

ОТЗЫВ

официального оппонента 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», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 – «Порошковая металлургия и композиционные материалы»

Актуальность темы диссертации

Магниты Nd-Fe-B с повышенной коэрцитивной силой требуются для применения в области экологически чистой энергии, в частности, для гибридных автомобилей и электромобилей. Потребление магнитов растет в последнее время, а также будет увеличиваться в будущем из-за существующих экологических проблем.

Разработка новых способов изготовления постоянных магнитов, а также совершенствование существующих технологий их получения для повышения технологических и эксплуатационных свойств является актуальной задачей для развития отечественной промышленности.

Возможность повторного использования вторичного сырья в промышленном производстве представляется весьма перспективным в силу сложившихся особенностей на отечественном рынке редкоземельных металлов (РЗМ).

На отзыв представлена диссертационная работа общим объемом 187 страниц, включая введение, 5 глав, основные результаты и выводы, список используемой литературы, содержащий 237 источников, список публикаций автора из 14 наименований (включая 12 статей и 2 патента), содержащая 70 рисунков, 23 таблицы и 2 приложения.

Во введении представлены цель и задачи работы, обосновывается актуальность задач, показана новизна и практическая значимость, полученных результатов. Показана апробация результатов работы на российских и международных конференциях.

В первой главе приводится литературный обзор, который начинается с рассмотрения свойств соединений на основе фазы 2:14:1, микроструктуры постоянных магнитов и влияния легирующих компонентов на эти характеристики. Приведены литературные данные о существующих технологиях производства спеченных постоянных магнитов, включающих синтез сплавов, получение порошков, водородную обработку сплавов и термическую обработку магнитов. В литературном обзоре обширно рассмотрено современное состояние проблемы повышения коэрцитивной силы постоянных магнитов на основе системы Nd-Fe-B: особенности процессов перемагничивания, технологии бинарных смесей,

процессы зернограничной диффузии и реструктуризации границ зерен. Значимая часть литературного обзора посвящена фазовым равновесиям в системах РЗМ-переходный металл-водород. Приведены литературные данные о кристаллических структурах фаз, образующихся в данных системах. В заключительной части литературного обзора рассмотрены вопросы, связанные с современным состоянием рециклинга постоянных магнитов в мире, включая способы переработки магнитов с выделением чистых редкоземельных металлов (РЗМ) из отходов производства. На основе выполненного литературного обзора определены задачи исследования и способы их решения.

Во второй главе описываются материалы и методы исследования, используемые в работе. Подробно рассмотрено получение образцов сплавов и магнитов методами порошковой металлургии, включая описание режимов их получения и обработки. Автором использованы следующие методы исследования: рентгеноструктурный анализ, сканирующая, просвечивающая (включая метод LEAP) и оптическая микроскопия, дифференциально-термический анализ, магнитные измерения при комнатной и низких температурах.

Третья глава посвящена изучению свойств сплавов-добавок $R_3(\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x)$ и $R_3(\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x)\text{-H}$, где $R=\text{Tb, Dy, Pr}$ используемых в качестве компонента порошковой смеси. Установлены фазовые равновесия для данных систем и путь кристаллизации для каждого выбранного состава сплава-добавки. По данным рентгеноструктурного анализа показано, что все исследуемые сплавы являются многофазными. Методом локального микроанализа определены пределы растворимости кобальта и меди в фазах, присутствующих в сплавах систем Tb-Co-Cu и Dy-Co-Cu. На основе экспериментальных и литературных данных построено изотермическое сечение фазовой диаграммы Tb-Co-Cu при 600°C в интервале составов Tb = 60-100%, Co = 0-40% и Cu = 0-50%.

Для оценки возможности использования выбранных сплавов-добавок ($R_3(\text{Co}_{1-x}\text{Cu}_x)$, где $R=\text{Tb, Dy, Pr}$) в качестве компонента порошковой смеси при изготовлении спечённых магнитов автором проведены исследования взаимодействия вышеуказанных сплавов с водородом. Методами рентгеноструктурного анализа показано разложение сплавов с образованием гидридов редкоземельных металлов и тонкой механической смеси переходных металлов, пригодных для реализации процессов зернограничной диффузии и зернограничного структурирования при производстве постоянных магнитов.

В четвертой главе приведены экспериментальные данные о микроструктуре и свойствах постоянных магнитов, изготовленных с использованием выбранных сплавов-добавок на основе систем R-Co-Cu, $R=\text{Tb, Dy, Pr}$. Изучено распределение компонентов в структуре магнита. Показано, что в ходе процесса спекания происходит диффузия Tb, Dy и Co в зерно основной магнитной фазы, что отвечает за повышение коэрцитивной силы за счет

образования структуры зерна «ядро-оболочка». Для данных магнитов получены интересные зависимости коэрцитивной силы от температуры низкотемпературной обработки, и показано, что в случае использования сплава-добавки на основе Tb-Co-Cu достигнут существенный прирост гистерезисных характеристик постоянных магнитов.

В пятой главе диссертантом разработана технология рециклинга постоянных магнитов на основе системы Nd-Fe-B. Отработаны режимы измельчения и спекания для достижения высоких значений физической плотности магнитов, изготовленных из вторичного сырья (магниты марки N42) с добавкой гидроксида неодима. Автором показано, что несмотря на различие в химическом составе исходного сырья, удается получать постоянные магниты с достаточно высоким уровнем магнитных свойств. Для полученных образцов магнитов проведены исследования микроструктуры и фазового состава. Согласно полученным результатам предлагаемый автором способ переработки «магнит-в-магнит», позволяет получать спеченные магниты с требуемой структурой, отвечающей за высокие гистерезисные свойства. Экспериментально изучено распределение компонентов в магнитах, изготовленных из сырья различного химического состава, и показано протекание процессов зернограничной диффузии с образованием структуры «ядро-оболочка», отвечающей за повышение магнитных характеристик магнитов.

Научная новизна представленной работы заключается в том, что впервые введение легирующих добавок в состав магнитов на основе системы Nd-Fe-B проведено с использованием гидрированных сплавов систем PZM-Cu-Co, что облегчает диффузионное насыщение магнитотвердого сплава редкоземельными и переходными металлами и структурирование границ зерен основной магнитной фазы.

Работа имеет большую **практическую значимость**. В частности, разработана технология рециклинга постоянных (на которую получен патент № RU 2 767 131 C1 «Способ изготовления спеченных редкоземельных магнитов из вторичного сырья»).

Значимость для науки и производства результатов, представленных в диссертационной работе, заключается в разработке сплавов-добавок к порошковой смеси для эффективного управления гистерезисными характеристиками постоянных магнитов и в разработке технологии рециклинга постоянных магнитов по схеме «магнит-в-магнит». Значимость полученных результатов подтверждается их практическим использованием в профильной организации, а именно АО «Спецмагнит» (Приложение Б – Акт о внедрении результатов диссертационной работы).

Степень достоверности определяется использованием современного оборудования и сопоставлением экспериментальных данных, полученных разными методами.

Основные результаты опубликованы в 12 научных статьях, в том числе 10 в журналах, индексируемых в базах Scopus / Web of Science, 2 в Российских журналах, включенных в перечень ВАК, а также получено 2 патента. Результаты работы докладывались на международных и российских конференциях.

Однако к содержанию диссертационной работы и представлению результатов имеются следующие **замечания**:

1. Для рисунка 36 в тексте указано, что «не отмеченные рефлексы соответствуют фазе типа R_3Co », однако на самом рисунке это пояснение отсутствует.

2. На рисунке 41 наблюдается смещение экспериментальных пиков на рентгенограмме, относительно приведенных штрих-диаграммы для TbH_2 и TbH_3 . Причина смещения в тексте не обсуждается.

3. В таблице 14 приведены данные локального микронзондового анализа. Для фаз, обозначенных как 3.1, 3.2, 3.3, показано присутствие кислорода. Однако общее содержание кислорода в исследуемом образце не определено.

4. В главе 5 не приведены данные о термической стабильности получаемых образцов магнитов. Также обнаружено присутствие никеля в исследуемых образцах (таблица 21 и рисунок 69 (ж)), полученных из вторичного сырья. Каково влияние никеля в составе на магнитные характеристики в интервале температур 20-100 °С в соответствии с ГОСТ 52956-2008?

5. Следовало бы в названии работы и в цели работы вместо «Развитие научных и технологических основ процессов получения спеченных магнитотвердых материалов систем (Nd,Pr)(Tb,Dy)-Fe-B из гидрированных порошковых смесей» указать «...системы (Nd,Pr)(Tb,Dy)-Fe-B ...», так как в данном случае приведена одна система.

Сделанные замечания не снижают общей положительной оценки диссертации. Считаю диссертацию качественной научно-квалификационной работой, в которой решена актуальная задача экономного использования тяжелых РЗМ и повторного применения РЗМ-содержащего сырья (бракованные магниты) при производстве постоянных магнитов методами порошковой металлургии.

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.п. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного Постановлением правительства РФ от 24 сентября 2013 г. № 842, 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».

Согласен на включение в аттестационное дело и дальнейшую обработку моих персональных данных, необходимых для процедуры защиты диссертации Прокофьева П.А.

Официальный оппонент
Начальник лаборатории
«Специальные металлические
материалы и магниты»
НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ,
кандидат технических наук
специальность 2.6.17 «Материаловедение»



Валеев
Руслан Анверович

Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ)

Адрес: 105005 г. Москва, ул. Радио, д.17

E-mail: priem@viam.ru

Телефон: 8(499) 748-97-94

Подпись Валеева Руслана Анверовича удостоверяю.

Ученый секретарь «Ученого совета»
к.т.н., доцент



Свириденко
Данила Сергеевич