

«УТВЕРЖДАЮ»

Исполняющий обязанности ректора
Балтийского федерального университета
имени Иммануила Канта,
кандидат физико-математических наук

М.В. Демин

«20»  2024 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Гаврикова Ивана Сергеевича

на тему «Формирование высококоэрцитивного состояния в постоянных магнитах Fe-Cr-Co, полученных методами селективного лазерного плавления и инъекционного формования», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.12 - Физика магнитных явлений

Актуальность темы

Актуальность работы Гаврикова И. С. обусловлена выбором методов производства постоянных магнитов на основе системы Fe-Cr-Co.

Постоянные магниты на основе данного семейства сплавов сегодня играют немаловажную роль, так как применяются не только в военной и специальной технике, электротехнике, например, реактивных системах залпового огня, но и в изделиях гражданского назначения.

Высококоэрцитивное состояние в сплавах Fe-Cr-Co достигается в результате спиnodального распада твердого раствора на две изоморфные фазы (сильномагнитную и слабомагнитную) при термомагнитной обработке в уже практически готовом изделии. При этом технология производства данных постоянных магнитов за счет различных условий протекания реакции спиnodального распада определяется как магнитные, так и механические характеристики готового продукта.

Среди перспективных технологий для создания эффективного и высокотехнологичного мелкосерийного производства ПМ сплавов системы Fe-Cr-Co рассматриваются современные технологические процессы, такие как технологии аддитивного формирования и технология инъекционного формования.

Технологии аддитивного производства, такие как селективное лазерное плавление (SLS), открывают новые возможности для производства компонентов

со сложной геометрией и оптимизированной топологией, которые трудно или невозможно получить с помощью традиционных процессов. Кроме того, SLS обеспечивает функциональную интеграцию и индивидуально подобранные микроструктуру и свойства.

При производстве постоянных магнитов особый интерес представляет текстурированная микроструктура для достижения наилучших магнитных свойств (остаточной индукции B_r и максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$). Постоянные магниты с высокой степенью текстуры (около 98%) традиционно производятся методом порошковой металлургии. Достижение высокой степени текстуры в SLS является серьезной проблемой.

Стоит отметить, что микроструктура образцов, изготовленных с помощью технологии SLS, всегда является результатом плавления и затвердевания материала в расплаве, полученном с помощью лазера. Следовательно, направленное затвердевание расплава внутри ванны является определяющим фактором для получения текстурированной микроструктуры. Для получения микроструктуры с анизотропными свойствами необходимо, чтобы происходил столбчатый дендритный рост. Для контролирования затвердевания в расплаве необходимо точно настраивать множество параметров, которые зависят в том числе и от кристаллической структуры материала, условия подложки, а также размера и формы ванны расплава. Поэтому отработка режимов производства постоянных магнитов по технологии SLS критически важна, чтобы получать материалы с необходимой микроструктурой, обуславливающей величину магнитных характеристик.

Вместе с тем, на данный момент не изученным остается влияние условия протекания реакций спинодального распада при использовании предложенных методов на магнитные и механические свойства постоянных магнитов системы Fe-Cr-Co.

Следует отметить, что диссертационное исследование выполнялось в соответствии с тематическими планами на НИР и ОКР по различным проектам.

Структура и основное содержание работы

Структура диссертационной работы включает в себя введение, четыре главы, основные выводы и список использованной литературы, состоящий из 105 источников. Материал изложен на 124 страницах, включает 10 таблиц, 79 рисунков и схем.

Во введении обосновывается целесообразность и актуальность изучения условий формирования высококоэрцитивного состояния в постоянных магнитах на основе сплавов системы Fe-Cr-Co, изготовленных методами инъекционного формования и селективного лазерного плавления. Определяются ключевые цели и задачи работы, а также выносимые на защиту положения.

В первой главе представлен актуальный анализ научной литературы по широко используемым высокопрочным магнитотвердым материалам для изготовления постоянных деформируемых магнитов, среди которых выделяют сплавы системы Fe-Cr-Co.

Вторая глава посвящена методике проведения эксперимента. Представлено описание используемых в работе материалов, оборудования, методов получения

образцов и методик исследования химического состава, микроструктуры, механических и магнитных свойств. Приведены основные параметры режимов синтеза исходного сырья и конечного изделия.

В первом разделе третьей главы рассмотрено влияние режимов синтеза порошка на гранулометрический состав сплава марки 25X15КА при газовом распылении в инертной атмосфере и центробежном распылении с использованием плазмы. Во втором разделе третьей главы представлены результаты разработки и тестирования оптимальной рецептуры гранулята для ранее полученного порошкового материала, а также режимы удаления связки из «зеленых» заготовок и спекания «коричневых» заготовок. В третьем разделе третьей главы представлены результаты исследования влияния микроструктуры на магнитные свойства образцов, полученных методом инъекционного формования. Четвертый раздел третьей главы посвящен механическим испытаниям образцов, полученных методом инъекционного формования.

Глава четвертая включает описание исследований применимости метода селективного лазерного плавления в производстве постоянных магнитов системы Fe-Cr-Co. В первом разделе четвертой главы представлены результаты моделирования процесса 3D печати в программном пакете Comsol Multiphysics. В третьем разделе четвертой главы представлены результаты исследований влияния режимов получения на магнитные свойства образцов, изготовленных методом селективного лазерного плавления. В четвертом разделе четвертой главы приведены результаты механических испытаний образцов, изготовленных методом селективного лазерного плавления.

Завершают диссертационную работу общие выводы, позволяющие объективно оценить значимость проведенных исследований.

Экспериментальные результаты представлены четко, как в виде графиков и фотографий, так и текста, их описывающего. Работа написана ясным языком, хорошо иллюстрирована. Диссертация и автореферат содержат необходимые разделы и соответствуют друг другу.

Научная новизна диссертационной работы

В диссертационной работе впервые получены следующие наиболее важные научные результаты:

1. Впервые проведены исследования магнитных свойств образцов ПМ сплава марки 25X15КА, синтезированных с использованием технологий инъекционного формования и селективного лазерного плавления. Установлены зависимости между микроструктурой, которая обуславливает магнитные характеристики образцов, и остаточным углеродом из связки, временем и температурой спекания «коричневой детали» при отработке технологии инъекционного формования, а также зависимости от мощности лазера и скорости печати при применении технологии селективного лазерного плавления.

2. Впервые исследованы механические свойства образцов ПМ сплава марки 25X15КА, синтезированных с использованием технологий инъекционного формования и селективного лазерного плавления. Сравнительный анализ значений прочности на растяжение и твердости показал, что из-за более крупного зерна и отсутствия текстуры в образцах, полученных по технологии

инжекционного формования, значения механических параметров для них незначительно уступают образцам, полученных по технологии селективного лазерного плавления.

Научная значимость полученных результатов

В ходе выполнения диссертационной работы было установлено, что остаточная индукция B_r и коэрцитивная сила по индукции $H_{св}$ образцов постоянных магнитов на основе сплава марки 25X15КА после термомагнитной обработки (ТМО), синтезированных с использованием технологии инжекционного формования, немонотонно изменяются при увеличении длительности спекания от 30 до 80 мин. Это определяется формированием необходимой кристаллической структуры со средним размером зерна 90-150 мкм при отжиге в течение 60 минут. Вместе с тем более продолжительное спекание приводит к росту зерна, уменьшению протяженности межзеренных границ, выступающих центрами задержки доменных стенок, и оказывает негативный эффект на магнитные характеристики.

Автором диссертационной работы было обнаружено, что остаточная индукция B_r и коэрцитивная сила по индукции $H_{св}$ образцов постоянных магнитов на основе сплава марки 25X15КА после термомагнитной обработки (ТМО), синтезированных с использованием технологии селективного лазерного плавления, увеличиваются при повышении мощности излучения от 110 до 190 Вт при постоянной скорости сканирования 700 мм/с. Это обусловлено как наиболее эффективным (полным) сплавлением порошков, и, соответственно, более высокой плотностью магнитного материала в единице объема, так и уменьшением количества макро- и микродефектов структуры таких как поры и трещины, выступающих в роли концентраторов поля зарядов магнитной поляризации и источников собственного размагничивающего поля. К тому же наличие теплового градиента между подложкой и поверхностью, контактирующей с лазером, обеспечивает преимущественный рост зерен вдоль кристаллографических направлений $\langle 110 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$, что, в свою очередь, обуславливает повышенные значения механических характеристик, а также изменение магнитных свойств за счет дополнительного вклада наведенной анизотропии в постоянных магнитах системы Fe-Cr-Co, изготовленных с использованием технологии селективного лазерного плавления по сравнению с образцами, полученными по технологии инжекционного формования.

Результаты исследований могут быть востребованы в курсах лекций по магнитным материалам в МГУ им. В.М. Ломоносова, НИТУ МИСИС, УрФУ, ТвГУ и других университетах.

Степень обоснованности и достоверности научных положений

Научные положения и выводы, сформулированные в диссертации, достаточно обоснованы и экспериментально проверены. Достоверность и обоснованность результатов диссертационной работы подтверждаются большим объемом экспериментальных данных, их корректной обработкой, применением широкого спектра современного экспериментального и исследовательского

оборудования и анализом полученных результатов в полном соответствии с современными концепциями физики и материаловедения.

Обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертации, обеспечивается и подтверждается корректной постановкой цели и задач исследования и обоснованным применением современных и адекватных методов их решения; анализом широкого круга литературных источников, содержащих исследования отечественных и зарубежных авторов по рассматриваемой проблеме, положительные результаты внедрения и апробации результатов диссертационного исследования, в частности, на основе проведенных теоретических и прикладных исследований разработаны технологические рекомендации по внедрению представленных в работе методов на промышленном предприятии по производству постоянных магнитов АО «Спецмагнит».

Результаты работы прошли апробацию на известных международных конференциях по тематике исследования. Основные результаты диссертации опубликованы в 8 печатных работах, из них 4 статьи в журналах, индексируемых в международных базах данных, приравниваемых к журналам перечня ВАК, и 4 статьи в других рецензируемых изданиях.

Основные вопросы и недостатки по содержанию диссертации

К замечаниям по содержанию диссертации следует отнести следующее:

1. В тексте диссертации присутствуют стилистические ошибки и опечатки, в частности, на стр. 84 «Методом рентгеноструктурного анализа была получена рентгенограмма...», «Атомы хрома и кобальта внедряются в кубическую решетку железа...», на стр. 89 дана неверная ссылка на рисунок 1(а), на стр. 105 «выбранный химический состав обеспечил в процессе SLS получение материала в виде объемно-центрированной матрицы Fe-Co-Cr» и пр.

2. В представленном моделировании методами конечных элементов не учитывалась параметры шаровой упаковки порошкового слоя, которые неминуемо нарушают тепловой поток. Вместо этот соискатель рассматривал сплошное твердое тело. Поэтому представленные данные моделирования могут лишь с большой погрешностью обеспечивать обратную связь при выборе режимов синтеза.

3. Из литературы известно, что порошок в исходном состоянии содержит большое количество адсорбированных газов, жидкости и требует предварительного термического нагрева в разреженной инертной среде или вакууме для запуска процесса десорбции. Неправильная подготовка порошка и как следствие диффузия газов в объем расплава при нагреве приводит к образованию высокотемпературных включений с температурой плавления превышающей температуру плавления исследуемого материала. Формирование включений по границам зерен приводит к ухудшению качества печати, образованию трещин, снижению механических и магнитных свойств. При этом, в тексте диссертации не проведена оценка влияния примесей в т.ч. газовых в металлическом порошке на процесс лазерного сплавления. Не описана процедура предварительной подготовки порошка для печати. Возможно, что

отсутствие предварительной обработки сырья является причиной дефектности образцов, представленных в работе.

4. В тексте диссертации на стр. 98 автором работы делается вывод о том, что «Наилучшие результаты демонстрируют образцы при режимах печати: 190 Вт и 600-700 мм/с», однако не приводятся критерии, по которым можно оценивать качество печати, при этом вывод делается на анализе микрофотографий.

5. На стр. 82 указано, что «Наилучшие значения среднего диаметра d_{cp} частиц с диапазоном 3-8 мкм и преимущественно околосферичной формой достигнуты в результате газового распыления», однако на каком основании автор диссертации приходит к выводу не указано.

6. В работе не дано объяснение деградации механических свойств образцов, изготовленных методом селективного лазерного плавления после проведения термомагнитной обработки.

7. В тексте диссертации не приводятся петли гистерезиса для образцов, полученных методом селективного лазерного, вместе с тем, они необходимы для оценки таких параметров магнитотвердых материалов, как максимальное энергетическое произведение и коэффициента прямоугольности петли.

Однако сделанные замечания не снижают теоретической и практической значимости выполненных исследований, а полученные в диссертации результаты соответствуют поставленным целям.

Заключение

Диссертационная работа Гаврикова Ивана Сергеевича на тему «Формирование высококоэрцитивного состояния в постоянных магнитах Fe-Cr-Co, полученных методами селективного лазерного плавления и инъекционного формования» по актуальности поставленных задач, научной новизне, объему, уровню опубликованных работ, практической значимости, достоверности полученных результатов и степени обоснованности выводов соответствует паспорту специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений по физико-математическим наукам по пунктам: 1. Изучение взаимодействий веществ и их структурных элементов (атомов, их ядер, молекул, ионов, электронов), обладающих магнитным моментом, между собой или с внешними магнитными полями; явлений, обусловленных этими взаимодействиями; 3. Экспериментальные исследования магнитных свойств и состояний веществ различными методами, установление взаимосвязи этих свойств и состояний с химическим составом и структурным состоянием, выявление закономерностей их изменения под влиянием различных внешних воздействий; 4. Исследование изменений различных физических свойств вещества, связанных с изменением их магнитных состояний и магнитных свойств; 6. Моделирование свойств и физических явлений в материалах с различными видами магнитного упорядочения, а также в композитных структурах на их основе; и отвечает требованиям ВАК РФ, предъявляемых к кандидатским диссертациям в соответствии с п.п. 9-14 «Положения о присуждения ученых степеней» (Постановление Правительства РФ от 24.09.2013 № 842), а ее автор заслуживает присуждения ученой степени

кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.12 – Физика магнитных явлений.

Отзыв составлен и принят на основании анализа диссертации, автореферата и публикаций соискателя, обсуждения доклада Гаврикова И.С. на заседании Ученого Совета образовательно-научного кластера «Институт высоких технологий» БФУ им. И. Канта 16 августа 2024 года, протокол № 18.

Руководитель образовательно-научного кластера
«Институт высоких технологий»,
доктор физико-математических наук, профессор

А. В. Юров

Секретарь Учёного совета
образовательно-научного кластера
«Институт высоких технологий»

М. В. Тарачков

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Балтийский федеральный университет имени Иммануила Канта» (БФУ им. И. Канта),
236016, г. Калининград, ул. А. Невского, 14.
Тел.: (4012) 595-597, факс: (4012) 465-813, e-mail: post@kantiana.ru