

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

образовательном учреждении высшего образования «Липецкий государственный технический университет», где осваивает программу подготовки научно-педагогических кадров в аспирантуре по научной специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов. Справка об обучении № 30-25/33 со сведениями о сданных кандидатских экзаменах по истории и философии науки, иностранному языку (английский) и по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов выдана федеральным государственным бюджетным образовательным учреждением высшего образования «Липецкий государственный технический университет» в 2025 году.

Работает старшим инженером Управления по исследованиям и разработкам новых продуктов в публичном акционерном обществе «Новолипецкий металлургический комбинат».

Диссертация выполнена в Управлении по исследованиям и разработкам новых продуктов в публичном акционерном обществе «Новолипецкий металлургический комбинат», и в Липецком отделении федерального государственного унитарного предприятия «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина», Министерство промышленности и торговли Российской Федерации.

Научный руководитель - кандидат технических наук, доцент, Цыганов Игорь Анатольевич, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Липецкий государственный технический университет», кафедра «Физическое металловедение», заведующий кафедрой.

Официальные оппоненты:

Петрова Лариса Георгиевна - доктор технических наук, профессор, федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский автомобильно-дорожный государственный технический университет (МАДИ)», кафедра «Технология конструкционных материалов», профессор кафедры;

Губанов Олег Михайлович — кандидат технических наук, общество с ограниченной ответственностью «Научно-исследовательский центр «Алиум»,

директор по науке

дали положительные отзывы на диссертацию.

Ведущая организация – федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук», г. Черноголовка в своем положительном отзыве, подписанном Первухиной Ольгой Леонидовной, доктором технических наук, ведущим научным сотрудником, и Юхвидом Владимиром Исааковичем, доктором технических наук, профессором, главным научным сотрудником, утвержденном Алымовым Михаилом Ивановичем, доктором технических наук, членом-корреспондентом РАН, директором, указала, что 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. **Соискатель имеет 22 опубликованные работы, в том числе по теме диссертации опубликовано 12 работ, из них в рецензируемых научных изданиях опубликовано 6 работ.** Публикации посвящены исследованиям первичной и вторичной рекристаллизации в электротехнической анизотропной стали, влиянию высокоскоростного нагрева на первичную рекристаллизацию, методическим вопросам исследования электротехнической анизотропной стали, а также исследованию структуры приповерхностной области сталей после химико-термической обработки. В диссертации отсутствуют недостоверные сведения об опубликованных соискателем ученой степени работах. Общий объем опубликованных статей, в которых отражены основные положения диссертации, составляет 11,88 п.л., а авторский вклад – 5,66 п.л.

Наиболее значимые работы:

1. **Ролдугина, А.С.** Влияние легирования оловом на свойства зоны внутреннего окисления и характеристики дисперсной фазы в анизотропной электротехнической стали / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Проблемы черной металлургии и материаловедения – 2023. – № 2. – С. 60-77. (2,25 п.л./1,13 п.л.).
2. **Ролдугина, А.С.** Закономерности процесса первичной рекристаллизации высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с дополнительными легирующими добавками / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Физика металлов и металловедение. – 2024. – Т.125. – № 7– С. 831-839. (1,13 п.л./0,62 п.л.).
3. **Ролдугина, А.С.** Исследование формирования текстуры в процессе вторичной рекристаллизации в высокопроницаемой электротехнической анизотропной стали с различными легирующими добавками / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Металловедение и термическая обработка металлов – 2024. – №. 12. – С. 32-40. (1,13 п.л./0,68 п.л.).
4. **Ролдугина, А.С.** Методика исследования текстурных характеристик и доменной структуры электротехнической анизотропной стали методом микроскопии / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, В.И. Парахин // Металлы – 2025. – №.2. – С.41-48. (1,00 п.л./0,50 п.л.).
5. **Ролдугина, А.С.** Теоретическая и экспериментальная оценка влияния сегрегационных эффектов на формирование кристаллографической текстуры, структуры и свойств поверхности электротехнических сталей / А.С. Ролдугина, М.В. Рязанов, Г.Н. Еремин, В.И. Парахин, А.Е. Чеглов, И.А. Цыганов // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2026. – №2. – С.32-40. (1,13 п.л./0,34 п.л.).
6. **Ролдугина, А.С.** Взаимосвязь текстуры первичной и вторичной рекристаллизации в электротехнической анизотропной стали / А.С. Ролдугина, И.А. Цыганов, М.В. Рязанов, В.И. Парахин// Проблемы черной металлургии и материаловедения. - 2025. - №. 3. – С. 75-84. (1,25 п.л./0,50 п.л.).

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

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

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

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

На диссертацию и автореферат поступило 12 отзывов: 10 положительных, 1 отрицательный, 1 без однозначного заключения, 10 содержат замечания и пожелания. В положительных отзывах отмечено, что диссертационная работа посвящена актуальной теме исследования формирования свойств электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова. Как отмечают авторы положительных отзывов, при внедрении метода «приобретенного» ингибитора легирование оловом используется для усиления ингибирующей способности, однако механизм воздействия олова на кристаллографическую текстуру и другие характеристики электротехнической анизотропной стали мало изучен, что обосновывает актуальность данной работы.

Авторами положительных отзывов отмечается, что для решения поставленных задач автором применялись различные методы физического моделирования и современные методики микроструктурного анализа. Полученные результаты позволили описать принципы влияния олова на свойства материала.

Согласно положительным отзывам, среди результатов, имеющих несомненную научную новизну, отмечаются проведенный автором анализ кинетики первичной рекристаллизации, а также анализ текстурообразования при протекании рекристаллизационных процессов. Так, получены коэффициенты уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами (КДМА) в сталях с различным содержанием олова. Определен преимущественный механизм формирования текстуры при первичной рекристаллизации. Показано влияние высокоскоростного нагрева на текстуру Госсса. Установлены причины образования «островковых» зерен. Специально разработана методика анализа остроты текстуры в конечном состоянии стали и предложена усовершенствованная формула для вычисления магнитной индукции. Также получены новые данные о процессе обезуглероживания и азотирования – показано, что олово при повышении содержания снижает глубину зоны внутреннего окисления и затрудняет азотирование.

Авторами положительных отзывов отмечается, что основные научные положения, выводы и рекомендации работы представляются обоснованными и не подлежащими сомнениям.

В положительных отзывах отмечается высокая практическая значимость диссертационной работы А.С. Ролдугиной. Результаты исследований актуальны для разработки новых марок электротехнической анизотропной стали, производимой по методу «приобретенного» ингибитора.

В свою очередь, в отрицательном отзыве и отзыве без однозначного заключения приведена критика выполненных автором исследований и приведенных результатов. Так, например, по мнению авторов отзывов, недостатками работы являются неполный химический состав сплавов, наличие вариаций хрома в исследуемых сплавах, отсутствие анализа ингибиторной фазы, малый объем статистики, спорность применения метода Уиттакера для перевода

неизотермического процесса в изотермическую модель, целесообразность разбиения процесса рекристаллизации на 3 стадии, большие доверительные интервалы коэффициентов уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами, различие коэффициентов уравнения в диссертации и в опубликованной авторами статье и прочие аспекты работы.

Замечания, приведенные в отзывах:

1. **Базалеева Ксения Олеговна**, ведущий научный сотрудник Институт инновационных инженерных технологий Российского университета дружбы народов, кандидат физико-математических наук, доцент:

1) В автореферате не приводится полный состав экспериментальных сталей, что сильно ограничивает возможность оценить значимость полученных результаты;

2) В сравниваемых в работе электротехнических сталях А и В, кроме разницы в концентрации Sn, есть отличие в содержании Cr, при этом автор не дает пояснений относительно его возможного влияния на обсуждаемые характеристики;

3) Доля рекристаллизованных зерен после первичной рекристаллизации определялась методом EBSD-анализа по полям зрения небольшой площади. Можно предположить, что такой подход при обсчете малого количества полей зрения дает низкую точность. Возможно, требующий меньших временных затрат металлографический анализ дал бы возможность обработать большее количество полей зрения с большей площадью, тем самым увеличив точность определения доли рекристаллизованных зерен.

4) Практически все экспериментальные величины (размер зерна, углы разориентировки) даны без погрешности измерения, что не дает возможности оценить значимость результата и достоверность выводов, сделанных по ним.

5) На рисунке 8 сложно понять, какой слой автор относит к зоне внутреннего окисления. Кроме того, сравнение толщин этих слоев в сталях с разным содержанием Sn усложнено тем, что снимки структур приведены с разным увеличением.

6) Отсутствие дифракционной картины и результатов энергодисперсионного анализа от зоны внутреннего окисления не дает возможности оценить достоверность выводов, которые автор делает по фазовому составу этой зоны.

7) В выводе 7 диссертант как об установленном факте говорит об аустенизации поверхностного слоя стали с повышенным содержанием Sn. Однако, исходя из представленных результатов, это скорее предположение.

2. Болобанова Наталия Леонидовна, заведующий кафедрой металлургии, машиностроения и технологического оборудования ФГБОУ ВО «Череповецкий государственный университет», кандидат технических наук, доцент:

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.

3. **Гервасьева Ирина Владимировна**, ведущий научный сотрудник лаборатории микромагнетизма ФГБУН Институт физики металлов имени М.Н. Михеева, доктор физико-математических наук: замечаний нет.

4. **Крымская Ольга Александровна**, доцент кафедры физических проблем материаловедения ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», кандидат физико-математических наук:

1) При описании в автореферате механизма текстуробразования при первичной рекристаллизации не приводится исходная текстура деформации и сравнение объемных долей компонент α - и α' -волокна с $\{111\}\langle 112 \rangle$, что могло бы дополнить анализ и подтвердить вывод о преимущественном механизме ориентированного роста.

2) В автореферате не описывается, в чем состоит суть новой методики определения остроты текстуры по EBSD-данным и каким кристаллографическим углам соответствуют углы α , β и γ , по которым оценивается острота текстуры Госсса. Также не приводится описание принципа разделения на мелкие/средние/крупные зерна и не расшифрованы некоторые обозначения, например, ХТО, что, по-видимому, связано с ограниченным объемом автореферата.

5. **Лобанов Михаил Львович**, профессор кафедры термообработки и физики металлов ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», доктор технических наук. и **Редикульцев Андрей Анатольевич**, доцент кафедры термообработки и физики металлов ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», кандидат технических наук:

1) Не указано, на каком основании выбраны исследуемые химические составы, в частности, содержание олова и хрома.

2) В п. 3 научной новизны сказано: «Определено влияние олова на формирование кристаллографической текстуры ЭАС при первичной рекристаллизации». Известно, что окончанию стадии первичной рекристаллизации соответствует полное поглощение деформированной матрицы возникшими более совершенными зернами с высокоугловыми границами. При этом дальнейшей движущей силой процесса собирательной рекристаллизации является энергия,

связанная с избыточной поверхностью границ зерен. Насколько корректно использовать термин «текстура первичной рекристаллизации» при том, что сам диссертант на стр.12 автореферата говорит о «текстуре тех немногих зерен, которые имеют преимущество в росте при собирательной рекристаллизации»?

6. Масанский Олег Александрович, заведующий кафедрой материаловедения и технологий обработки материалов ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный университет», кандидат технических наук, доцент:

1) Мелкий шрифт некоторых графиков, что затрудняет восприятие результатов работы.

2) На рис. 2 процент рекристаллизованных зерен указан от 0 до 1. Здесь, наверное, должно быть от 0 до 100%.

3) В теоретическом и практическом применении работы нет информации о практическом применении (внедрении) полученных результатов.

7. Миронов Сергей Юрьевич, ведущий научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов ФГАОУ ВО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет», доктор физико-математических наук, профессор:

1) Поскольку работа является металловедческой, то, наверное, стоило указать химический состав исследуемых сталей. Также, для удобства читателей, можно было привести схему термомеханической обработки.

2) Учитывая относительно низкие доли текстурных компонент на Рис. 5, не вполне понятно, являются ли результаты измерений статистически значимыми.

3) Принимая во внимание аномально большой размер зерен в материале, подвергнутом высокотемпературному отжигу (от 6,3 мм до 17,8 мм), не вполне понятна целесообразность использования метода EBSD для их анализа. Как я могу предположить, автору, скорее всего, пришлось столкнуться со значительными проблемами при наборе достаточной статистики измерений.

4) Насколько я могу судить, финальная текстура, сформировавшаяся в обоих исследованных материалах, довольно существенно отличается от текстуры Госсса. Значит ли это, что использованная технология термомеханической обработки является не вполне надежной?

8. Муратов Владимир Сергеевич, профессор кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» ФГБОУ ВО «Самарский государственный технический университет», доктор технических наук, профессор:

1) В автореферате не приводится выведенная формула для расчета магнитной индукции (с.14), что затрудняет анализ полученных с ее использованием результатов.

2) В автореферате отсутствуют сведения о режимах проведения операции азотирования; в выводе 7 идет речь о «покрытии на конечном продукте», однако никакой информации о его составе, режимах нанесения в предшествующем тексте нет и о чем идет речь в выводе неясно.

9. Никитушкин Сергей Иванович, старший преподаватель кафедры физического металловедения ФГБОУ ВО «Липецкий государственный технический университет»:

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 $\ln(-\ln(1-X_{rex})) \approx -3$).

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 разнотерности), 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 разнотерности 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.

10. Руцкий Дмитрий Владимирович, заведующий кафедрой "Технология материалов" ФГБОУ ВО «Волгоградский государственный технический университет», кандидат технических наук, доцент:

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.

11. **Сизова Ольга Владимировна**, главный научный сотрудник Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, доктор технических наук: замечаний нет.

12. **Щеренкова Ирина Сергеевна**, старший инженер Дирекции по исследованиям и разработкам ПАО «НЛМК», кандидат технических наук:

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 $k_A = 0.345 \pm 0.14$, $k_B = 0.375 \pm 0.152$, в статье $k_A = 0.47 \pm 0.02$, $k_B = 0.54 \pm 0.02$. Аналогично меняет свое значение параметр n : в диссертации $n_A = 1,41 \pm 0.49$, $n_B = 1,62 \pm 0.49$, в статье $n_A = 1,39 \pm 0,35$, $n_B = 1,54 \pm 0,37$. 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 Заключение (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] Oyarzabal, 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. Авторы [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 делении 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 Авраами 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 влияния олова на высокоскоростной нагрева Ролдугина А. С. пишет, что «образцы после моделирования на термомеханическом симуляторе Gleeble-3800 характеризуются высокой разнотекстурностью с более крупными зёрнами 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 разнотекстурность внесена особенностями моделирования». Она сама констатирует и показывает на рис. 32, что оборудование для моделирования (Gleeble) вносит неконтролируемый и нехарактерный для реального процесса артефакт в ключевой параметр — микроструктуру и текстуру. Она увидела аномальную разнотекстурность, 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 зёрнами, 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 Госсса) 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 разнотекстурности. 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

собирающей 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 разнотекстурности 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 $B_{\max} = 1,99$ Тл соответствует их fit по модели (8d) и подставляет в модель (8b), где указано $J_s = a_1 = 2,03$ Тл.

Кроме того, в статье и в диссертации используются разные значения индукции насыщения B_s для одних и тех же образцов. В статье: $B_s=1,99$ (взято из работы Bernier et al., 2013). В диссертации: $B_s=2,03$ Тл. B_s — 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.

Заключение по отзывам:

1. Проведено комплексное исследование свойств электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова. Изучены процессы формирования кристаллографической текстуры и структуры материала.

2. Согласно положительным отзывам, успешно решены научные и прикладные задачи. Результаты имеют важное значение для теоретического и прикладного металловедения и могут быть использованы на практике при разработке новой технологии производства электротехнической анизотропной стали.

3. Согласно положительным отзывам, достоинством работы является комплексный и методически обоснованный подход к решению поставленных задач. Автор применяет современные рентгеновские и электронно-микроскопические методы. Применяются методы физического моделирования, позволяющие изучить процессы, протекающие в материале в процессе технологической обработки.

4. Согласно положительным отзывам, достоверность полученных результатов не вызывает сомнений и подтверждается достаточным объемом статистики проведенных измерений и применением современных методик исследования.

5. Согласно положительным отзывам, основные положения и результаты работы достаточно полно освещены в публикациях и обсуждены на профильных конференциях.

6. В положительных отзывах отмечается, что диссертационная работа соответствует паспорту специальности 2.6.1. Металловедение и термическая

обработка металлов и сплавов и критериям, предъявляемым ВАК, а ее автор заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук.

7. В двух отзывах критикуется ряд аспектов выполненных исследований и их общая концепция, и авторы отзывов считают, что автор диссертационной работы не заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук (отзыв Щеренковой И.С.) или анализ работы 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 Никитушкина С.И.).

Выбор официальных оппонентов и ведущей организации обосновывается:

- **Петрова Лариса Георгиевна** – ведущий специалист в области металловедения, термической и химико-термической обработки металлов и сплавов;

- **Губанов Олег Михайлович** – ведущий специалист в области технологического процесса производства электротехнических сталей;

- **федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук»** – научно-исследовательская организация, широко известная своими работами в области разработки магнитных материалов и развития методов структурного анализа.

Диссертационный совет отмечает, что на основании выполненных соискателем исследований:

разработана научная концепция, описывающая механизмы формирования кристаллографической текстуры и структуры в электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова,

предложена новая гипотеза о преимущественном механизме текстурообразования при первичной рекристаллизации в электротехнической анизотропной стали, гипотеза о причинах формирования зерен с текстурой, отличной от текстуры Госсса,

при вторичной рекристаллизации, а также о влиянии легирования оловом на эти процессы,

доказана перспективность легирования оловом для внедрения метода «приобретенного» ингибитора, позволяющего производить электротехническую анизотропную сталь с улучшенными магнитными свойствами,

введены рекомендации по оптимизации химического состава электротехнической анизотропной стали, новая методика исследования текстуры вторичной рекристаллизации, и формула для вычисления магнитной индукции электротехнической анизотропной стали.

Теоретическая значимость исследования обоснована тем, что:

доказано влияние вариаций содержания олова на кинетику первичной рекристаллизации электротехнической анизотропной стали; формирование текстуры первичной рекристаллизации электротехнической анизотропной стали преимущественно по механизму ориентированного роста; влияние скорости нагрева на текстуру первичной рекристаллизации электротехнической анизотропной стали; формирование при вторичной рекристаллизации зерен с текстурой, отличной от текстуры Госсса, за счет мобильности различных типов специальных границ,

применительно к проблематике диссертации результативно (эффективно, то есть с получением обладающих новизной результатов) использованы методы закалочной дилатометрии, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии, двулучевой электронно-ионной микроскопии, а также дифракции обратноотраженных электронов и рентгеновской дифрактометрии,

изложены новые положения о влиянии олова на кинетику первичной рекристаллизации, содержание различных текстурных компонент при первичной рекристаллизации, протекание вторичной рекристаллизации в электротехнической анизотропной стали, а также протекание диффузионных процессов при химико-термической обработке электротехнической анизотропной стали,

раскрыты закономерности протекания первичной и вторичной рекристаллизации электротехнической анизотропной стали, особенности формирования зоны внутреннего окисления при химико-термической обработке, а также влияния

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

изучены особенности процесса первичной рекристаллизации электротехнической анизотропной стали с использованием изотермического и неізотермического 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 Госсса 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

нагрева на текстуру первичной рекристаллизации и выявленной зависимости остроты текстуры вторичной рекристаллизации от температуры начала вторичной рекристаллизации.

Оценка достоверности результатов исследования выявила:

для экспериментальных работ применялись образцы электротехнической анизотропной стали, современные методы физического моделирования технологических процессов и исследований микроструктурных характеристик материалов и определения магнитных свойств,

теория исследования построена на основных положениях современного металловедения. Основным научным подходом в работе является установление связей между химическим составом стали, технологией термической и химико-термической обработки, текстурным и структурным состоянием и уровнем свойств стали,

идея базируется на анализе и обобщении собственных экспериментальных результатов, промышленного опыта производства электротехнической анизотропной стали по методу «приобретенного» ингибитора, опубликованных данных в области структуры и свойств электротехнической анизотропной стали,

использованы известные положения о склонности олова к сегрегации на границах зерен и раздела фаз, а также данные о благоприятном влиянии олова на конечные свойства данного материала. Однако в литературе очень мало данных о конкретных механизмах влияния олова на свойства электротехнической анизотропной стали. Вместе с тем в источниках отмечается и недостаток информации о процессах текстурообразования в стали, произведенной по методу «приобретенного» ингибитора. В диссертационной работе рассмотрены перечисленные вопросы. Для получения достоверных результатов применялись методы статистической обработки результатов и современное лицензионное программное обеспечение, большой объем экспериментальных работ, сопоставление полученных результатов с опубликованными данными, комплекс современных методов исследования микроструктуры металла с использованием методов физического моделирования, просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, методов дифракции обратноотраженных электронов и рентгеновской дифрактометрии,

установлена непротиворечивость результатов исследования, полученных в работе с известными из литературы данными о преобразованиях кристаллографической текстуры в электротехнической анизотропной стали и о влиянии олова на процессы формирования текстуры, структуры и диффузионные процессы в электротехнической анизотропной стали.

использованы современные методология и методы исследования, применяемые в металловедении, в частности, системы физического моделирования и комплекс методов исследования структуры стали с использованием сканирующей и просвечивающей микроскопий, дифракции обратноотраженных электронов, рентгеновской дифрактометрии, а также определения магнитных свойств металла.

Личный вклад соискателя состоит в проведении анализа мировой научной литературы, постановке цели и определении задач диссертационной работы, выборе направлений и методов получения экспериментальных данных, анализе и обобщении результатов, а также в том, что основные научные положения и результаты диссертационной работы базируются на исследованиях и результатах экспериментов, проведенных лично или с участием автора.

В ходе защиты диссертации были высказаны следующие критические замечания: о целях исследования и предпосылках выбора составов исследуемых сплавов; о количественных эффектах, зафиксированных в исследовании, и их достоверности; о более точном химическом составе, распределении олова и хрома в материале и разделении вклада этих элементов; о литературных источниках; об учете влияния ингибиторной фазы; о процессе азотирования и оксидах, формирующихся в зоне внутреннего окисления; о процессе формирования покрытия электротехнической анизотропной стали; о текстурных характеристиках исследуемых образцов (текстура деформации, первичной рекристаллизации, степень остроты текстуры Госсса); о применении теории специальных границ; о методике визуализации доменной структуры и ее применении; о валидации и верификации предложенных в работе методик; о преимуществах выбранных методических подходов; о принципе распределения зерен по размерным диапазонам; об обоснованности гипотез о сегрегации олова на границах и субграницах; о деформационном состоянии образцов; о разнотекстурности; об

оценке размера зерна в исследуемых образцах; о предпосылках разделения зерен после вторичной рекристаллизации на разные типы; об объёме анализа островковых зерен; о применимости метода Уиттакера; о предпосылках разделения процесса рекристаллизации на три стадии; о точности полученных коэффициентов уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами и их сопоставлении при сравнении двух сплавов; о расхождении коэффициентов уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами в публикации и в диссертации; об энергии активации первичной рекристаллизации; о формуле для оценки магнитной индукции; о корректности выбранной терминологии; о статистической обработке полученных в диссертационном исследовании данных, в том числе об отсутствии погрешностей; об исследуемой технологии; о практическом применении и внедрении полученных результатов; об оформлении автореферата; о проверке гипотезы аустенизации и ее негативного влияния на конечное покрытие; о нормальном росте ориентировок при высокотемпературном отжиге.

Соискатель Ролдугина А.С. ответила на задаваемые ей в ходе заседания вопросы и привела собственную аргументацию: В соответствии с поставленной целью исследования в работе показано разнообразное влияние олова как на текстуру, так и на структуру и процесс протекания химико-термической обработки электротехнической анизотропной стали, а также показана экспериментально сегрегация олова на границах раздела фаз и на поверхности. Исследуемые эффекты количественно отражаются в величинах магнитной индукции, объемной доли определенных текстурных компонент, размера зерна, глубины зоны внутреннего окисления. Более точный химический состав был приведен на слайде в ходе доклада. Выбор составов обоснован промышленной задачей, поэтому сплавы без олова или сплавы с сурьмой не рассматривались. Коэффициент бинарного взаимодействия в альфа-железе для олова примерно в 6 раз выше, чем для хрома, а также у этих элементов различные механизмы сегрегации, поэтому в рамках работы было принято предположение, что хром не препятствует изучению эффектов от сегрегации олова. В диссертации показана сегрегация олова на поверхности, границах разделов фаз. Для хрома подобных данных не получено. Роль хрома выражается в модификации свойств поверхности, и в диссертационном

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 $\{111\}\langle 112 \rangle$ составляют классическую текстуру первичной рекристаллизации ОЦК-металлов, как указано в диссертации. В стали В наблюдаются зерна острого Госсса наряду с зернами отклоненного Госсса, 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 Госсса соответствуют специальные границы $\Sigma 9$ и $\Sigma 19a$. 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 разноструктурности. 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 Госсса 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 разноструктурность.

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°C 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 «собираательная 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.

На заседании 27 мая 2026 года диссертационный совет принял решение за решение научной задачи, направленной на определение механизмов формирования структурных характеристик электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова при совершенствовании перспективной технологии производства по методу «приобретенного» ингибитора, имеющей значение для металловедческой науки, присудить Ролдугиной А.С. ученую степень кандидата технических наук.

При проведении тайного голосования диссертационный совет в количестве 12 человек, из них 11 докторов наук по научной специальности рассматриваемой диссертации, участвовавших в заседании, из 16 человек, входящих в состав совета, дополнительно введены на разовую защиту 0 человек, проголосовали: за - 12, против - 0, недействительных бюллетеней - 0.

Председатель

диссертационного совета



Родионова Ирина Гавриловна

Ученый секретарь

диссертационного совета



Холодный Алексей Андреевич

27 мая 2026 года

Подпись руки Родионовой И.Г. и Холодного А.А. заверяю
Ученый секретарь ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина»
Москвина Татьяна Павловна

