

The effect of the sintering temperature on the properties of the Al_2O_3 -glass composites

SIMON Andrea

főállásban a ZF Hungary Kft.-nél

dolgozik beszállítói fejlesztő mérnökként, rész munkaidőben pedig a Miskolci Egyetemen egyetemi docensként. 2010-ben szerzett PhD fokozatot a Miskolci Egyetemen. Jelenlegi kutatási témái az üveghabok, a hulladékok újrahasznosítása és a mikroszerkezeti jellemzés.

KUROVICS Emese

2022-ben szerzett PhD fokozatot a Miskolci Egyetemen, ahol tudományos munkatársként dolgozik a Kerámia- és Szilikátmérnöki Intézeti Tanszéken. 75 cikk szerzője vagy társszerzője.

MUCSI Gábor

Okl. anyagmérnök, kerámia- és szilikátmérnök szakirány (Miskolci Egyetem 2012); A Cerlux Kerámia és Berendezésgyártó Kft. ügyvezető igazgatója (2020-). Érdeklődési területe: Al_2O_3 kerámiák nyersanyagelőkészítésének, összetételének fejlesztése és a késztermékre gyakorolt hatásának tanulmányozása; alacsony (~1000 °C) olvadáspontú műszaki kerámiák kutatása, gyártástechnológiájának fejlesztése. Hazai szakmai szervezetek tagja (SZTE; MAKESZ)

Kocserha István

a Miskolci Egyetemen szerzett diplomát, 2010 óta PhD fokozatot szerzett. Jelenleg a Miskolci Egyetem egyetemi docense és a Kerámia- és Szilikátmérnöki Intézeti Tanszék vezetője. Több mint 60 cikk és 1 szabadalom szerzője vagy társszerzője.

SIMON ANDREA • Energia-, Kerámia- és Polimertechnológiai Intézet, Miskolci Egyetem

▪ andrea.simon@uni-miskolc.hu

KUROVICS EMESE • Energia-, Kerámia- és Polimertechnológiai Intézet, Miskolci Egyetem

▪ emese.mesterne@uni-miskolc.hu

MUCSI GÁBOR • CERLUX Kerámia és Berendezésgyártó Kft. ▪ mucsig@cerlux.hu

KOCSEKHA ISTVÁN • Energia-, Kerámia- és Polimertechnológiai Intézet, Miskolci Egyetem

▪ istvan.kocserha@uni-miskolc.hu

Érkezett: 2023. 09. 20. ▪ Received: 20. 09. 2023. ▪ <https://doi.org/10.14382/epitoanyag-jsbcm.2023.19>

Kivonat

Manapság egyre nagyobb szerepe van az olyan kerámia anyagoknak, amelyek megfelelő szilárdsággal és jó villamos szigetelő képességgel bírnak, ugyanakkor relatíve alacsony hőmérsékleten szinterelhetők. Ilyen tulajdonságú kerámiák az üveg-kompozit kerámiák, melyek alacsony hőmérsékletű szinterelődését a báziskerámiához (ami általában alumínium-oxid) adagolt üvegpor biztosítja. Az üveg jellemzően olyan gondosan megtervezett oxidos összetételű fritt, amely 1000 °C alatt szinterelődik és olvad/lágyul. Ez a kompozit felhasználható a germicid lámpák lámpafejeinek a gyártásához is.

Egy kísérletsorozatot hajtottunk végre, amelyben egy ilyen üveg-kerámia kompozit tulajdonságainak változását vizsgáltuk meg az égetési hőmérséklet függvényében. A mintákat fröccsöntési technológiával állítottuk elő. Vizsgáltuk az égetett minták sűrűségét, porozitását, hajlító- és nyomószilárdságát, és hővezetési tényezőjét. A termékek morfológiáját és a keletkezett fázisokat is elemeztük az 1000 °C alatti ideális szinterelési hőmérséklet megtalálása érdekében.

Kulcsszavak: üveg-kerámia kompozit, szövetszerkezet, fröccsöntés, szinterelés
Keywords: glass-ceramic composite, microstructure, injection molding, sintering

1. Bevezetés

Az emberi egészség megőrzése számos területen szükségessé teszi eszközök, felületek, légterek, használati vizek fertőtlenítését, csírátlantását, melyet a nemrégiben lezajlott COVID járvány még inkább megerősített. Ennek egyik módja az úgynevezett germicid lámpák alkalmazása, melyek erős UV-C sugárzás létrehozásával vegyszermentesen képesek sterilizálni. A rövidhullámú ultrabolya sugárzás roncsolja a baktériumok DNS-t, működésekor ózon keletkezik, mely szintén fertőtlenítő hatású. Ezen lámpák szerkezeti eleme a lámpafej, lámpafoglalat, mely szigetelő anyagból kell készülni. Ezen alkatrészszel szemben a megfelelő mechanikai és a villamos átütési szilárdság mellett követelmény az UV és ózonállóság, így egynemű vagy kompozit kerámia anyagból készül, mivel a sugárzás miatt műanyag itt nem alkalmazható [1-2].

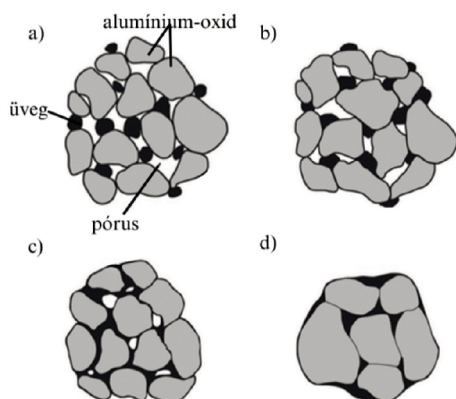
A lámpafoglalat anyagának megfelelnek az üveg kerámia kompozit anyagok, melyek előállításuk alacsonyabb hőmérsékleten történhet, mint pl. a tiszta alumínium-oxidól gyártott termékek esetén szükséges lenne.

Az üveg-kerámiái kompozitok jól szabályozható, egyedileg beállítható tulajdonságaik miatt egyre inkább kutatott anyagok a kerámiák világában [3-19]. Az üveg-kerámia kompozitokban a fő fázis egy magas szinterelési hőmérséklettel rendelkező dielektromos anyag [9]. A kristályos fázis biztosítja a megfelelő dielektromos tulajdonságokat. Az üvegfázis csökkenti a relatív permittivitást és növeli a dielektromos veszteséget, ugyanakkor a jelenlétének köszönhetően a szinterelési hőmérséklet csökkenthető (az üveg összetételétől függően) [9].

A kompozit zsugorodási folyamatát az üveg viszkozus áramlása és az alumínium-oxid/ üveg határfelületen végbemenő reakciók szabályozzák [3]. A szinterelés során az alumínium-oxid beoldódik az üvegbe, így annak összetétele megváltozik, és a tiszta üvegben kristályosodó krisztoballit, pszeudowollastonit helyett más fázisok, pl. anortit, albit képződnek a határfelületi rétegben [3-5, 11, 14-15]. A krisztoballit képződése korlátozza a kerámia hordozó hatékonyságát, ha áramkörü táblákon használják [17]. A krisztoballit képződésének megakadályozásához megfelelő mennyiségű (min. 10-20 V/V%) Al_2O_3 és legalább 900 °C hőmérsékletű szinterelés szükséges. A kristályosodás intenzitása a hőmérséklettel nő, azonban 1100 °C-os égetés esetén újra megnő az amorf fázis aránya [4-5]. 700 °C körüli hőmérsékleten történő égetés során az Al_2O_3 már részlegesen beoldódik az alacsony viszkozitású üvegfázisba, és az oldódás 800 °C-ig folytatódik. Az anortit fázis 875 °C-on kezd az üvegfázisból kristályosodni az Al_2O_3 szemcsék felületén. Az anortit tömeghányada növekszik a hőmérséklet emelkedésével, amíg 950 °C vagy magasabb hőmérsékleten stabilizálódik [7]. Az Al_2O_3 részecskék hozzáadása akadályozza a krisztoballit képződését, mivel a szinterelés során Al^{3+} -ionok diffundálnak az üvegbe, és az Al^{3+}/Al_2O_3 és az üveg Na^+/K^+ ionjai között erős összekapcsolódás következhet be, ami az üveg szerkezetének és összetételének változásához vezet [8, 17-18].

Mivel az alumínium-ion üvegeképzőként működik, az üvegben történő feloldódása csökkenti a nem kötő (non-bridging) oxigén-ionok mennyiségét, ami jelentősen növeli az üveg viszkozitását. Ez a jelenség egyre szignifikánsabbá

válk az alumínium-oxid szemcseméretének csökkenésével. Ebből következik, hogy az alumínium-oxid üvegben történő feloldódása megváltoztatja, lelassítja az üveg/alumínium-oxid kompozitok zsugorodását [3]. A zsugorodást az égetési hőmérséklet is jelentősen befolyásolja, 900-1100 °C között vizsgálva kezdetben növekszik a szinterelési hőmérséklettel, 1000 °C körül eléri a maximális értéket, majd csökken. Az olvadákfázisú szinterelés során a képződött üvegolvadék viszkozitása a hőmérséklet emelkedésével csökken, ami viszont a felületi feszültség változása következtében végbemenő átrendeződés miatt fokozza a tömörödést [6, 13]. 1000 °C felett a hőmérséklettel az alumínium-oxid beoldódása is egyre intenzívebb, ennek következtében nő az üvegolvadék viszkozitása, amitől a zsugorodáshoz szükséges szemcse-átrendeződés is lassabban megy végbe [6, 19-21].



1. ábra A szinterelési folyamat sematikus ábrázolása: a) nyers üveg-alumínium-oxid kompozit, b-c) kevésbé zsugorodott szerkezet, d) jól tömörödött szerkezet [22]
Fig. 1 Schematic representation of the sintering process: a) raw glass-alumina composite, b-c) structure with less shrinkage, d) well-compacted structure [22]

A nyak korai megszilárdulása miatt kialakul egy szilárd alumínium-oxid-hálózat, amely magasabb hőmérsékleten lelassítja a tömörödést, mivel a váz széttörése nehéz az alumínium-oxidban gazdag, folyékony üveg fázis nagyon magas viszkozitása miatt (1. ábra) [6, 21]. Az üveg/kerámia kompozit azon a hőmérsékleten kezd tömörödni, ahol az üvegfázis viszkozitása kellő mértékben csökken, vagyis azon a hőmérsékleten, ahol az üvegolvadék képződik, mivel ezen hőmérséklet fölött a viszkozus áramlás elősegíti a további szinterelődését [7, 23-24]. Más tanulmányok szerint a maximális zsugorodás 800-900 °C közötti szintereléssel érhető el, a hőmérséklet további növelésével az égetett kompozitok sűrűsége csökken [10]. Kumar és társai szerint [15] a szinterelési hőmérsékletnek 1050 °C alatt kell lennie, hogy csökkentsék az Al_2O_3 felesleges oldódását az üvegben.

A megfelelő égetési hőmérséklet meghatározásánál tehát több szempontnak is érvényesülnie kell. Amennyiben LTCC (alacsony hőmérsékleten égetett kerámia/ low temperature cofired ceramic) alkalmazásra tervezünk anyagot, akkor az égetési hőmérsékletnek 950 °C alattinak kell lennie, hogy a beépített fém alkatrészek (pl. ezüst – 961 °C) olvadáspontját ne haladja meg, ugyanakkor a szerves komponensek maradéktalan eltávolításához legalább 800 °C szükséges [9]. Ez a hőmérséklettartomány korlátozza a felhasználható üvegek összetételét is, hiszen az alacsony lágyuláspontú üvegek

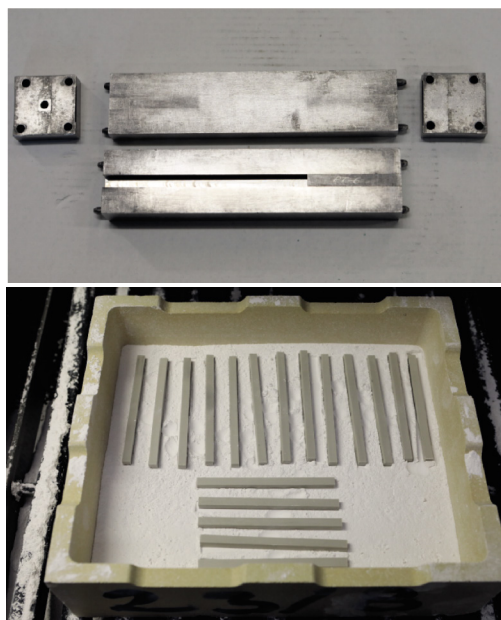
(pl. boroszilikát) nem, vagy legalábbis önmagukban nem, csak egy magasabb lágyuláspontú üveggel kombinálva alkalmazhatók ilyen célokra.

Vizsgálatunkban szakirodalmi elemzés alapján, valamint itt nem részletezett előkísérletekben megállapított összetételű üveg-kerámia kompozitokhoz kerestük az lehető legalacsonyabb, 1000 °C alatti égetési hőmérsékletet, amely mellett a megfelelő fizikai-mechanikai tulajdonságok is biztosíthatók. Ehhez az elkészült mintákon pásztázó elektronmikroszkópos (SEM), röntgendiffrakciós (XRD), porozitás (Archimédész-módszer), hővezető-képesség és hajlítószilárdság vizsgálatokat végeztünk, mely mérések az értékelés alapját adták.

2. Anyagok és módszerek

2.1 Próbatetek előállítása

A korábbi, itt nem részletezett előkísérletek során kiválasztott üveg-kerámia kompozit előállításához nagy tisztaságú alumínium-oxidot (Elektrokorund, IMERYS), üvegfrittet (FERRO), valamint paraffint és olajsavat használtunk fel. A porkeverék 2:1 arányú alumínium-oxid/üvegfritt keverékből állt, melyhez 4:1 arányban kevertük a fröccsöntést lehetővé tevő paraffin/olajsav keveréket. A fröccsmassza előkészítése felmelegített direktkeverőben történt 80 °C-on, beállított viszkozitás mellett. A tervezett vizsgálatoknak megfelelő, eltérő alakú és geometriai méretekkel rendelkező próbatetek előállítása a Cerlux Kft. saját fejlesztésű szerszámaival, valamint saját fejlesztésű alacsony nyomású fröccsöntőgépen történt. A fröccsöntési nyomás 6 bar, a fröccsöntő massa hőmérséklete 70 °C volt. A minták nyers geometriai adatait az 1. táblázat mutatja be, a hajlítószilárdsági minták készítéséhez használt szerszám, valamint a fröccsöntött darabok egy égetőtokba helyezve az 2. ábrán láthatóak.

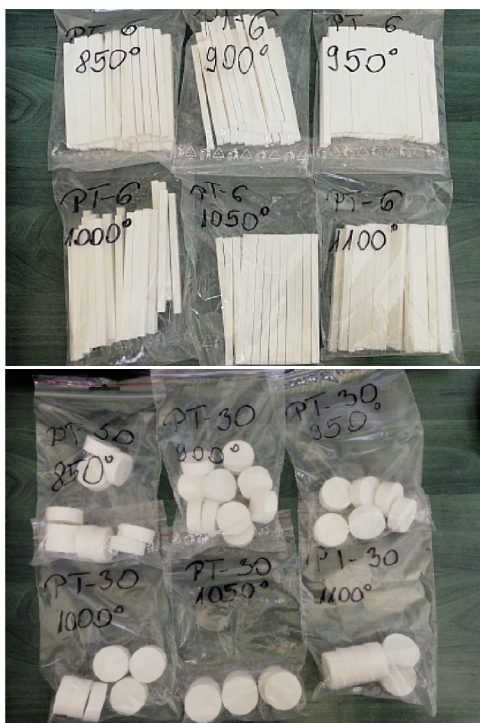


2. ábra Próbatetek készítő szerszám a hajlítószilárdság vizsgálathoz, valamint a próbatetek az égetőtokban
Fig. 2 Specimen preparation tool for flexural strength testing, as well as the specimens in the firing aid

Vizsgálati minta	Átmérő mm	Magasság mm	Szélesség mm	Hossz mm
Nyomószilárdság	10	11		
Hajlítószilárdság		6	6	100
Hővezetés	30	12		

1. táblázat A vizsgálati minták névleges méretei
Table 1 The nominal dimensions of test samples

Az elkészült próbatetekből az alakadást segítő kötőanyag eltávolítása 650°C-on, 48 órás hőkezelési ciklussal történt földgázüzemű kemencében. A minták kiegészése egy optimális és minél alacsonyabb égetési hőmérséklet megtalálása érdekében hat különböző hőmérsékleten történt. Az elkészített próbatetek szinterelése tehát 850-900-950-1000-1050-1100 °C maximális hőfok mellett, 60 °C/óra felfűtési sebességgel egy Nabertherm HT 40/18 típusú laborkemencében történt. A hajlítószilárdság és a hővezetés mérésekhez a kiegészett próbatetek a 3. ábrán kerülnek bemutatásra.

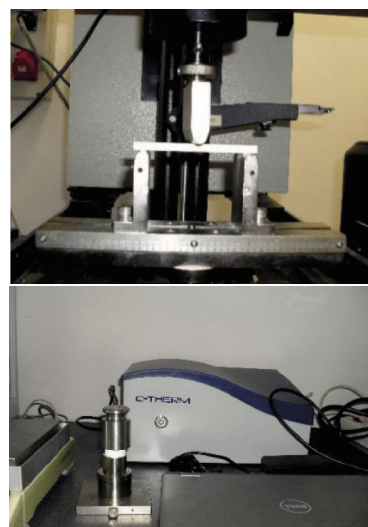


3. ábra Az elkészült és kiegészett minták egy része
Fig. 3 A part of the finished and fired samples

2.2 Mérési módszerek

A próbatetek gyártásához használt alumínium-oxid, valamint az üvegfritt szemcseméret eloszlásának megadásához Horiba LA-950 lézer granulométert használtunk. A kiindulási anyagok és a kiegészett próbatetek alkotó fázisainak meghatározásához Rigaku Miniflex II (Cu K α , 2 θ 3-90°) asztali röntgen diffraktométert, a fázisok kiértékeléséhez PDXL2 programot, a mennyiségi fázismeghatározáshoz pedig Rietveld teljes profilillesztéses eljárást alkalmaztunk. EDAX detektorral felszerelt ZEISS pásztázó elektronmikroszkóp segítségével megmértük az anyagok kémiai összetételét, valamint megfigyeltük a minták felületi morfológiáját. A hajlító- és a nyomószilárdság vizsgálatához alkalmas

próbatetek eltérő geometriájú fröccsöntő szerszámban készültek. Az előbbi vizsgálatokhoz hasáb, míg az utóbbihoz hengeres mintákat használtunk. A mérések Instron 5560 univerzális húzó-nyomó berendezésen készültek. A hővezetési tényező meghatározásához csiszolt felületű, 30mm átmérőjű hengeres mintákat alkalmaztunk, és a tranziens sík-lap módszer elvén működő C-Therm TCi hővezető berendezést használtuk, a méréseket szobahőmérsékleten végeztük. Utóbbi két vizsgálatról készített felvétel a 4. ábrán látható. A különböző hőmérsékleten égetett termékek porozitását vízfelvételi értékekből határoztuk meg. A vízfelvétel-vizsgálati módszerben 48 órás áztatást 3 óras forralás követett, ezután mértük az értékeket. Valamennyi statisztikai kiértékelést kívánó mérést 20 mintán végeztük el.



4. ábra Próbatest hajlítószilárdság vizsgálata és hővezetés mérése
Fig. 4 Examination of the flexural strength of the specimen and measurement of thermal conductivity

3. Eredmények

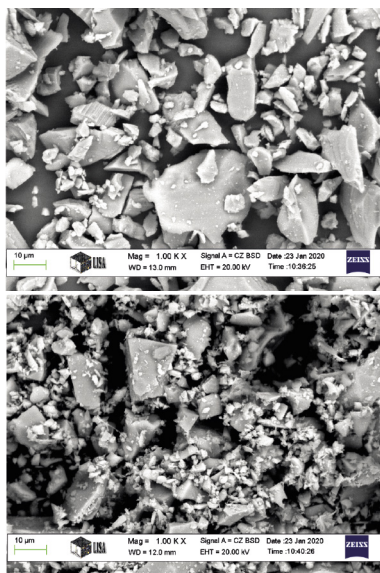
3.1 Az alapanyagok mérési eredményei

Az elvégzett röntgenvizsgálatok alapján a felhasznált alumínium-oxid alapanyagot alapvetően korund (Al₂O₃) alkotja, mellette kis mennyiségben jelen van diaoyudaolit (NaAl₁₁O₁₇) és hibonit (CaAl₁₂O₁₉), amelyek a korundgyártás során keletkező, mesterséges ásványok. A használt fritt teljes egészében amorf szerkezetű. Az alapanyagok oxidos összetétele és szemcseméret eloszlása a 2. táblázatban található.

	Szemcseméret, μm							
	D90	D50	D10	Átlag	Medián			
Elektrokorund	43,9	17,67	7,89	22,65	17,67			
Fritt	22,54	10,52	4,34	12,33	10,50			
	Oxidok összetétel, m/m%							
	Na ₂ O	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	ZrO ₂	K ₂ O	CaO	ZnO
Elektrokorund	0,8		98,78				0,42	
Fritt	2,47	2,69	6,21	58,28	8,78	2,78	11,10	7,70

2. táblázat Az alapanyagok jellemző szemcseméretei és oxidos összetétele
Table 2 Typical grain sizes and oxide composition of the raw materials

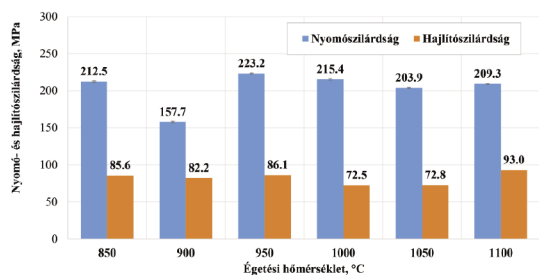
Az anyagok kiindulási morfológiáját a 5. ábra mutatja be. Mindkét anyagra határozott élekkel rendelkező, poliédres szemcsealak jellemző, mind a durva, mind a finomabb frakció tekintetében.



5. ábra A korund és a fritt minta SEM felvétele N=1000x
Fig. 5 SEM image of the corundum and frit sample N=1000x

3.2 Az égetési hőmérséklet hatása a termék tulajdonságaira

A 850-1100 °C közötti hőmérsékleten égetett üvegkompozit mintákon elvégzett sűrűség, porozitás, zsugorodás, vízfelvétel és hővezetés, valamint a szilárdságvizsgálatok számszerű eredményeit a 3. táblázat foglalja össze. A nyomó és hajlítószilárdsági vizsgálatok eredménye a 6. ábrán kerül bemutatásra. Legnagyobb hajlító- és nyomószilárdsági értékkel a 950 °C-on égetett minták rendelkeztek. Érdekes, hogy a 950 °C feletti égetési hőmérséklet hatására kismértékben csökkent az átlagos nyomószilárdság, azonban nem tér el jelentősen a 850 °C-os égetett minták szilárdságától. A 900 °C-on égetett minták esetében azonban lényeges szilárdság csökkenés volt tapasztalható. A hajlítószilárdsági értékek 950 °C-ig közel változatlanok, majd 1000-1100 °C között 10-15%-kal csökkennek. Látható, hogy a hőmérséklet növelésével sem a nyomó, sem a hajlítószilárdsági értékekben nem következnek be javulás. A 3. táblázat tartalmazza a mérések szórását is, mely a nyomószilárdság értékek esetén 9-13%, míg a hajlítószilárdságok esetén 1000-1100 °C között a 8-12%-ról 23-27%-ra nő meg. Ezen értékekből tehát az látszik, hogy az égetés 1000 °C-alatt kedvezőbb.

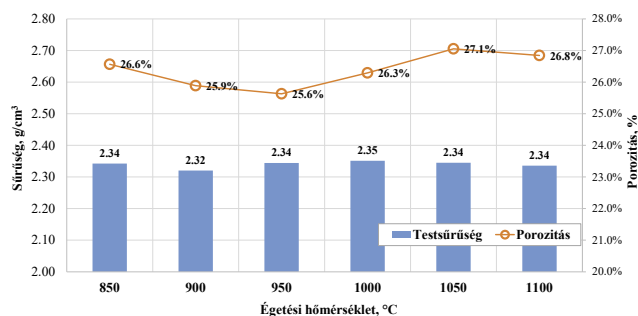


6. ábra A minták nyomó és hajlítószilárdsági értékei
Fig. 6 The compressive and flexural strength values of the samples

	Égetési hőmérséklet					
	850 °C	900 °C	950 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C
Zsugorodás átmérő, %	3,98	3,92	3,84	4,06	4,00	3,94
Zsugorodás hossz, %	5,42	4,08	5,41	5,37	5,20	5,05
Zsugorodás átlag, %	4,61	4,00	4,62	4,71	4,60	4,49
Vízfelvétel, %	11,00	10,8	10,7	11,00	11,4	11,20
Hővezetési tényező, W/mK	1,86	2,00	2,01	1,95	1,87	2,11
Nyomószilárdság, MPa	212,5	157,7	223,2	215,4	203,9	209,3
Szórás, %	9%	10%	13%	12%	10%	10%
Hajlítószilárdság, MPa	85,6	82,2	86,1	72,5	72,8	93,0
Szórás, %	4%	12%	8%	27%	23%	13%

3. táblázat Az égetett minták mért értékeinek átlaga
Table 3 The average of the measured values of the sintered samples

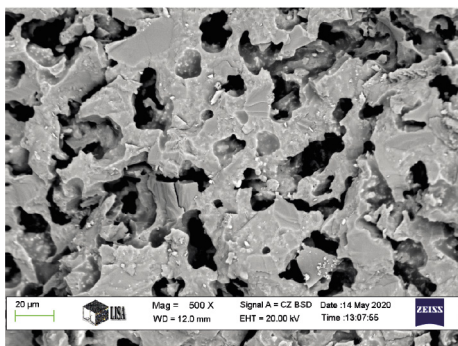
A minták sűrűségi értékei, valamint a számolt porozitás értékek a 7. ábrán kerülnek bemutatásra. A minták égetési átmérőben mért zsugorodás értékei nem térnek el jelentősen, a 950 °C és az 1000 °C-on hőkezelt minta közötti 5,5% volt a különbség. A minták magasság, illetve hosszmérete mentén a 900 °C-on égetett minták zsugorodtak legkevésbé. Ezekhez hasonló tendencia mutatkozik a vízfelvétel és hővezetési tényező értékekben is. A sűrűséget nem befolyásolta a hőmérséklet, viszont a porozitás érték 950 °C-on a legkisebb, de ez is 5,5%-ban tér el a maximális, 1050 °C-on mért értéktől.



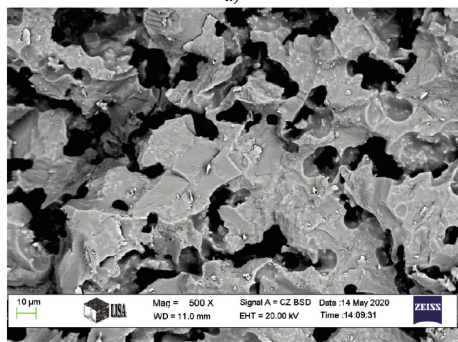
7. ábra A minták sűrűsége és porozitása a hőmérséklet függvényében
Fig. 7 Density and porosity of the samples as a function of temperature

3.3 Morfológia és fáziselemzés

A minták töretfelületének pásztázó elektronmikroszkópos megfigyelése és a készült képek elemzése kimutatta, hogy egy, a kötőanyag eltávolítása után visszamaradt pórusrendszer szövi át a mintákat. A pórusok szabálytalanul helyezkednek el, legnagyobb méretük néhány 10µm. A 8. ábra mutatja be egy-egy 950 °C és 1000 °C-on égetett üveg-kerámia minta SEM felvételét. A szilárdsági adatokban jelentkező szórást, valamint a jelentős porozitás értékeket az elkészült felvételek alátámasztják. Az égetési hőmérséklet növelése nem okozott lényeges változást a minták töretfelületének morfológiájában.

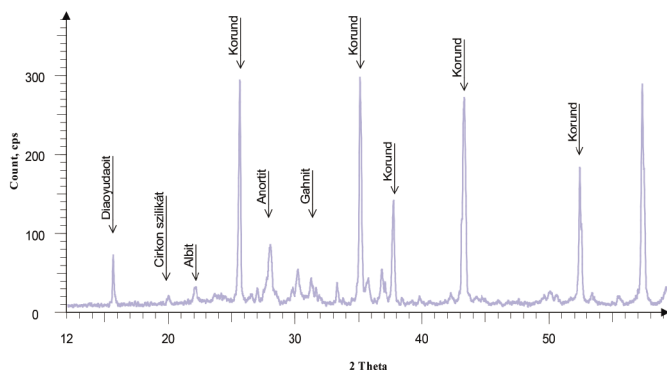


a)



b)

8. ábra A 950 °C és 1000 °C-on égetett üveg-kerámia kompozitok szövetszerkezete
Fig. 8 The structure of glass-ceramic composites fired at 950 °C and 1000 °C



9. ábra Az égetett mintákban jelenlévő fázisok 850 °C-on
Fig. 9 Phases of samples sintered at 850 °C

A minták röntgendiffrakciós elemzése alapján a kiindulási kristályos korund fázis és az amorf fritt üveg fázis keverékéből a 850 °C-on égetett mintában már főként kristályos fázisok vannak jelen, mintegy 5% amorf tartalom mellett. Az azonosított fázisok: korund, albit, anortit, cirkonszilikát, gáhnit és a kiindulási mintában is meglévő diaoyudaot fázis (9. ábra). Ezen fázisok megmaradnak 1100 °C-ig, azonban mennyiségük kismértékben változik. A 900 °C-on szinterelt mintában már egyértelmű a fritt olvadása, amely megnöveli a termékben az amorf fázis mennyiségét. Ezen a hőmérsékleten mintegy 22 m/m% mennyiség mutatható ki, mely 950 °C-on 16 m/m%-ra csökken, mely jelzi a kristályos fázis arányának növekedését.

3.4 Kísérleti üzemi gyártás

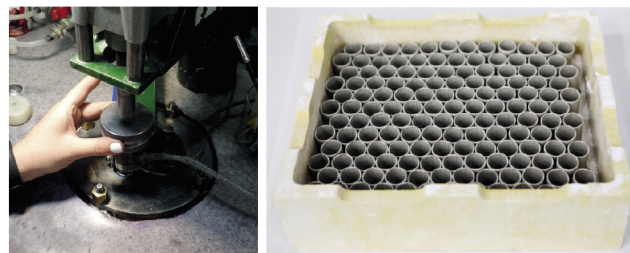
A kísérletek során fejlesztett 1000 °C alatt égethető üveg-kerámia kompozit keverékből, a sikeres kismintás kísérletek elvégzése után, kísérleti termékgyártásra is sor került a Cerlux Kft. telephelyén. A kísérleti termék elkészítéséhez, egy egyszerű

termékgeometria került kiválasztásra. A gyártáshoz használt fröccsöntő szerszámot, valamint a termék geometriáját a 10. ábrán mutatjuk be.



10. ábra A kísérleti termékhez használt fröccsöntő szerszám és a már elkészült termék
Fig. 10 The injection molding tool used for the experimental product and the finished product

A gyártás a Cerlux Kft. szintén saját fejlesztésű alacsony nyomású fröccsöntőgépén és saját fejlesztésű szerszámával történt. A fröccsöntési nyomás 6 bar, a fröccsöntő massa hőmérséklete 70 °C volt, 20 °C-os hűtővíz mellett. A 11. ábrán a fröccsberendezés, valamint a nyers termékek kordierit égetőtokba helyezve láthatók. A mintákat timföldes megtámasztás mellett, gázüzemű kemencében 850 °C-on kerültek kiégetésre.



11. ábra A fröccsöntési művelet valamint az égetőtokba helyezett nyers termékek
Fig. 11 The injection molding operation and the raw products placed in the crucible

A kísérleti nyersgyártás során nem volt jellemző az átlagtól magasabb selejtképződés. Mivel a 850 °C-os égetési hőmérséklet adott volt, így a nagyobb mennyiségű minta esetén szükséges volt a megfelelő égetési görbe és hőtartási idő megtalálása annak érdekében, hogy a tokban lévő valamennyi termék megfelelő módon kiégjen. A megfelelőnek ítélt kísérleti égetés után a termékeket egyesével vizsgáltuk a végleges méret, zsugorodás, porozitás, felületi minőség és mázazhatóság szempontjából is. A mért értékek a 3. táblázatban foglaltaknak megfelelően alakultak. A termékek felülete megfelelő máztapadást biztosított a 10. ábrán látható termék elkészítéséhez.

4. Konklúzió

Az elektrokorund és a fritt üveg által alkotott üveg-kerámia kompozit különböző hőmérsékleten végzett kiégetése alapján megállapítható, hogy a fritt olvadási képessége, valamint a kötőanyag kiegészének jellege hatással van a minták főbb, nem elektromos tulajdonságaira. A kísérletben használt 850-1100 °C-os tartományban a vizsgált jellemzők nem változtak számottevően, csak a 900 °C-os szinterelés esetén volt 5-10%-os nyomószilárdság és zsugorodása csökkenés. A vizsgált keverék

tehát akár 850 °C-on is égethető, hiszen a magasabb égetési hőmérséklet a fenti mérések alapján már nem okoz jelentős változást a tulajdonságokban.

5. Köszönetnyilvánítás

Jelen kutatómunka az Európai Regionális Fejlesztési Alap és Magyarország Kormányának társfinanszírozásával megvalósult GINOP-2.1.2-8-1-4-16-2017-00219 azonosító számú projekt eredményeként készült el. A szerzők köszönetet mondanak a Miskolci Egyetem, Anyag és Vegyészmérnöki Kar kollégáinak a vizsgálatok során nyújtott segítségével.

Felhasznált irodalom

- [1] T. K. Gachovska et al., „Design of Continuous Flow UVC Lamp for Office Air Germicide Elimination,” 2021 IEEE Canadian Conference on Electrical and Computer Engineering (CCECE), ON, Canada, pp. 1-6, 2021. <https://doi.org/10.1109/CCECE53047.2021.9569203>
- [2] Milad Raeeszadeh and Babak Adeli: A Critical Review on Ultraviolet Disinfection Systems against COVID-19 Outbreak: Applicability, Validation, and Safety Considerations, ACS Photonics Vol.7, No.11, pp.2941–2951, 2020. <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsp Photonics.0c01245>
- [3] Yu-Ching Fang and Jau-Ho Jean: Effects of Alumina on Densification of a Low-Temperature Cofired Crystallizable Glass+Alumina System, Japanese Journal of Applied Physics Vol. 46, No. 6A, pp. 3475–3480, 2007.
- [4] Jau-Ho Jean, Yu-Ching Fang, Steve X. Dai and David L. Wilcox, S: Effects of Alumina on Devitrification Kinetics and Mechanism of K_2O - CaO - SrO - BaO - B_2O_3 - SiO_2 Glass, Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 42 pp. 4438–4443 Part 1, No. 7A, 2003
- [5] Gülsüm Meryem Dursun, Cihangir Duran: Glass alumina composites for functional and structural applications, Ceramics International Vol. 45 pp.12550–12557, 2019.
- [6] Kostja Makarovič, Anton Meden, Marko Hrovat, Janez Holc, Andreja Benčan, Aleš Dakskobler, Darko Belavič, Marija Kosec: The Effect of the Firing Temperature on the Properties of LTCC, <https://pdfs.semanticscholar.org/742a/32f8acadf54f52368387987f9f5f3584e38a.pdf>, Letöltve 2020.03.16
- [7] Suprapedi, Muljadi, Ramlan: Effect of Addition of Amorphous Glass (Soda Lime Glass) on Sintering Process and Properties of Alumina Ceramics, IOP Conf. Series: Journal of Physics: Conf. Series Vol. 1120, 012038, 2018.
- [8] M.M.R.A. Lima, R.C.C. Monteiro, M.P.F. Graça, M.G. Ferreira da Silva: Structural, electrical and thermal properties of borosilicate glass–alumina composites, Journal of Alloys and Compounds Vol. 538 pp.66–72, 2012.
- [9] M. M. R. A. Lima and R. C. C. Monteiro: Shrinkage Behaviour of Borosilicate Glass- Al_2O_3 Composites during Isothermal Sintering, Materials Science Forum Vols 514-516 pp 648-652, 2006.
- [10] Bo Li, Yang Xu, and Shuren Zhang: The Size-Effect of Al_2O_3 on the Sinterability, Microstructure and Properties of Glass-Alumina Composites, Glass Physics and Chemistry, Vol. 41, No. 5, pp. 503–508., 2015
- [11] M. Margarida. R. A. Lima és C. C. Monteiro: Viscous Sintering in a Glass-Alumina System, Materials Science Forum Vols. 587-588 pp. 143-147, 2008.
- [12] I. Higby és James E. Shelby: Properties of Glass/Alumina Composites, Communications of the American Ceramic Society, C-229, 1983
- [13] Qingshan Zhu, Gijsbertus de With, Leonardus J. M. G. Dortmans, Frits Feenstra: Near net-shape fabrication of alumina glass composites, Journal of the European Ceramic Society Vol. 25 pp.633–638, 2005.
- [14] Qin Xia, Chao-Wei Zhong, Jian Luo: Low temperature sintering and characteristics of K_2O - B_2O_3 - SiO_2 - Al_2O_3 glass/ceramic composites for LTCC applications, J Mater Sci: Mater Electron Vol. 25 pp. 4187–4192, 2014.
- [15] K. P. Kumar, V. C. S. Prasad, P. S. Mukherjee and P. G. Mukunda: Behaviour of Lead Borosilicate Glass/Alumina Composite in the Temperature Range 900-1100 °C, Materials Science and Engineering, B5 pp.1-4, 1989.
- [16] M. T. Sebastian and H. Jantunen: Low loss dielectric materials for LTCC applications: a review, International Materials Reviews Vol. 53 No. 2, 2008.
- [17] A.A. El-Kheshen: Effect of alumina addition on properties of glass/ceramic composite, British Ceramic Transactions Vol. 102 No. 5, 2003.
- [18] Jau-Ho Jean, Chia-Ruey Chang, Ruey-Ling Chang, Tong-Hua Kuan: Effect of alumina particle size on prevention of crystal growth in low-k silica dielectric composite, Materials Chemistry and Physics Vol. 40 pp. 50-55 1995.
- [19] R.C.C. Monteiro, M.M.R.A. Lima: Effect of compaction on the sintering of borosilicate glass/alumina composites, Journal of the European Ceramic Society Vol. 23 pp.1813–1818, 2003.
- [20] P. Palanisamy, D.H.R. Sarma and R.W. West, J. Am. Ceram. Soc. Vol. 68 C215. 1985.
- [21] BI-Shiou, W.-Y. Hsu and J.-G. Duh, Ceram. Int. Vol. 14 p.7, 1988.
- [22] German, R.M., Suri, P. & Park, S.J. Review: liquid phase sintering. J Mater Sci Vol. 44, pp. 1–39, 2009. <https://doi.org/10.1007/s10853-008-3008-0>
- [23] Kemethmüller, S., Hagymasi, M., Stiegelschmitt, A., Roosen, A.: Viscous Flow as the Driving Force for the Densification of Low-Temperature Cofired Ceramics, Journal of the American Ceramic Society, Vol. 90 No. 1 pp. 64-70, 2007.
- [24] Cole, S., Wellfair, G., High temperature viscosity control in multi-layer glasses - a new concept, Proceedings of the ISHM Symposium, Boston, Massachusetts: 25-34, 1974.

Ref.:

Simon Andrea – Kurovics Emese – Mucsi Gábor – Kocserha István: Az égetési hőmérséklet hatása az Al_2O_3 -üveg kompozit tulajdonságaira
Építőanyag – Journal of Silicate Based and Composite Materials, Vol. 75, No. 4 (2023), 136–141. p.
<https://doi.org/10.14382/epitoanyag-jsbcm.2023.19>



SCIENTIFIC SOCIETY OF THE SILICATE INDUSTRY

The mission of the Scientific Society of the Silicate Industry is to promote the technical, scientific and economical progress of the silicate industry, to support the professional development and public activity of the technical and economic experts of the industry.

szte.org.hu/en