

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

на диссертационную работу

Абдурахмонова Одилжона Эшмухаммад угли

на тему: «Химический метод получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B»,

представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы

Постоянные магниты, имеющие в своем составе редкоземельные металлы, в настоящее время широко используются в различных областях науки и техники в качестве элементов для записи информации, в магнитно-резонансной томографии, в генераторах и электродвигателях.

Рассматриваемая диссертационная работа О.Э. Абдурахмонова «Химический метод получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B» посвящена разработке способа получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B с использованием наночастиц Nd_2O_3 , Fe_2O_3 и Fe_3BO_6 , а также нанокompозита Nd-Fe-B в качестве материала постоянного магнита.

Актуальность работы. Известно, что в зависимости от метода получения постоянных магнитов изменяются их магнитные характеристики. Разрабатываемые постоянные магниты Nd-Fe-B, полученные на основе наночастиц различных соединений, зачастую демонстрируют высокие магнитные характеристики в сравнении с существующими в промышленности материалами.

Основными известными методами получения наноструктурированных сплавов Nd-Fe-B являются физические (дуговая плавка, прядение из расплава, механическое измельчение) и химические. Среди недостатков физических методов следует отметить сложность процесса, необходимость в большом количестве энергии, трудности контроля состава. В ходе химического синтеза, в свою очередь, используют органические соединения, что приводит к образованию зольного остатка в ходе термической обработки и ухудшению магнитных характеристик при получении постоянного магнита.

Соответственно, актуальность работы обусловлена необходимостью разработки нового способа получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B без использования органических соединений химическим методом.

Научная новизна. В выполненной диссертационной работе для получения сплава Nd-Fe-B были впервые использованы порошки наночастиц Nd_2O_3 , Fe_2O_3 и Fe_3BO_6 . Разработанный метод не требует применения органических соединений, что позволяет избежать образования углеродных соединений при получении магнитного сплава. Предложен механизм образования магнитотвердой фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ в ходе восстановительно-диффузионного процесса из наночастиц.

Успешно получены коррозионностойкие нанокompозиты на основе наноструктурированного сплава Nd-Fe-B и ненасыщенной полиэфирной смолы с гальваническим и полимерным покрытиями, обладающие магнитными характеристиками, сопоставимыми с характеристиками наноструктурированного сплава Nd-Fe-B, легированного Dy и Co.

Практическая значимость. Разработанный метод синтеза наноструктурированного сплава Nd-Fe-B может быть использован для создания высокоэффективных постоянных магнитов в виде коррозионностойких композитов, содержащих магнитную фазу состава Nd-Fe-B.

Автором показано, что нанокompозит, содержащий сплав $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ обладал следующими магнитными характеристиками – коэрцитивная сила 7,7 кЭ, удельная остаточная намагниченность $70 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{кг}$. С увеличением температуры от 300 до 400 К магнитные характеристики уменьшались: коэрцитивная сила от 7,7 до 5 кЭ, удельная остаточная намагниченность от 70 до $57 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{кг}$.

Диссертация изложена на 158 страницах, содержит 69 рисунков и 15 таблиц, введение, литературный обзор, методическую и экспериментальную части, заключение и список используемых источников (189 наименований).

Во введении обоснована актуальность и показана степень разработанности темы диссертации, сформулирована ее цель и основные

задачи, описана научная новизна и практическая и теоретическая значимость работы.

В первой главе представлен литературный обзор, в котором рассмотрены сведения об общих свойствах магнитных материалов, различных методы получения наноструктурированных сплавов Nd-Fe-B, достигаемых магнитных характеристик и потребностях в этих материалах. Подробно рассмотрены химические методы получения магнитных сплавов, механизм образования магнитотвердой фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

Во второй главе описаны методики синтеза наночастиц, использованных в работе (Nd_2O_3 , Fe_2O_3 , Fe_3BO_6), частиц Nd-Fe-B@SiO_2 , наноструктурированного сплава Nd-Fe-B и нанокомпозитов на их основе. Перечислены методы исследования полученных наночастиц и композиционных материалов.

В третьей главе диссертационной работы приведены результаты экспериментов и их обсуждение. Продемонстрировано влияние концентрации исходных реагентов и температуры отжига порошка на размер и морфологию наночастиц Nd_2O_3 , Fe_2O_3 и Fe_3BO_6 , установлен их фазовый состав.

Описанный метод получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B осуществляется в три этапа (получение исходных наночастиц, восстановительный-диффузионный процесс, удаление побочных продуктов). По результатам фазового анализа полупродуктов и наноструктурированного сплава предложен механизм двустадийного диффузионного процесса, приводящий к образованию магнитной фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

Изучением влияния фазового состава наноструктурированного сплава на его магнитные характеристики установлено, что контролируя содержание Nd и B, можно получить сплавы Nd-Fe-B с высокими магнитными характеристиками. При увеличении содержания Nd и B (в сплавах состава $\text{Nd}_{14}\text{Fe}_{80}\text{B}_6$ и $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$) наблюдается увеличение содержания магнитотвердой фазы $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$. Коэрцитивная сила сплава $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ достигала максимального значения 8,4 кЭ, удельная остаточная намагниченность составляла 78,01 $\text{A}\cdot\text{m}^2/\text{кг}$.

В заключительной части главы приводится описание метода получения постоянного композиционного магнита путем перемешивания полученного сплава $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$ с ненасыщенной полиэфирной смолой, прессования в магнитном поле и термического отжига. Были исследованы магнитные свойства этих композитов в диапазоне рабочих температур 20-400 К. Для достижения коррозионной стойкости на полученные композиты наносили гальванические (цинк, никель-олово-висмут, никель-медь-никель) и полимерные (ненасыщенная полиэфирная смола) покрытия. Выявлены режимы процессов для получения положительного результата.

В заключении представлены выводы по диссертационной работе и рекомендации для дальнейшей работы.

Апробация работы. Основные результаты диссертации представлены на 10 научных конференциях всероссийского и международного уровня. По результатам работы опубликовано 3 статьи, индексируемые в международных базах данных WoS, Scopus и представленные в научных журналах из списка ВАК РФ.

По диссертационной работе имеются следующие замечания:

1. При частичной замене неодима на церий или на лантан/церий наблюдается улучшение магнитных характеристик, особенно коэрцитивной силы в случае церия (диссертация, с. 28). Почему используется только неодим, хотя объемы производства лантана и церия выше, а стоимость их ниже?

2. При используемом автором химическом методе получения оксидов неодима, железа и бората железа на стадии осаждения образуются маточные растворы. Какова растворимость целевых компонентов в этих растворах и каким образом планируется их переработка?

3. В работе отсутствует сравнительная технико-экономическая оценка получения промежуточных продуктов физическими и химическими методами для создания наноструктурированных магнитных сплавов на основе неодима.

4. В формулировке научной новизны (п. 3, автореферат) не приведено описание состава нанокompозита.

5. В положениях, выносимых на защиту, отсутствуют результаты по получению и апробации нанокompозита на основе созданного магнита.

6. В работе имеются неудачные выражения и неточности: автореферат, с. 2, абзац 5: «... метод имеет ...рекомендации...»; диссертация, с. 7, 3 абзац: слово «Москва» должно стоять после названий конференций с указанием годов их проведения; также отсутствует согласование на с. 18, 41, 43, 46, 75, 83, 115, 117, 121, последний абзац, с. 32, 36, 91, 1 абзац, с. 28, 39, 65 (снизу), 103, 133, 2 абзац, с. 136, вывод 4, с. 138, с. 139. Имеются опечатки на с. 22, 2 абзац снизу: «в последствии»; с. 23, 2 абзац: «производства магнитов промышленных масштабах»; с. 35, 1 абзац: «вовремя»; с. 36, 2 абзац: «одного из типов механохимического измельчения – планетарной шаровой мельницы»; с. 42, последний абзац: «...и **изменение** мощности микроволн **изменяет** скорость нагрева, что приводит к **изменению** скорости зарождения и роста частиц Nd-Fe-B. В свою очередь, это может **изменить** размер...»; с. 64, 3 абзац: дублирование материала: «Среднеквадратичный шум при комнатной температуре, статическая атмосфера, в подходящих окружающих условиях; период определения среднеквадратичного шума 10 мин составляет менее 1 мкг.»; с. 100, 2 абзац: «форма частицы имеют неправильную форму...»; с. 117, после 1 абзаца: « $\Delta H_{\text{расчетная}}$ »; с. 120, 2 абзац: «**стереохимическое** соотношение...»; с. 131. 3 абзац снизу: «коррозировать». Таблица 1.6 должна располагаться после первого упоминания в тексте.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

Достоверность результатов работы и обоснованность основных выводов автора подтверждается использованием комплекса взаимодополняющих современных апробированных методов исследования (СЭМ, ПЭМ, ДСК/ТГА, ИК спектроскопия, ЭЗМ, мессбауэровская спектроскопия, магнитометрия), воспроизводимостью результатов экспериментов. Полученные закономерности согласуются с результатами других авторов, изучающих физические и химические методы получения магнитных материалов на основе сплава Nd-Fe-B. Диссертация выполнена на высоком научном уровне.

Содержание диссертации в полной мере соответствует паспорту специальности 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы по следующим пунктам:

1.1. Технологические и экспериментальные исследования процессов получения наноматериалов и их обработки, в том числе посредством формирования наноструктур на подложках, объёмного модифицирования расплавов, интенсивной пластической деформации, консолидации нанопорошков, модифицирования поверхности материалов, облучения ускоренными частицами, термической и термомеханической обработки; разработка технологий и оборудования;

1.5. Исследование взаимосвязи химического и фазового составов, структурного состояния с физическими, механическими, химическими, технологическими, эксплуатационными и другими свойствами наноматериалов;

3.7. Исследование структуры, свойств и технологии композиционных наноструктурированных материалов.

Диссертационная работа Абдурахмонова Одилжона Эшмухаммад угли на тему: «Химический метод получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, является законченной научно-квалификационной работой, выполненной автором самостоятельно на высоком уровне, в которой изложены новые научно обоснованные технологические разработки, имеющие существенное значение для развития промышленного производства наноструктурированных магнитных сплавов на основе редкоземельных металлов.

Диссертация соответствует требованиям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», утвержденным приказом ректора № 1523ст от 17.09.2021 г., предъявляемым к диссертационным работам на соискание ученой степени кандидата наук, а ее автор Абдурахмонов Одилжон Эшмухаммад угли заслуживает присуждения

ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы.

Официальный оппонент

доктор химических наук (05.17.02 – Технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов), профессор, профессор кафедры технологии редких элементов и наноматериалов на их основе Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» (РХТУ им. Д.И. Менделеева)

Трошкина Ирина Дмитриевна

«_____» _____ 2022 г.

125047, Российская Федерация, г. Москва, Миусская площадь, д.9.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева» (РХТУ им. Д.И. Менделеева)

Тел.: +7(495)496-76-09

E-mail: troshkina.i.d@muctr.ru

Подпись И.Д. Трошкиной заверяю.

Ученый секретарь РХТУ им. Д.И. Менделеева,

доцент, к.х.н.



Н.К. Калинина