

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ГО «НПЦ НАН Беларуси по
материаловедению»,

член-корреспондент НАН Беларуси,
доктор физико-математических наук,

В.М. Федосюк

2023 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Государственного научно-производственного объединения «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению», на диссертационную работу Солизода Иброхими Ашурали «Физико-химические закономерности формирования моно- и дизамещенных гексаферритов бария М-типа», представленную на соискание ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.4 – «Физическая химия»

Диссертационная работа Солизода Иброхими Ашурали посвящена получению новых функциональных материалов на основе гексаферрита бария со структурой магнетоплюмбита (М-типа) (моно- и дизамещенных ферритов бария), а также изучение их свойств.

Актуальность проведения исследовательской работы по получению новых магнитных материалов на основе гексагонального феррита бария М-типа с функциональными свойствами, обусловлена высокими темпами развития СВЧ-электронике. Данные материалы получают разными методами, такими как золь-гель метод, метод соосаждения, метод возгорания, гидротермальный метод, твердофазный метод и т.д. Наиболее распространенным методом получения данных материалов, является твердофазный метод синтеза, благодаря своей простоте и экономической выгоде. Однако несмотря на широкое применение данного метода синтеза для получения новых магнитных материалов на основе гексагональных ферритов, практически не изучены некоторые факторы, технологически важные, для получения однородных материалов, такие как оптимальная температура синтеза и время изотермической выдержки при определенных температурах. В связи с этим, проведено исследование по определению оптимальной температуры спекания и времени изотермической выдержки при определенной температуре с целью восполнения пробелов в твердофазном

методе синтеза. Благодаря восполнению пробелов в данном методе, были получены и изучены несколько серий новых дизамещенных гексагональных ферритов, таких как $\text{BaFe}_{11.9-x}\text{Al}_x\text{Ti}_{0.1}\text{O}_{19}$, $\text{BaFe}_{11.5-x}\text{Al}_x\text{Ti}_{0.5}\text{O}_{19}$ и $\text{BaFe}_{11-x}\text{Al}_x\text{TiO}_{19}$.

Структура и объем диссертации. Научная квалификационная работа Солизода И.А. состоит из нескольких разделов: введения, основной части содержащей пять глав, выводов и библиографического списка. Материал изложен на 151 страницах, текст работы содержит 87-рисунков, 20-таблиц и 185 наименований в библиографическом списке.

Во введении показана актуальность выбранной темы исследования, описана степень её разработанности, и на их основе сформулирована цель и задачи диссертационного исследования. Описана научная новизна, практическая значимость выполняемой работы, перечислены методология и методы исследования, положения выносимые на защиту, а также степень достоверности результатов и апробация работы.

В первой главе представлен обзор литературных источников по гексагональным ферритам магнетоплюмбитного типа, материалам на их основе, методам получения, характеристики и их области применения.

Во второй главе представлена методика получения твердых растворов на основе гексаферрита бария с химическими составами серии образцов $\text{BaFe}_{12-x}\text{Al}_x\text{O}_{19}$ (где, $x=0-6$), $\text{BaFe}_{12-y}\text{Ti}_y\text{O}_{19}$ (где, $y=0.1-1.5$) и $\text{BaFe}_{12-x-y}\text{Al}_x\text{Ti}_y\text{O}_{19}$ (где, $x=0.1-4$ и $y=0.1-1$). Подробно рассмотрены теоретические расчеты для получения исследуемых материалов, и методика получения выше указанных образцов в условиях твердофазного метода синтеза. Приведено описание методики аттестации синтезированных образцов и их исследование.

В третьей главе рассматриваются результаты отработки метода твердофазного синтеза для получения образцов гексаферрита бария и монозамещенных гексаферритов бария с целью определения оптимальной температуры спекания и времени изотермической выдержки при определенной температуре для получения однородных материалов без примесных фаз.

В первом разделе данной главы (3.1.1, 3.1.2 и 3.1.3) представлены результаты изучения процесса ферритизации в системах $\text{BaCO}_3\cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$, $\text{BaCO}_3\cdot 6-x\text{Fe}_2\text{O}_3\cdot x\text{Al}_2\text{O}_3$ (где, $x=2, 4, 6$) и $\text{BaCO}_3\cdot 6-y/2\text{Fe}_2\text{O}_3\cdot y\text{TiO}_2$ (где, $y=0.5, 1, 1.5$) в температурном диапазоне 200-1400 °С. Исходя из результатов эксперимента выяснилось, что оптимальная температура спекания для получения однородных материалов с данными составами является температура 1400 °С.

В разделе 3.2 представлены результаты эксперимента по изучению кинетики формирования гексаферрита бария и ионзамещенного гексаферрита бария при температуре спекания 1400 °С с разным временем выдержки. Оптимальное время изотермической выдержки составило 5 часов исходя из результатов эксперимента.

Четвертая глава посвящена результатам исследования кристаллической структуры, определению химического состава, изучению морфологии поверхности и магнитных свойств монозамещенных систем $\text{BaFe}_{12-x}\text{Al}_x\text{O}_{19}$ и $\text{BaFe}_{12-y}\text{Ti}_y\text{O}_{19}$.

В пятой главе рассмотрены результаты исследования структуры и магнитных свойств дизамещенных ферритов изо- и гетеровалеными ионами (Al^{3+} - Ti^{4+}) с химическими составами $\text{BaFe}_{11.9-x}\text{Al}_x\text{Ti}_{0.1}\text{O}_{19}$, $\text{BaFe}_{11.5-x}\text{Al}_x\text{Ti}_{0.5}\text{O}_{19}$ и $\text{BaFe}_{11-x}\text{Al}_x\text{TiO}_{19}$ (где, $x=0.1-4$).

Степень обоснованности и достоверности научных положений работы, выводов и заключений в диссертации не вызывают сомнений, так как для решений поставленных задач использован широкий спектр современных экспериментальных методов. Для синтеза материалов, таких как $\text{BaFe}_{12-x}\text{Al}_x\text{O}_{19}$, $\text{BaFe}_{12-y}\text{Ti}_y\text{O}_{19}$ и $\text{BaFe}_{12-x-y}\text{Al}_x\text{Ti}_y\text{O}_{19}$ был использован твердофазный метод синтеза. Для определения фазового состава, кристаллической структуры, элементного состава и изучения морфологии поверхности исследуемых материалов использованы рентгеновская дифрактометрия и сканирующая электронная микроскопия с рентгеновским энергодисперсионным спектрометром, а также был использован программный пакет PDXL для идентификации существующих фаз и расчета параметров кристаллической решетки. Магнитные свойства и температура Кюри исследовались вибрационным магнитометром и дифференциально-сканирующим калориметром.

Материалы на основе результатов диссертационной работы опубликованы в 4 научных статьях в журналах, рекомендованных ВАК, 2 из которых проиндексированы в международных базах данных Web of Science и Scopus.

Исходя из выше перечисленных современных физико-химических методов исследования и их использование в работе, а также представленных результатов исследования по данной диссертационной работе в различных специализированных конференциях и форумах стоит отметить, что работа выполнена на высоком теоретическом и экспериментальном уровне, полученные данные в работе являются достоверными.

Научная новизна результатов диссертационной исследования. **Впервые** в условиях твердофазного синтеза автором диссертационной работы проведен системный эксперимент по изучению процессов фазообразования и

кинетики формирования гексаферрита бария и твердых растворов на его основе. На основе данных экспериментов были построены схемы иллюстрирующие качественный состав (зависимости образования фаз от температуры спекания), для систем BaO-Fe₂O₃, BaO-Fe₂O₃-Al₂O₃, BaO-Fe₂O₃-TiO₂, а также зависимость содержания фазы гексаферрита для гексаферрита бария и ионзамещенного гексаферрита бария. Исходя из отработанных методик по получению монофазных материалов, **впервые** были получены несколько серий дизамещенных ферритов бария с новыми химическими составами, а также **впервые** определены закономерности влияния химического состава на параметры кристаллической решетки и магнитные свойства для систем BaFe_{11.9-x}Al_xTi_{0.1}O₁₉, BaFe_{11.5-x}Al_xTi_{0.5}O₁₉ и BaFe_{11-x}Al_xTiO₁₉.

Теоретическая значимость. Подробное описание получившихся фаз в серии BaFe₁₂O₁₉, BaFe_{12-x}Al_xO₁₉ и BaFe_{12-y}Ti_yO₁₉, в разных концентрациях и интервалах температур (от комнатной температуры до 1400 °C) в данной работе могут быть использованы для дальнейшего построения фазовых диаграмм тройных систем.

Практическая значимость работы. Возрастающие потребности промышленности к магнитным материалам способствуют внедрению полученных функциональных материалов в качестве элементов запоминающих устройств и сверхвысокочастотной электроники, благодаря высоким значениям коэрцитивной силы и намагниченности насыщения.

Замечания

Несмотря на большие достоинства диссертационной работы автора Солизоды Иброхими Ашурали, в ходе тщательного ознакомления с текстом диссертации и автореферата появилось несколько замечаний и вопросов:

1) На рисунках 2.6, 4.4, 4.5, 4.11, 4.12, 5.7-5.12 наблюдается опечатка в единицах измерения намагниченности Ам²/кг вместо А*м²/кг (стр. 63, 102, 103, 112, 113, 122-124).

2) В таблице 4.1 (стр. 98) тоже наблюдается опечатка в значениях параметра кристаллической решетки “с” для образцов с химическими формулами BaFe_{11.5}Al_{0.5}O₁₉ и BaFe₁₁AlO₁₉. Значение параметра “с” для данных формул должны составлять 23,1579Å и 23,0966Å (рисунок 4.2 стр. 97) исходя из $c = a \cdot (c/a)$ соответственно вместо 23,579Å и 23,966Å.

3) Повторение рисунка 2.7 (стр. 64) на странице 105, под номером 4.6.

4) В параграфе 2.2.1 (стр. 60) автором утверждается, что рентгенофазовый анализ полученных образцов проводили при помощи программных пакетов PDXL, Match! и STOE с использованием баз данных ICSD (Inorganic Crystal Structure Database), ICDD (International Centre for Diffraction Data) и COD (Crystallography Open Database), однако в дальнейшем исследований на страницах 96, 106 и 116 упоминается только один

программный пакет PDXL и база данных ICSD. Чем объясняется такой подход?

5) Угловой диапазон (2Θ) дифрактограмм для исследуемых материалов составляет 15-75 градусов. Чем объясняется выбор такого небольшого диапазона углового измерения (рис. 2.5 и т.д.)?

Указанные замечания и высказанные вопросы в целом не снижают положительной оценки работы и могут рассматриваться как советы для продолжения исследований в данной области.

Заключение

Диссертационная работа Солизоды Иброхими Ашурали на тему «Физико-химические закономерности формирования моно- и дизамещенных гексаферритов бария М-типа», является законченной научно-квалификационной работой. Научная работа содержит существенные научные результаты, направленные на решение актуальных задач по изучению физико-химических закономерностей формирования новых твердых растворов на основе гексаферрита бария, получения монофазных образцов системы $\text{BaFe}_{12-x}\text{Al}_x\text{O}_{19}$, $\text{BaFe}_{12-y}\text{Ti}_y\text{O}_{19}$, $\text{BaFe}_{11.9-x}\text{Al}_x\text{Ti}_{0.1}\text{O}_{19}$, $\text{BaFe}_{11.5-x}\text{Al}_x\text{Ti}_{0.5}\text{O}_{19}$ и $\text{BaFe}_{11-x}\text{Al}_x\text{TiO}_{19}$, а также изучения их структуры, фазового состава, параметров кристаллической решетки и магнитных свойств. Полученные результаты автором достоверны. Выводы и заключения по диссертационной работе сделанные автором, обоснованы и соответствуют представленным в работе экспериментальным результатам.

Содержание автореферата полностью соответствует содержанию, результатам и выводам диссертационной работы.

В целом диссертационная работа Солизоды Иброхими Ашурали представляет собой законченное научное исследование. Проведенный анализ работы позволяет сделать следующий вывод: диссертация Солизоды Иброхими Ашурали по теме «Физико-химические закономерности формирования моно- и дизамещенных гексаферритов бария М-типа», представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук, в полной мере соответствует паспорту специальности 1.4.4. «Физическая химия» по п. 2 - Экспериментальное определение термодинамических свойств веществ, расчет термодинамических функций простых и сложных систем, в том числе на основе методов статистической термодинамики, изучение термодинамических аспектов фазовых превращений и фазовых превращений, п. 5 - Изучение физико-химических свойств изолированных молекул и молекулярной соединений при воздействии на них внешних электромагнитных полей, потока заряженных частиц, а также экстремально высоких/низких температурах и давлениях, п. 9 - Связь реакционной способности реагентов с их строением и условиями протекания химической реакции, а также п. 12 - Физико-химические основы процессов химической

технологии и синтеза новых материалов.

Таким образом, диссертация Солизоды Иброхими Ашурали «Физико-химические закономерности формирования моно- и дизамещенных гексаферритов бария М-типа» представленная на соискание ученой степени кандидата химических наук, подготовлено на актуальную тему, содержит новые научные результаты, представляет собой законченное научно-квалификационное исследование и полностью отвечает требованиям, предъявляемым ВАК при Минобрнауки России к кандидатским диссертациям, и соответствует п. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24 сентября 2013 г. (в редакции от 18 марта 2023 г.), предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Солизода Иброхими Ашурали заслуживает присуждения ученой степени кандидата химических наук по специальности 1.4.4. «Физическая химия».

Согласно приказу Генерального директора ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению» № 14 от 16.08.2023 отзыв рассмотрен и принят на расширенном заседании физического семинара ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению» протокол № 2 от 16.08.2023, на котором соискатель выступил дистанционно с докладом и квалифицированно ответил на заданные ему вопросы.

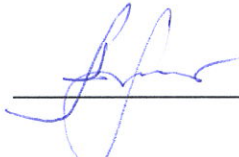
На заседании присутствовали 3 доктора наук, 7 кандидатов наук, а также другие сотрудники ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению».

Результаты открытого голосования участников заседания, имеющих ученые степени: «за» - 10, «против» - нет, «воздержался» - нет.

Сведения об организации:

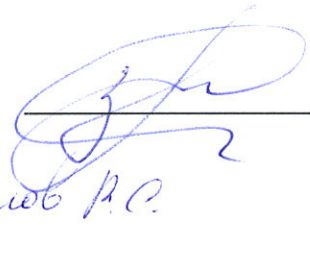
ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», Республика Беларусь, 220072 г. Минск, ул. Петруся Бровки, д.19, пом.5. телефон/факс: +375-17-215-15-58, e-mail: priemnaya@physics.by.

Эксперт от ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», заведующий лабораторией оксидных материалов, д.ф.-м.н.


Д.В. Карпинский

Секретарь физического семинара ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», старший научный сотрудник лаборатории физики магнитных пленок, к.ф.-м.н.




Т.И. Зубарь