

Mehanohemijaska sinteza magnezijum titanata

Suzana Filipović, Nina Obradović, Vladimir Pavlović, Smilja Marković, Miodrag Mitrić,
Nebojša Mitrović

Apstrakt— Cilj ovog rada je bio dobijanje čistog magnezijum titanata mehanohemijski, putem reakcije u čvrstom stanju. Smeša polaznih oksida MgO i TiO₂ je podvrgnuta mehaničkom tretmanu u vremenskim intervalima od 0 do 160 minuta u visokoenergetskom planetarnom mlinu. Dobijeni prahovi su detaljno okarakterisani termijski, stereoloski i strukturno. Morfologija prahova je ispitana SEM analizom i praćenjem raspodele veličina čestica na laserskom analizatoru, dok su promene u faznom sastavu ispraćene snimanjem XRD. Utvrđeno je da se prvi tragovi magnezijum titanata javljaju već nakon 40 minuta aktivacije, dok je nakon 160 minuta prisutan čist magnezijum titanat. Radi određivanja karakterističnih temperatura reakcija koje se odigravaju u aktiviranim sistemima snimljeni su termogrami u temperaturnom intervalu od sobne do 1100 °C.

Ključne reči—mehanohemija; magnezijum titanat; XRD; SEM.

I. UVOD

Magnezijum titanat (MgTiO₃) je materijal koji se često koristi u rezonatorima, filterima, antenama za komunikacione sisteme kao što su mobilni telefoni, radari i globalni pozicioni sistemi (GPS). Takođe, veoma često se upotrebljava za izradu integrisanih kola, aktuatora, a predstavlja i osnovni materijal za izradu višeslojnih kondenzatora [1-3]. MgTiO₃ je u novije vreme interesantan kao materijal za izradu međuslojeva u proizvodnji feroelektričnih memorijskih uređaja [4].

Sinteza magnezijum titanata, MgTiO₃, veoma je interesantno pitanje. U literaturi postoji nekoliko načina za njegovo dobijanje: termalna dekompozicija peroksidnih prekursora [5], sol-gel metoda [3, 6], hemijska koprecipitacija [7], reakcija u čvrstoj fazi [8]. Sol-gel metoda je jedna od češće korišćenih tehnika za dobijanje ovog materijala jer se dobijaju nano čestice sa uskom raspodelom veličina, stehiometrija se može veoma precizno kontrolisati, relativno su niske temperature i kratka vremena dobijanja proizvoda reakcije. Glavni nedostatak je što je metoda dosta skupa i

kompleksna, a dobija se mala količina materijala za detaljna ispitivanja. Druga često korišćena metoda je reakcija u čvrstom stanju. Ovde se posebno koristi mehanohemijska sinteza za dobijanje željenih proizvoda reakcije. Ovim putem se na jednostavan način dobija veća količina praha, što uslovljava nižu cenu krajnjih komponenti. Jedan od bitnijih problema koji se javlja tokom mehanohemijske reakcije je pojava metastabilne faze Mg₂TiO₅ [4]. Prisustvo metastabilnog Mg₂TiO₅ uzrokuje lošije dielektrične karakteristike MgTiO₃, zapravo dovodi do sniženja vrednosti relativne dielektrične permitivnosti i porasta vrednosti dielektričnih gubitaka [9].

Mehanohemijske reakcije su veoma kompleksne i još uvek nedovoljno razjašnjene. Razlog je što se tokom mehanohemijskih reakcija odigrava nekoliko elementarnih procesa kao što su lokalni porast temperature i plastična deformacija. Pored toga, one imaju i drugačije termodinamičko i kinetičko ponašanje u odnosu na termičke reakcije. Bitnu ulogu u odigravanju mehanohemijskih reakcija imaju parametri sinteze koji u ovom slučaju podrazumevaju odnos kugli i praha, brzinu rotiranja posuda, kao i dužinu samog mehanohemijskog tretmana [10].

Predmet ovog rada je bio mehanohemijsko dobijanje magnezijum titanata iz polaznih oksida i njegova karakterizacija.

II. EKSPERIMENTALNI DEO

Kao polazne komponente u ovom radu korišćeni su prahovi MgO (99% p. a. Sigma - Aldrich) i TiO₂ (99,8% p.a. Sigma - Aldrich). Obzirom da MgO ima izraženu tendenciju da reaguje sa vodom i CO₂ iz vazduha, prah je prvo kalcinisan na 700 °C dva sata, a zatim čuvan u eksikatoru do početka eksperimenta. Smeša polaznih prahova MgO i TiO₂ u molskom odnosu 1:1 je mehanički aktivirana u planetarnom mlinu Fritsch pulverisette. Odnos kugli i praha je bio 40:1. Smeše prahova su podvrgnute tretmanu mlevenja u vremenskim intervalima od 10, 40, 80 i 160 minuta. Oznake prahova koje će se koristiti dalje u radu su date u skladu sa vremenima aktivacije MT0, MT10, MT40, MT80, MT160.

Morfologija i evolucija mikrostrukture smeša je vršena metodom skenirajuće elektronske mikroskopije na uređaju JSM-6390 LV JEOL. Raspodela veličina čestica sa vremenom aktivacije praćena je na laserskom analizatoru veličina čestica tipa Mastersizer 2000, Malvern Instruments Ltd, UK. Performanse uređaja omogućavaju detektovanje čestica u intervalu 20 nm do 2 μm.

Fazni sastav aktiviranih prahova određen je rendgeno strukturnom analizom na uređaju Philips PW 1050 sa λCuKα

Suzana Filipović – Institut tehničkih nauka-SANU, Knez Mihailova 35/IV, 11000 Beograd, Srbija (e-mail: suzana.filipovic@itn.sanu.ac.rs).

Nina Obradović – Institut tehničkih nauka-SANU, Knez Mihailova 35/IV, 11000 Beograd, Srbija (e-mail: nina.obradovic@itn.sanu.ac.rs).

Vladimir Pavlović – Institut tehničkih nauka-SANU, Knez Mihailova 35/IV, 11000 Beograd, Srbija (e-mail: vladimir.pavlovic@itn.sanu.ac.rs).

Smilja Marković – Institut tehničkih nauka-SANU, Knez Mihailova 35/IV, 11000 Beograd, Srbija (e-mail: smilja.markovic@itn.sanu.ac.rs).

Miodrag Mitrić – Institut za nuklearne nauke Vinča, Mike Alasa 12-14, 11000 Beograd, Srbija (e-mail: mmitric@vinca.rs).

Nebojša Mitrović – Fakultet tehničkih nauka Čačak, Univerzitet u Kragujevcu, Svetog Save 65, 32000 Čačak, Srbija (e-mail: nebojsa.mitrovic@ftn.kg.ac.rs).

