

«Утверждаю»

Первый заместитель проректора по науке
ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого
Президента России В.Н. Ельцина»

Кружаев В.В.
«10» февраля 2023 г.

ОТЗЫВ

ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу Прокофьева Павла Александровича
«Развитие научных и технологических основ процессов получения
спеченных магнитотвердых материалов систем (Nd, Pr)(Tb, Dy)-Fe-B из
гидрированных порошковых смесей», представленной на соискание
ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5
(05.16.06) - Порошковая металлургия и композиционные материалы

Актуальность работы

Диссертационная работа Прокофьева П.А. посвящена разработке технологических приемов получения прецизионных сплавов ТРЗМ-3d-металл для дальнейшего их использования при изготовлении постоянных магнитов на основе соединения $Nd(Tb,Dy)_2Fe_{14}B$ с применением российского оборудования, поиску способов повышения их потребительских свойств. Высокая стоимость тяжелых РЗМ, а также необходимость возрождения технологического суверенитета России определяют актуальность выполненных в диссертационной работе исследований, направленных, в частности, на создание технологии со структурой ядро-оболочка и переработку постоянных магнитов, выработавших срок эксплуатации.

Структура и основное содержание работы: современное состояние решаемой в диссертации проблемы представлено в обширном литературном обзоре, приведенном в главе 1. Рассмотрены имеющиеся представления о структуре и свойствах постоянных магнитов на основе сплавов Nd-Fe-B.

Приведена информация о кристаллической структуре и фундаментальных магнитных свойствах интерметаллидов со структурой типа $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, являющихся основной фазой наиболее энергоемких постоянных магнитов. Представлен анализ фазовых равновесий двойных систем 4f-3d-переходные металлы, 4f-металл-водород для дальнейшего выбора легирующих сплавов для реализации метода бинарных смесей при изготовлении образцов постоянных магнитов. Показан опыт переработки «старых» магнитов для производства «новых».

Во **второй главе** описаны методы изготовления и исследования образцов сплавов-добавок и постоянных магнитов, включая получение исходных сплавов для исследований, описание режимов гидрирования, и изготовления образцов постоянных магнитов.

Глава 3 посвящена построению фазовой диаграммы редкоземельный металл-кобальт-медь. Получены экспериментальные данные о фазовых равновесиях в системе Tb-Co-Cu при 600°C в интервале составов (мас. %) Tb (60 – 100 %), Co (0 – 40 %), Cu (0 – 50 %) и данные о взаимодействии предлагаемых сплавов-добавок с водородом. Экспериментально показано улучшение стабильности сплавов-добавок в кислородсодержащей среде после процедуры гидрирования. Исследованы особенности морфологии фазовых компонент в сплавах.

В **четвертой главе** приводятся результаты получения и исследования микроструктурных параметров магнитотвердых спеченных микроструктурных материалов подвергшихся обработкам, активирующим зернограничную диффузию. Представлены результаты электронно-микроскопического изучения микроструктуры как в режиме обратнорассеянных электронов, так и в режиме энергодисперсионного анализа характеристического излучения. Исследованы процессы диффузии тяжелых редкоземельных металлов в зерна фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Детально исследованы состав границ зерен и тройных стыков. Показано, что атомы меди из

введенной добавки не проникают в зерна, концентрируясь в межзеренной прослойке.

Глава 5 диссертации посвящена получению и экспериментальному исследованию структуры и свойств постоянных магнитов, полученных на основе вторичного сырья. Полученные результаты использованы для создания технологии рециклинга спеченных постоянных магнитов по схеме «магнит-в-магнит».

Научная новизна диссертационной работы

Впервые использован процесс введения легирующих добавок в состав магнитов на основе системы Nd-Fe-B с использованием гидрированных сплавов систем РЗМ-Cu-Co, при котором реализуется диффузионное насыщение микрозерен фазы 2-14-1 ТРЗМ.

Наиболее значимые результаты исследований, полученные лично соискателем:

- новые данные о фазовых равновесиях в системе Tb-Cu-Co в интервале составов Tb (мас. %) – 60-100%, Co – 0-40 % и Cu – 0-50%. Построено изотермическое сечение фазовой диаграммы Tb-Cu-Co при 600°C;

- новые данные о растворимости меди в соединениях Tb₁₂Co₇ и Tb₃Co, и кобальта в соединении TbCu;

- новые экспериментальные данные о взаимодействии с водородом сплавов Tb-Cu-Co. Показана возможность процесса гидрирования многофазных сплавов на основе системы Tb-Cu-Co с образованием гидридов Tb;

- данные о диффузии компонентов сплавов-добавок в процессе спекания. Показана диффузия тяжелых РЗМ и кобальта в зерно основной магнитной фазы через границу зерна. Получены экспериментальные данные распределения компонентов в постоянных магнитах, изготовленных из смеси порошков;

- экспериментальные данные о формировании структуры «ядро-оболочка» в постоянных магнитах, полученных с использованием гидрированных соединений на основе систем РЗМ-Со-Си;

- экспериментальные зависимости гистерезисных свойств спеченных постоянных магнитов, полученных с использованием гидрированных соединений РЗМ-Со-Си, от условий термической обработки. Показано повышение коэрцитивной силы при проведении многоступенчатой термообработки.

Практическая значимость результатов исследований состоит в

- повышении магнитных гистерезисных свойств постоянных магнитов, в частности, коэрцитивной силы, на основе системы Nd-Fe-B, достигнутом сокращением содержания тяжелых редкоземельных металлов путем формирования структуры ядро-оболочка;

- построении изотермического сечения трехкомпонентной фазовой диаграммы системы Tb-Со-Си для осуществления научно-обоснованного поиска новых составов эффективных добавок на основе сплава РЗМ-переходные металлы для производства спеченных постоянных магнитов;

- разработке физико-химических и технологических основ процессов переработки спеченных магнитотвердых материалов на основе системы Nd-Fe-B.

Практическую значимость результатов работы подтверждает получение патентов на способ изготовления термостабильных постоянных магнитов и способ изготовления спеченных редкоземельных магнитов из вторичного сырья, а также применение разработанной технологии переработки в производственном цикле АО «Спецмагнит».

Научная значимость результатов исследования заключается в том, что показана одновременная возможность диффузионного насыщения магнитных сплавов тяжелыми редкоземельными и переходными металлами,

что позволяет направить внимание исследователей на поиск компонентов бинарных порошковых смесей на основе многокомпонентных сплавов-добавок для разработки новых способов повышения коэрцитивной силы постоянных магнитов.

Достоверность результатов и обоснованность выводов

Основные положения, выводы и заключения, сформулированные автором диссертации, подтверждаются применением современных методов исследования структуры и свойств материалов, современного оборудования, систематическим характером проведенных исследований, а также согласованностью полученных результатов с литературными данными.

Основные положения диссертации опубликованы автором в научной литературе: опубликовано 12 научных статей, в том числе 2 публикации в научных журналах, входящих перечень рецензируемых научных изданий ВАК, 10 в журналах, индексируемых в базах Web of Science / Scopus, а также получено 2 патента.

Диссертация состоит из введения, пяти глав, основных результатов и выводов, списка литературы и списка наиболее значимых публикаций. Работа изложена на 187 страницах, содержит 70 рисунков, 23 таблицы и 2 приложения. Список литературы содержит 237 источников.

Автореферат полностью отражает содержание основных результатов и положений диссертации.

Вопросы и замечания:

Несмотря на общее положительное впечатление от работы, следует сделать ряд замечаний.

1 Исследуемые в работе сплавы на основе Tb-Co-Cu подвергались изотермической выдержке при температуре 600°C в течение 90 часов. Не

объяснено, с какой целью проводится столь длительный изотермический отжиг.

2 В работе отсутствуют данные о температурных зависимостях гистерезисных свойств магнитов, полученных при повторном использовании РЗМ-содержащего сырья, при повышенных температурах, что было бы желательным для оценки возможности применения данных магнитов при различных температурах эксплуатации.

3 На некоторых предельных петлях магнитного гистерезиса, приведенных в Приложении 1, например, образца 26, 27, 30 наблюдается аномальная зависимость намагниченности от напряженности магнитного поля, выражающаяся в увеличении намагниченности при уменьшении намагничивающего поля и увеличении размагничивающего. Возможно, это вызвано недостаточно точной компенсацией измерительных катушек или изменением параметров датчика Холла, если таковой использовался. Также на предельной кривой размагничивания образца №29 зависимость намагниченности от напряженности поля вблизи коэрцитивной силы имеет отрицательный наклон. Возможно, эти особенности измерительной установки привели к завышенной оценке максимального энергетического произведения образца № 16, поскольку указанное значение максимального энергетического произведения редко удается получить из исходных элементов, и вряд ли возможно из вторичного сырья.

4 Диссертация несвободна от грамматических ошибок и жаргонизмов. Например, «...размагничивающий участок петли...», «...определенное в магните методом синтеза инертного газа...», на странице 74 диссертации напряженность магнитного поля измеряется в Тл. Не все элементы списка литературы оформлены по ГОСТу, представленные рисунки построены в соответствии с принятыми в англоязычной литературе правилами обозначения физических величин и единиц измерений. Вызывают нарекание журналистская «беллетристичность» названия самой работы: «Развитие

научных и технологических основ...» и термин «структурирование зерен ...», которые не раскрывают смыслового содержания предпринятых действий.

Сделанные замечания не меняют общей научной значимости работы и практической полезности полученных результатов. Важно подчеркнуть, что цель работы, намеченная соискателем, достигнута. Диссертационная работа Прокофьева Павла Александровича является завершенной научно-квалификационной работой на актуальную тему, в которой на основании выполненных автором исследований изложены научно обоснованные технологические решения, использование которых вносит значительный вклад в решение проблем повышения гистерезисных характеристик постоянных магнитов (в частности коэрцитивной силы) при минимальном использовании тяжелыми редкоземельных металлов, а также в получении постоянных магнитов Nd-Fe-B при повторном использовании РЗМ-содержащего сырья.

Общая оценка работы положительная.

Заключение

Представленные в работе положения соответствуют паспорту специальности 2.6.5 (05.16.06) – «Порошковая металлургия и композиционные материалы» в части пункту 5 «Изучение структуры и свойств порошковых, композиционных полуфабрикатов и изделий, покрытий и модифицированных слоев на полуфабрикатах и изделиях, полученных методом порошковой металлургии или другими способами», пункту 6 «Разработка новых и совершенствование существующих технологических процессов производства, контроля и сертификации полуфабрикатов и изделий различного назначения из порошковых и композиционных материалов, а также материалов и изделий с покрытиями и модифицированными слоями». Диссертационная работа Прокофьева П.А. «Развитие научных и технологических основ процессов получения спеченных магнитотвердых материалов систем (Nd, Pr)(Tb, Dy)-Fe-B из гидрированных порошковых

смесей» соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г., № 842, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор – Прокофьев Павел Александрович – заслуживает присвоения ему искомой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 (05.16.06) – «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Диссертация и отзыв ведущей организации ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» обсуждены и одобрены 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.).

Отзыв Ведущей организации подготовили:

Зав. отделом магнетизма твердых тел
НИИ Физики и прикладной математики
Института естественных наук и математики
УрФУ, д.ф.-м.н., с.н.с.
620000, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19.
тел.: +7(343)389-97-06
nikolai.kudrevatykh@urfu.ru

Николай
Владимирович
Кудреватых

Доц. кафедры магнетизма и магнитных
наноматериалов Института естественных
наук и математики УрФУ, к.ф.-м.н., доц.
620000, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19.
тел.: +7(343)389-95-67
alexey.volegov@urfu.ru

Алексей
Сергеевич
Волегов

10.02.2023

Подпись
заверяю



КУМЕНТОВЕД УДИОВ
ФУРОВА А. А.