

УТВЕРЖДАЮ:

Зам. директор ИЭФ УрО РАН

к.ф.-м.н. Г.Ш. Болтачев

"19" апреля 2017 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации на диссертацию **Милютин В.А.**
«Влияние сильного магнитного поля на эволюцию структуры и кристаллографической текстуры в процессе отжига деформированных и аморфных ферромагнитных металлических сплавов», представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния

Рецензируемая диссертационная работа Милютин В.А. посвящена изучению процессов возврата и рекристаллизации в исходно кристаллических сплавах, подвергнутых пластической деформации в ходе холодной прокатки, а также особенностей процессов кристаллизации в аморфных сплавах в условиях наложения сильного постоянного магнитного поля.

Актуальность темы. О влиянии постоянного магнитного поля на процессы кристаллизации из аморфного состояния и на процессы рекристаллизации металлов и сплавов известно крайне немного. В то же время достаточно велик интерес к модификации свойств широко применяемых в промышленности магнитомягких материалов. Это и крупнозернистые материалы, получаемые методом прокатка – рекристаллизация, и кристаллизующиеся из аморфного состояния нанокристаллические сплавы.

Именно поэтому работа Милютин В.А. является, безусловно, актуальной и важной как с научной, так и с практической точек зрения. Следует отметить, что для физики конденсированного состояния тема диссертации является особо актуальной в связи с фундаментальным вопросом о дополнительной движущей силе превращения, обусловленной энергией магнитного поля.

Милютиным В.А. сформулированы четкие задачи исследования, включающие определение исходной структуры, кристаллографической текстуры, температурных

интервалов структурных и магнитных превращений. Это относится также к особенностям процессов кристаллизации, возврата и рекристаллизации с учетом наложения магнитного поля и предыстории процессов.

Во введении обоснована актуальность темы, описаны цель и задачи диссертационной работы, дано краткое описание выполненных исследований, представлены результаты, выносимые на защиту. Дана оценка научной новизны работы, ее практическая ценность.

В первой главе подробно рассмотрены имеющиеся в литературе сведения о влиянии магнитного поля на термоактивируемые процессы, происходящие при фазовых и структурных превращениях в различных сплавах. Дан анализ современных представлений о закономерностях формирования структуры и кристаллографической текстуры при возврате и рекристаллизации холоднокатаных с высокой степенью деформации ОЦК и ГЦК сплавов, а также о процессах кристаллизации закаленных на барабан аморфных лент.

Автор отмечает, что поскольку установки для создания сильного постоянного магнитного поля с возможностью нагрева в них образцов до высоких температур появились сравнительно недавно, в настоящее время нет достаточного количества экспериментальных данных о влиянии сильного магнитного поля на термоактивируемые процессы для того, чтобы теоретически обосновать наблюдаемые явления. Сформулирована цель и определены задачи диссертационной работы.

Вторая глава содержит не только описание химического состава, методов и условий обработки материалов, методик исследования, но и обоснование выбора материалов с учетом их физических свойств и особенностей структурообразования, благодаря которым должно быть максимально полно выявлено влияние сильного магнитного поля на термически активируемые процессы. Для этого были взяты магнитомягкие сплавы, широко применяемые в промышленности – холоднокатаные ленты Fe-3(масс.%)Si; Fe-1,5(масс.%)Si; Fe-50(масс.%)Ni; Ni-30(масс.%)Co, а также аморфные ленты, полученные закалкой на барабан, на основе системы Fe-Si-B с легированием нанокристаллизующими добавками и без такого легирования. Выбор сплавов на основе никеля Fe-50(масс.%)Ni и Ni-30(масс.%)Co обусловлен, в том числе, и тем, что в этих сплавах после рекристаллизации в обычных условиях без магнитного поля образуется острая однокомпонентная кубическая текстура, однако направления легкого намагничивания в этих сплавах различны.

Благодаря такому выбору Милютину В.А. удалось в итоге установить важные закономерности влияния сильного магнитного поля на структуру и кристаллографическую текстуру. В соответствии с характеристиками выбранных

материалов намечены режимы их обработок. Отжиг в сильном магнитном поле проводился в Национальной лаборатории сильных магнитных полей (LNCMI-G, Гренобль, Франция), которая входит в состав Европейской лаборатории магнитных полей (EMFL). Важно отметить, что эта работа была выбрана на конкурсной основе соответствующим комитетом EMFL.

Во второй главе описаны также методики исследования структуры, текстуры и ряда свойств материалов. Существенное внимание уделено методу дифракции обратноотраженных электронов (EBSD).

Третья глава посвящена исследованиям процессов кристаллизации из аморфного состояния сплавов $Fe_{81}Si_7B_{12}$ и $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ в постоянном сильном магнитном поле. Основной кристаллической фазой, выделяющейся в процессе кристаллизующего отжига, и в том и в другом сплаве является ОЦК твердый раствор Fe-Si. При температуре кристаллизации данная фаза находится в ферромагнитном состоянии, в то время как аморфная матрица – в парамагнитном. На примере выбранных сплавов показано, что в зависимости от химического состава сплава магнитное поле может по-разному влиять на конечную структуру образца. А именно, Милютин В.А. впервые показал, что преобладающим может оказаться либо выигрыш в энергии при формировании ферромагнитной фазы из парамагнитной матрицы (в случае если магнитный момент выделяющейся фазы достаточно высок), либо, известный из литературы эффект замедления скорости диффузии внешним магнитным полем.

В четвертой главе Милютиным В.А. представлены экспериментальные результаты по исследованию влияния сильного магнитного поля на процессы возврата в поликристаллических деформированных ферромагнитных сплавах. В эксперименте были использованы образцы из сплавов: Fe-1,5%Si; Fe-3%Si и Ni-50%Fe. Выбранные температуры отжига для всех сплавов были ниже точки Кюри, а также ниже температуры начала рекристаллизации. Холодная пластическая деформация приводит к наклёпу материалов – повышению содержания дефектов решетки и, как следствие, к увеличению твердости сплавов. Исследование образцов после дорекристаллизационного отжига с помощью метода EBSD показало, что приложение магнитного поля задерживает снятие искажений кристаллической решетки. При этом, чем сильнее поле при такой обработке, тем значительнее обнаруженный эффект. Эту закономерность подтверждают результаты измерения микротвердости.

Кроме того, в этой части работы на примере сплава Fe-3%Si Милютину В.А. удалось показать, что при отжиге в магнитном поле уже на стадии преобразования деформационных ячеек в субзерна происходит выбор определенных

кристаллографических ориентаций, обусловленный наличием внешнего магнитного поля. Это подтверждается (при съемке петель гистерезиса с обработанных образцов) большими, чем после обработки без поля, значениями магнитной индукции в намагничивающем поле меньше поля насыщения.

Замедление протекания процессов возврата в образцах, предварительно отожженных при низких температурах **в магнитном поле**, оказывает влияние на размер зерна, образующегося в ходе последующего рекристаллизационного отжига **без поля**. Чем больше величина прикладываемого поля при низкотемпературном отжиге, тем меньше средний размер зерна. Интересно, что задержка начала рекристаллизации в сплаве Ni-50%Fe происходит и при температуре отжига 600°C, которая выше температуры Кюри в этом сплаве.

Таким образом, в диссертационной работе Милютин В.А. впервые показано, что сильное магнитное поле существенным образом задерживает процессы разупрочнения сильно деформированных сплавов, происходящие при возврате при температурах ниже точки Кюри.

Пятая глава посвящена особенностям текстуробразования в прокатанных ОЦК и ГЦК ферромагнитных сплавах в ходе первичной рекристаллизации непосредственно в магнитном поле 10-29 Тл, а также рекристаллизации в обычных условиях после предварительного низкотемпературного магнитного отжига.

Для поликристаллических образцов Fe-1.5 и 3%Si с многокомпонентной текстурой рекристаллизации показано, что предварительный отжиг в магнитном поле увеличивает количество ориентационных компонент, содержащих направление легкого намагничивания $\langle 001 \rangle$ - $\{100\}\langle 001 \rangle$ и $\{110\}\langle 001 \rangle$, и уменьшает количество сильной плоскостной ориентировки $\{111\}$.

Ферромагнитные ГЦК сплавы на основе никеля с добавлением 50%Fe или 30%Co имеют разные направления легкого намагничивания ($\langle 001 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$, соответственно), однако в то же время в этих двух сплавах при первичной рекристаллизации в обычных условиях формируется практически однокомпонентная кубическая текстура. В диссертационной работе были изучены особенности формирования текстуры в сплавах Fe-50%Ni и Ni-30%Co после магнитных отжигов в различных режимах. Такая постановка эксперимента дала возможность диссертанту сделать следующие важные выводы:

1. Отжиг в магнитном поле способствует преимущественному формированию текстурных компонент, в которых направление легкого намагничивания совпадает с направлением внешнего магнитного поля. В материале, в котором направление легкого намагничивания не совпадает с традиционно формирующейся в этом материале

текстурой, приложение внешнего магнитного поля уменьшает ее остроту. Причиной этого является зависимость магнитной свободной энергии от угла между кристаллографическими осями и магнитным полем.

2. Вклад магнитного поля в образование и рост зерен определенной ориентировки приводит к повышению среднего размера зерен с направлением легкого намагничивания вдоль поля и уменьшению среднего размера зерен с направлением легкого намагничивания, не совпадающим с внешним полем.

На основе проведенных исследований Милютиним В.А. сделано, кроме того, вполне правдоподобное заключение о том, что роль магнитного поля в формировании текстуры состоит в зависимости магнитной свободной энергии от угла между кристаллографическими осями и магнитным полем. Это подтверждается экспериментом по отжигу сплавов Fe-50%Ni и Ni-30%Co, имеющих острую кубическую текстуру после отжига в обычных условиях, но различающихся направлением легкого намагничивания.

Достоверность полученных результатов и **обоснованность выводов**, изложенных в работе, обеспечены использованием современного аттестованного оборудования, высокой степенью воспроизводимости и многократным воспроизведением результатов эксперимента, согласованностью их друг с другом, а также с данными, имеющимися в научной литературе.

Практическая значимость результатов исследования заключается в установлении закономерностей нового способа обработки ферромагнитных материалов, позволяющего управлять их текстурозависимыми функциональными характеристиками, в том числе, улучшать требуемые функциональные свойства. Эксперименты выполнены на примере магнитомягких сплавов, имеющих широкое применение в промышленности.

В целом диссертация В.А. Милютина представляет собой законченное научное исследование на актуальную тему. Автором получены новые данные о закономерностях протекания превращений в магнитомягких материалах при нагреве в сильном постоянном магнитном поле. К наиболее значимым результатам работы относятся:

- экспериментальные доказательства замедления процессов возврата деформированных кристаллических лент в сильном магнитном поле;
- свидетельства о предпочтительном формировании в магнитном поле, на стадии возврата, зародышей рекристаллизации, содержащих направление легкого намагничивания, близкое по направлению к направлению внешнего магнитного поля;
- доказательства влияния энергии магнитной анизотропии на структуру и кристаллографическую текстуру при рекристаллизации ГЦК сплавов с одинаковой текстурой и разным направлением легкого намагничивания.

Полученные сведения полностью соответствуют поставленной цели и задачам исследования.

Результаты, содержащиеся в диссертации, доложены на 5-ти международных и российских научных конференциях и получили положительные отзывы специалистов. Они опубликованы в 14 печатных работах, из них 8 статей в рецензируемых журналах, входящих в перечень изданий рекомендуемых, ВАК РФ.

Автореферат диссертации написан логично, ясно и адекватно отражает содержание диссертации.

По работе имеются следующие вопросы и замечания:

1) Влияние магнитного поля на процессы, происходящие при дорекристаллизационном отжиге, анализируется в большей степени косвенными методами, такими как качество картин Кикучи и микротвердость. В этой связи возникает вопрос, насколько достоверен вывод о замедлении возврата магнитным полем?

2) Автор не указывает величину погрешности измерений доли различных текстурных компонент (таблицы 5.2, 5.3, 5.6, 5.7).

3) На рисунках 5.4, 5.5. и 5.9. индукция выражена во внесистемных единицах emu/g , намагничивающее же поле – в Эрстедах (СГС). Это некорректно и затрудняет восприятие информации.

4) Не ясно, почему в работе не приводятся значения коэрцитивной силы для исследованных образцов, они были бы полезны, в том числе для сопоставления со структурными изменениями при отжиге.

Сделанные замечания носят частный характер и не снижают общей положительной оценки диссертационной работы.

Результаты работы могут быть использованы в научно-исследовательских организациях и вузах, занимающихся исследованиями в области физики конденсированного состояния, например, в Физико-техническом институте УрО РАН (г. Ижевск), Институте электрофизики УрО РАН (г. Екатеринбург), Центральном научно-исследовательском институте им. И.П. Бардина (г. Москва), Московском государственном университете им. М.В. Ломоносова, Уральском федеральном университете им. Первого Президента России Б.Н. Ельцина (г. Екатеринбург), Южно-Уральском государственном университете (г. Челябинск) и др.

Представленное диссертационное исследование соответствует формуле специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния: «теоретическое и экспериментальное исследование природы кристаллических и аморфных, неорганических и органических веществ в твердом и жидком состояниях и изменение их физических

свойств при различных внешних воздействиях», а также пункту 2 «Теоретическое и экспериментальное исследование физических свойств неупорядоченных неорганических и органических систем, включая классические и квантовые жидкости, стекла различной природы и дисперсные системы».

Считаем, что диссертационная работа В.А. Милютин «Влияние сильного магнитного поля на эволюцию структуры и кристаллографической текстуры в процессе отжига деформированных и аморфных ферромагнитных металлических сплавов» полностью удовлетворяет всем требованиям пункта 9 Положения «О присуждении ученых степеней» ВАК Министерства образования и науки РФ, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор Милютин Василий Александрович, несомненно, заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Отзыв на диссертационную работу Милютин В.А. подготовлен доктором физико-математических наук Овчинниковым Владимиром Владимировичем, заслушан и одобрен в качестве официального отзыва ведущей организации на расширенном научном семинаре лаборатории пучковых воздействий Института электрофизики УрО РАН.

Владимир Владимирович Овчинников,
заведующий лабораторией пучковых
воздействий, главный научный
сотрудник ИЭФ УрО РАН,
д.ф.-м.н., профессор

В. В. Овчинников

Тел.: (343) 267-87-74, (343) 267-87-12

E-mail: vladimir@iep.uran.ru; viae05@rambler.ru

Полное наименование организации: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук

Краткое наименование: ИЭФ УрО РАН

Адрес: 620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106

Тел.: (343) 267-87-96

Факс: (343) 267-87-94

E-mail: admin@iep.uran.ru

<http://www.iep.uran.ru>

С отзывом ознакомлен
24.04.17
Милютин В.А.

Сергей Александрович
Удальцов

Верев
и Кошарин

Сведения о ведущей организации

Полное наименование организации и сокращенное наименование организации	Место нахождения (страна, город)	Почтовый адрес, телефон, адрес электронной почты, адрес официального сайта в сети Интернет
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук ИЭФ УрОРАН	Российская Федерация, г. Екатеринбург	620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106 +7(343)267-87-96 E-mail: admin@iep.uran.ru http://www.iep.uran.ru

Список основных публикаций сотрудников ИЭФ УрО РАН по теме диссертации
Милютин В. А. «Влияние сильного магнитного поля на эволюцию структуры и кристаллографической текстуры в процессе отжига деформированных и аморфных ферромагнитных металлических сплавов», представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук
по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния
за последние 5 лет

1. Овчинников В. В., Махинько Ф. Ф., Гущина Н. В., Степанов А. В., Медведев А. И., Стародубцев Ю. Н., Катаев В. А., Цепелев В. С., Белозеров В. Я. Воздействие ионного облучения на процес нанокристаллизации и магнитные свойства магнитомягкого сплава $Fe_{72.5}Cu_1Nb_2Mo_{1.5}Si_{14}B_9$ // ФММ. – 2017. – Т. 118. – № 2. – С. 158-166.
2. Gushchina N.V., Ovchinnikov V.V. Mücklich A. Acceleration of volume decomposition of supersaturated Al + 4 wt.% Cu solid solution under irradiation with Ar^+ ions // Phys. Status Solidi B. – 2016. – Vol. 253. – № 4. – P. 770-777.
3. Ovchinnikov V.V., Gushchina N.V., Bedin S.A. Combined ion (Ar^+ , 20 keV) and light irradiation of the quenched Fe-8.25 at % Mn alloy. Separation between thermal and radiation induced long-range effects // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – V. 110. – 012027.
4. Bedin S. A., Makhin'ko F. F., Ovchinnikov V. V., Gerasimenko N. N., Zagorskiy D. L. Radiation Stability of Metal Nanowires // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2017. – Vol. 168. – 012096.

5. Овчинников В.В., Гущина Н.В., Овчинников С.В. Мессбауэровское и резистометрическое исследование индуцированного ионной бомбардировкой $\alpha(\text{ОЦК}) \rightarrow \gamma(\text{ГЦК})$ фазового превращения и внутрифазовых процессов в сплаве Fe-8.25 at % Mn // Физика металлов и металловедение. – 2015. – Т. 116. – № 12. – С. 1-11.
6. Ovchinnikov V.V., Gushchina N.V., Gapontseva T.M., Chashchukhina T.I., Voronova L.M., Pilyugin V.P., Degtyarev M.V. Optimal deformation and ion irradiation models for production of a uniform submicrograin structure in molybdenum // High Pressure Research. – 2015. – № 15. – P. 1-10.
7. Olevsky E.A., Bokov A.A., Boltachev G.Sh., Volkov N.B., Zayats S.V., Plyina A.M., Paranin S.N. Modeling and optimization of uniaxial magnetic pulse compaction of nanopowders // Acta Mechanica. – 2015. – V. 224. – P. 3177-3195.
8. Iuliia P. Novoselova, Alexander P. Safronov, Oleg M. Samatov, Anatoly I. Medvedev, and Galina V. Kurlyandskaya. Biocompatible Ferrofluids With Iron Oxide Nanoparticles Fabricated by Laser Target Evaporation // IEEE MAGNETICS LETTERS. – 2015. – Vol. 6. – 6700204.
9. П'вес V.G., Sokovnin S.Yu. Effect of iron doping on the structural and magnetic properties of ZnO nanoparticles prepared by pulsed electron beam evaporation // Physics of the Solid State. – 2014. – V. 56. – P. 2273-2285.
10. Гущина Н.В., Овчинников В.В., Клепикова А.А., Кайгородова Л.И. Влияние облучения ионами Ag^+ средних энергий на структуру и свойства холоднодеформированного сплава системы Al-Cu-Mg-Mn // Известия вузов. Физика. – 2014. – Т. 57. – № 3/3. – С. 288-291.
11. Eremina M.A., Lomayeva S.F., Yelsukov E.P. and Paranin S.N. Cu-Fe₃C(Cr₃C₂) Bulk Nanocomposites Prepared by Mechano-synthesis Followed by Magnetic Pulse Compaction // Acta Physica Polonica A. – 2014. – Vol. 126. – No. 4. – P. 947-950.
12. Lomayeva S. F., Yazovskikh K. A., Maratkanova A. N., Syugaev A. V., Timoshenkova O. R., Kaygorodov A.S., Zayats S. V., Paranin S. N., Ivanov V. V. Bulk Fe-TiC-Fe₃C Nanocomposites Formed by Mechanical Alloying in Liquid Organic Media and by Magnetic Pulse Compaction // Inorganic Materials: Applied Research. – 2013. – Vol. 4. – No. 2. – P. 138-145.
13. Овчинников В.В., Гущина Н.В., Махинько Ф.Ф., Сдобнов Н.В., Федяй А.В. Ионно-лучевая обработка порошков карбонильного железа с целью улучшения функциональных характеристик сердечников для электронных устройств из

- композита «диэлектрик-карбонильное железо» // Известия вузов. Физика. – 2013. – Т. 56. – № 1/2. – С. 167-170.
14. Овчинников В.В., Махинько Ф.Ф., Соломонов В.И., Гущина Н.В., Кайгородова О.А. Свечение поверхности металлических мишеней при облучении ионами Ag^+ с энергией 5-20 кэВ // ПЖТФ. – 2012. – Том 38. – Выпуск 1. – С. 86-94.
15. Ивченко В.А. Полевая ионная микроскопия наноматериалов после внешних интенсивных воздействий // Наноматериалы и наноструктуры – XXI век. – 2012. – № 1. – С. 42-53.

Список публикаций удостоверяю

Ученый секретарь ИЭФ УрО РАН

кандидат физ.-мат. наук



Е.Е. Кокорина