### UTICAJ GUSTINE STRUJE NA MORFOLOGIJU ELEKTROHEMIJSKI DOBIJENOG BAKARNOG PRAHA

#### INFLUENCE CURRENT DENSITY ON THE MORPHOLOGY ELECTROCHEMICAL OBTAINED COPPER POWDER

M.V. Tomić<sup>1</sup>, D. Savljević<sup>2</sup>, M.G. Pavlović<sup>1</sup>, M.G. Riđošić<sup>1</sup>, M.M. Pavlović<sup>3</sup>

<sup>1</sup>University of Eastern Sarajevo, Faculty of Technology Zvornik, Republic of Srpska <sup>2</sup>Oil Refineryj.s.c. Brod and Optima Group l.t.d. BanjaLuka, <sup>3</sup>University of Belgrade, ICTM -Department of Electrochemistry, Belgrade, Serbia

<sup>1</sup>Tehnološki fakultet Zvornik, Univerzitet u Istočnom Sarajevu, Republika Srpska <sup>2</sup>Rafinerija nafte Broda.d., Optima Grupad.o.o.Banja Luka, <sup>3</sup>Univerzitet u Beogradu, IHTM – centar za elektrohemiju, Beograd, Srbija

#### Izvod

U radu je ispitivan uticaj gustine struje na morfologiju elektrohemijski dobijenog bakarnog praha. Vršeno elektrohemijsko taloženje bakarnog praha iz sulfatnih elektrolita. Korišćeni su elektroliti sa tri koncentracije  $Cu^{2+}$  (7 g/dm<sup>3</sup>, 18 g/dm<sup>3</sup> i 33 g/dm<sup>3</sup>) i svaka u kombinaciji sa tri koncentracije H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (100 g/dm<sup>3</sup>, 150 g/dm<sup>3</sup> i 200 g/dm<sup>3</sup>), tako da je bakarni prah taložen iz devet elektrolita. Kao katoda je korišćena bakarna žica površine 1cm<sup>2</sup>, a bakarna anoda je bila priljubljena uz zid elektrohemijske laboratorijske ćelije zapremine 500cm<sup>3</sup>. Eksperimenti su rađeni na sobnoj temperaturi, a cirkulacija elektrolita vršena je pomoću magnetne mešalice.

Bakarni prah taložen je galvanostatski pri gustinama struje od:  $j=1500A/m^2$ ,  $j=2000A/m^2$  i  $j=2500A/m^2$ . Proizvedeni bakarni prah sa katode otresan je svakih tri minuta. Sve osobine praha zavise od oblika i dimenzije čestice (morfologije), od kojih je prah sačinjen i međusobno su povezane. Ispitivanje morfologije i veličine čestice vršeno je pomoću skenirajuće elektronske mikroskopije (SEM). Analizom dobijenih mikrofotografija utvrđeno je da se sa povećanjem gustine stuje morfologija čestica bakarnog praha menja od kompaktnih, masivnih dendrita i masivnih čestica, do razgranatih, 3D dendrita koji imaju strukturu kao zrna kukuruza. Sa povećanjem gustine struje dobijaju se sitnija zrna bakarnog praha koja su pravilno raspoređena.

*Ključne reči:* kataliza, elektrokataliza, elektrohemijsko taloženje, prah bakra, morfologija, karakterizacija.

#### Abstract

The paper investigates the effect of current density on the morphology of copper powder obtained electrochemically. Copper powder from sulphate electrolytes was deposited electrochemically. The electrolytes used had three different concentrations of  $Cu^{2+}$  (7 g/dm<sup>3</sup>, 18 g/dm<sup>3</sup> and 33 g/dm<sup>3</sup>) each combined with three concentations of  $H_2SO_4$  (100 g/dm<sup>3</sup>, 150 g/dm<sup>3</sup> and 200 g/dm<sup>3</sup>), so that copper powder was deposited from nine electrolytes. The cathode was a copper wire with the surface of  $1cm^2$ , whereas the copper anode was attached to the wall of the electrochemical laboratory cell with the volume of 500cm<sup>3</sup>. The experiments were performed at room temperature and the circulation of electrolytes was conducted using a magnetic stirrer.

Copper powder was deposited galvanostatically at the following current densities:  $j=1500A/m^2$ ,  $j=2000A/m^2$  and  $j=2500A/m^2$ . The copper powder produced was shaken off from the cathode every three minutes. All the properties of the powder depend on the shape and size of the particles (morphology) which constitute the powder and they are in correlation. Investigation of the morphology of particles was performed using scanning electron microscopy (SEM). The analysis of the obtained microphotographs shows that the increase of current density changes the morphology of copper powder particles from compact, massive dendrites and massive particles to

branching 3D dendrites with the straucture of corn grains. The increase in current density results in smaller particles of copper powder which are evenly distributed.

*Key words: catalysis*, *electrocatalysis*, *electrodeposition*, *copper powder*, *morphology*, *characterization*.

### Uvod

U zavisnosti od oblika i namene proizvoda, prahovi koji se koriste za njihovu proizvodnju moraju da zadovolje različite zahteve [1]. Postojanje različitih metoda za proizvodnju prahova posledica je ne samo raznovrsnosti zahteva koje treba da ispune prahovi koji se primenjuju u različitim oblastima, već i raznolikosti osobina samih metala. Za primenu metalnih prahova od važnosti su sledeće osobine: fizičke (veličina čestica, raspodela veličina čestica i specifična površina), hemijske (sadržaj primesa, adsorbovanih metala. ili rastvorenih gasova i koroziona otpornost) i tehnološke (nasipna masa, brzina tečenja, prividna gustina, mogućnost presovanja, itd.). Sve tehnološke osobine uglavnom zavise od oblika i veličine čestica, zbog čega je pri taloženju prahova od velike važnosti mogućnost dobijanja čestica odgovarajuće nasipne mase i morfologije.Elektrolitička metoda dobijanja prahova ima niz prednosti u poređenju drugim metodama sa proizvodnje praha. Tu se, pre svega, misli na visoku čistoću dobijenog praha i njegove izvanredne tehnološke karakteristike (moć presovanja i sinterabilnost). Elektrolizom je moguće proizvesti prahove oko 60 metala. Danas se elektrolizom vodenih rastvora i rastopa soli dobijaju prahovi bakra, srebra, železa, cinka, nikla, kadmijuma, olova, kalaja, antimona, titana, cirkonijuma, vanadijuma, tantala, urana, torijuma i dr. Većina prahova dobija se primenom rastopljenih elektrolita, dok oko 20 metala može da se istaloži iz rastvora [1-4].

Poslednjih godina je pokazano [6-11] da je variranjem sastava elektrolita i režima elektrolize moguće dobiti prahove sa širokim dijapazonom osobina kao i predvideti odlučujuće karakteristike prahova koji su od vitalne važnosti za kvalitet praha i odgovarajuću namenu.

Industrijska proizvodnja bakarnog praha elektrolitičkim putem daleko je veća od proizvodnje bilo kog drugog metalnog praha [6,12]. Bakarni prahovi proizvedeni elektrolizom su visoke čistoće a moguće ih je proizvesti u širokom opsegu osobina tako da mogu da zadovolje mnoge zahteve. Čestice elektrolitičkog bakarnog praha dendritični imaju prvenstveno oblik. Specifična površina prahova je velika  $(800-2500 \text{ cm}^2/\text{g})$ , a nasipna masa se kreće u opsegu (0.4-4,7) g/cm<sup>3</sup>[5]. Bez sumnje, najbolji elektroliti za dobijanje bakarnog praha elektrohemijskim putem su sulfatni [6,7,12-15], mada se u literaturi mogu naći i hloridni, koji do sada nisu našli primenu u industriji. Sulfatni elektroliti sadrže bakar-sulfat i sumpornu kiselinu, kao glavne komponente  $[(5-45) \text{ g/dm}^3 \text{ Cu}^{2+} \text{ i}]$ (120-250) g/dm<sup>3</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> respektivno], i ponekad hloridne jone (radi regulisanja dendritičnosti praha, kao sekundarnu komponentu).

Glavni parametri pri proizvodnji bakarnog praha elektrolitičkim putem su: katodna gustina struje, sadržaj bakra i sumporne kiselina u elektrolitu, temperatura elektrolita, brzina cirkulacije elektrolita, trajanje perioda rasta praha. Variranjem ovih parametra moguće je dobiti prahove bakra različitih morfoloških oblika, dimenzija i nasipnih masa.

Cilj ovog rada je da se ispita uticaj promene koncentracije Cu<sup>2+</sup> jona i katodne gustine struje pri odgovarajućoj koncentracije sumporne kiseline u elektrolitima na morfologiju elektrohemijski dobijenog bakarnog praha.

### Eksperimentalni deo

Pri eksperimentalnom radu korišćeno je devet elektrolita čiji sastav i radni uslovi su prikazani u tabeli 2. Korišćene su tri koncentracije  $Cu^{2+}$  (7 g/dm<sup>3</sup>; 18 g/dm<sup>3</sup> i 33g/dm<sup>3</sup>) i svaka u kombinaciji sa tri konsentracije H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (100 g/dm<sup>3</sup>; 150 g/dm<sup>3</sup> i 200g/dm<sup>3</sup>), tako da je bakarni prah elektrolitički taložen iz devet različitih elektrolita na sobnoj temperaturi i pri tri različite gustine struje  $(1500 \text{A/m}^2; 2000 \text{A/m}^2 \text{ i } 2500 \text{A/m}^2).$ 

Cirkulacija elektrolita vršena je pomoću magnetne mešalice. Kao katoda korišćena je bakarna žica površine ( $S_{elektr}$ =1cm<sup>2</sup>), a bakarna anoda je bila priljubljena uz zid elektrohemijske laboratorijske ćelije zapremine 500cm<sup>3</sup>.

	Sastav		Radni uslovi	
Elektrolit	$\frac{\mathrm{Cu}^{2^{+}}}{(\mathrm{g/dm}^{3})}$	$H_2SO_4$ (g/dm <sup>3</sup> )	Temperatura	Gustina struje (A/dm <sup>2</sup> )
RI	7	100		
R II	7	150		
R III	7	200		
R IV	18	100		$j = 1500 \text{A/m}^2$
R V	18	150	sobna	$j= 2000 \text{A/m}^2$
R VI	18	200		$j = 2500 \text{A/m}^2$
R VII	33	100		
<b>R</b> VIII	33	150		
RIX	33	200		

Tabela 1. Sastav elektrolita i radni uslovi

Pre svakog eksperimenta, elektrode su nagrizane u rastvoru HNO<sub>3</sub> (1:1), ispirane protočnom vodom, a zatim dva puta destilovanom vodom. Anoda je bila u svim slučajevima priljubljena uz zidove cilindrične ćelije, a katoda uronjena u sredinu ćelije. Proizvedeni bakarni prah sa katode otresan je svakih tri minuta. Otreseni prah ispiran je protočnom i dva puta destilovanom vodom i suspendovan u etanolu.

Za optičko ispitivanje praha u ovom radu korišćen je skenirajući elektronski mikroskop (SEM), koji predstavlja jedan od najboljih raspoloživih uređaja za

## Rezultati i diskusija

Da bi se odabrala optimalna područja potencijala i struje za taloženje bakarnog praha, snimljene su katodne polarizacione posmatranje diskretnih karakteristika metalnih prahova.

Morfologija čestica bakarnih prahova dobijenih pri navedenim uslovima praćene primenom skening elektronskog su mikroskopa tipa Philips, model XL30, pri uvećaniima od 100x do 10 000x.Polarizacioni dijagrami snimljeni su potenciostata/galvanostata/ZRA pomoću Gamry Series GTM. Potenciostat/galvanostat/ZRA Gamrv GTM 750 je veoma precizni istraživački elektrohemijski instrument koji ie projektovan da bude ugrađen u kompjuter.

krive za svih devet pripremljenih elektrolita. Na slici 1. prikazane su katodne polarizacione krive za proces taloženja bakra iz pripremljenih elektrolita (I – IX).



Slika 1. Polarizacione krive za katodni proces taloženja bakra

Sa slike 1. se može videti velika podudarnost polarizacionih krivih u oblasti platoa za rastvore  $R_I-R_{III}$  ( $Cu^{2+}=7g/dm^3$ ), bez obzira na promenu koncentracije  $H_2SO_4$ . Takođe, to se može primetiti i za rastvore  $R_{IV}-R_{VI}$  ( $Cu^{2+}=18g/dm^3$ ) uz pomeranje platoa u oblast veće gustine struje. Međutim, za rastvore  $R_{VII}$ ,  $R_{VIII}$  i  $R_{IX}$  nema podudarnosti polarizacionih krivih u oblasti platoa, što ukazuje na veći uticaj  $H_2SO_4$  pri koncentraciji  $Cu^{2+}=33$  g/dm<sup>3</sup> na elektrohemijski proces i dobijanje bakarnog praha.



a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 b$ )  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 c$ )  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3$ 



 $a)_{j=1500 \ A/m^{2}; \ Cu^{2+}=18g/dm^{3}} \ b)_{j=2000 \ A/m^{2}; \ Cu^{2+}=18g/dm^{3}} \ c)_{j=2500 \ A/m^{2}; \ Cu^{2+}=18g/dm^{3}}$ 



a) $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$  b) $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$  c) $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$ 

Slika 3. SEM mikrofotografije čestica bakarnog praha dobijene elektrohemijski pri različitim gustinama struje a)  $j=1500 \text{ A/m}^2$ ; b)  $j=2000 \text{ A/m}^2$ ; i c)  $j=2500 \text{ A/m}^2$  iz rastvora I, IV i VII u kojima je koncentracija  $H_2SO_4 100 \text{ g/dm}^3$ . Uvećanje a),b) i c) 100x

Na slikama 3. i 4. dat je prikaz SEM mikrofotografije bakarnog praha dobijenog pri različitim gustinama struje j=1500  $A/m^2$ , j=2000  $A/m^2$  i j=2500  $A/m^2$  iz rastvora I, IV i VII u kojima je koncentracija Cu<sup>2+</sup> jona 7 g/dm<sup>3</sup>, 18 g/dm<sup>3</sup> i 33 g/dm<sup>3</sup>, a koncentracija  $H_2SO_4$  u sva tri elektrolita 100 g/dm<sup>3</sup>. Na slici 3. dat je prikaz elektrohemijski dobijenog bakarnog praha pri tri različite korišćene gustine struje, a pri uvećanju 100x, a na slici 4. pri uvećanju 10 000x.



a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 b$ )  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 c$ )  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ )  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$   $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ ) Cu



a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$  b)  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$  c)  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$ 



a) $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$  b) $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$  c) $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$ 

Slika 4. SEM mikrofotografije čestica bakarnog praha dobijene elektrohemijski pri različitim gustinama struje a)  $j=1500 A/m^2$ ; b)  $j=2000 A/m^2$ ; i c)  $j=2500 A/m^2$  iz rastvora I, IV i VII u kojima je koncentracija  $H_2SO_4 100 g/dm^3$ . Uvećanje a),b) i c) 10 000x

Sa slike 3. može se videti da sa povećanjem gustine struje dobijaju se veći (voluminozni) aglomerati čestica bakarnog praha. Takođe, nazire se dendritična struktura čestica bakarnog praha. Dendritičnost dobijenog praha se povećava sa povećanjem koncentracije Cu<sup>2+</sup> jona , kao i povećanjem gustine struje. To je opšta slika na uvećanju od 100x.

Sa slike 4. pri uvećanju od 10 000x može se videti dendritična struktura bakarnog praha. Uočljiva je veoma mala razlika u strukturi zrna bakarnog praha, što navodi na zaključak da pri maloj koncentraciji bakarnih jona u elektrolitu promena gustine struje bitno ne utiče na strukturu i morfologiju bakarnog praha. Na slici 4.b. može se videti dentrična struktura bakarnog praha pravilno raspoređena kao zrna kukuruza pri uvećanju od 10 000x. Sa povećanjem gustine struje dobijaju se sitnija zrna bakarnog praha. Uočljivo je da pri gustini struje od 1500  $A/m^2$  nemamo tako uređenu strukturu kao pri većim gustinama struje 2000  $A/m^2$  i 2500  $A/m^2$ .



a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 b$ )  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3$  c)  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3$ 



a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$  b)  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$  c)  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$ 



a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$  b)  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$  c)  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$ 

Slika 5. SEM mikrofotografije čestica bakarnog praha dobijene elektrohemijski pri različitim gustinama struje a)  $j=1500 \text{ A/m}^2$ ; b)  $j=2000 \text{ A/m}^2$ ; i c)  $j=2500 \text{ A/m}^2$  iz rastvora

II, V, VIII u kojima je koncentracija  $H_2SO_4$  iznosi 150 g/dm<sup>3</sup>. Uvećanje a),b) i c) 100x

![](_page_7_Figure_2.jpeg)

a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3$  b)  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3$  c)  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3$ 

![](_page_7_Figure_4.jpeg)

a)  $j=1500 \text{ A/m}^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3 b$ )  $j=2000 \text{ A/m}^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3 c$ )  $j=2500 \text{ A/m}^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3 c$ 

![](_page_7_Figure_6.jpeg)

a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3 b$ )  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3 c$ )  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3 c$ 

Slika 6. SEM mikrofotografije čestica bakarnog praha dobijene elektrohemijski pri različitim gustinama struje a)  $j=1500 A/m^2$ ; b)  $j=2000 A/m^2$ ; i c)  $j=2500 A/m^2$  iz rastvora II, V i VIII u kojima je koncentracija  $H_2SO_4$  150 g/dm<sup>3</sup>. Uvećanje: a),b) i c) 10 000x

Na slikama 5. i 6. prikazane su SEM mikrofotografije bakarnog praha dobijenog elektrolitički iz elektrolita II, V i VIII u kojima je koncentracija  $Cu^{2+}$  jona bila

7g/dm<sup>3</sup>, 18 g/dm<sup>3</sup> i 33 g/dm<sup>3</sup>, a koncentracija  $H_2SO_4$  u sva tri elektrolita 150 g/dm<sup>3</sup> pri gustinama struje 1500 A/m<sup>2</sup>, 2000A/m<sup>2</sup> i 2500A/m<sup>2</sup>.

Slike 5 i 6. potvrđuju napred iznetu tvrdnju da se pri datim uslovima taloženja dobija bakarni prah dendritične strukture.

Na slikama 7. i 8. prikazane su SEM mikrofotografije elektrolitički dobijenog

bakarnog praha iz elektrolita III, VI i IX u kojima je koncentracija  $Cu^{2+}$  jona takođe bila 7 g/dm<sup>3</sup>, 18 g/dm<sup>3</sup> i 33 g/dm<sup>3</sup>, a koncentracija H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u sva tri elektrolita 200 g/dm<sup>3</sup>.

![](_page_8_Picture_4.jpeg)

a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 b$ )  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 c$ )  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 c$ )  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ )  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ ) C

![](_page_8_Figure_6.jpeg)

a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$  b)  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$  c)  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$ 

![](_page_8_Figure_8.jpeg)

a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$  b)  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$  c)  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3$ 

Slika 7. SEM mikrofotografije čestica bakarnog praha dobijene elektrohemijski pri različitim gustinama struje a) j=1500 A/m<sup>2</sup>; b) j=2000 A/m<sup>2</sup>; i c) j=2500 A/m<sup>2</sup> iz rastvora III, VI i IX u kojima je koncentracija H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 200 g/dm<sup>3</sup>. Uvećanje: a), b) i c) 100x

Sa slike 7. se može videti dendritična struktura bakarnog praha. Uočljivo je da su čestice bakarnog praha manje na slici 7.b. $(Cu^{2+}= 18g/dm^3)$ , gde je bakarni prah

taložen pri gustini struje od 2000 A/m<sup>2</sup>. Povećanjem gustine struje dobijaju se veći aglomerati čestica bakarnog praha.

![](_page_9_Figure_3.jpeg)

a) $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 b$ ) $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 c$ ) $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^3 c$ )  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ )  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ )  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ )  $j=200 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ )  $j=200 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ )  $Cu^{2+}=7g/dm^2 c$ )  $Cu^{2+}=7g/dm^$ 

![](_page_9_Figure_5.jpeg)

a) $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$  b) $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$  c) $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=18g/dm^3$ 

![](_page_9_Figure_7.jpeg)

a)  $j=1500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3 b$ )  $j=2000 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3 c$ )  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3 c$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^3 c$ )  $j=2500 A/m^2$ ;  $Cu^{2+}=33g/dm^2 c$ )  $Cu^{2+}=33g/dm^2 c$ )  $Cu^{2+}=300 A/m^2 c$ 

Slika 8. SEM mikrofotografije čestica bakarnog praha dobijene elektrohemijski pri različitim gustinama struje a)  $j=1500 \text{ A/m}^2$ ; b)  $j=2000 \text{ A/m}^2$ ; i c)  $j=2500 \text{ A/m}^2$  iz rastvora III, VI i IX u kojima je koncentracija  $H_2SO_4$  200 g/dm<sup>3</sup>. Uvećanje: a), b) i c) 10 000x Sa slike 8. kao i sa slika 4. i 6. može se videti dendritična i veoma slična struktura bakarnog praha pravilno raspoređena kao zrno kukuruza. Može se primetiti da je na slikama (6.c. i 8.c.) veća razgranatost i da su grane sastavljene iz više zrna bakarnog

# Zaključci

Analizom dobijenih mikrofotografija utvrđeno je da se sa povećanjem gustine stuje morfologija čestica bakarnog praha menja od kompaktnih, masivnih dendrita i masivnih čestica, do razgranatih, 3D dendrita koji imaju strukturu kao zrna kukuruza. Sa povećanjem gustine struje dobijaju se sitnija zrna bakarnog praha praha koja su slojevito poređana jedno na drugo sa jasnom kristalnom strukturom. Uočljivo je, da se sa povećanjem gustine struje dobijaju sitnija zrna bakarnog praha (slika 8.c.).

pravilno raspoređena kao zrna kukuruza. Povećanjem koncentracije  $H_2SO_4$  i gustine struje izraženije je grananje od korena čestice ka periferiji. Može se videti da su kristali približno iste veličine i oblika za iste koncentracije i gustine struje i da su složeni jedan na drugi od korena do vrha grane što ukazuje na elektrokatalitičko dejstvo pri promeni gustine struje i koncentracije  $H_2SO_4$ .

# Literatura

- WennerSchatt, Klaus-Peter Wieters, "Powder Metallurgy Processing and Materials" European Powder Metallurgy Association Technical University Dresden, Germany, 1997.
- Randall M.German, "Powder Metallurgy Science", Metal Powder Industries Federation, 2<sup>nd</sup> ed., Princeton, New Yersey, 1994.
- 3. M.M.Ristić, D.Uskoković, "Struktura i osobine sinterovanih materijala", Elektronski fakultet Univerziteta u Nišu, Niš, 1973, str. 61-73; 123-154.
- 4. M.M.Ristić, D.Č.Stefanović, L.F.Prjadko, "Principi savremene prognoze osobina materijala", Centar za mulidisciplinarne studije Univerziteta u Beogradu i Institut tehničkih nauka Srpske akademije nauka i umetnosti, Beograd, 1983, str. 12-18.
- 5. Lj. J. Pavlović, "Uticaj parametara režima elektrolize na morfologiju, raspodelu veličine čestica i nasipnu masu bakarnog praha", Doktorska disertacija, Univerzitet u Beogradu, Tehnološko-metalurški fakultet, Beograd, 2002.
- 6. A.Calusaru, "Electrodeposition of Metal Powders", Materials Science Monographs, 3, Elsevier, Amsterdam Oxford New York, 1979.
- 7. M.G.Pavlović, K.I.Popov, E.R.Stojilković, Bulletin of Electrochemistry, India, <u>14 (1998)</u> 6.
- M.G.Pavlović, "Uticaj strujnog i hidrodinamičkog režima na strukuru i morfologiju metalnih taloga", u knjizi "Primena pulsnih režima u galvanskoj tehnici", (urednici: M.G.Pavlović i A.Dekanski), izd. IHTM - Centarzaelektrohemiju, Beograd,1992, str.1-47.
- 9. C.L.Mantell, "Electrochemical Engineering", Fourth Edition, McGraw-Hill Book Company, New York - Toronto - London, 1960, pp. 75-81.
- K.I.Popov, "Periodično promenljivi režimi u elektrohemijskom taloženju metala" u knjizi "Primena pulsnih režima u galvanskoj tehnici (urednici:M.G.Pavlović i A. Dekanski), izd. IHTM - Centarzaelektrohemiju, Beograd, 1992, str. 49-73.
- 11. K.I.Popov, M.G.Pavlović, J.N.Jovićević, Hydrometallurgy, 23 (1989) 127.
- 12. M.G.Pavlović, Š.Kindlova, I. Roušar, Electrochim.Acta, <u>37</u> (1992) 23.
- 13. K.I.Popov, M.G.Pavlović, M.D.Maksimović, J.Appl.Electrochem., 12 (1982) 525.
- 14. K.I.Popov, M.G.Pavlović, G.Ž.Remović, J.Appl.Electrochem., 21 (1991) 743.
- K.I.Popov,T.M.Kostić,N.D.Nikolić,E.R.Stojilković,M.G.Pavlović,J.electroanal. Chem., <u>464</u> (1999) 245.