



ИМЕТ РАН

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО  
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

Федеральное государственное бюджетное  
учреждение науки

**ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ  
И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ**

им. А.А. Байкова

Российской академии наук

(ИМЕТ РАН)

119334, г. Москва, Ленинский пр., 49

Тел. +7 (499) 135-20-60, факс: +7 (499) 135-86-80

E-mail: [imet@imet.ac.ru](mailto:imet@imet.ac.ru) <http://www.imet.ac.ru>

ОКПО 02698772, ОГРН 1027700298702

ИНН/КПП 7736045483/773601001

23.11.2022 № 12202-6215-949/12

На № 6223-04-715 от 04.10.2022

«Об отзыве ведущей организации»

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор

Федерального государственного  
бюджетного учреждения науки

Институт металлургии и

материаловедения им. А.А. Байкова

Российской академии наук

член-корреспондент РАН

В. С. Комлев

2022 г.

**ОТЗЫВ**

ведущей организации на диссертационную работу Семаида Ашрафа Масуда Абделхади на тему «Особенности формирования высококоэрцитивного состояния в нанокompозитах на основе гексаферрита стронция  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  и быстрозакалённого сплава системы Nd-Fe-B, полученных методом высокоэнергетического измельчения», представляемой на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния

Исследования, направленные на поиск новых перспективных магнитотвёрдых материалов и технологий их получения, изучение закономерностей формирования их фазово-структурного состояния и магнитных гистерезисных свойств, имеют большую научную и практическую ценность. В этой связи диссертационная работа Семаида Ашрафа Масуда Абделхади, посвященная синтезу, экспериментальному и теоретическому исследованию закономерностей формирования высококоэрцитивного состояния в магнитотвёрдых нанокompозитах на основе гексаферрита стронция  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  и быстрозакалённого сплава системы Nd-Fe-B, полученных методом высокоэнергетического

измельчения и последующего отжига, обладает несомненной актуальностью и представляет большой интерес как с точки зрения фундаментальной науки, расширяя представления о закономерностях формирования обменно-связного состояния в магнитотвёрдых нанокompозитах на основе оксидных систем и металлических сплавов, так и с точки зрения перспектив разработки новых технологий получения материалов для постоянных магнитов.

Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, выводов и списка цитируемой литературы. Работа изложена на 243 страницах машинописного текста, включая 90 рисунков, 19 таблиц и списка литературы из 217 наименований.

Во Введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована её цель и основные задачи, описана научная новизна и научная и практическая значимость полученных результатов. Приводятся основные положения, выносимые на защиту, обоснование достоверности результатов работы, апробация результатов и личный вклад автора. Описана структура и объём диссертационной работы.

В первой главе приведен обзор и анализ литературных данных по теме диссертации, в котором изложены фундаментальные представления об основах магнетизма, основных типах магнетиков (диа-, пара-, ферро-, антиферро- и ферримагнетики) и видах энергии, дающих вклад в свободную энергию Гиббса ферромагнитных материалов (энергии обменного взаимодействия, магнитостатическая, магнитной анизотропии и энергия магнетика во внешнем магнитном поле), приведены общие сведения о магнитных доменах, доменной структуре, магнитном гистерезисе и механизмах перемагничивания ферромагнитных кристаллов. Рассмотрены два основных метода получения магнитных наноструктурированных материалов: закалка из расплава (спиннингование) и механическое измельчение, включая процессы механоактивации и механосинтеза. Обсуждаются имеющиеся в научной литературе сведения о структуре и свойствах магнитотвёрдых материалов на основе сплавов системы Nd-Fe-B,

полученных методом высокоэнергетического помола с добавлением поверхностно-активных веществ, а также сведения о процессах получения, структуре и свойствах гексаферритов М-типа, типичным представителем которых является гексаферрит стронция  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ . Особое внимание в обзоре уделено обменно-связным наноконпозиционным магнитам, в том числе на основе  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ . Рассмотрены основы теории микромагнетизма, используемой для расчёта распределения намагниченности в магнетиках в статическом (путем минимизации энергии магнитной системы) и динамическом (базируется на решении уравнения Ландау-Лифшица-Гилберта) приближениях.

Во второй главе описаны исходные материалы и процессы, использованные для синтеза исследованных порошков наноконпозитов  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ,  $\text{Sr}_{1-x}\text{Nd}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ ,  $(100-x)\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/x\text{Co}$  и  $\text{Nd}_{9.6}\text{Fe}_{80.3}\text{Zr}_{3.7}\text{B}_{6.4}$ , а также методы и методики исследований, включая рентгеноструктурный анализ, просвечивающую и сканирующую электронную микроскопию, энергодисперсионную рентгеновскую спектрометрию, измерения магнитных гистерезисных свойств, а также этапы микромагнитного моделирования процессов перемангничивания наноструктурированных материалов методом конечных элементов, реализованного в работе с помощью программного пакета OOMMF.

В третьей главе изложены результаты комплексных исследований влияния замещений Nd на фазовый состав, структуру, морфологию частиц и магнитные гистерезисные свойства наноструктурированных порошков  $\text{Sr}_{1-x}\text{Nd}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ , где  $0 \leq x \leq 0.5$ , синтезированных посредством высокоэнергетического помола в течение 6 ч взятых в необходимой пропорции высокочистых порошков-прекурсоров  $\text{SrCO}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  с последующим отжигом при температуре 1000 °С в течение 2 ч. При этом, в результате сравнительного анализа рентгеновских дифракционных спектров методом Шерера, методом Вильямсона-Холла, методом Гальдера-Вагнера и методом размерно-деформационных графиков, показано, что методы Гальдера-Вагнера и размерно-деформационных графиков позволяют

получить более точные данные о размерах областей когерентного рассеяния (ОКР). Показано также, что удельная намагниченность насыщения  $\sigma_{1.8}$  порошков  $\text{Sr}_{1-x}\text{Nd}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$  в поле 1.8 Тл монотонно уменьшается с 67.0 А·м<sup>2</sup>/кг при  $x = 0.1$  до 34.7 А·м<sup>2</sup>/кг при  $x = 0.5$ , а коэрцитивная сила с ростом  $x$  монотонно возрастает, достигая максимума при  $x = 0.4$  ( $H_c \approx 460$  кА/м), что на 9 % больше, чем у порошков с  $x = 0$  ( $H_c \approx 424$  кА/м), а затем, при  $x = 0.5$ , уменьшается примерно до 446.5 кА/м. Установлено, что величины отношения  $\sigma_r/\sigma_{1.8}$  для синтезированных порошков  $\text{Sr}_{1-x}\text{Nd}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$  изменяется в диапазоне 0.524 ... 0.497. При этом, при  $x < 0.4$  отношение  $\sigma_r/\sigma_{1.8} > 0.5$ , что указывает на то, что в соответствующих порошках  $\text{SrFe}_{12-x}\text{Nd}_x\text{O}_{19}$  магнитотвёрдая фаза на основе замещённого гексаферрита стронция представлена однодоменными, обменно взаимодействующими между собой кристаллитами. Т.е. в этих порошках реализуется обменно-связное состояние. Используя закон приближения к насыщению, определены значения удельной намагниченности насыщения  $\sigma_s$  Nd-замещённой фазы гексаферрита  $\text{Sr}_{1-x}\text{Nd}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$  ( $0 \leq x \leq 0.5$ ), а также выполнены оценки соответствующих величин эффективной константы анизотропии ( $K_{\text{eff}}$ ), поля магнитной анизотропии ( $H_a$ ) и поля анизотропии формы ( $H_d$ ).

В четвёртой главе изложены результаты исследований фазово-структурных состояний и магнитных гистерезисных свойств нанокompозитов  $(1-x)\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19} / x\text{Co}$ , где  $x = 0.1, 0.2$  и  $0.3$  после высокоэнергетического помола в течение 6 ч с последующим отжигом механоактивированных порошков при температурах 800, 900 и 1000 °С. Установлено, что по мере увеличения содержания Co ( $x$ ) и температуры отжига механоактивированных порошков  $(1-x)\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/x\text{Co}$ : (1) увеличивается объемная доля магнитомягкой фазы  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ; (2) увеличивается средний размер зёрен магнитомягкой и магнитотвёрдой фаз; (3) петли магнитного гистерезиса сужаются; (4) магнитотвердые свойства порошков падают, при этом порошки нанокompозита  $0.9\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/0.1\text{Co}$ , отожженные при 800 °С, имеют наибольшую из измеренных  $H_c$  и  $\sigma_r/\sigma_s$  (последнее больше Стонер-Вольфартовского предела, что свидетельствует о реализации в них

обменно-связного состояния), а после отжига при 1000 °С – наибольшие значения  $\sigma_s$  и  $\sigma_r$ . Предполагается, что синтезированные материалы обладают достаточно высокими магнитотвёрдыми свойствами и могут быть использованы в устройствах магнитной записи и для изготовления постоянных магнитов.

В пятой главе изложены результаты исследований влияния длительности измельчения на размер, структуру и магнитные гистерезисные свойства нанокompозитов  $\text{Nd}_{9.6}\text{Fe}_{80.3}\text{Zr}_{3.7}\text{B}_{6.4}/\alpha\text{-Fe}$ , полученных методом высокоэнергетического измельчения с использованием поверхностно-активных веществ (ПАВ), а также влияние различных растворителей на эффективность удаления ПАВ с поверхности порошков и их магнитные свойства. В частности, установлено, что: (1) во всех исследованных порошках после механоактивации реализуется обменно-связное состояние с сильной обменной связью между зёрнами магнитотвёрдой ( $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ) и магнитомягкой ( $\alpha\text{-Fe}$ ) фаз, при этом величины отношения  $\sigma_r/\sigma_{1.8}$  существенно больше стонер-вольфартовского предела, равного 0.5, а наибольшее из полученных значений (после механоактивации длительностью 1 час)  $\sigma_r/\sigma_{1.8}$  равно 0.74; (2) по мере увеличения длительности высокоэнергетического помола до 8 час, количество фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  уменьшается с примерно 94 до 81 %, а содержание фаз  $\alpha\text{-Fe}$  и  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  увеличивается с примерно 4 до 12 и с примерно 2 до 7 %, соответственно. При этом средний размер ОКР (кристаллитов)  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  уменьшается с примерно 12 до 5 нм, а микродеформация увеличивается с примерно 0.27 до 0.48 %; (3) магнитные гистерезисные свойства порошков зависят от типа промывочной жидкости, а именно, промывка порошков  $\text{Nd}_{9.6}\text{Fe}_{80.3}\text{Zr}_{3.7}\text{B}_{6.4}$  после механоактивации в толуоле является эффективным способом удаления значимого количества ПАВ с поверхности порошков. Кроме того, используя экспериментально полученные значения  $\sigma_{1.8}$  и объемных долей магнитных фаз, различными методами проведена оценка нижнего предела для значения удельной намагниченности насыщения фазы типа  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  в порошках  $\text{Nd}_{9.6}\text{Fe}_{80.3}\text{Zr}_{3.7}\text{B}_{6.4}$ :  $\sigma_N = 108.0 \pm 2.5 \text{ А} \cdot \text{м}^2/\text{кг}$ .

В шестой главе изложены результаты микромагнитного моделирования гистерезисных свойств обменно-связных нанокompозитов и их вариаций в зависимости от размера зерна и объемной доли ММ фазы, выполненных с помощью микромагнитного метода конечных элементов (ММКЭ), а также проведено сравнение полученных расчётных кривых намагничивания и петель гистерезиса с экспериментальными кривыми, полученными для обменно-связных нанокompозитов  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Установлено, что при реальных физических значениях подгоночных параметров разработанной модели (основные магнитные характеристики магнитотвёрдых и магнитомягких фаз, морфологические характеристики структуры) экспериментальные и расчётные кривые намагничивания и петли гистерезиса хорошо согласуются между собой. В частности, показано, что для нанокompозитов  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  максимальное значение  $(BH)_{\text{max}} = 10.8 \text{ кДж/м}^3$  может быть получено, когда размеры зёрен магнитотвёрдой ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) и магнитомягкой ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) фаз равны 10 нм, а объёмная доля магнитомягкой фазы  $V_s = 30 \%$ .

К числу наиболее интересных и научно и практически значимых результатов диссертационной работы Семаида Ашраф Масуд Абделхади следует отнести следующие:

1. Возможность использования вместо сложных химических методов синтеза процесса высокоэнергетического помола порошков и последующего высокотемпературного отжига для получения двухфазных нанокompозитов на основе  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  с сильной обменной связью между кристаллитами образующихся магнитотвёрдой и магнитомягкой фаз.

2. Отработанная в работе методика высокоэнергетического помола (механоактивации) с добавлением поверхностно-активных веществ (ПАВ) быстрозакалённых сплавов системы Nd-Fe-B, в результате которой получены находящиеся в обменно-связном состоянии нанокompозиционные порошки с высокими гистерезисными характеристиками, открывает перспективы расширения исследований в этом направлении с целью повышения магнитных гистерезисных свойств быстрозакалённых сплавов



на основе системы Nd-Fe-B, а также разработки технологий получения материалов для постоянных магнитов на их основе.

3. Значения удельной намагниченности насыщения  $\sigma_s$  Nd-замещённой фазы гексаферрита  $\text{Sr}_{1-x}\text{Nd}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$  ( $0 \leq x \leq 0.5$ ), полученные с использованием закона приближения к насыщению, а также выполненные оценки значений соответствующих величин эффективной константы анизотропии ( $K_{\text{eff}}$ ), поля магнитной анизотропии ( $H_a$ ) и поля анизотропии формы ( $H_d$ ).

4. Предложенная в работе численная модель для микромагнитного моделирования в субзёрненном масштабе процессов перемагничивания магнитных нанокompозитов, которая может стать мощным и надёжным инструментом, позволяющим существенно ускорить, за счёт сокращения необходимого количества дорогостоящих, трудо- и энергоёмких экспериментов, процесс разработки нового поколения нанокompозиционных магнитотвёрдых материалов с высокими, в том числе, наперёд заданными гистерезисными характеристиками. В частности, как уже отмечалось, сопоставление магнитных характеристик синтезированных обменно-связных нанокompозитов  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  с характеристиками, полученными с помощью теоретически разработанной модели, показывает удовлетворительное согласие. При этом показано, что для нанокompозитов  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/\text{Fe}_3\text{O}_4$  максимальное значение  $(BH)_{\text{max}} = 10.8 \text{ кДж/м}^3$  может быть получено, когда размеры зёрен магнитотвёрдой ( $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) и магнитомягкой ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) фаз составляют около 10 нм, а объёмная доля магнитомягкой фазы  $V_s = 30 \%$ .

Достоверность результатов работы обеспечивается их воспроизводимостью при выполнении экспериментов, проведением исследований на современном оборудовании, функционирование которого основано на различных физических принципах, взаимодополняющих друг друга, применением проверенных, признанных мировым научным сообществом методик исследования и диагностики материалов, сопоставлением полученных результатов с известными литературными

данными.

По результатам выполненных исследований опубликовано 6 печатных работ, в том числе 3 статьи в международных журналах и сборнике трудов научной конференции, индексируемых поисковыми системами Web of Science и Scopus, и 3 тезисов в сборниках трудов научных конференций.

По диссертационной работе имеется несколько замечаний.

1. Из текста диссертационной работы не совсем понятно, рассчитывал ли автор параметры решетки всех синтезированных порошков, используя уравнения (3.15-3.17), или же параметры решётки были определены из анализа по методу Ритвельда?

2. Микромагнитное моделирование процессов перемагничивания наноструктурированных материалов методом конечных элементов выполнено автором с использованием программного пакета OOMMF. Почему именно OOMMF? В чём его преимущество перед другими известными программами для микромагнитного моделирования (MuMax3, Nmag и др.)?

3. В работе исследованы наноконкомпозиты магнитных материалов  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ ,  $\text{Sr}_{1-x}\text{Nd}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ ,  $(100-x)\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}/x\text{Co}$  и  $\text{Nd}_{9.6}\text{Fe}_{80.3}\text{Zr}_{3.7}\text{B}_{6.4}$ , существенно отличающихся по уровню магнитных свойств. Найдены ли общие закономерности для этих наноконкомпозитов?

В целом можно заключить, что научное исследование, выполненное Семаида Ашрафом Масудом Абделхади, заслуживает высокой оценки. Замечания не ставят под сомнение основные выводы диссертации. Результаты работы имеют значительную научную и практическую ценность. Автореферат полностью отражает содержание представленной диссертации. Основные результаты работы опубликованы в ведущих научных изданиях, входящих в базы цитирования Scopus и Web of Science.

Диссертация Семаида Ашраф Масуд Абделхади на тему «Особенности формирования высококоэрцитивного состояния в наноконкомпозитах на основе гексаферрита стронция  $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$  и быстрозакалённого сплава системы Nd-Fe-B, полученных методом



высокоэнергетического измельчения» представляет собой законченную научную работу. По тематике, актуальности, научной новизне, практической значимости и достоверности сформулированных выводов диссертация **соответствует** специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния, а её автор Семаида Ашраф Масуд Абделхади **заслуживает** присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук.

Отзыв рассмотрен на заседании Секции «Металловедение и металлофизика» Ученого совета ИМЕТ РАН, протокол № 6/22 от 10 ноября 2022 года. На заседании присутствовало 19 членов из 25. Результаты голосования: «за» – 19, «против» – 0, «воздержалось» – 0.

Заместитель директора  
по научной работе ИМЕТ РАН  
д.т.н., зав. лабораторией конструкционных  
сталей и сплавов им. академика Н.Т. Гудцова  
ИМЕТ РАН  
Тел.: +7(499)135-77-92  
Эл. почта: [ibannykh@imet.ac.ru](mailto:ibannykh@imet.ac.ru)



И.О. Банных

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова  
Российской академии наук (ИМЕТ РАН)  
119334, Москва, Ленинский пр., 49  
Тел. (499) 135-20-60, 135-86-11; факс: 135-86-80  
E-mail: [imet@imet.ac.ru](mailto:imet@imet.ac.ru) ; <http://www.imet.ac.ru>