

# UTICAJ VREMENA RELAKSACIJE AKTIVIRANE SMEŠE NA SINTEZU KERAMIKE ZA NAMENU U ELEKTRONICI

Nataša Đorđević(1), Milica Vlahović(2),  
Slavica Mihajlović(1), Sanja Martinović(2)  
(1) ITNMS, Beograd,(2) IHTM, Beograd



**Apstrakt.** Zahvaljujući svojim svojstvima, kordijerit,  $2\text{MgO}\cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 5\text{SiO}_2$ , danas je atraktivan keramički materijal za razne primene, ali sa vrlo visokom temperaturom sinterovanja. Mehanohemijaska aktivacija smeše početnih komponenti izvedena je da bi se snizila temperatura sinterovanja. DTA metoda je korišćena za praćenje temperaturnih promena u analiziranom trokomponentnom sistemu. Kako je ranijim istraživanjima utvrđeno da vreme relaksacije može da utiče na aktivirane komponente u smislu hemijskih promena i stepena aktiviranosti, bilo je značajno utvrditi ima li uticaj i na posmatrani aktivirani system. Uticaj vremena relaksacije na smešu aktiviranih komponentata analiziran je FT IR spektroskopijom i početnih komponenti i aktivirane smeše nakon 24h i 24 meseca perioda relaksacije.

**Ključne reči:** kordierit; sinterovanje; mehanohemijaska aktivacija; DTA; FT IR

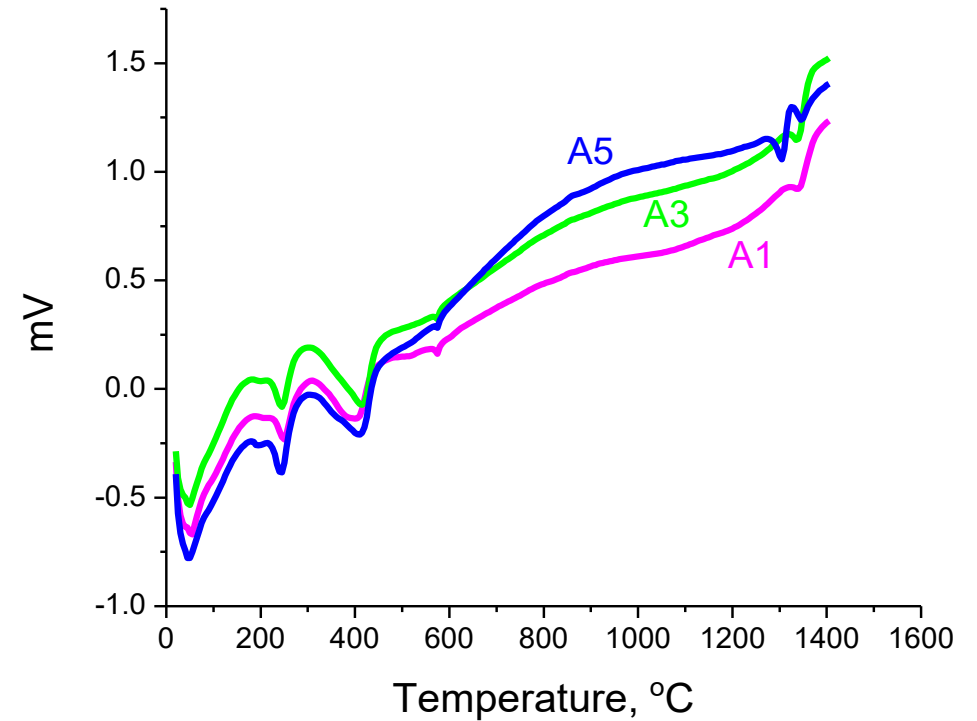


Efekat relaksacije, tj. Starenja, aktivirane smeše kordierita na procese sinterovanja praćen je analizom smeše aktivirane tokom 120 minuta primenom FT IR spektroskopije. FFT infracrveni spektri uzoraka snimljeni su na FFT IR spektrometru BOMEM-HARTMAN & BRAUN MICHELSON MB-100, u opsegu talasnih brojeva 4000-300  $\text{cm}^{-1}$  pri rezoluciji 2  $\text{cm}^{-1}$ . Pošto su uzorci veoma osetljivi na prisustvo vlage, za pripremu uzoraka korišćena je metoda pravljenja suspenzije sa „NuJol-om“. Svrha ove analize bila je da identifikuje moguće hemijske promene na aktiviranoj površini komponenata u smeši kao i strukturne promene. Neaktivirani uzorak (nulti uzorak) takođe je analiziran po istoj izabranoj metodologiji i dobijeni rezultati su upoređeni.



DTA metoda je korišćena za ispitivanje promena u aktiviranom sistemu kordierita tokom procesa sinterovanja na temperaturama do 1600 oC. Za ovaj pregled izabrani su uzorci aktivirani 5, 60 i 120 minuta.

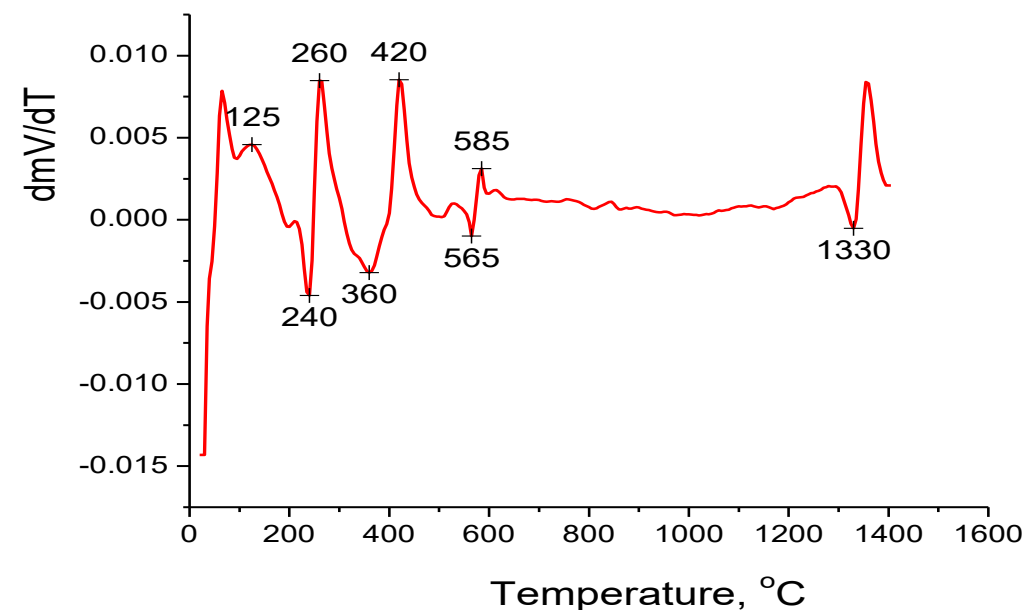
Svi istraženi uzorci pokazuju značajne promene do temperature od 400 oC, dok su se svi uzorci ponašali prilično slično do temperature od 1300 oC. Vidljiva su tri karakteristična vrha: prvi vrh je do 100 oC, što je rezultat gubitka vlage. Drugi u rasponu temperatura od 230 do 300 oC što odgovara dehidraciji  $MgCO_3 \times Mg(OH)_2 \times H_2O$ , a treći vrh u opsegu od 390 do 420 ° C i može se pripisati razgradnji magnezijuma hidroksil karbonat. Indikacije o početku stvaranja kordierita otkrivene su u temperaturnom opsegu od 1200-1400 oC za početnu smešu. Odgovarajući endotermni i egzotermički efekti pomerani su na niže temperature sa povećanjem trajanja mehaničke aktivacije.



*DTA curves of the cordierite mixture activated for 5, 60 and 120 minutes*

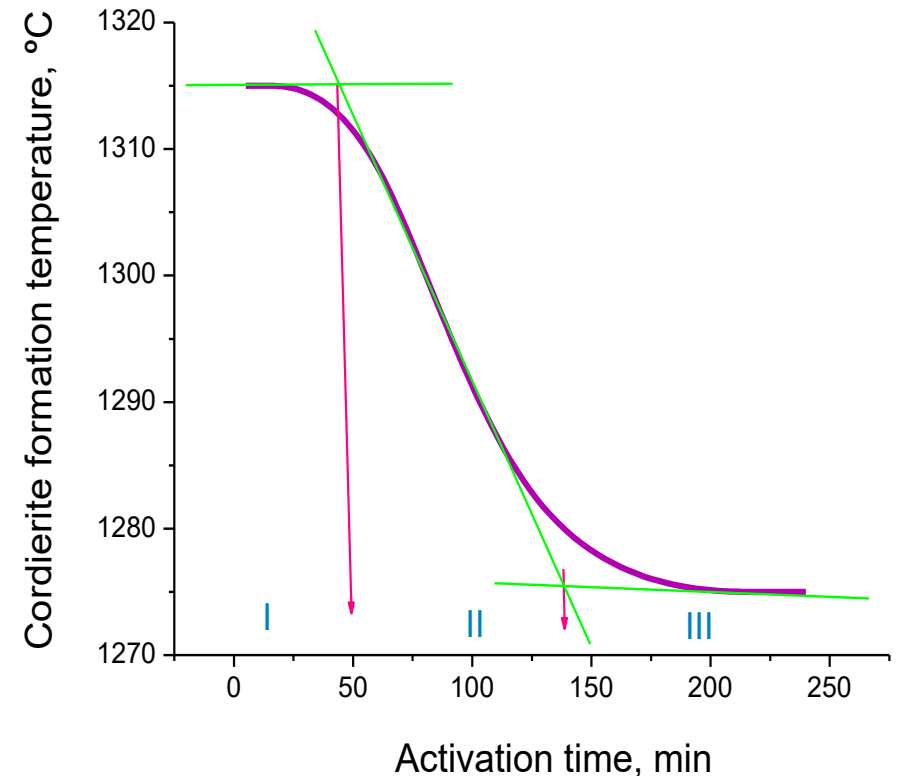


Analizom DTA krive date na slici može se primetiti da se dešavaju vrlo brze promene ispod temperature od 600 °C. To ukazuje na reakcije transformacije u sistemu na ovim temperaturama. Jasno vidljiva endotermna promena na 1330 °C ukazuje na temperaturu transformacije u procesu sinterovanja.



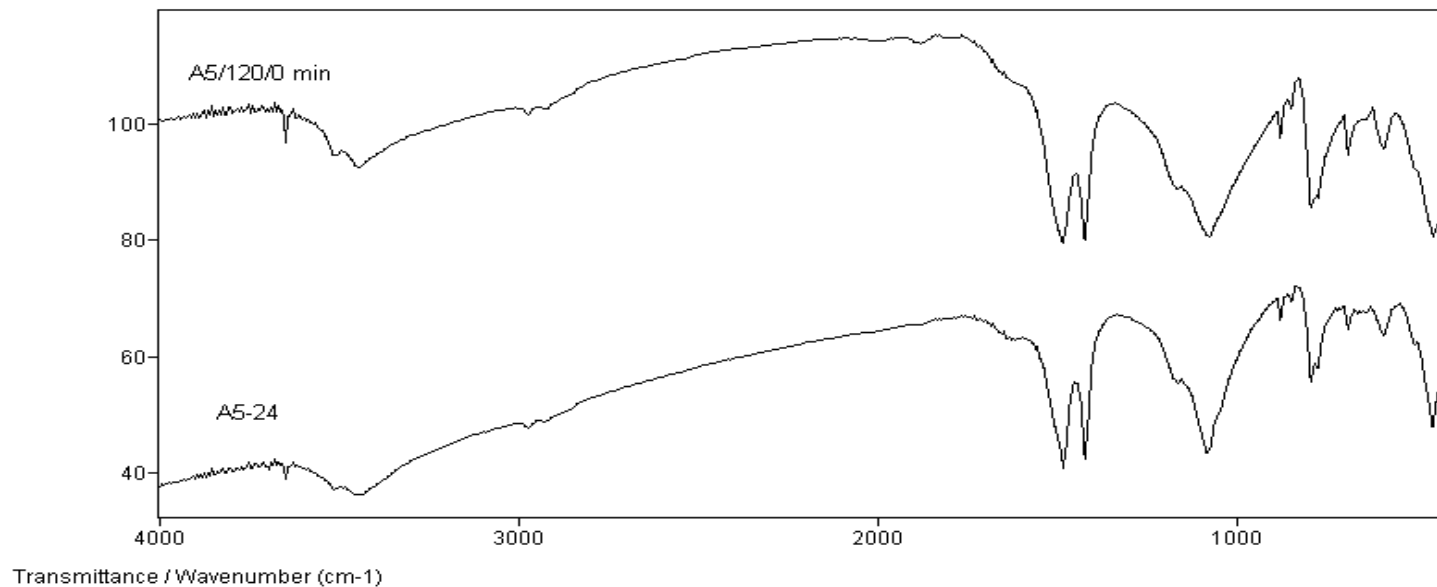
*Derivative of the DTA curve for the sample activated for 5 minutes.*

Na dijagramu se vidi kriva u obliku slova S sa dva platoa, koji su odvojeni oblašću značajnih promena u sistemu. Model transformacije ukazuje da temperatura sinterovanja kordierita opada sa povećanjem vremena aktivacije. Prva visoravan se uočava do 50.te minuta aktivacije, što ukazuje da promene u sistemu u ovom vremenskom periodu nisu bile dovoljno izražene da bi imale bilo kakav uticaj na početak procesa sinterovanja. Od 50 do 160 minuta aktivacije, promene u reakcionom sistemu uzrokuju značajno smanjenje temperature sinterovanja. U ovom opsegu vremena aktivacije, može se videti da je mehanička aktivacija uticala na kinetiku sinterovanja kordierita, tj. aktivnost uzorka se povećavala sa povećanjem vremena aktivacije. Mehanička energija se koristila ne samo za usitnjavanje čestica i povećanje aktivne površine čestica, već i akumulaciju energije u sistemu. Ova akumulirana energija je uticala na afinitet komponenata da međusobno reaguju na nižim temperaturama nego u neaktiviranim sistemima. Nakon ovog perioda bitnih transformacija, pojavio se drugi plato gde je reaktivnost sistema značajno smanjena. Dalji unos energije usled mehanochemijske aktivacije nije doveo do značajnog povećanja reaktivnosti sistema i, prema tome, nije došlo do daljeg smanjenja temperature sinterovanja kordierita. Ovo pokazuje da dalje aktiviranje sistema ne bi dovelo do novih efekta.



*Temperature changes of the endothermic effect in the process of cordierite sintering as a function of the activation time*





FT IR spektroskopija je korišćena za analizu eventualnih hemijskih promena aktivirane smeše kordierita tokom vremena relaksacije (sobni uslovi do 24 meseca). IR spektri uzorka aktiviranog 120 minuta nakon relaksacije tokom 24 sata i nakon 24 meseca prikazani su na slici. Iz spektra se vidi da su hidroksil- i karbonat-magnezijum jedinjenja prisutna kao nečistoće u smeši. Karakteristični vrhovi vezane kristalne vode su oštri na talasnim brojevima 3445 cm<sup>-1</sup>, 3512 cm<sup>-1</sup> i 3649 cm<sup>-1</sup>. Karbonati su vidljivi na talasnim brojevima 1425 cm<sup>-1</sup> i 1485 cm<sup>-1</sup>, što ukazuje da su jedinjenja samo nečistoće zbog vezane vode i ugljen-dioksida, poreklom iz atmosfere. S obzirom da su početne komponente dobro definisane, pretpostavlja se da ova analiza dokazuje površinsku adsorpciju vlage i CO<sub>2</sub> iz atmosfere, što je dovelo do stvaranja nestabilnih jedinjenja hidromagzita. IR spektar Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pokazuje postojanje –OH grupa na 3443 cm<sup>-1</sup>, čije poreklo potiče od vlažnosti vazduha. Ovi rezultati su očekivani, jer su u svim eksperimentima korišćene komponente tehničkog kvaliteta. Period relaksacije od 24 meseca nije imao uticaja na uzorak, jer nisu vidljive vidljive promene u IR spektru ovog uzorka.



DTA analiza je pokazala da je uticaj mehanohemijske aktivacije početnih komponenti dovela do povećanja energije polazne smeše kordijerita, što je rezultovalo pomeranjem endotermnih i egzotermnih pikova reakcija sinterovanja ka nižim temperaturama. U zavisnosti od vremena aktivacije sistema, temperatura sinterovanja je bila snižena za oko 100oC. FT IR analize pokazale su da vreme relaksacije nije uticalo na aktivirane smeše. Može se zaključiti da se mehanohemijski aktivirani uzorci nisu menjali do trenutka sinterovanja, bez obzira na vreme aktiviranja. Prikazani spektri objašnjavaju gubitke mase na temperaturama od 240 i 400 oC, tj. tokom mehanohemijske aktivacije nastaju manje stabilna jedinjenja (hidroksid i karbonat vezani za hidroksimagnezit).

HVALA NA PAŽNJI

