

*На правах рукописи*



Цветкова Екатерина Михайловна

**ВЛИЯНИЕ МЕЖФАЗНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ НА ГРАНИЦЕ РАСПЛАВ –  
БАРАБАН-ХОЛОДИЛЬНИК НА КАЧЕСТВО БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ  
АМОРФНЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЛЕНТ**

Специальность 05.16.09 – материаловедение (металлургия)

АВТОРЕФЕРАТ  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Москва – 2012

Диссертация выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Научный руководитель:

д.т.н., профессор НИТУ «МИСиС»  
Филонов Михаил Рудольфович

Официальные оппоненты

д.ф.-м.н., профессор НИТУ «МИСиС»  
Калошкин Сергей Дмитриевич

к.т.н., профессор университета Тохоку,  
г. Сендай, Япония  
Лузгин Дмитрий Валентинович

Ведущее предприятие

ФГУП НТЦ «Электронтех»

Защита диссертации состоится **«29 » ноября 2012 г. в 16.30** на заседании диссертационного совета **Д 212.132.03** при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, д.4, ауд. **Б-607.**

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС».

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_ 2012 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
доктор физико-математических наук

Муковский Я. М.



## **Общая характеристика работы**

### **Актуальность работы**

Производство быстрозакаленной аморфной и нанокристаллической ленты методом спиннингования расплава на вращающийся барабан-холодильник является самостоятельной отраслью металлургии. Годовое производство ленты в мире составляет около 1 млн. тонн. Основными потребителями являются предприятия электротехнической промышленности, предприятия, изготавливающие из нее магнитопроводы для источников вторичного электропитания (трансформаторы, дроссели, и т. д.). Лента должна удовлетворять потребительским требованиям по уровню магнитных и электрических, механических и коррозионных свойств (служебные характеристики), по толщине, ширине, разнотолщинности, топографической дефектности контактной и свободной поверхностей (геометрические характеристики). Служебные свойства и геометрия определяют качество аморфных и нанокристаллических быстрозакаленных лент. Уровень служебных свойств закладывается при разработке состава сплава. Но следует учитывать, что он может быть достигнут только при получении лент определенной геометрии. Последнее связано с существенной зависимостью скорости охлаждения расплава и ленты от ее толщины и качества контактной поверхности. В дальнейшем будем понимать под качеством быстрозакаленной ленты ее геометрические характеристики (толщину, разнотолщинность, топографическую дефектность контактной и свободной поверхностей). Актуальность исследований геометрического качества обусловлена не только необходимостью знания технологических условий получения лент с заранее заданным уровнем дефектности, но и важностью разработки технологических режимов, обеспечивающих стабильное протекание процесса спиннингования. Особое значение эти вопросы имеют для российского производителя ленты, т.к. в последнее время в России вводятся в эксплуатацию новые участки промышленного и полупромышленного производства аморфной и нанокристаллической ленты на базе импортной техники.

### **Цель работы**

Целью настоящей работы является определение характера и степени влияния технологических параметров и условий проведения спиннингования на

геометрические характеристики получаемой ленты. Разработка технологических режимов получения быстрозакаленных лент из сплавов на основе Fe-B-Si-P с заданным уровнем дефектности и разнотолщинности лент при стабильно протекающем процессе разливки.

### **Научная новизна**

1. На основе анализа балансовых уравнений потоков массы, импульса и тепла и гидродинамического анализа разрывов потока расплава в области его первичного контакта с поверхностью барабана-холодильника разработана модель образования геометрических дефектов на контактной поверхности быстрозакаленных лент.
2. На основе детальных микроскопических исследований с применением методик построения 3-d образов предложена модель эволюции воздушной поры в воздушные карманы при продвижении в подсопельную зону.
3. Проведено экспериментальное исследование взаимодействия струи расплава с поверхностью барабана-холодильника. Установлены характерные особенности межфазного взаимодействия на границе расплав – поверхность барабана-холодильника.
4. На основе проведенных экспериментальных исследований определены физические свойства расплавов на основе Fe-B-Si-P в широком концентрационном и температурном интервале, получены необходимые для расчетов технологических параметров значения физических свойств и температурных характеристик (вязкость, плотность, поверхностное натяжение, температура ликвидуса, температура солидуса, температура затвердевания, температура гомогенизации расплава).

### **Практическая значимость**

1. Разработаны технологические режимы получения быстрозакаленных лент из сплавов системы Fe-B-Si-P заданной толщины и минимальным уровнем дефектности.
2. Сформулированы принципы выбора материала для изготовления барабана-холодильника и определены особенности влияния характера механической обработки его рабочей поверхности на геометрическое качество быстрозакаленных лент.
3. Апробированы технологические рекомендации при получении лент из сплавов на основе Fe-B-Si-P в условиях ампульного варианта метода спиннингования в ЦНИИЧМ им. И.П. Бардина.

## **Апробация работы**

Основные результаты работы были доложены и обсуждены на следующих конференциях:

- 61-я студенческая научно-техническая конференция, Москва (2006 г.);
- XIII Российская конференция "Строение и свойства металлических и шлаковых расплавов", г. Екатеринбург (2011 г.);
- XVIII Международная научно-практическая конференция «Современные техника и технологии» СТТ- 2012 г, Томск (2012 г.);
- International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM), Moscow (2012).

## **Публикации**

Основное содержание диссертационной работы отражено в 4 статьях в рецензируемых научных журналах (входящих в перечень ВАК) и 5 тезисах в сборниках трудов перечисленных выше конференций.

## **Объем и структура работы**

Диссертационная работа состоит из введения, 5 глав, заключения, выводов и списка литературы из 170 наименований. Работа изложена на 180 страницах машинописного текста, содержит 6 таблиц и 77 рисунков.

### **1. Постановка задач исследования**

Аналитический обзор литературных данных, посвященных проблеме получению качественных быстрозакаленных аморфных и нанокристаллических лент, показал следующее:

1. Дефекты контактной поверхности («воздушные карманы», ВК) зарождаются в области первичного контакта потока расплава и поверхности барабана-холодильника. Единая точка зрения на причину их возникновения отсутствует.
2. Форма и количество ВК существенно зависят от характера и чистоты обработки поверхности барабана.
3. Определяющим для скорости охлаждения, а, следовательно, структуры и служебных свойств лент является их толщина.

4. Процесс спиннингования выходит на стационарный режим (независимость толщины, дефектности и свойств от длины ленты, считая от ее начала) через 0,4-0,8 с после начала разливки.

Теоретическое описание процесса формирования ленты при спиннинговании базируется на частичном или полном решении уравнений Навье-Стокса и теплопроводности. Единственным подходом, который описывает зависимость от времени в процессе разливки интересующие характеристики, является решение балансовых уравнений, полученных после интегрирования уравнений неравновесной термодинамики по площади сечения подсопельной зоны:

$$\begin{cases} \frac{d\tilde{s}}{d\tau} = u - x \\ \frac{1}{2} \frac{d\tilde{s} \cdot u}{d\tau} + \frac{2}{h} \cdot \frac{d(1+0,5\mathfrak{J}) \cdot u}{dt} = 2P - 4 \cdot u \cdot h^{-2} \cdot \sqrt{\mathfrak{J} \cdot Re^{-1}} \\ \frac{d\tilde{s} \cdot y}{d\tau} = u - b \cdot \mathfrak{J} \cdot y - X \cdot y \\ x^2 \cdot \ln(c \cdot y) - \sqrt{\mathfrak{J} \cdot Re^{-1}} \cdot x \cdot \ln(cy) - b \cdot \mathfrak{J} \cdot \sqrt{\mathfrak{J} \cdot Re^{-1}} = 0 \\ \tilde{s} = h[1 + 0,5\mathfrak{J}] \end{cases}, \quad (1)$$

где:  $u = \frac{V_b}{V_d}$ ,  $x = \frac{\delta}{d}$ ,  $\mathfrak{J} = \frac{L}{d}$ ,  $h = \frac{H_t}{d}$ ,  $y = \frac{T}{T_{ct}}$ ,  $\tau = t \cdot \frac{V_d}{d}$ ,  $\tilde{s} = \frac{s}{d^2}$ ,  $P = \frac{\Delta P}{\rho \cdot V_d^2}$ ,

$$b = \frac{\alpha}{C_p \cdot V_d}, \quad Re = \frac{V_d \cdot d}{v}.$$

Решение системы уравнений (1) дает зависимость толщины ленты ( $\delta$ ), скорости выхода расплава из сопла ( $V_b$ ), средней температуры зоны ( $T$ ), длины зоны ( $L$ ) от времени ( $t$ ) при заданных технологических параметрах (толщины сопла  $d$ , скорости барабана  $V_d$ , избыточного давления  $\Delta P$ , зазора  $H$ , температуры разливки ( $T_0$ ) для данного расплава с вязкостью  $v$ , плотностью  $\rho$ , поверхностным натяжением  $\sigma$ , теплоемкостью  $C_p$ . При этом материал барабана и обработка его рабочей поверхности обеспечивают коэффициент теплопередачи  $\alpha$ .

Учитывая сказанное, для достижения поставленной выше цели исследования требуется решить следующие задачи:

1. Выявить физические процессы, протекающие при формировании ленты при разливке плоской струи расплава на вращающийся барабан-холодильник,

ответственные за возникновение и динамику развития геометрических дефектов ленты.

2. Определить влияние технологических режимов на данные процессы. Определить технологические условия проведения спиннингования, которые минимизируют дефектообразование.
3. Основываясь на результатах по п.п. 1 и 2, а также стационарных режимах системы (1), разработать методику отбора технологических параметров для получения лент заданной толщины и минимальной дефектности.

## 2. Перенос потока импульса на межфазной границе и процесс зарождения поверхностных дефектов на ленте

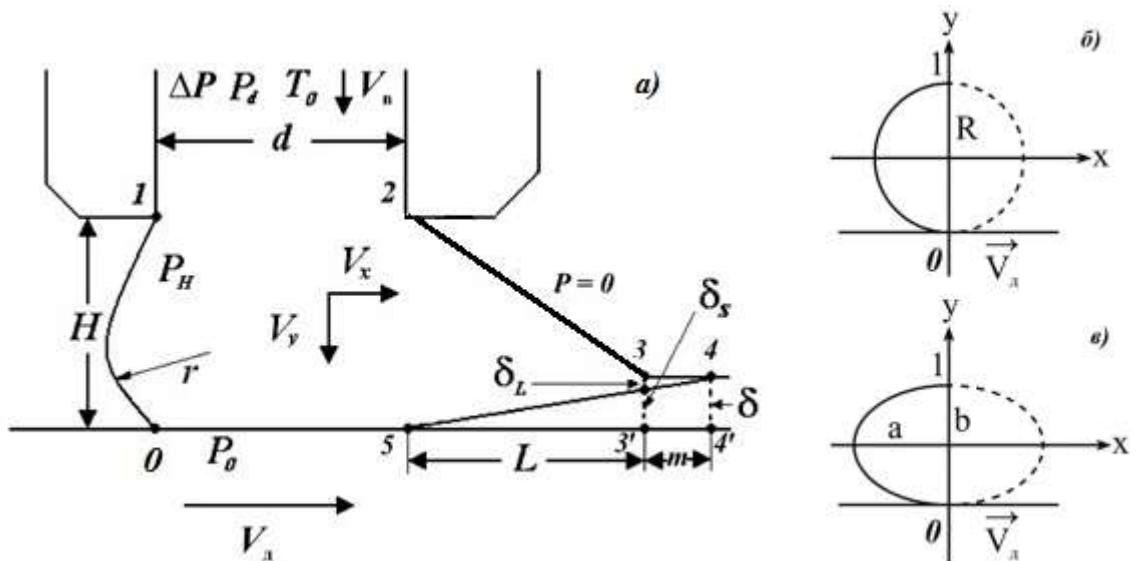


Рисунок 1. а) Схема зоны формирования ленты; б) огибающая задней части зоны (аппроксимация окружностью); в) огибающая задней части зоны (аппроксимация эллипсом)

Из анализа литературы следует, что воздушные карманы на контактной поверхности ленты являются следствием процессов, протекающих в области первичного контакта потока расплава с барабаном (точка 0 на рис. 1 а). В точке 1 (рис. 1 а) и крайней правой точке огибающей скорость соизмерима со скоростью выхода расплава из сопла ( $V_b \approx 0,5 \div 1$  м/с). В точке 0 из условия прилипания расплава к поверхности барабана-холодильника скорость расплава должна быть равна скорости вращения барабана ( $V_d \approx 20$  м/с). Гидродинамический анализ

аппроксимации огибающей задней части зоны (рис. 1 а) окружности (рис. 1 б) показал, что в точке 0 (рис. 1 а, б) не соблюдается условие неразрывности потока ( $\operatorname{div} \mathbf{V} \neq 0$ ). То же, проведенное для аппроксимации эллипсом (рис. 1 в), показало, что  $\operatorname{div} \mathbf{V} = 0$  при условии  $a:b = V_d:V_b \cong 20$ . При зазоре  $H \cong 200$  мкм протяженность задней части должна быть 2 мм, что соизмеримо с длиной всей зоны формирования. Т.е. в области первичного контакта (точка 0, рис. 1 а)  $\operatorname{div} \mathbf{V} \neq 0$ . Следовательно, в области контакта происходят периодические разрывы потока расплава с образованием каверн. Термодинамический анализ потенциала зарождения и роста каверн показал, что вероятность зарождения в открытой атмосфере близка к единице ( $0,99 \leq \xi \leq 1$ ), а наиболее вероятный размер каверн составляет около 10 мкм.

Таким образом, проведенный анализ показал, что за дефектообразование на контактной поверхности лент отвечают разрывы потока расплава в области первичного контакта с поверхностью барабана-холодильника.

### **3. Модель образования геометрических дефектов на контактной поверхности быстrozакаленных лент**

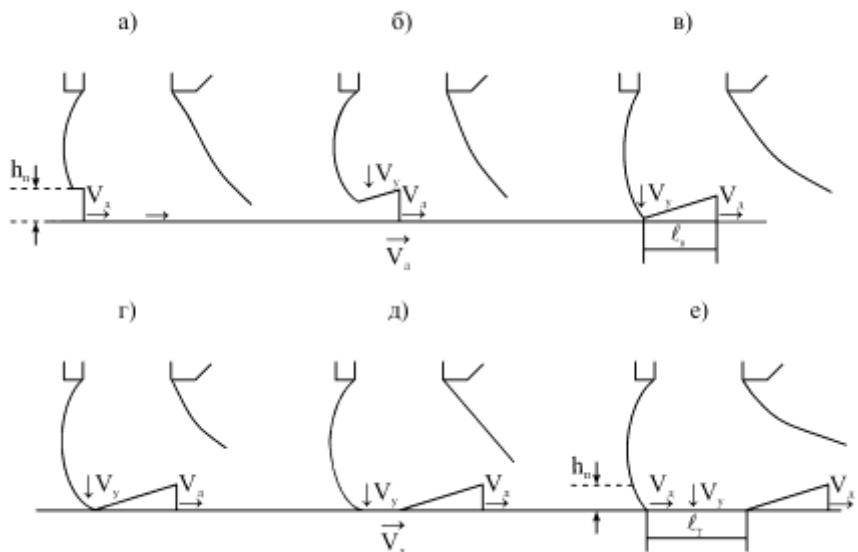


Рисунок 2. Образование воздушной поры

Процесс кавернообразования рассматривается в настоящей работе в приложении спиннингования в открытой атмосфере. Поэтому в дальнейшем каверну будем

называть воздушной порой. Образование воздушной поры идет в несколько этапов (рис. 2). На начальном этапе слой толщины  $h_{\Pi}$  начинает вместе с барабаном продвижение внутрь зоны (рис. 2 а). На высоте  $h_{\Pi}$  от поверхности барабана проходит линия скольжения (разрыва потока). В дальнейшем фронт поры движется внутри зоны с одновременным началом захлопывания поры за счет вертикального потока со скоростью  $V_y$  (рис. 2 б).

За время  $t_{закр}$  (рис. 2 в) пора захлопывается. Воздушная пора начинает продвижение вместе с барабаном вглубь зоны (рис. 2 г. и 2 д). При этом фронт поры движется со скоростью барабана ( $V_d$ ), а в ее хвостовой части постоянно натекает расплав со скоростью  $V_y$ . Линия скольжения с момента (рис. 2 г) перемещается на границу расплав-барабан и вплоть до момента (рис. 2 е) импульс от барабана в расплав не передается. После накопления необходимой для передачи импульса длины контакта ( $\ell_T$ , рис. 2 е) слой расплава толщиной  $h_{\Pi}$  начинает двигаться вместе с барабаном. Линия скольжения (разрыва потока) переходит в расплав. Процесс циклически начинается опять с фазы (рис. 2 а). Время закрытия поры  $t_{закр} = \frac{h_{\Pi}}{V_y}$ , длина

поры (рис. 2 в)  $\ell_{\Pi} = V_d \cdot t_{закр}$ . Если принять, что передача импульса от барабана к расплаву происходит за счет вязких сил по Прандтлю, то длина  $\ell_T$  (рис. 2 е) равна

$\ell_T = h_{\Pi} \cdot \frac{V_d}{V_y}$ , а высота поры (или движущегося слоя) равна  $h_{\Pi} = \sqrt{\frac{\ell_T \cdot v}{V_d}}$ . Приняв, что  $V_y$  равна средней вертикальной скорости под соплом, окончательно получим:

$$\ell_{\Pi} = \ell_T = \frac{4 \cdot v \cdot d^2}{V_d \cdot \delta^2}, \quad h_{\Pi} = \frac{2v \cdot d}{V_d \cdot \delta} \quad (2)$$

Таким образом, разработанная модель дефектообразования позволяет оценить влияние технологических параметров и физических свойств расплавов с геометрическими характеристиками (формула (2)) воздушных карманов на контактной поверхности лент.

#### **4. Взаимодействие струи расплава с поверхностью барабана-холодильника**

Представленная модель дефектообразования достаточно схематична, прежде всего, из-за двумерности рассмотрения. Воздушные карманы и волнообразный рельеф являются трехмерными объектами. Но она дает информацию о зависимости протяженности дефектов вдоль директории вращения барабана и их глубины от технологических параметров. С целью получения более полной информации о процессах дефектообразования было проведено комплексное экспериментальное изучение взаимодействия струи расплава с поверхностью барабана-холодильника.

Исследуемые расплавы спиннинговали на вращающийся барабан-холодильник (установка типа «Кристалл» ЦНИИЧМ им. И.П. Бардина) с целью получения быстрозакаленных лент. При этом расплав  $\text{Fe}_{76}\text{P}_{12}\text{B}_6\text{Si}_6$  спиннинговался на медный барабан (I этап), остальные на медный и бронзовый барабаны с задачей оптимизации технологии получения лент с заранее заданной толщиной и минимальной дефектностью (II этап).

На первом этапе проводились три последовательные эксперимента со смещением каждый раз ампулы вдоль образующей барабана. В дальнейшем барабан разрезался на тимплеты, и параллельно с лентами проводился их микроскопический анализ. Использовались переносной измерительный микроскоп PEAK300, оптические микроскопы NEOFOT и Carl Zeiss Axiowert 200 MAT, электронный микроскоп JSM-64802V с возможностью сканирования на химический состав.

Рабочую поверхность барабана-холодильника, анализируя результаты микроскопических исследований, можно охарактеризовать следующим образом:

1. После трех разливок на поверхности барабана остались три дорожки матового цвета, видных невооруженным глазом.
2. Химический анализ показал отсутствие следов железа (основы спиннинговавшегося расплава) на дорожках, что свидетельствует об отсутствии смачиваемости при спиннинговании.
3. На поверхности отчетливо видны впрессованные в нее включения частиц абразива размером  $2 \div 3$  мкм, что подтверждено химическим анализом.
4. В области впрессованных включений абразива и крупных топографических дефектов поверхности обнаружена повышенная концентрация углерода. Это остатки

частиц ткани, использовавшейся для промывки спиртом поверхности барабана после шлифовки.

5. В области дорожки явно видны следы эрозии поверхности барабана струей расплава (рис. 3).

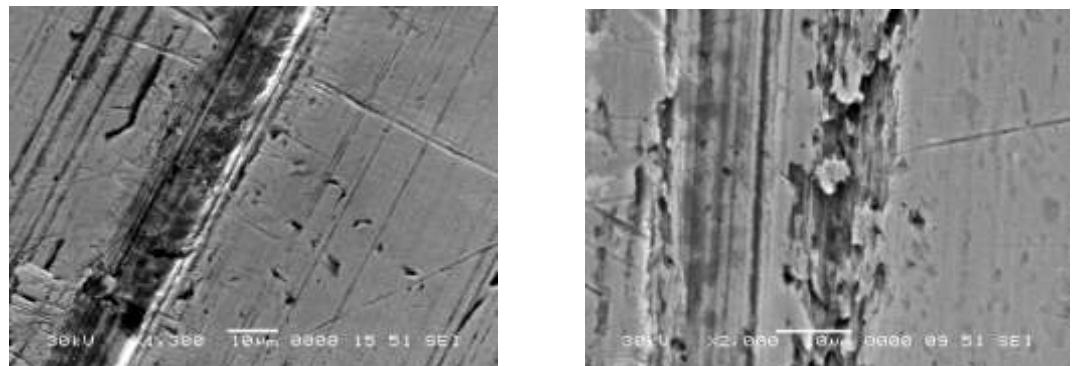


Рисунок 3. Граница дорожки на рабочей поверхности барабана-холодильника

Отсутствие смачиваемости расплавом данного барабана явилось не только следствием известного факта плохой смачиваемости жидким железом меди, но и не вполне удовлетворительного состояния поверхности в частности из-за впрессованных частиц абразива и остатков ткани. Это привело к появлению на лентах крупных неправильной формы воздушных карманов и грубому рельефу свободной поверхности (рис. 4). Отсутствие смачивания показывает характер начала и окончания воздушных карманов. ВК представляют собой кометы с округлой фронтальной частью, направленной вдоль директории вращения, и развитым хвостом (рис. 5).

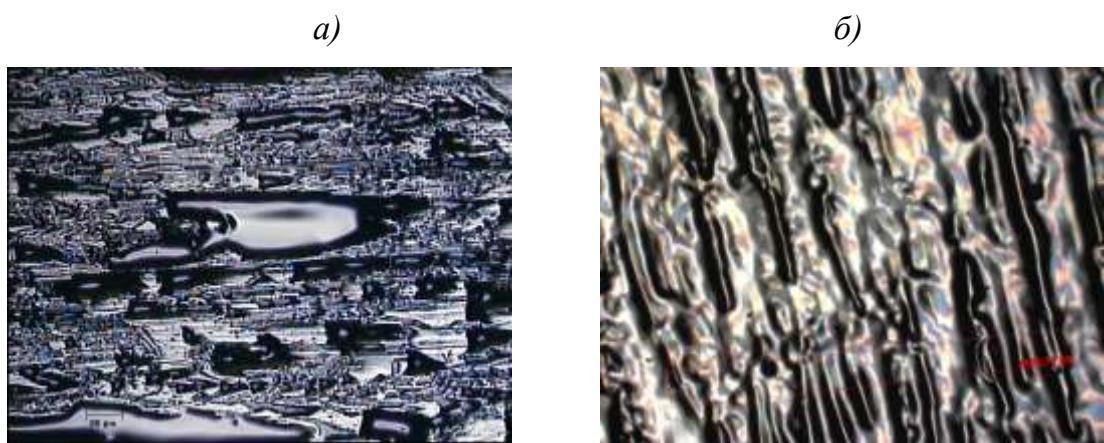


Рисунок 4. Контактная (a $\times$ 200) и свободная (б $\times$ 800) поверхности ленты Fe<sub>76</sub>P<sub>12</sub>Si<sub>6</sub>B<sub>6</sub>

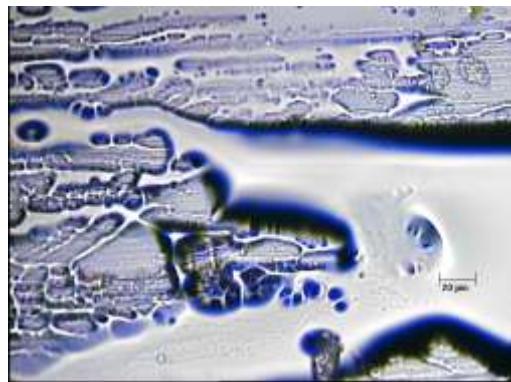


Рисунок 5. Хвостовая часть воздушного кармана (x800)

Видно, что линии смачивания отсутствуют, и закрытие поры происходило довольно хаотично. Но не только начало и конец ВК не повторяет рельефа поверхности барабана, но и боковые грани имеют скорее выпуклую форму, чем повторяют продольные хребты, оставшиеся на поверхности барабана после механической обработки. Все это несколько изменяет модель зарождения ВК, изложенную выше. В модели накопление необходимой длины  $\ell_t$  (рис. 2 е) для начала передачи импульса от барабана в расплав предполагает определенную идеальность поверхности. Причиной ее возникновения являются чисто термодинамические факторы (разрыв потока, турбулентность). В реальном случае данного эксперимента отсутствие смачиваемости привело к существенному увеличению  $\ell_t$  и, как следствие (см. рис. 2), к увеличению размеров ВК. Ценная информация о форме воздушных карманов получена на микроскопе Carl Zeiss с возможностью сканирования профиля в относительных единицах. После деления поры на 2-3 части (с получением ВК) свод воздушных карманов проседает практически до поверхности барабана (рис. 6).

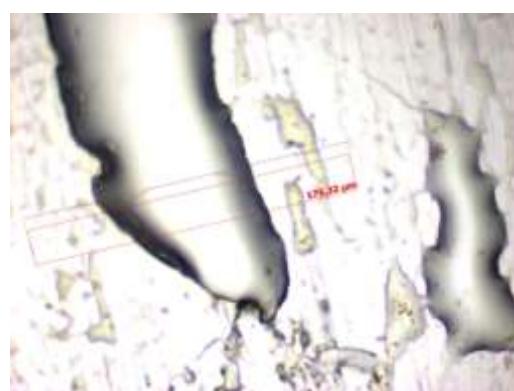


Рисунок 6. Форма воздушного кармана (x500)

Причем данный эффект не зависит от размера ВК и характера для всех исследованных лент, существенно лучшего качества, чем представленных в этом разделе.



Рисунок 7. Объемные модели геометрических дефектов лент

Для более подробного изучения рельефа поверхности лент были построены объемные модели геометрических дефектов лент. Из рис.7 видно, что середина воздушного кармана имеет выпуклую форму. Т. е. после образования воздушной поры в процессе ее прохождения под соплом, свод поры под воздействием избыточного давления в сопле проседает, и его середина практически ложится на поверхность барабана.

Проведенное исследование показало, что взаимодействие расплава с поверхностью барабана-холодильника характеризуется следующим:

1. Струя расплава при спиннинговании приводит к эрозии поверхности барабана и возникновению дорожки.
2. В зависимости от состояния поверхности барабана и материала, из которого он изготовлен, смачиваемость ее расплавом может уменьшаться вплоть до полной несмачиваемости.
3. Состояние поверхности барабана-холодильника практически полностью определяет поверхность ленты.

## **5. Технологические особенности получения быстрозакаленных лент Fe-B-Si-P при переходе процесса спиннингования на стационарный режим**

Проблему получения качественной аморфной и нанокристаллической ленты в соответствии с протеканием процесса спиннингования можно разделить на две части.

1. Скорейший выход на стационарный режим спиннингования со стабильным поведением подсопельной зоны формирования ленты и сходом ленты с барабана-холодильника при необходимой длине плотного теплового контакта твердой ленты с его поверхностью.

2. Получение в стационарном режиме ленты заданной толщины и ширины с минимально возможным количеством геометрических дефектов (оптимальной топографией контактной и свободной поверхностей).

Выход процесса спиннингования на стационарный режим определяется: гидродинамической стабилизацией, тепловым равновесием, контактной стабилизацией.

Гидродинамическая стабилизация подразумевает окончание процесса формирования потока расплава в подсопельной зоне и полный баланс между передачей расплава через сопло и выходом затвердевшей ленты из зоны формирования. Процесс быстротекущий ( $10^{-4} \div 10^{-3}$  с). Описывается решениями уравнения Навье-Стокса или балансовыми уравнениями. Несмотря на скоротечность, это весьма важный этап (запуск технологии). Именно в начальные моменты формируется стабильная подсопельная зона. Здесь надо учитывать два основных момента. Первый - это проведение разливки в режиме принудительного формирования зоны ( $H \leq d\sqrt{f}$ ). В случае применяющихся сопел с  $d = 500$  мкм зазор выбирался из интервала  $150 \leq H \leq 300$  мкм. Применение малых зазоров подавляет автоколебания зоны и стабилизирует процесс запуска технологии. Второе - это существенное влияние характера механической обработки рабочей поверхности барабана на ее смачиваемость расплавом. Недостаточная смачиваемость приводит из-за проскальзывания потока расплава относительно поверхности барабана к увеличению длины  $\ell_t$  (рис. 2 е). Она становится сравнимой с длиной зоны на этапе запуска технологии. Расплав не уходит в виде ленты из зоны формирования, просто

накапливается под соплом. В итоге происходит обратный (по отношению к вращению барабана) сброс части расплава в виде капель. Что наблюдалось в экспериментах.

Тепловое равновесие в контексте рассматриваемой задачи характеризуется постоянством во времени средней температуры барабана (или его обечайки), средней температуры зоны и температуры ленты в месте ее схода с барабана. Расчеты теплового баланса системы барабан - расплав - воздушная атмосфера показали (рис. 8), что при ампульном варианте спиннингования (навески до 200 г.) температура барабана не успевает выйти на стационарный режим. С точки зрения получения ленты определенной толщины этот эффект малозначим. Так как расчеты показывают, что перегрев барабана на 250 °C приводит к уменьшению толщины на 0,5 мкм для 20-ти мкм ленты. Но возможность серьезного нагрева барабана при разливке больших масс расплава, безусловно, следует учитывать.

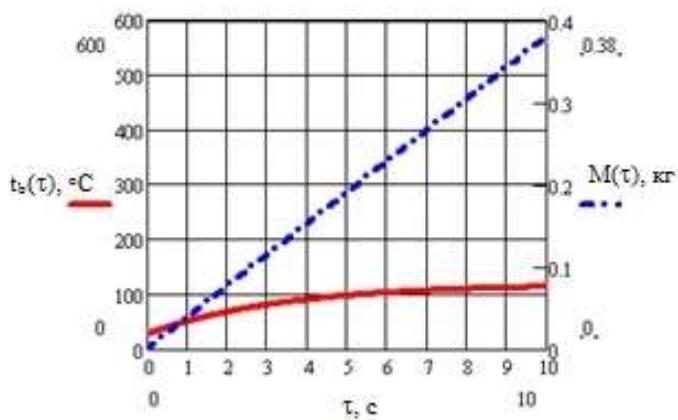


Рисунок 8. Зависимость средней температуры барабана и массы разлитого расплава от времени спиннингования

Контактная стабилизация процесса спиннингования определяется межфазным взаимодействием расплав - поверхность барабана. Воздействие расплава на рабочую поверхность барабана происходит через эрозию расплавом рельефа поверхности. Степень эрозии зависит от механических свойств материала барабана и степени чистоты ее предварительной шлифовки. Применение сравнительно мягкой меди для изготовления барабана и недостаточная чистота обработки поверхности приводит к значительной эрозии. В случае смачиваемости расплавом барабана-холодильника частицы расплава прилипают к дорожке на его поверхности. Вообще, как говорилось выше смачиваемость зависит от типа расплава, типа барабана, характера обработки

его поверхности и крайне индивидуальна в каждом конкретном случае спиннингования. Процесс контактной стабилизации проходит за  $0,1\div0,5$  с. в зависимости от типа барабана: на медных барабанах быстрее ( $\sim 0,1$  с) на стальных медленнее ( $\sim 0,5$  с). Во время экспериментов (глава 4) измерялась толщина ленты и относительная площадь ВК по длине ленты. Увеличение толщины ленты и уменьшение площади ВК заканчивалось на длине, соответствующей  $2\div3$  оборотам барабана-холодильника, что при диаметре барабана 27 см и  $V_d \approx 25$  м/с составляет  $0,1\div0,2$  с. Расплав в процессе контактной стабилизации как бы готовит себе дорожку для стационарной разливки. При этом, прежде всего, увеличивается эффективная площадь теплового контакта, а в зоне формирования стабилизируется эффективная площадь передачи импульса от барабана к расплаву. Первое приводит к увеличению толщины ленты за счет роста коэффициента теплопередачи. Второе – к уменьшению размера и количества ВК за счет уменьшения площади проскальзывания.

Таким образом, выход процесса спиннингования на стационарный режим проходит две стадии: быстротекущую ( $10^{-3}\div10^{-4}$  с) гидродинамическую стабилизацию, медленнотекущую контактную стабилизацию ( $0,1\div0,5$  с). Сопровождается непрерывным (при ампульном варианте) ростом температуры барабана и периодическим процессом зарождения воздушных пор, переходящих в воздушные карманы ( $\sim 10^{-5}$  с).

Проблема получения качественных быстрозакаленных лент заданной толщины с минимально возможным дефектообразованием заключается в выборе оптимального набора технологических параметров. В случае настоящего исследования задача ставилась следующим образом: получить аморфную ленту из сплава Fe-B-Si-P толщиной 20 мкм с минимально возможным количеством геометрических дефектов с использованием кварцевого сопла толщиной 500 мкм и типового бронзового барабана при рекомендованной авторами составов температуре перегрева 1350 °С. Выбор оптимальных технологических параметров ( $\Delta P$ ,  $V_d$ ,  $H$ ) осуществлялся в два этапа.

I этап заключался в определении наборов технологических параметров, обеспечивающих получение лент толщиной 20 мкм.

Из системы стационарных балансовых уравнений (1) после подстановки всех известных величин и измеренных свойств сплава Fe<sub>80</sub>P<sub>12</sub>B<sub>4</sub>Si<sub>4</sub> была получена формула:

$$\frac{H^2 \cdot \Delta P}{V_d^2} = 1,2 \cdot 10^{-6}, \quad (7)$$

где [H]=[м], [V<sub>d</sub>]=[м/с], [ΔP]= $\left[ \frac{\text{Н}}{\text{м}^2} \right]$

Применение любой тройки значений (H, ΔP, V<sub>d</sub>), удовлетворяющих данной формуле, должно привести при спиннинговании к получению ленты толщиной 20 мкм из сплава Fe<sub>80</sub>P<sub>12</sub>B<sub>4</sub>Si<sub>4</sub>. Был проведен контрольный эксперимент при пяти различных комбинациях технологических параметров. Результаты приведены в Таблице 1. Совпадение рассчитанной толщины (20 мкм) и толщины экспериментально полученных лент следует признать удовлетворительным. Разброс ± 0,5 мкм при достаточно широком спектре изменения технологических параметров технологически приемлем.

На II этапе для всех 10-ти сплавов (таблица 3) были получены соотношения по типу формулы (7) с подстановкой значений соответствующих свойств, измеренных в широком температурном интервале (таблица 2). Из наборов по формуле (7) на основе проведенных теоретических исследований и соотношений (5), (6) и экспериментальных исследований (раздел 3) были выбраны оптимальные тройки управляющих технологических параметров (H, ΔP, V<sub>d</sub>). По таким образом сформулированным технологическим условиям были проведены эксперименты по спиннингованию. Результаты расчетов и экспериментов приведены в Таблице 4.

Качество полученных лент достаточно хорошее. В качестве примера на рис. 9 показана микрофотография контактной поверхности ленты Fe<sub>79,1</sub>P<sub>1,7</sub>Si<sub>7,6</sub>B<sub>1,7</sub>Ni<sub>1,4</sub>.

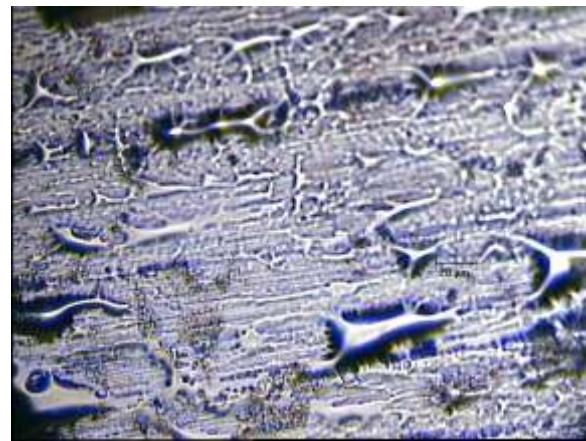


Рисунок 9. Контактная поверхность ленты  $\text{Fe}_{79,1}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{1,7}\text{Ni}_{0,4}$  (x800)

Таблица 1. Получение ленты толщиной 20 мкм сплава  $\text{Fe}_{80}\text{P}_{12}\text{B}_4\text{Si}_4$

№ п/п	$\Delta P$ , атм	$V_d$ , м/с	H, мкм	$\delta_{\text{расч}}$ , мкм	$\delta_{\text{экспер}}$ , мкм
1	0,30	25	200	20	18,9
2	0,25	25	220	20	19,6
3	0,17	20	210	20	19,5
4	0,28	30	250	20	20,5
5	0,34	24	180	20	19,8

Таблица 2. Значения физических свойств аморфизующихся расплавов, необходимых для расчета технологических режимов

Состав	$v$	$\rho$	$\sigma$	$T_L$	$T_{\text{сол}}$	$T_S$	$T_{\text{ром}}$
	$10^{-6} \left[ \frac{m^2}{c} \right]$	$10^3 \left[ \frac{\text{кг}}{m^3} \right]$	$\left[ \frac{\text{Дж}}{m^2} \right]$	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]
$\text{Fe}_{80}\text{P}_{12}\text{Si}_4\text{B}_4$	1,7	6,8	1,48	980	960	980	1350
$\text{Fe}_{79,49}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{11,2}\text{Ni}_{0,01}$	2,5	7,0	1,46	960	940	950	1400
$\text{Fe}_{76}\text{P}_{12}\text{Si}_6\text{B}_6$	3,0	6,8	1,50	980	950	970	1430
$\text{Fe}_{70,1}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{1,7}\text{Ni}_{0,4}$	2,7	6,8	1,49	990	980	980	1250
$\text{Fe}_{77}\text{P}_{12}\text{Si}_4\text{B}_4\text{Mn}_3$	2,2	7,0	1,48	990	980	980	1300
$\text{Fe}_{78,7}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{11,2}\text{Ni}_{0,8}$	2,6	6,8	1,45	980	960	970	1400
$\text{Fe}_{79}\text{P}_{1,6}\text{Si}_{7,9}\text{B}_{10,9}\text{Ni}_{0,6}$	1,9	6,6	1,45	1000	-	990	1250
$\text{Fe}_{78,3}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{11,2}\text{Ni}_{1,2}$	2,4	6,7	1,43	990	950	960	1450
$\text{Fe}_{77,1}\text{P}_{3,7}\text{Si}_{9,6}\text{B}_{9,6}\text{Ni}_{0,02}$	1,6	6,8	1,44	1010	970	990	1450
$\text{Fe}_{79,2}\text{P}_{1,2}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{10,6}\text{Ni}_{0,6}$	1,8	6,8	1,42	1000	970	990	1400

Таблица 3. Режимы спиннингования и шероховатость рабочей поверхности барабана

Состав	$\Delta P$	$V_d$	H	$T_0$	$R_a \text{ б.}$	$R_{max} \text{ б.}$
	$\left[ \frac{\text{H}}{\text{м}^2} \right] \cdot 10^5$	$\left[ \frac{\text{м}}{\text{с}} \right]$	[мкм]	[°C]	[мкм]	[мкм]
$\text{Fe}_{80}\text{P}_{12}\text{Si}_4\text{B}_4$	0,294	30	250	1450	0,30	2,55
$\text{Fe}_{79,49}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{11,2}\text{Ni}_{0,01}$	0,268	22	200	1300	0,25	2,05
$\text{Fe}_{76}\text{P}_{12}\text{Si}_6\text{B}_6$	0,332	25	210	1350	0,35	2,65
$\text{Fe}_{70,1}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{1,7}\text{Ni}_{0,4}$	0,238	31	300	1350	0,35	2,85
$\text{Fe}_{77}\text{P}_{12}\text{Si}_4\text{B}_4\text{Mn}_3$	0,294	27	230	1350	0,20	1,95
$\text{Fe}_{78,7}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{11,2}\text{Ni}_{0,8}$	0,349	25	200	1350	0,25	2,05
$\text{Fe}_{79}\text{P}_{1,6}\text{Si}_{7,9}\text{B}_{10,9}\text{Ni}_{0,6}$	0,210	30	300	1450	0,35	2,55
$\text{Fe}_{78,3}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{11,2}\text{Ni}_{1,2}$	0,227	30	300	1400	0,15	1,65
$\text{Fe}_{77,1}\text{P}_{3,7}\text{Si}_{9,6}\text{B}_{9,6}\text{Ni}_{0,02}$	0,308	28	220	1400	0,25	2,05
$\text{Fe}_{79,2}\text{P}_{1,2}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{10,6}\text{Ni}_{0,6}$	0,170	32	320	1250	0,30	3,05

Таблица 4. Геометрические параметры лент и воздушных карманов

Состав	Эксперимент			Расчет		
	$\delta$	$R_a \text{ л.}$	$R_{max} \text{ л.}$	$\delta_0$	$\ell_{\text{в.к.}}$	$h_{\text{в.к.}}$
	[мкм]	[мкм]	[мкм]	[мкм]	[мкм]	[мкм]
$\text{Fe}_{80}\text{P}_{12}\text{Si}_4\text{B}_4$	22,5	2,10	3,45	20	53	1,4
$\text{Fe}_{79,49}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{11,2}\text{Ni}_{0,01}$	20,0	1,95	3,25	20	106	2,5
$\text{Fe}_{76}\text{P}_{12}\text{Si}_6\text{B}_6$	21,0	2,15	3,55	20	112	3,0
$\text{Fe}_{70,1}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{1,7}\text{Ni}_{0,4}$	22,5	2,65	3,90	20	82	2,2
$\text{Fe}_{77}\text{P}_{12}\text{Si}_4\text{B}_4\text{Mn}_3$	19,8	1,70	2,55	20	76	2,0
$\text{Fe}_{78,7}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{11,2}\text{Ni}_{0,8}$	20,0	2,00	3,20	20	97	2,6
$\text{Fe}_{79}\text{P}_{1,6}\text{Si}_{7,9}\text{B}_{10,9}\text{Ni}_{0,6}$	20,5	1,80	2,85	20	59	1,6
$\text{Fe}_{78,3}\text{P}_{1,7}\text{Si}_{7,6}\text{B}_{11,2}\text{Ni}_{1,2}$	18,9	1,25	2,05	20	75	2
$\text{Fe}_{77,1}\text{P}_{3,7}\text{Si}_{9,6}\text{B}_{9,6}\text{Ni}_{0,02}$	21,0	1,95	3,10	20	54	1,4
$\text{Fe}_{79,2}\text{P}_{1,2}\text{Si}_{7,5}\text{B}_{10,6}\text{Ni}_{0,6}$	20,5	2,00	3,45	20	53	1,4

Таким образом, оптимальный баланс гидродинамической и теплофизической составляющих обеспечивает стабильное протекание процесса закалки из жидкого состояния и получение ленты необходимой геометрии и качества. Последнее достигается правильным выбором набора технологических параметров (избыточного давления, скорости вращения барабана, величины зазора, температуры разливки) и

оптимальным подбором материала барабана-холодильника и характера механической обработки его рабочей поверхности.

## **Выводы**

- Установлено, что геометрические дефекты контактной поверхности быстrozакаленных лент (воздушные карманы) возникают за счет разрыва потока расплава в месте ее первичного контакта с поверхностью барабана-холодильника. Эти дефекты полностью неустранимы при спиннинговании в атмосфере, так как определяются гидродинамикой потока расплава (невыполнение условия неразрывности в месте контакта), присущей спиннингованию при любых технологических режимах. В процессе формирования воздушных карманов их свод прогибается из-за избыточного давления и практически достигает поверхности барабана.
- Для реальных условий спиннингования, определяющими в процессе дефектообразования являются степень чистоты и характер механической обработки поверхности барабана. Характер рельефа поверхности барабана определяет величину и форму воздушных карманов на контактной поверхности.
- Материал барабана-холодильника определяет теплоотвод, смачиваемость расплавом рабочей поверхности, и возможность её механической обработки перед спиннингованием. Для лабораторного получения быстrozакаленных лент предпочтительно использовать бронзовые барабаны. Они универсальны по отношению к широкой гамме аморфизующихся расплавов за счет высокой теплопроводности и позволяют применять более разнообразные методы механической обработки за счет более высокой (по сравнению с медью) твердости.
- Выход процесса спиннингования на стабильный режим с выходом ленты конечной толщины определяется эрозией потоком расплава рабочей поверхности барабана-холодильника (подготовкой «дорожки»). При этом улучшается тепловой контакт между расплавом и барабаном, и, как следствие, непрерывно возрастает толщина ленты вплоть до стабильного конечного значения.
- Оптимальный выбор комбинаций управляющих технологических параметров позволяет регулировать геометрические дефекты по размеру (длина, ширина,

глубина) и определяет их минимально возможное (теоретическое) количество (в смысле относительной площади эффективного контакта).

- Предложены и апробированы технологические рекомендации при получении лент из сплавов на основе Fe-B-Si-P с заданным уровнем дефектности в условиях ампульного варианта метода спиннингования в ЦНИИЧМ им. И.П. Бардина.

**Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах:**

1. Филонов М.Р., Зайцев М.В., Цветкова Е.М., Левашов Е.А. Шихта для изготовления оgneупорных изделий. Патент на изобретение № 2310627. Гос. реестр изобр. РФ, 20.11.2007.
2. Цветкова Е.М. Исследование влияния микро- и макро- добавок на физико-химические свойства защитных покрытий, наносимых на муллитокорундовые и муллитокорундокарбидкремниевые подложки. 61-я студенческая научно-техническая конференция. Тезисы докладов, 2006, с.43-44.
3. Филонов М.Р., Сидорова Е.Н., Хрустов Е.Н., Цветкова Е.М. Нанопорошки гидроксида алюминия для защитных покрытий. // Цветные металлы. № 11, 2006, с. 53-58.
4. Ю.А. Аникин, М.Р. Филонов, А.Н. Шумаков, Е.М. Цветкова, М.Ю. Язвицкий. Воздействие струи расплава на поверхность барабана-холодильника при получении аморфной ленты закалкой из жидкого состояния. // Известия ВУЗов. Черная металлургия. № 3, 2011, с. 41 – 44.
5. Е.М. Цветкова, К.Л. Фаерштейн, А.Н. Шипков, М.Р. Филонов, Ю.А. Аникин. Исследование физических свойств расплавов системы Fe-B-Si-P. Труды XIII Российской конференции "Строение и свойства металлических и шлаковых расплавов". Т.2. Экспериментальное изучение жидких и аморфных металлических систем. Екатеринбург: УрОРАН, 2011. - с. 153 -156.
6. Е.М. Цветкова, М.Р. Филонов, Ю.А. Аникин, М.Ю. Язвицкий, А.Н. Шумаков. Исследование рельефа контактной и свободной поверхностей аморфных и нанокристаллических лент, полученных закалкой из расплава на врачающемся барабане-холодильнике.// Известия ВУЗов. Черная металлургия. № 9, 2011, с.28 – 32.

7. Е.М. Цветкова, К.Л. Фаерштейн, А.Н. Шипков, М.Р. Филонов, Ю.А. Аникин. Исследование физических свойств расплавов системы Fe-B-Si-P. // Расплавы. № 2, 2012, с. 91 – 96.
8. Цветкова Е.М., Фаерштейн К. Л., Аникин Ю.А. Образование геометрических дефектов на контактной поверхности быстрозакаленных аморфных и нанокристаллических лент, полученных закалкой из расплава на вращающемся барабане – холодильнике. Современные техника и технологии: сборник трудов XVIII Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. В 3 т. Т. 2 / Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2012. с. 241- 242.
9. Фаерштейн К.Л., Цветкова Е.М., Аникин Ю.А. Экспериментальное изучение геометрических дефектов на контактной поверхности быстрозакаленных аморфных и нанокристаллических лент, полученных закалкой из расплава на вращающемся барабане – холодильнике. Современные техника и технологии: сборник трудов XVIII Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. В 3 т. Т. 2 / Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2012. с. 233 - 234.
10. Tsvetkova E., Filonov M., Firestein K., Anikin Yu. Influence of inter-phase interaction at the melt – cooling drum border on the quality of fast-quenched amorphous and nanocrystalline ribbons // Book of abstracts International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials (ISMANAM) 18-22 June, 2012, Moscow, p. 16.

