

ОТЗЫВ

официального оппонента доктора технических наук, доцента Булычева Всеволода Валерьевича на диссертацию Хорьяковой Натальи Михайловны на тему: «Разработка ресурсосберегающего способа получения порошковой меди электроэрозионным диспергированием», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – Материаловедение (машиностроение)

Актуальность темы диссертации

В настоящее время порошковая медь находит широкое применение в различных технологических процессах изготовления электроконтактных и антифрикционных изделий. К таким машиностроительным технологиям относятся, в частности, порошковая металлургия и электролитическое меднение в электролите, содержащим наночастицы. Технико-экономическая эффективность применения указанных технологий в значительной мере зависит от физико-механических свойств исходного металлического порошка и его стоимости. В настоящее время для производства порошка меди широко применяется электролитический метод. Однако, его существенным недостатком является высокая стоимость получаемого порошка из-за значительной энергоемкости процесса. Одним из перспективных способов получения медных порошков является метод электроэрозионного диспергирования, позволяющий получать порошковые материалы из отходов машиностроительного производства. В связи с изложенным, тема представленной диссертационной работы, посвященная разработке технологии получения порошковой меди электроэрозионным диспергированием, исследованию физико-механических и эксплуатационных свойств полученных с ее применением спечённых образцов и электролитических покрытий, представляется весьма актуальной.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, их достоверность и новизна

Степень обоснованности и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, подтверждаются проведенным ее автором комплексом теоретических и экспериментальных исследований. Теоретические исследования, связанные с обоснованием возможности применения метода электроэрозионного диспергирования для получения порошков меди, объяснением результатов экспериментального исследования, опираются на классические представления о механизмах разрушении металлов за счет тепловых процессов в зоне искрового разряда, процессах спекания порошков и электролитического осаждения покрытий.

Экспериментальные исследования выполнены по общепринятым методикам, результаты испытаний обработаны методами математической статистики с использованием компьютерных технологий. Новизна полученных

результатов подтверждена их опубликованием в научных изданиях из перечня ВАК, а также наличием трех патентов на изобретение по теме диссертационной работы (патент РФ № 2599476, патент РФ № 2597445, патент РФ № 2612119).

На основании проведенных научных исследований диссертантом сформулированы семь выводов.

Первый вывод раскрывает сущность разработанного способа получения порошковой меди электроэррозионным диспергированием. В частности, отмечается, что отходы электротехнической медной проволоки следует подвергать электроэррозионному диспергированию в дистиллированной воде при частоте следования импульсов 28...100 Гц, напряжении на электродах 150 ... 220 В и емкости разрядных конденсаторов 25,5...55,5 мкФ.

Второй вывод посвящен предложенному способу получения нанопорошка меди, согласно которому отходы электротехнической медной проволоки следует подвергать электроэррозионному диспергированию в дистиллированной воде при частоте следования импульсов 100...120 Гц, напряжении на электродах 200...220 В и емкости разрядных конденсаторов 25,5...35,5 мкФ, с последующим центрифугированием раствора для отделения наноразмерных частиц.

В третьем выводе излагается сущность разработанного способа получения медных гальванических покрытий, модифицированных наночастицами электроэррозионной меди, заключающаяся в том, что в сульфатный электролит меднения вводят наночастицы меди, полученные электроэррозионным диспергированием медных отходов, размерностью 2,5...100 нм в концентрации до 0,1 г на 100 мл электролита.

Четвертый вывод посвящен изложению выявленных закономерностей изменения структуры и свойств получаемой электроэррозионным диспергированием порошковой меди от свойств рабочей жидкости. В частности, выявлено, что в дистиллированной воде образуются частицы правильной сферической формы со средним размером частиц 24 мкм и удельной площадью поверхности 0,2 м²/г. Полученный порошок характеризуется незначительным содержанием примесей, составляющих 0,08%. При электроэррозионном диспергировании в керосине осветительном образуются частицы в основном неправильной формы со средним размером частиц 34 мкм и удельной площадью поверхности 0,08 м²/г. Основными элементами являются медь (79,45 %), углерод (17,7 %), кислород (2,85 %), а основными фазами - Cu, Cu₂O и C.

Пятый вывод содержит результаты исследований разработанной технологии получения спеченных образцов из порошков, полученных диспергированием в дистиллированной воде. Показано, что образцы, полученные холодным изостатическим прессованием и спеканием в вакууме при 900...1000 °C в течение 1 часа, имеют средние значения твердости 52,1 ...56,1 HV и плотность 8,25...8,51 г/см³.

В шестом выводе изложены результаты исследования процесса электролитического меднения в электролите, содержащем наночастицы

диспергированной меди. Выявлено, что при увеличении концентрации наночастиц электроэррозионной меди с 0,03 до 0,05 г/100 мл электролита среднее значение твердости медного покрытия с наночастицами электроэррозионной меди увеличивается с 290 HV до 316 HV, что выше значений твердости электролитического медного покрытия на 8,3 % и 15,8 % соответственно.

Седьмой вывод является заключительным и отражает результаты аprobации и внедрения в учебный и производственные процессы научных и прикладных аспектов диссертационной работы. В частности, отмечается, что разработанные технологии и оборудование аprobированы и внедрены в ООО «КВАЛИМЕТ», ООО «Росутилизация46» (г. Курск), результаты исследований используются в учебном процессе при чтении лекций, выполнении лабораторных работ, курсовых и выпускных квалификационных работ студентами и аспирантами в ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет».

Таким образом, основные выводы диссертанта, сформулированные по результатам проведенных теоретических и экспериментальных исследований, связанных с разработкой технологии получения электроэррозионным диспергированием порошковой меди, исследованием физико-механических и эксплуатационных полученных с ее применением спечённых образцов и электролитических покрытий, являются достоверными, обоснованными и раскрывают новизну диссертационной работы.

Научная и практическая значимость работы

Научная новизна диссертационной работы связана с выявлением особенностей технологии электроэррозионного диспергирования меди применительно к процессам порошковой металлургии и электролитического осаждения покрытий. Выявлено, что

- оптимальными параметрами процесса электроэррозионного диспергирования отходов меди в дистиллированной воде являются следующие: емкость разрядных конденсаторов – 45,5 мкФ, напряжение на электродах – 220 В, частота следования импульсов – 44...100 Гц;

- свойства порошков, полученных в кислородсодержащей жидкости (дистиллированной воде) и углеродсодержащей жидкости (керосине осветительном), различны, а именно: средний размер частиц составляет 24 мкм (вода) и 34 мкм (керосин), удельная поверхность - 0,2 м²/г (вода) и 0,08 м²/г (керосин), форма частиц – сферическая (вода) и неправильная (керосин), различен элементный состав - электроэррозионная медь, полученная в воде, состоит из 99,92 % меди и 0,08 % примесей, электроэррозионная медь, полученная в керосине, состоит из 79,45 % меди, 17,7 % углерода, 2,85 % кислорода, порошковая медь, полученная диспергированием в углеродсодержащей жидкости (керосине), не прессуется и не спекается.

- образцы, полученные холодным изостатическим прессованием и спеканием в вакууме при 900...1000 °C в течение 1 часа, имеют средние значения твердости 52,1 ...56,1 HV и плотность – 8,25...8,51 г/см³, при этом

элементный состав спеченных образцов порошковой меди, полученной в воде, совпадает с элементным составом порошковой меди, из которой он был получен.

– при электролитическом осаждении меди увеличение концентрации в электролите наночастиц электроэррозионной меди с 0,03 до 0,05 г / 100 мл приводит к увеличению среднего значения твердости медного покрытия с 290 HV до 316 HV, что выше значений твердости образца с электролитическим медным покрытием на 8,3 % и 15,8 % соответственно.

Практическая значимость представленной работы состоит в разработанных и запатентованных способах получения порошковой меди электроэррозионным диспергированием медных отходов (патент на изобретение РФ № 2599476), получения медного нанопорошка электроэррозионным диспергированием отходов (патент на изобретение РФ № 2597445), получения медных гальванических покрытий, модифицированных наночастицами электроэррозионной меди (патент на изобретение РФ № 2612119). Технологии получения порошковой меди электроэррозионным диспергированием и получения медного нанопорошка электроэррозионным диспергированием отходов успешно прошли производственную апробацию.

Оценка содержания диссертации в целом

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка литературы и приложений. Общий объем работы составляет 231 страницу, в том числе, 62 таблицы, 96 рисунков, 6 страниц приложений. Список литературы включает в себя 146 источников. Представленный материал изложен в логической последовательности и отвечает общепринятым нормам и правилам.

В введении обоснована актуальность темы, степень ее разработанности, поставлена цель, определены объекты, предмет и задачи исследования, сформулированы научная новизна, теоретическая и практическая значимость работы, изложены общая методология и методы исследования, показаны личный вклад автора и степень достоверности полученных данных, а также приведены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе «Обзор источников информации о способах получения и областях практического применения порошковой меди» обоснована возможность и целесообразность применения метода электроэррозионного диспергирования для получения порошковой меди, пригодной для изготовления изделий электротехнического и антифрикционного назначения. Проанализированы возможные области применения спеченных изделий из порошковой меди, технологические операции, применяемые для изготовления спеченных изделий. Обоснована возможность применения наночастиц электроэррозионной меди при повышении эксплуатационных свойств электролитических медных покрытий.

Во второй главе «Материалы и методики исследования» изложена общая методология исследований, приведены используемое оборудование и

материалы. Для решения поставленных задач выбраны и обоснованы известные методики экспериментальных исследований, в частности, определения гранулометрического состава, рентгеноструктурного (фазового) анализа, насыпной плотности и текучести, твердости и плотности спеченных образцов, триботехнических характеристик электролитических покрытий.

В третьей главе «Результаты экспериментальных исследований свойств электроэрозионной порошковой меди» представлены результаты определения оптимальных технологических режимов получения и исследование свойств электроэрозионной порошковой меди. Исследование влияния режимов электроэрозионного диспергирования на производительность процесса было выполнено с использованием метода планирования эксперимента с получением соответствующих математических зависимостей. Приведены и проанализированы результаты исследований формы и морфологии частиц электроэрозионной порошковой меди, гранулометрического состава, рентгоспектрального микроанализа, фазового состава.

В четвертой главе «Результаты исследования спеченных образцов электроэрозионной порошковой меди» представлены результаты экспериментальных исследований строения и свойств спеченных образцов в зависимости от режимов их изготовления. Приведены и проанализированы результаты исследований рентгоспектрального микроанализа, пористости, микроструктуры, твердости, плотности, электропроводности спеченных образцов.

В пятой главе «Результаты исследования гальванических покрытий, модифицированных наночастицами электроэрозионной меди» представлены результаты экспериментальных исследований свойств гальванических медных покрытий с добавкой наночастиц электроэрозионной порошковой меди в сравнении со стандартными электролитическими покрытиями. Приведены и проанализированы результаты исследований шероховатости поверхностей, микроструктуры и твердости покрытий, коэффициента трения и интенсивности изнашивания.

Заключение содержит основную информацию по результатам представляемого к защите научного исследования.

В приложениях диссертационной работы приведены акты о промышленной апробации разработанных технологических процессов, внедрении в учебный процесс результатов научно-исследовательской работы, три патента РФ на изобретение по теме диссертационной работы.

**Полнота опубликования основных результатов работы в печати и
соответствие содержания автореферата основным положениям
диссертации**

Автореферат и опубликованные в открытой печати научные труды в достаточной мере отражают основные положения диссертационной работы и полученные результаты. По теме диссертации опубликовано 55 научных работ, из них 14 публикаций в изданиях рекомендованных ВАК РФ, 5 научных работ в изданиях, индексируемых международной системой цитирования Scopus, 2 монографии, получено 3 патента РФ на изобретение.

Автореферат в целом отражает содержание диссертационных исследований, а представленное в нем заключение не имеет расхождений с заключением, имеющимся в диссертационной работе.

**Оценка языка и стиля диссертации, её соответствие предъявляемым
требованиям**

Диссертационная работа изложена грамотно и доступно для понимания с использованием общепринятых технических и научных терминов. Обоснование выдвигаемых тезисов и положений осуществляется в соответствии с требованиями и критериями, предъявляемым к научным исследованиям. Текст диссертации и рисунки отвечают требованиям, предъявляемым к научным работам подобного рода. Главы диссертации содержат необходимые иллюстрации, справочные таблицы и другой поясняющий материал. Диссертация является законченной научно-квалификационной работой, имеющей достаточно высокий уровень исполнения и выполненной автором лично. Ее содержание соответствует критериям, которым должна отвечать диссертация на соискание ученой степени кандидата наук. Полученные соискателем результаты соответствуют пунктам 4 «Разработка физико-химических и физико-механических процессов формирования новых материалов, обладающих уникальными функциональными, физико-механическими, эксплуатационными и технологическими свойствами, оптимальной себестоимостью и экологической чистотой», 5 «Установление закономерностей и критериев оценки разрушения материалов от действия механических нагрузок и внешней среды», 10 «Разработка покрытий различного назначения (упрочняющих, износостойких и других) и методов управления их качеством» паспорта специальности 05.16.09 – Материаловедение (по отраслям).

Замечания по диссертации

1. Глава 1 «Обзор источников информации о способах получения и областях практического применения порошковой меди» содержит ряд общезвестных сведений, не имеющих существенного значения для последующих теоретических и экспериментальных исследований.
2. В главе 1 диссертанту следовало бы более четко обозначить группу изделий, для изготовления которых предполагается использовать разработанные

технологии, что позволило бы более обосновано выделить конкретные свойства спеченных образцов и гальванических покрытий для их последующего исследования. Так, например, в п.1.2 «Антифрикционные изделия на основе порошковой меди» в качестве деталей, которые могут быть изготовлены методами порошковой металлургии, рассматриваются разнообразные подшипники скольжения. Отмечается, что «спеченные изделия на основе меди обладают низким коэффициентом трения, высокой износостойкостью...» (стр. 22), однако исследование данных показателей на спечённых образцах в диссертации не проводилось.

3. В главу 2 «Материалы и методики исследования» следовало бы включить материалы по обоснованию методики проведения факторного эксперимента, рассмотренного в п. 3.2.1 «Постановка факторного эксперимента с целью определения оптимальных электрических параметров установки электроэррозионного диспергирования для диспергирования медных отходов».

4. Из текста диссертации и автореферата не ясно, есть ли различия в использовании для нанесения электролитических покрытий порошков, полученных диспергированием в воде и керосине, и какие именно порошки были использованы при проведении исследований процесса электролитического осаждения.

5. Из текста диссертации также не ясно, рекомендует ли автор применение для каких-либо промышленных целей применение порошка, полученного электроэррозионным диспергированием в керосине.

6. Из текста диссертации не совсем ясно, какие параметры режима электроэррозионного диспергирования в воде автор считает оптимальными. Так, на стр. 132 указано, что «...оптимальными параметрами для процесса получения электроэррозионной порошковой смеси являются: емкость разрядных конденсаторов 45,5 мкФ, напряжение на электродах 220 В, частота следования импульсов 100 Гц». На стр. 138 указано, что «для процесса электроэррозионного диспергирования медных отходов в дистиллированной воде интервал частоты следования импульсов 44-100 Гц является оптимальным». На стр. 169 указано, что «оптимальными параметрами процесса электроэррозионного диспергирования, совмещающие производительность процесса и качество получаемой электроэррозионной порошковой меди и позволяющий получать порошковый материал, пригодный к промышленному применению, являются следующие: частота следования импульсов 100-120 Гц, напряжение на электродах 200-220 В, емкость конденсаторов 25,5-25,5 мкФ».

7. Диссидентанту следовало бы более четко сформулировать технологические рекомендации по практическому применению разработанных технических решений, областей их преимущественного использования и дать оценку технико-экономической эффективности.

Следует отметить, что указанные замечания не снижают научной и практической ценности полученных диссидентантом результатов.

**Заключение о соответствии диссертации критериям, установленным
Положением о присуждении ученых степеней**

Диссертация «Разработка ресурсосберегающего способа получения порошковой меди электроэррозионным диспергированием» соответствует требованиям пунктов 9 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 г. и является законченной научно-квалификационной работой, в которой изложены новые научно-обоснованные технические решения по реализации технологии получения электроэррозионным диспергированием порошковой меди, исследованием физико-механических и эксплуатационных полученных с ее применением спечённых образцов и электролитических покрытий, а Хорьякова Наталья Михайловна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.09 – Материаловедение (машиностроение).

Официальный оппонент – заведующий кафедрой
«Колесные машины и прикладная механика»
Калужского филиала ФГБО ВО
«Московский государственный технический
университет имени Н.Э. Баумана
(национальный исследовательский университет)»
доктор технических наук, доцент
Булычев Всеволод Валериевич

вручено
23.11.2018 г.

Калужский филиал федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» (ФГБОУ ВО КФ МГТУ им. Н.Э. Баумана). Почтовый адрес: 248000, г. Калуга, ул. Баженова, д. 2. Телефон официального оппонента: 8 (4842) 54-77-80, e-mail официального оппонента: k4kf1@rambler.ru

Подпись Булычева В.В. заверяю
Заместитель директора
КФ МГТУ им. Н.Э. Баумана
по учебной работе

О.Л.Перерва