

На правах рукописи



ЖИТЕНЕВ Андрей Игоревич

**РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ ОЦЕНКИ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ
ВКЛЮЧЕНИЙ В СТАЛИ ТРАНСПОРТНОГО НАЗНАЧЕНИЯ
ДЛЯ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ ТЕХНОЛОГИИ ЕЕ ПРОИЗВОДСТВА**

Специальность: 05.16.02 – Metallургия черных, цветных и редких металлов

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Научный руководитель: **Казаков Александр Анатольевич**
доктор технических наук, профессор,
зав. лабораторией «Металлургическая
экспертиза» ФГАОУ ВО «СПбПУ»

Официальные оппоненты: **Михайлов Геннадий Григорьевич**
доктор технических наук, профессор,
заведующий кафедрой физической химии
Федерального государственного автономного
образовательного учреждения высшего
образования «Южно-Уральский
государственный университет (национальный
исследовательский университет)»

Ботников Сергей Анатольевич
кандидат технических наук, главный
технолог Дирекции по реализации проектов,
АО «Выксунский металлургический завод»

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования «Волгоградский
государственный технический университет»
(ФГБОУ ВО «ВолгГТУ»)

Защита диссертации состоится «13» февраля 2020 г. в 11 часов на заседании Диссертационного совета Д 002.060.03 в Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук по адресу: 119334, г. Москва, Ленинский проспект, д. 49.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук и на сайте ИМЕТ РАН www.imet.ac.ru.

Автореферат диссертации размещен на сайте ИМЕТ РАН www.imet.ac.ru и на сайте ВАК <http://vak.ed.gov.ru>

Автореферат разослан " " 2019г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



Ветчинкина Т.Н.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Загрязненность железнодорожных колес и рельсов неметаллическими включениями (НВ) определяет их металлургическое качество и потребительские свойства, поэтому объективная оценка НВ в сталях транспортного назначения требует разработки новых более эффективных методик этой оценки для совершенствования технологии их выплавки и разливки.

Известные металлографические способы контроля неметаллических включений в сталях с помощью светового оптического микроскопа, используемые для оценки загрязненности НВ в готовых рельсах и колесах, позволяют определить их объемное содержание, размер и характер взаимного расположения (ASTM E 1245), либо, классифицировав по внешним признакам, отнести к тому или иному типу, чтобы назначить балл в соответствии со стандартными шкалами (ГОСТ 1778-70 или ASTM E45). Однако такие оценки никак не отражают реальный состав НВ. Для изучения состава единичных НВ в стали давно и успешно применяют растровый электронный микроскоп, оснащенный энергодисперсионным спектрометром для рентгеноспектрального микроанализа (РСМА), но такие измерения не дают статистически объективной картины всего многообразия составов НВ в исследуемой стали.

Для изучения природы НВ используют термодинамическое моделирование. Однако, несмотря на достигнутые успехи в термодинамическом описании процессов образования НВ в жидкой и затвердевающей стали, полное детерминированное моделирование эволюции НВ при внепечной обработке, разливке и кристаллизации невозможно. Слишком сложны сопряженные процессы их образования, роста и удаления на фоне гидродинамики жидкого и затвердевающего расплава, дендритной и зональной ликвации, формирования различных структурных зон слитка.

В настоящее время выходной контроль по НВ проводят лишь на образцах, вырезанных из готовых изделий, а исходная непрерывнолитая заготовка (НЛЗ) на содержание НВ не контролируется. Очевидно, что одним из методов снижения брака рельсов и колес может стать отсортровка металла на этапе НЛЗ, но для ее проведения требуется методика пробоотбора и метод оценки НВ.

Все вышеизложенное определяет **актуальность** настоящей работы, **целью** которой является разработка методов оценки неметаллических включений в сталях транспортного назначения, основанных на статистически значимой оценке количества, размера и состава НВ, а также интерпретации этих результатов методами термодинамического моделирования для совершенствования технологии производства стали.

Для достижения этой цели поставлены и решены следующие **задачи**:

1. Показана ограниченность методик, используемых сегодня в промышленности для оценки НВ в железнодорожных рельсах и колесах.
2. Разработана методика классификации и интерпретации НВ, основанная на кластерном анализе баз данных их составов, полученных с помощью автоматического РСМА представительного количества включений, и последующем восстановлении их металлургической природы методами термодинамического моделирования.
3. Применительно к сталям транспортного назначения адаптирована методика прогнозирования вероятности появления крупных экзогенных и экзо-эндогенных НВ, основанная на статистике экстремальных значений.
4. Разработана методика пробоотбора и оценки НВ в непрерывнолитых заготовках для их входного контроля перед изготовлением рельсов и колес.
5. Разработана методика количественного описания дендритной структуры, позволяющая достоверно определять расстояния между дендритными ветвями второго порядка для оценки локальных условий затвердевания стали.
6. С использованием разработанных методик изучены особенности формирования НВ в сталях транспортного назначения, включая их эволюцию по ходу внепечной обработки и разливки, а также характер их распределения по сечению непрерывнолитой заготовки в зависимости от технологии внепечной обработки и условий затвердевания.
7. На основании выполненных исследований установлены критические параметры технологии, определяющие загрязненность готовых изделий НВ, а предложенные технологические рекомендации, направленные на повышение чистоты сталей транспортного назначения, внедрены в действующее производство АО «ЕВРАЗ НТМК»..

Научная новизна:

1. Разработана методика изучения НВ, основанная на кластерном анализе составов представительного количества неметаллических включений с помощью метода k-средних. Накопление результатов такого анализа в сталях, выплавленных по разным технологиям, может стать надежной основой современной классификации НВ.
2. Показано, что места сопряжения структурных зон непрерывнолитых заготовок наиболее загрязнены НВ и именно эти области НЛЗ при деформации трансформируются в места пробоотбора для контроля НВ в готовых изделиях.
3. Показано, как используя методику, основанную на статистике экстремальных значений, можно достоверно предсказать наибольшие эндогенные или выявить максимальные одиночные экзогенные и/или экзо-эндогенные НВ, неравномерно распределенные в объеме готовых изделий.
4. Раскрыта металлургическая природа всех обнаруженных в стали и объединенных в кластеры НВ с учетом всего многообразия взаимосвязанных теплофизических и физико-химических процессов, протекающих при

выплавке и разливке стали. Для целенаправленного совершенствования технологии состав каждого кластера приведен в соответствие с конкретной стадией сталеплавильного передела.

5. Предложено соотношение концентраций алюминия, серы и кальция, обеспечивающее снижение загрязненности неметаллическими включениями колесной и рельсовой стали.

Практическая значимость работы:

1. Разработаны методы оценки НВ, позволяющие получать статистически достоверную информацию об их количестве, составе и размере, включая выявление экзогенных и/или экзо-эндогенных НВ, неравномерно распределенных в объеме готового изделия.

2. Разработанные рекомендации, направленные на снижения загрязненности колесной стали неметаллическими включениями, формализованы в виде технологического критерия и обобщены в номограмме для назначения расхода порошковой проволоки силикокальция с учетом текущих концентраций алюминия и серы в стальном расплаве перед модифицированием. При оптимальном соотношении кальция, алюминия и серы эффективно модифицируются оксидные и сульфидные НВ.

3. Усовершенствована методика выявления дендритной структуры колесных и рельсовых НЛЗ для детальной интерпретации характера распределения неметаллических включений по сечению заготовки.

4. Разработана и внедрена в промышленную практику методика пробоотбора для оценки НВ в непрерывнолитых заготовках для входного контроля при изготовлении рельсов и колес. Методика позволяет снизить брак готовых изделий за счет отсортровки металла на этапе НЛЗ.

Практическую значимость подтверждают 2 акта внедрения результатов диссертации в условиях действующего производства АО «ЕВРАЗ НТМК».

Положения, выносимые на защиту:

1. Методика классификации и интерпретации НВ в сталях транспортного назначения с помощью кластерного анализа баз данных, полученных с помощью автоматического РСМА представительного количества НВ и последующего выявления их природы методами термодинамического моделирования.

2. Методика оценки НВ, основанная на статистике экстремальных значений, позволяющая выявить неравномерно распределенные в объеме металла крупные экзогенные или экзо-эндогенные неметаллические включения, не поддающиеся стереологической оценке и оказывающие решающее влияние на служебные свойства готовых изделий.

3. Методика количественного описания дендритной структуры непрерывнолитых заготовок для рельсов и колес для оценки локальных условий затвердевания, включающая усовершенствованную методику травления и последующие панорамные исследования всей поверхности образца для детальной интерпретации распределения НВ по сечению НЛЗ.

4. Методика пробоотбора образцов из непрерывнолитых заготовок для оценки НВ, основанная на найденных закономерностях распределения неметаллических включений по сечению НЛЗ для рельсов и колес в зависимости от технологии раскисления и модифицирования стали, условий ее затвердевания и связанных с ними особенностей дендритной структуры, включая характер взаимного расположения структурных зон и особенности изменения расстояния между дендритными ветвями второго порядка.
5. Технологический критерий для расчета оптимального расхода силикокальция и номограмма, позволяющая выбрать условия модифицирования стали порошковой проволокой для каждой конкретной плавки с учетом реальной концентрации алюминия и серы перед модифицированием.

Апробация работы

Основные материалы диссертационной работы доложены и обсуждены: на XVIII международной конференции «Современные проблемы электрометаллургии стали», 23-27 сентября 2019, Россия, г. Первоуральск; на XXI Менделеевском съезде по общей и прикладной химии, Россия, г. Санкт-Петербург, 9-12 сентября 2019; на международной научной конференции "Физико-химические основы металлургических процессов", посвященной 115-летию со дня рождения академика А.М. Самарина, 14-15 ноября 2017 г., Россия, г. Москва; на XVII международной научной конференции «Современные проблемы электрометаллургии стали», Старый Оскол, 2017; на международном симпозиуме «Microscopy and Microanalysis 2015», Портланд, Орегон, США, 2-6 августа 2015г; на международной научно-технической конференции "Актуальные проблемы машиностроения", Москва, 2014; в рамках VI Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, 30 сентября - 5 октября 2013 года, Тольятти, Россия; на международной научно-технической конференции «Современные металлические материалы и технологии (СММТ'2013)», Санкт-Петербург, 2013г; на молодёжных научно-практических конференциях в рамках Недели науки СПбПУ, Санкт-Петербург, (2012, 2016, 2017 гг).

Результаты диссертационной работы отражены в 14-ти публикациях, 7 из которых включены в перечень журналов, рекомендованных ВАК и/или включенных в международную базу Scopus.

Личный вклад автора заключается в постановке цели и задач работы, подготовке и проведении теоретической и экспериментальной работы, обработке полученных в результате исследования данных, их обобщении и формулировке выводов, в подготовке к публикации полученных результатов.

Структура и объем диссертации: Диссертация состоит из введения, 6 глав, 7 выводов, библиографического списка из 193 наименований. Работа изложена на 176 страницах машинописного текста, содержит 75 иллюстраций и 12 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

1. Современное состояние вопроса

В первой главе рассмотрено влияние количества, размера и характера распределения неметаллических включений на свойства сталей транспортного назначения. Определены особенности формирования НВ в этих сталях при их раскислении, модифицировании, непрерывной разливке в сортовую заготовку. Критически проанализированы применяемые в настоящее время методы оценки неметаллических включений в стали, рассмотрены их основные достоинства и недостатки. На основе этого сформулированы актуальность, цель и задачи работы.

2. Материалы и методика исследований

Исследовали промышленные образцы и паспорта плавов сталей 2-У, Т, В, С, и К76Ф, полученных в условиях АО «ЕВРАЗ НТМК». Образцы отбирали из ковша по ходу внепечной обработки и разливки, от НЛЗ круглого сечения диаметром 430 мм для колес и прямоугольного сечения 300×360 мм для рельсов, а также из готовых изделий. Всего проанализировано и изучено более 200 плавов различных сталей транспортного назначения.

Изучение дендритной структуры (ДС) позволяет восстановить локальные условия затвердевания промышленной НЛЗ. Для выявления ДС шлифованные поверхности полнопрофильных поперечных темплетов травили в 50% водном растворе соляной кислоты при температуре 60-80°C в течение 25 минут для выявления рельефной картины дендритных остовов. Для повышения контрастности использовали оригинальную методику: удаляли шлам концентрированной фосфорной кислотой, после чего поверхность темплетов обрабатывали 3% спиртовым раствором азотной кислоты в течение 40 секунд при комнатной температуре, а затем шлифовали мелким абразивом. В рельсовых и колесных НЛЗ выявлены все характерные структурные зоны: мелкие прикорковые кристаллы, протяженные столбчатые кристаллы, крупные разориентированные кристаллы в центре НЛЗ. По всему сечению НЛЗ с помощью анализатора изображения определяли расстояние между дендритными осями второго порядка (λ_2), характеризующее размер дендритной ячейки. Для получения достоверных результатов измерения проводили на всей площади образца с помощью панорамных исследований при увеличении 50×.

Оценку загрязненности металла неметаллическими включениями проводили на металлографических шлифах в соответствии со стандартом ASTM E 1245 нарастающим итогом от поля к полю с использованием оптического микроскопа Zeiss Axiovert 200 MAT, оснащенного автоматическим анализатором изображений Thixomet PRO. При оценке НВ проводили разделение оксидов и сульфидов с помощью соответствующих порогов дискриминации по уровню серого.

Для определения химического состава сталей использовали искровой способ, реализованный в оптико-эмиссионном спектрометре Spectromax. Определение общего содержания кислорода и азота в твердой стали проводили методом восстановительного плавления в среде гелия с помощью газоанализатора Eltra ON-900.

Изучение состава НВ проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа Aspek Explorer, оснащенного энергодисперсионным спектрометром.

Термодинамическое моделирование процессов образования НВ при охлаждении и затвердевании стали проводили с использованием модуля Equilib коммерческого программного обеспечения FactSage и баз термодинамических данных FSteel, SGTE, FToxid. Расчеты затвердевания проводили в соответствии с правилом неравновесного рычага по уравнению Гулливера-Шейла.

3. Разработка методик количественной оценки неметаллических включений в колесной стали

Ограниченность стандартных методик для анализа промышленных баз данных по загрязненности НВ железнодорожных колес.

В настоящее время для оценки НВ при приемо-сдаточных испытаниях сталей транспортного назначения используют современные оптические микроскопы, оснащенные моторизованными предметными столами и анализаторами изображения. В соответствии со стандартом ASTM E 1245 оценивают объемную долю, размер и характер распределения эндогенных неметаллических включений, разделяя их на «оксиды» и «сульфиды» по уровню серого. Однако такое разделение условно, так как в этих сталях НВ по химическому составу являются комплексными оксисульфидами сложного состава.

Анализ промышленной базы данных загрязненности железнодорожных колес неметаллическими включениями показал, что большая часть плавок имеет среднюю загрязненность оксидами менее 0,01 об. %, а сульфидами - менее 0,04 об. %. Несмотря на такие низкие значения, на отдельных полях зрения встречаются одиночные крупные оксиды (до 3 об. %.), по которым бракуют готовые изделия (допустимая объемная доля в максимально загрязненном поле не должна превышать 0,2 об. %). Эти НВ распределены в объеме настолько неравномерно, что на разных плоскостях одного шлифа невозможно получить воспроизводимые результаты. Поэтому установить зависимость между объемной долей оксидов в наиболее загрязненном поле зрения и технологическими параметрами внепечной обработки стали часто не удается.

Таким образом, используемый для изучаемых сталей способ оценки НВ не позволяет ни достоверно оценить объемную долю оксидных НВ, ни определить их состав, ни оценить вероятность появления крупных НВ. Рассмотрим разработанные в настоящей диссертации способы оценки и

интерпретации НВ в изучаемых сталях.

Методика классификации и интерпретации неметаллических включений на основе результатов их исследования методами автоматического рентгеноспектрального микроанализа частиц.

Одним из недавно разработанных методов исследования НВ является автоматический рентгеноспектральный анализ частиц (Automatic Feature Analysis, AFA), который позволяет статистически объективно оценить состав представительного количества НВ в стали. Количество неметаллических включений в этом методе сопоставимо с количеством при анализе методами оптической микроскопии, что дает возможность получать достоверную информацию не только о количестве и размере, но и об элементном составе каждого из обнаруженных включений. Массивы такой информации достаточно сложны и требуют дальнейшей обработки для объединения включений в группы по составу. Обычно для этого используют либо ручные методы объединения НВ в группы, либо автоматические в соответствии с правилами, искусственно созданными для каждой стали на основе опыта исследователя. В настоящей работе для выявления основных групп НВ, характерных для каждого образца, использовали кластерный анализ баз данных по химическому составу НВ с использованием метода k-средних.

Кластерный анализ или кластеризация – это разделение множества объектов на непересекающиеся подмножества (кластеры). Выбор числа кластеров проводили в каждом конкретном случае на основе анализа зависимости искажения, рассчитанного как суммы среднеквадратических Евклидовых расстояний между вектором точек и центром кластера, к которому он принадлежит:

$$E_k^2 = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^{N_i} \sum_{m=1}^d (x_{jm} - c_{im})^2 \quad (1)$$

где: k – число кластеров; N_i – число точек в кластере; d – число переменных; x, c – координаты точек и центров кластеров, соответственно.

Увеличение числа кластеров проводили до тех пор, пока искажение и его производная не достигали постоянного значения.

Методику апробировали на образцах колесных сталей, выплавленных по разным технологиям: сталь 1 раскисляли минимальным количеством алюминия на выпуске из кислородного конвертера и модифицировали силикокальцием перед вакуумированием; сталь 2 раскисляли алюминием в конце обработки на печи-ковше и модифицировали силикокальцием после вакуумирования перед разливкой. Образцы вырезали из поперечных темплетов непрерывнолитых заготовок круглого сечения диаметром 430 мм на расстоянии 60 мм от поверхности НЛЗ.

Для интерпретации обнаруженных кластеров проводили термодинамическое моделирование образования НВ (рис. 1 а, в).

В стали 1 при 1550°C образуются первичные жидкие оксисульфидные включения, вторичные Al_2O_3 , а также небольшое количество бедных по

кальцию вторичных гекса-алюминатов кальция (рис. 1а). Эти НВ образуют кластер Al-Mn-Si-S-Ca(O). При затвердевании из-за ликвации выделяются третичные Al_2O_3 , а также большое количество третичных сульфидов марганца $(\text{Mn,Fe})\text{S}$ и карбонитридов титана, входящих в кластер Mn-S-Al-N-Ti(O). В конце затвердевания в составе сульфидов $(\text{Mn,Fe})\text{S}$ увеличивается доля FeS , а в карбонитридах - доля VN , что соответствует обнаруженным кластерам на основе Mn-S и N-Ti-V-Mn-S, соответственно.

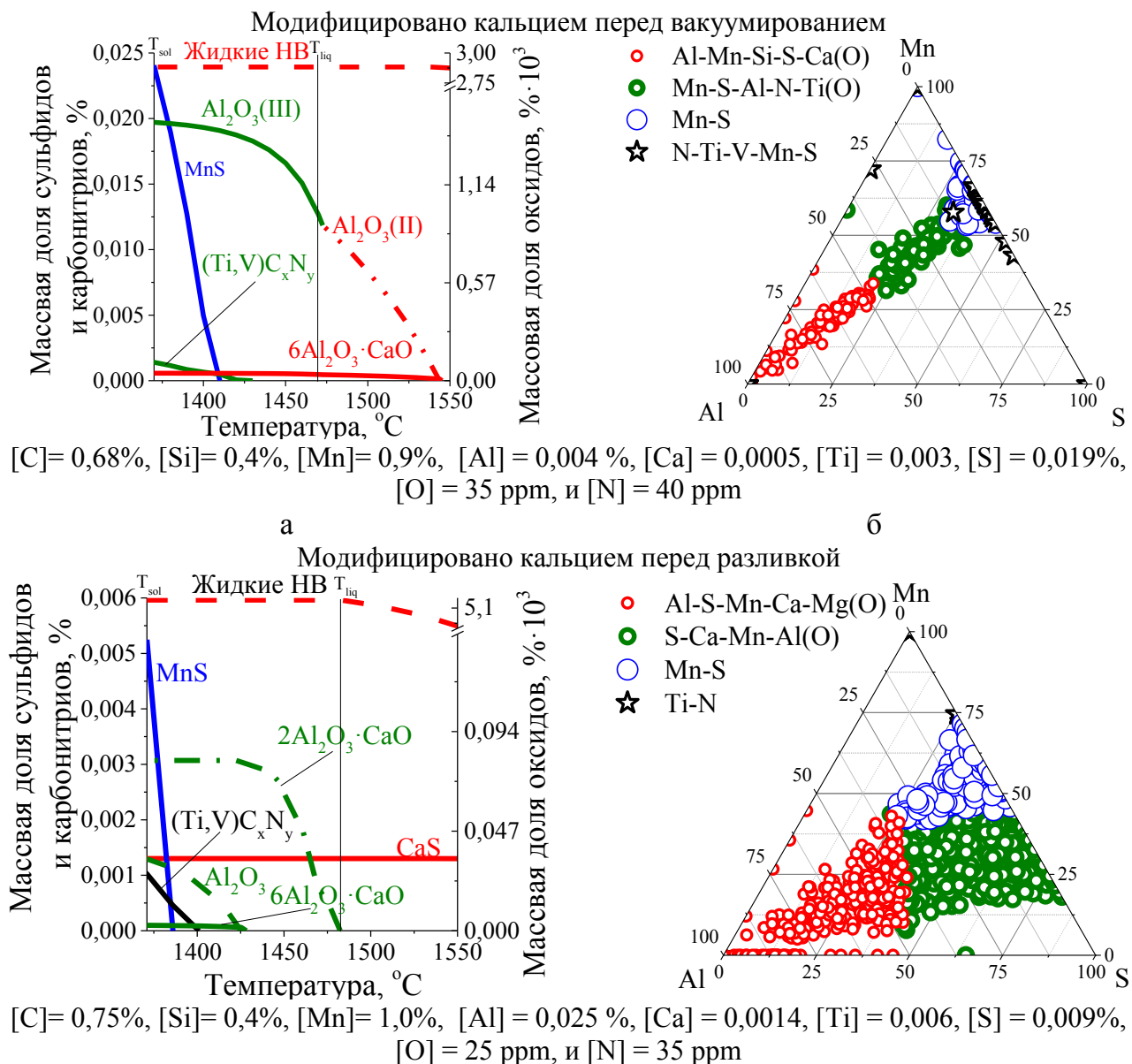


Рис. 1. К интерпретации НВ в колесной стали 1 (а,б) и 2 (в,г): термодинамическое моделирование образования НВ (а,в); эволюция состава обнаруженных в стали кластеров (б,г)

В стали 2 (рис. 1в) обнаружены первичные и вторичные жидкие окисульфидные НВ и первичные сульфиды кальция, образующие кластер Al-S-Mn-Ca-Mg(O). При затвердевании в условиях дефицита кальция, израсходованного ранее, образуются третичные би- и гекса-алюминаты

кальция, и Al_2O_3 , найденные в кластере S-Ca-Mn-Al(O), в который также вошли не удалившиеся первичные сульфиды кальция и третичные сульфиды марганца. В конце затвердевания образуются включения $(\text{Mn,Fe})\text{S}$ с повышенным содержанием сульфида железа и карбонитриды титана, которые вошли в самостоятельные кластеры Mn-S и Ti-N, соответственно.

Для наглядности поместим фигуративные точки составов НВ, найденных в стали, на тройную диаграмму с координатами основных элементов, образующих эти НВ. В стали 1 эти точки выстраиваются в линию, соединяющую «Al» угол с точкой, соответствующей сульфиду марганца на оси Mn-S (рис. 1б). Фигуративные точки составов включений, найденные в стали 2, модифицированной непосредственно перед разливкой, расположены внутри треугольника, образованного углом «Al», точкой, отвечающей сульфиду марганца, и точкой, отвечающей составу НВ с равными содержаниями сульфидов марганца и кальция (рис. 1г). Таким образом, в зависимости от технологии раскисления и модифицирования изменяется металлургическая природа обнаруженных и объединенных в кластеры НВ, эволюция состава которых обобщена на тройной диаграмме «Al-Mn-S».

Методика оценки НВ на основе статистики экстремальных значений

Для оценки и прогнозирования крупных включений предложена методика, основанная на статистике экстремальных значений и использованная в стандарте ASTM E 2283. Такой подход был ранее применен исследователями из ИМЕТ РАН¹ для прогнозирования эксплуатационной стойкости рельсов и расчета вероятности обнаружения оксида заданного размера. В настоящей работе предложено использовать аналогичную методику, но для прогноза обнаружения крупных эндогенных оксидов и сульфидов на площади контроля, сопоставимой с площадью поверхности готового изделия, а также для выявления крупных экзогенных неметаллических включений, неравномерно распределенных в металле, которые нельзя оценить используемыми сегодня в промышленности стереологическими методами.

Распределение экстремальных значений представляет собой семейство вероятностных распределений, и его используют для приближенной оценки максимумов конечных последовательностей случайных величин:

$$G(x) = \exp\left(-\left(1 + \xi \frac{x-\lambda}{\delta}\right)^{\frac{1}{\xi}}\right) \quad (2)$$

где: ξ , δ и λ - параметры распределения.

Частным случаем при $\xi=0$ является распределение Гумбеля (3), которое и применяют для описания крупных НВ в стали:

$$f(x) = \frac{1}{\delta} \exp\left(-\frac{x-\lambda}{\delta}\right) \times \exp\left(-\exp\left(-\frac{x-\lambda}{\delta}\right)\right) \quad (3)$$

Далее, задача сводится к подбору параметров δ и λ для каждой экспериментальной выборки максимальных размеров наибольших НВ. Для

¹ Развитие методов определения загрязненности стали неметаллическими включениями и прогноза эксплуатационной стойкости железнодорожных рельсов. Трушников А.С. Диссертация на соискание ученой степени кандидата наук, ИМЕТ РАН, 2008 год

расчета приближенных значений этих параметров использовали метод моментов, а для их уточнения – метод наибольшего правдоподобия.

Методика, описанная в стандарте ASTM E 2283, основана на поиске наибольшего НВ на каждом из 4-х сечений площадью по 150 мм² на шести контрольных образцах. Поэтому для каждой изученной плавки находили размер 24 самых крупных включений, которые затем ранжировали от минимального к максимальному, определяя параметры δ и λ согласно уравнению (3).

Для апробации методики исследовали образцы тех же колесных сталей, которые ранее изучали методом АФА. Для оценки адекватности полученных результатов анализировали зависимость приведенной переменной, которой заменяли выражение под экспонентой в уравнении (3), от максимальных размеров наибольших НВ, обнаруженных в образцах колесной стали (рис.2). Если в этих координатах экспериментальные точки хорошо согласуются с расчетной прямой, то распределение подобрано правильно.

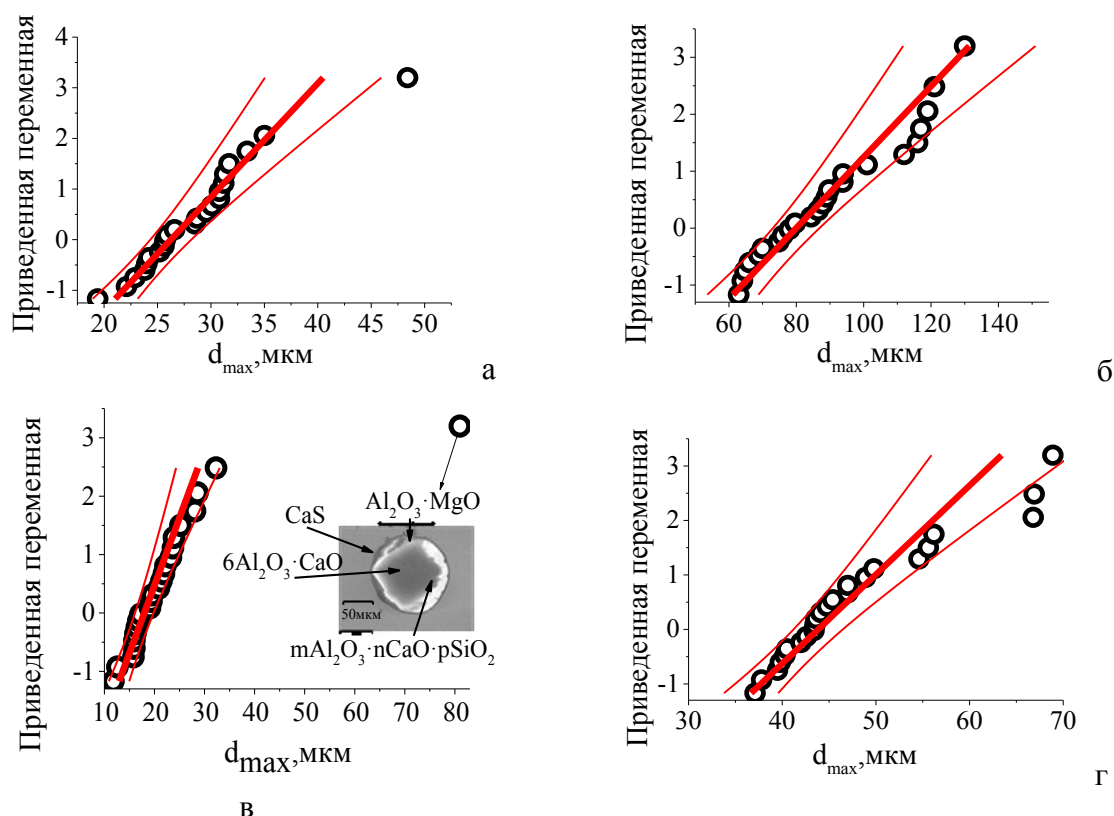


Рис. 2. Распределение приведенной переменной по максимальным диаметрам: а) и в) – оксиды; б) и г) – сульфиды (сталь 1 и 2, соответственно).

Наибольшие оксиды и сульфиды, обнаруженные в этих сталях, являются эндогенными НВ, а их максимальные размеры хорошо описываются расчетной прямой. Исключением из этого правила оказалась сталь 2, где найдено одно экзо-эндогенное НВ с диаметром 81 мкм (рис. 2, в). Экзогенный остов этого включения близок по составу к покровному шлаку из промежуточного ковша, замешанному в стальной расплав, а затем на поверхности этого включения, как на подложке, выделился эндогенный

сульфид кальция. Точка, соответствующая наибольшему размеру такого экзо-эндогенного включений выходит далеко за рамки доверительного интервала расчетной прямой, полученной для эндогенных НВ. Отметим, что в этих образцах при оценке НВ в соответствии со стандартом ASTM E 1245 исследуют только одну плоскость, поэтому найти такое включение практически невозможно.

Для прогнозирования максимально возможного размера эндогенного включения рассчитали экстраполяционную кривую, связывающую исследуемую площадь с вероятностью обнаружения наибольшего НВ.

$$L_{max} = -\delta \ln \left(-\ln \left(\frac{T-1}{T} \right) \right) + \lambda \quad (4)$$

где: T – число повторов измерений, которое использовали для экстраполяции результатов.

В настоящей работе приняли $T=1000$, что соответствует суммарной площади оценки $1,36 \text{ м}^2$, сопоставимой с площадью всего изделия (колеса). При исследовании такой площади шлифа с вероятностью 99,9% можно обнаружить максимальное в этой стали НВ.

На рис. 3 для сталей 1 и 2 приведены результаты экстраполяции размеров наибольших НВ.

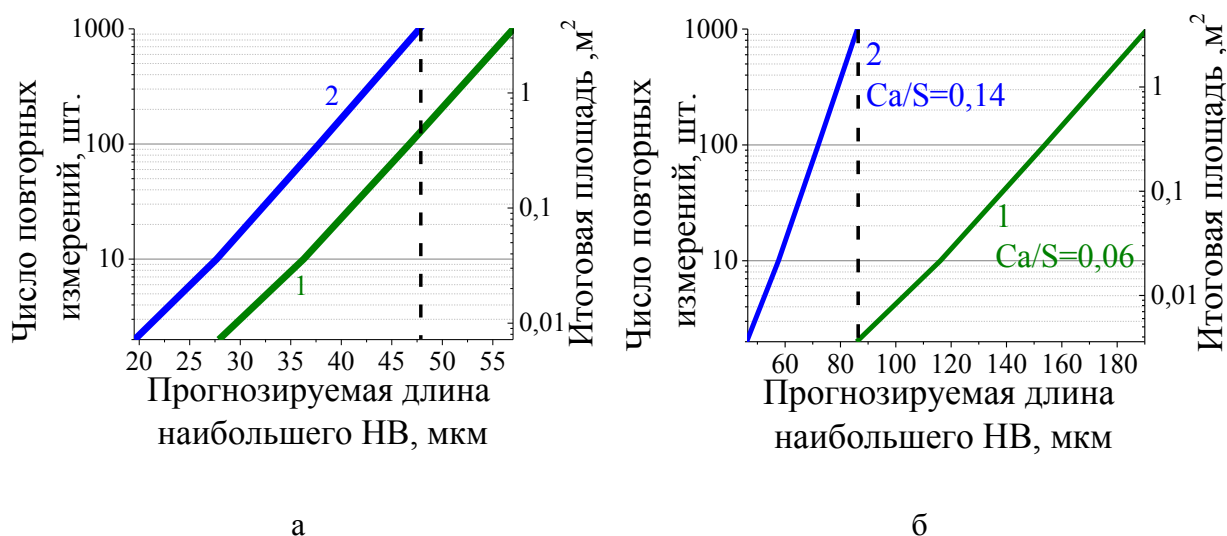


Рис. 3. Прогнозирование размера максимального оксидного (а) и сульфидного (б) включений при увеличении анализируемой площади для стали 1 и 2

Из-за низкой остаточной концентрации кальция в стали 1 формируется большое количество оксидов на основе Al_2O_3 и немодифицированных третичных сульфидов марганца (рис.1а,б), которые вытягиваются вдоль линии прокатки. Поэтому прогнозируемый размер оксидов (рис. 3а) и сульфидов (рис. 3б) для стали 1 существенно выше, чем для стали 2, в которой кальций вводили перед разливкой и в большем количестве, поэтому основная доля оксидов при температурах выплавки это жидкие включения моноалюминатов кальция, а большая часть сульфидов это высокотемпературные компактные включения CaS (рис.1 в,г).

4. Исследование эволюции неметаллических включений по ходу сталеплавильного передела

Для изучения влияния схемы раскисления и модифицирования на загрязненность стали неметаллическими включениями варьировали порядок ввода и количество алюминия и кальция. Исследовали образцы, отобранные по ходу внепечной обработки и разливки семи плавок, обработанных по разным схемам.

Во всех исследованных сталях общее содержание кислорода по ходу сталеплавильного передела снижается с 20-25 ppm после предварительного раскисления на выпуске из кислородного конвертера до 13-18 ppm к концу обработки после окончательного раскисления и удаления продуктов. В готовой стали из-за вторичного окисления при разливке содержание кислорода повысилось до 18-22 ppm.

Состав найденных НВ определяется в основном концентрацией алюминия и кальция. Для изучения их влияния на количество и тип НВ в колесной стали проводили серию термодинамических расчетов, обобщенные результаты которых приведены на рис. 4.

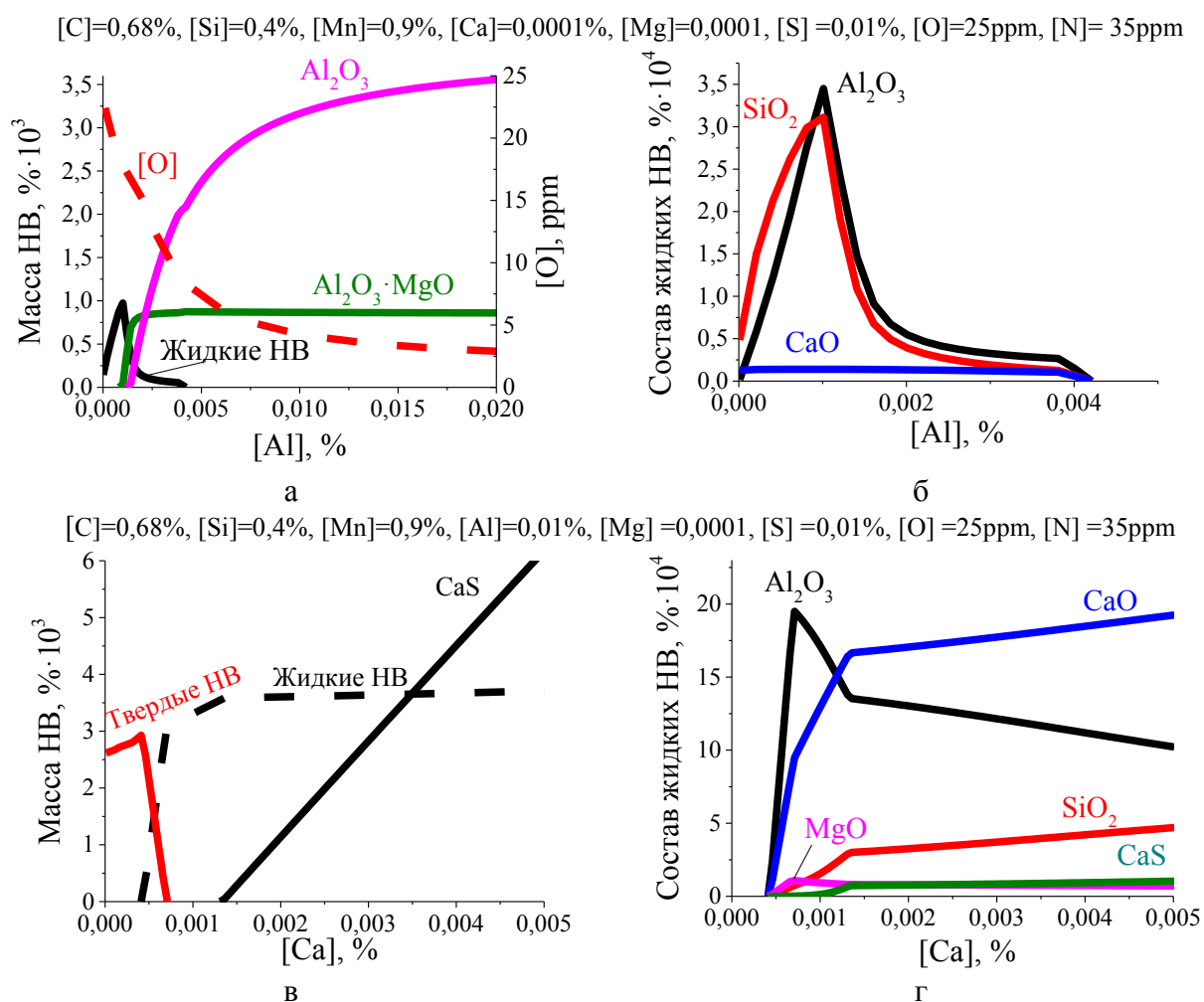


Рис. 4. Влияние алюминия и кальция на состав и количество неметаллических включений в колесной стали при ее раскислении алюминием (а, б) и модифицировании кальцием (в, г), включая изменение состава жидких НВ (б, г)

В немодифицированной кальцием стали при температуре 1550°C и концентрации алюминия ниже 0,001 % образуются жидкие неметаллические включения (рис. 4а) состава 45% Al_2O_3 , 40% SiO_2 и 15% CaO (рис. 4б). Именно такие НВ были обнаружены в пробах стали до раскисления алюминием. При повышении концентрации алюминия до 0,004 % и выше снижается не только концентрация растворенного в стали кислорода, но и доля жидких неметаллических включений, при этом образуются магнезиальная шпинель и корунд. НВ этого состава найдены в пробах после присадок алюминия.

Количество и время ввода алюминия в изученных пределах не оказывает значимого влияния на формирование крупных неметаллических включений, загрязненность которыми оценивали величиной объемной доли НВ в наиболее загрязненном поле (рис. 5).

Например, плавки А6 и А7 одинаково глубоко раскислены на выпуске из кислородного конвертера, но их загрязненность на этапе «ковш» (рис. 5) разная: 1,2 и 0,05 % об., соответственно. Видимо, это связано с разной начальной окисленностью стального расплава и нестационарными процессами вымешивания НВ при выпуске стали из конвертера в ковш

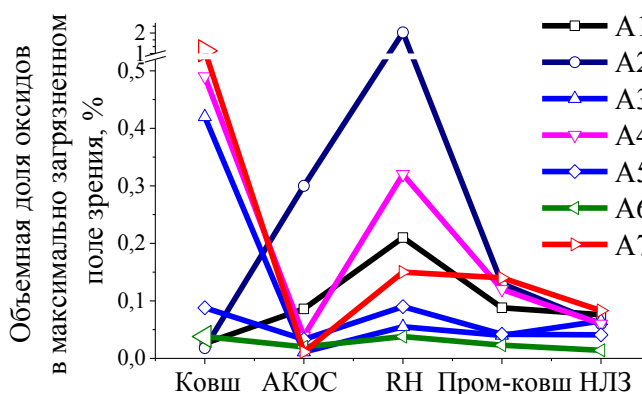


Рис. 5. Изменение объемной доли НВ в максимально загрязненном поле в металле опытных плавки по ходу внепечной обработки и разливки

Для всех изученных сталей характерно резкое повышение загрязненности в образцах, отобранных на стадии рециркуляционного вакуумирования через 3-5 минут после ввода порошковой проволоки силикокальция (этап «РН», рис. 5).

Анализ результатов термодинамического моделирования влияния кальция на количество и тип неметаллических включения при температуре 1550°C (рис. 4 в,г) показывает, что с повышением его концентрации становится возможным образование жидких неметаллических включений (рис. 4в) и сульфидов кальция. В составе жидких включений снижается доля Al_2O_3 и увеличивается содержание CaO , SiO_2 и CaS (рис. 4г).

При введении в стальной расплав порошковой проволоки с силикокальцием образуется большое количество таких НВ, которые

укрупняются, коалесцируя, и легко удаляются из металла. Поэтому в целом загрязненность стали НВ снижается, но, если такие НВ не успеют удалиться из расплава, то они могут стать причиной отбраковки готовых колес.

Рассмотрим плавки, одинаково обработанные вне печи, но модифицированные разным количеством силикокальция. Эти стали раскисляли алюминием и кремний- и марганец-содержащими ферросплавами на выпуске из кислородного конвертера. Окончательно сталь раскисляли алюминием непосредственно перед обработкой на установке рециркуляционного вакуумирования и модифицировали порошковой проволокой с силикокальцием с расходами 0,4 кг/т_{ст} (сталь А6) и 1,3 кг/т_{ст} (сталь А7) перед разливкой. После этого проводили очистительную продувку в течение 10 минут.

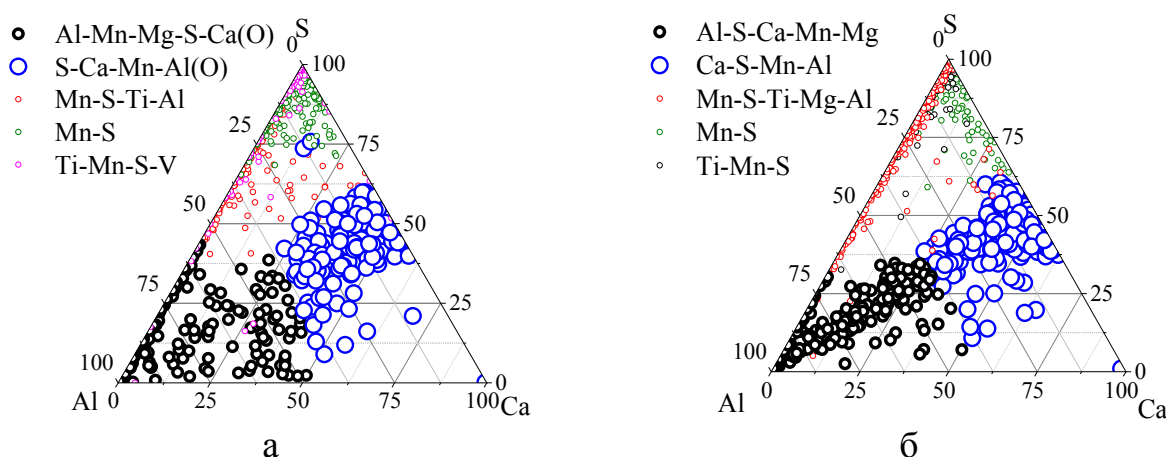


Рис. 6. Химические составы неметаллических включений в колесной стали плавки А6 и А7 после модифицирования порошковой проволокой с силикокальцием с расходом 0,4 кг/т_{ст} и 1,3 кг/т_{ст}

Используя разработанную методику кластерного анализа баз данных, полученных автоматическим РСМА представительного количества частиц, исследовали образцы сталей, отобранные на этапе рециркуляционного вакуумирования через 3 минуты после ввода порошковой проволоки силикокальция. В стали А6 после модифицирования обнаружены НВ системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-MgO}$ (до 20%CaO) и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO+CaS-MnS}$ при различном соотношении компонентов, входящих в кластеры Al-Mn-Mg-S-Ca(O) и S-Ca-Mn-Al(O) , соответственно. Фигуративные точки составов НВ плавки А6, нанесенные на тройную диаграмму Al-Ca-S , рассеиваются (рис. 6а), так как в процессе ввода порошковой проволоки в окрестности ее растворения реализуются самые разнообразные соотношения между реагентами и формируются различные по составу НВ. В стали плавки А7, модифицированной силикокальцием с расходом 1,3 кг/т_{ст}, доля CaO в составе включений кластера Al-S-Ca-Mn-Mg(O) достигает 40%, как и было предсказано расчетами (рис. 4г). Большое количество сульфидов кальция, образующих кластер Ca-S-Mn-Al(O) , свидетельствует о перемодифицированности стали и высокой вероятности образования

крупных НВ. В этом образце практически отсутствуют корунд и магнезиальная шпинель, образованные ранее при раскислении алюминием. Фигуративные точки составов НВ плавки А7, нанесенные на тройную диаграмму «Al-Ca-S», более плотно, чем в плавке А6, выстраиваются вдоль линии, соединяющей угол «Al» с точкой, отвечающей сульфиду кальция.

Заметим, что остальные кластеры НВ, обнаруженные в этих образцах, это третичные сульфиды марганца и оксикарбонитриды титана и ванадия.

Анализ результатов оценки загрязненности неметаллическими включениями образцов, отобранных по ходу разливки из промежуточного ковша и от НЛЗ (рис. 5) показал, что наименьшее количество НВ обнаружено в плавке А6, модифицированной минимальным количеством силикокальция с расходом 0,6 кг/т_{ст.} В плавке А7, модифицированной силикокальцием с расходом 1,2 кг/т_{ст.}, загрязненность наибольшая. Таким образом, установлено, что схема раскисления на выпуске из кислородного конвертера не оказывает значительного влияния на загрязненность НВ конечной продукции, а крупные НВ, являющиеся причиной брака в колесных сталях, образуются во время модифицирования порошковой проволокой силикокальция. С увеличением количества введенного кальция количество и размер неметаллических включений увеличивается.

5. Распределение НВ в непрерывнолитых заготовках для колес и рельсов

Образование, рост и удаление неметаллических включений протекают на фоне формирования литой структуры НЛЗ. Поэтому, для обоснованного пробоотбора образцов для оценки НВ при входном контроле НЛЗ исследовали распределения включений по их сечению (рис. 7).

Анализ результатов исследования колесно-бандажных заготовок из сталей, модифицированных небольшим количеством кальция перед вакуумированием показал (рис. 7а, б), что максимальная загрязненность по НВ соответствует стыку структурных зон столбчатых и разориентированных кристаллов (рис. 7а,б). В этих сталях со следами кальция оксидные включения с высоким содержанием Al_2O_3 не смачиваются расплавом, поэтому смещаются фронтом кристаллизации на стыки структурных зон НЛЗ. Кроме того, здесь же из-за повышенной концентрации ликватов обнаружено повышенное содержание сульфидов марганца.

Максимальное содержание НВ находится, как правило, на расстоянии 40–80 мм от края заготовки (рис. 7а). Такое большое колебание положения максимума связано со смещением области разориентированных кристаллов относительно геометрического центра заготовки в условиях реального производства НЛЗ. Это смещение происходит из-за несимметричности подвода жидкой стали в кристаллизатор и других особенностей его тепловой работы. Как следствие, формируется неравномерный воздушный зазор между твердой корочкой НЛЗ и стенками кристаллизатора, что приводит к неравномерному затвердеванию по периметру кристаллизатора.

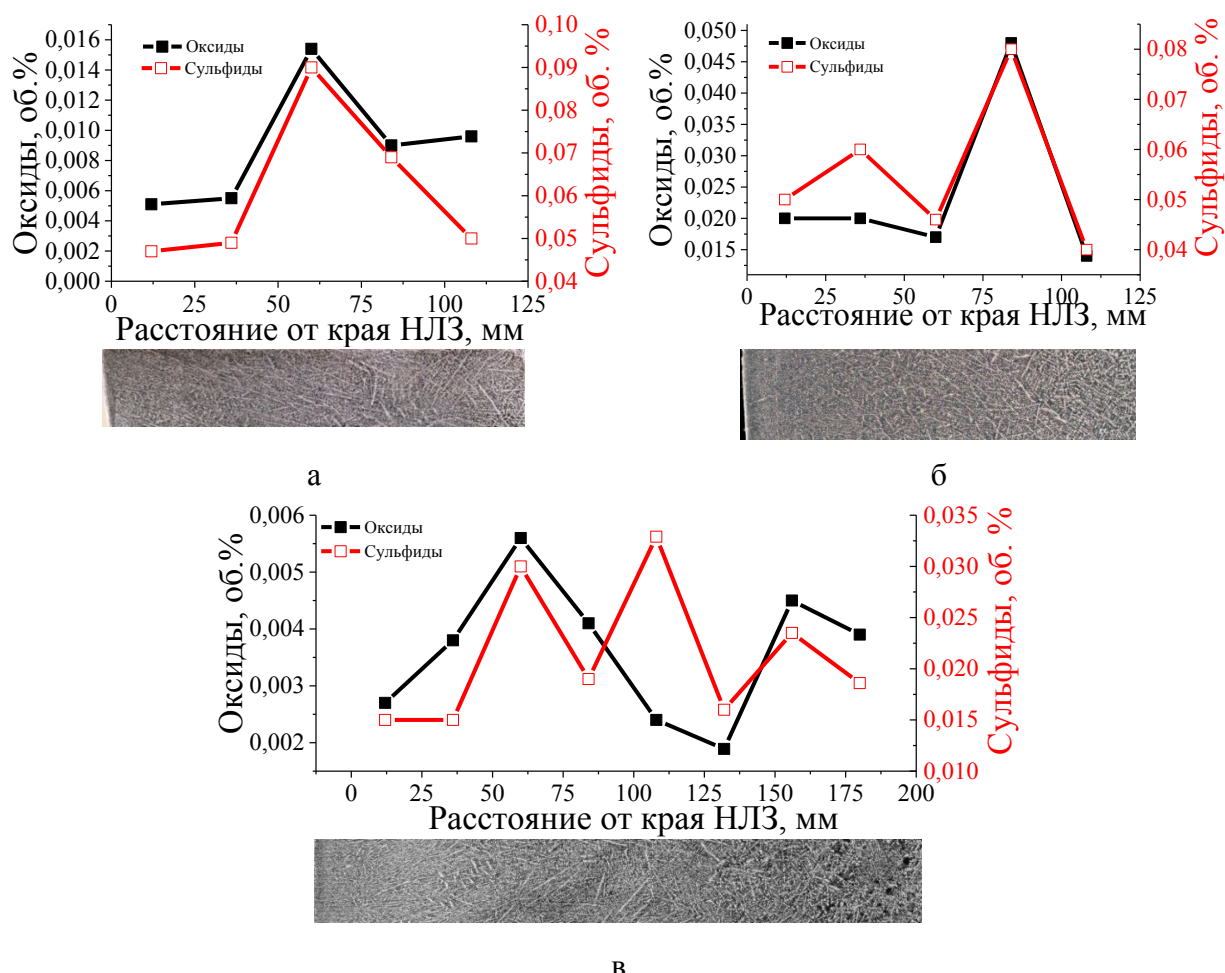


Рис. 7. Распределение НВ по сечению колесно-бандажной НЛЗ, темплеты 215530(а) и 215454303 (б) и А6

На эту неравномерность накладывается неравномерное охлаждение со сторон малого и большого радиусов в зоне вторичного охлаждения криволинейной машины непрерывного литья заготовок.

По вышеназванным причинам на некоторых темплетях центральная зона разориентированных кристаллов располагалась на таком большом удалении от края темплета, что максимум неметаллических включений был обнаружен на расстоянии 80–100 мм от края заготовки (рис. 7б).

В сталях, модифицированных кальцием непосредственно перед разливкой, установленные закономерности выполняются только для оксидов. Сульфиды, образовавшиеся в окрестности зоны растворения порошковой проволоки, становятся затем неравновесными и медленно перекристаллизуются через жидкую фазу. Химическая реакция на их поверхности обеспечивает хорошую адгезию к расплаву, поэтому они захватываются фронтом кристаллизации и равномерно распределяются по сечению НЛЗ (рис. 7в).

В изученных заготовках среднее расстояние между дендритными ветвями второго порядка λ_2 непрерывно растет от края к центру вдоль столбчатых кристаллов из-за снижения градиента температуры и уменьшения скорости продвижения фронта кристаллизации (рис. 8а).

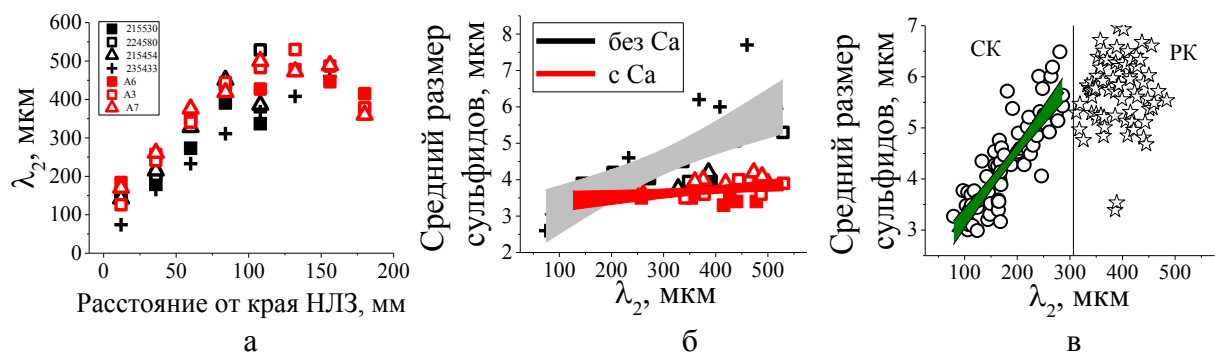


Рис.8. Изменение межсоснового расстояния λ_2 по сечению колесной НЛЗ (а) и зависимость размера сульфидов от λ_2 в колесных (б) и рельсовых НЛЗ (в)

В области разориентированных кристаллов рост межсосновых расстояний замедляется, так как с этого момента он контролируется процессами «оствальдовского созревания». По этим причинам, достигнув максимума на расстоянии 0,6-0,8 радиуса НЛЗ, расстояния между дендритными ветвями второго порядка снижаются (рис. 8а).

Третичные сульфиды марганца образуются в междендритных пространствах, поэтому их размер тем больше, чем больше размер дендритной ячейки (черная линия на рис. 8б).

В немодифицированных кальцием сталях размер сульфидов в НЛЗ растет с увеличением λ_2 , так как с увеличением размера дендритной ячейки повышается время затвердевания, полнее проходят процессы разделительной диффузии и увеличивается время роста НВ. В НЛЗ из сталей, модифицированных кальцием, размер первичных сульфидов кальция не зависит от размера дендритной ячейки, так как они образовались ранее в жидкой стали (красная линия на рис. 8б).

На рис. 9а показана дендритная структура рельсовой НЛЗ из стали К76Ф. Для рельсовых, как и для колесно-бандажных заготовок, характерно несимметричное расположение структурных зон, связанное с разным теплоотводом в зоне вторичного охлаждения при охлаждении паро-водяной смесью сверху и снизу. Столбчатые кристаллы, растущие со стороны большого радиуса машины непрерывного литья заготовок имеют меньшую протяженность, чем столбчатые кристаллы, растущие со стороны малого радиуса МНЛЗ. По тем же причинам в углу заготовки рельсовых НЛЗ со стороны малого радиуса МНЛЗ более развиты «конверты», где сопрягаются зоны столбчатых кристаллов, растущих от взаимоперпендикулярных граней заготовки.

Технология раскисления и модифицирования рельсовой стали аналогична немодифицированным сталям 2-У и Т, поэтому неметаллические включения в этих сталях имеют одинаковую металлургическую природу. Закономерности распределения количества и размеров НВ по сечению рельсовой НЛЗ такие же, как и в колесно-бандажных НЛЗ.

Максимум загрязненности неметаллическими включениями здесь был обнаружен на расстоянии 10-25 мм от поверхности (рис. 9 в, г).

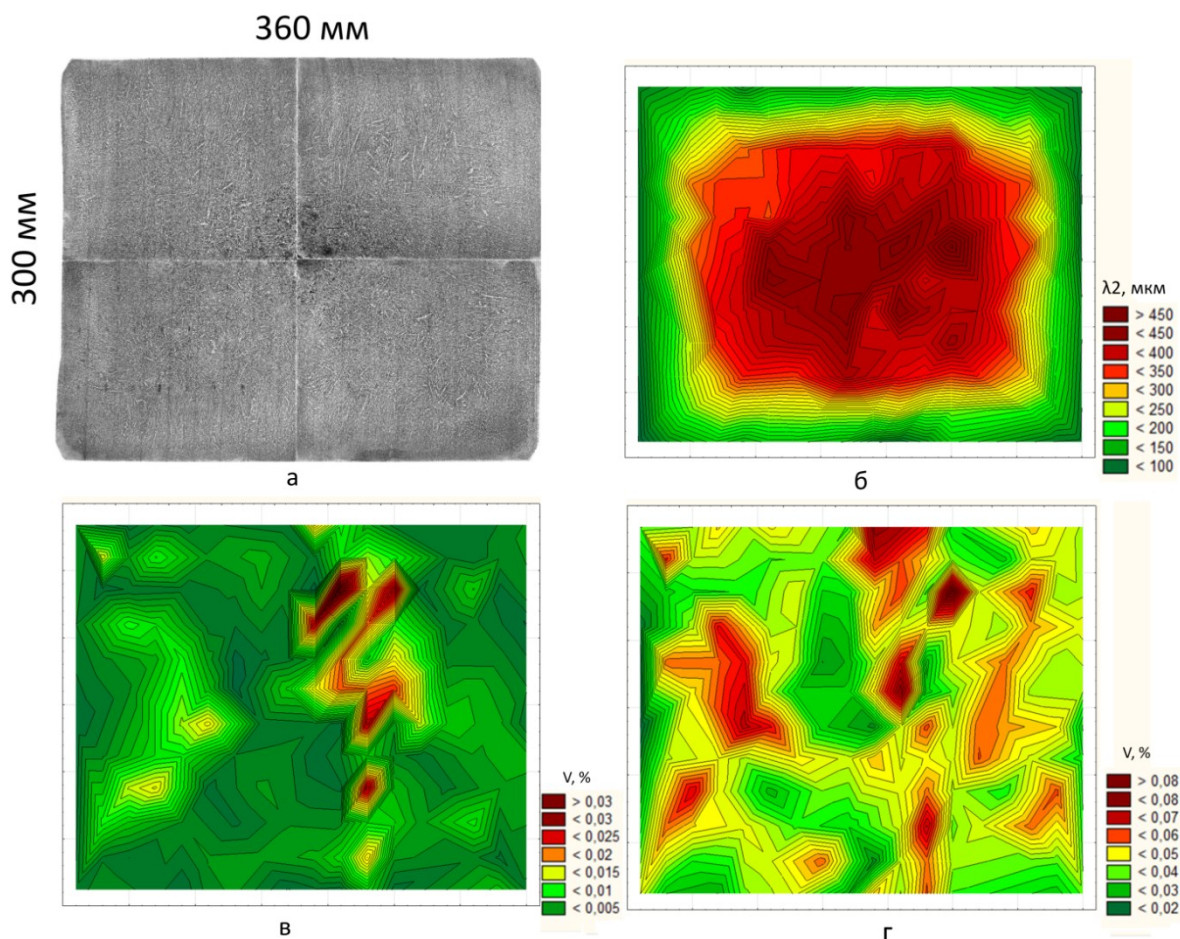


Рис. 9. Результаты исследования непрерывнолитой заготовки для рельсов: а – дендритная структура НЛЗ; б, в, г – распределение λ_2 (б), объемной доли оксидов (в) и сульфидов (в) по сечению НЛЗ

Формирование сегрегаций в этих местах происходит сразу после образования твердой корочки после попадания жидкого металла в кристаллизатор машины непрерывного литья заготовок. В результате сильного термического переохлаждения образуется твердая корочка мелких равноосных кристаллов, а из-за усадки возникает воздушный зазор между кристаллизатором и заготовкой. Из-за выделяющейся при этом скрытой теплоты кристаллизации и сниженному теплоотводу термическое переохлаждение снимается и возникает пауза в кристаллизации. Отторгнутые в жидкий металл примеси скапливаются перед застывшим фронтом кристаллизации, провоцируя формирование неметаллических включений.

Высокая загрязненность сульфидами и оксидами в рельсовой НЛЗ была обнаружена в области «конверта» в углах заготовки. Перед двумя взаимоперпендикулярными фронтами кристаллизации скапливаются примеси, и при сопряжении фронтов объемы жидкого металла «захлопываются», создавая предпочтительные условия для образования неметаллических включений. В центре НЛЗ, где собираются все ликваты к концу затвердевания содержание оксидных и сульфидных НВ закономерно повышено.

Характер изменения λ_2 (рис.9а) в рельсовой заготовке такой же, как и в

колесно-бандажной: вдоль столбчатых кристаллов расстояние между дендритными ветвями второго порядка увеличивается вместе со снижением градиента температур, а в области разориентированных кристаллов увеличивается медленнее из-за развития процессов «оствальдовского созревания». Размер сульфидов монотонно возрастает при увеличении размера дендритной ячейки (рис. 8в). Но в отличие от колесно-бандажной заготовки в области разориентированных кристаллов зависимость размера включений от размера дендритной ячейки выражена значительно слабее. При одинаково крупных межосных расстояниях обнаружены сульфиды различных размеров. Видимо, в этой зоне сульфиды образуются в местах скоплений серы от зональной ликвации, поэтому их распределение имеет стохастический характер.

6. Совершенствование технологии производства железнодорожных колес

Разработка оптимальной технологии модифицирования

Как было показано выше, основной вклад в формирование НВ, включая их количество, размер и характер распределения по сечению НЛЗ оказывает модифицирование стали порошковой проволокой силикокальция. Из-за относительно высокого содержания серы в этих сталях отказаться полностью от их модифицирования кальцием нельзя, поэтому был разработан технологический критерий для расчета оптимального расхода порошковой проволоки силикокальция, учитывающий реальные концентрации алюминия и серы в расплаве непосредственно перед его модифицированием. При оптимальном расходе образуются благоприятные моноалюминаты кальция, и эффективно модифицируются сульфидные НВ. При расходе выше оптимального погружные стаканы либо зарастают твердыми CaS , либо размываются жидкими включениями $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$, что в обоих случаях приводит к повышению загрязненности стали. При расходе ниже оптимального кальция недостаточно для модифицирования сульфидов.

Этот критерий получен путём анализа паспортов 200 плавок колесных сталей с учетом результатов термодинамических расчетов (глава 4):

$$K = \frac{[\text{Al}]_{\text{ВД}} \times [\text{S}]_{\text{ВД}}}{Z_{\text{SiCa}}} \quad (5)$$

где: $[\text{Al}]_{\text{ВД}}$ и $[\text{S}]_{\text{ВД}}$ – концентрация алюминия и серы в стали перед обработкой на рециркуляционном вакууматоре, %; Z_{SiCa} – расход порошковой проволоки с силикокальцием СК30 для модифицирования, кг/т_{ст.}

Как следует из анализа зависимости объемной доли наиболее загрязненного поля зрения от разработанного критерия K (рис. 10а), при значениях критерия меньше 0,1 резко увеличивается вероятность обнаружения крупных неметаллических включений в готовом колесе.

Решая уравнение (5) относительно расхода порошковой проволоки при значении параметра $K=0,1$, получаем уравнение, с помощью которого можно определить оптимальный расход порошковой проволоки СК30 в зависимости

от концентрации алюминия и серы в жидкой стали, обеспечивающий минимальное содержание НВ в стали:

$$Z_{SiCa} = [Al]_{ВД} \times [S]_{ВД} \times 10^4 \quad (6)$$

На рис. 10б представлены номограммы для определения оптимального расхода порошковой проволоки СК30, полученные с помощью уравнения (6) и принятые для использования в условиях АО «ЕВРАЗ НТМК». Для наиболее полного удаления продуктов модифицирования регламентировано время очистительной продувки аргоном не менее 10 минут.

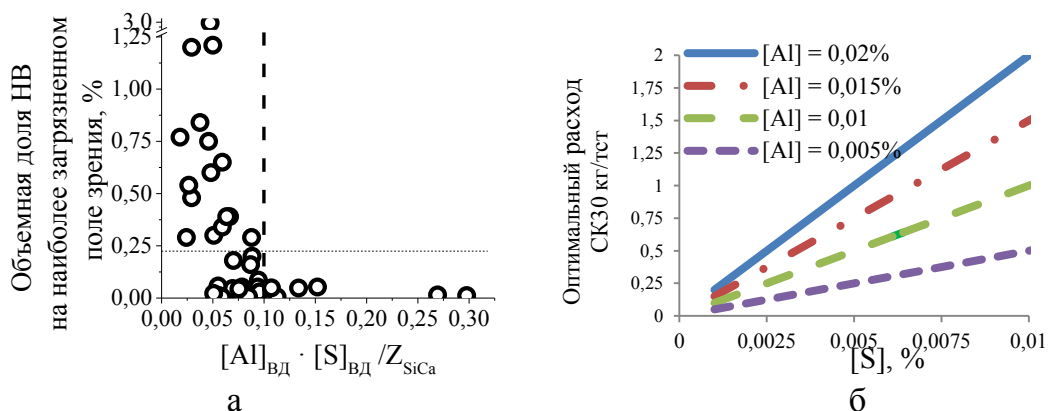


Рис. 10. Зависимость объемной доли НВ в максимально загрязненном поле зрения от разработанного критерия К (а) и оптимальные расходы порошковой проволоки с силикокальцием для модифицирования колесной стали в зависимости от концентрации алюминия и серы в стальном расплаве (б)

Обоснование методики пробоотбора

Так как контроль чистоты колес и рельсов по неметаллическим включениям проводят на готовых изделиях, рассмотрим, как соотносятся обнаруженные выше места максимальных загрязнений неметаллическими включениями в непрерывнолитой заготовке с местами пробоотбора в рельсах и колесах (рис. 11).

Точка 2 в непрерывнолитой заготовке на рис. 11а отвечает стыку зон столбчатых и разориентированных кристаллов. Этот объем металла при деформации переходит в обод колеса, то есть в то место, которое контролируется на НВ в соответствии со стандартом. Точка 1, отвечающая «конверту» заготовки для рельсов (рис. 11б), и наиболее загрязненная неметаллическими включениями, переходит при деформации в головку рельса.

Из этого следует, что оценив точку 2 в колесно-бандажной заготовке, отвечающую стыку зон столбчатых и разориентированных кристаллов, можно сделать суждение о металлургическом качестве готового колеса, которое будет изготовлено из этой НЛЗ.

Аналогично для рельсовой заготовки, оценивая область «конверта», то есть точку 1 (рис. 11б), можно судить о качестве готовых рельсов.

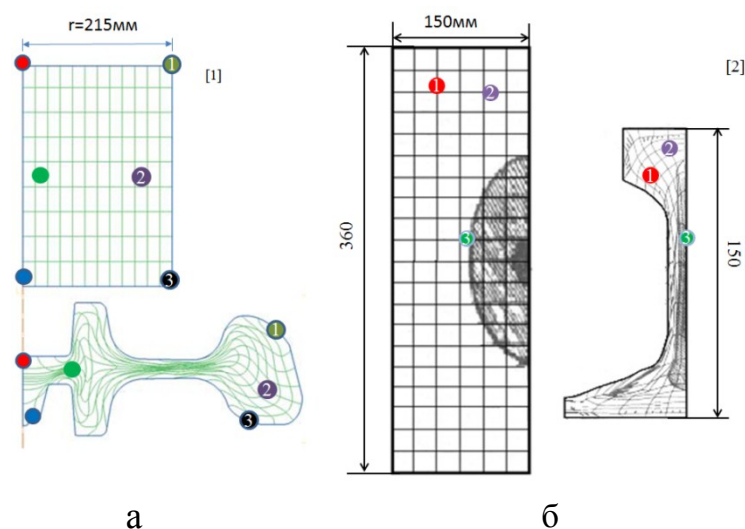


Рис. 11. Соответствие мест максимальной загрязненности НВ в НЛЗ с местами пробоотбора в готовых колесах (а) и рельсах (б)

Обнаруженные закономерности позволяют проводить отбраковку металла на этапе литой заготовки, не затрачивая ресурсы на производство готового изделия, которое заведомо будет забраковано по неметаллическим включениям.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. На основе современных экспериментальных методов разработаны методики статистически достоверной оценки количества и состава неметаллических включений в сталях транспортного назначения, включая прогнозирование эндогенных НВ максимального размера или выявление крупных экзогенных НВ. С использованием этих методов изучены особенности образования НВ в этих сталях, включая влияние технологии раскисления и модифицирования на эволюцию НВ по ходу внепечной обработки, их распределение по сечению НЛЗ с учетом условий затвердевания, а также загрязненность готовых изделий неметаллическими включениями.
2. Для получения статистически значимой оценки объемного содержания, размера и состава НВ разработана методика классификации и интерпретации НВ, основанная на кластерном анализе баз данных составов, полученных автоматическим РСМА представительного количества НВ. Последующее термодинамическое моделирование позволяет раскрыть металлургическую природу всех обнаруженных в сталях кластеров НВ и привести их состав в соответствие с конкретными стадиями сталеплавильного передела для целенаправленного поиска путей снижения загрязненности стали. Дальнейшее накопление и обобщение данных по кластерному анализу баз данных составов НВ после автоматического РСМА в различных сталях при различных схемах ее раскисления может служить основой для разработки современной классификации НВ в этих сталях.

3. Для оценки крупных включений, неравномерно распределенных в объеме готовых изделий и не поддающихся оценке применяемыми сегодня в промышленности методами, использована методика оценки, основанная на статистике экстремальных значений. Объективность оценки по этой методике подтверждена результатами приемо-сдаточных испытаний, проведенных в заводских условиях.
4. С помощью усовершенствованной методики выявления дендритной структуры изучены локальные условия затвердевания непрерывнолитых заготовок для рельсов и колес, включая характер взаимного расположения структурных зон и особенности изменения расстояния между дендритными ветвями второго порядка.
5. Установлены особенности распределения оксидных и сульфидных НВ по сечению НЛЗ в зависимости от технологии раскисления и модифицирования стали. Показано, что области НЛЗ сталей транспортного назначения, наиболее загрязненные неметаллическими включениями, находятся в окрестностях стыков структурных зон НЛЗ и хорошо согласуются с местами пробоотбора для оценки НВ в готовых рельсах и колесах из этих сталей. С учетом этих закономерностей разработана методика пробоотбора для входного контроля НЛЗ перед изготовлением из нее рельсов и колес.
6. Установлено, что момент ввода и количество введенного алюминия в изученных пределах не оказывает заметного влияния на загрязненность готовых изделий крупными неметаллическими включениями. Такие НВ образуются во время модифицирования стали порошковой проволокой силикокальция, поэтому для оптимизации модифицирования разработан технологический критерий, учитывающий реальные концентрации алюминия и серы в расплаве непосредственно перед модифицированием. Показано, что при прочих равных условиях для эффективного модифицирования неметаллических включений присадку порошковой проволоки силикокальция следует проводить перед разливкой стали в количестве, определяемом с помощью разработанной номограммы.
7. Разработанные технологические рекомендации, направленные на совершенствование внепечной обработки колесных сталей марок В и С с целью минимизации загрязненности готовых изделий неметаллическими включениями, успешно внедрены в действующее производство АО «ЕВРАЗ НТМК».

Основные положения диссертации опубликованы в работах:

- 1) Характер распределения неметаллических включений в непрерывнолитых сортовых заготовках для рельсов и колес. А.А. Казаков, А.И. Житенев, А.В. Кушнарев, Ю.П. Петренко, Е.А. Лаврова // Черные металлы 2014 №4. С.79-84
- 2) Interpretation and Classification of Non-Metallic Inclusions, Kazakov, A., Zhitenev, A., and Ryaboshuk, S., Materials Performance and Characterization, Vol. 5, No. 5, 2016, pp. 535-543, <https://doi.org/10.1520/MPC20160040>. ISSN 2165-3992.

- 3) Неметаллические включения в непрерывнолитой сортовой заготовке для рельсов и колес, Житенев А.И., Казаков А.А. //Вектор науки Тольяттинского государственного университета, №3 (25), 2013. С.174-177
- 4) Distribution Pattern of Nonmetallic Inclusions on a Cross Section of Continuous Cast Steel Billets For Rails// Microscopy and Microanalysis, Volume 21, Supplement S3, Август 2015, pp. 1751-1752.
- 5) Оценка крупных одиночных неметаллических включений в стали с помощью статистики экстремальных значений. Казаков А.А., Житенев А.И., Салынова М.А. //Черные металлы. №11 (1043), 2018.
- 6) Расширение возможностей статистики экстремальных значений для оценки природы крупных неметаллических включений в сталях ответственного назначения. Казаков А. А., Житенев А. И., Салынова М. А. // Черные металлы. № 8, 2019. С.5.
- 7) Assessment and interpretation of nonmetallic inclusions in steel. Kazakov A. A., Zhitenev A. I. // CIS Iron and steel review. Vol. 16, 2018.
- 8) Разработка методики исследования неметаллических включений в стали на основе автоматического РСМА. Житенев А.И., Казаков А.А., Рябошук С.В.//Материалы XVII Международной конференции «Современные проблемы электрометаллургии стали, Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2017. Ч.2. 223с.
- 9) Разработка методик оценки неметаллических включений в стали транспортного назначения для совершенствования технологии ее производства, Житенев А.И., Казаков А.А.//Сб. материалов международной научной конференции «Физико-химические основы металлургических процессов». М.:ИМЕТ РАН, 2017. С.49
- 10) Разработка методики оценки неметаллических включений в непрерывнолитой сортовой заготовке для рельсов и колес, Житенев А.И., Стоцкая Л.Ю., Казаков А.А., Кушнарев А.В., Петренко Ю.П. Современные металлические материалы и технологии (СММТ'2013): труды международной научно-технической конференции. – СПб.: Изд-во Политехн. Ун-та. 2013. 774с.
- 11) Исследование и интерпретация природы неметаллических включений в рельсовой стали методами термодинамического моделирования, А.И. Житенев, А.А. Казаков // Термодинамика и материаловедение: тезисы докладов 10-го Всероссийского семинара с международным участием. 7–11 сентября 2015 года. – СПб.: Издательство «ЛЕМА», 2015. 218с.
- 12) Особенности распределения неметаллических включений в непрерывнолитой сортовой заготовке, А.И.Житенев, А.А.Кур А.А.Казаков, // XLI Неделя науки СПбГПУ: материалы научно-практической конференции с международным участием. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2012, часть 6. С.2-3.
- 13) Прогнозирование вероятности образования крупных неметаллических включений в стали методами статистики экстремальных значений, М.А. Салынова, А.И.Житенев, А.А.Казаков//Неделя науки СПбПУ: материалы научной конференции с международным участием. Институт металлургии, машиностроения и транспорта.Ч.1. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2017. С.59-61
- 14) Исследование неметаллических включений в колесной стали с помощью автоматического рентгеноспектрального микроанализа частиц, А.С. Федоров, А.И.Житенев, А.А.Казаков//Неделя науки СПбПУ: материалы научной конференции с международным участием. Институт металлургии, машиностроения и транспорта.Ч.1. – СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2017. С.40-43