

Особенности получения аморфного провода методом Улитовского – Тейлора с использованием варианта непрерывного процесса литья

**П. П. Умнов, В. В. Молоканов, Ю. С. Шалимов, Н. В. Умнова,
Т. Р. Чуева, В. Т. Заболотный**

С использованием варианта непрерывного процесса литья методом Улитовского-Тейлора получен протяженный быстрозакаленный провод в стеклянной оболочке из модельного Co-сплава в широком интервале скоростей вытяжки от 0,08 до 30 м/с. Методами рентгено-структурного анализа и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) установлено, что сплав $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ сохраняет аморфную структуру в интервале диаметров жилы от 0,6 до 120 мкм. Отмечено, что скорость вытяжки при получении протяженного аморфного провода методом Улитовского – Тейлора на два порядка ниже, чем скорости, используемые в других методах быстрой закалки расплава при получении проводов близкого поперечного сечения. Отмечен высокий уровень и стабильность магнитных и механических свойств “толстого” провода, полученного на основе непрерывного процесса литья.

Ключевые слова: аморфный провод, метод Улитовского – Тейлора.

Rapidly quenched lengthy glass covered wire Co-based was produced on basis of continuous process of melt by Ulitovsky – Taylor method on a large range of rate from 0.08 to 30 m/s. With using X-ray and DSC analysis was founded that alloy $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ conserve amorphous structure in the wide range diameter of metallic core from 0.6 to 120 mkm. Was founded that drawing rate for receiving lengthy amorphous wire by Ulitovsky – Taylor method is two order lower than rate value for other methods receiving wire with the same diameter. High level and stability magnetic and mechanical properties of “thick” amorphous wire which receiving on the base of continuous melt process was noted.

Key words: amorphous wire, Ulitovsky – Taylor method.

Введение

Благодаря уникальному сочетанию высоких магнитных и механических свойств растущий научный и практический интерес вызывают аморфные провода, полученные методом Улитовского – Тейлора [1 – 3]. Однако, существующие установки, основанные на капельном методе литья, позволяют получать провод в узком диапазоне диаметров аморфной жилы 5 – 30 мкм [4]. Из-за нестационарности процесса капельного литья, неконтролируемого влияния напряжений, создаваемых стеклянной оболочкой, магнитные и прочностные характеристики таких проводов нестабильны [5, 6].

Ожидается, что эти недостатки могут быть устранены при использовании непрерывного процесса литья [7]. Поэтому представляется целесообразным исследовать возможность получения аморфных проводов в широком диапазоне диаметров аморфной жилы на основе непрерывного процесса литья.

Цель работы: с использованием варианта непрерывного процесса литья по методу Улитовского – Тейлора для модельного магнитомягкого Co-сплава определить основные параметры, обеспечивающие получение протяженных проводов различного диаметра и интервал диаметров проводов, для которых фиксируется аморфная структура металлической жилы.

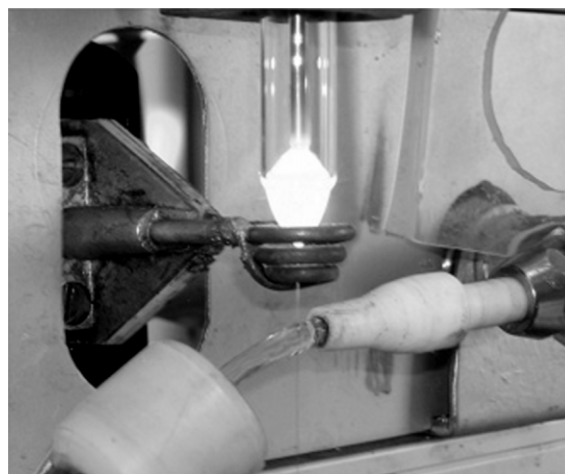
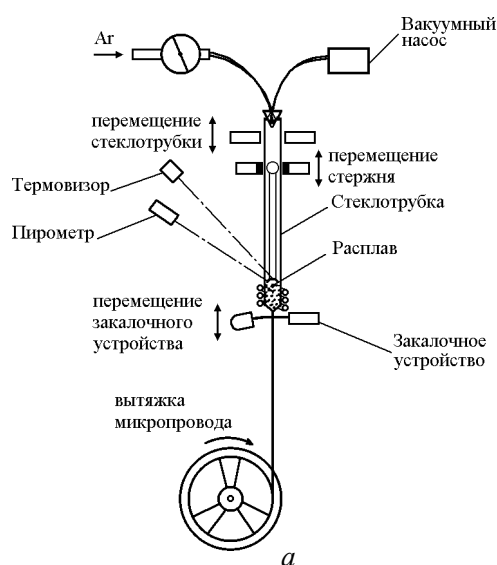


Рис. 1. Процесс получения протяженного быстрозакаленного провода методом Улитовского – Тейлора (вариант непрерывного процесса литья): *а* – принципиальная схема установки; *б* – вид рабочего узла.

Методы получения и исследования

Для исследования был выбран модельный сплав $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, обладающий высокой стеклообразующей способностью. Для приготовления сплава использовали компоненты чистотой не ниже 99,8%. Слитки выплавляли в лабораторной вакуумной печи сопротивления в корундовом тигле по разработанной методике [8]. Стержни быстрозакаленного прекурсора получали насыщением расплава в заполненные аргонном кварцевые трубки с внутренним диаметром 4 мм с последующей закалкой в воде. Соответствие прекурсора заданному составу контролировали методами весового, химического и ДСК-анализов.

Быстрозакаленные провода получали по методу Улитовского – Тейлора [7] на разработанной в ИМЕТ РАН лабораторной установке. На рис. 1 показана принципиальная схема установки (рис. 1*а*) и процесс получения быстрозакаленного провода методом непрерывного литья (рис. 1*б*).

Стержень прекурсора и стеклотрубку с заданными скоростями подают в зону разогрева. В этой зоне происходит расплавление нижней части стержня и размягчение стеклотрубки. В результате совместной вытяжки с заданной скоростью формируется провод. Полученный провод сматывали на барабан, предварительно пересекая струю закалочной жидкости.

Температуру закали расплава выбирали исходя из условия получения максимальной стеклообразующей способности [9] в интервале 1120 – 1180°C. Распределение температуры по объему капли конт-

ролировали с помощью термовизора, рис. 2. Точность поддержания температуры расплава $\pm 5^\circ\text{C}$ обеспечивали за счет использования высокочастотного генератора с обратной связью.

В ходе непрерывного процесса вытяжки скорость вращения барабана ступенчато изменяли от минимальной — 0,08 м/с до максимальной — 30 м/с. Продольное перемещение барабана при выбранной скорости смотки использовали для получения образцов проводов с различными диаметрами. Получены образцы протяженного быстрозакаленного провода сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ в стеклянной оболочке с диаметром металлической жилы от 0,6 до 160 мкм для проведения дальнейших исследований.

Соответствие структуры полученных проводов аморфному состоянию контролировали методами

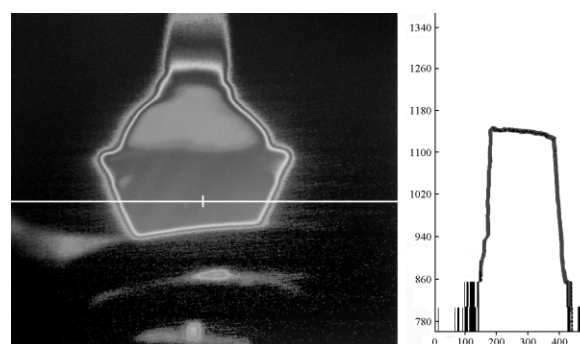


Рис. 2. Контроль распределения температуры по объему капли расплава в условиях непрерывного процесса получения провода (термовизор ТАНДЕМ).

рентгеноструктурного (ДРОН-4) и ДСК (Setaram Setsys Evolution 1750) анализов. Контроль геометрических параметров проводов проводили методами оптической и растровой микроскопии.

Величину амплитуды сигнала перемагничивания аморфного провода в синусоидальном магнитном поле частотой 1 кГц регистрировали на лабораторной установке при непрерывном протягивании исследуемого провода через детекторную катушку диаметром 10 мм.

Результаты эксперимента и их обсуждение

На рис. 3 приведены результаты экспериментов по получению быстрозакаленного провода в широком интервале скоростей вытяжки для сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$.

Условно можно выделить три области существования проводов, характеризующиеся резкими различиями зависимости диаметра жилы провода от скорости вытяжки.

Область I — область “тонких” (0,6 – 25 мкм) проводов — характеризуется тем, что малому изменению диаметра жилы соответствует значительное изменение скорости вытяжки. Например, чтобы уменьшить диаметр жилы с 10 до 5 мкм необходимо увеличить скорость вытяжки с 13 до 23 м/с.

Область II — неустойчивое поведение процесса литья.

Область III — область “толстых” (более 45 мкм) проводов — значительному изменению диаметра жилы соответствует малое изменение скорости вытяжки. Например, при увеличении диаметра жилы с 50 до 100 мкм требуется снижение скорости вытяжки с 0,25 до 0,08 м/с.

Проведено исследование структурного состояния быстрозакаленных проводов различных диа-

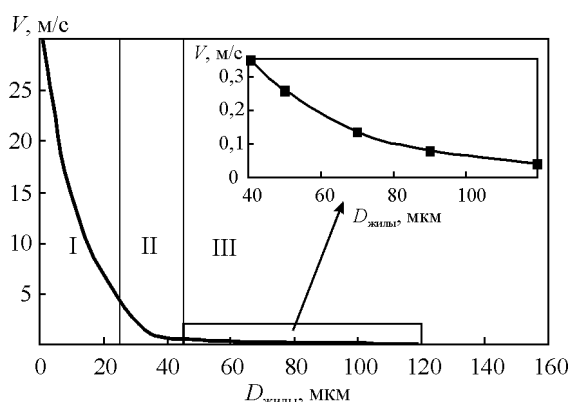


Рис. 3. Зависимость диаметра аморфной жилы провода в стеклянной оболочке сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ от скорости вытяжки.

метров. На рис. 4 приведены примеры характерных рентгенограмм образцов быстрозакаленных проводов различных диаметров, а на рис. 5 показаны отвечающие этим образцам ДСК-термограммы.

Полученные данные показывают, что провода с диаметрами металлической жилы от 0,6 до 120 мкм — полностью аморфны. Для провода с диаметром жилы 140 мкм на рентгенограмме на фоне гало фиксируется острый пик, отвечающий начальной стадии кристаллизации (рис. 4, кривая 3), а на ДСК-термограмме фиксируется уменьшение величины теплового эффекта кристаллизации (рис. 5, кривая 3).

Как следует из рис. 3, скорости вытяжки, необходимые для получения аморфного провода методом Улитовского – Тейлора, являются крайне низкими. Так для получения “толстого” провода диаметром 120 мкм скорость перемещения струи расплава на два порядка ниже, чем скорости перемещения, используемые в методах Melt Spinning и INROWASP при получении проводов близкого поперечного сечения [10]. Этот факт может быть обусловлен

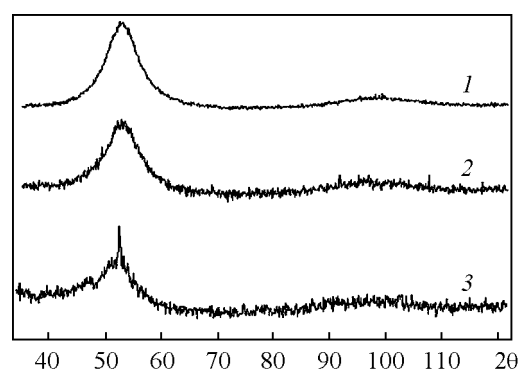


Рис. 4. Дифрактограммы быстрозакаленной жилы провода сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$. 1 — диаметр 1 мкм; 2 — диаметр 120 мкм; 3 — диаметр 140 мкм.

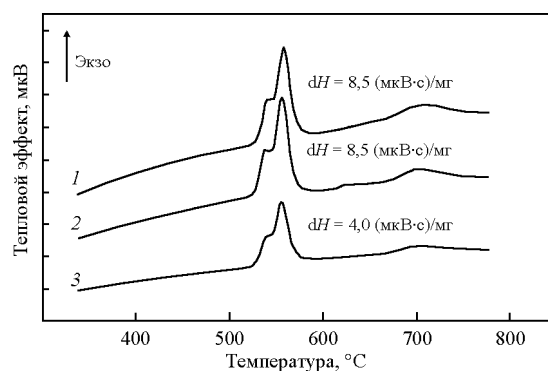
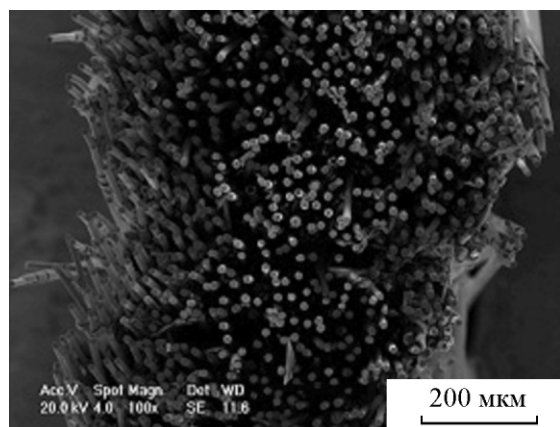
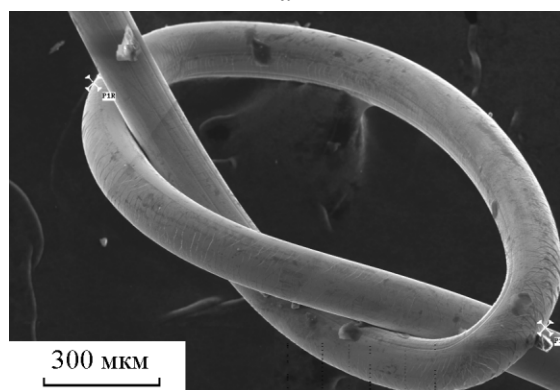


Рис. 5. ДСК-термограммы быстрозакаленной жилы провода сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$. 1 — диаметр 1 мкм; 2 — диаметр 120 мкм; 3 — диаметр 140 мкм.



a



б

Рис. 6. РЭМ образцов “тонкого” диаметром 12 мкм (*a*) и “толстого” диаметром 100 мкм (*б*) аморфных проводов сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$, полученные с использованием непрерывного процесса литья методом Улитовского-Тейлора.

действием сильных сжимающих напряжений стеклянной оболочки, затрудняющих диффузионное перераспределение атомов при затвердевании расплава [5].

Результаты растровой электронной микроскопии показывают, что в условиях непрерывного процесса могут быть получены протяженные провода с минимальным отклонением геометрических параметров. На рис. 6 показаны образец пучка “тонких” проводов в стеклянной оболочке (рис. 6*a*) и “толстый” провод без стеклянной оболочки, завязанный в узел (рис. 6*б*).

Аморфная металлическая жила, как в “тонких”, так и в “толстых” проводах имеет высокую прочность $\sigma_B = 2,9 - 3,1$ ГПа. При испытаниях на способность к формированию узла отмечена повышенная пластичность “толстых” проводов по сравнению с аморфными проводами, полученными другими методами закалки расплава. Провод, завязанный в

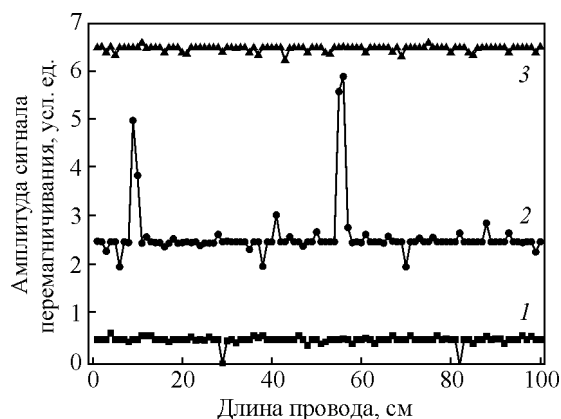


Рис. 7. Зависимость амплитуды сигнала перемангничивания в переменном магнитном поле частотой 1 кГц для аморфных проводов сплава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$ различных диаметров, полученных в режиме непрерывного литья по методу Улитовского – Тейлора: 1 – “тонкий” провод в стеклянной $D_{\text{стекла}} = 27$ мкм, $d_{\text{жила}} = 20$ мкм; 2 – “толстый” провод в стеклянной оболочке $D_{\text{стекла}} = 103$ мкм, $d_{\text{жила}} = 70$ мкм; 3 – “толстый” провод с удаленной стеклянной оболочкой $d_{\text{жила}} = 70$ мкм.

узел, не разрушается вплоть до полного затягивания петли, рис. 6*б*.

Результаты исследования магнитных свойств проводов различных диаметров приведены на рис. 7.

Фиксируемые в “тонком” проводе отклонения амплитуды сигнала перемангничивания по длине (рис. 7, кривая 1) могут быть связаны с наличием внутренних газовых пор и неконтролируемым действием сжимающих напряжений стеклянной оболочки. Характер изменения амплитуды сигнала перемангничивания в “толстом” проводе в стеклянной оболочке показан на рис. 7, кривая 2. Локальные повреждения оболочки приводят к скачкообразному изменению амплитуды сигнала перемангничивания, как и в “тонком” проводе. Удаление стеклянной оболочки с “толстого” провода приводит к повышению амплитуды сигнала перемангничивания и стабилизации уровня сигнала по длине провода, рис. 7, кривая 3.

Выводы

1. С использованием варианта непрерывного процесса литья методом Улитовского – Тейлора получен протяженный быстрозакаленный провод в стеклянной оболочке из модельного Co-сплава в широком интервале скоростей вытяжки от 0,08 до 30 м/с.

2. Методами рентгеноструктурного и ДСК-анализов установлено, что сплав $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$

сохраняет аморфную структуру в интервале диаметров жилы от 0,6 до 120 мкм.

3. Отмечено, что скорость вытяжки при получении протяженного аморфного провода методом Улитовского – Тейлора на два порядка ниже, чем скорости, используемые в других методах быстрой закалки расплава при получении проводов близкого поперечного сечения.

4. Отмечен высокий уровень и стабильность магнитных и механических свойств “толстого” провода, полученного на основе непрерывного процесса литья.

Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 08-02-00830), программ РАН ОХНМ-02 и ПРАН П-18.

Литература

1. Vázquez M. Giant magneto-impedance in soft magnetic “Wires”. J. Magn. Magn. Mater. 2001, v. 226 – 230, Part 1, p. 693 – 699.
2. Богачёва Н.В., Иванова Э.М., Фармаковский Б.А. Свойства литых микропроводов с жилой из чистых металлов. Электронная техника. Сер. 9, Радиокомпоненты, 1999, вып. 1, с. 65.
3. Zhukov A. Glass-coated magnetic microwires for technical applications. J. Magn. Magn. Mater., 2002, v. 242 – 245, p. 216 – 223.
4. Larin V.S., Torcunov A.V., Zhukov A., González J., Vazquez M., Panina L. Preparation and properties of glass-coated microwires. J. Magn. Magn. Mater., 2002, v. 249, Issue 1 – 2, p. 39 – 45.
5. Молоканов В.В., Умнов П.П., Куракова Н.В., Свиридова Т.А., Шалыгин А.Н, Ковнеристый Ю.К. Влияние толщины стеклообразного покрытия на структуру и свойства аморфного магнитомягкого кобальтового сплава. Перспективные материалы, 2006, № 2, с. 5 – 14.
6. Astefanoaei I., Radu D., Chiriac H. Internal stress distribution in DC joule-heated amorphous glass-covered microwires. J. Phys.: Condens. Matter., 2006, v. 18, p. 2689 – 2716.
7. Улитовский А. В., Маянский И. М., Авраменко А. И. А. С. № 128427 СССР, МКИ Н 01 В 13/06. Способ непрерывного изготовления микропровода в стеклянной изоляции. Заявлено 08.09.50 г., опубликовано 15.05.60 г., Бюл. №10, с. 14.
8. Куракова Н.В., Умнов П.П., Молоканов В.В. и др. Сплав на основе никеля с высокой стеклообразующей способностью: выбор состава, получение, структура и свойства. Перспективные материалы, 2007, № 4, с. 66 – 72.
9. Куракова Н.В., Молоканов В.В., Стерхова И.В., Умнов П.П., Ладьянов В.И., Камаева Л.В. Влияние состояния расплава на стеклообразующую способность, структуру и свойства быстрозакаленного объемного аморфного сплава на основе никеля. Металлы, 2007, № 6, с. 89 – 93.
10. Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. Аморфные металлы. М.: Металлургия, 1987, 328 с.

Умнов Павел Павлович — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, кандидат технических наук, младший научный сотрудник. Специалист в области физико-химического анализа и получения аморфных и нанокристаллических сплавов.

Молоканов Вячеслав Михайлович — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник. Специалист в области физико-химического анализа и получения аморфных и нанокристаллических сплавов. E-mail: molokano@imet.ac.ru.

Шалимов Юрий Степанович — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, ведущий инженер. Специалист в области конструкционных сталей сплавов.

Умнова Надежда Витальевна — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, кандидат технических наук, младший научный сотрудник. Специалист в области физико-химического анализа и получения аморфных и нанокристаллических сплавов.

Чуева Татьяна Равильевна — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, инженер-исследователь. Специалист в области физико-химического анализа и получения аморфных и нанокристаллических сплавов.

Заболотный Владимир Тихонович — Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, доктор физико-математических наук, заместитель директора. Специалист в области физико-химического анализа и получения аморфных и нанокристаллических сплавов.