

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА Д 217.035.01 НА БАЗЕ
ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ
«ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ЧЕРНОЙ
МЕТАЛЛУРГИИ ИМ. И.П. БАРДИНА» МИНИСТЕРСТВА
ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО
ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 2 апреля 2019 г. № 4.2

О присуждении гражданину Российской Федерации **Еремину Геннадию Николаевичу** ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Разработка способов производства электротехнической анизотропной стали с высокой магнитной индукцией при использовании различных методов образования нитрида алюминия в качестве ингибиторной фазы» по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов», **принята к защите 23 января 2019 года**, протокол заседания № 1.1, диссертационным советом Д 217.035.01, созданным на базе Федерального государственного унитарного предприятия «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И. П. Бардина» Министерства промышленности и торговли Российской Федерации, по адресу: 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2 в соответствии с приказом Министерства образования и науки № 105/нк от 11.04.2012 и частичным изменением № 194/нк от 22.04.2013 г.

Соискатель, Еремин Геннадий Николаевич, 1965 года рождения, в 1990 году окончил Липецкий политехнический институт по специальности «Обработка металлов давлением».

В 2017 г. был прикреплен к аспирантуре Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Липецкий государственный технический университет» по специальности 05.16.01 - «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов». **Справка** о сдаче кандидатских экзаменов № 315-17/33 выдана 16.04.2017 г.: английский язык – отлично, история философии и науки (технические науки) – отлично,

металловедение и термическая обработка металлов и сплавов по специальности 05.16.01 – отлично.

С 2007 года по 2015 год Еремин Г. Н. **работал** начальником Технического управления в ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат». С 2015 года по настоящее время **работает** директором Центра стандартизации и сертификации металлопродукции в ГНЦ РФ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» Министерства промышленности и торговли Российской Федерации (ФГУП «ЦНИИчермет» им. И.П. Бардина).

Диссертация выполнена в Техническом управлении и Цехе производства трансформаторной стали ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат» (с 2007 г. по 2015 г.) и Центре стандартизации и сертификации металлопродукции ГНЦ РФ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» Министерства промышленности и торговли Российской Федерации.

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор **Молотилев Борис Владимирович**, работает советником генерального директора ФГУП «ЦНИИчермет» им. И.П. Бардина.

Научный консультант – кандидат технических наук, **Парахин Владимир Иванович**, работает консультантом в Публичном акционерном обществе «Новолипецкий металлургический комбинат».

Официальные оппоненты:

Смирнов Леонид Андреевич, доктор технических наук, профессор, академик Российской академии наук, ОАО «Уральский институт металлов», научный руководитель института;

Шкатов Валерий Викторович, доктор технических наук, профессор, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Липецкий государственный технический университет», профессор кафедры «Физическое материаловедение»,

дали **положительные** отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, в своем положительном отзыве, подписанном Кудрей А.В., д.т.н., профессором, заместителем заведующего кафедрой металловедения и физики прочности и Беловым В.А., к.т.н., доцентом, ученым секретарем кафедры; **отметила**, что в работе описаны структурные схемы

управления ингибированием и факторами адаптации технологической модели для способа «приобретенного» ингибитора на основе наночастиц фазы AlN; Выявлены основные технологические и материаловедческие факторы формирования анизотропной электротехнической стали с высокой магнитной индукцией; Сформулированы основные принципы коррекции технологических режимов обработки и дано научное обоснование функциональной структуре управления качеством анизотропной стали; Представлены и опробованы на ПАО «НЛМК» технологические режимы получения стали класса “Ni-B”; Разработаны новый национальный и межгосударственный стандарты на получение тонколистового холоднокатаного проката анизотропной стали.

Соискатель имеет 11 опубликованных работ по теме диссертации в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ.

Научные публикации посвящены изучению влияния технологических факторов при термически активированных процессах и различных методов формирования ингибитора роста зерна в инновационном способе производства холоднокатаного проката электротехнической анизотропной стали при использовании «приобретенного» ингибитора за счет азотирования холоднокатаного проката.

Результаты исследований, представленные в работах, являются новыми и полезными для освоения производства электротехнической анизотропной стали с высокой магнитной индукцией класса Ni-B (по международной классификации), которое до настоящего времени в России отсутствует, что позволит иметь значительный экономический эффект при использовании стали в производстве высокоэффективных сердечников силовых трансформаторов.

Наиболее значимые научные работы по теме диссертации:

1. Еремин Г.Н., Молотилов Б.В., Бахтин С.В., Парахин В.И. /Основные принципы химико-термической обработки при производстве электротехнической анизотропной стали по методу приобретенного ингибитора// Сталь, №5, 2017 г., с. 64 - 68.

2. Еремин Г.Н., Молотилов Б.В., Бахтин С.В., Парахин В.И. / Образование ингибитора роста зерна в электротехнической анизотропной стали с высокой магнитной индукцией // Производство проката, № 9 , 2017 г., с. 12 — 16.

3. Еремин Г.Н. / Стандартизация электротехнических и прецизионных видов металлопродукции. Пути совершенствования//Сталь, №2, 2017г., с. 55 - 58.

4. Еремин Г.Н., Молотилов Б.В., Бахтин С.В., Парахин В.И. /Современные тенденции в технологии и технологических приемах повышения качества холоднокатаного проката трансформаторной стали // Производство проката, № 2, 2018 г., с. 7 - 14 .

На диссертацию и автореферат поступило **5 положительных отзывов** от ученых - специалистов, 4 отзыва содержат замечания.

Краткий обзор отзывов с отражением критических замечаний:

Актуальность диссертационной работы отмечена во всех поступивших отзывах. Основные положения научной новизны связаны с установлением технологических закономерностей формирования структурных характеристик горячекатаного подката и готового проката электротехнической анизотропной стали в присутствии ингибитора роста зерна на основе нитрида алюминия (AlN):

- в горячекатаном прокате с достаточным и частичным образованием высокодисперсных частиц «врожденного ингибитора» при низкотемпературном нагреве слябов перед горячей прокаткой;

- в холоднокатаном прокате после интенсивной контролируемой прокатки и химико-термической обработки в контролируемой газовой атмосфере (обезуглероживание + азотирование) с образованием высокодисперсных частиц «приобретенного ингибитора» (ПАО «НЛМК», ФГБУН «ИСМАН», «СКФУ», ФГАОУ ВО «УрФУ», «ОИВТ РАН»).

Впервые в условиях действующего производства ПАО «НЛМК» опробованы предложенные автором работы технологические способы и режимы по оптимизации параметров производства электротехнической анизотропной стали с образованием «приобретенного ингибитора» роста зерна, позволившие снизить неравномерность распределения магнитных свойств при сохранении необходимого уровня, соответствующего готовому прокату класса Ni-B (ФГБУН «ИСМАН», ФГАОУ ВО «УрФУ»).

Представлены новые данные о структурных предпосылках получения стали с высокой магнитной индукцией, а также разработан рациональный способ оптимизации и технологического прогнозирования структурных и магнитных

характеристик с использованием графических поверхностей отклика на основе факторных моделей основных технологических процессов. Показана глубина и качество экспериментальной части работы (ФГАОУ ВО «УрФУ»).

Разработаны и введены в действие новые национальный и международный стандарты «Прокат тонколистовой холоднокатаный из электротехнической анизотропной стали» (ПАО «НЛМК», ФГБУН «ИСМАН», «СКФУ», ФГАОУ ВО «УрФУ», «ОИВТ РАН»).

Достоверность результатов подтверждается опубликованными в открытой печати результатами опытных и опытно-промышленных экспериментов, включающих апробированные методы исследования, применяемые приборы контроля и технологического оборудования в единой цепочке производства. Полученные результаты не противоречат, а дополняют и подтверждают работы российских и зарубежных ученых (ФГБУН «ИСМАН», «СКФУ», ФГАОУ ВО «УрФУ», «ОИВТ РАН»).

Замечания:

В автореферате при конкретизации состава ингибиторной фазы используется термин «на основе» нитрида алюминия. Такая трактовка позволяет предположить, что кроме основной фазы AlN , в составе дисперсных частиц ингибитора присутствует дополнительная фаза или фазы. Необходимо уточнить, что автор понимает под выражением «фаза на основе нитрида алюминия». К сожалению, в автореферате не приведены результаты просвечивающей электронной микроскопии, которые могли бы прояснить этот вопрос. В выводах в числе трех основных технологических факторов, которые лежат в основе производства ЭАС с высокой магнитной индукцией, указан фактор «эффекта от растягивающих напряжений в стальном прокате за счет магнитоактивного изоляционного покрытия, обеспечивающий совершенную магнитную текстуру». В тексте автореферата нет конкретных результатов о влиянии данного фактора на характеристики готового проката – магнитную индукцию B_{800} и магнитные потери P . (ФГБУН «ИСМАН»).

В пункте отдела 1 «новизна работы» нет глаголов (причинно-следственная часть) и, по этому, затруднено их понимание. Подрисуночные надписи рисунков 1,

4, 5, 6, 7 не соответствуют надписям на осях абсцисс и ординат. На наш взгляд их следовало обозначить как «карта линий уровня...» («СКФУ»)

Рисунок 13 автореферата, по видимому в действительности показывает наличие аустенита в поверхностном слое ЭАС после азотирования. Однако, подписи дифракционных максимумов не соответствуют реальности. Объемная доля аустенита — 10%, указанная в реферате (к рис. 13), относится к поверхностному слою или ко всему образцу? Каковы предпосылки сохранения аустенита, образовавшегося в результате азотирования, после охлаждения стали до комнатной температуры? Влияет ли образование аустенита при ХТО на формирование грунтового слоя при последующем высокотемпературном отжиге ЭАС? (ФГАОУ ВО «УФУ»).

В работе не указано допустимое количество связанного алюминия, который неизбежно присутствует в стали, легированной алюминием, на стадии выплавки и при последующем производстве проката и его влияние на магнитные свойства ЭАС. Не полностью представлено требование к соотношению алюминия кислоторастворимого и азота на стадиях формирования «врожденного» и «приобретенного» ингибитора для обеспечения производства ЭАС с высокой магнитной индукцией («ОИВТ РАН»).

Заключение по отзывам:

Во всех отзывах отмечено, что замечания не снижают высокий уровень представленной работы: актуальность, ее научную ценность и практическую значимость полученных результатов. Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций подтверждена набором современных методов исследований: сканирующая и просвечивающая электронная микроскопия, металлографический оптический и рентгенофазный анализ, неразрушающий магнитный контроль структурного состояния, стандартные методы магнитных и механических испытаний. Полученные результаты не противоречат, а дополняют и подтверждают работы российских и зарубежных ученых.

Основные результаты работы доложены на 4 конференциях, отражены в научных работах, опубликованных в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ.

Работа выполнена на высоком научно-техническом уровне, представляет собой законченное исследование и полностью соответствует требованиям п. 9 Положения о присуждении ученых степеней, предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 - Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается:

Смирнов Леонид Андреевич – д.т.н., профессор, академик РАН, научный руководитель института ОАО «Уральский институт металлов»; руководитель более 50 научно-исследовательских проектов; направление «Металлургия»; количество монографий – 1, публикаций – более 70, за последние 5 лет – 12.

Шкатов Валерий Викторович – д.т.н., профессор кафедры «Физическое металловедение» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Липецкий государственный технический университет»; участник многочисленных всероссийских и международных конференций; автор более 150 публикаций, из которых 9 статей за последние 5 лет по тематике диссертации в рецензируемых научных изданиях, рекомендованных ВАК РФ; область научных интересов – исследование и компьютерное моделирование фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах.

Ведущая организация – Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва — российский технический университет; первый вуз в стране, получивший статус «Национального исследовательского технологического университета». Сегодня в состав НИТУ «МИСиС» входят девять институтов и 6 филиалов, четыре из которых работают в России и 2 за рубежом.

Университет входит в пятерку лучших университетов России по объёму научно-исследовательских и опытно-конструкторских разработок.

НИТУ «МИСиС» в 2019 году стал лучшим вузом России в области материаловедения, войдя в категорию 101+ предметного рейтинга QS по направлению Materials science.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

Впервые в отечественной практике выполнены комплексные исследования по осуществлению в промышленных условиях нового технологического процесса производства электротехнической анизотропной стали (ЭАС) на основе

«приобретенного» (образовавшегося после термообработки с азотированием) ингибитора роста зерна с одновременным использованием «врожденного» ингибитора.

Определены индивидуальные структурные схемы управления ингибированием и адаптации инновационной модели производства ЭАС с высокой магнитной индукцией, которые представляют усовершенствованный метод поэтапного контроля и управления формированием фазы - ингибитора на различных стадиях нового производственного процесса с формированием «приобретенного» ингибитора.

Разработаны технологические решения, которые в условиях специализированного производства ПАО «НЛМК» способствовали увеличению выхода готового проката ЭАС с высокой магнитной индукцией класса Ni-B (удельные магнитные потери $P_{1,7/50}$ не более 1.0 Вт/кг и магнитная индукция B_{800} не менее 1,90 Тл) и создали базовые условия для совершенствования и развития новой технологии производства с использованием методов образования «врожденного» и «приобретенного» ингибитора роста зерна на основе нитрида алюминия AlN.

Сформулированы основные принципы химико-термической обработки (ХТО) холоднокатаного проката в непрерывном технологическом цикле обезуглероживание - азотирование для формирования «приобретенного» ингибитора.

Впервые изучена причина формирования неоднородности магнитных свойств по длине готовой полосы в условиях неравномерного температурного поля при нагреве слябов перед горячей прокаткой стали. Отмечено, что это обусловлено температурным интервалом нагрева слябов (от 1170 °С до 1210 °С) и, как следствие, с локальными α - γ - α фазовыми переходами в возникающем неравномерном температурном поле, что влияет на условия образования «врожденного» ингибитора в технологическом способе производства с образованием «приобретенного» ингибитора.

Установлено, что:

- с увеличением в стальном слябе массовой доли азота [N] выше 0,0075%, область высоких значений уровня магнитной индукции B_{800} расширяется в сторону снижения температуры нагрева слябов перед горячей прокаткой. Это создает

возможность использования оптимального режима низкотемпературного нагрева слэбов, позволяющего снизить неравномерность распределения магнитных свойств при сохранении необходимого их уровня, соответствующего свойствам готового проката класса Ni-B;

- после азотирования обезуглероженных холоднокатаных полос на глубину до 8 – 10 мкм образование «приобременного» ингибитора AlN в необходимом количестве в зоне внутреннего окисления, возникшей в процессе обезуглероживания, не происходит из-за увеличения количества кислородсодержащих неметаллических включений с участием алюминия. Это нарушает процесс образования «ребровой» кристаллографической текстуры при вторичной рекристаллизации и снижает уровень магнитной индукции готовой стали. Уменьшение глубины насыщения азотом при азотировании до 1-2 мкм приводит к неполному завершению вторичной рекристаллизации.

- при увеличении температуры отжига азотированных образцов холоднокатаного проката выше 950 °С наблюдается диффузионное перемещение [Al] из глубинных слоев стального проката к приповерхностной зоне.

Определено, что:

- для обеспечения условий формирования «приобременного» ингибитора AlN за счет содержащегося в твердом растворе «кислоторастворимого» алюминия [Al] и азота [N], полученного при азотировании, в процессе ХТО холоднокатаного проката необходимо минимизировать глубину зоны внутреннего окисления (ЗВО). Это достигается за счет использования контролируемой азотно-водородной атмосферы с оптимальным соотношением $H_2O/H_2 = 0,20 - 0,30$;

- степень азотирования холоднокатаного проката должна определяться массовой долей «кислоторастворимого» алюминия в стали при соотношении $[N] \geq 2/3 [Al]$, что подтверждено результатами проведенных исследований.

Отмечено: результаты рентгенографических исследований дают основание утверждать, что холоднокатаный прокат после ХТО является двухфазным $\alpha\text{-Fe} + \gamma\text{-Fe}$.

Показано, что гарантирующим резервом обеспечения высокой магнитной индукцией ЭАС, производимой по технологии с образованием «приобременного» ингибитора, является минимальная концентрация нитридообразующих химических элементов (за исключением алюминия) в литой стали. С увеличением их

содержания в твердом растворе протекают реакции образования нитридов этих элементов, что блокирует выделение AlN и затрудняет процесс вторичной рекристаллизации.

Теоретическая значимость работы обоснована тем, что:

- по результатам анализа влияния технологических условий ХТО холоднокатаного проката ЭАС в контролируемой газовой атмосфере на образование высокодисперсных частиц «приобременного» ингибитора перед вторичной рекристаллизацией, установлены закономерности влияния «врожденного» и «приобременного» ингибитора роста зерна на структурные и магнитные характеристики проката;

- установлен рациональный способ оптимизации и технологического прогнозирования структурных и магнитных характеристик с использованием графических поверхностей отклика на основе факторных моделей основных технологических термически - активированных процессов для создания необходимых структурных предпосылок получения ЭАС с высокой магнитной индукцией.

Статистическим анализом экспериментальных данных **показано**, что технологические факторы, определяющие режимы термической обработки стали на различных агрегатах технологической схемы производства и влияющие на технические характеристики готового проката, достаточно тесно коррелируют между собой. Проведено научное обоснование создания системы автоматизированного управления качеством продукции.

Значение полученных результатов для практики подтверждается тем, что: - в соответствии с разработанными рекомендациями по оптимальному химическому составу и новым технологическим способом с образованием «приобременного» ингибитора в условиях ПАО «НЛМК» произведены опытно-промышленные партии холоднокатаного проката ЭАС с высокой магнитной индукцией;

- впервые разработаны и введены в действие новый национальный стандарт ГОСТ Р 53934-2010 и межгосударственный стандарт ГОСТ 32482-2013 «Прокат тонколистовой холоднокатаный из электротехнической анизотропной стали для трансформаторов. Технические условия».

Оценка достоверности результатов: результаты опытных и опытно-промышленных экспериментов получены с использованием апробированных методик исследований и современных технологического оборудования и приборов, новейшего лицензионного программного обеспечения и методов статистического анализа. Полученные результаты не противоречат, а дополняют и подтверждают работы российских и зарубежных ученых. Экспериментальные исследования, научные выводы и заключения базируются на анализе и обобщении мирового опыта производства электротехнической анизотропной стали с высокой магнитной индукцией.

Личный вклад соискателя состоит в постановке цели и формулировке задач исследования, в разработке рабочих программ и технологических документов на производство опытных и опытно-промышленных партий ЭАС, планировании, создании методик и непосредственном участии в экспериментальных исследованиях, обработке, анализе и обобщении полученных результатов, в разработке проекта нового стандарта «Прокат тонколистовой холоднокатаный из электротехнической анизотропной стали. Технические условия», в подготовке основных публикаций по работе.

Замечание: в рамках поставленных целей, задач и основных научных положений, выносимых на защиту, диссертационная работа содержит избыточный объем анализа научно-технической и патентной информации.

Диссертационная работа по своим цели, задачам, содержанию, методам исследования и полученным результатам соответствует профилю диссертационного совета Д 217.035.01 и соответствует пункту п. 1. «Изучение взаимосвязи химического и фазового составов (характеризуемых различными типами диаграмм), в том числе, диаграммами состояния с физическими, механическими, химическими и другими свойствами сплавов», п. 2. «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях» и п. 9. «Разработка новых принципов создания сплавов, обладающих заданным комплексом свойств, в том числе для работы в экстремальных условиях» паспорта специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки).

Диссертация является законченным исследованием, в котором решена научная задача – установлены технологические закономерности формирования структурных характеристик исходного горячекатаного проката и готового проката ЭАС в присутствии ингибитора роста зерна на основе нитрида алюминия AlN:

- в горячекатаном прокате с достаточным и частичным образованием высокодисперсных частиц «врожденного» ингибитора при низкотемпературном нагреве слэбов перед горячей прокаткой;

- в холоднокатаном прокате после интенсивной контролируемой прокатки и ХТО в контролируемой газовой атмосфере (обезуглероживание + азотирование) с образованием высокодисперсных частиц «приобретенного» ингибитора.

Диссертация представляет собой научно-квалификационную работу и соответствует критериям п.п. 9–14 «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденным постановлением Правительства Российской Федерации № 842 от 24.09.2013 г.

На заседании 2 апреля 2019 г. диссертационный совет принял решение присудить **Еремину Геннадию Николаевичу** ученую степень кандидата технических наук (протокол № 4.2).

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве **17** человек, из них **7** докторов наук по специальности 05.16.01 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов» (технические науки) и **10** докторов наук по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния», участвовавших в заседании, из 23 человек, входящих в состав совета, проголосовали: «за» - 17, «против» - 0, недействительных бюллетеней - 0.

Председатель
диссертационного совета
д.ф.-м.н., профессор



Ученый секретарь
диссертационного совета
д.т.н., с.н.с.

 Н.М. Александрова

Дата оформления Заключения: «8» апреля 2019 г.