

**НАУЧНО ВЕЋЕ
ИНСТИТУТА ЗА ТЕХНОЛОГИЈУ НУКЛЕАРНИХ
И ДРУГИХ МИНЕРАЛНИХ СИРОВИНА
Франше д' Еперае 86, Београд
Број:13/6-8
27. 11. 2015. године**

На основу Правилника о верификацији и валидацији техничко-технолошких решења и процедуре ИП 19 Израда и поступак верификације и валидације техничко-технолошких решења, Научно веће Института за технологију нуклеарних и других минералних сировина, на седници одржаној **27. 11. 2015.** год., донело је

ОДЛУКУ

Да се резултат истраживачког рада „*Технологија производње кобалт праха*“ који је проистекао као резултат рада на Пројектима МПНТР

TP 34023 и 34002

Назив пројекта:

**РАЗВОЈ ТЕХНОЛОШКИХ ПРОЦЕСА ПРЕРАДЕ НЕСТАНДАРДНИХ КОНЦЕНТРАТА
БАКРА У ЦИЉУ ОПТИМИЗАЦИЈЕ ЕМИСИЈЕ ЗАГАЂУЈУЋИХ МАТЕРИЈА**

и

**РАЗВОЈ ТЕХНОЛОШКИХ ПОСТУПАКА ЛИВЕЊА ПОД УТИЦАЈЕМ
ЕЛЕКТРОМАГНЕТНОГ ПОЉА И ТЕХНОЛОГИЈА ПЛАСТИЧНЕ ПРЕРАДЕ У ТОПЛОМ СТАЊУ
ЧЕТВОРОКОМПОНЕНТНИХ ЛЕГУРА Al-Zn ЗА СПЕЦИЈАЛНЕ НАМЕНЕ,**

автора:

1. др Мирослава Сокића, вишег научног сарадника ИТНМС, Београд,
2. мр Владислава Матковића, истраживача сарадника, ИТНМС, Београд,
3. Проф. др Звонка Гулишије, научног саветника, ИТНМС, Београд,
4. др Бранислава Марковића, научног сарадника ИТНМС, Београд.

верификује као техничко решење према индикаторима научне компетентности М 81– (нова технологија), у складу са Правилником о поступку и начину вредновања и квантитативном исказивању научноистраживачких резултата истраживача (Сл. гласник РС бр. 38/2008), а након усвајања рецензија др Наталије Долић, доцент, Свеучилиште у Загребу, Металуршки факултет, Сисак и др Ане Костов, научни саветник, Институт за рударство и металургију, Бор.

Коначну одлуку о верификацији доноси надлежни Матични научни одбор МПН Р Србије.

Доставити:

- руководиоцу Пројекта,
- авторима,
- архиви НВ.

ПРЕДСЕДНИК НАУЧНОГ ВЕЋА

др Мирослав Сокић
виши научни сарадник



TEHNIČKO RAZVOJNO REŠENJE

TEHNOLOGIJA PROIZVODNJE KOBALT PRAHA

M 81 –NOVA TEHNOLOGIJA

Autori:

Dr Miroslav Sokić
Mr Vladislav Matković
Prof. Dr Zvonko Gulišija
Dr Branislav Marković

Beograd, 2015.

SADRŽAJ

1. PREDMET	2
2. STANJE U SVETU I ZNAČAJ NOVE TEHNOLOGIJE	2
3. UVOD	3
4. OPTIMALNI PARAMETRI REDUKCIJE KOBALT-OKSIDA	3
4.1. Redukcija gasnom smešom $3\text{H}_2+\text{N}_2$	3
4.2. Redukcija vodonikom	4
5. OPIS TEHNOLOGIJE ZA PROIZVODNJU KOBALT PRAHA REDUKCIJOM KOBALT-OKSIDA VODONIKOM	5
5.1. Skladištenje kobalt-oksida i vodonika	5
5.2. Redukcija kobalt-oksida vodonikom	5
5.3. Pakovanje i skladištenje gotovog proizvoda	5
6. SPECIFIKACIJA I TEHNIČKE KARAKTERISTIKE OPREME ZA REDUKCIJU KOBALT-OKSIDA VODONIKOM	6
7. KVALITET ULAZNIH SIROVINA	9
8. KVALITET GOTOVOG PROIZVODA	10

1. PREDMET

Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina (ITNMS), Beograd je kao rezultat istraživanja grupe istraživača u okviru projekata br. 34002 i 34023, čiju realizaciju finansira Ministarstvo za prosvetu i nauku Republike Srbije, razvio Novu tehnologiju proizvodnje kobalt praha. Proizведен je kobalt prah koji ispunjava standardom predviđene zahteve u pogledu kvaliteta za potrebe sintermetalurgije, odnosno izradu tvrdog metala.

Osnov za izradu ovog Tehničkog rešenja je Pravilnik o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata istraživača i Procedura IP19 – Izrada i postupak verifikacije i validacije tehničkih rešenja u Institutu za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina koja nastaju kao rezultat realizacije projekata finansiranih od strane Ministarstva za prosvetu i nauku Republike Srbije.

Tehnologija proizvodnje kobalt praha predstavlja Novu tehnologiju, i prema Pravilniku o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata pripada kategoriji M81.

2. STANJE U SVETU I ZNAČAJ NOVE TEHNOLOGIJE

Godišnja svetska proizvodnja kobalta iznosi oko 17000 t, od čega se oko 60% koristi za izradu legura, 20% se primenjuje kao kobalt-oksid, 15% kao kobalt prah i 5% u formi soli kobalta.

Najznačajniji proizvođači kobalt praha su: Herman C. Stark - Nemačka, Eurotungstene – Francuska, Outokumpu – Finska, Hoboken Overpel - Belgija i Sylvania - SAD. Računa se da oni pokrivaju preko 90% ukupne svetske proizvodnje. Najveći potrošači kobalt praha su SAD, Nemačka, Francuska, Velika Britanija, Švedska, Kina, Italija, Belgija i Japan. Rasprostranjeno je mišljenje da će potrošnja Co prahova nastaviti da raste 2,7-2,8% godišnje. Tokom proteklih deset godina, rast potrošnje bio je 2,5% godišnje.

Osnovna sirovina za dobijanje gotovih komada različitog oblika i veličine, metalurgijom praha jesu metalni prahovi, koji moraju imati određene tehnološke karakteristike. Gotovi komadi, dobijeni metodama metalurgije praha, često imaju bolje osobine od onih dobijenih livenjem. Sinterovani komadi najčešće imaju sitnozrnu strukturu, dok je struktura livenog stanja obično krupnozrna, ponekad i igličasta.

Za dalju preradu postupcima metalurgije praha, metalni prahovi moraju imati određene karakteristike, kao što su veličina i oblik zrna, granulometrijski sastav, nasipna gustina i dr. Za dobijanje metalnih prahova koriste se različiti postupci, koji se mogu svrstati u dve osnovne grupe:

- mehaničko usitnjavanje i
- hemijski postupci dobijanja metalnih prahova.

Primenom hemijskih postupaka dobijaju se prahovi koji se direktno mogu koristiti u metalurgiji praha bez naknadnog usitnjavanja.

Redukcijom kobalt-oksida vodonikom dobija se prah kobalta koji se direktno koristi u metalurgiji praha. Veličina i oblik metalnih zrna dobijenih redukcijom, mogu se menjati zavisno od veličine i oblika čestica polaznih oksida, što znači da kvalitet čestica kobalt-oksida direktno utiče na kvalitet kobalt praha. Najkvalitetniji metalni prahovi se dobijaju redukcijom oksida dobijenih hidrometalurškim postupkom taloženja iz vodenih rastvora.

3. UVOD

Najznačajniji postupci za proizvodnju kobalt praha su:

- Raspršivanje tečnog metala vodom kojoj je dodat neki ugljovodonik, u cilju zaštite metala od oksidacije. Metalni prah se sakuplja u posebnoj komori, filtrira, suši, klasificira i pakuje.
- Elektroredukcija kobalta iz vodenih rastvora kobaltovih soli, pri čemu se dobija prah veoma heterogenog granulometrijskog sastava i
- Redukcija kobalt-oksida vodonikom, dobijenog hidrometalurškim postupkom taloženja kobalt-karbonata iz vodenih rastvora. Primenom ovog postupka dobija se kobalt prah najboljeg kvaliteta sa aspekta granulometrijskog sastava i njegove primene u sintermetalurgiji.

Kobalt-oksid se može dobiti i kalcinacijom kobalt-hidroksida dobijenog elektrohemijskim postupkom, ali se zbog veličine čestica na može koristiti za proizvodnju kobalt praha za potrebe sintermetalurgije.

Tehnologija proizvodnje praha kobalt-oksida hemijskim postupkom taloženja i disocijacije kobalt-(baznog)karbonata može se podeliti u nekoliko faza:

- rastvaranje elektrolotičkog kobalta vodenim rastvorom azotne kiseline,
- taloženje kobalta iz rastvora u obliku nerastvornog kobalt-(baznog)karbonata,
- ispiranje i filtriranje kobalt-(baznog)karbonata,
- sušenje kobalt-(baznog)karbonata,
- kalcinacija kobalt-(baznog)karbonata do kobalt-oksida, koji je polazna sirovina u tehnologiji proizvodnje kobalt praha.
- pakovanje i skladištenje gotovog proizvoda.

4. OPTIMALNI PARAMETRI REDUKCIJE KOBALT-OKSIDA

Program ispitivanja redukcije kobalt-oksida obuhvatio je dve serije ispitivanja, i to:

- redukciju gasnom smešom $3\text{H}_2+\text{N}_2$ dobijenom krekovanjem amonijaka i
- redukciju vodonikom

4.1. Redukcija gasnom smešom $3\text{H}_2+\text{N}_2$

Eksperimentalna ispitivanja redukcije kobalt-oksida gasnom smešom $3\text{H}_2+\text{N}_2$ dobijenom krekovanjem amonijaka realizovana su u preduzeću "Sinter" u Užicu, u protočnoj peći za redukciju sa pokretnom trakom. Brzina kretanja trake je određena na osnovu dužine reakcione zone i vremena redukcije. Tacne za redukciju bile su izdađene od čelika.

Tokom izvođenja eksperimenata ispitivan je uticaj temperature i vremena na stepen redukcije kobalt-oksida i granulaciju dobijanog kobalt praha, dok su debljina sloja kobalt-oksida i protok gasne smaše za redukciju bili konstantni.

Pri temperaturama redukcije $400\text{-}650^\circ\text{C}$ i vremenu redukcije do 3h, nakon vađenja ohlađenih tacni sa kobalt prahom iz peći dolazilo je do povratnog procesa ponovne oksidacije praha usled nepotpune redukcije kobalt-oksida.

Pri temperaturama redukcije $700\text{-}800^\circ\text{C}$ u vremenu preko 2h redukcija kobalt-oksida je bila potpuna, i dobijeni kobalt prah je bio stabilan na vazduhu nakon vađenja iz peći. S

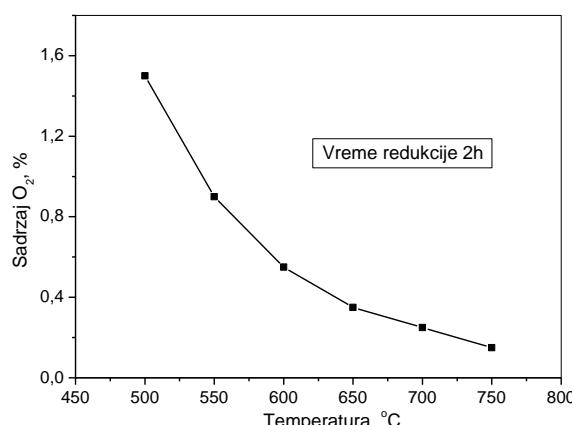
druge strane, pri ovim temperaturama došlo je do aglomeracije čestica kobalt praha, zbog čega prah nije bio odgovarajućeg kvaliteta sa aspekta granulacije.

Ispitivanja redukcije kobalt-oksida gasnom smešom $3\text{H}_2+\text{N}_2$ nisu dala zadovoljavajuće rezultate, pa je za redukciju kobalt-oksida bilo neophodno koristiti čist vodonik.

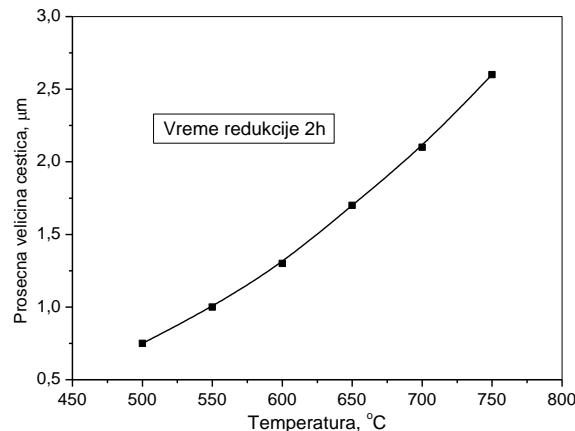
4.2. Redukcija vodonikom

Eksperimentalna ispitivanja redukcije kobalt-oksida vodonikom realizovana su u tunelskoj protočnoj peći za redukciju sa pokretnom trakom. Tunel peći je podeljen na tri zine: zonu zagrevanja, reakcionu zonu i zonu hlađenja. U reakcionaloj zoni se odvija proces redukcije na zadatoj temperaturi, pa je na osnovu dužine reakcione zone određena brzina kretanja pokretna trake. Kretanje tacni sa kobalt-oksidom i vodonika u peći je protivstrujno. Tacne za redukciju bile su izdažene od čelika.

Tokom izvođenja eksperimenata ispitivan je uticaj temperature na stepen redukcije kobalt-oksida i granulaciju dobijanog kobalt praha, dok su vreme redukcije, debljina sloja kobalt-oksida i protok gasne smaže za redukciju bili konstantni. Uticaj temperature na stepen redukcije kobalt-oksida i krupnoću čestica kobalt praha prikazan je na slikama 1 i 2.



Slika 1. Uticaj temperature na sadržaj kiseonika u kobalt prahu nakon redukcije



Slika 2. Uticaj temperature na valičinu čestica kobalt praha nakon redukcije

Pri temperaturama redukcije 500-750°C i vremenu od 2h, dobijen je kobalt prah prosečne veličine zrna 0,75μm (pri redukciji na 500°C) do 2,60μm (pri redukciji na 750°C), tj. od sitnozrnastog pirofornog praha sa visokim sadržajem kiseonika (preko 1,5%), do kobalt praha koji sadrži oko 0,1% kiseonika.

Na bazi izvršenih ispitivanja, optimalna temperatura redukcije se kreće u intervalu 600-650°C, pri čemu se dobija kobalt prah veličine $1,5 \pm 0,2 \mu\text{m}$ i sadržajem kobalta $99,5 \pm 0,2\%$.

5. OPIS TEHNOLOGIJE ZA REDUKCIJU KOBALT-OKSIDA VODONIKOM

Tehnološki proces dobijanja kobalt praha se sastoji iz nekoliko celina:

- Skladištenje sirovina i repromaterijala (kobalt-oksid, vodonik)
- Redukcija
- Pakovanje i uskladištenje gotovog proizvoda

5.1. Skladištenje kobalt-oksida i vodonika

Tehnološka šema proizvodnje kobalt praha prikazana je na slici 1. Kobalt-oksid se viljuškarem iz vozila kojim je dopremljen prebacuje u odgovarajući boks namenjen za skladistenje kobalt-oksida. Iz skladišta, kobalt-oksid se prebacuje u silos za kobalt-oksid (1), a odatle, prema predviđenoj dinamici, u prijemni bunker uređaja za punjenje tacni (2). Postavljanje tacni ispod uređaja za punjenje vrši se ručnim putem. Kada se tacna napuni, uređajem za transport tacni (3) automatski se prebacuje i šaržira u peć za redukciju (4).

5.2. Redukcija kobalt-oksida vodonikom

Peći za redukciju su električne, protočne tunelske peći i povezane su sa elektrolizerom za vodonik (18) preko gasometra (19) i prečistača vodonika (20). Tacne se kroz peć za redukciju transportuju potiskivanjem i kada izađu iz peći za redukciju (4), uređajem za automatski transport tacni (5) se prebacuju u uređaj za istresanje tacni i prosejavanje (6). Ovaj uređaj je komornog tipa i u njemu se vrši istresanje tacni na elektromagnetsko sito. Otsev sa sita se sakuplja u posudu za krupniju frakciju (7) i ne može se koristiti za proizvodnju tvrdog metala. Obično se koristi kao polazna sirovine u tehnologiji proizvodnje kobalt-oksida ili neke od soli kobalta. Prosev sita se uz pomoć transportnog ventilatora (8) prebacuje u silos za kobalt prah (9).

Ciklon za otprašivanje (11) povezan je sa silosem (9) i uređajem za istresanje tacni (6). U ciklonu se vrši grubo otprašivanje, a u vrećastom filteru (12) potpuno prečišćavanje vazduha i odvajanje i vraćanje praha uređajem za povratni transport praha (14) u silos za kobalt puder (9) transportnim ventilatorom.

Uređaji za punjenje, transport i istresanje tacni (2, 5 i 6) su smešteni u hermetički zatvorenom prostoru kako bi se izbeglo rasipanje sitnih čestica u okolni prostor.

5.3. Pakovanje i skladištenje gotovog proizvoda

Iz silosa, kobalt puder se pužnim transporterom prebacuje u uređaj za pakovanje (10). On se sastoji iz automatske vase i uređaja za uvrećavanje u vreće sa ventilom. Kobalt prah se pakuje po 25kg u duple vreće radi sigurnosti. Napunjene vreće ručno se ubacuju u metalne kante, a one slažu na drvene palete. Viljuškar prenosi pune palete do skladišta gotovog proizvoda.

Uređaj za istresanje tacni (6) i uređaj za pakovanje kobalt praha (10) povezani su sa ciklonom za otprašivanje. U ciklonu se vrši grubo otprašivanje, a u vrećastom filteru potpuno prečišćavanje vazduha i odvajanje i vraćanje najsitnijih čestica kobalt praha u silos za kobalt prah (9).

6. SPECIFIKACIJA I TEHNIČKE KARAKTERISTIKE OPREME ZA REDUKCIJU KOBALT-OKSIDA VODONIKOM

U legendi tehnološke šeme za proizvodnju kobalt praha (Slika 3) specificirana je standardna oprema koja je potrebna za njegovu proizvodnju postupkom redukcije kobalt-oksida vodonikom.

Tehničke karakteristike i kapacitet opreme prikazan je za postrojenja kapaciteta 120 tona kobalt praha godišnje, odnosno 400kg kobalt praha dnevno.

1. Silos za kobalt-oksid

Silos za kobalt-oksid je cilindričnog oblika, zapremine od 10 m^3 , tako da je dovoljan za prihvat kobalt-oksida potrebnog za desetodnevnu proizvodnju. Donja strana silosa je konusna sa vibracionim uredajem koji ima zadatak da pokrene prah ukoliko dođe do zastoja pri pražnjenju silosa. Silos je opremljen i uredajima za pokazivanje i signalizaciju minimalnog i maksimalnog nivoa praha u silosu.

2. Uredaj za punjenje tacni

Uredaj za punjenje tacni se sastoji od prijemnog bunkera, pužnog transporteru i dozatora za tacne. Ima sledeće karakteristike:

- kapacitet dozatora na bazi kobalt-oksida	70 kg/h
- zapremina prijemnog bunkera	1 m^3
- instalisana snaga elektromotora	2,6 kW

Postavljanje tacni ispod dozatora vrši se ručno.

3. Uredaj za automatski transport tacni

Ovaj uređaj radi automatski i čim se tacna napuni prebacuje je na ulaz u peć, gde je po posebnom programu preuzima uređaj za šaržiranje peći. Kompletan uređaj je napravljen u obliku hermetički zatvorenog prostora, tako da je isključeno rasipanje kobalta u okolini prostora. Uredaj za automatski transport tacni ima sledeće karakteristike:

- brzina kretanja tacni	40 m/min
- širina transporteru	1500 m
- dužina transporteru	8000 m
- snaga elektromotora pogona transporteru	0,75 kW.

4. Prolazne peći za redukciju u struji vodonika

Prolazne peći za redukciju su električne tunelske peći kroz koje se transportuju tacne potiskivanjem. Peći su konstruisane kao dvokanalne radi usteđe energije i povećanja kapaciteta. Da bi se obezbedio potrebni kapacitet postrojanja, potreban je veći broj peći. Transportna površina u peći je napravljena od Prokrona 20. Na izlazu iz peći nalazi se komora za hlađenje protočnom vodom. Tehničke karakteristike ovih peći su sledeće:

- instalisana snaga	45 kW
- specifična potrošnja električne energije	9 kW/kg
- priključni napon	3x38x220 V
- broj zona regulacije temperature u peći	2
- broj kanala (retorti) u peći	2

- materijal od koga su izradjene retorte	Prokron 20
- regulacija temperature	Automatska
- potiskivanje tacni (nezavisno za svaki kanal)	Automatsko
- brzina potiskivanja	4-50 mm/min
- radna temperatura	520-780°C
- maksimalna radna temperatura u peći	1050°C
- maksimalna izlazna vлага	0,5%
- kapacitet na bazi kobalt praha	140 kg/dan
- unutrašnje dimenzije kanala	
- širina	300 mm
- visina	70 mm
- dužina hladne zone	850 mm
- dužina zone grejanja	3000 mm
- dužina zone hlađenja	2500 mm.

Merenje potrošnje vodonika pri redukciji vrši se rotometrom na svakom kanalu.

5. Uredaj za automatski transport tacni

Ovaj uređaj ima zadatak da tacne koja izadu iz peći za radukciju automatski transportuje do uređaja za automatsko istresanje tacni. Kompletan uređaj je napravljen u obliku hermetički zatvorenog prostora, tako da se izbegava rasipanje praha u okolni prostor. Uređaj za automatski transport tacni ima sledeće karakteristike:

- brzina kretanja tacni	40 m/min
- širina transporter-a	1000 m
- dužina transporter-a	6000 m
- snaga elektromotora pogona transporter-a	0,75 kW.

6. Uredaj za istresanje tacni

Uređaj za istresanje tacni je komornog tipa i sastoji se od komore, istresača tacni i transporter-a za prah od uređaja do transportnog ventilatora. Komora se nalazi pod kontrolisanim podpritiskom, tako da je sprečena emisije praha u okolni prostor. Tacne se posle istresanja izbacuju iz uređaja i dolaze na povrati transporter. Tehničke karakteristike uređaja su sledeće:

- dužina uređaja	2000 mm
- širina uređaja	800 mm
- način istresanja tacni	Pneumatika
- dužina pužnog transporter-a	1500 mm
- snaga elektromotora pogona transporter-a	0,75 kW.

7. Posuda za krupnu frakciju kobalt praha

Posuda za krupnu frakciju je cilindričnog oblika, zapremine 2 m^3 . Donja strana posude je konusna radi lakšeg pražnjenja.

8. Transportni ventilator

Transportni ventilator je specijalne izvedbe i ima sledeće tehničke karakteristike:

- kapacitet ventilatora	$0,5 \text{ m}^3/\text{min}$
-------------------------	------------------------------

- ukupan napor	4000 Pa
- dužina usisnog i potisnog cevovoda	cca 10000 mm
- snaga elektromotora pogona transportera	4 kW.

9. Silos za kobalt prah

Silos za kobalt prah je cilindričnog oblika, zapremine do 5 m^3 , tako da je dovoljan ya prihvati praha dobijenog tokom sedmodnevног neprekidnog rada. Donja strana silosa je konusna sa vibracionim uređajem koji ima zadatku da pokrene prah ukoliko dođe do zastoja pri pražnjjenju silosa. Silos je opremljen i uređajima za pokazivanje i signalizaciju minimalnog i maksimalnog nivoa praha.

10. Uredaj za pakovanje

Ovaj uređaj se sastoji od pužnog transportera, automatske vase i uređaja za uvrećavanje u vreće sa ventilom. Predviđeno je pakovanje u vreće od 25 kg.

11. Ciklon za otprašivanje

Usisna grana ciklona je povezana sa silosom, uređajem za istresanje i uređajima za transport tacni. Svi ovi cevovodi imaju svoje regulacione klapne tako da se u svakom uređaju posebno kontroliše podpritisak. Ciklon služi da obavi grubo otprašivanje, a njegov izlazni vod je povezan na vrečasti filter, gde se obavlja potpuno prečišćavanje vazduha i odvajanje praha koji se vraća u transportni sistem.

12. Vrečasti filter

Vrečasti filter je napravljen iz dva segmenta koji rade naizmenično. Otvaranje i zatvaranje klapni se obavlja pneumatskim putem, kao i istresanje začepljenih filter vreća. Prah koji se izdvoji iz vazduha pada na dno gde ga prihvata pužni transporter i vraća u transportni sistem.

13. Ventilator za otsisavanje čistog vazduha

Ovaj ventilator je postavljen iza filtera i ima sledeće tehničke karakteristike:

- kapacitet ventilatora	$1,3 \text{ m}^3/\text{min}$
- ukupan napor	4000 Pa
- dužina usisnog i potisnog cevovoda	cca 10000 mm
- snaga elektromotora pogona transportera	11 kW.

14. Povratni transport praha

Za povratni transport praha koji se izdvoji u ciklonu i vrečastom filteru postavljen je jedan pužni transporter i sistem cevovoda do transportnog ventilatora. Ovaj uređaj ima sledeće tehničke karakteristike:

- dužina povratnog cevovoda	cca 15 m
- dužina transportera	3000 mm
- snaga elektromotora pogona transportera	0,75 kW.

15. Povratni transport tacni

Povratni transporter služi da tacne koje izađu iz uređaja za istresanje vrate na mesto gde se iste ponovo pune. Tehničke karakteristike ovog transportera su:

- brzina kretanja tacni	60 m/min
- širina transportera	500 mm
- dužina transportera	120000 mm
- snaga elektromotora pogona transportera	1,1 kW.

16. Tacne za peći

Tacne za peći su napravljene od vatrostalnog čelika otpornog na visoke temperature i termo šokove. Za opsluživanje celog postrojenja potrebno je 270 tacni. Tacne imaju sledeće dimenziije 280x385x35 mm.

7. KVALITET ULAZNIH SIROVINA

Osnovna sirovina za proizvodnju ultra finog kobalt praha je kobalt-oksid dobijen taloženjem i kalcinacijom kobalt-(baznog)karbonata. Kvalitet kobalt-oksida prikazan je u tabeli 1:

Tabela 1. Hemijski sastav kobalt-oksida

Elemenat	Garantovan sastav(%)	Prosečan sastav (%)
Kobalt	72,0	72,5
Nikl	0,15	0,07
Železo	0,015	0,007
Bakar	0,0035	0,0015
Magnezijum	0,02	0,01
Kalcijum	0,03	0,015
Ugljenik	0,03	0,015
Na + K	0,03	0,015
Silicijum	0,007	0,0035
Mangan	0,007	0,0035

Spoljni izgled - crn prah

Veličina čestica < 1,5µm.

Za redukciju kobalt-oksida koristi se vodonik dobijen elektrolizom vode.

8. KVALITET GOTOVOG PROIZVODA

Primenom tehnologije proizvodnje kobalt praha redukcijom kobalt-oksida vodonikom dobija se kobalt prah kvaliteta prikazanog u tabeli 2:

Tabela 2. Hemijski sastav kobalt praha

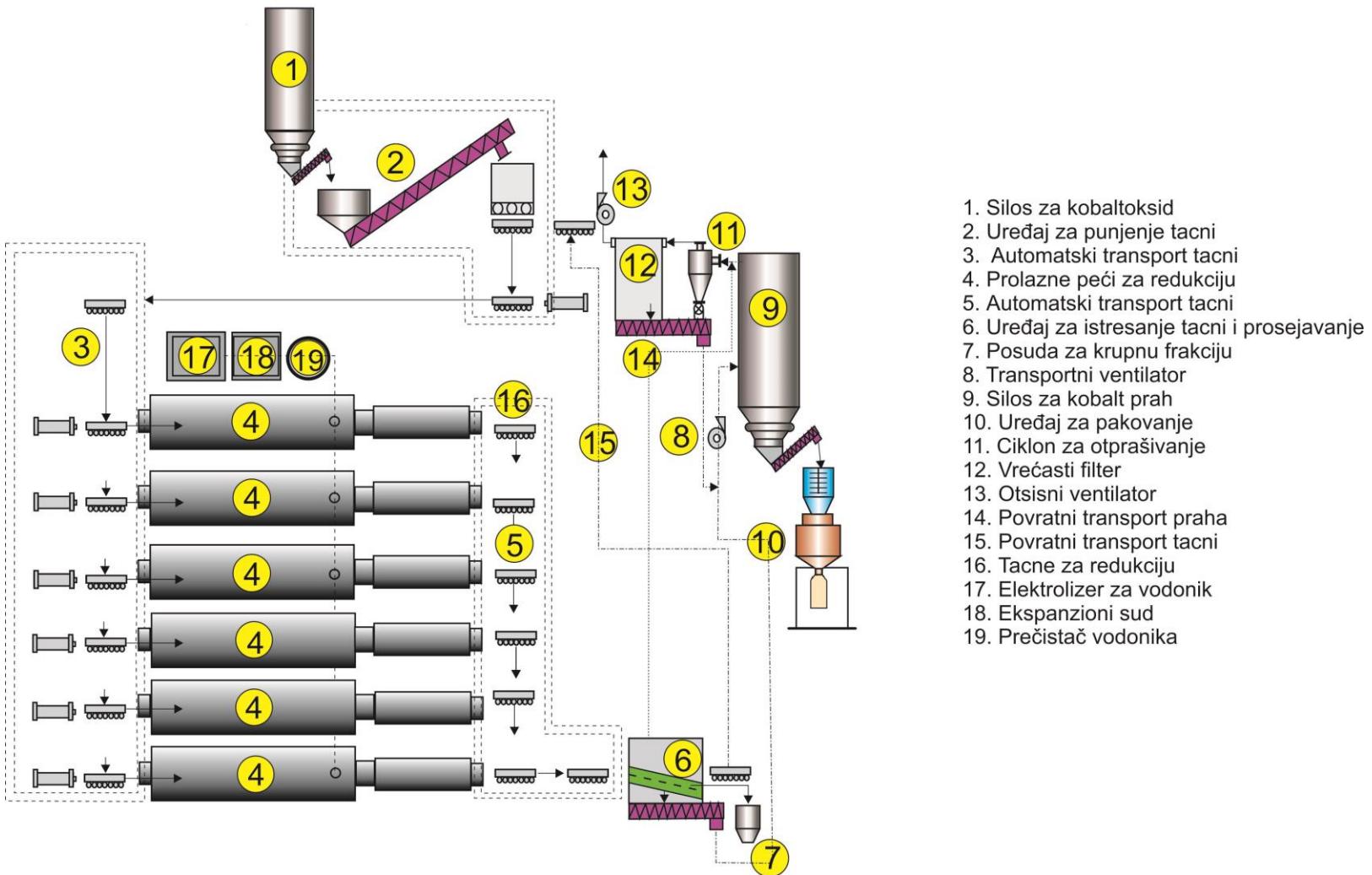
Elemenat	Garantovan sastav(%)	Prosečan sastav (%)
Kobalt	min. 99,0	99,5
Nikl	max. 0,2	0,10
Železo	max. 0,02	0,01
Bakar	max. 0,005	0,002
Magnezijum	max. 0,03	0,015
Kalcijum	max. 0,04	0,02
Ugljenik	max. 0,04	0,02
Na + K	max. 0,04	0,02
Silicijum	max. 0,01	0,005
Mangan	max. 0,01	0,005

Sadržaj kiseonika zavisi od veličine čestica. Kvalitet kobalt praha u zavisnosti od sadržaja kiseonika i veličine čestica prikazan je u tabeli 3.

Tabela 3. Kvalitet kobalt praha u zavisnosti od sadržaja kiseonika

	Opseg veličine čestica	Prosečna veličina čestica	Sadržaj kiseonika (%)
Kobalt prah I kvaliteta	2-4 μm	2,5 μm	max. 0,5%
Kobalt prah II kvaliteta	1,0-1,5 μm	1,3 μm	max. 0,7%

Tehnološka šema proizvodnje kobalt praha



Slika 3. Tehnološka šema proizvodnje kobalt praha

Број 4/306

25. 11. 2015 год.

Београд
Булевар Француске Републике, 10, пошт. фах 399



INSTITUTE FOR TECHNOLOGY OF NUCLEAR AND OTHER MINERAL RAW MATERIALS

TECHNICAL DEVELOPMENT SOLUTION

COBALT POWDER PRODUCTION TECHNOLOGY

M 81 – NEW TECHNOLOGY

Authors:

Dr Miroslav Sokić
Mr Vladislav Matković
Prof. Dr Zvonko Gulišija
Dr Branislav Marković

Belgrade, 2015.

CONTENTS

1. SUBJECT	2
2. WORLD SITUATION AND IMPORTANCE OF NEW TECHNOLOGY	2
3. INTRODUCTION	3
4. OPTIMUM PARAMETERS FOR REDUCTION OF COBALT OXIDE	3
4.1. Reduction with gas mixture 3H₂+N₂	3
4.2. Hydrogen reduction	4
5. DESCRIPTION OF TECHNOLOGY FOR PRODUCTION OF COBALT POWDER WITH HYDROGEN REDUCTION	5
5.1. Storage of Co oxide and hydrogen	5
5.2. Reduction of Co oxide with hydrogen	5
5.3. Packing and storage of final product	5
6. SPECIFICATIONS AND TECHICAL PREOPERTIES OF EQUIPMENT FOR HYDROGEN REDUCTION OF CO OXIDE	6
7. QUALITY OF INPUT MATERIALS	9
8. QUALITY OF FINAL PRODUCT	10

1. SUBJECT

Institute for Technology of Nuclear and Other Mineral raw materials (ITNMS), Belgrade as a result of group of researchers in projects no. 34002 and 34023, financed by the Ministry of Education and Science of the Republic of Serbia, developed New technology for production of cobalt powder. Cobalt powder which complies to sinter metallurgy standards (hard metal) is produced.

Basics for this Technical solution is Regulation of method and way and quantitative valuing of presenting scientific results by examiners and Procedures IP 19 – Production and method of validation and verification of technical solutions at ITNMS resulting projects financed by the Ministry of Education and Science of the Republic of Serbia.

Cobalt powder production technology is New technology and according to the Regulation on method and way of validation and quantitative presentation of scientific results belongs to category M81.

2. WORLD SITUATION AND IMPORTANCE OF NEW TECHNOLOGY

World production of cobalt is about 17.000 tons, out of which 60% is consumed for alloys, 20% as cobalt oxide, 15% as cobalt powder and remaining 5% in the form of salts.

Main producers of cobalt powder are: H.C.Starck – Germany, Eurotungstene – France, Outokumpu – Finland and Sylvania of USA. Main consumers are USA, Germany, United Kingdom, Sweden, China, Italy, Belgium and Japan. It is accepted that consumption of cobalt powders could rise by 2,7-2,8% annually. During last decade consumption rose by 2,5% every year.

For getting final products by powder metallurgy with specific properties main raw materials are metal powders which must have defined properties. Final products produced by powder metallurgy often have better properties compared to ones obtained by casting. Sintered products mainly have fine grain structure casting structure usually is coarse grained, sometimes needled.

For further use in sintering metal powders must have prescribed properties like required grain shape and size, its distribution , density etc. For production of metal powders main production methods are used:

- Mechanical methods and
- Chemical ways for production of metal powders.

Metal powders obtained by chemical methods can be directly used in powder technology without further reduction of grain size.

Cobalt powder produced by reduction of cobalt oxide with hydrogen is directly used in powder metallurgy. Shape and size of metal grain produced by reduction can be changed depending shape and size of initial oxides, what says that cobalt oxide directly affects quality of cobalt powder. The best quality metal powders are produced by precipitation of oxides precipitated from water solutions.

3. INTRODUCTION

The most important production methods of cobalt powder are:

- Spraying liquid metal with water in which some carbon hydrate is added in order to prevent oxidation of metal. Metal powder is collected in a chamber, filtered, dried, classified and packed.
- Electrolytic reduction of cobalt from water soluble cobalt salts resulting in precipitation of fine grained product, and
- Hydrogen reduction of cobalt oxide, hydrometallurgically obtained by precipitation of cobalt carbonate dissolved in water. This process gives cobalt powder of the best quality from the aspect distribution of the grain size and its use in sinter metallurgy.

Cobalt oxide can also be produced by calcination of cobalt hydroxide obtained by electro chemical process. As it is coarse grained it can't be used for production of cobalt powder for sinter metallurgy.

Technology of production of cobalt oxide by chemical process, precipitation and dissociation, comprises several phases:

- Dissolving electrolytic cobalt with diluted nitric acid,
- Cobalt precipitation in the form of insoluble cobalt hydroxy carbonate,
- Cobalt hydroxy carbonate washing and filtering,
- Cobalt hydroxy carbonate drying
- Obtaining cobalt oxide by calcinating cobalt hydroxy carbonate, which is initial raw material for producing cobalt powder,
- Packing and storage of final product.

4. OPTIMUM PARAMETERS FOR REDUCTION OF COBALT OXIDE

Our programme for reduction of cobalt oxide comprised two series of tests:

- Reduction by gas mixture $3H_2+N_2$ from ammonia cracking, and
- Reduction with hydrogen.

4.1. Reduction with gas mixture $3H_2+N_2$

Reduction testing of cobalt oxide wit gas mixture $3H_2+N_2$, obtained by ammonia cracking were done at "Sinter" in Uzice, in reduction tunnel furnace with conveyer. Tray speed was determined on the length of reaction zone and reduction time. Reaction trays were made of steel.

During tests thickness of cobalt oxide and flow of reduction gas mixture were constant. Task was to examine influence of temperature and time on the level of reduction of cobalt oxide, its grain size and distribution.

In temperature range 400-650 deg.C and reduction time up to 3h, after cooling, some trays with cobalt powder have shown oxidation due to incomplete reduction of cobalt oxide.

In temperature range 700-800 deg.C and reduction time of 2h reduction of cobalt oxide was completely done and obtained cobalt powder was stable after cooling. At the other

hand on said temperatures cobalt powder can be agglomerated and grain size was not of required one.

Said tests didn't give proper results and we concluded that reduction of cobalt oxide must be done with pure hydrogen.

4.2. Hydrogen reduction

Cobalt oxide hydrogen reduction tests were done tunnel in conti furnaces. Tunnel had zones of heating, reaction and cooling. In reaction zone process of reduction is done on prescribed temperature and based on its length speed of trays was calculated. Trays and hydrogen are in counterstream. Reduction trays are of steel.

During tests thickness of cobalt oxide and hydrogen flow were constant. We were testing influence of temperature end reduction time on the level reduction of cobalt oxide, its grain size and its distribution. Temperature influence on the level of reduction of cobalt oxide and grain size is given on figures 1 and 2.

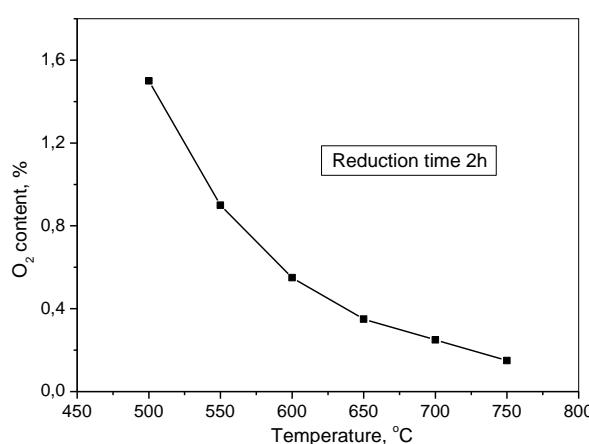


Fig 1. Temperature influence on oxygen content in cobalt powder after reduction

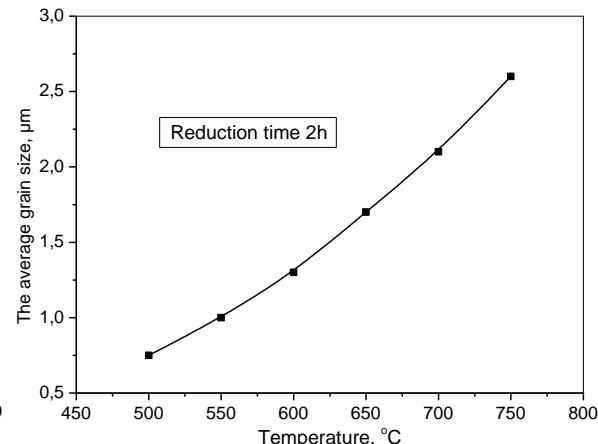


Fig 2. Temperature influence on cobalt grain size after reduction

At reduction temperatures 500-700 deg. C and time of 2h cobalt powder of 0,75 microns at 500 deg.C up to 2,60 microns at 750 deg. C i.e. very fine grained self ignited with high oxygen content (over 1,5%) and on higher temperature cobalt powder with about 0,1% oxygen.

Based on our tests, optimum reduction temperature is in the range 600-650 deg. C for producing powder containing 99,5 +/-0,2% of cobalt with grain size 1,5+/-0,2 microns.

5. DESCRIPTION OF TECHNOLOGY FOR PRODUCTION OF COBALT POWDER WITH HYDROGEN REDUCTION

Cobalt powder production process has several steps:

- Storage of raw and auxiliary materials
- Reduction
- Packing and storage of final product

5.1. Storage of cobalt oxide and hydrogen

Production of cobalt powder flow sheet is given on Fig. 3 Cobalt oxide is with fork lift transported from delivery vehicle into storage box. From there it is moved into cobalt oxide silo (1), from there, according to earlier given dynamics into the tray charging device (2). Tray positioning is done manually. Upon tray is full, tray transportation device (3) automatically is moved it charges reduction furnace (4).

5.2. Cobalt oxide reduction with hydrogen

Reduction furnaces are channel type with movement mechanism and are connected with hydrogen electrolyser (18) via gas meter (19) and hydrogen purifier (20). Trays are moved by mechanical transporter and when they leave reduction furnace (4) by tray transportation device (5) are moved to device for emptying and sieving (6). Such chamber device discharges material onto electromagnetic sieve. Coarser grained fraction is collected into its vessel (7) and can't be used for sintering, mainly it's used for production of cobalt oxide or cobalt based chemicals. Lower size cobalt particles by fan (8) is transported into cobalt silo (9).

Dedusting silo (11) is connected with silo (9) and device for emptying and sieving (6), which role is to remove coarser material to bag filter (12) for full air cleaning with returning powder by device (14) into a silo for cobalt powder (9) by transportation fan.

Devices (2,5 and 6) are positioned in hermetically protected area in order not to dissipate small particles into environment.

5.3. Packing and storage of final product

From silo cobalt powder by spiral transporter is moved to packing unit (10) which has automatic scale and bag charging device. Bags with cobalt powder must be equipped with valve. For security reasons bags are doubled and are of 25 kg capacity. Bags are manually put into metal barrels and further onto pallets and by fork lift transporter in storage place.

Discharging unit (6) and cobalt powder packing device (10) are connected with cyclone. Cyclone only removes coarse material to bag filter for full air cleaning and separation and returning of finest particle into cobalt powder silo (9).

6. SPECIFICATIONS AND TECHNICAL PROPERTIES OF EQUIPMENT FOR HYDROGEN REDUCTION OF Co OXIDE

On a flowsheet for production of cobalt powder by reduction of cobalt oxide with hydrogen (Fig. 3) equipment for its production is specified.

Technical properties and capacity of the equipment is shown for production of 120 tons annually/400 kg daily.

1. Cobalt oxide silo

Cobalt oxide silo is having shape of a cylinder with capacity of 10 cubic meters, enough for ten days production. Its lower part is conical with vibrator which is used to shake material if flow during discharge is blocked. Silo also have devices for registering max and min quantity of cobalt oxide contained inside.

2. Tray charging device

This unit comprises inlet bunker, spiral transporter and tray charger with following capacities:

- capacity of cobalt oxide dosing unit of	70 kg/h
- capacity of inlet bunker	1 m ³
- electric motor	2,6 kW

Tray positioning is manual.

3. Device for automatic tray movement

This is automatic device and when the tray is loaded it is immediately moved to the furnace opening. At that point furnace charging device takes tray into the furnace. Complete device is hermetically tight so material can't move outside the system. This device has the following parameters:

- tray speed	40 m/min
- transporter width	1500 m
- transporter lenght	8000 m
- electric motor	0,75 kW.

4. Tunnel reduction furnace

Tunnel reduction furnace are electric ones while trays are pushed one after another, having two channels in order to save energy and increase capacity. Channels are made of Procron 20. Last segment of a furnace is water cooled. Characteristics of the furnace:

- installed power	45 kW
- specific electricity consumption	9 kW/kg
- voltage	3x38x220 V
- temperature controlled zones	2
- number of channels	2
- material for channels	Procron 20
- temperature control	automatic
- tray movement-each channel	automatic

- movement speed	4-50 mm/min
- working temperature	520-780°C
- max furnace temperature	1050°C
- max cobalt powder exit humidity	0,5%
- daily capacity (on cobalt powder)	1 40 kg/dan
- inner channel dimensions	
- width	300 mm
- height	70 mm
- cold zone length	850 mm
- heating zone length	3000 mm
- cooling zone length	2500 mm.

Hydrogen consumption is measured at each separately.

5. Automatic tray movement device

Role of this device is to automatically move trays leaving reduction furnace to the device for automatic discharge. Entire unit is hermetically sealed so no metal powder can enter atmosphere. Details of the device are:

- speed	40 m/min
- width	1000 m
- length	6000 m
- electric motor	0,75 kW.

6. Tray emptying device

This device is of chamber construction and is having chamber, emptying device and powder transporter which is moving powder to transportation fan. Chamber is having under-pressure in order to keep all powder inside it, not leave in the environment. After discharging trays are then placed on reverse moving transporter. Technical details are:

- length	2000 mm
- width	800 mm
- discharge mode	pneumatic
- spiral transporter length	1500 mm
- electric motor	0,75 kW.

7. Cobalt powder coarse grain vessel

Coarse grain vessel is of cylindrical shape with 2 m³ capacity. Lower partis is conical for easier discharge.

8. Transport ventilator

Details of ventilator:

- capacity	0,5 m ³ /min
- pressure	4000 Pa
- lenght of intake and out pipeline	cca 10000 mm
- electric motor	4 kW.

9. Cobalt powder silo

Cobalt powder silo is having shape of a cylinder having capacity up to 5 cubic meters, enough for seven days production. Its lower part is conical with vibrator which is used to shake material if flow during discharge is blocked. Silo also have devices for registering max and min quantity of cobalt oxide contained inside.

10. Packaging unit

This device is having spiral transporter, automatic scale and unit for charging bags with valve. Each bag contains 25 kg of cobalt powder.

11. De-dusting cyclone

Cyclone intake is connected with silo, discharging and tray transport units. All pipelines have regulation covers in order to control under-pressure. Cyclone is used to remove coarse particles and its outlet is connected to bag filter which does final cleaning and separation of powder which must be returned to transportation system.

12. Bag filter

Bag filter has two segments which are working alternatively. Opening and closing is done pneumatically as well as emptying of clogged filter bags. Extracted powder falls down and is moved by spiral transporter and taken it back to transportation system.

13. Fan for clean air

This fan is positioned after filter and has details:

- capacity	1,3 m ³ /min
- pressure	4000 Pa
- length of both pipelines	cca 10000 mm
- electric motor	11 kW.

14. Returned powder transport

For reverse powder, extracted in cyclone and bag filter spiral transporter and pipeline are there to transport it to the fan, with the following details:

- length of reversing pipeline	cca 15 m
- length	3000 mm
- electric motor	0,75 kW.

15. Reverse tray movement

This transporter is moving already empty trays to the point for recharging. Details are:

- tray speed	60 m/min
- transporter width	500 mm
- transporter length	120000 mm
- electric motor	1,1 kW.

16. Trays

Trays must be made of high temperature steel, resistant to thermo shocks. For planned capacity 270 trays are required with dimensions 280x385x35 mm.

7. QUALITY OF RAW MATERIALS

For production of ultra fine cobalt powder main input raw material is cobalt oxide obtained by precipitation and calcination of cobalt hydroxy carbonate. Quality of cobalt oxide is given in Table 1.

Table 1. Chemical composition of cobalt oxide

Element	Min (%)	Average (%)
Cobalt	72,0	72,5
Nickel	0,15	0,07
Iron	0,015	0,007
Copper	0,0035	0,0015
Magnesium	0,02	0,01
Calcium	0,03	0,015
Carbon	0,03	0,015
Na + K	0,03	0,015
Silicon	0,007	0,0035
Manganese	0,007	0,0035

Appearance -black powder

Particle size less than 1,5 microns.

For reduction of cobalt oxide hydrogen produced by water electrolysis is used.

8. FINAL PRODUCT QUALITY

Quality of final product is given in Table 2:

Table 2. Chemical composition of cobalt powder

Element	Min (%)	Average (%)
Cobalt	min. 99,0	99,5
Nickel	max. 0,2	0,10
Iron	max. 0,02	0,01
Copper	max. 0,005	0,002
Magnesium	max. 0,03	0,015
Calcium	max. 0,04	0,02
Carbon	max. 0,04	0,02
Na + K	max. 0,04	0,02
Silicon	max. 0,01	0,005
Manganese	max. 0,01	0,005

Oxygen content is dependable on cobalt particle size. Quality of cobalt powder depending on oxygen content is given in Table 3.

Table 3. Quality of cobalt powder depending on oxygen content

	Particle size range	Average range	Oxygen content (%)
Co powder Quality I	2-4 microns	2,5 microns	max. 0,5%
Co powder Quality II	1,0-1,5 microns	1,3 microns	max. 0,7%

Cobalt powder production flowsheet

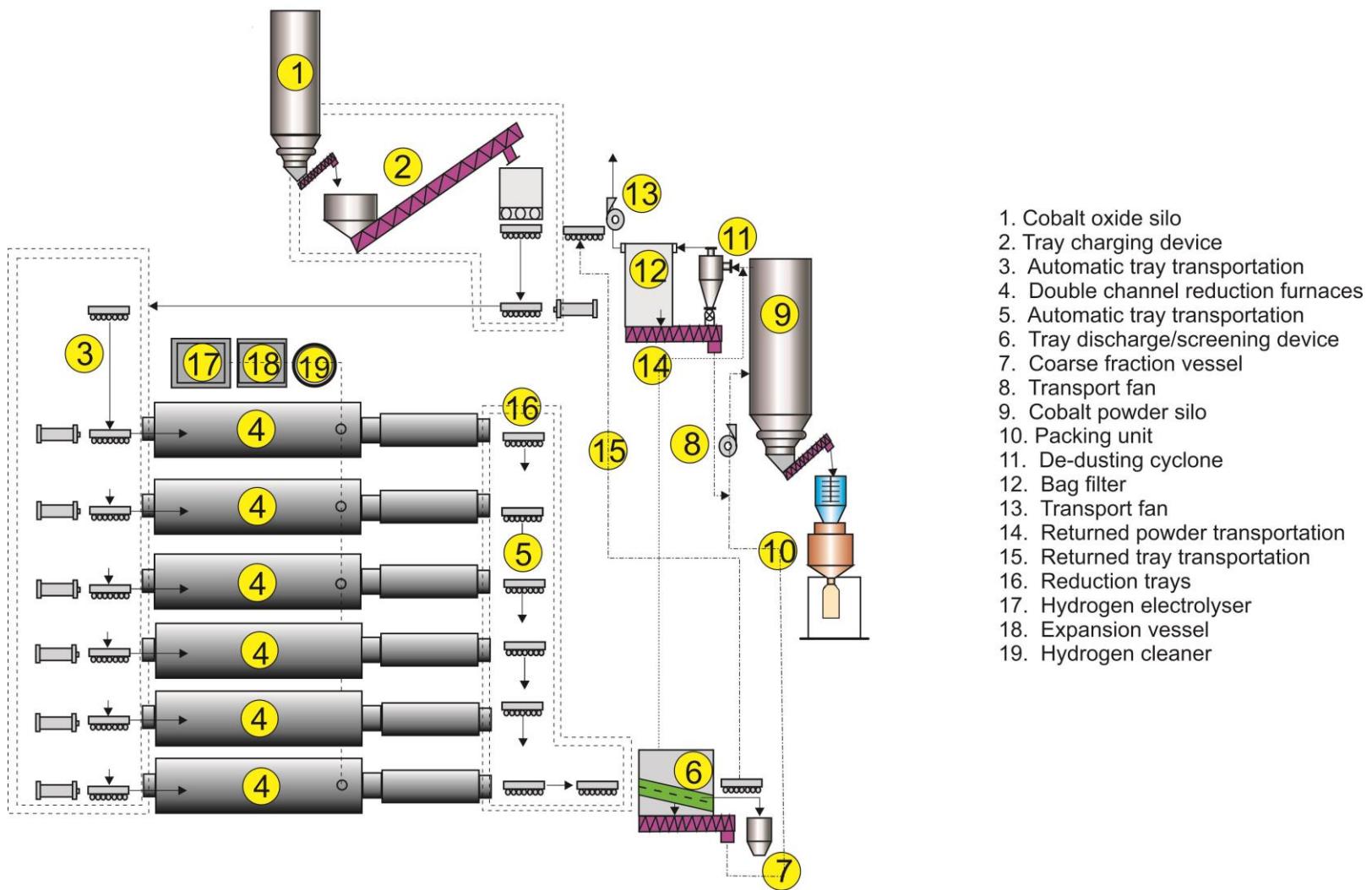


Fig 3. Cobalt powder production flowsheet

Број 4/2014
05.11.2015. год.
Булевар Франка Ђорђевића 10, Београд, пошт. фах 390

Naučnom veću ITNMS-a

Beograd

Predmet: Pokretanje postupka za validaciju i verifikaciju tehničkog rešenja

U skladu sa procedurom QMS, IP 19, Izrada i postupak validacije i verifikacije tehničko-tehnoloških rešenja, obraćamo se Naučnom veću Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina (ITNMS) sa molbom da, prema Pravilniku o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata istraživača (Sl.glasnik RS, 38/08), pokrene postupak za validaciju i verifikaciju tehničkog rešenja, kategorije M 81 – Nova tehnologija, pod nazivom: **Tehnologija proizvodnje kobalt praha.**

Autori:

1. dr Miroslav Sokić, viši naučni saradnik
2. mr Vladislav Matković, istraživač saradnik
3. Prof. dr Zvonko Gulišija, naučni savetnik
4. dr Branislav Marković, naučni saradnik

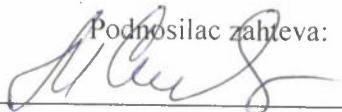
Tehničko rešenje je rezultat projekata TR 34023, pod nazivom „Razvoj tehnoloških procesa prerade nestandardnih koncentrata bakra u cilju optimizacije emisije zagađujućih materija“ i TR 34002, pod nazivom „Razvoj tehnoloških postupaka livenja pod uticajem elektromagnetnog polja i tehnologija plastične prerade u toploem stanju četvorokomponentnih legura Al-Zn za specijalne namene“.

Za recenzente predlažemo:

1. dr Natalija Dolić, docent, Sveučilište u Zagrebu, Metalurški fakultet Sisak
2. dr Ana Kostov, naučni savetnik, Institut za rudarstvo i metalurgiju, Bor

Beograd, 02. 11. 2015. godine

Podnositelj zahteva:


dr Miroslav Sokić, viši naučni saradnik

**НАУЧНО ВЕЋЕ
ИНСТИТУТА ЗА ТЕХНОЛОГИЈУ НУКЛЕАРНИХ
И ДРУГИХ МИНЕРАЛНИХ СИРОВИНА**
Булевар Франше д' Епера 86, Београд

Број:13/5-9
09.11.2015. године

На основу члана 40 Статута Института за технологију нуклеарних и других минералних сировина, Научно веће Института је, на седници одржаној 09.11.2015. године донело

ОДЛУКУ

Покреће се поступак за валидацију и верификацију техничког решења под називом „*Технологија производње кобалт праха*“, аутора др Мирослава Сокића, вишег научног сарадника, mr Владислава Матковића, истраживача сарадника, Проф. др Звонка Гулишије, научног саветника и др Бранислава Марковића, научног сарадника, и бирају рецензенти др **Наталија Долић**, доцент, Свеучилиште у Загребу, Металуршки факултет, Сисак, и др **Ана Костов**, научни саветник, Институт за рударство и металургију, Бор.



ПРЕДСЕДНИК НАУЧНОГ ВЕЋА


Dr Miroslav Sokić
виши научни сарадник

doc.dr.sc. Natalija Dolić
Sveučilište u Zagrebu
Metalurški fakultet
Aleja narodnih heroja 3
44103 Sisak
Hrvatska

**NAUČNOM VEĆU
Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, Beograd**

Predmet: Recenzija Tehničkog rješenja, kategorije **M 81 (Nova tehnologija)**

Naziv: Tehnologija proizvodnje kobalt praha

Autori:

dr Miroslav Sokić
mr Vladislav Matković
Prof. dr Zvonko Gulišija
dr Branislav Marković

Mišljenje recenzenta

Odlukom Naučnog veća Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, Broj 13/5-8, od 04. 11. 2015. god., određena sam za recenzenta tehničkog rješenja pod nazivom **“Tehnologija proizvodnje kobalt praha”** koje predstavlja rezultat istraživanja autora u okviru projekata br. 34002 i 34023 čiju realizaciju financira Ministarstvo prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije.

Na osnovu analize priloženog materijala od strane autora tehničkog rješenja, Naučnom veću Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina prilažem:

M I Š L J E N J E

Tehničko rješenje dano je na 11 strana i sadrži tri (3) tablice, dvije (2) slike i tehnološku shemu tehnologije proizvodnje kobalt-oksida. Tehničko rješenje je uređeno u skladu sa zahtjevima definiranim „Pravilnikom o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata“, Sl. Glasnik, RS 38|2008.

Sadržaj tehnološkog rješenja prikazan je kroz sljedeće cjeline:

- 1. PREDMET**
- 2. STANJE U SVETU I ZNAČAJ NOVE TEHNOLOGIJE**
- 3. UVOD**

4. OPTIMALNI PARAMETRI REDUKCIJE KOBALT-OKSIDA

4.1. Redukcija gasnom smešom $3H_2+N_2$

4.2. Redukcija vodonikom

5. OPIS TEHNOLOGIJE ZA PROIZVODNju KOBALT PRAHA

REDUKCIJOM KOBALT-OKSIDA VODONIKOM

5.1. Skladištenje kobalt-oksida i vodonika

5.2. Redukcija kobalt-oksida vodonikom

5.3. Pakovanje i skladištenje gotovog proizvoda

6. SPECIFIKACIJA I TEHNIČKE KARAKTERISTIKE OPREME ZA REDUKCIJU KOBALT-OKSIDA VODONIKOM

7. KVALITET ULAZNIH SIROVINA

8. KVALITET GOTOVOG PROIZVODA

U cjelini **Stanje u svetu i značaj nove tehnologije** navedena je godišnja svjetska proizvodnja kobalta i iznosi oko 17000 t, od čega se oko 15 % koristi kao kobalt prah. Najznačajniji proizvođači kobalt praha su: Herman C. Stark - Njemačka, Eurotungstene – Francuska, Outokumpu – Finska, Hoboken Overpel - Belgija i Sylvania – SAD i oni proizvedu preko 90 % svjetske proizvodnje kobalt praha. Potrošnja Co praha nastaviti će da raste 2,7-2,8 % godišnje.

Za dalju preradu postupcima metalurgije praha, metalni prahovi moraju imati određene karakteristike, kao što su veličina i oblik zrna, granulometrijski sastav, nasipna gustoća i dr. Najkvalitetniji kobaltov prah se dobiva redukcijom kobalt-oksida dobivenog hidrometalurškim postupkom taloženja iz vodenih otopina.

U **Uvodnom** dijelu navedeni su najznačajniji postupci za proizvodnju kobalt praha, od kojih je najbolji postupak redukcija kobalt-oksida vodikom, dobivenog hidrometalurškim postupkom taloženja kobalt - karbonata iz vodenih otopina. Primjenom ovog postupka dobiva se kobalt prah najboljeg kvaliteta sa aspekta granulometrijskog sastava i njegove primjene u sintermetalurgiji.

U cjelini **Optimalni parametri redukcije kobalt-oksida** prikazani su optimalni uvjeti redukcije kobalt - oksida plinskom smjesom $3H_2+N_2$ i vodikom. Ispitivanja redukcije kobalt - oksida plinskom smjesom $3H_2+N_2$ nisu dala zadovoljavajuće rezultate, pa je za redukciju kobalt - oksida bilo neophodno koristiti čisti vodik. Na osnovu provedenih ispitivanja redukcije kobalt - oksida vodikom, optimalna temperatura redukcije se kreće u intervalu $600-650\text{ }^{\circ}\text{C}$ u vremenu od dva sata, pri čemu se dobiva kobalt prah veličine $1,5\pm0,2\text{ }\mu\text{m}$ i sadržajem kobalta $99,5\pm0,2\text{ \%}$.

U cjelini **Opis tehnologije za redukciju kobalt-oksida vodonikom** opisan je tehnološki proces dobivanja kobalt praha koji se sastoji iz nekoliko podcjelina:

- skladištenja sirovina i repromaterijala (kobalt-oksid, vodik)
- redukcije
- pakovanje i uskladištenja gotovog proizvoda.

Kobalt - oksid se iz vozila kojim je dopremljen, prebacuje u odgovarajući boks namijenjen za skladištenje kobalt - oksida, odakle se preko silosa prebacuje u prijemni bunker uređaja za punjenje tacni, koje se automatski prebacuju u peć za redukciju.

Peći za redukciju su električne, protočne tunelske peći i povezane su sa elektrolizerom za vodik i uređajem za istresanje tacni i prosijavanje. Prosijavanje se provodi na elektromagnetskom situ. Odsjev sa sita sakuplja se u posudu za krupniju frakciju i ponovo vraća u proces proizvodnje kobalt oksida. Prosjev sita se prebacuje u silos za kobalt prah.

Iz silosa, kobalt prah se prebacuje u uređaj za pakovanje, koji se sastoji od automatske vage i uređaja za uvrećavanje u vreće sa ventilom.

Uredaji za punjenje, transport i istresanje tacni te za pakovanje gotovog proizvoda smješteni su u hermetički zatvorenom prostoru kako bi se izbjeglo rasipanje sitnih čestica u okolini prostora.

U cjelini **Specifikacija i tehničke karakteristike opreme za redukciju** specificirana je standardna oprema koja je potrebna za njegovu proizvodnju postupkom redukcije kobalt -oksida vodikom. Tehničke karakteristike i kapacitet opreme prikazan je za postrojenja kapaciteta 120 tona kobalt praha godišnje, odnosno 400 kg kobalt praha dnevno.

U cjelini **Kvalitet ulaznih sirovina** prikazana je kvaliteta, odnosno čistoća kobalt - oksida dobivenog taloženjem i calcinacijom kobalt-(bazičnog) karbonata. Prosječan sadržaj kobalta u kobalt - oksidu iznosi oko 72,5 %, a veličina čestica je ispod 1,5 µm. Za redukciju se koristi vodik dobiven elektrolizom vode.

U cjelini **Kvalitet gotovog proizvoda** prikazana je kvaliteta, odnosno čistoća kobalt praha. U zavisnosti od sadržaj kisika i veličine čestica, kobalt prah je podijeljen u dvije kategorije. Kobalt prah I kategorije sadrži 0,5 % kisika i ima prosječnu veličinu čestica 2,5 µm, dok kobalt prah II kategorije sadrži 0,7 % kisika i ima prosječnu veličinu čestica 1,3 µm.

Na kraju je prikazana tehnička shema proizvodnje kobal praha redukcijom kobalt - oksida vodikom.

Na osnovu analize priloženog tehničkog rješenja, podnosim sljedeći

Z A K L J U Č A K

Dokumentacija tehničkog tešenja “ **Tehnologija proizvodnje kobalt praha**“ pripremljena je u skladu sa Pravilnikom o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju znanstvenoistraživačkih rezultata istraživača, Sl.Gl.38/2008 i pruža sve neophodne informacije o oblasti na koju se tehničko rješenje odnosi kao i problem koji se njime riješava.

Na osnovu izloženih argumenata predlažem Naučnom veću Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina Beograd, da tehničko rješenje prihvati i ga uvrsti u kategoriju **M 81 -(Nova tehnologija)**, spomenutog pravilnika.

23. 11. 2015. god.

RECENZENT



doc. dr. sc. Natalija Dolić
Sveučilište u Zagrebu Metalurški fakultet

Pursuant to Article 25 item 2. and 3. the Law on Scientific Research and Annex 2 of the Rules of Procedure and method of evaluation and quantitative expression of scientific research results is given

OPINION about the technical solution

Name of technical solution: Technology for cobalt powder production

Authors: Miroslav Sokić, Ph.D., Vladislav Matković, M. Sc., Zvonko Gulišija, Ph.D. Prof., Branislav Marković, Ph.D.

Year: 2015.

Reported category: M81 New technology

By examination of all submitted evidence, I found that:

1. The solution includes the professional component of the overall and individual results	Yes
2. The solution has a genuine scientific contribution	Yes
3. The solution has the proper technical study (front page with basic information, then study with the descriptions, drawings etc.)	Yes
3.1. Client of the solution is given	Yes
3.2. It is specified who adopted the solution , who applies it	Yes
3.3. Proof of the commercialization of the results (use) is attached	Yes
4. Described the problem to be solved	Yes
4.1. It is given state of resolve that problem in the world	Yes
4.2. It is given state of resolve that problem in our country	Yes
5. Described the technical characteristics	Yes
6. For a critical evaluation of data, database	
6.1. Part of international project	No
6.2. Published as an online publication or published on the Internet	No
6.3. Published in journals from SCI list	No
6.3. Other	No
7. The solution was carried out under the project of the Ministry of Science and presented a number of the project or contract with the economy, from which derives	Yes

* Enter a yes / no in empty blocks

Technical solution which is given:

1. Meets the requirements for the recognition of reported categories Yes
2. Qualify for recognition the category _____ different from applied for
3. Do not qualify for recognition of technical solutions.

REVIEWER'S CONCLUSIONS AND OPINION IS GIVEN IN A SEPARATE DOCUMENT

Place and date 23. 11. 2015.

SIGNATURE



doc. dr. sc. Natalija Dolić
University of Zagreb Faculty of Metallurgy
(Name and surname of the reviewer)

NAUČNOM VEĆU

Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, Beograd

Predmet: Recenzija Tehničkog rešenja, kategorije M 81 (Novi proizvod ili tehnologija)

Naziv: Tehnologija proizvodnje kobalt praha

Autori:

dr Miroslav Sokić
mr Vladislav Matković
Prof. dr Zvonko Gulišija
dr Branislav Marković
Dušan Babić, dipl. Ing.

Mišljenje recenzenta

Odlukom Naučnog veća Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina, broj 13/5-8, od 09. 11. 2015. god., određena sam za recenzenta tehničkog rešenja pod nazivom „**Tehnologija proizvodnje kobalt praha**“ koje predstavlja rezultat istraživanja autora u okviru projekata br. 34002 i 34023 čiju realizaciju finansira Ministarstvo prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije.

Na osnovu analize priloženog materijala od strane autora tehničkog rešenja, Naučnom veću Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina prilažem:

M I Š L J E N J E

Tehničko-tehnološko rešenje je uređeno u skladu sa zahtevima definisanih „Pravilnikom o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata, Sl. Glasnik, RS 38|2008. Obrađeno je i prikazano na 11 strana i sadrži tri tabele, dve slike i tehnološku šeme proizvodnje kobalt praha.

Tehničko rešenje je prikazano kroz nekoliko celina:

Predmet. Sadrži podatke o tome na šta se tehničko rešenje odnosi, u okviru kojih projekata je realizovano, kao i naziv korisnika i informacije o primeni tehničkog rešenja.

Stanje u svetu i značaj nove tehnologije. U ovom delu su navedeni podaci o godišnjoj proizvodnji kobalta i kobalt praha u svetu, sa posebno navedenim najznačajnijim i najvećim proizvođačima. Naglašeno je da se potrošnja Co praha povećava iz godine u godinu i da će nastaviti da raste 2,7-2,8% godišnje.

Primenom navedene tehnologije, koja uključuje dobijanje kobalt praha redukcijom kobalt-oksida dobijenog hidrometalurškim postupkom, dobija se najkvalitetniji kobalt prah i zadovoljava sve parametre za primenu u sintermetalurgiji.

Uvod. Navedeni su najznačajniji postupci za proizvodnju kobalt praha, od kojih je najbolji postupak redukcija kobalt-oksida vodonikom, dobijenog hidrometalurškim postupkom taloženja kobalt-karbonata iz vodenih rastvora. Primenom postupka redukcija kobalt-oksida vodonikom dobija se kobalt prah najboljeg kvaliteta sa aspekta granulometrijskog sastava.

Optimalni parametri redukcije kobalt-oksida. Prikazana su ispitivanja procesa redukcije kobalt-oksida gasnom smešom $3H_2+N_2$ i vodonikom. Ispitivanja redukcije gasnom smešom $3H_2+N_2$ nisu dala zadovoljavajuće rezultate, pa je za redukciju kobalt-oksida bilo neophodno koristiti čist vodonik. Određeni su optimalni parametri redukcije kobalt-oksida vodonikom: temperatura, vreme i protok vodonika.

Opis tehnologije za redukciju kobalt-oksida vodonikom. Tehnološki proces dobijanja kobalt praha se sastoji iz sledećih celina:

- Skladištenje sirovina i repromaterijala (kobalt-oksid, vodonik)
- Redukcija
- Pakovanje i uskladištenje gotovog proizvoda

Kobalt-oksid se skladišti u boksu, odakle se prebacuje u prijemni bunker uređaja za punjenje tacni, koje se automatski prebacuju u peć za redukciju.

Redukcija kobalt-oksida vrši se u električnim, protočnim, tunelskim pećima, koje su povezane sa elektrolizerom za vodonik i uređajem za istresanje tacni i prosejavanje. Prosejavanje se vrši na elektromagnetnom situ. Prosev sita se prebacuje u silos za kobalt prah, a otsev u posudu za krupniju frakciju i ponovo vraća u proces.

Iz silosa, kobalt prah se prebacuje u uređaj za pakovanje, koji se sastoji od automatske vase i uređaja za uvrećavanje u vreće sa ventilom.

Specifikacija i tehničke karakteristike opreme za redukciju. U ovom delu je navedena oprema koja je potrebna za proizvodnju kobalt praha postupkom redukcije kobalt-oksida vodonikom za postrojenje kapaciteta 120 tona kobalt praha godišnje.

Kvalitet ulaznih sirovina. Prikazan je kvalitet, odnosno čistoća kobalt-oksida dobijenog taloženjem i disocijacijom kobalt-(baznog)karbonata.

Kvalitet gotovog proizvoda. U zavisnosti od sadržaja kiseonika i veličine čestica, kobalt prah je podeljen u dve kategorije. Kobalt prah I kategorije sadrži 0,5% kiseonika i ima prosečnu veličinu čestica $2,5 \mu m$, dok kobalt prah II kategorije sadrži 0,7% kiseonika i ima prosečnu veličinu čestica $1,3 \mu m$.

Na kraju je prikazana tehnološka šema proizvodnje kobal praha redukcijom kobalt-oksida vodonikom.

Na osnovu analize priloženog tehničkog rešenja, podnosim sledeći

Z A K L J U Č A K

Dokumentacija tehničkog tešenja „**Tehnologija proizvodnje kobalt praha**“ pripremljena je u skladu sa Pravilnikom o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata istraživača, Sl.Gl.38/2008, i pruža sve neophodne informacije o oblasti na koju se tehničko rešenje odnosi kao i problem koji se njime rešava.

Na osnovu izloženih argumenata predlažem Naučnom veću Instituta za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina Beograd, da tehničko rešenje prihvati i svrsta u kategoriju **M 81 - Nova tehnologija**, pomenutog Pravilnika.

16. 11. 2015. god.

RECENZENT

Ana Kostov

dr Ana Kostov, naučni savetnik
Institut za rudarstvo i metalurgiju, Bor

Na osnovu člana 25. tačka 2) i 3) Zakona o naučnoistraživačkoj delatnosti i Prilogu 2 Pravilnika o postupku i načinu vrednovanja i kvantitativnom iskazivanju naučnoistraživačkih rezultata istraživača daje se

MIŠLJENJE o tehničkom rešenju

Naziv tehničkog rešenja : Tehnologija proizvodnje kobalt praha

Autori: dr Miroslav Sokić, Prof. dr Zvonko Gulišija, mr Vladislav Matković, dr Branislav Marković, Dušan Babić, dipl. ing.

Godina: 2015.

Prijavljena kategorija: M81 Nova tehnologija

Pregledom svih priloženih dokaza sam utvrdio da:

1. Rešenje poseduje stručnu komponentu celokupnog i samostalnog rezultata	Da
2. Rešenje ima originalni naučno-istraživački doprinos	Da
3. Rešenje poseduje uredan tehnički elaborat (naslovna strana sa osnovnim podacima, potom elaborat sa opisima, crtežima itd)	Da
3.1. Naveden je korisnik rešenja (naručilac)	Da
3.2. Navedeno je ko je rešenje prihvatio, ko ga primenjuje	Da
3.3. Priložen je dokaz o komercijalizaciji rezultata (korišćenju)	Da
4. Opisan je problem koji se rešava	Da
4.1. Dato je stanje rešenosti tog problema u svetu	Da
4.2. Dato je stanje rešenosti tog problema kod nas	Da
5. Opisane su tehničke karakteristike	Da
6. Za kritičke evaluacije podataka, baza podataka	
6.1. Deo je međunarodnog projekta	Ne
6.2. Publikovana je kao internet publikacija ili objavljena na internetu	Ne
6.3. Publikovano u časopisu sa SCI liste	Ne
6.3. Ostalo	Ne
7. Rešenje je rađeno u okviru projekta Ministarstva nauke i dat je broj projekta ili broj ugovora sa privredom iz kog proizilazi	Da

* uneti da/ne u prazne kockice

Dato tehničko rešenje:

1. Ispunjava uslove za priznavanje prijavljene kategorije Da
2. Ispunjava uslove za priznavanje kategorije različite od prijavljene.
3. Ne ispunjava uslove za priznavanje tehničkih rešenja.

ZAKLJUČAK I MIŠLJENJE RECENZENTA DATO U POSEBNOM DOKUMENTU

Mesto i datum Beograd, 16. 11. 2015.

RECENZENT

Ana Kostov

dr Ana Kostov, naučni savetnik

(ime i prezime, potpis)



11. MART SREBRENICA

Kompanija za proizvodnju,
preradu i promet obojenih,
rijetkih i plemenitih metala
"11. MART" A.D. Srebrenica

Telefoni: ++ 387 56 440 861; 440 895; 440 200; fax 440 894; e-mail: martkomerc@gmail.com Srebrenica
www.11-mart.com Potočari bb, BiH

matični broj: 1059840

JIB: 4400297450002

PDV broj: 40029745002

Int.br. 154/15

Datum: 24.11.2015.god.

Institut -ITNMS
Beograd

Predmet: Verifikacija tehničko tehnološkog rešenja

Institut za tehnologiju nuklearnih i drugih mineralnih sirovina (ITNMS), Beograd je na bazi istraživanja u oblasti proizvodnje i prerade obojenih metala, njihovih jedinjenja i legura iz primarnih i sekundarnih sirovina, čiju realizaciju finansira Ministarstvo za nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije razvio *Novu tehnologiju*, do koncepcije tehničko-tehnološkog rješenja, pod nazivom:

Tehnologija proizvodnje kobalt praha

Redukcijom kobalt oksida vodonikom dobija se kobalt prah koji se koristi u metalurgiji praha za proizvodnju tvrdog metala i kompozita sa ugljeničnim i drugim vlaknima. Kobalt prah dobijen primenom nove tehnologije ispunjava sve potrebne uslove u pogledu čistoće, veličine i oblika zrna, nasipne gustine i dr.

Informacije o proizvodnji i plasmanu ovog proizvoda do kojih smo došli u prethodnom periodu ukazuju na njegov solidan tržišni i profitni potencijal.

Zainteresovani smo za implementaciju tehnologije u industrijskom obliku nakon izrade Feasibility study, koja bi poslužila kao garant tehnološke izvodljivosti i poslovno finansijske uspešnosti rada postrojenja za proizvodnju kobalt praha u industrijskom obliku.

Sa pštovanjem,



Изјава

Овом изјавом потврђујем да је техничко-технолошко решење, под називом: „Технологија производње кобалт праха“, категорије М81-Нова технологија, чији су аутори:

др Мирослав Сокић, виши научни сарадник
мр Владислав Матковић, истраживач сарадник
Проф. др Звонко Гулишића, научни саветник
др Бранислав Марковић, научни сарадник

результат рада на пројектима:

- ТР 34002 под називом „Развој технолошких поступака ливења под утицајем електромагнетног поља и технологија пластичне прераде у топлом стању четворокомпонентних легура за специјалене намене“, под руководством Проф. др Звонка Гулишића, научног саветника Института за технологију нуклеарних и других минералних сировина и
- ТР 34023 „Развој технолошких процеса прераде нестандартних концентратата бакра у циљу оптимизације емисије загађујућих материја“, под руководством Проф. др Наде Штрбац, редовног професора Техничког факултета у Бору,

а које финансира Министарство просвете, науке и технолошког развоја Републике Србије, (2011-2015).

Извјаву дајемо ради верификације наведеног техничког решења на седници Научног већа ИТНМС.

Руководилац Пројекта ТР 34002

Проф. др Звонко Гулишића

Руководилац Пројекта ТР 34023

Проф. др Нада Штрбац