

Utjecaj dodatka cirkonijevog oksida na intenzitet abrazijskog trošenja aluminij-oksidne keramike

Cesarec, Paula

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:235:522353>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2024-04-19**

Repository / Repozitorij:

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



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Paula Cesarec

Zagreb, 2020.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:

Prof. dr. sc. Vera Rede, dipl. ing.

Student:

Paula Cesarec

Zagreb, 2020.

IZJAVA

Izjavljujem da sam ovaj rad izradila samostalno služeći se vlastitim znanjem stečenim na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, uz pomoć navedene literature.

Zahvaljujem svojoj mentorici prof. dr. sc. Veri Rede na mentorstvu, stručnoj pomoći, savjetima, trudu te utrošenom vremenu. Također, želim zahvaliti asistenticama Rei Veseli i Tajani Horvat na pruženoj pomoći i savjetima.

Posebno zahvaljujem svojoj obitelji, dečku, prijateljima i kolegama na strpljenju, povjerenju i iznimnoj podršci tijekom studiranja.

Ovaj rad izrađen je uz financijsku potporu Hrvatske zaklade za znanost u okviru projekta IP-2016-06-6000 *Napredna monolitna i kompozitna keramika za zaštitu od trošenja i korozije* (WECOR).

Paula Cesarec



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

Studentica: **Paula Cesarec**

Mat. br.: 0035208440

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Utjecaj dodatka cirkonijevog oksida na intenzitet abrazijskog trošenja aluminij-oksidge keramike**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Influence of zirconium oxide addition on the abrasion wear rate of alumina ceramics**

Opis zadatka:

Svojstva monolitne i kompozitne keramike, kao i drugih tehničkih materijala, ovise o njihovoj strukturi. Struktura keramike određena je kemijskim sastavom početne sirovine, ali i nizom drugih čimbenika, od faze pripreme sirovine do faze sinteriranja. U radu je potrebno usporediti intenzitet abrazijskog trošenja monolitne aluminij-oksidge keramike s kompozitnom keramikom, čija je matrica aluminijev oksid uz dodatak cirkonijevog oksida u količini od 1 i 10%. Uzorci za ispitivanje oblikovani su postupkom lijevanja suspenzije u gipsani kalup i sinterirani su u električnoj peći na temperaturi od 1650°C. Na uzorcima je potrebno provesti analizu mikrostrukture, mjerenje gustoće i ispitivanje otpornosti na abraziju. Dobivene rezultate potrebno je analizirati i na temelju toga donijeti odgovarajuće zaključke.

Zadatak zadan:

28. studenog 2019.

Zadatak zadala:

Prof. dr. sc. Vera Rede

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.

Predsjednik Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

SADRŽAJ

POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA	V
POPIS OZNAKA	VI
SAŽETAK	VII
SUMMARY	VIII
1. UVOD	2
2. KERAMIKA	3
2.1. Definicija keramike	3
2.2. Proizvodnja keramike [1, 2].....	3
2.3. Podjela keramike [1].....	5
2.4. Podjela tehničke keramike	6
2.5. Monolitna keramika	10
2.5.1. Oksidna keramika.....	10
2.5.2. Cirkonij-oksida keramika	13
2.6. Kompozitna keramika	14
3. TROŠENJE	16
3.1. Abrazija.....	16
3.2. Otpornost na abraziju [13]	18
3.3. Eksperimentalno određivanje otpornosti na abrazijsko trošenje [13]	19
3.4. Kritična veličina abrazivnoga zrna.....	20
3.5. Trenje i trošenje keramike [13].....	22
4. EKSPERIMENTALNI DIO.....	25
4.1. Cilj rada i provođenje ispitivanja	25
4.2. Izrada uzoraka	25
4.3. Provođenje ispitivanja	32
4.3.1. Mjerenje gustoće	32
4.3.2. Analiza mikrostrukture uzoraka.....	33
4.3.3. Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje	33
4.4. Rezultati ispitivanja	35
4.4.1. Rezultati mjerenja gustoće.....	35
4.4.2. Rezultati analize mikrostrukture	35
4.4.3. Rezultati ispitivanja otpornosti na abrazijsko trošenje.....	39
4.5. Analiza rezultata.....	40

ZAKLJUČAK	45
LITERATURA.....	46
PRILOZI	47

POPIS SLIKA

Slika 1.	Utjecaji na mikrostrukturu [1].....	5
Slika 2.	Različiti proizvodi od silikatne keramike [4]	7
Slika 3.	Različiti proizvodi aluminij-oksidge keramike [5]	8
Slika 4.	Proizvodi od aluminij-nitridge keramike [6]	8
Slika 5.	Mikrostruktura aluminij-oksidge keramike (99,7%) [1]	11
Slika 6.	Mikrostruktura aluminij-oksidge keramike s vrlo finim kristalima [1].....	12
Slika 7.	Mikrostruktura grubokristalne aluminij-oksidge keramike [1].....	12
Slika 8.	Abrazija [14]	16
Slika 9.	Jedinični događaj abrazije [15]	17
Slika 10.	<i>Taber abrader</i> [13].....	20
Slika 11.	Utjecaj veličine abrazivnoga zrna na abrazijsko trošenje materijala [16]..	20
Slika 12.	Utjecaj veličine abrazivnoga zrna na abrazijsko trošenje raznovrsnih materijala [17]	21
Slika 13.	Fizikalna svojstva keramike [13]	22
Slika 14.	Priprema uzoraka za brušenje.....	26
Slika 15.	Brušenje uzoraka.....	26
Slika 16.	<i>Nabertherm</i> - peć za sinteriranje	27
Slika 17.	Uzorci u peći za sinteriranje	28
Slika 18.	Uzorci nakon sinteriranja	28
Slika 19.	Uzorci u laboratorijskim čašama	29
Slika 20.	Čišćenje uzoraka u ultrazvučnom čistaju	29
Slika 21.	Sušionik.....	30
Slika 22.	Uzorci nakon sušenja	30
Slika 23.	Analitička vaga	31
Slika 24.	Uređaj za mjerenje gustoće uzoraka- <i>METTLER TOLEDO</i>	32
Slika 25.	Uređaj za ispitivanje otpornosti na trošenje	33
Slika 26.	Prijelomna površina monolitne aluminij-oksidge keramike dobivena detektorom sekundarnih elektrona (engl. <i>Secondary Electron – SE</i>)	36
Slika 27.	Prijelomna površina monolitne aluminij-oksidge keramike dobivena detektorom povratnog raspršenja (engl. <i>Back Scatter Electron - BSE</i>)	36
Slika 28.	Prijelomna površina kompozitne $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ keramike s 99 % Al_2O_3 + 1 % ZrO_2 dobivena detektorom sekundarnih elektrona (engl. <i>Secondary Electron - SE</i>)..	37
Slika 29.	Prijelomna površina kompozitne $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ keramike s 99 % Al_2O_3 + 1 % ZrO_2 dobivena detektorom povratnog raspršenja (engl. <i>Back Scatter Electron - BSE</i>)	37
Slika 30.	Prijelomna površina kompozitne $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ keramike s 90 % Al_2O_3 + 10 % ZrO_2 dobivena detektorom sekundarnih elektrona (engl. <i>Secondary Electron - SE</i>)..	38
Slika 31.	Prijelomna površina kompozitne $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ keramike s 90 % Al_2O_3 + 10 % ZrO_2 dobivena detektorom povratnog raspršenja (engl. <i>Back Scatter Electron - BSE</i>)	38
Slika 32.	Gubitak volumena na brusnom papiru P500	40
Slika 33.	Gubitak volumena na brusnom papiru P320	41
Slika 34.	Gubitak volumena na papiru 220	41
Slika 35.	Kumulativni prikaz gubitka volumena za sve uzorke.....	42

Slika 36.	Gubitak volumena za uzorak s 0 % ZrO_2	42
Slika 37.	Gubitak volumena za uzorak s 1 % ZrO_2	43
Slika 38.	Gubitak volumena za uzorak s 10 % ZrO_2.....	43
Slika 39.	Utjecaj srednjeg promjera abrazivnoga zrna na gubitak volumena	44

POPIS TABLICA

Tablica 1.	Tribološke karakteristike keramike [13].....	24
Tablica 2.	Kvalitete brusnoga papira i srednji promjer abrazivnoga zrna.....	34
Tablica 3.	Srednje vrijednosti mjerenja gustoće	35
Tablica 4.	Gubitak mase pri abrazijskom trošenju.....	39

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
l	mm	veličina zrna
K_k	MPam ^{1/2}	lomna žilavost
R_{ms}	MPa	savojna čvrstoća
t	°C	temperatura
F_N	N	normalna komponenta sile
F_t	N	tangencijalna komponenta sile
H_a	HV	tvrdoća abraziva po Vickersu
v_r	o/min	brzina rotacije
d_{krit}	μm	kritična veličina abrazivnoga zrna
ΔV	mm ³	gubitak volumena prilikom trošenja
ρ	kg/m ³	gustoća
q_t	J/kgK	specifična toplina taljenja
λ	W/mK	toplinska vodljivost
E	GPa	Youngov modul elastičnosti
v	m/s	obodna brzina
F	N	pritisna sila
L	m	duljina trošenja
ρ	g/cm ³	gustoća
Δm	mg	gubitak mase prilikom trošenja

SAŽETAK

Cilj ovoga rada bio je odrediti kako dodatak cirkonijskog oksida utječe na intenzitet abrazijskoga trošenja aluminijske keramike. Uspoređene su vrijednosti intenziteta abrazijskoga trošenja za monolitnu aluminijsku keramiku te kompozitnu aluminijsku keramiku s dodatkom od 1 i 10 % cirkonijskog oksida.

U teorijskom dijelu rada opisana je tehnička keramika s posebnim osvrtom na monolitnu i kompozitnu aluminijsku keramiku. Također je opisan abrazijski mehanizam trošenja, fenomen kritične veličine abrazivnoga zrna i istaknute su neke specifičnosti abrazijskoga trošenja keramike.

Provedena ispitivanja pokazala su da dodatak cirkonijskog oksida utječe na otpornost na abrazijsko trošenje aluminijske keramike, pri čemu je veličina abrazivnih čestica značajan čimbenik. Najveća otpornost na abrazijsko trošenje izmjerena je kod kompozitne keramike s 1 % cirkonijskog oksida, a najmanja kod monolitne aluminijske keramike.

S porastom abrazivnoga zrna intenzitet trošenja kod uzorka s 1 % cirkonijskog oksida kontinuirano raste, a kod uzorka s 10 % cirkonijskog oksida intenzitet trošenja raste eksponencijalno. Fenomen kritične veličine abrazivnoga zrna uočen je samo kod uzorka bez cirkonijskog oksida.

Ključne riječi: *aluminijska keramika, cirkonijski oksid, intenzitet abrazijskoga trošenja, kritična veličina abrazivnoga zrna*

SUMMARY

The purpose of this paper was to determine how the addition of zirconium oxide affects the abrasion wear rate of alumina ceramics. The values of the abrasion wear rate for monolithic and composite alumina ceramics with the addition of 1-10% of zirconium oxide were compared.

In the theoretical part of this paper, the technical ceramics were described, with a special review of monolithic alumina and composite alumina-zirconium ceramics. Also, the abrasion wear mechanism was described, along with the critical grain size effect. Some specifics of abrasion wear of ceramics were also pointed out.

The results showed that the addition of zirconium oxide affects the abrasion wear rate of alumina ceramics, where the grain size is also an important factor. The biggest resistance to abrasion wear was measured on composite ceramics with 1% zirconium oxide and the lowest values were detected on monolithic alumina ceramics. By increasing the grain size, the wear intensity of the sample with 1% zirconium oxide grows continuously, while the wear intensity of the sample with 10% zirconium oxide grows exponentially. The grain size effect is detected only on the sample without zirconium oxide.

Keywords: *alumina, zirconium oxide, abrasion wear rate, grain size effect*

1. UVOD

Suvremenim razvojem znanosti i tehnike sve više napreduje tehnologija, a time i zahtjevi koji se postavljaju na suvremene materijale. To se prije svega odnosi na povećanje čvrstoće, smanjenje mase proizvoda, povećanje kvalitete, produljenje vijeka trajanja te ekonomičnosti proizvoda. Kako bi keramika bila uspješno primijenjena bitno je osigurati dobru konstrukciju, a njenu proizvodnju prilagoditi materijalima. U današnje vrijeme, česti su zahtjevi za stvaranje proizvoda koji su „krojeni po mjeri“ u koje se keramika izvrsno uklapa. Keramički materijali ističu se po svojim izrazito dobrim svojstvima te se primjenjuju u mnogim područjima. Osnovna dobra svojstva keramike su velika tvrdoća, dobra otpornost na trošenje i koroziju, vrlo dobra otpornost pri visokim temperaturama povezana s malom gustoćom, toplinska i električna izolacija i dr. Suvremene vrste keramike postižu i velike vrijednosti čvrstoće, pogotovo savojne čvrstoće. Kao i kod ostalih, na svojstva keramičkih materijala znatno utječe njihova mikrostruktura. Odgovarajućim odabirom praha, oblikovanjem proizvoda i sinteriranjem, moguće je utjecati na mehanička i fizikalna svojstva keramike. Svojstva keramike nadmašuju gotovo sva svojstva polimera, a usporediva su sa svojstvima metala. Nasuprot metalima koji se odlikuju dobrom električnom i toplinskom vodljivošću, keramički materijali uglavnom su toplinski i električni izolatori. Bitno je naglasiti krhkost keramike, koju je potrebno uvijek uzeti u obzir prilikom primjene. Nadalje, keramika ima vrlo veliku tvrdoću i vrlo malu toplinsku rastezljivost, a zbog nedostatka plastične deformabilnosti iznimno je dimenzionalno stabilna. Za razliku od metala, ima puno bolja svojstva u uvjetima toplinskih opterećenja, a posebno je pogodna za primjene pri visokim temperaturama. Zbog tolikih prednosti danas je keramika nezamjenjiva u brojnim područjima, no njezin potencijal još uvijek nije potpuno iscrpljen. [1]

Zadnjih nekoliko godina posebna pozornost se posvećuje istraživanjima kompozitne keramike, pogotovo u smislu povećanja triboloških svojstava. Trošenje je najčešća nepoželjna pojava u svakom industrijskom sustavu, koja stvara potrebu za zamjenom dotrajalih dijelova. Što se tiče keramičkih materijala zanimljiva su sva tri osnovna mehanizma trošenja: abrazija, adhezija i umor površine. Zbog dobre kemijske postojanosti keramike mehanizam tribokorozije nije toliko prisutan.

2. KERAMIKA

2.1. Definicija keramike

Keramika je kao tehnički materijal poznata još od najranijih početaka ljudske civilizacije, a u zadnjih nekoliko desetljeća doživjela je svoj procvat. Keramički materijali predstavljaju skupinu materijala koji su anorganski i nemetalni. Oblikovani su najčešće na sobnoj temperaturi iz sirove mase, a svoja tipična svojstva postižu tek nakon postupka pečenja, odnosno sinteriranja koji se odvija pri visokim temperaturama. Keramički proizvodi imaju svoja posebna svojstva koja su posljedica njihove mikrostrukture i specifičnog sastava. [1]

2.2. Proizvodnja keramike [1, 2]

U proizvodnji keramičkih proizvoda koriste se prirodne i sintetičke sirovine. Postoji puno postupaka u proizvodnji keramičkih proizvoda, a u grubo se mogu podijeliti u nekoliko faza. Prva faza u proizvodnji keramike je priprava mase, odnosno praha. Ova faza sastoji se od:

- mljevenja
- miješanja
- filtriranja
- granuliranja
- sušenja.

Pripremljenu masu moguće je oblikovati u sirovac na sljedeće načine:

- suhim ili mokrim prešanjem
- izostatičkim prešanjem
- ekstrudiranjem
- suspenzijskim lijevanjem
- injekcijskim lijevanjem
- obradom u sirovom stanju (tzv. zelena obrada)
- obradom u pretpečenom stanju (tzv. bijela obrada).

Sljedeći korak je priprema sirovca za pečenje. To uključuje niz postupaka:

- sušenje
- uklanjanjem veziva (izgaranje)
- prožarivanjem (pretpečenje)
- prevlačenjem caklinom (glaziranje).

Ključna faza u izradi keramičkog proizvoda je faza sinteriranja. Neki od tih postupaka su:

- reakcijsko sinteriranje
- sinteriranje u različitim zaštitnim atmosferama
- sinteriranje uz vruće prešanje (HP- Hot Pressing)
- sinteriranje uz vruće izostatičko prešanje (HIP- Hot Isostatic Pressing).

Nakon postupka sinteriranja kod nekih proizvoda potrebna je i završna obrada, koja se može provesti: [2]

- rezanjem i obradom laserom
- elektroerozijom
- brušenjem dijamantnim alatima
- lepanjem
- honanjem
- poliranjem.

Izradci se nakon svega čiste, spajaju i montiraju, a na gotovim izradcima se mogu provesti završna ispitivanja, prema specifičnim zahtjevima kupaca.

Na slici 5 prikazano je sinergijski utjecaj vrste i kvalitete praha primijenjenog oblikovanja i sinteriranja na mikrostrukturu i na svojstva keramičkih materijala. Različitim kombinacijama moguće je dobiti po svojstvima vrlo različiti keramički materijal.



Slika 1. Utjecaji na mikrostrukturu [1]

2.3. Podjela keramike [1]

Jedan od kriterija na temelju kojeg se radi podjela keramičkih materijala je veličina kristalnoga zrna, a prema ovom kriteriju keramika se dijeli na grubu i finu. Granične vrijednosti veličine zrna iznose od 0,1 mm do 0,2 mm. Ako je veličina zrna sastavnih dijelova strukture manja od 0,1 mm i nevidljiva oku, radi se o sitnozrnatoj (finoj) keramici.

Podjela keramike:

- fina keramika (veličina zrna manja od 0,1 mm)
 - tehnička keramika
 - keramika za kuhinjsko posuđe
 - keramika za ukrase
 - keramika za sanitarije

- zidne i podne pločice
- brusna sredstva na keramičkoj osnovi
- gruba keramika (veličina zrna iznosi od 0,1 do 0,2 mm)
 - opeka
 - drugi konvencionalni vatrostalni materijali.

2.4. Podjela tehničke keramike

Svi keramički materijali i proizvodi namijenjeni za tehničku primjenu obuhvaćeni su pojmom tehnička keramika. Prema veličini kristalnog zrna tehnička keramika spada u finu keramiku, a moguće ju je podijeliti s obzirom na namjenu te kemijsku strukturu. [1]

Prema namjeni tehnička keramika dijeli se na: [3]

- visokokvalitetnu keramiku - visokorazvijeni i visokokvalitetni keramički materijali koji su pretežno nemetalni i anorganski te posjeduju određena svrhovita svojstva
- konstrukcijsku keramiku (tehničku ili inženjersku) - materijali koji su u bilo kojem obliku sposobni izdržati mehanička opterećenja (npr. savojna i tlačna)
- funkcionalnu keramiku - visokokvalitetni materijali čija svojstva koriste za neku aktivnu funkciju (npr. keramički dijelovi koji pokazuju posebna električna, magnetska, dielektrična ili optička svojstva)
- elektrokermiku - visokokvalitetni keramički materijali koji se primjenjuju u elektrotehnici i elektronici
- rezu keramiku - visokokvalitetni materijali, otporni na trošenje i visoke temperature, prikladni za izradu alata obradom odvajanjem čestica (tokarenje, bušenje, glodanje)
- biokeramiku - visokokvalitetna keramika primjenjiva u biomedicini, tj. ljudskom organizmu (za nadomjestke, izradu i popravak tvrdog tkiva, kostiju, zubi, itd.).

Prema elementarnom kemijskom sastavu, tehnička keramika podijeljena je u sljedeće skupine: [1]

- silikatna keramika
- oksidna keramika
- neoksidna keramika.

Ovo je podjela koja se najčešće koristi.

Na slici 2 prikazani su proizvodi napravljeni od različitih vrsta silikatne keramike. [4]

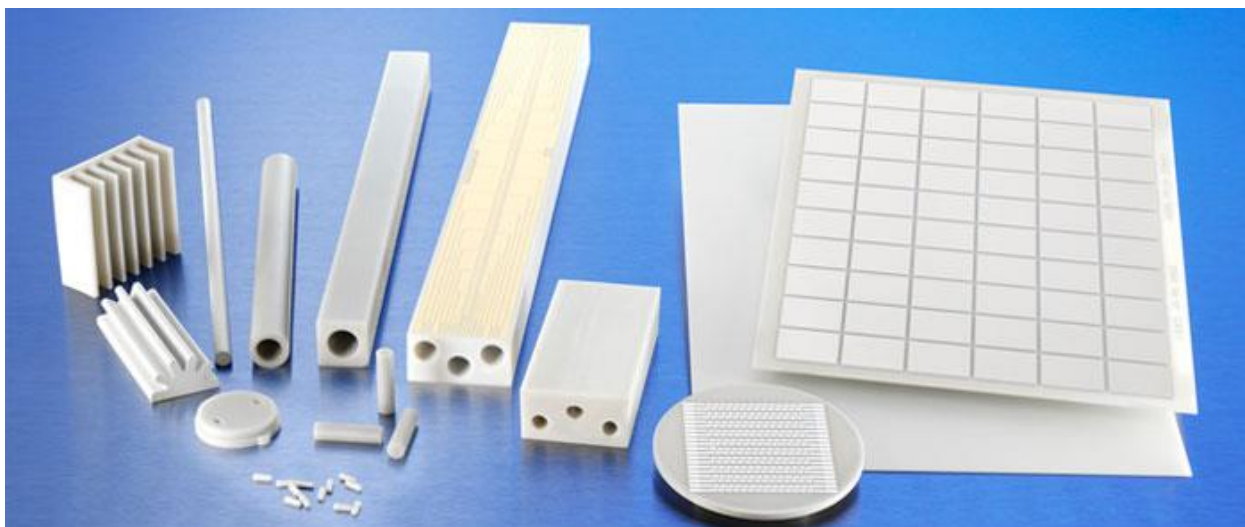


Slika 2. Različiti proizvodi od silikatne keramike [4]

Na slici 3 vide se proizvodi od aluminij-oksidge keramike [5], a na slici 4 proizvodi od neoksidne aluminij-nitridne keramike. [6]



Slika 3. Različiti proizvodi aluminij-oksidge keramike [5]



Slika 4. Proizvodi od aluminij-nitridne keramike [6]

Većinski dio keramike s finijim kristalnim zrnima pripada skupini silikatne keramike, koja je ujedno i najstarija vrsta keramike. U silikatnu keramiku ubrajaju se porculan, steatit, kordijerit i mulit. Zbog niskih temperatura sinteriranja, dobre kontrole procesa i velike dostupnosti

sirovine ova skupina pristupačnija je i jeftinija od oksidne i neoksidne keramike. Primjenjuje se najčešće u termotehnici, mjernoj i regulacijskoj tehnici, u području vezanom uz zaštitu okoliša, u tehnici visokog i niskog napona, za izradu elektroinstalacija te za izradu vatrostalnih proizvoda.

Oksidna keramika predstavlja materijal koji se sastoji uglavnom od jednokomponentnih (>90%) i jednofaznih metalnih oksida. Udio staklene faze kod takvih materijala izrazito je nizak ili čak nikakav. Njihove sirovine proizvode se sintetičkim putem i imaju velik stupanj čistoće. Za poboljšana svojstva odgovorna je ujednačena mikrostruktura do koje dolazi zbog visoke temperature sinteriranja. Oksidna keramika podijeljena je na jednokomponentne i višekomponentne sustave. [1]

Kao primjer jednokomponentnih sustava navode se:

- aluminijev oksid
- magnezijev oksid
- cirkonijev oksid
- titanijev oksid (materijal za kondenzatore).

Višekomponentna oksidna keramika podijeljena je na:

- miješanu oksidnu keramiku - aluminijev titanat i olovni cirkonij-titanat (piezokeramika)
- kompozitnu keramiku - aluminijev oksid ojačan cirkonijskim oksidom (ZTA – $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$).

Primjena oksidne keramike uglavnom je u području elektrotehnike i elektronike, a primjenjuje se i kao konstrukcijska keramika te za neelektrične primjene. Najznačajnija svojstva oksidne keramike su lomna žilavost, otpornost na trošenje i otpornost na visoke temperature te korozijska postojanost.

Za neoksidnu keramiku karakteristični su materijali na temelju spojeva bora, ugljika, dušika i silicija (izuzev ugljičnih proizvoda od amorfnog grafita). Dobra električna vodljivost odlika je karbida koji spadaju u skupinu neoksidne keramike. Zbog velikog udjela kovalentnih veza, neoksidna keramika ima izvrsna mehanička svojstva koja zadržava i pri visokim

temperaturama: visok modul elastičnosti, visoka čvrstoća i tvrdoća, izvrsna otpornost na koroziju i trošenje. [1]

Najpoznatiji predstavnici neoksidne keramike su:

- silicijev karbid
- silicijev nitrid
- aluminijski nitrid
- bor-karbid
- bor-nitrid.

2.5. Monolitna keramika

2.5.1. Oksidna keramika

Najpoznatiji materijal iz grupe oksidne keramike s najširokom primjenom je aluminijski oksid - Al_2O_3 . [7] Najbitnija svojstva gusto sinteriranog aluminijskog oksida su: [1]

- velika čvrstoća i tvrdoća
- temperaturna stabilnost
- velika otpornost na trošenje i korozijska postojanost pri povišenim temperaturama.

Aluminijski oksid ili glinica, ima jake ionske veze, što pogoduje porastu željenih svojstava materijala. Može postojati u nekoliko kristalnih faza, koje se pri povišenim temperaturama ponovo vraćaju u heksagonalnu alfa fazu. Alfa faza aluminijskog oksida je najjača i najžilavija u odnosu na ostalu oksidnu keramiku. Također, ostala gore navedena svojstva čine ga materijalom pogodnim za širok raspon primjena. [8]

Sintetički materijali koji se uobičajeno koriste imaju udio aluminijskog oksida u rasponu od 80 % do 99 %. Na slici 5 prikazana je mikrostruktura aluminij-oksidne keramike s visokim udjelom Al_2O_3 . Udio aluminijskog oksida određuje tehnička i ekonomska svojstva keramičkih materijala. Za materijal koji ima viši udio aluminijskog oksida ne znači nužno da on zadovoljava sve tehničke zahtjeve u primjeni. Kod takve vrste keramike, s jednakim udjelom

aluminijeva oksida, ali od različitih proizvođača, također je moguća pojava različitih mehaničkih svojstava. Razlog tome su različite recepture praha. [1]

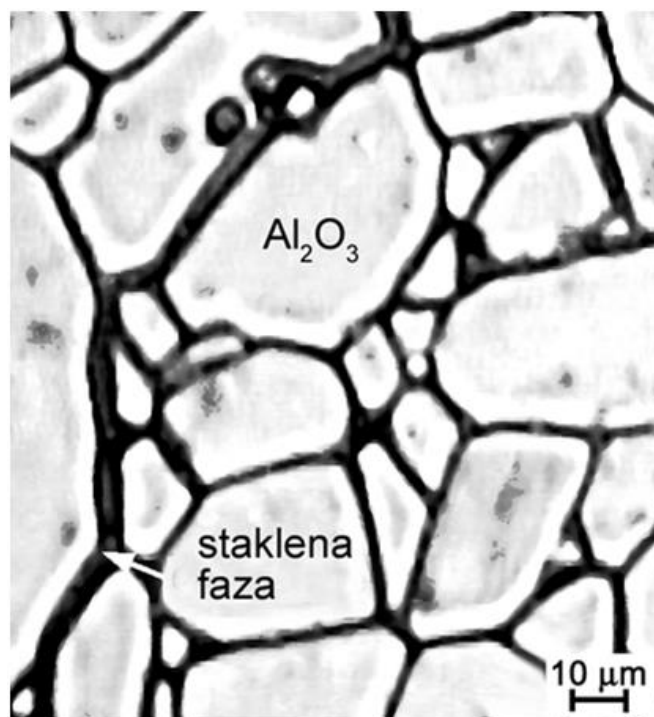


Slika 5. Mikrostruktura aluminij-oksidge keramike (99,7%) [1]

Kod primjene u uvjetima velikih mehaničkih opterećenja, naglasak se stavlja na posebna svojstva kao što su savojna čvrstoća, otpornost na trošenje i otpornost na visoke temperature. Aluminij-oksidge keramika može se bitno razlikovati po strukturi, ali i po svojstvima. [9] Na slikama 6 prikazana je mikrostruktura aluminij-oksidge keramike s vrlo finim zrnima, a na slici 7 mikrostruktura grubozrnatog aluminij-oksidge keramike.



Slika 6. Mikrostruktura aluminij-oksidge keramike s vrlo finim kristalima [1]



Slika 7. Mikrostruktura grubokristalne aluminij-oksidge keramike [1]

Keramika na temelju aluminijeva oksida ima vrlo dobar omjer cijene i kvalitete te univerzalna svojstva.

Zbog toga je njena primjena najveća u sljedećim područjima: [9]

- industrija sanitarija – za brtvene elemente
- elektrotehnika – za izolacijske dijelove
- elektronika – za supstrate
- strojogradnja i postrojenja – za dijelove otporne na trošenje
- kemijska industrija - materijal otporan na koroziju, visokotemperaturne pare, taljevinu i trošku te za filtre
- mjerna tehnika - zaštitne cijevi termoelemenata za mjerenja pri visokim temperaturama
- medicina – za implantate
- visoke temperature - za sapnice plamenika, nosive cijevi grijača.

Lomna žilavost monolitne aluminij-oksidge keramike poprilično je niska te iznosi $<5 \text{ MPam}^{1/2}$. Ova vrsta keramike ima veliku otpornost na trošenje, a savojna čvrstoća je uglavnom manja od 600 MPa. Mehanička i tribološka svojstva aluminij-oksidge keramike mogu se poboljšati dodatkom cirkonijevog oksida, stabiliziranog itrijem. Cirkonijev oksid nalazi se u tetragonalnoj modifikaciji ($t\text{-ZrO}_2$). Cirkonijev oksid stabiliziran itrijem posjeduje relativno visoku lomnu žilavost ($6\text{-}15 \text{ MPam}^{1/2}$), visoku savojnu čvrstoću (1000-1500 MPa) i visoku otpornost na trošenje. [9]

2.5.2. Cirkonij-oksidge keramika

Cirkonijev dioksid, često zvan cirkonijev oksid (ZrO_2), ističe se zbog sljedećih svojstava: [1]

- velike lomne žilavosti
- toplinske rastezljivosti, slične sivim ljevovima
- velike savojne i vlačne čvrstoće
- velike otpornosti na trošenje i koroziju
- male toplinske vodljivosti

- vodljivosti kisikovih iona
- vrlo dobrih triboloških svojstava.

Pojavljuje se u monoklinskoj, tetragonskoj i kubičnoj kristalnoj modifikaciji ovisno o temperaturi. Na temperaturama ispod 1170 °C cirkonijev oksid transformira se u monoklinsku kristalnu rešetku (m-ZrO₂), između 1170 °C i 2370 °C poprima tetragonsku kristalnu rešetku (t-ZrO₂), a iznad 2370 °C poprima kubičnu kristalnu rešetku (c-ZrO₂). Transformacija iz tetragonske u monoklinsku rešetku odvija se velikom brzinom uz popratnu pojavu porasta volumena 3-5 %. Takva transformacija pri hlađenju uzrokuje lomove velikih razmjera, oslabljuje mehanička svojstva gotovih proizvoda te čisti cirkonijev oksid postaje beskoristan za primjenu. Iz tog razloga proizvodnja gusto sinteriranih dijelova izvodi se u kubičnoj i/ili tetragonsko-kubičnoj modifikaciji. Kako bi se usporila i eliminirala kristalna transformacija dodaju se određene količine aditiva (stabilizatora) koji omogućavaju zadržavanje visokotemperaturne kubične (i/ili djelomično tetragonalne) strukture na sobnoj temperaturi. Stabilizatori ili aditivi koji se dodaju cirkonijevom oksidu mogu biti u obliku magnezijeva oksida (MgO), kalcijeva oksida (CaO), ili itrijeva oksida (Y₂O₃), a u nekim slučajevima moguć je dodatak cerijeva oksida (CeO₂), skandijeva oksida (ScO₃) ili iterbijeva oksida (YbO₃). [1, 7, 9]

Prema zadržanoj kristalnoj rešetci na sobnoj temperaturi, ZrO₂ može biti klasificiran kao: [9]

- potpuno stabiliziran cirkonij oksid (eng. fully stabilized zirconia - FSZ)
- djelomično stabiliziran cirkonij oksid (eng. partly stabilized zirconia - PSZ).

2.6. Kompozitna keramika

Kompozitni materijali proizvode se spajanjem dvaju ili više materijala različitih svojstava s jasno definiranom granicom između njih. Svrha kompozitnih materijala je dobivanje novog materijala takvih svojstava, kakva ne posjeduje ni jedna od komponenti zasebno. Sastavljeni su od dva osnovna konstituenta: matrice i ojačala. Glavne zadaće matrice su da druži ojačala zajedno, štiti ih od vanjskih utjecaja, daje vanjsku formu kompozitu, ima važnu ulogu u prijenosu opterećenja na ojačalo, itd. Ojačala osiguraju visoku čvrstoću, visoki modul elastičnosti (krutost) te otpornost na trošenje. [10]

Aluminij-oksida keramika ojačana cirkonijevim oksidom spada u kompozitnu keramiku. U praksi se najčešće koristi naziv cirkonijem ojačana aluminij-oksida keramika (eng. zirconia toughened alumina - ZTA). Cirkonij se dodaje različitim vrstama keramičkih materijala radi povećanja njihove žilavosti, primjerice aluminijevom oksidu koji ima relativno nisku lomnu žilavost od 4-6 MPam^{1/2}. Najveći nedostatak cirkonijevog oksida je visoka cijena. Prvu takvu ojačanu keramiku razvio je Claussen, prikazavši značajan efekt transformacijskog očvrnuća nestabilnog tetragonalnog cirkonijevog oksida pomiješanoga s aluminij-oksidnom matricom. Zadržavanje takvih čestica olakšano je mehaničkim ograničenjima nametnutim od aluminijeva oksida velikog modula elastičnosti. Zbog niske žilavosti aluminijeva oksida, česta je pojava pukotina, koje se ne mogu spriječiti plastičnom deformacijom, već propagiraju dok ne dođe do loma cijelog materijala. Uzrok tome su pogreške na površini, odnosno mjesta najvećih naprezanja. Transformacijsko očvrnuće i mikropukotine zajedno doprinose povećanju žilavosti aluminijeva oksida. Nestabilna aluminij-oksida ojačana cirkonijevim oksidom može postići savojnu čvrstoću do 1200 MPa i lomnu žilavost od oko 16 MPam^{1/2} pri udjelu od 15 % ZrO₂. [1, 7, 11, 12]

Odgovarajućom kombinacijom prahova ovih keramika te pravilnim vođenjem procesa moguće je postići poboljšanje svojstava keramike, prvenstveno žilavosti. Nastali materijal također će biti jeftiniji od čistog cirkonijevog oksida. Poboljšanja svojstava keramike s matricom aluminijevog oksida mogu se postići dodatkom malog udjela cirkonijeva oksida do volumnog udjela od oko 10 %. Takvo očekivanje odnosi se na sljedeća svojstva: [1, 12]

- savojnu čvrstoću
- lomnu žilavost
- modul elastičnosti
- toplinsku rastezljivost.

3. TROŠENJE

Trošenje se definira kao postupni gubitak materijala s površine krutog tijela nastao uslijed dinamičkog dodira s drugim krutim tijelom, fluidom i/ili česticama.

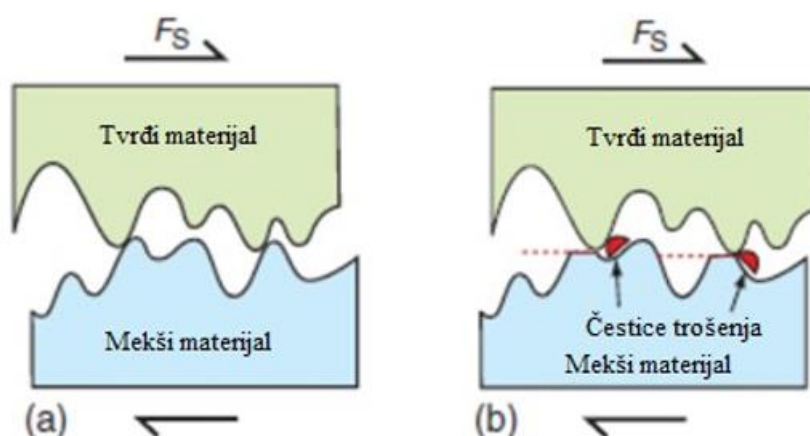
Postoje četiri osnovna mehanizma trošenja:

- abrazija
- adhezija
- umor površine
- tribokorozija.

Mehanizmi trošenja površine prikazuju se jediničnim događajima. Jedinični događaj je onaj redoslijed zbivanja koji dovodi do odvajanja jedne čestice trošenja s trošene površine. Sastoji se od procesa nastajanja pukotina i procesa napredovanja pukotina. [13]

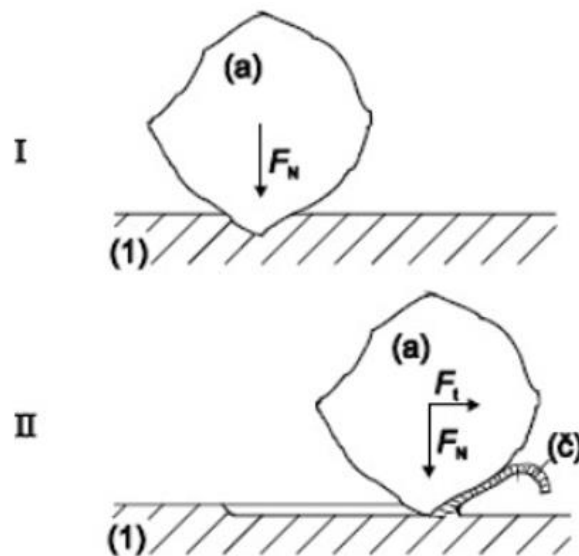
3.1. Abrazija

Do abrazijskog trošenja dolazi zbog prodiranja vrhova tvrdog materijala u površinske slojeve mekšeg materijala te njegovog brazdanja pri uzajamnom gibanju tijela. [14] Ono je najčešći mehanizam trošenja, prikazan na slici 8.



Slika 8. Abrazija [14]

Abrazija se također može definirati kao mikrorezanje abrazivom nedefinirane geometrije oštrice, s dvije faze jediničnog događaja, prikazane na slici 9. [15]



Slika 9. Jedinični događaj abrazije [15]

Jedinični događaj abrazije sastoji se od 2 faze:

- I. faza - prodiranje abraziva odnosno tvrdog materijala (a) u površinu materijala (1) pod utjecajem normalne komponente opterećenja F_N .
- II. faza - istiskivanje materijala u obliku čestica trošenja (č) pod utjecajem tangencijalne komponente opterećenja F_t .

Mehanizam abrazije moguće je sagledati iz nekoliko različitih aspekata: [13]

1. Ovisno o strukturi tribosustava abrazija se dijeli na:

- a) Abraziju u dodiru dvaju tijela - tribosustav se sastoji od abrazivnoga tijela i abrazivnoga protutijela.
- b) Abraziju u dodiru triju tijela - tribosustav se sastoji od abrazivnoga tijela i abrazivnoga protutijela i međutijela (čestice). Čestice se gibaju slobodno između funkcionalnih dijelova djelujući abrazijski.

2. Ovisno o međusobnu djelovanju između abrazijskih čestica i trošene površine podjela je sljedeća:

- a) Mikrobrazdanje - odnošenje materijala proporcionalno je volumenu brazde koja nastaje pri prolazu jedne abrazijske čestice, uslijed plastične deformacije. Rubovi brazde moraju se odvojiti od površine u obliku produkata trošenja. U idealnom slučaju mikrobrazdanja, produkti trošenja neće biti proizvedeni, nego će čestica materijal potisnuti u stranu u obliku bočnih „grebena“.
- b) Mikrorezanje - volumen zareza nastao prolaskom abrazivne čestice jednak je odnošenju materijala.
- c) Mikronaprsnuća - materijal se odnosi s krhke površine mehanizmom nastanka i širenja mikropukotina. Kod ovoga mehanizma veći djelići materijala odnose se s površine.
- d) Mikroumor – nastaje uslijed učestalog izmjeničnog opterećenja. Odnosnje materijala odvija se mehanizmom umora površine. Zbog izloženosti materijala trenutnim deformacijama nastaju mikropukotine koje se šire te u konačnici uzrokuju odvajanje dijelova materijala trošene površine.

3. Ovisno o međusobnu odnosu tvrdoća abraziva i materijala trošene površine moguća su tri slučaja:

- a) čista abrazijska
- b) selektivna abrazijska
- c) nulta abrazijska.

3.2. Otpornost na abrazijsku [13]

Otpornost na I. fazu mehanizma abrazijske (prodiranje abraziva u površinu materijala) određuje se pomoću međusobnog omjera mikrotvrdoće abraziva i materijala trošene površine. Aluminijski oksid koristi se kao abraziv, a njegova tvrdoća iznosi 1800 - 2000 HV.

Na otpornost na II. fazu mehanizma abrazijske (istiskivanje materijala u obliku čestice trošenja)

najviše utječe način napredovanja pukotine koji može biti:

- duktilni
- krhki
- umor površine.

3.3. Eksperimentalno određivanje otpornosti na abrazijsko trošenje [13]

Radi utvrđivanja otpornosti materijala na abrazijsko trošenje, razvijene su eksperimentalne metode. Najpoznatije su:

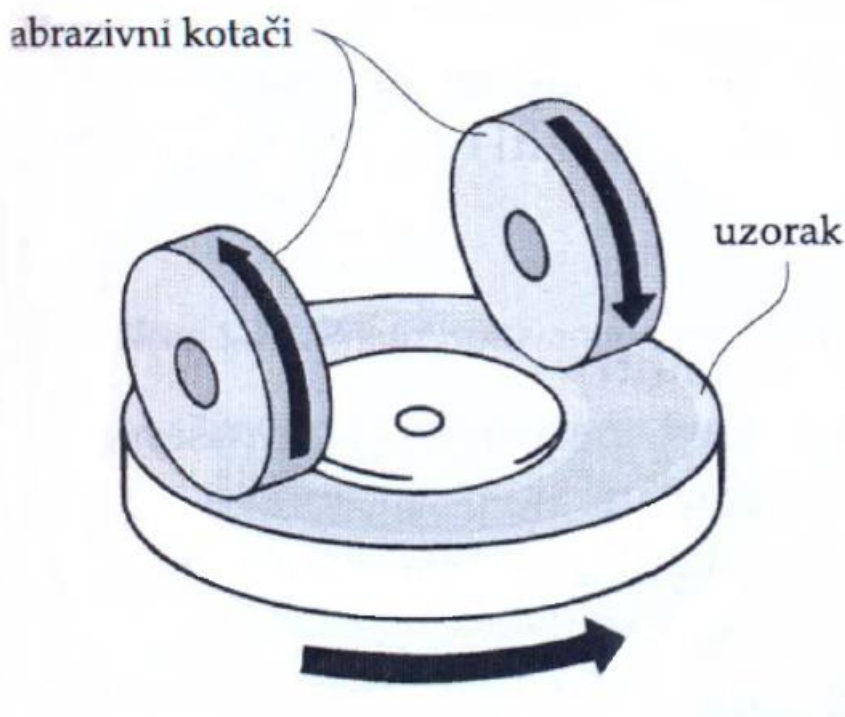
1. ispitivanje suhi pijesak/gumeni kotač
2. taber abrazija
3. ispitivanje trošenja kuglicom.

Taber abrazija

Taber abrader je uređaj koji mjeri broj okretaja potreban za oštećivanje površinskog sloja i Taber indeks trošenja koji je funkcija gubitka mase i broja okretaja. Uređaj je napravljen za ispitivanje trošenja ravnih uzoraka. Njime se ispituje otpornost na abraziju različitih vrsta površinskih prevlaka u suhom i vlažnom okruženju.

Uređaj se sastoji od dva abrazijska kotača koji se rotiraju zajedno s uzorkom. Brzina rotacije stolića na kojemu se nalazi uzorak iznosi 60 o/min. Rotacija stolića uzrokuje rotaciju para abrazivnih kotača u suprotnu smjeru i konačno abraziju uzorka u njihovoj dodirnoj liniji. Trag nastao trošenjem prstenastog je oblika, a čestice trošenja neprekidno se uklanjaju pomoću neprekidnog ispušnog uređaja. Trošenje se iskazuje preko gubitka mase dobivenog mjerenjem mase čistog uzorka na početku i na završetku Taber testa.

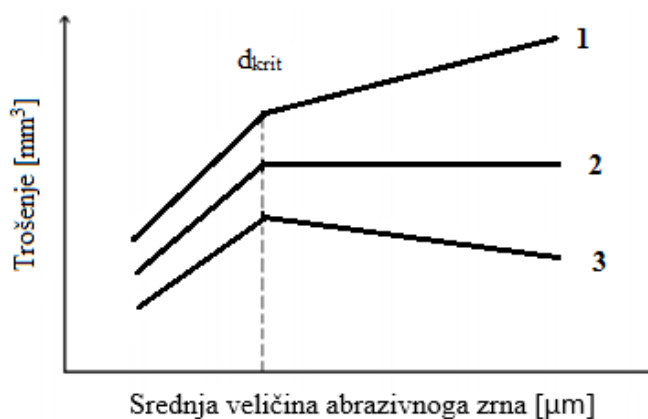
Uređaj za mjerenje otpornosti na abrazijsko trošenje prikazan je na slici 10.



Slika 10. Taber abrader [13]

3.4. Kritična veličina abrazivnoga zrna

Na trošenje materijala bitno utječe veličina abrazivnoga zrna. Za vrlo fine abrazivne čestice volumen potrošenog materijala se linearno mijenja s veličinom abrazivnih čestica. Trošenje materijala povećava se proporcionalno s veličinom abrazivnoga zrna sve dok abrazivne čestice ne dosegnu kritičnu veličinu abrazivnog zrna d_{krit} (engl. *critical particle size* – CPS). Nakon d_{krit} , stopa trošenja se mijenja, prikazano na slici 11.



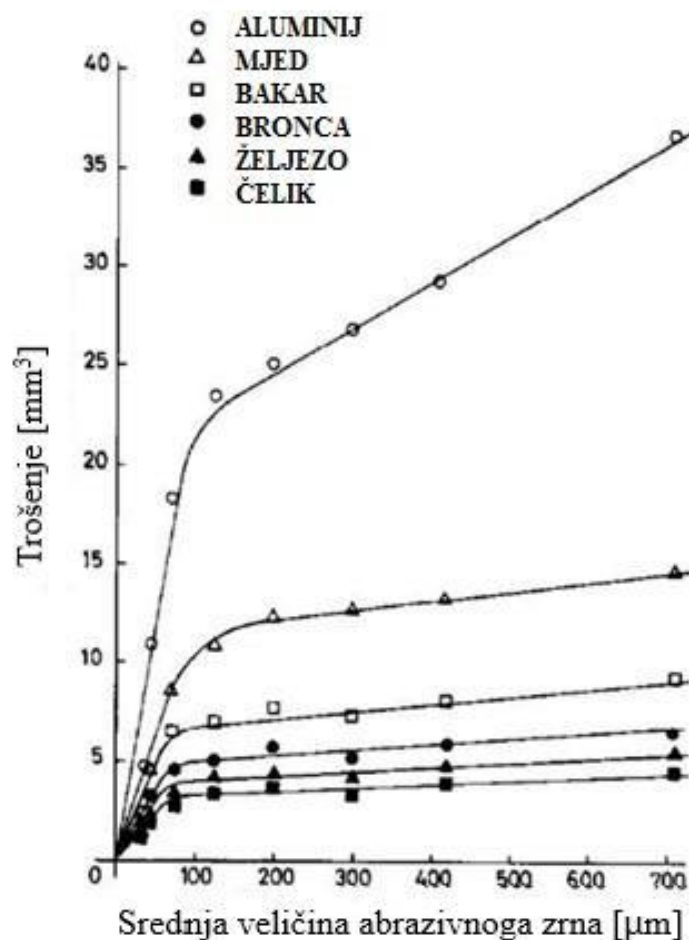
Slika 11. Utjecaj veličine abrazivnoga zrna na abrazijsko trošenje materijala [16]

Moguća su tri slučaja:

1. krivulja - trošenje i dalje raste, ali malom brzinom
2. krivulja - trošenje se odvija gotovo konstantno
3. krivulja - trošenje materijala se smanjuje.

Fenomen kritične veličine abrazivnog zrna javlja se kod abrazije u dodiru dvaju tijela, abrazije u dodiru triju tijela, erozije te procesima obrade odvajanjem čestica. [16]

Na slici 12 prikazani su rezultati istraživanja koje su proveli G.K. Nathan i W.J.D. Jones gdje se vidi kako veličina abrazivnog zrna utječe na abrazijsko trošenje različitih tehničkih materijala. [17]



Slika 12. Utjecaj veličine abrazivnog zrna na abrazijsko trošenje raznovrsnih materijala [17]

3.5. Trenje i trošenje keramike [13]

Keramički materijali izrađuju se zagrijavanjem različitih praškastih spojeva na visoke temperature pri kojima se odvija sinteriranje i tako nastaje kompaktni tvrdi materijal. Takav materijal izrazito je visoke tvrdoće, dobre kemijske postojanosti te povišene otpornosti na trošenje, često mnogo veće od one koju imaju metali. Tribološke karakteristike keramike ovise o sljedećim čimbenicima:

- kemijskom sastavu i svojstvima
- uvjetima klizanja (brzina, opterećenje i temperatura)
- uvjetima okoliša
- karakteristikama drugoga tijela u kontaktu.

Na fizikalna svojstva keramike najviše utječe proces proizvodnje. Za isti materijal postizive su različite vrijednosti svojstava poput tvrdoće i čvrstoće. Proces proizvodnje znatno utječe i na poroznost i veličinu zrna keramike.

Fizikalna svojstva različitih vrsta keramike prikazana su na slici 13.

Keramika		Gustoća [kg/m ³]	Tvrdoća, HV	Max. radna temp. [°C]	Specifična toplina [J/kgK]	Toplinska vodljivost [W/mK]	Youngov modul [GPa]
Al ₂ O ₃		3900	1500-1600	1800	920	28-35	330-400
safir, tvrdi oblik Al ₂ O ₃		3985	2500-3000	1800-1950	753	41,9	-
AlN		3250	1200	1200	800	165	-
B ₄ C (toplo prešani)		2450	3200	700-800	950	27-36	440-470
BN (toplo prešani)		1800	Jako mekani	950-1200	780	15-33	20-100
SiC	(toplo prešani)	3150	2400-2800	1500-1650	670-710	90-160	350-440
	(reakcijski vezan)	3100	2500-3500	1400-1650	670-710	200	410
SiN	(toplo prešani)	3110	1700-2200	1100-1650	680-800	15-43	280-310
	(reakcijski vezan)	2400	800-1000	1200-1500	690	10-16	170-220
sialon		3240	1650-1800	1500	620-710	20	280-300
ZrO ₂		5740	1200	2200	470	1,3	200

Slika 13. Fizikalna svojstva keramike [13]

Svaki keramički materijal ima svoje posebne prednosti i nedostatke. Aluminijski oksidi su vrlo tvrdi, ali krhki dok je za cirkonijski oksid uobičajen nagli pad žilavosti na temperaturama od oko 500 °C. U odnosu na karbidnu i nitridnu keramiku, oksidna keramika je znatno stabilnija, ali poznato je da su mnogi oksidi osjetljivi na pojavu pukotina prouzročenim naprezanjima pod djelovanjem vlage. Većina keramičkih materijala znatno podliježe trošenju, osobito u suhim uvjetima.

Suho trenje i trošenje keramike pri sobnoj temperaturi

Faktori trenja keramičkih materijala dosta su visoki i u rasponu od 0,5 do 0,9 u vakuumu i suhim plinovima, a u zraku od 0,3 do 1,0. Prilikom trenja i trošenja keramike na zraku pri malim brzinama i niskim silama pritiska dolazi do srednjeg intenzivnog trošenja.

Povećanjem brzine i pritiska odvija se prijelaz na intenzivno trošenje. Do ubrzavanja trošenja često dolazi pri velikim brzinama i povišenim temperaturama. Kod keramičkih materijala s nižim faktorom toplinske vodljivosti javlja se nagli porast brzine trošenja s porastom brzine gibanja nego kod keramike s višim faktorom toplinske vodljivosti. Keramika je specifična zbog krhkosti te potencijalnog nastanka toplinskih naprezanja uslijed naglog hlađenja koji dovodi do loma materijala.

U tablici 1 prikazane su tribološke karakteristike različitih vrsta keramike u kontaktu bez maziva.

Tablica 1. Tribološke karakteristike keramike [13]

Vrsta keramike i svojstva	Okolina	Tribološke karakteristike
Aluminij-oksida keramika - visoka tvrdoća - niska lomna žilavost	vakuum ili suhi plin	- jako trenje i trošenje, sklonost trošenju poradi krhkog mikroloma i čupanja zrna; dokazana plastična deformacija pri povišenim temperaturama uz smanjenje trošenja
	zrak	- slabije trenje i trošenje
	vlaga ili mokra okolina	- moguće podmazivanje u vodi
Očvrsnuta cirkonij oksida keramika - visoka lomna žilavost - umjerena tvrdoća - niska toplinska vodljivost	vakuum ili suhi plin	- jako trenje i trošenje
	zrak	- slabo trenje i trošenje pri malim brzinama; - jako trenje i trošenje pri većim brzinama i opterećenjima; - ubrzano trošenje pri povišenim temperaturama; - pojava plastične deformacije i delaminacije
	vlaga ili mokra okolina	- pukotine poradi napetostne korozije u prisutnosti molekula vode
Silicijska keramika (SiC, SiN, sialon) - niska ili umjerena loma žilavost - visoka tvrdoća	vakuum ili suhi plin	- jako trenje i trošenje
	zrak	- tribokemijske reakcije uz formiranje silidij dioksida uz prisutnost kisika/zraka
	vlaga ili mokra okolina	- tribokemijske reakcije u vodi i vlažnom zraku, smanjenje trenja i trošenja

4. EKSPERIMENTALNI DIO

4.1. Cilj rada i provođenje ispitivanja

Osnovni cilj rada bio je odrediti kako dodatak cirkonijskog oksida utječe na abrazijsku otpornost monolitne aluminijske keramike. U tu svrhu provedeno je ispitivanje abrazijskog trošenja na sljedećim uzorcima:

- monolitna aluminijska keramika bez dodatka cirkonijskog oksida
- kompozitna aluminijska keramika s 1 % cirkonijskog oksida
- kompozitna aluminijska keramika s 10 % cirkonijskog oksida.

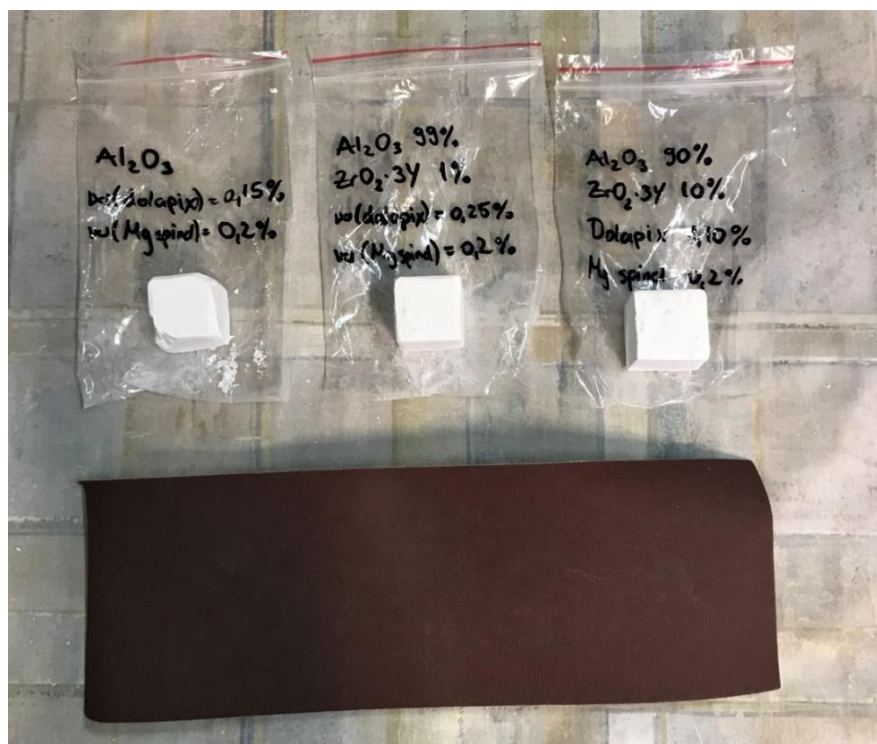
Ispitivanja su napravljena na uređaju *Taber abrader* na različitim kvalitetama brusnog papira.

4.2. Izrada uzoraka

Izrada uzoraka za sva potrebna ispitivanja provedena je u Laboratoriju za inženjersku keramiku u Zavodu za materijale na Fakultetu strojarstva i brodogradnje u Zagrebu.

Uzorci su oblikovani postupkom lijevanja suspenzije odgovarajućeg sastava u gipsani kalup dimenzija $20 \times 20 \times 20 \text{ mm}^3$. Nakon skrućivanja iz sirovaca su ručno izrezani uzorci dimenzija $6,5 \times 6,5 \times 20 \text{ mm}^3$. Zbog postizanja željenih dimenzija uzorci su dodatno ručno brušeni. Poprečni presjek uzoraka nakon sinteriranja, zbog skupljanja od oko 20 %, trebao biti oko $5,5 \times 5,5 \text{ mm}^2$.

Izrezani uzorci prikazani su na slici 14, a brušenje uzoraka vidi se na slici 15.



Slika 14. Priprema uzoraka za brušenje



Slika 15. Brušenje uzoraka

Sinteriranje uzoraka obavljeno je u peći za sinteriranje *Nabertherm* na temperaturi od 1650 °C. Uzorci se stavljaju u hladnu peć i postepeno zagrijavaju na temperaturu od 500 °C u

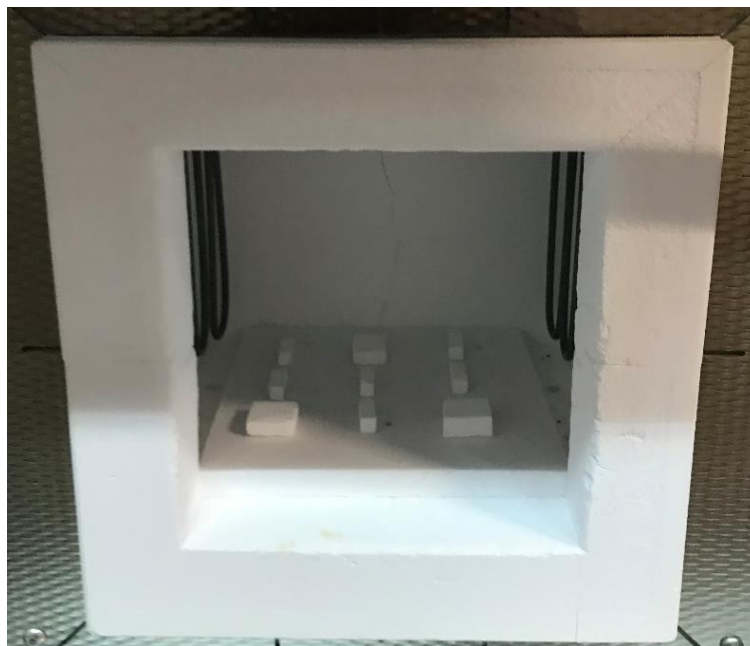
vremenu od 2 sata i 40 minuta. Na toj temperaturi drže se oko 1 sat, a zatim se kroz 3 sata i 50 minuta zagrijavaju na konačnu temperaturu od 1650 °C. Na toj temperaturi uzorci se drže 2 sata, nakon čega slijedi ohlađivanje u peći do sobne temperature.

Na slici 16 prikazana je laboratorijska peć za sinteriranje keramike, a na slici 17 vidi se raspored uzoraka u peći neposredno prije sinteriranja.

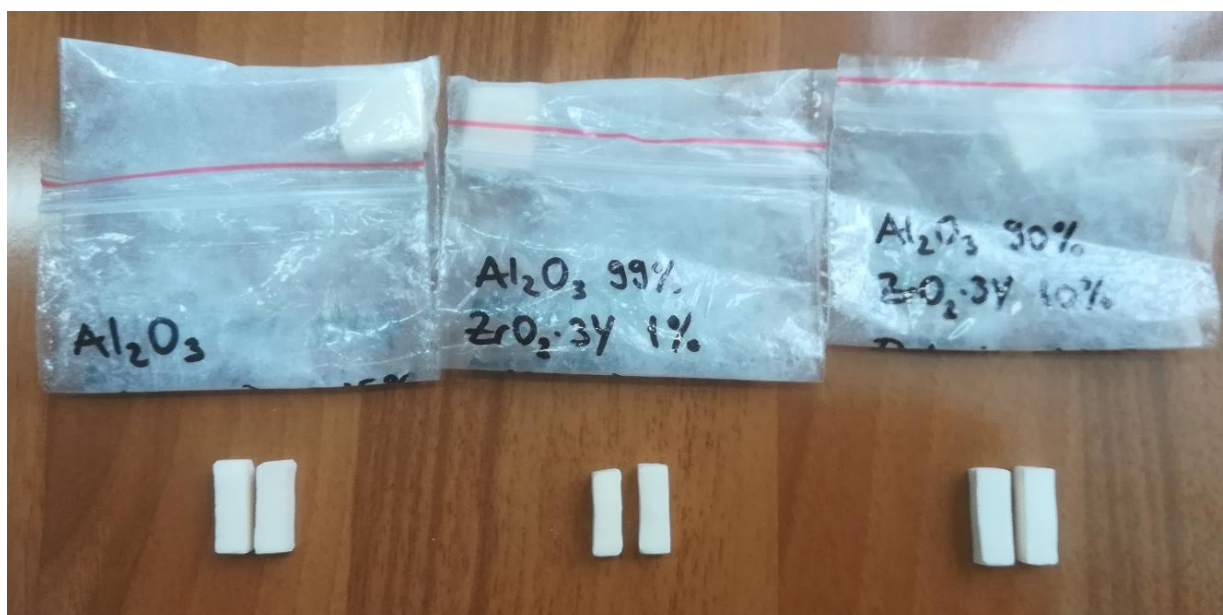
Na slici 18 prikazani su sinterirani uzorci za ispitivanje abrazijske otpornosti nakon vađenja iz peći.



Slika 16. Nabertherm - peć za sinteriranje



Slika 17. Uzorci u peći za sinteriranje



Slika 18. Uzorci nakon sinteriranja

Prije ispitivanja abrazijskog trošenja uzorci su očišćeni u ultrazvučnom čistaču *BRANSONIC* 220 koji se nalazi u Laboratoriju za inženjersku keramiku. Uzorci se uranjaju u laboratorijske čaše ispunjene etanolom i stavljaju u ultrazvučni čistač ispunjen destiliranom vodom. Razina etanola malo je viša od razine destilirane vode u čistaču kako bi se uzorci pomoću vibracija bolje očistili. Cijeli postupak čišćenja traje oko 10 minuta. Potrebno ga je ponoviti prije svakog vaganja, odnosno nakon svakog ispitivanja na *Taber abraderu*. Nakon čišćenja uzorci

se suše u sušioniku na temperaturi od 150 °C u trajanju od najmanje 5 minuta.

Na slici 19 prikazani su uzorci spremni za čišćenje, a na slici 20 prikazan je postupak čišćenja.

Na slici 21 vidi se uređaj za sušenje uzoraka, a na slici 22 uzorci za ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje nakon sušenja.



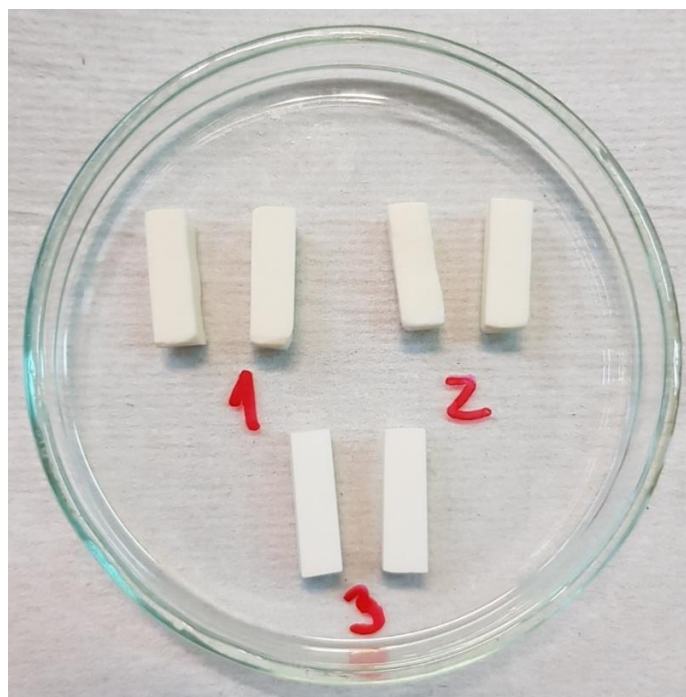
Slika 19. Uzorci u laboratorijskim čašama



Slika 20. Čišćenje uzoraka u ultrazvučnom čistaču



Slika 21. Sušionik



Slika 22. Uzorci nakon sušenja

Prije trošenja na *Taber abraderu* uzorcima je izmjerena masa u Laboratoriju za analizu metala na analitičkoj vagi *OHAUS ANALYTICAL Plus* s točnošću na pet decimala.

Uređaj je prikazan na slici 23.



Slika 23. Analitička vaga

4.3. Provođenje ispitivanja

4.3.1. Mjerenje gustoće

Gustoća uzoraka mjerena je na uređaju *METTLER TOLEDO*. Na početku se uređaj tarira i spreman je za mjerenje. Prvo se izmjeri težina uzorka na zraku, a potom se uzorak uranja u otopinu vode pomiješane s 2 kapi 75 %-tnog pervitra. Mjerenja su ponovljena 3 puta te je izračunata srednja vrijednost gustoće za sve uzorke.



Slika 24. Uređaj za mjerenje gustoće uzoraka- *METTLER TOLEDO*

Slika 24 prikazuje uređaj za mjerenje gustoće uzoraka.

4.3.2. Analiza mikrostrukture uzoraka

Mikrostrukture prijelomnih površina svih uzoraka analizirane su na pretražnom elektronskom mikroskopu *Tescan Vega Easy Probe 3*, detektorom sekundarnih elektrona (SE) i detektorom povratnog raspršenja (BSE).

4.3.3. Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje

Ispitivanja su provedena na uređaju *Taber abrader* u Laboratoriju za tribologiju na Zavodu za materijale, Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu. Na slici 25 prikazan je uređaj s ispitnim uzorkom postavljenim u nosač.



Slika 25. Uređaj za ispitivanje otpornosti na trošenje

Uzorak je oslonjen na površinu brusnog papira koji je čvrsto nalijepljen na rotirajući disk uređaja. Promjer diska je 125 mm, brzina vrtnje je 1 o/s, dok je obodna brzina 0,251 m/s.

Tijekom ispitivanja ispitni uzorci pritisnuti su na brusni papir silom od 4,91 N. Svaki uzorak trošio se u tri ciklusa po 1000 okretaja diska što bi odgovaralo ukupnoj duljini trošenja od 250 m po ciklusu.

Ispitivanje otpornosti na abrazijsko trošenje provedeno je na tri različite kvalitete brusnog papira, navedene u tablici 2.

Tablica 2. Kvalitete brusnoga papira i srednji promjer abrazivnoga zrna

Kvaliteta brusnoga papira (ISO/FEPA)	Srednji promjer abrazivnoga zrna [μm]
P220	68
P320	46,2
P500	30,2

4.4. Rezultati ispitivanja

4.4.1. Rezultati mjerenja gustoće

U Tablici 3 predloženi su rezultati mjerenja gustoće svih uzoraka.

Tablica 3. Srednje vrijednosti mjerenja gustoće

Uzorak		Gustoća [g/cm^3]
1	Al_2O_3 s 0 % ZrO_2	3,889
2	Al_2O_3 s 1 % ZrO_2	3,921
3	Al_2O_3 s 10 % ZrO_2	3,938

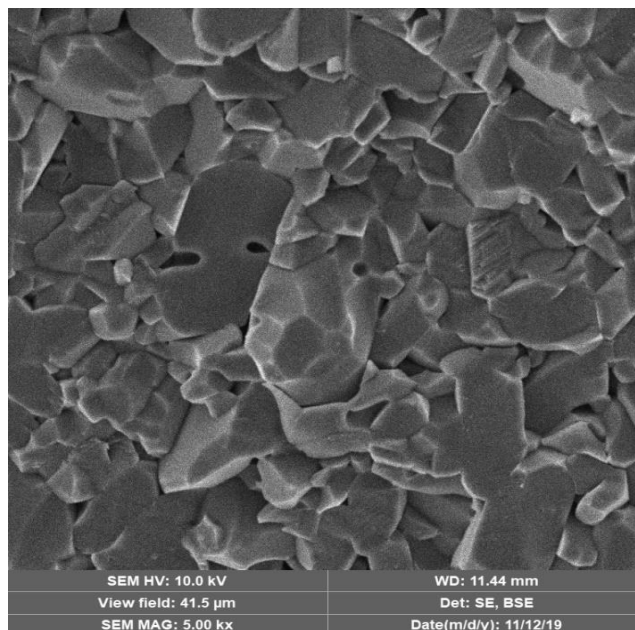
Teorijska gustoća aluminij-oksidge keramike iznosi $3,95 \text{ g}/\text{cm}^3$, a teorijska gustoća cirkonijevog oksida $5,68 \text{ g}/\text{cm}^3$. Prema izmjerenoj gustoći i teorijskoj gustoći aluminij-oksidge keramike izračunata je poroznost koja iznosi 1,544 %. Izračunata je i poroznost uzoraka kompozitne keramike, koja iznosi 1,167 % za uzorak s 1 % cirkonijevog oksida te 4,487 % za uzorak s 10 % cirkonijevog oksida.

Dodatak cirkonijevog oksida utječe na porast gustoće kompozitne keramike.

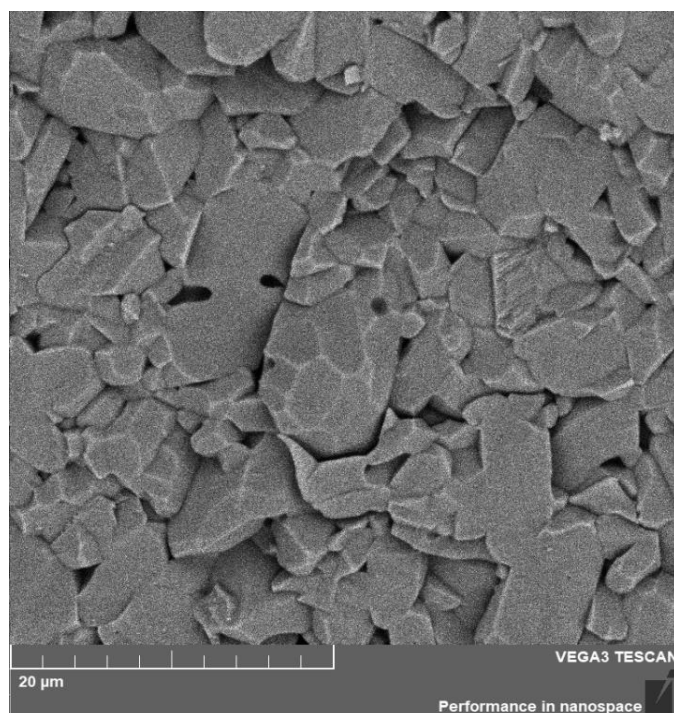
4.4.2. Rezultati analize mikrostrukture

Na slikama 26 do 31 prikazana je mikrostruktura prijelomnih površina svih uzoraka monolitne i kompozitne aluminij-oksidge keramike, dobivena na pretražnom elektronskom mikroskopu detektorom sekundarnih elektrona i detektorom povratnog raspršenja.

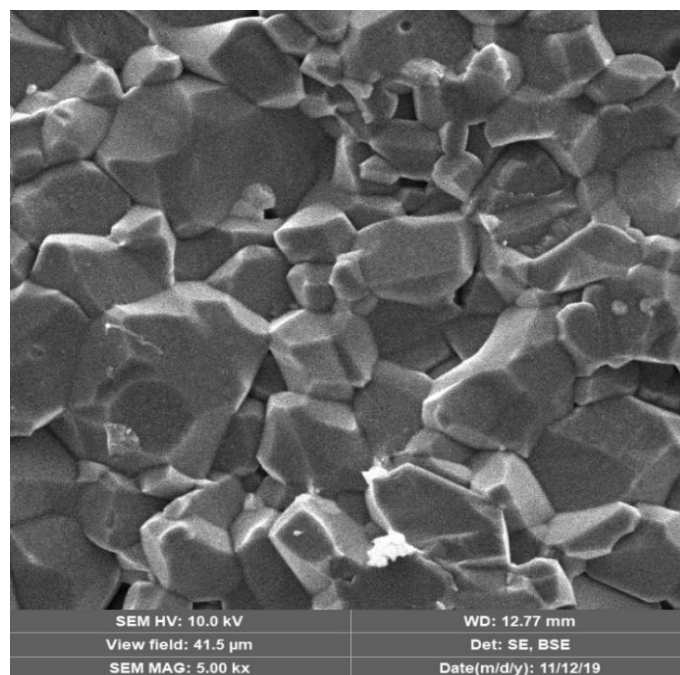
Na snimkama prijelomne površine sinteriranih uzoraka aluminij-oksidge keramike i kompozitne aluminij-oksidge keramike s dodatkom cirkonijevog oksida uočena su kristalna zrna podjednake veličine. Siva zrna prikazuju aluminijev oksid, a bijela zrna predstavljaju cirkonijev oksid. Zrna cirkonijevog oksida manjih su dimenzija i homogeno su raspršena u matrici aluminijevog oksida. Kod uzoraka kompozitne keramike vidljivi su aglomerati cirkonijevog oksida. Na slikama se također vide crne pore čiji se udio povećava porastom udjela cirkonijevog oksida, osobito su prisutne kod uzorka s 10 % cirkonijevog oksida, na slikama 30 i 31.



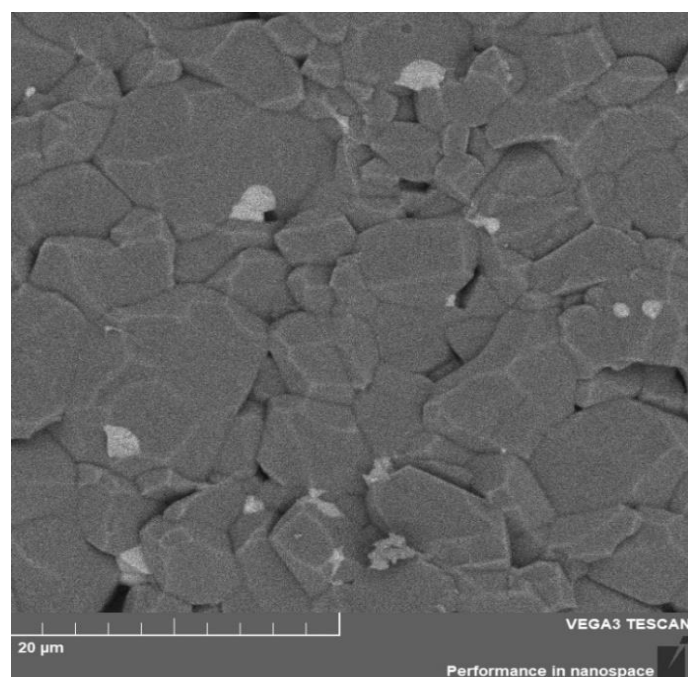
Slika 26. Prijelomna površina monolitne aluminij-oksidge keramike dobivena detektorom sekundarnih elektrona (engl. *Secondary Electron – SE*)



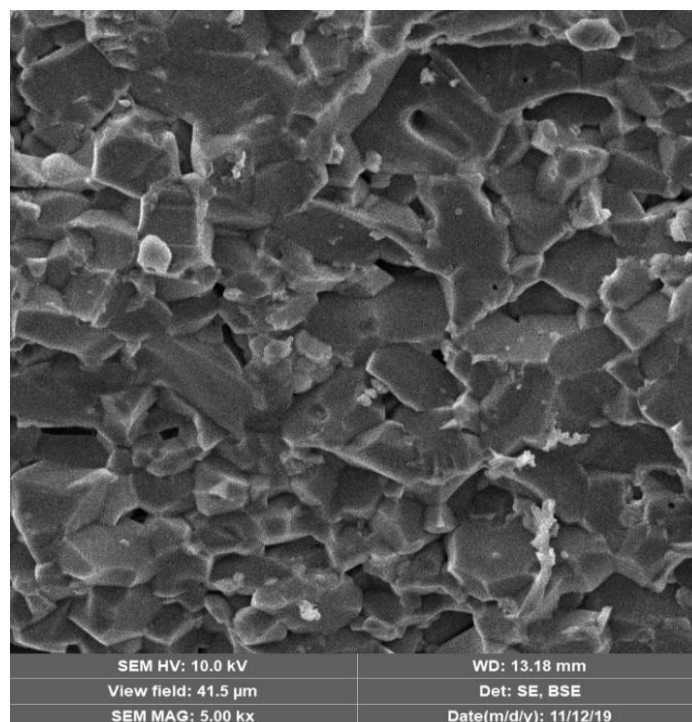
Slika 27. Prijelomna površina monolitne aluminij-oksidge keramike dobivena detektorom povratnog raspršenja (engl. *Back Scatter Electron - BSE*)



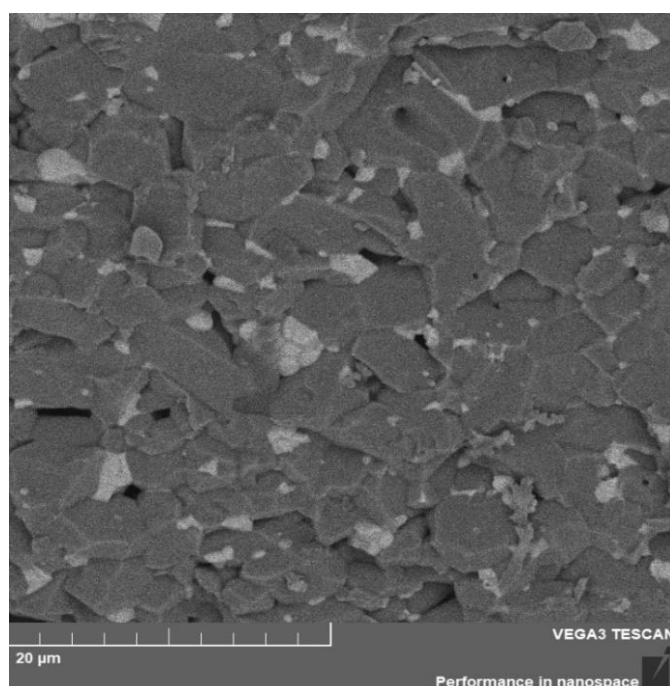
Slika 28. Prijelomna površina kompozitne $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ keramike s 99 % Al_2O_3 + 1 % ZrO_2 dobivena detektorom sekundarnih elektrona (engl. *Secondary Electron - SE*)



Slika 29. Prijelomna površina kompozitne $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ keramike s 99 % Al_2O_3 + 1 % ZrO_2 dobivena detektorom povratnog raspršenja (engl. *Back Scatter Electron - BSE*)



Slika 30. Prijelomna površina kompozitne $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ keramike s 90 % Al_2O_3 + 10 % ZrO_2 dobivena detektorom sekundarnih elektrona (engl. *Secondary Electron - SE*)



Slika 31. Prijelomna površina kompozitne $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ keramike s 90 % Al_2O_3 + 10 % ZrO_2 dobivena detektorom povratnog raspršenja (engl. *Back Scatter Electron - BSE*)

4.4.3. Rezultati ispitivanja otpornosti na abrazijsko trošenje

U tablici 4 prikazan je gubitak mase svih uzoraka pri ispitivanju abrazijskog trošenja za sve brusne papire.

Tablica 4. Gubitak mase pri abrazijskom trošenju

Broj uzorka	Gubitak mase [mg]			
	P500	P320	P220	Ukupno
0 % ZrO ₂	0,12667	0,25333	0,23667	0,61667
1 % ZrO ₂	0,12667	0,18667	0,25000	0,56334
10 % ZrO ₂	0,11000	0,16000	0,30667	0,57667

4.5. Analiza rezultata

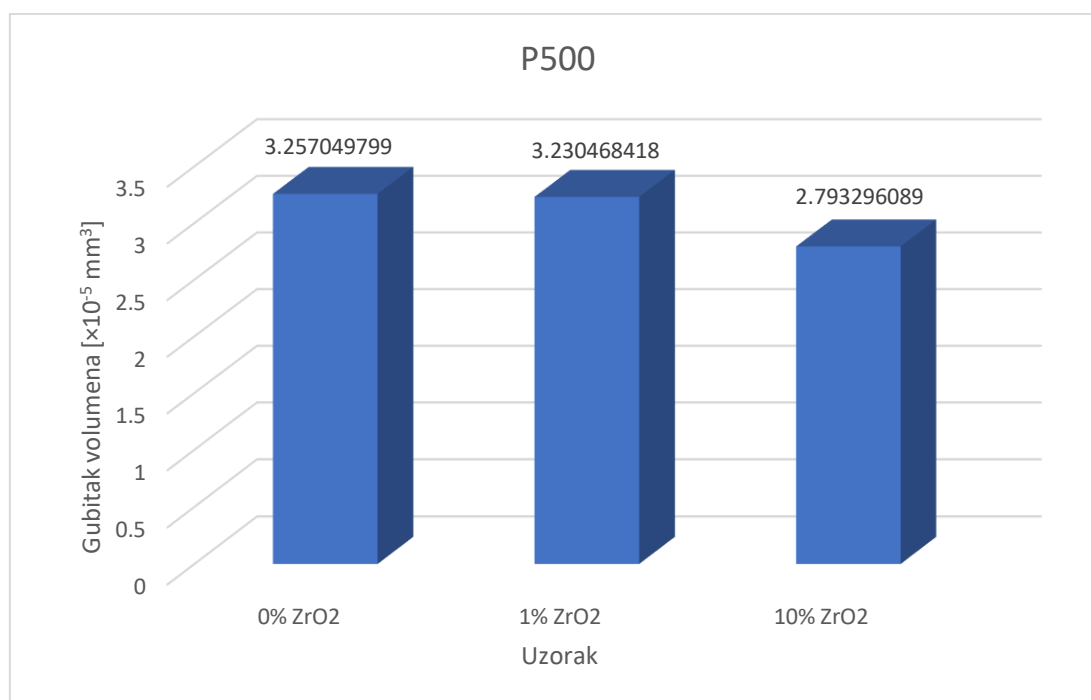
S obzirom na to da ispitni uzorci imaju različitu gustoću, ne bi bilo pravilno uspoređivati njihovu otpornost na abrazijsko trošenje preko gubitka mase. Nužno je preračunati gubitak mase u gubitak volumena. U dijagramima na slikama 32 do 34 prikazan je gubitak volumena uzoraka na brusnim papirima P500, P320 i P220. Na slici 35 prikazan je kumulativni gubitak volumena svih uzoraka na sva tri brusna papira.

Na kvalitetama brusnog papira P500 i P320 uzorci s cirkonijskim oksidom manje se troše od uzorka bez cirkonijskog oksida. Najmanje se troši uzorak s 10 % cirkonijskog oksida.

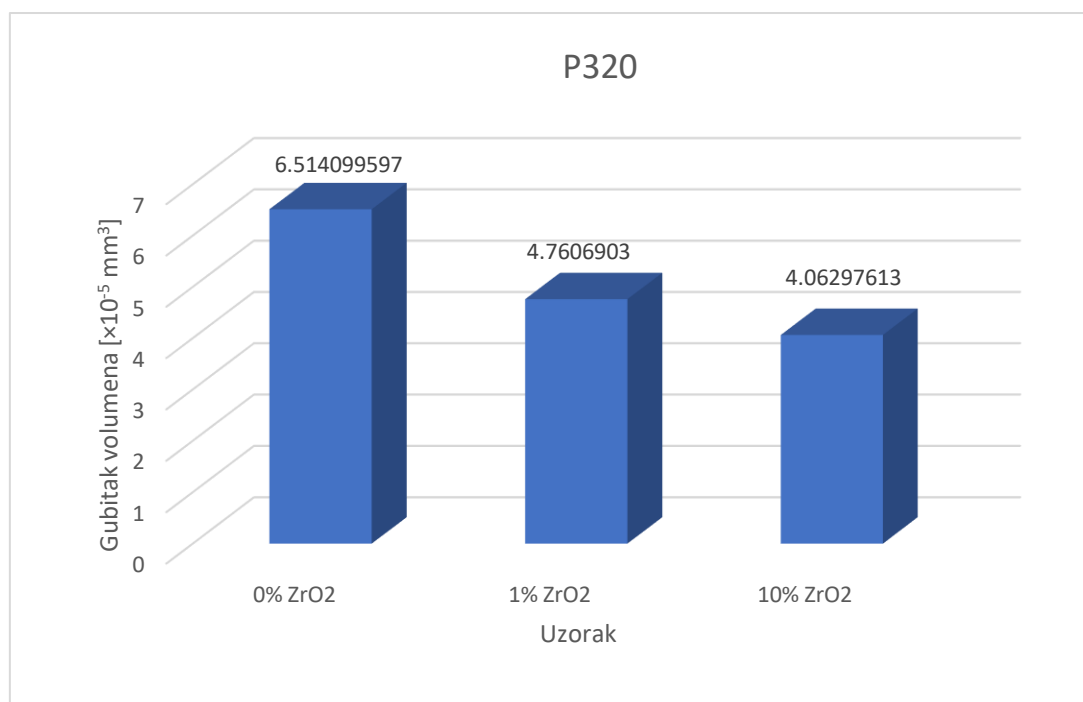
Na papiru P220, situacija je potpuno obrnuta. Najviše se troši uzorak s 10 % cirkonijskog oksida, a najmanje uzorak bez cirkonijskog oksida.

Ukupni gubitak volumena (kumulativno na svim brusnim papirima) najmanji je kod uzorka s 1 % cirkonijskog oksida ($14,36708 \times 10^{-5} \text{ mm}^3$), a najviše se troši uzorak bez cirkonijskog oksida ($15,85668 \times 10^{-5} \text{ mm}^3$).

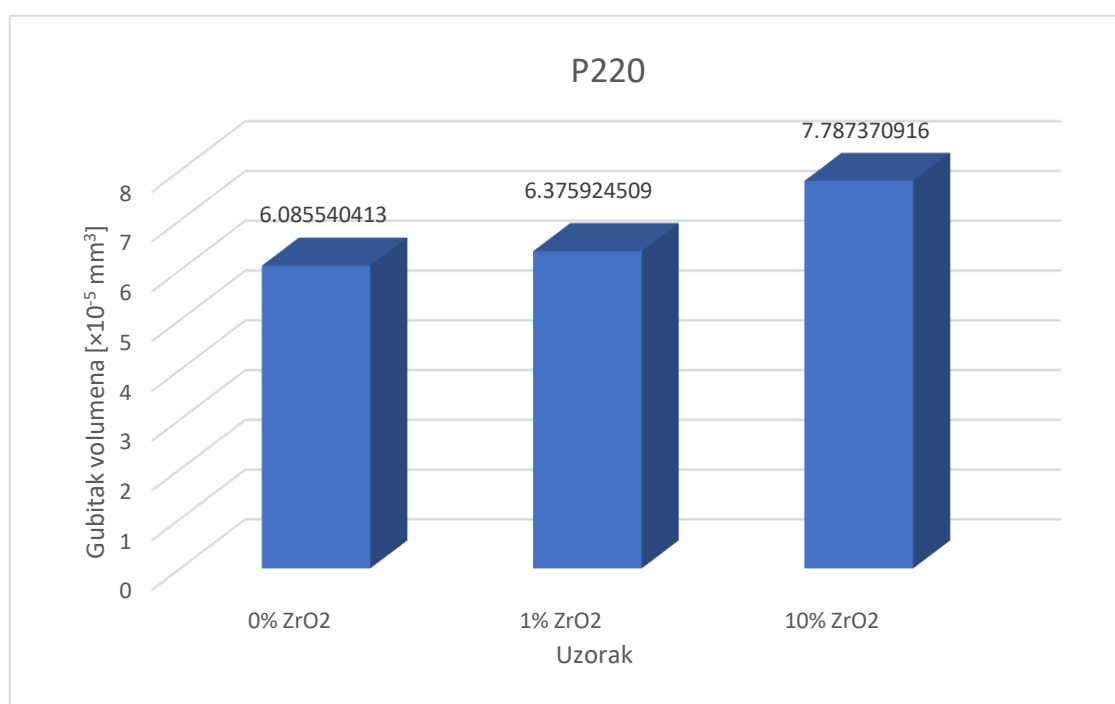
Pri analizi ovih rezultata treba uzeti u obzir da je kod uzoraka izmjerena različita poroznost koja sigurno uz ostale čimbenike utječe na intenzitet trošenja.



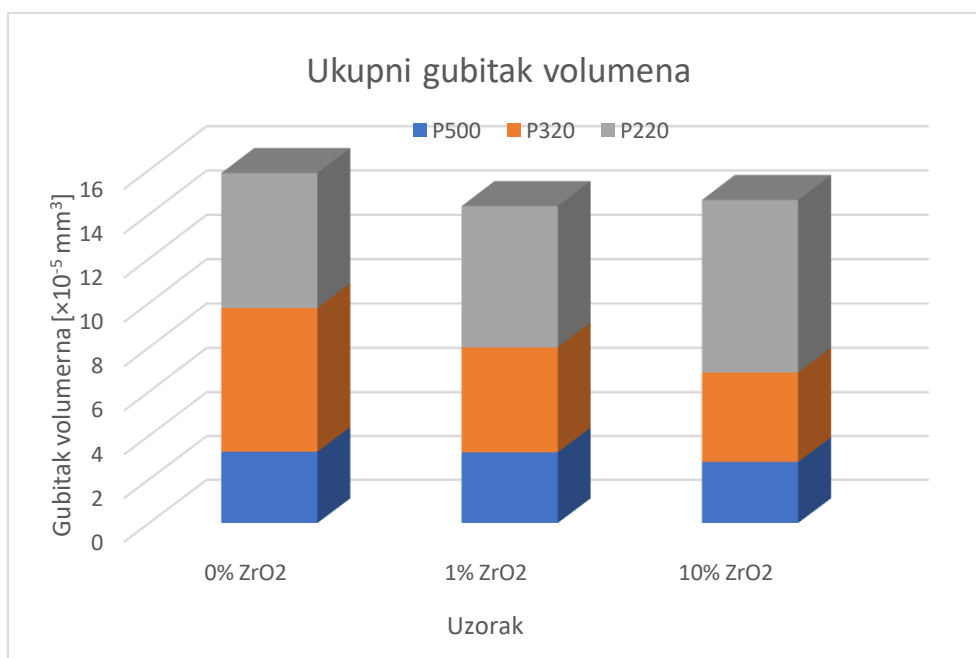
Slika 32. Gubitak volumena na brusnom papiru P500



Slika 33. Gubitak volumena na brusnom papiru P320

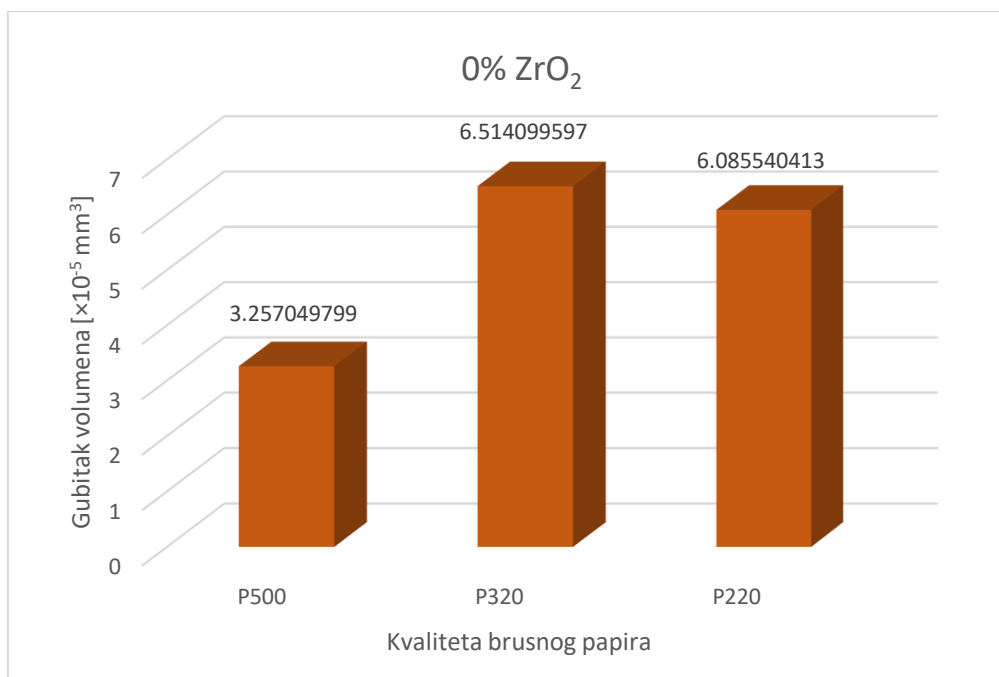


Slika 34. Gubitak volumena na papiru 220



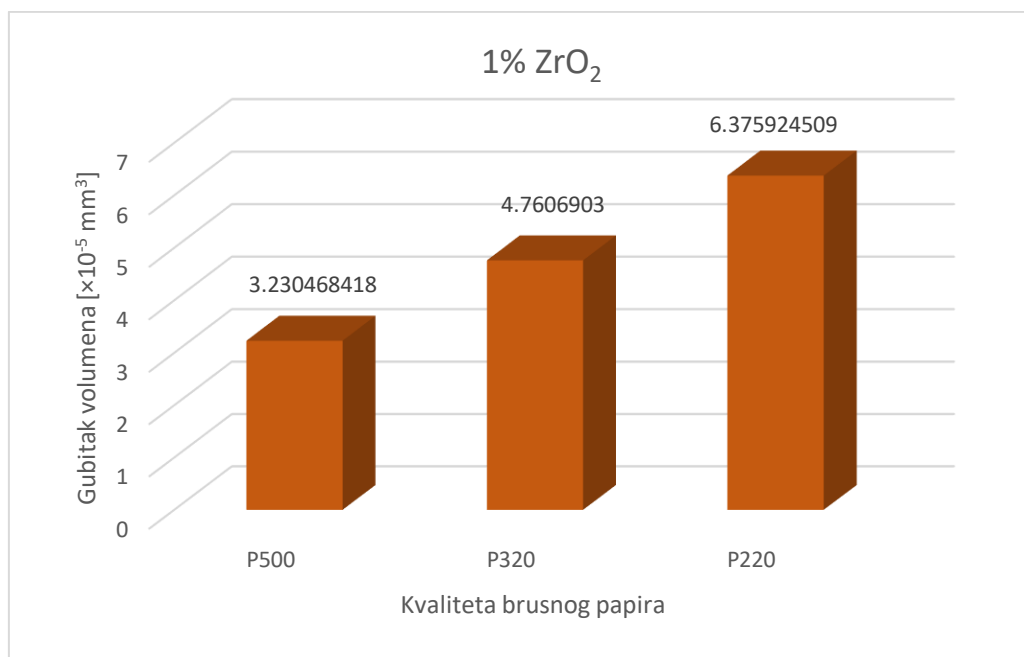
Slika 35. Kumulativni prikaz gubitka volumena za sve uzorke

U dijagramima na slikama 36 do 38 prikazan je gubitak volumena na različitim brusnim papirima za pojedine uzorke. Za uzorak bez cirkonijskog oksida gubitak volumena je najmanji na najfinijem brusnom papiru (P500). Porastom abrazivnoga zrna gubitak volumena se naglo povećava, a daljnjim porastom abrazivnoga zrna gubitak volumena se smanjuje.



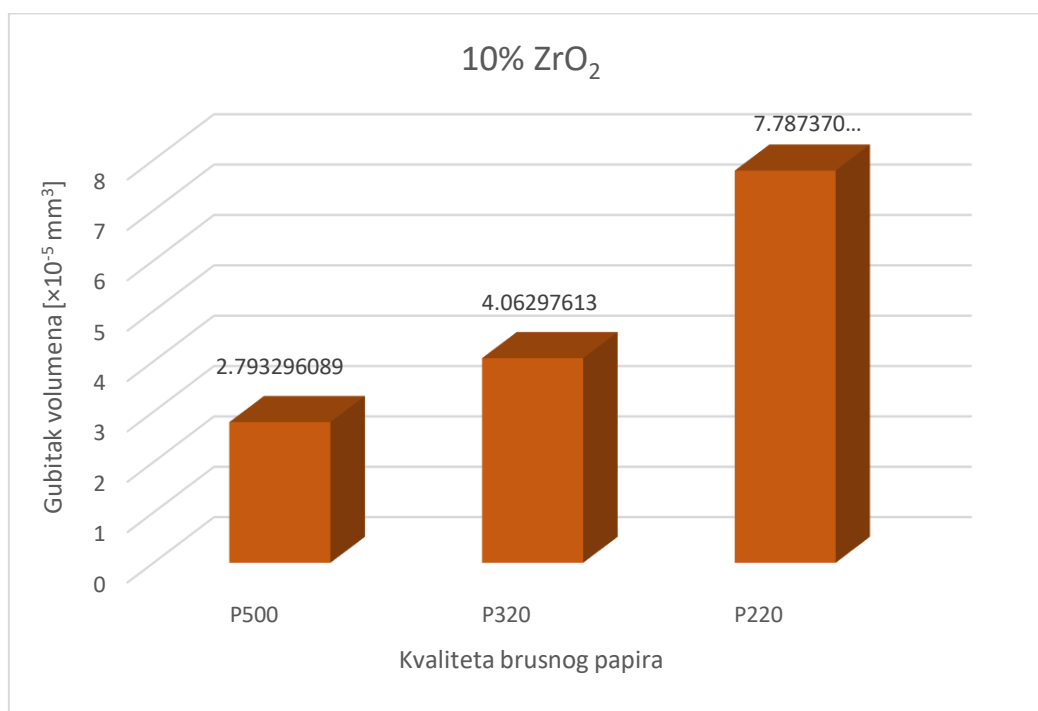
Slika 36. Gubitak volumena za uzorak s 0 % ZrO₂

Kod uzorka s 1 % ZrO_2 gubitak volumena pri abraziji kontinuirano se povećava s povećanjem veličine abrazivnoga zrna.



Slika 37. Gubitak volumena za uzorak s 1 % ZrO_2

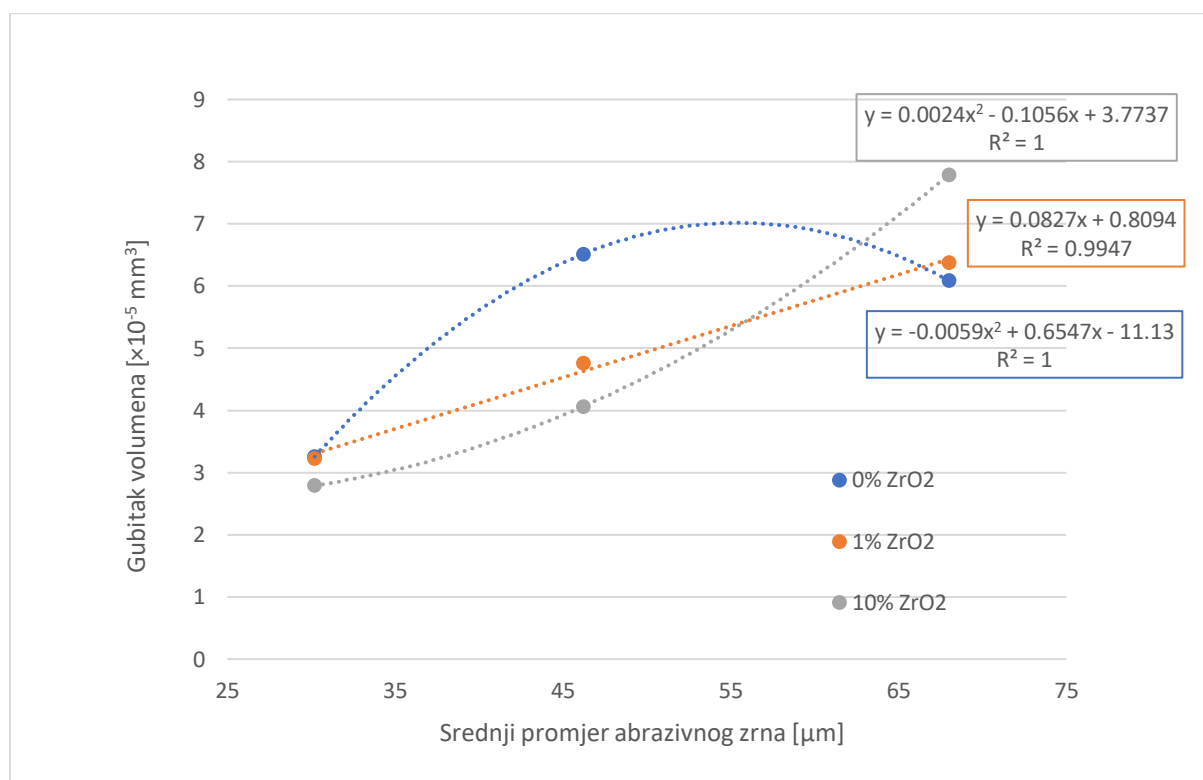
Kod uzorka s 10 % ZrO_2 gubitak volumena pri abraziji povećava se eksponencijalno s povećanjem veličine abrazivnoga zrna.



Slika 38. Gubitak volumena za uzorak s 10 % ZrO_2

Na slici 39 prikazana je ovisnost gubitka volumena o srednjem promjeru abrazivnoga zrna kod svih uzoraka. Kod uzorka bez dodatka cirkonijskog oksida izražen je fenomen kritične veličine abrazivnoga zrna, dok kod uzorka s dodatkom cirkonijskog oksida ovaj fenomen nije izražen. Kod uzorka s 0 % ZrO_2 porastom abrazivnoga zrna s 25 μm na 45 μm gubitak volumena pri abrazijskom trošenju raste, a daljnjim povećanjem abrazijskog zrna opada. To znači da se između 45 μm i 75 μm nalazi kritična vrijednost veličine zrna. Gubitak volumena uzorka s 1 % cirkonijskog oksida kontinuirano raste s porastom abrazivnoga zrna, a kod uzorka s 10 % cirkonijskog oksida gubitak volumena eksponencijalno raste.

I ovdje treba napomenuti da je poroznost uzorka s 10 % cirkonijskog oksida puno veća (4,487 %) od poroznosti uzorka s 1 % (1,167 %) i bez cirkonijskog oksida (1,544 %), što se podudara s rezultatima navedenim u referenci [7].



Slika 39. Utjecaj srednjeg promjera abrazivnoga zrna na gubitak volumena

ZAKLJUČAK

Na temelju provedenih ispitivanja i dobivenih rezultata može se zaključiti sljedeće:

- Dodatak cirkonijevog oksida u aluminij oksidnu matricu utječe na povećanje gustoće keramičkog materijala.
- Monolitna i kompozitna keramika imaju podjednaku veličinu kristalnih zrna, a cirkonijev oksid je homogeno distribuiran u matrici kod uzoraka kompozitne keramike.
- Povećanjem udjela cirkonijevog oksida s 1 % na 10 % povećala se i poroznost za oko 4 puta.
- Dodatak cirkonijevog oksida utječe na otpornost na abrazijsko trošenje aluminij-oksidne keramike. Pritom, veličina abrazivnih čestica znatno utječe na intenzitet trošenja uzoraka. Oba uzorka s dodatkom cirkonijevog oksida najviše se troše na papiru P220 s veličinom abrazivnih čestica od 68 μm .
- Najmanji kumulativni gubitak volumena pri abrazijskome trošenju izmjeren je kod kompozitne keramike s 1 % cirkonijevog oksida, a najveći kod monolitne aluminij-oksidne keramike.
- Kritična veličina abrazivnoga zrna evidentirana je samo kod uzorka bez cirkonijevog oksida. Kod uzorka s 1 % cirkonijevog oksida s porastom abrazivnoga zrna gubitak volumena kontinuirano raste, a kod uzorka s 10 % cirkonijevog oksida raste eksponencijalno.

LITERATURA

- [1] Filetin T., Kramer I.: Tehnička keramika, Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, Zagreb, 2005.
- [2] Filetin T., Kovačiček F., Indof J.: Svojstva i primjena materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, Zagreb, 2002.
- [3] Kolarek V.: Diplomski rad, Sveučilište u Zagrebu, FSB, 2015.
- [4] <https://www.ceramtec.com/competence/silicate-technology/> [preuzeto 10.2.2020.]
- [5] <https://lspceramics.com/alumina-ceramic-products/> [preuzeto 10.2.2020.]
- [6] <https://www.ceramtec.co.uk/ceramic-materials/aluminum-nitride/> [preuzeto 10.2.2020.]
- [7] Žmak I., Ćorić D., Mandić V., Ćurković L.: Hardness and Indentation Fracture Toughness of Slip Cast Alumina and Alumina-Zirconia Ceramics, 2019., str 1-2.
- [8] Aluminium Oxide, Al_2O_3 Ceramic properties, <https://www accuratus.com/alumox.html>, [preuzeto 7.2.2020.]
- [9] Ćurković L.: Keramika, Beton, Drvo- skripta za 2.dio predavanja, Zagreb, 2011.
- [10] Marić G.: Materijali II., Zagreb, 2011.
- [11] Riedel R., Chen I-W: Ceramics Science and technology. Volume 2: Materials and Properties, WILEY-VCH, 2010.
- [12] Majić-Renjo M.: Doktorski rad, Sveučilište u Zagrebu, FSB, 2016.
- [13] Grilec K., Jakovljević S., Marić G.: Tribologija u strojarstvu, Fakultet strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu, Zagreb, 2017.
- [14] <https://www.ffri.hr/~mdundjer/Elementi%20strojeva%20II/11-TrenjeTrosenjeIPodmazivanje.pdf> [preuzeto 10.2.2020.]
- [15] Ivušić V.: Tribologija, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb, 1998.
- [16] J.J. Coronado: „Effect of Abrasive Size on Wear“, Research Group of Fatigue and Surfaces, Mechanical Engineering School, Universidad del Valle, Cali, Colombia, 2012.
- [17] G. K. Nathan and W. J. D. Jones: „The empirical relationship between abrasive wear and the applied conditions“, Wear, 9 (1966) 300 – 309.

PRILOZI

I. CD-R disc