

решение диссертационного совета от 01 марта 2023 года № 130

### **ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 24.1.078.02**

созданного на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, о присуждении Прокофьеву Павлу Александровичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Развитие научных и технологических основ процессов получения спеченных магнитотвердых материалов систем (Nd, Pr)(Tb, Dy)-Fe-B из гидрированных порошковых смесей», в виде рукописи, по специальности 2.6.5 (05.16.06) «Порошковая металлургия и композиционные материалы» принята к защите 14 декабря 2023 года, протокол № 127, диссертационным советом 24.1.078.02, на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), 119334, г. Москва, Ленинский проспект, 49, приказ Минобрнауки РФ № 714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель Прокофьев Павел Александрович родился в 1990 году.

В 2015 году окончил Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС») по специальности 150702 «Физика металлов» с присвоением квалификации «Инженер-физик»

С 2015 по 2019 год обучался в аспирантуре ИМЕТ РАН по направлению подготовки 22.06.01 «Технологии материалов», направленность подготовки - Порошковая металлургия и композиционные материалы. Диплом об окончании аспирантуры выдан с присвоением квалификации «Исследователь. Преподаватель-исследователь».

С 2013 по 2021 год работал на АО «Спецмагнит» в цехе №2 порошковых магнитов. В 2020 году был назначен на должность начальника цеха. С 2021 года по н.в. Прокофьев Павел Александрович работает в ИМЕТ РАН в должности младшего научного сотрудника.

Диссертация выполнена в лаборатории Физикохимии тугоплавких и редких металлов и сплавов.

Научный руководитель - доктор технических наук, заведующий лабораторией Физикохимии тугоплавких и редких металлов и сплавов ИМЕТ РАН Кольчугина Наталья Борисовна.

Официальные оппоненты:

Лилеев Алексей Сергеевич, доктор физико-математических наук, профессор кафедры физического материаловедения НИТУ «МИСиС»;

Валеев Руслан Анверович, кандидат технических наук, начальник лаборатории «Специальные металлические материалы и магниты» НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ;

дали положительные отзывы о диссертации.

Ведущая организация Федеральное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», в своем положительном заключении, составленном на заседании научного семинара кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов Института естественных наук и математики и отдела магнетизма твердых тел НИИ Физики и прикладной математики Института естественных наук и математики (протокол №32 от 20 января 2023 г.) заведующим отделом магнетизма твердых тел НИИ физики и прикладной математики Института естественных наук и математики УрФУ, доктором физико-математических наук, старшим научным сотрудником Кудреватых Николай Владимировичем и доцентом кафедры магнетизма и магнитных наноматериалов Института естественных наук и математики УрФУ, кандидатом физико-математических наук, Волеговым Алексеем Сергеевичем указала, что диссертационная работа по актуальности темы, научной новизне, теоретической и практической значимости, объему выполненных исследований, полноте освещенности результатов в технической литературе отвечает критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям «Положения о присуждении ученых степеней», а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – «Порошковая

металлургия и композиционные материалы».

По теме диссертации опубликовано 27 печатных работ, в том числе 2 статьи в российских рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ, 10 статей в журналах, индексируемых в базах Scopus и Web of Science, получено 2 патента на изобретение. Общий объем работ по теме диссертации составляет 9,250 печатных листов (авторский вклад 80 %). Содержание диссертации достаточно полно отражено в опубликованных работах.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации и личный вклад автора:

1. Shumkin S.S., **Prokof'ev P.A.**, Semenov M.Y. Production of Permanent Magnets for Magnetically Hard Alloys Using Rare-Earth Metals, *Metallurgist*, 2019, Volume 63, Issue 5-6, pp. 462 – 468; DOI:10.1007/s11015-019-00846-3..
2. N.B. Kolchugina, A.A. Lukin, T.P. Kaminskaya, G.S. Burkhanov, K. Skotnicova, M. Kursa, N.A. Dormidontov, **P.A. Prokof'ev**, M.V. Zelezhnyi, T. Cegan, B. A. Ginzburg, and A. S. Bakulina, Morphological Peculiarities of R–Fe–B (R = Nd, Pr) Alloys Formed upon Solidification by Strip-Casting, *Phys. Met. Metallogr.*, 2020, 121 (8), 772-782; DOI: 10.1134/S0031918X20080049.
3. **Prokofev, P.A.**; Kolchugina, N.B.; Burkhanov, G.S.; Lukin, A.A.; Koshkid'ko, Y.S.; Skotnicova, K.; Cegan, T.; Zivotsky, O.; Kursa, M.; Drulis, H., Hackemer, A. Multiphase Characterization of Phase Equilibria in the Tb-Rich Corner of the Co-Cu-Tb System. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*. 2019, 40(3), p. 403-412. DOI: 10.1007/s11669-019-00735-x.
4. K. Skotnicova, **P. A. Prokofev**, N. B. Kolchugina, G. S. Burkhanov, A. A. Lukin, Y. S. Koshkid'ko, T. Cegan, H. Drulis, T. Romanova, N. A. Dormidontov, «Application of a  $Dy_3Co_{0.6}Cu_{0.4}H_x$  Addition for Controlling the Microstructure and Magnetic Properties of Sintered Nd-Fe-B Magnets», *Materials* 2019, Volume 12, Issue 24, 4235, <https://doi.org/10.3390/ma12244235>
5. K. Skotnicova, G. S. Burkhanov, N. B. Kolchugina, M. Kursa, T. Cegana, A. A. Lukin, O. Zivotsky, **P. A. Prokofev**, J. Jurica, Y. Li, Structural and magnetic engineering of (Nd, Pr, Dy, Tb)–Fe–B sintered magnets with  $Tb_3Co_{0.6}Cu_{0.4}H_x$  composition in the powder mixture, *J. Magn. Magn. Mater.*, 2020, v. 498, paper 166220; DOI: 10.1016/j.jmmm.2019.166220, Web of Sci, Scopus, IF 2.717.
6. Burkhanov G.S., Lukin A.A., Kolchugina N.B., Koshkid'ko Yu.S., Cwik J., Skotnicova K., **Prokof'ev P.A.**, Drulis H., Hackemer A. «Structure and phase composition of  $Tb_3Co_{0.6}Cu_{0.4}$

alloys for efficient additions to Nd-Fe-B sintered magnets» Proceedings of 26 International conference on metallurgy and materials (METAL 2017)- TANGER Ltd., Ostrava, ISBN 978-80-87294-79-6, pp. 1775-1781.

7. **Prokofev P.A.**, Kolchugina N.B., Burkhanov G.S., Lukin A.A., Koshkid'ko Y.S., Skotnicova K., Cegan T., Zivotsky O., Kursa M., "Phase formation in the Tb-Co-Cu system in a range of Tb<sub>3</sub>(Co,Cu) compound" METAL 2018 - 27th International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings, pp. 1685-1692.

8. **P. A. Prokofev**, N. B. Kolchugina, G. S. Burkhanov, A. A. Lukin, Y. S. Koshkid'ko, K. Skotnicova, T. Cegan, H. Drulis, T. Romanova, N. A. Dormidontov, Optimizing the Microstructure of Low-REM Nd-Fe-B Sintered Magnet Using Dy<sub>3</sub>Co<sub>0.6</sub>Cu<sub>0.4</sub>H<sub>x</sub> Addition, METAL 2019 Conference Proceedings, 28th International Conference on Metallurgy and Materials, May 22nd - 24th 2019, Brno, Czech Republic, EU, (TANGER Ltd., Ostrava, 2019), pp. 1663-1670, ISBN 978-80-87294-92-5.

9. **P. A. Prokofev**, N. B. Kolchugina, K. Skotnicova, G. S. Burkhanov, M. V. Zheleznyi, N. A. Dormidontov, A. S. Bakulina, T. Čegan, J. Juřica, "Sintered permanent magnets prepared from hydrogenated (Nd-Fe-B strip-cast alloy + Pr<sub>3</sub>(Co,Cu) compound) mixture" in "METAL 2020 Conference Proceedings", 2020 TANGER Ltd., Ostrava, ISBN 978-80-87294-97-0, ISSN 2694-9296, pp. 1060-1066, doi.org/10.37904/metal.2020.3608.

10. Kolchugina N.B., Zheleznyi M.V., Burkhanov G.S., Koshkid'ko Y.S., Dormidontov N.A., **Prokofev P.A.**, Savchenko A.G., Menushenkov V.P., Ćwik J., Skotnicova K., Kursa M., Simulating the hysteretic characteristics of hard magnetic materials based on Nd<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B and Ce<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B intermetallics, Crystals 2020, 10(6), 518; <https://doi.org/10.3390/cryst10060518>.

11. Skotnicova K., Kolchugina N.B., Cegan T., **Prokofev P.A.**, Lasek S., Jurica J., Dormidontov N.A., Bakulina A.S., «Electrochemical corrosion tests of Nd-Fe-B-based magnetic materials with modified structure», Journal of Physics: Conference Series, Volume 1758, VIII International Conference "Functional Nanomaterials and High-Purity Substances FNM (2020) 5-9 October 2020, Suzdal, Russian Federation; DOI 10.1088/1742-6596/1758/1/012038.

12. **Prokofev, P.A.**, Kolchugina, N.B., Skotnicova, K., Burkhanov, G.S., Kursa, M., Zheleznyi, M.V., Dormidontov, N.A., Cegan, T., Bakulina, A.S., Koshkidko, Y.S., Smetana, B. Blending Powder Process for Recycling Sintered Nd-Fe-B Magnets, Materials, 2020, 13 (14), article no. 3049; DOI: 10.3390/ma13143049, Web of Sci, Scopus, IF 3.057.

ПАТЕНТЫ:

13. Патент №2685708, Способ изготовления термостабильных редкоземельных магнитов. Авторы: Бурханов Г.С., Лукин А.А., Кольчугина Н.Б., **Прокофьев П.А.**, Кошкидько Ю.С., Скотницова К., 23.04.2019.

14. Патент RU 2 767 131 C1 Способ изготовления спеченных редкоземельных магнитов из вторичного сырья. Авторы: **Прокофьев П. А.**, Кольчугина Н. Б., Дормидонтов Н. А., Бакулина А. С., Русинов Д. А., Железный М. В., 16.03.2022.

Личный вклад автора в перечисленных публикациях состоял в проведении экспериментов, анализе, обработке данных и интерпретации полученных результатов.

На диссертацию и автореферат поступили отзывы:

заместителя генерального директора по спецтехнологиям АО «Фазатрон-ВМЗ», кандидата технических наук, старшего научного сотрудника Дроздова Сергея Сергеевича; научного руководителя направления «Металлургия» АО «ВНИИХТ», кандидата физико-математических наук Мельникова Сергея Александровича и научного сотрудника АО «ВНИИХТ» Чепченко Татьяны Михайловны; технического директора ООО «Полимагнит», кандидата физико-математических наук Надеева Михаила Михайловича; заместителя главного инженера-главного технолога АО «Спецмагнит», кандидата технических наук Сеина Виктора Александровича; генерального директора ООО «ПОЗ-Прогресс», кандидата технических наук Таранова Дениса Васильевича; генерального конструктора ООО «ЭРГА», кандидата технических наук Котунова Владимира Васильевича; профессора кафедры «Технологии машиностроения» ФГБОУ ВО «Владимирский государственный университет имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых», доктора технических наук Беляева Игоря Васильевича; заместителя начальника НПК-10 по научной работе АО «НПП «Исток» им. Шокина», кандидата технических наук Сергеева Константина Леонидовича; доктора физико-математических наук, профессора, заведующего кафедрой конденсированного состояния ФГБОУ ВО «Тверской государственный университет» Пастушенко Юрия Григорьевича.

Все отзывы положительные. В отзывах содержатся критические замечания, например:

- В качестве отрицательного момента автореферата можно отметить отсутствие количественных характеристик результатов переработки постоянных магнитов. Возможно, они описаны в самой диссертации.
- В автореферате П.А. Прокофьева не используется единообразия единиц измерения, в том числе на рисунках единицы измерения не указаны в системе СИ.
- К сожалению, ничего не говорится о температуре гидрогенолиза.
- В практической значимости работы никак не отражены 2 патента, полученные по результатам работы.
- На рисунке 11 не четко представлена линия, вдоль которой выполнен микроанализ.
- В таблице 5 для фазы 5 приведено значение содержания кислорода, однако отсутствуют данные об общем содержании кислорода в получаемых магнитах, что существенно для достижения высокого уровня свойств.
- В тексте автореферата магнитные свойства постоянных магнитов даны в виде таблиц без приведения размагничивающей части петли гистерезиса, которая более наглядно демонстрирует магнитные характеристики.
- Для рециклинга магнитов автор использовал постоянные магниты импортного производства, вместе с тем было бы более целесообразно исследовать магниты российского производства по ГОСТ Р 52956-2008 «Материалы магнитотвердые спеченные на основе сплава неодим-железо-бор. Классификация. Основные параметры»
- В качестве замечаний можно отметить тот факт, что в автореферате не приведены режимы гидрирования сплавов-добавок на основе тяжелых РЗМ. Также не представлена методика переработки магнитов и их использования в качестве добавки, содержащей диспрозий.
- К определенным формальным недостаткам автореферата можно отнести сложность восприятия некоторых рисунков, например, № 6, 11, 12.
- В тексте автореферата отмечено присутствие синтаксических ошибок и

неточностей в обозначениях.

- В автореферате отсутствуют данные о термической стабильности полученных магнитов, как для образцов с использованием сплавов-добавок, так и для образцов из вторичного сырья.
- В работе используются гидрированные порошковые смеси, однако в автореферате не представлены данные об остаточном содержании водорода в образцах постоянных магнитов и его влиянии на магнитные свойства.
- Из текста автореферата не ясно нужно ли проводить гомогенизирующий отжиг сплавов-добавок или гидрированию можно подвергать сплавы в литом состоянии?
- Отсутствует определение коэффициентов термической стабильности созданных образцов магнитов.
- На рисунке 7 не четко представлено распределение Tb.
- В тексте автореферата указана температура гомогенизирующего отжига сплава добавки без указания времени изотермической выдержки.
- Нет определения содержания серы, углерода и его влияние магнитные свойства.
- Из текста автореферата не ясны особенности технологии переработки постоянных магнитов, на которую получен патент.
- Нет определения параметров термической стабильности для магнитов из вторичного сырья. Рекомендуется провести их определение.
- В разделе «Практическая значимость» указано «уменьшение количества технологических переделов» при производстве постоянных магнитов, однако схема переработки образцов в автореферате не приведена.

На все критические замечания даны подробные и исчерпывающие ответы (см. стенограмму).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области порошковой металлургии и материаловедения композиционных материалов, в частности постоянных магнитов, и способностью определить научную и практическую

ценность представленной в диссертационный совет диссертации.

Диссертационный совет ИМЕТ РАН отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- Разработаны составы сплавов-добавок на основе систем Pr-Co-Cu, Tb-Cu-Co, Dy-Cu-Co, характеризующиеся многофазным составом. Исследовано взаимодействие сплавов-добавок с водородом. Показано прохождение процесса гидрогенолиза с образованием смесей гидридов РЗМ и тонкой механической смеси кобальта и меди.

- На основании полученных экспериментальных данных (сканирующая электронная микроскопия с применением EDX-анализа, рентгеноструктурного анализа и магнитных измерений при низких температурах) построена часть изотермического сечения диаграммы Tb-Co-Cu в интервале составов Tb-40 при % Co-50 и % Cu-остальное, области трехфазных (4) и двухфазных (9) равновесий и определен путь кристаллизации сплава  $Tb_{75}Co_{15}Cu_{10}$ . Определены пределы растворимости кобальта в  $TbCu_{1-y}Co_y$  с  $y$  до 0.2 и меди в  $Tb_3(Co_{1-x}Cu_x)$  с  $x$  до 0.27,  $Tb_{12}(Co_{1-z}Cu_z)_7$  с  $z$  до 0.4.

- Получены образцы спеченных постоянных магнитов с использованием разработанных сплавов-добавок  $R_{75}(Cu_{15}Cu_{10})H_x$  (где  $R=Dy, Pr, Tb$ ) со следующим уровнем магнитных свойств:  $B_r=1.34-1.35$  Тл,  $H_{c_j}=1120-1336$  кА/м,  $H_k=968-1200$  кА/м,  $(BH)_{max}=336-360$  кДж/м<sup>3</sup>. Проведено исследование микроструктуры, распределения компонентов в магните, приготовленных из порошковых смесей с 2 мас.%  $Tb_{75}Co_{15}Cu_{10}H_x$  или  $Dy_{75}Co_{15}Cu_{10}H_x$ . Экспериментально показана реализация процессов зернограничной диффузии и процессов зернограничного структурирования.

- Исследовано влияние термической обработки на значения коэрцитивной силы постоянных спеченных магнитов Nd-Fe-B, изготовленных с применением гидроксида сплава-добавки  $Tb_{75}Co_{15}Cu_{10}$ .

- Разработаны физико-химические основы технологии рециклинга постоянных магнитов Nd-Fe-B по схеме «магнит-в-магнит» методами порошковой металлургии при использовании сырья различного химического состава. Получены образцы магнитов со следующими характеристиками:  $B_r=1.29-1.41$  Тл,  $H_{c_j}=902-1663$



кА/м,  $(BH)_{\max} = 314 - 383$  кДж/м<sup>3</sup>.

**Теоретическая значимость** исследования обоснована тем, что:

- Построен участок изотермического сечения тройной фазовой диаграмма системы Tb-Co-Cu в области богатой Tb при 600°C. Показано, что предлагаемые сплавы Tb<sub>75</sub>Co<sub>15</sub>Cu<sub>10</sub>, Pr<sub>75</sub>Co<sub>15</sub>Cu<sub>10</sub> и Dy<sub>75</sub>Co<sub>15</sub>Cu<sub>10</sub> обладают многофазным составом после длительного гомогенизирующего отжига при 600°C.

- Изучены процессы взаимодействия сплавов-добавок Tb<sub>75</sub>Co<sub>15</sub>Cu<sub>10</sub>, Pr<sub>75</sub>Co<sub>15</sub>Cu<sub>10</sub> и Dy<sub>75</sub>Co<sub>15</sub>Cu<sub>10</sub> с водородом. Показано прохождение процесса диспропорционирования (гидрогенолиза) для указанных составов образованием гидридов РЗМН<sub>2-3</sub>.

- Установлено образование структуры «ядро-оболочка», отвечающей за повышение коэрцитивной силы магнитов Nd-Fe-B, что является результатом диффузии РЗМ и кобальта в зерно основной магнитной фазы.

- При использовании сплава добавки на основе тербия (Tb<sub>75</sub>Co<sub>15</sub>Cu<sub>10</sub>) проведение термической обработки магнитов (20 °C → (40 мин) → 500 °C (20 мин) → (6 ч) → 400 °C (10 ч) → быстрое охлаждение азотом) приводит к повышению их коэрцитивной силы с 1336 до 1480 кА/м и коэффициента прямоугольности петли гистерезиса с 1200 до 1330 кА/м спеченных магнитов. Получена зависимость значения коэрцитивной силы от температуры термической обработки.

Значение полученных соискателем результатов исследования **для практики** подтверждается тем, что:

- Разработаны физико-химические основы технологии получения спеченных постоянных магнитов при использовании сплавов РЗМ-переходный металл для получения высококоэрцитивных постоянных магнитов. Определены технологические параметры получения магнитов (режимы водородной обработки, режимы прессования и спекания - получения порошков).

- Разработана технология получения спеченных постоянных магнитов из вторичного сырья различного химического состава с использованием гидрированных порошковых смесей, защищенная патентом Патент RU 2 767 131 С1. Определены технологические параметры получения магнитов по технологии рециклинга «магнит-в-магнит» (режимы водородной обработки, режимы

прессования и спекания - получения порошков).

- Показана возможность получения магнитов из вторичного сырья со следующим уровнем магнитных свойств:  $B_r = 1.29 - 1.41$  Тл,  $H_{c_j} = 902 - 1663$  кА/м,  $(BH)_{max} = 314 - 383$  кДж/м<sup>3</sup>, пригодных для применения в транспортной, энергетической и медицинской промышленности.

- Технология рециклинга внедрена на производственной базе АО «Спецмагнит».

Оценка **достоверности** результатов исследования выявила:

- для экспериментальных работ результаты получены на сертифицированном оборудовании с использованием современных измерительных приборов, показана воспроизводимость результатов исследования в различных условиях;

- теория построена на известных проверяемых данных, полученные результаты согласуются с опубликованными по тематике диссертации;

- идея базируется на анализе и обобщении практического и теоретического международного опыта исследования материалов, методов их получения и модификации за последние несколько десятилетий;

- установлено качественное совпадение авторских результатов с результатами, представленными в независимых источниках по данной тематике;

- использованы современные методики сбора и обработки исходной информации.

**Личный** вклад соискателя:

- все вошедшие в диссертационную работу результаты получены лично автором либо при его непосредственном участии, интерпретация основных научных результатов осуществлялась с соавторами публикаций;

- результаты диссертационной работы были доложены и обсуждались на 15 научных конференциях.

Тема диссертации, а также ее проблематика и содержание, соответствуют паспорту специальности 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы (области исследований п.5 и п.6).

Диссертация Прокофьева Павла Александровича представляет собой законченную научно-квалификационную работу, в которой разработаны и

исследованы новые составы сплавов-добавок для производства спеченных постоянных магнитов Nd-Fe-B с высокими гистерезисными свойствами и разработана технология изготовления постоянных магнитов методами порошковой металлургии с использованием вторичного сырья, что имеет существенное значение для развития страны. Диссертационная работа рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

На заседании 01 марта 2023 г. диссертационный совет принял решение присудить Прокофьеву Павлу Александровичу ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 8 докторов наук специальности 2.6.5 – Порошковая металлургия и композиционные материалы, участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: за присуждение учёной степени – 15, против присуждения учёной степени – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель диссертационного  
совета 24.1.078.02, д.т.н.

В.С. Юсупов

Ученый секретарь диссертационного  
совета 24.1.078.02, к.т.н.

В.А. Андреев

01 марта 2023 года

Подпись В.С. Юсупова и В.А. Андреева заверяю:  
Ученый секретарь ИМЕТ РАН, к.т.н.



О.Н. Фомина