

# Numerička analiza utjecaja metalografske pripreme na tvrdoću titanske legure

---

Šimić, Klara

Undergraduate thesis / Završni rad

2020

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Metallurgy / Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:115:171259>

Rights / Prava: [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-09-26**



Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Metallurgy University of Zagreb - Repository of Faculty of Metallurgy University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET

Klara Šimić

ZAVRŠNI RAD

Sisak, rujan 2020.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
METALURŠKI FAKULTET

Klara Šimić

NUMERIČKA ANALIZA UTJECAJA METALOGRAFSKE PRIPREME NA  
TVRDOĆU TITANSKE LEGURE

ZAVRŠNI RAD

Voditelj:

izv.prof.dr.sc. Ljerka Slokar Benić

Suvoditelj:

doc.dr.sc. Ivan Ivec

Članovi Povjerenstva za ocjenu i obranu diplomskog rada:

1. Prof.dr.sc. Stjepan Kožuh, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet – predsjednik
2. Izv.prof.dr.sc. Ljerka Slokar Benić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet – članica
3. Doc.dr.sc. Ivan Ivec, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet – član
4. Doc.dr.sc. Ivana Ivanić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet – članica
5. Doc.dr.sc. Ivan Jandrić, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet - član
6. Doc.dr.sc. Martina Lovrenić-Jugović, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet – zamjenska članica

Sisak, rujan 2020.

*Veliku zahvalnost na strpljenju, utrošenom vremenu i trudu te ustupljenoj literaturi, pomoći i savjetima dugujem svojoj voditeljici Završnog rada izv.prof.dr.sc. Ljerki Slokar Benić i suvoditelju doc.dr.sc. Ivanu Ivecu.*

*Također se zahvaljujem doc.dr.sc. Ivanu Jandrliću na velikodušnoj pomoći i strpljenju prilikom izradbe rada.*

*Posebna zahvala roditeljima i prijateljima na pruženoj potpori tijekom dosadašnjeg studiranja.*

# NUMERIČKA ANALIZA UTJECAJA METALOGRAFSKE PRIPREME NA TVRDOĆU TITANSKE LEGURE

## Sažetak

Legure titana zbog svojih dobrih svojstava imaju sve veću primjenu u biomedicini. Međutim, u svrhu poboljšanja određenih svojstava dizajniraju se legure na bazi titana s novim kemijskim sastavima. Kako bi se one mogle karakterizirati na zadovoljavajući način, prethodno moraju biti adekvatno pripremljene. Ispravna metalografska priprema ispitnih uzoraka je pretpostavka za kvalitetno promatranje, identificiranje te evaluaciju mikrostrukturnih značajki. Stoga se parametri brušenja i poliranja moraju odabrati tako da pripremljena površina uzorka bude reprezentativna. S obzirom na to da su za već poznate standardizirane legure ti parametri dobro poznati, kod razvoja novih, ali sličnih materijala, potrebno je utvrditi odgovaraju li ti uvjeti i za pripremu novih sastava. Ukoliko to nije slučaj, potrebno je naći optimalne parametre metalografske pripreme tih sastava. U ovom radu je 12 uzoraka eksperimentalne legure uloženo u epoksidnu masu radi lakšeg rukovanja. U svrhu utvrđivanja utjecaja metalografske pripreme varirana su dva najutjecajnije parametra: vrijeme i sila brušenja, dok je brzina rotacije brusne ploče bila konstantna. Nakon brušenja najvećom gradacijom brusnog papira, uzorci su promatrani pod svjetlosnim mikroskopom kako bi se utvrdilo stanje površine. Zatim im je određena tvrdoća, kao mehaničko svojstvo koje se najčešće ispituje pri karakterizaciji materijala, metodom po Vickersu različitim opterećenjima indentora. Nakon toga, uzorci su polirani u istim uvjetima, te im je ponovno određena tvrdoća. Dobivene vrijednosti tvrdoće numerički su analizirane te su utvrđene odgovarajuće funkcionalne ovisnosti izmjerene tvrdoće o parametrima brušenja (vrijeme i sila) te o sili utiskivanja indentora.

**Ključne riječi:** numerička analiza, legura titana, metalografska priprema, tvrdoća

## NUMERICAL ANALYSIS OF METALLOGRAPHIC PREPARATION EFFECT ON THE HARDNESS OF TITANIUM ALLOY

### Abstract

Titanium alloys due to their good properties are increasingly used in biomedicine. However, in order to improve certain properties, titanium-based alloys with new chemical compositions are designed. In order to be characterized in a satisfactory manner, they must first be adequately prepared. Proper metallographic preparation of test specimens is a prerequisite for quality observation, identification and evaluation of microstructural features. Therefore, the grinding and polishing parameters must be selected so that the prepared sample surface is representative. Given that these parameters are well known for already known, standardized alloys, in the development of new but similar materials it is necessary to determine whether these conditions are suitable for the preparation of new compositions. If this is not the case, it is necessary to find the optimal parameters of metallographic preparation of these compositions. In this paper, 12 samples of experimental alloy were embedded in the epoxy mass for easier handling. In order to determine the influence of metallographic preparation, the two most influential parameters were varied: grinding time and force, while the speed of

rotation of the grinding wheel was constant. After grinding with the highest gradation of grind paper, the samples were observed under a light microscope to determine the condition of the surface. Then their hardness was determined, as a mechanical property that is most often tested in the characterization of materials, by the Vickers method with different indenter loads. After that, the samples were polished under the same conditions, and their hardness was determined again. The obtained hardness values were numerically analyzed and the corresponding functional dependences of the measured hardness on the grinding parameters (time and force) and on the indenter indentation force were determined.

**Key words:** numerical analysis, titanium alloy, metallographic preparation, hardness

## **Popis slika:**

- Slika 1. Svjetska proizvodnja titanove spužve do danas (u tisućama tona/godini)
- Slika 2. Shema Krollovog procesa
- Slika 3. Lijevana baza parcijalne proteze (lijevo) i metalna konstrukcija dentalnog mosta od titanske legure (desno)
- Slika 4. Biomedicinske primjene titana i legura titana
- Slika 5. Uređaj JET HVBS-56M
- Slika 6. Ulaganje uzoraka u masu
- Slika 7. Uređaj za brušenje i poliranje uzoraka Buehler „Phoenix Beta“
- Slika 8. Svjetlosni mikroskop Olympus GX 51
- Slika 9. Tvrdomjer Mitutoyo Hardness Testing Machine HV, Model No. 810-165D
- Slika 10. Stanje površine uzoraka nakon brušenja primjenom različitih opterećenja u različitim vremenima
- Slika 11. Ovisnost tvrdoće mjerene nakon poliranja o sili utiskivanja
- Slika 12. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja 3 minute
- Slika 13. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja 6 minuta
- Slika 14. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja 9 minuta
- Slika 15. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja silom od 5 N
- Slika 16. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja silom od 10 N
- Slika 17. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja silom od 15 N
- Slika 18. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja silom od 20 N
- Slika 19. Trend smanjenja tvrdoće sa smanjenjem sile brušenja – prije poliranja
- Slika 20. Trend smanjenja tvrdoće sa smanjenjem sile brušenja – nakon poliranja

## **Popis tablica:**

- Tablica 1. Proizvodni kapacitet titanove spužve u tonama
- Tablica 2. Parametri brušenja titanske legure
- Tablica 3. Rezultati mjerenja tvrdoće nakon brušenja
- Tablica 4. Rezultati mjerenja tvrdoće nakon brušenja i poliranja
- Tablica 5. Usporedba izračunatih srednjih vrijednosti tvrdoće i standardnih devijacija
- Tablica 6. Relativna pogreška mjerenja

## SADRŽAJ

|   |    |
|---|----|
| 1. UVOD   | 1  |
| 1.1. Cilj rada  | 1  |
| 2. TEORIJSKI DIO  | 2  |
| 2.1. Povijest titana i njegovih legura  | 2  |
| 2.2. Proizvodnja titana i njegovih legura                                     | 3  |
| 2.3. Fizikalna metalurgija titana i njegovih legura za biomedicinsku primjenu | 4  |
| 2.4. Titan i njegove legure kao biomedicinski implantati                      | 5  |
| 3. EKSPERIMENTALNI DIO  | 7  |
| 3.1. Priprema uzoraka   | 7  |
| 3.2. Svjetlosna mikroskopija  | 9  |
| 3.3. Mjerenje tvrdoće   | 9  |
| 3.4. Statistička analiza rezultata mjerenja tvrdoće                           | 10 |
| 4. REZULTATI I RASPRAVA   | 11 |
| 4.1. Rezultati svjetlosne mikroskopije  | 11 |
| 4.2. Rezultati mjerenja tvrdoće   | 12 |
| 4.3. Statistička analiza rezultata mjerenja tvrdoće                           | 15 |
| 5. ZAKLJUČAK  | 22 |
| 6. LITERATURA   | 23 |
| ŽIVOTOPIS   | 24 |



## 1. UVOD

Mišićno-koštani poremećaji su najrasprostranjeniji zdravstveni problemi. Procjenjuje se da oko 90% svjetskog stanovništva starijeg od 40 godina pati od degenerativnih bolesti poput artritisa, a njihov broj u ukupnom stanovništvu u posljednje se vrijeme znatno povećava. Biomaterijali su rješenja za ovakve probleme, jer njihova kirurška implantacija pomaže u obnovi funkcije inače funkcionalno ugroženih struktura [1].

Biomaterijali su umjetni ili prirodni materijali, koji se koriste za izradu implantata u svrhu nadomjestka ili zamjene oštećene ili bolesne strukture s ciljem vraćanja njenog prvobitnog oblika i funkcije. Tako biomaterijali pomažu u poboljšanju kvalitete života, a s obzirom na to da je područje biomaterijala pokazalo brzi rast u skladu sa zahtjevima, njihovim implantiranjem produžuje se životni vijek starije populacije. Biomaterijali se koriste u različitim dijelovima ljudskog tijela te se implantiraju kao stentovi u krvnim žilama, dentalni implantati, ortopedski implantati u zglobovima, koljenima, kukovima, laktovima, ušima.

Otkako je prvi put prepoznato 1969. godine na Sveučilištu Clemson u Južnoj Karolini područje biomaterijala nastavlja dobivati sve veću pažnju. Biomaterijali koji se koriste kao implantati dijele se u 4 skupine: metalni, kompozitni, polimerni i keramički biomaterijali. Zahvaljujući većoj čvrstoći i tvrdoći te boljoj biokompatibilnosti, metalni biomaterijali se znatno više koriste u biomedicinskim primjenama. U Sjedinjenim Američkim Državama 1954. godine je otkrivena legura Ti-6Al-4V koja je, zahvaljujući optimalnim biomehaničkim svojstvima, postala standardni metalni biomaterijal u dentalnoj implantologiji. U literaturi se titan i njegove legure često opisuju kao „stomatološki metali budućnosti“. Tome u prilog govori veliki broj novih titanskih legura koje se svakodnevno otkrivaju. Naime, titan i njegove legure kao biomedicinski materijal mogu poboljšati kvalitetu ljudskog života i dugovječnost te stoga u posljednjih nekoliko desetljeća imaju sve širu primjenu u dentalnoj medicini i ortopediji [1-4].

### 1.1. Cilj rada

Razvojem novih materijala razvijaju se odnosno modificiraju postupci njihove metalografske pripreme kako bi se različitim metodama određivanja njihovih karakteristika dobili što točniji i pouzdaniji rezultati. Pri tome se u zadnje vrijeme sve više naglasak stavlja na ekonomičnost postupka, odnosno na uštedu resursa. Stoga će se u ovom radu proučavati utjecaj metalografske pripreme legure, odnosno brušenja i poliranja, na tvrdoću eksperimentalne titanske legure  $Ti_{80}Cr_{15}Co_5$  koja je dizajnirana za primjenu u biomedicini [3], a kako bi se mogli odrediti optimalni uvjeti njene metalografske pripreme. To će se procijeniti pomoću numeričke analize rezultata mjerenja tvrdoće. U tu svrhu rezanjem legure na 12 jednakih dijelova dobit će se uzorci koji će se uloženi u epoksidnu masu brusiti te polirati. Nakon brušenja uz primjenu različitih parametara, snimit će se stanje površine te izmjeriti tvrdoća svih uzoraka metodom po Vickersu. Tvrdoća će se izmjeriti na svim uzorcima i nakon poliranja. Iz dobivenih rezultata zaključit će se o utjecaju metalografske pripreme na vrijednosti tvrdoće eksperimentalne titanske legure.

## 2. TEORIJSKI DIO

Titan je 1791. godine otkrio William Gregor, britanski velečasni, mineralog i kemičar. On je istraživao magnetski pijesak iz lokalne rijeke Helford u dolini Menachan u Cornwallu (Engleska) i izolirao "crni pijesak" danas poznat kao "ilmenit". Nakon što je magnetom uklonio željezo te klorovodičnom kiselinom obradio pijesak, stvorio je nečisti oksid novog elementa kojeg je nazvao „mehanit“. Četiri godine kasnije, berlinski kemičar Martin Heinrich Klaproth je iz mađarskog minerala izolirao titanov oksid, danas poznat kao "rutil". Grčka mitologija dala mu je novo ime prema djeci Uranosa i Gaje, titanima. Titane je otac mrzio, pa ih je zatočio u zemljinoj kori, slično rudi koju je teško izdvojiti – tako je ovaj element dobio ime Titan [5].

### 2.1. Povijest titana i njegovih legura

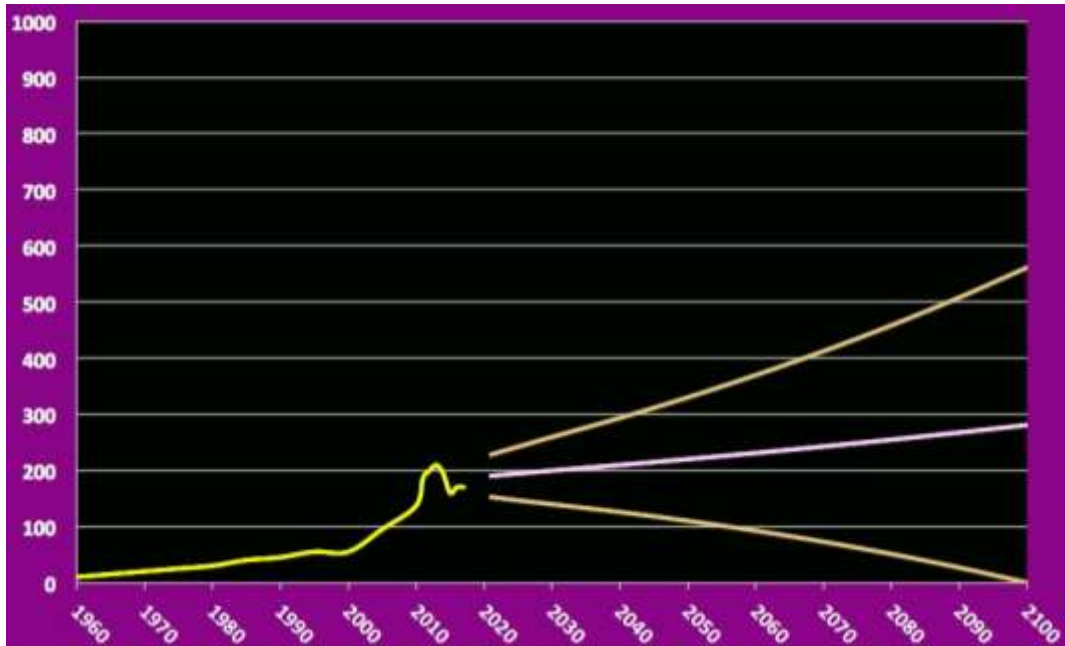
Titan se nalazi u Zemljinoj kori u udjelu od oko 0.6% te je tako četvrti najzastupljeniji komercijalni metal, nakon aluminija, željeza i magnezija. Najvažnije rude titana su: ilmenit ( $\text{FeTiO}_3$ ) i rutil ( $\text{TiO}_2$ ). Titan je otkriven mnogo kasnije od poznatih metala poput željeza i bakra. Njegova masovnija proizvodnja počela je pedesetih godina prošloga stoljeća kada je otkrivena legura Ti-6Al-4V. Ta je legura, poznata po dobrim mehaničkim svojstvima ubrzo postala najvažnija legura titana koja i danas ima široku primjenu u tehnici i biomedicini [4].

Nakon drugog svjetskog rata, postupno se pojavljuje svjetski interes za proizvodnju titana i njegovih legura. Vlada Sjedinjenih Američkih Država tada počinje sponzorirati postrojenja za proizvodnju titana, kao što su *TIMET* i *RMI*. U Ujedinjenom Kraljevstvu titan se počinje proizvoditi 1951. godine u *Metals Division of Imperial Chemical Industries* koji tada postaje vodeći europski proizvođač titana. Japan je s proizvodnjom titana počeo 1952. godine u dvije kompanije, *Osaka Titanium* i *Toho Titanium*. Sovjetski Savez počinje proizvodnju u 1954. godini, a 1979. postaje najvećim svjetskim proizvođačem titana što je prikazano u tablici 1 [6].

Tablica 1. Proizvodni kapacitet titanove spužve u tonama [6]

|       | USA   | Japan | UK   | USSR  | Kina | Ukupno |
|-------|-------|-------|------|-------|------|--------|
| 1979. | 20800 | 16200 | 2200 | 39000 | 1800 | 80000  |
| 1980. | 25400 | 23200 | 1800 | 42600 | 1800 | 94800  |
| 1982. | 27600 | 27300 | 1400 | 44400 | 2300 | 103000 |
| 1984. | 30400 | 34000 | 5000 | 47200 | 2700 | 119300 |
| 1987. | 25400 | 23100 | 5000 | 49900 | 2700 | 106100 |
| 1990. | 30400 | 28800 | 5000 | 52200 | 2700 | 119100 |

Svjetska industrija titana razvijala se u dvije faze. Prva je počela 50-tih godina prošlog stoljeća, a trajala je 30-tak godina. U njoj je dominirao tehnički napredak. Druga faza traje još i danas, a u njoj je naglasak na ekonomičnost komercijalne proizvodnje. Na slici 1 prikazana je svjetska proizvodnja titanove spužve (u tisuću tona po godini) do danas, te mogući trendovi u budućnosti.

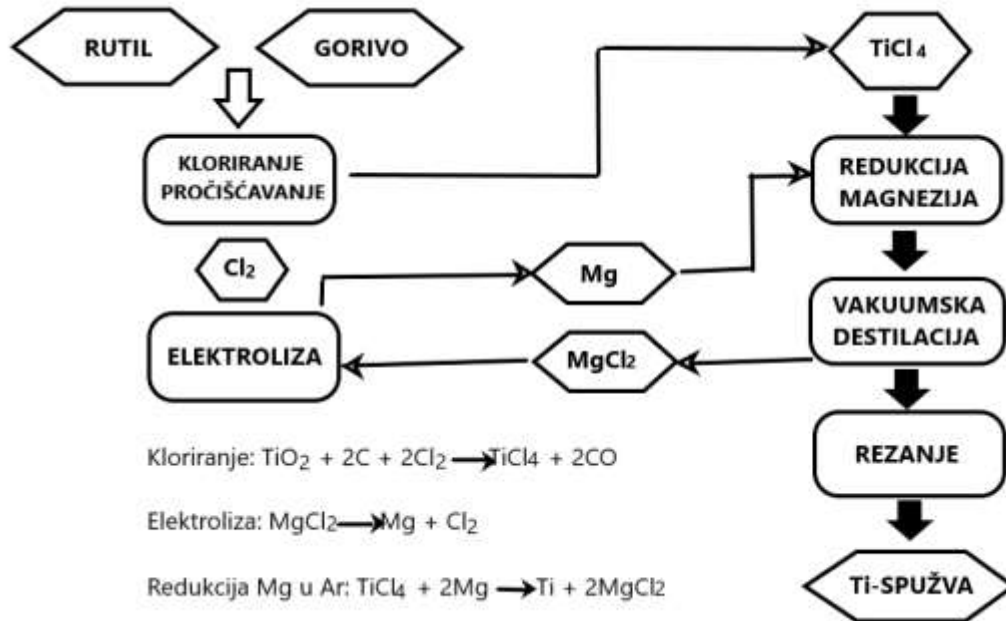


Slika 1. Svjetska proizvodnja titanove spužve do danas (u tisućama tona/godini) [7]

Prve legure titana počele su se proizvoditi 1940-tih godina, a kao legirni elementi koristili su aluminij, kositar odnosno molibden. Legura Ti-6Al-4V otkrivena je 1954. godine u SAD-u te je zahvaljujući dobroj kombinaciji svojstava, ubrzo postala najvažnija legura titana. Osim za primjenu u biomedicini, razvijale su se legure za primjenu u zrakoplovnoj industriji (npr. Ti-4Al-4Mo-2Sn-0,5Si), tehnici, ali i građevini [6].

## 2.2. Proizvodnja titana i njegovih legura

Čisti titan se proizvodi primjenom nekoliko metoda, a najčešći je Krollov postupak (slika 2) u kojemu se titan ekstrahira iz rude rutila -  $\text{TiO}_2$ . Materijal se stavlja u reaktor s fluidiziranim slojem, zajedno s plinovima klorom i ugljikom, te se zagrijava do  $900\text{ }^\circ\text{C}$ . Naknadna kemijska reakcija rezultira stvaranjem nečistog tetraklorida titana i ugljičnog monoksida. Nastali tetraklorid titana dovodi se u spremnike za destilaciju, u kojima se zagrijava s ciljem uklanjanja nečistoća. Postupcima poput frakcijske destilacije i taloženja uklanjaju se metalni kloridi, uključujući kloride željeza, silicija, cirkonija, vanadija i magnezija. Nakon toga se pročišćeni tekući tetraklorid titana prenosi u reaktorsku posudu u koju se dodaje magnezij, a spremnik se zagrijava na malo iznad  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ . U ovoj se fazi argon upuhuje u spremnik radi uklanjanja zraka i sprječavanja onečišćenja titana kisikom ili dušikom. Tijekom ovog postupka, magnezij reagira s klorom, čime nastaje tekući magnezijev klorid, ostavljajući čisti titan u čvrstom stanju [8].



Slika 2. Shema Krollvog procesa [8]

U razvoju legura titana koriste se mnogi postupci, kao što su: lijevanje, kovanje i sinteriranje odnosno metalurgija praha. Konvencionalni procesi proizvodnje legura titana uključuju: toplinsku (žarenje i starenje) i termo-mehaničku obradu. Žarenjem se smanjuju zaostala naprezanja i poboljšava obradivost, dok se starenjem djeluje na čvrstoću legura titana. Termo-mehaničkom obradom postižu se tražena mehanička svojstva kontroliranjem mikrostrukture i volumnog udjela faza.

Danas postoji velika potražnja za titanom i njegovim legurama u raznim područjima, kao što su: biomedicinska, zrakoplovna i automobilska industrija. Najveći je fokus, ipak, na legurama titana koje se koriste u medicini kao implantati. Međutim, pri njihovoj proizvodnji konvencionalnim postupcima javljaju se određeni problemi (dugotrajna i teška obradivost, koja dovodi i do velike količine otpada, teško postizanje kompleksnih oblika itd.). Stoga su razvijene nove metode proizvodnje poznate pod nazivom „aditivne tehnologije“. One omogućuju jednostavnu proizvodnju složenih oblika, poput zglobova, koje je gotovo nemoguće proizvesti tradicionalnim postupcima. Neke od novih metoda odnosno najnovijih tehnika proizvodnje legura titana za biomedicinsku primjenu su: selektivno taljenje laserom, taljenje snopom elektrona, selektivno lasersko sinteriranje [4].

### 2.3. Fizikalna metalurgija titana i njegovih legura za biomedicinsku primjenu

Titanske legure zbog svoje netoksične prirode i niskih alergičnih svojstava imaju visoku biokompatibilnost. Elementi kao što su: Nb, Mo, Sn, Ta i Zr su odabrani kao najsigurniji metali kojima se titan legira kako bi se prilagodila svojstva biomaterijala i održala njegova prikladnost za implantaciju. Postoji 26 grupa legura titana koje se koriste u medicini, a to su: komercijalno čisti Ti, Ti – Al – B, Ti – Al – Nb, Ti – Al – Nb – Ta, Ti – Al – V, Ti – Fe – Ta, Ti – Mo, Ti – Mo – Al, Ti – Mo – Ga, Ti – Mo – Ge, Ti – Mo – Nb, Ti – Mo – Nb – Si, Ti – Mo – Zr – Al, Ti – Mo – Zr – Fe, Ti – Mo – Zr – Sn, Ti – Nb – Hf, Ti – Nb – Sn, Ti – Nb – Ta – Mo, Ti – Nb – Ta – Sn, Ti – Nb – Ta – Zr, Ti – Nb – Zr, Ti – Sn – Nb

– Ta, Ti – Ta, Ti – Ta – Zr, Ti – Zr, Ni – Ti. Da bi se mogli upotrijebiti kao implantati u ljudskom tijelu, biomaterijali trebaju zadovoljiti različite zahtjeve. Osnovna svojstva koja implantat treba imati su visoka biomehanička svojstva (tvrdoća, čvrstoća, žilavost, otpornost na habanje, otpornost na zamor), otpornost na koroziju te biomedicinska svojstva poput toksičnosti i oseointegracije. Biomehanička svojstva trebaju odgovarati onima autogenih ljudskih tkiva odnosno moraju biti što sličnija dijelu koji se zamjenjuje ili popravlja. Ta povoljna svojstva potječu od odgovarajuće mikrostrukture. Naime, titan ima dvije alotropske modifikacije: alfa ( $\alpha$ ) i beta ( $\beta$ ). Alfa faza titana ima heksagonsku gusto pakiranu kristalnu strukturu i stabilna je na nižim temperaturama. Na 883 °C se transformira u beta fazu s kubičnom volumno-centriranom kristalnom strukturom. Stoga se legure titana, prema mikrostrukтури, dijele u tri glavne skupine: alfa, beta i alfa+beta. Za postizanje mikrostrukture s alfa fazom titanu se dodaju legirni elementi kao što su: aluminij, kisik, dušik. Nastanak mikrostrukture beta faze, koja ima povoljnija svojstva za primjenu u biomedicini, pospješuje dodatak niobija, molibdena, kroma, kobalta itd. [5,8,9].

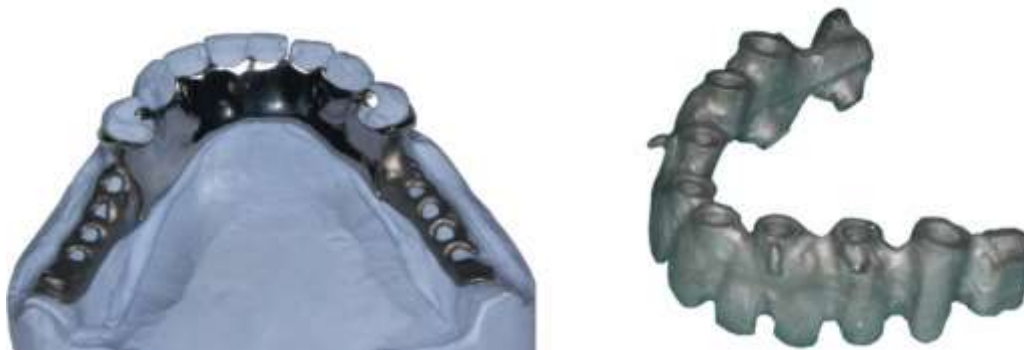
#### 2.4. Titan i njegove legure kao biomedicinski implantati

Odabir materijala za proizvodnju implantata je vrlo složen, a izbor ovisi o brojnim čimbenicima, uključujući zahtjeve mehaničkog opterećenja, kemijska i strukturna svojstva samog materijala te biološku kompatibilnost. Prednosti metala u odnosu na druge materijale, kao što su keramika i polimeri, su u tome što su čvrsti, žilavi i duktilni.

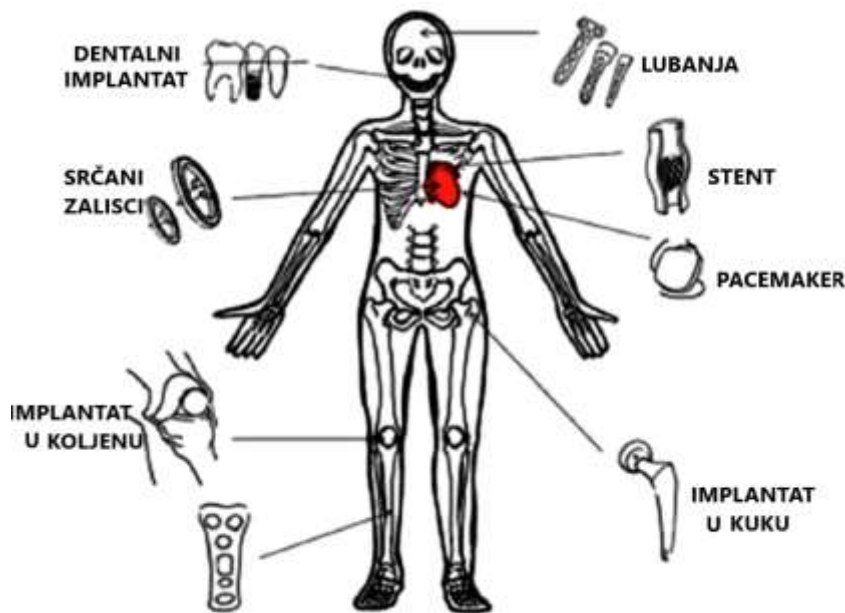
Metalni biomaterijali su najčešće korišteni biomaterijali. U prednosti su pred kompozitnim, polimernim i keramičkim biomaterijalima, jer metali imaju veliku čvrstoću, otpornost na lom i teško korodiraju. Glavni metalni biomaterijali koji se danas koriste mogu se svrstati u tri skupine: legure na bazi željeza (nehrđajući čelici), legure na bazi kobalta i legure na bazi titana [10].

Zbog izvrsne biokompatibilnosti, male gustoće, visoke čvrstoće i modula elastičnosti usporedivog s onim za ljudsku kost, titan i njegove legure su danas najviše korišteni biomaterijali za izradu implantata [6].

Titanske legure su bioinertni materijali. One zahtijevaju dodatnu površinsku obradu kojom se povećava biološka, mehanička i morfološka kompatibilnost za prihvaćanje mekih i tvrdih tkiva s ciljem postizanja optimalne oseointegracije. Titan je osnovni materijal za izradu svih terapijskih sredstava poput krunica, mostova, proteza (slika 3). Naime, titan i njegove legure imaju veliku primjenu u dentalnoj implantologiji, ortopediji i kirurgiji. (slika 4) [6,11,12].



Slika 3. Lijevana baza parcijalne proteze (lijevo) i metalna konstrukcija dentalnog mosta od titanske legure (desno) [11]



Slika 4. Biomedicinske primjene titana i legura titana [12]

Da bi se neki materijal mogao koristiti kao implantat, mora posjedovati određena svojstva. Naime, da bi moglo doći do prijenosa opterećenja s kosti na implantirani materijal, on mora biti čvrst i mora imati zadovoljavajuća mehanička svojstva. Kako je već spomenuto, glavna mehanička svojstva biomaterijala su: tvrdoća, vlačna, tlačna i smicajna čvrstoća, žilavost, modul elastičnosti itd. Njihove vrijednosti moraju biti usporedive s vrijednostima za kost kako bi se minimizirala mogućnost loma odnosno neuspješnog implantiranja. Tvrdoća materijala koji se implantira mora biti visoka kako bi se smanjilo trošenje implantata, jer što je veća tvrdoća dolazi do slabijeg trošenja implantiranog materijala [4,9].

### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

#### 3.1. Priprema uzoraka

U svrhu određivanja utjecaja metalografske pripreme na tvrdoću legure sastava  $Ti_{80}Cr_{15}Co_5$ , pomoću numeričke analize odabrana je kombinacija parametara prikazana u tablici 2. Brzina rotacije brusne ploče bila je konstantna i iznosila je 250 okretaja/minuti.

Tablica 2. Parametri brušenja titanske legure

| Sila / vrijeme | 3 min    | 6 min    | 9 min     |
|----------------|----------|----------|-----------|
| 5 N            | Uz.br. 1 | Uz.br. 5 | Uz.br. 9  |
| 10 N           | Uz.br. 2 | Uz.br. 6 | Uz.br. 10 |
| 15 N           | Uz.br. 3 | Uz.br. 7 | Uz.br. 11 |
| 20 N           | Uz.br. 4 | Uz.br. 8 | Uz.br. 12 |

Kako bi se dobio odgovarajući broj uzoraka za metalografsku pripremu uz različite parametre prema tablici 2, bilo je potrebno dobiti dvanaest približno jednakih dijelova titanske legure. Stoga je rezanje provedeno na uređaju JET HVBS-56M (slika 5.).



Slika 5. Uređaj JET HVBS-56M

Nakon rezanja, provedeno je ulaganje uzoraka u polimernu masu. Uzorci su uloženi u kalup svaki zasebno te preliveni viskoznom dvokomponentnom polimernom smolom CEM1000 (slika 6), mješavinom polimera u praškastom obliku i tekućeg katalizatora.



Slika 6. Ulaganje uzoraka u masu

Brušenje i poliranje uzoraka provedeno je na uređaju prikazanom na slici 7. Uzorci titanske legure brušeni su silom pritiska od 5 N, 10 N, 15 N ili 20 N tijekom 3, 6 ili 9 minuta, odnosno na svaki uzorak je primijenjena jedna od 12 mogućih kombinacija. Brušenje je provedeno na brusnim papirima različite zrnatosti, od najgrublje (120) prema najfinijoj (1200). Broj okretaja uređaja za brušenje podešen je na 200 u minuti. Prilikom brušenja uzorci su se konstantno hladili vodom kako bi se spriječila eventualna promjena mikrostrukture uslijed djelovanja topline nastale trenjem između brusnog papira i površine metalnog uzorka te kako bi se odstranile/isprale nečistoće i produkti brušenja.



Slika 7. Uređaj za brušenje i poliranje uzoraka Buehler „Phoenix Beta“



### 3.2. Svjetlosna mikroskopija

Promatranje površine uzoraka pomoću svjetlosnog mikroskopa naziva se metalografska analiza. Svjetlosni mikroskop koristi samo jednu leću za uvećavanje. Pomoću njega dobivamo informacije o izgledu površine, mikrostrukтури i pojavama u uzorku, poput uključaka, poroznosti, pukotina i drugih. Za dobivanje točnih informacija uzorak je potrebno prethodno metalografski pripremi na zadovoljavajući način. To znači da je površinu uzorka koja se ispituje potrebno brusiti, polirati, a u nekim slučajevima i nagrizzati odgovarajućom otopinom.

U ovom radu, uzorci su promatrani pri povećanju od 200 puta na svjetlosnom mikroskopu Olympus GX 51, prikazanog na slici 8. Površine uzoraka eksperimentalne legure nakon metalografske pripreme snimljene su digitalnom kamerom Olympus DP 70 spojenom na navedeni svjetlosni mikroskop.



Slika 8. Svjetlosni mikroskop Olympus GX 51

### 3.3. Mjerenje tvrdoće

Tvrdoća je mehaničko svojstvo koje predstavlja otpornost materijala prodiranju drugog, tvrdog materijala u njegovu površinu ili strukturu. Na tvrdoću utječe kemijski sastav materijala, mehanička i toplinska obrada. Tvrdoća je usko povezana s granicom elastičnosti, modulom elastičnosti, granicom razvlačenja, vlačnom čvrstoćom i žilavosti.

Metoda mjerenja tvrdoće po Vickersu kao indenter/penetrator upotrebljava najtvrdi materijal-dijamant koji tvori četverostranu piramidu s vršnim kutem od  $136^\circ$  između stranica. Broj koji se dobije mjerenjem tvrdoće po Vickersu je bezdimenzionalna veličina, a uz iznos tvrdoće navodi se i sila opterećivanja, npr. 430 HV10. To znači da je izmjerena tvrdoća iznosila 430 HV, a da je dobivena utiskivanjem indentora silom od  $(10 \cdot 9.81)$  N u trajanju od 10 do 15 s. Metoda po Vickersu ima prednost pred ostalim metodama određivanja tvrdoće zbog širokog raspona primjenjenih sila te zbog toga što nastali otisak ne oštećuje uzorak funkcionalno [13,14].

U ovom radu tvrdoća uzoraka eksperimentalne legure ispitivana je metodom po Vickersu na uređaju za mjerenje tvrdoće Mitutoyo (slika 9) različitim silama utiskivanja dijamanalnog indentora: 50 N, 100 N i 300 N.



Slika 9. Tvrdomjer Mitutoyo Hardness Testing Machine HV, Model No. 810-165D

Mjerenja tvrdoće svakom silom utiskivanja provedena su 3-5 puta. Nakon toga svi su uzorci polirani na tkanini od mikrovlakana (tzv. filc) do zrcalne površine (bez ogrebotina i riseva) brzinom od 200 okretaja u minuti uz povremeni dodatak vodene suspenzije  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Vrijeme poliranja iznosilo je 10-15 minuta. Poliranim uzorcima također je izmjerena tvrdoća HV5, HV10 i HV30. Vrijeme utiskivanja indentora bilo je 10 s, a povećanje mikroskopa za mjerenje dijagonala otiska bilo je 200 puta.

#### 3.4. Statistička analiza rezultata mjerenja tvrdoće

U ovom radu ispitivali smo 12 uzoraka titanske legure koje smo brusili s četiri različite sile brušenja (5 N, 10 N, 15 N, 20 N), tijekom tri različita vremena: 3 min, 6 min i 9 min.

Mjerali smo tvrdoću po Vickersu koristeći sile utiskivanja od 5 N, 10 N i 30 N. Svako mjerenje smo ponovili 3-5 puta te smo iz njih izračunali prosječnu vrijednost. Pritom smo izbacili vrijednosti koje su više od jednu standardnu devijaciju odstupale od prosjeka.

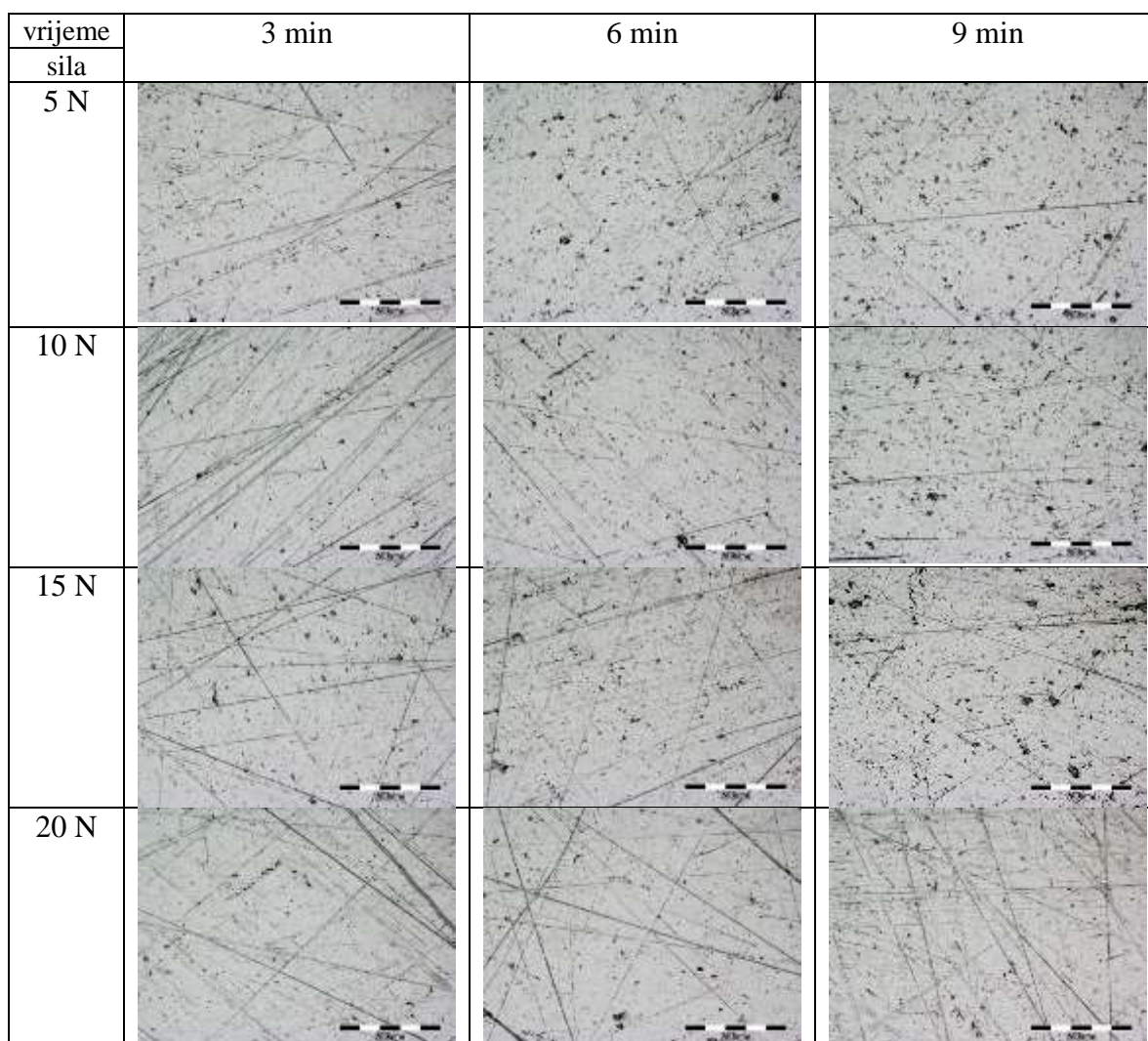
Nakon mjerenja tvrdoće svim predviđenim silama utiskivanja uzorke smo ispolirali, te zatim ponovili sva mjerenja. Kod ponovljenih mjerenja uz sile utiskivanja od 50 N, 100 N, 300 N, koristili smo i silu od 500 N kako bi provjerili ovisnost vrijednosti izmjerene tvrdoće o sili utiskivanja koju smo dobili prije poliranja.

Odgovarajuće ovisnosti grafički su prikazane kako za uzorke nakon brušenja, tako i za uzorke nakon poliranja.

#### 4. REZULTATI I RASPRAVA

##### 4.1. Rezultati svjetlosne mikroskopije

Snimke površine uzoraka nakon brušenja u različitim uvjetima prikazane su na slici 10.



Slika 10. Stanje površine uzoraka nakon brušenja primjenom različitih opterećenja u različitim vremenima

One pokazuju da brušenje najvećom silom (20 N) rezultira najgrubljim i najbrojnijim risevima/ogrebotinama koji dužim brušenjem ipak postaju tanji. Na prikazanim slikama može se primijetiti da duže vrijeme brušenja dovodi do izgladivanja dubljih riseva i do značajnog smanjenja njihovog broja. Kada se usporede snimke nastale nakon brušenja od 3 i 6 minuta može se primijetiti značajna razlika u broju i grubosti odnosno finoći riseva. Međutim, ta razlika nakon 6 i 9 minuta brušenja nije toliko izražena. Gledano s ekonomskog aspekta, iz

prikazanoga slijedi da bi optimalni uvjeti brušenja bili srednje vrijeme (6 min) i srednja sila pri brušenju (10 – 15 N).

#### 4.2. Rezultati mjerenja tvrdoće

U sljedeće dvije tablice prikazana su mjerenja prije poliranja (tablica 3) i poslije poliranja (tablica 4) (osim za HV50). Crveno su označena prevelika odstupanja i ta mjerenja nisu uključena u završni izračun srednje vrijednosti tvrdoće koji je za svaki uzorak i za svaku silu utiskivanja označen naglašenim/debljim fontom.

Općenito gledano, rezultati u tablici 3 pokazuju relativno slične vrijednosti izmjerenih tvrdoća u svim uvjetima metalografske pripreme. Ipak, s obzirom na parametre brušenja (vrijeme i sila) može se vidjeti da vrijeme brušenja ima značajniju ulogu, jer su nakon brušenja uzoraka u vremenu od 9 minuta izmjerene gotovo identične vrijednosti tvrdoće, dok nakon brušenja u vremenima 3 i 6 minuta izmjerene vrijednosti pokazuju veća odstupanja. Najmanje razlike u iznosima izmjerene tvrdoće nakon brušenja u vremenu od 9 minuta mogu se uočiti za mjerenja tvrdoće najmanjom silom (HV5). Suprotno tome, najveće razlike u iznosima tvrdoća primjećuju se za uzorke kojima je tvrdoća mjerena najvećom silom (HV30).

Tablica 3. Rezultati mjerenja tvrdoće nakon brušenja

| uzorak | silu<br>brušenja<br>(N) | vrijeme<br>brušenja<br>(min) | HV5   | odstupanje<br>(sigma) | $\overline{HV5}$ | HV10  | $\overline{HV10}$ | HV30  | $\overline{HV30}$ |
|--------|-------------------------|------------------------------|-------|-----------------------|------------------|-------|-------------------|-------|-------------------|
| 1      | 5                       | 3                            | 346.9 | 0.87776574            | <b>328.4</b>     | 309.2 | <b>313.6</b>      | 303.2 | <b>307.6</b>      |
|        |                         |                              | 322.1 | -0.7205155            |                  | 315.9 |                   | 311.2 |                   |
|        |                         |                              | 352.8 | 1.258002              |                  | 315.6 |                   | 308.4 |                   |
|        |                         |                              | 318.4 | -0.9589687            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 326.2 | -0.4562835            |                  |       |                   |       |                   |
| 2      | 10                      | 3                            | 317   |                       | <b>315.0</b>     | 311.3 | <b>305.9</b>      | 313.9 | <b>310.8</b>      |
|        |                         |                              | 314.7 |                       |                  | 304.7 |                   | 310   |                   |
|        |                         |                              | 313.4 |                       |                  | 301.6 |                   | 308.6 |                   |
| 3      | 15                      | 3                            | 315.4 | -0.0852476            | <b>312.6</b>     | 306.6 | <b>309.2</b>      | 317.8 | <b>315.0</b>      |
|        |                         |                              | 330.9 | 1.45119171            |                  | 312.2 |                   | 311   |                   |
|        |                         |                              | 320.9 | 0.45994054            |                  | 308.8 |                   | 316.3 |                   |
|        |                         |                              | 306.4 | -0.9773737            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 307.7 | -0.848511             |                  |       |                   |       |                   |
| 4      | 20                      | 3                            | 317   |                       | <b>315.5</b>     | 302.2 | <b>305.5</b>      | 307.5 | <b>302.2</b>      |
|        |                         |                              | 314.2 |                       |                  | 301.6 |                   | 300.4 |                   |
|        |                         |                              | 315.3 |                       |                  | 312.6 |                   | 298.8 |                   |
| 5      | 5                       | 6                            | 304.2 |                       | <b>308.4</b>     | 321.6 | <b>321.1</b>      | 312.5 | <b>315.1</b>      |
|        |                         |                              | 311.6 |                       |                  | 318.1 |                   | 315.1 |                   |
|        |                         |                              | 309.5 |                       |                  | 323.7 |                   | 317.7 |                   |
| 6      | 10                      | 6                            | 322.1 | 0.96378105            | <b>315.5</b>     | 304.8 | <b>306.6</b>      | 310   | <b>312.5</b>      |
|        |                         |                              | 320.8 | 0.83923678            |                  | 301.5 |                   | 309.2 |                   |
|        |                         |                              | 298.3 | -1.3163371            |                  | 313.5 |                   | 318.4 |                   |
|        |                         |                              | 314.8 | 0.26441707            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 304.2 | -0.7510978            |                  |       |                   |       |                   |
| 7      | 15                      | 6                            | 311.8 | -1.3843178            | <b>311.3</b>     | 320.6 | <b>316.2</b>      | 307.7 | <b>304.6</b>      |
|        |                         |                              | 302.4 | -1.9901179            |                  | 317.2 |                   | 300.9 |                   |
|        |                         |                              | 324.3 | -0.5787325            |                  | 310.9 |                   | 305.1 |                   |
|        |                         |                              | 319.7 | -0.8751879            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 293.6 | -2.55725              |                  |       |                   |       |                   |
| 8      | 20                      | 6                            | 321.6 | 0.46282398            | <b>297.0</b>     | 309.6 | <b>309.3</b>      | 304.6 | <b>307.6</b>      |
|        |                         |                              | 295.7 | -3.1477607            |                  | 306.7 |                   | 314.2 |                   |
|        |                         |                              | 275.1 | -6.0194998            |                  | 311.6 |                   | 304   |                   |
|        |                         |                              | 297.7 | -2.8689511            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 297.6 | -2.8828915            |                  |       |                   |       |                   |
| 9      | 5                       | 9                            | 315.6 | 0.3838388             | <b>309.1</b>     | 316.6 | <b>310.1</b>      | 313.8 | <b>312.3</b>      |
|        |                         |                              | 311.1 | -0.3480572            |                  | 306.9 |                   | 312   |                   |
|        |                         |                              | 298.5 | -2.397366             |                  | 306.9 |                   | 311.1 |                   |
|        |                         |                              | 309.3 | -0.6408156            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 306.8 | -1.0474245            |                  |       |                   |       |                   |
| 10     | 10                      | 9                            | 299.7 | -1.9210668            | <b>309.5</b>     | 312.3 | <b>311.7</b>      | 302.7 | <b>306.6</b>      |
|        |                         |                              | 312.3 | -0.0359078            |                  | 310.2 |                   | 312   |                   |
|        |                         |                              | 314.2 | 0.24836222            |                  | 312.5 |                   | 305.1 |                   |
|        |                         |                              | 308.2 | -0.6493325            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 307.9 | -0.6942173            |                  |       |                   |       |                   |
| 11     | 15                      | 9                            | 316.3 |                       | <b>310.9</b>     | 312.3 | <b>307.8</b>      | 311.9 | <b>307.7</b>      |
|        |                         |                              | 314.3 |                       |                  | 303.2 |                   | 307.3 |                   |
|        |                         |                              | 302   |                       |                  | 307.8 |                   | 304   |                   |
| 12     | 20                      | 9                            | 309.5 |                       | <b>309.6</b>     | 314.2 | <b>311.3</b>      | 311.8 | <b>309.1</b>      |
|        |                         |                              | 309   |                       |                  | 306   |                   | 308.3 |                   |
|        |                         |                              | 310.4 |                       |                  | 313.7 |                   | 307.1 |                   |

Tablica 4. Rezultati mjerenja tvrdoće nakon brušenja i poliranja

| uzorak | silu<br>brušenja<br>(N) | vrijeme<br>brušenja<br>(min) | HV5   | odstupanje<br>(sigma) | $\overline{HV5}$ | HV10  | $\overline{HV10}$ | HV30  | $\overline{HV30}$ |
|--------|-------------------------|------------------------------|-------|-----------------------|------------------|-------|-------------------|-------|-------------------|
| 1      | 5                       | 3                            | 346.9 | 0.87776574            | 328.4            | 309.2 | 313.6             | 303.2 | 307.6             |
|        |                         |                              | 322.1 | -0.7205155            |                  | 315.9 |                   | 311.2 |                   |
|        |                         |                              | 352.8 | 1.258002              |                  | 315.6 |                   | 308.4 |                   |
|        |                         |                              | 318.4 | -0.9589687            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 326.2 | -0.4562835            |                  |       |                   |       |                   |
| 2      | 10                      | 3                            | 317   |                       | 315.0            | 311.3 | 305.9             | 313.9 | 310.8             |
|        |                         |                              | 314.7 |                       |                  | 304.7 |                   | 310   |                   |
|        |                         |                              | 313.4 |                       |                  | 301.6 |                   | 308.6 |                   |
| 3      | 15                      | 3                            | 315.4 | -0.0852476            | 312.6            | 306.6 | 309.2             | 317.8 | 315.0             |
|        |                         |                              | 330.9 | 1.45119171            |                  | 312.2 |                   | 311   |                   |
|        |                         |                              | 320.9 | 0.45994054            |                  | 308.8 |                   | 316.3 |                   |
|        |                         |                              | 306.4 | -0.9773737            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 307.7 | -0.848511             |                  |       |                   |       |                   |
| 4      | 20                      | 3                            | 317   |                       | 315.5            | 302.2 | 305.5             | 307.5 | 302.2             |
|        |                         |                              | 314.2 |                       |                  | 301.6 |                   | 300.4 |                   |
|        |                         |                              | 315.3 |                       |                  | 312.6 |                   | 298.8 |                   |
| 5      | 5                       | 6                            | 304.2 |                       | 308.4            | 321.6 | 321.1             | 312.5 | 315.1             |
|        |                         |                              | 311.6 |                       |                  | 318.1 |                   | 315.1 |                   |
|        |                         |                              | 309.5 |                       |                  | 323.7 |                   | 317.7 |                   |
| 6      | 10                      | 6                            | 322.1 | 0.96378105            | 315.5            | 304.8 | 306.6             | 310   | 312.5             |
|        |                         |                              | 320.8 | 0.83923678            |                  | 301.5 |                   | 309.2 |                   |
|        |                         |                              | 298.3 | -1.3163371            |                  | 313.5 |                   | 318.4 |                   |
|        |                         |                              | 314.8 | 0.26441707            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 304.2 | -0.7510978            |                  |       |                   |       |                   |
| 7      | 15                      | 6                            | 311.8 | -1.3843178            | 311.3            | 320.6 | 316.2             | 307.7 | 304.6             |
|        |                         |                              | 302.4 | -1.9901179            |                  | 317.2 |                   | 300.9 |                   |
|        |                         |                              | 324.3 | -0.5787325            |                  | 310.9 |                   | 305.1 |                   |
|        |                         |                              | 319.7 | -0.8751879            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 293.6 | -2.55725              |                  |       |                   |       |                   |
| 8      | 20                      | 6                            | 321.6 | 0.46282398            | 297.0            | 309.6 | 309.3             | 304.6 | 307.6             |
|        |                         |                              | 295.7 | -3.1477607            |                  | 306.7 |                   | 314.2 |                   |
|        |                         |                              | 275.1 | -6.0194998            |                  | 311.6 |                   | 304   |                   |
|        |                         |                              | 297.7 | -2.8689511            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 297.6 | -2.8828915            |                  |       |                   |       |                   |
| 9      | 5                       | 9                            | 315.6 | 0.3838388             | 309.1            | 316.6 | 310.1             | 313.8 | 312.3             |
|        |                         |                              | 311.1 | -0.3480572            |                  | 306.9 |                   | 312   |                   |
|        |                         |                              | 298.5 | -2.397366             |                  | 306.9 |                   | 311.1 |                   |
|        |                         |                              | 309.3 | -0.6408156            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 306.8 | -1.0474245            |                  |       |                   |       |                   |
| 10     | 10                      | 9                            | 299.7 | -1.9210668            | 309.5            | 312.3 | 311.7             | 302.7 | 306.6             |
|        |                         |                              | 312.3 | -0.0359078            |                  | 310.2 |                   | 312   |                   |
|        |                         |                              | 314.2 | 0.24836222            |                  | 312.5 |                   | 305.1 |                   |
|        |                         |                              | 308.2 | -0.6493325            |                  |       |                   |       |                   |
|        |                         |                              | 307.9 | -0.6942173            |                  |       |                   |       |                   |
| 11     | 15                      | 9                            | 316.3 |                       | 310.9            | 312.3 | 307.8             | 311.9 | 307.7             |
|        |                         |                              | 314.3 |                       |                  | 303.2 |                   | 307.3 |                   |
|        |                         |                              | 302   |                       |                  | 307.8 |                   | 304   |                   |
| 12     | 20                      | 9                            | 309.5 |                       | 309.6            | 314.2 | 311.3             | 311.8 | 309.1             |
|        |                         |                              | 309   |                       |                  | 306   |                   | 308.3 |                   |
|        |                         |                              | 310.4 |                       |                  | 313.7 |                   | 307.1 |                   |

#### 4.3. Statistička analiza rezultata mjerenja tvrdoće

Nakon mjerenja tvrdoće svim uzorcima i različitim silama utiskivanja indentora pristupilo se statističkoj analizi rezultata. Prvo je izračunata srednja vrijednost tvrdoće te standardna devijacija odstupanja tvrdoće od srednje vrijednosti za svih 12 uzoraka zajedno, ovisno o sili utiskivanja, prije i nakon poliranja. Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 5:

Tablica 5. Usporedba izračunatih srednjih vrijednosti tvrdoće i standardnih devijacija

| HV              |                       | HV5   | HV10  | HV30  | HV50  |
|-----------------|-----------------------|-------|-------|-------|-------|
| prije poliranja | srednja vrijednost    | 311,9 | 310,7 | 309,3 | -     |
|                 | standardna devijacija | 7,2   | 4,6   | 4,0   | -     |
| nakon poliranja | srednja vrijednost    | 313,1 | 308,8 | 309,0 | 306,9 |
|                 | standardna devijacija | 8,3   | 6,4   | 2,8   | 4,7   |

Rezultati navedeni u ovoj tablici pokazuju da su razlike izmjerene tvrdoće prije i poslije poliranja puno manje od standardne devijacije niza mjerenja iz čega slijedi da postupak poliranja ne utječe značajno na tvrdoću eksperimentalne titanske legure.

Nadalje, standardne devijacije su nešto veće za silu utiskivanja indentora 50 N (iako su već izbačena mjerenja s prevelikim odstupanjem) iz čega proizlazi da je sila utiskivanja od 50 N premala za mjerenje tvrdoće eksperimentalne titanske legure, odnosno mjerenja ovom silom rezultiraju prevelikim statističkim pogreškama. Navedeno je i kvantificirano na način da su uzeta prva tri mjerenja za svaki uzorak (bez obzira na odstupanja) te je izračunata relativna pogreška mjerenja (RPM) prema izrazu:

$$RPM = \frac{\text{maksimalna tvrdoća} - \text{minimalna tvrdoća}}{\text{srednja vrijednost tvrdoće}} \quad (1)$$

Ovaj izraz je korišten s obzirom na vjerojatnost da standardna devijacija nije pouzdana informacija jer je izračunata iz niza od samo tri mjerenja. Zatim je izračunata srednja vrijednost za RPM za svih 12 uzoraka, a rezultati su navedeni u tablici 6.

Tablica 6. Relativna pogreška mjerenja

| sile utiskivanja |     | 50 N  | 100 N | 300 N | 500 N |
|------------------|-----|-------|-------|-------|-------|
| prije poliranja  | RPM | 0,053 | 0,025 | 0,023 | -     |
|                  | RPM | 0,051 | 0,034 | 0,033 | 0,032 |

Rezultati prikazani u tablici 6 pokazuju da je RPM puno veća za silu od 50 N nego za ostale primijenjene sile. Iz toga razloga preporučuje se korištenje sile utiskivanja od minimalno 100 N za mjerenje tvrdoće eksperimentalne titanske legure.



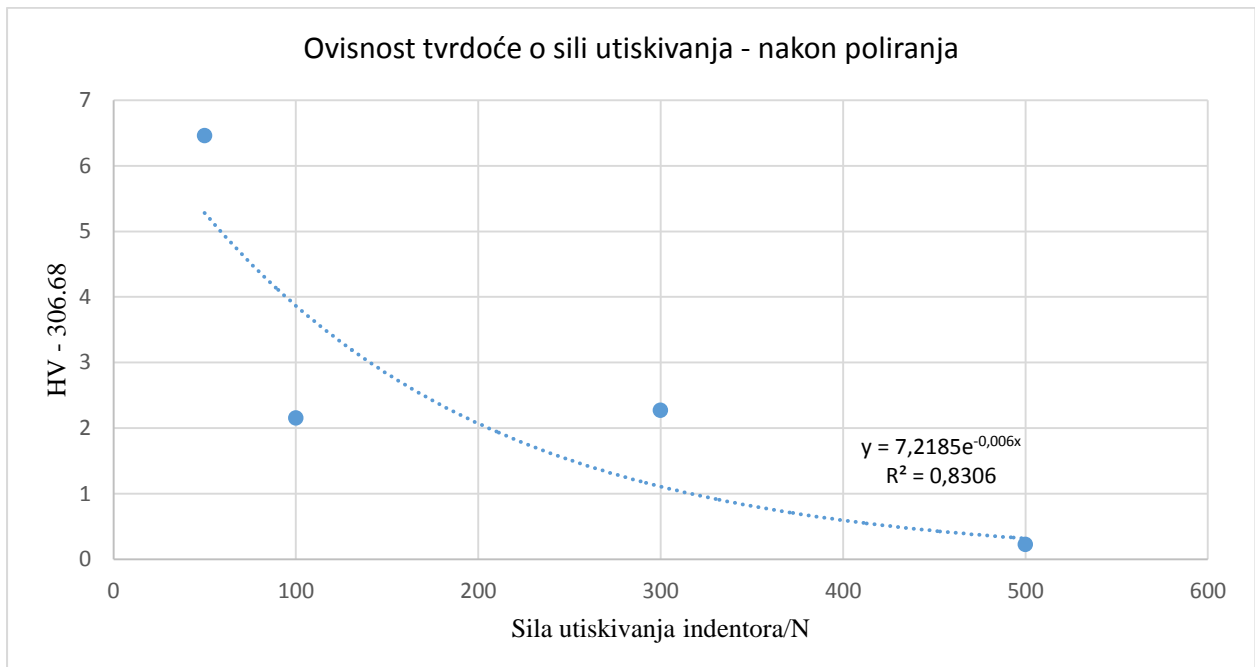
Iz rezultata dobivenih mjerenjem tvrdoće opaža se i smanjenje izmjerene tvrdoće ( $HV$ ) s povećanjem sile utiskivanja ( $F$ ). Za vrijednosti dobivene nakon brušenja (prije poliranja) dobiva se sljedeća formula:

$$HV = 309.105 + 4.9404 \cdot e^{-0.011F} \quad (2)$$

s  $R^2$  vrijednošću jednakom 1, što znači savršeno podudaranje. Kvaliteta ovog modela je provjerena tako što je nakon poliranja mjerena tvrdoća svim uzorcima dodatnom silom utiskivanja od 50 N te je dobivena sljedeća formula:

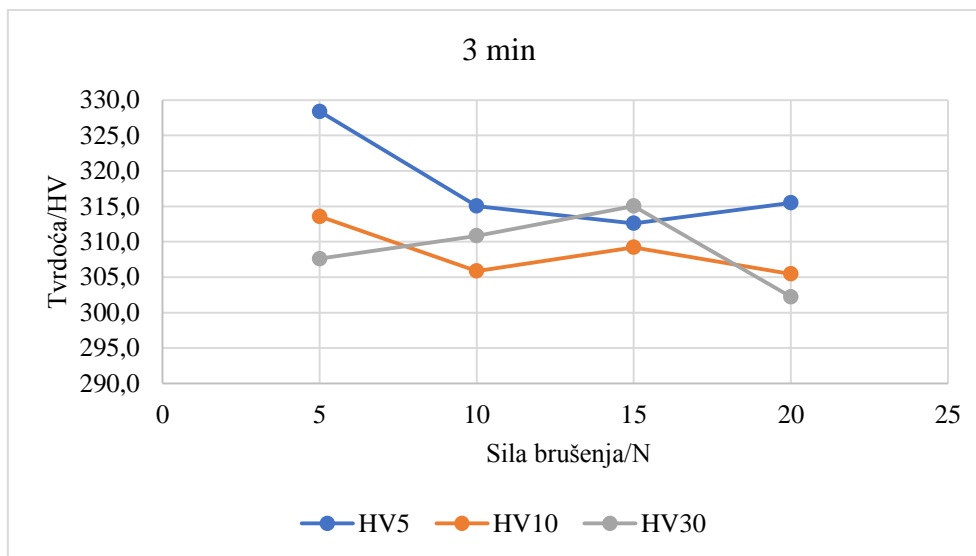
$$HV = 306.68 + 7.2185 \cdot e^{-0.006F} \quad (3)$$

s  $R^2$  vrijednošću jednakom 0.8306, dakle još uvijek dobro podudaranje što zorno predočuje i grafikon prikazan na slici 11:

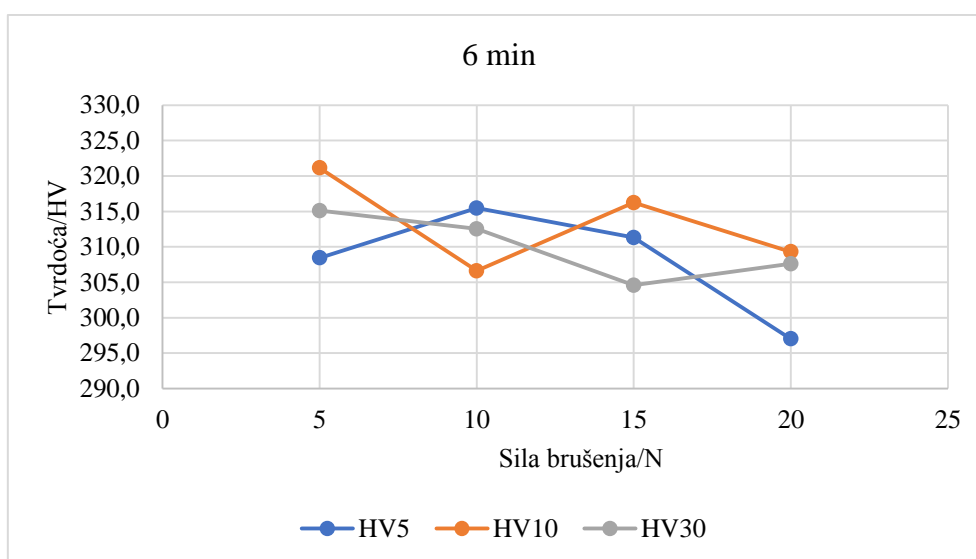


Slika 11. Ovisnost tvrdoće mjerene nakon poliranja o sili utiskivanja

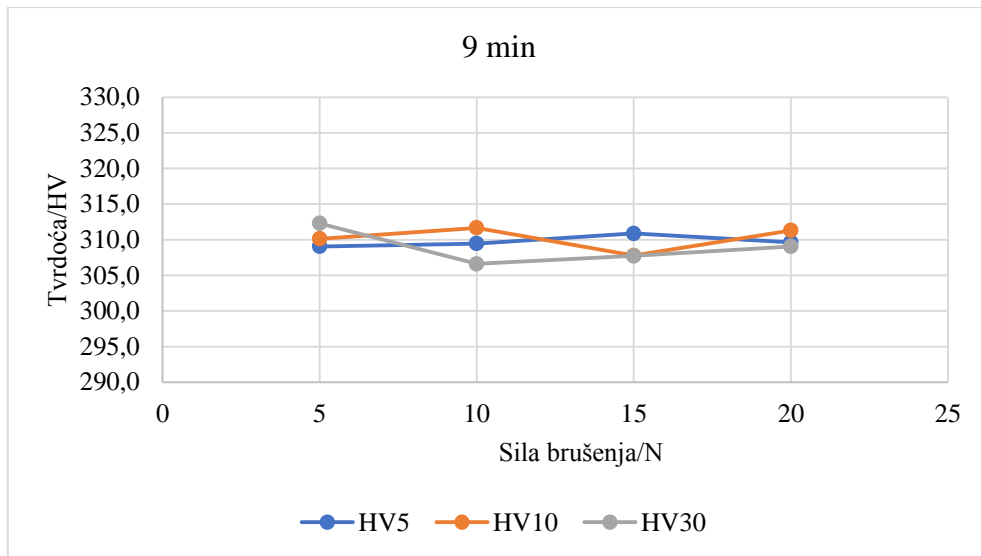
Određena je i ovisnost izmjerene tvrdoće o parametrima brušenja. No, standardna devijacija za samo tri mjerenja kreće se uglavnom u rasponu od 3 do 7 HV, pa su statistički značajnija odstupanja od srednjih vrijednosti samo ona koja su veća od 10 HV. Statistički značajnijim odstupanjima smatraju se ona koja barem dvije standardne devijacije odstupaju od prosjeka. Takvih većih odstupanja u ovim mjerenjima je bilo jako malo, što zorno prikazuju slike u nastavku (slike 12 – 18) dobivene iz podataka prije poliranja, pa se na žalost ne može izvesti jasan zaključak u tom smjeru. Stoga se preporučuje da se kod ispitivanja tvrdoće radi veći broj mjerenja, uz manje varijabilnih parametara.



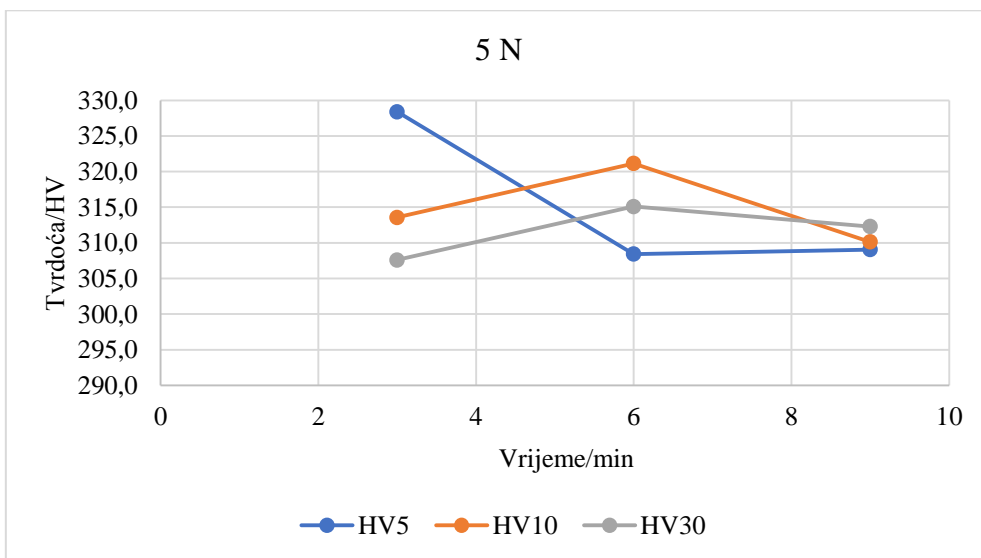
Slika 12. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja 3 minute



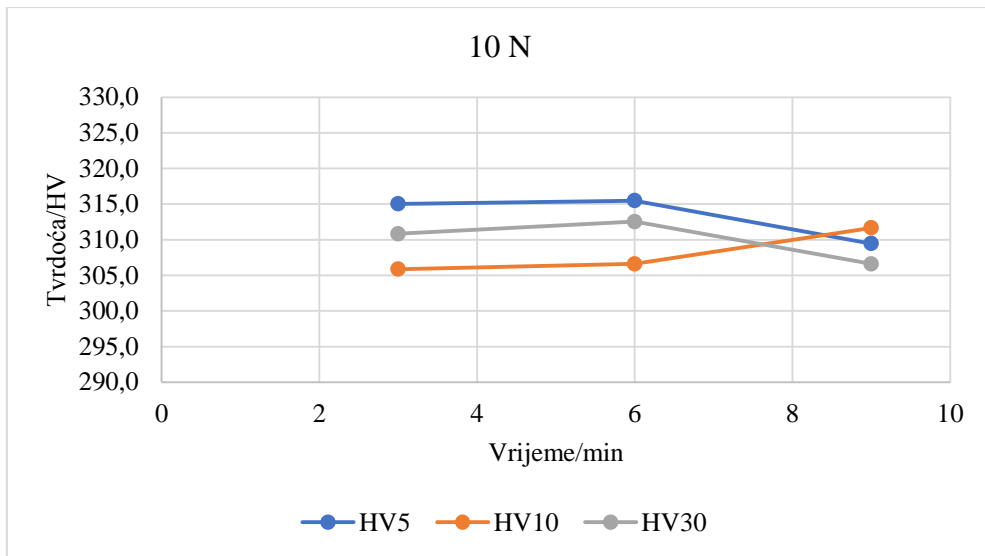
Slika 13. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja 6 minuta



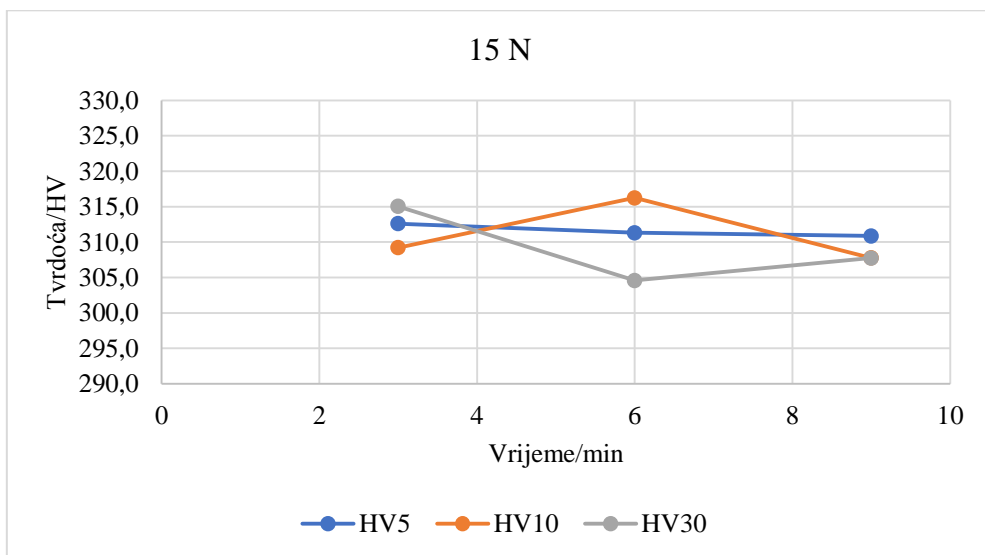
Slika 14. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja 9 minuta



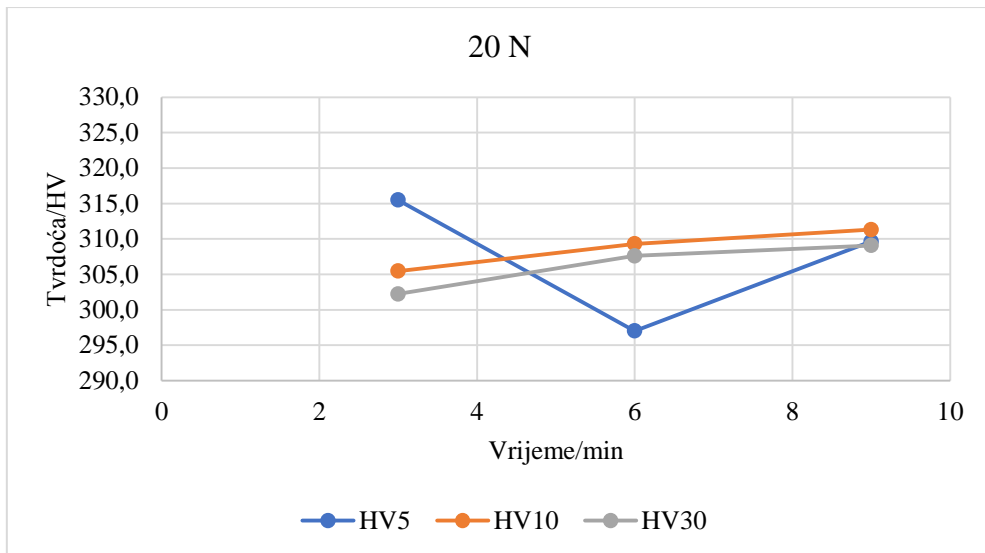
Slika 15. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja silom od 5 N



Slika 16. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja silom od 10 N

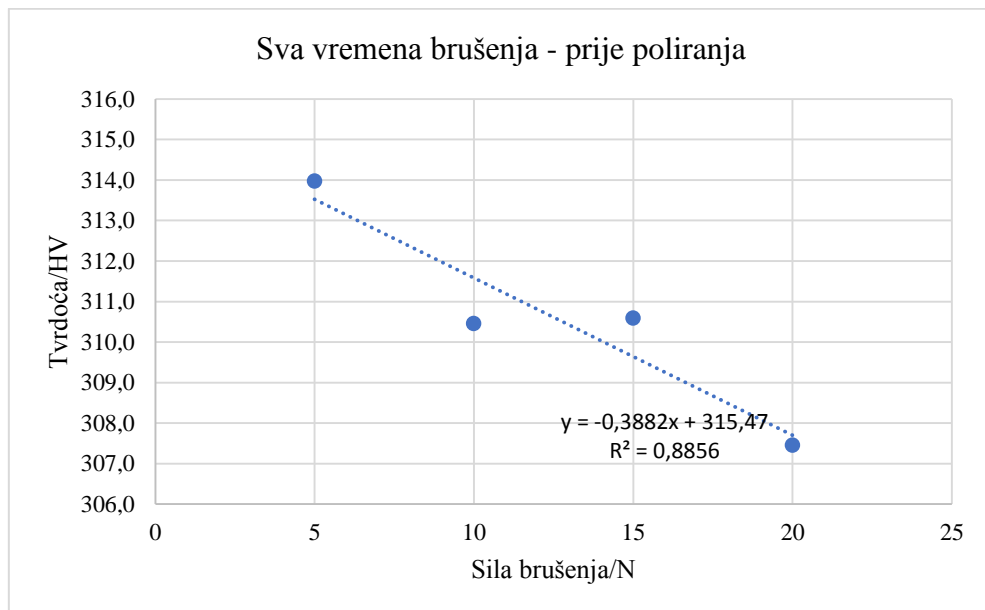


Slika 17. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja silom od 15 N

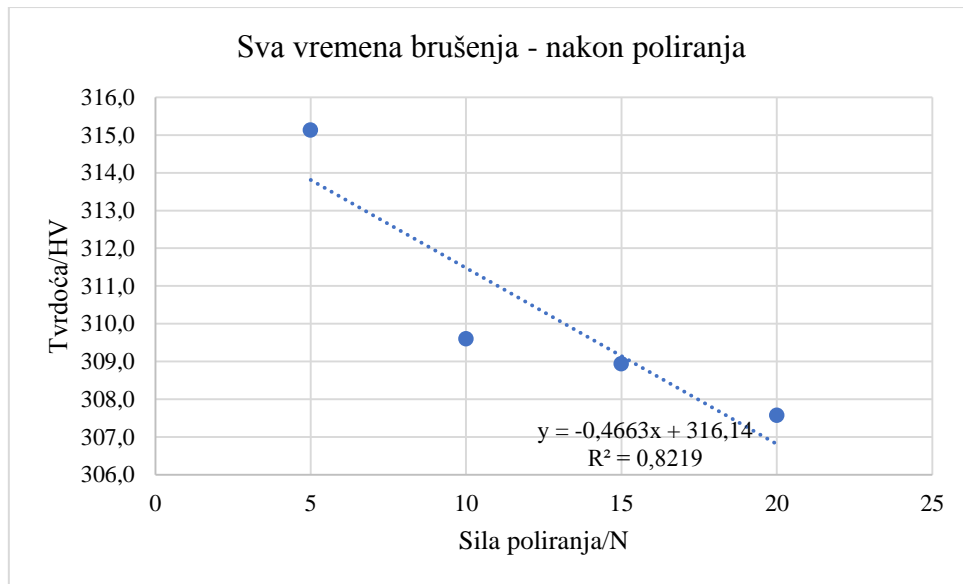


Slika 18. Ovisnost tvrdoće o sili utiskivanja indentora nakon brušenja silom od 20 N

Može se uočiti da se tvrdoća smanjuje sa silom brušenja jer se takav trend dobiva i prije i poslije poliranja, što prikazuju slike 19 i 20.



Slika 19. Trend smanjenja tvrdoće s porastom sile brušenja – prije poliranja



Slika 20. Trend smanjenja tvrdoće s porastom sile brušenja – nakon poliranja

## 5. ZAKLJUČAK

U ovom radu je metodom po Vickersu mjerena tvrdoća 12 uzoraka eksperimentalne titanske legure sastava  $Ti_{80}Cr_{15}Co_5$  različitim silama utiskivanja (50 N, 100 N, 300 N) nakon brušenja u vremenima od 3, 6 odnosno 9 minuta, te silama brušenja od 5, 10, 15 odnosno 20 N te nakon poliranja sa svrhom određivanja utjecaja metalografske pripreme na tvrdoću legure.

Na temelju rezultata dobivenih u ovom radu mogu se izvesti sljedeći zaključci:

- Nakon brušenja uzoraka u najdužem vremenu (9 min) kod skoro gotovo svih uzoraka površina je bez riseva/ogrebotina ili su oni neznatno vidljivi. Izuzetak je uzorak 12 koji je brušen najvećom silom, te je ona očito dovela do značajnog oštećenja površine koje nije izglašeno niti nakon 9 minuta brušenja.
- Izmjerene vrijednosti tvrdoće su vrlo slične (ujednačene) što se može objasniti homogenom mikrostrukturom eksperimentalne legure.
- Izmjerene vrijednosti tvrdoće se smanjuju kako površina uzoraka postaje finija.
- Vrijednosti tvrdoće izmjerene pri utiskivanju indentora većim silama ne ovise o stanju površine, tj. o metalografskoj pripremi uzoraka.
- Vrijednosti tvrdoće izmjerene pri utiskivanju indentora manjim silama povećavaju se s porastom hrapavosti površine uzoraka.
- Izmjerene vrijednosti tvrdoće uzoraka eksperimentalne titanske legure se smanjuju s povećanjem sile utiskivanje indentora.
- Izmjerene vrijednosti tvrdoće smanjuju se s povećanjem primijenjene sile brušenja pri metalografskoj pripremi uzoraka.
- Postupak poliranja nema značajan utjecaj na izmjerene vrijednosti tvrdoće eksperimentalne titanske legure.
- S aspekta ekonomičnosti, zbog uštede resursa (brusnog materijala, vode, el. energije) dovoljno je koristiti srednju silu brušenja (10 – 15 N) u srednjem vremenu (6 min), nakon čega se dobivaju relevantne vrijednosti tvrdoće.

## 6. LITERATURA

1. M. Geetha, A.K. Singh, R. Asokamani, A.K. Gogia, Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants - A review, *Progress in Materials Science*, 54 (2009) 3, 397–425.
2. J. Živko-Babić, D. Stamenković, Titan i legure titana-metali budućnosti u stomatologiji, *Stomatološki materijali*, knjiga 2, Stomatološki fakultet u Beogradu, Beograd, 2012.
3. Lj. Slokar, Utjecaj kobalta i niobija na stabilnost beta faze u biomedicinskim titan-krom legurama, *Doktorska disertacija*, Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet, Sisak, 2010.
4. A. Pandey, A. Awasthi, K. Saxena, Metallic implants with properties and latest production techniques: A review, *Advances in Materials and Processing Technologies*, 6 (2020) 2, 1-36.
5. M. Peters, C. Leyens, *Titanium and Titanium Alloys*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003.
6. G. Lütjering, J. C. Williams, *Titanium*, Springer, Berlin, 2003.
7. <https://planetforecasts.weebly.com/global-trends-and-forecasts/total-world-production-of-titanium-sponge-continues-move-sideways> (31.08.2020.)
8. H. Agripa, I. Botef, *Modern Production Methods for Titanium Alloys: A Review*, *Titanium Alloys – Novel Aspects of Their Manufacturing and Processing*, M. Motyka Ed, InTechOpen, 2019.
9. M. Saini, Y. Singh, P. Arora, K. Jain, *Implant biomaterials: A comprehensive review*, *World Journal of Clinical Cases*, 3 (2015) 1, 52-57.
10. J. Enderle, J. Bronzino, *Introduction to Biomedical Engineering*, 3rd edition, Elsevier, Amsterdam, 2012.
11. A. Khorasani, M. Goldberg, E. H. Doeven, G. Littlefair, *Titanium in Biomedical Application- Properties and Fabrication; A Review*, *Journal of Biomaterials and Tissue Engineering* 5 (2015) 8, 593-619.
12. A. Stróż, T. Goryczka, B.Łosiewicz, *Electrochemical Formation of Self-Organized Nanotubular Oxide Layers on Niobium (Review)*, *Current Nanoscience* 14 (2018), 1-7.
13. M. Franz, *Mehanička svojstva materijala*, Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 1998.
14. D. Ivaniš, *Određivanje tvrdoće materijala Vickersovom metodom uz različita opterećenja*, *Završni rad*, Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2009.



## **ŽIVOTOPIS**

### **Osobni podatci:**

Ime i prezime: Klara Šimić

Datum i mjesto rođenja: 02. 06. 1998., Sisak

Adresa: Stupno 119

Grad: Sisak

Država: Republika Hrvatska

Telefon: 098 979 7722

E-mail: klaras0206@gmail.com

### **Obrazovanje:**

2005.g. – 2013.g. Osnovna škola Sela

2013.g. – 2017.g. Srednja škola: Tehnička škola Sisak, smjer: Ekološki tehničar

### **Osobne vještine:**

Strani jezik: engleski jezik – aktivno poznavanje u govoru i pismu

Računalne vještine: osnove rada na računalu, poznavanje rada u MS Office-u