

На правах рукописи



РОЛДУГИНА АННА СЕРГЕЕВНА

**ВЛИЯНИЕ СЕГРЕГАЦИОННЫХ ЭФФЕКТОВ НА ФОРМИРОВАНИЕ
КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ И СТРУКТУРЫ НА
РАЗЛИЧНЫХ ЭТАПАХ ПРОИЗВОДСТВА ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ
АНИЗОТРОПНОЙ СТАЛИ С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ОЛОВА**

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Липецк – 2026

Работа выполнена в публичном акционерном обществе «Новолипецкий металлургический комбинат» (ПАО «НЛМК») и в федеральном государственном унитарном предприятии «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» (ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»)

Научный руководитель: **ЦЫГАНОВ Игорь Анатольевич,**
кандидат технических наук, доцент,
заведующий кафедрой «Физическое металловедение»
ФГБОУ ВО «Липецкий государственный
технический университет»

Официальные оппоненты: **ПЕТРОВА Лариса Георгиевна,**
доктор технических наук, профессор кафедры
«Технология конструкционных материалов»
ФГБОУ ВО «Московский автомобильно-дорожный
государственный технический университет (МАДИ)»
ГУБАНОВ Олег Михайлович,
кандидат технических наук,
директор по науке ООО «НИЦ «Алиум»

Ведущая организация: ФГБУН «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова
Российской академии наук»

Защита состоится «27» мая 2026 в 14 часов на заседании диссертационного совета Д 217.035.01 при ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» по адресу: 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2.

Отзывы на автореферат с указанием даты составления, заверенные печатью организации, просьба направлять по указанному адресу в двух экземплярах на имя ученого секретаря диссертационного совета.

С диссертацией можно ознакомиться в технической библиотеке ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» и на сайте <http://www.chermet.net>.

Автореферат разослан «____» _____ 2026 г.

**Ученый секретарь диссертационного
совета Д 31.1.007.01,**
кандидат технических наук



Холодный Алексей Андреевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Ускоренное развитие технологических производств в России ставит новые задачи перед энергетической индустрией. Сокращение потерь электроэнергии позволяет значительно повысить экономическую эффективность промышленных предприятий и положительно сказывается на экологической обстановке. Одним из способов снизить магнитные потери при передаче электроэнергии является улучшение свойств магнитомягких материалов, используемых в энергетическом комплексе.

Среди магнитомягких материалов одним из наиболее широко используемых является электротехническая анизотропная сталь (ЭАС). Данный материал применяется в изготовлении сердечников трансформаторов и обеспечивает низкие потери в процессе перемагничивания. Особые магнитные свойства ЭАС обеспечиваются в первую очередь кристаллографической текстурой этого материала. В конечном продукте ЭАС создается макроструктура из зерен феррита размером порядка десятков мм, которые формируются в процессе аномального роста при вторичной рекристаллизации на конечном этапе высокотемпературного отжига. Для достижения высоких магнитных свойств кристаллографическая текстура макрозерен должна быть представлена ребровой текстурой (текстура Госса). В данной кристаллографической текстуре направление легкого намагничивания в ОЦК-железе $\langle 001 \rangle$ совпадает с направлением изменения магнитного потока при перемагничивании трансформатора, что позволяет достичь низких потерь при перемагничивании. Для улучшения конечных магнитных свойств ЭАС необходимо повышать степень совершенства текстуры Госса в конечном продукте. Кристаллографическая текстура в конечном продукте ЭАС зависит от многих факторов, в том числе от кристаллографической текстуры ЭАС на различных переделах технологической цепочки и от системы ингибирования.

На данный момент основным продуктом класса ЭАС в России является ЭАС производства ПАО «НЛМК», получаемая по классической медно-нитридной технологии, созданной на НовOLIпецком комбинате в 1960-х гг. Медно-нитридная технология основана на методе врожденного ингибитора, при которой ингибирующие частицы дисперсной фазы выделяются на этапах горячей прокатки и нормализации. В последние годы считается актуальным метод приобретенного ингибитора, который включает насыщение металла азотом в процессе химико-термической обработки после холодной прокатки, и получение дополнительного ингибитора вследствие этого. Данный метод производства ЭАС позволяет получить материал с более высокой магнитной индукцией и сниженными магнитными потерями. При производстве ЭАС по методу приобретенного ингибитора для усиления ингибирующей силы при первичной и вторичной

рекристаллизации зачастую применяется легирование элементами, склонными к сегрегации на границах зерен, например, оловом. Легирование ЭАС оловом влияет на кристаллографическую текстуру продукта на различных переделах, однако механизмы этих эффектов мало изучены. Известно также, что легирование оловом влияет и на структуру ЭАС, кинетику процессов, состояние поверхности и дисперсных фаз, поскольку сегрегация олова происходит не только на границах зерен, но и на границах раздела фаз и на поверхности.

Степень разработанности темы исследования

Существенный вклад в изучение темы формирования свойств ЭАС внесли советские ученые Молотиллов Б.М., Глезер А.М., Чеглов А.Е., Драгошанский Ю.Н., Губернаторов В.В., Гервасьева И.В.. В современный период широко известны работы Лобанова М.Л.. Среди зарубежных ученых проводили исследования по данной тематике J.Narase, S. Nakashima, K. Takashima, S. Cicale, S.Fortunati. Однако вопрос влияния на свойства ЭАС элементов, склонных к сегрегации на границах раздела фаз, затрагивался редко, и на данный момент отсутствует полное понимание механизмов влияния сегрегации на процессы формирования свойств в ЭАС.

В связи с этим, представляет интерес изучение эффекта легирования оловом на характеристики ЭАС на различных технологических переделах при производстве высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали по методу приобретенного ингибитора.

Цель работы – определение механизмов влияния сегрегации олова на формирование и эволюцию кристаллографической текстуры и структуры в процессе производства электротехнической анизотропной стали.

Задачи исследования:

1. Описать процесс первичной рекристаллизации ЭАС с различным содержанием олова и влияние олова на кинетику этого процесса.
2. Определить механизм, который отвечает за формирование текстуры ЭАС при первичной рекристаллизации.
3. Определить влияние олова и различных режимов отжига холоднокатаного проката ЭАС на рост зерен с определенными кристаллографическими ориентировками, а также на структуру и кристаллографическую текстуру ЭАС после первичной рекристаллизации.
4. Выявить причины формирования различных текстурных компонент в процессе вторичной рекристаллизации ЭАС. Описать влияние легирования оловом на структуру и кристаллографическую текстуру ЭАС после вторичной рекристаллизации.
5. Изучить влияние легирования оловом на морфологию оксидов и распределение элементов в зоне внутреннего окисления, формирующейся в процессе обезуглероживания и азотирования ЭАС.

6. Применить полученные данные для управления текстурой и структурой ЭАС путем изменения технологического режима и добавления элементов, склонных к сегрегации на границах зерен, при внедрении метода приобретенного ингибитора.

Объект исследования – промышленный листовой прокат электротехнической анизотропной стали после различных технологических переделов.

Предмет исследования – механизмы текстуро- и структурообразования в электротехнической анизотропной стали, производимой по методу приобретенного ингибитора, на различных этапах технологической цепочки и влияние сегрегации олова на границах раздела фаз и на поверхности на эти механизмы.

Научная новизна

1. Уточнен вклад сегрегационного ингибирования за счет дополнительного легирования ЭАС оловом в формирование структуры и кристаллографической текстуры первичной и вторичной рекристаллизации при производстве ЭАС с высокой магнитной индукцией.

2. На основании экспериментальных данных вычислены параметры уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами в случае первичной рекристаллизации для ЭАС с различными химическими составами и с различным содержанием олова.

3. Установлен преимущественный механизм текстурообразования в ЭАС при первичной рекристаллизации. Определено влияние олова на формирование кристаллографической текстуры ЭАС при первичной рекристаллизации.

4. Разработана методика анализа остроты кристаллографической текстуры в конечном продукте ЭАС. Выведена формула для вычисления магнитной индукции на основании параметров остроты кристаллографической текстуры и их распределения.

5. Получены новые данные о формировании кристаллографической текстуры в процессе аномального роста при вторичной рекристаллизации в ЭАС: выявлены причины аномального роста кристаллографических ориентировок, отличных от текстуры Госсса и причины наличия в структуре зерен, не поглощенных при аномальном росте зерен на этапе вторичной рекристаллизации.

6. Определены особенности влияния химического состава на протекание вторичной рекристаллизации в комплексно - легированной ЭАС.

7. Определен механизм влияния олова на морфологию оксидов в зоне внутреннего окисления ЭАС и на процесс ХТО.

Теоретическая и практическая значимость работы

1. Полученные результаты исследования позволяют совершенствовать и развивать технологию производства стали с высокой магнитной индукцией по методу приобретенного ингибитора.
2. Определены факторы, влияющие на формирование кристаллографической текстуры в ЭАС после первичной рекристаллизации при нагреве перед ХТО (обезуглероживание + азотирование).
3. Выявлен эффект легирования ЭАС оловом на протекание процесса ХТО. На основании сделанных наблюдений можно определить оптимальное содержание олова для успешного протекания процесса ХТО.
4. Определено влияние легирования оловом на формирование кристаллографической текстуры первичной рекристаллизации. На основании полученных данных можно сделать вывод о содержании олова, которое обеспечивает получение кристаллографической текстуры, благоприятной для последующего аномального роста зерен Госсса.
5. Разработана методика по анализу остроты кристаллографической текстуры в конечном продукте ЭАС методом EBSD.

Методология и методы исследования

Работа выполнена в соответствии с наиболее актуальными методиками исследования на основе приборной базы Управления по исследованиям и разработкам новых продуктов ПАО «НЛМК». Физическое моделирование процесса первичной рекристаллизации на образцах ЭАС было выполнено с помощью дилатометра DIL 805 A/D (T/A Instruments). Моделирование высокоскоростного нагрева перед обезуглероживанием и азотированием проводили на термомеханическом симуляторе Gleeble 3800. Физическое моделирование вторичной рекристаллизации проводили в лабораторных печах. Исследование кристаллографической текстуры выполняли на двулучевом электронно-ионном микроскопе Scios2 (ThermoFischer) с использованием EBSD-приставки XFlash (Bruker). Исследование тонкой структуры осуществляли с применением просвечивающего электронного микроскопа Talos F200i (ThermoFischer), а пробоподготовку для просвечивающей электронной микроскопии выполняли методом lift-out на двулучевом электронно-ионном микроскопе Scios2. Исследование состава соединений на поверхности и в приповерхностной области проводили методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии на приборе JPS-9010MX (JEOL).

Основные научные положения, выносимые на защиту

1. Закономерности формирования кристаллографической текстуры и уравнения кинетики первичной рекристаллизации для ЭАС с различными

химическими составами и с различным содержанием олова, полученные в результате физического моделирования процесса рекристаллизации;

2. Данные о преимущественном механизме формирования кристаллографической текстуры при первичной рекристаллизации;

3. Данные о влиянии химического состава на формирование кристаллографической текстуры в ЭАС на этапе первичной рекристаллизации при различных скоростях нагрева;

4. Описание механизма аномального и нормального роста зерен в ЭАС с различными химическими составами и с различным содержанием олова при вторичной рекристаллизации;

5. Результаты исследования структуры и фазового состава зоны внутреннего окисления в ЭАС с различным содержанием олова;

6. Данные о влиянии олова на кинетику процессов обезуглероживания и азотирования.

Степень достоверности результатов исследований подтверждается достаточным объемом статистики проведенных измерений, проверкой получаемых результатов различными методами и использованием актуальных методик исследования.

Личный вклад автора

Автором проведены комплексные металлографические исследования промышленных и лабораторных образцов ЭАС, полученных по прогрессивной технологии производства методом приобретенного ингибитора, сформулированы гипотезы, проведено научно-теоретическое обоснование проведенных экспериментов, выполнены подготовка и проведение экспериментов, анализ данных, обобщение полученных результатов и подготовка научных публикаций.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы доложены и обсуждены на III научной конференции «Бардинские чтения» (ЦНИИчермет им. И.П.Бардина, г. Москва, 2023), научно-технической конференции «Электротехническая сталь 2024» (МИСиС, г. Москва, 2024), X Всероссийской конференции с международным участием «Физико-химические процессы в конденсированных средах и на межфазных границах», г. Воронеж, 2024; конференции «Физико-химические основы металлургических процессов» в рамках XXII Менделеевского съезда по общей и прикладной химии (г. Сочи, 2024).

Публикации

Основное содержание диссертационной работы опубликовано в 12 печатных изданиях, в том числе 6 статей в рецензируемых журналах по перечню ВАК РФ, 2 статьи в базе данных Scopus.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, шести глав и заключения. Материал изложен на 155 страницах машинописного текста, содержит 64 рисунка, 2 таблицы. Библиографический список включает 123 наименования.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении описана проблематика исследуемой темы, ее актуальность и степень разработанности. Поставлены цели и задачи проводимого исследования.

В первой главе проведен обзор имеющихся данных о формировании свойств ЭАС на различных технологических этапах и о влиянии на эти процессы элементов, склонных к сегрегации на границах зерен. Выполнен обзор исследований о формировании текстуры при первичной и вторичной рекристаллизации и о влиянии текстурной наследственности на протяжении технологической цепочки на характеристики ЭАС.

Приведены полученные в настоящем исследовании экспериментальные данные, описывающие текстуру образцов ЭАС после горячей прокатки, нормализации и холодной прокатки. Описаны основные закономерности кристаллографических преобразований, формирующих текстуру на этих этапах.

Проведенный анализ литературных данных позволяет сформулировать цели и задачи исследований и предполагать, что эффекты от легирования ЭАС элементами, склонными к сегрегации на границах зерен, весьма разнообразны: подобные элементы влияют и на формирование текстуры, и на эволюцию ингибиторной фазы, и на состояние поверхности. Поэтому необходимо изучить механизмы формирования структурных характеристик ЭАС и влияние на эти механизмы элементов, склонных к сегрегации.

Во второй главе описаны используемые в работе оборудование, методики исследования и материалы, на которых проводилось исследование.

В третьей главе приведены экспериментальные данные, полученные в ходе исследования кинетики первичной рекристаллизации ЭАС с различными химическими составами при нагреве перед обезуглероживанием и азотированием в процессе ХТО. Для моделирования образцы ЭАС после холодной прокатки были нагреты со скоростью, равной скорости нагрева в промышленном агрегате перед ХТО, до температур 650, 660, 670, 680, 690, 700, 720, 740°C, с последующей закалкой. Исследование было проведено для двух сплавов с различным содержанием олова: сталь А с высоким содержанием олова (0,05-0,1% (масс.)) и низким содержанием хрома (<0,05% (масс.)) и сталь В со средним содержанием олова (<0,05% (масс.)) и высоким содержанием хрома (0,10-0,15% (масс.)). Для

каждой температуры структура и кристаллографическая текстура соответствующего образца были исследованы методом дифракции обратноотраженных электронов (EBSD). На каждом образце были отсняты 3 карты на глубине 1/10, 1/4 и 1/2. Размер карт составлял 63,7×42,2 мкм. На рисунке 1 показан пример карт EBSD для сталей А и В при температуре 690°С.

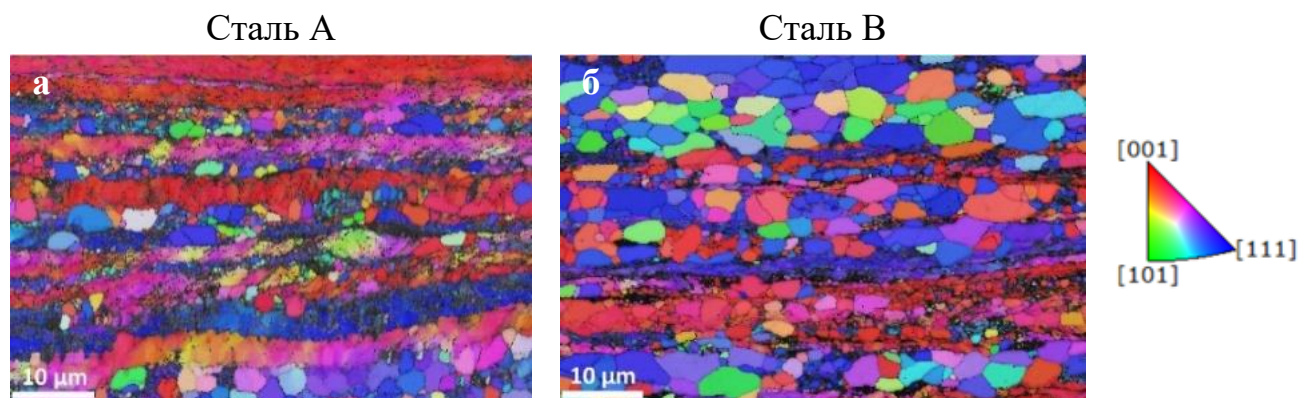


Рисунок 1 – EBSD-карты в цветах обратной полюсной фигуры, показывающие структуру при температуре 690°С для стали А (а) и В (б)

Для количественного описания кинетики рекристаллизации были определены параметры уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами (КДМА) для сталей А и В. Общий вид уравнения описан формулой (1).

$$X_{rex} = 1 - \exp(-kt^n) \quad (1)$$

где X_{rex} – доля рекристаллизованного материала, t – время, k и n – параметры уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами для данной температуры и данного материала.

Из всех карт EBSD на образце, нагретом до определенной температуры, были определены доли рекристаллизованного материала при данной температуре. Затем для всех исследованных температур на основании полученных значений долей рекристаллизованного материала X_{rex} и вычисленного по методу Уитакера эквивалентного времени t_{eq} (перевод температуры в эквивалентное время производится при исследовании неизотермического процесса) были получены коэффициенты уравнения КДМА. Полученные для стали А параметры k и n равны (0.345 ± 0.140) и (1.41 ± 0.49) ($R^2=0.917$), соответственно; для стали В параметры k и n равны (0.375 ± 0.152) и (1.62 ± 0.49) ($R^2=0.935$), соответственно. Построенные на основании найденных параметров графики зависимости рекристаллизованного материала от времени показаны на рисунке 2.

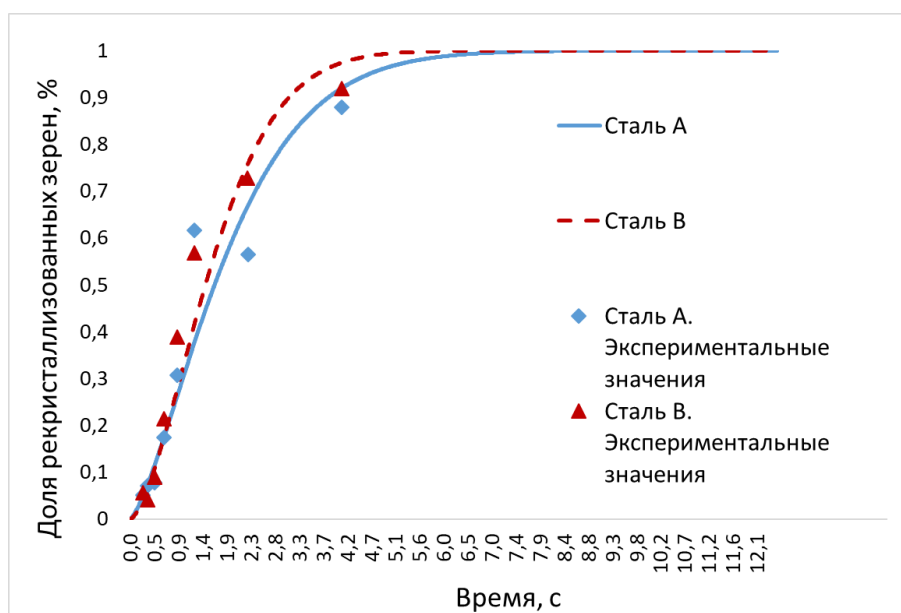


Рисунок 2 – График зависимости доли рекристаллизованного материала от времени выдержки при температуре 700°C

Как видно из значений параметров уравнения и графика на рисунке 2, сталь А с повышенным содержанием олова демонстрирует замедленное протекание процесса рекристаллизации в сравнении со сталью В.

При значениях доли рекристаллизованного более ~60% наблюдается завышение значений расчетных данных относительно экспериментальных. Более точного соответствия вычислений и экспериментальных значений можно добиться, если разделить процесс рекристаллизации на три различных этапа, как показано на рисунке 3. В таком случае на основной стадии рекристаллизации (стадия 2) коэффициент n уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами составляет 2,53 для стали А и 2,29 для стали В, а коэффициент k составляет 0,522 и 0,561 для сталей А и В. Полученные для стадии 2 значения коэффициента n больше согласуются с наблюдениями о росте зародышей рекристаллизованного материала в 3 измерениях, чем значения коэффициентов n , полученные в предположении об одностадийном протекании процесса. Значимая разница в кинетике рекристаллизации у сталей А и В наблюдается на третьем этапе, когда растут сформировавшиеся рекристаллизованные зерна. Это наблюдение показывает, что олово влияет на процесс рекристаллизации в основном путем изменения скорости роста зерен в результате сегрегации на границах.

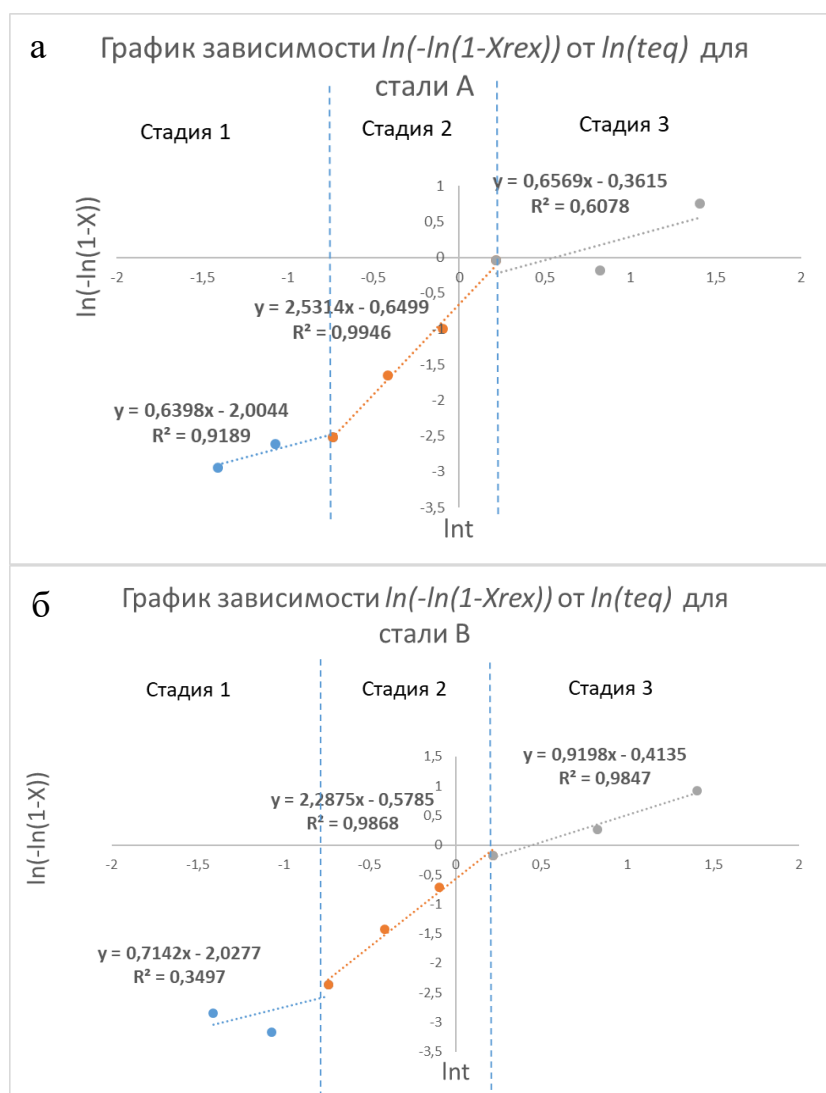


Рисунок 3 – График зависимости $\ln(-\ln(1-X_{rex}))$ от $\ln(t_{eq})$ для ЭАС с различными составами при многостадийном протекании процесса для стали А (а) и стали В (б)

В четвертой главе изложены результаты исследования процесса текстурообразования **при первичной рекристаллизации** в сталях А и В с различным содержанием олова.

Для определения общего механизма текстурообразования в ЭАС при первичной рекристаллизации был проведен дополнительный анализ данных, накопленных в эксперименте из главы 3. В рамках данного анализа рекристаллизованные зерна на всех картах EBSD при определенных температурах были разбиты по размерному признаку на зерна, поглощаемые при собирательной рекристаллизации (зерна меньшего размера) и зерна, имеющие преимущество в росте (зерна среднего и большего размера). На рисунке 4 показаны сечения функции распределения ориентировок (ФРО) при $\varphi_2=45^\circ$ для поглощаемых зерен (а), а также средних и крупных зерен, имеющих преимущество в росте при собирательной рекристаллизации (б и в).

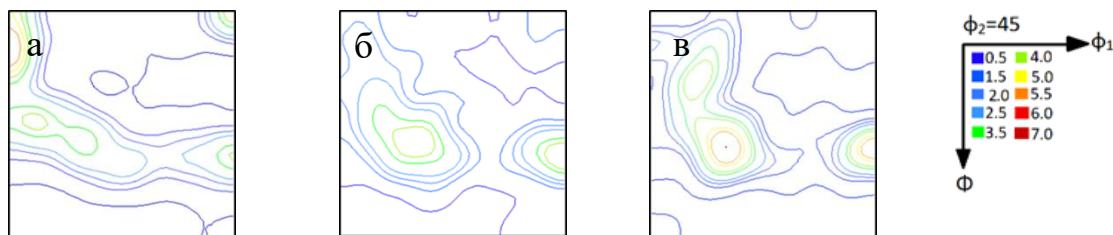


Рисунок 4 – ФРО с мелких (а), средних (б) и крупных (в) зерен в процессе рекристаллизации

Было выявлено, что на ранних этапах рекристаллизации более мелкие зерна имеют текстуру холодной деформации в ОЦК-металлах, а растущие зерна имеют другую текстуру – близкую к α' -волокну ($\{h11\}\langle 1/h\ 12\rangle$). Данная картина воспроизводится в температурном диапазоне 700-740°C – мелкие зерна имеют текстуру α - и γ -волокна, а демонстрирующие преимущественный рост зерна – текстуру $\{h11\}\langle 1/h\ 12\rangle$. Для зерен наиболее крупного размера ярко выражены пики интенсивности текстурных компонент $\{411\}\langle 148\rangle$ и $\{111\}\langle 112\rangle$ – основные текстурные компоненты первичной рекристаллизации ЭАС. Конечная текстура первичной рекристаллизации соответствует не текстуре зародышей рекристаллизации, а текстуре тех немногих зерен, которые имеют преимущество в росте при собирательной рекристаллизации. Таким образом, итоговая текстура первичной рекристаллизации формируется в соответствии с теорией ориентированного роста, а не ориентированного зародышеобразования.

Чтобы определить влияние химического состава, и, в частности, олова на процессы текстурообразования, был проведен изотермический эксперимент для набора большего объема статистики на этапах собирательной рекристаллизации. В этом эксперименте образцы сталей А и В были нагреты до 700°C, а затем была проведена выдержка в течение 0,5, 0,9, 2,23 с и последующая закалка. Методом EBSD наблюдалась эволюция текстуры на различных этапах выдержки. Количественные данные по содержанию различных текстурных компонент в сталях А и В показаны на рисунке 5.

Исследование показало, что в стали А с повышенным содержанием олова значительно ниже доля текстурной компоненты $\{111\}\langle 112\rangle$. При этом в сталях А и В размер зерен с текстурой $\{111\}\langle 112\rangle$ имеет сопоставимые величины, но различается количество зерен: в стали А таких зерен меньше. Это наблюдение позволяет предположить, что в стали А затруднен процесс образования зародышей с текстурой $\{111\}\langle 112\rangle$. Причиной может быть сегрегация олова на субграницах, которая препятствует укрупнению субзерен и их превращению в зародыши рекристаллизации.

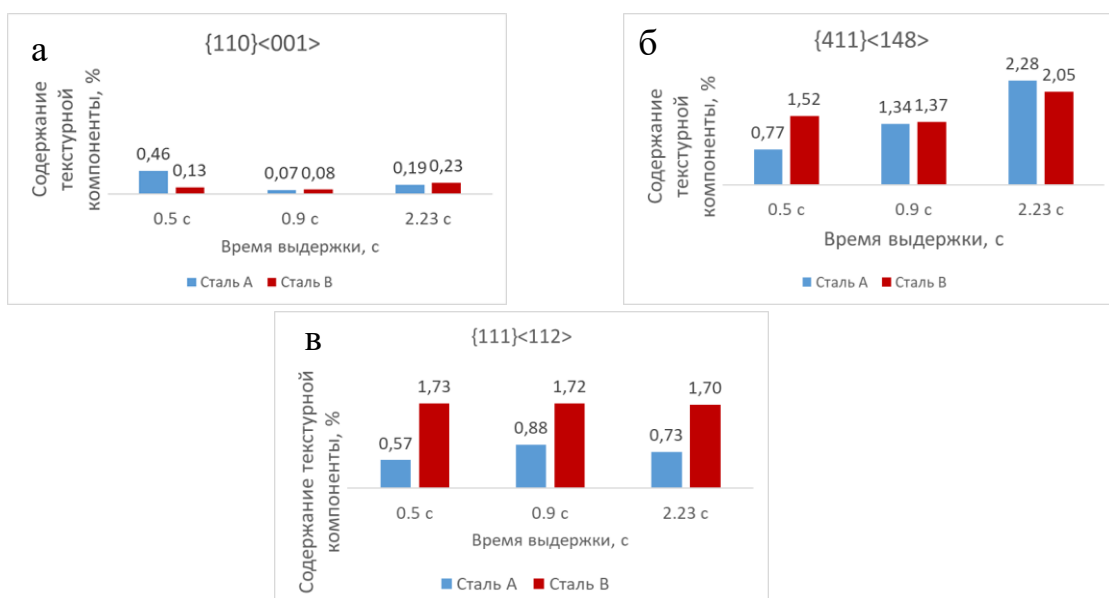


Рисунок 5 – Содержание текстуры Госса (а), текстурной компоненты {411}<148> (б), {111}<112> (в) на различных этапах изотермической выдержки для сталей А и В

В дополнение к вопросу о влиянии олова на формирование текстуры первичной рекристаллизации было изучено влияние химического состава на формирование текстуры при различных скоростях нагрева перед первичной рекристаллизацией. Было проведено физическое моделирование нагрева перед ХТО с различными скоростями. Образцы сталей А и В были обработаны по двум режимам: режим 1 – нагрев со стандартной скоростью 30°C/с до температуры 850°C, выдержка в течение 180 с и быстрое охлаждение; режим 2, аналогичный режиму 1, но с высокой скоростью 150°C/с. После физического моделирования было проведено исследование кристаллографической текстуры образцов методом EBSD и методом рентгеновской дифрактометрии.

Анализ текстуры образцов показал, что применение высокоскоростного нагрева позволяет увеличить содержание зерен с текстурой Госса: методы EBSD и дифрактометрии продемонстрировали одинаковые тренды увеличения содержания текстуры Госса при высокоскоростном нагреве для сталей А и В.

В пятой главе описаны результаты исследования процесса формирования текстуры и структуры **при вторичной рекристаллизации** в сталях А и В с различным содержанием олова (химический состав сталей идентичен описанному в главах 3 и 4). Было проведено физическое моделирование высокотемпературного отжига с прерыванием при температуре 1080°C.

Проведенное сравнение макроструктуры образцов сталей А и В показало, что в образце с повышенным содержанием олова размер зерна при 1080°C составляет 6,3 мм, в то время как в образце с пониженным содержанием олова – 17,8 мм.

Для изучения кристаллографической текстуры образцов после моделирования ВТО применялась специально разработанная методика по анализу остроты текстуры в конечном продукте ЭАС методом EBSD. Методика позволяет одновременно визуализировать структуру образца и оценить средневзвешенные значения углов α , β и γ , которые описывают степень отклонения кристаллической решетки от идеальной текстуры Госсса.

В таблице 1 приведены полученные средневзвешенные значения углов α , β и γ , а также расчетные значения индукции, полученные с помощью измеренных углов α , β , и экспериментально измеренные значения индукции.

Таблица 1 – Средневзвешенные значения углов α , β и γ , расчетные значения и экспериментально измеренные значения индукции

	α , °	β , °	γ , °	B_{800} расч, Тл	B_{800} эксп, Тл
Сталь А	6.97	3.68	7.71	1,82	1,821
Сталь В	4.02	3.70	5.66	1,86	1,857

Для расчета магнитной индукции в настоящем исследовании была выведена формула, включающая не только средневзвешенные значения углов α и β , но и их стандартные отклонения. На рисунке 6 показаны значения магнитной индукции, полученные с использованием различных формул, а также их сравнение с экспериментальными данными.

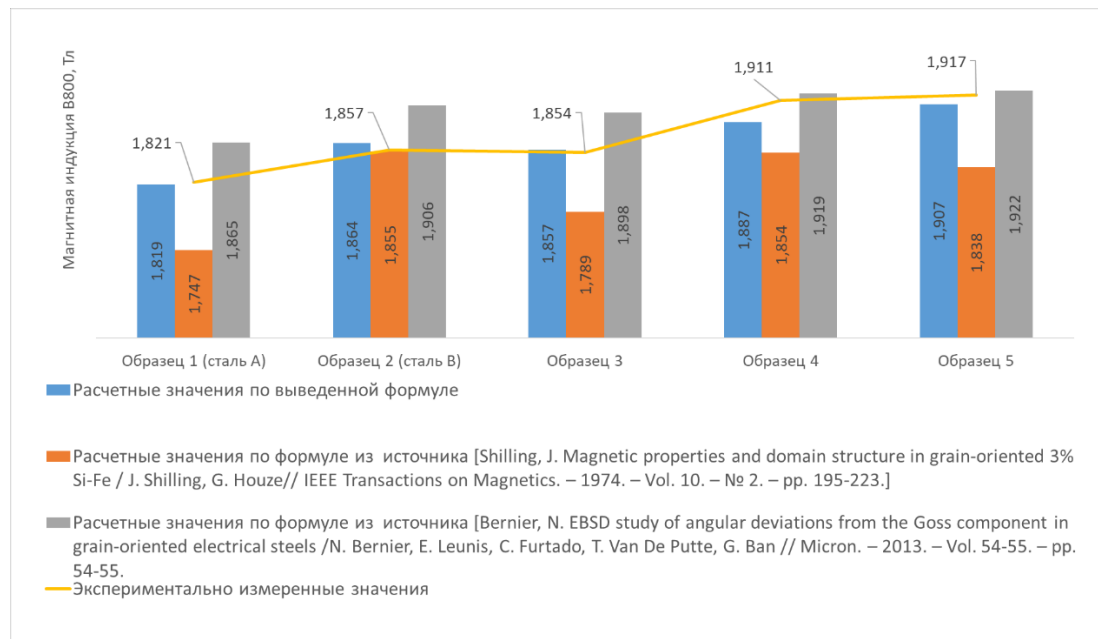


Рисунок 6 – Расчетные и экспериментальные значения магнитной индукции

Ранее в расчетах магнитной индукции не учитывалось стандартное отклонение углов α и β , и, по наблюдениям многих исследователей, расчетные

значения магнитной индукции были ниже экспериментальных. Предлагаемая в настоящем исследовании формула позволяет получить наиболее близкие к экспериментальным значения ($R^2=0.93$).

Как видно из таблицы 1, сталь А с повышенным содержанием олова характеризуется более высокими значениями углов α , β и γ и более низкими значениями магнитной индукции. В макроструктуре образца стали А наблюдаются зерна ориентировок, отличных от текстуры Госса, но аномально выросших до крупного размера, а также зерна посторонних ориентировок меньшего размера, не поглощенные при аномальном росте зерен Госса («островковые» зерна). В настоящем исследовании два названных типа зерен посторонних ориентировок были обозначены как «зерна 1 типа» и «зерна 2 типа» соответственно. Для выяснения механизма появления зерен 1 и 2 типа было проведено дополнительное исследование текстурных данных на образце А.

Зерна 1 типа были определены как зерна, имеющие размер более 800 мкм и отклонение от идеального положения Госса более 35° . На рисунке 7, а показана суммарная ФРО зерен 1 типа, которые, как видно из рис.7, а, относятся к текстурным компонентам $\{110\}\langle 112\rangle$, $\{112\}\langle 110\rangle$, $\{227\}\langle 031\rangle$.

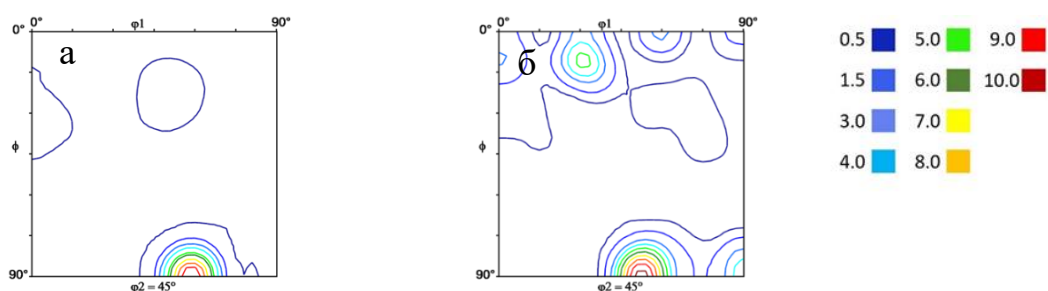


Рисунок 7 – ФРО, построенные на основании текстурных данных зерен типа 1 (а) и зерен типа 2 (б)

Появление текстурной компоненты $\{110\}\langle 112\rangle$, известной также как «отклоненный Госс», согласно литературным данным может объясняться неоптимальной температурой начала вторичной рекристаллизации. Что касается текстурной компоненты $\{112\}\langle 110\rangle$, то ее аномальный рост можно объяснить наличием высококомобильной границы $35^\circ\langle 110\rangle$ ($\Sigma 9$) с текстурной компонентой $\{111\}\langle 112\rangle$. Считается, что именно высококомобильная граница с текстурной компонентой $\{111\}\langle 112\rangle$ способствует аномальному росту зерен Госса.

К зернам 2 типа были отнесены зерна, средний размер которых составлял менее 800 мкм. На рисунке 7, б показана суммарная ФРО со всех зерен 2 типа на образце стали А. Зерна 2 типа относятся к текстурным компонентам $\{110\}\langle 112\rangle$, $\{118\}\langle 140\rangle$, $\{110\}\langle 001\rangle$, $\{118\}\langle 110\rangle$, $\{001\}\langle 140\rangle$, $\{001\}\langle 110\rangle$ и т.д. Наибольшую интенсивность имеют такие компоненты, как текстура «отклоненного Госса»

$\{110\}<112>$ и компоненты текстуры α -волокна, α' -волокна и близких к кубической текстуре компонент $\{001\}<130>$ и $\{116\}<391>$. Затрудненное поглощение зерен 2 типа можно объяснить их преимуществом в росте на начальном этапе роста зерен при вторичной рекристаллизации. Проверка других известных теории о причинах формирования «островковых» зерен показала, что свойства границ в данном случае не могут отвечать за образование зерен данного типа.

В шестой главе приведены результаты исследования влияния процессов обезуглероживания и азотирования в ЭАС с различным содержанием олова (без олова, со средним содержанием олова и с высоким содержанием олова) на формирование свойств поверхности проката. Измерение средней глубины ЗВО показало, что глубина окисления обратно пропорциональна содержанию олова. Сегрегация олова на поверхности и на границах зерен в приповерхностной области замедляет диффузию кислорода в матрицу.

С помощью электронно-ионного микроскопа были изготовлены ламели методом lift-out для исследования структуры ЗВО на просвечивающем электронном микроскопе. На рисунке 8 показаны примеры строения ЗВО на образцах ЭАС с различным содержанием олова.

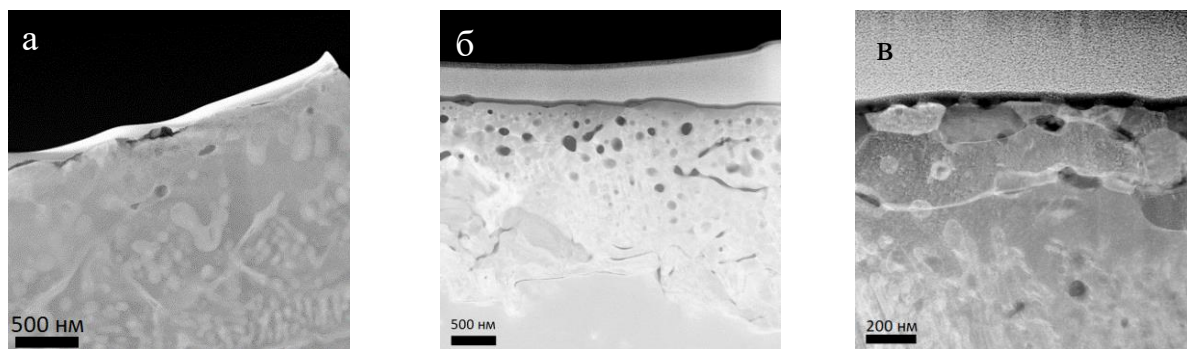


Рисунок 8 – Строение зоны внутреннего окисления в образцах ЭАС без олова (а), с пониженным содержанием олова (б) и с повышенным содержанием олова (в)

Как видно из рисунка 8, в, под поверхностью образца ЭАС с повышенным содержанием олова находится слой наноразмерных зерен глубиной ~ 200 нм. Появление наноразмерных зерен может быть следствием аустенизации в процессе ХТО и последующего распада аустенита с образованием ферритных зерен.

Методами дифракционного анализа и энергодисперсионной спектроскопии показано, что на поверхности ЭАС после ХТО наблюдаются соединения $(\text{Fe,Mn})_2\text{SiO}_4$ или $(\text{Fe,Mn})\text{SiO}_3$, обогащенные хромом и марганцем; в основной части ЗВО наблюдаются аморфные оксиды кремния, окруженные кристаллическими оксидами $(\text{Fe,Mn})_2\text{SiO}_4$ или $(\text{Fe,Mn})\text{SiO}_3$, а также соединения $\text{Cr}_2\text{MnO}_4/\text{Cr}_{1,5}\text{MnO}_4$. Также в настоящем исследовании методом просвечивающей

микроскопии с применением ЭДС была выявлена сегрегация олова (до 2,6 % (масс.)) на границе раздела оксидов и матрицы в пределах ЗВО.

На рисунке 9 представлена итоговая схема распределения фаз ЗВО.

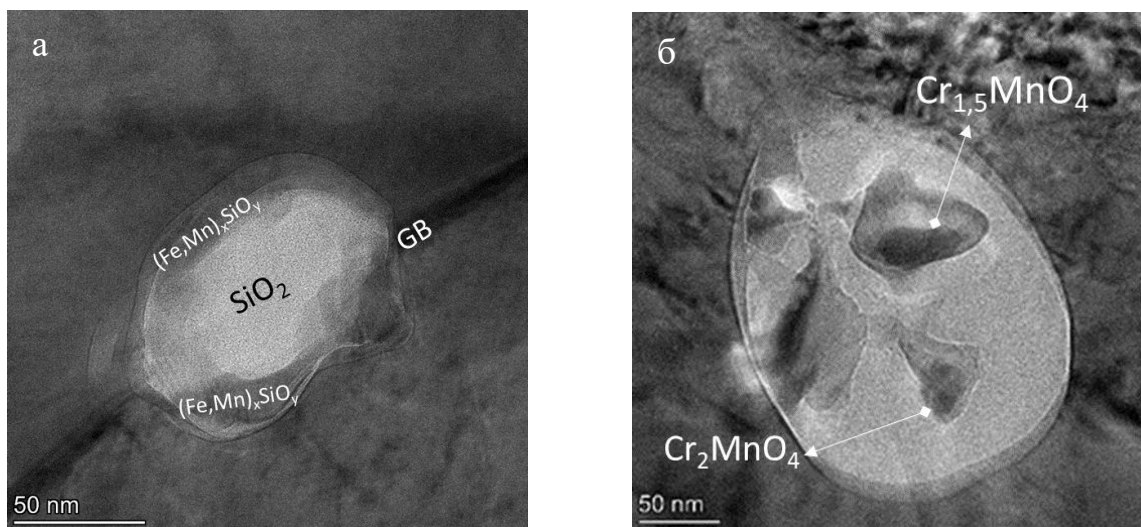


Рисунок 9 – Строение оксидов в зоне внутреннего окисления ЭАС после ХТО

Для исследования соединений на поверхности и на глубине 25, 50 нм от поверхности был применен метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Выявлено, что в ЭАС с более высоким содержанием олова снижение количества нитридов кремния (приобретенный в результате ХТО ингибитор) по мере удаления от поверхности происходит более интенсивно, поскольку олово препятствует диффузии азота в матрицу при азотировании.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. При исследовании кинетики процесса первичной рекристаллизации в электротехнической анизотропной стали установлено, что в стали со средним содержанием олова процесс первичной рекристаллизации протекает быстрее, чем в стали с повышенным содержанием олова. Также выявлено, что повышение содержания олова приводит к снижению среднего размера зерна при первичной рекристаллизации.

2. Исследование формирования текстуры первичной рекристаллизации в ЭАС различных составов показало, что текстурообразование проходит в основном по механизму ориентированного роста зерен. Показано, что повышенное содержание олова в ЭАС приводит к снижению содержания текстурной компоненты $\{111\}\langle 112 \rangle$, которая способствует аномальному росту зерен Госсса при вторичной рекристаллизации. Поэтому для достижения благоприятной

текстуры первичной рекристаллизации более оптимальным считается состав ЭАС со средним содержанием олова.

3. Моделирование нагрева ЭАС с различными скоростями показало, что высокоскоростной нагрев перед ХТО приводит к увеличению содержания текстуры Госсса $\{110\}<001>$ независимо от содержания олова.

4. Разработана методика анализа остроты кристаллографической текстуры в конечном продукте ЭАС. Выведена формула оценки магнитной индукции на основании параметров остроты текстуры, которая дает лучшее совпадение с экспериментальными значениями, чем формулы, приведенные в литературных источниках.

5. Исследование формирования вторичной рекристаллизации в ЭАС с различными химическими составами показало, что в стали со средним содержанием олова получена макроструктура, состоящая в основном из зерен острого Госсса и отклоненного Госсса. В стали с повышенным содержанием олова снижен средний размер зерна после вторичной рекристаллизации по сравнению со сталью со средним содержанием олова, а также наблюдается большое количество зерен с кристаллографической текстурой, отличной от текстуры Госсса. Таким образом, для получения конечного продукта ЭАС с острой текстурой Госсса химический состав со средним содержанием олова подходит лучше, чем состав с повышенным содержанием олова.

6. Выявлены причины наличия в текстуре ЭАС после вторичной рекристаллизации «островковых» зерен посторонних ориентировок, не поглощенных другими зернами при аномальном росте. Показано, по какому механизму проходит интенсивный нормальный рост зерен посторонних ориентировок на начальных этапах высокотемпературного отжига. Выявлено, что аномальный рост ориентировки $\{112\}<110>$ при вторичной рекристаллизации в ЭАС обеспечивает специальная граница $\Sigma 9$.

7. При исследовании зоны внутреннего окисления в ЭАС, сформированной в процессе обезуглероживания и азотирования, было выявлено, что в стали с повышенным содержанием олова снижена глубина зоны внутреннего окисления и затруднен процесс азотирования вследствие сегрегации олова на границах раздела фаз и на поверхности. Также установлено, что в стали с повышенным содержанием олова может протекать аустенизация в приповерхностной области на глубине до 500 нм, которая отрицательно скажется на дальнейшем формировании покрытия на конечном продукте ЭАС. Поэтому химический состав ЭАС со средним содержанием олова более благоприятен с точки зрения достижения высокого качества покрытия на конечном продукте.

8. Результаты проведенных исследований использованы для оптимизации технологии производства электротехнической анизотропной стали.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ АВТОРОМ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ:

Публикации в научных изданиях из перечня рецензируемых научных изданий, рекомендованных ВАК:

1. **Ролдугина, А.С.** Влияние легирования оловом на свойства зоны внутреннего окисления и характеристики дисперсной фазы в анизотропной электротехнической стали / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Проблемы черной металлургии и материаловедения – 2023. – № 2. – С. 60-77. (2,25 п.л./1,13 п.л.).

2. **Ролдугина, А.С.** Закономерности процесса первичной рекристаллизации высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с дополнительными легирующими добавками / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Физика металлов и материаловедение. – 2024. – Т.125. – № 7– С. 831-839. (1,13 п.л./0,62 п.л.).

3. **Ролдугина, А.С.** Исследование формирования текстуры в процессе вторичной рекристаллизации в высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с различными легирующими добавками / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Металловедение и термическая обработка металлов – 2024. – №. 12. – С. 32-40. (1,13 п.л./0,68 п.л.).

4. **Ролдугина, А.С.** Методика исследования текстурных характеристик и доменной структуры электротехнической анизотропной стали методом микроскопии / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Металлы – 2025. – №.2. – С.41-48. (1,00 п.л./0,50 п.л.).

5. **Ролдугина, А.С.** Теоретическая и экспериментальная оценка влияния сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры, структуры и свойств поверхности электротехнических сталей / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, Г.Н. Еремин, В.И. Парахин, А.Е. Чеглов, И.А. Цыганов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2026. – №2. – С.32-40. (1,13 п.л./0,34 п.л.).

6. **Ролдугина, А.С.** Взаимосвязь текстуры первичной и вторичной рекристаллизации в электротехнической анизотропной стали / А.С. Ролдугина, И.А. Цыганов, М.В. Рязанов, В.И. Парахин// Проблемы черной металлургии и материаловедения. - 2025. - №. 3. – С. 75-84. (1,25 п.л./0,50 п.л.).

Переводные публикации в научных изданиях, индексируемых в международной базе данных Scopus:

1. **Roldugina, A.S.** Regularities of Primary Recrystallization of Highly Permeable Electrical Anisotropic Steel with Additional Dopants/ A. S. Roldugina, M. V.

Ryazanov, V. I. Parakhin // Physics of Metals and Metallography. – 2024. – Vol. 125. – No. 7. – pp. 730–737. (1,00 п.л./0,55 п.л.).

2. **Roldugina, A.S.** Formation of Texture in the Process of Secondary Recrystallization of High-Permeability Anisotropic Electrical Steel with Different Alloying Additions / A. S. Roldugina, M. V. Ryazanov, V. I. Parakhin // Metal Science and Heat Treatment. – 2025. – Vol.66. – Pp.754-761. (1,00 п.л./0,60 п.л.).

Публикации в прочих изданиях:

1. **Ролдугина, А.С.** Влияние легирующих добавок на формирование текстуры в высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали на начальной стадии первичной рекристаллизации / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Тезисы научной конференции «Бардинские чтения». Москва. – 2023. – С. 117-122. (0,75 п.л./0,38 п.л.).

2. **Ролдугина, А.С.** Исследование текстуры и структуры вторичной рекристаллизации высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Тезисы научно-технической конференции «Электротехническая сталь». МИСиС, Москва. 30-31 мая 2024 г. – С. 35. (0,13 п.л./0,06 п.л.).

3. Парий, И.О. Разработка методики и ПО для анализа текстурных компонентов в электротехнических сталях / И.О. Парий, С.В. Данилов, **А.С. Ролдугина, А.С. Паршина** // Тезисы научно-технической конференции «Электротехническая сталь». МИСиС, Москва. 30-31 мая 2024 г. – С. 13. (0,13 п.л./0,03 п.л.).

4. **Ролдугина, А.С.** Исследование механизмов сегрегации олова на границах раздела фаз и на поверхности в процессе окисления сплава Fe-3% Si / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, А.А. Пинегина, В.И. Парахин// Тезисы X Всероссийской конференции «Физико-химические процессы в конденсированных средах и на межфазных границах», Воронеж. – 23-25 сентября 2024 г. – С. 293-295. (0,38 п.л./0,15 п.л.).

5. **Ролдугина, А.С.** Влияние высокоскоростного нагрева перед обезуглероживанием на текстуру высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, И.О. Парий, Р.Р. Ильясов, А.С. Ишимов, А.С. Паршина // Тезисы. XXII Менделеевский съезд по общей и прикладной химии, Сириус, Сочи. 7-12 октября 2024 г. – Т.2. – С. 58. (0,13 п.л./0,04 п.л.).

6. Парий, И.О. Разработка графической оболочки для ПО для анализа текстурных компонентов в сталях/ И.О. Парий, С.В. Данилов, **А.С. Ролдугина, А.С. Паршина** // Тезисы Международной научно-технической конференции «XXIII Уральская школа-семинар металловедов — молодых ученых», Уральский Федеральный Университет, Екатеринбург. 3-7 февраля 2025 г. – С. 203-206. (0,50 п.л./0,10 п.л.).

Подписано в печать 26.03.2026.
Формат 60×84 1/16.
Гарнитура Times New Roman.
Бумага для копировальной техники.
1,3 п.л. Тираж 100 экземпляров.
Заказ № 2251.

Отпечатано в отделе редакционно-печатной деятельности
ЛГПУ имени П.П. Семенова-Тян-Шанского
398020, г. Липецк, ул. Ленина, 42