

ПОЛУЧЕНИЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ ЛЕНТ СПОСОБОМ СПИННИНГОВАНИЯ ПРИ ПЛАЗМЕННО-ДУГОВОЙ ПЛАВКЕ

*В.А. Шаповалов, Ю.А. Никитенко
Институт электросварки им. Е.О. Патона НАНУ,
Киев, Украина*

Представлены результаты исследований, проведенных на лабораторной установке по получению быстрозакаленных сплавов в аморфном и микрокристаллическом состоянии способом спиннингования при плазменно-дуговом плавлении. Рассмотрены особенности конструкции оборудования, приведены результаты измерений тепловой нагрузки на отдельные узлы в процессе плавки и спиннингования расплава, а также результаты металлографических анализов микроструктуры аморфного сплава и влияния отжига на зарождение и формирование кристаллической структуры.

К быстрозакаленным металлическим материалам относятся металлы и сплавы, имеющие аморфную или мелкокристаллическую структуру. По размерным параметрам мелкокристаллическую структуру подразделяют на нанокристаллическую (размер зерен менее 100 нм) и микрокристаллическую (размер зерен до 100 мкм).

Этот класс материалов нашел широкое распространение практически во всех наукоемких отраслях современной промышленности. Наиболее широкое применение они получили в области пайки и электроники [1, 2]. Уникальные свойства быстрозакаленных сплавов позволяют использовать их в химической промышленности, медицине, производстве спортивного инвентаря и др. [3].

Быстрозакаленные сплавы на основе группы металл-металлоид (Ni, Fe, Co, Cr, Nd – B, P, Si, C) широко применяются в электронике и энергетике для производства мощных магнитов, сердечников трансформаторов, магнитных датчиков и носителей информации.

Быстрозакаленные аморфные припои, в сравнении с кристаллическими аналогами, имеют несколько преимуществ. Некоторые припои, будучи изготовленными из хрупких сплавов, в аморфном состоянии обладают пластичностью, например, припои с повышенным содержанием P, Si, B и др. Производство аморфных тончайших лент (толщиной до 100 мкм) приводит к отсутствию сегрегации элементов в поперечном сечении и возможности минимизировать зазор для пайки, исключая необходимость заполнять зазор под действием капиллярных сил. Опробовано большое количество быстрозакаленных припоев как для пайки многослойных сотовых панелей в ракетостроении, пайки конструктивных элементов термоядерных реакторов, так и для пайки разнородных материалов.

Наиболее распространенным методом получения аморфных структур является сверхбыстрая закалка расплава способом спиннингования. Суть способа заключается в экструзии расплава под действием избыточного давления газа через сопло на вращающийся барабан-холодильник. При получении лент сопло имеет форму щели вдоль оси вращения барабана, и зазор между ними составляет 0,2...1 мм.

Для плавления и накопления расплава используют керамические тигли, изготовленные из огнеупорных материалов, чаще кварца или алунда, что позволяет получать широкую гамму быстрозакаленных сплавов. Но при плавке высокорекреционных сплавов непосредственный контакт керамики с расплавом приводит к их химическому взаимодействию, образованию неметаллических включений и эрозии тигля и сливного сопла. Кроме того, сверхбыстрая закалка сплавов с повышенной температурой плавления осложняется размягчением огнеупора, потерей жесткости конструкции и, как следствие, дестабилизацией процесса.

Поэтому получение быстрозакаленных сплавов из высокорекреционных и тугоплавких сплавов с использованием существующих технологий практически невозможно.

В Институте электросварки им. Е.О. Патона НАНУ была разработана технология и создано оборудование для получения аморфных и нанокристаллических материалов с использованием плазменно-дугового источника плавления металла (рис. 1).

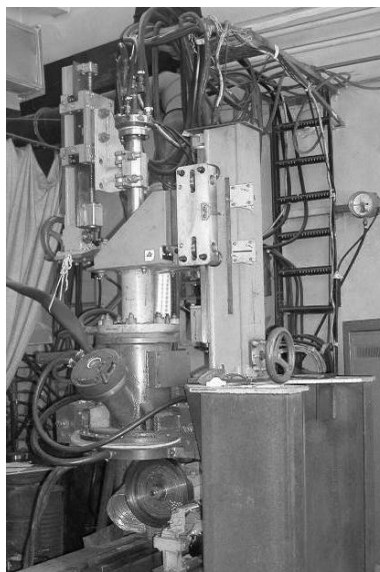


Рис. 1. Внешний вид плазменно-дуговой установки для производства быстрозакаленных сплавов

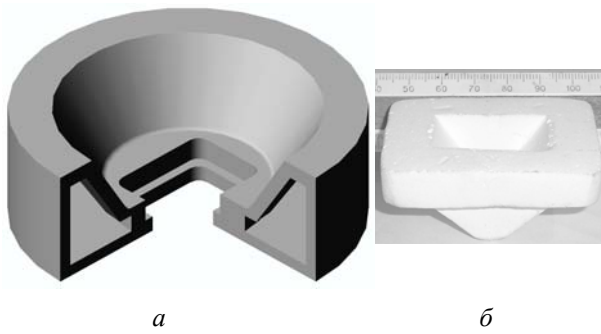


Рис. 2. Медный водоохлаждаемый тигель (а) и сменное керамическое сопло (б)

Плавка осуществляется в медном водоохлаждаемом тигле (гарнисаже), который выполнен в виде перевернутого усеченного конуса (рис. 2). Такая форма позволила обеспечить жесткость конструкции и накопление достаточного объема расплава (см. рис. 2,а). Слив расплава происходит через керамическое сливное сопло (см. рис. 2,б), которое устанавливается в донной части тигля. В качестве материала сопла использовалась прессованная кварцевая керамика. Применение сменного керамического сопла не решило проблему контакта расплавленного металла с неметаллами, но позволило значительно сократить площадь контакта с расплавом. Небольшие размеры и значительная толщина стенки сопла также позволили использовать стандартные огнеупоры при более высоких температурах. В качестве материала сопла могут использоваться различные виды огнеупоров и композитов в зависимости от состава сплава.

Закалка расплава осуществляется на медный барабан-холодильник, который представляет собой полый цилиндр, внутрь которого заливается вода и удерживается там за счет центробежной силы при вращении. В результате вода позволяет повысить общую теплоемкость холодильника, а также является своего рода компенсатором для сглаживания возможного биения при вращении. Несмотря на то, что такая конструкция мало пригодна для закалки больших объемов расплава, она проста в эксплуатации и весьма эффективна в лабораторных условиях.

В процессе исследований были отработаны технологические режимы получения быстрозакаленных лент из сплавов системы: Ni-Si-B; Fe-Cr-Ni-B; Cu-P.

Были изучены особенности работы лабораторной установки, определены тепловые нагрузки на основные узлы, установлены технологические режимы.

Исследования теплового состояния плавильной камеры показали, что с увеличением мощности плазмотрона в диапазоне 20...40 кВт наблюдается повышение эффективного КПД процесса переплава. Удельный расход электроэнергии – $\Theta = 4...6$ (кВт·ч)/кг, тепловой КПД плазмотрона – $\eta_{пл} = 86...88\%$, эффективный КПД процесса – $\eta_{эф} = 44...45\%$. Максимальный коэффициент слива расплава из гарнисажного тигля $\approx 0,72$ достигается

при мощности плазменной дуги порядка 40 кВт [4]. Максимальный градиент температуры расплава по глубине ванны составляет более 500 °С.

При измерении температуры сливного сопла в процессе плавки и разлива расплава установлено, что вращающийся барабан-холодильник приводит к сильному охлаждению сопла, однако в процессе спиннингования и истечения расплава температура может резко и значительно возрастать.

Разработана методика и проведены эксперименты по измерению температуры внутри барабана-холодильника в процессе сверхбыстрой закалки расплава. Для дальнейшей оптимизации конструкции барабана и повышения эффективности теплоотвода на основе проведенных экспериментов была разработана математическая модель, которая позволила описать процесс теплопередачи и распределения температуры в теле барабана при охлаждении расплава.

В результате проведенных экспериментов была получена цельная аморфная лента сплава системы Ni-Si-B шириной 15 мм и толщиной 30...40 мкм (рис. 3).



Рис. 3. Аморфная лента сплава системы Ni-Si-B

Исследования ленты с помощью рентгеноструктурного анализа и на просвечивающем электронном микроскопе подтвердили аморфность структуры (рис. 4) [5].

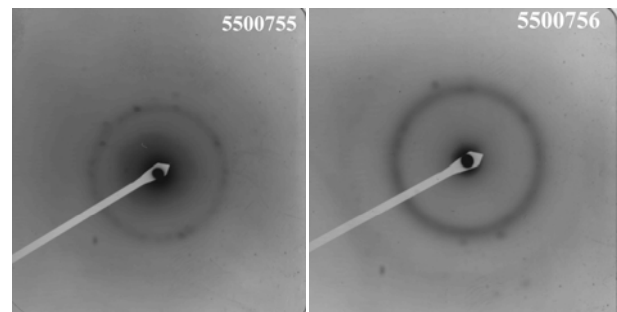


Рис. 4. Дифрактограммы аморфной ленты Ni-Si-B

При отжиге аморфного сплава в области температур до 300 °С наблюдалось заметное повышение удельного электросопротивления, что может являться результатом появления нанокристаллов.

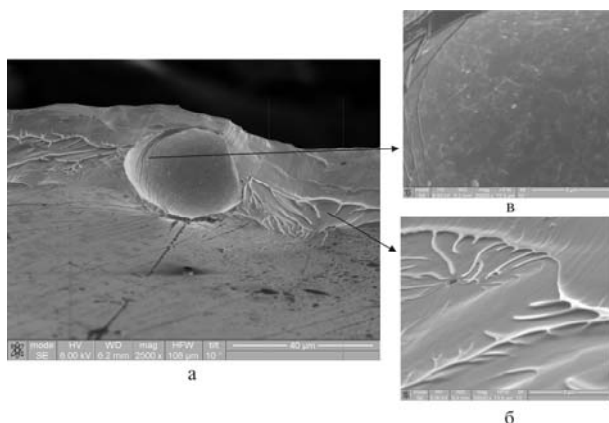


Рис. 5. Начальная стадия кристаллизации аморфного сплава при температуре 200 °С

Дальнейшее увеличение температуры отжига значительно снижало электросопротивление, вероятно, за счет разрастания нанокристаллов до размеров микрокристаллов и увеличения их количества.

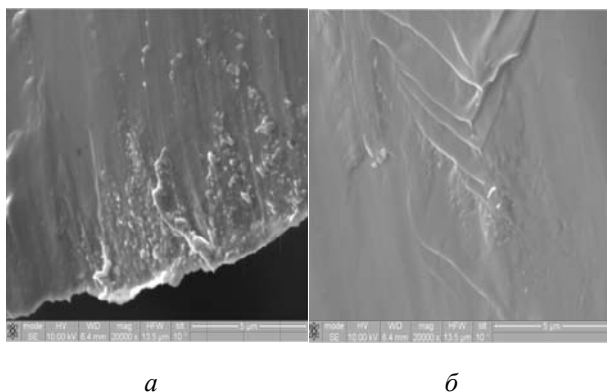


Рис. 6. Нано- и микрокристаллы у поверхности аморфной ленты (а) и в деформированной области (б) отожженного при температуре 300 °С аморфного сплава

С помощью сканирующего электронного микроскопа в образце, отожженном при температуре 200 °С, обнаружены наноструктуры в виде волн с поперечным сечением 20...200 нм, являющиеся результатом релаксационного процесса аморфного сплава, а также нано- и микрокристаллы сферической формы размерами от 10 до 640 нм в приповерхностной области ленты (рис. 5).

В образцах, отожженных при температуре 300 °С и более, наблюдали нано- и микрокристаллы больших размеров. Характерным для этих образцов сплавов является волнообразное расположение микрокристаллов, обусловленное началом зарождения центров кристаллизации на поверхности ленты, более поздним и медленным их ростом в центральной области (рис. 6).

В результате в центральной части поперечного сечения этих образцов наблюдали нанокристаллы и микрокристаллы размерами 75...100 и 300 нм соответственно. Такая особенность роста микрокристаллов обеспечивала их разрастание до нескольких микрометров в приповерхностной области образцов. Наибольшие микрокристаллы размером до 7 мкм были обнаружены в образцах, отожженных при температуре 400 °С [6].

ВЫВОДЫ

Создано оборудование и технология получения быстрозакаленных сплавов способом спиннингования с использованием плазменно-дугового нагрева. Изучено тепловое состояние основных узлов: плазматрона, плавильной камеры, сливного сопла, барабана-холодильника. Определены основные технологические параметры плавки, разливки и сверхбыстрой закалки расплава. Изучена структура полученных аморфных лент, а также установлено влияние отжига на зарождение и формирование микрокристаллов в объеме.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.Ф. Хорунов, С.В. Максимова. Аморфные припои – перспективный материал для современных технологических процессов пайки (Обзор) // *Автоматическая сварка*. 2005, №10, с. 35–40.
2. Б.А. Калинин, В.Т. Федотов, О.Н. Севрюков и др. Разработка и применение быстрозакаленных припоев для прецизионной пайки разнородных материалов атомной техники // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 2005, №5, с. 150–155.
3. М.Л. Жадкевич, В.А. Шаповалов, Г.Ф. Торхов, В.К. Грановский, Ю.А. Никитенко. Получение аморфных и нанокристаллических материалов с применением плазменно-дугового нагрева // *Современная электрометаллургия*. 2003, №4, с. 29–35.
4. Ю.А. Никитенко. *Получение быстрозакаленных сплавов при плазменно-дуговом плавлении*. 2010, №3, с. 33–37.
5. Ю.О. Никитенко. Швидкозагартований метал, отриманий при плазмово-дуговому нагріві і спінінгуванні та його структура // *Наносистеми, наноматеріали, нанотехнології*. 2006, т. 4, в. 4, с. 797–801.
6. G.N. Kozhemyakin, V.A. Shapovalov, Yu.A. Nikitenko, O.N. Ivanov, D.A. Kolesnikov, and O.N. Maradudina. Influence of Annealing on Nanocrystal Formation in Ni Amorphous Alloy // *Crystallography Reports*. 2009, v. 54, N 7, p. 142–144.

Статья поступила в редакцию 12.03.2011 г.

ОТРИМАННЯ ШВИДКОЗАГАРТОВАНИХ СТРІЧОК СПОСОБОМ СПІНІНГУВАННЯ ПРИ ПЛАЗМОВО-ДУГОВІЙ ПЛАВЦІ

В.О. Шаповалов, Ю.О. Никитенко

Представлено результати досліджень проведених на лабораторній установці по отриманню швидкозагартованих сплавів в аморфному та мікрокристалічному стані способом спінінгування при плазово-дуговому плавленні. Розглянуто особливості конструкції обладнання, наведено результати вимірювань теплового навантаження на окремі вузли в процесі плавки та спінінгування розплаву, а також результати металографічних аналізів мікроструктури аморфного сплаву та впливу відпалу на зародження і формування кристалічної структури.

PRODUCING OF RAPIDLY HARDENED OF RIBBONS BY METHOD OF SPINNING AT PLASMA-ARC MELTING

B.A. Shapovalov, Yu.A. Nikitenko

The results of researches conducted on a laboratory equipment for getting in rapidly quenched alloys in amorphous and microcrystalline state method of spinning at plasma-arc melting. The considered features of construction of the equipment, the results of measurements of thermal load on individual nodes in the process of melting and spinning melt. The given results of metallographic analysis of microstructure of amorphous alloy and the influence annealing on the origin and formation of crystalline structure.