

Ispitivanje adhezivnosti i otpornosti na mikroabrazijsko trošenje prevlake PACVD TiN na Ti6Al4V leguri proizvedenoj taljenjem elektronskim snopom

Široki, Borna

Undergraduate thesis / Završni rad

2024

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:235:532509>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-12-03**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

PREDDIPLOMSKI RAD

Borna Široki

Zagreb, 2024.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

PREDDIPLOMSKI RAD

Mentori:

Prof. dr. sc. Darko Landek, dipl. ing.

Student:

Borna Široki

Zagreb, 2024.



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne i diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa: 602 – 04 / 24 – 06 / 1	
Ur.broj: 15 – 24 –	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Borna Široki** JMBAG: **0035225188**

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Ispitivanje adhezivnosti i otpornosti na mikroabrazijsko trošenje prevlake PACVD TiN na Ti6Al4V leguri proizvedenoj taljenjem elektronskim snopom**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Testing of adhesiveness and resistance to microabrasive wear of PACVD TiN coating on Ti6Al4V alloy produced by electron beam melting**

Opis zadatka:

Titanijeve legure primjenjuju se za strojarke i biomedicinske konstrukcije u kojima se zahtjeva kombinacija dobrih mehaničkih svojstava i otpornosti na koroziju. Primjenom aditivne tehnologije rastaljivanja praša titanijevih legura elektronskim snopom moguće je proizvesti konstrukcijske elemente smanjene mase, u odnosu na konvencionalno proizvedene legure, uz zadržavanje slične nosivosti. Za povećanje otpornosti na trošenje titanijeve legure se mogu prevlačiti tankim tvrdim prevlakama. U radu treba opisati postupak taljenja i srašćivanja praša titanijeve legure Ti6Al4V elektronskim snopom, svojstva ove legure te mogućnosti primjene postupaka prevlačenja taloženjem prevlake TiN iz parne faze

U eksperimentalnom djelu rada treba provesti nanošenje prevlake PACVD TiN na brušene i polirane uzorke konvencionalno i aditivno proizvedene legure Ti6Al4V, ispitati hrapavost, debljinu i prionljivost prevlake te otpornost na mikroabraziju prevučениh i ne prevučениh uzorka. Na temelju rezultata ispitivanja analizirati utjecaj polaznog materijala na svojstva prevlake TiN.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

30. 11. 2023.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Darko Landek

Datum predaje rada:

1. rok: 22. i 23. 2. 2024.
2. rok (izvanredni): 11. 7. 2024.
3. rok: 19. i 20. 9. 2024.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 26. 2. – 1. 3. 2024.
2. rok (izvanredni): 15. 7. 2024.
3. rok: 23. 9. – 27. 9. 2024.

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Damir Godec

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se profesoru Darku Landeku na izdvojenoj pomoći, sveukupnom mentorstvu i dodijeljenoj literaturi.

Zahvaljujem se asistentu Jurici Jačanu s kojim sam imao mogućnost zajedno odraditi dio eksperimentalnog dijela završnog zadatka u laboratorijskim prostorijama fakulteta.

Također, zahvaljujem se osoblju Fakulteta strojarstva i brodogradnje koje mi je omogućilo studiranje u ovoj obrazovnoj ustanovi i omogućilo obavljanje eksperimentalnog dijela završnog zadatka u laboratorijskim prostorijama s njihovom opremom.

U konačnici se zahvaljujem svojim roditeljima na njihovom povjerenju i bezuvjetnoj potpori tijekom studiranja.

SADRŽAJ

SADRŽAJ.....	I
POPIS SLIKA.....	III
POPIS TABLICA.....	IV
POPIS OZNAKA.....	V
POPIS KRATICA.....	VI
SAŽETAK.....	VII
SUMMARY.....	VIII
1. UVOD.....	1
2. TITANIJ I TITANIJEVE LEGURE.....	2
2.1. Titanijeve legure.....	2
2.2. Dobivanje tehnički čistog titanija.....	2
2.3. Titanijeve legure.....	3
2.4. Svojstva titanijevih legura.....	4
2.4.1. Svojstva titanijevih α legura.....	4
2.4.2. Svojstva titanijevih β legura.....	4
2.4.3. Svojstva titanijevih $\alpha+\beta$ legura.....	5
2.5. Ti6Al4V legura.....	5
2.5.1. Potpuno lamelarna struktura.....	5
2.5.2. Bi-modalna struktura.....	6
2.5.3. Izotropna struktura.....	6
2.6. Razlike između potpuno lamelarne, bi-modalne i izotropne strukture.....	7
3. ADITIVNA PROIZVODNJA TITANIJEVE LEGURE.....	8
3.1. Vrste aditivnih tehnologija.....	8
3.1.1. Taljenje elektronskim snopom.....	8
3.1.2. Selektivno pretaljivanje laserskim snopom (SLM).....	9
3.1.3. Taloženje metala laserskim snopom (LMD).....	10
3.2. Postupci prevlačenja titanijevih legura.....	11

3.2.1.	Prevlačenje PVD postupkom	11
3.2.2.	Prevlačenje CVD postupkom	12
3.2.3.	Prevlačenje PACVD postupkom	12
4.	METODE KARAKTERIZACIJE PREVLAKA	13
4.1.	Ispitivanje adhezivnosti prevlake	13
4.2.	Ispitivanje otpornosti na trošenje mikroabrazijom	14
5.	PLAN POKUSA	17
6.	REZULTATI ISPITIVANJA	19
6.1.	Ispitivanje mikrotvrdoće neprevučениh uzoraka	19
6.2.	Ispitivanje adhezivnosti prevlake TiN	20
6.3.	Ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje prevlake	22
6.4.	Određivanje debljine prevlake kalotesterom	28
6.5.	Ispitivanje hrapavosti površine	32
7.	ZAKLJUČAK	36
8.	LITERATURA	37

POPIS SLIKA

Slika 1. Shematski prikaz uređaja za EBM proces [10].....	9
Slika 2. Shematski prikaz uređaja za SLM proces [10].....	10
Slika 3. Shematski prikaz uređaja za LMD proces [10]	10
Slika 4. Prikaz modela usporedbe prionjivosti prevlake [19]	14
Slika 5. Prikaz vakumske peći PC 70/90 za prevlačenje PACVD postupkom	18
Slika 6. Prikaz uzoraka nakon prevlačenja prevlakom PACVD TiN	18
Slika 7. Određivanje adhezivnosti prevlake na tvrdomjeru	20
Slika 8. Otisci nakon ispitivanja po normi VDI 3198 za uzorke:.....	21
Slika 9. Otisci nakon ispitivanja po normi VDI 3198 za uzorke:.....	21
Slika 10. Otisci nakon ispitivanja po normi VDI 3198 za uzorke:.....	22
Slika 11. Prikaz kalotestera tijekom provedbe ispitivanja	23
Slika 12. Prikaz i dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za legure: a) B1 b) B2..	24
Slika 13. Prikaz i dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru: a) C1 b) C2..	24
Slika 14. Prikaz i dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru D1	25
Slika 15. Prikaz i dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru D2	25
Slika 16. Ovisnost volumena trošenja u odnosu na vrijeme trošenja	28
Slika 17. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorakB1	29
Slika 18. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorakB2	29
Slika 19. Prikaz trošenja nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorakC1	30
Slika 20. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorak C2	30
Slika 21. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorakD1	31
Slika 22. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorakD2	31
Slika 23. Prikaz uređaja za mjerenje hrapavosti površine InsizeISR-C002.....	33
Slika 24. Usporedba vrijednosti parametara hrapavosti PACVD TiN prevlake ispitnih uzoraka	35

POPIS TABLICA

Tablica 1. Parametri prevlačenja PACVD TiN prevlakom.....	17
Tablica 2. Vrijednosti mikrotvrdoće HV0,5 ne prevučene legure za uzorke A1 i A2.....	19
Tablica 3. Parametri ispitivanja otpornosti na mikroabrazijsko trošenje.....	23
Tablica 4. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru B2	26
Tablica 5. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru C1	26
Tablica 6. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru C2	27
Tablica 7. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru D1	27
Tablica 8. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru D2	27
Tablica 9. Debljine prevlake ispitnih uzoraka.....	31
Tablica 10. Vrijednosti parametara uređaja pri ispitivanju hrapavosti.....	32
Tablica 11. Izmjerene vrijednosti parametara hrapavosti površine na uzorcima s prevlakom PACVD TiN	33
Tablica 12. Izračunate srednje vrijednosti parametara hrapavosti površine	34

POPIS OZNAKA

Oznaka	Mjerna jedinica	Opis oznake
C	mm	opseg otiska kuglice
d	μm	unutarnji promjer otiska kuglice
D	μm	vanjski promjer otiska kuglice
e	μm	debljina prevlake
l_n	mm	duljina vrednovanja
n	$^\circ/\text{min}$	brzina vrtnje kalotestera
p	mbar	tlak kod prevlačenja
P	W	snaga kod prevlačenja
q_{Ar}	l/h	protok plina Ar
q_{H_2}	l/h	protok plina H ₂
q_{N_2}	l/h	protok plina N ₂
r	μm	radijus ticala
R	μm	radijus čelične kuglice kalotestera
R_a	μm	aritmetičko odstupanje profila
$R_{a_{sr}}$	μm	srednje aritmetičko odstupanje profila
R_p	μm	maksimalna visina vrha profila
$R_{p_{sr}}$	μm	srednja maksimalna visina vrha profila
R_z	μm	srednja visina neravnine
$R_{z_{sr}}$	μm	srednja visina neravnina po svim tragovima
S	mm ²	površina utisnute kuglice
t	h	trajanje
T	$^\circ\text{C}$	temperatura
λ_c	mm	granična vrijednost

POPIS KRATICA

Kratica	Opis
PACVD	<i>Plasmaassistedchemicalvapourdeposition</i> / Plazmom potpomognuto kemijsko prevlačenje u parnoj fazi
PVD	<i>Physicalvapourdeposition</i> / Fizikalno prevlačenje u parnoj fazi
CDV	<i>Chemical vapourdeposition</i> / Kemijsko prevlačenje u parnoj fazi
BCC	<i>Bodycenteredcube</i> / Kubična plošno centrirana rešetka
HCP	<i>Hexagonalclosepacked</i> / Heksagonalno gusto slagana rešetka
EBM	<i>Electron beammelting</i> / Pretaljivanje snopom elektrona
LMD	<i>Laser metal deposition</i> / Nanošenje laserskim snopom
CAD	<i>Computer aided design</i> / Računalom potpomognuto oblikovanje
SLM	<i>Selective laser melting</i> / Selektivno pretaljivanje laserskim snopom

SAŽETAK

U radu je opisan tehnički titanij i njegova svojstva, razvoj njegove proizvodnje u svijetu, dobivanje tehnički čistog titanija i njegovih legura. Opisani su postupci aditivne proizvodnje titanijevih legura i postupci prevlačenja površina iz parne faze. Detaljno je objašnjen postupak prevlačenja PACVD postupkom jer je njegovom primjenom prevučena aditivno i konvencionalno proizvedena legura Ti6Al4V ispitivana u radu.

Ekperimentalni dio rada se bavi ispitivanjima adhezivnosti i otpornosti na mikroabrazijsko trošenje PACVDTiN prevlake na Ti6Al4V leguri. Također će biti ispitana i proučena svojstva hrapavosti površine te uspoređena sa rezultatima ispitivanja provedenih na konvencionalno proizvedenoj Ti6Al4V leguri. Na temelju rezultata ispitivanja određeni su prikladni parametri PACVD postupka za nanošenje prevlake TiN na leguru Ti6Al4V.

Ključne riječi: Ti6Al4V, PACVD, adhezivnost, mikroabrazijsko trošenje, taljenje elektronskim snopom.

SUMMARY

The thesis describes technical titanium and its properties, the development of worldwide titanium production, methods of creating technically pure titanium and its used alloys. Methods of additive manufacturing processes of titanium alloys as well as methods of vapour deposition coating. Process of PACVD coating is explained in detail since by using PACVD coating, the additively and conventionally created titanium alloy Ti6Al4V that is explained in the thesis is coated in such a way.

The experimental part of the thesis is based on the testings of coating and resistance to micro-abrasive wear of PACVD TiN coating on Ti6Al4V alloy. Furthermore, properties of surface roughness will be tested, explored and compared to testing results performed on a conventionally created Ti6Al4V alloy. Based on results of the experiments, appropriate parameters of PACVD coating of TiN on Ti6Al4V alloy will be determined.

Keywords: Ti6Al4V, PACVD, adhesivity, micro-abrasive wear, electron beam melting.

1. UVOD

Titanij i titanijeve legure se zbog svojih svojstava koriste u zrakoplovstvu, brodogradnji, automobilskoj i vojnoj industriji te biomedicini. Svojstva poput izvrsne korozijske postojanosti, visoke specifične čvrstoće, dobre toplinske stabilnosti i dinamičke izdržljivosti te biokompatibilnosti omogućuju široko područje primjene. Titanij je polimorfan materijal sa strukturnim stanjima HCP i BCC kristalne rešetke. Legiranjem titanija se proizvode monofazne i dvofazne legure. Legura od velike važnosti je $\alpha+\beta$ legura Ti_6Al_4V koja je najzastupljenija titanijeva legura u svijetu. Kroz točno definirani proces toplinske obrade titanijevih legura koji obuhvaća korake homogenizacije, deformiranja, rekristalizacije i žarenja postiziva su dobra mehanička svojstva. U proizvodnji titanijevih legura često se koriste i metode prevlačenja za poboljšavanje svojstava površine i trajnosti izrađenih dijelova. Fizikalnim i kemijskim prevlačenjem iz parne faze ostvareno je nanošenje prevlaka na legure, od kojih je PACVD postupak najbolji izbor zbog učinkovitosti procesa. Često korištena prevlaka TiN povećava otpornost na trošenje, površine njezinu tvrdoću, smanjuje faktor trenja i trošenje uz izvrsnu prionjivost na podlogu od titanijeve legure Ti_6Al_4V

U eksperimentalnom dijelu ovog rada bit će ispitana svojstva adhezivnosti i otpornosti na mikroabrazijsko trošenje PACVD prevlake na Ti_6Al_4V leguri proizvedene taljenjem elektronskim snopom i uspoređena sa svojstvima legure proizvedene na konvencionalan način s prevlakama nanesenim na različitim temperaturama i s različitim vremenima nanošenja.

2. TITANIJ I TITANIJEVE LEGURE

2.1. Titanijeve legure

Titanij spada u skupinu metala, atomskog je broja 22 te atomske mase 47,867. Uz aluminij, željezo i magnezij, titanij je četvrti najzastupljeniji element u zemljinoj kori uz zastupljenost od 0,6%. Najčešće dolazi u obliku titanijevog oksida u rudama ilmenit i rutil. [1]

Ilmenit (FeTiO_3) je ruda crne ili sivo/smeđe boje. Spada u oksidne minerale i slabo je magnetska. Ilmenit je najvažnija ruda u dobivanju tehnički čistog titanija.

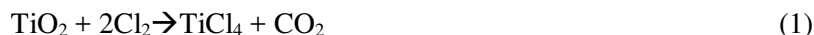
Rutil (TiO_2) je ruda smeđo-crvene boje. Također spada u oksidne minerale te ima jedan od najviših indeksa loma vidljive svjetlosti u poznatim kristalima. Osim toga pokazuje velika svojstva dvolomnosti i visoku disperziju vidljive svjetlosti. Zbog ovih svojstava također se koristi u izradi dijelova optičkih uređaja i naprava. [2]

2.2. Dobivanje tehnički čistog titanija

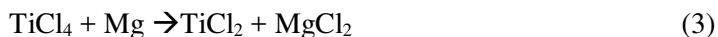
Tehnički čisti titanij je sjajan, bijeli metal koji dolazi u dvije alotropske modifikacije, kao alfa (α) i beta (β)-titanij. Dobivanje tehnički čistog titanija kroz povijest nije zaživjelo do početka 20. stoljeća provođenjem Hunterovog procesa te nešto kasnije provođenjem Krollvog procesa. U modernom dobu primjenjen je samo Krollov proces zbog svoje bolje ekonomičnosti i lakoće provedbe u usporedbi sasloženijim Hunterovim procesom. [3]

Krollov proces temelji se na metodikloridiranja titanijeve rude. Kloridiranja titanijeve rude dobiva se titanijev klorid (TiCl_4), tekućina s vrelištem od 136°C koja je pogodna za pročišćavanje procesom destilacije.

Dobivanje titanijevog klorida odvija se prema sljedećim kemijskim jednadžbama:



Nakon dobivanja tekućine titanijevog klorida i provođenja destilacije u svrhu pročišćavanja provodi se redukcijaska reakcija pomoću magnezija pri temperaturama od 800 do 850 C. Provođenje redukcijske reakcije titanijevog klorida magnezijem se odvija se u dva koraka prema sljedećim kemijskim jednažbama:



Titanij dobiven ovim postupkom može imati zaostali magnezijev klorid u svojoj strukturi. Konačni korak pročišćavanja može se provesti vakumiranjem ili propuhivanjem. Dobiveni proizvod naziva se titanijeva spužva zbog svoje izrazito porozne strukture. Titanijeva spužva se usitnjava i pretaljuje u ingote. Tijekom pretaljivanja mogu se dobiti dvije alotropske modifikacije titanija ovisno o temperaturama na kojoj su pretaljene. Na temperaturama ispod 882°C dobiva se α -titanij sa HCP kristalnom rešetkom dok pri temperaturama iznad 882°C dobiva se β -titanij sa BCC kristalnom rešetkom. Krollov proces najčešći je proces dobivanja tehnički čistog titanija u svijetu. [4]

2.3. Titanijeve legure

Titanij, kao i ostali metali, može poprimiti za tehničku primjenu korisna svojstva legiranjem. Legirni elementi titanija dijele se na dvije skupine: α -stabilizatore i β -stabilizatore.[5]Podjela stabilizatora se provodi na temelju njihovog utjecaja na prijelaznu temperaturu transformacije iz HCP u BCC kristalnu rešetku.

U α -stabilizatore pripadaju kemijski elementi aluminij, kisik, ugljik, dušik, galij, germanij i bor. Najčešće se koriste kisik i aluminij zbog dobre topivosti. Alfa-stabilizatori povisuju temperaturu transformacije.

U beta-stabilizatore pripadaju kemijski elementi vanadij, molibden i niobij. Oni snižavaju temperaturu pretvorbe. Također postoji i podskupina β -stabilizatora koji stvaraju eutektoidne faze te izomorfno snižavaju temperaturu pretvorbe. Kemijski elementi željezo, silicij, krom, nikal, bakar, volfram, mangan, paladij i bizmut imaju tu ulogu. [6]

2.4. Svojstva titanijevih legura

2.4.1. Svojstva titanijevih α legura

Titanijeve α legure su legure s HCP kristalnom rešetkom pri sobnoj temperaturi. Ovakve legure često sadrže supstitucijske alifagene legirne elemente poput aluminija i kositra ili intersticijske alifagene elemente poput kisika, ugljika i dušika. Ovi elementi su topivi u heksagonalnoj kristalnoj rešetci titanija. Kao i većina legura, i ove legure mogu sadržavati tragove nečistoća poput željeza, vanadija i molibdena. Njihov udio direktno utječe na mehanička svojstva materijala. Ovaj tip legura ima mali udio legirnih elemenata te ga to čini uglavnom neprimjerenim za toplinsku obradu, međutim, zbog takve mikrostrukture sve legure koje pripadaju ovoj skupini imaju dobru zavarljivost. Ovisno o udjelu preostalih elemenata, titanijeve se legure svrstavaju u razrede prema čistoći. Ovakve titanijeve legure se uglavnom primjenjuju zbog svojih vrlo dobrih antikorozivnih svojstava, pogotovo otpornost na koroziju u procjepu u uvjetima gdje su prisutna slaba ili minimalna mehanička opterećenja. Jedini način toplinske obrade ovih legura je promjenom veličine kristalnih zrna. Pošto sve α legure sadrže mali udio β faze koja utječe na svojstva toplinske obrade, točna klasifikacija α legura bi bila ta da su α legure one titanijeve legure koje ne mijenjaju mikrostrukturu ni svojstva toplinskom obradom. Također postoje i „približno α legure“ koje imaju dobru kombinaciju vlačne čvrstoće i granice puzanja na temperaturama od 370 °C do 550 °C, kao i zadovoljavajuću žilavost i dinamičku izdržljivost. To su legure poput TiAl7Zr12, TiAl5Sn5Zr5 i TiAl7Nb2Ta1. [7]

2.4.2. Svojstva titanijevih β legura

Titanijeve β legure su titanijeve legure koje imaju BCC kristalnu rešetku, odnosno β fazu pri sobnoj temperaturi. Kod njih pri naglom hlađenju ne dolazi do martenzitne pretvorbe. Betageni elementi poput vanadija, niobija i molibdena su elementi koji osiguravaju stabilnost β faze pri sobnoj temperaturi. BCC kristalna rešetka čini ove legure vrlo duktilnima i lako obradivima pri sobnoj temperaturi. Do pada duktilnosti BCC kristalne dolazi pri nižim temperaturama, što ograničava primjene ovakvih vrsta legura. Pošto su legirni elementi dobro topivi u rešetci titanija, njihovo otapanje dovodi do smanjivanja volumena i povećavanja gustoće što u konačnici rezultira očvršćućem. Također ih je moguće očvršćiti i precipitacijom. Problem s β legurama je što se njih ne može nazvati stabilnima jer većina njih pripada u metastabilno područje gdje se izlučuje i α faza te tek su stabilne samo na višim temperaturama. U ove legure pripada i legura Ti6Al4V. Ona je jedna od najšire primjenjivanih titanijevih legura upravo zbog

svoje velike čvrstoće među β legurama. Također ima dobru temperaturnu postojanost svojih svojstava pri povišenim i visokim temperaturama. [7]

2.4.3. Svojstva titanijevih $\alpha+\beta$ legura

Legure s volumnim udjelom β faze većim od 10% se klasificiraju u $\alpha+\beta$ legure. Također za ove legure temperatura početkamartenzitne pretvorbe [Ms] mora biti viša od sobne temperature. Pošto ove legure sadrže α i β fazu u strukturi materijala, postoji mogućnost martenzitne pretvorbe. Provođenjem toplinskih obrada kod $\alpha+\beta$ legura moguće je postići tri različite mikrostrukture: potpuno lamelarnu strukturu, bi-modalnu ili dupleks strukturu te izotropnu strukturu. [7]

2.5. Ti6Al4V legura

Ti6Al4V legura najčešće je korištena titanijeva legura na svijetu. Moguće je postići tri različite mikrostrukture ovisno o načinu na koji je provedena toplinsko-mehanička obrada. Razlikuju se potpuno lamelarnu strukturu, bi-modalna (duplex) strukturu i izotropna strukturu. [8]

2.5.1. Potpuno lamelarna struktura

Potpuno lamelarnu strukturu moguće je dobiti kombinacijom slijedeća četiri postupka obrade:

- I. Homogenizacijskim žarenjem
- II. Obradom deformacijom
- III. Rekrystalizacijskim žarenjem
- IV. Precipitacijskim žarenjem

Obrada homogenizacijskim žarenjem se u β području dijagrama stanja. Obrada deformacijom provodi se najčešće kovanjem ili valjanjem na temperaturi ili u β ili u $\alpha+\beta$ području. Treći proizvodni postupak u nizu je rekrystalizacijsko žarenje koje se provodi na temperaturama oko 30 do 50 °C iznad β područja. Ovo se provodi s razlogom da bi se smanjila veličina zrna β faze. U postupku rekrystalizacije bitan je

iznos brzine hlađenja jer on određuje udjel α faze kao i debljinu α sloja na mjestima gdje α sloj graniči s zrnima β faze. Ako se hlađenje nakon rekristalizacije provodi pri visokim brzinama hlađenja dolazi do smanjenja volumena ispunjenog α fazom i smanjenja debljine graničnog α sloja s β fazom. Brzo hlađenje iznad 1000K/min dovodi do pojave mikrostrukture igličastog martenzita, dok hlađenje pri manjim brzinama daje grubu strukturu. U posljednjem postupku žarenja cilj je dobiti precipitacijsko očvršnuće intermetalnog Ti_3Al spoja. [7]

2.5.2. Bi-modalna struktura

Pri dobivanju bi-modalne (duplex) strukture postupak homogenizacije se razlikuje od homogenizacije koja se provodi pri dobivanju potpuno lamelarne strukture. Ovdje se postavlja različita brzina hlađenja s ciljem kontroliranja veličine α lamela. Nakon provedene homogenizacije, deformiranje se provodi pri temperaturama u $\alpha+\beta$ području. U ovom koraku dolazi do poboljšavanja mehaničkih svojstava zbog gomilanja dislokacija miješanjem BCC i HCP kristalnih rešetki. Postupak rekristalizacije provodi se na temperaturama u $\alpha+\beta$ području. Primarna α faza (α_p) rekristalizira na trojnoj točki rekristalizacije β faze što dovodi do toga da u strukturi ima α i β zrna. Završetak procesa čini žarenje kojim se postiže precipitacijsko očvršnuće. [7]

2.5.3. Izotropna struktura

Za izotropnu strukturu moguće je primijeniti dva načina toplinsko-mehaničke obrade. Oba načina su identična u postupcima homogenizacije i deformiranja. Homogenizacija se provodi pri temperaturama u β području s brzinom hlađenja koja nam omogućuje kontroliranje veličine α lamela. Mehaničko deformiranje je identično kao i kod dobivanja bi-modalne (duplex) strukture gdje je cilj dobiti gomilanje dislokacija te posljedično tome poboljšana mehanička svojstva. Sljedeći korak rekristalizacijskog žarenja može se razlikovati u temperaturi i brzini hlađenja, od prethodnih postupaka jer odnos veličine zrna α i β faze ovisi isključivo o brzini hlađenja. Ako je brzina hlađenja nakon rekristalizacije dovoljno mala, doći će do rasta primarne α faze (α_p) te će posljedično tome biti inhibirano izlučivanje α lamele na granice β zrna. U konačnici se tako dobije izotropna struktura. Drugi način dobivanja izotropne strukture podrazumijeva provođenje rekristalizacije pri nižim temperaturama u usporedbi s rekristalizacijom koja

se provodi pri dobivanju duplex strukture. Provođenje takve rekristalizacije dovodi do direktnog razvoja α faze iz deformiranih lamela. Završetak procesa čini žarenje kojim se postiže precipitacijsko očvršnuće. [7]

2.6. Razlike između potpuno lamelarne, bi-modalne i izotropne strukture

Pri dobivanju potpuno lamelarne strukture bitno je provođenje rekristalizacije u β području zbog povećane lomne žilavosti. Dijelovi koji se žare na ovim temperaturama uglavnom su lomno kritična mjesta u eksploataciji materijala. Nije praktično vršiti takvu rekristalizaciju za velike dijelove zbog potrebne brzine hlađenja od minimalno 1000K/min. Također, dijelovi hlađeni pri ovoj brzini pokazivat će nisku dinamičku izdržljivost zbog svoje lamelarne mikrostrukture. U usporedbi s lamelarnom strukturom, postignuta bi-modalna (duplex) struktura ima povećanu otpornost na puzanje što ju čini prikladnom za dijelove izložene visokotemperaturnom djelovanju. U konačnici, izotropna struktura osigurava istovjetnost svojstava materijala u svim smjerovima zbog direktnog razvoja α faze iz deformiranih lamela. [7]

3. ADITIVNA PROIZVODNJA TITANIJEVE LEGURE

3.1. Vrste aditivnih tehnologija

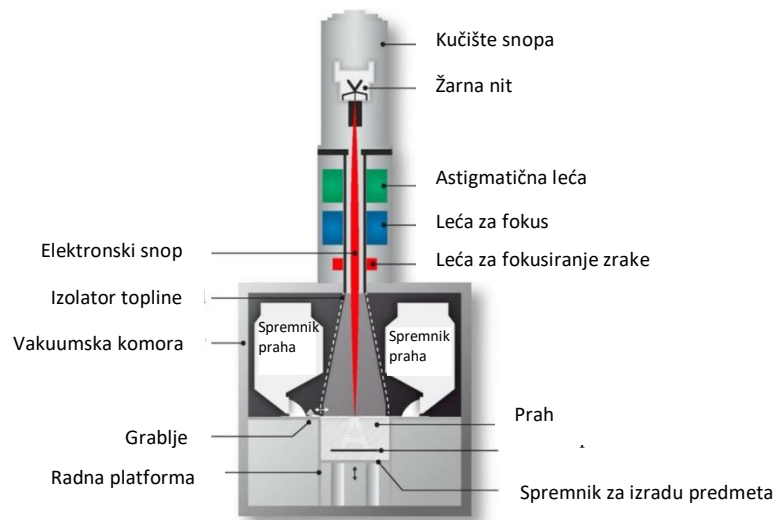
Aditivne tehnologije podrazumijevaju generiranje 3D CAD modela materijala te njegovo slojevito spajanje u taj traženi oblik. Razlikujemo nekoliko vrsta aditivnih tehnologija koje će biti kasnije objašnjene:

- Taljenje elektronskim snopom (*EBM*)
- Selektivno pretaljivanje laserskim snopom (*SLM*)
- Taloženje metala laserskim snopom (*LMD*) [9]

Sve navedene aditivne tehnologije započinju izradom 3D CAD modela, najčešće inovacijom inženjera, no moguće je dobiti CAD model i metodom računalne tomografije, to jest reverzibilnog inženjeringa. Takav 3D CAD model se pomoću algoritama dijeli na 2D ravnine paralelne s isplaniranim smjerom izrade. Materijal za izradu je osiguran rastaljivanjem, najčešće pomoću usmjerenog izvora topline te se konačni oblik materijala dobiva skrućivanjem. [10]

3.1.1. Taljenje elektronskim snopom

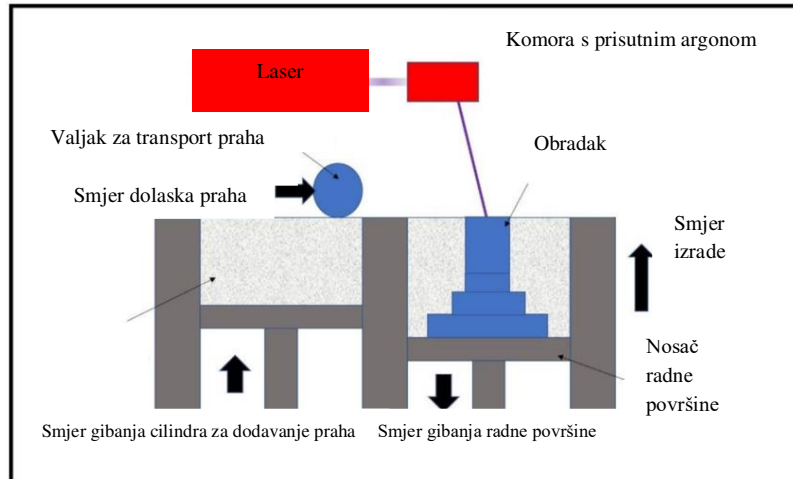
Taljenje praha snopom elektrona (*engl. Electron beam melting, EBM*) je postupak aditivne tehnologije koji se temelji na korištenju usmjerenog snopa elektrona za taljenje metalnog materijala. Služi za obradu isključivo električno vodljivih materijala. Uređaj za ovakav način taljenja nužno mora imati vakumsku komoru s osiguranom niskotlačnom atmosferom od barem 2×10^{-3} mbar koja bi spriječila interakcije između molekula zraka i elektrona, ponajviše oksidaciju. Vakumska komora također sadrži spremnike s metalnim prahom i grabljama. Ovaj stroj radi na način da se prvo ugrijava početni sloj praha do određene temperature koja neće izazvati sublimaciju i maglu isparenih čestica u komori koje bi moglo ometati snop elektrona. Elektronski snop koji je fokusiran kroz leću te ubrzan kroz elektromagnetsko polje na brzine elektrona do 10000 m/s tada prelazi preko nanesenog sloja praha. Dok se nanese sloj praha na zadanoj visini rastali, platforma se spušta za iznos debljine sloja te kreće ponovno taljenje praha. [11] Slika 1. prikazuje shematski prikaz uređaja za EBM proces [10].



Slika 1. Shematski prikaz uređaja za EBM proces [10]

3.1.2. *Selektivno pretaljivanje laserskim snopom (SLM)*

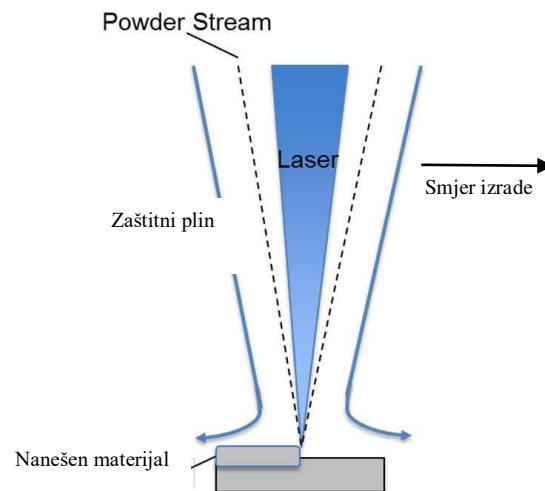
Selektivno taljenje prahe laserskim snopom (eng. Selective Laser Melting, SLM) je postupak aditivne tehnologije koji se najčešće koristi pri uporabi prahe kao materijala za taljenje [1]. Proces je sličan EBM procesu u smislu nastajanja konačnog proizvoda. Prah se nanosi na radnu površinu prema podacima zadanim u CAD modelu te njegova debljina iznosi između 15-150 μm . Na nanoseni sloj prahe, djeluje laserska zraka snage do 1kW i pretaljuje ga. Kad pretaljivanje sloja završi, radna površina se spušta za debljinu sloja te se ponovo nanosi prah i pretaljuje novi sloj, sve dok se ne dobije konačni proizvod. Cijeli proces se provodi u zatvorenoj komori u zaštitnoj atmosferi inertnog plina argona [12]. Slika 2. prikazuje shematski prikaz uređaja za SLM proces [10].



Slika 2. Shematski prikaz uređaja za SLM proces [10]

3.1.3. Taloženje metala laserskim snopom (LMD)

U postupku taloženja metala laserskim snopom (eng. Laser Metal Deposition) – metalni se prah nanosi na radnu površinu direktno iz sapnice što pojednostavljuje izvedba stroja i otklanja potreba za strojnim dijelovima koji distribuiraju i transportiraju prah na radnu površinu. Metalni prah koji izlazi iz sapnice pada na radnu površinu kroz fokus laserske zrake koja njegovim rastaljivanjem slaže slojeve u geometrijski oblik obratka [12]. Slika 3. prikazuje shematski prikaz uređaja za LMD proces [10].



Slika 3. Shematski prikaz uređaja za LMD proces [10]

3.2. Postupci prevlačenja titanijevih legura

Prevlačenje materijala provodi se sa svrhom poboljšavanja svojstava površinskog sloja. U praksi je često prisutan problem postizanja optimalne kombinacije svojstava pri izboru materijala proizašao iz zahtjeva za ostvarivanjem svojstava poput dobre otpornosti na trošenje i koroziju, visoke tvrdoće, čvrstoće, lomne žilavosti i sl. Postupci prevlačenja površina dijele se na prevlačenje u parnoj fazi, toplinska prevlačenja, mehanička prevlačenja, toplinsko-mehanička, kemijska i elektrokemijska prevlačenja. U radu će se ispitivati uzorci prevučeni plazmom potpomognutim kemijskim prevlačenjem iz parne faze (eng. Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition, PACVD). [13]

Prevlačenje u parnoj fazi provodi se na način da se materijal prevlake dovede u parnu fazu za nanošenje na osnovni materijal. Osnovni materijal se razlikuje od materijala koji se koristi za prevlaku. Najčešće korištene prevlake kod ovog postupka dijele se na [14]:

- Oksidne keramike (Al_2O_3 i TiO_2),
- Neoksidne keramike (TiN, TiC, TiCN, TiAlN, TiAlCN, SiC, ...),
- Prevlake od dijamantu sličnog ugljika.

Također, ovisno o mehanizmu taloženja prevlaka, postupci prevlačenja u parnoj fazi mogu se dijeliti na:

- Fizikalno taloženje u parnoj fazi-PVD (eng. Physical Vapour Deposition)
- Kemijsko taloženje u parnoj fazi-CVD (eng. Chemical Vapour Deposition)
- Plazmom potpomognuto kemijsko taloženje u parnoj fazi-PA CVD (eng. Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition) [15]

3.2.1. Prevlačenje PVD postupkom

PVD postupak je postupak taloženja u parnoj fazi za koji je karakteristično dovođenje materijala prevlake fizikalnim putem, to jest kondenzacijom parne faze materijala prevlake na osnovni materijal u posljednjem koraku procesa. Proces započinje zagrijavanjem materijala elektronskim snopom prevlake i njegovim prelaskom u parnu fazu. Te čestice u parnoj fazi moraju biti transportirane na osnovni materijal laminarnim strujanjem kojim se izbjegava međusobni sudar čestica prevlake. Takvo laminarno gibanje

osigurano je pri niskom tlaku od 10^{-3} Pa do 10^{-7} Pa. Kao posljedica takvog prevlačenja moguće je prevlačiti obratke pravolinijski pozicionirane u odnosu na izvor metala prevlake, ukoliko nije moguće osigurati rotaciju obradaka ili postaviti više izvora prevlake. U konačnici laminarno prenesene čestice kondenziraju na obradak. Dobra prionjivost čestica za obradak osigura se održavanjem obratka na maksimalnoj temperaturi. [16]

3.2.2. *Prevlačenje CVD postupkom*

CVD postupak prevlačenja bazira se na iniciranju kemijskih reakcija prekursora (TiCl_4 , BCl_4) na površini obratka. Obradak se zagrijava u vakuumskoj komori na temperaturama između 800 do 1000°C pri kojima se postiže toplinski aktivirana kemijska reakcija razlaganja prekursora. Pošto temperature potrebne za provođenje procesa su tako visoke, materijale s temperaturom sintiranja ispod 800°C nije moguće prevlačiti na ovaj način. Prednost CVD procesa je što nije ograničen na oblik obratka. Moguće bez poteškoća je prevlačiti obratke kompliciranih oblika i unutrašnje površine. [17]

3.2.3. *Prevlačenje PACVD postupkom*

PACVD postupak provodi se u vakuumskoj komori u koju se energija unosi ionizacijom plinske smjese vodika, dušika i argona u vakuumskoj komori, odnosno stvaranje plazme ioniziranih plinova. Energija unesena plazmom ne zagrijava komoru na visoke temperature kao kod CVD postupaka te je stoga moguće prevlačiti veći broj materijala. Primjenjuju se plinovi (H_2 , N_2 , Ar) i prekursori (TiCl_4 , BCl_4) te se svojstva prevlake mogu regulirati parametrima temperature, tlaka, vremena prevlačenja, snage plazme i napona elektrode. Plazma također ima i svrhu otprašivanja, to jest, čišćenja materijala obratka da bi prionjivost prevlake bila što veća. Plinovi se ioniziraju u električnom polju plazme i otprašivanjem nečistoće čine hlapljivima čime omogućuju njihovo uklanjanje [18].

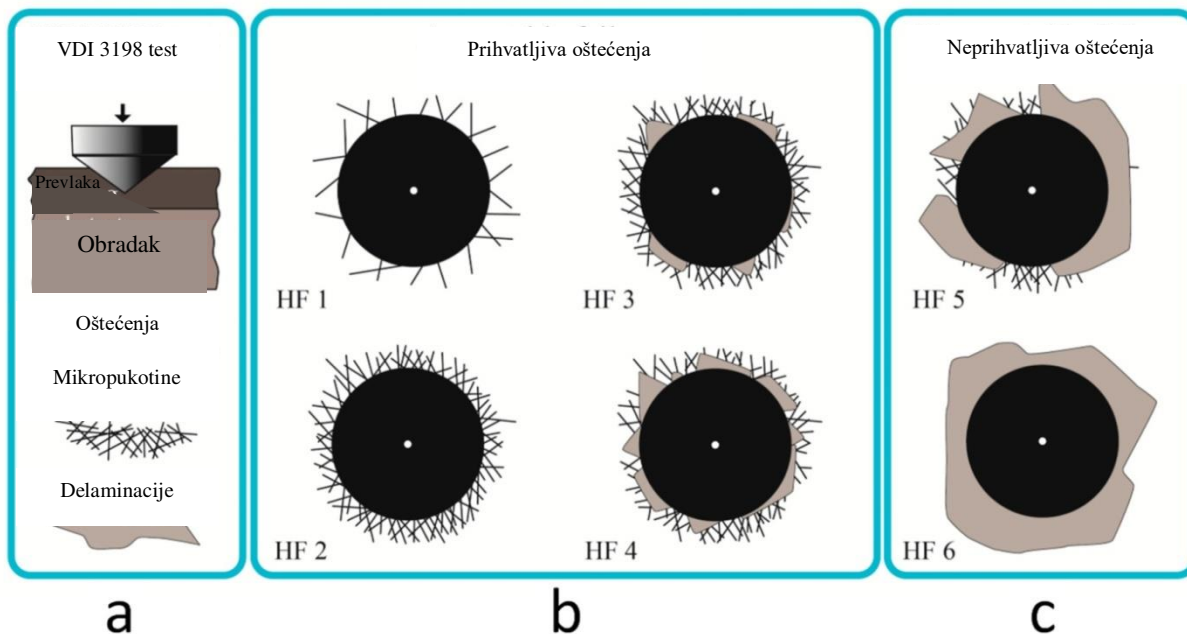
4. METODE KARAKTERIZACIJE PREVLAKA

Metode kojima će biti karakterizirana prevlaka su ispitivanja adhezivnosti površine i ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje.

Ispitivanje adhezivnosti površine provedeno je Rockwell metodom prema normi VDI 3198 s Rockwell C indentorom. Ispitivanje mikrotvrdoćene prevučenih uzoraka provedeno je metodom VickersHV0,5 dok je ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje prevlake kao i određivanje debljine prevlake provedeno na kalotestu. Navedene metode biti će detaljnije opisane u nastavku.

4.1. Ispitivanje adhezivnosti prevlake

Ispitivanje adhezivnosti prevlake provodi se sa svrhom određivanja snage veze između prevlake i podloge na kojoj je prevlaka primjenjena. Ispitivanje se provodi prema normi VDI 3198 s Rockwell C indentorom. Dijamantni indentor stožastog oblika utiskuje se u prevlaku te stvara plastičnu deformaciju u prevlaci koja rezultira njezinom delaminacijom i pucanjem. Kut stošca dijamantnog indentora je 120°-i vrh stošca ima polumjer zaobljenja od 0,2 mm. Prije početka ispitivanja, kao i kod ispitivanja tvrdoće, vrijedi pravilo da debljina podloge ispitivanog uzorka mora biti barem deset puta veća od dubine utiskivanja indentora. Oštećenja izazvana utiskivanjem indentora moguće je klasificirati u šest kategorija rangiranih od najbolje adhezivnosti prevlake do najslabije (HF1-HF6). Prihvatljiva oštećenja spadaju među kategorije HF1-HF4 koje označavaju prevlake dobre prionjivosti, dok neprihvatljiva oštećenja su kategorizirana u HF5 i HF6 kategorije slabe prionjivosti prevlake. [19] Model usporedbe prionjivosti prevlake prikazan je slikom 4.



Slika 4. Prikaz modela usporedbe prionjivosti prevlake [19]

4.2. Ispitivanje otpornosti na trošenje mikroabrazijom

Ispitivanje otpornosti na trošenje prevlake mikroabrazijom provedeno je u laboratorijskim prostorijama Fakulteta strojarstva i brodogradnje na lokaciji Vijadukt u Zagrebu na uređaju Tribotechnic calotester. Ispitivanje se provodi rotacijom i utiskivanjem kalote (čelične kuglice) na uzorak. Kuglica ima promjer 20 mm i tvrdoću 60 HRC. Uzorak je postavljen pod kutem od 55° prema horizontalnoj ravnini. Prije i tokom utiskivanja na uzorak se dodaje kap dijamantne suspenzije svakih deset sekundi kako bi se osigurala konzistentnost trošenja uzorka. Korištena je suspenzija StruersDP3 gdje je broj 3 oznaka za veličinu čestica u mikrometrima. Provedena su ukupno tri ispitivanja za svaki ispitni uzorak u trajanju od 10, 20 i 30 sekundi. Nakon provedenog ispitivanja na uzorku ostaje otisak karakterističnih dimenzija koji se proučava pod mikroskopom.

Pri određivanju otpornosti za mikroabrazijsko trošenje bitan podatak je vrijednost volumena trošenja. Uz pretpostavku da je trag trošenja kružnog oblika i ako su dubina i promjer prodiranja puno manji od promjera kugle kojom se provodi ispitivanje, volumen trošenja V određuje se prema formuli:

$$V \approx \frac{\pi \cdot d^4}{64R}, \text{ za } d \ll R \quad (5)$$

gdje je d promjer kalote, a R polumjer kuglice.

Koeficijent mikroabrazijskog trošenja κ moguće je odrediti prema formuli:

$$\kappa = \frac{V}{m \cdot N} \quad (6)$$

gdje N predstavlja opterećenje na uzorak uzrokovan težinom kugle koji se može odrediti jednadžbom:

$$N = m \cdot g \cdot \cos \rho \quad (7)$$

u kojoj m predstavlja masu kuglice, g gravitacijsku konstantu, a ρ kut postavljanja uzorka. parametar je i put trošenja m te se određuje sljedećom jednadžbom:

$$m = 2 \cdot d \cdot \pi \cdot \frac{n}{60} \cdot t \quad [m] \quad (8)$$

gdje su:

d – promjer kuglice [mm]

n – brzina vrtnje kalotestera [okr/min]

t – trajanje ispitivanja [s] [20]

EKSPERIMENTALNI DIO

5. PLAN POKUSA

U eksperimentalnom djelu ovog rada korištene su dvije šarže uzoraka. Uzorci su u obliku valjka promjera 18 mm za konvencionalno proizvedene legure dok su legure proizvedene EBM postupkom promjera 16 mm. Prvu šaržu čine konvencionalno proizvedene legure Ti6Al4V dobivene lijevanjem (u radu će se na njih pozivati s oznakama A1, B1, C1, D1). Drugu šaržu uzoraka čine aditivno proizvedene legure EBM postupkom (u radu će se na njih pozivati s oznakama A2, B2, C2, D2).

Svi uzorci legura su bili brušeni brusnim papirima granulacija P120, P600, P1200 te na kraju P4000. Brušenje je provedeno postepenim povećavanjem granulacija da bi se dobila fina i glatka površina. Broj u nazivu za kvalitetu papira označava broj otvora na situ na površini iznosa jednog kvadratnog inča. Što je veći broj u oznaci papira to je manji srednji promjer čestica na njemu te će obrada biti finija.

Uzorci su nakon brušenja bili prevučeni u vakuumskoj preći Rübiger Type PC 70/90 prevlakom TiN. Prevučeni: uzorci oznake B bili su prevučeni PACVD postupkom pri 500°C u trajanju od 6 sati, uzorci oznake C bili su prevučeni PACVD postupkom pri 500°C u trajanju od 8 sati dok su uzorci oznake D bili prevučeni PACVD postupkom pri 520°C u trajanju od 1,5 sat. Parametri prevlačenja prikazani su u donjoj tablici.

Tablica 1. Parametri prevlačenja PACVD TiN prevlakom

Parametri PACVD postupka	Oznaka uzorka		
	B1, B2	C1, C2	D1, D2
Temperatura / T [°C]	500	500	520
Trajanje / t [h]	6	8	1,5
Protok H ₂ / q_{H_2} [l/h]	200	200	200
Protok Ar / q_{Ar} [l/h]	10	10	10
Protok N ₂ / q_{N_2} [l/h]	45	45	45
Snaga / P [W]	3000	3000	3000
Tlak / p [mbar]	2	2	2

Postrojenje za PACVD postupak i uzorci nakon provedenog prevlačenja prikazana na slikama 5. i 6.:



Slika 5. Prikaz vakumske peći PC 70/90 za prevlačenje PACVD postupkom



Slika 6. Prikaz uzoraka nakon prevlačenja prevlakom PACVD TiN

6. REZULTATI ISPITIVANJA

6.1. Ispitivanje mikrotvrdoće neprevučениh uzoraka

Mikrotvrdoća uzoraka ispitana je u laboratorijskim prostorijama Fakulteta strojarstva i brodogradnje na lokaciji Vijadukt u Zagrebu sa uređajem ZwickZ323. Ispitivanje je provedeno metodom VickersHV0,5, utiskivanjem dijamantne četverostrane prizme s opterećenjem od 5N te optičkim mjerenjem dijagonala koje su nastale od otiska u uzorcima. Sljedeća tablica prikazuje vrijednosti za konvencionalno proizvedenu leguru A1 i aditivno proizvedenu leguru A2.

Tablica 2. Vrijednosti mikrotvrdoće HV0,5 ne prevučene legure za uzorke A1 i A2

Broj mjerenja	Uzorak A1(konvencionalna legura)	Uzorak A2 (EBM legura)
1	290	356
2	312	371
3	324	356
4	318	377
5	343	371
Srednja vrijednost	317,4	366,2
Standardna devijacija	19,23	9,63

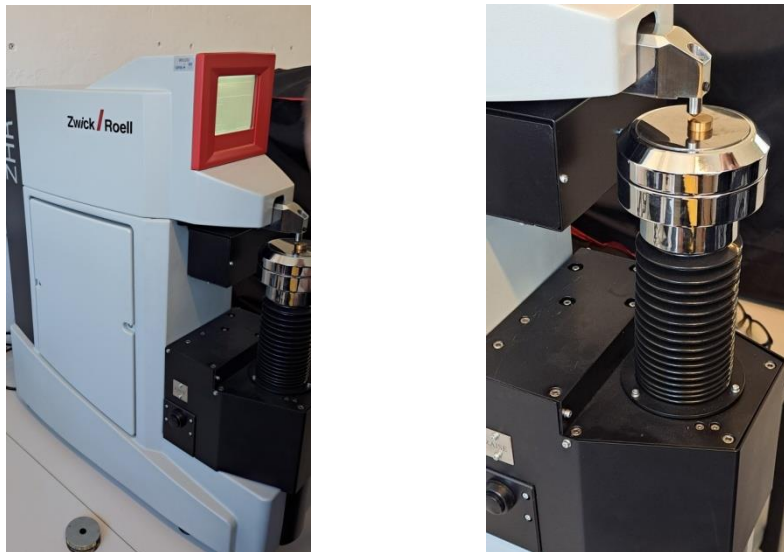
Iz tablice je vidljivo da konvencionalno proizvedena legura ima niže vrijednosti mikrotvrdoće uz dvostruko veće rasipanje rezultata mjerenja. Veća tvrdoća i manji raspon odstupanja karakteristični su za aditivno proizvedene legure zbog sitnozrnate homogene mikrostrukture.

6.2. Ispitivanje adhezivnosti prevlake TiN

Ispitivanje adhezivnosti uzoraka provedeno je u laboratorijskim prostorijama Fakulteta strojarstva i brodogradnje na lokaciji Vijadukt u Zagrebu. Obavljeno je ispitivanje prema normi VDI 3198 utiskivanjem dijamantnog indentora silom od 1471 N dva puta na različita mjesta istog uzorka koja izaziva pucanje prevlake.

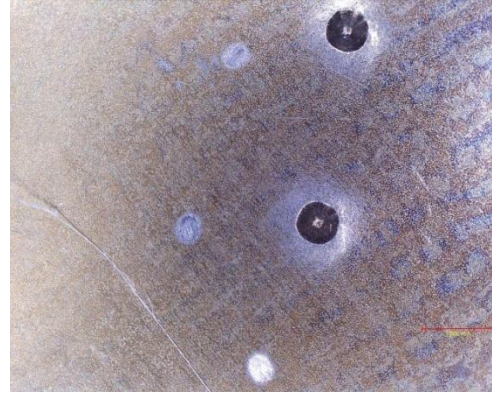
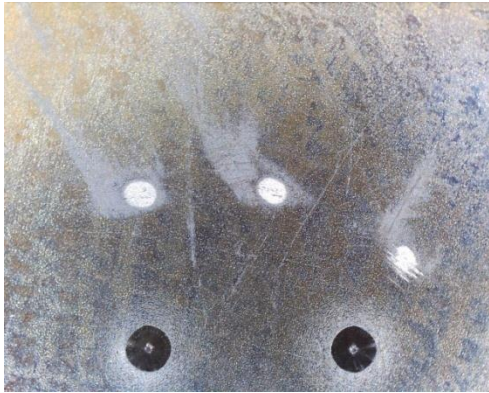
Nakon što je provedeno utiskivanje indentora uzorci su bili stavljeni na metalografski svjetlosni mikroskop Olympus, promatrani te uspoređeni sa modelom usporedbe za prionjivost prevlake prikazanim na slici 4.

Na slici 7. vidljiv je uređaj Zwick na kojem je provedeno ispitivanje.



Slika 7. Određivanje adhezivnosti prevlake na tvrdomjeru

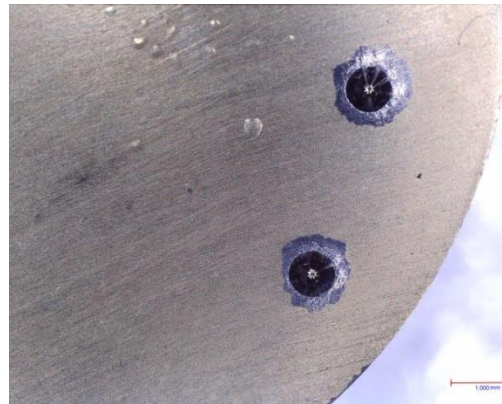
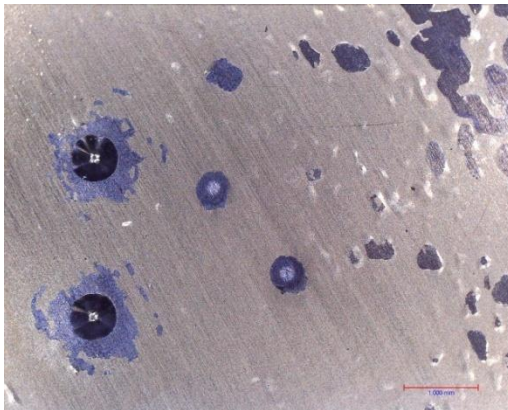
Sljedeće slike prikazuju otiske uzrokovane utiskivanjem promatrane na mikroskopu za sve prevučene uzorke B1, B2, C1, C2, D1, D2. Vidljiva su dva otiska na uzorku.



a) b)

Slika 8. Otisci nakon ispitivanja po normi VDI 3198 za uzorke:

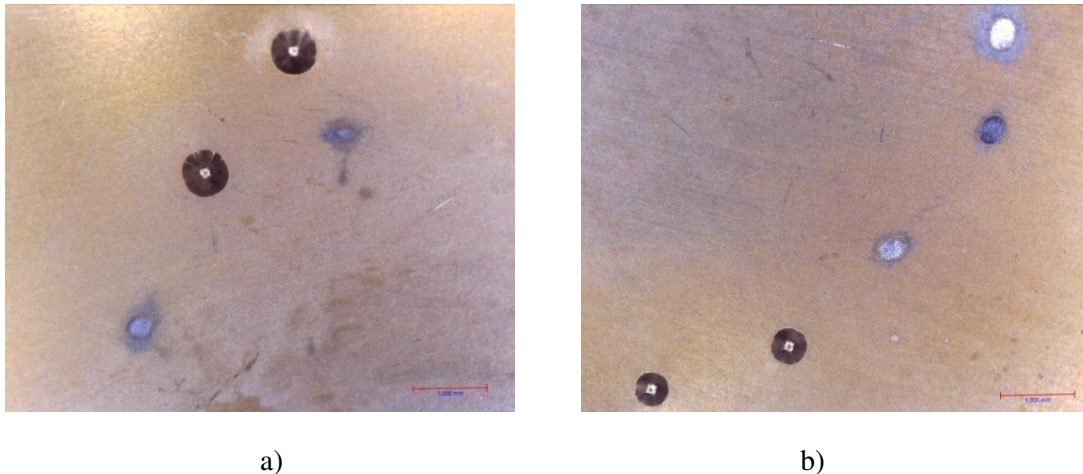
a) konvencionalno proizvedena legura B1 b) aditivno proizvedena legura B2



a) b)

Slika 9. Otisci nakon ispitivanja po normi VDI 3198 za uzorke:

a) konvencionalno proizvedena legura C1 b) aditivno proizvedena legura C2



Slika 10. Otisci nakon ispitivanja po normi VDI 3198 za uzorke:

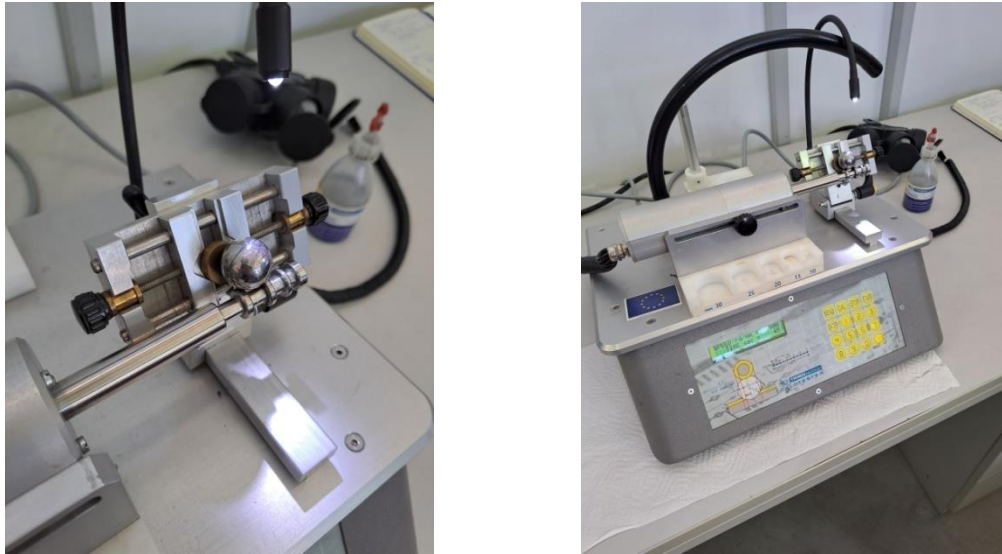
a) konvencionalno proizvedena legura D1 b) aditivno proizvedena legura D2

VDI 3198 je kvalitativna metoda određivanja oštećenja. Provođenjem usporedbe otisaka nakon ispitivanja sa modelom usporedbe prionjivosti prevlake moguće je utvrditi da je kod uzoraka B1, B2, C1 i C2 došlo do znatno vidljive delaminacije prevlake koja obuhvaća široko područje oko mjesta utiska indentora. Delaminacija prevlake je također prisutna i kod uzoraka D1 i D2 manjoj mjeri te je ona slabije uočljiva u usporedbi sa ostalim uzorcima. Razlog tomu je ponajviše kraće vrijeme nanošenja prevlake i viša temperatura prevlačenja koje je u ovom slučaju rezultiralo poboljšanim svojstvom prionjivosti prevlake.

Uzorci B1, B2, C1 i C2 mogu se svrstati u HF5 i HF6 neprihvatljivih oštećenja dok se uzorci D1 i D2 mogu svrstati u kategoriju prihvatljivog oštećenja HF4.

6.3. Ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje prevlake

Ispitivanje otpornosti na mikroabrazijsko trošenje prevlake provedeno je u laboratorijskim prostorijama Fakulteta strojarstva i brodogradnje na lokaciji Vijadukt u Zagrebu na uređaju Tribotechnicalotester. Provedena su ukupno tri ispitivanja na svakom uzorku u trajanju od 10, 20 i 30 sekundi.. Na sljedećim slikama vidljiv je prikaz uređaja za vrijeme provedbe ispitivanja.



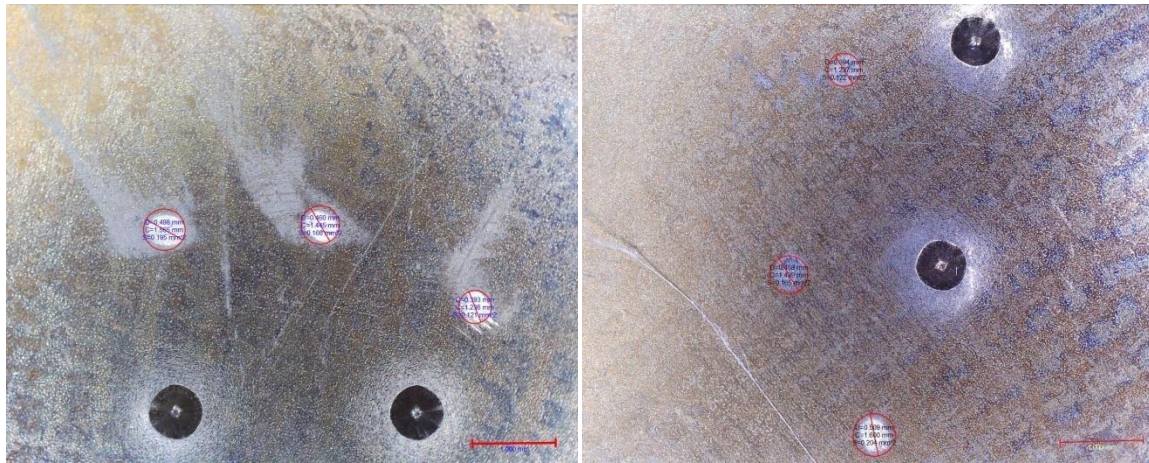
Slika 11. Prikaz kalotestera tijekom provedbe ispitivanja

U sljedećoj tablici navedeni su parametri ispitivanja.

Tablica 3. Parametri ispitivanja otpornosti na mikroabrazijsko trošenje

Parametar	Vrijednosti
Promjer kuglice / d [mm]	20
Tvrdoća kuglice [HRC]	60
Brzina vrtnje / n [okr/min]	300
Kut postavljanja uzorka [°]	55

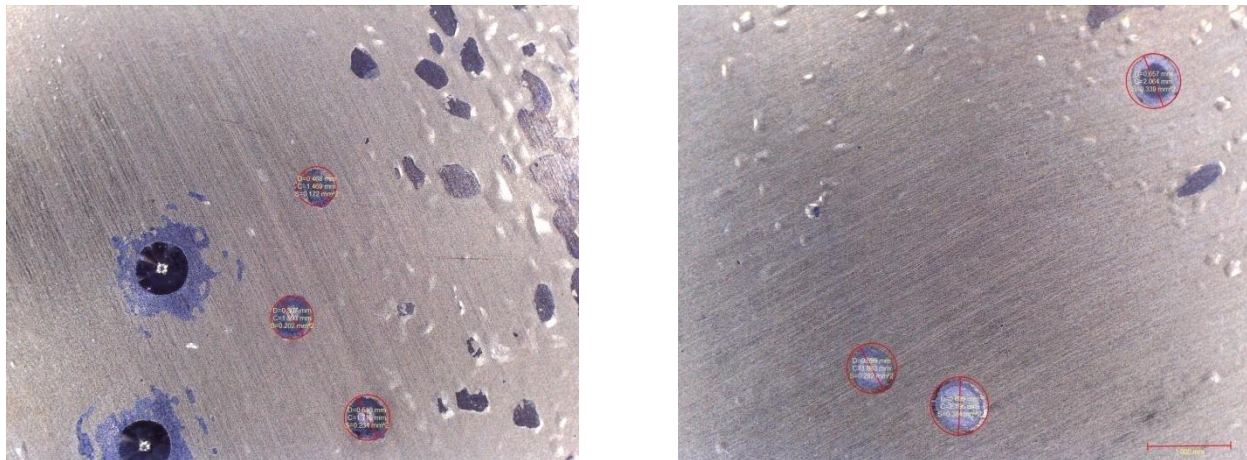
Na sljedećim slikama prikazani su uzorci i dimenzije vanjskih i promjera nakon provedenog ispitivanja za sve prevučene uzorke B1, B2, C1, C2, D1, D2.



a)

b)

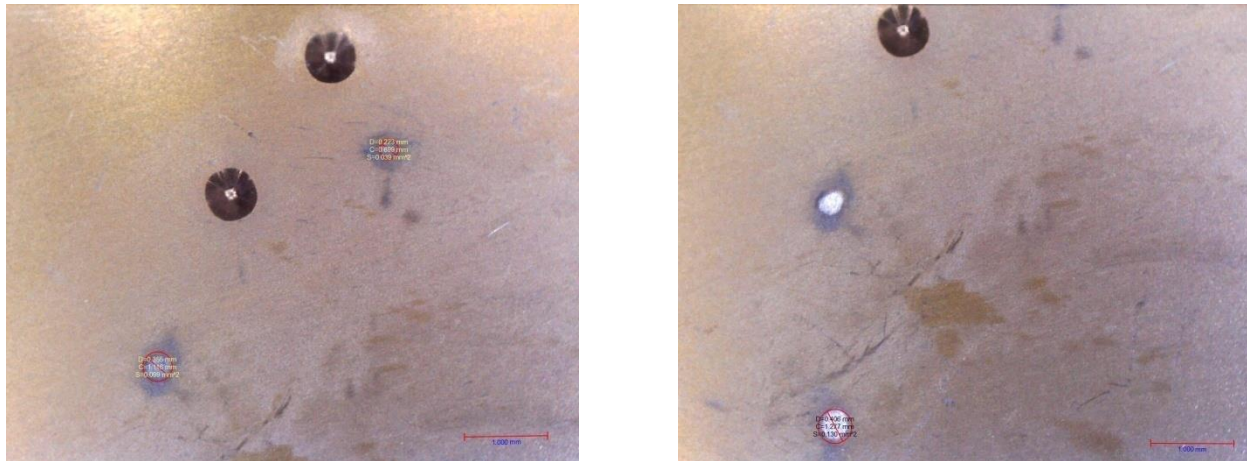
Slika 12. Prikaz i dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za legure: a) B1 b) B2



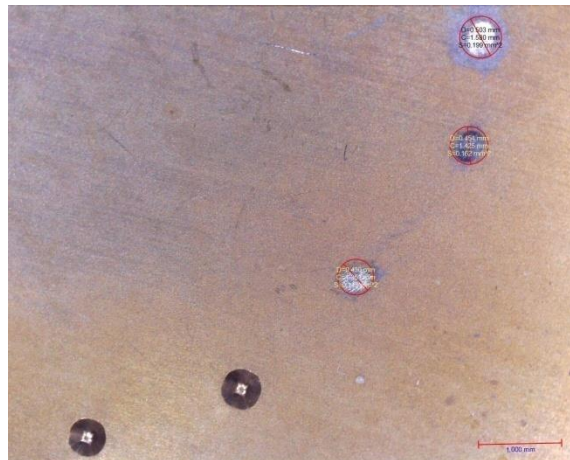
a)

b)

Slika 13. Prikaz i dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za legure: a) C1 b) C2



Slika 14. Prikaz i dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru D1



Slika 15. Prikaz i dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru D2

U sljedećim tablicama biti će prikazane vrijednosti promjera utjecaja kalote kao i njezin opseg i površina utjecaja te kako ove vrijednosti variraju sa različitim vremenom provođenja ispitivanja. Svaka tablica se odnosi na jedan uzorak.

Brzina trošenja određena je provođenjem linearne regresijske analize kao dobiveni iznos koeficijenta nagiba pravca. Provedena je za svaki uzorak tri puta za određivanje povećanja promjera/opsega/površine kalote po metru puta trošenja. Vrijednosti volumena trošenja V izračunate su prema jednadžbi (5) dok su vrijednosti puta trošenja m izračunate prema jednadžbi (8).

Tablica 3. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru B1

/	Trajanje ispitivanja [s]	m (put trošenja) [m]	D (promjer) [mm]	C (opseg) [mm]	S (površina) [mm ²]	Volumen trošenja [10 ⁻⁴ mm ³]
/	10	2,400	0,393	1,236	0,121	0,5855
/	20	4,800	0,460	1,445	0,166	1,099
/	30	7,200	0,498	1,565	0,195	1,509
Brzina trošenja, [mm²/s]	/	/	/	/	0,0154	/

Tablica 4. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru B2

/	Trajanje ispitivanja [s]	m (put trošenja) [m]	D (promjer) [mm]	C (opseg) [mm]	S (površina) [mm ²]	Volumen trošenja [10 ⁻⁴ mm ³]
/	10	2,400	0,394	1,237	0,122	0,5915
/	20	4,800	0,458	1,439	0,165	1,079
/	30	7,200	0,509	1,600	0,204	1,647
Brzina trošenja, [mm²/s]	/	/	/	/	0,0171	/

Tablica 5. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru C1

/	Trajanje ispitivanja [s]	m (put trošenja) [m]	D (promjer) [mm]	C (opseg) [mm]	S (površina) [mm ²]	Volumen trošenja [10 ⁻⁴ mm ³]
/	10	2,400	0,468	1,469	0,172	1,177
/	20	4,800	0,507	1,593	0,202	1,622
/	30	7,200	0,546	1,716	0,234	2,181
Brzina trošenja, [mm²/s]	/	/	/	/	0,0129	/

Tablica 6. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru C2

/	Trajanje ispitivanja [s]	m (put trošenja) [m]	D (promjer) [mm]	C (opseg) [mm]	S (površina) [mm ²]	Volumen trošenja [10 ⁻⁴ mm ³]
/	10	2400	0,599	1,883	0,282	3,159
/	20	4800	0,657	2,064	0,339	4,573
/	30	7200	0,699	2,196	0,384	5,859
Brzina trošenja, [mm²/s]	/	/	/	/	0,0213	/

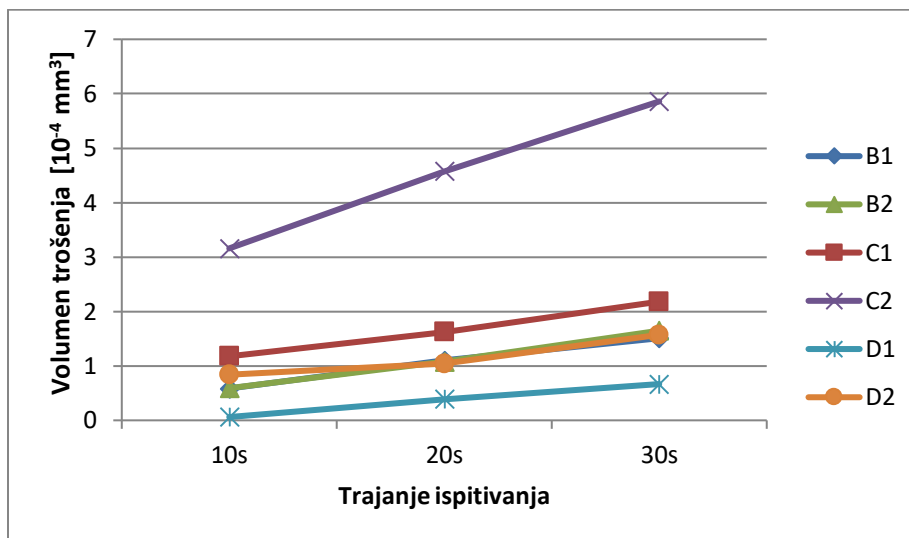
Tablica 7. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru D1

/	Trajanje ispitivanja [s]	m (put trošenja) [m]	D (promjer) [mm]	C (opseg) [mm]	S (površina) [mm ²]	Volumen trošenja [10 ⁻⁴ mm ³]
/	10	2,400	0,223	0,699	0,039	0,061
/	20	4,800	0,355	1,116	0,099	0,389
/	30	7,200	0,406	1,277	0,130	0,667
Brzina trošenja, [mm²/s]	/	/	/	/	0,0190	/

Tablica 8. Dimenzije otisaka nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za leguru D2

/	Trajanje ispitivanja [s]	m (put trošenja) [m]	D (promjer) [mm]	C (opseg) [mm]	S (površina) [mm ²]	Volumen trošenja [10 ⁻⁴ mm ³]
/	10	2,400	0,430	1,351	0,145	0,839
/	20	4,800	0,454	1,425	0,162	1,043
/	30	7,200	0,503	1,580	0,199	1,571
Brzina trošenja, [mm²/s]	/	/	/	/	0,0113	/

Slika 16. prikazuje grafički prikaz iznosa vrijednosti volumena trošenja u ovisnosti o vremenu trošenja ispitnih uzoraka.



Slika 16. Ovisnost volumena trošenja u odnosu na vrijeme trošenja

Iz dobivenih rezultata ispitivanja vidljivo je da je najveći trag otiska kalote ostavljen na uzorku C2. Razlog tome je što su uzorci C1 i C2 prevlačeni u trajanju od 8 sati čime je nanescena veća količina prevlake te je mogućnost trošenja površinskog sloja klizanjem kuglice i ostavljanja otiska u uzorku veća. Ovisno o trajanju ispitivanja, najveći porast površine utjecaja uočljiv je kod D1 legure gdje je legura prevlaćena pri temperaturi od 520°C u trajanju od 1,5 sati.

6.4. Određivanje debljine prevlake kalotesterom

Jednadžba za određivanje debljine prevlake glasi:

$$e = \frac{D^2 - d^2}{8R} [\mu m] \quad (9)$$

gdje:

e – debljina prevlake [μm]

D – vanjski promjer otiska kuglice [μm]

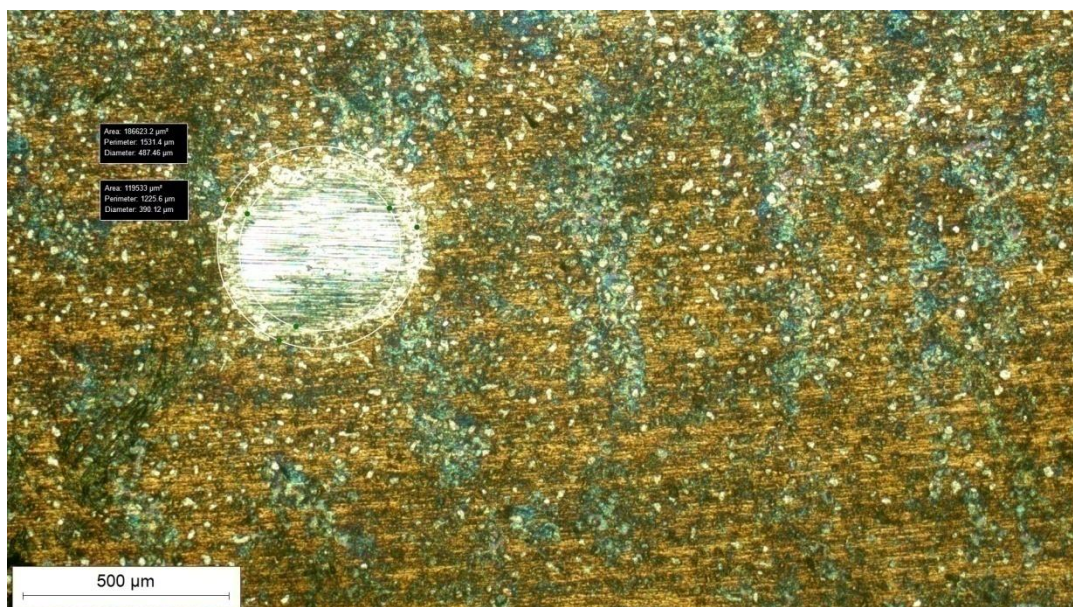
d – unutarnji promjer otiska kuglice [μm]

R – radijus čelične kuglice [μm]

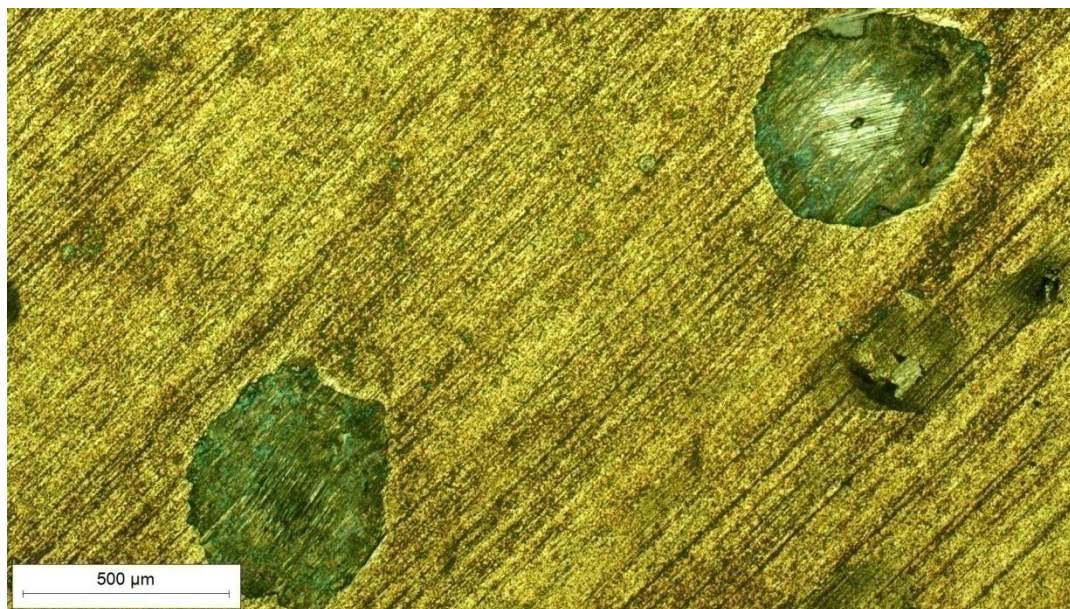
Sljedeće slike prikazuju otisak kalote nakon kalotesta s dimenzijama vanjskog i unutarnjeg promjera. Slike se odnose na legure B1, B2, C1, C2, D1 i D2. Mjerenje vanjskog i unutarnjeg promjera uzorka C1 nije bilo moguće zbog početka ljuštenja prevlake nakon provedenog kalotesta.



Slika 17. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorak B1



Slika 18. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorak B2



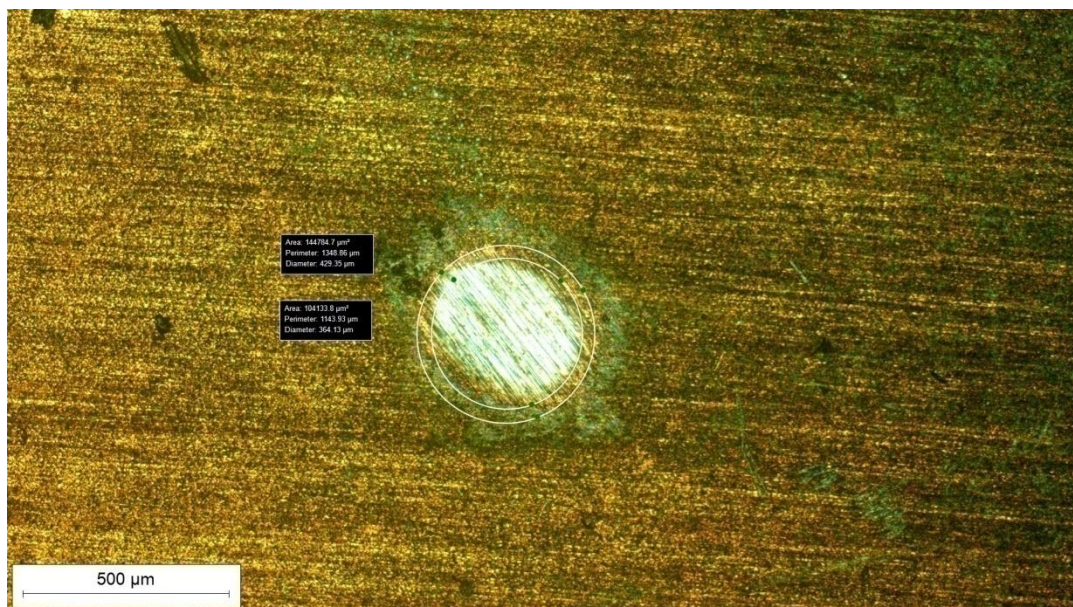
Slika 19. Prikaz trošenja nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorak C1



Slika 20. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorak C2



Slika 21. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorak D1



Slika 22. Dimenzije vanjskih i unutarnjih kružnica oko otiska nakon provedenog ispitivanja kalotesterom za uzorak D2

Na svakom uzorku provedena su tri ispitivanja, prvo u trajanju od 10, drugo u trajanju od 20, a treće u trajanju od 30 sekundi. Koristeći jednadžbu (1) izračunata je debljina prevlake te su izmjereni iznosi vanjskog i unutarnjeg promjera kao i debljina prevlake prikazani u sljedećoj tablici.

Tablica 9. Debljine prevlake ispitnih uzoraka

Uzorak	D [μm]	d [μm]	dsr [μm]	e [μm]
B1	525,76	418,75	472,26	1,26
B2	487,46	390,12	438,79	1,07
C2	759,9	626,74	693,32	2,31
D1	456,36	382,59	419,48	0,77
D2	429,35	364,13	396,74	0,65

Iz rezultata je vidljivo da je debljina prevlake najtanja na uzorcima D1 i D2 koji su bili prevlačeni na temperaturi od 520°C u trajanju od 1,5 sati. Prevlaku najveće debljine ima uzorak C2 koji je bio prevlačen na temperaturi od 500°C u trajanju od 8 sati, dulje trajanje prevlačenja daje mogućnost nanošenja debljeg sloja prevlake. Pošto nije bilo moguće utvrditi debljinu prevlake C1 uzorka i usporediti je sa debljinom prevlake na uzorku C2, ovaj rezultat može biti netočan. Debljine prevlake nanese na legure dobivene konvencionalnim postupkom nešto su većeg iznosa od debljina prevlaka nanesenih na legure proizvedene aditivnim postupcima.

6.5. Ispitivanje hrapavosti površine

Ispitivanje hrapavosti površine provedeno je u laboratorijskim prostorijama Fakulteta strojarstva i brodogradnje na lokaciji Vijadukt u Zagrebu sa uređajem Insize testerom hrapavosti ISR-C002. Provedena su dva ispitivanja po uzorku. Parametri ispitivanja prikazani su u donjoj tablici. Slika 23 prikazuje uređaj Insize tester hrapavosti ISR-C002 za vrijeme ispitivanja. Nakon provedenog ispitivanja, u programu Insize Dana View dobiveni su profili površinskih hrapavosti prevlake na legurama kao i vrijednosti srednjeg aritmetičkog odstupanja profila Ra, srednje visine neravnina Rz. i maksimalne visine vrha profila Rp. U tablici 12. vidljive su izmjerene vrijednosti hrapavosti za sve ispitane uzorke.

Tablica 10. Vrijednosti parametara uređaja pri ispitivanju hrapavosti

Filter	Gauss
Radijus ticala [r]	5 μm
Granična vrijednost [λc]	0,25 mm
Duljina vrednovanja [ln]	1,25 mm



Slika 23. Prikaz uređaja za mjerenje hrapavosti površine InsizeISR-C002

Tablica 11. Izmjerene vrijednosti parametara hrapavosti površine na uzorcima s prevlakom PACVD TiN

Legura	Ra [μm]	Rz [μm]	Rp [μm]
A1 (trag 1)	0,102	0,473	0,270
A1 (trag 2)	0,047	0,473	0,169
A2 (trag 1)	0,088	0,507	0,270
A2 (trag 2)	0,089	0,541	0,236
B1 (trag 1)	0,156	1,182	0,709
B1 (trag 2)	0,127	0,946	0,541
B2 (trag 1)	0,141	0,946	0,304
B2 (trag 2)	0,145	1,014	0,338
C1 (trag 1)	1,153	5,034	2,601
C1 (trag 2)	0,674	3,784	1,892
C2 (trag 1)	0,104	0,642	0,236
C2 (trag 2)	0,091	0,608	0,270
D1 (trag 1)	0,069	0,541	0,236
D1 (trag 2)	0,134	0,912	0,304
D2 (trag 1)	0,156	1,115	0,405
D2 (trag 2)	0,143	1,115	0,338

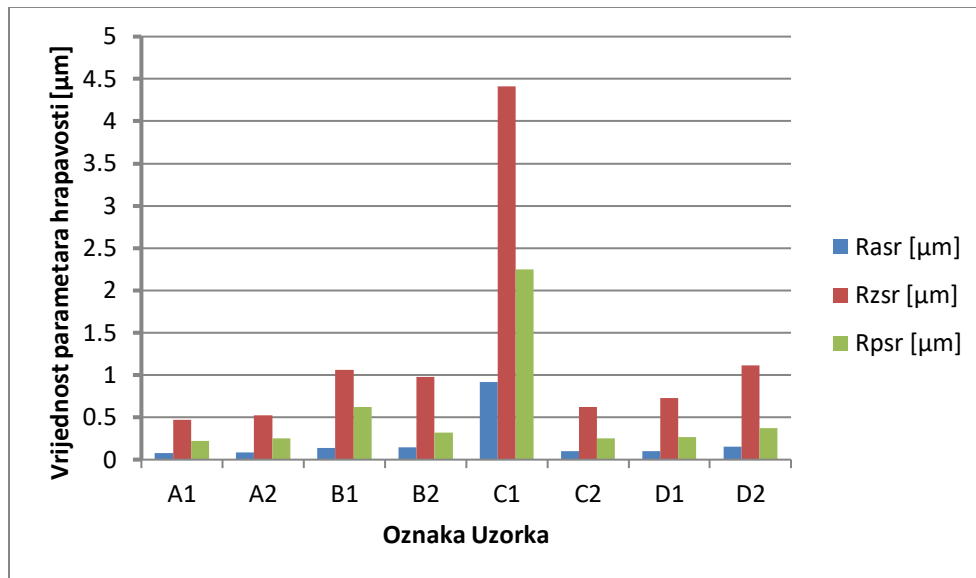
Iz tablice 11 se može uočiti da su vrijednosti površinske hrapavosti aditivno proizvedenih legura nešto veće od vrijednosti površinske hrapavosti konvencionalno proizvedenih legura. Od prosjeka najviše odstupaju ispitivanja provedena na leguri C1 zbog ljuštenja prevlake i lokalno slabijeg nanošenja. Također, maksimalna visina neravnina mora biti niža od debljine prevlake, što se ne može sa sigurnošću reći za leguru C1 pošto nije bilo moguće utvrditi njezinu debljinu prevlake pri ispitivanju kalotesterom. Bitno je napomenuti da hrapavija površina djeluje hidrofilno što sa vremenom može dovesti do bržeg oštećenja nanešene prevlake. Pojava valovitosti profila hrapavosti karakteristična je za aditivno proizvedene legure kao rezultat pojave mikroporoznosti materijala te pretaljivanja i sraščivanja praška.

U tablici 12 prikazane su izračunate srednje vrijednosti mjerenja po tragovima parametara hrapavosti (srednjeg aritmetičkog odstupanja profila R_a , srednje visine neravnina R_z , i maksimalne visine vrha profila R_p) za svaki uzorak.

Tablica 12. Izračunate srednje vrijednosti parametara hrapavosti površine

Legura	$R_{a_{sr}}$ [μm]	$R_{z_{sr}}$ [μm]	$R_{p_{sr}}$ [μm]
A1	0,0745	0,473	0,2195
A2	0,0885	0,524	0,253
B1	0,1415	1,064	0,625
B2	0,143	0,979	0,321
C1	0,9135	4,409	2,2465
C2	0,0975	0,625	0,253
D1	0,1015	0,7265	0,270
D2	0,1495	1,115	0,3715

Na temelju srednjih vrijednosti mjerenja po tragovima parametara hrapavosti konstruiran je histogram na slici 24.



Slika 24. Usporedba vrijednosti parametara hrapavosti PACVD TiN prevlake ispitnih uzoraka

7. ZAKLJUČAK

U radu su opisana svojstva titanija i njegovo dobivanje te svojstva i proizvodnja titanijevih legura primjenom aditivnih tehnologija. Također su proučeni postupci površinskog prevlačenja, opisani načini njihovih provođenja te poboljšanja u svojstvima materijala koja su dobivena takvim prevlačenjima. Eksperimentalni dio rada obuhvatio je ispitivanja adhezivnosti prevlake PACVD TiN na leguri Ti6Al4V (konvencionalno proizvedenoj i proizvedenoj EBM postupkom), otpornosti na trošenje mikroabrazijom, hrapavosti površine–i debljine prevlake za sve šarže uzoraka. Iz rezultata ispitivanja zaključuje se sljedeće:

- Adhezivnost višeslojne TiN prevlake je bolja na legurama prevlačenim u kraćem vremenskom razdoblju pri višim temperaturama (520°C) od legura prevlačenih pri nižim temperaturama (520°C) u duljem vremenskom razdoblju
- Veću otpornost na mikroabrazijsko trošenje TiN prevlake pokazale su legure prevlačene u kraćem vremenskom razdoblju pri višim temperaturama
- Hrapaviju površinu pokazale su TiN legure prevlačene u kraćem vremenskom roku pri višim temperaturama te sve aditivno proizvedene legure pokazuju svojstva valovitosti do neke mjere površine kao rezultat pojave mikroporoznosti materijala dok isto ne vrijedi za konvencionalno proizvedene legure
- Ispitivanjem mikrotvrdoće legura utvrđeno je da veću mikrotvrdoću imaju legure proizvedene aditivnim postupcima zbog svoje sitnozrnate strukture te je rasipanje mjerenja rezultata veće kod konvencionalno proizvedene legure
- Utvrđeno je da debljina prevlake varira ponajviše o trajanju prevlačenja gdje su legure prevlačene u duljem vremenskom trajanju imale deblju prevlaku. Također je rezultatima dobiveno da su debljine prevlake legura dobivenih konvencionalnim postupcima nekih 10% veće od aditivno proizvedenih legura, što bi mogla biti tema za daljnje proučavanje

Iz dobivenih rezultata slijedi da su mjerenja ukazala na bolja svojstva adhezivnosti i otpornosti na mikroabrazijsko trošenje kod legura prevlačenih pri višim temperaturama u kraćem vremenskom roku, dok su manju hrapavost površine i veću debljinu prevlake pokazale legure prevlačene u duljem vremenskom trajanju pri nižim temperaturama.

8. LITERATURA

- [1] T.R. Bieler, R.M. Trevino, L. Zeng, Alloys: Titanium, *Encyclopedia of Condensed Matter Physics*, 2005, Pages 65-76, ISBN 9780123694010,
- [2] <https://geologyscience.com/ore-minerals/titanium-ore/> (pristupljeno: 20.12.2023. u 19:16:43)
- [3] Jiayun Zhang, Hiroyuki Matsuura, Fumitaka Tsukihashi, Chapter 4.4 - *Processes for Recycling*, Editor(s): Seshadri Seetharaman, *Treatise on Process Metallurgy*, 2014, Pages 1507-1561
- [4] Oleg D. Neikov, Stanislav S. Naboychenko, Irina B. Murashova, Chapter 24 – *Production of Rare Metal Powders, Handbook of Non-Ferrous Metal Powders (Second Edition)*, 2019, Pages 757-829,
- [5] Lütjering, G. E. R. D. "Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α + β) titanium alloys." *Materials Science and Engineering: A* 243.1-2 (1998): 32-45.
- [6] Krishnan K. Sankaran, Rajiv S. Mishra, Chapter 5 – Titanium Alloys, *Metallurgy and Design of Alloys with Hierarchical Microstructures*, 2017, Pages 177-288,
- [7] Danko Čorić, Posebni metalni materijali - III Dio, nastavna literatura br. 251-66-1701-17-8 od 19. rujna 2017. godine, Fakultetski udžbenik, ISBN 978-953-7738-58-7, II. Izdanje
- [8] Lütjering, G., Williams, J.C. (2003). *Commercially Pure (CP) Titanium and Alpha Alloys. In: Titanium. Engineering Materials and Processes.* Springer, Berlin, Heidelberg. https://doi.org/10.1007/978-3-540-71398-2_4
- [9] <https://www.alphaprecisionpm.com/blog/types-of-metal-am> (pristupljeno:23.12.2023. u 22:48:27)
- [10] Trevisan F, Calignano F, Aversa A, Marchese G, Lombardi M, Biamino S, Ugues D, Manfredi D. *Additiv emanufacturing of titanium alloys in the biomedical field: processes, properties and applications.* J Appl Biomater Funct Mater. 2018 Apr;16(2):57-67. doi: 10.5301/jabfm.5000371. PMID: 28967051
- [11] L.E. Murr, *Metallurgy of additive manufacturing: Examples from electron beam melting, Additive Manufacturing*, Volume 5, 2015, Pages 40-53, ISSN 2214-8604, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2014.12.002>.
- [12] Shunyu Liu, Yung C. Shin, *AdditivemanufacturingofTi6Al4V alloy: A review*, *Materials & Design*, Volume 164, 2019, ISSN 0264-1275, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.107552>.
- [13] Panjan, Peter & Cekada, Miha & Panjan, Matjaž & Merl, Darja. (2009). *Growth defects in PVD hard coatings.* *Vacuum*. 84. 209-214. 10.1016/j.vacuum.2009.05.018.
- [14] D.S. Wilkinson, *Creep and Creep Rupture of Oxide Ceramics*, Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, 2017, ISBN 9780128035818, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803581-8.02873-3>.

- [15] Christina Kainz, Nina Schalk, Michael Tkadletz, Christian Mitterer, Christoph Czettl, Microstructure and mechanical properties of CVD TiN/TiBN multilayer coatings, *Surface and Coatings Technology*, 2019, Pages 311-319, ISSN 0257-8972, <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.04.086>
- [16] <https://leadrp.net/blog/overview-of-pvd-coating/> (pristupljeno:28.12.2023. u 21:52:06)
- [17] <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=17531> (pristupljeno:28.12.2023. u 23:38:44)
- [18] Stoiber, M &Badisch, E &Lugmair, C &Mitterer, Christian. (2003). *Low-friction TiN coatings deposited by PACVD*. *Surface & Coatings Technology - SURFCOATTECH*. 163. 451-456. 10.1016/S0257-8972(02)00642-4.
- [19] Yu-Jie, Zhu & Jing-Ling, Ma & Guang-Xin, Wang & Ke-Xing, Song & Stock, Heinz. (2020). Corrosion behaviour of multilayer CrN coatings deposited by hybrid HIPIMS after oxidation treatment. *Nanotechnology Reviews*. 9. 596-609. 10.1515/ntrev-2020-0048.
- [20] Landek, D.; Kurtela, M.; Stojanović, I.; Jačan, J.; Jakovljević, S. Corrosion and Micro-Abrasion Properties of an AISI316L Austenitic Stainless Steel after Low-Temperature Plasma Nitriding. *Coatings* 2023, 13, 1854. <https://doi.org/10.3390/coatings13111854>