

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 002.060.01
на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки
Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова
Российской академии наук,
Федеральное агентство научных организаций России,
по диссертации на соискание ученой степени кандидата наук

аттестационное дело № 22
решение диссертационного совета от 22.12.2016 № 10/16

о присуждении Харину Евгению Васильевичу, гражданину РФ, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Влияние структуры и фазового состава на статические магнитные свойства нанокристаллических плёнок системы Fe-Zr-N» на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» принята к защите 13 октября 2016 г., протокол №9/16 диссертационным советом Д 002.060.01 на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, ФАНО России, 119334, г. Москва, Ленинский пр-кт, 49, приказ Минобрнауки РФ №714/нк от 02.11.2012 г.

Соискатель: Харин Евгений Васильевич, 1987 года рождения.

В 2010 году соискатель окончил Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «МАТИ» - Российский государственный технологический университет имени К.Э. Циолковского по направлению «Материаловедение и технология новых материалов», работает младшим научным сотрудником в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, ФАНО России.

Диссертация выполнена в лаборатории конструкционных сталей и сплавов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, ФАНО России.

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор Шефтель Елена Наумовна, главный научный сотрудник лаборатории конструкционных сталей и сплавов Федерального государственного бюджетного учреждения науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук.

Официальные оппоненты:

1. Грановский Александр Борисович, доктор физико-математических наук,

профессор кафедры Магнетизма Физического факультета Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова»;

2. Щетинин Игорь Викторович, кандидат технических наук, доцент кафедры Физического материаловедения, Заведующий Учебно-научной лабораторией «Центр рентгено-структурных исследований и диагностики материалов» Национального исследовательского технологического университета «МИСиС» дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация, Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук (ИТПЭ РАН), г. Москва, в своем положительном заключении, подписанном заведующим лабораторией №4 ИТПЭ РАН, к.т.н., доцентом Рыжиковым И.А. и заместителем директора ИТПЭ РАН, д.ф.-м.н. Киселём В.Н., указала, что диссертация является законченной научно-квалификационной работой, в которой на основании выполненных автором исследований установлены закономерности формирования статических магнитных свойств при изменении структуры и фазового состава нанокристаллических плёнок системы Fe-Zr-N. Диссертация отвечает требованиям пп. 9-14 Положения о порядке присуждения ученых степеней, утверждённого Постановлением Правительства Российской Федерации от 24 сентября 2013 г. №842, а её автор, Харин Е.В., заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Соискатель имеет 45 опубликованных работ, в том числе по теме диссертации 37 работ, опубликованных в рецензируемых научных изданиях – 9, опубликованных в трудах конференций – 32, опубликованных в Большой российской энциклопедии – 4. Общий объем работ по теме диссертации составляет 8 печатных листов (авторский вклад 70%).

Наиболее значимые работы по теме диссертации:

1. Шефтель Е.Н., Харин Е.В., Комогорцев С.В. Исследование физической природы магнитомягких свойств нанокристаллических пленок Fe-ZrN // *Металлы*. – 2011. – №5. – с. 105-112.

2. Harin E.V., Sheftel E.N., Krikunov A.I. Atomic force microscopy measurements of magnetostriction of soft-magnetic films // *Solid State Phenomena*. – 2012. – Vol. 190. – p. 179-182.

3. Iskhakov R.S., Komogortsev S.V., Sheftel E.N., Harin E.V., Krikunov A.I., Eremin E.V. Magnetization correlations and random magnetic anisotropy in nanocrystalline films Fe₇₈Zr₁₀N₁₂ // *Solid State Phenomena*. – 2012. – Vol. 190. – p. 486-489.

4. Sheftel E.N., Harin E.V. Components of magnetic anisotropy of soft magnetic nanocrystalline Fe-based films // Solid State Phenomena. – 2015. – Vol. 233-234. – p. 619-622.

5. Харин Е.В., Шефтель Е.Н. Микромагнитная структура магнитомягких нанокристаллических плёнок на основе Fe // Физика металлов и металловедение. – 2015. – том 116. – вып. 8. – с. 795-802.

6. Sheftel E.N., Harin E.V., Tedzhetov V.A., Kiryukhantsev-Korneev Ph.V., Levashov E.A., Perov N.S., Titova A.O. Magnetic structure and magnetic properties of nanocrystalline and amorphous Fe-Zr-N films // Physica B: Physics of Condensed Matter. – 2016. – Vol. 494. – p. 13-19.

7. Шефтель Е.Н., Харин Е.В., Теджетов В.А., Усманова Г.Ш., Крикунов А.И. Наведенная магнитная анизотропия в нанокристаллических пленках FeZrN, полученных наклонным магнетронным напылением // Металлы. – 2016. – №5. – с. 54-60.

В положительном отзыве ведущей организации имеются следующие замечания:

1. В диссертации формулы 6.1-6.3 представляют по своей сути магнитоупругий вклад в поверхностную магнитную анизотропию. Причем, по-видимому, предполагается, что деформирован только один атомный слой на поверхности зерна. В действительности же, деформации от поверхности зерна могут уходить в материал гораздо глубже, так что этот вклад будет гораздо сильнее. Кроме того, нарушение симметрии спин-орбитального взаимодействия на поверхности зерна должно также вносить вклад в поверхностную магнитную анизотропию.

2. Оценка магнитоэластического вклада в локальную магнитную анизотропию только по доле неферромагнитной фазы не является точной, поскольку не учитывает анизотропию формы неферромагнитных зёрен и их возможную агломерацию.

3. Для уточнения данных о фазовом составе и анизотропии структуры следовало бы провести исследования методами электронной микроскопии.

4. Несмотря на то, что проведено подробное экспериментальное исследование локальной магнитной анизотропии, информация о макроскопической магнитной анизотропии полученных плёнок (сравнение петель гистерезиса в различных направлениях в плоскости плёнки) в диссертации не представлена.

От официального оппонента Грановского А.Б. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:

1. В работе получено, что при добавлении Zr к Fe магнитострикция уменьшается, а добавление азота даже приводит к изменению знака магнитострикции, но не дано объяснения этого интересного факта.

2. При напылении пленок под углом достигнуто усиление эффективной анизотропии и по приведенным оценкам частота ФМР должна составлять 2.37 ГГц. Желательно было бы действительно провести измерения ФМР. Это не только бы позволило проверить эту оценку и подтвердить величину наведенной анизотропии, но и показать перспективность данных пленок для высокочастотных применений.

3. При разделении вкладов в магнитную анизотропию сделан ряд приближений, которые следовало бы обсудить более критично. Так, при оценке магнитоупругой анизотропии (стр. 105) взяты значения модуля Юнга для другого состава, а коэффициента Пуассона 0.3 без каких-либо аргументов. Поверхностная анизотропия целиком связывается с магнитострикцией согласно работе [36], но это отнюдь не единственный (а возможно и не наибольший) вклад в поверхностную анизотропию. Безусловно, диссертант использовал все возможности для разделения вкладов, и понимает условность такого разделения, но точность разделения в 10% следовало бы обсудить более подробно.

4. В реализованном методе измерения магнитострикции поле внутри атомно-силового микроскопа создавалось катушками Гельмгольца и не превышало 80 Э. Не обсуждается в работе, можно ли увеличить это поле, так как во многих применениях оно недостаточно, а также возможное влияние этого поля на сам микроскоп.

5. Работа хорошо оформлена, но и в ней встречаются опечатки и неудачные формулировки. Так, в конце пункте 1 Выводов в автореферате пропущено слово (макронапряжения), а в пункте 2 (и везде в диссертации) используется термин "прямое напыление", а на стр. 108 "перпендикулярная коэрцитивная сила". На стр. 59 не расшифровано нестандартное обозначение H_L . В главе 5 не указано экспериментальное значение коэффициента при корневой полевой зависимости магнитострикции (Рис. 5.13).

От официального оппонента Щетинина И.В. поступил положительный отзыв со следующими замечаниями:

1. В главе 2 и главе 3 (стр. 72) описана методика определения параметров тонкой кристаллической структуры (ТКС) нанокристаллических сплавов системы Fe-Zr-N с использованием одной линии (110) без указания метода, который используется для расчета параметров ТКС. Также отсутствует информация о том, как учитывалось инструментальное уширение при расчете параметров ТКС.

2. Методика определения макронапряжений с использованием периодов решетки, определенных по разным дифракционным линиям, предполагает использование эталона, поскольку полученные значения периодов обладают разной погрешностью, однако сведения об использовании эталона и описание эталона в работе отсутствуют.

3. В выводе 5 к главе 3 приводятся данные расчета параметров ТКС образцов после термической обработки и согласно этим данным уровень микродеформаций

в процессе отжига при 400 и 500°C увеличивается с 0.125% до 0.771%. Данный факт приводится без объяснений, с чем может быть связано увеличение уровня МКД при повышении температуры отжига.

4. Внешний вид дифрактограмм, полученных нанокристаллических сплавов системы Fe-Zr-N свидетельствует о возможном наличии кристаллографической текстуры в полученных образцах, но, к сожалению, ее влияние на свойства образцов в работе не рассматривается.

5. В работе имеется незначительное количество опечаток.

На автореферат диссертации Харина Е.В. поступило 7 отзывов. Все отзывы положительные.

1. Отзыв в.н.с. лаборатории электронной микроскопии Института кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, д.ф.-м.н., доцента Жигалиной О.М. содержит 2 замечания:

1) Из информации, приведенной в автореферате, непонятно, как автор представляют себе поверхностную магнитную анизотропию. Почему она должна способствовать формированию одноосной эффективной магнитной анизотропии в зёрнах α -Fe?

2) Нужно также отметить, что для возникновения магнитоупругой анизотропии необходимы анизотропные микродеформации, методика определения которых не описана.

2. Отзыв зав. лаб. Тонкопленочных ферромагнитных элементов для систем управления Института проблем управления им. В.А. Трапезникова РАН, д. т. н. Касаткина С.И. содержит 1 замечание:

1) Только одна группа пленок (прямое осаждение) была исследована данным методом измерения магнестрикции. Почему метод не был применен к плёнкам, полученным наклонным осаждением?

3. Отзыв профессора Физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова, заслуженного профессора МГУ, д.ф.-м.н. Никитина С.А. и с.н.с., к.ф.-м.н. Панкратова Н.Ю. содержит 1 замечание:

1) Для наиболее полного обоснования полученных результатов представляло значительный интерес исследовать температурные зависимости магнестрикции и коэрцитивной силы изучаемых нанокристаллических пленок Fe-Zr-N. Однако эти зависимости в работе не были изучены.

4. Отзыв заместителя главного конструктора, начальника отделения материаловедения ФГУП ВНИИА, д.т.н., с.н.с. Соковишина А.В. и начальника научно-исследовательского отдела материаловедения и технологических процессов, к.х.н. Федотова С.А. содержит 2 замечания:

1) В автореферате указаны не все мишени, из которых получены плёнки. На это указывает то, что в тексте описаны плёнки с содержанием Zr – 5, 7 и 9%, а

мишень указана только с одним содержанием Zr – 5%, также не указан метод определения Zr в мишенях.

2) Не понятен выбор температур отжига 400 и 500°C. Не указано, что происходит с магнитными свойствами при 300 и 600°C.

5. Отзыв заведующей лабораторией новых магнитных материалов НТП «Фабрика», доцента Института физико-математических наук и информационных технологий Балтийского федерального университета им. Иммануила Канта, к.ф.-м.н. Родионовой В.В. замечаний не содержит.

6. Отзыв зав. лаб. Резонансные свойства магнитоупорядоченных веществ Института физики им. Л.В. Киренского СО РАН, д.ф.-м.н., доцента Балаева Д.А. замечаний не содержит.

7. Отзыв директора Института металловедения и физики металлов им. Г.В. Курдюмова ФГУП ЦНИИчермет им. И.П. Бардина, д.ф.-м.н., проф. Глезера А.М. и с.н.с., к.ф.-м.н. Пермяковой И.Е. замечаний не содержит.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается их компетенцией, наличием публикаций и достижений в области металловедения и термической обработки металлов и сплавов, квалификацией, способностью определить актуальность, научную и практическую ценность представленной диссертационной работы.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

- разработана новая экспериментальная методика определения магнитострикции ферромагнитных плёнок на неферромагнитных подложках с использованием атомно-силового микроскопа;

- предложен комплекс экспериментальных и аналитических методов, который позволяет изучать и количественно оценивать разные вклады в эффективную магнитную анизотропию магнитно-мягких нанокристаллических ферромагнетиков и их статические магнитные свойства во взаимосвязи с фазовым составом и структурой материала, что способствует эффективному прогнозированию статических магнитных свойств новых материалов и расширяет возможности синтеза материалов с заданными свойствами;

- доказано формирование в магнитно-мягком нанокристаллическом ферромагнетике одновременно двух типов стохастических доменов, один из которых связан с обменным взаимодействием между зёрнами, а второй – с макронапряжениями.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

- доказана возможность анализа эффективной локальной магнитной анизотропии нанокристаллических плёнок на основе Fe, содержащих дисперсные

включения нитридных фаз, как суммы магнитокристаллического, магнитоупругого, магнитостатического и поверхностного слагаемых, что вносит вклад в расширение представлений о механизмах формирования величины коэрцитивной силы ферромагнетиков;

- применительно к проблематике диссертации результативно использованы современные методы физического и структурного анализа с использованием современного оборудования;

- изучены вклады фазовых и структурных параметров в величины коэрцитивной силы и индукции насыщения в исследованных плёнках системы Fe-Zr-N.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

- разработаны методика количественной оценки параметров магнитной структуры и компонентов, составляющих локальную магнитную анизотропию магнитно-мягких плёнок, и методика количественной оценки влияния размера зерна, величин поля локальной магнитной анизотропии и намагниченности насыщения на величину коэрцитивной силы;

- создан новый неразрушающий прямой консольный метод измерения магнитострикции ферромагнитных плёнок на неферромагнитных подложках с использованием атомно-силового микроскопа.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что:

- результаты, представленные в диссертационной работе, получены на основе экспериментов, проведенных на современном научном оборудовании и с использованием апробированных аналитических методов; достоверность полученных результатов обеспечена использованием комплекса взаимодополняющих экспериментальных и аналитических методик и подтверждена их воспроизводимостью;

- коэрцитивная сила H_c во всех исследованных плёнках системы Fe-Zr-N определяется полем анизотропии стохастического домена;

- вторая мода коэрцитивной силы в нанокристаллических плёнках системы Fe-Zr-N установлена и оценена по форме петли магнитного гистерезиса и методом корреляционной магнитометрии;

- исследованные нанокристаллические плёнки системы Fe-Zr-N способны обеспечить комплекс таких свойств, как индукция насыщения B_s 0,9-1,8 Тл и коэрцитивная сила H_c 0,1-0,5 Э, превосходящий комплекс свойств объемных промышленных магнитно-мягких сплавов 79НМ, 50Н и 49К2Ф, а величину B_s и термическую стабильность структуры (до 500°C) – превосходящие таковые у нанокристаллических магнитно-мягких ленточных сплавов типа Finemet.

Личный вклад соискателя состоит в постановке задач исследования совместно с научным руководителем. Все экспериментальные результаты, включенные в диссертацию, получены либо самим соискателем, либо при его прямом участии; анализ полученных результатов и формулировка основных выводов выполнены автором, либо при непосредственном его участии. Статьи и доклады на всероссийских и международных конференциях написаны при непосредственном участии автора.

Диссертационная работа соответствует требованиям паспорта специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

На заседании 22 декабря 2016 г. диссертационный совет принял решение присудить Харину Е.В. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 15 человек, из них 5 докторов наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов», участвовавших в заседании, из 21 человека, входящих в состав совета, проголосовали: за – 15, против – нет, недействительных бюллетеней – нет.

Председатель
диссертационного совета
Д 002.060.01

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 002.060.01



Банних О.А.

Блинов В.М.

«27» декабря 2016 г.