



**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE**

---

**Fakulta biomedicínského inženýrství  
Katedra přírodovědných oborů**

## **Moderní endoprotéza kyčelního kloubu**

### **Modern hip prosthesis**

Diplomová práce

Studijní program: Biomedicínská a klinická technika

Studijní obor: Přístroje a metody pro biomedicínu

**Autor diplomové práce: Bc. Lucie Košinová**

Vedoucí diplomové práce: Ing. Petr Písařík, Ph.D.

Konzultanti diplomové práce: Ing. Jan Brajer, Ph.D., Ing. Jan Mikšovský, Ph.D.

---

**Kladno 2021**



# ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Košinová** Jméno: **Lucie** Osobní číslo: **487721**  
 Fakulta: **Fakulta biomedicínského inženýrství**  
 Garantující katedra: **Katedra přírodovědných oborů**  
 Studijní program: **Biomedicínská a klinická technika**  
 Studijní obor: **Přístroje a metody pro biomedicínu**

## II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

**Moderní endoprotéza kyčelního kloubu**

Název diplomové práce anglicky:

**Modern hip prosthesis**

Pokyny pro vypracování:

Dnes používané materiály implantátů nespĺňují zcela nároky moderní doby, a proto je potřeba je dále modifikovat a zdokonalovat. Jedna z možností úpravy je modifikace povrchu implantátu pomocí laseru. Student v rámci diplomové práce zpracuje rešerši dnes používaných kovových materiálů pro výrobu endoprotézy kyčelního kloubu a jejich základních vlastností, rešerši modifikace povrchu pomocí laseru a rešerši měření povrchových vlastností. Student provede přípravu návrhu experimentu a metodiky pro měření vlastností, přípravu prvních modifikovaných vzorků a změní základních vlastností. Měsleďně vyhodnocení naměřené výsledky a porovná je s dostupnou literaturou.

Seznam doporučené literatury:

- [1] GONZÁLEZ DELLA VALLE A., SHARRÖCK N., BARLOW M., CACERES L., GO G., SALVATI E.A., The modern, hybrid total hip arthroplasty for primary osteoarthritis at the Hospital for Special Surgery, Bone Joint J., ročník 98-B, číslo 54-9, 2016, doi: 10.1302/0301-620X.98B1.36409.
- [2] DAS, S. S. AND CHAKRABORTI, P., Development of Biomaterial for Total Hip Joint Replacement, Materials Science and Engineering, ročník 377, číslo 012177, 2018, doi:10.1088/1757-899X/377/1/012177
- [3] G. P. KOTHIYAL, A. SRINIVASAN, Trends in Biomaterials, ed. 1st, New York: Jenny Stanford Publishing, 2016, DOI: 10.1201/b19906, ISBN 9780429091803

Jméno a příjmení vedoucí(ho) diplomové práce:

**Ing. Petr Písařík, Ph.D.**

Jméno a příjmení konzultanta(ky) diplomové práce:

**Ing. Jan Mikšovský, Ph.D., Ing. Jan Brajer, Ph.D.**

Datum zadání diplomové práce: **15.10.2020**

Platnost zadání diplomové práce: **31.10.2022**

doc. Ing. Lenka Lhotská, CSc.  
podpis vedoucí(ho) katedry

prof. MUDr. Jozef Rosina, Ph.D., MBA  
podpis děkana(ky)

**Název diplomové práce:** Moderní endoprotéza kyčelního kloubu**Abstrakt:**

Jedna z nejvýznamnějších současných diskusí v ortopedii jsou totální náhrady kloubů, zejména kyčelního a kolenního kloubu. V současnosti používané materiály po dlouhodobém používání mají tendenci selhávat v důsledku nesplnění některých životně důležitých požadavků, a proto je důležité zkoumat a vyvíjet metody, které by vlastnosti vylepšily.

Tato diplomová práce zkoumala vliv laserového vytvrzování (LSP) na medicínskou slitinu Ti6Al4V. LSP je proces povrchové úpravy pro zvýšení pevnosti a spolehlivosti kovových součástí. Ukázalo se, že tlakové zbytkové napětí způsobené tímto procesem se akumuluje na povrchu materiálu ošetřeného LSP, jehož tloušťka je několik stovek mikrometrů. Změny tvrdosti měřené pomocí Vickersovy metody ukázaly závislost mikrotvrdosti na hloubce materiálu, kde je mikrotvrdost po ošetření LSP vyšší na povrchu o 12 % než u vzorku bez ošetření LSP a postupně klesá se vzdáleností do středu vzorku. Vlivem LSP dochází k předpokládanému zvýšení hustoty dislokací, jak se ukázalo pomocí měření doby života pozitronů.

LSP metoda, jak potvrdily výsledky, je slibnou metodou pro zlepšení mikrotvrdosti a zbytkového napětí v tlaku materiálu Ti6Al4V používaného na endoprotézu kyčelního kloubu.

**Klíčová slova:**

Endoprotéza kyčelního kloubu, Modifikace povrchu laserem, Biomateriály, Ti6Al4V, Laser Shock Peening

**Master's Thesis title:** Modern hip prosthesis**Abstract:**

One of the most important debates in orthopaedics nowadays resolves around total joint replacements, especially of hip and knee joints. Currently used materials tend to fail after long-term use due to failure to meet certain vital requirements. It is therefore important to research and develop methods to improve the material properties.

This thesis investigates the effect of laser shock peening (LSP) on a medical grade Ti6Al4V alloy. LSP is a surface treatment process which increases the strength and reliability of metal components. The compressive residual stress caused by this process is accumulated on the surface of the treated material up to a depth of several hundred micrometers. The changes in hardness measured by the Vickers method showed a dependence of microhardness on the stress depth in the material, where the microhardness after LSP treatment is 12 % higher at the surface than for the sample without LSP and decreases gradually with increasing depth. As expected, the affected layer contains enhanced density of dislocations due to LSP, as shown by positron lifetime measurements.

The LSP method, as confirmed by the results, appears to be a promising method for improving the microhardness and residual compressive stress of Ti6Al4V material used for hip arthroplasty.

**Keywords:**

Hip prosthesis, Laser surface modification, Biomaterials, Ti6Al4V, Laser Shock Peening

## PODĚKOVÁNÍ

Ráda bych poděkovala svému vedoucímu Ing. Petru Písaříkovi, Ph.D. za jeho vstřícný, trpělivý přístup a odborné vedení mé diplomové práce. Velké poděkování patří také kolegům z HiLASE centra (Fyzikální ústav AV ČR) Ing. Janu Brajerovi, Ph.D., Ing. Janu Kaufmanovi, Ing. Petru Hauschwitzovi, Ph.D. za pomoc při experimentu a cenné odborné rady. Poděkování také patří Ing. Jiřímu Beránkovi (HiLASE), prof. Mgr. Jakubu Čížkovi, Ph.D. z MFF UK, Ing. Janu Krčilovi z FS ČVUT, Ing. Janu Mikšovskému, Ph.D. z FBMI ČVUT a Ing. Janu Remsovi, Ph.D. (FZÚ AV ČR) za pomoc při měření opracovaných vzorků v době pandemie COVID-19. V neposlední řadě patří poděkování mé rodině a přátelům za jejich důvěru a velkou podporu při studiu a vypracování diplomové práce.

Tato práce byla podpořena grantem Studentské grantové soutěže ČVUT číslo SGS19/134/OHK4/2T/17.

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci s názvem „*Moderní endoprotéza kyčelního kloubu*“ vypracovala samostatně a použila k tomu úplný výčet citací použitých pramenů, které uvádím v seznamu přiloženém k diplomové práci.

Nemám závažný důvod proti užití tohoto školního díla ve smyslu §60 Zákona č.121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

VKladně dne .....

.....  
Bc. Lucie Košinová

## Obsah

1	ÚVOD.....	9
2	Biomateriály pro náhradu kyčelního kloubu .....	11
2.1	Kyčelní kloub.....	11
2.2	Biomateriál a biokompatibilita .....	12
2.3	Endoprotéza kyčelního kloubu .....	12
2.4	Dřík stehenní kosti (femorální komponenta) .....	13
2.5	Omezení a výzvy TEP .....	14
3	Studovaný materiál Ti6Al4V a jeho možné úpravy .....	16
4	Metody zpracování povrchu .....	18
4.1	Laser Shock Peening.....	18
4.2	Laserem indukované periodické povrchové struktury metodou LIPSS a DLIP.....	21
5	Experimentální metody.....	24
5.1	Měření tvrdosti.....	24
5.1.1	Měření tvrdosti podle Vickerse .....	24
5.2	Měření zbytkového napětí .....	26
5.2.1	Vznik zbytkového napětí .....	27
5.2.2	Rentgenová difraktometrická metoda.....	28
5.3	Pozitronová anihilační spektroskopie .....	30
5.3.1	Měření doby života pozitronů.....	31
5.3.2	Spektrometr dob života pozitronů .....	35
5.4	Skenovací elektronová mikroskopie .....	36
5.5	Mikroskopie atomárních sil .....	37
5.6	Měření kontaktního úhlu.....	38
5.6.1	Smáčivost .....	38
5.6.2	Kontaktní úhel .....	39
5.6.3	Měření kontaktního úhlu .....	40

---

6	Interpretace výsledků a diskuse .....	41
6.1	Studovaný materiál: Ti6Al4V .....	41
6.1.1	Vzorky pro ovlivnění metodou LSP .....	41
6.1.2	Vzorky pro vytvoření struktur LIPSS na povrchu .....	44
6.2	Měření tvrdosti podle Vickerse .....	47
6.3	Měření zbytkového napětí .....	50
6.4	Měření doby života pozitronů .....	54
6.5	Skenovací elektronová mikroskopie .....	58
6.6	Mikroskopie atomárních sil .....	61
6.7	Měření kontaktního úhlu .....	64
7	Závěr .....	66
	Seznam použité literatury .....	68
	Seznam symbolů .....	80
	Seznam zkratk .....	82
	Seznam obrázků .....	83
	Seznam tabulek .....	86



# 1 ÚVOD

Totální náhrada kyčelního kloubu je v ortopedii nevyhnutelná pro zlepšení kvality života pacientů trpících artritidou. Náhrada poškozeného kloubu umělým kloubem získává na popularitě a stává se v těchto případech nutností. Náhrada kloubu sice představuje úspěch v oblasti ortopedické chirurgie, ale udržení implantátu po dlouhou dobu je stále výzvou. Průměrná životnost náhrady kyčelního kloubu je přibližně 15 let. Posledních 50 let se výzkum v oboru ortopedie snaží vyvinout biomateriály pro náhradu kyčelního kloubu s lepšími vlastnostmi z hlediska prodloužení životnosti kloubu [1].

Jedním z nejčastěji používaných materiálů v aplikacích biomedicínských implantátů (jako je umělý kyčelní a kolenní kloub) je lékařská slitina Ti6Al4V, a to hlavně kvůli své vynikající biokompatibilitě, odolnosti proti korozi a mechanickým vlastnostem. Rozsáhlé použití této slitiny v medicíně omezuje především špatná odolnost proti opotřebení. V lidském organismu vzájemné působení opotřebení a následná koroze vede k rychlejší degradaci implantátu a generuje zbytky částic, což omezuje trvalou stabilitu nosného implantátu a dochází k jeho uvolnění [2, 3]. Technikami povrchových úprav lze prodloužit životnost implantátu, avšak je nutné zlepšit odolnost proti opotřebení lékařské slitiny Ti6Al4V v korozivních tělesných tekutinách.

V poslední době vzbudily zájem technologie úpravy povrchu laserem jako je laserové povrchové kalení, laserové texturování, laserové povrchové legování, laserové navařování a laser shock peening (LSP). Mezi těmito technologiemi je metoda LSP konkurenceschopnou povrchovou úpravou, která využívá silnou plastickou deformaci vyvolanou plazmovou rázovou vlnou k úpravě materiálu mechanických a mikrostrukturálních vlastností [4].

Díky širokému použití slitiny titanu i v různých technických oborech se těší problematika životnosti titanových slitin velkému zájmu. Mnoho výzkumů prokázalo, že LSP je účinná technologie pro zlepšení únavového chování slitiny titanu zavedením velkého a hlubokého zbytkového tlakového napětí v povrchové vrstvě materiálu, že dokáže zjemnit zrno a zlepšit mikrotvrdot [3]. S příslušnými parametry zpracování LSP může zlepšit i odolnost proti korozi [2, 4].

Selhání implantátu způsobené bakteriální infekcí je velmi obtížně léčitelné a obvykle vyžaduje odstranění infikovaných částí. Navzdory závažným důsledkům bakteriální infekce je výzkum v oblasti bakteriální infekce ortopedických implantátů stále v raném stádiu

ve srovnání s úsilím o zvýšení kvality ortopedických implantátů, osteointegrace, odolnosti proti opotřebení a korozi materiálů implantátů. Je třeba proto zkoumat další možnosti uplatnění laseru v této oblasti. Strukurování povrchu ultrakrátkým pulzním laserem (ps a fs laserem) vytvoří na povrchu periodické struktury, které mohou snížit adhezi bakterií. Výzkum s bakteriemi nebyl předmětem zkoumání v této diplomové práci, ale bude zařazen do navazujícího výzkumu v doktorském studiu.

Druhá kapitola diplomové práce se věnuje biomateriálům používaných na endoprotézu kyčelního kloubu. Třetí kapitola popisuje studovaný materiál Ti6Al4V používaný na endoprotézu kyčelního kloubu, jeho chemické složení, vlastnosti a využití v praxi. Čtvrtá kapitola je věnována použitým laserovým metodám k vylepšení mechanických vlastností titanové slitiny. V páté kapitole jsou popsány principy metod používaných k vyhodnocení měření laserem ovlivněných vzorků. Šestá kapitola interpretuje výsledky získané měřicími metodami, porovnává a diskutuje je s dostupnou literaturou. Poslední sedmá kapitola je věnována shrnutí a zhodnocení účinnosti použitých laserových metod.

Cílem této diplomové práce bylo udělat rešerši materiálů používaných na endoprotézu kyčelního kloubu, navrhnout metodu pro zlepšení mechanických vlastností lékařské slitiny Ti6Al4V a provést experiment na této slitině. Následně zvolit metody měření, které by prozkoumaly vliv této metody na povrch materiálu.

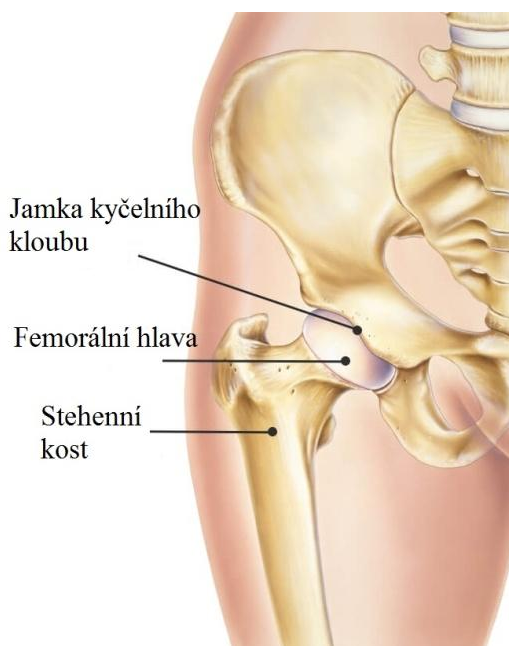
## 2 Biomateriály pro náhradu kyčelního kloubu

Vývoj lékařských implantátů má velký význam pro léčení zlomenin a kostních vad. Potřeba implantátů za poslední roky dramaticky vzrostla. Tato rostoucí potřeba vedla k většímu zaměření se na rozvoj odolnějších implantátů. Až doposud neexistuje žádný záznam o úspěšných dlouhodobých implantacích kovového zařízení do lidského těla. V minulosti bylo používaným materiálem stříbro a zlato, o nichž je známo, že jsou to bioinertní materiály, ale jsou drahé a vykazují špatné mechanické vlastnosti. Kovové slitiny nacházejí širší uplatnění pro lékařské implantáty než čisté kovy díky jejich vylepšeným mechanickým vlastnostem a biokompatibilitě [5].

### 2.1 Kyčelní kloub

Kyčelní kloub je největší kloub v lidském těle. Je tvořen spojením kosti stehenní s kostí pánevní (obrázek 2.1). Tento kloub je kulovitý a jednoduchý (složený pouze ze dvou kostí), ale díky silným vazům, které kostní spojení obklopují, je také nejpevnější v těle. V rámci dolní poloviny těla má největší rozsah pohyblivosti [1, 6].

Mezi hlavní důvody pro totální endoprotézu kyčelního kloubu je osteoartróza, avaskulární nekróza, zlomenina krčku stehenní kosti, vrozené vykloubení a zánětlivá artropatie (abnormalita kloubu) [6].



**Obrázek 2.1:** Kyčelní kloub, kde je hlavice stehenní kosti pevně uložena v jamce kyčelního kloubu v pánevní kosti [6]

## 2.2 Biomateriál a biokompatibilita

V materiálové vědě je *biomateriál* definován jako látka, která byla vytvořena tak, aby samostatně nebo jako součást komplexního systému interagovala s biologickými systémy. Jinými slovy biomateriál je jakýkoli biokompatibilní materiál, přírodní nebo umělý, který se používá k nahrazení či podpoře části orgánu nebo tkáně, přičemž je s nimi v těsném kontaktu. Biomateriály jsou tedy implantované biomedicínské materiály [7].

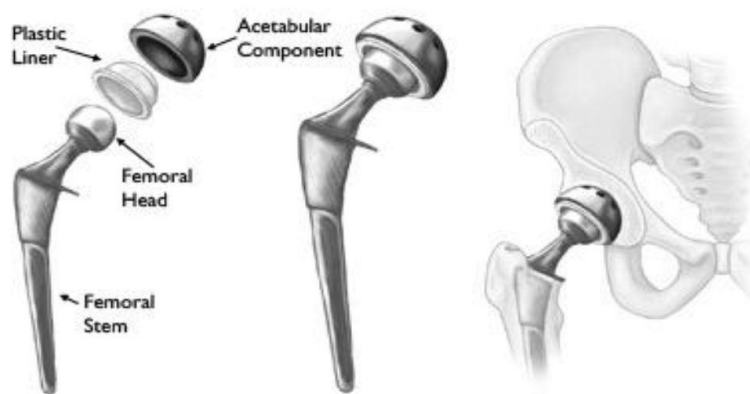
Biomateriály mají spolehlivě ekonomickým a fyziologickým přijatelným způsobem nahradit část nebo funkci těla [5]. Používají se v lidském těle, a proto musí být mechanicky pevné a dostatečně odolné, aby snesly zatížení. Očekává se, že budou uspokojivě fungovat v prostředí těla, kde se hodnota pH tělesné tekutiny pohybuje v rozmezí 1 až 9 a budou biokompatibilní [6].

*Biokompatibilita* je schopnost materiálu být při specifické aplikaci snášen živým systémem. Biokompatibilní materiál se posuzuje podle interakce s prostředím, cytotoxického působení, toxikologických a alergických reakcí, karcinogenních či mutagenních reakcí, vlivu na infekční procesy a podle biodegradace. Materiál by neměl ovlivňovat koagulaci, neměl by vyvolávat zánětlivou reakci a neměl by uvolňovat toxické látky [7, 8].

## 2.3 Endoprotéza kyčelního kloubu

Náhrada kyčelního kloubu je chirurgický zákrok, při kterém se část poškozeného kyčelního kloubu nahrazuje kloubem umělým [1].

Úplná náhrada kloubu (totální endoprotéza kyčelního kloubu – dále TEP) se skládá ze tří částí: *dříku stehenní kosti (femorální komponenta – viz kapitola 2.4)*, *hlavice stehenní kosti*, která je obvykle vyrobená z materiálu slitiny kobaltu a chromu (Co-Cr), nerezavějící oceli nebo keramických materiálů jako je oxid hlinitý nebo oxid zirkoničitý a *acetabulární komponenty*, která je obvykle vyrobena z kovu, ultravysokomolekulárního polyethylenu (UHMWPE) nebo keramiky [9]. Typické komponenty protézy TEP jsou znázorněny na obrázku 2.2.



Obrázek 2.2: Součásti totální náhrady kyčelního kloubu [1]

## 2.4 Dřík stehenní kosti (femorální komponenta)

Nerezová ocel se používala pro femorální komponentu v prvních kyčelních náhradách a v některých implantátech se používá dodnes. Jedná se o slitinu železa, chromu a obvykle i niklu a kobaltu. Je odolná proti korozi, relativně levná a snadno se vyrábí. Někteří lidé však mají na nikl a chrom alergii, což by po operaci implantátu způsobilo extrémní nežádoucí reakce [10].

Pro lepší vlastnosti při opotřebení, než má nerezová ocel, byla později jako alternativa zavedena slitina kobaltu, chromu a molybdenu. Jedná se však o tvrdší kov, což znamená, že se hůře obrábí a je mnohem dražší [9]. Slitina Co-Ni-Cr-Mo je poměrně novým materiálem, který se používá k přípravě dříků pro protézy silně poškozených končetin kloubů jako je koleno a kyčel. Výhodou slitin na bázi kobaltu je vysoká odolnost vůči korozi i v prostředí chloridů díky tvorbě oxidové vrstvy v prostředí lidského těla. Mají vynikající mechanické vlastnosti, jako je vysoká odolnost proti únavě, praskání způsobeného korozi a odolnost vůči opotřebení [1].

Pro výrobu dříku se využívají titanové slitiny (obzvláště Ti6Al4V Grade 5 – této slitině je věnována samostatná kapitola 3). Titan má vynikající poměr pevnosti a nízké hmotnosti a působivou odolnost proti korozi díky tvorbě adhezivního  $TiO_2$ . Titan je také biokompatibilní, biologicky neaktivní a odolný vůči creepové deformaci a tyto výhody oproti nerezové oceli z něj činí velmi dobrou volbu materiálu pro součást femorálního dříku. Je však výrazně dražší než nerezová ocel. Namísto titanu komerční čistoty se často používá slitina Ti6Al4V, protože poskytuje větší houževnatost, lepší únavovou odolnost a mechanickou pevnost [6, 10]. Modul pružnosti titanu je poloviční (přibližně 110 GPa) [6] ve srovnání

s ocelí (přibližně 200 GPa) [11] a je pětinasobkem hodnoty modulu pružnosti kortikální kosti (20-30 GPa) [11], což vede k fyziologičtějším rozložení napětí v kosti implantátu [1]. Pokud je modul pružnosti implantátu výrazně vyšší než modul pružnosti kosti, dochází k postupnému oslabování kosti v důsledku ztráty minerálů [6].

Ukázalo se, že vanad (V) může mít negativní dopad na biologickou tkáň, proto byl ve slitině Ti6Al4V nahrazen fyziologicky inertním a hypoalergenním niobem (Nb), a tak vznikla slitina Ti-6Al-7Nb [12]. Slitina Ti-6Al-7Nb byla vyvinuta pro ortopedické aplikace a je tak typickou náhradou slitiny Ti6Al4V, která se také používá především pro výrobu bezcementových systémů femorálních dřívků [13]. Prvek niobu je netoxický a má nižší modul pružnosti bližší lidské kostní tkáni [14].

Byly vyvinuty další typy titanových slitin s vynikající zpracovatelností, mechanickými vlastnostmi s netoxickými a nealergickými prvky, například slitiny Ti-Nb-Zr, Ti-Mo-Zr-Fe, Ti-Nb-Zr-Ta [14].

## 2.5 Omezení a výzvy TEP

Přestože je TEP považována za jeden z největších úspěchů v oblasti ortopedické chirurgie z inženýrského hlediska, náhrady kyčelního kloubu nejsou zcela úspěšné a stále potřebují další vývoj. Hlavním omezením je životnost, která je přibližně 15 let, což není moc uspokojivé pro pacienty mladší 60 let, asi 44 % z nich vyžaduje očekávanou délku života 20 až 25 let [15]. Pro úspěšné klinické výsledky TEP je nesmírně důležitý technologický vývoj v oblasti ortopedických implantátů. Nově implantované klouby potřebují být robustní a schopné unést tělesnou hmotnost, poskytovat požadovanou stabilitu a pevnost [6].

Selhání implantátu může být způsobeno řadou faktorů. Hlavní důvody revidovaných operací byly identifikovány jako aseptické uvolnění (52,4 %), dislokace protézy (13,5 %), osteolýza (10,5 %), zlomenina (7,3 %) a opotřebení protézy (7,3 %), acetabula (2 %) [6].

Jedním z těchto kritických problémů je uvolnění opotřebovaných částic z nosného povrchu implantátu. Hromadění částic vede ke ztrátě kostní hmoty a nakonec k aseptickému uvolnění implantátu. Proto je velmi žádoucí snížit tvorbu částic z opotřebovaného povrchu implantátu [16]. Je třeba vyvinout materiál kombinující odolnost proti opotřebování, biokompatibilitu a biologickou odbouratelnost. Z takového materiálu by se uvolňovalo méně částic, které by se snáze resorbovaly bez škodlivého vlivu na tkáň nebo kost [1].

V současné době se TEP nepoužívá pouze u starší generace, ale zavádí se i u mladší generace, která je ve srovnání se starší generací vystavena většímu pohybu. Prodloužení životnosti TEP tedy stále vyžaduje větší pozornost. Cílem vývoje alternativního materiálu TEP je vytvořit kloub se sníženým třením a opotřebením, ale i se zvýšenou pevností [1]. Povrchová úprava kyčelních kloubů patří k nejnovějším vývojovým trendům v oblasti zlepšování životnosti implantátů [17].

Výrobce implantátů, např. firma Stryker používá technologii 3D tisku k vytvoření rozhraní kosti a implantátu, které se blíží modulu pružnosti kosti s cílem zlepšit růst kostí a zlepšit biologickou fixaci [18].

Firma Conformis vyrábí TEP navržené pomocí 3D zobrazovací technologie, která poskytuje velikost dřívku a acetabulárního kalíšku odpovídající specifické anatomii každého pacienta. Implantační systém obsahuje jednodílný dřív s krčkem specifickým pro pacienta, acetabulární kalíšek, polyetylenovou vložku a femorální hlavici z keramiky nebo slitiny kobaltu s chromem. Technologie 3D zobrazování se také používá k vytvoření předoperačního plánu, na výrobu jednorázových 3D tištěných pomůcek specifických pro pacienta, které pomohou při operaci. Kovové implantáty jsou odlévány z forem vytvořených 3D tiskem [19].

3D tisk je nová technologie, která bude mít v budoucnu mnoho aplikací. V současné době je omezena typem materiálů, které lze zpracovat pomocí 3D tiskárny. Plný potenciál této technologie ještě není v ortopedické chirurgii realizován [20].

### 3 Studovaný materiál Ti6Al4V a jeho možné úpravy

Titanová slitina Ti6Al4V, někdy nazývaná Ti64 nebo také TC4, je slitina alfa-beta titanu s vysokou měrnou pevností a vynikající odolností proti korozi. Je to jedna z nejběžněji používaných slitin titanu zejména tam, kde je požadována nízká hustota a vynikající odolnost proti korozi, jako je např. letecký průmysl a biomedicínské aplikace (implantáty a protézy) [21, 22]. Chemické složení zkoumané slitiny Ti6Al4V je uvedeno v tabulce 3.1 v hmotnostních procentech [3].

**Tabulka 3.1:** Chemické složení slitiny Ti6Al4V (v hmotnostních procentech) [3]

Složení	Al	V	Fe	C	N	H	O	Ti
Procentuální zastoupení	6,1	4,1	0,15	0,02	0,02	0,006	0,12	Zbytek (cca 89,5 %)

V současnosti patří titan a jeho slitiny mezi atraktivní materiály využívané pro celé spektrum aplikací. Hlavním omezením je vysoká cena, která je zapříčiněna především vysokými výrobními náklady. Titanové slitiny se díky tomu používají hlavně pro speciální aplikace, které plně využívají jejich specifických vlastností s výhodným poměrem cena/výkon. Do takových aplikací řadíme i biomedicínské aplikace, kde je využita vysoká pevnost a korozní odolnost [23].

Slitiny titanu (Ti6Al4V, Ti-6Al-7Nb) a nerezová ocel (SS316L) jsou lékařské kvalitní materiály. Tyto materiály vykazují vynikající biokompatibilitu spolu s vysokou odolností proti korozi, proto jsou vhodnými materiály pro biomedicínské aplikace, jako např. zubní a ortopedické implantáty (endoprotézy kolenních i kyčelních kloubů), kraniofaciální dlahy, šrouby atd. Implantáty jsou v korozivním prostředí neustále vystaveny statickému i únavovému zatížení, a proto jsou výše uvedené materiály pro takové aplikace ideální [24]. Tato diplomová práce se věnuje zlepšování mechanických vlastností pouze slitiny Ti6Al4V.

Navzdory širokému použití a velké výrobě slitin titanu jsou komponenty z těchto materiálů stále drahé ve srovnání s jinými kovy kvůli složitému procesu extrakce, tavení a obrábění. Většina součástí z titanové slitiny se obrábí běžnými technikami jako je vrtání, soustružení, frézování, řezání závitů, vystružování, broušení a řezání [24].



Laserové zpevnování povrchu (LSP), jak již dřívější studie ukázaly, je účinnou technologií pro zlepšení únavové výkonnosti titanové slitiny zavedením velkého a hlubokého tlakového zbytkového napětí dovnitř materiálu. Tlakové zbytkové napětí vyvolané LSP ovlivní tvrdost materiálu a může snížit rychlost růstu trhliny [3, 25].

Aktuálním tématem ortopedických a dentálních implantátů je osteointegrace a adheze buněk na povrch kovu a následná tvorba kosti v okolí implantátu. Vědci a průmysl na celém světě pracují na zlepšení osteointegrace. Představují nové třídy implantátů lišící se především modifikací svého povrchu. Několik přístupů bylo použito k úpravě topografie povrchu titanových součástí a to obráběním, leptáním kyselinou, plazmovým nástřikem, pískováním či laserovou úpravou [21].

Hydroxyapatit (HA) je jedním z nejpoužívanějších bioaktivních materiálů, který je jednou z hlavních složek lidských kostí, biologicky kompatibilní a schopný stimulovat růst kosti. Bylo prokázáno, že tvorba kosti je výrazně vyšší podél implantátů potažených HA než podél Ti [21]. Přestože HA povlaky byly použity k potahování kovových substrátů, v některých případech např. u kyčelních protéz dochází v důsledku procesu implantace k poškození povrchu a tyto povlaky se mohou oddělit od kovového povrchu, a tím je ohrožena jejich funkce podporovat osteointegraci. Navíc odloučené částice povlaku mají nepříznivé účinky na implantáty a okolní tkáň. Je tedy žádoucí povrch implantátu modifikovat např. pomocí laseru [26]. Nanostrukturovaný povrch stimuluje depozice buněk osteoblastů, což vede k snazší integraci implantátu do kosti a umožní tak jeho dřívější zatížení [21].

## 4 Metody zpracování povrchu

Lékařská slitina Ti6Al4V je jedním z nejčastěji používaných materiálů v aplikacích biomedicínských implantátů (jako je umělý kyčelní a kolenní kloub) díky své vynikající biokompatibilitě, vynikající odolnosti proti korozi a mechanickým vlastnostem [3].

Špatná odolnost proti opotřebení omezila široké použití této lékařské slitiny. Kromě toho v lidském systému může souběžné působení opotřebení a koroze vést k urychlené degradaci implantátů a generovat velké zbytky opotřebení, které omezují dlouhodobou stabilitu nosných implantátů [3].

Proto je velmi důležité dále zlepšovat odolnost proti opotřebení slitiny Ti6Al4V v korozivních tělesných tekutinách a prodloužit životnost technikami povrchových úprav. Řada studií byla zaměřena na zvýšení odolnosti proti opotřebení lékařské slitiny Ti6Al4V legováním plazmovým povrchem [27], procesem oxidace mikroobloukem [28] a tepelnou oxidací [29]. Tepelný účinek těchto technik však vyvolává destruktivní zbytkové napětí v tahu v povrchové vrstvě ošetřených materiálů, což může výrazně snížit únavovou pevnost a zvýšit náchylnost implantátů k praskání [30].

V posledních letech se zlepšila odolnost proti opotřebení u kovů prostřednictvím technologií úpravy povrchu laserem, jako je laserové povrchové tavení [31], laserové texturování [32], laserové povrchové legování [33], laserové navařování [34] a laserové vytvrzování (viz kapitola 4.1 LSP).

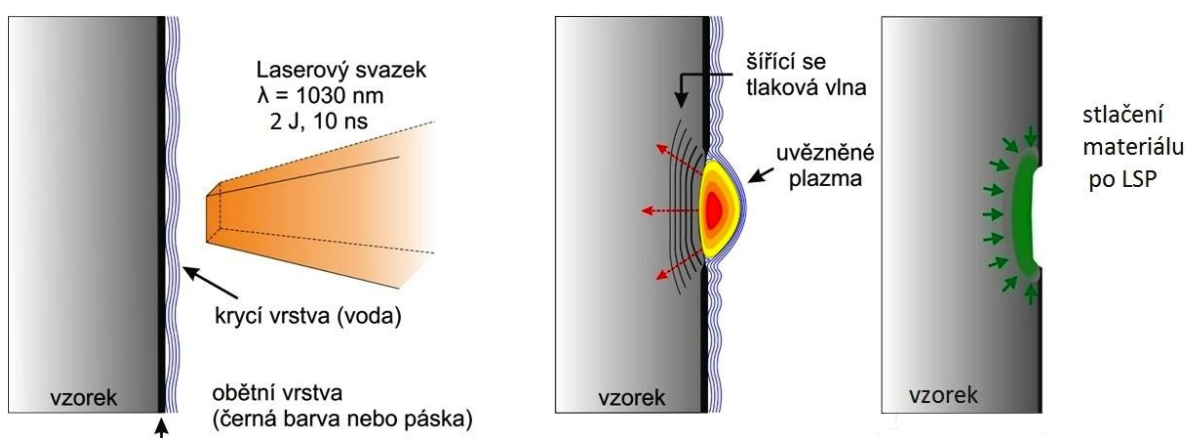
### 4.1 Laser Shock Peening

Laser shock peening (LSP), v překladu laserové vyklepávání/vytvrzování, je pokročilá technika povrchového tváření pro úpravu povrchových mikrostruktur a zlepšení mechanických vlastností kovových součástí. Peening obecně označuje technologii, kdy je povrch součásti vytvrzován nárazem [35]. LSP je podskupina technického termínu Laser shock processing, který popisuje zpracování povrchu za pomoci tlaku vyvolaného laserem. Další podskupinou je technologie Laser shock forming, jejímž základem je ohýbání materiálu [36].

Mezi technologiemi (viz úvod kapitoly 4) je LSP konkurenceschopnou technikou povrchové modifikace, která využívá silné plastické deformace vyvolané rázovou vlnou [3].

V typickém procesu LSP (obrázek 4.1) se na povrch kovových součástí aplikuje laser s vysokou hustotou výkonu (v rozmezí jednotek  $\text{GW}/\text{cm}^2$ ) a krátkou dobou pulzu (v nanosekundách), aby se rychle odpařila ablační vrstva (černá vinylová nebo hliníková páska), která zakrývá povrch materiálu. Tato vrstva se působením laseru odpařuje a vytváří plazma na povrchu, a tím i tlak po dobu působení laseru i krátce po něm. Absorpční vrstva zabraňuje tavení a laserové ablaci základního materiálu, díky tomu dochází k zachování vysoké kvality povrchu [36, 37]. Laserový puls vytvoří na povrchu plazma, které okamžitě generuje silnou kompresní rázovou vlnu, která se přenese do cílového materiálu. Nutnou podmínkou je použití transparentní překrývající vrstvy, která brání expanzi plazmatu pryč z povrchu materiálu. Udržení plazmatu na povrchu výrazně zvýší intenzitu rázové vlny. Touto překrývající vrstvou, známou jako bonding médium, může být např. voda [35, 36].

V rámci této interakce je do povrchové vrstvy zavedena plastická deformace a zbytkové napětí, které mohou účinně zlepšit mechanické vlastnosti materiálů, jako je mikrotvrдость, odolnost proti únavě a odolnost proti korozi [35].



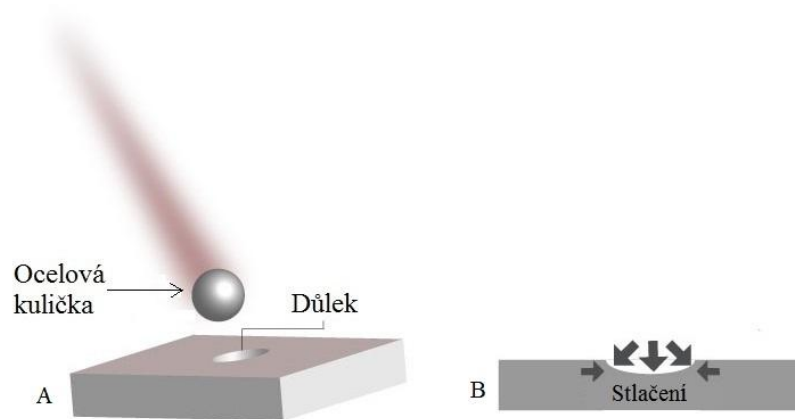
Obrázek 4.1: Princip technologie LSP [38]

Mezi běžné technologie zpevňování povrchů ve strojírenství patří např. tváření tryskáním, kuličkování a válečkování. Tyto techniky byly vyvinuty k zavedení účinných zbytkových tlakových napětí ke zlepšení únavové životnosti [3].

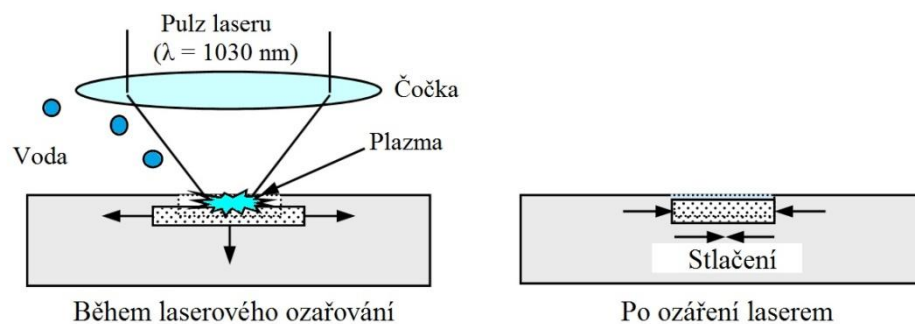
Kuličkování (*shot peening* SP) slouží ke zpevňování povrchu namáhaných součástí. Shot peening se provádí tryskáním ocelovými kuličkami (obrázek 4.2), kde dochází ke zpevnění a zhutnění povrchové vrstvy. Kuličkováním se zvyšuje povrchová tvrdost. Využívá se na místech, kde je stav povrchové vrstvy důležitý pro životnost celé součásti. Svým účinkem

výrazně zvyšuje únavovou životnost namáhaných dílů a snižuje nebezpečí korozního praskání. Má široké uplatnění hlavně v automobilovém průmyslu a při výrobě obráběcích strojů, letadel, ale i v řadě dalších oblastí [39].

Ve srovnání s konvenčním kuličkováním (obrázek 4.2) může LSP (obrázek 4.3) vyvolat zbytkové tlakové napětí o hodnotě několik stovek MPa do větší hloubky (okolo 1 mm) [35]. Mechanismy plastické deformace generují jemnější mikrostrukturu (dokonce i nanokrystalizaci) v povrchové vrstvě [3, 35]. Jsou obvykle také spojené s nárůstem tvrdosti a vedou ke vzniku zbytkových napětí, čímž dochází ke zpevnění povrchové oblasti. Zbytková napětí zároveň brání iniciaci a šíření únavových trhlin [40]. Výhoda je také v tom, že oblast není ovlivněna teplem [3].



**Obrázek 4.2:** Princip kuličkování (Shot Peening) během procesu (A) a po něm (B), kdy se na povrchu vytvoří důlek



**Obrázek 4.3:** Princip technologie LSP během laserového ozařování a po něm

Hustota laserového výkonu ( $\text{GW}/\text{cm}^2$ ) se počítá pomocí vzorce [3]

$$I_0 = \frac{4E}{\pi\tau d^2}, \quad (4.1)$$

kde  $E$  je energie laserového pulzu [J],  $d$  je průměr spotu [cm] a  $\tau$  je puls doba trvání [s].

Pro změření účinku LSP na materiál Ti6Al4V byly použity v této diplomové práci tři metody: měření tvrdosti podle Vickerse, měření zbytkového tlakového napětí pomocí rentgenové difrakce a měření doby života pozitronů pro zjištění počtu defektů.

## 4.2 Laserem indukované periodické povrchové struktury metodou LIPSS a DLIP

Povrchy s deterministickou topografií mohou vykazovat lepší povrchové vlastnosti ve srovnání s povrchy s "náhodnou" drsností, jak uvádí Eduardo A Favret [41]. Takovou topografií lze využít k funkcionalizaci povrchů a přizpůsobit její vlastnosti specifickým požadavkům pro určitou aplikaci. V minulosti několik studií prokázalo, že mikro a nanostrukturovaný povrch může ovlivnit tribologii, smáčivost, adhezi bakterií nebo biokompatibilitu materiálů (např. implantátů), což vede ke zvýšení atraktivity laserem indukovaných periodických povrchových struktur (LIPSS - Laser-induced periodic surface structures) ve vědeckém prostředí a v průmyslu v posledním desetiletí [42].

Byly testovány varianty vícestupňového postupu modifikace povrchu s cílem určit nejlepší kombinaci, která poskytuje antibakteriální účinek a zároveň zvyšuje bioaktivitu bez snížení biokompatibility [43].

Bakteriální infekce spojené s kovovými implantáty jsou závažným problémem, který postihuje značné množství lidí se zubními nebo ortopedickými implantáty. Femtosekundové laserem indukované strukturování povrchu je slibnou technikou pro velkoplošné vytváření nano a mikroměřítek, které mohou účinně modifikovat optické, elektrické, mechanické a tribologické vlastnosti materiálů. Sohail A. Jalil ve své studii [44] strukturoval povrch zlata femtosekundovým laserem a zkoumal jeho vliv na hydrofobnost a adhezi bakterií. Vytvořil se svým týmem různé struktury včetně subvlnových periodických povrchových struktur indukovaných femtosekundovým laserem (fs-LIPSS), a demonstroval schopnost vytvořených povrchových struktur snižovat adhezi bakterií *Escherichia coli*.

Bylo prokázáno, že fs-LIPSS mají vynikající antibakteriální adhezivní vlastnosti díky svému velkoplošnému pokrytí povrchu. Přibližně 99,03 % fs-LIPSS bylo bez bakteriální adheze [44].

LIPSS jsou rovnoběžné periodické čáry vytvořené díky interferenci při interakci ultrakrátkých laserových pulsů s materiálem [45]. Je důležité si uvědomit, že každá jednotlivá čára není vytvářena laserovým skenováním povrchu, ale je to spíše globální jev, který lze pozorovat po ozáření polarizovanými laserovými paprsky, zejména při použití ultrakrátkých laserových pulsů s trváním v rozmezí pikosekund až femtosekund [43, 45].

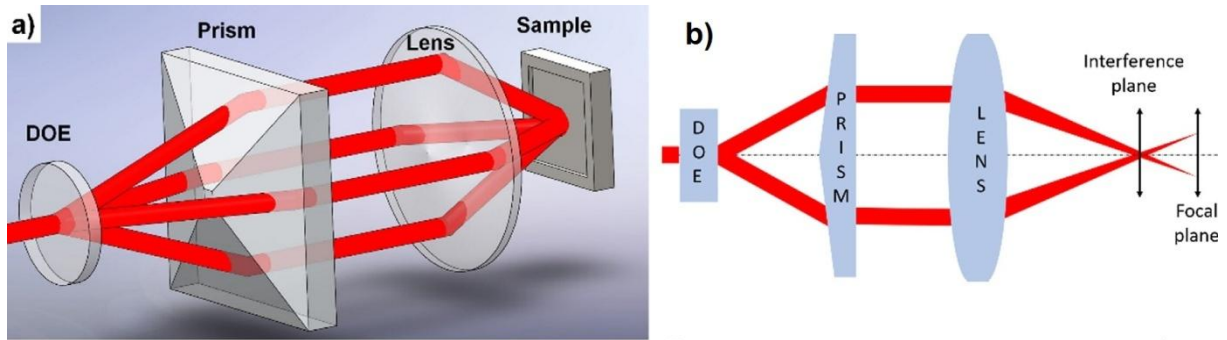
LIPSS lze vytvářet v jediném kroku a umožňují nanostrukturování povrchu pro přizpůsobení tribologických, optických, mechanických a chemických vlastností povrchu. Lze je klasifikovat podle jejich periodicity na nízkofrekvenční LIPSS (LSFL), kdy periodičita struktur je blízká vlnové délce laseru a vysokofrekvenční LIPSS (LIPSS s vysokou prostorovou frekvencí - HSFL), které se vyznačují periodou mnohem menší než vlnová délka laseru [46].

Zpracování přímou laserovou ablací pomocí ultrakrátkých pulzních laserových systémů je atraktivní metodou pro výrobu LIPSS díky své jednoduchosti, flexibilitě a variabilitě vyráběných struktur. Geometrii struktur lze řídit počtem laserových paprsků, úhlem jejich dopadu, vlnovou délkou, polarizací, intenzitou laserového paprsku a fázovým rozdílem svazků [47].

Rychlost zpracování je limitujícím faktorem pro průmyslové využití LIPSS. Běžné přístupy s jedním paprskem umožňují rychlost výroby pouze do desítek  $\text{cm}^2$  za minutu.

Slibnou technologií pro výrobu periodických povrchových vzorů je přímé laserové interferenční obrábění (DLIP - Direct Laser Interference Patterning). DLIP je nová metoda, která pomocí interferenčního jevu dvou nebo více koherentních laserových svazků vytváří periodické struktury na povrchu přenesením tvaru vzoru přímo na materiál pomocí selektivní laserové ablace [42, 48]. Paprsek je rozdělen děličem svazku, speciálními hranoly nebo jiným prvkem. Následně se paprsky složí dohromady a vytvoří se interferenční obrazec (obrázek 4.4) [42].

Dostatečně vysoký výkon laserového svazku tak může vést k odstranění materiálu v interferenčních maximech díky ablačnímu jevu, přičemž materiál v minimech zůstane neporušený [42, 46].



**Obrázek 4.4:** a) čtyřsvazkový DLIP - uspořádání, b) ilustrace posunuté ohniskové a interferenční roviny pro dosažení větší interferenční roviny a vyšší produktivity [46]

Periodické vzory generované při zpracování DLIP obvykle vykazují dobře definovaný řád v mikrometrovém měřítku daný interferenční periodicitou, což vede k přesným topografiím na kovech, keramických materiálech nebo polymerech [42].

Při použití ultrakrátkých pulzních laserů (ps a fs laserových systémů) dochází k menšímu tepelnému poškození a lze vytvořit prostorové periody pod  $1\ \mu\text{m}$ . Vzory lze přímo přenášet na jakýkoli materiál, který absorbuje energii laseru o dané vlnové délce. Obecně se polymery a keramika zpracovávají pomocí UV laserového záření, zatímco k úpravě kovů a povlaků se používají zelené nebo infračervené lasery [42]. Metodou DLIP vytvoříme mikrostrukturu, zatímco LIPSS tvoří nanostrukturní útvary. V posledních letech se DLIP stalo rychlým a efektivním způsobem pro laserové mikroobrábění [46, 47].

Pro změření struktury LIPSS na materiálu Ti6Al4V byly použity v této diplomové práci tři metody: měření topologie na mikroskopii atomárních sil, měření na skenovacím elektronovém mikroskopu a byl změřen kontaktní úhel.

## 5 Experimentální metody

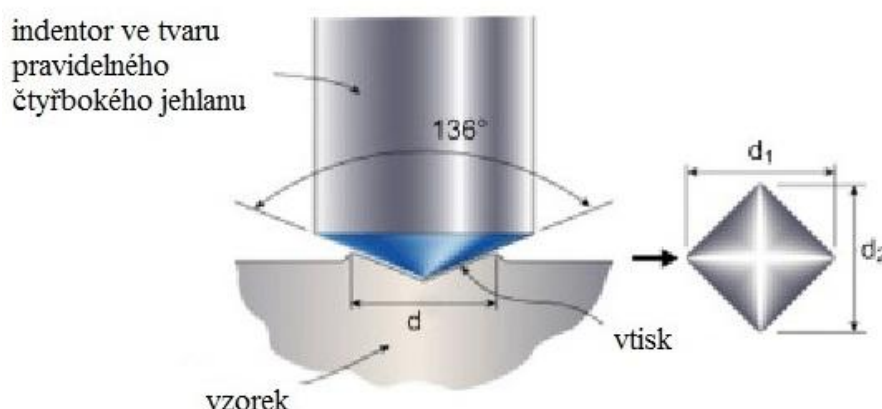
### 5.1 Měření tvrdosti

Měření tvrdosti v dnešní době zastává jedno z významných míst v oboru zkoušení materiálů a patří v technické praxi k běžným praktikám. V porovnání s ostatními mechanickými zkouškami se jedná o velmi rychlou a jednoduchou metodu. Měření tvrdosti je prakticky nedestruktivní metoda, neboť funkční a vzhledové porušení měřených dílů je většinou bezvýznamné [49].

Tvrdost kovů je mechanická vlastnost materiálu, která vyjadřuje odpor proti vnikání (zkušebního) tělesa (indentoru) do povrchu. Měří se přístroji zvanými tvrdoměry. Zkoušky tvrdosti se rozdělují na zkoušky vrypové, vnikací a odrazové. Mezi nejpoužívanější a nejrozšířenější vnikací metody patří měření tvrdosti podle Brinella, Rockwella nebo Vickerse. Tyto metody se uvádí bez jednotek a hodnoty se určují jako podíl síly a skutečné plochy vtisku [49, 50].

#### 5.1.1 Měření tvrdosti podle Vickerse

V Evropě a Velké Británii je nejběžnější metoda pro měření tvrdosti podle Vickerse (obrázek 5.1). Jedná se o jednu z nejstarších metod měření tvrdosti a má širokou stupnici tvrdosti, je tudíž vhodná pro většinu kovů a svarů. Zkouška tvrdosti podle Vickerse používá diamantové vlačovací tělísko ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu o vrcholovém úhlu  $136^\circ$  [51].



Obrázek 5.1: Vickersova metoda [53]



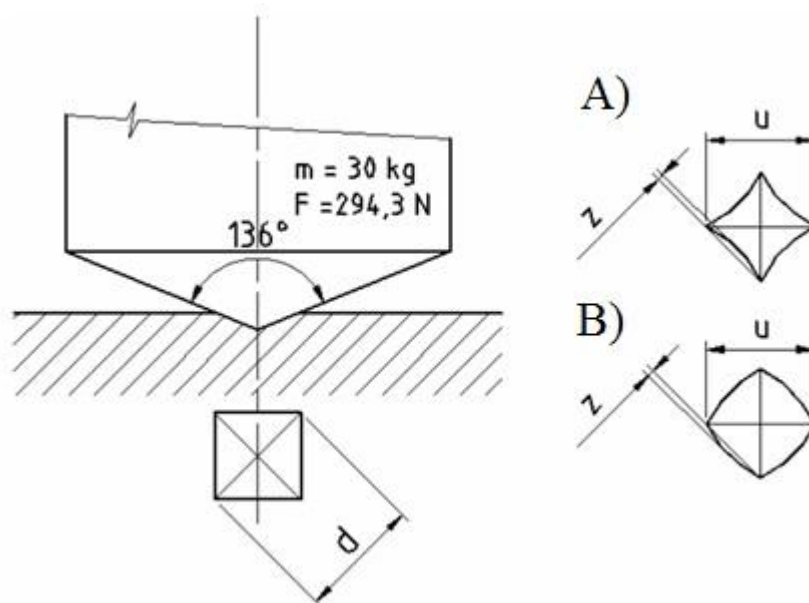
Zatížení působí po dobu 10–15 s. Obě osy kosočtvercového vtisku měřené v milimetrech se měří pomocí mikroskopu, vypočítává se jejich průměrná hodnota (rozměr  $d$ ) a určí se tvrdost na základě kalibrace pro různá kilogramová zatížení. Tvrdost se značí jako HV, je vyjádřena například jako HV 10 pro zátěž 10 kg [51, 53].

Tvrdost podle Vickerse je vyjádřena jako poměr zkušební zátěží k ploše povrchu vtisku, kterým je pravidelný čtyřboký jehlan se čtvercovou základnou a s vrcholovým úhlem rovnajícím se úhlu vnikajícího tělesa [49]

$$HV = 0,102 \times \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d_{1,2}^2} = 0,1891 \frac{F}{d_{1,2}^2}, \quad (5.1)$$

kde  $F$  [N] je zkušební zátěž,  $d_{1,2}$  je aritmetický průměr dvou délek úhlopříček  $d_1$ ,  $d_2$  [mm].

Rozdílné zpevnění při hranách jehlanu a uprostřed ploch způsobí, že nemusí být průměr vtisku přesně čtvercový, ale strany mohou být buďto vyduté u měkkých materiálů (obrázek 5.2 A), anebo naopak vypouklé u zpevněných materiálů (obrázek 5.2 B) [53].



**Obrázek 5.2:** Schéma zkoušky měření tvrdosti dle Vickerse – deformace vtisku [49]

## 5.2 Měření zbytkového napětí

Zbytková napětí jsou mechanická napětí, která existují v materiálu bez působení vnějších sil a momentů. Jde o parametr hodnotící stav povrchu materiálu po obrábění a tepelném zpracování. Vznikají v důsledku technologie výroby a úpravy materiálu. Jsou zapříčiněna v důsledku nehomogenní elastické nebo elasto-plastické deformace [54].

Vliv povrchových zbytkových napětí může být prospěšný i škodlivý. Zbytková tahová napětí snižují únavovou pevnost a jsou spíše považována za škodlivá, kdežto tlaková napětí naopak zlepšují únavové vlastnosti materiálu a omezují vznik a rozvoj povrchových trhlin. Zásadním způsobem tak ovlivňují výslednou životnost materiálu [55, 56].

Metody pro měření zbytkových napětí je možno rozdělit na *destruktivní*, *semidestruktivní* a *nedestruktivní* (obrázek 5.3) [54]. Princip *destruktivní* metody spočívá v uvolnění původních zbytkových napětí odstraněním části materiálu nebo rozřezáním součásti a vyhodnocením odezvy (deformace odpovídající změně). *Nedestruktivní* metody využívají závislosti mezi fyzikální nebo krystalickou vlastností materiálu a zbytkovým napětím [54].

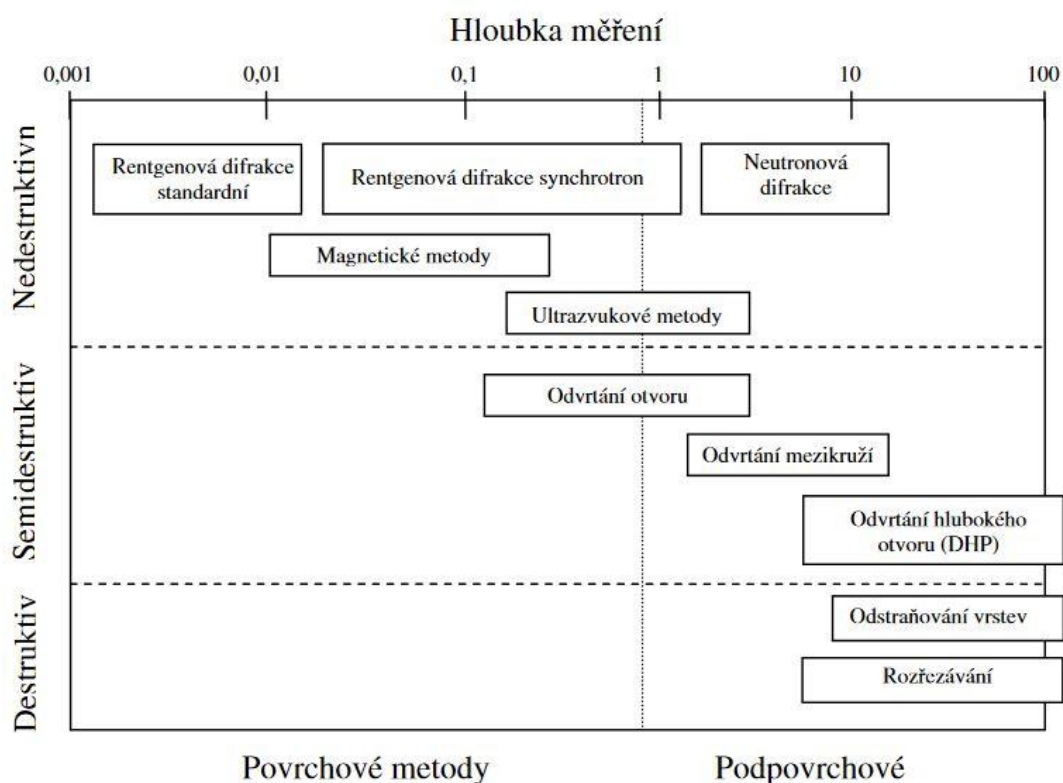
Pro měření povrchových napětí jsou nejpoužívanějšími *semidestruktivní* metody. Mezi semidestruktivní metody patří odvrtávací metoda, která měří zbytkové pnutí. Při narušení povrchu vyvrtáním malého otvoru na materiálu se uvolní zbytkové deformace. Tyto deformace se měří tenzometrickou ruzicí, která je nainstalována na povrchu konstrukce. Vrtání se provádí po krocích a na konci každého kroku se provede měření uvolněných deformací. Takto se získá rozložení zbytkových deformací v daném místě do určité hloubky pod povrchem [56].

Metody lze rozdělit také podle principu měření napětí, resp. deformací, na mechanické, difrakční a metody využívající fyzikálních vlastností materiálu [55]:

- Mechanické metody měří změnu napětí při uvolnění stávajících zbytkových napětí nebo zbytkových napětí vnesených v průběhu technologického procesu. Používají se odvrtávací metody, průhybové metody a indentační metody.
- Difrakční metody měří zbytkové napětí u krystalických materiálů a využívají specifických vlastností rozptylu záření na krystalové mřížce. Využívá se rentgenové (rtg), synchrotronové, neutronové záření a elektronový svazek.

- Metody, které využívají fyzikální vlastnosti materiálů, jsou založené na změně některých specifických vlastností materiálu v závislosti na napětí, kterému je vystaven. K tomu jsou používány elektromagnetické, ultrazvukové, termomechanické, piezoelektrické nebo fotoelastické techniky.

Jednotlivé měřicí techniky je možné vzájemně kombinovat. Nejčastěji používaná je odvrtávací a difrakční metoda [55].



Obrázek 5.3: Metody pro měření zbytkových napětí [54]

### 5.2.1 Vznik zbytkového napětí

Ke vzniku zbytkových napětí dochází například při různých způsobech odebrání materiálu obráběním, jako je soustružení, frézování nebo broušení, kdy dochází k nerovnoměrným plastickým deformacím při kontaktu nástroje s povrchem obráběného materiálu [57].

Mezi metody, kdy je vznik zbytkových napětí spolu se změnou struktury na povrchu materiálu hlavním cílem, patří povrchové kalení, kuličkování nebo zpevňování pomocí metody laser shock peening.

Principem zvýšení tlakového napětí v povrchové vrstvě je v případě laser shock peeningu výrazná plastická deformace způsobená rázovou vlnou vyvolanou silným pulzním laserovým

zářením (viz kapitola 4.1 Laser Shock Peening). Celý proces se provádí za studena a nedochází ke změně chemického složení. V závislosti na zpracovávaném materiálu lze dosáhnout hloubek zpevnění v řádech mm [58].

Zdrojem zbytkového napětí může být i tepelné ovlivnění při chemicko-tepelném zpracování, kdy dochází k nerovnoměrnému zahřátí a ochlazení součásti, a tedy k odlišné teplotní roztažnosti vlivem různého chemického složení [58].

### 5.2.2 Rentgenová difraktometrická metoda

Rentgenová difraktometrická metoda je založena na interakci rentgenového záření s krystalickou mřížkou daného materiálu - kovu. Podle změny meziatomové vzdálenosti v charakteristické rovině a Youngova modulu pružnosti  $E_Y$  se určí vnitřní napětí (za předpokladu lineární elastické deformace) [58, 59].

#### Princip rentgenové difrakční analýzy

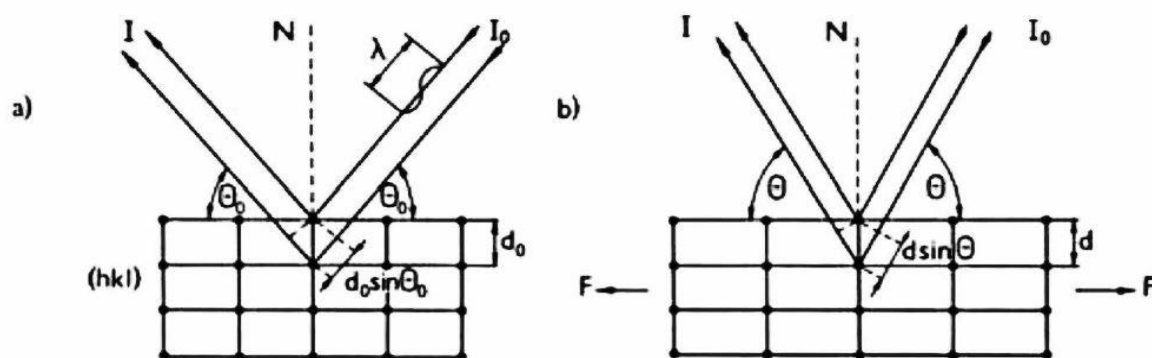
Princip této analýzy spočívá ve vzájemném působení rentgenového paprsku a krystalické mřížky, při kterém dochází ke konstruktivní nebo destruktivní interferenci rozptýleného rentgenového záření [59].

Využívá se Braggův zákon

$$n\lambda = 2d \sin(\theta_B), \quad (5.2)$$

kde  $\theta_B$  je Braggův úhel, ve kterém dopadají paprsky na systém rovin určený pomocí Millerových indexů ( $hkl$ ). Je závislý na vlnové délce záření  $\lambda$ , na řádu reflexe  $n$  a na mezirovinné vzdálenosti  $d$  [59].

Na obrázku 5.4 je pohled na nezatíženou (obrázek 5.4a) a zatíženou (obrázek 5.4b) krystalickou mřížku. Nezatížená mřížka má úhel dopadajícího svazku paprsků  $\theta_0$ , intenzitu  $I_0$  a vlnovou délku záření  $\lambda$  odpovídající mezirovinné vzdálenosti  $d_0$ . Po zatížení silou  $F$  dochází k deformaci mřížky a v daném směru se mezirovinná vzdálenost  $d$  prodlouží, a tím se změní i velikost Braggova úhlu  $\theta_B$ , vlnová délka záření  $\lambda$  se nemění. Pokud známe vlnovou délku záření  $\lambda$  a úhel  $\theta_B$ , je možné určit změnu velikosti  $d$ , díky které lze určit relativní prodloužení  $\varepsilon$  [59, 60].



**Obrázek 5.4:** Deformace vzdáleností mřížkových rovin a změny polohy interferenčního maxima, kde  $I_0$ ,  $I$  jsou intenzity dopadajícího a difraktovaného svazku rentgenového záření; a) nezatížená mřížka, b) krystalická mřížka zatížená silou  $F$ , [60, 61]

V této práci byla použita rentgenová difrakční tenzometrie (konkrétně metoda  $\sin^2\psi$ ), proto bude vysvětlena podrobněji (viz níže).

Vlnové délky záření používaného při rentgenografické tenzometrické difrakční analýze jsou řádově desetiny nanometrů, což odpovídá meziorovinným vzdálenostem v krystalech. Jelikož hloubka vniku RTG paprsku je pouze několik  $\mu\text{m}$ , lze měřit jen ve velmi malé hloubce pod povrchem [59, 60].

Pro stanovení hloubkového profilu zbytkového napětí spočívá princip v hodnocení zbytkového napětí pomocí rentgenového difraktometru v různých hloubkách pod povrchem vzorku. Toho se docílí střídavým elektrochemickým odleptáváním vrstev materiálu a měřením zbytkového napětí dané vrstvy (za předpokladu vzorku dostatečné tloušťky) [60].

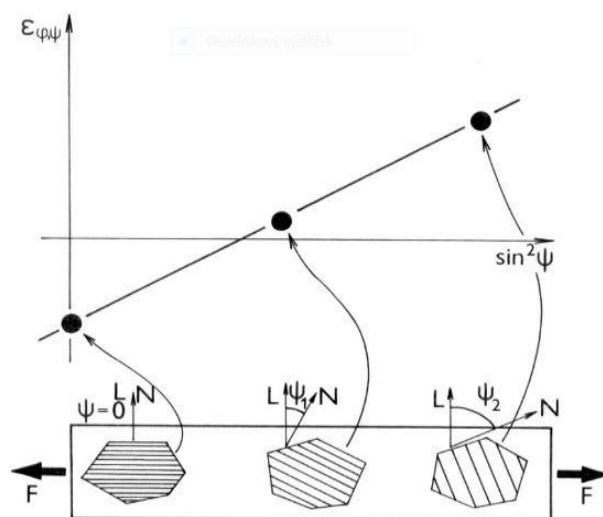
Nejdříve se změří zbytkové napětí v požadovaném místě vzorku, poté se odleptá požadovaná vrstva materiálu, která se pak změří pomocí mikrometru. Tímto opakovaným postupem se pokračuje až do požadované hloubky. Naměřená data poté vytvoří závislost zbytkového napětí na hloubce pod povrchem měřeného vzorku [59].

### Metoda $\sin^2\psi$

Při rtg metodách se vychází z předpokladu, že stav napjatosti je dvouosý i přesto, že deformace je tříosá. Napětí  $\sigma_1$  a  $\sigma_2$  působí v rovině rovnoběžné s povrchem a napětí  $\sigma_3$  působící ve směru normály povrchu lze zanedbat [61].

Princip metody  $\sin^2\psi$  je znázorněn na obrázku 5.5. Ozařují se roviny, které jsou různě orientovány vůči povrchu – tj. úhel  $\psi$ . Mezirovinná vzdálenost se mění v závislosti na natočení roviny vůči zatížení  $F$ .

Výsledkem měření je závislost mezi deformací  $\varepsilon$  a  $\sin^2\psi$ . Z této závislosti se určí makroskopické napětí pro měřený objem [61].



Obrázek 5.5: Princip měření metodou „ $\sin^2\psi$ “ [61]

### 5.3 Pozitronová anihilační spektroskopie

Pozitronová anihilační spektroskopie (PAS) je moderní nedestruktivní spektroskopická metoda umožňující zkoumat strukturu pevných látek na atomární úrovni. Využívá pozitron jako sondu ke studiu struktury materiálů. Princip spočívá v anihilaci páru elektron – pozitron, při níž vznikají zpravidla dva fotony o energii 511 keV, emitované v navzájem opačných směrech [62]. Toto detekované emitované anihilační záření přináší informaci o parametrech procesu anihilace. Pozitron je antičástice elektronu, která má stejnou klidovou hmotnost a spin jako elektron, avšak kladný náboj [62].

Nejdůležitější pozorování spojené s anihilací pozitronu je doba života pozitronu, Dopplerovský posun energie anihilačních fotonů a odchylka anihilačních fotonů od antikolinearity. Pozitron implantovaný do dokonalého krystalu je delokalizován v krystalové mříži a pozitronová hustota má podobu modulované rovinné vlny. PAS je využívána ve fyzice pevných látek a v materiálovém výzkumu jako velmi výkonná metoda pro charakterizaci defektů a umožňuje o nich získat unikátní informace. Defekty krystalické mříže jsou spojené

s volným objemem atomárních rozměrů (vakance, vakanční klastry, dislokace, hranice zrn, shluky vakancí atd.) a představují pro pozitron potenciálové jámy, které mohou vést k záchytu pozitronu (tj. může dojít ke vzniku vázaného stavu pozitronu v defektu) [63, 64].

Zachycené pozitrony mají delší dobu života než pozitrony delokalizované v krystalické mříži. Doba života pozitronu je dána lokální elektronovou hustotou v místě defektu. V daném materiálu každý stav pozitronu přispívá do spektra dob života pozitronů exponenciální komponentou. Změřením dob života exponenciálních komponent je možné ve studovaném materiálu identifikovat typy defektů. Z intenzit těchto komponent lze pomocí vhodného modelu určit koncentrace defektů. Výskyt defektů má vliv například na mechanické vlastnosti, elektrickou a tepelnou vodivost [65, 66].

Výhoda této metody spočívá v nedestruktivním testování a také v jednoduché přípravě vzorků, kde není nutná žádná speciální úprava povrchu vzorku. Experimentální data je možné přímo srovnat s výsledky *ab-initio* teoretických výpočtů [65].

### 5.3.1 Měření doby života pozitronů

Měření doby života pozitronů (PLS – Positron Lifetime Spectroscopy) je nedestruktivní metodou s velkou citlivostí k defektům v pevných látkách, jejichž velikost je často pod rozlišovací schopností transmisní elektronové mikroskopie (TEM). PLS je založeno na studiu interakce nízkoenergetických pozitronů s materiálem, poskytuje informace o elektronové struktuře oblasti defektu, identifikaci typů defektů a jejich hustoty v materiálu [64].

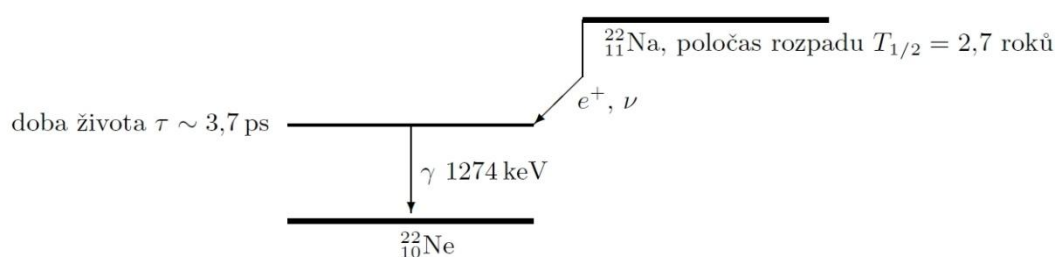
#### Zdroj pozitronů

Existují dvě možnosti, jak generovat pozitrony. První je založena na produkci elektron-pozitronových párů v urychlovačích částic, druhá na beta rozpadu vhodných izotopů, která je častěji využívána. Zdrojem pozitronů jsou radioizotopy, jejichž jádra se rozpadají  $\beta^+$  rozpadem dle následující rovnice:



kde se jádro  ${}^A_ZX$  rozpadá na  ${}_{Z-1}^AY$  a dochází k emisi pozitronu  $e^+$  (antičástice elektronu) a elektronového neutrina  $\nu_e$ . Spektrum kinetických energií takto vzniklých pozitronů je spojitě a jejich energie se pohybuje v řádech stovek keV [65].

V laboratoři pozitronové anihilační spektroskopie na Katedře fyziky nízkých teplot (Matematicko-fyzikální fakulty Univerzity Karlovy) se používá jako zdroj pozitronů radioizotop  ${}^{22}_{11}\text{Na}$  s poločasem rozpadu 2,7 roku, jeho rozpadový diagram je na obrázku 5.6. Maximální energie pozitronu emitovaného  ${}^{22}_{11}\text{Na}$  je 545 keV. Střední hodnota kinetické energie emitovaného pozitronu je  $\sim 270$  keV [65].



**Obrázek 5.6:** Rozpadové schéma jádra  ${}^{22}_{11}\text{Na}$  [65]

Zdroj  ${}^{22}\text{Na}$  se připraví z roztoku soli  ${}^{22}\text{NaCl}$ , kdy se několik kapek nanese na tenkou Mylarovou folii o tloušťce několika mikrometrů, nechá se odpařit a překryje se druhou folií. Vzorek ve dvou exemplářích se umístí na obě strany, přičemž je třeba vhodně zvolit jeho tvar i tloušťku tak, aby pozitrony anihilovaly převážně ve vzorku a neunikly mimo něj [62, 63, 65].

Po rozpadu sodíku  ${}^{22}\text{Na}$  a emisi pozitronu dochází v řádu pikosekund k vyzáření tzv. startovního fotonu o energii 1274 keV, který lze detekovat a určit tak časový bod, kdy pozitron vznikl a od kterého se začne měřit doba života pozitronu [62].

### Interakce pozitronu s látkou

Po vniknutí do pevné látky energetické pozitrony vyzářené radioaktivním zářičem rychle sníží svou kinetickou energii ze stovek keV na termální energii přibližně  $3/2 k_B T$  (kde  $k_B$  je Boltzmannova konstanta a  $T$  teplota), tj. 0,039 eV při pokojové teplotě. Tento proces ztráty energie nazýváme termalizace a v závislosti na energii pozitronu probíhá několika způsoby:



- V oblasti vysokých energií ( $E > 100$  eV) dominují energetické ztráty ionizací a excitací vnitřních elektronů při srážce pozitronů s atomy materiálu. Tento proces trvá přibližně 1 ps.
- Při energiích  $\sim 0.1$  eV je pro kovové materiály dominantní excitace vodivostních nebo valenčních elektronů. Doba trvání je typicky několik pikosekund.
- V poslední fázi při nejnižších energiích pozitronů, které poklesnou na řádově zlomky elektronvoltů, převažuje rozptyl na fononech. Tato poslední fáze termalizace trvá nejdéle, více než polovinu celkové doby termalizace (ve většině materiálů nepřesahuje 10 ps).

Obecně platí, že celková doba termalizace pozitronu v kovech ( $\sim 1$  ps) je zanedbatelná oproti době života pozitronu ( $\sim 100$  ps) [65-67].

Na konci procesu dosáhne pozitron termální rovnováhy v materiálu. Rychlost termalizovaného pozitronu je řízena Maxwellovým-Boltzmannovým rozdělením. Pro střední kvadratickou rychlost platí

$$v_+ \equiv \sqrt{\langle v^2 \rangle} = \sqrt{\frac{3k_B T}{m_{ef}}}, \quad (5.4)$$

kde  $k_B$  je Boltzmannova konstanta,  $T$  teplota a  $m_{ef}$  efektivní hmotnost pozitronu obsahující příspěvek od fononů, pozitron-elektronové interakce a pozitronové pásové struktury. V pevných látkách je typicky  $m_{ef} \cong 1,5 m$ , kde  $m$  je klidová hmotnost pozitronu.

Hustota pravděpodobnosti  $P(x)$ , že pozitron během termalizačního procesu doputuje do hloubky  $x$  od povrchu, má klesající exponenciální průběh v závislosti na  $x$

$$P(x) = \alpha_+ e^{-\alpha_+ x}, \quad (5.5)$$

kde  $1/\alpha_+$  je střední hloubka průniku, jež závisí na kinetické energii pozitronů emitovaných zářičem  $\beta^+$  se spojitém spektrem energií a hustotě materiálu [65, 66].

Pozitronová anihilační spektroskopie je metoda, která přináší informaci o materiálu do hloubky až stovek mikrometrů. Pro zkoumání povrchu a tenkých vrstev je třeba použít svazky pomalých pozitronů.

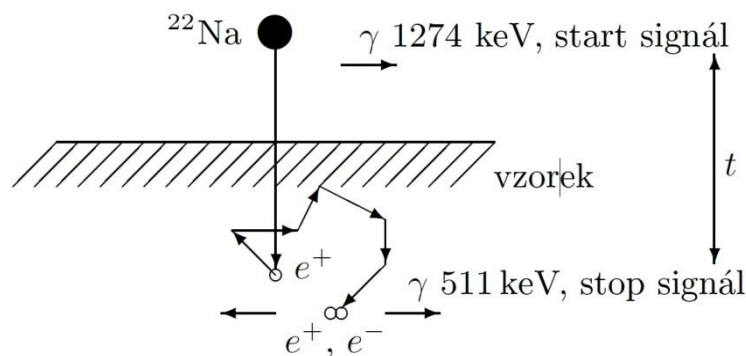
Pozitron po termalizaci vykonává náhodný difúzní pohyb. Střední difúzní délka pozitronu  $L_+$  odpovídá střední vzdálenosti mezi místem termalizace pozitronu a místem, do kterého se difúzním pohybem pozitron dostane během své efektivní doby života  $\tau_+$

$$L_+ = \sqrt{D_+ \tau_+}. \quad (5.6)$$

Pro kovy je tato hodnota v řádech stovek nm. Danému materiálu pak odpovídá difúzní koeficient pozitronu  $D_+$  [66].

### Princip měření doby života pozitronů

Způsob měření doby života pozitronů je vyobrazen na obrázku 5.7.



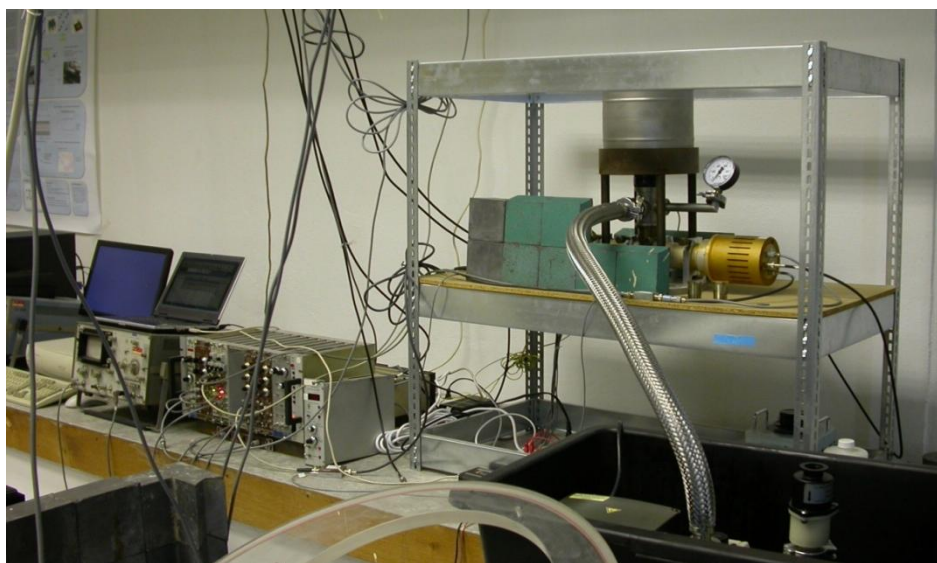
**Obrázek 5.7:** Princip měření doby života pozitronů [65]

Měřenou veličinou je časový interval  $t$  mezi startovním a stopovacím signálem. Během několika pikosekund je při emisi pozitronu (viz obrázek 5.7) vyzářen foton o energii 1274 keV, který slouží jako startovací signál. Po proniknutí pozitronu do materiálu se pozitron termalizuje a následně anihiluje s jedním z okolních elektronů za vyzáření dvou fotonů o energii 511 keV (odpovídá klidové hmotnosti elektronu/positronu). Čas detekce jednoho z těchto fotonů je zaznamenán jako stop signál, konec doby života pozitronu. Délka časového intervalu mezi detekcí startovacího a stopovacího fotonu je rovna době života pozitronu v materiálu. Měří se tedy zpožděné koincidence [65].

### 5.3.2 Spektrometr dob života pozitronů

Měření doby života pozitronů byla prováděna na spektrometru, který je vyfotografován na obrázku 5.8. Spektrometr je detailněji uveden a popsán v publikaci [68]. Spektrometr obsahuje scintilační detektory, které detekují gama záření a jsou schopné určit čas dopadu záření na detektor a jeho energii. Detektory jsou složené z BaF<sub>2</sub> krystalů a fotonásobičů Photonis XP2020/Q [63].

Pomocí rychlé elektroniky (diferenciální diskriminátory konstantní frakce FAST-COM 7029A, převodník čas-amplituda ORTEC 567, A-D převodník CANBERRA 8877) jsou signály z detektorů zpracovávány a uloženy v počítači. Časové rozlišení spektrometru je 150 ps (pološírka rozlišovací funkce pro <sup>22</sup>Na pozitronový zářič). Spektrometr má teplotní komorou umožňující PAS měření při teplotách v rozmezí 0 – 200 °C. Teplota je regulována s přesností ± 0.5 °C. Vzorek při PAS měření může být jak ve vzduchu, tak i ve vakuu [63].



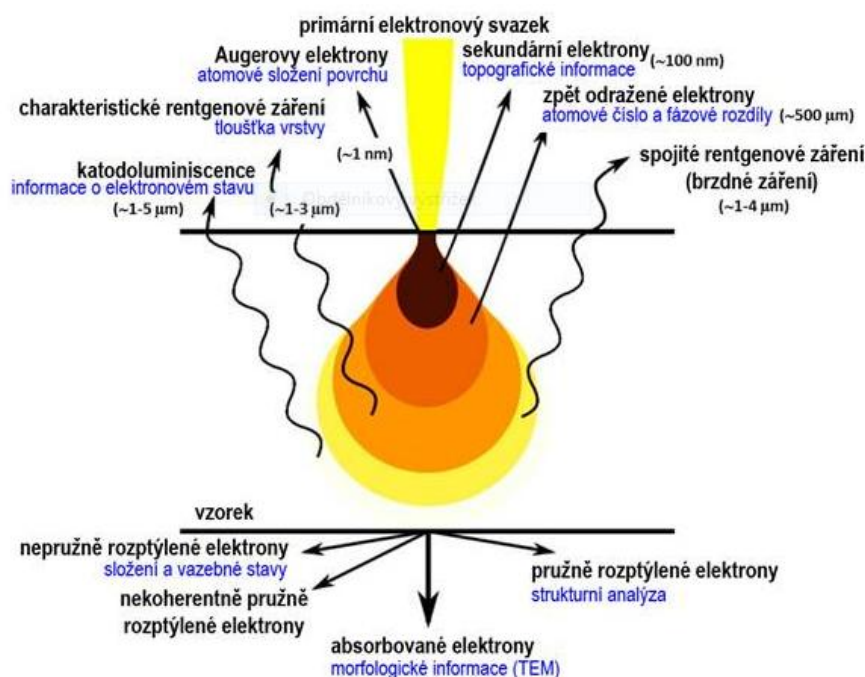
**Obrázek 5.8:** Spektrometr pro měření dob života pozitronů, 1 – vzorek s pozitronovým zářičem a topnou jednotkou, 2 – scintilační detektor pro detekce anihilací fotonů (druhý detektor je umístěn na opačné straně za Pb stíněním), 3 – vakuová pumpa, 4 – elektronika pro zpracování detektorových signálů [63]

## 5.4 Skenovací elektronová mikroskopie

Skenovací (či řádkovací) elektronový mikroskop (SEM - Scanning Electron Microscope) je zařízení, který umožňuje zobrazovat povrchy s vysokým rozlišením pomocí elektronového svazku. Slouží převážně k topografické analýze různých materiálů převážně velmi malých objektů, či objektů s detaily, které běžný optický mikroskop nerozpozná, neboť jsou za hranici jeho rozlišení. [70, 71].

Elektronový paprsek tvarovaný magnetickými čočkami rastruje po dané oblasti povrchu vzorku, z ní jsou emitovány signální elektrony, které jsou detekovány jako analogový signál. Detekujeme převážně dvě skupiny elektronů opouštějící povrch vzorku: zpětně odražené elektrony (BSE) a sekundární elektrony (SE). Postupně na všechna místa v daném rastru dopadá fokusovaný svazek primárních elektronů. Analogový signál zaznamenaný detektorem za danou dobu se převádí na obrazový pixel. Matice pixelů tvoří výsledný snímek povrchu. Podrobnější vysvětlení SEM je možné si přečíst v literatuře [72, 73].

Schéma nejčastěji detekovaných informací elektronikou SEM je znázorněno na obrázku 5.9, kde jsou číselně uvedeny hloubky, ve kterých jednotlivé typy záření ve vzorku vznikají a jakou informaci o vzorku daný typ záření poskytuje. Na základě detekce a zpracování všech těchto informací se získá komplexní informace o zkoumaném vzorku [70].

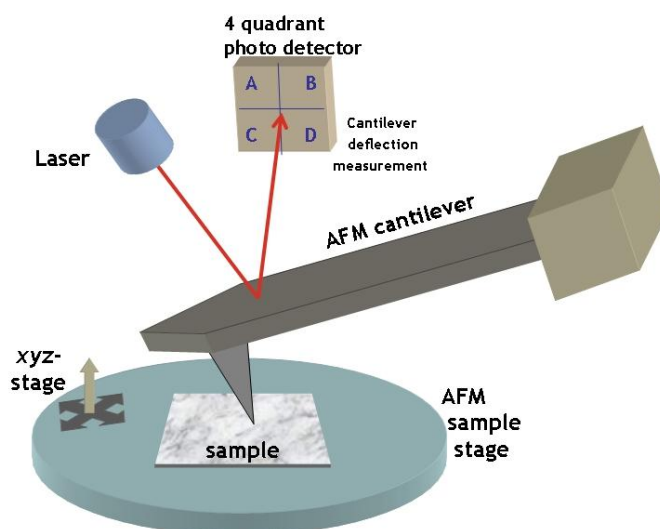


**Obrázek 5.9:** Diagram interakce elektronového svazku a povrchu vzorku s vyznačením oblastí, z nichž pocházejí různé typy signálů [70]

## 5.5 Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (AFM - Atomic Force Microscopy) je mikroskopická technika, která získává obraz pomocí sondy pohybující se v těsné blízkosti povrchu vzorku. Používá se k trojrozměrnému zobrazování povrchů. Obraz povrchu je postupně sestavován bod po bodu. Metoda dosahuje velmi vysokého rozlišení a umožňuje zobrazit struktury s atomárním rozlišením. Měřicí metodu AFM lze použít na zobrazování i nevodivých vzorků [74, 75].

Princip (obrázek 5.10) spočívá v detekování ohybu nosníku, na kterém je upevněna sonda – ostrý hrot, který se pohybuje v těsné blízkosti povrchu. Existují čtyři typy snímacích režimů: kontaktní, nekontaktní, pokleповý a dynamický (nekontaktní) režim [74].



**Obrázek 5.10:** Princip detekce nosníku metody AFM [76]

V diplomové práci byl použit kontaktní mód. Při kontaktním módu hrot zůstává po celou dobu v kontaktu se vzorkem. Výchylka hrotu je držena na konstantní hodnotě a systém zpětné vazby kopíruje povrch [74]. Výsledkem je, že interakce mezi sondou a vzorkem probíhá v režimu odpuzování. Při průchodu sondy strmými hranami vzorku mohou vznikat boční síly, které mohou způsobit poškození sondy nebo vzorku, nebo mohou být také důsledkem adhezních nebo třecích sil mezi sondou a vzorkem. To může vést ke snížení rozlišení snímků v důsledku pohybu hrotu sondy po povrchu [77]. Podrobnější vysvětlení principu měření AFM je možné si přečíst v literatuře [77, 78].

## 5.6 Měření kontaktního úhlu

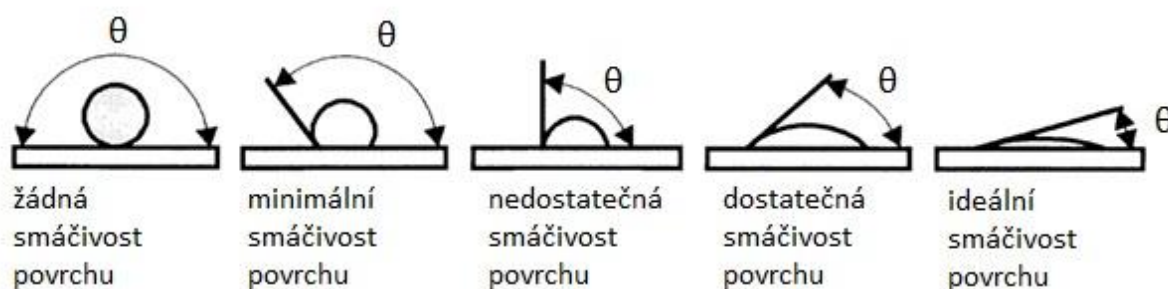
Povrch biomateriálu je první složkou implantátu, která přichází do styku s biologickými buňkami nebo tekutinami. Aby byly biomateriály biokompatibilní, nesmí při kontaktu s tkání vyvolat žádný typ nepříznivé reakce. Biokompatibilita je ovlivněna vlastnostmi povrchu biomateriálu, chemickým složením, povrchovou energií a topografií povrchu, ale zejména smáčivostí povrchu, která se často určuje pomocí měření kontaktního úhlu materiálu. Povrchově upravené biomateriály se používají v implantátech [79].

### 5.6.1 Smáčivost

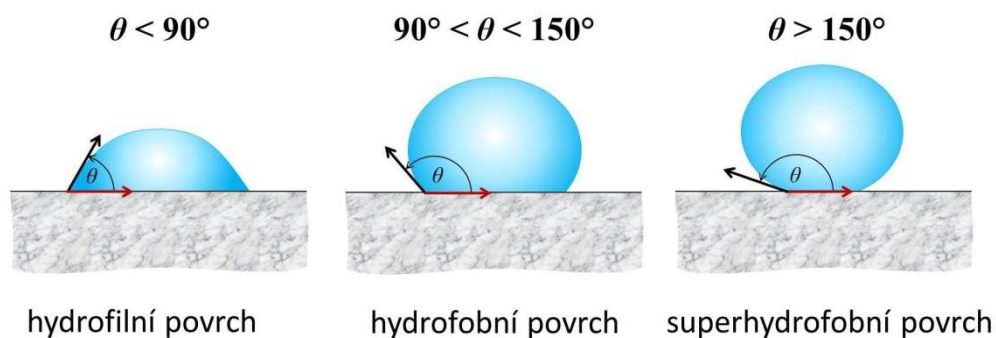
Smáčivost můžeme charakterizovat jako schopnost kapaliny přilnout k povrchu některých pevných látek. Stupeň smáčení se určuje dle projevu adhezních (přilnavých) a kohezních (soudržných) sil mezi částicemi povrchových vrstev dvou stýkajících se látek. Smáčivost povrchů je studována pomocí statických a dynamických metod na aparatuře, která umožňuje zobrazit a měřit kontaktní úhel na rozhraní [80].

Povrchy, které kapaliny smáčí, se nazývají lyofilní (v případě vody hydrofilní). Kapalinami nesmáčené povrchy se nazývají lyofobní (v případě vody hydrofobní).

Typy smáčivosti jsou zobrazené na obrázek 5.11, typy smáčených povrchů konkrétně pro vodu na obrázku 5.12.



**Obrázek 5.11:** Typy smáčivosti od žádné až po ideální smáčivost, kontaktní úhel  $\theta$  [81]



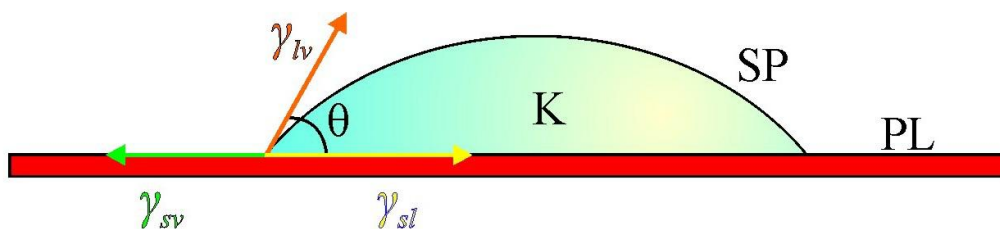
**Obrázek 5.12:** Typy povrchu dle velikosti kontaktního úhlu pro kapku vody, kontaktní úhel  $\theta$  [82]

### 5.6.2 Kontaktní úhel

Měření kontaktního úhlu je velmi citlivá metoda charakterizace povrchu pevných materiálů. Ve většině průmyslových odvětví má zásadní roli v porozumění chemických a fyzikálních procesů interakce mezi pevnou látkou a kapalinou. Tato metoda je rychlá, finančně nenáročná, má vysokou přesnost a citlivost [83, 84].

Kontaktní úhel smáčení je úhel, který svírá tečna k povrchu kapaliny v místě dotyku kapky s povrchem pevné látky. Čím je hodnota kontaktního úhlu menší, tím je smáčení povrchu pevné látky kapalinou lepší. S jeho využitím lze stanovit volnou povrchovou energii studovaných materiálů, jelikož doposud není známa lepší přímá metoda pro její určení [83].

Kontaktní úhel  $\theta$  má původ v mezimolekulárních interakcích v objemových fázích. Jejich mezifázový vztah je ilustrován na obrázku 5.13, kde (K) je kapalina, (SP) pevná látka a (PL) plyn [85, 86].



**Obrázek 5.13:** Mezifázová rozhraní [86]

Vztah mezi úhlem kontaktu  $\theta$  a jednotlivými mezifázovými energiemi  $\gamma_{sl}$ ,  $\gamma_{sv}$  a  $\gamma_{lv}$  je dán Youngovou rovnicí

$$0 = \gamma_{sv} - \gamma_{sl} - \gamma_{lv} \cos \theta, \quad (5.7)$$

kde  $\gamma_{lv}$  je dána povrchovou energií kapaliny,  $\gamma_{sv}$  povrchovou energií pevné látky a  $\gamma_{sl}$  mezifázovou energií pevné látky a kapaliny [85, 86].

Úpravou (5.7) dostaneme vztah

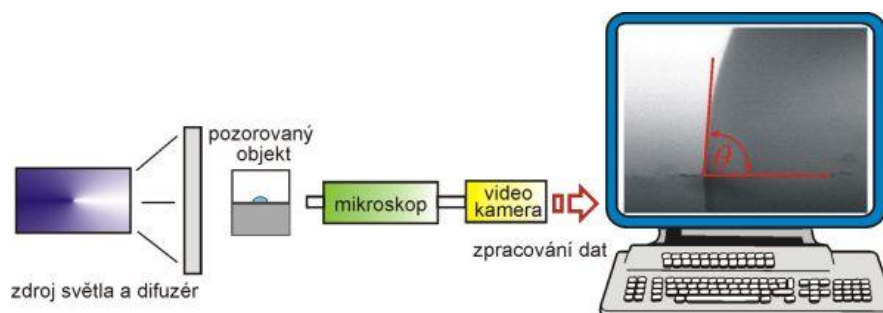
$$\cos \theta = \frac{\gamma_{sv} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lv}}. \quad (5.8)$$

Pokud je kapka umístěna na pevný povrch, mohou nastat dva případy, které jsou dány Youngovou rovnicí (5.7). Jestliže  $\gamma_{sv} < \gamma_{lv} + \gamma_{sl}$  lze určit kontaktní úhel, pro případ  $\gamma_{sv} > \gamma_{lv} + \gamma_{sl}$  kontaktní úhel určit nelze, jelikož kapalina se bude rozprostírat po povrchu, úhel se bude blížit  $0^\circ$ , pak jde o hydrofilní povrch. Méně hydrofilní povrchy budou mít úhel s kapalinou v rozmezí mezi  $0^\circ$  a  $90^\circ$ . Pokud je kapalina silně odpuzována (superhydrofóbní), úhel kontaktu bude téměř  $180^\circ$ , méně hydrofóbní mají úhel kontaktu mezi  $90^\circ$  a  $180^\circ$  [85].

### 5.6.3 Měření kontaktního úhlu

Kontaktní úhel lze měřit přímými i nepřímými metodami. Metoda, která byla použita v této práci, patří mezi preferované. Je to metoda měření kontaktního úhlu smáčení přisedlé kapky. Její schéma je zobrazené na obrázku 5.14, [79, 84].

Měření spočívá v nanesení kapky vody pomocí mikropipety na testovaný povrch vzorku a za pomoci měřicího zařízení s kamerou se vyfotografuje tvar kapky. Následně se provede matematické vyhodnocení tečnovou metodou. Drsný povrch je obvykle smáčen lépe než povrch hladký u dobře smáčejších kapalin, ale u kapalin, které špatně smáčí, je tomu naopak. Smáčivost je důležitá pro přilnavost dvou materiálů [84].



**Obrázek 5.14:** Schéma uspořádání při měření úhlu smáčení [84]



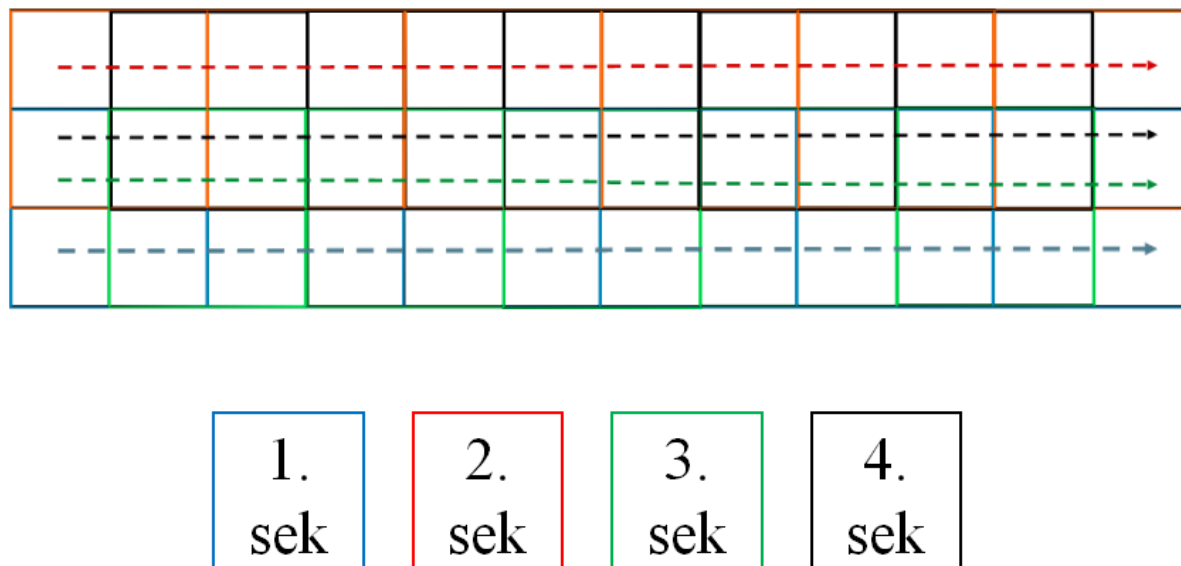
## 6 Interpretace výsledků a diskuse

### 6.1 Studovaný materiál: Ti6Al4V

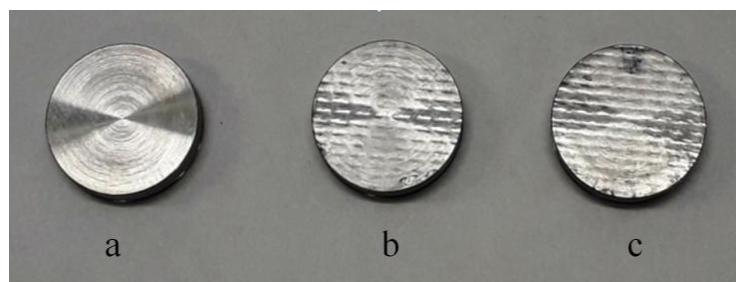
Materiál Ti6Al4V od firmy ProSpon používaný pro implantáty kyčelních kloubů byl pro tuto diplomovou práci zkoumán ve třech typech vzorků (dva rozdílné typy pro ovlivnění LSP a jeden pro vytvoření mikrostruktury LIPSS). Všechny vzorky byly zpracovány stejnými parametry laseru po celém povrchu.

#### 6.1.1 Vzorky pro ovlivnění metodou LSP

První typ vzorků byl nařezán z metrové tyče o průměru 15 mm na kolečka o tloušťce 3 mm. Dále byl opracován metodou Laser Shock Peening s výkonem laseru  $5 \text{ GW/cm}^2$ . Vzorky byly opracované laserem jednou vrstvou a dvěma vrstvami LSP. Jedna vrstva se skládá ze čtyř sekvencí obrázek 6.1. V první sekvenci jsou laserové pulsy o velikosti stopy  $2 \times 2 \text{ mm}^2$  kladeny vedle sebe, v dalších sekvencích jsou postupně posunuty o 50 % doprava a v dalších sekvencích nahoru. Část vzorků byla opracována dvěma vrstvami LSP. Povrch neovlivněného vzorku a ovlivněných vzorků LSP metodou lze pozorovat na obrázku 6.2.



Obrázek 6.1: Strategie překryvů LSP v jedné vrstvě



**Obrázek 6.2:** Materiál Ti6Al4V: a) neovlivněný, b) ovlivněný jednou vrstvou LSP, c) ovlivněný dvěma vrstvami LSP

Jak lze pozorovat na obrázku 6.2, vzorky ovlivněné LSP metodou mají zdeformovaný povrch od laserových pulsů. Tato deformace je vysvětlena v kapitole 4.1 o metodě LSP. Na těchto vzorcích byla změřena tvrdost, vnesené tlakové zbytkové napětí na přístroji rentgenové difrakce a měření dob života pozitronů.

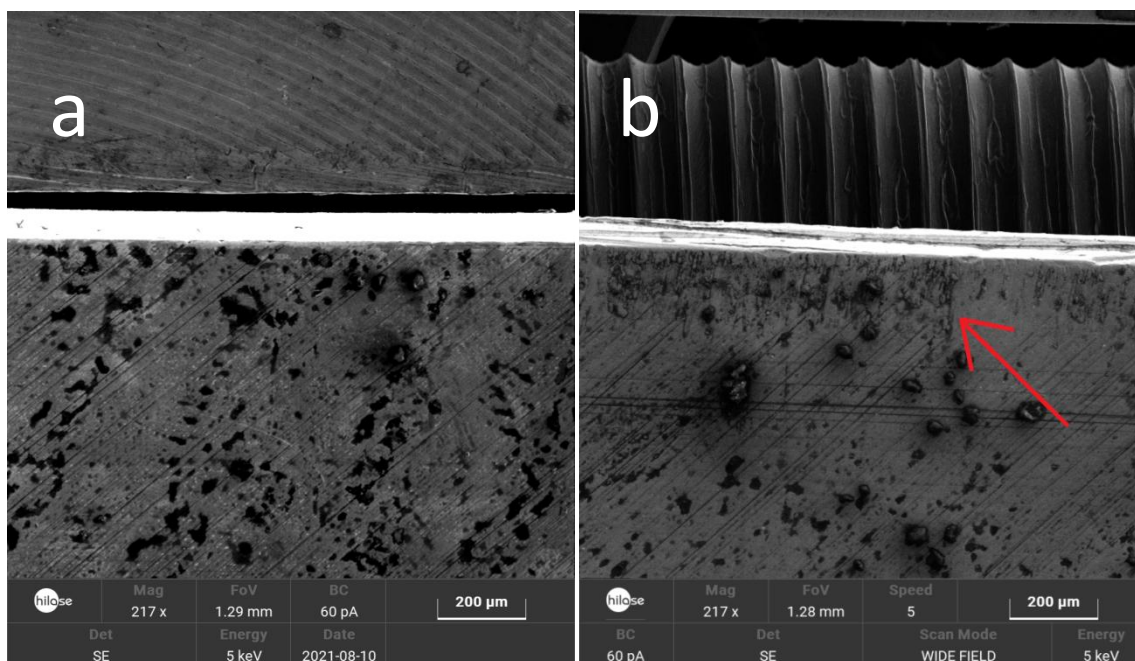
Tepelným zpracováním je možné získat lepší mikrostrukturu a mechanické vlastnosti. Některé vzorky proto byly před ovlivněním laseru pro měření dob života pozitronů vyžehány ve vakuové peci na 600°C [23] po dobu 1h a postupně ochlazeny v peci. Ochlazení ve vodě by mohlo způsobit vznik dalších pnutí. Žihání je velmi častý proces tepelného zpracování, který vede ke snížení vnitřních napětí.

*Druhý typ* vzorků byl nařezán ve tvaru obdélníku s rozměry 1 × 10 cm o tloušťce 2 mm. Vzorky byly před LSP metodou progresivně vyleštěny s diamantovými suspenzemi na brusném papíru o zrnitosti 1 μm. Po aplikaci LSP metody nastalo zakřivení/prohnutí obdélníkového vzorku (obrázek 6.3). Došlo k tzv. *laser shock forming* [87, 88, 89] (tj. laserovému tváření), což je výkonná laserová metoda tvarování kovových dílů.

Ovlivnění materiálu LSP vrstvou bylo z profilu zkoumáno pomocí skenovacího elektronového mikroskopu. U vzorků po LSP došlo k menší změně mikrostruktury ve srovnání s neovlivněným materiálem. Obrázek 6.4 zobrazuje snímky ze SEM v porovnání mikrostruktury profilu vzorku bez ovlivnění (obrázek 6.4a) a ovlivněného LSP (obrázek 6.4b), na kterém jsou vidět důsledky rázové vlny od LSP až do hloubky přibližně 200 μm označené v obrázku 6.4b červenou šipkou. Podobnou změnu mikrostruktury pozoroval mikroskopem i Kumar D. ve své práci [4].



Obrázek 6.3: Obdélníkové vzorky prohnuté vlivem LSP metody



Obrázek 6.4: Snímek ze SEM zachycující mikrostrukturu z profilu vzorku: a) bez ovlivnění, b) po ovlivnění LSP

### 6.1.2 Vzorky pro vytvoření struktur LIPSS na povrchu

Kruhové vzorky Ti6Al4V o průměru 15 mm a tloušťce 3 mm byly před ošetřením laserem s ultrakrátkými pulzy zapouzdřeny za tepla na lisu SimpliMet 4000 od firmy Buehler. Následně byly progresivně leštěny na výkonné brusce/leštiče AutoMet 250 od firmy Buehler za použití brusných papírů se zrnitostí 280, 360, 600, 1000, poté s diamantovými suspenzemi až na 3  $\mu\text{m}$ . Leštění bylo prováděno po dobu 5 minut s každým z výše uvedených stupňů lešticího papíru.

K modifikaci povrchu byl použit laserový systém PERLA B vyvinutý a provozovaný v laserovém centru HiLASE (FZÚ AV ČR) na bázi technologie tenkých disků, aktivní prostředí zde tvoří krystal Yb:YAG. Na tvarování svazku byla využita skenovací hlava od firmy Pulsar Photonics v kombinaci se skenovací hlavou od firmy Scanlab.

Pomocí čtyř paprsků DLIP byly na povrchu Ti6Al4V indukované periodické povrchové struktury. Generovány byly současně ve více než tisíci místech najednou. LIPSSy, tj. malé periodické struktury, byly vytvořeny s parametry laseru s vlnovou délkou 1030 nm, s energií v pulzu 500  $\mu\text{J}$ , opakovací frekvencí 1 kHz. Výstupní paprsek byl veden do jednotky dynamického tvarování paprsku FBS G3 (Pulsar Photonics GmbH) vybaveného prostorovým modulátorem světla (Spatial Light Modulator (SLM), Hamamatsu Photonics) a galvanometrickým skenerem (intelliSCAN III 14, Scanlab) s maximální rychlostí 2 m/s. Svazek byl vytvářen pomocí prostorového modulátoru SLM na 500  $\mu\text{m}$  dlouhou čáru (šířky 40  $\mu\text{m}$ ) s homogenním rozložením intenzity. Tímto svazkem byl vzorek skenován rychlostí 10 mm/s a roztečí 200  $\mu\text{m}$  mezi jednotlivými přejedy. V tabulce 6.1 jsou shrnuty použité parametry.

**Tabulka 6.1:** Parametry laseru na LIPSS

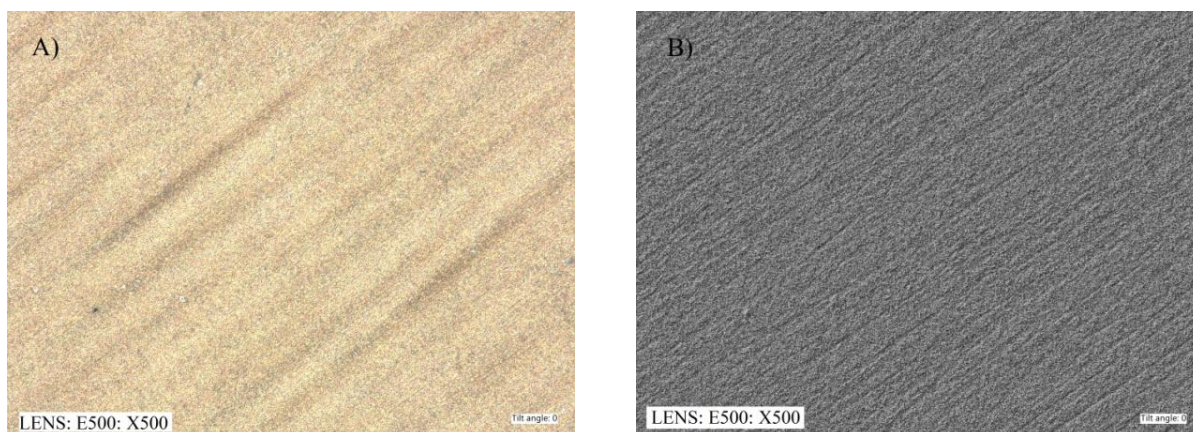
Vlnová délka	1030 nm
Délka pulzu	1,7 ps
Opakovací frekvence	1 kHz
Energie v pulzu	500 $\mu\text{J}$

Modifikovaný povrch byl zkoumán na digitálním optickém mikroskopu VHX-7000, obrázek 6.5, obrázek 6.6 ve dvou módech.

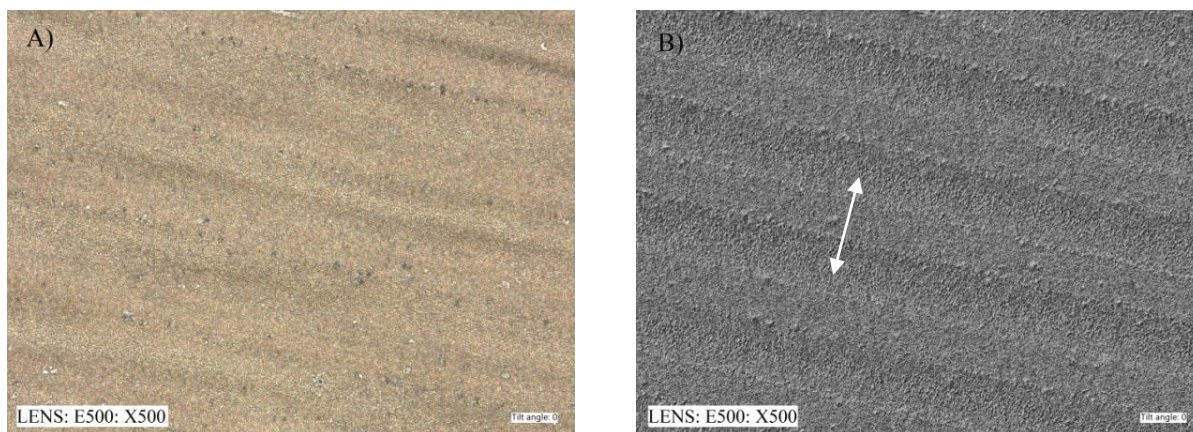
*Funkce 3D* uživateli umožňuje zobrazovat 3D snímky. Tato metoda získává zaostřený snímek v různých výškách, provádí hloubkovou kompozici v jemném rozlišení, konstruuje a zobrazuje 3D snímky. Výsledný snímek umožňuje pozorování ve vyšší obrazové kvalitě.

Při pozorování v režimu *s efektem optických stínů* (funkce Opt-SEM = Optical Shadow Effect Mode) je zdůrazněna textura objektu. Tato funkce umožňuje uživateli vykreslit detaily povrchu, například nepatrné kazy, které by jinak nebyly zřetelné. V tomto režimu je obraz nasnímán opakovaně s proměnlivým úhlem směru osvětlení.

Jeden typ vzorků měl navíc vytvořené mikrodrážky se čtvercovým svazkem s roztečí 100  $\mu\text{m}$ . Z obrázku 6.6B lze zřetelně pozorovat vytvořené drážky od DLIP, které jsou od sebe vzdáleny přibližně 500  $\mu\text{m}$  (označeno šipkou).



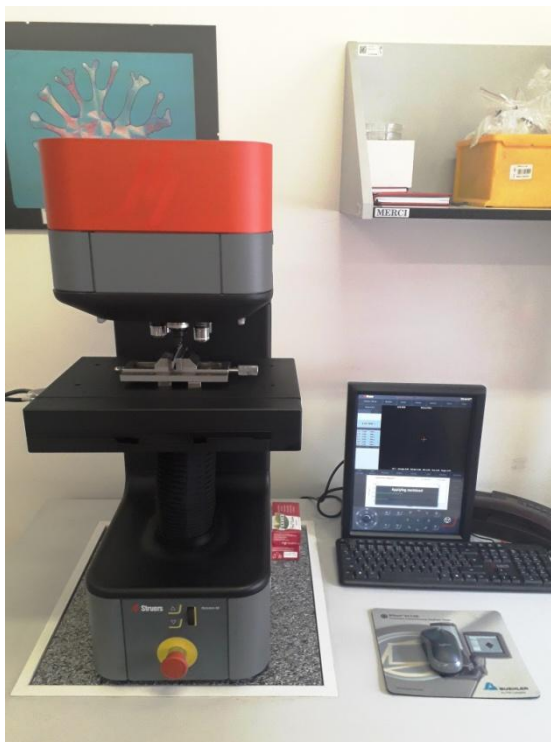
**Obrázek 6.5:** Snímky z optického mikroskopu se zvětšením 500x zobrazující strukturu povrchu s LIPSS; A) 3D mód, B) Opt-SEM mód



**Obrázek 6.6:** Snímky z optického mikroskopu se zvětšením 500x zobrazující strukturu povrchu s LIPSS, vzdálenost drážek  $500\ \mu\text{m}$ ; A) 3D mód, B) Opt-SEM mód

## 6.2 Měření tvrdosti podle Vickerse

Pro měření vzorků Ti6Al4V po ošetření LSP metodou byla použita Vickersova metoda měření tvrdosti. Povrch materiálu pro měření byl vyleštěn na nejméně 3  $\mu\text{m}$ . Pro tuto metodu měření tvrdosti byl použit tvrdoměr Struers – DURAMIN - 40 AC3 (obrázek 6.7).



**Obrázek 6.7:** Tvrdoměr Struers – DURAMIN - 40 AC3

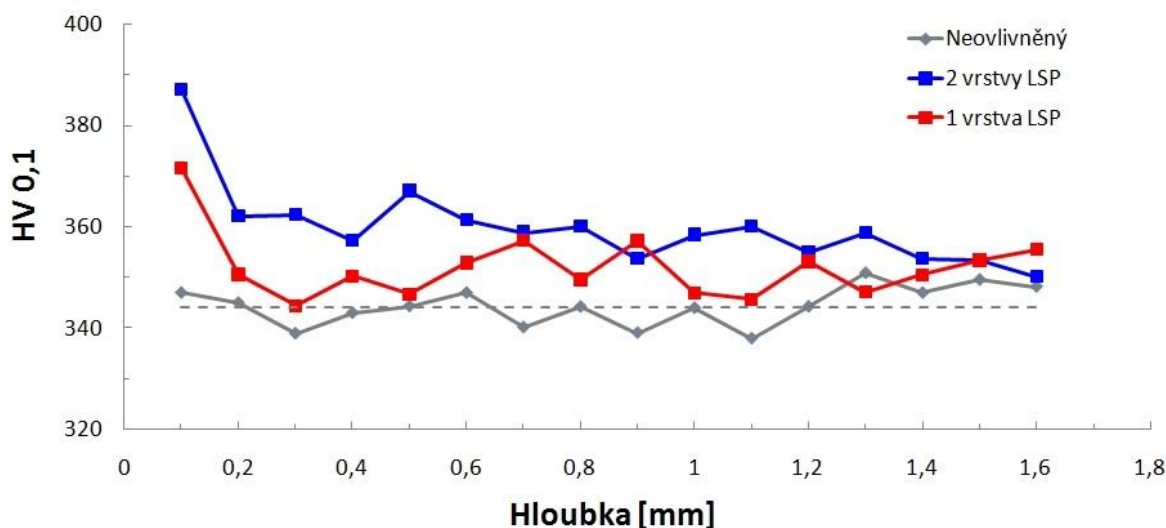
Diamantový indentor ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu byl vtlačován do vzorku. Tvrdost podle Vickerse je vyjádřena jako poměr zkušebního zatížení k ploše povrchu vtisku. Pro tuto práci byla zvolena tvrdost HV 0,1 čili zátěž 0,1 kg po dobu 10 s.

### Příprava vzorků na měření tvrdosti

Vzorky byly na měření tvrdosti připraveny dvěma různými způsoby:

- 1) Kruhové vzorky o průměru 15 mm a tloušťce 3 mm ovlivněné LSP metodou byly přeříznuty na stolní pile IsoMet High Speed Pro od firmy Buehler. Jelikož vzorky byly příliš malé, byly před broušením a leštěním zapouzdřeny pro lepší uchycení během leštění. Zapouzdření za tepla proběhlo na lisu SimpliMet 4000 od firmy Buehler. Poškozenou vrstvu materiálu od řezání a přebytečnou hmotu od zapouzdření bylo nutno v dalších krocích

přípravy vzorků odstranit. To se dělo pomocí broušení a leštění na výkonné brusce/leštičce AutoMet 250 od firmy Buehler. Byly použity postupně brusné papíry o zrnitosti 280, 360, 600, 1000. Leštěním se suspenzemi bylo postupně provedeno na brusných papírech o hrubosti 9  $\mu\text{m}$  a 3  $\mu\text{m}$ . Leštění bylo prováděno po dobu 5 minut s každým z výše uvedených stupňů leštícího papíru. Po těchto úpravách byla změřena tvrdost na třech místech vzorku. Naměřené hodnoty jsou zobrazeny do grafu (obrázek 6.8).

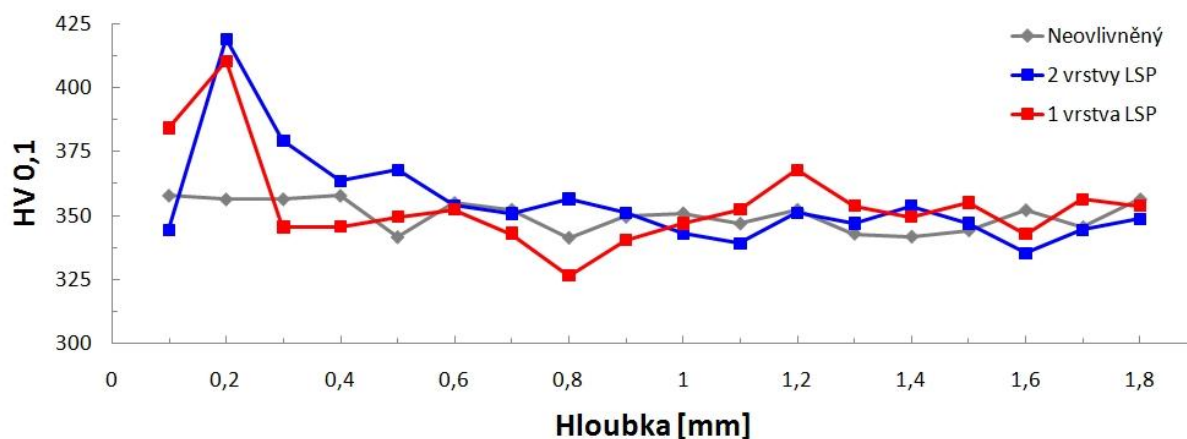


**Obrázek 6.8:** Tvrdost materiálu v závislosti na hloubce (kruhové vzorky)

Dle grafu (obrázek 6.8) je patrné, že neovlivněný vzorek má konstantní tvrdost, která se pohybuje kolem hodnoty 344 HV 0,1. Hodnoty ovlivněných vzorků jsou těsně pod povrchem vyšší o 8 % u jedné vrstvy LSP a o 12 % vyšší u dvou vrstev LSP. Vyšší hodnoty tvrdosti jsou těsně pod povrchem při dvou vrstvách LSP, kde ovlivnění zasahuje také do větší hloubky až 1,1 mm než u vzorků ovlivněného jednou vrstvou či žádnou. V hloubce větší než 1,2 mm ovlivnění už téměř žádné není. Obdobné chování zaznamenal i Kumar D. [4].

2) Na vzorky typu obdélníku o rozměrech 1 × 10 cm a tloušťce 2 mm byly použity postupně brusné papíry o zrnitosti 280, 360, 600, 1000. Leštění se suspenzemi bylo postupně provedeno na brusných papírech o hrubosti 9  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  a 1  $\mu\text{m}$ . S každým z výše uvedených stupňů leštícího papíru bylo leštění prováděno po dobu 5 minut. Následně byl vzorek opracován metodou LSP a změřen Vickersovou metodou. Naměřená data jsou zobrazena do grafu (obrázek 6.9).





**Obrázek 6.9:** Tvrdost materiálu v závislosti na hloubce (obdélníkové vzorky)

Dle grafu (obrázek 6.9) je patrné, že neovlivněný materiál při zvolené tvrdosti HV0,1 je konstantní, pohybuje se kolem hodnoty 350. Vzorek Ti6AL4V s jednou vrstvou LSP je v hloubce 0,2 mm o 17 % tvrdší (hodnota 410 HV 0,1) než neovlivněný. Ještě větší tvrdost (o 3 %) oproti jedné vrstvě LSP je znatelná u vzorku ovlivněného dvěma vrstvami LSP (o 20% tvrdší než bez ovlivnění), toto ovlivnění zasahuje téměř až do hloubky 1 mm. Ve větší hloubce ovlivnění není rozdílné od neovlivněného materiálu.

K velmi podobné závislosti tvrdosti na hloubce došel i Shen X. ve své práci [90], který použil slitinu Ti-6Al-7Nb. Dle jeho výsledků největší ovlivnění nastalo také po prvním ovlivnění laserem, kdy se tvrdost v porovnání s neovlivněným vzorkem zvýšila o 21 %. Při druhém a třetím ovlivnění se tvrdost ještě navýšila vždy o 1,5 %. Ovlivnění laserem bylo dosaženo až do hloubky 0,9-1 mm [90].

### 6.3 Měření zbytkového napětí

Kruhové vzorky Ti6Al4V byly změřeny na přístroji pro měření rentgenové difrakce AutoMATE II Micro-area X-ray residual stress measurement system od firmy RIGAKU, obrázek 6.10. Vzorky byly měřeny metodou  $\sin^2\psi$ . Nejprve se změřilo zbytkové napětí v požadovaném místě vzorku, poté se odleptala vrstva materiálu, která se pak změřila pomocí mikrometru. Tloušťka odebíraných vrstev musela být dostatečně malá.

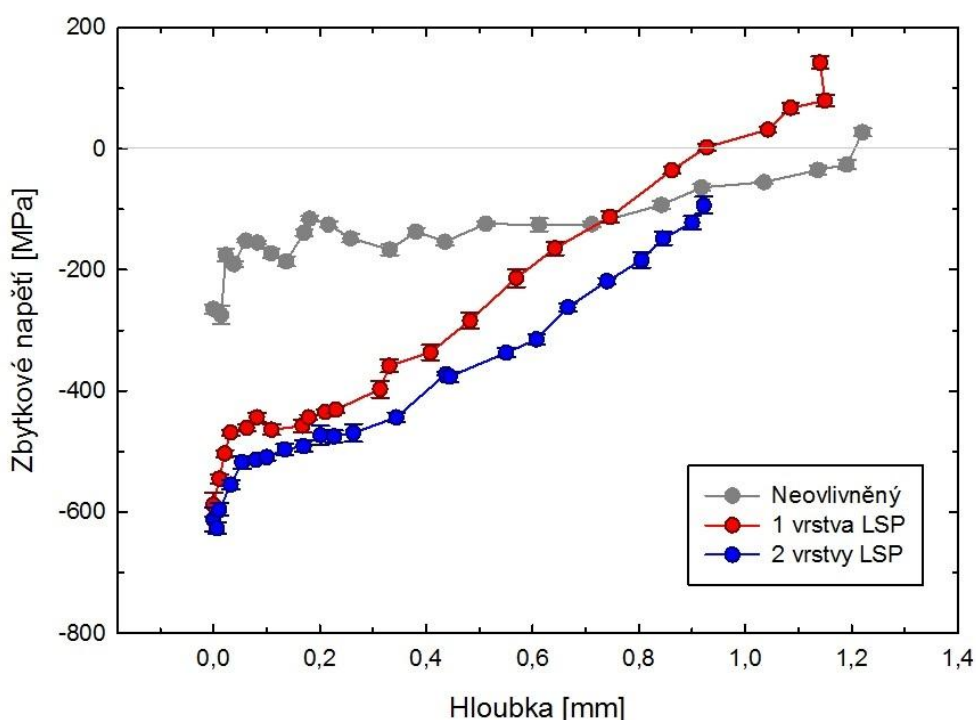
Elektrolytické odleptávání a leštění probíhalo pomocí automatického elektrolytického leštícího stroje LectroPol-5 řízeného mikroprocesorem od firmy STRUERS, obrázek 6.11. Jako elektrolyt byl zvolen roztok methanolu a kyseliny sírové 95% v poměru 7:1. Tímto opakovaným postupem se pokračovalo až do požadované hloubky cca 1-1,5 mm. Hloubka/odleptaná vrstva byla měřena mikrometrem po každém kroku odleptání. Naměřená data vytvořila závislost zbytkového tlakového napětí na hloubce pod povrchem měřeného vzorku, data jsou zobrazena v grafu (obrázek 6.12).



**Obrázek 6.10:** Přístroj na měření rentgenové difrakční analýzy AutoMATE II Micro-area X-ray residual stress measurement system od firmy RIGAKU



**Obrázek 6.11:** Elektrolytický leštící stroj LectroPol-5 od firmy STRUERS [91]



**Obrázek 6.12:** Závislost zbytkového tlakového napětí na profilu hloubky Ti6Al4V ovlivněného 1 a 2 vrstvami LSP

Zbytkové tlakové napětí bylo na povrchu vzorku ovlivněného 2 vrstvami o 130% větší oproti neovlivněnému vzorku. U vzorku s jednou vrstvou došlo ke zlepšení o 122%. Zbytkové napětí u povrchu neovlivněného vzorku bylo nejspíše vnesené technologickou výrobou a následným rozřezáním z tyče Ti6Al4V. Dle grafu (obrázek 6.12) je zřejmé, že ovlivnění jednou vrstvou zasahuje do hloubky 0,9 mm a ovlivnění LSP dvěma vrstvami až do hloubky 1,1-1,2 mm. Největší ovlivnění LSP je těsně pod povrchem. Počet ovlivnění (viz graf – obrázek 6.12) má významný vliv na velikost zbytkových napětí v materiálu.

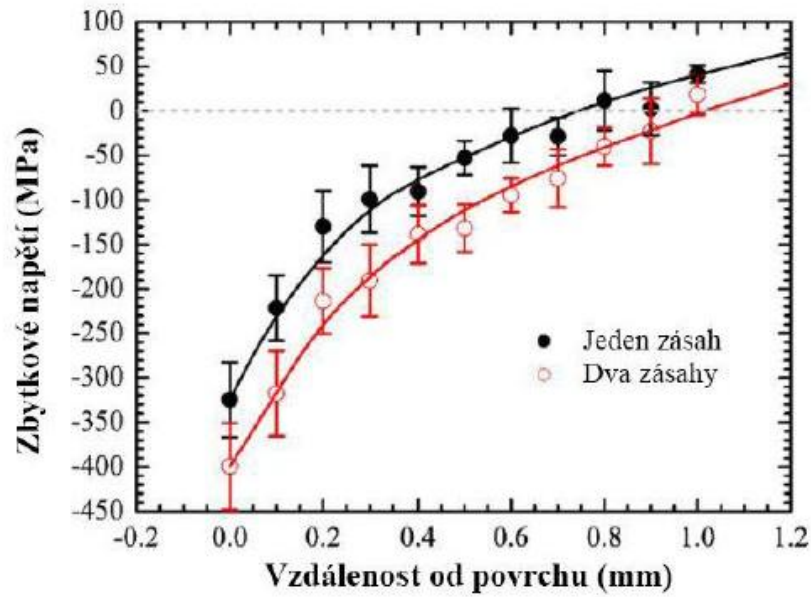
Obecně platí, že s rostoucí vzdáleností od středu klesá tlakové napětí, což lze pozorovat jak na grafu (obrázek 6.12), tak i na podobném profilu hloubkového zbytkového napětí grafu (obrázek 6.13), které získal také X.C. Zhang [92], ale ten použil odlišné parametry. Hustota výkonu byla zvolena stejně, ale ostatní parametry byly jiné, což vysvětluje rozdílné hodnoty zbytkového tlakového napětí. Hloubka ovlivnění a klesající trend úbytku napětí do hloubky jsou srovnatelné.

Z grafu (obrázek 6.13) je vidět, že tlaková zbytková napětí vznikají v podpovrchové vrstvě. U obou vzorků se maximální hodnoty zbytkových napětí nacházejí na povrchu, což se zvyšuje s rostoucím počtem rázů. S rostoucí vzdáleností od povrchu se tlakové napětí snižuje a mění se na tahové. To je očekávané, protože vrcholová amplituda laserového rázu se objevuje na povrchu a poté slábne, jak se šíří do materiálu [93].

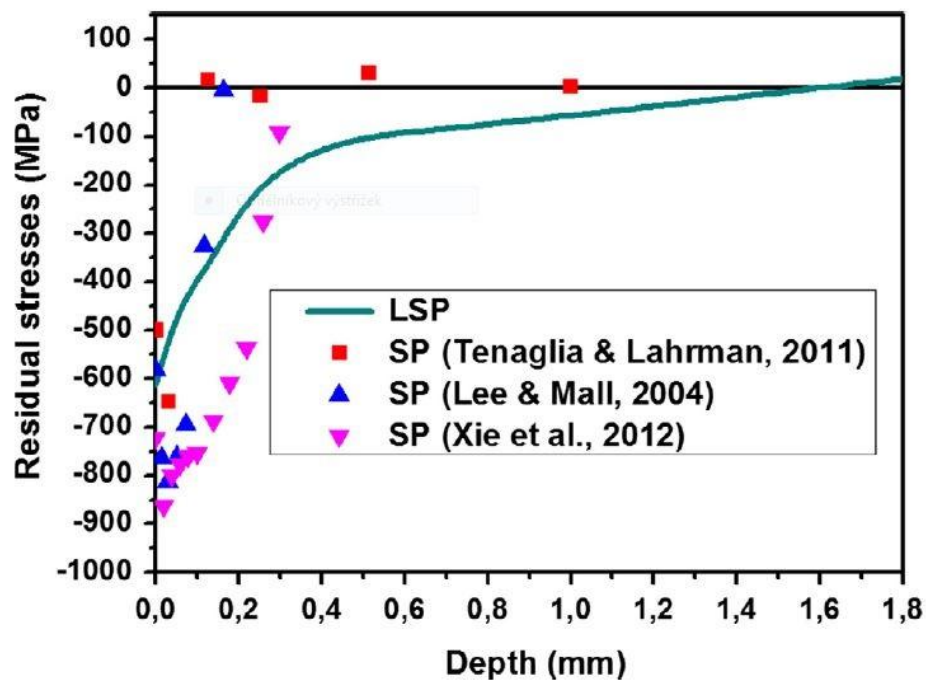
Pokud je však absorpční vrstva během LSP poškozena a nemůže zcela izolovat cílový materiál od tepelného účinku, profil zbytkového napětí v podpovrchové části vzorku se změní. V takovém případě maximální zbytkové napětí nemusí být na povrchu, ale v podpovrchové vrstvě [94].

Je známo, že tlaková zbytková napětí v blízkosti povrchu vzorku vznikají v důsledku lokální plastické deformace po LSP. Obecně platí, že hloubka s tlakovým zbytkovým napětím může ovlivnit charakterizaci plasticky ovlivněné hloubky. To lze vidět na grafu (obrázek 6.13), kdy se se zvyšujícím počtem rázů z 1 na 2 plastické deformační ovlivnění z hloubky 0,75 mm prohlubuje do 1,0 mm. Z toho vyplývá, že opakované rázy mají příznivý vliv na úroveň zbytkového napětí v tlaku především na povrchu a zasahují do větší hloubky v podpovrchové vrstvě.

Graf (obrázek 6.14) srovnávající účinnost metody LSP a konvenční metody SP uvedl ve svém článku Correa C., [95]. Tlaková zbytková napětí vyvolaná LSP zasahují do téměř čtyřnásobku hloubky zbytkového napětí vyvolaného SP. LSP poskytuje ošetření do větší hloubky, čímž se zlepšuje zbytkové napětí. Metoda SP vnese napětí pouze do hloubky 0,3-0,4 mm, zatímco pomocí LSP je tomu až do hloubky 1-1,5 mm. Míra ovlivnění LSP závisí na hustotě výkonu laseru, velikosti spotu laseru a energii [95].



Obrázek 6.13: Profily hloubkových zbytkových napětí vzorků ovlivněné jedním či dvěma zásahy [92]



Obrázek 6.14: Porovnání měření zbytkového tlakového napětí v závislosti na hloubce po ovlivnění LSP a SP [95], reference v legendě grafu [96, 97, 98]

## 6.4 Měření doby života pozitronů

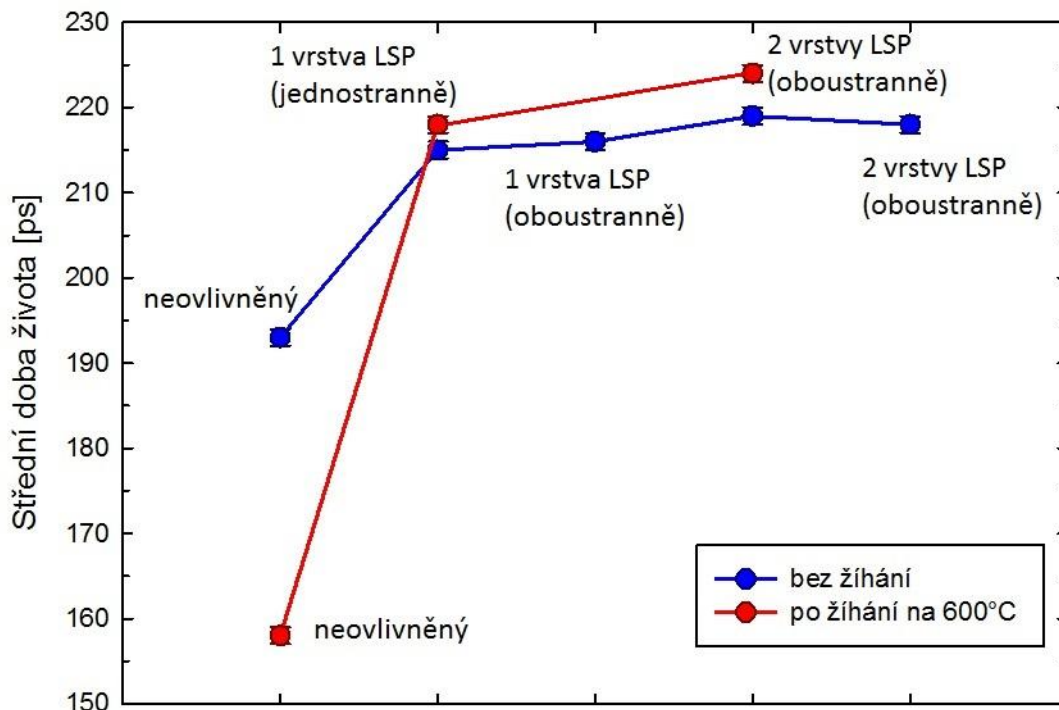
Pozitronová anihilační spektrometrie byla zvolena pro pozorování defektů struktury ve zkoumaném materiálu Ti6Al4V. Touto metodou je možné pozorovat defekty v materiálu o velikosti přibližně 0,1 nm až 1 nm jako jsou dislokace, vakance, shluky vakancí, klastry, popř. precipitáty.

Je založena na spektrometrickém měření doby života pozitronů v látce (PLS - Positron Lifetime Spectroscopy). Zkoumaný materiál byl lokálně ozařen  $\beta^+$  zářičem. Tento zdroj pozitronů byl připraven nanesením roztoku  $^{22}\text{NaCl}$  na tenkou fólii ( $\sim\mu\text{m}$ ), následně se nechal odpařit, a pak byl přikryt stejnou fólií. Takto připravený zářič byl umístěn mezi dva identické vzorky studovaného materiálu Ti6Al4V o dostatečné tloušťce (v porovnání s hloubkou průniku), aby se v něm absorbovaly všechny pozitrony, vznikl takový „sendvič“. Doba života pozitronů se pak stanovuje na základě měření zpožděných koincidencí mezi detekcí fotonu záření ozařujícího radionuklidu a detekcí anihilačního fotonu 511 keV.

Touto metodou byly měřeny vzorky Ti6Al4V ve výchozím stavu, vzorky s jednou vrstvou ovlivněnou LSP z jedné strany a z obou stran. Dále pak vzorky ovlivněné dvěma vrstvami metodou LSP z jedné a z obou stran.

Na obrázku 6.15 je střední doba života pozitronů (tj. fit spektra dob života pozitronů jednou komponentou). Z grafu (obrázku 6.15) je vidět, že výchozí vzorek má střední dobu života  $\approx 193$  ps. To je výrazně vyšší doba života než doba života volných pozitronů v perfektním (tj. bezdefektním) Ti, která je 144 ps [69]. Vzorek již ve výchozím stavu obsahuje značnou koncentraci defektů. Po ozáření laserem střední doba života pozitronů narůstá, což značí vytvoření dalších defektů.

Po vyžhání vzorků na  $600^\circ\text{C}$  po dobu jedné hodiny a ochlazování na vzduchu střední doba života pozitronů znatelně poklesne (až na 158 ps), ale stále je vyšší než doba života volných pozitronů v perfektním (tj. bezdefektním) Ti. Po vyžhání se tedy koncentrace defektů ve vzorku sníží, ale nějaké defekty vzorek přesto obsahuje i ve vyžhaném stavu.



**OBRAZEK 6.15:** Střední doby života pozitronu měřené na výchozím vzorku (neovlivněný), LSP s jednou vrstvou na jedné straně a na obou stranách, LSP se dvěma vrstvami na jedné a obou stranách (spojující čáry slouží pouze pro lepší orientaci v naměřených datech)

V tabulce 6.2 jsou výsledky rozkladu spekter dob života pozitronů na jednotlivé komponenty. Výchozí vzorek obsahuje tři komponenty. Nejkratší komponenta s dobou života  $\tau_1$  pochází od volných pozitronů (nezachycených v defektech), druhá komponenta s dobou života  $\tau_2 \approx 175$  ps je příspěvek od pozitronů zachycených v dislokacích a nejdelší komponenta s dobou života  $\tau_3$  pochází od pozitronů zachycených v klastrech vakancí. Střední počet vakancí v klastru odpovídající naměřené době života a je uveden ve sloupci N.

Vzorek ve výchozím stavu už obsahuje dislokace a shluky vakancí. Nejspíše byly vytvořené při řezání a broušení vzorku. Jak se ale ukázalo měřením vyžíhaného vzorku (viz dále), do této komponenty přispívají také pozitrony zachycené v misfit defektech na rozhraních mezi částicemi  $\beta$  fáze s kubickou prostorově centrovanou strukturou a hexagonální maticí ( $\alpha$  fáze).

Hustota dislokací vypočítaná z naměřených hodnot je  $\rho_D = (0,87 \pm 0,08) \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ . Klastry vakancí ve výchozím vzorku se skládají zhruba ze 4 vakancí a jejich koncentrace je  $c_{cl} = (7,3 \pm 0,3) \text{ ppm}$ . Po ozáření laserem se zvýší jak hustota dislokací,

tak koncentrace klastrů vakancí a to tak, že koncentrace defektů je natolik vysoká, že prakticky všechny pozitrony anihilují v zachyceném stavu buď v dislokaci, nebo v klastru vakancí (saturovaný záchyt), takže komponenta od volných pozitronů vymizí. Lze proto odhadnout jen spodní limit koncentrace defektů.

Hustota dislokací po ozáření laserem je větší než  $5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$  a klastry vakancí, které se skládají z 5-6 vakancí, mají koncentraci vyšší než 20 ppm. Po ozáření laserem se tam tedy vytvoří nové defekty: dislokace vygenerované při plastické deformaci a klastry vakancí vzniklé aglomerací vakancí vytvořených při nekonzervativním pohybu dislokací, to se potvrdilo i v práci Jiřího Kubáska [99], který studoval vliv LSP na mědi.

Rozklad spektra dob života pozitronů vyžíhaného neovlivněného vzorku (TLK5-f2) obsahuje dvě komponenty: příspěvek od volných pozitronů (doba života  $\tau_1$ ) a příspěvek od pozitronů zachycených v defektech (doba života  $\tau_2$ ). Vyžíháním zmizely klastry vakancí, ale stále ve vzorku zůstávají defekty s dobou života 162 ps. Pokud by to byly dislokace, tak jejich hustota je  $(0,94 \times 10^{14}) \text{ m}^{-2}$ . Nejspíše se jedná o tzv. misfit defekty na rozhraní  $\alpha$  a  $\beta$  fáze, tj. volné objemy vyskytující se na rozhraní mezi  $\alpha$  a  $\beta$  fází způsobené jejich nesouměřitelnou strukturou.

V posledních dvou řádcích tabulky 6.2 jsou výsledky pro vyžíhané vzorky po LSP. Hodnoty vychází obdobně jako u nežíhaných vzorků. Po LSP se tam objeví komponenta s dobou života  $\tau_2 \approx 173 \text{ ps}$ , která pochází od dislokací vytvořených plastickou deformací.

Do této komponenty  $\tau_2$  přispívají také pozitrony zachycené v misfit defektech na rozhraní fáze  $\alpha$  a  $\beta$ , které jsou ve vzorcích stále přítomny. Po modifikování vzorků metodou LSP se objeví další komponenta s dobou života  $\tau_3 \approx 280 \text{ ps}$ , což odpovídá příspěvku od pozitronů zachycených v klastrech vakancí skládající se v průměru z 6 vakancí. Defekty, které byly pozorovány již v nevyžíhaných vzorcích, byly tedy vytvořené metodou LSP, která do vzorku vnáší dislokace a vakance, které se následně spojí do klastrů o střední velikosti 6 vakancí. S rostoucím počtem laserových pulsů roste koncentrace klastrů vakancí rychleji než hustota dislokací, proto se intenzita  $I_3$  zvětšuje na úkor  $I_2$ . Koncentrace defektů po LSP je tak vysoká, že všechny pozitrony zachycené v defektech anihilují (saturovaný záchyt).



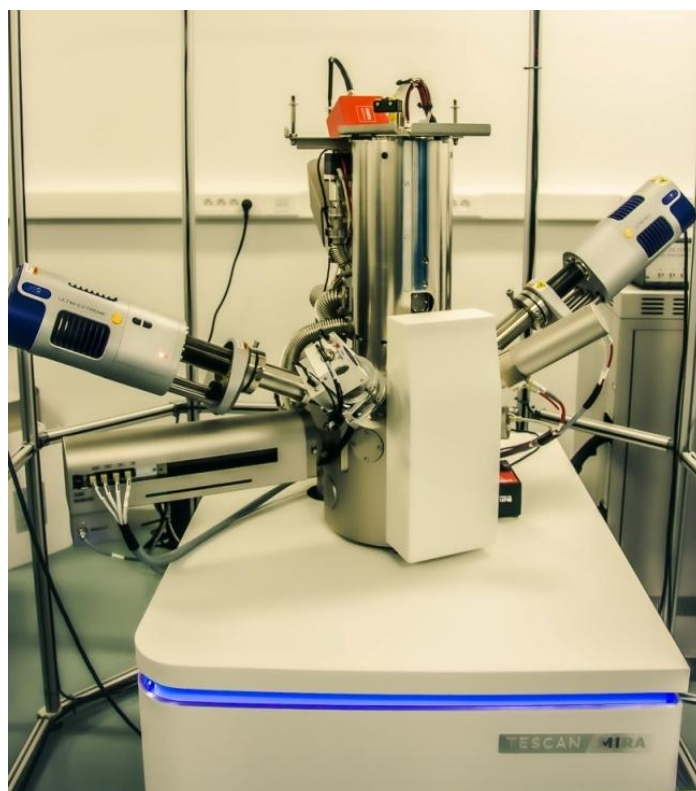
**Tabulka 6.2:** Naměřené hodnoty z měření doby života pozitronů;  $\tau_1$  - doba života od volných pozitronů (nezachycených v defektech),  $\tau_2$  - doba života od pozitronů zachycených v dislokacích,  $\tau_3$  - doba života od pozitronů zachycených v klastrech vakancí,  $I_1$  - intenzita volných pozitronů,  $I_2$  - intenzita pozitronů zachycených v dislokacích,  $I_3$  - intenzita pozitronů zachycených v klastrech vakancí,  $\rho_D$  - hustota dislokací,  $N$  - střední počet vakancí v klastru,  $c_{cl}$  - koncentrace klastrů vakancí

Vzorek	$\tau_1$ [ps]	$I_1$ [%]	$\tau_2$ [ps]	$I_2$ [%]	$\tau_3$ [ps]	$I_3$ [%]	$\rho_D$ [ $10^{14}m^{-2}$ ]	$N$	$c_{cl}$ [ppm]
TLK0-f5 Virgin	76±3	19±1	170±6	60±1	257±4	21±1	0,87±0,08	4,1±0,3	7,3±0,3
TLK1-f4 1 layer, single side			171±4	64±5	270±7	36±4	> 5	5,4±0,4	> 20
TLK2-f2 1 layer, both sides			175±5	64±7	274±10	36±7	> 5	5,6±0,6	> 20
TLK3-f4 2 layers, single side			173±5	64±5	275±7	36±5	> 5	5,8±0,4	> 20
TLK4-f4 2 layers, both sides			178±3	65±4	280±6	35±4	> 5	6,3±0,3	> 20
TLK5-f2 virgin annealed 600°C	87±9	12±3	162±2	88±2	-	-	0,94±0,06	-	-
TLK6-f2 annealed 1 layer, single side			172±3	61±3	279±5	39±3	> 5	6,1±0,2	> 20
TLK7-f2 annealed 2 layers, single side			175±3	58±3	281±4	42±3	> 5	6,4±0,2	> 20

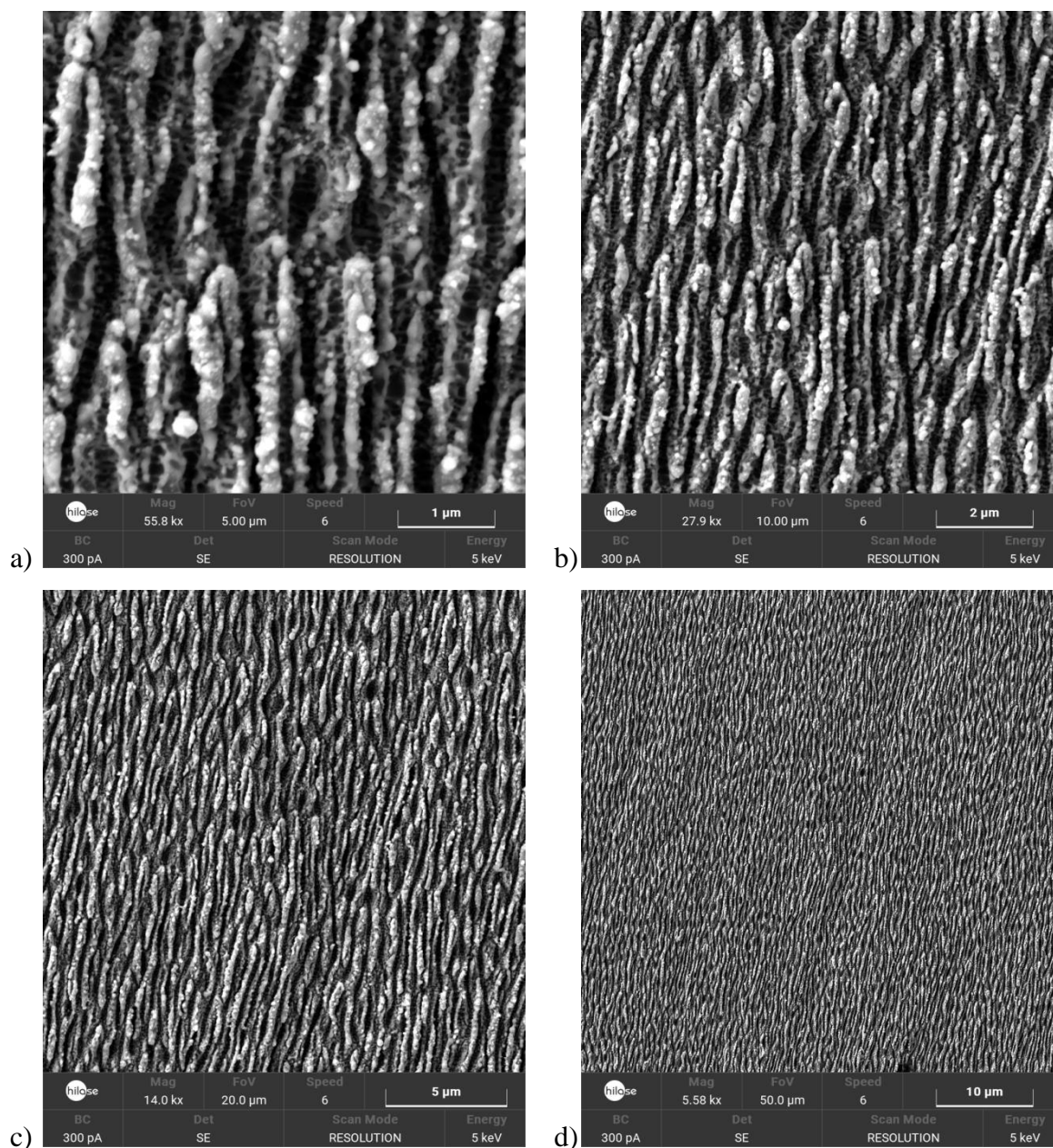
## 6.5 Skenovací elektronová mikroskopie

Pozorování vzorků se strukturami vytvořenými metodou LIPSS a DLIP byla provedena na SEM Tescan Mira 4 (obrázek 6.16) v HiLASE centru (FZÚ AV ČR). Mikrofotografie SEM pro vzorky Ti6Al4V se strukturami LIPSS jsou uvedeny na obrázku 6.17 a na obrázku 6.18.

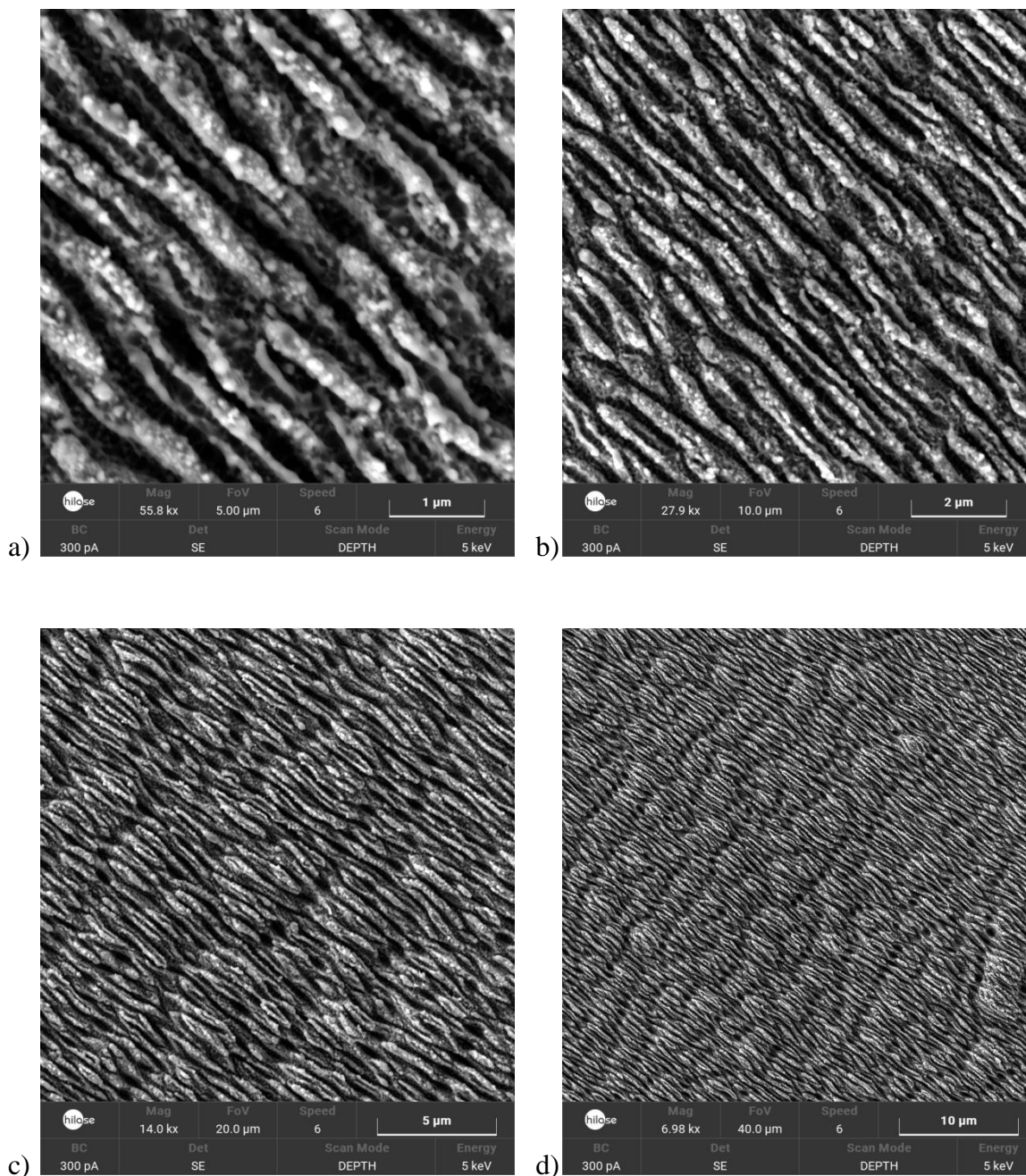
Pozorování SEM byla provedena pomocí signálu sekundárních elektronů (topografický kontrast). Elektrony v sondě byly urychleny napětím 5 kV.



**Obrázek 6.16:** SEM Tescan Mira 4 v HiLASE centru (FZÚ AV ČR)

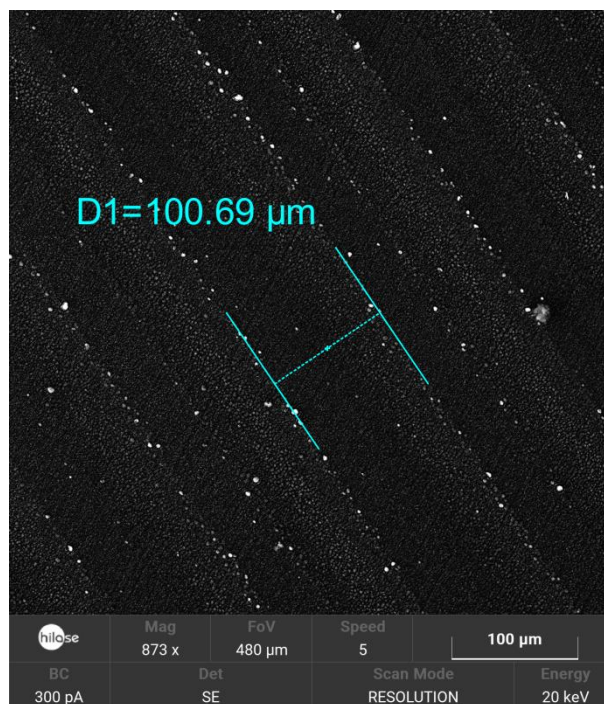


**Obrázek 6.17:** Snímek SEM zobrazující strukturu LIPSS, Typ 1: a) velikost snímané oblasti  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ , b) velikost snímané oblasti  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ , c) velikost snímané oblasti  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ , d) velikost snímané oblasti  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$



**Obrázek 6.18:** Snímek SEM zobrazující strukturu LIPSS, Typ 2: a) velikost snímané oblasti  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ , b) velikost snímané oblasti  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ , c) velikost snímané oblasti  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$ , d) velikost snímané oblasti  $40 \times 40 \mu\text{m}^2$

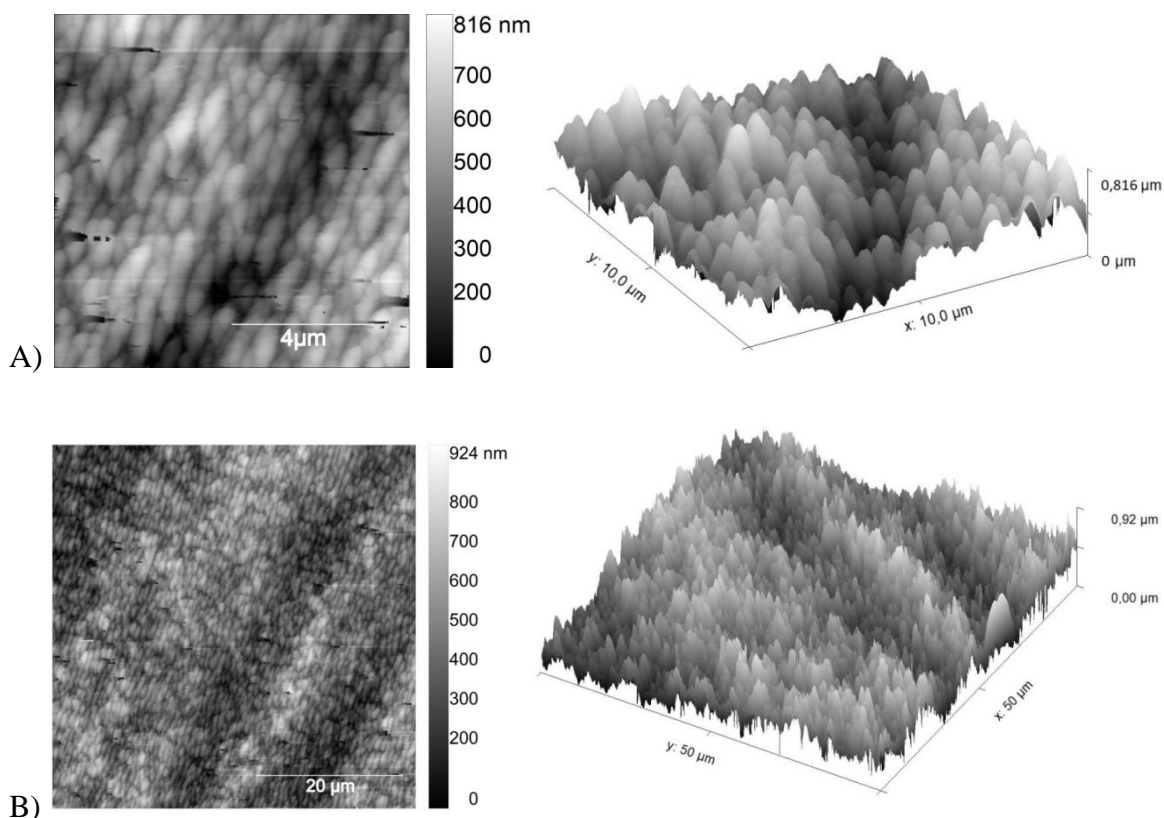
Obrázek 6.17 a obrázek 6.18 vykazují velmi podobné struktury. Na všech snímcích je zřetelná homogenní periodická struktura útvarů ve velikosti  $1 \mu\text{m}$ , což odpovídá vlnové délce použitého svazku. Všechny LIPSS jsou orientované ve stejném směru. Obrázek 6.19 je velmi podobný obrázku 6.6B z optického mikroskopu v kapitole 3. Stejně jako v obrázku 6.6B jsou v něm patrné periodické drážky ve vzdálenosti  $100 \mu\text{m}$ .



**Obrázek 6.19:** Snímek SEM, při 20 keV, vzorek Typ 2: velikost snímané oblasti  $500 \times 500 \mu\text{m}^2$ , drážky ve vzdálenosti  $100 \mu\text{m}$

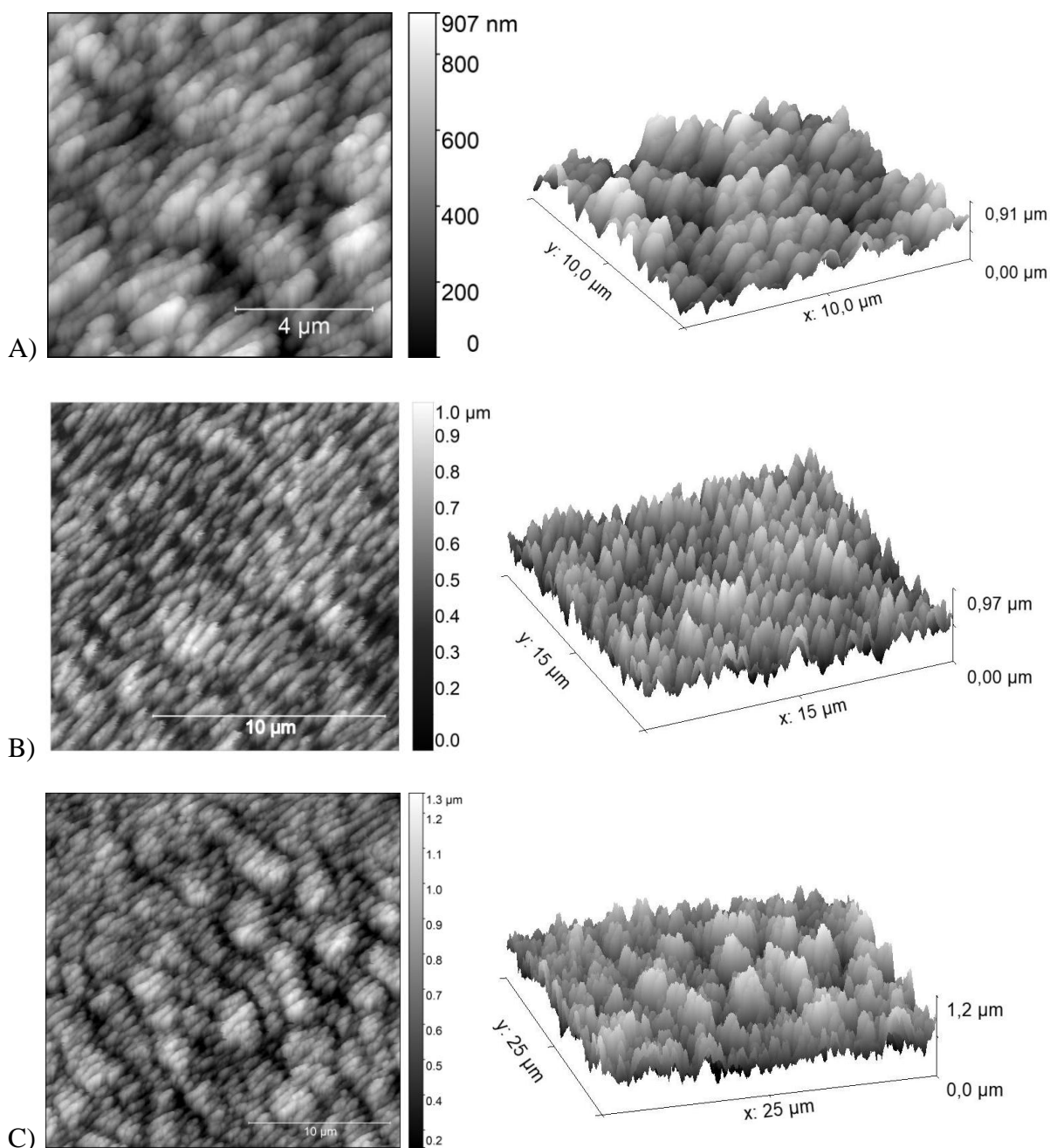
## 6.6 Mikroskopie atomárních sil

Topologie povrchu byla změřena mikroskopem atomárních sil (AFM) Solver-next od firmy NT-MDT. Měření probíhalo v kontaktním módu s hroty CSG30. 2D a 3D snímky jsou na obrázku 6.20 a obrázku 6.21. Vzorky Ti6Al4V s periodicky vytvořenými strukturami metodou LIPSS a DLIP měly poměrně drsný povrch, takže měření neprobíhalo úplně hladce, což vysvětluje čárové artefakty na snímcích. Obrázek 6.20 obsahuje 2D snímek z velikosti snímané plochy  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  a plochu  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ , ke každému z nich byl současně vytvořen i 3D snímek. Dle obrázku 6.20 můžeme pozorovat periodické struktury menší než  $1 \mu\text{m}$  orientované v jednom směru. Větší periodické struktury (drážky) jsou větších rozměrů, a proto se do obrazu nevešly, z obrázku 6.20 je jejich přítomnost patrná.



**Obrázek 6.20:** Snímek AFM - topologie povrchu vzorku 2 – typ 1. A) velikost snímané oblasti  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ , B) velikost snímané oblasti  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$

Vzorek na obrázku 6.20 má patrné na svém povrchu LIPSS. Větší periodické struktury (drážky) zde moc zřetelné nejsou. Při porovnání se snímky na obrázku 6.20 je velikost periodické struktury větší, což znamená i větší rozestoupení drážek, které na obrázku 6.21 nejsou patrné. Zde také mohlo dojít ke změně povrchové chemie kvůli opracování ještě podélnými přejezdy, která mohla způsobit odlišnosti ve struktuře. Hloubka modulace (rozdíl výšek v ose Z) dle 3D obrázku 6.20B dosahuje přibližně  $0,9 \mu\text{m}$  a dle obrázku 6.21C přibližně hodnoty  $1 \mu\text{m}$ .



**Obrázek 6.21:** Snímek AFM - topologie povrchu vzorku 3 – typ 2. A) velikost snímané oblasti  $10 \times 10\ \mu\text{m}^2$ , B) velikost snímané oblasti  $15 \times 15\ \mu\text{m}^2$ , C) velikost snímané oblasti  $25 \times 25\ \mu\text{m}^2$

Struktury vytvořené pomocí pikosekundového laseru by mohly zvýšit antibakteriální účinek slitiny Ti6Al4V. Testování s bakteriemi se stane součástí zkoumání disertační práce.

Podobné topologie obrázku 6.20 a obrázku 6.21 z AFM má ve své studii také Shazia Shaikh [100], který použil femtosekundový laser (fs-laser) na vytvoření antibakteriálního povrchu. Vzorky ošetřené fs-laserem ve studii Shazia Shaikha [100] vykazovaly vynikající

antibakteriální chování vůči *S. aureus*, *P. aeruginosa* a *S. mutans* ve srovnání s neošetřenou slitinou Ti6Al4V. Povrchová úprava slitiny Ti6Al4V pomocí fs-laseru se tedy zdá být účinnou technikou pro získání antibakteriálních anebo i baktericidních povrchů slitiny Ti6Al4V, aniž by bylo nutné upravit povrch použitím antibiotik nebo UV záření [100].

Sníženou adhezi bakteriálních buněk *Staphylococcus aureus* na laserem ošetřeném povrchu Ti6Al4V pozoroval i Chi-Wai Chan [101].

## 6.7 Měření kontaktního úhlu

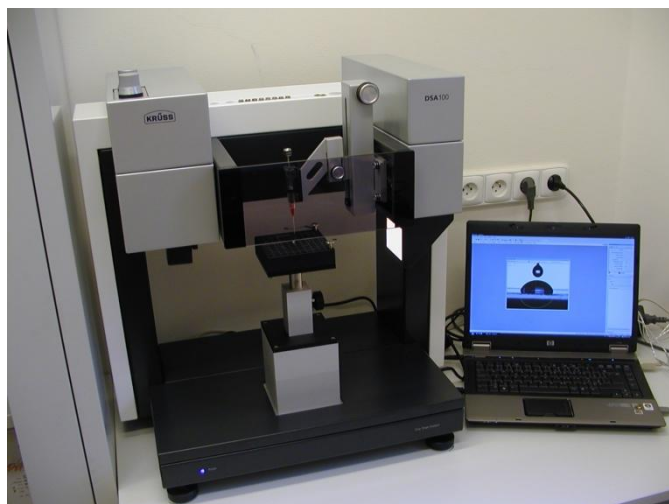
Vlastnost kapaliny přilnout k povrchu Ti6Al4V modifikovaného metodou LIPSS byla měřena dynamickou kapkovou metodou (měření kontaktního úhlu – úhel svírajícího tečnu k povrchu kapky vedené v bodě dotyku kapky s rozhraním).

Měření kontaktního úhlu metodou přisedlé kapky vytvořené na povrchu bylo provedeno na přístroji DSA 100 (firma Krüss), viz obrázek 6.22. Měření proběhlo vždy nejméně na třech místech. K měření byla použita destilovaná voda o objemu kapky 0,5  $\mu$ l. Vyhodnocení bylo provedeno v programu DSA 4. Měřené hodnoty jsou průměrem z 11 snímků pořízených po ustálení obrazu typicky do 2 sekund po vytvoření kapky na povrchu měřené vrstvy. Data jsou zapsána do tabulky 6.3.

**Tabulka 6.3:** Naměřené hodnoty kontaktního úhlu přístrojem DSA 100

Vzorek	Kontaktní úhel Destilovaná voda (°)	
Ti6Al4V leštěná	78,8 $\pm$ 0,02	81,4 $\pm$ 2,51
	81,6 $\pm$ 0,16	
	83,8 $\pm$ 0,11	
Ti Alloy 1	117,3 $\pm$ 0,22	116,6 $\pm$ 2,05
	118,3 $\pm$ 0,18	
	114,3 $\pm$ 1,05	
Ti Alloy 3	100,8 $\pm$ 0,49	101,4 $\pm$ 2,57
	99,2 $\pm$ 0,9	
	100,6 $\pm$ 0,49	
	105,1 $\pm$ 0,54	





**Obrázek 6.22:** Přístroj - Drop Shape Analyzer - DSA 100 (firma Krüss), ČVUT Kladno

## 7 Závěr

Cílem této diplomové práce bylo navrhnout metodu, která by zlepšila mechanické vlastnosti lékařské slitiny Ti6Al4V, která se používá k výrobě endoprotézy kyčelního kloubu. Špatná odolnost proti opotřebení omezila široké použití této lékařské slitiny. V lidském systému může souběžné působení opotřebení a koroze vést k urychlené degradaci implantátů a generovat velké zbytky opotřebení, které omezují dlouhodobou stabilitu nosných implantátů.

V posledních letech je moderní používat laserové technologie pro modifikaci kovových povrchů především ve strojírenství, vojenském a automobilovém průmyslu. Zvolila jsem technologii laser shock peening, abych prozkoumala její využití pro medicínské slitiny, které se používají na totální endoprotézy kyčelních kloubů, kde je důležitá pevnost a odolnost materiálu vůči opotřebení.

Vzorky Ti6Al4V jsem ovlivnila metodou laser shock peening (jednou a dvěma vrstvami) a následně jsem měřila vliv na tvrdost materiálu a vnesené zbytkové napětí, které patří mezi dominantní vlivy této metody. Měření tvrdosti Vickersovou metodou prokázalo klesající závislost mikrotvrdosti na hloubce od povrchu materiálu ošetřeného LSP. Hodnota tvrdosti laserem zpevněného vzorku jednou vrstvou dosáhla 410 HV 0,1, což je zlepšení o 17 % oproti neošetřenému vzorku. Druhá vrstva navýšila tvrdost pouze o další 3 %. Nejvyšší změna tvrdosti je tedy způsobena především ovlivnění první vrstvou.

Další metodou pro studii vlivu LSP bylo měření zbytkového tlakového napětí na přístroji pro rentgenovou difrakci. Pro tuto metodu bylo nutné vzorky postupně odleptávat po vrstvách a následně měřit. Dle naměřených dat jsem vyhodnotila, že zbytkové napětí způsobené procesem LSP se hromadí na povrchu materiálu, neboť vnesené napětí zde mělo největší hodnoty, které dosáhly tlakového zbytkového napětí až 612 MPa, což je o 130 % větší než u neovlivněného. Ovlivnění dvěma vrstvami zde bylo o 8 % větší oproti jedné vrstvě LSP. Z dat znázorněných do grafu závislosti zbytkového tlakového napětí na hloubce (od povrchu) se ukázalo, že hloubka ovlivnění LSP sahá u jedné vrstvy do 0,9 mm, u dvou vrstev je ovlivnění do 1,1-1,2 mm. Z toho jsem usoudila, že počet ovlivnění má významný vliv na velikost zbytkových napětí v materiálu. Moje závěry potvrdily již publikované dřívější studie. S rostoucí vzdáleností od povrchu se tlakové napětí snižovalo a měnilo se na tahové, což bylo očekávané, neboť vrcholová amplituda laserového rázu je největší na povrchu a poté slábne, jak se šíří do materiálu.

Málo prozkoumanou oblastí ve světě je měření vzorků ovlivněných LSP pomocí měření doby života pozitronů (PLS). Tato metoda umožňuje pozorovat defekty v materiálu o velikosti přibližně 0,1 nm až 1 nm jako jsou dislokace, vakance, shluky vakancí, klastry, popř. precipitáty. Mezi dva identické vzorky byl umístěn zářič a následně se doba života pozitronů stanovila na základě měření zpožděných koincidencí mezi detekcí fotonu záření ozařujícího radionuklidu a detekcí anihilačního fotonu 511 keV. Touto metodou jsem zjistila, že neovlivněný vzorek má střední dobu života  $\approx 193$  ps, což je výrazně vyšší doba života než doba života volných pozitronů v bezdefektním Ti, která je 144 ps. Neovlivněný vzorek obsahoval značnou koncentraci defektů. Nejspíše byly vytvořené při řezání a broušení vzorku. Proto jsem vzorek vyžihala při teplotě 600 °C po dobu jedné hodiny a ochlazovala na vzduchu, střední doba života pozitronů zatelně poklesla (na 158 ps), ale stále byla vyšší než doba života volných pozitronů v bezdefektním Ti. Po ozáření laserem střední doba života pozitronů narostla, což značilo vytvoření dalších defektů. V první vrstvě byla zvýšená hustota dislokací o 37 %, druhá vrstva LSP vnesla další 4 %. Defekty byly vytvořené metodou LSP, která do vzorku vnáší dislokace a vakance, které se následně se spojily do klastrů. Vysoká hustota dislokací značí zjemnění zrn a zlepšení mikrotvrdomosti.

Laserové zpevňování povrchu pomocí metody LSP je dle mého výzkumu účinnou technologií pro zlepšení mechanických vlastností titanových slitin používaných na endoprotézu kyčelního kloubu a mohlo by pomoci snížit míru opotřebení, a tím prodloužit životnost implantátů.

Další použitou laserovou metodou bylo strukturování periodických struktur na povrchu kombinací metod DLIP a LIPSS ve snaze získat antibakteriální povrch. Tento povrch jsem zkoumala metodami na optickém mikroskopu, SEM, AFM a měřením kontaktního úhlu. Strukturování povrchu proběhlo pomocí ultrakrátkého pulzního laseru (konkrétně ps-laserem), který na povrchu vytvořil periodické struktury o velikosti 1  $\mu\text{m}$ , které by měly snížit adhezi bakterií. Výzkum s bakteriemi nebyl pro tuto diplomovou práci realizován a stane se předmětem zkoumání v navazujícím výzkumu v doktorském studiu.

## Seznam použité literatury

- [1] GHALME, SACHIN & MANKAR, ANKUSH & BHALERAO, YOGESH. (2016). Biomaterials in Hip Joint Replacement. *International Journal of Materials Science and Engineering*. 4. 113-125. Doi: 10.17706/ijmse.2016.4.2.113-125.
- [2] RUNA, M.J., M.T. MATHEW a L.A. ROCHA. Tribocorrosion response of the Ti6Al4V alloys commonly used in femoral stems. *Tribology International* [online]. 2013, 68, 85-93 [cit. 2021-7-31]. ISSN 0301679X. Dostupné z: doi:10.1016/j.triboint.2013.09.022
- [3] ZHOU, Jianzhong, Yunjie SUN, Shu HUANG, Jie SHENG, Jing LI a Emmanuel AGYENIM-BOATENG. Effect of laser peening on friction and wear behavior of medical Ti6Al4V alloy. *Optics & Laser Technology* [online]. 2019, 109, 263-269 [cit. 2021-7-22]. ISSN 00303992. Dostupné z: doi:10.1016/j.optlastec.2018.08.005
- [4] KUMAR, Dharmesh, Syed NADEEM AKHTAR, Anup KUMAR PATEL, J. RAMKUMAR a Kantesh BALANI. Tribological performance of laser peened Ti-6Al-4V. *Wear* [online]. 2015, 322-323, 203-217 [cit. 2021-7-31]. ISSN 00431648. Dostupné z: doi:10.1016/j.wear.2014.11.016
- [5] IBRAHIM, Mahmoud Z., Ahmed A.D. SARHAN, Farazila YUSUF a M. HAMDI. Biomedical materials and techniques to improve the tribological, mechanical and biomedical properties of orthopedic implants – A review article. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2017, 714, 636-667 [cit. 2021-8-2]. ISSN 09258388. Dostupné z: doi:10.1016/j.jallcom.2017.04.231
- [6] DRUGWATCH. Hip Replacement [online]. ©2021 [cit. 2021-07-31]. Dostupné z: <https://www.drugwatch.com/hip-replacement/>
- [7] MORHARDT, Duncan R., Joshua R. MAUNEY a Carlos R. ESTRADA. Role of Biomaterials in Surgery. *Reference Module in Biomedical Sciences* [online]. Elsevier, 2019, 2019 [cit. 2021-8-2]. ISBN 9780128012383. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-801238-3.65845-2
- [8] CHEN, Qizhi a George A. THOUAS. Metallic implant biomaterials. *Materials Science and Engineering: R: Reports* [online]. 2015, 87, 1-57 [cit. 2021-8-2]. ISSN 0927796X. Dostupné z: doi:10.1016/j.mser.2014.10.001

- [9] KOTHIYAL, G. P. a A. SRINIVASAN, ed. *Trends in Biomaterials*. Biomaterials Based on Natural and Synthetic Polymer Fibers. [online]. Jenny Stanford Publishing, 2016, 2016-2-24, s. 131-184 [cit. 2021-7-31]. ISBN 9780429091803. Dostupné z: doi:10.1201/b19906-6
- [10] DoITPoMS. Materials selection of femoral stem component [online]. ©2020 [cit. 2021-08-02]. Dostupné z: <https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/bones/stem.php>
- [11] AN, Yuehuei H. a Robert A. DRAUGHN, ed. *Mechanical Testing of Bone and the Bone-Implant Interface* [online]. CRC Press, 1999 [cit. 2021-7-31]. ISBN 9780429125799. Dostupné z: doi:10.1201/9781420073560
- [12] FELLAH, Mamoun, Omar ASSALA, Mohamed LABAÏZ, Leila DEKHIL a Alain IOST. Friction and Wear Behavior of Ti-6Al-7Nb Biomaterial Alloy. *Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology* [online]. 2013, 04(04), 374-384 [cit. 2021-8-4]. ISSN 2158-7027. Dostupné z: doi:10.4236/jbnb.2013.44047
- [13] SEMLITSCH, M., H. WEBER a R. STEGER. 15 Jahre Erfahrung mit Ti-6Al-7Nb-Legierung für Gelenkprothesen - Fifteen Years of Experience with a Ti-6Al-7Nb Alloy for Joint Replacements. *Biomedizinische Technik/Biomedical Engineering* [online]. 1995, 40(12), 347-355 [cit. 2021-8-4]. ISSN 0013-5585. Dostupné z: doi:10.1515/bmte.1995.40.12.347
- [14] SUN, Y., B. HUANG, D.A. PULEO, J. SCHOOP a I.S. JAWAHIR. Improved Surface Integrity from Cryogenic Machining of Ti-6Al-7Nb Alloy for Biomedical Applications. *Procedia CIRP* [online]. 2016, 45, 63-66 [cit. 2021-8-4]. ISSN 22128271. Dostupné z: doi:10.1016/j.procir.2016.02.362
- [15] BROWN, Alan S. Hip New World. *Mechanical Engineering* [online]. 2006, 128(10), 28-32 [cit. 2021-7-31]. ISSN 0025-6501. Dostupné z: doi:10.1115/1.2006-OCT-2
- [16] SUNDFELDT, Mikael, Lars V CARLSSON, Carina B JOHANSSON, Peter THOMSEN a Christina GRETZER. Aseptic loosening, not only a question of wear: A review of different theories. *Acta Orthopaedica* [online]. 2009, 77(2), 177-197 [cit. 2021-7-31]. ISSN 1745-3674. Dostupné z: doi:10.1080/17453670610045902
- [17] SINGH, Raghuvir a Narendra B. DAHOTRE. Corrosion degradation and prevention by surface modification of biometallic materials. *Journal of Materials Science:*

- Materials in Medicine* [online]. 2007, 18(5), 725-751 [cit. 2021-7-31]. ISSN 0957-4530. Dostupné z: doi:10.1007/s10856-006-0016-y
- [18] CONFORMIS. Hips [online]. ©2021 [cit. 2021-08-03]. Dostupné z: <https://www.conformis.com/surgeon-resource-center/products/hips/>
- [19] STRYKER. Joint replacement [online]. ©2021 [cit. 2021-08-03]. Dostupné z: <https://www.stryker.com/us/en/portfolios/orthopaedics/joint-replacement.html>
- [20] NADEEM, Muhammad, Eric JACKSON a Sridhar R. RACHALA. 3D Printing in Hip and Knee Arthroplasty. *3D Printing in Orthopaedic Surgery* [online]. Elsevier, 2019, 2019, s. 171-177 [cit. 2021-8-3]. ISBN 9780323581189. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-323-58118-9.00014-2
- [21] FOJT, Jaroslav. Ti-6Al-4V alloy surface modification for medical applications. *Applied Surface Science* [online]. 2012, 262, 163-167 [cit. 2021-7-7]. ISSN 01694332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2012.04.012
- [22] WIKIPEDIA. Ti-6Al4-V [online] ©2021 [cit. 2021-07-21]. Dostupné z: <https://en.wikipedia.org/wiki/Ti-6Al4V>
- [23] DONACHIE, Matthew J. *Titanium: a technical guide*. 2nd ed. Materials Park: ASM International, 2004. ISBN isbn08-717-0686-5.
- [24] MIRANDA, G., A. ARAÚJO, F. BARTOLOMEU, M. BUCIUMEANU, O. CARVALHO, J.C.M. SOUZA, F.S. SILVA a B. HENRIQUES. Design of Ti6Al4V-HA composites produced by hot pressing for biomedical applications. *Materials & Design* [online]. 2016, 108, 488-493 [cit. 2021-6-30]. ISSN 02641275. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2016.07.023
- [25] LUO, Y.J., J.B. CHEN, X.F. WANG, Y.X. ZHAO, A.B. ZHANG, C. XIE, Y. CHEN a J.K. DU. A micromechanical model to study the closure stress effect on fatigue life of Ti6Al4V subjected to laser shock peening. *Engineering Fracture Mechanics* [online]. 2018, 200, 327-338 [cit. 2021-6-30]. ISSN 00137944. Dostupné z: doi:10.1016/j.engfracmech.2018.08.004
- [26] PARMAR, Vinod, Avinash KUMAR, G. Vijaya PRAKASH, Subhra DATTA a Dinesh KALYANASUNDARAM. Investigation, modelling and validation of material separation mechanism during fiber laser machining of medical grade

- titanium alloy Ti6Al4V and stainless steel SS316L. *Mechanics of Materials* [online]. 2019, 137 [cit. 2021-6-30]. ISSN 01676636. Dostupné z: doi:10.1016/j.mechmat.2019.103125
- [27] WANG, Zhenxia, Zhiyong HE, Yingqin WANG, Xiaoping LIU a Bin TANG. Microstructure and tribological behaviors of Ti6Al4V alloy treated by plasma Ni alloying. *Applied Surface Science* [online]. 2011, 257(23), 10267-10272 [cit. 2021-7-26]. ISSN 01694332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2011.07.040
- [28] FAZEL, M., H.R. SALIMIJAZI, M.A. GOLOZAR a M.R. GARSIVAZ JAZI. A comparison of corrosion, tribocorrosion and electrochemical impedance properties of pure Ti and Ti6Al4V alloy treated by micro-arc oxidation process. *Applied Surface Science* [online]. 2015, 324, 751-756 [cit. 2021-7-26]. ISSN 01694332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2014.11.030
- [29] LUO, Yong, Wenwen CHEN, Maocai TIAN a Shuhua TENG. Thermal oxidation of Ti6Al4V alloy and its biotribological properties under serum lubrication. *Tribology International* [online]. 2015, 89, 67-71 [cit. 2021-7-26]. ISSN 0301679X. Dostupné z: doi:10.1016/j.triboint.2014.12.022
- [30] TAO, Yang-Feng, Jun LI, Ying-Hao LV a Lie-Feng HU. Effect of heat treatment on residual stress and wear behaviors of the TiNi/Ti 2 Ni based laser cladding composite coatings. *Optics & Laser Technology* [online]. 2017, 97, 379-389 [cit. 2021-7-26]. ISSN 00303992. Dostupné z: doi:10.1016/j.optlastec.2017.07.029
- [31] ZHOU, Jianzhong, Jiale XU, Shu HUANG, Zengrong HU, Xiankai MENG a Xu FENG. Effect of laser surface melting with alternating magnetic field on wear and corrosion resistance of magnesium alloy. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2017, 309, 212-219 [cit. 2021-7-26]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2016.11.077
- [32] MOURA, C.G., R. PEREIRA, M. BUCIUMEANU, O. CARVALHO, F. BARTOLOMEU, R. NASCIMENTO a F.S. SILVA. Effect of laser surface texturing on primary stability and surface properties of zirconia implants. *Ceramics International* [online]. 2017, 43(17), 15227-15236 [cit. 2021-7-26]. ISSN 02728842. Dostupné z: doi:10.1016/j.ceramint.2017.08.058
- [33] JIANG, P, X.L HE, X.X LI, L.G YU a H.M WANG. Wear resistance of a laser surface alloyed Ti-6Al-4V alloy. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2000,

- 130(1), 24-28 [cit. 2021-7-26]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/S0257-8972(00)00680-0
- [34] WENG, Fei, Huijun YU, Jianli LIU, Chuazhong CHEN, Jingjie DAI a Zhihuan ZHAO. Microstructure and wear property of the Ti 5 Si 3 /TiC reinforced Co-based coatings fabricated by laser cladding on Ti-6Al-4V. *Optics & Laser Technology* [online]. 2017, 92, 156-162 [cit. 2021-7-26]. ISSN 00303992. Dostupné z: doi:10.1016/j.optlastec.2017.01.014
- [35] GUO, Wei, Rujian SUN, Binwen SONG, et al. Laser shock peening of laser additive manufactured Ti6Al4V titanium alloy. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2018, 349, 503-510 [cit. 2021-7-27]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2018.06.020
- [36] BRAJER, Jan, Vliv metody Laser Shock Processing na integritu povrchu, Disertační práce, ČVUT v Praze, Fakulta strojní, 2018. Available from: <https://dspace.cvut.cz/handle/10467/79047>
- [37] MONTROSS, C. Laser shock processing and its effects on microstructure and properties of metal alloys: a review. *International Journal of Fatigue* [online]. 24(10), 1021-1036 [cit. 2021-7-27]. ISSN 01421123. Dostupné z: doi:10.1016/S0142-1123(02)00022-1
- [38] KOŠINOVÁ, L. *et al.*, Improving properties of titanium alloy used for modern hip prosthesis. *Proceedings of IMBM 2020*, 40-43(2020). ISBN 978-80-01-06796-3.
- [39] MEO, M. a R. VIGNJEVIC. Finite element analysis of residual stress induced by shot peening process. *Advances in Engineering Software* [online]. 2003, 34(9), 569-575 [cit. 2021-7-27]. ISSN 09659978. Dostupné z: doi:10.1016/S0965-9978(03)00063-2
- [40] WAGNER, Lothar, Mansour MHAEDE, Manfred WOLLMANN, Igor ALTENBERGER a Yuji SANO. Surface layer properties and fatigue behavior in Al 7075-T73 and Ti-6Al-4V. *International Journal of Structural Integrity* [online]. 2011, 2(2), 185-199 [cit. 2021-7-27]. ISSN 1757-9864. Dostupné z: doi:10.1108/17579861111135923
- [41] FAVRE, Eduardo A. a Néstor O. FUENTES. *Functional properties of bio-inspired surfaces: characterization and technological applications*. Hackensack, NJ: World Scientific, c2009. ISBN 981-283-701-9.



- [42] TIM KUNZEA, ANDRÉS F. LASAGNI. Direct laser interference patterning: from fundamentals to industrial applications. In: Lasers in Manufacturing Conference 2017, München, Germany [online] [cit 2021-08-06] Dostupné z: [https://www.wlt.de/lim/Proceedings2017/Data/PDF/Contribution279\\_final.pdf](https://www.wlt.de/lim/Proceedings2017/Data/PDF/Contribution279_final.pdf)
- [43] KLOTZBACH, Udo, Kunihiko WASHIO, Rainer KLING, et al. *Applications of laser-induced periodic surface structures (LIPSS)* [online]. In: . 2017-2-17, 100920N- [cit. 2021-7-28]. Dostupné z: doi:10.1117/12.2250919
- [44] JALIL, Sohail A., Mahreen AKRAM, Javeed A. BHAT, Jeffrey J. HAYES, Subhash C. SINGH, Mohamed ELKABBASH a Chunlei GUO. Creating superhydrophobic and antibacterial surfaces on gold by femtosecond laser pulses. *Applied Surface Science* [online]. 2020, **506** [cit. 2021-8-6]. ISSN 01694332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2019.144952
- [45] FLORIAN, Camilo, Sabrina V. KIRNER, Jörg KRÜGER a Jörn BONSE. Surface functionalization by laser-induced periodic surface structures. *Journal of Laser Applications* [online]. 2020, **32**(2) [cit. 2021-7-28]. ISSN 1042-346X. Dostupné z: doi:10.2351/7.0000103, <https://lia.scitation.org/doi/10.2351/7.0000103>
- [46] HAUSCHWITZ, P., D. JOCHCOVÁ, R. JAGDHEESH, et al. Towards rapid large-scale LIPSS fabrication by 4-beam ps DLIP. *Optics & Laser Technology* [online]. 2021, 133 [cit. 2021-8-6]. ISSN 00303992. Dostupné z: doi:10.1016/j.optlastec.2020.106532
- [47] VOISIAT, B., M. GEDVILAS, S. INDRIŠIŪNAS a G. RAČIUKAITIS. Picosecond-Laser 4-Beam-Interference Ablation as a Flexible Tool for Thin Film Microstructuring. *Physics Procedia* [online]. 2011, 12, 116-124 [cit. 2021-8-6]. ISSN 18753892. Dostupné z: doi:10.1016/j.phpro.2011.03.113
- [48] WIKIPEDIA. Direct laser interference patterning [online] © 2021 [cit 2021-08-06]. Dostupné z: [https://en.wikipedia.org/wiki/Direct\\_laser\\_interference\\_patterning](https://en.wikipedia.org/wiki/Direct_laser_interference_patterning)
- [49] OŠŤÁDAL, Luboš. *Měření tvrdosti kovů*, Zlín, 2008. Bakalářská práce. Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická. Dostupné z: [https://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/5203/o%C5%A1%C5%A5%C3%A1dal\\_2008\\_bp.pdf?sequence=1](https://digilib.k.utb.cz/bitstream/handle/10563/5203/o%C5%A1%C5%A5%C3%A1dal_2008_bp.pdf?sequence=1)

- [50] WIKIPEDIE. Tvrdost kovů [online] ©2019 [cit. 2021-6-17]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Tvrdost\\_kov%C5%AF](https://cs.wikipedia.org/wiki/Tvrdost_kov%C5%AF)
- [51] MOORE, P., and G. BOOTH. *The Welding Engineer's Guide to Fracture and Fatigue*. England: Woodhead Publishing, 2015. (in Welding and Other Joining Technologies ; Number 84. Web). ISBN: 0-08-101310-8 [cit. 2021-6-17]
- [52] DI GIANFRANCESCO, A. Technologies for chemical analyses, microstructural and inspection investigations. *Materials for Ultra-Supercritical and Advanced Ultra-Supercritical Power Plants* [online]. Elsevier, 2017, 2017, s. 197-245 [cit. 2021-6-20]. ISBN 9780081005521. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-08-100552-1.00008-7
- [53] GORDON ENGLAND. Vickers Hardness Test [online]. ©2021 [cit. 2021-6-17]. Dostupné z: <https://www.gordonengland.co.uk/hardness/vickers.htm>
- [54] VÁCLAVÍK, Jaroslav, BUNDA, Zbyněk, WEINBERG, Otakar. Aplikace vybraných metod pro měření zbytkových napětí. In: *Defektoskopie 2012* [online]. Seč u Chrudimi, 2012, s. 271-278 [cit. 2021-07-29]. Dostupné z: [https://www.ndt.net/article/defektoskopie2012/papers/271\\_p.pdf](https://www.ndt.net/article/defektoskopie2012/papers/271_p.pdf)
- [55] WIKIPEDIE: Zbytková napětí. ©2021 [cit. 2021-07-29]. Dostupné z: [https://cs.wikipedia.org/wiki/Zbytkov%C3%A1\\_nap%C4%9Bt%C3%AD](https://cs.wikipedia.org/wiki/Zbytkov%C3%A1_nap%C4%9Bt%C3%AD)
- [56] Technická univerzita Ostrava, studijní materiál Zbytková povrchová napětí po obrábění [online] [cit. 2021-08-07] Dostupný z: [http://homel.vsb.cz/~cep77/PDF/EMO\\_kapitola\\_12.pdf](http://homel.vsb.cz/~cep77/PDF/EMO_kapitola_12.pdf)
- [57] BALART, M. J., A. BOUZINA, L. EDWARDS a M. E. FITZPATRICK. The onset of tensile residual stresses in grinding of hardened steels. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2004, **367**(1-2), 132-142 [cit. 2021-7-29]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2003.10.239
- [58] WITHERS, P J. Residual stress and its role in failure. *Reports on Progress in Physics* [online]. 2007, **70**(12), 2211-2264 [cit. 2021-7-29]. ISSN 0034-4885. Dostupné z: doi:10.1088/0034-4885/70/12/R04
- [59] FITZPATRICK, M.E., A. T. FRY, P. HOLDWAY, F.A. KANDIL, J. SHACKLETON a L. SUOMINEN. Determination of residual stresses by X-ray diffraction. In:

- A National Measurement Good Practice Guide No. 52* [online]. Teddington, 2005, [cit. 2021-07-29]. ISSN 1368-6550. Dostupné z: <https://eprintspublications.npl.co.uk/2391/1/mgpg52.pdf>
- [60] Červinka, Filip. *Ověření použitelnosti konceptu sumy efektivních zbytkových napětí (SERS) pro hodnocení integrity povrchu obráběných materiálů*. Brno, 2018. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství.
- [61] KRAUS, Ivo a Nikolaj GANEV. *Technické aplikace difrakční analýzy*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2004. ISBN 80-01-03099-7.
- [62] ADAM, J., ČÍŽEK, A. Anihilace pozitronů v kovech a slitinách, *Pokroky matematiky, fyziky a astronomie*, (1969), Vol. 14 No. 5, p. 207-220
- [63] Košinová, Lucie. *Studium volných objemů v Nafionu pomocí pozitronia*. Praha, 2016. Bakalářská práce. Univerzita Karlova, Matematicko-fyzikální fakulta
- [64] SINGH, Aditya Narayan. Positron annihilation spectroscopy in tomorrow's material defect studies. *Applied Spectroscopy Reviews* [online]. 2016, **51**(5), 359-378 [cit. 2021-06-08]. ISSN 0570-4928. Dostupné z: DOI: 10.1080/05704928.2016.1141290
- [65] ČÍŽEK, J. Měření doby života pozitronů a jeho využití při studiu kovových materiálů, *Pokroky matematiky, fyziky a astronomie*, ročník 44 (1999), č.3, p. 201-217
- [66] Hruška, Petr. *Výzkum precipitačních jevů v systému Mg-Tb pomocí anihilace pozitronů*. Praha, 2012. Bakalářská práce. Univerzita Karlova, Matematicko-fyzikální fakulta
- [67] Hruška, Petr. *Study of hydrogen interaction with defects in thin metallic films*. Praha, 2018. Dizertační práce. Univerzita Karlova, Matematicko-fyzikální fakulta, Katedra fyziky nízkých teplot.
- [68] BEČVÁŘ, F., J. ČÍŽEK, L. LEŠTÁK, I. NOVOTNÝ, I. PROCHÁZKA a F. ŠEBESTA. A high-resolution BaF<sub>2</sub> positron-lifetime spectrometer and experience with its long-term exploitation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* [online]. 2000, **443**(2-3), 557-577 [cit. 2021-6-9]. ISSN 01689002. Dostupné z: doi:10.1016/S0168-9002(99)01156-0

- [69] JANEČEK, M., STRÁSKÝ, J., ČÍŽEK, J. *et al.* Mechanical Properties and Dislocation Structure Evolution in Ti6Al7Nb Alloy Processed by High Pressure Torsion. *Metallurgical and Materials Transactions A* **45**, 7–15 (2014). <https://doi.org/10.1007/s11661-013-1763-2>
- [70] ENCYKLOPEDIIE FYZIKY. Skenovací elektronový mikroskop [online] ©2006-2021 [cit 2021-08-05]. Dostupné z: <http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/1678-interakce-elektronu-se-vzorkem>
- [71] UNIVERZITA PALACKÉHO V OLOMOUCI. Elektronová mikroskopie transmisní a rastrovací [online] ©2021 [cit 2021-08-05]. Dostupné z: [http://jointlab.upol.cz/soubusta/OSYS/El\\_mikr/El\\_mikr.html](http://jointlab.upol.cz/soubusta/OSYS/El_mikr/El_mikr.html)
- [72] REIMER, Ludwig. *Scanning electron microscopy: physics of image formation and microanalysis*. Second completely revised and updated edition. Berlin: Springer, [1998]. Series in optical sciences (Springer). ISBN 978-3-642-08372-3.
- [73] SHIPLEY, Roch J. a Michael E. STEVENSON. Interpreting the Evidence: Elemental Analysis in the SEM. *Journal of Failure Analysis and Prevention* [online]. 2011, **11**(3), 274-281 [cit. 2021-8-5]. ISSN 1547-7029. Dostupné z: doi:10.1007/s11668-011-9451-2
- [74] MCCLELLAND, Gary M., Ragnar ERLANDSSON a Shirley CHIANG. Atomic Force Microscopy: General Principles and a New Implementation. THOMPSON, Donald O. a Dale E. CHIMENTI, ed. *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation* [online]. Boston, MA: Springer US, 1987, 1987, s. 1307-1314 [cit. 2021-8-6]. ISBN 978-1-4612-9054-4. Dostupné z: doi:10.1007/978-1-4613-1893-4\_148
- [75] WIKISKRIPTA. Mikroskopie skenovací sondou [online] ©2017 [cit 2021-08-06]. Dostupné z: [https://www.wikiskripta.eu/w/Mikroskopie\\_skenovac%C3%AD\\_sondou](https://www.wikiskripta.eu/w/Mikroskopie_skenovac%C3%AD_sondou)
- [76] WIKIPEDIA. Atomic Force Spectroscopy [online] ©2018 [cit 2021-08-06]. Dostupné z: [https://simple.wikipedia.org/wiki/Atomic\\_force\\_microscope](https://simple.wikipedia.org/wiki/Atomic_force_microscope)
- [77] BELLITTO, Victor, ed. *Atomic Force Microscopy - Imaging, Measuring and Manipulating Surfaces at the Atomic Scale* [online]. InTech, 2012 [cit. 2021-8-6]. ISBN 978-953-51-0414-8. Dostupné z: doi:10.5772/2673

- [78] JOHNSON, Daniel, Nidal HILAL a W. Richard BOWEN. Basic Principles of Atomic Force Microscopy. *Atomic Force Microscopy in Process Engineering* [online]. Elsevier, 2009, 2009, s. 1-30 [cit. 2021-8-6]. ISBN 9781856175173. Dostupné z: doi:10.1016/B978-1-85617-517-3.00001-8
- [79] MENZIES, Kara L. a Lyndon JONES. The Impact of Contact Angle on the Biocompatibility of Biomaterials. *Optometry and Vision Science* [online]. 2010, 87(6), 387-399 [cit. 2021-8-7]. ISSN 1040-5488. Dostupné z: doi:10.1097/OPX.0b013e3181da863e
- [80] KRÁSNÝ, Ivo. *Měření kontaktních úhlů smáčení a určování povrchové energie plastů*, Zlín, 2010. Diplomová práce, Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně, Fakulta technologická.
- [81] LEPIDLA.CZ. Lepení plastů [online] © 2013-2016 [cit 2021-06-12]. Dostupné z: <https://www.lepidla.cz/cs/a/lepeni-plastu.html>
- [82] ÚSTAV PRO HYDRODYNAMIKU AV. ČR. Reologie © 2019 [cit 2021-06-12]. Dostupné z: <https://www.ih.cas.cz/reologie-vytvorili-jsme-nanovlakennou-membranu-se-superhydrofobnim-povrchem/>
- [82] LEE, Lieng-Huang. Surface Chemistry of Solid and Liquid Interfaces , by H. Yildirim Erbil. *The Journal of Adhesion* [online]. 2007, 83(5), 507-508 [cit. 2021-6-11]. ISSN 0021-8464. Dostupné z: doi:10.1080/00218460701388948
- [83] BARTOVSKÁ, L., ŠIŠKOVÁ, M. Co je co v povrchové a koloidní chemii – výkladový slovník, VŠCHT Praha [online], 2005, [cit 2021-06-12] Dostupné z: [https://vydavatelstvi-old.vscht.cz/knihy/uid\\_es-001/hesla/mereni\\_uhlu\\_smaceni.html](https://vydavatelstvi-old.vscht.cz/knihy/uid_es-001/hesla/mereni_uhlu_smaceni.html)
- [85] ANDRADE, Joseph D., Lee M. SMITH a Donald E. GREGONIS. The Contact Angle and Interface Energetics. ANDRADE, Joseph D., ed. *Surface and Interfacial Aspects of Biomedical Polymers* [online]. Boston, MA: Springer US, 1985, 1985, s. 249-292 [cit. 2021-8-8]. ISBN 978-1-4684-8612-4. Dostupné z: doi:10.1007/978-1-4684-8610-0\_7
- [86] Písařík, Petr. *Kontaktní úhel*. Kladno, 2009, Seminární práce, ČVUT FBMI
- [87] WU, Junfeng, Shikun ZOU, Yongkang ZHANG, Shuili GONG, J. DETAND a D. RUXU. Surface Morphology and Bending Deformation of 2024-T3 Thin Sheets with

- Laser Peen Forming. *MATEC Web of Conferences* [online]. 2018, **167** [cit. 2021-8-4]. ISSN 2261-236X. Dostupné z: doi:10.1051/mateconf/201816703007
- [88] YE, Yunxia, Zeng NIE, Xu HUANG, Xudong REN a Lin LI. An Analytical Model for Estimating the Bending Curvatures of Metal Sheets in Laser Peen Forming. *Materials* [online]. 2021, **14**(2) [cit. 2021-8-4]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma14020462
- [89] LSP TECHNOLOGIES. Laser Peen Forming [online]. ©2021 [cit 2021-08-04]. Dostupné z: <https://www.lsptechnologies.com/resources/laser-peen-forming-creates-complex-curves-and-shapes/>
- [90] SHEN, Xiaojun, Pratik SHUKLA, Subhasisa NATH a Jonathan LAWRENCE. Improvement in mechanical properties of titanium alloy (Ti-6Al-7Nb) subject to multiple laser shock peening. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2017, **327**, 101-109 [cit. 2021-7-31]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2017.08.009
- [91] STRUERS: Products: Electrolytic equipment ©2021 [cit. 2021-07-29]. Dostupné z: <https://www.struers.com/en/Products/Electrolytic-Preparation/Electrolytic-equipment/LectroPol#contact>
- [92] ZHANG, X.C., Y.K. ZHANG, J.Z. LU, F.Z. XUAN, Z.D. WANG a S.T. TU. Improvement of fatigue life of Ti-6Al-4V alloy by laser shock peening. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2010, 527(15), 3411-3415 [cit. 2021-7-29]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2010.01.076
- [93] GOLDEN, Patrick J., Alisha HUTSON, Vasan SUNDARAM a James H. ARPS. Effect of surface treatments on fretting fatigue of Ti-6Al-4V. *International Journal of Fatigue* [online]. 2007, 29(7), 1302-1310 [cit. 2021-7-30]. ISSN 01421123. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijfatigue.2006.10.005
- [94] HU, Yongxiang a Zhenqiang YAO. Overlapping rate effect on laser shock processing of 1045 steel by small spots with Nd: YAG pulsed laser. *Surface and Coatings Technology* [online]. 2008, 202(8), 1517-1525 [cit. 2021-7-30]. ISSN 02578972. Dostupné z: doi:10.1016/j.surfcoat.2007.07.008
- [95] CORREA, C., A. GIL-SANTOS, J.A. PORRO, M. DÍAZ a J.L. OCAÑA. Eigenstrain simulation of residual stresses induced by laser shock processing in a Ti6Al4V hip

- replacement. *Materials & Design* [online]. 2015, 79, 106-114 [cit. 2021-7-30]. ISSN 02613069. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2015.04.048
- [96] TENAGLIA, Richard D. a David F. LAHRMAN. Shock tactics. *Nature Photonics* [online]. 2009, 3(5), 267-270 [cit. 2021-7-30]. ISSN 1749-4885. Dostupné z: doi:10.1038/nphoton.2009.61
- [97] LEE, Hyukjae a Shankar MALL. Stress relaxation behavior of shot-peened Ti–6Al–4V under fretting fatigue at elevated temperature. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2004, 366(2), 412-420 [cit. 2021-7-30]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2003.09.064
- [98] XIE, Lechun, Jiong ZHANG, Cenbo XIONG, Lihong WU, Chuanhai JIANG a Weijie LU. Investigation on experiments and numerical modelling of the residual stress distribution in deformed surface layer of Ti–6Al–4V after shot peening. *Materials & Design* [online]. 2012, 41, 314-318 [cit. 2021-7-30]. ISSN 02613069. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2012.05.024
- [99] KUBÁSEK, Jiří, Orsolya MOLNÁROVÁ, Jaroslav ČAPEK, et al. Laser shock peening of copper poly- and single crystals. *Materials Characterization* [online]. 2021, **174** [cit. 2021-8-8]. ISSN 10445803. Dostupné z: doi:10.1016/j.matchar.2021.111037
- [100] SHAIKH, Shazia, Sunita KEDIA, Deepti SINGH, Mahesh SUBRAMANIAN a Sucharita SINHA. Surface texturing of Ti6Al4V alloy using femtosecond laser for superior antibacterial performance. *Journal of Laser Applications* [online]. 2019, **31**(2) [cit. 2021-8-6]. ISSN 1042-346X. Dostupné z: doi:10.2351/1.5081106
- [101] CHAN, Chi-Wai, Louise CARSON, Graham C. SMITH, Alessio MORELLI a Seunghwan LEE. Enhancing the antibacterial performance of orthopaedic implant materials by fibre laser surface engineering. *Applied Surface Science* [online]. 2017, **404**, 67-81 [cit. 2021-8-6]. ISSN 01694332. Dostupné z: doi:10.1016/j.apsusc.2017.01.233

## Seznam symbolů

Symbol	Jednotka	Význam
$I_0$	GW/cm <sup>2</sup>	Hustota laserového výkonu
$E$	J	Energie laserového pulzu
$\tau$	s	Doba trvání laserového pulzu
$d$	cm	Průměr spotu
$HV$	-	Tvrдость
$F$	N	Síla - zkušební zatížení
$d_{1,2}$	mm	Aritmetický průměr délek úhlopříček $d_1$ a $d_2$
$E_Y$	GPa	Youngův modul pružnosti
$\theta_B$	°	Braggův úhel
$\lambda$	nm	Vlnová délka
$n$	-	Řád reflexe
$d$	m	Mezirovinná vzdálenost
$\varepsilon$	%	Relativní prodloužení
$\sigma$	N·m <sup>-2</sup>	Napětí v materiálu
$e^+$	-	Pozitron
$\nu_e$	-	Elektronové neutrino
$k_B$	J·K <sup>-1</sup>	Boltzmannova konstanta
$T$	K	Termodynamická teplota
$m_{ef}$	kg	Efektivní hmotnost pozitronu
$m$	kg	Klidová hmotnost pozitronu
$P(x)$	-	Hustota pravděpodobnosti
$x$	m	Hloubka průniku
$1/a^+$	m	Střední hloubka průniku
$L_+$	nm	Střední difúzní délka pozitronu
$\tau_+$	ps	Efektivní doba života
$\tau_l$	ps	Doba života volných pozitronů (nezachycených v defektech)



---

$\tau_2$	ps	Doba života pozitronů zachycených v dislokacích
$\tau_3$	ps	Doba života pozitronů zachycených v klastrech vakancí
$I_1$	%	Intenzita volných pozitronů
$I_2$	%	Intenzita pozitronů zachycených v dislokacích
$I_3$	%	Intenzita pozitronů zachycených v klastrech vakancí
$N$	-	Střední počet vakancí
$\rho_D$	m <sup>-2</sup>	Hustota dislokací
$c_{cl}$	ppm	Koncentrace klastrů
$D_+$	cm <sup>2</sup> s <sup>-1</sup>	Difúzní koeficient pozitronu
$t$	s	Časový interval
$\theta$	°	Kontaktní úhel
$\gamma$	J·m <sup>-2</sup>	Povrchová energie
$\gamma_{sv}$	J·m <sup>-2</sup>	Povrchová energie pevné látky
$\gamma_v$	J·m <sup>-2</sup>	Povrchová energie kapaliny
$\gamma_{sl}$	J·m <sup>-2</sup>	Mezifázová povrchová energie pevné látky a kapaliny

---

## Seznam zkratk

---

Zkratka	Význam
LSP	Laserový vytvrzování (Laser Shock Peening)
TEP	Totální endoprotéza kyčelního kloubu
UHMWPE	Ultravysokomolekulární polyethylen
Ti	Titan
Al	Hliník
V	Vanad
Nb	Niob
Co	Kobalt
Cr	Chrom
Ni	Nikl
Zr	Zirkonium
Ta	Tantal
Mo	Molybden
HA	Hydroxapatit
SP	Kuličkování (Spot Peening)
LIPSS	Laserem indukované periodické povrchové struktury (Laser Induced Periodic Surface Structures)
DLIP	Přímé laserové interferenční obrábění (Direct Laser Interference Patterning)
PAS	Pozitronová anihilační spektroskopie (Positron Annihilation Spectroscopy)
PLS	Měření doby života pozitronů (Positron Lifetime Spectroscopy)
SEM	Skenovací elektronový mikroskop (Scanning Electron Microscopy)
BSE	Zpětně odražené elektrony (Backscattered electrons)
SE	Sekundární elektrony (Secondary electrons)
AFM	Mikroskopie atomárních sil (Atomic Force Microscopy)
Opt-SEM	Efekt optických stínů (Optical Shadow Effect Mode)
ps-laser	Pikosekundový laser
fs-laser	Femtosekundový laser

---

## Seznam obrázků

<b>Obrázek 2.1:</b> Kyčelní kloub, kde je hlavice stehenní kosti pevně uložena v jamce kyčelního kloubu v pánevní kosti [6] .....	11
<b>Obrázek 2.2:</b> Součásti totální náhrady kyčelního kloubu [1].....	13
<b>Obrázek 4.1:</b> Princip technologie LSP [38] .....	19
<b>Obrázek 4.2:</b> Princip kuličkování (Shot Peening) během procesu (A) a po něm (B), kdy se na povrchu vytvoří důlek.....	20
<b>Obrázek 4.3:</b> Princip technologie LSP během laserového ozařování a po něm .....	20
<b>Obrázek 4.4:</b> a) čtyřsvazkový DLIP - uspořádání, b) ilustrace posunuté ohniskové a interferenční roviny pro dosažení větší interferenční roviny a vyšší produktivity [46] .....	23
<b>Obrázek 5.1:</b> Vickersova metoda [53] .....	24
<b>Obrázek 5.2:</b> Schéma zkoušky měření tvrdosti dle Vickerse – deformace vtisku [49] .....	25
<b>Obrázek 5.3:</b> Metody pro měření zbytkových napětí [54].....	27
<b>Obrázek 5.4:</b> Deformace vzdáleností mřížkových rovin a změny polohy interferenčního maxima, kde $I_0$ , $I$ jsou intenzity dopadajícího a difraktovaného svazku rentgenového záření; a) nezatížená mřížka, b) krystalická mřížka zatížená silou $F$ , [60, 61] .....	29
<b>Obrázek 5.5:</b> Princip měření metodou „ $\sin^2 \psi$ “ [61].....	30
<b>Obrázek 5.6:</b> Rozpadové schéma jádra $^{112}\text{Na}$ [65].....	32
<b>Obrázek 5.7:</b> Princip měření doby života pozitronů [65] .....	34
<b>Obrázek 5.8:</b> Spektrometr pro měření dob života pozitronů, 1 – vzorek s pozitronovým zářičem a topnou jednotkou, 2 – scintilační detektor pro detekce anihilací fotonů (druhý detektor je umístěn na opačné straně za Pb stíněním), 3 – vakuová pumpa, 4 – elektronika pro zpracování detektorových signálů [63] .....	35
<b>Obrázek 5.9:</b> Diagram interakce elektronového svazku a povrchu vzorku s vyznačením oblastí, z nichž pocházejí různé typy signálů [70].....	36
<b>Obrázek 5.10:</b> Princip detekce nosníku metody AFM [76] .....	37
<b>Obrázek 5.11:</b> Typy smáčivosti od žádné až po ideální smáčivost, kontaktní úhel $\theta$ [81].....	38
<b>Obrázek 5.12:</b> Typy povrchu dle velikosti kontaktního úhlu pro kapku vody, kontaktní úhel $\theta$ [82] .....	39
<b>Obrázek 5.13:</b> Mezifázová rozhraní [86] .....	39
<b>Obrázek 5.14:</b> Schéma uspořádání při měření úhlu smáčení [84] .....	40
<b>Obrázek 6.1:</b> Strategie překryvů LSP v jedné vrstvě.....	41

<b>Obrázek 6.2:</b> Materiál Ti6Al4V: a) neovlivněný, b) ovlivněný jednou vrstvou LSP, c) ovlivněný dvěma vrstvami LSP.....	42
<b>Obrázek 6.3:</b> Obdélníkové vzorky prohnuté vlivem LSP metody.....	43
<b>Obrázek 6.4:</b> Snímek ze SEM zachycující mikrostrukturu z profilu vzorku: a) bez ovlivnění, b) po ovlivnění LSP.....	43
<b>Obrázek 6.5:</b> Snímky z optického mikroskopu se zvětšením 500x zobrazující strukturu povrchu s LIPSS; A) 3D mód, B) Opt-SEM mód.....	45
<b>Obrázek 6.6:</b> Snímky z optického mikroskopu se zvětšením 500x zobrazující strukturu povrchu s LIPSS, vzdálenost drážek 500 $\mu\text{m}$ ; A) 3D mód, B) Opt-SEM mód.....	46
<b>Obrázek 6.7:</b> Tvrdoměr Struers – DURAMIN - 40 AC3.....	47
<b>Obrázek 6.8:</b> Tvrdost materiálu v závislosti na hloubce (kruhové vzorky).....	48
<b>Obrázek 6.9:</b> Tvrdost materiálu v závislosti na hloubce (obdélníkové vzorky).....	49
<b>Obrázek 6.10:</b> Přístroj na měření rentgenové difrakční analýzy AutoMATE II Micro-area X-ray residual stress measurement system od firmy RIGAKU.....	50
<b>Obrázek 6.11:</b> Elektrolytický leštící stroj LectroPol-5 od firmy STRUERS [91].....	51
<b>Obrázek 6.12:</b> Závislost zbytkového tlakového napětí na profilu hloubky Ti6Al4V ovlivněného 1 a 2 vrstvami LSP.....	51
<b>Obrázek 6.13:</b> Profily hloubkových zbytkových napětí vzorků ovlivněné jedním či dvěma zásahy [92].....	53
<b>Obrázek 6.14:</b> Porovnání měření zbytkového tlakového napětí v závislosti na hloubce po ovlivnění LSP a SP [95], reference v legendě grafu [96, 97, 98].....	53
<b>Obrázek 6.15:</b> Střední doby života pozitronů měřené na výchozím vzorku (neovlivněný), LSP s jednou vrstvou na jedné straně a na obou stranách, LSP se dvěma vrstvami na jedné a obou stranách (spojující čáry slouží pouze pro lepší orientaci v naměřených datech).....	55
<b>Obrázek 6.16:</b> SEM Tescan Mira 4 v HiLASE centru (FZÚ AV ČR).....	58
<b>Obrázek 6.17:</b> Snímek SEM zobrazující strukturu LIPSS, Typ 1: a) velikost snímané oblasti 5 $\times$ 5 $\mu\text{m}^2$ , b) velikost snímané oblasti 10 $\times$ 10 $\mu\text{m}^2$ , c) velikost snímané oblasti 20 $\times$ 20 $\mu\text{m}^2$ , d) velikost snímané oblasti 50 $\times$ 50 $\mu\text{m}^2$ .....	59
<b>Obrázek 6.18:</b> Snímek SEM zobrazující strukturu LIPSS, Typ 2: a) velikost snímané oblasti 5 $\times$ 5 $\mu\text{m}^2$ , b) velikost snímané oblasti 10 $\times$ 10 $\mu\text{m}^2$ , c) velikost snímané oblasti 20 $\times$ 20 $\mu\text{m}^2$ , d) velikost snímané oblasti 40 $\times$ 40 $\mu\text{m}^2$ .....	60
<b>Obrázek 6.19:</b> Snímek SEM, při 20 keV, vzorek Typ 2: velikost snímané oblasti 500 $\times$ 500 $\mu\text{m}^2$ ,.....	61

<b>Obrázek 6.20:</b> Snímek AFM - topologie povrchu vzorku 2 – typ 1. A) velikost snímané oblasti $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ , B) velikost snímané oblasti $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ .....	62
<b>Obrázek 6.21:</b> Snímek AFM - topologie povrchu vzorku 3 – typ 2. A) velikost snímané oblasti $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ , B) velikost snímané oblasti $15 \times 15 \mu\text{m}^2$ , C) velikost snímané oblasti $25 \times 25 \mu\text{m}^2$ .....	63
<b>Obrázek 6.22:</b> Přístroj - Drop Shape Analyzer - DSA 100 (firma Krüss), ČVUT Kladno.....	65

## Seznam tabulek

<b>Tabulka 3.1:</b> Chemické složení slitiny Ti6Al4V (v hmotnostních procentech) [3].....	16
<b>Tabulka 6.1:</b> Parametry laseru na LIPSS .....	44
<b>Tabulka 6.2:</b> Naměřené hodnoty z měření doby života pozitronů; $\tau_1$ - doba života od volných pozitronů (nezachycených v defektech), $\tau_2$ - doba života od pozitronů zachycených v dislokacích, $\tau_3$ - doba života od pozitronů zachycených v klastrech vakancí, $I_1$ - intenzita volných pozitronů, $I_2$ - intenzita pozitronů zachycených v dislokacích, $I_3$ - intenzita pozitronů zachycených v klastrech vakancí,.....	57
<b>Tabulka 6.3:</b> Naměřené hodnoty kontaktního úhlu přístrojem DSA 100 .....	64