

На правах рукописи



Иванова Мария Александровна

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ И ТЕКСТУРЫ
ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ МЕДНОЙ ПРОВОЛОКИ В ПРОЦЕССЕ ЕЕ ПОЛУЧЕНИЯ**

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Екатеринбург – 2014

Работа выполнена в ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»

Научный руководитель:

кандидат технических наук, доцент Демаков Сергей Леонидович

Официальные оппоненты:

Потехин Борис Алексеевич, доктор технических наук, профессор, ФГБОУ ВПО «Уральский государственный лесотехнический университет», заведующий кафедрой «Технология металлов».

Хлебникова Юлия Валентиновна, кандидат технических наук, ФГБУН Институт физики металлов Уральского отделения Российской академии наук, старший научный сотрудник лаборатории физического металловедения.

Ведущая организация:

ФГБУН Физико-технический институт Уральского отделения Российской академии наук, г. Ижевск.

Защита диссертации состоится «05» декабря 2014 г. в 16³⁰ на заседании диссертационного совета Д 212.285.04 на базе в ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» по адресу: 620002, г. Екатеринбург, К-2, ул. Мира, 28, в аудитории Мт-329, Институт материаловедения и металлургии.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», <http://dissovet.science.urfu.ru/news2/>

Автореферат разослан «__» октября 2014 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета Д 212.285.04



Л. А. Мальцева

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

В производстве проводников тока и теплотехнике используется медь как материал, обладающий высокими показателями электро- и теплопроводности. Судя по результатам литературного обзора, за рубежом в последнее время вырос интерес к проблемам формирования физико-механических свойств функциональных проводниковых материалов в связи с необходимостью стабилизации свойств проводников тока и повышению их надежности, в том числе в тяжело нагруженных кабельных системах, обмотках двигателей и генераторов и слаботочных сетях ЭВМ. Так же за последние годы непрерывно совершенствовались технологии производства изделий из меди, ее марки, методики исследования. В результате оказалось, что старые подходы к объяснению явлений, возникающих в производственных условиях, перестали выполнять свою роль. В электротехнической промышленности вышли на значения электропроводности на уровне 101 % по шкале IACS и на изготовление тонкой проволоки, в том числе нужд электроники и ЭВМ, на уровень 50 мкм и менее. В результате больших деформаций зеренная структура металла достигла уровня наноразмеров, а сами заготовки оказались в большой степени текстурированными, как за счет очень высокого уровня деформаций, так и за счет отсутствия промежуточных отжигов, последнее диктуется энерго- и ресурсосбережением. К проводникам тока, работающим в сложных электрических сетях, в том числе интегрированных ЭВМ, стали предъявляться требования повышенной надежности, что требует создания технологий, приводящих к получению малодефектного металла. Особый интерес представляют процессы структурообразования и формирования текстур при больших накопленных деформациях. Несмотря на огромный объем проведенных ранее исследований на данный момент нет однозначного представления о формировании текстуры деформации, и об ее влиянии на текстуру рекристаллизации.

Параллельно с этим большой интерес представляет изучение взаимодействия включений с медной матрицей в ходе термомеханической обработки. Кислородсодержащая электротехническая медь выступает как дисперсно-упрочненный композиционный материал, где роль упрочняющих частиц выполняют оксиды. При этом роль упрочняющих частиц закиси меди в медной матрице является предметом изучения ограниченного числа исследователей. Тогда как влияние включений в меди оказывается часто настолько велико, что ставит под сомнение процесс производства, особенно это касается тонких и тончайших размеров.

Из приведенных данных следует, что в научной среде проявляется постоянный интерес к проблемам, возникающим при термомеханическом воздействии на медь. Это говорит об

актуальности проблемы. Из изложенных данных выявлены также слабо изученные области: это взаимодействие упрочняющих матрицу частиц на всех этапах термомеханической обработки. Слабо изученной проблемой является влияние текстурования на макро и микроуровне на деформированное состояние при механическом и тепловом воздействии.

Работа выполнена в соответствии с основными направлениями научной деятельности кафедры «Термообработка и физика металлов» ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина» в рамках государственного задания Минобрнауки РФ (коды проектов № 3.829.2011, №11.1465.2014/К, №2329), проектов в федеральной целевой программе «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009-2013 годы (госконтракты № 02.740.11.0160, № 02.740.11.0537), а так же хозяйственной темы № Н 977.210.081/12 с ОАО «Катур-Инвест».

Целью данной работы являлось исследование процессов структурообразования и формирования текстуры заготовок, полученных в условиях промышленного производства из меди марки М001, на всем этапе производства медной проволоки: от непрерывно литой заготовки до катанки и изготовления проволоки различных диаметров.

В работе были поставлены и решены следующие **задачи**:

1. Исследовать особенности формирования структуры и текстуры в медных полуфабрикатах (катанка, проволока различных диаметров).
2. Проанализировать взаимосвязь изменений структуры, текстуры и механических свойств катанки и проволоки в зависимости от сечения, а так же температуры, времени и способа рекристаллизационного отжига.
3. Исследовать взаимодействие частиц оксида меди с медной матрицей в ходе деформации и отжига.

Научная новизна работы

1. Впервые экспериментально установлено сложное текстурное строение деформированной медной проволоки, в котором присутствуют не менее 4 зон в радиальном направлении. Первые две (центральные) зоны имеют в основном аксиальный тип текстуры, в третьей и четвертой (периферийных) зонах развивается локальная ограниченная двухкомпонентная(цилиндрическая) текстура. Схема развития текстуры по сечению проволоки от центра к периферии:

$$\langle 111 \rangle \rightarrow \{112\} \langle 111 \rangle \rightarrow \{111\} \langle 112 \rangle;$$

$$\langle 100 \rangle \rightarrow \{110\} \langle 100 \rangle \rightarrow \{111\} \langle 112 \rangle.$$

Построена диаграмма изменения параметров текстурных зон в зависимости от степени деформации. Обнаружено, что последовательность развития текстуры деформации в медной

проволоке не зависит от исходного текстурного состояния (бестекстурное или текстура рекристаллизации), которое оказывает влияние только на относительную интенсивность компонент.

2. Показано наличие зональной наследственности текстуры рекристаллизации от текстуры деформации при кратковременном отжиге в медной проволоке в диапазоне температур 300...550 °С.

3. Установлено, что при волочении частицы оксида меди являются источниками зарождения пор, расположенных вблизи частиц вдоль оси проволоки. Длина пор нарастает по маршруту волочения по мере накопления степени деформации и коэффициента вытяжки. Обнаружено явление сфероидизации деформационных пор вокруг частиц оксидов меди в ходе проведения отжига при температурах свыше 600 °С.

Практическая значимость работы

1. Предложен способ оценки правильности настройки литейной машины по симметричности дисперсий твердости и модуля упругости проб катанки в поперечном сечении, позволяющий производить коррекцию параметров работы агрегата непрерывного литья и деформации без его остановки.

2. На основе ДМА метода предложен способ изучения первичной рекристаллизации в медной проволоке по изменению модуля упругости (патент на изобретение RU 2496103), который обеспечивает возможность нахождения температуры начала рекристаллизации для корректировки технологических параметров отжига. Предлагаемый способ может быть применен в лабораториях металлургических предприятий и исследовательских учреждений.

3. Построены зависимости изменения среднего размера зерна, механических свойств и текстурного состояния от силы тока при электроконтактном отжиге на волочильной машине. Обнаружено наличие минимума на кривых $\sigma_{0,2}$ и σ_B . Для получения пластичного состояния при сохранении достаточной жесткости (для укладки витков при смотке), рекомендовано проведение промежуточного отжига при силе тока 1780 А на машине R501.

На защиту выносятся следующие основные положения и результаты

1. Формирование структурного и текстурного состояний на стадии волочения. Изменение текстуры по радиусу и в отдельных зонах полуфабрикатов в процессе волочения.

2. Влияние промежуточного отжига на текстуру, структуру и свойства медной проволоки.

3. Взаимодействие частицы оксида меди с медью в процессе волочения и отжига.

Апробация работы

Материалы диссертации были доложены и обсуждены на 9 научно-технических конференциях и семинарах, в том числе: XI – XIV Международной Уральской школе-семинаре металлургов – молодых ученых (Екатеринбург, 2010-2013 гг.), XXI Уральской школе металлургов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (2012 г.), XIV областном конкурсе НИР «Актуальные проблемы развития технических наук» (Екатеринбург, 2011 г.), VI Всероссийской научно-технической конференции «Физические свойства металлов и сплавов» (Екатеринбург, 2011 г.), XI конференции молодых ученых и специалистов (Санкт-Петербург, 2012 г.), III Всероссийской школе-конференции Молодых учёных «Современные проблемы металловедения» (Абхазия, Пицунда, 2013 г.), The Sino-Russian Young Scientist Forum and Symposium on Advanced Materials and Processing Technology (Qingdao, China, 2014 г.).

Публикации

По материалам исследования опубликованы 20 печатных работ, отражающие основное содержание диссертации, 10 из них в журналах, входящих в перечень рекомендованных ВАК.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 6 глав, общих выводов по работе, библиографического списка из 98 наименований, 2 приложений; изложена на 168 страницах, включает 126 рисунков, 9 таблиц.

Автор выражает благодарность научному сотруднику лаборатории структурных методов анализа и свойств материалов и наноматериалов ЦКП УрФУ Карабанову Максиму Сергеевичу за помощь в проведении электронномикроскопических исследований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении показана актуальность решения существующей научно-технической проблемы получения электротехнической медной проволоки, научная новизна и практическая значимость работы. Сформулированы цель и задачи работы.

Первая глава содержит аналитический обзор литературы. Рассмотрены и проанализированы процессы формирования текстуры деформации и рекристаллизации в меди, а так же связь текстуры с анизотропией свойств. Проведен анализ легирования кислородом технической меди. Показана технология производства электротехнической медной проволоки.

Сформулирована цель работы и поставлены задачи исследования.

Во второй главе приведено описание исследуемого материала, технологии получения медной проволоки и методик исследования.

В качестве материала для исследования были выбраны полуфабрикаты из меди марки М001, марочный состав приведен в таблице 1.

Таблица 1 – Марочный состав меди М001 (ГОСТ Р 53803)

Содержание химических элементов, масс. %										
Cu	Bi	Sb	As	Fe	Se	Te	Pb	S	O	Ag
не менее	не более									
99,96	0,0002	0,0004	0,0005	0,001	0,0002	0,0002	0,0005	0,0015	0,04	0,0025

Данные полуфабрикаты были получены в промышленных условиях. Катанка получена методом CONTIROD из катодов марки М00к. В процессе CONTIROD в ходе горячей деформации коэффициент вытяжки составляет 167, степень деформации (логарифмическая) равна 5,1, а накопленное относительное обжатие 99 %.

Катанка диаметром 8 мм из меди марки М001 подвергается волочению с получением проволоки диаметром до 1,38 мм на стане многократного волочения MSM 85 за 12 проходов при скорости волочения на последнем тянущем шкиве 20 м/с. На стадии холодной деформации суммарный коэффициент вытяжки составляет 33,6; степень деформации (логарифмическая) равна 3,5, а накопленное относительное обжатие составляет 97 %. Далее следует волочение на многониточной волочильной машине с получением проволоки диаметром до 0,26 мм.

Текстурный анализ проводили методом дифракции отраженных электронов (ДООЭ) на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6490LV с программно-аппаратным комплексом регистрации и анализа картин дифракции Nordlys HKL Channel 5® и на двулучевом электронно-ионном микроскопе (системе) ZEISS CrossBeam AURIGA. Термический анализ проводили на приборе синхронного термического анализа STA 449 C Jupiter методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Анализ тонкой структуры проводили методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEM 2100. Измерение твердости по Виккерсу и модуля упругости проводили с помощью прибора MHTX CSM Instruments по методике Оливера и Фарра при нагрузке 1 Н. Испытания механических свойств на растяжение были выполнены на машине Instron 3382 по ГОСТ 1497. Для определения модуля упругости металла был использован метод динамического механического анализа, который был осуществлен на приборе DMA 242 C фирмы NETZSCH методом трехточечного изгиба.

В **третьей главе** рассмотрено структурное и текстурное состояние медной катанки диаметром 8 мм.

Методом ДОЭ был проведен анализ текстуры катанки в различных местах поперечного сечения для установления наследственности от литой структуры. Было установлено, что для центральных областей катанки и для периферии тип прямых полюсных фигур (ППФ) различен. Из ППФ (рисунок 1 *а*) видно, что текстура центральной зоны полуфабриката представлена слабовыраженной текстурой рекристаллизации, которая повторяет текстуру прокатки $(1\bar{1}0)[112]$ и $(\bar{1}10)[112]$. А на периферии наблюдается слабовыраженная текстура рекристаллизации, близкая к текстуре волочения с двумя главными направлениями $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ (рисунок 1 *б*).

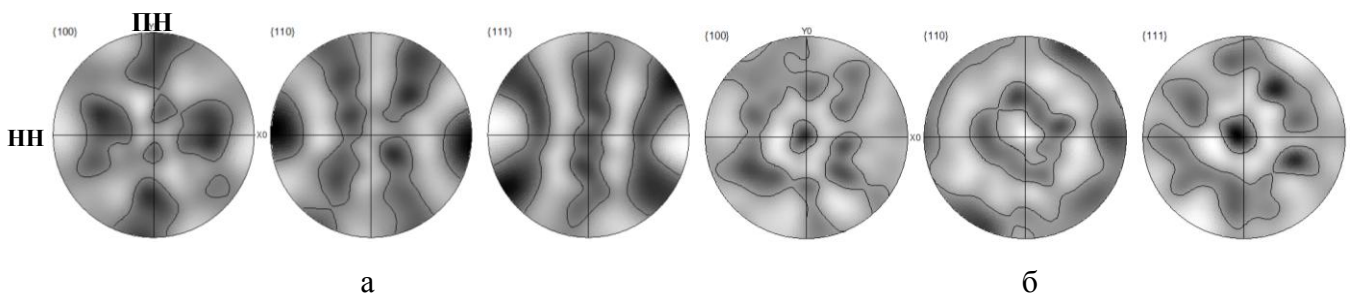


Рисунок 1 – ППФ центральной зоны катанки (а) и периферийной зоны катанки (б) ($I_p < 2,5$)

Измерения микротвердости и модуля упругости в горизонтальном и вертикальном направлениях поперечного сечении катанки показали, отклонение от нормального распределения модуля упругости, измеренного в горизонтальном направлении (рисунок 2), что указывает на наличие факторов, способствующих возникновению неоднородности свойств в горизонтальном направлении. Эпюра распределения твердости в литой заготовке также несимметрична. Так как на совмещенных установках литья – деформации невозможно отобрать темплеты литой заготовки без остановки всего агрегата, то о правильности настройки литейной машины можно судить только по косвенным признакам. Наиболее удобным с технологической точки зрения является отбор проб на завершающей стадии обработки – получения катанки.

В **четвертой главе** изучали формирование структуры и текстуры на этапах волочения медной проволоки.

Установлено, что в ходе деформации в центре проволоки формируется двухкомпонентная аксиальная текстура $\langle 100 \rangle + \langle 111 \rangle$, характерная для меди после волочения (преобладание синего и красного цветов, согласно ориентационному треугольнику). Всем известное классическое соотношение 40 % на 60 % реализуется только в центральной области проволоки. При удалении от центра происходит переход – направления $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$

смещаются по стороне стереографического треугольника 111-100 в область ориентаций <112> (розовый и фиолетовый цвет). Таким образом, текстуре волочения меди в данном случае отвечают лишь центральные области, в то время как основной объем имеет другую текстуру (рисунок 3).

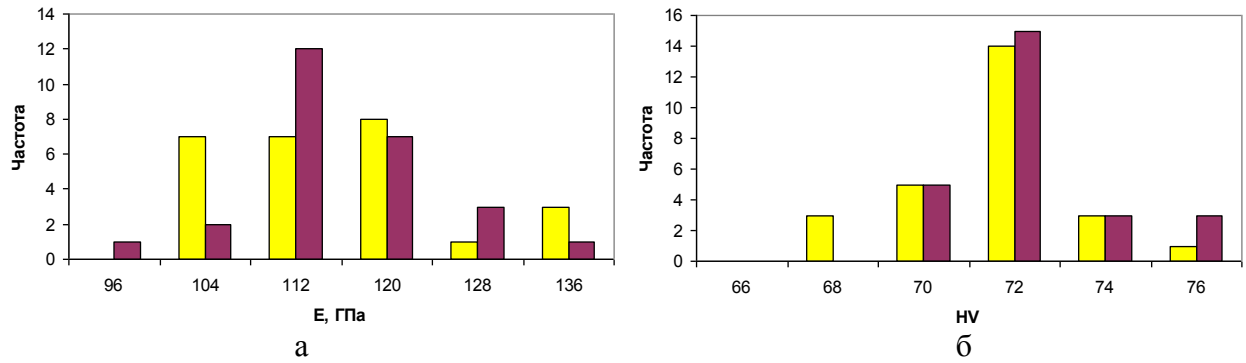


Рисунок 2 – Определение твердости и модуля упругости: а – частотная диаграмма модуля упругости (светлые столбцы – измерения по горизонтали, темные столбцы – по вертикали; в – то же для твердости по Виккерсу

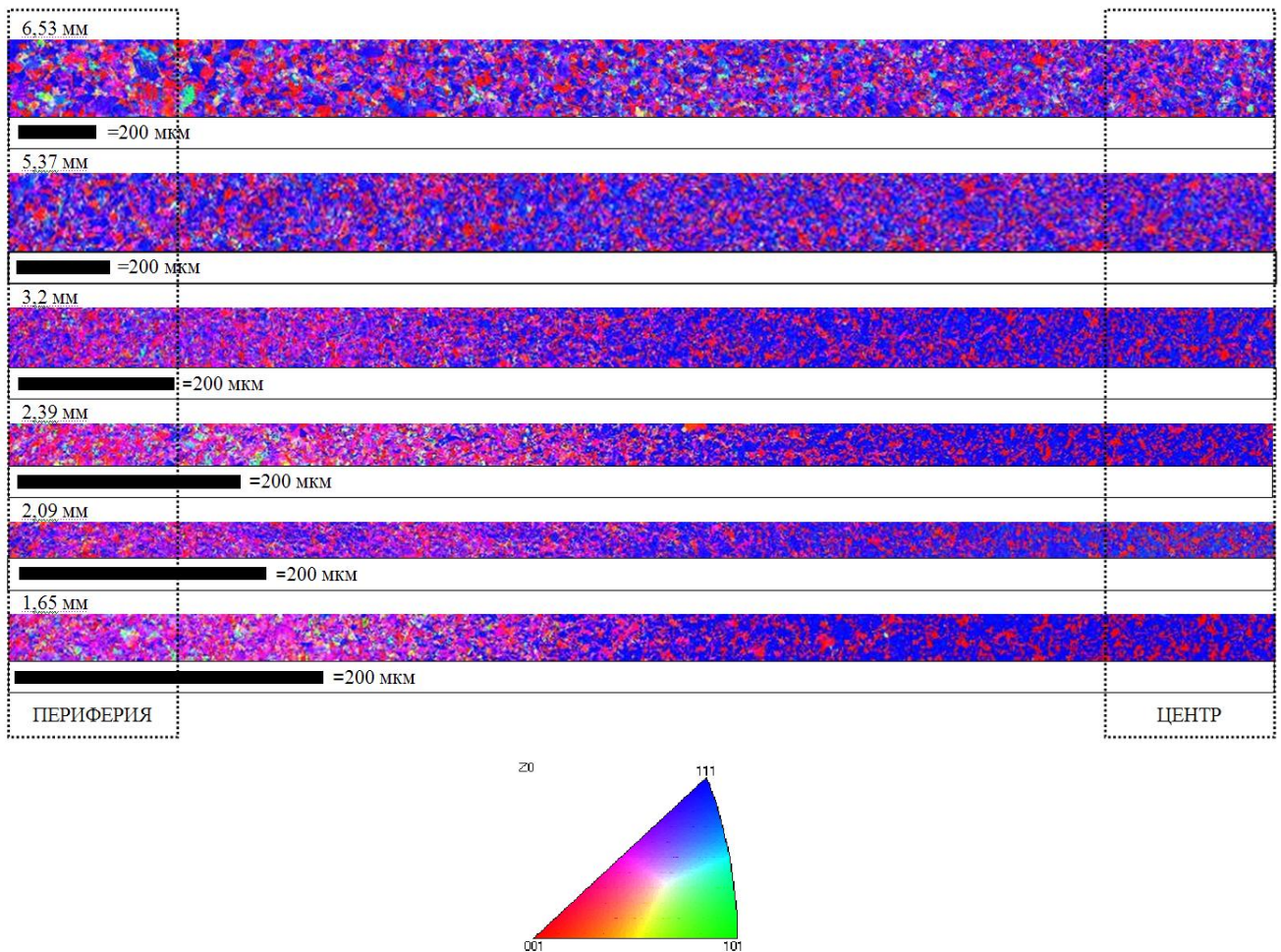


Рисунок 3 – Карты ориентации кристаллитов поперечного сечения проволок на стадии «грубого» волочения вдоль направления деформации

Показано, что направление $\langle 111 \rangle$ имеет симметричный наклон относительно оси деформации с противоположных по радиусу сторон (рисунок 4). В данном случае можно говорить о формировании конусной (цилиндрической) текстуры в периферийных областях проволоки.

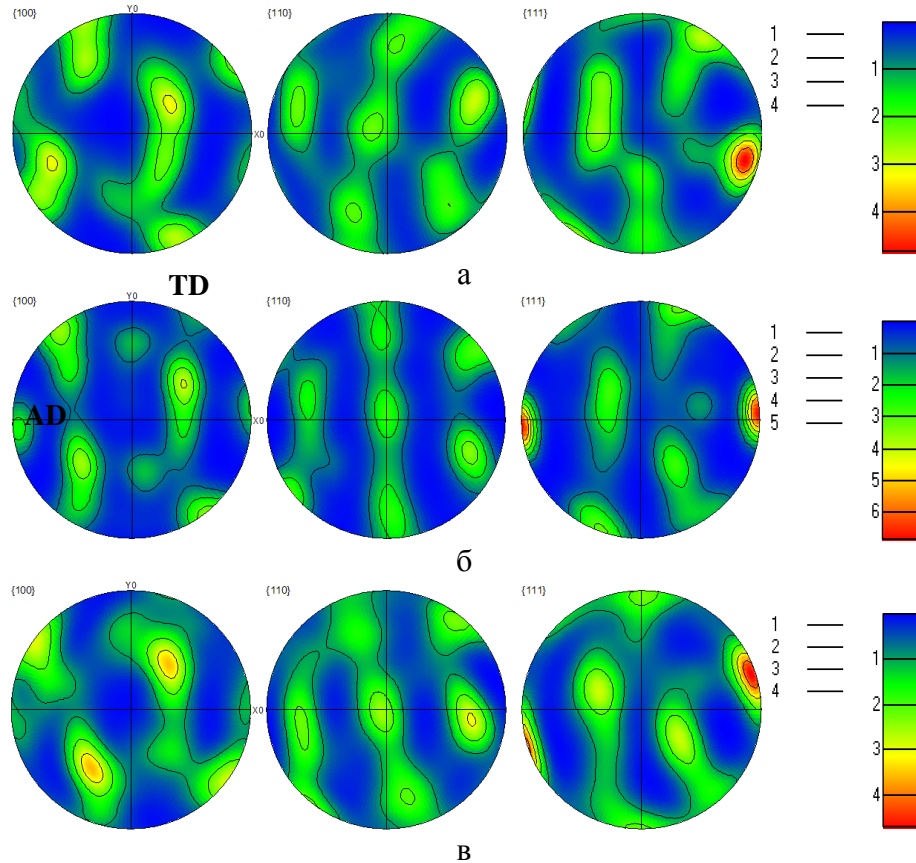


Рисунок 4 – ППФ с продольного сечения проволоки: а – приповерхностный слой, б – центр проволоки, в – противоположный приповерхностный слой

Обнаружено, что при различной радиальной координате полуфабриката наиболее сильной ориентировкой является $\langle 111 \rangle$ (рисунок 5 а), но ее наклон относительно оси проволоки различен (рисунок 5 б). В центре проволоки текстура строго аксиальная, а при перемещении к периферии угол наклона направления $\langle 111 \rangle$ от оси проволоки увеличивается и отклонение достигает 20° , что для оси $\langle 111 \rangle$ реально представляет собой ориентировку $\langle 211 \rangle$ относительно оси волочения.

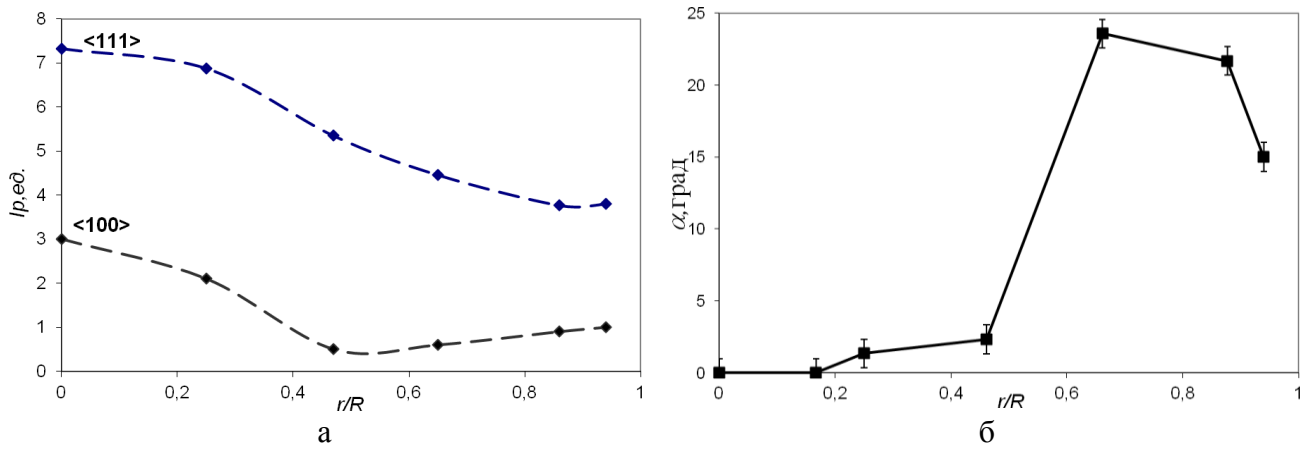


Рисунок 5 – Изменение текстурных характеристик по сечению проволоки: а – интенсивность отражения доминирующих ориентировок $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$; б – эпюра угла отклонения компоненты $\langle 111 \rangle$ вдоль относительной радиальной координаты

Полученные данные подтверждаются результатами просвечивающей электронной микроскопии. Электронограмма с центральной области проволоки (рисунок 6 а) показывает полное совпадение направлений $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ с осью волочения. В периферийной области проволоки зерна с ориентациями $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ отклоняются от направления деформации (рисунок 7 б). Угол отклонения направления $\langle 100 \rangle$ составляет 6° , направления $\langle 111 \rangle$ – 15° .

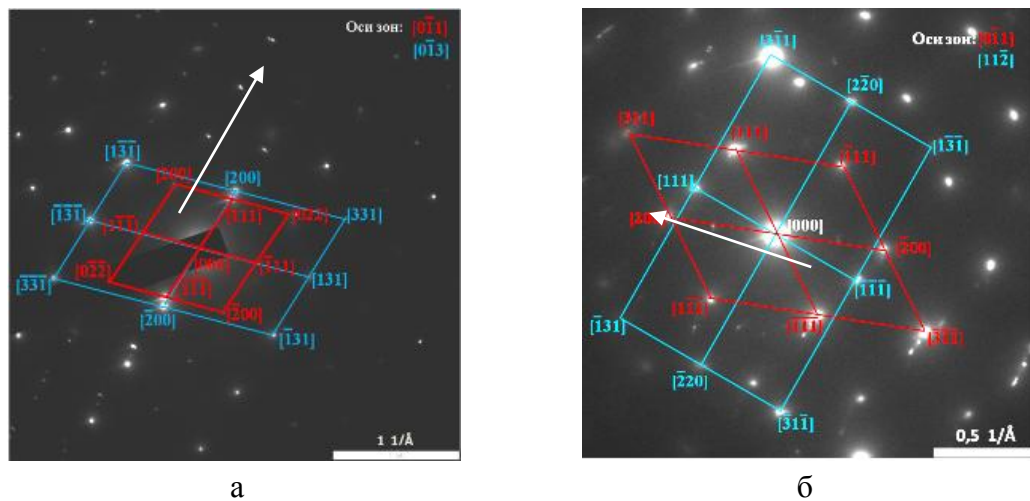


Рисунок 6 – Данные ПЭМ с центральной (а) и периферийной (б) областей проволоки (белой стрелкой указано направление волочения)

Установлено, что с увеличением коэффициента вытяжки, как на стадии «грубого» волочения (диаметры от 8 до 1,38 мм), так и «тонкого» (диаметры от 2,0 до 0,26 мм), в медной проволоке формируется комплексная текстура, состоящая из аксиальной текстуры

$\langle 100 \rangle + \langle 111 \rangle$ и двухкомпонентной ограниченной текстуры $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ и $(\bar{1}\bar{1}1)[112]$, причем с ростом степени деформации интенсивность ограниченной текстурной компоненты возрастает.

Обнаружено, что при увеличении относительной радиальной координаты происходят изменения с аксиальными компонентами $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ (рисунок 7). С изменением относительной радиальной координаты аксиальная компонента $\langle 100 \rangle$ переходит в ограниченную компоненту $\{110\}\langle 100 \rangle$, которая по мере удаления от центра сдвигается в область ориентации $\{111\}\langle 112 \rangle$. В компоненте $\langle 111 \rangle$ при увеличении радиальной координаты формируется ограниченная компонента $\{112\}\langle 111 \rangle$. При дальнейшем увеличении координаты радиуса происходит окончательный переход в область ориентаций $\{111\}\langle 112 \rangle$. Таким образом, периферия проволоки представлена лишь ограниченной компонентой $\{111\}\langle 112 \rangle$, которая сформирована из аксиальных компонент $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$. Текстуры составляющие представляют собой не равномерную смесь по всему радиусу проволоки, а присутствуют в различных областях полуфабриката.

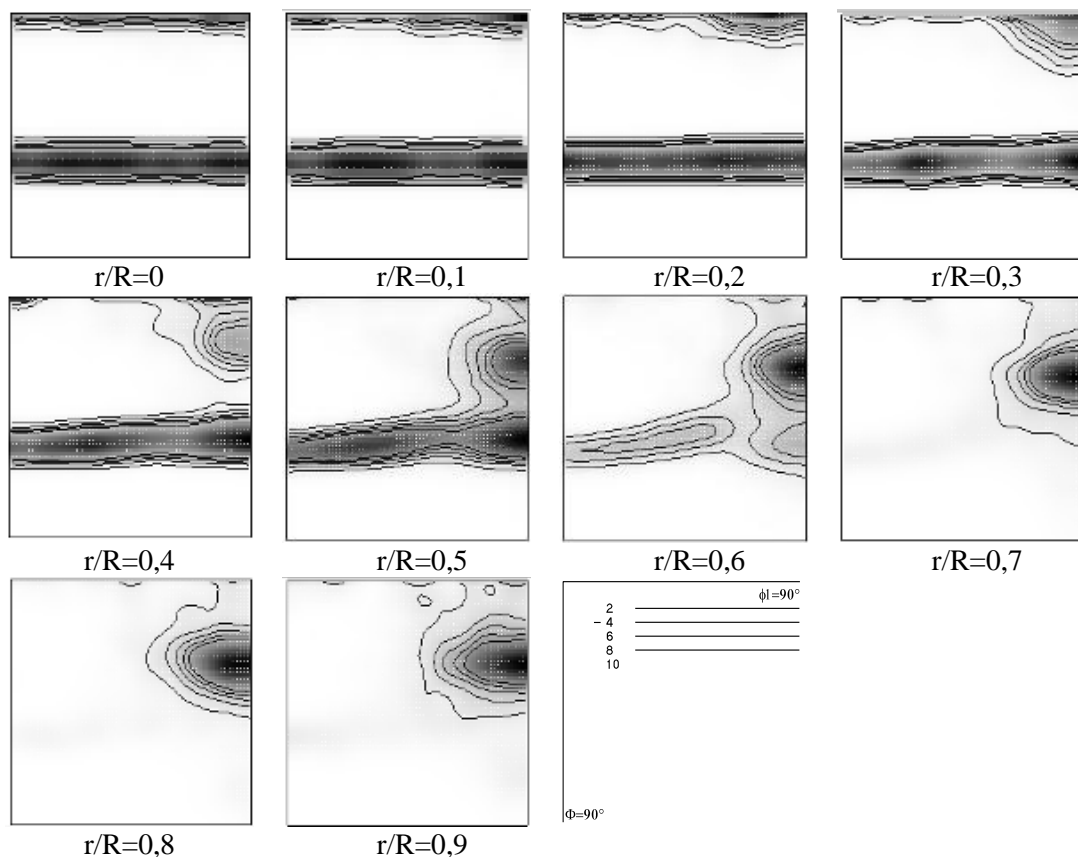


Рисунок 7 – ФРО по радиусу для проволоки диаметром 1,65 мм ($\phi_2 = 45^\circ$)

Предложена схема (рисунок 8) текстурного перехода по радиусу проволоки. Аксиальные компоненты $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ при удалении от центра проволоки приобретают ограниченность при сохранении направления и описываются текстурами близкими к $\{112\}\langle 111 \rangle$ и $\{110\}\langle 100 \rangle$, соответственно. При дальнейшем удалении от центра

ограниченность сохраняется, а кристаллиты поворачиваются к текстурам близким к $\{334\}\langle 223 \rangle$ и $\{221\}\langle 114 \rangle$, соответственно. В конечном итоге в периферийной области формируется двухкомпонентная текстура $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ и $(\bar{1}\bar{1}1)[112]$.

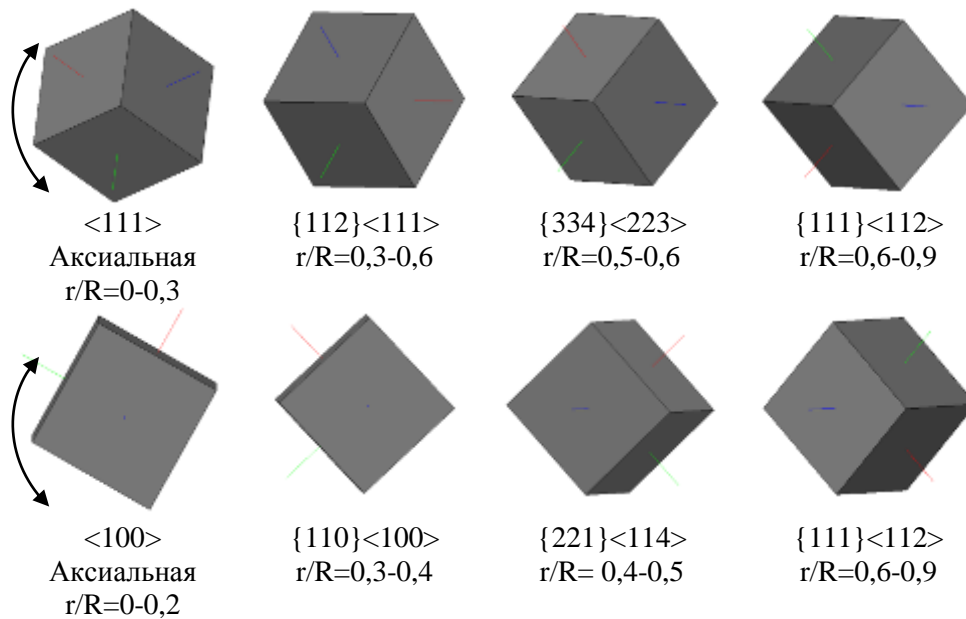


Рисунок 8 – Схема текстурного перехода) по радиусу деформированной проволоки (направление волочения нормально плоскости рисунка)

Различие в интенсивностях двух составляющих на ППФ периферийной области проволоки (рисунок 9) связано с разной объемной долей сформировавшихся на начальных этапах деформации компонент $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$, в результате разворота которых образуется конечная текстура в данной области полуфабриката. Текстуру периферийных слоев проволоки можно описать как ограниченную текстуру $\{111\}\langle 112 \rangle$, но она является таковой только в локальной области съемки, в то время, как текстура, полученная со всего слоя, будет описываться как цилиндрическая текстура.

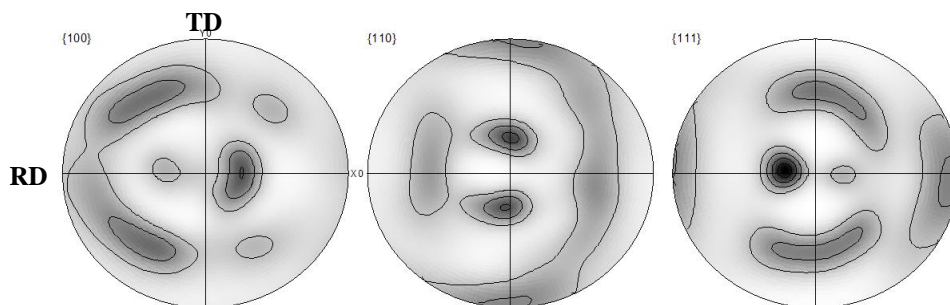
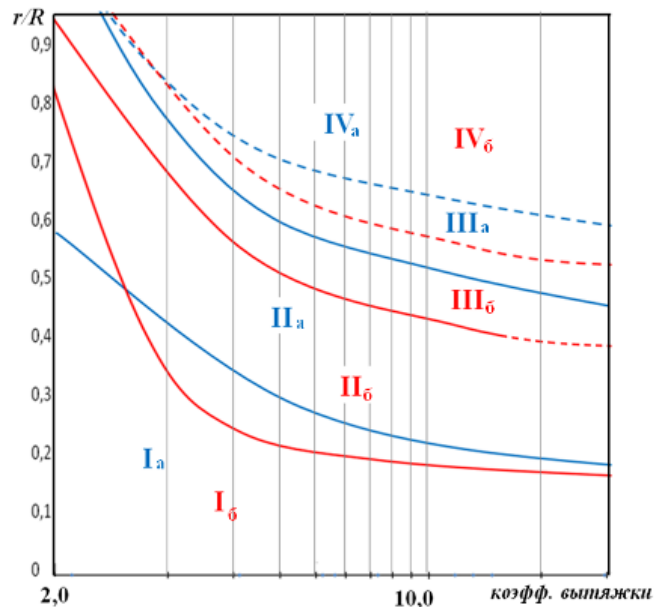


Рисунок 9 – ППФ периферийной области образца проволоки диаметром 1,65 мм

По результатам, полученным из анализа картин ФРО со всех проходов деформации построена диаграмма эволюции текстуры (рисунок 10). В областях I_a и I_б диаграммы присутствует аксиальная текстура, от границ областей I_a/II_a и I_б/II_б появляются признаки ограниченной текстуры, которая усиливается в радиальном направлении. От границ II_a/III_a и II_б/III_б в области III происходит отклонение $\langle 111 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ в сторону полюса $\langle 112 \rangle$. IV область отвечает текстурному состоянию $\{111\}\langle 112 \rangle$.



I_a – $\langle 111 \rangle$; II_a – $\langle 111 \rangle \rightarrow \{112\}\langle 111 \rangle$; III_a – $\{112\}\langle 111 \rangle \rightarrow \{111\}\langle 112 \rangle$
 IV_a – $\{111\}\langle 112 \rangle$
 I_б – $\langle 100 \rangle$; II_б – $\langle 100 \rangle \rightarrow \{110\}\langle 100 \rangle$; III_б – $\{110\}\langle 100 \rangle \rightarrow \{111\}\langle 112 \rangle$
 IV_б – $\{111\}\langle 112 \rangle$

Рисунок 10 – Диаграмма эволюции текстуры деформации в ходе волочения медной проволоки

В **пятой главе** рассмотрено влияние промежуточного отжига на структуру, текстуру и свойства медной проволоки.

Поскольку медь обладает значительной анизотропией модуля упругости, то и изменение текстурного состояния в результате рекристаллизационных процессов должно отражаться в показателях модуля упругости по оси проволоки. Предложен способ определения температуры начала рекристаллизации для деформированных образцов проволоки с помощью динамического механического анализа методом трех точечного изгиба. На кривой изменения величины модуля упругости с изменением температуры нагрева (рисунок 11) наблюдается перегиб, что говорит о начале структурной и текстурной перестройки металла, когда ориентация рекристаллизованного зерна отдалается от высокомодульных направлений. При нахождении абсциссы точки смены градиентов функции изменения модуля упругости от температуры нагрева можно определить температуру начала рекристаллизации.

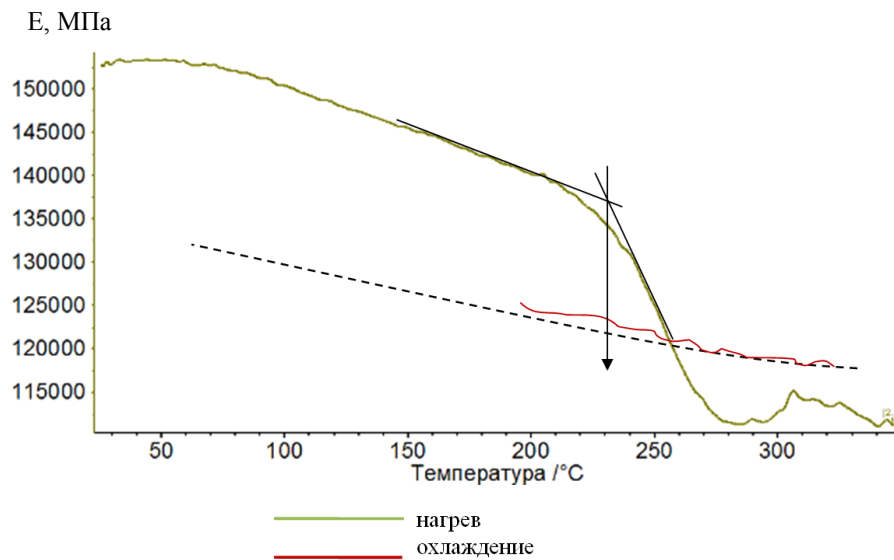


Рисунок 11 – Изменение модуля упругости с температурой нагрева

Проведено моделирование процесса промежуточного рекристаллизационного отжига с использованием скорости нагрева/охлаждения – 100 °/с. Объект представлял собой медную проволоку диаметром 1,38 мм. Обработку проводили методом непрерывного индукционного контролируемого нагрева и охлаждения до температур 300-550 °С.

Обнаружено наличие зональной неравномерности протекания процессов рекристаллизации. Выделено три зоны: центральная *A*, промежуточная зона *B* и периферийная – *C* (рисунок 12).

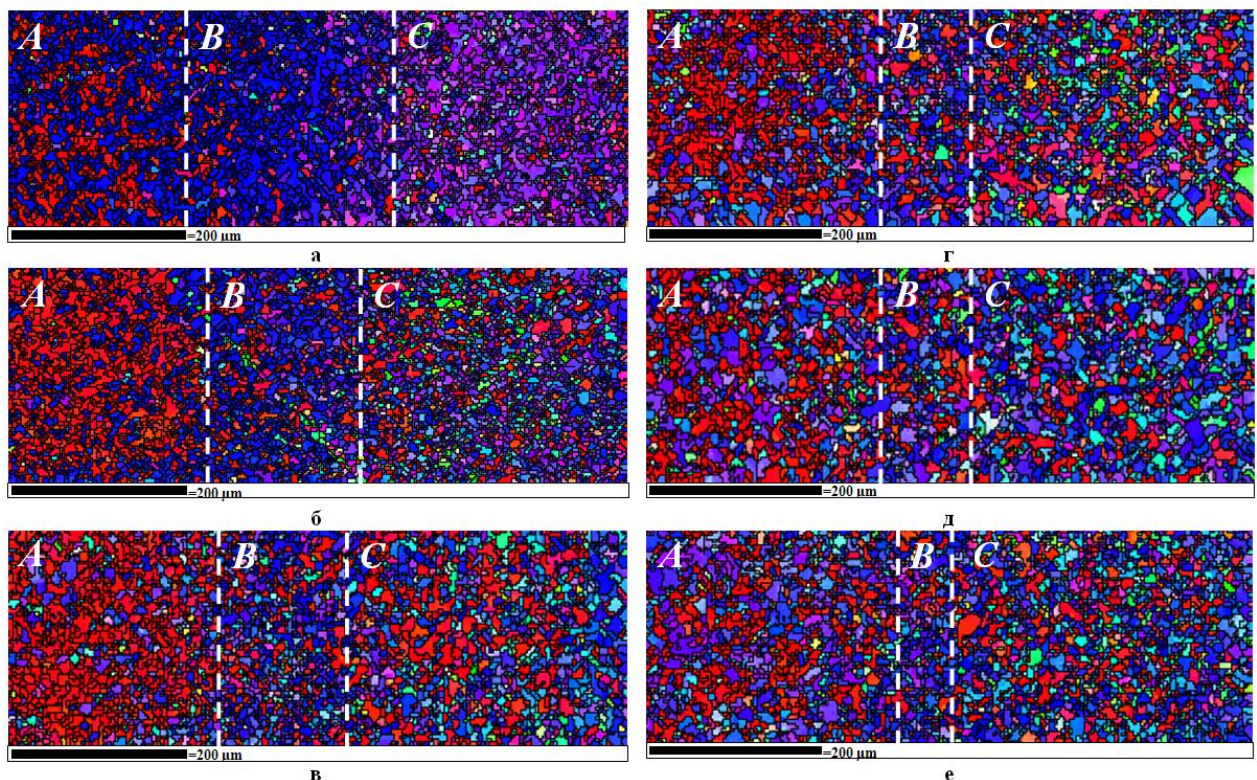


Рисунок 12 – Карты ориентации кристаллитов в направлении деформации в проволоке поперечного сечения: а – 300 °С, б – 350 °С, в – 400 °С, г – 450 °С, д – 500 °С, е – 550 °С

В ходе проведения лабораторного отжига установлено, что в центральной зоне наиболее устойчивой на всем диапазоне температур остается компонента $\langle 100 \rangle$, но ее доля постепенно снижается. В зоне *B* при температуре 400 °С ориентировка $\langle 111 \rangle$ сменяется ориентировками $\langle 100 \rangle$ и $\langle 211 \rangle$. При высоких температурах отжига главной компонентой сохраняется $\langle 100 \rangle$. В периферийной зоне *C* ориентировка $\langle 211 \rangle$ сохраняется при низких температурах отжига, при дальнейшем увеличении температуры происходит снижение интенсивности $\langle 211 \rangle$. При температуре отжига 550 °С в равных соотношениях присутствуют компоненты $\langle 100 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ (рисунок 13).

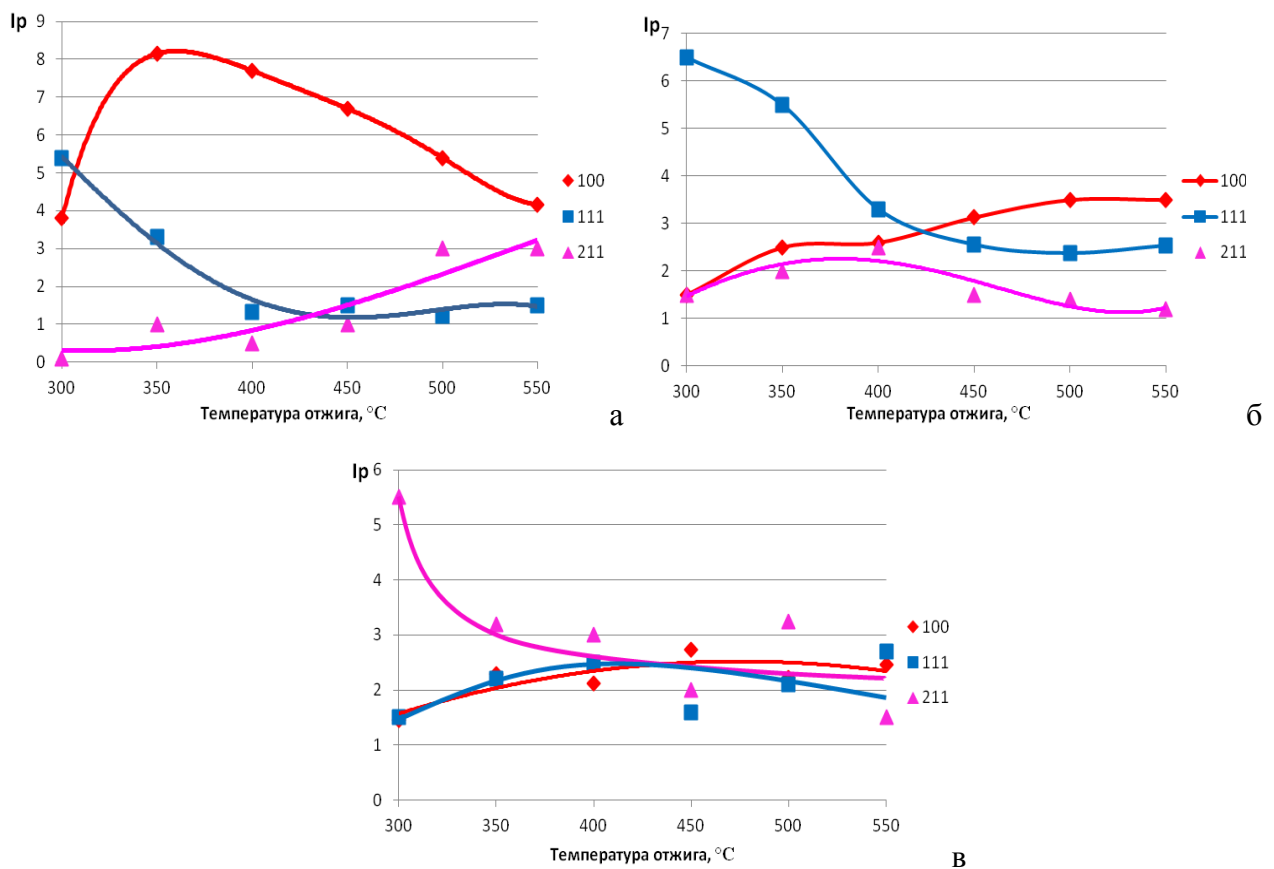


Рисунок 13 – Изменение интенсивности основных ориентировок с температурой отжига в зонах *A* (а), *B* (б) и *C* (в)

В работе также построены зависимости интенсивностей текстурных компонент в относительной радиальной координате, которые показывают наличие зональности при всех температурах отжига. С повышением температуры зона *B* практически выклинивается за счет расширения соседних зон. С повышением температуры зональность сглаживается. Таким образом, процесс текстуробразования в каждой зоне зависит от исходного деформированного состояния.

Проведен промышленный эксперимент с варьированием параметров промежуточного отжига проволоки (таблица 2).

Таблица 2 – Технические параметры эксперимента

№ образца	Диаметр, мм	Ток акт., А
1	1,78	1719
2		1729
3		1743
4		1762
5		1780
6		1793
7		1816
8		1818

Показано, что отжиг приводит к формированию текстуры рекристаллизации схожей с текстурой деформации: основные текстурные компоненты $\langle 100 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 211 \rangle$, но с ростом процента отжига соотношения компонент изменяются (рисунок 14). С ростом силы тока отжига зональная текстурная неравномерность уменьшается, и в образце, отожженном при 1818 А, более равномерное распределение основных текстурных компонент по радиусу образца с преобладающей ориентацией близкой к $\langle 211 \rangle$.

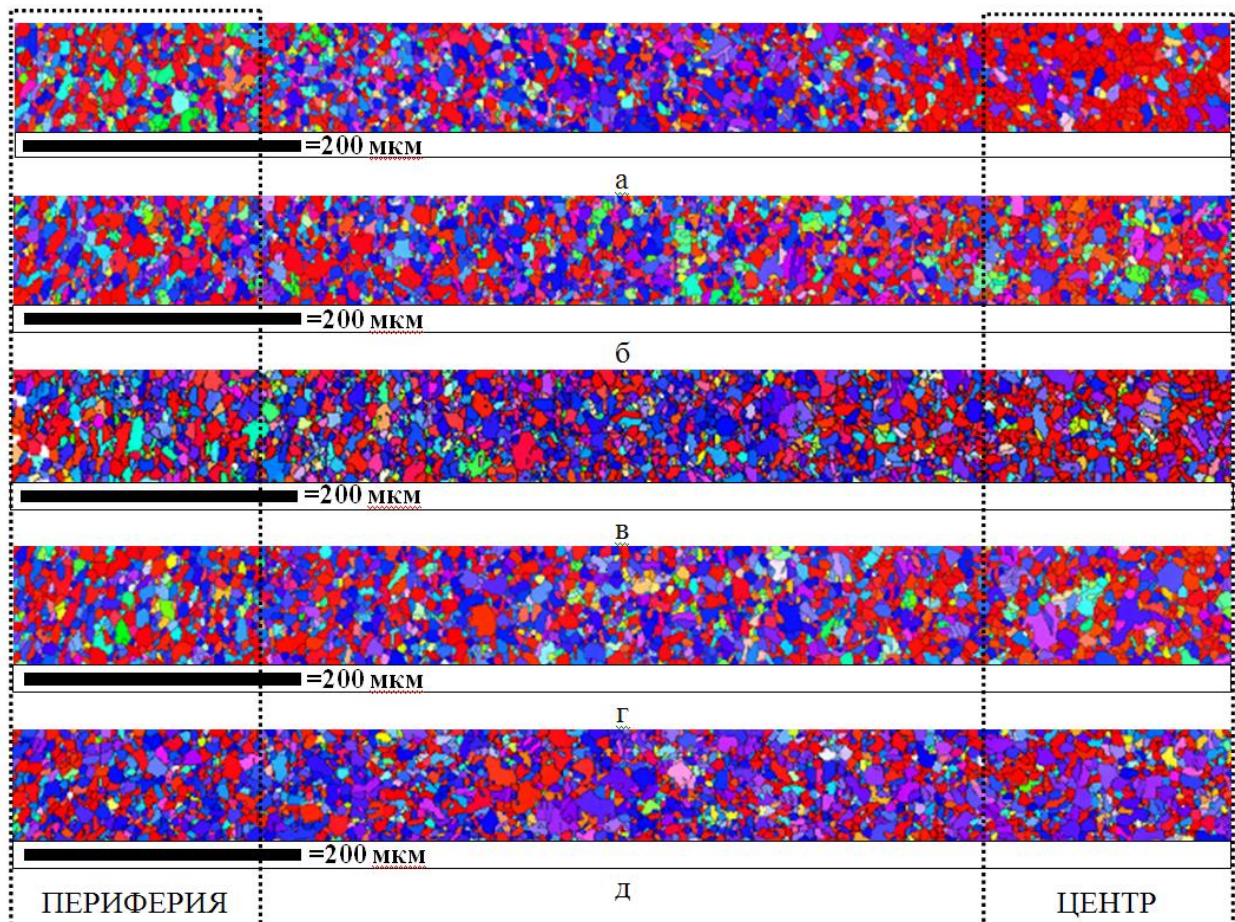


Рисунок 14 – Карты ориентации кристаллитов в направлении деформации в проволоке поперечного сечения после промежуточного отжига при различной силе тока: а – 1719 А; б – 1780 А; в – 1793 А; г – 1816 А; д – 1818 А

Проведение механических испытаний показало, что условный предел текучести и временное сопротивление имеют минимальные значения при силе тока 1780 А (рисунок 15).

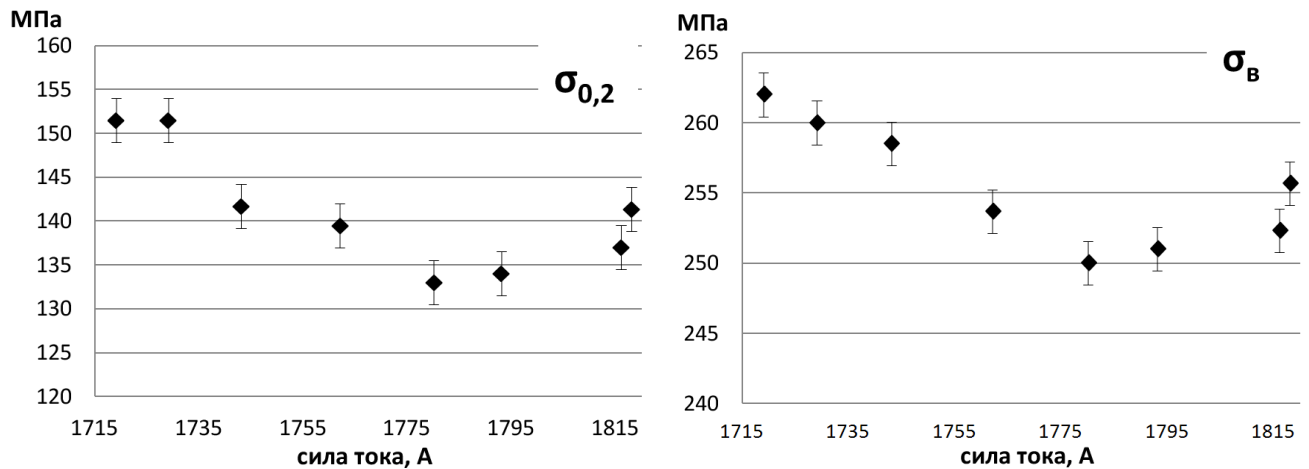


Рисунок 15 – Результаты механических испытаний

В шестой главе исследовано взаимодействие частицы оксида меди с медью в процессе волочения и отжига.

Фрактографический анализ области разрушения деформированной медной проволоки показал, что зарождение несплошностей происходит на частицах оксида меди, но сами частицы находятся не в глубине ямок, а закреплены к боковым поверхностям ямок (рисунок 16).

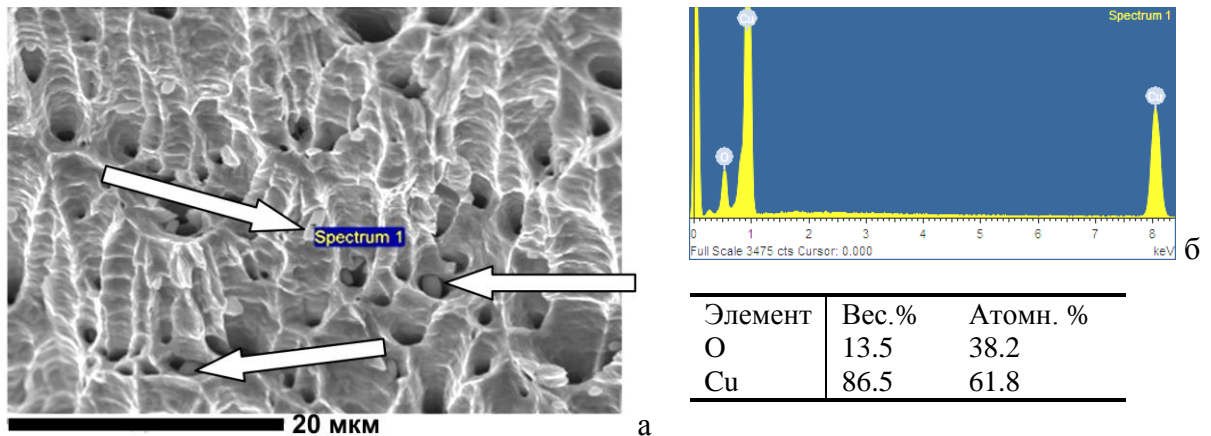
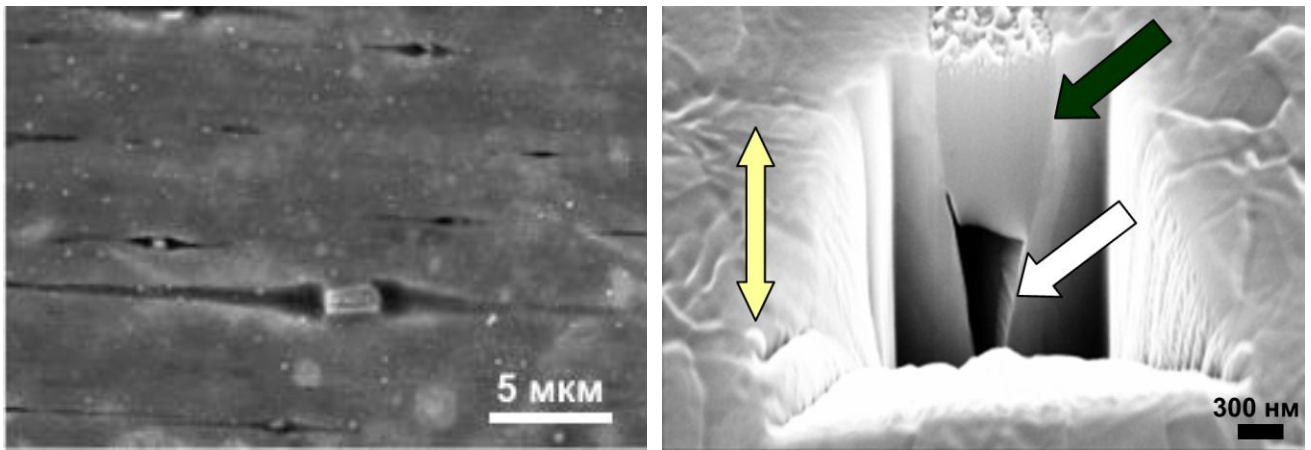


Рисунок 16 – Поверхность разрушения проволоки после испытания на растяжение (а) и данные микрорентгеноспектрального анализа (МРСА) частицы на изломе (б); белыми стрелками показано расположение частиц оксида меди в порах

По данным растровой электронной микроскопии в образцах проволоки после волочения выявлено две поры, примыкающих с двух сторон к частицам оксида меди (рисунок 17 а). Данный метод анализа не дает прямых доказательств наличия пор вблизи частиц оксидов, поэтому было проведено ионное травление на образце проволоки поперечного сечения (рисунок 17 б).



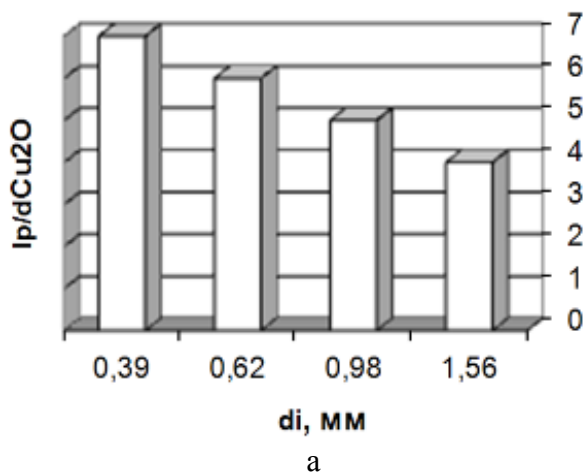
а

б

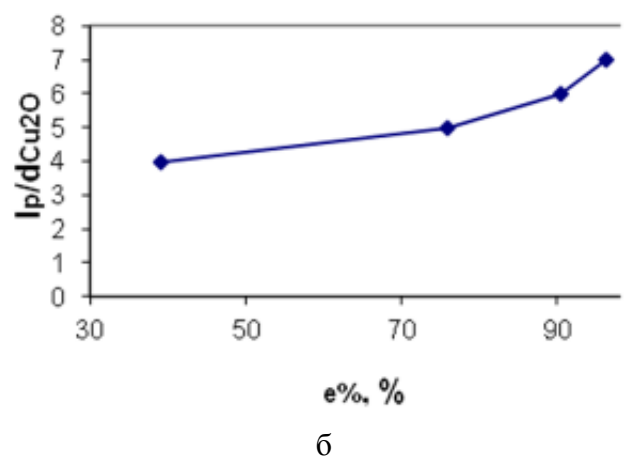
Рисунок 17 – Данные электронной микроскопии: а – расположение включений в продольном сечении проволоки диаметром – 0,39 мм; б – частица оксида меди после ионного травления (темные стрелки), двойная стрелка – направление растягивающих напряжений и деформаций удлинения при предшествующей деформационной обработке

Метод ионного травления показал (рисунок 17 б), что около частицы оксида меди присутствует конусообразная пора, расширяющаяся у основания оксида. Как сама частица оксида, так и расположенная рядом пора вытянуты вдоль направления действия растягивающих напряжений.

Установлено, что размер пор зависит от размера частицы оксида, протяженность пор при одном диаметре проволоки примерно одинакова, и при уменьшении диаметра происходит вытягивание поры вдоль оси волочения (рисунок 18). По мере накопления степени деформации относительная длина поры увеличивается. Таким образом, на рассмотренном отрезке маршрута волочения происходит увеличение длины поры примерно в два раза.



а



б

Рисунок 18 – Изменение среднего отношения длины поры l_p к поперечному размеру частицы оксида d_{Cu_2O} при изменении диаметра (а) и суммарного относительного обжатия (б)

Показано, что проведение кратковременного электроконтактного отжига не приводит к изменению формы поры вблизи частицы оксида меди, в то время как более длительный отжиг в протяжной печи приводит к сфероидизации пор (рисунок 19). Различие в формоизменениях пор при данных вариантах отжига связано с температурными и временными параметрами. Залечивания пор при высоких температурах отжига не происходит.

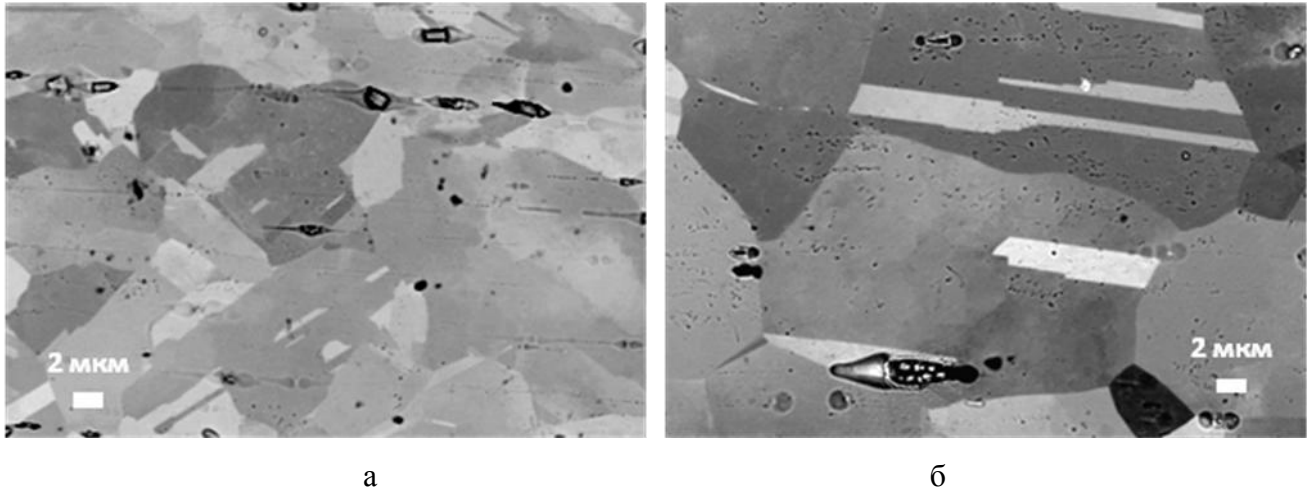


Рисунок 19 – Микроструктура проволоки, отожженной контактнм способом на волочильной машине (а) и в проходной печи (б)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведения диссертационной работы достигнута поставленная цель и получены следующие результаты:

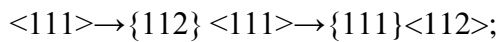
1. Показано, что медная катанка, изготовленная по методу «CONTIROD», обладает слабой текстурной неоднородностью. В центральной зоне наблюдается слабовыраженная ограниченная двухкомпонентная текстура $\{110\}\langle 112\rangle$, плоскость которой нормальна направлению обжатия при последнем проходе, в приповерхностной зоне – слабовыраженная аксиальная двухкомпонентная текстура $\langle 100\rangle+\langle 111\rangle$. Позиционированная относительно внешних координат текстурная съемка не выявила наличия наследственности между текстурными состояниями литой заготовки и медной катанки.

2. Предложен способ оценки правильности настройки литейной машины по симметричности дисперсий дюрOMETрических измерений (твердость и модуль упругости) проб катанки в поперечном сечении, позволяющий производить коррекцию параметров работы агрегата непрерывного литья и деформации без его остановки.

3. Обнаружено, что текстурное состояние проволоки после стадии «грубого» волочения (диаметры от 8 мм до 1,38 мм) имеет ярко выраженное зональное строение. В центральной зоне формируется аксиальная текстура $\langle 100\rangle+\langle 111\rangle$ с соотношением компонент

40 % и 60 %, соответственно. В следующей по направлению к периферии зоне основной компонентой является $\langle 111 \rangle$. Текстурное состояние периферийного слоя характеризуется локальной ограниченной двухкомпонентной текстурой $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$ и $(\bar{1}\bar{1}1)[112]$ (цилиндрической текстурой).

4. Предложена диаграмма эволюции текстурных компонент в отдельных зонах по сечению проволоки в зависимости от степени деформации и общая схема их трансформации из аксиальных в цилиндрические:



Установлено, что как на стадии «грубого» волочения, так и на стадии последующего «тонкого» волочения (диаметр проволоки до 0,26 мм), формирование зональности текстуры подчиняется тем же закономерностям. Обнаружено, что последовательность развития текстуры деформации в медной проволоке не зависит от исходного текстурного состояния (бестекстурное или текстура рекристаллизации), которое оказывает влияние только на относительную интенсивность компонент.

5. Установлено, что при кратковременном отжиге в интервале температур 300...550 °С при скоростном нагреве и охлаждении со скоростью 100 °/с текстура рекристаллизации наследует текстурную зональность деформированной медной проволоки (диаметр 1,38 мм, коэффициент вытяжки 33,6). Обнаружено, что первичная рекристаллизация полностью завершается при $T_{\text{отж.}} = 400$ °С.

6. Предложен способ изучения первичной рекристаллизации в медной проволоке по измерению модуля упругости методом ДМА при нагреве (патент на изобретение RU 2496103), который обеспечивает возможность нахождения температуры начала рекристаллизации.

7. Построены зависимости изменения среднего размера зерна, механических свойств и текстурного состояния от силы тока в диапазоне 1719...1818 А при контактном отжиге проволоки. При этом во всем интервале вариации тока зафиксировано рекристаллизованное состояние. Обнаружено наличие минимума на кривых $\sigma_{0,2}$ и σ_b , отвечающего силе тока 1780 А, связанное с эволюцией текстуры при нормальном росте зерна.

8. Установлено, что при волочении электротехнической меди М001 частицы оксида меди являются источниками зарождения пор, расположенных вблизи частиц вдоль оси проволоки. Установлено, что длина пор нарастает по маршруту волочения по мере накопления степени деформации и коэффициента вытяжки. Обнаружено явление сфероидизации деформационных пор вокруг частиц оксидов меди в ходе проведения отжига при температурах свыше 600 °С.

Основное содержание диссертации опубликовано в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК:

1. Иванова, М.А. Неоднородность структуры непрерывно литой меди / Ю.Н. Логинов, А.Г. Илларионов, С.Л. Демаков, М.А. Иванова, Р.К. Мысик, А.Ю. Зуев // Литейщик России. – 2011. – № 11. – С. 11-13 (0,2 п.л. / 0,1 п.л.).
2. Иванова, М.А. Деформации и структура металла при холодной стыковой сварке медных заготовок / Ю.Н. Логинов, А.Г. Илларионов, С.Ю. Ключева, М.А. Иванова // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2012. – № 1. – С. 37-44 (0,5 п.л. / 0,2 п.л.).
3. Иванова, М.А. Влияние температуры отжига на текстуру в медной проволоке / С.Л. Демаков, Ю.Н. Логинов, А.Г. Илларионов, М.А. Иванова, М.С. Карабаналов // Физика металлов и металловедение. – 2012. – № 7(113). – С. 720-726 (0,4 п.л. / 0,3 п.л.).
4. Иванова, М.А. Текстурирование на этапах изготовления медной проволоки / С.Л. Демаков, М.А. Иванова, А.Г. Илларионов, Ю.Н. Логинов // Кабели и провода – 2012. – № 2(333). – С. 8-12 (0,3 п.л. / 0,2 п.л.).
5. Иванова М.А. Взаимодействие частицы оксида меди с медью в процессе волочения / Ю.Н. Логинов, С.Л. Демаков, А.Г. Илларионов, М.А. Иванова // Металлы. – 2012. – № 6. – С. 36-44 (0,5 п.л. / 0,3 п.л.).
6. Иванова, М.А. Структурное состояние медной катанки, полученной при непрерывном процессе литья – прокатки / Ю.Н. Логинов, С.Л. Демаков, А.Г. Илларионов, М.А. Иванова, В.А. Романов // Цветные металлы. – 2013. – № 8. – С. 87-92 (0,4 п.л. / 0,2 п.л.).
7. Иванова, М.А. Сравнение структур теплотехнической меди в высоконагартованном и рекристаллизованном состояниях / Ю.Н. Логинов, С.Л. Демаков, А.Г. Илларионов, М.А. Иванова, М.С. Шалаева // Цветные металлы. – 2013. – № 8. – С. 92-96 (0,3 п.л. / 0,1 п.л.).
8. Иванова, М.А. Возникновение пористых структур в кислородсодержащей меди при деформационном воздействии / Ю.Н. Логинов, С.Л. Демаков, А.Г. Илларионов, М.А. Иванова, М.С. Карабаналов // Физическая мезомеханика. – 2013. – Т. 16. – № 6. – С. 99-102 (0,3 п.л. / 0,1 п.л.).
9. Иванова, М.А. Интенсивные деформации, структура и текстура металла в производстве капиллярных медных труб / Ю.Н. Логинов, М.С. Шалаева, С.Л. Демаков, М.А. Иванова, А.Г. Илларионов // Металлы. – 2014. – № 3. – С. 28-34 (0,4 п.л. / 0,1 п.л.).
10. Иванова, М.А. Рекристаллизация нагартованной меди с позиции динамического механического анализа / С.Л. Демаков, Ю.Н. Логинов, А.Г. Илларионов, М.А. Иванова, С.И. Степанов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2014. – Т. 80. – № 7. – С. 36-39 (0,3 п.л. / 0,2 п.л.).

Другие публикации:

11. Иванова, М.А. Текстура нагартованной медной проволоки / М.А. Иванова, С.Л. Демаков, А.Г. Илларионов // Сборник научных трудов XI Международной научно-технической уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых, Екатеринбург. – 2010. – С. 174-176 (0,2 п.л. / 0,1 п.л.).
12. Иванова, М.А. Изучение процессов структурообразования, формирования текстуры в медных полуфабрикатах электротехнического назначения / М.А. Иванова, С.Л. Демаков // Сборник материалов научных работ участников XIV областного конкурса НИР студентов Свердловской области «Научный Олимп». – Екатеринбург. – 2011. – С. 18-19 (0,1 п.л. / 0,1 п.л.).
13. Иванова, М.А. Исследование кристаллографической текстуры холоднотянутой проволоки из меди марки М00 / М.А. Иванова, С.И. Степанов, С.Л. Демаков // Сборник научных трудов VI Всероссийской научно-технической конференции «Физические свойства металлов и сплавов». – Екатеринбург. – 2011. – С. 160 (0,1 п.л. / 0,05 п.л.).
14. Иванова, М.А. Изучение текстурных характеристик холоднотянутой медной проволоки и их связи с модулем упругости / М.А. Иванова, С.И. Степанов, С.Л. Демаков // Сборник научных трудов XII Международной научно-технической уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. Екатеринбург. – 2011. – С. 199-201 (0,2 п.л. / 0,1 п.л.).
15. Иванова, М.А. Формирование структуры, текстуры и свойств в медной проволоке в процессе волочения / М.А. Иванова, А.Г. Илларионов, Ю.Н. Логинов, М.А. Иванова, М.С. Карабаналов, С.Л. Демаков // Сборник научных трудов XXI Уральской школы металлургов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов», Магнитогорск. – 2012. – С. 150-151 (0,1 п.л. / 0,05 п.л.).
16. Иванова, М.А. Изучение медных полуфабрикатов электротехнического назначения // М.А. Иванова, С.Л. Демаков, А.Г. Илларионов // Сборник материалов XI конференции молодых ученых и специалистов, Санкт-Петербург. – 2012. – С.73 (0,1 п.л. / 0,05 п.л.).
17. Иванова, М.А. Изучение процесса образования пор вокруг частиц оксида меди в ходе волочения медной проволоки / М.А. Иванова, С.Л. Демаков, Ю.Н. Логинов, А.Г. Илларионов, М.С. Карабаналов // Сборник научных трудов XIII Международной научно-технической уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. Екатеринбург. – 2012. – С. 223-225 (0,2 п.л. / 0,1 п.л.).
18. Иванова, М.А. Исследование наличия пор вокруг частиц оксидов меди в кислородсодержащей медной проволоке / М.А. Иванова, С.Л. Демаков, Ю.Н. Логинов, А.Г. Илларионов // Сборник трудов III Всероссийской молодежной школы-конференции «Современные проблемы металловедения» Абхазия. Пицунда. – 2013. – С. 225-229 (0,3 п.л. / 0,2 п.л.).

19. Иванова, М.А. Структурный и текстурный анализ капиллярной медной трубки / М.А. Иванова, С.Л. Демаков, Ю.Н. Логинов, А.Г. Илларионов, М.С. Карабаналов, С.И. Степанов // Сборник научных трудов XIV Международной научно-технической уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых. Екатеринбург. – 2013. – С. 196-198 (0,2 п.л. / 0,1 п.л.).
20. Ivanova, M.A. Study porous structures near the copper oxide particles in an oxygen-containing copper wire / M.A. Ivanova, S.L. Demakov, A.G. Illarionov, M.S. Karabanalov, A.V. Korelin // Abstracts of The Sino-Russian Young Scientist Forum and Symposium on Advanced Materials and Processing Technology. China, Qingdao. – 2014. – P. 29-30 (0,3 п.л. / 0,1 п.л.).