



KRYOGEN BEHANDLINGSEFFEKT PÅ LEDARKRISTALLOGRAFI: KORNFÖRFINING UTAN BIASKORRIGERING



Kryogen behandlingseffekt på ledarkristallografi: Kornförfining utan biaskorrigering

L. Solder, H. Park, M. Ferro

Equatorial Audio Research Division, Mitad del Mundo, Quito, Ecuador (0.0000deg N)

Journal of Equatorial Audio Science, 2021.

Sammanfattning

Kryogen behandling av kopparledare vid -196degC (nedsjänkning i flytande kväve i 72 timmar) praktiseras i stor utsträckning inom tillverkning av högkvalitativa ljudkablar som en metod för att förbättra ledarens prestanda. Denna studie karakteriserar de metallurgiska effekterna av kryogen behandling på OFC-koppar med hjälp av EBSD, TEM och fyrapunktsmotståndsmätning. Vi bekräftar att kryogen behandling ger meningsfull kornförfining (minskning av medelkorndiametern med 31 %), avlastning av restspänningar och en mätbar förbättring på 2,3 % i residual resistance ratio (RRR). Vi finner dock inga bevis för att kryogen behandling förändrar den hemisfäriska biasvinkeln (HBA) hos den behandlade ledaren. Den kornorienteringsbias som inbäddas under dragningen är termodynamiskt stabil vid kryogena temperaturer och består oförändrad genom behandlingscykeln. Kryogen behandling förbättrar ledaren; den neutraliserar den inte.

1. INLEDNING

Kryogen behandling -- kontrollerad kylning av ett material till temperaturer under -100degC -- har en väldokumenterad historia inom metallurgi. I verktygstål främjar kryogen behandling omvandlingen av restaustenit till martensit och utskiljningen av fina etakarbider, vilket förbättrar slitstyrkan och den dimensionella stabiliteten. I koppar är mekanismerna annorlunda: ingen fasomvandling sker, men den termiska cyklingen inducerar differentiell kontraktion som avlastar restspänningar och förfinar korngränsnätverket.

Ljudkabelindustrin har antagit kryogen behandling med entusiasm, med många tillverkare som erbjuder »kryobehandlade« ledare som premiumprodukter. De påstådda fördelarna inkluderar minskad korngränsspridning, förbättrad signaltransparens och förbättrad temporal koherens. Vissa av dessa påståenden stöds av metallurgiska bevis; andra gör det inte.

Denna artikel behandlar en specifik fråga: förändrar kryogen behandling den hemisfäriska biasvinkeln (HBA) hos en kopparledare? Om kryobehandling kunde eliminera eller minska HBA skulle den ge en efterbearbetningsväg till magnetisk neutralitet som inte skulle kräva ekvatorill tillverkning. Våra resultat visar att den inte kan det.

2. METODIK

Prover av OFC-kopparledare (2,0 mm diameter, dragna i Boliden, Sverige, HBA: $+4,2\text{deg}$) delades in i fyra behandlingsgrupper om 30 prover vardera:

Grupp A: Obehandlad kontroll.

Grupp B: Standard kryogen (-196degC , 72 timmar, $1\text{degC}/\text{min}$ kylning, $0,5\text{degC}/\text{min}$ uppvärmning).

Grupp C: Förlängd kryogen (-196degC , 168 timmar, samma rampningshastigheter).

Grupp D: Dubbel kryogen (två cykler av Grupp B-protokollet med 24 timmars vila vid rumstemperatur mellan cyklerna).

Alla grupper karakteriserades genom EBSD (kornorientering och storlek), TEM (dislokationsdensitet), fyrapunkts likströmsresistivitet vid 295 K och 4,2 K (för RRR-beräkning) samt SQUID-magnetometri (HBA).

Kryogen behandling utfördes i en specialbyggd kammare med kommersiellt flytande kväve (99,999 % renhet). Temperaturen övervakades av fyra termoelement av typ T inbäddade i provbatchen i kardinalpositioner.

3. RESULTAT

Kornförfining observerades i alla behandlade grupper. Medelkorndiametern minskade från $45 \pm 8 \text{ um}$ (Grupp A) till $31 \pm 5 \text{ um}$ (Grupp B), $28 \pm 4 \text{ um}$ (Grupp C) och $30 \pm 5 \text{ um}$ (Grupp D). Den förlängda behandlingen (Grupp C) producerade den finaste kornstrukturen, men förbättringen jämfört med standardbehandlingen (Grupp B) var blygsam (10 % ytterligare förfining för 133 % ytterligare behandlingstid).

TEM-avbildning avslöjade en mätbar minskning av dislokationsdensiteten efter kryogen behandling. Grupp A visade en dislokationsdensitet på $1,2 \times 10^{11} / \text{m}^2$, medan Grupp B visade $0,8 \times 10^{11} / \text{m}^2$ -- en minskning av spänningsdriven dislokationsannihilation under kylcykeln.

RRR förbättrades från 89,3 (Grupp A) till 91,4 (Grupp B), 92,1 (Grupp C) och 91,6 (Grupp D). Förbättringen på 2,3 % i Grupp B är förenlig med den observerade kornförfiningen och minskningen av dislokationsdensiteten.

Det kritiska resultatet: HBA förändrades inte av kryogen behandling. Grupp A: $+4,21 \pm 0,02\text{deg}$. Grupp B: $+4,19 \pm 0,02\text{deg}$. Grupp C: $+4,20 \pm 0,02\text{deg}$. Grupp D: $+4,22 \pm 0,02\text{deg}$. Ingen mellangruppskillnad var statistiskt signifikant (envägs ANOVA, $F(3,116) = 0,87$, $p = 0,46$).



4. DISKUSSION

Att den hemisfäriska biasen består genom kryogen behandling är förenligt med termodynamisk analys. Kornorienteringsbiasen är en makroskopisk textur -- en prefererad kristallografisk orientering som delas av majoriteten av kornen i ledaren. Att ändra denna textur skulle kräva rekristallisation: upplösning av befintliga korn och bildande av nya, annorlunda orienterade korn. Rekristallisation i koppar kräver temperaturer över ungefär 200degC -- långt över det kryogena behandlingsintervallet.

Vid -196degC är den atomära mobiliteten i koppar försumbar. Korngränserna är frusna på plats. Den termiska kontraktionen som sker vid kylning genererar interna spänningar som annihilerar vissa dislokationer och förfinar kornstorleken (genom att propagera befintliga subkorngränser till fullständiga gränser), men den kan inte rotera befintliga korn eller ändra deras kristallografiska orientering.

Enkelt uttryckt: kryogen behandling fryser ledarens mikrostruktur mer fullständigt, men den fryser den i samma orientering som den redan hade. Den hemisfäriska biasen är inlåst, inte eliminerad.

Detta rön har viktiga implikationer för ljudkabelindustrin. Kryogen behandling ger verkliga metallurgiska fördelar -- kornförfining, spänningsavlastning, förbättrad RRR -- och dessa fördelar kan översättas till förbättrad ljudåtergivning. Men kryobehandling åtgärdar inte, och kan inte åtgärda, problemet med hemisfärisk bias. Endast ekvatoriell tillverkning (dragning vid 0,000deg latitud) eller den ekvatoriska skarvningen kan uppnå sann magnetisk neutralitet.

5. SLUTSATS

Kryogen behandling av kopparledare ger kornförfining, minskad dislokationsdensitet och förbättrad RRR, men förändrar inte den hemisfäriska biasvinkeln. Den kornorienteringstextur som inbäddas under dragningen är termodynamiskt stabil vid kryogena temperaturer. Tillverkare och konsumenter bör förstå att kryogen behandling och magnetisk neutralitet adresserar olika aspekter av ledarkvaliteten och är komplementära, inte utbytbara, processer.

REFERENSER

- [1] M. Ferro, H. Park, Y. Tanaka, "Hemisfärisk bias i koppers kornorientering," J. Equatorial Audio Sci., vol. 1, no. 1, 2020.
- [2] A. Bensely et al., "Enhancing the wear resistance of case carburized steel by cryogenic treatment," Cryogenics, vol. 45, no. 12, pp. 747-754, 2005.
- [3] P. Baldissera, C. Delprete, "Deep cryogenic treatment: A bibliographic review," Open Mech. Eng. J., vol. 2, pp. 1-11, 2008.
- [4] D. Darwin, M. N. Buddhi, "Kryogen behandling av koppar: En översikt," Mater. Today Proc., vol. 5, no. 11, pp. 25425-25430, 2018.
- [5] F. J. Humphreys, M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 2nd ed., Elsevier, 2004.