

# Plasticità e variazioni microstrutturali in rame ETP1 trafilato o laminato a freddo

A. Marucco, E. Signorelli, A. Greppi

*Si è effettuato uno studio degli effetti della deformazione plastica del rame Cu-ETP1 per trafilatura e laminazione a freddo mediante osservazioni microstrutturali al TEM e al SEM, prove di trazione, durezza Vickers, resistività elettrica e diffrazione a raggi X. Si è osservato che la trafilatura a freddo determina l'allungamento progressivo dei grani secondo la direzione di lavorazione, mentre ai bordi di grano si formano grovigli di dislocazioni sempre più fitti ed aumentano i precipitati di ossido di rame; la deformazione è tale da provocare l'aumento della resistenza a rottura per trazione e della durezza.*

*Un appropriato trattamento termico dopo la trafilatura consente la ricristallizzazione completa del materiale, indipendentemente dal diametro del filo, per cui scompaiono i grovigli di dislocazioni e la distribuzione di micro-ossiduli di rame ritorna ad essere omogenea. Anche durante la laminazione a freddo il materiale incrudisce ma esiste un ben definito limite alla comprimibilità del grano, normalmente alla direzione di laminazione, che dà luogo ad un valore di durezza costante a partire da una riduzione di spessore di ~80%. L'analisi per diffrazione a raggi X delle superfici laminate ha dimostrato che questo comportamento dipende dalla molteplicità del sistema di scorrimento.*

*La conoscenza più approfondita degli effetti microstrutturali dei processi metallurgici ha consentito di perfezionare il processo di lavorazione per dotare il filo di una capacità stabile di deformabilità plastica e di un'elasticità residua minima dopo la ricottura. Entrambe le qualità si rivelano essenziali per la produzione di fili micro-capillari per avvolgimenti a spirale.*

**Parole chiave: rame e leghe, laminazione, trafilatura, microscopia elettronica**

## INTRODUZIONE

Il rame è un metallo che trova più applicazioni commerciali allo stato puro che in lega e questa peculiarità gli deriva dalla combinazione di diverse caratteristiche rispondenti in modo eccellente alle esigenze dell'industria elettrica. Esistono una dozzina di tipi di rame pressoché puro (purezza minima > 99.90%) ed ognuno di questi si distingue per la composizione di quel rimanente 0.10%, che spesso comporta notevoli differenze nelle proprietà tecnologiche del materiale. Quello più comunemente usato per applicazioni elettriche e elettrotecniche è il rame raffinato elettroliticamente (Electrolytic Tough Pitch), Cu-ETP1 secondo la norma UNI EN 1977, ottenuto dalla fusione di catodi raffinati elettroliticamente (Cu-CATH-1 UNI EN 1978), in quanto i processi elettrolitici, sia quelli di elettrorefinazione (electro-refining) che quelli più moderni di elettroestrazione (electro-winning), sono in grado di fornire un metallo che possiede le migliori proprietà chimico-fisiche al minimo costo [1]. I semilavorati in rame ottenuti dai processi di colata e laminazione a caldo in continuo sono caratterizzati da una elevatissima purezza (> 99.95%), dalla presenza di 0.02-0.04% di ossigeno, sotto forma di ossido di rame, che fa aumentare la conducibilità elettrica e dalla assenza di fosforo, che invece ne causa una forte riduzione. La presenza dell'ossigeno, a valori non superiori a 0.03%, influisce positivamente anche sulla duttilità, una caratteristica essenziale nei processi di trafilatura e laminazione [2,3]. Il rame elettrolitico ha pertanto raggiunto livelli così elevati di purezza chimica, duttilità e malleabilità da poter essere trafilato a freddo fino ad

ottenere fili microcapillari di diametro inferiore al decimo di millimetro.

In generale, il primo passo nella fabbricazione di fili o lamine è la lavorazione a caldo in impianti di colata, laminazione e decapaggio o ossidazione in continuo, poiché rappresenta il metodo più economico per ridurre la sezione trasversale della vergella da colata continua prima di successive lavorazioni a freddo. Inoltre la lavorazione a caldo, ampiamente al di sopra della temperatura di ricristallizzazione, non provoca gli effetti di incrudimento tipici del metallo lavorato a freddo.

I metodi più comuni di finitura per una vergella di rame sono la trafilatura e la laminazione a freddo, poiché il rame possiede un basso tasso di incrudimento per lavorazione a freddo. L'importante progresso tecnologico nella produzione dei catodi in rame e degli impianti per colata continua per la produzione di vergelle ha portato al continuo miglioramento delle prestazioni degli impianti per la lavorazione a freddo. Il semilavorato che si ottiene, in vari diametri utili alle diverse fasi della lavorazione, è perfettamente idoneo a subire le riduzioni a freddo sia per trafilatura che per laminazione, con fortissime riduzioni di sezione (fino al 98% di riduzione totale della sezione trasversale). I fili in rame con diametro inferiore a 0.05 mm sono comunemente usati nei processi di trafilatura monofilare per la smaltatura e multifilare per schermature e cavi ultraflessibili.

Nonostante l'eccezionale progresso tecnologico, le procedure di lavorazione oggi utilizzate per ottenere le più svariate e sofisticate proprietà del materiale sono da considerarsi più come il risultato dell'esperienza pratica che della teoria. Per esempio, lo studio della lavorazione a freddo, che causa la distorsione del reticolo cristallino con il conseguente incrudimento del metallo, è stato approfondito attraverso l'esame del comportamento dei piani di scorrimento nei monocristalli [4,5], ma esistono scarsi dati in letteratura sugli effetti delle più complesse variazioni microstrutturali che si verificano nel rame policristallino. In questo lavoro, l'esame al microscopio elettronico a trasmissione o a scansione effet-

A. Marucco, CNR-ITIA, Milano

E. Signorelli, CNR-IENI, Milano

A. Greppi, Copper Processes & Products Development, Carate Brianza (Mi)

Memoria pervenuta il 22 aprile 2005

tuato su campioni di rame Cu-ETP1 trafilati o laminati a freddo, unito alle indagini di diffrazione a raggi X ed opportunamente correlato a prove di trazione, misure di resistività elettrica e di durezza Vickers, ha consentito di riconoscere nelle variazioni microstrutturali osservate gli effetti delle lavorazioni subite dal materiale. In particolare, sono stati studiati gli effetti dei processi metallurgici atti a dotare il filo di una capacità stabile di deformabilità plastica ed a minimizzare l'elasticità residua nel filo, allo stato completamente ricristallizzato, che dovrà assumere la forma geometrica complessa di spirale, molla o micro-bobina elettrica.

**PROCEDURE SPERIMENTALI**

**Materiale**

Il rame Cu-ETP1 è stato prodotto e lavorato a caldo (~800°C) in vergelle di Ø 8 mm da Colata Continua Italiana S.p.A.. La trafilatura di sbozzatura e le successive lavorazioni a freddo sono state effettuate presso la Carlo Colombo S.p.A. La riduzione di diametro in cascata è stata progettata per contenere lo sforzo totale di trazione, derivante dalla trafilatura, entro il limite massimo del 50% del limite elastico di snervamento del materiale ad ogni passo della trafilatura. Al termine di ogni passaggio, un forno di ricottura in continuo con tensione continua permette la ricristallizzazione completa del metallo per effetto Joule. Il prodotto finale è un filo caratterizzato da un valore di allungamento di 32-40% ed una conducibilità in un range di 101.3-101.7% I.A.C.S. per Cu-ETP1, che, al termine di questo processo, sarà soggetto ad ulteriori forti riduzioni di sezione per la produzione di cavi elettrici. In particolare, i fili utilizzati per questo lavoro sono stati prodotti nelle seguenti condizioni dell'impianto: diametro iniziale della vergella 8 mm, riduzione del diametro con sbozzatore a max. 13 passi/filiere, diametro dei cabestani 450 mm, mezzo lubro-refrigerante emulsione con 14% di olio emulsionabile in acqua deionizzata alla temperatura di 40-45°C, con velocità di trafilatura variabile da un minimo di 6m/s (Ø 4 mm) ad un massimo di 32m/s (Ø 1 mm) in funzione del diametro finale del filo.

Una vergella di rame Cu-ETP1 è stata laminata con successive riduzioni di sezione fino a ~94%, corrispondente ad uno spessore finale della lamina di 0.5 mm.

**Preparazione dei fili, misure di resistenza elettrica e osservazioni al TEM**

Il diametro dei fili è stato misurato con calibro laser Aeroel-I (risoluzione 0.1 µm). Le misure di resistenza elettrica sono state effettuate a temperatura ambiente con un ponte elettronico AESA CORTAILLOD-CH (risoluzione 1µΩ). Le variazioni della resistenza a trazione e dell'allungamento del materiale dopo i vari passaggi della trafilatura sono state misurate con prove di trazione su dinamometro Galdabini.

Le indagini microstrutturali sono state effettuate con un microscopio elettronico a trasmissione Jeol 2000 FXII STEM operante a 200 kV su dischetti di Ø 3 mm assottigliati al Tenupol in una soluzione al 33% di HNO<sub>3</sub> IN CH<sub>3</sub>OH a 4-8 V a 10°C. Non è stata possibile l'osservazione al TEM delle sezioni trasversali dei fili dal diametro inferiore a 3 mm.

**Preparazione delle lamine, misure di durezza, diffrazione a raggi X e osservazioni al SEM**

Il tasso di incrudimento del materiale laminato è stato misurato determinando la variazione di durezza Vickers (98N/15s) al termine dei successivi passaggi di laminazione. Al termine dell'ultimo passaggio la lamina era così sottile che si è reso necessario misurare la durezza con carico ridotto (49N/15s).

Le misure di diffrazione a raggi X sono state effettuate con un diffrattometro Siemens D500 utilizzando la radiazione

CuK<sub>α</sub>. Il confronto dei diffrattogrammi (40°<2θ<100°) ottenuti da diversi campioni di materiale al termine dei successivi stadi di laminazione ha consentito di controllare l'evoluzione della deformazione plastica del reticolo cristallino. Le variazioni microstrutturali avvenute durante le successive fasi della laminazione sono state osservate con un microscopio elettronico a scansione Leica S430 SEM. Le superfici dei campioni sono state preparate con un attacco elettrolitico a temperatura ambiente in una soluzione di 19 g FeCl<sub>3</sub> e 6 ml HCl in 100 ml di etanolo.

**RISULTATI E DISCUSSIONE**

**Variazioni delle proprietà meccaniche e della microstruttura durante la trafilatura a freddo**

Sia nel rame puro che nelle leghe ad alto tenore di rame esiste una stretta relazione tra la dimensione del grano e la lavorabilità del materiale. In particolare, per una trafilatura molto spinta del rame Cu-ETP1 viene generalmente accettata una dimensione nominale di grano inferiore a 50 µm [6-9]. L'osservazione al TEM di una vergella di Ø 8 mm ha rivelato che la microstruttura del metallo è in origine caratterizzata da una dimensione di grano dell'ordine di qualche decina di micrometri. Durante la trafilatura, la sezione trasversale del filo subisce successive riduzioni fino al 94% e la microstruttura varia con continuità poiché i singoli grani cristallini, che inizialmente sono equiassici, si allungano progressivamente lungo la direzione della lavorazione. La Fig. 1 mostra, ad esempio, la microstruttura della sezione longitudinale di un filo di Ø 2 mm, in cui i grani appaiono

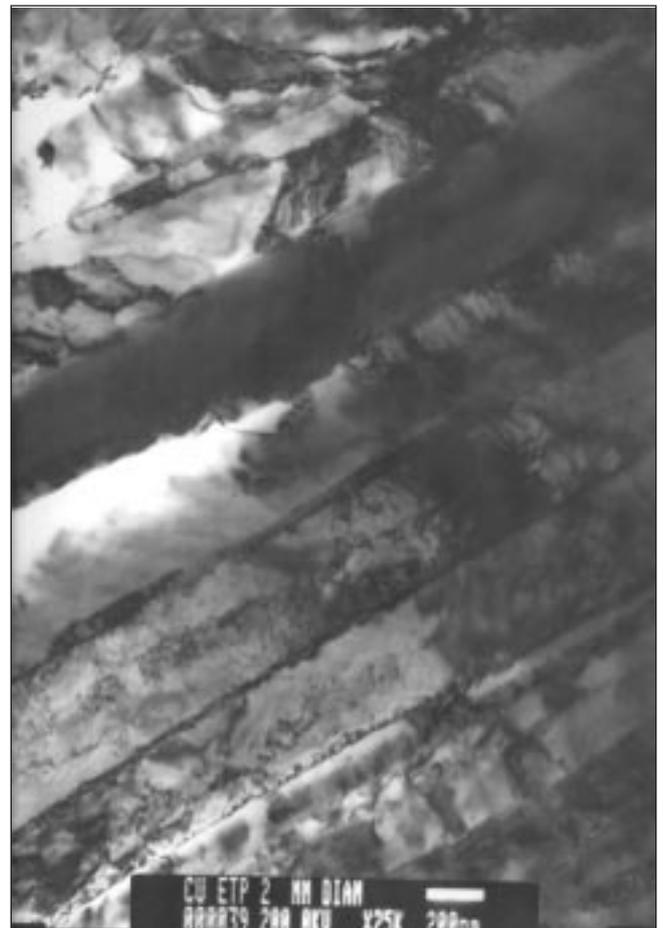


Fig. 1 – Microstruttura della sezione longitudinale del filo di Ø 2 mm: grani allungati nella direzione della trafilatura.

Fig. 1 – Microstructure of the longitudinal section of Ø 2 mm wire: heavily elongated grains along the drawing direction.

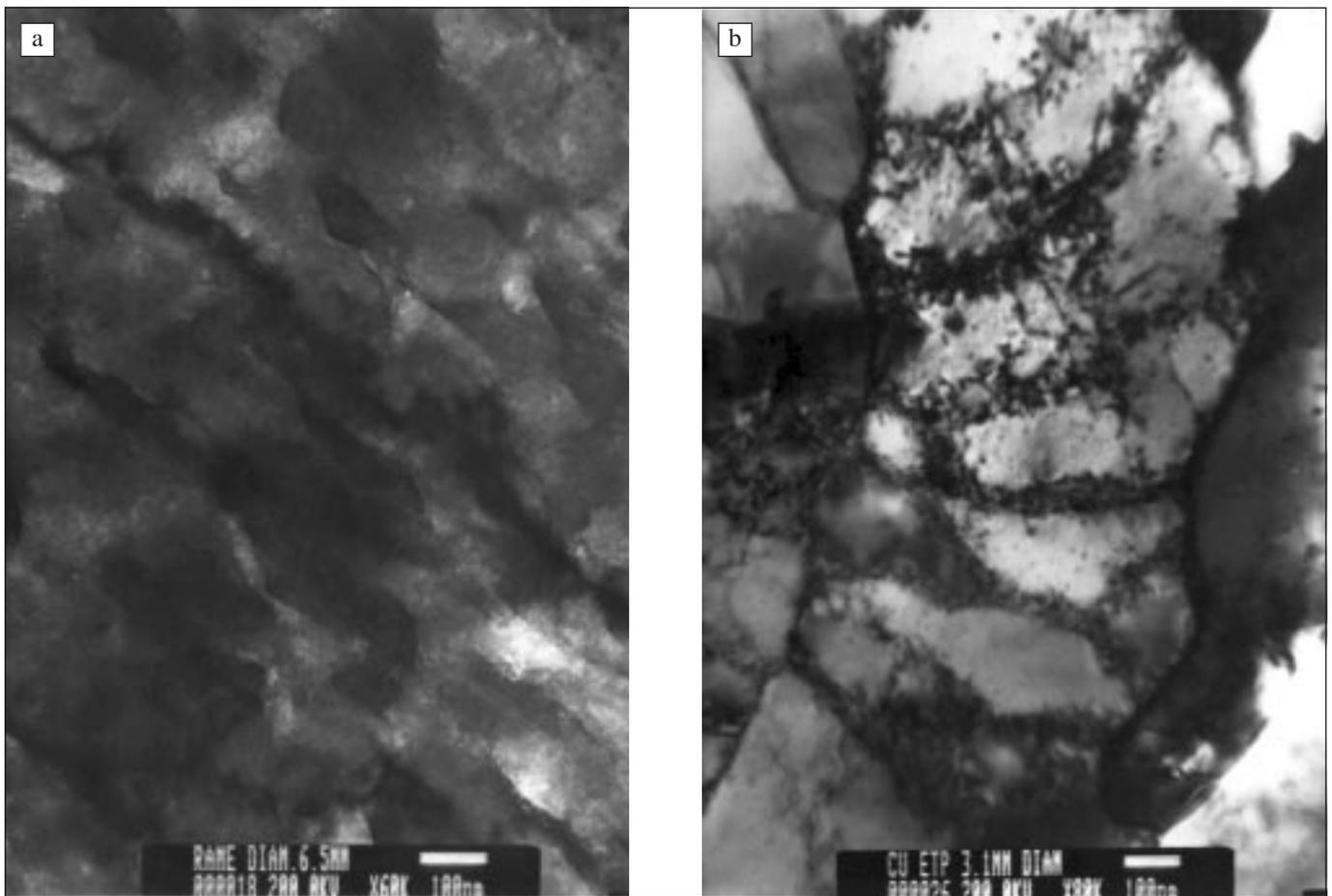


Fig. 2 – Microstrutture della sezione trasversale del filo di  $\varnothing$  6.6 mm (a) e del filo di  $\varnothing$  3.2 (b): il groviglio di dislocazioni si infittisce ed i precipitati ai bordi di grano aumentano con il procedere della trafilatura.

Fig. 2 – Microstructure of the transversal section of (a)  $\varnothing$  6.5 mm wire and (b)  $\varnothing$  3.2 wire: increase of dislocation tangling and amount of precipitates at grain boundary on continued drawing.

fortemente allungati lungo la direzione di lavorazione ed hanno una dimensione trasversale di 200-500 nm, cioè drasticamente ridotta rispetto allo stato iniziale.

La densità di dislocazioni nella struttura fcc del rame dipende dal tasso di lavorazione a freddo ed il moto delle dislocazioni sui singoli piani di scorrimento provoca ai bordi di grano la formazione di grovigli di dislocazioni che via via si infittiscono. Le dislocazioni ai bordi di grano agiscono come nuove sorgenti di dislocazioni, ma la lunghezza massima dello scorrimento è vincolata alla dimensione dei grani. La generazione continua di dislocazioni richiede quindi uno sforzo sempre crescente e produce via via maggior incrudimento; in altre parole, la resistenza della lega risulta tanto più elevata quanto più è ridotta la dimensione dei grani.

Se si confrontano la sezione trasversale del filo di  $\varnothing$  6.5 mm (Fig. 2a) e quella del filo di  $\varnothing$  3.2 (Fig. 2b), è evidente che il groviglio di dislocazioni ai bordi di grano aumenta significativamente durante la trafilatura a freddo. Tuttavia, se il filo lavorato a freddo viene sottoposto ad un'opportuna ricottura (225°C, 1h, A.C.) il metallo ricristallizza completamente ed il filo riacquista le peculiari caratteristiche meccaniche del filo di rame ricotto. La densità di dislocazioni diminuisce per effetto del meccanismo termico e si osservano dei sottograni non deformati e diversamente orientati che cominciano a crescere nella matrice deformata plasticamente. L'osservazione al SEM della sezione trasversale del filo di  $\varnothing$  3.2 mm (Fig. 3a) dimostra infatti che dopo un'ora a 225°C è avvenuta una ricristallizzazione completa e che il groviglio di dislocazioni è totalmente scomparso, lasciando il posto ad una struttura fine ed omogenea. La microstruttura del metallo si presenta nuovamente come un aggregato policri-

stallino di grani equiassici, che si possono definire “sottograni” poiché sono assai più piccoli dei grani osservati nella vergella originale. In particolare, la dimensione dei sottograni è ora dell'ordine di grandezza della sezione trasversale dei grani originali allungatisi in precedenza per effetto della lavorazione. Nello stesso filo di  $\varnothing$  3.2 mm ricristallizzato si osserva anche la presenza di parecchi geminati formati per effetto del riassetto dei grani (Fig. 3b).

In Fig. 4 si osserva ancora la microstruttura della sezione trasversale del filo di  $\varnothing$  6.5 mm, ma a più alto ingrandimento rispetto alla Fig. 2a. Sono evidenti molti precipitati di piccolissime dimensioni, micro-ossiduli di rame  $\text{Cu}_2\text{O}$ , che agiscono come sorgenti di dislocazioni di Frank-Read [4,10]. È noto che alle temperature intorno ai 450-500°C, raggiunte dal metallo nella zona di ricottura per effetto Joule, il rame Cu-ETP1 subisce una reazione eutettica. Allo stato solido la solubilità dell'ossigeno è molto bassa, quindi quasi tutto l'ossigeno si trova nell'ossido, ma l'alta temperatura provoca la coalescenza delle particelle di ossido nell'eutettico Cu-Cu<sub>2</sub>O (ossigeno 0.39%) ai bordi dei grandi grani di rame puro [4,10,11]. L'eutettico (che è particolarmente deleterio poiché provoca fragilità e suscettività alla corrosione nel metallo e porta quindi alla rottura precoce del filo) sparisce per effetto del trattamento termico a 225°C. Anche questo importante fenomeno risulta evidente dal confronto delle microstrutture della sezione trasversale del filo di  $\varnothing$  3.2 mm prima (Fig. 2b) e dopo la ricottura (Fig. 3a e b). L'omogeneizzazione annulla la segregazione chimica per diffusione, poiché le fini particelle di eutettico o vengono assorbite dai grani di rame vicini o coalescono formando un nuovo grano di rame, lasciando le rimanenti particelle di ossido unifor-

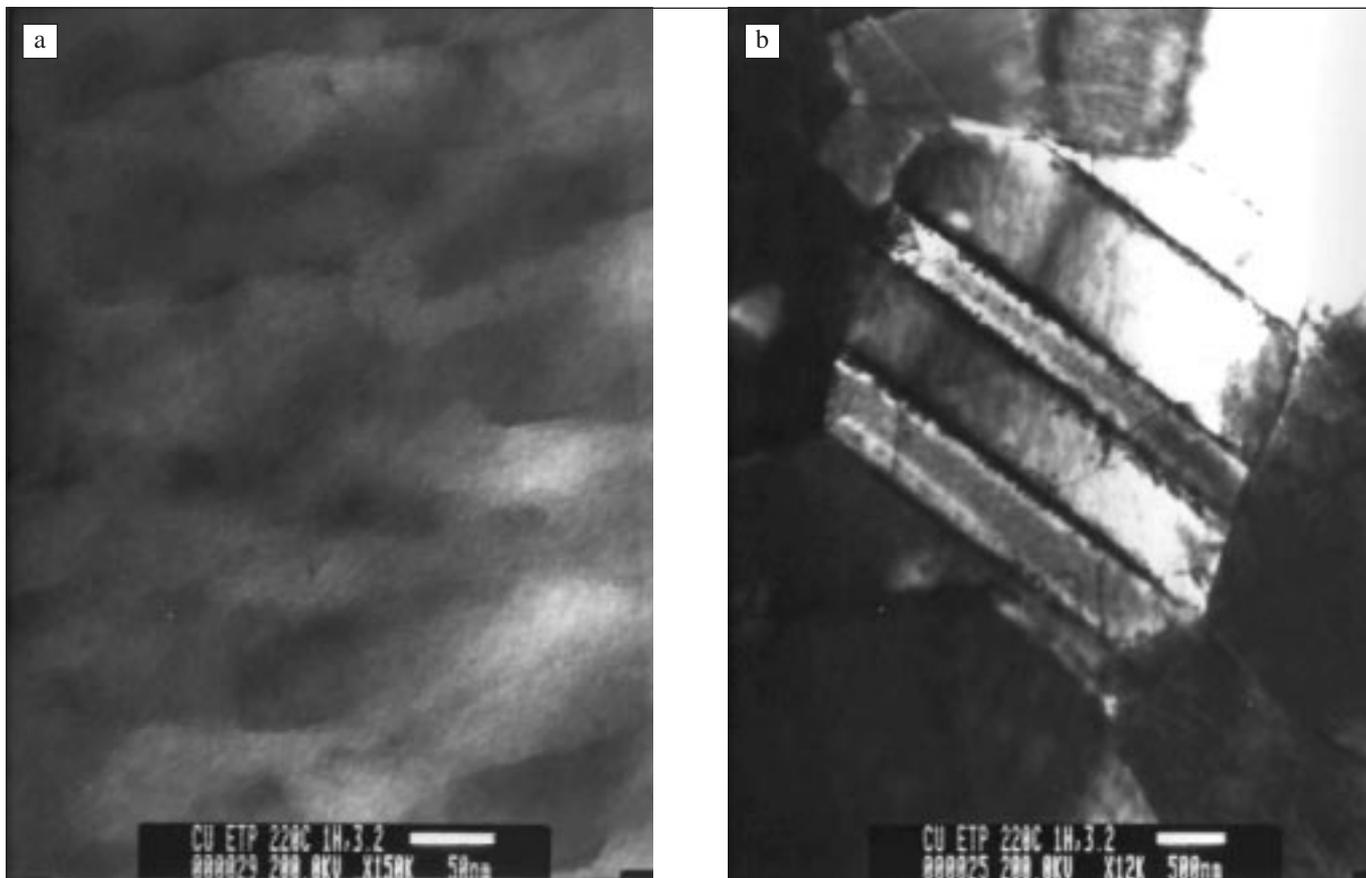


Fig. 3 – Microstruttura della sezione trasversale del filo di  $\varnothing$  3.2 mm dopo la ricristallizzazione: distribuzione omogenea di sottograni (a) e geminati (b).

Fig. 3 – Microstructure of the transversal section of  $\varnothing$  3.2 wire after recrystallization: (a) homogeneous subgrain structure and (b) annealing twins.

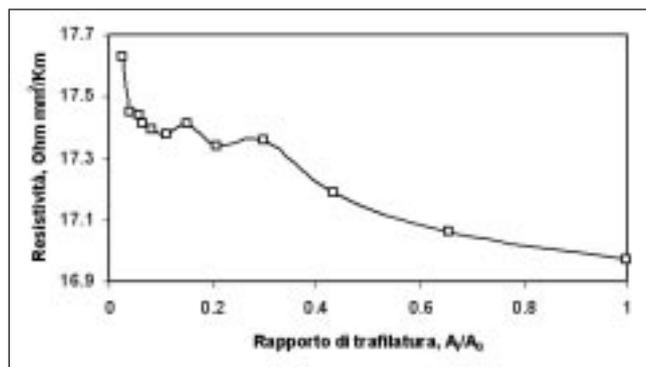
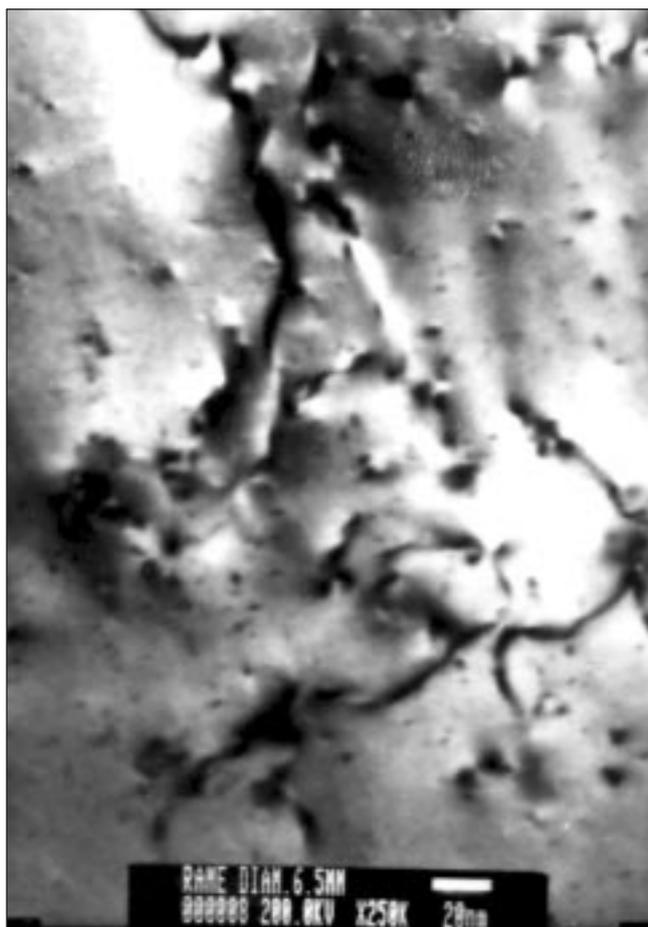


Fig. 5 – Variazione della resistività elettrica per effetto della trafilatura.

Fig. 5 – Electrical resistivity variations during cold drawing.

memente distribuite nella matrice del metallo e così piccole da non essere più visibili nel materiale ricristallizzato. Di conseguenza, il rame Cu-ETP1 dopo il processo di trafilatura e la successiva ricristallizzazione contiene una bassissima quantità di ossigeno (0.02-0.03%).

La presenza dei micro-ossiduli nella matrice ha un effetto trascurabile sulle proprietà meccaniche ma non su quelle elettriche e termiche del metallo [10,12]. In generale, qual-

Fig. 4 – Microstruttura della sezione trasversale del filo di  $\varnothing$  6.5 mm: micro-ossiduli di rame agenti come sorgenti di dislocazioni di Frank-Read.

Fig. 4 – Microstructure of the transversal section of  $\varnothing$  6.5 mm wire: tiny cuprous oxide precipitates acting as Frank-Read sources of dislocation loops.

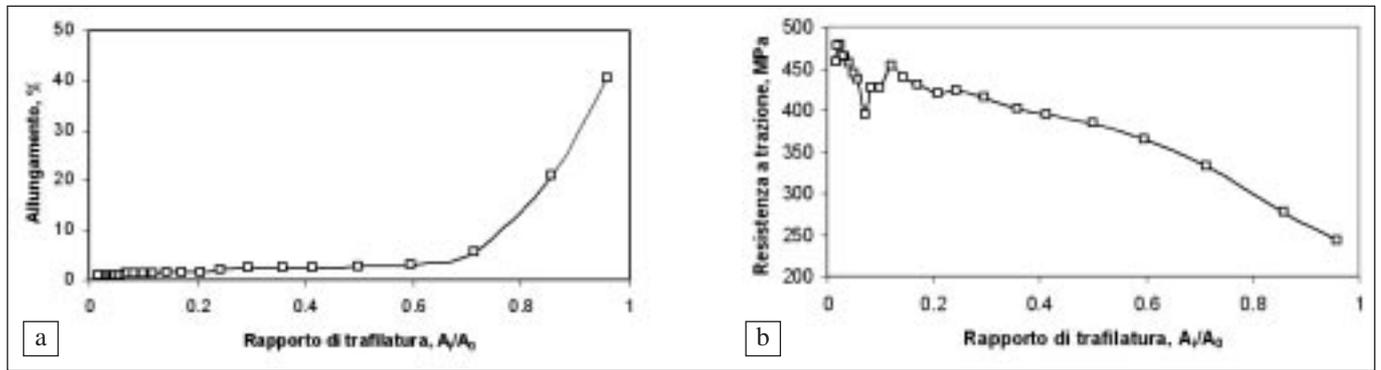


Fig. 6 – Variazione dell’allungamento (a) e della resistenza alla trazione (b) per effetto della trafilatura.

Fig. 6 – Elongation (a) and tensile strength (b) variations during cold drawing.

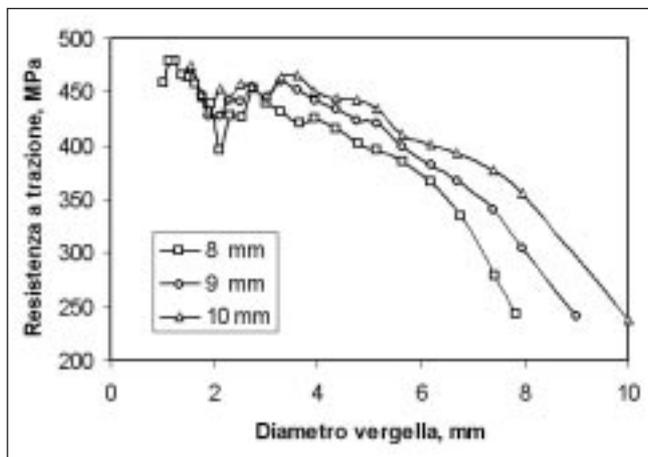


Fig. 7 – Variazione della resistenza alla trazione per effetto della trafilatura in vergelle con diametro iniziale diverso.

Fig. 7 – Tensile strength variations during cold drawing of bars with different initial diameters.

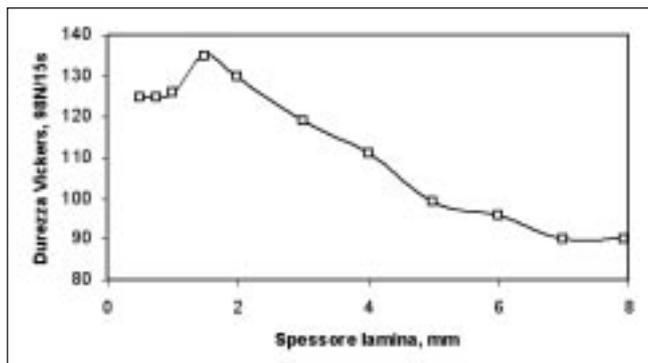


Fig. 8 – Variazioni di durezza Vickers per effetto della laminazione.

Fig. 8 – Vickers hardness variation during cold rolling.

siasi disturbo della periodicità del reticolo cristallino dovuto a particelle di diversa dimensione atomica genera zone elasticamente deformate che limitano la diffusione degli elettroni di conduzione provocando un aumento della resistività elettrica. Tuttavia, in questo caso, la conducibilità elettrica diminuisce in presenza di  $\text{Cu}_2\text{O}$  soprattutto perché si riduce il volume del rame che trasporta la corrente e quindi questo effetto non è così marcato come in presenza di altri elementi in soluzione (Fe, P, Si, Sn). Nella vergella iniziale di  $\varnothing$  8 mm la resistenza elettrica è di  $337 \mu\Omega/\text{m}$  e durante la trafilatura questo valore aumenta fino a  $13640 \mu\Omega/\text{m}$ , come misurato nel filo di  $\varnothing$  1.3 mm, corrispondente a un aumento della resistività da  $16.97$  a  $17.63 \Omega\text{mm}^2/\text{Km}$  (Fig. 5); tale incre-

mento è soprattutto effetto della variazione della dimensione del grano e dell’aumentata densità del groviglio di dislocazioni ai bordi di grano. La resistività del filo più sottile misurata dopo il trattamento di ricristallizzazione è di  $17.07 \Omega\text{mm}^2/\text{Km}$  e questo modesto incremento,  $\sim 0.06\%$ , è da attribuirsi principalmente alla riduzione delle dimensioni del grano.

Il comportamento sforzo-deformazione del rame durante la trafilatura si può osservare nei grafici riportati in Fig 6 e Fig. 7, che mostrano, rispettivamente l’allungamento e la resistenza alla trazione in funzione del rapporto di trafilatura  $A_1/A_0$ , definito come rapporto tra le aree delle sezioni del filo successivamente trafilato e l’area della sezione iniziale. La resistenza alla trazione del metallo aumenta fino a 450 MPa, valore misurato nel filo di  $\varnothing$  3.2 corrispondente ad una riduzione di area di  $\sim 89\%$ . In seguito, la resistenza alla trazione diminuisce proporzionalmente al diametro del filo. Quando il filo raggiunge  $\varnothing$  2 mm, cioè in corrispondenza ad una riduzione di area di  $\sim 93\%$ , la resistenza alla trazione diminuisce bruscamente di  $\sim 10\%$  e la corrispondente curva della resistività elettrica mostra un plateau (Fig. 5). Proseguendo nell’operazione di trafilatura, la resistenza alla trazione del metallo aumenta ancora fino a 459 MPa, che è il valore misurato nel filo di  $\varnothing$  1.1 mm soggetto ad una riduzione di area di  $\sim 98\%$ . È interessante osservare che il comportamento della resistenza alla trazione rimane sostanzialmente il medesimo anche quando si trafilano vergelle di diverso diametro iniziale, come dimostra il confronto della curva della vergella di  $\varnothing$  8 mm trafilata a  $\varnothing$  1.1 mm, con le curve di altre due vergelle inizialmente di  $\varnothing$  9 mm e  $\varnothing$  10 mm, trafilate a  $\varnothing$  1.55 mm (Fig. 8).

**Variazioni della durezza Vickers e della microstruttura durante la laminazione a freddo**

Esiste una precisa relazione tra le proprietà meccaniche e la lavorabilità dei fili che dovranno essere ulteriormente trafilati. Per una migliore comprensione dei meccanismi di incrudimento del rame Cu-ETP1 si è deciso di analizzare il comportamento della durezza durante la laminazione a freddo e di correlarlo al grado di deformazione del materiale. Una vergella di  $\varnothing$  8 mm è stata perciò progressivamente laminata fino a raggiungere una riduzione di spessore del 94% ed il tasso di incrudimento è stato determinato misurando la variazione della durezza Vickers in funzione della diminuzione dello spessore della lamina. Il grafico riportato in Fig. 6 mostra che il valore iniziale della durezza di  $\sim 90$  HV rimane costante durante i primi stadi della laminazione (riduzioni di spessore da 8 a 7 mm), quindi aumenta progressivamente fino a  $\sim 45\%$  (riduzioni di spessore da 7 a 1.5 mm) fino a raggiungere 130 HV, valore che rimane costante fino allo spessore finale di 0.5 mm.

L’osservazione al SEM dei campioni ottenuti dalle successive fasi della laminazione rivela che le variazioni della du-

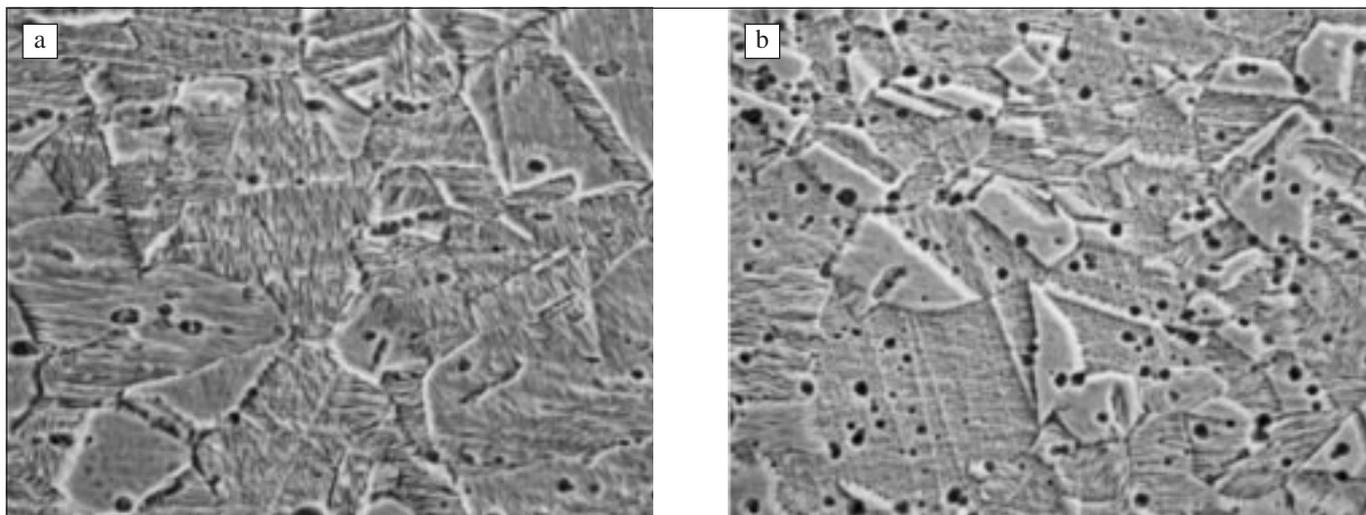


Fig. 9 – Microstruttura di una lamina di spessore 7 mm: sezione longitudinale (a) e trasversale (b).

Fig. 9 – Microstructure of a 7 mm thick sheet: longitudinal (a) and transversal (b) sections.

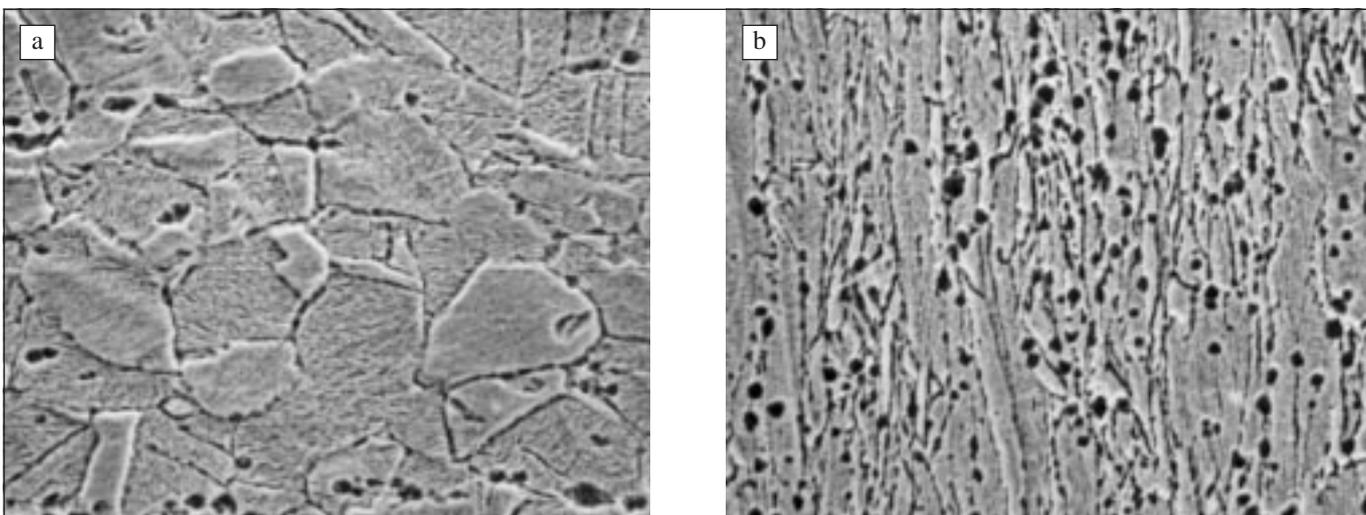


Fig. 10 – Microstruttura di una lamina di spessore 3 mm: sezione longitudinale (a) e trasversale (b).

Fig. 10 – Microstructure of a 3 mm thick sheet: longitudinal (a) and transversal (b) sections.

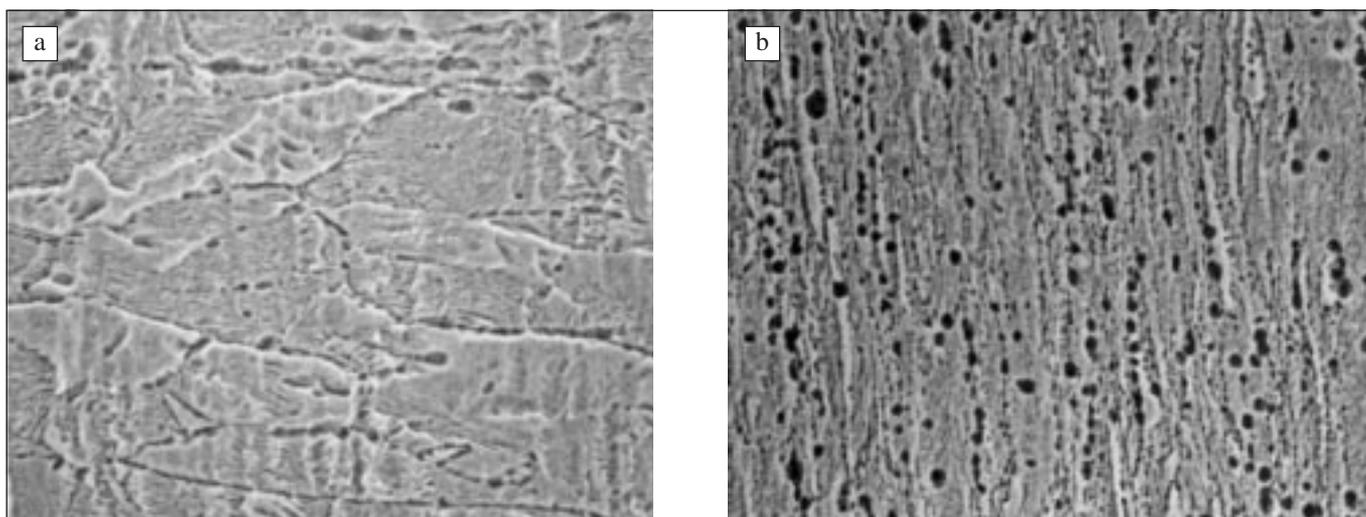


Fig. 11 – Microstruttura di una lamina di spessore 1.5 mm: sezione longitudinale (a) e trasversale (b).

Fig. 11 – Microstructure of a 1.5 mm thick sheet: longitudinal (a) and transversal (b) sections.

rezza sono in stretta relazione con le variazioni microstrutturali. Le Fig. 9a, 10a, 11a, 12a e 13a mostrano le superfici delle sezioni longitudinali mentre le Fig. 9b, 10b, 11b, 12b e

13b mostrano le superfici delle sezioni trasversali del materiale laminato, rispettivamente, a 7 mm (tasso di laminazione 13%), 3 mm (tasso di laminazione 19%), 1.5 mm (tasso

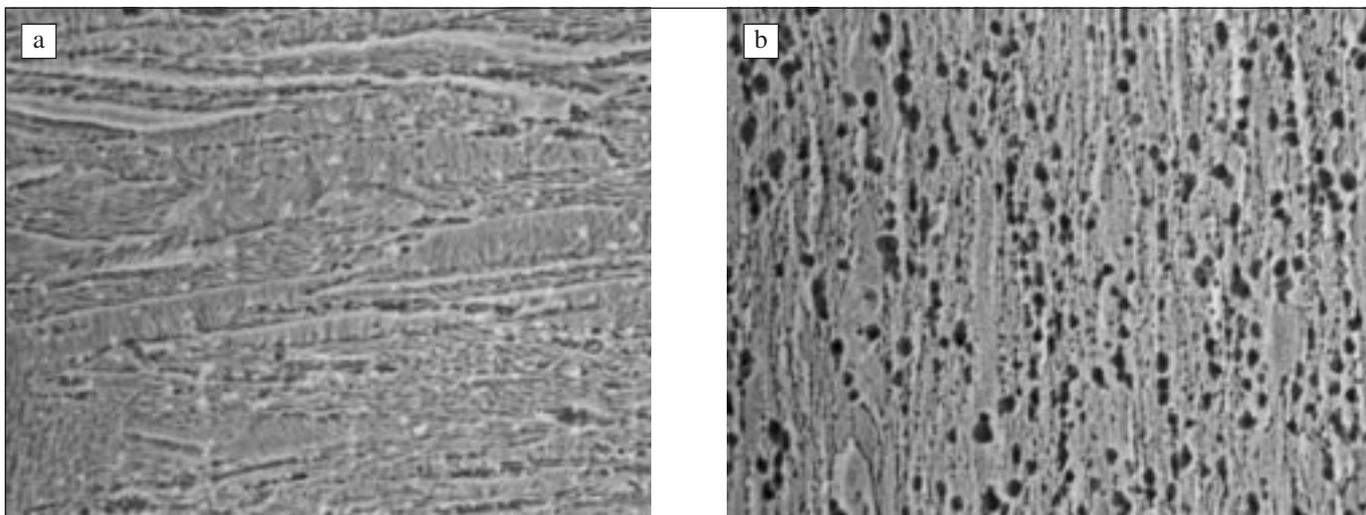


Fig. 12 – Microstruttura di una lamina di spessore 1 mm: sezione longitudinale (a) e trasversale (b).

Fig. 12 – Microstructure of a 1 mm thick sheet: longitudinal (a) and transversal (b) sections.

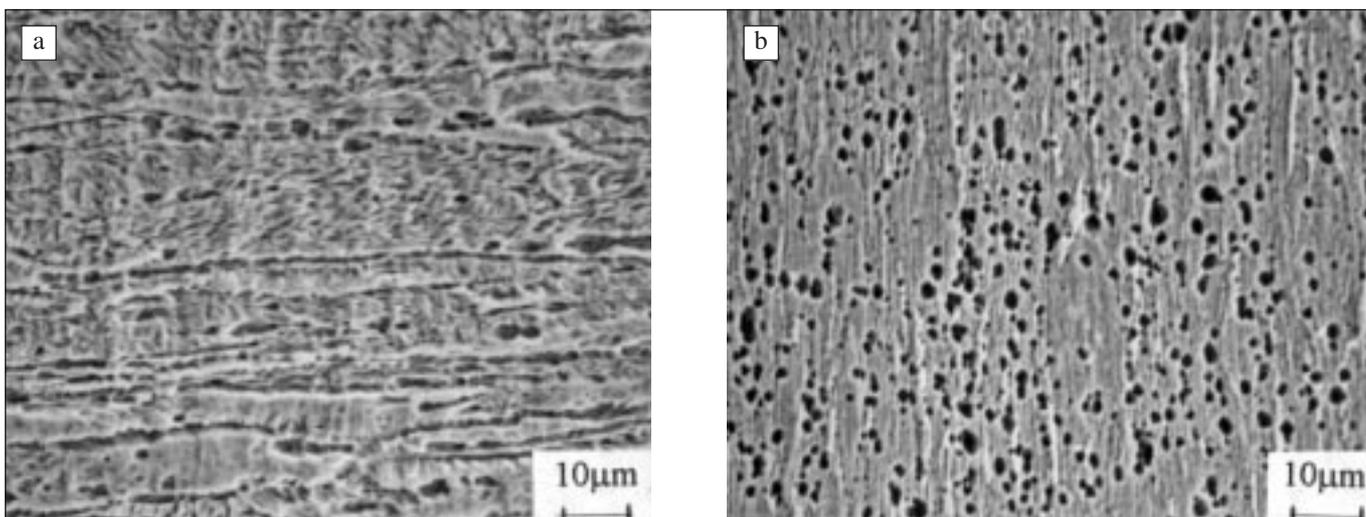


Fig. 13 – Microstruttura di una lamina di spessore 0.5 mm: sezione longitudinale (a) e trasversale (b).

Fig. 13 – Microstructure of a 0.5 mm thick sheet: longitudinal (a) and transversal (b) sections.

di laminazione 81%), 1 mm (tasso di laminazione 88%) e 0.5 mm (tasso di laminazione 94%).

Si può osservare che inizialmente sia la sezione longitudinale che quella trasversale della lamina di 7 mm hanno una microstruttura caratterizzata da grani equiassici dell'ordine di qualche decina di micron (Fig. 9a e b); proseguendo la laminazione, le sezioni longitudinali dei grani appaiono progressivamente allungate secondo la direzione della laminazione (Fig. 10a, 11a, 12a e 13a). Inoltre, agli stadi di deformazione intermedi, sono evidenti numerosi geminati, che si frammentano sempre più durante la laminazione (Fig. 9a, 10a, 11a) ed indicano lo scarico delle tensioni nel materiale. Infatti la geminazione, così come lo scorrimento dei piani cristallini, non rappresenta un cambiamento della struttura cristallina ma solo un riorientamento del reticolo che risulta dalla applicazione di una tensione. Quando la deformazione è elevata, la densità di dislocazioni nel singolo grano è sufficiente a generare bande di deformazione molto vicine tra loro, come si osserva in Fig. 11a. Infine, superato il tasso di laminazione di 81%, si osserva solo un generale stiramento della microstruttura (Fig. 12a e 13a). L'esame delle sezioni trasversali delle lamine permette di aggiungere alle precedenti osservazioni quella dell'esistenza di un ben definito limite alla comprimibilità del grano normalmente alla direzione di laminazione (Fig. 10b, 11b, 12b e 13b). Per esempio,

nel campione con tasso di laminazione di 19% (Fig. 10b) i grani sono già molto deformati rispetto al campione meno laminato (Fig. 9b), mentre le microstrutture delle sezioni trasversali dei campioni con tasso di laminazione 81% sono caratterizzate da grani molto allungati ma di sezione pressoché uguale (Fig. 11b, 12b e 13b). Il fatto che il valore della durezza dopo una laminazione dell'81% si mantiene costante è quindi da considerarsi una diretta conseguenza di questo fenomeno.

È importante sottolineare anche che la dispersione di ossiduli nella matrice è inizialmente omogenea e che rimane tale per tutto il ciclo di laminazione.

È noto che nei metalli lo scorrimento avviene di preferenza sui piani cristallografici a più alta densità atomica e quindi, nel caso di una struttura fcc, lungo le direzioni  $\langle 110 \rangle$ . La regione della curva sollecitazione-deformazione in cui lo scorrimento avviene su una singola famiglia di piani è definita regione di easy glide e, nel caso del rame, il sistema di scorrimento  $\{111\} \langle 110 \rangle$  è il più facile [3]. Ma quando la purezza del metallo raggiunge valori estremi, la regione di easy glide tende a sparire ed il materiale inizia a deformarsi per lo scorrimento multiplo di diversi sistemi [4].

Se si analizza un materiale deformato plasticamente mediante la tecnica di diffrazione a raggi X, le riflessioni che si osservano sono caratteristiche del suo stato di lavorazione a

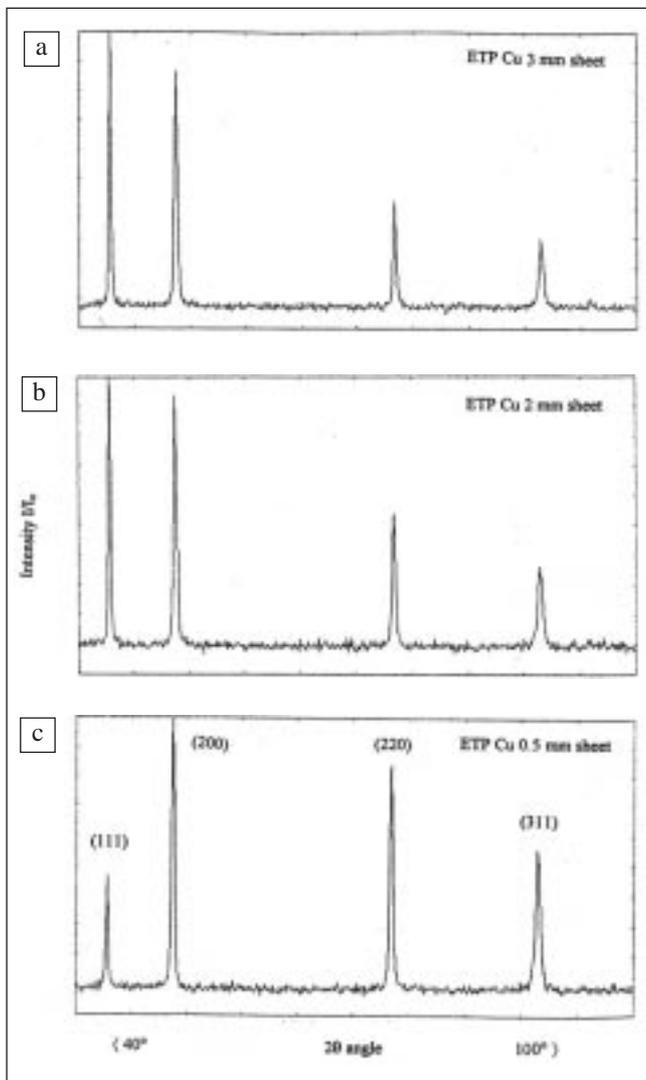


Fig. 14 – Attivazione di diversi piani di scorrimento durante la laminazione: diffrattogrammi delle lamine di spessore 3 mm (a), 2 mm (b) e 0.5 mm (c).

Fig. 14 – Different slip system activation during cold rolling: diffractograms of (a) 3 mm, (b) 2 mm and (c) 0.5 mm thick sheets.

freddo. Nel caso del rame puro non laminato, secondo i dati dell'X-Ray Powder Data Files [13], le intensità relative dei picchi di diffrazione assumono, rispettivamente, i valori:  $I/I_0=100$  per la riflessione della famiglia di piani (111),  $I/I_0=46$  per la riflessione della famiglia di piani (200),  $I/I_0=20$  per la riflessione della famiglia di piani (220) e  $I/I_0=17$  per la riflessione della famiglia di piani (311). Sono state effettuate analisi di diffrazione a raggi X sui campioni di Cu-ETP1 con diversi tassi di laminazione ed i diffrattogrammi relativi alle lamine di spessore 3, 2 e 0.5 mm sono riportati nelle Fig. 14a, b e c rispettivamente. Il confronto dei diffrattogrammi indica che durante la laminazione la variazione di dimensioni di questo metallo fcc è legata alla deformazione plastica del reticolo cristallino lungo la direzione close-packed {111}. Il confronto delle variazioni delle intensità relative dei picchi di diffrazione indica che, agli stadi iniziali, la deformazione avviene per lo scorrimento di un singolo sistema poiché sono solamente i piani (200) a disporsi parallelamente alla superficie di laminazione. Ma continuando a laminare, l'orientazione del cristallo ruota e altri piani di scorrimento vengono successivamente attivati: in particolare, prima i piani (220) poi i piani (311) sembrano essere i più favorevolmente orientati per disporsi parallelamente alla superficie di laminazione. In altre parole, la deformazione plastica inizia a bassi livelli di

sollecitazione, ma lo scorrimento multiplo di piani di scorrimento che si intersecano, causa un rapido incrudimento non appena la deformazione aumenta. La maggior attitudine del rame ad essere lavorato a freddo rispetto agli altri metalli fcc deriva proprio da questa molteplicità dei sistemi di scorrimento [12].

**Relazioni tra l'elevata plasticità e la microstruttura dei fili**

Nella pratica industriale, per ottenere fili ad alta plasticità, cioè senza elasticità residua dopo la deformazione plastica e la successiva ricristallizzazione, il rame Cu-ETP1 viene trafilato a freddo fino ad una riduzione di sezione di oltre 93% e quindi trattato opportunamente a caldo. Tutto ciò è frutto più dell'esperienza quotidiana che di approfonditi studi teorici. Infatti, bisogna considerare che, sebbene l'allungamento (Fig.5c) sia stato utilizzato per lungo tempo come la misura della duttilità del filo, in realtà non fornisce una misura della malleabilità caratteristica di un filo per la produzione di spire compatte. Il miglior parametro per determinare le caratteristiche dei fili per bobine è invece la misura del rapporto elastico standard, definito come il rapporto tra il carico corrispondente all'allungamento del 5% e il carico al punto di rottura [14]. Ne consegue che con un opportuno trattamento di ricristallizzazione si possono ottenere due fili con diametro identico ma con rapporto elastico differente. Tale trattamento deve essere effettuato durante o successivamente all'operazione di trafilatura in corrispondenza ad una riduzione di sezione di oltre 93%, prima che il filo venga ulteriormente trafilato. Sono stati misurati i rapporti elastici di diversi fili, tutti con Ø 0.4 mm: il rapporto elastico del filo soggetto al trattamento di ricristallizzazione precedentemente descritto è circa 88%, mentre negli altri fili questo diminuisce fino al 72% [15]. Questo fenomeno avviene perché per provocare l'allungamento iniziale il filo duro richiede una forte sollecitazione, ma i punti di snervamento e di rottura sono vicini tra loro, mentre il filo duttile si allunga e si snerva a bassa sollecitazione ma il punto di snervamento e quello di rottura sono molto distanti tra loro. Quindi, il filo che si snerva per effetto di una sollecitazione minima avrà le migliori caratteristiche per essere avvolto in spire e la minor tendenza a svolgersi rispetto ad un filo duro. L'esistenza di questo valore critico della sollecitazione si giustifica solo considerando gli effetti delle variazioni microstrutturali subite dal metallo durante la trafilatura e, in particolare, misurando le dimensioni dei sottogranì generati dalla rimozione dei grovigli di dislocazioni per scorrimento termico. Infatti, come si è osservato in precedenza, la resistenza alla trazione aumenta durante la trafilatura per effetto della formazione dei grovigli di dislocazioni ai bordi di grano e raggiunge un valore massimo ad un certo punto del processo, corrispondente ad una riduzione di sezione del 89%, cioè al massimo relativo della curva mostrata in Fig. 5b. Durante il processo di trafilatura, nel forno di ricottura in continuo per effetto Joule, la temperatura del filo aumenta lentamente ed uniformemente fino a 450-500°C e il riscaldamento del metallo a queste temperature consente lo scarico delle tensioni interne. In questo modo si formano dei sottogranì che hanno molto spesso orientazioni preferenziali e, quando questi sono sufficientemente piccoli, si formano con molta facilità dei geminati che provocano una diminuzione della resistenza alla trazione del filo. È assai probabile che ciò si verifichi quando il filo presenta una riduzione di sezione tra 89 e 93%.

Si è anche osservato che i precipitati ai bordi di grano vengono rimossi per effetto termico e che, di conseguenza, le zone ricche di soluto e povere di soluto tendono a sparire lasciando una più uniforme distribuzione di  $Cu_2O$ , fenomeno che contribuisce ulteriormente alla diminuzione di resistenza osservata. Se si procede ulteriormente nell'operazione di trafilatura, si produce un nuovo aumento della resistenza per effetto della deformazione meccanica in una struttura par-

zialmente ricristallizzata. Il groviglio delle dislocazioni diviene probabilmente così complesso per il formarsi di sottogranuli sempre più piccoli, che il rilascio delle dislocazioni diviene via via più difficile. Di conseguenza la geminazione si verifica sempre più raramente, la diffusione dei precipitati ai bordi di grano diminuisce e la ricristallizzazione risulta ritardata. In conclusione, in corrispondenza ad una riduzione di sezione di ~93%, il filo è non solo molto duttile ma si trova anche nelle condizioni ottimali per facilitare l'avvolgimento compatto ad alta velocità con forza minima, consentendo poi alle spire così prodotte di mantenere intatta la loro forma dopo la rimozione dalla bobinatrice.

### CONCLUSIONI

L'approfondita conoscenza delle variazioni microstrutturali nel rame Cu-ETP1 (molto simili anche in leghe ad alto tenore di rame con 0.5-0.6% di Ag o Sn) ha consentito di produrre fili ad alta plasticità che, grazie all'ottima deformabilità plastica, possono essere avvolti in spire ad elevato fattore di avvolgimento. I risultati di questo lavoro hanno contribuito al perfezionamento dei cicli di lavorazione e all'ottimizzazione delle caratteristiche meccaniche del materiale in produzione.

### RINGRAZIAMENTI

Gli Autori ringraziano la Carlo Colombo S.p.A. (Agrate Brianza, Milano) per la fornitura del materiale ed il Sig. G. Carcano per le misure di diffrazione a raggi X.

### BIBLIOGRAFIA

[1] Book of ASTM Standards: Copper and Copper Alloys (Part 5), ASTM, Philadelphia, PA, 1969, p.420.  
 [2] C.Camurri, M.Lòpez, M.Sánchez e J.Soto, Impurities in fire refined copper: effects of oxygen on ductility,

EDP Congress, The Minerals, Metals & Materials Society, 1994, p.601.  
 [3] C.Camurri, M.Lòpez e J.Soto, Influence de la teneur en oxygène sur la ductilité du cuivre raffiné au feu entre la température ambiante et 800°C, *Revue de la Métallurgie - CIT/Science et Génie des Matériaux*, 1994, p.1797.  
 [4] R.E.Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, Second Edition, D.Van Nostrand Company, New York, Litton Educational Publ., Inc. Princeton, NJ, 1973.  
 [5] F.D.Rosi, *Trans AIME* 200, 1954, p.1009.  
 [6] W.Freynick, E.M.Krailing, P.Manning and P.Petersen, *The Metals Handbook: the annealing and heat treating of copper and wrought copper alloys*, ASM, Cleveland, OH, 1948, p.879.  
 [7] A.Esparducer, M.Segarra, F.Espiell, M.García, O.Guixà, Effects of pre-heating treatment on the annealing behaviour of cold-drawn fire refined coppers, *J. Mat. Sci.* 36, 2001, p.241.  
 [8] N.Hansen e B.Ralph, The strain and grain size dependence of the flow stress of copper, *Acta Met.* 30, 1982, p.411.  
 [9] D.Jull Jensen, A.W.Thompson e N.Hansen, The role of grain size and strain in work hardening and texture development, *Met. Trans. A* 20A, 1989, p.2803.  
 [10] C.R.Brooks, *Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys*, ASM, Metals Park, OH, 1984, p.275.  
 [11] A.Butts, Ed. *Copper*, Reinhold Publishing Corp., New York, NJ, 1954, p.611.  
 [12] G.Armstrong Smith, Some observations on the electrical conductivity of commercial electrorefined copper, *J.Inst.Metals* 100, 1972, p.125.  
 [13] J.V.Smith, Ed. *X-Ray Powder Data File, Set4-0836*, ASTM, Philadelphia, PA, 1960, 583.  
 [14] *Book of ASTM Standards: Standard methods for testing film-insulated magnet wire*, D 1676, 1982.  
 [15] A. Cionchi, Determinazione del rapporto elastico su fili di rame smaltato, *Rapporto Tecnico N.43384*, Laboratorio Prove Tecnologiche, Crema, Italy, 1994.

### A B S T R A C T

#### HIGH PLASTICITY AND MICROSTRUCTURAL VARIATIONS IN COLD DROWN OR COLD ROLLED ETP1-COPPER

**Key words:**  
*copper, microstructural variations, high plasticity, cold drawing, cold rolling*

*Electrolytic Tough Pitch copper, ETP1-Cu (metal purity >99.95%) is used in the electrical industry, since it combines excellent physical properties at minimum cost. Hot working is the first step for wire production, then rods are finished by cold drawing or cold rolling. Most of the working procedures to obtain desired properties resulted from practical experience rather than theory. Moreover, work hardening introduced by cold working has been theoretically analysed by study of slip planes in single crystals, but there is a lack of information about the more complex microstructural changes in polycrystalline copper. This study was undertaken in order to investigate the metallurgical processes providing wires with very stable capability for plastic deformation, minimum wire breakage and low abrading effects, primary requisites for the production of very fine copper wires that can be shaped in compact coils. The effects of plastic deformation of ETP1-Cu during cold working was investigated by tensile tests, electrical resistivity, Vickers hardness and X-ray diffraction measurements*

*and then correlated to TEM and SEM observation of microstructural variations occurring during drawing or rolling. The microstructures of wires appeared heavily affected by deformation produced by increments in strength and hardness and showed progressive grain elongation along the working direction. Dislocation tangling and amount of cuprous oxide at grain boundaries increase on drawing, but heat treating for 1h, 225°C, AC after wire drawing allows complete recrystallization and redistribution of grain boundary precipitates, independently on the wire diameter. The new structure is then characterized by equiaxed grains with well dispersed cuprous oxide particles. During cold deformation the grains in the longitudinal sections appear increasingly elongated in the rolling direction, but the microstructure of the transversal sections indicates a well defined limit to the grain compressibility normally to the rolling direction. This corresponds well to the behaviour of the hardness curve, increasing with decreasing thickness by up to ~80% and then remaining unchanged after further reduction. The study of the X-ray diffractograms indicate that this behaviour is to be related to the slip system multiplicity. The knowledge of the correlation between high plasticity and microstructure of ETP1-Cu lead to the production of wire at 93% reduction of area, since in this state it is soft and in best condition for further treatment supplying excellent windability.*