

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

DOPOVÁNÍ TITANOVÝCH MATERIÁLŮ DUSÍKEM
NITROGEN DOPED TITANIUM MATERIALS

AUTOR: Marek Augulis

STUDIJNÍ PROGRAM: Výroba a ekonomika ve strojírenství

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Zdeněk Tolde

PRAHA 2017

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Augulis** Jméno: **Marek** Osobní číslo: **434472**
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:

Dopování titanových materiálů dusíkem

Název bakalářské práce anglicky:

Titanium alloys by nitrogen ion implantation

Pokyny pro vypracování:

Cíl:

Vypracovat postup přípravy dopování titanových slitin dusíkem, připravit, změřit a vyhodnotit tribologické chování vzorků připravených za použití různé koncentrace dusíku a různé teploty. Zároveň provést vyhodnocení změny morfologie povrchu z měření na elektronovém mikroskopu.

Postup:

1. Literární rešerše na téma dopování titanových slitin dusíkem
2. Návrh experimentu
3. Experiment
4. Vyhodnocení, porovnání výsledků
5. Závěry

Seznam doporučené literatury:

- [1] BUDZYNSKI, P, et. al. Surface modification of Ti6Al-4V alloy by nitrogen ion implantation Wear, Volume 261
- [2] RAUTRAY, R, et. al Ion implantation of titanium based biomaterials Volume 56, Issue 8, 2011
- [3] BÖNISCH, M., et. al. Thermal stability and phase transformations of martensitic Ti-Nb alloys. Science and Technology of Advanced Materials. 2013-10-01, vol. 14, Issue 5

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

Ing. Zdeněk Tolde, ústav materiálového inženýrství FS

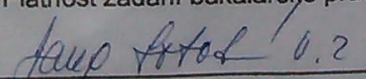
Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

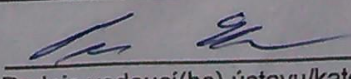
Ing. Petr Vlčák Ph.D., ústav fyziky FS

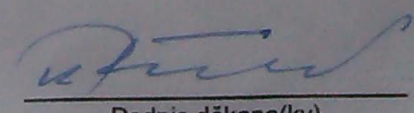
Datum zadání bakalářské práce: **24.04.2017**

Termín odevzdání bakalářské práce: **31.07.2017**

Platnost zadání bakalářské práce: _____


Podpis vedoucí(ho) práce

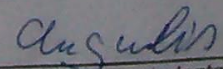

Podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry


Podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

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

28.4.2017
Datum převzetí zadání


Podpis studenta

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou Bakalářskou práci vypracoval samostatně a to výhradně s použitím pramenů a literatury uvedených v seznamu citované literatury. Nemám žádný závažný důvod proti užití školního díla ve smyslu §60 zákon č. 121/200 Sb., o právu autorském, právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorské zákony).

V Praze dne:.....

Podpis:.....

Anotace

Práce se zabývá vypracováním postupu dopování titanových materiálů dusíkem a následně měřením i vyhodnocením tribologických vlastností vzorků připravených za použití různých dávek dusíku a lišících se teplot žíhání. Zároveň je provedeno vyhodnocení změny morfologie povrchu. V první části jsou představeny základní informace o titanu a jeho slitinách, objasněn proces dopování a představen obor tribologie. Praktická část práce se zabývá přípravou vzorků a provedením pin-on-disc testů, stejně jako vyhodnocením a sledováním trendů u získaných dat o koeficientu tření a odolnosti proti opotřebení. U vybraných vzorků proběhlo pozorování morfologie povrchu pod elektronovým mikroskopem.

Klíčová slova

Titan, dusík, iontová implantace, tribologie, pin-on-disc, morfologie povrchu

Annotation

Bachelor thesis deals with the preparation of a procedure for doping titanium materials with nitrogen, preparing, measuring and evaluating the tribological properties of samples prepared using different doses of nitrogen and different annealing temperatures. At the same time, the surface morphology change is evaluated. The first part introduces basic information about titanium and its alloys, explains the doping process and introduces the field of tribology. The practical part deals with sample preparation and pin-on-disc tests, as well as evaluation and tracking of trends in the obtained coefficient of friction and wear resistance data. Selected samples were subjected to observation of surface morphology under an electron microscope.

Key words

Titanium, nitrogen, ion implantation, tribology, pin-on-disc, surface morphology

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucímu mé bakalářské práce Ing. Zdeňku Toldemu za jeho odborné vedení, rady, vstřícnost, celkovou výpomoc a trpělivost. Dále bych také rád poděkoval Ing. Petru Vlčákovi, Ph.D. za čas strávený při konzultacích, jeho odborný nadhled a poskytnuté informace.

Obsah

1	Úvod	9
2	Titan a jeho slitiny	10
2.1	CP-titan	12
2.2	α a near- α	14
2.3	$\alpha + \beta$	14
2.4	Ti-6Al-4V.....	14
2.5	β a pseudo- β slitiny.....	15
2.6	Ti-Nb.....	16
3	Dopování	18
3.1	Iontová implantace	18
3.1.1	Princip metody.....	19
3.1.2	Zařízení pro iontovou implantaci.....	22
3.1.3	Použití iontové implantace v průmyslu	23
3.1.4	Možné dopanty do titanu	24
3.1.5	Proč právě dusík.....	24
3.1.6	Struktura po dopování dusíkem	26
4	Tribologie	27
4.1	Tribologický systém.....	27
4.2	Tribologický proces	28
4.3	Kontaktní proces	29
4.4	Tření	29
4.4.1	Suché tření	30
4.4.2	Mezné tření	30
4.4.3	Kapalinové tření.....	30
4.4.4	Smíšené tření.....	31
4.5	Tribologické účinky	32
4.5.1	Abrazivní opotřebení	32
4.5.2	Adhezní opotřebení.....	32
4.5.3	Únava povrchů.....	33
4.5.4	Tribooxidace	33

4.5.5	Koroze.....	34
4.6	Tribologické zkoušky a jejich vyhodnocení	34
5	Experiment.....	37
5.1	Příprava vzorků	37
5.1.1	Substrát a jeho úpravy	37
5.1.2	Implantace dusíku do povrchu substrátu	38
5.2	Zkoumání tribologických vlastností vzorků.....	40
5.2.1	Pin-on-disc test	40
5.2.2	Způsob vyhodnocování koeficientu tření	41
5.2.3	Způsob vyhodnocování opotřebení disku	42
5.2.4	Způsob vyhodnocování opotřebení kuličky.....	43
5.3	Vyhodnocení morfologie povrchu	44
6	Výsledky a diskuse.....	46
6.1	Koeficient tření.....	46
6.2	Opotřebení vzorku.....	48
6.3	Opotřebení kuličky.....	49
6.4	Další závislosti	50
7	Závěr.....	51
8	Seznam zkratk, značek a symbolů	53
9	Zdroje	55
10	Seznam obrázků a grafů	58
11	Seznam tabulek.....	60

1 Úvod

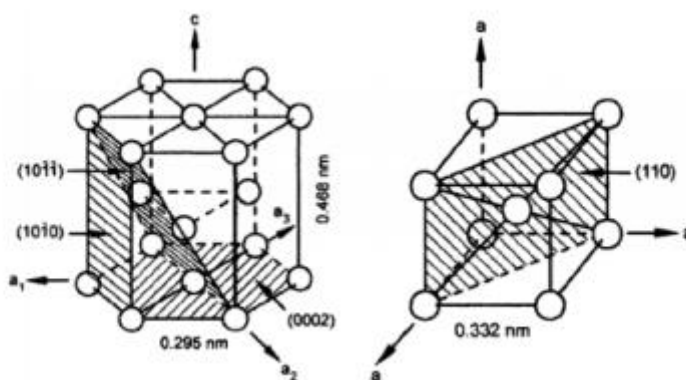
Titan a jeho slitiny nachází díky svým vlastnostem široké využití v mnoha odvětvích průmyslu, hlavně u náročných aplikací v letectví, kosmonautice, a zdravotnictví. Jejich výborná biokompabilita, korozní odolnost, nízká hustota, vysoká pevnost a modul pružnosti blížící se lidské kosti z nich dělají vhodný materiál pro použití jako kostní, kloubní a jiné implantáty. [1-4]

Problémem jsou však, kromě špatné zpracovatelnosti, hlavně nevhodné tribologické vlastnosti těchto materiálů, jako jsou vysoký koeficient tření a náchylnost k adheznímu opotřebení. Tyto negativní vlastnosti mají mimo jiné za následek sníženou životnost implantátů. V současné době se tedy zkoumají možnosti zlepšení těchto špatných vlastností a prodloužení funkčnosti pomocí úpravy povrchu, hlavně použitím povlaků nebo dopováním určitými prvky. Výhodou dopování je, že nevzniká žádná ostrá hranice přechodu mezi upravenou vrstvou a základním materiálem, jako u povlaků, ale plynule ovlivněná vrstva uvnitř základního materiálu, u které tím pádem nehrozí takové riziko odlamování. [1-6]

Experimentální část práce se tedy zabývá dopováním dusíku do titanových materiálů metodou iontové implantace a vyhodnocováním způsobených změn tribologických vlastností, konkrétně koeficientu tření a velikosti opotřebení za daných podmínek. Podle dostupných studií by se kromě zvýšení tvrdosti a korozní odolnosti povrchu měl hlavně snížit koeficient tření a velikost opotřebení. Za tato zlepšení může především fáze TiN, která se v dopované vrstvě formuje. Proces iontové implantace také výrazně mění morfologii povrchu. Vliv změny morfologie a její pozorování pomocí elektronového mikroskopu bude také předmětem práce.

2 Titan a jeho slitiny

Titan (Ti – Titanium) s atomovým číslem 22 je šedý až stříbrně bílý, lehký a polymorfní¹ kov. Taví se při 1700°C a při ohřátí nad 882° podstupuje alotropní transformaci z hexagonální α fáze na kubicky prostorově středěnou β fázi (obr. 1). Kromě vlastností vypsanych v předchozí podkapitole také například špatně vede teplo a elektický proud. Dá se tvářit za studena i za tepla. [8, 9, 15]



Obrázek. 1: Krystalová mřížka α (vlevo) a β fáze (vpravo) [14]

Titan se vyskytuje hojně napříč celým vesmírem. Jeho relativně vysoká koncentrace v zemské kůře 0,6% z něj dělá (po hliníku, železe a magnéziu) čtvrtý nejhojnější kov vhodný ke konstrukčním účelům. Je například 60x rozšířenější než měď. [8, 9, 15]

Objevění titanu v minerálu ilmenitu bylo oznámeno v roce 1791 geologem W. Gregorem v Anglii. dnes používaného názvu titan (po potomcích řecké bohyně země Gaii) se však dočkal o 4 roky později zásluhou M.H. Klaprotha. [8, 9, 15]

Přes své vysoké zastoupení v zemské kůře byl čistý kovový titan po dlouhou dobu velmi vzácným a drahým materiálem. Důvodem je skutečnost, že běžné hutní metody, které se využívají k výrobě jiných kovů, jsou v případě titanu neúčinné, díky ochotě titanu reagovat za zvýšené teploty s kyslíkem, vodíkem, uhlíkem a dusíkem. Hlavními zdroji titanu jsou minerály ilmenit (FeTiO_3 – oxid železo-titaničitý) a rutil (TiO_2 – oxid titaničitý). [8, 9]

Titan a jeho slitiny vykazují unikátní kombinaci mechanických i fyzikálních vlastností a koroze, což je předurčuje k použití pro náročné aplikace v letectví, kosmonautice, zdravotnictví, energetice, a všude jinde, kde se jeho použití vyplatí i přes vyšší pořizovací cenu ve srovnání s oceli a podobnými materiály. [7-9]

Poměr nízké hustoty (4,5 g/cm³ - poloviční oproti oceli, mědi a niklu, dvojnásobná oproti hliníku) a relativně vysoké pevnosti umožňuje výrobu menších, lehčích částí pro statické i dynamické použití, které také vytváří menší síly při rotaci a jiných pohybech. Těchto vlastností se využívá především u částí motorů a koster letadel. [7-9]

Titanové materiály disponují nízkým modulem pružnosti tahu, což snižuje problémy vzniklé cyklickým namáháním nebo ohýbáním. Obecně se modul pružnosti v tahu pohybuje kolem $E = 100 \text{ GPa}$ (zhruba poloviční oproti oceli), některé slitiny však dosahují $E < 60 \text{ GPa}$. Tato vlastnost se oceňuje především při výrobě kostních a kloubních implantátů, kde je potřeba, aby se použitý materiál co nejvíce podobal lidské kosti ($E = 30 \text{ GPa}$), aby docházelo k přirozenému rozložení napětí mezi implantátem a okolními kostmi. [7-9]

Titan a jeho slitiny vykazují výjimečnou chemickou a korozní odolnost díky tenké vrstvě oxidů (hlavně TiO_2), kterou si vytvářejí na povrchu. Jde o odolnou, dobře držící a chemicky stálou vrstvu, která má schopnost obnovit se po mechanickém poškození (pokud se v okolí nachází alespoň malé množství vzduchu nebo vody). Díky tomu odolává mořské vodě a široké škále roztoků solí a kyselin, kde by oceli (ani nerezové), meděné ani niklové slitiny nevydrželi. [7-9]

Největší nevýhodou Ti a jeho slitin je vysoká výrobní cena, 3x vyšší než u oceli.[8]

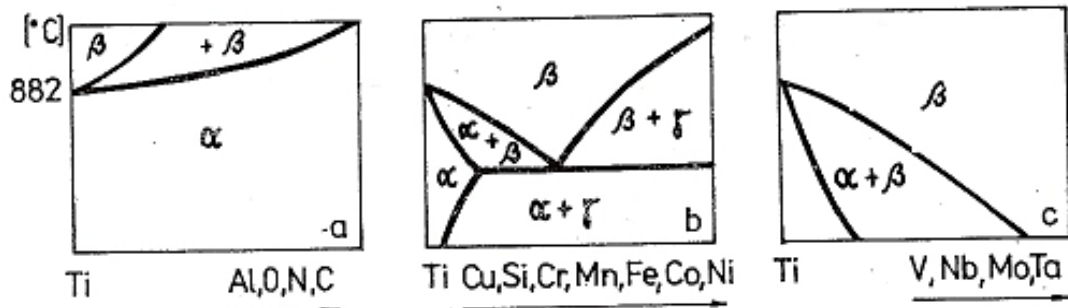
¹ Polymorfni kovy mají v pevném skupenství při různých teplotách různé typy mřížky.

Titan a jeho slitiny dělíme dle typu krystalické mřížky. CP titan (commercially pure – nelegovaný) a slitiny α disponují hexagonální krystalovou mřížkou. Nad teplotou alotropické přeměny (882°C) dochází k transformaci z hexagonální (HCP) na kubickou prostorově středěnou mřížku (BCC), která je typická pro krystalickou strukturu β titanových slitin. Dále se vyskytují slitiny near- α , $\alpha+\beta$ a metastabilní β . Na fázové složení v titanových slitinách má vliv především druh a obsah legujících a intersticiálních prvků, které ovlivňují výši teploty alotropické transformace (obr. 2). [8]

Tyto prvky lze rozdělit do skupin na:

- α stabilizátory (Al, O, N, C) - zvyšují transformační teplotu, rozšiřují oblast α .
- β stabilizátory stabilizují tuhý roztok β , snižují teplotu přeměny.
 - β eutektoidní (Cu, Si, Cr, Mn, Fe, Co, Ni)
 - β isomorfní (V, Nb, Mo, Ta)
- **Neutrální** prvky (Sn, Zn) – Pouze malý vliv.

Prvky, jako je Fe, Cu, Ni, Si, a B, jsou často přidávány do slitin pro zjemnění zrna a zlepšení mechanických i chemických vlastností. [9, 19]



Obrázek 2: Části rovnovážných diagramů (tuhý stav) [19]

2.1 CP-titan

Titanové materiály se podle ASTM normy dělí do skupin („Grades“) podle stupně čistoty, což platí jak pro technicky čistý titan, tak pro důležité slitiny. Technicky čistý (Commercially Pure) Titan v závislosti na množství příměsí (hlavně na kyslíku) dělí do Grades 1-4. [8] Množství přidávaných prvků a mechanické vlastnosti různých grades CP-Ti ukazuje tabulka 1.

Tabulka 1: Porovnání chemického složení a vlastností různých Grades čistého titanu [8]

Prvek [hm%]	Grade 1	Grade 2	Grade 3	Grade 4
O (max)	0,18	0,025	0,35	0,40
Fe (max)	0,2	0,3	0,3	0,5
N (max)	0,03		0,05	
C (max)	0,1			
H (max)	0,015			
Ti	Zbytek			
Mez pevnost v tahu (MPa)	241	345	448	552
Mez kluzu v tahu (MPa)	172	276	379	483
Youngův modul E (Gpa)	103			

Grade 1 je nejměkčí a nejhouževnatější. Disponuje nejlepší tvárností, výbornou odolností proti rázům a korozi. CP-Ti grade 1 se volí pro aplikace, kde je důležitá lehká tvárnost. Většinou v chemickém průmyslu. [10]

Grade 2 je díky vyváženosti pevnostních a plastických vlastností a přitom široké dostupnosti tahounem průmyslu s CP titanem. Má vlastnosti podobně Grade 1 a navíc je o něco pevnější a dobře svařitelná. Tyče a plechy z Grade 2 Ti se používají například ve stavebnictví, energetice a lékařství. [10]

Skupiny **Grade 3** a **Grade 4** jsou nejpevnější z CP titanu. Mají výbornou pevnost, korozní odolnost a jsou (stejně jako Grade 2) oblíbeným materiálem pro zubní a jiné malé implantáty (obr. 3). Pro použití na kostní a podobné velké implantáty se žádná Grade čistého titanu kvůli nízké pevnosti nehodí. [10]



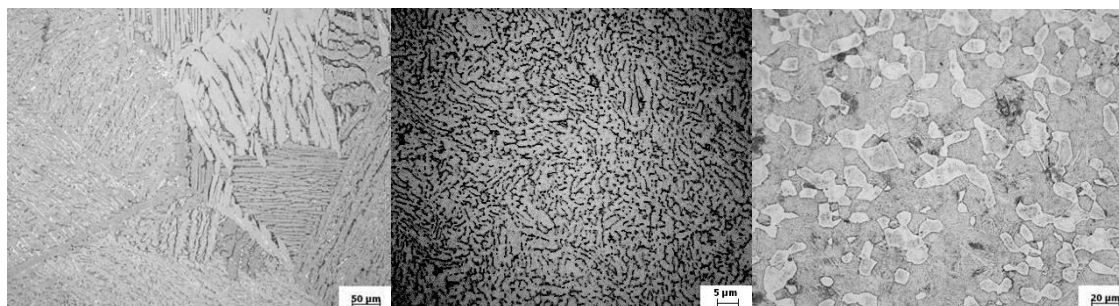
Obrázek 3: Dentální šrouby z CP Ti [11]

2.2 α a near- α

Titanové α slitiny jsou strukturně stabilní za vysokých teplot, odolné proti creepu a vysokoteplotní oxidaci do teploty 600 °C a mají vysokou houževnatost za nízkých teplot (do -200 °C). Slitiny α jsou podobné čistému titanu, ale za pokojových teplot mají lepší mechanické vlastnosti a dosahují pevnosti $R_m = 850 - 1050$ MPa a meze kluzu $R_{p0,2} = 850 - 950$ MPa. Nejčastější použití α slitin je v oblasti svařitelných výkovek, plechů, lopatek leteckých motorů a parních turbín. [9, 19]

2.3 $\alpha + \beta$

Přidání i poměrně malého množství β stabilizujících prvků způsobí dostatečné snížení teploty k tomu, aby se při pokojové teplotě vyskytovaly obě fáze. Při pokojové teplotě obsahují $\alpha + \beta$ slitiny 10 – 50% fáze β . Vlastnosti těchto slitin jsou závislé na množství β stabilizátorů a tepelném zpracování. V závislosti na podmínkách žíhání můžeme dostat různé druhy mikrostruktury – lamelární, duplexní nebo globulární (obr. 4). Na rozdíl od α slitin jsou tepelně vytvrditelné. Typické použití jsou lopatky a disky kompresorů. [9, 19]



Obrázek 4: Lamelární (vlevo), duplexní (uprostřed) a globulární (vpravo) mikrostruktura[19]

2.4 Ti-6Al-4V

Jedná se o dlouho používanou $\alpha + \beta$ slitinu. S téměř 50% celkového oběhu trhu s titanovými slitinami jde o zdaleka nejpoužívanější slitinu. Stejně jako ostatní $\alpha + \beta$ je schopná dodatečného vytvrzení pomocí tepelného zpracování. Mechanické vlastnosti čistého titanu nejsou dostatečné pro řadu aplikací, proto se častěji používají slitiny Ti-6Al-4V a Ti-6Al-4V ELI tabulka 3. Obě modifikace nabízí kombinaci vysoké pevnosti, nízké hustoty, dobré tvárnosti a korozní odolnosti. Ti-6Al-4V ELI má o něco nižší

obsah škodlivých prvků, hlavně kyslíku. Porováním mechanických vlastností ukazuje tabulka 2. [12, 9, 19]

Tabulka 2: *Mechanické vlastnosti Ti-6Al-4 slitin porovnání s čistým titanem [8]*

Slitina	Mez pevnosti v tahu (MPa)	Mez kluzu v tahu (MPa)	Youngův modul E (Gpa)	KV* [J]
CP-Ti grade 4	552	483	103	27
Ti-6Al-4V	896	827	114	27
Ti-6Al-4V ELI	862	793	114	40

* *Lomová houževnatost podle Charpyho zkoušky*

Obrázek 5 ukazuje možné použití této slitiny Ti-6Al-4V.



Obrázek 5: *Lebeční destička z Ti-6Al-4V [11],*

2.5 β a pseudo- β slitiny

Tyto slitiny nabízejí široké spektrum možností s ohledem na zpracování, mikrostrukturu a mechanické vlastnosti a jsou také nejrychleji rostoucím odvětvím titanových slitin v současnosti. Oproti slitinám $\alpha+\beta$ mají větší odezvu na tepelné zpracování, lepší únavovou odolnost a deformační vlastnosti, které souvisí s bcc mřížkou β -fáze. Další výhodou je možnost zpracování za nižších teplot. Díky výborné korozní odolnosti a nízkému modulu pružnosti v tahu nacházejí široké uplatnění hlavně v medicíně. Nevýhodami jsou nižší creepová odolnost, vyšší cena a relativně vyšší hustota. [9, 13, 19]

Beta slitiny lze rozdělit do dvou skupin

Metastabilní: jedná se o vysoce pevné β -slitiny. Zakalením z vysokých teplot zůstane ve struktuře β -fáze, která se při stárnutí rozpadá na jemnou α -fázi, což je doprovázeno nárůstem pevnosti. Některé se dají zpevnit až na $R_m = 1500$ Mpa. Jsou používanější než stabilní β -slitiny. [9, 13, 19]

Stabilní: jsou β -slitiny, které obsahují více β -stabilizátorů (30% a více). Stabilní β fáze se u těchto slitin vyskytuje při pokojové teplotě a přináší s sebou zvýšení hustoty a tedy i hmotnosti dílu. [9, 13, 19]

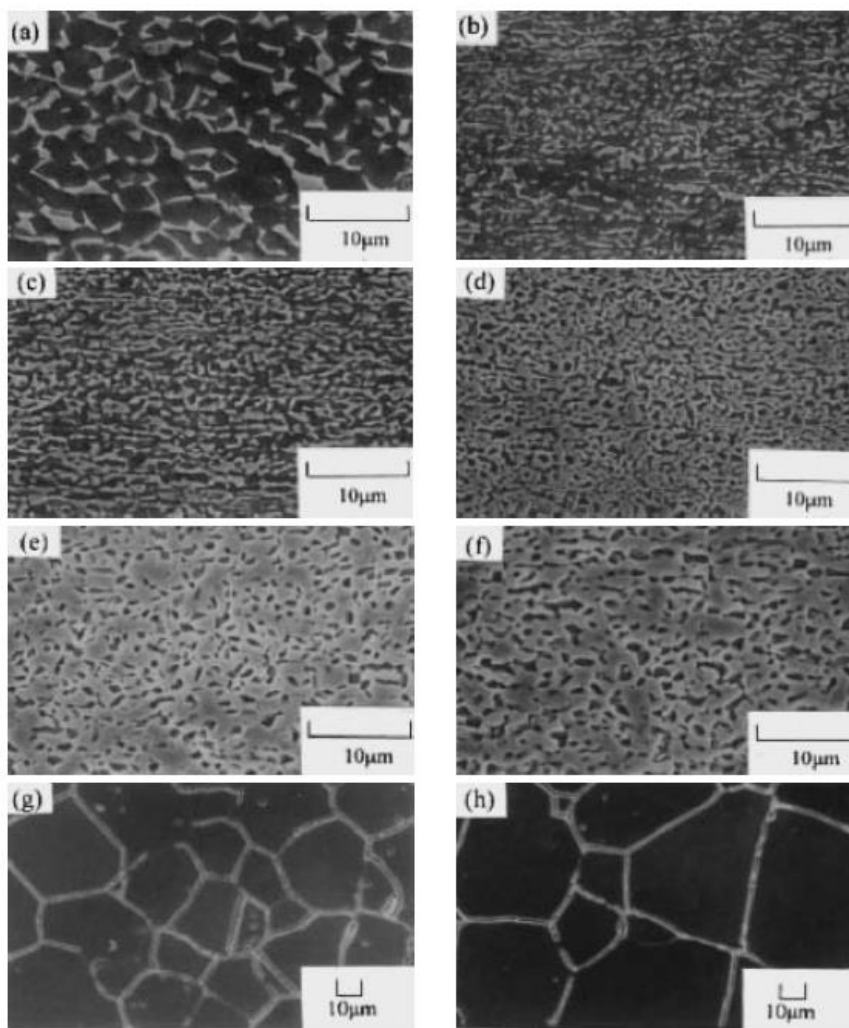
2.6 Ti-Nb

Z oblasti biomateriálu jsou niobem stabilizované β slitiny pravděpodobně nejperspektivnější oblastí výzkumu. Kromě dostatečné korozivzdornosti a biokompatibility disponují také výjimečně nízkým modul pružnosti v tahu, kterým se téměř přibližují lidské kosti (tabulka 3). Tyto vlastnosti ho předurčují k použití u kostních, kloubních a podobných náhrad. [9, 19]

Tabulka 3: Porovnání E různých biomateriálů [8]

Biomateriál	Modul pružnosti v tahu E (Gpa)
AISI 316L (nerez. ocel)	200
Ti-6Al-4V	114
CP-Ti	103
Ti-(20-50)Nb	< 60
lidská kost	30

Množství přidaného niobu má významný vliv na strukturu (obr. 6), která je zase úzce spjata s mechanickými vlastnostmi. Při obsahu 14% niobu se ve struktuře vyskytuje směs α i β fází. S rostoucím množstvím Nb roste poměr β fáze a při překročení 34% Nb se ve struktuře již α fáze prakticky nevyskytuje. Nejnižší E je podle studií při 26% Nb ve struktuře. [16]



(a) 14% Nb, (b) 18% Nb, (c) 22% Nb, (d) 26% Nb, (e) 30% Nb, (f) 34% Nb, (g) 36% Nb a (h) 40% Nb

Obrázek 6: SEM snímky mikrostruktury slitiny Ti-Nb [17]

3 Dopování

Dopování je v materiálovém inženýrství vnesení nepatrného množství (řádově tisíce až miliardy množství základní látky) příměsí do materiálu za účelem změny jeho vlastností. Ve strojírenství se dopují povrchy kovů pro zlepšení určitých vlastností povrchové vrstvy. Upravit jde naprostá většina vlastností, záleží pouze na použité metodě a dopovaném prvku. Mezi hlavní metody dopování patří difuze a iontová implantace. [18]

3.1 Iontová implantace

Interakce urychlených iontů s pevnou látkou je disciplína na rozhraní jaderné fyziky a fyziky pevných látek. Důsledkem interakcí energetických iontů s pevnou látkou je řada jevů. Při iontovém bombardování povrchu látky vniká podstatná část iontů hlouběji do povrchové vrstvy, kde postupně interakcemi s terčíkovými atomy ionty ztrácejí svoji energii a zabudovávají se do struktury pevné látky. Tento proces se nazývá iontová implantace. Rozdělení iontových dosahů tvoří koncentrační profil implantované příměsí v pevné látce. [20-22]

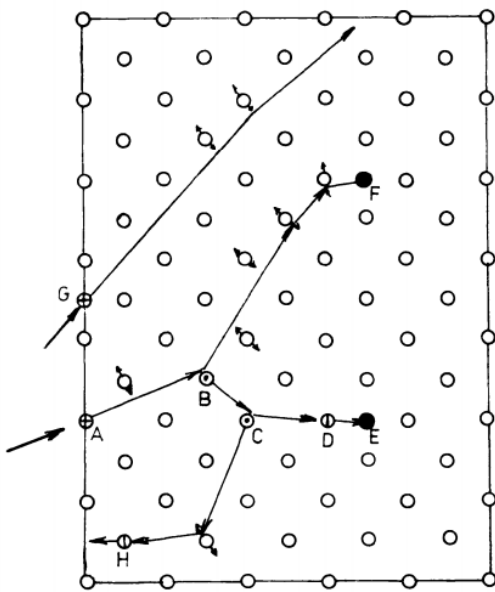
Iontová implantace má oproti jiným dotačním technologiím řadu výrazných výhod. Koncentrační profil příměsí se dá iontovou implantací snadno řídit. Je totiž v podstatě funkcí pouze dvou dobře měřitelných implantačních parametrů: energie iontů (dané nastaveným urychlovacím napětím) a dávky iontů (dané implantovaným nábojem měřeným integrací iontového proudu dopadajícího na terčík). Implantací je možné dosáhnout vysoké plošné homogenity fluence a reprodukovatelnosti koncentračního profilu. Požadovaný tvar koncentračního profilu lze případně zkonstruovat vícenásobnou implantací při různých energiích a dávkách. Příměsí lze zavádět až izotopicky čisté. Terčík je umístěn v poměrně vysokém a čistém vakuu ($\sim 10^{-4}$ Pa). [20-22]

Nevýhodou v polovodičových aplikacích je jeden z průvodních jevů iontové implantace - poruchy krystalového uspořádání, vznikající při srážkách implantovaných iontů s atomy terčíku. Tyto poruchy se však dají do značné míry odstranit žíháním. [20-22]

3.1.1 Princip metody

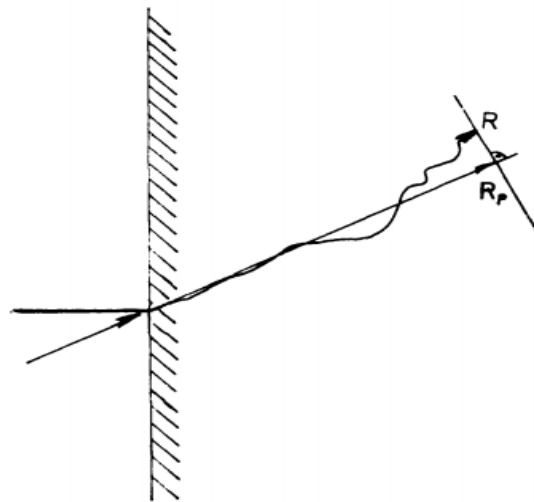
Urychlený iont po vniknutí do pevné látky postupně ztrácí interakcemi s jádry a elektrony látky svoji energii až se nakonec v nějakém místě zabuduje (obr. 7).

Celková délka dráhy, kterou iont proletí od místa vniknutí do pevné látky do místa jeho zabudování se nazývá dosah iontu R (range). Pro aplikaci iontové implantace má především význam veličina R_p (range projected), která se zavádí jako projekce dosahu R do směru počáteční rychlosti iontu (obr. 8). [20, 21]



A – nastřelený atom; B, C – vakance; H – odpráčený atom; E, F – intersticiály; G – kanálový atom.

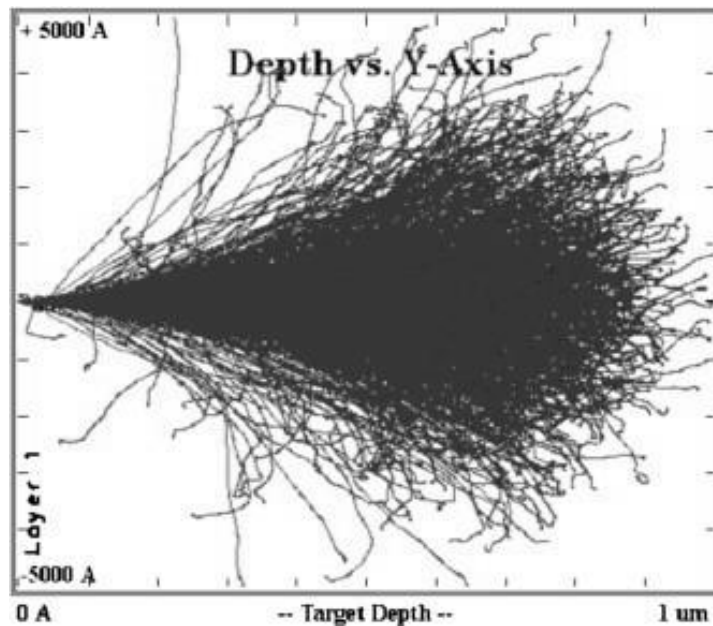
Obrázek 7: Příklad brzdného procesu atomu v krystalové mřížce [22]



R – koncový bod reálného doletu atomu dopovaného prvku R_p – předpokládaný dolet iontu

Obrázek 8: Dolet iontu dopovaného prvku [22]

Jelikož počet srážek a velikost předané energie na srážku jsou náhodné proměnné, nebudou mít všechny ionty při ostatních stejných podmínkách stejné dosahy. Dosahy budou tvořit statistický soubor s příslušným rozdělením. Rozdělení dosahů R_p je vlastně koncentračním profilem implantované příměsi, tj. závislostí koncentrace na hloubce (obr. 9). [20, 21]



„Depth“ = hloubka; „Y-axis“ = osa Y

Obrázek 9: Distribuce dopantu do základního materiálu v závislosti na hloubce [2]

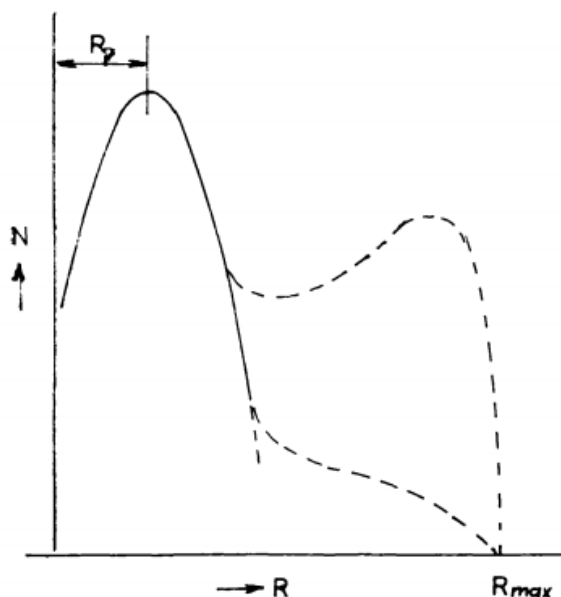
Důležitá je závislost rozdělení dosahů na počáteční energii iontů. Rozdělení se obecně vyšetřují ve dvou případech, ve kterých se jejich charakter podstatně liší. [20, 21]

V případě amorfního terčíku rozdělení dosahů závisí především na energii, hmotnosti a protonovém čísle implantovaných iontů, hmotnosti a protonovém čísle terčíkových atomů, hustotě terčíkového materiálu, teplotě terčíku během implantace, iontovém proudu a fluenci iontů. [20, 21]

Druhý vyšetřovaný případ je implantace do monokrystalického terčíku. Tehdy přistupuje k uvedeným určujícím podmínkám ještě zejména orientace terčíku vzhledem k iontovému svazku. Je-li totiž terčík orientován tak, že iontový svazek je rovnoběžný s některým krystalografickým směrem s nízkými Millerovými indexy, dochází k tzv. kanálování, kdy ionty pronikají do terčíku podstatně hlouběji (obr. 10). Při dostatečném odklonu směru svazku od uvedených krystalografických směrů k výraznému kanálování již nedochází a druhý případ (implantace do monokrystalického terčíku) se posuzuje pro účely vyšetřování dosahů jako případ první (implantace do amorfního terčíku). [20, 21]

Výpočet parametrů rozdělení doletů, se zahrnutím implantačních podmínek a efektů, k nimž při implantaci dochází, je velice komplikovaná záležitost. Vychází se z

rozboru ztrát energie iontů při srážkách s terčíkovými atomy. Ke ztrátám energie iontu přispívají tři procesy, které se považují za vzájemně nezávislé, tedy separovatelné, takže ztráta energie iontu je tvořena součtem ztrát energie z těchto procesů. Jsou to srážky mezi iontem a stíněnými jádry terčíku, interakce s volnými a vázanými elektrony terčíku a výměny nábojů mezi iontem a terčíkovými atomy. [20, 21]



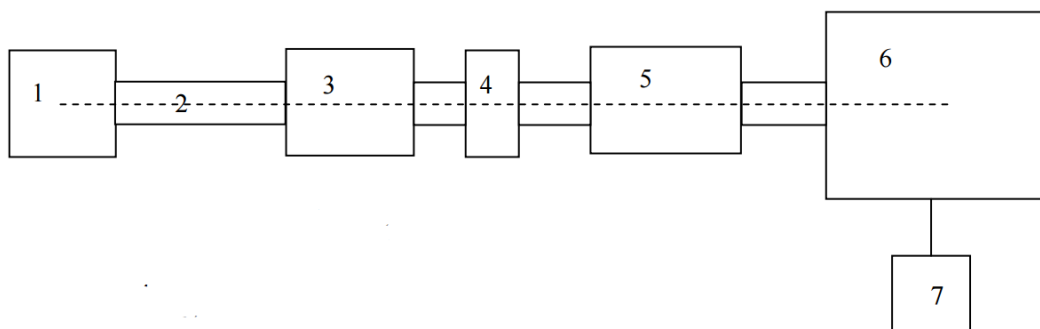
Plnou čarou je vyznačen běžný očekávaný tvar profilu dosahu při implantaci, čárkovaně jsou vyznačeny dva příklady možného dodatečného vlivu kanálování.

Obrázek. 10: Hloubkový profil implantovaných příměsí. [22]

V důsledku jaderné složky srážek iontů s atomy terčíku přenášejí ionty na terčíkové atomy dostatečnou energii k tomu, aby atomy opustily svoji regulární mřížkovou polohu a tím došlo k porušení krystalického uspořádání. Iontem odražené atomy potom podstupují srážky s dalšími terčíkovými atomy atd., takže počet poruch lavinovitě narůstá. Kolem dráhy každého implantovaného iontu tímto způsobem vzniká aglomerace radiačních poruch. Se zvětšováním počtu implantovaných iontů (implantační fluence) vzrůstá míra narušení krystalického uspořádání. Zpočátku se tedy jedná o bodové poruchy (vakance a intersticiály), při větších dávkách se vytvářejí velká seskupení a konečně překrýváním takových seskupení může vzniknout i souvislá amorfnní vrstva. [20, 22]

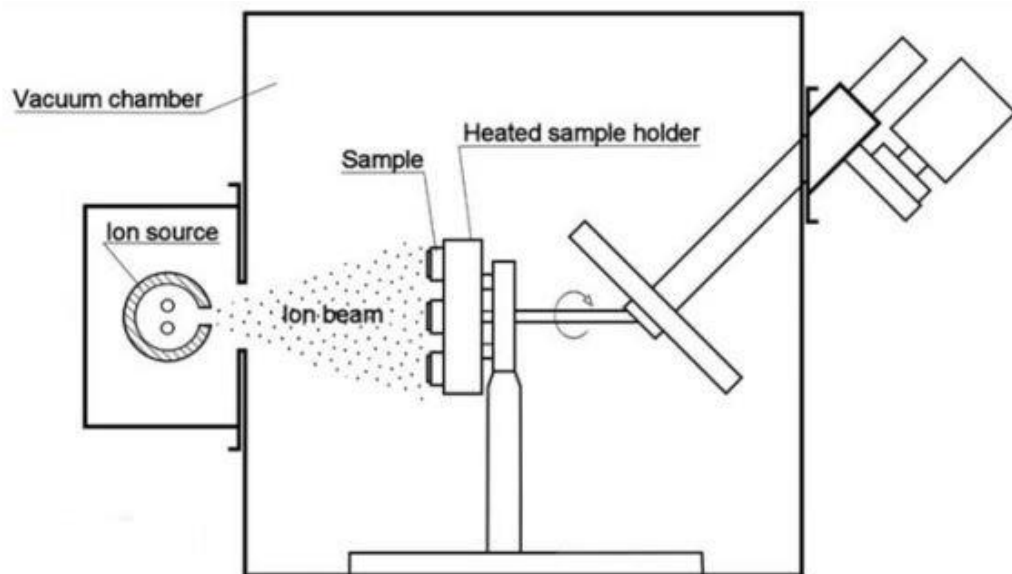
3.1.2 Zařízení pro iontovou implantaci

I když se zařízení pro iontovou implantaci mohou lišit, většinou sdílí podobné základní znaky (obr. 11 a 12). V iontovém zdroji vznikají z vhodné látky, jež je ve zdroji umístěna nebo v plynném stavu do zdroje přiváděna, různé kombinace iontů. Extrakční, urychlovací a fokusační elektrody vytvoří svazek urychlených iontů. Ze všech iontových kombinací extrahovaných z iontového zdroje je třeba vyčlenit ionty požadované implantační příměsi. K tomu slouží separátor iontů se clonou. Jako separátor iontů se obvykle používá elektromagnet, mezi jehož pólovými nastavci iontový svazek prochází, a v nastaveném magnetickém poli se štěpí na dráhy s různým poloměrem v závislosti na poměru náboje a hmotnosti iontů. V další části implantačního zařízení dochází k rozmítání separovaného iontového svazku ve dvou vzájemně kolmých směrech, čímž je dosahována implantace do celé požadované oblasti s vyhovující homogenitou implantační fluence. Objekty určené k implantaci jsou uchyceny ve vhodném držáku v terčové komoře. Pro vysokoproudové implantátory se používá mechanického rozmítání, kdy svazek je stacionární a rovnoměrná implantace do celých požadovaných oblastí je zajišťována pohyby terčové části. Jsou používány též hybridní systémy, ve kterých je rozmítání v jednom směru zajišťováno mechanicky (např. rotací bubnu nebo disku, na kterém jsou uchyceny objekty určené k implantaci) a ve druhém směru elektrostaticky nebo magneticky. [20, 22]



Iontový zdroj; 2. Lineární urychlovač; 3. Hmotnostní separátor; 4. Fokusace svazku; 5. Vychylovací systém; 6. Terčovitá komora; 7. Integrátor

Obrázek 11: Schéma základních funkčních částí iontového implantátoru



„Vacuum chamber“ = vakuová komora; „Ion source“ = zdroj iontů; „Sample“ = vzorek; „Heated sample holder“ = ohřívaný držák vzorků; „Ion beam“ = Iontový paprsek

Obrázek 12: Zjednodušené schéma iontového implantátoru [21]

3.1.3 Použití iontové implantace v průmyslu

Iontová implantace je nekonvenční technologie s řadou významných výhodných vlastností. Její průmyslové aplikace přicházejí v úvahu v těch případech, kdy dosahuje lepších výsledků než ostatní technologie a kdy se mohou uplatnit její výhody. Výhody iontové implantace pro průmyslové aplikace lze shrnout následovně:

- koncentrace zaváděné příměsi může převyšovat mez rozpustnosti v dané pevné látce
- iontová implantace nevyžaduje zvýšenou teplotu materiálu a lze tedy vyloučit deformace, ke kterým může dojít za vysokých teplot.
- nevytváří se ostré rozhraní modifikované vrstvy s ostatním materiálem
- Malé rozměrové změny
- technologie iontové implantace nevyžaduje žádných dodatečných operací a je tedy vhodná jako konečný proces,
- technologie je dobře kontrolovatelná, reprodukovatelná

Nevýhody iontové implantace pro průmyslové aplikace jsou:

- technologie je paprsková, takže při větších a zakřivených modifikovaných plochách je nutná manipulace s terčíkem umístěným ve vakuové komoře; některé plochy lze modifikovat obtížně nebo vůbec (např. vnitřní stěnu dlouhého úzkého válce)
- ceny implantátorů jsou poměrně vysoké

Za zvážení výhod a omezení iontové implantace vyplývá, že implantaci lze doporučit pro zvýšení životnosti objektů, jejichž cena je buď vysoká, nebo jsou zabudovány do větších, nákladnějších systémů a při jejich výměně vznikají vysoké ztráty v důsledku výpadku celého systému. V některých případech je zvýšení životnosti touto technologií natolik významné, že její aplikace je ekonomicky výhodná i na levnější objekty. Zvýšení odolnosti proti korozi je zatím využíváno pouze jako významný doprovodný jev. [20, 22]

3.1.4 Možné dopanty do titanu

Z hlediska použití ve zdravotnictví si lze při snaze zlepšit povrchové vlastnosti titanových slitin vybrat z poměrně široké škály potencionálních dopantů. Implantování dusíku je nejoblíbená cesta zlepšení povrchových vlastností implantátů, primárně tribologických schopností, které jsou pro každodenní namáhání v lidském těle zásadní, a bude mu věnována samostatná podkapitola. Není však zdaleka jednou možností. K zlepšení celkové stability, korozní odolnosti, odolnosti proti opotřebení a zlepšení příjmutí implantátu okolní tkání se pracuje také s ionty C, CO, O, N, Na, Mg, Ag a několika dalších prvků a molekul. Prakticky všechny tyto dopanty zlepšují důležitou mírou vhojení implantátu do okolní tkáně nebo odolnost vůči infekcím. C, CO, N a Ag zlepšují také některé mechanické vlastnosti, jako odolnost proti opotřebení. [2]

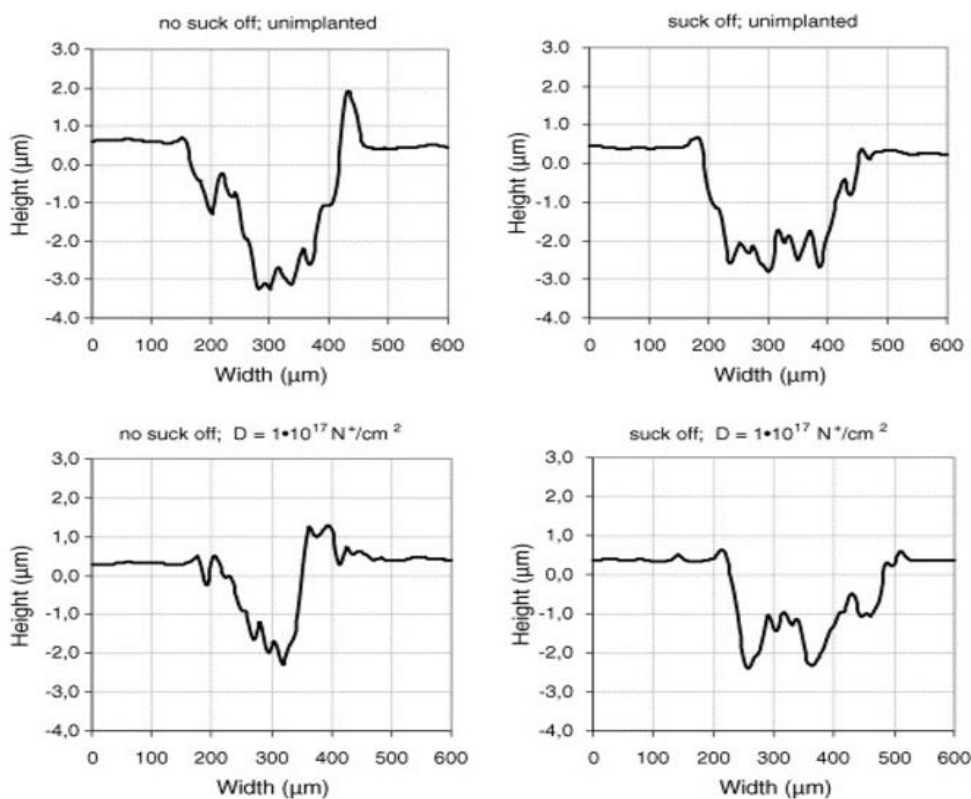
3.1.5 Proč právě dusík

Dusík již prošel díky své dostupnosti a hodícím se schopnostem nejdůkladnějším výzkumem ze všech dopantů. Jeho schopnost zlepšovat tvrdost a odolnosti proti opotřebení se již aplikuje jak na kovové materiály, tak i biomateriály z polymeru. Například většina umělých kloubů seskládá ze vzájemného pohybu kovu (Ti slitiny, například Ti-6Al-4V) proti polymeru (zpravidla polyethylenové vlákno s mimořádnou

pevností - UHMWPE). Hlavní problém umělých kloubů je však povzvolné odlamování a hromadění mikroskopických částecek vlivem opotřebení, což časem vede ke ztrátě funkčnosti a nepřátelskému chování těla k implantátu. Zvýšením odolnosti vůči opotřebení se takovéto problémy mohou vyřešit, a právě také k tomu dopomáhá iontová implantace dusíku. [2, 5]

Odolnost proti opotřebení

Mnoho studií se již zabývalo efektem, který má dusík na tuto důležitou vlastnost. Bidzyslo a spol. dopovali Ti6Al4V slitinu dávkou $1 \times 10^{17} \text{ N}^+/\text{cm}^2$ při 120 keV a zkoušeli tribologické vlastnosti metodou „pin-on-disc“. Následně profilometrem zjistili snížení opotřebení oproti neimplantovanému vzorku ~ 3.1 krát, pokud nebyly produkty vzniklé opotřebením odsávány (obr. 13). [1]

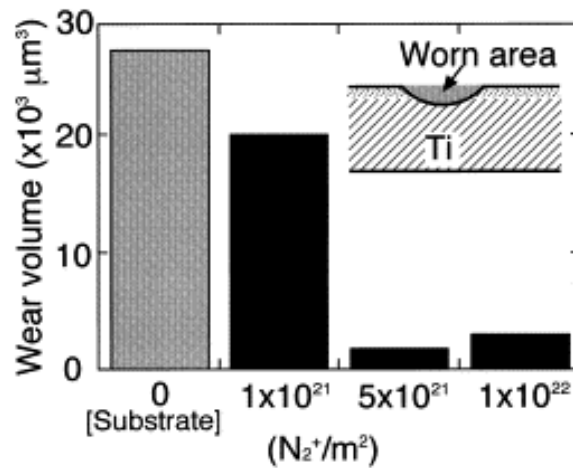


„Height“ = výška; „Width“ šířka; „unimplanted“ = neimplantovaný; „suck off“ = postupné odstraňování produktů opotřebení

Obrázek 13: Profil opotřebení Ti6Al4V po implantaci N o dávce $1 \times 10^{17} \text{ N}^+/\text{cm}^2$ [1]

Dále například Fukumoto a spol. zkoumali úbytek materiálu u čistého titanu opotřebením vzniklým pohybem přitlačované Al_2O_3 kuličky po 50 cyklech a zjistili

nejlepší vlastnosti pro dávku $5 \times 10^{21} \text{ N}_2^+ \text{ m}^{-2}$ při 150 keV (obr. 14). Zajímavý poznatek je, že při zvednutí dávky nad tuto hranici vykazovaly vzorky obrat k horší odolnost proti opotřebení. Došli k závěru, že po překročení této dávky se upravená vrstva snadněji odupuje a tyto částičky urychlují další opotřebení.[3]



Obrázek 14: Závislost opotřebení čistého titanu na implantované dávce N [3]

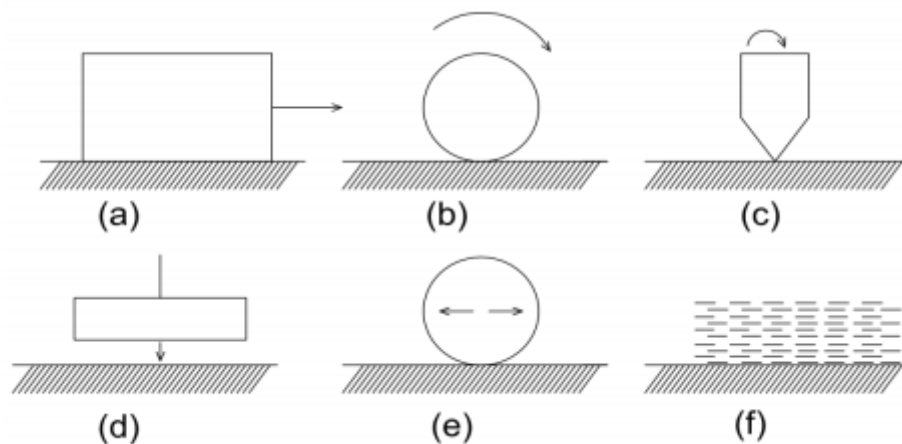
Celkově z dostupných studií vyplývá, že mezi hlavní přínosy iontové implantace se dá očekávat (v závislosti na podmínkách implantace) zvýšení pevnosti povrchové vrstvy, odolnosti proti opotřebení, mírně také korozní odolnosti (nejvíce u malých dávek okolo $10^{17} \text{ N}^+ \text{ ions/cm}^2$) a zvýšení meze únavy. Naopak se zpravidla snižuje koeficient tření u Ti a jeho slitin. [1-3, 5]

3.1.6 Struktura po dopování dusíkem

Zlepšení tvrdosti povrchové vrstvy a následně také odolnosti proti opotřebení se dá největší mírou přičíst vzniku fáze TiN. Společně s ní mohou vznikat i jiné fáze (Ti₂N apod), a část atomů dusíku najdeme jako intersticiály [1-5]. S větší dávkou implantovaného dusíku TiN většinou přibývá a roste ve velikosti. U fluencí 3×10^{17} může tvořit až 95% povrchu v bezprostřední vzdálenosti. S přibývajícím vzdáleností TiN exponenciálně klesá. Implantace také způsobuje u původní krystalové mřížky zvětšení mřížkové konstanty, stejně jako velikosti zrna. [1]

4 Tribologie

Tribologie je vědní obor, jenž se zabývá interakcí dvou povrchů ve vzájemném pohybu, anebo při pokusu o vzájemný pohyb. Tento pohyb může být kluzný, valivý, rotační, nárazový nebo kmitavý (obr. 15). Současně se mohou uplatňovat dva i více druhů pohybu. [25]

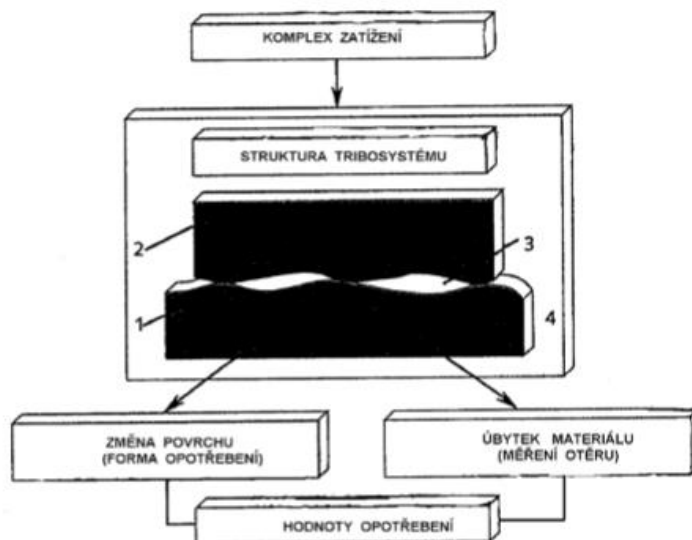


Obrázek 15: Druhy vzájemných pohybů těles [25]

Konkrétněji je tribologie nauka zabývající se současně probíhajícími procesy tření, opotřebení a mazání. Jejím úkolem je zkoumání vlastností a chování přírodních ale i umělých třecích systémů k jejich dalšímu užitečnému využití v praxi. Tribologie jako věda stojí na pomezí mezi strojírenstvím, chemií a fyzikou. Název je odvozen od řeckého tribos, jenž znamená v překladu tření. [4, 23]

4.1 Tribologický systém

Je umělý nebo přirozený materiální systém základní úrovně, ve kterém probíhá tření jako proces v důsledku vzájemného působení minimálně dvou struktur systémových prvků. Tribologický systém představuje jeden třecí uzel, který ve své základní struktuře obsahuje čtyři prvky (obr. 16). [23, 25]

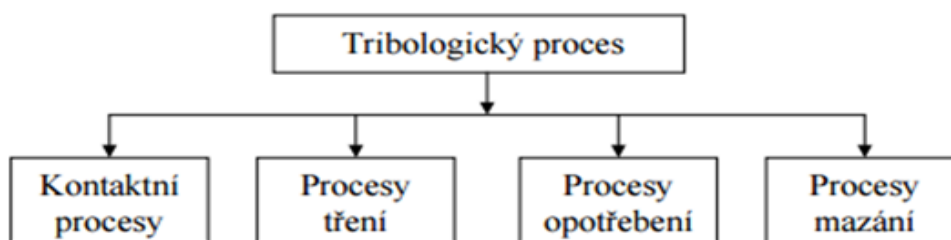


1 – základní třecí těleso, 2 – třecí těleso, 3 – mezilátka, 4 - okolí

Obrázek 16: Tribologický systém podle DIN 51 320 [23]

4.2 Tribologický proces

Tribologický proces charakterizují materiální interakce třecích těles, mezilátky a okolí, které probíhají v prostoru a čase, přičemž se časově zařazují tribologické stavy v tribologickém systému. [23] Vazby mezi jednotlivými částmi tribologického procesu jsou znázorněny na obrázku 17.



Obrázek 17: Členění tribologického procesu [23]

Při tribologických procesech se řeší především :

- Jaké jsou mechanismy přeměny užitečných veličin v systému
- jaké jsou skutečné fyzikální procesy přeměny energie (práce)
- Jaké jsou procesy vedoucí všeobecně ke ztrátám v systému (energetické ztráty třením, materiálové ztráty, vznik a mechanismus opotřebení)
- Jaké jsou možnosti pozitivního působení na systém s ohledem na minimalizaci ztrát [25]

4.3 Kontaktní proces

Při kontaktních procesech se zvažuje tvar a rozměr dotýkajících se částí a materiálové vlastnosti dotýkajících se částí, jejich vzájemná vazba a reakce mezi nimi. Toto vzájemné působení může být materiálové, chemické, fyzikální atd. Dále se v procesu zvažují i ostatní vlivy, jako jsou:

- Počet těles účastnících se kontaktního procesu
- Typ a rychlost vzájemného relativního pohybu
- Makrogeometrie a mikrogeometrie kontaktních těles
- Charakteristický druh deformace mezi jednotlivými tělesy
- Fyzikální, chemické, mechanické vlastnosti těles v kontaktním procesu

V praxi má velký význam plocha styku, po které se kontaktní proces realizuje, kdy rozhoduje reálná plocha styku, která je obvykle menší než vlastní geometrická plocha. [25]

4.4 Tření

Tření je přírodním jevem, který má charakter procesu a je vázáno na vzájemný relativní pohyb dvou dotýkajících se prvků tribologického systému. Nejznámější definice uvádí „Tření je odpor proti relativnímu pohybu vznikající mezi dvěma k sobě přitlačovanými tělesy v oblasti dotyku jejich povrchů v tangenciálním směru.“ Tato definice vystihuje podstatu tzv. vnějšího tření, ale nepostihuje podstatu vnitřního tření. [23-25]

Vnější tření – je charakterizováno stykem dvou třecích ploch □

Vnitřní tření – probíhá v materiálových vrstvách téhož třecího tělesa.

4.4.1 Suché tření

Podle dnešních představ má suché tření dva aspekty: deformační a adhezní. V prvním se více uplatňuje mechanika, v druhém chemie. Na obojí mají vliv vlastnosti povrchů: jejich velikost, tepelné vlastnosti, mechanické vlastnosti, chemické složení včetně přítomných nečistot, absorbovaných, reakčních a nanesených tuhých vrstev a chemická reaktivita. [24, 25]

4.4.2 Mezné tření

Jestliže mezi třecími povrchy již existuje tenká vrstvička adsorbovaných molekul plynu nebo kapaliny nebo látky vytvořené chemickou reakcí povrchů, mluvíme o mezném tření nebo o mezném mazání. K meznému tření může dojít i u záměrně mazaných povrchů, není-li přívod maziva dostatečný nebo vrstva maziva není dostatečně únosná. [24, 25]

V technické praxi vzniká mezné tření v případech, kdy při malých stykových plochách jsou třecí povrchy zatěžovány velkými tlaky, při malých smykových rychlostech a mezi drsnými povrchy. Mezné tření je spojeno jednak s fyzikální nebo chemickou adsorpcí plynů a kapalin na povrchu třecích dvojic, jednak s chemickými přeměnami třecích povrchů. [24, 25]

4.4.3 Kapalinové tření

Dokonalého oddělení třecích povrch se docílí až při kapalinovém tření, kdy se vytváří mezi třecími povrchy souvislá vrstva maziva, která zcela vyrovnává drsnost povrchů a svým vlastním tlakem ruší účinek kolmého zatížení na povrchy těles. Třecí síla je tedy v podmínkách kapalinového tření závislá pouze na velikosti vnitřního tření v mazací vrstvě a lze ji vyjádřit vztahem. [24, 25]

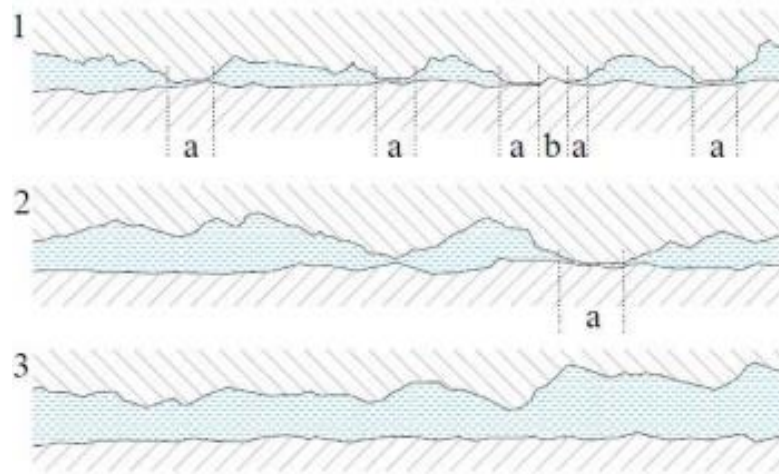
$$F_t = \eta \frac{Sv}{h} \text{ [N]} \quad (1)$$

Kde:

η je dynamická viskozita, S je styčná plocha třecích povrchů, v je lineární rychlost pohybu třecích povrchů, h je tloušťka vrstvy maziva.

4.4.4 Smíšené tření

Nejsou-li třecí plochy dokonale odděleny vrstvou maziva a dochází i k bezprostřednímu styku jejich nerovností, existuje mezi nimi tření smíšené, tj. jak tření kapalinové, tak i mezní. K tomuto druhu tření dochází, jestliže tloušťka maziva mezi povrchy je menší než tloušťka potřebná pro zajištění kapalinového tření, ale je větší než tloušťka tenkého filmu, který zajišťuje mazání mezní. K přechodu mazání kapalinového na mazání smíšené může dojít při určité kombinaci parametrů (především velké zatížení a malá smykové rychlost třecích ploch), přičemž významnou roli hraje mikrogeometrie funkčních ploch, zejména tehdy, je-li mazivem kapalina s malou viskozitou. Na obrázku 18 jsou schematicky znázorněny mezní, smíšen a kapalinové tření. [24] [25]



Tření mezní (1), smíšené (2) a kapalinové (3);

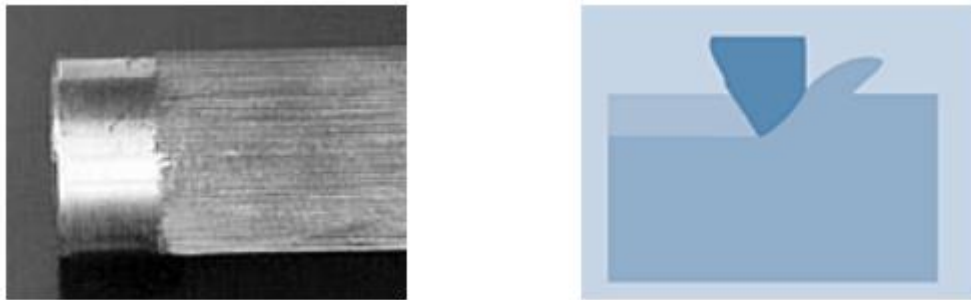
Obrázek 18: Schematické znázornění nejčastějších způsobů tření

4.5 Tribologické účinky

Řešení problémů s opotřebením začíná přesným sledováním jednotlivých tribologických systémů se všemi působícími faktory. Z nich lze odvodit, které stavy tření a mechanismy opotřebenění se vyskytují, kdy se objevují a kdy působí. Typické mechanismy opotřebenění jsou: **abrazivní opotřebenění**, **adhezní opotřebenění**, **únava povrchů**, **tribooxidace** a **korozce**. [23-25]

4.5.1 Abrazivní opotřebenění

Ubývání materiálu v důsledku tvrdých a hranatých částic, které se dostávají mezi díly, u nichž vzniká tření. Na vině mohou být také tvrdé a hranaté povrchy a vrcholy profilu drsnosti protilehlých těles. Důsledkem jsou škrábance, rýhy, mikroskopické třísky, změny rozměrů, vyleštěná místa u strukturovaných povrchů nástrojů (obr. 19). [24] [25]



Obrázek 19: Ukázka a schématické znázornění abrazivního opotřebenění [25]

4.5.2 Adhezní opotřebenění

Povrchy dílů, mezi nimiž vzniká tření, mohou v důsledku nepříznivých poměrů při promazávání a kontaktu nebo při chodu nasucho vytvořit těsnou pevnou vazbu. Tato situace může nastat zvláště u povrchů s podobným složením materiálů nebo vysokým sklonem ke spojování. Důsledkem jsou studené svary, opotřebenění, rýhy, otvory, zadírání, nárůstky a lámání nástrojů (obr. 20). [24] [25]



Obrázek 20: Ukázka a schmatické znázornění adhezního opotřebení [25]

4.5.3 Únava povrchů

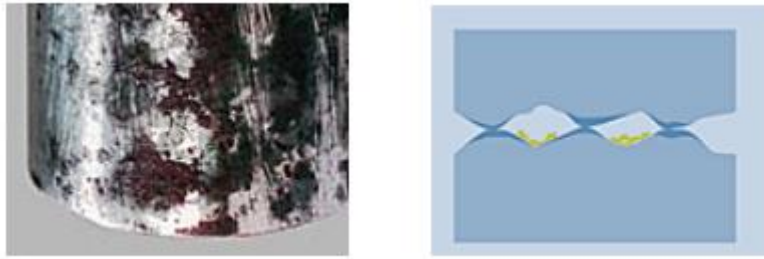
Cyklické mechanické namáhání vede k vytváření a šíření trhlin zatěžovaných povrchů, které se tím ničí. Následkem jsou příčné a hřebenové trhliny, prohlubně (pitting) a šedé skvrny (micropitting, především při nestacionárním namáhání) a dále praskání nástrojů (obr. 21). [24] [25]



Obrázek 21: Ukázka a schmatické znázornění únavového opotřebení [25]

4.5.4 Tribooxidace

Tribologický třecí kontakt způsobuje chemickou reakci. Produkty reakce ovlivňují tribologické procesy na povrchu, například mohou způsobit zadření párů součástí s úzkými tolerancemi. Tribochemická reakce (tribooxidace) Tribochemické opotřebení při třískovém obrábění vzniká v důsledku difúze. S rostoucí teplotou tribochemické opotřebení všeobecně narůstá. Častou formou příčiny tribochemického opotřebení je oxidace. Důsledkem tribooxidace je například rezivění líčujících částí (obr. 22). [24, 25]



Obrázek 22: Ukázka a schmatické znázornění trbiooxidačního opotřebení [25]

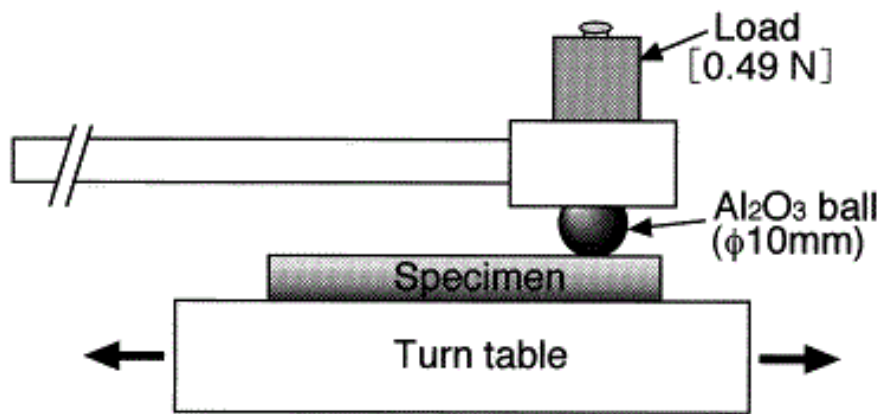
4.5.5 Koroze

Koroze vzniká chemickou nebo elektrochemickou reakcí kovu s protějškem v prostředí, například elektrolytický roztok, vlhké plyny nebo tavenina. Korozi může podporovat také mechanické zatěžování. Následkem je ubývání materiálu, nebo přeměna na materiál s pro nás horšími vlastnostmi. Většinou dochází k bodové korozi, způsobující otvory, trhliny a rez [24, 25]

V praxi působí více těchto mechanismů současně nebo se objevují postupně během procesu opotřebení. Při selhání způsobeném opotřebením však jeden z nich většinou hraje dominantní roli. Zkušenosti ukazují, že každý tribologický systém lze optimalizovat volbou správného povlakování. [24, 25]

4.6 Tribologické zkoušky a jejich vyhodnocení

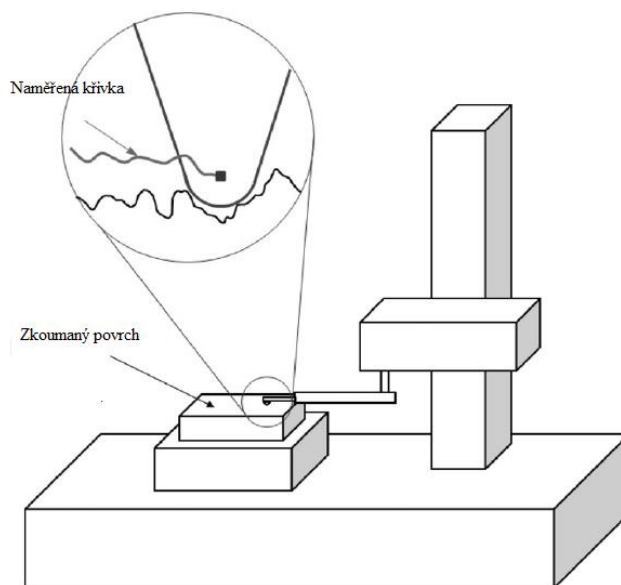
Zkoušky tribologických vlastností, jako koeficient tření a velikost opotřebení, se provádí na tribometrech různých podob. Vysokou shodu výsledků laboratorních zkoušek s reálným provozem můžeme očekávat pouze v případě, že simulační zkoušky odpovídají provozním poměrům. Je však jasné, že čím složitější tribologický systém, tím nákladnější je jeho zkoušení. Většinou se tedy pracuje s jednoduchými tribometrickými metodami, jako například „pin-on-disc“, při které se přitlačované tělíčko (například kulička nebo váleček) dře disk ze zkoumaného materiálu. Pohyb provádí stoleček se zkoumaným diskem, a bývá většinou rotační. Může jít však také v přímočarý (vratný) pohyb (obr. 23). [24, 25]



„Load“ = zátěž, „Specimen“ = vzorek, „Turn table“ = otočný stolek;

Obrázek 23: Ilustrace zkoušky na zjištění odolnosti proti opotřebení [3]

Ze známé zátěže a síly nutné k otáčení stolku je příslušný software schopný dopočítat koeficient tření za daných podmínek. Velikost samotného opotřebení (tedy drážky vzniklé během testu) zjišťujeme například klasickým profilometrem (obr. 24).



Obrázek 24: Schéma profilometru [26]

Při malých opotřebeních můžeme velikost opotřebení vzorku a kuličky určit výpočtem podle normy **ASTM G 99-034**:

$$\text{Objem opotřebení vzorku} = 2\pi R \left[r^2 \sin^{-1} \left(\frac{d}{2r} \right) - \left(\frac{d}{4} \right) (4r^2 - d^2)^{\frac{1}{2}} \right] \quad (\text{X1.1})$$

kde:

R = poloměr dráhy opotřebení

d = šířka vzniklé dráhy opotřebení na discu

r = poloměr kuličky

$$\text{Objem opotřebení kuličky} = \left(\frac{\pi h}{6} \right) \left[\frac{3d^2}{4} + h^2 \right] \quad (\text{X1.2})$$

kde:

h = hloubka stopy = $r - \left[r^2 - \frac{d^2}{4} \right]^{\frac{1}{2}}$

d = průměr plochy jizvy vzniklé na kuličce

r = průměr kuličky

Opotřebení vzorku i kuličky se zkoumá a měří pod světelným mikroskopem.

5 Experiment

Cílem experimentu bylo vypracovat postup přípravy dopování čistého titanu dusíkem, za použití různých fluencí a teplot dodatečného žíhání, a u vytvořených vzorků vyhodnotit tribologické vlastnosti. Konkrétně koeficient tření a odolnost proti opotřebení. V této části jsou uvedené především použité přístroje a metodika vyhodnocování tribologických vlastností, dále jsou okomentovány morfologické změny povrchu u provedených snímků.

5.1 Příprava vzorků

5.1.1 Substrát a jeho úpravy

Použitým podkladovým titanovým materiálem byl čistý titan, Grade 2. Materiál byl nařezán diamantovým kotoučem na brusce Mikrotron 3000 na délky jednotlivých vzorků (válečku) ~3 mm. Po nařezání byly vzorky zalisovány na lisovačce LECO PR-4x za teploty 170°C po dobu 5 minut do bakelitu. Použité přístroje zobrazuje obrázek 25.



a) Bruska mikrotron 3000; b) metalografická lisovačka LECO PR – 4x; c) bruska-leštička LECO GPX 300.

Obrázek 25: Použité přístroje [12]

Po zchlazení následovalo broušení a leštění na soupravě LECO GPX 300. Broušení proběhlo ručně postupným použitím brusných papírů různých zrnitostí. V průběhu broušení byly vzorky chlazeny přívodem vody. Leštění byly strojově, za použití leštící suspenze OP-S (koloidní roztok siliky) a peroxidu vodíku. Parametry broušení, leštění i následného ultrazvukového čištění jsou vypsány v tabulce 4.

Tabulka 4: *Mechanické a chemické předúpravy substrátu*

Broušení					
Operace	Zrnitost kotouče	Chlazení	Přítlačná síla [N]	Rychlost [ot/min]	Čas [min]
1	180	voda	20-30	200	1 - 2
2	320				
3	600				
4	1200				
5	2000				
Leštění					
Operace	Abrazivo	Lubrikant	Přítlačná síla [N]	Rychlost [ot/min]	Čas [min]
6	leštící plátno	OP-S suspenze + peroxid vodíku	20	kotouč – 150 vzorek - 70 (protisměrně)	20
Ultrazvukové čištění					
Operace	Prostředí				Čas [min]
7	Aceton				15
8	isopropylalkohol				15

5.1.2 Implantace dusíku do povrchu substrátu

Iontová implantace proběhla na vysokoenergetickém implantátoru TecVac na ústavu fyziky ČVUT Fakulty Strojní v Praze (obr. 26).



Obrázek 26: *Implantátor TecVac*

Vzorky byly přilepeny pomocí grafitových terčků. Iontový svazek dopadal kolmo na povrch pomalu rotujících vzorků slitiny. Tlak v komoře byl 7×10^{-5} Pa. Jednotlivých fluencí (dávek) bylo dosaženo použitím stejného proudu, ale různé doby trvání implantace. Proces byl nízkoteplotní, s teplotou v komoře do 100°C . Doba dodatečného žíhání se rovnala době trvání implantace pro danou fluenci. Zavedená označení zkoumaných vzorků společně s aplikovanými parametry implantace udává tabulka 5.

Tabulka 5: Přehled zavedených označení vzorků a parametrů jejich iontové implantace dusíkem

Označení vzorku	Fluence [at/cm^2]	Teplota žíhání [$^\circ\text{C}$]	Doba žíhání [min]	Energie iontů [kV]	Proudová hustota [$\mu\text{A}/\text{cm}^2$]
A1R	1×10^{17}	-	-	91,6	2
A14		400	67		
A16		600			
A2R	2×10^{17}	-	-		
A24		400	154		
A26		600			
A3R	3×10^{17}	-	-		
A34		400	202		
A36		600			
A6R	6×10^{17}	-	-		
A64		400	385		
A66		600			
A9R	9×10^{17}	-	-		
A94		400	664		
A96		600			

Vzorky se stejnou fluencí budou nadále označovány skupinami A1, A2, A3, A6 a A9. Vzorky se podobnými podmínkami žíhání budou vyhodnocovány ve skupinách podle „teploty žíhání“ R, 4 a 6. Je však potřeba mít na paměti, že s teplotami žíhání se měnila i doba žíhání.

5.2 Zkoumání tribologických vlastností vzorků

5.2.1 Pin-on-disc test

Ke zjištění tribologických vlastností jednotlivých vzorků byl použit Pin-on-disc test uskutečněný na přístroji CSM instruments – high temperature tribometer (obr. 27).



Obrázek 27: CSM instruments – high temperature tribometer

Testování probíhalo na vzduchu, za rotačního pohybu vzorku jako disku, a použití kovové kuličky jako PINu (obr. 28). V tabulce 6 jsou vypsány použité parametry zkoušky:

Tabulka 6: Použité parametry při pin-on-disc testu

Průměr dráhy opotřebení	5,0 mm
Počet cyklů (otočení vzorku)	2500
= Celková vzdálenost	39,30 m
Lineární rychlost	2,00 cm/s
Materiál kuličky	100Cr6
Průměr kuličky	3 mm
Přítlačná síla kuličky	1 N
Prostředí	Vzduch
Teplota / vlhkost	25 °C / 60 %

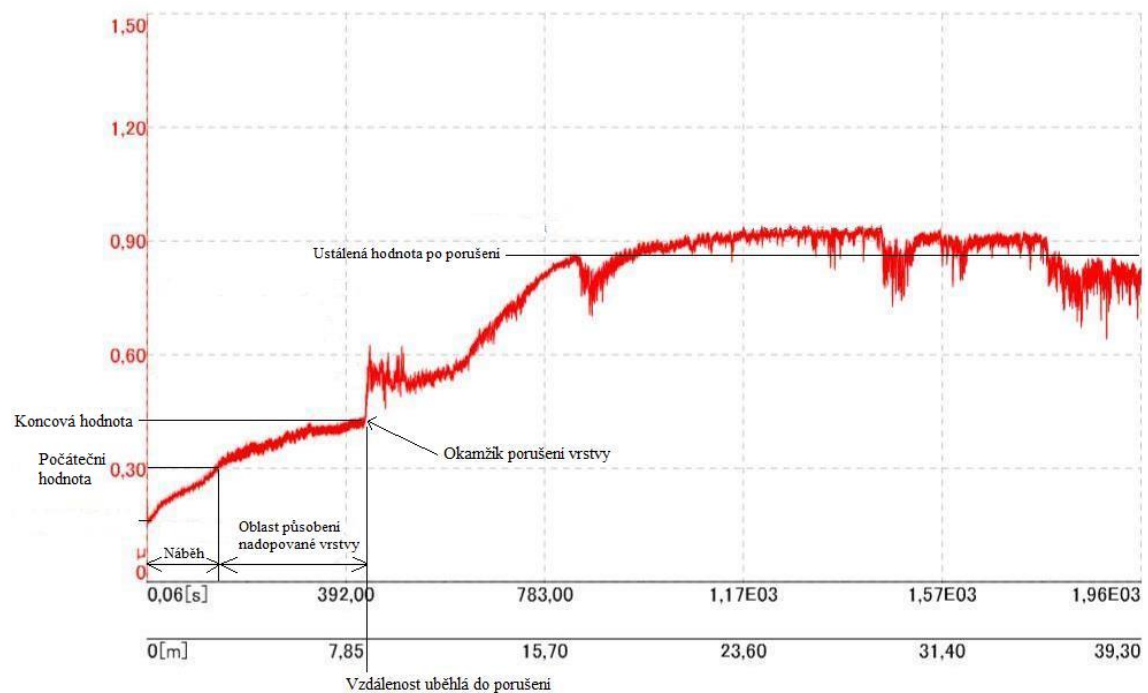


Obrázek 28: Ukázka vzhledu vzorku a kuličky.

5.2.2 Způsob vyhodnocování koeficientu tření

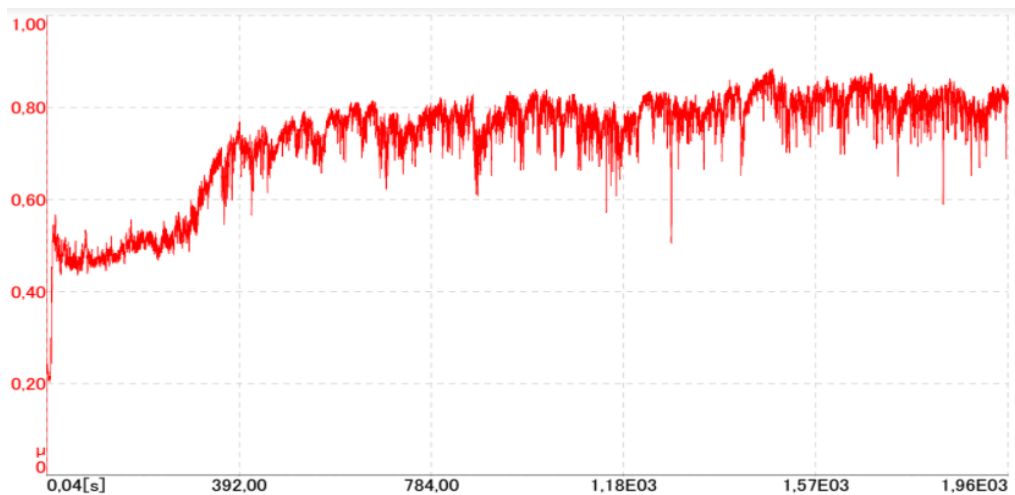
Ze známé přítláčné síly kuličky a síly potřebné k otáčení software TriboX, náležící k použitému tribometru, dopočítával a vykresloval v reálném čase průběh koeficientu tření μ v závislosti na uběhlém čase/vzdálenosti.

Důležité jsou hodnoty koeficientu tření v oblasti působení nadopované vrstvy. Tato oblast začíná po krátkém náběhu, a končí skokovým nárustem koeficientu tření, který značí porušení vrstvy. Dále vyhodnocujeme také hodnotu, na které se koeficient tření po porušení vrstvy ustálí. Úkázkový průběh koeficientu tření a jeho popis je vidět na obrázku 29. Získané hodnoty porovnááme s hodnotou koeficientu tření čistého titanu, který je při srovnatelných podmínkách $\mu \approx 0,8$ (obr. 30).



Obrázek 29: Ukázkový graf průběhu koeficientu tření implantovaného vzorku a jeho hodnocení, A6R

Lze si všimnout podobnosti mezi částí grafu po porušení nadopované vrstvy na obrázku 29, a průběhem u nenaimplantovaného čistého titanu. Obě měření proběhla při stejných podmínkách. Hodnota koeficientu tření, na které se obě křivky nakonec ustálí se však liší, a bude okomentována v kapitole 6.1.



Obrázek 30: Ukázkový graf průběhu koeficientu tření nenaimplantováno vzorku

5.2.3 Způsob vyhodnocování opotřebení disku

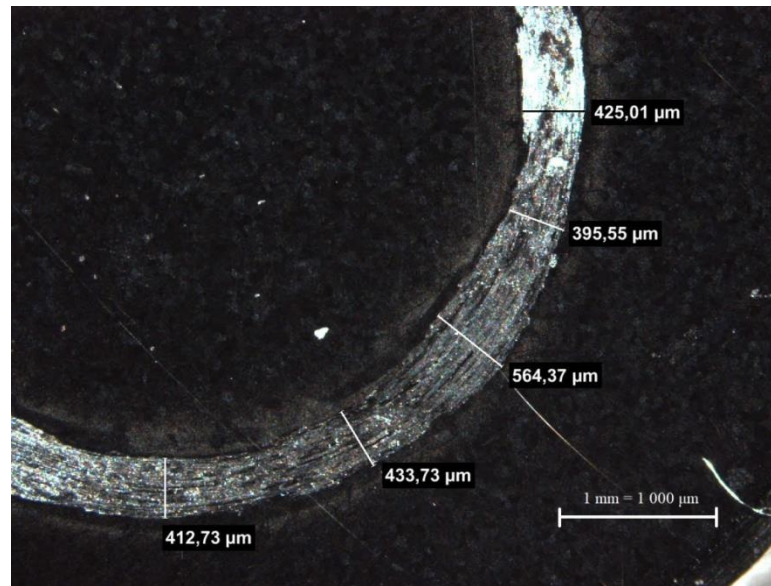
Velikost opotřebení vzorku byla vyhodnocována podle rovnice X1.1 z kapitoly 4.6.

Stanovení šířky dráhy opotřebení d u všech vzorků a její okótování bylo provedeno pomocí světelného mikroskopu (obr. 31) a přidruženého softwaru NIS-Elements.



Obrázek 31: Světelný mikroskop Nikon

Šířka opotřebení d byla u každého vzorku stanovena jako aritmetický průměr délek 5-ti úseček protínajících dráhu opotřebení a směřujících na střed mezikruží (obr. 32).



Obrázek 32: Šířka opotřebení po pin-on-disc testu a její okótování, AIR

Objem opotřebení vzorku V jsme následně převedli na objem opotřebení v závislost na zatížení W podle rovnice X1.3.

$$W = \frac{V}{(F \cdot n) \cdot 2\pi R} \quad (\text{X1.3})$$

kde:

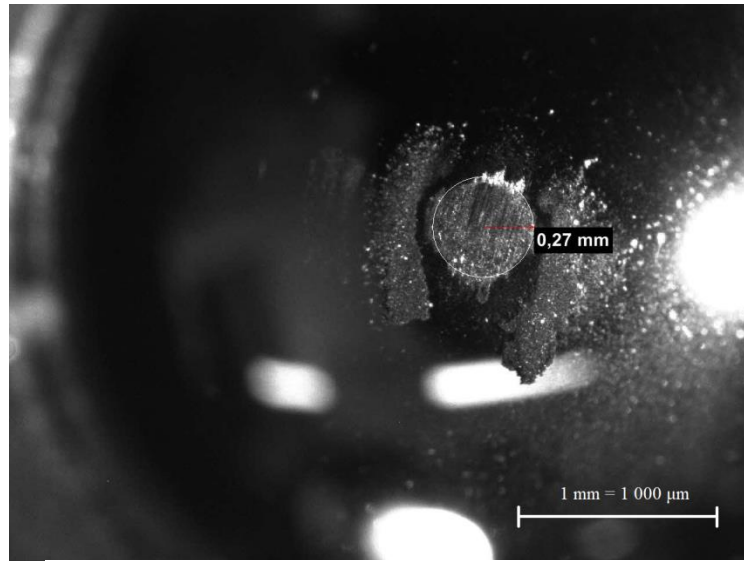
F = velikost přítláčné síly

n = počet cyklů

5.2.4 Způsob vyhodnocování opotřebení kuličky

Velikost opotřebení kuličky (obr. 33) byla vyhodnocována také podle rovnice X1.2 z kapitoly 4.6.

Plocha jizvy d vzniklé na kuličce byla zvětšena a okótována pomocí světelného mikroskopu (obr. 31) a přidruženého softwaru NIS-Elements.



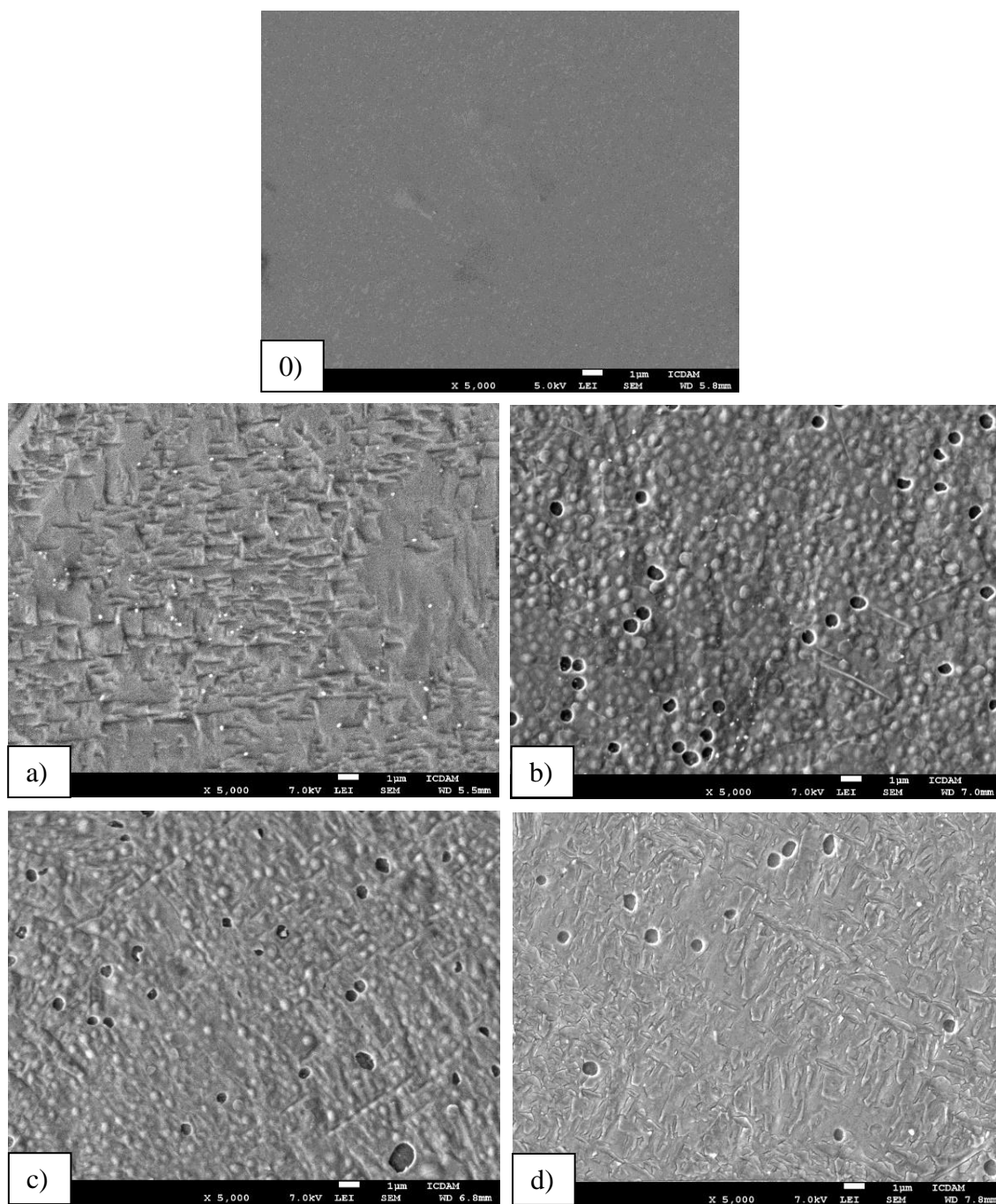
Obrázek 33: Velikost opotřebení kuličky a okótování, A1R

5.3 Vyhodnocení morfologie povrchu

Mikroskopické vyhodnocení proběhlo na řádkovacím elektronovém mikroskopu JSM 7600F (obr. 34). Pozorování proběhlo pro vzorky A1R, A3R, A6R, A9R a výsledky jsou vyobrazeny na obrázku 35.



Obrázek 34: Řádkovací elektronový mikroskop JSM 7600F



Všechny snímky jsou pořizeny se zvětšením 5 000x, měřítko je 1 µm: 0) Neimplantovaný čistý titan

a) A1R; b) A3R; c) A6R; d) A9R.

Obrázek 35: SEM snímky povrchu vzorků po iontové implantaci

U vzorku A1 došlo viditelnému zvrásnění povrchu způsobenou odprašováním, což je eroze povrchu terče vyvolaná dopadem iontu s dostatečně vysokou energií, to je při iontové implantaci běžný jev. U vyšších fluencí A3, A6 a A9 můžeme pozorovat vznik bublin, které vznikají v důsledku neschopnosti dusíku dostatečně rychle difundovat do hloubky při použití takto vysokých dávek iontů. Povrch se následně, za vzniku bublin, přesycuje a poškozuje. Tyto bubliny se dále odprašují a vznikají také občasné krátery.

6 Výsledky a diskuse

V této části budou prezentována získaná data o průběhu koeficientu tření, opotřebení vzorků i kuliček, a následně nalezeny trendy mezi podmínkami implantace a způsobenými tribologickými vlastnostmi vrstvy.

6.1 Koeficient tření

Nezávisle na podmínkách implantace, graf koeficientu tření během testu vykazoval přibližně stejný vzhled průběhu jako ukázkový graf (xx) v kapitole 5.2.2. Od počátku testu do okamžiku porušení vrstvy vykazuje koeficient mírně konkávní závislost. Po opotřebení a porušení vrstvy následuje mírný pokles a následné stoupání a ustálení na hodnotě přibližně $\mu = 0,9$. Tato je mírně vyšší než koeficient tření samotného čistého titanu při stejných podmínkách $\mu \approx 0,8$. Za tento mírný nárůst pravděpodobně může přítomnosti zbytků nadopované vrstvy ve stykové ploše.

Získaná data o průběhu koeficientu tření u zkoumaných vzorků udává tabulka 7:

Tabulka 7: Průběh koeficientu tření pro zkoumané vzorky

Vzorek	Oblast působení nadopované vrstvy		Okamžik porušení nadopované vrstvy	Po porušení nadopované vrstvy; do konce testu
	Průměrný μ	Koncový μ	Uběhlá vzdálenost	Ustálený μ
A1R	0,211	0,300	0,76 m	0,914
A14	0,279	0,420	0,52 m	0,989
A16	0,264	0,402	1,57 m	0,971
A2R	0,242	0,330	5,06 m	0,956
A24	0,240	0,314	0,88 m	0,911
A26	0,276	0,357	1,21 m	0,920
A3R	0,298	0,460	4,38 m	0,979
A34	0,278	0,386	2,08 m	0,966
A36	0,218	0,310	1,85 m	0,911
A6R	0,277	0,400	8,97 m	0,944
A64	0,255	0,366	10,97 m	0,869
A66	0,221	0,325	13,08 m	0,89
A9R	0,303	0,350	0,38 m	0,996
A94	0,276	0,365	1,71 m	0,946
A96	0,177	0,223	19,5 m	0,950

Průměrné koeficienty tření u naimplantované vrstvy pro jednotlivé fluence, a následně také teploty, jsou vypsány v Tabulkách 8 a 9 :

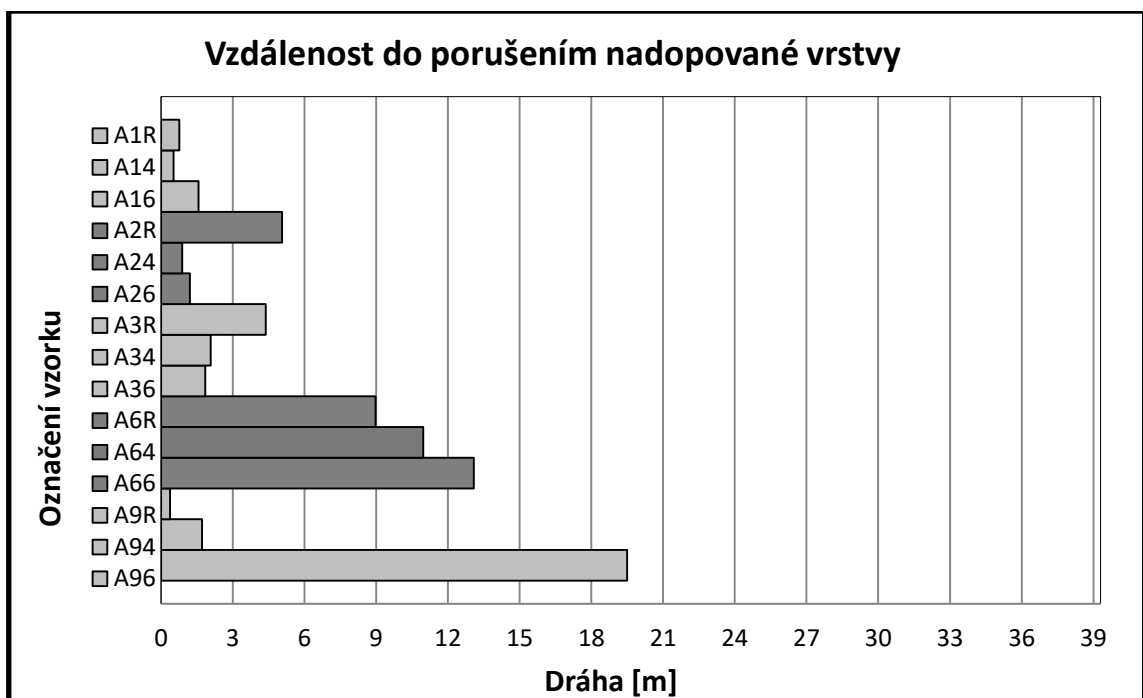
Tabulka 8: Průměrný μ u ovlivněné vrstvy pro jednotlivé fluence

Fluence	Průměrný μ (u nadopované vrstvy)
A1	0,251
A2	0,252
A3	0,265
A6	0,251
A9	0,252

Tabulka 9: Průměrný μ pro jednotlivé teploty dodatečného žíhání

Teplota žíhání	Průměrný μ (u nadopované vrstvy)
R	0,266
4	0,265
6	0,231

Z tabulek 8,9 je patrné, že samotné hodnoty koeficientu tření se mezi vzorky výrazně neliší. U fluence A3 byl naměřen o něco vyšší koeficient tření v porovnání s ostatními fluencemi. U teploty žíhání 6 vyšel koeficient tření o něco nižší než u ostatních teplot. Co se však výrazně mění je uběhlá dráha/doba, po kterou vrstva odolává proti svému porušení (obr. 36).



Obrázek 36: Grafické znázornění rozdílů mezi vzorky v uběhlé dráze před porušením

Zatímco u většiny vzorků dojde k porušení vrstvy okolo uběhlé vzdálenosti 2m, u vzorku A96 došlo k porušení až ve vzdálenosti 19,5m. Velmi dobré výsledky má také celá sada vzorků A6R, A64 a A66 (obr xx). Celková nastavená vzdálenost testu byla 39,3m.

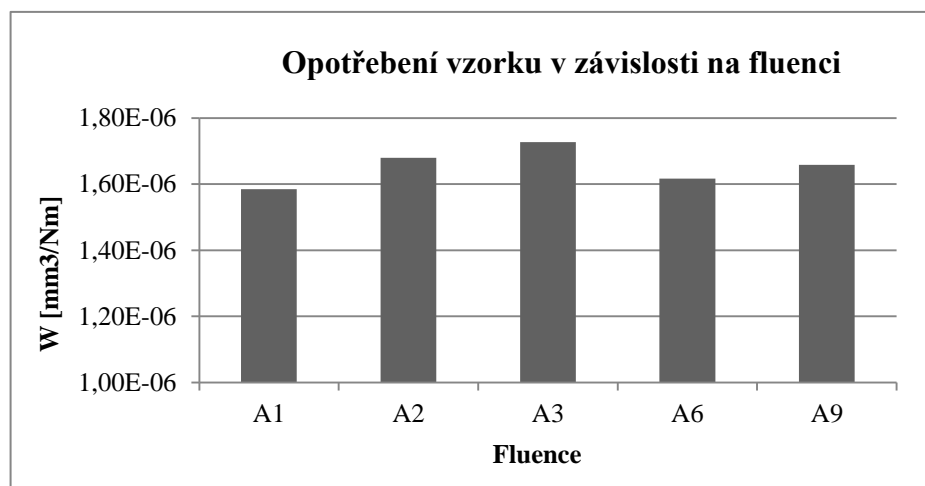
Dlouhé vzdálenost u vyšších fluencí A6 a A9 můžeme nejspíše přisoudit vysokému podílu TiN v povrchové vrstvě a blízké vzdálenosti pod ní.

6.2 Opotřebení vzorku

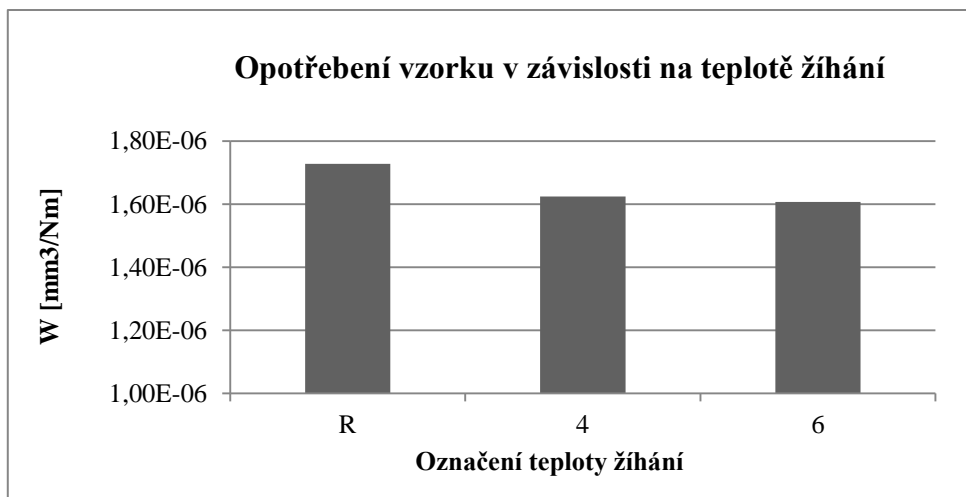
Vypočtený objem opotřebení vzorku v závislosti na zatížení ukazuje tabulka 9. Opotřebení vzorků v závislosti na fluenci a zihání ukazují obrázky 37 a 38.

Tabulka 9: Opotřebení W u jednotlivých vzorků

Vzorek	W [mm^3/Nm]
A1R	1,500E-06
A14	1,509E-06
A16	1,742E-06
A2R	1,772E-06
A24	1,656E-06
A26	1,609E-06
A3R	1,826E-06
A34	1,746E-06
A36	1,607E-06
A6R	1,713E-06
A64	1,566E-06
A66	1,570E-06
A9R	1,824E-06
A94	1,644E-06
A96	1,506E-06



Obrázek 37: Opotřebení v závislosti na fluenci



Obrázek 38: Opotřebení v závislosti na žihání

Nejmenší velikost opotřebení vykazovaly vzorky sady s fluencí A1, největší pak sada A3. Vzorky, u kterých proběhlo dodatečné žihání, vykazují nižší opotřebení než nežíhané vzorky R.

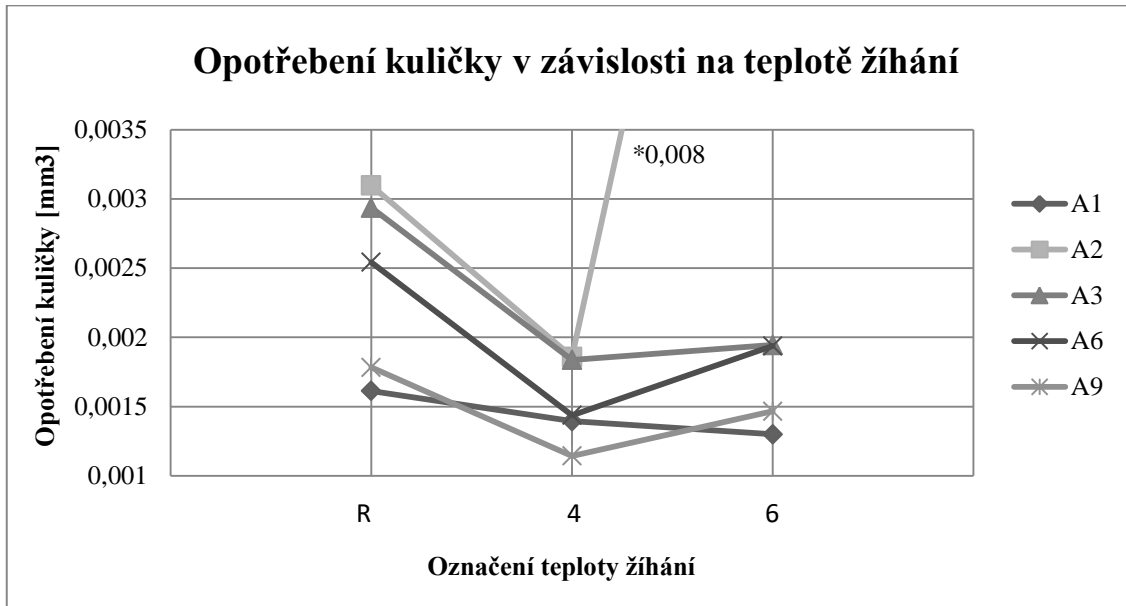
6.3 Opotřebení kuličky

Z nashromážděných dat o opotřebení kuličky u jednotlivých vzorků (viz Tabulka xx) vyplývá, že opotřebení kuličky bývá nejvyšší pro vzorky, u kterých neproběhlo dodatečné žihání, tedy teplotu R. Pouze sada A1 se tomuto trendu vymyká.

Tabulka 10: Opotřebení kuličky

Vzorek	Objem opotřebení kuličky [mm3]
A1R	0,0016
A14	0,0013
A16	0,0013
A2R	0,0030
A24	0,0018
A26	0,0084
A3R	0,0029
A34	0,0018
A36	0,0019
A6R	0,0025
A64	0,0014
A66	0,0019
A9R	0,0017
A94	0,0011
A96	0,0014

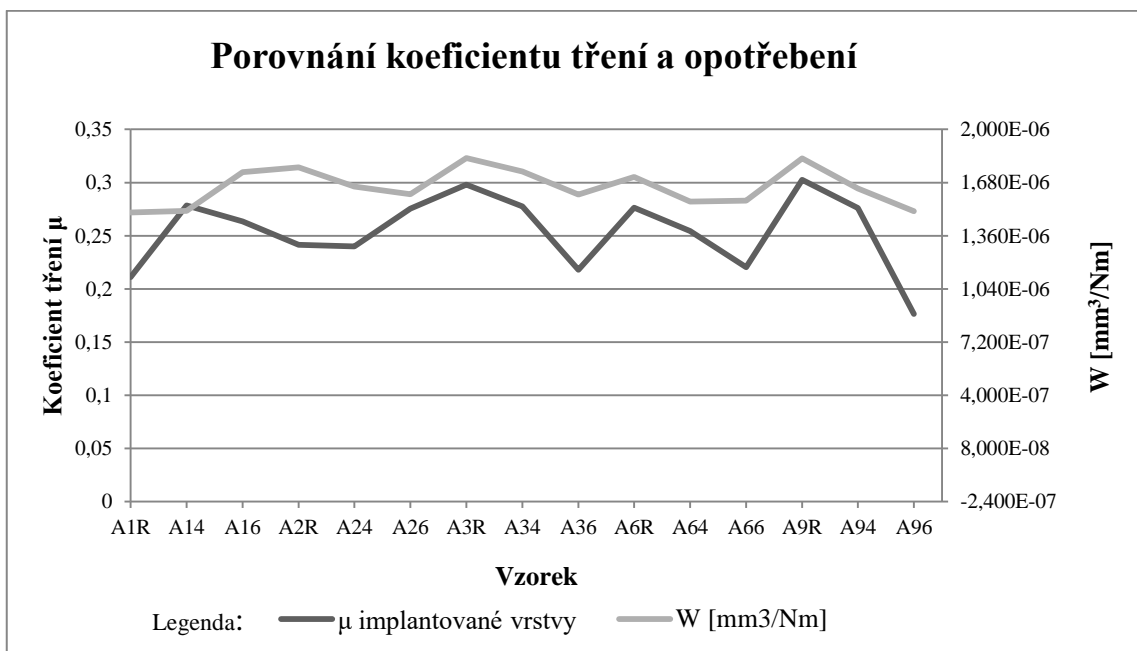
Graficky je trend měnícího se opotřebení kuličky v závislosti na žihání zobrazen na obrázku 39.



Obrázek 39: Trend opotřebení kuličky

6.4 Další závislosti

Při srovnání naměřeného koeficientu tření μ a opotřebení W na obrázku 40 je pozorovatelný trend, kdy se stoupajícím koeficientem tření stoupá také velikost opotřebení vzorku. Tato závislost není patrná u vzorků s nízkou fluencí, pravděpodobně kvůli rozdílné morfologii povrchu.



Obrázek 40: Porovnání koeficientu tření a opotřebení

7 Závěr

Hlavním zaměřením práce bylo vyhodnocení změn tribologických vlastností povrchu titanových materiálů upravených pomocí iontové implantace dusíku, při použití různých dávek dusíku a teplot žíhání.

V experimentální části byl nejprve vypracován postup přípravy dopování čistého titanu dusíkem za použití různých fluencí a podmínek dodatečného žíhání. Vytvořeno bylo 15 vzorků s fluencemi v rozmezí 1×10^{17} až 9×10^{17} [at/cm²] a teplotami dodatečného žíhání 400°C, 600°C a bez žíhání. U vybraných vzorků byly okomentovány změny morfologie povrchové vrstvy. Nakonec byl u každého vzorku proveden pin-on-disc test, ze kterého byl určen koeficient tření naimplantované vrstvy, stejně jako odolnost proti opotřebení. Ta byla vyhodnocena dle normy ASTM G 99-034 pro samotný vzorek i pro použitou kuličku. U získaných dat byly pozorovány a vyhodnoceny závislosti podmínek implantace a následných vlastností povrchu. Z experimentů lze formulovat níže vypsání závěry.

Koeficient tření dusíkem naimplantované vrstvy se mezi jednotlivými vzorky liší jen minimálně a pohybuje se kolem hodnoty $\mu = 0,25$, to je zhruba 3x méně než u nenaimplantovaného vzorku ($\mu = 0,8$). V závislosti na implantované fluenci se však velmi výrazně liší vzálenost, po kterou tato vrstva s nízkým koeficientem tření odolává svému porušení. Zhruba by se dalo říci, že s přibývajícím fluencí roste doba do porušení vrstvy. Toto přisuzuji faktu, že při vyšších fluencích (a tím pádem i časech implantace) se do povrchu dostane více dusíku, díky tomu fáze TiN roste na velikosti a dusík také může prodifundovat hlouběji pod povrch.

Po porušení naimplantované vrstvy u všech vzorků dojde k nárůstu koeficientu tření na hodnotu přibližně $\mu = 0,9$, což je hodnota mírně vyšší než koeficient tření nenaimplantovaného čistého titanu při stejných podmínkách $\mu = 0,8$. Tento mírný rozdíl si vysvětlují přítomností produktů opotřebení, které ve stykové ploše zůstávají po porušení nadopované vrstvy. Zajímavé z hlediska budoucího výzkumu by bylo zkoušet produkty opotřebení v průběhu testu odstraňovat a pozorovat změnu.

Opotřebení vzorků se mezi jednotlivými fluencemi lišilo jen minimálně, v závislosti na žíhání však šlo posuzovat trend, kdy vzorky, u kterých neproběhlo dodatečné žíhání, prokazovali vyšší velikost opotřebení. Toto koreluje přesně

s opotřebením kuličky, která u vzorků, u kterých neproběhlo dodatečné žíhání, také vykazovala znatelně vyšší opotřebení.

Při sledování vzorků po iontové implantaci na elektronovém mikroskopu lze vypořadovat, že se u fluencí 3×10^{17} a vyšších tvoří během implantace na povrchu „bubliny“. Ty vznikají v důsledku přesycování povrchu kvůli neschopnosti dusíku dostatečně rychle difundovat do hloubky při použití takto vysokých dávek iontů. Obecně se zdá, že vzorky naimplantované tak nízkou dávkou, že u nich bubliny nevznikají, vykazují horší průběh tření a celkově horší tribologické vlastnosti oproti těm, u kterých se bubliny tvoří. Příčinou však nemusí být bubliny sami o sobě, ale možná fakt, že bubliny jsou spíše znakem přesycenosti povrchu.

Při srovnání koeficientu tření a velikosti opotřebení vzorků v jednom grafu lze vypořadovat, že obě hodnoty rostou a klesají společně u vzorků s fluencemi 3×10^{17} až 9×10^{17} a více, tedy u vzorků, u kterých byl pozorován vznik bublin. Zajímavé je, že vzorky s fluencí 1×10^{17} a 2×10^{17} tento trend příliš nenásledovaly. Příčinou může být rozdílná morfologie povrchu.

Pro následující práce doporučuji pro podobné vzorky použití mírnějších podmínek pin-on-disc testu, protože za námi zvolených podmínek se většina naimplantovaných vrstev porušila velmi rychle po začátku testu. Také doporučuji pořízení více vzorků morfologie naimplantované vrstvy, aby se daly přesněji charakterizovat podmínky vzniku bublin a následky vyplývající pro tribologické vlastnosti takovýchto povrchů. Výsledky budou v rámci projektu, do kterého práce zapadá, následně porovnávány s podobnými vzorky z Beta titanu.

8 Seznam zkratek, značek a symbolů

Symbol	Jednotka	Veličina
Al	[-]	Hliník
BCC	[-]	Kubická prostorově středěná mřížka
C	[-]	Uhlík
Co	[-]	Kobalt
CP	[-]	Komerčně čistý
Cr	[-]	Chrom
Cu	[-]	Měď
ČVUT	[-]	České Vysoké Učení Technické
d	[mm]	Poloměr plochy jizvy na kuličce
d	[mm]	Šířka dráhy opotřebení
E	[MPa]	Modul pružnosti v tahu (Youngův)
Fe	[-]	Železo
FeTiO ₃	[-]	Illmenit
F _t	[N]	Třecí síla
h	[mm]	Hloubka stopy
h	[mm]	Tloušťka vrstvy paliva
HCP	[-]	Šesterečná těsně uspořádaná
KV	[J]	Absorbovaná energie
Mn	[-]	Mangan
Mo	[-]	Molybden
N	[-]	Dusík
Nb	[-]	Niob
Ni	[-]	Nikl
O	[-]	Kyslík
R	[mm]	Poloměr dráhy opotřebení
r	[mm]	Poloměr kuličky
R _m	[MPa]	Mez pevnosti v tahu
R _{p0,2}	[MPa]	Smluvní mez pevnosti v tahu
S	[mm ²]	Styčná plocha třecích povrchů

Si	[-]	Křemík
Sr	[-]	Stroncium
Ta	[-]	Tantal
Ti	[-]	Titan
TiO ₂	[-]	Oxid titaničitý
V	[-]	Vanad
v	[m/s]	Lineární rychlost pohybu
Zn	[-]	Zinek
α	[-]	Alfa
β	[-]	Beta
η	[Pa.s]	Dynamická viskozita
μ	[-]	Koeficient tření

9 Zdroje

- [1] BUDZYNSKI, P, A YOUSSEF a J SIELANKO. *Surface modification of Ti–6Al–4V alloy by nitrogen ion implantation*; *Wear*; Volume 261, Issues 11–12, 2006, Pages 1271-1276
- [2] RAUTRAY, Tapash R, R NARAYANAN a Kyo-Han KIM. *Ion implantation of titanium based biomaterials*; *Progress in Materials Science*; Volume 56, Issue 8, 2011, Pages 1137-1177
- [3] FUKUMOTO, S, H TSUBAKINO, S INOUE, L LIU, M TERASAWA a T MITAMURA. *Surface modification of titanium by nitrogen ion implantation*; *Materials Science and Engineering: A*; Volume 263, Issue 2, 1999, 205-209
- [4] ILIN, A.A., L.M. PETROV, E.A. LUKINA a A.A. CHERNYSHEVA. *Effect of the Phase Composition and Structure of Titanium Alloys on Their Interaction with Nitrogen during Low-Temperature Ion Nitriding*; *Russian Metallurgy (Metally)*; Volume 2006, Issue 5, 2006, pages 400–405
- [5] LAKSMI, S. Gokul a D. ARIVUOLI. *Enhanced wear resistance of Ti-5Al-2Nb-1Ta orthopaedic alloy by nitrogen ion implantation*; *Tribology International*; Volume 39, Issue 6, 2006, Pages 548-552
- [6] LUO, Yong a Shirong GE. *Fretting wear behavior of nitrogen ion implanted titanium alloys in bovine serum lubrication*; *Tribology International*; Volume 42, Issue 9, September 2009, Pages 1373-1379
- [7] VIRGINIA SÁENZ DE VITERI AND ELENA FUENTES (2013). *Titanium and Titanium Alloys as Biomaterials*; *Tribology - Fundamentals and Advancements*; Available from: <https://www.intechopen.com/books/tribology-fundamentals-and-advancements/titanium-and-titanium-alloys-as-biomaterials>, 2003
- [8] RTE INTERNATIONAL METALS, INC. COMPANY. *TITANIUM ALLOY GUIDE* [online]. 2000. Dostupné také z: www.RMITitanium.com
- [9] BOYER, Rodney, Gerhard WELSCH a E W COLLINGS. *Materials properties handbook : titanium alloys* [online]. Ohio, USA: ASM International, 1994 [cit. 2016-

12-25]. Dostupné z: <http://www.worldcat.org/title/materials-properties-handbook-titanium-alloys/oclc/300373474>

[10] TITAN METAL FABRICATORS, INC. *Titanium Grade Overview: Commercially Pure Titanium Grades* [online]. 2016 [cit. 2016-12-29]. Dostupné z: <http://www.supraalloys.com/titanium-grades.php>

[11] *ORTHO BALTIC implants* [online]. 2016. Dostupné z: <http://www.balticimplants.eu/>

[12] SOCHA, Václav. *Termická oxidace titanových slitin a jejich povlaků*. Praha, 2016. Bakalářská práce. ČVUT. Vedoucí práce Ing. Jana Sobotová, PhD.

[13] VONDÁK, Tomáš. *Termická oxidace titanových slitin a jejich povlaků*. Praha, 2016. Diplomová práce. ČVUT. Vedoucí práce Ing. Zdeněk Pitrmuc.

[14] ZHAO, Yixiang. *Effects of Laser Shock Peening on Residual Stress, Texture and Deformation Microstructure of Titanium-6Aluminum-4Vanadium Alloy* [online]. 2012 [cit. 2016-02-13]. Dostupné z: <http://search.proquest.com.ezproxy.techlib.cz/docview/1316886055?pqorigsite=summon>. University of Cincinnati.

[15] Titanium. In: *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2001- [cit. 2016-12-29]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Titanium>

[16] BÖNISCH, Matthias, et. al. *Thermal stability and phase transformations of martensitic Ti–Nb alloys. Science and Technology of Advanced Materials*. 2013-10-01, vol. 14, issue 5, s. 055004

[17] HON, Yen-Huei, Jian-Yih WANG a Yung-Ning PAN. Composition/Phase Structure and Properties of Titanium-Niobium Alloys. *Materials Transactions*. 2003, roč. 44, č. 11, 2384 - 2390.

[18] *Maria-online: Doping (semiconductor)* [online]. [cit. 2017-07-19]. Dostupné z: <http://www.maria-online.com/children/article.php?lg=cs&q=Dotov%C3%A1n%C3%AD>

- [19] LOSERTO VÁ, Monika. *Titan a jeho slitiny* [online]. VŠB-TUO, 2010. Dostupné z: <http://docplayer.cz/18203067-Titan-a-jeho-slitiny-cisty-titan-slitiny-titanu-a-slitiny-na-bazi-intermetalicky-fazi-tial-a-ti-3-al-slitiny-na-bazi-tini-jev-tvarove-pameti.html>
- [20] *Iontová implantace - nástroj budoucnosti* [online]. [cit. 2016-12-29]. Dostupné z: http://www-troja.fjfi.cvut.cz/~drska/edu/webfyz/ion_implant/
- [21] VACEK, Václav a Martin DOUBEK. *APLIKACE IONTOÝCH A ELEKTRONOÝCH SVAZKŮ* [online]. In: . [cit. 2016-12-29]. Dostupné z: http://lin202.fsid.cvut.cz/research/activities/Poster_Merged.pdf
- [22] SETVÁK, Martin. *Pokroky matematiky, fyziky a astronomie* [online]. Praha, 1977. Dostupné také z: http://dml.cz/bitstream/handle/10338.dmlcz/139036/PokrokyMFA_22-1977-6_5.pdf. ČVUT.
- [23] HELEBRANT, František, Jiří ZIEGLER a Daniela MARASOVÁ. *TECHNICKÁ DIAGNOSTIKA A SPOLEHLIVOST I. TRIBODIAGNOSTIK* [online]. Ostrava, 2000.
- [24] NOVOTNÝ, Jaroslav. *Tribologické vlastnosti modifikovaných polymerů* [online]. Plzeň, 2012. Dostupné také z: http://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/22858/novotn%C3%BD_2012_bp.pdf?sequence=1. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati.
- [25] Obručník, Daniel. Tribologické hodnocení třecích dvojic dílců odstředivých čerpadel: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. s. 51, příloh 5. Ing. Karel Osicka.
- [26] Figure 1. Profile data acquisition by a stylus-type profilometer. *ResearchGate* [online]. 2016 [cit. 2016-12-30]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/figure/254499195_fig1_Figure-1-Profile-data-acquisition-by-a-stylus-type-profilometer
- [27] *Histraa: Titaanin hitsaus* [online]. [cit. 2017-01-16]. Dostupné z: <http://www.hitsaa.fi/index.php?p=titaniumWelding>

10 Seznam obrázků a grafů

Obrázek 1: Krystalová mřížka α (vlevo) a β fáze (vpravo) [14].....	10
Obrázek 2: Části rovnovážných diagramů (tuhý stav) [19].....	12
Obrázek 3: Dentální šrouby z CP Ti [11]	13
Obrázek 4: Lamelární (vlevo), duplexní (uprostřed) a globulární (vpravo) mikrostruktura [19]	14
Obrázek 5: Lebeční destička z Ti-6Al-4V [11]	15
Obrázek 6: SEM snímky mikrostruktury slitiny Ti-Nb [17]	17
Obrázek 7: Příklad brzdného procesu atomu v krystalové mřížce [22].....	19
Obrázek 8: Dolet iontu dopovaného prvku [22]	19
Obrázek 9: Distribuce dopantu do základního materiálu v závislosti na hloubce [2]	20
Obrázek 10: Hloubkový profil implantovaných příměsí [22]	21
Obrázek 11: Schéma základních funkčních částí iontového implantátoru	22
Obrázek 12: Zjednodušené schéma iontového implantátoru [21]	23
Obrázek 13: Profil opotřebení Ti6Al4V po implantaci N o dávce $1 \times 10^{17} \text{ N}^+/\text{cm}^2$	25
Obrázek 14: Závislost opotřebení čistého titanu na implantované dávce N [3].....	26
Obrázek 15: Různé druhy vzájemných pohybů těles [25].....	27
Obrázek 16: Tribologický systém podle DIN 51 320 [23].....	28
Obrázek 17: Členění tribologického procesu [23].....	28
Obrázek 18: Schmatické znázornění nejčastějších způsobů tření [25].....	31
Obrázek 19: Ukázka a schematické znázornění abrazivního opotřebení [25].....	32
Obrázek 20: Ukázka a schmatické znázornění adhezivního opotřebení [25].....	33
Obrázek 21: Ukázka a schmatické znázornění únavového opotřebení [25].....	33
Obrázek 22: Ukázka a schmatické znázornění tribooxidačního opotřebení [25].....	34
Obrázek 23: Ilustrace zkoušky na zjištění odolnosti proti opotřebení [3].....	35
Obrázek 24: Schéma profilometru [26]	35
Obrázek 25: Použité přístroje	37
Obrázek 26: Implantátor TecVac.....	38

Obrázek 27: CSM instruments – high temperature tribometer.....	40
Obrázek 28: Úkázka vzhledu vzorku a kuličky	40
Obrázek 29: Ukázkový graf průběhu koeficientu tření implantovaného vzorku a jeho hodnocení, A6R	41
Obrázek 30: Ukázkový graf průběhu koeficientu tření nenaimplantovaného vzorku	42
Obrázek 31: Světelný mikroskop Nikon.....	42
Obrázek 32: Šířka opotřebení po pin-on-disc testu a její okótování, A1R.....	43
Obrázek 33: Velikost opotřebení kuličky a okótování, A1R.....	44
Obrázek 34: Řádkovací elektronový mikroskop JSM 7600F	44
Obrázek 35: SEM snímky povrchu vzorků po iontové implantaci.....	45
Obrázek 36: Grafické znázornění rozdílů mezi vzorky v uběhlé dráze před porušením.....	47
Obrázek 37: Opotřebení v závislosti na fluenci.....	48
Obrázek 38: Opotřebení v závislosti na žíhání	49
Obrázek 39: Trend opotřebení kuličky	50
Obrázek 40: Porovnání koeficientu tření a opotřebení	50

11 Seznam tabulek

Tabulka 1: Porovnání chemického složení a vlastností různých Grades čistého titanu [8]	13
Tabulka 2: Mechanické vlastnosti iTi-6Al-4 slitin porovnání s čistým titanem [8]	15
Tabulka 3: Porovnání E různých biomateriálů [8].....	16
Tabulka 4: Mechanické a chemické předúpravy substrátu	38
Tabulka 5: Přehled zavedených označení vzorků a parametrů jejich iontové implantace dusíkem.....	39
Tabulka 6: Použité parametry při pin-on-disc testu.....	40
Tabulka 7: Průběh koeficientu tření pro zkoumané vzorky.....	46
Tabulka 8: Průměrný μ u ovlivněné vrstvy pro jednotlivé fluence	47
Tabulka 9: Průměrný μ pro jednotlivé teploty dodatečného žíhání	47
Tabulka 9: Opotřebení W u jednotlivých vzorků	48
Tabulka 10: Opotřebení kuličky	49