

«УТВЕРЖДАЮ»

Проректор по науке и инновациям НИТУ
МИСИС профессор, доктор технических наук

М.Р. Филонов

8

» апреля 2025 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу **Шитова Александра Владимировича** на тему
**«Магнитные свойства и микроструктура спеченных магнитов
(Nd,Dy)-(Fe,Co)-В»**, представленную на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук по специальности
1.3.12. Физика магнитных явлений

Актуальность темы диссертационной работы

Магнитотвёрдые материалы на основе интерметаллического соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ на сегодняшний день демонстрируют рекордно высокие значения максимального энергетического произведения (теоретический предел $(BH)_{\text{max}}$ примерно равен 515.8 кДж/м^3 ($64.8 \text{ МГс} \cdot \text{Э}$)), что и обуславливает широкое применение магнитов на их основе в системах и устройствах всех инновационных секторов экономики (прежде всего, – для изготовления высокопроизводительных и высокоэффективных электродвигателей и генераторов), включая различные электротехнические приложения, как, например, кондиционеры, гибридные автомобили, электротранспорт, ветроэнергетика. В то же время, область применения высокоэнергетических магнитов Nd-Fe-B ограничена низкой температурной стабильностью соответствующих значений коэрцитивной силы по намагниченности (H_{ci}), что существенно ограничивает их применение в изделиях, работающих при температурах выше $80 \dots 100 \text{ }^\circ\text{C}$. Значения H_{ci} магнитов напрямую зависит от величины поля анизотропии соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ и их микроструктуры. Известно, что замещение части неодима в соединении $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ на тяжёлые редкоземельные элементы (далее – ТРЗМ), такие как Dy и Tb, позволяет существенно

повысить его поле анизотропии и, тем самым, повысить максимальную рабочую температуру и расширить область практических приложений магнитов из сплавов на основе системы Nd-Fe-B. Однако высокая стоимость ТРЗМ на мировом рынке обуславливает необходимость поиска новых, более экономичных способов легирования сплавов Nd-Fe-B с целью повышения H_{ci} магнитов на их основе при температурах выше комнатной, а также технологий их получения, при одновременно максимально возможном сохранении высокого уровня энергетических характеристик. И здесь имеется несколько возможностей. Во-первых, дополнительное легирование сплавов Nd-Fe-B различными (не редкоземельными) элементами (такими, как, например, медь и галлий) с целью модификации микроструктуры магнитов, обеспечивающее повышение коэрцитивной силы. Во-вторых, повысить максимальную рабочую температуру магнитов на основе соединения $Nd_2Fe_{14}B$ можно путём увеличения его температуры Кюри, которое, как правило, осуществляется замещением части железа на кобальт. Однако при этом возникает необходимость корректировки составов базовых сплавов и режимов высоко- и низкотемпературной обработки магнитов (для достижения высоких значений энергетических характеристик), закономерности которых, к сожалению, до настоящего времени изучены недостаточно подробно. В-третьих, повысить гистерезисные характеристики высокоэнергетических магнитов из сплавов Nd-Fe-B можно, воспользовавшись новым, прогрессивным способом получения сплавов, – методом «*намораживания расплава*» на медленно вращающемся водоохлаждаемом барабане (так называемый метод «*strip casting*» или, как он назван в диссертационной работе соискателя, «метод литья полосы»), когда расплав из тигля попадает на водоохлаждаемый медный барабан и кристаллизуется через промежуточный подогреваемый ковш. Применение такого способа выплавки сплавов позволяет получать высококоэрцитивные магниты с более высокими значениями остаточной индукции и, соответственно, $(BH)_{max}$.

Учитывая вышесказанное, **тема** диссертационной работы Шитова Александра Владимировича, направленной на разработку и усовершенствование методов получения спеченных магнитов (Nd,Dy)-(Fe,Co)-B с высокими гистерезисными характеристиками, а также исследование связи их магнитных гистерезисных свойств с микроструктурой, представляется **весьма актуальной**. При этом разработанные в диссертационной работе

составы сплавов для высокоэнергетических постоянных магнитов, а также режимы их получения, безусловно, будут востребованы в отечественной промышленности, в частности, для изготовления магнитов, используемых в ветроэнергетических установках, силовых установках всех видов гибридного и электротранспорта, в интенсивно развивающейся авиационной отрасли и др., в которых, помимо высоких требований к массогабаритным параметрам систем и устройств с постоянными магнитами (а, значит, к энергетическим характеристикам магнитов в их составе), предъявляет жесткие требования к температурной стабильности магнитов.

Структура, объём и содержание диссертационной работы

Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, заключения, перечня обозначений и сокращений, а также списка цитируемой литературы. Работа изложена на 151 странице машинописного текста, включая 91 рисунок, 27 таблиц и список литературы из 113 наименований.

Во Введении обоснована актуальность темы, сформулированы цель и задачи диссертационной работы, изложены научная новизна и практическая ценность полученных результатов. Приведены основные положения, выносимые на защиту, а также сведения об апробации результатов и личном вкладе соискателя. Описаны структура и объём диссертационной работы.

В первой главе представлен обзор современных представлений об основных магнитных и термодинамических свойствах интерметаллических соединений $R_2Fe_{14}B$ (R – Nd, Pr, Dy), о влиянии микроструктуры и фазового состава на магнитные гистерезисные свойства спеченных образцов магнитов на основе соединения $Nd_2Fe_{14}B$. Показано, что увеличение концентрации Dy в основной магнитотвёрдой фазе $(Nd,Dy)_2Fe_{14}B$ приводит к повышению значений коэрцитивной силы спеченных магнитов, а легирование Ga и Cu способствует формированию более сложных фаз в тройных стыках зёрен и в межзёренных границах, что также приводит к увеличению значений коэрцитивной силы. Описан метод диффузии по границам зёрен, позволяющий эффективно модифицировать микроструктуру образцов спечённых магнитов.

Во второй главе приведено описание процесса изготовления сплавов методом разливки в водоохлаждаемую изложницу и так называемым «методом литья полосы», а

также приведены химические составы выплавленных сплавов. Описан процесс получения диффундантов, а также описаны режимы отжига в ходе реализации процесса диффузии легирующих компонентов по границам зёрен. Приведено описание метода, условно поименованного «процесс без прессования», исключающего стадию прессования порошков, а также подробно рассмотрен процесс изготовления спечённых образцов по низкокислородной технологии.

В третьей главе рассмотрена микроструктура сплавов, полученных по методу литья полосы при температурах расплава перед разливкой в интервале от 1370 до 1430 °С и скоростях вращения поверхности закалочного барабана от 0.8 до 1.2 м/с. Микроструктура таких сплавов сравнивается с микроструктурой сплавов, полученных методом разливки в водоохлаждаемую изложницу. Рассмотрены две группы сплавов: в группе А находятся сплавы на основе тройного соединения Nd-Fe-B, в группе Б – сплавы, легированные Dy. Обсуждаются микроструктура и магнитные гистерезисные свойства образцов спеченных магнитов, изготовленных из этих сплавов, в сравнении со сплавами, полученными методом разливки в водоохлаждаемую изложницу. Установлено, что с повышением температуры расплава от 1370 до 1430 °С толщина пластинок сплава, изготовленного по методу литья полосы, уменьшается, дендритные зёрна основной фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ становятся более дисперсными, их распределение по размеру – более однородным, а отклонения ориентировки зёрен от направления теплоотвода уменьшаются. Отмечается, что особенности микроструктуры сплавов, полученных по методу литья полосы, способствуют формированию более высоких значений B_r в спеченных образцах магнитов Nd-Fe-B. При введении в сплав Nd-Fe-B диспрозия и оптимизации режимов термообработки получены спечённые магниты с коэрцитивной силой до 25 кЭ (2 МА/м), которые в составе магнитных систем могут работать при температурах до 160 °С.

В четвертой главе рассмотрены гистерезисные характеристики образцов спечённых магнитов из сплавов (Nd,Dy)-Fe-B, содержащих от 0 до 1 вес. % Dy (высокоэнергетические образцы), изготовленных по низкокислородной технологии. Отмечается, что по мере увеличения содержания суммы РЗМ (Nd + Dy) значения коэрцитивной силы магнитов повышаются до 12 – 13 кЭ (955 – 1035 кА/м), однако,

значения остаточной индукции и максимального энергетического произведения монотонно снижаются. Для фиксации значений коэрцитивной силы спечённых образцов на уровне не ниже 13 кЭ (1035 кА/м) в сплавы добавляли 0.5 и 1.0 вес. % Dy. При этом значения максимального энергетического произведения у магнитов с 0.5 вес. % Dy и суммой (Nd + Dy) = 29.6 – 30.1 вес. % находились в диапазоне 48.5 – 49.5 МГс·Э (386.1 – 394.0 кДж/м³), а у образцов магнитов с 1.0 вес. % Dy (BH)_{max} достигало уровня 47 МГс·Э (374.1 кДж/м³). В микроструктуре высокоэнергетических образцов магнитов идентифицировано несколько фаз: А – фаза (Nd,Dy)₂Fe₁₄B, В – фаза NdDyO_y с гранецентрированной кубической структурой, С – фаза состава (Nd,Dy,Fe,M)O_y, где М – Cu, Ga, Co и D – фаза (Nd,Dy)₂O₃. Установлено, что ограниченная фаза (С) своими острыми углами контактирует с обогащенными Nd тонкими светло-серыми слоями межзёренной фазы, которая разделяет соседние зёрна магнитотвёрдой фазы. При этом в процессе отжига спечённых образцов магнитов при 520 – 600 °С фаза (С) выступает в качестве источника Co, Cu, Ga, диффундирующих из неё в межзёренную фазу и, тем самым, улучшающих магнитные изолирующие свойства последней. В главе 4 рассмотрены также гистерезисные свойства образцов термостабильных спечённых магнитов из сплавов (Nd,Dy)-Fe-B, содержащих от 0 до 10.3 вес. % Dy. Отмечается, что в микроструктуре таких образцов объёмная доля фазы (С) выше, но практически не выявляются тонкие ламели фазы в межзёренных границах. Установлено, что магниты, содержащие 8.4 и 10.3 вес. % Dy имеют прямолинейные участки на кривых размагничивания по индукции В(Н) во втором квадранте при температурах вплоть до 180 и 200 °С соответственно, и поэтому могут успешно эксплуатироваться при этих температурах. Методом сканирующей электронной микроскопии исследована микроструктура сплавов номинального состава (Nd_{0.75}Dy_{0.25})_{13.9}(Fe_{1-с}Co_с)_{79.8}Cu_{0.1}Ga_{0.1}B_{6.1} с концентрацией Co от 0 до 0.2, выплавленные по методу литья полосы. Исследованы температурные зависимости магнитной восприимчивости магнитов из сплавов с концентрацией Co от 0 до 0.2. Показано, что легирование кобальтом позволило увеличить температуру Кюри спечённых магнитов от 327 °С до 492 °С, что способствовало увеличению значений температурного коэффициента индукции от –0.099 до –0.060 %/°С в интервале температур 23 – 140 °С, соответственно. Установлено также, что по мере увеличения концентрации кобальта

значения коэрцитивной силы образцов магнитов из этих сплавов монотонно снижаются. Анализ фазового состава спечённых магнитов выявил в образце из сплава с концентрацией кобальта 0.2 изменение состава фазы (Б) вследствие расширения области гомогенности фазы Лавеса $(\text{Nd,Dy})\text{M}_{2+\delta}$ при обогащении её Co и Fe. Приведены результаты измерений температурных зависимостей магнитной восприимчивости $\chi(T)$ на текстурованных спечённых образцах магнитов с приложением поля в направлении, перпендикулярном текстуре, позволившие выявить малый вклад от ферромагнитных фаз с небольшой объёмной долей и невысокой намагниченностью насыщения. В частности, в образцах магнитов с концентрациями кобальта 0.15 и 0.20 на кривых $\chi(T)$ обнаружены аномалии при 268 и 388 °С соответственно, которые, как предполагает соискатель, связаны с формированием в межзёренном пространстве фаз, близких по составу к $(\text{Nd,Dy})\text{M}_2$, которые ухудшают магнитную изоляцию зёрен и, наряду с уменьшением поля анизотропии фазы со структурой типа $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, также являются причиной существенного снижения их $H_{\text{сJ}}$. Приведены результаты исследований влияния дополнительного легирования галлием на гистерезисные характеристики, температурную зависимость магнитной восприимчивости и микроструктуру образцов спечённых магнитов из сплава $(\text{Nd}_{0.73}\text{Dy}_{0.27})_{14.5}\text{Fe}_{67.1}\text{Co}_{11.9}\text{Cu}_{0.1}\text{Ga}_{0.3}\text{B}_{6.1}$. Показано, что в результате такого дополнительного легирования (0.1 $\rightarrow$ 0.3) в межзёренном пространстве магнитов с увеличенной концентрацией Ga вместо ферромагнитной фазы $(\text{Nd,Dy})(\text{Fe,Co})_2$ образуется парамагнитная фаза $(\text{Nd,Dy})(\text{Fe,Co,Ga})_2$, что приводит к улучшению магнитной изоляции зёрен фазы $(\text{Nd,Dy})_2(\text{Fe,Co})_{14}\text{B}$ и росту коэрцитивной силы магнитов (с примерно 15 до 21 кЭ (с 1194.0 до 1671.6 кА/м) соответственно), однако при довольно заметном снижении B_r и $(\text{BH})_{\text{max}}$. Здесь же приведены результаты исследований микроструктуры, фазового состава и магнитных гистерезисных свойств образцов спечённых магнитов, изготовленных из закристаллизованных в водоохлаждаемой изложнице сплавов номинальных составов $(\text{Nd}_{0.64}\text{Dy}_{0.36})_{16}(\text{Fe}_{1-c}\text{Co}_c)_{77.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Ga}_{0.3}\text{B}_{6.1}$ с содержанием кобальта c от 0.22 до 0.36 и $(\text{Nd}_{0.64-h}\text{Dy}_{0.36}\text{Ho}_h)_{16}(\text{Fe}_{0.64}\text{Co}_{0.36})_{77.5}\text{Cu}_{0.1}\text{Ga}_{0.3}\text{B}_{6.1}$ с содержанием гольмия h от 0 до 0.26. Показано, что микроструктура спечённых магнитов из сплавов обоих составов включает в себя зёрна $(\text{Nd,Dy})_2(\text{Fe,Co})_{14}\text{B}$, фазу $(\text{Nd,Dy})(\text{Fe,Co})_3$, и оксиды $(\text{Nd,Dy})\text{O}_y$. При увеличении содержания кобальта до 0.36 выявлена фаза

$(\text{Nd,Dy})_2(\text{Fe,Co})_{17}$. Для спеченных образцов с содержанием гольмия 0.26 в интервале температур 27 – 120 °С получено положительное значение температурного коэффициента остаточной индукции $\alpha = + 0.009 \text{ \%}/^\circ\text{C}$.

В пятой главе приведены результаты исследований влияние диффузионного отжига на гистерезисные характеристики образцов спечённых магнитов Nd-Fe-B в виде тонких пластин толщиной 1 мм и цилиндров диаметром 12 мм и высотой 3, 4 и 6 мм. Тонкие пластинки магнитов отжигали в контакте с порошком металлического Dy, а также порошками различных сплавов и соединений с Dy (DyCu , DyGa , Dy_3Co , DyH_x) при 750 °С в течение времени от 0.5 до 10 ч. Получены качественно одинаковые зависимости коэрцитивной силы и остаточной индукции от времени диффузионного отжига для всех порошков диффундантов. А именно, коэрцитивная сила магнитов резко возрастает в течение первого часа диффузионного отжига, а затем монотонно и практически линейно увеличивается со скоростью около 0.2 кЭ/ч ($\sim 16 \text{ кА/м}\cdot\text{ч}$). При этом наиболее высокие значения коэрцитивной силы достигнуты в спечённых образцах, запрессованных в порошки Dy_3Co и DyH_x . Остаточная индукция по мере увеличения длительности отжига монотонно (также практически линейно) снижается, уменьшаясь примерно на 7 % после отжига длительностью 10 ч.

В шестой главе приведены результаты исследований формирования текстуры в образцах спечённых магнитов, изготовленных с исключением стадии прессования порошков в магнитном поле. Исследована зависимость плотности спечённых образцов, полученных после вибрационного измельчения методом «процесс без прессования», от насыпной плотности порошка. Установлено, что с уменьшением среднего размера частиц от 3.9 до 3.2 мкм спекаемость порошков улучшается, и высокие значения плотности спечённых образцов достигаются при все меньших значениях насыпной плотности порошков. Показано, что с увеличением числа однополярных импульсов магнитного поля, текстурующего порошок, гистерезисные характеристики спечённых образцов изменяются очень слабо. Более заметное увеличение остаточной индукции (примерно на 3 %) и максимального энергетического произведения (на 5.5 %) наблюдается при увеличении от 1 до 7 числа противоположно направленных импульсов магнитного поля. При этом длительность импульсов должна быть не меньше 6.5 мс. Исследовано влияние

напряженности текстурующего импульсного магнитного поля на значения остаточной индукции спечённых магнитов. Показано, что для достижения наибольших значений B_r напряжённость текстурующего магнитного поля должна быть не менее 70 кЭ (7 Тл). Здесь же приведены результаты исследований применения активированного измельчения порошков в среде ацетона (без использования и с использованием силоксана в качестве ПАВ) при изготовлении спечённых магнитов методом «процесс без прессования». Установлено, что с добавлением силоксана измельчение происходит интенсивнее. При этом сравнение средних размеров частиц после этих помолов, полученных методом Фишера и путём обработки изображений порошков, полученных с помощью сканирующего электронного микроскопа, позволило выявить их существенное различие. Также с помощью электронно-микроскопических изображений выполнено исследование распределений зёрен по размерам в травленных шлифах спечённых магнитов, изготовленных из порошков после вибрационного измельчения с использованием и без использования ПАВ. Установлено, что с увеличением среднего размера частиц порошка происходит практически линейное увеличение среднего размера зёрен в спечённых магнитах, а по мере уменьшения среднего размера частиц порошка увеличивается число мелких зёрен. При обработке гистограмм распределения частиц по размерам выявлено, что указанные распределения частиц порошка и зёрен в образцах спечённых магнитов бимодальны и описываются суперпозицией двух логнормальных распределений.

В Заключение приведены выводы по работе, определены перспективы и даны рекомендации для дальнейшей разработки темы.

Положения, выносимые на защиту

На защиту соискатель выносит четыре положения, обоснованные в диссертационной работе в главах с третьей по шестую.

В первом положении рассматривается влияние температуры разливки сплавов Nd-Fe-B, изготавливаемых по методу литья полосы. Отмечается, что разливка сплавов при температуре 1430 °С приводит к уменьшению размера дендритных зёрен фазы $Nd_2Fe_{14}B$, а спечённые магниты из такого сплава имеют более высокие значения остаточной индукции.

Во втором положении обсуждается влияние увеличения концентрации диспрозия

на неоднородность межзёренной фазы $(\text{Nd}_{1-d}\text{Dy}_d)_{13.7}\text{Fe}_{79.4}\text{Co}_{1.1}\text{Cu}_{0.1}\text{Ga}_{0.1}\text{B}_{5.5}$, приводящую к ухудшению магнитной изоляции магнитотвёрдых зёрен и снижению прямоугольности кривых размагничивания.

В третьем положении описано влияние отжига образцов спечённых магнитов из сплава номинального состава $\text{Nd}_{14.7}\text{Fe}_{79.2}\text{B}_{6.1}$ в контакте с порошками Dy_3Co , DyGa и DyN_x (метод диффузии по границам зёрен), приводящее к формированию диспрозиевой оболочки у зёрен магнитотвёрдой фазы, обеспечивающей повышение коэрцитивной силы магнитов на 80 % при снижении остаточной индукции лишь на 5 – 7 %.

В четвёртом положении рассмотрено положительное влияние противонаправленных текстурующих импульсов магнитного поля при изготовлении высокоэнергетических спечённых магнитов по методу «процесс без прессования».

Научная новизна

В ряду результатов диссертационной работы Шитова Александра Владимировича, обладающих **несомненной научной новизной**, можно отнести следующие.

1. Впервые исследованы фазовый состав, микроструктура и магнитные гистерезисные характеристики спечённых магнитов из сплавов номинального состава $(\text{Nd}_{0.75}\text{Dy}_{0.25})_{15.1}(\text{Fe}_{1-c}\text{Co}_c)_{78.4}\text{Cu}_{0.1}\text{Ga}_{0.3}\text{B}_{6.1}$ с расширенным до $c = 0.36$ содержанием кобальта.

2. Получение по низкоокислородной технологии без процесса прессования порошка спечённых магнитов с максимальным энергетическим произведением до $48 \text{ МГс} \cdot \text{Э} (382 \text{ кДж/м}^3)$.

Практическая значимость

К числу наиболее значимых с практической точки зрения результатов диссертационного исследования Шитова Александра Владимировича необходимо отнести:

1. Результаты исследований влияния концентрации Dy на гистерезисные характеристики, температурные коэффициенты остаточной индукции и коэрцитивной силы магнитов $(\text{Nd,Dy})-(\text{Fe,Co,Cu,Ga})-\text{B}$, позволяющие получать спечённые магниты с рабочей температурой до 180°C .

2. 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. Патент на способ получения высококоэрцитивных магнитов из сплавов системы Nd-Fe-B.

4. Разработку и внедрение низкокислородной технологии изготовления постоянных магнитов Nd-Fe-B в АО «Уральский электромеханический завод».

Рекомендации по использованию результатов и выводов, приведённых в диссертационной работе

В диссертационной работе Шитова Александра Владимировича получен ряд новых результатов, которые могут представлять значительный интерес для специалистов и организаций, деятельность которых связана разработкой композиций и технологий изготовления постоянных магнитов на основе соединений со структурой типа $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, а также с производством магнитов Nd-Fe-B. В частности, композиции и технологии получения (а) высокоэнергетических постоянных магнитов с $(BH)_{\text{max}} \geq 48 \text{ МГс}\cdot\text{Э}$ (382 кДж/м^3), (б) магнитов с заданными значениями температурного коэффициента остаточной индукции α в определённом интервале температур выше комнатной и/или (в) высококоэрцитивных магнитов, работающих при температурах 160 °С и выше. В ряду таких организаций можно назвать, например, АО «Уральский электромеханический завод», ООО «ПОЗ-Прогресс», ООО «Русатом МеталлТех», НПП «Темп» имени Ф. Короткова, АО «Машиностроительный завод «ЛЕПСЕ», АО «НПП «Исток» им. Шокина», ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, ФГУП «РФЯЦ ВНИИТФ», ФГУП «ВНИИА» и др.

Соответствие диссертационной работы критериям, предъявляемым к диссертациям

Диссертационная работа Шитова Александра Владимировича является законченной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение актуальной научной задачи, направленной на разработку научных основ легирования и методов получения спечённых магнитов (Nd,Dy)-(Fe,Co)-B с высокими гистерезисными

характеристиками и установление связи между их структурой, фазовым составом и магнитными гистерезисными свойствами, очень важной сегодня для развития отечественной промышленности редкоземельных магнитов. Предложенные автором диссертации решения достаточно аргументированы и оценены по сравнению с другими известными решениями. По своему оформлению и содержанию диссертационная работа **соответствует** требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, обладает внутренним единством, изложена логично и корректно, содержит отмеченные ранее новые научные результаты и положения, выдвигаемые для публичной защиты, и свидетельствует о значительном вкладе автора диссертации в развитие таких отраслей науки, как физика магнитных явлений и физическое материаловедение редкоземельных магнитотвёрдых материалов. Более того, в диссертационной работе Шитова Александра Владимировича изложены новые научно обоснованные технологические решения и разработки, внедрение которых может внести значительный вклад в повышение конкурентоспособности отечественных производителей редкоземельных постоянных магнитов и магнитов на основе сплавов системы Nd-Fe-B, в частности.

Достоверность результатов диссертационной работы

Достоверность и обоснованность полученных результатов, научных положений, выносимых Шитовым Александром Владимировичем на защиту, а также выводов, сформулированных в диссертационной работе, не вызывают никаких сомнений и обеспечивается большим объемом экспериментальных данных, полученных с использованием различных взаимодополняющих экспериментальных методов на современном сертифицированном оборудовании, их корректной обработкой и интерпретацией, согласованностью с основными положениями и представлениями современной физики магнитных явлений и физического материаловедения редкоземельных магнитотвёрдых материалов, а также сопоставимостью с опубликованными данными других авторов по соответствующей тематике.

Результаты диссертационной работы хорошо апробированы: по теме диссертации **опубликовано** 8 научных статей в журналах, рекомендованных перечнем ВАК и индексируемых в международных базах научного цитирования Scopus и Web of Science. Результаты работы обсуждены на 7 российских и международных научных

конференциях. По результатам проведённых исследований автором получен 1 патент РФ.

Соответствие автореферата содержанию диссертационной работы

Автореферат диссертационной работы Шитова Александра Владимировича полностью соответствует установленным требованиям и в полной мере отражает структуру и все ключевые результаты, представленные в диссертационной работе.

Замечания по работе

По диссертационной работе имеется несколько замечаний.

1. Из текста диссертационной работы не очень понятно, какой механизм перемангничивания реализуется в спечённых магнитах из исследованных сплавов Nd-Fe-B разных систем легирования, а также то, меняется ли он, т.е. влияют ли на него (если – да, то каким образом) основные легирующие компоненты (Dy, Co, Cu, Ga, Ho), а также кислород (непосредственно и/или опосредованно, через изменение объёмного содержания и характера распределения по объёму магнитов оксидных фаз)?

2. Из текста диссертационной работы не понятно, чем был обусловлен выбор гольмия в качестве одного из элементов, частично замещающего неодим, при этом вместе с диспрозием (влияние последнего на магнитотвёрдые свойства сплавов системы Nd-Fe-B уже достаточно подробно изучено и легированные Dy сплавы повсеместно применяются в промышленности для получения спечённых магнитов этого типа с повышенной коэрцитивной силой при комнатной температуре и/или повышенной рабочей температурой (улучшенной температурной стабильностью магнитных гистерезисных свойств)), а также с какими физическими процессами связано увеличение температурного коэффициента остаточной индукции α (с -0.021 до +0.009) в интервале температур 27 – 120 °C и, в особенности, смена знака температурного коэффициента остаточной индукции спечённых магнитов из сплава $(\text{Nd}_{0.75-h}\text{Ho}_h\text{Dy}_{0.25})_{15.1}(\text{Fe}_{0.65}\text{Co}_{0.35})_{78.4}\text{Cu}_{0.1}\text{Ga}_{0.3}\text{B}_{6.1}$ в диапазоне $h = 0.17 - 0.26$ (таблица 20, 5-й вывод по работе).

3. Не вполне понятно, почему для определения температурных коэффициентов остаточной намагниченности и коэрцитивной силы была использована исключительно линейная модель без оценки её адекватности и сравнения с квадратичной моделью, так как, судя, например, по зависимостям, приведённым на рис. 4.11 (а и б) и рис. 4.16 (а и б)

диссертации, некоторые из них имеют явно нелинейный вид.

4. Результаты измерений среднего размера порошков ($D_{ср}$), измельченных в ацетоне с добавкой и без добавки силоксана, от времени измельчения $t_{изм}$, приведённые на рис. 6.6, были аппроксимированы «функцией экспоненциального затухания» (6.1), однако в тексте не приведены численные значения соответствующих параметров y_0 , A и x уравнения (6.1), не раскрыт их физический смысл, отсутствует также анализ полученного результата. Например, с научной точки зрения было бы интересно получить ответ на вопрос, почему измельчение с добавлением силоксана «происходит интенсивнее»?

5. В тексте и автореферата, и диссертации используется две системы единиц: СИ и гауссова (СГСМ). При этом практически везде на графиках значения магнитных гистерезисных характеристик приведены только в гауссовой системе: коэрцитивная сила ($H_{сl}$) – в [кЭ], вместо [кА/м]; намагниченность ($4\pi M$) и остаточная индукция (B_r) – в [кГс], вместо [Тл]; максимальное энергетическое произведение ($(BH)_{max}$) – в [МГсЭ], вместо [кДж/м³], удельная намагниченность (σ), рис. 4.29 – в [Гс·см³/г], вместо [А·м²/кг].

6. В тексте автореферата и диссертационной работы имеются **опечатки, стилистические погрешности и неточности**, например:

- ряд рисунков в диссертационной работе (рис. 1.3, 1.4) содержат надписи на английском языке, в некоторых местах отсутствуют ссылки на первоисточники, например, в подрисуночных подписях к рис. 2.1 и рис. 2.5, в тексте – на стр. 80;

- не совсем корректными представляются некоторые встречающиеся в диссертации термины, словосочетания и обозначения, например (выделены курсивом): стр. 18 – «... размер *зерен кристаллов* основной фазы», лишним является слово «кристаллов»; стр. 19 – типичный *состав сплава спеченных образцов* ...», лишним является слово «сплава», ведь это Nd₁₄Fe₈₀B₆; стр. 37 – «... только в *фазу границы зерна* или в поверхностный слой основного зерна ...», вместо введённого в подписи к рис. 4.5 на стр. 71 диссертации термина «*межзеренные границы* (МЗГ)»; стр. 87 – «В соответствии с увеличением температуры Кюри спеченных образцов уменьшается скорость снижения dB_r/dT (рисунок 4.16 а), что приводит к монотонному снижению модуля α », стр. 102 – «... линейное уменьшение модуля α наблюдается ...», здесь уместнее было бы использовать термин «*абсолютных значений коэффициента α* » или

просто «значений коэффициента α по модулю»; стр. 136 – вывод 2 «...при снижении остаточной индукции с 14.5 до 11.5 кЭ», – опечатка, остаточная индукция в системе СГСМ измеряется в кГс; не очень корректными представляются формулировки 2, 3 и 4 выводов, например, во 2-м выводе говорится о появлении «... в микроструктуре спечённых образцов фаз $(\text{Nd,Dy})_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, оксидов $(\text{Nd,Dy})\text{O}_y$, фаз $(\text{Nd,Dy,Fe,Co,Cu,Ga})\text{O}_y$, локализующихся в тройных стыках зерен и соединяющихся с межзеренными границами», – в стыках зёрен какой фазы идёт речь и что означает последнее словосочетание?

В конечном итоге, отмеченные замечания носят, в основном, уточняющий или рекомендательный характер, не ставят под сомнение основные выводы и не влияют на общую **положительную** оценку диссертационной работы. В целом диссертационная работа, представленная Шитовым Александром Владимировичем, заслуживает очень высокой оценки. Как уже отмечалось, результаты работы имеют значительную научную и большую практическую ценность. По тематике, актуальности, научной новизне, практической значимости и достоверности полученных результатов и сформулированных выводов диссертация **соответствует** пунктам 2, 3, 4 паспорта специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

Заключение по диссертационной работе

Подводя итог вышесказанному, следует заключить, что диссертационная работа Шитова Александра Владимировича на тему «Магнитные свойства и микроструктура спеченных магнитов $(\text{Nd,Dy})-(\text{Fe,Co})-\text{B}$ » представляет собой **законченную научную работу**. По тематике, актуальности, научной новизне, практической значимости и достоверности сформулированных выводов диссертация **соответствует** п. 9 Положения о порядке присуждения ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 с изменениями, утвержденными Постановлениями Правительства РФ, и пунктам 2, 3, 4 паспорта специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений, а её автор, Шитов Александр Владимирович, **безусловно заслуживает** присвоения искомой ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

Диссертация заслушана и обсуждена на заседании кафедры физического

материаловедения Института новых материалов и нанотехнологий Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», протокол от 15 апреля 2025 года № 220.25.2-5/пр.

Заведующий кафедрой физического
материаловедения НИТУ МИСИС

с.н.с., д.ф.-м.н.

Тел.: +7(495) 955-01-22

Эл. почта: savchenko@misis.ru

Александр Григорьевич Савченко

Ученый секретарь кафедры
физического материаловедения
доцент, к.ф.-м.н.

Елена Сергеевна Савченко

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский технологический
университет «МИСИС»

119049, Москва, Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1

Тел. (495) 955-00-32;

Факс: (499) 236-21-05

E-mail: kancela@misis.ru

Подпись
Заведующего кафедрой
физического материаловедения
начальника
отдела кадров

Кузнецова А.Е.

« 18 » 04 2025 г.

Отзыв подготовили:

Профессор кафедры физического
материаловедения, ведущий эксперт по
учебно-методической работе,
д.ф.-м.н. (2.6.17. Материаловедение)

Алексей Сергеевич Лилеев

Доцент кафедры физического
материаловедения,

с.н.с., к.ф.-м.н.

(1.3.8. Физика конденсированного состояния)

Владимир Павлович Менушенков

Доцент кафедры физического
материаловедения,

доцент по кафедре, к.ф.-м.н.

(1.3.8. Физика конденсированного состояния)

Александр Сергеевич Перминов

С отзывами ознакомлен,
(Шинел А.В.)

16.05.2025 г.

СВЕДЕНИЯ О ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

По диссертации Шитова Александра Владимировича, выполненной по теме «Магнитные свойства и микроструктура спеченных магнитов (Nd,Dy)-(Fe,Co)-В», представленной на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.12. Физика магнитных явлений.

1.	Полное наименование организации	Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»
2.	Сокращенное наименование организации	НИТУ МИСИС
3.	Организационно-правовая форма организации	Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
4.	Ведомственная принадлежность организации	Министерство образования и науки Российской Федерации
5.	Место нахождения	Российская Федерация, г. Москва
6.	Почтовый адрес организации	119049, Москва, Ленинский пр-кт, д. 4, стр. 1
7.	Телефон организации	Тел. (495) 955-00-32; Факс: (499) 236-21-05
8.	Адрес электронной почты организации	kancela@misis.ru
9.	Адрес официального сайта организации в сети интернет	https://misis.ru/
10.	Руководитель организации	Доктор экономических наук, профессор Алевтина Анатольевна Черникова
11.	Наименование профильного структурного подразделения, занимающегося проблематикой диссертации	Кафедра физического материаловедения НИТУ МИСИС
12.	Сведения о лице, утверждающем отзыв ведущей организации	Проректор по научной работе НИТУ МИСИС, профессор, доктор технических наук Михаил Рудольфович Филонов
13.	Сведения о составителе отзыва из ведущей организации	Савченко Александр Григорьевич, доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник
14.	Список публикаций работников ведущей организации по теме диссертации А.В. Шитова за последние 5 лет	

1. Synthesis of nanopowders $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ by chemical method. / O.E. Abdurakhmonov, M.E. Alisultanov, E.V. Yurtov, E.S. Savchenko, A.G. Savchenko. // International Journal of Nanotechnology. – 2024. – Т. 21. – № 1/2. – С. 3-16.
DOI: [10.1504/ijnt.2024.136504](https://doi.org/10.1504/ijnt.2024.136504)
2. Properties of nanocrystalline magnetic powders of the Fe–O system obtained from iron ore dust using magnetic pulse processing / Lileev A.S., Konyukhov Yu.V., Zhukov D.G., Khanna R., Mukherjee P.S. // Inorganic Materials: Applied Research. – 2024. – Т. 15(3). – С. 883-888.
3. Структура и свойства ленты из высокоэнтропийного сплава CoCrFeNiMn / Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов, А.П. Семин, С.В. Боровский, С.В. Панин, П.С. Могильников, Б.А. Корниенков, Н.Ю. Колотовкин // Проблемы чёрной металлургии и материаловедения – 2024. – №1. – С. 46-52.
DOI: [10.54826/19979258_2024_1_46](https://doi.org/10.54826/19979258_2024_1_46)
4. Tokmakova E.N., Vvedenskiy V.Yu. The effect of Ni content in amorphous soft magnetic Fe–NiSi–B alloys on magnetic properties and efficiency of unsaturated magnetic field annealing // Letters on Materials. – 2024. – V. 14. – № 2. – P. 130-135. DOI: [10.48612/letters/2024-2-130-135](https://doi.org/10.48612/letters/2024-2-130-135)
5. Изучение влияния длительности отжига при температурах выше температуры кристаллизации T_x на индукцию насыщения аморфных лент сплавов на основе Fe–Co / П.С. Могильников, Н.Ю. Колотовкин, В.В. Соснин, А.И. Базлов, Е.С. Малютина, А.М. Лонгинов // Проблемы чёрной металлургии и материаловедения – 2024. – №2. – С. 13-19.
DOI: [10.54826/19979258_2024_2_13](https://doi.org/10.54826/19979258_2024_2_13)
6. Size dependence of magnetic properties of Fe, Co and Ni nanoparticles prepared by the chemical-metallurgical method using surfactants / Konyukhov Yu.V., Kamali S., Nguyen T.H., Alymov M.I., Lileev A.S., Karpenkov D.Y., Zakharova E.V. // Nano-Structures and Nano-Objects. – 2023. – Т. 33. – С. 100943.
7. Micromagnetic Simulation of Increased Coercivity of $(\text{Sm,Zr})(\text{Co,Fe,Cu})_z$ Permanent Magnets / M.V. Zheleznyi, N.B. Kolchugina, V.L. Kurichenko e.a. // Crystals. – 2023. – V. 13(2). – P. 177. DOI: [10.3390/cryst13020177](https://doi.org/10.3390/cryst13020177)
8. Tokmakova E.N., Vvedenskiy V.Yu. Effect of annealing in unsaturated magnetic field on the magnetic properties of an amorphous alloy $\text{Fe}_{77}\text{Ni}_{15}\text{Si}_9\text{B}_{13}$ // Journal of Materials Science: Materials in Electronics. – 2023. – V. 34. – P. 1509.
DOI: [10.1007/s10854-023-10931-8](https://doi.org/10.1007/s10854-023-10931-8)
9. Влияние магнитостатического взаимодействия между микрообъемами на формирование доменной структуры и процессы перемагничивания в сплаве $\text{Sm}(\text{Co,Fe,Cu,Zr})_{7.5}$ / Лилеев А.С. // Известия Российской академии наук. Серия физическая. – 2022. – Т. 86(5). – С. 697-700.
10. Impact of Nd^{3+} Substitutions on the Structure and Magnetic Properties of Nanostructured $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ Hexaferrite / Semaïda A.M., Darwish M.A., Salem M.M., Zhou D., Zubar T.I., Trukhanov S.V., Trukhanov A.V., Menushenkov V.P., Savchenko A.G. // Nanomaterials. – 2022. – Vol. 12(19). – Art. No 3452.
DOI: <https://doi.org/10.3390/nano12193452>
11. Khatkevich, V.M., Rogachev, S.O., Nikulin, S.A., Tokmakova, E.N. Structure and Mechanical Properties of a Layered Composite Based on Fe–Cr–V Alloy and

High-Nitrogen High-Chromium Steel After Hot Pressing and Annealing // Met. Mater. Int. – 2022. – V. 28. – № 2. – P. 534-544.

DOI: [10.1007/s12540-020-00941-0](https://doi.org/10.1007/s12540-020-00941-0)

12. Fortuna A.S., Gorshenkov M.V., Cheverikin V.V., Sundeev R.V. – Influence of annealing on the microstructure and magnetic properties of the τ -MnAl alloy deformed by high pressure torsion // Journal of Alloys and Compounds. 2022. 901. 163424. DOI: [10.1016/j.jallcom.2021.163424](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.163424).

13. Semaida A.M., Bordyuzhin I.G., El-Dek S.I., Menushenkov V.P., Savchenko A.G. – Magnetization performance of hard/soft Nd_{9.6}Fe_{80.3}Zr_{3.7}B_{6.4}/α-Fe magnetic nanocomposites produced by surfactant-assisted high-energy ball milling // Materials Res. Express. – 2021. – Vol. 8(7). – P. 1-11.

DOI: [10.1088/2053-1591/ac0f1b](https://doi.org/10.1088/2053-1591/ac0f1b)

14. Magnetic properties and domain structure of alloy Sm(Co,Fe,Cu,Zr)_{7.5} in different stages of heat treatment / Lileev A.S., Konyukhov Y.V. // Metal Science and Heat Treatment. 2021. T. 63. № 3-4. С. 140-143.

15. Zheleznyi M.V., Karpenkov Y.D., Gorshenkov M.V., Zanaeva E.N., Khudina E.V., Dormidontov N.A. – Magnetic hysteresis properties and structure of melt-spun (Nd_{0.8-x}Ce_xZr_{0.2})(Fe_{0.75}Co_{0.25})_{11.3}Ti_{0.35}V_{0.35} alloys (x = 0-0.3) after annealing and nitriding // Journal of Physics: Conference Series. – 2021. – Vol. 1758. –Art. No 012041. DOI: [10.1088/1742-6596/1758/1/012041](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1758/1/012041)

Ведущая организация подтверждает, что соискатель не является ее сотрудником и не имеет научных работ по теме диссертации, подготовленных на базе ведущей организации или в соавторстве с ее сотрудниками.

Проректор по науке и
инновациям НИТУ МИСИС,
профессор, доктор технических наук

М.Р. Филонов