

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор по научной работе АО
«ВНИИХТ»,
доктор химических наук



А.В. Ананьев
А.В. Ананьев

«4» июля 2018 г.

**ОТЗЫВ
ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ**

на диссертационную работу Кольчугиной Натальи Борисовны "Физико-химические основы и практические аспекты очистки редкоземельных металлов и создания высокоэффективных магнитотвердых материалов R-Fe-B (R=Nd, Pr, Tb, Dy)", представленной на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.01 – **Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».**

Актуальность работы.

Диссертационная работа Кольчугиной Н.Б. связана с решением ряда научных задач, актуальных для реализации эффективных процессов очистки РЗМ и разработки функциональных магнитных материалов с новым комплексом свойств. С учетом особенностей состояния редкоземельной промышленности России настоящее исследование является актуальным. Существующая необходимость разработок магнитных материалов с высокими гистерезисными характеристиками на основе систем РЗМ-Fe-B (РЗМ=Nd,Pr,Dy,Tb) при ресурсосберегающем потреблении РЗМ так же определяет актуальность исследований, выполненных в рамках диссертационной работы.

Целью диссертации.

Целью данного исследования является развитие научных и технологических основ процессов получения редкоземельных металлов повышенной и особой чистоты, их сплавов и соединений для разработки и создания магни-

тотвердых материалов на основе систем РЗМ-Fe-B с высокими гистерезисными характеристиками, достигаемыми при экономном легировании тяжелыми РЗМ.

Структура и основное содержание работы

Степень разработанности проблемы представлена посредством анализа большого объема литературных данных по конкретным проблемам, рассматриваемым в каждой главе работы. Структура выполненной работы логична и ориентирована на охват проблемы, начиная с исходных металлов и заканчивая магнитными материалами. Комплекс выполненных работ включает очистку РЗМ методом вакуумной дистилляции-сублимации и получение большого объема систематических данных о закономерностях формирования примесного состава этих металлов при реализации данных процессов (Глава 1). Получение РЗМ особой чистоты дало возможность исследовать роль примесей в формировании такого фундаментального свойства, как теплоемкость (Глава 2) и экспериментально и аналитически уточнить фазовые равновесия в системах Fe-Pr и Pr-Fe-B (Глава 3). Заключительная глава (Глава 4) работы связана с синтезом гидридов РЗМ и исследованием условий их разложения. Полученные результаты были использованы для разработки способа экономного легирования магнитов Nd-Fe-B тяжелыми РЗМ с добавлением их гидридов в порошковые смеси в процессе производства магнитов, работающих в широком интервале температур (77-400 К).

Научная новизна результатов диссертационной работы

Научную новизну диссертационной работы определяют следующие результаты исследования, полученные лично соискателем:

- Получены новые данные о структуре дистиллированных-сублимированных РЗМ, которая определяет ряд особенностей функциональных свойств данных металлов, типичных для их монокристаллического состояния.

- Получены новые экспериментальные данные о теплоемкости РЗМ особой чистоты Pr, Er, Tm, Lu, Y и роли примесного состава в формировании особенностей температурной зависимости их теплоемкости при криогенных и низких температурах.

- Получены новые экспериментальные и расчетные данные о фазовых равновесиях в системе Pr-Fe, в том числе, с использованием сплавов на основе дистиллированного празеодима. Впервые показано существование соединения PrFe_2 в двух модификациях со структурами фаз Лавеса C14 и C15. Полученные экспериментальные данные о фазовых равновесиях в системе Pr-Fe послужили основанием для аналитического уточнения фазовых равновесий в системе Pr-Fe-B.

- Выявлены закономерности формирования и изменения структуры и свойств постоянных магнитов на основе системы Nd-Fe-B, полученных при использовании метода бинарных порошковых смесей, содержащих гидриды редкоземельных металлов. Полученные данные являются научным обоснованием использования гидридов РЗМ (диспрозия, тербия, а также празеодима и неодима) в процессе производства спеченных постоянных магнитов на основе системы Nd-Fe-B для реализации процессов зернограничной диффузии и зернограничного структурирования для повышения свойств магнитов при ресурсосберегающем потреблении тяжелых РЗМ.

- Установлено формирование неоднородного распределения тяжелого РЗМ в зерне основной магнитной фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ спеченного магнита в результате зернограничной диффузии при использовании добавок гидроксида тяжелого РЗМ (тербия или диспрозия) в порошковой смеси и впервые обнаружены нано-размерные неоднородности в распределении РЗМ в пределах зерна; наличие установленных распределений компонентов постоянных магнитов позволяет существенно повысить их коэрцитивную силу по намагниченности при незначительном уменьшении остаточной магнитной индукции.

- Впервые установлено повышение термической стабильности гистерезисных характеристик, коэрцитивной силы jH_c и критического поля H_k , постоянных магнитов Nd-Fe-B, полученных из порошковой смеси, содержащей гидрид DyH_2 , и обоснованы причины наблюдаемого явления, связанного с увеличением жесткости решетки фазы 2-14-1, легированной диспрозием, в приграничных областях зерен.

- Получены новые экспериментальные данные о формировании структуры и химического состава фазовых составляющих постоянных магнитов системы (Nd,Pr)-Fe-B и впервые показано влияние спин-переориентационного перехода фазы со структурой типа $Nd_2Fe_{14}B$ на формирование их гистерезисных характеристик при низких температурах.

Практическая значимость результатов исследований состоит в

- получении наиболее чистых в нашей стране РЗМ, уровень чистоты которых соответствует мировому уровню РЗ металлов, используемых для проведения фундаментальных исследований их свойств и свойств сплавов на их основе;

- отработке метода зонной перекристаллизации неодима, который может быть рекомендован для очистки от газообразующих примесей технического неодима низких марок, восстановления потребительских свойств окисленного некондиционного неодима, а также эффективен при использовании в качестве операции для подготовки шихты при изготовлении магнитов с повышенными магнитными свойствами;

- разработке нового подхода при получении магнитов на основе системы Nd-Fe-B, состоящего в использовании гидридов РЗМ TbH_{2-3} , DyH_{2-3} , PrH_2 , NdH_2 в качестве компонентов порошковых смесей при производстве постоянных магнитов при экономном использовании тяжелых РЗМ;

- повышении стабильности гистерезисных свойств магнитов при использовании гидрида диспрозия в порошковой смеси, что является существенным при выборе условий оптимальной термообработки магнитов на осно-

ве системы Nd-Fe-B и предсказания их работы при повышенных температурах;

- разработке составов постоянных магнитов системы (Nd,Pr)-Fe-B с содержанием празеодима 13 и 15 мас. % с температурой спин-переориентационного перехода ниже 77 К.

Практическую значимость результатов работы подтверждает получение патентов на магнитный материал и способ изготовления термостабильных постоянных магнитов.

Значимость результатов исследования для науки заключается в том, что, в совокупности с данными о примесном составе РЗМ, очищенных методом вакуумной дистилляции-сублимации, можно рассматривать как основу для формирования нового научного направления - металловедения редкоземельных элементов особой и высокой чистоты.

Достоверность результатов и обоснованность выводов базируется на большом экспериментальном материале, полученном в ходе выполнения работы с использованием современных методов исследований, всестороннем анализе полученных результатов и их сравнении с имеющимися литературными данными.

Ведущая организация рекомендует расширить применение практических результатов работы за счет их использования на предприятиях, связанных с производством РЗМ и постоянных магнитов их использованием:

ООО «Элемашмагнит» (г. Электросталь), ФГУП «УЭМЗ» (г. Екатеринбург), ООО «ПОЗ-Прогресс» (г. Верхняя Пышма), ПАО «НПО «Магнетон» (г. Владимир), ОАО «Спецмагнит» (г. Москва), ГК «Антарн» (г. Королев), АО «СХК».

Основные положения диссертации опубликованы автором в научной литературе: опубликовано 63 работы, в том числе 35 публикаций в научных журналах, входящих перечень рецензируемых научных изданий ВАК,

а также большого числа тезисов докладов на всероссийских и международных конференциях и семинарах.

Диссертация изложена на 316 страницах, состоит из введения, 4 глав, заключения с общими выводами, списка литературы и 3 приложений. Работа содержит 53 таблицы, 123 рисунка. Список литературы включает 280 ссылок.

Автореферат полностью отражает содержание основных результатов и положений, представленных в диссертации, написан хорошим научным языком.

По работе следует высказать следующие замечания:

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

1. Процессы дистилляции-сублимации РЗМ хорошо разработаны, аналогичные работы выполнялись в России и за рубежом. Не ясна особенность условий дистилляции, используемых в данной работе для достижения особой чистоты по газообразующим примесям в РЗМ.

2. В работе при указании содержания примесей в металлах используются различные единицы - весовые и атомные проценты, а также ppm.

3. Из общего изложения работы не является очевидной необходимость использования особо чистых РЗМ при получении гидридов РЗМ для применения в качестве добавок к порошковым смесям при производстве постоянных магнитов.

4. Вопрос существования наногетерогенного распределения тяжелых РЗМ в зерне основной магнитной фазы 2-14-1 не получил развития в интерпретации повышения свойств магнитов.

5. В работе отсутствуют данные о поведении гистерезисных характеристик магнитов, полученных при использовании гидридов тяжелых РЗМ, при повышенных температурах, что было бы желательным, поскольку использование тяжелых РЗМ в магнитах определяет их работу именно при повышенных температурах.

Сделанные замечания не меняют общей научной значимости работы и практической полезности полученных результатов. Высказанные замечания не отвергают ни одно из научных положений, выдвигаемых соискателем, и являются свидетельством большой заинтересованности рецензентов.

Важно подчеркнуть, что цель работы, намеченная соискателем, достигнута. Диссертационная работа Кольчугиной Натальи Борисовны 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 получения РЗМ в особо чистом состоянии, а также постоянных магнитов при экономном использовании тяжелых РЗМ.

Общая оценка работы положительная.

Заключение

Представленные в работе положения соответствуют паспорту специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» в части пункта 1 «Изучение взаимосвязи химического и фазового составов (характеризуемых различными типами диаграмм), в том числе диаграммами состояния с физическими, механическими, химическими и другими свойствами сплавов», пункту 2 «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях», пункту 9 «Разработка новых принципов создания сплавов, обладающих заданным комплексом свойств, в том числе для работы в экстремальных условиях».

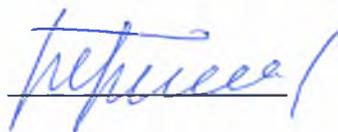
Диссертационная работа Кольчугиной Н.Б. "Физико-химические основы и практические аспекты очистки редкоземельных металлов и создания высокоэффективных магнитотвердых материалов R-Fe-B

(R=Nd, Pr, Tb, Dy)" соответствует требованиям п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г., № 842, предъявляемым к докторским диссертациям, а ее автор - Кольчугина Наталья Борисовна - заслуживает присвоения ей искомой степени доктора технических наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Диссертация и отзыв ведущей организации АО «ВНИИХТ» обсуждены и одобрены на заседании Научно-технического совета АО «ВНИИХТ» (протокол № 9 от 4 июля 2018 г.).

Отзыв Ведущей организации подготовили:

Начальник отделения



Ю.М.Трубаков

Начальник лаборатории, кандидат физико-математических наук



С.А.Мельников

Ведущий научный сотрудник, с.н.с., кандидат технических наук



А.П.Паршин