

ISSN 2518-1467 (Online),
ISSN 1991-3494 (Print)

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ
ҰЛТТЫҚ ҒЫЛЫМ АКАДЕМИЯСЫНЫҢ

Х А Б А Р Ш Ы С Ы

ВЕСТНИК

НАЦИОНАЛЬНОЙ АКАДЕМИИ НАУК
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

THE BULLETIN

OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES
OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

1944 ЖЫЛДАН ШЫҒА БАСТАҒАН
ИЗДАЕТСЯ С 1944 ГОДА
PUBLISHED SINCE 1944

6

АЛМАТЫ
АЛМАТЫ
ALMATY

2016

ҚАРАША
НОЯБРЬ
NOVEMBER

Б а с р е д а к т о р ы

х. ғ. д., проф., ҚР ҰҒА академигі

М. Ж. Жұрынов

Р е д а к ц и я а л қ а с ы:

Абиев Р.Ш. проф. (Ресей)
Абишев М.Е. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Аврамов К.В. проф. (Украина)
Аппель Юрген проф. (Германия)
Баймуқанов Д.А. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Байпақов К.М. проф., академик (Қазақстан)
Байтулин И.О. проф., академик (Қазақстан)
Банас Иозеф проф. (Польша)
Берсимбаев Р.И. проф., академик (Қазақстан)
Велихов Е.П. проф., РҒА академигі (Ресей)
Гашимзаде Ф. проф., академик (Әзірбайжан)
Гончарук В.В. проф., академик (Украина)
Давлетов А.Е. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Джрбашян Р.Т. проф., академик (Армения)
Қалимолдаев М.Н. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан), бас ред. орынбасары
Лаверов Н.П. проф., академик РАН (Россия)
Лупашку Ф. проф., корр.-мүшесі (Молдова)
Мохд Хасан Селамат проф. (Малайзия)
Мырхалықов Ж.У. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Новак Изабелла проф. (Польша)
Огарь Н.П. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Полещук О.Х. проф. (Ресей)
Поняев А.И. проф. (Ресей)
Сагиян А.С. проф., академик (Армения)
Сатубалдин С.С. проф., академик (Қазақстан)
Таткеева Г.Г. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Умбетаев И. проф., корр.-мүшесі (Қазақстан)
Хрипунов Г.С. проф. (Украина)
Якубова М.М. проф., академик (Тәжікстан)

«Қазақстан Республикасы Ұлттық ғылым академиясының Хабаршысы».

ISSN 2518-1467 (Online),

ISSN 1991-3494 (Print)

Меншіктенуші: «Қазақстан Республикасының Ұлттық ғылым академиясы»РҚБ (Алматы қ.)

Қазақстан республикасының Мәдениет пен ақпарат министрлігінің Ақпарат және мұрағат комитетінде
01.06.2006 ж. берілген №5551-Ж мерзімдік басылым тіркеуіне қойылу туралы куәлік

Мерзімділігі: жылына 6 рет.

Тиражы: 2000 дана.

Редакцияның мекенжайы: 050010, Алматы қ., Шевченко көш., 28, 219 бөл., 220, тел.: 272-13-19, 272-13-18,
www: nauka-nanrk.kz, bulletin-science.kz

© Қазақстан Республикасының Ұлттық ғылым академиясы, 2016

Типографияның мекенжайы: «Аруна» ЖК, Алматы қ., Муратбаева көш., 75.

Г л а в н ы й р е д а к т о р
д. х. н., проф. академик НАН РК
М. Ж. Журинов

Р е д а к ц и о н н а я к о л л е г и я:

Абиев Р.Ш. проф. (Россия)
Абишев М.Е. проф., член-корр. (Казахстан)
Аврамов К.В. проф. (Украина)
Апель Юрген проф. (Германия)
Баймуканов Д.А. проф., чл.-корр. (Казахстан)
Байпаков К.М. проф., академик (Казахстан)
Байтулин И.О. проф., академик (Казахстан)
Банас Иозеф проф. (Польша)
Берсимбаев Р.И. проф., академик (Казахстан)
Велихов Е.П. проф., академик РАН (Россия)
Гашимзаде Ф. проф., академик (Азербайджан)
Гончарук В.В. проф., академик (Украина)
Давлетов А.Е. проф., чл.-корр. (Казахстан)
Джрбашян Р.Т. проф., академик (Армения)
Калимолдаев М.Н. проф., чл.-корр. (Казахстан), зам. гл. ред.
Лаверов Н.П. проф., академик РАН (Россия)
Лупашку Ф. проф., чл.-корр. (Молдова)
Моход Хасан Селамат проф. (Малайзия)
Мырхалыков Ж.У. проф., чл.-корр. (Казахстан)
Новак Изабелла проф. (Польша)
Огарь Н.П. проф., чл.-корр. (Казахстан)
Полещук О.Х. проф. (Россия)
Поняев А.И. проф. (Россия)
Сагьян А.С. проф., академик (Армения)
Сатубалдин С.С. проф., академик (Казахстан)
Таткеева Г.Г. проф., чл.-корр. (Казахстан)
Умбетаев И. проф., чл.-корр. (Казахстан)
Хрипунов Г.С. проф. (Украина)
Якубова М.М. проф., академик (Таджикистан)

«Вестник Национальной академии наук Республики Казахстан».

ISSN 2518-1467 (Online),
ISSN 1991-3494 (Print)

Собственник: РОО «Национальная академия наук Республики Казахстан» (г. Алматы)

Свидетельство о постановке на учет периодического печатного издания в Комитете информации и архивов
Министерства культуры и информации Республики Казахстан №5551-Ж, выданное 01.06.2006 г.

Периодичность: 6 раз в год

Тираж: 2000 экземпляров

Адрес редакции: 050010, г. Алматы, ул. Шевченко, 28, ком. 219, 220, тел. 272-13-19, 272-13-18.

www: nauka-nanrk.kz, bulletin-science.kz

© Национальная академия наук Республики Казахстан, 2016

Адрес типографии: ИП «Аруна», г. Алматы, ул. Муратбаева, 75

E d i t o r i n c h i e f

doctor of chemistry, professor, academician of NAS RK

M. Zh. Zhurinov

E d i t o r i a l b o a r d:

Abiyev R.Sh. prof. (Russia)
Abishev M.Ye. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Avramov K.V. prof. (Ukraine)
Appel Jurgen, prof. (Germany)
Baimukanov D.A. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Baipakov K.M. prof., academician (Kazakhstan)
Baitullin I.O. prof., academician (Kazakhstan)
Joseph Banas, prof. (Poland)
Bersimbayev R.I. prof., academician (Kazakhstan)
Velikhov Ye.P. prof., academician of RAS (Russia)
Gashimzade F. prof., academician (Azerbaijan)
Goncharuk V.V. prof., academician (Ukraine)
Davletov A.Ye. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Dzhrbashian R.T. prof., academician (Armenia)
Kalimoldayev M.N. prof., corr. member. (Kazakhstan), deputy editor in chief
Laverov N.P. prof., academician of RAS (Russia)
Lupashku F. prof., corr. member. (Moldova)
Mohd Hassan Selamat, prof. (Malaysia)
Myrkhalykov Zh.U. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Nowak Isabella, prof. (Poland)
Ogar N.P. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Poleshchuk O.Kh. prof. (Russia)
Ponyaev A.I. prof. (Russia)
Sagiyani A.S. prof., academician (Armenia)
Satubaldin S.S. prof., academician (Kazakhstan)
Tatkeyeva G.G. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Umbetayev I. prof., corr. member. (Kazakhstan)
Khripunov G.S. prof. (Ukraine)
Yakubova M.M. prof., academician (Tadjikistan)

Bulletin of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan.

ISSN 2518-1467 (Online),

ISSN 1991-3494 (Print)

Owner: RPA "National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan" (Almaty)

The certificate of registration of a periodic printed publication in the Committee of Information and Archives of the Ministry of Culture and Information of the Republic of Kazakhstan N 5551-Ж, issued 01.06.2006

Periodicity: 6 times a year

Circulation: 2000 copies

Editorial address: 28, Shevchenko str., of. 219, 220, Almaty, 050010, tel. 272-13-19, 272-13-18,
<http://nauka-nanrk.kz/>, <http://bulletin-science.kz>

© National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan, 2016

Address of printing house: ST "Aruna", 75, Muratbayev str, Almaty

**A. B. Baeshov, D. A. Abizhanova, N. S. Ivanov, U. A. Abduvaliyeva,
V. I. Yaskevich, L. V. Komashko, T. E. Gaipov**

D. V. Sokolsky Institute of Fuel, Catalysis and Electrochemistry, Almaty, Kazakhstan

FORMATION OF COPPER POWDER IN SULFURIC ACID AT POLARIZATION BY THE CATHODIC PULSED CURRENT AT 50 Hz

Abstract. In this article the features of the electrochemical reduction of the ions of copper (II) on titanium electrode to form a powder and dissolution of copper at polarization by pulsed current at 50 Hz in sulfuric acid are considered. It is shown that at the concentration of H_2SO_4 – 50-100 g / l and at the concentration of copper (II) – 5 g/l maximum current yield of formation of copper powder is about 60%. The electron microscopic analysis of the copper powder is conducted. It is shown that these powders have a dendritic shape. It is found that when the sulfuric acid concentration in the range of 25-150 g/l particle size of formed, copper powder is reduced to 1,685-0,780 microns. It is shown that the maximum of current yield of formation of the metal powder (61,0-61,4%) and dissolution of copper (131,5-132,1%) accounted for the current frequency of 50-100 Hz. During the research of the effect of frequency of pulsed current for the average particle size of the copper powder, it was found that among 10 → 200 → 1000 (Hz) particle size changes as follows: → 0,995 0,876 → 1,267 (microns).

Keywords: copper powders, electrolysis, pulsed current, polarization, acidic environment, reduction, oxidation, output of the current.

УДК 541.13

**А. Б. Баешов, Д. А. Абижанова, Н. С. Иванов, У. А. Абдувалиева,
В. И. Яскевич, Л. В. Комашко, Т. Э. Гаипов**

Институт топлива, катализа и электрохимии им. Д.В.Сокольского, Алматы, Казахстан

ФОРМИРОВАНИЕ ПОРОШКОВ МЕДИ В СЕРНОКИСЛОЙ СРЕДЕ ПРИ ПОЛЯРИЗАЦИИ КАТОДНЫМ ИМПУЛЬСНЫМ ТОКОМ ЧАСТОТОЙ 50 Гц

Аннотация. Исследованы особенности электрохимического восстановления ионов меди (II) на титановом электроде с образованием порошка и растворения меди при поляризации импульсным током при частоте 50 Гц в сернокислой среде. Показано, что при концентрации H_2SO_4 – 50-100 г/л и меди (II) – 5 г/л максимальный выход по току образования порошка меди составляет около 60 %. Проведен электронно-микроскопический анализ получаемых медных порошков. Показано, что образующиеся порошки имеют дендритную форму. Установлено, что при изменении концентрации серной кислоты в пределах 25-150 г/л наблюдается уменьшение размера частиц формируемого медного порошка до 1,685-0,780 мкм. Показано, что максимальные выходы по току образования порошка металла (61,0-61,4 %) и его растворения (131,5-132,1 %) приходятся на частоты тока 50-100 Гц. При исследовании влияния частоты импульсного тока на средний показатель размера частиц медных порошков, установлено, что в ряду 10→200→1000 (Гц) размер частиц меняется следующим образом: 0,995 → 0,876 → 1,267 (мкм).

Ключевые слова: порошки меди, электролиз, импульсный ток, поляризация, кислая среда, восстановление, окисление, выход по току.

В настоящее время, на фоне многообразия методов получения ультрадисперсных порошков металлов, особую актуальность приобретает поиск достаточно простых, экономичных и экологически безопасных способов синтеза ультрадисперсных материалов. Этим требованиям отвечают электрохимические методы [1-6], которые не требуют применения дорогостоящих реактивов и оборудования, использования атмосферы инертного газа или вакуума, очень высоких или отрицательных температур и т.д. Одним из видов нестационарного тока является импульсный, существенным отличием которого от постоянного является то, что он позволяет, кроме плотности тока, регулировать частоту и скважность импульсов. Учитывая вышеприведенные преимущества, в данной работе рассмотрено влияние импульсного тока частотой 50 Гц на процесс электрохимического формирования порошка меди в серноокислой среде.

Анализ литературных данных показал, что определяющими факторами при получении медного порошка являются: плотность тока, состав электролита, частота подаваемого тока и т.д. [1-3]. В связи с этим, в наших ранних работах [7] исследовано влияние плотности тока на растворение меди и образование порошка металла при поляризации импульсным током. Также как и плотность тока, исходное содержание меди и кислотность электролита являются очень важным фактором при формировании порошков. С целью определения степени влияния вышеприведенных параметров в данной работе исследовано влияние исходной концентрации ионов меди и серной кислоты, а также частоты импульсов на выходы по току (ВТ) формирования порошка металла и растворения меди при поляризации импульсным током частотой 50 Гц.

Получение порошка меди электрохимическим способом основано на восстановлении металлов из растворов их солей в виде дисперсных осадков на катоде, при высоких катодных плотностях тока.

Методика проведения эксперимента. Электрохимические исследования по растворению медного электрода методом электролиза и получению медных порошков осуществляли в стеклянном электролизере с неразделенными электродными пространствами. При проведении исследовательских работ в качестве электродов использованы металлические пластинки меди (анод) и титана (катод), площадь рабочей поверхности последней меньше более чем 22 раза, чем у медной. В качестве электролита использован серноокислый раствор, содержащий ионы меди (II) различной концентрации. Электроды поляризовались промышленным переменным током частотой 50 Гц. Величина тока регулировалась с помощью ЛАТРа. Для получения импульсного тока в электрохимическую цепь соединен диод марки ЕД 214А. ВТ анодного растворения меди и формирования медного порошка при катодной поляризации рассчитано на анодный и катодный полупериоды переменного тока, соответственно.

Экспериментальная часть. Исследовано влияние концентрации серной кислоты на ВТ образования медного порошка и растворение медного электрода при поляризации синусоидальным импульсным током (таблица 1). Показано, что оптимальной концентрацией, при которой наблюдается максимальный ВТ (выше 60 %) образования порошка меди являются концентрации серной кислоты 50-100 г/л. Приведенные данные согласуются с результатами, полученными при исследовании влияния концентрации H_2SO_4 на электрорастворение меди анодным импульсным током. Как видно из таблицы 1, максимальный ВТ растворения меди, равный 142,6 %, наблюдается при концентрации серной кислоты 100 г/л. Превышение ВТ растворения меди 100 % связано с химическим растворением металла, и, по-видимому, с образованием одновалентных ионов меди.

Таблица 1 – Влияние концентрации серной кислоты на выходы по току образования медного порошка и растворения медного анода при поляризации импульсным током

C (H_2SO_4), г/л	25	50	100	150
ВТ формирования порошка меди, %	58,5	61,4	61,3	40,5
ВТ растворения меди, %	128,5	131,5	142,6	119,6

Примечание: $i_{Cu} = 200 \text{ А/м}^2$; $i_{Ti} = 44,0 \text{ кА/м}^2$; $\tau = 0,5 \text{ с}$; $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$; $C = 5 \text{ г/л Cu (II)}$.

При поляризации импульсным током в серноокислом растворе, содержащем ионы меди (II), протекает стадийное растворение медного электрода и осаждение меди по следующим реакциям:



Как видно из таблицы 1, с повышением концентрации серной кислоты сначала наблюдается незначительное повышение ВТ образования порошка меди, далее – снижение, что связано с обратным растворением порошка металла:



При повышении концентрации серной кислоты ВТ растворения медного анода повышается, что связано с усилением скорости реакции (3). Но при этом при самой высокой концентрации кислоты (150 г/л) ВТ растворения меди несколько снижается, вследствие того, что основная доля тока расходуется на выделение газов.

Важной характеристикой получаемых порошков является форма и размер частиц, которые в основном зависят от условий их получения. В связи с этим, для определения дисперсности частиц получаемых медных порошков в зависимости от влияния изучаемых факторов электролиза проведен электронно-микроскопический анализ порошков меди. Для детального исследования размера получаемых порошков меди на сканирующем электронном микроскопе марки JEOL JSM-6610LV сняты их микрофотографии с увеличением в 1000 и 10 000 раз.

Ниже на рисунке 1 приведены микрофотографии порошков меди (увеличение 1000 и 10 000 раз), полученных после электролиза, когда концентрации серной кислоты составляли 25, 100 и 150 г/л.

При увеличении в 1000 раз видно, что образующиеся порошки имеют дендритную форму. Как видно из рисунка 1а (при концентрации $\text{H}_2\text{SO}_4 = 25$ г/л), размеры дендритных отростков порошка меди находятся в диапазоне от 8,161 до 33,061 мкм. При увеличении в 10000 раз (рисунок 1а), можно увидеть порошки меди, состоящие из частиц изометрической формы размером 0,549–3,228 мкм.

При концентрации серной кислоты в растворе 100 г/л (рисунок 1б) можно увидеть, что образованные порошки меди состоят из разрозненных частиц и меньше слепляются в дендриты, хотя дендритная основа в целом наблюдается.

Микрофотографии порошков меди, полученных после электролиза, когда концентрация раствора серной кислоты составляла 150 г/л, приведены на рисунке 1в. При повышении содержания H_2SO_4 в растворе наблюдается некоторое увеличение дисперсности порошка металла. Размер частиц медного порошка, полученных после электролиза, проведенного при концентрации 150 г/л, колеблется в пределах 0,462–1,278 мкм (рисунок 1в).

Здесь агрегаты полученных порошков меди состоят из неоднородных частиц как по форме, так и по размеру. Следует отметить, что среди всех полученных порошков данные медные порошки имеют самую изометрическую форму.

При определении среднего показателя размера частиц порошков, установлено, что с изменением концентрации серной кислоты (г/л) в ряду 25→100→150 наблюдается уменьшение размера (мкм) частиц, соответственно, следующим образом: 1,685→1,395→0,780.

Содержание ионов меди в растворе также является очень важным фактором. В таблице 2 приведены результаты, полученные при исследовании влияния исходной концентрации ионов меди (II) в составе 50 г/л сернокислого раствора на ВТ формирования порошка меди и растворение медного электрода при поляризации импульсным током при частоте тока 50 Гц. С ростом концентрации ионов меди (II) наблюдается линейное увеличение ВТ образования порошка меди. Увеличение концентрации ионов меди (II) таким же образом влияет и на процесс растворения медного электрода, т.е. как видно с таблицы 2, с повышением содержания ионов Cu (II) значение ВТ растворения металла увеличивается.

Медные порошки (рисунок 2), полученные при разной концентрации ионов меди (II), исследовались на сканирующем электронном микроскопе при увеличении в 1000 и 10 000 раз. Как показано на рисунке 2а, полученные после электролиза, проведенного при концентрации ионов меди (II) 2,5 г/л, порошки меди состоят из осколков дендритов, размеры которых при увеличении в 1000 раз показывают следующие значения: 5,803; 7,424; 7,589; 8,335; 15,930 и 17,032 мкм. На рисунке 2а видно, что размеры частиц расположены в диапазоне от 0,233 до 2,500 мкм (увеличение 10 000 раз), а образующиеся частицы имеют гексагональный мотив огранки.

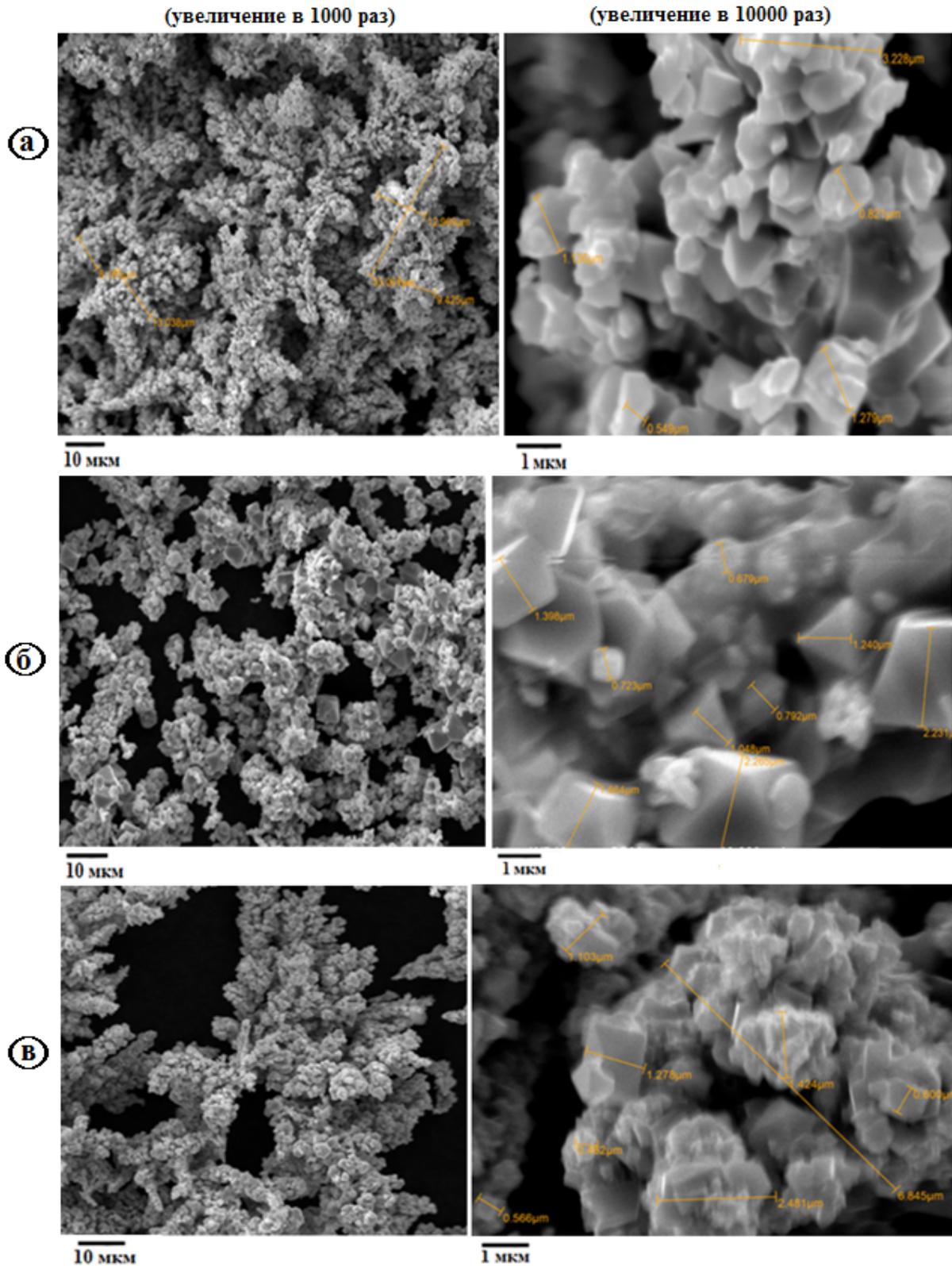


Рисунок 1 – Микрофотографии медного порошка, полученного из сернокислого раствора в присутствии ионов меди при поляризации катодным импульсным током:
 $i_{Ti} = 44,0 \text{ кА/м}^2$; $i_{Cu} = 200 \text{ А/м}^2$; $C = 5 \text{ г/л Cu} + x \text{ г/л H}_2\text{SO}_4$; $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$, $\tau = 0,5 \text{ ч}$;
 $x = \text{а} - 25 \text{ г/л}$; $\text{б} - 100 \text{ г/л}$; $\text{в} - 150 \text{ г/л}$

Таблица 2 – Влияние концентрации ионов меди (II) на выход по току образования медного порошка и растворения медного анода при поляризации синусоидальным импульсным током

Cu (II), г/л	2,5	5	7,5	10	15
ВТ формирования порошка меди, %	31,8	61,4	74,2	81,0	98,5
ВТ растворения меди, %	131,0	131,5	132,0	132,0	133,0

Примечание: $i_{Cu} = 200 \text{ A/m}^2$; $i_{Ti} = 44,0 \text{ кA/m}^2$; $\tau = 0,5 \text{ с}$; $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$; $C = 50 \text{ г/л H}_2\text{SO}_4$.

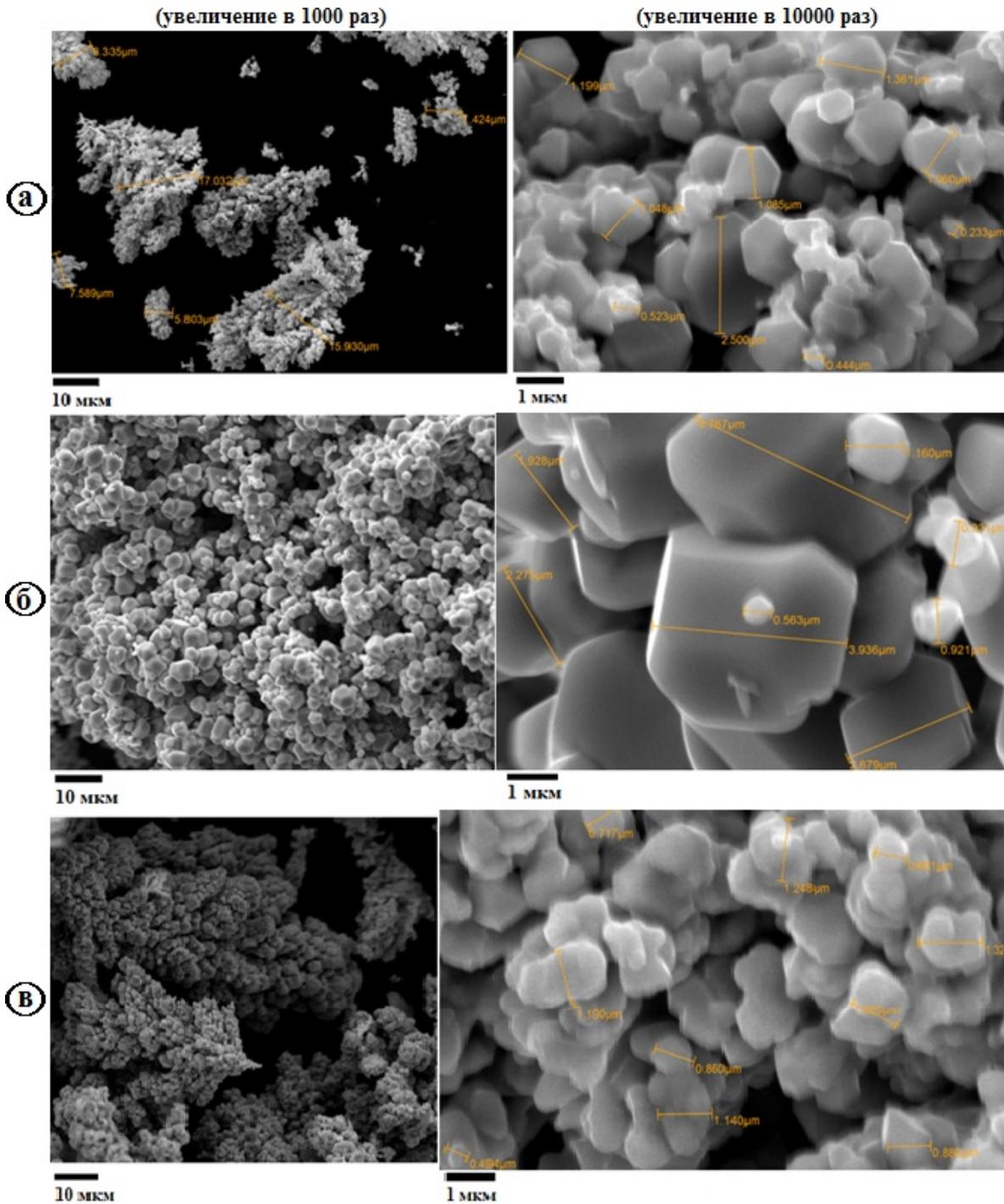


Рисунок 2 – Влияние концентрации Cu(II) на образование порошков меди, импульсный ток синусоидального вида:

$i_{Ti} = 44,0 \text{ кA/m}^2$, $i_{Cu} = 200 \text{ A/m}^2$, $C = x \text{ г/л Cu} + 50 \text{ г/л H}_2\text{SO}_4$, $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$, $\tau = 0,5 \text{ с}$;
 $x = \text{а} - 2,5 \text{ г/л}$; $\text{б} - 7,5 \text{ г/л}$; $\text{в} - 15 \text{ г/л}$

При исследовании медных порошков, полученных после электролизов, проведенных при концентрациях H_2SO_4 – 7,5 и 15 г/л, установлено, что получаемые образцы порошков имеют объемные формы, состоят из плотно прилегающих друг другу мелкозернистых частиц и составляют преимущественно однородную массу (рисунок 2б и 2в, увеличение 1000 раз). Количество образующихся медных порошков больше, чем после электролиза, проведенного при концентрации H_2SO_4 – 2,5 г/л.

При анализе микрофотографии, приведенной на рисунке 2б (увеличение 10 000 раз), обнаружено, что формы частиц порошка меди объемные, а огранка – округленная. А среди частиц медных порошков, представленных на рисунке 2в (увеличение 10 000 раз), преобладают гексагональные частицы.

Результаты по определению размеров порошков меди, полученных после электролизов, когда концентрации ионов меди (II) составляли 2,5 и 7,5 г/л представлены в табличной форме ниже (таблица 3). Как показывают результаты исследований с изменением концентрации ионов меди (II) с 2,5 г/л до 7,5 г/л, средний размер частиц порошка увеличивается с 1,311 мкм до 2,535 мкм.

Таблица 3 – Зависимость размера частиц медного порошка от концентрации ионов меди (II), полученных при поляризации импульсным током синусоидального вида, увеличение в 10 000 раз

Cu (II) , г/л	2,5	7,5
Размер частиц, мкм	0,233	0,563
	1,199	2,275
	2,500	4,767
Средний размер частиц, мкм	1,311	2,535

Примечание: $i_{Ti} = 44,0 \text{ A/m}^2$, $i_{Cu} = 200 \text{ A/m}^2$, $C = x \text{ г/л Cu} + 50 \text{ г/л H}_2\text{SO}_4$, $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$, $\tau = 0,5 \text{ ч}$.

Исследовано влияние частоты импульсного переменного тока на выходы по току образования порошка меди и растворения медного электрода (таблица 4). Показано, что максимальные выходы по току образования порошка металла (61,0-61,4 %) и его растворения (131,5-132,1 %) приходятся на частоты тока 50-100 Гц. При частотах тока вышеуказанных значений интенсивность процессов снижается, что обусловлено уменьшением величины средней амплитуды тока.

Таблица 4 – Влияние частоты синусоидального импульсного тока на выход по току образования медного порошка и растворения медного электрода при поляризации синусоидальным импульсным током

ν , Гц	10	50	100	200	500	1000
ВТ формирования порошка меди, %	58,7	61,4	61,0	53,0	53,0	52,7
ВТ растворения меди, %	130	131,5	132,1	126,8	125,6	124,2

Примечание: $i_{Cu} = 200 \text{ A/m}^2$; $i_{Ti} = 44,0 \text{ A/m}^2$; $\tau = 0,5 \text{ ч}$; $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$; $C = 5 \text{ г/л CuSO}_4 + 50 \text{ г/л H}_2\text{SO}_4$.

Порошки, полученные после электролизов, проведенных при частотах импульсного синусоидального тока 10, 200 и 1000 Гц, анализированы на сканирующем электронном микроскопе. На микрофотографиях, представленных на рисунке 3а и 3б (увеличение 1000 раз), видно, что полученные порошки состоят из дендритов с мелкими частицами.

На микрофотографии, представленной на рисунке 3в (увеличение в 1000 раз), видно, что образование дендритов меньше, а частицы полученных порошков имеют изометрическую форму.

При увеличении в 10000 раз микрофотографий медных порошков, представленных выше, можно увидеть, что размер частиц порошков, полученных после электролиза, проведенного при частоте импульсного тока 10 Гц, колеблется в диапазоне от 0,560 до 1,584 мкм (рисунок 3а), при 200 Гц размер частиц находится в пределах 0,523-1,326 мкм (рисунок 3б). На рисунке 3а представлены микрофотографии медных порошков (увеличение в 10 000 раз), полученных после электролиза, проведенного при частоте тока 1000 Гц. Показано, что размеры частиц колеблются в пределах от 0,680 до 2,189 мкм.

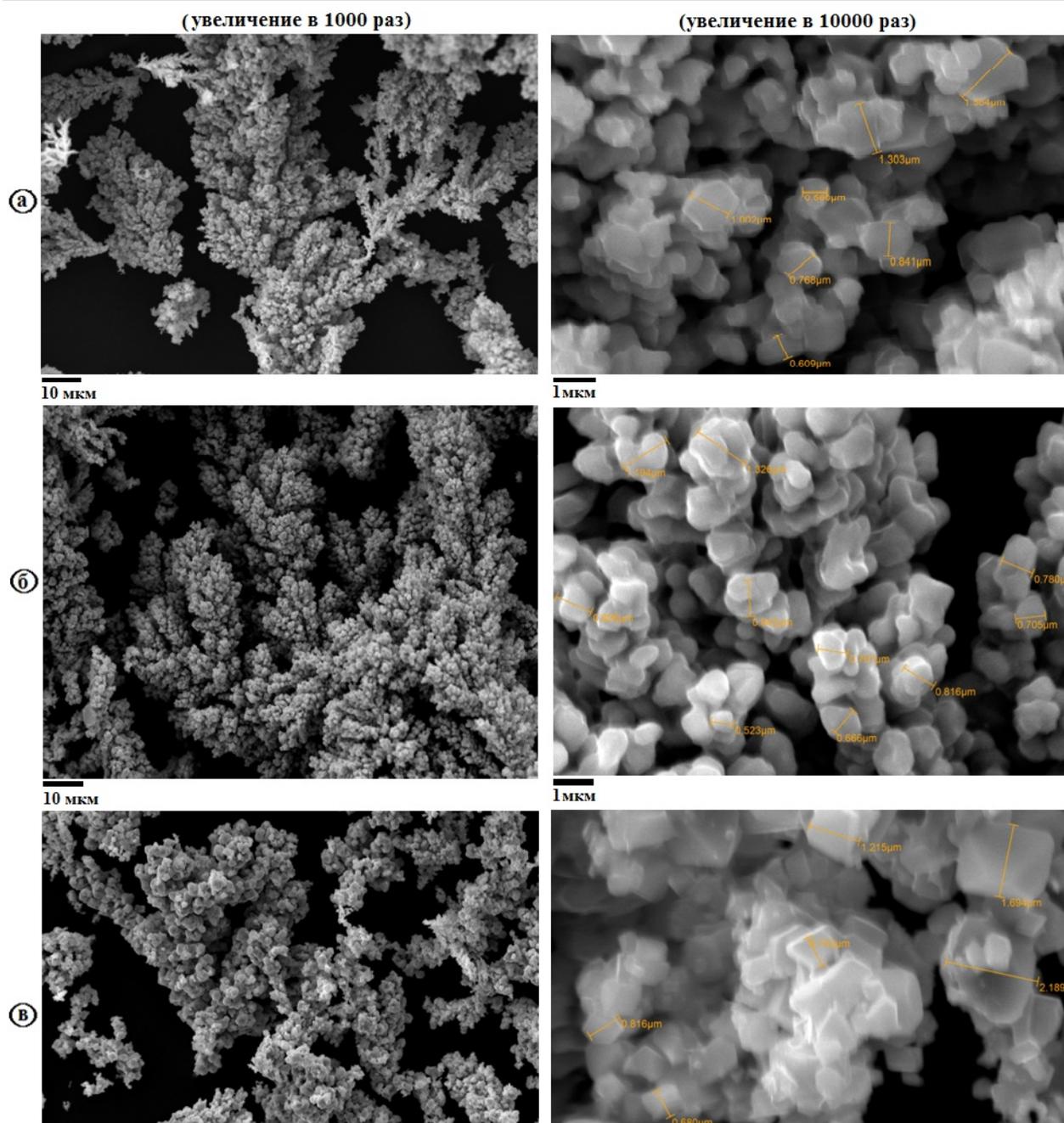


Рисунок 3 – Влияние частоты на образование порошков меди, импульсный ток синусоидального вида:

$$i_{Ti} = 44,0 \text{ кА/м}^2, i_{Cu} = 200 \text{ А/м}^2, C = 5 \text{ г/л Cu} + 50 \text{ г/л H}_2\text{SO}_4, t = 20 \text{ }^\circ\text{C}, \tau = 0,5 \text{ ч};$$

$$v = \text{а} - 10 \text{ Гц}; \text{б} - 200 \text{ Гц}; \text{в} - 1000 \text{ Гц}$$

Данные электронно-микроскопического анализа показали, что при проведении электролиза при разных частотах импульсного тока образуются медные порошки следующего характера:

- при 10 Гц – очень мелкие частицы, как с огранкой, так и без огранки, при этом прослеживается гексагональная огранка (рисунок 3а, увеличение в 10 000 раз);
- при 200 Гц – более мелкие частицы, четкой и однородной формы, примерно одинакового размера (рисунок 3б, увеличение в 10 000 раз);
- при 1000 Гц – слепленные частицы неоднородного размера (рисунок 3в, увеличение в 10 000 раз).

Размеры полученных порошков, полученных после электролиз, когда задаваемая частота составляла 10, 200 и 1000 Гц можно представить в следующей табличной форме (таблица 5). При

Таблица 5 - Зависимость размера частиц медного порошка от частоты импульсного синусоидального тока, увеличение в 10 000 раз, $i_{Ti} = 44,0 \text{ A/m}^2$, $i_{Cu} = 200 \text{ A/m}^2$, $C = 5 \text{ г/л Cu} + 50 \text{ г/л H}_2\text{SO}_4$, $t = 20 \text{ }^\circ\text{C}$, $\tau = 0,5 \text{ ч}$

ν , Гц	10	200	1000
Размер частиц, мкм	0,560	0,523	0,680
	0,841	0,780	0,931
	1,584	1,326	2,189
Средний размер частиц, мкм	0,995	0,876	1,267

расчете среднего показателя размера частиц порошков установлено, что изменение частоты импульсного тока (Гц) в ряду 10→200→1000 неоднозначно влияет на размер (мкм) частиц и меняется следующим образом: 0,995 → 0,876 → 1,267.

Таким образом, при исследовании влияния импульсного синусоидального тока на растворение медного электрода с последующим получением порошков меди при разных концентрациях H_2SO_4 и ионов меди, установлено, что максимальные ВТ растворения меди составляет 142,6 % и формирования медных порошков – 98,5 %. Электронно-микроскопический анализ полученных медных порошков показал, что образующиеся порошки меди преимущественно имеют дендритную форму. Установлено, что увеличение концентрации раствора серной кислоты способствует уменьшению размеров частиц медного порошка, а изменение концентрации ионов меди (II) ведет к увеличению размера образующихся частиц. Показано, что увеличение концентрации ионов меди (II) способствует увеличению количества образующихся частиц, а повышение частоты тока отрицательно влияет на образование дендритов.

ЛИТЕРАТУРА

- [1] Кудрявцев Н.Т., Михайлов И.И., Новиков А.А. Получение высокодисперсного медного порошка // Порошковая металлургия. – 1963. – № 3. – С. 18-24.
- [2] Номберг М.И. Производство медного порошка электролитическим способом. – М.: Металлургия, 1971. – 134 с.
- [3] Перельман В.Е. Формирование порошковых материалов. – М.: Металлургия, 1979. – 232 с.
- [4] А.с. 1082066. СССР. Способ получения порошка меди. Баешов А., Кожакон Б.Е., Букетов Е.А. опубл. 1983.
- [5] Баешов А.Б., Журинов М.Ж. О формировании ультрадисперсных порошков металлов в водных растворах при катодной поляризации и при поляризации переменным током // Вестник КазНУ им. аль-Фараби. – 2008. – № 2(50). – С. 12-15.
- [6] Баешов А.Б., Абижанова Д.А., Иванов Н.С., Абдувалиева У.А. Формирование порошков меди при использовании «Ti-Cu» электродов в сернокислой среде при поляризации переменным током // Вестник НАН РК. – 2015. – № 4. – С. 22-28.
- [7] Баешов А.Б., Абижанова Д.А., Иванов Н.С., Абдувалиева У.А. и др. Электрохимиялық жолмен алынған мыс ұнтағының дисперстілігіне импульсті тоқтың әсерін анықтау // Материалы межд. научно-практической конференции «Инновации в комплексной переработке минерального сырья. Абишевские чтения – 2016». – Алматы, 21-22 января 2016 г. – С. 415-420.

REFERENCES

- [1] Kudrjavcev N.T., Mihajlov I.I., Novikov A.A. Poroshkovaja metallurgija. **1963**, N3. P.18-24 (in Russ.).
- [2] Nomberg M.I. Proizvodstvo mednogo poroshka jelektroliticheskim sposobom. M.: Metallurgija, **1971**. 134 p. (in Russ.).
- [3] Perel'man V.E. Formirovanie poroshkovyh materialov. M.: Metallurgija, **1979**. 232 p. (in Russ.).
- [4] A.S. 1082066. SSSR. Sposob poluchenija poroshka medi. Baeshov A., Kozhakov B.E., Buketov E.A. opubl. **1983**. (in Russ.).
- [5] Baeshov A.B., Zhurinov M.Zh. O formirovanii ul'tradispersnyh poroshkov metallov v vodnyh rastvorah pri katodnoj poljarizacii i pri poljarizacii peremennym tokom // Vestnik KazNU im. Al' Farabi. **2008**. N 2(50). P. 12-15. (in Russ.).
- [6] Baeshov A.B., Abizhanova D.A., Ivanov N.S., Abduvalieva U.A. Formirovanie poroshkov medi pri ispol'zovanii «Ti-Cu» jelektrodov v sernokisloj srede pri poljarizacii peremennym tokom. Vestnik NAN RK, **2015**, N 4. P. 22-28. (in Russ.).
- [7] Baeshov A.B., Abizhanova D.A., Ivanov N.S., Abduvalieva U.A. i dr. Jelektrohimiyaлық жолмен алынған мыс ұнтағының дисперстілігіне импульсті тоқтың әсерін анықтау. Materialy mezhd. Nauchno-prakticheskoy konferencii «Innovacii v kompleksnoj pererabotke mineral'nogo syr'ja. Abishevskie chtenija – 2016», Almaty, **2016**. P.415-420. (in Kaz.).

А. Б. Башов, Д. А. Абижанова, Н. С. Иванов, У. А. Абдувалиева,
В. И. Яскевич, Л. В. Комашко, Т. Э. Гаипов

Д. В. Сокольский атындағы Жанармай, катализ және электрохимия институты, Алматы, Қазақстан

**ЖИІЛІГІ 50 ГЦ БОЛҒАН КАТОДТЫ ИМПУЛЬСТІ ТОҚПЕН ПОЛЯРИЗАЦИЯЛАҒАН КЕЗДЕ
МЫС ҰНТАҚТАРЫНЫҢ КҮКІРТ ҚЫШҚЫЛЫ ЕРІТІНДІСІНДЕ ТҮЗІЛУІ**

Аннотация. Күкірт қышқылы ерітіндісінде жиілігі 50 Гц болған катодты импульсті тоқпен поляризациялаған кезде мыс (II) иондарының титан электродында ұнтақтарды түзе электрохимиялық тотықсыздануы мен мыстың еру ерекшеліктері зерттелді. H_2SO_4 концентрациясы 50-100 г/л, ал мыс (II) – 5 г/л болғанда түзілген мыс ұнтақтарының максималды тоқ шығымы 60 %-ға жуық болатындығы анықталды. Алынған мыс ұнтақтарына электронды-микроскопиялық талдау жүргізілді. Түзілген ұнтақтар дендритті кескінге ие. Күкірт қышқылы концентрациясы 25-150 г/л аралығында өзгерген кезде түзілген мыс ұнтақтары бөлшектерінің өлшемі 1,685-0,780 мкм дейін азаяды. Мыс еруінің (131,5-132,1 %) және оның ұнтақтарының (61,0-61,4 %) түзілуінің максималды тоқ шығымы 50-100 Гц-ке тең тоқ жиіліктерінде байқалады. Мыс ұнтақтары бөлшектерінің өлшеміне импульсті тоқ жиілігінің әсерін зерттегенде 10→200→1000 (Гц) қатарында бөлшектердің өлшемі келесідей болып өзгеретіндігі көрсетілді: 0,995 → 0,876 → 1,267 (мкм).

Түйін сөздер: мыс ұнтақтары, электролиз, импульсті тоқ, поляризация, қышқылды орта, тотықсыздану, тотығу, тоқ шығымы.

Publication Ethics and Publication Malpractice in the journals of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan

For information on Ethics in publishing and Ethical guidelines for journal publication see <http://www.elsevier.com/publishingethics> and <http://www.elsevier.com/journal-authors/ethics>.

Submission of an article to the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan implies that the described work has not been published previously (except in the form of an abstract or as part of a published lecture or academic thesis or as an electronic preprint, see <http://www.elsevier.com/postingpolicy>), that it is not under consideration for publication elsewhere, that its publication is approved by all authors and tacitly or explicitly by the responsible authorities where the work was carried out, and that, if accepted, it will not be published elsewhere in the same form, in English or in any other language, including electronically without the written consent of the copyright-holder. In particular, translations into English of papers already published in another language are not accepted.

No other forms of scientific misconduct are allowed, such as plagiarism, falsification, fraudulent data, incorrect interpretation of other works, incorrect citations, etc. The National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan follows the Code of Conduct of the Committee on Publication Ethics (COPE), and follows the COPE Flowcharts for Resolving Cases of Suspected Misconduct (http://publicationethics.org/files/u2/New_Code.pdf). To verify originality, your article may be checked by the Cross Check originality detection service <http://www.elsevier.com/editors/plagdetect>.

The authors are obliged to participate in peer review process and be ready to provide corrections, clarifications, retractions and apologies when needed. All authors of a paper should have significantly contributed to the research.

The reviewers should provide objective judgments and should point out relevant published works which are not yet cited. Reviewed articles should be treated confidentially. The reviewers will be chosen in such a way that there is no conflict of interests with respect to the research, the authors and/or the research funders.

The editors have complete responsibility and authority to reject or accept a paper, and they will only accept a paper when reasonably certain. They will preserve anonymity of reviewers and promote publication of corrections, clarifications, retractions and apologies when needed. The acceptance of a paper automatically implies the copyright transfer to the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan.

The Editorial Board of the National Academy of Sciences of the Republic of Kazakhstan will monitor and safeguard publishing ethics.

Правила оформления статьи для публикации в журнале смотреть на сайте:

www.nauka-nanrk.kz

ISSN 2518-1467 (Online), ISSN 1991-3494 (Print)

<http://www.bulletin-science.kz/index.php/ru/>

Редакторы *М. С. Ахметова, Д. С. Аленов, Т. М. Апендиев*
Верстка на компьютере *Д. Н. Калкабековой*

Подписано в печать 30.10.2016.
Формат 60x881/8. Бумага офсетная. Печать – ризограф.
12,4 п.л. Тираж 2000. Заказ 6.