



Fe 和 Mn 含量对高真空压铸 AlSiMgMn 合金富 Fe 相三维特征和分布的影响

王雪灵, 赵海东, 郝永志

(华南理工大学 国家金属材料近净成形工程技术研究中心, 机械与汽车工程学院, 广州 510640)

摘 要: 本文制备了不同 Fe 和 Mn 含量高真空压铸 AlSiMgMn 合金, 使用透射电镜(TEM)对富 Fe 相晶体结构和成分进行了分析; 使用高分辨三维 X 射线(3D μ -CT)对合金进行了断层扫描, 获得了富 Fe 相三维形貌和空间坐标; 结合非平衡凝固相变计算, 讨论了 Fe 和 Mn 含量对富 Fe 相形成的影响, 并分析了初生 α -Fe 相的生长机理。基于二分 Kmeans 和 DBSCAN 方法, 设计了空间粒子团簇计算程序, 对 3D μ -CT 得到的富 Fe 金属间化合物进行了聚类计算, 分析了其团簇定量特征。结果表明: 随着 Fe 含量增加, 富 Fe 相中 Fe 含量增加; Mn 含量增加不改变富 Fe 相的元素含量; 两者均不改变富 Fe 相的晶格常数, 但大幅提高富 Fe 相的形成温度; 与平衡凝固相比, 高冷却速度下富 Fe 相和 α (Al)相形成顺序改变, 对富 Fe 金属间化合物三维特征和分布产生重要影响, 其团簇更为紧密。

关键词: 高真空压铸; AlSiMgMn 合金; 富 Fe 相; 三维形貌; 团簇特征

文章编号: 1004-0609(2022)-01-0027-11

中图分类号: TG166.3

文献标志码: A

引文格式: 王雪灵, 赵海东, 郝永志. Fe 和 Mn 含量对高真空压铸 AlSiMgMn 合金富 Fe 相三维特征和分布的影响[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(1): 27-37. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37893

WANG Xue-ling, ZHAO Hai-dong, HAO Yong-zhi. Effects of Fe and Mn contents on three-dimension characteristics and distribution of Fe-rich phase in high vacuum die casting AlSiMgMn alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(1): 27-37. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37893

压铸是铝合金精确成型的主要工艺之一, 具有尺寸精度高、成形效率高等优点, 同时可利用二次合金, 能大幅度降低材料成本^[1], 但在高速填充型腔过程中, 铝液易卷入气体形成孔洞缺陷, 不仅降低铸件力学性能, 还会在热处理时造成表面起泡, 从而限制了压铸铝合金的应用范围^[2-3]。为了消除该孔洞缺陷, 高真空压铸工艺得到了研究与发展, 高真空铸件可以进行高温固溶热处理, 提高力学性能。压铸 AlSiMg 系合金因其具有良好的铸造性能、强度和塑性, 在汽车车身和底盘构件上有着重要的应用, 但合金中的 Fe 元素会形成脆性金属间化合物, 易引起应力集中而产生微裂纹, 降低了韧性^[4-6]。基于材料循环利用和成本因素, 高真空压

铸 AlSiMg 合金的 Fe 含量一般控制在 0.20% 以下^[7]。为了便于脱模, 合金中通常添加一定量 Mn 元素 (0.5%~0.8%), Mn、Cr 等元素会改变富 Fe 相的尺寸和形貌^[8], 对力学性能产生影响, 研究者对这些富 Fe 相的形貌和晶体结构进行了大量研究。BECKER 等^[9]通过改变 AlSi 合金中的 Mn 含量, 得到了多种富 Fe 相的二维形貌, 并在相图上给出了相应的形成区间。ZHU 等^[10]研究表明, 压铸 AlMg 合金中 Mn 元素的添加使富 Fe 相由 $Al_{13}Fe_4$ 转变为 $Al_6(Fe,Mn)$, 可以提高合金强度。

随着 3D μ -CT 的不断发展, 该技术已应用于材料内部组织与结构的分析, 且扫描分辨率越来越高。BACAICOA 等^[11]利用 X 射线对 AlSiCu 合金进

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51875211); 广东省重点领域研发计划资助项目(2020B010186002); 佛山市核心技术攻关项目(1920001001040)

收稿日期: 2020-12-03; **修订日期:** 2021-07-14

通信作者: 赵海东, 教授, 博士; 电话: 020-87111110; E-mail: hdzhao@scut.edu.cn

行断层扫描(精度约 $1.0\ \mu\text{m}$), 重构了 $\beta\text{-Fe}$ 相的三维形貌, 计算了该相各部位的应力集中系数。在前期研究中, 对不同 Fe 含量 AlSi 合金内 $\beta\text{-Fe}$ 相和孔洞的三维形貌及分布进行了扫描与重构^[12](精度约 $1.0\ \mu\text{m}$), 发现 Fe 含量高时, 富 Fe 相以粗大的二元共晶 $\beta\text{-Fe}$ 为主, 并为孔洞提供形核基底; 在对压铸 AlSiMgMn 合金拉伸行为研究^[13]中发现, 虽然富 Fe 金属间化合物尺寸仅为 $10\sim 20\ \mu\text{m}$, 但聚集的富 Fe 相对主裂纹扩展有主导作用, 其影响大于孔洞。对高真空压铸 AlSiMgMn 合金, 关于 Fe 和 Mn 含量对富 Fe 相影响的研究主要是基于二维金相^[14], 使用 $3\text{D}\ \mu\text{-CT}$ 对该合金富 Fe 相三维特征的研究未见报道, 尤其是对力学性能有重要影响的空间分布与团簇研究尚未开展。

本文通过高真空压铸制备了不同 Fe(0.10%、0.15% 和 0.20%) 和 Mn(0.6%、0.8%) 含量的 AlSiMgMn 合金。通过 TEM 和 $3\text{D}\ \mu\text{-CT}$ 分析了不同合金中富 Fe 相晶体结构和成分以及三维形貌特征, 研究了 Fe 和 Mn 含量对富 Fe 相生长和三维空间特征的影响, 并对初生 $\alpha\text{-Fe}$ 相的生长机理进行了讨论。基于二分 Kmeans 和 DBSCAN 聚类方法, 计算了合金富 Fe 金属间化合物团簇的定量特征。

1 实验

通过高真空压铸制备了四组不同 Fe 和 Mn 含量的 AlSiMgMn 合金。其中, 使用 Al-10Fe 中间合金和 AlSi10MgMn 铸锭在 $720\ ^\circ\text{C}$ 下制备成 AlSiMgMn-0.5Fe 中间合金调节 Fe 含量; 使用 Al-10Mn 中间合金调节 Mn 含量。实验设备采用 TOYO BD-250 压铸机, 配备 Wanda 真空系统, 压铸过程中实测真空度约为 $4800\ \text{Pa}$; 模具预热温度为 $180\ ^\circ\text{C}$, 合金在 $680\ ^\circ\text{C}$ 进行浇注, 高速压射的冲头速度为 $2\ \text{m/s}$, 增压压力为 $80\ \text{MPa}$ 。压铸件如图 1 所示, 4 根尺寸基本一致的拉伸试样分布在矩形片状试样两侧, 厚度从左到右依次为 $6\ \text{mm}$ 、 $4\ \text{mm}$ 、 $8\ \text{mm}$ 和 $2\ \text{mm}$, 保证金属液填充型腔两侧的流量大致相同。前期研究表明, $4\ \text{mm}$ 壁厚的拉伸试样力学性能最好^[15], 因此, 本研究选用 $4\ \text{mm}$ 拉伸试样进行分析。经直读光谱分析, 实验压铸件实际成分如表 1 所示, 其中合金 1、2 和 3 为不同 Fe 含量的对照组, 2 和 4 为不同 Mn 含量的对照组。

采用 FEI Titan Themis 透射电镜(TEM)对富 Fe 相晶体结构进行表征。在 $4\ \text{mm}$ 拉伸试样中间, 线切割出 $1\ \text{mm}\times 1\ \text{mm}\times 10\ \text{mm}$ 试样, 用砂纸表面打磨; 对其中富 Fe 相进行高精度三维 X 射线断层扫描, 扫描所用设备为三英精密仪器股份有限公司的 nanoVoxel-2000 系列 X 射线三维显微 CT, 扫描分辨率为 $0.8\ \mu\text{m}$, 精度高于已有文献研究结果^[11-12]。为了提高三维重构效率, 将 $600\ \mu\text{m}\times 600\ \mu\text{m}\times 600\ \mu\text{m}$ 的扫描数据导入 VG Studio Max2.2 软件中, 进行富 Fe 金属间化合物三维形貌重构。



图 1 压铸件试样

Fig.1 Die casting specimen

表 1 AlSiMgMn 高真空压铸件合金实际成分

Table 1 Actual chemical compositions of the HVDC AlSiMgMn alloys

Alloy No.	Mass fraction/%				
	Si	Fe	Mn	Mg	Al
1	10.2	0.10	0.62	0.40	Bal.
2	10.2	0.16	0.61	0.40	Bal.
3	10.6	0.20	0.60	0.40	Bal.
4	10.2	0.15	0.82	0.40	Bal.

2 粒子团簇聚类计算

二分 Kmeans 和 DBSCAN(Density-Based Spatial Clustering of Applications with Noise)是最常用的两种聚类方法。二分 Kmeans 是 Kmeans 的改进算法, 通过度量各团簇 SSE 值(Sum of Squared Error, 误差平方和)进行聚类^[16]。相对于 Kmeans,

二分 Kmeans 可以消除初始聚类中心点选择的影响, 克服易收敛于局部最优的缺点, 同时加速算法的执行速度, 但该算法的缺点是难以去除离群点, 且对团簇形状有一定要求。DBSCAN 是一种基于密度的聚类方法, 将足够高密度的区域划分为簇, 可在有噪声的空间中获得任意形状的团簇^[17]; 使用 DBSCAN 方法进行聚类时, 不需要提前提供聚类个数, 并可去除远离团簇的单点, 但当数据量过大时, 该方法运行速度慢、占用内存过多, 且在空间聚类密度不均匀或聚类间距相差过大时, 效果不好。

本文通过二分 Kmeans 和 DBSCAN 两种聚类方法相结合, 进行富 Fe 金属间化合物空间聚类计算, 可得到密度不同且去除离群点的富 Fe 相团簇。本计算首先使用二分 Kmeans 法将三维空间富 Fe 金属间化合物进行粗略划分, 再使用 DBSCAN 去除离群点, 可以提高聚类速度, 使每个团簇拥有独自的参数, 而且避免团簇间密度相差大时聚类质量差的问题。使用 Python 语言所设计的相应空间粒子团簇计算程序^[18], 对实验获得的富 Fe 金属间化合物进行了团簇聚类计算, 得到了团簇定量特征, 包括团簇半径、团簇内金属间化合物数量和间距。图 2 所示为富 Fe 金属间化合物聚类计算的流程图。

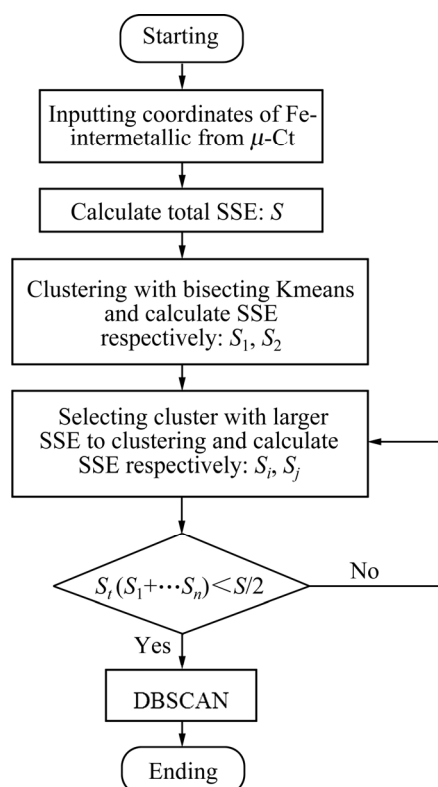


图 2 空间粒子团簇聚类计算流程图

Fig. 2 Flowchart of calculation of spatial particle clusters

3 结果与讨论

3.1 富 Fe 相结构

图 3 所示为不同高真空压铸合金富 Fe 相的背散射图。由图 3 可知, 合金 1 中富 Fe 相尺寸和体积分数均较小; 合金 2 和 3 中开始出现较大富 Fe 相, 并呈现方块状; 合金 4 中较大富 Fe 相为星形。比较图 3(b)和 3(c)可知, 随着 Fe 含量增加, 合金中大块富 Fe 金属间化合物数量增加, 但尺寸无明显增加; 相比之下, Mn 含量提高大幅减少了小块富 Fe 金属间化合物的数量, 并显著改变了大块金属间化合物的形貌。由于合金 1 富 Fe 相尺寸较小, 难以进行 EDS 表征, 所以对后三种合金中富 Fe 相进行了 EDS 分析, 结果如表 2 所示。由表 2 可知, 三种合金富 Fe 相的(Fe,Mn)与 Si 摩尔比均约为 3:2, 因此, 其分子式可简化为 $\alpha\text{-Al}_{12}(\text{Fe,Mn})_3\text{Si}_2$ ^[19](下文简称为 $\alpha\text{-Fe}$)。

图 4 所示为合金中 $\alpha\text{-Fe}$ 相高分辨 TEM 像及对应的快速傅里叶变换图(FFT), 对 {110} 晶面间距进行测量, 结果均为 0.89 nm 左右。随着合金中 Fe 含量增加, $\alpha\text{-Fe}$ 相中 Fe 含量增加, Mn 与 Fe 摩尔比由 3.925 减少至 2.33, 其微观表现应为 Fe 原子占据了 Mn 原子位置, 但由于两种元素原子半径相差很小, 对 $\alpha\text{-Fe}$ 相晶体结构和晶面间距没有太大影响, 与文献[20]结果吻合。对比表 2 和图 4 中合金 2 和 4 的结果可知, Mn 含量增加时, 合金 $\alpha\text{-Fe}$ 相成分变化较小, 其晶面间距无明显变化。

3.2 富 Fe 金属间化合物的三维分布

图 5 所示为 3D $\mu\text{-CT}$ 扫描获得的富 Fe 金属间化合物三维空间分布, 表 3 所列为相应的特征数据, 图 6 所示为该金属间化合物的尺寸分布。分析得知:

表 2 合金中富 Fe 相 TEM-EDS 分析结果

Table 2 Measured Chemical Composition of Fe-rich phase by TEM-EDS (mole fraction, %)

Alloy No.	Al	Si	Mn	Fe
2	68.7	11.6	15.7	4.0
3	63.9	12.4	16.6	7.1
4	69.6	11.2	16.0	3.2

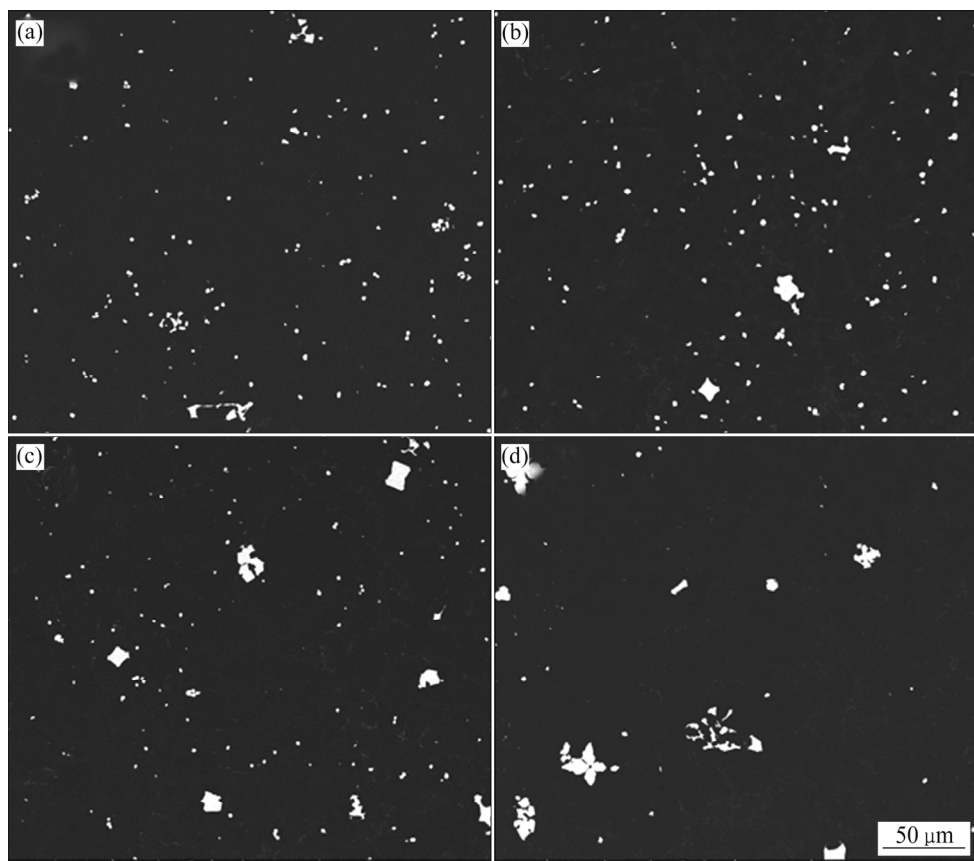


图 3 合金 1、合金 2、合金 3 和合金 4 内富 Fe 相的背散射图

Fig. 3 Backscattering patterns of Fe-rich phase in alloy 1(a), alloy 2(b), alloy 3(c) and alloy 4(d)

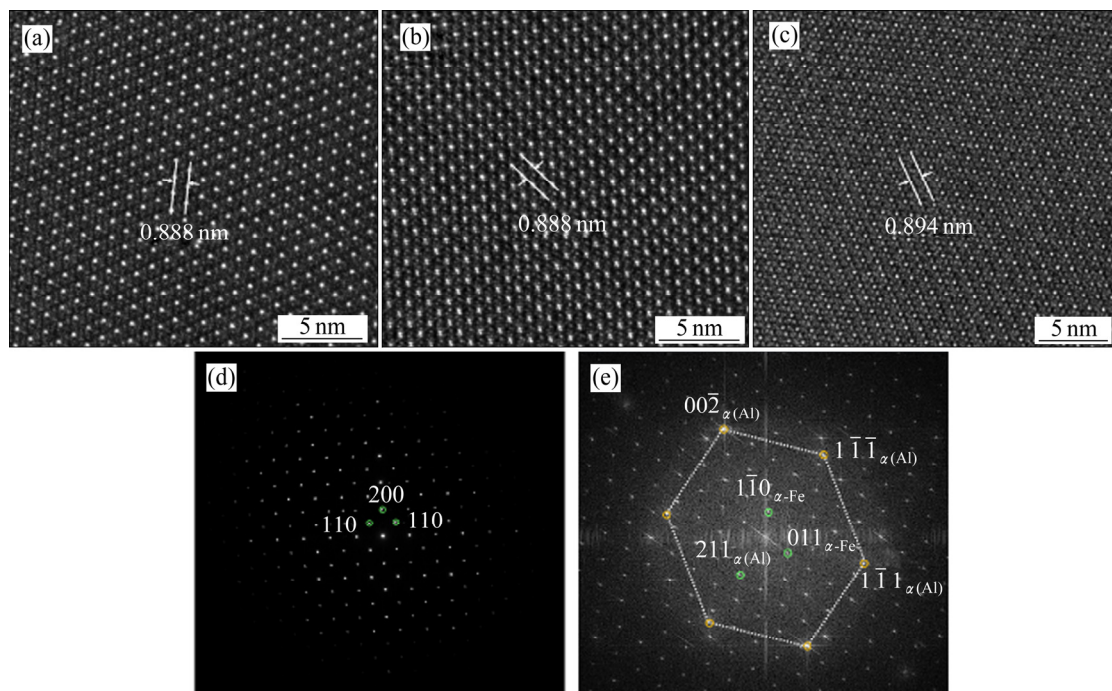


图 4 α -Fe 相高分辨 TEM 像和快速傅里叶变换图(FFT)

Fig. 4 TEM images and Fast Fourier transformation (FFT) of α -Fe phase: (a), (b), (c) Interplanar spacing of $\{110\}$ planes of α -Fe phase in alloys 2, 3 and 4, respectively; (d) Selected area electron diffraction pattern of α -Fe phase (Alloy 3) along $[001]$ axis; (e) Fast Fourier transformation (FFT) of α -Fe phase (Alloy 4) along $[110]$ Al axis

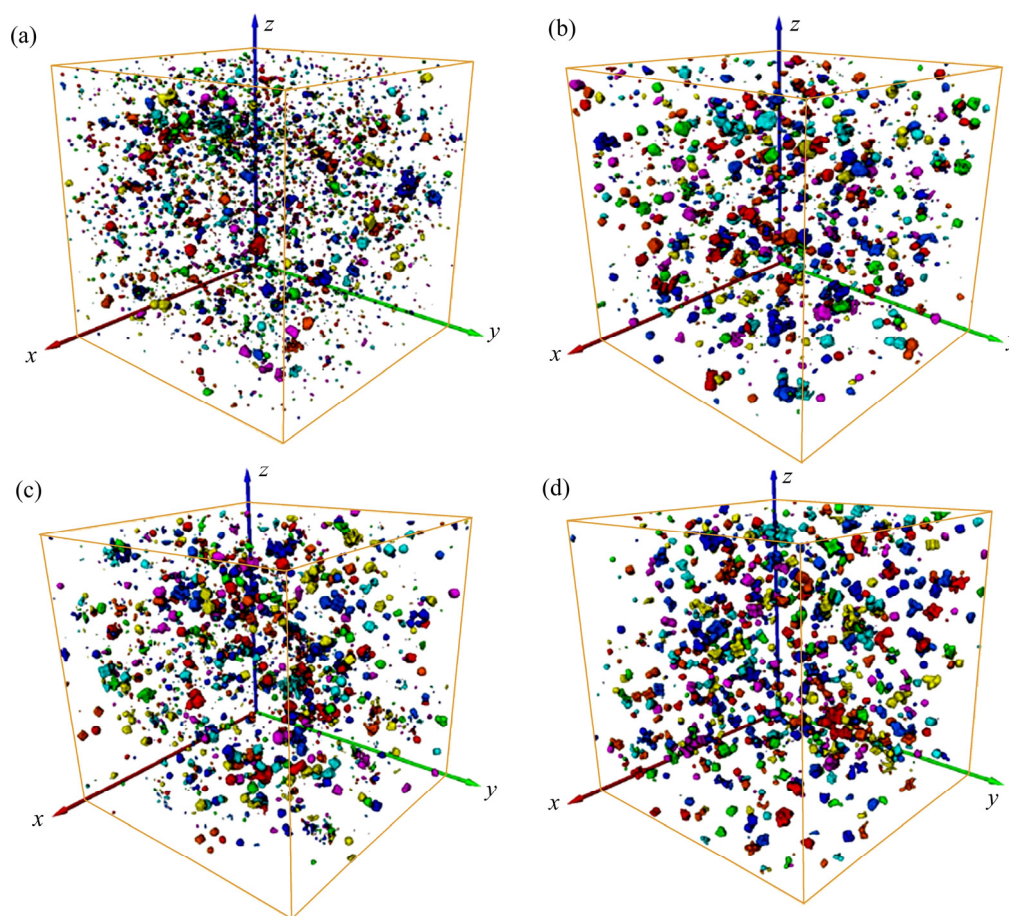


图 5 合金 1、合金 2、合金 3 和合金 4 内富 Fe 金属间化合物的三维空间分布

Fig. 5 Three-dimensional distribution of Fe-rich intermetallics in alloy 1(a), alloy 2(b), alloy 3(c) and alloy 4(d)

1) 随着 Fe 含量从 0.10% 增加至 0.20%, 合金中小块富 Fe 金属间化合物数量的减少和大块金属间化合物增加(见图 6(a)~(c)), 导致合金 2 和 3 富 Fe 金属间化合物平均体积远大于合金 1, 但三种合金中该金属间化合物最大体积变化较小(见表 3)。

2) 如图 6(b)和(d)所示, 随着 Mn 含量的增加, 合金 4 中小块富 Fe 金属间化合物几乎完全消失; 金属间化合物平均体积和最大体积分别为

1312 μm^3 和 22227 μm^3 , 均为合金 2(0.60%Mn)的 2 倍以上。

平衡凝固下含有 Fe 的 AlSiMg 合金依次形成初生 α -Fe 相、 α (Al)基体、共晶 Si 和共晶 α -Fe 相, 最后形成少量 Mg_2Si 。有研究表明^[14], 冷却速度的增加使初生 α -Fe 相和 α (Al)基体的形成温差不断减少, 当冷却速度达到 100 K/min 时, 初生 α -Fe 相和 α (Al)基体将同时形成。压铸属于亚快速非平衡凝固, 高冷却速度使初生 α -Fe 相和 α (Al)基体的形成温差减少, 甚至可能导致两相形成顺序发生改变。同时, Fe 和 Mn 元素可以提高初生 α -Fe 相的形成温度, 因此, 当 Fe 和 Mn 总含量足够高时, 即使在高冷却速度下也可形成初生 α -Fe 相。

图 7 所示为四种合金中体积最大的富 Fe 金属间化合物。在合金 1、2 和 3 的最大金属间化合物中, 可以明显观察到 U 型结构, 表明其绕过 α (Al)枝晶生长^[21], 可确定合金初生相为 α (Al)相; 进一

表 3 3D μ -CT 扫描的富 Fe 金属间化合物数量和体积

Table 3 Volume information of Fe-rich intermetallics in AlSiMgMn alloys with different Fe and Mn contents

Alloy No.	Amount	Average volume/ μm^3	Maximum volume/ μm^3
1	3551	150	9826
2	1295	642	8124
3	1774	490	9058
4	926	1312	22227

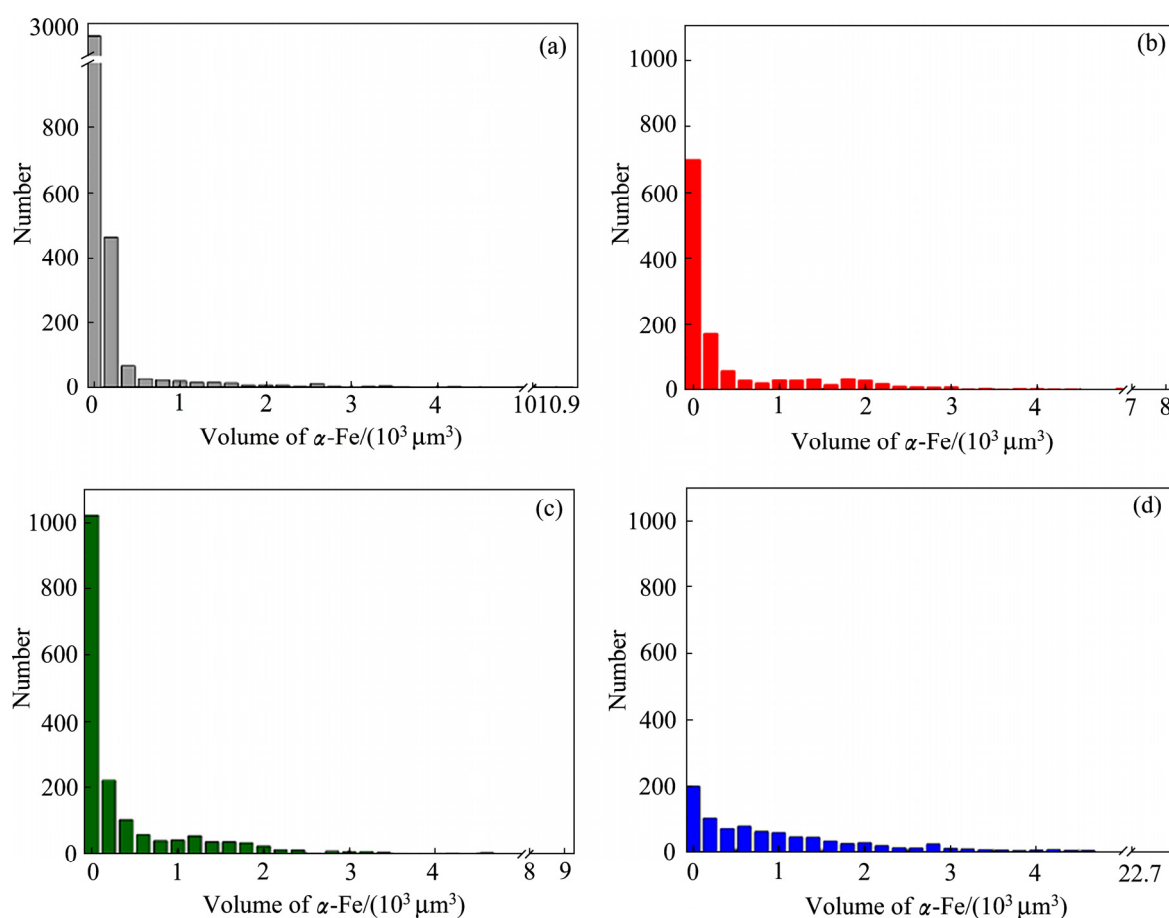


图 6 合金 1、合金 2、合金 3 和合金 4 内富 Fe 金属间化合物的尺寸分布

Fig. 6 Size distribution of Fe-rich intermetallics in alloy 1(a), alloy 2(b), alloy 3(c), alloy 4(d)

步分析,这三种合金 Fe 和 Mn 含量较低,其对初生 α -Fe 相形成温度的提高有限,无法改变压铸快速冷却导致的两相形成顺序,使得平衡凝固初生 α -Fe 相变为非平衡凝固的初生 α (Al)相。由图 7(d)可知,合金 4(Fe 和 Mn 总含量为 0.95%)中最大富 Fe 金属间化合物由多个枝晶和六面体相互连接构成,未发现 U 型结构。图 8 所示为 Thermal-Calc 计算的合金 4 非平衡凝固相变结果。比对两者结果表明,其初生相为 α -Fe 相;初生 α -Fe 相的形成和长大消耗了大量 Fe 和 Mn 原子,铝液残留的两元素含量大大减少,导致共晶转变时富 Fe 金属间化合物形核少,并倾向于在初生 α -Fe 相上形核。因此,该合金中富 Fe 金属间化合物数量急剧减少(见表 3),大尺寸金属间化合物占比明显增加(见图 5(d)和 6(d))。

3.3 初生 α -Fe 相生长机理

图 9 所示为由 3D μ -CT 得到的合金 4 中 α -Fe

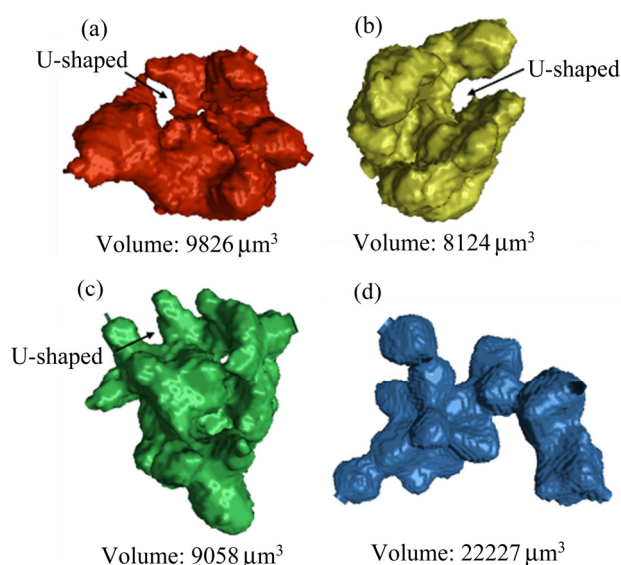


图 7 合金 1、合金 2、合金 3 和合金 4 内最大体积 α -Fe 金属间化合物的三维形貌

Fig. 7 Three-dimensional morphology of the largest volume α -Fe intermetallics in alloy 1(a), alloy 2(b), alloy 3(c) and alloy 4(d)

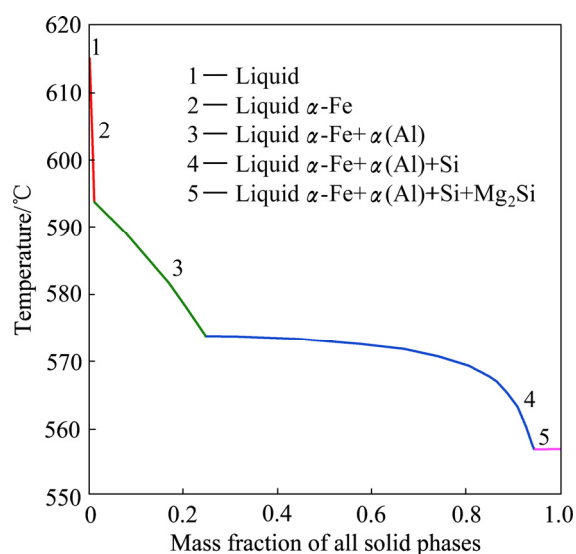


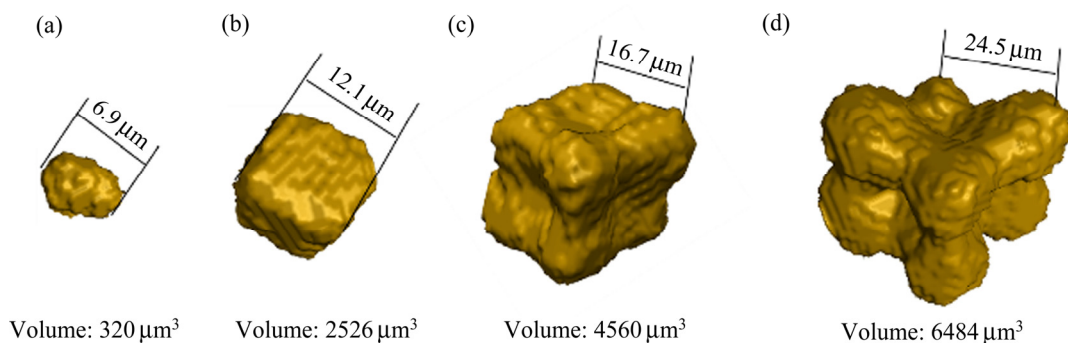
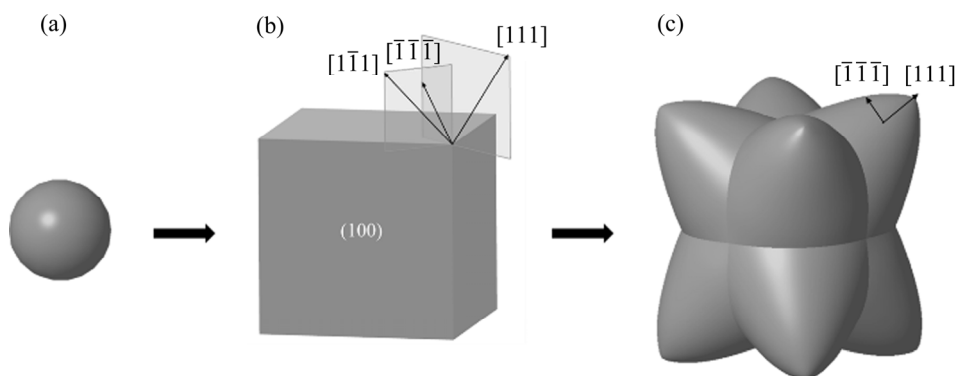
图 8 合金 4 凝固过程中的相转变

Fig. 8 Reaction transformation during solidification of alloy 4

金属间化合物三维形貌, 其体积从左到右依次增大。由图 9 可推断, 富 Fe 相形核后, 首先为近球状、表面不平整; 其后沿优先生长方向生长, 形成

类正六面体形状; 随着富 Fe 相继续生长, 面心处溶质扩散受限, 六面体顶角生长导致面心相对内凹; 当面心处溶质继续富集, 六面体 8 个顶角持续向外生长形成枝晶形状^[22], 最终形成了相互对称的八角状枝晶形貌。

由图 4 的 TEM 结果可知, α -Fe 相为体心立方结构^[23]、 $Im-3$ 空间群。结合图 9 的 α -Fe 相三维形貌, 分析可知, 在 α -Fe 相形成的初期, 其形貌为凹凸不平的球形(见图 9(a)); 当尺寸超过临界值后, 表面的微小凸起沿着 $\langle 100 \rangle$ 方向择优生长, 形成被 $\{100\}$ 面包裹的类正六面体(见图 9(b)和图 10(b)); 随着 α -Fe 相生长, 在高冷却速度下, 六面体面心处溶质难以扩散形成富集, 降低了 $\langle 100 \rangle$ 方向的生长速度, 而顶角处溶质易扩散, 使远离面心的 $[111]$ 方向生长速度加快, 8 个顶角持续向外生长形成枝晶(见图 9(d))。图 10 所示为初生 α -Fe 相生长机理分析的示意图。以 (100) 、 (001) 和 (010) 面交点处顶角为例, 如图 10(b)所示, 该点 $[111]$ 方向前端溶质易扩散、生长速度最快, 而 $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ 、 $[\bar{1}1\bar{1}]$ 和 $[1\bar{1}\bar{1}]$ 方

图 9 α -Fe 相在合金 4 中不同生长阶段的三维形貌Fig. 9 3D morphologies of α -Fe phase at different growth stages in alloy 4图 10 初生 α -Fe 相的生长机理示意图Fig. 10 Scheme of growth pattern of α -Fe phase

向因靠近溶质堆积的面心, 生长速度慢, 从而形成上窄下宽的枝晶臂。

3.4 富 Fe 金属间化合物团簇的特征

根据 3D μ -CT 得到的富 Fe 金属间化合物三维特征, 选取体积大于 $320 \mu\text{m}^3$ 的富 Fe 相(该体积约对应于图 9 所示的富 Fe 相初期尺寸 $6.9 \mu\text{m}$, 小于文献[12]中对主裂纹扩展起决定作用的聚集 α -Fe 金属间化合物尺寸), 进行粒子团簇聚类计算。图 11 所示为四种合金富 Fe 金属间化合物团簇聚类的计算结果, 表 4 所列为相应的团簇特征参数。

由表 4 可知, 随着 Fe 和 Mn 含量增加, 团簇数量增加, 但单个团簇内金属间化合物平均数量变化不大(5.5~6.5)。对于合金 1、2 和 3, 随着 Fe 含量增加, 团簇内平均距离减小, 表明团簇内富 Fe 金属间化合物更为紧密; 对 Fe 含量均为 0.15% 的合金

2 和 4, 随着 Mn 含量增加, 团簇数量有所增加, 团簇内金属间化合物平均距离减小, 表明团簇内富 Fe 金属间化合物更为紧密。团簇内金属间化合物平均距离减小, 表明聚集程度更高, 更容易导致应力集中^[12], 促进裂纹形成。

表 4 合金富 Fe 金属间化合物的团簇特征参数

Table 4 Characteristic parameters of Fe-rich intermetallic clusters of alloys

Alloy No.	Number of clusters	Average number of particles in cluster	Average distance within cluster/ μm
1	18	5.5	42.45
2	51	6.5	40.29
3	57	5.63	34.08
4	71	6.11	34.54

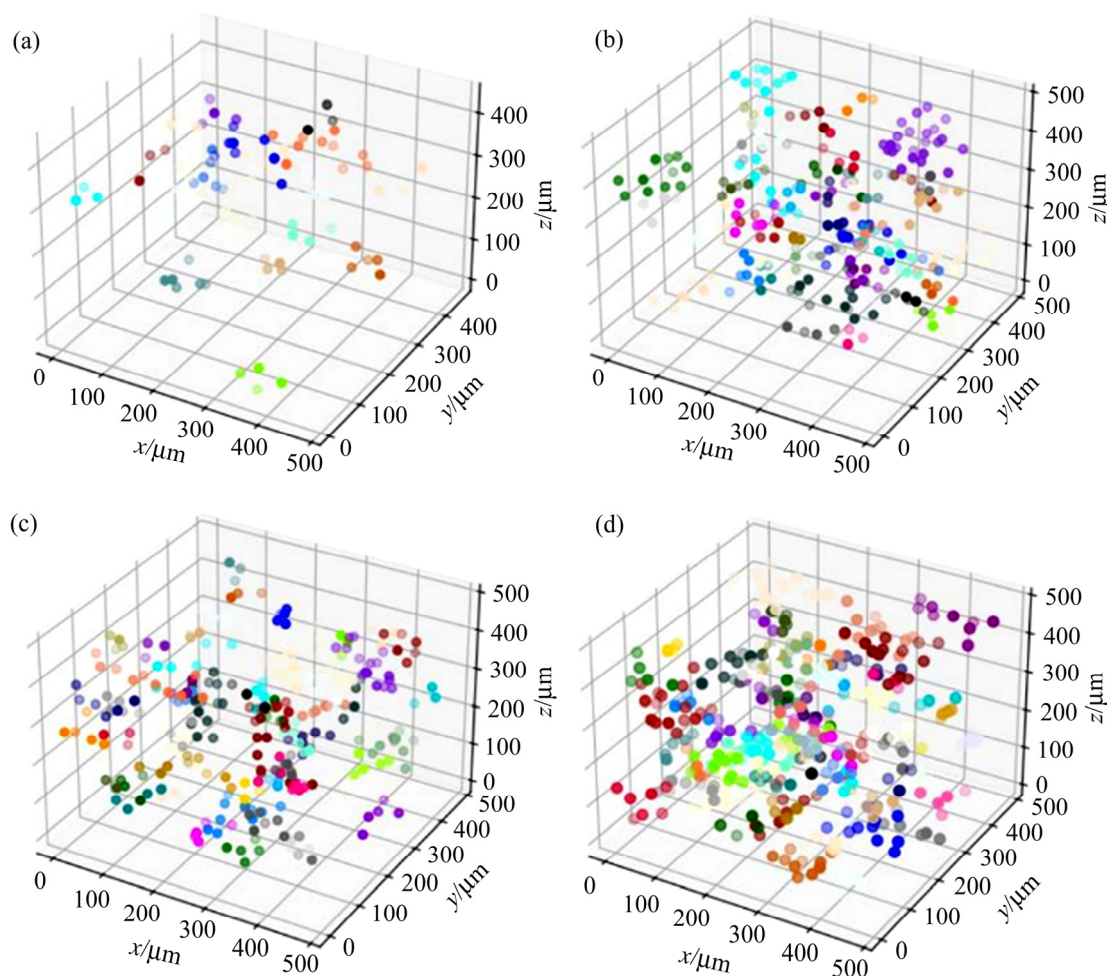


图 11 合金 1、合金 2、合金 3 和合金 4 内富 Fe 金属间化合物的团簇计算结果

Fig. 11 Calculated distribution of Fe-rich intermetallic clusters of alloy 1(a), alloy 2(b), alloy 3(c) and alloy 4(d)

4 结论

1) 高真空压铸 AlSiMgMn 合金中富 Fe 相为体心立方结构的 α -Al₁₂(Fe,Mn)₃Si₂, Fe 和 Mn 含量不改变富 Fe 相晶体结构和晶格常数。当 Fe 和 Mn 总含量不超过 0.80% 时, 由于压铸亚快速冷却作用, 初生相为非平衡凝固的 α (Al) 相, 富 Fe 相呈现绕过初生 α (Al) 枝晶生长的 U 型结构。当两者总含量继续增加, 初生相为富 Fe 相, 其形核后沿 $\langle 100 \rangle$ 方向优先生长, 形成类正六面体, 其后 8 个顶角沿 $\langle 111 \rangle$ 方向向外延伸形成枝晶臂, 最终生长成八角状枝晶结构, 富 Fe 金属间化合物呈现六面体和八角状枝晶相互连接的结构。

2) Mn 含量为 0.60% 时, 随着 Fe 含量从 0.10% 增加到 0.20%, 合金中富 Fe 金属间化合物的 Fe 含量增加, 其平均尺寸和最大体积变化不大; Mn 含量提高至 0.80% 时, 富 Fe 金属间化合物元素含量变化不大, 但小体积富 Fe 金属间化合物数量大大减少, 平均体积和最大体积急剧增加。

3) 基于二分 Kmeans 和 DBSCAN 算法相结合, 对四种合金富 Fe 金属间化合物进行了团簇聚类计算, 得到了团簇定量特征。Fe 和 Mn 含量的提高增加了团簇数量, 但团簇内金属间化合物平均数量变化不大; 两元素含量提高均减小了团簇内金属间化合物平均距离, 表明团簇更为紧密, 更容易造成应力集中。

REFERENCES

- [1] OTARAWANNA S, GOURLAY C M, LAUKLI H I, et al. Microstructure formation in AlSi₄MgMn and AlMg₅Si₂Mn high-pressure die castings[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2009, 40(7): 1645–1659.
- [2] ZHAO H D, WANG F, LI Y Y, et al. Experimental and numerical analysis of gas entrapment defects in plate ADC12 die castings[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2009, 209(9): 4537–4542.
- [3] WAN L, HU Z Q, WU S S, et al. Mechanical properties and fatigue behavior of vacuum-assist die cast AlMgSiMn alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 576: 252–258.
- [4] JI S, YANG W, FENG G, et al. Effect of iron on the microstructure and mechanical property of Al-Mg-Si-Mn and Al-Mg-Si diecast alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 564: 130–139.
- [5] MOUSTAFA M A. Effect of iron content on the formation of β -Al₃FeSi and porosity in Al-Si eutectic alloys[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2009, 209(1): 605–610.
- [6] YI J Z, GAO Y X, LEE P D, et al. Effect of Fe-content on fatigue crack initiation and propagation in a cast aluminum-silicon alloy (A356-T6)[J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 386(1/2): 396–407.
- [7] FRANKE R, DRAGULIN D, ZOFI A, et al. Progress in ductile aluminium high pressure Die casting alloys for the automotive industry[J]. Metallurgia Italiana, 2007, 99(5): 19–24.
- [8] SHABESTARI S G. The effect of iron and manganese on the formation of intermetallic compounds in aluminum-silicon alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 383(2): 289–298.
- [9] BECKER H, BERGH T, VULLUM P E, et al, LI Y. Effect of Mn and cooling rates on α -, β - and δ -Al-Fe-Si intermetallic phase formation in a secondary Al-Si alloy[J]. Materialia, 2019, 5: 100198.
- [10] ZHU X Z, BLAKE P, DOU K, et al. Strengthening Die-cast Al-Mg and Al-Mg-Mn alloys with Fe as a beneficial element[J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 732: 240–250.
- [11] BACAICOA I, WICKE M, LUETJE M, et al. Characterization of casting defects in a Fe-rich Al-Si-Cu alloy by microtomography and finite element analysis[J]. Engineering Fracture Mechanics, 2017, 183: 159–169.
- [12] HU C, LUO W F, ZHAO H D. Three-dimensional characteristics of Fe-rich intermetallics in gravity-cast Al-6Si alloys[J]. China Foundry, 2017, 14(5): 379–385.
- [13] LIU F, ZHAO H D, YANG R S, et al. Crack propagation behavior of Die-cast AlSiMgMn alloys with *in situ* SEM observation and finite element simulation[J]. Materials Today Communications, 2019, 19: 114–123.
- [14] BÖSCH D, POGATSCHER S, HUMMEL M, et al. Secondary Al-Si-Mg high-pressure die casting alloys with enhanced ductility[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2015, 46(3): 1035–1045.

- [15] 葛继龙. 压射速度对 ADC12 压铸件微观组织与力学性能的影响[D]. 广州: 华南理工大学, 2016.
- GE Ji-long. Effect of injection speed on microstructure and mechanical properties of ADC12 Die castings[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2016.
- [16] HUANG X H, YE Y M, ZHANG H J. Extensions of kmeans-type algorithms: A new clustering framework by integrating intracluster compactness and intercluster separation[J]. IEEE Transactions on Neural Networks and Learning Systems, 2014, 25(8): 1433–1446.
- [17] 夏鲁宁, 荆继武. SA-DBSCAN: 一种自适应基于密度聚类算法[J]. 中国科学院研究生院学报, 2009, 26(4): 530–538.
- XIA Lu-ning, JING Ji-wu. SA-DBSCAN: A self-adaptive density-based clustering algorithm[J]. Journal of the Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, 2009, 26(4): 530–538.
- [18] 王雪灵, 赵海东. 材料内部粒子三维团簇特征识别程序软件 V1.0. [CP/OL]. 2020–07–30.
- WANG Xue-ling, ZHAO Hai-dong. Program for identifying three-dimensional clusters of particles in materials V1.0. [CP/OL]. 2020–07–30.
- [19] FABRIZI A, FERRARO S, TIMELLI G. The influence of Fe, Mn and Cr additions on the formation of iron-rich intermetallic phases in an Al-Si die-casting alloy[C]// 5th International Symposium 2014, San Diego: San Diego Convention Center, 2014: 16–20.
- [20] OROZCO-GONZÁLEZ P, CASTRO-ROMÁN M, MALDONADO-RUÍZ S, et al. Nucleation of Fe-rich intermetallic phases on α -Al₂O₃ oxide films in Al-Si alloys[J]. Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 2015, 3(1): 15–25.
- [21] TERZI S, TAYLOR J A, CHO Y H, et al. *In situ* study of nucleation and growth of the irregular α -Al/ β -Al₃FeSi eutectic by 3-D synchrotron X-ray microtomography[J]. Acta Materialia, 2010, 58(16): 5370–5380.
- [22] KIM B H, LEE S M, YASUDA H. Morphological variation of Fe/Cr-rich intermetallic phase in recycled Al-Si alloy as a function of solidification rate: Time-resolved radiography[J]. Materials Science Forum, 2010, 654/655/656: 974–977.
- [23] GAO T, WU Y Y, LI C, et al. Morphologies and growth mechanisms of α -Al(FeMn)Si in Al-Si-Fe-Mn alloy[J]. Materials Letters, 2013, 110: 191–194.

Effects of Fe and Mn contents on three-dimension characteristics and distribution of Fe-rich phase in high vacuum die casting AlSiMgMn alloys

WANG Xue-ling, ZHAO Hai-dong, HAO Yong-zhi

(School of Mechanical and Automotive Engineering,
National Engineering Research Center of Near-net-shape Forming for Metallic Materials,
South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: AlSiMgMn alloys with different Fe and Mn contents were prepared with high vacuum die-casting (HVDC) process. Transmission electron microscopy (TEM) was used to analyze and compare the crystal structure and composition of the Fe-rich intermetallic in the alloys, and their three-dimensional morphology and characteristics were inspected by high-resolution three-dimensional X-ray micro computed tomography (3D μ -CT). Combined with calculation of non-equilibrium solidification process, the influences of composition and cooling rate on the Fe-rich intermetallic formation were analyzed and discussed. The growth mechanism of primary Fe-rich intermetallic was proposed. Based on the 3D coordinates of the intermetallics, two methods of bisecting, namely Kmeans and DBSCAN, were used to characterize the clusters of the intermetallics. The results show that with the Fe content increases, the Fe content in the intermetallic increases but the intermetallic lattice constant doesn't show difference; the increase of Mn content does not change the intermetallic compositions whereas significantly increases the formation temperature of the intermetallics promoting their formation before $\alpha(\text{Al})$ grains, which causes significant change of the intermetallic three-dimensional characteristics and distribution, namely the intermetallic clusters are denser.

Key words: high vacuum die casting; AlSi10MgMn alloy; Fe-rich intermetallics; three-dimensional morphology; cluster characteristics

Foundation item: Project(51875211) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project (2020B010186002) supported by the Key-Area Research and Development Program of Guangdong Province, China; Project(1920001001040) supported by the Key Technology Program of Foshan City, China

Received date: 2020-11-03; **Accepted date:** 2021-07-14

Corresponding author: ZHAO Hai-dong; Tel: +86-20-87111110; E-mail: hdzhao@scut.edu.cn

(编辑 龙怀中)