

## **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 состава Nd-Fe-B являются незаменимыми компонентами во многих высокотехнологичных продуктах, таких как аппараты магнитно-резонансной томографии, жесткие диски большой емкости, ветряные генераторы и двигатели для электрических и гибридных транспортных средств. Диссертационная работа Абдурахмонова О.Э. «Химический метод получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B» посвящена созданию нового метода получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B без использования органических соединений на предварительной стадии получения полупродуктов, а также сокращения времени получения сплава и снижение энергозатрат.

**Актуальность работы.** Основными методами получения наноструктурированных сплавов Nd-Fe-B являются физические, такие как: дуговая плавка, прядение из расплава, механическое измельчение. Однако физические методы имеют ряд недостатков, таких как: длительность процесса производства, необходимость проведения процессов при высоких температурах, сложность контроля гранулометрического состава. Химические методы позволяют получать материалы с контролируемым гранулометрическим составом и с меньшими затратами энергии.

Известные на сегодняшний день химические методы получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B включают три основных этапа: синтез полупродуктов, восстановление полупродуктов до Nd-Fe-B, получение готового продукта. Следует отметить, что представленные в литературе

работы по получению полупродуктов требуют использования органических соединений, что приводит к образованию зольного остатка в ходе термической обработки.

Поэтому актуальной задачей является разработка нового подхода к синтезу наноструктурированного сплава Nd-Fe-B без использования органических соединений на стадии получения полупродуктов.

Таким образом целью данной работы была разработка химического метода получения наноструктурированного сплава Nd-Fe-B.

**Научная новизна** работы состоит в получении наноструктурированного сплава Nd-Fe-B с применением порошков наночастиц  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_3\text{BO}_6$ , полученных методом осаждения без применения органических соединений. Разработанный метод позволяет получать наноструктурированный сплав Nd-Fe-B, не содержащий соединений углерода.

Предложен возможный механизм образования магнитотвердой фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  из порошков наночастиц  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_3\text{BO}_6$ , в двухстадийном восстановительно-диффузионном процессе. На первой стадии образуются наночастицы  $\text{NdFeO}_3$ ,  $\text{NdBO}_3$ ,  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , на второй стадии образуются частицы, состоящие из фаз  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ ,  $\alpha\text{-Fe}$  и  $\text{CaO}$ .

Получен нанокомпозит на основе наноструктурированного сплава Nd-Fe-B, обладающий высокими магнитными характеристиками, которые сопоставимы с характеристиками наноструктурированного сплава Nd-Fe-B легированного Dy и Co.

Работа обладает **практической значимостью**, которая обусловлена тем, что полученные данные могут быть использованы для получения высокоэффективных постоянных магнитов Nd-Fe-B.

Показана перспективность использования композиции, состоящей из 98 мас.% наноструктурированного сплава  $\text{Nd}_{16}\text{Fe}_{76}\text{B}_8$  и 2 мас.% ненасыщенной полиэфирной смолы. Полученный нанокомпозит характеризуется магнитотвердыми свойствами при комнатных температурах ( $H_c=7,7$  кЭ и  $M_r=70$  А·м<sup>2</sup> /кг) и может быть использован в областях, предъявляющих

высокие требования к магнитным характеристикам материала.

Результаты испытаний, нанокompозитов Nd-Fe-B с гальваническим и полимерным покрытиями в солевом тумане, показали высокую коррозионную стойкость, соответствующую международному стандарту ISO 9227:2017(E).

Диссертационная работа изложена на 158 страницах, содержит 15 таблиц и 69 рисунков, введение, литературный обзор, методическую и экспериментальную части, выводы и список цитируемой литературы (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. Охарактеризованы основные положения, выносимые на защиту, личный вклад автора, апробация результатов и публикации по представленной работе. Описана структура и объем диссертации.

**В первой главе** проведен обзор научной литературы, в котором рассмотрены свойства магнитных материалов, различные методы получения полупродуктов и наноструктурированных сплавов (НСС) Nd-Fe-B, потребности рынка в магнитных материалах. Особое внимание уделено химическим методам получения НСС и механизму образования магнитотвердой фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ . Изложены сведения о направлениях работ и достигнутых результатах магнитных характеристик полученного НСС Nd-Fe-B.

**Во второй главе** приведено описание реактивов, использованных для получения НСС Nd-Fe-B. Представлены методики получения наночастиц  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{BO}_6$ , Nd-Fe-B@ $\text{SiO}_2$ , НСС Nd-Fe-B и нанокompозитов на основе НСС Nd-Fe-B. Описаны методы исследования полученных экспериментальных образцов (СЭМ, ПЭМ, ДСК/ТГА, ИК-спектроскопия, ЭЗМ, мессбауэровская спектроскопия, магнитометрия).

**В третьей главе** диссертационной работы приведены результаты экспериментов и их обсуждение. Первый раздел третьей главы посвящен

исследованию свойств полупродуктов – наночастиц  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_3\text{BO}_6$ . Установлено влияние температуры на образование наночастиц  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и  $\text{Fe}_3\text{BO}_6$ . При температуре более  $795^\circ\text{C}$  происходит кристаллизация наночастиц  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ , при этом образуются частицы со стержнеобразной формой с диаметром 28 и длиной 118 нм. При температуре более  $540^\circ\text{C}$  происходит полная кристаллизация наночастиц  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ , полученные частицы имеют эллипсоидальную форму, со средним диаметром 55 нм. Кристаллизация НЧ состава 74,4 мас. %  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  и 25,6 мас. %  $\text{Fe}_3\text{BO}_6$  происходит при температуре более  $530^\circ\text{C}$ , полученные частицы имеют неправильную форму, средний диаметр частиц составляет 50 нм.

Разделы 3.3-3.4 посвящены исследованию наноструктурированного сплава Nd-Fe-B, полученного восстановительно-диффузионным процессом. Установлено, что на первой стадии восстановительно-диффузионного процесса образуются нанопорошки  $\text{NdFeO}_3$ ,  $\text{NdBO}_3$ ,  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ . На второй стадии восстановительно-диффузионного процесса образуются нанопорошки, состоящие из фаз 36,7 мас.%  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ , 10,9 мас.%  $\alpha\text{-Fe}$  и 52,4 мас.%  $\text{CaO}$ . Полученный после удаления  $\text{CaO}$ , наноструктурированный сплав Nd-Fe-B состоит из магнитотвердой фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  76,1 мас.% и магнитомягкой фазы  $\alpha\text{-Fe}$  23,9 мас.%. Исследованы зависимости магнитных свойств от состава наноструктурированного сплава Nd-Fe-B. Установлено, что с увеличением содержания Nd и B наблюдалось повышение доли магнитотвердой фазы  $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$  в наноструктурированном сплаве Nd-Fe-B. При этом коэрцитивная сила увеличивалась от 3,3 до 8,4 кЭ, удельная намагниченность насыщения уменьшалась до  $M_s=109,00 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{кг}$  и остаточная намагниченность – до  $M_r=78,01 \text{ A}\cdot\text{m}^2/\text{кг}$ . Выявлено, что уменьшение намагниченности связано с уменьшением содержания фазы  $\alpha\text{-Fe}$ .

Далее в работе исследовалась коррозионная стойкость покрытых нанокomпозитов Nd-Fe-B. По результатам испытаний в солевом тумане, образцы покрытые Ц6, Н9О Ви6, Н9М10Н9 и полимерными покрытиями

успешно прошли испытание на коррозионную стойкость согласно международному стандарту ISO 9227:2017(E).

В заключительном разделе главы было исследовано влияние температуры на намагниченность и коэрцитивную силу нанокompозитов Nd-Fe-B. Магнитные измерения показали, что с увеличением температуры от 300 до 400 К изменялись магнитные характеристики, коэрцитивная сила от 7,7 до 5 кЭ и удельная остаточная намагниченность от 70 до 57 А·м<sup>2</sup>/кг. Показана перспективность использования композита в качестве материала постоянного магнита.

**В заключении** представлены выводы по диссертационной работе.

**Апробация работы.** Основные результаты диссертации представлены на 10 научных конференциях всероссийского и международного уровня. По результатам работы опубликовано 3 статьи в журналах, входящих в международные базы данных.

По диссертационной работе можно сделать следующие **замечания**.

1. Автор основное внимание обращает на методологический аспект метода получения и практически не рассматривает теоретическую часть, связанную с описание возможных реакций при получении материала.
2. Важное значение при практическом использовании материала имеют свойства поверхности и возможные пути её модификации. Хотелось бы узнать отличаются ли эти свойства для частиц, полученных известным и предложенным методом автором.
3. Автором показано, что многие свойства материала определяются размерами наночастиц. Однако известно, что частицы образуют агломераты и они тоже оказывают влияние на свойств. Наблюдалось ли данное явление при получении материала.

Автореферат полностью отражает содержание диссертации.

**Достоверность** результатов работы и обоснованность основных выводов автора подтверждается использованием комплекса взаимодополняющих современных методов исследования СЭМ, ПЭМ, ДСК/ТГА, ИК спектроскопия, ЭЗМ, мессбауэровская спектроскопия, магнитометрия. Интерпретация методов исследования основана на современных представлениях о химических методах получения НСС Nd-Fe-B. Полученные результаты 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, в области исследования и применения магнитных материалов, в которой разработан

химический метод получения позволяющий получать магнитные материалы на основе сплава Nd-Fe-B с высокими магнитными характеристиками.

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 (02.00.04 Физическая химия, 02.00.02 Аналитическая химия), доцент, ведущий научный сотрудник лаборатории концентрирования ФГБУН Института геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского РАН

Шкинев Валерий Михайлович



« 15 » 08 2022 г.

119991, Российская Федерация, ГСП-1, г. Москва, ул. Косыгина, д.19.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции Институт геохимии и аналитической химии им. В.И. Вернадского Российской академии наук (ГЕОХИ РАН)

Тел.: +7(495)939-70-41

E-mail: vshkinev@mail.ru

Подпись руки  
удостоверяю  
Зав. канцелярией ГЕОХИ РАН

