

ОТЗЫВ

официального оппонента доктора технических наук, профессора Гасанова Бадрудина Гасановича на диссертацию Бельтюковой Марии Александровны «Формирование структуры и свойств концентрационно-неоднородного сплава системы Fe-Cr-Co-Mo с добавкой Sm, Zr, Cu для точного приборостроения», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5 Порошковая металлургия и композиционные материалы

Общие положения

Диссертационная работа Бельтюковой М.А. выполнена в Пермском национальном исследовательском политехническом университете на кафедре «Металловедения и термической обработки металлов».

Диссертационная работа содержит введение, пять глав, заключение с общими выводами, библиографический список 153 наименований и 4 приложения. Общий объем, включая приложения, составляет 160 страницы машинописного текста.

Актуальность темы

Диссертационная работа посвящена актуальной тематике – разработке технологии получения новых спеченных магнитотвердых материалов на основе системы Fe-Cr-Co-Mo добавлением в шихту порошков сплава KC25ДЦ с заданными физическими и механическими свойствами.

Наиболее распространенными в электронике, приборостроении, электротехнической промышленности и в других отраслях являются порошковые магнитотвердые материалы на основе систем Fe-Nd-B, Sm-Co, BaO 6Fe₂O₃ и SrO 6Fe₂O₃. Реже применяются спеченные магниты из дисперсионно-твердеющих сплавов на основе систем Fe-Cr-Co и Fe-Al-Ni-Co. Это связано с концентрационной неоднородностью спеченных сплавов и наличием пор, влияющих на магнитные, механические и технологические характеристики материалов. Несмотря на высокие свойства магнитов, изготовленных различными методами из интерметаллических соединений РЗМ и переходных металлов типа Nd₂Fe₁₄B, R₂Co₁₇, RCo₅ и другие, актуальны исследования по повышению магнитных и механических свойств спеченных магнитов из железохромокобальтовых сплавов, так как они отличаются относительных других магнитотвердых материалов высокой прочностью, коррозионной стойкостью, температурной и временной стабильностью.

Современные подходы к улучшению магнитных и технологических свойств порошковых сплавов на основе Fe-Cr-Co, в том числе, легированием различными элементами и лигатурами, а также снижением остаточной пористости практически не способствовали существенному повышению удельной магнитной энергии постоянных магнитов, так как недостаточно изучено влияние режимов прессования, спекания и термической обработки железохромокобальтовых сплавов из смеси порошков компонентов и лигатур на концентрационную неоднородность и кинетику диффузионных процессов в процессе термомагнитной обработке. Остается неизученным влияние режимов высокотемпературного (диффузионного) спекания на особенности

фазовых превращений на всех этапах термической и термомагнитной обработки сплавов системы Fe-Cr-Co-Mo, содержащих 15 -18 Co (% , мас.) с добавлением порошков сплавов на основе Sm-Co и Fe-Nd-B.

Эти и другие особенности обуславливают *актуальность* рецензируемой диссертационной работы Бельтюковой М.А., посвященной созданию научно обоснованного технологического подхода при разработке порошковых магнитотвердых материалов с заданными свойствами для точного приборостроения.

Основные научные результаты и оценка их новизны

В диссертации с единых позиций и всесторонне рассмотрены важнейшие факторы, влияющие на структурообразование и свойства исследуемых магнитотвердых материалов и получены следующие результаты, отличающиеся научной значимостью:

1. Получено уравнение и разработан способ оценки степени гомогенизации спеченных высоколегированных сталей и сплавов из порошков компонентов и лигатур, позволяющие численно прогнозировать влияние технологических параметров и химического состава шихты на концентрационную неоднородность и физико-механические свойства порошковых материалов.

2. Впервые на основе гистограмм распределения хрома, кобальта и молибдена при различных режимах спекания, полученных в результате экспериментальных исследований, определены энергию активации диффузии и коэффициенты уравнении гомогенизации и прогнозированы значения коэффициентов вариации концентрации.

3. Научно и экспериментально обосновано влияние добавок порошков сплава КС25ДЦ, полученных помолом отходов литья магнитов из них, на кинетику диффузионных процессов при спекании формовок железохромкобальтовых магнитотвердых материалов и выявлено, что с повышением концентрации с 1,5 до 3 % интерметаллических соединений самария и кобальта магнитные свойства исследуемых сплавов повышаются.

4. Выявлены кинетические особенности формирования высококоэрцитивного состояния спеченного сплава 22Х15К4М с различным содержанием пороков сплава КС25ДЦ при термической и термомагнитной обработке на всех стадиях технологического процесса, что позволило разработать новые методы повышения магнитных и механических свойств материала.

5. Обосновано эффективность легирования исследуемых сплавов добавкой в шихту порошков сплава КС25ДЦ для повышения термической и температурной стабильности и прочностных характеристик спеченных магнитов.

Научная новизна работы заключается в раскрытии закономерностей формирования структуры и свойств порошковых магнитотвердых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co с добавкой порошков сплава КС25ДЦ. Выявлен механизм диффузионных процессов при гомогенизирующем спекании формовок из шихты, полученных из смеси порошков компонентов

магнитотвердого сплава и КС25ДЦ, предложен новый метод оценки влияния концентрационной однородности получаемых материалов на магнитные свойства сплавов, показаны особенности спинодального распада пересыщенных твердых растворов железа, хрома, кобальта и молибдена в магнитном поле при наличии соединений самария, кобальта и других элементов, содержащих в сплаве КС25ДЦ.

Впервые установлено, что концентрация самария и его соединений в сплаве на основе Fe-Cr-Co существенно влияет на пористость спеченных магнитов, а также на микро – и наноструктуру сплавов на всех стадиях их термической, термомагнитной обработки и ступенчатого отпуска.

Используя метод дифференциальной сканирующей калориметрии показано влияние содержания сплава КС25ДЦ в железохромокобальтовых магнитотвердых материалах с модулированной структурой на температурные интервалы фазовых превращений при нагреве и охлаждении, что позволило оценить влияние включений интерметаллидов самария и кобальта на структурообразование спеченных сплавов.

Достоверность и обоснованность результатов исследований

Достоверность результатов исследований обеспечена использованием фундаментальных положений теории и практики гомогенизирующего спекания, термической и термомагнитной обработки исследуемых сплавов, большим объемом экспериментов, выполненных с привлечением оригинальных методов исследований.

Интерпретация полученных в ходе исследования результатов проведена на высоком методическом уровне, научные положения и выводы вполне обоснованы и надежно подтверждены результатами вычислительных экспериментов и расчетных оценок.

Достоверность исследований также подтверждается многократной повторяемостью экспериментальных данных, полученных с использованием современных методов исследований, а также согласованностью теоретических данных с результатами экспериментов.

Значимость полученных автором результатов для развития отрасли порошковой металлургии и композиционных материалов

Значимость полученных автором диссертации научных результатов для развития отрасли порошковой металлургии и композиционных материалов заключается в том, что:

1. Для повышения магнитных, механических и эксплуатационных свойств деформируемых магнитотвердых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co был разработан новый вариант получения спеченных магнитов низкой пористостью и прогнозируемой структурой;
2. Предложены, научно обоснованы и экспериментально подтверждены новые методы повышения функциональных свойств железохромокобальтовых сплавов;
3. В публикациях отражены результаты проведенных исследований и показана научная и практическая значимость их для развития представления о формировании структуры и свойств магнитотвердых материалов;

4. На основе дифференциальной сканирующей калориометрии разработана методика исследования фазовых превращений в спеченных дисперсионно-твердеющих и диффузионно-упрочняющих сплавах различного состава при отпуске, старении и термомагнитной обработке и при других видах воздействия.

Практическая ценность работы

Практическая ценность работы заключается в том, что:

1. Разработана методика расчета параметров и оптимизации режима гомогенизирующего спекания и термической обработки порошковых высоколегированных сталей и сплавов;

2. Определены режимы и технологические этапы получения спеченных магнитотвердых сплавов на основе системы Fe-Cr-Co с добавками сплава КС25ДЦ, обеспечивающие заданные свойства, а также повышающие механические свойства и стабильность магнитных характеристик;

3. Разработаны технологические рекомендации по изготовлению магнитов для роторов синхронных двигателей из сплава 22Х15К4М с добавкой сплава КС25ДЦ с заданными функциональными свойствами;

4. Разработаны методы исследования структуры и оценки эксплуатационных свойств нового порошкового магнитотвердого материала на основе сплавов систем Fe-Cr-Co-Mo и (Co,Fe)-Sm с повышенными магнитными, механическими и эксплуатационными свойствами.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертации

Результаты и выводы диссертации рекомендуется использовать в научно-исследовательских, проектно-конструкторских и промышленных предприятиях, занимающихся разработкой, изготовлением и эксплуатацией изделий из порошковых материалов, а также при проведении учебного процесса в вузах РФ.

Замечания по содержанию и оформлению работы

1. В диссертации показано (с. 100), что в случае добавления в шихту 2,9 % порошка сплава КС25ДЦ магнитные свойства сплава 22Х15К4МС существенно возрастают ($H_c = 55,6$ кА/м, а $B_r = 1,33$ Тл). Однако на (рис. 44, а и б) показаны микроструктуры сплава, содержащие включения соединений самария, которые влияют на формирование структуры и магнитные свойства. Поэтому следовало бы обосновать за счет чего повышаются H_c и B_r .

2. Сложно представить почему после спекания при 1300 °С, 1 ч. прессовок из шихты, содержащей 22 % Cr, средняя его концентрация составляет около 20 % (рис. 26, г), а после увеличения времени спекания до 3 или 8 ч. при той же температуре наблюдаемая концентрация хрома в отдельных участках повышается до 40 % (рис. 26, д, е). Это касается и распределения Mo и Co (рис. 27 и 28).

3. Анализ уравнения гомогенизации (1) (с. 44) показывает, что пористость прессовок и размер частиц компонентов не влияют на коэффициент вариации V , соответственно, и на время гомогенизации сплава. Видимо поэтому расчетное время гомогенизирующего спекания существенно

отличается от реального (табл. 3.6). Нужно бы указать какая была пористость формовок после прессования.

4. Исследования, проведенные ранее нами, показали, что наиболее высокие значения H_c и $(BH)_{\max}$ получали у сплава аналогичного состава, содержащего 26 % (мас.) хрома. Поэтому следовало бы варьировать концентрацию хрома для оптимизации химического состава сплавов, содержащих 15-17 % кобальта.

5. Диссертант утверждает, что формирующееся в результате термомагнитной обработки и последующего ступенчатого отпуска модулированная структура состоит из α_1 - фазы в виде вытянутых пластинок длиной 120 и шириной 45 нм, но представленные микроструктуры (рис 43) мало информативны, а на «поперечном» шлифе выделения α_1 - фазы похоже имеют круглое сечение (рис. 43, г и е).

6. Недостаточно информативны подписи у некоторых рисунков, иллюстрирующих результаты исследований (рис. 31, 34, 41, 45 и др.), на которых хотелось бы видеть не изменение фона, и описание структурных составляющих и т.д. Например, почему диссертант считает, что желтый фон (рис. 34, б) имеют включения самария, а не интерметаллидов с высоким его содержанием.

7. В тексте диссертации есть неудачные высказывания, не соответствующие принятой в порошковой металлургии терминологии и не обоснованные интерпретации. Например, вместо известного способа повышения плотности - двухкратного прессования и спекания написано «Окончательное прессование проводили после подспекания », «Предварительное прессование проводили с усилием 32 тонны/см² ...» (с. 48, 51, 81), «...обедненность по содержанию Со...» (с. 87), «Процент пористости», (с. 45). «В сплаве с добавкой 8,8 % КС25ДЦ (рис. 37) уже после первой ступени H_c в 4,1 раз, а B_r 3,3 раза и $(BH)_{\max}$ в 27,5 раз превышает значения магнитных характеристик исходного сплава без добавок» (с. 90). Химический состав включений согласно рисунку 38, 38 (Таблицы - 4.5 и 4.6), однако на (рис. 38) показано влияние температуры отпуска на магнитную индукцию, а рис. 38, а вообще отсутствует и др.

Общая оценка диссертации и автореферата

Указанные замечания не снижают научную и практическую значимость диссертационной работы. В ней на основании выполненных автором исследований изложены новые научно обоснованные технические и технологические решения по получению магнитотвердых сплавов с заданными свойствами. Результаты исследований и их внедрение вносят значительный вклад в развитие народного хозяйства страны, так как обеспечивают повышение эксплуатационных характеристик и надежность отечественных электротехнических устройств.

Содержание автореферата и публикаций отражает основные положения и результаты диссертационной работы. По теме диссертации опубликовано 10 статей, в том числе 4 в журналах, рекомендованных ВАК России, из них 3 в изданиях индексируемой в Scopus и WoS.

Диссертационная работа представляет собой законченную научно-квалификационную работу, имеющая важное хозяйственное значение, полностью удовлетворяет критериям пунктов 9-11, 13, 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 г. (в ред. от 11.09.2021), а ее автор, Бельтюкова Мария Александровна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.5. Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Профессор кафедры «Автомобили и
транспортно-технологические комплексы»
Южно-Российского государственного
политехнического университета (НПИ)
имени М. И. Платова, доктор технических наук, профессор
Бадрудин Гасанович Гасанов.

И область: 05.16.09 - Материаловедение (машиностроение).

И
зверяю:
Ученый секретарь,
ученого совета ЮИ
«25» 11

Н.Н. Холодкова

346428, Ростовская область, г. Новочеркасск,
ул. Просвещения, 132, ЮРГТУ (НПИ), тел. сл. (8635) 255-654,
факс: 255-654, e-mail: gasanov bg@gmail.com