

УТВЕРЖДАЮ:

Проректор по научной работе
и цифровому развитию

Федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего
образования «Владимирский государственный
университет имени Александра Григорьевича и
Николая Григорьевича Столетовых» (ВлГУ)

д.ф.м.н., доцент



Алексей Олегович
Кучерик

05 2022 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых» на диссертационную работу Е.М. Глебовой на тему Разработка технологии производства анизотропных магнитных порошков и магнитопластов на основе сплава системы неодим-железо-бор», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Рекордными свойствами среди освоенных промышленностью магнитов обладают спеченные магниты на основе тройного бориды $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Однако наряду с главным достоинством - высокой магнитной энергией, (далее - $(\text{BH})_{\text{max}}$), имеются и недостатки: спеченные магниты хрупкие, геометрия этих магнитов ограничена простыми формами, требуется сложная технология изготовления. Указанных недостатков лишены магнитопласты, изготавливаемые из магнитотвердого (с высоким значением коэрцитивной силы (далее - H_c), порошка сплава системы Nd-Fe-B на полимерной связке.

Наиболее эффективным методом производства анизотропных нанокристаллических магнитотвердых порошков для магнитопластов

является метод комплексной водородной обработки (далее - HDDR-процесс). Эта технология в отечественном производстве достаточно слабо развита из-за недостатка информации о влиянии технологических параметров процесса на магнитные свойства и анизотропию. Поэтому тема работы Глебовой Е.М. является актуальной и не вызывает сомнений.

Глава 1 посвящена обзору научной литературы. Дана сравнительная характеристика основных материалов и технологий получения нанокристаллических сплавов системы неодим-железо-бор для производства постоянных магнитов.

Выявлен ряд вопросов, который нуждается в проработке. Например, какова причина существенных различий условий водородной обработки, описанных у разных авторов. Для ответа на этот вопрос в работе были исследованы и объяснены влияния всех параметров процесса (давление водорода, температура и продолжительность выдержки) на магнитные свойства сплавов системы Nd-Fe-B, выявлен механизм и кинетика формирования наноструктурного состояния.

В главе 2 описана аппаратура и методика проведения экспериментов. Для исследований были выплавлены слитки сплавов системы Nd-Fe-B разного химического состава (нелегированные и легированные).

Магнитные свойства порошков измеряли на вибромагнетометре 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 температурах ниже 600 °С.

Методом построения диаграмм состав-температура-давление или

сокращенно р-Т-с-диаграммы, определены условия фазовых переходов (концентрация, температура, давление водорода (далее - диаграммы р-Т-с)) – 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. Полученные изотермы равновесного давления без “плато” в системе NdFeB-водород характерны для образования твердого раствора водорода в сплаве.

Это подтверждается также данными рентгеновского анализа: при сорбции водорода сплавом при температуре ниже 600 °С происходит увеличение параметров кристаллической решетки интерметаллида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ без образования новых фаз: $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B} + x\text{H}_2 \rightarrow \text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_x$. Так, например, после внедрения водорода в решетку фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{BH}_x$ параметры кристаллической решетки составляют $a=0,8825$ нм, $c=1,241$ нм, тогда как в негидрированном состоянии $a=0,8792$ нм и $c=1,219$ нм.

В четвертой главе проведено изучение процессов сорбции и десорбции водорода сплавами системы Nd-Fe-B методом построения диаграмм р-Т-с при температурах выше 600 °С.

Установлено, что при взаимодействии водорода со сплавом при температуре 850 °С равновесие устанавливается не сразу, как в случае более низких температур (до 500 °С): 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.

В работе показано, что в системе Nd-Fe-B-водород имеются две области существования твердых растворов: низкотемпературная и высокотемпературная, отличающиеся большой разницей в величинах давления диссоциации и энтальпии образования (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 интерметаллида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ по реакции: $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B} + \text{H}_2 \rightarrow \text{NdH}_2 + \text{Fe} + \text{Fe}_2\text{B}$

Автором показано, что механизм процесса взаимодействия водорода со сплавами NdFeB происходит 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.

Этот факт подтверждается исследованиями с применением электронной микроскопии и рентгеновскими исследованиями.

Глебовой Е.М. предложен механизм формирования высококоэрцитивного состояния системы Nd-Fe-B в зернах крупных порошков сплава Nd-Fe-B при HDDR-обработке.

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).

Данные исследования системы методом построения изотерм p-T-с и результаты, полученные при исследовании методом ЯГР продуктов реакции интерметаллида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ с водородом, указывают на возможность образования при температуре водородной обработки 750-900 °C твердого раствора, состоящего из интерметаллида $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и продуктов его реакции с водородом. При охлаждении сплава, он распадается, образуя мелкодисперсные выделения NdH_2 и Fe_2B в $\alpha\text{-Fe}$, что и наблюдают на электронном микроскопе при исследовании диспропорционированного сплава при комнатной температуре.

Следует заметить, что при температуре процесса 750-900 °C 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 и выбраны оптимальные условия процесса. Для выбора оптимальных режимов осуществления HDDR-процесса исследовано влияние всех параметров процесса (температура, давление водорода, продолжительность выдержки на разных стадиях гидрирования) на магнитные свойства порошка на основе сплава Nd-Fe-B.

В главе 7 проведено масштабирование полученной технологии производства магнитных порошков на разработанной опытно-промышленной укрупненной опытной установке с увеличенной разовой загрузкой до 30 кг и более.

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).

В главе 8 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 °C) и длительностью до 600 часов проводилось на легированных и нелегированных сплавах.

По результатам проведенных работ определены составы растворов, применяемые для антикоррозионной обработки порошков сплавов Nd-Fe-B, которые не ухудшают магнитные свойства порошков и магнитопластов из этих порошков. Выбраны условия термообработки порошков с нанесенным покрытием и определены условия, при которых обработанные порошки являются наиболее устойчивыми к температурным воздействиям.

В девятой главе описано изучение процесса микрокапсулирования порошков. 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). Исследовано влияние различных режимов полимеризации на магнитные свойства магнитопластов, определены оптимальные режимы полимеризации магнитопластов (атмосфера, температура полимеризации и время выдержки при заданной температуре).

Разработанные в ходе выполнения диссертационной работы технологии изготовления анизотропных магнитопластов из HDDR-порошка Nd-Fe-B внедрены в производство.

Для повышения технологичности процесса производства магнитных подвесов для центрифуг ГЦ-9 автором было предложено заменить

магнитные подвесы на базе спечённых постоянных магнитов на высокоэнергетические магнитопласты на основе РЗМ-металлов. Благодаря анизотропии нанокристаллических порошков Nd-Fe-B удалось повысить устойчивость к размагничивающим полям, высоким температурам (до 140 °С) и механическим воздействиям. Следует отметить, что снижение плотности изделия при использовании магнитопласта, удалось компенсировать улучшением удельных 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.

Совместно с ООО НПО «Эрга» были изготовлены экспериментальные магнитные сборки из анизотропного магнитопласта в количестве 27 шт. и поставлены в ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород». Проверка магнитов на стендах показала положительные результаты. По результатам работы изготовлена опытная партия магнитных сборок в количестве 100 штук и поставлена для проведения промышленных испытаний в ЗАО «ОКБ-Нижний Новгород».

Практическая значимость диссертации подтверждается результатами внедрения разработанной технологии в опытно-промышленном производстве

ООО НПО «Эрга».

В качестве замечания можно отметить излишне частое употребление в тексте диссертации слова «оптимальный», хотя математическая задача по поиску оптимума в работе не решалась. Без решения такой задачи применение этого слова неправомерно.

Данное замечание не снижает общего положительного впечатления от диссертации не затрагивает её основные положения и выводы.

Диссертация Е.М. Глебовой соответствует требованиям «Положения о присуждении ученых степеней», а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

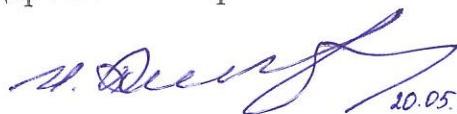
Отзыв обсужден и утвержден на заседании кафедры «Технология машиностроения» ВлГУ от «20» мая 2022 года, протокол № 8.

Отзыв подготовили:

Доктор технических наук, профессор,
заведующий кафедрой «Технология машиностроения» ВлГУ,
заслуженный деятель науки РФ, почетный работник высшего
профессионального образования


20.05.2022 г.
Морозов Валентин Васильевич
Доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры «Технология машиностроения» ВлГУ,
лауреат Государственной премии РФ

ПОДПИСЬ ЗАВЕРЖЕНО
УЧ. СЕКРЕТАРЬ ВЛГУ
КОШКОВА Т. Г.


20.05.2022 г.

Беляев Игорь Васильевич

Наименование организации в соответствии с уставом: федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых» (ВлГУ).

Адрес: 600000, Россия, Владимирская обл., г. Владимир, ул. Горького, д. 87.

Тел.: (4922) 53-25-75, 47-97-37, 33-13-91

Адрес эл. почты: oid@vlsu.ru.