

УТВЕРЖДАЮ:

Генеральный директор АО «КОМПОЗИТ»

Доктор технических наук

А.Г. Береснев



«22» 10 2019 г.

О Т З Ы В

ведущего предприятия на диссертационную работу

Палачевой Валерии Валерьевны

“Влияние состава и режимов термической обработки сплавов на основе системы Fe-Ga на их структуру и функциональные свойства”, представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности

05.16.01 «Металловедение и термическая обработка металлов».

Диссертационная работа В.В. Палачевой посвящена решению актуальной проблемы современного металловедения – установлению температурно-временных условий, скорости и механизмов протекания фазовых превращений первого и второго рода в функциональных сплавах на основе системы Fe-Ga при различных режимах термических воздействий для формирования фундаментальных представлений о взаимосвязи микроструктуры и функциональных свойств Fe-Ga сплавов.

Исследование структурообразования в Fe-Ga сплавах при литье и последующих термических воздействиях: непрерывном нагреве и охлаждении с различными скоростями; изотермическом отжиге и закалке – является наиболее важным на сегодняшний день направлением исследований в области металловедения Fe-Ga сплавов, так как дает понимание влияния структуры на функциональные, в том числе магнитные, свойства этих сплавов. Особое внимание уделено влиянию на фазовые превращения и свойства Fe-Ga сплавов легирования редкоземельными элементами, такими как Tb и Er.

Работа направлена на исследование кинетики фазовых превращений I и II рода в сплавах системы Fe-Ga при нагреве, охлаждении и изотермических выдержках, а также получения сплавов определенных составов. Предложены режимы термической обработки с целью получения сплавов с повышенной магнитострикцией, с переменной зависимостью магнитострикции от величины магнитного поля, со стабильно высокой намагниченностью при температурах до 600°C.

Главным результатом в диссертационной работе является получение фундаментальных закономерностей протекания фазовых превращений в системе Fe-Ga и обоснование механизма фазовых превращений при переходе сплавов из метастабильного в равновесное состояние.

Диссертационная работа В.В. Палачевой состоит из 5 глав. В первой – обзоре литературных данных – дается подробный анализ по функциональным сплавам на основе железа с высокой магнитострикцией и обсуждено современное состояние исследований процессов упорядочения в сплавах на основе Fe-Ga. Обзор является достаточно полным и

отражает современную ситуацию по состоянию изучаемой проблемы. Сделанные выводы четко формируют цели и задачи исследования.

Из второй главы, где рассматриваются объекты и методы их исследования, следует, что автор диссертации экспериментально исследовал сплавы системы Fe-Ga в интервале содержания Ga от 15 до 29 ат. %. При этом были использованы современные методики, среди которых дифракция нейтронов высокого и среднего разрешения, рентгеновская дифракция, сканирующая, просвечивающая и магнито-силовая микроскопия, внутреннее трение, аннигиляция позитронов, мессбауэрская спектроскопия, калориметрия и другие. Важно отметить, что эксперименты проводились с использованием современного оборудования. Все это создало основу для получения достоверных и воспроизводимых результатов, обеспечивающих надежность сделанных в работе выводов.

В третьей главе рассмотрены результаты исследования сплавов системы Fe-Ga со структурой на основе ОЦК решетки и фазовыми превращениями II рода ($A2 \leftrightarrow D0_3$), а также Fe-Ga сплавы, содержащие NbC, для улучшения свойств слитка при прокатке низколегированных галфенолов и создания благоприятной ориентировки кристаллов при рекристаллизационном отжиге для повышения магнитострикции.

Результаты, представленные в главе 3, показали, что в литых сплавах системы Fe-Ga с содержанием Ga до ~20 ат. % формируется A2 структура. В сплавах при концентрации выше 18,5% Ga обнаруживается отклонение от линейного роста параметра решетки, связанное с процессами ближнего упорядочения. В этой главе экспериментально установлено, что в сплавах Fe-Ga с содержанием Ga более 18,5 ат. % параметр решетки уменьшается и наблюдается $D0_3$ упорядочение при медленном охлаждении или при низкотемпературном отжиге.

Впервые в сплавах типа Fe-19Ga (18,6 – 19,2 ат. % Ga) в *in situ* режиме методами дифракции нейтронов, внутреннего трения и вибрационной магнитометрии показаны фазовые превращения второго рода ($D0_3 \leftrightarrow A2$) при нагреве и охлаждении в районе 500°C. Получены данные о возможности $D0_3 \leftrightarrow A2$ превращения при содержании Ga ниже, чем 17 ат. %, которые предполагают необходимость и изменения существующей диаграммы Fe-Ga в сторону сужения области существования A2 области. В четвертой главе излагаются результаты исследования сплавов на основе системы Fe-Ga с фазовыми превращениями как I, так и II рода. В данных сплавах содержание Ga более 20 ат. %.

Методом нейтронной дифракции в *in situ* режиме доказано на примере сплавов Fe-(27-28)Ga, что переход из упорядоченной фазы $D0_3$ в упорядоченную $L1_2$ фазу идет через формирование двух разупорядоченных фаз, и реализуется по схеме: $D0_3 \rightarrow A2 \rightarrow A1 \rightarrow L1_2$. На первой стадии наблюдается превращение второго рода: упорядоченная фаза $D0_3$ утрачивает дальний порядок и переходит в A2 фазу. Затем A2 фаза с ОЦК решеткой переходит в A1 с ГЦК решеткой и, наконец, происходит превращение второго рода – упорядочивание A1 решетки по $L1_2$ типу. Данный вывод является фундаментальным и важно отметить, что получен впервые.

Предложены составы и режимы термической обработки для сплавов Fe-(27-28)%Ga, в которых при отжиге, недостаточном для завершения $D0_3 \rightarrow L1_2$ реакции, формируется структура типа «естественный композит», и в ней одновременно присутствуют две ферромагнитные фазы с противоположными знаками константы магнитострикции, за счет которых поведение магнитострикции имеет немонотонный характер, в зависимости от напряженности магнитного поля. Константа магнитострикции в сплаве может регулироваться магнитным полем от положительных значений ($\lambda_s = +100$ ppm) до негативных значений ($\lambda_s = -50$ ppm), включая нулевую магнитострикцию ($\lambda_s = 0$) в полях насыщения более 120 кА/м. Переменный уровень магнитострикции достигается за счет изотермического отжига литого образца при 400°C, вследствие чего формируется

микроструктура с метастабильной $D0_3$ и равновесной $L1_2$ фазами в соотношении 66% к 34%.

Предложена термическая обработка и состав сплава, который сохраняет высокие значения намагниченности не менее 155 эме/г. Для образца состава типа Fe-27Ga с ГЦК структурой (100% $L1_2$ фазы) наблюдается эффект сохранения ферромагнетизма до 620°C. При этой температуре начинается образование парамагнитной фазы $D0_{19}$ из ферромагнитной $L1_2$. Для формирования 100% $L1_2$ фазы выбрана термообработка при 500°C в течение 10 часов. Данные результаты важны с практической точки зрения, так как позволяют получить требуемые сплавы с заранее известными функциональными свойствами.

В пятой главе изучены сплавы на основе системы Fe-Ga, дополнительно легированные Tb, Er и Al. Легирование редкоземельными элементами используется для повышения функциональных свойств, прежде всего, магнитострикции, алюминием – для стабилизации $D0_3$ фазы и повышения комплекса механических свойств.

Основным результатом экспериментов, проведенных в данной главе, является то, что добавка редкоземельных элементов положительно влияет на функциональные свойства Fe-Ga сплавов. Для повышения уровня магнитострикции в двойных сплавах Fe-19Ga достаточно 0,15 ат. % Tb (λ_s повышается от 75 до 210 ppm). Для формирования высоких значений магнитострикции в сплавах Fe-27Ga требуется ~0,30 ат. % тербия. Для закаленного сплава Fe-27,0Ga $\lambda_s = 130$ ppm, для сплава Fe-27,4Ga-0,30Tb величина λ_s достигает 240 ppm. Присутствие Tb (0,15-0,30 ат. %) существенно замедляет образование плотноупакованных структур $D0_{19}$ и $L1_2$ фаз как при нагреве, так и при охлаждении, повышая устойчивость метастабильной $D0_3$ фазы с положительной магнитострикцией. В сплаве Fe-27,0Ga с повышением концентрации Tb выше оптимального наблюдается снижение значений λ_s .

Установлен механизм влияния редкоземельных элементов на примере Tb и Er в Fe-Ga сплавах на стабилизацию метастабильной $D0_3$ фазы за счет легирования тербием (0,15-0,50 ат. %) и эрбием (0,24-0,50 ат. %). Фаза, обогащенная Tb (Er) и Ga, формируется при кристаллизации слитка при температуре выше 1100-1120°C. Выделения обогащенной тербием и галлием фазы по границам $D0_3$ зерен существенно замедляет скорость зарождения и роста $L1_2$ фазы по тем же границам при отжиге литых сплавов. Равновесный состав (Tb+Ga)-фазы определен в гомогенизированных образцах как Fe₄₄Ga₄₇Tb₉. Легирование эрбием оказывает аналогичный, но менее выраженный эффект.

Результаты исследований позволят существенно расширить область применения Fe-Ga сплавов в качестве функциональных материалов.

По работе можно сделать следующие замечания:

1. Исследованные объекты были получены автором с помощью металлургических технологий: электродуговой и индукционной плавок. Известно, что для литой структуры сплавов обычно характерна большая неоднородность химического состава, что является существенным недостатком литейных сплавов. К сожалению, исследованию специфики литой структуры сплавов на основе Fe-Ga в диссертации не уделяется должного внимания.
2. Большой интерес вызывает влияние редкоземельных элементов на функциональные свойства Fe-Ga сплавов. Для более комплексного понимания механизмов увеличения магнитострикции при легировании Fe-Ga сплавов РЗМ, следовало бы исследовать влияние не только Tb и Er, но также Sm, Pr, Dy, Ce и

других элементов редкоземельной группы. В диссертации исследовано только влияние Tb и Er.

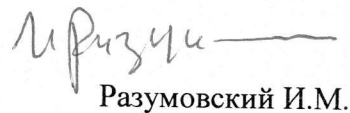
3. В работе применены два режима прокатки сплава состава Fe-18,6Ga, легированного карбидом ниобия: при комнатной температуре и при 900°C. Необходимо опробовать прокатку при более низких температурах 500-600°C и провести исследования функциональных свойств. Возможно, такой режим не приведет к потери высоких стрикционных свойств.

Указанные замечания не снижают ценности диссертационной работы, поскольку сформулированные автором основные выводы по работе являются новыми, представляются достоверными и хорошо обоснованными. Результаты диссертационной работы опубликованы в 18 статьях, входящих в список рекомендованных ВАК для кандидатских диссертаций и 11 сборниках трудов конференций. Содержание автореферата полностью соответствует основным положениям диссертации.

В целом, диссертация выполнена на высоком научном уровне и соответствует всем требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук, установленным "Положением о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС»", а её автор, В.В. Палачева, заслуживает присвоения искомой степени по специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов».

Диссертация была заслушана и обсуждалась на Научно-техническом Совете АО «Композит» 22 октября 2019 г. На НТС присутствовало 34 человека, из них докторов наук – 4 человека, кандидатов наук - 17 человек.

Ученый секретарь НТС АО «Композит»,
Главный научный сотрудник,
д. ф.-м. н., профессор


Разумовский И.М.