

Отзыв официального оппонента

на диссертационную работу Харина Евгения Васильевича «Влияние структуры и фазового состава на статические магнитные свойства нанокристаллических пленок системы Fe-Zr-N», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Диссертационная работа Харина Е.В. посвящена экспериментальному исследованию влияния структуры и фазового состава на статические магнитные свойства нанокристаллических пленок системы Fe-Zr-N. Тема работы актуальна по целому ряду причин, имеющих как научное, так и прикладное значение. Магнитомягкие сплавы являются основой современной техники, так как используются повсеместно, начиная с магнитопроводов во всех устройствах электротехники, до считывающих магнитных головок сверхплотной записи информации, магнитных сенсоров, тонкопленочных логических магнитных элементов и т.д. По оценкам уровень продаж магнитомягких материалов в мире составляет не менее 9 миллиардов долларов в год. Именно с этим связана непрерывная и все возрастающая активность исследования различных аспектов, влияющих на практически важные свойства таких материалов. Нанокристаллические сплавы Fe-Zr-N принадлежат к данному классу материалов, но их свойства, влияние на них различных термообработок, микроструктуры, концентрационного и фазового состава изучены крайне недостаточно, особенно для пленок. Более того, эти материалы можно рассматривать и как модельные объекты в силу возможности варьирования условиями изготовления. Из вышесказанного следует, что тема диссертации Харина Е.В. актуальна, а появление работ, на которых основана его диссертация, было весьма важным и своевременным.

Диссертация состоит из введения, семи глав, выводов и списка литературы, включающего 167 наименований. Общий объем диссертационной работы составляет 137 страниц, в том числе 64 рисунка и 28 таблиц.

Первая глава носит обзорный характер. Обзор достаточно полный, особо следует отметить тщательный характер описания возможных методов измерения магнитострикции. Во второй главе описаны объекты и методы исследования. В третьей главе и четвертой главе приводятся результаты анализа структурных и статических магнитных свойств, соответственно. Пятая глава целиком посвящена изложению предложенного метода измерения магнитострикции, реализации этого метода и результатов измерения

магнитострикции. В шестой главе предпринята попытка определения всех составляющих магнитной анизотропии, а в седьмой - параметров стохастической магнитной структуры. В заключительном параграфе главы 7 даются конкретные рекомендации по оптимизации магнитных свойств сплавов Fe-Zr-N и показано, что по функциональным параметрам разработанные материалы не только не уступают, но и превосходят промышленные магнитомягкие сплавы типа 79НМ или Finemet.

Все поставленные задачи являются новыми, а полученные результаты оригинальны и вносят существенный вклад в понимание влияния различных структурных параметров на магнитные свойства нанокристаллических сплавов. Новизна работы определяется хорошо обоснованным выбором новых объектов исследования, использованием комплекса современного оборудования, разработкой нового метода измерения магнитострикции и тщательным количественным анализом полученной огромной совокупности экспериментальных данных. Простое перечисление использованных автором методик и оборудования в ИМЕТ, МФТИ, ИРЭ, МГУ является убедительным доказательством его высокой квалификации. Несомненным и довольно редким для экспериментальных работ достоинством является то, что автор не ограничивается получением совокупности данных, а доводит результаты всех исследований до конкретных чисел путем скрупулезного сравнения с теорией.

В отзыве невозможно перечислить все многочисленные новые результаты, полученные в диссертации, поэтому приведу только несколько из них, имеющих, по моему мнению, наибольший интерес и значение:

1. Методом магнетронного напыления в различной атмосфере, на различные подложки под разными углами напыления получены пленки системы Fe-Zr-N толщиной 180-500 нм различного состава и детально исследованы их химический и фазовый состав, структура и макронапряжения, статические магнитные свойства до и после отжига при 400 и 500°C. Полученные данные представляют самостоятельный интерес для металловедения, а наиболее важным практическим результатом является достигнутое отжигом уменьшение коэрцитивной силы на два порядка, до единиц и долей эрстеда, причем размер зерна практически не изменялся.

2. Прямыми методами магнитно-силовой микроскопии проведено измерение распределения магнитного поля на поверхности пленки $Fe_{78}Zr_{10}N_{12}$ и найдены характерные размеры стохастического домена. Полученные значения хорошо согласуются со значениями, найденными методом корреляционной магнитометрии. Это подтверждает теорию метода корреляционной магнитометрии, развитую в работах Игнатченко, Исхакова и Коморгорцева.

3. Разработан, апробирован и реализован консольный метод измерения магнитострикции на атомно-силовом микроскопе. Разработка нового метода и установки является ярким свидетельством экспериментального мастерства Харина Е.В. Трудно переоценить важность этого результата при исследованиях аморфных и нанокристаллических пленок, так как именно для магнитомягких материалов магнитоупругие вклады в магнитную анизотропию и коэрцитивную силу играют во многих случаях определяющую роль. В России простые и высокочувствительные методы измерения магнитострикции тонкопленочных структур были не развиты. Автором диссертации не только измерена магнитострикция большого числа образцов, но и экспериментально выявлен закон для полевой зависимости магнитострикции.

4. Впервые на основе совокупности полученных экспериментальных данных найдены вклады в эффективную магнитную анизотропию за счет магнитокристаллической, поверхностной, магнитоупругой и магнитостатической анизотропии (Табл. 6.1 и Рис. 6.1).

5. Продемонстрирован так называемый двухмодовый режим для коэрцитивной силы пленок Fe легированных N и Zr.

6. Показано, что исследуемые составы могут обеспечить высокую индукцию насыщения (до 1.8 Тл), низкие значения коэрцитивной силы (до долей эрстеда), высокую термостабильность (до 500°C).

Достоверность полученных результатов не вызывает сомнений и подтверждается использованием современных методик, большим представленным в работе фактическим материалом, тщательным анализом полученных данных и их сопоставлением с результатами независимых исследований.

По сути сделанных в работе выводов замечаний у оппонента нет. Однако, работа не свободна от недостатков:

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).

Указанные недостатки не носят принципиального характера и не затрагивают основного содержания диссертационной работы.

Полученные в работе результаты имеют большое практическое значение для материаловедения, физики магнитных явлений, для разработки новых магнитомягких сплавов, а предложенный метод измерения магнитострикции может найти применение во многих направлениях исследования тонкопленочных магнитных элементов. Поэтому результаты работы можно рекомендовать для ознакомления и использования в организациях занимающихся как разработкой новых магнитных материалов, так и ведущих исследования тонкопленочных элементов спинтроники, магнитофотоники, логических магнитных элементов, магнитных сенсоров, радиопоглощающих покрытий, как например, МГУ им. М.В.Ломоносова (г. Москва), Санкт-Петербургский, Уральский, Новосибирский и Тверской университеты, Воронежский технический университет, МИРЭА, Российский научный центр «Курчатовский институт» (г. Москва), Институт физики твердого тела РАН РФ (п. Черноголовка Московская обл.), ФТИ им. А.Ф. Иоффе (г. С.-Петербург), РФЯЦ-ВНИИЭФ (г. Саров, Нижегородская обл.), Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН (г. Красноярск), Институт Теоретической и Прикладной Электродинамики РАН (Москва) и др.

Результаты диссертации многократно докладывались на российских и международных конференциях и хорошо известны специалистам.

Автореферат и публикации автора точно и полностью отражают полученные в диссертационной работе результаты.

Резюмируя сказанное можно констатировать, что диссертация Харина Е.В. посвящена актуальной теме, является завершенным научным исследованием, содержит ряд новых, важных в научном и практическом плане результатов, которые вносят значительный вклад в понимание механизмов формирования магнитомягких свойств нанокристаллических материалов.

Диссертационная работа «Влияние структуры и фазового состава на статические магнитные свойства нанокристаллических пленок системы Fe-Zr-N» отвечает всем требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного Постановлением Правительства РФ № 842 от 24 сентября 2013 г., предъявляемым к кандидатской диссертации, а ее автор Харин Евгений Васильевич, несомненно, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Доктор физико-математических наук, профессор

А.Б. Грановский

Подпись профессора кафедры магнетизма физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова д.ф.-м.н., проф. Грановского Александра Борисовича удостоверяю

ДЕКАН

Физического факультета МГУ им. М.В. Ломоносова
профессор



Н.Н. Сысоев

21.11.2016