge, UK: Elsevier, 2002, Sv. 37, č. 4-6, s. 129-281. ISSN 0927-796X. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(02\)00005-0](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(02)00005-0).
- [17] MAXDORF. *Biokompatibilita* [Online]. 2019. Dostupné z: <http://lekarske.slovníky.cz/pojem/biokompatibilita>.
- [18] P. Filip. *Progresivní typy biomateriálů*. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita, 1995. ISBN 80-7078-273-0.
- [19] GE Additive. *Additive manufacturing* [Online]. Dostupné z: <https://www.ge.com/additive/>.
- [20] J. Mádl, et al. *Jakost obráběných povrchů*. Ústí nad Labem: Univerzita J. E. Purkyně, 2003. ISBN 80-7044-539-4.

- [21] Přehled přístrojů a technologií. Ústav materiálového inženýrství ČVUT v Praze, Fakulta Strojní [Online]. Dostupné z: <http://umi.fs.cvut.cz/veda-a-vyzkum/>.
- [22] BAQ GmbH. *Hardness testing and surface inspection – Measuring methods* [Online]. Dostupné z:
https://www.baq.de/template.cgi?page=service_infos_ueber_messverfahren&lang=en.
- [23] S. J. Bull. *Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test*. Tribology International [Online]. Newcastle-upon-Tyne, UK: Elsevier, 1997, sv. 30, č. 7, s. 491-498. ISSN 0301-679X. Dostupné z: [https://doi.org/10.1016/S0301-679X\(97\)00012-1](https://doi.org/10.1016/S0301-679X(97)00012-1).
- [24] M. Šíma. *Měření vlastností povlaků na nástrojích*. MM Spektrum [Online]. Praha: 2004, sv. 6, s. 30. ISSN 1212-2572. Dostupné z:
<https://www.mmspektrum.com/clanek/mereni-vlastnosti-povlaku-na-nastrojich.html>.
- [25] Olympus Czech Group, s.r.o. *Laser Confocal Microscopes* [Online]. 2019. Dostupné z: <https://www.olympus-ims.com/cs/metrology/ols/>.
- [26] „Periodická tabulka prvků,“ [Online]. 2019. Dostupné z:
<http://www.prvky.com/periodicka-tabulka.html>.
- [27] T. Jánský. *Tribologické vlastnosti oxidovaných a nitridovaných povrchů* [Online]. Praha, 2017. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/10467/73439>. Bakalářská práce. České vysoké učení technické v Praze, Fakulta strojní. Ústav materiálového inženýrství. Vedoucí práce V. Starý.
- [28] PLATIT. *Coatings* [Online]. 2018. Dostupné z: <https://www.platit.com/en>
- [29] N. Cansever. *Properties of niobium nitride coatings deposited by cathodic arc physical vapor deposition*. Thin Solid Films [Online]. Istanbul, Turkey: Elsevier, 2007, sv. 515, č. 7-8, s. 3670-3675. ISSN 0040-6090. Dostupné z:
<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2006.10.133>.

Seznam obrázků

- Obrázek 1-Postup selektivního laserového spékání [4]
- Obrázek 2- Princip technologie EBM [5]
- Obrázek 3- Postup výroby sintrovaného dílu [7]
- Obrázek 4- Obráběná součástka (nahore), součástka vyrobená pomocí SLM (dole) [6]
- Obrázek 5- Povlakovací zařízení Pi1511 (Platit, Švýcarsko) [28]
- Obrázek 6- Uspořádání povlakovacího zařízení Triple coating [28]
- Obrázek 7- Hybridizační stavy uhlíku [15]
- Obrázek 8- Profil povrchu [20]
- Obrázek 9- Princip měření metodou Kalotest [22]
- Obrázek 10- Kritická místa zatížení Scratch-testu [23]
- Obrázek 11- Laserový konfokální mikroskop LEXT OLS 5000 (Olympus, Japonsko) [25]
- Obrázek 12- Rozměry vzorků
- Obrázek 13- Vzorky po 3D tisku a vyžhání
- Obrázek 14- Graf teploty povlakovacího procesu
- Obrázek 15- Tribometr THT-S-CE-0000 (CSM Instruments SA, USA)
- Obrázek 16- Měření vzorku DLC9 na scratch testeru
- Obrázek 17- Kulový vrchlík z kalotestu, změřený světelným mikroskopem
- Obrázek 18- Grafy průběhů koeficientu tření zkoušky Pin-On-Disk na dráze r7
- Obrázek 19- Opatřebenění indentoru (100Cr6 kuličky) oproti DLC povlaku, dráha 1 (r7)
- Obrázek 20- Graf průměrných hodnot koeficientu tření Pin-On-Disk zkoušky na dráze r7
- Obrázek 21- Naměřené profily drážek dráhy r7
- Obrázek 22- Obrázky mikroskopie vzorku 9
- Obrázek 23- Analýza prvků v povrchu vzorku
- Obrázek 24- Složený graf scratch testu na vzorku DLC9
- Obrázek 25- Grafy průběhů koeficientu tření zkoušky Pin-On-Disk na dráze r4
- Obrázek 26- Naměřené profily drážek dráhy r4
- Obrázek 27- Opatřebenění 100Cr6 kuličky oproti DLC povlaku, dráha 2 (r4)
- Obrázek 28- Obrázky mikroskopie vzorku 5
- Obrázek 29- Obrázky mikroskopie vzorku 7
- Obrázek 30- Snímky kritických míst scratch testu 1 a 2
- Obrázek 31- Složený graf scratch testu 2 na vzorku DLC9

Seznam tabulek

Tabulka 1- Nejdůležitější typy povlaků z hlediska vývoje [9]

Tabulka 2- Základní rozdělení a parametry stavů uhlíku [16]

Tabulka 3- Základní charakteristiky povlaků [15]

Tabulka 4- Struktura, složení a vlastnosti dvou forem DLC vrstev [15]

Tabulka 5- Složení CoCrW slitiny [6]

Tabulka 6- Přehled vzorků

Tabulka 7- Postup operací povlakování

Tabulka 8- Parametry depozičního procesu

Tabulka 9- Parametry otěrové zkoušky Pin-On-Disk

Tabulka 10- Drsnost povrchu před povlakováním

Tabulka 11- Výsledky kalotestu

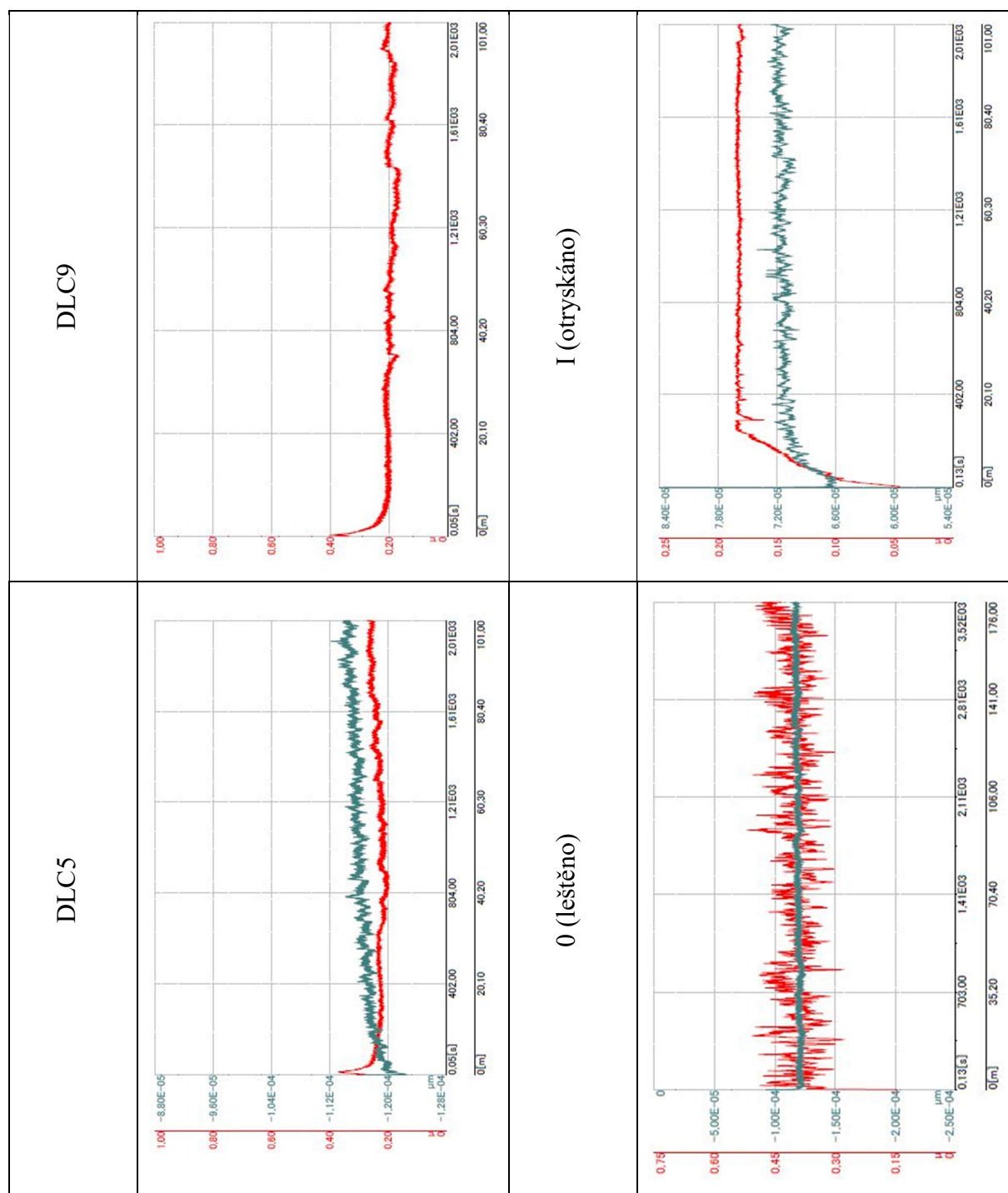
Tabulka 12- Hodnoty pro výpočet a výsledný specifický otěr

Tabulka 13- Odečtené hodnoty kritického zatížení ze Scratch testů

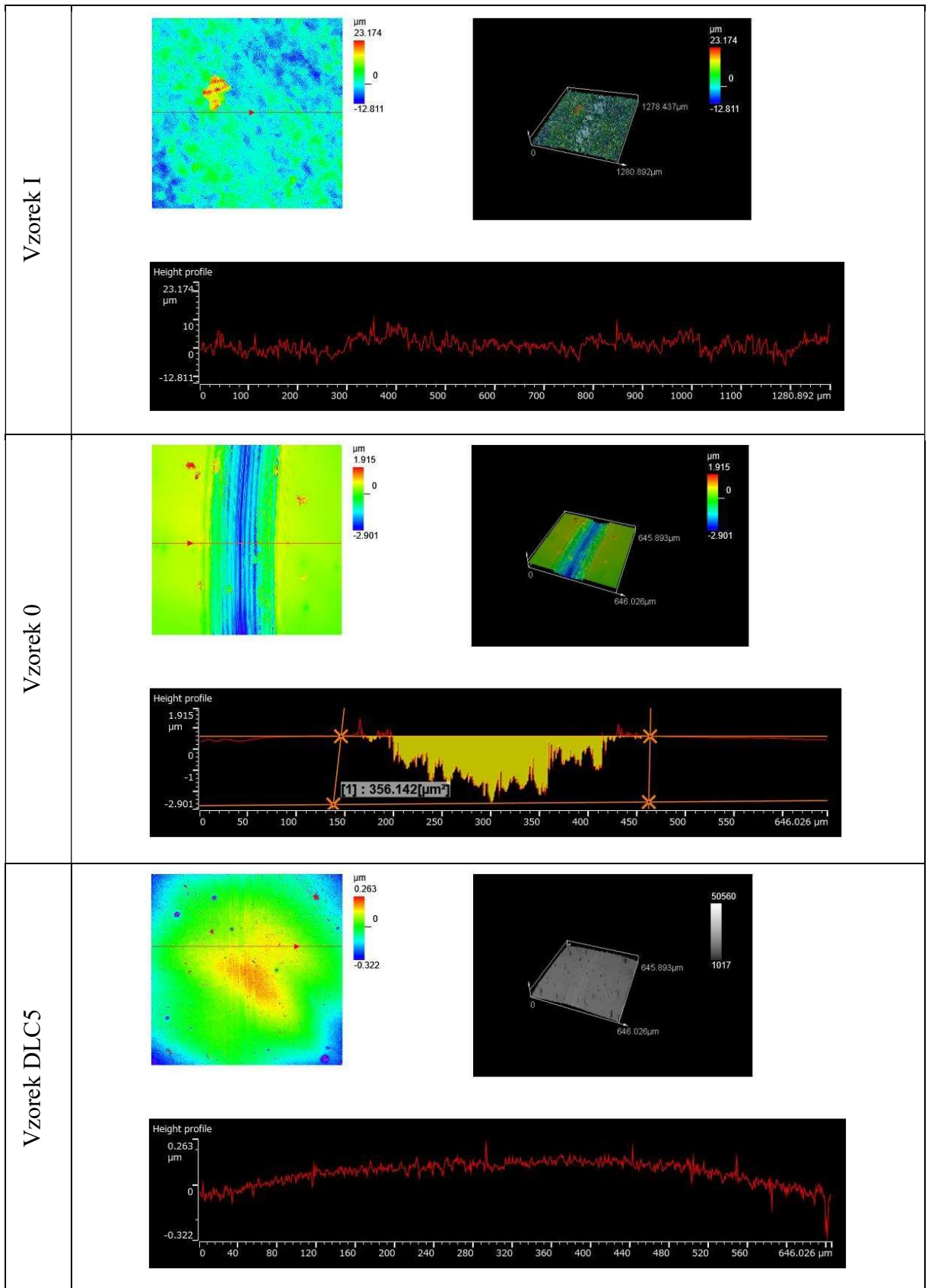
Tabulka 14- Porovnání výsledků otěrových zkoušek CoCrW slitiny oproti CoCrMo slitině [27]

Příloha 1- Další měření koeficientu tření a otěru

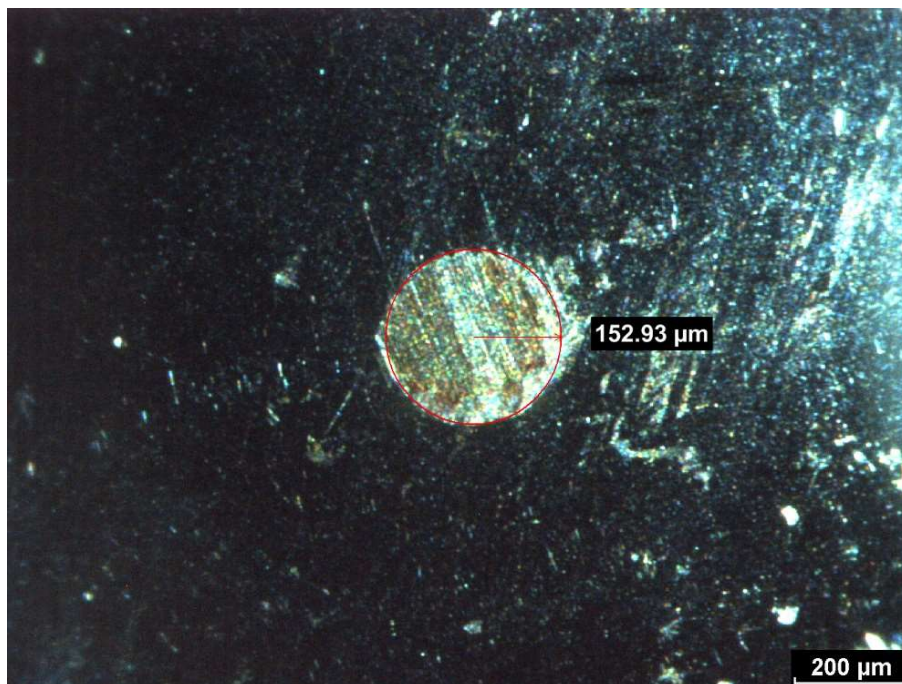
Zkoušky probíhaly za podmínek pro dráhu 2 (viz VIII.C. Otěrová zkouška Pin-On-Disk) tzn. při zatížení $F=1\text{N}$ a poloměrem dráhy $r=4\text{mm}$. Na zobrazených grafech obrázku 25 jsou znázorněny průběhy koeficientu tření (červená křivka) a hloubka průniku indentoru (zelená křivka).



Obrázek 25- Grafy průběhů koeficientu tření zkoušky Pin-On-Disk na dráze r_4



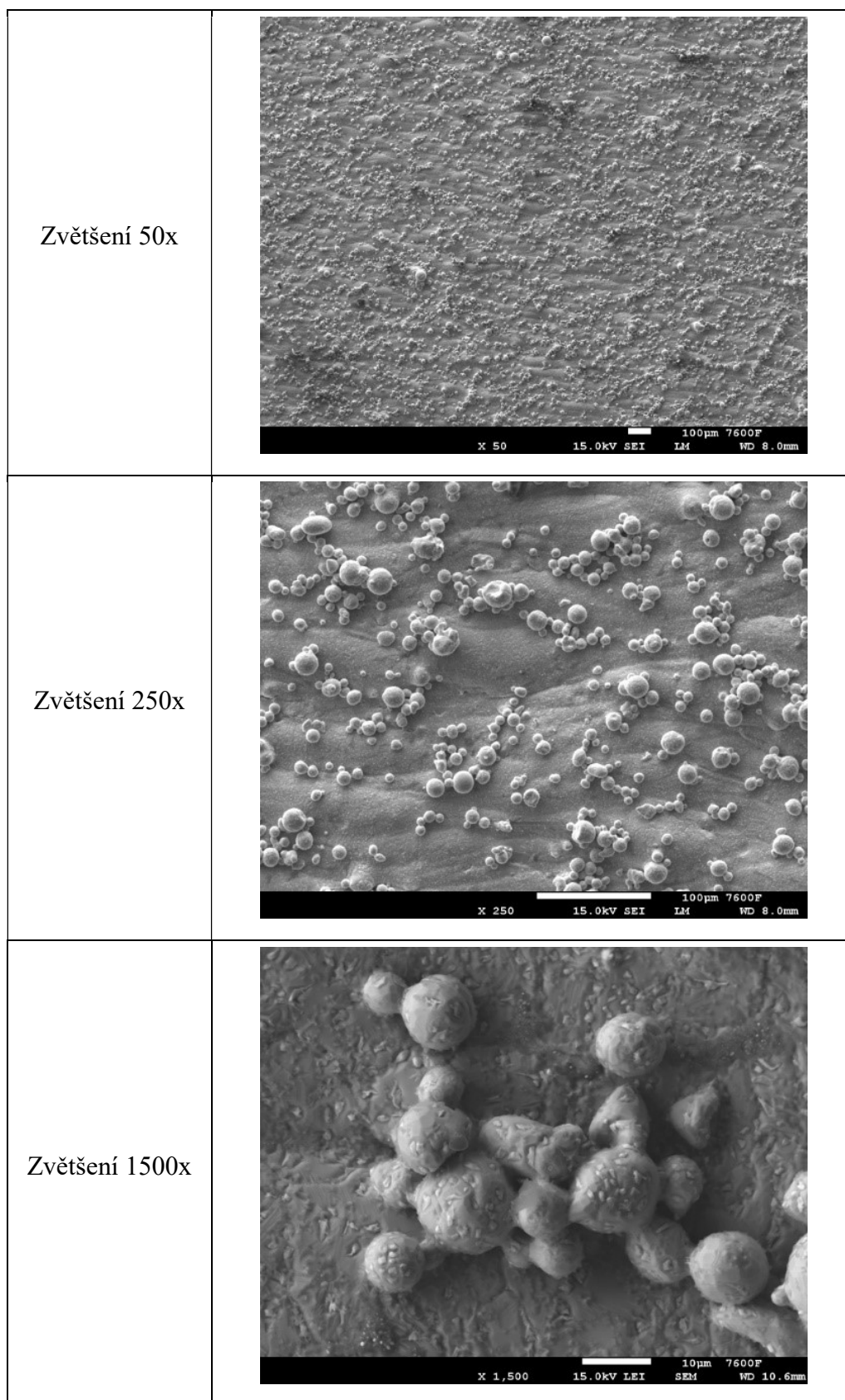
Obrázek 26- Naměřené profily drážek dráhy r4



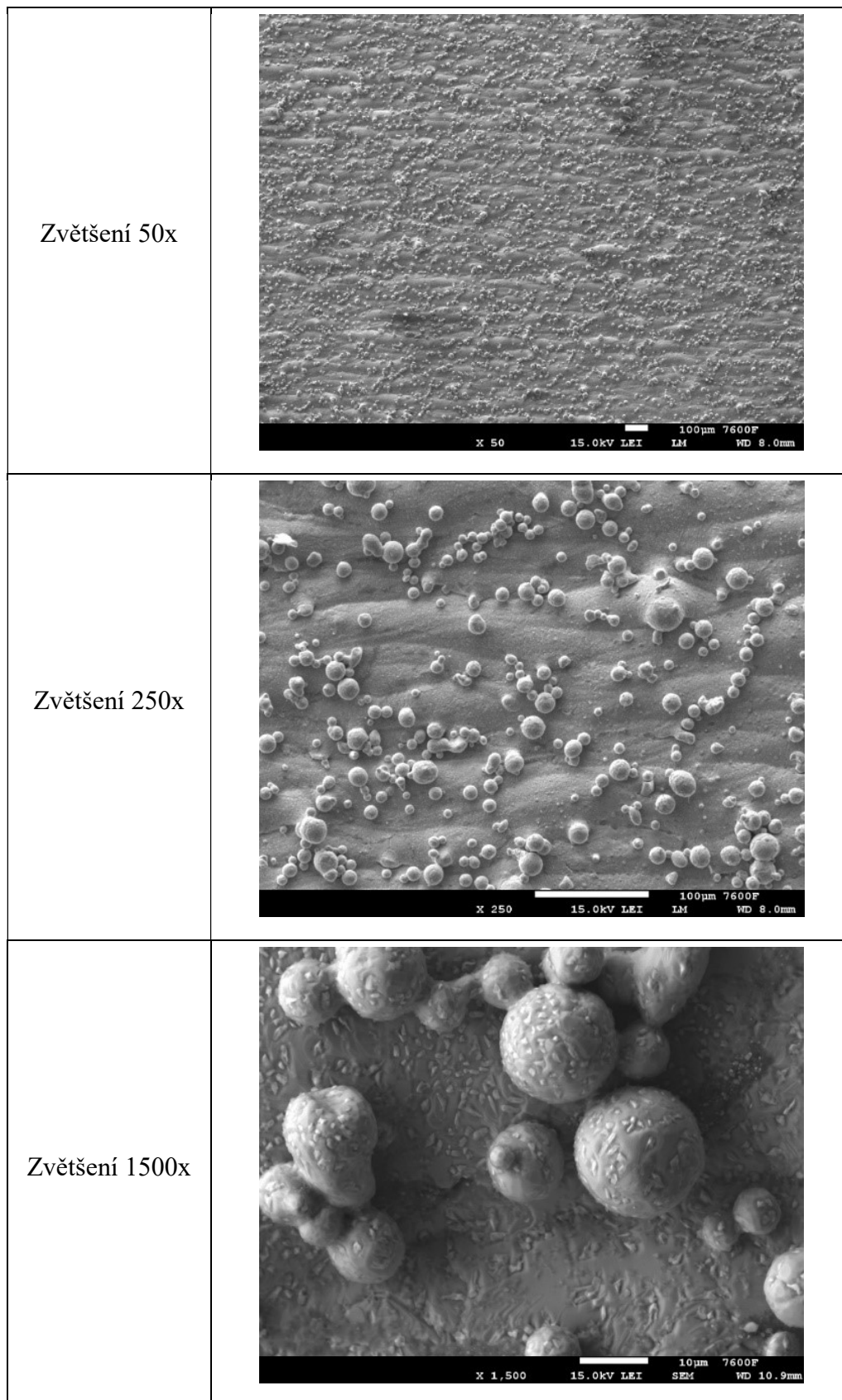
Obrázek 27- Opatřebení 100Cr6 kuličky oproti DLC povlaku, dráha 2 (r4)

Měření z otěrové zkoušky Pin-On-Disk pro dráhu r4, s malým zatížením, nebylo pro vyhodnocování použito. Důvodem bylo nevytvoření měřitelného otěru materiálu. Pro vzorek I bylo nedostatečné zatížení z důvodu špatné jakosti povrchu a kulička pouze odskakovala po vrcholcích povrchu. DLC povlakované vzorky nevykazovaly žádnou stopu (drážku). Otěr vznikl pouze na leštěném a nepovlakovaném vzorku 0.

Příloha 2- Mikroskopie vzorku 5 a 7

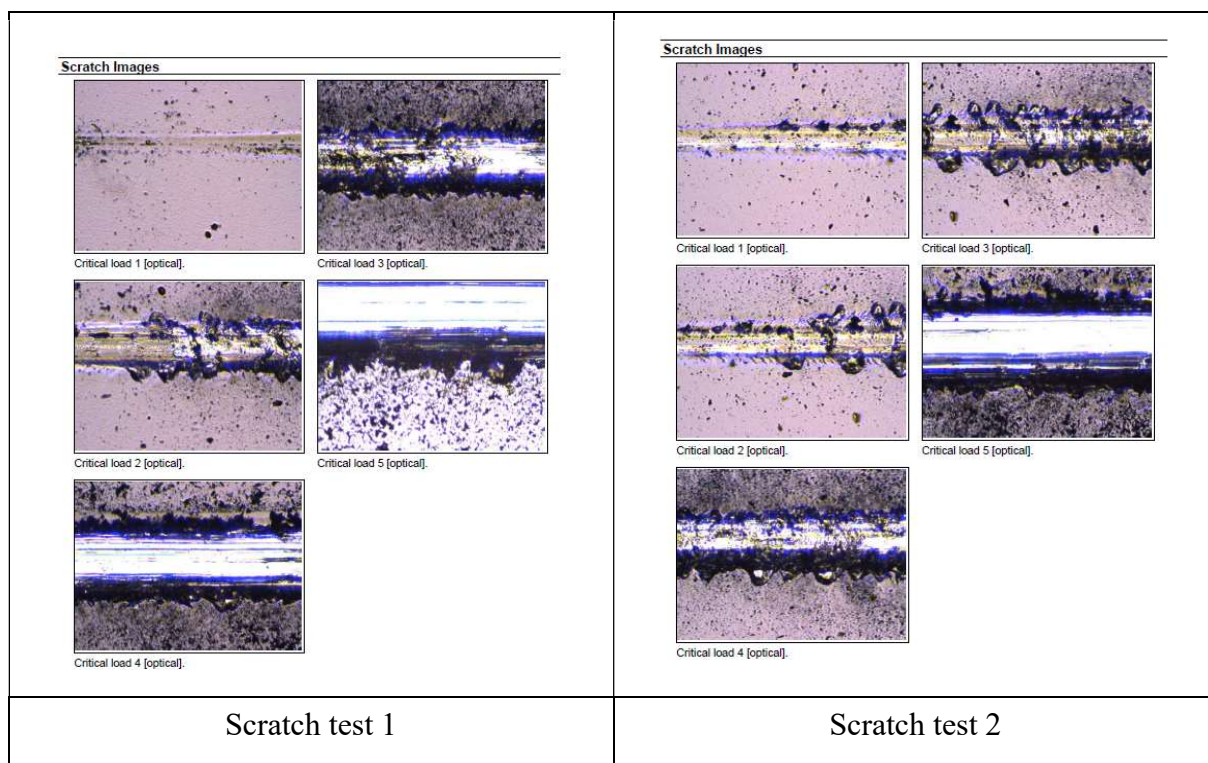


Obrázek 28- Obrázky mikroskopie vzorku 5

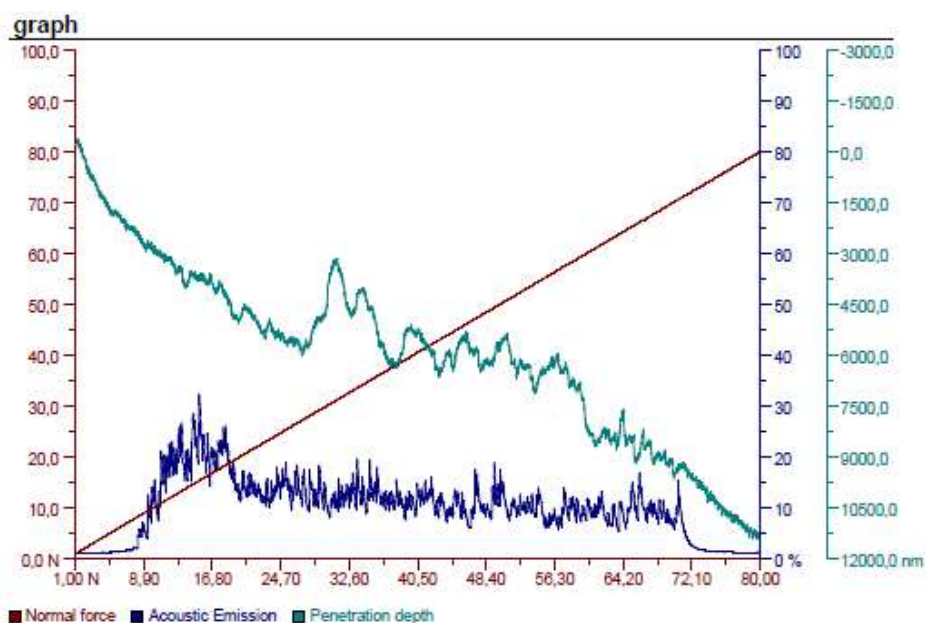


Obrázek 29- Obrázky mikroskopie vzorku 7

Příloha 3- Data z vrypové zkoušky (Scratch-testu)



Obrázek 30- Snímky kritických míst scratch testu 1 a 2



Obrázek 31- Složený graf scratch testu 2 na vzorku DLC9