



半固态铜合金反挤压成形组织演变及偏析行为

陈磊, 肖寒, 张雄超, 周瑞杭, 陈昊

(昆明理工大学 材料科学与工程学院昆明 650093)

摘要: 采用轧制-重熔应变诱导熔化激活法(SIMA)制备半固态浆料并进行反挤压成形制备不同成形阶段的铜合金轴套零件, 研究铜合金半固态反挤压成形过程中的组织演变和偏析行为。结果表明: 半固态ZCuSn10P1铜合金组织主要由 α -Cu相、 $\text{Cu}_{41}\text{Sn}_{11}(\delta)$ 相、 Cu_3P 相和 $\text{Cu}_{13.7}\text{Sn}(\beta')$ 相组成, 半固态反挤压过程中浆料由型腔底部向端部充型, 产生明显的固-液偏析; 随着半固态ZCuSn10P1铜合金成形的进行, 固-液偏析倾向减小, 组织缺陷减少, 当完全成形时组织中无明显缺陷, 晶粒圆整度较好且分布均匀; 半固态反挤压成形ZCuSn10P1铜合金组织中微观元素偏析倾向严重, Sn、P元素在晶间和晶内液岛富集, 而在 α -Cu基体中含量较少。随着半固态铜合金成形的进行, 半固态ZCuSn10P1铜合金中Sn元素偏析现象加剧, 完全成形时, 其偏析程度有所减小, 但相同类型区域元素的均匀性较差。

关键词: 半固态; 铜合金; 组织演变; 偏析行为; 挤压成形

文章编号: 1004-0609(2022)-12-3718-11

中图分类号: TG379

文献标志码: A

引文格式: 陈磊, 肖寒, 张雄超, 等. 半固态铜合金反挤压成形组织演变及偏析行为[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(12): 3718-3728. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42396

CHEN Lei, XIAO Han, ZHANG Xiong-chao, et al. Microstructure evolution and segregation behavior of copper alloy during semi-solid backward extrusion[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(12): 3718-3728. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42396

半固态金属成形技术最早由美国麻省理工学院 FLEMMINGS 根据球状非枝晶的奇异特性而研究开发出来^[1-2]。金属凝固过程中通过剧烈搅拌或对凝固过程的干预控制, 从而获得一种液态金属母液中均匀悬浮着近球状固相组分的固液混合浆料, 再采用传统成形方法进行构件成形的一种金属成形技术^[3-5]。半固态金属成形过程中半固态浆料流动性好、变形性好、可实现近净成形、材料利用率高, 获得的制件致密性好、缺陷少, 半固态浆料凝固潜热少、模具寿命高^[6-9]。

应变诱导熔化激活法 (Strain induced melt

activation, SIMA) 是一种触变成形制备半固态坯料的典型工艺^[10-11]。该方法通过对铸态金属预先变形使显微组织具有形变结构, 同时存储变形能, 随后将变形金属加热至半固态温度区间保温以获得半固态组织, 再采用传统成形方法成形半固态构件^[12]。ASHOURI 等^[13]采用 SIMA 法制备半固态坯料, 研究大塑性变形对半固态重熔过程中组织的影响。CAO 等^[14]研究了旋转锻造应变诱导熔化激活法进行半固态成形过程中, 预变形对铜合金组织和力学性能的影响, 研究表明大塑性变形存储的高塑性可以有效促进半固态球形晶粒的细化、减少颈晶数

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51965028); 云南省基础研究计划项目(202001AT070031)

收稿日期: 2021-09-24; 修订日期: 2021-10-18

通信作者: 肖寒, 教授, 博士; 电话: 0871-65136755; E-mail: kmxh@kust.edu.cn

量、提高硬度。LIU等^[15]采用复杂触变挤压技术制备7075铝合金弯头零件,研究材料在复杂触变挤压过程中显微组织和力学性能的变化,研究表明7075铝合金弯头各部分的显微组织存在较大差异,经过热处理后可提高材料的力学性能。锡青铜由于其固液温度区间较宽,常采用SIMA制备半固态浆料并进行半固态挤压成形^[16]。很多学者发现锡青铜半固态挤压成形易出现宏观固液偏析和微观元素偏析现象。肖寒等^[17]研究了热处理温度对半固态挤压锡青铜显微组织和力学性能的影响规律,研究表明半固态挤压锡青铜组织中微观元素偏析严重,随着热处理温度升高,固相中Sn和P元素增加,元素偏析减弱。李乃拥等^[18]研究成形比压对ZCuSn10P1锡青铜组织及成形性的影响,研究发现不同挤压工艺参数对流变挤压组织的影响很大,在挤压速率为14 mm/s条件下,当成形比压为150 MPa时,成形件的组织相对较好,固液协同流动性好,但在零件底端会产生液相团聚现象,固液两相的分布均匀性较差。近年来,关于铜合金半固态成形固液协同变形及微观元素偏析倾向的相关理论仍然处于初级阶段,尚未形成系统的理论框架。黄晓锋等^[19]利用等温热处理法探索Mg-Zn-Cu-Mn-Cr合金半固态组织演变,分析非枝晶颗粒的形成机理,研究发现合金在等温重熔过程中会发生相转变,伴随着枝晶快速粗化合并、组织分离等。王佳等^[20]采用轧制-重熔SIMA法制备ZCuSn10合金半固态坯料,研究SIMA法重熔过程中的组织演变及元素分布情况,研究表明半固态球化的主要机制为枝晶破碎、变形能储存和释放、枝晶熔断。QI等^[21]将分流汇合浇道(DCR)半固态浆料制备工艺与压铸技术结合,研究DCR流变压铸和传统压铸A356铝合金的显微组织演变。LIN等^[22]研究了半固态触变成形制备的Al-Si-Cu-Mn-Fe合金在300 °C热暴露下的组织演变和高温拉伸力学性能,研究发现半固态触变成形Al-Si-Cu-Mn-Fe合金获得高强热暴露力学性能的主要原因是耐热相导致的晶界和晶内弥散协同强化以及合适的晶粒尺寸。

半固态铜合金重熔及成形过程中的组织演变及元素偏析倾向的相关研究较少。本文作者以ZCuSn10P1铜合金为研究对象,采用轧制-重熔SIMA法制备铜合金半固态坯料,并采用反挤压方法制备不同成形阶段的轴套零件,研究铜合金半固

态反挤压成形过程中的组织演变和偏析行为,以期金属半固态触变成形提供参考价值。

1 实验

实验材料为ZCuSn10P1铜合金,其化学成分通过电感耦合等离子光谱发生仪测得:Cu 88.83%, Sn 10.20%, P 0.90%,其他杂质0.07%(质量分数)。采用STA449F3同步热分析仪进行差热分析,测得固相线温度为837.2 °C,液相线温度为1026.9 °C,固液温度区间为189.7 °C,固液相线区间较宽,适合制备半固态坯料进行半固态成形。将铸态ZCuSn10P1铜合金机加工为30 mm×30 mm×120 mm的试样并进行多道次轧制变形,累积变形量为20%。之后将轧制坯料切割为等质量小样放入电阻炉中在900 °C保温15 min制备半固态浆料,随后将浆料转移至预热温度350 °C的挤压模具型腔中进行挤压成形,挤压成形比压为250 MPa、挤压速率为15 mm/s、保压时间为10 s,成形结束后进行水淬;通过控制压头位移获得不同成形阶段的半固态ZCuSn10P1铜合金轴套零件(完全成形时压头行程记为100%,压头行程对应的成形阶段分别记为30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%、100%)。

图1所示为半固态ZCuSn10P1铜合金轴套尺寸及试样取样位置。使用光学显微镜观察试样金相组

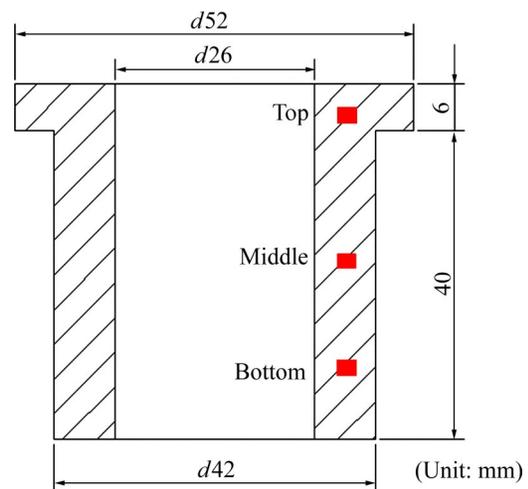


图1 半固态ZCuSn10P1铜合金轴套尺寸及试样取样位置

Fig. 1 Semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy shaft sleeve size and sample sampling position

织,并借助 Image-Pro Plus 图像软件计算半固态 ZCuSn10P1 铜合金组织中的相含量、平均晶粒尺寸及形状因子,以表征和分析铜合金零件的微观组织。采用 Cu 靶 K_{α} 辐射源 PANalytical Empyrean X 射线衍射仪对铜合金进行物相分析,扫描速率为 $10 (^{\circ})/\text{min}$ 。采用 ZEISS EVO18 型扫描电子显微镜对微观组织和元素能谱进行分析。

2 结果与分析

2.1 半固态 ZCuSn10P1 铜合金组织及物相分析

图 2 所示为半固态 ZCuSn10P1 铜合金轴套 XRD 谱。由图 2 可知,半固态 ZCuSn10P1 铜合金组织主要由 α -Cu 相、 $\text{Cu}_{41}\text{Sn}_{11}(\delta)$ 相、 Cu_3P 相和 $\text{Cu}_{13.7}\text{Sn}(\beta')$ 组成, α -Cu 相为基体相, Cu_3P 相为硬脆相, $\text{Cu}_{41}\text{Sn}_{11}(\delta)$ 为低熔点相, β' 相是由于部分具有 BCC 结构的 β 相在快速冷却作用下来不及分解成 δ 相从而进行无扩散转变成生成的一种马氏体相^[23-24]。 δ 相和 β' 相的形成说明半固态 ZCuSn10P1 铜合金中 Sn 元素都具有高度偏析倾向,它严重降低了材料的塑性和强度。

图 3 所示为半固态 ZCuSn10P1 铜合金显微组织。由图 3 可知,半固态 ZCuSn10P1 铜合金组织主要由被液相包裹的近球状 α -Cu 固相晶粒组成,为典型半固态组织。重熔前预先轧制变形将铸态树枝晶枝晶臂破碎成许多细小枝晶碎片,同时,轧制变形使铜合金内部储存较大的变形能。在重熔过程

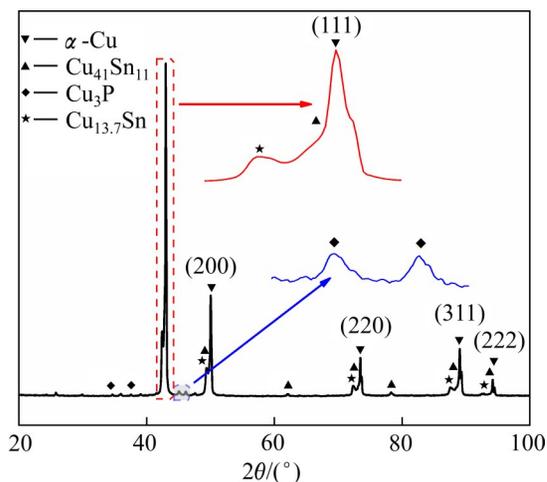


图 2 半固态 ZCuSn10P1 铜合金的 XRD 谱

Fig. 2 XRD patterns of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy

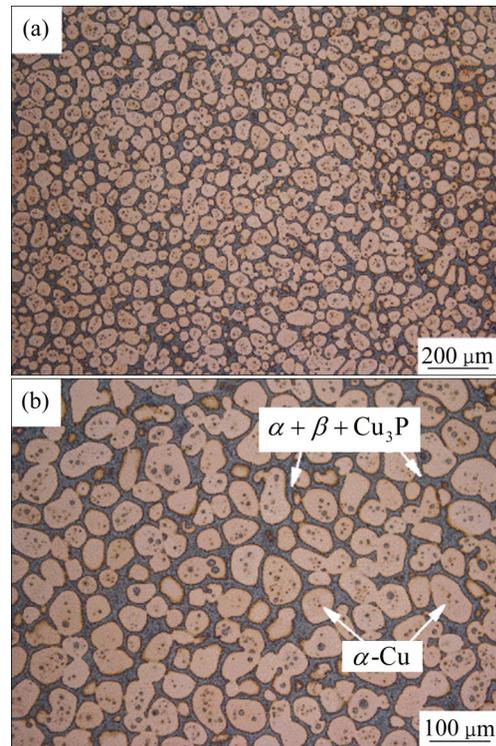


图 3 半固态 ZCuSn10P1 铜合金显微组织

Fig. 3 Microstructures of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy

中细小枝晶碎片会逐渐长大,内部变形能释放出来使得晶粒球化,最终形成半固态近球形晶粒。结合 XRD 谱分析结果可知,半固态 ZCuSn10P1 铜合金基体为初生 α -Cu 固相晶粒, α -Cu 固相晶粒被($\alpha+\delta+\text{Cu}_3\text{P}$)晶间组织均匀分割开来。在 α -Cu 固相晶粒内部还存在大小不等的液岛,液岛主要由重熔过程中晶内低熔点相融化的液相聚集在一起所形成^[25]。

2.2 半固态 ZCuSn10P1 铜合金反挤压成形组织演变

图 4 所示为半固态 ZCuSn10P1 铜合金轴套反挤压成形不同成形阶段不同位置的显微组织。由图 4 可知,半固态 ZCuSn10P1 铜合金挤压成形不同阶段的组织相近,固相晶粒均为近球形颗粒。随着成形阶段提高,固相晶粒圆整度提高,且分布更加均匀。当成形阶段为 30% 时,试样底部和中部晶粒为近球形,且底部晶间液相富集在一起;端部的晶粒为蠕虫状,且固相晶粒相互连接在一起形成类似网状结构。当成形阶段为 50% 时,试样不同位置固相

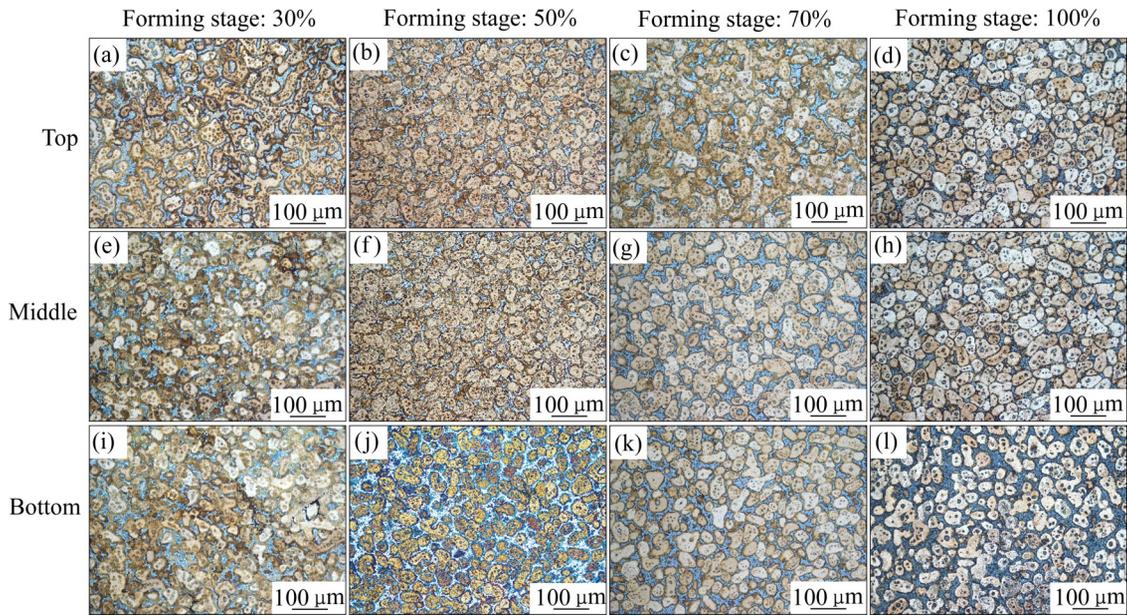


图 4 半固态 ZCuSn10P1 铜合金挤压成形不同成形阶段不同位置显微组织

Fig. 4 Microstructures of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy extruded at different positions and different forming stages

晶粒差别不大, 均为近球形, 与 30% 成形阶段相比, 50% 成形阶段晶粒圆整度更好, 分布更均匀; 但此阶段试样底部液相含量较高, 中部的液相含量比端部略高。当成形阶段为 70% 时, 试样不同位置液相含量相近, 但端部晶粒圆整度较差, 底部和中部晶粒圆整度较好且分布均匀。当成形阶段达到 100% 时, 三个位置晶粒尺寸和圆整度相近, 圆整度较好且晶粒分布均匀, 但试样底部液相率较高。

图 5 所示为半固态 ZCuSn10P1 铜合金挤压成形不同成形阶段不同位置的液相率统计结果。由图 5 可知, 随着成形阶段增加, 端部液相率逐渐增加, 而中部液相率先增加再降低, 底部液相率变化无规律。此外, 成形阶段 30% 时, 三个位置液相率含量差别很大, 底部远高于中部和端部, 而中部和端部液相率相近; 50% 成形阶段时不同位置液相率含量与 30% 相近; 成形阶段为 70% 时试样中部和端部液相率大幅度增加, 而底部液相率降低; 当完全成形时(100%), 端部液相率变化不大, 而中部液相率降低, 底部液相率增加。

图 6 所示为半固态 ZCuSn10P1 铜合金反挤压成形过程中液相流动示意图。铜合金半固态成形采用反挤压方式成形轴套零件, 浆料在型腔中由底端向顶端充型, 半固态重熔时铜合金会发生部分熔化成液相, 而液相充型速率比固相充型快。由图 6 可

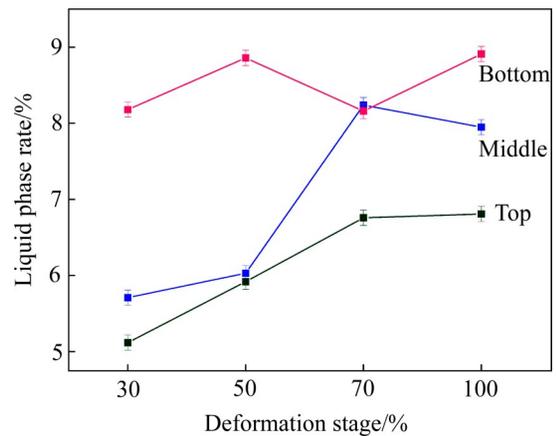


图 5 半固态 ZCuSn10P1 铜合金挤压成形不同成形阶段不同位置的液相率

Fig. 5 Liquid phase rate of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy extruded at different positions and different forming stages

知, 半固态浆料浇入型腔后液相会聚集在型腔底部, 当成形阶段较小时, 浆料充型不完全, 液相主要集中在底部(图 6 中蓝色虚线框为液相聚集区); 当成形阶段较大时, 液相向端部充型, 主要集中于试样底端和中部; 当完全成形时(90%、100%), 液相遍布整个轴套组织。当成形 100% 时, 底部液相率有所增加, 主要是由于完全成形时保压力较大, 液相在型腔重新分布, 受三向压力作用液

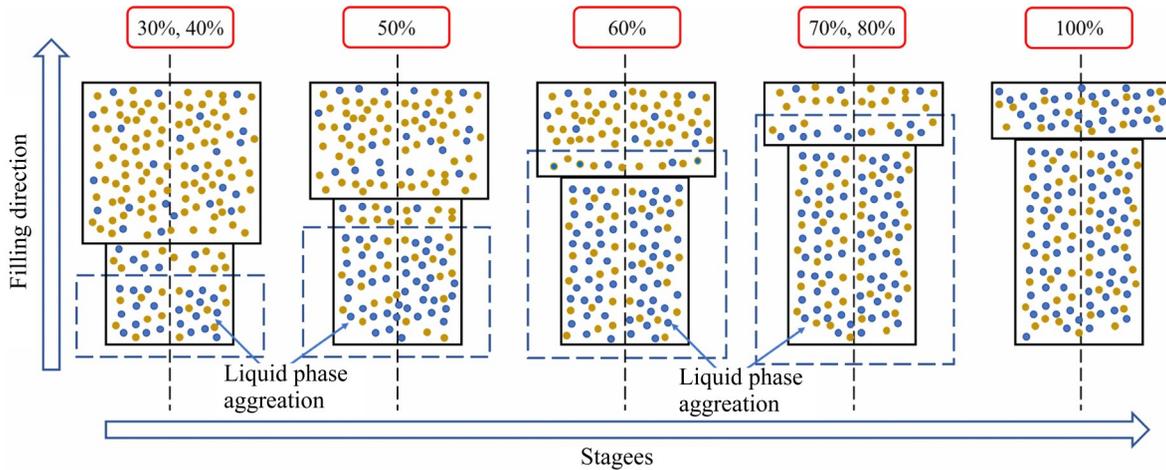


图6 半固态ZCuSn10P1铜合金挤压成形液相流动示意图

Fig. 6 Schematic diagram of liquid phase flow direction in semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy during extrusion forming

相聚集在试样底部。

图7所示为半固态ZCuSn10P1铜合金不同成形阶段中部位置的显微组织。由图7可知，在成形阶段较小时(30%、40%)，ZCuSn10P1铜合金组织中出现了较大的裂纹，且裂纹沿晶界扩展。成形不完全时组织不致密，在挤压结束后的水淬过程中，由于凝固收缩和内应力作用，使半固态ZCuSn10P1铜合金组织中晶界处硬脆部位出现裂纹且裂纹沿晶界扩展。当成形阶段为50%~80%时，铜合金组织中没有出现宽大裂纹，但组织中存在一些孔洞，且随着成形阶段提高孔洞缺陷逐渐减少。与低成形阶段相比(30%、40%)，成形阶段为50%~80%时，成形压力更大且组织更致密，在淬火过程中凝固收缩产生的内应力不足以破坏晶粒之间的结构，但组织中仍存在应力集中区，在淬火后依然会形成一些微小的孔洞缺陷。而随着成形阶段的提高，成形压力逐渐加大使得组织致密度提高，孔洞缺陷逐渐减少。当成形阶段为90%时，此时充型完全且压力较大，组织中无裂纹和孔洞，但出现了液相偏聚现象。当半固态ZCuSn10P1铜合金零件完全成形时(100%)组织中未出现裂纹孔洞等缺陷，也没有出现大范围固液偏析现象，圆整度好且分布均匀。

2.3 半固态ZCuSn10P1铜合金反挤压成形元素偏析

图8所示为半固态ZCuSn10P1铜合金完全成形后显微组织及能谱结果。由图8(c)~(f)可知，Cu元

素遍布整个组织，而晶间区域Cu元素含量较低；Sn元素和P元素主要集中分布于晶间区域。结合图2与图3可知，晶间组织主要是 $(\alpha+\delta+\text{Cu}_3\text{P})$ 三元共析相，所以Sn、P元素在晶间处富集。基体为 $\alpha\text{-Cu}$ 相，基体中固溶有少量Sn、P元素，Cu元素占主体。此外，晶内液岛处也存在Sn、P元素富集的现象，在重熔过程中，晶内低熔点相会发生融化而在晶内形成液相，液相聚集在一起形成较大的液岛，这些低熔点相主要是富Sn(δ)相和富P(Cu_3P)相。图8(a)、(b)为线扫描位置和能谱结果，线扫描经过晶间区域时，Sn、P元素含量增加，线扫描位置经过基体时Sn、P元素含量降低，当线扫描位置经过晶内液岛时，Sn、P元素含量再次升高，这与面扫描结果相对应。但P元素在晶界处含量很高，这说明P元素除了在晶间富集还在晶界处大量富集，也说明 Cu_3P 相主要分布于晶界。此外，完全成形的半固态轴套晶粒线扫描能谱结果中相同类型区域的元素含量波动很大，这说明完全成形后相同区域的元素分布也极不均匀。

表1所列为图8(a)点扫描能谱结果。点1为 $\alpha\text{-Cu}$ 基体，点2为晶内液岛处，点3为晶界处，点4为晶间组织。由表1可知，基体中Sn、P元素含量较低，但晶内液岛处Sn、P元素含量较高；晶间组织中Sn元素含量很高但P元素含量较低；晶界处也存在Sn、P元素富集的现象。点扫描能谱结果与面扫描和线扫描结果对应，这也证实了XRD谱和相组织分析结果。

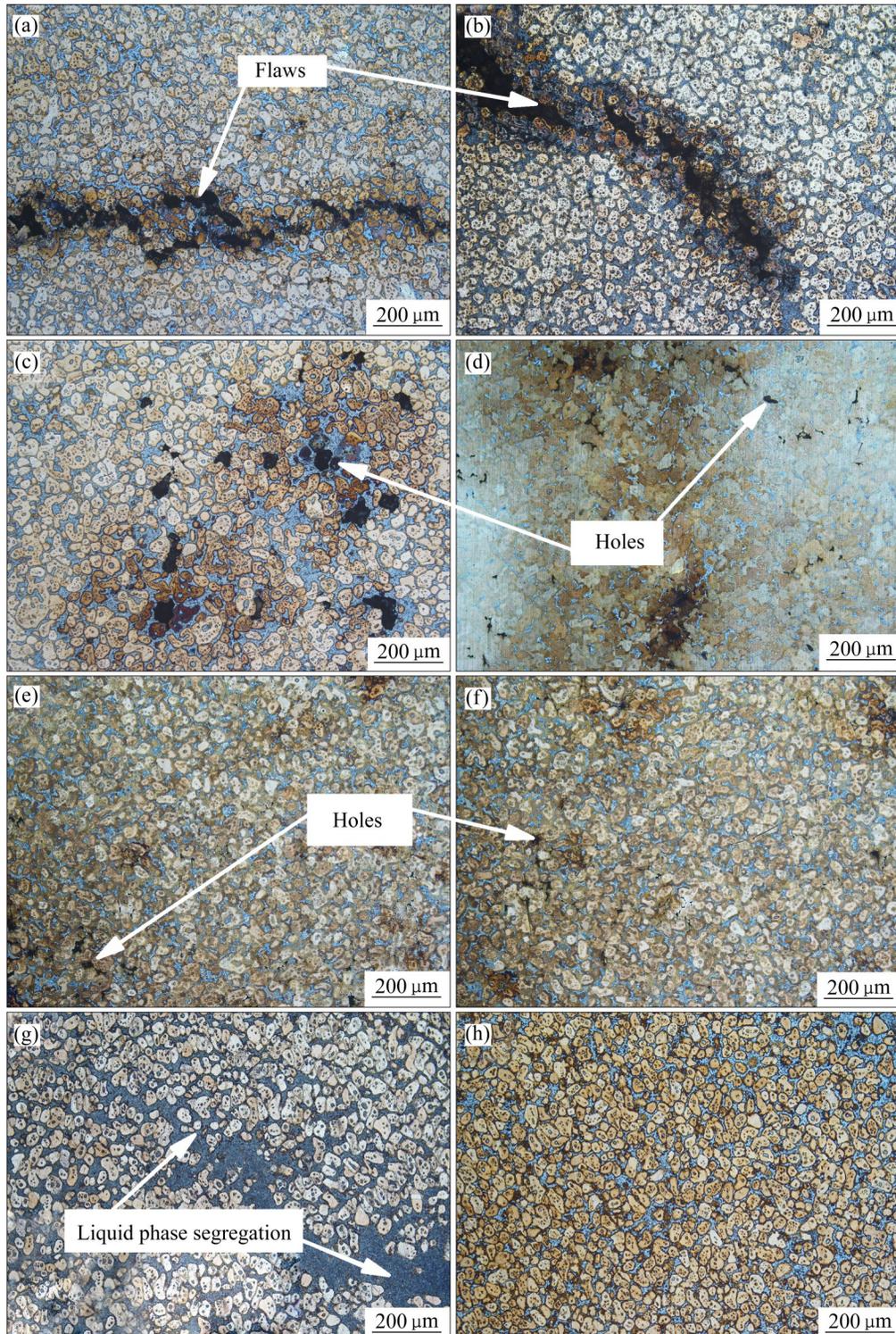


图 7 半固态 ZCuSn10P1 铜合金不同成形阶段的显微组织

Fig. 7 Microstructures of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy at different forming stages: (a) 30%; (b) 40%; (c) 50%; (d) 60%; (e) 70%; (f) 80%; (g) 90%; (h) 100%

图 9 所示为半固态 ZCuSn10P1 铜合金不同成形阶段中部位位置的点扫描能谱结果。由图 9 可知, 半固态 ZCuSn10P1 铜合金显微组织中存在微观元素偏析, 在 α -Cu 基体、晶界、晶间组织中 Sn 元素含

量存在较大的差异, 但主要在晶间组织和晶界处富集。此外, 随着半固态 ZCuSn10P1 铜合金成形阶段的提高, Sn 元素在不同位置的含量也发生了变化, α -Cu 基体和晶界处不同成形阶段 Sn 元素含量

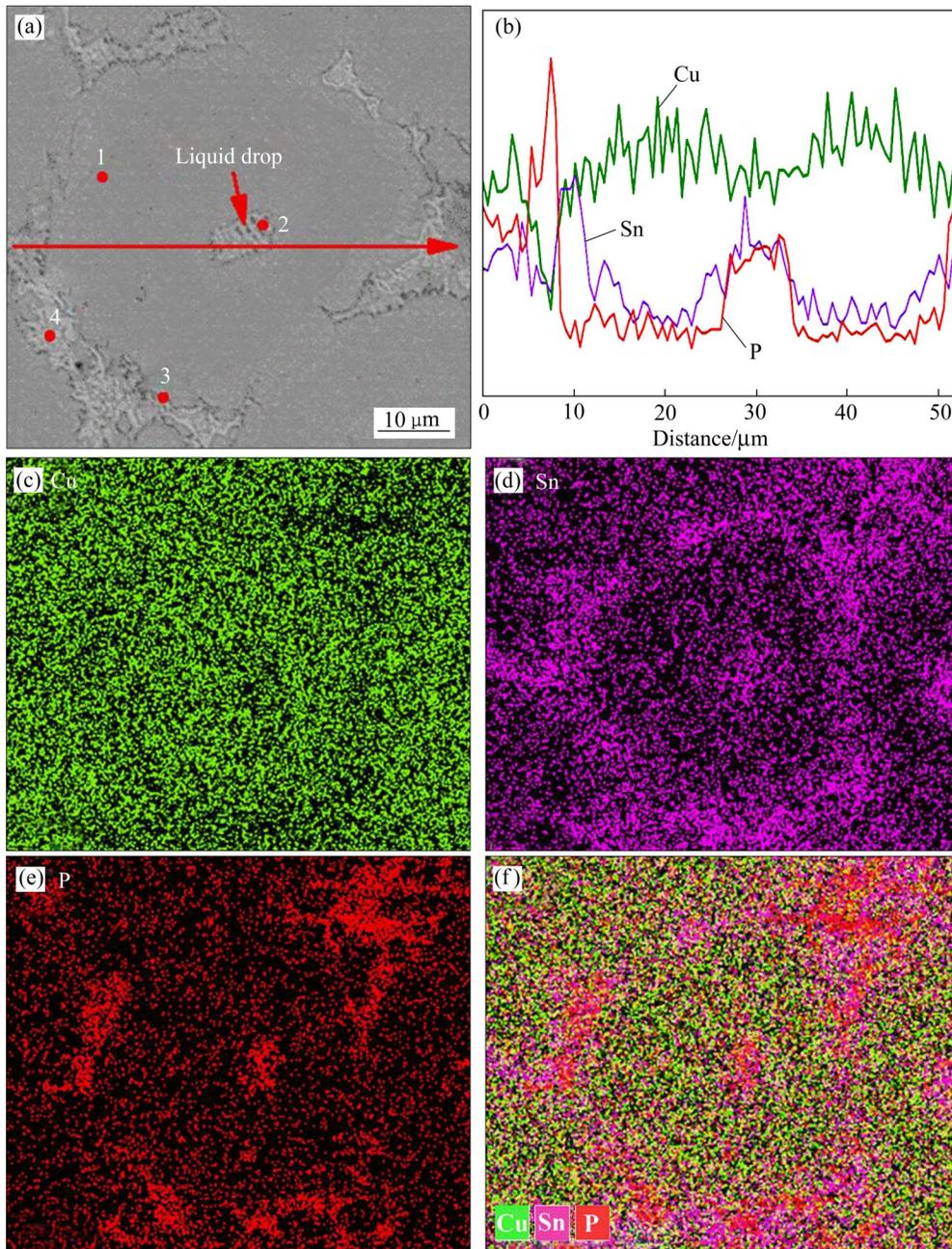


图8 半固态ZCuSn10P1铜合金的SEM像和能谱图

Fig. 8 SEM image and energy spectra of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy: (a) SEM image; (b) Elements line scanning; (c) Cu; (d) Sn; (e) P; (f) Cu, Sn, P;

表1 半固态ZCuSn10P1铜合金点扫描能谱结果

Table 1 Results of point scanning energy spectra of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy

Point No.	Mass fraction/%			
	Cu	Sn	P	Other
1	88.23	7.18	0.52	4.07
2	72.93	15.08	5.32	6.67
3	81.69	14.24	4.01	0.06
4	76.34	22.52	1.11	0.03

差别不大，晶间处Sn元素含量差别较大。总体分析发现，随着成形阶段的提高，晶间处Sn元素含量不断提高，但完全成形时，晶间处Sn元素含量又下降到一个较低的值。由于采用半固态反挤压成形铜合金轴套零件，半固态浆料由底部向端部充型，随着成形阶段提高试样中部位置液相率不断提高(见图5)，液相率提高一方面会促使Sn元素向基体中固溶；另一方面在成形后液相凝固形成富Sn

晶间组织。

半固态 ZCuSn10P1 铜合金反挤压成形轴套零件的显微组织中存在较为严重的微观元素偏析, 这主要是由于 Sn 元素在晶界和晶内液岛处富集。一方面, 浆料充型过程会影响半固态 ZCuSn10P1 铜合金组织中的固液分布, 间接影响了 Sn 元素的偏

聚; 另一方面, 半固态 ZCuSn10P1 铜合金浆料制备过程中存在低熔点相部分融化而产生富 Sn 液相, 这些液相会向晶间聚集, 也会在晶内聚集形成较大的液岛, 如图 10 所示。想要改善半固态铜合金微观元素偏析倾向, 可以考虑从热力学角度改进半固态铜合金浆料制备工艺, 制备较为均匀的半固态铜

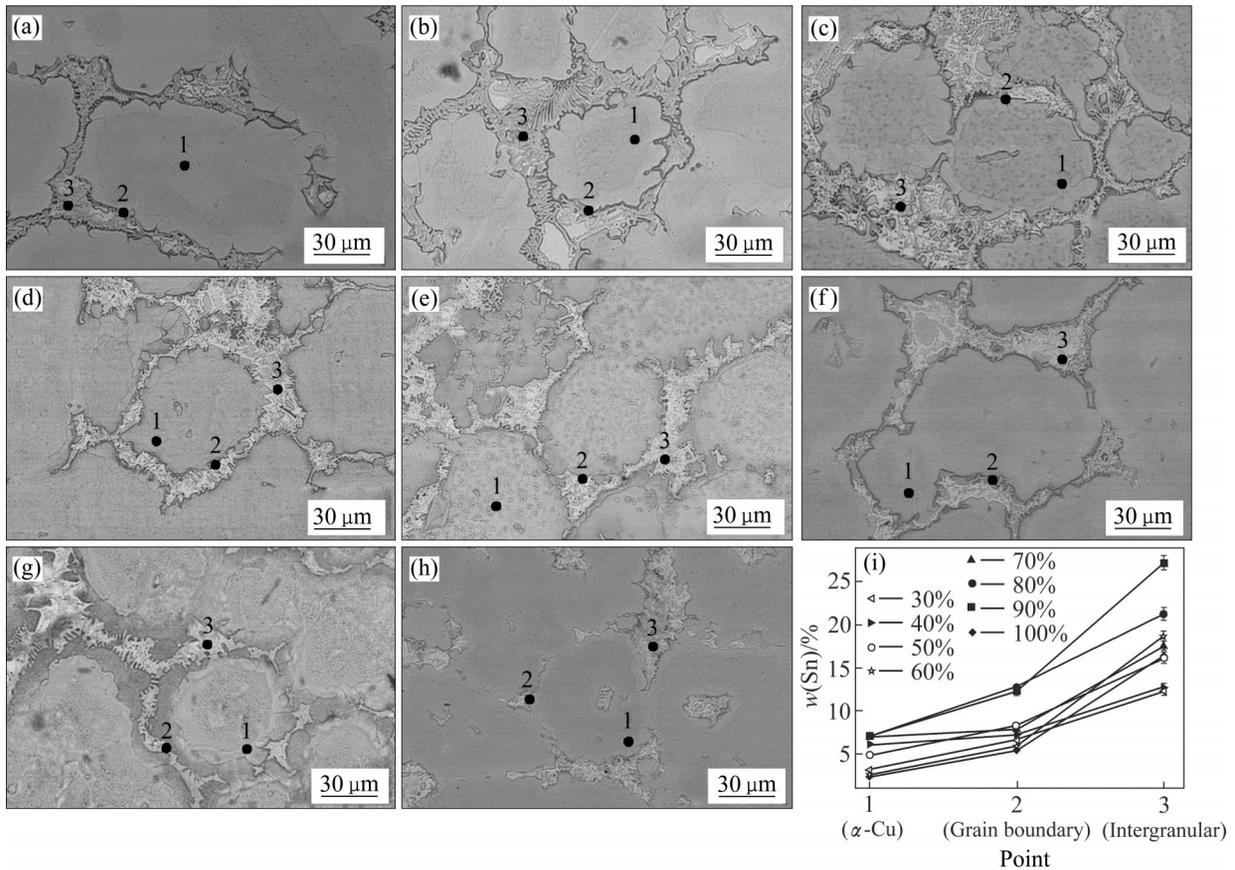


图 9 半固态 ZCuSn10P1 铜合金不同成形阶段点扫描能谱结果

Fig. 9 Point scanning energy dispersive results of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy at different stages: (a) 30%; (b) 40%; (c) 50%; (d) 60%; (e) 70%; (f) 80%; (g) 90%; (h) 100%; (i) Sn content of different points at different stages

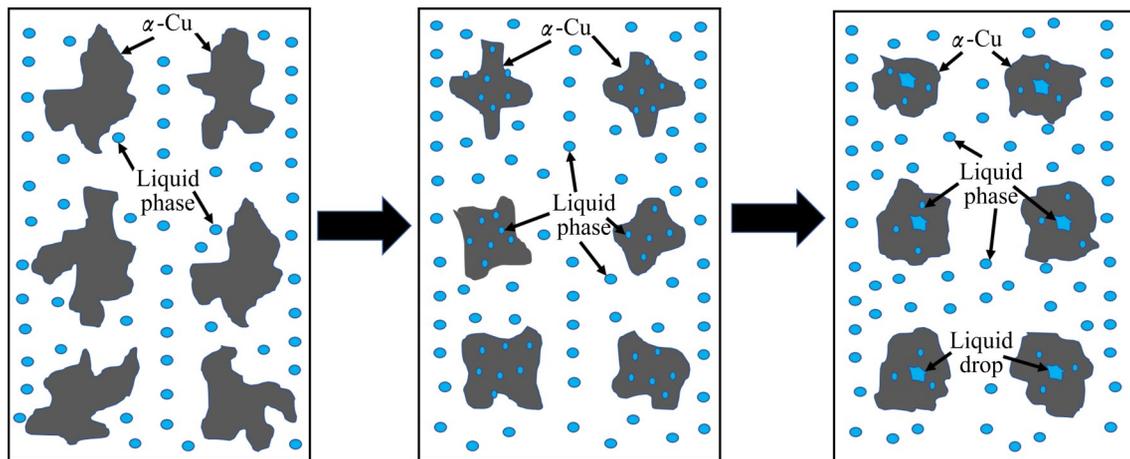


图 10 半固态 ZCuSn10P1 铜合金重熔过程中的组织演变示意图

Fig. 10 Schematic diagram of microstructure evolution during remelting of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy

合金浆料并进行半固态成形。

3 结论

1) 半固态 ZCuSn10P1 铜合金相组织主要由 α -Cu 相、 $\text{Cu}_{41}\text{Sn}_{11}(\delta)$ 相、 Cu_3P 相和 $\text{Cu}_{13.7}\text{Sn}(\beta')$ 组成, 半固态 ZCuSn10P1 铜合金显微组织主要由被液相包裹的近球状 α -Cu 固相晶粒组成, α -Cu 固相晶粒间的组织为 $(\alpha+\delta+\text{Cu}_3\text{P})$ 三元共析相。

2) 半固态 ZCuSn10P1 铜合金反挤压成形采用反挤压方式制备铜合金轴套, 浆料由型腔底部向端部充型, 产生宏观固液分离现象。随着成形阶段的提高, 固液偏析倾向减小, 晶粒圆整度提高, 组织更均匀。

3) 随着成形阶段提高, 半固态 ZCuSn10P1 铜合金组织致密度提高, 组织缺陷逐渐减少。当成形阶段为 30%、40% 时, 组织中出现宽大裂纹; 当成形阶段为 50%~80% 时, 组织中未出现裂纹但出现许多孔洞; 当成形阶段为 90% 时, 组织中出现大范围固液偏析现象; 当半固态挤压完全成形时 (100%), 组织中无裂纹和孔洞等缺陷, 也没有出现固液偏析现象, 且组织均匀, 晶粒圆整度较好。

4) 半固态挤压成形 ZCuSn10P1 铜合金组织中微观元素偏析情况严重, Sn、P 元素在晶间和晶内液岛富集, 而在 α -Cu 基体中含量较少。随着成形阶段提高, 半固态 ZCuSn10P1 铜合金中 Sn 元素偏析现象加剧, 但完全成形时其偏析倾向有所减小。

5) 半固态锡青铜挤压成形轴套显微组织中存在着微观元素偏析, 挤压成形工艺对改善元素偏析效果较差, 半固态 ZCuSn10P1 铜合金浆料制备过程对元素偏析有着重要的影响。

REFERENCES

- [1] FLEMINGS M C, RIEK R G, YONG K P. Rheocasting[J]. *Materials Science and Engineering*, 1976, 25: 103-117.
- [2] FLEMINGS M C. Behavior of metal alloys in the semisolid state[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1991, 22(5): 957-981.
- [3] SPENCER B, MEHRABIAN R, FLEMINGS M C. Rheological behavior of Sn-15pct Pb in the crystallization range[J]. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 1972, 3(7): 1925-1932.
- [4] 赵军超, 刘政, 李泽文, 等. 电磁搅拌参数对椭圆坩锅中半固态铝合金熔体流动与凝固组织的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2020, 30(7): 1523-1534.
- ZHAO Jun-chao, LIU Zheng, LI Ze-wen, et al. Effect of electromagnetic stirring parameters on melt flow and microstructure of semi-solid aluminum alloy melts in oval crucible[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2020, 30(7): 1523-1534.
- [5] FAN Ling-ling, ZHOU Ming-yang, GUO Yang-yang, et al. Effect of ECAP process on liquid distribution of AZ80M alloy during semi-solid isothermal heat treatment[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2021, 31(6): 1599-1611.
- [6] RO GAL L, KANIA A, BERENT K, et al. Microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-RE-Zr alloy after thixoforming[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2019, 8(1): 1121-1131.
- [7] CHEN Ji-qiang, LIU Chao, GUAN Ren-guo, et al. Improving the comprehensive mechanical property of the rheo-extruded Al-Fe alloy by severe rolling deformation[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, 9(2): 1768-1779.
- [8] SAMAT S, OMAR Z M, BAGHDADI A H, et al. Mechanical properties and microstructures of a modified Al-Si-Cu alloy prepared by thixoforming process for automotive connecting rods[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, 10: 1086-1102.
- [9] CAO Miao, WANG Zhao, ZHANG Qi. Microstructure-dependent mechanical properties of semi-solid copper alloys[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 715: 413-420.
- [10] GZERWINSKI F. Thermomechanical processing of metal feedstock for semisolid forming: A review[J]. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2018, 49(6): 3220-3257.
- [11] CHAN J, PARK H J. Microstructural characteristics of aluminum 2024 by cold working in the SIMA process[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 1998, 82(1/2/3): 107-116.
- [12] BINESH B, AGHAIE-KHSFRI M. Microstructure and texture characterization of 7075 Al alloy during the SIMA process[J]. *Materials Characterization*, 2015, 106: 390-403.
- [13] ASHOURI S, NILI-AHMADABADI M, MORADI M, et al. Semi-solid microstructure evolution during reheating of aluminum A356 alloy deformed severely by ECAP[J].

- Journal of Alloys and Compounds, 2008, 466(1/2): 67-72.
- [14] CAO Miao, ZHANG Qi, ZHANG Yi-sheng. Effects of plastic energy on thixotropic microstructure of C5191 alloys during SIMA process[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 721: 220-228.
- [15] LIU Jian, CHENG Yuan-sheng, CHAN S W N, et al. Microstructure and mechanical properties of 7075 aluminum alloy during complex thixoextrusion[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2020, 30(12): 3173-3182.
- [16] HUANG Wei-jun, CHAI Lin-jiang, LI Zhi-jun, et al. Evolution of microstructure and grain boundary character distribution of a tin bronze annealed at different temperatures[J]. Materials Characterization, 2016, 114: 204-210.
- [17] 肖寒,段志科,李乃拥,等. 热处理温度对半固态挤压锡青铜组织性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2019, 48(1): 235-241.
- XIAO Han, DUAN Zhi-ke, LI Nai-yong, et al. Effect of heat treatment temperature on microstructure and mechanical properties of semi-solid extruded tin bronze[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2019, 48(1): 235-241.
- [18] 李乃拥,段志科,肖寒,等. 成形比压对ZCuSn10P1锡青铜半固态组织的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2017, 37(3): 273-276.
- LI Nai-yong, DUAN Zhi-ke, XIAO Han, et al. Effects of forming specific pressure on microstructure of the semi-solid ZCuSn10P1 tin bronze[J]. Special Casting and Nonferrous Alloys, 2017, 37(3): 273-276.
- [19] 黄晓锋,尚文涛,杨剑桥,等. Mg-7Zn-1Cu-0.1Mn-0.1Cr合金半固态组织演变[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(6): 1452-1462.
- HUANG Xiao-feng, SHANG Wen-tao, YANG Jian, et al. Semi-solid microstructure evolution of Mg-7Zn-1Cu-0.1Mn-0.1Cr alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(6): 1452-1462.
- [20] 王佳,肖寒,吴龙彪,等. 轧制-重熔SIMA法制备ZCuSn10合金半固态坯料[J]. 金属学报, 2014, 50(5): 567-574.
- WANG Jia, XIAO Han, WU Long-biao, et al. Study of rolling-remelting SIMA process for preparing the semi-solid billet of ZCuSn10 alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2014, 50(5): 567-574.
- [21] QI Ming-fan, KANG Yong-lin, XU Yu-zhao, et al. New technique for preparing A356 alloy semisolid slurry and its rheo-diecast microstructure and properties[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2021, 31(7): 1868-1884.
- [22] LIN Bo, FAN Tao, LI Hao-yu, et al. Microstructure and high temperature tensile properties of Al-Si-Cu-Mn-Fe alloys prepared by semi-solid thixoforming[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2021, 31(8): 2232-2249.
- [23] WANG Qiu-ping, ZHOU Rong-feng, GENG Bao-yu, et al. Characteristics of dynamic recrystallization in semi-solid CuSn10P1 alloy during hot deformation[J]. Materials Characterization, 2020, 159: 109996.
- [24] MIETTINEN J. Thermodynamic description of Cu-Sn-P system in the copper-rich corner[J]. Calphad, 2001, 25(1): 67-78.
- [25] JAING J F, XIAO G F, WANG Y, et al. Microstructure evolution of wrought nickel based superalloy GH4037 in the semi-solid state[J]. Materials Characterization, 2018, 141: 229-237.

Microstructure evolution and segregation behavior of copper alloy during semi-solid backward extrusion

CHEN Lei, XIAO Han, ZHANG Xiong-chao, ZHOU Yu-hang, CHEN Hao

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

Abstract: The semi-solid slurry was prepared by rolling remelting strain induced melting activation method (SIMA), and the copper alloy shaft sleeve parts at different forming stages were prepared by back extrusion. The microstructure evolution and segregation behavior of copper alloy during semi-solid back extrusion were studied. The results show that the phase structure of semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy is mainly composed of α -Cu phase, $\text{Cu}_{41}\text{Sn}_{11}$ (δ) phase, Cu_3P phase and $\text{Cu}_{13.7}\text{Sn}$ (β') phase. During the semi-solid extrusion process, the slurry is filled from the bottom of the cavity to the end, and obvious solid-liquid segregation occurs during the forming process. The tendency of solid-liquid segregation and structural defects decrease with the semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy forming. When the semi-solid extrusion is fully formed, there is no obvious defects in the structure, and the grain roundness is high and the grain distribution is uniform. The segregation of micro elements is serious in the microstructure of semi-solid extruded copper alloy, and Sn and P elements are enriched in intergranular and intragranular liquid islands, while the content of Sn and P elements in the matrix is less. With the semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy forming, the segregation of Sn element in semi-solid copper alloy intensifies. The segregation degree decreases when the semi-solid ZCuSn10P1 copper alloy is fully formed, but the element homogeneity in the same type of area is poor.

Key words: semi-solid; copper alloy; microstructure evolution; segregation behavior; extrusion forming

Foundation item: Project(51965028) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project (202001AT070031) supported by the Fundamental Research Plan of Yunnan Province, China

Received date: 2021-09-24; **Accepted date:** 2021-10-18

Corresponding author: XIAO Han; Tel: +86-871-65136755; E-mail: kmxh@kust.edu.cn

(编辑 李艳红)