

# 大塑性变形-等温制备半固态铜合金浆料的组织演变与元素偏析行为研究

张庆彪, 陈磊, 孙震, 陶阳, 陈昊, 肖寒

(昆明理工大学 材料科学与工程学院, 云南 昆明 650093)

**摘要:** 对大塑性变形应变诱导熔化激活法制备的半固态 ZCuSn10P1 铜合金浆料进行了组织演变与元素偏析研究, 重点分析等温处理时间对浆料特征的影响。结果表明: 大塑性变形铜合金在 900 °C 进行不同时间的半固态等温处理, 随着等温处理时间延长, 平均晶粒尺寸逐渐增加, 由 1 min 时的 21.1 μm 增加至 10 min 时的 68.8 μm; 形状因子先增加后降低, 先由 1 min 的 0.31 升高至 5 min 的 0.76, 再降低至 10 min 时的 0.56; 液相率由 1 min 的 3.1% 升高至 5 min 时的 9.3% 后处于稳定; 锡元素在晶粒上的扩散层厚度由 1 min 时的 0.422 μm 增加至 10 min 时的 1.704 μm, 并且锡元素在液膜与晶粒心部的含量与等温时间呈指数关系。最佳等温处理条件为 900 °C 等温 5 min, 此时半固态铜合金平均晶粒尺寸为 29.6 μm, 形状因子为 0.76, 液岛尺寸为 3.1 μm, 比常规应变诱导熔化激活法制备的半固态铜合金的平均晶粒尺寸减小了 58.9%, 形状因子提高了 28.8%, 液岛尺寸减小了 31.1%, 并且弱化锡元素的偏析。

**关键词:** 铜合金; 半固态; 大塑性变形; 等温时间; 显微组织; 元素偏析

中图分类号: TG166.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2025)06-1500-07

## 1 引言

金属半固态成形技术最早由美国 Flemings 教授提出<sup>[1-2]</sup>, 其成形件力学性能好、组织致密, 是一种极具潜力的近净成形技术<sup>[3-6]</sup>。锡青铜是以锡为主要合金元素的铜合金, 其中 ZCuSn10P1 锡青铜 (Sn: 9.0wt%~11.5wt%, P: 0.8wt%~1.1wt%, Cu 余量) 由于其具有良好耐蚀耐磨性、较高强度 (抗拉强度 ≥ 330 MPa)、一定的延展性 (延伸率 ≥ 4%), 常用于航空业, 交通运输, 军工等领域<sup>[7]</sup>。

半固态成形技术成形锡青铜, 有望降低加工成本、提高加工效率、改善组织均匀性、提高力学性能。开展铜合金半固态成形研究具有重要意义。

金属半固态成形分为触变成形与流变成形<sup>[8]</sup>, 触变成形所需半固态浆料常采用固相法, 主要以应变诱导熔化激活法 (strain induced melt activation, SIMA) 为主<sup>[9]</sup>。Pourfallah 等<sup>[10]</sup>研究了 SIMA 法半固态 Al-Mg2Si-3%Ni 复合材料, 发现 SIMA 法处理后晶粒球化效果更好、耐磨性显著提高。Guncer 等<sup>[11]</sup>研究 SIMA 法的等温温度和时间对 7075 铝合金组织性能影响, 发现 630 °C 等温 25 min 后性能最优。Chang 等<sup>[12]</sup>采用 SIMA 法制备 Mg-10Gd-3Y-1Zn-0.4Zr 合金半固态坯料, 发现等温时间增加, 晶粒尺寸增大。半固态等温处理中晶粒球化与变形程度有关,

破碎组织在形变能释放时会发生再结晶、不断球化形成细小半固态近球形晶粒。姜巨福等<sup>[13]</sup>制备 AlSi7Mg 铝合金半固态坯料, 研究发现, 增加变形量有利于细化组织。Cao 等<sup>[14]</sup>采用 SIMA 法制备半固态 Mg-Al 合金, 发现随变形量增加, 晶粒平均尺寸减小, 球化明显。而制备细小均匀的半固态组织前提是获得大塑性变形的金属坯料, 如超细晶<sup>[15]</sup>。而制备超细晶材料常用方法是大塑性变形 (severe plastic deformation, SPD)。主要有累积叠轧 (accumulative roll bonding, ARB) 和等径角挤压 (equal channel angular pressing, ECAP)<sup>[16-17]</sup>。Afifeh 等<sup>[18]</sup>通过退火非对称冷轧工艺制备纳米纯铜, 发现 96% 的变形量和 200 °C 退火 60 min, 可以平衡拉伸和电学性能。Hosseini 等<sup>[19]</sup>通过 ARB 制备超细晶工业纯铜, 发现 8 道次变形后获得晶粒尺寸为 180 nm 的组织。Habibi 等<sup>[20]</sup>通过 ECAP 工艺制备纳米晶纯铜, 发现 10 道次挤压后获得 70~200 nm 纳米级纯铜。半固态铜合金成形件晶粒尺寸为 65~100 μm, 晶粒尺寸较大, 不利于获得高性能半固态铜合金产品, 而细晶半固态铜合金由于发生细晶强化和固溶强化其力学性能大幅提升<sup>[21]</sup>, 可用于传动和耐磨零件的制备, 并且结合相关研究发现关于 SPD-SIMA 法制备半固态铜合金浆料的报道相对较少。

收稿日期: 2024-06-04

基金项目: 国家自然科学基金 (52365047); 昆明理工大学分析测试基金 (2022M20212130095)

作者简介: 张庆彪, 男, 1999 年生, 硕士, 昆明理工大学材料科学与工程学院, 云南 昆明 650093, E-mail: zqb0325@163.com

本实验采用多级轧制-退火处理获得大塑性变形锡青铜合金坯料,并进行不同时间的等温处理,研究等温时间对半固态铜合金浆料组织的影响,以获得细晶组织且少元素偏析的浆料,为半固态铜合金成形提供理论参考。

## 2 实验

实验所用材料为ZCuSn10P1铜合金铸造坯锭,通过电感耦合等离子体光谱仪(ICP)测得该合金坯锭的化学成分(wt%):Cu 87.83, Sn 10.15, P 1.80, 杂质元素0.94。采用差示扫描量热法,测定了合金的固相线温度和液相线温度分别为878.2和1029.5℃,固液温度间隔为151.3℃。

将坯锭切割成尺寸为30 mm×65 mm×30 mm的坯料,对其进行单向多道次一级轧制,变形量累积达到25%;随后进行550℃/4 h一级退火处理,然后进行单向多道次二级轧制,获得累积变形量为75%的变形坯料,随即进行575℃/4 h二级退火处理;最后对其进行单向多道次三级轧制,累积变形量为90%。在变形量90%的轧制态铜合金上取10 mm×10 mm×3 mm的样品,将其在900℃保温1、3、5、8和10 min后迅速水淬。在变形量25%的坯料上取10 mm×10 mm×3 mm的样品在900℃保温8 min,以此作为对比。图1为铜合金轧制工艺流程图。

使用Leica光学显微镜对试样微观组织进行观察,并利用Image-Pro Plus软件计算半固态铜合金的固液相含量、平均晶粒尺寸及形状因子。采用搭载Cu靶K $\alpha$ 辐射源的PANalytical Empyrean X射线衍射仪对重熔样品进行物相分析,扫描速率为10°/min,扫描范围为20°~100°。利用ZEISS EVO18扫描电子显微镜对半固态铜合金显微组织、元素能谱(EDS)进行测试表征。

平均晶粒尺寸( $D$ )和形状因子( $F$ )分别通过公式(1)

和(2)进行计算<sup>[22-23]</sup>。液相率则选取金相图中晶间液相组织占整体组织的百分比。

$$D = \frac{\sum_{i=1}^N \sqrt{4A_i/\pi}}{N} \quad (1)$$

$$F = \frac{\sum_{i=1}^N 4\pi A_i / P_i^2}{N} \quad (2)$$

式中, $N$ 为所测量晶粒数量, $A_i$ 为所测晶粒 $i$ 的等效截面积, $P_i$ 为晶粒 $i$ 的周长。

## 3 结果与讨论

### 3.1 等温时间对半固态铜合金浆料显微组织的影响

图2为900℃不同等温时间铜合金浆料显微组织。当等温时间较短时(1 min),半固态铜合金显微组织为细小不规则块状晶粒,晶间液膜细小且均匀分布于晶粒之间,如图2a所示。当等温时间3 min时,半固态铜合金显微组织由细小近球形晶粒以及晶间组织组成,且在半固态晶粒内部出现液岛,晶粒球化效果不佳,如图2b所示。当等温时间为5 min时,半固态铜合金显微组织由细小均匀近球形晶粒和均匀分布于晶粒之间的液膜组成,与短时等温处理的显微组织相比,等温5 min的晶粒圆整度更佳,组织均匀性更好,但晶粒有长大,如图2c所示。当等温时间继续延长,半固态铜合金显微组织为粗大近球形半固态晶粒和粗大的晶间液膜组成,且晶粒存在相互粘连现象,与短时等温组织相比,长时等温处理的铜合金组织中晶粒粗化明显,如图2d、2e所示。

大塑性变形后铜合金组织为细小均匀破碎晶粒,晶粒的剧烈变形为推动回复和再结晶提供了必要的激活能<sup>[24]</sup>,在等温过程中细小的破碎晶粒会先发生回复和再结晶,随着变形能释放,细小再结晶晶粒会逐渐长大且会吸收变形能并结合表面张力而逐渐球形化形成近球形晶粒<sup>[13]</sup>。随着等温时间延长,晶粒球化程度不断增加,尺寸

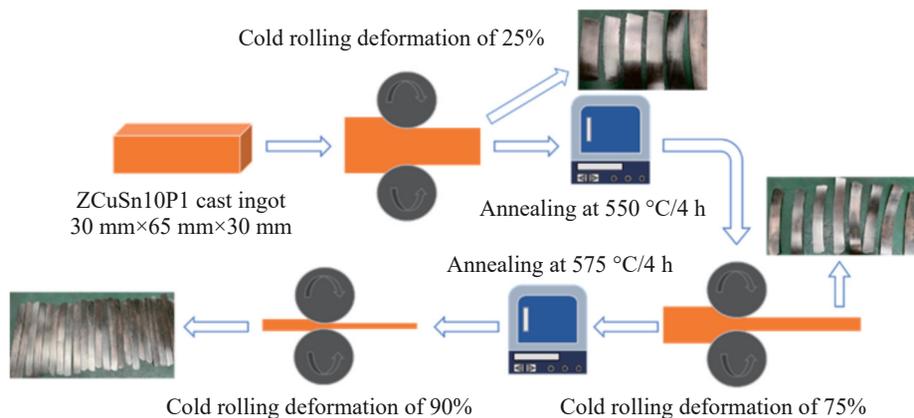


图1 铜合金轧制工艺流程示意图

Fig.1 Schematic diagrams of copper alloy rolling process

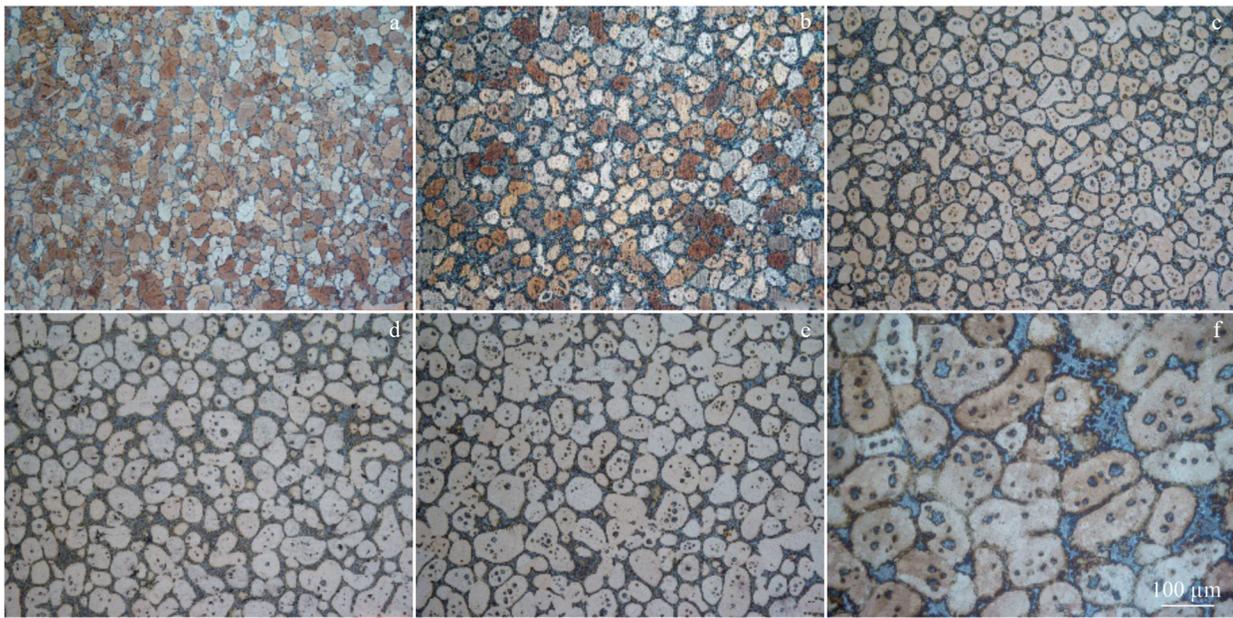


图2 不同等温时间半固态铜合金显微组织

Fig.2 Microstructures of semi-solid copper alloy at different isothermal time: (a) 1 min, (b) 3 min, (c) 5 min, (d) 8 min, (e) 10 min, and (f) SIMA

不断增大,液岛数量增加且面积增大,晶间液膜随之粗化。而与变形量25%、900 °C等温 8 min的半固态铜合金显微组织(图 2f)相比,SPD-SIMA法制备的半固态铜合金组织均匀性更好且晶粒尺寸更小。

### 3.2 SPD-SIMA 法半固态铜合金浆料组织演变

图 3 为不同等温时间半固态铜合金的平均晶粒尺寸和形状因子。由图 3 可知,随等温时间延长,浆料形状因子先升高后降低,平均晶粒尺寸先降低后增加。结合图 2 显微组织可知,当等温时间较短时(1 min),半固态铜合金组织为球化不完全的细小晶粒,其平均晶粒尺寸为 21.1 μm,形状因子为 0.31。当等温时间延长至 3 min 后,半固态铜合金组织由近球形晶粒以及晶间液膜组成,晶粒球化程度增大并且开始发生部分熔化形成液岛和液膜,平均晶粒尺寸降低至 18.2 μm,形状因子增加至 0.56。当等温时间 5 min 后,显微组织由均匀细小的近球形半固态晶粒和均匀分布于晶间的液膜组成,晶粒球化率高且晶粒长大不明显,此时平均晶粒尺寸为 29.6 μm,形状因子大幅度增加至 0.76。等温时间延长至 8 min 后,显微组织由粗化的液膜和相互粘连晶粒组成,较长等温时间使晶粒粗化,且晶粒在长大过程中由于相互粘连使得形状因子降低,其平均晶粒尺寸增大至 43.2 μm,形状因子降低至 0.61。当等温处理时间过长时(10 min),显微组织为粗大粘连的半固态晶粒和粗化的晶间液膜,过长的等温使得晶粒进一步长大,且晶粒粘连现象更加明显,其平均晶粒尺寸增加至 68.8 μm,形状因子降低至 0.56。

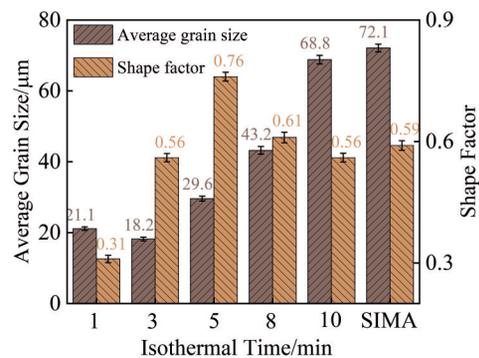


图3 半固态铜合金平均晶粒尺寸和形状因子

Fig.3 Average grain size and shape factor of semi-solid copper alloy

由图 2 和图 3 可知,900 °C 等温 5 min 后浆料显微组织最好,晶粒圆整度最好、尺寸最小且均匀性最好,与常规 SIMA 法制备的半固态铜合金显微组织(图 2f)相比,平均晶粒尺寸降低 58.9%,且圆整度增加 28.8%。

图 4 为半固态铜合金液相率。当等温时间 1 min 时,液相率仅为 3.1%;当等温时间延长至 3 min,液相率升高至 6.7%,液相大幅增加。当等温时间延长至 5 min,液相率为 9.3%,当等温时间继续增加,浆料的液相率变化不明显。大塑性变形铜合金坯料在半固态温度区间进行等温处理,较高的温度下坯料会发生部分熔化形成液相,且液相会不断聚集在一起,形成晶间液膜和晶内液岛,为了降低固/液界面能,相邻小液岛彼此接触形成大液岛,随着时间延长,在界面能下降的驱动力下,部分重熔形成的液岛会进一步向晶

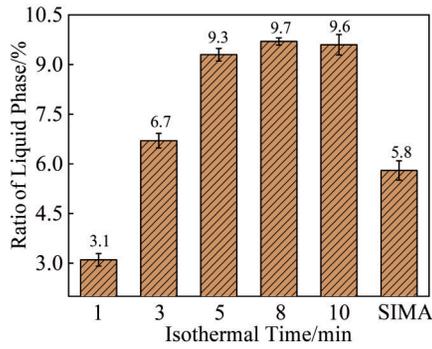


图4 半固态铜合金液相率

Fig.4 Liquid fraction of semi-solid copper alloy

界处发生迁移并润湿晶界<sup>[25]</sup>,这导致半固态铜合金液相率会随等温时间的延长而升高。在等温5 min后,半固态铜合金浆料液相率会处于一个稳定状态。采用常规SIMA法制备的半固态浆料其液相率为5.8%。

图5为组织演变示意图,等温时间1 min时,晶粒内部无液岛,晶粒已有球化趋势,但并未进行完全,此时的液膜薄且量少,但已向晶界处蔓延;时间延长至3 min已能在晶粒内观察到液岛,且液膜厚度增加,晶粒尺寸比1 min时降低,这是由于等温时间短时,温度场分布不均,重熔样品内含有能量起伏,重熔时的热能未充分传递,随时间延长,温度场更均匀,样品受热充分导致晶间低熔点组织熔化且晶内液岛在界面能的驱动下向晶界处运动、使液膜增厚,分割大晶粒使晶粒尺寸降低;当等温时间5 min时,液膜分割晶粒更明显,晶粒尺寸增大;这是由于等温过程中半固态近球形晶粒会以奥斯瓦尔德熟化机制<sup>[26]</sup>为主导、逐渐粗化,出现大晶粒长大、小晶粒熔化的现象,组织晶粒被液相切割开形成较好的组织形态,随等温时间继续延长,晶粒的奥斯瓦尔德熟化现象越发明显,持续长大<sup>[27]</sup>。

半固态铜合金零件性能与浆料组织密切相关,晶粒尺寸小、固液分布均匀、圆整度高、固相率高、组织均匀性好的浆料经过挤压成形制备出的零件性能也更为优异。

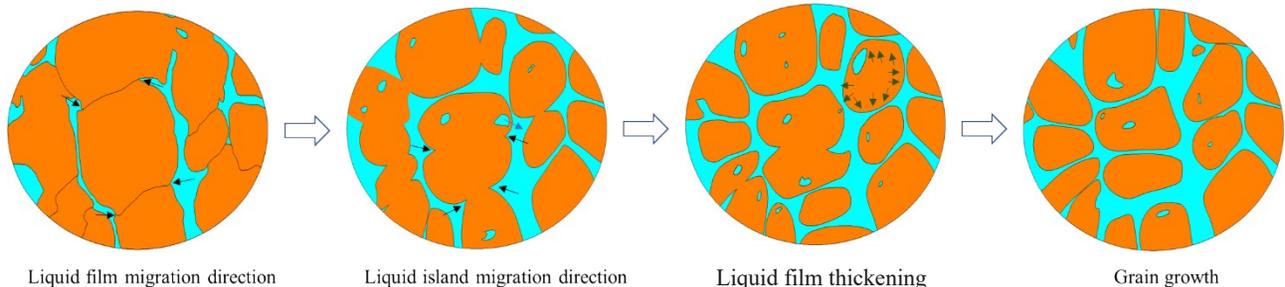


图5 SPD-SIMA法半固态铜合金浆料组织演变示意图

Fig.5 Schematic diagrams of microstructure evolution of semi-solid copper alloy slurry by SPD-SIMA method

结合不同条件下半固态铜合金浆料显微组织进行分析,采用SPD-SIMA法制备半固态浆料,浆料显微组织综合表现最佳的等温工艺参数为900℃等温处理5 min,虽然其液相率较高(固相率低),但组织均匀性最好、平均晶粒尺寸适中,晶粒圆整度更好。

对SPD-SIMA法等温时间5 min的半固态铜合金浆料显微组织的晶粒尺寸、形状因子、液相率和液岛尺寸进行统计,其结果如图6所示。常规SIMA法制备的浆料平均晶粒尺寸为72.1 μm,形状因子为0.59,液相率为5.8%,液岛尺寸为4.5 μm。SPD-SIMA法制备的浆料平均晶粒尺寸减小至29.6 μm,形状因子升高至0.76,液岛尺寸减小至3.1 μm(比常规应变诱导熔化激活法制备的半固态铜合金减小了31.1%),但固相率较低。综合分析可知采用SPD-SIMA法制备的半固态铜合金浆料显微组织更加均匀,综合表现更为优异。

### 3.3 SPD-SIMA法半固态铜合金物相分析

图7为半固态铜合金XRD衍射图谱。由图7可知,SPD-SIMA法制备的浆料物相由α-Cu相和Cu<sub>41</sub>Sn<sub>11</sub>相组成,Cu<sub>41</sub>Sn<sub>11</sub>相仅存在(660)晶面衍射峰且有左移现象。通过与常规SIMA法浆料的XRD衍射对比分析,SPD-SIMA法的浆料中α-Cu相衍射峰出现左移,说明Sn元素主要以基体中的固溶体的形式存在,Sn原子半径大于Cu,所以Sn原子向基体中固溶,会促使晶格发生畸变导致衍射峰左移<sup>[28]</sup>,并且浆料中检测到(660)晶面Cu<sub>41</sub>Sn<sub>11</sub>相衍射峰,说明[Cu,Sn]固溶体主要以Cu<sub>41</sub>Sn<sub>11</sub>相的形式存在。综合分析可知,采用SPD-SIMA法制备的半固态铜合金浆料中Sn元素偏析倾向很小,并且消除了P元素晶间偏析现象,所以通过该方法可促进Sn、P元素向基体迁移。

### 3.4 SPD-SIMA法半固态铜合金浆料元素偏析分析

铜元素与锡元素的扩散均受到扩散系数影响,而扩散系数与温度的关系遵循Arrhenius方程<sup>[29]</sup>:

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (3)$$

其中,D为扩散系数,D<sub>0</sub>为扩散常数,Q为扩散激活能,R

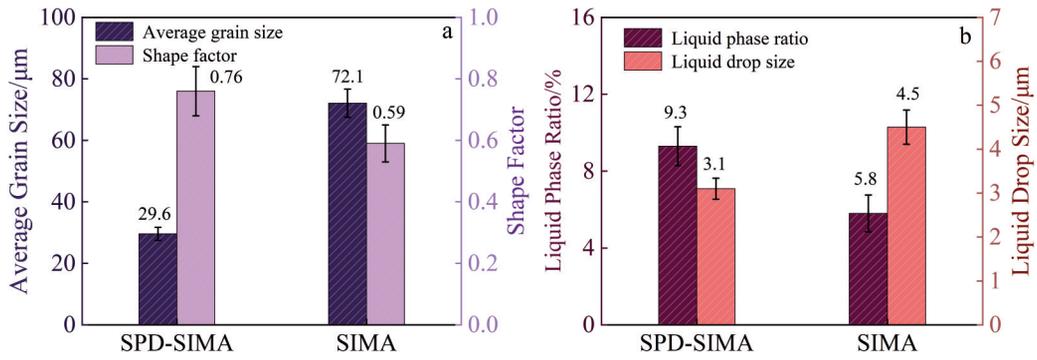


图 6 半固态铜合金浆料组织中平均晶粒尺寸、形状因子、液相率和液岛尺寸统计结果

Fig.6 Statistical results for semi-solid copper alloy: (a) average grain size and shape factor; (b) liquid phase ratio and liquid drop size

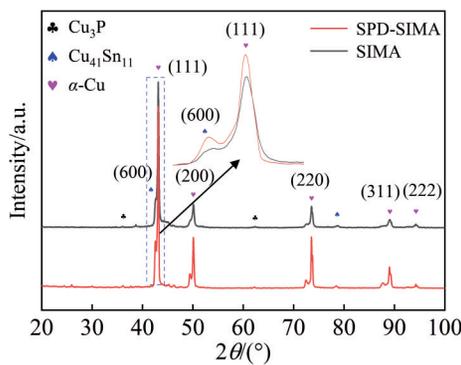


图 7 半固态铜合金 XRD 图谱

Fig.7 XRD patterns of semi-solid copper alloy

为气体摩尔常数,  $T$  为热力学温度。

由公式(3)可知, 温度直接决定扩散系数大小, 而本文的等温温度是定值为  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 故锡元素在浆料中的扩散速率为恒定。随等温时间延长, 球形晶粒的锡元素扩散层厚度由  $1\text{ min}$  的  $0.422\text{ }\mu\text{m}$  增长至  $10\text{ min}$  的  $1.704\text{ }\mu\text{m}$ , 如图 8 所示。图 9 为扩散层厚度与等温时间的拟合曲线, 由图 9 可知, 锡元素扩散层厚度与等温时间呈现线性关系 ( $R^2=0.937$ ) 如式(4):

$$H = 0.15t + 0.32 \quad (4)$$

对图 8 中 1、2 和 3 点进行 EDS 点扫描检测, 结果如表 1 所示, 点 1 为液膜处元素含量, 点 2 为过渡层处元素含量, 点 3 为晶粒中心元素含量, 在等温过程中随着时间的延长, 液

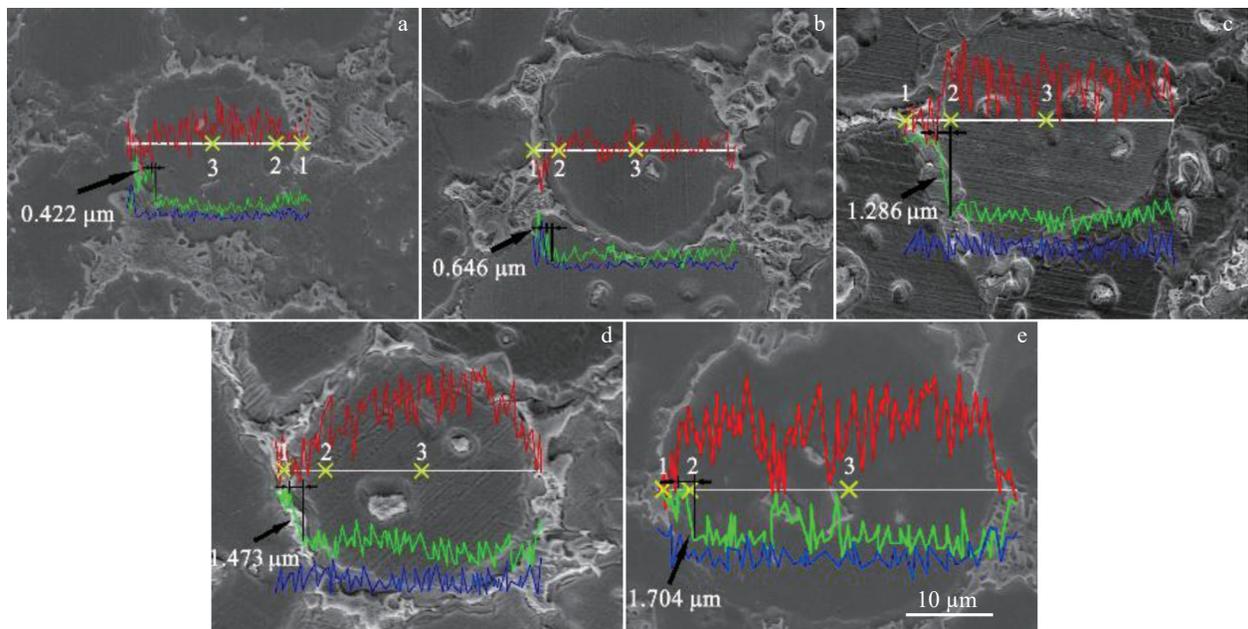


图 8 不同等温时间的 SPD-SIMA 半固态铜合金 SEM 照片与 EDS 线扫描结果

Fig.8 SEM images and EDS line scanning results of SPD-SIMA semi-solid copper alloy at different isothermal time: (a) 1 min, (b) 3 min, (c) 5 min, (d) 8 min, and (e) 10 min

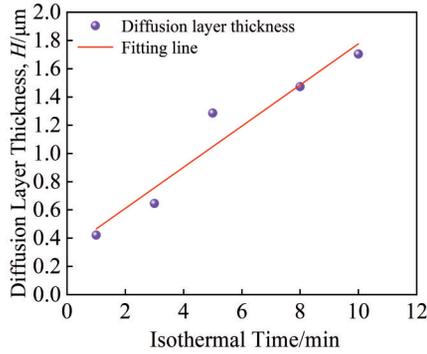


图9 900 °C时扩散层厚度与等温时间的关系

Fig.9 Relationship between diffusion layer thickness and isothermal time at 900 °C

膜中(点1)的锡元素含量下降,晶粒中(点3)的锡元素含量上升,扩散层中(点2)的锡元素含量稳定在15.9wt%附近,更多的锡元素从晶间液膜处向晶粒进行扩散<sup>[21]</sup>。

图10为锡元素在液膜、晶粒中心的含量与等温时间的关系,点1、3处的锡元素含量与等温时间之间呈非线性关系,拟合式分别为式(5)( $R^2=0.89146$ ),式(6)( $R^2=0.94619$ ):

$$Y = 1.37163e^{1.03906t} + 0.16049 \quad (5)$$

$$Y = 10.06271e^{-0.65012t} + 21.78916 \quad (6)$$

通过对大塑性变形铜合金进行相同温度不同时间的等温处理,发现当铜合金经过90%以上塑性变形量后,组织为细小均匀的破碎晶粒,且会储存大量变形能。在等温处理过程中,晶粒会在很短的时间内逐渐球化形成

表1 不同等温时间各点的元素含量

Table 1 Element content of each point at different isothermal time (wt%)

Isothermal time/min	Point 1			Point 2			Point 3		
	Cu	Sn	P	Cu	Sn	P	Cu	Sn	P
1	72.44	27.06	0.5	81.62	17.63	0.75	97.63	1.64	0.73
3	76.19	23.11	0.7	83.49	15.87	0.64	97.86	1.57	0.57
5	76.73	22.26	1.01	83.72	15.63	0.65	97.78	1.92	0.3
8	76.47	22.59	0.94	84.03	14.99	0.98	97.69	2.03	0.28
10	78.02	21.07	0.91	83.85	15.54	0.61	97.14	2.18	0.68

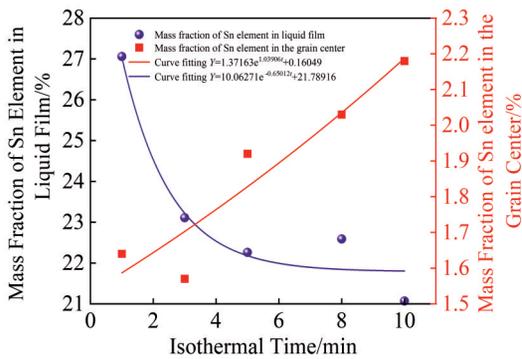


图10 锡元素在液膜、晶粒中心的含量与等温时间的关系

Fig.10 Relationship between Sn content in liquid film, grain center and isothermal time

近球形晶粒,且等温处理3 min后晶粒内部开始出现液岛。表明大塑性变形铜合金所需半固态等温处理时间更短,温度更低。完全破碎的细小晶粒在等温处理时会发生回复再结晶,形成许多细小的近球形晶粒,使晶界增加,晶粒表面积也随之增加,等温过程中锡元素扩散接触面积变大,向晶粒内部扩散更容易,向液膜析出更困难,所以SPD-SIMA法制备的细小均匀半固态晶粒可显著改善半固态铜合金元素偏析现象。

综合浆料平均晶粒尺寸、形状因子、液相率,元素偏

析程度等条件,在900 °C等温5 min为SPD-SIMA法制备半固态铜合金浆料最优工艺。

## 4 结论

1) 大塑性变形铜合金坯料在900 °C不同时间等温处理其显微组织存在差异。随着等温处理时间延长,铜合金平均晶粒尺寸逐渐增加,由1 min时的21.1 μm增加至10 min时的68.8 μm;形状因子先增加后降低,先由1 min时的0.31升高至5 min时的0.76,再降低至10 min时的0.56;液相率由1 min时的3.1%升高至5 min时的9.3%后处于稳定的状态。

2) SPD-SIMA法制备半固态铜合金浆料最佳等温条件为900 °C等温处理5 min,此时平均晶粒尺寸为29.6 μm,形状因子为0.76,液岛尺寸为3.1 μm,比常规SIMA法制备的半固态铜合金浆料平均晶粒尺寸减小了58.9%,形状因子提高了28.8%,液岛尺寸减小了31.1%。

3) 液膜对晶粒有分割作用,能够显著降低浆料晶粒尺寸;锡元素扩散程度与等温时间呈正线性关系,液膜处锡元素含量随等温时间增加而降低,晶粒心部锡含量随等温时间延长而增加。

## 参考文献 References

[1] Sun Zhen(孙震), Cui Yunxin(崔岩昕), Zhang Xiongchao(张雄

- 超) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(2): 457
- [2] Flemings M C. *Metallurgical Transactions B*[J], 1991, 22: 269
- [3] Mao Weimin(毛卫民). *Semi Solid Metal Forming Technology*(半固态金属成形技术)[M]. Beijing: China Machine Press, 2004
- [4] Zhang L J, Fan J T, Liu D J *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 745: 75
- [5] Esgandari B A, Nami B, Shahmiri M *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2013, 23(9): 2518
- [6] Guan Renguo, Tie Di. *Acta Metallurgica Sinica(English Letters)*[J], 2017, 30(5): 409
- [7] Li Naiyong(李乃拥), Xiao Han(肖寒), Xiong Chi(熊迟) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(9): 2813
- [8] Zhang Xiaoli(张小立), Li Tingju(李廷举), Xie Shuisheng(谢水生) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(8): 1495
- [9] Liu Yang(刘洋), Yang Guangyu(杨光昱), Zhang Xiaodan(张晓丹) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(9): 2972
- [10] Pourfallah H, Shahmiri M. *Metallography, Microstructure, and Analysis*[J], 2019, 8(1): 109
- [11] Guner A T, Dispinar D, Tan E. *Arabian Journal for Science and Engineering*[J], 2019, 44(2): 1243
- [12] Chang Zhiyu, Wu Yujian, Su Ning *et al. Materials Characterization*[J], 2021, 171: 110831
- [13] Jiang Jufu(姜巨福), Zhang Yihao(张逸浩), Liu Yingze(刘英泽) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2021, 57(6): 703
- [14] Cao Lijie, Ma Guorui, Wang Chunxia *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2021, 31(9): 2597
- [15] Kappacher J, Renk O, Kiener D *et al. Acta Materialia*[J], 2021, 216: 117110
- [16] Chen Dexin, Kong Jing, Gui Zhenzhen *et al. Materials Letters*[J], 2021, 301: 130358
- [17] Wang Yongfei(王永飞), Zhao Shengdun(赵升吨), Fan Shuqin(范淑琴) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(10): 2900
- [18] Afifeh M, Hosseinipour S J, Jamaati R. *Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 802: 140666
- [19] Hosseini S A, Manesh H D. *Materials and Design*[J], 2009, 30(8): 2911
- [20] Habibi A, Ketabchi M, Eskandarzadeh M. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2011, 211(6): 1085
- [21] He Zilong(何子龙), Zhou Rongfeng(周荣锋), Li Yongkun(李永坤) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(11): 4157
- [22] Zhang Wanpeng(张万鹏), Lang Lihui(郎利辉), Zang Bo(臧博) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(6): 2085
- [23] Hu X G, Zhu Q, Lu H X *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 649: 204
- [24] Zheng Xiaoping(郑小平), Li Yalan(李亚岚), Yu Xinlei(禹鑫磊) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(9): 3451
- [25] Jiang Jufu, Xiao Guanfei, Wang Ying *et al. Materials Characterization*[J], 2018, 141: 229
- [26] Lifshitz I M, Slyozov V V. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*[J], 1961, 19(1): 35
- [27] Zhang Xiongchao(张雄超), Chen Lei(陈磊), Xiao Han(肖寒) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(6): 2240
- [28] Xiao Han(肖寒), Chen Lei(陈磊), Zhang Xiongchao(张雄超) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(9): 3435
- [29] Andersen J, Mack J. *Chemical Science*[J], 2017, 8: 5447

## Microstructure Evolution and Element Segregation of Semi-Solid Copper Alloy Slurry Prepared by Severe Plastic Deformation and Isothermal Treatment

Zhang Qingbiao, Chen Lei, Sun Zhen, Tao Yang, Chen Hao, Xiao Han

(Faculty of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

**Abstract:** The microstructure evolution and element segregation of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy slurry prepared by large plastic deformation strain-induced melting activation method were studied, and the influence of isothermal treatment time on slurry characteristics was analyzed. The results show that the average grain size increases from 21.1  $\mu\text{m}$  at 1 min to 68.8  $\mu\text{m}$  at 10 min with the increase in isothermal treatment time at 900  $^{\circ}\text{C}$ . The shape factor firstly increases and then decreases, from 0.31 at 1 min to 0.76 at 5 min, and then decreases to 0.56 at 10 min. The liquid phase ratio increases from 3.1% at 1 min to 9.3% at 5 min and remains stable. The diffusion layer thickness of Tin increases from 0.422  $\mu\text{m}$  at 1 min to 1.704  $\mu\text{m}$  at 10 min, and the content of Tin in liquid film and grain core is exponentially related to the isothermal time. The optimum isothermal treatment condition is 900  $^{\circ}\text{C}$  for 5 min. At this time, the average grain size, shape factor and liquid island size of the semi-solid copper alloy are 29.6  $\mu\text{m}$ , 0.76 and 3.1  $\mu\text{m}$  respectively. The average grain size and shape factor of the semi-solid copper alloy prepared by conventional strain-induced melting activation method are reduced by 58.9% and increased by 28.8%, respectively. The liquid island size is reduced by 31.1%, and the segregation of tin element is weakened.

**Key words:** copper alloy; semi-solid; severe plastic deformation; isothermal time; microstructure; element segregation

Corresponding author: Xiao Han, Ph. D., Professor, Faculty of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, P. R. China, Tel: 0086-871-65136755, E-mail: kmxh@kust.edu.cn