Локальные дефекты в протяженных пластичных аморфных проводах, изготовленных методом Улитовского – Тейлора

В. В. Молоканов, А. В. Крутилин, Н. А. Палий, О. С. Антонова

Определены характерные виды локальных дефектов в протяженных пластичных аморфных проводах Со-сплава диаметром от 50 до 110 мкм, полученных методом Улитовского – Тейлора при непрерывном процессе вытяжки струи расплава в стеклянной оболочке. Показано, что такими дефектами являются газовые поры и шейки. Проведен анализ влияния растворенного в металлическом расплаве газа и состояния стеклянной оболочки на стабильность процесса вытяжки и геометрические параметры провода. Причиной образования скрытых пор является выделение и распределение растворенного газа внутри провода после затвердевания струи расплава. Отмечено, что наличие газовой пористости не приводит к самопроизвольным обрывам и изменению геометрии провода. Разрушение изгибом в области газовой пористости имеет характерный вид хрупкого излома аморфного провода. Установлено, что образование шейки в аморфном проводе обусловлено высокотемпературным поперечным кольцевым растрескиванием стеклянной оболочки при контакте с закалочной жидкостью. Пластическая деформации аморфного провода в области шейки протекает по механизму образования и скольжения поперечной полосы сдвига. Отмечено, что продольное разрушение стеклянной оболочки не оказывает влияния на геометрические параметры аморфного провода. Предложены способы устранения локальных дефектов при получении пластичных аморфных проводов и возможные перспективы практической реализации проводов с переменным диаметром.

Ключевые слова: металлический расплав, аморфный провод, газовая пористость, метод Улитовского-Тейлора, дефекты, шейка провода.

DOI: 10.30791/1028-978X-2020-10-69-78

Введение

Ферромагнитные аморфные провода обладают высоким комплексом механических и магнитных свойств, коррозионной стойкостью и биосовместимостью [1 – 7]. Они имеют широкие перспективы практического использования при изготовлении микроспиралей, стресс-композитов, сенсорных элементов электромагнитных датчиков напряжений [8 – 17]. В медицине аморфные микроспирали и провода могут быть использованы для изготовления новых видов эндоваскулярных проводников, катетеров, эмбол, мягких электромагнитных сенсоров хирургических тампонов, салфеток для магнитовибрационных воздействий [17]. На основе метода Улитовского – Тейлора разработана технология получения аморфных проводов больших диаметров [18, 19], изготовлен лабораторный комплект автоматизированного оборудования, позволяющий получать протяженные пластичные аморфные провода диаметром 50 – 110 мкм непосредственно из расплава. Освоение процесса получения проводов из расплава в стеклянной оболочке показало, что даже при выполнении всех условий, обеспечивающих получение пластичного провода требуемого диаметра, провод может иметь локальные дефекты, приводящие к обрывам [20, 21]. Наличие дефектов характерно и для других известных технологий закалки струи расплава: спиннингованием во вращающийся слой воды (INROWASP), и на медный диск (melt spinning) [21, 22]. При замораживании свободной струи расплава фиксируются следующие виды дефектов: неровности поверхности вследствие нестабиль-

ности геометрических параметров струи, наличие газовых пор, обусловленных выделением растворенного газа из расплава при затвердевании, существование “островков” кристаллической фазы, обусловленных присутствием примесей или нарушениями процесса закалки [23 – 28]. В случае метода Улитовского – Тейлора вытягиванию и закалке подвергаются одновременно две жидкости различной вязкости: расплавленное стекло и расплавленный металл. Поэтому дефекты, в принципе, могут быть обнаружены в каждом из двух компонентов.

Цель настоящей работы — определение характерных видов локальных дефектов в протяженных пластичных аморфных проводах диаметром от 50 до 110 мкм, получаемых при непрерывном процессе вытяжки струи расплава в стеклянной оболочке, установление причин их возникновения и определение способов их устранения. Особое внимание планировали уделить анализу влияния растворенного в металлическом расплаве газа на стабильность процесса вытяжки и механических свойств проводов различных диаметров; определению влияния состояния стеклянной оболочки на процесс формирования струи расплава и геометрические параметры провода.

Методика эксперимента

Для проведения исследований выбран модельный сплав на основе кобальта $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ с высокой стеклообразующей способностью и пластичностью [29]. Для получения трех партий стержневых прекурсоров, содержащих различное количество растворенных газов, использовали три технологии переплава исходного коммерческого слитка: индукционный переплав в атмосфере аргона, технологию вакуумного рафинирования и гомогенизации расплава [30] и технологию двойного переплава с рафинированием и гомогенизацией расплава, включающую стадию промежуточной кристаллизации и охлаждения слитка. Полученные прекурсоры использовали для получения быстрозакаленных проводов диаметром от 50 до 110 мкм методом Улитовского – Тейлора. Процесс получения осуществляли с использованием экспериментально определенных технологических параметров, обеспечивающих получение протяженного пластичного аморфного провода требуемого диаметра. Провода получали на лабораторной установке, с автоматическим поддержанием основных заданных параметров процесса: температуры расплава, объема и положения капли расплава в индукторе, скоростей перемещения прекурсора и стеклянной трубки в зону плавления, скорости вращения вытяжного барабана, температуры закалочной жидкости и положения закалочного устройства.

Стеклянную оболочку с полученного провода удаляли механически методом упругого изгиба [31 – 33] на лабораторном стенде при перемотке на приемную катушку. Полученные образцы проводов в виде протяженных отрезков подвергали технологической пробе на способность к стягиванию в узел. В процессе закалки, смотки и при удалении стеклянной оболочки фиксировали наличие обрывов проводов. Образцы проводов в окрестности обрыва исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) в режиме вторичных электронов (Tescan Vega II).

Экспериментальные результаты

Для оценки влияния содержания растворенных газов в прекурсоре на стабильность процесса получения провода от трех партий прекурсоров, выплавленных по различным технологиям, получены провода диаметром 50 – 70 мкм. Все протяженные отрезки проводов имели постоянный диаметр, проявляли высокую пластичность при стягивании в узел. Обрывы проводов фиксировали при перемотке и при удалении стеклянной оболочки. Установлено, что максимальное количество обрывов имел провод, полученный методом индукционного переплава. При использовании прекурсора, полученного с использованием технологии вакуумного рафинирования, число обрывов резко снизилось. Отсутствие обрывов отмечено при использовании прекурсора, полученного с использованием вакуумной технологии двойно-

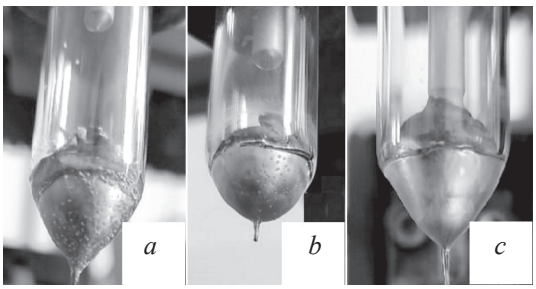

Рис. 1. Вид поверхности неизрасходованных остатков слитков, полученных: *a* — методом индукционного переплава, *b* — путем вакуумного рафинирования, *c* — вакуумной технологии двойного переплава.

Fig. 1. Surface appearence of ingot residual portion obtained by: *a* — vacuum-induction melting, *b* — vacuum refining, *c* — vacuum double remelting.

го переплава с промежуточной кристаллизацией расплава. На рис. 1 показан соответствующий вид поверхности неизрасходованных остатков слитков после завершения процесса вытяжки. Как видно из рис. 1*a*, растворимость газов сильно снижается после затвердевания расплава и мелкие пузырьки газов выходят на поверхность слитка. Очевидно, что вакуумирование расплава значительно снижало содержание газов в слитке, но не устраняло полностью (рис. 1*b*). Полностью удается избавиться от пузырьков газа при повторном расплавлении охлажденного слитка и повторном рафинировании расплава (рис. 1*c*).

В ходе экспериментов установлено, что процесс вытяжки таких проводов сопровождается самопроизвольным растрескиванием и частичным отслаиванием стеклянной оболочки от металлической жилы.

На рис. 2 и 3 приведены результаты фрактографического анализа областей разрушения аморфных проводов сплава $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$, полученных в стеклянной оболочке методом Улитовского – Тейлора с использованием прекурсоров с различным содержанием растворенных газов. При получении проводов диаметром 50 – 70 мкм из прекурсоров, выплавленных индукционным методом, обрывы фиксировали, в основном, в местах принудительного изгиба провода при механическом удалении стеклянной оболочки.

Анализ внешней поверхности образцов провода показал, что провод вблизи места излома удерживает постоянный диаметр, поверхность провода является гладкой. Сохраняется пластичность провода при принудительном изгибе вблизи места излома. Для всех исследованных образцов фиксируется хрупкий тип разрушения [32]. Излом распространяется под углом 90 градусов к продольной оси провода и заканчивается стадией долома (имеются язычок и скол на противоположных концах образца). Поверхность излома является рыхлой (рис. 2*a*). Вблизи наружной микропоры провода фиксируется образование усадочных ра-

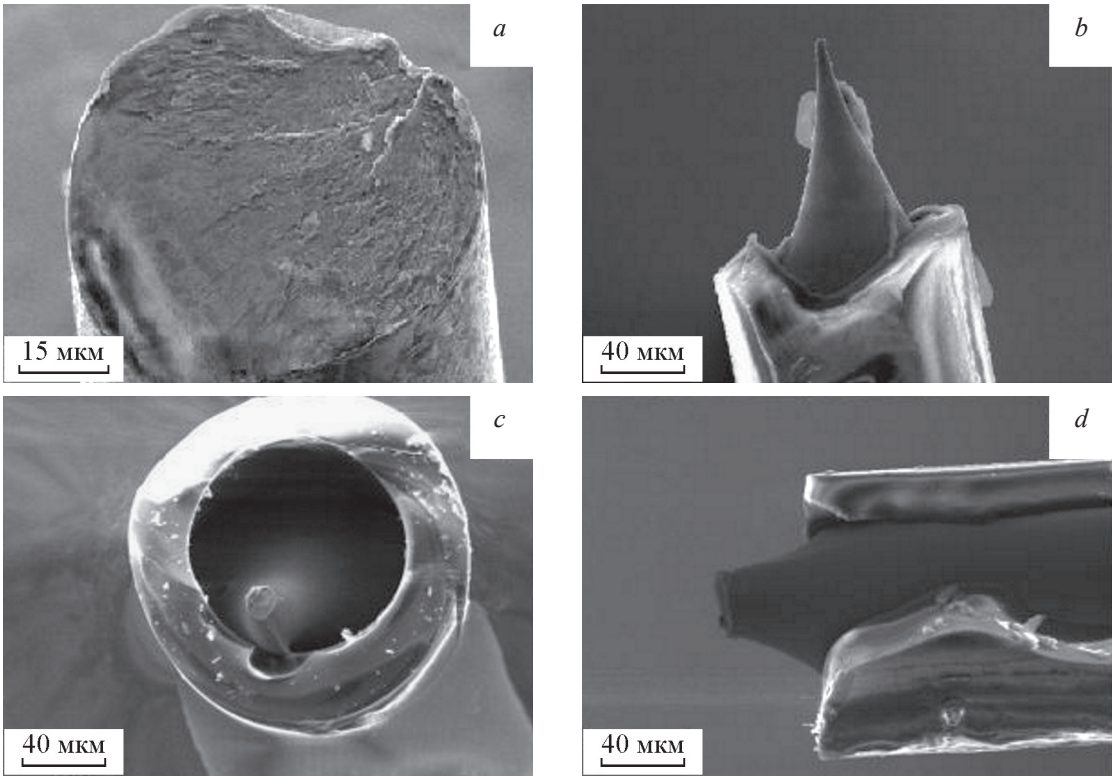

Рис. 2. Фрактограммы областей разрушения аморфных проводов $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ в стеклянной оболочке: *a* — излом провода с закрытой газовой пористостью, *b* — излом с равномерным поперечным растрескиванием оболочки, *c* — излом с неравномерным поперечным растрескиванием оболочки, *d* — излом с поперечным растрескиванием и продольным отслоением оболочки.

Fig. 2. Fractograms of $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ amorphous glass-coated wires: *a* — surface of wire fracture containing a closed gaseous pore, *b* — fracture pattern with uniform, *c* — uneven girth cracking of the glass coating, *d* — with girth cracking and longitudinal delaminating of the coating.

ковин. Газовые каналы распространяются веерно от наружной микропоры по поверхности излома. Разрушение основных структурных элементов происходит по механизму отрыва с образованием мелкой венозной сетки. Такой вид разрушения свидетельствует о соответствии структуры провода аморфному состоянию.

Чтобы исключить фактор влияния растворенных в расплаве газов, для изготовления проводов диаметром 80 – 110 мкм использовали прекурсоры, полученные по технологии двойного вакуумного переплава с промежуточной кристаллизацией. Ранее в работе [18] отмечено, что аморфизация проводов, получаемых методом Улитовского – Тейлора при низкой скорости вытяжки, достигается, в основном, за счет адиабатического сжатия струи расплава стеклянной оболочкой. Необходимая для аморфизации расплава толщина стеклянной оболочки существенно возрастает с повышением диаметра жилы. При получении пластичных аморфных проводов диаметром 80 – 110 мкм диаметр стеклянной оболочки превышает диаметр провода в 1,6 – 1,7 раза (рис. 2*b* – 2*d*).

Наличие обрывов проводов в стеклянной оболочке с диаметром жилы 80-110 мкм зафиксировано: (а) при прохождении через закалочное устройство, (б) при перемотке провода в стеклянной оболочке с барабана на приемную катушку стенда удаления стеклянной оболочки, (в) при протягивании через ролики и абразивные инструменты стенда механического удаления стеклянной оболочки, (г) также отмечены самопроизвольные обрывы провода, намотанного на приемный барабан.

Несмотря на большое число обрывов провода вид участка разрушения провода во всех случаях является практически одинаковым. Характерными чертами места разрушения являются: поперечное кольцевое растрескивание толстой стеклянной оболочки и образование локального утонения провода в виде шейки, свидетельствующей о крайне высокой степени пластической деформации.

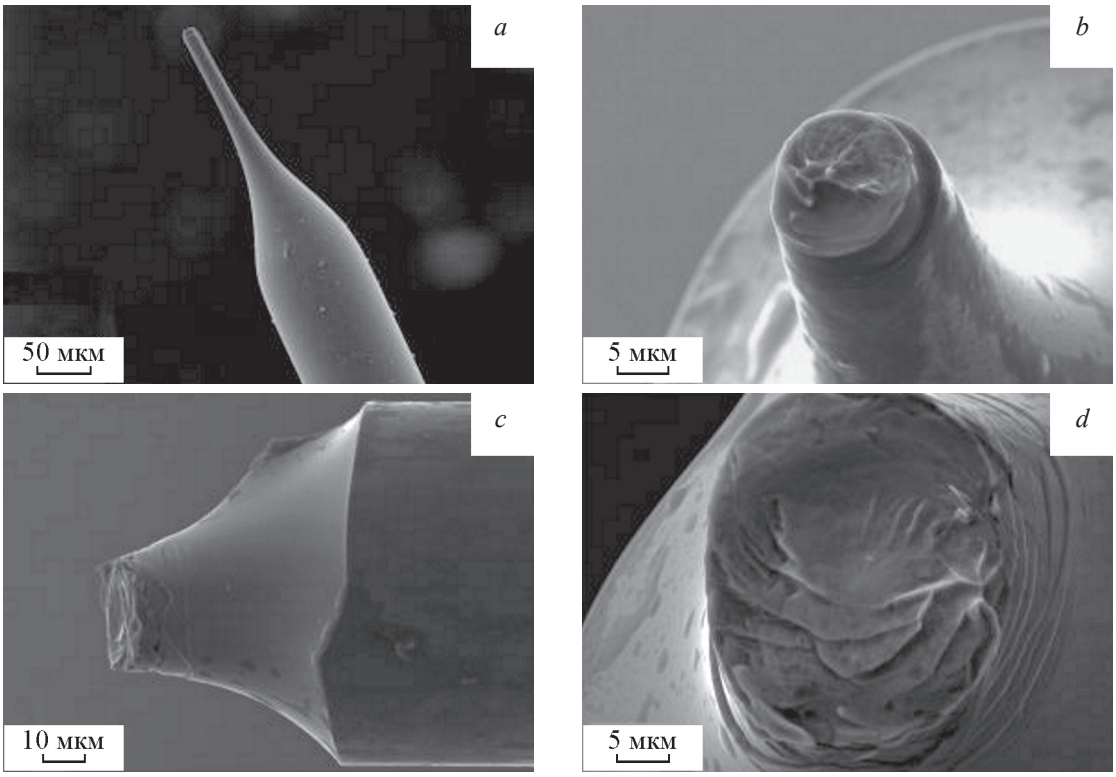

Рис. 3. Фрактограммы шеек аморфного провода на разных стадиях формирования: *a* — “удлиненная” — при низкой скорости вытяжки (v = 0,1 м/с); *b* — пример продолжения роста шейки от второй поперечной полосы сдвига; *c* — начало образования шейки на проводе от поперечной полосы сдвига; *d* — “венозный” излом и полосы сдвига в области разрушения шейки при изгибе.

Fig. 3. Fractograms of the amorphous wire necking down at the different stages of formation: *a* — “elongated”, at the low drawing speed (v = 0.1 m/s); *b* — shear bands and venous fracture under bending; *c* — neck initiation on the wire arised from transversal shear band; *d* — growth propagation from the second shear band.

Причем, до и после шейки провод сохраняет исходный диаметр. Примеры разрушения стеклянной оболочки с проводом в виде шейки показаны на рис. 2*b* – 2*d*, равномерное поперечное растрескивание стеклянной оболочки — на рис. 2*b*, неравномерное поперечное растрескивание, приводящее к смещению положения шейки относительно продольной оси — на рис. 2*c*, пример поперечного и последующего продольного растрескивания оболочки — на рис. 2*d*. Из полученных данных следует, что продольное отслоение частей оболочки не оказывает влияния на геометрию металлического провода. Этот факт свидетельствует о последовательном протекании стадий растрескивания оболочки. Длина шеек до места разрыва составляет 50 – 260 мкм, а диаметры шеек в месте разрыва — 13 – 30 мкм. Уменьшение скорости вытяжки сопровождается увеличением диаметра провода и ростом длины шейки. На рис. 3*a* в качестве примера показан провод диаметром 110 мкм с шейкой длиной 260 мкм и диаметром шейки в месте обрыва 13 мкм. Дальнейшее утонение шейки может развиваться за счет последовательного образования и скольжения следующей поперечной полосы сдвига (рис. 3*b*).

Из полученных данных следует, что при перемещении провода в оболочке через закалочное устройство переход в аморфное состояние и устойчивая геометрия провода стабилизируются до начала образования шейки. Поперечное растрескивание стеклянной оболочки приводит к возрастанию растягивающих напряжений на аморфный провод и развитию пластической деформации. Интенсивная пластическая деформация аморфного провода с образованием шейки происходит при температуре, более низкой, чем температура стеклования аморфного провода. Этот вывод подтверждается выявленным механизмом пластической деформации, характерным для пластичного провода в аморфном состоянии [29]. Образование поперечной полосы сдвига происходит рядом с местом поперечного растрескивания стеклянной оболочки. Развивающееся интенсивное скольжение приводит к утонению металлической жилы с образованием шейки (рис. 3*c*). Приложение напряжений изгиба в области шейки сопровождается образованием плотной сетки поперечных полос сдвига (рис. 3*d*), характерной для изгиба пластичных аморфных проводов. Поверхность излома всех шеек имеет четко выраженный “венозный” рисунок, подтверждающий высокую пластичность провода и его соответствие аморфному состоянию (рис. 3*b*, 3*d*).

Обсуждение результатов

В проводах диаметром до 70 мкм преобладают дефекты в виде внутренних газовых пор. Вид газовой пористости в изломе — разрыхление структуры, усадочные раковины, каналы выхода газа, указывает на то, что выделение избыточного газа происходит уже при затвердевании провода и продолжается при дальнейшем охлаждении в твердом состоянии. В принципе, литой провод диаметром 50 – 70 мкм в стеклянной оболочке, содержащий внутренние газовые поры, может быть получен и перемотан на приемную катушку без обрывов. Однако, обрывы такого провода неизбежны при приложении механических напряжений. Установлено, что обрывы провода, содержащего внутренние газовые поры, происходят при принудительном натяжении или принудительном изгибе во время удаления стеклянной оболочки. В результате проведенных экспериментов показано, что устранить или существенно снизить вероятность появления газовых пор в пластичном аморфном проводе можно за счет использования прекурсоров, полученных сплавлением высокочистых исходных материалов с использованием технологии двойного вакуумного переплава с промежуточной кристаллизацией, охлаждением и повторным расплавлением слитка.

При получении аморфных проводов больших диаметров методом Улитовского – Тейлора стеклянная оболочка играет роль инструмента, осуществляющего формоизменение расплава, и после завершения процесса вытяжки должна быть удалена. Однако, обнаруженный эффект поперечного растрескивания оболочки при контакте с закалочной жидкостью приводит к образованию “шейки” — локального дефекта провода, приводящего к катастрофическому ослаблению (на порядок) поперечного сечения и появлению обрывов.

Возможными способами устранения эффекта растрескивания стеклянной оболочки при сохранении ее необходимой толщины могут быть: корректировка состава сплава, состава стеклянной трубки, изменение технологического режима вытяжки и закалки провода. Положительным моментом является возможность получения протяженного отрезка аморфного провода постоянного диаметра с высоким уровнем свойств, не содержащего дефектов, для использования в практических приложениях.

Наличие эффекта поперечного растрескивания оболочки позволяет получать образцы аморфного провода с заостренным кончиком непосредственно

из расплава. Практическим выходом может быть разработка технологии изготовления высокопрочных сверхупругих биосовместимых аморфных металлических игл с острым кончиком, имеющих сверхнизкий коэффициент трения зеркальной поверхности, для широкого спектра медицинских и биологических применений, например, электроды для воздействия на рецепторы головного мозга, иглы для терапевтических процедур и др.

Выводы

1. Установлено, что характерными локальными дефектами пластичных аморфных проводов Co-сплава диаметром 50 – 110 мкм, получаемых методом Улитовского – Тейлора являются закрытые газовые поры и шейки.

2. Показана возможность качественной оценки наличия газовых пор в проводе по результатам визуального контроля наличия мелких газовых пузырьков на поверхности неизрасходованного остатка слитка.

3. Показано, что наличие газовой пористости приводит к локальному охрупчиванию провода.

4. Установлено, что образование шейки в аморфном проводе обусловлено высокотемпературным поперечным кольцевым растрескиванием стеклянной оболочки при контакте с закалочной жидкостью. Продольное разрушение стеклянной оболочки не оказывает влияния на геометрические параметры аморфного провода

5. Показано, что пластическая деформации аморфного провода в области шейки протекает по механизму образования и скольжения поперечной полосы сдвига.

6. Предложены способы устранения выявленных локальных дефектов при получении пластичных аморфных проводов.

Работа выполнена по государственному заданию № 075-00947-20-00.

Литература

1. Faxiang Qin, Hua-Xin Peng. Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials. Progress in Materials Science, 2013, v. 58, pp. 183 – 259.
2. Молоканов В.В., Чуева Т.Р., Умнов П.П., Шалыгина Е.Е, Симаков С.В. “Толстые” аморфные провода в системе $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$–$Co_{75}Si_{10}B_{15}$–$Ni_{75}Si_{10}B_{15}$: получение, структура, свойства. Перспективные материалы, 2016, № 2, с. 5 – 11.
3. Peng Hua-Xin, Faxiang Qin, Manh-Huong Phan. Ferromagnetic microwire composites: from sensors to microwave applications. Springer, 2016, 245 p.
4. Zhukov A., Ipatov M., Del Val J.J., Zhukova V., Chernenko V.A. Magnetic and structural properties of glass-coated Heusler-type microwires exhibiting martensitic transformation. Scientific Reports, 2018, v. 8, iss. 1, p. 1 – 10.
5. Zhukov A., Ipatov M., Talaat A., Blanco J.M., Hernando B., Gonzalez-Legarreta L., Suñol, J.J., Zhukova V. Correlation of crystalline structure with magnetic and transport properties of glass-coated microwires. Crystals, 2017, v. 7, iss. 2, p. 41.
6. Baranov S.A., Larin, V.S., Torcunov A.V. Technology, preparation and properties of the cast glass-coated magnetic microwires. 2017. Crystals, v. 7, iss. 6, p. 136.
7. Sergueeva A.V., Walleser J., Zhou J., Meacham B.E., Branagan D.J. Ductile high strength microwires from glassy nanosteel alloys. Materials Science and Engineering: A, 2012, v. 534, p.603 – 608.
8. Yin H., Huang Y., Bao Y., Jiang S., Xue P., Jiang S., Wang H., Qin F., Li Z., Sun S., Wang Y. Comparable magnetocaloric properties of melt-extracted $Gd_{36}Tb_{20}Co_{20}Al_{24}$ metallic glass microwires. Journal of Alloys and Compounds, 2020, v. 815, p. 150983.
9. Luo Y., Estevez D., Scarpa F., Panina L., Wang H., Qin F., Peng H.X. Microwave properties of metacomposites containing carbon fibres and ferromagnetic microwires. Research, 2019, p. 3239879.
10. Talaat A., Alonso J., Zhukova V., Garaio E., García J.A., Srikanth H., Phan M.H., Zhukov A. Ferromagnetic glass-coated microwires with good heating properties for magnetic hyperthermia. Scientific reports, 2016, v. 6, no. 1, p. 1 – 6.
11. Hudak R., Varga R., Polacek I., Klein P., Skorvanek I., Komanicky V., del. Real R.P., Vazquez M. Addition of molybdenum into amorphous glass-coated microwires usable as temperature sensors in biomedical applications. Physica Status Solidi (a), 2016, v. 213, no. 2, p. 377 – 383.
12. Qin F.X., Pankratov N., Peng H.X., Phan M.H., Panina L.V., Ipatov M., Zhukova V., Zhukov A., Gonzalez J. Novel magnetic microwires-embedded composites for structural health monitoring applications. Journal of Applied Physics, 2010, v. 107, pp. 09A314.
13. Молоканов В.В., Чуева Т.Р., Умнов П.П., Умнова Н.В., Крутилин А.В., Шалыгин А.Н. Особенности электромагнитного поведения и стресс-чувствительность аморфных проводов Co-сплава с отрицательной магнитострикцией при действии упругой деформации различного вида. Физика и химия обработки материалов. 2018, № 5, с. 63 – 69.
14. Churyukanova M., Kaloshkin S., Shuvaeva E., Stepashkin A., Zhdanova M., Aronin A., Aksenov O., Arakelov P., Zhukova V., Zhukov A. Non-contact method for stress monitoring based on stress dependence of magnetic properties of Fe-based microwires. Journal of Alloys and Compounds, 2018, v. 748, p. 199 – 205.
15. Zhukov A., Ipatov M., Corte-Leon P., Gonzalez-Legarreta L., Blanco J.M., Zhukova V. Soft magnetic microwires for sensor applications. Journal of

Magnetism and Magnetic Materials, 2020, v. 498, p. 166180.
16. Allue A., Corte-León P., Gondra K., Zhukova V., Ipatov M., Blanco J.M., Gonzalez J., Churyukanova M., Taskaev S., Zhukov A. Smart composites with embedded magnetic microwire inclusions allowing non-contact stresses and temperature monitoring. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2019, v. 120, p. 12 – 20.
17. Молоканов В.В., Чуева Т.Р., Умнов П.П., Умнова Н.В., Крутилин А.В., Мороз О.В. Деформация и разрушение аморфных и кристаллических проводов медицинского назначения при кручении. Перспективные материалы, 2018, № 8, с. 36 – 44.
18. Умнов П.П., Молоканов В.В., Шалимов Ю.С., Умнова Н.В., Чуева Т.Р., Заболотный В.Т. Особенности получения аморфного провода методом Улитовского-Тейлора с использованием варианта непрерывного процесса литья. Перспективные материалы, 2010, № 2, с. 87 – 91.
19. Шалыгин А.Н., Молоканов В.В., Умнов П.П., Чуева Т.Р., Иванов А.В. Способ изготовления провода постоянного и переменного диаметра из аморфного сплава. Патент РФ 2706794 С2, 21.11.2019.
20. Умнов П.П., Молоканов В.В., Куракова Н.В., Шалыгин А.Н., Гришин В.Н., Колмаков А.Г., Ковнеристый Ю.К. Дефекты и их влияние на физико-механические свойства композиционного микропровода аморфная металлическая жила — стеклянная оболочка. Деформация и разрушение материалов, 2007, № 10, с. 40 – 46.
21. Воркачев К.Г., Чуева Т.Р., Мохирев И.И., Умнов П.П., Умнова Н.В., Молоканов В.В., Заболотный В.Т. Дефекты аморфных металлических проводов, полученных различными методами быстрой закалки расплава. Перспективные материалы, 2010, № 4, с. 76 – 82.
22. Inoue A., Hagiwara M., Masumoto T. Mechanical properties of Fe-Si-B amorphous wires produced by in-rotating-water spinning method. J. Metallurgical and Materials Transactions A, 1982, v. 13, no. 3, p. 373 – 382.
23. Zhao L., Chan K., Feng S., Lu X., Chen S., Wang G. Atomistic understanding of deformation-induced heterogeneities in wire drawing and their effects on the tensile ductility of metallic glass wires. 2019. Journal of Alloys and Compounds, v. 803, p. 193 – 204.
24. Fan S., Jiang C., Lu H., Li F., Yang Y., Shen Y., Lu Y. In situ micromechanical characterization of metallic glass microwires under torsional loading. Experimental Mechanics, 2019, v. 59, no. 3, p. 361 – 368.
25. Wan W., Lu H., Zhukova V., Ipatov M., Zhukov A., Shen Y. Surface defect detection of magnetic microwires by miniature rotatable robot inside SEM. AIP Advances, 2016, v. 6, no. 9, p. 095309.
26. Zhukova V., Blanco J.M., Rodionova V., Ipatov M., Zhukov A. Fast magnetization switching in Fe-rich amorphous microwires: Effect of magnetoelastic anisotropy and role of defects. Journal of alloys and compounds, 2014, v. 586, p. S287 – S290.
27. Baraban I., Gorshenkov M., Andreev N., Chichay K., Rodionova V. The role of structural properties on magnetic characteristics of glass-coated microwires. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2018, v. 459, p. 61 – 65.
28. Zhukova V., Korchuganova O.A., Aleev A.A., Tcherdyntsev V.V., Churyukanova M., Medvedeva E.V., Seils S., Wagner J., Ipatov M., Blanco J.M., Kaloshkin S.D. Effect of annealing on magnetic properties and structure of Fe-Ni based magnetic microwires. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2017, v. 433, p. 278 – 284.
29. Молоканов В.В., Чуева Т.Р., Умнова Н.В., Умнов П.П. Особенности деформационного поведения аморфного провода из сплава $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ при различных видах нагружения. Деформация и разрушение материалов, 2018, № 2, с. 2 – 8.
30. Чуева Т.Р., Молоканов В.В., Умнов П.П., Умнова Н.В. Использование метода термического анализа при разработке технологии подготовки расплава для получения “толстого” аморфного микропровода Co-сплава. Физика и химия обработки материалов, 2016, № 6, с. 82 – 89.
31. Umnov P.P., Stegnukhin A.A., Lavrenyuk A.V., Petrakova N.V., Umnova N.V., Molokanov V.V., Zabolotnyi V.T. A Mechanism of Removal of a Glass Envelope from a “Thick” Amorphous Co-Alloy Wire Prepared by the Ulitovsky–Taylor Method. Inorganic Materials: Applied Research, 2013, v. 4, no. 3, p. 260 – 264.
32. Молоканов В.В., Чуева Т.Р., Умнова Н.В., Умнов П.П., Крутилин А.В. Особенности разрушения при изгибе “толстых” аморфных проводов из сплава на основе кобальта. Деформация и разрушение материалов, 2018, № 7, с. 24 – 29.
33. Lavvafi H., Lewandowski J.R., Lewandowski J.J. Flex bending fatigue testing of wires, foils, and ribbons. Materials Science and Engineering: A, 2014, v. 601, p. 123 – 130.

References

1. Faxiang Qin, Hua-Xin Peng. Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials. Progress in Materials Science, 2013, vol. 58, pp. 183 – 259.
2. Molokanov V.V., Chueva T.R., Umnov P.P., Shalygina E.E., Simakov S. V. “Thick” amorphous wires in the $Fe_{75}Si_{10}B_{15}$–$Co_{75}Si_{10}B_{15}$–$Ni_{75}Si_{10}B_{15}$ system: Fabrication, structure, properties. Inorg. Mater. Appl. Res., 2016, vol. 7, pp. 643 – 647.
3. Peng, Hua-Xin, Faxiang Qin, Manh-Huong Phan. Ferromagnetic microwire composites: from sensors to microwave applications. Springer, 2016, 245 p.
4. Zhukov A., Ipatov M., Del Val J.J., Zhukova V., Chernenko V.A. Magnetic and structural properties of glass-coated Heusler-type microwires exhibiting

martensitic transformation. Scientific Reports, 2018, vol. 8, iss. 1, pp. 1 – 10.
5. Zhukov A., Ipatov M., Talaat A., Blanco J.M., Hernando B., Gonzalez-Legarreta L., Suñol J.J., Zhukova V. Correlation of crystalline structure with magnetic and transport properties of glass-coated microwires. Crystals, 2017, vol. 7, iss. 2, p. 41.
6. Baranov S.A., Larin, V.S., Torcunov A.V. Technology, preparation and properties of the cast glass-coated magnetic microwires. 2017. Crystals, vol. 7, iss. 6, p. 136.
7. Sergueeva A.V., Walleser J., Zhou J., Meacham B.E., and Branagan D.J., Ductile high strength microwires from glassy nanosteel alloys. Materials Science and Engineering: A, 2012, vol. 534, pp. 603 – 608.
8. Yin H., Huang Y., Bao Y., Jiang S., Xue P., Jiang S., Wang H., Qin F., Li Z., Sun S., Wang, Y. Comparable magnetocaloric properties of melt-extracted $Gd_{36}Tb_{20}Co_{20}Al_{24}$ metallic glass microwires. Journal of Alloys and Compounds, 2020, vol. 815, p. 150983.
9. Luo Y., Estevez D., Scarpa F., Panina L., Wang H., Qin F., Peng H.X. Microwave properties of metacomposites containing carbon fibres and ferromagnetic microwires. Research, 2019, p. 3239879.
10. Talaat A., Alonso J., Zhukova V., Garaio E., García J.A., Srikanth H., Phan M.H., Zhukov A. Ferromagnetic glass-coated microwires with good heating properties for magnetic hyperthermia. Scientific reports, 2016, vol. 6, no. 1, pp. 1 – 6.
11. Hudak R., Varga R., Polacek I., Klein P., Skorvanek I., Komanicky V., del. Real R.P., Vazquez M. Addition of molybdenum into amorphous glass-coated microwires usable as temperature sensors in biomedical applications. Physica Status Solidi (a), 2016, vol. 213, no. 2, pp. 377 – 383.
12. Qin F.X., Pankratov N., Peng H.X., Phan M.H., Panina L.V., Ipatov M., Zhukova V., Zhukov A., Gonzalez J. Novel magnetic microwires-embedded composites for structural health monitoring applications. Journal of Applied Physics, 2010, vol. 107, p. 09A314.
13. Molokanov V.V., Chueva T.R., Umnov P.P, Umnova N.V., Krutilin A.V., Shalygin A.N. Stress-sensory properties of amorphous Co-Alloy wires with negative magnetostriction under elastic deformation. Inorganic Materials: Applied Research, 2019, vol. 10, no. 3, pp. 744 – 748.
14. Churyukanova M., Kaloshkin S., Shuvaeva E., Stepashkin A., Zhdanova M., Aronin A., Aksenov O., Arakelov P., Zhukova V., Zhukov A. Non-contact method for stress monitoring based on stress dependence of magnetic properties of Fe-based microwires. Journal of Alloys and Compounds, 2018, vol. 748, pp. 199 – 205.
15. Zhukov A., Ipatov M., Corte-Leon P., Gonzalez-Legarreta L., Blanco J.M., Zhukova V., Soft magnetic microwires for sensor applications. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2020, vol. 498, p. 166180.
16. Allue A., Corte-León P., Gondra K., Zhukova V., Ipatov M., Blanco J.M., Gonzalez J., Churyukanova M., Taskaev S., Zhukov A. Smart composites with embedded magnetic microwire inclusions allowing non-contact stresses and temperature monitoring. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2019, vol. 120, pp. 12 – 20.
17. Molokanov V.V., Chueva T.R., Umnov, P.P., Umnova N.V., Krutilin A.V., Moroz O.V. Deformatsiya i razrusheniye amorfnykh i kristallicheskikh provodov meditsinskogo naznacheniya pri kruchenii [Deformation and failture of amorphous and crystalline medical wires under torsion]. *Perspektivnyye materialy — Advanced materials* (in Russ), 2018, no. 8, pp. 36 – 44.
18. Umnov P.P., Molokanov V.V., Shalimov Yu.A., Umnova N.V., Chueva T.R., Zabolotnyi V.T. Osobennosti polucheniya amorfnogo provoda metodom Ulitovskogo-Teylora s ispol'zovaniyem varianta nepreryvnogo protsessa lit'ya [Features of obtaining an amorphous wire by the Ulitovsky-Taylor method using the continuous casting process option]. *Perspektivnyye materialy — Advanced materials* (in Russ), 2010, no. 2, pp. 87 – 91.
19. Shalygin A.N, Molokanov V.V., Umnov P.P., Chueva T.R., Ivanov A.V. *Sposob izgotovleniya provoda postoyannogo i peremennogo diametra iz amorfnogo splava* [Method of making constant and variable-diameter wire from amorphous alloy]. Patent RU 2706794 C2, 2019.
20. Umnov P.P., Molokanov V.V., Kurakova N.V., Shalygin A.N., Grishin V.N., Kolmakov A.G., Kovneristyi Yu.K. Defekty i ikh vliyaniye na fiziko-mekhanicheskiye svoystva kompozitsionnogo mikroprovoda amorfnaya metallicheskaya zhila – steklyannaya obolochka [Defects and their effect on the physicomechanical properties of a composite microwire amorphous metal core – glass coating]. *Deformatsiya i Razrushenie Materialov — Deformation and Fracture of Materials*, 2007, no. 10, pp. 40 – 46.
21. Vorkachev K.G., Chueva T.R., Mokhirev I.I., Umnov P.P., Umnova N.V., Molokanov V.V., Zabolotnyi V.T. Defekty amorfnykh metallicheskikh provodov, poluchennykh razlichnymi metodami bystroy zakalki rasplava [Defects of amorphous metal wires obtained by various methods of rapid quenching from the melt]. *Perspektivnyye materialy — Advanced materials* (in Russ), 2010, no. 6, pp. 76 – 82.
22. Inoue A., Hagiwara M., Masumoto T. Mechanical properties of Fe-Si-B amorphous wires produced by in-rotating-water spinning method. J. Metallurgical and Materials Transactions A, 1982, vol. 13, no. 3, pp. 373 – 382.
23. Zhao L., Chan K., Feng S., Lu X., Chen S., Wang G. Atomistic understanding of deformation-induced heterogeneities in wire drawing and their effects on the tensile ductility of metallic glass wires. 2019. Journal of Alloys and Compounds, vol. 803, pp. 193 – 204.
24. Fan S., Jiang C., Lu H., Li F., Yang Y., Shen Y., Lu Y. In situ micromechanical characterization of metallic

glass microwires under torsional loading. Experimental Mechanics, 2019, v. 59, no. 3, pp. 361 – 368.
25. Wan W., Lu H., Zhukova V., Ipatov M., Zhukov A., Shen Y. Surface defect detection of magnetic microwires by miniature rotatable robot inside SEM. AIP Advances, 2016, v. 6, no. 9, p. 095309.
26. Zhukova V., Blanco J.M., Rodionova V., Ipatov M., Zhukov A. Fast magnetization switching in Fe-rich amorphous microwires: Effect of magnetoelastic anisotropy and role of defects. Journal of alloys and compounds, 2014, vol. 586, pp. S287 – S290.
27. Baraban I., Gorshenkov M., Andreev N., Chichay K., Rodionova V. The role of structural properties on magnetic characteristics of glass-coated microwires. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2018, vol. 459, pp. 61 – 65.
28. Zhukova V., Korchuganova O.A., Aleev A.A., Tcherdyntsev V.V., Churyukanova M., Medvedeva E.V., Seils S., Wagner J., Ipatov M., Blanco J.M., Kaloshkin S.D. Effect of annealing on magnetic properties and structure of Fe-Ni based magnetic microwires. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2017, vol. 433, pp. 278 – 284.
29. Molokanov V.V., Chueva T.R., Umnova N.V., Umnov P.P. Osobennosti deformatsionnogo povedeniya amorfnogo provoda iz splava $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ pri razlichnykh vidakh nagruzheniya [Features of the deformation behavior of an amorphous wire from $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$ alloy under various types of loading]. *Deformatsiya i Razrushenie Materialov — Deformation and Fracture of Materials*, 2018, no. 2, pp. 2 – 8.
30. Chueva T.R., Molokanov V.V., Umnov P.P., Umnova N.V. Application of thermal analysis technique for development of technology of melt preparation to obtain “thick” amorphous Co-alloy microwires. Inorganic Materials: Applied Research, 2017, vol. 8, pp. 484 – 490.
31. Umnov P.P., Stegnukhin A.A., Lavrenyuk A.V., Petrakova N.V., Umnova N.V., Molokanov V.V., Zabolotnyi V.T. A mechanism of removal of a glass envelope from a “thick” amorphous Co-alloy wire prepared by the Ulitovsky–Taylor method. Inorganic Materials: Applied Research, 2013, vol. 4, no. 3, pp. 260 – 264.
32. Molokanov V.V., Chueva T.R., Umnova N.V., Umnov P.P., Krutilin A.V. Bending failure of “thick” Co-based-alloy amorphous wires. Russian Metallurgy (Metally), 2019, vol. 2019, pp. 409 – 414.
33. Lavvafi H., Lewandowski J.R., Lewandowski J.J. Flex bending fatigue testing of wires, foils, and ribbons. Materials Science and Engineering A. 2014, vol. 601, pp. 123 – 130.

Статья поступила в редакцию — 6.04.2020 г.
после доработки — 19.05.2020 г.
принята к публикации — 20.05.2020 г.

Молоканов Вячеслав Владимирович *— Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (119334, Москва, Ленинский пр., 49), кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник, специалист в области физико-химического анализа и получения аморфных и нанокристаллических сплавов. E-mail: molokano@imet.ac.ru.*

Крутилин Андрей Владимирович *— Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (119334, Москва, Ленинский пр., 49), инженер-исследователь, специалист в области разработки технологии получения микроспиралей.*

Палий Наталия Алексеевна *— Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (119334, Москва, Ленинский пр., 49), старший научный сотрудник, специалист в области физико-химического анализа аморфных и нанокристаллических сплавов. E-mail: palii@imet.ac.ru.*

Антонова Ольга Станиславовна *— Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (119334, Москва, Ленинский пр., 49), младший научный сотрудник, специалист в области электронной микроскопии. E-mail: osantonova@yandex.ru.*

Local defects in extended ductile amorphous wires produced by the Ulitovsky – Taylor method

V. V. Molokanov, A. N. Krutilin, N. A. Palii, O. S. Antonova

Typical local defects were identified in extended ductile amorphous Co-based alloy wires, having 50 – 110 μm in diameter, obtained by Ulitovsky – Taylor in a continuous process of drawing a jet of melt in a glass shell. The studies found that gas pores and necks are local defects of glass-coated wires. The paper analyses the impact of the dissolved in the metal melt gas and glass-coating stress on the drawing process stability and the geometric parameters of the wire. The formation of hidden pores is due to gas expelling and redistribution of gas following the melt stream solidification. It is noted that gas porosity would not result in spontaneous breaks and changes in wire geometry. The characteristic form of a brittle rupture of an amorphous wire was observed upon fracture by bending in the region of gas porosity. It was in the studies revealing that amorphous wire neck formation was caused by high temperature transverse ring cracking of the glass-coating in contact with quenching liquid. Elastic deformation of amorphous wire in the vicinity of neck flows through the mechanism of formation and sliding transverse shear band. It is noted that the longitudinal destruction of the glass shell does not affect the geometric parameters of the amorphous wire. The procedures for local defects eliminating while producing ductile amorphous wires and the possible prospects for the variable diameter wires manufacturing are proposed.

Keywords: metal melt, amorphous wire, closed gas pores, Ulitovsky – Taylor method, defects, wire neck.

Molokanov Vyacheslav *— Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science Russian Academy of Sciences (119334, Russia, Moscow, Leninsky prospect, 49), PhD (Eng), leading research scientist, expert in prepapation/producing and physical-chemical analysis of amorphous and nanocrystalline alloys. E-mail: molokano@imet.ac.ru.*

Krutilin Andrei *— Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science Russian Academy of Sciences (119334, Russia, Moscow, Leninsky prospect, 49), research engineer, expert in process development of microcoils.*

Palii Natalia *— Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science Russian Academy of Sciences (119334, Russia, Moscow, Leninsky prospect, 49), senior researcher, expert in physical-chemical analysis of amorphous and nanocrystalline alloys. E-mail: palii@imet.ac.ru.*

Antonova Olga *— Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science Russian Academy of Sciences (119334, Russia, Moscow, Leninsky prospect, 49), junior researcher, expert in electron microscopy. E-mail: osantonova@yandex.ru.*