

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертацию 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

Ускоренное развитие техники и промышленного производства в XX веке и особенно в настоящее время сохраняет актуальность разработки и использования в этих областях новых магнитотвердых материалов. Перед современными исследователями стоят задачи, нацеленные не только на поиск новых соединений и сплавов для постоянных магнитов, но и на улучшение магнитных характеристик традиционных магнитотвердых сплавов на основе 3d-металлов (сплавы Альни, Альнико, Fe-Co-Cr) в связи с существенным повышением цен на мировом рынке на редкоземельные металлы.

Постоянные магниты, наряду с большой намагниченностью насыщения, должны обладать высокой коэрцитивной силой, которая, как структурно-чувствительная характеристика, зависит от фазового состава и особенностей структурного состояния сплавов. Очевидно, что знание взаимосвязи между структурообразованием и поведением магнитных свойств позволяет целенаправленно управлять этими свойствами и искать пути их повышения. Для решения этой общей задачи необходимо изучение характера фазовых превращений, природы фаз и дефектов их кристаллического строения, механизма формирования высококоэрцитивного состояния, определяющего процессы перемагничивания материала.

Выбранный в работе в качестве объекта исследования сплав  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  характеризуется высокой намагниченностью насыщения и температурной стабильностью, прост в изготовлении и имеет низкую цену, благодаря чему находит применение в товарах народного потребления, а также в приборах и устройствах специального назначения. Однако исследования сплавов типа Альни были практически прекращены в начале 70-х годов, после создания высокоэнергетических постоянных магнитов на основе редкоземельных соединений. Особенно существенны пробелы в исследовании тонкой структуры этих сплавов с помощью просвечивающей электронной микроскопии.

Поэтому работа Савченко Е.С., посвященная детальному изучению особенностей формирования микроструктуры и ее взаимосвязи с магнитными свойствами сплава Альни, полученного как в литом, так и в быстрозакаленном состоянии, и после различных термических обработок весьма актуальна и представляет интерес как с научной, так и практической точек зрения.

Диссертационная работа соискателя состоит из введения, 3-х глав, заключения, списка использованных источников и приложения.

Первая глава работы посвящена анализу имеющихся литературных данных. Обзор включает в себя результаты исследований сплавов типа Альни и Альнико, начиная с 40-х годов прошлого столетия до настоящего времени. В заключении литературного обзора сделана современная оценка нерешенных вопросов, сформулированы цель и задачи исследования, а также выбраны пути их решения.

Во второй главе подробно описаны способы получения и термической обработки исследуемых сплавов и методы их анализа (рентгенофлуоресцентный анализ, дифференциально сканирующая калориметрия, рентгеноструктурный анализ, просвечивающая электронная микроскопия, мессбауэровский анализ, методы определения магнитных свойств и термомагнитный анализ). Для повышения достоверности экспериментальных данных в работе использованы взаимодополняющие друг друга методики.

Результаты исследований представлены в третьей главе, состоящей из трех разделов. В 1-м разделе представлены исследования формирования структуры и магнитных свойств литого сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  после двух типов термических обработок (т/о «снизу» и «сверху»). Автором показано, что закалка в воде из высокотемпературной однофазной области при т/о «снизу» не обеспечивает фиксацию однородного твердого раствора. За время охлаждения образца в воде в нем успевает пройти частичный распад твердого раствора на  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фазы, приводящий к формированию неоднородной (зонной) микроструктуры. Это означает, что формирование периодической модулированной структуры и связанное с ней повышение коэрцитивной силы в процессе отжига предварительно закаленных образцов осуществляется благодаря росту уже имеющихся неоднородностей (зон) твердого раствора путем перераспределения компонентов между ними.

Впервые в сплавах Альни обнаружено, что в закаленных образцах литого сплава, подвергнутых высокотемпературному отжигу (при  $T_{\text{отж}}$  выше  $800^\circ\text{C}$ ), дополнительный отжиг при температурах ниже  $700^\circ\text{C}$  приводит к «вторичному»



распаду  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз на более мелкие структурные фрагменты, что обеспечивает заметное повышение магнитных свойств сплава.

Во второй части I-го раздела приводятся результаты исследования распада высокотемпературного твердого раствора при непрерывном охлаждении из однофазной области с критической скоростью (т/о «сверху»). Такая термообработка, согласно известным исследованиям Б.Г. Лившица, приводит к максимально высоким магнитным свойствам сплавов типа Альни. В работе показано, что зависимость коэрцитивной силы ( $H_c$ ) литого сплава  $Fe_2NiAl$  от температуры закалки при непрерывном охлаждении с критической скоростью характеризуется резким падением коэрцитивной силы вблизи температуры закалки 850 °С. Обнаруженный минимум  $H_c$ , по мнению автора, связан с распадом формирующейся периодической модулированной структуры на сфероподобные фрагменты из-за резкого изменения состава и количественного соотношения  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз вследствие асимметричности формы области расслоения твердого раствора в системе Fe-Ni-Al в районе 850° С.

Представляют интерес результаты мессбауэровских исследований литых сплавов Альни после различных термообработок, которые позволили автору обсудить изменения состава и степени однородности магнитного состояния  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз в процессе распада твердого раствора.

Второй раздел III-й главы посвящен исследованию формирования структуры и магнитных свойств в процессе термической обработки образцов сплава  $Fe_2NiAl$ , полученных закалкой из жидкого состояния (спиннигование). Следует отметить, что такие исследования на сплавах Альни выполнены впервые.

Согласно данным электронно-микроскопического анализа скорость распада твердого раствора ниже границы области расслоения в сплаве  $Fe_2NiAl$  настолько высокая, что его не удастся подавить даже закалкой из жидкого состояния. В микроструктуре быстрозакаленных образцов, наряду с зонной структурой, были обнаружены следы границ антифазных доменов, декорированные продуктами распада твердого раствора, и прослежены изменения микроструктуры образцов после отжигов при разных температурах.

Анализ полученных результатов позволил автору предложить схему поэтапной кристаллизации расплава при быстрой закалке, согласно которой вначале кристаллизуются зерна неупорядоченной фазы (со структурой типа A2). Затем происходит упорядочение этой фазы путем зарождения и роста упорядоченных по типу B2 (CsCl) зародышей, при столкновении которых внутри исходных зерен образуются границы антифазных доменов. При дальнейшем



охлаждении сплава ниже границы расслоения твердого раствора внутри зерен В2 фазы реализуется частичный распад твердого раствора на  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фазы, приводящий к формированию зонной структуры и декорированию границ антифазных доменов продуктами распада.

Обнаружение многочисленных границ антифазных доменов в структуре быстрозакаленных образцов, по мнению автора, служит подтверждением гипотезы о том, что высокотемпературный твердый раствор упорядочен по типу В2 (как известно, аналогичным образом упорядочена и  $\beta_2$ -фаза, формирующаяся в процессе охлаждения при  $\beta + \beta_2$ -распаде твердого раствора).

Новые интересные результаты получены в работе при исследовании изменений микроструктуры быстрозакаленных образцов в процессе отжига. Так после отжига при температурах выше  $500^\circ\text{C}$  в структуре сплава наблюдался прерывистый (ячеистый) распад, приводящий к росту вдоль границ зерен ячеек из чередующихся пластинок  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз. Такой тип распада твердого раствора в сплавах Альни был обнаружен впервые.

После отжига при более высоких температурах (от  $500$  до  $700^\circ\text{C}$ ) внутри зерен наблюдается формирование периодической модулированной структуры, состоящей из выделений  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз, а между соседними зернами формируется многослойная структура, состоящая из  $\beta_2$ -оболочки вокруг каждого зерна, и межзеренной прослойки из  $\beta$ -фазы.

Проведенный сравнительный анализ параметров периодической модулированной структуры, соответствующей максимальным значениям коэрцитивной силы, получаемым на образцах литых сплавов после термообработок «сверху» и «снизу», и после оптимального отжига быстрозакаленного сплава, показал, что основными причинами более низких значений  $H_c$  в двух последних случаях, по сравнению с величиной  $H_c$  после оптимальной обработки (охлаждение с критической скоростью), служат существенное увеличение размера выделений  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз, образующих модулированную структуру, и ухудшение магнитной изоляции частиц сильномагнитной  $\beta$ -фазы.

Третья часть работы посвящена апробации методики определения коэффициентов температурной стабильности коэрцитивной силы, намагниченности насыщения и остаточной намагниченности литых сплавов  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в высококоэрцитивном состоянии после различных типов термообработки. Полученные результаты находятся в согласии с литературными данными.

Следует подчеркнуть, что важные экспериментальные данные и

результаты их анализа были подтверждены проведением контрольных исследований с использованием взаимодополняющих друг друга методик и сопоставлением полученных результатов с литературными данными, что свидетельствует о достаточно высокой степени обоснованности, достоверности научных положений и выводов диссертационной работы.

Текст диссертации и приведенные публикации свидетельствуют о том, что диссертационная работа является результатом исследований, в значительной степени выполненных автором. На различных этапах работы исследования выполнялись совместно с коллегами, что отражено в опубликованных статьях и отмечено в тексте диссертации и автореферата. Личный вклад автора состоит в планировании и проведении основных экспериментальных исследований, связанных с получением образцов, изучением их состава, фазово-структурного состояния, магнитных свойств, анализе и интерпретации полученных данных.

Основные результаты диссертационной работы Савченко Е.С. опубликованы в периодической научной печати, а также доложены и обсуждены на многих международных и российских научных конференциях.

Вместе с тем, по тексту диссертации необходимо сделать следующие замечания:

1. В работе впервые на сплавах Альни получены электронно-микроскопические данные, свидетельствующие о развитии прерывистого распада в зернах быстрозакаленных образцов, однако, к сожалению, не проведен анализ состава исходных  $\beta$ - и  $\beta_2$ -фаз в объеме зерен и фаз, формирующихся при образовании и росте ячеек прерывистого распада. Не определен также период модуляции пластинчатой структуры ячеек и его зависимость от температуры отжига.
2. В диссертации, на наш взгляд, уделено недостаточно внимания обсуждению возможных причин различия структур сплава Альни после литья и быстрой закалки и при последующих отжигах.
3. В разделе 3.3 проведен расчет параметров температурной стабильности образцов литого сплава  $\text{Fe}_2\text{NiAl}$  в высококоэрцитивных состояниях, полученных после термообработок «снизу» и «сверху», однако нет данных о результатах подобных исследований на образцах, полученных закалкой из жидкого состояния.
4. К сожалению, в силу довольно большого объема машинописного текста, в тексте диссертации встречаются отдельные опечатки и ошибки, но их количество невелико.



Высказанные замечания не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы Савченко Е.С., содержащей новые оригинальные научные результаты. Работа вносит существенный вклад, как в выяснение вопросов о процессах формирования высококоэрцитивного состояния в литых и быстрозакаленных сплавах Альни, протекающих в ходе различных термических обработок, так и в практику производства магнитов на основе системы Fe-Ni-Al.

Все вышесказанное позволяет сделать вывод о том, что диссертация Савченко Елены Сергеевны «Формирование структуры и магнитных свойств сплава Fe<sub>2</sub>NiAl после литья и закалки из расплава» является квалификационной работой, выполненной на высоком научном уровне, и отвечает всем требованиям пунктов 9-14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», предъявляемым ВАК РФ к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук (Постановление Правительства РФ от 24.09.2013 г. № 842 с изменениями от 21.04.2016 г. № 335), а ее автор Савченко Елена Сергеевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 - физика конденсированного состояния.

Официальный оппонент  
заведующий кафедрой физики  
конденсированного состояния ФГБОУ ВО  
«Тверской государственный университет»,  
доктор физ.-мат. наук, профессор



Пастушенков Юрий  
Григорьевич

17.11.2016 г.

170100, г. Тверь, ул. Желябова, д.33;  
<http://university.tversu.ru>, <http://твгу.рф>;  
тел.: (4822) 32-15-50;  
e-mail: Pastushenkov.YG@tversu.ru

Подпись Пастушенкова Ю.Г. заверяю  
Проректор по НИД, д.т.н.



Каплунов И.А.