

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу

Устюхина Алексея Сергеевича «Синтез и исследование свойств порошковых магнитотвёрдых сплавов системы Fe-Cr-Co», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 - Порошковая металлургия и композиционные материалы.

### **Актуальность темы.**

Магнитотвердые материалы имеют множество отраслей применения, а объемы производства данных материалов постоянно увеличиваются. Основными материалами для изготовления постоянных магнитов являются содержащие редкоземельные металлы (РЗМ) сплавы таких систем, как например Nd-Fe-B. Использование этих сплавов, несмотря на их высокие магнитные свойства, сдерживается высокой стоимостью РЗМ, низкой коррозионной стойкостью и сложностью традиционных технологий их изготовления. Тем не менее, технологии переработки, основанные на методах порошковой металлургии, позволяют достаточно легко изготавливать магниты различной формы и размеров.

В любом производстве экономический фактор при оптимизации существующих процессов и используемых материалов является очень важным. Магнитотвердые сплавы системы Fe-Cr-Co обладают невысокой стоимостью по сравнению с РЗМ сплавами, а также уникальным для магнитотвердых материалов сочетанием магнитных и механических свойств, зависящих от использованной технологии производства, в связи с чем, данные сплавы применяются в устройствах, работающих при высоких статических и динамических нагрузках, например в роторах гистерезисных двигателей.

В настоящее время порошковая металлургия в качестве технологии получения сплавов системы Fe-Cr-Co применяется редко. Однако при мелкосерийном производстве порошковая металлургия обеспечивает высокую прецизионность при формовании изделий, высокий коэффициент использования материала и значительно снижает объемы механической обработки по сравнению с технологией плавки и литья. Объемы мелкосерийного производства магнитотвердых материалов также растут, поэтому исследование физико-химических основ получения Fe-Cr-Co сплавов методами порошковой металлургии, оптимизация температурно-временных режимов спекания и обработки для получения плотных изделий с хорошими магнитными характеристиками является актуальной задачей.

Анализ уже продемонстрированных в публикациях технологических возможностей и достигаемых свойств продуктов в таких современных порошковых технологиях, как инжекционное литье порошковых магнитных материалов, например, магнитомягких материалов системы Fe-50%Ni (H. Miura. Metal injection molding (MIM) of soft magnetic materials, Handbook of metal injection molding, Ed. D. Heaney. 2012. PP. 487-515), или

отечественных работ по МММ переработке порошков системы Fe-Cr-Co (Д.В. Костин, С.Ю. Жуков, А.Р. Самборук Классификация магнитотвердых материалов и их использование в МММ технологии // Современные материалы, техника и технологии.- 2018.- №2; Б.Д. Чернышов и др. Исследование микроструктуры и магнитных свойств Fe-Cr-Co сплавов, полученных методом МММ технологии // МиТОМ.- 2019.-№11) был бы также полезен при постановке задач исследования.

### **Содержание работы**

Диссертация изложена на 133 страницах и состоит из введения, шести глав, выводов, библиографического списка из 144 наименований, содержит 61 рисунок, 23 таблицы и 21 формулу.

*Во введении* изложена актуальность проведенного исследования, сформулированы цели и задачи работы, научная новизна, практическая значимость работы, положения, выносимые на защиту, отмечена достоверность полученных результатов, личный вклад автора, указаны сведения о количестве печатных работ по теме диссертации и апробации работы.

*В первой главе* представлен литературный обзор, в котором весьма подробно анализируются исследования, посвященные магнитотвердым сплавам на основе системы Fe-Cr-Co. В обзоре приведена сравнительная характеристика функциональных свойств Fe-Cr-Co сплавов относительно других основных классов магнитотвердых материалов, рассмотрены вопросы фазовых и структурных соотношений в системе при спинодальном распаде в зависимости от содержания кобальта. В литературном обзоре весьма подробно описаны цели применения различных легирующих добавок и их влияние на свойства Fe-Cr-Co сплавов, указаны области практического применения, большое внимание уделено описанию стадий производства Fe-Cr-Co сплавов методами литья, но, к сожалению, недостаточно, - порошковой МММ-металлургии. В заключении литературного обзора сформулирована задача исследования.

*Вторая глава* посвящена материалам и методологии. Здесь обосновывается выбор сплавов для исследования, приводится их химический состав. В качестве объектов исследования были выбраны магнитотвердые сплавы системы Fe-Cr-Co: Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W, Fe-26Cr-16Co-2Mo, и Fe-26Cr-16Co-2W (масс. %). Описана технология приготовления образцов Fe-Cr-Co сплавов методами порошковой металлургии, а также описаны методы термической и термомагнитной обработки, экспериментальные методы исследования состава, структуры, магнитных и механических свойств образцов Fe-Cr-Co сплавов.

*Третья глава* посвящена изучению пористости и магнитных свойств в выбранных для исследования порошковых сплавах, исследованию равномерности распределения компонентов исходной шихты в зависимости от времени смешения, изменению относительной плотности в зависимости от температуры спекания, влиянию различных

режимов термической и термомагнитной обработки, режимов легирования на магнитные характеристики сплавов.

*Четвертая глава* посвящена экспериментальному исследованию испарения хрома в ходе вакуумного спекания порошкового сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W. На основе результатов микрорентгеноспектрального анализа построены пространственные распределения концентрации хрома, определена толщина испаряемого слоя при различных температурах спекания.

*Пятая глава* посвящена математическому моделированию процессов диффузии и испарения хрома в ходе спекания порошкового сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W. Процессы диффузии и испарения хрома при спекании в вакууме были описаны экспоненциальным законом Аррениуса и законом Ленгмюра, соответственно. Значения параметров для моделирования согласуются с опубликованными данными исследований сплавов системы Fe-Cr-Co и других материалов, близких по составу и характеристикам к изучаемой в диссертации системе

*Шестая глава* посвящена экспериментальному исследованию структуры, магнитных и механических свойств порошкового сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W, полученного спеканием при пониженных температурах (1100 и 1200 °С) с добавлением стадии горячей прокатки в технологическую цепочку получения. Показано, что применение горячей прокатки после спекания при температуре 1200 °С позволяет получать плотный магнитотвердый порошковый материал с плотностью 97 – 98% и высокими магнитными свойствами, что сопоставимо с порошковыми аналогами, спеченными при температурах около 1400 °С.

В конце каждой главы подведены краткие итоги проведенных исследований.

### **Научная новизна**

1. Впервые исследован процесс испарения хрома при спекании в вакууме порошкового сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W. Показано, что данный процесс негативно сказывается на магнитных свойствах образцов порошкового сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W при повышении температуры спекания от 1330 до 1420 °С. Экспериментально определена толщина обедненного хромом слоя, составляющая около 0,5 мм, показано, что процесс испарения хрома наиболее интенсивен на начальной стадии спекания. Для описания нестационарного процесса диффузии и испарения хрома с открытой поверхности в ходе спекания порошковых сплавов Fe-Cr-Co в работе предложена математическая модель, а теоретические расчеты по модели качественно совпадают с экспериментальными кривыми.

2. При поиске путей снижения температуры спекания Fe-Cr-Co сплавов предложен способ получения плотного магнитотвердого порошкового сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W, который заключается в использовании пониженной температуры спекания (1200 °С) с

последующей горячей прокаткой. Относительная плотность прокатанного материала имеет величину 97 – 98 %, что сопоставимо с плотностью сплавов такого же состава, спеченных при температурах около 1400 °С, а значения остаточной индукции  $B_r$  и магнитного произведения  $BH_{(max)}$  на 10% выше.

### **Степень обоснованности и достоверности полученных результатов и выводов**

В диссертации использованы современные методы исследования характеристик материалов, экспериментальные измерения магнитных и механических свойств получены на сертифицированном оборудовании с использованием современных измерительных приборов. Исследование процессов диффузии и испарения хрома при спекании, описывающихся экспоненциальным законом Аррениуса и законом Ленгмюра, соответственно, согласуется с опубликованными данными исследований Fe-Cr-Co сплавов и других материалов, близких по составу и характеристикам к изучаемой в диссертации системе. В диссертации проанализирован большой объем экспериментальных данных, анализ которых проведен грамотно и носит систематический характер. Приведенные в конце диссертации выводы достаточно полно отражают основные результаты.

### **Наиболее существенные результаты диссертационной работы:**

- Для порошкового магнитотвердого сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W наиболее высокие магнитные свойства были получены после спекания при температуре 1300 и 1330 °С:  $B_r = 1,1 - 1,16$  Тл,  $H_c = 56 - 59$  кА/м и  $(BH)_{max} = 30 - 33$  кДж/м<sup>3</sup>, что соответствует уровню свойств литых аналогов системы Fe-Cr-Co, производящихся известными мировыми предприятиями и Fe-Cr-Co сплавов с высоким содержанием кобальта.
- Положительное влияние совместного легирования молибденом и вольфрамом сплава Fe-26Cr-16Co, приводящее к повышению значений коэрцитивной силы на 10 %.
- Повторяемость в пределах погрешности измерений магнитных гистерезисных свойств порошкового сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W, спеченного в температурном интервале 1300 – 1360 °С при изменении скорости охлаждения в магнитном поле в ходе термомагнитной обработки в интервале 40 – 180 °С/ч, что обеспечивает удобство обработки заготовок на промышленном оборудовании.
- Разработана математическая модель, описывающая нестационарный процесс диффузии и испарения хрома с открытой поверхности цилиндрического образца сплавов системы Fe-Cr-Co в ходе спекания в вакууме. Теоретические расчеты по модели качественно совпадают с экспериментальными кривыми. Показано, что процесс испарения хрома наиболее интенсивен на начальной стадии спекания
- Предложен способ получения плотного магнитотвердого порошкового материала состава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W заключающийся в спекании при температуре 1200 °С с последующей горячей прокаткой при 1150 °С. Плотность материала имеет величину 97 –

98 %, что сопоставимо с порошковыми аналогами, спеченными при температурах около 1400 °С. Значения магнитных свойств (остаточной индукции  $B_r$  и максимального энергетического произведения  $BH_{(max)}$ ) сплава Fe-26Cr-16Co-2Mo-2W на 5 – 10 % по сравнению с образцами после обычного спекания при температуре 1200 °С.

- Показано, что формирование  $\gamma$ -фазы в порошковых магнитотвердых сплавах системы Fe-Cr-Co при спекании приводит к увеличению остаточной пористости и возникновению химической неоднородности в системе. Исследованные в работе сплавы состава Fe-26Cr-16Co рекомендуется спекать при температуре 1200 °С и выше. Для спекания при более низких температурах можно использовать порошковые сплавы системы Fe-Cr-Co с пониженным содержанием кобальта и повышенным содержанием хрома.

- Экспериментальные результаты и предложенные режимы получения сплавов системы Fe-Cr-Co методом порошковой металлургии были опробованы на специализированном предприятии АО «Спецмагнит».

Вышеперечисленные результаты являются оригинальными и удовлетворяют требованиям новизны, предъявляемым к диссертационной работе.

### **Замечания по диссертации**

1. Анализ уже продемонстрированных в публикациях технологических возможностей и достигаемых свойств продуктов в таких современных порошковых технологиях, как инжекционное литье порошковых магнитных материалов, например, магнитомягких материалов системы Fe-50%Ni, или названных выше отечественных работ по MIM переработке порошков из сплавов системы Fe-Cr-Co, был бы полезен при постановке задач исследования.

2. Основным методом определения плотности исследованных сплавов в работе является метод гидростатического взвешивания (метод Архимеда). При всех достоинствах этого метода хотелось бы обратить внимание соискателя на более современные методы измерения плотности, например пикнометрический метод, который обеспечивает более высокую точность измерений и широко используется при контроле качества изделий. Концепция тотального контроля качества может быть нарушена на каждом шаге процесса и у поставщиков компонентов, и у исследователя. Корректно решать задачи измерения плотности при контроле качества изделия сегодня рекомендуется с помощью гелиевой пикнометрии.

3. На с.99 диссертации сказано: “Как видно на рис. 5.3, экспериментальные точки в интервале 0 – 300 мкм располагаются выше расчётных кривых...”. Однако на рис. 5.3 (с. 99) указаны только расчетные кривые при различном времени спекания. Возможно в тексте опечатка и подразумевался рис. 5.2 (с.98).

Отмеченные недостатки не отражаются на основных выводах, сделанных в работе, и не снижают, следовательно, общей высокой оценки представленной диссертации.

Результаты диссертационной работы опубликованы в 24 научных публикациях, в том числе 6 статей в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ и 3 переводные статьи в журналах, индексируемых в системах SCOPUS и WOS. В автореферате и цитируемых статьях полностью отражено содержание работы. Изложенный в диссертации материал свидетельствует о высокой научной квалификации А. С. Устюхина, а диссертация является законченной квалификационной исследовательской работой, посвященной решению актуальной научной проблемы, имеющей фундаментальное и практическое значение.

По актуальности, достоверности, методическому уровню исследования, научной новизне и значимости полученных результатов диссертация соответствует п.9 «Положение о порядке присуждения ученых степеней» ВАК РФ и паспорта специальности 05.16.06 - «Порошковая металлургия и композиционные материалы». Автор работы - А.С. Устюхин заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.06 - «Порошковая металлургия и композиционные материалы».

Доцент кафедры  
«Литейные технологии»  
МГТУ им. Н.Э.Баумана  
кандидат технических наук

Семенов Алексей Борисович

Дата: 04.03.2020  
ВЕРНО

Зам. начальника Управления кадров

МГТУ им. Н.Э. Баумана

А. Г. Матвеев

Адрес: 105005, г. Москва, 2-я Бауманская ул., д.5, стр.1

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский Государственный Технологический Университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» (МГТУ им. Н.Э.Баумана)

Тел.: 8(499) 263-63-60

E-mail: semenov.ab@bk.ru