

Структура и свойства проволоки из титанового сплава ПТ-7св после изотермического волочения

Анищенко А. С.

as4@ya.ru

Приазовский государственный технический университет, ул. Университетская 7, 87500, Мариуполь, Украина

Исследованы механические свойства, структура и степень насыщенности газами проволоки из сплава ПТ-7св после изотермического волочения. Изучено влияние температуры и вытяжки при изотермическом волочении на изменение вышеуказанных величин. Выявлено влияние температурно-скоростных, деформационных параметров волочения и режимов травления на величину предельных отклонений диаметра проволоки.

Ключевые слова: изотермическое волочение, проволока, механические свойства.

Structure and properties of wire from titanium alloy of ПТ-7св after isothermal drawing

A. S. Anishenko

Pryazovskiy State Technical University (PSTU), vul. Universytets'ka 7, 87500, Mariupol, Ukraine

Mechanical properties, structure and degree of saturation, with gases of wire from the alloy of ПТ-7св after isothermal drawing are investigated. Influence of temperature and extraction at the isothermal drawing on the change of foregoing sizes is studied. Influence of temperature, strain-rate, deformation parameters of drawing and modes of etching on the size of maximum rejections of diameter of wire is exposed.

Keywords: isothermal dragging, wire, mechanical properties.

1. Введение

Титановые сплавы вследствие высокой стоимости используются в основном в мелкосерийном производстве изделий, предусматривающих, в частности, сварку их отдельных частей сварочной проволокой.

Малое количество изделий в партии и относительно широкий спектр применяемых сварочных материалов обуславливает нецелесообразность использования технологий серийного производства титановой сварочной проволоки холодным волочением [1]. Для этих условий более подходят технологии изотермического волочения (ИВ) [2—5]. Однако в сравнении с холодным волочением повышенные температуры и низкие скорости деформации катанки определяют иные характеристики проволоки (структуру, механические свойства, степень насыщенности газами).

В связи с этим, целью настоящей работы явилось изучение структуры и свойств сварочной титановой проволоки для усовершенствования технологии ее ИВ, обеспечивающей соответствие требованиям ГОСТ 27265.

2. Материал и методика исследований

В качестве исходного материала для исследований использовали сварочную проволоку из сплава ПТ-7св

диаметром 7,0 мм, соответствующую требованиям ГОСТ 27265. Изотермическое волочение проволоки проводили на волочильном стане ВС 1/550 однократного действия, дополнительно оснащенном печами для нагрева деформируемого материала и фильер и вспомогательными емкостями для смазки проволоки. Подсмазочный слой (смазка ВАР-9), наносимый на проволоку перед нагревом, состоял из смеси графита, тринатрийфосфата и воды. Перед волочением нагретую проволоку с подсмазочным слоем пропускали через емкость, заполненную мелкодисперсным графитом.

Волочение осуществляли за несколько проходов без промежуточных отжигов и травлений с вытяжкой за один проход $\mu_i = 1,36 \div 1,44$ ($\mu_i = D_i^2 / D_{i+1}^2$, где D_i и D_{i+1} — диаметры проволоки до и после волочения на i -ом проходе). Изотермический режим деформации обеспечивали нагревом проволоки и фильер до температур $T = 800 \div 900$ °С, близких к температуре полиморфного превращения сплава ПТ-7св (870 °С).

Металлографическое исследование проволоки проводили на микроскопе ММР-4, шлифы травили в водном растворе плавиковой кислоты. Диаметр зерен измеряли с помощью окуляр-микрометра ($\times 100$) по ГОСТ 5639. Механические свойства проволоки определяли в соответствии с ГОСТ 10446 растяжением образцов с базовой длиной 100 мм на машине Р-0,5.

Массовую долю водорода измеряли методом вакуум-

нагрева по ГОСТ 24956 и импульсно-спектральным методом согласно РД 5.9184 в диаметральном сечении проволоки, для чего торцы образцов зачищали на глубину до $l = 0,3$ мм. Испытания производили на фотоэлектрическом стилометре ФЭС-1 с использованием вольфрамовых электродов. Оплавляемое электродом пятно на образце имело диаметр 2 мм, что позволяло приблизить точку замера к краю сечения не ближе, чем на 1 мм от него.

Газонасыщенный слой на поверхности проволоки выявляли путем замера микротвердости в нескольких диаметральных сечениях на приборе ПМТ-3 при нагрузке 50 граммов. Замеры производили от кромки поверхности образцов на глубину $2 \div 3$ мм, а также в центре сечения образцов. За газонасыщенный слой принимали слой α -фазы под микроскопом с микротвердостью на $780 \div 980$ МПа выше микротвердости центра образца.

Исследуемая технология изотермического волочения предусматривала нагрев проволоки до заданной температуры с оплавлением тринатрийфосфата на ее поверхности за время τ_n , в течение которого проволока перемещалась в рабочей зоне печи. При лимитированной длине рабочей зоны, равной $L = 1850$ мм, требуемое время нагрева обеспечивали экспериментальным подбором соотношения скорости волочения V и вытяжки на i -том проходе μ_i в соответствии с пропорцией:

$$\tau_n / L = \mu_i / V \quad (1)$$

Для проволоки диаметром $4 \div 7$ мм время нагрева составляло $20 \div 30$ с. С учетом этого при увеличении вытяжки за один проход необходимо было исходя из пропорции (1) повышать скорости волочения в пределах $V = 86 \div 260$ мм/с.

3. Результаты и их обсуждение

На рис.1 (кривые 1—4) представлены механические свойства проволоки, подверженной изотермическому волочению при 800 и 900 °С с различной суммарной вытяжкой μ . Зависимости δ ; $\psi = f(\mu)$ для проволоки, деформированной при 900 °С, в интервале вытяжек $1 < \mu < 2$, идентичны графикам 3, 4, а с увеличением вытяжек показывают незначительный рост пластических свойств: $\psi = 52\%$ и $\delta = 7,5\%$ при $\mu = 3,21$.

Ниже приведены формулы, полученные аппроксимацией экспериментальных значений σ_b , δ и ψ с погрешностью $6 \div 10\%$ и $8 \div 12\%$ соответственно для определения δ (%), ψ (%) и σ_b (МПа):

$$\sigma_b = -392,39 \mu e^{4,77 \left(\frac{T}{1000}\right)^2 - 4,19} + 914,39$$

$$\delta = (0,11 \mu^2 + 4,85 \mu + 1,49)^{-1} \cdot 10^2 \quad ;$$

$$\psi = 2,97 \mu^2 - 9,79 \mu + 48,82$$

На наш взгляд, упрочнение проволоки и снижение ее пластичности, не характерные для изотермической деформации [6], обусловлены различными температурно-скоростными условиями ИВ. Нагрев проволоки до 800 °С требует меньшего времени, чем нагрев до 900 °С. Следовательно, при одинаковой вытяжке за проход скорость волочения при 800 °С в соответствии с пропорцией (1) должна быть выше скорости волочения

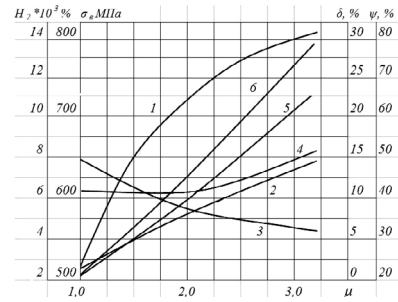


Рис. 1. Влияние вытяжки и температуры волочения на механические свойства и наводораживание проволоки из сплава ПТ-7св: 1,2 - $\sigma_b = f(\mu)$, $T = 800, 900$ °С; 3 - $\delta = f(\mu)$, $T = 800$ °С; 4 - $\psi = f(\mu)$, $T = 800$ °С; 5,6 - $H_2 = f(\mu)$, $T = 800, 900$ °С.

при 900 °С, что вызывает дополнительный рост скоростного упрочнения деформируемого материала, не исчезающий в испытуемых образцах вследствие быстрого охлаждения проволоки на участке между фильерой и барабаном стана. Тем не менее, уровень значений σ_b , δ и ψ позволяет волочить проволоку без промежуточных отжигов при условии возобновления смазки и подсмазочного слоя на каждом проходе.

Просмотр нетравленных микрошлифов на микроскопе при увеличении $\times 100$ и $\times 500$ показал, что загрязненность металла неметаллическими включениями незначительна и не превышает 0,5 балла по ГОСТ 1778. Отдельные несплошности и другие дефекты типа осевой пористости в исследуемых сечениях отсутствуют.

На шлифе из исходной проволоки диаметром 7,0 мм после травления была выявлена полиэдрическая равноосная структура с признаками пластинчатости (~25% площади шлифа), средний диаметр зерна был равен 49 мкм, значения микротвердости на расстоянии $25 \div 50$ мкм от края шлифа находились в пределах $2245 \div 2630$ МПа. В центральных зонах шлифа металл был мягче, микротвердость зерен с пластинчатым строением колебалась в пределах $2050 \div 2235$ МПа, а зерен без признаков пластинчатости — в пределах $1735 \div 1990$ МПа.

Волочение при 900 °С формировало в проволоке перегретую структуру с грубопластинчатым внутризерненным строением, средний диаметр зерна увеличивался до $65 \div 85$ мкм, с ростом вытяжки микротвердость возрастала преимущественно в поверхностных слоях и при $\mu = 3,27$ была равна $2050 \div 2450$ МПа в центре и $2370 \div 3310$ МПа на периферии сечения проволоки. Глубина газонасыщенного слоя в среднем была равна 56 мкм. Интенсивный рост α -слоя наблюдался в основном при волочении на первых двух проходах: при вытяжке $\mu_1 = 1,39$ α -слой имел глубину в среднем 48 мкм, который затем незначительно увеличивался с ростом вытяжки.

Снижение температуры нагрева проволоки до 800 °С уже при вытяжке $\mu = 2,00$ приводило к образованию мелкозернистой структуры с полиэдрическим равноосным зерном диаметром $20 \div 25$ мкм и микротвердостью, равной в центре и на периферии шлифа соответственно $2540 \div 2715$ и $2900 \div 3725$ МПа. Газонасыщенный слой формировался, как и в предыдущем случае, на первых двух проходах и имел глубину 50 мкм. Кроме того, на периферии образцов чаще встречались участки, полностью свободные от α -фазы.

Выявленная кинетика роста α -фазы, по нашему мнению, обусловлена степенью защиты поверхности проволоки от газонасыщения при высоких температурах. На первых проходах подмазочный слой невелик, поэтому интенсивность взаимодействия титана с газами сравнительно высока. На последующих проходах поверхность проволоки перед нагревом покрыта несколькими сухими слоями, состоящими из смазки ВАР-9 и мелкодисперсного графита, поверх которых наносится очередной водный раствор ВАР-9, а на него — очередной слой графита. В совокупности это в большей степени ограничивает доступ газов к поверхности проволоки.

Следует отметить, что как в исходной, так и в деформированной проволоке несмотря на наличие α -фазы массовая доля кислорода равна $O_2 = 0,085 \div 0,090\%$ и лишь для проволоки, деформированной при 900°C с вытяжкой $\mu = 3,27$, она превышает на $0,01\%$ верхний предел ГОСТ 27265 ($O_2 \leq 0,12\%$). Еще меньше насыщенность металла азотом: $N_2 = 0,01\%$ при норме $N_2 \leq 0,03\%$.

Вместе с тем наличие подмазочных слоев и графита на поверхности проволоки не предохраняет металл от наводороживания при волочении. Оно тем интенсивнее, чем больше время τ_n пребывания проволоки в печи, определяемое из пропорции (1), и выше температура нагрева. Как видно из рис.1 (кривые 5—6), одна минута пребывания проволоки в печи при $T = 800 \div 900^\circ\text{C}$ ($\mu = 1,96$) в три раза увеличивает содержание водорода на глубине 1 мм от боковой поверхности металла. При продолжительности нагрева проволоки 110 секунд (волочение за 4 прохода с $\mu = 3,17$) наводороживание тех же слоев металла превышает исходный показатель в $5,5 \div 7$ раз при норме $H_2 \leq 0,002\%$. Вакуум-нагрев в отличие от спектрального анализа показывает, что массовая доля водорода во всем объеме испытуемого металла заметно ниже и для проволоки, деформированной при 800 и 900°C ($\mu = 3,17$), составляет $(3 \div 6) \times 10^{-3}$ и $(4 \div 7) \times 10^{-3}\%$ соответственно.

Интенсивное насыщение титановых сплавов водородом происходит при их травлении. Степень наводороживания металла зависит от состава травильного раствора, температуры и продолжительности травления. Для ИВ с подмазочным слоем ВАР-9, были уточнены режимы химической обработки сплава ПТ-7св. Остатки смазки, а затем α -слой наиболее эффективно удалялись с поверхности проволоки в $20 \div 40\%$ -ом растворе серной кислоты после выдержки $20 \div 30$ минут при $70 \div 80^\circ\text{C}$. Наводороживание образцов с исходным содержанием

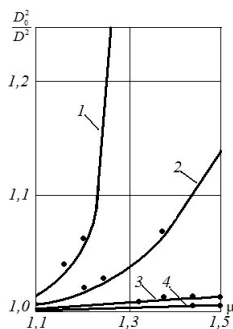


Рис. 2. Влияние температуры и вытяжки μ в фильерах на вытяжку μ проволоки при бесфильтерном волочении: • экспериментальные данные; 1 - $T=700^\circ\text{C}$; 2 - $T=750^\circ\text{C}$; 3 - $T=800^\circ\text{C}$; 4 - $T=850^\circ\text{C}$.

ем водорода $H_2 = (1,8 \div 2,2) \times 10^{-3}\%$ возрастало до $H_2 = (12,6 \div 18,0) \times 10^{-3}\%$ непосредственно на торцевой поверхности и до $H_2 = (2,8 \div 4,7) \times 10^{-3}\%$ после обточки торца образца на глубину $l = 0,3$ мм.

Процесс травления проволоки сопровождался уменьшением ее диаметра на $0,05 \div 0,15$ мм, который становился тем меньше, чем выше концентрация серной кислоты и ниже прочность сцепления подмазочного слоя с поверхностью металла. В свою очередь, подмазочный слой наиболее прочно удерживался при температурах волочения, близких к температурам оплавления ($T = 450 \div 500^\circ\text{C}$) входящего в состав смазки ВАР-9 тринатрийфосфата. В связи с этим, для повышения точности размеров проволоки с учетом оптимизации процесса травления при проектировании технологических маршрутов волочения была снижена температура нагрева проволоки с 900 до 800°C и учтены потери металла $0,05 \div 0,07$ мм при травлении.

Однако не только травление проволоки уменьшало ее диаметр после ИВ в фильерах. Было установлено, что волочение в фильерах при температурах, превышающих 500°C , сопровождается также бесфильтерным волочением (БФВ) проволоки на участке $S = 430$ мм между фильерой и барабаном стана [2].

БФВ [6—7] в изотермических условиях представляет собой разновидность высокотемпературной ползучести при постоянном усилии P и может быть описано степенной функцией:

$$\sigma = C\xi^m \quad (2)$$

где σ — напряжение бесфильтерного волочения, МПа; ξ — скорость деформации при бесфильтерном волочении, с^{-1} ; $\xi = -2dD/D$, D — диаметр проволоки, мм; C, m — коэффициенты.

Если учесть естественное охлаждение проволоки на участке S изменением коэффициента C (при $m = \text{const}$):

$$C = kt^{c\tau}$$

где τ — время охлаждения (бесфильтерного волочения) проволоки, с ; α, k — константы; $t = T/1000$, T — температура деформации, $^\circ\text{C}$, то после преобразований и последующего интегрирования функции (2) получим:

$$D = \left[D_0^{2n} + \left(\frac{4P}{k\pi} \right)^n \frac{1}{(\alpha \cdot \ln t)} (t^{-\alpha n\tau} - 1) \right]^{\frac{1}{2n}}, \quad (3)$$

где D_0 — диаметр проволоки на выходе из фильеры, мм; $n = 1/m$.

По разработанной технологии [2] перед обжатием в фильере проволока за время τ_n прохождения рабочего участка L электропечи нагревается до оптимальной температуры, что обеспечивается соответствующим подбором скорости волочения V и вытяжки μ в соответствии с уравнением (1).

Экспериментально установлено, что время τ_n линейно зависит от диаметра нагреваемой проволоки D ($D = D_0 \sqrt{\mu}$), то есть справедлива зависимость:

$$\tau_i = qD_0 \sqrt{\mu},$$

где $q = 5,0$ с/мм.

Параметры V и μ , в свою очередь, определяют время бесфильтерного волочения: $\tau = S/V$ или $\tau = 1,16D_0/\mu$.

Усилие бесфилерного волочения, очевидно, такое же, как и для волочения в фильерах. Поэтому для расчетов изменения диаметра при БФВ в соответствии с формулой (3) усилие волочения определяем по формуле [8]:

$$P = \frac{p\pi D_0^2}{4} \left\{ \frac{b}{a} \left[1 - \left(\frac{1}{\mu} \right)^a \right] + 0,77fg\gamma \right\}$$

где $a = ftg\gamma$, $b = 1 + ftg\gamma$, f - коэффициент трения, $f = 0,08$; γ - полуугол фильеры, равный 7° ; p - сопротивление деформации сплава, МПа (в нашем случае оно соответствует напряжению бесфилерного волочения σ).

Аппроксимация экспериментальных данных по БФВ позволила определить численные значения коэффициентов, входящих в уравнение (2):

$$\sigma = 113,54t^{-0,804t} \xi^{0,229}$$

Значение параметра $m = 0,229$ в уравнении (2) позволяет предположить, что при БФВ имеет место деформация титанового сплава ПТ-7св, близкая к сверхпластической.

На рис.2 представлены экспериментальные и рассчитанные по формуле (3) данные по влиянию температуры и вытяжки в фильерах на характер БФВ проволоки диаметром $D_0 = 4,0$ мм. С ростом температуры устойчивость волочения проволоки возрастает (нет обрывов), поскольку практически отсутствует бесфилерное волочение. Это связано с тем, что повышение температуры волочения вызывает резкое падение сопротивления деформации обрабатываемого сплава, которое обеспечивает в уравнении (3) более интенсивное уменьшение множителя $(4P/k\pi)^n$ в сравнении с ростом величины $(\alpha \ln t)^{-1} (t^{-\alpha n} - 1)$.

Таким образом, диаметр проволоки на выходе из фильер почти не изменится, если волочение производить при максимально допустимой температуре деформации. В этом случае даже при больших вытяжках $\mu = 1,3 - 1,5$ (и соответственно больших скоростях волочения вплоть до $V = 145$ мм/с) уменьшение диаметра D_0 не превышает 0,2 мм, что допускается ГОСТ 27265 на титановую проволоку.

Однако для двухфазных титановых сплавов верхний предел температуры деформации ограничивается температурой полиморфного превращения. Кроме того, при температурах $T > 600^\circ\text{C}$ происходит интенсивное наводороживание титановых сплавов. В связи с этим, целесообразнее волочить проволоку на последних проходах при $T = 750 - 800^\circ\text{C}$, $\mu = 1,2 - 1,3$ с соответствующим диапазоном $V = 145 - 260$ мм/с, увеличив диаметры D_0 фильер на величину, рассчитанную по формуле (3).

В частности, изготовление проволоки диаметром 1,5 мм из сплава ПТ-7св предполагает изотермическое волочение за 11 проходов катанки диаметром 7,0 мм с вытяжкой, уменьшаемой с 1,44 до 1,22, скоростью волочения, увеличиваемой со 100 до 260 мм/с, и температурой, снижаемой с 850 до 750°C . Диаметр D_0 фильеры на 11-ом проходе с учетом вытяжки при БФВ и температурной усадки увеличен с 1,5 до 1,63 мм.

Для осветления проволоки перед отжигом наиболее подходящим оказался (7÷12) %-ый раствор азотной кислоты с добавкой 0,8÷1,5% плавиковой кислоты (время обработки — 2÷5 минут). Массовая доля водорода на торцевой поверхности образцов после осветления уменьшилась на $(0,9 \div 1,8) \times 10 - 3\%$, а объемное содержание водорода в образцах оказалось в пределах $(1,0 \div 1,2) \times 10 - 3\%$, что несколько ниже, чем для травленых и осветленных титановых

листов.

С целью удаления водорода и обеспечения требуемых ГОСТ 27265 механических свойств проволоку подвергали вакуумному отжигу при температурах, близких к температуре полиморфного превращения. Оптимальный режим отжига: вакуумирование пространства печи до достижения давления 1×10^{-5} мм ртутного столба, нагрев металла до $820 \div 840^\circ\text{C}$, выдержка в течение 8 часов, охлаждение с печью. Такой отжиг обеспечивал для проволоки следующий уровень механических свойств: $\sigma_b = 558 \div 596$ МПа, $\delta = 28 \div 32\%$ при газонасыщенности водородом $H_2 = (1,6 \div 1,8) \times 10 - 3\%$.

Заключение

Изготовление проволоки из титанового сплава ПТ-7св, соответствующей по уровню механических свойств, газонасыщенности и точности размеров требованиям ГОСТ 27265, может быть осуществлено изотермическим волочением при 800°C с вытяжкой за проход $\mu_1 = 1,22 \div 1,44$ и скоростью волочения $V = 86 \div 260$ мм/с, травлением и осветлением в растворах серной, азотной и плавиковой кислот и вакуумным отжигом при $820 \div 840^\circ\text{C}$ в течение 8 часов.

Литература

1. V.N. Trifonov. Doklady 1-oi Mezhdunarodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferencii po titanu stran SNG. VILS M.: (1994) 617 p. (in Russian) [В.Н. Трифонов. Доклады 1-ой Международной научно-технической конференции по титану стран СНГ. М.:ВИЛС. (1994) 617 с.]
2. A.S. Anishenko. Voprosy materialovedeniya. 2, 4553 (1995). (in Russian) [Анищенко А.С. Вопросы материаловедения. 2, 45 (1995).]
3. T. Furushima, K. Manabe, T. Sakai. Materials Transactions 49 (6), 1365 (2008).
4. T. Furushima, K. Manabe. Journal of the Japan Society for Technology of Plasticity. 48 (552), 51 (2007).
5. Thermo-Mechanical Investigation of Dieless Wire Drawing Process by Hani Jafari B.A. Eastern Mediterranean University. 2008. A thesis submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of master of applied science. (2013) 111 p.
6. O.M. Smirnov. Obrabotka metallov davleniem v sostoianii sverkhplastichnosti. M.:Mashinostroenie. (1979) 186 p. (in Russian) [Смирнов О.М. Обработка металлов давлением в состоянии сверхпластичности. М.: Машиностроение. (1979) 186 с.]
7. A.B. Ivantsov, V.G. Ryzhkov. Analyticheskiy obzor publikatsiy po besfilernomu volocheniu provoloki. Obrazovanie. Nauka. Proizvodstvo. Sbornik nauchnykh trudov. 3, 72 (2007). (in Russian)
8. I.N. Nedoviziy, A.A. Tarnavskiy. Skorostnoe volochenie nizkolegirovannoi stalnoi provoloki. M.: Metallurgizdat. (1954) 188 p. (in Russian) [И.Н. Недовизий, А.А. Тарнавский. Скоростное волочение низколегированной стальной проволоки. М.:Металлургиздат. (1954) 188 с.]