

УДК 621.762

DOI: 10.21869/2223-1560-2019-23-2-65-73

Исследование пористости спеченных образцов электроэрозионной порошковой меди

Е. В. Агеева ✉, О. Г. Локтионова, В. В. Куц, Н. М. Хорьякова

ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет», Россия, 305040, Курск, ул. 50 лет Октября, 94

✉ e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Резюме

Введение. Порошковая медь нашла широкое применение в различных областях машиностроения для производства электроконтактных и антифрикционных изделий. Качество спеченных изделий оценивается по плотности и пористости. Одним из основных методов определения пористости сформованных и спеченных изделий является металлографический метод с элементами качественного и количественного анализа геометрии пор.

Свойства спеченных изделий из электроэрозионной порошковой меди до настоящего времени практически не изучены, что не позволяет прогнозировать их свойства и область практического применения.

Целью работы является исследование пористости и распределения пор по размеру спеченных образцов электроэрозионной порошковой меди.

Методы. Для выполнения намеченных исследований использовали отходы электротехнической медной проволоки (ГОСТ 859-2001). В качестве рабочей жидкости – дистиллированную воду. Для получения порошковой меди использовали установку для получения порошков из токопроводящих материалов (патент на изобретение РФ № 2449859). Параметры диспергирования: напряжение 220 В, емкость 45,5 мкФ, частота следования импульсов 100 Гц.

Изостатическое прессование электроэрозионной порошковой меди, полученной в воде, проводили в гидростате «EPSI» CIP 400-200*1000У. Скомпактированные образцы спекали в высокотемпературной печи «Nabertherm» VHT 8/22 в вакууме при температуре 900 °С и 1000 °С в течение 1 часа.

Пористость спеченных образцов электроэрозионной порошковой меди, полученной в воде, определяли металлографическим методом с помощью оптического инвертированного микроскопа OLYMPUS GX51.

Результаты. По результатам проведенных исследований экспериментально установлено, что пористость спеченного при 900 °С образца электроэрозионной порошковой меди равна 5,8 %, пористость спеченного при 1000 °С образца электроэрозионной порошковой меди равна 2,16 %.

Заключение. Полученные экспериментальные данные могут быть использованы при создании ресурсосберегающих процессов обработки металлических сплавов и композиционных материалов.

Ключевые слова: медные отходы; электроэрозионное диспергирование; порошок меди; спекание; пористость спеченных образцов.

Конфликт интересов: Авторы декларируют отсутствие явных и потенциальных конфликтов интересов, связанных с публикацией настоящей статьи.

Для цитирования: Исследование пористости спеченных образцов электроэрозионной порошковой меди / Е. В. Агеева, О. Г. Локтионова, В. В. Куц, Н. М. Хорьякова // Известия Юго-Западного государственного университета. 2019. Т. 23, № 1. С. 65-73. DOI: 10.21869/2223-1560-2019-23-2-65-73.

UDC 621.762

DOI: 10.21869/2223-1560-2019-23-2-65-73

Study of Porosity of Sintered Samples of Electroerosive Powder Copper

Yekaterina V. Ageeva ✉, Oksana G. Loktionova, Vadim V. Kuts,
Natalya M. Khorkova

Southwest State University, 94, 50 Let Oktyabrya str., Kursk, 305040, Russian Federation

✉ e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Abstract

Purpose of research. Powder copper is widely used in various fields of machine engineering for the production of electrical contact and antifriction products. The quality of sintered products is estimated by density and porosity. One of the main methods for determining the porosity of formed and sintered products is a metallographic method with elements of qualitative and quantitative analysis of pore geometry.

The properties of sintered products made of electroerosive copper powder have not been studied up to the present, which makes it impossible to predict their properties and scope of practical application.

The purpose of the work is to study porosity and pore-size distribution of sintered samples of electroerosive copper powder.

Methods. To perform the planned studies, waste of electrical copper wire (GOST 859-2001) was used. As a working fluid distilled water was used. To obtain a powder of copper a unit to produce powders of conductive materials (patent for invention RF № 2449859) was applied. Dispersion parameters were: voltage 220 V, capacity 45.5 μF , pulse repetition rate 100 Hz.

Isostatic pressing of electroerosive copper powder obtained in water was carried out in isostatic press "EPSI" CIP 400-200*1000Y. The compacted samples were sintered in a high-temperature furnace "Nabertherm" VHT 8/22 in vacuum at a temperature of 900 °C and 1000 °C for 1 hour.

The porosity of the sintered samples of electroerosive copper powder obtained in the water was determined by metallography using optical inverted microscope OLYMPUS GX51.

Results. Based on the results of the conducted studies, it was experimentally proved that the porosity of a sintered sample of electroerosive copper powder at 900 °C is 5.8 %, the porosity of a sintered sample of electroerosive copper powder at 1000 °C is 2.16 %.

Conclusion. The obtained experimental data can be used to create resource-saving processes for processing metal alloys and composite materials.

Keywords: copper waste; electroerosion dispersion; copper powder; sintering; porosity of sintered samples.

Conflict of interest: The Authors declare the absence of obvious and potential conflicts of interest related to the publication of this article.

For citation: Ageeva Y. V., Loktionova O. G., Kuts V. V., Khorkova N. M. Study of Porosity of Sintered Samples of Electroerosive Powder Copper. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of the Southwest State University*. 2019; 23(2): 65-73 (In Russ.). DOI: 10.21869/2223-1560-2019-23-2-65-73.

Введение

Порошковая медь нашла широкое применение в различных областях ма-

шиностроения для производства электрореконтактных и антифрикционных из-

делий. Технологический процесс изготовления спеченных изделий начинается с порошковой меди, от метода получения которой зависят величина и форма частиц, насыпная плотность, химический состав, прессуемость, спекаемость [1].

ЭЭД – энергоэффективный процесс, позволяющий получить порошковую медь из отходов, без использования химических реагентов и загрязнения рабочей жидкости и окружающей среды химическими веществами. Свойства образующихся в процессе электроэрозионного диспергирования частиц порошковой меди недостаточно освещены, что не позволяет прогнозировать их гранулометрический, химический, фазовый составы и состояние поверхности [2-16].

Целью работы является исследование пористости и распределения пор по размеру спеченных образцов электроэрозионной порошковой меди.

Материалы и методы решения задачи

Для выполнения намеченных исследований использовали отходы электротехнической медной проволоки (ГОСТ 859-2001). В качестве рабочей жидкости – дистиллированную воду. Для получения порошковой меди использовали установку для получения порошков из токопроводящих материалов (патент на изобретение РФ № 2449859) [17]. Параметры диспергирования: напряжение 220 В, емкость 45,5 мкФ, частота следования импульсов 100 Гц.

Изостатическое прессование электроэрозионной порошковой меди, по-

лученной в воде, проводили в гидростате «EPSI» СР 400-200*1000У. Скомпактированные образцы спекали в высокотемпературной печи «Nabertherm» VHT 8/22 в вакууме при температуре 900 °С и 1000 °С в течение 1 часа.

Пористость спеченных образцов электроэрозионной порошковой меди, полученной в воде, определяли металлографическим методом с помощью оптического инвертированного микроскопа OLYMPUS GX51.

Методика исследования пористости

Подготовленные образцы не имели следов шлифования, полирования или выкрашивания структурных составляющих. Шлиф изготовляли по поперечному сечению (излому) целого изделия или части его площадью $< 2 \text{ см}^2$. ПО «SIAMS Photolab», которым оснащен микроскоп, разработано с учётом специфики применения методов цифровой микроскопии и анализа изображений для металлографического анализа соединений. Цифровое изображение материала в оттенках серого выглядит как набор объектов, обладающих близкими цветовыми, яркостными и морфометрическими признаками. Соответственно, автоматическое выделение измерительной информации связано с неизбежным захватом шумов и помех. Для того чтобы обеспечить достоверность результатов анализа, ПО обладает элементами экспертной системы: в интерактивном режиме оператору предлагается выбрать те из автоматически выделенных

объектов, которые, по его мнению, представляют собой дефекты микроструктуры. Поскольку на контролируемой поверхности могут быть обнаружены как отдельные поры, так и цепочки пор, а также микротрещины, то оператор непрерывным маркером обозначает цепочки пор, а одиночные поры ползучести, и микротрещины обозначает маркером как отдельные участки. Результаты маркирования используются для формирования экспертного заключения и расчёта количественных характеристик микроповреждённости. По результатам накопленной статистики в

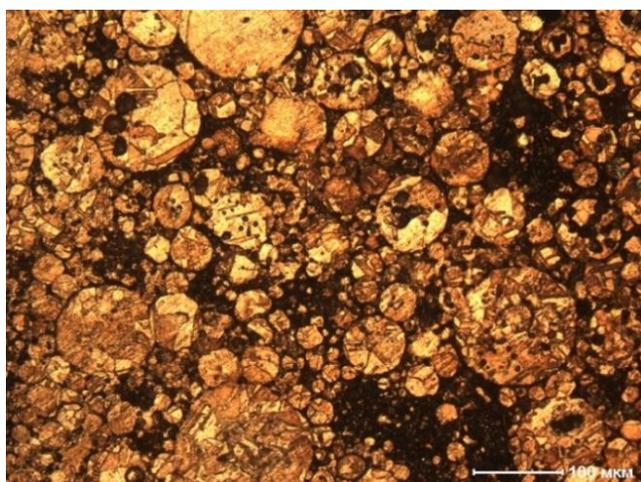
автоматическом режиме создаётся отчёт, который содержит расчётные данные и сведения о контролируемом участке.

Результаты и их обсуждение

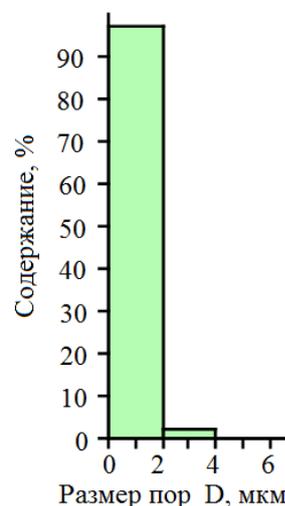
Результаты экспериментальных исследований пористости спеченных при 900 °С и 1000 °С образцов электроэрозионной порошковой меди, полученной в воде, определенной металлографическим методом с помощью инвертированного оптического микроскопа OLYMPUS GX51, приведены на рисунках 1-2 и в таблице.

Пористость спеченных образцов электроэрозионной порошковой меди

$T_{\text{спек}}, ^\circ\text{C}$	Площадь, мкм^2	Пористость, %	$D_{\text{min}}, \text{мкм}$	$D_{\text{max}}, \text{мкм}$	$D_{\text{med}}, \text{мкм}$
900	510075,6	5,8	0,1	6,0	2,1
1000	499722,4	2,16	0,2	4,3	0,6

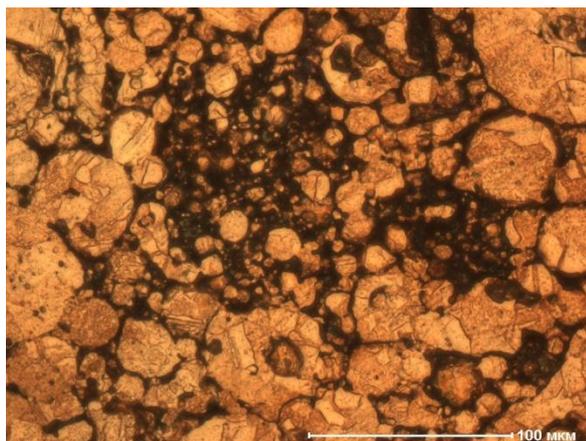


а) Микроструктура (x200)

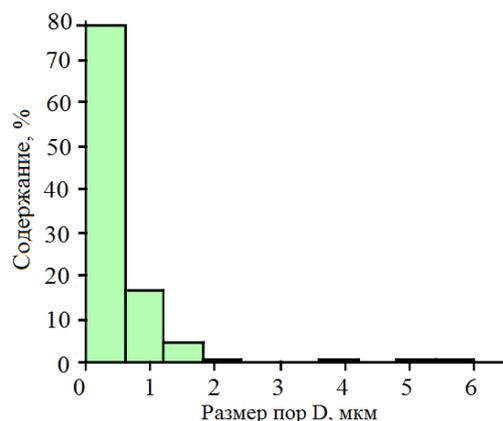


б) Гистограмма распределения пор по размеру (мкм)

Рис. 1. Микроструктура и гистограмма распределения пор по размеру спеченного при 1000 °С образца электроэрозионной порошковой меди



а) Микроструктура (x500)



б) Гистограмма распределения пор по размеру (мкм)

Рис. 2. Микроструктура и гистограмма распределения пор по размеру спеченного при 900 °С образца электроэрозионной порошковой меди

Выводы

По результатам проведенных исследований экспериментально установлено, что пористость спеченного при 900 °С образца электроэрозионной порошковой меди равна 5,8 %, пористость спеченного при 1000 °С образца электроэрозионной порошковой меди равна

2,16 %, что соответствует третьей группе пористости для обоих образцов. Исходя из полученных гистограмм, установлено, что спеченный при 1000 °С образец имеет более узкое распределение пор по размеру и меньший размер пор, по сравнению с образцом, спеченным при 900 °С.

Список литературы

1. Анциферов В.Н. Перспективные порошковые материалы. Пермь: Изд-во Пермского национального исследовательского политехнического университета, 2012. 117 с.
2. Агеев Е.В., Хорьякова Н.М. Повышение срока службы поршневых колец ДВС медными электроэрозионными порошками // Труды ГОСНИТИ. 2017. № 126. С.137-143.
3. Пат. 2599476 Российская Федерация, МПК51 В 22 F 9/14, С 22 В 7/00, В 82 В 3/00. Способ получения медного порошка из отходов / Агеев Е.В., Хорьякова Н.М., Гвоздев А.Е., Агеева Е.В.; заявитель и патентообладатель Юго-Западный гос. ун-т. № 2014135563/13; заяв. 02.09.14; опубл. 10.10.16, Бюл. № 28. 5 с.: ил.
4. Пат. 2597445 Российская Федерация, МПК51 В 22 F 9/14, С 22 В 7/00, С 22 В 15/00, В 82 Y 30/00. Способ получения нанопорошка меди из отходов / Агеев Е.В., Хорьякова Н.М., Гвоздев А.Е., Агеева Е.В., Малюхов В.С.; заявитель и патентообла-

тель Юго-Западный гос. ун-т. № 2014135539/02; заяв. 02.09.14; опубл. 10.09.16, Бюл. № 25. 4 с.: ил.

5. Хорьякова Н.М., Малюхов В.С. Применение медных порошков и зависимость их свойств от размеров частиц // Перспективное развитие науки, техники и технологии: сб. докладов III-й Междунар. науч.-практич. конф.: в 3 т. Курск, 2013. Т. 3. С. 258-362.

6. Агеева Е.В., Хорьякова Н.М., Агеев Е.В. Исследование формы и морфологии электроэрозионных медных порошков, полученных из отходов // Вестник машиностроения. 2014. № 8. С. 73-75.

7. Агеева Е.В., Хорьякова Н.М., Агеев Е.В. Исследование распределения микрочастиц по размерам в порошках, полученных электроэрозионным диспергированием медных отходов // Вестник машиностроения. 2014. № 9. С. 63-65.

8. Рентгеноструктурный анализ порошка, полученного электроэрозионным диспергированием в среде керосина / Е.В. Агеева, Н.М. Хорьякова, Р.А. Латыпов, П.И. Бурак // Международный технико-экономический журнал. 2015. № 2. С 59-65.

9. Агеев Е.В., Хорьякова Н.М., Агеев Е.В. Использование медного электроэрозионного нанопорошка в гальванических покрытиях поршневых колец // Мир транспорта и технологических машин. 2015. № 3 (50). С 24-33.

10. Состав, структура и свойства медного электроэрозионного порошка, полученного в среде керосина / Е.В. Агеева, Н.М. Хорьякова, С.В. Пикалов, Е.В. Агеев // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2015. № 4. С 4-8.

11. Исследования гранулометрического и элементного состава электроэрозионного медно-углеродного порошка, полученного в керосине / Н.М. Хорьякова, Е.В. Агеева, Е.В. Агеев, И.В. Егельский, Д.А. Чумак-Жунь // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2015. № 4 (17). С.18.24.

12. Агеева Е.В., Хорьякова Н.М., Латыпова Г.Р. Определение оптимальных электрических параметров установки электроэрозионного диспергирования для диспергирования медных отходов в воде дистиллированной постановкой факторного эксперимента // Известия Юго-Западного государственного университета. 2016. № 6 (69). С. 28-35.

13. Хорьякова Н.М., Агеев Е.В., Латыпов Р.А. Сравнительная характеристика морфологии и твердости спеченных образцов из электроэрозионного медного порошка и ПМС-1 // Известия Юго-Западного государственного университета. Серия: Техника и технологии. 2017. № 1 (22). С.14-21.

14. Сравнительный рентгеноспектральный микроанализ медного порошка, полученного электроэрозионным диспергированием, и медного порошка ПМС-1 / Р.А. Латыпов, Е.В. Агеев, Е.В. Агеева, Н.М. Хорьякова // ЭлектроМеталлургия. 2017. № 4. С.36-40.

15. Хорьякова Н.М., Малюхов В.С. Морфология и элементный состав медного порошка, полученного методом электроэрозионного диспергирования // *Современные материалы, техника и технология: материалы 3-й Междунар. науч.-прак. конф.: в 3 т. Курск, 2013. Т. 1. С. 388-390.*

16. Хорьякова Н.М., Агеев Е.В. Разработка медных гальванических покрытий для поршневых колец, модифицированных наночастицами электроэрозионной меди // *Альтернативные источники энергии в транспортно-технологическом комплексе: проблемы и перспективы рационального использования. 2015. Т. 2. №. 1. С. 337-339.*

17. Пат. 2449859, Российская Федерация, С2, В22F9/14. Установка для получения нанодисперсных порошков из токопроводящих материалов / Агеев Е.В.; заявитель и патентообладатель Юго-Западный государственный университет. № 2010104316/02; заяв. 08.02.2010; опубл. 10.05.2012. 4 с.

Поступила в редакцию 25.02.2019

Подписана в печать 18.03.2019

Reference

1. Antsiferov V. N. *Perspektivnyye poroshkovye materialy* [Perspective powder materials]. Perm: Publishing house of Perm national research Polytechnic University Publ., 2012, 117 p. (In Russ.).

2. Ageev E. V., Khorjakova N. M. *Povyshenie sroka sluzhby porshnevykh kolets DVS mednymi elektroerozionnymi poroshkami* [Improvement of service life of piston rings of internal combustion engines copper electroerosion powders]. *Trudy GOSNITI = Proceedings of GOSNITI*, 2017, no. 126, pp. 137-143 (In Russ.).

3. Pat. 2599476 Russian Federation, МПК51 В 22 F 9/14, WITH 22 IN 7/00, 3/00, 82 IN. A method of producing copper powder from the waste. Ageev E. V., Khorjakova N. M. Gvozdev E. A., Ageev E. V.; applicant and patentee of the Southwest State University. No. 2014135563/13; stated. 02.09.14; publ. 10.10.16, Byul. no. 28, 5 p.: II.

4. Pat. 2597445 Russian Federation, МПК51 В 22 F 9/14, С 22 b 7/00 С 22 b 15/00, 30/00 82 Y. Method of production of nanopowder of copper from waste. Ageev E. V., Khorjakova N. M. A. E. Gvozdev, E. V. Ageeva, Malahov V. S.; applicant and patentee of the Southwest State University. No. 2014135539/02; stated. 02.09.14; publ. 10.09.16, byl. No. 25. 4 p.: II.

5. Khorjakova N. M., Malahov V. S. Application of copper powders and the dependence of their properties from the particle size. *The Perspective development of science, engineering and technology: collection of reports of III int. science-practical Conf. Kursk, 2013, vol. 3, pp. 258-362 (In Russ.).*

6. Ageeva, E. V. Khorjakova N. M., Ageev E. V. *Issledovanie formy i morfologii elektroerozionnykh mednykh poroshkov, poluchennykh iz otkhodov* [Investigation of the shape and morphology of the EDM copper powders obtained from waste]. *Vestnik mashinostroeniya = Messenger of mechanical engineering*, 2014, no. 8, pp. 73-75 (In Russ.).

7. Ageeva E. V., Khoriakova N.M., Ageev E.V. Issledovanie raspredeleniya mikrochastits po razmeram v poroshkakh, poluchennykh elektroerozionnym dispergировaniem mednykh otkhodov [The Study of the distribution of microparticles by size in powders obtained by electro erosion dispersing of copper waste]. *Vestnik mashinostroeniya = Messenger of mechanical engineering*, 2014, no. 9, pp. 63-65 (In Russ.).

8. Ageeva E.V., Khoriakova N.M., Latypov R.A., Burak P.I. Rentgenostrukturnyi analiz poroshka, poluchennogo elektroerozionnym dispergированием v srede kerosina [X-ray diffraction analysis of the powder obtained electro erosion dispersion in the environment of kerosene]. *Mezhdunarodnyi tekhniko-ekonomicheskii zhurnal = The international technical-economic journal*, 2015, no. 2, pp. 59- 65 (In Russ.).

9. Ageev E.V., Khoriakova N.M., Ageev E.V. Ispol'zovanie mednogo elektroerozionnogo nanoporoshka v gal'vanicheskikh pokrytiyakh porshnevnykh kolets [The Use of EDM copper nanopowder in the galvanic coatings of piston rings]. *Mir transporta i tekhnologicheskikh mashin = World of transport and technological machines*, 2015, no. 3 (50), pp. 24-33 (In Russ.).

10. Ageeva E. V., Khoriakova N.M., Pikalov S.V., Ageev E.V. Sostav, struktura i svoystva mednogo elektroerozionnogo poroshka, poluchennogo v srede kerosina [Composition, structure and properties of copper spark erosion powder obtained in an environment of kerosene]. *Izvestiya Vuzov. Powder metallurgy and functional coatings*, 2015, no. 4, pp. 4-8 (In Russ.).

11. Khoriakova N.M., Ageeva E.V., Ageev E.V., Egelsky I.V., Chumak-Zhun' D.A. Issledovaniya granulometricheskogo i elementnogo sostava elektroerozionnogo mednouglerodnogo poroshka, poluchennogo v kerosine [Studies of granulometric and elemental composition of electrical discharge machining of copper-carbon powder obtained in the kerosene]. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series Engineering and Technologies*. 2015, no. 4 (17), pp. 18.24 (In Russ.).

12. Ageeva E.V., Khoriakova N.M., Latypova G.R. Opredelenie optimal'nykh elektricheskikh parametrov ustanovki elektroerozionnogo dispergированиya dlya dispergированиya mednykh otkhodov v vode distillirovannoi postanovkoi faktornogo eksperimenta [Determination of the optimal electrical parameters of electroerosive dispersion for dispersion of copper waste in water distilled formulation of the factorial experiment]. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta = Proceedings of the Southwest State University*, 2016, no. 6 (69), pp. 28-35 (In Russ.).

13. Khoriakova N.M., Ageev E.V., Latypov R.A. Sravnitel'naya kharakteristika morfologii i tverdosti spechennykh obraztsov iz elektroerozionnogo mednogo poroshka i PMS-1 [Comparative characteristics of the morphology and hardness of sintered samples of EDM copper powder PMS-1]. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnika i tekhnologii = Proceedings of the Southwest State University. Series Engineering and Technologies*, 2017, no. 1 (22), pp. 14-21 (In Russ.).

14. Latypov R.A., Ageev E.V., Ageeva E.V., Khoriakova N.M. Sravnitel'nyi rentgenospektral'nyi mikroanaliz mednogo poroshka, poluchennogo elektroerozionnym dispergированием, i mednogo poroshka PMS-1 [Comparative x-ray microanalysis of the copper powder

obtained EDM dispersion, and copper powder PMS-1]. *ElektroMetallurgiya = Electrometallurgy*, 2017, no. 4, pp. 36-40 (In Russ.).

15. Khorikova N.M., Malahov V.S. The morphology and elemental composition of copper powder, obtained by electroerosion dispersion. Modern materials, equipment and technology. Materials of the 3rd Intern. science.-practical. Conf. Kursk: Southwest State University Publ., 2013, vol.1, pp. 388-390 (In Russ.).

16. Khorikova N. M., Ageev E.V. Razrabotka mednykh gal'vanicheskikh pokrytii dlya porshnevnykh kolets, modifitsirovannykh nanochastitsami elektroerozionnoi medi [Development copper galvanic coatings for piston rings, modified with nanoparticles of copper EDM]. *Al'ternativnye istochniki energii v transportno-tekhnologicheskoi kompleks: problemy i perspektivy ratsional'nogo ispol'zovaniya = Alternative energy sources in the transport-technological complex: problems and prospects of rational use*, 2015, vol. 2, no.1, pp. 337-339 (In Russ.).

17. Pat. 2449859, Russian Federation, C2, B22F9/14. Installation for obtaining nanodisperse powders from conductive materials. Ageev E.V.; applicant and patentee of Southwest State University. No 2010104316/02; stated. 08.02.2010; publ. 10.05.2012. 4 p.

Received 25.02.2019

Accepted 18.03.2019

Информация об авторах / Information about the Authors

Екатерина Владимировна Агеева, кандидат технических наук, доцент, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет», г. Курск, Российская Федерация
e-mail: ageeva-ev@yandex.ru

Yekaterina V. Ageeva, Candidate of Engineering Sciences, Associate Professor, Southwest State University, Kursk, Russian Federation
e-mail: ageev-ev@yandex.ru

Оксана Геннадьевна Локтионова, доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет», г. Курск, Российская Федерация
e-mail: log@swsu.ru

Oksana G. Loktionova, Doctor of Engineering Sciences, Professor, Southwest State University, Kursk, Russian Federation
e-mail: log@swsu.ru

Вадим Васильевич Куц, доктор технических наук, доцент, ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет», г. Курск, Российская Федерация
e-mail: kuc-vadim@yandex.ru

Vadim V. Kuts, Doctor of Engineering Sciences, Associate Professor, Southwest State University, Kursk, Russian Federation
e-mail: kuc-vadim@yandex.ru

Наталья Михайловна Хорьякова, кандидат технических наук, старший преподаватель ФГБОУ ВО «Юго-Западный государственный университет», г. Курск, Российская Федерация
e-mail: 79103114369@yandex.ru

Natalya M. Khorkova, Candidate of Engineering Sciences, Associate Professor, Southwest State University, Kursk, Russian Federation
e-mail: 79103114369@yandex.ru