

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

этапе производства данного продукта (высокотемпературный отжиг) в процессе вторичной рекристаллизации происходит аномальный рост зерен с текстурой Госса $\{110\}\langle 001\rangle$. Ингибиторная фаза путем торможения мобильности границ зерен с другой текстурой способствует аномальному росту зерен Госса при вторичной рекристаллизации и влияет на формирование текстуры материала при первичной рекристаллизации также путем воздействия на мобильность границ зерен. Аналогичный эффект оказывают элементы, склонные к сегрегации на границах зерен, поскольку сегрегация изменяет энергию межзеренных границ и их мобильность. Таким образом, при внедрении метода приобретенного ингибитора легирование элементами, склонными к сегрегации на границах зерен, позволяет контролировать кристаллографическую текстуру на различных переделах, дополняя действие дисперсной фазы. Однако на данный момент нет точного понимания механизмов формирования кристаллографической текстуры в электротехнической анизотропной стали и влияния олова на этот процесс, а также влияния олова на другие процессы – например, на диффузию элементов при азотировании или формирование свойств поверхности. Исследования, которые описывают эти механизмы, важны для успешного внедрения технологии производства электротехнической стали с повышенными магнитными свойствами.

Значимость результатов, полученных автором, для науки и практики

Научная новизна диссертационной работы

Выдвинутые автором положения научной новизны являются в целом обоснованными и описывают вклад автора в раскрытие механизмов текстуро- и структурообразования в электротехнической анизотропной стали. Установлено влияние олова на кинетику и механизм формирования текстуры в процессе первичной рекристаллизации электротехнической анизотропной стали. Вычислены параметры уравнения Колмогорова-Джонсона-Мела-

Аврами для ЭАС с различным содержанием олова, описывающие кинетику рекристаллизации электротехнической анизотропной стали. Показано изменение коэффициентов уравнения на разных этапах рекристаллизации. Выявлены закономерности формирования кристаллографической текстуры в процессе аномального роста при вторичной рекристаллизации в ЭАС. Установлены закономерности влияния олова на морфологию оксидов в зоне внутреннего окисления ЭАС.

Положения научной новизны соответствуют содержанию диссертационной работы.

Практическая значимость заключается во вкладе результатов работы в развитие технологии производства электротехнической анизотропной стали. Выявленный эффект легирования ЭАС оловом позволяет определить рациональное содержание этого элемента для более эффективного протекания процесса ХТО. На основании полученных данных о влиянии легирования оловом на формирование кристаллографической текстуры могут быть сделаны рекомендации о содержании олова, благоприятном для последующего аномального роста зерен Госсса.

Сделан вклад в развитие методической базы для исследований рассматриваемого класса материалов: разработана методика измерения параметров остроты текстуры конечного продукта электротехнической анизотропной стали, предложен метод визуализации доменной структуры. Таким образом, исследования автора значимы для разработки технологии производства электротехнической анизотропной стали и расширяют известную на данный момент область методических подходов к исследованиям этого материала.

Достоверность и обоснованность результатов и выводов

В проведенных автором исследованиях достоверность результатов обеспечивается применением современных методик микроструктурных исследований, таких как сканирующая и просвечивающая электронная

микроскопия, энергодисперсионный анализ, дифракционный анализ и метод исследования атомной решетки в прямом разрешении для идентификации соединений, а также метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии. Исследование кристаллографической текстуры проводилось методом дифракции обратноотраженных электронов и рентгеновской дифрактометрии. Для имитации процессов, проходящих в материале при различных технологических операциях, использовались различные методы физического моделирования.

Оценка структуры и содержания диссертации

Диссертация состоит из введения, 6 глав и заключения. Полный объем диссертации составляет 155 страниц, включая 64 рисунка и 2 таблицы. Список литературы содержит 123 наименования.

Введение раскрывает актуальность выбранной автором тематики исследований и обосновывает сформулированные автором цели работы и задачи, решение которых требуется в рамках поставленных целей. Обозначены научная новизна, теоретическая и практическая значимость проведенных автором исследований. Определены объект и предмет исследования.

В **первой главе** автор приводит обзор литературных источников, посвященных тематике исследования: формированию кристаллографической текстуры и других структурных характеристик электротехнической анизотропной стали на различных переделах. Приведены известные на данный момент теории о механизме аномального роста зерен Госса и влиянии на этот процесс текстуры первичной рекристаллизации и ингибиторной фазы. Показано, что однозначного понимания механизмов формирования текстуры на данный момент нет. Также показано, что известные исследования, посвященные влиянию олова на свойства электротехнической анизотропной стали, не дают представления о механизмах этого влияния и не позволяют прогнозировать эффект от

легирования оловом. На основании анализа существующих на данный момент знаний сформулированы задачи, решение которых позволит достичь цели — улучшения магнитных свойств электротехнической анизотропной стали.

Во **второй главе** описаны материалы, на которых проводилось исследование, методы физического моделирования и микроструктурных исследований.

В **третьей главе** на основании физического моделирования методом дилатометрии получены коэффициенты в уравнении Колмогорова-Джонсона-Мела-Аврами для электротехнической анизотропной стали с различным содержанием олова. Показано, что олово влияет не на скорость формирования зародышей рекристаллизации, а на рост зерен, поскольку сегрегация олова на границах зерен влияет на их мобильность.

В **четвертой главе** исследовано формирование текстуры первичной рекристаллизации электротехнической анизотропной стали. На основании данных физического моделирования показано, что итоговая текстура формируется в большей степени за счет ориентированного роста, а не за счет ориентированного зародышеобразования. Показано, что олово влияет на содержание текстурной компоненты $\{111\}\langle 112 \rangle$ путем снижения частоты формирования зародышей этой компоненты. Также в четвертой главе исследовано влияние высокоскоростного нагрева перед химико-термической обработкой на текстуру электротехнической анизотропной стали и показано, что внедрение этого технологического приема позволит увеличить количество зерен текстуры Госса после первичной рекристаллизации.

В **пятой главе** описаны результаты физического моделирования высокотемпературного отжига электротехнической анизотропной стали. Описаны процессы аномального и нормального роста зерен различных ориентировок в сталях с разным содержанием олова. В процессе исследования образцов электротехнической анизотропной стали после физического моделирования высокотемпературного отжига выведена

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 $<0,05\% \text{ Sn}$ 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, термоманитных, 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