

ОТЗЫВ**официального оппонента на диссертацию****на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук****ШИТОВА Александра Владимировича****на тему «Магнитные свойства и микроструктура спеченных магнитов (Nd,Dy)-(Fe,Co)-В», по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.****Актуальность работы**

Для успешного использования постоянных магнитов в энергетике и особенно в области высокотемпературных приложений, необходимо обеспечить высокую коэрцитивную силу этих магнитных материалов. Однако текущие значения коэрцитивной силы, полученные для различных постоянных магнитов, все еще значительно ниже верхнего предела, рассчитанного теоретически и, как правило, достигают лишь 25% от их внутреннего потенциала. Это несоответствие известно, как парадокс Брауна, который по-прежнему является важной темой в современных исследованиях магнитотвердых материалов. Чтобы преодолеть этот порог и удовлетворить растущий спрос на магниты с более высокой коэрцитивной силой в различных областях применения, крайне важно понять причину такой большой разницы.

Магниты на основе соединения $Nd_2Fe_{14}B$ имеют рекордные значения максимального энергетического произведения $(BH)_{max}$ до 59.5 МГс·Э (474 кДж/м³), что позволяет использовать их, например, в гибридных автомобилях и электромобилях, электротранспорте и ветроэнергетике. При этом низкие значения коэрцитивной силы по намагниченности (H_{cJ}) ограничивают круг их применения. Значение H_{cJ} в магните зависит от значений поля анизотропии (H_A) соединения $Nd_2Fe_{14}B$, а также от микроструктуры магнита. H_A является фундаментальным свойством вещества, его повышают за счет замещения Nd на тяжелые редкоземельные элементы Dy и Tb. Для модификации микроструктуры магнита исходный сплав дополнительно легируют различными элементами.

Микроструктура исходного сплава оказывает существенное влияние на микроструктуру магнитов и, соответственно, на формирование основных магнитных характеристик магнитов, в частности, H_{cJ} и B_r . На сегодняшний день стало стандартом изготовление высокоэнергоемких магнитов Nd-Fe-B из сплавов, выплавленных по методу strip casting (метод полосового литья). Внедрение этого метода, с одной стороны, позволило снизить содержание редкоземельных элементов в исходном сплаве, что привело к существенному увеличению значений $(BH)_{max}$ магнитов. С другой стороны, специфическая микроструктура сплава, изготовленного методом литья полосы, создает благоприятные условия

для формирования оптимальной микроструктуры в магнитах, а именно – способствует изготовлению магнитов с более высокой степенью текстуры.

Современное применение магнитов Nd-Fe-B требует от них высокой температурной стабильности, характеризующейся низкими (по модулю) значениями температурных коэффициентов остаточной индукции и коэрцитивной силы по намагниченности. Этому способствует замещение части Fe на Co, однако, неизбежно приводит к снижению значений H_A , и, как следствие, значений H_{cJ} . Чтобы этого избежать, Nd в соединении Nd-(Fe,Co)-B замещают на Pr, Tb, Dy и Ho, тем самым увеличивая поле анизотропии соединения. При этом возникают дополнительные возможности изменения состава и режима обработок, не исследованные в настоящее время.

Таким образом, тема диссертационной работы является **безусловно актуальной**, как с точки зрения развития фундаментальных представлений о процессах перемагничивания приповерхностных и глубинных слоев магнитоодноосных высокоанизотропных материалов, так и для практического применения в технологиях создания постоянных магнитов.

Следует отметить, что диссертационное исследование выполнялось в соответствии с тематическими планами НИР по различным проектам, включая программу академического лидерства «Приоритет 2030», что, несомненно, повышает ценность этого диссертационного исследования.

Структура и оценка содержания работы

Работа состоит из введения, 6 глав, заключения, списка публикаций автора по теме диссертации и списка цитируемой литературы. Общий объем диссертации составляет 151 страницу, диссертация содержит 91 рисунок, 27 таблиц.

Во введении обсуждается актуальность рассматриваемой проблемы, сформулированы цель и задачи работы, представлены новизна, научная и практическая значимость работы и положения, выносимые на защиту. Введение также включает методологию и методы исследования, сведения о степени достоверности и апробации результатов.

В первой главе представлен обзор современных представлений об основных магнитных и термодинамических свойствах соединений $R_2Fe_{14}B$ ($R - Nd, Pr, Dy$), о влиянии микроструктуры и фазового состава на магнитные свойства спеченных образцов на основе соединения $Nd_2Fe_{14}B$.

Во второй главе приведено описание процесса изготовления сплавов методом разлива в водоохлаждаемую изложницу и методом литья полосы, а также приведены химические составы выплавленных сплавов. Описан процесс получения диффундантов, а также описан отжиг в процессе диффузии по границам зерен. Описан метод «процесс без прессования», исключая стадию прессования порошков, а также подробно рассмотрен процесс изготовления

спеченных образцов по низкокислородной технологии. Описаны методы исследования физических свойств синтезированных образцов.

В третьей главе рассмотрена микроструктура сплавов, полученных по методу литья полосы при разных температурах расплава и скоростях вращения поверхности барабана. Приведено сравнение с микроструктурой сплавов, полученных методом разлики в водоохлаждаемую изложницу. Рассмотрены сплавы двух групп: в группе А находятся сплавы на основе тройного соединения Nd-Fe-B, а в группе Б – сплавы, легированные Dy. Затем обсуждаются микроструктура и магнитные свойства спеченных образцов, изготовленных из этих сплавов, в сравнении со сплавами, полученными методом разлики в водоохлаждаемую изложницу.

В четвертой главе рассмотрены гистерезисные характеристики спеченных образцов (Nd,Dy)-Fe-B с концентрацией Dy от 0 до 1 вес. %, изготовленных по низкокислородной технологии. Для материалов, исследуемых в настоящей работе, были измерены температурные зависимости магнитной восприимчивости на текстурованных спеченных образцах с приложением поля в направлении, перпендикулярном текстуре, что позволило выявить малый вклад от ферромагнитных фаз с небольшой объемной долей и невысокой намагниченностью насыщения. Исследуется влияние легирования исходного сплава галлием на гистерезисные характеристики, температурную зависимость магнитной восприимчивости и микроструктуру спеченных образцов. В результате такого дополнительного легирования в межзеренном пространстве магнита с увеличенной концентрацией Ga вместо ферромагнитной фазы (Nd,Dy)(Fe,Co)₂ образуется парамагнитная фаза (Nd,Dy)(Fe,Co,Ga)₂, что приводит к улучшению магнитной изоляции зерен фазы (Nd,Dy)₂(Fe,Co)₁₄B. Исследована микроструктура, фазовый состав и магнитные свойства спеченных образцов, изготовленных из выплавленных в изложницу сплавов (Nd_{0.64-h}Dy_{0.36}Ho_h)₁₆(Fe_{0.64}Co_{0.36})_{77.5}Cu_{0.1}Ga_{0.3}B_{6.1} с концентрацией Co от 0.22 до 0.36 и (Nd_{0.64-h}Dy_{0.36}Ho_h)₁₆(Fe_{0.64}Co_{0.36})_{77.5}Cu_{0.1}Ga_{0.3}B_{6.1} с концентрацией Ho от 0 до 0.26. Отмечено, что микроструктура спеченных образцов обоих составов включает в себя зерна (Nd,Dy)₂(Fe,Co)₁₄B, фазу (Nd,Dy)(Fe,Co)₃, и оксиды (Nd,Dy)O_y.

В пятой главе исследовано влияние диффузионного отжига на гистерезисные характеристики спеченных образцов Nd-Fe-B.

В шестой главе исследовано формирование текстуры в спеченных образцах. Исследована зависимость плотности спеченных образцов, полученных после вибрационного измельчения методом «процесс без прессования», от насыпной плотности порошка ρ_n . Установлено, что с уменьшением размера частиц D_{cp} от 3.9 до 3.2 мкм спекаемость порошков улучшается, и высокие значения плотности спеченных образцов ($\rho > 7.45$ г/см³) достигаются при все меньших значениях насыпной плотности порошков. Рассмотрено влияние напряженности импульсного магнитного поля на значения остаточной индукции текстурованных порошков и спеченных образцов. Высокие значения текстурующего магнитного поля величиной 70 кЭ (5572 кА/м) позволяют достигать наибольших значений Br

спеченных образцов. Также выявлен положительный эффект противонаправленных последовательных импульсов текстурующего поля по сравнению с однополярными. В спеченном образце из порошка с $D_{cp} = 3,1$ мкм и наиболее высоким значением $B_r = 14.3$ кГс (1.43 Тл) удалось реализовать $(BH)_{max} = 48$ МГс·Э (382 кДж/м³). Кроме этого, в главе 6 исследовано применение активированного измельчения порошков при изготовлении спеченных образцов методом процесса без прессования. Далее по электронно-микроскопическим изображениям проводили исследование распределения зерен в травленных шлифах спеченных образцов, изготовленных из порошков после вибрационного измельчения с использованием поверхностно активных веществ и без них. С увеличением среднего размера частиц порошка происходит практически линейное увеличение среднего размера зерен спеченного магнита, коэффициент пропорциональности составляет 1.9. При этом размер фракции мелких зерен увеличивается медленнее.

Степень обоснованности научных положений и достоверность полученных результатов

Результаты, представленные в диссертации, получены на основе экспериментов, проведенных на современном научном оборудовании, с использованием статистических методов обработки экспериментальных данных. Достоверность полученных результатов обеспечивалась набором взаимодополняющих экспериментальных методик, воспроизводимостью получаемых результатов и согласованием получаемых результатов с имеющимися в литературе данными других научных групп. Полученные результаты исследований опубликованы в индексируемых журналах и апробированы на тематических международных конференциях. Основные положения, выносимые на защиту, а также выводы и рекомендации, сделанные по главам, основаны на тщательном анализе литературных источников. Библиография включает необходимую для адекватного понимания часть публикаций в предметной области.

Научная новизна

Научная новизна состоит в том, что впервые исследованы фазовый состав, микроструктура и гистерезисные характеристики спеченных образцов на основе соединения $(Nd_{0.75}Dy_{0.25})_{15.1}(Fe_{1-c}Co_c)_{78.4}Cu_{0.1}Ga_{0.3}V_{6.1}$ с расширенной до 0.36 концентрацией по кобальту. Также для образцов, приготовленных по низкокислородной технологии без процесса прессования порошка получены значения максимального энергетического произведения до 48 МГс·Э (382 кДж/м³).

Практическая значимость

1. Проведены систематические исследования влияния концентрации Dy на гистерезисные характеристики, температурные коэффициенты остаточной

индукции и коэрцитивной силы магнитов (Nd,Dy)-(Fe,Co,Cu,Ga)-В, что позволяет проектировать спеченные образцы с рабочей температурой вплоть до 180 °С.

2. В ходе выполнения работы определены концентрации легирующих элементов Со и Но, необходимые для достижения значений температурного коэффициента остаточной индукции вплоть до $-0.02 \text{ \%}/^\circ\text{C}$ в интервале температур 27–120°С.

3. В процессе исследования влияния концентрации Dy на свойства спеченных образцов были получены образцы со значениями $B_r \geq 13.2 \text{ кГс}$ (1.32 Тл); $H_{cJ} \geq 17.0 \text{ кЭ}$ (1353 кА/м); $(BH)_{\text{max}} \geq 42.0 \text{ МГс}\cdot\text{Э}$ (334 кДж/м³), полностью удовлетворяющие требованиям, предъявляемым к магнитам для ветроэнергетических установок.

4. О практической значимости работы свидетельствует патент, а также внедрение низкокислородной технологии изготовления постоянных магнитов Nd-Fe-B на АО «Уральский электромеханический завод».

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

Степень завершенности работы и качество ее оформления

Диссертация Шитова А.В. представляет законченную научно-исследовательскую работу. Постановка задач исследования, методики их реализации, полученные результаты изложены с необходимой степенью подробности. Диссертация написана четким и понятным языком, однако чтение без оптических инструментов вызывает значительные затруднения, т.к. автором выбран 12 шрифт, который в автореферате превращается в хитросплетение символов, а особенные трудности вызывает изучение индексов. Вместе с тем, применение современных технических средств позволяет все неплохо идентифицировать даже в этом случае, и понять правильность написанного.

Апробация результатов и публикации

Результаты работы прошли апробацию на 7 известных международных конференциях по тематике исследования. Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 8 статьях в рецензируемых научных журналах, включенных в Перечень ВАК и индексируемых в международных базах научного цитирования. С участием соискателя получен 1 патент, где он является соавтором.

Вопросы и замечания по содержанию работы

1. Глава 1. В подписи к рис. 1.20 обозначено, что в случаях (с)-(d) граница расположена параллельно оси зерна *c* (на рисунках указана стрелкой), что не соответствует изображению (с).
2. Глава 3. Из каких соображений был выбран температурный диапазон разлива расплава 1370-1430 °С и скорость вращения поверхности барабана

- 0.8-1.2 м/с при проведении литья полосы? Как оценивается скорость охлаждения расплава в этих случаях?
3. Глава 4. В результате плавки в материал из тигля попадает алюминий, причем его концентрация превышает концентрацию галлия (см. таблицу 15). Как оценивается его влияние на физические свойства сплава?
 4. Глава 4. Рис. 4.14. Почему при увеличении концентрации кобальта начинает наблюдаться различие в температурах Кюри для магнитов и сплавов типа "strip-casting".
 5. Глава 4. Рис. 4.18. Для случая $c=0.15$ не верно указаны положения рефлексов фазы RM_2 (они должны быть правее).
 6. Глава 4. Исходя из данных (рис. 4.24) рентгеновских дифрактограмм и микроструктуры спеченных образцов в них присутствует значительная доля (~5%) оксидной фазы, причем ее количество различно для разных образцов. Как она может повлиять на результаты проведенного исследования?
 7. На стр. 107 текста диссертации и стр. 13 автореферата автор пишет, что наиболее высокие значения H_{cj} достигнуты в спеченных образцах, запрессованных в порошки Du_3Co и DuH_x , однако из рис. 5.3 (текст диссертации) и рис. 6 (текст автореферата) видно, что наибольшие значения H_{cj} достигаются для образцов, запрессованных в DuH_x и Du , а для Du_3Co значения H_{cj} значительно ниже. Что автор имел ввиду?
 8. К сожалению, диссертация не свободна от оформительских недочетов.

Заключение

Сделанные замечания никак не влияют на положительную оценку диссертационной работы Шитова А.В. Работа выполнена на отличном научном и экспериментальном уровне, полученные результаты обладают научной новизной, а также имеют четкую практическую значимость. Все перечисленное выше позволяет утверждать, что обозначенные в работе цели достигнуты, задачи исследования решены, а положения, выносимые на защиту, доказаны.

Автореферат адекватно отражает содержание диссертации.

Считаю, что диссертационная работа Шитова Александра Владимировича соответствует пункту 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) Паспорта специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений (отрасль науки – физико-математические); отвечает требованиям ВАК РФ, предъявляемых к кандидатским диссертациям в соответствии с п.п. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства РФ от 24.09.2013 №842 с последующими изменениями), а ее автор заслуживает

присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

Я, Таскаев Сергей Валерьевич, даю согласие на включение моих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Официальный оппонент:

Ректор ФГБОУ ВО «Челябинский государственный университет»,
доктор физико-математических наук,
доцент

Таскаев Сергей Валерьевич

Адрес: 54001, Челябинская обл., г. Челябинск, ул. Братьев Кашириных, д.129
Телефон (мобильный) +7-919-314-00-00,
Адрес электронной почты: s.v.taskaev@gmail.com

21 апреля 2025 г.

Подпись *Таскаев СВ*
удостоверяю *Андреева СВ*
ведущий специалист

С отзывом оформлен,
(Шитов А.В.)

16.05.2025г.

Сведения об официальном оппоненте

по диссертации ШИТОВА Александра Владимировича на тему «Магнитные свойства и микроструктура спеченных магнитов (Nd,Dy)-(Fe,Co)-В», по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений, физико-математические науки

Фамилия Имя Отчество	Таскаев Сергей Валерьевич
Гражданство	РФ
Ученая степень (полностью)	Доктор физико-математических наук
Научная специальность, по которой защищена диссертация	01.04.07 «Физика конденсированного состояния»
Ученое звание	доцент
Полное наименование места работы	Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Челябинский государственный университет»
Ведомственная принадлежность, тип организации	Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Структурное подразделение	Физический факультет
Должность	Ректор ФГБОУ ВО «Челябинский государственный университет»
Адрес места работы	454001, Челябинская обл., г. Челябинск, ул. Братьев Кашириных, д. 129, ФГБОУ ВО «ЧелГУ» https://www.csu.ru/
<p>1. Solizoda I.A., Zhivulin V.E., Zirnik G.M., Gudkova S.A., Chouprik A.A., Taskaev S.V., Alyabyeva L.N., Zhivetev K.V., Terentiev A.V., Trukhanov A.V., Vinnik D.A. Influence of Ti/Al substitution on the structural features, magnetic properties and THz characteristics of M-type hexaferrites //Ceramics International. – 2025. – Т. 51. – №. 3. – С. 2811-2820.</p> <p>2. Gudkova S.A., Zhivulin V.E., Taskaev S.V., Kostishin V.G., Mironovich A.Yu., Chernukha A.S., Zirnik G.M., Cherkasova N.A., Solizoda I.A., Chouprik A.A., Uchaev D.A., Dyuzheva-Maltseva E.V., Vinnik D.A. Synthesis, thermal X-ray, neutron diffraction, Mössbauer spectroscopy and magnetic properties investigation of Al doped barium hexaferrite BaFe₁₁AlO₁₉ //Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2024. – Т. 603. – С. 172229.</p> <p>3. Solizoda I.A., Zhivulin V.E., Gudkova S.A., Taskaev S.V., Zabeivorota N.S., Pesin L.A., Vinnik D.A. Influence of the Substitution of Iron by Aluminum and Titanium on the Structure and Properties of Barium Hexaferrite //Journal of Structural Chemistry. – 2024. – Т. 65. – №. 6. – С. 1210-1218.</p> <p>4. Zhivulin V.E., Trofimov E.A., Zaitseva O.V., Sherstyuk D.P., Cherkasova N.A., Taskaev S.V., Vinnik D.A., Alekhina Yu.A., Perov N.S., Naidu K.C.B., Elsaedy H.I., Khandaker M.U., Tishkevich D.I., Zubar T.I., Trukhanov A.V., Trukhanov S.V. Preparation, phase stability, and magnetization behavior of high entropy hexaferrites //IScience. – 2023. – Т. 26. – №. 7.</p> <p>5. Trukhanov, A. V., Vinnik, D. A., Trofimov, E. A., Zhivulin, V. E., Zaitseva, O. V., Taskaev, S. V., ... & Yang, Y. (2021). Correlation of the Fe content and entropy</p>	

state in multiple substituted hexagonal ferrites with magnetoplumbite structure. Ceramics International, 47(12), 17684-17692.

6. Corte-León, P., Gonzalez-Legarreta, L., Zhukova, V., Ipatov, M., Blanco, J. M., Churyukanova, M., ... & Taskaev, S., Zhukov, A. (2020). Controlling the domain wall dynamics in Fe-, Ni-and Co-based magnetic microwires. Journal of Alloys and Compounds, 834, 155170.

7. Gonzalez-Legarreta, L., Corte-León, P., Zhukova, V., Ipatov, M., Blanco, J. M., Churyukanova, M., ... & Taskaev, S., Zhukov, A. (2020). Route of magnetoimpedance and domain walls dynamics optimization in Co-based microwires. Journal of Alloys and Compounds, 830, 154576.

Ректор ФГБОУ ВО «Челябинский
государственный университет»,
Таскаев Сергей Валерьевич

15, июль 2025

М.П.



ведущий специалист