

PRIPRAVA TANKIH KERAMIČKIH ZrO_2 PREVLAKA SOL-GEL PROCESOM

PREPARATION OF THIN CERAMIC ZIRCONIA COATINGS B SOL-GEL PROCCES

Hrvoje IVANKOVIĆ, Jelena MACAN

Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Marulićev trg 19, 10000 Zagreb

Tanke keramičke prevlake na metalnim supstratima mogu višestruko poboljšati njihovu mehaničku i kemijsku otpornost [1]. Djelomično stabilizirana ZrO_2 keramika (smjesa kubične i tetragonske ili monoklinske modifikacije ZrO_2) atraktivan je materijal za izradu takvih prevlaka zbog svoje tvrdoće, žilavosti i otpornosti na koroziju [2]. Klasične tehnike nanošenja keramičkih prevlaka međutim ne omogućuju postizanje ciljane mikrostrukture prevlake, a time i željenih svojstava. Stoga se u posljednje vrijeme sve veća pažnja posvećuje sol-gel postupku, kojim se mogu pripremiti solovi kontrolirane viskoznosti i postojanosti za tehnike nanošenja prevlaka uranjanjem, rotacijom ili naštrecavanjem. Velika prednost sol-gel prevlaka je i u niskoj procesnoj temperaturi, te visokoj čistoći i homogenosti pripremljenih prevlaka.

U ovom radu sol-gel postupkom pripremljeni su stabilni ZrO_2 solovi, prikladni za nanošenje tankih prevlaka na supstrate uranjanjem. Kao polazna tvar korišten je $Zr-n$ -butoksid, stabiliziran kompleksiranjem s acetilacetonom (2,4-pentandionom), uz dodatak itrijevog acetata kao stabilizatora kristalne faze. Proučavan je utjecaj parametara sinteze na stabilnost ZrO_2 solova, vrijeme geliranja i kristalizacijsko ponašanje. Napredovanje hidrolize i kondenzacije sola praćeno je Höpplerovim viskozimetrom. Pokazano je da stabilnost pripremljenih solova znatno ovisi o djelovanju acetilacetona, vode i dušične kiseline. Brzina hidrolize i kondenzacije $Zr-n$ -butoksida znatno se usporava s povećanjem molarnog omjera acetilacetona prema $Zr-n$ -butoksidu. Za molarni omjer 0-0,4 dolazi do trenutnog taloženja bijelog precipitata, kod 0,5 trenutno nastaje prozirni žuti gel, dok porastom omjera s 0,6 na 0,8 vrijeme geliranja raste s nekoliko sati na više mjeseci. Dušična kiselina pokazuje izrazito katalitičko djelovanje na brzinu hidrolize $Zr-n$ -butoksida, višestruko skraćujući vrijeme geliranja. Kristalizacijsko ponašanje prašaka dobivenih sušenjem gelova na $105^\circ C$ praćeno je simultanom diferencijalnom pretražnom kalorimetrijom i termogravimetrijskom analizom (DSC-TGA). Mineralni sastav uzoraka nakon toplinske obrade određen je rendgenskom difrakcijskom analizom (XRD). Pokazano je da na $400^\circ C$ kristalizira samo tetragonski ZrO_2 , koji ostaje stabilan do $900^\circ C$.

Iz priređenih stabilnih solova na čelične supstrate uranjanjem su nanošene probne prevlake. Praćena je kvaliteta prevlaka u ovisnosti o brzini izvlačenja supstrata iz sola, udjelu ZrO_2 u solu i viskoznosti sola.

[1] Atik M., Aegerter M.A., J. Non-Cryst. Solids **147&148** (1992) 813.

[2] Fischer T.E., Anderson M.P., Jahanmir S, J. Am. Ceram. Soc. **72** (1989) 252.