

# Karakterizacija koloidnih Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> suspenzija koje sadrže reciklirani prah

---

Čujić, Iva

Undergraduate thesis / Završni rad

2017

*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:235:618659>

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

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-07-14**

*Repository / Repozitorij:*

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# ZAVRŠNI RAD

**Iva Čujić**

Zagreb, 2017.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

# ZAVRŠNI RAD

Mentori:

Prof. dr. sc. Lidija Ćurković, dipl. ing.

Student:

Iva Čujić

Zagreb, 2017.

Ovaj rad izrađen je na Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu uz financijsku potporu Hrvatske zaklade za znanost projektom IP-2016-06-6000 *Napredna monolitna i kompozitna keramika za zaštitu od trošenja i korozije, (WECOR).*



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

Posebno bih se, od srca, zahvalila mentorici prof. dr. sc. Lidiji Ćurković, asistentici dr. sc. Marijani Majić Renjo i Zrinki Šokčević, mag. appl. chem. na korisnim savjetima, pomoći u eksperimentalnom dijelu i dobrom voljom za rješavanjem svake moje nedoumice i pitanja.

Iva Čujić



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite  
Povjerenstvo za završne 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:                              |        |
| Ur.broj:                            |        |

## ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Iva Čujić** Mat. br.: 30527489268

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Karakterizacija koloidnih  $Al_2O_3$  suspenzija koje sadrže reciklirani prah**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Characterization of  $Al_2O_3$  colloidal suspensions which contain recycled alumina powder**

Opis zadatka:

U odnosu na ostale postupke oblikovanja, lijevanje suspenzije je jednostavna, pouzdana, fleksibilna, ekonomski povoljnija i ekološki prihvatljivija tehnologija za proizvodnju monolitne i kompozitne keramike različite veličine i složenosti oblika proizvoda. Unatoč navedenim prednostima, postupak lijevanja može biti jako kompliciran ukoliko nisu odabrani odgovarajući aditivi koji utječu na stabilnost suspenzije. Pri lijevanju keramičke mase, stabilna se suspenzija ulijeva u porozne upijajuće gipsane oblike. Reologija je znanost o deformacijama i tečenju materijala. Važna je za proučavanje ponašanja suspenzija koje se koriste za postupak oblikovanja tehničke keramike. Viskoznost je mjera otpora materijala tečenju.

U ovom je završnom radu potrebno:

- prirediti vodene  $Al_2O_3$  suspenzije uz dodatak polietilenglikola (PEG-a) kao veziva, DOLAPIX-a CE64 kao disperzanta i magnezij nitrata heksa hidrata  $Mg(NO_3)_2 \times 6 H_2O$  za sprečavanje abnormalnog rasta kristalnog zrna,
- u planetarnom mlinu homogenizirati priredene suspenzije, izmjeriti pH suspenzija, ukloniti mjehuriće zraka iz suspenzije,
- snimiti krivulje tečenja: ovisnost viskoznosti o brzini smicanja te ovisnost smičnog naprežanja o brzini smicanja.

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

Zadatak zadan:

30. studenog 2016.


Zadatak zadao:


Rok predaje rada:

1. rok: 24. veljače 2017.
2. rok (izvanredni): 28. lipnja 2017.
3. rok: 22. rujna 2017.

Predviđeni datumi obrane:

1. rok: 27.2. - 03.03. 2017.
2. rok (izvanredni): 30. 06. 2017.
3. rok: 25.9. - 29. 09. 2017.

  
Prof. dr. sc. Lidija Čurković

v.d. predsjednika Povjerenstva:  
  
Izv. prof. dr. sc. Branko Bauer

## SADRŽAJ

|   |     |
|---|-----|
| SADRŽAJ .....                                       | I   |
| POPIS SLIKA .....                                   | II  |
| POPIS TABLICA.....                                  | III |
| POPIS OZNAKA .....                                  | IV  |
| SAŽETAK.....  | V   |
| SUMMARY .....                                       | VI  |
| 1. UVOD.....  | 1   |
| 1.1. Recikliranje .....                             | 1   |
| 2. TEORIJSKI DIO .....                              | 3   |
| 2.1. Definicija keramike.....                       | 3   |
| 2.2. Podjela keramike prema kemijskom sastavu ..... | 4   |
| 2.2.1. Oksidna keramika .....                       | 4   |
| 2.2.1.1. Aluminijev oksid.....                      | 4   |
| 2.2.1.2. Ostali oksidi .....                        | 7   |
| 2.2.2. Neoksidna keramika.....                      | 8   |
| 2.2.3. Silikatna keramika .....                     | 8   |
| 2.3. Proizvodnja keramike .....                     | 9   |
| 2.3.1. Proizvodnja praha .....                      | 11  |
| 2.3.2. Proizvodnja granulata .....                  | 11  |
| 2.3.3. Oblikovanje sirovca .....                    | 12  |
| 2.3.4. Sinteriranje.....                            | 13  |
| 2.3.5. Završna obrada.....                          | 14  |
| 2.4. Reologija .....                                | 14  |
| 2.4.1. Priprava keramičkih suspenzija .....         | 14  |
| 2.4.2. Reološka svojstva.....                       | 15  |
| 3. EKSPERIMENTALNI DIO .....                        | 19  |
| 3.1. Polazni materijali .....                       | 19  |
| 3.2. Priprava suspenzije .....                      | 22  |
| 3.3. Reološka mjerenja.....                         | 25  |
| 4. REZULTATI I RASPRAVA.....                        | 27  |
| 5. ZAKLJUČAK.....                                   | 31  |
| LITERATURA.....                                     | 32  |

## POPIS SLIKA

|           |   |    |
|-----------|---|----|
| Slika 1.  | Površina toplinski nagriženog aluminijskog oksida [5] .....   | 5  |
| Slika 2.  | Mikrostruktura 99,7 %-tne aluminijske oksidne keramike [5] .....  | 6  |
| Slika 3.  | Mikrostruktura aluminijske oksidne keramike (siva faza) ojačane cirkonijevom oksidnom keramikom (bijela faza) [7] .....   | 7  |
| Slika 4.  | Dijagram tijekom proizvodnje tehničke keramike [8] .....  | 10 |
| Slika 5.  | Utjecajni elementi na mikrostrukturu i svojstva keramike [9] .....  | 10 |
| Slika 6.  | Prahovi za proizvodnju tehničke keramike [10] .....   | 11 |
| Slika 7.  | Raspršeni granulati $Al_2O_3$ [3] .....   | 12 |
| Slika 8.  | Faze sinteziranja – od slike a) prema slici c) vidljivo je sraščivanje zrna, odn. povećanje svjetlije površine, uz smanjenje pora (tamne površine) [1] .....                  | 14 |
| Slika 9.  | Shematski prikaz proizvodnje keramike lijevanjem suspenzija (prema [9] [12]).   | 15 |
| Slika 10. | Newtonov model laminarnog gibanja fluida [13]. .....  | 16 |
| Slika 11. | Odnos smičnog naprezanja i brzine smicanja za proizvoljni newtonovski fluid ..  | 17 |
| Slika 12. | Odnos viskoznosti i brzine smicanja za proizvoljni newtonovski fluid .....  | 17 |
| Slika 13. | Pseudoplastične tekućine [15]. .....  | 18 |
| Slika 14. | Strukturna formula disperzanta DOLAPIX CE 64 (prema [19]) .....   | 20 |
| Slika 15. | Dio upotrijebljenih sirovina (disperzant DOLAPIX CE 64, primarni ( $Al_2O_3,p$ ) i sekundarni ( $Al_2O_3,s$ ) keramički prah) .....   | 20 |
| Slika 16. | Odmjeravanje sirovina: a) vaganje disperzanta; b) vaganje keramičkog praha ....   | 22 |
| Slika 17. | Priprava suspenzije: a) umješavanje smjese keramičkih prahova; b) keramičke kuglice za homogenizaciju .....   | 23 |
| Slika 18. | Homogenizacija suspenzija: (a) planetarni kuglični mlin Retsch PM 100; (b) unutrašnjost mlina s posudom za homogenizaciju; (C) sučelje mlina; (D) filtracija suspenzije ..... | 24 |
| Slika 19. | Priprava suspenzija za reološka mjerenja: (a) uklanjanje mjehurića zraka u ultrazvučnoj kupelji; (b) mjerenje pH vrijednosti suspenzije .....                                 | 25 |
| Slika 20. | Rotacijski viskozimetar Brookfield DV-III Ultra [9] .....   | 26 |
| Slika 21. | Reološka mjerenja: (a) pripravljena visokokonzentrirana suspenzija; (b) komora za male uzorke uz pripadajuće vreteno .....  | 26 |
| Slika 22. | Ovisnost viskoznosti o brzini smicanja za uzorak 1 koji sadrži 10 % sekundarnog praha .....   | 27 |
| Slika 23. | Ovisnost viskoznosti o brzini smicanja za uzorak 2 koji sadrži 20 % sekundarnog praha .....   | 27 |
| Slika 24. | Ovisnost viskoznosti o brzini smicanja za uzorak 3 koji sadrži 40 % sekundarnog praha .....   | 28 |
| Slika 25. | Ovisnost smičnog naprezanja o brzini smicanja za uzorak 1 koji sadrži 10 % sekundarnog praha .....  | 28 |
| Slika 26. | Ovisnost smičnog naprezanja o brzini smicanja za uzorak 2 koji sadrži 20 % sekundarnog praha .....  | 29 |
| Slika 27. | Ovisnost smičnog naprezanja o brzini smicanja za uzorak 3 koji sadrži 40 % sekundarnog praha .....  | 29 |
| Slika 28. | Ovisnost prosječne viskoznosti o sadržaju sekundarnog praha .....   | 30 |



## POPIS TABLICA

|  |    |
|--|----|
| Tablica 1. Kemijski sastav korištenog praha aluminijskoga oksida ..... | 19 |
| Tablica 2. Sastav suspenzija .....                                     | 21 |
| Tablica 3. Prosječna pH-vrijednost pripremljenih suspenzija .....      | 21 |

**POPIS OZNAKA**

| <b>Oznaka</b> | <b>Jedinica</b>       | <b>Opis</b>          |
|---------------|-----------------------|----------------------|
| $\gamma$      | $s^{-1}$              | brzina smicanja      |
| $\eta$        | $N\ s\ m^{-2}$ (Pa s) | dinamička viskoznost |
| $\tau$        | $N\ m^{-2}$ (Pa)      | smično naprezanje    |
| $\tau_0$      | $N\ m^{-2}$ (Pa)      | granica tečenja      |
| $F$           | N                     | sila                 |
| $m$           | g                     | masa                 |

## SAŽETAK

U radu je ispitana mogućnost korištenja sekundarnog  $\text{Al}_2\text{O}_3$  praha kao zamjene za dio primarnog praha sa svrhom recikliranja i uštede. Sekundarni prah nastaje kao otpad tijekom strojne obrade sirovca od aluminijske oksidne ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) keramike i obično se dalje ne koristi.

Za tehnologiju oblikovanja izabrano je lijevanje suspenzija, kao ekološki i ekonomski prihvatljiva varijanta. Pripravljene su tri skupine 60 %-tnih suspenzija, u kojima je variran međusobni omjer primarnog i sekundarnog praha. Kao disperzant korišten je DOLAPIX CE 64, poli(etilen-glikol) (PEG) kao vezivo te magnezijev klorid heksahidrat ( $\text{MgCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ ) kao tvar za sprječavanje abnormalnog rasta zrna.

Suspenzije su pripravljene homogenizacijom u planetarnom kugličnom mlinu i tretirane u ultrazvučnoj kupelji. Reološka svojstva (viskoznost, smično naprezanje) određena su na rotacijskom viskozimetru.

Utvrđeno je da je zamjenom dijela primarnog  $\text{Al}_2\text{O}_3$  praha sekundarnim moguće dobiti stabilne suspenzije. Povećanjem sadržaja sekundarnog praha povećava se viskoznost suspenzije.

Ključne riječi: aluminijska oksidna keramika, lijevanje suspenzija, reciklirani prah

## SUMMARY

In this paper, the use of secondary  $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder as a partial replacement for primary powder was investigated, in order to recycle and preserve resources. The secondary powder is produced as a result of the green machining of alumina and usually isn't used any further. Slip casting was used, as an eco-friendly and economically acceptable forming technology. Three groups of suspensions with 60 wt. % of dry powder were prepared. The ratio of primary and secondary powder was varied. DOLAPIX CE 64 was used as a dispersant, polyethylene glycol (PEG) as a binder and magnesium chloride hexahydrate ( $\text{MgCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ ) as an abnormal grain growth inhibitor.

The suspensions were homogenized in a planetary ball mill and treated in an ultrasonic bath. Rheological properties (viscosity and shear stress) were determined on a rotational viscometer.

It was determined that the suspensions prepared by the partial replacement of the primary  $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder with the secondary one were stable. The increase in the secondary powder content results in the viscosity increase.

Key words: aluminium oxide ceramics, slip casting, recycled powder

## 1. UVOD

U radu je prikazan utjecaj sekundarnog, odnosno primarnog  $\text{Al}_2\text{O}_3$  praha na viskoznost, brzinu smicanja i smično naprezanje. Sekundarni prah je otpadni keramički prah koji se dobiva tijekom strojne obrade sirovca od aluminij oksidne ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) keramike. Rađena su tri uzorka s različitim omjerom primarnog i sekundarnog praha koji je zamjena za primarni keramički prah. Prvi uzorak sadrži 10% sekundarnog praha, drugi uzorak 20 %, a treći 40 %. Uzorci vodenih suspenzija, izuzev keramičkog praha, sadrže destiliranu vodu, disperzant DOLAPIX CE 64, PEG i  $\text{MgCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$  koji su u svakoj suspenziji iste količine.

Izrađeni grafovi u kojima je prikazana ovisnost viskoznosti o brzini smicanja i ovisnost smičnog naprezanja o brzini smicanja daju prikaz o reološkim svojstvima suspenzija.

Na temelju provedenih mjerenja može se zaključiti da povećanjem sadržaja recikliranog  $\text{Al}_2\text{O}_3$  raste viskoznost suspenzija

### 1.1. Recikliranje

Ovisno o vrsti i svojstvima otpada, mogući su sljedeći postupci njegove obrade, odnosno zbrinjavanja[1]:

- Recikliranje
- Spaljivanje
- Piroliza
- Konverzija u gorivo proizvedeno iz otpada
- Biološka obrada
- Odlaganje

Recikliranje je izdvajanje materijala iz otpada i njegovo ponovno korištenje, što uključuje sakupljanje, izdvajanje, preradu i izradu novih proizvoda iz iskorištenih stvari, materijala i otpada pri izradi samih proizvoda. U recikliranje spada sve što se može ponovno iskoristiti.

Recikliranjem se osigurava očuvanje prirode i prirodnih sirovina, smanjenje onečišćenosti zraka, vode i tla, štednja skupe i dragocjene energije i ušteda na prostoru.

---

Što se tiče keramičkih proizvoda, najčešće se recikliraju pločice što spada u otpadni proizvod građevinske industrije. Reciklirana keramika može biti upotrijebljena kao kompozitni materijal za agregate [2]. Najveći nedostatak recikliranja keramike jest što ne spada u organski otpad i zbog visoke termostabilnosti, pa je toplinska uporaba vrlo skupa i neisplativa, ali se može fino usitniti i ponovno upotrijebiti ako se za to nađe svrha. Koliko će biti ustinjena keramika ovisi o tome za što je prenamijenjena.

Glavni cilj recikliranja keramike, odnosno sekundarnog keramičkog praha jest smanjenje otpada, odnosno spriječavanje bespotrebnog zauzimanja prostora odlaganjem otpada, a samim time i ušteda.

## 2. TEORIJSKI DIO

### 2.1. Definicija keramike

Keramika je anorganski i nemetalni materijal koji se sastoji od metalnih i nemetalnih elemenata međusobno povezanih ionskim i/ili kovalentnim vezama. Riječ keramika dolazi od grčke riječi keramos (grč., *κεραμος*) što znači lončarska roba ili glineno posuđe. Jedna od podjela keramike jest na tradicionalnu i tehničku keramiku.

Tehnička keramika obuhvaća keramičke materijale i proizvode koji su namijenjeni za tehničku primjenu. Mikrostruktura tehničke keramike je homogena i daleko je manje porozna u odnosu na tradicionalnu keramiku. Tehnička keramika je sve više zastupljena zbog svojih izuzetno dobrih svojstava kao što su visoka tvrdoća, visoka čvrstoća, korozivna postojanost, mala gustoća, vrlo dobra električna izolacijska svojstva, dielektrična i feroelektrična svojstva i dr. Ali s druge strane; vrlo skupa sama priprava sirovina i postupak oblikovanja, krhkost, niska vlačna čvrstoća i niska otpornost toplinskom umoru (šoku). Razvoj keramike toliko napreduje da je čak postala dostojna zamjena za određene metalne materijale, odnosno proizvode. U odnosu na metalne materijale, tehnička keramika ima višu tvrdoću, viša tlačna i savojna čvrstoća, veću otpornost puzanju, bolja izolacijska svojstva, višu otpornost trošenju, nižu gustoću, nižu toplinsku rastezljivost, itd [3].

Keramika se dijeli prema veličini zrna, namjeni i kemijskom (mineralnom) sastavu.

Prema **veličini zrna**, keramika se dijeli na [3]:

- Grubu keramiku – veličina zrna je u intervalu od 0,1 mm do 0,2 mm, obuhvaća opeku i druge konvencionalne vatrostalne materijale,
- Finu keramiku – veličina zrna je manja od 0,1 mm. U finu keramiku spadaju: tehnička keramika, keramika za posuđe, ukrasna keramika, keramika za sanitarije, pločice i dr.

Prema **namjeni**, keramika se dijeli na [3]:

- Visokokvalitetnu keramiku – visokorazvijena keramika koja je uglavnom nemetalna i anorganska,
- Konstrukcijsku/industrijsku, inženjersku keramiku – materijal koji je po svojim svojstvima pogodan uvjetu izlaganja visokih mehaničkih opterećenja,
- Funkcionalnu keramiku – visokokvalitetna keramika čija su svojstva pogodna za određene aktivne funkcije, npr. dijelovi koji posjeduju električna, magnetska, dielektrična ili optička svojstva,

- Elektrokermiku – visokokvalitetna keramika koja se primjenjuje u elektrotehnici i elektronici,
- Reznu keramiku – visokokvalitetna keramika otporna na trošenje i visoke temperature, prikladna za izradu alata za obradu odvajanjem česticama,
- Biokeramiku – visokokvalitetna keramika koja se primjenjuje u medicini, što znači da je u doticaju s ljudskim tijelom i tkivom, npr. implantati, pribor za operacije i sl.

Prema **kemijskom sastavu**, keramiku dijelimo na:

- Oksidnu keramiku,
- Neoksidnu keramiku,
- Silikatnu keramiku.

## 2.2. Podjela keramike prema kemijskom sastavu

### 2.2.1. Oksidna keramika

Oksidna keramika podrazumijeva materijal koji se uglavnom sastoji od jednokomponentnih i jednofaznih metalnih oksida kojih ima preko 90 %. Prema mikrostrukturi oksidna keramika ima vrlo mali ili nikakav udio staklene faze [4].

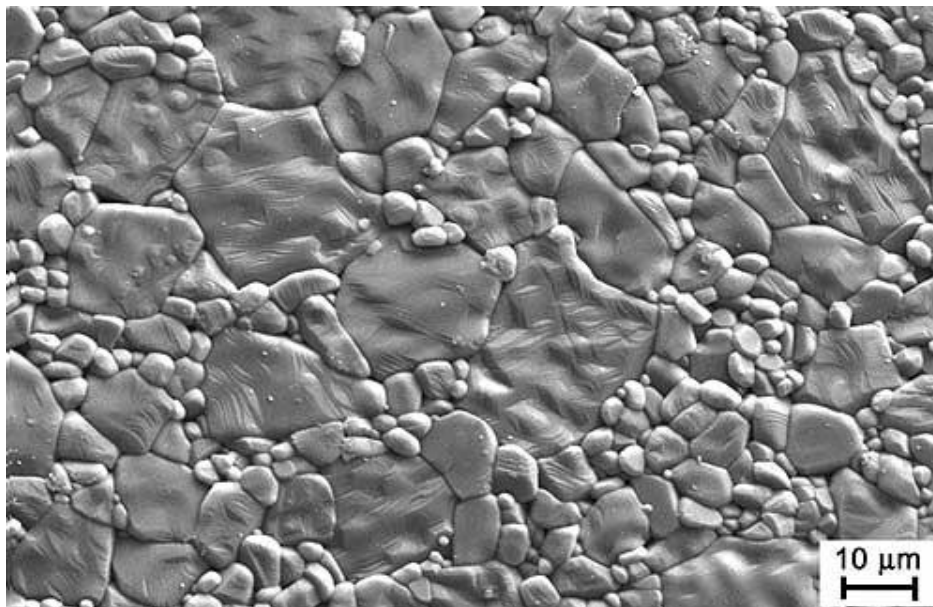
Oksidna keramika se dijeli na [4].

- **Jednokomponentne sustave**, odnosno okside kao što su npr.; aluminijev oksid  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , magnezijev oksid  $\text{MgO}$ , cirkonijev oksid  $\text{ZrO}_2$ , titanijev oksid  $\text{TiO}_2$ .
- **Višekomponentne sustave** koji se dijele na miješanu oksidnu keramiku (npr. aluminijev titanat  $\text{Al}_2\text{TiO}_5$ , olovni cirkonat-titanat  $\text{Pb}(\text{Zr}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$ ) i na kompozitnu keramiku (npr. aluminijev oksid  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ojačan cirkonijevim oksidom  $\text{ZrO}_2$ ).

#### 2.2.1.1. Aluminijev oksid

Najvažniji predstavnik oksidne keramike je upravo aluminijev oksid  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zbog svoje široke primjene i povoljne cijene.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  je bezbojna, vrlo tvrda i teško taljiva kristalna supstanca koja se u prirodi nalazi kao korund, a industrijski se dobiva iz aluminijeva hidroksida (glinica). Keramika na temelju aluminijeva oksida može se bitno razlikovati po strukturi i po svojstvima.





**Slika 1. Površina toplinski nagriženog aluminijevog oksida[5]**

Najznačajnija svojstva gustosinteriranog aluminijevog oksida su [3]:

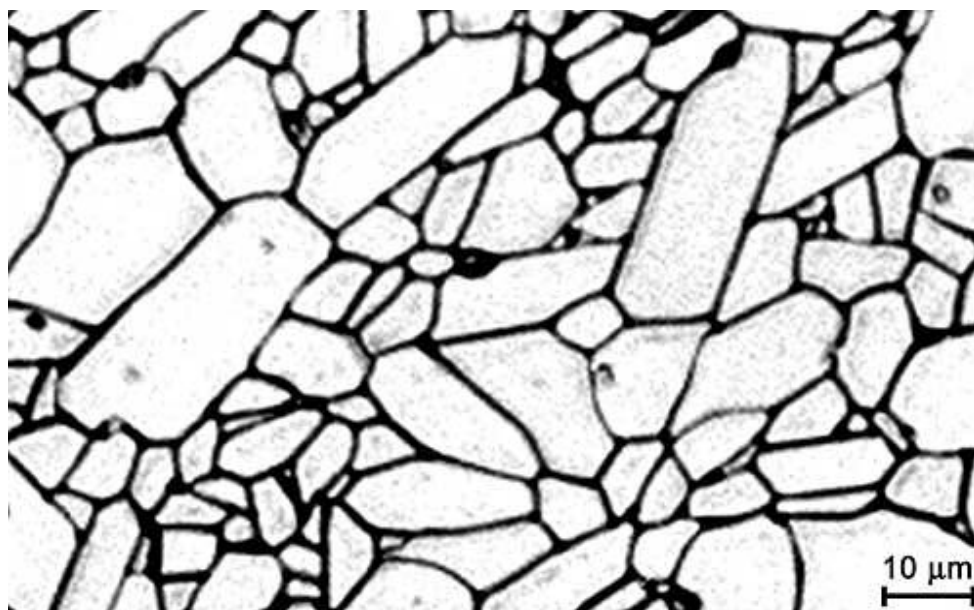
- Niska žilavosti,
- Visoka gustoća,
- Visoka čvrstoća,
- Visoka tvrdoća,
- Temperaturna stabilnost,
- Velika otpornost na trošenje (abrazijsko),
- Dobar električni izolatori,
- Niska cijena sirovine,
- Korozijska postojanost pri povišenim temperaturama.

Primjena  $\text{Al}_2\text{O}_3$  je vrlo široka zbog izuzetno dobrih svojstava. Neka od područja primjene su [3]:

- Industrija sanitarija,
- Elektrotehnika; izolatori,
- Elektronika,

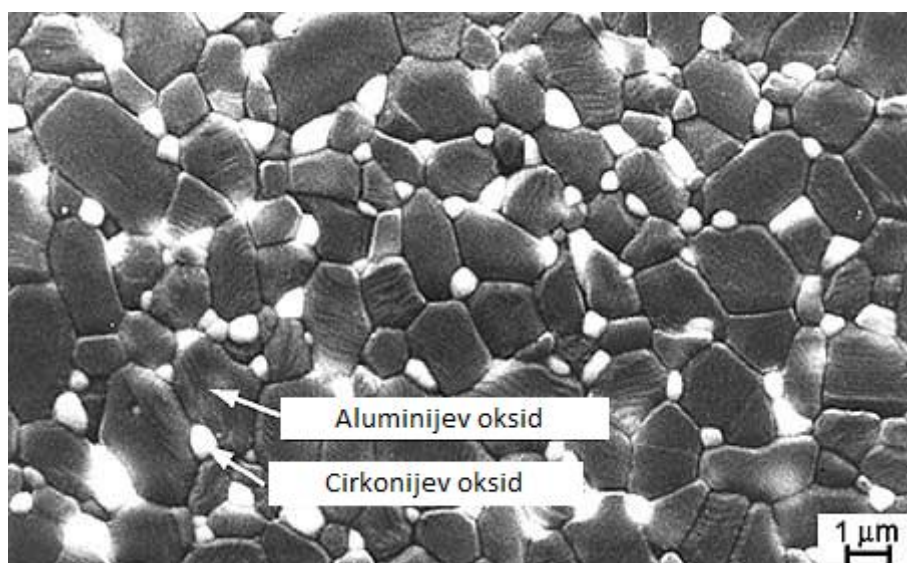
- Strojogradnja,
- Kemijska industrija,
- Mjerna tehnika,
- Medicina – implantati,
- U uvjetima koji zahtijevaju stabilnost pri visokim temperaturama.

U primjeni se najčešće koriste sintetički materijali s udjelom aluminijske oksidne keramike u rasponu od 80 % do 99 %.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , po mikrostrukтури kristala, može biti mikrokristalna i grubokristalna, što ovisi o kvaliteti sintetički spravljenog praha  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [3].



Slika 2. Mikrostruktura 99,7 %-tne aluminijske oksidne keramike [5]

Mehanička i tribološka svojstva  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramike mogu se poboljšati dodatkom tetragonske modifikacije cirkonijske oksidne keramike koja je stabilizirana itrijem ( $t\text{-ZrO}_2$ ) zbog vidno boljih svojstava, kao što su visoka lomna žilavost ( $6\text{-}15 \text{ MPa m}^{1/2}$ ), visoka savojna čvrstoća ( $1000\text{-}1500 \text{ MPa}$ ) i visoka otpornost na trošenje, dok monolitna aluminijska oksidna keramika  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ima nisku lomnu žilavost ( $<5 \text{ MPa m}^{1/2}$ ), nisku savojnu čvrstoću ( $<600 \text{ MPa}$ ) i veliku otpornost na trošenje [6].



**Slika 3.** Mikrostruktura aluminijeve oksidne keramike (siva faza) ojačane cirkonijevom oksidnom keramikom (bijela faza) [7]

#### 2.2.1.2. Ostali oksidi

Pored aluminijevog oksida, znatnu ulogu u izradi keramike imaju i neki drugi oksidi, kao što su:

- *Cirkonijev oksid*  $ZrO_2$  – u posljednje vrijeme mu se pridaje sve veće značenje zbog izrazito dobrih svojstava (visoka lomna žilavost, toplinska rastezljivost, visoka savojna i vlačna čvrstoća, velika otpornost na trošenje i koroziju, mala toplinska vodljivost, vrlo dobra tribološka svojstva).
- *Titanijev oksid*  $TiO_2$  – javlja se u tri kristalne modifikacije: tetragonskoj (mineral rutil), romboedarskoj (mineral brukit) i drugoj tetragonskoj (mineral anatas). Materijal na temelju titanijeva oksida, odnosno titanata, primjenjuju se u visokofrekventnoj tehnici za izradu kondenzatora. Također, imaju prilagodljivu dielektričnost, a time i temperaturne koeficijente, kao i mali faktor dielektričnog gubitka. Titanijev oksid je glavna sirovinska komponenta katalizatora za uklanjanje dušikovih oksida u plinovima nastalim u termoelektranama izgaranjem ugljena.

### 2.2.2. Neoksidna keramika

Neoksidna keramika se proizvodi isključivo od sintetičkih sirovina. U neoksidnu keramiku se ubrajaju karbidi, nitridi i oksinitridi kao što su: silicijev karbid, silicijev nitrid, aluminijev nitrid, borov karbid, borov nitrid. Za izvanredne kombinacije svojstava zaslužni su visoki udjeli kovalentnih veza u karbidnim i nitridnim kristalnim strukturama, dok oksidne kristalne strukture imaju visok udio ionskih veza. Najvažniji predstavnik je silicijev karbid SiC

Svojstva silicijeva karbida:

- Vrlo visoka čvrstoća,
- Korozijska postojanost na visokim temperaturama,
- Odlična mehanička svojstva pri visokim temperaturama,
- Otpornost na oksidaciju,
- Vrlo dobra otpornost na promjene temperature,
- Mala toplinska rastezljivost,
- Vrlo velika toplinska vodljivost,
- Velika otpornost na trošenje,
- Vrlo visoka tvrdoća,
- Poluvodička svojstva.

### 2.2.3. Silikatna keramika

Silikatna keramika je najstarija vrsta keramike i znatno je jeftinija i pristupačnija od oksidne i neoksidne keramike zbog relativno niskih temperatura sinteriranja, dobre kontrole procesa i velike dostupnosti prirodne sirovine. Za proizvodnju oksidne i neoksidne keramike nužni su skupi sintetički prašci i visoke temperature sinteriranja. Sinterirani proizvod sadrži kristalne faze i visok udio staklene faze (>20 %) čiji je glavni sastojak silicijev oksid SiO<sub>2</sub> [4].

Uporaba silikatne keramike [4]:

- Termotehnika,
- Mjerna i regulacijska tehnika,
- Procesna tehnika,
- Tehnika visokog i niskog napona,
- Izrada elektroinstalacija,
- Izrada vatrostalnih proizvoda.

Silikatna keramika se dijeli na [4]:

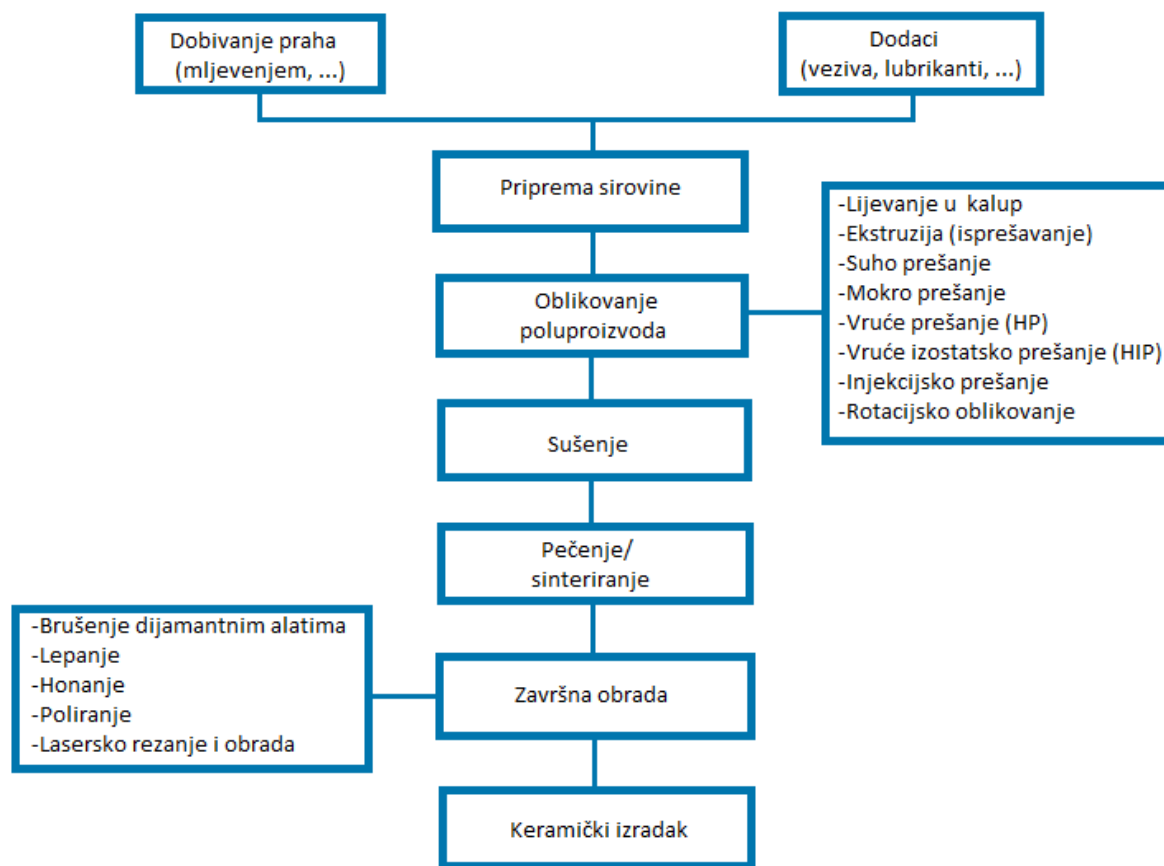
- *Tehnički porculan* – sastoji se od kaolina, kremena (kvarca) i glinenca (feldspata). Primjenjuje se u elektrotehnici, a dobra čvrstoća, vrlo dobra električna izolacijska svojstva i vrlo dobra otpornost na različite kemijski agresivne medije, njegova su najznačajnija svojstva.
- *Steatit* – glavna komponenta steatita je talk ili milovka, uz njega sadrži i prirodni magnezijev silikat uz dodatak gline, glinenca ili barijeva karbonata. Primjenjuje se u elektrotehnici za izradu elektroničkih elemenata i za dijelove u termotehnici (npr. razna postolja i kućišta regulatora) jer ima odlična mehanička i dielektrična svojstva.
- *Kordijerit* – magnezij-aluminosilikati nastali sinteriranjem talka tj. milovke uz dodatak gline, kaolina, šamota, korunda i mulita. Približan sastav kordijerita je oko 14 % MgO, 35 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i 51 % SiO<sub>2</sub>. Jedna od najznačajnijih svojstava su mu dobra čvrstoća i otpornost na promjene temperature, stoga se koristi u elektrotehnici i termotehnici.
- *Mulit* – čisti mulit se sastoji od 71,8 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> i 28,2 % SiO<sub>2</sub>. Primjenjuje se kao pomoćni materijal za pečenje keramičkih proizvoda u pećima za izgaranje u oksidacijskoj atmosferi jer je otporan na promjene temperature i , također, ima dobru čvrstoću.

### 2.3. Proizvodnja keramike

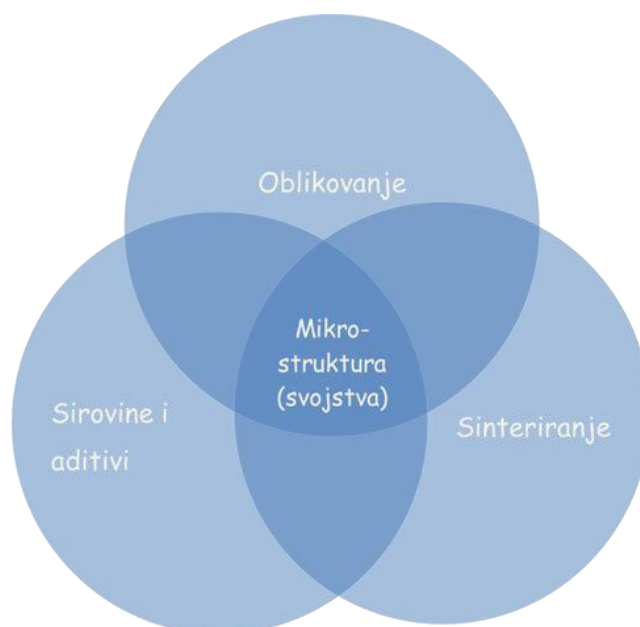
Budući da je izrada keramike jako složen proces, potrebno ga je podijeliti po koracima:

- Proizvodnja praha,
- Proizvodnja granulata,
- Oblikovanje sirovca,
- Obrada sirovca,
- Sušenje sirovca,
- Sinteriranje,
- Završna obrada.

Osnovni koraci u proizvodnji keramike prikazani su dijagramom tijekom na slici 4.



Slika 4. Dijagram tijeka proizvodnje tehničke keramike [8].



Slika 5. Utjecajni elementi na mikrostrukturu i svojstva keramike [9]

U cjelokupnom kompleksnom procesu proizvodnje, određeni prah, oblikovanje i proces sinteriranja zajedno utječu na stvaranje presudno važne mikrostrukture i time željenih svojstava proizvoda, slika 5.

### **2.3.1. Proizvodnja praha**

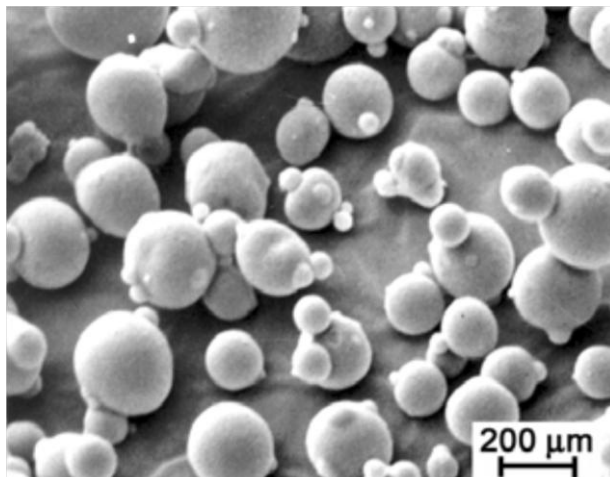
Prilikom izrade keramike, odnosno pripreme sirovina za samu izradu, u ovom slučaju govorimo o pripremi praha, jako je bitna čistoća sirovine, veličina zrna i specifikacije površine. Uz osnovne sirovine dodaju se i razni dodaci od kojih svaki ima posebnu namjenu; pomoćno sredstvo za sinteriranje, sredstvo za tečenje, sredstvo za plastificiranje i sredstvo za ojačanje.



**Slika 6. Prahovi za proizvodnju tehničke keramike [10]**

### **2.3.2. Proizvodnja granulata**

Od iznimne je važnosti dobivanje granulata gdje su čestice različitih veličina, ali jednakog oblika. Na taj se način, prilikom oblikovanja, pore između većih čestica popunjavaju manjima, što rezultira manjom poroznošću.



Slika 7. Raspršeni granulat Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [3]

### 2.3.3. Oblikovanje sirovca

Oblikovanje sirovca važan je korak proizvodnje keramike jer se obradom sirovca teži k tome da završna obrada nakon sinteriranja bude nepotrebna. To je ekonomičnije jer je naknadna obrada zahtjevnija i znatno skuplja. Prikladan postupak obrade bira se prema ekonomskim kriterijima.

Postupci oblikovanja keramike dijele se u nekoliko osnovnih skupina prema udjelu vode:

- a) **Prešanje** (ugušćivanje oblikovane mase, vlažnost 0-15 %). Dijeli se na jednosmjerno prešanje koje podrazumijeva jednostrano i dvostrano prešanje, zatim izostatsko prešanje i vruće izostatsko prešanje. Kod suhog prešanja su visoki troškovi alata, pa se isplati tek u slučaju velikih serija gdje se dobro sipljiv granulat zgušnjuje u čeličnoj matrici koja je profilirana u skladu s oblikom izratka. Kod izostatsko prešanja je prednost ta što je gustoća sirovca ravnomjerna.
- b) **Plastično oblikovanje** (ekstrudiranje i injekcijsko prešanje, vlažnost 15-25 %). Ekonomičan postupak pomoću kojeg se izrađuju šipke i cijevi bilo kojeg presjeka. Odvija se pomoću klipova ili pužnih vijaka u vakuumu. Moguće je oblikovanje beskonačnih cjevastih oblika tako što se homogena masa preša kroz odgovarajuće kalupe, tj. matrice.
- c) **Lijevanje** (lijevanje suspenzije, tlačno lijevanje, lijevanje folija, vlažnost >25 %). Lijevanje suspenzija je jednostavna metoda za proizvodnju prototipova i geometrijski

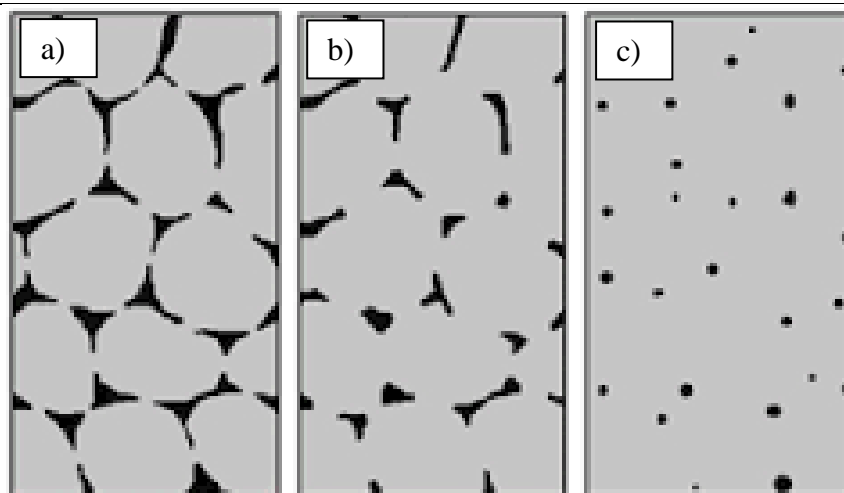


komplikiranih dijelova kao i relativno velikih izradaka. Mogu se realizirati tanke stijenke i puna tijela. Pri lijevanju keramičke mase, stabilna se suspenzija ulijeva u porozne upijajuće gipsane oblike. Postupak lijevanja folija je malo drugačiji s obzirom na samu izvedbu postupka; masa kontinuirano curi na traku iz spremnika kroz podesivi otvor dok u suprotnom smjeru od tečenja folije struji vrući zrak koji služi za sušenje. Folija se može namotati i kasnije obrađivati ili direktno rezati, štancati ili kovati. Postupkom lijevanja folija mogu se proizvesti keramički dijelovi s debljinom od 0,25 do 1,0 mm.

Budući da oblikovana masa (sirovac) sadrži vodu, prvi postupak koji se provodi nakon oblikovanja sirovca jest uklanjanje vode sušenjem. U oblikovanoj vlažnoj masi sve su čestice okružene vodenim filmom, a uklanjanjem vode čestice se međusobno približavaju, te dolazi do smanjivanja volumena, što se naziva skupljanje zbog sušenja. Što je veći sadržaj vlage u sirovcu, skupljanje će biti veće, odnosno omjer volumena prije i poslije sušenja će biti veći. Skupljanje ovisi o vrsti sirovine, o veličini zrna i postupku oblikovanja. Sušenje se mora provoditi sporo jer bi u suprotnom moglo doći do neželjenih deformacija ili pukotina. Nakon sušenja slijedi uklanjanje preostalih sredstava za plastificiranje i očvršćivanje kao i ostalih organskih aditiva, a odvija se na određenoj temperaturi, tlaku i atmosferi u određenom vremenu. Osušeni se sirovac dalje podvrgava strojnoj obradi, a tek potom sinteriranju (pečenju). Obrada sirovca provodi se uvijek kada je to moguće, pri čemu se nastoji dovesti obradak na oblik što sličniji konačnom.

#### **2.3.4. Sinteriranje**

Sinteriranje se definira kao proces spontanog zgušnjavanja poroznog tijela pri visokim temperaturama ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  se sinterira pri temperaturi od oko 1600 °C) dulje vrijeme u plinskoj ili električnoj peći uz postupno grijanje i hlađenje. Smanjuje se poroznost isprešanog praha uz istovremeno skupljanje otpreska i povećanje njegove mehaničke čvrstoće tijekom zagrijavanja. Kad je riječ o temperaturi odnosno zagrijavanju obratka, obradak se zagrijava i hladi vrlo sporo kako ne bi došlo do deformacija. Prilikom sinteriranja pore se smanjuju, a čestice se sve više zbližavaju, kontaktna površina raste, dolazi do zgušnjavanja i na kraju okrupnjavanja tj. rasta velikih zrna na račun malih što je vidljivo na slici 8.



**Slika 8.** Faze sinteriranja – od slike a) prema slici c) vidljivo je srašćivanje zrna, odn. povećanje svjetlije površine, uz smanjenje pora (tamne površine) [11]

Za svaki proizvod mora se definirati vrijeme i odgovarajuća atmosfera jer ako se sinteriranje loše provede može doći do zaostalih naprezanja. Ovaj proces dovodi do smanjenja volumena, što se još naziva skupljanje zbog pečenja.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  se skupi za otprilike 18 % [3].

### 2.3.5. Završna obrada

Završna obrada provodi se nakon sinteriranja. Prethodnim koracima proizvodnje keramike teži se što manjoj i jednostavnijoj završnoj obradi jer sinterirana keramika je vrlo tvrda, pa se za obradu koriste dijamantni metali.

Postupci završne obrade:

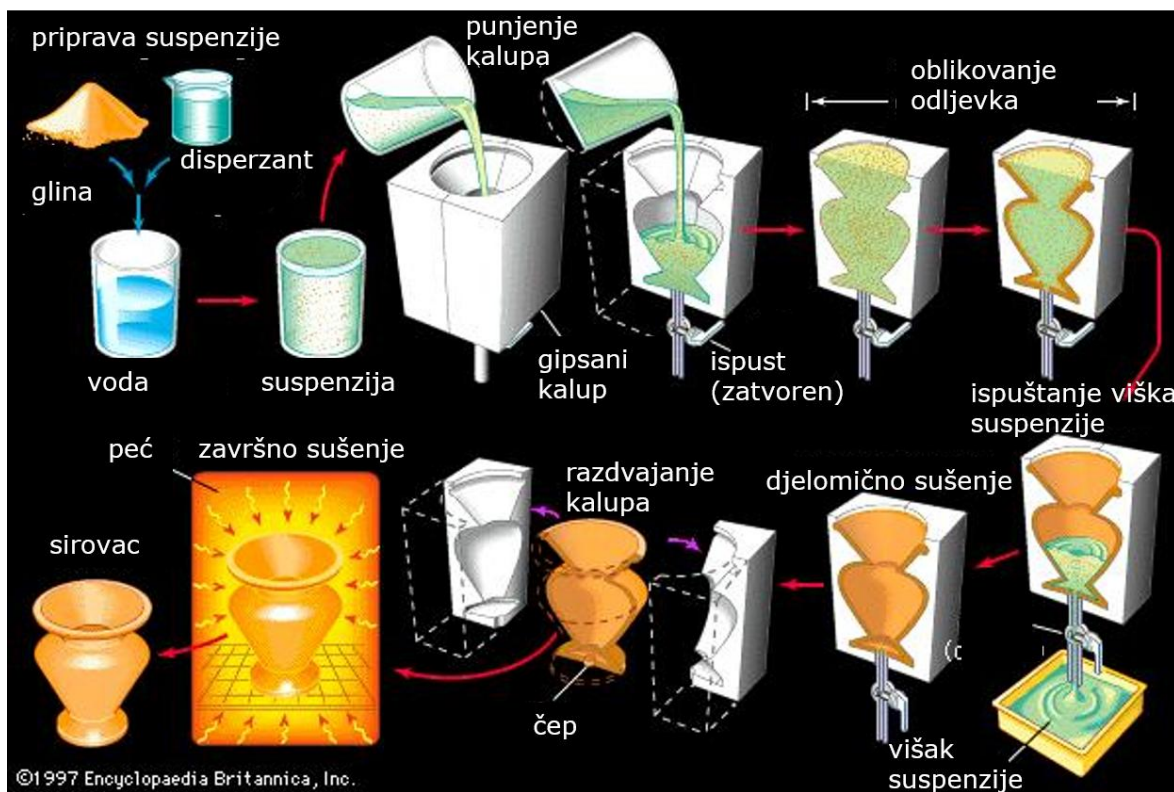
- Brušenje,
- Honanje,
- Lapanje,
- Poliranje.

## 2.4. Reologija

### 2.4.1. Priprava keramičkih suspenzija

Ukratko rečeno, keramička suspenzija se dobije miješanjem keramičkog praha i destilirane vode, uz dodatak određenih aditiva. Pripravljena suspenzija lijeva se u gipsani kalup. Zbog poroznosti, kalup upija vodu, a u kalupnoj šupljini ostaje vlažna keramička masa, koju se naziva sirovac. Na ovaj se način već gotovo stotinu godinu proizvodi posuđe, vaze i sl. U

novije vrijeme porastao je interes za proizvodnju izradaka od oksidne tehničke keramike ovim postupkom. Ova je tehnologija najprikladnija za dobivanje složenih keramičkih komponenata različitih oblika i veličina. Na slici 9. vidljiv je shematski prikaz proizvodnje šupljeg proizvoda (vrča) postupkom lijevanja silikatne keramike.



Slika 9. Shematski prikaz proizvodnje keramike lijevanjem suspenzija (prema [9] [12]).

#### 2.4.2. Reološka svojstva

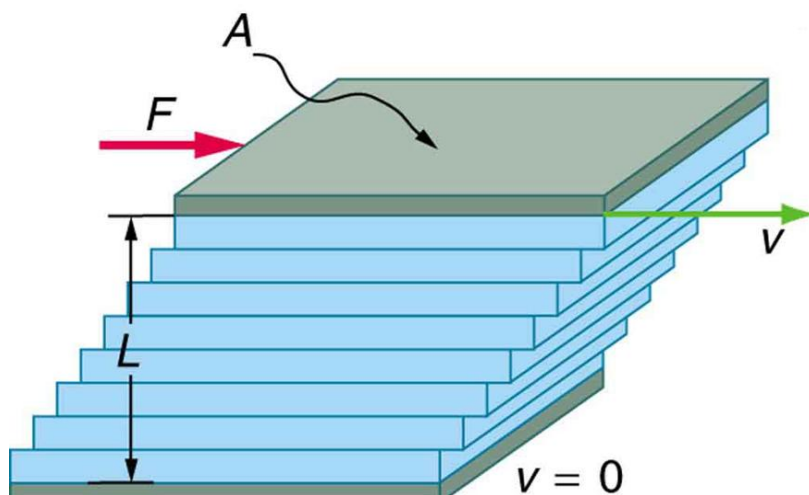
Riječ reologija dolazi od grčke riječi *rheos*, što znači tok ili strujanje, tečenje. Po Eugeneu Binghamu, profesoru na Sveučilištu Lehigh, reologija je *proučavanje deformacije i tečenja tvari pod utjecajem primijenjenog napreznja*. Drugim riječima, reologija proučava deformacije materijala uslijed djelovanja sile. Odziv materijala na djelovanje takvih sila predstavljaju moguća stanja deformacije materijala; elastično i/ili plastično, kao i karakteristično svojstvo gibanja materijala – viskoznost.

*Viskoznost* je otpor tekućine prema tečenju. Što je veća viskoznost, veće je trenje među česticama i veća je sila potrebna za gibanje fluida [4].

*Elastična ili povratna deformacija* nekog materijala opisuje materijal koji nakon prestanka djelovanja opterećenja nema za posljedicu trajnu deformaciju [4].

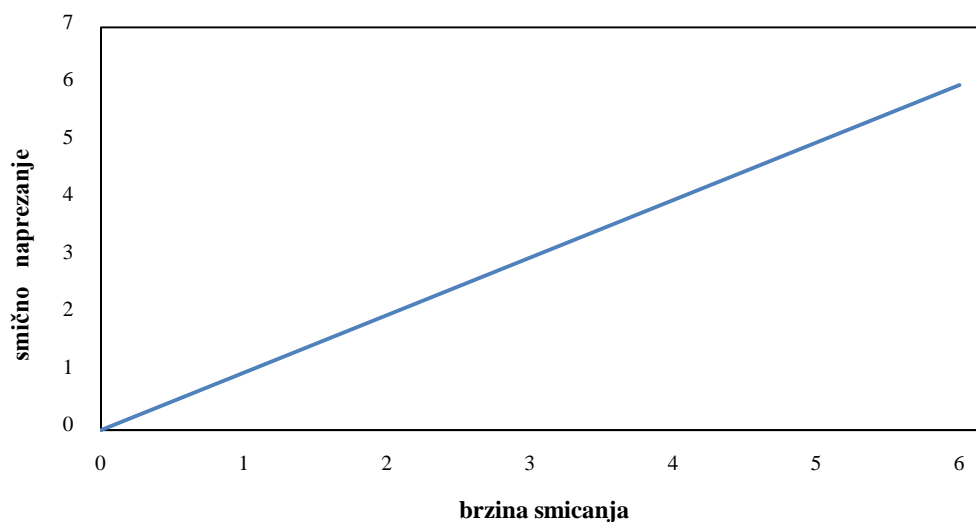
Plastična deformacija ili viskozno tečenje je trajna deformacija, a nastaje zbog ireverzibilnog premještanja jedne molekule u odnosu na druge. Plastična deformacija prisutna je u kapljevinama i čvrstim tvarima [4].

Isaac Newton (1642. – 1727.) prvi je opisao viskoznost. Tvrdio je da se u bilo kojem strujanju slojevi kreću različitim brzinama, odnosno da rubni slojevi (uz stjenku cijevi) miruju, dok se brzina ostalih slojeva linearno povećava do središta cijevi, kao što je prikazano slikom 10.

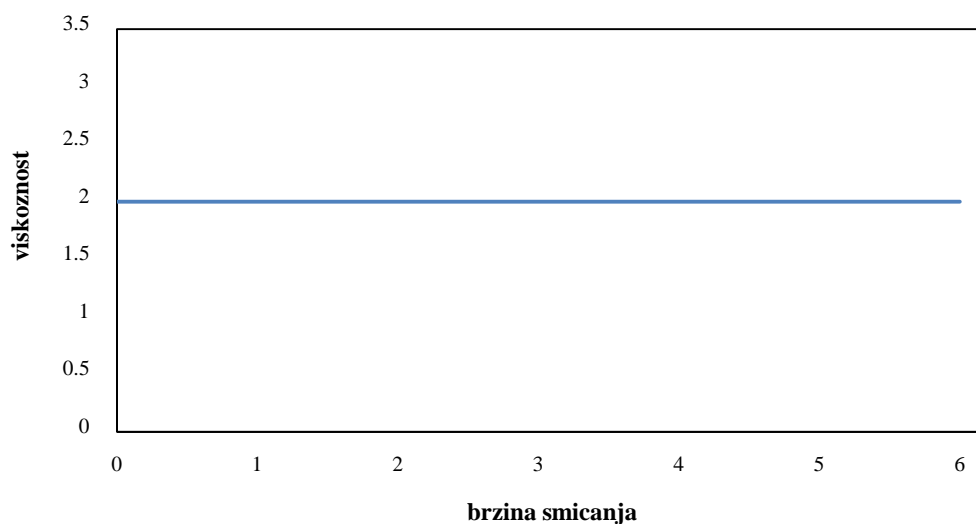


Slika 10. Newtonov model laminarnog gibanja fluida [13].

Newtonovski fluidi su tekućine koje imaju linearan odnos naprezanja i brzine kutne deformacije prema Newtonovom zakonu, jednačba (1) slika 11. Kao što je vidljivo sa slike 12., za newtonovske fluide viskoznost ne ovisi o smičnoj brzini, već ostaje konstantna. S druge strane, obilježje nenewtonovskih fluida je viskoznost koja nije stalna, tj. koja se mijenja s promjenom brzine smicanja. U realnim uvjetima, nenewtonovski su fluidi puno više zastupljeni.



**Slika 11. Odnos smičnog naprezanja i brzine smicanja za proizvoljni newtonovski fluid**



**Slika 12. Odnos viskoznosti i brzine smicanja za proizvoljni newtonovski fluid**

Za Newtonovske fluide vrijedi [15]:

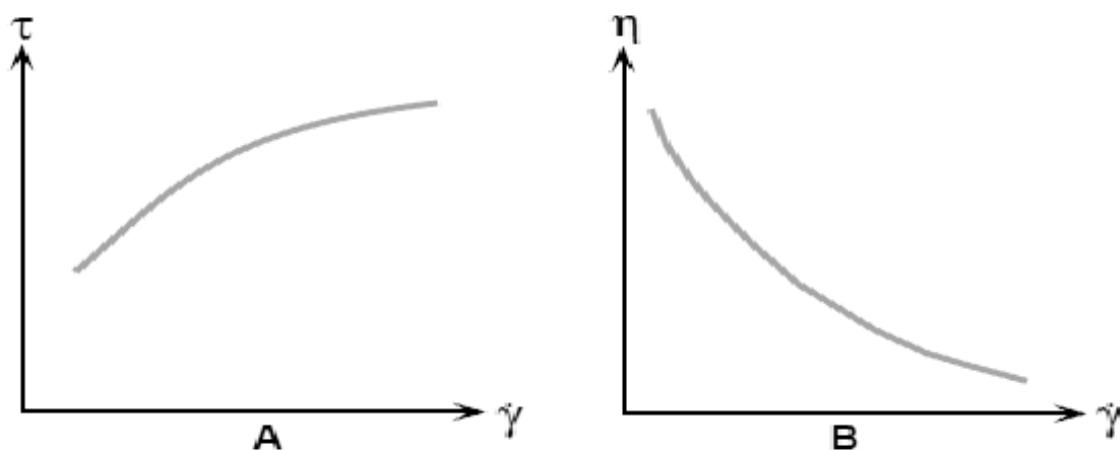
$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (1)$$

Gdje je:

- $\eta$  – viskoznost, Pa s
- $\tau$  – smično naprezanje,  $\text{Nmm}^{-2}$  – omjer smične brzine i površine na koju ona djeluje

- $\gamma$  – brzina smicanja,  $s^{-1}$  – gradijent brzine pri kojoj se slojevi fluida gibaju jedan u odnosu na drugi

Pod newtonovske tekućine spadaju pseudoplastične tekućine kod kojih se koeficijent viskoznosti smanjuje s porastom brzine smicanja [15].



Slika 13. Pseudoplastične tekućine [15].

Reologija, uz praktičnu važnost za mnoga područja tehnike (plastika, keramika, boje i lakovi, smole, bitumen itd.), ima i veliku teorijsku važnost jer se na osnovi reološkoga ponašanja tvari mogu stvarati zaključci o njezinoj strukturi [14]. Reološka ispitivanja služe za kontrolu kvalitete proizvodnih procesa, gotovih proizvoda i sirovina.

### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

Uzorci  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramike pripremljeni su i analizirani na Fakultetu strojarstva i brodogradnje, Sveučilišta u Zagrebu. Korišteni su materijali i oprema Laboratorija za analizu metala pri Zavodu za materijale.

#### 3.1. Polazni materijali

Za pripravu uzoraka monolitne  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramike s dodatkom sekundarnog praha korišten je komercijalni keramički prah visokočiste  $\text{Al}_2\text{O}_3$  keramike, prosječne veličine čestica 300–400 nm (proizvođač Alcan Chemicals, SAD). U ovom se istraživanju naziv *primarni prah* odnosi na „novi“, prvi puta upotrijebljeni prah za pripravu navedene suspenzije. Naziv *sekundarni ili reciklirani prah* odnosi se na prah posve iste specifikacije koji je već bio uključen u proces proizvodnje keramike, tj. prah koji je nastao kao otpad prilikom strojne obrade sirovca.

Sekundarni prah doniran je iz tvrtke Applied Ceramics d.o.o., Sisak, kako bi se ispitala mogućnost njegove uporabe, odn. recikliranja. Budući da takav prah nije sinteriran, nije postigao svoja konačna svojstva, odn. još se uvijek ne radi o gotovom keramičkom materijalu. Kako se ponovna uporaba kroz proces izostatskog prešanja nije pokazala uspješnom, na ovaj se način pokušalo utvrditi postoji li mogućnost ponovnog korištenja ovako vrijedne sirovine u postupku lijevanja suspenzija.

Kemijski sastav korištenog praha, prema specifikaciji proizvođača, naveden je u tablici 1.

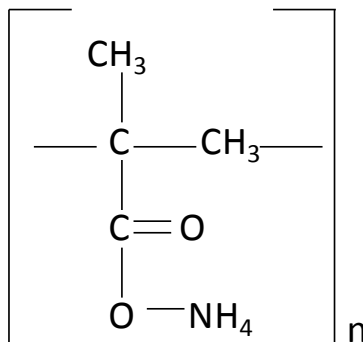
**Tablica 1. Kemijski sastav korištenog praha aluminijeva oksida**

| komponenta | MgO   | $\text{Fe}_2\text{O}_3$ | $\text{SiO}_2$ | $\text{Na}_2\text{O}$ | CaO   | $\text{Al}_2\text{O}_3$ |
|------------|-------|-------------------------|----------------|-----------------------|-------|-------------------------|
| w, %       | 0,066 | 0,015                   | 0,02           | 0,05                  | 0,013 | ostatak                 |

Uzorci keramičkih suspenzija dobiveni su postupkom lijevanja vodenih suspenzija, koje su pripravljene miješanjem primarnog i sekundarnog praha aluminijeva oksida s destiliranom vodom.

Radi elektrosteričke stabilizacije keramičkih suspenzija, u sustav je dodan komercijalni disperzant DOLAPIX CE 64 (Zschimmer & Schwarz Chemie GmbH, Njemačka), čija je učinkovitost za stabiliziranje  $\text{Al}_2\text{O}_3$  suspenzija već ranije utvrđena [9]. Po svom kemijskom sastavu, polielektrolitni disperzant DOLAPIX CE 64 je poli(metil metakrilat), a njegova je

strukturalna formula prikazana na slici 14. Na slici 15 prikazan je dio upotrijebljenih sirovina (primarni i sekundarni  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prah te disperzant DOLAPIX CE 64).



Slika 14. Strukturna formula disperzanta DOLAPIX CE 64 (prema [16])



Slika 15. Dio upotrijebljenih sirovina (disperzant DOLAPIX CE 64, primarni ( $\text{Al}_2\text{O}_{3,p}$ ) i sekundarni ( $\text{Al}_2\text{O}_{3,s}$ ) keramički prah)

Kao vezivo, korišten je poli(etilen-glikol) (PEG). Kemijska formula PEG-a je  $\text{HO}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$ , a molarna masa iznosi 6000. U suspenzije je dodan i magnezijev klorid heksahidrat ( $\text{MgCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ ) za sprječavanje abnormalnog rasta zrna.

Pripravljen su 3 skupine suspenzija s različitim omjerima primarnog i sekundarnog praha. Sve su suspenzije bile 60 %-tne, odn. sadržavale su 60 % suhe tvari. Sastav suspenzija prikazan je u tablici 2.



Iz tablice 2 vidljivo je da je sadržaj  $\text{Al}_2\text{O}_3$  praha ukupno iznosi 60 % suhe tvari, no međusobni omjer primarnog i sekundarnog praha se razlikuje: (i) 90 % primarnog i 10 % sekundarnog  $\text{Al}_2\text{O}_3$  praha, (ii) 80 % primarnog i 20 % sekundarnog  $\text{Al}_2\text{O}_3$  praha te (iii) 60 % primarnog i 40 % sekundarnog  $\text{Al}_2\text{O}_3$  praha.

U sve suspenzije dodan je isti sadržaj disperzanta DOLAPIX CE 64 (0,5 %), veziva PEG-a (0,2 %) te  $\text{MgCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$  (0,04 %). Masa svake od ovih komponenata računa se kao postotak mase suhe tvari, a ne kao udjel u cijeloj suspenziji.

Udjel svih komponenata prikazan je u tablici 2; masa komponenata u gramima izražena je uz maseni udio (u zagradi). Pripremljenim suspenzija izmjerena je pH-vrijednost (tablica 3).

**Tablica 2. Sastav suspenzija**

| komponenta  | sastav suspenzije, % (m, g) |                   |                   |
|---|-----------------------------|-------------------|-------------------|
|   | prva skupina                | druga skupina     | treća skupina     |
| primarni prah ( $\text{Al}_2\text{O}_3,\text{p}$ )*   | 90 (73,44)                  | 80 (65,28)        | 60 (48,96)        |
| sekundarni prah ( $\text{Al}_2\text{O}_3,\text{s}$ )* | <b>10</b> (8,16)            | <b>20</b> (16,32) | <b>40</b> (32,64) |
| DOLAPIX CE 64**                                       | 0,5 (0,41)                  | 0,5 (0,41)        | 0,5 (0,41)        |
| PEG**   | 0,2 (0,16)                  | 0,2 (0,16)        | 0,2 (0,16)        |
| $\text{MgCl}_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ **         | 0,04 (0,06)                 | 0,04 (0,06)       | 0,04 (0,06)       |
| $\text{H}_2\text{O}$                                  | 40                          | 40                | 40                |

\* odnosi se na međusoban omjer; ukupno iznosi 60 % sastava

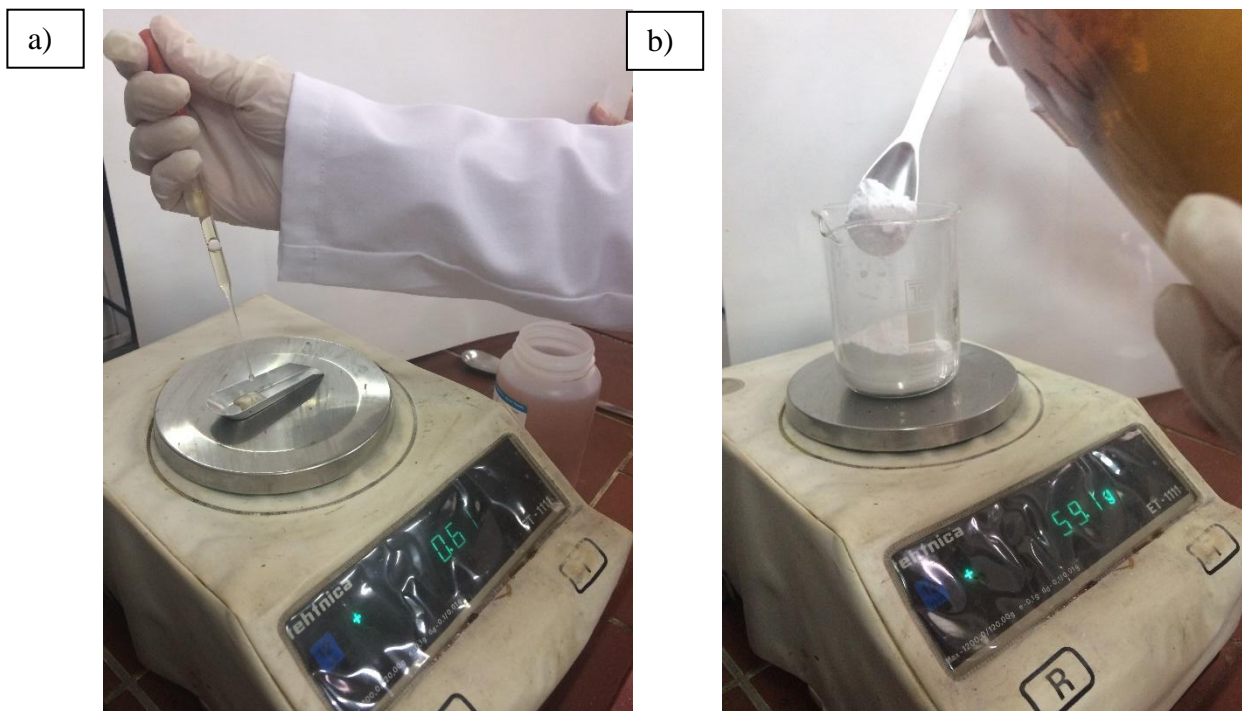
\*\* određuje se na masu suhe tvari, odn. masu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  praha

**Tablica 3. Prosječna pH-vrijednost pripremljenih suspenzija**

|           | prva skupina | druga skupina | treća skupina |
|-----------|--------------|---------------|---------------|
| <b>pH</b> | 8,71         | 8,83          | 8,95          |

### 3.2. Priprava suspenzije

Prvi korak u pripravi suspenzije je odmjeravanje svih sirovina koje se koriste (slika16). Za to služi precizna vaga, pipete i dr. laboratorijska oprema.

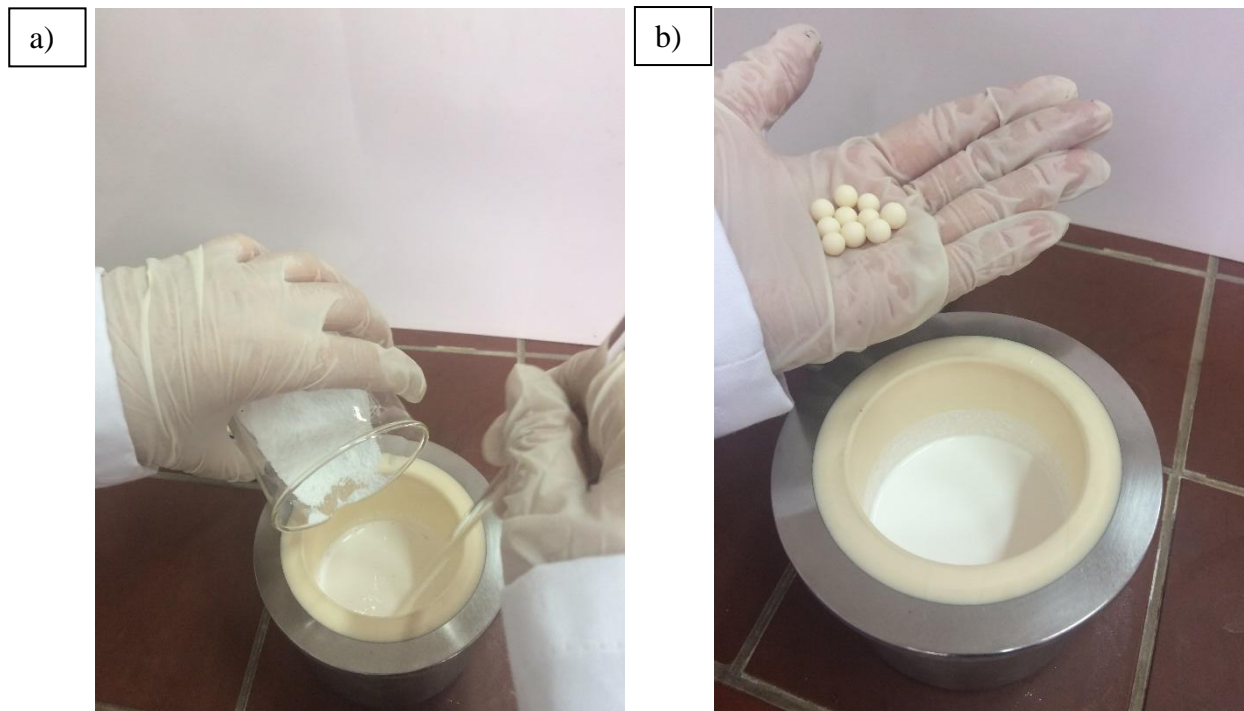


Slika 16. Odmjeravanje sirovina: a) vaganje disperzanta; b) vaganje keramičkog praha

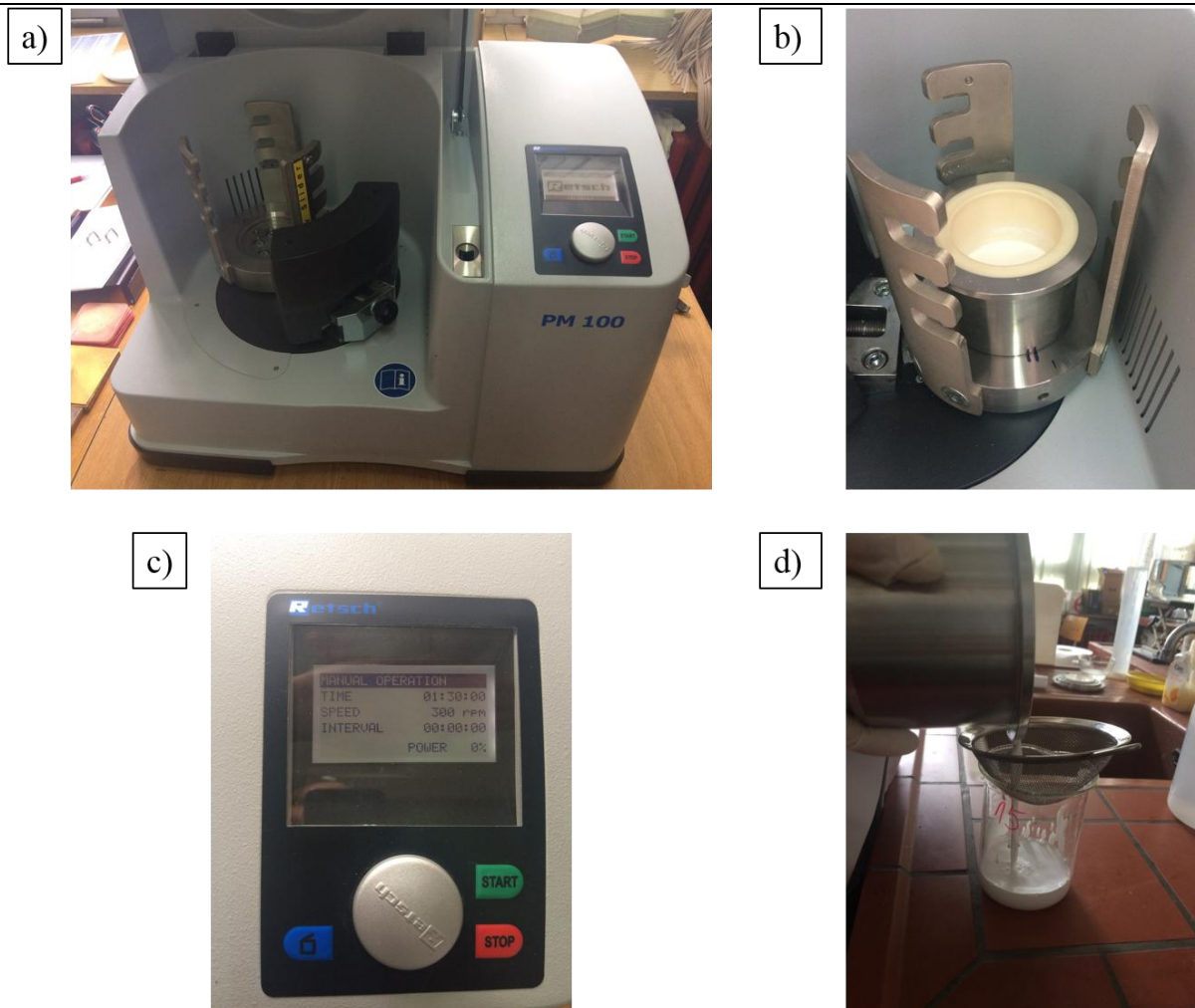
Odvagane su komponente stavljene u posudu za homogenizaciju, sljedećim redoslijedom: destilirana voda, disperzant, vezivo te  $MgCl_2 \times 6H_2O$ , a potom je staklenim štapićem umiješana smjesa keramičkih prahova. Nakon umješavanja sirovina, u posudu je stavljeno 10 kuglica za homogenizaciju promjera 10 mm (slika17). Posuda i kuglice za homogenizaciju napravljene su od aluminijeve oksidne keramike kako bi se izbjegla kontaminacija uzoraka. Pripremljena suspenzija u posudi se stavlja u planetarni kuglični mlin (PM 100, Retsch GmbH, Njemačka) na 90 min pri brzini od  $300 \text{ min}^{-1}$  (slika 18).

Nakon homogenizacije, keramičke se kuglice odvajaju filtriranjem od suspenzije.

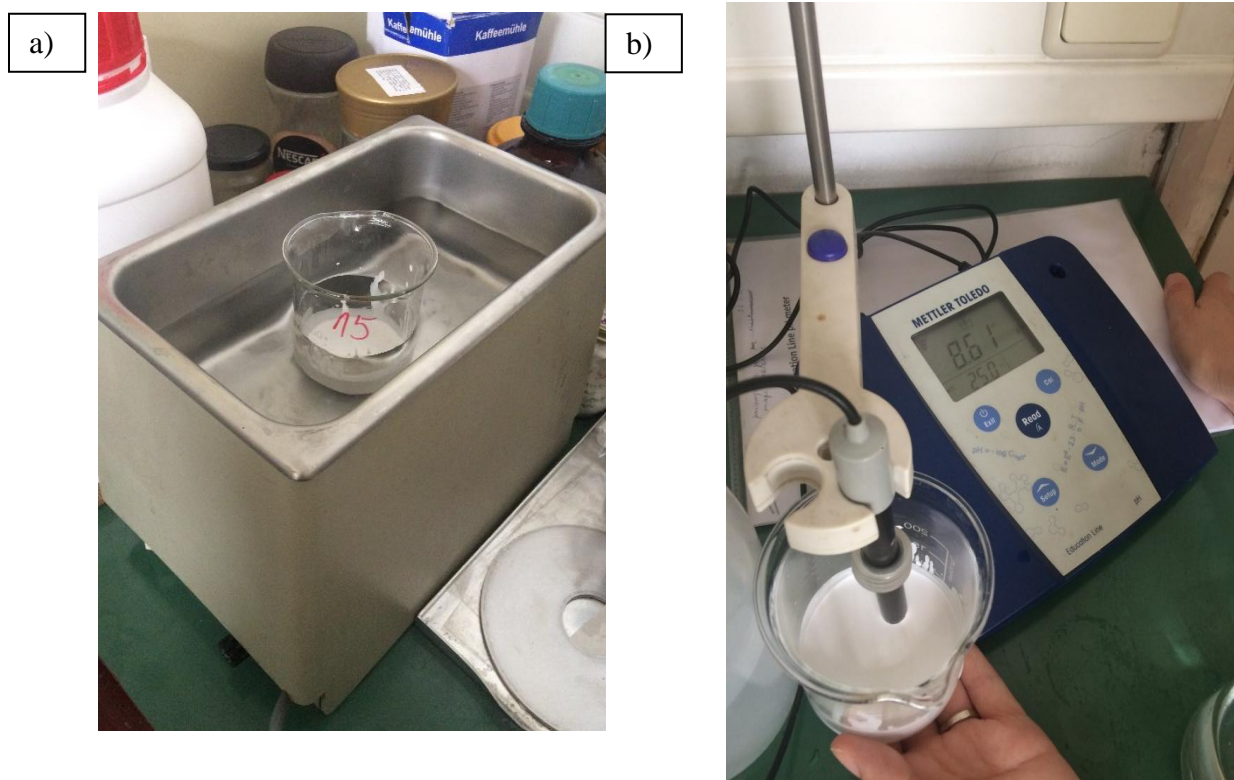
Potom su suspenzije 15 minuta tretirane u ultrazvučnoj kupelji BRANSONIC 220 (Branson Ultrasonics Corp., SAD), frekvencije 50 kHz i snage 120 W, radi uklanjanja mjehurića zraka i eventualnih aglomerata (slika 19). Tako pripremljenim suspenzijama određena je pH vrijednost i provedena su reološka mjerenja.



**Slika 17. Priprava suspenzije: a) umješavanje smjese keramičkih prahova; b) keramičke kuglice za homogenizaciju**



**Slika 18. Homogenizacija suspenzija: (a) planetarni kuglični mlin Retsch PM 100; (b) unutrašnjost mlina s posudom za homogenizaciju; (c) sučelje mlina; (d) filtracija suspenzije**



**Slika 19. Priprava suspenzija za reološka mjerenja: (a) uklanjanje mjehurića zraka u ultrazvučnoj kupelji; (b) mjerenje pH vrijednosti suspenzije**

### 3.3. Reološka mjerenja

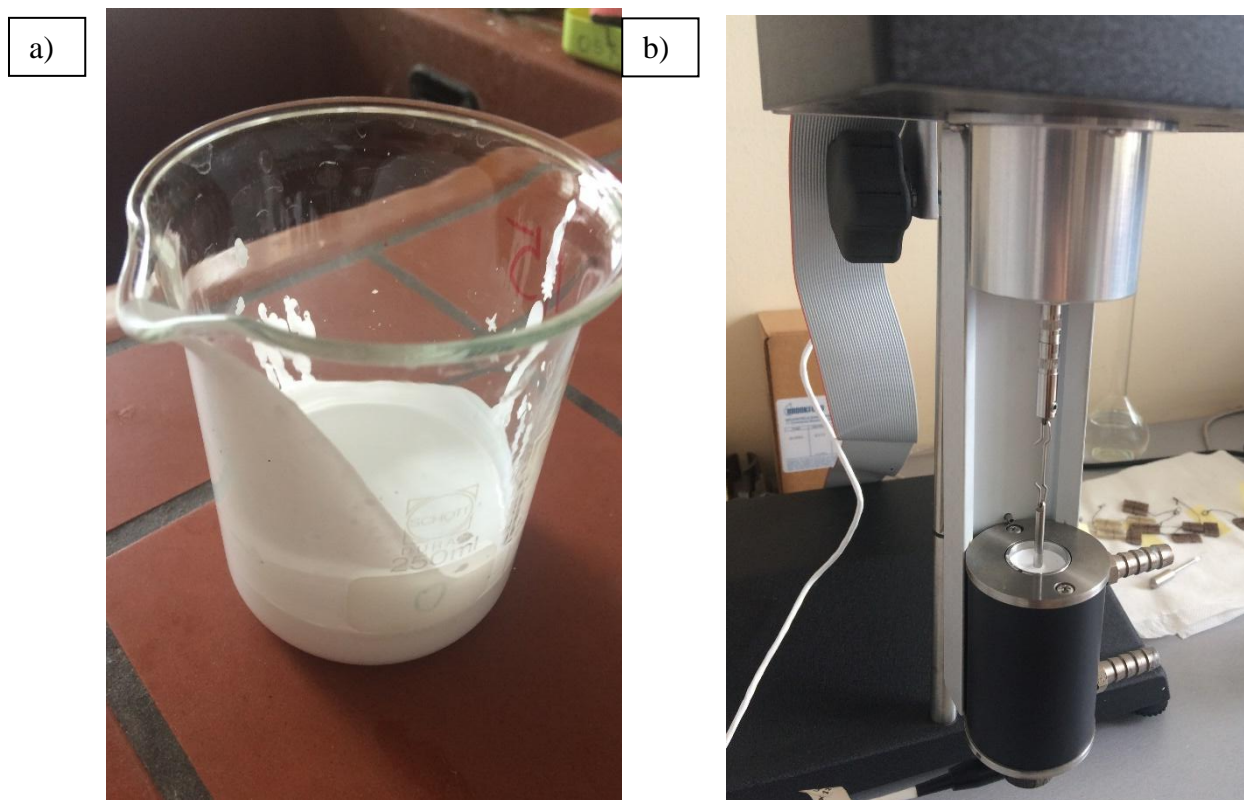
Pripravljene visokokoncentrirane suspenzije podvrgnute su reološkim mjerenjima.

Mjerenja koja su provedena na rotacijskom viskozimetru određuju reološka svojstva pripremljenih suspenzija. Suspenzija je lijevana u komore za male uzorke uz pripadajuće vreteno. Viskoznost je očitana pri određenoj brzini koja se kreće od  $0,1 \text{ s}^{-1}$  do  $180 \text{ s}^{-1}$  u 50 jednakih intervala. Brzina smicanja povećava se od minimalne do maksimalne vrijednosti, nakon čega se ponovno vraća na minimalnu vrijednost, što znači da je sveukupno 100 intervala. Na svakoj od 50 brzina smicanja, uzorak je zadržan točno 3 s, a viskoznost je očitana neposredno prije promjene brzine (slike 20 i 21).





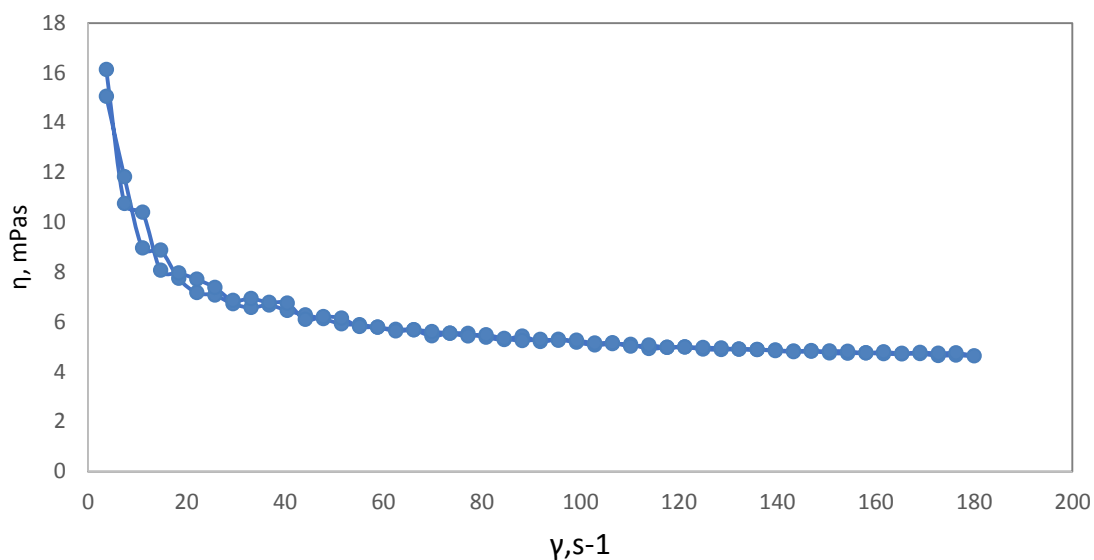
Slika 20. Rotacijski viskozimetar Brookfield DV-III Ultra [9]



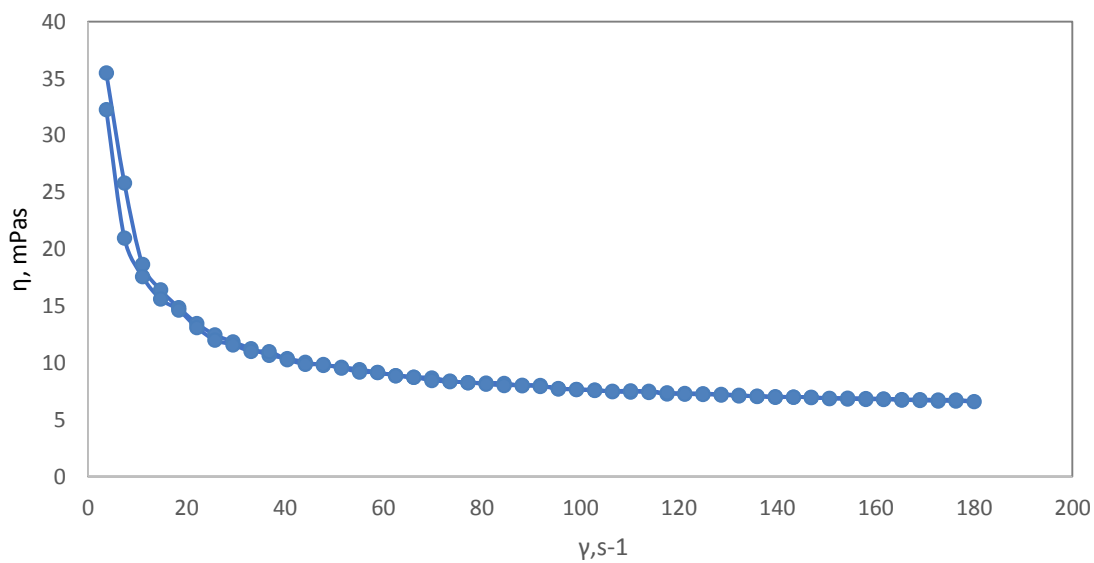
Slika 21. Reološka mjerenja: (a) pripravljena visokokonzentrirana suspenzija; (b) komora za male uzorke uz pripadajuće vreteno

#### 4. REZULTATI I RASPRAVA

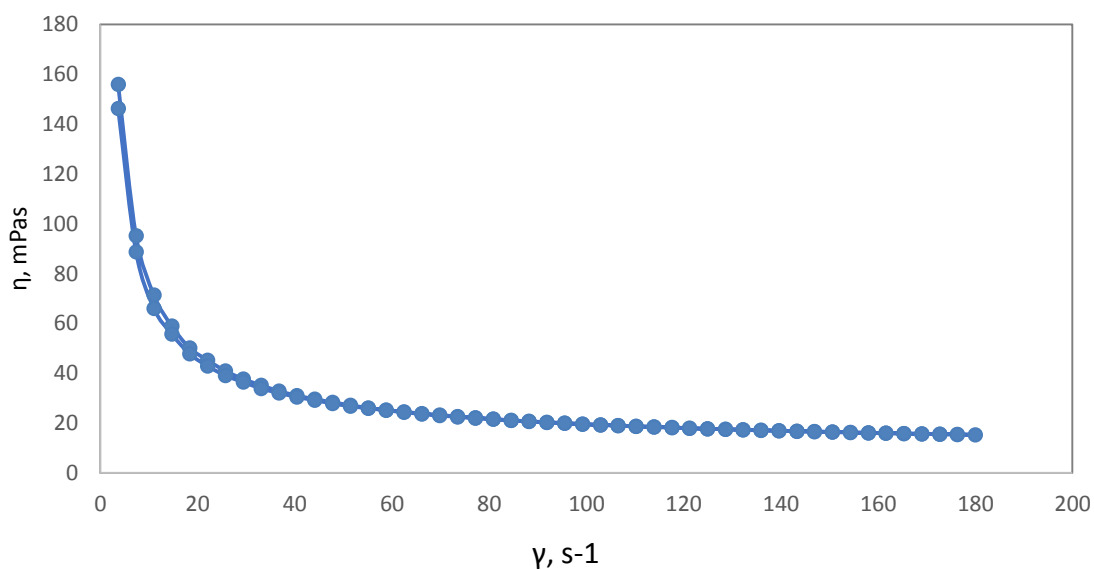
Rezultati reoloških mjerenja za sva tri uzorka prikazani su dijagramima ovisnosti viskoznosti o brzini smicanja (slika 22-24).



**Slika 22.** Ovisnost viskoznosti o brzini smicanja za uzorak 1 koji sadrži 10 % sekundarnog praha

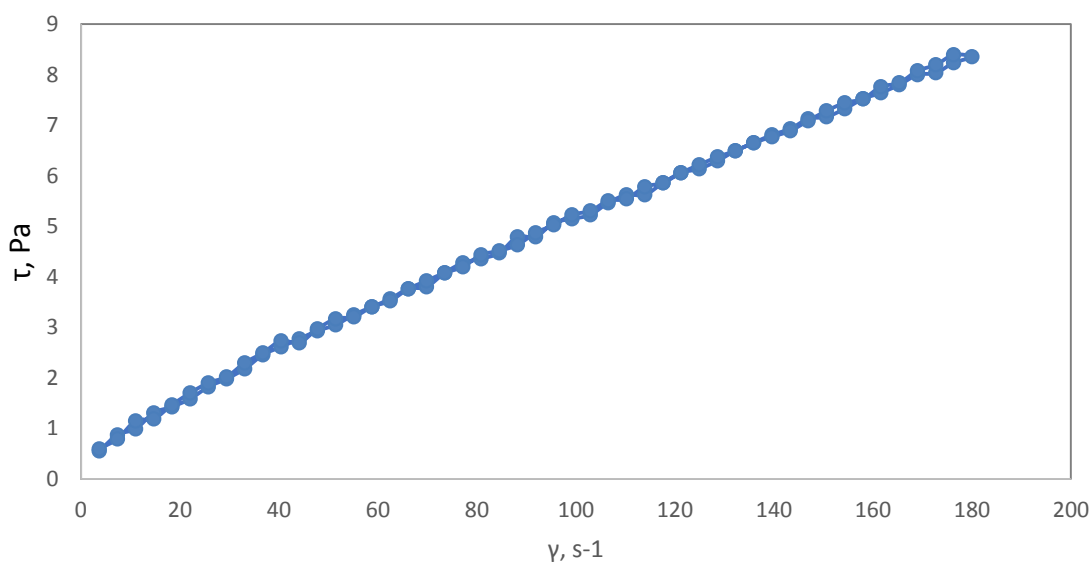


**Slika 23.** Ovisnost viskoznosti o brzini smicanja za uzorak 2 koji sadrži 20 % sekundarnog praha



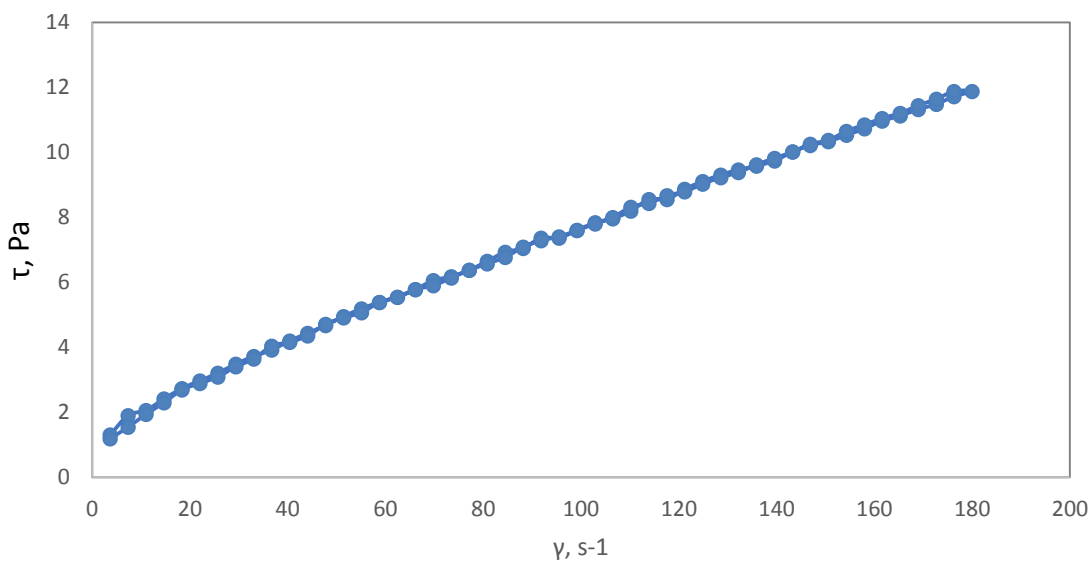
**Slika 24. Ovisnost viskoznosti o brzini smicanja za uzorak 3 koji sadrži 40 % sekundarnog praha**

Slijede dijagrami tečenja, koji prikazuju ovisnost smičnog napreznja o brzini smicanja (slika 25-27). Na temelju dijagrama tečenja moguće je dobiti informacije o međudjelovanju između čestica u suspenziji.

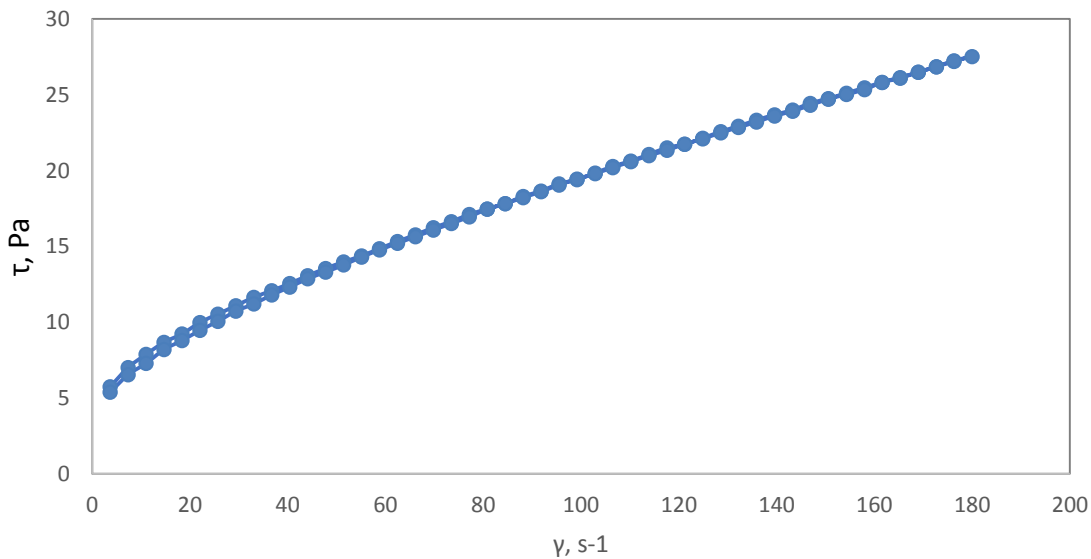


**Slika 25. Ovisnost smičnog napreznja o brzini smicanja za uzorak 1 koji sadrži 10 % sekundarnog praha**



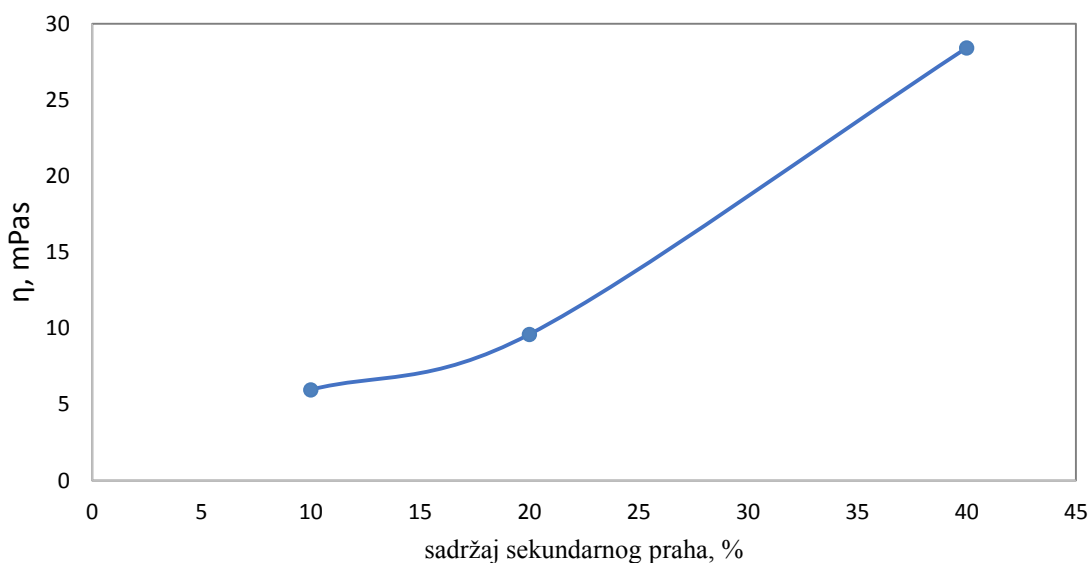


**Slika 26.** Ovisnost smičnog naprezanja o brzini smicanja za uzorak 2 koji sadrži 20 % sekundarnog praha



**Slika 27.** Ovisnost smičnog naprezanja o brzini smicanja za uzorak 3 koji sadrži 40 % sekundarnog praha

Dijagrami tečenja (slike 22-27) ukazuju na tipično ponašanje nenevtonovskih, pseudoplastičnih fluida, odn. smanjenje viskoznosti s povećanjem brzine smicanja. Sve tri skupine ispitanih suspenzija pokazale su isti trend, međutim, moguće je uočiti porast prividne viskoznosti s povećanjem udjela sekundarnog praha. Za izradu dijagrama na slici 28 uzeta je srednja vrijednost viskoznosti iz podataka dobivenih na viskozimetru.



**Slika 28. Ovisnost prosječne viskoznosti o sadržaju sekundarnog praha**

## 5. ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih istraživanja može se zaključiti sljedeće:

- Sve pripravljene suspenzije pripadaju skupini pseudoplastičnih fluida, što je okarakterizirano smanjenjem viskoznosti s povećanjem brzine smicanja.
- Povećanjem dodatka sekundarnog praha, viskoznost suspenzije raste.
- Prosječna viskoznost suspenzije s 40 % sekundarnog praha je prihvatljiva, što znači da se može koristiti za lijevanje u kalup.

Ovim je istraživanjem potvrđeno da je moguće dobiti visokokoncentrirane (60 %-tne) suspenzije korištenjem primarnog i sekundarnog praha aluminijske oksidne keramike. Da bi mogućnost recikliranja praha bila potvrđena, potrebno je sinterirati sirovce dobivene lijevanjem ovih suspenzija u gipsani kalup te analizirati dobivena mehanička i tribološka svojstva.

## LITERATURA

- [1] Prelec Z.; RITEH; Inženjerstvo zaštite okoliša:  
[http://www.riteh.uniri.hr/zav\\_katd\\_sluz/zvd\\_teh\\_term\\_energ/katedra4/Inzenjerstvo\\_zastite\\_o\\_kolisa/10.pdf](http://www.riteh.uniri.hr/zav_katd_sluz/zvd_teh_term_energ/katedra4/Inzenjerstvo_zastite_o_kolisa/10.pdf) [rujan, 2017.]
- [2] Business Recycling: <http://businessrecycling.com.au/recycle/ceramics> [rujan, 2017.]
- [3] Čurković L. Keramika, beton i drvo – interne podloge za predavanja. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2014.
- [4] Filetin T, Kramer I., Tehnička keramika – Priručnik za primjenu [prijevod djela Brevier Technische Keramik]. Zagreb: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju; 2004.
- [5] Breviary Technical Ceramics; Oxide Ceramics; Aluminium oxide:  
[http://www.keramverband.de/brevier\\_engl/3/4/2/3\\_4\\_2.htm](http://www.keramverband.de/brevier_engl/3/4/2/3_4_2.htm) [kolovoz, 2017.]
- [6] Ramesh S., Azmah .; Sintering behaviour of slip-cast  $Al_2O_3 - Y-TZP$  composites
- [7] Ceratec; Technical Ceramics BV: <http://www.ceratec.nl/materials.html> [kolovoz, 2017.]
- [8] Markač T., Sedimentacija koloidnih  $Al_2O_3$  suspenzija koje sadrže reciklirani prah [završni rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2016.
- [9] Majić Renjo M., Poboljšanje svojstava  $Al_2O_3$  keramike dodatkom nanočestica  $ZrO_2$  [doktorski rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje; 2016.
- [10] Kennametal; Boron Nitride Powder. Available from:  
<https://www.kennametal.com/hi/products/engineered-wear-solutions/advanced-ceramics/boron-nitride-powder.html?dv=1505850073063> [rujan, 2017.]
- [11] Powder Metallurgy Rewier; Sintering in the Powder Metallurgy Process. Available from:  
<http://www.pm-review.com/introduction-to-powder-metallurgy/sintering-in-the-powder-metallurgy-process/> [rujan, 2017.]
- [12] Encyclopaedia Britannica: <http://www.britannica.com/> [rujan, 2017.]
- [13] Philschatz; Viscosity and Laminar Flow: <http://philschatz.com/physics-book/contents/m42209.html> [rujan, 2017.]
- [14] Enciklopedija <http://www.enciklopedija.hr/natuknica.aspx?id=52475> [rujan, 2017.]
- [15] Župetić R., Reološka svojstva i sterička stabilizacija aluminij oksidne keramike [diplomski rad]. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2013.
- [16] Prakash Rao S., Tripathy S. S., Raichur A. M. Dispersion studies of sub-micron zirconia using Dolapix CE 64