



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105200311 A

(43) 申请公布日 2015. 12. 30

(21) 申请号 201410255536. 8

(22) 申请日 2014. 06. 11

(71) 申请人 丹阳市凯鑫合金材料有限公司

地址 212351 江苏省镇江市丹阳市吕城镇马庄村

(72) 发明人 荆正伟 钟静

(51) Int. Cl.

G22C 38/08(2006. 01)

G22C 38/10(2006. 01)

G22C 33/04(2006. 01)

G21D 8/06(2006. 01)

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

一种放电管电极用 4J42 合金丝及其生产方法

(57) 摘要

本发明公开了一种放电管电极用 4J42 合金丝及其生产方法,包括如下步骤:将 4J42 原料投入真空炉内炼钢成锭;进行锻打开坯、热轧成盘圆;对热轧后的盘圆进行酸洗处理;酸洗后打磨修边进行第一次拉拔;对第一次拉拔后的半成品进行退火处理;对退火处理后的半成品进行酸洗、修磨;确认无裂纹后进行第二次拉拔;将拉拔后的盘圆进行热处理退火;再次检查盘圆表面情况,进行粗丝精拉,每往下拉一个规格,都需进行热处理,直至成品尺寸。本发明根据放电管用电极的实际需求,研究发现生产过程中影响 4J42 塑性和成材率的各项因素,通过对 4J42 生产工艺过程的改进,解决其在后续加工中出现塑性差、成材率低等缺陷。

1. 一种放电管电极用 4J42 合金丝,其特征包括的各化学成分的质量百分比为:
镍:41.5-42.5%, 锰: $\leq 0.8\%$, 硅: $\leq 0.3\%$, 磷: $\leq 0.02\%$, 碳: $\leq 0.05\%$, 硫: $\leq 0.02\%$, 钴: $\leq 1.0\%$, 铁:余量。

2. 一种如权利要求 1 所述的放电管电极用 4J42 合金丝的生产方法,其特征包括以下步骤:

1) 真空熔炼:将 Ni 板、Co 片、金属硅、Mn、超低碳工业纯 Fe 经烘烤后,装入真空感应熔炼炉中进行熔炼,当全熔后待达到精炼温度 1580℃ 以上后进入精炼期,精炼保持至少 30 分钟,精炼后期转低真空,搅拌一分钟出钢,浇注电极;

2) 电渣重熔:用萤石与二氧化钛按 0.9:1 至 1.1:1 的比例制备引弧剂,用 7:2:1 的质量比例将 CaF_2 、 Al_2O_3 和 CaO 调和制作重熔电渣系;装炉、引弧造渣、冶炼、补缩、冷却,制成钢锭坯;

3) 锻造开坯:钢锭坯由室温加热到 850℃,预热 30-50 分钟;升温到 1000-1150℃,保温 40-50 分钟;达到锻造温度,始锻温度 $\geq 1100^\circ\text{C}$,终锻温度 $\geq 950^\circ\text{C}$;

4) 热轧成盘:材料装入退火炉的温度: $\leq 600^\circ\text{C}$;升温时间 ≥ 120 分钟;加热温度:1000-1150℃;保温时间: ≥ 30 分钟,始轧温度: $\geq 1180^\circ\text{C}$;终轧温度 $\geq 950^\circ\text{C}$;

5) 酸白打磨:用硫酸浸泡、盐酸漂洗至白色,酸洗温度 50-80℃,酸洗时间 20-30min;检查材料表面情况,并对表面缺陷进行修磨处理;

6) 第一次拉拔:作业前,先进行配模,按变形要求用聚晶模进行拉拔处理;

7) 退火处理:将半成品放置在井式真空退火炉中进行退火处理,温度在 800℃ -850℃,保温 1-2 个小时;

8) 酸洗检查:用硫酸浸泡、盐酸漂洗至白色,酸洗温度 50-80℃,酸洗时间 20-30min;检查材料表面情况,用手提式砂轮进行人工修磨,要求表面缺陷深度不超过 0.5mm;

9) 第二次拉拔:对修磨后的盘圆进行第二次连续拉拔;

10) 退火处理:将半成品放置在井式真空退火炉中进行退火处理,温度在 800℃ -850℃,保温 1-2 个小时;

11) 圆盘剥皮:对退火处理后的半成品采用盘圆剥皮以消除其表面氧化层;

12) 精拉:(1) 配模:

(2) 精拉:每拉下一个规格都需进行酸洗检查;

13) 热处理:将冷拉后的丝材放置在井式氩气保护光亮退火炉中进行热处理,热处理温度在 800℃ -850℃,保温 1-2 个小时后空冷,出成品。

一种放电管电极用 4J42 合金丝及其生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及 4J42 合金丝及其制造方法,具体涉及一种放电管电极用 4J42 合金丝及其生产方法。

背景技术

[0002] 4J42 合金属于精密合金中的膨胀合金,含镍量约为 42%,其余主要为铁,具有稳定的低膨胀系数(常温下平均膨胀系数为 $1.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$),在航空航天、精密仪器、电子行业有着广泛的应用,其主要用途为生产放电管用电极。放电管用来保护通信系统、交通信号系统、计算机数据系统以及各种电子设备的外部电缆、电子仪器的安全运行。目前还没有其它材料可以取代这种传统的真空封接材料。虽然 4J42 市场需求巨大,但是国内大部分厂家的产品质量波动较大,使其在后续加工中出现塑性差、成材率低等缺陷,从而导致国内放电管的高端市场长期被国外厂家占领。作为原料的 4J42 合金丝的生产过程是一个重要工艺环节,在很大程度上会对最终产品的质量造成影响。但是目前尚无对专门针对放电管用电极帽的 4J42 合金丝生产工艺的系统研究,这直接影响了该产品生产工艺的科学性和合理性。本发明系统研究了在生产过程中影响 4J42 塑性和成材率的各项因素,通过对 4J42 生产工艺过程的改进,解决其在后续加工中出现塑性差、成材率低等缺陷,降低了放电管的生产损耗,提高了我国在放电管市场的优势。

发明内容

[0003] 本发明要解决的技术问题是提供一种电极用 4J42 合金丝及其生产方法,改善或消除钢材在铸造、锻打、轧制等过程中所造成的产生折叠或划伤,消除破坏产品表面以及残余应力,改善塑性差和成品丝材在生产加工过程中的开裂几率。

[0004] 为解决上述技术问题,本发明提供了一种放电管电极用 4J42 合金丝,其包括的各化学成分的质量百分比为:镍:41.5-42.5%,锰: $\leq 0.8\%$,硅: $\leq 0.3\%$,磷: $\leq 0.02\%$,碳: $\leq 0.05\%$,硫: $\leq 0.02\%$,钴: $\leq 1.0\%$,铁:余量。

[0005] 上述放电管电极用 4J42 合金丝的生产方法,包括如下步骤:

真空熔炼 → 电渣重熔 → 锻打开坯 → 热轧成型 → 酸白打磨 → 第一次拉拔 → 退火处理 → 酸洗检查 → 第二次拉拔 → 退火处理 → 圆盘剥皮 → 精拉 → 热处理,其中:

1) 真空熔炼:将 Ni 板、Co 片、金属硅、Mn、超低碳工业纯 Fe 经烘烤后,装入真空感应熔炼炉中进行熔炼,融化 70% 后加大功率高速熔化,当全熔后待达到精炼温度 1580°C 以上后进入精炼期,精炼保持至少 30 分钟,精炼后期转低真空 ($10^3 - 10^1 \text{ Pa}$),大功率搅拌一分钟出钢,浇注电极;

2) 电渣重熔:用质量比为 0.9:1 至 1.1:1 的萤石与二氧化钛制备引弧剂,用质量比分别为 7:2:1 的比例将 CaF_2 、 Al_2O_3 和 CaO 调和制作重熔电渣系;装炉、引弧造渣、冶炼、补缩、冷却,制成钢锭坯;加渣时勺不允许和结晶器、电极棒同时接触或渣勺乱捣结晶器上的渣料,引弧电流为 500-1500A,渣全熔后再进行正常冶炼,控制电流 2500-3000A,电压 38-41V,

使电极熔化,直到结晶器装满为止,冶炼完结进行补缩、重熔钢锭冷却脱锭空冷;

所述真空冶炼工序与电渣重熔工序,使用的 ZGHL0.25-250-1 型真空感应熔炼炉有效地提高了合金钢的纯净度和组织结构均匀性,改善了钢锭的表面、内在质量,提高合金钢的性能。

[0006] 3) 锻造开坯:(1) 预热:钢锭坯由室温加热到 850℃,预热 30-50 分钟;

(2) 升温:升温到 1050-1150℃翻锭坯,保温 40-50 分钟;

(3) 保温:达到锻造温度时,始锻温度 $\geq 1100^{\circ}\text{C}$,终锻温度 $\geq 950^{\circ}\text{C}$;

(4) 锻制:采用二轻一重,二均匀的操作法制成钢锭;

所述的锻制是锻打开始以较小的变形量进行轻击,等塑性提高后酌情重击,临近终锻温度时再轻击,要求变形均匀,避免在同一位置反复撞击,锻打过程中要勤翻身,勤进料,每次进料量应小于钻宽,大于压下量,避免产生锤印和折迭,破坏表面。

[0007] 4) 热轧成盘:材料装入退火炉的温度: $\leq 600^{\circ}\text{C}$;升温时间 ≥ 120 分钟;加热温度:1000-1150℃;保温时间: ≥ 30 分钟,始轧温度: $\geq 1180^{\circ}\text{C}$;终轧温度 $\geq 950^{\circ}\text{C}$;

所述热轧极易产生划伤缺陷,微裂纹、折叠等缺陷,易导致在后续加工时出现应力聚积、断丝等现象,所以坯料进炉前应对对生产备件进行装配和调整,进、出口导卫必须在同一水平线上,并与轧辊保持最佳距离,以避免以上现象的产生。

[0008] 5) 酸白打磨:用硫酸浸泡、盐酸漂洗至白色,酸洗温度 50-80℃,酸洗时间 20-30min;检查材料表面情况,并对表面缺陷进行修磨处理;

酸洗液配比:

酸洗液配比	浓度 %	温度 $^{\circ}\text{C}$	时间
HCL:HN03:H2O=1:1: 余量	15	30-50	10-20

酸洗液配比	浓度 %	温度 $^{\circ}\text{C}$	时间
H2SO4:HN03:NaCl:H2O=4:1:1: 余量	30	50-70	10-15

所述的酸洗工序,浓度以配酸的重量计算,酸洗后的坯料必须浸洗和高压水冲洗干净,方便找出表面裂纹。酸洗后检查材料表面情况,如有表面缺陷(如毛边、包皮、裂纹),用手提式砂轮进行修磨处理。

[0009] 6) 第一次拉拔:作业前,先进行配模,按变形要求用聚晶模进行拉拔处理;

所述拉拔工序,需根据尺寸要求,选择合适孔型的模具,配模工艺标准如下:

单位(mm)“*”表示退火(退火温度参见《井式真空电炉热处理(退火)一览表》)

$\phi 12.0-\phi 11.0-\phi 10.0^*-\phi 8.0-\phi 7.0-\phi 6.0-\phi 5.0^*$

井式真空电炉热处理(退火)一览表

类别	状态	规格 mm	加热温度 $^{\circ}\text{C}$	保温时间	冷却方式
镍基合金	半成品	$\geq \phi 8$	800-850	≥ 40 分钟	空冷

7) 退火处理:将半成品放置在井式真空退火炉中进行退火处理,温度在 800℃-850℃,保温 1-2 个小时;

8) 酸洗检查:用硫酸浸泡、盐酸漂洗至白色,酸洗温度 50-80℃,酸洗时间 20-30min。检查材料表面情况,用手提式砂轮进行人工修磨,要求表面缺陷深度不超过 0.5mm;

9) 第二次拉拔:对修磨后的盘圆进行第二次连续拉拔;

10) 退火处理:将半成品放置在井式真空退火炉中进行退火处理,温度在 800℃-850℃,保温 1-2 个小时;

11) 圆盘剥皮 :对退火处理后的半成品采用盘圆剥皮以消除其表面氧化层 ;
12) 精拉 : (1) 配模 :需根据尺寸要求,选择合适孔型的模具,配模工艺标准如下 :
单位(mm) “*”表示退火(退火温度参见《井式真空电炉处理(退火)一览表》)

Φ 4.0—Φ 3.0—Φ 2.5—Φ 2.0*—Φ 1.48

Φ 4.0—Φ 3.0—Φ 2.5—Φ 1.8*—Φ 1.18

(2) 精拉 :每拉下一个规格都需进行酸洗检查 ;

13) 热处理 :将冷拉后的丝材放置在井式氩气保护光亮退火炉中进行热处理,热处理温度在 800℃ -850℃,保温 1-2 个小时后空冷,出成品。

[0010] 上述的退火热处理和热处理,可以改善或消除钢材在铸造、锻打、轧制等过程中所造成的各种组织缺失以及残余应力,并细化晶粒,防止了应力集中,从而降低了 4J42 在压制过程中的开裂几率,可以承受较大的变形量,具有较大的延伸率、断面收缩率、较好的塑性以及较高的韧性和强度。

[0011] 本发明采用以上技术方案,具有以下优点和积极效果 :针对原放电管电极用 4J42 合金丝的生产上存在的不足,采用真空感应熔炼炉有效地提高了合金钢的纯净度和组织结构均匀性,改善了钢锭的表面、内在质量,提高合金钢的性能,降低了钢中非金属夹杂物的含量和 H、O 的气体含量 ;通过脱氧、细化晶粒处理,扩大钢的变形量、延伸率、断面收缩率、较好的塑性以及较高的韧性和强度 ;钢锭进炉锻打、轧制前对生产备件进行装配和调整,避免过程中产生折叠或划伤,破坏产品表面,形成开裂的裂纹。对 4J42 半成品进行盘圆剥皮改善合金的表面质量,同时多次的酸洗、修磨、退火、拉拔,尽量做到表面零缺陷。

具体实施方式

[0012] 一种放电管电极用 4J42 合金丝的生产方法,具体步骤如下 :

1、真空熔炼 :

(1)、原料准备 :所述炉料为金川 Ni 板和超低碳材料,经烘烤后备用 ;

(2)、装料 :在真空感应熔炼炉中装入经烘烤后备用的将原料金川 Ni 板和超低碳炉料 ;

(3)、精炼 :低功率化料,融化 70% 后加大功率高速熔化,当全熔后待达到精炼温度 1600℃ 后进入精炼期,精炼保持至少 30 分钟 ;

(4)、浇注 :精炼后期转低真空 (10³—10⁻¹ Pa),大功率搅拌一分钟出钢,浇注电极。所用的盛钢桶应清洁,不应有冷钢、残渣,桶壁塞杆上不能有未烧尽的黑灰、油烟等。

[0013] 2、电渣重熔 :

(1)、引弧剂与重熔电渣系的调配 :按 1 : 1 的比例将萤石与二氧化钛制备成引弧剂, CaF₂、Al₂O₃ 和 CaO 按 7 : 2 : 1 制作重熔电渣系 ;

(2)、装炉 :把底盘、引弧剂、结晶器及电极安装好,装结晶器前必须先通水,并检查有无漏水现象,盘底上的垫粉和结晶器之间必须严密,垫粉内圈要尽量圆,水箱面要干燥、干净,放上引弧剂,以保证其导电性 ;

(3)、引弧造渣 :降低电极使电极与引弧剂接触,完成引弧工作,使引弧剂融化,加入重熔电渣系 ;

(4)、冶炼 :加渣时勺不允许和结晶器、电极棒同时接触或渣勺乱捣结晶器上的渣料,引弧电流为 500—1500A,渣全熔后再进行正常冶炼,控制电流 2500—3000A,电压 38—41V,使电

极熔化,直到结晶器装满为止;

(5)、补缩冷却:冶炼完结进行补缩,补缩电流逐渐变小,直到电流值变为 0 为止,补缩时间 3-5 分钟,将电极上升离开电渣面 3cm 以上才能停电,重熔钢锭在结晶器中冷却 30 分钟后脱锭空冷。

[0014] 3、锻打开坯:

(1)、预热:钢锭坯由室温加热到 850℃,应慢速加热,预热 30-50 分钟;

(2)、升温:钢钉坯快速加热升温到 1050-1150℃,勤翻锭坯,使其温度均匀化,保温 40-50 分钟;

(3)、保温:达到锻打温度时进行保温,保温 20 分钟进行锻打,始锻温度为 1100℃,终锻温度为 950℃。

[0015] (4)、锻制:锻制采用二轻一重,二均匀的操作法制成钢锭。锻打开始前和过程中应及时清理表面的炉渣、氧化皮、垃圾等,先以较小的变形量进行轻击,等塑性提高后酌情重击,临近终锻温度时再轻击,要求变形均匀,避免在同一位置反复撞击,锻打过程中要勤翻身,勤进料,每次进料量应小于钻宽,大于压下量,避免产生锤印和折迭,破坏表面。

[0016] 4、热轧成型:

(1)、材料装入退火炉的温度:≤ 600℃;

(2)、升温时间≥ 120 分钟;

(3)、加热温度:1100-1150℃;

(4)、保温时间:≥ 30 分钟;

(5)、始轧温度:≥ 1100℃;

(6)、终轧温度≥ 950℃;

进炉前对生产备件进行装配和调整,进、出口导卫必须在同一水平线上,并与轧辊保持最佳距离。轧制时不可高速轧制,可避免在轧制过程中产生折叠或划伤,破坏产品表面,形成开裂的裂纹。

[0017] 5、酸白打磨:核对材料牌号后,将材料散捆后放入酸洗池内浸没,酸洗浓度以配酸的重量计算,用硫酸浸泡、盐酸漂洗至白色,酸洗温度 30-70℃,酸洗时间 20-35 分钟,酸洗后的坯料必须浸洗和高压水冲洗干净、晾干,方便找出表面裂纹。检查材料表面情况,如有表面缺陷(如毛边、包皮、裂纹),用手提式砂轮进行修磨处理,注意带好防护工具。

[0018] 酸洗液配比:

酸洗液配比	浓度 %	温度℃	时间
HCL:HN03:H2O=1:1: 余量	15	30-50	10-20

酸洗液配比	浓度 %	温度℃	时间
H2SO4:HN03:NaCl:H2O=4:1:1: 余量	30	50-70	10-15

6、第一次拉拔:作业前,先进行配模,按以下方法操作:

(1)、拉丝轮滑工艺要求:作业前,先将盘丝放入配制好的润滑剂(见表 -1)中进行润滑,充分搅拌,涂层均匀。润滑后的盘丝应均匀摊开,进行日晒晾干或烘干。润滑盒应保持清洁干燥,清除盒内脏物及硬块。

[0019] 润滑剂配制比例

原材料名称	技术要求	数量(kg)
石墨粉	200-300#	50
机油	20#	50
肥皂		5
石灰		10
水		500

表 -1

(2)、配模工艺要求：需根据尺寸要求，选择合适孔型的模具，配模工艺标准如下：
单位(mm)“*”表示退火(退火温度参见《井式真空电炉热处理(退火)一览表》)

Φ 12.0—Φ 11.0—Φ 10.0*—Φ 8.0—Φ 7.0—Φ 6.0—Φ 5.0*

井式真空电炉热处理(退火)一览表

类别	状态	规格 mm	加热温度℃	保温时间	冷却方式
镍基合金	半成品	≥Φ 8	800-850	≥ 40 分钟	空冷

7、退火处理：：丝材进炉、炉内、出口处成一直线操作，以防丝材出现弯曲现象或与炉壁接触出现擦伤。确认丝材表面洁净、无润滑剂残留才能将其放置在井式退火炉中进行退火处理，温度在 800℃ -850℃，保温 1-2 个小时；

8)酸洗检查：用硫酸浸泡、盐酸漂洗至白色，酸洗温度 50-80℃，酸洗时间 20-30min。检查材料表面情况，用手提式砂轮进行人工修磨，要求表面缺陷深度不超过 0.5mm；

酸洗液配比	浓度 %	温度℃	时间
HCL:HN03:H2O=1:1: 余量	15	30-50	3-15

酸洗液配比	浓度 %	温度℃	时间
H2SO4:HN03:NaCl:H2O=4:1:1: 余量	30	50-70	5-10

9) 第二次拉拔：对修磨后的盘圆进行第二次连续拉拔；

10) 退火处理：再次将半成品放置在井式真空退火炉中进行退火处理，温度在 800℃ -850℃，保温 1-2 个小时；

11) 圆盘剥皮：对退火处理后的半成品采用盘圆剥皮以消除其表面氧化层；

12)精拉：(1)、拉丝润滑工艺要求：作业前，先将盘丝放入配制好的润滑剂(见表 -1)中进行润滑，充分搅拌，涂层均匀。润滑后的盘丝应均匀摊开，进行日晒晾干或烘干。

[0020] 配模工艺要求：需根据尺寸要求，选择合适孔型的模具，配模工艺标准如下：

单位(mm)“*”表示退火(退火温度参见《井式真空电炉处理(退火)一览表》)

Φ 4.0—Φ 3.0—Φ 2.5—Φ 2.0*—Φ 1.48

Φ 4.0—Φ 3.0—Φ 2.5—Φ 1.8*—Φ 1.18

(2)、精拉：每拉下一个规格都需进行酸洗检查，修磨处理。丝材拉拔完后应捆扎好，轻拿轻放，以免碰伤，擦伤。

[0021] 13)热处理：将冷拉后的丝材放置在井式氩气保护光亮退火炉中进行热处理，热处理温度在 800℃ -850℃，保温 1-2 个小时后空冷，出成品。

[0022] 本发明生产的放电管电极用 4J42 合金丝的生产方法的技术优势主要表现在以下几方面：

(1) 提高 4J42 材质的纯净度和表面质量

采用真空感应熔炼炉有效地提高了合金钢的纯净度和组织结构均匀性，改善了钢锭的表面、内在质量，提高合金钢的性能，降低了钢中非金属夹杂物的含量和 H、O 的气体含量；

4J42P 坯料进炉锻打、轧制前对生产备件进行装配和调整,避免过程中产生折叠或划伤,破坏产品表面,形成开裂的裂纹;第二次拉拔退火后进行盘圆剥皮,在进行细丝精拉,提高了产品的规格尺寸的均匀性,提高了丝材的长度和质量。

[0023] (2) 改善丝材的力学性能和组织结构,提高产品的加工性能

合理的控制退火热处理和热处理,改善或消除钢材在铸造、锻打、轧制等过程中所造成的各种组织缺失以及残余应力,并细化晶粒,以及通过脱氧、细化晶粒处理。扩大钢的变形量,防止了应力集中,从而降低了 4J42 在压制过程中的开裂几率,可以承受较大的变形量,具有较大的延伸率、断面收缩率、较好的塑性以及较高的韧性和强度;