

**МОСКОВСКИЙ  
ПОЛИТЕХ**

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Московский политехнический университет»  
(Московский Политех)

Б. Семёновская ул., д.38, Москва, 107023  
Тел.+7 495 223 05 23, Факс +7 499 785 62 24  
[www.mospolytech.ru](http://www.mospolytech.ru) | E-mail: [mospolytech@mospolytech.ru](mailto:mospolytech@mospolytech.ru)  
ОКПО 04350607, ОГРН 1167746817810,  
ИНН/КПП 7719455553/771901001

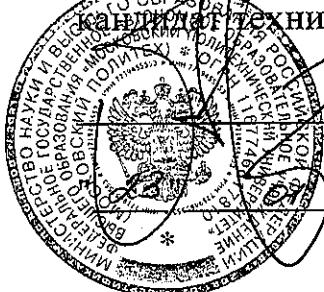
**УТВЕРЖДАЮ**

Проректор по научной работе  
Московского политехнического  
университета,

кандидата технических наук

Наливайко А.Ю.

2024 г.



## **ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ**

федерального государственного автономного образовательного учреждения  
высшего образования «Московский политехнический университет» на  
диссертационную работу

Королева Михаила Сергеевича «Разработка и исследование коррозионностойких  
свинцово-сурьмянистых сплавов, полученных искровым плазменным сплавлением  
диспергированных электроэррозией отходов сплава ССу3», представленную на  
соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1.

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

### **1. Актуальность темы диссертационного исследования**

Актуальность данной работы не вызывает сомнений, действительно в  
настоящее время свинцово-сурьмянистые сплавы широко применяются в различных  
отраслях промышленности, в т.ч. при изготовлении изделий электротехнического  
назначения.

Известно, что одним из существенных недостатков, ограничивающих срок  
эксплуатации изделий из свинцово-сурьмянистых сплавов, является коррозионная  
стойкость, это связано с применением данных сплавов в изделиях предназначенных  
для работы в агрессивных средах, поэтому исследования направленные на  
улучшение такой характеристики как стойкость к коррозии являются актуальными,  
известно что данное свойство обеспечивается составом, структурой и технологией  
изготовления сплава.

Способы изготовления свинцово-сурьмянистых сплавов искровым плазменным сплавлением (ИПС), рассматриваемые в данной работе, на сегодняшний день не обладают достаточной информативной базой, поэтому изучение состава, структуры и свойств новых сплавов, а также воздействия на них технологии изготовления представляет собой научный интерес.

В работе рассматривается возможность переработки выведенных из эксплуатации и некондиционных изделий в металлические мелкодисперсные материалы (МДМ) по средством применения перспективного, с точки зрения металловедения, способа получения МДМ – способ электроэрозионного диспергирования (ЭЭД).

Реновация свинцово-сурьмянистых сплавов, в том числе ССу3, будет способствовать ресурсосбережению, импортозамещению и обеспечению технологического суверенитета РФ.

Актуальность работы подтверждается ее поддержкой в рамках программы стратегического академического лидерства «Приоритет 2030» и «Всероссийского инженерного конкурса», организуемых и финансируемых Минобрнауки РФ.

## **2. Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертационной работе**

Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций не вызывает сомнений, поскольку содержит:

1. Теоретические и технологические решения, позволяющие получать пригодные к промышленному применению новые коррозионностойкие свинцово-сурьмянистые сплавы, изготовленные ИПС мелкодисперсных материалов, полученных ЭЭД металлоотходов свинцово-сурьмянистого сплава ССу3 в жидких диэлектриках.

2. Теоретические и технологические решения, позволяющие получать пригодные к промышленному применению свинцово-сурьмянистые частицы из разрушенного электроэроздией сплава ССу3 в двух рабочих средах (воде дистиллированной и керосине осветительном).

3. Результаты апробации, патентования и внедрения новых коррозионностойких свинцово-сурьмянистых сплавов и технологии их изготовления в образовательный процесс и производство.

Общие выводы по диссертации доказывают положения, выносимые на защиту.

В первом выводе работы автором предложены оптимальные параметры изготовления мелкодисперсных свинцово-сульфидистых сплавов (МДС) искровым плазменным сплавлением МДМ, полученных с помощью электрической эрозии металлоотходов сплава ССу3 в дистиллированной воде (патент на изобретение РФ № 2795311). А также разработаны рекомендации по изготовлению коррозионностойких свинцово-сульфидистых сплавов с такими параметрами сплавления: температура 350 °C, давление 50 МПа и время выдержки 10 мин. из диспергированных электроэроздией частиц сплава ССу3 в керосине осветительном (заявка на изобретение РФ № 2022128109).

Второй вывод работы посвящен разработке способа получения МДМ из аккумуляторного лома для последующего использования изготовленных материалов в производстве коррозионностойких свинцово-сульфидистых сплавов, содержащих частицы Pb, Sb. Способ отличается тем, что полученные МДМ содержат упомянутые частицы, полученные электроэроздией отходов сплава ССу3 в дистиллированной воде (патент на изобретение РФ № 2782593) и в керосине осветительном (патент на изобретение РФ № 2802693).

В третьем выводе работы установлены сравнительные характеристики физико-механических свойств между новыми и промышленно применяемыми свинцово-сульфидистыми сплавами. Указано, что сплав, изготовленный с помощью искрового плазменного сплавления диспергированных электроэроздией МДМ в воде дистиллированной, при температуре 350 °C, давлении 50 МПа и времени выдержки 10 мин. имеет ряд преимуществ относительно промышленного ССу3:

- на 37,3% меньшую пористость;
- на 26 % лучший потенциал к коррозионной стойкости;
- на 40 % меньший размер зерна;
- в 2 раза большую микротвердость;
- на 68 % лучшую электропроводность.

В четвертом выводе работы рассматриваются сравнительные характеристики свинцово-сульфидистых сплавов, изготовленных искровым плазменным сплавлением диспергированных электроэроздией частиц в керосине осветительном и сплавом ССу3, изготовленным промышленным способом, показавшие:

- на 10,8 % меньшую пористость;

- на 11 % лучший потенциал к коррозионной стойкости;
- на 9,8 % меньший размер зерна;
- на 29 % большую микротвердость;
- на 11 % лучшую электропроводность.

Пятый вывод работы представляет собой обобщение практической и теоретической значимости диссертационного исследования. Указано, что разработанные технологии и новые коррозионностойкие сплавы апробированы и внедрены в ряд предприятий Курской области, такие как ООО «Курский Аккумуляторный Завод» и ООО «РУ46». Материалы исследований используются в образовательном процессе ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет» при изучении дисциплины «Теория и технологии новых материалов» (3 курс направления подготовки аспирантов 22.06.01 «Технологии материалов», направленность «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»).

В шестом выводе работы описаны перспективы дальнейшего использования полученных результатов, ими являются широкое применение в промышленности новых коррозионностойких сплавов.

### **3. Научная новизна и достоверность**

Достоверность и обоснованность полученных результатов обеспечиваются принятой методологией исследования, включающей в себя современное исследовательское оборудование и взаимодополняющие методы физического материаловедения, получением 3 патентов на изобретения РФ, а также апробацией основных положений диссертационной работы на международных и всероссийских научных конференциях. Достоверность и обоснованность выносимых на защиту научных положений и выводов подтверждена положительными результатами при их внедрении в образовательный процесс и в производство.

Научная новизна работы состоит в следующем:

1. Получены модели процессов ЭЭД металлоотходов сплава ССу3 в 2-х рабочих жидкостях, устанавливающие корреляционные зависимости дисперсного состава продуктов электродиспергирования сплавов ССу3 от энергетических параметров процесса электродиспергирования (напряжения на электродах, ёмкости разрядных конденсаторов и частоты следования импульсов), и позволяющие обеспечить требуемые для ИПС параметры МДМ.

2. Получены модели процессов ИПС МДМ, изготовленных ЭЭД металлоотходов сплава ССу3 в 2-х рабочих жидкостях, устанавливающие корреляционные зависимости микротвердости новых свинцово-сурьмянистых сплавов от технологических параметров ИПС (температуры, давления и времени выдержки), и позволяющие обеспечить требуемые для практического применения свойства сплава.

3. Установлена зависимость состава, структуры и свойств новых коррозионностойких свинцово-сурьмянистых сплавов от состава, структуры и свойств свинцово-сурьмянистых мелкодисперсных материалов, полученных электродиспергированием отходов сплава ССу3 в воде дистиллированной и керосине осветительном, позволяющая оказывать влияние на их физико-механические свойства.

4. Установлена зависимость между составом, структурой и параметрами коррозионной стойкости новых свинцово-сурьмянистых сплавов. Отмечено, что свинцово-сурьмянистые сплавы из диспергированных электроэроздией частиц сплава ССу3, полученные искровым плазменным сплавлением в условиях быстрого нагрева и малой продолжительности рабочего цикла, обладают более высокой коррозионной стойкостью в сравнении с промышленными, что достигается за счет подавления роста зерна и получения мелкозернистой структуры.

#### **4. Оценка содержания работы**

Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованных источников и приложений. Общий объем работы составляет 239 страниц, в том числе 37 таблиц, 74 рисунка и 7 приложений.

Автореферат диссертации представлен на 24 страницах и включает в себя общую характеристику работы, содержание работы, основные результаты работы и список основных работ, опубликованных автором по теме диссертации.

В первой главе представлен анализ проблемы использования свинцово-сурьмянистых сплавов, описаны состав, структура, свойства и промышленные технологии изготовления данных сплавов.

Во второй главе описаны теоретические и технологические особенности получения мелкодисперсных материалов с помощью метода электроэроздионного

диспергирования. Указаны также и особенности изготовления мелкодисперсных сплавов методом искрового плазменного сплавления.

В третьей главе описаны используемые для получения новых свинцово-сурьмянистых сплавов – материалы, рабочие жидкости, оборудование и методики исследований.

В четвертой главе представлены результаты экспериментальных исследований состава, структуры и свойств МДМ, полученных электродиспергированием металлоотходов свинцово-сурьмянистых сплавов в дистиллиированной воде и осветительном керосине, выполнена оптимизация процесса электродиспергирования металлоотходов.

В пятой главе выполнен анализ результатов исследования новых коррозионностойких свинцово-сурьмянистых сплавов изготовленных искровым плазменным сплавлением МДМ из диспергированных электроэроздией отходов сплава ССу3. В работе выполнена оптимизация процесса получения новых сплавов по критерию микротвердости. Представлен расчет экономической эффективности переработки металлоотходов с целью изготовления решеток аккумуляторных батарей, указаны предполагаемые сферы применения новых сплавов. Выполнена аттестация состава, структуры и свойств с использованием современных взаимодополняющих методов физического материаловедения.

### **Замечания по работе:**

1. В первой главе представлен анализ проблемы использования свинцово-сурьмянистых сплавов, представлены области применения, подробно описаны причины выхода из строя электротехнических изделий, которые эксплуатируются в агрессивных средах. Однако из текста диссертации неясно каковы причины сниженнего ресурса изделий эксплуатирующийся в нейтральных средах, например, при изготовлении шрифтов типографского оборудования. Возможно выход таких изделий из строя не связан с коррозионной стойкостью.

2. Во второй главе описаны теоретические и технологические особенности измельчения металлоотходов электроэроздией и изготовление изделий из полученных частиц искровым плазменным сплавлением, но не отмечена производительность процесса получения мелкодисперсных частиц, и не указана общая длительность цикла переработки.

3. В третьей главе представлены материалы и методики получения мелкодисперсных частиц и новых сплавов на их основе. Представлены расходные материалы и оборудование для проведения исследований, но не обоснован их выбор.

4. В четвертой главе представлены результаты экспериментальных исследований состава, структуры и свойств МДМ, полученных электродиспергированием металлоотходов сплава ССу3 в дистиллированной воде и осветительном керосине, а также выполнена оптимизация процесса электродиспергирования металлоотходов. В тоже время не указано, есть ли влияние процесса выпаривания шихты на состав, структуру и свойства МДМ.

5. В пятой главе представлены результаты получения новых коррозионностойких свинцово-сурьмянистых сплавов искровым плазменным сплавлением шихты из диспергированных электроэррозией отходов сплава ССу3. Помимо того, представлены результаты оптимизации процесса получения новых свинцово-сурьмянистых сплавов по параметру микротвердости и аттестации их состава, структуры и свойств с использованием современных взаимодополняющих методов физического материаловедения, но не обоснован выбор методики исследования коррозионной стойкости. Не понятно почему не использована методика исследования коррозионной стойкости по убыли массы образца, которая является наиболее демонстративной.

Однако, отмеченные недостатки не снижают научной и практической значимости выполненных исследований, а полученные в диссертации результаты соответствуют поставленной цели.

## **5. Заключение**

Структура диссертации и автореферата является полной и законченной. Диссертация охватывает основные вопросы поставленной научной проблемы и соответствует критерию внутреннего единства, что подтверждается последовательностью изложения материала, наличием непротиворечивой методологической платформы, обоснованностью, концептуальностью и взаимосвязью выводов. Содержание автореферата соответствует тексту диссертации.

Требования к публикации основных научных результатов диссертации, предусмотренных пунктами 11 и 13 Положения о присуждении ученых степеней,

выполнены. Материалы диссертации в полном объеме изложены в работах, опубликованных Королевым М.С. Основные научные результаты, опубликованы в 22 работах, в том числе: 3 патентов на изобретения РФ, 10 публикаций в изданиях, рекомендованных ВАК РФ, 1 статья в рецензируемых научных изданиях, входящих в международные реферативные базы данных и системы цитирования Scopus и Web of Science, и 7 статей в сборниках научных конференций. Основные положения диссертационной работы доложены, обсуждены и одобрены на международных и всероссийских научных конференциях. Анализ опубликованных материалов диссертационной работы показывает логическую завершенность решения поставленных актуальных научно-практических задач.

Требования, установленные пунктом 14 Положения о присуждении ученых степеней, соблюдены. В диссертации отсутствуют заимствованные материалы без ссылок на авторов и (или) источников заимствования. В работе отсутствуют материалы научных работ, выполненных соискателем ученой степени в соавторстве, без ссылок на соавторов.

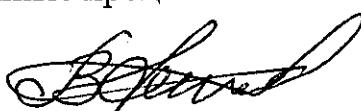
Диссертационная работа «Разработка и исследование коррозионностойких свинцово-сульфидистых сплавов, полученных искровым плазменным сплавлением диспергированных электроэррозией отходов сплава ССу3» по тематике, содержанию и результатам соответствует области исследования по п.3 «Теоретические и экспериментальные исследования влияния структуры на физические, химические, механические, технологические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов», п.8 «Исследование работоспособности металлов и сплавов в различных условиях, выбор и рекомендация наиболее экономичных и надежных металлических материалов для конкретных технических назначений с целью сокращения металлоемкости, увеличения ресурса работы, повышения уровня заданных физических и химических характеристик деталей машин, механизмов, приборов и конструкций» и п.9 «Разработка новых принципов создания сплавов, обладающих заданным комплексом свойств, в том числе для работы в экстремальных условиях» паспорта научной специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Диссертационная работа «Разработка и исследование коррозионностойких свинцово-сульфидистых сплавов, полученных искровым плазменным сплавлением диспергированных электроэррозией отходов сплава ССу3» является самостоятельной, логически завершенной научно-квалификационной работой и

соответствует паспорту научной специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов, а также п. 9...11, 13, 14 «Положение о порядке присуждения учёных степеней» Постановления Правительства РФ № 842 от 24.09.2013 г. (в ред. от 26.10.2023 г.), а ее автор, Королев Михаил Сергеевич, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Отзыв составлен на основании анализа диссертации, автореферата и публикаций Королева Михаила Сергеевича. Отзыв обсужден на заседании кафедры «Материаловедение» Федерального государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Московский политехнический университет» (протокол № 06 от 19.01.2024) и одобрен единогласно.

Заведующий кафедрой «Материаловедение»,  
профессор, доктор технических наук  
(диссертация защищена по специальности  
05.02.10 Сварка, родственные процессы и технологии)



Овчинников Виктор Васильевич

Подпись В.В. Овчинникова удостоверяю.

ДЕЛОПРОИЗВОДИТЕЛЬ  
ПОГОРЕЛОВА А. В.  


Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего образования  
«Московский политехнический университет»  
Почтовый адрес: 107023, г. Москва, ул. Б. Семёновская, д. 38  
Телефон: 8(495) 223-05-23, +7 962 967-55-11; E-mail: [vikov1956@mail.ru](mailto:vikov1956@mail.ru)