11.2б

В Министерство науки и высшего образования
Российской Федерации
Высшая аттестационная комиссия
при Министерстве науки и высшего образования
Российской Федерации
125993, г. Москва, ГСП-3, ул. Тверская, д. 11
Тел/факс: +7(495) 539-55-19
e-mail: info@mon.gov.ru

Копия: ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»
для Диссертационного совета 31.1.007.01
при Государственном научном центре
ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»
ул. Радио, 23/ 9, г. Москва, 105005

От: кандидата технических наук,
Щеренковой Ирина Сергеевны
старшего инженера
Дирекции по исследованиям и разработкам новых продуктов
ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат»
Почтовый адрес: 398070, г. Липецк, ул. Белянского А. Д., д. 14, кв. 76
Телефон: +7-920-246-32-85
e-mail: Shumdojdya@yandex.ru

АПЕЛЛЯЦИЯ
на решение диссертационного совета 31.1.007.01 на базе ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И. П. Бардина» от 27.05.2026 № 3/26 о присуждении Ролдугиной Анне Сергеевне ученой степени кандидата технических наук

На заседании диссертационного совета 31.1.007.01 при Государственном научном центре ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» (далее — Диссертационный совет), состоявшемся 27 мая 2026 г., была проведена публичная защита диссертации Ролдугиной Анны Сергеевны на тему «Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по научной специальности 2.6.1 — Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов. Настоящая апелляция основана на совокупности обстоятельств, свидетельствующих о том, что существенные замечания, относящиеся к достоверности и обоснованности выводов диссертации, не были полноценно разрешены в ходе научной дискуссии, заключение Диссертационного совета не содержит достаточного обоснования снятия указанных замечаний либо признания их не влияющими на итоговое решение, а процедура принятия решения требует дополнительной проверки.

106447-б
24.07.2026г

Так, соискателем Ролдугиной А. С. и Диссертационным советом при представлении к защите, в ходе защиты и при принятии решения были допущены следующие нарушения:

I. Нарушения процедуры принятия решения

II. Экспертное обеспечение защиты

III. Практические рекомендации и внедрение

IV. Неполное рассмотрение существенных научно-методических замечаний

I. Нарушения процедуры принятия решения

1. В соответствии с пунктом 49 Положения, утвержденного приказом Минобрнауки России от 10.11.2017 № 1093 «Положения о совете по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук», в тайном голосовании принимают участие только присутствующие на заседании члены диссертационного совета, которым счетная комиссия после окончания защиты диссертации выдает под роспись бюллетени. Указанным пунктом прямо установлено, что голосующий вычеркивает ненужное из графы «Результаты голосования» и опускает бюллетень в урну для тайного голосования.

В письме Минобрнауки России от 08.06.2018 № 13-3657 (Приложение 2) разъяснено, что передача бюллетеней через других членов диссертационного совета, в том числе членов счетной комиссии, недопустима, поскольку член диссертационного совета должен лично опустить бюллетень в урну для тайного голосования. В указанном письме также отмечено, что факт передачи бюллетеней для голосования через других членов совета служит основанием для отмены решения диссертационного совета; по основанию нарушения пункта 49 Положения в 2018 году было удовлетворено 5 апелляций.

Между тем на опубликованной аудиовидеозаписи заседания Диссертационного совета от 27.05.2026 зафиксированы следующие нарушения порядка тайного голосования (Приложение 3).

1) Бюллетень, ориентировочно 4-й по счету: *на отметке времени 04:17:24* Председатель Диссертационного совета Родионова И. Г. не опускает бюллетень в урну лично, а передает свой бюллетень члену счетной комиссии для помещения его в урну.

2) Бюллетень, ориентировочно 9-й по счету: *на отметке времени 04:19:09* член счетной комиссии показывает бланк ученому секретарю Холодному А.А., заполняет его, находясь рядом с другими членами счетной комиссии, после чего не опускает бюллетень в урну лично, а передает бюллетень члену счетной комиссии для помещения его в урну *(отметка времени 04:19:30*). Указанный эпизод требует оценки с точки зрения соблюдения тайного характера голосования, поскольку заполнение бюллетеня происходит не в условиях, исключающих визуальное восприятие волеизъявления другими лицами.

3) Бюллетень, ориентировочно 10-й по счету: *на отметке времени 04:19:40* лицо, входящее в состав счетной комиссии и участвующее в голосовании, открыто заполняет бюллетень в присутствии других членов счетной комиссии, после чего помещает его в урну. Указанный эпизод также требует оценки с точки зрения соблюдения тайного характера голосования.

4) В *период с 04:20:23 по 04:22:18* зона голосования была закрыта Шкатовым М.И. таким образом, что на видеозаписи не просматриваются урна, действия членов счетной комиссии и действия с бюллетенями. На *отметке времени 04:21:35* рядом со Шкатовым М.И. дополнительно встал Рязанов М.В., что еще более ограничило обзор происходящего в зоне голосования.

5) Бюллетень, ориентировочно 11-й по счету: *на отметке времени 04:23:06* последний голосующий член Диссертационного совета входит в зал, заполняет бюллетень рядом с членом счетной комиссии, передает заполненный бюллетень члену счетной комиссии для помещения его в урну (*отметка времени 04:23:26)* и только после этого расписывается за получение бюллетеня (*отметка времени 04:23:30)*. Данный порядок прямо противоречит пункту 49 Положения № 1093, согласно которому бюллетень выдается члену диссертационного совета счетной комиссией под роспись, после чего голосующий лично заполняет бюллетень и лично опускает его в урну.

Указанные эпизоды свидетельствуют не о технических неточностях, а о нарушении установленной процедуры тайного голосования. Передача заполненных бюллетеней членам счетной комиссии для помещения в урну противоречит личному характеру голосования и не соответствует порядку, согласно которому голосующий сам опускает бюллетень в урну.

Кроме того, закрытие обзора зоны голосования имеет самостоятельное значение с точки зрения пункта 22(4) Положения № 1093, согласно которому аудиовидеозапись должна в течение всего заседания Диссертационного совета фиксировать ход заседания. Тайное голосование является частью хода заседания, поскольку именно по его результатам принимается решение о присуждении ученой степени. Следовательно, аудиовидеозапись должна позволять проверить соблюдение процедуры голосования, включая действия с бюллетенями, урной и действия счетной комиссии.

В данном случае опубликованная аудиовидеозапись не позволяет непрерывно проверить процедуру голосования. При последовательном просмотре видеозаписи визуально фиксируется не более 11 эпизодов помещения бюллетеней в урну при заявленных 12 голосовавших членах Диссертационного совета. Возможное утверждение о том, что 12-й бюллетень был помещен в урну именно в период закрытия обзора камеры, не устраняет нарушение, а подтверждает невозможность проверить соблюдение процедуры по опубликованной аудиовидеозаписи. Такой эпизод должен быть подтвержден протоколом счетной комиссии, стенограммой, сведениями о выдаче бюллетеней и оригиналом аудиовидеозаписи заседания.

Особой проверки требует эпизод *на отметке времени 04:23:06*, поскольку член Диссертационного совета вошел в зал уже на стадии голосования. В связи с этим необходимо установить, учитывался ли данный член совета при определении кворума, присутствовал ли он на заседании в течение защиты, не подпадает ли его участие под ограничение пункта 49 Положения № 1093, согласно которому члены диссертационного совета, опоздавшие к началу защиты, ушедшие до ее окончания или временно отсутствовавшие на заседании, кроме времени объявленного технического перерыва, в определении кворума не учитываются и в тайном голосовании не участвуют.

Дополнительно до начала процедуры тайного голосования председатель Диссертационного совета Родионова И.Г. публично указала, что многие замечания, высказанные по диссертации, совпадали и являлись справедливыми, различаясь лишь степенью оценки их существенности (*отметка времени 04:11:10)*, однако одновременно заявила о своем намерении голосовать «за», мотивировав это собственной личной положительной оценкой работы (*отметка времени 04:11:27)*. Указанное обстоятельство в совокупности с последующей неоднократной передачей бюллетеней через членов счетной комиссии, закрытием обзора урны и неполной визуальной фиксацией помещения бюллетеней в урну имеет значение для оценки того, был ли обеспечен свободный, личный и тайный характер волеизъявления каждого члена Диссертационного совета.

Таким образом, процедура тайного голосования была проведена с нарушением установленного порядка: зафиксированы передача бюллетеней через членов счетной комиссии, заполнение бюллетеней рядом с членами счетной комиссии, помещение бюллетеней в урну не самими голосующими лицами, отсутствие лиц, участвующих в голосовании в период, не являющийся объявленным техническим перерывом, нарушение последовательности «выдача бюллетеня под роспись — голосование — помещение бюллетеня в урну», а также неполная аудиовидеофиксация процедуры голосования.

Указанные обстоятельства имеют самостоятельное значение для оценки действительности решения Диссертационного совета от 27.05.2026 № 3/26, поскольку именно результаты тайного голосования являются основанием для принятия решения о присуждении ученой степени. Данная позиция подтверждена практикой: в 2018 году по аналогичным основаниям было удовлетворено 5 апелляций, что отражено в письме Минобрнауки России от 08.06.2018 № 13-3657.

2. Существенное значение для проверки обстоятельств, изложенных в настоящей апелляции, имеют стенограмма заседания Диссертационного совета, оригинал аудиовидеозаписи заседания, протокол заседания, протокол счетной комиссии, сведения о присутствии членов Диссертационного совета, сведения о выдаче бюллетеней под роспись, а также иные материалы заседания, входящие в состав аттестационного дела.

В соответствии с пунктом 22(4) Положения № 1093 присутствие членов Диссертационного совета на заседании фиксируется в стенограмме и аудиовидеозаписи, а аудиовидеозапись должна в течение всего заседания фиксировать ход заседания Диссертационного совета, включая присутствие членов Диссертационного совета, оппонентов и выступления лиц, участвующих в заседании.

Заявителем направлялся запрос о предоставлении возможности ознакомиться со стенограммой заседания и материалами заседания Диссертационного совета от 27.05.2026 (*письмо в Диссертационный совет от 19.06.2026 г. и повторный запрос от 29.06.2026 г., Приложение 4 и Приложение 5*) Однако возможность ознакомиться со стенограммой и сопоставить ее с опубликованной аудиовидеозаписью заявителю предоставлена не была (*ответ Диссертационного совета от 08.07.2026 г №2852 – 10/10, Приложение 6*).

Данное обстоятельство имеет значение в связи с необходимостью проверки конкретных фактов, указанных в настоящей апелляции. В частности, стенограмма, протокол заседания, протокол счетной комиссии и оригинал аудиовидеозаписи необходимы для проверки следующих обстоятельств:

— были ли полно и точно отражены в стенограмме существенные научно-методические замечания, поставленные в ходе защиты;

— каким образом отражены ответы соискателя на замечания, в том числе ответы, содержащие ссылки на непредставленные в диссертации данные;

— была ли отражена просьба заявителя внести в протокол, что ответ на вопросы о валидации и верификации методик и применения метода Уиттакера не был получен;

— как отражены эпизоды прерывания уточняющих вопросов и переноса обсуждения в прения;

— зафиксировано ли присутствие членов Диссертационного совета в течение всего заседания, включая период после перерыва и стадию тайного голосования;

— каким образом отражено участие в голосовании члена Диссертационного совета, вошедшего в зал уже на стадии тайного голосования;

— соответствуют ли сведения стенограммы, явочного листа, протокола счетной комиссии и аудиовидеозаписи друг другу;

— подтверждается ли материалами заседания количество бюллетеней, изготовленных, выданных под роспись, погашенных, обнаруженных в урне, действительных и недействительных.

Опубликованная аудиовидеозапись не позволяет проверить указанные обстоятельства в полном объеме. После перерыва (*видеозапись защиты, отметка времени 1:38:07*) не все члены Диссертационного совета постоянно находятся в зоне видимости камеры; в период тайного голосования обзор урны и действий счетной комиссии был закрыт находящимися перед камерой лицами; отдельные эпизоды выдачи, заполнения и помещения бюллетеней в урну требуют сопоставления с протоколом счетной комиссии и сведениями о выдаче бюллетеней под роспись.

Особое значение имеет сопоставление стенограммы и заключения Диссертационного совета с аудиовидеозаписью заседания, поскольку в заключении указано, что *«соискатель ответила на задаваемые вопросы и привела собственную аргументацию.»* Заявитель не оспаривает сам факт устных ответов соискателя, однако указывает, что по ряду существенных вопросов ответы не содержали запрошенной информации, не устраняли поставленные замечания либо были основаны на непредставленных в диссертации данных, а попытки уточнить информацию прерывались Председателем совета Родионовой И. Г. со ссылкой на протокол заседания. Поэтому проверке подлежит не только факт произнесения ответов, но и то, были ли они рассмотрены Диссертационным советом по существу и признаны достаточными на основании мотивированной оценки.

При таких обстоятельствах стенограмма и материалы заседания имеют существенное значение для проверки соблюдения пунктов 22(4) и 49 Положения № 1093, а также пункта 30 Положения № 842, поскольку позволяют установить, была ли обеспечена полноценная фиксация хода заседания, присутствия членов Диссертационного совета, процедуры тайного голосования и содержания научной дискуссии.

В связи с этим при рассмотрении настоящей апелляции заявитель просит истребовать у Диссертационного совета и организации, на базе которой он создан, стенограмму заседания от 27.05.2026, оригинал аудиовидеозаписи, протокол заседания, протокол счетной комиссии, явочный лист, сведения о выдаче бюллетеней под роспись, сведения о количестве изготовленных, выданных, погашенных, обнаруженных в урне, действительных и недействительных бюллетеней, а также сопоставить указанные материалы с опубликованной аудиовидеозаписью по отметкам времени, приведенным в настоящей апелляции.

II. Экспертное обеспечение защиты

3. При принятии диссертации Ролдугиной А. С. к защите, Диссертационный совет 31.1.007.01 назначил одним из официальных оппонентов по диссертации доктора технических наук по специальности 05.02.01 «Материаловедение (машиностроение)», профессора Петрову Л. Г., которая, исходя из представленных ей сведений в согласии (*Приложение 7*), не является специалистом и не имеет самостоятельных значимых публикаций в сфере исследования диссертации – технология производства, структурообразование и текстурообразование анизотропной электротехнической стали. Работы Петровой Л. Г., представленные в согласии относятся к области химико-

термической обработки высоколегированных сталей (быстрорежущих, коррозионностойких аустенитных и др.), а единственная работа в области электротехнических сталей является учебным пособием, которое описывает не технологию производства и свойства электротехнических сталей, а общие понятия о металлах и сплавах, применяемых в электротехнике и электронике транспортных средств, а также их свойствах (проводники, полупроводники, диэлектрики и магнитные материалы) (*Приложение 8*). Указанный факт является нарушением пункта 22 раздела III Постановления Правительства РФ от 24.09.2013 №842 «О порядке присуждения ученых степеней» (вместе с «Положением о присуждении ученых степеней»).

4. При принятии диссертации Ролдугиной А.С. к защите Диссертационный совет 31.1.007.01 назначил ведущей организацией Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук» — ИСМАН.

Заявитель не ставит под сомнение научный статус указанной организации в целом. Вместе с тем из представленных сведений о ведущей организации не усматривается наличие у работников ИСМАН за последние пять лет публикаций (*Приложение 9*), непосредственно относящихся к сфере исследования диссертации Ролдугиной А.С., а именно к технологии производства, структурообразованию, текстурообразованию, первичной и вторичной рекристаллизации, ингибиторной фазе и сегрегационным эффектам олова в анизотропной электротехнической стали.

В сведениях о ведущей организации в качестве основных публикаций работников ИСМАН за последние пять лет приведены работы, относящиеся преимущественно к порошковым сплавам Fe–Cr–Co, магнитотвердым порошковым материалам, пористым металлам и сплавам, обработке порошков, биметаллическим соединениям, сварке взрывом, термической стабильности MAX-фазы Ti_2AlN, механическим и магнитным свойствам изотропных магнитотвердых сплавов (*Приложение 9*). Из представленного перечня не следует, что работники ведущей организации обладают подтвержденной публикациями компетенцией именно в области производства электротехнической стали, формирования текстуры Госса, EBSD-анализа текстуры электротехнических сталей, влияния олова на рекристаллизацию и сегрегационных механизмов в таких сталях.

Дополнительно обращает на себя внимание, что, согласно отзыву ведущей организации, диссертационная работа была заслушана и обсуждена на секции Ученого совета ИСМАН «Материалообразующие процессы горения и взрыва»; председателем секции указан В.И. Юхвид, рецензентом — ведущий научный сотрудник ИСМАН О.Л. Первухина (*Приложение 10*). Указанное обстоятельство в совокупности с представленным перечнем публикаций работников ведущей организации подтверждает необходимость проверки того, обеспечивала ли именно данная секция надлежащую экспертную оценку диссертации по существу ее темы: технологии производства электротехнической анизотропной стали, первичной и вторичной рекристаллизации, текстурообразования, ингибиторной фазы, EBSD-анализа и сегрегационных эффектов олова.

Предмет диссертации Ролдугиной А.С. является узкоспециализированным и связан не просто с общим материаловедением или магнитными свойствами материалов, а с конкретной технологической системой: электротехнической анизотропной сталью, стадиями ее производства, первичной и вторичной рекристаллизацией,

текстурообразованием, ингибиторной фазой и влиянием олова. Именно по этим вопросам в ходе защиты были поставлены существенные замечания.

В связи с этим вопрос о выборе ИСМАН в качестве ведущей организации должен оцениваться не формально, исходя из общего научного статуса организации, а применительно к конкретной диссертационной теме и тем методическим замечаниям, которые были поставлены в ходе защиты. При отсутствии в представленных сведениях подтвержденной публикациями профильной компетенции по ЭАС и при рассмотрении работы на секции, специализация которой по наименованию не совпадает с предметом диссертации, Диссертационный совет должен был обосновать, почему заключение данной ведущей организации признается достаточным для экспертной оценки достоверности и обоснованности выводов диссертации.

Следовательно, выбор ИСМАН в качестве ведущей организации требует проверки на соответствие требованиям пункта 24 Положения 842 в части обеспечения надлежащей экспертной оценки диссертации организацией, известной своими достижениями именно в соответствующей отрасли науки и способной дать заключение по существу заявленной темы.

III. Практические рекомендации и внедрение

5. В соответствии с пунктом 10 Положения 842 в диссертации, имеющей прикладной характер, должны приводиться сведения о практическом использовании полученных автором диссертации научных результатов, а в диссертации, имеющей теоретический характер, — рекомендации по использованию научных выводов. Тем же пунктом установлено, что предложенные автором диссертации решения должны быть аргументированы и оценены по сравнению с другими известными решениями.

Диссертация Ролдугиной А.С. по своему содержанию и заявленным результатам имеет выраженный прикладной характер, поскольку связана с технологией производства электротехнической анизотропной стали, внедрением метода «приобретенного» ингибитора, управлением структурой и текстурой, оптимизацией химического состава и улучшением магнитных свойств промышленной продукции. Следовательно, в диссертации должны быть приведены сведения о практическом использовании полученных научных результатов либо, как минимум, конкретные рекомендации по использованию научных выводов.

Между тем в ходе защиты на прямой вопрос члена Диссертационного совета о наличии документальных свидетельств внедрения — актов, патентов, ноу-хау, рекомендаций — соискатель ответила, что на данный момент результаты документально не оформлялись (*видеозапись защиты, отметка времени 41:08*). В частности, соискатель указала: «К сожалению, на данный момент мы не оформляли это документально», пояснив, что Исследовательский центр ПАО «НЛМК» работает по запросам промышленного производства, но «пока что не практикует» постоянное регистрирование результатов в виде актов, рабочих планов и иных документов (*видеозапись защиты, отметка времени 41:43*).

Таким образом, непосредственно в ходе защиты соискатель фактически подтвердила отсутствие документально оформленных сведений о внедрении, актов, патентов, ноу-хау, рабочих планов либо иных документов, подтверждающих практическое использование результатов диссертации.

Также в отзыве Руцкого Дмитрия Владимировича, заведующего кафедрой Технология материалов" ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет», кандидат технических наук, доцент есть пункт, что «п.8 заключения не указано на каком предприятии внедрены результаты работы и эффект от внедрения.» (*Приложение 11*). Диссертант согласилась с замечанием и указала, что работы проводились в рамках программы по разработке новых марок сталей ПАО «НЛМК», следовательно, площадкой внедрения является именно ПАО «НЛМК» (*видеозапись защиты, отметка времени 2:05:58*), но это не отменяет устного ответа, что документального сопровождения результаты исследований не получили.

При этом в заключении Диссертационного совета (*Приложение 12*) указано, что в диссертации «представлены предложения по дальнейшему совершенствованию технологии производства электротехнической анизотропной стали по методу “приобретенного” ингибитора», «доказана перспективность легирования оловом для внедрения метода “приобретенного” ингибитора», «введены рекомендации по оптимизации химического состава электротехнической анизотропной стали», а также указано, что «площадкой внедрения является именно ПАО “НЛМК”» *(Заключение диссертационного совета, стр. 30, Приложение 12).*

Указанные формулировки заключения Диссертационного совета не соответствуют ответу соискателя, данному на защите. Если документального оформления внедрения, актов, патентов, ноу-хау, рекомендаций или рабочих планов не имеется, то утверждение о наличии площадки внедрения и введенных рекомендаций требует документального подтверждения. Сам по себе факт выполнения работы в Исследовательском центре ПАО «НЛМК» и наличие производственных запросов не равнозначны сведениям о практическом использовании результатов диссертации в смысле пункта 10 Положения 842.

Кроме того, в диссертации отсутствуют конкретные предложения по оптимизации технологии производства и химического состава электротехнической анизотропной стали, позволяющие рассматривать их как практические рекомендации. Вывод о целесообразности «среднего содержания олова» сам по себе является научным выводом или общей технологической гипотезой, но не заменяет конкретной рекомендации, поскольку не содержит достаточной конкретизации химического состава, технологических режимов, условий применимости, ограничений, ожидаемого эффекта, критериев контроля и сравнения с другими известными технологическими решениями.

Следовательно, выводы диссертации не могут автоматически приравниваться к практическим рекомендациям. Для признания научных выводов рекомендациями по использованию результатов необходимо, чтобы они были сформулированы как применимые решения, аргументированы, сопоставлены с известными решениями и подтверждены сведениями о практическом использовании либо документально оформленной апробации. В рассматриваемом случае такие сведения и документы не представлены, а соискатель на защите прямо указала на отсутствие их оформления.

При таких обстоятельствах Диссертационный совет должен был оценить, соответствуют ли сведения о практической значимости, внедрении и рекомендациях требованиям пункта 10 Положения 842. Однако вместо такой оценки в заключении Диссертационного совета фактически воспроизведены расширительные формулировки о наличии предложений, рекомендаций и площадки внедрения, не подтвержденные ни материалами диссертации, ни ответом соискателя на защите.

В связи с этим заключение Диссертационного совета в части практической значимости, рекомендаций по оптимизации химического состава и сведений о внедрении не может быть признано надлежащим образом обоснованным.

IV. Неполное рассмотрение существенных научно-методических замечаний

6. В диссертации и в опубликованной статье *Ролдугиной 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 металловедение. — 2024. — Т. 125. — № 7. — С. 831–839 (Приложение 13)*, заявленной в качестве публикации по теме диссертации, приведены различные значения параметров кинетического уравнения КДМА. Так, в диссертации указаны $k\_A = 0{,}345 \pm 0{,}140$, $k\_B = 0{,}375 \pm 0{,}152$, тогда как в статье приведены $k\_A = 0{,}47 \pm 0{,}02$, $k\_B = 0{,}54 \pm 0{,}02$. Аналогично различаются значения параметра n: в диссертации $n\_A = 1{,}41 \pm 0{,}49$, $n\_B = 1{,}62 \pm 0{,}49$, в статье $n\_A = 1{,}39 \pm 0{,}35$, $n\_B = 1{,}54 \pm 0{,}37$. При этом относительная неопределенность параметра k в диссертации составляет около 40 %, тогда как в статье — около 4 %. Об этом расхождении было заявлено в отзывах *Никитушкина С.И. (стр. 2 – 3) (Приложение 14)* и *Щеренковой И.С. (п. 4, стр. 2) (Приложение 15)*.

На защите соискатель объяснила расхождение тем, что при работе над диссертацией была «улучшена точность статистического анализа» и приведены «уточненные значения». Однако данный ответ не объясняет, почему при заявленном улучшении статистического анализа неопределенность параметра k увеличилась примерно в 10 раз, какие именно исходные данные или алгоритмы обработки были изменены и каким образом это влияет на воспроизводимость кинетического анализа. Ссылка соискателя на сохранение «качественного» вида графиков и на визуальное наблюдение не устраняет проблему статистической значимости различий между сталями А и В. Высокие значения коэффициента корреляции/Пирсона могут характеризовать соответствие экспериментальных точек выбранной модели, но сами по себе не доказывают статистическую значимость различий параметров k и n между двумя сталями. При этом сама соискатель на защите указала на малое количество температурных точек и неоднородность процесса по толщине как причины высокой относительной ошибки параметра k (*видеозапись защиты, отметка времени 2:30:59*).

Следовательно, приведенный ответ не снимает вопрос о статистической достоверности вывода о более быстром протекании первичной рекристаллизации в стали В, поскольку в диссертации не приведены доверительные интервалы для экспериментальных точек, не выполнена проверка статистической значимости различий параметров k и n между сталями А и В и не раскрыто влияние изменения расчетной процедуры на опубликованные ранее значения коэффициентов.

При этом моя попытка уточнить данное расхождение непосредственно на защите также не привела к рассмотрению вопроса по существу. После ответа соискателя я попыталась уточнить, почему в диссертации и статье существенно различаются значения неопределенности расчетных параметров (*видеозапись защиты, отметка времени 2:32:45*). Однако данное уточнение было прервано председателем Диссертационного совета Родионовой И.Г. со ссылкой на порядок процедуры. В результате вопрос о причинах

резкого расхождения неопределенностей расчетных параметров и о влиянии этого расхождения на достоверность кинетического анализа не был рассмотрен по существу ни в ходе ответов соискателя, ни в ходе прений, ни в заключении Диссертационного совета.

Диссертационный совет, в свою очередь, не дал указанному расхождению самостоятельной оценки в заключении и не обосновал, почему при таких расхождениях и неопределенностях выводы о различии кинетики первичной рекристаллизации следует считать достоверными. Таким образом, Диссертационный совет ограничился принятием общего пояснения соискателя об «уточненных значениях» и «улучшении точности статистического анализа», не дав самостоятельной оценки тому, почему при заявленном улучшении анализа относительная неопределенность параметра k увеличилась примерно с 4 % до 40 %, какие исходные данные или алгоритмы обработки были изменены и сохраняется ли при таких неопределенностях статистически обоснованный вывод о различии скоростей первичной рекристаллизации сталей А и В.

Данное обстоятельство имеет значение для оценки соблюдения пунктов 11, 30 и 38 Положения 842. Поскольку указанная статья заявлена как публикация основных результатов диссертации, существенное расхождение численных параметров требует оценки не только с точки зрения достоверности и воспроизводимости расчетных выводов, но и с точки зрения того, содержит ли указанная публикация именно те основные научные результаты, которые представлены в диссертации. При отсутствии такой оценки невозможно установить, являются ли значения, приведенные в диссертации, уточнением опубликованных результатов, либо сведения о данной публикации как о работе, в которой изложены основные научные результаты диссертации, являются недостоверными или вводящими в заблуждение. Кроме того, указанный эпизод свидетельствует о том, что существенное замечание, относящееся к достоверности и воспроизводимости расчетных выводов диссертации, не было полноценно рассмотрено в ходе научной дискуссии, что не соответствует требованиям пункта 30 Положения 842.

7. В диссертации при пересчете неизотермического нагрева в эквивалентное изотермическое время по методу Уиттакера использовано значение энергии активации процесса статической рекристаллизации Q = 230 кДж/моль. Указанное значение не определялось соискателем экспериментально, что было фактически подтверждено в ответах соискателя на защите: энергия активации была принята по литературным данным для близких составов электротехнических сталей.

Сопоставление текста диссертации, статьи *Ролдугиной 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 металловедение. – 2024. – Т.125. – № 7– С. 831-839 (Приложение 13)* и статьи *Akta S., Richardson G.J., Sellars C.M. Hot Deformation and Recrystallization of 3% Silicon Steel Part 1: Microstructure, Flow stress and Recrystallization Characteristics // ISIJ International. 2005. V. 45. № 11. P. 1666–1675* (*Приложение 16*) показывает, что значение Q = 230 кДж/моль восходит именно к этой работе, где именно это значение указано как энергия активации статической рекристаллизации. Однако из текста статьи не следует, что именно из этой работы заимствовано значение Q = 230 кДж/моль как отдельный расчетный параметр. Авторами статьи указано, что энергия активации найдена непосредственно ими (стр. 1668 *«...which has been found in the present work to be 230 kJ mol^{-1}»*). В статье Ролдугиной А.С. работа *Akta et al.* приведена в списке

литературы как источник [16] и процитирована при указании на применение метода Уиттакера. Однако из текста статьи не следует, что именно из этой работы заимствовано значение энергии активации Q = 230 кДж/моль как отдельный расчетный параметр (*Приложение 13, стр. 834*). Непосредственно в тексте диссертации этот источник отсутствует. Там нет сведений, что расчетное значение Q = 230 кДж/моль заимствовано из работы *Akta et al.*; ссылка на собственную публикацию соискателя не раскрывает первичный источник отдельного чужого расчетного результата, использованного в методике (что было указано в *отзыве Никитушкина С. И, стр. 1 – 2, Приложение 14*). Наличие в диссертации ссылки на собственную статью Ролдугиной А.С., в списке литературы которой приведен источник *Akta et al.*без ссылки на него, само по себе не устраняет указанную проблему, поскольку пункт 14 «Постановления от 24 сентября 2013 г. N 842 о порядке присуждения ученых степеней» (далее – Положение 842) требует ссылки на автора и/или источник заимствования именно в диссертации. Иное толкование фактически допускало бы замену прямого указания источника заимствованного результата цепочкой вторичных ссылок, что не обеспечивает проверяемость происхождения использованного расчетного параметра в самой диссертации. Следовательно, в диссертации использован отдельный результат чужой научной работы без указания первичного источника его заимствования, что содержит признаки несоответствия пункту 14 Положения 842, согласно которому соискатель обязан ссылаться на автора и/или источник заимствования материалов или отдельных результатов.

Кроме того, указанный источник не устраняет методологическую проблему выбора Q = 230 кДж/моль. Ролдугина А. С. при ответах на это замечание (*отзыв Никитушкина С. И., стр. 1 – 2, отзыв Щеренковой И. С. стр. 2, п .3*) отвечала, что приняла эту величину *«...по литературным данным для близкого состава электротехнических сталей»* (*видеозапись защиты, отметка времени 3:14:03 и 2:26:43*). Но исследованные в работе *Akta et al.*(*Приложение 16, стр. 1667*) или *Rodriguez-Calvillo, P.* (*ссылка 81 в диссертации, Приложение 17, стр. 047605-2*) стали не являются Sn-содержащими составами, тогда как предметом диссертации заявлено влияние именно олова и его сегрегационных эффектов. При этом от выбранного значения Q напрямую зависит пересчет в эквивалентное время, а следовательно — параметры кинетического уравнения и выводы о различии скоростей первичной рекристаллизации исследуемых сталей А и В. Поэтому использование фиксированного значения Q без экспериментального определения для исследуемых составов и без проверки чувствительности расчета ставит под сомнение обоснованность применения данного расчетного параметра.

8. Данный довод относится к достоверности расчетных выводов диссертации, поднимался в ходе защиты, но не был рассмотрен Диссертационным советом по существу.

Применение метода Уиттакера в диссертации не сопровождается анализом условий его применимости к исследуемой системе. Между тем данный метод основан на предпосылке аддитивности термического воздействия и использовании энергии активации процесса при пересчете неизотермического нагрева в эквивалентное изотермическое время. В диссертации для обеих исследуемых сталей и для всего рассматриваемого температурного интервала использовано единое значение Q = 230 кДж/моль, при этом не приведено обоснование постоянства энергии активации для сталей А и В, различающихся по содержанию олова и хрома, а также не выполнена проверка чувствительности расчета к выбору Q.

Дополнительно следует отметить, что в диссертации указаны обстоятельства, требующие специального методического обоснования применения такого пересчета: неоднородность протекания процесса рекристаллизации по сечению образца, различие исследуемых сталей по содержанию олова и хрома, а также стадийный характер процесса первичной рекристаллизации. Кроме того, в тексте диссертации прямо не указана температура эквивалентного изотермического процесса, использованная при расчете t_eq; то, что указанная температура была принята равной 700 °C, было выяснено только из ответов соискателя на защите.

Указанный вопрос был прямо поставлен на защите. Мной был задан вопрос о том, какие методологические приемы были использованы для корректного применения метода Уиттакера и перевода неизотермического процесса в изотермическое описание с учетом ограничений данного метода и особенностей исследуемой системы (*видеозапись защиты, отметка времени 48:09*). Ответ соискателя сводился к утверждению, что в литературных источниках такой пересчет считается правомерным, что исследование "не подпадает ни под какие ограничения", а также к указанию на то, что, по утверждению соискателя, полученные результаты совпали с изотермическими экспериментами (*видеозапись защиты, отметка времени 49:50*). Однако в ответе не были раскрыты конкретные методологические приемы, обеспечивающие применимость метода Уиттакера к исследуемым Sn-содержащим сталям; не было приведено обоснование постоянства энергии активации для сталей А и В; не была показана проверка аддитивности процесса; не были названы критерии и количественные результаты сопоставления с изотермическими экспериментами. Следовательно, ответ соискателя не содержал анализа условий применимости метода, от которого зависят расчет *t_eq*, параметры кинетического уравнения и выводы о различии скоростей первичной рекристаллизации.

При моей попытке уточнить, что ограничения метода Уиттакера связаны, в частности, с соблюдением принципа аддитивности термического воздействия и постоянством энергии активации, обсуждение было прервано председателем Диссертационного совета Родионовой И.Г., которая предложила перенести дискуссию в прения (*видеозапись защиты, отметка времени 51:34*). Однако данный вопрос не был впоследствии рассмотрен по существу ни в ходе прений, ни в заключении Диссертационного совета таким образом, чтобы были проанализированы достоверность и обоснованность расчетных выводов, основанных на применении метода Уиттакера.

Таким образом, существенный методологический вопрос, от которого зависит корректность пересчета *t_eq*, параметры кинетического уравнения и выводы о различии скоростей первичной рекристаллизации сталей А и В, не получил полноценного рассмотрения в ходе научной дискуссии. Это свидетельствует о несоблюдении Диссертационным советом требований пункта 30 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного Постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842, согласно которому публичная защита диссертации должна носить характер научной дискуссии, а анализу должны подвергаться достоверность и обоснованность всех выводов и рекомендаций научного и практического характера, содержащихся в диссертации.

9. Обращает на себя внимание противоречивость объяснений соискателя относительно выбора исследованных составов и доказательности вывода о влиянии олова. В ответ на замечание официального оппонента Петровой Л.Г. (*Приложение 18, стр. 6*) соискатель указала, что выбранная терминология «среднее содержание олова» не была

обоснована, а отсутствие стали с минимальным содержанием олова и хрома объяснила фактическим отсутствием таких промышленных образцов в распоряжении (*видеозапись защиты, отметка времени 3:38:02*). В то же время при ответе на аналогичное замечание Щеренковой И. С. (*Приложение 15, п. 2., стр. 2*) соискатель утверждала, что отсутствие референтной стали без олова не делает вывод спекулятивным, а дизайн эксперимента является корректным для вывода о влиянии олова (*видеозапись защиты, отметка времени 2:18:47*).

Указанные ответы не согласуются между собой в части объяснения экспериментального дизайна и объема доказанных выводов. Если задача работы состояла в оценке комплексного эффекта реальных промышленных составов, то выводы должны формулироваться как выводы о сравнении этих составов. Если же выводы сформулированы как выводы о влиянии олова и его сегрегационных эффектов, то требуется обоснование разделения вклада олова от вклада хрома и иных факторов, а также обоснование терминологии «среднее содержание олова».

Ссылка соискателя на главу 6 диссертации также не устраняет указанное замечание. При ответе на замечание заявителя соискатель указала, что на стр. 120–121 главы 6 дополнительно исследована сталь А с тремя градациями содержания олова, включая 0 % Sn. Однако данные главы 6 представлены в ограниченном объеме, относятся к отдельному этапу исследования и не являются полноценной контрольной серией для основных выводов диссертации о влиянии олова на рекристаллизацию, текстуру и структуру. Они не заменяют сопоставимого исследования референтной стали в тех же условиях, в которых сравнивались стали А и В, и не позволяют разделить вклад Sn, Cr и иных факторов. Кроме того, данная ссылка требует оценки с учетом ответа соискателя на замечание официального оппонента Петровой Л.Г. (*Приложение 18, п. 1, стр. 6*), где отсутствие стали с минимальным содержанием олова и хрома было объяснено фактическим отсутствием таких промышленных образцов (*видеозапись защиты, отметка времени 3:38:01)*.

Диссертационный совет не дал самостоятельной оценки указанным противоречиям и не обосновал, каким образом при признанной необоснованности терминологии, отсутствии полноценной референтной серии в основных экспериментах и одновременном изменении содержания Sn и Cr вывод о предпочтительности «среднего содержания олова» может считаться достоверным и аргументированным. Это имеет значение для оценки соответствия диссертации требованиям пункта 10 Положения 842 о внутреннем единстве и аргументированности выдвигаемых положений.

Кроме того, при наличии таких противоречивых объяснений Диссертационный совет должен был дать самостоятельную оценку тому, какой именно научный результат подтвержден представленными данными: влияние олова как специально выделенного фактора либо интегральное различие двух промышленных составов. В заключении Диссертационного совета такая оценка отсутствует, что свидетельствует о неполном рассмотрении существенного замечания по существу в контексте пункта 30 Положения 842.

10. Неисследованность ингибиторной фазы и ссылка на непредставленные результаты

В нескольких отзывах на автореферат и диссертацию был поставлен вопрос об отсутствии количественной характеристики ингибиторной фазы. В отзыве Болобановой Н.Л. (*Приложение 19*) было указано, что без данных о размере, распределении и объемной

доле нитридов в сталях с разным содержанием олова невозможно исключить влияние изменения ингибирующей способности дисперсных частиц на наблюдаемое рекристаллизационное поведение. Аналогичные замечания были высказаны официальным оппонентом Петровой Л.Г., Щеренковой И.С. и Никитушкиным С.И. (*Приложения 18, 15 и 14 соответственно*)

Ответы соискателя на данные замечания не устраняют поставленную проблему. При ответе на отзыв Болобановой Н.Л. соискатель сослалась на то, что перед моделированием была проведена оценка дисперсной фазы и показано отсутствие статистической разницы между характеристиками дисперсной фазы p = 0,97 (*видеозапись защиты, отметка времени ответа 2:02:07*). Однако соответствующие результаты в диссертации, автореферате и заявленных публикациях не представлены. В материалах диссертации отсутствуют сведения о методике количественного анализа дисперсной фазы, числе исследованных частиц и полей, критериях сравнения, конкретных характеристиках, по которым рассчитывалось значение p, а также таблицы, изображения и статистическая обработка, позволяющие проверить указанное утверждение. Само по себе устно названное значение *p-value = 0,97* без раскрытия выборки, критерия сравнения и статистической мощности не доказывает тождественность состояния ингибиторной фазы в сталях A и B.

Более того, при ответе на замечание официального оппонента Петровой Л.Г. соискатель прямо указала, что результаты исследований дисперсной фазы в диссертации не показаны, а также сослалась на ведущиеся в лаборатории работы и текущие исследования частиц после азотирования (*видеозапись защиты, отметка времени ответа 3:39:24*). Следовательно, существенное замечание было снято ссылкой на данные, которые не представлены в диссертации и не могли быть проверены участниками публичной защиты.

Дополнительно ответы соискателя противоречивы в части роли ингибиторной фазы. При ответе на замечание Щеренковой И.С. соискатель указала, что ингибиторная фаза является фоновым фактором, а различия между сталями A и B обусловлены именно сегрегацией олова, поскольку состояние ингибиторной фазы рассматривается как неизменное при одинаковом содержании ингибиторообразующих элементов и одинаковой технологии (*видеозапись защиты, отметка времени ответа 2:23:14*). Однако при ответе на замечание Никитушкина С.И. соискатель указала, что олово может сегрегировать также на поверхности частиц ингибиторной фазы и стабилизировать ее, а эффекты влияния олова в работе не разделяются, поскольку таких исследований не проводилось (*видеозапись защиты, отметка времени ответа 3:16:52*).

Таким образом, в одних ответах ингибиторная фаза представлена как неизменный фоновый фактор, позволяющий выделить вклад олова, а в других признается, что олово может воздействовать на саму ингибиторную фазу, причем данный механизм в работе не отделен от иных эффектов. Это не снимает замечание о необходимости количественного исследования ингибиторной фазы, а напротив подтверждает, что без таких данных невозможно проверить заявленный механизм влияния олова на структуру, текстуру и вторичную рекристаллизацию.

Диссертационный совет в заключении также не разрешил указанное противоречие. В заключении Диссертационного совета одновременно указано, что различия в ингибиторной фазе между сталями A и B не могут быть определяющими, и что олово влияет на температуру вторичной рекристаллизации через сегрегацию на границах зерен и границах ингибиторной фазы, причем эти эффекты в работе не разделяются (*Заключение диссертационного совета, стр. 34, 37*). При таких обстоятельствах вывод о том, что

различия обусловлены именно сегрегационными эффектами олова, не получил необходимого обоснования.

Указанное имеет значение для оценки соответствия диссертации пункту 10 Положения 842 в части внутреннего единства и аргументированности выдвигаемых положений, а также пункту 30 Положения 842, поскольку существенные замечания, относящиеся к достоверности выводов, сделанных при отсутствии представленного количественного исследования ингибиторной фазы, и к обоснованности заявленного механизма влияния олова, были сняты ссылками на непредставленные данные и не получили самостоятельной оценки Диссертационного совета.

11. В диссертации соискатель указывает на разработку трех методик: методики оценки остроты текстуры, методики расчета магнитной индукции и методики визуализации доменной структуры, вынесенных в п.4 Научной новизны диссертационной работы. Поскольку указанные методики используются как самостоятельные результаты работы и как инструмент обоснования выводов диссертации, вопрос об их валидации и верификации имеет существенное значение для оценки достоверности полученных результатов.

На защите мной был прямо задан вопрос о том, каким образом проводились валидация и верификация указанных методик (*видеозапись защиты, отметка времени 49:16*). В ответ соискатель сослалась на то, что методика анализа остроты текстуры применяется в исследовательском центре, что с ее помощью продолжают исследовать образцы и получают “хорошие схождения с данными”; что методика расчета магнитной индукции и методика визуализации доменной структуры также применяются; что метод визуализации доменной структуры является качественным и позволяет быстрее получать изображение доменной структуры по сравнению со стандартной пробоподготовкой; а также что метод “недавно” показал хорошее схождение с магнитооптической микроскопией Керра (*видеозапись защиты, отметка времени 50:48*).

Однако данный ответ не содержит сведений о валидации и верификации методик в научно-методическом смысле. Соискателем не были указаны эталонные образцы, по которым проверялась методика оценки остроты текстуры; не раскрыто, каким образом учитывалось направление прокатки; не приведены критерии приемлемого расхождения с независимыми методами; не указаны число исследованных образцов, повторяемость и воспроизводимость результатов, погрешность или неопределенность измерений; не обозначены границы применимости качественного метода визуализации доменной структуры.

Ссылка на то, что методики “применяются” и являются “востребованными”, не является заменой их процедур валидации и верификации. Ссылка на “хорошее схождение” также не может быть признана достаточной без указания объектов сравнения, численных критериев схождения, объема выборки, статистической обработки и независимого метода, с которым проводилось сравнение. Кроме того, ссылка на недавно полученное схождение с магнитооптической микроскопией Керра не может рассматриваться как доказательство, представленное в диссертации, если соответствующие данные отсутствуют в тексте диссертации, автореферате и заявленных публикациях.

После ответа соискателя я прямо указала, что ответ на вопрос о валидации и верификации методик не был получен, поскольку соискатель не объяснила, каким образом получалась острота текстуры на эталонных образцах и как проводилось сопоставление с направлением прокатки (*видеозапись защиты, отметка времени 52:44*). Но при моей

попытке уточнить данный вопрос обсуждение было прервано председателем Диссертационного совета и предложено перенести дискуссию в прения (*видеозапись защиты, отметка времени 53:31*). Я просила занести в протокол, что ответ на вопрос о валидации и верификации методик не был получен (*видеозапись защиты, отметка времени 53:40*). Председатель диссертационного совета Родионова И. Г. указала, что после дискуссии "обсудим все эти моменты".

Однако в дальнейшем данный вопрос не был рассмотрен по существу ни в ходе прений, ни в заключении Диссертационного совета. В заключении Диссертационный совет ограничился указанием, что методика анализа остроты текстуры и методика вычисления магнитной индукции "показывают хорошее совпадение с экспериментальными значениями магнитной индукции", а методика визуализации доменной структуры "является качественной и используется для описания структуры доменов" (*Заключение диссертационного совета, стр. 35*). Данные формулировки не раскрывают, каким образом Диссертационный совет оценил наличие валидации и верификации трех заявленных методик, какие доказательства их корректности были приняты во внимание и почему устные ссылки соискателя на применение методик и "хорошее схождение" признаны достаточными. В заключении не указаны эталонные образцы, независимые методы сравнения, критерии приемлемого расхождения, объем выборки, повторяемость, воспроизводимость, погрешность или неопределенность результатов, а также границы применимости качественной методики визуализации доменной структуры.

Таким образом, существенный вопрос, относящийся к проверяемости, достоверности и обоснованности заявленных методик, не получил содержательного разрешения в ходе научной дискуссии. Это имеет значение для оценки соответствия диссертации пункту 10 Положения 842, поскольку предложенные автором диссертации решения должны быть аргументированы и оценены по сравнению с другими известными решениями, а также пункту 30 Положения 842, согласно которому публичная защита диссертации должна носить характер научной дискуссии, которая, по факту, была прервана, а анализу должны подвергаться достоверность и обоснованность всех выводов и рекомендаций научного и практического характера, содержащихся в диссертации.

12. В диссертации в качестве одного из результатов научной новизны заявлена методика вычисления магнитной индукции на основании параметров остроты текстуры. Данная методика включает использование предложенной соискателем формулы, учитывающей средневзвешенные значения углов отклонения от идеальной текстуры Госса и стандартные отклонения углов α и β.

Вместе с тем корректность указанной формулы вызывает существенные вопросы. В более ранней публикации по теме вторичной рекристаллизации (*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. – Т. 12. – С. 32-40.*) (*Приложение 20*) соискатель использовала для расчета магнитной индукции формулу из работы *Bernier, N. EBSD study of angular deviations from the Goss component in grain-oriented electrical steels /N. Bernier, E. Leunis, C. Furtado, T. Van De Putte, G. Ban // Micron. – 2013. – Vol. 54-55. – pp. 43 - 51* (*Приложение 21, стр. 47, 48 табл. 2*), при этом в статье указано, что расчет проводился с использованием значения магнитной индукции насыщения B_{max} = *1,99 Тл*, а относительные отклонения

расчетных и экспериментальных величин составили не более 0,5 % (*Приложение 20, стр. 37*).

При этом в работе *Bernier et al.* значение a_1 не является произвольно заменяемой константой для любой формулы, а представляет собой параметр, полученный в результате регрессионного анализа для конкретной модели. В *таблице 2 (стр. 48) Bernier et al.* (*Приложение 21*) для модели (8b) приведено $a_1 = 2{,}03$ Тл, $a_2 = 0{,}50$, $a_3 = 0{,}55$, тогда как значение $a_1 = 1{,}99$ Тл относится к другой модели — (8d), с иными коэффициентами $a_2 = 0{,}64$, $a_3 = 0{,}75$.

Следовательно, использование в более ранней статье значения 1,99 Тл вместе с коэффициентами $0{,}5\alpha + 0{,}55\beta$ требует самостоятельного методического объяснения. Указанное обстоятельство имеет значение, поскольку в диссертации для расчета магнитной индукции уже используется другое значение индукции насыщения — 2,03 Тл, а также вводится дополнительный эмпирический член $-0{,}27 \times \sigma_{\alpha,\beta}$. В статье *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. – Т. 2. – С. 41-48.* (*Приложение 22, стр. 44, формула 2а*) формула прямо записана через $Bs = 2{,}03$ Тл и стандартные отклонения углов α и β. При этом коэффициент 0,27 является эмпирически подобранным. Соискатель на защите фактически подтвердила эмпирический характер данного коэффициента и указала, что размерность *Тл/рад* в тексте диссертации явно не была указана, объяснив это технической ошибкой. Однако указанное объяснение не может быть признано достаточным, поскольку отсутствие размерности коэффициента 0,27 имеет место не только в тексте диссертации, но и в опубликованной статье 2025 года (*Приложение 22)*, где приведена та же формула $B = Bs - 0{,}27\sigma_{\alpha,\beta}$, однако размерность коэффициента 0,27 также не указана и физический смысл данного добавочного члена не раскрыт. В статье указано лишь, что формула учитывает стандартные отклонения углов α и β, но не поясняется, почему именно линейное вычитание величины $0{,}27\sigma_{\alpha,\beta}$ из индукции насыщения является физически корректным, в каких единицах должны подставляться углы и каким образом получено значение коэффициента 0,27. При таких обстоятельствах отсутствие размерности в диссертации и публикации не может рассматриваться как единичная техническая ошибка, как утверждала соискатель. Фактически размерность *Тл/рад* была названа только в устном ответе соискателя на защите после поступления отзывов (*отзыв Никитушкина С. И., стр. 4, отзыв Щеренковой И. С., п. 11 стр. 5*), в которых был поставлен вопрос о размерностной некорректности формулы. Это подтверждает, что на момент представления диссертации и публикации статьи методическое обоснование формулы было раскрыто неполно.

В заключении Диссертационного совета данный вопрос также не получил самостоятельной оценки. Совет воспроизвел позицию соискателя о том, что формула *Bernier et al.* является эмпирической, что в ходе исследования предложена формула с учетом СКО, что коэффициент 0,27 имеет размерность Тл/рад, а формула проверена на пяти образцах при коэффициенте Пирсона 93 % (*Заключение диссертационного совета, стр. 37, Приложение 12*). При этом Совет не оценил, достаточна ли проверка на пяти образцах для обоснования нового расчетного метода, не рассмотрел вопрос о различном использовании значений 1,99 Тл и 2,03 Тл для одного набора образцов, не проверил корректность переноса параметров из работы *Bernier et al.* и не объяснил, почему отсутствие размерности в тексте диссертации признано технической, а не методической ошибкой, хотя это было указано в двух отзывах.

Таким образом, замечание относилось не к частной арифметической ошибке, а к обоснованности заявленного научно-методического результата. Формула расчета магнитной индукции заявлена как элемент научной новизны (п. 4), однако ее физический смысл, размерность, выбор параметров, устойчивость и погрешность эмпирического коэффициента и проверка на независимых данных не были раскрыты в достаточной мере. Это имеет значение для оценки соответствия диссертации пункту 10 Положения 842 в части аргументированности предложенных решений, а также пункту 30 Положения 842, поскольку вопрос о достоверности и обоснованности данного вывода не был рассмотрен Диссертационным советом по существу.

В связи с изложенными обстоятельствами, свидетельствующими о нарушении либо неполном соблюдении требований пунктов 22(4), 49 Положения о совете по защите диссертаций, утвержденного приказом Минобрнауки России от 10.11.2017 № 1093, а также пунктов 10, 11, 14, 22, 24, 30, 32 и 38 Положения о присуждении ученых степеней, утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 № 842, прошу Министерство науки и высшего образования Российской Федерации:

1) Удовлетворить настоящую апелляцию и отменить решение диссертационного совета 31.1.007.01 при ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» от 27.05.2026 № 3/26 о присуждении Ролдугиной Анне Сергеевне ученой степени кандидата технических наук.

2) Истребовать у Диссертационного совета 31.1.007.01 и организации, на базе которой он создан, стенограмму заседания от 27.05.2026, оригинал аудиовидеозаписи заседания, протокол заседания, протокол счетной комиссии, явочный лист, сведения о выдаче бюллетеней под роспись, сведения о количестве изготовленных, выданных, погашенных, обнаруженных в урне, действительных и недействительных бюллетеней.

3) Дать правовую оценку соблюдению п. п. 46 – 51 Положения 1093 процедуры тайного голосования, включая передачу заполненных бюллетеней членам счетной комиссии для помещения в урну, помещение бюллетеней в урну не самими голосующими лицами, заполнение бюллетеней рядом с членами счетной комиссии, нарушение последовательности “выдача бюллетеня под роспись — голосование — помещение бюллетеня в урну”, участие в голосовании лица, вошедшего в зал на стадии тайного голосования, а также неполную аудиовидеофиксацию зоны голосования.

4) Дать отдельную оценку действиям председательствующей Родионовой И.Г. при ведении заседания и проведении тайного голосования, включая прерывание уточняющих вопросов заявителя по существу научно-методических замечаний, перенос обсуждения в прения без последующего содержательного рассмотрения соответствующих вопросов, а также передачу Родионовой И.Г. собственного бюллетеня члену счетной комиссии для помещения в урну вместо личного помещения бюллетеня в урну.

5) Проверить соблюдение пунктов 30 и 32 Положения № 842, в том числе установить, были ли существенные замечания, относящиеся к достоверности и обоснованности выводов диссертации, рассмотрены Диссертационным советом по существу и отражена ли в заключении Диссертационного совета оценка достоверности и обоснованности соответствующих выводов.

6) Проверить соблюдение пункта 14 Положения № 842 в связи с использованием в диссертации значения энергии активации Q = 230 кДж/моль без указания в тексте диссертации первичного источника происхождения данного расчетного параметра.

7) Проверить обоснованность выводов Диссертационного совета по вопросам применения метода Уиттакера, расхождения параметров КДМА в статье и диссертации, разделения вкладов Sn и Cr, неисследованности ингибиторной фазы, ссылок соискателя на непредставленные данные, валидации и верификации заявленных методик, а также корректности формулы расчета магнитной индукции.

8) Проверить соответствие назначения официального оппонента Петровой Л.Г. и ведущей организации ИСМАН требованиям пунктов 22 и 24 Положения № 842 с учетом предмета диссертации, поставленных на защите замечаний и необходимости профильной экспертной оценки по вопросам электротехнической анизотропной стали, рекристаллизации, текстурообразования, ингибиторной фазы и сегрегационных эффектов олова.

9) При установлении факта несоблюдения требований пункта 14 Положения № 842 прошу не ограничиваться отменой решения Диссертационного совета, а применить специальные последствия, предусмотренные пунктом 38 Положения № 842, поскольку указанная норма прямо связывает нарушение требований пункта 14 с невозможностью повторной защиты такой диссертации.

Приложения:

1. Почтовая квитанция о направлении копии апелляции в ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина» на 1 л.
2. Письмо Минобрнауки России от 08.06.2018 № 13-3657 «О правомочности заседания диссертационного совета» на 2 л.
3. Хронометраж процедуры голосования на 2 л.
4. Копия письма в Диссертационный совет от 19.06.2026 г с запросом об ознакомлении со стенограммой на 1 л.
5. Повторный запрос от 29.06.2026 г электронным письмом на 1 л.
6. Копия ответа Диссертационного совета от 08.07.2026 г №2852 – 10/10 на 1 л.
7. Копия сведений об официальном оппоненте Петровой Л. Г. на 4 л.
8. Копии фрагментов учебного пособия «Электротехническое материаловедение» под общей редакцией Л.Г. Петровой — титульный лист, выходные данные и аннотация/содержание, подтверждающие общий учебный характер издания, с. 2, 3, 156 - 158 оригинала на 5 л.
9. Копия сведений о ведущей организации ИСМАН на 3 л.
10. Копии фрагментов отзыва ведущей организации ИСМАН, подтверждающие рассмотрение диссертации на секции Ученого совета «Материалообразующие процессы горения и взрыва» и утверждение отзыва, с. 1, 8, 9 оригинала на 3 л.
11. Копия отзыва Руцкого Д.В., к.т.н, ВолгГТУ (29.04.2026) на 2 л.
12. Копии фрагментов заключения диссертационного совета от 27.05.2026 г. о присуждении Ролдугиной А. С. ученой степени кандидата технических наук, с. 1, 30, 34 – 37 оригинала на 6 л.
13. Копия статьи Ролдугиной 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 металловедение. — 2024. — Т. 125. — № 7. — С. 831–839 на 9 л.
14. Копия отзыва Никитушкина С. И. (23.05.2026) на 7 л.

15. Копия отзыва Щеренковой И. С. (22.05.2026) на 8 л.
16. Копии фрагментов статьи Akta S., Richardson G.J., Sellars C.M. Hot Deformation and Recrystallization of 3% Silicon Steel Part 1: Microstructure, Flow stress and Recrystallization Characteristics // ISIJ International. 2005. V. 45. № 11. P. 1666–1675, с. 1666 - 1668 оригинала на 3 л.
17. Копии фрагментов статьи Rodriguez-Calvillo, P. Influence of initial heating during final high temperature annealing on the offset of primary and secondary recrystallization in Cubearing grain oriented electrical steels /P. Rodriguez-Calvillo, E. Leunis, T. Van De Putte, S. Jacobs, O. Zacek, W. Saikaly // AIP Advances. – 2018. – Vol. 8. – №4. – pp.047605, с 047605 – 047605-4 на 4 л.
18. Копии фрагментов отзыва официального оппонента Петровой Л. Г. – с. 1, 6-9 оригинала на 5 л.
19. Копия отзыва от Болобановой Н.Л., д.т.н., ЧГУ (27.04.2026) на 2 л.
20. Копии фрагментов статьи 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. – Т. 12. – С. 32-40 – с. 32 – 37 оригинала, на 6 л.
21. Копии фрагментов статьи Bernier, N. EBSD study of angular deviations from the Goss component in grain-oriented electrical steels /N. Bernier, E. Leunis, C. Furtado, T. Van De Putte, G. Ban // Micron. – 2013. – Vol. 54-55. – pp. 43 - 51 - с. 43, 47,48 оригинала на 3 л.
22. Копии фрагментов статьи 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. – Т. 2. – С. 41-48. - с. 41 - 44 оригинала на 4 л.

Старший инженер,
Дирекции по исследованиям и разработкам
новых продуктов ПАО «НЛМК», к. т. н. Щеренкова Ирина Сергеевна

20.07.2026 г

Российская Федерация

Город Липецк Липецкая область

Двадцатого июля две тысячи двадцать шестого года

Я, Поляков Александр Владимирович, нотариус нотариального округа города Липецка Липецкой области, свидетельствую подлинность подписи Щеренковой Ирины Сергеевны.

Подпись сделана в моем присутствии.

Личность подписавшего документ установлена.

Зарегистрировано в реестре: № **48/32-н/48-2026-1-532**.

Уплачено за совершение нотариального действия: 1600 руб. 00 коп.

А.В.Поляков

Прошито, пронумеровано и скреплено печатью 20 (двадцать) листов.

А.В.Поляков

Компьютерная система "Экспресс"

Приложение 1

Отделение Почты
в вашем смартфоне

Касса № 398000.15 Квитанция № 285418
Отправление EMS
Отправитель: Щеренкова Ирина Сергеевна
РПО № EE089085455RU, шт.
1 X 0.00
=0.00_НДС 22%
ГНЦ ФГУП "ЦНИИ ЧЕРМЕТ ИМ.И.П.БАРДИНА"
Масса: 0,519 кг
Размер 1x31x28см
Плата за доставку EMS отправления, шт.
1 X 854.00
=854.00_НДС 22%
Адресат: ГНЦ ФГУП "ЦНИИ ЧЕРМЕТ ИМ.И.П. БАРДИНА"
Адрес адресата: 105005, Москва г., Радио ул., д. 23/9, стр. 1

ИТОГ **854.00**
БЕЗНАЛИЧНЫМИ 854.00
СУММА НДС 22% =154.00

Акционерное общество "Почта России"
398000 обл Липецкая, г Липецк, ул Зегеля, дом 2
МЕСТО РАСЧЕТОВ 398000
20.07.26 15:02 СЗНККТ:189766 ФД:2288
Кассир:Заместитель начальника отделения Болотова Ирина Юрьевна
КАССОВЫЙ ЧЕК ПРИХОД
СНО:ОСН
РН ККТ:0006974966062283
ФН:7380440903021150
ИНН:7724490000 ФП:2799435333

Приложение 2

Норматив законы, постановления, формы, разъяснения Найти

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПИСЬМО
от 8 июня 2018 г. N 13-3657
О ПРАВОМОЧНОСТИ ЗАСЕДАНИЯ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА

В связи с участившимися случаями отмены решений диссертационных советов вследствие нарушения советами процедуры проведения заседаний по защите диссертаций Департамент аттестации научных и научно-педагогических работников Минобрнауки России обращает внимание на следующее.

Порядок организации работы диссертационного совета и проведения заседания диссертационного совета при защите диссертации определен Положением о совете по защите диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук, утвержденного приказом Министерства образования и науки Российской Федерации от 10 ноября 2017 г. N 1093 (далее - Положение).

Вместе с тем, анализ поступающих аттестационных дел показывает, что при проведении заседаний по защите диссертаций диссертационными советами наиболее часто допускаются следующие ошибки:

- проведение заседаний в отсутствие кворума (неправомочные заседания);

- нарушение порядка проведения голосования.

1. В части определения правомочности заседания диссертационного совета (наличия кворума) следует руководствоваться требованиями пунктов 22, 35, 49 Положения. В соответствии с пунктом 22 заседание диссертационного совета считается правомочным, если в его работе принимают участие не менее двух третей списочного состава диссертационного совета, при этом округление дробных чисел до целых значений не предусмотрено.

Списочный состав диссертационного совета определяется приказом Минобрнауки России о создании диссертационного совета с учетом последующих частичных изменений в составе совета, внесенных соответствующими приказами Минобрнауки России. Соискатель ученой степени, защищающий диссертацию в диссертационном совете, членом которого он является, в списочном составе диссертационного совета на заседании диссертационного совета не учитывается.

Правомочность проведения заседания диссертационного совета определяется на основании явочного листа членов диссертационного совета. Сведения о присутствовавших на заседании членах диссертационного совета отражаются секретарем совета в электронном аттестационном деле соискателя ученой степени в Единой информационной системе на вкладке "Дополнительные сведения". Система контролирует наличие кворума, что позволяет исключить возможность представления в Департамент аттестационного дела с результатами защиты диссертации на заведомо неправомочном заседании диссертационного совета. Вместе с тем, наличие кворума к моменту начала заседания диссертационного совета является необходимым, но не достаточным условием правомочности заседания. В соответствии с требованием пункта 49 Положения члены диссертационного совета, опоздавшие к началу защиты диссертации, ушедшие до ее окончания или временно отсутствовавшие на заседании диссертационного совета, кроме времени объявленного технического перерыва, также не учитываются в определении кворума. Это требование не выполняется диссертационными советами, учитывающими в списочном составе опоздавших к началу заседания, временно отсутствовавших или покинувших заседание членов диссертационного совета, что является основанием для подачи апелляций на решения советов по вопросу присуждения ученых степеней.

Присутствие членов диссертационного совета на заседании фиксируется на аудиовидеозаписи заседания, которая изучается экспертным советом ВАК при рассмотрении апелляций и жалоб на процедурные нарушения, допущенные диссертационными советами при проведении защиты диссертаций. Требования к аудиовидеозаписи заседания диссертационного совета по защите диссертации установлены абзацем пятым пункта 36 Положения, в соответствии с которым аудиовидеозапись должна фиксировать в течение всего заседания диссертационного совета ход его заседания, в том числе присутствие членов диссертационного совета и оппонентов, участвующих в заседании, выступления на данном заседании соискателя ученой степени, оппонентов (включая оппонентов, участвующих в

заседании диссертационного совета в удаленном интерактивном режиме), членов диссертационного совета и других лиц, присутствующих на этом заседании.

При проведении защиты диссертации, тема которой охватывает несколько научных специальностей, не по всем из которых диссертационному совету предоставлено право проведения защиты диссертаций, в состав диссертационного совета на одно заседание вводятся дополнительные члены диссертационного совета (пункт 35 Положения). В этом случае численный состав диссертационного совета определяется с учетом введенных на одно заседание членов совета.

2. Порядок проведения тайного голосования на заседании по вопросу защиты диссертации определен пунктами 46 - 51 Положения.

Анализ апелляций и жалоб на решения диссертационных советов по вопросу присуждения ученых степеней, поступающих в Департамент, свидетельствует, что диссертационные советы нередко нарушают указанный порядок. Пунктом 49 Положения установлено, что члены диссертационного совета, опоздавшие к началу защиты диссертации, ушедшие до ее окончания или временно отсутствовавшие на заседании диссертационного совета, кроме времени объявленного технического перерыва, в тайном голосовании не участвуют. Результаты изучения материалов аттестационных дел, в том числе аудиовидеозаписей заседаний диссертационных советов, при рассмотрении апелляций свидетельствуют о том, что ученые секретари не контролируют соблюдение вышеуказанных требований, вследствие чего к тайному голосованию допускаются лица не имеющие на то права. При выявлении таких нарушений решение диссертационного совета отменяется.

Распространенным нарушением является также несоблюдение диссертационными советами требований абзаца четвертого пункта 49 Положения, согласно которому голосующий вычеркивает ненужное из графы "Результаты голосования" и опускает бюллетень в урну для тайного голосования. На практике нередко голосующие члены диссертационного совета, заполнив бюллетень передают его другим членам совета. В результате на аудиовидеозаписи фиксируется, как член диссертационного совета опускает в урну для голосования несколько бюллетеней. Такие факты также служат основанием для отмены решения диссертационного совета.

В 2018 году Минобрнауки России на основании рекомендаций ВАК удовлетворено 5 апелляций на решение диссертационных советов по вопросу присуждения ученой степени. Во всех пяти случаях выявлено нарушение советами требования пункта 49 Положения.

Заместитель
директора департамента
В.В. ГАЙДУК

Приложение 3.

Хронометраж проведения процедуры голосования

№ бюллетеня по визуальному наблюдению	Отметка времени	Лицо / статус	Что видно на записи	Соответствие п. 22(4) и п. 49 Положения № 1093
Опечатывание урны	**04:16:41**	**Члены счетной комиссии**	**Процедура опечатывания урны**	
1	04:16:55	Ученый секретарь диссертационного совета Холодный А. А.	опускает лично	нарушений визуально не установлено
2	04:17:03	Член диссертационного совета	опускает лично	нарушений визуально не установлено
3	04:17:10	Член диссертационного совета	опускает лично	нарушений визуально не установлено
4	04:17:24	Председатель диссертационного совета Родионова И. Г.	не опускает бюллетень лично, передает члену счетной комиссии для помещения в урну	не соответствует порядку личного помещения бюллетеня в урну
5	04:18:09	Член диссертационного совета	опускает лично	нарушений визуально не установлено
6	04:18:22	Член диссертационного совета	опускает лично	нарушений визуально не установлено
7	04:18:46	Член диссертационного совета	опускает лично	нарушений визуально не установлено
8	04:18:59	Член диссертационного совета	опускает лично	нарушений визуально не установлено
9	04:19:09	Член счетной комиссии, участвующий в голосовании, показывает бюллетень ученому секретарю диссертационного совета	заполнение рядом с членами счетной комиссии, передача бюллетеня	требует проверки соблюдения тайного и личного характера голосования
	04:19:30	Член счетной комиссии, участвующий в голосовании	заполнение рядом с членами счетной комиссии, передача бюллетеня	требует проверки соблюдения тайного и личного характера голосования, не соответствует порядку личного помещения бюллетеня в урну
10	04:19:40	член счетной комиссии, участвующий в голосовании	открыто заполняет бюллетень рядом с другими членами счетной комиссии	требует проверки тайного характера голосования, заполнение бюллетеня происходит открыто рядом с другими членами счетной комиссии

Приложение 3.

Хронометраж проведения процедуры голосования

—	04:20:23–04:22:18	Шкатов М. И. Рязанов М. В.	зона урны и действия счетной комиссии закрыты	невозможно проверить соблюдение процедуры согласно п. 22(4) и 49 Положения 1093
11	04:23:06	последний голосующий член совета	входит в зал на стадии голосования,	Член совета, участвующий в голосовании, отсутствовал в период, не являющийся объявленным техническим перерывом
	04:23:26		заполняет бюллетень рядом с членом счетной комиссии, передает бюллетень	не соответствует порядку личного помещения бюллетеня в урну
	04:23:30		расписывается за выдачу бюллетеня	нарушена последовательность “выдача под роспись — голосование — помещение в урну”
Вскрытие урны	04:24:09	Члены счетной комиссии		

Примечание. Хронометраж составлен заявителем по опубликованной аудиовидеозаписи заседания Диссертационного совета от 27.05.2026г., размещенной по адресу https://rutube.ru/video/da6f2fe80c710bedc1c811e20a92c045/

В случаях, когда Ф.И.О. лица не может быть достоверно установлено по опубликованной записи, лицо указано как «Член диссертационного совета» или «Член счетной комиссии» согласно выполняемой функции. Окончательная идентификация лиц, их статус в Диссертационном совете, право участия в голосовании и факт получения бюллетеней под роспись подлежат проверке по стенограмме, явочному листу, протоколу счетной комиссии, сведениям о выдаче бюллетеней и оригиналу аудиовидеозаписи.

Приложение 4

Диссертационный совет 31.1.007.01
при Государственном научном центре
ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»
ул. Радио, 23/ 9, г. Москва, 105005
Щеренковой Ирины Сергеевны
Адрес для направления ответа: 398070,
Г. Липецк, ул. Белянского А. Д, д14, кв. 76
e-mail: Shumdojdya@yandex.ru

Уважаемая Ирина Гавриловна!

Я, Щеренкова Ирина Сергеевна, являюсь автором отзыва на автореферат диссертации Ролдугиной Анны Сергеевны, защита которой состоялась 27 мая 2026 года.

В соответствии с принципами открытости процедуры защиты диссертации и на основании моего права как участника заседания на ознакомление с материалами, прошу Вас направить на указанный в данном запросе адрес заверенную копию протокола и стенограммы заседания диссертационного совета от 27 мая 2026 года.

В случае отсутствия технической возможности предоставить заверенную копию, прошу направить ее простым письмом или в электронном виде на указанный в данном запросе адрес электронной почты.

19.06.2026 г.

Щеренкова И.С.

Приложение 5

Запрос Щеренкова

Яндекс 360

29 июня 2026 г., 09:53
От кого: «Я Иришка» <shumdojdya@yandex.ru>
Кому: chermet@chermet.net

Добрый день!

20 июня 2026 года на ваш адрес заказным письмом был выслан запрос (во вложении). Согласно информации от Почты России, 23.06.2026 года он был вами получен. Но на данный момент нет ответа или какой-либо информации согласно запроса, представленного в письме.
Высылаю настоящим письмом повторный запрос (во вложении) и прошу предоставить информацию по адресам, указанным в письме.

С уважением,
Щеренкова И. С.

- Запрос_Щеренкова.pdf

Приложение 6

Министерство промышленности и торговли
Российской Федерации

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР

«Центральный научно-
исследовательский институт
черной металлургии
им. И.П. Бардина»

ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»

105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2
Тел.: +7 (495) 777-93-01; факс: +7 (495) 777-93-00
e-mail: chermet@chermet.net
www.chermet.net

«08» 07 2026 год №2852-10/10

на № от

Ответ на запрос документов
аттестационного дела диссертанта

Щеренковой И.С.

398070, г. Липецк, ул. Белянского А.Д.,
д. 14, кв. 76
e-mail: Shumdojdya@yandex.ru

Уважаемая Ирина Сергеевна!

В соответствии с принципами открытости процедуры защиты диссертации Вам была предоставлена возможность присутствовать на заседании диссертационного совета, задать все интересующие Вас вопросы и выступить в дискуссии. Все документы по аттестационному делу диссертации Ролдугиной А.С., доступные для ознакомления частным лицам, в соответствии с Положением ВАК РФ размещены на сайте диссертационного совета ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П.Бардина» 31.1.007.01 по ссылке https://chermet.net/learning/nauka/zashchita-dissertatsiy/roldugina/, а также на официальном сайте ВАК по ссылке https://vak.gisnauka.ru/adverts-list/advert-card/183341.

Председатель Диссертационного совета 31.1.007.01
при ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»,
докт. техн. наук И.Г. Родионова

Подпись Родионовой И.Г. подтверждаю

Ученый секретарь ФГУП «ЦНИИчермет
им. И.П. Бардина», канд. техн. наук Т.П. Москвина

Приложение 7

СВЕДЕНИЯ ОБ ОФИЦИАЛЬНОМ ОППОНЕНТЕ

по диссертационной работе Ролдугиной Анны Сергеевны на тему «Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова» представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

ФИО	Петрова Лариса Георгиевна
Ученая степень	Доктор технических наук
Научная специальность, по которой присуждена степень (шифр, название)	05.02.01 «Материаловедение (машиностроение)»
Ученое звание	Профессор
Основное место работы (полное и сокращенное наименование организации в соответствии с уставом), почтовый адрес	Полное наименование: Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждения высшего образования «Московский автомобильно-дорожный государственный технический университет (МАДИ)» Сокращенное наименование: ФГБОУ ВО «МАДИ» Почтовый адрес: 125319, Москва, Ленинградский проспект, 64
Структурное подразделение	Кафедра «Технологии конструкционных материалов»
Должность	Профессор
Почтовый адрес	123308, Москва, ул. Куусинена, д. 4а, кор. 3, кв. 392

оппонента	
Контактный телефон; адрес электронной почты	Телефон: 8 916 6047394 E-mail: petrova_madi@mail.ru
Список основных публикаций по теме диссертации соискателя в рецензируемых научных изданиях за последние 5 лет (не более 15 публикаций)	1. **Петрова, Л.Г.** Электротехническое материаловедение. Учебное пособие / Л.Г. Петрова, В.Д. Александров, П.Е. Дёмин, М.В. Морщилов // Москва. – 2025. 2. Belashova, I.S. Improvement of the quality of the diffusion layer in high-alloy steels after gas-cyclic nitriding processes / I.S. Belashova, **L.G. Petrova**, S.P. Bibikov // Steel in Translation. – 2025. – Vol. 55. – № 1. – pp. 27-31. 3. **Petrova, L.G.** Surface hardening of small-size high-speed steel drills by chemical heat treatment with the formation of tungsten nitrides / L.G. Petrova, V.M. Vdovin, A.S. Sergeeva, A.Yu. Malakhov // Russian Metallurgy (Metally). – 2025. – Vol. 2025. – № 5. – pp. 1090-1095. 4. **Petrova, L.G.** Structure of the modified layer in carbon steels after thermodiffusion zinc coating in an ammonia atmosphere / Petrova L.G., Kosachev A.V., Timofeeva G.Yu. // Russian Metallurgy (Metally). – 2025. – Vol. 2025. – № 5. – pp. 1027-1033. 5. Белашова, И.С. Особенности формирования структуры и свойств поверхностного слоя легированных сталей при стадийном азотировании для применения в условиях низких температур / И.С. Белашова, **Л.Г. Петрова**, М.А. Фролов // В книге: Динамические и технологические проблемы механики конструкций и сплошных сред. Материалы XXXI Международного

	симпозиума имени А.Г. Горшкова. – Москва. – 2025. – С. 29-31. 6. **Petrova, L.G.** Surface hardening of corrosion-resistant steels by ion nitriding in ammonia–argon mixture / L.G. Petrova, A.S. Sergeeva // Steel in Translation. – 2025. – Vol. 55. – № 1. – pp. 32-35. 7. **Petrova, L.G.** Effect of nitriding on structure and properties of 09Mn2Si steel with zinc coatingsL.G. Petrova, G.Yu. Timofeeva, A.V. Kosachev // Polymer Science, Series D. – 2025. – Vol. 18. – № 1. – pp. 229-233. 8. Патент на изобретение RU 2824791 C1. Способ высокотемпературного азотирования деталей из нержавеющих аустенитных сталей // **Л.Г. Петрова,** П.Е. Демин, А.А. Брежнев, А.С. Сергеева. № 2023120521. Заявл. 04.08.2023. Опубл. 13.08.2024. 9. Фролов, М.А. Влияние азотирования на микроструктуру и механические свойства среднеуглеродистой легированной стали / М.А. Фролов, **Л.Г. Петрова**, И.С. Белашова // В сборнике: Проблемы машиностроения: современные технологии обработки, материалы, машины, агрегаты. Сборник статей по материалам Всероссийской научно-практической конференции. – Махачкала – 2024. – С. 78-82. 10. **Petrova L.G.** High technologies in materials science: high-temperature through-thickness nitriding of heat-resistant steel / L.G. Petrova // Russian Metallurgy (Metally). – 2024. – Vol. 2024. – № 12. – pp. 1965-1973. 11. **Петрова, Л.Г.** Газоциклические процессы химико-термической обработки: регулирование строения

	азотированного слоя в железе и сталях / Л.Г. Петрова, И.С. Белашова // Наукоемкие технологии в машиностроении. – 2024. – Т. 7 – № 157. – С. 3-14.

Оппонент,
д.т.н., проф. Петрова Л.Г.

Подпись Петровой Л.Г. заверяю.

Проректор по научной работе
ФГБОУ ВО «Московский автомобильно-дорожный
государственный технический университет (МАДИ)» Г.С. Мазлумян

Приложение 8

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«МОСКОВСКИЙ АВТОМОБИЛЬНО-ДОРОЖНЫЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ (МАДИ)»

Институт автомобильной и специальной техники и инжиниринга

ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

УЧЕБНОЕ ПОСОБИЕ

Под общей редакцией д-ра техн. наук, проф. Л.Г. Петровой

МОСКВА
МАДИ
2025

УДК 620.179.112

ББК 34.41
П863

Рекомендовано в качестве учебного пособия
редакционно-издательским советом МАДИ

Авторы:
Л.Г. Петрова, В.Д. Александров, П.Е. Демин, Морщилов М.В.

Рецензенты:
д-р техн. наук, проф., кафедры «Перспективные материалы
и технологии аэрокосмического назначения» МАИ *И.С. Белашова;*
д-р техн. наук, проф. кафедры «ПРАДМ» МАДИ *В.И. Карагодин*

П863 Электротехническое материаловедение: учеб. пособие / Л.Г. Петрова, В.Д. Александров, П.Е. Демин, М.В. Морщилов; под общ. ред. Л. Г. Петровой. – М.: МАДИ, 2025. – 158 с.

В данном учебном пособии рассмотрены общие понятия о металлах и сплавах, применяемых в электротехнике и электронике транспортных средств, а также их свойствах. Проанализированы механические, физические и химические свойства основных классов материалов. Особое внимание уделено конструкционным материалам, относящимся к проводникам, полупроводникам, диэлектрикам и магнитным материалам.

Учебное пособие предназначено для студентов механических специальностей и слушателей курсов повышения квалификации, изучающих курс «Электротехническое материаловедение».

УДК 620.179.112
ББК 34.41

Учебное издание

ПЕТРОВА Лариса Георгиевна
АЛЕКСАНДРОВ Виктор Дмитриевич
ДЁМИН Петр Евгеньевич
МОРЩИЛОВ Максим Витальевич

ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Редактор И.А. Короткова

Редакционно-издательский отдел МАДИ. E-mail: rio.madi@mail.ru
Подписано в печать 29.09.2025 г. Формат 60×84/16.
Усл. печ. л. 10,0. Тираж 200 экз. Заказ .
МАДИ, 125319, Москва, Ленинградский пр-т, 64.

© МАДИ, 2025

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение 3

Глава 1. СТРОЕНИЕ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ 4
1.1. Атомно-кристаллическое строение металлов 4
1.2. Полиморфизм металлов 5
1.3. Дефекты кристаллического строения металлов 5
1.4. Кристаллизация металлов 7
1.4.1. Термодинамические условия кристаллизации 7
1.4.2. Кинетика процесса кристаллизации. Критический зародыш ... 8
1.4.3. Структура реальных металлов сплавов 9
Вопросы для самоконтроля 10

Глава 2. СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ 11
2.1. Механические свойства и их характеристики 11
2.2. Физические и химические свойства металлов 15
2.3. Структура и свойства металлов при деформации 15
2.4. Влияние нагрева на структуру и свойства деформированного металла 17
2.4.1. Возврат 18
2.4.2. Рекристаллизация 18
2.4.3. Холодная и горячая пластическая деформация 19
2.5. Технологические и эксплуатационные свойства сплавов 19
Вопросы для самоконтроля 20

Глава 3. КОНСТРУКЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА 22
3.1. Сплавы системы железо–углерод: стали и чугуны 22
3.1.1. Диаграмма состояния системы железо–цементит 22
3.1.2. Применение диаграммы состояния системы железо–цементит для назначения режимов термообработки стали 26
3.1.3. Структуры сталей после различных видов термообработки 27
3.1.4. Влияние примесей на свойства стали 29
3.2. Способы поверхностного упрочнения сталей 31
3.2.1. Поверхностная закалка стали с индукционным нагревом (закалка ТВЧ) 31
3.2.2 Цементация 32
3.2.3. Азотирование 33
3.3. Классификация сталей 34

3.4. Маркировка сталей 35
Вопросы для самоконтроля 36

Глава 4. ЭЛЕКТРОМЕХНИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ 37
4.1. Классификация материалов по применению 37
4.2. Основы зонной теории твердого тела 39
Вопросы для самоконтроля 43

Глава 5. ПРОВОДНИКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ 44
5.1. Материалы с высокой проводимостью 44
5.1.1. Проводниковая медь и ее сплавы 45
5.1.2. Проводниковый алюминий 51
5.1.3. Благородные металлы 53
5.1.4. Тугоплавкие металлы 56
5.1.5. Сверхпроводящие металлы и сплавы 60
5.2. Неметаллические проводники 64
5.2.1. Материалы на основе графита 64
5.3. Материалы для электрических контактов 65
5.3.1. Неподвижные контакты 65
5.3.2. Разрывные контакты 67
5.3.3. Скользящие контакты 68
5.4. Материалы высокого удельного сопротивления 70
Вопросы для самоконтроля 72

Глава 6. ПОЛУПРОВОДНИКОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ 73
6.1. Собственная проводимость полупроводников 74
6.2. Примесная проводимость полупроводников 76
6.3. Полупроводники 77
6.3.1. Простые полупроводники 78
6.3.2. Применение полупроводникового германия и кремния 80
6.3.3. Полупроводниковые химические соединения 81
Вопросы для самоконтроля 83

Глава 7. ДИЭЛЕКТРИКИ 84
7.1. Поляризация диэлектриков 85
7.1.1. Влияние температуры на поляризацию диэлектриков 87
7.1.2. Влияние напряженности электрического поля на поляризацию диэлектриков 88
7.2. Электропроводность диэлектриков 90
7.2.1. Пробой диэлектриков 90
7.3. Газообразные диэлектрики 91
7.3.1. Применение газообразных диэлектриков 93

7.4. Жидкие диэлектрики 94
7.4.1. Нефтяные масла 94
7.4.2. Синтетические жидкие диэлектрики 95
7.5. Твердые диэлектрики 96
7.5.1. Неорганические твердые диэлектрики 96
7.5.2. Органические твердые диэлектрики 101
Вопросы для самоконтроля 112

Глава 8. МАГНИТНЫЕ МАТЕРИАЛЫ 114
8.1. Классификация материалов по магнитным свойствам 115
8.2. Природа ферромагнетизма 117
8.3. Классификация магнитных материалов 121
8.3.1. Магнитомягкие материалы 122
8.3.2. Магнитотвердые материалы 131
8.3.3. Магнитные материалы специального назначения 135
Вопросы для самоконтроля 138

Глава 9. РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ 139
Вопросы для самоконтроля 140

Глава 10. ЭЛЕКТРООБОРУДОВАНИЕ АВТОМОБИЛЯ 141
10.1. Стартер 142
10.2. Генератор 146
10.3. Аккумулятор 149
10.4. Тяговые электродвигатели 151
Вопросы для самоконтроля 154
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ 155

Приложение 9

СВЕДЕНИЯ

о ведущей организации

по диссертационной работе Ролдугиной Анны Сергеевны

«Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова»

Полное наименование организации, сокращенное наименование организации	Место нахождения (страна, город)	Почтовый адрес (индекс, город, улица, дом), телефон (при наличии), адрес официального сайта в сети «Интернет» (при наличии)
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук», ИСМАН	Российская Федерация, г. Черноголовка	142432, Московская область, г. Черноголовка, улица академика Осипьяна, д. 8. Телефон: 8 (49652) 46376 E-mail: isman@ism.ac.ru Адрес официального сайта в сети «Интернет»: http://www.ism.ac.ru

Список основных публикаций работников ведущей организации за последние 5 лет, близких к теме диссертационной работы

1. Ustyukhin, A.S. Magnetic and mechanical properties of a cold-rolled isotropic Fe–30Cr–20Co–2Mo powder alloy / A.S. Ustyukhin, V.A. Zelensky, I.M. Milyaev, A.B. Ankudinov, M.I. Alymov, S. Ya. Betsofen, A.A. Ashmarin, A.S. Baikin // Russian Metallurgy (Metally). – 2025. – Vol. 2025. – №3. – pp. 616-622.
2. Устюхин, А.С. Сравнение характеристик магнитотвердых порошковых изотропных Fe-Cr-Co-сплавов, легированных титаном и гидридом титана/ А.С. Устюхин, В.А. Зеленский, И.М. Миляев, Д.Ю. Ковалев, В.С. Шустов, М.И. Алымов // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2025. – Т. 19. – № 2. – С. 5-14.
3. Патент на изобретение RU 2819948 C1. Способ получения ультратонких листов пористых металлов и сплавов. / Алымов М.И., Рубцов Н.М., Зеленский В.А., Анкудинов А.Б., Черныш В.И., Цветков Г.И., Кочетков Р.А., Боярченко О.Д. // № 2023116453 Заявл. 21.06.2023. Опубл. 28.05.2024.

4. Первухина, О.Л. Особенности структуры соединения в зоне ремонта сваркой взрывом дефектов сплошности биметаллических плит сталь-титан. / О.Л. Первухина, И.В. Денисов, Л.Б. Первухин // Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2024. – № 11 (294). – С. 18-24.
5. Волченко, Е.И Азотирование порошка железа в режиме СВС / Е.И. Волченко, Т.В. Баринова, Г.Р. Нигматуллина, М.И. Алымов // Металлы. – 2024. – № 4. – С. 35-40.
6. Устюхин, А.С. Магнитные и механические свойства холоднокатаного изотропного порошкового сплава Fe-30Cr-20Co-2Mo / А.С. Устюхин, В.А. Зеленский, И.М. Миляев, А.Б. Анкудинов, М.И. Алымов, С.Я. Бецофен, А.А. Ашмарин, А.С. Баикин // Деформация и разрушение материалов. – 2024. – № 10. – С. 19-25.
7. Ustyukhin, A.S. Synthesis and magnetic hysteresis properties of an aluminum-doped isotropic hard-magnetic Fe–Cr–Co powder alloy / A.S. Ustyukhin, V.A. Zelensky, I.M. Milyaev, M.I. Alymov, A.A. Ashmarin, A.B. Ankudinov, K.V. Sergienko // Inorganic Materials: Applied Research. – 2024. – Vol. 15. – № 2. – Pp. 480-488.
8. Патент на изобретение RU 2790847 C1. Способ термической обработки порошкового магнитотвёрдого сплава Fe-30Cr-16Co-0,5Sm / Миляев И.М., Юсупов В.С., Миляев А.И., Алымов М.И., Зеленский В.А., Лайшева Н.В. № 2022104988. Заявл. 25.02.2022. Опубл. 28.02.2023.
9. Галиев, Ф.Ф. Механические свойства композитных стержней, полученных горячей газовой экструзией смеси порошков никеля и алюминия в стальной оболочке / Ф.Ф. Галиев, И.В. Сайков, В.Д. Бербенцев, А.Е. Сычёв, Г.Р. Нигматулина, М.И. Алымов // Физика и химия обработки материалов. – 2023. – №4. – С. 65-73.
10. Chuev, I.I. Sample size dependence of high-temperature thermal stability of Ti2AlN MAX phase. / I.I. Chuev, D.Yu. Kovalev, S.A. Guda // Ceramics International – 2023.– Vol. 49. – №23 – Pp. 37912–37921.
11. Устюхин, А.С. Исследование магнитных гистерезисных свойств изотропных магнитотвердых сплавов системы Fe-Cr-Co, легированных вольфрамом. / А.С. Устюхин, В.А. Зеленский, И.М. Миляев, М.И. Алымов, Д.Ю. Ковалев, В.С. Шустов // Металлы – 2023. – № 4 – С.82-89.
12. Первухин, Л.Б. Структура и свойства соединений, полученных комбинированным методом прессования взрывом и пайки. / Л.Б. Первухин, Т.А. Шишкин, И.В. Денисов, О.Л. Первухина // Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2022. – № 11 (270). – С.29-37.
13. Зеленский, В.А. Свойства магнитотвердого порошкового сплава Fe - 30 Cr - 20 Co - Mo с повышенной пористостью / В.А. Зеленский, А.Б. Анкудинов, В.С. Шустов, А.С. Устюхин, М.И. Алымов, Н.П. Черезов // Физика и химия обработки

материалов. – 2022. – № 6. – С. 70-75.
14. Ноняк, Д.В. Влияние технологического цикла производства на изменение физико-механических характеристик биметалла со стыковым сварным соединением в плакирующем слое. / Д.В. Ноняк, И.В. Денисов, О.Л. Первухина // Заводская лаборатория. Диагностика материалов – 2021. – Т. 87. – № 7. – С. 59-66.

Ведущая организация подтверждает, что соискатель не является ее сотрудником и не имеет научных работ по теме диссертации, подготовленных на базе ведущей организации или в соавторстве с ее сотрудниками.

Директор ИСМАН,
д.т.н., профессор, чл.-корр. РАН
17.03.2026 г.

Алымов
Михаил Иванович

Приложение 6

«УТВЕРЖДАЮ»
Директор
Федерального государственного бюджетного
учреждения науки Института структурной
макрокинетики и проблем материаловедения
им. А.Г. Мержанова Российской академии наук
доктор технических наук, профессор,
член-корреспондент РАН

_____ М.И. Алымов
«30» апреля 2026 г.

ОТЗЫВ

ведущей организации – Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук» на диссертационную работу Ролдугиной Анны Сергеевны «Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 - Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Актуальность темы диссертационной работы

Снижение потерь при передаче электроэнергии является основной задачей в области развития магнитомягких материалов. Улучшение магнитных свойств электротехнической анизотропной стали, которая используется в сердечниках трансформаторов, позволит увеличить эффективность их работы за счет снижения потерь при перемагничивании. По этой причине актуальны металловедческие исследования, которые посвящены разработке новых марок данного класса стали с улучшенными свойствами.

Производство электротехнической анизотропной стали является сложным, наукоемким технологическим процессом, главным результатом которого должно быть получение в конечном продукте однонаправленной

доменной структуры, и в целом неясно, как была использована эта информация.

4) Исследование процессов первичной рекристаллизации, а также влияния высокоскоростного нагрева на текстуру первичной рекристаллизации проводилось на образцах ЭАС после холодной прокатки двух различных химических составов: сталь А с высоким содержанием олова и низким содержанием хрома и сталь В со средним содержанием олова и высоким содержанием хрома. Автором не представлено, влияет ли на процессы сегрегации олова изменение содержания хрома в стали.

5) В главе 6, п 6.2.2 «Влияние олова на протекание фазовых превращений в процессе химикотермической обработки» при описании строения зоны внутреннего окисления приповерхностных слоев в образцах ЭАС с различным содержанием олова не обозначены элементы структур на рис. 62 (диссертации) и рис. 8 (автореферата), что затрудняет их восприятие.

7) В заключении диссертации (стр. 141), в выводах 5 и 7 автор устанавливает одинаковый результат – оптимальным принимается состав стали со средним содержанием олова. Целесообразно было бы объединить эти выводы.

Тем не менее, отмеченные недостатки не ставят под сомнение научную новизну диссертационной работы и достоверность ее выводов.

Заключение

Диссертационная работа Ролдугиной Анны Сергеевны «Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова», представленная на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 - Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов, является завершенной научно-квалификационной работой. Поставленные перед исследованием цели достигнуты, полученные результаты вносят значимый вклад в развитие конкретной области металловедения и актуальны в контексте разработки технологии производства улучшенных марок электротехнических сталей.

Диссертационная работа соответствует требованиям к кандидатской диссертации, перечисленным в «Положения о присуждении учёных степеней» ВАК РФ от 24 сентября 2013 г. № 842 (в ред. от 25.01.2024 г.), а ее автор Ролдугина Анна Сергеевна заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 - Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки).

Работа заслушана и обсуждена на секции Ученого совета ИСМАН «Материалообразующие процессы горения и взрыва» (протокол № 8 от 14 апреля 2026 г.). Отзыв составлен на основании доклада, анализа диссертации, автореферата и публикаций Ролдугиной А.С.

Рецензент:
ведущий научный сотрудник ИСМАН
д.т.н. Ольга Леонидовна Первухина

Председатель секции Ученого совета ИСМАН,
главный научный сотрудник
лаборатории жидкофазных СВС-процессов
и литых материалов ИСМАН,
д.т.н., профессор Владимир Исаакович Юхвид

Подписи Первухиной О.Л. и Юхвида В.И. удостоверяю
Ученый секретарь ИСМАН, к.т.н. Е.В. Петров

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения
им. А.Г. Мержанова Российской академии наук (ИСМАН)
142432, Московская обл., г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, д. 8.
Тел.: 8 (49652) 46-376, Факс: 8 (49652) 46-222, E-mail: isman@ism.ac.ru

Приложение 11

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
"ВОЛГОГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ"
(ВолгГТУ)

Волгоград

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Ролдугиной Анны Сергеевны
«ВЛИЯНИЕ СЕГРЕГАЦИОННЫХ ЭФФЕКТОВ НА ФОРМИРОВАНИЕ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ И СТРУКТУРЫ НА РАЗЛИЧНЫХ ЭТАПАХ ПРОИЗВОДСТВА ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ АНИЗОТРОПНОЙ СТАЛИ С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ОЛОВА»
представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертационная работа Ролдугиной А.С. посвящена решению актуальной научно-практической задачи металловедения - управлению формированием кристаллографической текстуры и структуры электротехнической анизотропной стали (ЭАС) с целью повышения магнитной индукции. Особое внимание уделено влиянию олова как элемента, склонного к сегрегации на границах зёрен и фаз, на процессы первичной и вторичной рекристаллизации, морфологию оксидов в зоне внутреннего окисления, обезуглероживание и азотирование.

Исследование охватывает все ключевые технологические переделы производства ЭАС – от горячей прокатки до высокотемпературного отжига. Ролдугина А.С. выполнила большой объём экспериментов на промышленных и лабораторных образцах с различным содержанием легирующего элемента (олова), склонным к сегрегации на границах зерен.

Цель работы заключается в определении механизмов влияния сегрегации олова на формирование и эволюцию кристаллографической текстуры и структуры в процессе поэтапного производства электротехнической анизотропной стали. Все поставленные задачи соответствуют цели выполненной работы.

В работе определены кинетические параметры первичной рекристаллизации (уравнение Колмогорова–Джонсона–Мейла–Аврами) для сталей с различным содержанием олова. Выявлено влияние концентрации олова на текстуру ЭАС после рекристаллизационного отжига. Показано, что высокоскоростной нагрев перед химико-термической обработкой увеличивает долю текстуры Госса {110}<001>.

Автором разработана методика оценки остроты текстуры и предложена формула расчёта магнитной индукции B_{800}, дающая лучшее совпадение с экспериментом, чем известные аналоги. Впервые детально изучен механизм аномального роста «островковых» зёрен посторонних ориентировок при вторичной рекристаллизации; показана роль специальной границы Σ9 в аномальном росте ориентировки {112}<110>.

Установлено, что повышенное содержание олова уменьшает глубину зоны внутреннего окисления и затрудняет азотирование, однако может вызывать аустенизацию в приповерхностном слое, что негативно сказывается на будущем покрытии.

По материалам автореферата имеются следующие замечания:

1. В автореферате, автор не привел поэлементные фактические химические составы исследуемых в работе проб электротехнических анизотропных сталей (про сталь А и Б известны только пределы содержания Sn и Cr).

2. Сравнительное исследование выполнено на двух сталях, которые различаются содержанием олова и хрома (сталь А – высокое Sn 0,05 – 0,10 %, низкий Cr менее 0,05 %; сталь

В – среднее Sn менее 0,05 %, высокий Cr 0,10 – 0,15 %), что не позволяет однозначно разделить вклады олова и хрома в наблюдаемые структурные изменения.

3. Экспериментальная проверка предложенной формулы для расчёта B_{800} проведена лишь для двух составов. Для подтверждения её универсальности и точности необходима проверка на более широкой выборке промышленных плавок.

4. Утверждение о негативном влиянии аустенизации в приповерхностной зоне (до 500 нм) на качество покрытия сформулировано без прямых экспериментов по нанесению и испытанию покрытия; оно носит предположительный характер.

5. При анализе «островковых» зёрен не приведены количественные данные об их объёмной доле и статистической воспроизводимости, что затрудняет оценку практической значимости этого механизма.

6. В п.8 заключения не указано на каком предприятии внедрены результаты работы и эффект от внедрения.

Указанные замечания не носят принципиального характера и не снижают общей положительной оценки диссертационной работы.

В целом автореферат свидетельствует о том, что Ролдугина Анна Сергеевна выполнила научную работу, в которой решена актуальная задача снижения магнитных потерь при передаче электроэнергии в магнитомягких материалах, используемых в энергетическом комплексе.

Работа обладает научной новизной, теоретической и практической значимостью, а ее результат достаточно обоснованы и апробированы. По своему содержанию диссертация соответствует требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а ее автор, Ролдугина Анна Сергеевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Я, Руцкий Дмитрий Владимирович, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Заведующий кафедрой
«Технология материалов»
кандидат технических наук, доцент — Руцкий Дмитрий Владимирович

29.04.2026 г.

Руцкий Дмитрий Владимирович
400005, Россия, г. Волгоград, пр-кт. им. Ленина, 28
ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет»
кафедра «Технология материалов», заведующий кафедрой
специальность, по которой защищена диссертация:
05.16.02 – Металлургия черных, цветных и редких металлов
Тел. 8(8442)24-81-58, E-mail: drutskii@vstu.ru

Подпись Руцкого Д. В.
УДОСТОВЕРЯЮ 29 апреля 2026
Начальник общего отдела (подпись)

Приложение 12

ЗАКЛЮЧЕНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОГО СОВЕТА 31.1.007.01, СОЗДАННОГО НА БАЗЕ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯТИЯ «ЦЕНТРАЛЬНЫЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ ИМ. И.П. БАРДИНА», МИНИСТЕРСТВО ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ, ПО ДИССЕРТАЦИИ НА СОИСКАНИЕ УЧЕНОЙ СТЕПЕНИ КАНДИДАТА НАУК

аттестационное дело № _____

решение диссертационного совета от 27 мая 2026 года № 3/26

О присуждении Ролдугиной Анне Сергеевне, гражданке Российской Федерации, ученой степени кандидата технических наук.

Диссертация «Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова» по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов принята к защите 25 марта 2026 года (протокол заседания № 2/26) диссертационным советом 31.1.007.01, созданным на базе федерального государственного унитарного предприятия «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина», Министерство промышленности и торговли Российской Федерации, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 23/9, стр. 2, приказ о создании диссертационного совета № 673/нк от 18 ноября 2020 года.

Соискатель Ролдугина Анна Сергеевна, «29» марта 1998 года рождения.

В 2022 году соискатель окончила федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Липецкий государственный технический университет» с присвоением квалификации магистра по направлению подготовки 22.04.01 Материаловедение и технологии материалов, диплом КД № 104824 5982933. Ролдугина Анна Сергеевна является аспирантом очной формы 4 курса бюджетной основы обучения в федеральном государственном бюджетном

химического состава, в частности легирования оловом, на структурные свойства электротехнической анизотропной стали,

изучены особенности процесса первичной рекристаллизации электротехнической анизотропной стали с использованием изотермического и неизотермического моделирования данного процесса, механизм протекания вторичной рекристаллизации на основании данных физического моделирования высокотемпературного отжига, и, на основании этих экспериментов, факторы влияния содержания оловом на формирование кристаллографической текстуры, а также строение зоны внутреннего окисления, формирующейся в электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова,

проведена модернизация существующей математической модели, описывающей связь параметров текстуры электротехнической анизотропной стали после вторичной рекристаллизации с магнитной индукцией, а также модернизация известных методик по оценке остроты текстуры вторичной рекристаллизации.

Значение полученных соискателем результатов исследования для практики подтверждается тем, что:

разработаны и внедрены рекомендации по усовершенствованию химического состава и технологии производства электротехнической анизотропной стали по методу «приобретенного» ингибитора,

определены основные причины влияния легирования оловом на структуру и текстуру конечного проката электротехнической анизотропной стали, а также замедления процесса азотирования и наличия дефектов зоны внутреннего окисления в случае превышения оптимального содержания олова,

создана система практических рекомендаций, направленных на достижение благоприятной кристаллографической текстуры и структуры стали при первичной рекристаллизации, а также наиболее острой текстуры Госса в прокате за счет оптимизации химического состава и корректировки процессов технологической обработки,

представлены предложения по дальнейшему совершенствованию технологии производства электротехнической анизотропной стали по методу «приобретенного» ингибитора на основании установленного влияния скорости

исследовании выявлено, соединения какого рода хром образует в зоне внутреннего окисления. Тезис о преимущественном вкладе хрома именно в приповерхностные процессы служит в пользу оценки от легирования оловом независимо от вариации хрома. Преобладание зарубежных источников объясняется тем, что на данный момент метод «приобретенного» ингибитора адаптирован только на ПАО «НЛМК», а при выборе литературы был сделан акцент именно на тех работах, которые посвящены методу «приобретенного» ингибитора. Для обоих составов технология производства едина, а содержание основных ингибиторообразующих элементов поддерживалось в одном диапазоне. Поэтому различия в ингибиторной фазе между сталями А и В не могут быть определяющими по сравнению с различием в олове. Влияние ингибитора на вторичную рекристаллизацию косвенно оценено. Азотирование проводится при температуре 750-800°С в азотно-водородной атмосфере с добавками аммиака. Наличие фазы Cr_2MnO_4 было подтверждено двумя методами – ЭДС и методом расшифровки Фурье-преобразования от изображения атомной решетки в прямом разрешении. Двухслойное покрытие на конечном продукте состоит из грунтового слоя, который формируется в результате реакции оксида магния с оксидами зоны внутреннего окисления и верхнего слоя электроизоляционного покрытия. В диссертации подробно описан этот процесс и обосновано, что свойства зоны внутреннего окисления важны для успешного формирования грунта. Текстура деформации состоит из γ- и α-волокна; α'-волокно и компонента {111}<112> составляют классическую текстуру первичной рекристаллизации ОЦК-металлов, как указано в диссертации. В стали В наблюдаются зерна острого Госса наряду с зернами отклоненного Госса, а финальная магнитная индукция В800 1,86 Тл отражает успешное протекание вторичной рекристаллизации. В ходе работы были получены экспериментальные косвенные подтверждения роли специальных границ, а в дальнейших исследованиях подтверждено, что зернам Госса соответствуют специальные границы ∑9 и ∑19a. Разработанный в рамках диссертации метод электрополировки оказался применим не только для анализа остроты текстуры, но и для визуализации доменной структуры с помощью детектора FSD. В литературе предлагаются очень времязатратные методы пробоподготовки для анализа FSD, а

предложенный в работе метод позволяет подготовить образец за несколько минут. Методика анализа остроты текстуры, а также методика вычисления магнитной индукции на основании найденных параметров остроты текстуры показывают хорошее совпадение с экспериментальными значениями магнитной индукции, как упомянуто в диссертационном исследовании. Методика визуализации доменной структуры является качественной и используется для описания структуры доменов. Метод EBSD при исследовании первичной рекристаллизации позволяет анализировать текстуру, в отличие от оптической микроскопии, а при анализе вторичной рекристаллизации позволяет определить, какие именно зерна демонстрировали аномальный рост, в отличие от дифрактометрического метода, и дает большую точность, чем метод ямок травления. Критерии разбиения зёрен на размерные диапазоны – это до 3 микрометров, от 3 до 7 микрометров и от 7 микрометров для маленьких, средних и больших зерен соответственно. В работе сегрегация олова используется как наиболее вероятное объяснение, опирающееся на многочисленные литературные данные о склонности Sn к обогащению границ в ферритных сталях. Наблюдаемые эффекты качественно согласуются с механизмом влияния через границы зерен. Олово может затруднять зарождение определённых ориентировок, например, из-за сегрегации на субграницах и одновременно замедлять рост уже сформировавшихся зёрен за счёт сегрегации на высокоугловых границах. Механизмы не являются взаимоисключающими. Деформация стали на этапе холодной прокатки составляет около 90% для всех исследуемых образцов. На установке Gleeble из-за контактного нагрева возникает градиент температуры по сечению образца, что может приводить к росту зерен у поверхности и разнозернистости. Но этот эффект был одинаков для обеих сталей и для обоих режимов нагрева. Высокоскоростной нагрев проводился на одних и тех же образцах с одними и теми же артефактами микроструктуры, поэтому наблюдаемое увеличение доли зерен Госса при высокоскоростном нагреве не может быть объяснено артефактом. Этот вывод был подтвержден методом рентгеновской дифрактометрии – корректность его использования базируется на том, что что распределение текстурных компонент по сечению достаточно равномерное. Среднеквадратичное отклонение (СКО) отражает высокую разнозернистость.

Использование среднего арифметического размера зерна при высоком СКО может быть непрезентативным, поэтому в работе также показано средневзвешенное по площади значение размера зерна. На 103 странице речь идет о зёрнах, которые выросли уже на начальных этапах высокотемпературного отжига. Значение 0,8 мм было выбрано по результатам анализа гистограммы распределения зерен по размерам как граница между двумя распределениями различных типов. Объёмная доля островковых зёрен по площади в образце стали А составляет около 1,2%, а по количеству зёрен - 41%. В рамках исследования было проанализировано 68 таких зёрен. Метод Уиттакера позволяет привести неизотермический эксперимент к эквивалентному изотермическому времени при некоторой фиксированной температуре. После такого пересчёта зависимость рекристаллизованного материала от эквивалентного времени становится функцией, аналогичной изотермической, и к ней применим анализ Аврами с выделением стадий. Первый и второй этапы, выделенные при трехстадийном разделении процесса, соответствуют возникновению зародышей рекристаллизации и их росту в деформированной матрице, а третий этап отражает рост рекристаллизованных зерен не только за счет деформированной матрицы, но и путем поглощения соседних зерен – этот процесс наблюдается на картах EBSD. Энергия активации была принята 230 кДж/моль согласно литературным данным для близких по составу электротехнических стадий, чтобы сопоставлять кинетику и параметры КДМА между образцами при едином допущении. Высокая относительная ошибка коэффициентов уравнения связана с небольшим количеством температурных точек, а также с неоднородностью процессов по толщине. При работе над диссертацией была улучшена точность статистического анализа, на основании которого вычислили коэффициенты уравнения КДМА. В диссертации указаны уточнённые значения, но при этом значения коэффициентов не изменяются сильно. Качественно выводы и даже внешний вид графиков не изменяются. В более ранней статье по теме вторичной рекристаллизации была использована формула из Bernier et al., которая является формулой с эмпирически подобранными коэффициентами, потому что, как отмечается в диссертации, на данный момент известные формулы для вычислений магнитной индукции не дают хорошего совпадения с

экспериментальными значениями. В ходе исследований предложена формула, которая учитывает вклад СКО от средневзвешенных значений угла. В формуле используется СКО, поскольку разориентировка отклонения угла от нулевого положения является линейной величиной. Коэффициент 0,27 является эмпирически подобранным и имеет размерность Тл/рад. Формула для расчета магнитной индукции на основании параметров остроты текстуры была проверена в диссертации в пяти образцах, коэффициент Пирсона - 93%, однако формула продолжает применяться в дальнейшей работе и показывает хорошее совпадение с экспериментальными данными. Термин «первичная рекристаллизация» использовался для описания всего процесса, потому что вплоть до температур 740˚С в структуре остается небольшая доля непоглощенных деформированных волокон. Однако при этом на картах EBSD видно, что в рекристаллизованных областях уже начинается преимущественный рост зерен, и некоторые зерна достигают размера в несколько раз больше, чем средний размер рекристаллизованных зерен, вследствие поглощения соседних зерен – для описания этого процесса был использован термин «собирательная рекристаллизация». В тексте диссертации действительно не приведены оценки погрешностей для ряда экспериментальных величин. В частности, доверительный интервал углов разориентировки при определении остроты текстуры составляет 0,13˚. Все работы выполнялись в рамках Исследовательского центра ПАО «НЛМК» в соответствии с программой по разработке новых марок с высокой индукцией. Площадкой внедрения является именно ПАО «НЛМК». В докладе приведены сравнительные схемы обработки с различными методами образования ингибитора. Часть материалов была опущена в автореферате из-за сжатого формата. В тексте диссертации уточняется, что явление аустенизации рассматривается как гипотеза, а отслоение части металла в зоне внутреннего окисления может препятствовать реакции оксида магния с оксидами в этой зоне. Гипотеза интенсивного нормального роста зёрен объясняется неоптимальной температурой вторичной рекристаллизации. Олово влияет на температуру вторичной рекристаллизации путём и сегрегации на границах зёрен, и сегрегации на границах ингибиторной фазы, поэтому мы не разделяем эти эффекты, а исследуем процесс комплексно.

Приложение 13

ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ, 2024, том 125, № 7, с. 831–839

СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 620.186.5

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ПРОЦЕССА ПЕРВИЧНОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ВЫСОКОПРОНИЦАЕМОЙ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ АНИЗОТРОПНОЙ СТАЛИ С ДОПОЛНИТЕЛЬНЫМИ ЛЕГИРУЮЩИМИ ДОБАВКАМИ

© 2024 г. А. С. Ролдугина[a, *], М. В. Рязанов[a], В. И. Парахин[b]

[a]*ПАО НЛМК, пл. Металлургов, 2, Липецк, 398005 Россия*

[b]*ГНЦ ФГУП "ЦНИИчермет им. И.П. Бардина", ул. Радио, 23/9, Москва, 105005 Россия*

**e-mail: rolduginaas@gmail.com*

Поступила в редакцию 24.10.2023 г.
После доработки 14.03.2024 г.
Принята к публикации 17.03.2024 г.

Данное исследование посвящено вопросу влияния легирования высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали оловом и хромом на кинетику процесса первичной рекристаллизации. Было проведено физическое моделирование на сильнодеформированных образцах сплавов различного химического состава. Полученные уравнения кинетики рекристаллизации для сплавов с различным содержанием олова и хрома показывают, что в стали с повышенным содержанием олова и пониженным содержанием хрома наблюдается замедление процесса рекристаллизации. Анализ текстуры на различных этапах рекристаллизации позволяет сделать вывод, что формирование текстуры идет преимущественно по пути ориентированного роста.

Ключевые слова: высокопроницаемая анизотропная сталь, первичная рекристаллизация, легирование оловом

DOI: 10.31857/S0015323024070061, **EDN:** JRJDXZ

ИБИС ИНФОРМАЦИОННЫЕ УСЛУГИ

ВВЕДЕНИЕ

Высокопроницаемая электротехническая анизотропная сталь (ЭАС) является современным и перспективным материалом для использования в сердечниках трансформаторов. Она превосходит по свойствам ЭАС, произведенные по классической технологии, но является более сложным с точки зрения технологии материалом. Основными отличиями от классической технологии являются низкотемпературный нагрев слябов перед горячей прокаткой и проведение химико-термической обработки (ХТО) после однократной холодной прокатки с целью получения "приобретенного ингибитора" [1]. ХТО включает в себя обезуглероживание и последующее азотирование.

Известно, что высокие магнитные свойства ЭАС обеспечиваются в первую очередь совершенством кристаллографической текстуры (текстура Госса), полученной в результате аномального роста зерен при вторичной рекристаллизации (ВР) в процессе окончательного высокотемпературного отжига (ВТО). Микроструктура и текстура первичной рекристаллизации (ПР), которая формируется на этапе обезуглероживания и азотирования холоднокатаного проката, оказывают значительное влияние на процесс вторичной рекристаллизации и магнитные свойства ЭАС.

Известны определенные закономерности [2], позволяющие делать выводы о том, какие характеристики структуры после первичной рекристаллизации являются благоприятными для успешного протекания процесса ВР и формирования совершенной кристаллографической текстуры. Одним из способов контролировать протекание процесса ПР является легирование стали элементами, склонными к сегрегации на границах зерен (олово, сурьма), и элементами, образующими ингибиторную фазу (в частности, алюминий).

В работе [3] сделаны следующие наблюдения о роли олова в формировании структуры ЭАС: добавление олова приводит к снижению размера зерна после завершения первичной рекристаллизации и к повышению интенсивности текстурной компоненты {110}. Также олово повышает

температуру начала первичной рекристаллизации. Подобный эффект можно объяснить тем, что сегрегация олова на границах зерен "тормозит" процесс рекристаллизации. В работе [4] показано влияние добавления олова на текстуру изотропной электротехнической стали: в сплаве с оловом основной текстурной компонентой по мере роста зерен становится компонента {411}<148>, в то время как в стали без олова главной компонентой является {111}<112>, которая изначально доминирует в обоих сплавах на ранних этапах первичной рекристаллизации. Авторами предлагается следующее объяснение: границы зерен с ориентировкой {111}<112> менее мобильны, чем границы зерен с ориентировкой {411}<148>. Сегрегация олова на границах зерен приводит к торможению движения границ, причем эффект торможения проявляется интенсивнее для границ с меньшей мобильностью.

В работе [5] было исследовано влияние добавления хрома в высокопроницаемую ЭАС на процесс первичной рекристаллизации: на формирование микроструктуры и эволюцию текстурных компонент. Авторы сопоставили характеристики процесса первичной рекристаллизации для стали без хрома и стали с 0.13 мас.% хрома (содержание остальных легирующих элементов одинаково). В состоянии после обезуглероживания и азотирования в образце холоднокатаной стали с хромом размер зерен и разница в размере зерен между поверхностью и центром меньше, чем в образце стали без хрома. В образце прокатанной стали без хрома наблюдается значительный рост зерен в центральной части, что оказывает неблагоприятный эффект на протекание ВР: наличие крупных зерен в структуре после первичной рекристаллизации препятствует аномальному росту зерен Госса при ВТО и ухудшает итоговую текстуру. Анализ кристаллографической текстуры образцов после обезуглероживания и азотирования показал, что в образцах стали с хромом значительно интенсивнее компонента {111}<112> , благоприятная для роста зерен Госса. Авторы объясняют это тем, что образование дополнительных хромсодержащих ингибиторов тормозит движение границ зерен, и границы с повышенной мобильностью (например, границы зерен {111}<112>) получают относительное преимущество. Также в образце стали с хромом меньше интенсивность текстурных компонент {001}<110> и {112}<110>, которые не способствуют росту зерен Госса.

Таким образом, из приведенных литературных данных видно, что добавление олова и хрома оказывает сходный эффект на протекание процесса первичной рекристаллизации: торможение процесса рекристаллизации, уменьшение размера зерен по завершению первичной рекристаллизации.

Большинство исследований, затрагивающих моделирование процесса ПР в ЭАС, посвящены эволюции текстурных компонент и механизмам формирования текстуры Госса (оценка теорий специальных границ, высокоэнергетических границ). Так, в работах [6, 7] моделирование процесса первичной рекристаллизации показало, что по количеству специальных границ зерна Госса не имеют значительного преимущества перед зернами других ориентировок, но они превосходят другие зерна по количеству границ с разориентировкой 20°–45°. Помимо исследования непосредственно зерен Госса, при изучении процесса ПР может быть проведено исследование развития текстурных компонент, которые считаются благоприятными для формирования текстуры Госса в процессе вторичной рекристаллизации [8, 9]. В работе [10] поясняется, что к таким ориентировкам относятся {111}<112> и {411}<148>. Причиной положительного эффекта этих ориентировок считается их отношение к зернам Госса, когда аномально растущие зерна в последнюю очередь поглощают кристаллиты, имеющие с ними специальные границы [11].

Известно исследование [7], авторы которого изучали процесс рекристаллизации в ЭАС. Как показано в работе, основными областями зарождения рекристаллизованных зерен являются либо полосы сдвига, либо границы деформированных зерен. По мнению авторов, в случае ЭАС росту зародышей, сформировавшихся на границах зерен, препятствует наличие ингибиторов, поэтому в рекристаллизованные зерна развиваются зародыши, образовавшиеся на полосах сдвига. По результатам исследования главными этапами развития рекристаллизации были образование и рост зародышей на полосах сдвига в зернах с ориентировкой {111}<110> и {111}<112>, поскольку эти зерна обладают повышенной энергией деформации в сравнении с зернами других ориентировок. Именно эти текстурные компоненты превалируют в текстуре рекристаллизованного материала на всех этапах процесса.

Перечисленные исследования направлены прежде всего на анализ формирования текстуры. Что касается, именно кинетики рекристаллизации, то она реже становится объектом исследований. Для ЭАС известно исследование [12], авторы которого оценивали кинетику первичной рекристаллизации материала с повышенным содержанием меди. При этом, основной целью работы было получение информации о вторичной рекристаллизации, поэтому нагрев для эксперимента проводился со скоростью, сопоставимой со скоростью нагрева в процессе ВТО: 30°С/ч или 100°С/ч.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ УСЛУГИ

Настоящая работа посвящена вопросу о влиянии легирования оловом и хромом на процесс первичной рекристаллизации в электротехнической анизотропной стали. Настоящее исследование интересно не только анализом влияния олова и хрома на процесс ПР, но и подробным изучением кинетики ПР и процесса формирования текстуры.

МЕТОДЫ И МАТЕРИАЛЫ

Исходным материалом для моделирования процесса первичной рекристаллизации послужили образцы холоднокатаной электротехнической анизотропной стали с содержанием кремния 3.1–3.2 мас.%, углерода — 0.04–0.06 мас.%. При холодной прокатке степень деформации составила ~90%. Рассмотрены два химических состава: сталь А с высоким содержанием олова (0.08–0.10% мас.) и низким содержанием хрома (<0.05% мас.) и сталь В с низким содержанием олова (0.03–0.05% мас.) и высоким содержанием хрома (0.10–0.15% мас.). С помощью деформационно-закалочного дилатометра TA Instruments DIL 805A/D образцы были нагреты со скоростью 30°С/с до температур 650, 660, 670, 680, 690, 700, 720, 740°С и охлаждены с максимальной скоростью потоком гелия до температуры 20°С. Подобный режим имитирует режим нагрева холоднокатаных образцов ЭАС перед обезуглероживанием в процессе ХТО.

Затем образцы были отшлифованы и отполированы в поперечной плоскости в долевом относительно прокатки направлении. Исследование методом дифракции обратноотраженных электронов (EBSD) проводили после термического воздействия. EBSD-анализ проводили на сканирующем электронном микроскопе ThermoScientific Scios2 с помощью приставки для дифракции обратноотраженных электронов Bruker XFlash. Карты EBSD снимали с 1/10, 1/4 и 1/2 глубины поперечного сечения образцов с шагом сканирования 0.075 мкм. Для оценки доли рекристаллизованной структуры данные трех карт, снятых на каждой глубине, усредняли. Оценку доли рекристаллизованных зерен проводили по критерию разброса разориентировки внутри зерна (который не превышает 2° для рекристаллизованных зерен).

3. РЕЗУЛЬТАТЫ

3.1. Экспериментальные результаты

Из визуального анализа ориентационных EBSD-карт в цветах обратной полюсной фигуры (рис. 1) можно сделать следующие наблюдения о протекании процесса рекристаллизации для стали состава А и В:

1) При температурах, с которых начинался анализ (650, 660°С), видно, что процесс рекристаллизации протекает негомогенно по объему материала: между областями, состоящими из крупных деформированных зерен с предположительно более низкой энергией деформации, располагаются области, представляющие собой зерна с более высокой энергией деформации, где в результате процесса полигонизации образовались субзерна, часть которых впоследствии становится зародышами рекристаллизации. Данное наблюдение совпадает с результатами, полученными в работе [13]: рекристаллизация начинается в областях с высокой энергией деформации, а области с более низкой энергией деформации либо поглощаются рекристаллизованными зернами из соседних областей, либо образуют самостоятельные центры рекристаллизации, но гораздо позже.

2) При повышении температуры до 670°С параллельно с образованием новых зародышей происходит рост образовавшихся ранее рекристаллизованных зерен, которые достигают максимального размера ~ 5 мкм, причем этот рост происходит не только как преимущественный рост отдельных зерен, но и как конкурентный рост зерен, образовавшихся в пределах деформированных зерен с высокой энергией.

3) При достижении температуры 680–690°С возрастает средний размер рекристаллизованных зерен и уменьшается доля деформированных зерен. В микроструктуре все еще наблюдаются зародыши рекристаллизации, но их доля меньше, чем доля выросших рекристаллизованных зерен. Наблюдается значительная разнозернистость рекристаллизованных зерен.

4) При температурах 720 и 740°С уже почти не наблюдается зародышей рекристаллизации, остаются более крупные зерна, и происходит преимущественный рост одних зерен и поглощение других. Деформированные вытянутые зерна исчезают.

Процесс рекристаллизации протекает с разной скоростью на разных глубинах поперечного сечения проката: доля рекристаллизованного материала на середине сечения меньше доли рекристаллизованного материала в приповерхностной области (рис. 2). Можно предположить, что это связано с обезуглероживанием поверхностных слоев материала при предшествующей термообработке или с эффектом изменения энергии процессов вблизи поверхности.

3.2. Уравнение кинетики первичной рекристаллизации для сплавов различных составов

Проведение эксперимента в неизотермических условиях объясняется тем, что такой режим

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ

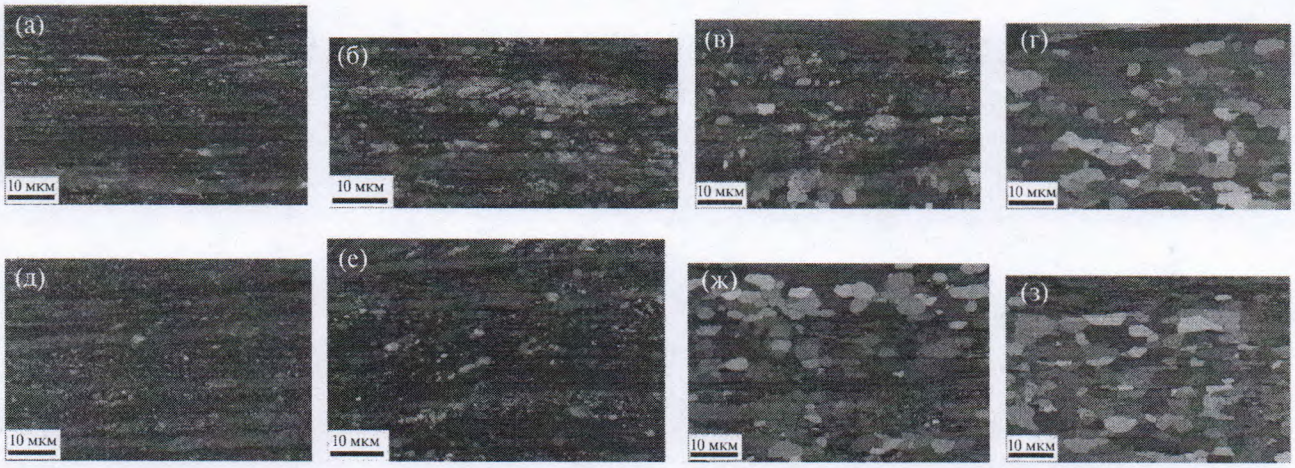


Рис. 1. EBSD-карты в цветах обратной полюсной фигуры (ОПФ), показывающие структуру после нагрева до различных температур для стали А (а–г) и стали В (д–з).

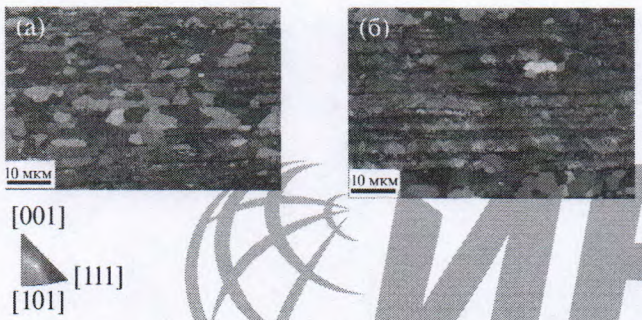


Рис. 2. EBSD-карты в цветах обратной полюсной фигуры, снятые на 1/10 (а) и 1/2 (б) толщины образца.

позволяет воспроизвести изменения, происходящие в металле при обработке на технологическом агрегате. Однако для описания процесса ПР необходимо привести полученные данные к изотермическим эквивалентам.

Кинетика первичной рекристаллизации описывается с помощью уравнения Колмогорова–Джонсона–Мела–Аврами [14, 15], которое описывает зависимость доли рекристаллизованного материала от времени выдержки при некоторой температуре изотермического процесса:

$$X_{rex} = 1 - \exp\left(-kt^n\right), \qquad (1)$$

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

Поскольку кинетика рекристаллизации описывается в рамках изотермического процесса, в данном исследовании использовался метод Уиттакера [16] для расчета эквивалентного времени для каждой из температур, до которой проводился нагрев:

$$t_{eq} = \frac{W_i}{W_{ISO}} = \frac{\sum \exp\left(-Q / RT_i\right)\delta t_i}{\exp\left(-Q / RT\right)}, \qquad (2)$$

где T_i — температура в промежуток времени δt_i, T — температура, которая принята за температуру эквивалентного изотермического процесса, R — универсальная газовая постоянная. Q — энергия активации процесса статической рекристаллизации, равная 230 кДж/моль.

Для стали А параметры k и n равны (0.47±0.02) и (1.39±0.35) (коэффициент достоверности аппроксимации $R^{2\text{-A}}$=0.936) соответственно; уравнение кинетики рекристаллизации выглядит следующим образом:

$$X_{rex} = 1 - \exp\left(-\left(0.47 \pm 0.02\right) * t^{(1.39 \pm 0.35)}\right). \qquad (3)$$

Для стали В параметры k и n равны (0.54±0.02) и (1.54±0.37) (коэффициент достоверности аппроксимации $R^{2\text{-B}}$=0.941), и уравнение кинетики рекристаллизации принимает вид:

$$X_{rex} = 1 - \exp\left(-\left(0.54 \pm 0.02\right) * t^{(1.54 \pm 0.37)}\right). \qquad (4)$$

Графики доли рекристаллизованного материала в зависимости от времени отжига при температуре 700°С, полученные по результатам представленных выше вычислений, а также экспериментальные данные, приведены на рис. 3.

Отклонение экспериментальных значений от расчетных при достижении степеней рекристаллизации >70% может объясняться тем, что при данных значениях доли рекристаллизованного материала уравнение Колмогорова–Аврами–Мела–Джонсона хуже описывает кинетику процесса, чем при более низких степенях рекристаллизации [17]. Фактически, основываясь в первую очередь на экспериментальных значени-

ИВИС ИНФОРМАЦИОННЫЕ УСЛУГИ

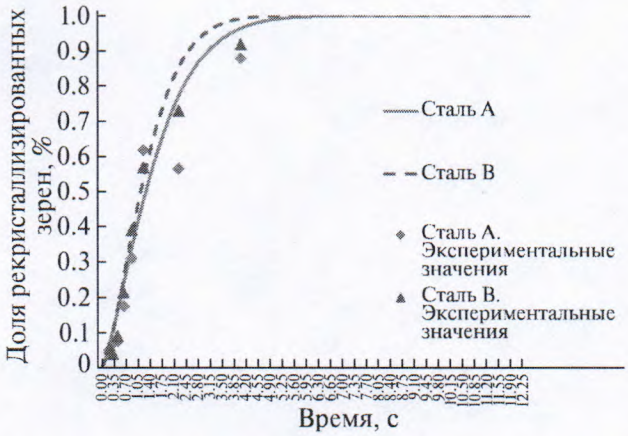


Рис. 3. Зависимость доли рекристаллизованных зерен от продолжительности отжига для сталей А и В по расчетным (линии) и экспериментальным (символы) значениям.

ях, можно заключить, что при степенях рекристаллизации более 70% в стали А наблюдается более сильное торможение процесса рекристаллизации, чем в стали В.

Как видно из представленных графиков, на начальных этапах процесса рекристаллизации (до ~40% рекристаллизованных зерен в структуре) обе стали демонстрируют идентичную зависимость доли рекристаллизованных зерен от продолжительности отжига. Однако при увеличении доли рекристаллизованных зерен более ~40% в стали А с повышенным содержанием олова и пониженным содержанием хрома наблюдается торможение процесса рекристаллизации и снижение параметров k и n по сравнению со сталью В. Предположительный механизм этого эффекта таков: за счет сегрегации на границах олово тормозит рост зерен, а сегрегация олова на дислокациях в субзернах тормозит образование зародышей рекристаллизации.

Интерпретация полученных значений параметров k и n позволяет получить информацию о механизмах ПР, поскольку численное значение параметра n отражает характерные для данного материала особенности процесса рекристаллизации, а параметр k зависит от скорости роста рекристаллизованных зерен.

Экспоненциальный параметр Аврами n может описываться следующим выражением [18]:

$$n = n_I + d \times n_G, \tag{5}$$

где n_I — параметр, показывающий скорость образования новых зародышей как функцию от времени. Этот параметр может варьироваться от 0 (в случае существующих ранее в металле зародышей) до 1 (в случае постоянной скорости зарождения). n_G — параметр роста; равен 1 для роста на поверхности раздела и равен 0.5 для роста по диффузионному механизму; d — параметр, зависящий от размерности пространства роста: может быть равен 3, 2 или 1 в зависимости от того, в скольких измерениях растет зародыш. Необходимо учитывать, что механизмы зарождения и роста не остаются неизменными на протяжении всего процесса, поэтому параметр n может принимать не только дискретные целые значения.

Например, в работе [13] значение коэффициента n=0.7, полученное для сплава Fe–3Si–0.1Sn после холодной прокатки, авторы объясняют накопленной ранее энергией деформации, более высокой для тройного сплава, чем для бинарного. В работе [12] значение n, равное 2.7 и полученное для ЭАС, авторы определяют как соответствующее зарождению зерен по всему объему и их росту в двух измерениях.

Как показано на приведенных выше примерах, для сплавов близких составов (электротехнические анизотропные и изотропные стали) после холодной прокатки значения коэффициента n сильно различаются в разных работах. Это может объясняться различной обработкой материала до холодной прокатки, различной степенью деформации холодной прокатки, а также различными условиями проведения эксперимента по рекристаллизации.

В данной работе значение параметра $n \approx 1.4$–1.5 можно интерпретировать как соответствующее росту зерна по диффузионному механизму в двух измерениях с условием непостоянной скорости образования зародышей рекристаллизации.

3.3. Текстура

Для анализа роста зародышей рекристаллизации и преимущественного роста зерен процесс рекристаллизации был условно разделен на два этапа. Первый этап, от 650°C до 690°C, характеризуется тем, что в материале одновременно присутствуют деформированные зерна, зародыши рекристаллизации и укрупненные рекристаллизованные зерна.

Для анализа данного этапа все рекристаллизованные зерна были условно разделены по размерному признаку на зародыши и укрупненные зерна. Для получения более полной картины изменения текстуры данные по рекристаллизованным зернам со всех глубин образцов при всех температурах были разделены на данные, полученные с зародышей рекристаллизации, и данные с более крупных зерен; затем полученные наборы данных были суммированы и по результату были построены усредненные функции распределения ориентировок (ФРО).

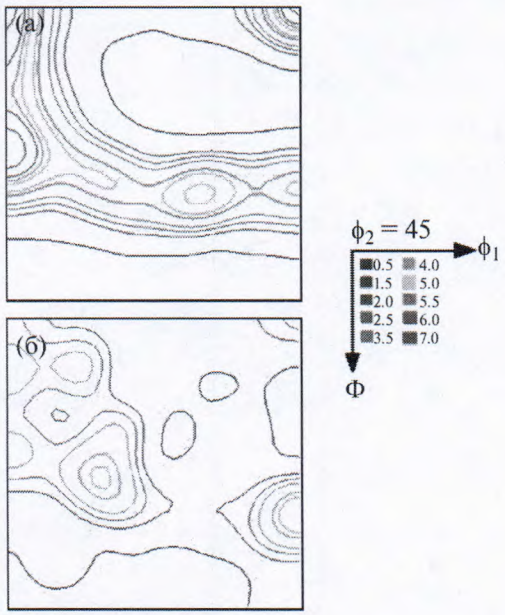


Рис. 4. Сечения ФРО для зародышей рекристаллизации (а) и для укрупненных рекристаллизованных зерен (б) при температурах 650–690°С.

На рис. 4 показаны сечения ФРО с зародышей и ФРО с укрупненных зерен при температурах 650–690°С. Как видно из рис. 4, зародыши рекристаллизации в основном имеют текстуру α-волокна с наиболее интенсивной компонентой {223}<110>, а также γ-волокна с наиболее интенсивной текстурной компонентой {111}<110>. Также в текстуре зародышей присутствует интенсивная компонента {001}<110>, относящаяся к повернутому кубу.

Для выросших зерен (рис. 4б) текстура имеет другой вид. В текстуре остается α-волокно, но оно начинает отклоняться в сторону α*-волокна, и более сильными становятся компоненты, отклоненные от γ-волокна (от компоненты {111}<112> в сторону компоненты {112}<131>). Также появляется интенсивная компонента {554}<225>.

Второй этап рекристаллизации при температурах от 700 до 740°С характеризуется тем, что в структуре осталось мало деформированных зерен, и рекристаллизованные зерна начинают расти за счет друг друга (собирательная рекристаллизация) (рис. 5). На рис. 5а показана исходная ориентационная карта, из которой были удалены деформированные зерна (черный цвет на рис. 5а соответствует удаленным деформированным областям). Рис. 5б, 5в и 5г показывают, как из исходной карты на рис. 5а были выделены только мелкие (до 3 мкм), средние (~ от 3 до 7 мкм) и крупные (~ от 7 мкм) зерна соответственно.

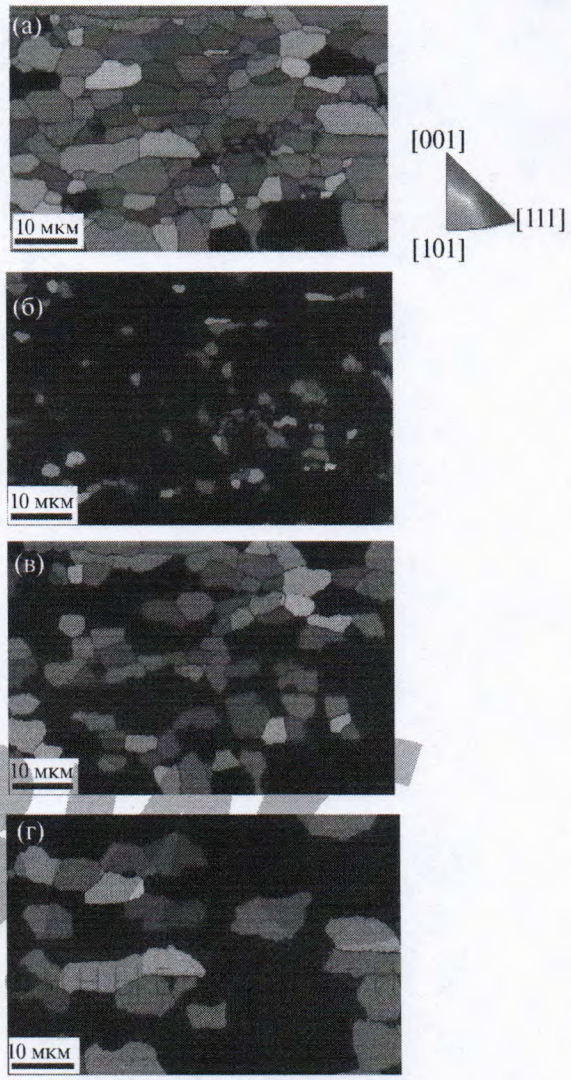


Рис. 5. EBSD-карта в цветах ОПФ с образца, нагретого до температуры 740°С (а), и примеры выделения мелких (б), средних (в) и крупных (г) зерен из первоначальной карты (а).

Для второго этапа данные анализировали следующим образом: для всех EBSD-карт на всех глубинах при температурах 700–740°С карта разделялась на крупные зерна, имеющие размерное преимущество в процессе роста, зерна среднего размера, которых большинство, и мелкие зерна, которые будут поглощены соседними зернами (рис. 5).

Затем все данные с крупных, средних и мелких зерен были просуммированы, и по результатам были построены усредненные ФРО. Результаты показаны на рис. 6.

Как видно из рис. 6, текстура мелких зерен схожа с текстурой зародышей рекристаллизации на первом этапе: в ней превалируют компоненты

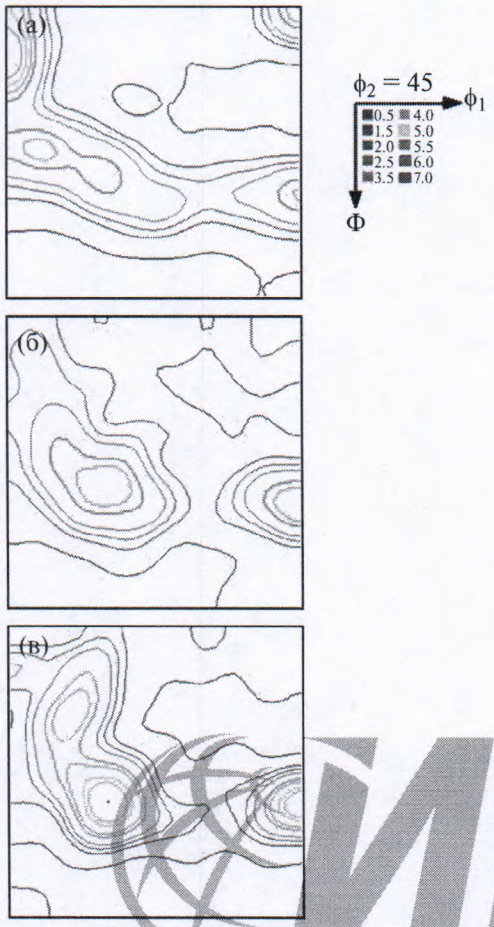


Рис. 6. Сечения ФРО с мелких (а), средних (б) и крупных (в) зерен в процессе рекристаллизации при температуре 700–740°С.

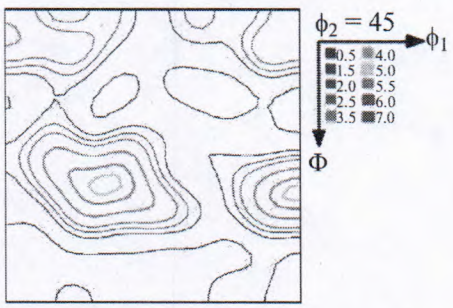


Рис. 7. Сечение ФРО, полученной на последнем этапе рекристаллизации при 740°С.

{223}<110> и {114}<110> α-волокна и γ-волокно с сильными компонентами {111}<112>. Присутствуют компоненты повернутого куба {001}<110>.

Зерна среднего размера имеют в текстуре интенсивную компоненту {111}<112>. α-волокно отклоняется от своего положения в сторону α*-волокна ({h11}<1/h 12>), а также компонент {411}<148> и {112}<131>. Компонента {554}<225> имеет большую интенсивность. В текстуре содержится компонента повернутого куба {001}<110>.

Зерна крупного размера отличаются от зерен среднего размера тем, что у них α-волокно еще сильнее отклонилось от своего положения, и компонента {411}<148> имеет большую интенсивность. Наибольшую интенсивность имеет компонента {111}<112>. Компонента повернутого куба {001}<110> гораздо слабее, чем у средних зерен.

Проведенный выше анализ с применением разбиения на размерные диапазоны имел целью получить представление о механизме формирования текстуры, путем ориентированного роста или ориентированного зародышеобразования.

На рис. 7 приведено сечение усредненной ФРО для карт EBSD, снятых на последнем этапе рекристаллизации и отражающих конечную текстуру первичной рекристаллизации. Как видно из данной ФРО, в текстуре преобладают такие компоненты, как {111}<112> и {554}<225>. Именно эти компоненты являются основными для рассмотренных выше диапазонов средних и крупных зерен. Таким образом, показано, как путем преимущественного роста зерен с данными ориентировками формируется итоговая текстура первичной рекристаллизации, в то время как исходно превалирующие на этапе начала первичной рекристаллизации зерна с ориентировками α- и γ-волокна поглощаются (мелкие зерна) и не вносят свой вклад в итоговую текстуру первичной рекристаллизации.

Текстура первичной рекристаллизации, состоящая в основном из компонент {111}<112> {411}<148>, является классической для электротехнической анизотропной стали, подвергнутой большой деформации методом холодной прокатки [5]. Известно, что при холодной деформации электротехнической стали способность зерен различных ориентировок накапливать энергию деформации убывает в ряду (110)>(111)>(112)>(001). Однако, поскольку зерна с ориентировкой (110) редко встречаются в текстуре АЭС после холодной прокатки, то наибольшее количество зерен с высокой энергией деформации приходится на ориентировку {111}. Вследствие большой накопленной энергии, полосы сдвига в зеренах с ориентировкой {111} с наибольшей вероятностью становятся местами зарождения центров рекристаллизации. Преимущество в росте получают зерна, ориентировка которых соответствует компоненте текстуры {111}<112>, поскольку именно они имеют высокоугловые границы с зернами, принадлежащими компонентам {001}<110> и {112}<110> α-волокна [5].

ИВиС

Компонента текстуры {411}<148> в процессе рекристаллизации зарождается на границах деформированных зерен, имеющих ориентировки α-волокна [19]. Ее дальнейший рост может объясняться наличием высокоугловой границы между зародышами рекристаллизации и такими зернами, что приводит к ускоренному росту зерен с ориентировкой {411}<148> [20].

Изучение текстуры на разных этапах рекристаллизации позволяет определить, по какому механизму формировалась текстура: ориентированного зародышеобразования или ориентированного роста [21]. Из анализа ФРО зерен в различных размерных диапазонах на разных этапах рекристаллизации видно, что зерна, имеющие преимущество в росте, характеризуются текстурой, отличной от преобладающей текстуры зародышей рекристаллизации. Это означает, что преимущественно растут зерна с ориентировками, которые при образовании зародышей присутствуют в меньшем количестве. Исходя из этих наблюдений можно сделать вывод, что текстурообразование осуществляется в основном за счет ориентированного роста, а не ориентированного зарождения.

ВЫВОДЫ

1. В результате эксперимента по отжигу холоднокатаной ЭАС с прерыванием были определены уравнения кинетики первичной рекристаллизации для сталей двух составов с разным содержанием олова и хрома. Сталь с повышенным содержанием олова и пониженным содержанием хрома демонстрирует более медленное протекание первичной рекристаллизации, чем сталь, в которой низкое содержание олова и высокое содержание хрома. Это явление может объясняться зернограничной сегрегацией олова, которая тормозит процессы зародышеобразования и рост зерен.

2. Выявлены следующие закономерности процесса рекристаллизации в ЭАС: рекристаллизация быстрее протекает в приповерхностной области, чем в середине образца. Кроме того, зародыши рекристаллизации образуются в первую очередь в сильнодеформированных областях. Ускоренному росту зерен у поверхности может способствовать обезуглероживание этой зоны при предшествующей термообработке; так же за счет энергии свободной поверхности рекристаллизация может ускоренно протекать на небольшой глубине от поверхности.

3. Текстура зародышей рекристаллизации близка к текстуре деформированных зерен, где зародыши образуются: основными компонентами текстуры являются α- и γ-волокно, повернутый куб. По мере роста зерен основной компонентой становится компонента {111}<112> γ-волокна; α-волокно ослабевает или поворачивается в сторону компоненты {411}<148>. При собирательной рекристаллизации зерна с текстурой α-волокна поглощаются зернами с текстурой {111}<112> и {554}<225>. Преимущественный рост осуществляют зерна с текстурой {111}<112>, {411}<148> и {554}<225>. Полученные данные позволяют сделать вывод о том, что в текстурообразовании при рекристаллизации данного класса материалов определяющую роль играет ориентированный рост зерен.

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Takahashi N., Harase J.* Recent development of technology of grain oriented silicon steel // Mater. Sci. Forum. 1996. V. 204–206. № 1. P. 143–154.
2. *Kumano T., Haratani T., Ushigami Y.* Influence of Primary Recrystallization Texture through Thickness to Secondary Texture on Grain Oriented Silicon Steel // ISIJ International. 2003. V. 43. № 3. P. 400–409.
3. *Nakashima S., Takashima K., Harase J., Takemasa A., Takimoto K.* Effect of Sn Addition on Microstructure and Texture of Primarily Recrystallized 3 mass%-Si Steel // J. Japan Institute Met. Mater. 1991. V. 55. № 12. P. 1400–1409.
4. *Suehiro R., Hayakawa Y., Takamiya T.* Effect of Sn Addition on Evolution of Primary Recrystallization Texture in 3% Si Steel // ISIJ International. 2019. V. 59. № 2. P. 351–358.
5. *Gao Y., Xu G., Guo X., Li G., Wang Y.* Primary recrystallization characteristics and magnetic properties improvement of high permeability grain-oriented silicon steel by trace Cr addition // J. Magn. Magn. Mater. 2020. V. 507. P. 166849.
6. *Han K.-S., Park J.-T., Kim J.-K., Szpunar J.A.* Evolution of the texture on primary recrystallization and grain growth in Fe-3%Si steels // Mater. Sci. Forum. 2007. V. 1. P. 747–750.
7. *Xu L., Liu Q., Song Y., Feng T., Li Z.* Formation of the primary recrystallization texture in the oriented electrical steel with 3% Si // IOP Conference Series: Mater. Sci. Eng. 2018. V. 382. № 2.
8. *Fortunati S.* On the metallurgical control of texture sharpness and related magnetic properties in grain-oriented silicon-iron // J. Magn. Magn. Mater. 1994. V. 133. № 1–3. P. 216–219.
9. *Harase J., Shimizu R., Kim J.-K., Woo J.* The role of high energy boundaries and coincidence boundaries in the secondary recrystallization of grain-oriented silicon steel // Met. Mater. Intern. 1999. V. 5. № 5. P. 429–435.
10. *Liu G.-T., Liu Z.-Q., Yang P., Mao W.-M.* Correlation between Primary and Secondary Recrystallization

Texture Components in Low-temperature Reheated Grain-oriented Silicon Steel // J. Iron Steel Research. 2016. V. 23. № 11. P. 1234–1242.

11. *Лобанов М.Л., Редикульцев А.А., Русаков Г.М., Данилов С.В.* Взаимосвязь ориентировок деформации и рекристаллизации при горячей прокатке электротехнической анизотропной стали // Металловедение и термич. обработка металлов. 2015. № 8. С. 44–49.
12. *Rodriguez-Calvillo P., Leunis E., Van De Putte T., Jacobs S., Zacek O., Saikaly W.* Influence of initial heating during final high temperature annealing on the offset of primary and secondary recrystallization in Cu-bearing grain oriented electrical steels // AIP Advances. 2018. V. 8. № 4. P. 047605.
13. *Mavrikakis N., Saikaly W., Calvillo P., Campos A., Jacomet S., Bozzolo N., Mangelinck D., Dumont M.* How Sn addition influences texture development in single-phase Fe alloys: Correlation between local chemical information, microstructure and recrystallization // Mater. Characterization. 2022. V. 190. P. 112072.
14. *Колмогоров А.Н.* К статистической теории кристаллизации металлов // Изв. АН. СССР. Сер. математическая. 1937. Т. 1. № 3. С. 355–359.
15. *Avrami M.* Kinetics of Phase Change. I General Theory // J. Chem. Phys. 1939. V. 7. P. 1103–1112.
16. *Akta S., Richardson G.J., Sellars C.M.* Hot Deformation and Recrystallization of 3% Silicon Steel Part 1: Microstructure, Flow stress and Recrystallization Characteristics // ISIJ International. 2005. V. 45. № 11. P. 1666–1675.
17. *Zhang X.* Precipitate evolution in grain oriented electrical steel and high strength low alloy steel [PhD Thesis]. University of Groningen, 2020.
18. *Torrens-Serra J., Venkataraman S., Stoica M., Kuehn U., Roth S., Eckert J.* Non-Isothermal Kinetic Analysis of the Crystallization of Metallic Glasses Using the Master Curve Method // Materials. 2011. V. 4. № 12. P. 2231–2243.
19. *He C.-X., Ma G., Meng L., Yang F.-Y., Chen X.* {411}<148> Texture in Thin-Gauge Grain-Oriented Silicon Steel // Acta Metal. Sinica (English Letters). 2016. V. 29. № 6. P. 554–560.
20. *Tian X., Kuang S., Li J., Liu S., Feng Y.* Effect of Holding Time of Decarbonization Annealing on Recrystallization in Fe-3.2%Si-0.047Nb% Low-Temperature Oriented Silicon Steel // Crystals. 2021. V. 11. № 10. P. 1209.
21. *Humphreys F., Hatherly M.* Chapter 12 — Recrystallization Textures / Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition). 2004. P. 379–413.

ИВИС
ИНФОРМАЦИОННЫЕ УСЛУГИ

A Study of Primary Recrystallization of Highly Permeable Electrical Anisotropic Steel with Additional Alloying Elements

A. S. Roldugina[1, *], M. V. Ryazanov[1], and V. I. Parakhin[2]

[1]Novolipetsk Steel Company, Lipetsk, 398005 Russia

[2]Bardin Central Research Institute of Ferrous Metals, Moscow, 105005 Russia

**e-mail: rolduginaas@gmail.com*

This study is devoted to the effect of alloying high-permeable electrical anisotropic steel with tin and chromium highly permeable electrical anisotropic steel with tin and chromium on the kinetics of primary recrystallization. The physical modeling of strongly deformed alloy specimens of different chemical composition is performed. The obtained recrystallization kinetics equations for alloys of different tin and chromium content show a deceleration of recrystallization process in a steel with an increased tin content and a decreased chromium content. Analysis of the texture at different stages of recrystallization allows making conclusion that the texture is formed predominately by oriented growth.

Keywords: highly permeable anisotropic steel, primary recrystallization, tin alloying

Приложение 44

Диссертационный совет 31.1.007.01

При Государственном научном центре

ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»

Ул. Радио, 23/9, г. Москва, 105005

ОТЗЫВ

на диссертацию Ролдугиной Анны Сергеевны

«Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова»,

представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.6.1. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Представленная работа посвящена изучению способов воздействия на структуру и текстуру электротехнической анизотропной стали. Данный материал является широко используется в энергетическом машиностроении. Поэтому актуальность направления исследования не вызывает никаких сомнений.

Структура работы включает все необходимые разделы. То есть соответствует предъявляемым требованиям. В работе использован целый ряд современных методов, получен большой объем экспериментальных данных. Вместе с тем анализ полученных результатов и обоснованность выводов вызывает ряд вопросов и сомнений.

Так, в главе 3 изучена кинетика первичной рекристаллизации изучаемых сталей, проведено её математическое описание, получено уравнение Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами. Однако достоверность полученных результатов вызывает некоторые сомнения.

Действительно, кинетика этого процесса может быть описана уравнением вида

$$X_{REX} = 1 - \exp(-kt^n).$$

При этом значение k может быть выражено уравнением Аррениуса

$$k = k_0 \cdot \exp(-Q/RT)$$

где Q – энергия активации процесса, которая зависит от химического состава стали. Именно в определении параметров k_0, Q и n и состоит решение задачи о нахождении вида уравнения КДМА. При этом согласно общим представлениям и логике работы каждая из исследованных сталей должна иметь собственное значение этих величин.

В представленной работе уравнение КДМА получено путем изучения неизотермического превращения в условиях непрерывного нагрева, а затем был «проведен перерасчет температуры в эквивалентное время по методу Уиттакера» (*цитата по работе, с.62*). При этом сама процедура «пересчета температуры во время» не проиллюстрирована никакими расчетами, что делает невозможным проверку её адекватности.

Метод Уиттакера действительно позволяет привести неизотермические условия к изотермическим, но требует знания энергии активации Q, которая может быть получена при изучении рекристаллизации в изотермических условиях. Согласно представленной работе это значение равно 230 кДж/моль. При этом нигде не указывается как это значение было получено и почему оно было принято одинаковым для сталей разного состава.

Детальное изучение работы показывает, что оно могло быть заимствовано из литературного источника [16], указанного в списке источников публикации автора: А.С. Ролдугина и др. «Закономерности процесса первичной рекристаллизации высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с дополнительными легирующими добавками»//Физика металлов и металловедение, 2024, том 125, №7, с. 831-839. Эта публикация приведена в тексте диссертации в качестве одной из работ, где изложены основные результаты автора (*с. 59, с. 160*). В самой диссертации такой источник не обнаружен. Причем в этом источнике исследовалась сталь отличного от изученных в диссертации состава.

Возникает резонный вопрос, насколько соответствует такая «процедура» общему порядку представления результатов научных работ?

Дальнейший анализ работы обнаруживает, что коэффициенты уравнения КДМА, приведённые в публикации автора в журнале «Физика металлов и металловедение» не соответствуют уравнению КДМА, приведённому в тексте диссертации:

- из публикации в журнале «Физика металлов и металловедение»:

для стали А: $k = 0.47 \pm 0.02$, $n = 1.39 \pm 0.35$;

для стали В: $k = 0.54 \pm 0.02$, $n = 1.54 \pm 0.37$.

При этом из текста диссертации следует (*с. 63 работы*):

для стали А: $k = 0.345 \pm 0.140$, $n = 1.41 \pm 0.49$;

для стали В: $k = 0.375 \pm 0.152$, $n = 1.62 \pm 0.49$.

Возникает ещё более резонный вопрос, насколько это соответствует существующему Положению?

Относительно второй пары данных возникает вопрос о статистической значимости приведенных величин. Из их сравнения очевидно, различие между полученными коэффициентами статистически незначимо. Фактически это означает, что скорость первичной рекристаллизации в обеих изученных сталях одинакова, а найденное автором различие объясняется ошибкой эксперимента (либо изначально некорректным подходом к описанию процесса первичной рекристаллизации).

Такой вывод можно сделать, например, из анализа кинетических кривых, представленных на рис. 21 диссертации (*с.64 работы*): из кривой для стали следует, что меньшему времени соответствует большая доля рекристаллизованного металла и наоборот. При этом никаких данных о точности представленных данных автор не приводит.

Дальнейший анализ выявленных закономерностей первичной рекристаллизации весьма затруднителен, так как достоверность полученных первичных невозможно подтвердить. Хотя и он вызывает много вопросов. Например, согласно данным рис. 20 (*с. 63 работы*) минимальная доля рекристаллизованного металла, учтенного в расчете, составляет более 20% (так как $ln(-ln(1-Xrex)) \approx -3$).

Возникает вопрос: а чем обоснован выбор именно такой нижней границы? Как это значение было получено? По какому принципу, в таком случае, данные о доле рекристаллизации были разделены на три участка?

В главе 5 приведены результаты исследования процесса текстурообразования в ходе вторичной рекристаллизации, проведен основательный обзор литературы, получены обширные экспериментальные данные.

Однако сделанные выводы вызывают ряд вопросов. Неясно, как учтено, что формирование совершенной ребровой текстуры происходит лишь при формировании определенного количества частиц фаз-ингибиторов, определенного структурного состояния первично рекристаллизованной матрицы (среднего размера зерен и разнозернистости), наконец, текстурного состояния по завершению первичной рекристаллизации. Примечательно, что автор говорит о роли частиц фаз-ингибиторов (например, *с.91, 92, 104 др.*), однако, в работе не приведено никаких данных об их количестве и дисперсности. В их отсутствие дать объективную оценку представленных

результатов крайне сложно, а применение теорий, основанных исключительно на роли подвижности границ выглядит сомнительно.

Так, анализируя особенности текстуры, автор использует понятие зерен «не поглощенных зернами других ориентировок», имея в виду зерна малого размера отличных от ребровой ориентировок. При этом сделан вывод, что они изначально имеют размерное преимущество и растут по механизму нормального роста (*с. 103 работы*). Отсюда не совсем понятно, как объяснить сам факт нормального роста этих зерен в стали с большим содержанием олова и отсутствия такового в стали с меньшим содержанием олова? Почему не сыграло никакой роли формирование сегрегаций олова по границам зерен, ведь именно оно вынесено в название работы?

Весьма вероятно, что ответы на эти вопросы кроются в сравнении параметров частиц ингибиторных фаз, однако, каких-либо данных о них автором не предоставлено.

Нельзя не заметить, что в ходе обсуждения результатов автор говорит о роли разнозернистости матрицы первичной рекристаллизации в процессах аномального роста (*с. 103 работы*). Однако и здесь никаких количественных данных не приведено. Не проведено и сравнение двух исследованных сталей по указанному признаку.

Далее, анализируя формирование текстуры, формирующейся в ходе аномального роста, автор предлагает собственную оригинальную формулу для расчета индукции (*с. 115 работы*)

$$B = \frac{B_s}{cos\left(\frac{\alpha+\beta}{2}\right) + sin\left(\frac{\alpha+\beta}{2}\right)} - 0.27 \times \sigma_{\alpha,\beta}$$

При этом никаких пояснений по её выводу не представлено. Это вызывает целую серию вопросов. Например, какой физический смысл имеет коэффициент равный 0,27? Какую размерность он имеет? Какова его погрешность и, соответственно, погрешность самой формулы? Как он был получен, иначе говоря, из каких физических соображений была получена сама формула? Выборка какого объема использовалась при выводе этой формулы?

Получаемое по предложенной формуле значение зависит от величины индукции насыщения B_S. Оно принято равным 2,03 Тл. Отсюда непонятно как было установлено, что для всех исследованных сталей это значение действительно справедливо? В самой представленной работе указано, что эта величина разными авторами принимается неодинаковой (*с.114 работы*). Тогда простой расчет показывает, что если, например, принять B_S = 2,0 Тл, то, вполне вероятно, более корректной станет формула других авторов.

В целом следует заключить следующее. Выполняя работу, автор проделала масштабную работу, имела возможность задействовать самые передовые методы исследования и оборудование для моделирования и имитации изучаемых процессов. Однако, анализ литературных источников производит впечатление некой «избирательности», когда из всего массива данных упоминаются лишь некоторые. Сам материал исследования - стали с различным содержанием олова, дополнительно отличались содержанием хрома, непонятно как было учтено влияние хрома на изучаемые эффекты. В виду того, что в работе использовались материалы, полученные промышленным способом, неясно как при этом учитывались неизбежные отличия фактических режимов предварительной обработки. Полученные результаты не были подвергнуты элементарной статистической обработке, по меньшей мере такие результаты не были представлены. В ходе изложения материала используются понятия, которые с трудом поддаются оценке (например, разбиение зерен на «маленькие, большие и средние», *см. с. 68 работы*).

Наконец, вызывает сомнение и упоминание в названии работы «сегрегационных эффектов». В работе не приведено никаких прямых доказательств формирования сегрегаций олова и оценок её степени в исследованных сталях на различных этапах производства, обработанных по промышленной технологии, однако, их наличием объяснена большая часть полученных результатов.

Отдельных разъяснений требует несоответствие данных публикации автора в журнале «Физика металлов и металловедение» и содержания диссертации. А эти данные положены в основу одного из положений, выносимых на защиту.

Всё это порождает значительное количество вопросов и сомнений, лишь малая часть из которых представлена выше, которые требуют детального разъяснения. В отсутствие таких разъяснений работа производит крайне неоднозначное впечатление, которое в итоге не позволяет прийти к однозначному заключению о соответствии выполненной работы критериям, предъявляемым к диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 «Металловедение и термическая обработка металлов», а сама автор работы – присвоения ученой степени кандидата технических наук.

Отзыв составил:

Никитушкин Сергей Иванович

Уч. Степень: -

Должность: старший преподаватель кафедры физического металловедения

Место работы: ФГБОУ ВО Липецкий государственный технический университет

Почтовый адрес: 398055, Россия, г. Липецк, ул. Московская, д.30

Тел. 8(920) 242-00-05

Электронная почта: nikitushkin_s@mail.ru

заявитель Никитушкин Сергей Иванович /

Российская Федерация

Город Липецк, Липецкая область

Двадцать третьего мая две тысячи двадцать шестого года

Я, Бурдачева Наталья Вячеславовна, нотариус нотариального округа города Липецка Липецкой области, свидетельствую подлинность подписи Никитушкина Сергея Ивановича.

Подпись сделана в моем присутствии.

Личность подписавшего документ установлена.

Зарегистрировано в реестре: № **48/72-н/48-2026-3-1091**.

Уплачено за совершение нотариального действия: 1600 руб. 00 коп.

Н.В. Бурдачева

Всего прошнуровано, пронумеровано и скреплено печатью

5 (пять) листов

Нотариус

Компьютерная система "Экспресс"

Я, Никитушкин Сергей Иванович, даю своё согласие на включение своих персональных данных во все документы, связанные с работой Совета и их дальнейшую обработку.

23 мая 2026г.

Приложение №5

Диссертационный совет 31.1.007.01

при Государственном научном центре

ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»

ул. Радио, 23/ 9, г. Москва, 105005

ОТЗЫВ

на автореферат диссертационной работы Ролдугиной Анны Сергеевны «Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова»

представленной на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.»

Я, Щеренкова Ирина Сергеевна, кандидат технических наук, сотрудник старший инженер ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат» Дирекции по разработке новых продуктов, ознакомилась с авторефератом и текстом диссертации.

Диссертационная работа Ролдугиной А. С. посвящена исследованию влияния олова на кристаллографическую текстуру, кинетику процессов, структуру анизотропной электротехнической стали (ЭАС) на различных переделах. Олово относится к элементам, склонным к сегрегации на границах зерен, поэтому оно достаточно активно используется в технологии производства анизотропной электротехнической стали по методу приобретенного ингибитора. Показано, что на данный момент отсутствует полное понимание механизмов влияния сегрегации олова на процессы формирования свойств, поэтому в данной диссертационной работе была сделана попытка определения механизмов влияния сегрегации олова на формирование и эволюцию кристаллографической текстуры и структуры в процессе производства электротехнической анизотропной стали.

Далее по тексту приведены замечания по диссертационной работе:

1. В своей работе Ролдугина А. С. оценивает влияние сегрегационных эффектов олова на формирование текстуры и структуры ЭАС, но при этом изначально приводится неполный химический состав сплавов, где указаны только «*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.))*)» (стр. 52). На всем протяжении работы автор не разделяет влияние олова и хрома, следовательно, невозможно точно определить, какой конкретно элемент влияет на видимые различия результатов экспериментов. Поэтому все утверждения, сделанные в диссертации о «влиянии олова» можно принять недоказанными и не базирующимися на корректном дизайне эксперимента.

Таким образом, п. 1. Научной новизны не подтвержден, что связано некорректным дизайном эксперимента и отсутствием количественных данных о сегрегации.

Необходимо отметить, что сталь с содержанием олова (<0,05%) названа сталью со «средним содержанием олова». В диссертационной работе не приведены исследования, относящиеся к стали, не содержащей олова и хрома, и которую можно было бы принять за референтную сталь. Поэтому утверждения о положительной или иной роли олова взяты, по всей видимости, из литературных источников, а заключение, сделанной в конце работы (п. 5, п. 7 стр. 141) о том, что «*для получения конечного продукта ЭАС … химический состав со средним содержанием олова*

подходит лучше, чем состав с повышенным содержанием олова» может быть отнесен одинаково справедливо и к стали, не содержащей олова. Подобный логический вывод ставит под сомнение корректность центрального вывода диссертации о том, что именно олово в указанных концентрациях является фактором улучшения свойств.

2. Ролдугина А. С. не оценивает влияние ингибиторной фазы на механизмы формирования текстуры и структуры на всем протяжении работы. Автор исследует влияние легирования оловом на рекристаллизацию в стали, где основным механизмом контроля структуры являются дисперсные частицы (AlN и др.). При сравнении двух составов, различающихся по содержанию Sn и Cr, автор не приводит данных о размере, плотности и распределении ингибиторных частиц. Без этих данных невозможно разделить вклад сегрегации Sn и изменение ингибиторной фазы. При этом автор в литературном обзоре (стр. 15 - 17) описывает важную роль ингибиторной фазы в производстве ЭАС, но не делает попыток исследовать поведение частиц в своих исследованиях. Не показано, что поведение ингибитора в сталях А и В одинаково, следовательно, не доказано, что наблюдаемые различия вызваны именно оловом. При этом собственные данные Ролдугиной А. С. намекают на роль ингибиторов, но она упорно их игнорирует. Например, в Главе 5, образец В (+50 ppm N) она показывает, что при повышении азота (а значит, увеличении количества нитридов) картина вторичной рекристаллизации резко меняется. Появляются зоны нормального роста, островковые зерна. Это прямое доказательство того, что ингибиторная фаза критически важна для полного понимания процессов. Но она не связывает это с различиями между ингибиторной фазой А и В.

3. В Главе 3 автор описывает исследование кинетики процесса первичной рекристаллизации в ЭАС. С помощью метода Уиттакера происходит пересчет из неизотермических условий в изотермические. При этом параметры уравнения Аврами для обеих сталей вычислены с использованием фиксированной энергии активации Q = 230 кДж/моль, взятой из литературы (стр. 62) для сталей иного химического состава. Собственных измерений энергии и оценки разности величины между энергиями активации для исследуемых сталей не проводилось. Поскольку эквивалентное время t_eq, используемое во всех последующих кинетических расчётах, напрямую зависит от выбранного значения Q (формула 9, стр. 63), использование непроверенной энергии активации делает необоснованными все вычисленные параметры уравнения Аврами. Она не показала, что экспериментальные точки ложатся на теоретическую кривую при каждом значении n. Она просто провела линию через всё. Таким образом, кинетический анализ Главы 3 не имеет достаточного экспериментального обоснования, а все выводы о влиянии олова на кинетику рекристаллизации не могут считаться достоверными. Также не указана температура, принятая за температуру изотермического процесса и не пояснен ее выбор.

4. Вычисленные параметры *k* и *n* противоречат друг другу в диссертации и в статье *Ролдугина, А. С., Рязанов, М. В., Парахин, В. И. Закономерности процесса первичной рекристаллизации высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с дополнительными легирующими добавками / А. С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Физика металлов и металловедение. – 2024. – Т.125. – № 7– С. 831-839. [76].* В диссертации k_A = 0.345 ± 0.14, k_B = 0.375± 0.152, в статье k_A = 0.47 ± 0.02, k_B =0.54 ± 0.02. Аналогично меняет свое значение параметр n: в диссертации n_A = 1,41 ± 0.49, n_B = 1,62± 0.49, в статье n_A = 1,39 ± 0,35, n_B = 1,54± 0,37. Относительная ошибка в диссертации параметра k — 40.5%, в статье — 4.2%. Отсутствие комментариев о причинах расхождения между опубликованными и представленными в диссертации коэффициентами ставит под сомнение воспроизводимость кинетического анализа и корректность интерпретации вычисленных параметров как физических характеристик процесса рекристаллизации. Кроме того, в работе не указаны доверительные интервалы для экспериментальных точек на представленном графике (рис.

21), что ставит под сомнение статистическую достоверность вывода о более быстром процессе рекристаллизации в стали В. Таким образом, П. 2 Научной новизны (стр. 7) и п. 1 Заключения (стр. 140) дискредитированы расхождением численных значений между диссертацией и статьей, произвольной подгонкой модели и непроверенным значением энергии активации.

5. В Главе 3 происходит произвольное разбиение на стадии процесса на 3 стадии без объяснения физического обоснования для границ этих стадий. Не показано, что физические предпосылки для 3-стадийности в исследуемых сплавах те же, что и у авторов [83] и [84]. В работе [83] *Zhang, X.. Precipitate evolution in grain oriented electrical steel and high strength low alloy steel /X. Zhang // University of Groningen. – 2020.* автор так же делит процесс первичной рекристаллизации на 3 стадии (стр. 107), но у него эксперимент был проведен в изотермических условиях (отжиг при температуре 650 °С в течение 2 мин., 6, мин., 15 мин., 30 мин., 1 ч. 2 ч и 8 ч). Авторы [84] *Oyarzábal, M. Effect of stored energy and recovery on the overall recrystallization kinetics of a cold rolled low carbon steel* также проводят эксперимент в изотермических условиях (отжиг при температуре 600 °С). В таких условиях все параметры (скорость зарождения, скорость роста) зависят только от времени, но не от меняющейся температуры. Ролдугина А. С. применяет тот же прием для данных, полученных в неизотермических условиях, где механизмы рекристаллизации могут меняться не из-за смены «стадий», а просто потому, что растёт температура, например, границы становятся более подвижными, ингибиторы растворяются и т. д.. Её разбиение на стадии в координатах модели Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами после пересчёта t_eq не имеет того же физического смысла, что у автора [83]. Более того, её пересчёт в t_eq зависит от выбранного Q. Если реальное Q для стали А отличается от реального Q для стали В (что весьма вероятно из-за разного содержания, как минимум, олова и хрома), то её «третья стадия» может оказаться артефактом пересчёта. Она не показала, что на первой стадии – зарождение, на второй – рост, на третьей собирательная рекристаллизация. Без этого разбиение произвольно. Авторов [83] и [84] эта проблема не касается, потому что они работают в изотермике и автор [83] не использует пересчёт с Q. Таким образом, Ролдугина А. С. использовала методологически неверный подход при разбиении на 3 стадии своего процесса рекристаллизации. Ее интерпретация третьей стадии как доказательства того, что олово тормозит границы зерен не подкреплена ни прямыми наблюдениями, ни анализом погрешностей.

6. На стр. 65-66 диссертационной работы Ролдугина А. С. дает следующее объяснение полученному коэффициенту n: «*В настоящей работе при условии одностадийного протекания процесса рекристаллизации получены значения параметра n, равные ~1,4-1,6. Эти значения могут соответствовать диффузионному росту зародышей рекристаллизации в двух измерениях с непостоянной скоростью образования зародышей рекристаллизации. Данная интерпретация вступает в противоречие с визуально наблюдаемым на картах EBSD ростом зародышей рекристаллизации в трех измерениях*», при этом делается вывод (стр. 64), что «*из сравнения параметров уравнений кинетики рекристаллизации, сталь В склонна к более быстрой рекристаллизации*». Затем на стр. 66 при разделении на 3 стадии получается, что n=2,53 (А) и n=2,29 (В). Значит ли это, что теперь уже сталь А имеет более высокий коэффициент n, что в модели Аврами означает другой механизм роста? Сначала автор заявляет, что добавка Sn (сталь А) замедляет рекристаллизацию (меньше k, меньше n). Потом, при делении на стадии, получает, что у этой же стали n выше. Нет объяснения, почему разбивка на 3 стадии правомерна, а одностадийная модель — нет. Складывается впечатление, что автор подгоняет математику под желаемый вывод, где величина коэффициента покажет подтверждение наблюдаемому эффекту роста зерен во всех измерениях. Если при разном способе обработки одних и тех же данных n меняется от 1,4 до 2,5— значит, эксперимент спланирован неверно для описания кинетики, либо модель выбрана ошибочно.

7. В Главе 4 п. 4.3, стр. 81 – 82 при исследовании влиянии олова на высокоскоростной нагрева Ролдугина А. С. пишет, что «*образцы после моделирования на термомеханическом симуляторе Gleeble-3800 характеризуются высокой разнозернистостью с более крупными зернами вблизи поверхности... Предположительно, такая структура образцов вызвана особенностями нагрева на Gleeble-3800. Были проведены дополнительные эксперименты, которые дали такой же результат... Поэтому было принято предположение, что наблюдаемая разнозернистость внесена особенностями моделирования*». Она сама констатирует и показывает на рис. 32, что что оборудование для моделирования (Gleeble) вносит неконтролируемый и нехарактерный для реального процесса артефакт в ключевой параметр — микроструктуру и текстуру. Она увидела аномальную разнозернистость, которой не должно быть, но не поняла ее природу, не устранила ее, а просто "приняла предположение". Таким образом, условия эксперимента на Gleeble создают артефактную микроструктуру с аномально крупными приповерхностными зернами, которые не соответствуют промышленной структуре после ХТО. Если нагрев создает неконтролируемый градиент температуры по сечению, который приводит к аномальному росту зерен у поверхности, как можно гарантировать, что наблюдаемое изменение текстуры (включая рост доли зерен Госса) не является артефактом этого градиента? При этом на рис. 35 Ролдугина А. С. демонстрирует распределение по сечению образцов зерен изучаемых кристаллографических ориентировок, где видно, что в общую статистику также попадают «артефактные» крупные зерна на поверхности. При этом, на стр. 56 (п. 2.2.4 и на стр. 84 Ролдугина А. С. пишет о том, что дифрактометрический анализ проводился на глубине 1/8 сечения. Данная глубина находится в зоне крупнозернистой структуры, поэтому статистика текстурных измерений неизбежно искажена вкладом артефактной микроструктуры. Автор не провела верификацию температурного поля в образце, не подтвердила его изотермичность и не исключила влияния градиентного нагрева на формирование текстуры у поверхности. Поэтому зависимости структурных и текстурных составляющих по результатам анализа EBSD и дифрактометрического анализа (рис. 36 и рис. 37) нельзя считать обоснованными и не искаженными ошибкой при моделировании процесса.

8. На рис. 33 приведены значения среднего размера зерен и среднеквадратического отклонения размера зерен для сталей А и В после моделирования первичной рекристаллизации с различными скоростями нагрева, кроме того, Ролдугина А. С. констатирует, что «*Среднеквадратичное отклонение в данном случае рассматривается как показатель разнозернистости. Более низкие значения среднего размера зерна в стали А объясняются повышенным содержанием олова в данной стали. Сегрегация олова на границах тормозит рост зерен, что приводит к снижению размера зерна после первичной рекристаллизации.*» На рис. 33 для стали В в режиме 2 величина СКО практически равна среднему размеру зерна, а в режиме 1 превышает его. Это означает, что распределение зерен по размерам является экстремально широким — коэффициент вариации близок к 100% или превышает его. В такой ситуации среднее арифметическое перестает быть репрезентативной характеристикой выборки. Это фундаментальная статистическая проблема. Если СКО сравнимо со средним, то усреднение по такой выборке физически бессмысленно — происходит смешение принципиально разные популяции зерен: мелкие зародыши, средние рекристаллизованные зерна и крупные зерна, выросшие по механизму собирательной рекристаллизации. В Главе 4.1 автор делит зерна на размерные классы именно потому, что они ведут себя по-разному, но здесь, в Главе 4.3, она отказывается от этого разделения и приводит общее среднее, которое не описывает ни одну из популяций. При такой разнозернистости количественный текстурный анализ в разделе 4.3 выполнен на статистически неоднородном материале, не соответствующем промышленной структуре ЭАС после ХТО. Различия в средних размерах зерен статистически не значимы при

наблюдаемых СКО. Выводы о влиянии высокоскоростного нагрева на текстуру, сделанные на основе этих данных, не имеют достаточной статистической базы (не проведен даже минимальный статистический анализ). Поэтому вывод о том, что сегрегация олова на границах тормозит рост зерен в данном пункте является утверждением, не имеющим под собой достаточной экспериментальной основы.

9. В работе автор противоречит сама себе. В главе 3 она указывает, что олово тормозит рост зерен, в главе 4.2 она, наоборот, утверждает, что «*Исходя из приведенных данных, причиной пониженной объемной доли текстурной компоненты {111}<112> в стали А с повышенным содержанием олова является не меньший размер зерен этой компоненты в стали А, а меньшее количество зерен этой компоненты. Меньшее количество зерен с текстурой {111}<112> в стали А может объясняться затрудненным формированием зародышей текстуры {111}<112> вследствие сегрегации олова на субграницах*». Таким образом, в Главе 3 соискатель объясняет замедление рекристаллизации торможением роста зерен оловом, а в Главе 4.2 — затрудненным зарождением. Эти два механизма не являются взаимодополняющими объяснениями одного явления; они противоречат друг другу. Если олово тормозит рост — значит, оно действует на границы зерен. Если оно препятствует зарождению — значит, оно действует на субграницы. Автор не объясняет, почему в одной работе принимаются две взаимоисключающие гипотезы, и какая из них является верной.

10. Соискатель заявляет в качестве научной новизны (п. 4) "разработку методики анализа остроты кристаллографической текстуры" и "вывод формулы для вычисления магнитной индукции". В методике определения остроты текстуры автор предлагает следующую последовательность действий: 1) электрополировка вместо шлифовки; 2) позиционирование по резу лазерной резки; 3) съемка EBSD, экспорт углов Эйлера, пересчет в α, β, γ; 4) вычисление средневзвешенных значений. Она утверждает, что «*разработанная в настоящем исследовании методика по оценке остроты текстуры учитывает все риски внесения отклонений в истинную ориентировку кристаллографической текстуры в образце и успешно минимизирует эти риски*». Однако, в диссертационной работе не приведено никаких сравнительных данных по результатам в образцах, подготовленными предлагаемым методом и традиционным (шлифовка + запрессовка). В описании методики отсутствует пояснение, как происходила калибровка и верификация референсного направления, а электрополировка и выравнивание по резу используются давно при анализе EBSD, что отражает несостоятельность притязаний автора на новизну в данном пункте работы.

11. В формуле (15.1) (стр. 115) автор приводит формулу, взятую из труда Shilling, J. Magnetic properties and domain structure in grain-oriented 3% Si-Fe (1974). При этом автор добавляет собственный коэффициент с дополненными значениями стандартных отклонений углов α и β ($-0.27 \times \sigma\alpha,\beta$) и подаётся как оригинальный вклад. Но отклонения $\sigma_{\alpha,\beta}$ она считает от средневзвешенного значения угла, что является некорректным, так как кристаллографические ориентации и углы Эйлера не являются линейными величинами. При этом в формуле (15.1) первый член уравнения измеряется в Тл (индукция насыщения), а второй, авторский коэффициент – величина безразмерная. Ролдугина А. С. совершает, по сути, недопустимую по правилам размерностей операцию: берет разность между размерной величиной и безразмерной. Это означает, что добавочный коэффициент был подобран самостоятельно по пяти, как указано в диссертации, экспериментальным точкам без учета физического смысла процедуры. При этом, исходя из рис. 50, где происходит сравнение расчетных значений по формуле, предложенной в настоящем исследовании и формулам из работ [6] и [39], очевидно, что величина индукции в образцах В, 4 и 5, посчитанная по формулам из других источников (в 3 образцах из 5), имеет лучшую сходимость с экспериментальными значениями (сходимость образец В: 0,3% и 0,1%, образец 4:

1,2% и 0,4%, образец 5:0,5% и 0,2% у автора и формулы из другого источника соответственно). Приведенный в качестве единственного доказательства лучшей сходимости расчетных и экспериментальных $R^2 = 0,93$ нельзя считать достоверным, так как при определении коэффициента корреляции большую роль играет объем выборки, который у Ролдугиной А. С. не является статистически значимым: выборка 5 образцов. По факту, такой высокий коэффициент корреляции всего лишь артефакт малой выборки данных.

Нельзя не заметить, что в работе [102] Ролдугина, А.С. «Формирование текстуры в процессе вторичной рекристаллизации в высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с различными легирующими добавками» автор уже проводила исследование этого же набора образцов, но там, в статье (стр. 36) она использует другую формулу: $B_{800} = 1.99 / (\cos(0.5\alpha + 0.55\beta) + \sin(0.5\alpha + 0.55\beta))$. Это формула из работы Bernier et al. [39]. И результаты расчётов по ней дают ошибку менее 0.5% относительно эксперимента, что является лучшим результатом по сравнению с результатами по предложенной в работе формуле. В диссертации Ролдугина А. С. утверждает, что ее формула является научной новизной, но при этом умалчивает, что она уже использовала формулу, дающую меньшую погрешность. При этом, она использует в статье, по сути, не прямую формулу, указанную в источнике литературы, а гибрид из [39] стр. 48: значение Bmax = 1,99 Тл соответствует их fit по модели (8d) и подставляет в модель (8b), где указано $Js = a_1 = 2,03$ Тл.
Кроме того, в статье и в диссертации используются разные значения индукции насыщения Bs для одних и тех же образцов. В статье: Bs=1,99 (взято из работы Bernier et al., 2013). В диссертации: Bs=2,03Тл. *Bs* — это физическая константа материала (индукция насыщения). Для Fe-3%Si при комнатной температуре она действительно около 2,03 Тл. 1,99 Тл — это заниженное значение. Ролдугина А. С. не объясняет и не показывает, что будет, если подставить 1,99 в ее формулу, что ставит под сомнение не только достоверность предложенной формулы, но и сам факт наличия в работе пункта научной новизны №4. По существу, соискатель использовала две разные версии расчёта для одного и того же набора данных, опубликовав ту из них, которая выглядит как "оригинальная", но даёт худшую сходимость с экспериментом, и умолчав о применении ранее альтернативной формулы из литературы, которая давала лучший результат. Это характеризует не столько научную новизну, сколько непоследовательность автора в выборе расчётных методик.

Нельзя не отметить системные проблемы работы

Перечисленные выше замечания не являются набором случайных ошибок. Они образуют устойчивую систему, пронизывающую диссертацию от постановки задачи до итоговых выводов:

Несоответствие заявленной теме. В названии и цели работы заявлены «сегрегационные эффекты», однако в главах 3-5, составляющих основной объем исследования, автор ни разу не приводит прямого экспериментального доказательства сегрегации олова на границах рекристаллизованных зерен. Утверждения «олово сегрегирует и тормозит границы» остаются голословными. Единственное наблюдение сегрегации сделано в Главе 6 на границе оксид-матрица, что не имеет отношения к механизмам, обсуждаемым в главах 3-5.

Подмена наблюдения доказательством. Автор систематически использует слово «механизм» там, где речь идет лишь о наблюдении или гипотезе. Вывод о преимущественном ориентированном росте (Глава 4) сделан на основе статичного сопоставления текстур, без единого измерения скорости миграции границ. Вывод о роли специальных границ при вторичной рекристаллизации (Глава 5) основан на косвенных признаках, что признано и Ведущей организацией. Вывод о торможении границ оловом (Глава 3) сделан без измерения энергии активации.

Игнорирование ключевых факторов. На протяжении всей работы автор игнорирует ингибиторную фазу, без анализа которой обсуждение механизмов рекристаллизации в ЭАС теряет

физическую основу. Автор не разделяет влияние олова и хрома. Автор не учитывает процесс возврата. Автор выдает артефакт оборудования (Gleeble) за физический результат. Каждый из этих факторов мог бы полностью объяснить наблюдаемые эффекты без привлечения гипотезы о сегрегации олова.

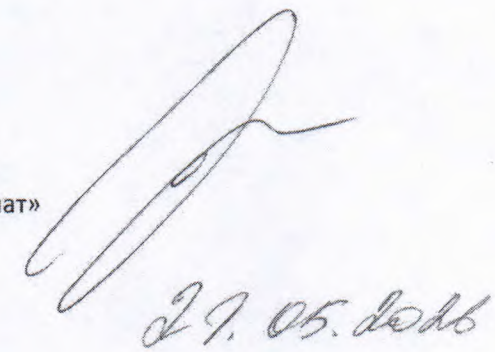
Отсутствие статистической культуры. Доверительные интервалы не указаны, погрешности не обоснованы, количественные критерии классификации структурных составляющих произвольны, а ключевые выводы делаются на выборке из 5 образцов. Работа не соответствует базовым требованиям воспроизводимости научного результата.

Противоречия с собственными публикациями. Различие ключевых параметров модели Аврами в диссертации и в статье. Формула расчета магнитной индукции, заявленная как научная новизна, дает худшую сходимость с экспериментом, чем формула из литературы, которую автор использовала ранее и скрыла этот факт в диссертации.

Таким образом, диссертационная работа Ролдугиной А.С. не является завершенным научным исследованием, удовлетворяющим критериям, предъявляемым к кандидатским диссертациям. Ни один из семи заявленных пунктов научной новизны не имеет достаточного экспериментального обоснования. Работа не соответствует требованиям п. 9-14 «Положения о присуждении ученых степеней», а ее автор, Ролдугина Анна Сергеевна, не заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Я, Щеренкова Ирина Сергеевна, даю согласие на включение своих персональных данных во все документы, связанные с работой совета и их дальнейшую обработку.

Отзыв составила:
Щеренкова Ирина Сергеевна
Учёная степень: кандидат технических наук
по специальности 05.16.01. Металловедение и
термическая обработка металлов и сплавов
Должность: старший инженер
Дирекции по исследованиям и разработкам новых продуктов
Место работы: ПАО «Новолипецкий металлургический комбинат»
Почтовый адрес: 398040, г. Липецк, пл. Металлургов, д. 2
Телефон: +7-920-246-32-85
Электронная почта: shcherenkova_is@icloud.com



Российская Федерация

Город Липецк Липецкая область

Двадцать второго мая две тысячи двадцать шестого года

Я, Умкеева Альбина Владимировна, временно исполняющая обязанности нотариуса Полякова Александра Владимировича нотариального округа города Липецка, свидетельствую подлинность подписи Щеренковой Ирины Сергеевны.

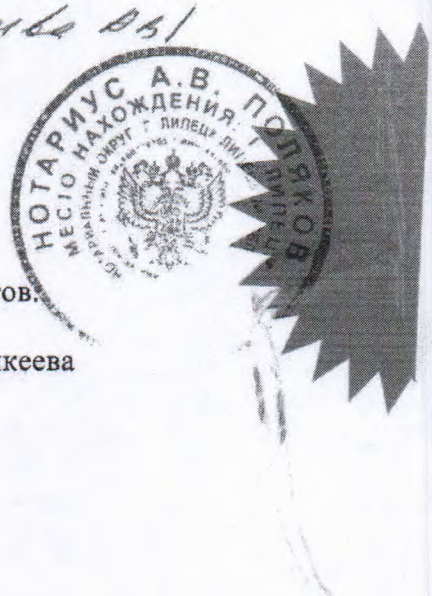
Подпись сделана в моем присутствии.

Личность подписавшего документ установлена.

Зарегистрировано в реестре: № **48/32-н/48-2026-2-528**.

Уплачено за совершение нотариального действия: 1600 руб. 00 коп.

А.В.Умкеева



Прошито, пронумеровано и скреплено печатью 7 (семь) листов.

А.В.Умкеева

Компьютерная система "Экспресс"

ISIJ International, Vol. 45 (2005), No. 11, pp. 1666–1675

Hot Deformation and Recrystallization of 3% Silicon Steel Part 1: Microstructure, Flow Stress and Recrystallization Characteristics

S. AKTA, G. J. RICHARDSON[1)] and C. M. SELLARS[2)]

Faculty of Mechanical Engineering, University of Aleppo, Syria. 1) School of Engineering, Sheffield Hallam University, UK. 2) Department of Engineering Materials, The University of Sheffield, UK.

(*Received on March 22, 2005; accepted on August 4, 2005*)

The recrystallization kinetics of 3% Si steel after hot rolling and plane strain compression at strain rates from 0.05 to 5 s^{-1} over a temperature range of 800 to 1 100°C have been investigated. The flow stress of the ferritic 3% Si steel Indicates that the dynamic recovery rate is about two orders of magnitude faster than in austenite. Recrystallization rate after hot rolling is affected by deformation variables and is strongly influenced by the initial grain size. In coarse grained material, retardation of recrystallization resulted in the appearance of a plateau in the recrystallization curves. Austenite present during deformation affects both the strength during deformation and the subsequent recrystallization kinetics.

KEY WORDS: silicon steel; hot rolling; flow stress; static recovery; static recrystallization.

1. Introduction

Silicon steels containing up to 5% Si are the most important ferromagnetic materials produced today, and form the cores of a large range of electrical machines. These electrical steels are of non-oriented or oriented forms. The factors affecting magnetic properties, resistivity, grain size, and texture can be controlled through proper choice of composition and processing conditions.[1)] With carbon contents of less than 0.02%, iron–silicon alloys have a gamma loop extending to about 2.5% silicon, **Fig. 1**. The basic composition of commercial high permeability grain-oriented silicon steel is 3% Si and 0.07% C. This combination of elements is known to expand the gamma loop, as evidenced by the work of Leslie *et al.*,[2)] who found that a carbon content of 0.07% in otherwise pure iron–silicon alloys extended the gamma loop from 2.5% up to 6.5% Si, with the maximum amount of austenite at about 1 150°C. The major influence of carbon content on the amount of austenite present in a 3.25% Si steel is clearly shown in **Fig. 2**.

Suitable thermomechanical processing is needed to implement strict texture control.[3)] At hot working temperatures, it is generally accepted that recovery dominates the restoration process of ferritic silicon steel, and little attention has been paid to the recrystallization behaviour at high temperatures. However, in recent years warm rolling of steels in the ferrite range, especially interstitial free (IF) steels, has increasingly attracted the attention of investigators.[4–6)] In this context, 3% Si steel can be used as an experimental vehicle for the study of deformation and annealing phenomena in body-centered cubic materials to provide valuable information on recrystallization behaviour, when the low carbon content steel is ferritic at all temperatures and only undergoes dynamic recovery during deformation.

The aim of this paper is to discuss some of the effects of composition, microstructure, and hot deformation variables. The effects of partial transformation to austenite during reheating for hot rolling of 3% Si steel with two different compositions, chosen to be representative of commercial practice, on the static recrystallization behaviour and on the evolution of microstructures are presented. Detailed quantitative analysis of the effects of the internal and processing variables on the development of recrystallization in each of the alloys will be presented in later papers.

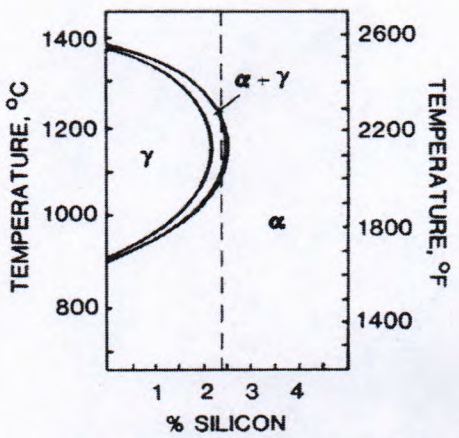


Fig. 1. Fe–Si phase diagram for alloys containing 0.01 to 0.02% C (1).

© 2005 ISIJ

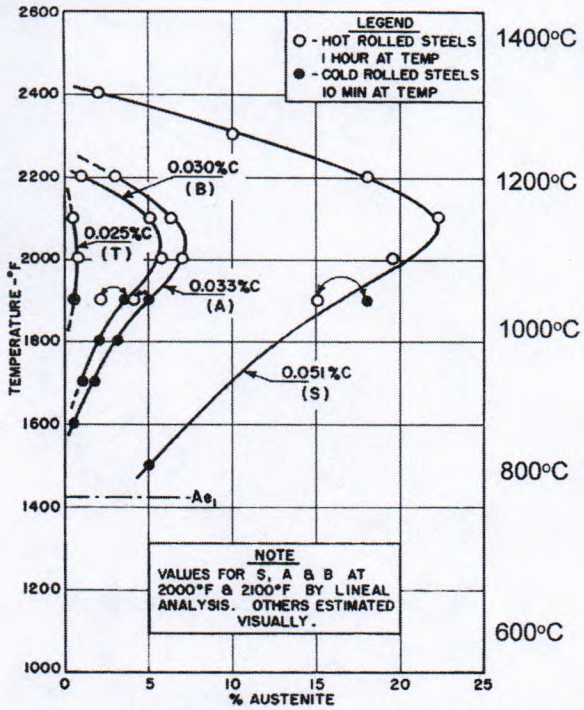


Fig. 2. Amount of austenite present in four 3.25% silicon–iron alloys at high temperatures (2).

2. Materials and Experimental Techniques

The experimental study mainly involved hot rolling and subsequent metallographic examination, with some supplementary plane strain compression testing. The experimental work was conducted using samples of two alloys of 3% Si steel of commercial purity. These materials will be referred to as Mat(A) and Mat(B), and had the composition given in **Table 1**. Mat(A) was supplied by British Steel (now Corus), Ravenscraig Works, Scotland, as 30 mm thick hot rolled commercial plates with an initial grain size of 850±50 μm, **Fig. 3**(a). Small experimental slabs 150 mm×50 mm×30 mm thickness of Mat(A) were hot rolled at 1 100°C by two passes of 30% reduction and annealed at 1 100°C for 1 h to generate a smaller starting grain size. Material which received this treatment will be referred to as Mat(A1) and had a starting thickness of 14.7 mm. Further slabs of Mat(A) and Mat(A1) were decarburized to reduce the carbon content; these materials will be referred to as Mat(A2) and Mat(A3), respectively. The composition of Mat(B), Table 1, was chosen to be comparable with the commercial silicon steel, but with silicon sufficiently high and carbon sufficiently low, to avoid partial phase transformation into austenite upon reheating or cooling during processing, Figs. 1 and 2. It was air melted in a laboratory induction furnace and cast into two hot topped ingots of 76 mm in diameter. The ingots were machined into round billets 72 mm dia., reheated at a temperature of 1 150°C for 1 h, and extruded to rectangular bars of 28 mm width and 15 mm thickness. After extrusion the material had a uniform recrystallized structure with grain size of 233±10 μm, Fig. 3(b).

2.1. Experimental Rolling

All materials were laboratory rolled from small slabs.

Table 1. Chemical composition of steels investigated, wt%.

Material	C	Si	Mn	Cr	Ni	Al	S	P	Cu
Mat(A)	0.036	3.16	0.089	0.008	0.011	0.003	0.019	0.004	0.018
Mat(B)	0.016	3.31	0.13	<0.02	<0.002	0.023	0.004	<0.005	<0.02

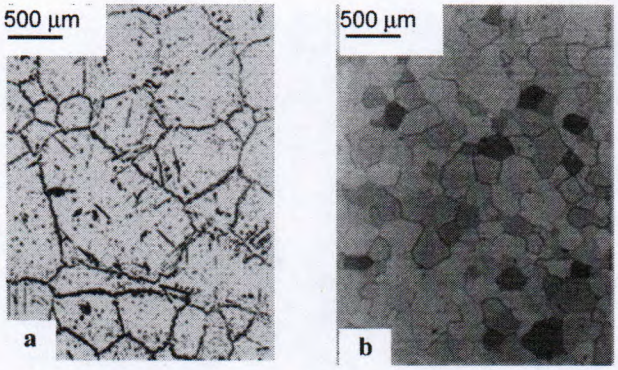


Fig. 3. Original structure of the experimental materials (a) Mat(A) and (b) Mat(B).

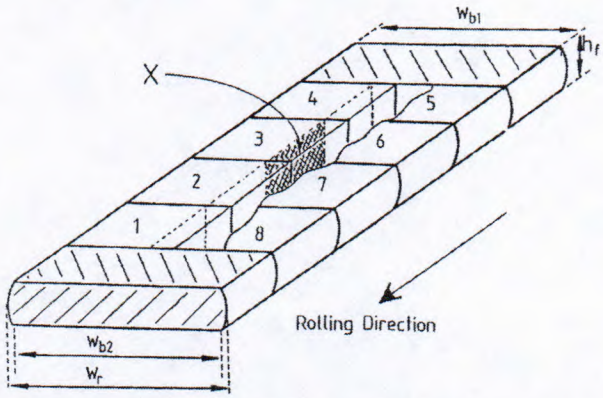


Fig. 4. Schematic diagram of the samples taken for annealing. The faces marked X were the planes chosen for metallographic examination.

The slabs were shot blasted to remove any scale and a 1.6 mm dia. hole was drilled through the width direction to the center-line of each one. A chromel-alumel thermocouple was inserted in this hole to measure the temperature during reheating and rolling operations. The thicker slabs (Mat(A) and Mat(A2)) were reheated at the rolling temperature for 60 min and the thinner slabs (Mat(A1) and Mat(A3)) for 40 min under an exothermic gas atmosphere to avoid scaling. The hot rolling was performed in a 50 t Hille laboratory rolling mill with measurement of rolling loads and rolling speed. The peripheral roll speed was kept constant at 222 mm/s throughout the experiments.

Most of the slabs were rolled in a two-pass reduction schedule with 30% reduction per pass and a start rolling temperature (T_R) of 1 100°C. After rolling, most slabs were immediately water quenched within an average time of 2 s between exit from the rolls and quenching. In order to examine the microstructure at each stage of the hot rolling process, additional samples were water quenched from the reheat temperature immediately prior to hot rolling, and after the first pass. The quenched slabs after rolling were cut into small pieces, **Fig. 4**, for recrystallization annealing.

© 2005 ISIJ

During reheating of the small pieces, the period of increasing temperature was converted to an equivalent isothermal time (t_{eq}) at the annealing temperature using Whittaker's equation[7,12]

$$t_{eq}=\Sigma\exp(-Q_{rex}/RT_i)\delta t_i/\exp(-Q_{rex}/RT) \quad \ldots\ldots\ldots(1)$$

where, T_i is the temperature in a particular time interval, δt_i, T is the annealing temperature, and Q_{rex} is the activation energy for static recrystallization, which has been found in the present work to be 230 kJ·mol^{-1}.

After annealing and subsequent quenching, the samples were cut 2 mm from the central longitudinal plane, Fig. 4, to remove any annealing effects caused by deformation when cutting the original pieces. The microstructures were examined by optical microscopy after electrolytic etching in Morris' reagent.[8] The volume fraction recrystallized and the volume fraction of austenite (martensite after quenching) were determined by point counting, using a grid attached to the screen of the projection microscope. The recrystallized grain size was determined using mean linear intercepts. Sufficient points or intercepts were measured to give relative errors of less than 5% of the measured values of volume fraction and grain size. The measurements were carried out on longitudinal sections along lines at 1/4 thickness below the surface and at the centre of the slabs.

2.2. Plane Strain Compression Testing

Plane strain compression testing was carried out in a computer controlled servo-hydraulic machine. The equipment has a reheating furnace and a separate testing furnace, which encloses the tools. The characteristic features of the machine have been described elsewhere.[9] Specimens of 10 mm thickness were machined from the coarse and fine grained materials and chromium plated to give a 3 μm thick layer. The plating protects the surface from oxidation, which could lead to erratic frictional effects. A water-based glass lubricant was then applied and allowed to dry overnight. The specimens were reheated for 20 min in the reheating furnace set at the testing temperature, transferred to the testing furnace and held for 2 min before each test in order to eliminate the thermal gradients introduced during transfer between furnaces. The tests were performed on specimens of Mat(A), Mat(A2) and Mat(A3) at constant equivalent strain rates of 0.05, 0.5, and 5 s^{-1} over the temperature range of 900 to 1 100°C.

3. Experimental Results

3.1. Metallography of Reheated and Deformed Slabs

Examination of samples of Mat(A) quenched from the reheating temperatures indicated that some martensite was present, **Fig. 5**. Increasing the reheating temperature leads to an increase in the amount of austenite (martensite after quenching). The amount of austenite measured in samples reheated at 1 100, 1 000, 900 and 800°C was approximately 16%, 12%, 5% and 2%, respectively.

Examination of samples quenched immediately after the two pass rolling schedule with 30% reduction per pass at a start rolling temperature of 1 100°C showed deformed grains, **Fig. 6**(a), with a fairly well developed and equiaxed sub grain structure within the deformed grains, Fig. 6(b). It

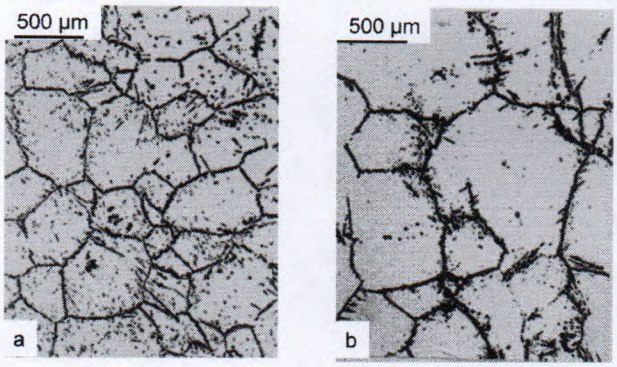


Fig. 5. Optical micrographs of Mat(A), showing the amount of martensite (austenite before quenching) in the samples quenched from temperatures (a) 1 100°C and (b) 1 000°C after holding for 60 min.

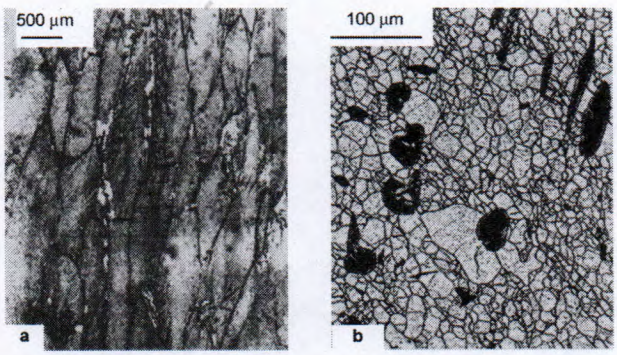


Fig. 6. Deformed grain structure (a) and substructure (b) of Mat(A) deformed 2 passes of 30% reduction at starting rolling temperature 1 100°C.

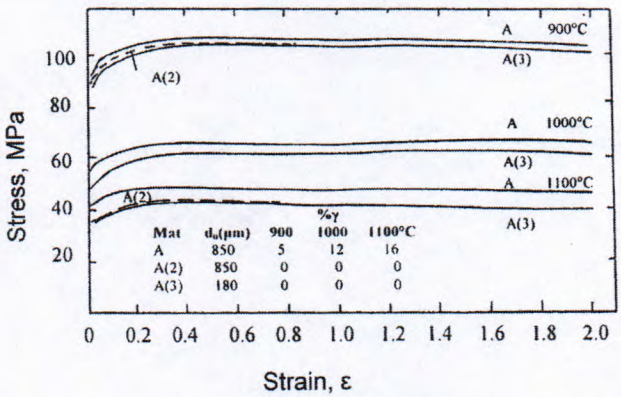


Fig. 7. Comparison between stress–strain curves for materials with and without austenite present during hot deformation at different temperatures and a strain rate of 5 s^{-1}.

is also apparent from Fig. 6 that static recrystallization has started during the quenching delay of about 2 s after rolling (X~8%). The statically recrystallized grains are free from substructure, have smooth boundaries and are approximately equiaxed.

3.2. Hot Deformation Behaviour

The equivalent stress-equivalent strain curves for materials with and without austenite tested at 5 s^{-1} are shown in **Fig. 7**. It is clear that there is a strength difference between

© 2005 ISIJ

AIP ADVANCES 8, 047605 (2018)

Influence of initial heating during final high temperature annealing on the offset of primary and secondary recrystallization in Cu-bearing grain oriented electrical steels

P. Rodriguez-Calvillo,[1,a] E. Leunis,[1] T. Van De Putte,[2] S. Jacobs,[3] O. Zacek,[4] and W. Saikaly[1]

[1]*ArcelorMittal Global R&D Gent, J.F. Kennedylaan 3, 9060 Zelzate, Belgium*
[2]*ArcelorMittal Europe - Flat Products, J.F. Kennedylaan 51, B-9042 Gent, Belgium*
[3]*ArcelorMittal Global R&D, Technologiepark 935, 9052 Zwijnaarde, Belgium*
[4]*ArcelorMittal Ostrava, Plant 17, 73801 Frýdek Místek, Czech Republic*

(Received 30 June 2017; accepted 26 August 2017; published online 16 October 2017)

The industrial production route of Grain Oriented Electrical Steels (GOES) is complex and fine-tuned for each grade. Its metallurgical process requires in all cases the abnormal grain growth (AGG) of the Goss orientation during the final high temperature annealing (HTA). The exact mechanism of AGG is not yet fully understood, but is controlled by the different inhibition systems, namely MnS, AlN and Cu_xS, their size and distribution, and the initial primary recrystallized grain size. Therefore, among other parameters, the initial heating stage during the HTA is crucial for the proper development of primary and secondary recrystallized microstructures. Cold rolled 0.3 mm Cu-bearing Grain Oriented Electrical Steel has been submitted to interrupted annealing experiments in a lab tubular furnace. Two different annealing cycles were applied:• Constant heating at 30°C/h up to 1000°C. Two step cycle with initial heating at 100°C/h up to 600°C, followed by 18 h soaking at 600°C and then heating at 30°C/h up to 1050°C. The materials are analyzed in terms of their magnetic properties, grain size, texture and precipitates. The characteristic magnetic properties are analyzed for the different extraction temperatures and Cycles. As the annealing was progressing, the coercivity values (Hc 1.7T [A/m]) decreased, showing two abrupt drops, which can be associated to the on-set of primary and secondary recrystallization. The primary recrystallized grain sizes and recrystallized fractions are fitted to a model using a non-isothermal approach. This analysis shows that, although the resulting grain sizes were similar, the kinetics for the two step annealing were faster due to the lower recovery. The on-set of secondary recrystallization was also shifted to higher temperatures in the case of the continuous heating cycle, which might end in different final grain sizes and final magnetic properties. In both samples, nearly all the observed precipitates are Al-Si-Mn nitrides, ranging from pure AlN to Si_4Mn-nitride. © *2017 Author(s). All article content, except where otherwise noted, is licensed under a Creative Commons Attribution (CC BY) license (http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).* https://doi.org/10.1063/1.4993681

INTRODUCTION

Electrical Steels can have Si contents close to 3 wt.-% and their final microstructure and texture is designed to achieve specific properties required for magnetic applications such as resistivity, polarization, total losses,... Grain sizes of approximately 150 - 200 μm, for 50 Hz/60 Hz applications, and a crystallographic texture on the Cube component are desired in the case of the so called Non Oriented

[a]Corresponding author: pablo.rodriguezcalvillo@arcelormittal.com

 © Author(s) 2017

Electrical Steels (NOES), while grain sizes in the range of tens of millimeters and a very strong texture on the Goss components are required for the Grain Orientated Electrical Steels (GOES).[1–5]

The GOES can be further classified as Conventional and High Permeability Grades, the latter having a threshold value of 1.9 T for the magnetic polarization B (800A/m). Among different grades and chemistry variations, the Cu-bearing Grain Oriented Electrical Steel, with a polarization close to 1.9 T, is a good candidate to be used as core material for electrical transformers.[2,4,6]

Although the industrial production route of GOES is extremely complicated and fine-tuned for each grade, its metallurgical process implies the abnormal grain growth (AGG) of the Goss orientation during the final High Temperature Annealing, HTA. Although the exact mechanism is not yet well understood, it is accepted that AGG is controlled by the different inhibition systems, namely MnS, AlN and Cu_xS, their size and distribution and the initial primary recrystallized grain size. Therefore the initial heating stage during the HTA is crucial for the proper development of primary and secondary recrystallized microstructures.[2,4,6,7,10,11]

The objective of this paper is to see whether a correlation can be found between different stages of the microstructure evolution during the initial heating steps of the HTA and the magnetic properties. In a second study, not presented here, the texture evolution during secondary recrystallization will be evaluated and linked to the magnetic properties.

EXPERIMENTAL

Cold rolled 0.3 mm Cu-bearing Grain Oriented Electrical Steel, with 3.1 wt. % Si, 0.5 wt. % Cu, 0.2 wt. % Mn, 0.015 wt. % Al, and a small amount of other elements, has been submitted to interrupted annealing experiments in a lab tubular furnace. Two different annealing cycles, see Fig. 1, were applied:

- Cycle 1 with constant heating at 30°C/h up to 1000°C.
- Cycle 2 consisting in two step cycle with initial heating at 100°C/h up to 600°C, followed by 18 h soaking at 600°C and then heating at 30°C/h up to 1050°C

The materials are analyzed in terms of their magnetic properties, grain size by optical microscopy and EBSD, texture by EBSD and precipitates by dissolution techniques and TEM. Detailed description of the experimental techniques is already given in previous publication.[7]

RESULTS AND DISCUSSION

Magnetic measurements

The characteristic magnetic values were analyzed for the different extraction temperatures and cycles. The coercivity, Hc (1.7T) [A/m], reflected the largest variation as a function of extraction

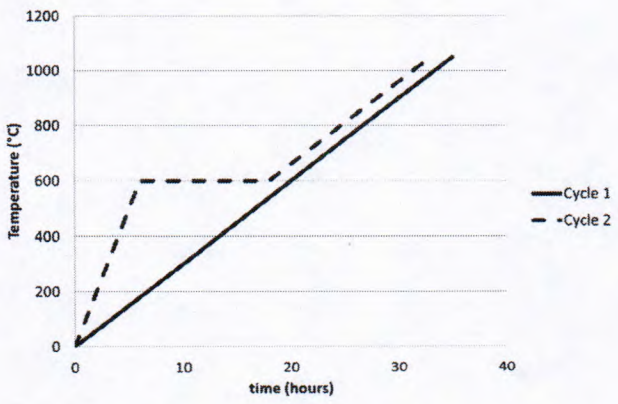


FIG. 1. Representation of the temperature versus time for both annealing cycles.

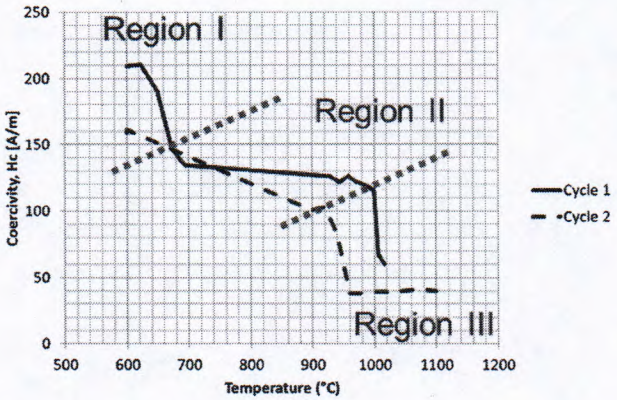


FIG. 2. Representation of the coercivity, Hc, versus extraction temperature for both annealing cycles.

temperature, what allowed to classify in 3 regions, as shown in Fig. 2, which will be characterized from a microstructure and precipitation point of view in the next. It is worth to notice that the continuous Cycle 1 exhibits two abrupt drops in the coercivity value; the first at 600°C and the second at 1000°C. This can be associated to the on-set of primary and secondary recrystallization respectively. For the materials submitted to Cycle 2 only one drop of coercivity at 920°C, related to the secondary recrystallization, is observed. Additionally for both cycles a gradual decrease in coercivity is measured between primary and secondary recrystallization, being steeper in the case of the two step Cycle 2.

Microstructure evolution

The optical microstructures of the samples point out the different progress of recrystallization and grain growth for both annealing cycles, see Fig. 3. At 600°C the material submitted to the Cycle 2 exhibited already a high degree of primary recrystallization, followed by grain growth stagnation. Above 960°C suddenly abnormal grain growth takes place. In the case of Cycle 1 similar stages are observed, but they are somewhat shifted to higher temperatures.

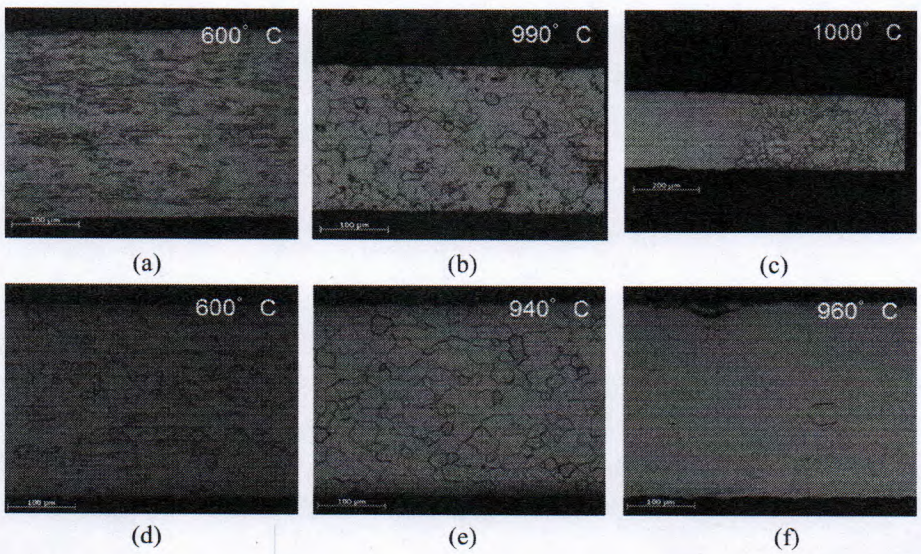


FIG. 3. Optical microstructures after extraction at temperature (a) 600, (b) 990 and (c) 1000°C for Cycle 1 and (d) 600, (e) 940 and (f) 960 °C for Cycle 2.

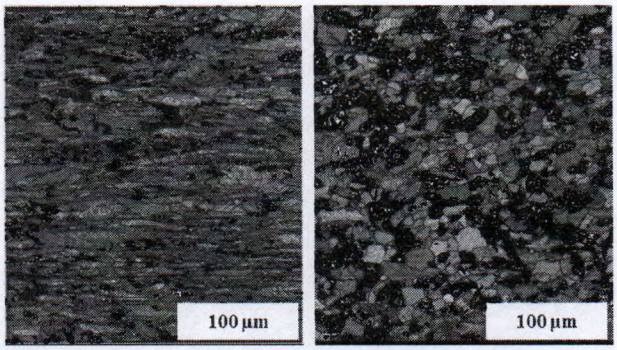


FIG. 4. Representation of the EBSD by an overlay of the inverse pole figure and band contrast map of the samples extracted at 600°C for (a) Cycle 1 and (b) Cycle 2, respectively.

In order to better quantify the extent of primary recrystallization, EBSD scans were performed on a selection of samples. In Fig. 4 an overlay of the Inverse Pole Figure and Band Contrast maps obtained by EBSD on samples extracted at 600°C is presented revealing clearly different microstructure evolutions for both Cycles. For Cycle 1 the microstructure is hardly recrystallized whereas for Cycle 2 it is almost fully recrystallized at a first impression. For each EBSD measurement, the recrystallized fraction as well as the recrystallized grain size was determined.

In order to be able to compare better both cycles with different heating rates, the time-temperature profiles for each Cycle are converted to an equivalent isothermal time (t_{eq}) for an isothermal temperature of 1020°C, using Whittaker's equation:[5]

$$t_{eq} = \frac{\sum exp\left(\frac{-Q_{rex}}{RT_i}\right)\delta t_i}{exp\left(\frac{-Q_{rex}}{RT}\right)} \quad (1)$$

Where, T_i is the temperature in a particular time interval, δt_i. The Q_{rex}, activation energy for static recrystallization, and T, isothermal annealing temperature, are fixed to 225 KJ/mol and 1020°C, respectively.[5]

The kinetics of primary recrystallization can be calculated using the isothermal annealing time, t_{eq} following the Avrami equation:[8]

$$X = 1 - \exp\left(-0.693\left(\frac{t_{eq}}{t_{0.5}}\right)^n\right) \quad (2)$$

Where n is the Avrami exponent and $t_{0.5}$ the time for the 50% of recrystallization.

The Avrami exponent could be derived by fitting the recrystallized fractions (X) obtained by EBSD. A representation of this fitting is shown in Fig. 5 (a). The calculated values of Avrami exponent, n, were equal to 2.7 and in agreement with literature,[5,8] which implies that the primary recrystallization mechanism is mainly related to volume nucleation and two-dimensional growth.[9]

It is clearly observed in Fig. 5 (a) that the primary recrystallization kinetics of the Cycle 1 were somewhat slower than for Cycle 2, due to the lower recovery. Therefore the calculated $t_{0.5}$ and the time for full recrystallization were converted to their reciprocal annealing temperature, resulting in 657 and 700°C for Cycle 1, respectively. On the other hand for Cycle 2 the 50% of recrystallization was already achieved at the 600°C isothermal segment and fully primary recrystallized material was obtained at temperatures above 602°C, in agreement with the coercivity inflections observed in Fig. 2. This retarded primary recrystallization in Cycle 1, could be explained by the higher amount of recovery, so decreased driving force for recrystallization, when using a slower heating rate.

Once the primary recrystallization was completed, a stage of grain growth with inhibition took place in both cycles, allowing a local increase in the grain size from 9.5 to 15.4 µm and from 8.6

Приложение 18

ОТЗЫВ

официального оппонента Петровой Ларисы Георгиевны
на диссертационную работу Ролдугиной Анны Сергеевны
«Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности
2.6.1 Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Актуальность темы диссертационной работы

Эффективность процессов передачи электроэнергии зависит от свойств материалов, использующихся для изготовления сердечников трансформаторов. На данный момент для изготовления обмотки трансформатора используется электротехническая анизотропная сталь с высоким содержанием кремния (около 3% по массе). Улучшение магнитных свойств этого материала позволит повысить эффективность работы трансформаторов и достичь снижения энергетических потерь. На данный момент помимо классической технологии производства электротехнической анизотропной стали во всем мире развивается технология производства данного класса материалов по методу приобретенного ингибитора, который формируется в результате азотирования. Представленная диссертационная работа посвящена развитию технологии производства электротехнической анизотропной стали по методу приобретенного ингибитора, и, как метод дополнительного управления кристаллографической текстурой и структурой стали на различных переделах, рассматривается легирование оловом. Влияние олова на свойства материала основывается на склонности этого элемента к сегрегации на границах зерен и границах раздела фаз.

Потребность в формировании дисперсной ингибиторной фазы в электротехнической анизотропной стали обусловлена тем, что на последнем

формула, которая позволяет с высокой точностью вычислить магнитную индукцию на основании параметров остроты текстуры, причем полученные по предложенной формуле значения дают лучшее совпадение с экспериментальными значениями, чем формулы из литературных источников.

В **шестой главе** исследовано влияние олова в электротехнической анизотропной стали на структурообразование при химико-термической обработке. Показано, что олово влияет на диффузию элементов и формирование зоны внутреннего окисления. Выдвинута гипотеза о взаимосвязи содержания олова и явления аустенизации в приповерхностных слоях стального проката.

Каждая из глав завершается отдельным заключением. В конце работы приведено общее заключение, которое описывает полученные результаты и их соответствие поставленным задачам.

По работе имеются замечания:

1. Для полноценного сравнительного анализа следовало изучить сталь с минимальным содержанием и олова, и хрома. Непонятно, почему сталь с <0,05% Sn названа сталью «со *средним* содержанием олова».

2. В работе отсутствуют данные по полному химическому составу сталей, что не дает возможность оценить адекватность полученных результатов анализа фазового состава.

3. Не приводятся исследования влияния геометрии и объемной доли дисперсной фазы на структурные превращения.

4. На рис. 21 не указаны интервалы ошибки измерений для экспериментальных точек, что снижает значимость выводов о преимуществе стали, содержащей олово.

5. Главу 3 следовало разбить на параграфы, посвящённые экспериментальному исследованию рекристаллизованной структуры,

количественному описанию кинетики рекристаллизации и анализу полученных результатов.

6. На стр. 128 высказывание «Необходимо также учитывать, что *в стали А*, и, в большей степени, в стали В, *содержится значительное количество хрома*» некорректно, так как в стали А хрома не более 0,05%.

7. В стали В хрома не настолько много (0,10-0,15%), чтобы образовывать сколь-нибудь значимую долю химических соединений. Доказательств образования фазы Cr_2MnO_4 недостаточно.

8. В работе не приводятся параметры процесса азотирования, что не позволяет оценить обоснованность интерпретации протекающих фазовых превращений.

Указанные замечания не снижают значимости диссертационного исследования при общей положительной оценке работы.

Рекомендации по использованию результатов и выводов диссертационной работы

Полученные автором в ходе диссертационных исследований результаты рекомендуются к использованию при выборе технологических режимов производства электротехнической анизотропной стали с повышенными магнитными свойствами по методу приобретенного ингибитора.

Соответствие содержания автореферата основным положениям автореферата

Содержание автореферата корректно и полно отражает основные положения диссертации наряду с опубликованными автором работами по теме исследования.

Заключение

Выполненная квалификационная работа Ролдугиной Анны Сергеевны по теме «Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова» представляет собой завершённую исследовательскую работу. Диссертационная работа соответствует требованиям к научно-квалификационным работам и требованиям, предъявляемым к кандидатским диссертациям (см. п. II «Положения о присуждении ученых степеней…» от 24 сентября 2013 г. №842 (в ред. от 25.01.2024 г.)).

Диссертация «Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова» соответствует паспорту специальности ВАК 2.6.1 Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов в части следующих пунктов: п. 2 – «теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях, включая технологические воздействия…», п. 4 – «теоретические и экспериментальные исследования термических, термоупругих, термопластических, термохимических, термомагнитных, радиационных, акустических и других воздействий на изменение структуры и свойств металлов и сплавов…», п. 10 – «разработка новых и совершенствование существующих методов фазового, структурного и физико-химического анализов сплавов с учетом возможности цифровизации измерений», а ее автор – Ролдугина Анна Сергеевна, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки).

Я, Петрова Лариса Георгиевна, выражаю согласие на включение своих персональных данных в аттестационные документы соискателя ученой

степени кандидата технических наук Ролдугиной Анны Сергеевны и их дальнейшую обработку.

Официальный оппонент
доктор технических наук,
профессор кафедры
«Технологии конструкционных
материалов»

Петрова
Лариса Георгиевна

6. 05. 2016 г.

Подпись Петровой Л.Г.
заверяю:
Проректор по научной работе

Мазлумян Г.С.

ФГБОУ ВО «Московский автомобильно-дорожный государственный технический университет (МАДИ)»
Адрес организации: 125319, Москва, Ленинградский проспект, 64
Тел.: 8 916 6047394
E-mail: petrova_madi@mail.ru

Приложение 19

ОТЗЫВ

на автореферат диссертации Ролдугиной Анны Сергеевны «Влияние сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры и структуры на различных этапах производства электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова», представленной на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертационная работа Ролдугиной А.С. посвящена актуальной задаче установления механизмов влияния сегрегации олова на формирование кристаллографической текстуры и структуры электротехнической анизотропной стали (ЭАС) на различных этапах ее производства. Снижение магнитных потерь в трансформаторной стали является важным направлением повышения энергоэффективности, поэтому исследование факторов, определяющих текстуру и структуру ЭАС, представляет собой своевременную и востребованную работу.

В работе получен ряд новых научных результатов. Автором вычислены параметры уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами для первичной рекристаллизации ЭАС с различным содержанием олова. Установлен преимущественный механизм текстурообразования при первичной рекристаллизации. Разработана методика анализа остроты кристаллографической текстуры в конечном продукте ЭАС методом EBSD и предложена формула для расчета магнитной индукции, обеспечивающая лучшее совпадение с экспериментальными данными. Выявлены причины аномального роста зерен, ориентировка которых отличается от текстуры Госса.

Практическая значимость работы подтверждена возможностью оптимизации технологии производства ЭАС по методу приобретенного ингибитора, в частности обоснованием выбора содержания олова и режимов нагрева перед химико-термической обработкой.

Достоверность полученных результатов обеспечивается достаточным объемом статистики проведенных измерений, проверкой результатов различными независимыми методами, а также применением современных и аттестованных методик исследования.

Наряду с отмеченными положительными сторонами, по автореферату имеются следующие замечания:

1. В работе многократно утверждается, что наблюдаемые эффекты, такие как замедление рекристаллизации, изменение соотношения текстурных компонент и снижение глубины зоны внутреннего окисления, обусловлены сегрегацией олова на границах зерен и субграницах. Однако в автореферате отсутствуют прямые экспериментальные доказательства такой сегрегации, например данные локального анализа на границах зерен методами энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии или атомно-зондовой томографии. Без этого выводы о механизмах влияния олова остаются гипотетическими.

2. Для формулировки выводов о влиянии именно олова в работе сравниваются стали А с высоким содержанием олова и низким содержанием хрома и стали В со средним содержанием олова и высоким содержанием хрома, то есть различающиеся одновременно по двум элементам. В автореферате отсутствуют данные, позволяющие разделить вклад олова и хрома, что ставит под сомнение обоснованность утверждения об оптимальности среднего содержания олова, сделанного в заключении.

3. В автореферате отсутствует развернутая количественная характеристика ингибиторной фазы, а именно размер, распределение и объемная доля нитридов алюминия и кремния, в сталях с разным содержанием олова на различных этапах технологического процесса. Без этого нельзя исключить, что наблюдаемые различия в рекристаллизационном поведении связаны с изменением ингибирующей способности дисперсных частиц наряду с сегрегационными эффектами.

Высказанные замечания не являются принципиальными и не снижают общей научной и практической значимости диссертационной работы.

Считаю, что диссертационная работа Ролдугиной Анны Сергеевны является завершенной научно-квалификационной работой, которая по научному уровню и практической значимости соответствует требованиям пункта 9 «Положения о порядке присуждения ученых степеней» утвержденного постановлением Правительства Российской Федерации от 24.09.13 г. № 842, а ее автор заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Я, Болобанова Наталия Леонидовна, даю согласие на включение моих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Доктор технических наук
(2.6.4. Обработка металлов давлением),
доцент, заведующий кафедрой металлургии,
машиностроения и технологического оборудования
федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования
«Череповецкий государственный университет»

Болобанова Наталия Леонидовна

Сведения о составителе отзыва:

Фамилия, имя, отчество: Болобанова Наталия Леонидовна
Ученая степень: доктор технических наук
Ученое звание: доцент
Место работы: федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Череповецкий государственный университет»
Должность: заведующий кафедрой металлургии, машиностроения и технологического оборудования
Почтовый адрес: ул. Дзержинского, д. 30, ауд. 304,
г. Череповец, Вологодская обл., 162600
Телефон: (8202) 51-83-05
E-mail: nlbolobanova@chsu.ru

Подпись Болобановой Н.Л. заверяю
Ведущий специалист по кадрам Кузнецова Е.А.
27.01.2026г.

Управление персонала

Приложение 20

DOI: 10.30906/mitom.2024.12.32–40
УДК 669.1.017:669.018.5:669.017.16:548.53

Формирование текстуры в процессе вторичной рекристаллизации в высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с различными легирующими добавками

А. С. РОЛДУГИНА[1]*, **М. В. РЯЗАНОВ**[1], канд. хим. наук, **В. И. ПАРАХИН**[2], канд. техн. наук

[1] ПАО "Новолипецкий металлургический комбинат", г. Липецк, Россия (rolduginaas@gmail.com)
[2] Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И. П. Бардина, г. Москва, Россия

Изучено влияние химического состава на текстуру высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с использованием физического моделирования высокотемпературного отжига. Методами дифракции обратноотраженных электронов исследовано формирование текстуры при аномальном росте зерен в процессе вторичной рекристаллизации. Измерена острота текстуры и установлено распределение площади и количества зерен по углам разориентировки от идеального положения текстуры Госса. Проанализированы разориентировки, отличные от текстуры Госса, присутствующие в текстуре вторичной рекристаллизации. Предложены гипотезы появления непоглощенных зерен вследствие их размерного преимущества, возможной сегрегации олова на границах зерен. Описана возможная причина роста текстурной компоненты {112}⟨110⟩ за счет компоненты {111}⟨112⟩ в процессе вторичной рекристаллизации.

Ключевые слова: анизотропная электротехническая сталь; вторичная рекристаллизация; высокотемпературный отжиг; кристаллографическая текстура; металлографическая структура.

ИВИС
ИНФОРМАЦИОННЫЕ УСЛУГИ

ВВЕДЕНИЕ

Улучшение свойств высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали (ЭАС) является актуальной и наукоемкой задачей в области развития магнитомягких материалов. Применение сталей такого класса в сердечниках трансформаторов обусловлено тем, что структура ЭАС состоит из крупных зерен (размерами порядка нескольких миллиметров) с кристаллографической текстурой {110}⟨001⟩, называемой текстурой Госса [1]. Необходимость наличия текстуры Госса в ЭАС объясняется тем, что в зернах с такой ориентировкой кристаллической решетки направление легкого намагничивания ⟨001⟩ совпадает с направлением изменения магнитного поля при перемагничивании, в результате чего достигаются низкие магнитные потери. Особенностью высокопроницаемой ЭАС, в отличие от коммерческой ЭАС обычного качества, является высокая магнитная индукция, которая достигается за счет совершенства текстуры Госса. При этом разориентировка кристаллической решетки высокопроницаемой ЭАС от идеальной текстуры Госса не превышает 3°. Требуемое совершенство текстуры Госса в высокопроницаемой ЭАС достигается в процессе вторичной рекристаллизации на этапе конечного высокотемпературного отжига. Преимущественный рост зерен с ориентировкой Госса обусловлен наличием ингибиторов в виде дисперсной фазы и элементов, склонных к сегрегации на границах зерен. Существуют теории, согласно которым механизм аномального роста зерен в процессе вторичной рекристаллизации основывается на наличии высокоэнергетических [2] или специальных границ [3, 4], обладающих повышенной мобильностью и имеющих преимущество в передвижении в момент растворения или укрупнения ингибиторной фазы.

В случае неоптимального протекания вторичной рекристаллизации, например, при повышении или понижении температуры ее начала относительно оптимальных значений, в текстуре могут наблюдаться зерна "отклоненного Госса" или других ориентировок [5]. Это негативно скажется на совершенстве текстуры, и, следовательно, на магнитных свойствах стали после высокотемпературного отжига.

Для описания степени совершенства текстуры Госса применяются углы α, β и γ (рис. 1), на которые раскладывается отклонение кристаллической решет-

* Автор-корреспондент.

ки рассматриваемого зерна от идеального положения Госса [6].

Согласно литературным данным, на значения магнитной индукции влияют в основном углы α и β, среди которых β обладает более значительным влиянием.

Цель настоящей работы — исследование механизма формирования текстуры в процессе вторичной рекристаллизации в высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с различными легирующими добавками.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследовали образцы ЭАС холоднокатаного проката после первичной рекристаллизации, которая в случае ЭАС происходит на этапе химико-термической обработки (обезуглероживание и азотирование) [7]. Исследовали две стали, содержащие[2] 3,1 – 3,2 % Si и 0,004 – 0,006 % C, различающиеся по легирующим добавкам: сталь *A* — с низким содержанием олова (0,03 – 0,05 %); сталь *B* — с высоким содержанием (0,08 – 0,1 %).

Для физического моделирования использовали образцы размерами 30 × 305 мм. Перед моделированием этапа высокотемпературного отжига на образцы наносили термостойкое покрытие на основе оксида магния. Моделирование отжига проводили в лабораторной печи по следующему режиму: нагрев до 650 °С со скоростью 100 °С/ч в атмосфере 100 % H_2, затем нагрев до 1080 °С со скоростью 15 °С/ч в атмосфере 70 % H_2 + 30 % N_2 и охлаждение с печью.

После отжига определяли магнитные свойства образцов и исследовали текстуру вторичной рекристаллизации.

Магнитные свойства определяли на магнитоизмерительной установке MPG 100D (Brockhaus Messtechnik) с помощью однополоскового тестера (SST). Для измерений из исходного листа проката вырезали с высокой точностью образцы размерами 30 × 305 мм методом электроискровой резки. При этом образцы по длине были строго параллельны направлению прокатки.

Текстуру исследовали с помощью приставки для анализа дифракции обратноотраженных электронов Bruker XFlash на сканирующем эмиссионном электронном микроскопе Scios2 (ThermoFischer).

Исследование текстуры вторичной рекристаллизации является сложной экспериментальной задачей, так как определяемое отклонение от идеальной текстуры Госса должно составлять всего лишь несколько градусов [6, 8]. В настоящем исследовании предлагается оценка текстуры вторичной рекристаллизации в конечном продукте ЭАС методом EBSD со следующей пробоподготовкой:

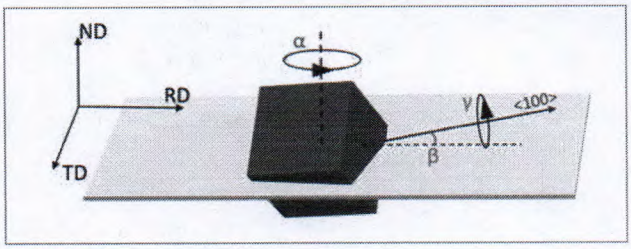


Рис. 1. Схематическое представление углов α, β, γ

1. Вырезание образцов размерами 15 × 30 мм на прецизионном станке. При этом одна из сторон исходного точного реза на электроискровом станке, параллельная направлению прокатки, сохраняется и именно по этой стороне проводится выравнивание в камере СЭМ.

2. Электрополировка образца на установке Lectropol (Struers) в плоскости прокатки.

Такой способ подготовки поверхности для анализа EBSD позволяет избежать искажений, вносимых запрессовкой и шлифовальным станком.

Съемку карт размерами 3,6 × 2,4 мм проводили при ускоряющем напряжении 20 кВ и токе 13 нА. Карты EBSD обрабатывали очисткой нулевых решений по четырем соседним пикселям или, в редких случаях, по трем пикселям, если это не искажало текстурную картину.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Анализ структуры и текстуры. На рис. 2 приведена структура образцов стали *A* и *B*. Установлено, что средний диаметр зерна по Фере (FEPA) составил 17,8 и 6,3 мм соответственно.

Для изучения текстуры вторичной рекристаллизации проводили исследование сталей методом EBSD. На рис. 3 показаны EBSD-карты в цветах треугольника обратной полюсной фигуры для исследованных образцов. Видно (рис. 3, *а*), что в структуре образца стали *A* наблюдаются в основном крупные зерна Госса и "отклоненного" Госса. В структуре образца стали *B* (рис. 3, *б*) встречаются как зерна, отклоненные от идеального положения Госса, так и аномально выросшие зерна, имеющие другую кристаллографическую ориентировку. В стали *B* встречается также небольшое количество зерен отличной от Госса ориентировки, имеющих размер порядка сотен микрон, что может свидетельствовать о неполном протекании вторичной рекристаллизации.

Для количественной оценки остроты текстуры для каждого зерна на EBSD-карте экспортировали численные значения средних углов Эйлера и площади зерна (или участка зерна). Затем по известным

[2] Здесь и далее по статье содержание элементов приведено в массовых долях, выраженных в %.

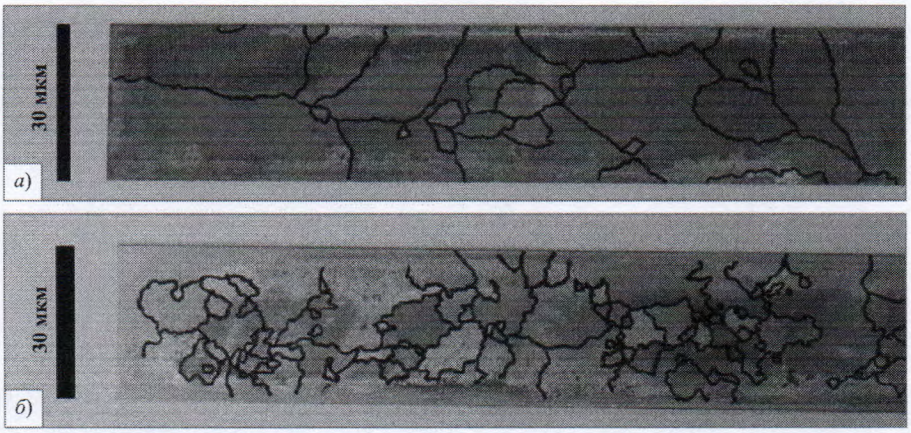


Рис. 2. Структура вторичной рекристаллизации стали *А* (*а*) и *В* (*б*) после отжига при 1080 °С

формулам [6] углы Эйлера пересчитывали в углы α, β, γ, описывающие отклонение кристаллической решетки от идеального положения Госса. Для того, чтобы получить средние значения углов α, β, γ для образца, вычисляли средневзвешенное каждого из углов по площади зерен. Результаты расчетов представлены в табл. 1.

Для анализа текстуры и структуры в процессе нагрева до 1080 °С, на основании проведенных измерений для образца стали *В* составлен массив данных, содержащий для каждого зерна площадь и углы разориентировки α, β, γ. Выбор образца стали *В* основан на том, что в его структуре наблюдаются зерна сильно отклоненного Госса и посторонних ориентировок (рис. 3, *б*). В случае стали *А* в структуре преобладают зерна Госса не с таким значительным отклонением, как в стали *В*, а зерен посторонних ориентировок почти нет (рис. 3, *а*). Вследствие этого подробное исследование стали *А* не проводилось.

На рис. 4 показаны гистограммы распределения площади зерен по углам разориентировки α, β, γ, а также количества зерен по суммарному углу отклонения (определяется как сумма углов α, β, γ). Видно, что наименьшее отклонение наблюдается по углу β, а наибольшее — по углу γ.

Анализ гистограммы распределения количества зерен по суммарному углу разориентировки (рис. 4, *г*) позволяет сделать вывод о том, что в структуре содержится большое количество зерен с достаточно большой степенью разориентировки (> 30°), площадь которых мала в сравнении с аномально растущими зернами Госса. Вместе с тем в структуре сталей (рис. 3) наблюдаются и крупные аномально вы-

Таблица 1. Расчетные углы отклонения кристаллической решетки от идеального положения Госса

Сталь	Угол отклонения, град		
	α	β	γ
А	4,02	3,70	5,66
В	6,97	3,68	7,71

ИВИС
ИНФОРМАЦИОННЫЕ ВЕБ-СИСТЕМЫ

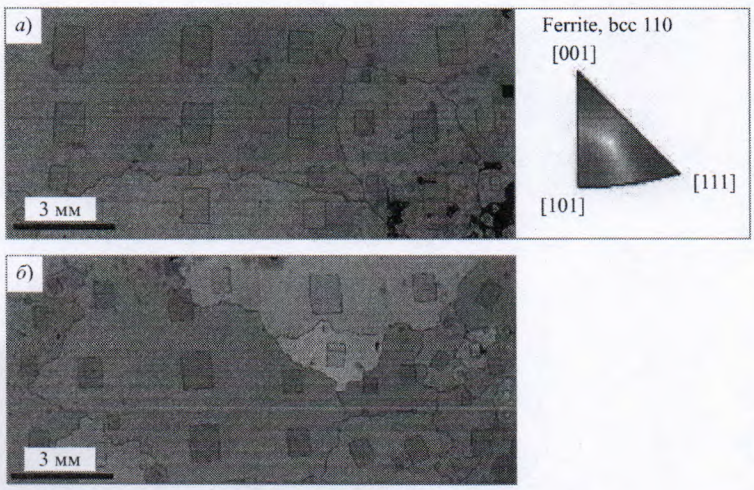


Рис. 3. Текстура вторичной рекристаллизации в структуре сталей *А* (*а*) и *В* (*б*) после отжига при 1080 °С

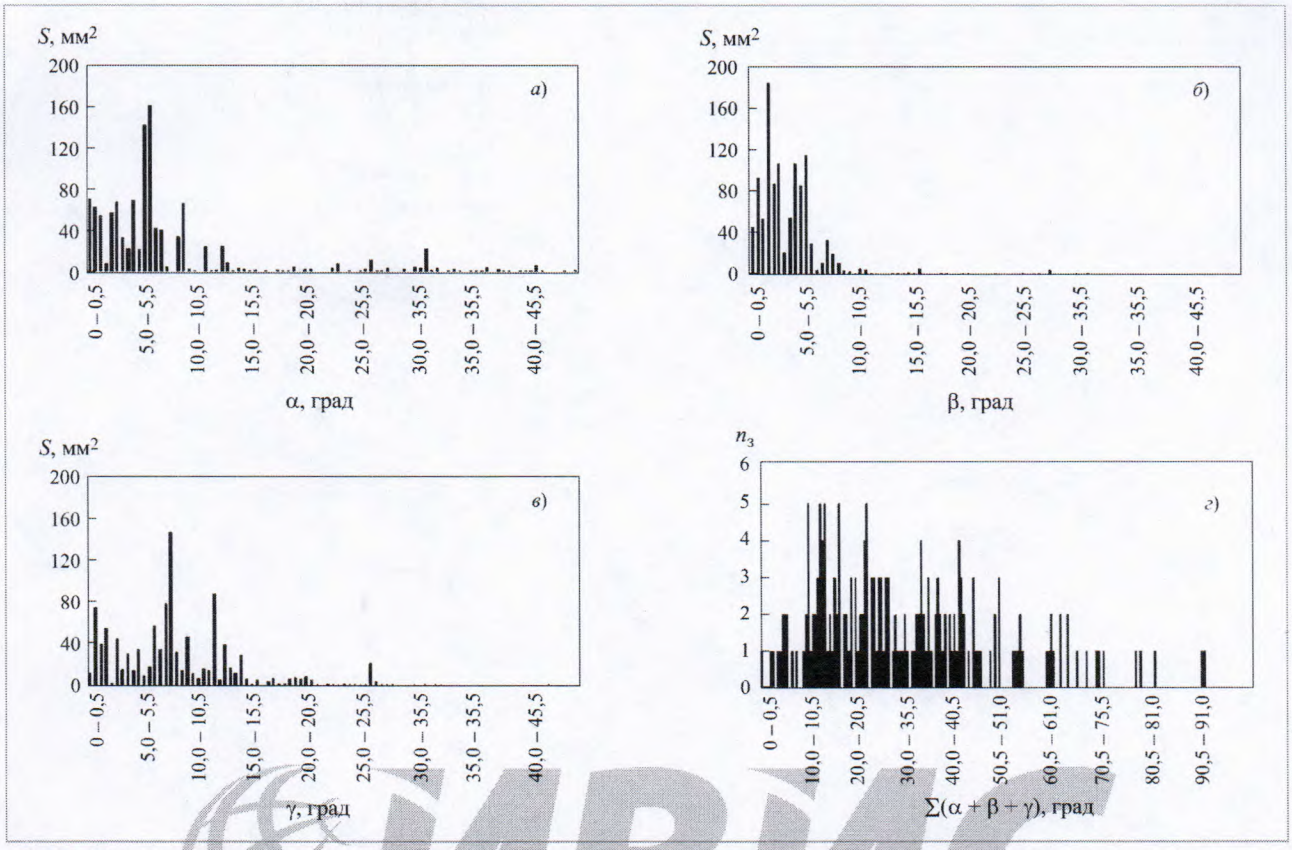


Рис. 4. Распределение площади зерен (S) по углам α (*а*), β (*б*), γ (*в*) и количества зерен (n_3) по суммарному углу отклонения Σ(α + β + γ) (*г*) в стали *B*

ИВИС
ИНФОРМАЦИОННЫЕ УСЛУГИ

росшие зерна с ориентировкой, сильно отличающейся от текстуры Госса.

Чтобы определить механизмы, по которым в текстуре вторичной рекристаллизации формируются мелкие и крупные зерна посторонних ориентировок, их условно разделили на два типа (рис. 5): *1* — зерна малого размера, которые не демонстрировали преимущественный рост, но не были поглощены аномально растущими зернами; *2* — крупные зерна посторонних ориентировок, показывающие аномальный рост, сопоставимый с ростом зерен Госса.

Анализ зерен, не поглощенных другими ориентировками при аномальном росте (тип 1). В качестве условной границы между непоглощенными зернами и аномально выросшими зернами был принят размер 0,8 мм. Зерна с эквивалентным диаметром меньше 0,8 мм считались непоглощенными. Из 193 зерен, проанализированных в образце стали *B*, такому критерию соответствуют 68 зерен. Почти все эти зерна (за исключением двух) имеют высокую разориентировку (> 10°) от идеального положения Госса. Средняя разориентировка зерен типа *1* составляет 43°. На рис. 6 показано сечение суммарной функции распределения ориентировок (ФРО/ODF) ($\varphi_2 = 45°$) с 68 зерен типа *1*. Как видно из приведенного на рис. 6 сечения ФРО, зерна, не поглощенные в процессе аномального роста при вторичной рекристаллизации, близки к следующим текстурным компо-

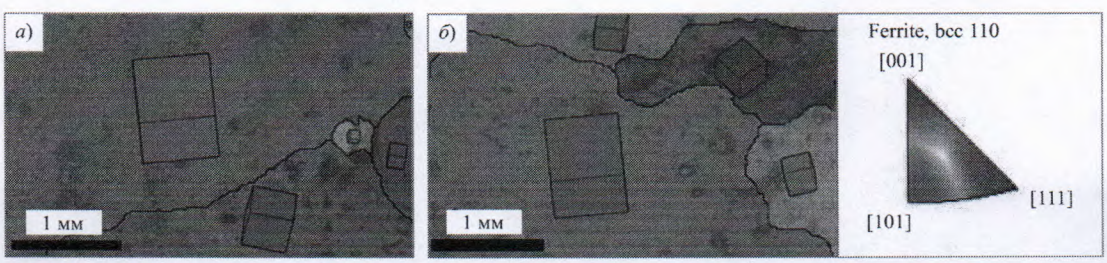


Рис. 5. Зерна посторонних ориентировок в структуре вторичной рекристаллизации стали *B*, не поглощенных аномально растущими зернами (*а*) и показывающих способность к аномальному росту (*б*)

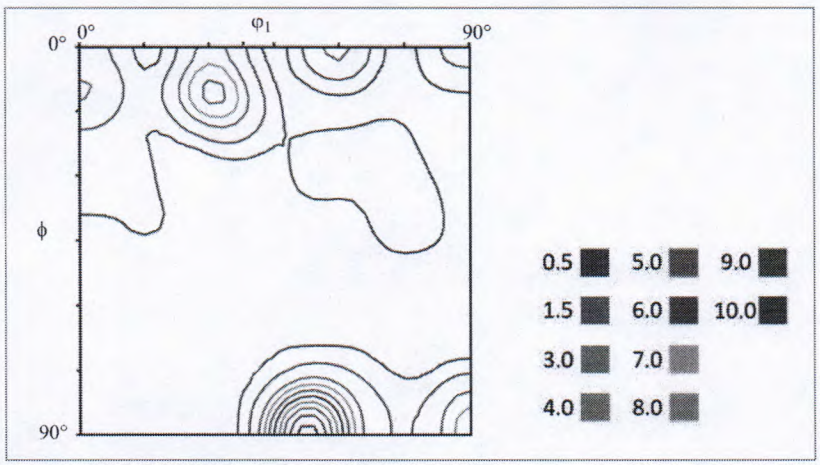


Рис. 6. Сечение суммарной функции распределения ориентировок ($\varphi_2 = 45°$) со всех зерен (типа *1*), не поглощенных в процессе аномального роста при вторичной рекристаллизации (сталь *B*)

нентам, расположенным в порядке снижения интенсивности: {110}⟨112⟩, {118}⟨140⟩, {110}⟨001⟩, {118}⟨110⟩, {001}⟨140⟩, {001}⟨110⟩, {113}⟨121⟩, {335}⟨122⟩, {012}⟨2 10 5⟩.

Для определения механизма появления подобных зерен исследовали наличие специальных и высокоугловых границ между зернами типа *1* и аномально растущими зернами, имеющими общие границы с зернами типа *1*. Анализ данных EBSD показал, что протяженность специальных границ составляют 35,3 % от общей протяженности границ зерен типа *1*. На рис. 7 представлена относительная частота специальных границ у всех проанализированных зерен типа *1*. Видно, что наибольшей относительной протяженностью обладают специальные границы Σ25b, Σ27b, Σ7, Σ21b, Σ33b. Доля их протяженности от общей протяженности границ выше 2,5 %, для всех остальных типов специальных границ — ниже 2,5 %.

На основании данных EBSD вычислена также доля границ с разориентировкой 5 – 25°, 25 – 45° и 45 – 65° для зерен типа *1* (рис. 8).

Анализ аномально растущих зерен посторонних ориентировок (типа 2). К зернам типа *2* были причислены зерна, имеющие размер более 0,8 мм и разориентировку от идеального положения Госса > 35°. Среди 193 зерен, проанализированных на образце *B*, число таких зерен составляет 31. На рис. 9 показано сечение суммарной ФРО, полученной от зерен типа *2*. Видно, что аномально растущие зерна, отличные от зерен Госса, относятся к ориентировкам {110}⟨112⟩, {112}⟨110⟩, {227}⟨031⟩.

Магнитные свойства. На основании вычисленных углов α и β был проведен расчет магнитной ин-

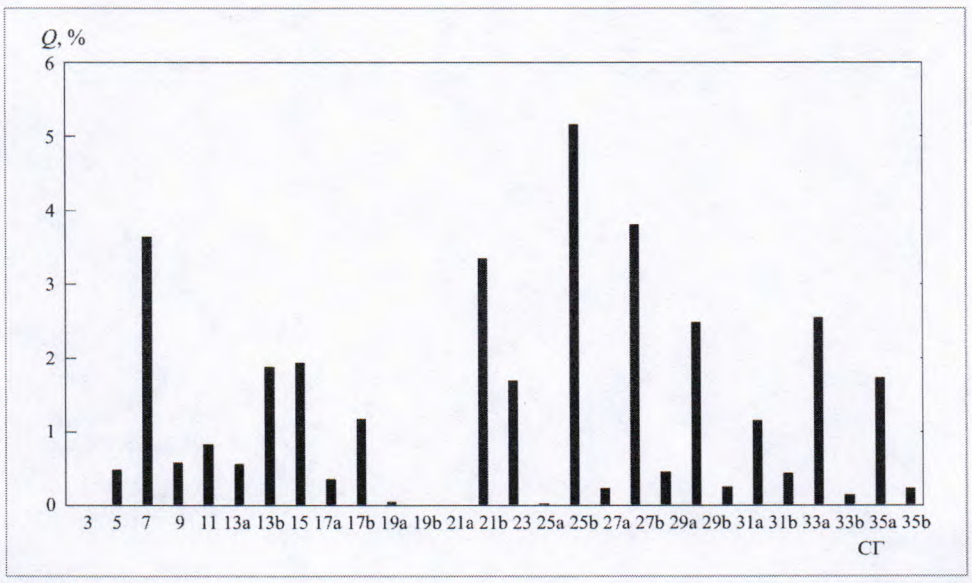


Рис. 7. Распределение специальных границ (СГ) по типам для зерен, не поглощенных при аномальном росте:

Q — доля специальных границ от общей протяженности границ зерен типа *1*

Рис. 8. Распределение границ с различной разориентировкой для зерен типа *1* в стали *B*

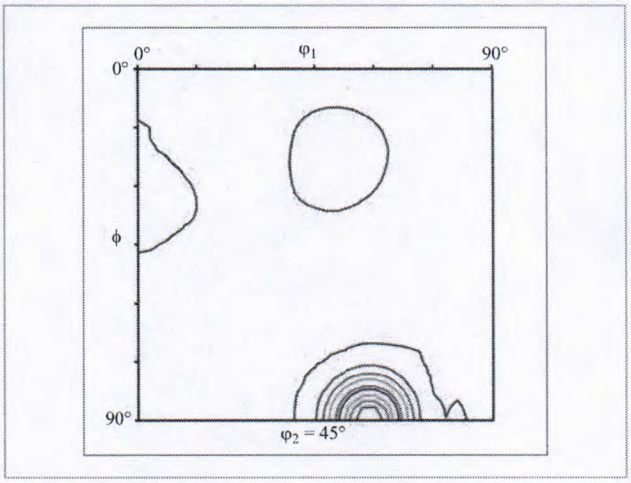


Рис. 9. Сечение суммарной функции распределения ориентировок ($\varphi_2 = 45°$) от зерен посторонних ориентировок типа *2*, аномально растущих при вторичной рекристаллизации в стали *B*

дукции B_{800} и ее сравнение с экспериментальными измерениями (табл. 2). Расчет проводили с использованием значения магнитной индукции насыщения $B_{max} = 1{,}99$ Тл по формуле [6]:

$$B_{800} = 1{,}99/(\cos(0{,}5\alpha + 0{,}55\beta) + \\ + \sin(0{,}5\alpha + 0{,}55\beta)).$$

Данные экспериментальных измерений магнитных свойств образцов холоднокатаного проката на однополосковом тестере показали (табл. 2), что у стали *A* магнитная индукция B_{800} выше, чем у стали *B* (1,86 и 1,82 Тл соответственно). Результаты расчета находятся в хорошем соответствии с экспериментальными значениями и показывают аналогичную зависимость индукции от химического состава.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ

Измерение углов отклонения α, β, γ кристаллографических ориентировок зерен после вторичной рекристаллизации в процессе моделирования высокотемпературного отжига показало наличие в образцах значительных разориентировок относительно идеального положения текстуры Госса. При этом наименьшие разориентировки наблюдаются по углу отклонения β, а наибольшие — по углу отклонения γ.

Расчетные значения магнитной индукции для сталей *A* и *B*, полученные на основании определенных углов отклонения α, β совпадают с экспериментальными (табл. 2), относительные отклонения расчетных и экспериментальных величин составляют не более 0,5 %. Таким образом, уровень магнитной индукции ЭАС определяется совершенством кристаллографической текстуры холоднокатаного проката после вторичной рекристаллизации в процессе высокотемпературного отжига и является результатом отклонений кристаллографических ориентировок зерен от идеального положения Госса. Для стали *A* причиной сниженной магнитной индукции является рост зерен "отклоненного" Госса, а для стали *B* — рост зерен "отклоненного" Госса и посторонних ориентировок, а также наличие зерен, не поглощенных аномально растущими зернами при вторичной рекристаллизации.

Таблица 2. Расчетные и экспериментальные значения магнитной индукции

Сталь	B_{800}, Тл	
	Расчет	Эксперимент
A	1,86	1,857
B	1,82	1,821

Подробный анализ структуры и текстуры образца стали *B* показал, что при вторичной рекристаллизации значительное количество зерен со средним размером ~ 400 мкм не поглощается зернами Госса и близких ориентировок в процессе аномального роста. В литературе такие зерна называют также "island grains" [9]. По наблюдениям, проведенным в настоящей работе, непоглощенные зерна типа *1* имеют в основном ориентировки {110}⟨112⟩, {118}⟨140⟩, {110}⟨001⟩, {118}⟨110⟩, {001}⟨140⟩, {001}⟨110⟩, {113}⟨121⟩, {335}⟨122⟩, {012}⟨2 10 5⟩. Часть этих ориентировок относится к α- и α′-волокну. Эти результаты частично совпадают с данными, полученными в работе [9], где проводился интегральный анализ текстуры непоглощенных зерен. Авторы [9] наблюдали у непоглощенных зерен при нагреве до 1060 °С текстурные компоненты α- и α′-волокон. При более низких температурах текстура непоглощенных зерен в исследовании [9] представляла собой текстуру α- и γ-волокна, в особенности компонент {411}⟨148⟩ и {111}⟨112⟩. По мере повышения температуры все больше зерен поглощается, и текстура становится более размытой. Авторы [9] выдвинули гипотезу, что затрудненное поглощение этих зе-

Приложение 24

Micron 54–55 (2013) 43–51

Contents lists available at ScienceDirect

Micron

journal homepage: www.elsevier.com/locate/micron

EBSD study of angular deviations from the Goss component in grain-oriented electrical steels

Nicolas Bernier[a,1], Elke Leunis[a], Carlos Furtado[a,2], Tom Van De Putte[a,*], Gabor Ban[a,b]

[a] OCAS N.V., ArcelorMittal Global R&D Gent, 9060 Zelzate, Belgium
[b] Electrical Steel Consultancy Service, Steinbergweg 78, 46514 Schermbeck, Germany

ARTICLE INFO

Article history:
Received 4 April 2013
Received in revised form 14 August 2013
Accepted 14 August 2013

Keywords:
Electron Backscatter Diffraction
Grain-oriented electrical steels
Magnetic properties
Texture

ABSTRACT

The magnetic properties of grain-oriented (GO) electrical steels strongly depend on the distribution of the α and β angles, i.e., the deviations of the easy magnetisation ⟨1 0 0⟩ from the rolling direction (RD) in the rolling plane and out of the rolling plane, respectively. However, most Electron Backscatter Diffraction (EBSD) studies consider the standard Goss deviation angle, which includes the rotation of the (1 1 0) plane about the RD. Therefore, in the present work, a new procedure is demonstrated for deriving the α and β angles from EBSD mappings to obtain a quantitative texture characterisation in line with the magnetic properties. This procedure is later applied to 37 GO steels after secondary recrystallisation that exhibit a wide range of permeability levels. The relation between the texture and the polarisation at 800 A/m (J800) that is measured in the present study by EBSD is compared to the one that has been determined in previous papers with optical goniometers and X-ray diffraction techniques, and this relation is subsequently used to define a relevant parameter to describe the orientation quality of the grains. The results indicate that the average angle of the α and β deviations is a relevant deviation parameter for the characterisation of grain orientations. Finally, it is demonstrated that the combination of the quantitative correlation between polarisation and texture with the orientation imaging of EBSD offers the possibilities of both studying the crystallographic environment of highly oriented grains in the primary recrystallised matrix for the production of high-permeability steels and evaluating the spatial distribution of the angular deviations in GO steels after secondary recrystallisation.

© 2013 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Silicon steels, which are conventionally used for motors, transformers, generators, and similar electrical products, are processed to achieve low core loss and high permeability (Honma et al., 1985). These steels are produced to have either "oriented" grains or "non-oriented" grains. Grain-oriented (GO) electrical steels have superior magnetic properties along the rolling direction (RD) as a result of a so-called Goss texture, i.e., a {1 1 0} ⟨0 0 1⟩ orientation, as defined by the Miller crystallographic indexing system, in which the {1 1 0} planes are aligned in the rolling plane, and the ⟨0 0 1⟩ direction is parallel to the RD. The high induction or permeability level is related to the fact that the easy magnetisation direction ⟨0 0 1⟩ is parallel to the magnetisation direction of the sheet, i.e., the RD (Matsuo, 1989).

The dependence of the magnetic properties on the grain orientation has been thoroughly investigated over the past few decades (Craik and McIntyre, 1969; Foster and Kramer, 1960; Littmann, 1967; McCarty et al., 1967; Nozawa et al., 1978; Shilling, 1973; Swift et al., 1973; Yamamoto et al., 1983). All the results show that the polarisation at 800 A/m (J800) is inversely proportional to the spread of the α and β angles, i.e., the deviations of the ⟨1 0 0⟩ direction from the RD in the rolling plane and out of the rolling plane, respectively, whereas the rotation angle of the (1 1 0) plane about the RD, which is denoted by γ, that is measured in Goss-textured GO steels has very little impact on the polarisation. Therefore, the production of highly grain-oriented (HGO) steels with superior polarisation quality depends on the ability to achieve a sharp distribution of the in-plane and out-of-plane deviation angles, regardless of the γ distribution profile. This requirement implies that the Goss deviation angle, as it includes the grain rotation about the RD, should be replaced by a deviation angle more closely related to the in-plane and out-of-plane grain deviation angles. The latter angle may significantly contribute to the understanding of, e.g., the correlation between the texture and the magnetic properties or the influence of nuclei on the primary recrystallised matrix (e.g., Dorner et al., 2006; Homma and Hutchinson, 2003; Homma et al., 2003; Rajmohan and Szpunar, 2001; Shin et al., 2008).

To the best of our knowledge, no such quantitative grain characterisation has yet been implemented in EBSD studies, and the optimised methodology is briefly explained in Section 3 of the

* Corresponding author. Tel.: +32 093451224.
E-mail address: tom.vandeputte@arcelormittal.com (T. Van De Putte).
[1] Now at CEA-Leti, Grenoble, France.
[2] Now at Toyota Boshoku Europe, Zaventem, Belgium.

0968-4328/$ – see front matter © 2013 Elsevier Ltd. All rights reserved.
http://dx.doi.org/10.1016/j.micron.2013.08.003

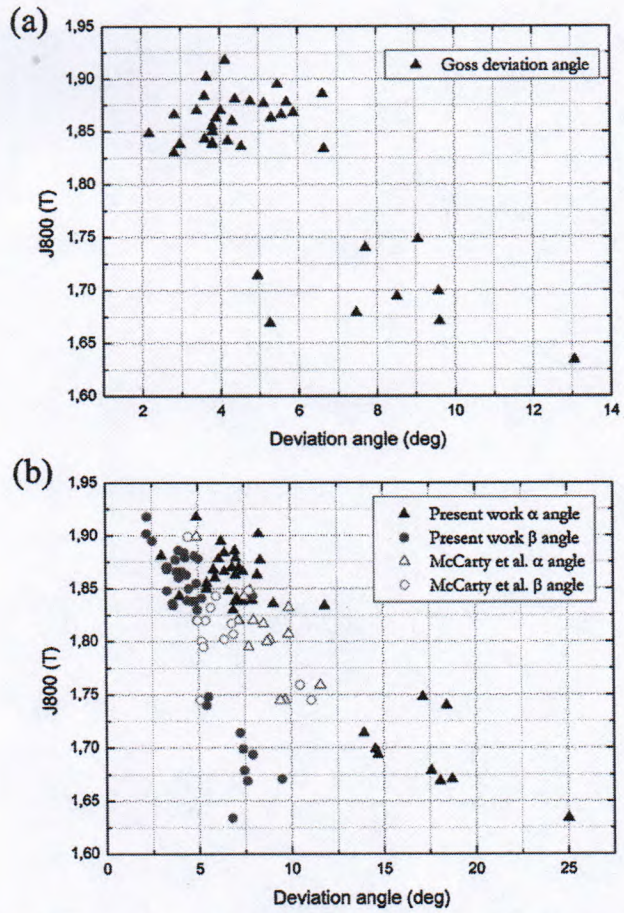


Fig. 5. J800 as a function of (a) the Goss deviation angle and (b) the α and β distributions, as measured in the present work and by McCarty et al. (1967).

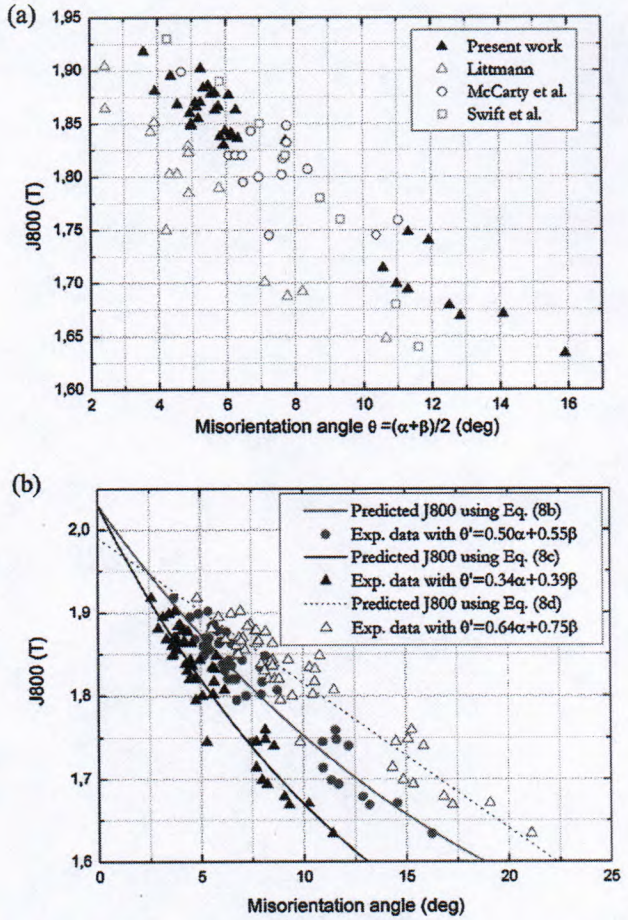


Fig. 6. (a) J800 as a function of the $\theta=(\alpha+\beta)/2$ deviation angle, including values measured by Littmann (1967) and Swift et al. (1973). (b) Fit of the relation between (α,β) and the deviation angles to the models that predict the dependence of induction on the deviation angle.

between the Goss and the cube-on-face components. Therefore, an explanation that can be reasonably invoked is a substantial difference (in terms of impurities, grain size, thickness and/or residual stresses) of the GO materials that were analysed by Littmann (1967) compared to the materials that were used in the other studies. It must be noted that this inability to predict the absolute J800 values solely from the knowledge of the material texture does not inhibit the purpose of this work, which aims to identify a relevant parameter to characterise the "orientation quality" of grains in GO steels. In that respect, it is clear from Fig. 6(a) that the dependence of the J800 value on θ is nearly identical for all the studies, which confirms the direct relation between both the in-plane and out-of-plane deviations and the magnetic properties, regardless of the microstructure of the material in terms of, e.g., grain size or impurities.

The question then arises of which deviation angle most properly reflects the magnetic properties of the material. The relative weights of the influences of the α and β deviations on the J800 value are investigated by fitting the experimental data with models that have been proposed earlier in the literature. It is out of the scope of this study to discuss these previously proposed models in light of the EBSD results. The purpose here is to determine an appropriate parameter for the characterisation of grain orientations in GO steels, regardless of the selected analytical approach for predicting the J800 value from the texture. For the investigation of the relative weights of α and β, the considered deviation angle θ' is here defined as a linear combination of the deviation angles with a_2 and a_3 as fitted coefficients (although in domain models, the deviation angle refers to the angle between the nearest $\langle 1\,0\,0\rangle$ direction and the applied field):

$$\theta' = a_2\alpha + a_3\beta \tag{7}$$

The following domain models, which were documented by Craik and McIntyre (1969), are used for the data fitting: a single-crystal approach with no demagnetising effects (Eq. (8a)) and Cube-textured (Eq. (8b)) and Goss-textured (Eq. (8c)) materials with demagnetising effects taken into account. An empirical linear relationship (Homma et al., 2003; Nozawa et al., 1978) is also included in Eq. (8d). Note that the a_1 coefficient corresponds to the fitted saturation polarisation.

$$J800 = a_1\cos(\theta') \tag{8a}$$

$$J800 = a_1/(\cos(\theta')) + \sin(\theta') \tag{8b}$$

$$J800 = a_1/(\cos^2(\theta') + \sqrt{2}\sin(\theta')) \tag{8c}$$

$$J800 = a_1 - \theta' \tag{8d}$$

The results of the regression analysis (on the data obtained in McCarty's study and in the present study) are displayed in Table 2. Note that the use of the single-crystal approach with no demagnetising effects yields a low coefficient of determination, R^2, of 0.37 and an a_1 coefficient of 1.90 T, which is not consistent with the observed saturation polarisation of approximately 2.03 T in Fe-3%Si steels (Littmann, 1971). Therefore, this model is disregarded in

Table 2
Regression-analysis results for different approaches: a_1 represents the fitted saturation induction, while a_2 and a_3 represent the relative weights of the α and β angles in the deviation angle. R^2 is the coefficient of determination.

Equation	a_1	a_2	a_3	R^2
(8a)	1.90	0.93	1.37	0.37
(8b)	2.03	0.50	0.55	0.88
(8c)	2.03	0.35	0.39	0.88
(8d)	1.99	0.64	0.75	0.89

the following. In contrast, Fig. 6(b) shows good agreement between the experimental data and the predicted J800 values from the three other models. The results in Table 2 show that the relative weight of β is slightly larger than that of α, regardless of the model used to predict the J800 value from the material texture. This result implies that the values of the deviation angle θ' that are determined from Eqs. (8b)–(8d) can be used interchangeably to define the grain orientation.

In summary, the statistical analysis performed on the experimental data obtained in the present work and by McCarty et al. (1967) indicates that a relevant deviation angle for grain-orientation characterisation should exhibit a β weight that is slightly larger than the α weight. This deviation angle is rather similar to the average angular deviation $\theta = (\alpha + \beta)/2$ that was proposed by Littmann (1967). Therefore, this θ angle can be considered for the sake of clarity and simplicity, and it will be used in the following examples of applications.

5. Applications

5.1. Control of highly oriented nuclei for the production of HGO steels

During secondary recrystallisation, the abnormal growth of a few Goss nuclei gives rise to the microstructure of the final product (Matsuo, 1989). The final texture, and in turn the magnetic properties, are therefore intimately related to the features of the Goss-oriented grains that are present in the primary recrystallised matrix. This dependence has already been experimentally studied (e.g., Etter et al., 2002; Hayakawa and Szpunar, 1997; Hayakawa et al., 1996; Yan et al., 2011) with a focus on the crystallographic environment of the Goss grains that favours their growth during secondary recrystallisation, typically based on the occurrence of coincident site lattice (CSL) or high-energy (HE) boundaries (Morawiec, 2000). In all these studies, the Goss deviation angle was the applied criterion for the selection of nuclei in the primary recrystallised matrix. In this section, we propose instead the use of the angular deviation θ to study the orientation quality of these nuclei and thereby determine the matrix environment that promotes the development of highly oriented nuclei for the production of HGO steels. For this purpose, a detailed EBSD study of nuclei orientations is carried out on three decarburised steels, labelled D4, D9 and D11, which formed after the high-temperature annealing of final products #4, #9 and #11 (see Table 1) with J800 values of 1.838, 1.881 and 1.634 T, respectively.

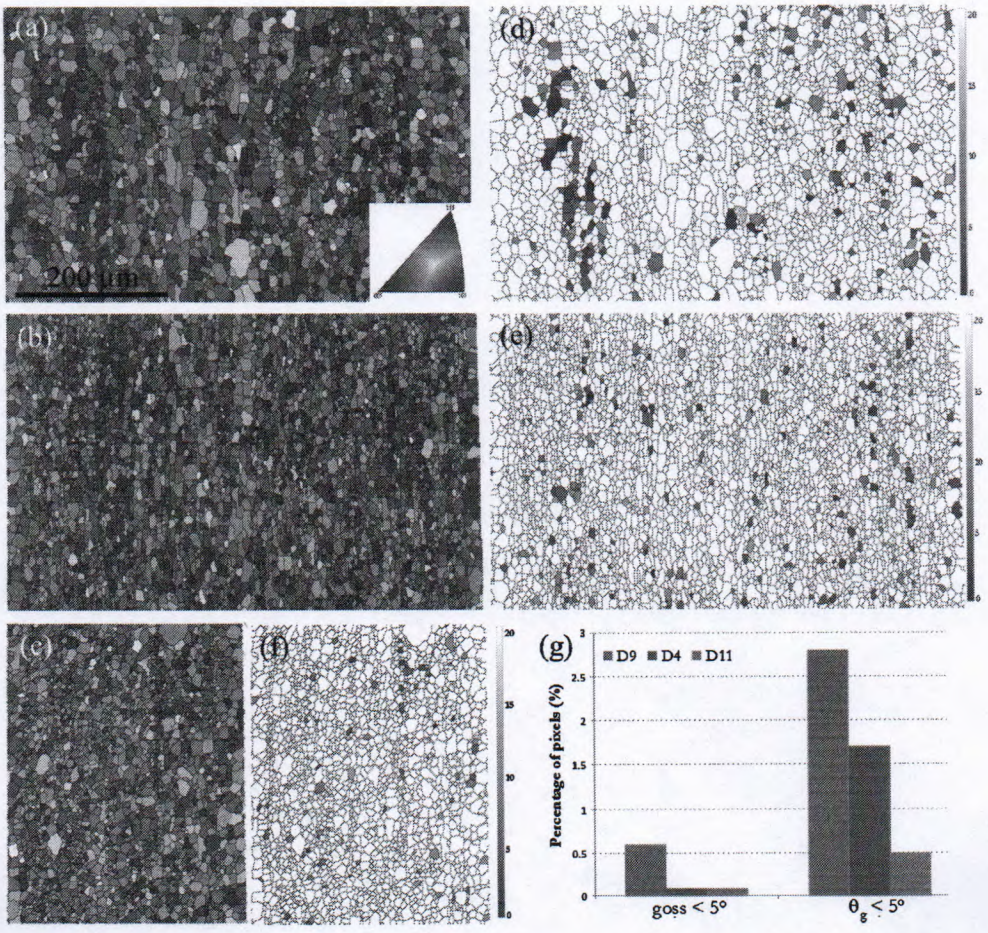


Fig. 7. (a–c) IPF mappings along the RD and (d–f) θ_g mappings of samples D9, D4 and D11, respectively. (g) Percentage of pixels for which the Goss deviations or θ_g angles are lower than 5°.

Приложение 22

МЕТАЛЛЫ, №2·2025
с. 41—48
DOI: 10.31857/S0869573325024148

УДК 669.14.018.58:543.423.1

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК И ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ АНИЗОТРОПНОЙ СТАЛИ МЕТОДАМИ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

© 2025 г. **А.С. Ролдугина[1]*, М.В. Рязанов[1], В.И. Парахин[2]**

[1]ПАО НЛМК, Липецк
**E-mail: rolduginaas@gmail.com*
[2]ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва

Поступила в редакцию 3 сентября 2024 г.
После доработки 3 февраля 2025 г. принята к публикации 12 февраля 2025 г.

Реферат. Приведены методика и результаты исследования кристаллографической текстуры, зеренной и доме́нной структур в высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали (ЭАС) после вторичной рекристаллизации методом EBSD. Предлагаемая методика позволяет также наблюдать доменную структуру ЭАС, исключая внесение механических напряжений при пробоподготовке. Предложена формула, позволяющая с достаточно высокой точностью определять величину магнитной индукции с использованием при вычислениях средневзвешенных значений углов отклонения от идеальной текстуры Госса и значений их стандартных отклонений.

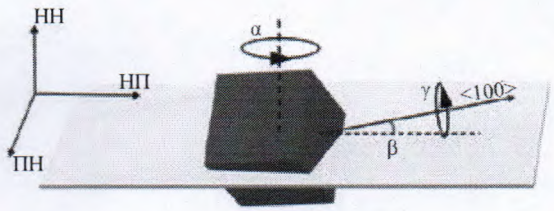
Ключевые слова: *электротехническая анизотропная сталь; вторичная рекристаллизация; кристаллографическая текстура; доме́нная структура; метод EBSD.*

Введение. Одной из ключевых характеристик электротехнической анизотропной стали (ЭАС) является кристаллографическая текстура материала конечного продукта, которая оказывает прямое влияние на его магнитные свойства. Известно, что магнитная индукция ЭАС зависит от совершенства текстуры Госса, полученной в результате аномального роста на этапе вторичной рекристаллизации (ВР) в процессе высокотемпературного отжига (ВТО). Текстура Госса, или, что то же, ребровая текстура (110) <001>, определяется следующим: в случае ее формирования в ЭАС направление легкого намагничивания совпадает с направлением изменения магнитного потока при использовании сталей данного класса в качестве магнитных сердечников трансформаторов. Поэтому от совершенства текстуры Госса зависят не только магнитная индукция, но и магнитные потери ЭАС при перемагничивании.

Совершенство, или острота, текстуры Госса в конечном продукте из ЭАС описывается углами отклонения кристаллографических направлений и плоскостей зерен от осей легкого намагничивания – α, β и γ [1]. Данные углы определяются следующим образом: угол α – отклонение направления <100> в кристаллической решетке от направления прокатки (НП); угол β – отклонение направления <100> от плоскости прокатки; угол γ – вращение плоскости {110} вокруг направления прокатки (фиг. 1).

С кристаллографической текстурой ЭАС связана также конфигурация магнитных доменов. Известно, что форма и размеры доменов в зерне ЭАС зависят от угла отклонения β [2]: при $\beta \approx 0$ в металле наблюдаются преимущественно широкие 180-градусные, а также замыкающие 90-градусные домены. При увеличении угла β ширина 180-градусных доменов уменьшается. В исследовании [3] с учетом этого предлагается при разработке ЭАС стремиться к такой конечной кристаллографической текстуре, при которой средние значения угла α составляют ~0°, а средние значения угла $\beta = 1–3°$. При еще более значительном увеличении значений угла β возрастает объем замыкающих доменов, а также в доме́нной структуре наблюдаются каплевидные (ланцетные) домены, которые в случае слияния образуют структуру в виде «гребенки» [2].

Появление в доменной структуре ЭАС большого количества замыкающих или каплевидных доменов приводит к тому, что при



Фиг. 1. Графическое описание углов α, β и γ: НП – направление прокатки; НН – нормальное к направлению прокатки; ПН – поперечное направление

Fig. 1. Graphical description of α, β and γ angles: (RD – denotes the rolling direction; ND – the normal direction; TD – transverse direction

перемагничивании металла возрастает частота обратных скачков намагниченности [2], а это приводит к снижению уровня магнитной индукции. Таким образом, кристаллографическая текстура в конечном продукте ЭАС и магнитная доменная структура являются определяющими характеристиками для магнитной индукции и значительно влияют на величину магнитных потерь. Именно поэтому при разработке более совершенных марок ЭАС необходимо иметь высокоэффективные методы исследования кристаллографической текстуры, а именно углов α, β и γ, и доменной структуры.

Данная работа проводилась с целью создания прогрессивной методики, позволяющей исследовать кристаллографическую текстуру ВР с возможностью точного определения углов α, β, γ и визуализации зеренной структуры ЭАС после ВР, а также доменной структуры приповерхностных слоев материала.

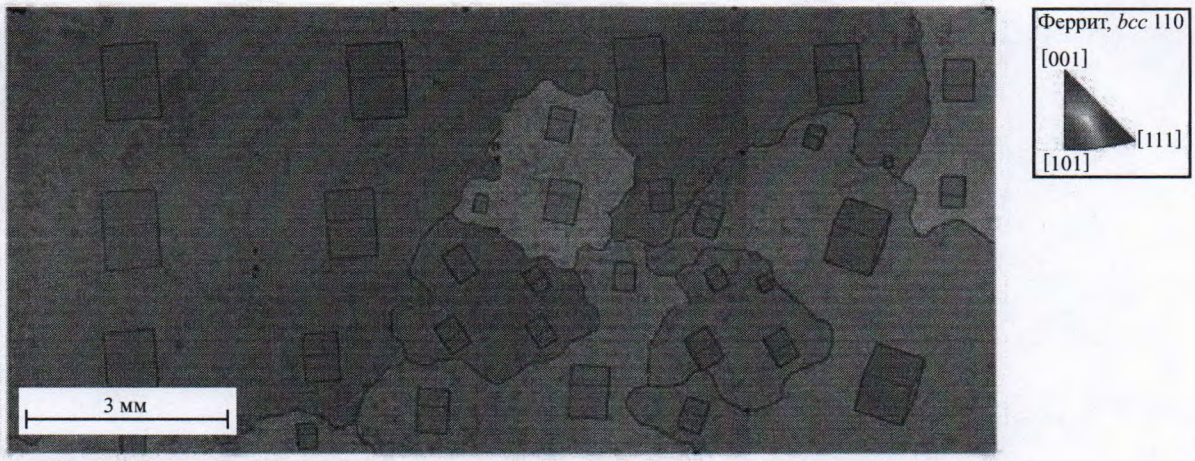
Материалы и методика исследования. Объектами исследования после лабораторного моделирования ВТО служили образцы высокопроницаемой ЭАС толщиной 0,27 и 0,23 мм в виде полосок (размер 30×305 мм), аналогичных образцам для проведения магнитных измерений методом Эпштейна. Более длинная сторона образца точно соответствует направлению прокатки. Образцы нарезались на лазерном станке с соблюдением параллельности линии реза направлению прокатки. Образцы с нанесенным на них термостойким защитным покрытием MgO нагревались в лабораторной печи до 1080 °С по режиму, аналогичному режиму нагрева в промышленных условиях, в защитной среде азотоводородной газовой смеси, а затем охлаждались в печи с произвольной скоростью, чтобы изучать структуру и текстуру ВР ЭАС на промежуточном этапе. Анализ проводился на пяти образцах ЭАС.

Пробоподготовка образцов для исследования методом EBSD включала в себя в первую очередь удаление с поверхности термостойкого покрытия путем его травления в растворе соляной кислоты HCl и получение резкой из исходных полосок размером 30×305 мм образцов размером 30×15 мм, которые затем подвергали электрополировке на установке Lectropol-5 (Struers). В качестве электролита использовался раствор 60%-ной хлорной кислоты в этиловом спирте. Электрополировку проводили в плоскости прокатки при напряжении 42 В в течение 30 с. Этот метод пробоподготовки обладает преимуществом перед методами, включающими механическую шлифовку и полировку, поскольку при шлифовке или полировке невозможно проконтролировать вносимые пробоподготовкой отклонения плоскости и направления шлифа от плоскости и направления прокатки.

Для исследования методом EBSD образцы размером 30×15 мм после электрополировки закреплялись с помощью углеродного скотча на плоском держателе, что исключало возможность отклонения плоскости анализа от плоскости прокатки. При позиционировании образца в камере сканирующего электронного микроскопа образец выравнивали по стороне, совпадающей с линией исходного лазерного реза, которая предполагается идеально совпадающей с направлением прокатки. Данное позиционирование позволяет минимизировать отклонения между направлением прокатки и направлением, принимаемым за направление прокатки при анализе.

Анализ кристаллографической текстуры проводился с помощью приставки EBSD Bruker XFlash при ускоряющем напряжении 30 кВ и силе тока 26 нА. Для вычисления средневзвешенных углов α, β и γ в образцах после электролитической полировки последовательно накапливались EBSD-карты размером ~3,6×2,4 мм, далее для каждой карты экспортировались значения углов Эйлера каждого зерна на карте и площадь зерна. Углы Эйлера переводились в углы α, β и γ, после чего с использованием данных о площади зерен вычислялись средневзвешенные значения этих углов для образца. На каждом из образцов была отснята площадь не менее 600 мм^2.

Анализ доменной структуры проводился с помощью FSD-детекторов, которыми оснащена приставка EBSD Bruker XFlash. Для наи-



Фиг. 2. Текстура ВР в образце после лабораторного моделирования ВТО
Fig. 2. The secondary recrystallization texture of the sample after physical simulation of high-temperature annealing

лучшей визуализации доменной структуры установлены: фокусное расстояние ~16–18 мм и расстояние от детектора EBSD до анализируемой плоскости образца 18–20 мм.

Результаты исследований. ***Исследование текстуры вторичной рекристаллизации на образцах ЭАС.*** На фиг. 2 представлен пример EBSD-карты в цветах обратной полюсной фигуры (ОПФ) для направления нормали к плоскости прокатки (НН) на образце ЭАС толщиной 0,23 мм после лабораторного моделирования ВТО. Из представленного видно, что описываемая в данной работе методика позволяет получить представление о структуре материала, а именно о форме и кристаллографической ориентировке отдельных зерен, о характеристиках межзеренных границ.

Для образцов толщиной 0,27 и 0,23 мм была накоплена статистика данных EBSD по описанной выше методике, далее на основании статистики определялись средневзвешенные по площади значения углов α, β и γ. Известно, что на основании углов отклонения от идеальной текстуры Госса возможно определить магнитную индукцию B [1, 4–7]. Так, по наиболее известной формуле из работы [5]

$$B = B_s / (\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3), \qquad (1)$$

где B_s – индукция насыщения; α_1, α_2, α_3 – направляющие косинусы углов между направлениями легкого намагничивания и направлением прокатки.

Однако, как показано в работе [6], вычисления по формуле (1) дают значения, заниженные относительно экспериментальных данных. Аналогичное наблюдение сделано в работе [7]. В более поздних исследованиях, например, в работе [4], приводится уже не полная формула (1), а ее сокращенный вариант с эмпирически подобранными коэффициентами.

Причину расхождения расчетных и экспериментальных значений можно объяснить тем, что формула (1) недостаточно полно описывает состояние материала. Помимо средних значений углов отклонения от идеальной текстуры Госса на магнитную индукцию влияет и распределение этих углов по зернам. В работе [8] предлагается вычислять магнитную индукцию на основании доли зерен, отклонение которых от идеальной текстуры Госса превышает 10°.

Влияние распределения углов разориентировки от текстуры Госса в матрице металла может быть описано такими статистическими параметрами, как стандартное отклонение или дисперсия величины угла отклонения. Например, в работе [9] указывается на существование корреляции между магнитной индукцией и величиной стандартного отклонения угла α, однако количественно данная зависимость не описана.

В настоящем исследовании для количественной оценки величины магнитной индукции предложена формула, в которой учитываются как средние значения углов α, β, так и их стандартное отклонение. Данная формула основана на классическом подходе оценки магнитной индукции [8], но с учетом распределения углов разориентировки, которое выражается через стандартные отклонения углов α и β:

$$B = \frac{B_s}{\cos\left(\frac{\alpha+\beta}{2}\right) + \sin\left(\frac{\alpha+\beta}{2}\right)} - 0{,}27\,\sigma_{\alpha,\beta}, \quad (2а)$$

$$\sigma_{\alpha,\beta} = (\sigma_\alpha + \sigma_\beta) / 2, \quad (2б)$$

где B_s – индукция насыщения, равная 2,03 Тл; α, β – углы отклонения кристаллической решетки от идеальной текстуры Госса; σ_α, σ_β – стандартное отклонение углов α и β соответственно.

На фиг. 3 показаны значения магнитной индукции, вычисленные по формулам (2а) и (2б), а также по формулам из работ [5, 1, формула (b)], и экспериментально измеренные значения индукции. Видно, что наилучшее соответствие экспериментальным значениям ($R^2 = 0{,}93$) достигается при использовании выведенной в настоящем исследовании формулы (2а). По формулам, приведенным в работах [5, 1], получено соответственно $R^2 = 0{,}59$ и 0,87.

Исследование доменной структуры вторичной рекристаллизации на образцах ЭАС. На фиг. 4 показаны примеры визуализации доменной структуры отдельных макрозерен образцов ЭАС толщиной 0,27 мм после лабораторного моделирования ВТО (с прерыванием отжига при температуре 1080 °С), а также приведены соответствующая этим зернам ориентировка кристаллической решетки и вычисленные по настоящей методике углы α, β и γ.

Доменная структура вблизи поверхности образца ЭАС после ВР представлена в основном каплевидными (ланцетными) доменами (фиг. 4, *а*). В пределах макрозерна существуют более широкие основные домены, в границах которых наблюдаются ланцетные домены (фиг. 4, *б*).

Интерес представляет возможность наблюдать ланцетную структуру доменов в высоком разрешении, поскольку такие исследования проводились редко.

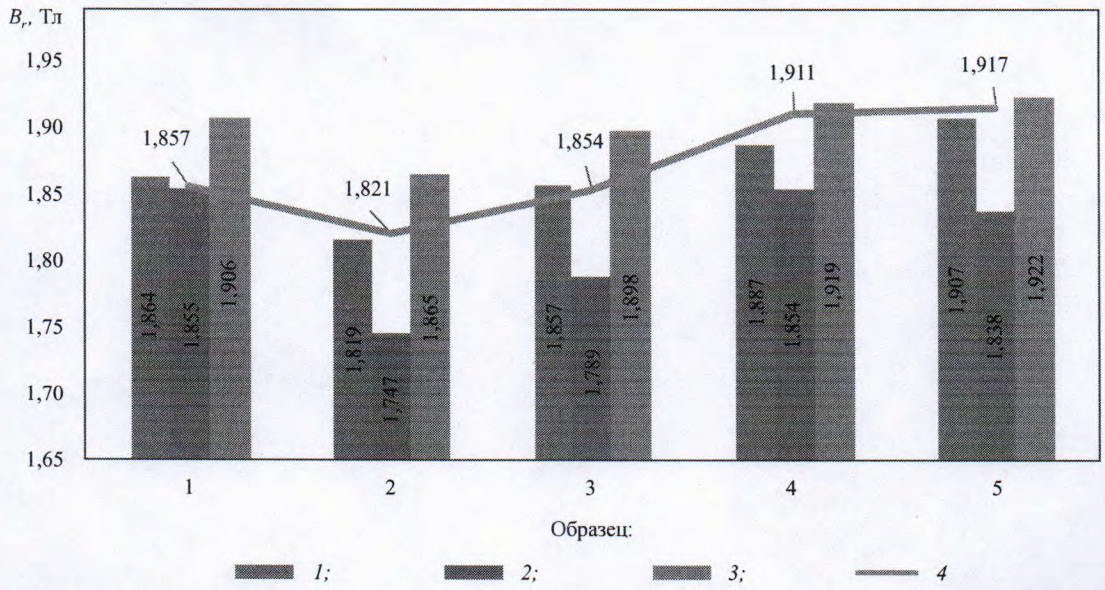
Из анализа строения ланцетных доменов на фиг. 4 следует:

– ланцетные домены неоднородны по размеру, их ширина в границах одного зерна варьируется в пределах 2,5–20 мкм;

– плотность ланцетных доменов варьируется внутри зерна;

– основная ось ланцетного домена, как правило, совпадает с направлением легкого намагничивания, которое определяется углом α. Однако проведенное исследование показало, что в пределах одного зерна основная ось ланцетного домена может отклоняться от оси легкого намагничивания (см. фиг. 3). На фиг. 5 показано зерно, в котором угол α = 3,3°. В то же время отклонения осей ланцетных доменов от направления прокатки составляют около 11,2° и –10,2°.

Обсуждение результатов. Исследова-



Фиг. 3. Расчетные значения магнитной индукции (получены: *1* – по формуле (2а); *2*, *3* – по формулам из источников [5] и [1]) в сравнении с ее экспериментальными значениями (*4*)

Fig. 3. Values of magnetic induction calculated (*1* – by formula (2a); *2*, *3* – by formulae from [5] and [1]) compared to values obtained by experimental measurement (*4*)