



Акционерное общество  
«Государственный научно-исследовательский и проектный институт  
редкометаллической промышленности «Гиредмет»  
(АО «Гиредмет»)

119017, г. Москва, Б. Толмачёвский пер., д. 5, стр. 1; тел.: (495) 981-3010, (495) 708-4466; www.giredmet.ru, pyn@giredmet.ru

ИНН 7706699062 КПП 770601001 ОГРН 5087746203353

\_\_\_\_\_ 20 \_\_\_\_\_ № \_\_\_\_\_  
на Ваш \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

УТВЕРЖДАЮ  
Директор АО «Государственный научно-исследовательский и проектный институт  
редкометаллической промышленности «Гиредмет»

Маянов Е.П.  
\_\_\_\_\_ 2018 г.



### ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертацию

Игнатова Андрея Сергеевича

«Исследование и разработка способа получения гибких магнитных материалов на основе системы Nd-Fe-B», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов»

Диссертация Игнатова А.С. посвящена разработке новых способов получения гибких магнитных материалов на основе Nd-Fe-B, а именно: получению исходных компонентов (магнитных порошков), их диспергирования, выбор состава связующего полимера, обладающего заданной вязкостью и стабильностью, а также технологии нанесения смеси на ткань.

#### Актуальность

Исследования по целенаправленному управлению магнитными свойствами материалов и использованию этих результатов для изготовления изделий различного функционального назначения, например, для изготовления магнитных тканей, представляет большой научный и, еще в большей мере, практический интерес. Наибольшее распространение получили полимерные композиционные магнитотвердые материалы, к которым, как правило, применяют термин – магнитопласты. В отличие от традиционных магнитов, изделия из магнитопластов (с наполнением  $\text{SmCo}_5$ ,  $\text{SrO} \times 6\text{Fe}_2\text{O}_3$  и другие) легко обрабатываются, обладают высокой ударной прочностью, могут быть сравнительно гибкими, эластичными и возможно получать сложные конфигурации магнитных полей. Несомненное достоинство полимерных магнитов – возможность получения изделий экструзией, каландрированием. Благодаря этому их производство более экономично по сравнению с обычными керамическими и металлическими магнитами. Следует отметить также коррозионную устойчивость, возможность получать изделия сложной формы, например, типа зубчатых колес, изделия с резьбовыми отверстиями и т.д. с высокой точностью



геометрии. В настоящее время появляются магнитополимерные материалы нового поколения, основой которых является ткань. Ткань может быть выполнена из волокон различной природы (хлопка, льна или химических волокон) и в сравнении с монолитными магнитополимерными материалами является более технологичной, поскольку изготавливается по традиционной текстильной технологии, также отличается повышенной гибкостью, прочностью и сопротивлением разрушению.

Проблемой получения тканых магнитных материалов являются как выбор их состава, так и технология нанесения на ткань. Для этого необходимо проведение дополнительных теоретических и экспериментальных исследований получения магнитных сплавов заданного состава, способа их нанесения на тканый материал для создания биозащитных магнитных тканей с повышенной термостойкостью и огнестойкостью, обеспечивающих биосовместимость с организмом человека. Следовательно, разработка гибких магнитных материалов является задачей важной и актуальной.

### **Научная новизна**

На основании термодинамического анализа взаимодействия компонентов в системе  $\text{Nd}_2\text{O}_3 - \text{Fe} - \text{Fe}_2\text{B(B)} - \text{Ca}$  в интервале температур  $25 - 1100^\circ\text{C}$  определены условия преимущественного образования интерметаллического соединения  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ .

Изучена кинетика и предложен механизм образования фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  при восстановлении смесей  $\text{Me}_x\text{O} + \text{Me}_y$  кальцием, заключающийся в растворении эвтектики  $\alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_2\text{B}$  в жидком кальции при температуре выше  $900^\circ\text{C}$  с последующим выделением фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  в соответствии с количественным соотношением металлов в исходной смеси.

Разработан новый класс гибких магнитных материалов на биосовместимой тканой основе с наполнителем  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , обладающий высокими магнитными и прочностными характеристиками.

### **Практическая значимость**

Выводы и положения, выносимые на защиту, а также полученные автором результаты имеют как теоретический, так и прикладной характер. Важным является разработанный способ формирования магнитной ткани путем диспергирования до наноразмеров магнитного наполнителя ( $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ), и включающий восстановление смеси ( $\text{Nd}_2\text{O}_3$ , порошок Fe, порошок лигатуры – 4% В и 96 % Fe, стружка Ca) при температуре  $850^\circ\text{C}$  и продолжительности 1 ч, диффузионный отжиг полученного продукта ( $1000...1100^\circ\text{C}$ , 1,5...3,0 ч), приготовление магнитной латексной композиции, состоящей из акрилатного латекса, раствора аммиака, эмульгатора и частицы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  с последующим текстурированием и уплотнением сборки в магнитном поле при температуре  $60^\circ\text{C}$ .

На опытном участке ПАО НПО «Магнетон» (г. Владимир) изготовлена партия гибких магнитных материалов на основе хлопчатобумажной ткани марки «Юргенс-1» для изготовления опытного образца защитного костюма для испытаний в специализированных частях МЧС России.

### **Структура диссертации и результаты работы**

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованной литературы, включающего 126 наименований. Диссертация изложена на 127 страницах и включает 4 приложения, 50 рисунков и 19 таблиц.



Во введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и основные задачи исследования, сформулированы основные положения, выносимые на защиту.

В Главе 1 представлен анализ применения магнитных материалов нового поколения и исследованиям направлений развития в этой области.

С точки зрения эксплуатационных свойств у редкоземельных магнитов сплава Nd-Fe-B не существует альтернативы до сих пор. С 2000-х годов никакого революционного и коммерчески привлекательного прогресса в развитии постоянных магнитов не достигнуто. У магнитов Nd-Fe-B достигнуто значение энергетического произведения  $(BH)_{\max}$  – наибольшее из всех известных материалов ( $440 \text{ кДж/м}^3 - 55 \text{ МГсЭ}$ ), при максимально возможном значении  $(BH)_{\max} = 512 \text{ кДж/м}^3 (64 \text{ МГсЭ})$ .

Материал, используемый для изготовления постоянных магнитов, должен удовлетворить целому ряду требований: обладать хорошей температурной стабильностью, высоким энергетическим произведением, достаточно высокими значениями коэрцитивной силы и остаточной индукции, стабильностью при механических и химических воздействиях, возможностью придания разнообразных форм путем механической обработки или спекания, доступностью исходных материалов и т.д.

В основе выбора одного из методов получения сплава лежит экономическая эффективность. Главным недостатком известных способов является использование дорогих чистых РЗМ, дробление слитка сплава. При выплавке сплава такие параметры, как скорость охлаждения расплава, однородность распределения компонентов в слитке, температура плавления плохо поддаются контролю, что часто приводит к невоспроизводимости результатов при изготовлении магнитов из различных плавок. Дробление слитка с последующим просеиванием порошка через сита также плохо поддаются контролю, что приводит к большой неоднородности распределения частиц порошка по размерам.

В Главе 2 представлены результаты исследований факторов, влияющих на получение исходных компонентов (магнитных наполнителей) с заданными физико-химическими параметрами.

В результате исследования взаимодействия компонентов в системе  $\text{Nd}_2\text{O}_3\text{--Fe--Ca--Fe}_2\text{B(B)}$  установлено, что для получения качественных сплавов, необходимо использовать бор в виде лигатуры на основе эвтектики ( $\alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_2\text{B}$ ). В ходе исследования установлено, что присутствие железа препятствует взаимодействию кальция с боридом железа.

На основе анализа диаграмм состояния и проведенных исследований предложен механизм образования фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  при кальциетермическом получении сплавов системы Nd-Fe-B из смеси порошков оксида неодима, железа и лигатуры на основе эвтектики ( $\alpha\text{-Fe} + \text{Fe}_2\text{B}$ ). Процесс включает стадии: восстановление неодима, растворение частиц порошка железа и борида железа в жидком неодиме с образованием жидкости состава (ат. %): 58,2 Fe, 29,5 Nd, 12,3 B; дальнейшее растворение железа и борида железа с выпадением кристаллов фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ .

В результате исследования взаимодействия неодима и железа при сплавлении показано, что растворение железа в жидком неодиме начинается по межзеренным границам с последующей миграцией зерен железа в расплаве неодима. Растворение частиц порошка железа и борида железа возможно, как с поверхности, так и по межзеренным границам.

В главе 3 приведены результаты исследования процессов подготовки основных



компонентов для создания гибких магнитных материалов.

Определены характеристики поровой структуры волокнистой основы использован способ определения параметров поровой структуры по изменению влагосодержания волокнистой структуры в ходе увлажнения ее и сушки. Для аналитического описания процессов тепломассопереноса волокно было представлено в виде совокупности микрообъемов, в пределах которых параметры тепломассопереноса постоянны, а при переходе от одного микрообъема к другому они изменяются пропорционально влагосодержанию. Определено, что на первом этапе при формировании слоя процесс увлажнения описан уравнением Ленгмюра. Второй этап увлажнения обусловлен полимолекулярной адсорбцией, капиллярной конденсацией, а также диффузией и связан с различными механизмами взаимодействия молекул воды с волокнами, в т.ч. химическими.

В главе 4 приведены результаты исследований разработки способа изготовления образцов гибких магнитных материалов.

В качестве высококоэрцитивного наполнителя в волокнистую основу выбран  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  (высокая коэрцитивная сила и, при этом, приемлемая стоимость: по сравнению с аналогичными материалами). В качестве волокнистой основы магнитных тканей выбраны хлопчатобумажная ткань (площадь капилляров и пор в них достигает более  $100 \text{ м}^2$  на  $1 \text{ г}$  волокна), которой характерна биосовместимость с организмом человека и низкая цена, а также арамидная, отличающаяся повышенными термостойкостью и огнестойкостью.

Для аналитического описания процессов тепломассопереноса волокно было представлено в виде совокупности микрообъемов, в пределах которых параметры тепломассопереноса постоянны, а при переходе от одного микрообъема к другому они изменяются пропорционально влагосодержанию. Определено, что в волокнах размеры пор находятся в пределах  $3\div 90 \text{ нм}$  и обусловлены они различными видами движений функциональных групп как внутри молекул, так и в межмолекулярных зонах. В случае же получения наночастиц механическим диспергированием критический размер однодоменности может достигать  $100\div 500 \text{ нм}$ .

Предложены технологические принципы формирования магнитной ткани с механически диспергированным до наноразмеров магнитного наполнителя. Проведены опытно-промышленные испытания получения магнитотвердых материалов  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  в ПАО НПО «Магнетон» (г. Владимир).

В заключении диссертации подведен краткий итог диссертационной работы, сформулированы основные научные и практические результаты, обоснована значимость вклада соискателя в развитие технологии получения гибких магнитных материалов

В приложениях представлены копии патентов и актов испытания.

Автореферат в полной мере отражает содержание работы, ее актуальность, практическую значимость, новизну и другие значимые моменты. Основные результаты выносимые на защиту опубликованы в печати.

При знакомстве с текстом диссертации и автореферата возникли следующие замечания:

1. Из текста работы (Глава 4) не ясно, почему сравнение наполнителей осуществляется с  $\text{SrO} \times 6 \text{ Fe}_2\text{O}_3$ .

2. В работе отсутствуют даже первичные технико-экономические расчеты, что не позволяет сравнить ее с аналогичными работами и оценить ее конкурентоспособность.



3. стр. 60 диссертации излишне повторена фраза основная масса которых имеет состав.

Сделанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы, выполненной на хорошем научном и экспериментальном уровне.

Основные результаты диссертации опубликованы в 13 статьях, включенных в перечень рецензируемых научных изданий для опубликования основных научных результатов диссертаций, 7 тезисах доклада, 15 отчетах о НИОКР по государственному оборонному заказу МЧС России.

Достоверность полученных автором результатов подтверждается использованием методик эксперимента, соответствующих современному научному уровню. Основные выводы диссертации обоснованы и логично вытекают из содержания работы.

Результаты работы могут быть рекомендованы для изучения и внедрения в научных и образовательных организациях, в частности в ФГБУН "Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН)", а также производственных предприятиях, таких как ПАО «НПО «Магнетон».

В целом, диссертация Игнатова Андрея Сергеевича является научно-квалификационной работой, в которой комплекс выполненных автором исследований можно квалифицировать как решение актуальной научной задачи в области технологии и металлургии гибких магнитных материалов, имеющей важное хозяйственное значение - разработан комплекс приемов, позволяющих получать новый класс гибких магнитных материалов на биосовместимой тканой основе с наполнителем  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , обладающий высокими магнитными и прочностными характеристиками.

Выполненное Игнатовым А.С. исследование соответствует паспорту специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов» по формуле и областям исследований.

Таким образом, по актуальности, научной новизне, объему выполненных исследований, практической значимости полученных результатов представленная диссертация соответствует критериям, установленным п.9 и п.14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 №842, предъявляемым к диссертации на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор Игнатов Андрей Сергеевич, достоин присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.02 – «Металлургия черных, цветных и редких металлов».

Отзыв рассмотрен и обсужден на заседании Научно-технического совета Металлургия, материаловедение и технология редких и благородных металлов. Технологическая минералогия и обогащение (Протокол № 1-18 от \_\_\_\_ мая 2018г.).

Председатель заседания, к.х.н.

Гасанов А.А.

Секретарь заседания, к.т.н.

Юрасова О.В.