

## ОТЗЫВ

официального оппонента Прошкина Александра Владимировича на диссертацию Николаевой Наталии Сергеевны на тему "Синтез высокодисперсных порошков и композитов  $\text{Ag/Zn}_{1-x}(\text{Al}, \text{Ga}, \text{In})_x\text{O}$  для электроконтактов" по специальности 05.16.06 – порошковая металлургия и композиционные материалы на соискание учёной степени кандидата технических наук.

**Актуальность темы диссертации** определяется необходимостью повышения надежности работы электротехнического оборудования, имеющего контакторы, магнитные пускатели, автоматические выключатели, реле и т.д. Традиционные методы порошковой металлургии, используемые для синтеза материалов электроконтактной продукции не обеспечивают эффективной «гомогенизации» фазовых составляющих и получения требуемых эксплуатационных свойств для работы при различных величинах и видах рабочего тока, контактных усилий, наличия дугогашения и т.д. Поэтому тема диссертационной работы Николаевой Н.С., направленная на разработку альтернативных методов синтеза металл-оксидных порошковых композиций для электроконтактных материалов, безусловно, актуальна. Цель диссертации, заключающаяся в синтезе высокодисперсных порошков и композитов  $\text{Ag/Zn}_{1-x}(\text{Al}, \text{Ga}, \text{In})_x\text{O}$  для электротехнических контактов, выбрана правильно. Задачи работы логически связаны и отражают последовательные действия от выбора компонентов и определения условий синтеза высокодисперсных порошков до изготовления из них целевых композитов системы  $\text{Ag/Zn}_{1-x}(\text{Al}, \text{Ga}, \text{In})_x\text{O}$  и лабораторного тестирования их функциональных электроконтактных свойств.

**Основная идея диссертации** заключается в «гомогенизации» осаждаемой смеси при совместном осаждении из раствора термически нестабильных соединений.

**Наиболее значимыми результатами диссертации** следует признать:

- методологию синтеза высокодисперсных и однородных порошков и композитов  $\text{Ag/Zn}_{1-x}(\text{Al}, \text{Ga}, \text{In})_x\text{O}$  с допированной оксидной фазой для электроконтактов и методе их совмещенного синтеза, а также в полученных и систематизированных новых экспериментальных данных по синтезу и свойствам порошков и компактных материалов системы  $\text{Ag/ZnO}$ .  $\text{Ag/ZnO}$  для материалов электрических контактов;

- энергосберегающий метод совмещенного синтеза и допирования оксидной фазы в едином процессе термообработки, который отвечает современному мировому тренду экономии энергии;

- результаты исследований свойств допированных керамик  $\text{ZnO}$  и композитов  $\text{Ag/Zn}_{1-x}(\text{Al}, \text{Ga}, \text{In})_x\text{O}$  со стабильным контактным сопротивлением (0,05-0,08 мОм), низким эрозионным износом и высокой стойкостью против сваривания при удельном сопротивлении композита не более 2,5 мкОм·см.

• химический и фазовый состав перспективных для дальнейшей разработки электроконтактных композитов системы  $\text{Ag/ZnO}$  с повышенным уровнем функциональных свойств;

• Разработанный и защищенный патентом РФ способ получения высокодисперсной шихты серебро-оксид цинка для электроконтактов является значимым результатом для последующего внедрения в практику получения электротехнических материалов.

• По совокупности полученных результатов, их обоснованности можно констатировать, что поставленная цель - синтез высокодисперсных порошков и композитов  $\text{Ag/Zn}_{1-x}(\text{Al,Ga,In})_x\text{O}$  для электротехнических контактов, достигнута.

**Новыми научными результатами, полученными автором, являются:**

1. Метод синтеза высокодисперсных порошков и композитов  $\text{Ag/Zn}_{1-x}(\text{Al,Ga,In})_x\text{O}$  с допированной оксидной фазой для электроконтактов.
2. Разработанный энергосберегающий метод совмещенного синтеза, где допирование оксидной фазы и спекание композита происходит в едином процессе термообработки («in-situ»).
3. Полученные новые экспериментальные данные по синтезу и свойствам порошков и компактных материалов системы  $\text{Ag/ZnO}$ .

**Достоверность результатов исследований** обеспечивается удовлетворительной сходимостью полученных результатов с расчетными значениями, а также литературными данными по промышленным материалам, произведенным по другим технологиям. Экспериментальные исследования метрологически обеспечены.

**Структура и объем работы.** Диссертация состоит из введения, литературного обзора, методической части, результатов и их обсуждения, выводов и списка литературы. Работа изложена на 115 страницах печатного текста и содержит 37 рисунков и 9 таблиц, списка литературы из 132 наименований.

**В первом разделе** проведен аналитический обзор литературы, посвященной разрывным электрическим контактам: требования к материалу, составы и свойства. Во второй части представлены технологические и физико-химические основы получения композитов  $\text{Ag/MO}$  с последующим анализом достоинств и недостатков известных методов получения. Сделан акцент на способы химического осаждения прекурсоров металл-оксидных порошков, в этом контексте рассмотрены современные методы синтеза из растворов дисперсных форм  $\text{ZnO}$  с контролируемыми размерами и морфологией. Третья часть аналитического обзора посвящена электропроводящим свойствам допированного  $\text{ZnO}$ : рассмотрены литературные данные о допировании и способы регулирования электропроводности.

**Второй раздел** посвящен методическим вопросам получения порошковых смесей  $\text{Ag/Zn}_{1-x}(\text{Al,Ga,In})_x\text{O}$  и  $\text{Zn}_{1-x}(\text{Al,Ga,In})_x\text{O}$ , рассмотрены процессы получения из синтезированных порошков композитов и керамик с малой остаточной пористостью, методы исследования объектов, а также методики

оценки функциональных свойств композитов и керамик. **В третьем** разделе приводятся результаты теоретической оценки совместной кристаллизации оксалатов, карбонатов, оксида серебра и гидроксида цинка из растворов, которые являются наиболее подходящими соединениями среди термически нестабильных солей в рамках данной задачи. Обоснованы условия осаждения. Изучены процессы термического разложения смеси и индивидуальных компонентов. Выявлено, что термическое разложение  $\text{Ag}_2\text{CO}_3$  протекает по механизму смешанного типа, когда первая ступень разложения (реакция 2.2), задерживается на начальной стадии и частично протекает при более высокой температуре совместно с реакцией 2.3. Показано, что использование при осаждении стабилизаторов положительно сказывается на микроструктуре материала. Установлено, что уменьшение дисперсности шихты положительно влияет на интенсивность усадки прессовок.

Показано, что с ростом температуры увеличивается средний размер частиц  $\text{ZnO}$  и уменьшается формирование связанных скоплений – включения обособляются и меньше изолируют спекающиеся частицы  $\text{Ag}$ , поэтому процесс интенсифицируется. Установлено, что оксидная фаза в композите  $\text{Ag}/\text{ZnO}$ , увеличивая его удельное сопротивление за счет снижения эффективной площади сечения металлической фазы и наличия оксидных межзеренных слоев, не оказывает значительного влияния на механизм проводимости. Добавление  $\text{Al}$ ,  $\text{Ga}$  и  $\text{Cu}$  понижает величину электропроводности на 15-18%, в то время как добавка  $\text{In}$  повышает ее на такую же величину ~15% за счет формирования микроструктурных особенностей материала, поскольку вводимый в систему на этапе соосаждения нитрат индия проявляет поверхностно-активные свойства по отношению к серебру и способствует увеличению дисперсности осаждаемых компонентов.

Испытания электроконтактных материалов на эрозионную стойкость показало, что лучшими электроконтактными характеристиками обладает композит с содержанием около 4%  $\text{ZnO}$ . Этот композит с допированной алюминием, галлием или индием оксидной фазой может быть рекомендован для дальнейшей разработки и совершенствования в качестве материала разрывных контактов для средних токов. Работа завершается заключением, в котором изложены рекомендации и основные результаты работы.

По теме диссертации автором опубликовано 6 статей в российских реферируемых журналах из списка ВАК в которых материалы диссертации отражены достаточно полно. Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации. Основные положения приведенных исследований обсуждались на научных конференциях различного уровня, что свидетельствует о достаточной апробации материалов диссертационной работы. Теоретические положения и практические рекомендации, изложенные в диссертации, могут быть использованы в учебном процессе при подготовке студентов вузов по специальностям 05.16.06 – порошковая металлургия и композиционные материалы.

### Замечания

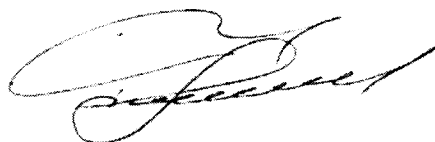
1. Одним из основных замечаний по диссертационной работе Николаевой Н.С. является отсутствие данных о внедрении результатов диссертационного исследования, на каком либо производственном предприятии.
2. Отсутствие в тексте диссертации и автореферате технико-экономических оценок разработанного материала и технологий его применения не позволяет судить о величине энергосбережения.
3. Сформулированные пункты научной новизны не раскрывают особенности разработанных методик и не дают понимания их отличия от ранее существовавших, хотя в тексте диссертации эти отличия обозначены.
4. Неудачен термин «Концентрация тепла», поскольку теплота – это энергия в процессе перехода. Концентрироваться может только энергия

Отмеченные недостатки снижают качество диссертационной работы, однако не влияют на главные теоретические и практические результаты диссертации.

### Общее заключение по диссертации:

Диссертация Николаевой Наталии Сергеевны соответствует специальности 05.16.06 – порошковая металлургия и композиционные материалы, имеет внутреннее единство и является завершённой научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований содержится решение задачи повышения качества электроконтактных материалов за счет развития альтернативных методов синтеза металл-оксидных порошковых композиций с использованием методов физико-химической гомогенизации, имеющей существенное значение для производства электротехнической продукции. Диссертация соответствует требованиям п.9 "Положения о порядке присуждения учёных степеней" постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842, а её автор Николаева Наталия Сергеевна достойна присуждения учёной степени кандидата технических наук.

доктор технических наук,  
профессор, ООО «РУСАЛ  
ИТЦ», лаборатория углеродных  
и футеровочных материалов,  
начальник лаборатории



Прошкин Александр Владимирович

06.11.2014г.

Подлинность подписи рецензента подтверждаю:  
Генеральный директор ООО «РУСАЛ ИТЦ»

Д.Н. Макаров

Почтовый адрес: 660111 Красноярск, Пограничников 37 стр.1  
Тел./факс: 8(391)256-43-88  
E-mail: Proshkindom@yandex.ru

