

ОТЗЫВ

официального оппонента

на диссертационную работу Николаевой Наталии Сергеевны «СИНТЕЗ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ И КОМПОЗИТОВ $Ag/Zn_{1-x}(Al,Ga,In)_xO$ ДЛЯ ЭЛЕКТРОКОНТАКТОВ», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – порошковая металлургия и композиционные материалы

Актуальность темы диссертации

Композиционные материалы серебро-оксид (Ag/CdO , Ag/SnO_2 , Ag/ZnO) – основные материалы коммутирующих электроконтактов в низковольтной аппаратуре. Включения оксидов, помимо дисперсионного упрочнения металлической матрицы, выполняют функцию гашения дуги размыкания, что обеспечивает долговечность и надежность работы электроаппаратов. Функциональные свойства электроконтактного материала зависят, главным образом, от количества, дисперсности и однородности распределения оксидной фазы в композите. Применяемые в настоящее время композиты, содержащие оксид кадмия запрещены к использованию во многих странах мира, а одной из альтернатив оксиду кадмия в составе подобных материалов из-за близости основных физико-химических свойств является оксид цинка. Контактные элементы из композита Ag/ZnO применяют в ограниченном количестве для низких значений тока, где они характеризуются высокой устойчивостью к дуговой эрозии и контактной сварке.

Создание экологически безопасных материалов для электрической аппаратуры и расширение их номенклатуры при сохранении экономически целесообразной технологии производства требует развития новых подходов к проектированию химического и фазового состава композита. Реализация такой задачи основана на понимании всего комплекса физико-химических процессов, сопровождающих получение и эксплуатацию композиционных электроконтактов.

Поэтому диссертация Николаевой Н.С., посвященная исследованию процессов синтеза и исследованию высокодисперсных порошков и композитов $Ag/Zn_{1-x}(Al,Ga,In)_xO$ для электротехнических контактов с использованием метода химического осаждения является важной, а актуальность диссертационного исследования несомненна.

Анализ содержания работы

Рецензируемая диссертация состоит из введения, четырех глав, заключения и списка литературы из 132 наименований. Общий объем диссертации составляет 115 страниц.

Во введении обоснована актуальность исследований, научная и практическая значимость полученных результатов, сформулирована цель работы, изложены основные выносимые на защиту положения, приведена краткая характеристика работы.

Первая глава диссертации посвящена литературному обзору, в котором рассмотрено общее состояние вопроса по разрывным электрическим контактам, требованиям к материалу, составы и свойства. Описаны составы и характеристики типичных композитов Ag/MO . Представлены технологические и физико-химические основы получения

композитов Ag/MO с последующим анализом достоинств и недостатков известных методов получения. Сделан акцент на способы химического осаждения прекурсоров металл-оксидных порошков, рассмотрены современные методы синтеза из растворов дисперсных форм ZnO с контролируемыми размерами и морфологией. Рассмотрены литературные данные о допировании и способы регулирования электропроводности.

Во второй главе рассмотрены методические вопросы получения порошковых смесей $Ag/Zn_{1-x}(Al,Ga,In)_x$ и $Zn_{1-x}(Al,Ga,In)_xO$, процессы получения из синтезированных порошков композитов и керамик с малой остаточной пористостью, методы исследования и характеристики объектов, методики оценки функциональных свойств композитов и керамик.

Третья глава посвящена оценке совместной кристаллизации оксалатов, карбонатов, оксида серебра и гидроксида цинка из растворов, которые являются наиболее подходящими соединениями среди термически нестабильных солей в рамках данной задачи. Сопоставление указанных форм показало, что наиболее целесообразно карбонатное осаждение металлов, при котором первоначально осаждается около 88% серебра в виде карбоната, а остальные 12% выпадают в осадок совместно с карбонатом цинка. В то же время при оксалатном осаждении менее 1% оксалата серебра осаждается вместе с оксалатом цинка, а совместное осаждение гидроксидов в одной системе осложняется обратным переходом гидроксида цинка в раствор, что делает использование данных форм невозможным. Для определения характера протекающих термических превращений, обоснования температурных и временных параметров отжига порошков, были изучены процессы термического разложения смеси и индивидуальных компонентов. Такие эксперименты являются дополнительным методом идентификации продуктов химического синтеза. Выявлено, что термическое разложение Ag_2CO_3 может протекать по разным механизмам (активный, инактивный и смешанный), которые определяются физическими факторами этого гетерогенного процесса.

В четвертой главе, прежде всего изучены процессы консолидации композитов уплотнение и их последующее спекание. В качестве *замечания-пожелания* здесь можно отметить, что автору следовало бы из полученных кривых уплотнения порошковых заготовок определить показатель прессуемости порошков и сравнить с известными в литературе. Далее определена структура и электрические характеристики спеченных материалов.

Наконец в заключении сформулированы основные выводы по работе, заключающиеся в К наиболее значимым результатам работы, имеющим научную новизну, следует отнести такие результаты использования. Предложен способ получения высокодисперсной однородной порошковой смеси для электроконтактных композитов совместным осаждением из растворов. Выявлены основные факторы, влияющие на соосаждение прекурсоров. Установлены параметры обработки соосажденных смесей, лабораторной схемы изготовления композитов с низкой остаточной пористостью. Показано, что допирование оксидной фазы элементами III группы целесообразно для модифицирования функциональных свойств материала, в частности, электропроводность ZnO значительно

возрастает, а эффективность добавок увеличивается в ряду $ZnO \rightarrow Zn_{1-x}Al_xO \rightarrow Zn_{1-x}In_xO \rightarrow Zn_{1-x}Ga_xO$.

Научная ценность результатов исследований состоит в экспериментальном обосновании метода синтеза высокодисперсных порошков и композитов $Ag/Zn_{1-x}(Al,Ga,In)_xO$ с допированной оксидной фазой для электроконтактов и в энергосберегающем методе совмещенного синтеза, при котором допирование оксидной фазы и спекание композита происходит в едином процессе термообработки.

К **практической значимости** работы можно отнести разработку композитов $Ag/Zn_{1-x}(Al,Ga,In)_xO$ для деталей низковольтной аппаратуры и технологические параметры их изготовления, позволяющие управлять микроструктурой, функциональными свойствами и адаптировать готовый материал к условиям службы в конкретных типах электроаппаратов (контакторы, магнитные пускатели, автоматические выключатели, реле) в зависимости от рода и величины рабочего тока, наличия дугогашения, контактного усилия и др. На способ получения высокодисперсной порошковой шихты Ag/ZnO получен патент РФ. Разработанные в работе подходы могут быть применены для создания других материалов данного класса.

Комплексный подход к получению экспериментальных данных в совокупности со сравнением с литературными данными, обусловил **достоверность** результатов, полученных диссертантом.

Замечания по диссертации и автореферату.

1. На многих рисунках отсутствуют доверительные интервалы измеренных значений. Для экспериментальной работы это явный недостаток, поскольку неясен вопрос о достоверности полученных данных.
2. В тексте не отражен вопрос о том, как проводился количественный фазовый анализ по рентгеновским данным.
3. Явно неудачное представление результатов на рис.4.11 (3.6 автореферата): по нашему мнению следовало бы представить рисунок в виде гистограммы, либо по оси «х» найти физический параметр, характеризующий допирующую добавку, например, электроотрицательность или др. Именно поэтому одна точка «выпадает» и автор не в состоянии провести зависимость.
4. Присутствуют ошибки/опечатки, например на стр. 47 указано, что длина волны 0.15405 \AA , хотя на самом деле это – нанометры.

Высказанные замечания не отражаются на общей положительной оценке работы.

Общие выводы по диссертационной работе

Резюмируя, следует констатировать, что диссертационное исследование Николаевой Н.С. хорошо задумано и выполнено на актуальную научную тему, что позволяет квалифицировать ее как решение задачи, имеющей существенное значение для технологии получения высокоэффективных контактов электроаппаратов. Полученные в


работе новые научные результаты имеют, несомненно, научную и практическую ценность и существенно продвигают проблему создания нового класса электрических приборов и оборудования.

Материал хорошо опубликован и доложен на многих конференциях. Основные выводы диссертационной работы соответствуют ее содержанию. Автореферат **соответствует** содержанию диссертации и достаточно полно отражает существо выполненной работы.

Объём и уровень проведённых исследований, научная и практическая значимость полученных результатов дают основание считать, что в диссертационной работе на основании выполненных автором исследований представлены данные, которые можно квалифицировать как **существенный вклад** в комплексный подход по синтезу и исследованию характеристик спеченных порошковых композитов для электроконтакторов.

Она полностью **соответствует** требованиям ВАК России (Положение о порядке присуждения ученых степеней, п. II.9 в части, относящейся к изложению научно обоснованных технических и технологических решений методов получения композитов с особыми свойствами), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор, **Николаева Н.С.**, заслуживает присуждения учёной степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 – порошковая металлургия и композиционные материалы.

Официальный оппонент:
заведующий лабораторией ИФПМ СО РАН,
д.ф.-м.н., профессор


С.Н.Кульков
05.11.2014г.

Подпись С.Н.Кулькова удостоверяю:
ученый секретарь ИФПМ СО РАН,
д.т.н.





В.С.Плешанов

Кульков Сергей Николаевич
заведующий лабораторией Институт физики прочности и материаловедения
Сибирского отделения Российской академии наук
634055 г.Томск, пр.Академический, 2/4
e-mail: kulkov@ispms.tsc.ru. Тел. +7-3822-508898