

ОТЗЫВ

официального оппонента Клопотова Анатолия Анатольевича на диссертационную работу Петровой Анны «Разработка неразрушающего метода контроля дефектности ферритовой керамики на основе температурных зависимостей начальной магнитной проницаемости», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий.

Актуальность темы работы

В настоящее время при производстве изделий из ферритовой керамики применяются различные методы контроля магнитных параметров. Как правило, в заводских условиях применяются исследования контрольного набора электромагнитных и физических параметров ферритов при комнатной температуре для сравнения с нормативными значениями, полученными для опорных материалов. При хорошем совпадении измеренных параметров с опорными значениями дается вывод об удовлетворительном качестве ферритовой керамики. Вместе с тем, существуют косвенные методы для оценки гомогенности и структурных нарушений, например измерение истинной теплоёмкости и начальной восприимчивости парапроцесса, а также намагниченности насыщения в интервале температур, включающем точку Кюри. Однако эти методы не позволяют количественно оценить размер флуктуаций химического состава и сам состав. Также такие методы трудоемки, избирательны к определенным видам дефектов.

Поэтому при производстве и эксплуатации изделий из ферритовой керамики требуется применять современный высокочувствительный магнитный метод дефектоскопии ферромагнитной керамики, включающий всю возможную совокупность дефектов в виде дефектов кристаллической решетки и сопряжения межзеренных границ, химической и фазовой не гомогенностью, упругими напряжениями, наличием пор и других немагнитных включений. Именно такой метод и был предложен в работе. Его основа состоит в анализе температурной зависимости начальной магнитной проницаемости ферритовой керамики в интервале температур включающем точку Кюри. Выбранный контрольный параметр начальной магнитной проницаемости является одним из наиболее структурно-чувствительных, т.к. сами измерения проводятся в слабом магнитном поле.

Методики исследования

Примененные в работе методики исследования современны и обладают высокой структурной чувствительностью с различного рода дефектам ферритовой керамики.

Математический анализ результатов проведен с использованием предложенного А. Петровой феноменологического выражения с явной зависимостью начальной магнитной проницаемости от температуры. При этом за основу физической модели

начальной магнитной проницаемости взята известная модель Смита и Вейна согласно которой параметры, определяющие движение доменных стенок, зависят от размеров этих стенок. Основным считается механизм увеличения энергии магнитных зарядов при изгибе доменной стенки. Анализ экспериментальных результатов, а также результаты математического моделирования проведены с использованием специализированного программного обеспечения.

Анализ содержания диссертации

Цель диссертационной работы состояла в разработке и апробировании нового метода неразрушающего контроля дефектности ферритовой керамики. Для ее решения А. Петровой были сформулированы и решены задачи диссертационного исследования. Отметим наиболее значимые. Проведено математическое моделирование температурной зависимости начальной магнитной проницаемости, устанавливающее чувствительность отдельных подгоночных параметров феноменологического выражения для оценки уровня дефектов феррита. Проведена разработка методик по приготовлению модельных образцов ферритовой керамики с заданной дефектностью, создание высокочувствительного метода контроля, основанного на анализе температурных зависимостей начальной магнитной проницаемости, позволяющего проводить оценку интегральной дефектности ферритовой керамики и создать метод контроля ферритовой керамики на образцах с различными уровнями дефектности и сравнение предложенного метода с известными методами контроля дефектности.

Диссертационная работа изложена на 129 страницах и включает в себя введение, 4 главы основного текста, содержащего 18 таблиц, 34 рисунка, заключение, список используемой литературы, включающий 171 наименование.

Во введении описаны актуальность, поставлена цель работы и сформулированы задачи исследований, представлены методология исследований, и практическая значимость работы, сформулированы научная новизна и основные положения, выносимые на защиту.

Первая глава носит обзорный характер. В данной главе соискателем были рассмотрены виды ферритов и области их применения. Проведен обзор влияния дефектов структуры и механической нагрузки на электромагнитные свойства ферритов. Проведен анализ моделей процессов перемагничивания в ферритах и методов, позволяющих контролировать магнитные характеристики ферритов, определены их сильные и слабые стороны. На основании проведенного литературного обзора обоснован выбор предмета исследования.

Вторая глава посвящена описанию методики проведения экспериментальных исследований по измерению температурной зависимости начальной магнитной проницаемости. Для температурных измерений в широком диапазоне температур, включающем точку Кюри, послужила специально разработанная измерительная ячейка оригинальной конструкции со встроенным нагревателем.

Изложены суть методик синтеза и спекания лабораторных образцов ферритовой керамики тороидальной формы, а также измерения петель магнитного гистерезиса и истинного физического уширения (по рентгеновским дифрактограммам) для оценки дефектности ферритовой керамики традиционно используемыми методами.

В третьей главе представлен вывод феноменологического выражения для начальной магнитной проницаемости на основе известной модели Смита-Вейна, а также представлена методика математической обработки экспериментальных температурных зависимостей начальной магнитной проницаемости. Показано, что температурные зависимости начальной магнитной проницаемости имеют два характерных участка возрастающий и убывающий. Последний характеризует точку Кюри, перехода ферромагнетика в парамагнитное состояние. Показано, что возрастающий участок такой зависимости обуславливается опережающим уменьшением энергии кристаллографической анизотропии, по сравнению с намагниченностью насыщения. Именно данный участок температурной кривой является структурно чувствительным и по его форме можно извлекать информацию о дефектности ферритовой керамики.

Показано, что именно температурные зависимости начальной магнитной проницаемости после математического анализа позволяют количественно оценить дефектность ферритовой керамики.

В четвертой главе в полной мере представлены экспериментальные результаты апробации неразрушающего метода контроля дефектности магнитомягких ферромагнетиков.

Представлены результаты исследования влияния режимов спекания на микроструктуру, магнитные свойства и дефектность LiTiZn ферритовой керамики. Показано, что для образцов феррита наблюдается резкое падение начальной магнитной проницаемости $\mu_i(T)$ в районе точки Кюри. Такое поведение предполагает образование однофазной и химически гомогенной структуры феррита. Форма нарастающей температурной кривой предполагает наличие одной магнитной фазы для исследуемых образцов. Подчеркнуто, что хорошо совпадают точки Кюри, определенные предложенным методом и методом измерения дифференциальных термогравиметрических зависимостей, полученных в магнитном поле. При этом дефектность ферритовой керамики, рассчитанная из экспериментальных температурных кривых начальной магнитной проницаемости определяется режимом спекания и минимальна для образцов, спеченных при $T=1010$ °С в течение 2 ч.

Также, в главе представлены результаты исследования модельных образцов LiTiZn ферритовой керамики, содержащих контролируемое количество межзеренных фазовых включений диамагнитного оксида алюминия. В результате было установлено, что добавка Al_2O_3 значительно влияет как на форму кривых $\mu_i(T)$ так и на их максимум. Применение предложенного метода к экспериментальным температурным кривым начальной магнитной проницаемости, позволило получить параметр дефектности ферритовой керамики β/α . Установлено, что с ростом концентрации добавки Al_2O_3 в диапазоне 0–0.5 вес.% уровень дефектов β/α возрастает почти в 6 раз, а размагничивающий фактор на 50 %. При этом точка Кюри не зависит от концентрации добавки Al_2O_3 . Т.о., показано, что отношение β/α является наиболее чувствительным параметром дефектности магнитомягкой ферритовой керамики. Для этих же модельных образцов с добавками Al_2O_3 были получены параметры магнитной петли гистерезиса, а также истинное физическое уширение рефлексов рентгенограмм. С ростом концентрации Al_2O_3 наблюдается слабый рост значений коэрцитивной силы, а также увеличение истинного физического уширения рефлексов (400) и (800). Однако оказалось, что такие изменения небольшие по сравнению с ростом параметра β/α .

Также в главе представлены интересные данные по корреляции между упругими напряжениями (по ширине рефлекса) и значениями дефектности для модельных образцов LiTiZn ферритовой керамики. Показано, что линейная корреляция между указанными параметрами доказывает правомерность интерпретации дефектности как характеристики упругого состояния ферритовой керамики. Другими словами, введение диамагнитных добавок Al_2O_3 обуславливает увеличение упругих напряжений в LiTiZn ферритовой керамике. А упругие напряжения материала, в свою очередь, пропорциональны дефектности.

Результаты по образцам феррита, подвергнутых различным механическим статическим нагрузкам подтвердили взаимосвязь напряженно-деформированного состояния ферритовой керамики с его упругими напряжениями и дефектностью. Обнаружено, что точка Кюри μ_i при комнатной температуре не зависят от уровня механической нагрузки, в то время как с ее ростом происходит падение параметра β в 10 раз, а также $\mu_{i\max}$ примерно на 25 %. При этом размагничивающий фактор N возрастает в два раза, а максимум зависимости $\mu_i(T)$ смещается вправо, к точке Кюри. Показано, что такое изменение формы экспериментальных кривых $\mu_i(T)$, обусловлено эффектом магнотрикции (увеличение размагничивающего фактора). Т.о., с ростом механической нагрузки увеличивается напряженно-деформированное состояние и упругие напряжения, обусловленные усилением размагничивающих полей, препятствующих движению доменной стенки, что обусловит и рост размагничивающего фактора.

Также обнаружено, что с ростом механической нагрузки рост коэрцитивной силы происходит лишь на 10 %. Другие параметры петли гистерезиса, равно как и истинное физическое уширение рефлексов, оказались нечувствительны к изменению уровня механической нагрузки. Т.о. в главе было показано, что по изменению формы кривой $\mu_i(T)$ можно судить либо об увеличении немагнитных фаз феррита либо о механической нагрузке ферритового изделия.

В заключении формулируются основные результаты и выводы, полученные в ходе проведенных исследований.

В Приложениях содержатся акты об использовании результатов диссертационной работы.

Степень обоснованности научных положений, выводов и рекомендаций

Сформулированные научные положения, выносимые на защиту, основаны на тщательном анализе результатов экспериментальных и теоретических исследований, поэтому являются вполне обоснованными. Экспериментальные исследования были получены с использованием современного оборудования. Результаты исследований проанализированы и получены закономерности, которые соответствуют целям и задачам диссертационной работы. Выводы являются результатом анализа и обобщения проведенных экспериментальных данных.

Новизна наиболее значимых результатов

Научная новизна выполненных исследований состоит в разработке неразрушающего метода контроля, основанного на анализе температурных зависимостей начальной магнитной проницаемости. Метод позволяет выполнять контроль уровня интегральной дефектности ферритовой керамики и изделий из нее.

Отмечу некоторые, наиболее значимые результаты.

Предложено феноменологическое выражение температурной зависимости начальной магнитной проницаемости и показано, что наиболее чувствительными подгоночными

параметрами для влияния на форму температурной зависимости начальной магнитной проницаемости и ее максимум являются размагничивающий фактор и дефектность (параметр β/α).

С использованием предложенного метода показано, что как диамагнитные добавки (контроль немагнитных фаз ферритовой керамики) так и механические нагрузки (технологические статические механические нагрузки на ферритовые изделия при сборке и эксплуатации) существенно влияют на форму и параметры температурной зависимости начальной магнитной проницаемости.

Согласованные данные рентгенофазового анализа, а также параметров петли магнитного гистерезиса образцов LiTiZn феррита с добавками Al_2O_3 подтверждают высокую чувствительность и эффективность разработанного метода.

Практическая значимость результатов работы.

Практическая ценность полученных результатов заключается в возможности неразрушающего контроля интегральной дефектности ферритовой керамики и изделий из нее. Полученные результаты могут быть использованы в учреждениях и организациях, занимающихся научными исследованиями в области физики твердого тела, а также разработкой СВЧ приборов и ферритовых материалов, такие как Научно-исследовательский институт «Феррит-Домен», группа компаний «Северо-Западная Лаборатория».

Практическая значимость результатов диссертационных исследований подтверждена научно-технической работой в ходе проекта ГЗ «Наука» и актом о внедрении в учебный процесс, представленном в приложении диссертационной работы.

Замечания по диссертационной работе

1. В работе недостаточно четко проведено описание по выбору окиси алюминия в качестве диамагнитных добавок в ферритовой керамике. Использовались ли другие диамагнитные добавки для проверки предложенного метода контроля?

2. В работе представлен обширный экспериментальный материал о влиянии диамагнитных добавок Al_2O_3 на форму экспериментальной кривой температурной зависимости начальной магнитной проницаемости образцов ферритовой керамики, тем не менее, в работе не хватает некоторых обобщений и сравнений с литературными данными.

3. Из работы не ясно, использовались ли в работе контрольные образцы из ферритовой керамики как тестовые с известной дефектностью?

4. Формула Уильямсона-Холла обычно применяется для расчёта по уширению рентгеновской линии среднего размера кристаллитов и микродеформаций решетки в наноматериалах. Но рентгеновская картина для образца литиевого феррита указывает на то, что образец хорошо кристаллизован (небольшое уширение рентгеновских линий). Чем обусловлено выбор именно этой формулы для расчета? Например, есть формула Дебая-Шеррера для определения микронапряжений второго рода и размеров областей когерентного рассеяния. Также в подписи дифрактограмм необходимо привести номера PDFкарт из рентгеновской базы данных.

5. В таблице 3.3, в которой представлены данные рентгенофазового анализа, но не приведены погрешности измеряемых величин.

6. Не понятна логика по которой марка рентгеновского дифрактометра, при помощи которых были проведены структурные исследования, приведена в выводах по второй главе.

Заключение

Диссертация Петровой А. является законченной научно-квалификационной работой, в которой содержится решение важной научной задачи по разработке высокочувствительного неразрушающего метода контроля дефектности ферритовой керамики. Работа имеет большое значение для развития методов контроля ферритовой керамики и изделий из нее на производстве.

Отмеченные недостатки не влияют на общую положительную оценку диссертации. Характеризуя работу в целом, следует отметить большой объем экспериментальных результатов, относящихся к влиянию различных факторов на температурную зависимость начальной магнитной проницаемости. Современный и высокий уровень проведенных исследований не вызывает сомнений. Результаты довольно полно представлены на конференциях и опубликованы в рейтинговых журналах. Автореферат полностью отражает содержание работы.

Считаю, что диссертация Петровой Анны «Разработка неразрушающего метода контроля дефектности ферритовой керамики на основе температурных зависимостей начальной магнитной проницаемости» отвечает требованиям п.п. 8-10 в соответствии с Порядком присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском Томском политехническом университете (Приказ № 66/од от 28.08.2019г.) предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.11.13 – Приборы и методы контроля природной среды, веществ, материалов и изделий.

Профессор кафедры прикладной механики и материаловедения Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения «Томский государственный архитектурно-строительный университет»,
доктор физико-математических наук по специальности 01.04.07 – Физика конденсированного состояния, профессор

Клопотов
Анатолий
Анатольевич

Даю согласие на обработку своих персональных данных.

Юридический адрес:

ФГБОУ ВО «Томский государственный архитектурно-строительный университет»,
634003, Россия, г. Томск, пл. Соляная, д. 2.

Телефон: +7-91

Эл. адрес: klopotovaa@tsuab.ru

Подпись Клопотова А.А. заверяю.
Ученый секретарь ТГАСУ

Какушкин Ю.А.