



ИНСТИТУТ ЗА РУДАРСТВО И МЕТАЛУРГИЈУ БОР

19210 Бор, Зелени булевар 35
Тел:(030) 436-826;факс:(030)435-175;E-mail:institut@irmbor.co.rs



НАЗИВ ЗАПИСА Захтев	РЕДНИ БРОЈ: МАТ.ДОК:	Ознака: MNTR34029 196100/015.01
------------------------	-------------------------	---------------------------------------

Датум: 02/06/2015.

НАУЧНОМ ВЕЋУ ИНСТИТУТА ЗА РУДАРСТВО И МЕТАЛУРГИЈУ У БОРУ

Предмет: Покретање поступка за валидацију и верификацију техничког решења

Према Правилнику о поступку и начину вредновања, и квантитативном исказивању научноистраживачких резултата истраживача ("Службени гласник РС", бр. 38/2008) обраћам се Научном већу Института за рударство и металургију у Бору, са молбом да покрене поступак за валидацију и верификацију техничког решења М-82, под називом:

ОСВАЈАЊЕ ТЕХНОЛОГИЈЕ ПРОИЗВОДЊЕ Pd-Au ЛЕГУРЕ ЗА КАТАЛИЗАТОРЕ-ХВАТАЧЕ

Аутори решења: др Бисерка Трумић, Драшко Станковић, др Александра Ивановић, др Саша Марјановић, др Силвана Димитријевић

Предложено техничко решење је резултат реализације пројекта ТР 34029 у области нових материјала и хемијских технологија, период 2011.-2015.

За рецензенте предлажем:

1. др Душка Минића, редовног професора ФТН Косовска Митровица
2. др Драгослава Гусковића, редовног професора Техничког факултета Бор

Сагласан руководиолац пројекта ТР 34029

др Бисерка Трумић, виши научни сарадник

В. Трумић

Подносилац захтева

А. Ивановић
др Александра Ивановић, истраживач-сарадник



**ИНСТИТУТ ЗА РУДАРСТВО
И МЕТАЛУРГИЈУ БОР
НАУЧНО ВЕЋЕ**

Број: XXVII/6.3.

Од 26.06.2015. године

На основу Правилника о поступку и начину вредновања и квантитативном исказивању научноистраживачких резултата истраживача, прилог 2 (Сл.гласник РС бр.38/2008), Научно веће је на XXVII-ој седници одржаној дана 26.06.2015. године донело:

ОДЛУКУ

*о покретању поступка за валидацијом и верификацијом
техничког решења и именовању рецензента*

I

На захтев др Александре Ивановић, научног сарадника Института за рударство и металургију у Бору, Научно веће је покренуло поступак за валидацијом и верификацијом техничког решења под називом „*Освајање технологије производње Pd-Au легуре за катализаторе-хватаче*“ и донело Одлуку о именовању следећих рецензента за давање мишљења о наведеном техничком решењу:

1. др Душко Минић, редовни професор ФТН Косовска Митровица
2. др Драгослав Гусковић, редовни професор Техничког факултета Бор

ПРЕДСЕДНИК НАУЧНОГ ВЕЋА
Др Миленко Ђубојевић, дипл.инж.руд.
Научни саветник

ТЕХНИЧКО РЕШЕЊЕ (M82)

**ОСВАЈАЊЕ ТЕХНОЛОГИЈЕ ПРОИЗВОДЊЕ
Pd-Au ЛЕГУРЕ ЗА КАТАЛИЗАТОРЕ-ХВАТАЧЕ**

1. Наслов и евиденциони број пројекта:

Освајање технологије производње Pd катализатора-хватача за смањење губитака платине у високо температурним процесима катализе , ТР 34029

2. Руководилац пројекта:

Др Бисерка Трумић, дипл. инж.металург. – виши научни сарадник

3. Организација координатор:

Институт за рударство и металургију Бор

4. Организације учесници:

Технички факултет у Бору

Институт за нуклеарне науке Винча-Београд

5. Корисник:

Институт за рударство и металургију Бор

6. Назив техничког и развојног решења:

Освајање технологије производње Pd-Au легуре за катализаторе-хватаче

7. Аутори:

др Бисерка Трумић, дипл.инж.металург. (ИРМ Бор).

Драшко Станковић, дипл.инж.металург. (ИРМ Бор)

др Александра Ивановић, дипл.инж.металург. (ИРМ Бор)

доц. др Саша Марјановић, дипл.инж.металург. (Технички факултет у Бору)

др Силвана Димитријевић, дипл.инж.металург. (ИРМ Бор)

8. Област за коју се техничко решење доноси:

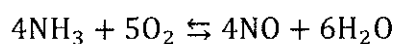
Материјали и хемијске технологије

1. Увод

У процесу производње азотне киселине каталитичком оксидацијом амонијака, гасна мешавина ваздуха и амонијака (10–12% NH_3), се уводи у реактор и преводи преко вишеструког слоја катализатора. Процес добијања азотне киселине састоји се из три корака, који обухватају:

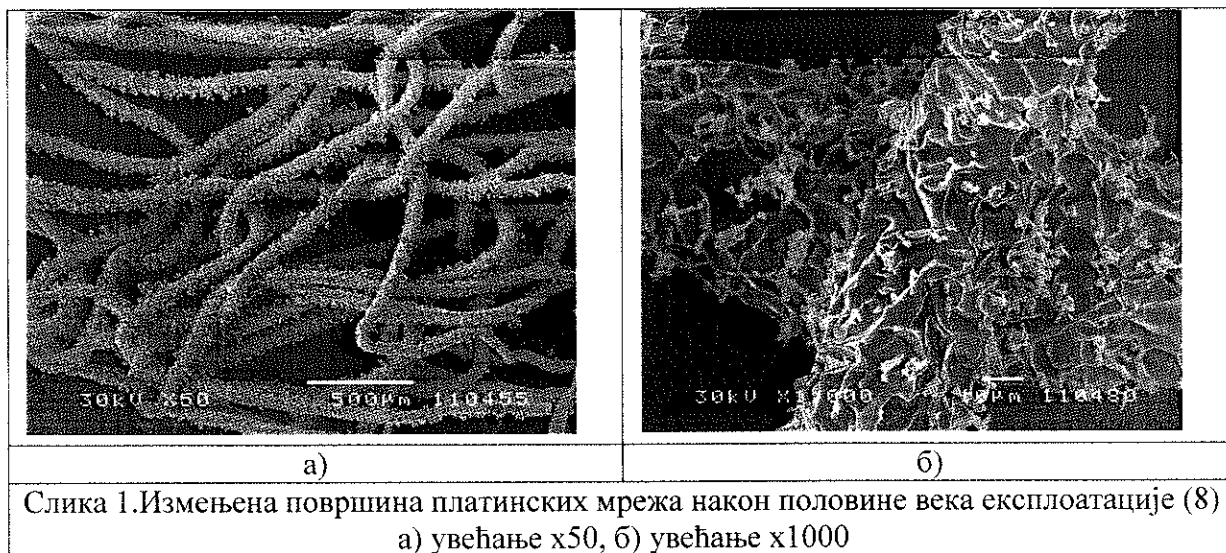
- оксидацију гасовитог амонијака ваздухом на каталитичким мрежама израђеним од легуре Pt-Rh односно Pt-Rh-Pd легуре,
- оксидацију NO до NO_2 , и
- апсорбцију NO_2 у деминерализованој води,
- концентровања азотне киселине и пречишћавања гасова (1).

Реакција оксидације гасовитог амонијака кисеоником из ваздуха (1) на селективном Pt/Rh/Pd катализатору у облику мреже, изводи се у температурном подручју од 750 – 950°C и притиску од 1 – 10 bar. Реакција (1) је повратна и егзотермна.



Као катализатори при овом процесу користе се легуре система Pt-Rh (90%Pt+10%Rh) односно система Pt-Rh-Pd (90%Pt+5%Rh+5%Pd). Ови катализатори на бази платине се троше током свог радног века. Узајамно дејство платинских метала са реакционом средином одвија се у ригорозним условима рада: висока температура, висок притисак, турбуленција гасова, присуство гасне смеше богате кисеоником, доводи до прогресивног губитка каталитичких својстава мрежа (2-4) односно долази до смањења њихове каталитичке активности, те и врло брзог разарања катализатора праћеног губитком масе племенитих метала са површине мрежа (5,6.). У зависности од радних услова процеса, катализаторске мреже се могу користити од 3 месеца до једне године. Специфични губици племенитих метала са површине катализаторских мрежица се крећу у границама 0,035 – 0,065 g/t HNO_3 за реакторе који раде под атмосферским притиском, односно 0,32 – 0,39 /t HNO_3 за реакторе који раде на високом притиску (7). Изглед површине катализаторске мреже након половине века експлоатације катализатора приказан је на слици 1.

На нитима мреже примећена су уситњења, типична за активне мреже (слика 1а)) док се при великим увеличањима (слика 1б)) уочавају октаедарски кристали и уситњена жица. Ове измене на површини жице праћене су великим губицима платинских метала у процесу рада насталим као резултат одношења платине гасном струјом са површине катализаторске мреже.



2. Проблематика и начини за решавање губитака платинских метала у процесу каталитичке оксидације амонијака

Губици платинских метала у току експлоатације катализатора, у процесу оксидације амонијака, у функцији су физичко-механичких особина легуре од којих су израђене катализаторске мреже, технолошких услова процеса конверзије, као и распореда катализаторских мрежа у пакету.

Уколоко је већи радни притисак, у процесу оксидације гасовитог амонијака, већи је губитак платинских метала са површине катализатора. Повећање температуре као и линеарне брзине гаса такође за резултат има повећање губитака платине.

Наиме, губици платине се разликују у једном пакету катализаторских мрежа. Највећи су на првим мрежама, у правцу струјању гаса и износе 2.5 до 25 пута више у односу на губитке на мрежама при дну паковања.

У пракси се показало да уколико је мања линеарна брзина гаса, губици платине су далеко већи на првим мрежама у правцу струјању гаса. Примера ради, при линеарној брзини улазног гаса од 3.4 m/s, у току процеса конверзије амонијака, губици на првим катализаторским мрежама износе 36-38%, док на последњим свега 1-2%. Повећањем линеарне брзине губици постају равномернији у читавом пакету катализаторских мрежа.

Истраживања су показала да губици платинских метала настају образовањем оксида платине, на површини катализатора, који много лакше испаравају у односу на чисте метале.

Укупни губици током једне шарже употребе примењеног пакета катализатора могу износити 20-40% укупно уложене масе племенитих метала. У циљу смањења улагања а самим тим и губитака платинских метала, у свету се доста радило на оптимизацији технолошких услова конверзије, разради нових катализаторских легура са смањеним садржајем платине и додатком високотопивих метала, мање подложних оксидацији, на замени у катализаторским мрежама делова нити од платинских метала, нитима од ватроотпорних метала, прелазу на двостадиијумску оксидацију амонијака, при чему се код другог стадијума користе катализатори на бази оксида неплеменитих метала...

Један од начина за решавање повећања степена конверзије амонијака, уз истовремено смањење губитака платинских метала је коришћење тзв. секундарних катализатора (слој платине на керамичкој основи). Због високе цене племенитих метала разматрани су у свету начини њиховог наношења на тешкотопиве и термостабилне носаче. Иако постоје подаци о ефекту коришћења катализатора са превлаком од племенитих метала, поузданих резултата нема, што се вероватно, може објаснити разарањем превлаке, пропраћеним великим губицима племенитих метала (нарочито на великим притисцима).

Смањење губитака платинских метала може се донекле решити постављањем различитих филтера непосредно иза реактора за оксидацију амонијака у циљу хватања честица платине из нитрознних гасова. Ефикасност рада филтера у општем случају зависи од састава коришћеног материјала за израду филтера, његових физичко-хемијских и механичких особина, димензија влакана, густине паковања, дебљине слоја за хватање и димензија честица платинских метала, брзине гаса и многих других фактора.

У свету, у постројењима за производњу азотне киселине, скоро 40-80% изгубљене платине, бива ухваћено на катализаторским мрежама-хватачима који су углавном од легура састава PdAu₂₀, PdAu₁₀, PdNi₅ или пак на филтер масама од силицијумске вуне и калцијум оксида.

Постојеће фабрике за производњу азотне киселине у нашој земљи, а и у окружењу, не „хватају“ платинске метале из реакторских гасова, те годишњи губици нпр. у ХИП Азотари Панчево, у Србији, при катализи 237t NH₃ дневно, износе 0.39 грама по тони произведене киселине, што на годишњем нивоу износи и до 40 кг платине, односно око 3-3,5 милиона еура. Ово је условило потребу да се ИРМ Бор укључи у проблем решавања смањења губитака платине из оваквих постојења, пре свега у нашој земљи. Најбоље резултате у погледу степена ухваћене платине показују мреже, катализатори-хватачи, израђени од чистог паладијума.

Услед недостатка механичких карактеристика жице од чистог паладијума у процесу хватања платине из нитрознних гасова, за израду катализатора-хватача се могу користити и легуре система Pd-Ni односно Pd-Au. У ИРМ-у Бор је освојена производња легуре PdNi₅ за израду катализатора-хватача (9), док се овим техничким

решењем жели приказати освајање технологије израде легура система Pd-Au у облику жице оптималних физичко-механичких и структурних карактеристика како би се од ње, поступком ткања, добиле мреже захтеваних карактеристика за катализаторе-хватаче.

3. Суштина, опис и карактеристике техничког решења

На основу литературних података као и сопствених истраживања на Пројекту TR34029, а сагледавајући тренутно стање у области решавања проблематике губитака платинских метала, намеће се потреба за освајањем производње легура из бинарног система Pd-Au. Легуре овог система кристалишу уз образовање непрекидног низа чврстих раствора у целом интервалу концентрације (Okamoto, H.; Massalski, T. V. Bull. Alloy Phase Diagrams 1985, 6, 7.). Из оквира бинарног система Pd-Au изабране су легуре састава: PdAu3%, PdAu5% и PdAu7%, као легуре за израду катализатора-хватача, чије су карактеристике представљене у даљем тексту. На основу упоредне анализе њихових механичких и структурних особина, биће одабрана легура са оптималним садржајем злата у систему Pd-Au, како би се од ње израђивале мреже за катализаторе-хватаче.

За експериментална истраживања коришћен је палладијум произведен у Електролизи РТБ-а у Бору у облику црног праха чистоће 99,95% и злато у облику праха чистоће 99,95%.

Процес производње легура из система Pd-Au за израду катализатора-хватача одвијао се кроз следеће технолошке операције:

3.1. Припрема материјала за топљење

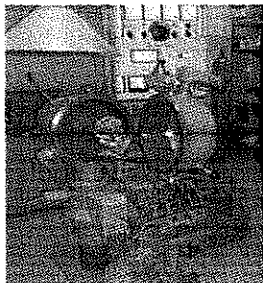
3.2. Топљење и ливење

3.3. Пластична прерада

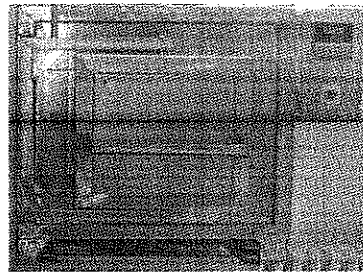
3.4. Термичка обрада

Карактеризација добијених узорака легура PdAu3%, PdAu5% и PdAu7% обухватила је испитивања тврдоће, релативног издужења и затезне чврстоће, као и испитивање њихових структурних особина, при различитим условима термомеханичке обраде ових легура.

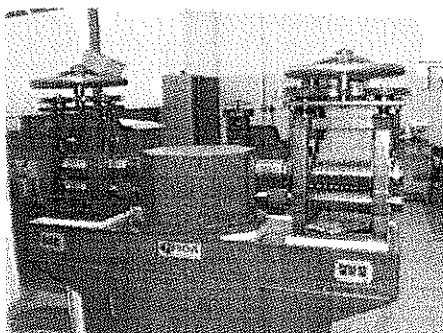
На слици 1 приказана је опрема коришћена за добијање узорака и њихову термомеханичку обраду, док је на слици 2 приказана опрема коришћења за карактеризацију легура PdAu3%, PdAu5% и PdAu7%.



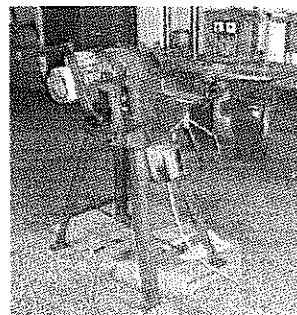
средњефреквентнаиндукционапећ



*коморнаелектроотпорнапећтипа
LP08*

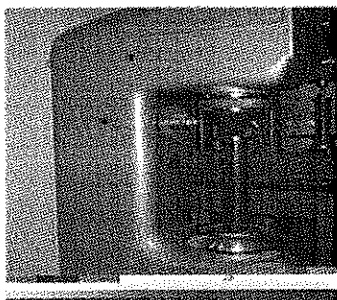


дуо-ваљачкистансакалибрисанимваљцима

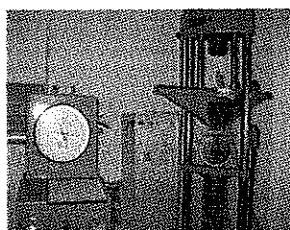


тролеј

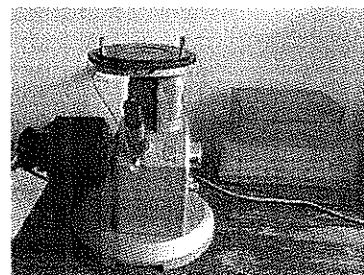
Слика 1. Добијање ливених узорака и њихова термомеханичка обрада



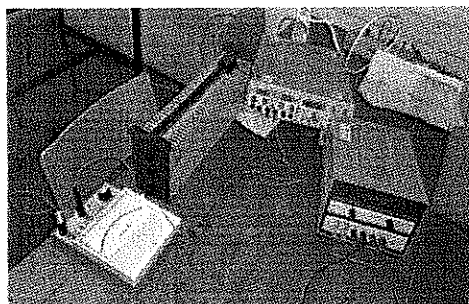
Апаратза мерење тврдоће



*Уређај за испитивање
затезањем*



Оптички микроскоп



Слика 2. Приказ опреме коришћене за карактеризацију узорака

3.1. Припрема материјала за топљење

Припрема полазних сировина, паладијума и злата у облику праха, обухватила је одређивање потребних полазних количина прахова ова два метала, за сваки изабрани састав легуре из система Pd-Au, као и пресовање одмерених количина прахова на хидрауличној преси снаге 270 kP/cm^2 . Пресовање се врши услед немогућности топљења паладијума и злата у облику праха.

3.2. Топљење и ливење

Топљење узорака вршено је у индукционој пећи, у редукционој атмосфери под слојем ђумура, у лонцу од MgO, димензија $h_1 \times h_2 = 85 \times 80 \text{ mm}$, $d_1 \times d_2 = 65 \times 55 \text{ mm}$ на температури од 1555°C . Пре ливења шаржа се прегрева за $150 - 170^\circ\text{C}$. Ливење је извршено у графитним кокилама димензије $\varnothing 20 \text{ mm}$ претходно загрејаним на $350 - 400^\circ\text{C}$. Облик и димензије калуна се бирају према опреми за пластичну прераду. За експерименте извођене у Институту за рударство и металургију у Бору ливење је вршено у калупима димензије $\varnothing 20 \text{ mm}$.

Присутне нечистоће у одливцима: Pt, Rh, Ir, Ag, Al, Fe, Zn, Cu, Si, Ca, Mg, Ni, Cr, Mn.

3.3. Пластична прерада

Изливени одливци су подвргнути пластичној преради ваљањем и извлачењем.

3.3.1. Ваљање

Изливени одливци пречника $\varnothing 20 \text{ mm}$ су најпре ваљани на дуо-ваљачком стану до димензије $16 \times 16 \text{ mm}$, након чега су узорци подвргнути жарењу на 950°C у трајању од 10 минута. Након жарења, узорци су „на топло“ ваљани до димензије $12,4 \times 12,4 \text{ mm}$, након чега је уследило ваљање „на хладно“ до димензије $2 \times 2 \text{ mm}$. Након ваљања шипка димензије $2 \times 2 \text{ mm}$ подвргава се рекристализационом жарењу на температури од 950°C у трајању од 15 минута са каљењем у води.

3.3.2. Извлачење

Од шипке $2 \times 2 \text{ mm}$ најпре је на једностепеној машини за извлачење – тролеју, извлачена предвалака до димензије $\varnothing 1,12 \text{ mm}$ која је затим извлачена до завршне димензије $\varnothing 0,5 \text{ mm}$ применом четири степена деформације, и то на следећи начин:

- 1) **80% редукације** - жица димензије $\varnothing 1,12 \text{ mm}$ је жарена на 950°C у трајању од 10 минута, а затим извлачена до димензије $\varnothing 0,5 \text{ mm}$
- 2) **60 % редукације** – жица димензија $\varnothing 1,12 \text{ mm}$ је извлачена до димензије $\varnothing 0,79 \text{ mm}$, жарена на 950°C у трајању од 10 минута, а затим извлачена до димензије $\varnothing 0,5 \text{ mm}$

- 3) **40% редукције** - жица димензија $\varnothing 1,12 \text{ mm}$ је извлечена до димензије $\varnothing 0,65 \text{ mm}$, жарена на 950°C у трајању од 10 минута, а затим извлечена до димензије $\varnothing 0,5 \text{ mm}$
- 4) **20% редукције** - жица димензија $\varnothing 1,12 \text{ mm}$ је извлечена до димензије $\varnothing 0,56 \text{ mm}$, жарена на 950°C у трајању од 10 минута, а затим извлечена до димензије $\varnothing 0,5 \text{ mm}$

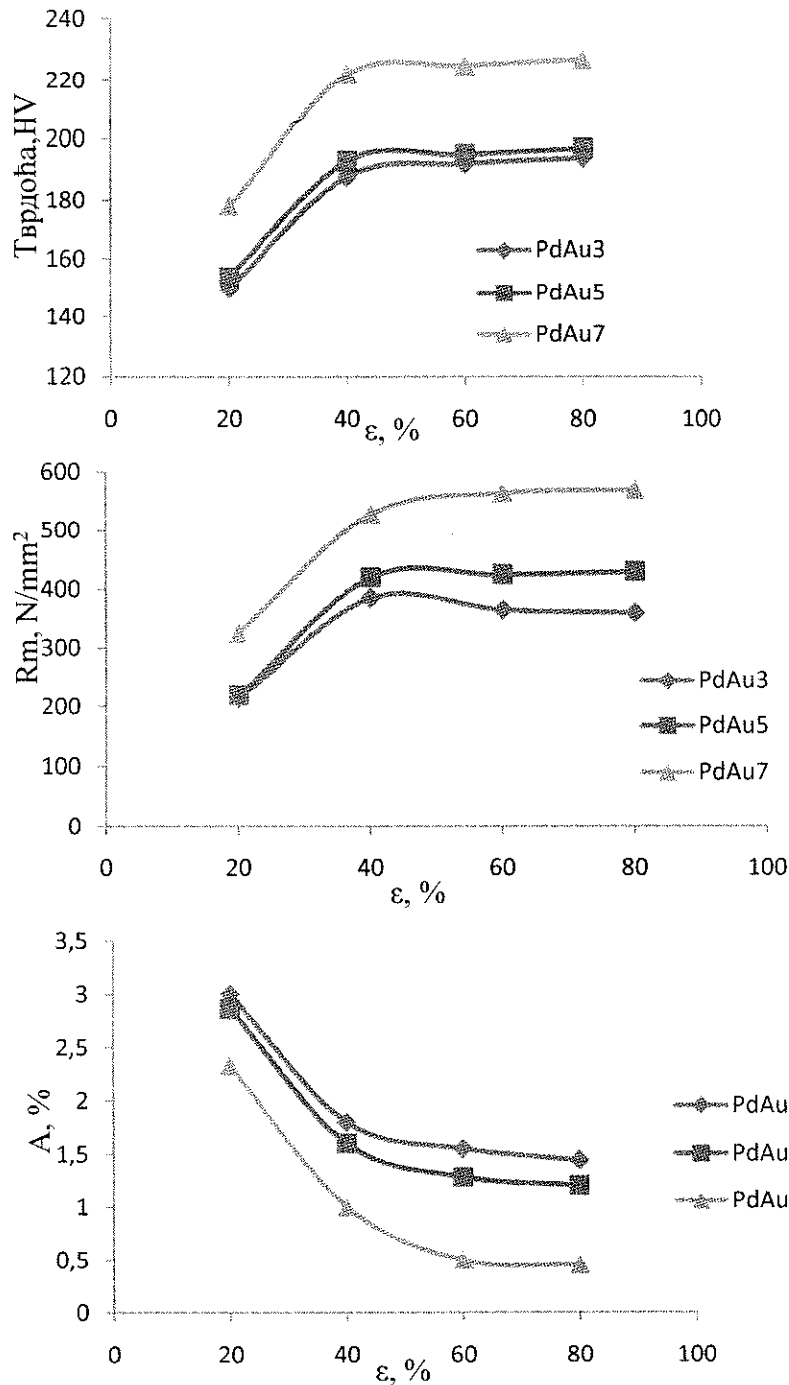
3.4. Термичка обрада

Ради постизања меког стања жица завршне димензије $\varnothing 0,5 \text{ mm}$, која је потребна за израду катализаторских мрежа поступком ткања, узорци PdAu3%, PdAu5% и PdAu7% добијени различитим степенима деформације су подвргнути рекристализационом жарењу, и то међуфазном и завршном. На основу литературних података и дугогодишњег искуства у преради племенитих метала у ИРМ-у Бор, одређени су параметри међуфазног жарења: на температури од 950°C у трајању од 10 минута жарена је шипка димензија $16 \times 16 \text{ mm}$, а такође и жице полазних димензија за одговарајући степен деформације за извлачење до $\varnothing 0,5 \text{ mm}$.

Да би се утврдио најповољнији режим завршног рекристализационог жарења, вршени су експерименти на узорцима легура система Pd-Au са различитим садржајем злата у легури, у зависности од примењеног степена деформације. Степен деформације при извлачењу до димензије $\varnothing 0,5 \text{ mm}$ износио је: $\varepsilon = (20, 40, 60, 80)\%$.

Утицај температуре жарења на механичке особине узорака PdAu3%, PdAu5% и PdAu7% испитиван је при константном степеноу деформације ($\varepsilon = 80\%$) и константном времену жарења (15 минута). Температуре на којима је вршено жарење биле су: 650, 750, 850, 900 и 950°C ,

На слици 3 приказана је зависност тврдоће, затезне чврстоће и издужења (респективно) PdAu3%, PdAu5% и PdAu7% узорака од степена деформације извлачењем. Утицај степена деформације на металографску структуру узорака приказан је на слици 4.

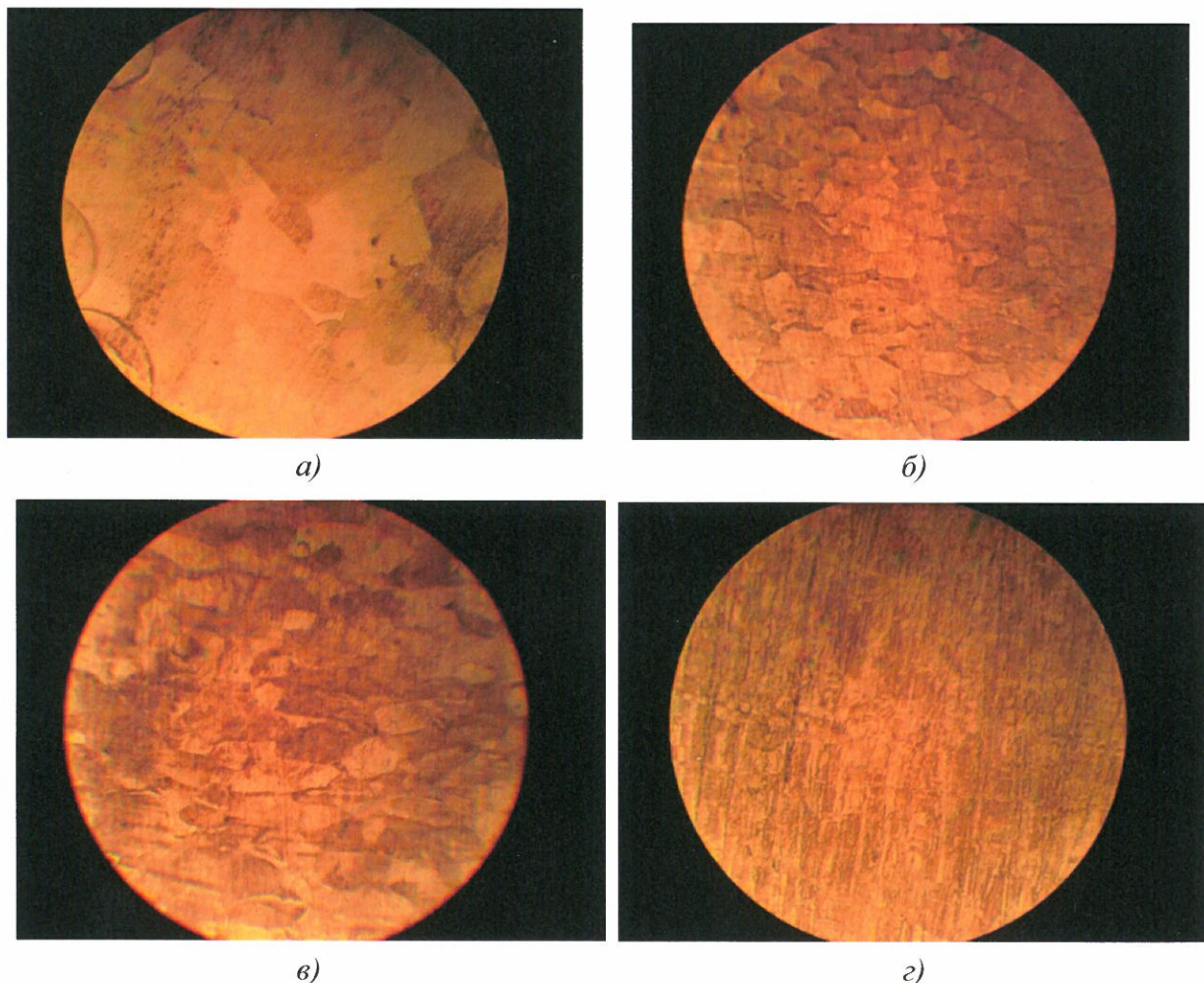


Слика3. Утицај степена деформације на механичке особине легурасистемаPd-Au:
а) HV; б) R_m ; в) A

Са приказаних резултата испитивања утицаја степена деформације на механичке особине запажа се да код свих узорака са порастом степена хладне пластичне деформације, долази до пораста вредности оних механичких особина легура које изражавају отпорност деформацији (HV и R_m) као и смањење вредности оних особина које су мера пластичности (A), односно долази до ојачавања. При пластичној деформацији, дислокације међусобно реагују и образују непокретне дислокације, које представљају препреку за кретање других дислокација, Самим тим, са напредовањем

деформације, број препрека се повећава, па је потребно применити све већи напон да би се деформација наставила. Ојачавање чврстих раствора, самим тим и легура система Pd-Au, јесте последица реакције постојећих и дислокација створених током пластичне деформације, као и реакције дислокација са атомима легирајућег елемента (10), у нашем случају злата. Као последица деформационог ојачавања тврдоћа и затезна чврстоћа свих узорака са порастом степена деформације расту, а највеће вредности тврдоће и затезне чврстоће свих испитиваних узорака, су постигнуте после деформисања степеном деформације од 80%. При истим степенима деформације, вредности тврдоће и затезне чврстоће расту са порастом садржаја злата у легури са паладијумом док истовремено вредности релативног издужења опадају.

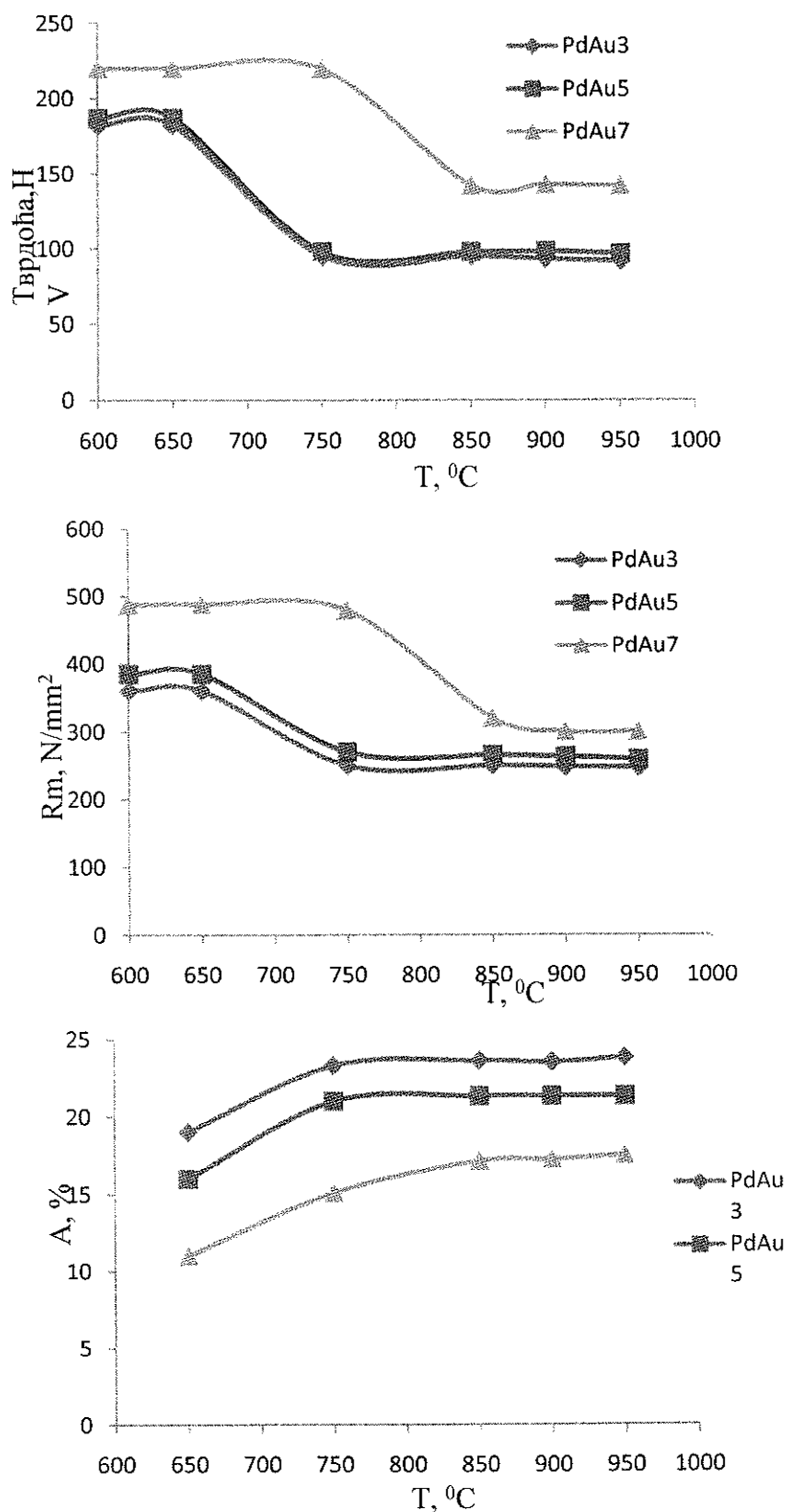
Узорак са 5% злата у легури са паладијумом показује најбољи однос између садржаја злата у легури и механичких особина након деформисања степеном деформације од 80%.



Слика 4. Микроструктура узорака PdAu5 легуре након пластичне деформације:
а) $\varepsilon = 20\%$; б) $\varepsilon = 40\%$; в) $\varepsilon = 60\%$; з) $\varepsilon = 80\%$

На слици 5 приказана је зависност тврдоће, затезне чврстоће и издужења (респективно) PdAu3%, PdAu5% и PdAu7% узорака од температуре жарења при

константном степену деформације ($\epsilon = 80\%$) и константном времену жарења (15 минута) у циљу одређивања температуре завршног жарења жице којом се постиже меко стање потребно за израду катализаторске мреже.



Слика 5. Утицај температуре жарења на механичке особине легурасистема Pd-Au за $\epsilon = 80\%$: а) HV; б) R_m ; в) A

Са приказаних резултата испитивања промене механичких особина (тврдоће, затезне чврстоће и релативног издужења) хладно деформисаних и различито загреваних узорака легура система Pd-Au деформисаних степеном деформације ($\varepsilon = 80\%$) и константном времену жарења (15 минута), уочава се да вредности тврдоће и затезне чврстоће нагло опадају при температури од 650°C код узорака PdAu3 и PdAu5. Повећање садржаја злата у легури доводи до померања температуре почетка рекристализације ка већим вредностима (850°C).

Даље повећање температуре жарења доводи до континуираног, благог пада у вредностима тврдоће и затезне чврстоће код свих испитиваних узорака независно од садржаја злата у легури, што је последица укрупњавања структуре, односно појаве секундарне рекристализације. Узорци са мањим садржајем злата у легури на показују знатно више вредности релативног издужења на нижим температурама жарења, у односу на легуру PdAu7. Код легура PdAu3 и PdAu5 максимална вредност релативног издужења запажа се при температури жарења од 750°C.

У табели 1. приказане су вредности електричне отпорности и проводности узорака деформисаних степеном деформације 80% , а затим жареним на 950°C у трајању од 15 минута.

	Електрична отпорност, [Ω]	Електропроводност, [MS/m]
PdAu3	0,0392	6,51
PdAu5	0,0578	4,41
PdAu7	0,0603	4,23

4. Закључак

Приказаним техничким решењем показано је да се овом технологијом израде легура система Pd-Au може добити жица од које се поступком ткања могу израђивати катализатори-хватачи.

Карактеризација термомеханички обрађених узорака легура из система Pd – Au показала је да су сви узорци, независно од садржаја злата у легури, поседују побољшане вредности тврдоће, затезне чврстоће и издужења.

Сагледавајући економске и технолошке параметре, од свих испитиваних легура по својим особинама издвојила се легура PdAu5 која поседује најбољи однос између економских и технолошких параметара процеса. Наиме, ова легура поседује задовољавајуће вредности тврдоће, затезне чврстоће и издужења. Комплекс механичких, технолошких и физичко-хемијских особина легуре PdAu5, као и економски параметри израде исте определили су је за примену у изради паладијумских катализатора за „хватање“ платинских метала у процесу катализе на високим температурама. Приказани резултати ових истраживања су остварени у оквиру пројекта TP34029.

5. Литература

1. Војислав Баљак, Неорганска хемијска технологија, мај 2011.
2. M. Flytzani-Stephanopoulos, S. Wong, L. D. Schmidt, Surface morphology of platinum catalysts, *J. Catal.* 49 (1) (1977) 51–82.
3. J. Pielaszek, The catalytic etching of platinum and rhodium- -platinum gauzes, *Platinum Metals Rev.* 28 (3) (1984) 109–114.
4. A. R. McCabe, G. D. W. Smith, A. S. Pratt, The mechanism of reconstruction of rhodium-platinum catalyst gauzes, *Platinum Metals Rev.* 30 (2) (1986) 54–62.
5. M.A. Barakat, M.H.H. Mahmoud, Recovery of platinum from spent catalyst, *Hydrometallurgy* 72(2004),179-184.
6. Yuantao Ning, Zhengfen Yang and Huaizhi Zhao, Platinum Recovery by Palladium Alloy Catchment Gauzes in Nitric Acid Plants, The mechanism of platinum recovery, *Platinum Metals Rev.*,40(2)(1996), 80-87
7. Z.M. Rdzawski, J.P. Stobrawa, J. Szynowski, Microstructure stability of the PtRh alloys used for catalytic ammonia oxidation, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 24(1)(2007), 106-114
8. Б. Трумић, Д. Станковић, Каталитичка оксидација амонијака, ИРМ Бор, 2009.
9. А. Ивановић, Б. Трумић, В. Крстић, С. Иванов, С. Марјановић, С. Димитријевић, В. Марјановић, Побољшање механичких својстава легуре састава PdNi5 оптимизацијом термомеханичког режима прераде, Институт за рударство и металургију Бор, 2014., ТР34029
10. Херман Шуман, Металографија, Универзитет у Београду, Технолошко-металуршки факултет, Београд, 1989. (превод са немачког језика 9. издања 1975.).

МИШЉЕЊЕ КОРИСНИКА РЕЗУЛТАТА

На основу постојеће техничке документације урађене од стране аутора техничког решења

„Освајање технологије производње Pd-Au легуре за катализаторе-хватаче“

Др Бисерка Трумић, дипл.инж.металург. (ИРМ Бор).

Драшко Станковић, дипл.инж.металург. (ИРМ Бор)

Др Александра Ивановић, дипл.инж.металург. (ИРМ Бор)

Доц. др Саша Марјановић, дипл.инж.металург. (Технички факултет у Бору)

Др Силвана Димитријевић, дипл.инж.металург. (ИРМ Бор)

може се закључити да је освојена технологија израде легура из система Pd-Au, у облику жице, од које се поступком ткања, могу израђивати катализатори-хватачи. Дефинисани су оптимални параметри производње и термомеханичке обраде легура PdAu3%, PdAu5% и PdAu7%. Карактеризацијом термомеханички обрађених узорака жице од ових легура утврђено је да сви узорци, независно од сарджаја злата у легури, поседују побољшане вредности тврдоће, затезне чврстоће и издужења, у односу на чист Pd.

На основу технолошких и економских показатеља производног процеса, од свих испитиваних легура по својим особинама издвојила се легура PdAu5 која поседује задовољавајуће вредности тврдоће и затезне чврстоће а пре свега, издужења што је кључни фактор у примени палладијумских катализатора у „хватању“ платинских метала у процесу катализе на високим температурама.

Резултати приказани у овом техничком решењу су остварени у оквиру пројекта TR34029 у периоду 2011.-2015. и биће примењени у производњи жице за израду катализатора-хватача у оквиру производног програма Профитног центра – Прерада племенитих метала у Институту за рударство и металургију Бор. Предметне резултате је финансирао ИРМ Бор и исти су у власништву ИРМ у целости.

ДИРЕКТОР ИРМ-а



Др Миле Бугарин, дипл.инж.геод.-научни саветник

Odlukom Naučnog veća Instituta za rudarstvo i metalurgiju Bor, broj XXVII/6.3. od 26.06.2015. godine određen sam za recenzenta tehničkog rešenja pod nazivom: **“Osvajanje tehnologije proizvodnje PdAu legure za katalizatore hvatače”**, autora: dr Biserke Trumić, višeg naučnog saradnika Instituta za rudarstvo i metalurgiju Bor, Draška Stankovića, dipl. inž. metalurgije, stručnog savetnika Instituta za rudarstvo i metalurgiju Bor, dr Aleksandre Ivanović, istraživača saradnika, Instituta za rudarstvo i metalurgiju Bor, dr Saše Marjanovića, docenta Tehničkog fakulteta u Boru i dr Silvine Dimitrijević, naučnog saradnika Instituta za rudarstvo i metalurgiju u Boru.

Na osnovu predloga ovog tehničkog rešenja podnosim sledeći

IZVEŠTAJ

Tehničko rešenje pod nazivom : **“Osvajanje tehnologije proizvodnje PdAu legure za katalizatore hvatač”**, pripada oblasti Materijali i hemijske tehnologije. Realizovano je u okviru istraživanja na projektu Ministarstva prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije, za period 2011-2015, br TR34029, pod nazivom: **“Razvoj tehnologije proizvodnje Pd katalizatora-hvatača za smanjenje gubitaka platine u visoko temperaturnim procesima katalize”**, a pod rukovodstvom dr Biserke Trumić, višeg naučnog saradnika Instituta za rudarstvo i metalurgiju u Boru.

Tehničko rešenje je prikazano na 12 stranica, sadrži 1 tabelu i 5 slika.

Urađeno je u skladu sa zahtevima definisanih “Pravilnikom o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučno-istraživačkih rezultata istraživača”, “Službeni glasnik RS 38/2008, prilog 2”. Sadržaj tehničkog rešenja je prikazan kroz sledeće celine:

1. Uvod
2. Problematika i načini za rešavanje gubitaka platinskih metala u procesu katalitičke oksidacije amonijaka
3. Suština, opis i karakteristike tehničkog rešenja
4. Zaključak
5. Literatura

U uvodnom delu autori daju detaljan opis tehnološkog procesa proizvodnje azotne kiseline, u kome pri katalitičkoj oksidaciji amonijaka nastaju veliki gubici platinskih metala po toni proizvedene kiseline, koji se nepovratno gube.

U delu problematika i način rešavanja gubitaka platinskih metala u procesu katalitičke oksidacije amonijaka -dat je prikaz i analiza gubitaka platinskih metala, u zavisnosti od uslova eksploatacije, kao i način rešavanja postojećeg problema, sa posebnim osvrtom na katalizatore-hvatače na paladijumskoj osnovi i njihovim prednostima.

Kroz poglavlje suština, opis i karakteristike tehničkog rešenja je predstavljen deo rezultata ostvarenih radom na projektu TR34029 na osvajanju tehničkog rešenja-razvoj tehnologije proizvodnje PdAu legure za katalizatore-hvatače željenih karakteristika. Razvijena je tehnologija proizvodnje PdAu legure, od koje bi se izrađivali katalizatori-hvatači i kao takvi nalazili primenu za smanjenje gubitaka platinskih metala u visoko temperaturnim procesima katalize. Suština je da je

osvojena tehnologija proizvodnje PdAu legure zadovoljavajućih mehaničkih, strukturnih i fizičkih karakteristika. Detaljno je opisan postupak dobijanja i termomehaničke obrade legure Pd-Au s ciljem stvaranja uslova za pojavu željenih mehaničkih karakteristika, na račun kojih katalizator-hvatač ima primenu u hvatanju platinskih metala.

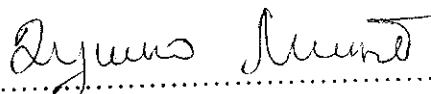
Zaključeno je da je osvojena tehnologija proizvodnje Pd-Au legure zadovoljavajućih mehaničkih, strukturnih i fizičkih osobina. Sa ekonomskog i tehnološkog aspekta izabrana je PdAu5 legura za izradu katalizatora-hvatača.

ZAKLJUČAK

Dokumentacija tehničkog rešenja: **"Osvajanje tehnologije proizvodnje Pd-Au legure za katalizatore-hvatače"** pripremljena je u skladu sa odredbama Pravilnika o postupku i načinu vrednovanja i kvalitativnom iskazivanju naučno-istraživačkih rezultata istraživača (Službeni glasnik RS 38/2008, prilog 2). Detaljno je opisan postupak dobijanja legure Pd-Au i predložena je termomehanička obrada koja je rezultirala dobijanjem žice zadovoljavajućih mehaničkih (tvrdoća, zatezna čvrstoća i izduženje), električnih (elektroprovodnost, odnosno elektrootpornost) i strukturnih karakteristika. Dobijen materijal se može koristiti za izradu katalizatoar-hvatača, odnosno, dalje za smanjenje gubitaka platinskih metala u visoko temperaturnim procesima katalize. Na osnovu svega navedenog dajem pozitivno mišljenje i predlažem Naučnom veću Instituta za rudarstvo i metalurgiju u Boru, da prihvati navedeno tehničko rešenje i svrsta ga u kategoriju M82-novi materijal u skladu sa odredbama pomenutog pravilnika.

U Kosovskoj Mitrovici, juna 2015. godine

Recenzent



.....
Prof. dr Duško Minić,
redovni profesor FTN Kosovska Mitrovica

Institut za rudarstvo i metalurgiju Bor
Zeleni bulevar 33
Bor

Naučnom veću

PREDMET: Recenzija tehničkog rešenja: **“Osvajanje tehnologije proizvodnje PdAu legure za katalizatore-hvatače”**, autora: dr Biserke Trumić, višeg naučnog saradnika Instituta za rudarstvo i metalurgiju Bor, Draška Stankovića, dipl. inž. metalurgije, stručnog savetnika Instituta za rudarstvo i metalurgiju Bor, dr Aleksandre Ivanović, istraživača saradnika, Instituta za rudarstvo i metalurgiju Bor, dr Saše Marjanovića, docenta Tehničkog fakulteta u Boru i dr Silvine Dimitrijević, naučnog saradnika Instituta za rudarstvo i metalurgiju u Boru.

IZVEŠTAJ RECENZENTA

Odlukom Naučnog veća Instituta za rudarstvo i metalurgiju Bor, broj XXVII/6.3. od 26.06.2015. godine određen sam za recenzenta tehničkog rešenja pod nazivom: **“Osvajanje tehnologije proizvodnje PdAu legure za katalizatore hvatače”**.

Tehničko rešenje predstavlja deo rezultata rada na projektu Ministarstva prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije evidencionog broja TR34029 pod nazivom: "Razvoj tehnologije proizvodnje Pd katalizatora-hvatača za smanjenje gubitaka platine u visoko temperaturnim procesima katalize", koji se realizuje u Institutu za rudarstvo i metalurgiju u Boru, pod rukovodstvom dr Biserke Trumić, višeg naučnog saradnika Instituta za rudarstvo i metalurgiju u Boru, u periodu 2011-2015 godina. Korisnik rezultata projekta je Institut za rudarstvo i metalurgiju Bor.

Tehničko rešenje je prikazano na 12 stranā i obuhvata 1 tabelu i 5 slika. Tehničko rešenje obrađuje postupak dobijanja novog materijala iz sistema Pd-Au sa izvanrednim mehaničkim osobinama, neophodnim pri radu katalizatora-hvatača u visoko temperaturnim procesima katalize. Zadovoljavajuće mehaničke osobine postignute su na račun izbora sastava legure, kao i rezultata termomehaničke obrade koja je sprovedena na ovoj leguri. Kao što je napred izloženo ovim tehničkim rešenjem je osvojena tehnologija proizvodnje PdAu legure za izradu katalizatora-hvatača, zadovoljavajućih mehaničkih i strukturnih karakteristika.

Originalnost tehničkog rešenja se ogleda u originalnom izboru legure (misli se na sastav koji uslovljava dobijanje zadovoljavajućih mehaničkih karakteristika), i procedure termomehaničke obrade koja je optimizovana prema sopstvenim prethodnim i sadašnjim ispitivanjima kroz projekte TR19028 i TR34029.

Karakterizacija termomehanički tretiranih Pd-Au legura je pokazala izvanredna strukturna, mehanička i fizička svojstva.

Na osnovu rezultata ispitivanja uticaja stepena deformacije na mehaničke osobine zapaženo je da kod svih uzoraka sa porastom stepena hladne plastične deformacije, dolazi do porasta vrednosti mehaničkih osobina legura koje izražavaju otpornost deformaciji (HV i Rm) kao i smanjenje vrednosti onih osobina koje su mera plastičnosti (A), odnosno dolazi do ojačavanja.

Kao posledica deformacionog ojačavanja, tvrdoća i zatezna čvrstoća svih uzoraka sa porastom stepena deformacije rastu, a najveće vrednosti su postignute za stepen deformacije od 80%.

Pri istim stepenima deformacije, vrednosti tvrdoće i zatezne čvrstoće rastu sa porastom sadržaja zlata u leguri dok istovremeno vrednosti relativnog izduženja opadaju.

Legura sastava PdAu5 pokazuje najbolji odnos između sadržaja zlata u leguri i mehaničkih osobina nakon deformisanja stepenom deformacije od 80%.

Ovi podaci opravdavaju predlog primene legure PdAu5 za izradu katalizatora-hvatača, jer ista poseduje zadovoljavajuće vrednosti tvrdoće, zatezne čvrstoće i izduženja, što predstavlja ključni faktor u primeni katalizatora za "hvatanje" platinskih metala u procesu katalize na visokim temperaturama.

ZAKLJUČAK

Predloženo tehničko rešenje se odnosi na osvajanje proizvodnje novog materijala – legure sistema paladijum-zlato. Na materijalu je sprovedena termomehanička obrada po određenoj proceduri, u cilju dobijanja zadovoljavajućih mehaničkih, strukturnih i fizičkih karakteristika. Karakterizacija materijala je potvrdila da dobijen materijal – legura PdAu5 sa ekonomskog i tehnološkog aspekta poseduje najbolje rezultate. Ovakav materijal je pogodan za izradu katalizatora-hvatača. Dokumentacija tehničkog rešenja pripremljena je u skladu sa Pravilnikom o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata

istraživanja. Stoga, na osnovu napred izloženog, preporučujem Naučnom veću Instituta za rudarstvo i metalurgiju u Boru da prihvati tehničko rešenje pod nazivom: :“Osvajanje tehnologije proizvodnje PdAu legure za katalizatore-hvatače” i svrsta ga u kategoriju M82 – novi materijal.

U Boru, juna 2015. godine

Recenzent



.....
Prof. dr. Dragošlav Gusković, redovni profesor
Tehničkog fakulteta u Boru



**ИНСТИТУТ ЗА РУДАРСТВО
И МЕТАЛУРГИЈУ БОР**

НАУЧНО ВЕЋЕ

Број: XXVIII/7.2.

Од 14.08.2015. године

На основу Правилника о поступку и начину вредновања и квантитативном исказивању научноистраживачких резултата истраживача, прилог 2 (Сл.гласник РС бр.38/2008), Научно веће је на XXVIII-ој седници одржаној дана 14.08.2015. године донело:

ОДЛУКУ
о прихватању техничког решења

I

На основу покренутог поступка за валидацијом и верификацијом техничког решења под називом „*Освајање Технологије производње Pd-Au легура за катализаторе-хватаче*“ аутори: др Бисерка Трумић, Драшко Станковић, др Александра Ивановић, др Саша Марјановић, др Силвана Димитријевић и мишљења рецензената и корисника о наведеном техничком решењу, Научно веће је донело Одлуку о прихватању наведеног техничког решења.

ПРЕДСЕДНИК НАУЧНОГ ВЕЋА
Милерко Љубојев
Др Милерко Љубојев, дипл.инж.руд.
Научни саветник