



МИНИСТЕРСТВО ОБОРОНЫ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
(МИНОБОРОНЫ РОССИИ)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
КАЗЕННОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
12 ЦЕНТРАЛЬНЫЙ
НАУЧНО - ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ
МИНИСТЕРСТВА ОБОРОНЫ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

141307, Московская обл., г. Сергиев Посад,
ул. Весенняя, д. 2Б,
тел. 4965523204, e-mail fgu12tsnii@mail.ru

УТВЕРЖДАЮ
Начальник федерального
государственного казённого
учреждения
«12 Центральный научно-
исследовательский институт»

Министерства обороны
Российской Федерации
доктор технических наук



В.Чипко

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Глебовой Елены Михайловны
на тему: «Разработка технологии производства анизотропных магнитных порошков
и магнитоластов из сплавов Nd-Fe-B»,
представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук
по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и
сплавов»

Редкоземельные магнитотвердые (с высоким значением коэрцитивной силы) материалы по своим свойствам лидируют среди всех магнитных материалов. Однако производство анизотропных порошков не нашло промышленного применения из-за недостатка информации о влиянии технологических параметров процесса получения магнитного порошка на формирование магнитных свойств и анизотропии. Диссертация Глебовой Е.М. лежит в русле решения **актуальной** проблемы совершенствования отечественной технологии получения нанокристаллических магнитных материалов системы неодим-железо-бор методом механического измельчения сплава, водородного диспергирования, быстрой закалки и комплексной водородной обработки (HDDR-обработка).

Целью работы являлась разработка технологии получения анизотропных нанокристаллических порошков для магнитоластов с высокими магнитными характеристиками.

Для достижения поставленной цели диссертант поставил перед собой следующие **научные задачи**:

1) Исследовать влияние температуры, времени выдержки и давления водорода (параметров HDDR-обработки) на структуру и магнитные свойства сплава Nd-Fe-B.

2) Изучить влияние химического состава и условия подготовки исходного порошка на магнитные свойства сплава Nd-Fe-B.

3) Выбрать оптимальные условия низкотемпературной HDDR-обработки.

4) Определить условия нанесения на магнитные порошки защитных покрытий, предотвращающие коррозии и улучшающие технологические и эксплуатационные характеристики порошков.

5) Разработать технологию изготовления промышленных изделий из анизотропных магнитных порошков.

Основные результаты диссертационной работы.

В работе исследованы 5 образцов на основе сплава Nd-Fe-B, легированные различными элементами. 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 (водородные соединения металлов и неметаллов). По построенным изотермам равновесного давления водорода над сплавами системы Nd-Fe-B установлено, что равновесное давление водорода над легированным сплавом при одинаковой концентрации водорода в сплавах выше, чем равновесное давление водорода над нелегированным сплавом. Например, изотермы для легированного кобальтом сплава смещаются примерно на $H/Nd \approx 0,1$ в сторону меньших концентраций водорода.

Найдено предельное насыщение водородом (атомное отношение $H/Nd = 1,1$ и менее) при котором равновесное давление при комнатной температуре составляет не более 400 Па (3 мм рт. ст.), что существенно ниже нижнего предела воспламенения смесей водород-воздух (равновесное давление водорода в системе Nd-Fe-B- H_2 при комнатной температуре $\sim 3,3$ кПа (25 мм рт.ст. и выше).

В работе 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.

Экспериментально 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 работе установлено, что оптимальная величина давления водорода на стадии гидрирования (реакция образования нестойких поверхностных гидридов) при всех температурах в интервале 750-900°C составляет 53-80 кПа (400-600 мм рт. ст.) где коэрцитивная сила сплава максимальна $(0,88-1,11) \cdot 10^6$ А/м или (11-14 кЭ), причём

легированные сплавы наиболее чувствительны к изменению давления водорода на стадии гидрирования по сравнению с нелегированными.

Автором определено, что при водородной обработке легированных элементами Ga, Co, Nb и Zr сплавов получают анизотропные магнитные порошки, но очень чувствительные к условиям нагрева. Так, при нагреве в водородной среде до заданной температуры и дальнейшей выдержке анизотропия магнитных свойств исчезает, а при нагреве в вакууме (или инертной среде) и подаче водорода при достижении температуры выше 800°C анизотропия магнитных свойств сохраняется на уровне 80 и более процентов.

В ходе работы соискателем получено, что исследованные магнитные порошки не стойки к коррозии. Автор предлагает обработать порошки фосфатными покрытиями различного состава. Показано, что фосфатное покрытие защищает порошок и препятствует поглощению водорода вплоть до предельных температур их использования в составе магнитопластов.

Реализован метод получения магнитопластов с заданной конфигурацией. В момент впрыска расплавленной композиции в полость специально изготовленной прессформы 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.

Научная новизна диссертационной работы Глебовой Е.М. заключается в следующем:

1. Установлены зависимости магнитных свойств гидридных порошков Nd-Fe-B от химического состава, условий подготовки слитка, структуры и параметров процесса гидрирования-дегидрирования.
2. Определены особенности взаимодействия системы Nd-Fe-B с водородом при различных температурах на каждой стадии проведения HDDR-обработки.
3. Разработаны технологические режимы высокотемпературной водородной обработки сплавов системы Nd-Fe-B.

Практическая значимость исследований состоит в том, что:

- 1) Разработана и внедрена технология получения нанокристаллических анизотропных магнитных порошков из сплава Nd-Fe-B с высокой анизотропией (выше 80%) методом высокотемпературной водородной обработки.
- 2) Совокупность полученных в диссертации результатов позволила в опытно-промышленном производстве анизотропных нанокристаллических магнитных материалов довести качество магнитных порошков до уровня лучших мировых произво-

дителей, снизить себестоимость продукции на 20 – 30%, увеличить выход качественной продукции до 92%.

3) Создана опытная установка, позволяющая проводить HDDR-обработку с загрузкой исходного материала до 30 кг, что позволило увеличить производительность труда без потери качества конечной продукции.

4) Изготовлена опытная партия магнитоластов для верхних магнитных опор газовой центрифуги.

5) Разработана конструкторская документация на изготовление изделия на основе разработанного материала.

Достоверность полученных результатов обеспечивается грамотным планированием экспериментов и использованием современной измерительной аппаратуры (спектрометр SPECTROCIROSVIZION, световой микроскоп Leica, вибромагнитометр LDJ, мёссбауэровский спектрометр «Полон-2331» фирмы «Метронекс» и т. п.).

Апробация работы. Результаты диссертации доложены на 3-х Российских и 3-х международных конференциях. Диссертант двукратный призёр Бочваровского конкурса АО «ВНИИНМ» (2006г., 2008г.). Работа получила премию Президента Российской Федерации в области науки и инновации для молодых учёных за 2010 г.

По материалам диссертации опубликованы 5 научных трудов в журналах, рекомендуемых ВАК РФ.

В целом, оформление автореферата, стиль и язык изложения на высоком уровне. Тем не менее, судя по автореферату, работа имеет ряд недостатков.

1. Прежде всего, бросается в глаза свободное обращение автора с единицами измерения физических величин. Например, давление приводится то в мм рт. ст., то в т/см^2 , то в Па. Единицы электрических и магнитных величин приведены не в системе СИ (напряжённость магнитного поля приведена в эрстедах (Э), а не в А/м, магнитная индукция – в гауссах (Гс), а не в Теслах (Т)), что затрудняет оценить истинные значения этих величин в системе СИ.

2. Автор утверждает, что фазовый состав сплавов в исходном и в рекомбинированном состояниях определяли с помощью ядерного гамма резонанса, т. е. по эффекту Мёссбауэра, но не приводит какое мёссбауэровское ядро использовали (в настоящее время известны более 40 мёссбауэровских ядер). Следует отметить, что мёссбауэровский эффект очень чувствителен к плотности электронов на ядрах. Автор же в работе не приводит, по каким параметрам мёссбауэровского спектра определяли фазовый состав сплава. По-видимому, фазовый состав определяли по изомерному сдвигу мёссбауэровской линии изотопа ^{57}Fe , который зависит от плотностей электронов на ядрах поглотителя и источника.

3. Автор по тексту говорит, ссылаясь на рисунок 6, что коэрцитивная сила максимальна при температуре 700°C. В то же время на рисунке 6 (стр.15 автореферата)

коэрцитивная сила максимальна при температуре 750°C, что не согласуется с утверждениями автора.

4. Общепринято измерять выделение газов при физико-химических превращениях в см³/г, а не см²/г (стр.20 автореферата). Видимо, имеет место опечатка в тексте.

5. В разделе о структуре диссертации автор пишет, что она состоит из 8 глав. На самом деле, судя по автореферату, диссертация состоит из 9 глав.

Приведенные недостатки не умаляют ценность полученных диссертантом научных результатов.

В целом, на основании автореферата можно сделать следующие выводы. В диссертации Глебовой Е. М. поставлена и решена научная задача разработки технологии производства анизотропных магнитных порошков и магнитопластов из сплавов NdFeB, имеющая важное значение для развития металловедения. Диссертация является законченной квалификационной работой, удовлетворяющей требованиям пп. 9-11, 13 «Положения о присуждении учёных степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а её автор, Глебова Елена Михайловна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Начальник НИЦ (ФТИ)
доктор технических наук доцент



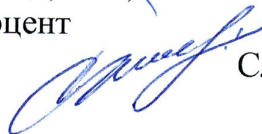
Потапенко Андрей Иванович

Начальник 3 отдела НИЦ (ФТИ)



Ульяненко Руслан Вячеславович

Старший научный сотрудник 3 отдела НИЦ (ФТИ)
кандидат физико-математических наук доцент



Слободчиков Савва Саввич

Федеральное государственное казённое учреждение «12 Центральный научно-исследовательский институт» Министерства обороны Российской Федерации, ул. Весенняя, д.2Б, г. Сергиев Посад Московской области, 141307, тел. 4965523204, e-mail fgul2tsnii@mil.ru