

# Primjena metalurgije praha u izradi materijala za biomedicinske implantate

---

Ćosić, Krešimir

**Undergraduate thesis / Završni rad**

**2022**

*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://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:323189>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-05-19**

*Repository / Repozitorij:*

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# ZAVRŠNI RAD

Krešimir Čosić

Zagreb, 2022.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# ZAVRŠNI RAD

Mentor:

Prof. dr. sc. Zdravko Schauperl

Student:

Krešimir Ćosić

Zagreb, 2022.

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

Zahvaljujem mentoru prof. dr.sc. Zdravku Schauperlu na ukazanom povjerenju i stručnim savjetima tijekom izrade ovog rada, tehničkom suradniku Ivanu Vovku i svima koji su mi pomogli pri izradi rada.

Zahvaljujem se svojoj obitelji koja mi je bila podrška kroz cijeli studij.

Krešimir Ćosić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite



Povjerenstvo za završne i diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:  
Procesno-energetski, konstrukcijski, inženjersko modeliranje i računalne simulacije i brodostrojarski

Sveučilište u Zagrebu	
Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum:	23.09.2022 Prilog
Klasa:	602 - 04 / 22 - 6 / 1
Ur.broj:	15 - 1703 - 22 - 401

## ZAVRŠNI ZADATAK

Student:

Krešimir Ćosić

JMBAG: 0035214322

Naslov rada na hrvatskom jeziku:

Primjena metalurgije praha u izradi materijala za biomedicinske implantate

Naslov rada na engleskom jeziku:

Application of powder metallurgy for production of biomedical implants material

Opis zadatka:

Metalurgija praha predstavlja tehnologiju kojom je moguće izraditi materijale sa sastavom, strukturom i svojstvima kakve nije moguće postići drugim tehnologijama. Stoga se intenzivno istražuje primjena te tehnologije za izradu biomedicinskih materijala, konkretno za materijale za izradu medicinskih i stomatoloških implantata.

U uvodnom dijelu rada potrebno je navesti prednosti i mane metalurgije praha u odnosu na tradicionalne tehnologije proizvodnje, te navesti i opisati postupke metalurgije praha koji se danas najčešće koriste. Osim toga, potrebno je navesti koji se materijali danas najčešće koriste za izradu biomedicinskih implantata, te zahtjeve koji se postavljaju na te materijale.

U eksperimentalnom dijelu rada potrebno je postupkom hladnog izostatskog prešanja (CIP) izraditi uzorke materijala kombinirajući titanjski i magnezjski prah. Nakon konsolidacije praha potrebno je napraviti karakterizaciju strukture i svojstva dobivenih uzoraka koristeći dostupne laboratorijske metode.

Na temelju dobivenih rezultata potrebno je donijeti zaključke o utjecaju korištenih parametara hladnog izostatskog prešanja na mikrostrukturu a time i na svojstva izrađenih uzoraka. Također je potrebno komentirati primjenljivost metalurgije praha za izradu materijala za biomedicinske implantate.

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

Zadatak zadan:

9. 5. 2022.

Datum predaje rada:

2. rok (izvanredni): 6. 7. 2022.  
3. rok: 22. 9. 2022.

Predviđeni datumi obrane:

2. rok (izvanredni): 8. 7. 2022.  
3. rok: 26. 9. – 30. 9. 2022.

Zadatak zadao:

Prof. dr. sc. Zdravko Schauperl

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Vladimir Soldo

## SADRŽAJ

POPIS SLIKA .....	III
POPIS TABLICA.....	V
POPIS OZNAKA .....	VI
POPIS KRATICA .....	VII
SAŽETAK.....	VIII
SUMMARY .....	IX
1. UVOD.....	1
2. TEORIJSKI DIO .....	2
2.1 Kompoziti.....	2
2.1.1 Kompoziti s metalnom matricom.....	3
2.2 Metalurgija praha .....	4
2.2.1 Prednosti i nedostatci metalurgije praha .....	5
2.2.2 Proizvodnja prahova .....	6
2.2.3 Karakterizacija prahova .....	7
2.2.4 Miješanje prahova .....	9
2.2.5 Kompaktiranje.....	10
2.2.6 Hladno izostatsko prešanje.....	12
2.3 Biomaterijali.....	14
2.3.1 Biokompatibilnost.....	15
2.3.2 Oseointegracija .....	15
2.3.3 Efekt prigušenja opterećenja.....	16
2.4 Titan i njegove legure u biomedicini .....	16
2.4.1 Čisti titan .....	17
2.4.2 Legure titana .....	18
2.4.3 $\alpha$ legure titana.....	19
2.4.4 $\beta$ legure titana.....	19
3. EKSPERIMENTALNI DIO .....	20
3.1 Mikroanaliza kemijskog sastava .....	20
3.2 Miješanje prahova .....	25
3.3 Hladno izostatsko prešanje.....	27
3.4 Analiza uzorka.....	31
3.4.1 Priprema uzorka za analizu mikrostrukture .....	32

---

3.4.2 Analiza mikrostrukture .....	32
3.5 Mjerenje tvrdoće .....	37
4. ZAKLJUČAK.....	38
5. LITERATURA .....	39

---

## POPIS SLIKA

Slika 1. Primjer nastajanja kompozita [3] .....	2
Slika 2. Klasifikacija kompozita s metalnom matricom [5].....	3
Slika 3. Prikaz tri najčešća oblika ojačala u MMC [5].....	4
Slika 4. Osnovni procesi metalurgije praha [6] .....	4
Slika 5. Konvencionalni postupci metalurgije praha [7] .....	5
Slika 6. Oblici čestica praha i metode njihovog dobivanja [6] .....	8
Slika 7. a) Miješanje prahova, b) Umiješavanje prahova[6] .....	9
Slika 8. Mehanizmi kretanja kod suhog miješanja [11] .....	10
Slika 9. Deformacija čestica i uklanjanje poroziteta tijekom kompaktiranja [6] .....	10
Slika 10. Jednoosno kompaktiranje [9] .....	11
Slika 11. Uređaj za hladno izostatsko prešanje [6] .....	12
Slika 12. Zahtjevi za svojstva biomaterijala [15] .....	14
Slika 13. Kristalne rešetke čistog titana [18].....	17
Slika 14. Usporedba svojstava komercijalne i ELI TiAl6V4 legure.....	18
Slika 15. Elektronski mikroskop s EDS detektorom.....	20
Slika 16. Titanov prah slikan mikroskopom, uvećanje 502x .....	21
Slika 17. Magnezijev prah slikan mikroskopom, uvećanje 300x.....	22
Slika 18. Područje kemijske analize titanovog praha.....	22
Slika 19. EDS spektar elemenata titanovog praha .....	23
Slika 20. Područje kemijske analize magnezijevog praha .....	24
Slika 21. EDS spektar elemenata magnezijevog praha .....	24
Slika 22. Vaganje prahova .....	25
Slika 23. Prah u posudi spreman za miješanje .....	26
Slika 24. Prahovi u uređaju za miješanje .....	26
Slika 25. Kalup za ovitak od aluminijске folije .....	27
Slika 26. Sabijanje praha u ovitak od aluminijске folije.....	27
Slika 27. Uzorci nakon sabijanja u ovitke .....	28
Slika 28. Alat u kojem se nalazi uzorak tijekom prešanja .....	28
Slika 29. Odstranjivanje ulja i zraka .....	29
Slika 30. Stroj za hladno izostatsko prešanje .....	30
Slika 31. Hladno izostatsko prešanje.....	30

---

Slika 32. Uzorci nakon hladnog izostatskog prešanja.....	31
Slika 33. Uzorci nakon hladnog izostatskog prešanja.....	31
Slika 34. Uzorci spremni za analizu.....	32
Slika 35. Mikrostruktura uzorka 1, uvećanje 50x .....	33
Slika 36. Mikrostruktura uzorka 1, uvećanje 100x .....	33
Slika 37. Mikrostruktura uzorka 1, uvećanje 200x .....	33
Slika 38. Mikrostruktura uzorka 2, uvećanje 50x .....	34
Slika 39. Mikrostruktura uzorka 2, uvećanje 100x .....	34
Slika 40. Mikrostruktura uzorka 2, uvećanje 200x .....	34
Slika 41. Mikrostruktura uzorka 3, uvećanje 50x .....	35
Slika 42. Mikrostruktura uzorka 3, uvećanje 100x .....	35
Slika 43. Mikrostruktura uzorka 3, uvećanje 200x .....	35
Slika 44. Rub uzorka 1, uvećanje 100x .....	36
Slika 45. Rub uzorka 2, uvećanje 100x .....	36
Slika 46. Rub uzorka 3, uvećanje 100x .....	37

**POPIS TABLICA**

Tablica 1. Usporedba svojstva $\alpha + \beta$ legura[20] .....	18
Tablica 2. $\beta$ legure i njihova svojstva [20] .....	19
Tablica 3. Maseni udjeli kisika i titana u promatranim točkama .....	23
Tablica 4. Maseni udjeli kisika i magnezija u promatranim točkama.....	24
Tablica 5. Maseni udjeli magnezija i titana u uzorcima.....	25

## POPIS OZNAKA

Oznaka	Mjerna jedinica	Opis oznake
$R_e$	MPa	Modul elastičnosti
$R_m$	MPa	Vlačna čvrstoća
$E$	GPa	Modul elastičnosti
$A$	%	Istezljivost
$w_{Mg}$	%	Maseni udio magnezija u uzorku
$w_{Ti}$	%	Maseni udio titana u uzorku

## POPIS KRATICA

Kratica	Opis
BCC	prostorno centrirana kubična (eng. <i>Body Centered Cubic</i> )
CIP	hladno izostatsko prešanje (eng. <i>Cold Isostatic Pressing</i> )
CMC	kompozit s keramičkom matricom (eng. <i>Ceramic Matrix Composite</i> )
EDS	energijska disperzivna spektroskopija
FESEM	skenirajući elektronski mikroskop s emisijom polja
HCP	heksagonska gusto slagana rešetka (eng. <i>Hexagonal Close-Packed</i> )
MMC	kompozit s metalnom matricom (eng. <i>Metal Matrix Composite</i> )
PMC	kompozit s polimernom matricom (eng. <i>Polymer Matrix Composite</i> )
SEM	skenirajući elektronski mikroskop
TEM	transmisijski elektronski mikroskop
$\alpha$	faza titana s heksagonskom jediničnom rešetkom
$\beta$	faza titana s kubičnom jediničnom rešetkom

## **SAŽETAK**

Titan i njegove legure najzastupljeniji su materijali u izradi implantanata za medicinske svrhe zbog dobrih mehaničkih svojstava, biokompatibilnosti i kemijskih svojstava. Glavni i veliki problem je znatno veći modul elastičnosti nego kod kosti zbog kojeg dolazi do efekta prigušenja opterećenja i propadanja kosti. Potreba zaštitne atmosfere kod lijevanja titana predstavlja još jedan problem. U ovom radu se istražuje mogućnost izrade titanij – magnezij metalnog kompozita. Zbog udjela magnezija smanjit će se gustoća, modul elastičnosti i poboljšati oseointegracijska svojstva. Kompozit će se izraditi metalurgijom praha postupkom hladnog izostatskog prešanja.

**Ključne riječi:** prah, titan, magnezij, hladno izostatsko prešanje

---

## SUMMARY

Titanium and its alloys are the most common materials in the manufacture of implants for medical purposes due to their good mechanical properties, biocompatibility and chemical properties. The main and big problem is the significantly higher elasticity modulus than that of bone, which causes the stress-shielding effect and bone decay. The need for a protective atmosphere in titanium casting is another problem. Titanium-magnesium composite will be developed in this paper. Due to the content of magnesium, the density and modulus of elasticity will decrease and the osseointegration properties will improve. The composite will be produced by powder metallurgy using a cold isostatic pressing process.

**Key words:** powder, titanium, magnesium, cold isostatic pressing

## 1. UVOD

Medicina je grana ljudske djelatnosti kojoj je cilj liječenje i rehabilitacija bolesnih i čuvanje i unaprjeđenje zdravlja zdravih ljudi [1]. Unaprjeđenjem znanja iz fizike, kemije i biologije razvija se i sama medicina.

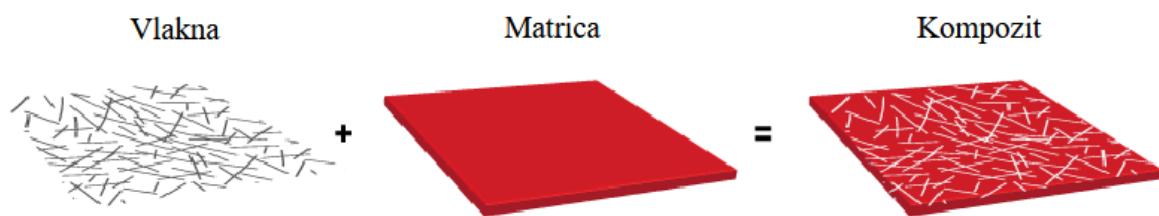
Tehnološki napredak oduvijek je bio praćen stvaranjem novih materijala i tehnologija koje su to omogućavale. Prilikom novih saznanja o procesima u ljudskom tijelu javljaju se potrebe za poboljšavanjem starih i stvaranjem novih materijala. U medicinske svrhe koriste se materijali koji nadomještaju određena biološka tkiva. Zahtjevi za takve materijale vrlo su specifični, a najbitniji su dobra mehanička svojstva, biokompatibilnost i kemijska postojanost. Najzastupljeniji materijal koji se koristi u medicinske svrhe je titan i njegove legure. Glavni nedostatak titana je skupoća proizvodnje i prevelika razlika modula elastičnosti naspram kosti.

U ovom radu se istražuje mogućnost izrade novog materijala za izradu implantata pomoću metalurgije praha kojem bi se smanjio modul elastičnosti, poboljšalo svojstvo oseointegracije i pojedinila proizvodnja.

## 2. TEORIJSKI DIO

### 2.1 Kompoziti

Kompoziti su heterogeni materijali proizvedeni spajanjem dvaju ili više različitih materijala s jasnom granicom između njih. Cilj izrade kompozita je dobivanje svojstava materijala kakve nema nijedan od konstituenata sam za sebe. Izradom kompozita otvaraju se velike mogućnosti dizajniranja željenih svojstava [2]. Kompozit se sastoji od matrice i ojačala. Slika 1. prikazuje nastajanje kompozita.



**Slika 1.** Primjer nastajanja kompozita [3]

Matrica ima zadaću da:

- drži ojačala zajedno,
- prenosi opterećenja na ojačalo,
- štiti ojačala od vanjskih utjecaja,
- daje vanjski oblik kompozitu.

Ojačalo ima zadaću da:

- imavisoču čvrstoću i krutost,
- bude nosivi element kompozita.

Svojstva kompozita ovise o:

- svojstvima matrice i ojačala,
- obliku konstituenata,
- veličini i rasporedu konstituenata,
- prirodi i jakosti veze među konstituentima [4].

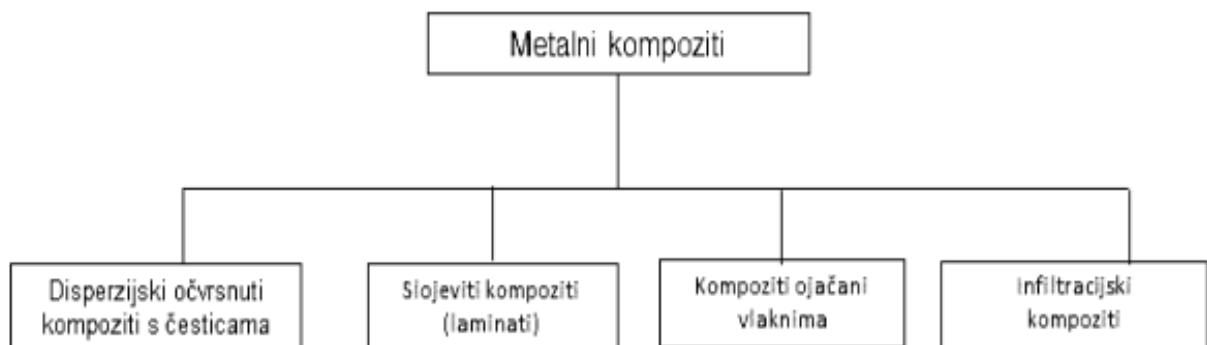
Podjela kompozita prema:

- Obliku ojačala:      - čestice,  
                              - vlakna,  
                              - viskeri.
- Materijalu matrice: - metalna MMC,  
                              - polimerna PMC,  
                              - keramička CMC,  
                              - ugljik.
- Strukturne kompozite:      - laminati,  
                                  -sendvič konstrukcije [2].

### 2.1.1 Kompoziti s metalnom matricom

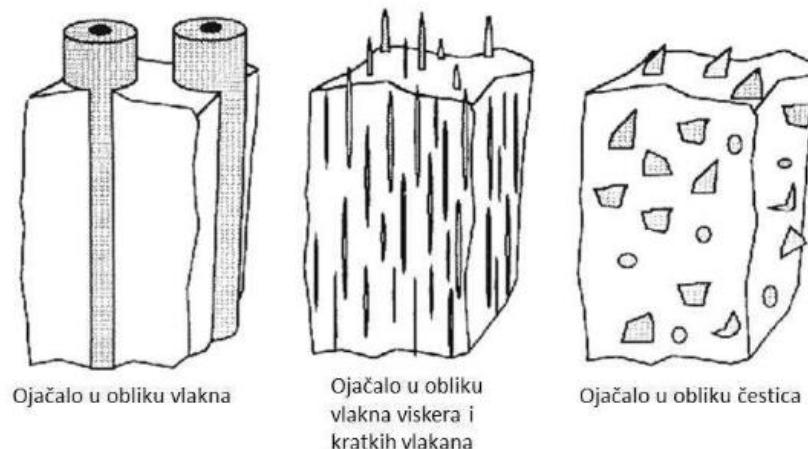
Kompoziti s metalnom matricom (MMC) su kompoziti kod kojih je matrica metalna, a ojačala su čestice i vlakna metalnih i nemetalnih materijala.

Kompozitni materijali s metalnom matricom se najčešće klasificiraju po obliku i rasporedu ojačala kao što i prikazuje slika 2 [5].



**Slika 2.** Klasifikacija kompozita s metalnom matricom [5]

Na slici 3. prikazana su tri najčešća oblika ojačala koja se koriste u kompozitim s metalnom matricom.



Slika 3. Prikaz tri najčešća oblika ojačala u MMC [5]

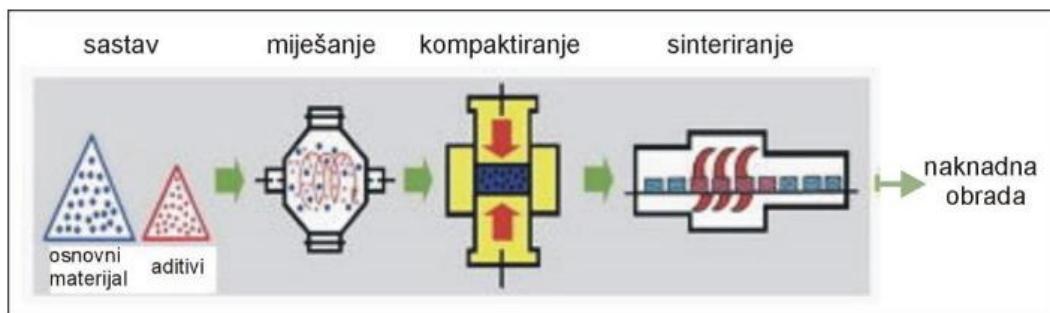
## 2.2 Metalurgija praha

Metalurgija praha je izuzetno važna iako relativno nova grana industrije koja omogućava lakšu proizvodnju materijala s visokim talištem. Metalurgija praha je naziv za proces ili tehnologiju u kojoj se od praha metala, legure i keramike procesom konsolidacije ispod temperature taljenja dolazi do materijala unaprijed određenih svojstava koji se najčešće mogu primjenjivati bez daljne obrade [6].

Osnovni elementi metalurgije praha su [6]:

- proizvodnja praha,
- stvaranje mješavine prahova,
- kompaktiranje praha,
- sinteriranje.

Osnovni procesi metalurgije praha prikazani su na slici 4.



Slika 4. Osnovni procesi metalurgije praha [6]

Postupci metalurgije praha općenito se dijele u dvije osnovne skupine:

- konvencionalni postupci,
- postupci kojima se postižu teorijske gustoće.

Konvencionalnim postupcima dobivaju se proizvodi različitih mješavina prahova i najčešće su korišteni postupci kod proizvodnje gotovih dijelova u metalurgiji prahova [7]. Na slici 5. prikazani su konvencionalni postupci metalurgije praha.



**Slika 5.** Konvencionalni postupci metalurgije praha [7]

### 2.2.1 Prednosti i nedostatci metalurgije praha

Prednosti metalurgije praha su:

- postiže se jednolika sitnozrnata mikrostruktura,
- gotovi proizvodi imaju točne dimenzije,
- izrađuju se gotovi proizvodi gdje nije potrebna naknadna obrada odvajanjem čestica,
- moguća proizvodnja i složenih dijelova,
- mogućnost oblikovanja metala koje nije bilo moguće oblikovati klasičnim postupcima,
- veliki stupanj iskoristivosti materijala,
- mogućnost proizvodnje dijelova željenog poroziteta i novih mikrostruktura,
- zelena tehnologija, velika produktivnost, ušteda energije i troškova [6].

Nedostatci su:

- visoka cijena pri izradi samih prahova,
- skupa oprema, kalupi i alati za proizvodnju,
- komplikirano rukovanje s prahovima koji moraju biti u čistoj okolini,
- ograničenost dimenzija i oblika dijelova,
- kod jenoosnog kompaktiranja dolazi do razlike u gustoći,
- složenost skladištenja prahova,
- kontrola proizvodnje nakon svakog koraka [6].

### 2.2.2 Proizvodnja prahova

Budući da o polaznom prahu uvelike ovise svojstva krajnjeg proizvoda sama proizvodnja praha je takođe važan i skup proces. Prahovi se mogu proizvoditi mehanički, elektrolitički, kemijski i atomizacijom. Kod mehaničkih postupaka prah se dobiva djelovanjem vanjskih sila koje usitnjavaju osnovni materijal koji je najčešće lako lomljiv i krhak. Najzastupljeniji mehaničkih postupci su: udarno djelovanje, trenje, sječenje i tlačenje. Elektrolitička proizvodnja praha je postupak u kojem se prah dobiva taloženjem metala na katodi prilikom elektrolize. Svojstva katodnog taloga odnosno praha ovise o prirodi metala, sastavu otopine i uvjetima elektrolize. Prahovi dobiveni ovim postupkom imaju najmanju veličinu čestica koja se može dobiti u gore navedena četiri postupka i najbolje čistoće što su i najveće prednosti elektrolitičke proizvodnje praha. Glavni nedostatak je taj da se mogu dobiti samo elementarni prahovi. Kemijski postupci temeljeni su na redukciji metalnih smjesa, halogenida s vodikom i krutinama kao što su ugljik ili visoko reaktivni metali. Prednost nad ostalim postupcima je da postoji mogućnost dobivanja prahova svih veličina čestica, oblika čestica i to od gotovo svih metala. Veličinu i oblik čestica moguće je mijenjati pri promjeni parametara prije i tijekom proizvodnje. Postupak koji se najčešće koristi i samim time ima najveću važnost je proces atomizacije. Koristi se kod proizvodnje prahova aluminija, bronce, nehrđajućih i alatnih čelika, superlegura, legura titana, željeza i niskolegiranih čelika. Razlog velike primjene atomizacije i njezina najveća prednost je neovisnost o fizikalnim i mehaničkim svojstvima čvrstog materijala jer se prah dobiva izravno iz taline. Atomizacija se sastoji od taljenja, atomizacije (dezintegracija taline u kapljice) i skrućivanja. Za svaki dio atomizacijskog postupka postoji više mogućnosti izvođenja. Kod taljenja glavna podjela je na taljenje s kalupom ili bez kalupa, te na koji način je dovedena

energija potrebna za taljenje. Dezintegraciju taline u kapljice moguće je napraviti pomoću centrifugalne sile, pare ili mlaza tekućine ili plina i prezasićene taline plinom (vakuum). Kod hlađenja glavni parametar je brzina hlađenja čestica koja ovisi o veličini i obliku čestica i prirodi i načinu prijenosa topline na medij. U 95 % slučajeva se koristi dvo-fluidna atomizacija koja za raspršivanje koristi vodu i plin pomoću kojih se talina razbija pri visokom tlaku [6].

### 2.2.3 Karakterizacija prahova

Na svojstva gotovog proizvoda veliku ulogu imaju svojstva praha.

Svojstva prahova dijele se na:

- kemijska (čistoća i sastav),
- fizikalna (oblik i dimenzije čestica),
- metalurška (stlačivost, nasipna gustoća i brzina tečenja) [8].

#### 2.2.3.1 Kemijska svojstva praha

Kemijski sastav praha ima veliki utjecaj na proces konsolidacije i na sama svojstva krajnjeg proizvoda. Kemijske reakcije i njezini produkti ovisit će o kemijskom sastavu praha. Kemijskom analizom utvrđuju se nečistoće i njihova koncentracija. Kod prisustva nečistoća najveću ulogu ima način dobivanja praha i sirovina iz koje se dobio prah. Veliki problem stvara pojava oksidacije. Kod kemijske analize prahovi se dijele na elementarne, miješane i predlegirane [6].

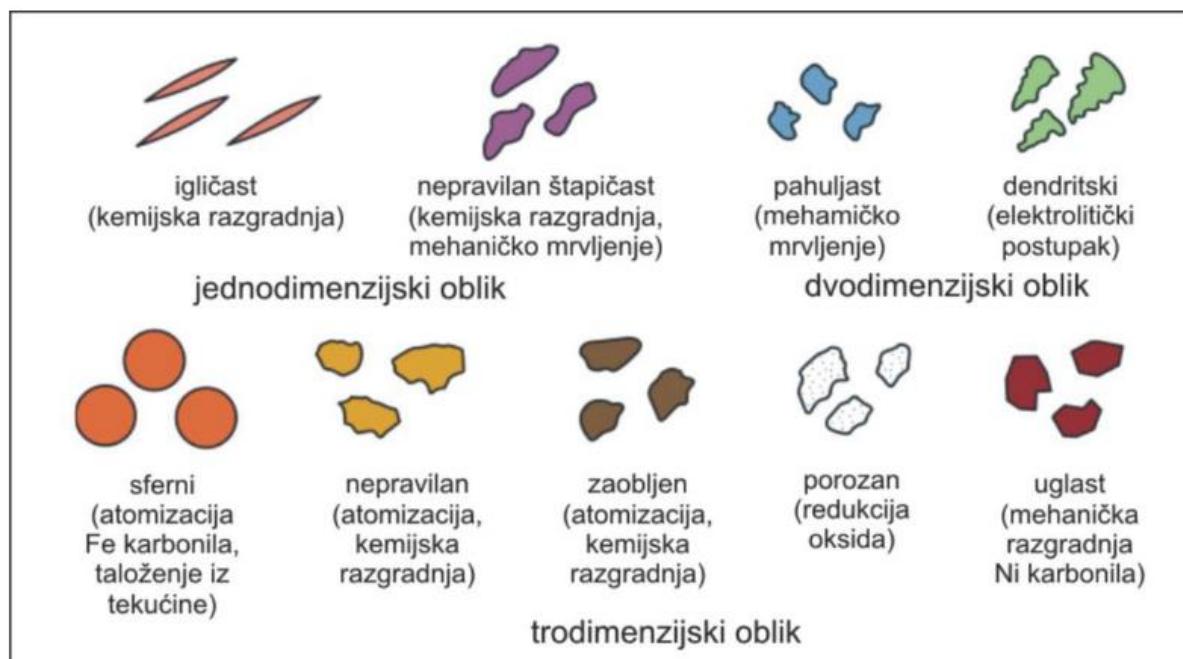
#### 2.2.3.2 Fizikalna svojstva praha

Veličina i oblik zrna osnovna su fizikalna svojstva praha. Oblik čestica utječe na svojstva prahova kao što su: nasipna gustoća, stlačivost, mogućnost sinteriranja, brzina tečenja i viskoznost. Iz oblika čestica moguće je zaključiti kojim postupkom je dobijen prah. Oblik čestica ovisi ne samo o načinu proizvodnje nego i o veličini. Najvažniju ulogu pri miješanju prahova ima veličina čestica. Kod dobijanja što ujednačenije smjese potrebno je imati što ujednačeniju veličinu čestica praha. Pri analizi veličine čestica koriste se geometrijske vrijednosti kao što su površina, projektirana površina, maksimalna dimenzija, minimalna površina poprečnog presjeka i volumen [6].

Pri definiranju oblika čestica praha koriste se slijedeće metode:

- analiza dimenzija čestica praha,
- analiza presjeka (specifične) površine poprečnog presjeka čestice [6].

Na slici 6. prikazani su oblici čestica praha i metode dobivanja.



Slika 6. Oblici čestica praha i metode njihovog dobivanja [6]

Najčešća metoda kojom se donose zaključci o obliku i razdiobi čestica je analiza slike . Analiza slike distribucije veličine čestica praha kvantitativna je metoda velike preciznosti, a kvalitativnu metodu predstavlja karakterizacija oblika. Analiza slike se radi pomoću visokokvalitetnih elektronskih mikroskopa kao što su: skenirajući elektronski mikroskop – SEM, transmisijски elektronski mikroskop – TEM i skenirajući elektronski mikroskop s emisijom polja – FESEM [9].

### 2.2.3.3 Metalurška svojstva praha

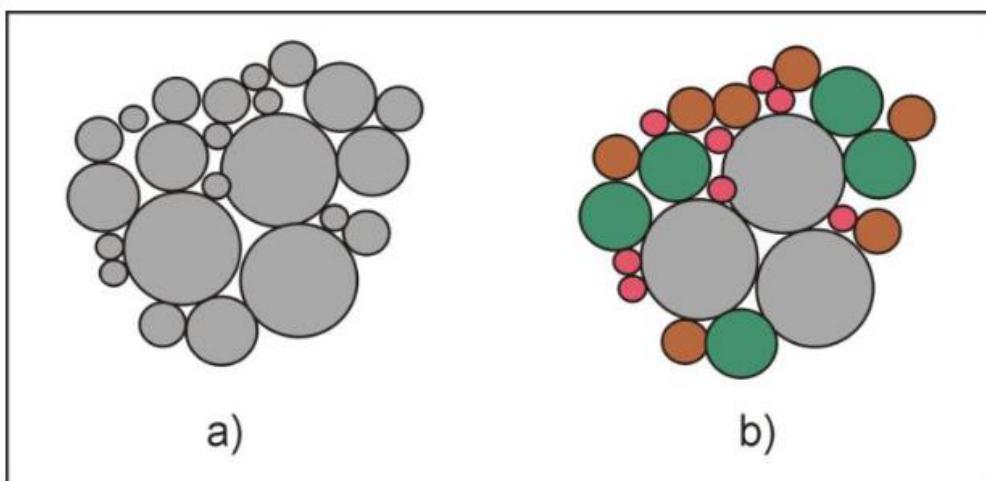
Na postupke mljevenja, kompaktiranja i granuliranja uvelike utječu metalurška svojstva praha.

- Metalurška svojstva praha su:
- nasipna i nabojna gustoća,
- brzina tečenja,

- stlačivost,
- čvrstoća i gustoća sirovca [9].

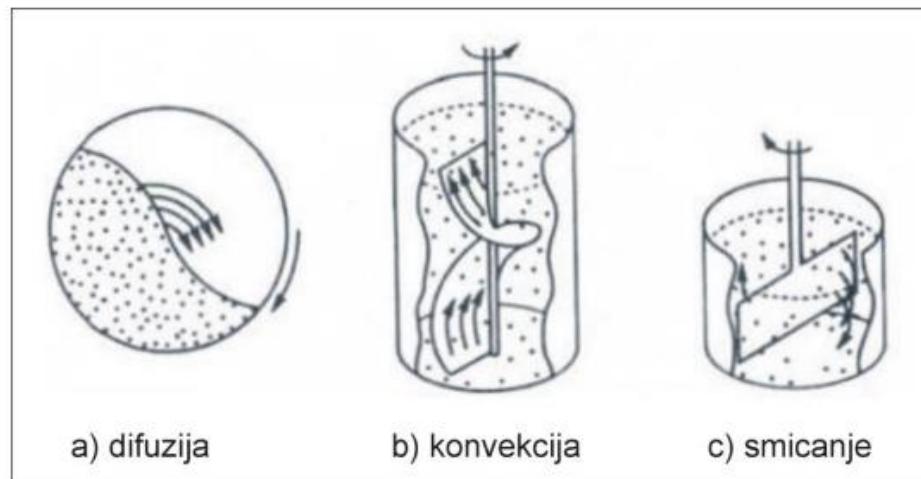
#### 2.2.4 Miješanje prahova

Miješanje prahova jedna je od operacija potrebnih prije kompaktiranja prahova. Razlikujemo miješanje i umiješavanje. Kod miješanja se radi s prahom istog kemijskog sastava, ali veličine čestica mogu biti različite. Kod umiješavanja se radi s prahovima različitih kemijskih sastava i veličina čestica. Miješanje i umiješavanje prikazani su na slici 7. [10]



Slika 7. a) Miješanje prahova, b) Umiješavanje prahova[6]

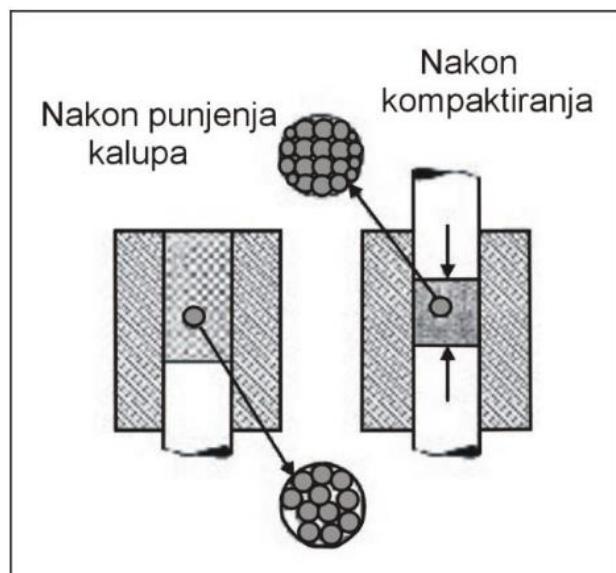
Primarni cilj miješanja prahova je dobivanje homogene smjese bez smanjenja veličine čestica. Razlikujemo mokro i suho miješanje odnosno miješanje bez i sa lubrikantom koji služi za podmazivanje. Miješanje je obavezno prije kompaktiranja osim kada se kompaktira prah jednog kemijskog sastava. Pri suhom miješanju koje je korišteno u eksperimentalnom dijelu ovog rada razlikujemo tri načina mehanizma kretanja: difuzija, smicanje i konvekcija. Mehanizmi kretanja suhog miješanja prikazani su na slici 8.



Slika 8. Mehanizmi kretanja kod suhog miješanja [11]

### 2.2.5 Kompaktiranje

Kompaktiranje se koristi kako bi se čestice povezale i ostvarile zadalu formu. Primjenom visokog pritiska dolazi do deformacija čestica i uklanjanja poroziteta. Pri tome se mijenja raspored i oblik čestica kao što je prikazano na slici 9. [9]



Slika 9. Deformacija čestica i uklanjanje poroziteta tijekom kompaktiranja [6]

Glavni zadaci procesa kompaktiranja su:

- konsolidacija praha u željeni oblik,
- postizanje željenog poroziteta,
- postizanje željenih dimenzija,
- postizanje zadovoljavajuće čvrstoće.

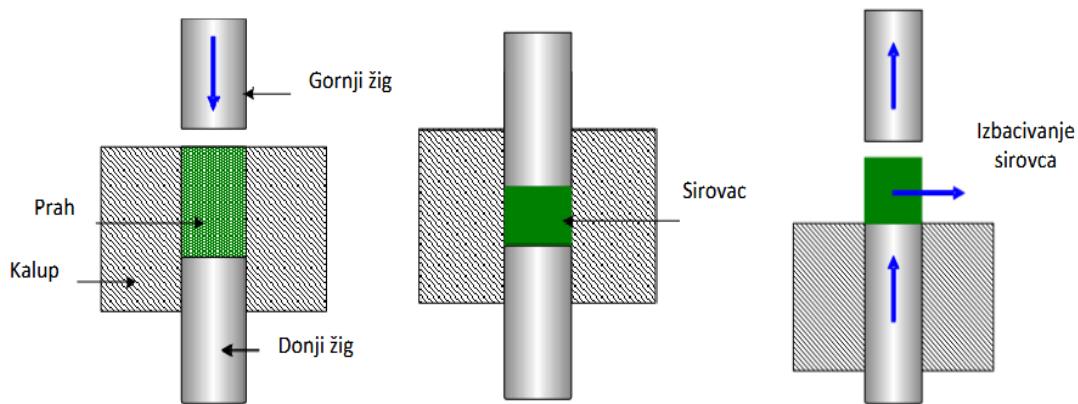
Veliki problem kod kompaktiranja pogotovo kada se kompaktiranje provodi u krutom alatu odnosno kada naprezanje djeluje po jednoj osi je pojava nejednolike gustoće proizvoda [9].

### 2.2.5.1 Jednoosno kompaktiranje

Gore navedeni postupak u kojem se naprezanje prenosi po jednoj osi predstavlja kao što i samo ime kaže jednoosno kompaktiranje. To je postupak koji se najčešće koristi kod kompaktiranja. Jednoosno kompaktiranje sastoji se od 4 faze:

- popunjavanje kalupa česticama praha,
- primjena pritiska putem žiga,
- povlačenje žiga,
- izbacivanje sirovca [9].

Postupak jednoosnog kompaktiranja prikazan je na slici 10.

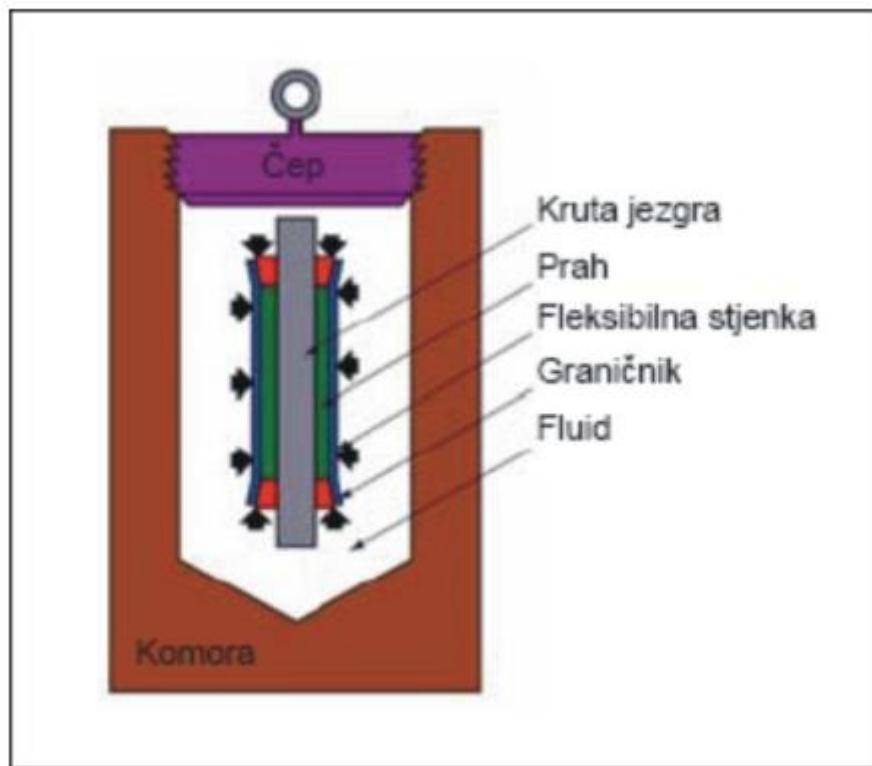


**Slika 10.** Jednoosno kompaktiranje [9]

Kako se naprezanje prenosi preko žiga koji se pomiče po samo jednoj osi prah teče u samo jednom smjeru. Zbog toga dolazi do razlike u zelenoj gustoći kod dijelova koji imaju različitu debljinu. Zelena gustoća predstavlja gustoću kompakta isprešanog pod određenim tlakom i osnova je izražavanje kompresibilnosti nekog praha. To se može poboljšati tako da se koristi primjena dvostrukih žigova. Za materijal kalupa najčešće se koristi alatni čelici [6].

## 2.2.6 Hladno izostatsko prešanje

Prema Pascalovom zakonu, temeljni zakon hidrostatike, tlak nastao djelovanjem sile na bilo kojem mjestu u fluidu unutar zatvorene posude neumanjen se širi jednoliko u svim smjerovima na sve dijelove fluida i na stijenke posude [12]. Baš na Pascalovom zakonu temelji se hladno izostatsko prešanje i predstavlja najvažniju metodu u kompaktiranju prahova. Hladno izostatsko prešanje se koristi kako bi se jednak tlak prenosio na cijeli dio odjednom i tako izbjegla razlika u zelenim gustoćama koja se događa kod jednoosnog prešanja [6]. Prikaz uređaja za hladno izostatsko prešanje prikazan je na slici 11. Prah se stavlja u fleksibilnu membranu kako bi se izolirao od fluida koji prenosi tlak. Tijekom procesa konsolidacije kalup se pomiče zajedno s prahom što dovodi do toga da se smanjuje negativni utjecaj trenja i nastaju homogenije gustoće nego kod klasičnih načina kompaktiranja. Mogu se koristiti tlakovi čak i do 1400 MPa, ali se u praksi najviše ide do 350 MPa. Vrijeme primjene tlaka ovisi o raznim faktorima, najviše o materijalu praha i traje od nekoliko sekundi do nekoliko minuta. Najčešći fluidi za prijenos tlaka su voda, ulje i inertni plinovi.



**Slika 11.** Uredaj za hladno izostatsko prešanje [6]

Faktori koji najviše utječu na konsolidaciju su:

- efekti pakiranja,

- trenje između čestica,
- način prenošenja sile kroz masu praha,
- međusobno vezivanje čestica praha,
- mehanizam kompaktiranja [6].

Hladno izostatsko prešanje se koristi za kompaktiranje:

- tvrdih i teških metala,
- čistog volframa i njegovih legura,
- aluminijeve legure,
- metale za električne kontakte,
- brzoreznih čelika i legura na bazi željeza,
- superlegura [6].

Prednosti hladnog izostatskog prešanja su:

- u većini slučajeva, postižu se više vrijednosti gustoća,
- gustoće otpresaka su znatno homogenije u svom pravcima i ovise strogo o obliku i veličini proizvoda,
- dobivaju se više čvrstoće prešanih komada (za 10 %-15 %),
- smanjuju se unutarnja naprezanja,
- u većini slučajeva nema potrebe za vezivnim sredstvom,
- dobiva se homogena struktura, odnosno ne dolazi do raslojavanja,
- nema ograničenja s aspekta dimenzija i oblika komada,
- lako se dobivaju kompozitne strukture,
- niski troškovi alata kod upotrebe kalupa od gume ili plastike,
- niski troškovi materijala i obrade [6].

Nedostatci hladnog izostatskog prešanja su:

- dimenzijske otpreske su manje precizne nego kod prešanja u krutom kalupu,
- površine izostatski prešanih kompakata su manje glatke,
- općenito, produktivnost je znatno niža,
- fleksibilni kalupi koji se koriste pri izostatskom prešanju imaju kraći vijek trajanja od npr. krutih čeličnih kalupa [6].

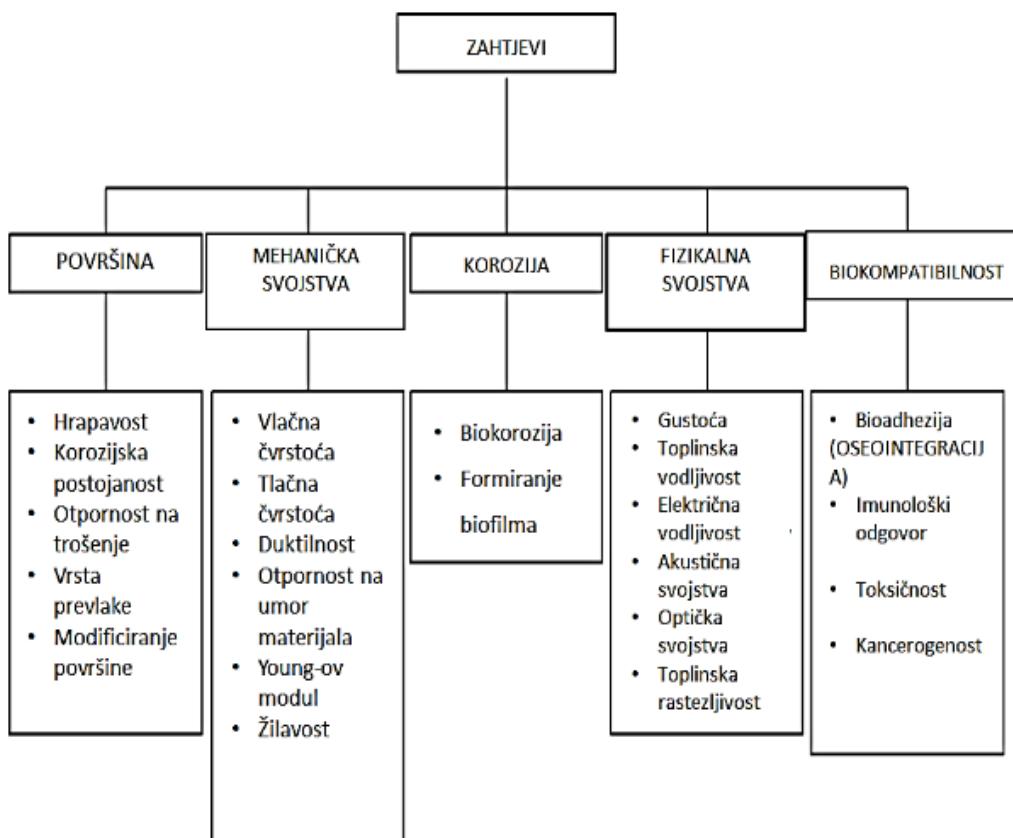
## 2.3 Biomaterijali

Biomaterijal je bilo koji materijal ili mješavina materijala proizvedenog ili prirodnog koji se može koristiti u bilo kojem vremenskom intervalu, kao cjeloviti predmet ili kao dio sustava koji liječi, poboljšava ili zamjenjuje bilo koje tkivo, organ ili funkciju tijela [13].

Biomaterijali se dijele na:

- metalne,
- polimere,
- keramike,
- kompozitne materijale,
- prirodne materijale.

Znanost o biomaterijalima multidisciplinarno je prirode te obuhvaća područja medicine, biologije, kemije, fizike, inženjerstva tkiva, znanosti o materijalima, mikrobiologije i elektronike [14]. Biomaterijal mora zadovoljiti veliki broj zahtjeva od kojih su neki prikazani na slici 12. Najvažniji zahtjevi su biokompatibilnost i mehanička svojstva i zato se u pravilu i prvi zadovoljavaju.



Slika 12. Zahtjevi za svojstva biomaterijala [15]

### 2.3.1 Biokompatibilnost

Biokompatibilnost podrazumijeva kompatibilnost materijala implantata s biološkim okolišem te isključuje njegovu toksičnost, ozljede tkiva, negativnu fiziološku reaktivnost i imunološku reakciju [16]. U početnoj fazi industrije implantata kao ključni zahtjev koji osigurava dobru kompatibilnost s okolnim tkivom odabrana je što manja kemijska reaktivnost. Nakon eliminacije opasnosti od kemijske razgradnje novu listu prioriteta u vidu povećanja biokompatibilnosti činili su zahtjevi poput netoksičnosti, izbjegavanja imunološkog odgovora, izbjegavanja trombogenog efekta, nekancerogeno djelovanje, neiritabilnost i slično [15].

Karakteristike materijala koje utječu na biokompatibilnost su:

- kemijski sastav,
- mikrostruktura,
- mehanička svojstva,
- mikro i makro poroznost [15].

Karakteristike površine koje utječu na biokompatibilnost su kemijski sastav, pokretljivost molekula na površini, topografija, energija površine, električna svojstva, kemijska postojanost i tribološka svojstva [15].

### 2.3.2 Oseointegracija

Oseointegracija je svojstvo materijala implantata da ima mogućnost da se prilagodi živućem tkivu u koje je ugrađen i koje ga okružuje. Dobar biomaterijal treba imati svojstvo oseointegracije, ali ako se ugrađeni implantat mora izvaditi iz tkiva nepoželjno je kad zaraste do te mjere kad to nije moguće [17]. Tek nekoliko tjedana nakon ugradnje implantata u koštano tkivo nastaje potpuna homogenizacija koštanog tkiva s implantatom i tad implantat može preuzimati opterećenja za koje je i namijenjen. Površina implantata ima najveću ulogu u uspješnosti oseointegracije, a pritom su najvažniji parametri hrapavosti te kemijski sastav [15].

Tehnike za modifikaciju površine implantata su:

- pjeskarenje,
- nagrizanje,
- plazma naštrcavanje,
- elektropoliranje,

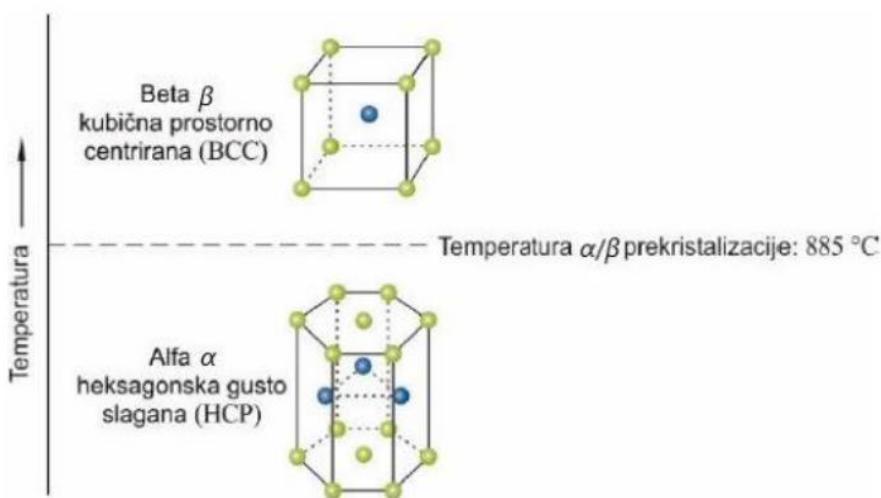
- 
- anodizacija,
  - prevlačenje hidrokisapatitom,
  - prevlačenje kalcijevim fosfatom [15].

### 2.3.3 Efekt prigušenja opterećenja

Efekt prigušenja opterećenja odvija se u sustavu u kojemu se nalaze dva materijala različitih modula elastičnosti. Najčešći primjer je spoj kosti i implantata. Zbog različite krutosti komponenata spoja dolazi do redistribucije opterećenja gdje više opterećenja preuzima komponenta s većim modulom elastičnosti, u ovom slučaju implantat. Ukoliko dođe do redistribucije opterećenja i kost ne preuzima dovoljno opterećenje dolazi do remodeliranja kosti koja se prilagođava novim uvjetima. Kod kosti dolazi do smanjenja gustoće sružvaste kosti i smanjenja debljine kortikularne kosti. Zbog efekta prigušenja potrebno je promijeniti modul elastičnosti implantata da bude što sličniji onomu kod kosti kako bi kost nastavila preuzimati opterećenja.

## 2.4 Titan i njegove legure u biomedicini

Titan je alotropan metal koji posjeduje alotropske modifikacije kristalne rešetke. Na sobnoj temperaturi ima heksagonsku gusto slaganu (HCP) rešetku,  $\alpha$ -titan, koja na temperaturi  $885^{\circ}\text{C}$  prelazi u kubičnu prostorno centriranu (BCC) rešetku,  $\beta$ -titan, koju zadržava do tališta [18]. Na slici 13. prikazane su alotropske modifikacije titanija.



**Slika 13.** Kristalne rešetke čistog titana [18]

Primjena titana i njegovih legura u biomedicini dijeli se na:

- zamjena čvrstog tkiva/koštani implantati (zubni implantati, ortopedске proteze, različiti povezni i stabilizirajući elementi – vijci, kopče, pločice),
- kardiovaskularne aplikacije (stentovi, srčani zalisci),
- medicinski instrumenti (skalpeli, stezaljke) [15].

Glavne karakteristike titana su:

- visoka dinamička izdržljivost,
- toplinska stabilnost – legure titana su postojane do 315 ili 600 °C, ovisno o vrsti legura,
- odlična biokompatibilnost – titan i njegove legure su izuzetno otporne na djelovanje tjelesnih tekućina, što im omogućuje primjenu u svim spektrima medicine,
- otpornost na puzanje – određene legure titana ( $\alpha$  legure) imaju veliku otpornost na puzanje,
- visoka specifična čvrstoća ,
- korozija postojanost [19].

Kao materijal implantanata titan se počinje koristiti 1960-ih godina, a od tada se koristi i za razne dijelove biomedicinskih dijelova i uređaja [15].

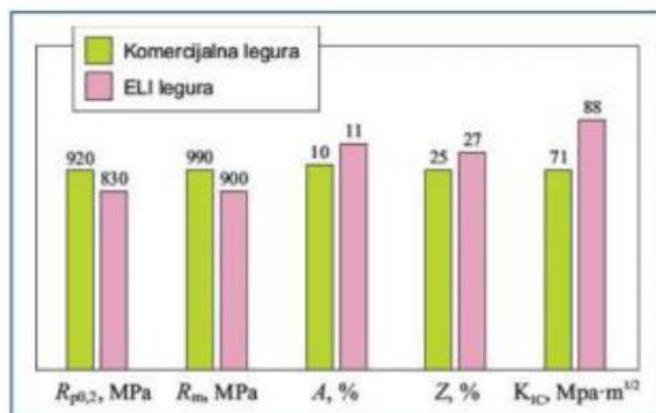
#### 2.4.1 Čisti titan

Unatoč većoj korozijskoj postojanosti i bioinertnosti u odnosu na druge vrste biomaterijala čisti titan je pokazivao lošija tribološka svojstva i nižu čvrstoću zbog čega se njegova primjena u *Fakultet strojarstva i brodogradnje*

početku uglavnom odnosila na ugradnje različitih kardiovaskularnih implantata. Čvrstoća čistog titana često se dodatno povećava hladnim deformiranjem [15].

### 2.4.2 Legure titana

S vremenom se tehnički čisti titan zamjenjuje  $\alpha + \beta$  legurama titana radi boljih svojstava. Takve legure imaju viši  $R_e$  i  $R_m$  od tehnički čistog titana i otpornost na umor materijala uz izvrsnu koroziju otpornost te oseointegraciju. Najvažnija  $\alpha + \beta$  legura je TiAl6V4 koja se proizvodi u količini jednakoj svim ostalim titanovim materijalima uključujući i čisti titan. TiAl6V4 ELI legura, s niskim sadržajem kisika (<0,13%) namijenjena je primjenama za lomno kritične elemente pri sniženim temperaturama. Dok komercijalna TiAl6V4 legura sadrži između 0,16 i 0,20 %, u ELI leguri sadržaj je ograničen na svega 0,10 % – 0,13 %. Zbog toga je komercijalna legura čvršća, ali ELI legura ima znatno bolju lomnu žilavost [19]. Na slici 14. prikazana je usporedba svojstva komercijalne i ELI TiAl6V4 legure.



**Slika 14.** Usporedba svojstava komercijalne i ELI TiAl6V4 legure

Do danas primjena ove legure obuhvaća izradu proteza kuka i koljena, zubnih implantata te različitih fiksirajućih i stabilizirajućih elemenata poput žica, vijaka i pločica [15]. U tablici 4. uspoređena su svojstva različitih  $\alpha + \beta$  legura.

**Tablica 1.** Usporedba svojstva  $\alpha + \beta$  legura[20]

Legura	E (GPa)	$R_e$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	A (%)
Ti6Al4V	110	860	930	10-15
Ti6Al7Nb	105	795	860	10
Ti5Al2.5Fe	110	820	900	6

### 2.4.3 $\alpha$ legure titana

Osim  $\alpha + \beta$  legure TiAl6V4 paralelno se za izradu proteza tibijalne i femuralne kosti koristi  $\alpha$  legura TiAlV2,5. No problem kod ove legure je taj da su mnoga istraživanja pokazala kako aluminij i vanadij štetno i toksično djeluju na ljudski organizam.

### 2.4.4 $\beta$ legure titana

U svrhu rješavanja problema prigušenja opterećenja različite studije ukazivale su na  $\beta$  legure kao potencijalno rješenje jer posjeduju niže vrijednosti modula elastičnosti. Među njima najčešće korištene vrste legura su : Ti15Mo, Ti13Nb13Zr, Ti12Mo6Zr2Fe, Ti35Nb5Ta7Zr, te Ti29Nb13Ta4.6Zr [15].

Za razliku od  $\alpha + \beta$  legura,  $\beta$  legure imaju niži modul elastičnosti, dobru oblikovljivost te visoku koroziju postojanost. Nemagnetični su, visoke čvrstoće i dobre istezljivosti. U tablici 2. navedene su neke  $\beta$  legure titana te njihova svojstva [20].

**Tablica 2.**  $\beta$  legure i njihova svojstva [20]

Legura	E (GPa)	R <sub>e</sub> (MPa)	R <sub>m</sub> (MPa)	A (%)
Ti12Mo6Zr2Fe	74-85	1000-1600	1060-1100	18-22
Ti15Mo2.8Nb0.2Si0.26O	83	945-987	980-1000	16-18
Ti35.5Nb7.3Zr5.7Ta	55-66	793	827	20
Ti13Nb13Zr	64-77	863-908	973-1037	10-16

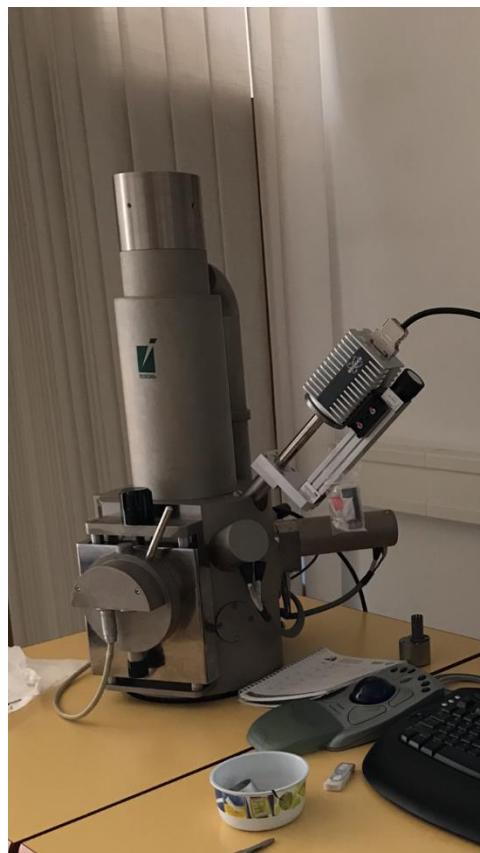
U novije doba istraživanja u području biomehanike i medicine naklonjena su  $\beta$  legurama titana upravo zbog njihovih svojstava.

### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

U samom eksperimentu provedena je konsolidacija magnezijevog i titanovog praha. Konsolidirana su tri različita uzorka koji se razlikuju po masenim udjelima magnezijevog i titanovog praha. Analiza kemijskog sastava, miješanje prahova, hladno izostatsko prešanje (CIP) i analiza dobivenih uzoraka su faze koje su provedene u ovom istraživanju.

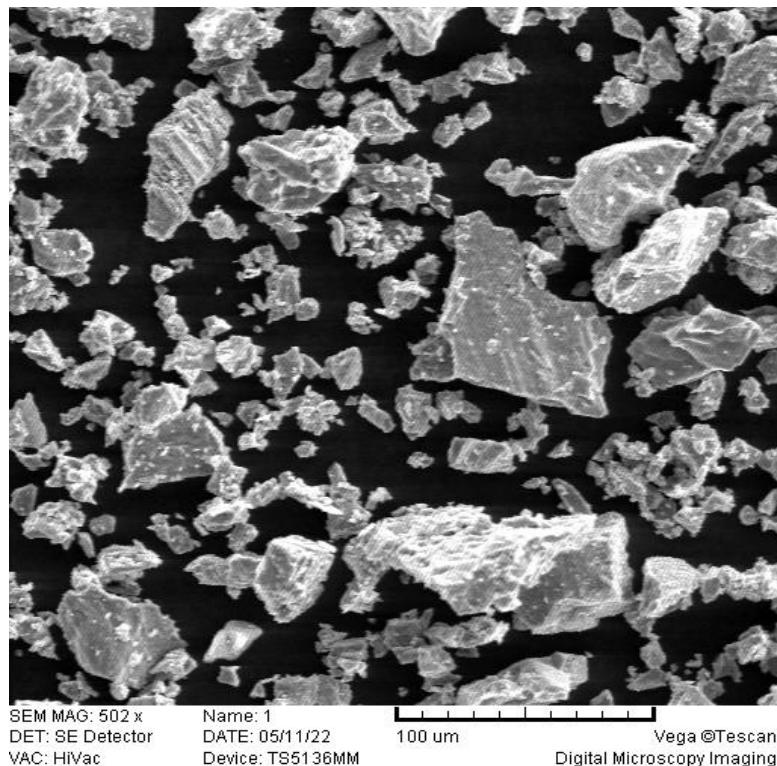
#### 3.1 Mikroanaliza kemijskog sastava

Mikroanaliza kemijskog sastava prahova provedena je na skenirajućem elektronskom mikroskopu pomoću EDS detektora. Samom mikroanalizom utvrđen je oblik čestica praha, veličina čestica praha i kemijski sastav prahova. Kemijski sastav se provjerava prije provedbe dalnjih postupaka kako bi znali kojeg su prahovi točno sastava odnosno koje su čistoće. Na slici 15 prikazan je mikroskop s EDS detektorom pomoću kojeg je napravljena mikroanaliza kemijskog sastava.



**Slika 15.** Elektronski mikroskop s EDS detektorm

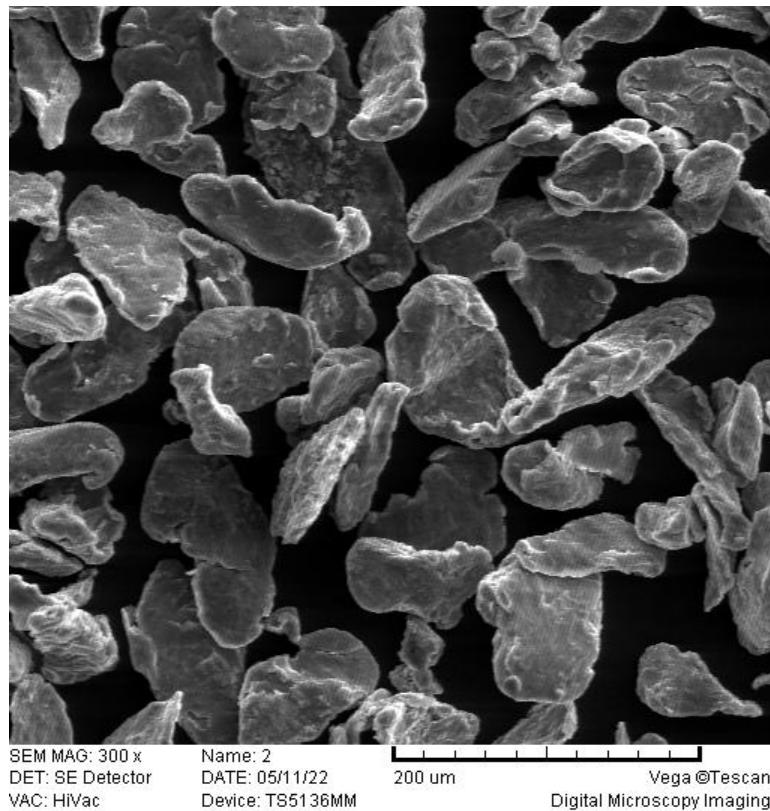
Na slici 16. prikazan je oblik i veličina titanovog praha slikano skenirajućim elektronskim mikroskopom uvećano 502 puta. Čestice su nepravilnog oblika i različitih veličina koje variraju od 10-100  $\mu\text{m}$ .



**Slika 16.** Titanov prah slikan mikroskopom, uvećanje 502x

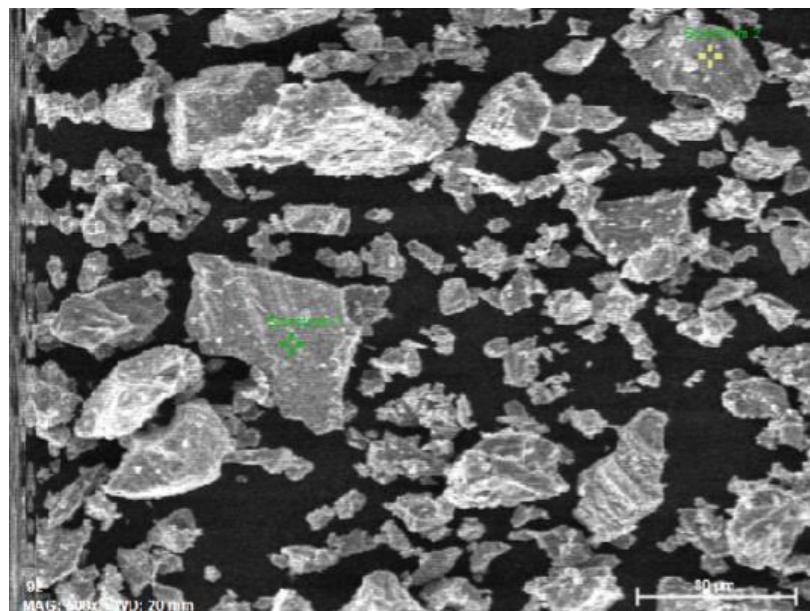
Na slici 17. prikazan je oblik i veličina magnezijevog praha slikano skenirajućim elektronskim mikroskopom uvećano 300 puta. Čestice su zaobljenog oblika i različitih veličina koje variraju od 20-150  $\mu\text{m}$ .

Kao što se i vidi na slikama čestice titanovog i magnezijevog praha su različitih oblika i različitih veličina što će sve utjecati na uspješnost same konsolidacije.

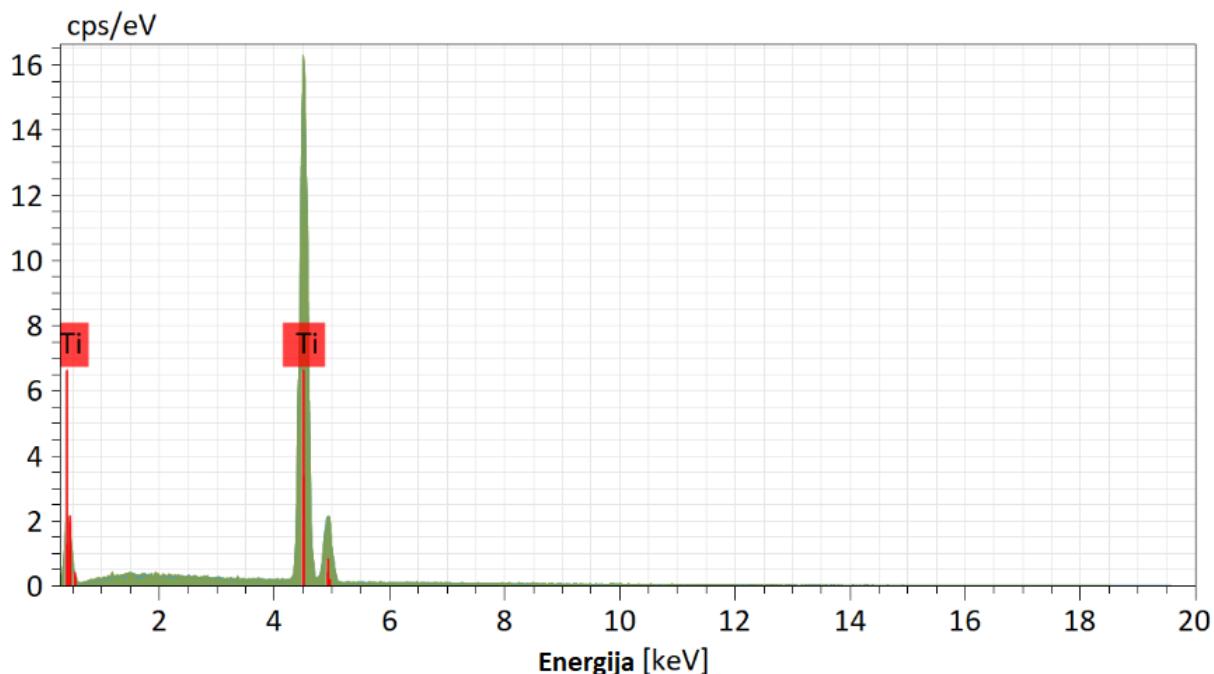


**Slika 17.** Magnezijev prah slikan mikroskopom, uvećanje 300x

Na slikama 18. i 19. i tablici 3. vidimo da je u dvije odabrane točke za kemijsku analizu maseni udio titana jednak 100%, a kisika 0% što znači da nema oksidacije u prahu titana.



**Slika 18.** Područje kemijske analize titanovog praha

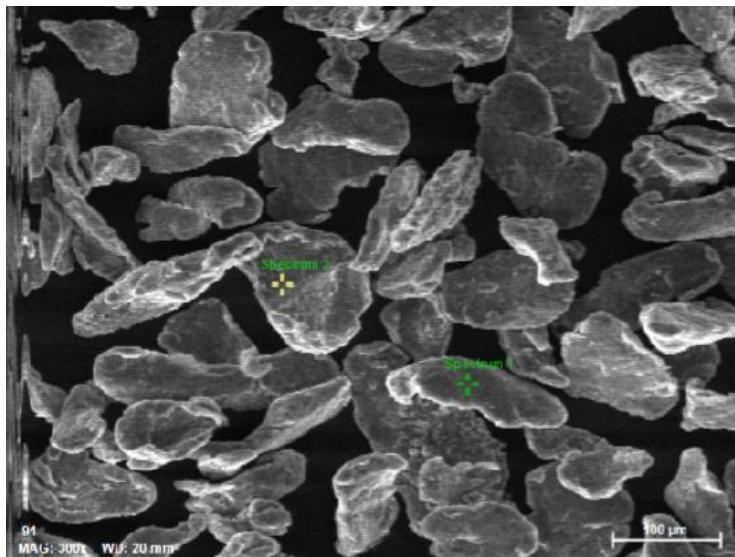


**Slika 19.** EDS spektar elemenata titanovog praha

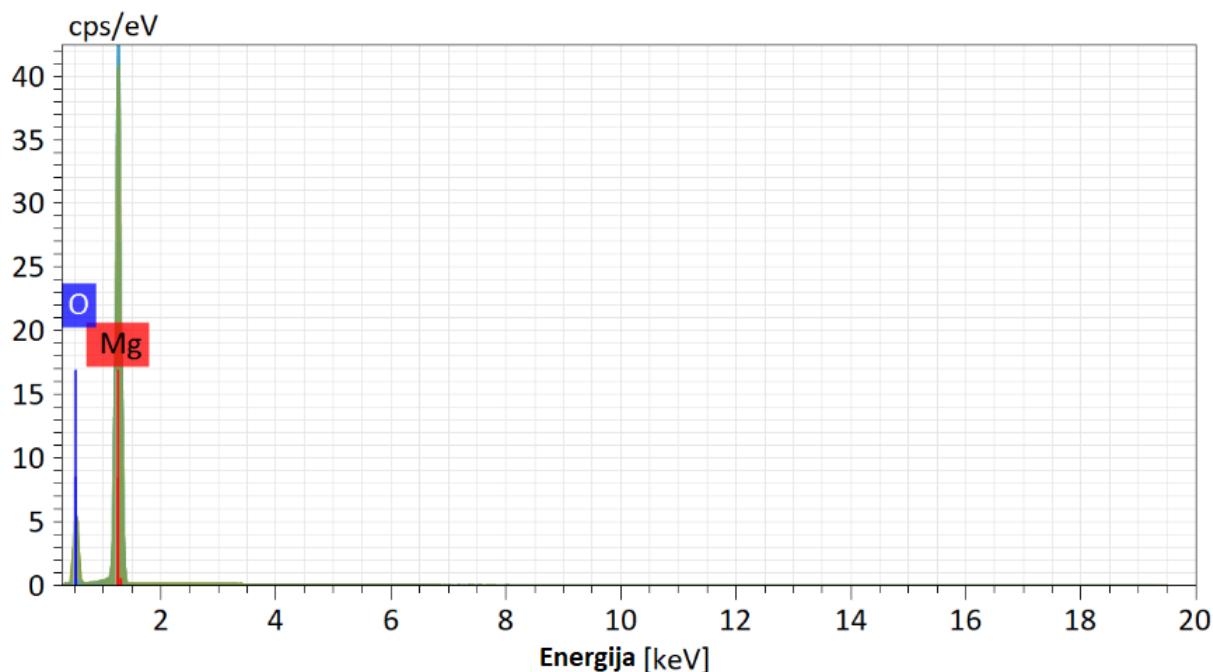
**Tablica 3.** Maseni udjeli kisika i titana u promatranim točkama

Točka analize	Maseni udio kisika (O)	Maseni udio titana (Ti)
<b>Točka 1</b>	0.00%	100.00%
<b>Točka 2</b>	0.00%	100.00%

Na slikama 20. i 21. i tablici 4. vidimo da je u prvoj odabranoj točki za kemijsku analizu maseni udio magnezija jednak 100%, a kisika 0%. U drugoj točki maseni udio kisika je 31.84% dok je maseni udio magnezija 68.16% nakon čega dolazimo do zaključka da je u magnezijevom prahu došlo do određenog stupnja oksidacije čestica praha.



**Slika 20.** Područje kemijske analize magnezijevog praha



**Slika 21.** EDS spektar elemenata magnezijevog praha

**Tablica 4.** Maseni udjeli kisika i magnezija u promatranim točkama

Točka analize	Maseni udio kisika (O)	Maseni udio magnezija (Mg)
Točka 1	0.00%	100.00%
Točka 2	31.84%	68.16%

### 3.2 Miješanje prahova

Prije same konsolidacije potrebno je prahove podijeliti u određene omjere i dobro izmiješati kako ne bi nastajali aglomerati pojedinačnih prahova koji bi narušavali svojstva dobivenih uzoraka. Napravljena su 3 omjera prahova titana i magnezija u masenim omjerima koji su prikazani u tablici 5.

**Tablica 5.** Maseni udjeli magnezija i titana u uzorcima

Uzorak	Maseni udio Mg, $w_{Mg}$ [%]	Maseni udio Ti, $w_{Ti}$ [%]
<b>Uzorak 1</b>	10	90
<b>Uzorak 2</b>	15	85
<b>Uzorak 3</b>	20	80

Proces vaganja prahova održan je u kontroliranim uvjetima i na vagi preciznosti 0.01g. Određeno je da uzorci budu mase 100 g. Na slici 22. prikazan je proces vaganja prahova koji su stavljeni u posude u prije određenim omjerima.



**Slika 22. Vaganje prahova**

Tijekom vaganja prahovi se stavljuju u posudu koja će nam poslužiti tijekom miješanja. Posudu je potrebno dobro zatvoriti i zaštитiti izlaz praha tijekom miješanja. Posudu nakon vaganja i spremnu za miješanje možemo vidjeti na sljedećoj slici.



**Slika 23.** Prah u posudi spreman za miješanje

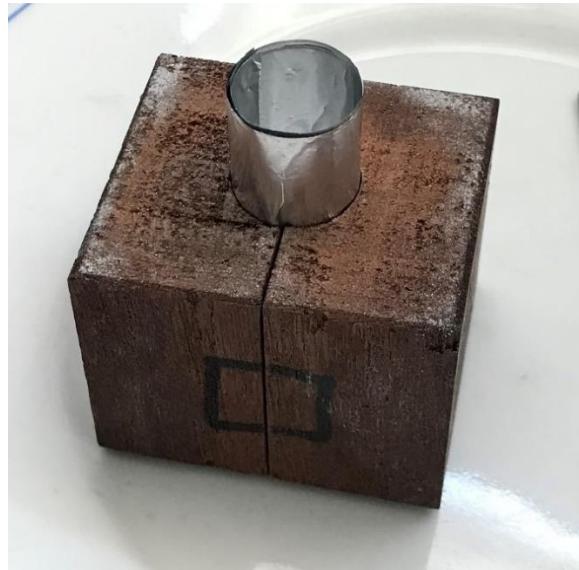
Kako bi napravili što homogeniju smjesu prahova potrebno ih je miješati 60 min. Prahovi u posudama su stavljeni u uređaj koji rotacijom oko 3 osi omogućuje potrebnu homogenost. Na slici 24. prikazan je uređaj za miješanje u kojem su stavljenе sve 3 posude u kojima su uzorci u zadanim masenim omjerima spremni za proces miješanja.



**Slika 24.** Prahovi u uređaju za miješanje

### 3.3 Hladno izostatsko prešanje

Prvi postupak je stavljanje izmiješanih prahova u ovitke od aluminijске folije. Ovitke od aluminijске folije izrađujemo na oblik i dimenzije kakve želimo da nam bude uzorak nakon prešanja. Odabran je oblik kružnog poprečnog presjeka koji je napravljen pomoću kalupa koji je prikazan na slici 25.



**Slika 25.** Kalup za ovitak od aluminijске folije

Nakon što je dobiven željeni oblik i dimenzije u ovitak stavljam prah i dobro ga sabijamo jer je od velike važnosti da nema područja u kojima bi bilo zaostalog zraka koji bi negativno utjecao na kvalitetu uzorka nakon samog prešanja. Sabijanje praha u ovitak od aluminijске formule prikazan je na sljedećoj slici.



**Slika 26.** Sabijanje praha u ovitak od aluminijске folije

Nakon sabijanja su dobiveni prahovi koji se nalaze u ovitcima kao što se i može vidjeti na slici 27. Uzorci su označeni brojevima kako bi znali koji uzorak ima koje masene udjele.



**Slika 27.** Uzorci nakon sabijanja u ovitke

Sljedeći korak je stavljanje uzorka u alat za prešanje. U samom alatu se nalazi ulje preko kojeg će se tlak Pascalovim zakonom prenositi na uzorak. Potrebno je radi zaštite od prodiranja ulja unutar ovitka prilikom visokih tlakova uzorak staviti u zaštitnu membranu. Nakon toga uzorak stavimo u alat koji se nalazi na slici 28.



**Slika 28.** Alat u kojem se nalazi uzorak tijekom prešanja

Kada je uzorak unutar alata potrebno je odstraniti višak zraka i ulja kako bi se tlak nesmetano prenosio na sami uzorak. Zakretom poluge stvara se tlak koji istiskuje višak ulja i zraka. Prikaz tog postupka prikazan je na slici 29.



**Slika 29.** Odstranjivanje ulja i zraka

Nakon odstranjivanja viška fluida poluga se skida s alata koji se dalje stavlja u stroj za hladno izostatsko prešanje. Za postupak izrade uzorka hladnim izostatskim prešanjem odabran je tlak od 69.9523 bar koji se dobija djelovanjem sile od 140 kN. Uzorak je pod odabranim tlakom prešan 10 sekundi. Stroj za hladno izostatsko prešanje se može vidjeti na slici 30. dok je sami proces prešanja prikazan na slici 31.



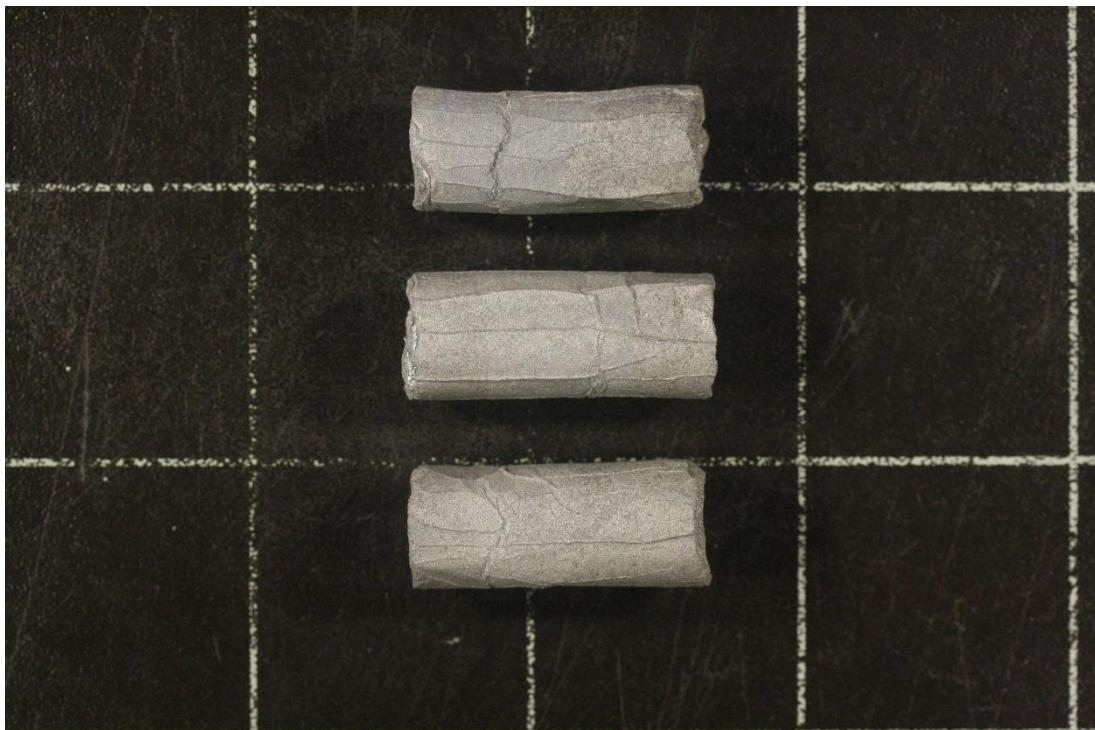
**Slika 30.** Stroj za hladno izostatsko prešanje



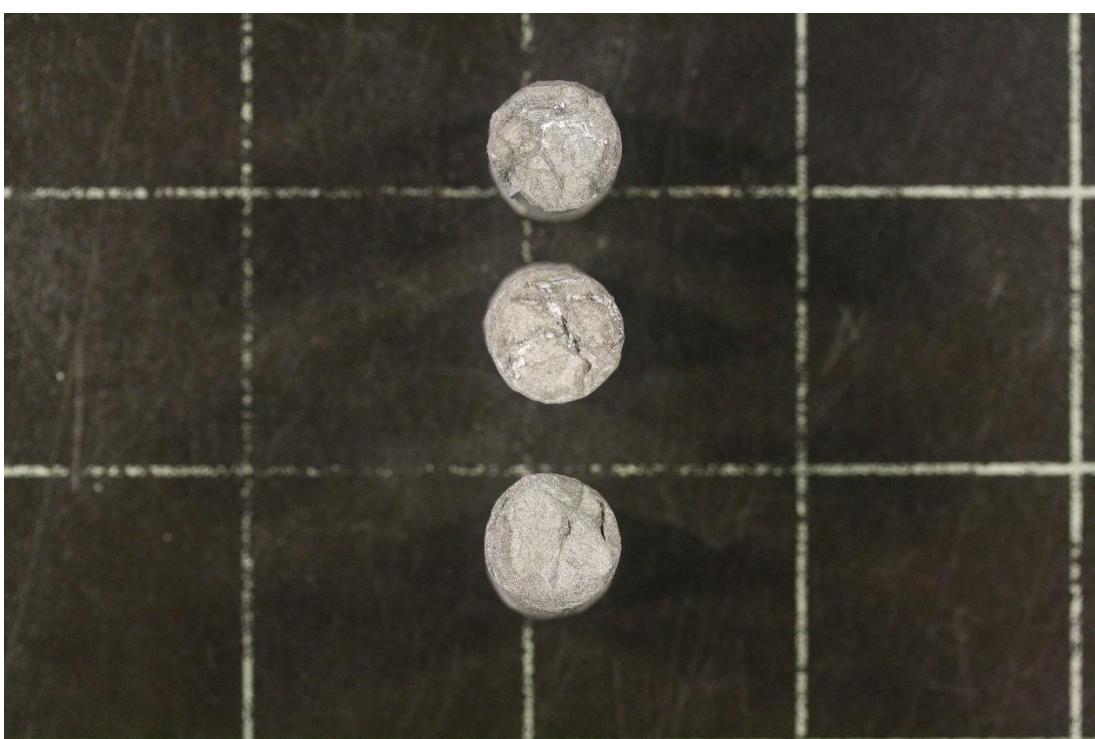
**Slika 31.** Hladno izostatsko prešanje

### 3.4 Analiza uzoraka

Nakon što su izvađeni kompaktirani uzorkci iz ovitka od aluminijске folije možemo početi s analizom svojstava. Uzorci nakon kompaktiranja su prikazani na slikama 32. i 33.



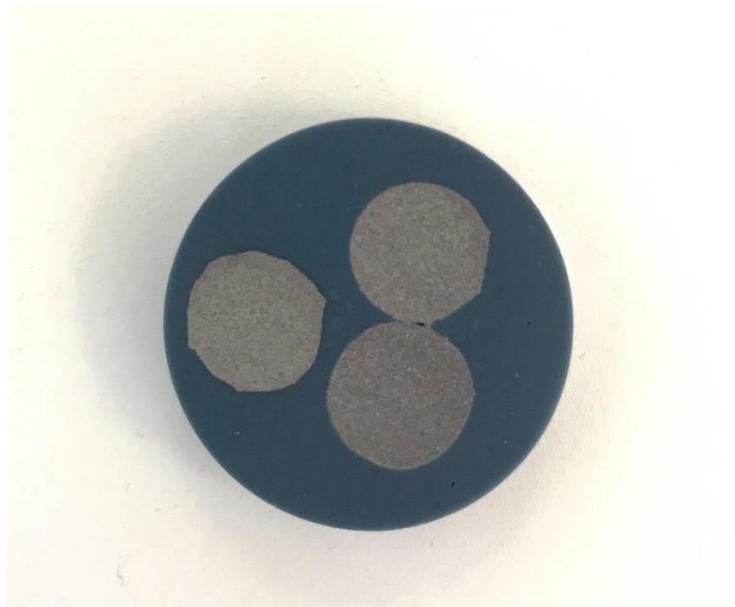
**Slika 32.** Uzorci nakon hladnog izostatskog prešanja



**Slika 33.** Uzorci nakon hladnog izostatskog prešanja

### 3.4.1 Priprema uzorka za analizu mikrostrukture

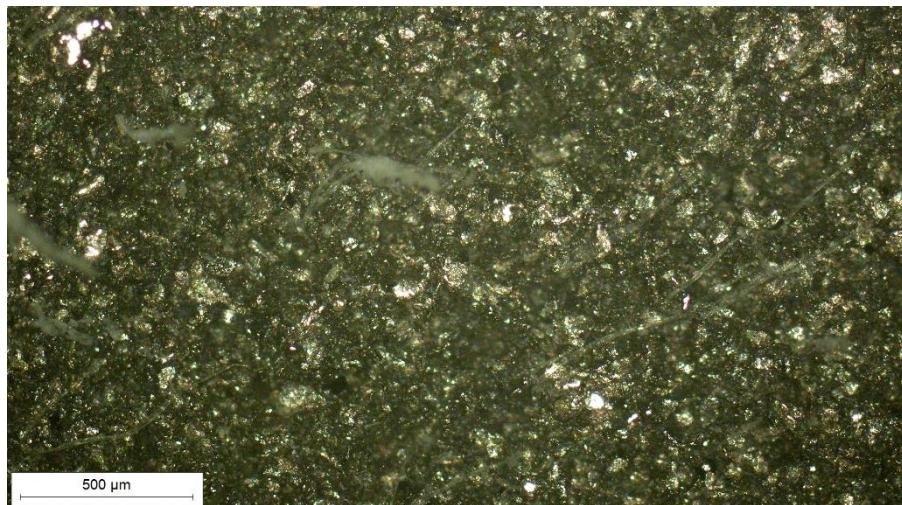
Kako bi se omogućila analiza mikrostrukture uzorka potrebno je napraviti potrebnu pripremu uzorka. Uzorke je potrebno izrezati na željenu veličinu koje je provedeno na uređaju Mecatome T260. Uzorci se nakon toga oblažu polimernom masom. Nakon toga slijedi priprema površine uzorka koja se sastoji od brušenja i poliranja pomoću uređaja Mecatech 250. Tijekom brušenja brzina glavne ploče je 300 okr/min. Korišteni brusni papiri slijedom korištenja su: P320, P600, P1000, P2400, P4000 kod kojih P320 ima najveća abrazivna zrna dok P4000 papir ima najsitnija abrazivna zrna. Kod svih koraka brušenja koristi se voda sa zadatkom hlađenja i podmazivanja. Sljedeći korak je poliranje koje je potrebno da se uklone tragovi brušenja. Koristi se tkanina za poliranje s brzinom glavne ploče od 150 okr/min. U prvom koraku na uzorak se stavlja dijamantna pasta veličine čestica  $3 \mu\text{m}$ . U drugom koraku stavlja se tekućina za poliranje s abrazivima veličine  $0.03 \mu\text{m}$ . Za hlađenje i podmazivanje koristi se lubrikant. Uzorci nakon ovih postupaka prikazani su na slici 34.



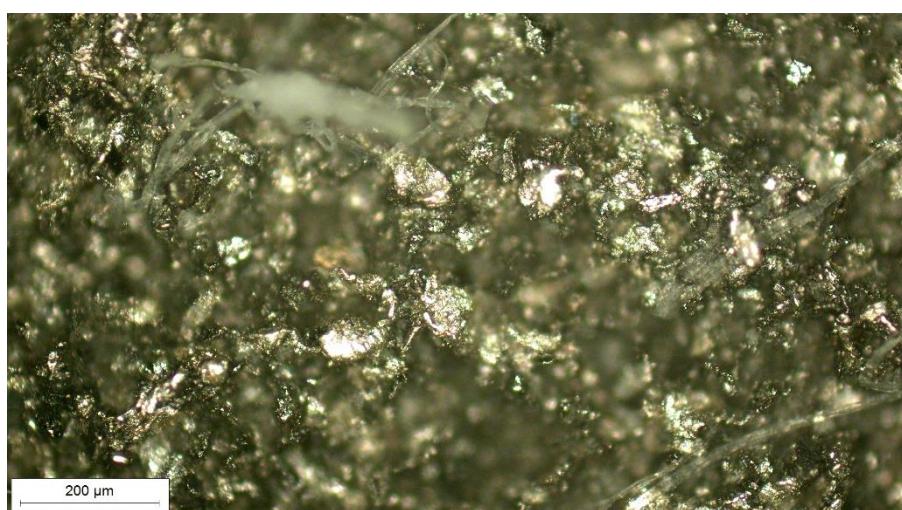
**Slika 34.** Uzorci spremni za analizu

### 3.4.2 Analiza mikrostrukture

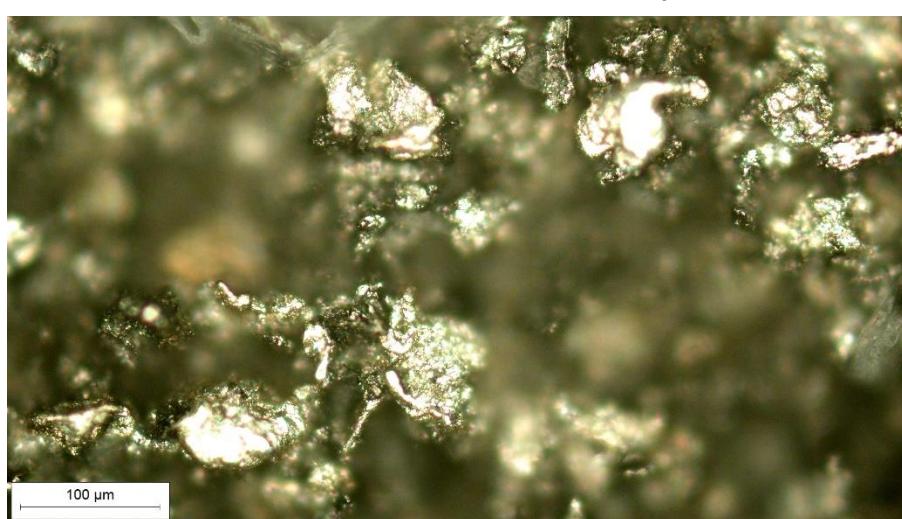
Analiza mikrostrukture provedena je na mikroskopu Olympus GX51. Uzorci su slikani s povećanjima 50x, 100x i 200x na sredini i na rubu uzorka. Mikrostruktura uzorka prikazana je na sljedećim slikama.



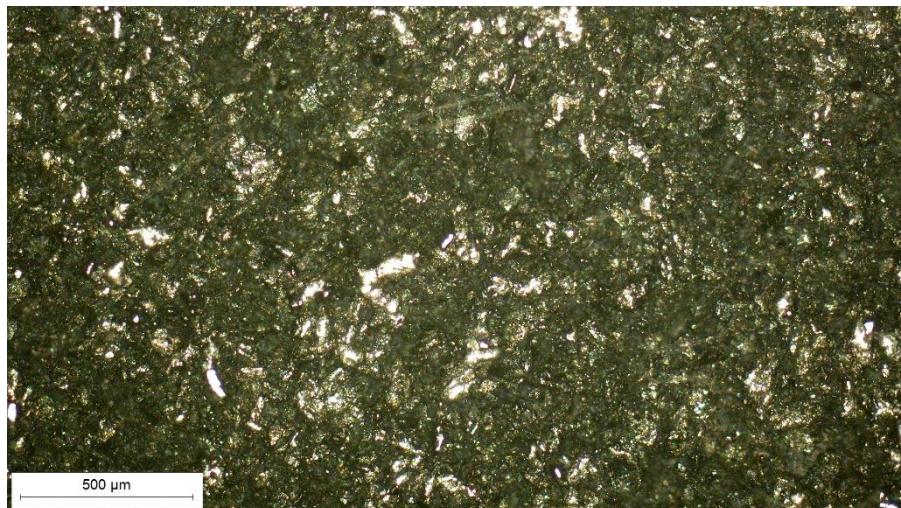
**Slika 35.** Mikrostruktura uzorka 1, uvećanje 50x



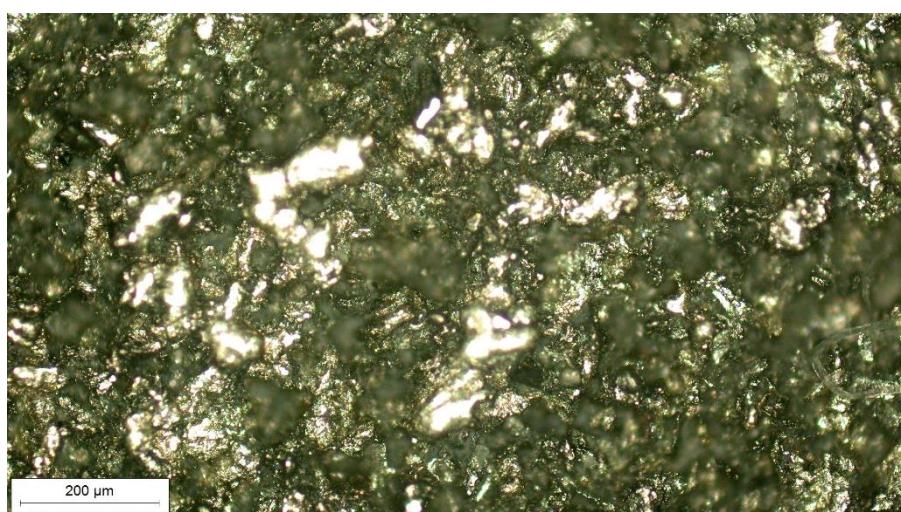
**Slika 36.** Mikrostruktura uzorka 1, uvećanje 100x



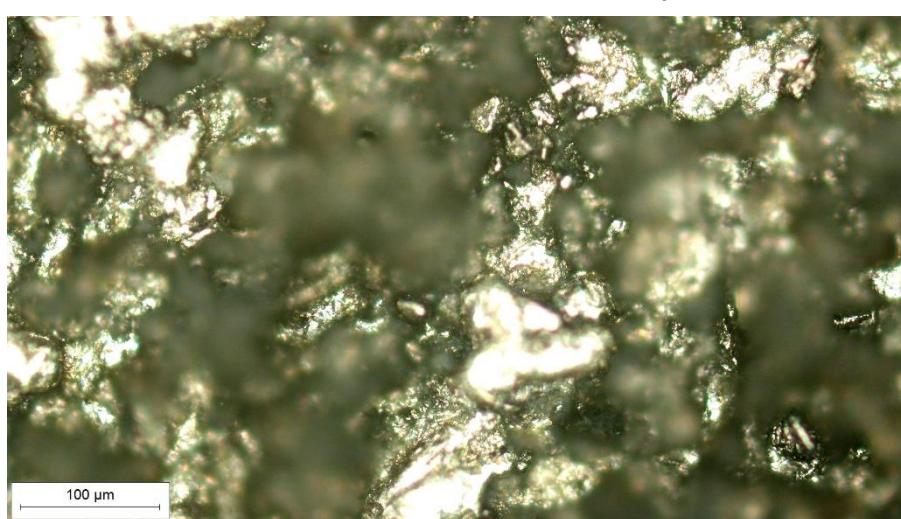
**Slika 37.** Mikrostruktura uzorka 1, uvećanje 200x



Slika 38. Mikrostruktura uzorka 2, uvećanje 50x



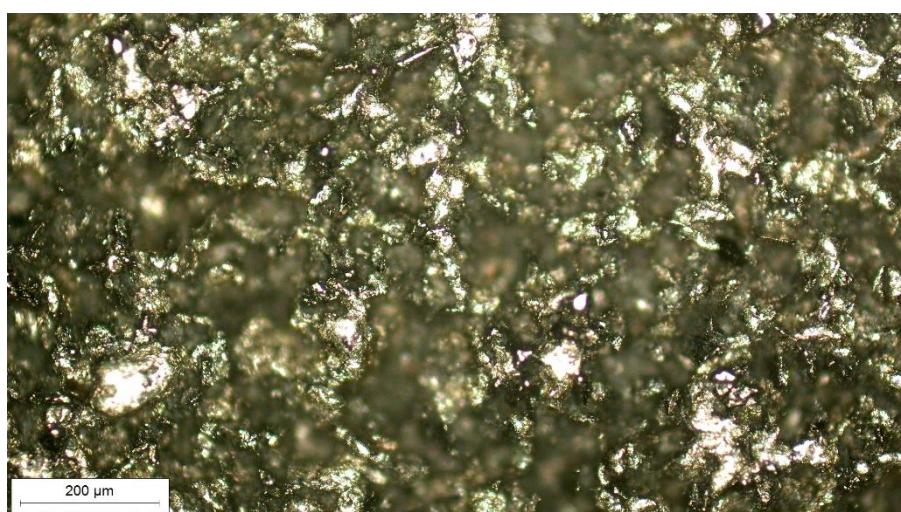
Slika 39. Mikrostruktura uzorka 2, uvećanje 100x



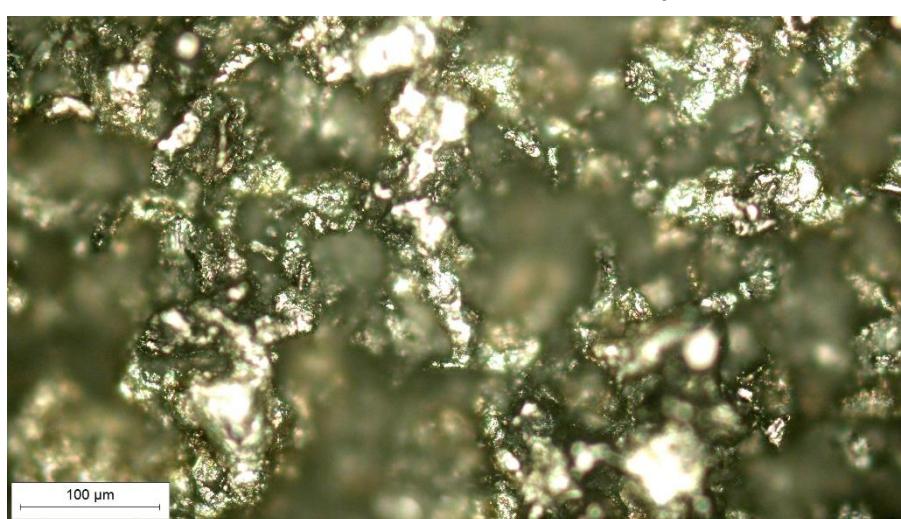
Slika 40. Mikrostruktura uzorka 2, uvećanje 200x



**Slika 41.** Mikrostruktura uzorka 3, uvećanje 50x

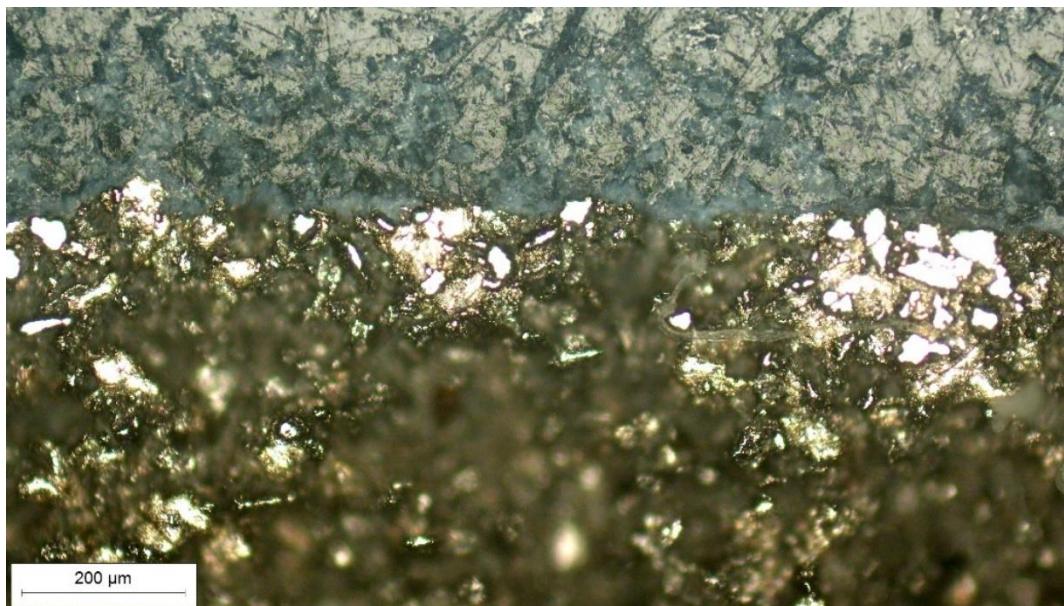


**Slika 42.** Mikrostruktura uzorka 3, uvećanje 100x



**Slika 43.** Mikrostruktura uzorka 3, uvećanje 200x

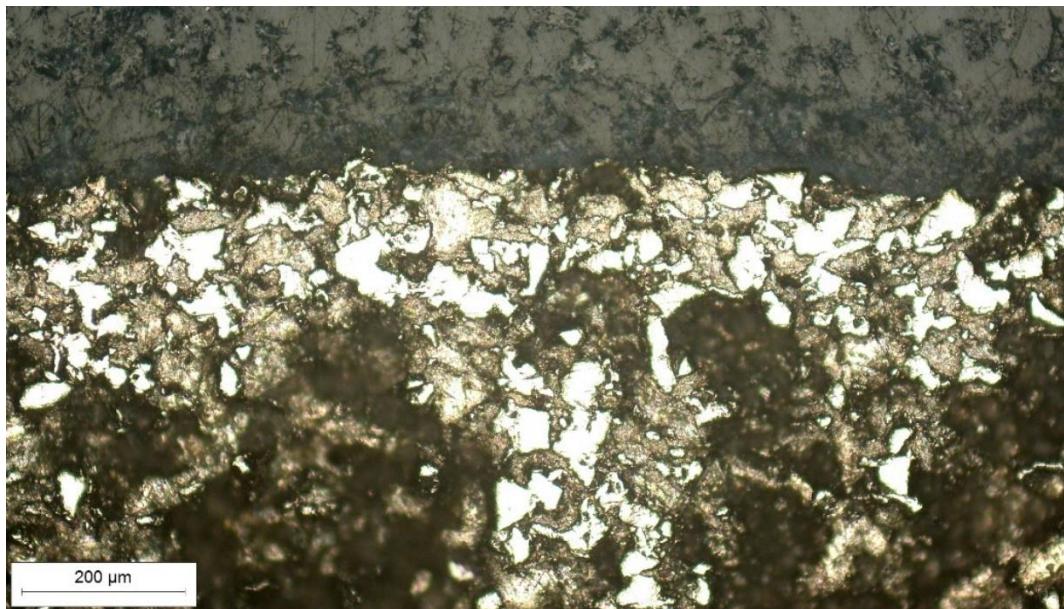
Na slikama 44-46 prikazani su rubovi uzoraka. Jasno je vidljiva granica između djelova koji su u potpunosti konsolidirani i dijelova koji to nisu. Nedovoljno konsolidiranje proizlazi od odabira preniskog tlaka i vremena izvođenja hladnog izostatskog prešanja.



**Slika 44.** Rub uzorka 1, uvećanje 100x



**Slika 45.** Rub uzorka 2, uvećanje 100x



Slika 46. Rub uzorka 3, uvećanje 100x

### 3.5 Mjerenje tvrdoće

Proces ispitivanja tvrdoće uzorka provedeno je na uređaju PMT 3. Korištena je Vickers metoda HV 0,1 s opterećenjem  $0,1 \cdot 9,81$  N. Nažalost nije bilo moguće izmjeriti tvrdoću zbog praha koji se odvajao od uzorka zbog nedovoljne konsolidacije.

## 4. ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih istraživanja može se zaključiti da je metalurgijom praha moguće konsolidirati prahove titanija i magnezija i dobiti kompaktan, čvrsti materijal. Međutim eksperiment je pokazao da je prilikom konsolidacije potrebno primijeniti viši tlak i prodljiti vrijeme primjene tlaka. To se može zaključiti iz slika 44. – 46 . gdje se jasno vidi kako su rubovi uzoraka konsolidirani dok jezgre nisu.

Nakon što se u dalnjim eksperimentima odrede potrebni tlak i vrijeme primjene potrebno je izraditi potpuni konsolidirane uzorce na kojima će biti moguće provesti ispitivanje mehaničkih svojstava. Na svojstva je moguće utjecati različitim udjelima titana i magnezija. Ako su zadovoljena mehanička svojstva prelazi se na in-vivo istraživanja kako bi se ispitala i poboljšala biokompatibilnost titan-magnezij kompozita.

## 5. LITERATURA

- [1] <https://hr.wikipedia.org/wiki/Medicina>
- [2] Žmak I., Predavanja iz kolegija Kompozitni materijali. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2020.
- [3] What are composites?: <https://romeorim.com/what-are-composites/>
- [4] Haramina, T.: Materijali II - Kompoziti, ppt podloga za predavanje, FSB, Zagreb, 2020.
- [5] Kainer, K. U. (2006). *Basics of Metal Matrix Composites. Metal Matrix Composites*, 1-54.
- [6] Ljerka Slokar, Metalurgija praha i sinter materijali, 2015.
- [7] ASM Handbook Volume 7: *Powder Metal Technologies and Applications*, ASM International, 1998.
- [8] P.C. Angelo, R. Subramanian: *Powder Metallurgy: Science, technology and Applications*, PHI Learning Private Limited, New Delhi, 2008
- [9] Tamara Aleksandrov Fabijanić, Razvoj referentnih pločica tvrdoča po Vickersu postupkom metalurgije praha, Doktorski rad, 2014.
- [10] M.P. Groover, *Fundamentals of Modern Manufacturing: Materials Processes, and Systems*, John Wiley & Sons, Inc., 4th edition, USA, 2010
- [11] M. Mitkov, D. Božić, Z. Vujović, Metalurgija praha, BMG, Beograd, 1998.
- [12] <https://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?ID=46852>
- [13] Namvar, F., Jawaid, M., Md Tahir, P., Mohamad, R., Azizi, S., Khodavandi, A., Rahman, H. S., and Nayeri, M. D. (2014). "Potential use of plant fibres and their composites for biomedical applications," BioRes. 9(3), 5688-5706.
- [14] M.C. Hacker, A.G. Mikos: *Trends in tissue engineering research*, Tissue Eng., Vol. 12, 2049–2057, 2006
- [15] Šnajdar Musa, M. (2015). 'Razvoj titan-magnezij kompozita za biomedicinsku primjenu', Disertacija, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, citirano: 18.09.2022., <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:178757>
- [16] D. F. Williams: *Advanced applications for materials implanted within the human body*, Materials Science and Technology, Vol. 3, 797-806, 1987
- [17] Kranthi Kiran, A. S., Ramakrishna, S.: Biomaterials: Basic principles, *An Introduction to Biomaterials Science and Engineering*, 2021., 82-90,  
[https://www.worldscientific.com/doi/pdf/10.1142/9789811228186\\_0004](https://www.worldscientific.com/doi/pdf/10.1142/9789811228186_0004)

- [18] Ćorić, D.: Posebni metalni materijali – III Dio, (digitalni udžbenik), Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2017.
- [19] Ćorić, D.: Svojstva i primjena titana i njegovih legura (Prvi dio), Zavarivanje 59 5/6. 125 – 131. 2016.
- [20] Jakovljević, S.: Metalni materijali – materijali i prevlake u medicini (podloge za predavanja), Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb 2019.