

Mikrovalno sinteriranje aluminijske oksidne keramike uz upotrebu dijela otpadnog praha

Ljubek, Mihaela

Undergraduate thesis / Završni rad

2020

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:235:475735>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-28**

Repository / Repozitorij:

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mihaela Ljubek

Zagreb, 2020.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:

Prof. dr. sc. Irena Žmak

Student:

Mihaela Ljubek

Zagreb, 2020.

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

Zahvaljujem prof. Ireni Žmak na svim savjetima i pomoći. Također zahvaljujem asistentu Milanu Vukšiću, mag. ing. chem. ing. na svim korisnim savjetima i pomoći u laboratorijskom radu.

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 monolita i kompozitna keramika za zaštitu od trošenja i Koroziije (WECOR), voditeljice prof. Lidije Čurković.

Mihaela Ljubek



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: **Mihaela Ljubek**

Mat. br.: 0035205545

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Mikrovalno sinteriranje aluminijske oksidne keramike uz upotrebu dijela otpadnog praha**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Microwave sintering of aluminum oxide ceramics using a part of waste powder**

Opis zadatka:

Keramika na bazi aluminijske oksida (Al_2O_3) najviše je korištena tehnička keramika. Ona posjeduje vrlo dobra mehanička svojstva, toplinski je postojana i ima vrlo dobru otpornost na različite korozivne medije. Obradom odvajanjem čestica keramičkog sirovca dobiva se otpadni keramički prah. Iako je ovaj otpad neopasan, potrebno ga je zbrinuti na zakonom propisani način, što uzrokuje i dodatne troškove proizvođačima tehničke keramike. Mikrovalno sinteriranje keramike, u odnosu na konvencionalno sinteriranje, u pravilu traje kraće, čime se snižavaju troškovi. Također, kristalno zrno mikrovalno sinterirane keramike je sitnije, a žilavost veća.

U okviru završnog rada za različite udjele otpadnog praha Al_2O_3 dodanog u čisti Al_2O_3 potrebno je lijevanjem vodenih suspenzija izraditi keramičke sirovce. Pripremljene sirovce potrebno je sinterirati nekonvencionalnim postupkom sinteriranja u kombiniranoj mikrovalnoj peći. Sinteriranim uzorcima odrediti Arhimedovu gustoću i skupljanje te analizirati mikrostrukturu.

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

Zadatak zadan:
28. studenog 2019.

Datum predaje rada:
1. rok: 21. veljače 2020.
2. rok (izvanredni): 1. srpnja 2020.
3. rok: 17. rujna 2020.

Predviđeni datumi obrane:
1. rok: 24.2. – 28.2.2020.
2. rok (izvanredni): 3.7.2020.
3. rok: 21.9. - 25.9.2020.

Zadatak zdao:

Prof. dr. sc. Irena Žmak

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA	IV
POPIS OZNAKA	IV
SAŽETAK	VI
SUMMARY	VII
1. UVOD	1
2. TEHNIČKA KERAMIKA	2
2.1. Općenito o tehničkoj keramici.....	2
2.2. Podjela keramike	2
2.3. Otpadni prah	4
3. ALUMINIJEVA OKSIDNA KERAMIKA	5
3.1. Svojstva aluminijeve oksidne keramike.....	5
3.2. Primjena aluminijeve oksidne keramike	6
4. MIKROVALNO SINTERIRANJE.....	7
4.1. Općenito o mikrovalnom sinteriranju	7
4.2. Usporedba mikrovalnog i konvencionalnog sinteriranja	7
5. EKSPERIMENTALNI DIO	9
5.1. Priprema uzoraka	9
5.1.1 Priprema Al ₂ O ₃ suspenzija.....	9
5.1.2 Ulijevanje Al ₂ O ₃ suspenzija u kalupe i vađenje iz kalupa	11
5.2. Brušenje sirovaca.....	12
5.3. Mjerenje i vaganje sirovaca.....	13
5.4. Sinteriranje uzoraka	13
5.5. Mjerenje dimanzija i vaganje	14
5.6. Mjerenje gustoće.....	14

5.7. Skupljanje.....	16
5.8. Analiza mikrostrukture	17
6. REZULTATI I RASPRAVA.....	18
6.1. Skupljanje uzoraka s 0 % otpadnog praha	18
6.2. Skupljanje uzoraka s 20 % otpadnog praha	20
6.3. Gustoće uzoraka s 0 % otpadnog praha	21
6.4. Gustoća uzoraka s 20 % otpadnog praha	22
6.5. Mikrostruktura.....	24
7. ZAKLJUČAK.....	25
LITERATURA.....	26
PRILOZI.....	27

POPIS SLIKA

Slika 1. Otapanje PVA u 40 ml vode.....	10
Slika 2. Otvaranje gipsanih kalupa nakon sušenja suspenzije.....	11
Slika 3. Vađenje stvrdnutih sirovaca iz gipsanih kalupa	12
Slika 4. Rezanje sirovaca.....	12
Slika 1. Brušenje sirovaca.....	13
Slika 6. Vaganje uzoraka na analitičkoj vagi.....	13
Slika 7. Hibridna peć za mikrovalno sinteriranje.....	14
Slika 8. Mjerenje mase uzorka u zraku.....	15
Slika 9. Mjerenje mase u vodi.....	15
Slika 10. Mikrostruktura uzoraka s 0 % otpadnog praha.....	24
Slika 11. Mikrostruktura uzoraka s 20 % otpadnog praha.....	24

POPIS TABLICA

Tablica 1. Maseni udjeli pojedinih konstituenata suspenzija.....	9
Tablica 2. Maseni udjeli pojedinih konstituenata suspenzija.....	10
Tablica 3. Dimenzije pripravljenih sirovaca te skupljanje nakon sinteriranja za 0 % otpadnog praha.....	19
Tablica 4. Dimenzije pripravljenih sirovaca te skupljanje nakon sinteriranja za 20 % otpadnog praha.....	20
Tablica 5. Promjena mase i gustoća uzoraka s 0 % otpadnog praha.....	21
Tablica 6. Promjena mase i gustoća uzoraka s 20 % otpadnog praha.....	22

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
m_1	g	Masa uzorka prije sinteriranja
m_2	g	Masa uzorka poslije sinteriranja
m_a	g	Masa uzorka u zraku
m_b	g	Masa uzorka u pomoćnoj tekućini
x_1	mm	Dimenzija uzorka prije sinteriranja
x_2	mm	Dimenzija uzorka poslije sinteriranja
ρ	g/cm^3	Gustoća uzorka
ρ_L	g/cm^3	Gustoća zraka
ρ_o	g/cm^3	Gustoća pomoćne tekućine

SAŽETAK

U radu je prikazana priprema stabilne vodene suspenzije praha Al_2O_3 s dodatkom i bez dodatka otpadnog praha Al_2O_3 u udjelu od 20 % ukupne suhe mase praha. Udio suhog keramičkog praha u vodenoj suspenziji iznosio je 70 % mase. Nakon određivanja sastava stabilne suspenzije, vodene suspenzije su ulivene u gipsane kalupe. Dobiveni keramički sinterirani su u hibridnoj peći koja kombinira konvencionalno i mikrovalno zagrijavanje uzoraka. Na temelju provedenih mjerenja Arhimedove gustoće, izračunatog skupljanja i relativne gustoće te analiziranja mikrostrukture dobiveni su podaci i doneseni zaključci o utjecaju zamijene dijela čistog novog praha Al_2O_3 dodavanjem otpadnog praha Al_2O_3 .

Ključne riječi: Al_2O_3 , aluminijev oksid, otpadni prah, mikrovalno sinteriranje, hibridno sinteriranje, recikliranje

SUMMARY

This Bachelor thesis presents the preparation of a stable aqueous suspension of Al₂O₃ (aluminium oxide) powder with a proportion of waste Al₂O₃ powder. The effect of replacing virgin powder with 20 % of waste powder was tested. Aqueous suspensions with 70 wt. % of alumina powders were poured into plaster moulds. The green ceramic bodies were be sintered in a hybrid furnace that combines conventional and microwave heating. Based on the measurements of the Archimedes density, calculated shrinkage and relative density, as well as the microstructure analysis, data on the effect of replacing a part of virgin with waste alumina powder were obtained and conclusions were drawn.

Key words: Al₂O₃, alumina, waste powder, microwave sintering, hybrid sintering, recycling

1. UVOD

Tehnička keramika vrsta je keramike koja se zbog svojih dobrih svojstava i široke mogućnosti primjene sve češće upotrebljava umjesto metala i polimera. Vrlo je pouzdani materijal u brojnim primjenama u kojima do izražaja dolazi njena visoka tvrdoća, otpornost trošenju i koroziji te dobra otpornost pri povišenim temperaturama. Današnji trendovi u razvoju materijala usredotočeni su na poboljšavanje i unaprjeđenje lošijih svojstava tehničke keramike proučavanjem sastava, strukture i tehnologije preoblikovanja. Konačna svojstva keramike postižu se nakon sinteriranja koje predstavlja najvažniju fazu u proizvodnji keramičkih izradaka.

Aluminijeva oksidna keramika (Al_2O_3) najpoznatija je i najprimjenjivija vrsta oksidne keramike. Njezina osnovna svojstva su: visoka gustoća, visoka čvrstoća, visoka tvrdoća, niska žilavost i dobra otpornost na abrazijsko trošenje [1].

U završnom radu će se ispitati utjecaj dodavanja različitih udjela otpadnog praha Al_2O_3 u čisti Al_2O_3 .

2. TEHNIČKA KERAMIKA

2.1. Općenito o tehničkoj keramici

Tehnička keramika naziv je za sve keramičke materijale i proizvode za tehničku primjenu koji se sastoje od metala i nemetala međusobno povezanih ionskim i/ili kovalentnim vezama [2].

Prednosti tehničke keramike [1]:

- visoka tvrdoća, posebno na povišenim temperaturama
- visoka pritisna i savojna tvrdoća, posebno na povišenim temperaturama
- otpornost puzanju
- visoki modul elastičnosti
- dobra izolacijska svojstva
- visoka otpornost trošenju
- visoka kemijska otpornost prema različitim medijima
- niska gustoća.

Nedostaci tehničke keramike [1]:

- niska žilavost, odnosno visoka krhkost
- niska otpornost toplinskom umoru
- niska vlačna čvrstoća
- problemi proizvodnje i oblikovanja.

2.2. Podjela keramike

Tehnička keramika dijeli se prema: veličini zrna, namjeni i kemijskom sastavu [3].

a) Podjela prema veličini zrna:

- gruba keramika (zrna veličine 0,1 - 0,2 mm) – obuhvaća proizvodnju opeke i drugih vatrootalnih materijala
- fina keramika (zrna veličine $< 0,1$ mm) – tehnička keramika, keramika za sanitarije, podne pločice. brusna sredstva na keramičkoj osnovi, keramika za posuđe te ukrasna keramika.

b) Podjela prema namjeni:

- visokokvalitetna keramika – porculan za kuhinjsko posuđe, sanitarna keramika, zidne i podne pločice te građevinska keramika
- konstrukcijska, inženjerska i industrijska keramika – materijale koji moraju izdržati veća mehanička opterećenja (savojna, tlačna, udarna i slično)
- funkcionalna keramika – za neku aktivnu funkciju poput električne, magnetne, optičke, mehaničke i slično
- elektrokeramika – u elektrotehnici i elektronici; najčešće kao izolatori
- rezna keramika – za zahtjeve poput otpornosti na trošenje, visoke temperature, udarce, obrade odvajanjem čestica i slično
- biokeramika – primjena u medicini.

c) Podjela prema kemijskom sastavu:

- silikatna
- oksidna
- neoksidna.

2.3 Otpadni prah

Obradom odvajanja čestica keramičkog sirovca dobiva se otpadni keramički prah. Otpadni prah je neopasan, ali ga je potrebno zbrinuti zakonom propisanim načinom, što uzrokuje dodatne troškove. Odlaganje na odlagališta trebalo bi biti posljednja opcija jer se otpadni prah može reciklirati, odnosno ponovo upotrijebiti u proizvodnji novih keramičkih izradaka.

Otpadni keramički prah se odlaže prema „*European Waste List*“ (LoW) iz 2000. godine i smatra se neopasnim otpadom [7].

Neopasan otpad je otpad koji nema nijedno svojstvo opasnog otpada, kao što su zapaljivost, eksplozivnost, reaktivnost, infektivnost, ekotoksičnost, svojstvo oksidiranja i nagrizanja te otpuštanje otrovnih plinova. Zbog toga je uredbom Europske komisije o tehničkim smjericama o razvrstavanju otpada iz 2008. godine proglašen apsolutno neopasnim otpadom [7,8].

Europska direktiva za otpad iz 2008. (EU 2008/98/EC) definirala je hijerarhiju gospodarenja otpadom pod nazivom „Smanjiti, Ponovo upotrijebiti, Reciklirati“ , odnosno „3R“. Ta hijerarhija pokazuje da bi se najprije trebalo spriječiti, ili barem smanjiti, stvaranje otpada, a ukoliko dođe do nastanka otpada, trebalo bi ga se ponovo upotrijebiti. Zadnja preporučena opcija za gospodarenje otpadom kojeg se ne može niti energetski iskoristiti je odlaganje otpada na odlagališta otpada uređena u skladu sa zakonima [8].

3. ALUMINIJEVA OKSIDNA KERAMIKA

Oksidna keramika sastoji se od jednokomponentnih i višekomponentnih metalnih oksida i pretežno se koristi u neelektrične i konstrukcijske svrhe.

Dijeli se na:

- 1) jednokomponentne sustave - aluminijev oksid (Al_2O_3), magnezijev oksid (MgO), cirkonijski oksid (ZrO_2), titanijev oksid (TiO_2)
- 2) višekomponentne sustave – miješana oksidna keramika (aluminijev titanat, olovnititanat-cirkonat)

-kompozitna keramika (aluminijev oksid ojačan cirkonijskim oksidom) [4].

Najpoznatiji predstavnik oksidne keramike je aluminijeva oksidna keramika čija je primjena široko rasprostranjena.

3.1 Svojstva aluminijeve oksidne keramike

Najznačajnija svojstva su [3,5] :

- 1) otpornost na trošenje – za dijelove podložne visokom mehaničkom naprezanju, poput brtvi, pumpi i slavina, kliznih ležajeva, oštrica, valjkastih ležajeva, vodilica i slično Al_2O_3 keramika ima više vrijednosti otpornosti na trošenje od legiranih i nelegiranih čelika, tvrdih metala i ljevova
- 2) visoka tvrdoća – kao monokristal, aluminijev oksid tvrdoćom je sličan safiru, a samo je zanemarivo manje tvrd od dijamanta. Posljedica povišene tvrdoće je niža duktilnost i slaba razgradnja koncentracije naprezanja što često dovodi do loma
- 3) niska gustoća – na primjeru proizvodnje kuglastih ventila, manja je masa keramičke kuglice u usporedbi s metalnom i time je aluminijev oksid bolji odabir materijala izrade
- 4) trenje – vrlo niske vrijednosti faktora trenja su dobivene i bez podmazivanja

- 5) otpornost na koroziju – općenito vrlo dobra korozijska postojanost, ali osjetljivost na točkastu i interkristalnu koroziju
- 6) otpornost na česte promjene radne temperature – materijal se može koristiti u svim temperaturnim uvjetima
- 7) električna svojstva – izolirajuća svojstva su najviše izražena u radnim uvjetima visokog vakuuma, za otpornike, zaštitne cijevi, osigurače, priključke i slično
- 8) otpornost na kiseline – velika otpornost na mineralne kiseline kada je prisutna sekundarna faza (međufaza na granicama zrna), no smanjena otpornost na fluorovodičnu i fosforu kiselinu te na djelovanje fluora pri vlažnim uvjetima eksploatacije.

Najveći nedostatak aluminijeve oksidne keramike je niska lomna žilavost, ali potrebno je i spomenuti prisutnost staklene faze. Staklena faza utječe na smanjenje vatrootpornosti oksida, snižava vrijednosti tvrdoće i Youngov modul elastičnosti te utječe na žilavost. Na žilavost utječe ovisno o vrijednostima koeficijenta toplinskog širenja na način da se na granicama zrna javlja vlačno naprezanje, a u jezgri tlačno, ukoliko je koeficijent toplinskog širenja staklene faze veći u odnos na matricu.

Tada se širenje pukotine odvija prema zrnu i na taj se način može usporiti što dovodi do povećanja žilavosti [4].

3.2 Primjena aluminijeve oksidne keramike

Najčešća primjena aluminijeve oksidne keramike je u sljedećim područjima: elektrotehnici za izradu izolacijskih dijelova, industriji sanitarija za brtvene elemente, za izradu elektroničkih podloga, strojogradnji, graditeljstvu za dijelove izložene mehanizmima trošenja, kemijskoj industriji za dijelove otporne na koroziju, automobilskoj industriji za dijelove izložene velikim temperaturama, u materijalima koji se primjenjuju u medicini za implantate itd. [6].

4. MIKROVALNO SINTERIRANJE

4.1 Općenito o mikrovalnom sinteriranju

Sinteriranje se općenito definira kao postupak koji se odvija pri visokim temperaturama, najčešće ispod temperature tališta, gdje dolazi do spontanog zgušnjavanja poroznog dijela materijala uz istovremeno smanjenje dimenzija obratka te povećanja njegove gustoće, tvrdoće i čvrstoće [9].

Sinteriranje pomoću mikrovalnog zračenja nova je tehnologija koja se široko koristi u raznim područjima. Mikrovalno sinteriranje ima brojne prednosti u odnosu na konvencionalno sinteriranje. To je učinkovitija, ekonomski i ekološki prihvatljivija tehnologija od konvencionalnog sinteriranja jer se na taj način postiže ušteda energije, kraće je trajanje postupka, tj. veća brzina čime se smanjuju troškovi proizvodnje. Mikrovalno sinteriranje je posebno važno za izradu specijalnih keramičkih materijala kao što su biokeramika i elektrokeramika [10].

4.2 Usporedba mikrovalnog i konvencionalnog sinteriranja

Konvencionalno sinteriranje uključuje toplinsko zračenje i otpore pri zagrijavanju, odnosno konvekcijsko zagrijavanje nakon kojeg slijedi prijenos toplinske energije kondukcijom u unutrašnjost peći. Takav postupak je spor jer zahtijeva dosta vremena da se postigne temperaturna ravnoteža unutar peći [10].

Neke od karakteristika konvencionalnog sinteriranja su [10]:

- prijenos energije
- vanjski izvor zagrijavanja
- toplina se prenosi izvana prema unutra
- neovisno o materijalu
- gubitak energije

- kontaktna metoda.

Kod mikrovalnog zagrijavanja dolazi do apsorpcije mikrovalnog polja te nakon toga slijedi zagrijavanje materijala u cjelini pretvorbom elektromagnetske energije u toplinsku. Zagrijavanje je brže i toplina se stvara unutar materijala izloženog mikrovalnom zračenju [10].

Neke od karakteristika mikrovalnog sinteriranja su [10]:

- pretvorba energije
- unutarnji izvor zagrijavanja
- ovisno o materijalu
- beskontaktna metoda.

5. EKSPERIMENTALNI DIO

Uzorci Al_2O_3 keramike pripremljeni su i analizirani u Laboratoriju za inženjersku keramiku na Zavodu za materijale Fakulteta strojarstva i brodogradnje, Sveučilišta u Zagrebu.

5.1. Priprema uzoraka

Za pripremu uzoraka korišten je postupak lijevanja suspenzije u gipsani kalup. Miješanjem primarnog i sekundarnog (tj. otpadnog) praha s destiliranom vodom te dodatkom disperzanta Tiron, veziva PVA (polivinil alkohol) i magnezijeva spinela nastat će vodena suspenzija.

Disperzant Tiron služi za sprečavanje taloženja keramičkih čestica u vodi, što se naziva stabilizacija suspenzije. Polivinil alkohol se dodaje kako bi se povećala čvrstoća keramičkog sirovca, tj. keramičkog izratka koji još nije sinteriran. Aditiv magnezijev spinel se dodaje u cilju sprječavanja rasta kristalnog zrna pri sinteriranju keramike.

Sekundarni prah nastao je obradom odvajanjem čestica, tj. strojnom obradom keramičkog sirovca pri proizvodnji keramike. U ovom radu će se prikazati utjecaj otpadnog praha na svojstva keramičkog izratka dodavanjem 20 % otpadnog praha u suspenziju.

5.1.1. Priprava Al_2O_3 suspenzija

Na početku su odmjerene potrebne količine prahova i aditiva prema tablicama 1 i 2. Pripremljene su suspenzije sadržavale 30 % mase vode i 70 % mase prahova Al_2O_3 .

Tablica 3. Maseni udjeli pojedinih konstituenata suspenzija

masa (Al_2O_3) p*	masa (Al_2O_3) s*	masa disperzanta Tiron , g	masa veziva PVA ,g	masa magnezijevog spinel ,g
230,4	57,6	0,144	0,288	0,576

p*-primarni, s*-sekundarni

Tablica 4. Maseni udjeli pojedinih konstituenata suspenzija

masa (Al ₂ O ₃) p*	masa (Al ₂ O ₃) s*	masa disperzanta Tiron , g	masa veziva PVA ,g	masa magnezijevog spinelu ,g
288	0	0,144	0,288	0,576

p*-primarni, s*-sekundarni

Pogodne količine aditiva navedene u tablicama 1 i 2 određene su na temelju prethodnih istraživanja [7], u sljedećim iznosima: 0,05 % mase Tirona, 0,10 % veziva polivinil alkohol i 0,20 % magnezijevog spinela. Maseni udjeli aditiva odnose se na ukupnu masu suhe tvari, tj. na ukupnu masu primarnog i sekundarnog praha aluminijevog oksida. Nakon vaganja, PVA se otapa u 40 ml destilirane vode pri temperaturi od 80 °C (slika 1.)



Slika 1. Otapanje PVA u 40 ml vode

Otopljenom PVA u 40 ml destilirane vode ulijeva se još 80 ml destilirane vode, a zatim se sve zajedno ulijeva u posudu za homogenizaciju te se uz miješanje staklenim štapićem postupno dodaju disperzant Tiron, magnezijev spinel te konačno primarni i sekundarni prah aluminijevog oksida. Da bi se suspenzija potpuno izmiješala i homogenizirala koristi se planetarni kuglični mlin, Retsch PM 100. Postavljena brzina je 300 okretaja u minuti, a vrijeme 60 minuta. Nakon homogenizacije suspenzija se stavlja na 10 minuta u ultrazvučnu kupelj BRANSONIC 220 kako bi se iz suspenzije uklonili preostali mjehurići zraka.

5.1.2. Ulijevanje Al_2O_3 suspenzija u kalupe i vađenje iz kalupa

Prije ulijevanja pripremljenih suspenzija, gipsane kalupe je potrebno navlažiti vodom kako ne bi došlo do prebrzog skrućivanja suspenzije i time nepotpunog ispunjavanja kalupa. Poslije ulijevanja, suspenzije se ostavljaju 24 sata u kalupu. Nakon vađenja keramičkih sirovaca iz gipsanih kalupa (slika 2 i 3), dobiveni se uzorci režu nožem (slika 4) kako bi se dobio veći broj uzoraka za ispitivanja koja slijede.



Slika 2. Otvaranje gipsanih kalupa nakon sušenja suspenzije



Slika 3. Vađenje stvrdnutih sirovaca iz gipsanih kalupa



Slika 4. Rezanje sirovaca

5.2. Brušenje sirovaca

Brušenje je završni postupak obrade sirovca. Uzorci se bruse na brusnom uređaju „Buehler Phoenix Alpha 49-5500-230“. Brušenjem se postiže kvadratan oblik kako bi se lakše izmjerile dimenzije. Također, i ovim postupkom ponovno nastaje otpadni keramički prah.



Slika 5. Brušenje sirovaca

5.3. Mjerenje i vaganje sirovaca

Nakon brušenja svim uzorcima se pomičnim mjerilom izmjere dimenzije i izvažu se na analitičkoj vagi (slika 6).



Slika 6. Vaganje uzoraka na analitičkoj vagi

5.4. Sinteriranje uzoraka

Nakon brušenja svih 60 uzoraka je sinterirano u hibridnoj peći (slika 7) koja vrši sinteriranje kombinacijom mikrovalnog i konvencionalnog zagrijavanja. Po 10 uzoraka sinteriralo se odjednom na 1550 °C u trajanju od 3 sata.



Slika 7. Hibridna peć za mikrovalno sinteriranje

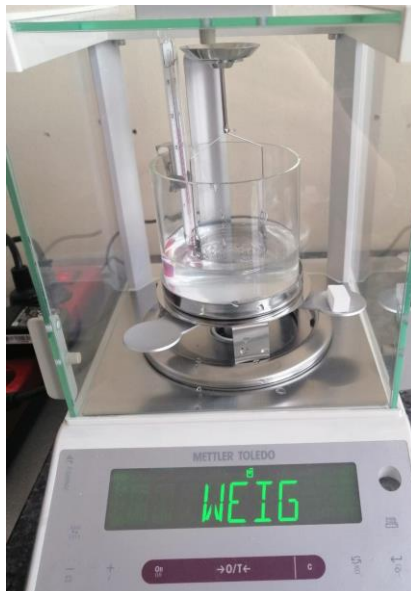
5.5. Mjerenje dimenzija i vaganje

Poslije sinteriranja keramičkim uzorcima se ponovo pomičnim mjerilom određuju dimenzije i važu se na analitičkoj vagi.

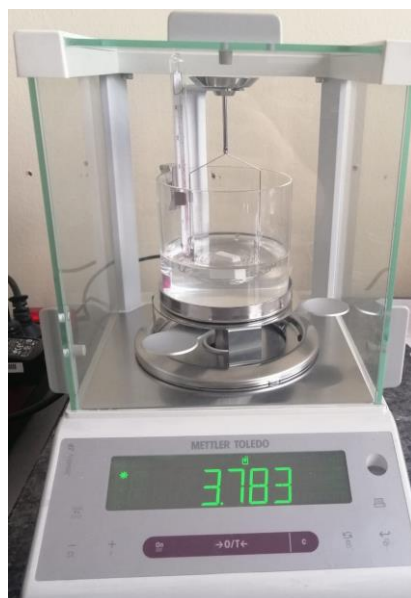
5.6. Mjerenje gustoće

Svim sinteriranim uzorcima određena je Arhimedova gustoća. Arhimedova gustoća temelji se na mjerenju mase uzoraka na zraku i u nekom drugom mediju. Medij je u ovom završnom radu voda poznate temperature od 21,4 °C. Temperatura je bitna zbog točnosti rezultata određivanja Arhimedove gustoće, s obzirom da gustoća vode nije konstantna, već ovisi o temperaturi vode. Arhimedova metoda primijenjena je na uređaju „Mettler Toledo Jewellery JP703C“ (na slici 8 i 9).

Mjerenje započinje mjerenjem mase uzorka u zraku (slika8), a zatim se mjeri masa uzorka u određenom mediju, u ovom slučaju, u vodi (slika 9).



Slika 8. Mjerenje mase uzorka u zraku



Slika 9. Mjerenje mase u vodi

Arhimedova gustoća sinteriranih uzoraka keramike definirana je izrazom:

$$\rho = \frac{m_a}{m_a - m_b} \times (\rho_0 - \rho_L) + \rho_L$$

U izrazu su:

ρ – gustoća uzorka, g/cm³

m_a – masa uzorka u zraku, g

m_b – masa uzorka u pomoćnoj tekućini, g

ρ_0 – gustoća pomoćne tekućine, g/cm³

ρ_L – gustoća zraka, g/cm³.

5.7. Skupljanje

Keramičkim materijalima se tijekom sinteriranja smanjuju dimenzije, odnosno dolazi do skupljanja. Skupljanje se izračunava prema izrazu:

$$\Delta x = \left| \frac{x_2 - x_1}{x_1} \right| \times 100$$

Pri čemu je:

Δx – veličina za koju se određuje promjena (dimenzija a , b ili c), %

x_1 – dimenzija uzorka (a , b ili c) prije sinteriranja

x_2 – dimenzija uzorka (a , b ili c) nakon sinteriranja

Na sličan se način određuje i gubitak mase:

$$\Delta m = \left| \frac{m_2 - m_1}{m_1} \right| \times 100$$

Pri čemu je:

Δm – promjena mase, %

m_1 – masa uzorka prije sinteriranja, g

m_2 – masa uzorka nakon sinteriranja, g.

5.8. Analiza mikrostrukture

Uzorci s 0 % i 20 % otpadnog praha analizirani su skenirajućim elektronskim mikroskopom (SEM). SEM radi na principu izbijanja elektrona s površine uzorka, šalje snop elektrona iz elektronskog topa na površinu ispitnog uzorka. Elektroni na površini se pobude te se pomoću posebnih detektora mjeri energija pobude, a potom se pomoću mikroprocesora stvara mikrostrukturna slika.

6. REZULTATI I RASPRAVA

6.1. Skupljanje uzoraka s 0 % otpadnog praha

U tablici 3 prikazane su dimenzije uzoraka s 0 % otpadnog praha prije sinteriranja, skupljanje svake dimenzije zasebno te prosječne vrijednosti skupljanja.

Prosječne vrijednosti za sve uzorke s 0 % otpadnog praha su relativno slične, a od 30 uzoraka tri uzorka, oznake 12, 13 i 23, imaju najveća odstupanja.

Tablica 3. Dimenzije pripremljenih sirovaca te skupljanje nakon sinteriranja za 0 % otpadnog praha

oznaka uzorka	a,cm*	$\Delta a, \%$	b,cm*	$\Delta b, \%$	c,cm*	$\Delta c, \%$	prosječno skupljanje uzoraka, %
1	2,03	8,42	0,88	8,22	1,08	7,68	8,11
2	1,78	10,85	0,72	7,51	1,14	11,54	9,97
3	2,05	9,83	0,75	10,29	0,8	9,97	10,03
4	1,98	10,04	0,81	9,36	0,86	12,05	10,48
5	1,94	8,11	0,74	10,59	0,84	10,29	9,66
6	2,12	6,83	0,81	5,9	0,82	4,57	5,77
7	1,99	10,59	0,88	10,69	0,89	8,86	10,05
8	2,19	9,07	0,65	7,12	0,66	10,58	8,92
9	2,01	8,26	0,84	5,5	0,89	10,02	7,93
10	2,14	8,82	0,93	6,7	1	8	7,84
11	2,2	5,81	0,85	4	1,02	6	5,27
12	1,92	4,54	0,9	3,6	0,92	3,29	3,81
13	2,08	3,17	0,89	5,13	1,1	6,17	4,82
14	2,13	9,43	0,89	7,34	1,13	8,67	8,48
15	2,09	8,78	0,96	10,1	0,99	10,18	9,69
16	1,94	10,05	0,84	7,85	0,83	9,37	9,09
17	2,16	10,18	0,85	10,03	0,93	9,46	9,89
18	1,89	7,74	0,83	9,42	0,98	9,16	8,77
19	1,99	7,42	0,95	9,18	0,96	7,47	8,02
20	2,04	5,63	0,9	6,88	0,93	6,93	6,48
21	1,95	12,92	0,91	5,48	1,06	12,46	10,29
22	2,09	9,47	0,8	12,1	1,03	11,55	11,04
23	2,25	5,69	0,99	4,82	1,01	4,78	5,1
24	2,24	4,37	0,68	5,69	1,01	6,34	5,47
25	2,25	7,57	0,69	6,66	0,98	7,72	7,32
26	2,22	11,43	0,96	12,5	0,87	7,58	10,5
27	2,2	8,52	0,76	6,48	0,99	6,95	7,32
28	2,19	6,14	0,95	3,06	1,1	7,41	5,54
29	2,06	5,13	0,88	6,85	0,96	4,39	5,46
30	2,18	4,8	0,91	3,63	1,06	5,45	4,54
\bar{x}	2,08	7,99	0,85	7,42	0,96	8,16	7,86

*Dimenzije su izražene u centimetrima, a ne u milimetrima kao što je uobičajeno jer je gustoća izražena jedinicom „gram po centimetru kubnom“.

6.2. Skupljanje uzoraka s 20 % otpadnog praha

U tablici 4 prikazano je skupljanje uzoraka s 20 % otpadnog praha. Prosječne vrijednosti za sve uzorke s 20 % otpadnog praha su relativno slične, a od 30 uzoraka šest uzorka, oznake 1A, 4A, 8A, 2C, 8C i 10 C imaju najveća odstupanja.

Tablica 4. Dimenzije pripremljenih sirovaca te skupljanje nakon sinteriranja za 20 % otpadnog praha

oznaka uzorka	a,cm*	$\Delta a, \%$	b,cm*	$\Delta b, \%$	c,cm*	$\Delta c, \%$	prosječno skupljanje uzoraka, %
1A	1,98	4,09	0,78	8,41	0,96	5,87	4,45
2A	2,24	7,09	0,88	5,68	0,97	10,83	6,03
3A	2,11	8,23	0,83	7,46	0,81	10,7	7,09
4A	2,26	5,70	0,77	8,46	0,69	7,35	4,26
5A	2,01	8,22	0,88	8,47	0,9	9,5	7,87
6A	2,13	5,59	0,96	9,74	0,89	8,7	6,8
7A	2,16	9,8	1,06	9,37	1,03	8,19	10,54
8A	2,25	5,83	0,87	11,09	0,93	3,82	5,25
9A	1,98	8,64	0,8	7,53	1,03	6,13	8,7
10A	2,01	10,02	0,86	8,11	0,95	5,84	10,18
1B	2,16	4,37	1,21	8,57	1,09	6,59	8,88
2B	2,18	6,46	0,9	7,22	1,01	11,12	6,44
3B	2,12	7,37	1,15	8,1	1,06	10,29	7,67
4B	2,21	3,77	0,82	9,56	0,96	8,07	8,95
5B	2,03	4,5	0,95	8,4	1,07	8,58	8,8
6B	2,18	7,7	1,16	9,5	1,27	11,88	9,71
7B	2,16	12,03	1,03	9,32	0,88	6,66	9,77
8B	2,27	4,58	1,05	9,8	0,97	6,93	10,82
9B	1,87	8,70	0,55	7,96	1,06	8,29	8,37
10B	1,95	9,55	0,92	10,17	0,93	6,91	9,32
1C	1,97	4,89	0,82	9,65	1,24	8,72	7,06
2C	2,16	4,54	1,23	6,43	1,21	13,61	11,85
3C	2,17	5,68	0,77	7,45	0,93	13,18	11,39
4C	1,94	3,31	0,88	8,83	1,25	10,71	8,71
5C	2,09	10,91	1,07	9,53	1,16	8,96	9,01
6C	1,93	7,13	0,9	9,9	0,98	9,37	9,98
7C	1,94	9,70	0,93	10,62	0,97	7,85	7,57
8C	2,09	5,36	0,91	11,57	1,02	6,95	5,9
9C	2,02	8,76	0,81	9,61	1	7,3	7,24
10C	1,61	10,97	0,94	9,68	0,97	4,52	5,76
\bar{x}	2,07	7,82	0,93	8,03	1,04	8,52	8,15

*Dimenzije su izražene u centimetrima, a ne u milimetrima kao što je uobičajeno jer je gustoća izražena jedinicom „gram po centimetru kubnom“.

Srednje vrijednosti skupljanja iz tablica 3 i 4 razlikuju se za slučaj primjene otpadnog praha, odnosno prosječno skupljanje je veće kod uzoraka s 20 % otpadnog praha. Iz toga se može izvesti zaključak da dodatak otpadnog praha povećava skupljanje keramike nakon sinteriranja.

6.3. Gustoća uzoraka s 0 % otpadnog praha

U tablici 5 prikazane su izmjerene mase pojedinog uzorka s 0 % otpadnog prije i poslije sinteriranja, izračunati gubitak mase i izračunata Arhimedova gustoća keramičkih uzoraka nakon sinteriranja.

Tablica 5. Promjena mase i gustoća uzoraka s 0 % otpadnog praha

oznaka uzorka	m (sirovca),g	m (sinteriranog uzorka),g	gubitak mase,%	ρ (Arhimedova, sinteriranog uzorka) g/cm ³
1	4,138	4,117	0,507	3,759
2	3,456	3,439	0,492	3,783
3	2,686	2,673	0,545	3,779
4	3,027	3,011	0,526	3,705
5	2,716	2,706	0,368	3,758
6	3,114	3,101	0,417	3,735
7	3,333	3,318	0,450	3,785
8	2,823	2,81	0,461	3,764
9	3,505	3,488	0,485	3,737
10	4,623	4,602	0,454	3,756
11	4,453	4,433	0,449	3,753
12	3,645	3,630	0,412	3,713
13	4,188	4,172	1,075	3,689
14	5,247	5,222	0,476	3,788
15	4,450	4,425	0,562	3,8
16	2,953	2,939	0,474	3,792
17	3,791	3,773	0,475	3,789
18	3,246	3,229	0,524	3,791
19	3,908	3,889	0,486	3,771
20	4,011	3,993	0,449	3,738
21	3,396	3,379	0,501	3,753
22	3,184	3,176	0,251	3,801
23	5,254	5,23	0,457	3,742
24	3,435	3,42	0,437	3,761
25	3,523	3,509	0,397	3,767
26	4,51	4,462	1,064	3,827
27	3,946	3,925	0,532	3,801
28	5,065	5,042	0,454	3,755
29	4,051	4,032	0,469	3,742
30	5,045	5,023	0,436	3,740
\bar{x}	3,824	3,806	0,503	3,762

6.4. Gustoća uzoraka s 20 % otpadnog praha

U tablici 6 prikazane su izmjerene mase pojedinog uzorka s 20 % otpadnog prije i poslije sinteriranja, izračunati gubitak mase i izračunata Arhimedova gustoća keramičkih uzoraka nakon sinteriranja.

Tablica 6. Promjena mase i gustoća uzoraka s 20 % otpadnog praha

oznaka uzorka	m (sirovca),g	m (sinteriranog uzorka),g	gubitak mase,%	ρ (Arhimedova, sinteriranog uzorka) g/cm ³
1A	3,467	3,443	0,692	3,806
2A	4,707	4,669	0,807	3,835
3A	3,697	3,668	0,784	3,853
4A	2,857	2,836	0,735	3,815
5A	3,777	3,749	0,741	3,84
6A	4,6	4,564	0,761	3,865
7A	6,235	6,184	0,818	3,846
8A	4,61	4,575	0,759	3,823
9A	3,892	3,863	0,745	3,845
10A	3,906	3,874	0,819	3,848
1B	6,78	6,678	1,504	3,853
2B	4,855	4,817	0,783	3,84
3B	6,147	6,1	0,765	3,833
4B	4,04	4,008	0,792	3,847
5B	5,262	5,221	0,779	3,858
6B	7,956	7,891	0,817	3,973
7B	4,459	4,424	0,785	3,846
8B	5,499	5,456	0,782	3,823
9B	2,8	2,781	0,679	3,837
10B	3,837	3,807	0,782	3,841
1C	4,786	4,749	0,773	3,834
2C	7,182	7,126	0,779	3,843
3C	3,772	3,742	0,795	3,839
4C	5,358	5,318	0,747	3,853
5C	5,952	5,903	0,823	3,852
6C	3,969	3,936	0,831	3,858
7C	4,354	4,322	0,735	3,842
8C	4,38	4,348	0,731	3,825
9C	4	3,969	0,775	3,831
10C	3,29	3,267	0,699	3,808
\bar{x}	4,681	4,643	0,794	3,844

U tablicama 5 i 6 prikazani su gubici mase i rezultati određivanja Arhimedove gustoće. Kod uzoraka s 20 % otpadnog praha gubitak mase je nešto veći, prosječno 0,794 % dok je kod uzoraka s 0 % otpadnog praha gubitak mase u prosjeku 0,503 %.

Arhimedova gustoća je kod uzoraka s 0 % otpadnog praha malo manja od gustoće kod uzoraka s 20 %, odnosno kod 0 % otpadnog praha je u prosjeku 3,762 g/cm³, a kod 20 % otpadnog praha je u prosjeku 3,844 g/cm³. Gustoća je veća kod uzoraka s 20 % udjela otpadnog praha zbog aditiva koji su već prisutni u industrijskom otpadnom prahu.

Usporedba uzoraka na temelju teorijske gustoće Al₂O₃ :

Teorijska gustoća Al₂O₃ keramike je 3,97 g/cm³, a relativna gustoća se izračunava prema izrazu:

$$\text{relativna gustoća} = \frac{\text{srednja vrijednost izmjerene gustoće}}{\text{teorijska vrijednost gustoće}} \times 100, \%$$

Uvrštavanjem srednje vrijednosti gustoće iz tablice 5 dobiva se relativna gustoća uzoraka s 0 % otpadnog praha aluminijevog oksida:

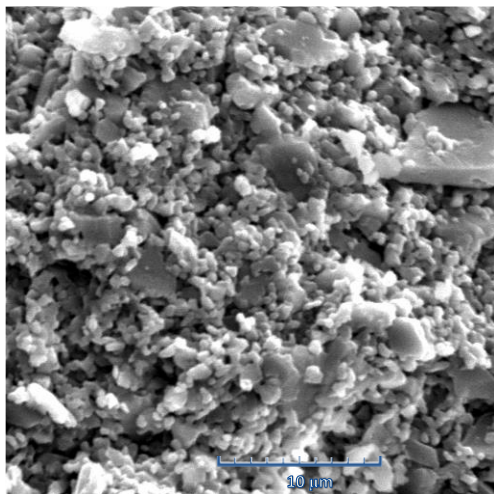
$$\text{relativna gustoća} = \frac{3,762}{3,97} \times 100 = 94,76\%$$

dok se uvrštavanjem vrijednosti iz tablice 6 dobiva se relativna gustoća uzoraka s 20 % otpadnog praha:

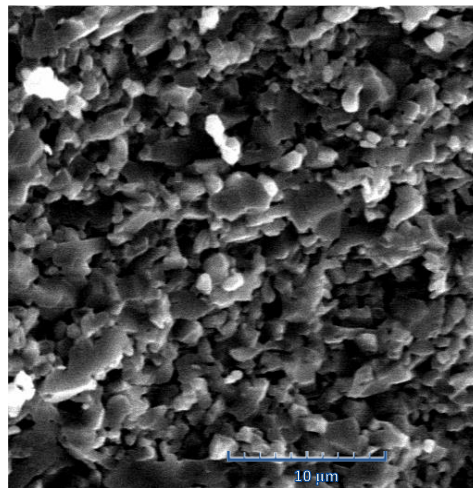
$$\text{relativna gustoća} = \frac{3,844}{3,97} \times 100 = 96,83\%$$

Na temelju izračunatih vrijednosti vidi se da je relativna gustoća uzoraka s 20 % otpadnog praha veća za 2 postotna boda od relativne gustoće uzoraka s 0 % otpadnog praha. Relativno povećanje relativne gustoće s 94,76 % na 96,83 % iznosi 1 %.

6.5. Mikrostruktura



**Slika 10. Mikrostruktura uzoraka s 0 %
otpadnog praha**



**Slika 11. Mikrostruktura uzoraka s 20 %
otpadnog praha**

Oba prikaza snimljena su pri povećanju od 5000 puta. Iz slika 10 i 11 može se vidjeti da otpadni prah nema veliki utjecaj na mikrostrukturu, odnosno vidljivo je da su zrna slične veličine. Kristalna zrna nepravilnog su oblika i veličine im se kreću do 5 μm .

7. ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih mjerenja gustoće i skupljanja te analize mikrostrukture, donose se sljedeći zaključci.

Dodavanjem otpadnog praha aluminijevog oksida umjesto dijela novog praha nije značajno promijenio mikrostrukturu aluminijeve oksidne keramike nakon sinteriranja.

Arhimedove i relativne gustoće sinterirane keramike veće su kod uzoraka s dodatkom otpadnog praha, ali na to utječu i aditivi koji su već bili prisutni u otpadnom industrijskom prahu, a nisu prisutni u novom prahu.

Prosječno skupljanje keramičkih uzoraka nakon sinteriranja veće je kod uzoraka s 20 % otpadnog praha, iz čega se može izvesti zaključak da dodatak otpadnog praha aluminijevog oksida povećava skupljanje keramike nakon sinteriranja.

Prema ovim zaključcima vidi se da je upotreba otpadnog praha aluminijevog oksida dobro rješenje za smanjenje troškova proizvodnje aluminijeve oksidne keramike i troškova gospodarenja otpadom.

LITERATURA

- [1] Svojstva i primjena tehničke keramike, http://titan.fsb.hr/~tfiletin/pdf/keramika_korema92.pdf, datum preuzimanja 12. 1. 2020.
- [2] Majić Renjo, M.: Pобољшanje svojstava aluminijeve oksidne keramike dodatkom nanočestica cirkonijeva oksida - doktorski rad, FSB, Zagreb, 2016.
- [3] Filetin T., Kramer I.; Tehnička keramika, Fakultet strojarstva i brodogradnje. 2005.
- [4] Filetin, T., Kramer, I.: Tehnička keramika – Priručnik za primjenu [prijevod djela Brevier Technische Keramik], Zagreb, 2004.
- [5] Heitmann A.: Oxide Ceramics- Working Materials for High-Stress Applications, G.I.T. Laboratory Journal 5/2001 2001.
- [6] Hoda S., Zeqiri I., Baruti B., Sadiku M., Kelmendi M., Hoda A.; Priprava aluminij-oksidne (α -Al₂O₃) keramike visoke čistoće za oblikovanje ekstrudiranjem, <https://hrcak.srce.hr/file/191007>, datum preuzimanja 5. 2. 2020.
- [7] Vukšić M., Ćorić D., Žmak I., Ćurković L.; Effect of Additives on Stability of Alumina—Waste Alumina Suspension for Slip Casting: Optimization Using BoxBehnken Design, *Materials* 2019, 29;12(11)
- [8] Žmak I.; Recikliranje materijala - interne podloge za predavanje, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2019./2020.
- [9] Ćurković L.; Keramika, beton i drvo - interne podloge za predavanja. Zagreb: Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2018./2019.
- [10] Agrawal D.; Microwave Sintering of Ceramics, Composites and Metallic Materials, And Melting of Glasses, The Pennsylvania State University, 2006.
- [11] Mršić, G., Žugaj, S.: Analiza GSR čestica upotrebom elektronskog mikroskopa (SEM/EDX), *Policija i sigurnost*, 16(3-4), 2007, <https://hrcak.srce.hr/79261>, datum preuzimanja 5. 2. 2020.

PRILOZI

I. CD-R disk