

L.J.J. PAVLOVIĆ<sup>1</sup>, D. STANOJEVIĆ<sup>2</sup>, M.V. TOMIĆ<sup>2</sup>,  
N.D. NIKOLIĆ<sup>1</sup>, M.G. PAVLOVIĆ<sup>2</sup>

Originalni naučni rad  
UDC:669.334.96.337.1=861

## Uslovi dobijanja bakar (II) oksida elektrolitičkim putem

*Uslovi dobijanja bakarnog praha različitim režimima elektrolize (potencijostatski, galvanostatski i programirani strujno-naponski režimi) i uticaj na njegovu morfologiju i karakterizaciju su predmet istraživanja dugi niz godina. U zavisnosti od primjenjenog režima elektrolize, do sada su kvantifikovani kriterijumi koji povezuju oblik i dimenzije čestica i odlučujuće osobine praha, kako u laboratorijskim tako i u poluindustrijskim uslovima. Primjenjujući zajedno stereološke parametre sa osnovnim statističkim parametrima (kvantitativna mikroskopska analiza) i skenirajući elektronsku mikroskopiju, omogućeno je uspešno određivanje oblika, veličine svake čestice kao i njihova raspodela. Međutim, kompleksnost dobijanja praha i njegova karakterizacija su samo jedna faza. Kada je u pitanju dobijanje bakar(II) oksida (CuO) elektrohemijskim putem, potrebno je da se proizvedeni prah, kontrolisanim tehnološkim procesom, kroz niz faza, prevede u bakar(II) oksid: ispiranje, centrifugiranje, sušenje, oksidaciju, aeroseparaciju, sejanje, mlevenje i homogenizaciju.*

**Ključne reči:** režimi elektrolize, konstantni režimi, programirani strujno – naponski režimi, prah metala, prah bakra, bakar(II) oksid, čestica, morfologija, karakterizacija

### UVOD

Bakar (II) oksid nalazi značajnu primenu u elektronici: višeslojni paketi, provodne paste, MTC-otpornici, feriti. Zatim za izradu elektrohemijskih izvora energije – baterija Li-CuO, pri čemu se koristi bakar (II) oksid određene (povećane) čistoće, kao i za sintezu nekih super-provodnih materijala. Bakar (II) oksid ima primenu i u sledećim oblastima industrije: za proizvodnju bojene keramike i porcelanskih glazura, u staklarskoj industriji (pri proizvodnji plavog i zelenog stakla), u proizvodnji veštačkih dragulja, u procesu desumporizacije naftnih gasova, pri organskoj sintezi (u svojstvu katalizatora), u metalurgiji bakra (u svojstvu topitelja), za poliranje optičkog stakla, za korekciju sadržaja bakra u zemljisu; (preporučena količina bakra u zemljisu je oko 4 ppm-a), u stočnoj hrani kao aditiv, u postupcima emajliranja, za impregnaciju drveta itd.

U principu načini dobijanja CuO su bazirani na taloženju Cu<sup>2+</sup> pod dejstvom NaOH ili NH<sub>4</sub>OH sa naknadnim žarenjem Cu(OH)<sub>2</sub> [1-4]. Taloženje je moguće izvesti u ključalom rastvoru, tako da je moguće odmah dobiti CuO:



Kupri oksid se može dobiti i žarenjem na vazduhu sitnog praha metalnog bakra. Nakon dobijanja vlaž

Adrese autora: <sup>1</sup> Univerzitet u Beogradu, IHTM – Centar za elektrohemiju, Beograd, Srbija, <sup>2</sup> Univerzitet u Istočnom Sarajevu, Tehnološki fakultet Zvornik, Republika Srpska

nog bakarnog praha hemijskim putem, bakarni prah se prenosi i žari u električnoj peći na (700-800)<sup>0</sup>C, 2-3 sata. Posle hlađenja krupne granule se razbijaju u porcelanskom avanu, prosejavaju kroz sito sa otvorima ispod 1 mm i ponovo žare 1 sat. Što je uzet suvlijci bakarni prah za vreme žarenja, manje se stvaraju granule (tokom žarenja) [1,2]. Pored toga prah CuO je moguće dobiti i direktnom elektrohemijском sintezom [5].

Svi navedeni načini dozvoljavaju dobijanje kupri oksida koji odgovara kvalitetu p.a. hemikalija.

Polazeći od literaturnih podataka i činjenice da bakarni prah može da posluži kao sirovinska osnova za proizvodnju kupri oksida, u ovom radu je posvećena pažnja da se elektrohemijskim putem dobije bakarni prah odgovarajućih osobina i da se žarenjem prevede u bakar (II) oksid, bez stvaranja granula.

Većina nabrojanih primena je moguća zahvaljujući oblasti koja se naziva metalurgija praha i ona proučava proces proizvodnje metalnog praha, njegovu karakterizaciju i preradu do finalnog proizvoda [6].

Sve važne osobine praha zavise od oblika i veličine čestica na koje se može uticati različitim režimima elektrolize, a većina zaključaka koji su značajni za prah se može proceniti iz njih. Metalurgija praha takođe omogućava da se dizajniraju proizvodi različitih oblika, kao i legure i kompozitni materijali različitih svojstava. U zavisnosti od tipa komponente, iskorišćenje materijala u metalurgiji praha može da bude reda veličine 95%, što je dva puta više u odnosu na mašinsku obradu čvrstog tela. Slično, energetski zahtevi metalurgije praha su i do 30-50% onih za

mašinsku obradu čvrstih tela. U zavisnosti od željenih osobina sinterovanog predmeta, određuju se osobine praha. Jedan od mogućih zahteva je da prah bude tečljiv i velike nasipne mase. U zavisnosti od postupka proizvodnje i prirode metala ili legure, dobijaju se čestice (granule) različitog oblika [7-9].

Cilj ovoga rada je da se definisu uslovi dobijanja bakarnog praha elektrohemiskim putem i uslovi tehnološkog postupka prevođenja proizvedenog bakarnog praha u bakar (II) oksid. Kako je stepen oksidacije bakarnog praha u funkciji temperature, vremena oksidacije i brzine protoka gasa (oksidansa) cilj je pronaći optimalne uslove za proizvodnju bakar (II) oksida.

Pri proizvodnji bakar (II) osida tri tehnološke operacije procesa (elektrolitičko dobijanje bakarnog praha, ispiranje i centrifugiranje) identične su kao i kod procesa proizvodnje bakarnog praha. Prema tome, tehnološke operacije za proizvodnju kupri-oksida do segmenta pasivizacije su potpuno identične kao i kod procesa dobijanja bakarnog praha [10].

## EKSPERIMENTALNI DEO

Svi eksperimenti su izvedeni u uvećanom laboratorijskom postrojenju. Elektrolitička ćelija (kada), zapremeine  $10\text{dm}^3$ , koja je korišćena pri ovim eksperimentima, bila je napravljena sa kosim dnom. Da prah lako klizi na određeno mesto u kadi, dno kade se pravi sa nagibom. Dokazano je da za klizanje bakarnog praha u PVC oblozi, nagib ne sme biti manji od  $45^\circ$  [11].

Elektrolit se iz sabirnog rezervoara zapremine  $100\text{dm}^3$ , pomoću kiselo-otporne pumpe prebacuje u napojni rezervoar, zapremine  $25\text{dm}^3$ , iz koga slobodnim padom puni elektrolitičku ćeliju, zapremine  $10\text{dm}^3$ . Brzina cirkulacije elektrolita iz napojnog rezervoara u elektrolitičku ćeliju se kontroliše pomoću kuglastog ventila, a brzina protoka elektrolita pomoću digitalnog protokomera. Iz elektrolitičke ćelije elektrolit se slobodnim padom preko prevlivne cevi ponovo vraća u sabirni rezervoar.

Za materijal elektrolitičke ćelije i napojnog rezervoara upotrebljen je PVC debljine 12mm, dok za materijal sabirnog rezervoara je upotrebljen polipropilen debljine 20mm. Radna temperatura elektrolita se održava u granicama  $\pm 2^\circ\text{C}$ , pomoću grejača i automatskog termoregulatora.

Kao anodni materijal korišćen je katodni bakar iz pogona rafinacije bakra (Bor), prosečnog sastava 99,97% Cu i sledećih primsa (g/t): Ag = 5, Au = 0,1, Bi = 0,5, Ca = 7,0, Fe = 1,3, Ni = 1, Pb = 0,2, Sb = 0,1, Se = 1, Si = 2, Sn = 2 i Zn = 1. Broj anoda u ćeliji je 5, dimenzija: (120 x 120 x 10) mm. Među-

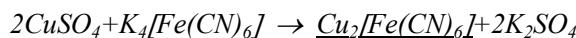
elektrodno osno rastojanje istoimenih elektroda je iznosilo 60 mm.

Kao katodni materijal je korišćen vučeni bakar tipa češlja, sa 4 šipke po katodi; broj katoda 4, a osno rastojanje između šipki 30mm. Dužina šipke 120mm, prečnik  $\phi = 8\text{mm}$ . Međuelektrodno osno rastojanje raznoimenih elektroda je iznosilo 30mm.

Po završetku taloženja prah je skidan sa elektroda četkom. Zatim je dobijen prah ispiran i izvršen je proces sušenja.

Potpunost ispiranja određuje se pomoću reakcije koja ukazuje na prisustvo  $\text{Cu}^{+2}$  jona u vodi koja izlazi iz suda za ispiranje. Kraj ispiranja se određuje pomoću rastvora kalijum-ferocijanida.

Prisustvo  $\text{Cu}^{+2}$  jona u vodi dovodi do reakcije:



žuto-mrki talog

U odsustvu  $\text{Cu}^{+2}$  jona u vodi ne javlja se talog.

pH-vrednost ispranog bakarnog praha treba da bude veća od 5,0, što je određivano pomoću pH-metra.

Svi elektroliti su spravljeni od tehničkih hemikalija i demineralizovane vode.

Pri radu sa konstantnom strujom, jednosmerna struja je obezbeđivana iz izvora struje 600A/12 V.

Bakarni prah je dobijan pri sledećim uslovima:

- koncentracija bakra u elektrolitu  $25\text{ (g/dm}^3)$
- koncentracija sumporne kiseline  $140\text{(g/dm}^3)$
- protok elektrolita.  $1$  izmena  
zapremine ćelije na sat
- vreme narastanja praha  $60\text{ min}$
- katodna gustina struje  $3000$  i  $3600\text{ (A/m}^2)$
- temperatura elektrolita  $(50\pm2)^\circ\text{C}$
- koncentracija hloridnih jona  $0\text{ (mg/dm}^3)$
- katodni materijal bakar

Nakon procesa sušenja praha kao i njegove oksidacije u  $\text{CuO}$  spitivana je morfologija svih dobijenih taloga pomoću skenirajuće elektronske mikroskopije (SEM), JEOL 6460LV pri  $25\text{kV}$ . Takođe, nakon sprovedenog žarenja bakarnog praha urađene su i odgovarajuće rentgensko-difrakcione analize za  $\text{CuO}$ .

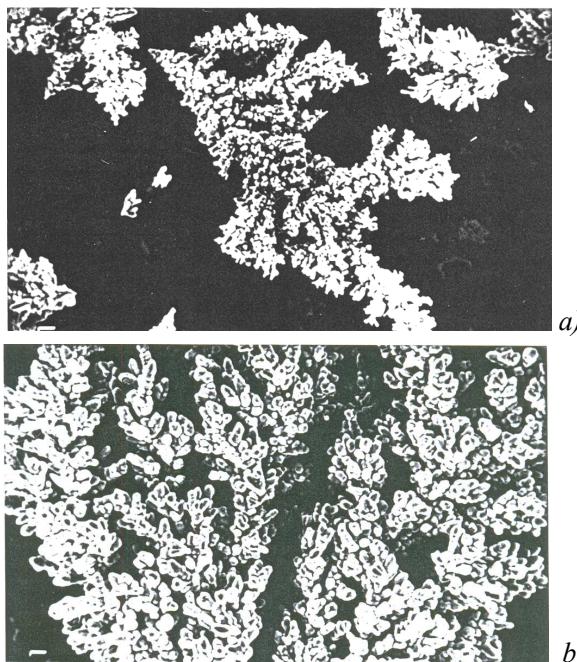
Kao što je već naglašeno prva faza dobijanja bakar (II) oksida je proizvodnja bakarnog praha elektrohemiskim putem. Tehnološke operacije za proizvodnju kupri-oksida do segmenta pasivizacije su potpuno identične kao i kod procesa dobijanja bakarnog praha. Dobro isprani bakarni prah nakon centrifugiranja se šaržira u sušnicu (maksimalna temperatura sušnice  $300^\circ\text{C}$ ). Pomoću kompresora (ili di-

rektno iz boce napunjene sa vazduhom ili kiseonikom pod pritiskom), prečišćeni vazduh (kiseonik) se uđava u sušnicu gde se na temperaturi od  $200^{\circ}\text{C}$  vrši sušenje bakarnog praha. Ovaj prah tokom sušenja podleže i delimičnoj oksidaciji, naročito ukoliko se sušenje izvodi na većoj temperaturi ( $300^{\circ}\text{C}$ ). Vazduh (kiseonik) i para iz sušnice se izvode u atmosferu.

Ovako osušeni "bakarni prah" se zatim unosi u peć za potpunu oksidaciju praha do kupri-oksidu. Potpunu oksidaciju praha je moguće izvršiti kako vazduhom tako i tehničkim kiseonikom. Maksimalna temperatura peći treba da bude  $800^{\circ}\text{C}$ , pri čemu temperatura u peći u toku procesa oksidacije praha u bakar (II) oksid iznosi ( $700\text{-}750)^{\circ}\text{C}$  [10].

## REZULTATI

Na slici 1 (a i b), prikazane su tipične SEM mikrofotografije bakarnog praha dobijenog pri konstantnoj gustini struje, dok slika 2 (a i b), prikazuje oksidisano stanje bakarnog praha u obliku CuO. Analizom dobijenih mikrofotografija (slika 1) utvrđeno je da se sa povećanjem gustine struje morfologija čestica bakarnog praha menja od kompaktnih, masivnih dendrita i masivnih čestica, do razgranatih, 3D dendrita.



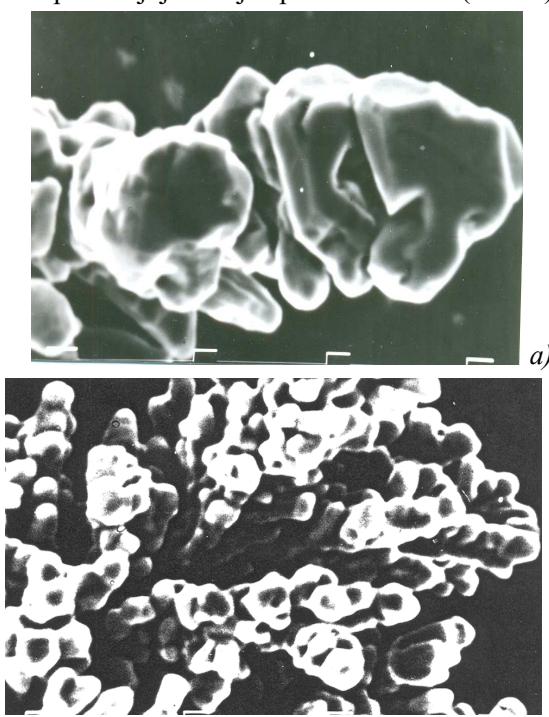
Slika 1 - SEM mikrofotografije čestica bakarnog praha dobijenog pri gustini struje: a)  $j=3000 \text{ A}/\text{m}^2$ ;  $V_m=0.6784 \text{ g}/\text{cm}^3$ ; b)  $j=3600 \text{ A}/\text{m}^2$ ;  $V_m=0.6352 \text{ g}/\text{cm}^3$ .  $C(\text{Cu}^{+2})=25 \text{ g}/\text{dm}^3$ ,  $C(\text{H}_2\text{SO}_4)=140 \text{ g}/\text{dm}^3$ ,  $Q=0.11 \text{ dm}^3/\text{min}$ ,  $t=(50\pm2)^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau_r=60 \text{ min}$ . Uvećanje  $x1000$ ; frakcija (74-88)  $\mu\text{m}$ .

U uzorcima prahova dobijenih pri nižim gustinama struje ( $j=3000 \text{ A}/\text{dm}^2$ ) uočeno je prisustvo oba tipa dendrita: masivni dendriti kod kojih su sekun-

darne dendritne grane facetirane ravnima niskih Milerovih indesa, kao i razgranati, 3D dendriti. Sa povećanjem gustine struje ( $j=3600 \text{ A}/\text{dm}^2$ ), gubi se prisustvo masivnih dendrita.

Dosadašnjim ispitivanjima morfologije i granulacije bakarnih prahova dobijenih konstantnim režimima, utvrđeno je da se veličina čestica praha može menjati promenom gustine struje bez primarnog uticaja na morfologiju kao i da sa povećanjem struje nastaju manje čestice i uže krive raspodele [12]. Povećanje gustine struje dovodi do povećanja brzine nukleacije, kao i do broja mesta koja su pogodna za početak trenutnog dendritičnog rasta. Broj mesta za nukleaciju na početnoj površini je ograničen, dok nukleacija na zrnima koja rastu može da teče kontinualno. Pretpostavljajući da su sa povećanjem gustine struje zrna praha, kao i subčestice zrna, produkt daljeg dendritičnog rasta na nukleusima, koji su se formirali na početnoj površini i na samim zrnima, objašnjava se dobro poznata činjenica da se veličina zrna čestica praha smanjuje sa povećanjem gustine struje [12].

Sa slike 1 se može videti da se sa povećanjem gustine struje taloženja dobijaju razgranatije (dendritičnije) čestice bakarnog praha, manje nasipne mase. Pošto nema bitnije razlike prilikom oksidacije praha Cu (potpuno identično ponašanje pri manjim i većim gustinama struje), u daljem ispitivanju oksidisan je samo prah koji je dobijen pri  $3600 \text{ A}/\text{dm}^2$  (slika 2).



Slika 2 - SEM mikrofotografije CuO. Sve isto kao na slici 1b, ali a) pri uvećanju  $x1000$  i b) pri uvećanju  $x3500$ ; frakcija (74-88)  $\mu\text{m}$ .

SEM mikrofotografije čestica CuO pokazuju značajno različitu strukturu metalnog bakra, manogo manje dendritičnu (što vodi većoj nasipnoj masi), zbog oksidisanog stanja čestica praha.

U tabeli 1 prikazani su rezultati stepena oksidacije bakarnog praha u bakar (II) oksid. Potrebno je

istaći da je u prvoj fazi ispitivanja korišćena sušnica, a ne i peć. Uvidom u rezultate analize zaključeno je da temperatura oksidacije mora biti veća od maksimalne temperature sušnice ( $300^{\circ}\text{C}$ ), pa je u sledećoj fazi korišćena električna peć (maksimalna temperatura  $800^{\circ}\text{C}$ ).

*Tabela 1 - Stepen oksidisanosti bakarnog praha u funkciji temperature,vremena oksidacije i brzine protoka gasa( $j=3600 \text{ A/m}^2$ )*

| Redni broj uzorka | Sadržaj bakra, % | Sadržaj kiseonika, % | Temperatura, $^{\circ}\text{C}$ | Vreme oksidacije, h | Brzina protoka oksidansa, $\text{dm}^3/\text{h}$ |
|-------------------|------------------|----------------------|---------------------------------|---------------------|--|
| 1.                | 98.11            | 1.61                 | 150                             | 24                  | 15 (vazduh)                                      |
| 2.                | 96.87            | 1.52                 | 150                             | 12                  | 25 (vazduh)                                      |
| 3.                | 97.40            | 2.45                 | 200                             | 24                  | 30 (vazduh)                                      |
| 4.                | 97.46            | 2.47                 | 200                             | 12                  | 50 (vazduh)                                      |
| 5.                | 96.80            | 2.88                 | 200                             | 6                   | 30 (kiseonik)                                    |
| 6.                | 96.96            | 3.18                 | 250                             | 24                  | 30 (vazduh)                                      |
| 7.                | 96.57            | 3.38                 | 250                             | 12                  | 30 (kiseonik)                                    |
| 8.                | 96.40            | 3.43                 | 250                             | 6                   | 30 (vazduh)                                      |
| 9.                | 96.10            | 3.48                 | 250                             | 4                   | 30 (kiseonik)                                    |
| 10.               | 94.93            | 4.61                 | 300                             | 4                   | 30 (vazduh)                                      |
| 11.               | 92.80            | 6.32                 | 300                             | 8                   | 30 (vazduh)                                      |
| 12.               | 92.42            | 7.23                 | 300                             | 6                   | 30 (kiseonik)                                    |

Iz dobijenih rezultata uočljivo je da se sadržaj kiseonika povećava sa povećanjem temperature, da neznatno zavisi od vremena oksidacije (za posmatrana vremena oksidacije, od 4-24 sata) i da praktično ne zavisi od protoka i vrste oksidansa (vazduh ili kiseonik, od  $15\text{-}50 \text{ dm}^3/\text{h}$ ). Preciznije rečeno, kiseonik brže prevodi bakar u oksidno stanje nego vazduh, za istu posmatranu temperaturu ( $300^{\circ}\text{C}$ ) i isti protok gase ( $30 \text{ dm}^3/\text{h}$ ), ali je još uvek veoma daleko od njegovog stehiometrijskog sadržaja ( $20.11\% \text{ O}_2$ ), i za slučaj vazduha ( $6.32\% \text{ O}_2$ ), i za slučaj kiseonika ( $7.23\% \text{ O}_2$ ) (redni brojevi uzoraka 11 i 12).

U tabeli 2 prikazan je uticaj vremena trajanja oksidacije bakarnog praha, a u tabeli 3, uticaj protoka kiseonika na količinu proreagovalog bakarnog praha pri konstantnoj temperaturi i vremenu oksidacije.

*Tabela 2 - Uticaj vremena trajanja oksidacije na sadržaj oksidisanog bakarnog praha na temperaturi od  $400^{\circ}\text{C}$  i protoku kiseonika od  $30 \text{ dm}^3/\text{h}$ .*

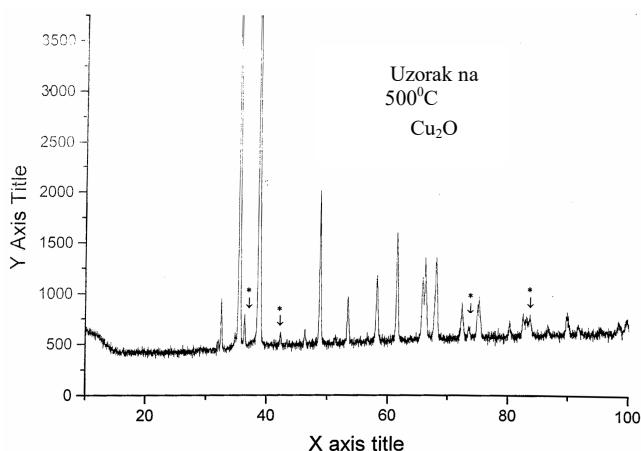
| Redni broj uzorka | % oksidisanog bakara | Vreme oksidacije, h |
|-------------------|----------------------|---------------------|
| 1.                | 67.03                | 6                   |
| 2.                | 67.28                | 12                  |
| 3.                | 67.09                | 24                  |
| 4.                | 67.11                | 30                  |

*Tabela 3- Uticaj protoka kiseonika na sadržaj oksidisanog bakarnog praha na temperaturi od  $400^{\circ}\text{C}$  i pri vremenu oksidacije od 6 h.*

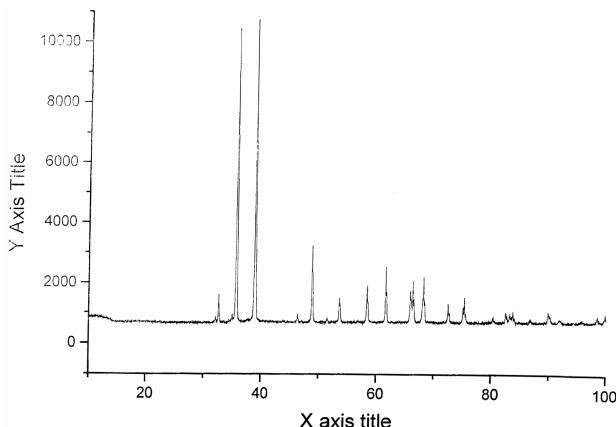
| Redni broj uzorka | % oksidisanog bakra | Protok kiseonika, $\text{dm}^3/\text{h}$ |
|-------------------|---------------------|--|
| 1.                | 66.84               | 15                                       |
| 2.                | 67.03               | 30                                       |
| 3.                | 67.11               | 40                                       |
| 4.                | 66.91               | 50                                       |

Zapaža se iz tabele 2, da je na temperaturi od  $400^{\circ}\text{C}$  i konstantnom protoku kiseonika od  $30 \text{ dm}^3/\text{h}$ , veoma mala razlika u količini prevedenog bakarnog praha u bakar (II) oksid između 6 i 30 sati. Iz tog razloga razumno je da se zbog energetskog utroška proces vodi najkraće vreme, odnosno 6 sati.

Na slikama 4 i 5 prikazane su rentgensko-difrakcione analize uzoraka bakarnog praha žarenog na  $500$  i  $600^{\circ}\text{C}$ , pri protoku kiseonika od  $30 \text{ dm}^3/\text{h}$  respektivno. Snimanje je izvršeno na aparatu firme Siemens, a za snimanje je korišćena Cu-antikatoda sa filtriranim zračenjem, Ni-filtrima, pri naponu struje od  $40 \text{ kV}$  i jačini struje od  $20 \text{ mA}$ .



Slika 4 - Rentgensko-difrakcionalna analiza žarenog bakarnog praha na temperaturi od  $500^{\circ}\text{C}$ , protok kiseonika od  $30 \text{ dm}^3/\text{h}$ , za vreme od 24h.



Slika 5 - Rentgensko-difrakcionalna analiza žarenog bakarnog praha na temperaturi od  $600^{\circ}\text{C}$ , protok kiseonika od  $30 \text{ dm}^3/\text{h}$ , za vreme od 24h

Analizom slike 4, utvrđeno je da se nakon 24 sata žarenja uzorka bakarnog praha na  $500^{\circ}\text{C}$  dobija 3.2 % kuprita ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) i 96.8 % tenorita ( $\text{CuO}$ ), dok žarenje uzorka od 24 sata na temperaturi od  $600^{\circ}\text{C}$  praktično prevodi bakarni prah u tenorit ( $\text{CuO}$ ), bez tragova kuprita ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) (slika 5). Na slici 4, svi ostali pikovi predstavljaju tenorit, a na slici 5, takođe svi pikovi rentgenograma predstavljaju učešće  $\text{CuO}$ . Narednim eksperimentima su se želete potvrditi neke pretpostavke u vezi dužine trajanja procesa i tehnoloških (radnih) parametara.

U tabeli 4, prikazan je uticaj temperature u funkciji vremena trajanja oksidacije bakarnog praha na sadržaj oksidisanog bakra. Pregledom standarda o kvalitetu za bakar (II) oksid uočava se da svi uzorci iz tabele 4, odgovaraju % sadržaju  $\text{CuO}$  koji se kreće u granicama od (95-99) %. Pored toga, uočljivo je da povećanje temperature od  $700$  do  $750^{\circ}\text{C}$  za duplo

kraće vreme dovodi do potpune oksidacije bakarnog praha u bakar (II) oksid. Iz ovog razloga razumno je proces voditi na neznatno većoj temperaturi kraće vreme.

Tabela 4 - Uticaj temperature u funkciji vremena oksidacije bakarnog praha na sadržaj oksidisanog bakra, pri protoku kiseonika  $30 \text{ dm}^3/\text{h}$ .

| Red. broj uzorka | % CuO | Vreme oksidacije bakarnog praha, h | Temperatura, $^{\circ}\text{C}$ |
|------------------|-------|------------------------------------|---------------------------------|
| 1.               | 95.38 | 12                                 | 600                             |
| 2.               | 98.51 | 24                                 | 600                             |
| 3.               | 96.67 | 6                                  | 700                             |
| 4.               | 97.21 | 12                                 | 700                             |
| 5.               | 98.86 | 6                                  | 750                             |

#### ZAKLJUČCI

Bakarni prah određenih tehničko-tehnoloških karakteristika se može proizvesti i koristiti kao sirovina za proizvodnju bakar (II) oksida, shodno zahtevima standarda i tržišta. Podešavanjem tehnoloških parametara moguće je dobiti prah različitih fizičko-hemijskih karakteristika, koje direktno utiču i na kvalitet gotovog proizvoda. Promenom uslova i režima elektrolize moguće je dobiti bakarni prah definisanih karakteristika i morfologije. U zavisnosti od oblasti primene bakar (II) oksida definisani su i standardi o kvalitetu. Tehnički i purum kvalitet se kreće od (95-97) %  $\text{CuO}$ . Puriss. p.a. kvalitet ima povećanu čistoću  $\geq 99$  %  $\text{CuO}$ , što samim tim značajno povećava i prodajnu cenu.

Zapaža se da je na temperaturi od  $400^{\circ}\text{C}$  i konstantnom protoku kiseonika od  $30 \text{ dm}^3/\text{h}$ , veoma mala razlika u količini prevedenog bakarnog praha u bakar (II) oksid između 6 i 30 sati. Iz tog razloga razumno je da se zbog energetskog utroška proces vodi najkraće vreme, odnosno 6 sati (Tabela 2).

Temperatura pri oksidaciji takođe utiče na efikasnost prevođenja bakarnog praha u bakar (II) oksid. Npr.: za dvanest sati, na temperaturi  $400^{\circ}\text{C}$ , 67.28% bakarnog praha se oksidiše do  $\text{CuO}$ ; na temperaturi  $600^{\circ}\text{C}$ , za isto vreme 95.38%, a na temperaturi  $700^{\circ}\text{C}$ , 95.38%. Već na temperaturi od  $750^{\circ}\text{C}$ , samo za šest sati, 98.86% bakarnog praha se oksidiše do  $\text{CuO}$ .

Takođe, povećanje temperature od  $700$  na  $750^{\circ}\text{C}$ , za duplo kraće vreme dovodi do potpune oksidacije bakarnog praha u bakar (II) oksid. Iz ovog razloga razumno je proces voditi na neznatno višoj temperaturi i skraćenom vremenu oksidacije.

Posmatrajući takođe uticaj protoka kiseonika na sadržaj oksidisanog bakarnog praha, pri konstantnoj temperaturi i vremenu oksidacije, zaključuje se da proces treba voditi pri protoku kiseonika od  $30 \text{ dm}^3/\text{h}$ .

## LITERATURA

- [1] Yu. V. Karyakin, I. I. Angelov, "Chistye khimicheskie veshchestva", Izd."Khimiya", Moskva, str. 234, 1974.
- [2] E.E. Usoltsev, A.V. Monosov, L.I. Mozhar, *Poroshkovaya metallurgiya*, 11(4)1987.
- [3] O.S. Nichiporenko, A.V. Pomosov, S.S. Naboichenko, "Poroshki medii i ee splavov", Izd. "Metallurgiya", Moskva, str. 123, 1988.
- [4] E.A. Winter, M.J. Mentesonos, J.E. Sing, "Copper Compounds", Tennessee Corporation, Vol., VI, str. 265, 1986.
- [5] Z.D. Stanković, M. Rajčić-Vujasinović, M. Vuković, S. Krčobić, A.A. Wragg, *J.Appl. Electrochem.*, **28**(1998)1405-1411.
- [6] M.G. Pavlović, K.I. Popov, "Metal Powder Production by Electrolysis", Electrochemistry Encyclopedia, 2005(<http://electrochem.cwru.edu/ed/encycl/>)
- [7] Industry Segment Profile –SIC 33991, Metal Powder Production, Center for Materials Production, 2000.
- [8] Wenner Schatt, Klaus-Peter Wieters, "Powder Metallurgy - Processing and Materials", European Powder Metallurgy Association Technical University Dresden, Germany, 1997.
- [9] Randall M.German, "Powder Metallurgy Science", Metal Powder Industries Federation, 2<sup>nd</sup> ed., Princeton, New Jersey, 1994.
- [10] M.G. Pavlović, Lj.J. Pavlović, „Tehnološki postupak proizvodnje CuO elektrološkim putem“, : "RTB Bor", Grupa" Topionice i rafinacije bakra-Bor", D.O.O., 2001.
- [11] M.I.Nomberg, "Proizvodstvo mednogo poroshka elektroliticheskim sposobom", Izd. Metallurgiya, 1971, str. 12-27.
- [12] K. I. Popov, M. G. Pavlović, *Modern Aspect of Electrochemistry*, **24** (R.E.White, B.E.Conway, J.O'M.Bockris,Eds.) Plenum Press, New York, 1993, 299.

## ABSTRACT

## ELECTROLYSIS CONDITIONS FOR OBTAINING CUPRIC OXIDE (CUO)

*Conditions for obtaining copper powder with different regimes of electrolysis [potentiostatic, galvanostatic and programmed current-voltage regimes (periodically changing rate)] and effects on it's morphology and characterization have been subject of reaserch for a long period of time. In addition to used regime of electrolysis, there is quantified criteria which connect shape and size of particles and decesive properties of powder, in laboratory as well as in pilot plant scale. Applying together stereological parmeters with elementary statisticistic parameters (quantitative microscopical analysis) and scanning electron microscopy, enables successfully obtained shape, size of each particle as well as their distribution. However, the processes of obtaining powder and it's characterization are just one phase. In case of obtaining cupric oxide powder by electrolysis, it is necessary for processed powder to convert to CuO, with controlled technological process, throughout several phases: washing out, centrifugion, drying, oxidation, airseparation, sieving, grinding and homogenization.*

**Key words:** regimes of electrolysis, constant regimes, programmed current-voltage regimes (periodically changing rate), metal powder, copper powder, cupric-oxide, particle size, morphology