

Министерство промышленности и торговли  
Российской Федерации  
Государственный научный центр  
Российской Федерации



**Центральный  
научно-исследовательский  
институт черной металлургии  
им. И.П.Бардина**

Федеральное государственное унитарное предприятие  
(ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина»)

105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2  
Тел. (495) 777-93-01; Факс (495) 777-93-00  
ИНН/КПП 7701027596/770101001  
E-mail: [chermet@chermet.net](mailto:chermet@chermet.net)  
[www.chermet.net](http://www.chermet.net)

\_\_\_\_\_ 20\_\_ г. № 48/1170  
На № \_\_\_\_\_ от \_\_\_\_\_

«УТВЕРЖДАЮ»

И.о. генерального директора

ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»



В.А. Углов

2016 г.

## ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертационную работу

Савченко Елены Сергеевны «Формирование структуры и магнитных  
свойств сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после литья и закалки из расплава»,  
представленную на соискание ученой степени кандидата физико-  
математических наук по специальности  
01.04.07 – Физика конденсированного состояния.

### Актуальность темы диссертации

В настоящее время повышенный интерес исследователей к магнитам, не содержащим редкоземельные металлы, обусловлен монопольным положением Китая на рынке РЗМ и постоянных магнитов на основе системы РЗМ-Fe-B, а также резким повышением цен на эти изделия. Сплавы типа Альни-Альнико, вновь привлекают внимание исследователей и являются перспективными для разработки материалов, не содержащих дорогостоящих редкоземельных компонентов и не требующих длительных термообработок для достижения высококоэрцитивного состояния. Однако структурообразование в сплавах Альни изучено недостаточно полно, не только в литых материалах, но и в сплавах, полученных с применением новых методов приготовления (напыление пленок, высокоэнергетическое измельчение, водородная обработка и др.). Кроме того, в последние годы существенно расширились возможности тонких структурных исследований в связи с усовершенствованием основных

методов анализа (рентгеноструктурного анализа, мессбауэровской спектроскопии, просвечивающей электронной микроскопии). Следует также отметить, что к моменту выполнения настоящей работы в литературе отсутствовали данные об изучении сплавов типа Альни, полученных закалкой из жидкого состояния, исследование которых, безусловно, является интересной научно-практической задачей, поскольку свойства сплавов в нанокристаллическом состоянии существенно отличаются от свойств сплавов в массивном (литом) состоянии.

Представленная диссертационная работа посвящена экспериментальному исследованию процессов формирования структуры и магнитных свойств образцов сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , полученных как методом литья, так и закалкой из жидкого состояния, после проведения различных термических обработок. В работе детально исследованы вопросы, связанные с формированием тонкой структуры распада твердого раствора в литом сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в процессе термообработки, обеспечивающей получение максимально высокого уровня магнитных свойств. Кроме того, были исследованы структурные превращения и механизм распада твердого раствора в нанокристаллических сплавах Альни, полученных методом спиннингования. Показано, что формирование структуры в быстрозакаленных сплавах существенно отличается от формирования структуры литых сплавов, что определило новизну работы. В целом проведенные исследования представляются важными и актуальными как в фундаментальном, так и прикладном отношении.

### **Содержание работы**

Диссертация состоит из введения, трех глав, заключения, списка литературы из 150 наименований и приложения. Диссертация изложена на 150 страницах машинного текста, включая 93 иллюстрации, 27 таблиц и 20 формул.

Во введении диссертации представлена актуальность исследования, сформулированы цель и задачи работы, новизна, теоретическая и практическая значимость, достоверность и апробация полученных результатов, а также приводятся положения, выносимые на защиту.

**Первая глава** посвящена литературному обзору, в котором рассматриваются особенности магнитотвердых материалов, их классификация и области применения. Особое внимание уделено сплавам на основе системы Fe-Ni-Al, Fe-Ni-Al-Co, проведен анализ имеющихся к настоящему моменту данных о кинетике фазовых превращений и механизме структурообразования в этих сплавах. Отмечены ряд нерешенных вопросов, посвященных исследованиям структуры и магнитных свойств сплавов Альни и Альнико, сформулирована цель и определены задачи исследования.

**Во второй главе** описаны методы получения, обработки и исследования полученных литых и быстрозакаленных образцов  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ . Приведены схемы экспериментальных установок, описан порядок проведения эксперимента и обработки полученных данных. Приведены результаты рентгенофлуоресцентного анализа выплавленного сплава.

**Третья глава** диссертации посвящена изложению результатов исследования закономерностей формирования структуры и магнитных свойств образцов литого и быстрозакаленного сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после различных термообработок и проведено сравнение оптимальных параметров микроструктуры образцов в высококоэрцитивном состоянии.

При анализе структурообразования в литом сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  при непрерывном охлаждении из однофазной области было установлено, что формирование периодической модулированной структуры проходит через стадию промежуточного распада, приводящего к падению коэрцитивной силы, которая обусловлена резким изменением состава и объемного соотношения  $\beta$ -

и  $\beta_2$ -фаз вследствие асимметричности формы области расслоения твердого раствора в системе Fe-Ni-Al.

Исследование формирования высококоэрцитивного состояния в литом сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после закалки в воде из высокотемпературной однофазной области и последующего отжига показало, что модулированная структура характеризуется более крупными, чем после оптимальной термообработки, выделениями сильномагнитной  $\beta$ -фазы и ухудшением их магнитной изолированности, что приводит к более низкому значению коэрцитивной силы. Полученные результаты позволяют объяснить известный факт, что охлаждение с критической силой приводит к 1,5 раза большей коэрцитивной силе по сравнению с закалкой в воде с последующим отжигом.

Расчет параметров температурной стабильности литого  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в высококоэрцитивном состоянии после различных термообработок показал, что закалка с последующим отжигом обеспечивает более высокий уровень температурной стабильности магнитных свойств, по сравнению с охлаждением сплава с критической скоростью.

Исследования формирования структуры в образцах сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в процессе кристаллизации при быстрой закалке и последующем отжиге, показал существенные отличия структурообразования в этом материале, по сравнению с литым сплавом.

Было установлено, что высокотемпературный  $\beta_2$ -твердый раствор в сплавах системы Fe-Ni-Al упорядочен по типу B2, на что указывают обнаруженные в структуре быстрозакаленных образцов следы границ антифазных доменов.

Впервые показано, что, в отличие от литого сплава, в зернах быстрозакаленного сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после отжига наблюдается формирование не только периодической модулированной структуры, но и реализация прерывистого распада твердого раствора по границам зерен, приводящего к

формированию ячеек из чередующихся пластинчатых выделений  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз, а также образование широких двухфазных межзеренных прослоек.

Сравнительный анализ микроструктур сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в высококоэрцитивном состоянии, полученном в литых образцах после охлаждения с критической скоростью и после закалки и отжига, а также в быстрозакаленных образцах после оптимального отжига, показал, что различный уровень коэрцитивной силы, соответствующий этим структурным состояниям, связан, в первую очередь, с размером частиц сильномагнитной  $\beta$ -фазы в составе модулированной структуры. Оптимальный размер частиц  $\beta$ -фазы (60-80 нм) и их лучшая магнитная изолированность достигается в литом сплаве после охлаждения с критической скоростью, что обеспечивает максимальную величину коэрцитивной силы  $H_c = 640$  Э.

В диссертационной работе получен ряд следующих наиболее **существенных результатов**:

- обнаружена немонотонная зависимость коэрцитивной силы литого сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  от температуры закалки при непрерывном охлаждении с критической скоростью, которую автор связывает с распадом периодической модулированной структуры из-за резкого изменения количества и состава  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз вследствие асимметричной формы области расслоения твердого раствора в системе Fe-Ni-Al;

- впервые обнаружен «вторичный» распад при дополнительном отжиге отожженного после закалки в воде образца литого сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , приводящий к дроблению частиц  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз и увеличению его коэрцитивной силы;

- подтверждено упорядочение высокотемпературного твердого раствора по типу B2, о чем свидетельствует обнаружение следов антифазных границ (АФГ) в структуре быстрозакаленного сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ .

- обнаружено, что распад твердого раствора в быстрозакаленных образцах при их отжиге приводит к формированию трех различных типов структур. В том числе распад может протекать по механизму прерывистого (ячеистого) распада, впервые наблюдаемого в сплавах системы Fe-Ni-Al.

Вышеперечисленные результаты являются оригинальными и удовлетворяют требованиям новизны, предъявляемым к диссертационной работе.

**Теоретическая и практическая значимости** результатов представленной работы заключается в следующем:

- определен характер магнитостатического взаимодействия между частицами ферромагнитной фазы в литом и быстрозакаленном сплаве  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  по методу построения кривых Хенкеля. Полученные данные находятся в хорошем согласии с результатами электронно-микроскопического анализа о морфологии и параметрах микроструктуры сплавов;

- результаты работы могут быть использованы при оптимизации параметров технологического процесса изготовления литых постоянных магнитов типа Альни и Альнико в промышленном производстве;

Таким образом, автор диссертационной работы выносит на защиту результаты комплексного исследования формирования микроструктуры сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$ , как в литом состоянии, так и закаленного из жидкого состояния, в зависимости от режима последующей термической обработки, а также взаимосвязь между полученной микроструктурой и магнитными свойствами.

**Достоверность научных результатов** диссертационной работы обеспечивается проведением комплексных исследований с использованием различных взаимодополняющих физических методов, применением алгоритмов математической обработки экспериментальных данных с помощью

современных программ и сравнением полученных результатов с литературными данными.

Результаты работы опубликованы в 14 печатных работах, в том числе - 5 статьях в реферируемых зарубежных и российских журналах из перечня ВАК, и 9 тезисах докладов в сборниках тезисов и аннотаций международных конференций, научных школ и семинаров.

Диссертация изложена грамотно, построена логично. Полученные в ходе работы рисунки и графики зависимостей, достаточно полно иллюстрируют основные результаты.

#### **Замечания по диссертации**

1. Вызывает сожаление, что автор, получив очень интересные результаты о модулированных структурах в сплавах Fe-Ni-Al, не сделал попытки проанализировать их с точки зрения современных теоретических представлений.
2. В диссертации сделан акцент на измерении коэрцитивной силы, но практически отсутствуют данные о других магнитных параметрах исследованных сплавов (остаточной индукции и магнитной энергии), которые важны для практического использования изученных сплавов.
3. В диссертационной работе не исследованы сплавы Fe-Ni-Al, легированные Co, хотя, как отмечено автором, эти сплавы имеют более высокие магнитные свойства и большое широкое практическое применение.
4. В тексте работы используются не совсем корректные термины (например, «быстрозакаленный сплав», «рентгеновские спектры»). Кроме того, в подписях по осям некоторых рисунках использован мелкий шрифт, что затрудняет чтение диссертации.

Однако отмеченные недостатки ни в коей мере не снижают общей высокой оценки представленной диссертации.



В автореферате и цитируемых статьях полностью отражено содержание работы. Изложенный в диссертации материал свидетельствует о высокой научной квалификации Е.С. Савченко, а диссертация является законченной квалификационной исследовательской работой, посвященной решению актуальной научной проблемы, имеющей фундаментальное и практическое значение.

По актуальности, достоверности, научно - методическому уровню исследования, научной новизне и значимости полученных результатов диссертация, безусловно, соответствует п.9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» ВАК РФ и паспорта специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния». Ее автор Е.С. Савченко заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния».

Диссертационная работа Е.С. Савченко «Формирование структуры и магнитных свойств сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после литья и закалки из расплава» заслушана и обсуждена на заседании научно-технического совета института металловедения и физики металлов ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» 14 ноября 2016 г. (протокол № 11).

Зам. Председателя НТС ИМФМ,  
К.т.н.



А.И. Ковалев

Ученый секретарь НТС,  
К.ф.-м.н.



В.П. Филиппова