

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ
«РОСАТОМ»

АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
ВЫСОКОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ИМ. АКАДЕМИКА А.А.БОЧВАРА
(АО «ВНИИНМ»)

Глебова Елена Михайловна

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА АНИЗОТРОПНЫХ МАГНИТНЫХ
ПОРОШКОВ И МАГНИТОПЛАСТОВ ИЗ СПЛАВОВ Nd-Fe-B

Специальность 2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: к.т.н. Моломин Владимир Ильич

Москва – 2022

Общая характеристика работы

Актуальность темы: Редкоземельные магнитотвердые (с высоким значением коэрцитивной силы) материалы системы неодим-железо-бор уже завоевали лидирующее положение по магнитным свойствам среди всех магнитных материалов, а их производство оформилось в отдельную индустрию. Объем рынка постоянных магнитов в России с каждым годом увеличивается (в 2018 году составил 6 998,4 тонн, что эквивалентно 43 904,3 тыс. \$). Объем импорта в Россию в 2018 г составил 42 958, 3 тыс.\$.

Рекордными свойствами среди освоенных промышленностью магнитов обладают спеченные магниты на основе тройного борида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Однако наряду с главным достоинством - высокой магнитной энергией, $(BH)_{\text{max}}$, спеченные магниты обладают высокой хрупкостью, поэтому геометрия этих магнитов ограничена простыми формами. Указанных недостатков лишены магнитопласты, изготавливаемые из магнитотвердого порошка сплава системы Nd-Fe-B на полимерной связке, которые применяются в компьютерной технике, автомобилестроении, радиотехнике, средствах связи и в других отраслях промышленности.

Основными технологиями получения магнитных порошков системы неодим-железо-бор являются: механическое измельчение сплава, водородное диспергирование, методы быстрой закалки из расплавов и комплексная водородная обработка (HDDR-процесс). Последний, является наиболее эффективным для изготовления анизотропных нанокристаллических магнитотвердых порошков для магнитопластов.

Сегодня главным центром производства магнитотвердых магнитных порошков является Китай. В связи с возможностью импортозамещения, с одной стороны, и растущими требованиями к повышению уровня магнитных свойств отечественных производителей магнитов, с другой стороны, проблема совершенствования отечественной технологии получения нанокристаллических магнитных материалов системы неодим-железо-бор является актуальной.

В настоящее время в России производство анизотропных порошков по технологии HDDR-обработки не нашло промышленного применения из-за недостатка информации о влиянии технологических параметров процесса получения магнитного порошка на формирование магнитных свойств и анизотропии.

Цель работы - Разработка технологии получения анизотропных нанокристаллических порошков для магнитопластов с высокими магнитными характеристиками.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие научные задачи:

1) Исследовать влияние параметров HDDR-обработки (температуры, времени выдержки и давления водорода на каждой стадии технологического процесса) на структуру и магнитные свойства получаемых порошков Nd-Fe-B.

2) Исследовать влияние химического состава и условий подготовки исходного слитка на магнитные свойства порошков сплава системы Nd-Fe-B, получаемых методом HDDR-обработки.

3) Изучить и выбрать оптимальные условия низкотемпературной водородной обработки сплавов Nd-Fe-B (температура, давление водорода и время выдержки);

4) Изучить условия нанесения на магнитные порошки защитных покрытий с целью предотвращения коррозии и улучшения технологических и эксплуатационных характеристик порошков.

5) Исследовать процесс производства изделий из анизотропных магнитных порошков.

Научная новизна полученных в работе результатов заключается в следующем:

1) Предложен механизм формирования высококоэрцитивного наноструктурного состояния и анизотропии магнитных свойств в крупных зернах порошков сплава Nd-Fe-B в HDDR-обработке;

2) Разработана конструкция опытной установки для проведения HDDR-обработки с загрузкой до 30 кг.

3) Разработаны конструкция и процесс получения высокоэнергетического анизотропного магнитопласта с применением технологии водородного диспергирования.

4) Разработаны состав и условия нанесения покрытия для антикоррозионной обработки порошков сплавов Nd-Fe-B.

Практическая значимость работы

1) Разработана технология получения нанокристаллических анизотропных магнитных порошков из сплава неодим - железо – бор с высокой анизотропией (выше 80 %) методом высокотемпературной водородной обработки (HDDR-процесс);

2) Совокупность полученных результатов позволила в опытно-промышленном производстве анизотропных нанокристаллических магнитных материалов АО «ВНИИНМ»:

- Повысить качество магнитных порошков до уровня лучших мировых производителей;
- Снизить себестоимость процесса и продукции за счет снижения энергозатрат и времени использования оборудования (по двум операциям как минимум на ~20 – 30 %);

- Существенно уменьшить пожаро-взрывоопасность процесса и исключить образование взрывоопасной смеси при хранении порошка и работе с ним на воздухе;
- Увеличить выход годной продукции до 92 %.

3) Разработана и внедрена технология изготовления анизотропных магнитоластов, а также технологический регламент на процесс их изготовления;

4) Разработан проект технических условий на получение анизотропного магнитного порошка и изготовлена опытная партия;

5) Изготовлена опытная партия магнитоластов для верхних магнитных опор газовых центрифуг;

6) Разработан аппарат для проведения HDDR-обработки, позволяющий увеличить разовую загрузку в 200 раз без ухудшения качества получаемого магнитного порошка;

7) Разработана конструкторская документация на изготовление изделия на основе разработанного материала;

8) Выпущена опытная партия изделий на основе разработанного материала в количестве 100 штук.

Основные положения, выносимые на защиту:

1. Зависимость магнитных свойств гидридных порошков неодим-железо-бор от химического состава, условий подготовки слитка, структуры и параметров процесса гидрирования-дегидрирования.
2. Результаты исследования и особенности взаимодействия системы неодим-железо-бор с водородом при различных температурах на каждой стадии проведения процесса HDDR.
3. Технологические режимы высокотемпературной водородной обработки сплавов системы неодим-железо-бор.
4. Механизм формирования высококоэрцитивного наноструктурного состояния и анизотропия магнитных свойств в зернах крупных порошков сплава неодим-железо-бор при HDDR-обработке.
5. Результаты анализа фазового состава, структуры и размера кристаллитов в анизотропных нанокристаллических магнитотвердых порошках неодим-железо-бор, которые дополняют теорию формирования высококоэрцитивного состояния сплавов неодим-железо-бор и анизотропии при HDDR-обработке.
6. Конструкция опытно-промышленной установки, состоящая из реакционного вакуумного аппарата, в который порошок насыпается на тарелки, установленные одна на другую. Данная схема расположения загрузки позволяет без ухудшения качества магнитного порошка увеличить разовую загрузку до 30 кг и более.

Вклад соискателя: состоит в постановке целей, формулировке задач исследований, выборе теоретических и экспериментальных методов решения поставленных задач, самостоятельном выполнении экспериментальных исследований и/или непосредственном участии в них, обработке, интерпретации и анализе результатов, формулировке выводов и положений. Автор лично участвовал в написании статей и подготовке публикаций докладов, тезисов по теме диссертации.

Апробация работы и публикации

Основные результаты работы доложены на отечественных и международных конференциях:

- 1 Доклад на 60-й научной конференции студентов Московского института стали и сплавов, Москва, 2005;
- 2 Доклад на Российской научной конференции «Материалы ядерной техники «от фундаментальных исследований к инновационным решениям»» МАЯТ-ОФИЭ, г. Туапсе, 2006;
- 3 На Международной конференции «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», Суздаль, 2008.
- 4 Доклады на российской научной конференции «Материалы ядерной техники»;
- 5 Участие в Международном Конкурсе научных работ молодых ученых в области нанотехнологий 2008 г.; Участие в форуме РосНаноТех 2008,
- 6 Доклад на XV Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов»

Участие в конкурсе проектов Правительства Москвы по финансовой и имущественной поддержке развития молодежного предпринимательства для предоставления субсидий на реализацию молодежных предпринимательских проектов.

Автор диссертации призер Бочваровского конкурса АО «ВНИИНМ», г. Москва, 2006 и 2008 гг.

Работа отмечена премией Президента Российской Федерации в области науки и инновации для молодых ученых за 2010 год;

Совокупность результатов проведенных исследований позволяет определить их как научно обоснованное технологическое решение, промышленное внедрение которого вносит существенный вклад в развитие отечественного производства нанокристаллических анизотропных магнитных материалов специального и гражданского назначения.

По теме диссертации опубликованы 5 статей в журналах, рекомендуемых ВАК РФ.

- 1) Е.М. Потапенко (Глебова), В.И. Моломин, Е.Е. Малюков «Изучение процесса получения магнитных порошков из сплава Nd-Fe-B методом водородного диспергирования». Вопросы атомной науки и техники. Материаловедение и новые материалы. – Выпуск 1(72), 2012.-117 с. (ВАК)
- 2) Е.М. Потапенко (Глебова), В.И. Моломин, Е.Е. Малюков «Формирование высококоэрцитивного наноструктурного состояния при водородной обработке сплавов системы Nd-Fe-B» Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. – Выпуск 1(72), 2012.-123 с. (ВАК)
- 3) Е.М. Потапенко (Глебова), В.И. Моломин, Е.Е. Малюков «Изучение методом построения диаграмм давление-температура-состав процесса формирования высококоэрцитивного наноструктурного состояния при водородной обработке сплавов системы Nd-Fe-B» // журнал Перспективные материалы -№2, 2008 – 354 с. (ВАК, Scopus)
- 4) Е.М. Глебова, В.И. Моломин «Изучение коррозионной стойкости нанокристаллических анизотропных порошков сплавов системы Nd-Fe-B, получаемых методом HDDR», Вопросы атомной науки и техники. Серия Материаловедение и новые материалы. – 2021, Выпуск 1 (107), стр. 47-56. (ВАК)
- 5) Е.М. Глебова, В.И. Моломин «Получение анизотропных магнитных порошков системы «неодим-железо-бор» с высокими магнитными свойствами на укрупненной опытной установке», Наноиндустрия. – 2021, том 14, № 6, стр.374-380.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, восьми глав, выводов, списка цитированных источников и двух приложений. Диссертация изложена на 128 страницах, содержит 42 рисунка и 10 таблиц.

Краткое содержание работы

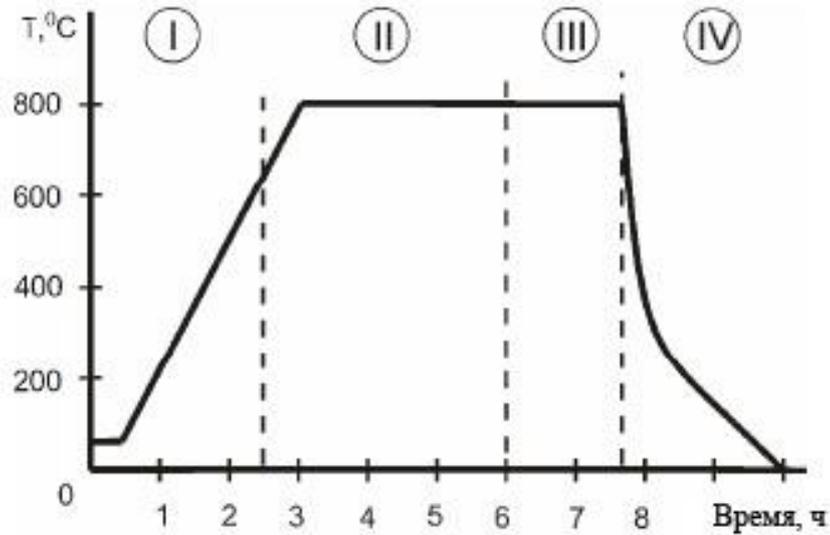
Во введении раскрыта актуальность работы, обоснована цель, основные задачи, сформулированы научная новизна и ее практическая ценность.

В 1 главе представлен обзор научной литературы. Дана сравнительная характеристика основных материалов и технологий получения нанокристаллических сплавов системы неодим-железо-бор для производства постоянных магнитов.

Проведен анализ способов компактирования постоянных магнитов из порошков Nd-Fe-B, сделан вывод, что технология производства магнитов на полимерной связке (магнитопластов) во многих случаях экономически более выгодна, чем технология спекания.

Произведенный анализ магнитных свойств порошковых наполнителей показал, что для производства высококоэрцитивных магнитоластов лучше всего подходят анизотропные порошки Nd-Fe-B, полученные по гидридной технологии (HDDR-обработка) (рисунок 1). Эти

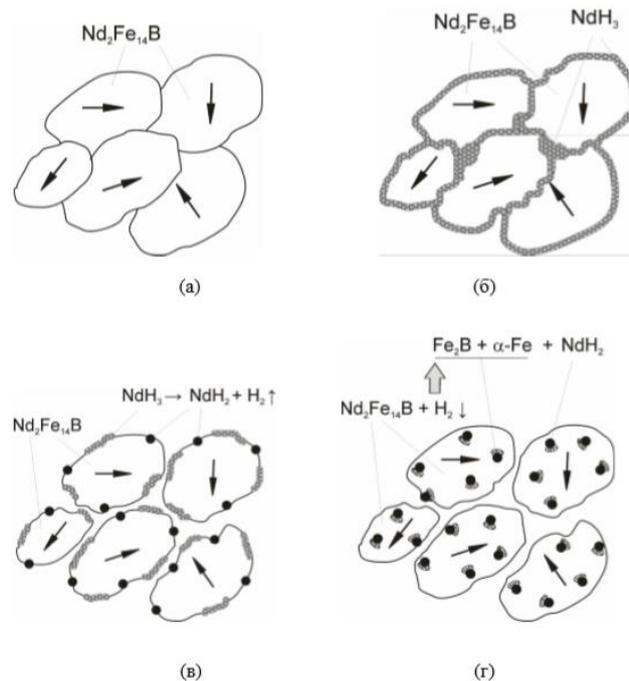
порошки обладают самым высоким (на сегодняшний день) значением магнитной энергии $(BH)_{\max}=42 \text{ МГс}\cdot\text{Э}$.

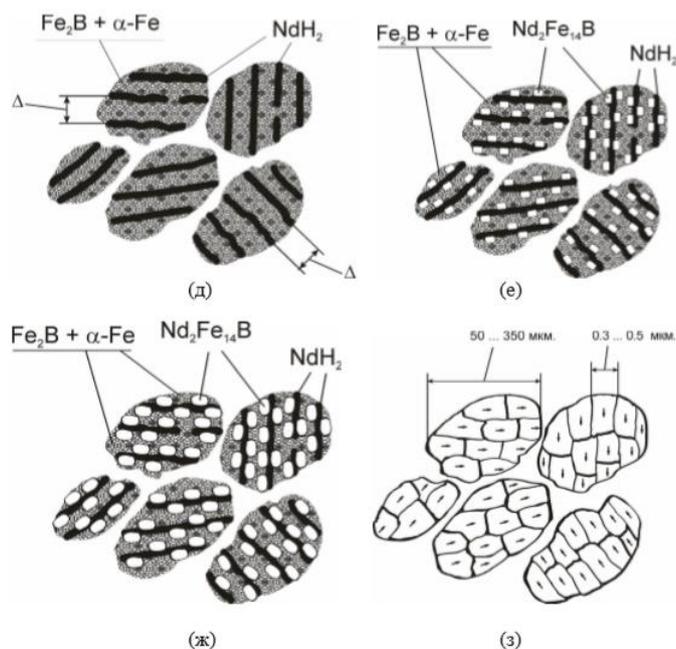


- I – Нагрев в вакууме (или в водороде) до температуры 800-900 $^\circ\text{C}$,
 II – диспропорционирование $P_{\text{H}_2}=750 \text{ мм рт.ст.}$,
 III – медленная рекомбинация при парциальном давлении $P_{\text{H}_2}=75 \text{ мм рт.ст.}$,
 IV – полная десорбция в вакууме.

Рисунок 1 - Схематичное представление HDDR-обработки

Механизм возникновения анизотропии при такой обработке до конца не изучен. Обобщенная схема структурных превращений при HDDR-обработке слитков системы Nd-Fe-B представлена на рисунке 2.





(а) – слиток в исходном состоянии; (б) – гидрирование границ зерен при комнатной температуре; (в) – образование порошка при температуре выше 200°C ; (г) – распад интерметаллида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ (диспропорционирование) при температуре выше 650°C ; (д) – полное диспропорционирование при изотермической выдержке; (е) – начало стадии рекомбинации при 800°C и давлении водорода до 5 кПа; (ж) – продолжение рекомбинации в вакууме при 800°C ; (з) – рекомбинированный материал при комнатной температуре.

Рисунок 2 – Схематичное представление изменений, происходящих со слитком Nd-FeB при HDDR-обработке

Таким образом, в результате высокотемпературной HDDR-обработки из слитка образуется порошок, состоящий из фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, обладающий равноосной мелкозернистой структурой с кристаллографической текстурой и магнитной анизотропией.

Несмотря на достигнутый прогресс за последние 40 лет после открытия группы магнитотвердых материалов в понимании природы формирования высококоэрцитивного состояния, а также совершенствовании технологических процессов, многие вопросы остаются не до конца выясненными. Например, какова роль влияния ряда легирующих элементов (химического состава) и параметров термической и термомеханической обработки на природу высококоэрцитивного состояния, влияние особенностей проведения процесса HDDR-обработки на структуру и магнитные свойства, особенности формирования высококоэрцитивного состояния при обработке водородом сплава Nd-Fe-B и др.

Для успешного освоения технологии получения анизотропных нанокристаллических порошков системы Nd-Fe-B необходимо выяснить причины больших различий условий водородной обработки, наблюдаемые у разных авторов. Для этого в работе были исследованы и объяснены влияние всех параметров процесса (давление водорода, температуры и

продолжительности выдержки) на магнитные свойства сплавов системы Nd-Fe-B и выявлен механизм и кинетика формирования наноструктурного состояния.

Во второй главе описана аппаратура и методика проведения экспериментов.

Выплавку слитков проводили в вакуумной индукционной печи УППФ-3М в атмосфере аргона. Состав сплава Nd-Fe-B указан в таблице 1.

Слитки подвергали гомогенизационному отжигу при температуре 1050 ± 20 °С в течение 25-30 часов в вакуумно-индукционной печи УППФ-3М. После отжига состав сплава контролировали эмиссионно-спектральным анализом на спектрометре SPECTRO CIROS VISION.

Микроструктуру исследовали на световом микроскопе Leica при различных увеличениях x200, x500 и x1000.

Таблица -1 Состав исследуемых сплавов Nd-Fe-B

Сплав	Содержание компонентов, мас. %										
	Nd	Fe	B	Ga	Nb	Al	Ca	Si	Co	Zr	Др.
1	29,50	ост.	1,07	0,47	0,36	0,06	-			-	
2	30,00	ост.	1,08	0,40		0,05	-		8,60	0,12	
3	29,50	ост.	1,04	0,47	0,36		-			-	
4	28,50	ост.	1,08	0,31	0,40	0,13	0,31	0,15		-	0,30
5	34,30	ост.	1,18	-		0,26	-			-	

Описана методика проведения процесса водородной обработки на лабораторной вакуумной установке с кварцевой ампулой.

С целью обоснования выбора технологических режимов, опытные процессы водородной обработки проводили на укрупненной установке.

Магнитные свойства порошков измеряли на выбромагнетометре LDJ с предварительным импульсным намагничиванием.

Компонентный состав сплавов был определен эмиссионно-спектральным методом.

Фазовый состав сплавов в исходном состоянии, на промежуточных этапах его водородной обработки и в рекомбинированном состоянии контролировали методом ядерного гамма резонанса (ЯГР). Запись спектров ЯГР производили на автоматизированном мессбауэровском спектрометре «Полон-2331» фирмы «Метронекс» в режиме постоянных ускорений.

В третьей главе проведено исследование процессов, происходящих при взаимодействии водорода со сплавами системы неодим-железо-бор при температуре ниже 600 °С.

Методом построения диаграмм состав-температура-давление или сокращенно р-Т-с-диаграммы, определены условия фазовых переходов (концентрация, температура, давление

водорода) – данные, с помощью которых был обоснован выбор условий осуществления процесса водородной обработки сплавов или синтеза гидридных материалов.

Данные, полученные с помощью диаграмм р-Т-с, были дополнены рентгеновскими методами исследования, дифференциальным термическим анализом (ДТА) и другими методами.

В системах металл-водород особенно важным является термоперенос. Эта особенность систем металл-водород часто не учитывается при анализе результатов исследований на электронном микроскопе, где электронный пучок является источником локального нагрева.

По результатам проведенных опытов при гидрировании-дегидрировании были построены изотермы равновесного давления водорода над сплавами системы Nd-Fe-V (рисунок 3). Погрешность снятия изотерм составляет $\pm 0,5$ мм рт. ст. Они представляют собой кривые, монотонно возрастающие с увеличением содержания водорода в сплаве, без “плато” и перегибов.

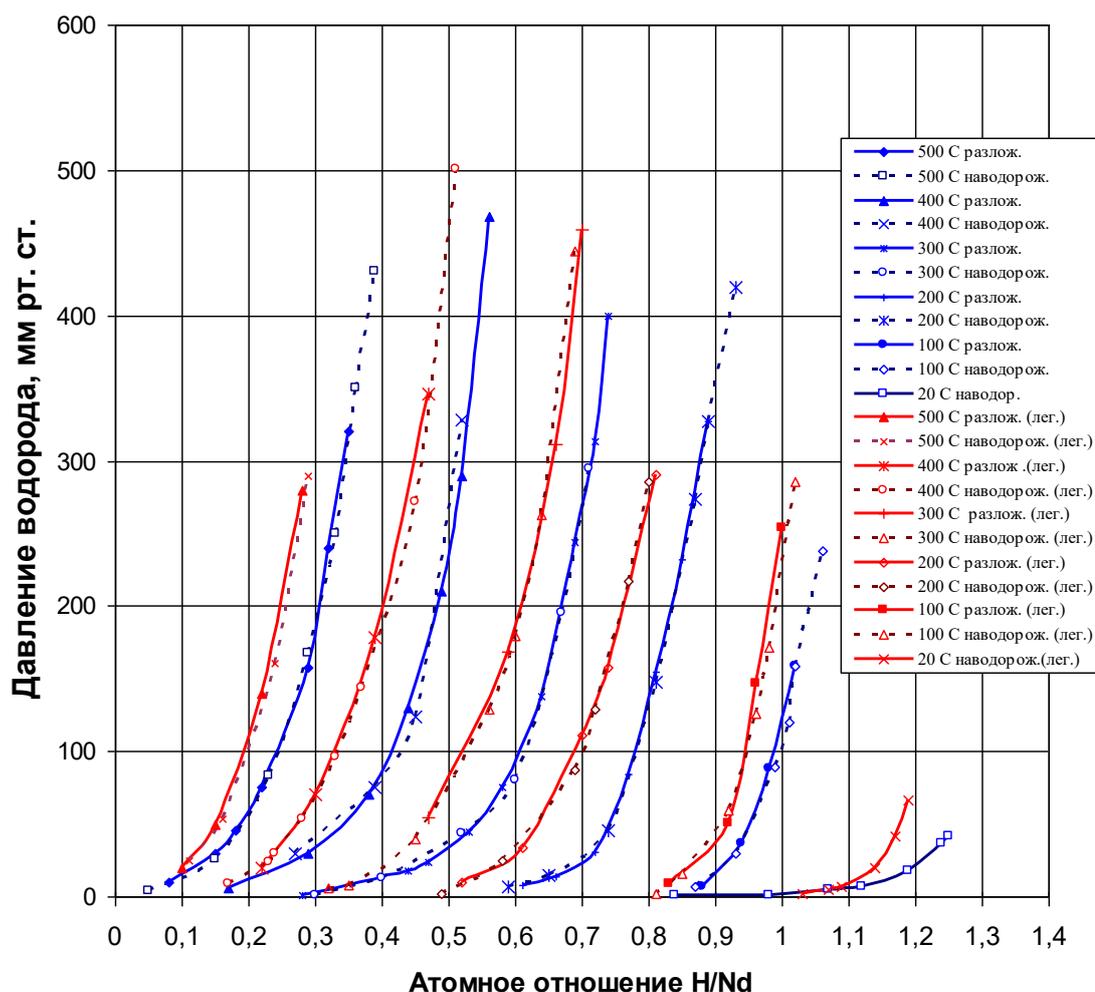


Рисунок 3 - Изотермы равновесного давления водорода над сплавами Nd-Fe-V и Nd-Fe-V-Co

Из рисунка 3 видно, что равновесное давление водорода над легированным сплавом №2 (табл.3) при одинаковой концентрации водорода в сплавах выше, чем равновесное давление водорода над нелегированным сплавом №1 (табл. 3), т.е. изотермы для легированного кобальтом сплава смещаются примерно на $H/Nd \approx 0,1$ в сторону меньших концентраций водорода. Полученные изотермы равновесного давления (без “плато”) в системе NdFeV-водород характерны для образования твердого раствора водорода в сплаве.

Это подтверждают и данные рентгеновского анализа: при сорбции водорода сплавом при температуре ниже $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ происходит увеличение параметров кристаллической решетки интерметаллида $Nd_2Fe_{14}V$ без образования новых фаз: $Nd_2Fe_{14}V + xH_2 \rightarrow Nd_2Fe_{14}VH_x$. Так, например, после внедрения водорода в решетку фазы $Nd_2Fe_{14}VH_x$ параметры кристаллической решетки составляют $a=0,8825\text{ нм}$, $c=1,241\text{ нм}$, тогда как в негидрированном состоянии $a=0,8792\text{ нм}$ и $c=1,219\text{ нм}$.

В области низких температур (до $500\text{ }^{\circ}\text{C}$) гистерезис равновесного давления отсутствует.

Полученные данные показали, что процесс наводороживания может проводиться и при давлении водорода $0,1\text{ МПа}$ (1 атм.) и менее.

В процессе исследования было определено равновесное давление водорода в системе Nd-Fe-V- H_2 при комнатной температуре: оно может достигать 25 мм рт.ст. и выше. Известно, что при таком парциальном давлении водорода смесь водорода с воздухом является взрывоопасной. Поэтому, если в технологическом процессе возможен контакт наводороженного сплава с воздухом, образования такой смеси следует избегать и предельное насыщение водородом необходимо ограничить величиной $H/Nd = 1,1$ и менее, при которой равновесное давление при комнатной температуре составляет не более 3 мм рт. ст. , что существенно ниже нижнего предела воспламенения смесей водород-воздух.

В четвертой главе проведено изучение процессов сорбции и десорбции водорода сплавами системы Nd-Fe-V методом построения диаграмм p-T-c при температурах выше $600\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Установлено, что при взаимодействии водорода со сплавом при температуре $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ равновесие устанавливается не сразу, как в случае низких температур (до $500\text{ }^{\circ}\text{C}$) (рисунок 4).

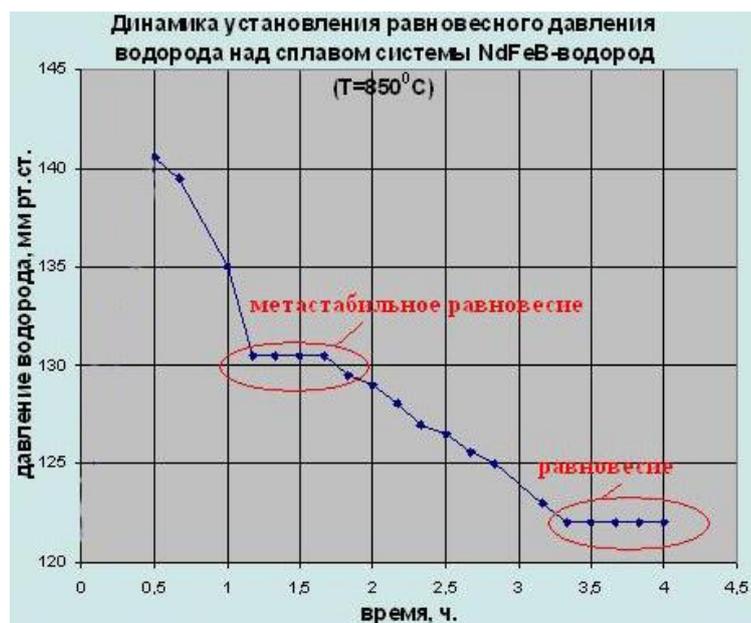


Рисунок 4 – Установление равновесного давления водорода над сплавом системы Nd-Fe-B-H

В процессе выдержки при заданной температуре сначала устанавливается квазиравновесие (через 0,5-1,0 час), при продолжении выдержки метастабильное состояние переходит в стабильное (при выдержке более 2 часов). Наблюдаемое поведение, скорее всего, связано с большим различием в коэффициентах диффузии в сплаве атомов металла и водорода.

На рисунке 5 приведены изотермы равновесного давления водорода над сплавом № 3 (табл.1) системы Nd-Fe-B-водород.

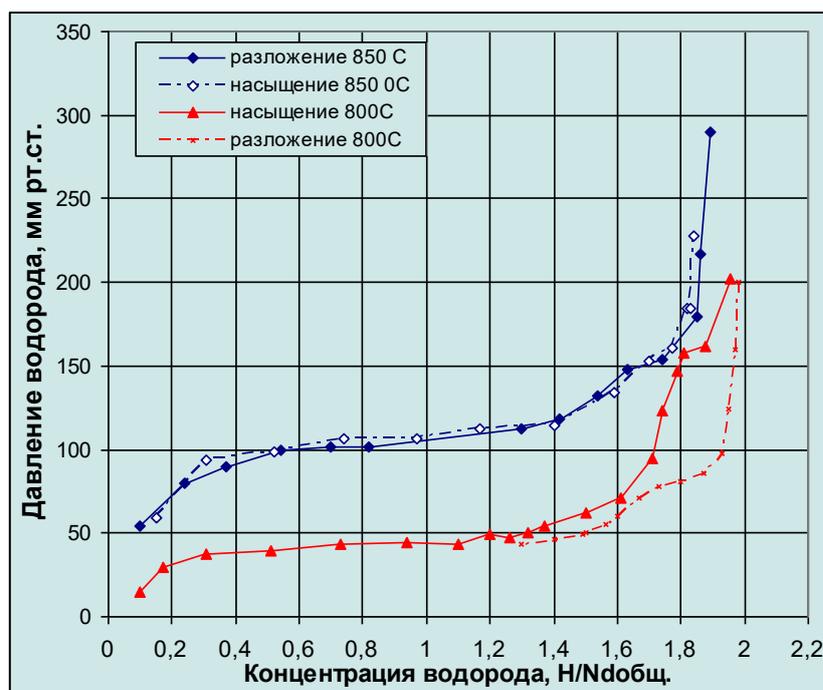


Рисунок 5 - Изотермы равновесного давления водорода над сплавами при температуре 800 и 850 °C

В работе показано, что в системе Nd-Fe-B-водород имеются две области существования твердых растворов: низкотемпературная (рисунок 3) и высокотемпературная (рисунок 5), отличающиеся большой разницей в величинах давления диссоциации и энтальпии образования, рассчитываемой по изохорам Вант-Гоффа.

Энтальпия образования твердого раствора $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_x$ при низких температурах составляет 36,7 кДж/моль, а при высоких температурах 178,8 кДж/моль.

Согласно общепринятому мнению, при температуре выше 600 °С в результате взаимодействия водорода со сплавами Nd-Fe-B (HDDR-процесс) происходит распад (гидрогенолиз) интерметаллида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ по реакции: $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B} + \text{H}_2 \rightarrow \text{NdH}_2 + \text{Fe} + \text{Fe}_2\text{B}$

Наши данные показывают, что механизм процесса взаимодействия водорода со сплавами NdFeB сложнее, чем описывалось ранее: в процессе диспропорционирования почти до предельного насыщения сплава водородом в нем присутствует твердый раствор. При рекомбинации процесс образования $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ проходит также через твердый раствор.

Таким образом, в системе Nd-Fe-B-водород обнаруживается необычная ситуация: две области существования твердых растворов – низкотемпературная и высокотемпературная. Такое обычно бывает при наличии полиморфного превращения вещества, образующего раствор. В нашем случае это явление объясняется полиморфным превращением $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, которое происходит после полного выделения водорода из низкотемпературного твердого раствора при температуре выше 600 °С.

Исследованиями с применением электронной микроскопии и рентгеновскими исследованиями показано, что в закаленном от высокой температуры частично наводороженном сплаве NdFeB нет фазы NdH_2 , а наряду с интерметаллидом $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ присутствует новая интерметаллическая водородосодержащая (NIM) фаза (которая, по нашим данным, является твердым раствором), у которой соотношение Nd:Fe:B такое же как в $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, но параметры кристаллической решетки сильно отличаются от параметров интерметаллида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и параметров низкотемпературного твердого раствора $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_x$:

Новая интерметаллидная (NIM) фаза $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_x$ – $a=0,95$ нм, $c=1,450$ нм; пространственная группа $4/mmm$;

Низкотемпературная фаза (твердый раствор) $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_x$ – $a= 0,8930$ нм, $c=1,2340$ нм; пространственная группа $P4_2/mnm$.

При снятии изотерм с частотой экспериментальных точек $\text{H}/\text{Nd}<0,1$, было установлено, что на восходящем участке изотерм в области высоких концентраций водорода наблюдается еще одна горизонтальная площадка или перегиб (см. рисунок 5), появление которого может быть связано с появлением еще одной новой фазы. Полученные данные согласуются с результатами работы китайских авторов, в которой описано появление такой

фазы (II-фаза) при гидрировании. Образование этой фазы является причиной формирования высококоэрцитивного состояния системы.

В главе 5 приведены результаты исследования фазового состава образцов сплава Nd-Fe-B на разных стадиях его гидрирования и дегидрирования методом ядерного гамма резонанса (ЯГР).

Таблица 2 - Фазовый состав сплава Nd-Fe-B, рассчитанный по спектрам ЯГР, в исходном и гидрированном состояниях и после полной десорбции водорода.

Состояние сплава	Условия водородной обработки		Структурные составляющие, масс. доля %			
	Давление водорода, P _{H₂} , атм.	Температура, T, °C	Nd ₂ Fe ₁₄ B	NdFe ₄ B ₄	α-Fe	Fe ₂ B
Исходное			96,0	3,2	0,8	-
Низкотемпературное гидрирование до состава H/Nd=1,75	0,7 атм	20-150				
Высокотемпературное гидрирование до состава H/Nd=1,0	равновесное для H/Nd=1,0	800-820	70,2	3,8	23,0	1,3
Высокотемпературное гидрирование до состава H/Nd=2,0	0,7 атм.	800-820	40,7	4,3	45,8	8,1
Высокотемпературное гидрирование до состава H/Nd=2,2	3 атм.	800-820	11,7	1,3	71,8	14,8
Десорбция водорода до состава H/Nd=1,0		800-820	69,4	5,2	22,7	2,4
Полная десорбция водорода в вакууме		800-820	93,3	5,3	1,4	-

Данные исследования системы методом построения изотерм р-Т-с и результаты, полученные при исследовании методом ЯГР продуктов реакции интерметаллида Nd₂Fe₁₄B с водородом, указывают на возможность образования при температуре водородной обработки твердого раствора, состоящего из интерметаллида Nd₂Fe₁₄B и продуктов его реакции с водородом. Образовавшийся твердый раствор может быть как равновесным, так и неравновесным. При охлаждении сплава, он, распадается, образуя мелкодисперсные выделения NdH₂ и Fe₂B в α-Fe, что и наблюдают на электронном микроскопе при исследовании диспропорционированного сплава при комнатной температуре.

Следует заметить, что при температуре 750-900 °C (при которой осуществляется HDDR процесс) выделяющееся при гидрировании сплава элементарное железо частично или полностью должно находиться в гамма-фазе, однако, в некоторых работах, посвященных изучению диспропорционированного состояния сплава Nd-Fe-B, влияние фазового перехода

$\gamma\text{Fe} \rightarrow \alpha\text{Fe}$ на формирование структуры, наблюдаемой при исследовании на электронном микроскопе, не обсуждается.

В главе 6 изучен процесс высокотемпературной водородной обработки сплавов Nd-Fe-B. Для выбора оптимальных режимов осуществления HDDR-процесса исследованы влияние всех параметров процесса (температура, давление водорода, продолжительность выдержки на разных стадиях гидрирования) на магнитные свойства порошка на основе сплава Nd-Fe-B.

Влияние условий гидрирования. Определены условия выдержки в водороде при гидрировании, при которых магнитные порошки из сплавов Nd-Fe-B испытанного состава имеют максимум магнитных свойств: температура 850-900 °С и продолжительность выдержки 1,0-2,5 часа. Отмечено, что при такой продолжительности выдержки система еще не достигает равновесия, а по мере приближения к равновесному состоянию все магнитные характеристики резко ухудшаются.

Установлено, что свойства магнитного порошка, полученного методом водородной обработки, очень чувствительны и к перегреву в процессе гидрирования, и к продолжительности выдержки в условиях перегрева. При перегреве до 950 °С на 15 минут максимум коэрцитивной силы полученного порошка составил 12,5 кЭ, а после выдержки при 950 °С в течение одного часа коэрцитивная сила понизилась уже до 2-2,5 кЭ.

Влияние условий десорбции. Установлено, что для каждой температуры существует оптимальная продолжительность выдержки в вакууме, после чего происходит спад магнитных характеристик и тем быстрее, чем выше температура вакуумирования.

В результате проведенных опытов показано, что превышение продолжительности выдержки в вакууме на 10-15 минут от оптимальной при температуре 850 °С и более высокой, уже приводит к значительному снижению величины коэрцитивной силы полученного порошка, а с понижением температуры десорбции водорода оптимальная продолжительность выдержки в вакууме на стадии десорбции водорода увеличивается (рисунок 6). Так, например, если при 850 °С она составляет 50-60 минут, то при 800 °С – 2,0-2,5 часа, а при 750 °С - 3,5-4,0 часа и при 700 °С – более 5,0 часов.

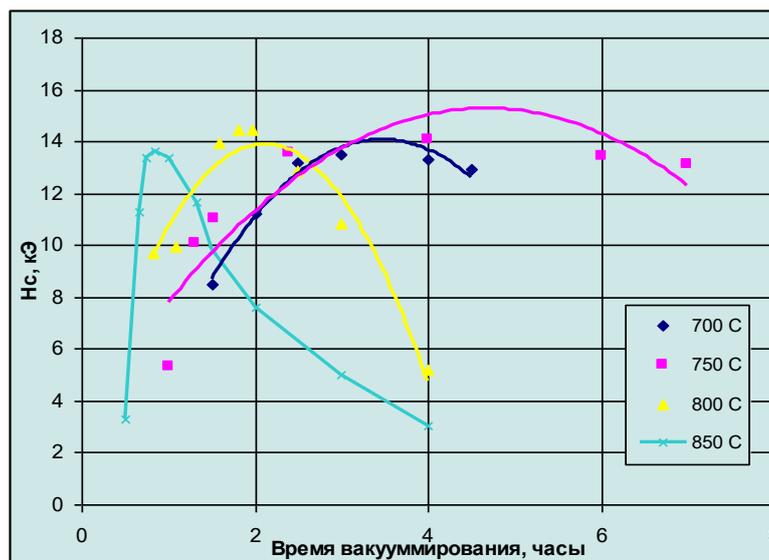


Рисунок 6 – Влияние условий десорбции водорода в вакууме на величину коэрцитивной силы

Установлено, что температуру, при которой осуществляется процесс десорбции водорода при водородной обработке сплава Nd-Fe-B, можно изменять в широких пределах (от 650 °С до 850 °С) без ухудшения свойств полученного магнитного порошка, однако должна быть выдержана оптимальная продолжительность вакууммирования для каждой температуры.

Влияние давления водорода на стадии гидрирования Установлено, что оптимальная величина давления водорода при всех температурах в интервале 750-900 °С составляет 400-600 мм рт.ст. (рисунок 7).

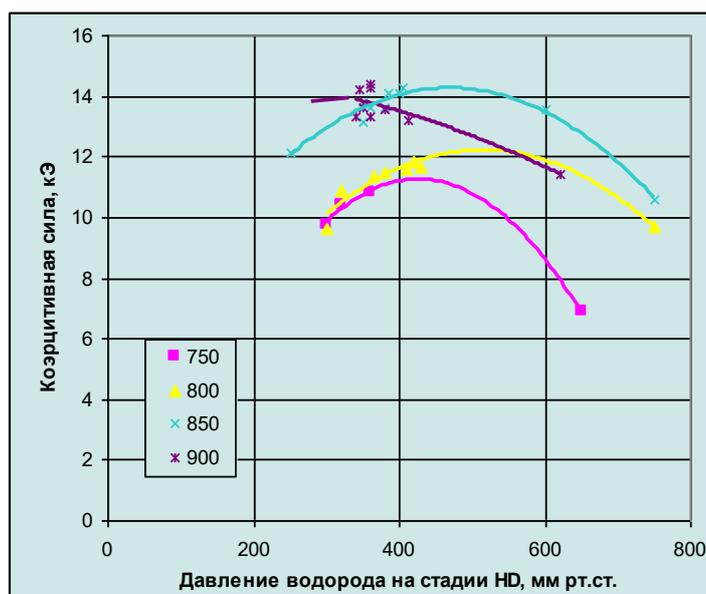


Рисунок 7 – Зависимость коэрцитивной силы от давления водорода и температуры на стадии гидрирования для сплава системы Nd-Fe-B состава №5 (таблица 1)

Спад магнитных характеристик при давлении выше 500 мм рт.ст. трудно объяснить, если не исходить из предложенного в разделе 4 механизма процесса образования и распада твердого раствора.

Наиболее высокие значения коэрцитивной силы были получены при температуре гидрирования 850-900 °С. Выше и ниже указанного интервала температур такие величины коэрцитивной силы уже не достигались.

На рисунке 8 представлены зависимости коэрцитивной силы от давления водорода при температуре на стадии HD 850 °С для легированных сплавов составов №1, 4 таблица 3, для сравнения приведена кривая для нелегированного сплава состава №5 таблица 3.

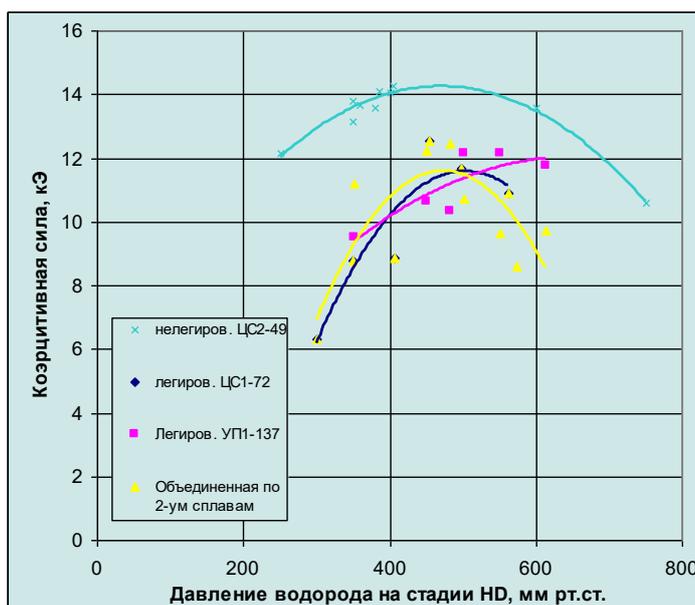


Рисунок 8 – Зависимость величины коэрцитивной силы порошков сплавов, полученных в результате водородной обработки при 850 °С от давления водорода для нелегированного сплава Nd-Fe-B (состав №5) и легированного (состав № 1 и 4) таблица 1

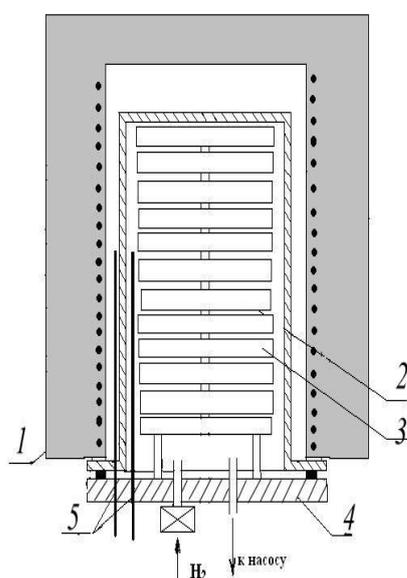
Установлено, что для получения высоких магнитных свойств продолжительность выдержки на стадиях гидрирования и дегидрирования при HDDR-обработке для нелегированного и легированного сплавов при соответствующих температурах совпадают.

Исследования показали, что легированные сплавы наиболее чувствительны к изменению давления водорода на стадии гидрирования, по сравнению с нелегированными, то есть небольшие отклонения давления водорода от оптимальной величины приводят к заметному снижению магнитных характеристик полученного порошка.

Влияние условий гидрирования на характеристики анизотропии. По результатам наших исследований при водородной обработке легированных Ga, Co, Nb и Zr сплавов получают анизотропные магнитные порошки. Отмечено, что на анизотропию магнитных свойств существенное влияние оказывают условия нагрева (температура и атмосфера). Так,

при нагреве в водороде до заданной температуры и дальнейшей выдержке анизотропия магнитных свойств у полученных порошков практически отсутствует, а при нагреве в вакууме (или инертной среде) и подаче водорода при достижении температуры выше $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ анизотропия магнитных свойств достигает 80 и выше процентов. Эту особенность можно объяснить исходя из представления о возможности полиморфного превращения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и образования, и распада твердых растворов.

В главе 7 проведено масштабирование полученной технологии производства магнитных порошков на разработанной полупромышленной укрупненной опытной установке с увеличенной разовой загрузкой до 30 кг и более, по сравнению с лабораторной. Схема установки приведена на рисунке 9.



1 - электрическая печь; 2-корпус автоклава; 3-тарелки;
4 - крышка автоклава; 5-термопары.

Рисунок 9 – Схема укрупненной опытной установки

Для проведения HDDR-процесса на укрупненной установке был принят следующий режим:

1. Нагрев до температуры $800\text{-}830\text{ }^{\circ}\text{C}$ под давлением водорода не более 5-10 кПа (0,05-0,10 атм.) в течение 3-3,5 часов. Водород на этой стадии подается для увеличения скорости нагрева автоклава, т.к. нагрев аппарата в вакууме аппарат занимает длительное время.

2. На второй стадии подача водорода осуществлялась с контролируемой скоростью, при которой давление в аппарате поддерживалось в пределах 0,075-0,09 МПа (для сплава легированного Ga и Nb) или 0,11-0,13 МПа (для сплава легированного Co, Ga и Zr). За счет тепла реакции происходило повышение температуры до $850\text{-}870\text{ }^{\circ}\text{C}$. Если за счет

тепла реакции температура повышалась выше указанных пределов, скорость подачи водорода уменьшали.

3. Выдержку при 850-870 °С при указанном давлении водорода проводили в течение 2,0-2,5 часов.

4. Десорбция водорода при температуре 800 °С осуществлялась в течение 2,0-2,5 часов. Остаточное давление к моменту окончания выдержки в вакууме составляет $(1-2) \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст.

5. Охлаждение реакционного аппарата до 300-400 °С при обдувке воздухом в течение 1-1,5 часа, и далее до комнатной температуры, продолжительность не регламентировалась.

Анализ полученных результатов показал, что при большой разовой загрузке порошка в аппарат десорбцию водорода целесообразно проводить при более низкой температуре 700-750 °С, для которой требуются насосы с существенно меньшей производительностью. В результате оптимальная продолжительность вакуумирования может быть выдержана даже в аппарате, имеющем большую тепловую инерцию, поскольку спад магнитных свойств получаемого порошка из-за превышения оптимальной продолжительности происходит при этих температурах существенно медленнее, чем при 800-850 °С.

Были проведены четыре процесса получения анизотропных порошков на укрупненной установке, магнитные характеристики полученных порошков представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Магнитные свойства порошка, полученного из сплавов Nd-Fe-B состава № 1 и 3

Магнитные характеристики		Без поляризации					С поляризацией				
		1	2	3	4	Ср. знач.	1	2	3	4	Ср. знач.
Остаточная индукция, Вг	кГс	7,51	7,56	7,23	7,4	7,43	12	11,81	11,79	11,45	11,76
	Тл	0,75	0,76	0,72	0,74	0,74	1,2	1,18	1,18	1,14	1,18
Коэрцитивная сила, iH_c	кЭ	9,44	9,81	9,17	9,88	9,58	8,54	9,26	8,4	8,94	8,765
	кА/м	751,6	781	730	786,6	762,7	779,9	737,3	668,8	711,8	697,85
Коэрцитивная сила, bH_c	кЭ	4,92	5,03	4,85	5,23	5,01	6,33	6,63	6,36	6,97	6,57
	кА/м	391,7	400,5	386,2	16,4	398,9	504,0	527,9	506,4	554,9	523,1
Энергетическое произведение, (ВН)max	МГс·Э	9,88	10,14	9,36	10,7	10,02	23,54	24,2	23,48	24,16	23,85
	кДж/м ³	8,6	80,7	74,5	85,2	79,8	187,4	192,6	186,9	192,3	189,85
* в опытах на укрупненной установке использовали порошок, не подвергавшийся отжигу.											

Анализ приведенных в таблице результатов показал, что во всех процессах HDDR-обработки порошка сплава Nd-Fe-B получены высокие воспроизводимые результаты. Магнитные характеристики порошка, полученного в разных процессах, отличаются от среднего значения не более, чем на 5 %. По сравнению со свойствами порошка, полученными на лабораторной установке (с разовой загрузкой в 200 раз меньше), на укрупненной опытной установке был получен порошок, имеющий магнитные свойства не хуже, чем на опытной установке.

Следует отметить, что в опытных процессах на укрупненной опытной установке использовался порошок из неотожженного сплава, поэтому имеется заметный резерв для повышения характеристик магнитного порошка, по сравнению с приведенными свойствами в таблице 3.

В восьмой главе приведены результаты изучения коррозионной стойкости магнитных порошков и защитные покрытия, предотвращающие наводороживание порошков Nd-Fe-B.

Изучение коррозионной стойкости во влажном воздухе при различных температурах (до 200 °С) и длительностью до 600 часов проводилось на легированных и нелегированных сплавах, состав которых приведен в таблице 1.

Установлено, что при комнатной температуре и при температуре 100 °С за время выдержки в течение 600 часов изменение массы порошков составило не более $\pm 0,02$ мг, что соответствует ошибке взвешивания.

При температуре 200 °С при выдержке продолжительностью 100 часов порошок заметно окислился. Легированный Co, Ga и Zr (сплав 3 в таблице 1) привес составил 0,6 мг/г, а порошки нелегированного сплава и сплава, легированного Ga и Nb (сплав 2 в таблице 1) – 1,9 мг/г. По расчету, в соответствии с уравнением реакции $\text{Nd} + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Nd}(\text{OH})_3 + 1,5\text{H}_2$ выделение водорода при этом составило 0,6 и 1,8 см²/г, соответственно.

Проведенные коррозионные исследования показали, что при 100 °С в течение 600 ч снижение коэрцитивной силы и остаточной индукции составляет 3-5 %, а при температуре 200 °С при выдержке в течение 100 ч падение магнитных характеристик составило 30 % от исходного состояния, хотя величина привеса была невелика (0,06 - 0,19 %).

Известно, что причиной такого падения магнитных свойств анизотропных порошков является выделяющийся в результате взаимодействия порошка с влагой воздуха коррозионный водород, частично или полностью поглощаемый порошком. Для уменьшения влияния коррозионных процессов на магнитные характеристики полученных порошков предложено наносились фосфатные покрытия, состав которых представлен в таблице 4.

Таблица 4 – Составы растворов для фосфатирования порошков сплавов Nd-Fe-B

Состав	Компонентный состав									
	H ₃ PO ₄ , г.	H ₃ BO ₃ г.	ZnO, г.	ПАВ, %	MgO, г.	[Na(PO ₃) ₆], г.	Zn(H ₂ PO ₄) ₂ , г.	Zn(NO ₃) ₂ , г.	H ₂ O, мл	Ацетон, мл
1	10,0	-	-	-	-	-	-	-	-	100
2	10,0	-	-	-	-	-	-	-	-	50
3	4,0	0,1	0,1	0,1	-	-	-	-	200	-
4	4,0	0,1	-	0,1	0,1	-	-	-	200	-
5	-	-	-	-	-	0,7	-	-	10	-
6	-	-	-	-	-	-	0,6	0,9	10	-

В процессе проведения опытов было установлено, что уже в результате обработки порошка фосфатными растворами имеют место изменения магнитных характеристик порошков. Причем эти изменения происходят по-разному в зависимости от составов и условий термообработки после фосфатирования.

Результаты наших исследований показали, что термообработку для удаления влаги и газов следует проводить при температуре 150 °С, поскольку после термообработки при более высокой температуре (300 °С) уже заметно ухудшаются магнитные характеристики.

Хотя магнитопласты не используются для работы в водороде, тем не менее, фосфатные покрытия рекомендуется наносить в качестве барьера для предотвращения поглощения порошком коррозионного водорода, образующегося при взаимодействии порошка с влажным воздухом и водорода из окружающей газовой среды.

Известно, что необработанные порошки поглощают водород даже при комнатной температуре (а если порошок пассивирован при выдержке на воздухе, то он начинает быстро поглощать водород при нагреве до 120 °С после выдержки в течение 1-2 часов).

В работе приведены фосфатированные порошки, которые испытывались в среде водорода при температуре от комнатной до 400 °С.

Образцы порошка после фосфатирования при комнатной температуре не поглощали водород в течение 600 часов и более.

В таблицах 5 и 6 приведены результаты опытов по поглощению водорода фосфатированным порошком при нагреве в атмосфере водорода.

Температуры начала интенсивного поглощения водорода фосфатированными магнитными порошками приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Температура начала поглощения водорода фосфатированными порошками

Составы для фосфатирования порошка сплава (из табл.1)	Температура начала поглощения водорода, °С
H_3PO_4 – ацетон (состав1)	400
H_3PO_4 – вода (состав 3)	400
$[Na(PO_3)]_6$ – вода (состав 5)	325

Температура начала поглощения определялась по графику изменения давления водорода с повышением температуры.

За температуру начала поглощения принимали точку, в которой отмечено отклонение графика изменения давления с повышением температуры от линейного на величину в 1 мм рт.ст. Незначительный перегрев (на 10-15 °С) уже приводит к поглощению водорода со скоростью $\sim 2,5 \text{ см}^3/\text{г}\cdot\text{час}$. Даже столь небольшое количество водорода свело к минимуму все магнитные характеристики порошка ($H_B=4,0 \text{ МГс}\cdot\text{Э}$, $B_r=7,0 \text{ кГс}$; $H_c=2,6 \text{ кЭ}$)

В таблице 6 приведены магнитные характеристики фосфатированных порошков после выдержки в водороде при 220 °С в течение 30 часов.

Таблица 6 – Магнитные характеристики фосфатированного порошка сплава состава 1 (таблица 1) после выдержки в водороде при температуре 220 °С в течение 30 часов

Растворы для фосфатирования (из табл.1)	Магнитные характеристики		
	(BH)max, МГс·Э	B_r , кГс	H_c , кЭ
H_3PO_4 – ацетон (состав1)	16,8	10,2	9,0
H_3PO_4 – вода (состав 3)	21,9	11,9	8,5
H_3PO_4 – вода (состав 4)	22,8	12,0	8,5
Порошок в исходном состоянии	23,0	11,2	8,6

Из таблицы 6 видно, что магнитный порошок, обработанный составом 4 имеет наилучшие характеристики после выдержки в водороде в течение 30 часов, практически без потери его магнитных свойств, а обработка в фосфатном растворе, содержащем ацетон, не дает достаточной защиты от наводороживания.

Таким образом, проведенными опытами показано, что фосфатное покрытие защищает порошок и препятствует поглощению водорода вплоть до предельных температур их использования в составе магнитопластов.

В девятой главе описано изучение процесса микрокапсулирования. По результатам проведенных исследований выбраны оптимальные составы органической связки и марки эпоксидной смолы, определен фракционный состав магнитных порошков для получения магнитопластов требуемого качества. Отработан процесс прессования магнитов на полимерной связке для различных составов смесей с массовой долей магнитного порошка от 90 % до 97,5 % (66-88 % об).

Отработан процесс прессования в магнитном поле в интервале давления прессования от 3 до 10 т/см². Установлено, что при приложении усилия прессования в направлении, перпендикулярном магнитному полю, степень поляризации прессовки составила около 80 %. Процесс прессования магнитопласта незначительно изменяет ориентацию частиц предварительно ориентированного порошка. Различие в магнитных свойствах образцов, спрессованных из предварительно ориентированного порошка и с наложением магнитного поля в процессе прессования, составляет 3-5 %.

Определена прочность полимеризованных образцов при испытаниях на сжатие. Она составила от 150 до 400 МПа, в зависимости от состава композиции (прочность полимеризованных образцов эпоксидной смолы, которые были изготовлены в таких же условиях, но без наполнителя, составила 55 МПа).

Исследовано влияние различных режимов полимеризации на магнитные свойства магнитопластов, определены оптимальные режимы полимеризации магнитопластов (атмосфера, температура полимеризации и время выдержки при заданной температуре).

С целью предупреждения появления вредных примесей в составе магнитопластов в процессе их изготовления в работе исследовалось взаимодействие магнитного порошка, отвердителя и эпоксидной смолы с компонентами воздуха.

Внедрение технологии производства анизотропных магнитопластов из HDDR-порошка Nd-Fe-B

Для повышения технологичности процесса производства магнитных подвесов для центрифуг ГЦ-9, нами было предложено заменить спеченные магнитные материалы на высокоэнергетические магнитопласты на основе РЗМ-металлов. Благодаря высоким магнитным свойствам анизотропных нанокристаллических порошков Nd-Fe-B и полимерной основы нам удалось повысить устойчивость к размагничиваемым полям, высоким температурам (до 140 °С) и механическим воздействиям. При этом полученные магнитопласты обладали высоким значением коэрцитивной силы. Из-за наличия полимера уменьшается плотность, но, за счет снижения массы магнита, это компенсируется улучшением магнитных характеристик на единицу объема.

Малый размер частиц HDDR-порошка и их взаимная изоляция полимером приводит к увеличению электрического сопротивления магнитопласта, что ведет к уменьшению потерь на вихревые токи, поэтому нагрев электрических машин сводится к минимуму, при этом возрастает срок службы и динамические характеристики.

Для получения магнитопластов с заданной конфигурацией были изготовлены экспериментальные прессформы (рисунок 10) для литья заготовок под давлением с наложением магнитного поля в 1 Тл, которые обеспечили формирование криволинейной текстуры в магните.



Рисунок 10 – Комбинированная прессформа для литья магнитопластов

В момент впрыска расплавленной композиции в полость формы частицы анизотропного нанокристаллического порошка Nd-Fe-B под действием магнитного поля разворачиваются в расплавленном полимере осями легкого намагничивания параллельно силовым линиям магнитного поля. После застывания полимера, намагниченные частицы порошка сохраняют свою ориентацию, образуя текстуру.

Показатели текучести расплава полимерной композиции проводили по ГОСТ 1645-73 на установке ИИРТ-4.

В ООО НПО «Эрга» были изготовлены экспериментальные магнитные сборки из анизотропного магнитопласта в количестве 27 шт. и поставлены в ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород» (рисунок 11). Массивный магнитопровод был выполнен в виде диска толщиной 4 мм с юбкой такой же толщины диаметром 90 мм.

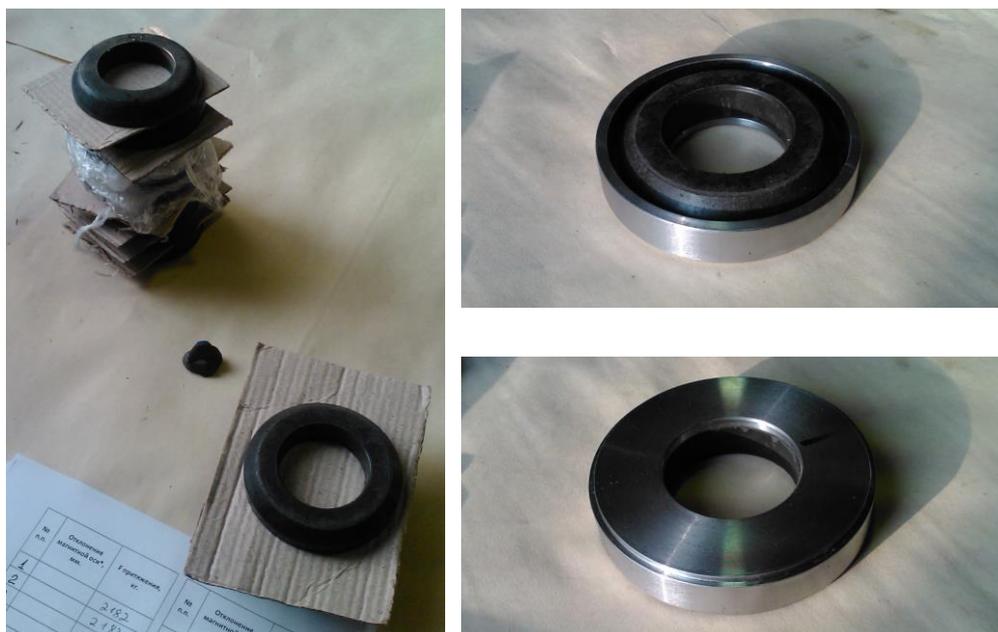


Рисунок 11 – Магниты и магнитные сборки

Проверка магнитов на стендах ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород» показала положительные результаты.

По конструкторской документации изготовлена опытная партия магнитных сборок (рисунок 11) в количестве 100 штук и поставлена для проведения промышленных испытаний в ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород».

Выводы по работе

1 В результате проведенных исследований определены условия водородного насыщения (температура, давление водорода, время выдержки, степень насыщения) и режимы водородной обработки (низкотемпературной и высокотемпературной) сплавов Nd-Fe-B нелегированного и легированного Co, Ga и Zr;

2 Выявлен характер разрушения сплава Nd-Fe-B при низкотемпературном гидрировании. В процессе взаимодействия сплава с водородом происходит отслоение частиц в виде “луковой шелухи”, такое разрушение сплава напоминает разрушение материалов с низкой пластичностью;

3 Изучено влияние отжига сплава на результаты водородного диспергирования. Показано, что отожженный материал диспергируется лучше, чем литой. Доизмельчение гидрированного отожженного сплава происходит более интенсивно, при одинаковой степени насыщения водородом, чем литого, что существенно снижает затраты на доизмельчение;

4 Показано, что характер разрушения сплава при полном и неполном наводороживании (до состава H/Nd =0,25-0,75) практически не изменяется, поэтому в технологических процессах целесообразно ограничить степень насыщения этим пределом. При такой концентрации водорода в сплаве исключается образование взрывоопасной смеси при хранении порошка и работе с ним на воздухе;

5 Определены оптимальные условия комплексной водородной обработки - гидрирование при температуре 850-900 °С и давлении водорода 400-500 мм рт. ст., продолжительность выдержки в водороде 1,5-2,5 часа; десорбция водорода при постоянной откачке диффузионным насосом при температуре 800 °С, продолжительность 2 часа (остаточное давление на момент окончания вакуумирования $1 \cdot 10^{-3}$ мм рт.ст.);

6 Методом изотерм давление-температура-состав изучен фазовый состав материала непосредственно при температурах проведения процесса (в диапазоне 750-900 °С), а также процессы, происходящие со сплавом при водородной обработке. Показано, что процесс диспропорционирования и рекомбинации сплава в результате водородной обработки, который обычно описывают реакцией $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B} + \text{H}_2 \leftrightarrow \text{NdH}_2 + \text{Fe} + \text{Fe}_2\text{B}$

протекает намного сложнее, через стадии образования и распада твердого раствора, с образованием новых фаз;

7 Предложен механизм формирования высококоэрцитивного структурного состояния и анизотропии магнитных свойств в зернах крупных порошков сплава Nd-Fe-B при HDDR-обработке;

8 Определены составы растворов, применяемые для антикоррозионной обработки порошков сплавов Nd-Fe-B, которые не ухудшают магнитные свойства порошков. Выбраны условия термообработки порошков с нанесенным покрытием и определены условия, при которых обработанные порошки являются наиболее устойчивыми к температурным воздействиям;

9 Изучено влияние выдержки в водороде на магнитные характеристики порошков сплавов с фосфатным покрытием и без него. Выбраны условия фосфатной обработки, при которой образуются покрытия, способные защищать магнитный порошок от воздействия водорода вплоть до температуры 400 °С без потери магнитных свойств после охлаждения;

10 Выбранные параметры HDDR-обработки опробованы для получения опытных партий анизотропных порошков на укрупненной установке с разовой загрузкой 30 и более кг. Проведено четыре процесса получения анизотропных порошков на разработанной установке, получены высокие воспроизводимые результаты. Магнитные характеристики полученного порошка отличаются от среднего значения не более чем на 5 %, по сравнению с порошками, полученными на лабораторной установке (с разовой загрузкой в 200 раз меньшей);

11 Обоснованы технологические режимы изготовления постоянных магнитов на полимерной связке, которые внедрены для производства опытных партий магнитоластов на установках АО «ВНИИНМ»;

12 Разработан технологический регламент на процесс изготовления магнитоластов и получена опытная партия магнитоластов на установках АО «ВНИИНМ»;

13 Поставлена опытная партия магнитных сборок для верхней магнитной опоры газовой центрифуги с магнитопроводом в количестве 100 шт. и поставлена для проведения промышленных испытаний в ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород».