ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE

Fakulta strojní

Ústav materiálového inženýrství

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Homogenita PVD povlaků na tvarově složitých součástech

Homogeneity of PVD coatings on parts of complex shape

Autor: Bc. Lucie Škorpíková

Studijní program: Výrobní a materiálové inženýrství

Vedoucí práce: Ing. Stanislav Krum, Ph.D.

Praha 2020

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

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

Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**

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

Studijní program: **Strojní inženýrství**

Studijní obor: **Výrobní a materiálové inženýrství**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Homogenita PVD povlaků na tvarově složitých součástech

Název diplomové práce anglicky:

Homogeneity of PVD coatings on parts of complex shape

Pokyny pro vypracování:

1) Literární rešerše týkající se problematiky povlakování PVD tvarově složitých výrobků
2) Experiment: Depozice povlaků na bázi TiN, případně TiAlN a DLC na vybrané nástroje chirurgického instrumentária. Vyhodnocení homogenity, tloušťky a charakteru povlaku v závislosti na průměru a délce děr v součásti
3) Závěry: Zhodnocení aplikovatelnosti metody na testovanou součást instrumentária

Seznam doporučené literatury:

[1] D. Glocker, S. Ranade, Medical Coatings and Deposition Technologies. Salem, Massachusetts: Scrivener Publishing, 2016. ISBN 978-1-118-03194-0
[2] Y. Deng, W. Chen, B. Li et al. Physical vapor deposition technology for coated cutting tools: A review, Ceramics International, in press (2020), DOI:org/10.1016/j.ceramint.2020.04.168

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

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

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

Datum zadání diplomové práce: **30.04.2020** Termín odevzdání diplomové práce: **31.07.2020**

Platnost zadání diplomové práce: _____

Ing. Stanislav Krum, Ph.D.	prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.	prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.
podpis vedoucí(ho) práce	podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry	podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomantka bere na vědomí, že je povinna vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

3.6.2020
Datum převzetí zadání

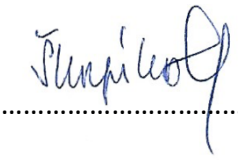
Podpis studentky

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

Prohlášení

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

V Praze dne: 28. 7. 2020 ……



Poděkování

Velké poděkování patří vedoucímu diplomové práce panu Ing. Stanislavu Krumovi, Ph.D. za jeho odborné vedení, cenné rady a připomínky při vypracování této práce a za jeho trpělivost a čas, který mi byl ochoten věnovat při konzultacích. Poděkování také patří společnosti ProSpon spol. s r. o., která poskytla vzorky pro experimentální část.

Abstrakt

Diplomová práce se zabývá problematikou povlaků, jež se aplikují na chirurgické přípravky. Zaměřuje se na homogenitu biokompatibilních povlaků, deponovaných na korozivzdornou ocel 1.4542. V experimentální části byly na šablonu s přesně definovanými otvory (průchozí díry se závity a bez závitů, neprůchozí díry se závity a bez závitů) pomocí PVD depozice aplikovány povlaky TiN a TiAlN, které byly podrobeny makro i mikro analýze na světelném a elektronovém mikroskopu. Cílem diplomové práce bylo porovnat mezi sebou jednotlivé povlaky, a především zhodnotit homogenitu ve vybraných otvorech.

Klíčová slova

Lékařské aplikace, biokompatibilita, 3D tisk, povlaky na bázi titanu, homogenita povlaků, PVD

Abstract

This diploma thesis deals with the issue of coatings that are applied on surgical templates. It focuses on the homogeneity of biocompatible coatings applied on stainless steel, specifically 1.4542. In the experimental part, TiN and TiAlN coatings were applied on the steel templates with precisely defined holes (through and blind holes with or without thread) by PVD deposition. The macrostructure and microstructure of these two coatings were executed via light and electron microscopes. The main aim of this thesis was to analyze and compare the individual coatings, especially to evaluate the homogeneity of coatings in selected holes.

Key words

Medical applications, biocompatibility, 3D print, titanium-based coatings, homogeneity of coatings, PVD

Obsah

Seznam obrázků 8

Seznam tabulek 10

Seznam použitých zkratek a symbolů 11

Úvod 12

1 Teoretická část 13

1.1 Metody povlakování 13

1.1.1 PVD 13

1.1.1.1 Naprašování 15

1.1.1.2 Napařování 18

1.1.1.3 Iontová implantace 21

1.1.2 CVD 22

1.1.3 PACVD 24

1.2 Druhy povlaků používané pro lékařské aplikace 24

1.2.1 Keramické povlaky 24

1.2.2 Povlaky na bázi uhlíku (DLC povlaky) 25

1.2.3 Povlaky na bázi titanu 25

1.3 3D tisk 26

1.3.1 Selective Laser Melting 26

1.3.2 Používané materiály 28

2 Experimentální část 29

2.1 Charakteristika základního materiálu 30

2.2 Charakteristika aplikovaných povlaků 31

2.2.1 TiN 32

2.2.2 TiAlN 32

2.3 Příprava vzorků 32

2.4 Popis experimentu 35

2.5 Měření tloušťky povlaku 44

Závěr 52

Seznam použité literatury 54

Přílohy 59

Seznam obrázků

Obr. 1 Schéma PVD povlakování [5] 14
Obr. 2 Stínění během vytváření povlaku, tzv. line-of-sight [7] 15
Obr. 3 Vytváření povlaků metodami CVD a PVD [8] 15
Obr. 4 Schéma magnetronového naprašování [11] 17
Obr. 5 Princip magnetronového reaktivního napařování [15] 19
Obr. 6 Princip metody CVD [17] 22
Obr. 7 Princip metody Hot Filament CVD (HFCVD) [18] 23
Obr. 8 Princip metody Selective Laser Melting (SLM) [34] 27
Obr. 9 Frézovaná deska z korozivzdorné oceli 1.4542 29
Obr. 10 Přípravek vyrobený technologií 3D tisku ze slitiny Ti6Al4V ELI 30
Obr. 11 Frézovaná ocelová deska s naznačenými řezy 33
Obr. 12 Metalografická pila LECO MSX255 33
Obr. 13 Metalografický lis LECO MX400 33
Obr. 14 Víceúčelová bruska LECO GPX 300 34
Obr. 15 Ultrazvuková čistička Elmasonic S15H 34
Obr. 16 Světelný mikroskop Olympus DSX1000 35
Obr. 17 Elektronový mikroskop JEOL JSM–7600F 35
Obr. 18 Povlak TiN, průchozí díry bez závitu; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm 36
Obr. 19 Povlak TiN, průchozí díry bez závitu Ø3 mm a Ø2mm; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm 36
Obr. 20 Povlak TiN, průchozí díry se závitem; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm 37
Obr. 21 Povlak TiN, průchozí díry se závitem M3 a M2; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm 37
Obr. 22 Povlak TiN, neprůchozí díry bez závitu; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm 38
Obr. 23 Povlak TiN, průchozí díry bez závitu Ø3 mm a Ø2mm,; tloušťka desky 12 mm 38
Obr. 24 Povlak TiN, neprůchozí díry se závitem; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm 39

Obr. 25 Povlak TiAlN, průchozí díry bez závitu; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm 39
Obr. 26 Povlak TiAlN, průchozí díry bez závitu Ø3 mm a Ø2mm; tloušťka desky 15 mm 40
Obr. 27 Povlak TiAlN, průchozí díry se závitem; tloušťka desky 8 mm 40
Obr. 28 Povlak TiAlN, průchozí díry se závity M3 a M2, povlak TiAlN; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm 40
Obr. 29 Povlak TiAlN, neprůchozí díry bez závitu; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm 41
Obr. 30 Povlak TiAlN, neprůchozí díry se závitem; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm 41
Obr. 31 Tloušťka povlaku TiN na povrchu ocelové šablony 44
Obr. 32 Tloušťka povlaku TiAlN na povrchu ocelové šablony 45
Obr. 33 Měření tloušťky povlaku TiN na okraji neprůchozí díry 15/4 46
Obr. 34 Měření tloušťky povlaku TiN na okraji neprůchozí díry 15/16 46
Obr. 35 Měření tloušťky povlaku TiAlN na okraji (vlevo) a ve středu (vpravo) neprůchozí díry 15/18 48
Obr. 36 Místa měření tloušťky povlaku na zubech závitu; H–hlava, P–pata 49
Obr. 37 Nedokonalé obrobení závitu 15/M5 49
Obr. 38 Měřené tloušťky povlaku TiAlN, průchozí díra se závitem M18; přehled měření (nahoře), hlava 1 (vlevo dole), pata 1 (vpravo dole) 50

Seznam tabulek

Tab. 1 Druhy nejčastěji používaných materiálů v aditivní výrobě [28–29].....28
Tab. 2 Definice vybraných děr povlakovaných TiN a TiAlN 30
Tab. 3 Zvolené tloušťky desek.....30
Tab. 4 Chemické složení oceli X5CrNiCuNb16-4 [35] 31
Tab. 5 Parametry depozice povlaků TiN a TiAlN 31
Tab. 6 Povlak TiN – vyhovující a nevyhovující díry 42
Tab. 7 Povlak TiAlN – vyhovující a nevyhovující díry 43
Tab. 8 Tloušťky povlaků TiN a TiAlN na povrchu šablony.....44
Tab. 9 Tloušťka povlaku TiN, neprůchozí a průchozí díry bez závitu.....45
Tab. 10 Tloušťka povlaku TiAlN, neprůchozí a průchozí díry bez závitu.....47
Tab. 11 Tloušťka povlaku TiN na hlavě a patě zubu 48
Tab. 12 Tloušťka povlaku TiAlN na hlavě a patě zubu.....50

Seznam použitých zkratek a symbolů

Zkratka	Význam zkratky	Překlad
AM	*Additive Manufacturing*	Aditivní výroba
CAD	*Computer Aided Design*	Počítačem navrhované navrhování
CVD	*Chemical Vapour Deposition*	Chemická depozice z plynné fáze
DLC	*Diamond Like Carbon*	Uhlík s vlastnostmi diamantu
HV	*Vickers Hardness*	Tvrdost dle Vickerse
PACVD	*Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition*	Chemická depozice vrstev za asistence plazmatu
PVD	*Physical Vapour Deposition*	Fyzikální depozice z plynné fáze
SEM	*Scanning electron microscope*	Skenovací elektronový mikroskop
SLA	*Stereolithography*	Stereolitografie
SLM	*Selective Laser Melting*	Selektivní tavení laserem
STL	*Standard tessellation language*	Formát souboru pro CAD programy
3D	*Three-dimensional*	Tří rozměrné

Úvod

Na výrobu lékařských nástrojů a přípravků jsou v dnešní době kladeny velmi vysoké požadavky. Aby byly lékařské nástroje a přípravky funkční a zároveň byla zabezpečena jejich dlouhá životnost, je nutné aplikovat povlak, který nejen prodlouží jejich životnost, ale zlepší jejich mechanické vlastnosti. Lékařské instrumenty vyžadují přesnost a dokonale připravený povrch, s čímž souvisí i dokonalá homogenita povlaků, jež se na instrumenty hojně aplikují. Pro dlouhou životnost lékařských nástrojů je důležité, aby s nimi bylo opatrně manipulováno a je kladen důraz i na správnou údržbu a sterilizaci během používání. Hlavní problém při používání lékařských řezných nástrojů je vznik koroze, opotřebení řezných hran, a právě odlupování povlaku. Materiály používané pro lékařské aplikace musí být biokompatibilní a při styku s lidskými tkáněmi u něj nesmí docházet k degradaci.

Cílem této diplomové práce je porovnat mezi sebou dva druhy biokompatibilních povlaků a zhodnotit jejich homogenitu a tloušťku na přesně definovaných otvorech. Byly hodnoceny povlaky TiN a TiAlN. Každý z výše zmíněných povlaků je jinak barevný, což výrazně zlepšuje a zrychluje orientaci operatérů ve vybavení a v nástrojích na operačních sálech. Povlaky byly deponovány technologií PVD na šablony z korozivzdorné oceli, které byly dodány společností ProSpon spol. s r. o.. Šablony byly opatřeny přesně definovanými dírami, které byly podrobeny makro i mikro analýze. V experimentální části bylo provedeno pozorování pomocí světelné a elektronové mikroskopie za účelem vyhodnocení kvality a tloušťky povlaku v závislosti na geometrii a charakteru děr. K výsledkům bude v budoucnu přihlíženo při aplikaci povlaků na součásti o složitějších tvarech.

1 Teoretická část

V této části diplomové práce jsou popsány základní metody povlakování. Podrobněji je popsána metoda PVD i jednotlivé druhy povlakování spadající pod tuto metodu. V kapitole následuje charakteristika kovových povlaků, jež jsou k lékařským účelům obvykle deponovány právě metodou PVD. Dále se tato část zabývá problematikou technologie 3D tisku a materiály, které se pro 3D tisk kovů používají v lékařství nejčastěji.

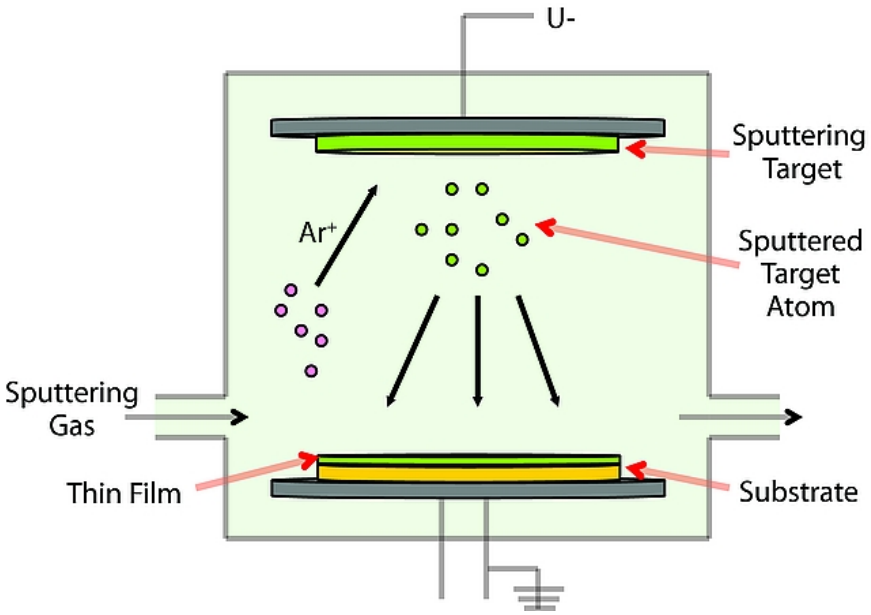
1.1 Metody povlakování

V následujících kapitolách jsou popsány základní metody povlakování materiálů. Mezi základní depoziční procesy patří PVD (physical vapour deposition) a CVD (chemical vapour deposition).

1.1.1 PVD

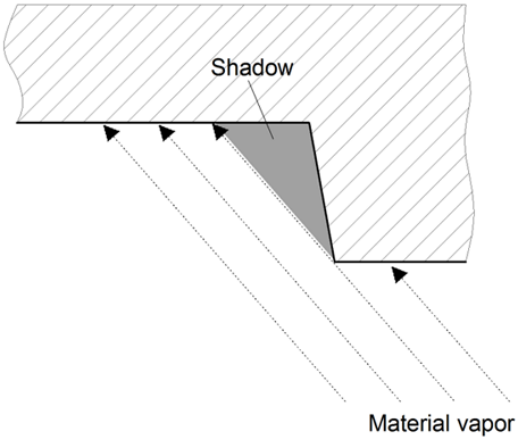
Physical vapour deposition neboli fyzikální napařování je metoda charakteristická nízkými pracovními teplotami, obvykle do 500 °C. Povlaky jsou tvořeny za sníženého tlaku (0,1 - 1,0 Pa) kondenzací částic (atomy, shluky atomů), jež jsou uvolňovány fyzikálními metodami – rozprašováním nebo odpařováním z jejich zdroje (terče, targetu). Uvolněné částice jsou ionizovány a reagují s atmosférou, která je ve speciální vakuové komoře tvořena inertním nebo reaktivním plynem (nejčastěji Ar a N_2). Za přítomnosti záporného předpětí jsou částice urychlovány k povrchu základního materiálu a usazují se zde ve formě tenké vrstvy povlaku. [1–4]

Tato metoda byla původně vyvinuta speciálně pro povlakování řezných nástrojů z rychlořezné oceli, jelikož nízké pracovní teploty zaručují, že nedojde k tepelnému ovlivnění základního materiálu. V posledních letech dochází k významnému rozvoji metody PVD a rozšiřování jejího použití i na jiné materiály, jako jsou např. hliník, slinuté karbidy a plasty. Mezi výhody metody PVD patří vysoká odolnost proti opotřebení i na relativně tenkých vytvořených vrstev nebo možnost povlakování ostrých hran, tzv. „ostré“ ostří nástroje s poloměrem zaoblení pod 20 µm. Schéma této metody povlakování je na Obr. 1. [1–4]

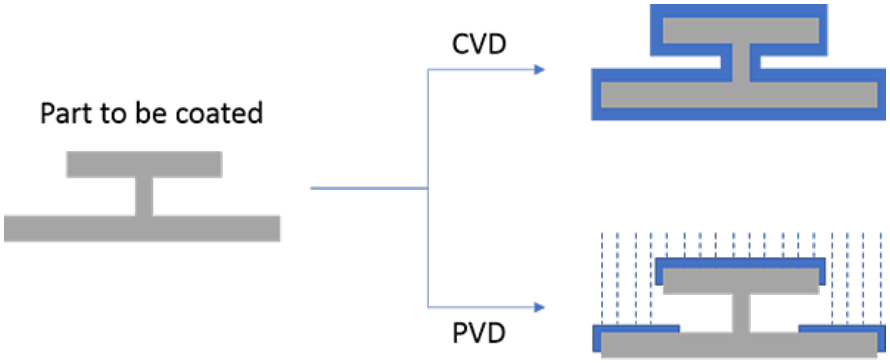


Obr. 1 Schéma PVD povlakování [5]

Mezi další výhody PVD patří schopnost nanášet povlaky při nižších pracovních teplotách. Vzhledem k tomu, že povlakování probíhá přibližně při 500 °C, nedochází tak k tepelnému ovlivňování základního materiálu, případně k velmi malému, až zanedbatelnému. Za nevýhody této metody lze považovat relativně složitý vakuový systém a pohybový rotační aparát, který ne vždy dokáže zaručit rovnoměrné ukládání povlaku na celém povrchu součásti. S tím souvisí i tzv. line–of–sight neboli stínění (Obr. 2). Nevhodné umístění targetu a přítomnost tohoto úkazu znesnadňuje vytvoření homogenní vrstvy povlaku na povrchu otvorů a dutin. V některých případech se povlak do těchto rizikových míst vůbec nedostane, přestože probíhá tzv. třetí rotace. Třetí rotace znamená, že rotuje kolem své osy pracovní stůl, válec, na kterém jsou součásti zavěšeny, tak i samotné součásti. Tento problém je možné vyřešit jinou metodou depozice, a to například metodou CVD. Použitím této metody ale vyvstává další problém a to ten, že metoda CVD probíhá za mnohem vyšších teplot (cca 1000 °C) a tím může docházet k tepelnému ovlivnění základního materiálu, ale také není možné touto metodou vytvořit povlaky tenčí než 5 µm. Porovnání vytvoření povlaku metodou CVD a PVD je na Obr. 3. [1–8]



Obr. 2 Stínění během vytváření povlaku, tzv. line-of-sight [7]



Obr. 3 Vytváření povlaků metodami CVD a PVD [8]

1.1.1.1 Naprašování

Při naprašování je na terč, který je umístěn ve vakuové komoře a je vyroben z vodivého materiálu, přiveden záporný potenciál. Do komory je pomocí ventilů vpouštěn procesní plyn – obvykle argon. Částice pracovního plynu jsou při kolizích štěpeny na elektrony a ionty v procesu známém jako ionizace. Tím dochází k vytvoření plazmatu, který je plynnou směsí elektricky neutrálních atomů a nabitých iontů. Kladně nabité ionty mohou být urychlovány záporným předpětím na kovový terč (katodu), jež slouží jako zdroj materiálu pro povlak. Když kladně nabité ionty dopadnou na povrch terče, rozpráší z něj atomy materiálu, které se později stanou právě součástí povlaku. Čím víc kladně nabitých iontů narazí na povrch terče, tím víc je uvolněno částic z jeho povrchu. [1, 3–4, 9–10]

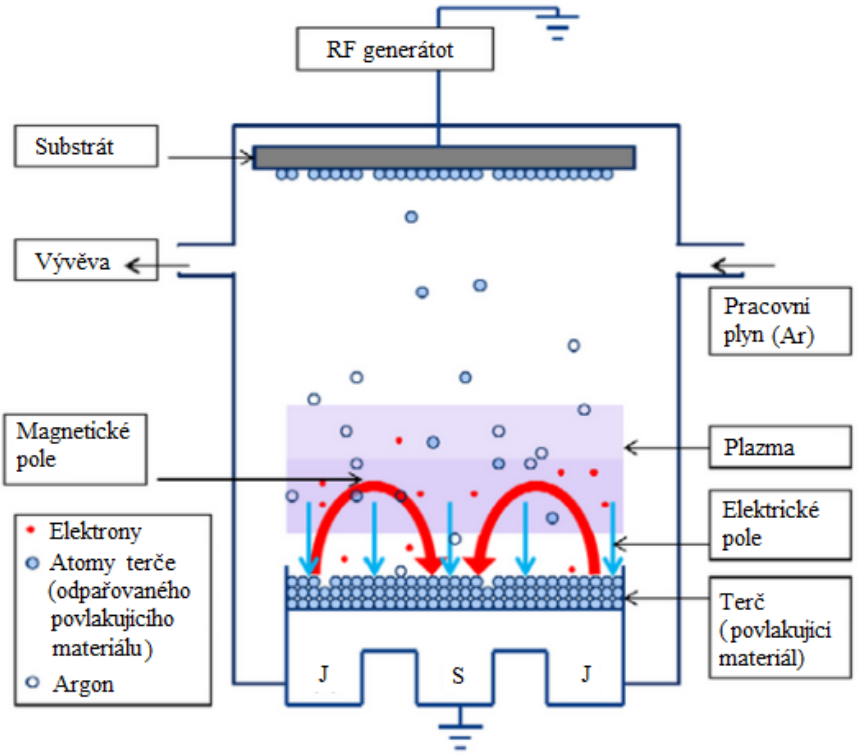
- Naprašování doutnavým výbojem rovinné diody

Naprašování doutnavým výbojem (Planar Diode Glow Discharge Sputter Deposition) patří k nejjednodušším systémům naprašování. Tento způsob je tvořen z katody (terč) a anody (základní materiál), jež jsou umístěny naproti sobě ve vzdálenosti 50 až 100 mm. Terč, který je obvykle chlazen vodou, má dvě funkce – je zdrojem povlakovacího materiálu a také je zdrojem sekundárních elektronů, které udržují doutnavý výboj. [1]

Proud výboje narůstá se zvyšujícím se napětím, čímž se zvyšuje intenzita naprašování. Intenzitu naprašování je možné zvětšit zvýšením tlaku procesního plynu. Při vysokém tlaku ale intenzita napařování může klesat, protože pracovní plyn naprašované atomy rozptyluje. Rychlost depozice je nejčastěji ovlivněna vzdáleností mezi terčem a základním materiálem, materiálem samotného terče a také tlakem pracovního plynu. Přesto, že je tato metoda na základě své relativní jednoduchosti velmi často používaná, má několik nedostatků, jako např. nízká rychlost depozice či možnost povlakování jen malých ploch. [1]

- Magnetronové naprašování

Účinnost povlakování lze výrazně zlepšit použitím magnetického pole. Magnetronové naprašování (Magnetron Sputter Deposition) je zdokonalená verze klasického naprašování. Před terčem je vytvořeno magnetické pole předem určeného tvaru elektromagnetem, případně permanentními magnety. Takovéto zařízení se nazývá magnetron. Princip magnetronového naprašování je na Obr. 4. [1, 4, 9–13]



Obr. 4 Schéma magnetronového naprašování [11]

Magnety jsou umístěny podél vnějšího okraje a uprostřed katody. Magnetické pole hraje významnou roli během naprašování, neboť zakřivuje přímočarý pohyb výboje elektronů do spirál, a tak zefektivňuje ionizaci pracovního plynu. V důsledku Lorentzovy síly se elektrony pohybují po šroubovici podél siločar. Tím se prodlouží jejich dráha v blízkosti terče, zvýší se doba jejich setrvání v oblasti výboje a zároveň i stupeň ionizace. To umožňuje udržet výboj při nižším tlaku (řádově desetiny pascalů) i při nižším napětí (řádově stovky voltů), což pozitivně ovlivňuje čistotu vytvářených vrstev a zároveň roste účinnost a rychlost povlakování. [1, 9–13]

Při magnetronovém naprašování rozlišujeme dva druhy magnetronu – vyvážený a nevyvážený. Pokud je síla vnitřních a vnějších magnetů přibližně stejná, jedná se o vyvážený magnetron a většina siločar vytváří smyčku mezi vnitřními a vnějšími magnety. Vyvážené magnetrony (Balanced Magnetron) vytváří symetrické magnetické pole, ve kterém primární siločáry zůstávají těsně u terče, řídí plazmu v této oblasti, zachytávají sekundární elektrony a ionty a brání jim v dopadu na povrch terče, čímž ho chrání před poškozením a nadměrným ohřevem. Pokud je jeden z magnetů silnější než druhý, jedná se o nevyvážený magnetron. [1, 9–13]

Metodou magnetronového naprašování je možné odprašovat téměř libovolný materiál, včetně slitin a nevodičů. Zároveň lze touto metodou nanášet povlaky tvořené více vrstvami, stejného či různého chemického složení (multivrstvy), případně i povlaky s průběžně se měnícím složením (gradientní vrstvy). Další výhodou magnetronového naprašování je možnost variabilního uspořádání katod ve vakuové komoře, kde katoda může mít různé tvary a může být v libovolné poloze. [1, 13]

- Radiofrekvenční naprašování

Metoda radiofrekvenčního naprašování (Radio Frequency Sputter Deposition) umožňuje depozici povlaků z nevodivých targetů, ze kterých není možné získávat materiál přiložením stejnosměrného proudu v důsledku akumulace elektrického náboje na jejich povrch. Na rozdíl od rovinného naprašování probíhá tato metoda povlakování za výrazně nižších tlaků (0,7 – 2,0 Pa). Pomocí této metody je možné vytvářet různé druhy vodivých, polovodivých i nevodivých povlaků. [1, 13]

- Naprašování iontovým paprskem

Metoda naprašování iontovým paprskem (Ion Beam Sputter Deposition) je metoda, která zajišťuje vynikající adhezi, vysokou čistotu povlaku (vyplývá z velmi nízkých provozních tlaků, kolem 10^{-2} Pa) a velmi nízký ohřev základního materiálu. Iontový paprsek, jehož zdrojem je inertní nebo reaktivní plyn o vysoké energii, je namířen na terč z požadovaného odprašovaného materiálu a základní materiál je umístěn tak, aby zachytával částice odprášené z terče. Výhodou této metody je možnost řízení teploty základního materiálu, tlaku plynu či úhlu, v jehož směru depozice probíhá. [1, 13]

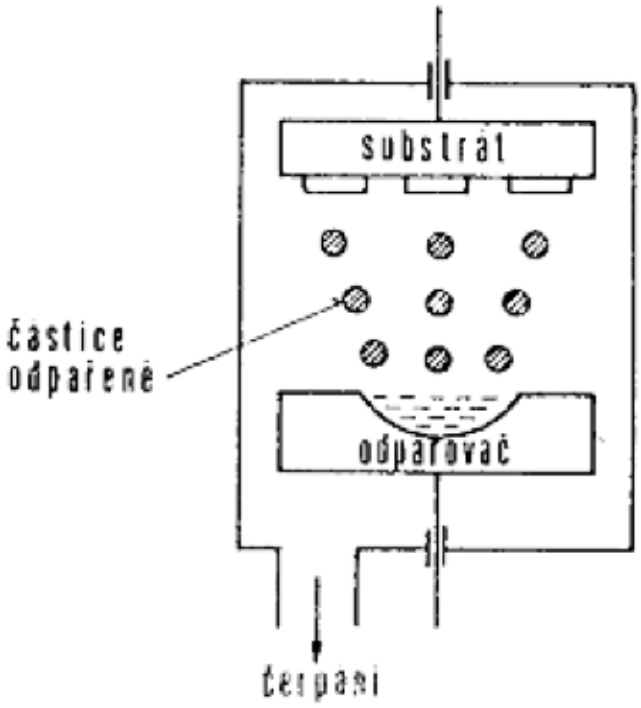
1.1.1.2 Napařování

Mezi další druhy depozice patří napařování. V napařovacích procesech je materiál odpařován z targetů, které jsou různými způsoby ohřívány. Základní materiál může být ohříván na požadované předpětí pomocí stejnosměrného či střídavého napájení.

Napařování probíhá ve vakuu při tlaku o velikosti 10^{-3} až 10^{-8} Pa. Odpařené atomy se před kondenzací na základní materiál pohybují po volných nekolizních drahách, což vede k vytvoření povlaku s nerovnoměrnou tloušťkou. Největší tloušťka povlaku je v těsné vzdálenosti od terče. Naopak s rostoucí vzdáleností od terče tloušťka povlaku postupně klesá. Podle způsobu ohřevu pro přeměnu z tuhého nebo kapalného stavu do parní fáze, rozdělujeme napařování na následující druhy. [1, 13]

- Magnetronové reaktivní napařování

Reaktivní magnetronové napařování je proces, kdy odpařený materiál ve vakuu reaguje s reaktivním plynem v magnetickém poli a vzniklé páry kondenzují na základním materiálu. Odpařování terče lze provádět např. elektronovým svazkem, obloukovým výbojem či pomocí laseru. Odpařovaný terč musí být umístěn ve spodní části komory, jelikož se během povlakování nachází v roztaveném stavu, viz Obr. 5. Tato metoda slouží především k vytváření povlaků jako jsou třeba karbidy, oxidy nebo nitridy (TiN, TiAlN apod.). Při napařování je možné i využití plazmatu, jelikož při povlakování je výhodné z hlediska zvýšení rychlosti depozice. Stejně tak magnetické pole zefektivňuje proces napařování a pozitivně ovlivňuje čistotu vytvářených vrstev. [1, 14–15]



Obr. 5 Princip magnetronového reaktivního napařování [15]

- Odporové napařování

Nejjednoduššími odporovými zdroji jsou vyhřívané dráty a kovové folie různého typu, jež jsou dostupné v mnoha tvarech a velikostech. Jsou obvykle vyráběny z kovových materiálů, které mají vysokou teplotu tavení, jako je např. W, Mo či Ta. Velkou výhodou odporového napařování je to, že se jedná o relativně snadno řízený proces. Nastavení depozičních parametrů se může jednoduše měnit a přizpůsobovat. Dále se za výhodné považuje pořizovací cena těchto povlakovacích zdrojů. Díky tomu se jedná o celkově nejlevnější metodu PVD povlakování. [1]

- Obloukové napařování

Obloukové napařování využívá katodické obloukové systémy, které mohou být dvojího druhu – pulzní a kontinuální. Pulzní systém je opakovaně zapalován a zhášen pomocí kondenzátorů, což způsobuje, že je terč mezi jednotlivými cykly v chladném stavu, naopak ale dochází k poklesu rychlosti povlakování. Kontinuální systém je velmi jednoduchý a zaručuje využití celého terče. Nevýhodou tohoto způsobu ale je, že se při depozici vytváří makročástice, které znečišťují povlak. [1]

Materiál terče je odpařován pomocí nízkonapěťového elektrického oblouku, při specifických podmínkách hoření za nízkého tlaku. Anoda je tvořena vakuovou komorou, katodu tvoří target. Na katodě se nachází tzv. katodová skvrna, jejíž teplota dosahuje až 15 000 °C a na povrchu terče se pohybuje náhodně. Její pohyb ale je možné řídit pomocí magnetického pole, čímž se zaručí odpařování celého požadovaného materiálu. Výhodou obloukového napařování je variabilní uspořádaní katody, kterou lze odpařovat všechny vodivé materiály. Zároveň možnost odpařování pouze elektricky vodivých materiálů můžeme pokládat i za velkou nevýhodu. [1]

- Napařování elektronovým paprskem

Při tomto způsobu napařování se využívá elektronového paprsku o vysokém výkonu pro tavení a odpařování materiálu z kovových ingotů. Zároveň se využívá i pro předehřev základního materiálu. Díky této metodě je možné odpařovat i prvky s nízkým tlakem par (Mo, W, C) a vytvářet tak vysoce čisté jednoduché či multivrstvé povlaky. Za nevýhodu lze považovat nízké využití materiálu zdroje. [1]

- Laserové napařování

Při laserem indukovaném napařování je materiál z povrchu terče odpařován pomocí laserového paprsku. Laserové napařování má však i několik omezení, například je nutné použít složitý přenosový a zaostřovací systém. Dále má laserová metoda napařování velmi nízkou energetickou účinnost a vzhledem k ploše, na kterou dopadá laserový paprsek, dochází k povlakování pouze malých ploch (Ø10 - 20 mm). [1]

1.1.1.3 Iontová implantace

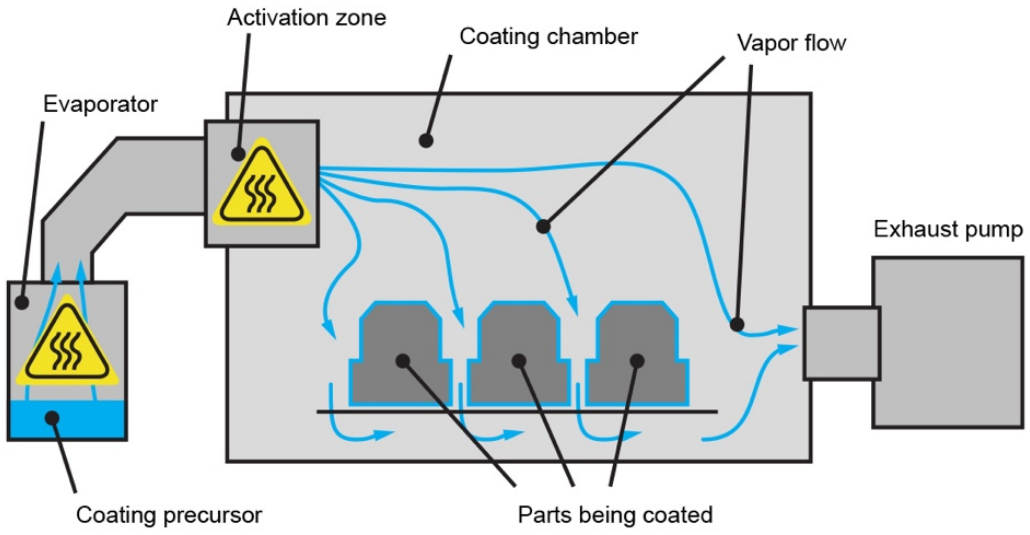
Iontová implantace je hybridní PVD proces povlakování, u kterého je povrch základního anebo deponovaného materiálu bombardován svazkem částic s vysokou energií. Protože je mezi základním materiálem a zdrojem odpařovaného materiálu (targetem) vytvořeno silné elektrické pole, dochází v plynné atmosféře k elektrickému výboji, který ionizuje částice plynu i odpařené částice terče. Reakcí těchto iontů tak vzniká povlak, jež se usazuje na povrchu základního materiálu. Dopad iontů během depozice výrazně ovlivňuje vlastnosti vzniklého povlaku, jako jsou např. tvrdost, adheze k základnímu materiálu nebo vnitřní napětí. Zároveň umožňuje povlakům vznikat při teplotách podstatně nižších, než jsou teploty u běžných PVD metod jako je napařování či naprašování. [1]

Iontovou implantací je možné nanášet povlaky rozmanitého složení, které vynikají svými mechanickými vlastnostmi a je možné je nanášet jak na materiály kovové, tak polymerní. Vlastnosti povlaku vytvořeného metodou iontové implantace jsou méně závislé na úhlu dopadu toku deponovaného materiálu, než tomu je u napařování či naprašování.

Dále mezi výhody této metody můžeme zařadit vynikající adhezi povlaku k základnímu materiálu, vysokou hustotu povlaku a také možnost snížení teploty základního materiálu pod 160 °C. Naopak je často obtížné docílit rovnoměrného bombardování celého povrchu základního materiálu částicemi a kvůli tomu může docházet k nerovnoměrným vlastnostem povlaku na výrobku. [1]

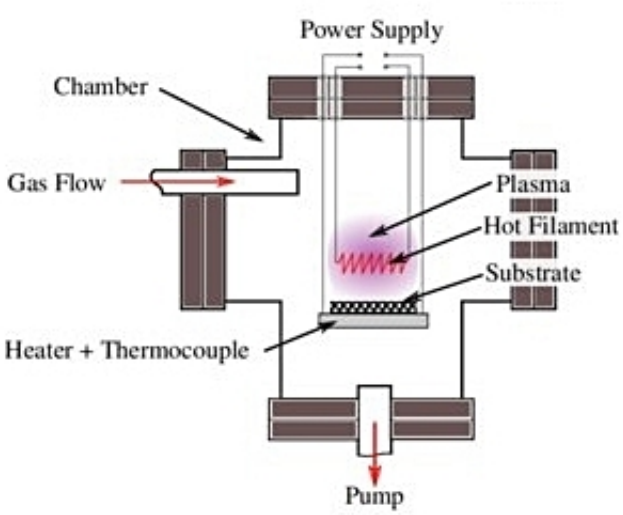
1.1.2 CVD

Metoda Chemical Vapour Deposition probíhá v depoziční komoře, do které jsou v plynné fázi přiváděny reakční složky, které se za vysokých teplot (900–1100 °C) rozkládají a vzniká tak vrstva, která se vytváří na povrchu základního materiálu důsledkem chemických procesů. Aby probíhala požadovaná reakce (vytvoření vrstvy povlaku), je nutné, aby v plynech, které jsou přivedeny do depoziční komory, byly obsaženy i nekovové reaktivní plyny, jako jsou např. N_2, NH_4 nebo CH_4. CVD metoda se využívá zejména k povlakování vyměnitelných břitových destiček a slinutých karbidů. Je možné ji aplikovat pro povlakování složitých dílů, těžce přístupných dutin či drážek. Jedná se o metodu, která je ekonomicky nejvhodnější pro tvorbu silných vrstev, což je v případě povlakování hran či zkosení nežádoucí, jelikož dochází k jejich zaoblování. Další problém představuje také poměrně vysoká teplota při depozici, jež zapříčiňuje dlouhý pracovní cyklus. Schéma depoziční komory pro metodu CVD je na Obr. 6. [1, 16]



Obr. 6 Princip metody CVD [17]

V poslední době se stále častěji používají různě modifikované CVD metody, mezi něž patří např. metoda CVD se žhavícím vláknem (Hot Filament CVD–HFCVD) nebo laserem indukovaná CVD metoda (Laser Induced CVD–LICVD, LCVD). Metoda HFCVD (Obr. 7) využívá žhavící wolframové vlákno ohřáté na velmi vysokou teplotu (až 2400 °C), které je umístěno v blízkosti základního materiálu. Rychlost depozice povlaků je tak pomocí speciálního vlákna urychlena o jeden řád oproti klasické CVD metodě. [1, 18]



Obr. 7 Princip metody Hot Filament CVD (HFCVD) [18]

Metoda Laser Induced (LICVD, LCVD) existuje ve dvou variantách, a to jako pyrolytická a fotolytická. U pyrolytické metody jsou molekuly plynu na mezifázovém rozhraní základní materiál–pracovní plyn štěpeny lokalizovaným ohřevem základního materiálu, na který dopadá laserový paprsek. Tato metoda je však limitována volbou kombinace laseru, plynu a základního materiálu. Zdroje par by měly být při dané vlnové délce laserového záření relativně transparentní a základní materiál zas silně absorbující. U fotolytické metody jsou poblíž základního materiálu molekuly štěpeny fotochemickou reakcí. [1, 19]

1.1.3 PACVD

Metoda PACVD neboli Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition je povlakování při mnohem nižších teplotách než u konvenčních CVD metod. Plazmou aktivovaný CVD proces umožňuje snížit teplotu potřebnou pro vznik povlaku na povrchu základního materiálu až o polovinu oproti konvenčnímu CVD povlakování. K povlakování součástí dochází až po konečném zušlechtění na požadovanou tvrdost. Významným pozitivem této metody je, že lze povlakovat i dutiny a otvory, jelikož v průběhu povlakování nedochází k výrazným rozměrovým změnám. Zařízení PACVD nepotřebuje rotační části, takže povlakované díly v depoziční komoře nerotují. V důsledku nucené cirkulace plynu se tak v povlakovací komoře vylučuje homogenní povlak i na velmi tvarově složitých součástech. Metodu PACVD je možné použít zejména při aplikacích, kde nelze použít technologii CVD z důvodu vysoké teploty povlakování. CVD povlakování se provádí při cca 1000 °C, PACVD již při 500 °C. [1, 20–21]

1.2 Druhy povlaků používané pro lékařské aplikace

V této kapitole jsou popsány jednotlivé druhy povlaků, které se obvykle používají pro lékařské aplikace. Vybrané druhy povlaků budou později v experimentální části aplikovány na přípravek vyrobený 3D tiskem, případně na ocelovou šablonu.

1.2.1 Keramické povlaky

Keramické povlaky se vyznačují vysokou tvrdostí a vynikající odolností proti různým druhům mechanického opotřebení, jako je např. tření, abraze, eroze atd., za nízkých i vysokých teplot. Jsou vyhledávanými povlaky také kvůli výborným kluzným vlastnostem v kombinaci s různými kovovými a nekovovými materiály. Keramické povlaky mají v mnoha aplikacích naprosto unikátní postavení, jelikož díky mimořádné životnosti (ve srovnání s klasickými materiály jde o zvýšení řádově až ve stovkách procent) jsou předurčeny především pro povrchy čerpadel, prvky armatur, plochy těsnění a ucpávek, hydraulické prvky, kluzná uložení atd. Keramické povlaky jsou velmi odolné proti korozi a dalším přírodním a chemickým vlivům. Za negativní vlastnosti lze

považovat jejich křehkost a také omezenou možnost opracování (svařitelnost, obrobitelnost). Tyto povlaky, např. smalty, se používají převážně pro rozlišování lékařských instrumentů díky širokému spektru jejich možných barev. [22–25]

1.2.2 Povlaky na bázi uhlíku (DLC povlaky)

Povlaky Diamond Like Carbon jsou velmi často používané kvůli svým jedinečným vlastnostem, jako jsou např. vysoká tvrdost či chemická stálost. Uhlíkové povlaky podobné diamatu jsou dnes velice vyhledávaným materiálem právě díky vynikající odolnosti proti opotřebení a nízkému koeficientu tření v prostředí bez použití maziva. 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 ty nejčastější metody povlakování patří PVD nebo PACVD. Uhlíkové povlaky vynikají vysokou biokompatibilitou a odolností proti opotřebení a abrazi, což je předurčuje právě k použití na lékařské instrumenty. [22, 26]

1.2.3 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 nezpůsobují negativní interakce s lidským organismem. Vzhledem ke všem výše uvedeným vlastnostem jsou to nejčastěji používané povlaky pro lékařské aplikace. V kombinaci s vysokolegovanou korozivzdornou chromovou ocelí tvoří ideální kombinaci pro lékařské řezné nástroje. [22, 24, 27]

1.3 3D tisk

V dnešní době existuje velké množství technologií 3D tisku, které se liší zejména použitým tiskovým materiálem, způsobem vytváření jednotlivých vrstev a jejich vytvrzováním. Většina 3D tiskáren potřebuje pro vytištění předlohu, tzv. CAD model, který je věrnou kopií součásti nebo jiného objektu, který chceme vytisknout. Tento CAD model je následně vhodným softwarem převeden do často používaného a univerzální formátu STL. Datová podoba 3D předlohy je pak dále importována do softwaru samotné tiskárny, díky čemuž přístroj pak sám v přesných pohybech přidává jednotlivé vrstvy materiálu podle zadaných parametrů. [28–29]

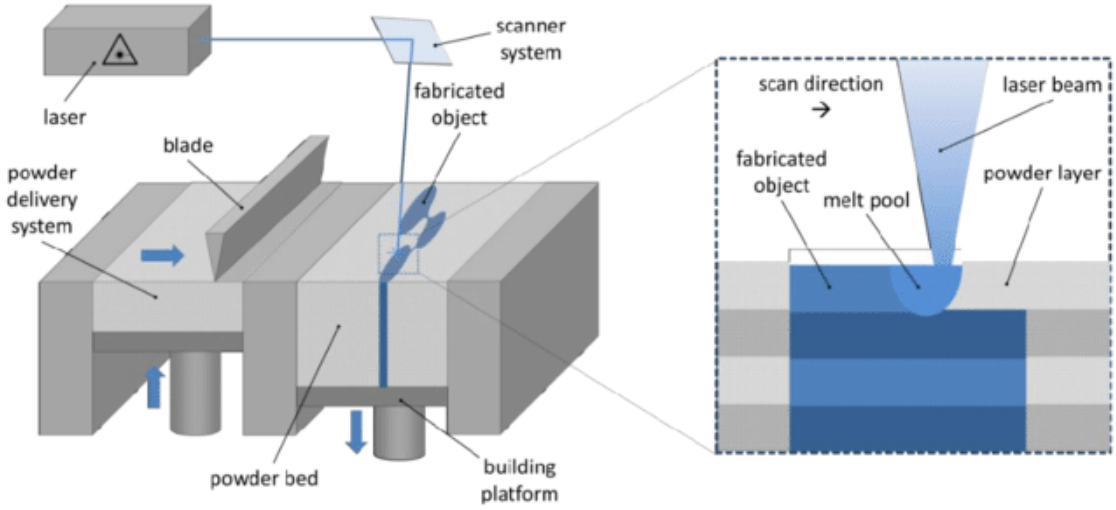
Tato fáze výroby je do jisté míry shodná pro všechny technologie 3D tisku. Lišit se mohou ve způsobu vytvrzování vrstev a použitém materiálu. Nejstarší a nejjednodušší technologií je metoda známá pod zkratkou SLA neboli sterelitografie. Další metodou je tzv. Fused deposition modeling (FDM). Jedná se o nejpoužívanější metodu 3D tisku plastů, která se používá jak pro výrobu dentálních či ortopedických protetik. Bodem zájmu diplomové práce bude metoda Selective Laser Melting, známá pod zkratkou SLM. Tato metoda 3D tisku umožňuje tištění kovů a tvrdých plastů. Takto zpracované součásti jsou vhodné i pro ortopedické použití, jimiž se bude zabývat právě tato práce. [28–29]

1.3.1 Selective Laser Melting

Technologie 3D tisku je hojně používaná i pro lékařské aplikace. Právě metodou SLM je možné tisknout kovové, plastové i keramické materiály, které jsou vhodné pro ortopedické či stomatologické použití. Jedná se o populární technologii rychlého prototypování kovových součástí. Zdrojem tepla pro tavení prášků jsou vysoce výkonný laser nebo elektronový paprsek, které taví rovnoměrně nanesený prášek na základní desku. Jednotlivé vrstvy součásti jsou tvořeny nanesením tavitelného prášku téměř z libovolného materiálu, ale ve zdravotnictví se nejčastěji používá slitina titanu $TiAl_6V_4$. [29–32]

Zařízení pro SLM (Obr. 8) sestává ze zdroje laserového paprsku, zásobníku na prášek, filtračního zařízení, přiváděcího a vrstvícího zařízení, stavební komory a počítačového systému, který řídí parametry procesu. Stavební platforma se obvykle ohřívá na teplotu

přibližně 200 °C a na této teplotě je udržována celý pracovní cyklus. Materiál je dodáván vždy v práškové podobě a velikost částic je 20 až 60 µm. K procesu tavení dochází v přísně regulované atmosféře. Pracovní komora je před zahájením procesu zbavena vzduchu a vlhkosti (prostor tvoří téměř stoprocentní vakuum) a následně je naplněna plynným argonem. Poté je na stavební desku ze zásobníku přiveden válečkem prášek, do něhož je vysoce výkonným laserem vytavena požadovaná oblast první vrstvy výrobku. Výška jedné takovéto vrstvy je obvykle 20÷100 µm a je volena podle materiálu použitého prášku. Proces nanášení prášku a jeho následného vytvrzování se opakuje do té doby, dokud není výrobek zcela hotový. Jakmile dojde k dokončení součásti, je nepoužitý prášek, který se v průběhu procesu nenatavil, smeten do recyklační nádoby. Kovový prášek je následně dál zpracováván v prosévacím zařízení a připravován pro další použití. Pro medicínské aplikace nebo letecký a kosmický průmysl je možné používat pouze tzv. virgin prášek, tedy ten, který ještě pro účely 3D tisku nebyl nikdy použit. V případě několikanásobného použití totiž může docházet ke kontaminaci prášku, a tudíž k jeho znehodnocení. [29–33]



Obr. 8 Princip metody Selective Laser Melting (SLM) [34]

1.3.2 Používané materiály

Kromě častěji komerčně využívaných nekovových materiálů, lze vyrábět aditivní technologií 3D tisku i součásti z kovů. Při výběru materiálu, který je vhodný pro 3D tisk, je nutno brát ohledy na materiálové charakteristiky a řadu dalších faktorů, jako jsou například životnost, funkční a estetické hledisko, design nebo ekonomické hledisko. Mezi nejčastěji používané kovy v procesech aditivní výroby patří především korozivzdorné nebo nástrojové oceli, slitiny hliníku a hořčíku, bronzy či superslitiny niklu. Své uplatnění nachází také speciální CoCr slitiny, které jsou používány převážně v lékařství pro výrobu zubních náhrad. Přehled konkrétních druhů materiálů, využívaných v práškové formě pro technologii 3D tisk, je v Tab. 1. [28–29]

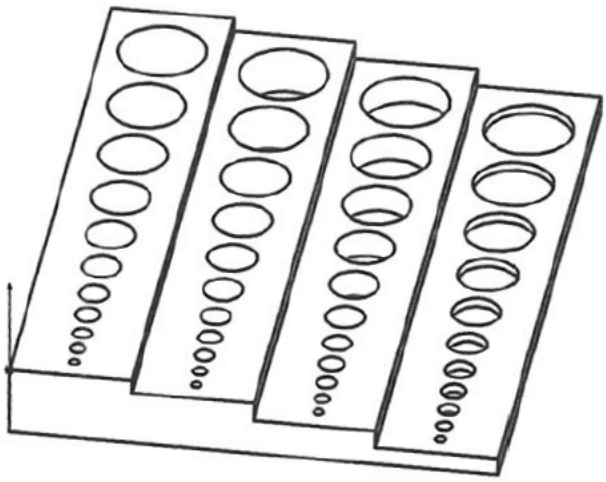
Tab. 1 Druhy nejčastěji používaných materiálů v aditivní výrobě [28–29]

Druh materiálu	Označení
Korozivzdorní oceli	1.4404, 1.4542
Nástrojové oceli	1.2709
Hliníkové slitiny	AlSi10Mg, AlSi12
Titanové slitiny	Ti6Al4V ELI, Ti6Al4V, Ti6Al7Nb
Komerčně čistý titan	ASTM F67
Niklové superslitiny	Inconel 718, Inconel 625
Bronzy	CuSn10

Mezi nejpoužívanější železné materiály, které se používají pro AM, patří vysokopevnostní korozivzdorné oceli. Mezi nejčastěji používané patří konkrétně austenitická ocel 1.4404, dále jsou často používané tzv. Maraging oceli, konkrétně 1.4542 a 1.2709. Materiály, které nacházejí uplatnění i v medicínském prostředí, jsou slitiny titanu. Titan je biokompatibilní a z toho důvodu se pomocí aditivních technologií vyrábí především tvarově složité kostní či kloubní náhrady nebo fixační či spojovací součásti jako jsou např. destičky a šrouby. Nejpoužívanější titanovou slitinou je Ti6Al4V ELI. Jedná se o slitinu se sníženým obsahem intersticiálních prvků jako je uhlík a kyslík (ELI–Extra Low Intersticials) a dále také železa, což dává této slitině vynikající kombinaci korozní odolnosti, pevnosti a tažnosti. [28–29]

2 Experimentální část

V experimentální části diplomové práce byly na frézované desky (Obr. 9, Příloha 2–5) z korozivzdorné oceli AKVH (W. Nr. 1.4542) s přesně definovanými otvory aplikovány biokompatibilní povlaky TiN a TiAlN, u nichž byla hodnocena jejich homogenita a tloušťka. Z důvodu přítomnosti nepravidelných děr a různých velikostí reálných přípravků (Obr. 10, Příloha 1) byla nejprve provedena analýza praktické „povlakovatelnosti“ děr na frézované ocelové desce. Na ocelovou desku byly aplikovány povlaky TiN a TiAlN, které jsou běžně používané na lékařské instrumenty a implantáty. Každý z výše zmíněných povlaků je jinak barevný, což výrazně zlepšuje a zrychluje orientaci operatérů ve vybavení a v nástrojích na operačních sálech. Přehled příslušných otvorů a tlouštěk povlakovaných desek je v Tab. 2 a 3.



Obr. 9 Frézovaná deska z korozivzdorné oceli 1.4542

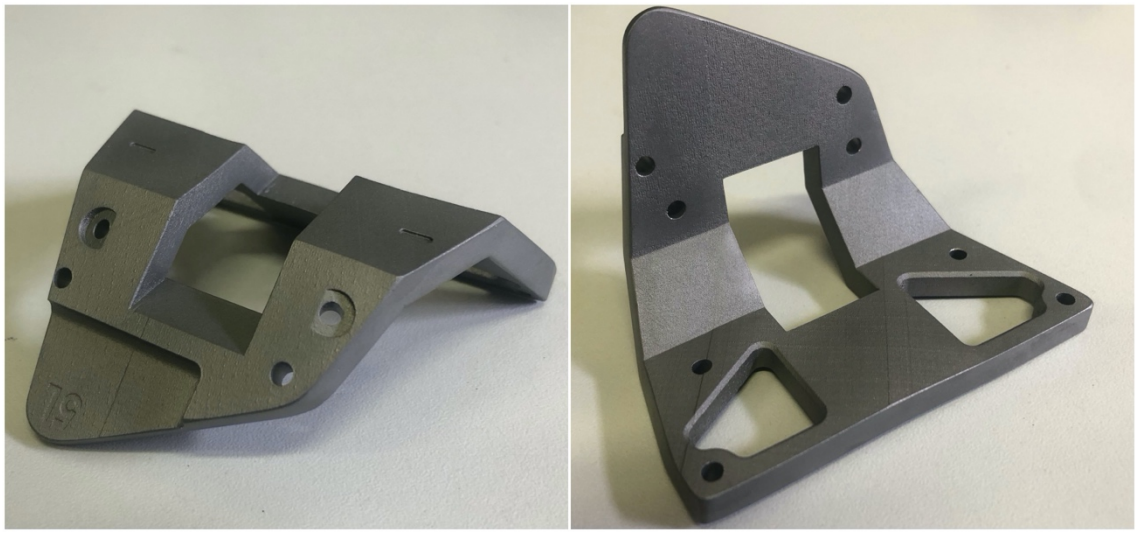
Jak bylo již zmíněno v teoretické části, při povlakování metodou PVD je nutno brát v úvahu „line-of-sight“. Z toho důvodu byla na vzorcích provedena analýza makro a mikrostruktury a také homogenity povlaku na světelném a elektronovém mikroskopu. V experimentální části diplomové práce byl pozorován především tento jev a jeho vliv na výslednou tloušťku a homogenitu povlaku. Charakteristika vzorků, jejich příprava a průběh měření bude popsán v následujících kapitolách.

Tab. 2 Definice vybraných děr povlakovaných TiN a TiAlN

Bez závitu											
Průchozí	18	16	14	12	10	8	6	5	4	3	2
Neprůchozí	18	16	14	12	10	8	6	5	4	3	2
Se závitem											
Průchozí	M18	M16	M14	M12	M10	M8	M6	M5	M4	M3	M2
Neprůchozí	M18	M16	M14	M12	M10	M8	M6	M5	M4	M3	M2

Tab. 3 Zvolené tloušťky desek

Tloušťka desky [mm]				
TiN	15	12	8	4
TiAlN	15	12	8	4



Obr. 10 Přípravek vyrobený technologií 3D tisku ze slitiny Ti6Al4V ELI

2.1 Charakteristika základního materiálu

Pro experimentální část byla vybrána chromniklová korozivzdorná ocel, která byla výrobcem na výkresové dokumentaci (Příloha 2–5) označena jako AKVH (W. Nr. 1.4542). Podle evropského značení se jedná o ocel X5CrNiCuNb16-4. Její chemické složení je v Tab. 4. Jedná se o martenzitickou precipitačně vytvrzovanou ocel s velmi vysokou kalitelností a s velmi dobrými pevnostními vlastnostmi. Používá se pro aplikace, kde je

potřeba vysoká pevnost a dobrá odolnost vůči korozi, jako jsou např. šrouby, vřetena, kotouče anebo součásti pro letecký a kosmický průmysl. [22, 35]

Tab. 4 Chemické složení oceli X5CrNiCuNb16-4 [35]

Chemické složení v %				
C	**Si**	**Mn**	**P**	**S**
≤ 0,07	≤ 0,70	≤ 1,50	≤ 0,04	≤ 0,015
Cr	**Mo**	**Ni**	**Cu**	**Nb**
15,0–17,0	≤ 0,60	3,0–5,0	3,0–5,0	5 x C

2.2 Charakteristika aplikovaných povlaků

Na korozivzdornou ocel 1.4542 byly deponovány metodou PVD, konkrétně nevyváženým magnetronovým naprašováním, dva druhy povlaků – TiN a TiAlN. Povlakování probíhalo tzv. na druhou rotaci. To znamená, že rotoval jak pracovní stůl, tak válec, na kterém byly vzorky zavěšeny. Povlaky byly deponovány v zařízení Hauzer Flexicoat 850. Parametry depozice pro povlaky TiN a TiAlN jsou v Tab. 5.

Tab. 5 Parametry depozice povlaků TiN a TiAlN

Povlak	**TiN**	**TiAlN**
Depoziční teplota [°C]	350	350
Bias [V]	80	75
Proud na vnějších cívkách [A]	2	3
Příkon na katodě v pulzním režimu [kW]	6	3
Doba depozice [hod]	9	9
Tok argonu [sccm]	105	90
Tok dusíku [sccm]	43	20
Chemické složení targetu	100% Ti	75% Al, 25% Ti

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 používaný 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. [22, 27, 36–38]

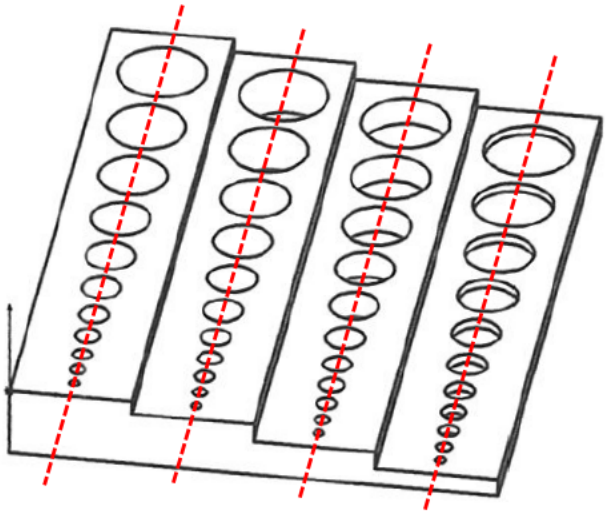
2.2.2 TiAlN

Antracitově zbarvený povlak TiAlN je v současné době jedním z nejpoužívanějších řezných povlaků. Povlaky TiAlN jsou odolné vůči oxidaci a umožňují obráběcí výkony zhruba o 20–30 % vyšší než s povlakem TiN. Tvrdost tohoto povlaku může být až 3000 HV a maximální pracovní teplota je 800 °C. Aplikační oblast povlaku TiAlN je v obrábění abrazivních a těžkoobrobitelných materiálů. Obsah hliníku v těchto povlacích je zhruba 50 % hm.. Je stěžejní, aby obsah hliníku nepřekročil doporučené množství, jelikož s přibývajícím obsahem hliníku klesá tvrdost povlaku a odolnost proti opotřebení. [22, 27, 36–37]

2.3 Příprava vzorků

Aby bylo možné vyhodnocovat mikrostrukturu na mikroskopu, bylo třeba vhodně připravit vzorky k jejich pozorování. Výchozí materiál byl dodán firmou ProSpon spol. s r. o ve formě ocelové desky o přesně definovaných výškových stupních. Pro účely prvotního zkoumání homogenity povlaků pomocí světelného mikroskopu, byly ocelové desky rozříznuty podélně skrz všechny díry, jak je naznačeno na Obr. 11. Dělení proběhlo na všech výškových stupních ocelové desky a bylo provedeno metalografickou pilou LECO MSX255 (Obr. 12). Pro pozorováni na SEMu bylo potřeba vyhotovit metalografické výbrusy. Z toho důvodu byly již uříznuté kusy desek, jež byly zkoumány na světelném mikroskopu Olympus DSX1000, rozděleny na ještě menší části a pokud

to bylo potřeba, byly na dvoukotoučové brusce BKL – 1500 odstraněny nežádoucí otřepy. Takto upravené vzorky byly zalisovány do fixačního materiálu pomocí metalografického lisu LECO MX400 (Obr. 13). Všechny zalisované vzorky byly na zadní straně označeny gravírovací tužkou v závislosti na druhu použitého povlaku a také rozměrech vzorku.



Obr. 11 Frézovaná ocelová deska s naznačenými řezy

Obr. 12 Metalografická pila LECO MSX255

Obr. 13 Metalografický lis LECO MX400

Takto připravené vzorky byly broušeny za použití několika tříd brusných papírů na bázi karbidu křemíku (P80, P280, P800, P1200, P4000) na víceúčelové brusce LECO GPX 300 (Obr. 14) při 170 ot/min. Vzorky byly poté leštěny na leštícím kotouči pomocí diamantové suspenze s částicemi o velikosti 3 µm při 150 ot/min po dobu 30 minut. Vzorky byly poté umyty ve vodě a etanolu a osušeny horkým vzduchem. Aby byly vzorky dokonale čisté, byly umístěny do ultrazvukové čističky Elmasonic S15H (Obr. 15), kde byl každý vyleštěný vzorek čištěn při teplotě 60 °C po dobu 5 minut. Takto připravené vzorky je možné pozorovat na elektronovém mikroskopu JEOL JSM–7600F (Obr. 17).

Obr. 14 Víceúčelová bruska LECO GPX 300

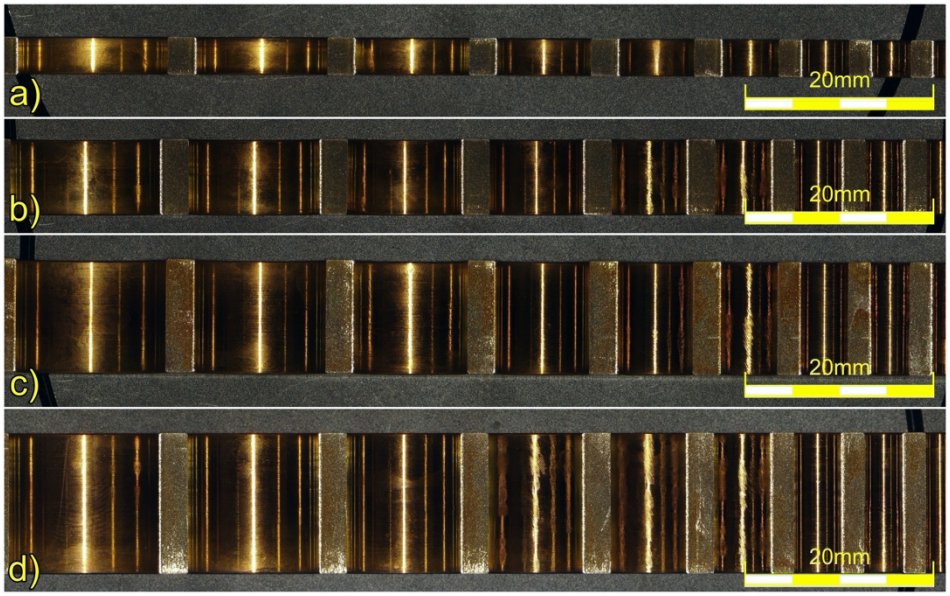
Obr. 15 Ultrazvuková čistička Elmasonic S15H

Obr. 16 Světelný mikroskop Olympus DSX1000

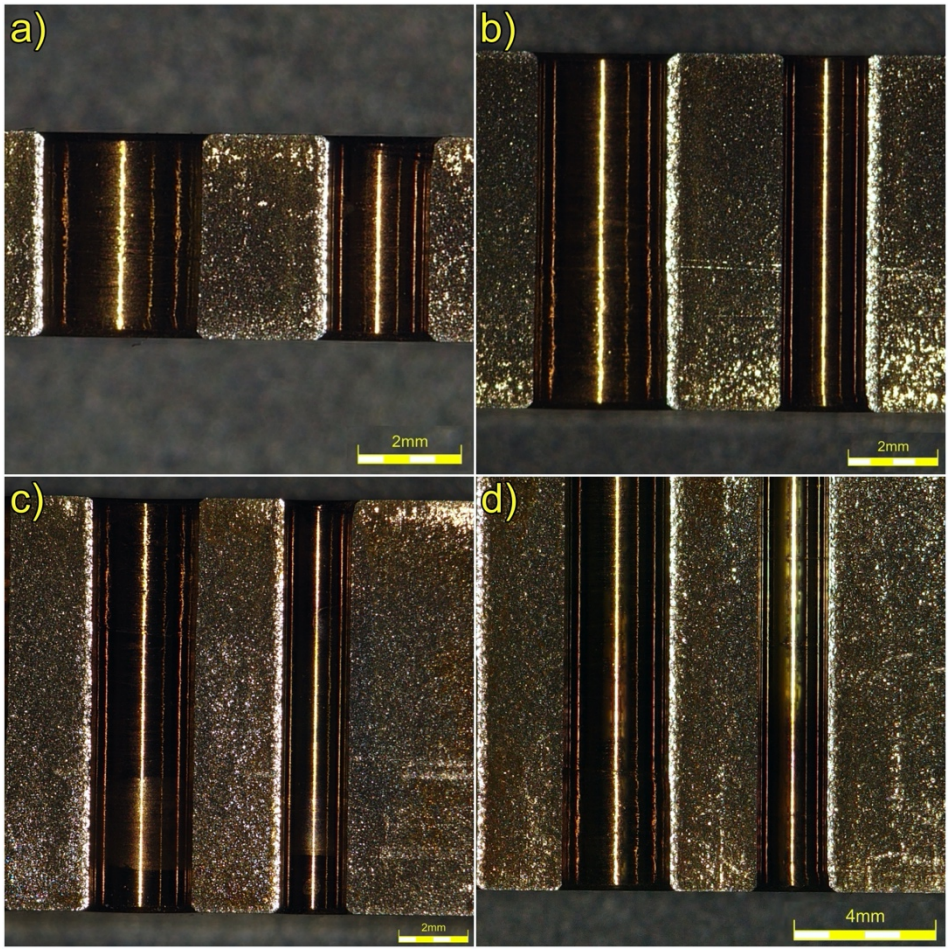
Obr. 17 Elektronový mikroskop JEOL JSM–7600F

2.4 Popis experimentu

Po rozřezání dodaných ocelových desek byly jednotlivé díry pozorovány na světelném mikroskopu Olympus DSX1000 (Obr. 16). Na základě vizuální kontroly všech snímků, které byly vyfoceny na světelném mikroskopu (Obr. 18–30), byla vytvořena tabulka vyhovujících a nevyhovujících otvorů a také těch, které jsou na hranici použitelnosti. V Tab. 6 a 7 jsou zeleně označeny vyhovující otvory, tzn. povlak je na celé ploše díry homogenní, žlutě jsou označeny otvory, které se nacházejí na hranici použitelnosti a povlak začíná být zároveň nehomogenní. Červeně jsou označeny otvory, které nelze považovat za funkční, jelikož je povlak výrazně nehomogenní.

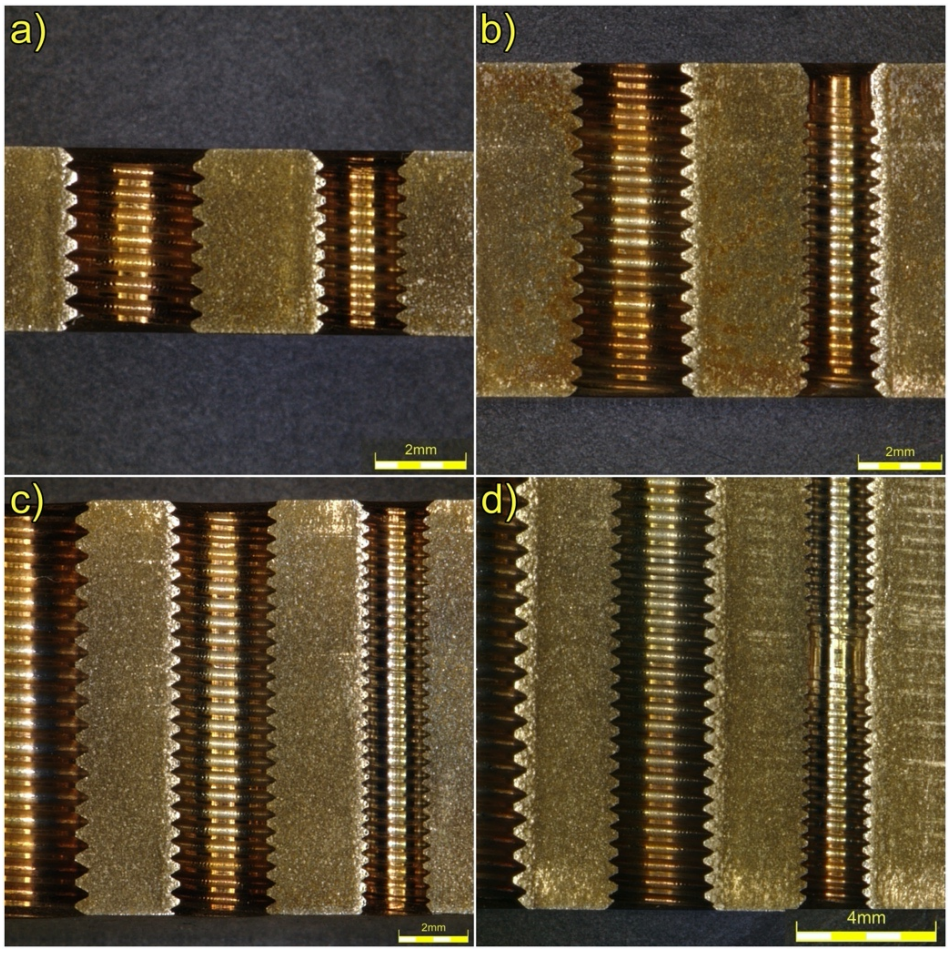


Obr. 18 Povlak TiN, průchozí díry bez závitu; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm

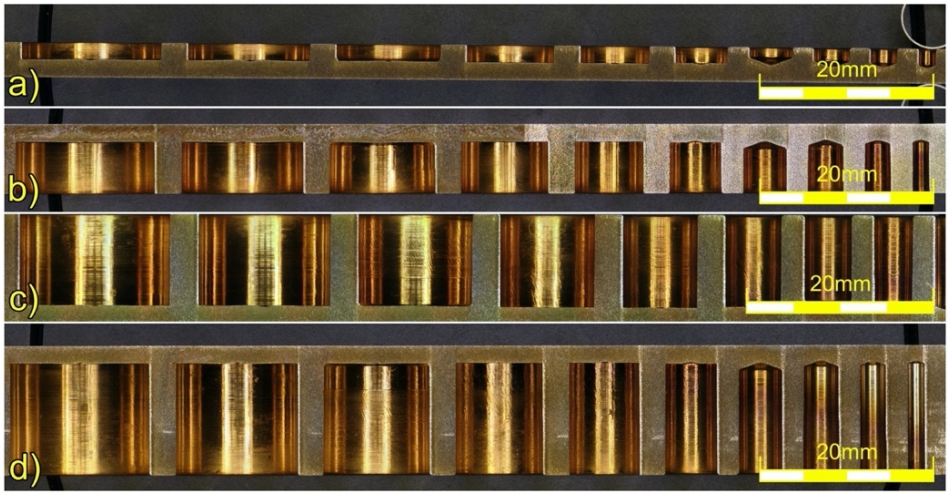


Obr. 19 Povlak TiN, průchozí díry bez závitu Ø3 mm a Ø2mm; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm

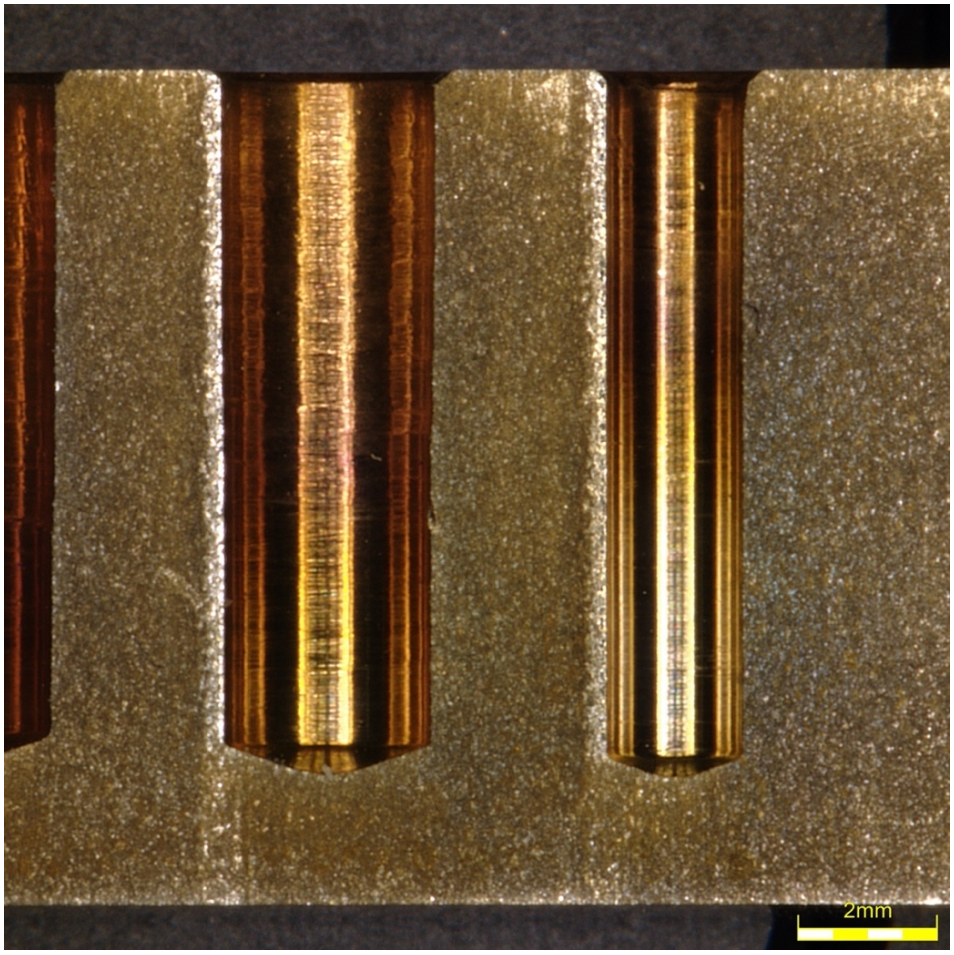
Obr. 20 Povlak TiN, průchozí díry se závitem; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm



Obr. 21 Povlak TiN, průchozí díry se závitem M3 a M2; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm

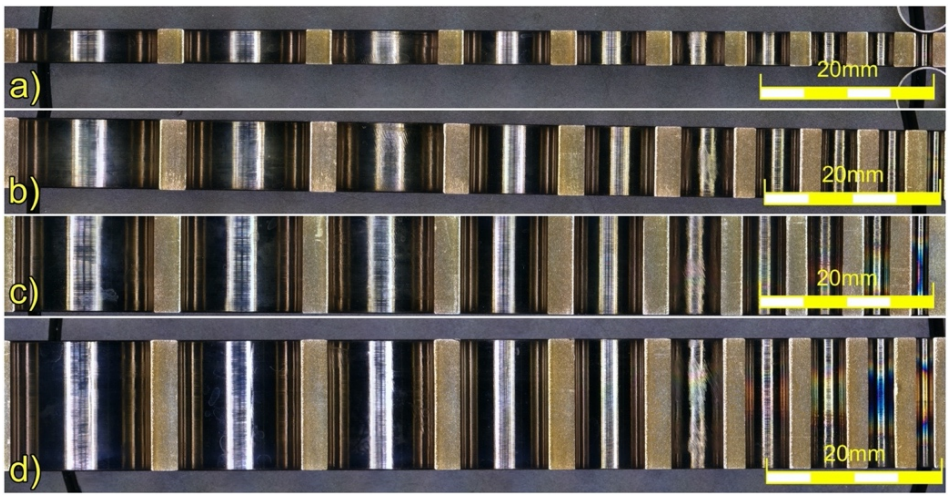


Obr. 22 Povlak TiN, neprůchozí díry bez závitu; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm

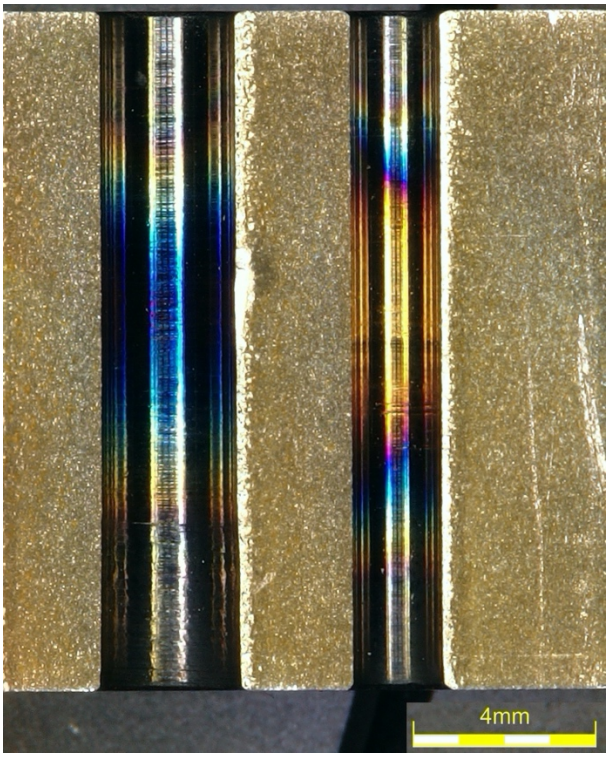


Obr. 23 Povlak TiN, průchozí díry bez závitu Ø3 mm a Ø2mm,; tloušťka desky 12 mm

Obr. 24 Povlak TiN, neprůchozí díry se závitem; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm

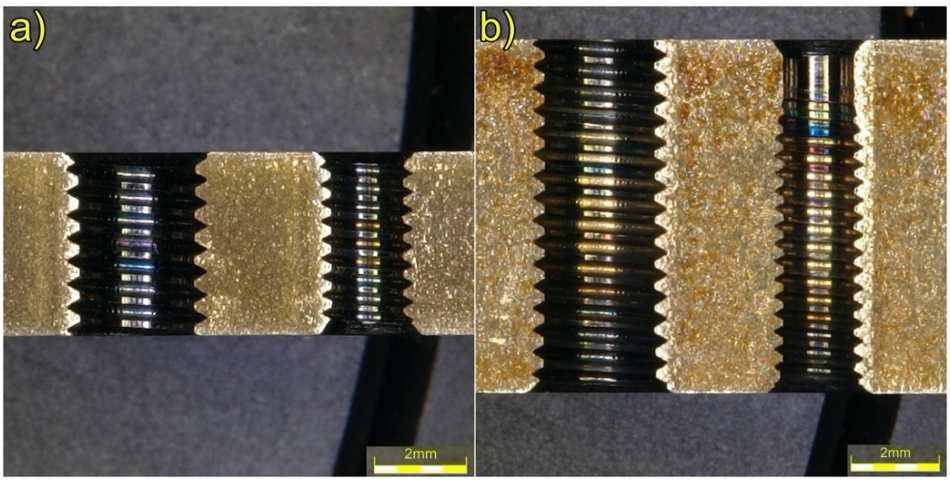


Obr. 25 Povlak TiAlN, průchozí díry bez závitu; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm

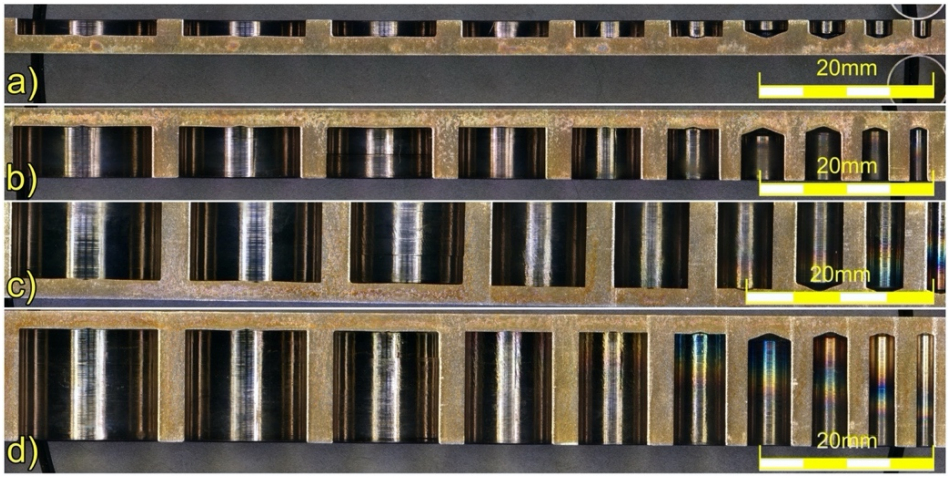


Obr. 26 Povlak TiAlN, průchozí díry bez závitu Ø3 mm a Ø2mm; tloušťka desky 15 mm

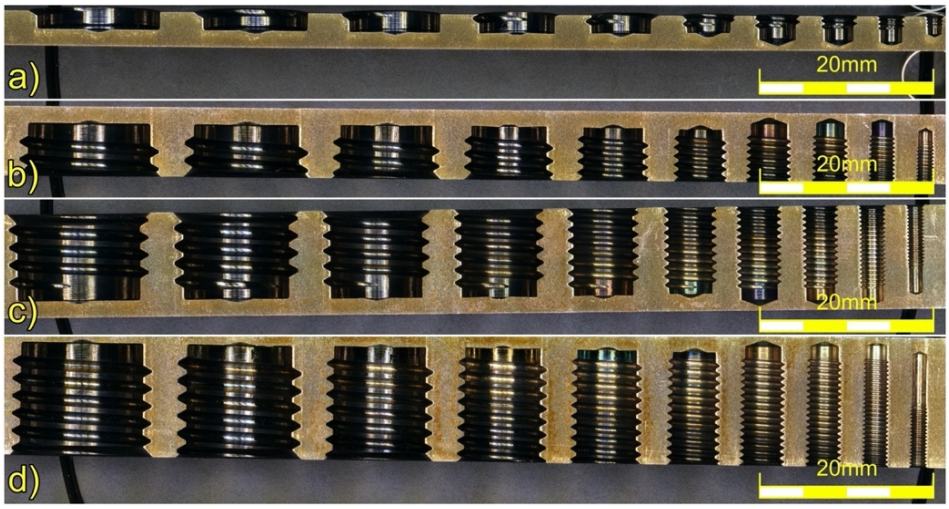
Obr. 27 Povlak TiAlN, průchozí díry se závitem; tloušťka desky 8 mm



Obr. 28 Povlak TiAlN, průchozí díry se závity M3 a M2, povlak TiAlN; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm



Obr. 29 Povlak TiAlN, neprůchozí díry bez závitu; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm



Obr. 30 Povlak TiAlN, neprůchozí díry se závitem; a) tloušťka desky 4 mm, b) tloušťka 8 mm, c) tloušťka 12 mm, d) tloušťka 15 mm

Na základě vizuálních výsledků z Tab. 6 a 7 byli pro každý druh povlaku vybráni zástupci děr (kromě neprůchozích děr se závitem), kteří byli zkoumáni na elektronovém mikroskopu. Byli zvoleni zástupci jednoho vyhovujícího povlaku, jednoho na hranici použitelnosti a jednoho nevyhovujícího. Pokud nebylo možno na základě vizuální kontroly označit otvory s povlakem na mezi použitelnosti, byly vybrány jen dva vzorky pro zkoumání, a to vyhovujícího a nevyhovujícího povlaku. V Tab. 6 a 7 jsou křížky označeny otvory, které byly rozřezány za účelem zhotovení metalografického výbrusu, a na kterých byla na elektronovém mikroskopu pozorována homogenita povlaků TiN

a TiAlN. Pro zkoumání byly vybrány desky s co nejvyšší tloušťkou, jelikož se u nich očekávalo nejproblémovější povlakování a tím pádem i výraznější nehomogenita povlaku.

Tab. 6 Povlak TiN – vyhovující a nevyhovující díry

TiN

Průchozí bez závitu

	Tloušťka šablony [mm]			
⌀ děr [mm]	4	8	12	15
18				
16				
14				
12				
10				
8				
6				
5				
4				
3				
2				

Průchozí se závitem

	Tloušťka šablony [mm]			
⌀ děr [mm]	4	8	12	15
M18				
M16				
M14				
M12				
M10				
M8				
M6				
M5				
M4				
M3				
M2				

Neprůchozí bez závitu

	Tloušťka šablony [mm]			
⌀ děr [mm]	4	8	12	15
18				
16				
14				
12				
10				
8				
6				
5				
4				
3				
2				

Neprůchozí se závitem

	Tloušťka šablony [mm]			
⌀ děr [mm]	4	8	12	15
M18				
M16				
M14				
M12				
M10				
M8				
M6				
M5				
M4				
M3				
M2				

Tab. 7 Povlak TiAlN – vyhovující a nevyhovující díry

TiAlN

Průchozí bez závitu

⌀ děr [mm]	Tloušťka šablony [mm] 4	8	12	15
18				
16				
14				
12				
10				
8				
6				
5				
4				
3				
2				

Průchozí se závitem

⌀ děr [mm]	Tloušťka šablony [mm] 4	8	12	15
M18			NEBYLO DODÁNO	
M16				
M14				
M12				
M10				
M8				
M6				
M5				
M4				
M3				
M2				

Neprůchozí bez závitu

⌀ děr [mm]	Tloušťka šablony [mm] 4	8	12	15
18				
16				
14				
12				
10				
8				
6				
5				
4				
3				
2				

Neprůchozí se závitem

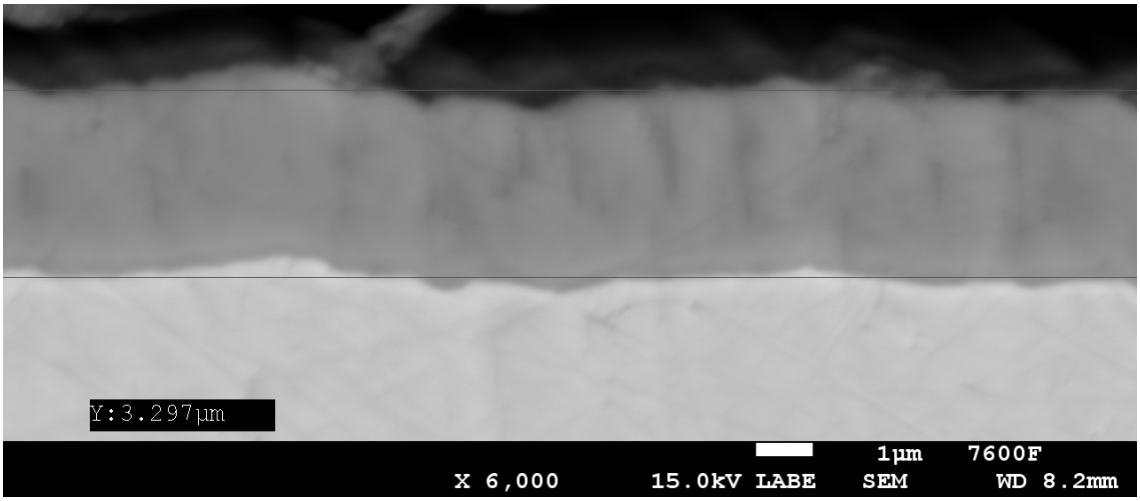
⌀ děr [mm]	Tloušťka šablony [mm] 4	8	12	15
M18				
M16				
M14				
M12				
M10				
M8				
M6				
M5				
M4				
M3				
M2				

2.5 Měření tloušťky povlaku

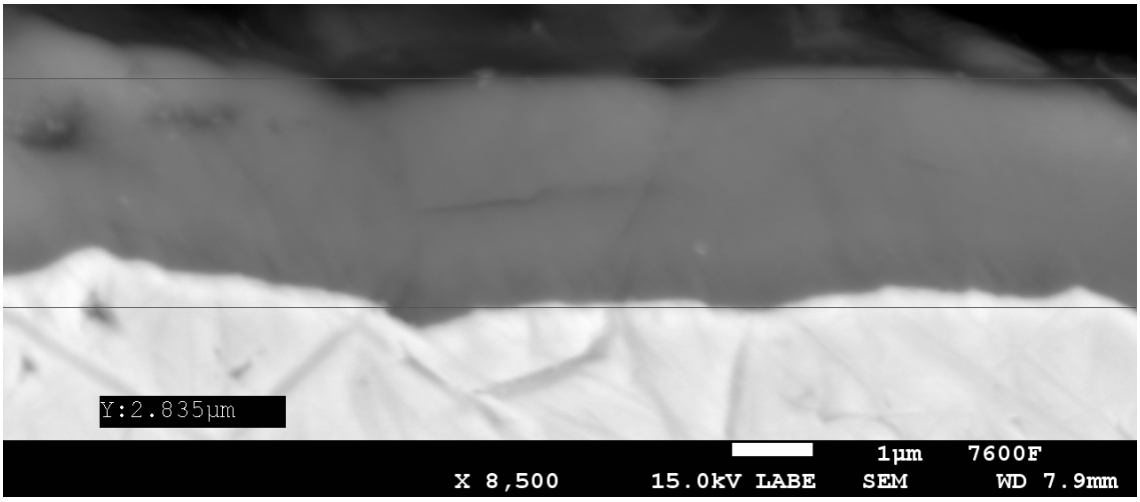
Měření tloušťky povlaku probíhalo pomocí světelném mikroskopu JEOL JSM–7600F na vybraných zástupcích děr, viz Tab. 6 a 7. Pro porovnání byla změřena také tloušťka povlaků na povrchu ocelové šablony, viz Tab. 8 a Obr. 31–32. Tloušťka povlaků na průchozích a neprůchozích dírách bez závitů byla měřena vždy na začátku a ve středu díry. Dále byla měřena vzdálenost od kraje, kde povlak klesl o 1 µm oproti hodnotě, která byla naměřena na okraji díry a vzdálenost, kde tloušťka povlaku klesla pod 1 µm. Tyto vzdálenosti byly měřeny vždy od kraje strany, který byl v blízkosti targetu. U průchozích děr, které byly opatřeny závitem, byla měřena tloušťka na hlavě a na patě zubů závitu, a to až do poloviny délky závitu nebo do té doby, dokud nedošlo k poklesu tloušťky povlaku na nulovou hodnotu. Stejně jako u děr bez závitů probíhalo měření vzdáleností od kraje strany, který byl u targetu. V Tab. 9 a 10 jsou naměřené hodnoty vzdálenosti od kraje, kde tloušťky TiN a TiAlN povlaku dosáhly 1 µm a kde klesly o 1 µm oproti hodnotě na začátku díry. Hodnoty tloušťky povlaku TiN a TiAlN na začátku a ve středu děr jsou též v Tab. 9 a 10.

Tab. 8 Tloušťky povlaků TiN a TiAlN na povrchu šablony

	Tloušťka povlaku na povrchu šablony [µm]
TiN	3,297
TiAlN	2,835



Obr. 31 Tloušťka povlaku TiN na povrchu ocelové šablony



Obr. 32 Tloušťka povlaku TiAlN na povrchu ocelové šablony

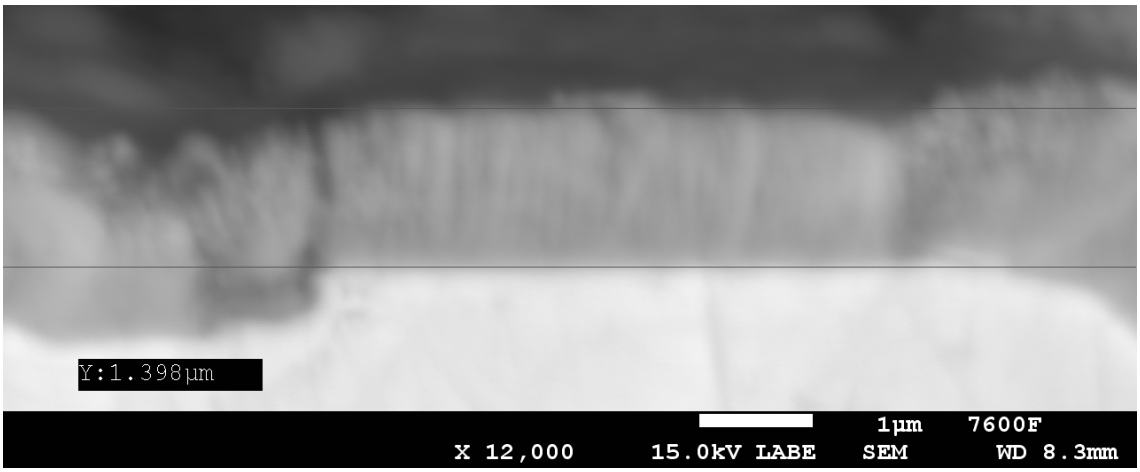
Tab. 9 Tloušťka povlaku TiN, neprůchozí a průchozí díry bez závitu

NAMĚŘENÉ HODNOTY TiN				
NEPRŮCHOZÍ BEZ ZÁVITU (N)				
Číslo vzorku	**<1 µm [mm]**	**Pokles o 1 µm [mm]**	**Okraj díry [µm]**	**Střed díry [µm]**
15/16	4,611	12,580	1,335	0,804
15/4	0,968	4,239	1,398	0
PRŮCHOZÍ BEZ ZÁVITU (P)				
15/10	1,983	Nedošlo k poklesu	1,323	0,503
15/3	1,442	3,128	1,480	0

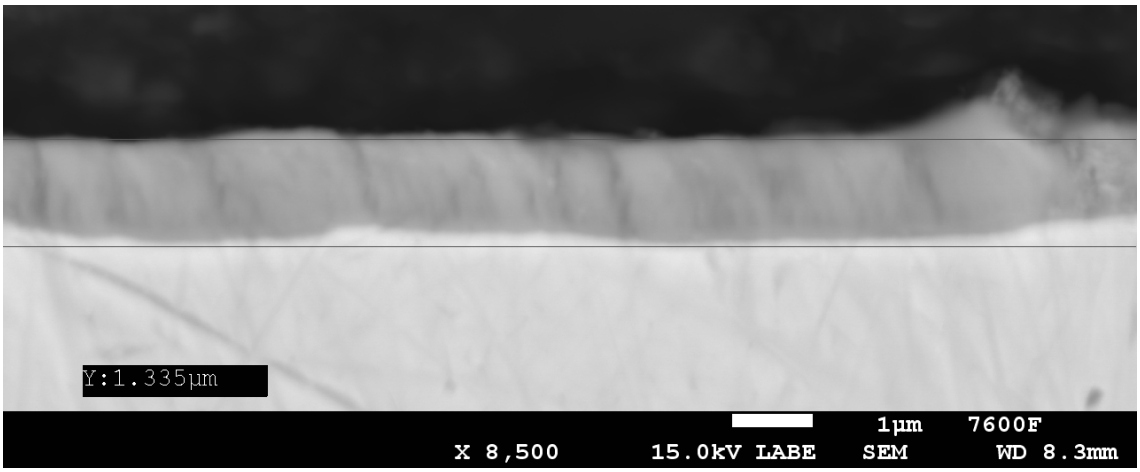
Z naměřených hodnot tlouštěk povlaků, které jsou v Tab. 9, jasně vyplývá, že u vzorku 15/10 nedošlo jako u jediného k poklesu tloušťky povlaku o 1 µm oproti naměřené hodnotě tloušťky na okraji díry. Dále z výsledků měření vyplývá, že u vzorků 15/16 a 15/10 došlo k výraznému poklesu tloušťky povlaku v porovnání s okrajem a ve středu díry, ale ne na nulovou hodnotu, jako tomu je v případě ostatních dvou analyzovaných vzorků. Na Obr. 33 a 34 jsou ukázky měření tloušťky povlaku TiN na okraji neprůchozích děr 15/4 a 15/16, které byly naměřeny na elektronovém mikroskopu.

Tloušťka povlaků uvnitř průchozích a neprůchozích děr se značně liší od tloušťky povlaku naměřené na povrchu ocelové šablony, jež jsou v Tab. 8. Tento rozdíl je zapříčiněn tím,

že díry během povlakování nebyly dostatečně vystaveny targetu. Stejně tak měl na rozdíl tlouštěk vliv „line-of-sight“.



Obr. 33 Měření tloušťky povlaku TiN na okraji neprůchozí díry 15/4

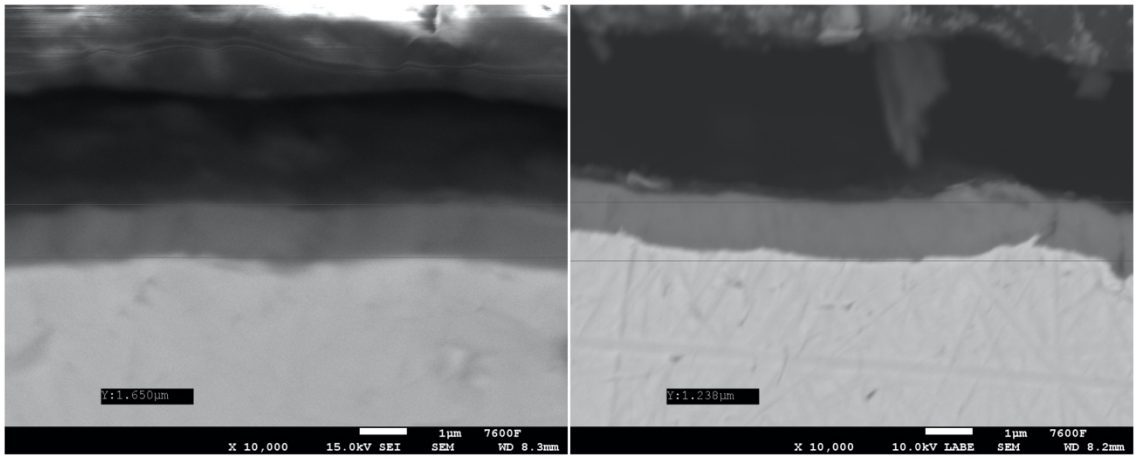


Obr. 34 Měření tloušťky povlaku TiN na okraji neprůchozí díry 15/16

Tab. 10 Tloušťka povlaku TiAlN, neprůchozí a průchozí díry bez závitu

NAMĚŘENÉ HODNOTY TiAlN				
NEPRŮCHOZÍ BEZ ZÁVITU (N)				
Číslo vzorku	**<1 µm [mm]**	**Pokles o 1 µm [mm]**	**Okraj díry [µm]**	**Střed díry [µm]**
15/18	Nedošlo k poklesu	Nedošlo k poklesu	1,650	1,238
15/8	3,530	5,250	1,500	0,369
15/6	0,720	2,180	1,125	0
PRŮCHOZÍ BEZ ZÁVITU (P)				
15/18	Nedošlo k poklesu	Nedošlo k poklesu	1,401	1,230
15/5	1,388	3,810	1,510	0
15/4	0,585	2,742	1,398	0

Z Tab. 10 vyplývá, že v případě neprůchozí i průchozí díry 15/18 nedošlo k poklesu tloušťky povlaků pod hodnotu 1 µm. Stejně tak v obou případech nedošlo na celém povrchu děr k poklesu tloušťky povlaku o 1 µm oproti naměřeným hodnotám tloušťky na jejich okraji. U vzorků 15/6, 5, 4 byla ve středu díry naměřena nulová tloušťka povlaku TiAlN. Měření na elektronovém mikroskopu tedy potvrdilo zkoumání homogenity povlaků na světelném mikroskopu, kdy byly povlaky na těchto dírách označeny na základě vizuální kontroly za nehomogenní. U analyzovaných otvorů, které mají průměr větší než 8 mm, byl povlak pozorován na celém povrchu díry a nedošlo tedy k poklesu tloušťky povlaku na nulovou hodnotu. Tloušťka povlaku na kraji a uprostřed díry se však výrazně liší jako u ostatních zkoumaných vzorků. Příklad měření tloušťky povlaku TiAlN na kraji a ve středu neprůchozí díry 15/18 je na Obr. 35. Stejně jako u povlaku TiN, se tloušťka povlaku na povrchu šablony a uvnitř děr výrazně liší. Vliv na tento rozdíl měl také „line-of-sight“ a také to, že díry byly během povlakování nedostatečně vystaveny targetu.



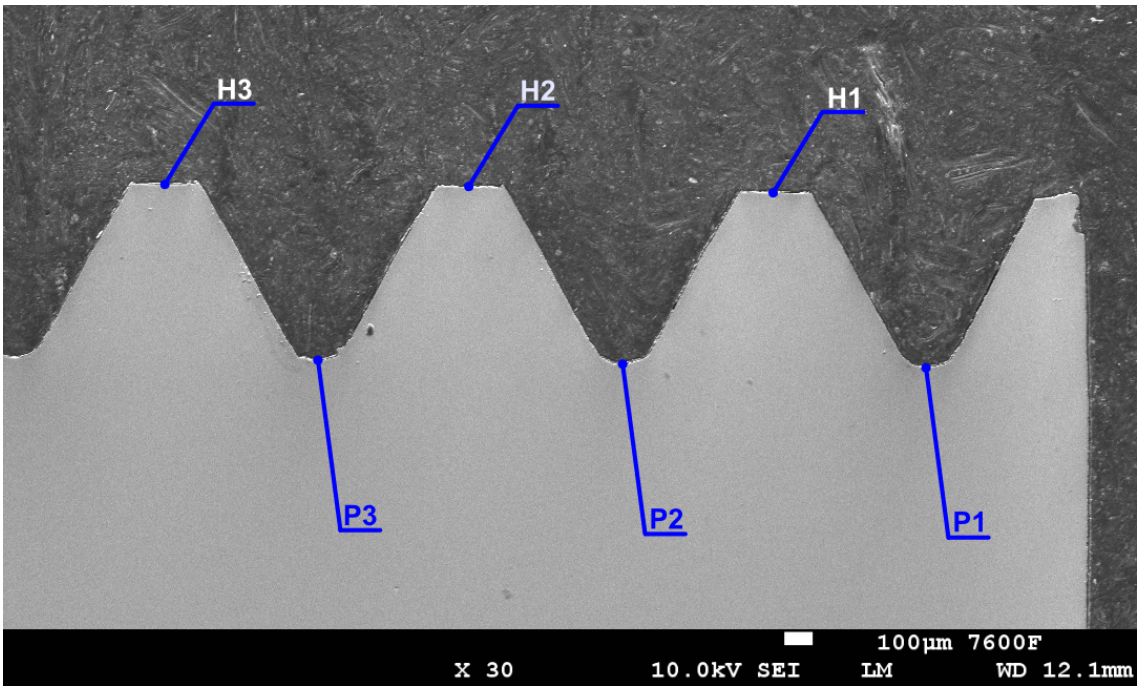
Obr. 35 Měření tloušťky povlaku TiAlN na okraji (vlevo) a ve středu (vpravo) neprůchozí díry 15/18

Tab. 11 Tloušťka povlaku TiN na hlavě a patě zubu

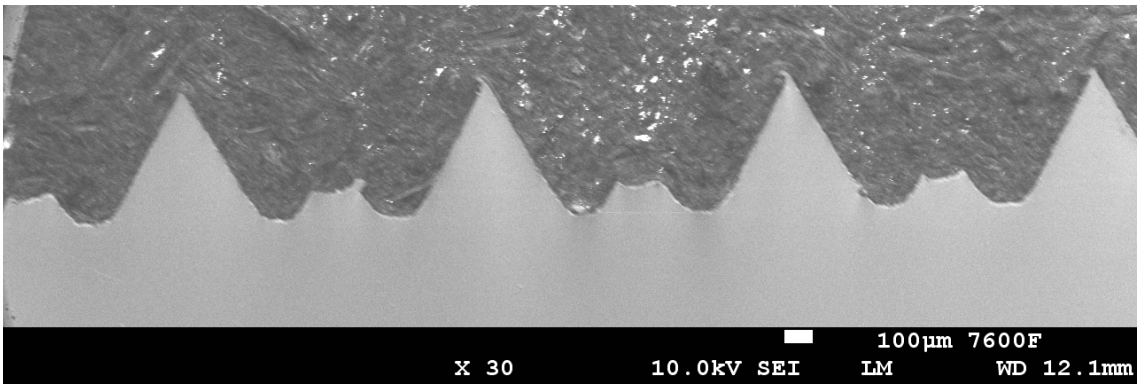
NAMĚŘENÉ HODNOTY TiN								
PRŮCHOZÍ SE ZÁVITEM (PZ)								
Číslo vzorku	**Hlava 1 [µm]**	**Pata 1 [µm]**	**Hlava 2 [µm]**	**Pata 2 [µm]**	**Hlava 3 [µm]**	**Pata 3 [µm]**	**Hlava střed [µm]**	**Pata střed [µm]**
15/M14	1,198	0,353	1,045	0	0,852	0	0,581	0
15/M8	1,266	0,628	1,046	0,486	0,769	0,285	0,297	0
15/M5	Neplatné měření							

V Tab. 11 jsou naměřené tloušťky povlaku TiN na hlavách a patách zubů závitů. Místa, která byla měřena jsou na Obr. 36. Z tabulky vyplývá, že docházelo k poklesu tloušťky povlaku, čím byla vzdálenost zubů od kraje větší. V případě vzorku 15/M5 (Obr. 37) došlo k nedokonalému obrobení díry, které bylo s největší pravděpodobností způsobeno absencí některé z dokončovacích vrtacích operací. Z toho důvodu nemohlo být v případě vzorku 15/M5 uskutečněno měření tloušťky povlaku na hlavách a patách závitu. Z naměřených hodnot je vidět, že tloušťka povlaku na hlavě a patě závitu je vždy rozdílná, což bylo zapříčiněno stíněním, které způsobily hlavy závitu a povlak se z toho důvodů do míst pat nedostal. V některých případech (vzorky 15/M14, M8) došlo k takovému zastínění, že na patách závitu byla naměřena nulová tloušťka povlaku TiN. Tloušťka povlaku na hlavách a patách závitu byla měřena do té doby, dokud nebyla i na hlavách závitu naměřená nulová hodnota nebo nebylo doraženo prostředního zubu.

V případě vzorků 15/M14 a 15/M8 byly naměřeny poslední nenulové hodnoty právě na prostřední hlavě zubu závitu.



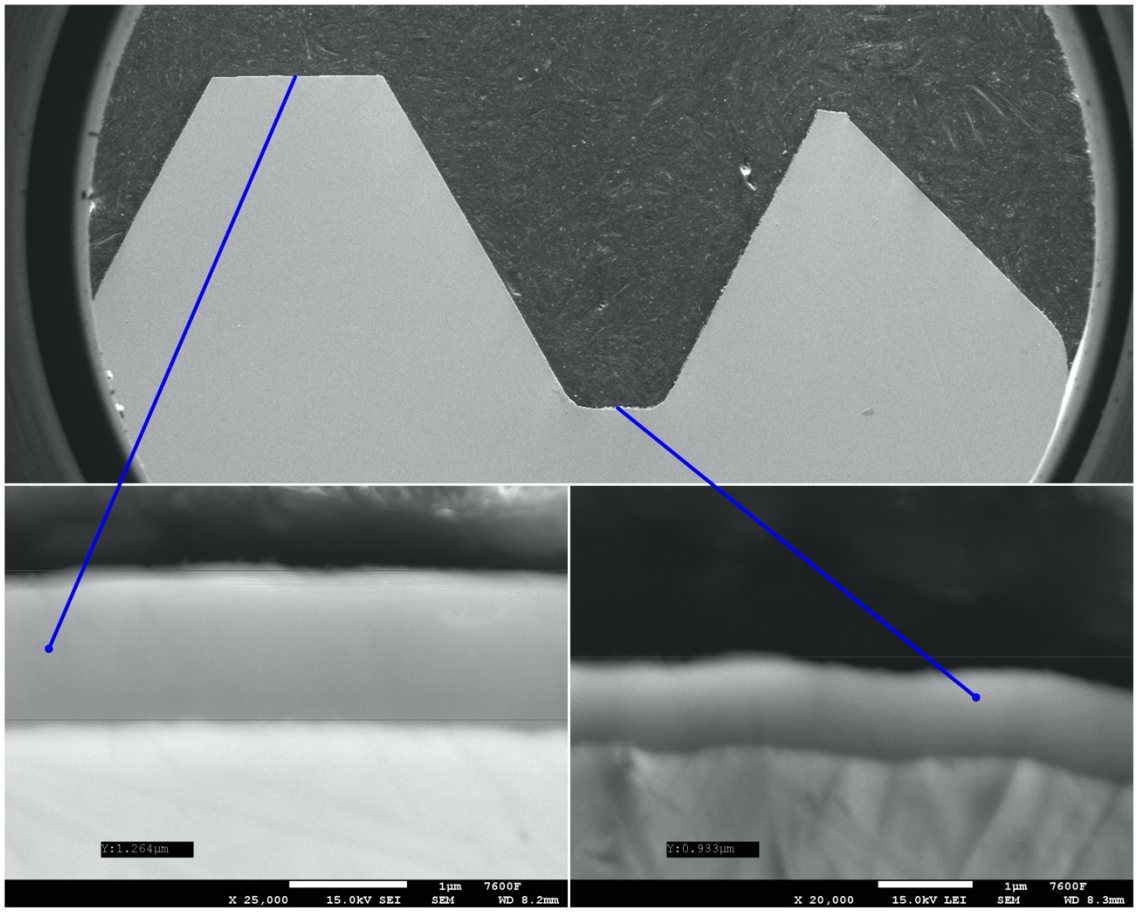
Obr. 36 Místa měření tloušťky povlaku na zubech závitu; H–hlava, P–pata



Obr. 37 Nedokonalé obrobení závitu 15/M5

Tab. 12 Tloušťka povlaku TiAlN na hlavě a patě zubu

NAMĚŘENÉ HODNOTY TiAlN								
PRŮCHOZÍ SE ZÁVITEM (PZ)								
Číslo vzorku	**Hlava 1 [µm]**	**Pata 1 [µm]**	**Hlava 2 [µm]**	**Pata 2 [µm]**	**Hlava 3 [µm]**	**Pata 3 [µm]**	**Hlava střed [µm]**	**Pata střed [µm]**
8/M18	1,264	0,933	1,245	0,858	1,219	0,797	Hlava 3, Pata 3	
8/M6	0,980	0,661	0,669	0,348	0,563	0,150	0,488	0
8/M4	0,713	0,541	0,400	0,281	0,285	0,090	0,241	0



Obr. 38 Měřené tloušťky povlaku TiAlN, průchozí díra se závitem M18; přehled měření (nahoře), hlava 1 (vlevo dole), pata 1 (vpravo dole)

V Tab. 12 jsou naměřené tloušťky povlaku TiAlN na hlavách a patách zubů závitů. Konkrétní místa, kde byly na vzorku 8/M18 měřeny tloušťky povlaku na hlavě a patě č. 1 jsou na Obr. 38. Tloušťka povlaku TiAlN na hlavách a patách klesala, čím byla vzdálenost zubů od kraje větší, stejně jako tomu bylo v případě povlaku TiN. Pokles tlouštěk oproti

naměřeným hodnotám v Tab. 11 nebyl tolik výrazný, což bylo zapříčiněno menší délkou závitu. Délka závitu u zkoumaného povlaku TiAlN byla 8 mm, zatímco u povlaku TiN byla 15 mm. U vzorku 8/M18 byly hodnoty na prostřední hlavě a patě stejné jako hodnoty naměřené na hlavě a patě č. 3, jelikož zub č. 3 je právě prostřední na celém závitu. U vzorků 8/M6, M4 byly na prostředních patách naměřeny nulové hodnoty tloušťky povlaku TiAlN, které byly stejně jako v případě TiN způsobeny stíněním hlav závitu.

Závěr

Cílem diplomové práce bylo mezi sebou porovnat biokompatibilní povlaky TiN a TiAlN a zhodnotit jejich homogenitu na přesně definovaných otvorech. Homogenitu vybraných povlaků ovlivňoval především charakter přesně určených děr, které byly vyvrtány do šablony z korozivzdorné oceli. Díry na šablonách byly buď průchozí či neprůchozí a byly či nebyly opatřeny závitem. Dále homogenitu povlaků dle předpokladu výrazně ovlivnil „line-of-sight“, který způsobil stínění.

Na světelném mikroskopu byly analyzovány všechny druhy děr a na základě vizuální kontroly byla vytvořena tabulka, která je rozdělila na vyhovující, nevyhovující a na ty, které byly na hranici použitelnosti. Pro každou z těchto kategorií byly vybrány vzorky pro pozorování na elektronovém mikroskopu.

Dále bylo měřeno, v jaké hloubce klesne tloušťka povlaku pod 1 µm a kde klesne o 1 µm oproti hodnotě naměřené na kraji příslušného otvoru. Měření potvrdila, že u průchozích děr bez závitu s průměrem ≥ 8 mm a délce 15 mm neklesne tloušťka povlaku TiN a TiAlN na nulovou hodnotu ani ve středu jejich délky. Tloušťka povlaku TiN klesla u průchozích i neprůchozích otvorů pod 1 µm. Tloušťka obou povlaků klesla za daných parametrů depozice ve středu otvorů vždy na nulovou hodnotu u průchozích i neprůchozích děr s průměrem ≤ 6 mm. Tloušťka v dírách bez závitu, na které byl deponován povlak TiAlN, klesla vždy až na jednu výjimku pod 1 µm. Díra, kde byla tloušťka povlaku na celém povrchu větší než 1 µm, byla pouze průchozí bez závitu o průměru 18 mm a délce 15 mm.

Co se týče vzorků se závitem, tak v případě vzorku 15/M14, který byl povlakován TiN, došlo k poklesu na nulové hodnoty už na druhém zubu, u dalších vzorků byly naměřené nulové hodnoty až na zubu prostředním. U vzorku 15/M5 bylo při analýze povlaku na elektronovém mikroskopu zjištěno, že došlo k nedokonalému obrobení závitu, což znemožnilo měření tloušťky povlaku TiN na patě a hlavě závitu tohoto vzorku. Na základě naměřených hodnot na vzorku 8/M18 lze považovat povlak TiAlN v příslušném otvoru homogenní. Pro ověření tohoto tvrzení by bylo ale nutné změřit tloušťky na všech hlavách a patách po celé délce díry.

Pro porovnání byla také změřena tloušťka povlaků TiN a TiAlN na povrchu ocelové šablony, naměřené hodnoty jsou ale skoro dvojnásobné v porovnání s tloušťkami na zkoumaných površích děr. Tento rozdíl je zapříčiněn tím, že povrch součásti byl prostřednictvím „line-of sight“ vystaven depozici o podstatně delší čas.

Pro komplexní posouzení homogenity povlaků TiN a TiAlN v příslušných otvorech by bylo vhodné provést další měření na elektronovém mikroskopu. Vizuální kontrola na světelném mikroskopu totiž označila za vyhovující i povlaky, které byly na elektronovém mikroskopu vyhodnoceny jako značně nehomogenní. Bylo by vhodné analyzovat i menší tloušťky desky, aby došlo k souhrnnému posouzení homogenity povlaků TiN a TiAlN v závislosti na velikosti otvoru a délce díry.

Seznam použité literatury

[1] HUMÁR, Anton. Materiály pro řezné nástroje [online]. Brno, 2006 [cit. 2020-02-09]. Dostupné z: http://ust.fme.vutbr.cz/obrabeni/opory-save/mat_pro_rez_nastroje/materialy_pro_rezne_nastroje_v2.pdf

[2] DENG, Yang, Wanglin CHEN, Bingxin LI, Chengyong WANG, Tongchun KUANG a Yanqiu LI. Physical vapor deposition technology for coated cutting tools: A review. Ceramics International. 2020, 46(11), 18373-18390. DOI: 10.1016/j.ceramint.2020.04.168. ISSN 02728842. Dostupné také z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0272884220311123

[3] HUGHES, Matt. What is PVD coating? [online]. In: . [cit. 2020-06-20]. Dostupné z: http://www.semicore.com/what-is-pvd-coating

[4] SELVAKUMAR, N., Harish C. BARSHILIA, E.V. BORISOV, I.A. POLOZOV, D.V. MASAYLO a A.V. ORLOV. Review of physical vapor deposited (PVD) spectrally selective coatings for mid- and high-temperature solar thermal applications: A Review of the Literature. Solar Energy Materials and Solar Cells [online]. 2012, 98, 1-23 [cit. 2020-06-20]. DOI: 10.1016/j.solmat.2011.10.028. ISSN 09270248. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927024811005939

[5] Physical Vapor Deposition (PVD). In: Sigma-Aldrich [online]. [cit. 2020-07-12]. Dostupné z: https://www.sigmaaldrich.com/materials-science/material-science-products.html?TablePage=108832720

[6] MAREŠ, P., P. PLÍHAL, M. MÍČKA a P. PEČENÝ. Model ohřevu rotujících vřeten v depoziční aparatuře pomocí ANSYS Fluent [online]. Květen 2017 [cit. 2020-07-15]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/319876813_Model_ohrevu_rotujicich_vreten_v_depozicni_aparature_pomoci_ANSYS_Fluent

[7] Self-shadowing of 3D Objects in PVD and its Modeling. In: Tin Model LLC [online]. [cit. 2020-07-15]. Dostupné z: http://www.tinmodel.com/Newsletter-10-2017.html

[8] Why it is Important for CVD Coatings to have a Thickness Range? In: AZO MATERIALS [online]. [cit. 2020-07-15]. Dostupné z: https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=17545

[9] LIBRA, Martin. Naprašování tenkých vrstev. Časopis Elektro [online]. 2003(07) [cit. 2020-02-09]. Dostupné z: http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/naprasovani-tenkych-vrstev--14441

[10] GEYAO, Lan, Deng YANG, Chen WANGLIN a Wang CHENGYONG. Development and application of physical vapor deposited coatings for medical devices: A review. Procedia CIRP. 2020, 89(1-2), 250-262. DOI: 10.1016/j.procir.2020.05.149. ISSN 22128271. Dostupné také z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2212827120305242

[11] KANTAR, Filip. PVD povlaky nové generace. Brno, 2015. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně. Vedoucí práce Ing. Aleš Jaroš.

[12] FITL, Přemysl, Jan VLČEK, Eva MAREŠOVÁ a Šárka HAVLOVÁ. Naprašování [online]. [cit. 2020-02-09]. Dostupné z: https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/0040~~84sPC1FITcksAQA.pdf?redirected

[13] BUNSHAH, R. F. Handbook of hard coatings: deposition technologies, properties and applications. Norwich, N.Y.: William Andrew Pub., c2001. Materials science and process technology series. ISBN 978-081-5514-381.

[14] MATTOX, Donald M. Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing. 2. vydání. Elsevier Books, 2010. ISBN 978-0-8155-2037-5.

[15] Tenké vrstvy [online]. [cit. 2020-07-11]. Dostupné z: https://www.opi.zcu.cz/tenke_vrstvy_fel_1.pdf

[16] TRACTON, Arthur A. Coatings Technology Handbook. Third edition. CRC Press, 2005. ISBN 9781574446494

[17] Chemical Vapor Deposition Process. In: Drop Wise Technologies Corp. [online]. [cit. 2020-03-02]. Dostupné z: https://drop-wise.com/technology/

[18] TAILLANDIER, Virgil. High speed imaging detectors with diamond dynode materials. 2013. Doktorská práce.

[19] BAUM, Thomas H. a Paul B. COMITA. Laser-induced chemical vapor deposition of metals for microelectronics technology. Thin Solid Films. 1992, 218(1-2), 80-94. DOI: 10.1016/0040-6090(92)90907-S. ISSN 00406090. Dostupné také z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/004060909290907S

[20] Povlakování nástrojů metodou PACVD. MM Průmyslové spektrum [online]. 23.04.2008, 2008(4), 60 [cit. 2020-07-13]. Dostupné z: https://www.mmspektrum.com/clanek/povlakovani-nastroju-metodou-pacvd.html

[21] ARCHER, N.J. The plasma-assisted chemical vapour deposition of TiC, TiN and TiCxN1−x. Thin Solid Films. 1981, 80(1-3), 221-225. DOI: 10.1016/0040-6090(81)90225-X. ISSN 00406090. Dostupné také z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/004060908190225X

[22] ŠKORPÍKOVÁ, Lucie. Vliv základního materiálu a přípravy povrchu na mechanické vlastnosti povlaků operačních instrumentárií. Praha, 2018. Bakalářská práce. České vysoké učení technické v Praze.

[23] Keramické povlaky. PLAZMAMETAL [online]. [cit. 2020-07-11]. Dostupné z: https://www.plasmametal.cz/keramicke-povlaky

[24] Biomaterial & Medical Devices. Biolin Scientific [online]. [cit. 2020-06-22]. Dostupné z: https://www.biolinscientific.com/surface-treatments-and-coatings/biomaterial-and-medical-devices

[25] Ceramic Coating. A1 medical GmbH [online]. [cit. 2020-06-22]. Dostupné z: https://www.a1-medical.com/Ceramic_Coating_.html

[26] HAUERT, R., K. THORWARTH, G. THORWARTH, I.A. POLOZOV, D.V. MASAYLO a A.V. ORLOV. An overview on diamond-like carbon coatings in medical applications: A Review of the Literature. Surface and Coatings Technology [online]. 2013, 233, 119-130 [cit. 2020-06-20]. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2013.04.015. ISSN 02578972. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0257897213003472

[27] YILDIZ, F., A.F. YETIM, A. ALSARAN a I. EFEOGLU. Wear and corrosion behaviour of various surface treated medical grade titanium alloy in bio-simulated environment: A review. Wear. 2009, 267(5-8), 695-701. DOI: 10.1016/j.wear.2009.01.056. ISSN 00431648. Dostupné také z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0043164809002439

[28] MATOUŠEK, Michal. Problematika technologičnosti konstrukce 3D tisku metodou FDM. Praha, 2017. Bakalářská práce. České vysoké učení technické v Praze.

[29] HRDLIČKA, Vojtěch. Možnosti využití 3D tisku a nových technologií ve zdravotnictví. Kladno, 2018. Diplomová práce. České vysoké učení technické v Praze.

[30] TAN, X.P., Y.J. TAN, C.S.L. CHOW, S.B. TOR a W.Y. YEONG. Metallic powder-bed based 3D printing of cellular scaffolds for orthopaedic implants: A state-of-the-art review on manufacturing, topological design, mechanical properties and biocompatibility. Materials Science and Engineering: C. 2017, 76, 1328-1343. DOI: 10.1016/j.msec.2017.02.094. ISSN 09284931. Dostupné také z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0928493116315235

[31] ZHAO, Rijie, Jianrong GAO, Hanlin LIAO, Nouredine FENINECHE a Christian CODDET. Selective laser melting of elemental powder blends for fabrication of homogeneous bulk material of near-eutectic Ni–Sn composition: A Review of the Literature. Additive Manufacturing [online]. 2020, 34, 1-9 [cit. 2020-05-17]. DOI: 10.1016/j.addma.2020.101261. ISSN 22148604. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2214860420306333

[32] SUFIIAROV, V.Sh., A.A. POPOVICH, E.V. BORISOV, I.A. POLOZOV, D.V. MASAYLO a A.V. ORLOV. The Effect of Layer Thickness at Selective Laser Melting: A Review of the Literature. Procedia Engineering [online]. 2017, 174, 126-134 [cit. 2020-05-17]. DOI: 10.1016/j.proeng.2017.01.179. ISSN 18777058. Dostupné z: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1877705817301790

[33] Začínáme s 3D tiskem kovů #2: Technologie 3D tisku kovů (SLM). Konstruktér.cz [online]. 23. 11. 2016 [cit. 2020-05-03]. Dostupné z: https://www.konstrukter.cz/zaciname-s-3d-tiskem-kovu-2-technologie-3d-tisku-kovu-slm/

[34] Selective Laser Melting (SLM). In: ResearchGate [online]. Květen 2017 [cit. 2020-05-03]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/profile/Lorenz_Sigl/publication/317369520/figure/fig1/AS:616365589270530@1523964416316/Selective-Laser-Melting-SLM-a-technology-principle-b-process-during-operation-and.png

[35] 1.4542. METALCORE [online]. [cit. 2020-07-04]. Dostupné z: http://www.metalcor.de/en/datenblatt/34/

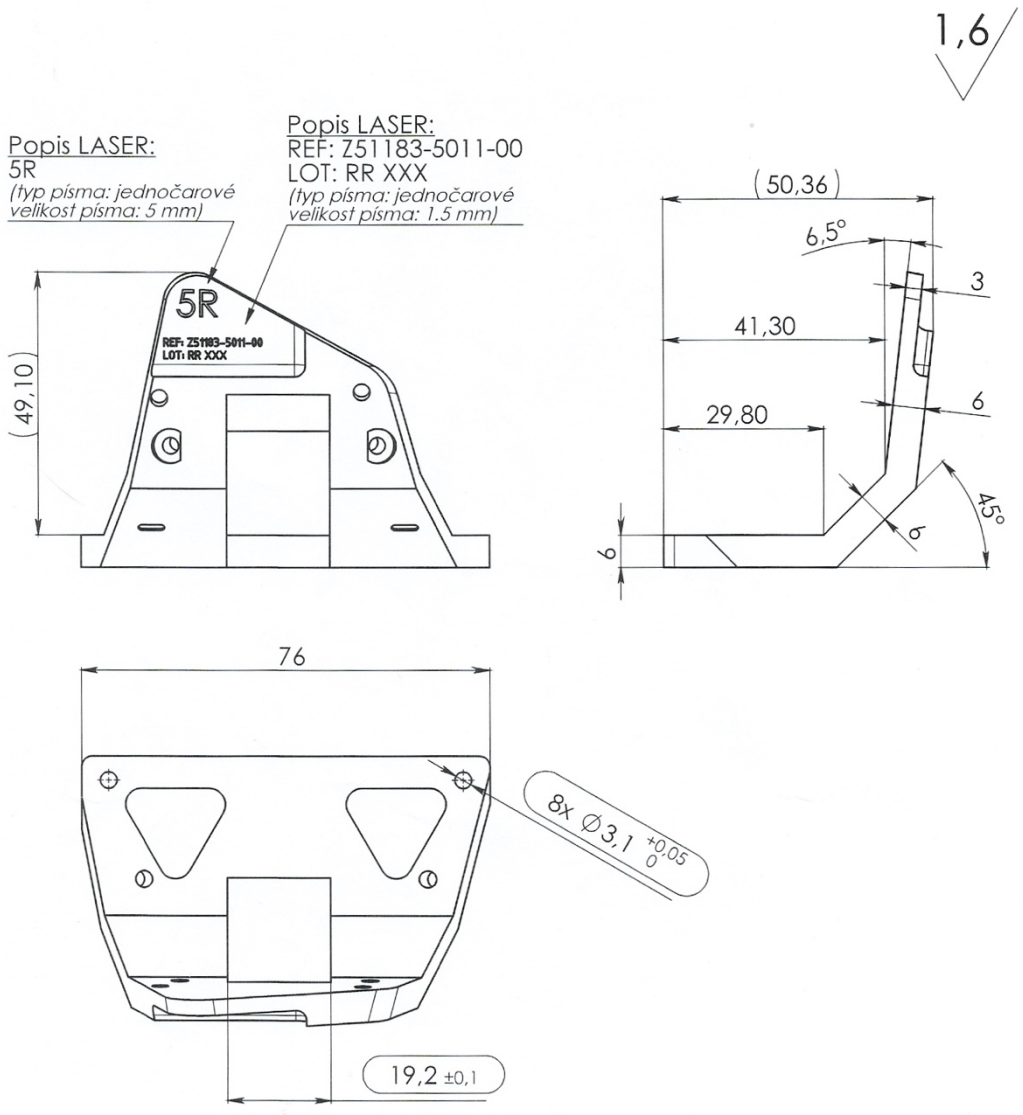
[36] Výkonné vrtací nástroje – vysoká produktivita obrábění. MM Spektrum [online]. [cit. 2020-03-02]. Dostupné z: https://www.mmspektrum.com/clanek/vykonne-vrtaci-nastroje-vysoka-produktivita-obrabeni-2.html

[37] GLOCKER, David A. a Shrirang V. RANADE. Medical Coatings and Deposition Technologies. Salem, Massachusetts: Scrivener Publishing, 2016. ISBN 978-1-118-03194-0.

[38] VAN HOVE, Ruud P., Inger N. SIEREVELT, Barend J. VAN ROYEN a Peter A. NOLTE. Titanium-Nitride Coating of Orthopaedic Implants: A Review of the Literature. BioMed Research International [online]. 2015, 2015, 1-9 [cit. 2020-07-26]. DOI: 10.1155/2015/485975. ISSN 2314-6133. Dostupné z: http://www.hindawi.com/journals/bmri/2015/485975/

Přílohy

Příloha 1 Technická dokumentace dodaná společností Prospon s.r.o. – přípravek vyrobený pomocí technologie 3D tisku

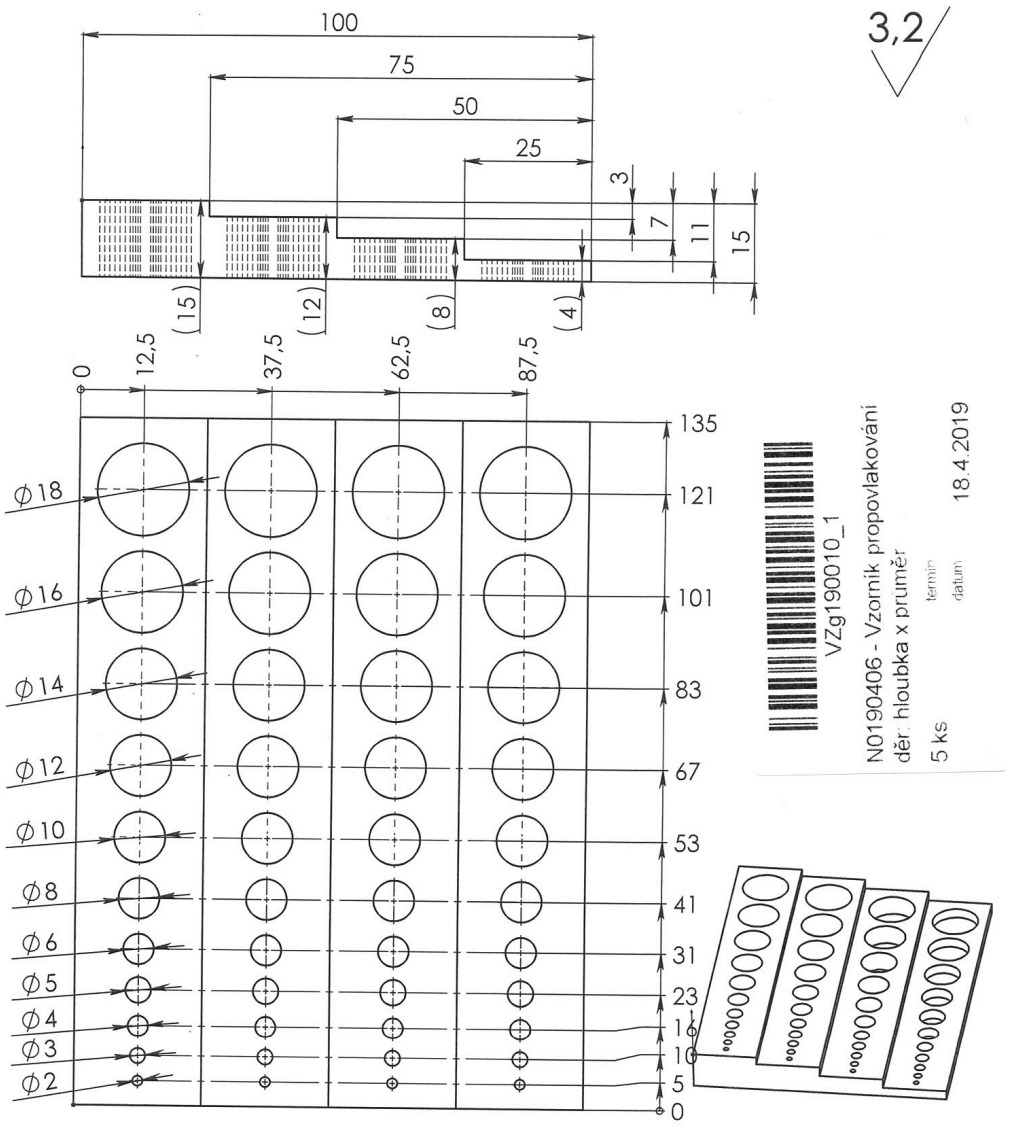


POZNÁMKA: 3D tisk.
Otvory 3 přestružit ručně.
Povrch omílat.

JEN PRO INFORMACI

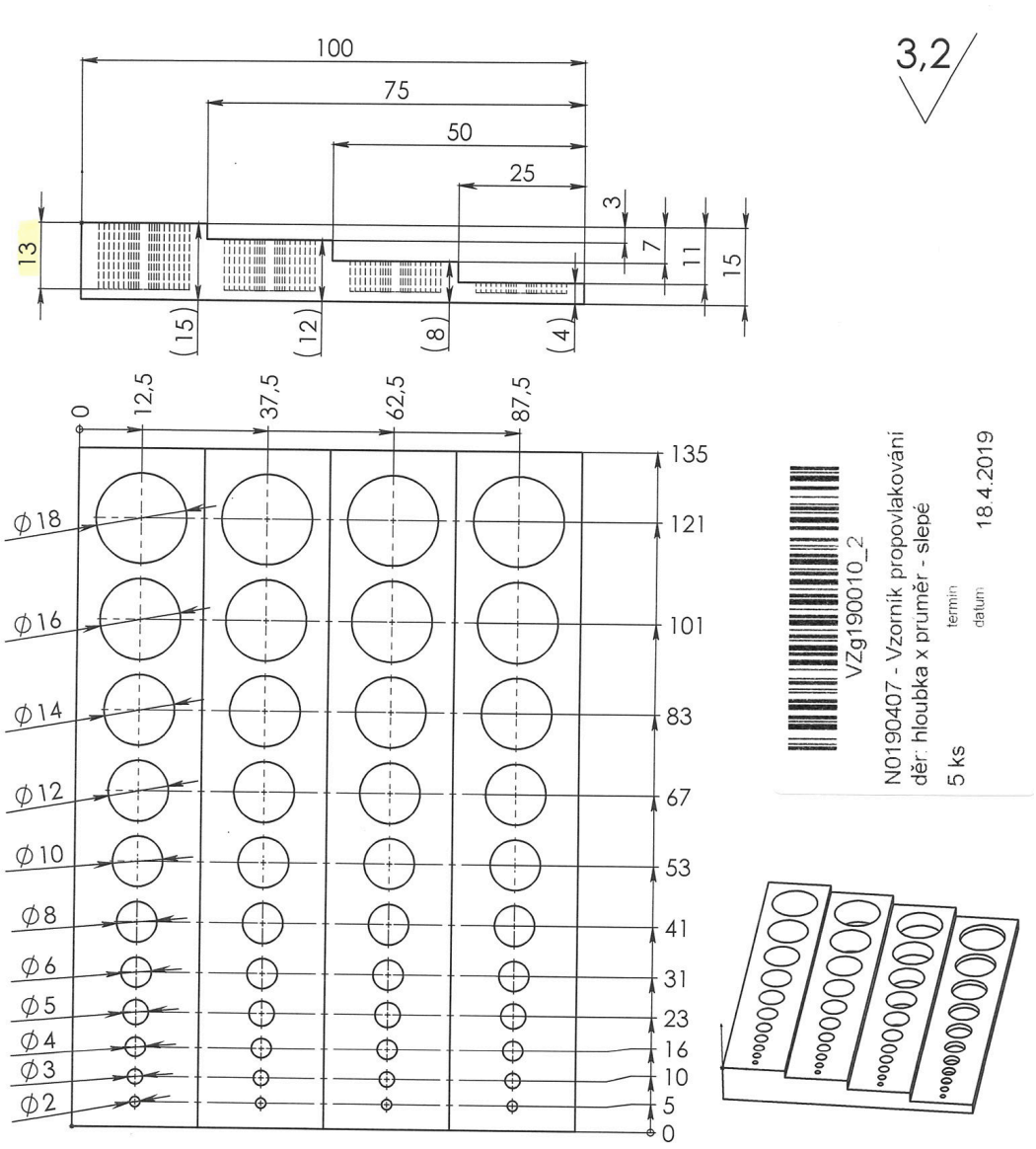
Materiál: Ti-6Al-4V ELI (ASTM F3001-14)		Modeloval:	13.2.2019	Vodička	ProSpon ProSpon
Dop. polot.:		Kreslil:	13.2.2019	Vodička	
Rozměry výr.: 76 x 56 x 51		Schválil:	13.2.2019	Sibr	
Povrchová úprava: ANODICKY BARVIT, BARVA ZELENÁ / GREEN (95V)				Hmotnost: 87.30 g	Datum; autor; písmeno a popis posledních revizí / zdrojové č. Výkres dosud beze změny.
Měřítko kresl.: 1:1	Měřítko tisku:	Promítání:	Tolerování: ISO 8015 Drsnost uváděna v Ra Přesnost: ISO 2768 - mK		Číslo souboru: 00018092 / List / Listů: 1 / 1
Název výkresu: Šablona pro interkondyl 5R 3D tisk				Číslo výkresu: Z 511 83-5011-00	Revize: 0

Příloha 2 Technická dokumentace dodaná společností Prospon s.r.o. – vzorník pro povlakování děr (průchozí bez závitů)



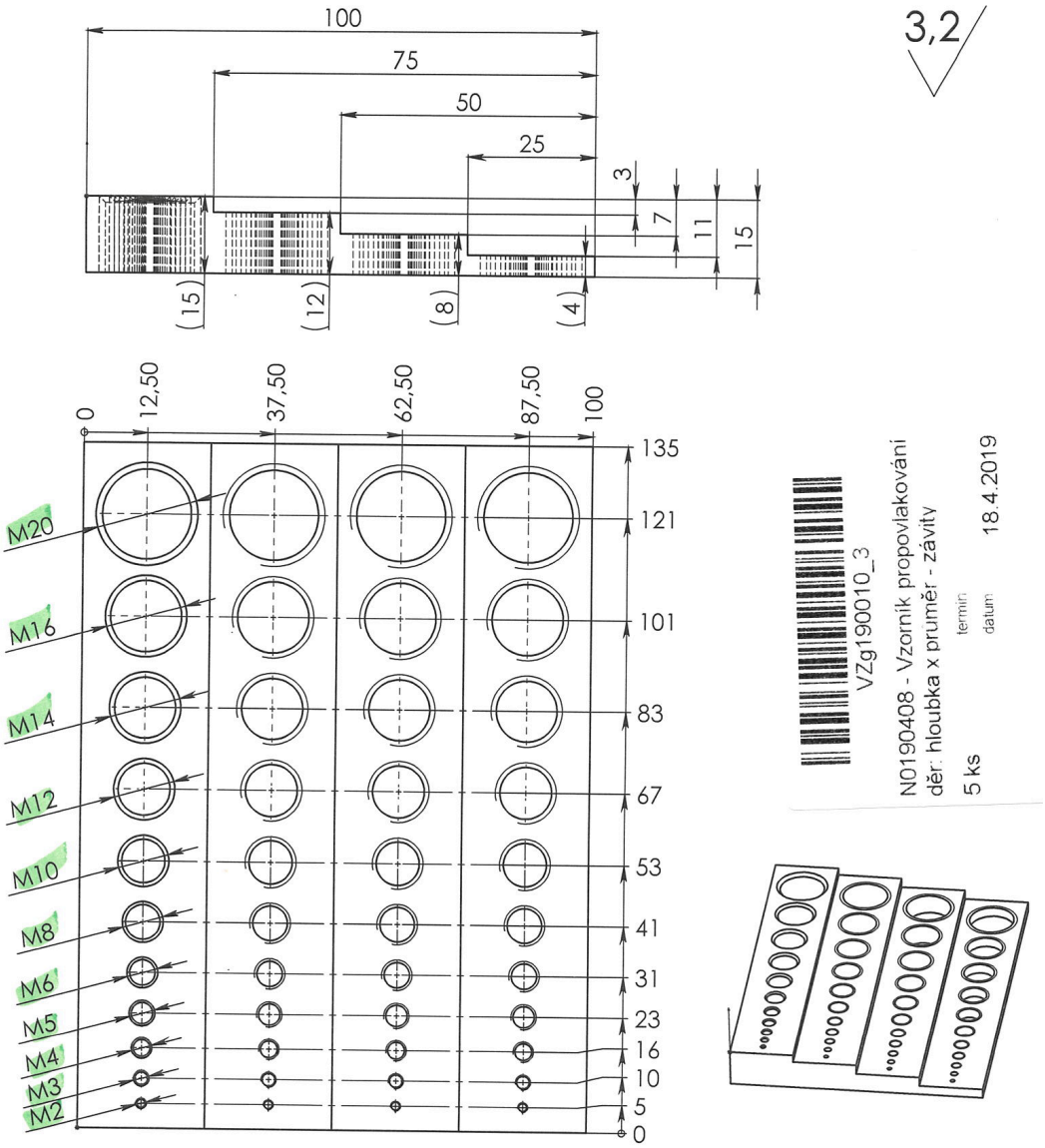
Materiál: AKVH (1.4542)		Modeloval:	18.4.2019	Dolejší	ProSpon ProSpon
Dop. polot.: Doplní technologie		Kreslil:	18.4.2019	Dolejší	
Rozměry výr.: 15 x 100 x 135		Schválil:	18.4.2019	Admin-D	
Povrchová úprava: BEZ POVRCHOVÉ ÚPRAVY				Hmotnost: g	Datum; autor; písmeno a popis posledních revizí / zdrojové č. Výkres dosud beze změny.
Měřítko kresl.: 1:1	Měřítko tisku: (doplnit ručně dle skut.)	Promítání:	Tolerování: ISO 8015 Drsnost uváděna v Ra Přesnost: ISO 2768 - mK		Číslo souboru: 00018406 / List / Listů: 1 / 1
Název výkresu: **Vzorník pro povlakování děr: hloubka x průměr**					Číslo výkresu: **N 019 0406** / Revize: **0**

Příloha 3 Technická dokumentace dodaná společností Prospon s.r.o. – vzorník pro povlakování děr (neprůchozí bez závitů)



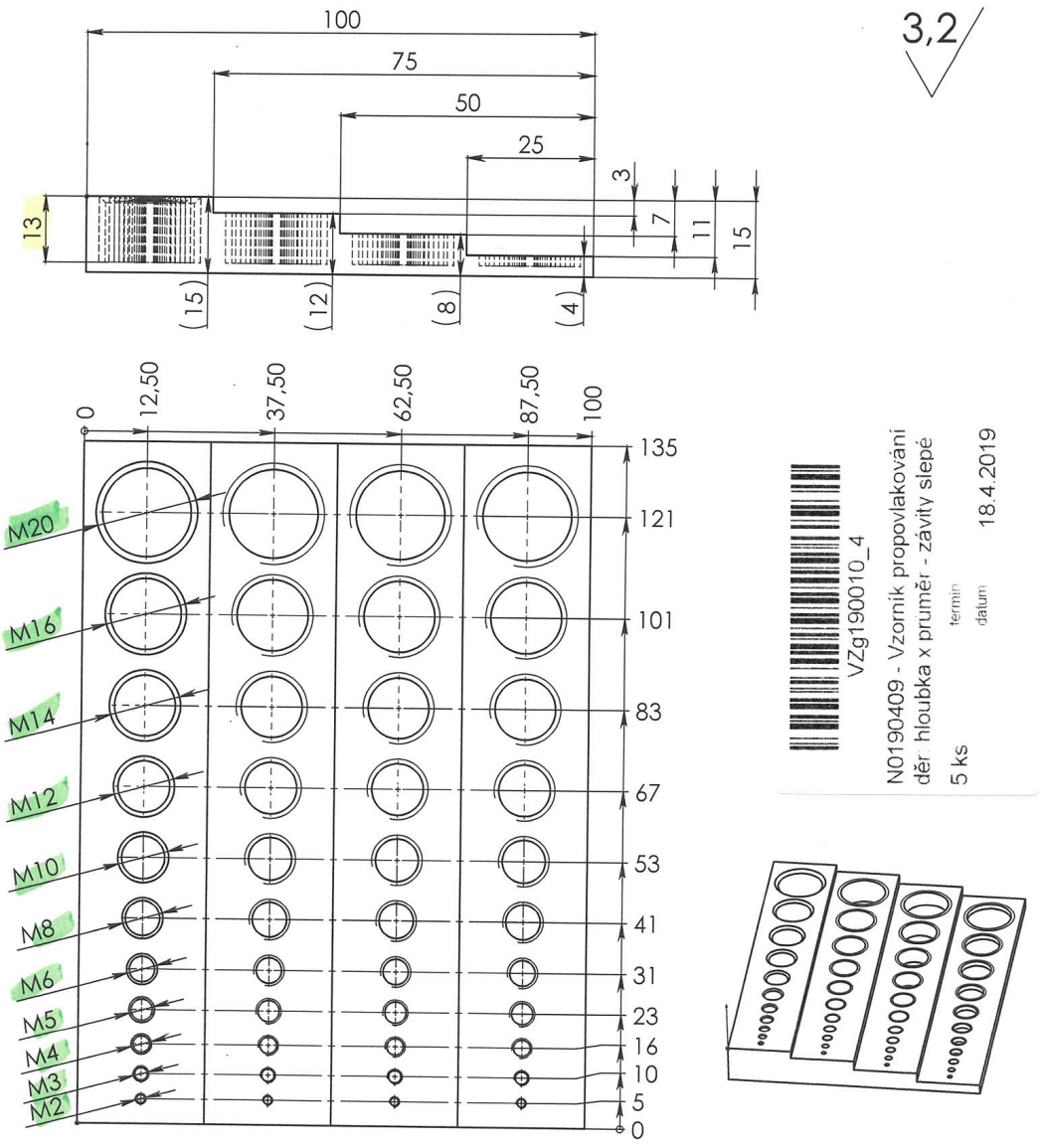
Materiál: AKVH (1.4542)		Modeloval:	18.4.2019	Dolejší	ProSpon ProSpon
Dop. polot.: Doplní technologie		Kreslil:	18.4.2019	Dolejší	
Rozměry výr.: 15 x 100 x 135		Schválil:	18.4.2019	Admin-D	
Povrchová úprava: BEZ POVRCHOVÉ ÚPRAVY				Hmotnost: g	Datum; autor; písmeno a popis posledních revizí / zdrojové č. Výkres dosud beze změny.
Měřítko kresl.: 1:1	Měřítko tisku: (doplnit ručně dle skut.)	Promítání:	Tolerování: ISO 8015 Drsnost uváděna v Ra Přesnost: ISO 2768 - mK		Číslo souboru: 00018497 / List / Listů: 1 / 1
Název výkresu: Vzorník propovlakování děr: hloubka x průměr - slepé					Číslo výkresu: N 019 0407 / Revize: 0

Příloha 4 Technická dokumentace dodaná společností Prospon s.r.o. – vzorník pro povlakování děr (průchozí se závitem)



Materiál: AKVH (1.4542)		Modeloval:	18.4.2019	Dolejší	ProSpon ProSpon
Dop. polot.: Doplní technologie		Kreslil:	18.4.2019	Dolejší	
Rozměry výr.: 15 x 100 x 135		Schválil:	18.4.2019	Admin-D	
Povrchová úprava: BEZ POVRCHOVÉ ÚPRAVY				Hmotnost: g	Datum; autor; písmeno a popis posledních revizí / zdrojové č. Výkres dosud beze změny.
Měřítko kresl.: 1:1	Měřítko tisku: (doplnit ručně dle skut.)	Promítání:	Tolerování: ISO 8015 Drsnost uváděna v Ra Přesnost: ISO 2768 - mK		Číslo souboru: 00018496 / List / Listů: 1 / 1
Název výkresu: Vzorník propovlakování děr: hloubka x průměr - závity					Číslo výkresu: N 019 0408 / Revize: 0

Příloha 5 Technická dokumentace dodaná společností Prospon s.r.o. – vzorník pro povlakování děr (neprůchozí se závitem)



Materiál: AKVH (1.4542)		Modeloval:	18.4.2019	Dolejší	ProSpon ProSpon
Dop. polot.: Doplní technologie		Kreslil:	18.4.2019	Dolejší	
Rozměry výr.: 15 x 100 x 135		Schválil:	18.4.2019	Admin-D	
Povrchová úprava: BEZ POVRCHOVÉ ÚPRAVY				Hmotnost: g	Datum; autor; písmeno a popis posledních revizí / zdrojové č. Výkres dosud beze změny.
Měřítko kresl.: 1:1	Měřítko tisku: doplnit ručně dle skut.	Promítání:	Tolerování: ISO 8015 Drsnost uváděna v Ra Přesnost: ISO 2768 - mK		Číslo souboru: 00018496 / List / Listů: 1 / 1
Název výkresu: Vzorník propovlakování děr: hloubka x průměr - závity slepé					Číslo výkresu: N 019 0409 / Revize: 0