

УТВЕРЖДАЮ:

Директор Федерального
государственного бюджетного
учреждения науки
Институт теоретической и
прикладной электродинамики
Российской академии наук

доктор физико-математических наук



К.Н. Розанов К.Н. Розанов

февраль 2024 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации

на диссертационную работу Евстигнеевой Светланы Алексеевны
«Исследование корреляции структурных и магнитных свойств в
одномерных микро- и наноструктурах на основе сплавов Fe-Co»,
представленную на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук
по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния

Актуальность темы диссертационной работы

Диссертационная работа Евстигнеевой С.А. посвящена экспериментальному исследованию магнитных свойств микро- и нанопроводов на основе 3d сплавов в зависимости от их фазового состояния (аморфное, нанокристаллическое или кристаллическое).

Магнитные микропровода вызывают большой интерес в связи с их необычными физическими свойствами. В частности, в них наблюдаются такие явления, как магнитная бистабильность и магнитоимпеданс. Указанные эффекты представляют интерес для фундаментальных исследований, а также

привлекают большое внимание в связи с возможностью их использования в устройствах магнитной памяти и для создания высокочувствительных сенсоров. Для использования микропроводов в таких приложениях важны их магнитомягкие свойства, которые характерны для аморфного состояния. При этом различные методы обработки могут значительно изменять магнитные свойства аморфных микропроводов в связи с образованием в них нанокристаллической фазы. Исследование процессов кристаллизации аморфных микропроводов представляется важным в связи с проблемой температурной стабильности их свойств. С другой стороны, магнитотвердые микро- и нанопровода представляют значительный интерес для создания микромагнитных систем для пространственного манипулирования нано- и микронными объектами с различными свойствами в биомедицинских устройствах. Для получения магнитожёстких микропроводов из сплавов на основе кобальта необходима разработка методов отжига аморфных микропроводов, приводящих к модификации структурных свойств.

В связи с вышеизложенным тема диссертационной работы Евстигнеевой С.А., посвящённой исследованию взаимосвязи между структурными, статическими и динамическими магнитными свойствами микро- и нанопроводов, несомненно, является весьма актуальной.

Краткое содержание диссертационной работы

Во Введении обоснована актуальность темы, сформулированы цель и задачи диссертационной работы, приведены основные положения, выносимые на защиту, отмечены научная новизна и практическая ценность. Во введении также обоснована достоверность полученных результатов, содержатся сведения об апробации результатов и личном вкладе автора.

В первой главе диссертационной работы представлен обзор литературных данных, посвященных особенностям технологий получения ферромагнитных микропроводов в стеклянной оболочке и синтеза наноструктур на основе сплавов переходных 3d металлов, их магнитным и

структурным свойствам. Также приведён анализ литературных данных по влиянию различных методов термической и термомагнитной обработки на структурные и магнитные свойства микро- и нанопроводов, а также рассмотрено применение микро- и наноструктур для создания магнитных сенсорных систем. По результатам литературного анализа сформулированы основные цели и задачи исследования.

Вторая глава посвящена описанию режимов получения и методов отжига ферромагнитных микропроводов. Подробно описаны использованные в работе методы исследования структурных, статических и динамических магнитных свойств микро- и нанопроводов.

В третьей главе представлены результаты структурного анализа и анализа модификации магнитных свойств аморфных микропроводов в стеклянной оболочке из сплавов на основе кобальта при различных режимах обработки. Установлено, что в микропроводах, полученных вытягиванием на воздухе, формируется частично кристаллизованная структура. При этом с уменьшением скорости вытягивания доля аморфной фазы уменьшается, а коэрцитивная сила возрастает. Также исследованы процессы направленной кристаллизации микропроводов при проведении отжига током, температурного и термомагнитного отжига. Установлено, что при проведении отжига по методике «поджиг» края, не происходит существенного увеличения коэрцитивной силы. Отжиг током позволяет увеличить коэрцитивную силу до 640 Э, что связано с формированием кристаллизованной структуры, состоящей из кристаллитов кобальта размером порядка 70 нм. Продemonстрировано также, что путём подбора режима отжига можно изменять знак коэффициента магнитострикции, что позволяет получать микропровода с заданным преобладающим типом магнитной анизотропии.

В четвертой главе приведены результаты исследования магнитных свойств нанопроводов и нанотрубок из сплава FeCo, полученных методом электрохимического осаждения в мембранах полиэтилентерефталата (ПЭТФ)

с разными диаметрами пор. Установлено, что при уменьшении диаметра нанопроводов до 30 нм и оптимальном составе происходит преимущественный рост кристаллитов вдоль оси нанопровода, а коэрцитивная сила максимальна за счёт влияния анизотропии формы. При этом нанотрубки аналогичного состава не обнаруживают магнитожёстких свойств, что связано с возникновением вихревых магнитных структур.

В Заключении приведены основные результаты и выводы диссертационного исследования.

Научная новизна результатов работы

Полученные автором результаты и положения, выносимые на защиту, обладают научной новизной. Из новых результатов, полученных в диссертационной работе, на наш взгляд, особый интерес представляют следующие.

1. Установлено, что отжиг током аморфных микропроводов из сплавов на основе кобальта позволяет контролируемо увеличить коэрцитивную силу до 640 Э. Возникновение магнитожёстких свойств обусловлено формированием мелкозернистой структуры кристаллитов кобальта с преимущественной ориентацией зёрен вдоль оси микропроводов.

2. Предложен способ улучшения температурной стабильности магнитомягких аморфных микропроводов при помощи отжига в узком температурном интервале вблизи температуры кристаллизации. Показано, что в результате отжига изменяется знак коэффициента магнестрикции и устраняется разброс начальных внутренних напряжений, что позволяет получить магнитомягкие микропровода с высокой температурной стабильностью.

3. Для наноструктур на основе сплавов железа и кобальта установлена существенная зависимость магнитных свойств от состава и геометрических размеров структур. В нанопроводах с диаметром 30 нм достигнуто увеличение коэрцитивной силы до 1000 Э.

Практическая значимость результатов работы

Практическая значимость результатов работы обусловлена тем, что разработанные режимы терромагнитной постобработки микропроводов позволяют получить новые магнитожёсткие одномерные микроструктуры, которые могут быть использованы в микромагнитных системах управления магнитными частицами. Предложенная методика изменения магнитомягких свойств аморфных микропроводов и улучшения их температурной стабильности при помощи отжига током может найти применение для создания чувствительных элементов датчиков на основе эффекта магнитоимпеданса.

Достоверность и обоснованность полученных результатов

Достоверность результатов, представленных в диссертации, основывается на использовании современного измерительного и аналитического оборудования, применении проверенных экспериментальных методов, а также повторной воспроизводимости экспериментальных результатов. Обоснованность полученных результатов и выводов подтверждается согласием экспериментальных данных с результатами, ранее полученными в других исследованиях для аналогичных систем.

Рекомендации по использованию результатов диссертационной работы

Результаты работы рекомендуются для использования в организациях, работающих в области физики магнитных явлений и ведущих исследования магнитных материалов для применения в различных сенсорных системах и устройствах для манипуляции магнитными наночастицами: Балтийский федеральный университет им. И. Канта (г. Калининград), компания Micro-Fibers Technologies & Industries (Молдова), компания QLU (г. Москва).

Замечания по диссертационной работе

К диссертационной работе Евстигнеевой С.А. имеются небольшие замечания.

1. Литературный обзор представляется недостаточно структурированным и содержит всего три больших раздела. При этом обсуждение эффекта магнитоимпеданса и влияния на него различных типов постобработки микропроводов неожиданно переходит в анализ влияния процессов кристаллизации. Также в обзоре не обсуждается получение магнитожёстких микропроводов других составов, таких как CuNiFe, CuNiCo, FePt и др.

2. Поскольку различные кристаллические фазы имеют разные температуры Кюри, было бы целесообразно исследовать зависимость намагниченности от температуры при проведении отжига для понимания эволюции процесса кристаллизации.

3. При обсуждении направленной кристаллизации не предоставлено убедительного объяснения влияния магнитного поля во время отжига на коэрцитивную силу образца и его роль в предполагаемой кристаллической структуре.

4. Для микропроводов, полученных вытягиванием на воздухе при скорости вытягивания 9,1 м/с, наблюдается асимметрия в зависимости импеданса от поля (Рис. 3.4 (а)). Отмечено, что возникновение этой асимметрии связано с кристаллизацией поверхностной области микропровода. Однако в работе не указано, будет ли изменяться асимметрия в зависимости импеданса от поля, если к микропроводу будет приложено достаточно большое продольное магнитное поле, приводящее к перемагничиванию поверхностного кристаллического слоя.

5. Для дополнительного изучения кристаллизации кобальта при отжиге исследованных микропроводов представляет интерес определение параметра решётки обнаруженной кристаллизовавшейся фазы. Расчёт параметра решётки кристаллизовавшейся фазы из данных электронной дифракции и использование полученной величины для индирования рефлексов на дифрактограммах (Рис. 3.1, 3.13, 3.16 и 3.18) позволит верифицировать результаты рентгенофазового анализа, а также предоставит информацию об

искажениях решётки относительно табличных при их наличии. Также расчёт параметра решётки нанокристаллической фазы, составляющей основной объём микропровода (Рис. 3.12 (в)), предоставит дополнительные данные о его структуре. Обработка дифракционной картины после отжига (Рис. 3.12 (е)) позволит более полно судить об изменении структуры микропровода.

6. В описании методов исследования (стр. 52, абзац 2) корректно указано, что величина теплового эффекта при кристаллизации аморфного вещества связана со степенью кристалличности. При этом в тексте диссертации отсутствуют численные значения энтальпии кристаллизации исследованных образцов (Рис. 3.2 и 3.14). Для расширения сведений о степени кристалличности исследованных микропроводов, в том числе, после отжига, представляет интерес проведение количественного термического анализа. Описание методологии термоанализа можно было бы расширить обоснованием выбора определяемых параметров.

Сделанные замечания не носят принципиального характера, не затрагивают основного содержания работы и не изменяют общей положительной оценки диссертационной работы

Заключение по диссертационной работе

По материалам диссертационной работы опубликовано 5 статей в научных журналах, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus. Полученные автором результаты докладывались и обсуждались на международных и всероссийских научных конференциях, и должная апробация результатов диссертации не вызывает сомнений.

Автореферат достаточно полно отражает содержание диссертации.

Диссертационная работа Евстигнеевой С.А. является законченной научно-квалификационной работой, посвящена актуальной теме, выполнена на высоком научном уровне, содержит ряд новых, важных в научном и практическом плане результатов, достоверность которых не вызывает

сомнений. Работа соответствует требованиям Положения о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСИС», а её автор, Евстигнеева Светлана Алексеевна заслуживает присуждения учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8 – Физика конденсированного состояния.

Диссертационная работа была представлена автором и обсуждена на семинаре Института теоретической и прикладной электродинамики РАН 6 февраля 2024 г., протокол № 1.

Отзыв составили

Заведующий лабораторией № 5,
кандидат физ.-мат. наук

 С.С. Маклаков

Ведущий инженер лаборатории № 5,
доктор физ.-мат. наук

 Н.А. Бузников

Сведения о ведущей организации

Полное наименование: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной электродинамики Российской академии наук

Сокращенное наименование: ИТПЭ РАН

Почтовый адрес: 125412, г. Москва, ул. Ижорская, д. 13, стр. 6

Телефон: +7 (495) 484-23-83

Электронная почта: itae@itae.ru

Сайт: <http://www.itae.ru>