

Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra neželezných kovů, rafinace a recyklace



Optimalizace mechanických vlastností biokompatibilní slitiny Ti6Al4V pomocí tepelného zpracování

Optimization of mechanical properties of biocompatible Ti6Al4V alloy through the use of thermal treatment

Autor práce: Bc. Lukáš Szkandera
Vedoucí práce: Doc. Dr. Ing. Monika Losertová

Ostrava 2015

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra neželezných kovů, rafinace a recyklace

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Lukáš Szkandera**

Studijní program: N3923 Materiálové inženýrství

Studijní obor: 3911T036 Progresivní technické materiály

Téma: **Optimalizace mechanických vlastností biokompatibilní slitiny Ti6Al4V pomocí tepelného zpracování**
Optimization of mechanical properties of biocompatible Ti6Al4V alloy through the use of thermal treatment

Jazyk vypracování: čeština

Zásady pro vypracování:

1. Úvod
2. Rozbor vlivu tepelného zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti slitiny TiAlV pro biokompatibilní aplikace
3. Experimentální část - tepelné zpracování a charakteristika mikrostruktury TiAlV, mechanické zkoušky, fraktografie
4. Rozbor výsledků, diskuze
5. Závěr

Seznam doporučené odborné literatury:

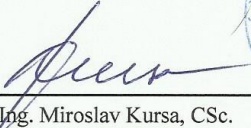
1. Losertová, M. Progresivní materiály. Skripta VŠB-TUO Ostrava, 2012, 268 s. ISBN 978-80-248-2575-5
2. Niinomi, M., Nakai M., Hieda J. Development of new metallic alloys for biomedical applications. Acta Biomaterialia, 8, 2012, s. 3888-3903
3. Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications Ed. by Ch. Leyens and M.Peters. Wiley-VCH GmbH&Co.KGaA, 2003. ISBN 3-527-30534-3
4. Odborné publikace v časopisech Progress in Material Science, Biomaterials, Acta Biomaterialia, Intermetallics, Acta Materialia, Materials Science and Engineering

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí diplomové práce: **doc. Dr. Ing. Monika Losertová**

Datum zadání: 30.11.2015

Datum odevzdání: 02.05.2016


prof. Ing. Miroslav Kursa, CSc.
vedoucí katedry




prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.
děkanka fakulty

Zásady pro vypracování diplomové práce

I.

Diplomovou prací (dále jen DP) se ověřují vědomosti a dovednosti, které student získal během studia, a jeho schopnosti využívat je při řešení teoretických i praktických problémů.

II.

Uspořádání diplomové práce:

- | | |
|--|------------------------------|
| 1. Titulní list | 6. Obsah DP |
| 2. Originál zadání DP | 7. Textová část DP |
| 3. Zásady pro vypracování DP | 8. Seznam použité literatury |
| 4. Prohlášení + místopřísežné prohlášení | 9. Přílohy |
| 5. Abstrakt + klíčová slova česky a anglicky | |

ad 1) Titulní list je koncipován podle požadavků příslušné oborové katedry.

ad 2) Originál zadání DP student obdrží na své oborové katedře.

ad 3) Tyto „Zásady pro vypracování diplomové práce“ následují za originálem zadání DP. („Zásady pro vypracování diplomové práce“ jsou ke stažení na webových stránkách fakulty).

ad 4) Prohlášení + místopřísežné prohlášení napsané na zvláštním listu (ke stažení na webových stránkách fakulty) a vlastnoručně podepsané studentem s uvedením data odevzdání DP. V případě, že DP vychází ze spolupráce s jinými právníckými a fyzickými osobami a obsahuje citlivé údaje, je na zvláštním listě vloženo prohlášení spolupracující právnícké nebo fyzické osoby o souhlasu se zveřejněním DP.

ad 5) Abstrakt a klíčová slova jsou uvedena na zvláštním listu česky a anglicky v rozsahu max. 1 strany pro obě jazykové verze.

ad 6) Obsah DP se uvádí na zvláštním listu. Zahrnuje názvy všech očíslovaných kapitol, podkapitol a statí textové části DP, odkaz na seznam příloh a seznam použité literatury, s uvedením příslušné stránky. Předpokládá se desetinné číslování.

ad 7) Textová část DP obvykle zahrnuje:

- Úvod, obsahující charakteristiku řešeného problému a cíle jeho řešení v souladu se zadáním DP;
- Vlastní rozpracování DP (včetně obrázků, tabulek, výpočtů) s dílčími závěry, vhodně členěné do kapitol a podkapitol podle povahy problému;
- Závěr, obsahující celkové hodnocení výsledků DP z hlediska stanoveného zadání.

DP bude zpracována v rozsahu min. cca 45 stran (včetně obsahu a seznamu použité literatury). V případě, kdy zadání DP vychází ze spolupráce se subjekty mimo VŠB -TU Ostrava a řešení studenta, týkající se citlivých dat spolupracujícího subjektu, je zpracováno v samostatné zprávě, tak zveřejněná část DP bude zpracována v rozsahu min. 25 stran a celkový rozsah DP bude min. 45 stran.

Text musí být napsán vhodným textovým editorem počítače po jedné straně bílého nelesklého papíru formátu A4 při respektování následující doporučené úpravy - písmo Times New Roman 12b; řádkování 1,5; okraje – horní, dolní – 2,5 cm, levý – 3 cm, pravý 2 cm, zarovnání do bloku. Fotografie, schémata, obrázky, tabulky musí být očíslovány a musí na ně být v textu poukázáno.

Budou zařazeny průběžně v textu, pouze je-li to nezbytně nutné, jako přílohy (viz ad 9). Odborná terminologie práce musí odpovídat platným normám. Všechny výpočty musí být přehledně uspořádány tak, aby každý odborník byl schopen přezkoušet jejich správnost. Matematické vzorce musí být číslovány (v kulatých závorkách). U vzorců, údajů a hodnot převzatých z odborné literatury nebo z praxe musí být uveden jejich pramen - u literatury citován číselným odkazem (v hranatých závorkách) na seznam použité literatury. Nedostatky ve způsobu vyjadřování, nedostatky gramatické, neopravené chyby v textu mohou snížit klasifikaci práce.

ad 8) DP bude obsahovat alespoň 15 literárních odkazů, z toho nejméně 5 v některém ze světových jazyků.

Seznam použité literatury se píše na zvláštním listě. **Citaci literatury je nutno uvádět důsledně v souladu s ČSN ISO 690.** Na práce uvedené v seznamu použité literatury musí být uveden odkaz v textu DP.

ad 9) Přílohy budou obsahovat jen ty části (speciální výpočty, zdrojové texty programů aj.), které nelze vhodně včlenit do vlastní textové části např. z důvodu ztráty srozumitelnosti.

III.

Diplomovou práci student odevzdá ve dvou knihařsky svázaných vyhotoveních, pokud katedra garantující studijní obor neurčí jiný počet. Vnější desky budou označeny takto:

nahoře: *Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava*
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra

uprostřed: *DIPLOMOVÁ PRÁCE*

dole: *Rok* *Jméno a příjmení*

Kromě těchto dvou knihařsky svázaných výtisků odevzdá student kompletní DP také v elektronické formě do IS EDISON. Práce vložená v elektronické formě do IS EDISON se musí zcela shodovat s prací odevzdanou v tištěné formě. Po vložení DP do IS EDISON bude provedena její kontrola na plagiátorství.

IV.

Nesplnění výše uvedených zásad pro vypracování diplomové práce může být důvodem nepřijetí práce k obhajobě. O nepřijetí práce k obhajobě rozhoduje v tomto případě garant příslušného studijního oboru. Tyto zásady jsou závazné pro studenty všech studijních programů a forem navazujícího magisterského studia Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava od akademického roku 2015/2016.

Ostrava 2. 11. 2015



Prof. Ing. Jana Dobrovská, CSc.
děkanka Fakulty metalurgie a materiálového inženýrství
VŠB-TU Ostrava

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- jsem byl(a) seznámen(a) s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména §35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního (§60 - školní dílo);
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB - TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst. 3);
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude archivována v elektronické formě v databázi Ústřední knihovny VŠB - TUO a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO;
- bylo sjednáno, že s VŠB - TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona;
- bylo sjednáno, že užít své dílo - diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB - TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB - TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že odevzdáním své diplomové práce souhlasím s jejím zveřejněním podle zákona č. 111/1998Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (Zákon o vysokých školách) bez ohledu na výsledek její obhajoby.

Místopřísežně prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci vypracoval(a) samostatně.

V Ostravě

.....
podpis (jméno a příjmení studenta)

Abstrakt

Diplomová práce je zaměřena na biokompatibilní titanovou slitinu Ti6Al4V. Teoretická část obsahuje rešerši mechanických vlastností, způsobů tváření a tepelného zpracování. Praktická část je zaměřena na optimalizaci mechanických vlastností slitiny pomocí tepelného zpracování, které probíhalo v argonu a ve vodíku. Následně byla provedena tahová zkouška a digitální obrazová analýza. Z dosažených výsledků byl vyhodnocen vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti slitiny.

Klíčová slova:

Slitina Ti6Al4V, mikrostruktura, tepelné zpracování, tahová zkouška, digitální obrazová analýza

Abstract

The thesis is focused on biocompatible titanium alloy Ti6Al4V. Theoretical part contains mechanical properties, methods of forming and heat treatment. The practical part is focused on optimizing mechanical properties of the alloy by heat treatment, which took place in argon and hydrogen. The tensile test and digital image correlation was performed. The influence of heat treatment on microstructure and mechanical properties of the alloy was evaluated.

Keywords:

Ti6Al4V alloy, microstructure, heat treatment, tensile test, digital image correlation

Poděkování

Rád bych na tomto místě poděkoval paní doc. Dr. Ing. Monice Losertové za veškeré rady, cenné připomínky a vedení diplomové práce. Ing. Ondřeji Štefkovi děkuji za odborné a technické rady při provádění metalografické analýzy. Ing. Kateřině Konečné bych chtěl také poděkovat za provedení SEM dokumentace a EDS analýzy.

Obsah

1. Úvod.....	9
2. Titan a jeho slitiny	10
2.1 Základní charakteristika	10
2.2 Slitina Ti6Al4V	11
2.2.1 Obecné vlastnosti a použití	11
2.2.2 Tepelné zpracování.....	14
2.2.3 Tvařitelnost	18
2.2.4 Mechanické vlastnosti	20
2.3 Biokompatibilita titanových slitin.....	25
2.3.1 Povrchové zpracování implantátů	25
3. Praktická část.....	28
3.1 Tepelné zpracování	28
3.1.1 Žihání v argonu	28
3.1.2 Žihání ve vodíku	29
3.2 Tahová zkouška a digitální obrazová analýza.....	29
3.3 Studium mikrostruktury a lomů	30
4. Výsledky a diskuze	30
4.1 Tahová zkouška a DIC	30
4.2 Mikrostruktura	36
4.3 Fraktografie.....	44
Závěr	54
Použité zdroje a literatura.....	55

1. Úvod

Titanové slitiny hrají důležitou roli v biolékařských aplikacích pro své vlastnosti, mezi které patří tvařitelnost, svařitelnost, erozní odolnost, korozní odolnost, specifická pevnost a biokompatibilita.

Mezi hlavní používané materiály patří slitina Ti6Al4V, kterou se zabývá tato diplomová práce. Tato slitina se vyznačuje výhodnou schopností modifikace vlastností pomocí tepelně mechanického zpracování. Problematické je zastoupení hliníku a vanadu ve slitině, které je potřeba izolovat od lidské tkáně vhodným povrchovým zpracováním.

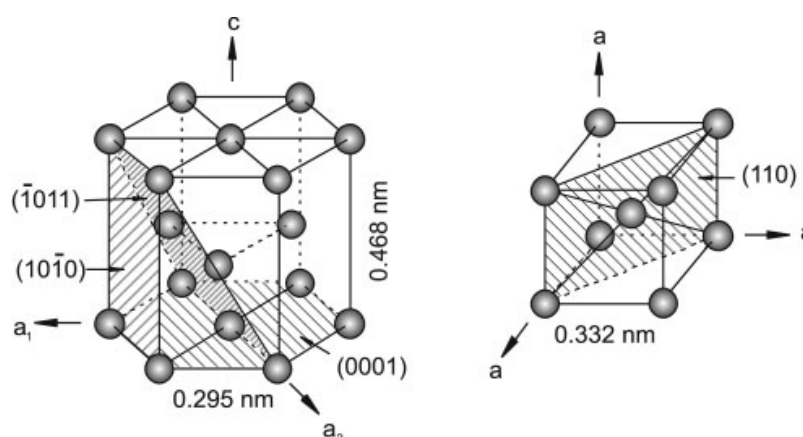
Cílem práce bylo provedení tepelného zpracování v argonu a ve vodíku. Následně bylo zapotřebí provést tahovou zkoušku, digitální obrazovou analýzu a měření mikrotvrdoti. Následovalo metalografické pozorování na optickém mikroskopu i na skenovacím elektronovém mikroskopu. Z dosažených výsledků bylo možné nakonec vyhodnotit vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu a optimalizovat tím mechanické vlastnosti.

Studium a experimentální práce byly provedeny v rámci následujících projektů OPVaVpI No. LO1203-„Regionální materiálově technologické výzkumné centrum – NPU I“, financovaného ze strukturálních fondů EU, TA03010804-„Osteosyntéza zlomenin nohy a ruky“, SGS SP2016/103 a RRC/07/2014 -"Podpora vědy a výzkumu v Moravskoslezském kraji 2014".

2. Titan a jeho slitiny

2.1 Základní charakteristika

Titan je tvrdý a lehký kov, jehož hustota je 4,5 g/cm³ a teplota tavení je 1670 °C. Titan je velmi dobře tvařitelný, svařitelný, avšak špatně obrobitelný. Obrobitelnost je horší, jelikož titan odvádí teplo velice pomalu. Dalším důvodem je velmi dobrá erozní odolnost, protože dochází k rychlému opotřebení obráběcích nástrojů. Dalšími vlastnostmi jsou výborná korozní odolnost a biokompatibilita. V neposlední řadě je nutno vyzdvihnout vysoký poměr pevnosti a hustoty, tedy specifickou pevnost titanu, která je mnohem vyšší než u ostatních materiálů. Díky všem zmíněným vlastnostem je titan častou volbou při výběru materiálu pro chirurgické a dentální implantáty. Existují dvě krystalografické struktury titanu, které jsou zobrazeny na Obr. 1. Jedná se o α -fázi, což značí hexagonálně těsně uspořádanou mřížku, kterou má čistý titan při pokojové teplotě. Překročením teploty 882 °C dochází k přeměně na β -fázi, kterou představuje mřížka kubická prostorově centrovaná, která má více skluzových systémů pro tváření. [1,2]



Obr. 1 Krystalové mřížky fází α a β [3]

Pomocí legování a tepelného zpracování lze řídit průběh krystalografických přeměn. Díky tomu bylo vyvinuto velké množství titanových slitin. Podle přítomnosti výše zmiňovaných fází se slitiny titanu klasifikují jako α , β a $\alpha + \beta$ slitiny. Příměsi v titanu se rozdělují na základě toho, kterou z fází stabilizují ve větším rozmezí teplot. Lze je tedy rozdělit podle toho, jestli zvyšují nebo snižují teplotu alotropické přeměny α na β . Existuje několik příměsí, které tvoří křehké oxidy, nitridy, hydridy, karbidy nebo intersticiální tuhé roztoky. Mezi tyto prvky patří hlavně kyslík, uhlík, dusík a vodík. Uvedené příměsi sice zvyšují pevnost a tvrdost, avšak dochází ke zhoršení svařitelnosti a odolnosti proti korozi. Mezi prvky α stabilizující patří především Al, O, N a C. Zvyšují teplotu fázové přeměny $\alpha \leftrightarrow \beta$ a tím tedy

stabilizují tuhý roztok α . Kyslík, dusík a uhlík je potřeba udržet minimální, protože jsou to škodlivé příměsi, jak je uvedeno již výše. Hlavní význam má hliník a využívá se jako α stabilizátor u většiny vyráběných titanových slitin. Hliník zvyšuje rozpustnost vodíku a díky tomu se slitina stává méně citlivou na obsah vodíku, který by způsobil zkřehnutí. Prvky stabilizující tuhý roztok β jsou hlavně V, Mo, Nb, Ta, Zr. Teplotu fázové přeměny tedy snižují. Další β stabilizátory, jako jsou Cu, Ni, Fe, Cr a Si, zapříčiňují eutektoidní přeměnu. [1,2]

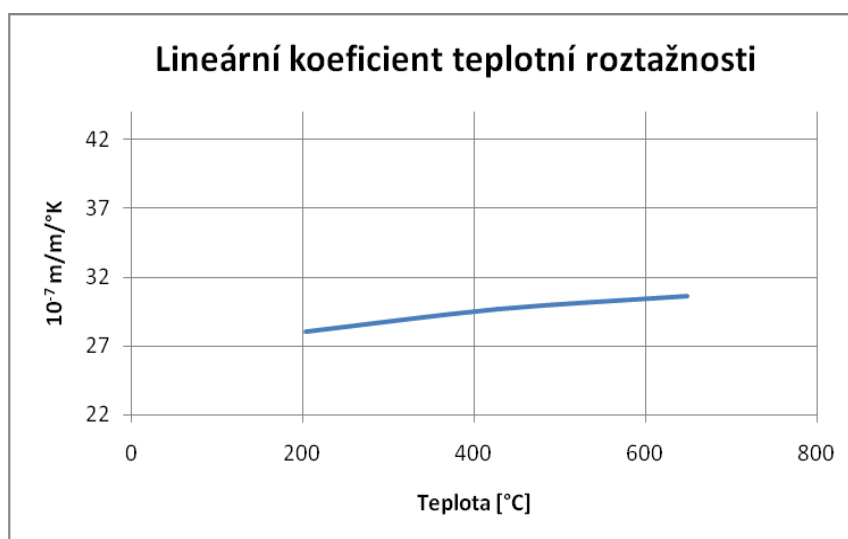
2.2 Slitina Ti6Al4V

2.2.1 Obecné vlastnosti a použití

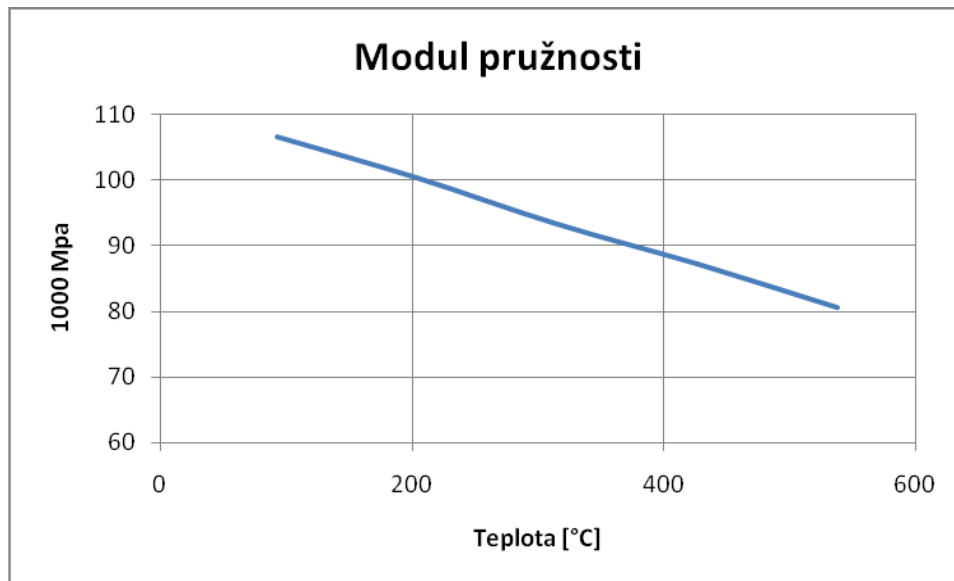
Slitina Ti6Al4V patří do skupiny slitin $\alpha + \beta$. Jedná se o hlavní slitinu nejen této skupiny, ale i všech titanových slitin, protože tvoří více než 50 % celkové produkce všech titanových slitin. Hliník působí ve slitině jako α stabilizátor a vanad jako β stabilizátor. Chemické zastoupení prvků ve slitině je znázorněno v Tab. 1. Diagramy pro lineární koeficient teplotní roztažnosti, modulu pružnosti a elektrický měrný odpor jsou uvedeny na Obr. 2,3 a 4. [4]

Tab. 1 Chemické složení Ti6Al4V [4]

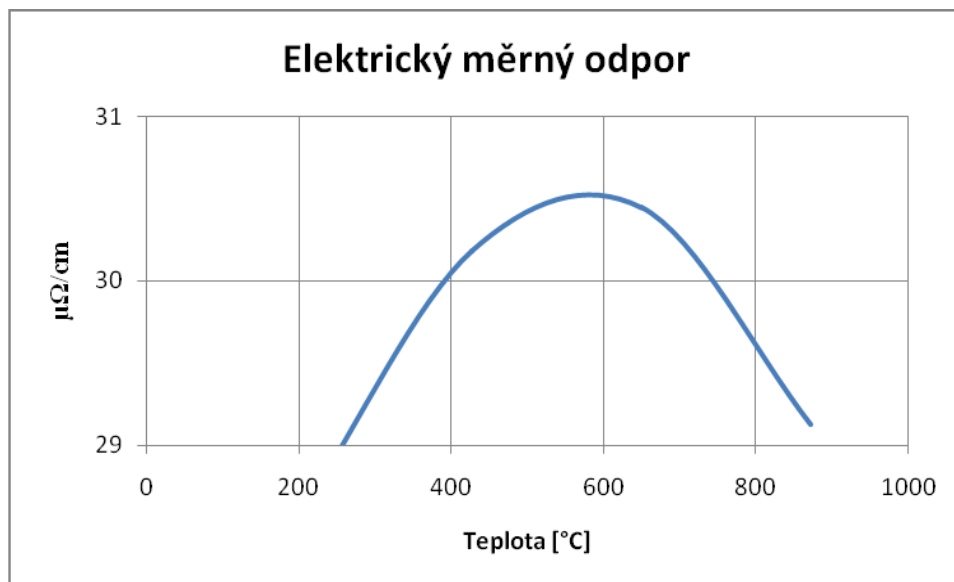
Chemické složení									
	N	C	H	O	Fe	Al	V	Ti	ostatní
Min.hm.%	-	-	-	-	-	5,50	3,50	-	-
Max.hm.%	0,05	0,10	0,0125	0,20	0,30	6,75	4,50	zbytek	0,40 celkem 0,10 každý



Obr. 2 Teplotní roztažnost [4]



Obr. 3 Modul pružnosti [4]



Obr. 4 Elektrický měrný odpor [4]

Tato vysokopevnostní slitina může být používána při kryogenních teplotách až okolo 427 °C. Ti6Al4V slitina se využívá v žíhaném stavu a v tepelně zpracovaném a stárnutém stavu. Příklady aplikací této slitiny jsou lopatky kompresoru, kotouče a součásti tryskových motorů, tlakové nádoby, náboje rotoru helikoptéry, spínače a kritické výkovky vyžadující vysokou specifickou pevnost. [4]

Obecně se tedy využívá především v letectví a při aplikacích vyžadujících vysokou odolnost proti korozi. Využití je však možné i v automobilovém průmyslu k nahrazení určitých materiálů v motoru. Mohlo by se jednat o titanové ojnice, ventily a vysokopevnostní snímače. [5]

V následující Tab. 2 jsou zaznamenány výhody studované slitiny a její aplikace v medicíně.

Tab. 2 Výhody Ti6Al4V a využití v medicíně [6]

Ti slitina	Výhody	Aplikace v medicíně
$\alpha + \beta$	Můžou být zpevněny tepelným zpracováním.	Ti6Al4V
		Endoprotéza kolena
		Kyčelní kloub
		Fixační dlahy zlomenin
		Spinální implantáty
		Hřeby, tyče, šrouby, dráty
		Ti3Al2,5V
		trubičky a intramedulární hřeby

Tab. 3 Srovnání mechanických vlastností $\alpha + \beta$ slitin [6]

Slitina	Modul pružnosti [GPa]	Mez kluzu [MPa]	Mez pevnosti [MPa]	Prodloužení [%]
Ti6Al4V	110	860	930	10 – 15
Ti6Al7Nb	105	795	860	10
Ti5Al2,5Fe	110	820	900	6
Ti3Al2,5V	100	585	690	15

Níže se nachází Tab. 4 a Tab. 5 s hodnotami mezí únavy při zkoušení s vrubem a bez vrubu.

Tab. 4 Srovnání únavových pevností bez vrubu [6]

Slitina	Zkušební podmínka	Mez únavy při 10^7 cyklech [MPa]	Mez únavy/ mez kluzu
Ti6Al4V	Osová (R= -1, 292 Hz)	500	0,6
	Osová (R= -1, 292 Hz)	330	0,4
	RBF (R= -1, 60 Hz)	610	0,7
Ti6Al7Nb	RBF (R= -1)	500 – 600	0,7
Ti5Al2,5Fe	RBF (R= -1)	580	0,8
Ti15Mo5Zr3Al	RBF (R= -1, 100 Hz)	560 – 640	0,5
Ocel 316L	Osová (R= -1, 120 Hz)	300	0,5
CoCrMo odlévaná	Osová (R= -1, 100 Hz)	200 – 300	0,5 – 0,6
CoCrMo tvářená	Osová (R= -1, 20 – 100 Hz)	400 – 500	0,5 – 0,6

Velmi užitečné je srovnat $\alpha + \beta$ a β slitiny s nerezovými oceli a kobaltovými slitinami. Hodnoty meze pevnosti v tahu (UTS- ultimate tensile strength) $\alpha + \beta$ a β titanových slitin jsou srovnatelné s nerezovými oceli 316L, avšak jsou nižší než u kobaltových slitin. Hodnoty mezí kluzu titanových slitin a nerezových ocelí jsou opět srovnatelné, avšak pohybují se v dolním rozsahu hodnot kobaltových slitin. Srovnání hodnot meze kluzu, meze pevnosti, modulu pružnosti a prodloužení je vyobrazeno v Tab. 3. [6]

Následující tabulka Tab. 5 zobrazuje srovnání mezi únavy bez vrubu a s vrubem. V tabulce se nachází faktor únavové pevnosti K_f , který vyjadřuje poměr meze únavy s vrubem a bez vrubu, při stejných zkušebních podmínkách. Tabulka zaznamenává taktéž faktor únavové pevnosti vztahený přímo pro studovanou slitinu Ti6Al4V. Faktor $K_{Ti6Al4V}$ je tedy poměr meze únavy určité slitiny a meze únavy slitiny Ti6Al4V, opět při stejných zkušebních podmínkách. [6]

Tab. 5 Srovnání únavových pevností s vrubem a bez vrubu [6]

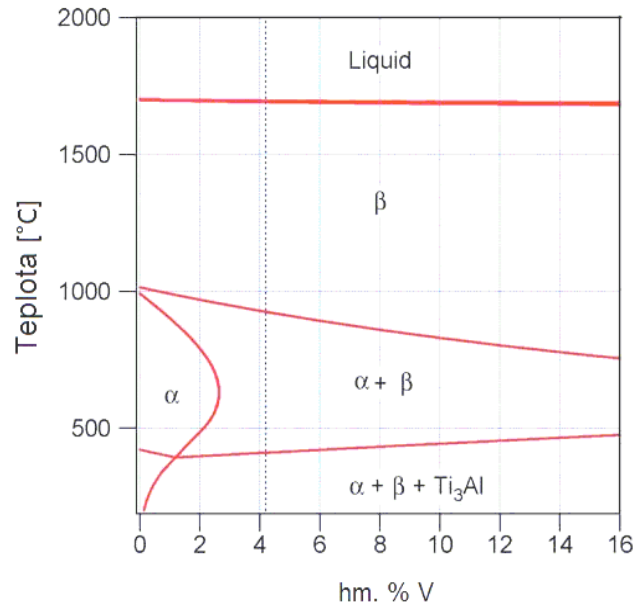
Slitina	Mez únavy bez vrubu při 10^7 cyklech [MPa]	Mez únavy s vrubem při 10^7 cyklech [MPa]	K_f	$K_{Ti6Al4V}$
Ti6Al4V	500	290	0,6	...
Ti5Al2,5Fe	580	300	0,5	...
Ti15Mo5Zr3Al	560 – 640	190	0,3	1,0
Ocel 316LVM	550	300	0,5	1,0
Co slitiny tvářené	725 – 950	Necitlivé na vrub	-	1,4 – 1,8

Srovnání únavových pevností těchto materiálů ukazuje, že $\alpha + \beta$ titanové slitiny mají vyšší hodnoty únavové pevnosti než oceli 316L a podobné hodnoty jako kobaltové slitiny. Mez únavy bez vrubu při 10^7 cyklech je u studované slitiny Ti6Al4V nejnižší oproti srovnávaným materiálům. Mez únavy s vrubem je však u všech slitin srovnatelná. V rámci slitin $\alpha + \beta$ má nejnvýhodnější hodnoty meze kluzu a meze pevnosti slitina Ti6Al4V.

2.2.2 Tepelné zpracování

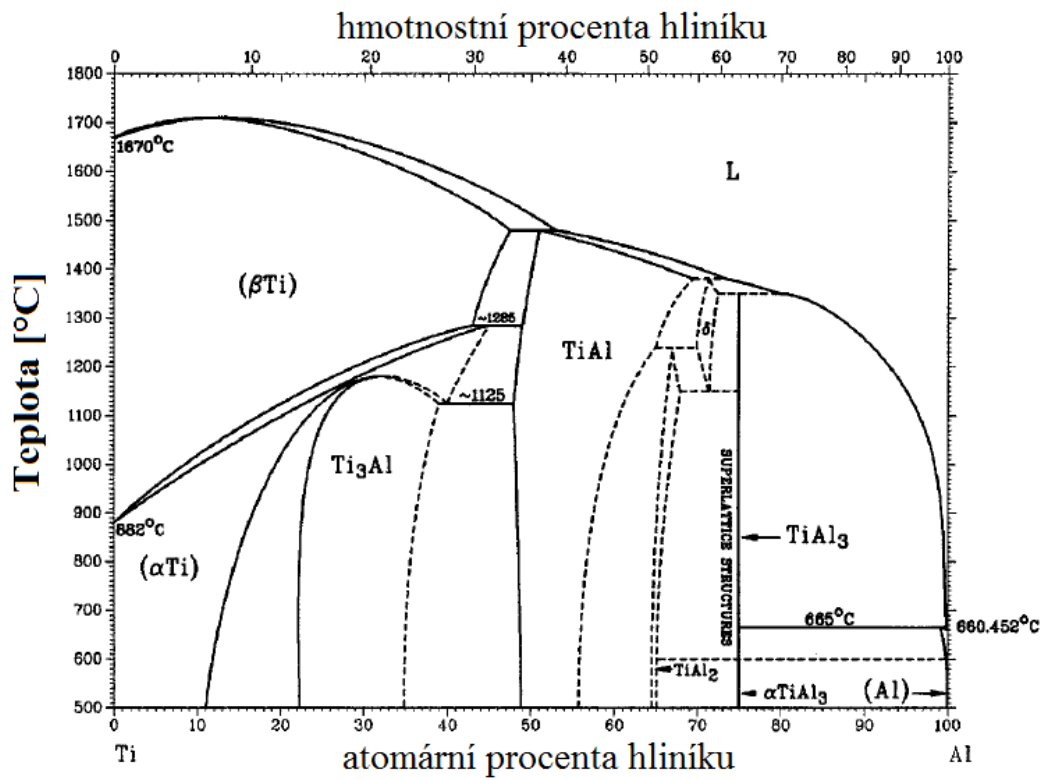
Slitina Ti6Al4V se vyrábí primárně vakuovým indukčním tavením, vakuovým obloukovým přetavením (VAR), tavení elektronovým paprskem (EB), nebo plazmovým tavením. V závislosti na podmínkách následného tepelného zpracování a tváření je možné modifikovat mikrostrukturu fází $\alpha + \beta$, jejich morfologii a poměr, a ovlivnit tak celou řadu vlastností těchto slitin.

Pro tento proces jsou rozhodující teploty a doby ohřevu a rychlosti ochlazování. S teplotou ohřevu se zároveň mění fázové složení a složení fází ve struktuře. Naopak ochlazování a jeho rychlost ovlivňuje průběh fázových změn. Tepelným zpracováním lze odstranit vnitřní pnutí, získat výhodnější kombinace obrobitelnosti a tažnosti, zvýšit pevnost či optimalizovat mez únavy. Tepelné zpracování titanových slitin můžeme rozdělit na žihání a zušlechťování.

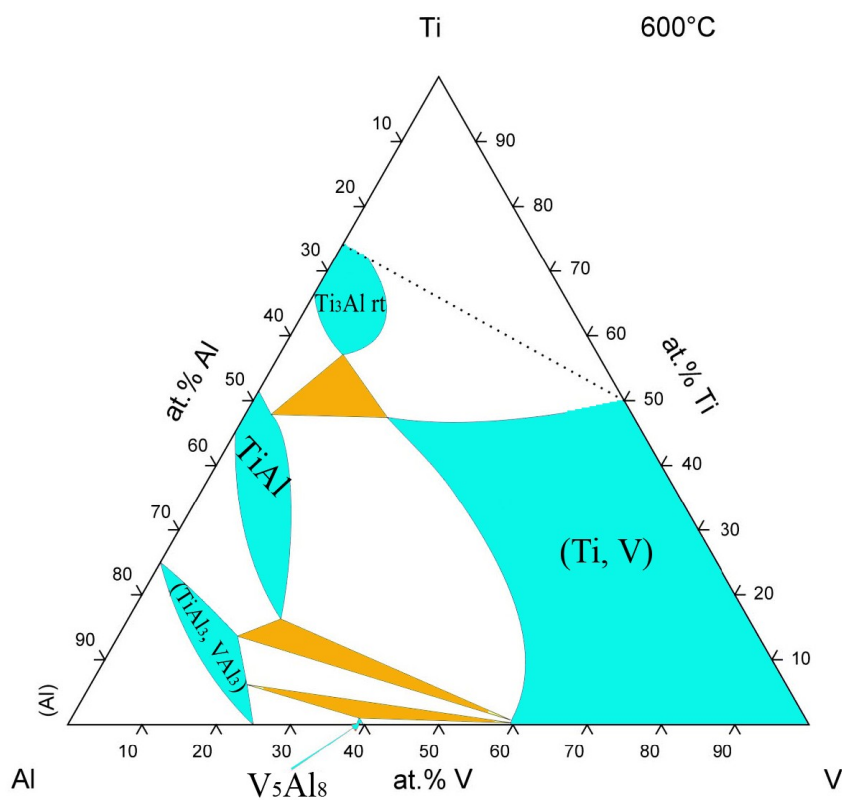


Obr. 5 Pseudobinární diagram TiAlV [7]

Žihací teploty pro dvoufázové slitiny musí ležet v oblasti pod teplotou přeměny na fázi β , protože v oblasti β fáze by došlo k hrubnutí zrna. Rekrystalizační žihání se využívá především pro slitiny tvářené za studena k odstranění deformačního zpevnění. Žihání při 927 – 1038 °C se provádí, pokud je žádoucí vysoká tvrdost, pevnost v tahu a únavová pevnost. Slitina Ti6Al4V může být tepelně zpracována několika způsoby. Žihání se provádí v rozmezí teplot 691 – 760 °C po dobu 30 minut až 2 hodin. Následné ochlazení probíhá na vzduchu nebo v peci. Při žihání ke snížení vnitřního pnutí se používají teploty v rozsahu 538 - 649 °C po dobu 1 až 8 hodin, s následným ochlazením v peci nebo na vzduchu. Vytvrzování slitiny Ti6Al4V se skládá z ohřevu, prudkého ochlazení a stárnutí. Rozpouštěcí žihání se provádí na teplotě v oblasti $\alpha+\beta$ v rozmezí 913 - 954° C, s výdrží po dobu 1 hodiny a následného ochlazení ve vodě. Je nutné minimalizovat prodlevu přesunu z pece do chladicího média tak, aby k zakalení došlo co nejrychleji, tedy během několika sekund. Rychlým zakalením do vody je zachováno co největší množství metastabilní fáze β . Stárnutí se provádí dalším ohřevem na teploty 524 – 552 °C, po dobu 4 až 8 hodin, s následným ochlazením na vzduchu. Nejlepších vlastností po rozpouštěcím žihání a stárnutí lze dosáhnout u malých průřezů, které jsou velmi rychle zakaleny. Větší průřezy a/nebo zpožděné kalení mohou zapříčinit zhoršení optimálních vlastností. [2,4]

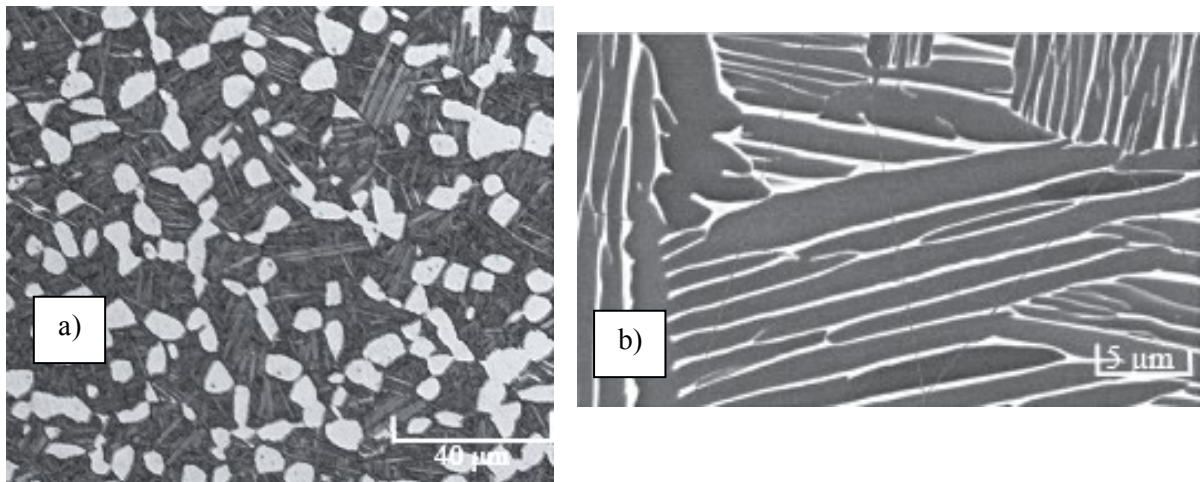


Obr. 6 Fázový diagram Ti-Al [3]



Obr. 7 Izotermický řez ternárním diagramem TiAlV /upraveno podle [8]/

Na Obr. 5 je vyobrazen pseudobinární diagram TiAlV, který zobrazuje závislost množství vanadu na obsahu fází α a β . Rovnovážný binární diagram soustavy Ti-Al na Obr. 6 představuje v případě slitiny Ti6Al4V jen orientační přiblížení z hlediska výskytu fází, jako např. fáze α , β , Ti₃Al nebo TiAl. Mnohem přesnější informace z hlediska výskytu fází podává ternární diagram TiAlV, který je však vždy stanoven pro danou konkrétní teplotu, v tomto případě izotermický řez pro 600 °C na Obr.7. [8]



Obr. 8 Mikrostruktura slitiny Ti6Al4V a) rovnoosá struktura, b) desková a jehlicovitá struktura [9]

Morfologie slitin po tepelně mechanickém zpracování může být složena z [1]:

- a) rovnoosých zrn α a malého množství interkrystalické β ,
- b) rovnoosých zrn a jehlic α a malého množství interkrystalické β ,
- c) rovnoosých zrn α v jehlicovité α (přeměněná průvodní β) matici (viz.obr.8a),
- d) malého množství rovnoosé α v jehlicovité α (přeměněná β) matici,
- e) hrubších jehlic α (přeměněná β), α na původních hranicích zrn fáze β
- f) deskové a jehlicové α (přeměněná β), α na původních hranicích zrn fáze β lamel nebo jejich kombinací (viz.obr.8b).

Typické hodnoty tvrdosti dle Rockwella se v případě žíhaného stavu pohybují v rozmezí 30-34 HRC a při tepelně zpracovaném a stárnutém stavu 35-39 HRC.

2.2.3 Tvařitelnost

Tvařitelnost slitin $\alpha + \beta$ je obecně dobrá, avšak konkrétně slitina Ti6Al4V má tvařitelnost horší. Byla vyvinuta celá řada termomechanických procesů, které měly za cíl zlepšit superplastické vlastnosti titanových slitin. Kolektiv vedený Weissem se zabýval globularizací lamelárních mikrostruktur. Inagaki vyvinul pracovní postup pro zjemnění zrn α ve slitinách, jako je Ti6Al4V. Tím dochází ke snížení toku napětí a podstatně se zvyšuje tažnost. Vzorky slitin Ti6Al4V, Ti6Al2Sn4Zr2Mo a Ti6-2-4-6 byly žíhány na β při 1050 °C a následně ochlazeny ve vodě. Tím došlo k vytvoření jehlicovitého α' martenzitu. Takto připravené desky byly poté válcovány za tepla při 750 °C úběrem o 95 %. Výsledná mikrostruktura obsahovala velmi jemnozrné α zrna, která byla menší než 2 μm . Tato mikrostruktura vykazovala prodloužení v tahu větší než 2000 % a mez kluzu asi 35 MPa při 850 °C a deformační rychlosti 10^{-2} s^{-1} . [10]

Při studiu vlivu souběžné dynamické globularizace na superplastické vlastnosti ve vzorcích slitiny Ti6Al4V [44] byly provedeny tahové zkoušky při 925 °C. Vzorky byly buď válcovány za tepla, nebo tepelně zpracovány při teplotách mezi 785 a 900 °C. Ve stavu válcovaném obsahovala mikrostruktura velmi protáhlá zrna α fáze. Tyto vzorky měly znatelně vyšší hodnoty koeficientu m než zkušební vzorky tepelně zpracované. Koeficient m vyjadřuje citlivost na rychlost deformace. Rovnice (1) uvedená níže vyjadřuje hodnotu indexu m :

$$m = \frac{\partial \log \bar{\sigma}}{\partial \log \bar{\epsilon}} \quad (1)$$

Nižší hodnoty m u žíhaných vzorků byly dosaženy díky globularizaci a růstu zrn α během žíhání nebo předehřevu před tahovou zkouškou. Při zkoušení vzorků válcovaných za tepla byly tyto mikrostrukturní změny omezeny. Kromě toho může být dynamická globularizace zdrojem zjemnění mikrostruktury, čímž dochází ke zvýšení m hodnot. [10]

Duplexní žíhání se liší podle tvaru, velikosti a rozdělení fází v závislosti na požadavcích buď na zvýšenou odolnost proti creepu, anebo lomovou houževnatost. Například u slitiny Corona 5 (Ti-4.5Al-5Mo-1.5Cr) se provádí nejprve žíhání v blízkosti β transus za účelem globularizace deformované α fáze a snížení jejího objemového podílu. Následuje druhé nízkoteplotní žíhání na precipitaci nové čočkovité/acikulární α fáze mezi globulárními částicemi α . Vznik jehlicovité α je spojen se zvýšením creepové pevnosti a lomové houževnatosti. Přehled typů tepelného zpracování je zaznamenán v Tab. 6. [10]

Tab. 6 Tepelné zpracování $\alpha + \beta$ titanových slitin [10]

Typ tepelného zpracování	Cyklus tepelného zpracování	Mikrostruktura
Duplexní žíhání	Rozpouštěcí žíhání při 50 – 75 °C pod T_{β} , ochlazení vzduchem a stárnutí 2 – 8 h při 540 – 675 °C	Primární α a Widmanstattenovy oblasti $\alpha + \beta$
Rozpouštěcí žíhání a stárnutí	Rozpouštěcí žíhání při 40 °C pod T_{β} , zakalení ve vodě a stárnutí 2 – 8 h při 535 – 675 °C	Primární α a temperovaná α' nebo směs $\beta + \alpha$
Žíhání na Beta	Rozpouštěcí žíhání při 15 °C nad T_{β} , ochlazení vzduchem a stabilizace 2 h při 650 – 760 °C	Widmanstattenovy kolonie $\alpha + \beta$
Kalení na Beta	Rozpouštěcí žíhání při 15 °C nad T_{β} , zakalení ve vodě a temperování 2 h při 650 – 760 °C	Temperovaná α'
Rekrystalizační žíhání	Při 925 °C po dobu 4 h, ochlazování 50 °C/h na 760 °C a ochlazení vzduchem	Rovnoosá α a β v trojných bodech hranic zrn
Žíhání spojené s tvářením	$\alpha + \beta$ tváření za tepla a žíhání při 705 °C po dobu 30 min. až několik hodin, ochlazení vzduchem	Neúplně rekrystalizovaná α s malým objemovým podílem malých β částic; neodstraňuje zcela deformovanou strukturu

Tab. 7 Teploty tváření $\alpha + \beta$ slitin [10]

Slitina	Teplota β -transus	Rozsah teplot tváření za tepla [°C]	
		Poruchy ingotu	Sekundární tváření
Ti-5Al-2,5Sn	1040	1120 – 1175	900 – 1000
Ti-8Al-1Mo-1V	1040	1120 – 1175	930 – 1010
Ti-6Al-4V	995	1095 – 1150	860 – 980
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	990	1095 – 1150	920 – 975
Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr	980	1070 – 1130	870 – 955
Ti-6Al-6V-2Sn	945	1035 – 1095	845 – 915
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	940	1030 – 1090	850 – 910
Ti-4,5Al-5Mo-1,5Cr	925	1015 – 1070	850 – 910
Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Cr-4Mo	885	990 – 1050	880 – 865

V Tab. 7 jsou zaznamenány teploty β -transus pro několik hlavních titanových slitin $\alpha + \beta$. Dále tabulka uvádí doporučené rozsahy teplot pro tváření za tepla $\alpha + \beta$ slitin.

Slitina Ti6Al4V bývá kována z teploty 954 °C s teplotou dokončení při 788 °C. Pro získání optimálních vlastností se doporučuje minimální redukce okolo 35 %. Tuto slitinu je velice obtížné tvářet při pokojové teplotě, dokonce i v žíhaném stavu. Proto se provádí některé náročné tvářecí operace, jako je ohýbání nebo relaxační tažení na žíhané slitině při teplotách až do 649 °C bez vlivu na mechanické vlastnosti. Tvarování nebo dimenzování může být provedeno tvářením v rozmezí teplot 538 – 649 °C. Slitina Ti6Al4V může být obráběna využitím stejných postupů jako při austenitických korozivzdorných ocelích. Jsou tedy nutné pomalé rychlosti obrábění, velké posuvy, tuhé nástroje a velké množství nechlorované řezné kapaliny.

Ti6Al4V je snadno svařitelná v žíhaném stavu, nebo ve stavu po rozpouštěcím žíhání a částečné precipitaci, kdy stárnutí je dokončeno během tepelného zpracování po svařování. Při svařování je nutné, aby se zabránilo kontaminaci slitiny kyslíkem, dusíkem a vodíkem. Tavné svařování může být provedeno v komorách naplněných inertním plynem, nebo pomocí přenosného zařízení s přiváděným ochranným plynem. Bodové, švové a paprskové svařování může být prováděno bez ochranné atmosféry. [4]

2.2.4 Mechanické vlastnosti

Použití slitiny Ti6Al4V pro různé aplikace klade rozdílné požadavky na mechanické vlastnosti, které z velké části závisí na typu mikrostruktury připravené součásti. V Tab. 8,9 a 10 je provedeno srovnání, jaký mají vliv typy mikrostruktur na vysoko-cyklovou únavovou pevnost (HCF pevnost). Veškeré únavové zkoušky byly prováděny při pokojové teplotě pod axiálním zatížením se sinusovou vlnovou délkou na hladkých vzorcích s tvarem přesýpacích hodin. [11] Z přehledu vyplývá, že hodnocení není jednoduché, neboť se na únavě projevuje vliv jak poměru zastoupení $\alpha+\beta$, tak velikost zrna, frekvence zatížení a poměru napětí. Z toho je patrný velmi výrazný vliv připravené mikrostruktury pro daný typ aplikací. I přesto je možné konstatovat, že pro vysokocyklovou únavu je nejvhodnější jemnozrnná submikronová mikrostruktura.

Tab. 8 Vliv bimodální mikrostruktury na parametry a vysokocyklovou únavu slitiny Ti6Al4V [11]

Va [%]	Da [μm]	Frekvence [Hz]	Poměr napětí R	Vysoko-cyklová únavová pevnost [MPa]			Autor
				10 ⁵	10 ⁶	10 ⁷	
60	13	60	-1	450	400	390	Bellows et al.
			0,1	667	611	556	
			0,5	860	800	640	
			0,8	950	920	900	
35	7,5	90	-1	545	470	445	Hines, Lütjering
64	20	25	0,1	700	600	540	Nalla et al.
			0,5	850	780	640	
60	20	90	-1	480	400	375	Peters, Lütjering
55	10	20000	-1	-	546	518	Zuo et al.

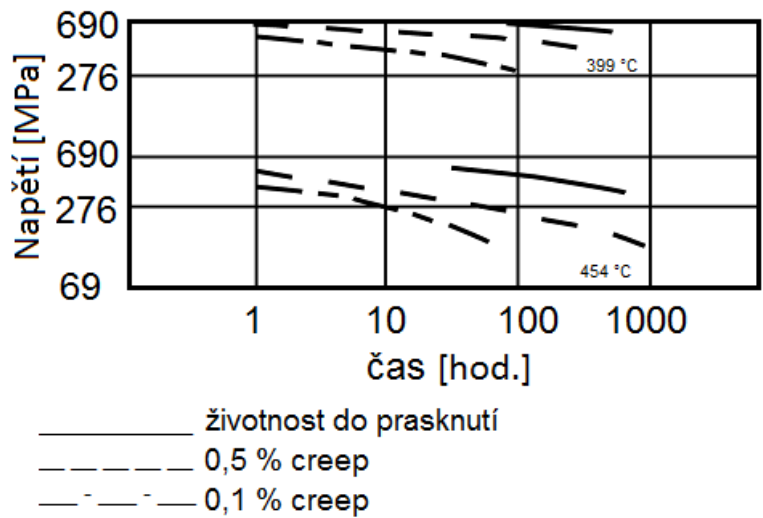
Tab. 9 Účinek rovnoosé mikrostruktury na parametry a vysokocyklovou únavu slitiny Ti6Al4V [11]

Velikost zrna α [μm]	Frekvence [Hz]	Poměr napětí R	Vysoko-cyklová únavová pevnost [MPa]			Autor
			10 ⁵	10 ⁶	10 ⁷	
2,5	90	-1	550	505	485	Hines, Lütjering
1,5	25	0,1	710	610	570	Nalla et al.
1,5	20000	0,5	860	800	740	Zuo et al.
		-1	-	533	492	
0,92	30	-1	510	490	483	Ivanova et al.
		0,1	782	736	704	
0,5	90	-1	740	690	680	Adachi et al.

Tab. 10 Účinek lamelární mikrostruktury na parametry a vysokocyklovou únavu slitiny Ti6Al4V [11]

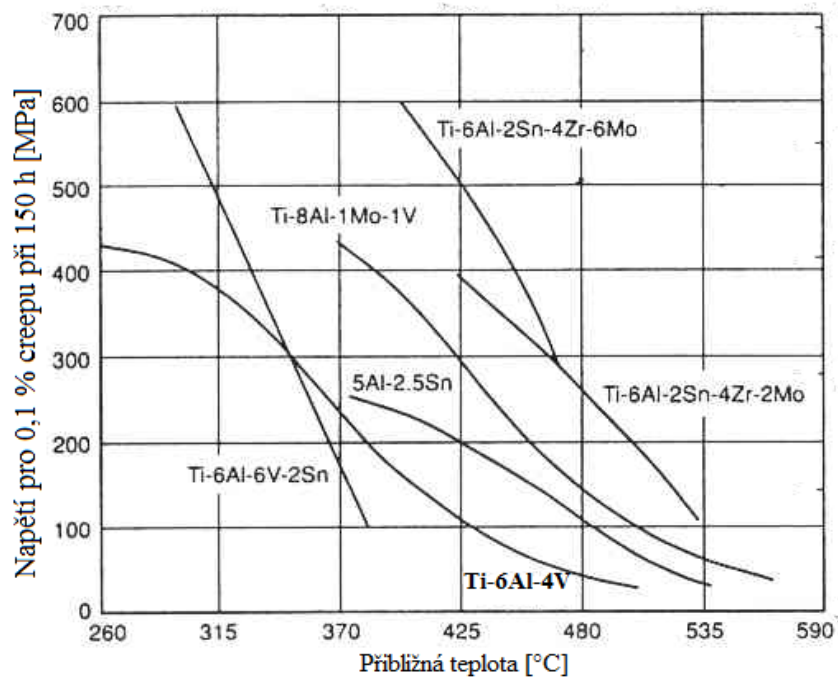
Lamelární šířka [μm]	Frekvence [Hz]	Poměr napětí R	Vysoko-cyklová únavová pevnost [MPa]			Autor
			10 ⁵	10 ⁶	10 ⁷	
1,5	80	-1	650	630	620	Peters et al.
			750	730	720	
			700	690	690	
			660	630	625	
			620	590	590	
5,7	70	0,1	-	-	722	Morrissey et al.
2	80	-1	650	625	620	Peters et al.
12			530	500	500	
6,8	30	-1	483	435	400	Ivanova et al.

Na Obr. 9 jsou znázorněny křivky závislosti napětí na čase pro 0,5 % creep, 0,1 % creepovou deformaci a lomovou životnost [4]. V diagramu jsou uvedeny křivky pro dvě různé teploty.



Obr. 9 Diagram creepu slitiny Ti6Al4V pro teploty 399 a 454 °C [4]

Následující Obr. 10 zobrazuje podobnou závislost jako diagram předešlý, avšak tato grafická závislost je vyobrazena pro napětí pro 0,1 % creep po 150 hodinách v závislosti na teplotě. V diagramu je zaznamenáno několik titanových slitin, včetně studované slitiny Ti6Al4V, zvýrazněné tučně.



Obr. 10 Grafická závislost napětí na teplotě pro 0,1 % creepu 150 hodin

Na rozdíl od α titanových slitin (včetně komerčně čistého titanu cp-Ti a super- α slitin) mohou být $\alpha + \beta$ slitiny zpevňovány pomocí rozpouštěcího žíhání a stárnutí. Mikrostruktura finálních výrobků je určena především složením slitiny, teplotou tepelného zpracování, rychlostí ochlazování a velikostí průřezu. Mikrostruktura může být také významně ovlivněna podmínkami stárnutí, které obvykle probíhá při 480 – 650 °C, čímž dojde k precipitaci α a vytvoření jemnozrné směsi mikrostruktury $\alpha + \beta$. Transformační dynamika, kinetika a mikrostruktura $\alpha + \beta$ slitin jsou obecně složité. Vynikající analýzu této problematiky byla poskytnuta řadou přehledných článků a knih.

Pomocí zpevnění tuhým roztokem a stárnutí je možné zvýšit pevnost $\alpha + \beta$ slitin o 30 – 50 %, zatímco jejich Youngův modul pružnosti zůstává na podobné úrovni. Únavová pevnost slitin $\alpha + \beta$ se oproti slitinám α významně zvyšuje po tepelném zpracování pomocí rozpouštěcího žíhání a stárnutí. Oproti nerezové oceli 316L jsou hodnoty také vyšší a s kobaltovými slitinami jsou srovnatelné. I přes intenzivní výzkum precipitačně zpevněných $\alpha + \beta$ slitin, je vyráběno velmi málo produktů z titanových slitin s precipitačním zpevněním. Ve zdravotnictví se používají čtyři slitiny typu $\alpha + \beta$: Ti6Al4V, Ti6Al4V ELI, Ti6Al7Nb a Ti5Al2,5Fe. Slitiny Ti6Al4V a Ti6Al4V ELI jsou v současnosti standardním a nejčastěji používaným materiálem na bázi titanu. Slitiny Ti6Al7Nb a Ti5Al2,5Fe jsou metalurgicky podobné slitině Ti6Al4V. Neobsahují však vanad, který byl vyhlášen jako toxický a prokazuje nepříznivé účinky na tkáň. [6]

Únavové vlastnosti nejsou ovlivněny jen mikrostrukturou materiálu, tedy velikostí zrna, poměrem α a β fází, velikostí a tvarem částic. Velmi citlivé jsou totiž také na stav povrchu konečného výrobku. Kvůli důležitosti stavu povrchu se připravují zkušební únavové vzorky buď s vrubem, nebo bez vrubu. Vzorky $\alpha + \beta$ a β slitin s vrubem mají obvykle hodnoty únavové pevnosti sníženy o 40 %, jak již bylo zaznamenáno v Tab. 5. V biomedicínských aplikacích jsou únavové vlastnosti zkoušek s vrubem považovány za orientační charakteristiku kyčelních implantátů. Náhrady kyčelního kloubu mají totiž jen zřídka hladký povrch, často je klínovitě strukturovaný nebo s porézním povlakem, což vytváří místa s koncentrovaným napětím. Díky kyčelního kloubu s porézním povlakem vykazují značné snížení meze únavy ve srovnání se stejnou slitinou s hladkým povrchem.

I když z hlediska modulu pružnosti se pro biokompatibilní aplikace jeví příznivěji slitiny β , nejsou pro své únavové vlastnosti tak výhodné jako slitiny $\alpha + \beta$, které mají vyšší odolnost proti únavě bez vrubu, než β slitiny s podobnými hodnotami mezi kluzu. Veškeré hodnoty jsou uvedeny v Tab. 4. Nicméně jak již bylo uvedené výše, únavové chování bez vrubu

nemusí být tou správnou charakteristikou pro ortopedické aplikace, jako reálnější se jeví únavové chování s vrubem.

Na rozdíl od $\alpha + \beta$ slitin, u kterých je možné optimalizovat únavové chování pomocí mikrostruktury, neuspokojivá únavová pevnost β titanových slitin se dá ovlivnit pomocí dvou způsobů, tak aby zůstal zachován nízký Youngův modul. Jednou metodou je přidání Y_2O_3 , SiO_2/ZrO_2 , SrO , a podobných částic, které způsobují disperzní zpevnění, s omezením skluzu dislokací. Kromě zjemnění mikrostruktury a zlepšení mechanických vlastností, zvyšuje přídavek Y_2O_3 také odolnost proti korozi, a tím i biokompatibilitu β slitin. Další metodou je precipitace malého množství ω fáze pomocí stárnutí slitin při nízké teplotě po krátkou dobu. Nicméně je nutná opatrnost, jelikož vyšší množství ω fáze by způsobilo zkřehnutí slitiny, a zároveň nárůst modulu pružnosti. Přes nastíněné možnosti řešení, zůstává nižší únavová pevnost β slitin jejich stinnou stránkou. [6]

2.3 Biokompatibilita titanových slitin

Titan zaručuje výborné chování jako biokompatibilní materiál. Některé nejdůležitější faktory, které je nutné brát v úvahu při výběru titanové slitiny, jsou biokompatibilita, mechanické vlastnosti, zpracovatelnost a obrobitelnost. Zatímco je Ti6Al4V ELI slitina, která je běžně využívána, tak komerčně čistý titan cp-Ti má lepší osteointegraci než Ti6Al4V. Nicméně cp-Ti často nemá žádoucí nebo požadovanou pevnost, a proto jsou vybrány titanové slitiny. Mezi ně patří β slitiny titanu, z nichž některé byly vyvinuty pro ortopedický průmysl. Navíc tyto slitiny mohou mít nižší modul pružnosti než cp-Ti nebo Ti6Al4V, což také řeší problémy týkající se nesouladu modulů pružnosti implantovaného materiálu a hostitelské kosti. [5]

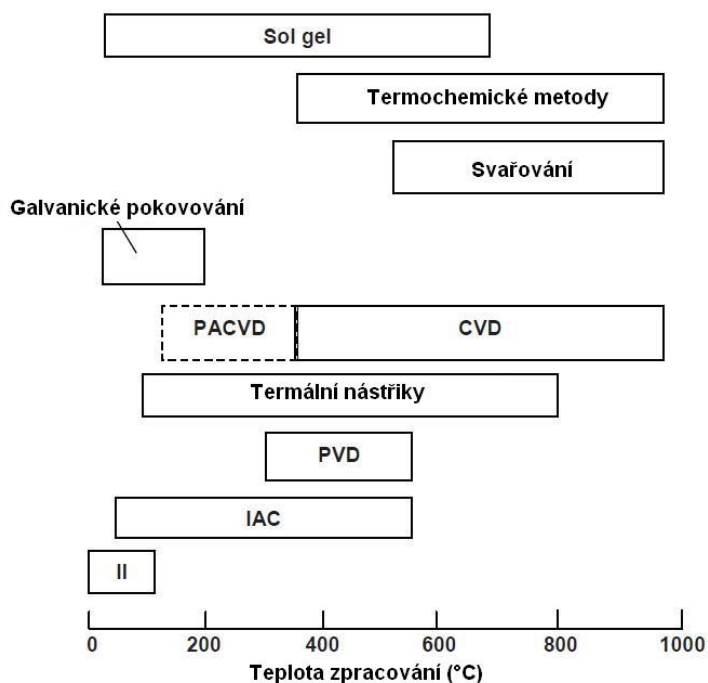
Díky jeho mechanickým vlastnostem je předurčen pro využití v lékařství. Biokompatibilní materiál znamená, že jej lidské tělo musí určitým způsobem přijmout. Při implantaci cizího materiálu do těla totiž dochází k odmítavé reakci, která může být natolik silná, že může vyvolat i smrt. Závažnost této reakce musí být co nejmenší a materiál musí tedy být biokompatibilní. Jelikož se materiály stýkají s živou tkání nebo biologickými tekutinami, tak musí být nekarcinogenní, netoxické a korozivzdorné. Konstrukce a výběr biokompatibilních materiálů se odvíjí hlavně na zamýšlené aplikaci. Vývoj nových materiálů pro implantáty vyžaduje společné úsilí lékařů, biomedicínských inženýrů a materiálových inženýrů. Materiály pro implantáty by měly splňovat několik kritérií, aby bylo dosaženo dlouhé životnosti těchto materiálů. Mechanické vlastnosti rozhodují o typu materiálu, který bude vybrán pro konkrétní aplikaci. Vlastnosti, které mají zásadní význam pro výběr materiálu, jsou zejména tvrdost, mez kluzu, mez pevnosti, modul pružnosti, tažnost, odolnost proti únavě a odolnost proti creepu. Únavová pevnost určuje dlouhodobý úspěch implantátu, který je vystavován cyklickému zatěžování a napětí. [1,12]

2.3.1 Povrchové zpracování implantátů

Zásadní roli v oblasti materiálů pro biokompatibilní použití hraje povrch materiálu. Některé úpravy povrchu se používají pro zvýšení odolnosti proti otěru slitin titanu. Jedná se například o nitridování nebo zpracování plazmou. Zkoumány jsou také další metody úpravy povrchu jako fyzikální depozice z plynné fáze PVD, iontová implantace, nitridace nebo difuzní vytvrzení oxidací a laserové pokovování. Zatím se jeví jako nejužitečnější metoda iontové implantace. [6]

Mezi charakteristiky povrchu, které se sledují, patří morfologie a mikrostruktura povrchu, chemické složení povrchu, mechanické vlastnosti, smáčivost, adheze a volná energie povrchu.

Povrchové úpravy titanových slitin lze rozdělit do několika skupin podle používaných metod. Mezi mechanické metody patří leštění, broušení a obrábění. Přípravuje se takto hrubý nebo hladký povrch. Další skupinou jsou chemické metody, mezi které patří biochemické metody, CVD, solgel a anodická oxidace. Třetí skupinou jsou fyzikální metody, ve kterých se uplatňují zejména tepelné nástřiky, iontová implantace a nanášení, PVD a plazmové zpracování s doutnavým výbojem. Veškeré metody používané pro úpravu povrchů jsou různě náročné z hlediska teploty. Teplota, při které probíhá zpracování, je velmi důležitá. Může zde totiž docházet ke změně mikrostruktury. Je nutné zabránit dodatečnému tepelnému ovlivnění mikrostruktury implantátu. Na Obr. 11 je schéma zobrazující metody z hlediska náročnosti na teplotu. [13]



Obr. 11 Metody z hlediska náročnosti na teplotu [13]

Povrch materiálu v podstatě odpovídá na biologické prostředí. Povrchové oblasti materiálu jsou vždy odlišné od svého objemu z hlediska morfologie i složení. Povrchy implantátů se upravují mechanicky nebo povlakem. Hlavním úkolem při povrchovém zpracování je zlepšit vlastnosti povrchu a zamezit nežádoucím reakcím. Díky povrchovým úpravám je totiž možné snížit riziko selhání implantátu. Mezi nejčastější příčiny selhání materiálu patří nevhodná biokompatibilita, do které spadá právě špatné povrchové zpracování a špatná homogenita. Dále se vyhodnocují mechanické vlastnosti, hlavně mez kluzu na povrchu a mez elasticity, a tribologické vlastnosti, u kterých je podstatná zejména otěruvzdornost. V neposlední řadě je příčinou selhávání špatná osteointegrace, což znamená, že musí kost přijmout implantát, aby

došlo k jejich spojení. Pokud se tak nestane, může dojít k postupně k degradaci a lámání kosti a případné amputaci končetiny. Tab. 11 zaznamenává konkrétní příklady nejčastějších příčin selhání implantátů. [13] V další Tab. 12 jsou shrnuty veškeré metody úpravy povrchu, které jsou navíc přehledně rozděleny do 3 hlavních skupin.

Tab. 11 Nejčastější příčiny selhání implantátů [13]

Nejčastější příčiny selhání implantátů				
Tření, koroze (vznik odpadních látek nebo uvolňování iontů kovů)	Záněty a odmítnutí implantátu	Zapouzdření, vytvoření tvrdé struktury, nevytvoření vazby mezi tkání a implantátem	Nízká únavová pevnost nebo nízká lomová houževnatost vedoucí k lomu implantátu	Nesoulad modulu elasticity kosti a implantátů vedoucí k zanikání buněk a umírání kosti
Reoperace				

Tab. 12 Metody zpracování povrchu [14]

Metody úpravy povrchu	Cíl
<i>Mechanické metody</i>	Zlepšení adheze vytvářením specifické povrchové topografie
Obrábění Broušení Leštění Otryskávání	
<i>Chemické metody</i>	Vylepšení biokompatibility, bioaktivity a vodivosti kostí. Zlepšení odolnosti proti korozi. Odstranění kontaminace.
Zpracování kyselinami Alkalické zpracování Zpracování peroxidem vodíku Sol – gel zpracování Anodická oxidace Chemická depozice z plynné fáze CVD Biochemické metody	
<i>Fyzikální metody</i>	Zlepšení odolnosti proti ořezu, odolnosti proti korozi a biokompatibilitu.
Tepelný nástřík plamenem, plazmou, vysokorychlostní kyslíkové palivo HVOF, nástřík detonační pistolí; Fyzikální depozice z plynné fáze PVD Iontová implantace Plazmovým výbojem	

3. Praktická část

Cílem diplomové práce bylo zjistit vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti a rozložení deformací při tahovém zatížení biokompatibilní slitiny Ti6Al4V. Studium bylo provedeno na stavu dodaném a po tepelném zpracování ve dvou atmosférách, ve vodíku a v argonu.

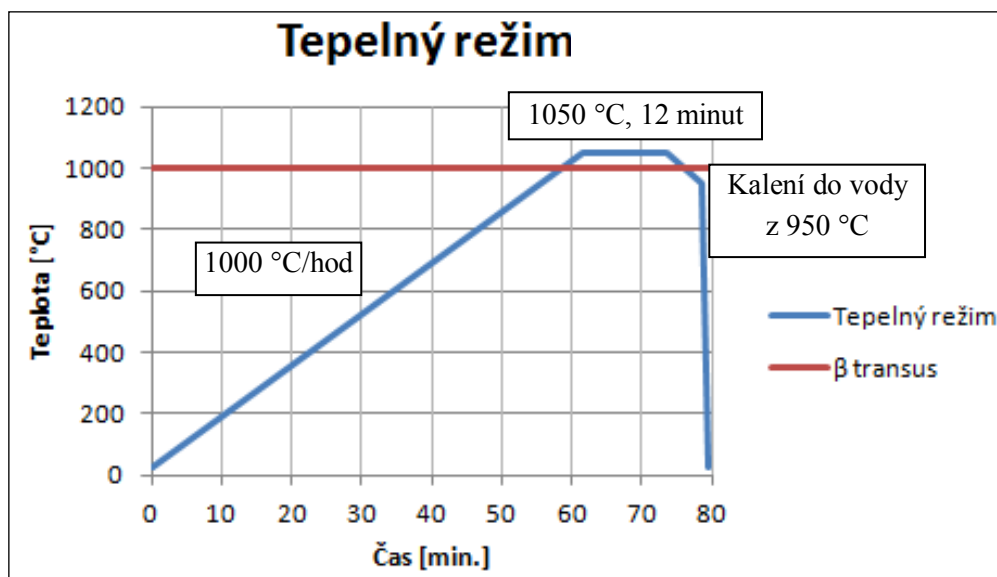
Pro experimentální práce bylo připraveno 9 vzorků z překovaných tyčí slitiny Ti6Al4V o průměru 10 mm dodaných firmou MEDIN, a.s., která se zabývá výrobou biokompatibilních implantátů a nástrojů pro chirurgické operace. Vzorky byly soustružením upraveny na standardní rozměry válcových tahových zkoušek s pracovní částí o délce 28 mm a průměru 5 mm.

3.1 Tepelné zpracování

Tepelné zpracování bylo provedeno pro 6 vzorků tahových zkoušek, a to tři vzorky byly žíhání v argonu a tři vzorky v průtoku plynného vodíku. Podstatou žíhání bylo dosáhnout teploty o něco vyšší než β -transus, která se v případě slitiny Ti6Al4V udává přibližně na 1000 °C. Poté se provádí výdrž na teplotě, kterou následuje prudké ochlazení. Kalení do vody zajistí vznik nestabilní fáze, což ve většině případů bývá martenzit α' nebo α'' . K martenzitické přeměně dochází u titanových slitin $\alpha+\beta$, které jsou z oblasti β fáze prudce zakaleny. Pokud je rychlost ochlazování pomalejší, vzniká jehlicovitá mikrostruktura $\alpha+\beta$.

3.1.1 Žíhání v argonu

Žíhání bylo provedeno ve vysokoteplotní odporové peci Linn HT 1800, která umožňuje použít atmosféru vodíku nebo argonu. Spolu se vzorky tahových zkoušek byly žíhány další dva vzorky, jeden ve tvaru disku s průměrem 8 mm a tloušťkou 2 mm pro následné stanovení obsahu vodíku a druhý pro studium mikrostruktury. Rychlost ohřevu při tepelném zpracování byla 1000 °C/hod. Po dosažení cílové teploty 1050 °C následovala výdrž na této teplotě po dobu 12 minut. Následně došlo k volnému ochlazení v peci na 950 °C a poté zakalení do vody. Celý tepelný režim je zaznamenán na Obr. 12.



Obr. 12 Tepelný režim pro tepelné zpracování v argonu i ve vodíku

3.1.2 Žihání ve vodíku

Tepelný režim při zpracování ve vodíku byl zvolen záměrně stejný jako při tepelném zpracování v argonu. Rychlost ohřevu byla opět 1000 °C/hod. Dosažením cílové teploty 1050 °C následovala výdrž na této teplotě, po dobu 12 min. Poté nastalo volné ochlazování v peci na 950 °C s proplachem argonu (bezpečnostní podmínky pece). Nakonec bylo provedeno zakalení do vody (Obr. 12).

3.2 Tahová zkouška a digitální obrazová analýza

Mechanické vlastnosti byly stanoveny na zařízení pro tahovou zkoušku Zwick / Roel Z150 s hydraulickými čelistmi a s přídatnou vysokorychlostní kamerou Canon 5D Mark II. Tahové zkoušky byly provedeny za pokojové teploty s počáteční rychlostí deformace $0,0025 \text{ s}^{-1}$. Vzorky pro tahovou zkoušku byly válcové s délkou pracovní části 28 mm a průměrem 5 mm a byly vyrobeny z tyčí dodaných firmou *MEDIN, a.s.*

Distribuce deformačních polí byla hodnocena pomocí digitální obrazové korelace (DIC) s využitím Vic 2D. Při této metodě se na pracovní část tahové zkoušky nastříká nejprve bílá a poté černá barva a následně se skenuje pomocí vysokorychlostní kamery stochastický pohyb černých bodů na bílém pozadí. Sledovaná plocha je rozdělena pomyslnou mříží na fazety (malé podoblasti), kdy každá z nich obsahuje charakteristickou část s dostatečným kontrastem vzoru. Posunutí jednotlivých bodů a napěťové pole jsou určeny na základě korelace odpovídajících fazet před a po deformaci. Při rovinné obrazové korelaci se deformace určuje pomocí pozorování jednou kamerou směřující kolmo k povrchu. Tento postup umožňuje stanovení deformace objektu rovnoběžně s úrovní obrazu kamery. [15, 16].

3.3 Studium mikrostruktury a lomů

Metalografické studium mikrostruktury bylo provedeno pro všechny tři stavy tepelně mechanické historie. Metalografická příprava zahrnovala broušení, leštění a leptání v Krollově činidle (2 ml HF + 8 ml HNO₃ + 90 ml H₂O, 8 s). Při broušení byly použity brusné papíry o zrnitosti 600, 800, 1000, 1500 a 2000. Následné leštění bylo prováděno se suspenzí hlínky. Mikrostruktura byla pozorována na optickém mikroskopu Olympus GX51 s digitální kamerou DP12.

Studium lomových ploch a EDS mikroanalýza fází po tepelném zpracování bylo provedeno na elektronovém skenovacím mikroskopu (SEM) JEOL JSM - 6490LV vybaveného sondou EDS INCA X – ACT.

4. Výsledky a diskuze

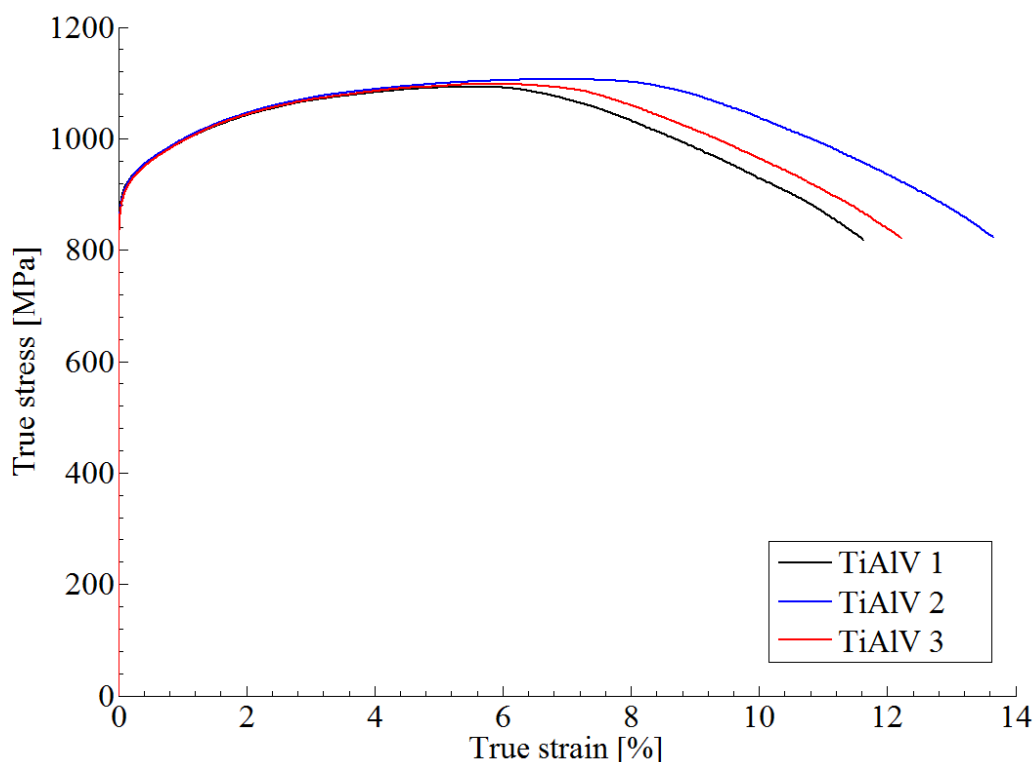
4.1 Tahová zkouška a DIC

Mechanické vlastnosti slitiny Ti6Al4V v dodaném stavu a po tepelném zpracování v argonu vykazovaly obdobné vlastnosti na rozdíl od vzorků žíhaných ve vodíku. Průměrná mez kluzu byla nejvyšší v případě slitiny v dodaném stavu (919 MPa), naopak mez pevnosti dosahovala nejvyšších hodnot po tepelném zpracování v argonu (1133 MPa). Vzorky po tepelném zpracování ve vodíku vykazovaly překvapivě poměrně vysokou mez kluzu i mez pevnosti, které jsou srovnatelné s mechanickými vlastnostmi pro čistý titan [17]. Výsledky tahových zkoušek jsou shrnuty v Tab. 13.

Tab. 13 Výsledky tahové zkoušky pro všechny tři stavy

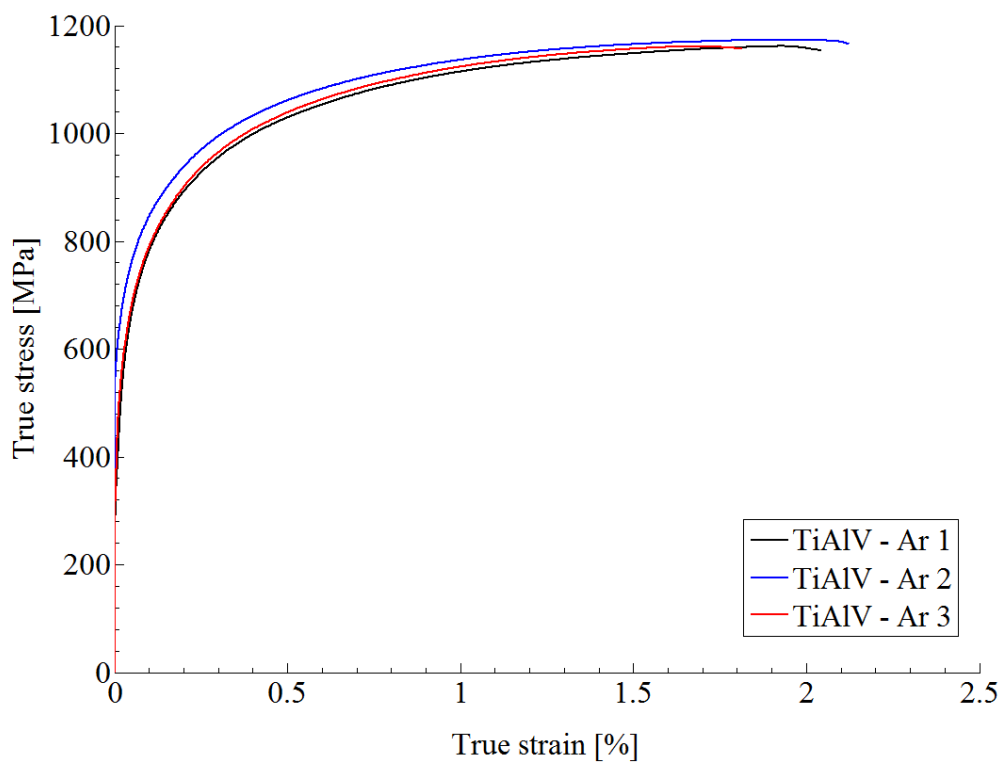
Stav	Vzorek	Mez kluzu Rp0.2 [MPa]	Mez pevnosti [MPa]	Tažnost A5 [%]	Youngův modul E [GPa]
Dodaný	1	921	1031	12,3	106
	2	920	1037	14,6	106
	3	915	1034	13	105
Průměr		919 ± 2	1034 ± 2,5	13,3 ± 0,9	106 ± 0,5
Po žíhání v argonu	Ar1	884	1128	2	108
	Ar2	929	1140	2,1	107
	Ar3	892	1131	1,8	112
Průměr		902 ± 20	1133 ± 5	2 ± 0,1	109 ± 2
Po žíhání ve vodíku	H1	437	862	3,6	120
	H2	561	865	3,1	83
	H3	502	911	4,8	101
Průměr		500 ± 51	879 ± 22	3,8 ± 0,7	101 ± 15

Tahové diagramy:

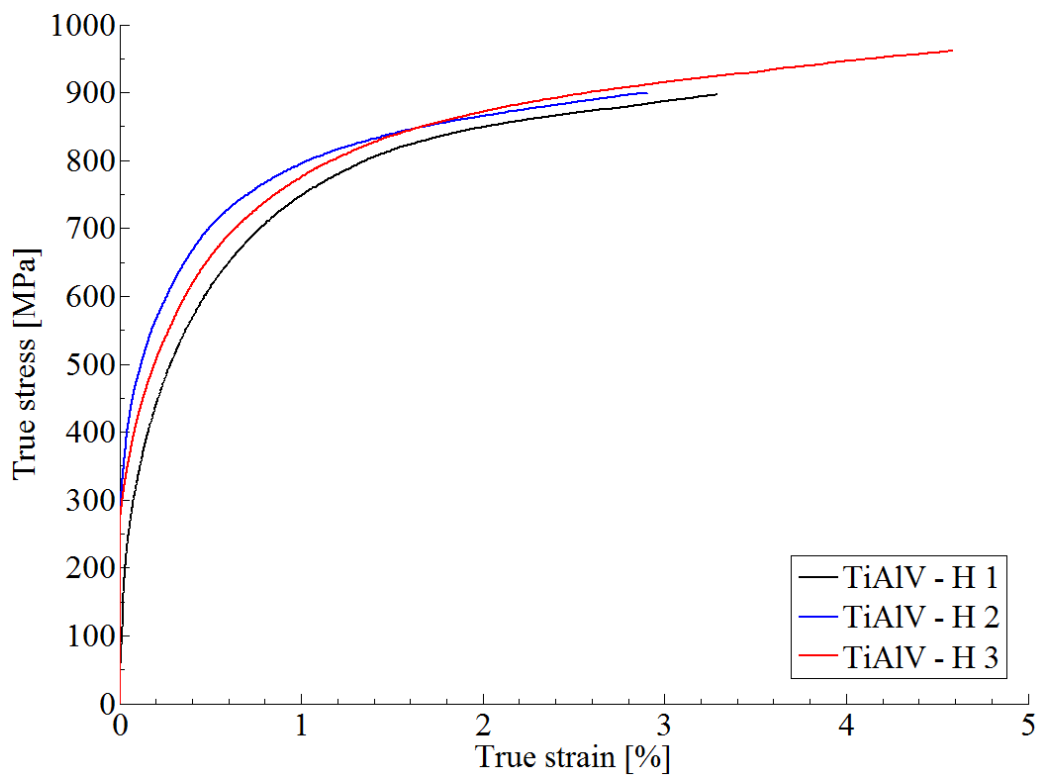


Obr. 13 Průběh tahové zkoušky pro dodaný stav – závislost skutečná deformace- skutečné napětí

Na Obr. 13 se nachází tahový diagram, tedy grafická závislost skutečné deformace na skutečném napětí. Jedná se o tahovou zkoušku pro zkušební tyče v dodaném stavu. Na Obr. 14 a 15 jsou vyobrazeny tahové diagramy pro vzorky žíhané v argonu a ve vodíku. Zásadní rozdíl je v hodnotách tažnosti, kdy vzorky v dodaném stavu dosahují průměrné hodnoty 13,3 %, avšak vzorky žíhané v argonu pouze 2 % a ve vodíku 3,8 %. Nabízí se srovnat hodnoty tažností s hodnotami deformací, které jsou zaznamenány ve snímcích rozložení deformací těsně před lomem. Nejvyšší hodnotu deformace těsně před lomem vykazuje vzorek v dodaném stavu (0,466), což odpovídá nejvyšší tažnosti. V případě tepelně zpracovaných vzorků byly deformace řádově nižší (0,038 pro argon a 0,078 pro vodík), což také odpovídá řádově nižším hodnotám tažnosti (2 %, resp. 3,8 %).

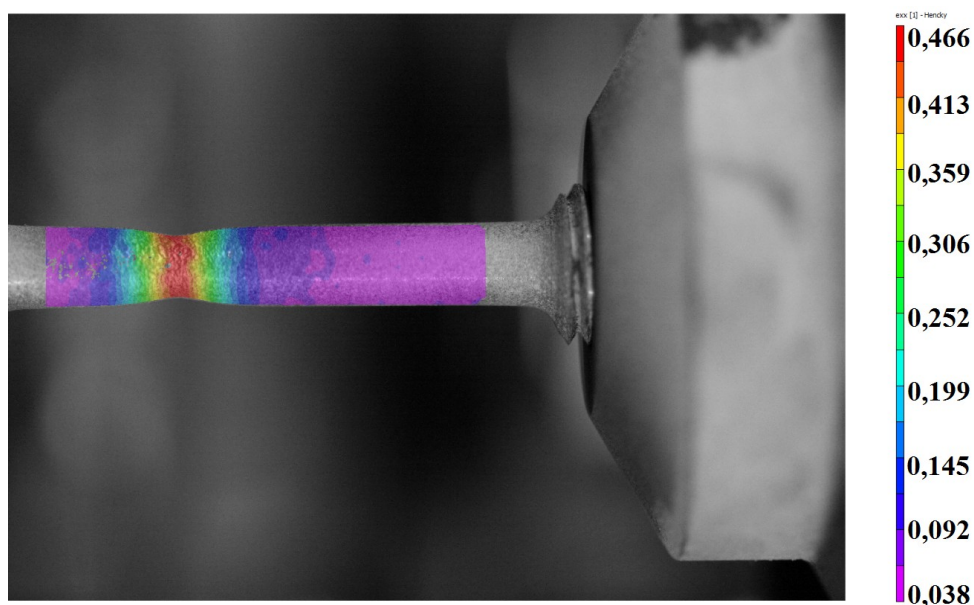


Obr. 14 Průběh tahové zkoušky pro slitinu po žihání v argonu – závislost skutečná deformace-skutečné napětí

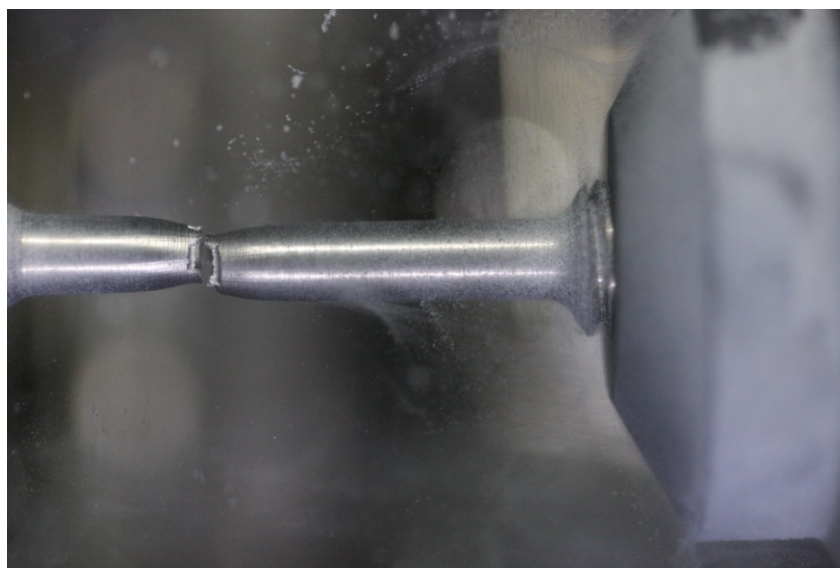


Obr. 15 Průběh tahové zkoušky pro slitinu po sycení vodíkem – závislost skutečná deformace-skutečné napětí

Rozbor obrázků s distribucí deformačních polí:

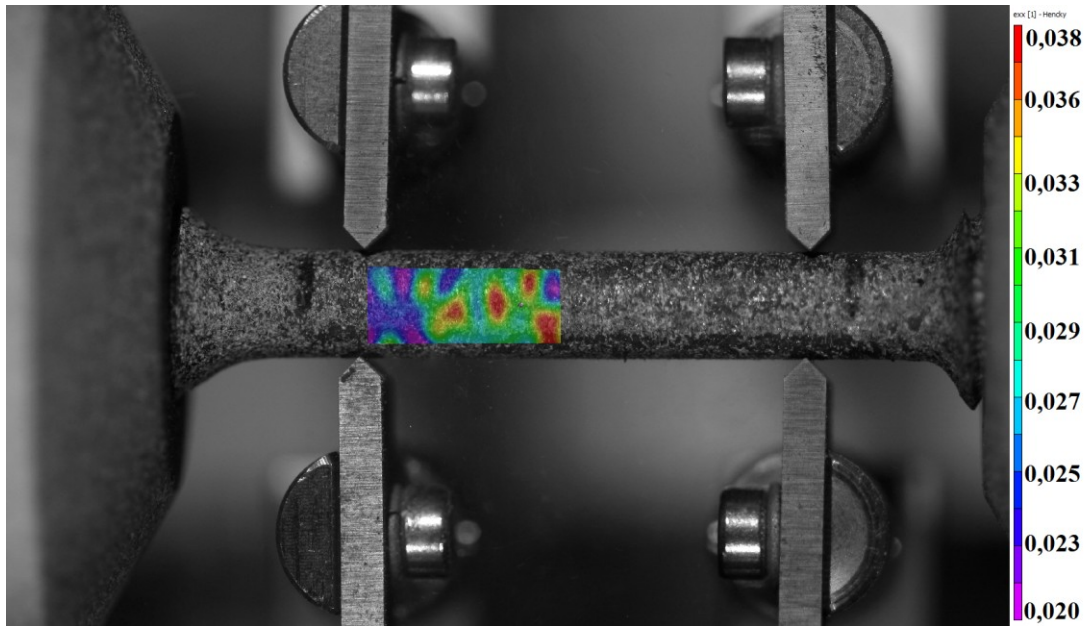


Obr. 16 Rozložení deformací těsně před lomem pomocí DIC při tahové zkoušce dodaného stavu Ti6Al4V (vzorek 1)

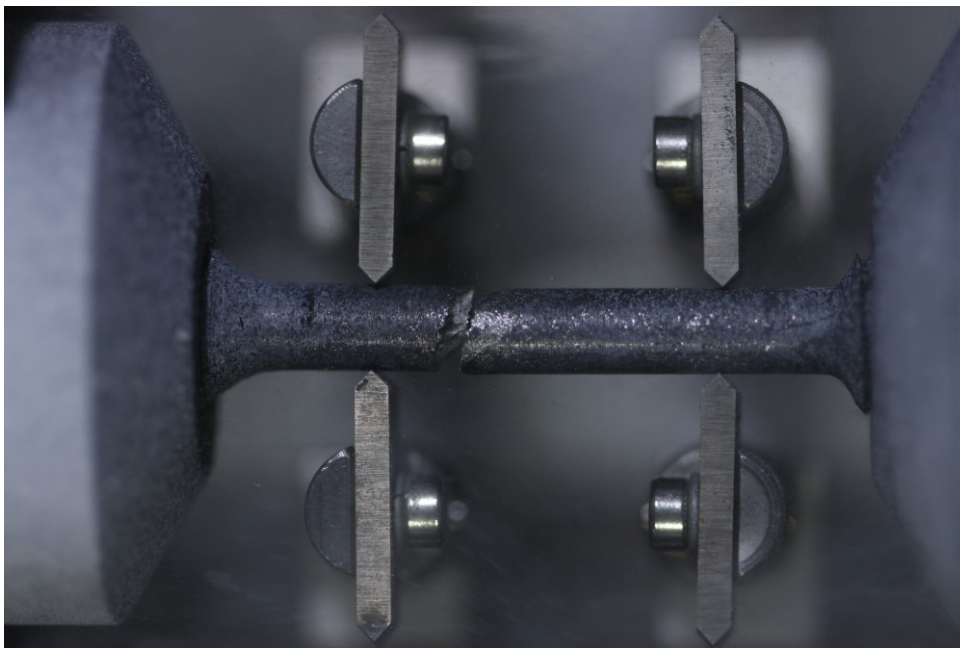


Obr. 17 Tahová zkouška dodaného stavu Ti6Al4V v okamžiku přetržení

Na Obr. 16 je pomocí vysokorychlostní kamery zaznamenán průběh rozložení deformací těsně před lomem pro vzorek v dodaném stavu. Obr. 17 zobrazuje okamžik přetržení zkušební tyče. Před přetržením došlo k vytvoření krčku a maximální deformace zkušební tyče byla 0,466.

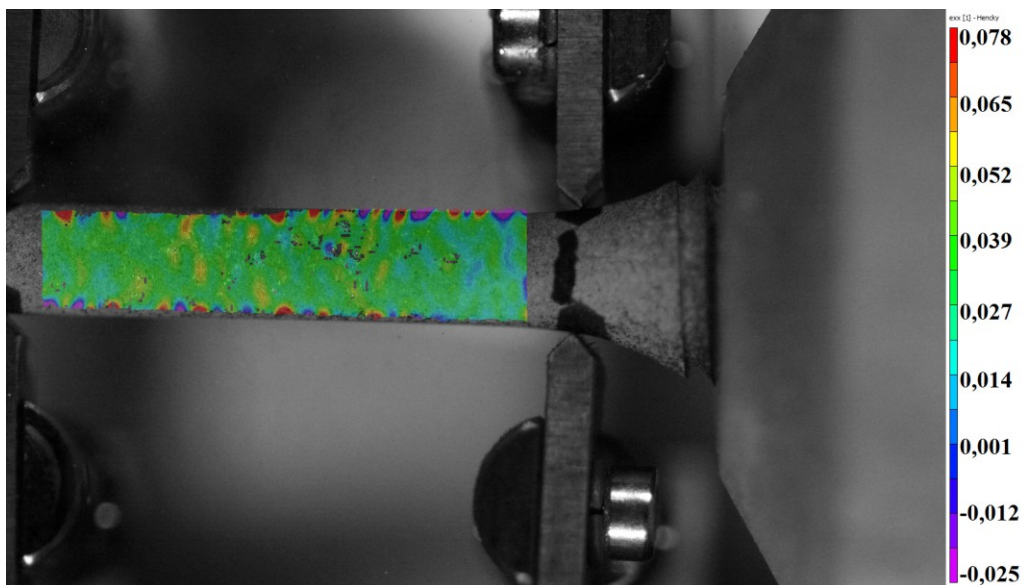


Obr. 18 Rozložení deformací těsně před lomem pomocí DIC při tahové zkoušce Ti6Al4V po žihání v argonu (vzorek Ar2)

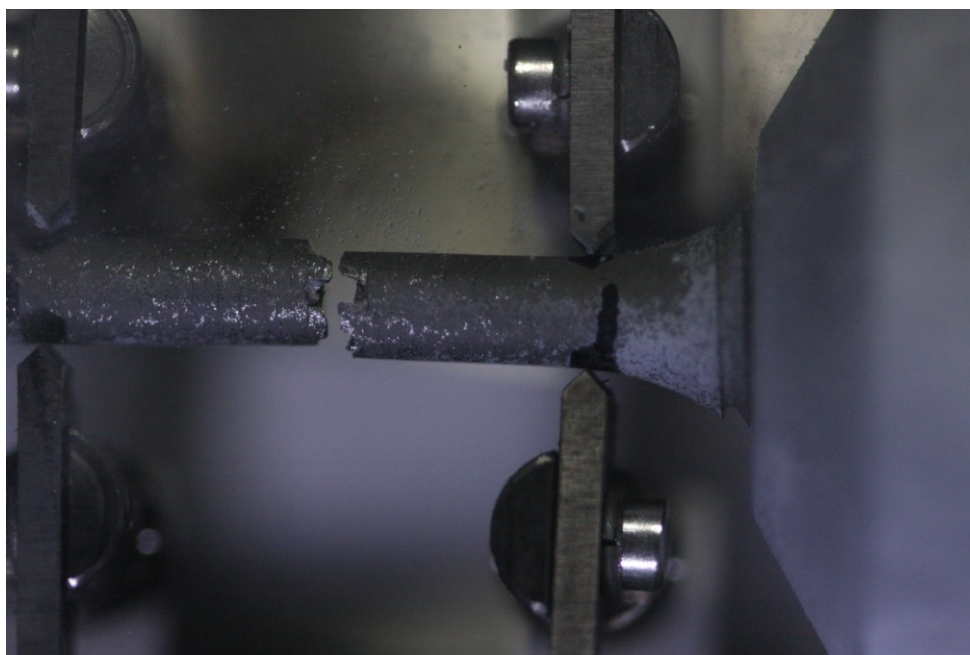


Obr. 19 Tahová zkouška vzorku Ti6Al4V žihaného v argonu v okamžiku přetržení (vzorek Ar2)

Na Obr. 18 se nachází rozložení deformací těsně před lomem pro vzorek žihaný v argonu. Obr. 19 zaznamenává okamžik přetržení zkušební tyče. V tomto případě nedošlo k vytvoření krčku a maximální deformace byla pouze 0,038.



Obr. 20 Rozložení deformací těsně před lomem pomocí DIC při tahové zkoušce Ti6Al4V po žíhání ve vodíku



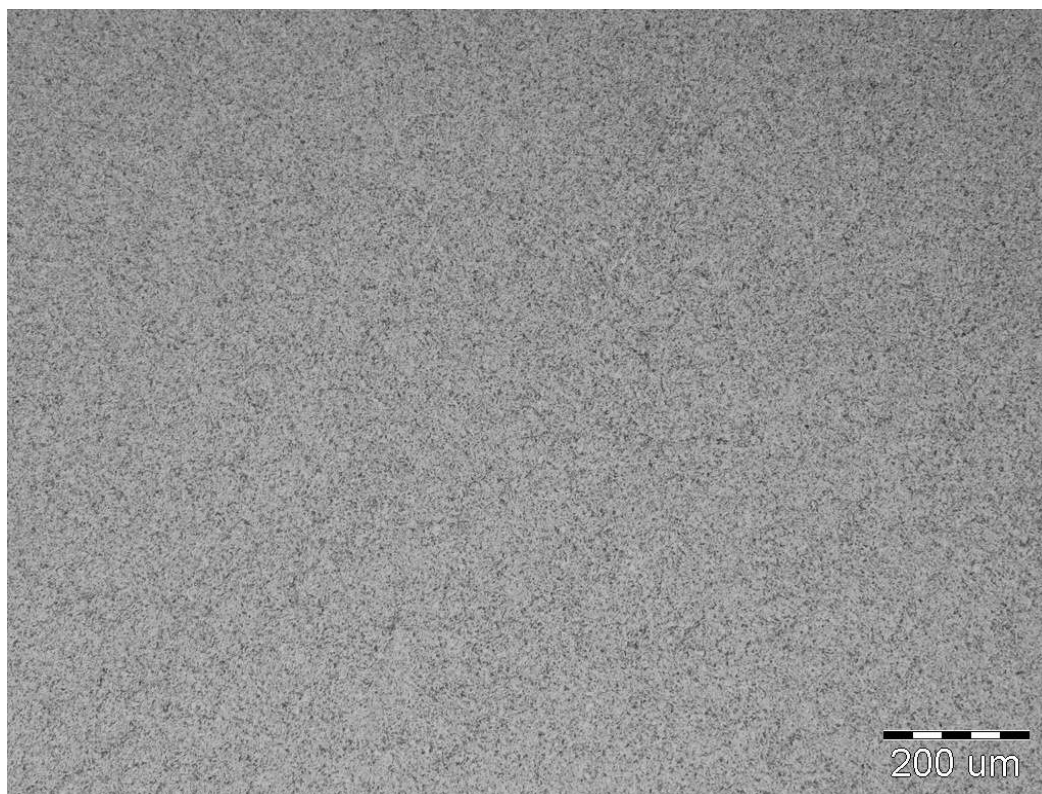
Obr. 21 Tahová zkouška vzorku Ti6Al4V žíhaného ve vodíku v okamžiku přetržení

Na Obr. 20 je zobrazeno rozložení deformací před vznikem lomu pro vzorek žíhaný ve vodíku. V barevném spektru, které udává velikosti deformací, se nachází mnoho malých černých teček, které ovlivňují výsledky. Jedná se o odloupnuté částice bílé barvy, která se nanáší na zkušební tyč spolu s tečkami, podle kterých se průběžně vyhodnocují hodnoty deformací. Obr. 21 zaznamenává okamžik přetržení zkušební tyče. Při tomto tepelném zpracování také nedošlo k vytvoření krčku a maximální deformace byla 0,078.

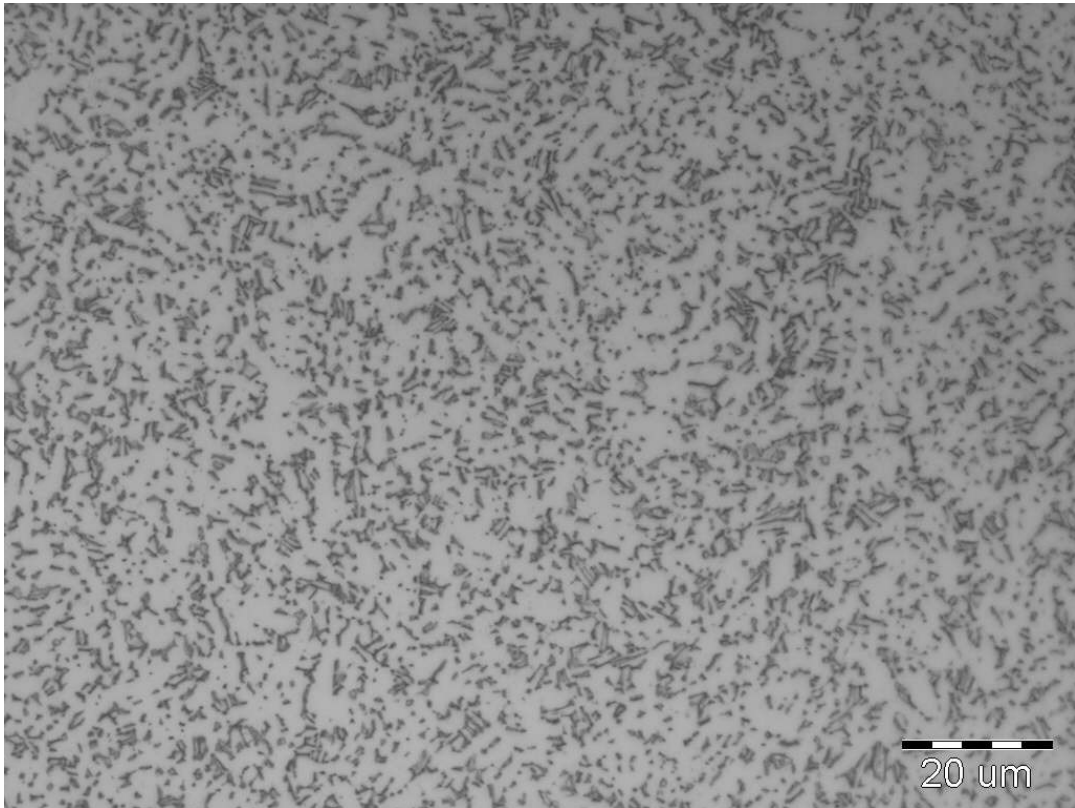
4.2 Mikrostruktura

Na snímcích níže jsou uvedeny mikrostruktury titanové slitiny Ti6Al4V v dodaném stavu, po žíhání v argonu a ve vodíku. Snímky 22 až 25 se týkají mikrostruktury před tahovou zkouškou, snímky 26 až 32 jsou podélné a příčné řezy odebrané z pracovní části, včetně lomu.

Mikrostruktura dodaného stavu se skládá z velmi jemnozrnné rovnoosé struktury. Jak je vidět na Obr. 22, mikrostruktura se skládá z částic fáze α (světlé) a částic fáze β (tmavé). Na Obr. 23 je vyobrazena stejná mikrostruktura, avšak při větším zvětšení. Na tomto snímku již můžeme pozorovat částice β fáze, která se skládá především z jemných lamel $\alpha+\beta$. Na následujícím Obr. 24 se nachází podélný řez vzorku v dodaném stavu, ve kterém lze pozorovat protažená zrna ve směru kování tyče. Detail podélného řezu je zaznamenán na Obr. 25, ve kterém jsou pomocí šipek označeny jednotlivé fáze.



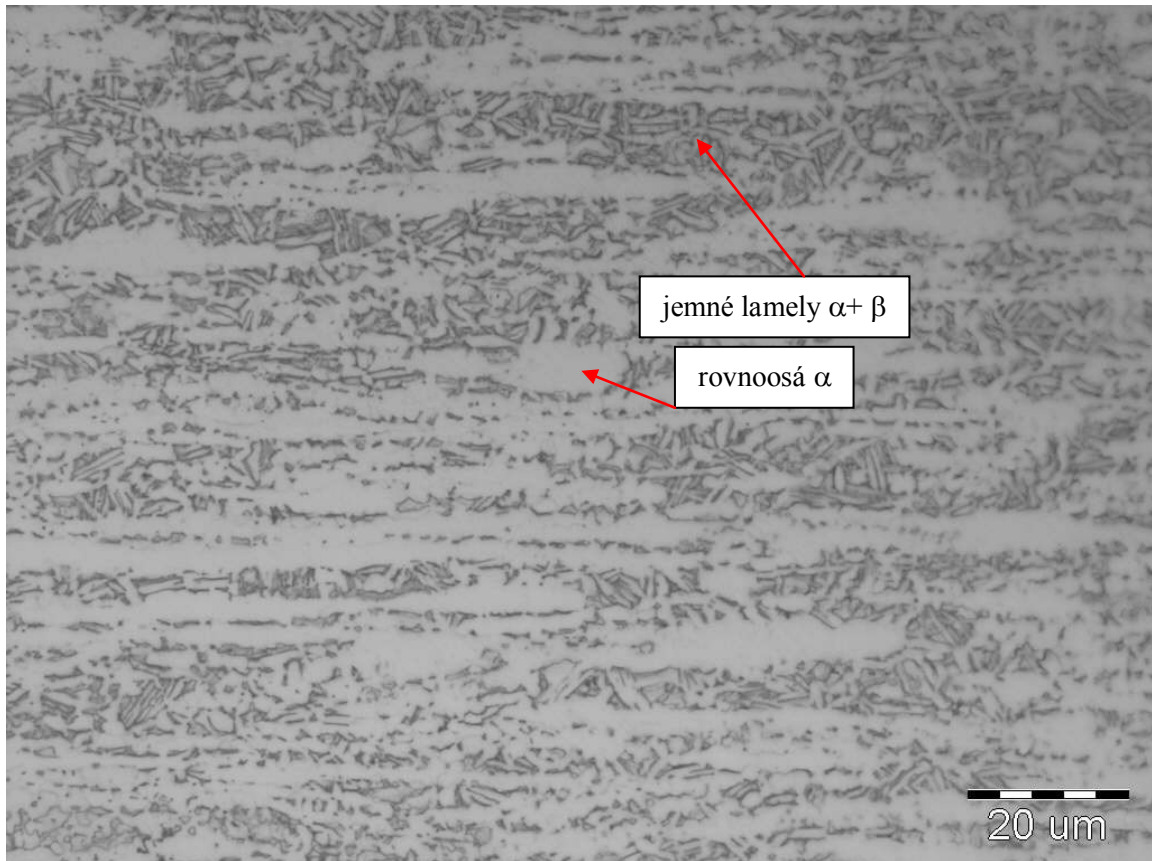
Obr. 22 Mikrostruktura vzorku pro dodaný stav, příčný řez



Obr. 23 Mikrostruktura vzorku pro dodaný stav, příčný řez

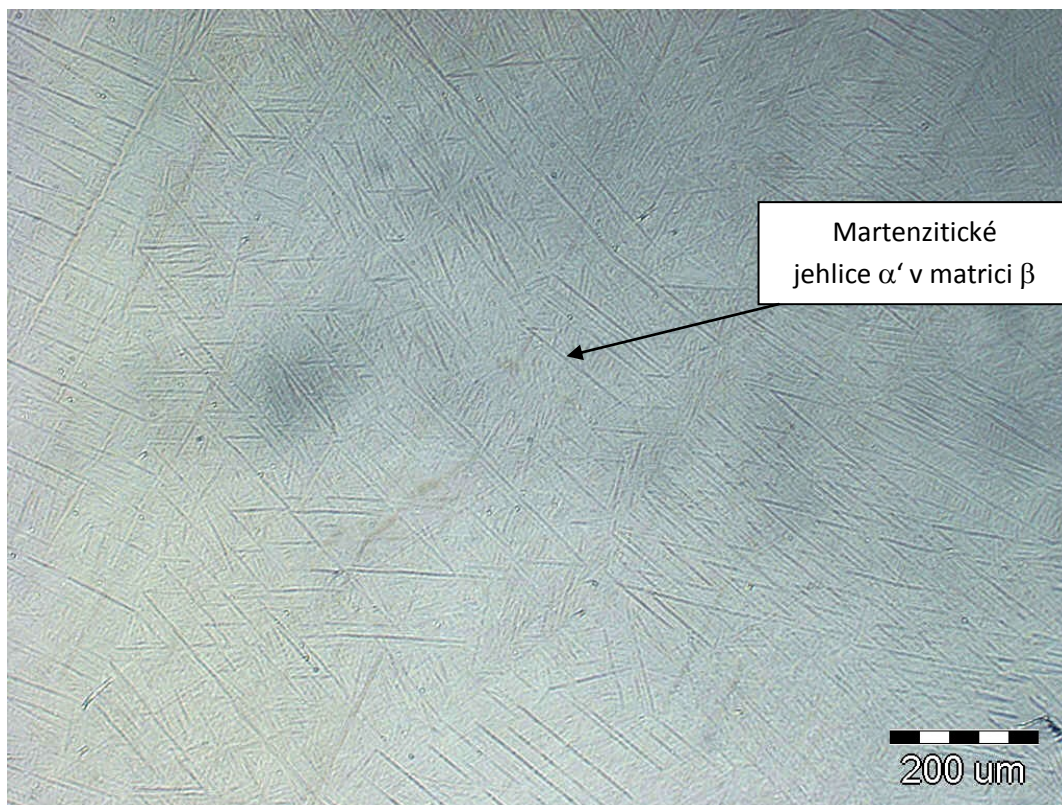


Obr. 24 Mikrostruktura vzorku pro dodaný stav, podélný řez

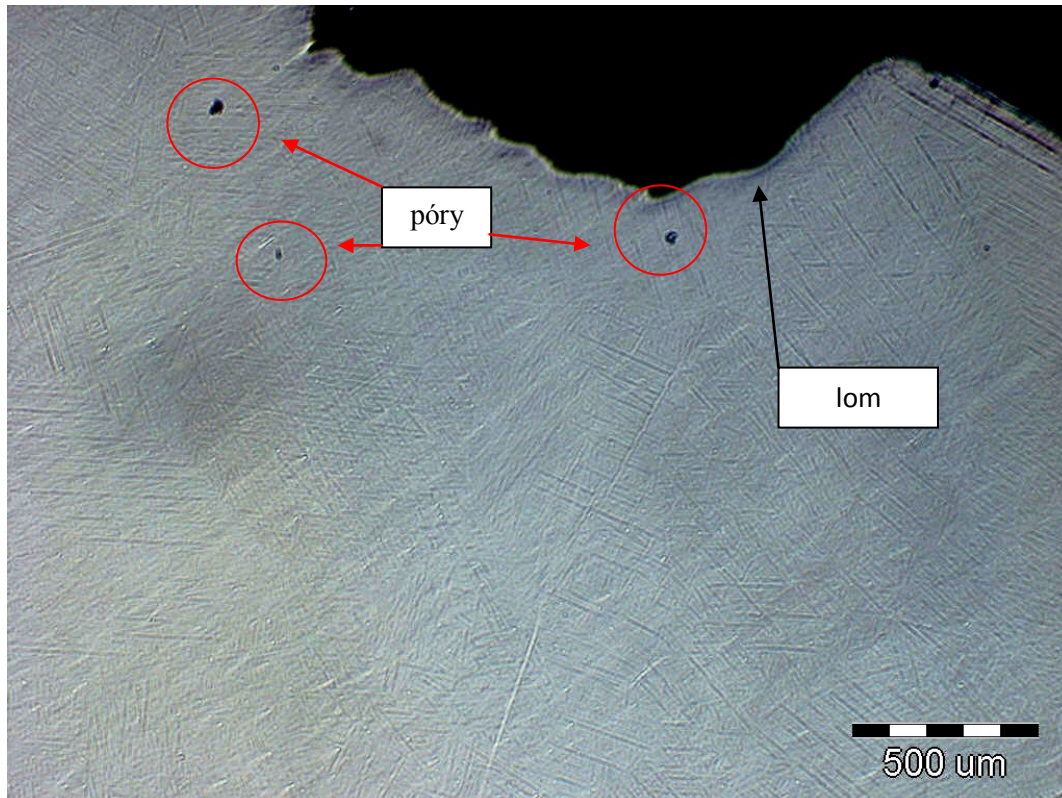


Obr. 25 Detail mikrostruktury vzorku pro dodaný stav, podélný řez

Na Obr. 26 se nachází snímek mikrostruktury vzorku po žíhání v argonu a po tahové zkoušce. Jedná se o podélný řez vzorku, ve kterém se vyskytují martenzitické jehlice α' . Následující snímek na Obr. 27 byl pořízen v blízkosti lomu. Opět lze pozorovat jehlicovitou strukturu, avšak v přímé blízkosti lomu se nachází vysoké množství pórů. Detailní charakter jehlic je uveden na Obr. 33.



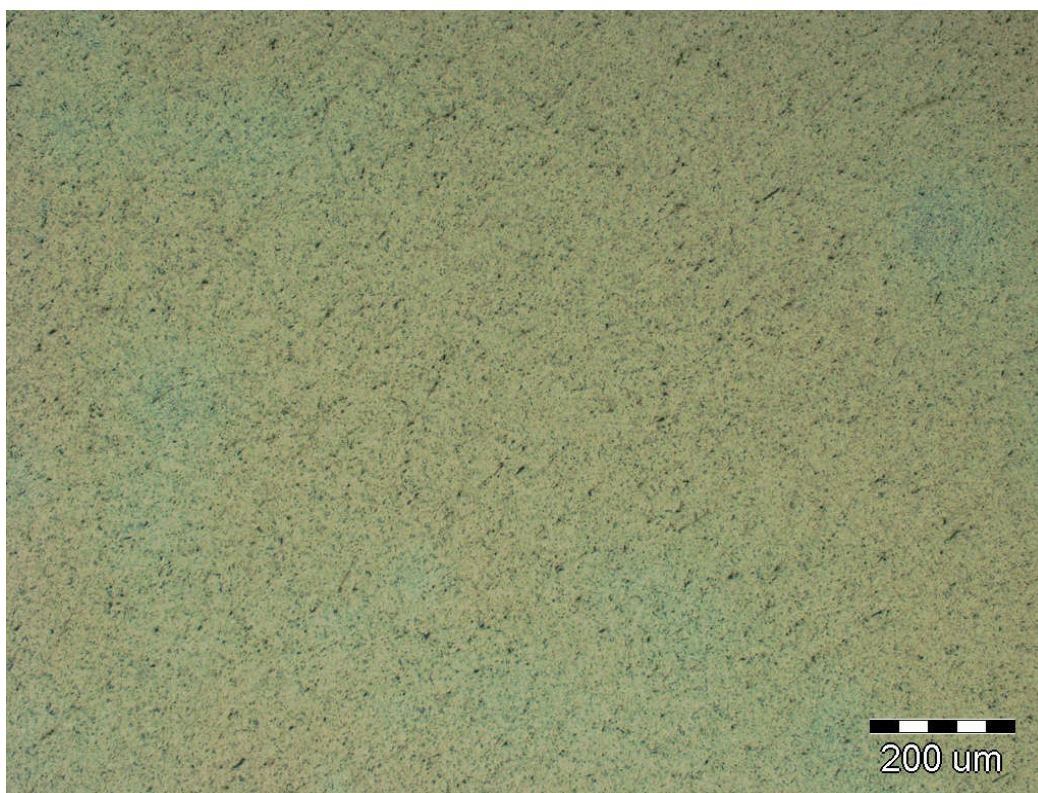
Obr. 26 Mikrostruktura vzorku po žihání v argonu a po tahové zkoušce, podélný řez, (vzorek Ar1)



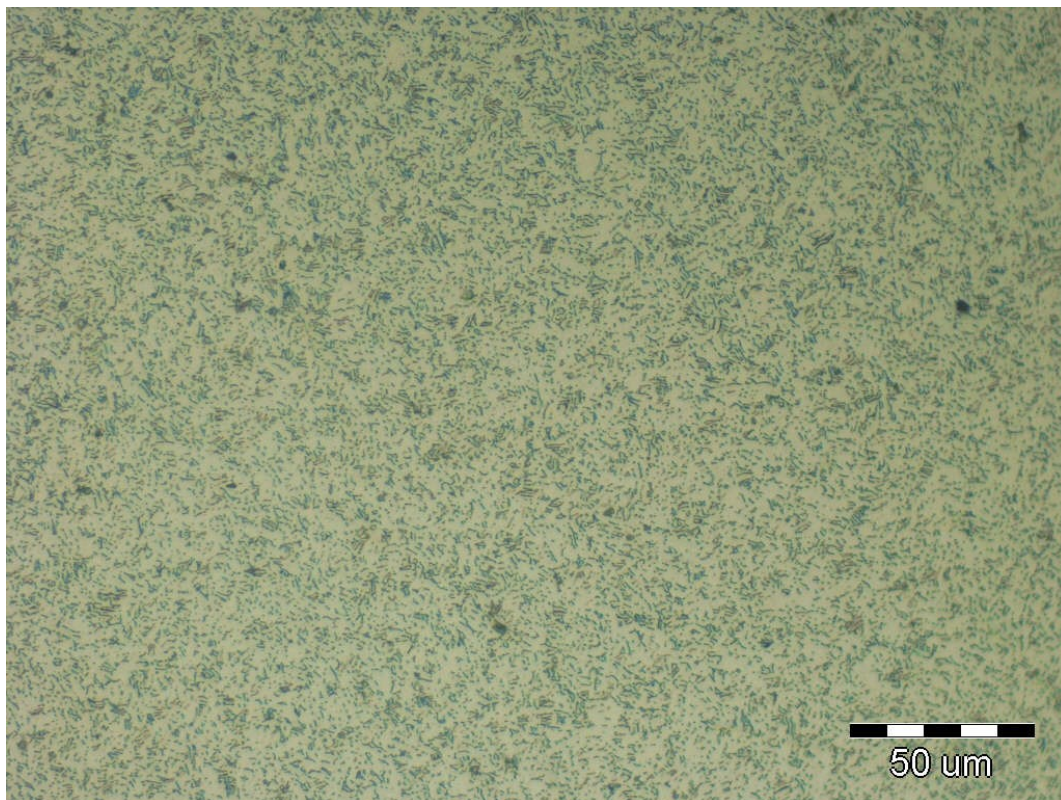
Obr. 27 Mikrostruktura vzorku po žihání v argonu a po tahové zkoušce, podélný řez s lomem, (vzorek Ar1)

Na snímcích 28, 29 a 30 jsou zobrazeny mikrostruktury vzorků, které byly žíhané ve vodíku. Příčný řez vykazuje bimodální rovnosou mikrostrukturu, ve které se nachází rovnosá α fáze - světlá a β fáze - tmavá, která se často skládá z jemných lamel $\alpha + \beta$.

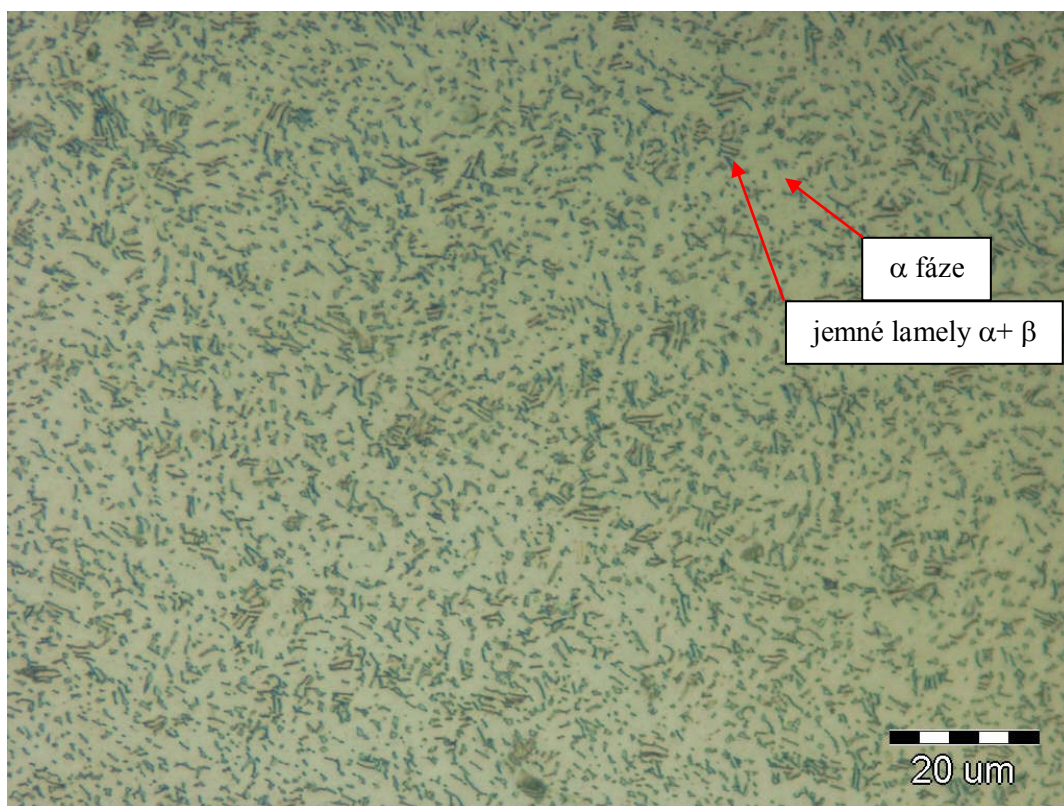
Obr. 31 a 32 vyobrazuje podélné řezy vzorků žíhaných v atmosféře vodíku. V Obr. 31 jsou červeně vyznačeny póry, kterých přibývá ve směru k lomu. Snímky byly pořízeny v blízkosti lomu, což vysvětluje značnou pórovitost. Póry jsou také zobrazeny na snímku 34 při vyšším zvětšení.



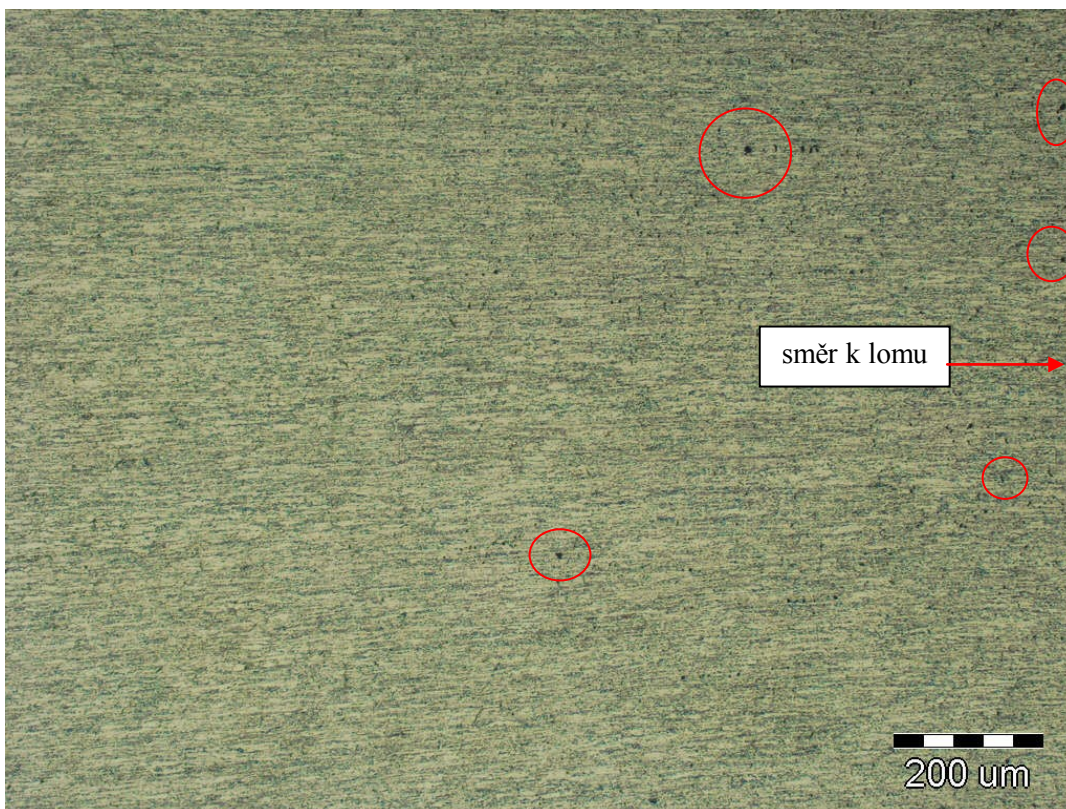
Obr. 28 Mikrostruktura vzorku po žíhání ve vodíku a po tahové zkoušce, příčný řez v blízkosti lomu (vzorek H2)



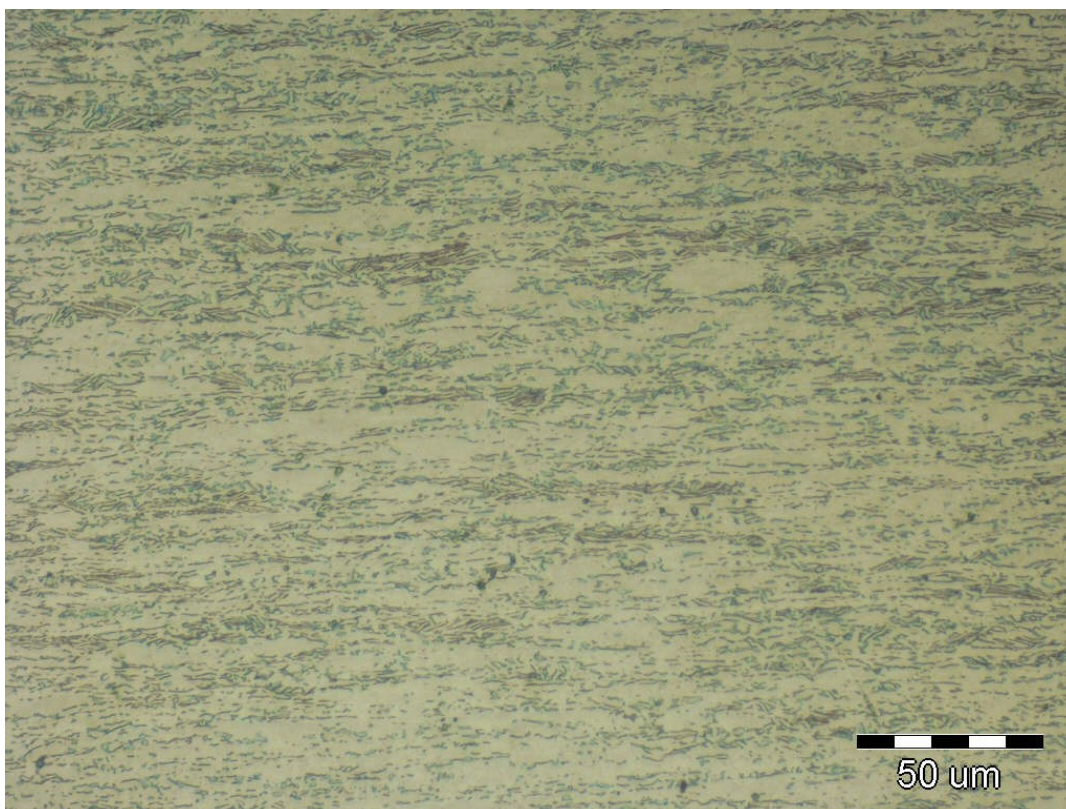
Obr. 29 Mikrostruktura vzorku po žihání ve vodíku a po tahové zkoušce, příčný řez v blízkosti lomu (vzorek H2)



Obr. 30 Detail mikrostruktury vzorku po žihání ve vodíku a po tahové zkoušce, příčný řez v blízkosti lomu (vzorek H2)



Obr. 31 Mikrostruktura vzorku po žihání ve vodíku a po tahové zkoušce, podélný řez v blízkosti lomu (vzorek H2) s mikropórovitostí

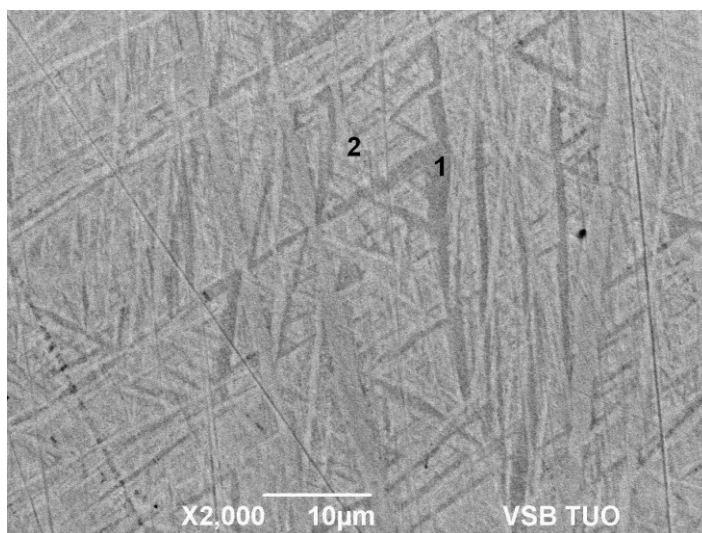


Obr. 32 Mikrostruktura vzorku po žihání ve vodíku a po tahové zkoušce, podélný řez v blízkosti lomu (vzorek H2)

Mikroanalýza vzorků po tepelném zpracování prokázala homogenní složení slitiny, avšak neumožnila přesné rozlišení fází α i β , neboť rozdíly v koncentracích obou fází jsou jen minimální (Tab. 14) vzhledem k tomu, že se jedná o vysokoteplotní a nízkoteplotní modifikace. Z analýzy bodu 4 (Tab. 15) vyplynulo, že se jedná o pór se zbytkovou částicí hlínky po leštění. Póry jsou v mikrostruktuře přítomny ve větší míře jako důsledek plastické deformace při tahové zkoušce, jak bylo zmíněno již výše.

Tab. 14 Mikroanalýza slitiny po žhání v Ar

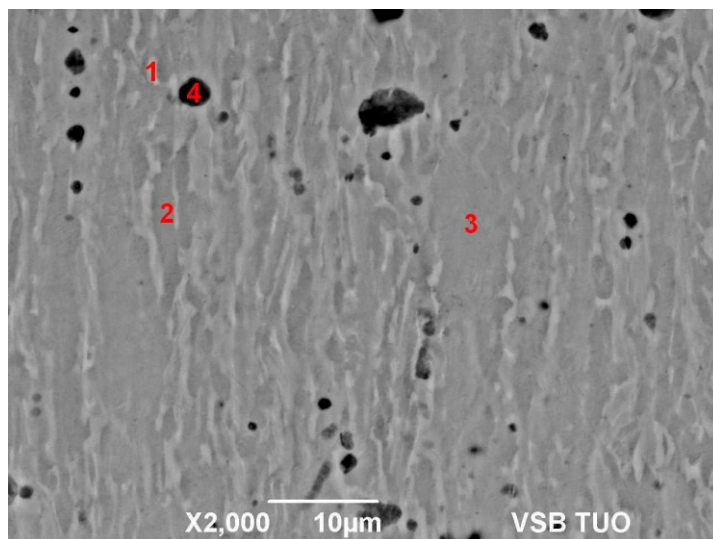
Číslo spektra	Ti	Al	V
1	89,70	6,69	3,61
1	89,77	6,65	3,58
2	89,62	6,61	3,76
2	89,63	6,63	3,74



Obr. 33 Detailní charakter jehlic ve vzorku žhaného v argonu

Tab. 15 Mikroanalýza slitiny po sycení vodíkem

Číslo spektra	Ti	Al	V	O
1	90,19	6,42	3,39	-
1	90,39	6,06	3,56	-
2	89,53	5,35	5,13	-
2	90,28	5,56	4,16	-
3	90,75	6,51	2,74	-
3	90,89	6,49	2,62	-
4	47,79	10,73	1,65	39,14



Obr. 34 Detailní charakter pórů ve vzorku žíhaného ve vodíku

Obsah vodíku stanovený u všech stavů slitiny je uveden v Tab. 16, ze které vyplývá, že po tepelném zpracování ve vodíku byl průměrný obsah ve slitině 2235 hm. ppm (0,22 hm. %). Dodaný stav i stav po žíhání v argonu obsahoval o dva řády nižší množství vodíku než vodíkový vzorek. Vzhledem k tomu, že sycení probíhalo při teplotě 1050°C, pak i tak krátký čas jako byla prodleva 12 minut na teplotě, stačil k nadifundování tak vysokého množství vodíku.

Tab. 16 Obsah vodíku v Ti6Al4V ve stavu po dodání, žíhaném v argonu a žíhaném ve vodíku

Stav slitiny	Množství vodíku QH [hm.ppm]	Množství vodíku QH [hm.%]
Dodaný po tahové zkoušce	30	0,0030
Po žíhání v argonu a tahové zkoušce	35	0,0035
Po žíhání ve vodíku a tahové zkoušce	2235	0,2235

4.3 Fraktografie

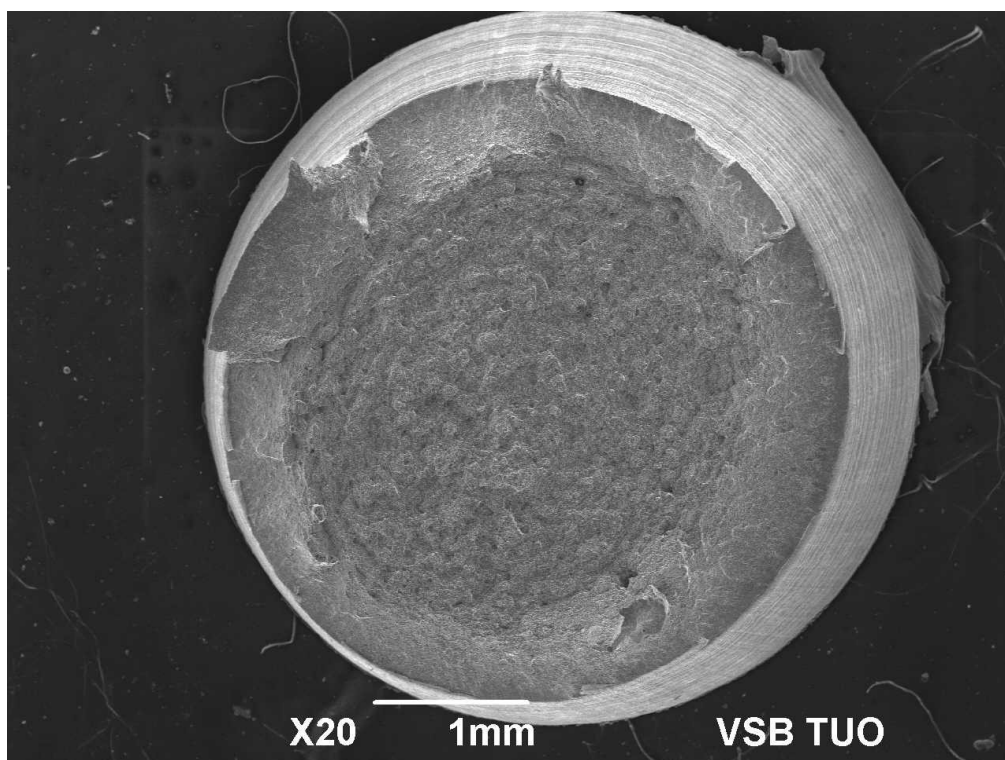
Charakter lomu byl sledován u vybraných vzorků po tahové zkoušce ve všech třech stavech, tedy v dodaném, po žíhání v Ar a po sycení vodíkem. Ze SEM snímků na Obr. 35 až 48 je patrný zřetelný rozdíl v morfologii lomů v závislosti na tepelném zpracování.

Lomová plocha u tahové zkoušky ve stavu po dodání se jeví z makropohledu jako houževnatý lom (Obr. 35). V detailnějším pohledu (Obr. 36,37) se na lomu vyskytují jamky

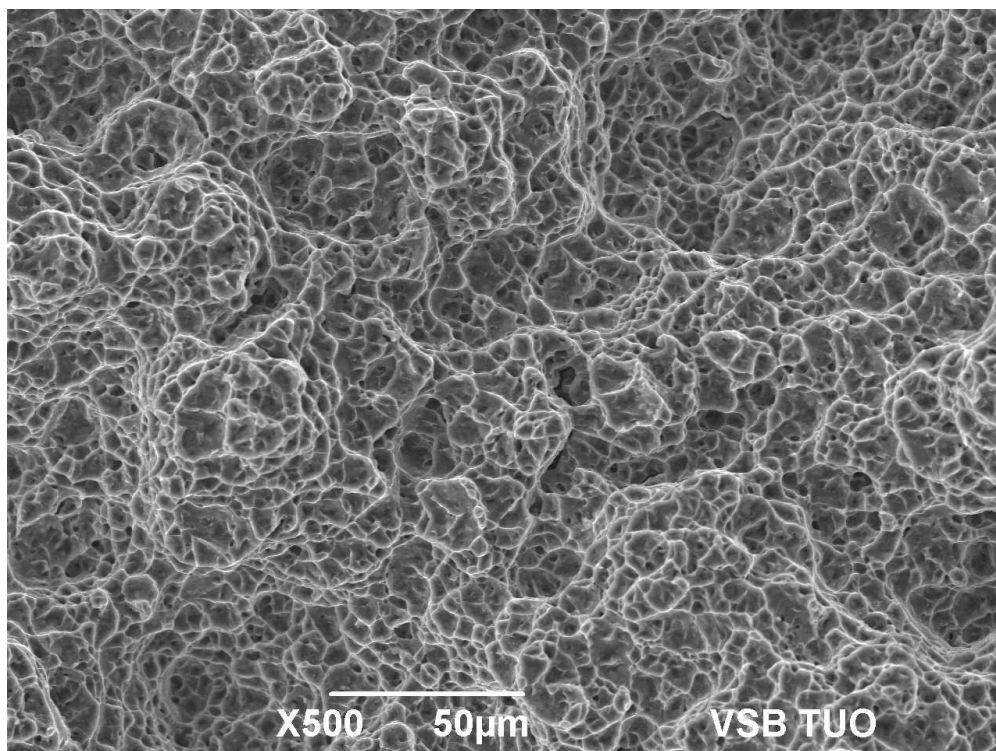
charakteristické pro houževnatý lom, což potvrzuje poměrně dobré plastické vlastnosti dodaného stavu.

Z náhledu na lomovou plochu vzorku žíhaného v argonu vypadá, že se jedná o smíšený lom s výskytem hrubých fazet (Obr. 38). V detailnějším pohledu na obrázcích 39 až 43 lze při vyšším zvětšení pozorovat smíšený – kvazištěpný lom. Dále jsou v detailním pohledu vidět rovnoosé jamky.

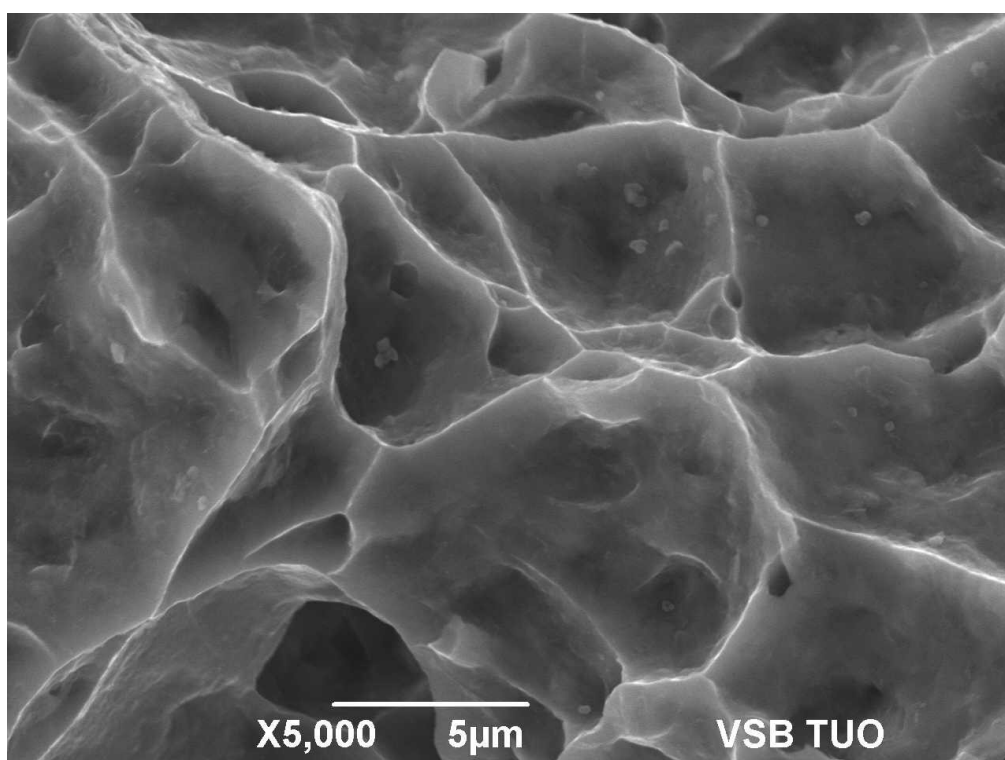
Makropohled na lomovou plochu vzorku žíhaného ve vodíku (Obr. 44) vykazuje výskyt hrubých fazet ve struktuře lomu. Tato lomová plocha vypadá z náhledu spíše křehce. Snímky 45 až 48 potvrzují, že se jedná o křehký lom, ve kterém se vyskytuje mnoho hrubých fazet.



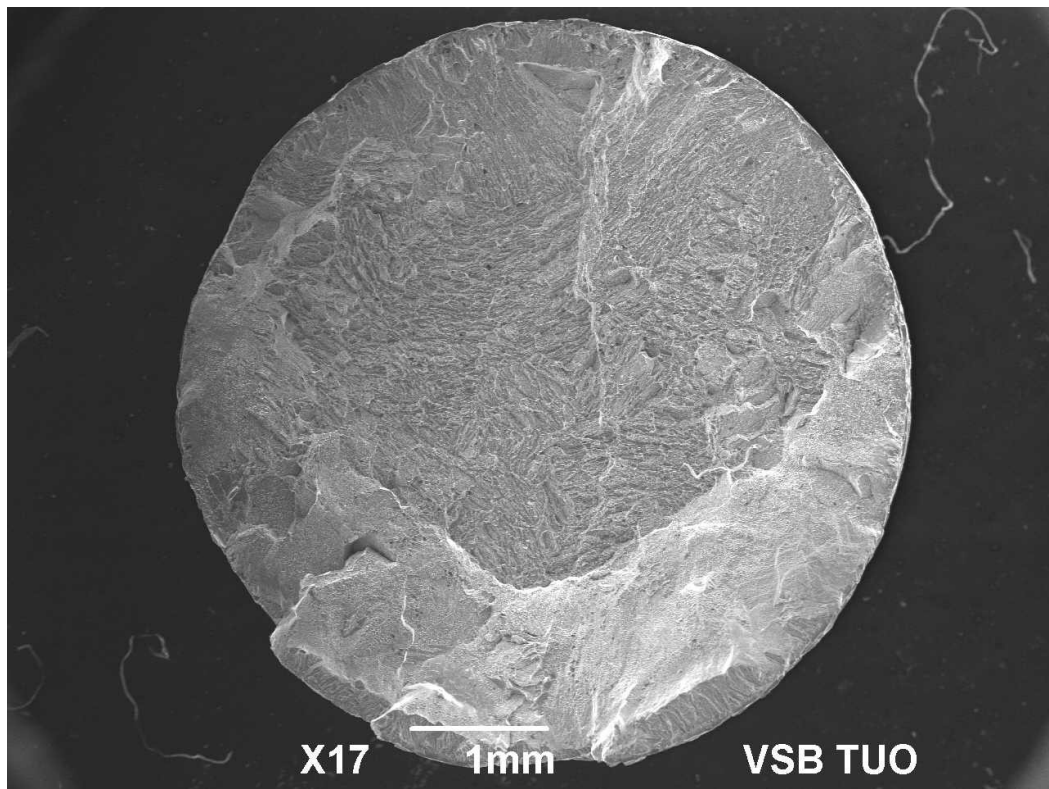
Obr. 35 SEM náhled lomu po tahové zkoušce pro dodaný stav, houževnatý charakter



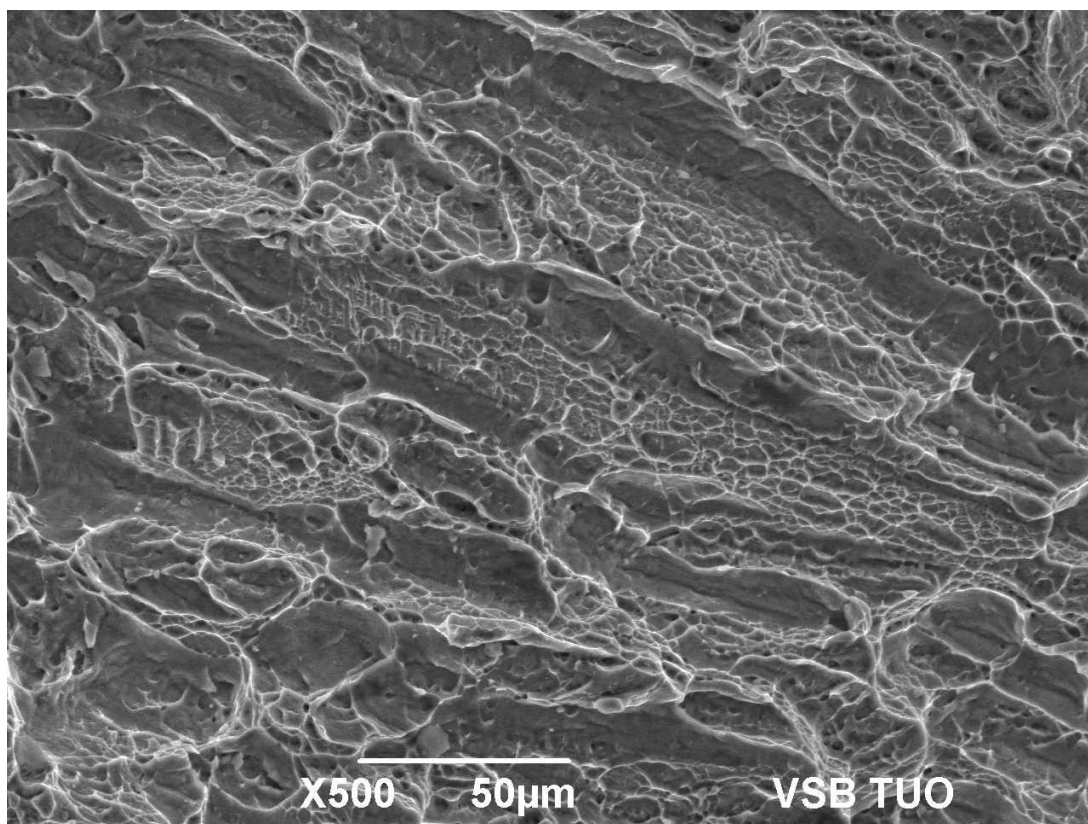
Obr. 36 Dodaný stav, střed



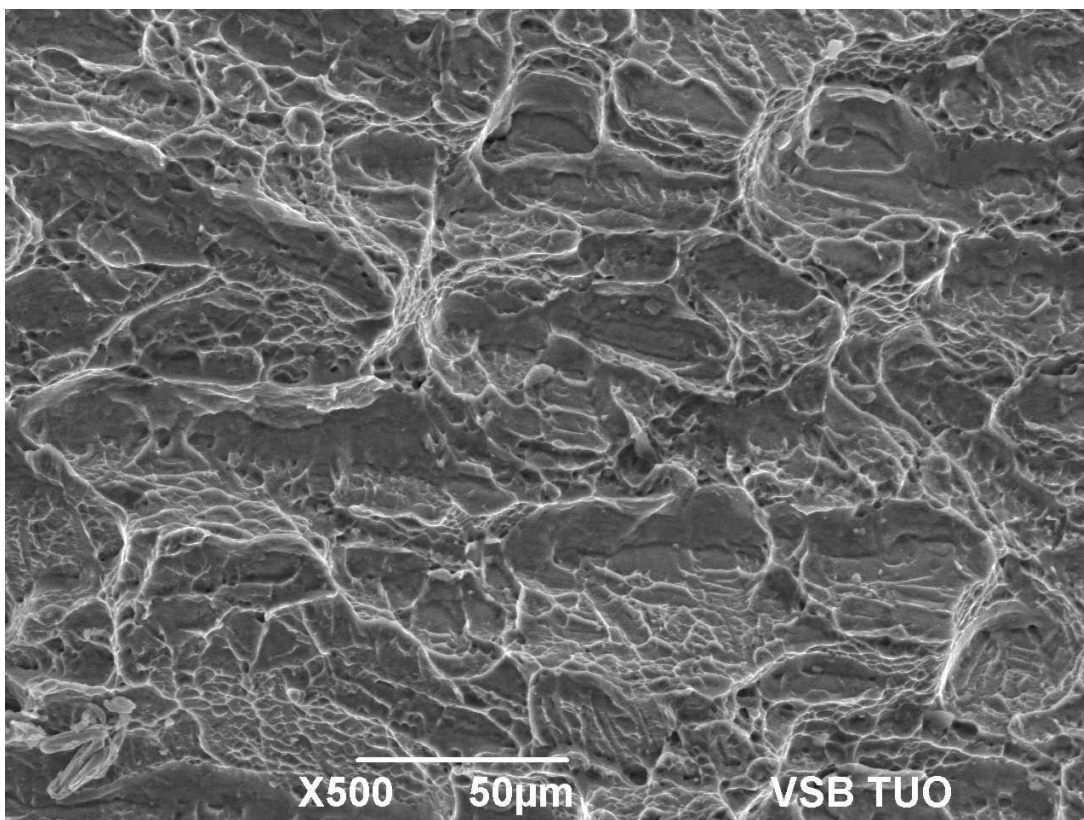
Obr. 37 Detail Obr. 36 - houževnatý jamkový lom, střed vzorku



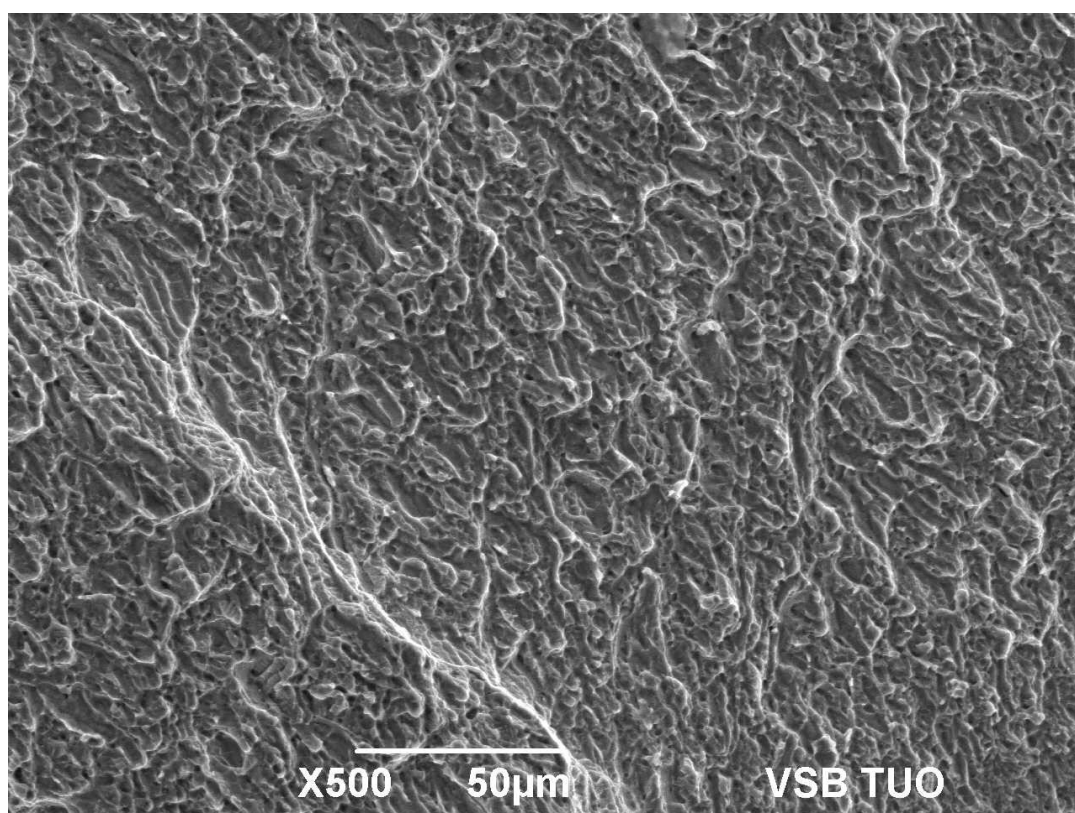
Obr. 38 Žiháno v argonu, náhled na hrubé fazety



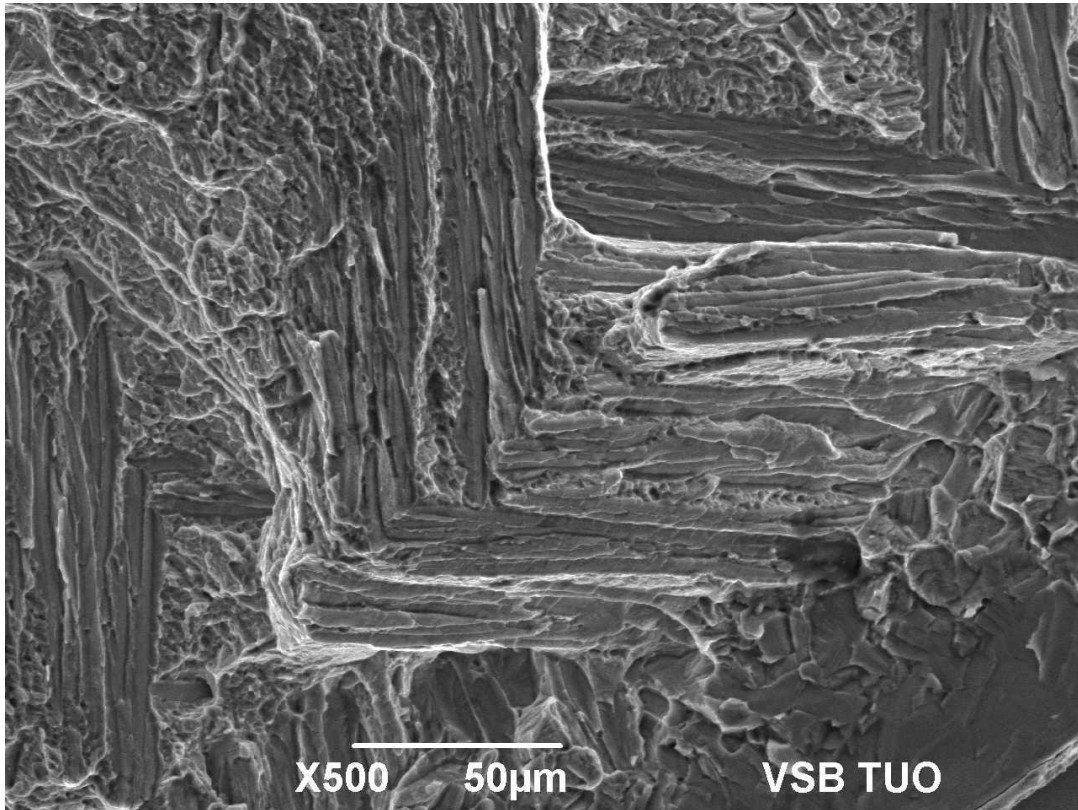
Obr. 39 Žiháno v argonu



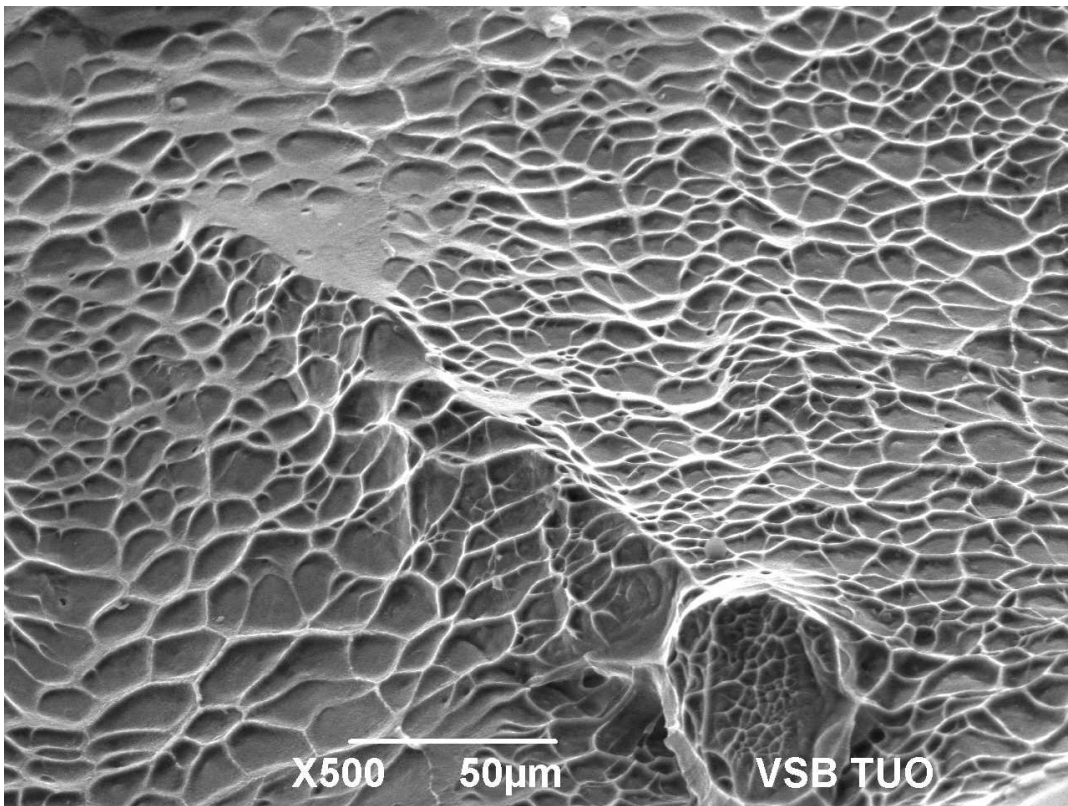
Obr. 40 Žiháno v argonu



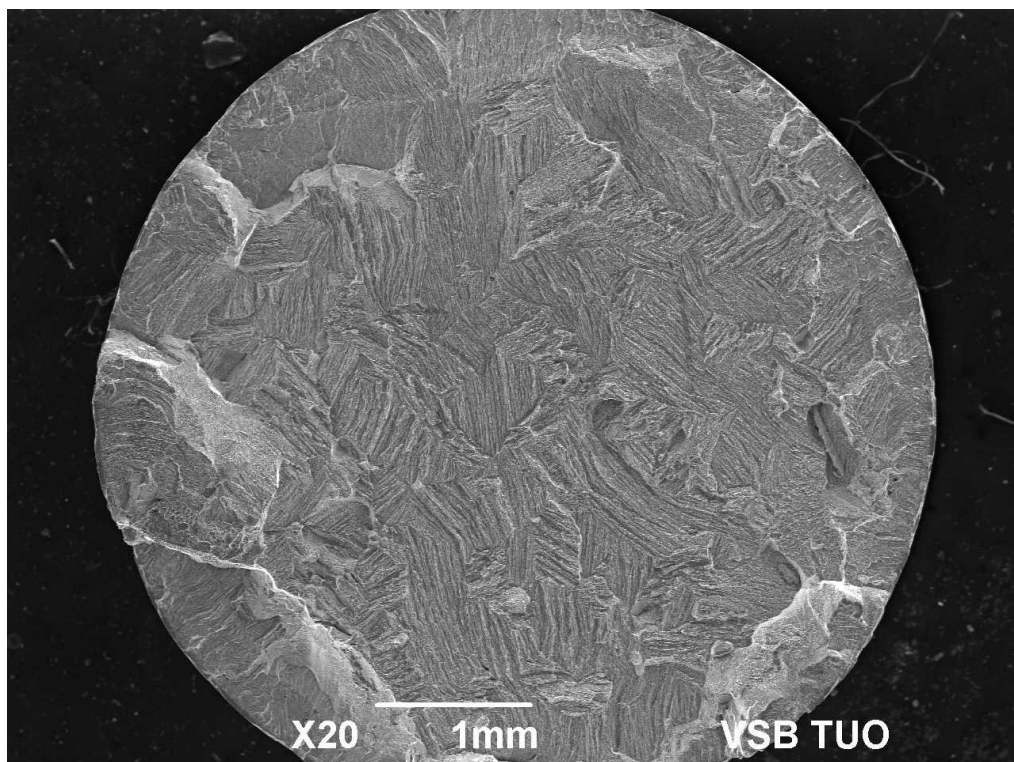
Obr. 41 Žiháno v argonu



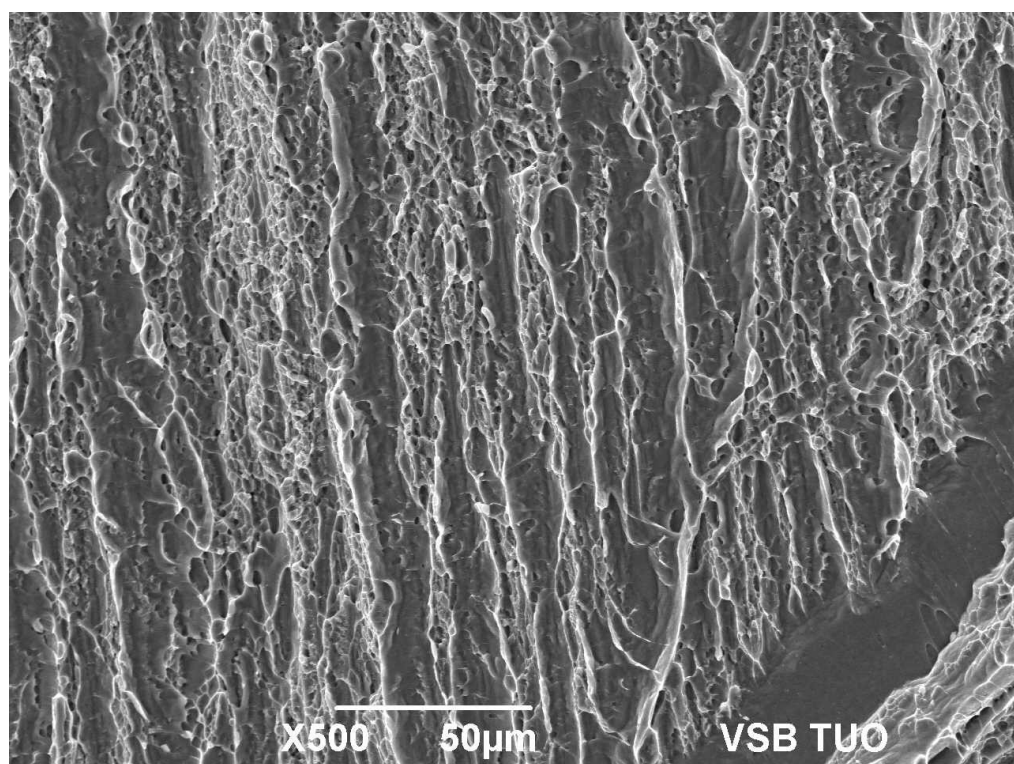
Obr. 42 Žiháno v argonu



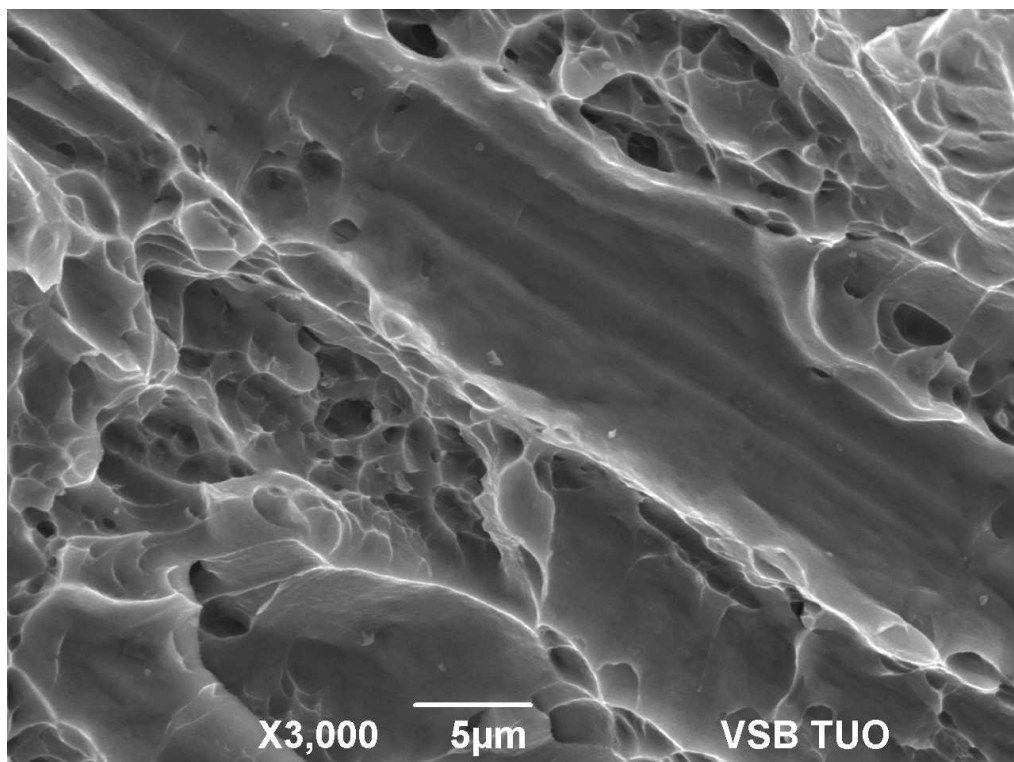
Obr. 43 Žiháno v argonu



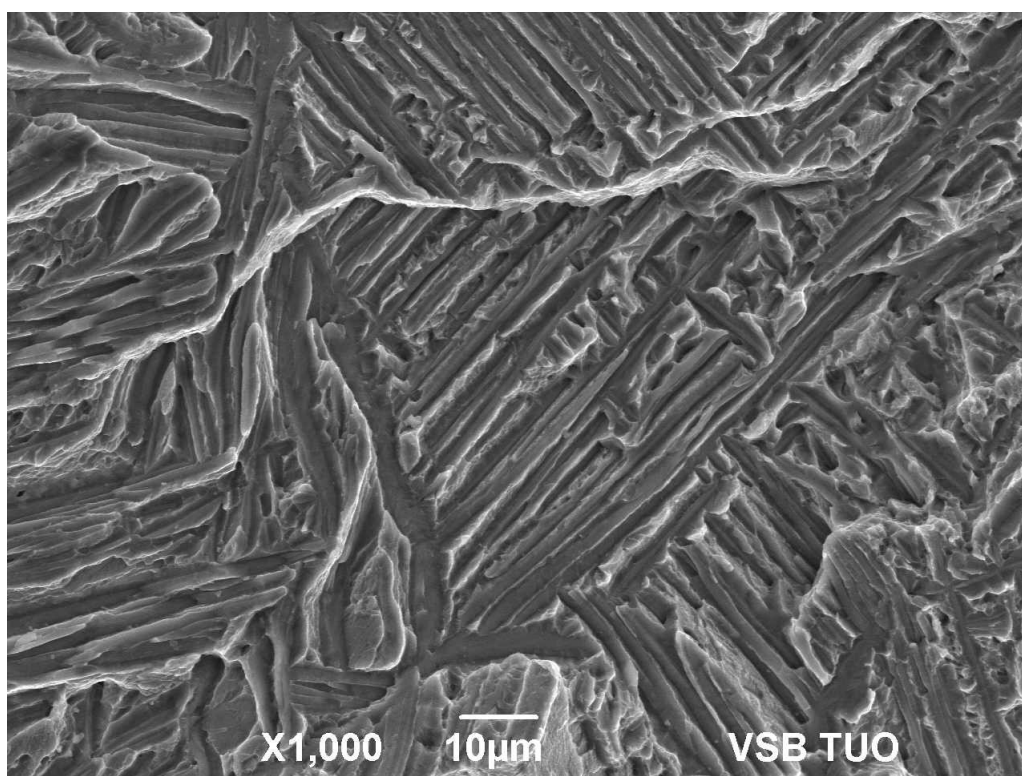
Obr. 44 Žiháno ve vodíku, náhled -hrubé fazety



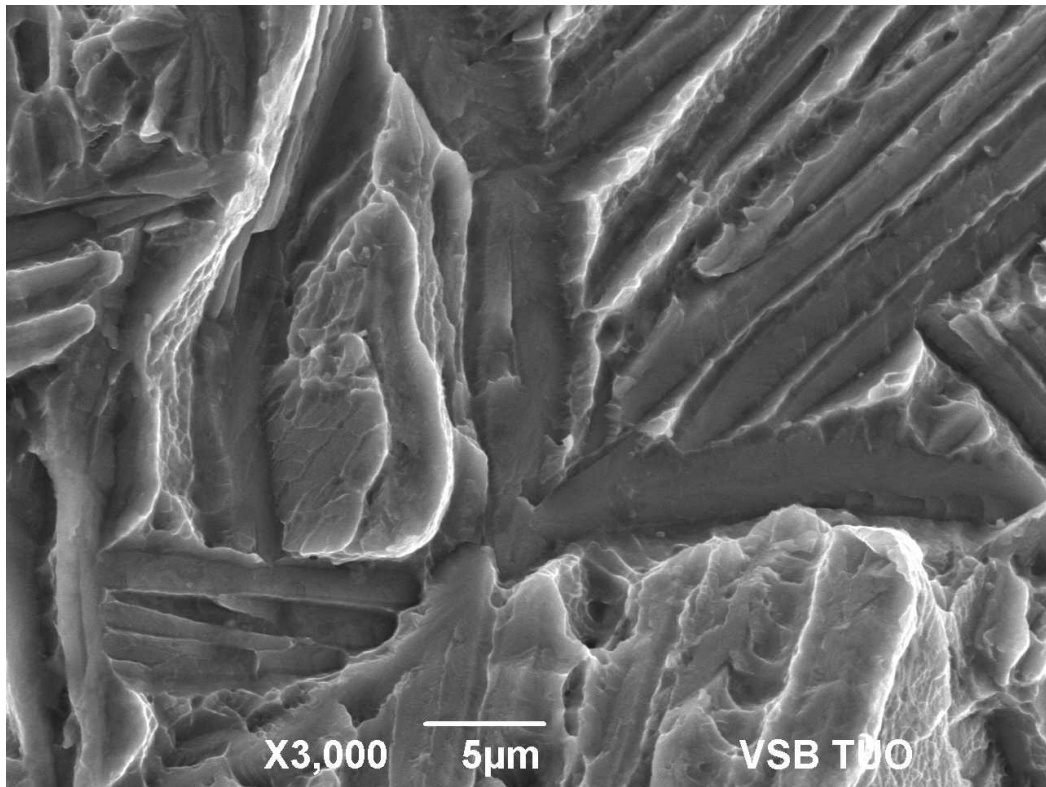
Obr. 45 Žiháno ve vodíku, střed



Obr. 46 Žiháno ve vodíku, střed



Obr. 47 Žiháno ve vodíku, okraj



Obr. 48 Žíháno ve vodíku, okraj

Mechanické vlastnosti titanové slitiny Ti6Al4V byly pro dodaný stav přibližně stejné jako ve stavu žíhaném v argonu. Mez kluzu vzorku v dodaném stavu byla nejvyšší (919 MPa) a mez pevnosti vykazovala hodnotu 1034 MPa. Nejvyšší mez pevnosti dosahovaly vzorky žíhané v argonu s hodnotou 1133 MPa, která je způsobena jehlicovitou martenzitickou strukturou. Nejnižší mez kluzu a mez pevnosti dosahovaly vzorky žíhané ve vodíku (500 MPa, resp. 879 MPa). Tyto hodnoty jsou však poměrně vysoké, vzhledem ke skutečnosti, že se v nich vyskytuje nejvyšší množství vodíku (0,2235 hm. %), jak bylo uvedeno v Tab. 16. Různorodé hodnoty však ukazuje tažnost, která je nejvyšším v dodaném stavu 13,3 %, avšak ve stavu žíhaném v argonu pouze 2 % a ve stavu žíhaném ve vodíku 3,8 %. Vysoký rozdíl v tažnosti souvisí se snímky distribucí deformačních polí. Z Obr. 16 je patrné, že před vznikem lomu došlo k vytvoření krčku deformované tyče. K této skutečnosti však v případě vzorků tepelně zpracovaných nedošlo. Pórovitost vznikla v důsledku plastické deformace u lomu. V průběhu tahového zatížení se tvoří postupně díry, které po spojení prasknou jako lomová plocha. Koncentrace deformace a vznikající díry ve vzorku lze pozorovat na snímcích digitální obrazové analýzy, kde je nejvyšší deformace označena červenou barvou.

Z výsledků tahové zkoušky je patrné, že nejvyšší potřebná deformace pro roztržení zkušební tyče byla v případě dodaného stavu (0,466). Na Obr. 16 a 17 lze pozorovat krček, který byl vytvořen postupnou rostoucí deformací. Při tahové zkoušce vzorků žíhaných v argonu a ve

vodíku však k tvorbě krčku nedošlo. Maximální deformace byla u vzorků žíhaných v argonu pouze 0,038 a u vzorků sycených vodíkem byla hodnota 0,078. Pro roztržení tepelně zpracovaných zkušebních tyčí tedy postačila několikanásobně nižší deformace. Snímky lomových ploch ze skenovacího elektronového mikroskopu ukázaly, že v případě dodaného stavu byla lomová plocha houževnatého charakteru. Oproti tomu vzorek žíhaný v argonu měl lomovou plochu smíšenou s výskytem hrubých fází. Po sycení vodíkem byla lomová plocha vzorků křehká.

Závěr

Teoretická část této diplomové práce byla zaměřena na titanovou slitinu Ti6Al4V. Tato biokompatibilní slitina patří do skupiny slitin $\alpha + \beta$. Jako hlavní slitina ze všech titanových slitin tvoří přes 50 % celkové výroby všech titanových materiálů. V práci byla popsána základní charakteristika, obecné vlastnosti a použití Ti6Al4V. Následně byly nastíněny možnosti tepelného zpracování a rozbor mechanických vlastností.

V praktické části bylo provedeno studium titanové slitiny Ti6Al4V v dodaném stavu, ve stavu žíhaném v argonu a ve stavu žíhaném ve vodíku. Poté byla provedena tahová zkouška a digitální obrazová analýza. Dále bylo možné provést metalografické pozorování mikrostruktury a lomů u veškerých vzorků.

Poslední část diplomové práce se zabývá vyhodnocením a diskuzí dosažených výsledků. Výsledky potvrzují zásadní vliv tepelného zpracování a použité atmosféry v peci na typ mikrostruktury. Vzorky v dodaném stavu vykazovaly rovnoosou jemnozrnnou mikrostrukturu, kdežto u tepelně zpracovaných vzorků se mikrostruktura zcela lišila. Ve vzorcích žíhaných v argonu byla zaznamenána jehlicovitá martenzitická mikrostruktura, která je důsledkem prudkého zakalení do vody po žíhání. Vzorky sycené vodíkem vykazovaly bimodální rovnoosou mikrostrukturu, ve které se β fáze skládá z jemných lamel $\alpha + \beta$. Zásadní rozdíly byly také mezi jednotlivými vzorky při pozorování fraktografie. Lomová plocha dodaných vzorků se jevila jako houževnatý lom, složený z mnoha jamek. Naproti tomu lom vzorku žíhaného v argonu vykazoval smíšený – kvazištěpný lom s rovnoosými jamkami. U vzorku žíhaného ve vodíku byla lomová plocha naopak křehká a vyskytovalo se v ní mnoho hrubých fazet.

V dalším výzkumu titanové slitiny Ti6Al4V bude zapotřebí prozkoumat únavové vlastnosti, které jsou u biokompatibilních materiálů zcela zásadní. Zcela fatální bude vliv mikrostruktury na únavovou pevnost. Následně budou provedeny také rtg analýzy, které určí přesné zastoupení fází v mikrostruktuře. Výzkum v oblasti biokompatibilních materiálů je zcela nezbytný, protože je nutné optimalizovat výrobní technologie, stejně jako následné tepelné zpracování.

Použité zdroje a literatura

- [1] LOSERTO VÁ, M., *Progresivní materiály: učební text*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2575-5
- [2] PTÁČEK, L., *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3
- [3] LEYENS, C., PETERS, M., *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. [Chichester: John Wiley] (distributor), c2003. ISBN 3527305343
- [4] ATI METALS *ATI Titanium 6Al-4V Alloy*, [online] [cit.2016-04-22], převzato z: https://www.atimetals.com/Documents/ati_6-4_tds_en_v1.pdf
- [5] RONCONE, K., *A conversation with titanium suppliers and end users*. *JOM* [online]. 2005, 57(3), 11-13 [cit. 2016-04-22]. DOI: 10.1007/s11837-005-0225-8. ISSN 1047-4838. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s11837-005-0225-8>
- [6] CHEN, Q., THOUAS, G., *Metallic implant biomaterials*. *Materials Science and Engineering: R: Reports* [online]. 2015, 87, 1-57 [cit. 2016-05-13]. DOI: 10.1016/j.mser.2014.10.001. ISSN 0927796x. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0927796X14001077>
- [7] ELMER, J.W., PALMER, T.A, BABU, S.S., SPECHT, E.D., In situ observations of lattice expansion and transformation rates of α and β phases in Ti-6Al-4V. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2005, 391(1-2), 104-113 [cit. 2016-05-13]. DOI: 10.1016/j.msea.2004.08.084. ISSN 09215093. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509304011232>
- [8] AHMED, T., *Al-Ti-V Phase Diagram*, 1992. P. Villars, editor-in-chief; H. Okamoto and K. Cenzual, section editors. ASM International, Materials Park, OH, 2006-2013. ASM Alloy Phase Diagrams Center [cit. 2013-09-10], [online], převzato z: <http://www1.asminternational.org/AsmEnterprise/APD>
- [9] WANG, Y. -Z., MA, N., CHEN, Q., ZHANG, F., CHEN, S.L., CHANG, Y.A., *Predicting phase equilibrium, phase transformation, and microstructure evolution in titanium alloys*. *JOM* [online]. 2005, 57(9), 32-39 [cit. 2016-04-22]. DOI: 10.1007/s11837-005-0112-3. ISSN 1047-4838. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s11837-005-0112-3>
- [10] SEMIATIN, S. L., SEETHARAMAN, V., WEISS, I., *The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys*. *JOM* [online]. 1997, 49(6), 33-39 [cit. 2016-04-22]. DOI:

10.1007/BF02914711. ISSN 1047-4838. Dostupné z:

<http://link.springer.com/10.1007/BF02914711>

[11] WU, G.Q., SHI, C.L., SHA, W., SHA, A.X., JIANG, H.R., *Effect of microstructure on the fatigue properties of Ti-6Al-4V titanium alloys*. *Materials & Design* [online]. 2013, **46**, 668-674 [cit. 2016-04-30]. DOI: 10.1016/j.matdes.2012.10.059. ISSN 02613069. Dostupné z:

<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0261306912007571>

[12] GEETHA, M., SINGH, A.K., ASOKAMANI, R., GOGIA, A.K., *Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review*. *Progress in Materials Science* [online]. 2009, **54**(3), 397-425 [cit. 2016-04-30]. DOI:10.1016/j.pmatsci.2008.06.004. ISSN 00796425. Dostupné z:

<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642508001126>

[13] RAMSDEN, J.J., ALLEN, D.M., STEPHENSON, D.J., ALCOCK, J.R., PEGGS, G.N., FULLER, G., GOCH, G., *The Design and Manufacture of Biomedical Surfaces*. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*[online]. 2007, **56**(2), 687-711 [cit. 2016-04-30]. DOI:

10.1016/j.cirp.2007.10.001. ISSN 00078506. Dostupné z:

<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0007850607001527>

[14] SOBIESZCZYK, S. *Surface modifications of ti and its alloys*. *Advances in Materials Sciences* [online]. 2010-01-1, **10**(1), - [cit. 2016-04-30]. DOI: 10.2478/v10077-010-0003-3. ISSN 2083-4799. Dostupné z:

<http://www.degruyter.com/view/j/adms.2010.10.issue-1/v10077-010-0003-3/v10077-010-0003-3.xml>

[15] ŠIMČÁK, F., ŠTAMBORSKÁ, M., HUŇADY, R. *Deformation of materials by using digital image correlation*. *Chemické listy* 105 (2011) 4, 564-567

[16] ROSSI, M., PIERRON, F., ŠTAMBORSKÁ, M., ŠIMČÁK, F. *Identification of the Anisotropic Plastic Behaviour of Sheet Metals at Large Strains*, *Experimental and Applied Mechanics* (2013), 229-235.

[17] HRUŠÁK, D., ZEMKO, M., DLUHOŠ, L., KRAUS, L. *Použití nanostrukturního titanu pro nitrokostní implantáty* [online] [cit.2016-05-11]. Stomatologická klinika LFUK, Plzeň.