

PRIPRAVA CIRKONIJEVOG TITANATA SOL-GEL POSTUPKOM

SYNTHESIS OF ZIRCONIUM TITANATE BY SOL-GEL PROCESS

Jelena Macan, Daniela Dekanić i Hrvoje Ivanković
Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije Sveučilišta u Zagrebu, Marulićev trg 19,
10000 Zagreb, Hrvatska

Post C21

Cirkonijev titanat, $ZrTiO_4$, keramički je materijal visoke toplinske i kemijske postojanosti i dobrih električnih svojstava. Stoga je zanimljiv za pripremu senzora, elektroničkih komponenti u telekomunikacijama (kondenzatori, rezonatori i sl.), te kao katalizator. Porozni $ZrTiO_4$ pokazao se prikladnim za izradu senzora za vlagu u zraku [1]. Za sve te primjene bitna je visoka čistoća cirkonijevog titanata. Sol-gel postupak omogućuje pripremu vrlo čistog i homogenog keramičkog praha, uz temperature kristalizacije i nekoliko stotina stupnjeva niže od onih kod klasične metode pripreme. Kod keramike pripremljene sol-gel postupkom također je lakše kontrolirati mikrostrukturu dobivene keramike, uključujući i poroznost [2].

U ovom radu pripremljen je cirkonijev titanat sol-gel postupkom. Polazne tvari, cirkonijev butoksid i titanijev izopropoksid, stabilizirane su kompleksiranjem s acetilacetonom (2,4-pentadionom) i hidrolizirane stehiometrijskom količinom vode uz dušičnu kiselinu kao katalizator. Kristalizacijsko ponašanje prašaka dobivenih sušenjem gelova pri 105 °C i kalciniranjem pri 300 °C praćeno je simultanom diferencijalnom pretražnom kalorimetrijom i termogravimetrijskom analizom (DSC-TGA). Prašak kalciniran pri 300 °C zatim je toplinski obrađivan 2 sata pri odabranim temperaturama, i mineralni sastav uzoraka nakon toplinske obrade određen je rendgenskom difrakcijskom analizom (XRD) i Ramanovom spektroskopijom (RS). Praškasti uzorci također su ispitivani transmisijom elektronskom mikroskopijom (TEM), uz elektronsku difrakciju odabranog područja (SAED).

Pokazano je da kristalizacija cirkonijevog titanata vrlo brz proces, koji u neizotermnim uvjetima toplinske obrade u DSC peći počinje pri 693 °C a postiže maksimum već pri 696 °C. U izotermnim uvjetima obrade, nastajanje sitnih kristalita počinje već pri 620 °C (RS, SAED), no zbog male veličine kristalita taj uzorak je rendgenski amorfan. Uzorak obrađivan pri 635 °C u potpunosti je kristaliziran $ZrTiO_4$, a daljom toplinskom obradom do 1000 °C ne dolazi do faznog prijelaza već samo do rasta kristalita, što se očituje izraženijim difrakcijskim maksimumima difraktograma (XRD) i vrpčama Ramanovog spektra.

[1] I. C. Cosentino, E. N. S. Muccillo, R. Muccillo, *Sens. Actuator. B* **96** (2003) 677-683

[2] B. E. Yoldas, *J. Sol-Gel. Sci. Technol.* **1** (1993) 65-77