

II-4 Al-12Si 合金積層造形体における引張変形中の放射光 *In-situ* XRD 測定を用いた 変形機構と強化機構の解明

兵庫県立大学 足立 大樹

1. はじめに

近年、金属積層造形 (AM)技術は発展を続け、高品質で信頼性の高い金属および合金を造形することが出来、幾何学的に複雑な形状の最終用途部品が製造されている [1-3]. 金属および合金を作製する AM プロセスとして、一般的にレーザービーム粉末床融合 (PBF-LB) が使用されている [1-6]. 金属のレーザービーム粉末床溶融 (PBF-LB/M, ISO/ASTM 52911-1:2019) では、金属粉末をプロセスチャンバー内において層状に敷き詰め、走査レーザー照射によって選択的溶融し、これを連続して行うことで造形体が得られる. 著しく早い加熱速度と冷却速度 ($10^5 \sim 10^7$ K/s [7,9]) が得られ、Al 合金粉末層の局所的溶融が行われることから、従来の製造プロセス (鋳造や鍛造など) によって生成される微細構造とは特徴が大きく異なる微細構造が形成される. Al 合金では、その高い比強度と熱/電気伝導率を生かし、航空宇宙産業や自動車産業で広く使用されており、特に鋳造タイプの Al-Si 基合金は PBF-LB プロセスに適している [7,8]. PBF-LB によって造形された Al-Si 基合金は過飽和固溶体と多量の Si 粒子 からの微細な凝固組織を有しており [9-15],従来の鋳造法で製造された合金と比較して、PBF-LB Al-Si 合金は高いひずみ硬化を有し [12,19], 異常に優れた機械的特性を示すことがある [16-18]. しかしながら、熱処理を施すことによって、PBF-LB Al-Si 合金のひずみ硬化能は減少し、大きく強度が低下することが報告されている [17,20]. PBF-LB Al-Si 合金の機械的性質は、 α -Al 母相の結晶粒微細化、共晶セル境界の微細化、転位の動きを阻害するナノ析出物や原子クラスターなどの微細組織によって向上すると考えられており [12, 21-26], 転位と障害物との相互作用は、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いた観察結果が報告されている [21-23,26].

これまでの研究は主に、PBF-LB 用に市販されている Al-10Si-0.4Mg (mass%) 合金 (一般に AlSi10Mg と呼ばれる) において行われており、Al-Si-Mg 合金は Mg を多く含む準安定ナノ析出物によって強化され [27], 原子クラスターの形成により自然時効硬化を示す [28]. したがって、PBF-LB プロセスで造形された Al-Si 合金を調べることは、Al-Si-Mg 合金の強度を上昇させる主要な微細組織因子のうち、時効による析出強化の要因を分離することができると考えられる. しかしながら、PBF-LB で製造された Al-12Si 二元系合金は

PBF-LB AlSi10Mg 合金 [7,10] と同等の約 450 MPa の高い強度レベルを示すことから [14,29], Mg の添加によって, PBF-LB Al-Si 基合金の強度に影響を与える影響はさほど大きくない可能性も存在する.

放射光 X 線回折 (XRD) や中性子回折は, 高温保持中や応力負荷中における微細構造の統計的情報 (相の同定, 結晶組織, 各相の弾性ひずみ, 転位密度など) や, その動的変化を調べるために適した実験手法である [30–33]. 変形中 *In-situ* XRD 測定では, 先端金属材料における動的変形機構を効果的に明らかにすることが可能であり [34,35], PBF-LB で製造された AlSi10Mg を含む Al-Si-Mg 合金において, *In-situ* 中性子回折測定が行われ, 引張試験中における格子ひずみ, 応力分配, および転位密度が報告されている [36-39]. ただし, これまでの研究では, 造形ままの Al 合金でのみ実行されており, PBF-LB Al-Si 基合金の優れた機械的性質の元となっている微細構造要因を十分に明らかにすることが出来ていない. したがって, 微細構造を制御した PBF-LB Al-Si 合金試料を用いることによって放射光 *In-situ* XRD 測定を実施し, PBF-LB Al-Si 合金の高強度化メカニズムを理解することが重要である.

この研究では, 機械的特性に対する Mg 合金元素の影響を排除するため, Al-12%Si の二元合金について研究を行った. 造形ままおよび熱処理を施した PBF-LB 試験片に引張変形中 *In-situ* XRD 測定を適用し, 格子ひずみ, α -Al 相と Si 相の応力分配挙動, および引張変形下での α -Al 母相の転位密度を定量的に分析した. 引張試験した試験片に対して TEM 観察を実行し, 微細組織と転位の変化を明らかにし, PBF-LB Al-Si 合金の強度を促進する微細構造要因について検討を行った.

2. 実験方法

本研究では市販の Al-12 mass% Si 二元合金の粉末 (平均粒径約 15 μm) を PBF-LB プロセスに使用した. なお, この粉末における Mg 含有量は 0.01 mass% 未満である [29, 40]. PBF-LB は, ProX DMP200 (3D Systems, USA) の AM システムを使用し, 出力 190 W, スキャン速度 1.2 m/s の最適化されたレーザーパラメーターの下で室温にて実施した [29,40]. 他の造形パラメータは次のとおりである. 粉体層の厚さ: 0.03 mm, レーザー走査間隔 0.1 mm, 粉体層の一層ごとの走査回転角度: 90° [41]. 造形試料のサイズは 15×60×50 mm³ であり, 相対密度は >99% であった. 造形まま試料を 300°Cにおいて 7.2ks (2h) 熱処理し, Si 相を粗大化し [29,40], さらに 530°Cにおいて 21.6ks (6 h) を熱処理を行うことにより, α -Al 母

相中に粗大な Si 相を均一に分散させた [29,40]. 微細組織は電界放射型走査電子顕微鏡 (SEM), 後方散乱電子回折 (EBSD), および電界放射型 TEM (JEM-2100F/HK, 日本電子製) によって評価した. 微細組織内の元素分布と化学組成はエネルギー分散型 X 線分光法 (EDS) によって測定した[29].

引張変形中 *In-situ* XRD 測定は, SPring-8 の BL46XU ビームラインを使用した. 入射 X 線エネルギーは 30keV (波長 0.0413nm), ビームサイズは 0.15mmH×3mmW である. BL46XU ビームラインに設置した小型引張試験機と測定系を図 1(a)に示す. 回折プロファイルは, 6 ユニットの DECTRIS 製 MYTHEN 一次元検出器を使用して検出した. *In-situ* XRD 測定系の詳細については以前の論文 [31、32] を参照されたい. PBF-LB で造形した試料から放電加工により板状の試験片を切り出しました. 試験片の形状を図 1(b、c)に示す. 引張方向を PBF-LB 造形試料の造形方向と平行とした. 引張試験機に取り付けた試験片に $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の初期ひずみ速度で引張変形を施しながら, 時間分解能 2 s で回折プロファイルの変化を測定した. 引張変形後の試験片のゲージ部分から薄いサンプルを作製し, α -Al/Si 二相微細組織の格子欠陥を TEM で観察した.

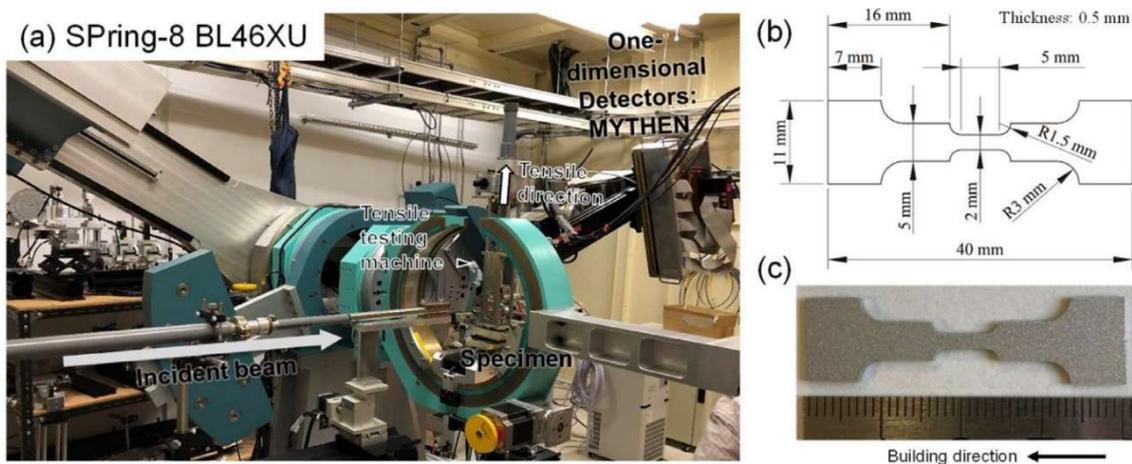


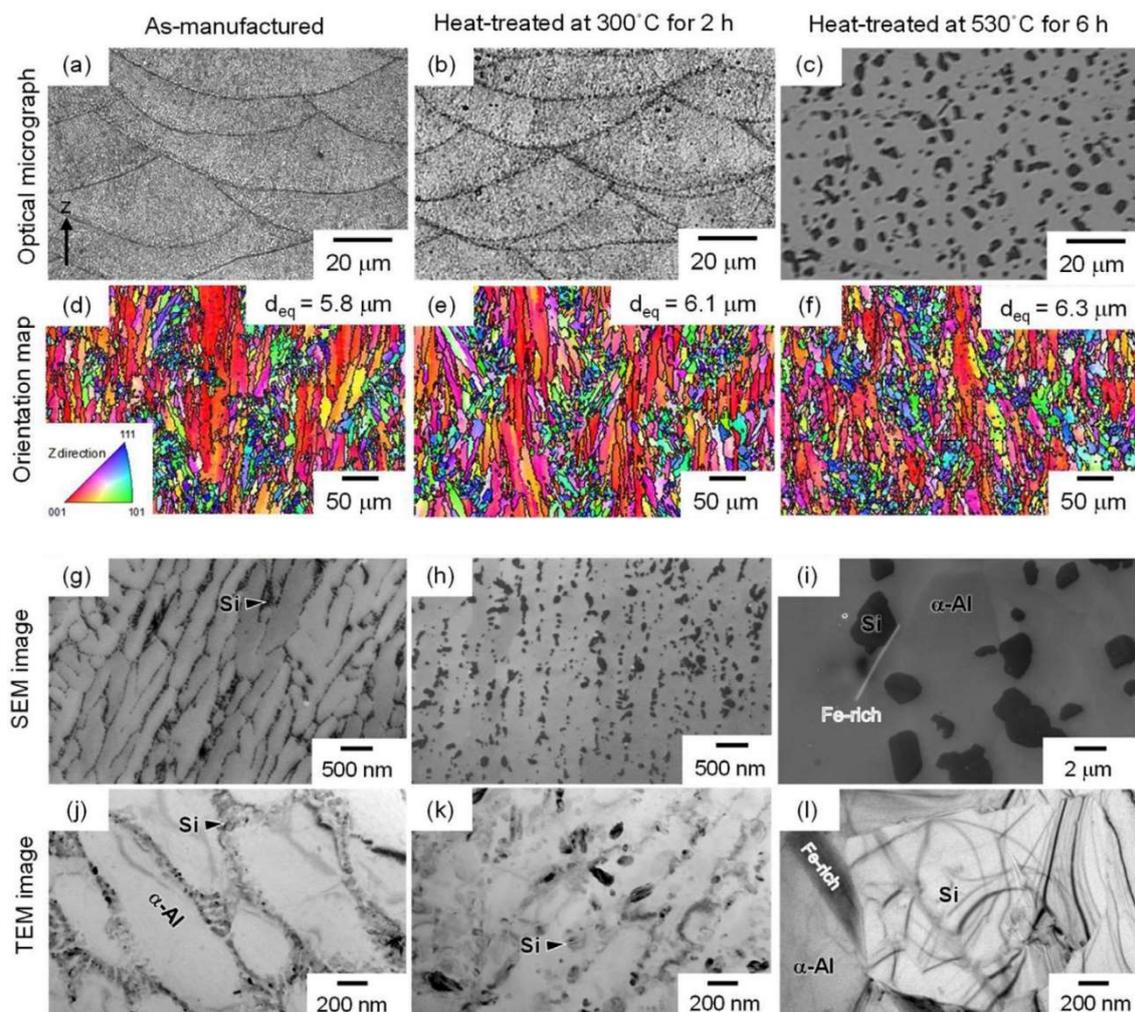
Figure 1 (a) *In-situ* XRD measurement system for the tensile test in BL46XU beamline in SPring-8. (b) Dimensions and (c) appearance of the experimental specimens [58].

3. 実験結果

3.1 熱処理による微細構造変化

実験に用いた Al-12%Si 合金試料の α -Al 母相の方位マップ, SEM 画像, および TEM 画像を Fig.2 に示す. Fig.3 は STEM 画像と EDS 分析によって測定した Si 元素マップを示す [38-40]. 造形まま試験片 (Fig 2(a)) では, PBF-LB プロセスにおけるレーザー照射の走査に

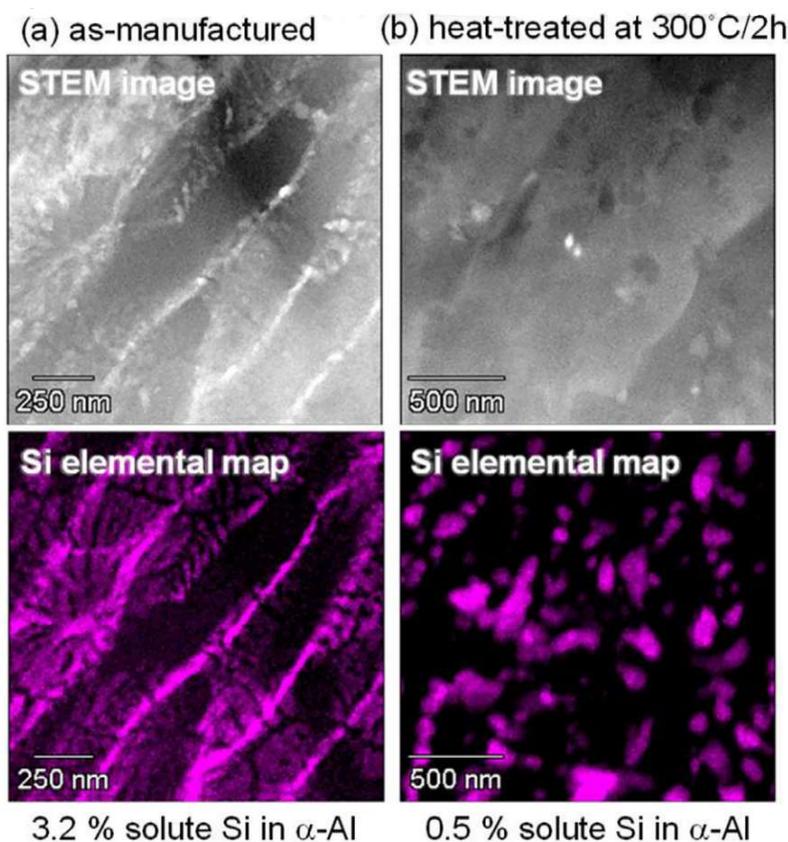
よって形成された局所的溶融および急速凝固領域に対応する、重複したメルトプールで構成された独特の構造を示す[7,8]. 300°Cでの熱処理後、メルトプール構造の形態はわずかに変化し (Fig2(b)) , 530°Cでの熱処理後、メルトプール構造は完全に消失した (Fig2(c)) .



Figures 2 (a–c) Optical micrographs, (d–f) EBSD orientation maps (with equivalent grain sizes, d_{eq}), (g–i) SEM images, and (j–l) TEM bright-field images of the Al–12%Si alloy: (a, d, g, j) as-manufactured, and heat-treated at (b, e, h, k) 300 °C and (c, f, i, l) 530 °C [58].

PBF-LB による造形まま試験片 (Fig.2 (d)) における α -Al 母相の微細組織は、造形方向に沿って伸長した柱状の結晶粒で構成されており、鑄造結晶粒の平均幅は約 10mmであった。さらに、隣接するメルトプール境界には微細な等軸結晶粒が局在していた。粒界の平均切片長さ (d_{eq} , α -Al 母相の粒径と等価) は 5.8mm であった (図 2 (d)) . α -Al 母相にお

る結晶方位，微細構造サイズや形態，および d_{eq} は 300 または 530°Cでの熱処理後の変化はわずかであった（図 2（e、f））。



Figures 3 STEM images and corresponding EDS maps of Si element for (a) the as-manufactured specimen and (b) the 300 °C heat-treated specimen [40].

さらに，造形ままの試験片では，メルトプール内部における α -Al/Si 共晶領域に属する微細な Si 相粒子によって囲まれた，伸長した α -Al 相（平均幅 500nm）によって構成されたセル状凝固微細組織を示した（Fig. 2(g), Fig3(a)). 従来 TEM による分解能では α -Al 相の内部に析出物は観察されなかったが（Fig.2（j））EDS 点組成分析により， α -Al 母相中は高濃度の Si (3.2 mol.%) が存在することが分かったことから(Fig.3(a)), α -Al 母相は過飽和固溶体であることが明らかになった [40]. 300°Cでの熱処理を施すと（Fig2（h））， α -Al/Si 共晶領域に対応したセル壁に沿って，粗大な Si 相が存在し．さらに，微細な Si 相がセル状微細構造の伸長した α -Al 相中に析出していた（Fig.2(k), Fig.3(b)). 300°Cで熱処理した試料において， α -Al 相中の固溶 Si 量は約 0.5 mol.%まで減少した(Fig.3(b)). 530°Cでの熱処理後(Fig.2（I, j）），粒状の Si および板状形態を有する Fe を多く含む金属間化合物相が α -Al 母相中

に均一に分布していた。さらに、TEM-EDS により、固溶 Si 量は約 0.3 mol.% まで減少したことが明らかになった。TEM-EDS によって測定された溶質 Si 含有量は、リートベルト解析によって定量化された Si 相分率を使用した推定値と非常によく一致した[40]。

3-2. 引張変形の場合 XRD 解析

Fig.4 に試験片の垂直応力-ひずみ曲線を示す。これは SPring-8 BL46XU に設置した小型引張試験機において測定されたものである。造形まま試験片は、約 300 MPa (0.2% 耐力に相当) の高い降伏強度を示し、高いひずみ硬化能を有していることから、最大引張強さ (UTS) は約 500 MPa という非常に高い値を示した。

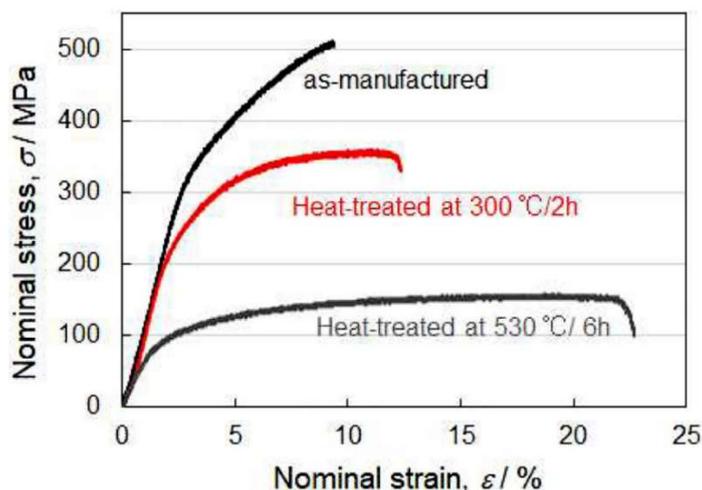
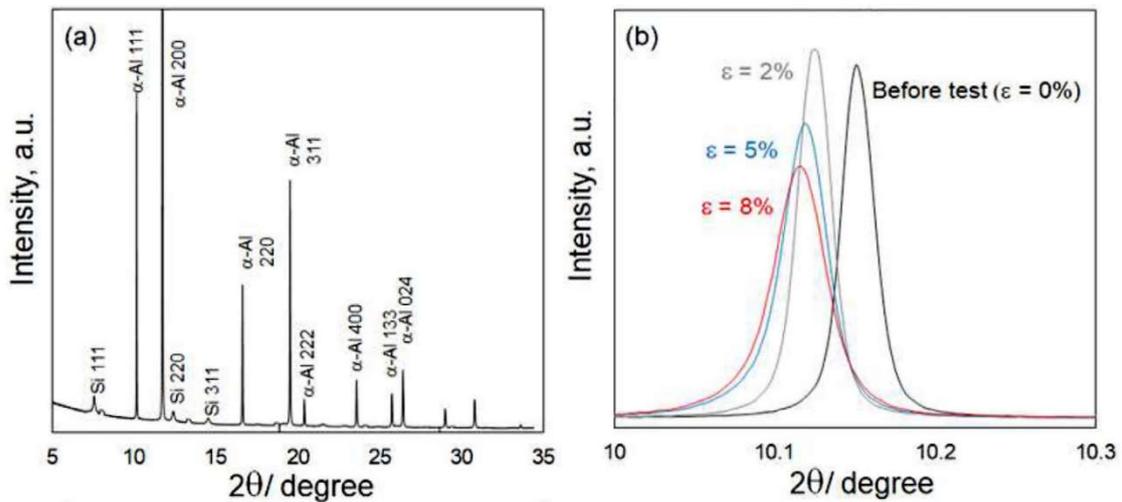


Figure 4 Nominal stress–strain curves of the specimens for the in-situ XRD measurements [58].

300°Cで熱処理した試験片は、約 220 MPa という低い耐力を示し、降伏後のひずみ硬化はそれほど顕著ではなく、その結果、UTS は約 350 MPa と低くなった。530°Cで熱処理すると強度はさらに低下した。これらの結果は、従来のインストロン型引張試験機によって測定した引張特性に関する以前の報告と良く対応している[29]。破断までの塑性ひずみは、造形まま、300°C熱処理 および 530°C熱処理試験片において、それぞれ約 5%、約 10%、および約 22%であり、これらは従来のインストロン型引張試験機で測定された破断ひずみと同等である [29]。なお、Fig.4 に示す応力-ひずみ曲線は、小型引張試験機の低い剛性によって、明らかに低い弾性率を示していることに注意が必要である。

Fig.5 に造形ままの試験片における引張試験前の代表的な XRD プロファイルを示す. α -Al 相および Si 相の結晶面が検出され (Fig.4(a)), 引張試験の進行に伴い, α -Al の(111)回折ピークが引張変形中にシフトし (Fig.4(b)), 巨視的な弾性領域に相当する公称ひずみ 2% では, 回折ピークはより低角側にシフトした. 公称ひずみが 5%を超えると, 回折ピークはより低い回折角にシフトし, α -Al 母相内の転位密度が増加することによって生じた不均質なひずみの増加によりピーク幅が広がった.



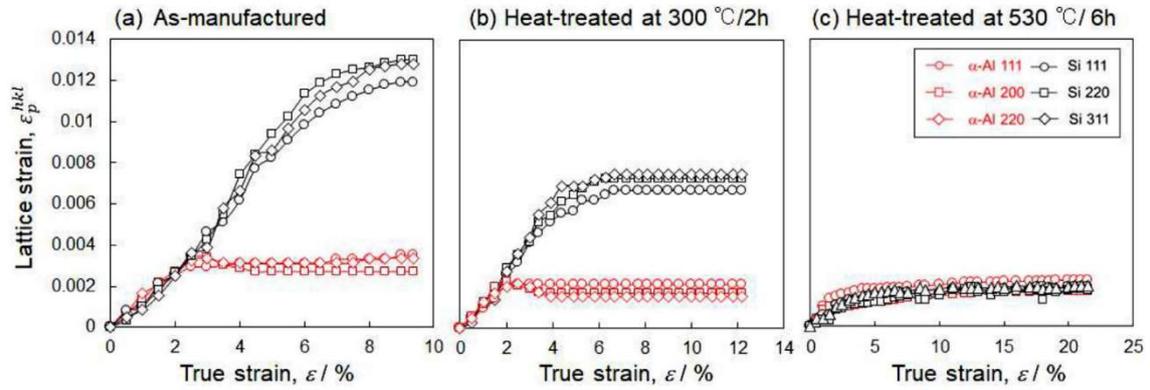
Figures 5 . (a) XRD profile of the as-manufactured Al–12%Si alloy specimen before tensile loading. (b) Change in the (111) diffraction of the α -Al phase under tensile deformation [58].

測定された XRD プロファイルから、Bragg の法則($2d\sin\theta=\lambda$)に従って、各相の hkl 結晶面の格子間隔, d^{hkl} を求めることができる. 次に, 応力負荷時の構成相 p の hkl 面の弾性格子歪み, ε_p^{hkl} は, 次の式を使用して計算できる.

$$\varepsilon_p^{hkl} = \frac{d_p^{hkl} - d_{p,0}^{hkl}}{d_{p,0}^{hkl}} \quad (1)$$

ここで, d_p^{hkl} は応力負荷時の構成相 p の hkl 面の格子間隔であり, $d_{p,0}^{hkl}$ は応力を付加していない状態において測定した構成相 p の hkl 面の格子間隔である. 応力負荷時での α -Al 相および Si 相の格子ひずみの変化を真ひずみの関数として Fig.6 に示す. 造形まま試験片 (Fig.6 (a)) では, α -Al 相と Si 相の格子ひずみは, 巨視的な弾性領域に対応する $\sim 2.5\%$ まで真ひずみとともに直線的に増加した. この傾向は, どちらの相においても hkl 面指数とは無関係であり, 巨視的な真ひずみが約 3%になると, α -Al 相の格子ひずみはわずかに減少し, 約 0.003 で飽和した. 対照的に, Si 相の格子歪みは 0.01 まで単調に増加し, 巨視的

な真ひずみ 9% において 0.012 で飽和した。格子ひずみは、変形の初期段階では hkl 面方位によってわずかに違いはみられたが、面方位の依存性は格子ひずみが大きくなると、特に Si 相においてより顕著になった。300°C で熱処理した試料においても同様の格子ひずみ変化の傾向が見られ (Fig.6(b)), α -Al 相の格子ひずみは ~ 0.002 まで増加した後に飽和した。対照的に, Si 相の格子歪みは、巨視的歪みが約 4% になるまで直線的に増加し、それまで約 0.007 で一定値を示した。530 °C において熱処理した試料 (Fig.6(c)) では、変形中における α -Al 相と Si 相の格子歪みは低く、異なる相であるにもかかわらず、両相の格子歪みは明確に分離されていなかった。



Figures 6 Lattice strain of the α -Al and Si phases of the specimens under tensile loading as a function of the true strain from the macroscopic stress–strain curves: (a) as-manufactured, and heat-treated (b) 300 °C and (c) 530 °C[58].

引張荷重下における α -Al/Si 二相微細組織における両相への応力分配量を定量化するため、引張方向と構成相 p における hkl 面法線方向が平行な hkl 方位結晶粒における弾性相応力 σ_p^{hkl} を次式から算出した[42].

$$\sigma_p^{hkl} = E_p^{hkl} \epsilon_p^{hkl} \quad (2)$$

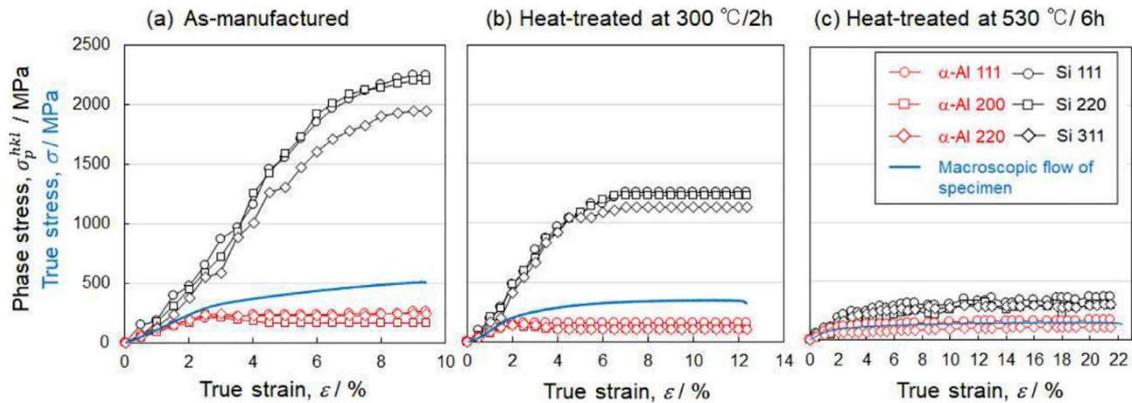
ここで、 E_p^{hkl} と e_p^{hkl} は構成相 p における hkl 面法線方向のヤング率と式(1)から求めた格子歪みである。なお、 E_p^{hkl} は、立方晶系結晶において次式に従って容易に計算できる[43].

$$\frac{1}{E_p^{hkl}} = s_{11} - 2 \left[(s_{11} - s_{12}) - \frac{1}{2} s_{44} \right] (m^2 n^2 + n^2 o^2 + m^2 o^2) \quad (3)$$

ここで、 s_{11} , s_{12} および s_{44} は、報告された弾性定数 (C_{11} , C_{12} および C_{44}) から計算された構成相の弾性コンプライアンス定数である [44,45]. 本研究で用いた値は、 α -Al 相では s_{11} 、

s_{12} および s_{44} を 15.94、-5.78、および 35.45, Si 相では 7.68、-2.14、および 12.6 である。 m, n および o は、それぞれ hkl 方向と x, y および z 軸 ($\langle 001 \rangle$ 方向) 間の角度の \cos 値である [43]. 面心立方構造を有する pure Al とダイヤモンド構造を有する Si の弾性定数と、計算された弾性コンプライアンス定数は報告されており [44,45], これらの定数は E^{hkl}_{Al} および E^{hkl}_{Si} の計算に使用した. 弾性コンプライアンス定数に対する固溶元素の影響を仮定すると, Al-12%Si 合金における α -Al 相の E^{111}_{Al} , E^{200}_{Al} および E^{220}_{Al} は, それぞれ 75, 63 および 72 GPa となる. Si 相の場合, E^{111}_{Si} , E^{220}_{Si} および E^{331}_{Si} はそれぞれ 188, 169 および 152 GPa であった.

Fig.7 は、引張荷重下における試験片の α -Al 相および Si 相の計算された相応力を巨視的な応力ひずみ曲線とともに示す.



Figures 7 Phase stress of the α -Al and Si phases of the specimen under tensile loading, and their macroscopic stress–strain curves: (a) as-manufactured, and heat-treated at (b) 300 °C and (c) 530 °C [58].

計算された相応力は、実験的に測定された格子歪みと同じ傾向を示した. 造形ままの試験片 (Fig.7(a)) では、巨視的な弾性領域 (真ひずみ 2%未満) では、Si 相の分配応力は α -Al 相の 2 倍であった. 巨視的な降伏が発生した約 3% のひずみにおいて、 α -Al 相の分配応力はわずかに減少し、巨視的塑性領域 (ひずみ > 3%) では、分配応力はほぼ飽和した. 一方、Si 相の分配応力は 1500 MPa 以上まで増加し続け、6%のひずみで降伏した. この結果は、Si 相の弾性応力/ひずみは、製造されたままの試験片が示す巨視的なひずみ硬化と強く関連していることを示唆している. この傾向は 300°Cで熱処理した試験片においても観察された (Fig.7(b)). さらに、Si 相への分配応力を見ると、約 1200 MPa の低い応力で降伏し、6%を超える巨視的ひずみで飽和した結果、巨視的な流動応力曲線におけるひずみ硬化率の低下につながった (Fig.4). 530°Cで熱処理した試験片 (Fig.7(c)) では、ひずみ 2%未満の巨視的弾性領域において、 α -Al 相と Si 相の分配応力は増加したが、分配応力の増加は Si 相で

はそれほど顕著ではなく、分配応力は、 α -Al 相と Si 相でそれぞれ約 150 MPa と約 280 MPa で一定となった。

次に、引張荷重下における α -Al 母相内における転位密度の変化を定量化するために、Williamson-Hall 法を使用した [31,46].

$$\frac{\Delta 2\theta \cos \theta}{\lambda} = \frac{0.9}{D} + 2\epsilon \frac{\sin \theta}{\lambda} \quad (4)$$

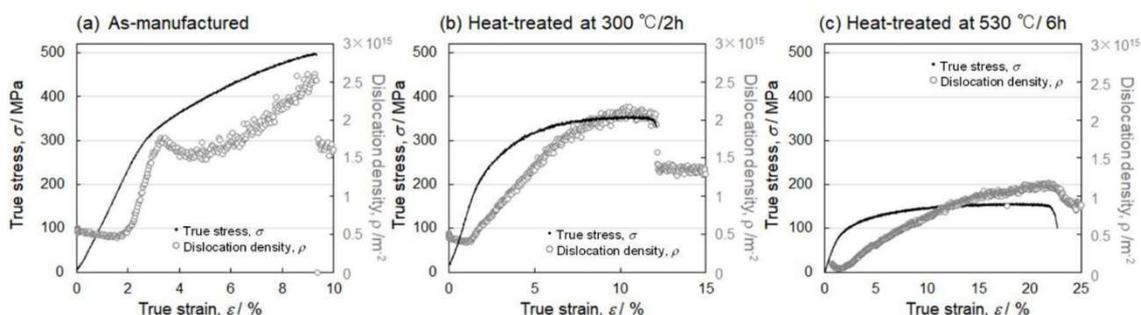
ここで、 θ は回折ピーク角度、 $\Delta 2\theta$ は半値全幅、 D は結晶子サイズ、および ϵ はひずみ分布の幅[47]、つまり不均質ひずみである[31,34]。 D は、式4に従い、それぞれ $\Delta 2\theta \cos \theta \lambda$ と $2 \sin \theta \lambda$ との間の線形関係の切片と傾きによって決定することができる。 α -Al 母相に蓄積された転位から不均質ひずみが発生すると仮定すると、転位密度 (ρ) を(5)式により計算できる [47].

$$\rho = 16.1 \times \left(\frac{\epsilon}{b} \right)^2 \quad (5)$$

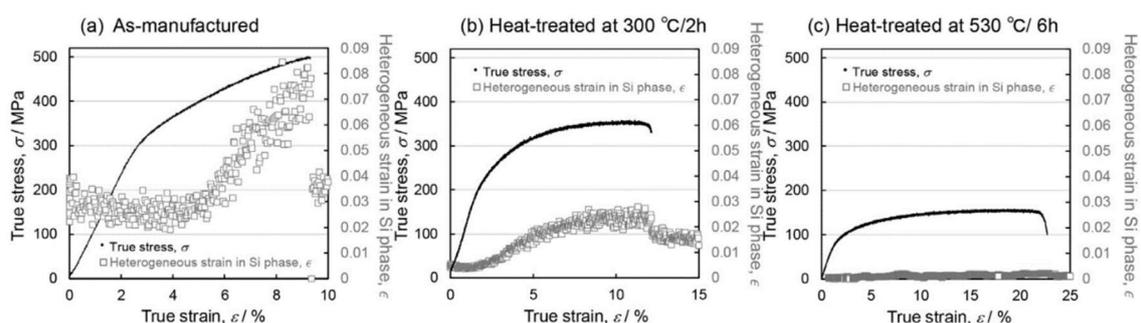
ここで、 b はバーガーズ ベクトルの大きさである。弾性異方性を有する Ni 合金や Cu 合金などの fcc 金属や、鉄鋼などの bcc 金属では、弾性異方性による影響を補正する修正 Williamson-Hall 法 [48] を適用する必要があるが[31, 32, 37, 38], Al 合金中における α -Al 相 (fcc 構造) は、比較的低い弾性異方性を示すことから Williamson-Hall 法の適用が可能である。

引張荷重下における α -Al 相の転位密度変化を巨視的真ひずみの関数として Fig.8 に示す。造形ままの試験片では、引張荷重をかける前においても $\sim 5.0 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ という高い ρ が測定された (Fig.8) 。これは、PBF-LB まま AlSi10Mg 合金の値 ($1.5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$) と類良く一致する [37]。 ρ は真ひずみが 2% 未満の巨視的弾性領域においてわずかに減少したが、これは金属や合金で一般的に観察される [31,32]。興味深いことに、 ρ はひずみ硬化の初期段階 (巨視的真ひずみ 2%~4%) 大幅に増加した後、わずかに減少し、破壊まで約 $2.5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ まで単調増加した。300 °C で熱処理した試験片 (図 8(b)) では、真ひずみ 2%~3% で巨視的に降伏した後、 ρ は単調に増加した。真ひずみが 9% を超えると、 ρ は約 $2.0 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ まで増加した後に飽和しており、これはひずみ硬化率の低下と一致する。530 °C で熱処理した試験片では、荷重を加える前の ρ は約 $2 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ という低い値を示した (Fig. 8(b)) 。これは、再結晶化した微細構造を持つ市販の Al の転位密度と同等である [31,32]。同様に、 ρ は巨視的に 2%~3% の真ひずみを生じた後も継続的に増加した。ただし、この増加は他の

試料における増加よりも顕著ではなかった (Fig.8 (a, b)) . 破壊ひずみ約 22% のとき, ρ は約 $1.2 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ に達した.



Figures 8 Dislocation density (ρ) of the α -Al matrix of the specimen under tensile loading and macroscopic stress–strain curves: (a) as-manufactured, and heat-treated at (b) 300 °C and (c) 530 °C. (Reference: N. Takata, M. Liu, M. Hirata, A. Suzuki, M. Kobashi, M. Kato, H. Adachi, Journal of Materials and Technology, **178** (2024) 80-89.)



Figures 9 Heterogeneous strain (ϵ) of the Si phase of the specimens under tensile loading, and macroscopic stress–strain curves: (a) as-manufactured, and heat-treated at (b) 300 °C and (c) 530 °C[58].

Fig.9 に示すように, Si 相に由来する回折ピークを Williamson-Hall 法 (式 (4)) を使用して解析した. Si 相の不均質ひずみは引張変形下において変化した. 引張変形前, 造形まま試験片における不均質ひずみは, 熱処理試験片における値よりも高かった. 造形まま試験片 (Fig.9 (a)) では, 巨視的ひずみ<5%でほぼ一定であり, その後, 破断するまで~0.08まで単調増加した. 興味深いことに, この値の増加は Si 相の見かけの降伏, つまり計算された相応力の変化に対応しており, セル状微細組織における多数の微細な Si 相粒子の塑性変形を示唆している. この傾向は 300°C 熱処理した試験片においても観察され (Fig.9(b)), 破断時点で <0.03 まで増加した. 530°Cで熱処理した試験片 (Fig.9(c)) では, ひ

ずみ領域全体においてほぼゼロであり、 α -Al 母相中に分布する粗大な Si 相は塑性変形が生じなかったことを示唆している。

4. 考察

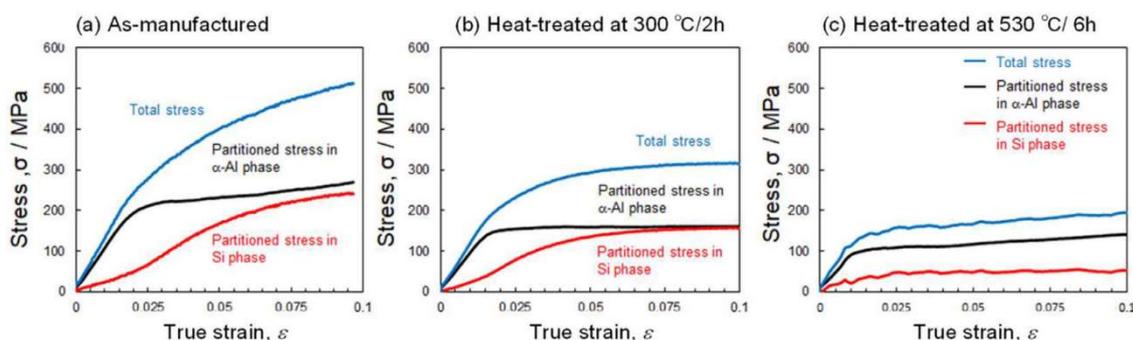
4.1 降伏強度を高める微細組織要因

引張試験中の *In-situ* XRD 測定により、 α -Al 相と Si 相の間の応力分配の変化、および造形まま、および熱処理後の異なる微細組織を有する PBF-LB Al-12%Si 二元合金における引張変形中の α -Al 母相内の転位密度の変化を明らかにすることが出来た。興味深いことに、 α -Al 相の造形まま試験片の巨視的な降伏点において、相応力はわずかに減少した後、ほぼ飽和した。この応力緩和は、 α -Al 母相における塑性変形の開始を示し、対照的に、Si 相の相応力は巨視的歪み硬化領域 ($\epsilon > 2\%$)においても連続的に増加したことから、巨視的流動応力は、セル微細組織内における多数の Si 相粒子によって維持されることが示唆された。この傾向は 300°C熱処理試験片においても観察された一方、530 °C熱処理試験片では、Si 相への分配応力は大幅に低下した。これらの結果は、高い分配応力が、造形ままの試験片における柱状 α -Al 相を囲む α -Al/Si 共晶領域内の Si 相粒子の分布に関連している可能性があることを示している (Fig.2 (g))。対照的に、 α -Al 母相中に比較的均一に分散した粗大 Si 相 (Fig.2 (i)) は、530°C熱処理試験片の均一な変形を促進し、その結果、Si 相への低い分配応力をもたらした。

巨視的な流動応力に対する各相の寄与をさらに理解するため、 α -Al 相と Si 相への分配応力を、平均相応力と体積分率から定量化した。ガンドルフィ光学系により測定した回折強度プロファイルを Rietveld 解析し、Si 相の割合を算出した。算出された Si 相の体積分率は、造形まま、300°C熱処理および 530°C熱処理の試験片でそれぞれ 9.7%、13.0%および 13.0%であった [40]。造形まま試験片における Si 相の割合が低いことは、 α -Al 母相中の固溶 Si 含有量が高いことに由来する。

α -Al 相と Si 相の分割応力を Fig.10 に示す。 α -Al 母相と Si 相の寄与を足した全応力は、試験片の巨視的な応力ひずみ曲線 (Fig.4) によく一致する。分割した応力は、巨視的な流動強度に対する各相の寄与を表し、特に、全ての試験片で巨視的な降伏に先立ち、変形の初期段階において、応力は主に α -Al 母相に分配されており、巨視的な降伏強度は α -Al 母相の微細組織に依存していることを示している。 α -Al 母相の結晶粒径の熱処理による変化はわずかであるため、溶質 Si 量が主に造形まま試験片における降伏強度の増加に寄与して

いと考えられる, 造形まま Al-12%Si 二元合金では, α -Al 母相中に 3.2%という高い固溶 Si 量であったが (Fig.3), 300 または 530°C熱処理試験片において測定された固溶 Si 量ははるかに低かった [40]. 固溶 Si 量が低いにもかかわらず, 300°C熱処理試験片では Fig.10(b) に示すように, α -Al 母相内への高い分配応力により, 200MPa を超える高い降伏強度を示した. これは固溶 Si 量以外の要因も合金の降伏強度に影響を与えることを示唆している.

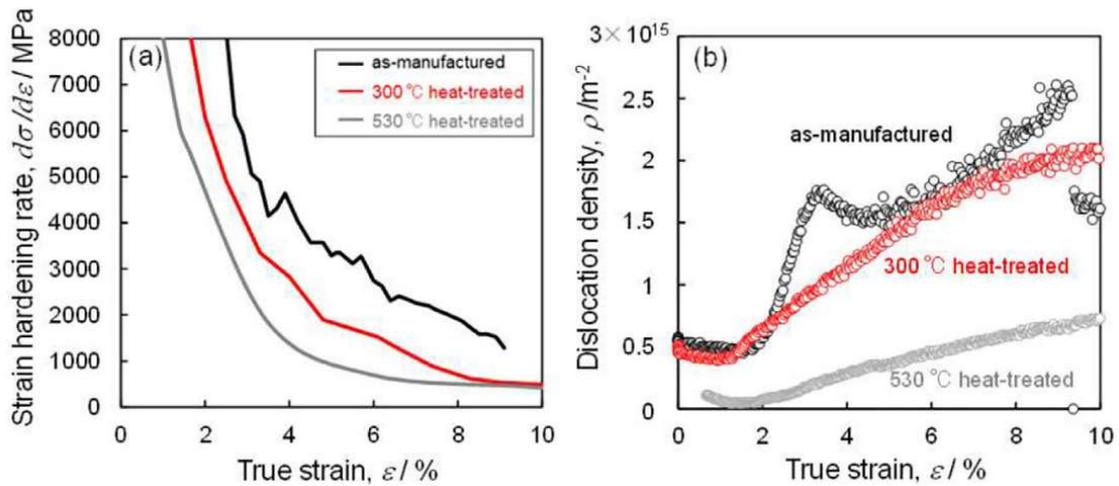


Figures 10 Partitioned stress of the α -Al and Si phases and total stress under tensile loading: (a) as-manufactured, and heat-treated at (b) 300 °C and (c) 530 °C [58].

Williamson-Hall 法から定量化したように, 530°C熱処理試験片と比較し, 造形まま, および 300°C試験片は荷重前において高い ρ 値を示し, PBF-LB を使用して造形された他の Al-Si 合金においても高い転位密度 ($1\sim5\times10^{14} \text{ m}^{-2}$) の算出結果が報告されている [37,38]. しかしながら, 300 °C熱処理試料において, α -Al 母相中には Fig.2 (k) に示すように転位がほとんど観察されず, PBF-LB Al-Si 合金において高密度の転位は TEM によっては報告されていない [12, 22, 26, 49]. これは, Williamson-Hall 法によって算出された転位密度 (Fig.4) の元となる不均質ひずみがの全てが, PBF-LB 造形まま Al-Si 合金中の初期転位に由来するものではない可能性があることを示唆している. 考えられる原因として, 多数の Si 相粒子に囲まれた柱状の α -Al 相の弾性拘束であり, これは造形直後の熱処理 (300°C) 試験片のセル状微細組織形態によって確認される. PBF-LB 中の凝固収縮により, α -Al 母相に弾性ひずみが生じる可能性があり, これは 300°Cの熱処理後においても残留している可能性がある. しかし, 高い固溶 Si 量以外の高降伏強度に寄与するその他の微細組織要因の詳細は不明のままですある, したがって, 軟質 α -Al 相および硬質 Si 相のセル状微細組織形態における弾性ひずみ/応力状態をより詳細に理解するためには, 有限要素解析によっても定量化を試みる必要がある [26,50].

4.2 ひずみ硬化能の向上に対する微細組織要因

ひずみ硬化領域 ($\epsilon > 2\%$) では、造形まま試験片および 300°C 熱処理試験片の Si 相への分配応力が大幅に増加し、破断直前では全応力の半分が Si 相に分配されている (Fig.10(a, b)) . しかし、530°C 熱処理試験片では、分配応力は全応力の約 30% まで制限された (Fig.10(c)) . したがって、Si 相粒子の分布に応じて、Si 相への応力分配量が増加したことにより、ひずみ硬化が促進されたと考えられる.



Figures 11 (a) Strain hardening rate ($d\sigma/d\epsilon$) and (b) dislocation density (ρ) in the α -Al matrix as a function of the macroscopic true strain [58].

ひずみ硬化に対する Si 相分布の影響をさらに理解するために、巨視的な応力-ひずみ曲線からひずみ硬化率 ($d\sigma/d\epsilon$) を計算した結果を Fig.11 に示し、さらに Al 母相における ρ 変化と比較した. 応力-ひずみ曲線の低い機械剛性により、見かけの低い弾性率を示しているが、造形まま試験片では塑性変形の領域全体でより高いひずみ硬化率を示した (Fig.11 (a)). 熱処理試験片と比較して、造形まま試験片ではひずみ硬化の初期段階 (2%~4%) において ρ の単調増加がより顕著であったことから (Fig.11 (b)) , 初期段階のひずみ硬化能の増加は、 α -Al 母相内の転位の増殖が原因であり、造形ままの試験片の高強度化に寄与した. 興味深いことに、この ρ の顕著な増加は、2%~3%のひずみで造形ままの試験片における巨視的な降伏点付近において生じ (Fig.11(b)), 転位増殖能の増加は、変形下における α -Al 母相における転位源の動的核生成を示唆している. 特に、常温において、多量の固溶 Si を含む α -Al 相中にナノスケール Si 相が動的析出すると、塑性変形の初期段階における流動応力を強化し[16], 動的析出した Si 相粒子は転位運動の障害 [16,51]と増殖源 (おそらくオロウ

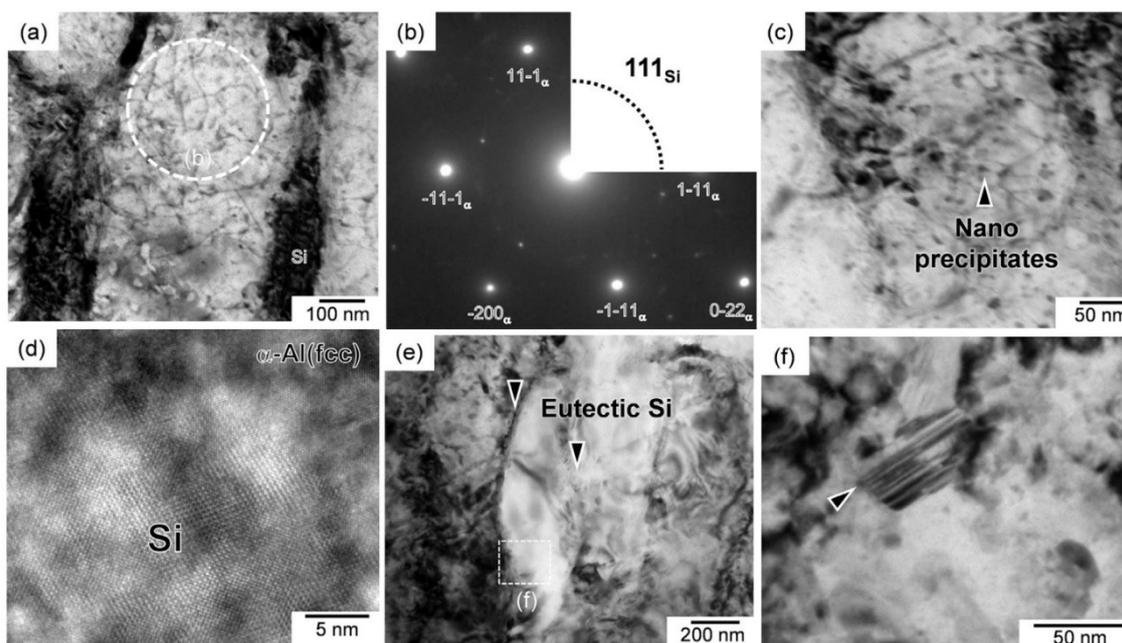
ンループ機構 [52])として重要な役割を果たすと考えられる。したがって、過飽和固溶体 (α -Al 母相) 中の固溶 Si 量は、引張変形中の動的析出によるひずみ硬化を促進する可能性がある。また、造形まま試験片では (巨視的な降伏に続く) 約 3% のひずみにおいて ρ が一時的に減少する傾向が見られたが (Fig.11(b)), 主な要因は依然として不明のままであり、PBF-LB Al-Si 合金の塑性変形メカニズムを完全に理解するためには、さらなる調査が必要である。

ひずみ硬化領域 ($\epsilon > 2\%$) では、造形後の熱処理 (300°C) 試験片は 530°C 熱処理試験片よりも高い ρ 値の増加を示し (Fig.11(b)), 高いひずみ硬化率を示した (Fig.11(a)). これは、セル状微細組織に関連する Si 相粒子の分布に起因すると考えられ、Si 相への分配応力の単調増加にもつながった。したがって、多数の Si 相粒子で形成されたセル壁の近くに高密度の転位が堆積し、高い内部応力下で Si 相粒子が弾性変形したことが予想される。この仮定は、以前に提案された強化メカニズム [19, 21, 22, 26] とよく一致する。このモデルに基づくと、Si 相のさまざまな飽和相応力 (Fig.7(a, b)) は、造形まま試料と 300°C 熱処理試料の飽和 ρ 値の違いによく対応しており (Fig.8(a, b)), 例えば 300°C 熱処理試験片では、Si 相の相応力は適度に低く (Fig.7 (b)), α -Al 母相において対応する低い ρ を示した (Fig.8 (b))。熱処理による Si 相粒子の粗大化により、柱状 α -Al 相を囲むセル壁に Si 粒子が存在しない領域が形成されると (Fig.2 (h), 図 3 (b)), 転位運動の障害が低下し、それに伴い転位増殖も低下した。

造形後の熱処理 (300°C) 試験片において、Si 相応力の流動応力曲線はひずみ硬化段階の後期において降伏を示した (Fig.7 (a, b))。相応力の緩和は、Si 相粒子に生じる塑性変形を示唆しており、造形まま試験片では、Si 相応力が降伏する $\sim 6\%$ の巨視的ひずみにおいて Si 相の不均質ひずみが増加した (Fig.9 (a))。Si 相の飽和相応力は、室温におけるサブミクロンサイズの Si 単結晶の臨界分解せん断応力 (1.5~2.5 GPa [53]) に相当する。300°C 熱処理試験片では Si 相の明らかな降伏が観察され (Fig.7 (b)), それによりひずみ硬化領域で増加し (Fig.9 (b)), Si 粒子において、局所的な塑性変形が生じていることを示唆しているが、このような結果は 530°C 熱処理試験片では観察されなかった。

Si 粒子が塑性変形したかどうかを確認するため、引張変形した試験片を TEM 観察を行った。その結果を Fig.12, Fig.13 に示す。造形まま試験片 (Fig.12 (a)) では、伸長した α -Al 相中に、変形前には観察されなかった (Fig.2 (j)) ナノスケールの Si 析出物と高密度の転位が存在していることが明らかになった。なお、ナノスケール析出物が Si 粒子であるこ

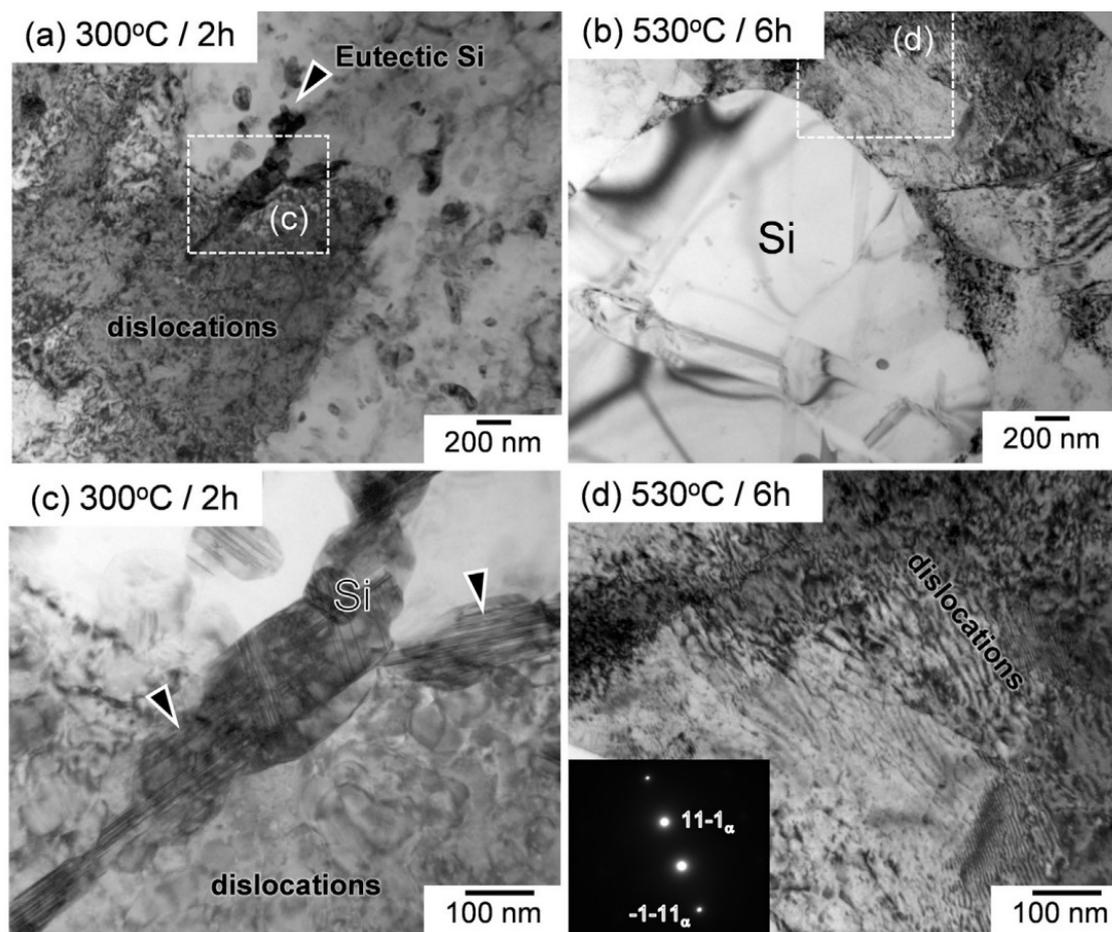
とは電子回折パターンによって (Fig.12 (b) 同定した. このナノスケール析出物のサイズは約 5~30 nm であり (Fig.12(c, d)), 絡み合った転位と相互作用したと考えられる (Fig.12(a)). 観察された転位の形態は, 動的に析出したナノスケール Si 相が, 転位の運動の障害となり, それに続いて生じるオロワンループ機構による転位の増殖(Fig.11(b)に示すように, 転位密度の増加に対応))に対する顕著な役割を果たす可能性があるという仮定を裏付けている [52].



Figures 12 (a) TEM bright-field image of the dislocations interacted with nanoscale precipitates in the α -Al matrix and (b) corresponding electron diffraction pattern, (c, d) TEM images showing nanoscale precipitates of the Si phase, (e, f) TEM images showing planer faults inside the fine eutectic Si phases in the tensile-deformed specimen of the as-manufactured Al-12Si alloy (applied plastic strain was approximately 5%) [58].

さらに, 引張変形後におけるセル壁の Si 相粒子の内部に, 引張変形前にはほとんど観察されなかった面状欠陥が, 確認された (Fig.12 (e, f)). これらの面上欠陥の形態は, 室温で塑性変形した Si 単結晶の $\{111\}$ 面上の転位およびそれに関連する積層欠陥とよく一致する[53]. このような積層欠陥は, 300°Cで熱処理した試料の共晶 Si 相の内部に多く観察された (Fig.13(a, c)). 実際, 変形した PBF-LB AlSi10Mg 合金では面状欠陥またはナノ双晶が観察されている[36]. 一方, 530°C熱処理試料では, 粗大化した Si 相中には面状欠陥や転位は観察されなかった (Fig. 13 (b)), α -Al マトリックス中に比較的高密度の転位が観察さ

れました (Fig.13(d)). これらの事実は, Si 粒子と隣接する α -Al 相内に多くの転位が蓄積したことによって高い内部応力が発生した造形まま試験片において, Si 粒子の弾性変形機構がどのようなものであるかを示している. 結果として, Si 相は応力を緩和するために塑性変形する可能性があり, これが後期段階におけるひずみ硬化の低減に寄与した可能性がある.



Figures 13 TEM bright-field images of the dislocations in the α -Al matrix or planer faults in the Si-phase particles of the tensile deformed specimens of (a, c) 300 °C heat-treated and (b, d) 530 °C heat-treated samples. The applied plastic strains were approximately 9 % and 20 % in the 300 °C and 530 °C heat-treated specimens, respectively (applied plastic strain was approximately 5%) [58].

まとめると, 今回の解析結果は, α -Al 過飽和固溶体と α -Al 相を取り囲む微細な Si 粒子の分布が, PBF-LB Al-Si 合金の高強度に大きく寄与していることを示している. 高濃度の固溶 Si は固溶強化をもたらす [54], 応力負荷時の動的析出の駆動力として機能するため, ひずみ硬化がさらに強化される. Mg を含む Al-Si 基合金の場合, 過飽和固溶体中に形成される原子クラスターまたはナノスケールの析出物が強化に寄与する可能性がある

[12,55,56]. さらに、セル壁に局在する多数の Si 相粒子は、ひずみ硬化の転位障害として重要な役割を果たしており[19, 21, 38], 変形中の高い内部応力下では, Si 粒子が塑性変形することによって応力を緩和し, それにより破壊へと至る後期段階でのひずみ硬化が減少する. したがって, この結果は, PBF-LB Al-Si 系合金をさらに強化するためにはセル壁上の Si 相粒子を制御することが必要であるという新たな開発指針を示唆している. この指針に基づき, 合金を発展させるためには, Al 基多元素系における多相共晶反応を使用して追加の強化相を導入し, セル壁の体積分率を増加させることが効果的であると考えられるが[57], PBF-LB プロセスを使用して多相凝固微細組織を制御するための合金組成を設計するには, さらなる研究が必要である.

5. 結論

この研究では, PBF-LB プロセスにより造形された Al-Si 合金が高強度を示す要因となる微細組織について調査した. 時効硬化に対する合金元素の影響を除去した PBF-LB Al-12%Si 合金について, 造形まま試験片と, それに熱処理を施すことによって異なる微細構造を有する試験片に対し, 引張変形下での放射光 *In-situ* XRD 測定を行った. その結果, 得られた結論を以下に示す.

- (1) 巨視的な降伏よりも早い変形の初期変形段階では, すべての試験片においてほとんどの応力が Si 相ではなく, α -Al 母相へ分配されており, α -Al 母相の微細組織が降伏強度を支配していることが示唆される. α -Al 過飽和固溶体中の高濃度の固溶 Si は固溶強化を促進し, 負荷時における動的析出の駆動力として機能することによって, PBF-LB Al-Si 合金のひずみ硬化をさらに強化させた.
- (2) 巨視的な降伏を示した後, ひずみ硬化領域において, α -Al 母相における転位密度の増加に伴い, Si 相への分配応力は単調に増加した. ひずみ硬化領域の後半において, Si 相への分配応力曲線は降伏を示し, Si 相内に大きな不均質ひずみが観察された. これらの結果は, PBF-LB 造形まま Al-Si 合金において, セル状微細組織のセル壁に局在する多数の Si 粒子が転位運動を阻害する障害として大きな役割を果たしており, ひずみ硬化に寄与していることを示している. 変形中に高い内部応力が発生し, Si 粒子は応力緩和のために塑性変形することが, 破壊に至る最終段階におけるひずみ硬化の減少に寄与している可能性がある. したがって, α -Al 過飽和固溶体と, 多くの柱状 α -Al 相を取り囲む

微細な Si 相粒子の分布が, PBF-LB Al-Si 合金の高強度の微細構造要因であると考えられる.

参考文献

- [1] W.J. Sames, F.A. List, S. Pannala, R.R. Dehoff, S.S. Babu, *Int. Mater. Rev.* **61** (2016) 1–46.
- [2] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, C. Emmelmann, *Acta Mater.* **117** (2016) 371–392.
- [3] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, *Prog. Mater. Sci.* **92** (2018) 112–224.
- [4] I. Yadroitsev, I. Yadroitsava, A. Du Plessis, in: *Fundamentals of Laser Powder Bed Fusion of Metals*, Elsevier, Amsterdam, 2021, pp.15–36.
- [5] Y. Koizumi, M. Okugawa, *ISIJ Int.* **62** (2022) 2183–2196.
- [6] T. Ishimoto, T. Nakano, *Mater. Trans.* **64** (2023) 10–16.
- [7] N.T. Aboulkhair, M. Simonelli, L. Parry, I. Ashcroft, C. Tuck, R. Hague, *Prog. Mater. Sci.* **106** (2019) 100578.
- [8] H.R. Kotadia, G. Gibbons, A. Das, P.D. Howes, *Addit. Manuf.* **46** (2021) 102155.
- [9] N. Takata, M. Liu, H. Li, A. Suzuki, M. Kobashi, *Mater. Des.* **219** (2022) 110830.
- [10] N. Takata, H. Kodaira, K. Sekizawa, A. Suzuki, M. Kobashi, *Mater. Sci. Eng. A* **704** (2017) 218–228.
- [11] J. Delahaye, J.T. Tchuindjang, J. Lecomte-Beckers, O. Rigo, A.M. Habraken, A. Mertens, *Acta Mater.* **175** (2019) 169–170.
- [12] N. Takata, M. Liu, H. Kodaira, A. Suzuki, M. Kobashi, *Addit. Manuf.* **33** (2020) 101152.
- [13] P.V. Cauwenbergh, V. Samaee, L. Thijs, J. Nejezhlebová, P. Sedlák, A. Ivekovic, D. Schryvers, B. Van Hooreweder, K. Vanmeensel, *Sci. Rep.* **11** (2021) 6423.
- [14] A. Suzuki, T. Miyasaka, N. Takata, M. Kobashi, M. Kato, *Addit. Manuf.* **48** (2021) 102383.
- [15] Y. Miyajima, Y. Nakamura, Y. Konishi, K. Ishikawa, W. Wang, N. Takata, *Mater. Sci. Eng. A* **871** (2023) 144876.
- [16] N. Takata, M. Liu, A. Suzuki, M. Kobashi, M. Kato, *Scr. Mater.* **213** (2022) 114635.
- [17] P. Krakhmalev, A.M. Vilardell, N. Takata, in: *Fundamentals of Laser Powder Bed Fusion of Metals*, Elsevier, 2021, pp. 349–376.
- [18] S.Y. Gong, N. Takata, M. Kobashi, S.E. Shin, *Tribol. Int.* **187** (2023) 108769.

- [19] B. Chen, S.K. Moon, X. Yao, G. Bi, J. Shen, J. Umeda, K. Kondoh, *Scr. Mater.* **141** (2017) 45–49.
- [20] J. Fiocchi, A. Tuissi, C.A. Biffi, *Mater. Des.* **204** (2021) 109651.
- [21] J. Wu, X.Q. Wang, W. Wang, M.M. Attallah, M.H. Loretto, *Acta Mater.* **117** (2016) 311–320.
- [22] A. Hadadzadeh, C. Baxter, B.S. Amirkhiz, M. Mohammadi, *Addit. Manuf.* **23** (2018) 108–120.
- [23] A. Hadadzadeh, B.S. Amirkhiz, M. Mohammadi, *Mater. Sci. Eng. A* **739** (2019) 295–300.
- [24] J.G.S. Macías, T. Douillard, L. Zhao, E. Maire, G. Pyka, A. Simar, *Acta Mater.* **201** (2020) 231–243.
- [25] P. Li, Y. Kim, A.C. Bobel, L.G. Hector, A.K. Sachdev, S. Kumar, A.F. Bower, *Acta Mater.* **220** (2021) 117346.
- [26] L. Zhao, L. Song, J. Guillermo, S. Macías, Y. Zhu, M. Huang, A. Simar, Z. Li, *Addit. Manuf.* **56** (2022) 102914.
- [27] M.W. Zandbergen, Q. Xu, A. Cerezo, G.D.W. Smith, *Acta Mater.* **101** (2015) 136–148.
- [28] P. Dumitraschkewitz, S.S.A. Gerstl, L.T. Stephenson, P.J. Uggowitzer, S. Pogatscher, *Adv. Eng. Mater.* **20** (2018) 1800255.
- [29] M. Liu, T. Wada, A. Suzuki, N. Takata, M. Kobashi, M. Kato, *Crystals* **10** (2020) 1007.
- [30] T. Novoselova, S. Malinov, W. Sha, A. Zhecheva, *Mater. Sci. Eng.* **371** (2004) 103–112.
- [31] H. Adachi, Y. Miyajima, M. Sato, N. Tsuji, *Mater. Trans.* **56** (2015) 671–678.
- [32] H. Adachi, H. Mizowaki, M. Hirata, D. Okai, H. Nakanishi, *Mater. Trans.* **62** (2021) 62–68.
- [33] M. Oehring, D. Matthiessen, M. Blankenburg, N. Schell, F. Pyczak, *Adv. Eng. Mater.* **23** (2021) 2100151.
- [34] S. Gao, T. Yoshimura, W. Mao, Y. Bai, W. Gong, M.H. Park, A. Shibata, H. Adachi, M. Sato, N. Tsuji, *Crystals* **10** (2020) 1115.
- [35] S. Hwang, M.H. Park, Y. Bai, A. Shibata, W. Mao, H. Adachi, M. Sato, N. Tsuji, *Acta Mater.* **205** (2021) 116543.
- [36] D.K. Kim, J.H. Hwang, E.Y. Kim, Y.U. Heo, W. Woo, S.H. Choi, *J. Alloy. Compd.* **714** (2017) 687–697.
- [37] X.X. Zhang, H. Andrä, S. Harjo, W. Gong, T. Kawasaki, A. Lutz, M. Lahres, *Mater. Des.* **198** (2021) 109339.

- [38] X.X. Zhang, A. Lutz, H. Andra, M. Lahres, W.M. Gan, E. Maawad, C. Emmelmann, *Int. J. Plast.* **139** (2021) 102946.
- [39] X.X. Zhang, D. Knoop, H. Andrä, S. Harjo, T. Kawasaki, A. Lutz, M. Lahres, *Int. J. Plast.* **140** (2021) 102972.
- [40] N. Takata, M. Liu, A. Suzuki, M. Kobashi, M. Kato, S. Iwai, H. Adachi, *J. Jpn. Inst. Light Met.* **72** (2022) 178–184.
- [41] N. Takata, R. Nishida, A. Suzuki, M. Kobashi, *Metals* **8** (2018) 440.
- [42] T.M. Atanackovic, A. Guran, *Theory of Elasticity for Scientists and Engineers*, Birkhäuser, Boston, MA, 2000.
- [43] M.A. Hopcroft, W.D. Nix, T.W. Kenny, What is the Young's modulus of silicon, *J. Microelectromech. Syst.* **19** (2010) 229–238.
- [44] G.N. Kamm, G.A. Alers, *J. Appl. Phys.* **35** (1964) 327–330.
- [45] J.J. Hall, *Phys. Rev.* **161** (1967) 756–761.
- [46] G.K. Williamson, W.H. Hall, *Acta Metall.* **1** (1953) 22–31.
- [47] G.K. Williamson, R.E. Smallman, *Philos. Mag.* **8** (1956) 34–46.
- [48] A. Borbély, *Scr. Mater.* **217** (2022) 114768.
- [49] H. Qin, Q. Dong, V. Fallah, M.R. Daymond, *Metall. Mater. Trans. A* **51** (2020) 448–466.
- [50] V. Romanova, M.S. Mohebbi, E. Dymnich, R. Balokhonov, V. Ploshikhin, *Int. J. Mech. Sci.* **219** (2022) 107103.
- [51] M. Liu, N. Takata, A. Suzuki, M. Kobashi, M. Kato, *Addit. Manuf. Lett.* **1** (2021) 100008.
- [52] P.M. Hazzledine, P.B. Hirsch, *Philos. Mag.* **30** (1974) 1331–1351.
- [53] S. Korte, J. Barnard, R. Stearn, W. Clegg, *Int. J. Plast.* **27** (2011) 1853–1866.
- [54] A.S. Argon, in: *Strengthening Mechanisms In Crystal Plasticity*, Oxford University Press, Oxford, 2008, pp. 136–163.
- [55] T. Maeshima, K. Oh-ishi, *Heliyon* **5** (2019) e01186.
- [56] W. Lefebvre, G. Rose, P. Delroisse, E. Baustert, F. Cuvilly, A. Simar, *Mater. Des.* **197** (2021) 109264.
- [57] W. Wang, N. Takata, A. Suzuki, M. Kobashi, M. Kato, *Addit. Manuf.* **68** (2023) 103524.
- [58] Takata, M. Liu, M. Hirata, A. Suzuki, M. Kobashi, M. Kato, H. Adachi, *Journal of Materials and Technology*, **178** (2024) 80–89.

Appendix : ガンドルフィ測定

XRD測定からは、電子顕微鏡測定よりも大きい体積からの統計的なデータが得られることから、Rietveld解析法などを用いることにより、複相組織における相分率をより定量的に求めることに適している。しかしながら、金属材料では、その作製方法由来の集合組織を有しており、例えばアルミニウム合金圧延材では、Brass方位やS方位などの圧延集合組織、焼鈍材では立方体方位などの再結晶集合組織を示す。金属3Dプリンタで作製したアルミニウム合金においても積層方向に配向した組織が得られるため、これらの結晶配向は相分率を算出するために大きな障害となる。

配向による影響をキャンセルするため、粉末化することが考えられるが、目的の組織を保ったまま粉末XRD測定に適した粒子径数 μm の均一な粉末にすることは容易ではない。Rietveld解析法には配向パラメータがあり、弱い配向であれば修正して解析できることは可能であるが、一般的には、強い集合組織をもつ場合は配向パラメータによる修正だけでなく、測定方法を工夫する必要がある。

本研究では、積層造形したAl-12Si合金と、その焼鈍材における α -Al母相とSi相の相分率を求め、両相がどのひずみにおいてどの程度の寄与をしているか、分離を試みた。そのために行ったガンドルフィ光学系を用いた測定について追補する。

SPring-8 BL19B2において、Fig.1に示すガンドルフィ光学系を構築した。入射光エネルギーは37keV、ビームサイズは $100\ \mu\text{m} \times 400\ \mu\text{m}$ 、カメラ長は573mm、回折XRDの測定は一次元検出器MYTHEN 12台である。 $\phi 1\ \text{mm}$ もしくは $1\ \text{mm}$ 角の棒状試料をFig.2のステージに設置し、 ω 軸回転、 χ 軸回転を行いながら幅5mmのz軸揺動を行いながらXRD測定を行った。これにより、 $1\ \text{mm} \times 1\ \text{mm} \times 5\ \text{mm}$ の体積における平均情報を集合組織をキャンセルして測定することが可能である。Fig.3にAl-Si通常鑄造合金における測定結果を示す、回転や揺動が一つもしくは二つの場合は、特定の回折ピークが得られない場合や、ピーク強度が低角側よりも高角側の方が高い場合があったが、 ω 軸、 χ 軸回転とz軸揺動を行いながら測定することによって、ランダム配向の試料とほぼ同じピーク強度比のXRDプロファイルが得られた。

この手法を用い、積層造形ままAl-12Si合金と焼鈍材におけるSi相分離を求めた結果をTable 1に示す。積層造形ままでは α -Al相内にSiが過飽和固溶しているため、Si相の体積分率は低い。焼鈍によってSiが析出することによって体積分率が増加した。803 K 焼鈍材

では体積分率が減少したが、これは、603K よりも α -Al 相内への Si 平衡固溶量が高いためである[40].

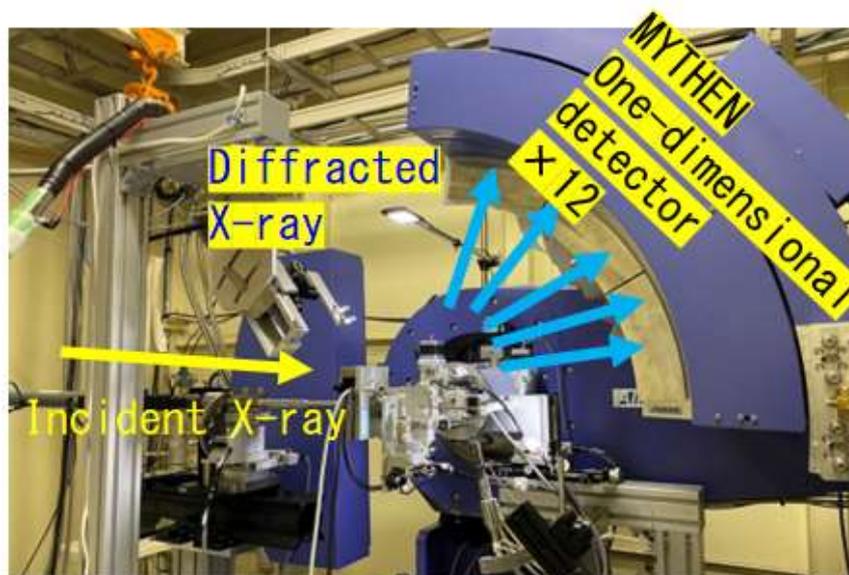


Figure 1 Gandolfi measurement system in BL19B2 beamline in SPring-8.

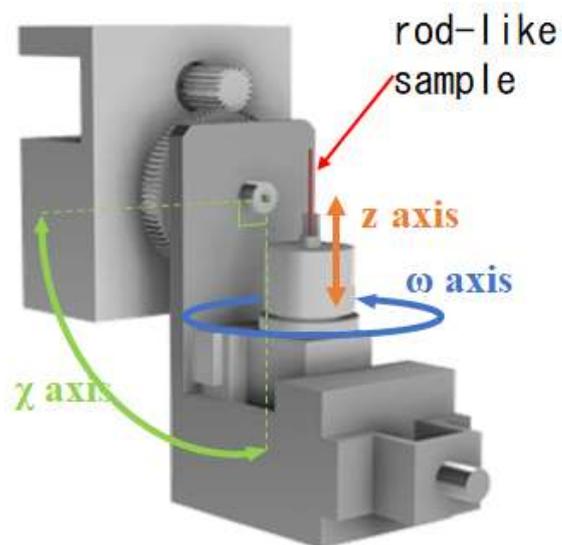


Figure 2 Three-axis swinging and rotating Gandolfi measurement stage in BL19B2 beamline in SPring-8.

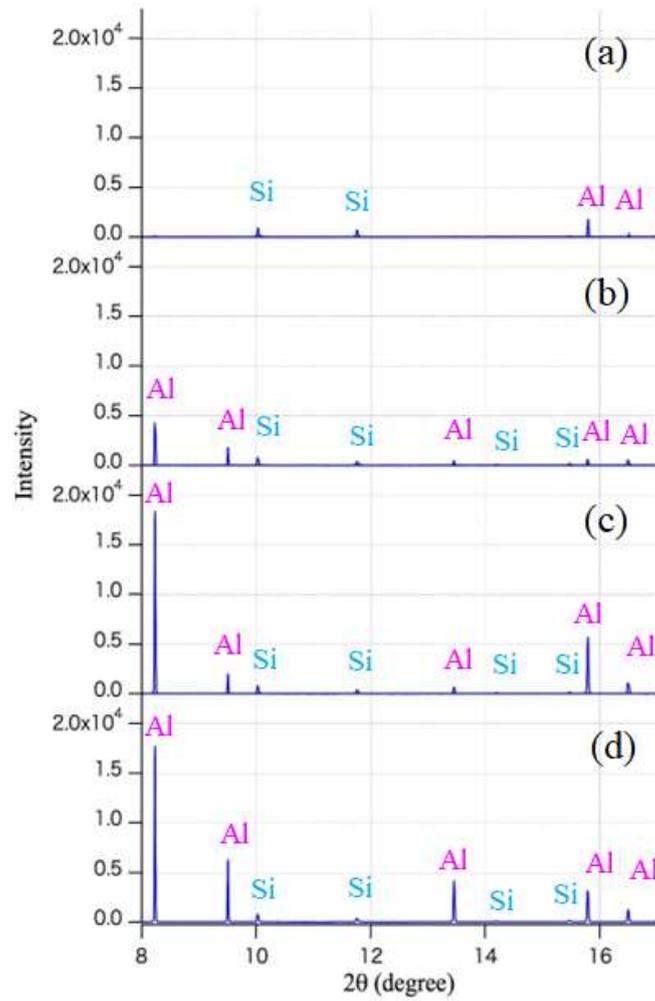


Figure 3 XRD profiles of Al-Si alloy, casted measured by Gandolfi system with (a)no rotation, (b) only ω rotation, (c) ω rotation and z axis swing and (d) ω rotation, χ rotation and Z swing.

Table 1 Volume fraction of Si phase obtained from Rietveld analysis[40].

	as-bult	473K aged	573K aged	603K aged	803K aged
V_f [%]	8.69	10.55	11.15	11.72	10.98

II-5 Al-Si10Mg 合金積層造形体に対する低温焼鈍の影響

金沢大学 宮嶋 陽司

1. はじめに

積層造形法の一つであるレーザ粉末溶融法 (Laser Powder Bed Fusion L-PBF) によるアルミニウム (Aluminum: Al) 合金の作製については多くの報告があり [1], AlSi10Mg は L-PBF の代表的な Al 合金として広く利用・研究されている [2-4]. L-PBF を用いるメリットは, 機械加工を含む従来法では達成できない複雑な金属 3 次元構造を作製できることである [5-7]. 鋳造と L-PBF で作製した AlSi10Mg の間には微細構造の違いがあり, これは作製プロセスの違いに関連している. 例えば, L-PBF で加工された材料は, 一般に冷却速度が 10^5 K/s のオーダーという事で極めて速いため, 溶質原子の濃度が高い [8].

通常の AlSi10Mg に対するプロセスでは応力除去熱処理 (Stress Relief Heat Treatment: SRHT) として 573 K 程度の焼鈍が適用されるため, 573 K を超える焼鈍の組織への影響も調査されている [4, 9, 10]. この SRHT は, 内部応力を低減するために粉末材料の供給元のレシピにも記載されている. L-PBF 加工部品が複雑な 3 次元構造を持つ場合や, 部品の特定部分のサイズが小さい場合は, SRHT が重要であることは明らかである. しかし, それ以外の用途では, 内部応力の緩和を必要としない可能性もある. このような場合には, 573K より低い温度で焼鈍することで, 低温焼鈍に伴う組織変化に基づき優れた力学的特性が得られる可能性がある.

最近, AlSi10Mg に対して 573K 以下の比較的低温のアニール (Low Temperature Annealing: LTA) の効果が報告された [11-18]. L-PBF で作製した AlSi10Al の主なターゲットは構造応用分野である. L-PBF 法で作製した AlSi10Mg の欠陥は, X 線マイクロトモグラフィーやフラクトグラフィーを用いて評価した結果, 構造材料としての応用の観点から室温 (Room Temperature: R.T.) や 523K での引張変形や破壊に重要な役割を果たしていることが指摘されている [19]. しかし, Al 合金は電気伝導や熱伝導の用途にも使用されるため, L-PBF で作製した AlSi10Mg の電気抵抗率 ρ の測定が求められている.

金属の ρ は, 自由電子の平均自由行程の変化が反映されており, 母相中の固溶体原子などの散乱中心の密度に関連する値である [20]. また, 格子振動も電気抵抗率に影響を与える

事が知られている。これらの寄与は加算則として扱うことが可能で、マティエセン (Matthiessen) の法則として知られている。厳密には、他の散乱中心も ρ に影響を与える [21]。例えば、格子欠陥として、空孔、転位、粒界、金属表面などが挙げられる。したがって、 ρ の測定値を用いて微細構造の変化を理解することが可能である。

なお、 ρ 測定の測定温度には 293K と 77K が選ばれることがおおい。前者は 293 K の ρ から換算される 293K での導電率が導電性電気材料の応用上重要だからである。ここで、導電材料の導電率の単位としては、よく焼鈍した純銅を 100%とする、%IACS がよく用いられている。液体窒素の沸点は、実験中に極端に高圧になったり低圧になったりするような極端な圧力変化が生じない限りほぼ一定であるため、低温における測定温度として選択されることが多い。

そこで、573K 以下の LTA の影響を調べるため、AlSi10Mg の機械的性質と微細構造の変化に加えて、293K と 77K での電気抵抗率の変化を測定した。

2. 実験方法

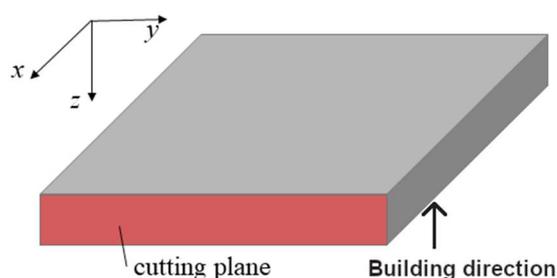


Fig. 1 The schematic illustration of the coordinates of AlSi10Mg alloy. z is the building direction. The cutting plane for tensile test specimens is represented as red. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

AlSi10Mg 合金試料は、table 1 に示す化学組成の粉末を用いて L-PBF プロセスで作製した [6, 9]。粉末の積層厚さは約 30 μm であった。L-PBF 試料作製は、EOSINT M 280 (EOS GmbH, ドイツ) を用いて常温で 380 W の出力にて行った。積層粉末層の厚さは 30 μm 、隣接するレーザー走査のハッチ間隔は約 110 μm 、異なる積層粉末層間の回転角度は 67°であった。L-PBF 加工中は、作製したサンプルの酸化を防ぐため、高純度 Ar ガスを使用した。作製条件の詳細は[9]を参照されたい。Fig. 1 には、x 軸、y 軸、z 軸

などの試料座標の模式図を示し、造形方向は z 軸に平行である。測定および観察用の試験片は、アーク放電ワイヤーカット機（ブラザー、HS-300）で切断した。一部の試験片の表面は、エメリー紙で機械研磨した。

Table 1 chemical compositions of AlSi10Mg alloy (mass.%) [6, 9]. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Element	Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Ni	Zn	Pb	Sn	Ti	Al
mass%											
Standard	9.0~11.0	0.2~0.45	\leq 0.55	\leq 0.05	\leq 0.45	\leq 0.05	\leq 0.10	\leq 0.05	\leq 0.05	\leq 0.15	bal.
ICP analysis	10.23	0.37	0.12	-	-	-	-	-	-	-	bal.

低温等時焼鈍は、シリコンオイルを用いたオイルバス（EYELA, RCX-1100S）を用いて LTA として行い、アニール温度 T_a を 413K または 473K とした。特定のアニール時間 t_a で焼鈍を中断し、直ちに水冷した後、測定／観察を行った。以下では、as-build 試験片を $t_a = 0s$ として扱う。SRHT[9]による報告された組織を再現するために、常温条件下で炉を用いて 573K で 2 時間の焼鈍も行った。

各 t_a の電気抵抗 R の測定は、4 端子法を用いて、100 mA の定電流を供給する精密電流源とナノボルト計（Keithley 6221 および 2182A）を用いて、R.T. (293 K) および液体窒素 (77 K) 下の温度条件で実施した。直径 0.3 mm のアルミニウムワイヤー 4 本を、精密スポット溶接機と溶接ヘッド（日本アビオニクス製、NRW-DC100A と NA-60A）を用いて、断面積約 1 mm^2 の棒状の試験片にスポット溶接した。ここで、内部の 2 本の配線はナノボルトメータ用であり、外部に位置する他の 2 本の配線は精密電流源用である。Fig. 2 に示すように、実験中のハンドリングによる溶接接点の断線を避けるため、4 本のワイヤーを石英フレームに巻き付けた。詳細な手順については、文献[22, 23]を参照されたい。

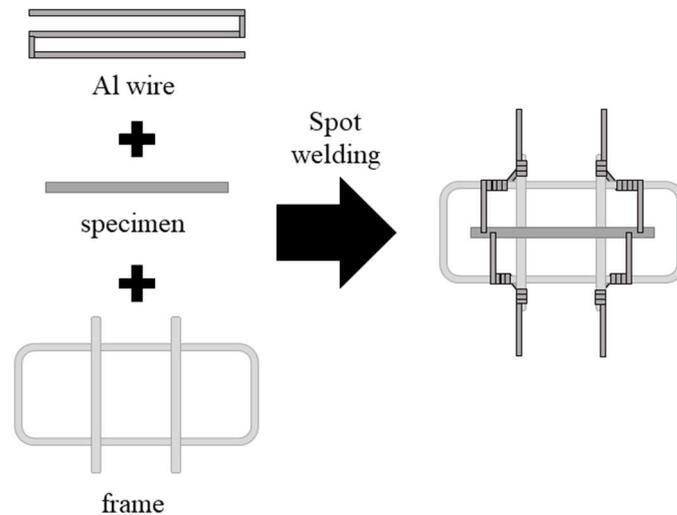


Fig. 2 The schematic illustration of specimens placed on a frame for four-terminal electrical resistance measurements. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

一般に、金属の R を測定する場合、2端子法よりも4端子法の方が、ナノボルトメータの内部抵抗が高いため、接触抵抗や配線の R の影響を最小限に抑えることができるため好ましい。すなわち、 $M\Omega$ オーダーの内部抵抗によりナノ電圧計を通過する電流はほぼゼロとなり、ナノ電圧計と試料の間に位置する接触抵抗や電線の R により発生する電圧降下は、4端子測定の場合無視できる。

R は、デジタルマイクロメーターで測定した断面積と、デジタルノギスで測定したナノボルト計の2本の内線間のギャップ長を用いて電気抵抗率 ρ に換算した。以下、測定温度を ρ_{293} や ρ_{77} のように添え字で示す。

X線回折 (X-ray diffraction: XRD) は、X'Pert PRO MPD (PANalytical 社製) を用い、電圧 45 kV、電流 40 mA の条件で Cu 管を用いて行った。ここで、Cu-K α 線の波長は 0.15418 nm であり、格子定数 a は Nelson-Riley 法[24]を用いて評価した。

ビッカース硬さ試験は、試験片の x - y 平面の表面をエメリー紙で #2000 まで機械的に研磨し、各焼鈍時間ごとに行った。ビッカース硬さ試験は、マイクロビッカース硬さ試験機 (島津製作所, HMV-G30) を用い、試験力 0.409N、10 秒間で 7 点を測定し、最大値と最小値を除いた残りの 5 点から平均値を算出した。5 点の最大値と最小値はエラーバーで示した。

引張試験は、島津製作所製の AG-X 10N-10kN を用い、初期ひずみ速度 $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

にて、R.T.および常温条件下で実施した。試験片の厚さは約 0.7mm で、ゲージの長さは 5 mm、幅は 2 mm である。チャック部とゲージ部の間には半径 1 mm の R 部を設けた。従って、チャック部の幅は 7 mm、チャック部の長さは 9 mm 以上のものを使用する事となる。引張方向は、y 軸に平行な方向、言い換えると、積層方向 (z 軸) に垂直な方向である。

圧縮試験用の試験片は、断面積 $1 \times 1 \text{ mm}^2$ 、高さ 2 mm のものを用意した。試験片の表面はエメリー紙で #2000 まで機械的に研磨した。圧縮試験は、機械試験機 (AG-X 10N-10kN, 島津製作所製) を用い、初期ひずみ速度 10^{-3} s^{-1} ひずみ速度 (クロスヘッド速度 0.120 mm/min) にて常温下で行った。圧縮方向は z 軸に垂直 (y 軸に平行) である。公称塑性ひずみ $\epsilon_{n,p}$ はクロスヘッド変位から評価した。

光学顕微鏡検査はデジタル顕微鏡 (キーエンス社製, VHX-5000) を用いて、 $t_a = 0 \text{ s}$ 、600 s、7.2 ks の試料に対して行った。試料の表面は、エメリー紙で #4000 まで機械的に研磨した後、粒径 $0.06 \mu\text{m}$ の α -アルミナ粉末でバフ研磨した。鏡面が得られたら、希硝酸 (濃硝酸と水の体積比 1 : 3 の混合液) で腐食エッチングを行い、メタノールで試料を洗浄し、エッチングを停止した。

電子線後方散乱回折 (Electron Back-Scattering Diffraction: EBSD) は、電界放出型走査電子顕微鏡 (Field Emission type-Scanning Electron Microscope: FE-SEM, JEOL, JSM-7900F) を用いて行った。EBSD 用試料は、シートから TD 方向に 1mm、RD 方向に 2mm、TD 方向に 0.8mm、 $t_a=0 \text{ 秒}$ 、600 秒、21.6ks で切り出した。EBSD 試料の表面をエメリーペーパーで #4000 まで研磨し、粒径 $0.06 \mu\text{m}$ の α -アルミナ粉末で鏡面が得られるまでバフ研磨した。さらに、(Struers, OP-S) のコロイダルシリカ水溶液で 35 分間バフ研磨した。ここで、OP-S : 水の体積比は 1 : 10 であり、研磨布 (Struers, MD-Chem) を使用した。コロイド粒子を除去するため、希釈した洗剤を入れたビーカーに試料を入れ、15 分間超音波洗浄を行った。ここで、希釈洗剤は界面活性剤として使用され、その後の水中での 30 分間の超音波処理によって除去された。EBSD 測定は加速電圧 20kV で行い、EBSD 解析ソフトウェア (Oxford Instruments, Aztec) で EBSD カメラ (Oxford, Symmetry) を制御した。EBSD 解析は、HKL チャンネル 5 (オックスフォード・インストゥルメンツ) の Tango を用いて行って、逆極点図 (IPF) マップを EBSD データから作成した。IPF マップの横の標準的な立体三角形として表されるカラーキーには、z 方向に垂直な平面を示している。

透過型電子顕微鏡(Transmission Electron Microscopy; TEM)用の薄箔試料は、ワイヤー放電機とイオンスライサー(JEOL EM-09106IS)を組み合わせ、Ar イオン条件は 7V の電圧として作製した。TEM は、加速電圧 200kV で動作する電界放出型透過電子顕微鏡(Field emission-type TEM: JEOL, JEM-2100F)を用いて行った。エネルギー分散型分光法 (EDS) は、走査型透過電子顕微鏡 (Scanning Transmission Electron Microscopy STEM) モードで行い、二次元 (2D) 元素マッピング像を取得した。

3. 実験結果および考察

Fig. 3 は、 T_a が 413 K と 473 K の時の、ビッカース硬さ h の t_a 依存性を示している。 h の変動が小さい場合には、エラーバーが記号に重なっている場合がある。初期ビッカース硬さは 140HV 程度であり、その後、413K ($t_a = 43.4\text{ks}$) と 473K ($t_a = 1.4\text{ks}$) でそれぞれの T_a において 160HV と 145HV の最大値を示した。ピークの後、 T_a が 413K と 473K の試験片の h は、それぞれ $t_a=77\text{ ks}$ で約 150 HV、 $t_a=31\text{ ks}$ で約 130 HV まで減少する。 T_a が 413K の試料の h はもっと減少する可能性があるが、時間の制約で実験を中止した。しかしながら、 T_a が 473 K の場合、 h は初期値($t_a=0\text{ s}$)よりも減少し、140 HV 程度であり、 T_a が 413 K の場合に h のピークが見られる。

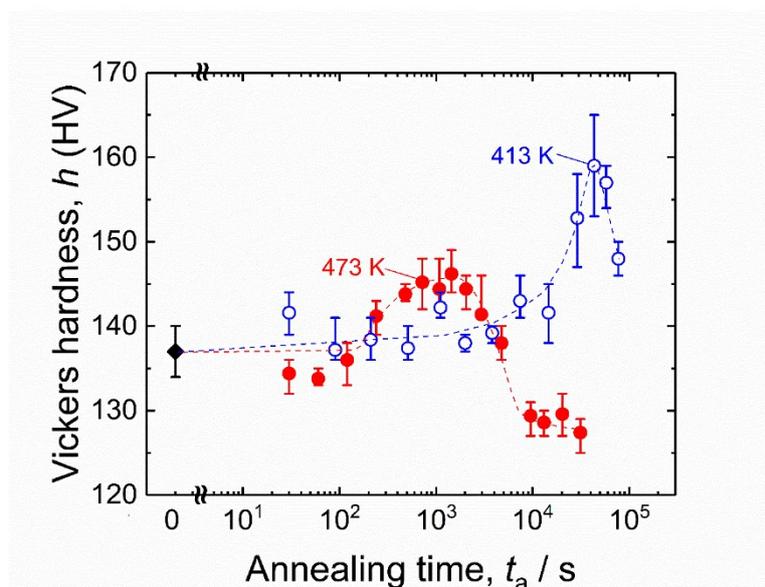


Fig. 3 Change in Vickers hardness depending on annealing time at 413 K and 473 K. The dashed lines are the guide of the eyes. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Fig. 4 は、 T_a が 473K と 413K の場合の、 ρ_{293} と ρ_{77} の t_a による変化を示している。573K で 7.2ks アニールした後、空冷した試料の ρ_{293} と ρ_{77} も、SRHT の典型的なアニール条件であるため、一種の参考試料として表示している[9]。まず、格子振動の寄与、言い換えればフォノンの影響により、 ρ_{293} は常に ρ_{77} より高いことがわかる。 ρ_{293} と ρ_{77} の差は常に 40 nΩm 程度である。

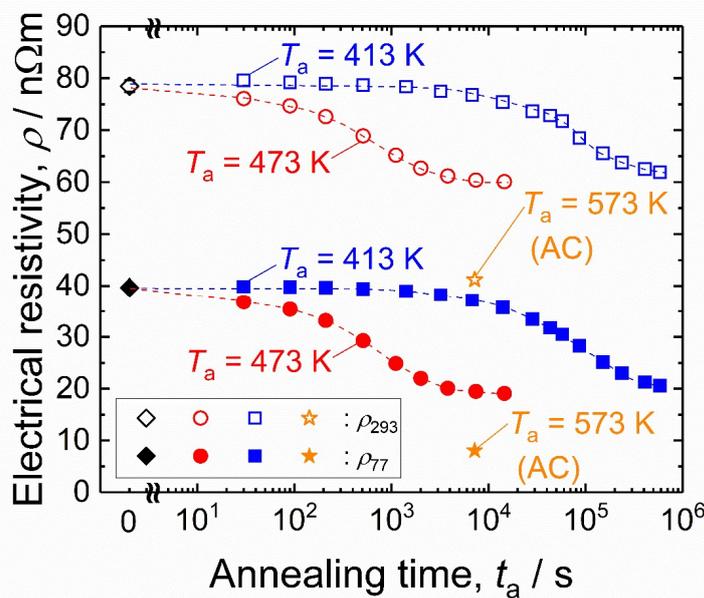


Fig. 4 Change in electrical resistivity measured at room temperature and 77 K depending on annealing time at 473 K and 413 K. A specimen 573 K annealing for 7.2 ks and then air cooling is also displayed. The dashed lines are the guide of the eyes. The opened and filled symbols represent ρ_{293} and ρ_{77} , respectively. T_a is the annealing temperature for the specimen. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

次に、 $t_a = 0$ s の試験片の ρ_{293} と ρ_{77} はそれぞれ約 80 nΩm と 40 nΩm であり、SRHT の試験片の ρ_{293} と ρ_{77} はそれぞれ 41 nΩm と 8 nΩm である。以下、 ρ_{293} と ρ_{77} の差をそれぞれ $\delta\rho_{293}$ と $\delta\rho_{77}$ と表記する。 $t_a = 0$ s の試験片と 573K で焼鈍した試験片の $\delta\rho_{293}$ と $\delta\rho_{77}$ は、573K 焼鈍による AlSi10Mg 合金の組織変化に起因する。さらに、 $\delta\rho_{77}$ は $T_a = 473$ K と $T_a = 413$ K のいずれの場合も t_a の増加とともに減少する。

Fig. 5 は、413K と 473K における t_a の変化に伴う XRD によって求めた a の変化を示す。なお、破線はめやすである。ここで、縦軸が格子定数 a で横軸が $1/2\{\cos^2\theta/\sin\theta + \cos^2\theta/\theta\}$ である Nelson-Riley プロット[24]を用いた。Nelson-Riley プロット上で線形フィッティングを行い、切片を a として導出している。図からわかるように、両焼鈍温度において、 t_a の増加に伴い、 a は約 0.4043nm から約 0.4048nm ままで増加したことが分かる。

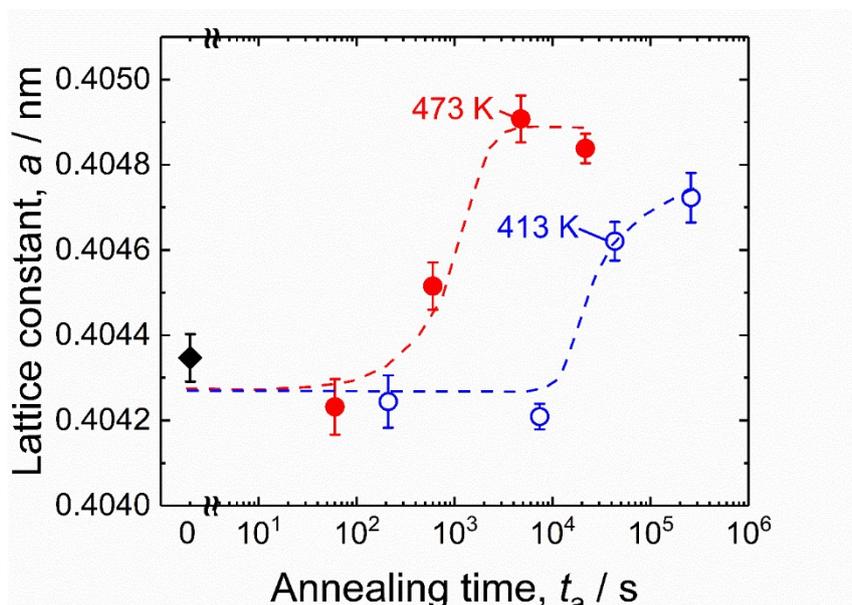


Fig. 5 Change in lattice constant evaluated using XRD depending on annealing time at 413 K and 473 K. The dashed lines are the guide of the eyes. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Fig. 6 に、(a) まま材、および、(b) 473K で 7.2ks アニールした試料の光学顕微鏡写真を示す。図 6(a)と(b)の間に大きな違いはなく、いわゆるメルトプール（熔融池）が観察される。メルトプールは、レーザーショットによって熔融領域が形成され、高い冷却速度で急冷された結果形成されるとされる[2, 9]。メルトプールは扇状の領域であり、光学顕微鏡写真では容易に認識できるが、以下のように表示される EBSD データから作成された IPF マップでは簡単に識別ができない。これらの結果より、光学顕微鏡写真のスケールによる微細組織に大きな変化はないといえる。

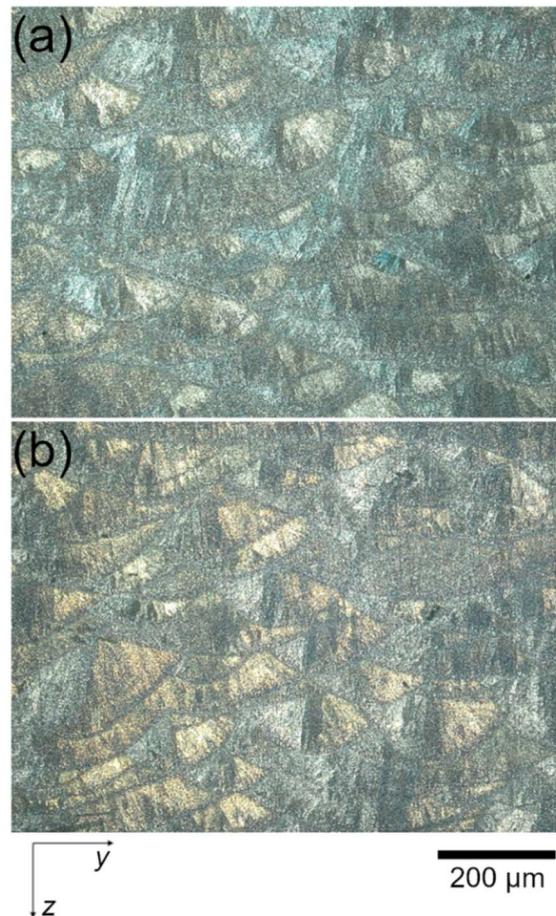


Fig. 6 Optical micrographs of specimens; (a) as built and (b) annealed at 473 K for 7.2 ks. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Fig. 7 は, $T_a = 473$ K で (a)ままだと, (b) 600 秒および(c)21.6 ks の焼鈍した試料の IPF マップである. ままだの AlSi10Mg (Fig. 7a) は, 過去の報告[9]にあるように, z 軸方向に伸びた結晶粒からなるメルトプールを示している. さらに, 多くの結晶粒が z 軸に沿って<100>方向を示しており, これは凝固方向と関連している. また, 光学顕微鏡写真のスケールと同様に, SEM/EBSD のスケールによる顕著な組織変化は見られなかった.

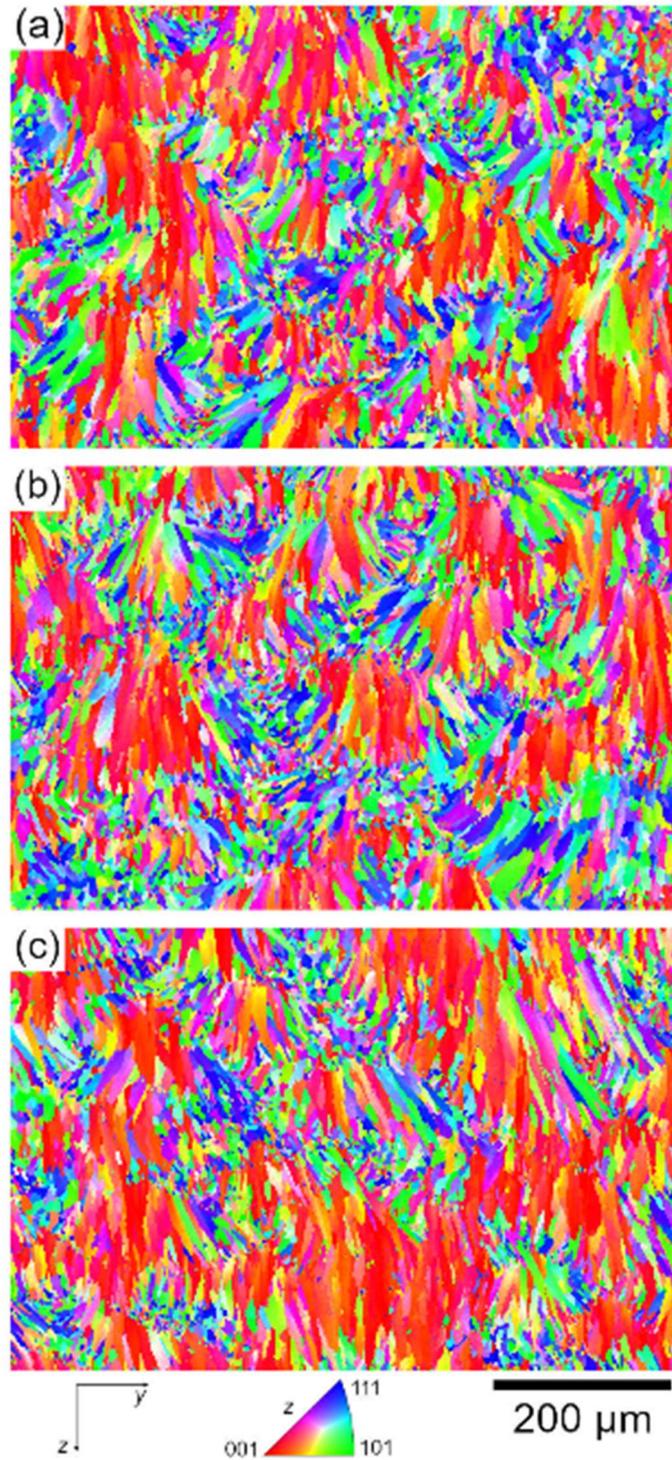


Fig. 7 IPF map of specimens; (a) as-build, and annealed at 473 K for (b) 600 s and (c) 21.6 ks. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AISi10Mg alloy, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Fig. 8 に引張試験で得られた AlSi10Mg 合金の公称応力-公称塑性ひずみ (σ_n - $\epsilon_{n,p}$) 曲線を示す. いずれの試験片も破断点では 400MPa 以上の比較的高い流動応力を示し, 破断ひずみ $\epsilon_{n,p}$ は 0.05 以上である. 0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$ は, $t_a = 0$ s, 0.6ks, 21.6ks の場合, それぞれ 271MPa, 276MPa, 265MPa である. 最も高い流動応力を示す $t_a = 600$ s は, Fig. 3 に示す h のピーク付近であることがわかる. $t_a = 21.6$ ks の h は, Fig. 3 に示すように, $t_a = 0$ s のそれよりも低い. このように, h の傾向は $\sigma_{0.2}$ の傾向と類似している. $t_a = 0$ s, 0.6 ks, 21.6 ks の極限引張強さ (UTS) は, それぞれ $\epsilon_{n,p} \approx 0.12$ で 471 MPa, $\epsilon_{n,p} \approx 0.08$ で 450 MPa, $\epsilon_{n,p} \approx 0.07$ で 408 MPa である. L-PBF の AlSi10Mg は, 均一な伸びを示した後に破断に至るだけで, UTS 後の $\epsilon_{n,p}$ の明確な低下は見られないことが指摘される. ネッキングが始まると不均一な変形を示す鋳造 AlSi10Mg とは異なる. このように, 本研究で得られた AlSi10Mg 材の UTS は鋳造した AlSi10Mg と必ずしも一致しない.

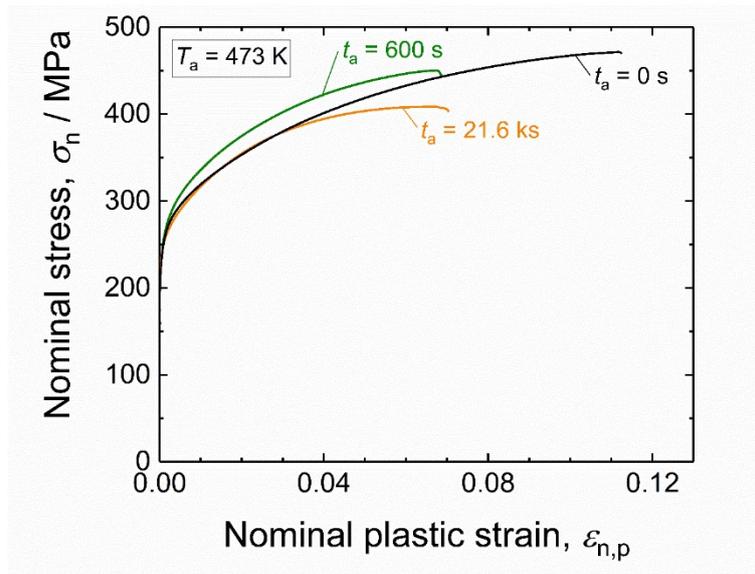


Fig. 8 Stress-strain curves of AlSi10Mg alloy annealed at 473 K for 0 s, 600 s, and 21.6 ks obtained from tensile tests. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

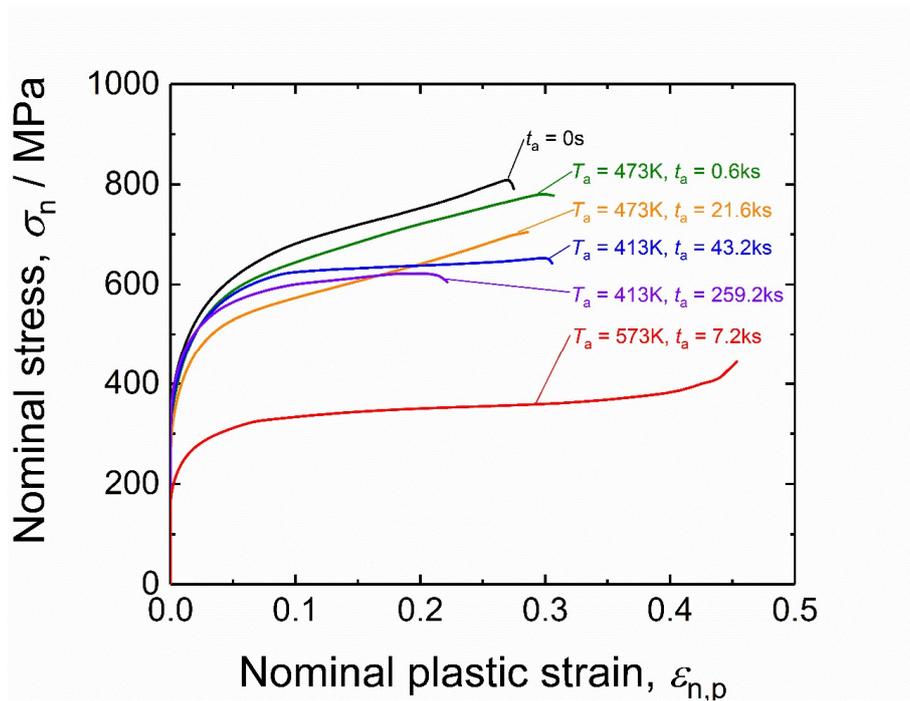


Fig. 9 Stress-strain curves of AlSi10Mg alloy annealed at 413 K or 473 K for various time obtained from compression tests. T_a and t_a are annealing temperature and time, respectively. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Fig. 9 に圧縮試験から得られた AlSi10Mg 合金の σ_n - $\varepsilon_{n,p}$ 曲線を示す。圧縮試験は座屈が発生した後に停止しており、極限圧縮応力 (Ultimate compression stress: UCS) は座屈点における σ_n として定義される。従って、UCS は引張試験で得られた UTS のように扱うべきではないが、参考値として示した。これらの値は Table 4 に示されている。LTA を用いた試験片の UCS と h の間にも同様の傾向が見られる。 $T_a = 473$ K の場合、 $\sigma_{0.2}$ と h の間には同様の傾向が見られるが、 $T_a = 413$ K ではそのような傾向は見られなかった。 $T_a = 413$ K の場合、 $\varepsilon_{n,p} \approx 0.02$ の後、 $t_a = 43.2$ ks の流動応力が $t_a = 259.2$ ks の流動応力よりも高くなる。

基本的に、 $\delta\rho$ は t_a の増加に伴う散乱中心密度の変化を反映し、 ρ の減少は散乱中心密度の減少を意味する。一般に、 ρ_T は Matthiessen の法則[19]によって理解することができ、次式で示されるように格子欠陥を含むように拡張された[21, 22]。

$$\rho_T = \rho_T^{\text{alloy}} + \Delta\rho^{\text{vac.}} \cdot N_V + \Delta\rho^{\text{disl.}} \cdot L_V + \Delta\rho^{\text{GB}} \cdot S_V \quad (1-1)$$

$$\rho_T^{\text{alloy}} = \rho_T^{\text{pure}} + \sum_i^n \Delta\rho_T^i \cdot C^i \quad (1-2)$$

ここで、 ρ_T^{alloy} は、対象の合金の ρ_T を意味する。また、 $\Delta\rho^{\text{vac.}}$ [$\Omega\text{m/at.fraction}$], $\Delta\rho^{\text{disl.}}$ [Ωm^3], $\Delta\rho^{\text{GB}}$ [Ωm^2]は、それぞれ ρ に対する空孔、転位、粒界の単位体積あたりの濃度/密度である。理論計算値を Table 2 に示す[25]。 N_V , L_V , S_V はそれぞれ空孔濃度、転位密度、粒界密度である。 ρ_T^{pure} は単結晶純金属の ρ_T であり、言い換えると、母相に格子欠陥がない場合である。 $\Delta\rho_T^i$ と C^i は ρ_T の単位濃度と i 番目の合金元素の濃度である。

Table 2 Properties of elemental metallic solutes in aluminum [26]. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Solute element	Solubility (at.%)	Solubility (mass%)	$\Delta\rho$ (n $\Omega\text{m/at.}\%$)	$\Delta\rho$ (n $\Omega\text{m/mass}\%$)
Si	1.6	1.66	7.2	6.9
Mg	17	15.6	4.6	5.0
Fe	0.025	0.05	5.4	2.7

本研究では、 N_V , L_V , S_V などの格子欠陥の寄与は大きくないと仮定した[21, 22]。まず、LTA は空孔の濃度に大きな影響を与えない。なぜなら、試料は電気抵抗測定の 1 週間以上前に室温で保持されていたからである。ここで、室温は Al の融点 (K) の 50%程度であり、空孔濃度は測定前の室温における平衡状態にあると考えられる。第二に、塑性変形がないため、 L_V に大きな変化はないと考えられる。第三に、粒径が通常数 μm 以上の粗粒材料の場合、 S_V は無視できる。

したがって、 ρ は主に固溶原子濃度の変化に影響される。本研究で LTA として用いた T_a の範囲は、鋳造および L-PBF で作製した AlSi10Mg の固溶からの析出に関する時効に関する既報[10, 13, 18]と同様である。さらに、ビッカース硬さは Fig. 3 に示すようなピークを示していたため、本研究では析出が起こっているといえる。

Table 2 [26]に示すように、 $\Delta\rho^{\text{Si}}$ は $6.9 \text{ n}\Omega\text{m/mass}\%$ 、 $\Delta\rho^{\text{Mg}}$ は $5.0 \text{ n}\Omega\text{m/mass}\%$ 、 $\Delta\rho^{\text{Fe}}$ は $2.7 \text{ n}\Omega\text{m/mass}\%$ である。鑄造で製造された Al の場合、Si と Mg の固溶限はそれぞれ $1.7 \text{ mass}\%$ 、 $15.6 \text{ mass}\%$ 、Fe は $0.005 \text{ mass}\%$ である。AlSi10Mg を鑄造で作製した場合、溶質である Si ($1.7\text{mass}\%$)、Mg ($0.37\text{mass}\%$)、Fe ($0.12\text{mass}\%$)のすべてが LTA によって析出物を形成しても、期待される $\delta\rho$ は $14 \text{ n}\Omega\text{m}$ 程度である。

Table 3 Expected ρ based on the solubility and concentration of AlSi10Mg. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Solute element	Solubility (mass%)	ρ at solubility (n Ωm)	Concentration (mass%)	ρ expected in AlSi10Al (n Ωm)
Si	1.66	11.5	10.23	70.6
Mg	15.6	78.2	0.37	1.9
Fe	0.05	0.14	0.12	0.3

$14\text{n}\Omega\text{m}$ という推測値は、実際に測定された約 $20 \text{ n}\Omega\text{m}$ の $\delta\rho$ よりもまだ低い。この差は、L-PBF で作製された Al 合金の冷却速度が速いため、固溶原子の濃度が高くなったためと考えられる[8]。すなわち、table 3 に示す固溶限よりも溶質原子の濃度が高い事を示唆する。しかし、L-PBF でも 10%の Si は固溶状態で存在しないことは明らかである。AlSi10Mg 中の Si 濃度は $2.5 \text{ mass}\%$ から $2.9 \text{ mass}\%$ と推定され、これは文献で報告されている L-PBF–AlSi10Mg の実験結果[8, 17, 27]と一致した。なお、最大値と最小値は、Si を除くすべての合金元素がマトリックス中に固溶体 ($0.37 \text{ mass}\%$ の Mg と $0.12 \text{ mass}\%$ の Fe)として存在すると仮定して評価している。

L-PBF で作製した Al-12%Si 合金の場合、SRHT による α マトリックス中の Si 濃度の減少は約 $3.0 \text{ mass}\%$ と報告されている[27]。Al-Si10Mg と Al-12%Si では Al 合金の化学組成が異なるが、Al-Si10Mg で検出される他の合金元素の濃度は Mg と Fe のみであり、その濃度は比較的小さい。したがって、電気比抵抗測定による溶質 Si 濃度の減少の推定値は許容範囲と考えられる。

過去に、 α の増加は 433K で 14.4ks の T5 アニールによって引き起こされ、これは析

出と溶質原子濃度の低下に関連していると報告されている[13]. 本研究では, 電気抵抗率, ビッカース硬さ, XRD 測定によっても LTA による析出を確認した. OM を用いた微細構造観察によると, $T_a = 473 \text{ K}$ は光学顕微鏡スケールで微細組織を変化させないことから, $T_a = 413 \text{ K}$ は $T_a = 473 \text{ K}$ に比べて影響が少ないと予想される. また, Fig. 7 (a), (b) に示す IPF マップ上でも同様の微細組織が観察され, $T_a = 473 \text{ K}$ は結晶学的観点から微細構造を変化させないことを示唆している. これは, SRHT に使用された 573 K や溶体化処理に使用された 803 K のような高い T_a でも, 結晶方位の観点から微細構造に明確な変化を与えなかったという以前の報告と一致している[11].

Table 4 に示すように, 明らかに圧縮試験から評価した $\sigma_{0.2}$ は, 引張試験から評価した $\sigma_{0.2}$ よりも大きい. このような $\sigma_{0.2}$ と s-s 曲線の非対称性は, L-PBF で作製された材料として既に報告されている[28, 29]. 一般に, L-PBF で作製した AlSi10Mg は気孔を有し, 本研究のように相対密度がほぼ 100% であっても, 空隙 (気泡) が引張試験や圧縮試験に異なる影響を与える. 引張変形の場合, 空隙は拡大し, 延性を制限してしまう. 一方, 圧縮試験では空隙が圧縮されるため, 引張変形に比べて延性が向上する. したがって, 圧縮変形と引張変形の間には $\sigma_{0.2}$ と流動応力の非対称性が存在することは本研究において妥当である.

Table 4 0.2% proof stress, ultimate compression stress (UCS), and buckling strain of the compression specimens. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

T_a (K)	t_a (ks)	0.2% proof stress (MPa)	UCS (MPa)	Buckling strain (-)
as-built	0	384	808	0.27
413	43.2	368	652	0.30
	259.2	386	621	0.19
473	0.6	353	780	0.30
	21.6	326	704	0.28
573	7.2	197	383	~0.40

機械的特性には異方性もあり, 言い換えれば, 造形方向に対する角度という点で, 荷

重方向依存性がある [4, 29]. 例えば, 造形方向に平行な荷重方向は, 造形方向に垂直な荷重方向と比較して, 降伏強さや UTS が低くなる. このような異方性は疲労試験でも観察され, X線コンピュータ断層撮影法 [30]に基づく空隙率や溶融不足と関連していることが指摘されている. また, パンケーキ状の融着不足が疲労に大きな影響を及ぼすことも報告されている. とはいえ, 本研究では, 引張試験および圧縮試験のいずれにおいても, 荷重方向は造形方向に対して垂直であり, 機械的特性の異方性を考慮する必要はない.

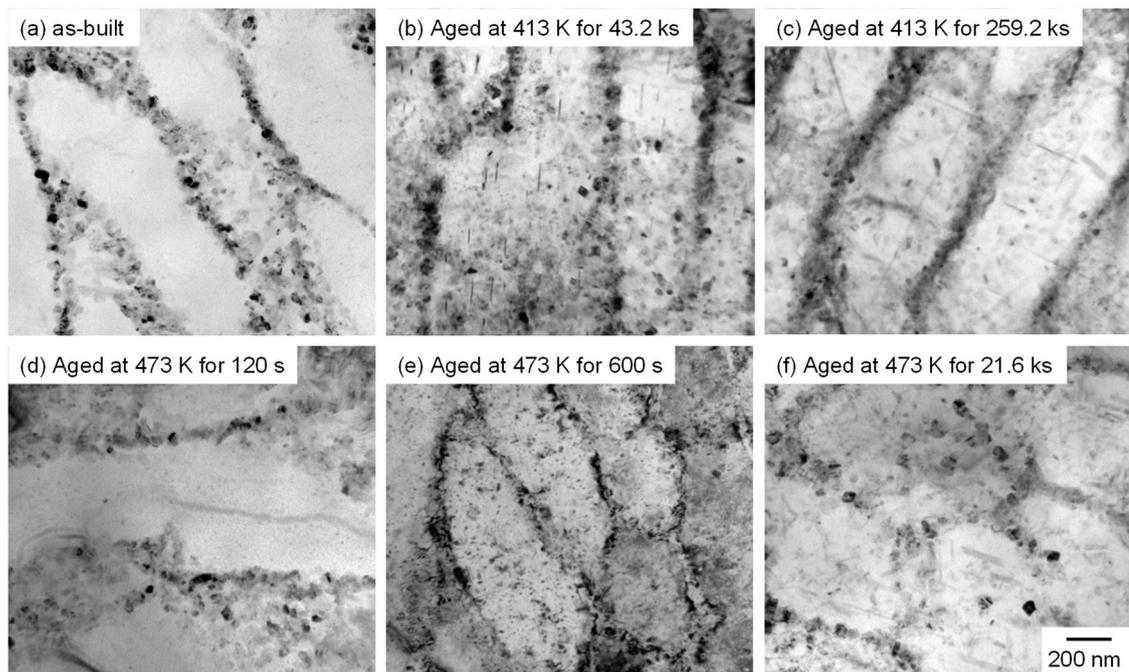


Fig. 10, TEM bright-field images show precipitation morphologies in columnar α -Al phases of the L-PBF AlSi10Mg samples; (a) as-built, annealed at 413 K for (b) 43.2 ks, and (c) 259.2 ks, and annealed at 473 K for (d) 120 s, (e) 600 s, and (f) 21.6 ks. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Fig. 10 に示すように, TEM 明視野像は, L-PBF AlSi10Mg 試の柱状 α -Al 相内部の析出物形態の t_a 依存性を示す. (a)はまま材, (b)は 413K で 43.2ks, (c)は 259.2ks, (d)は 473K で 120 秒, (e)は 600 秒, (f)は 21.6ks で焼鈍したものである. Fig. 10 (a)は L-PBF で作製した AlSi10Mg の典型的な凝固組織であり, 従来の報告でも見られる形態である [27]. z 方向に伸長した柱状の α -Al 粒があり, その周囲を微細な Si 相の粒子が取り囲んでいる. また, 多数の微細 Si 粒子が α -Al/Si 共晶組織中に存在する. 比較的低い温度

($T_a=413\text{K}$)で 43.2ks の焼鈍では, Fig. 10 に示すように, 多数の粒子状のコントラストが均質に観察され, α -Al 粒内に針状のコントラストが局所的に見られる. さらに, Fig. 1010 (c) に示すように, 259.2ks の熱処理後も微細な粒子状のコントラストが残っているのに対し, 針状または細い板状の暗いコントラストが α -Al 粒内に形成されている. このような板状・等軸粒子は鑄造 Al-Si 合金[31]や L-PBF 加工 Al-Si 合金[14, 32]の Si 相析出物として知られている. Fig. 10 (d) - (f) に示すように, 比較的高い温度 ($T_a=413\text{K}$) で 120 秒, 600 秒, 21.6 ks の焼鈍を行った場合にも同様の組織変化が起こる.

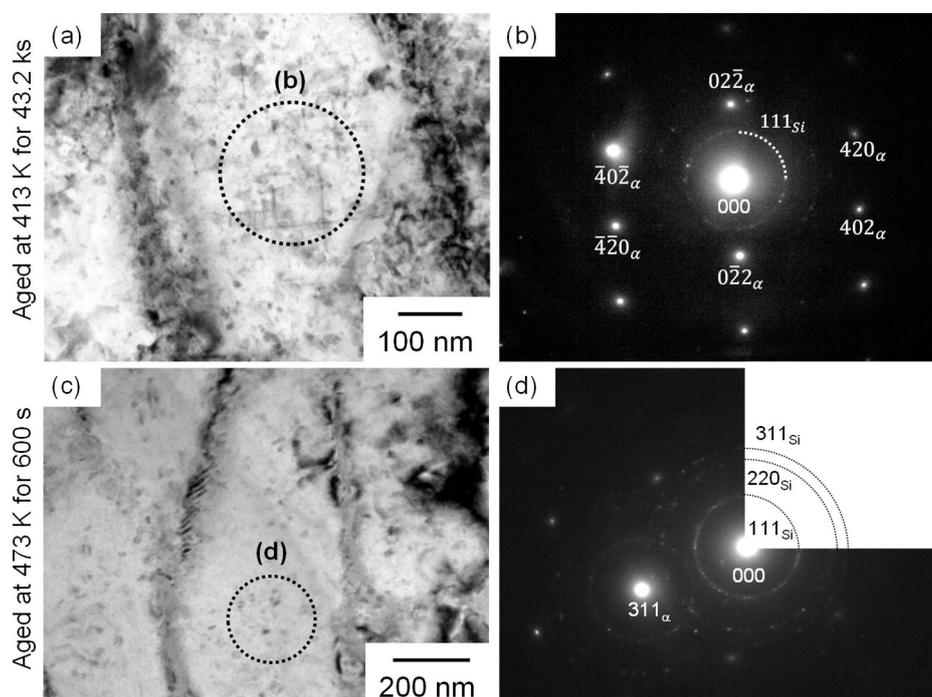


Fig. 11 (a, c) TEM bright-field images and (b, d) corresponding selected area electron diffraction patterns of L-PBF AlSi10Mg samples annealed at (a, b) 413 K/43.2 s and (c, d) at 473 K/21.6 ks. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

いずれにせよ, LTA によって α -Al 粒内に微細な板状または等軸の Si 相析出物が出現することは明らかである. Fig.11 (a) と (c) は, それぞれ 413 K で 43.2 ks, 473 K で 21.6 ks 焼鈍した L-PBF AlSi10Mg 試料の TEM 明視野像である. Fig. 11 (b)と(d)は, それぞれ Fig. 11 (a)と(c)に対応する制限視野電子回折(SAED)パターンである. 取得された SAED パターンは, Si 相の 111 回折を明瞭に示している. Mg_2Si 相からの回折は検出されなかった. この結果から, 板状または粒状の形態を持つナノサイズの Si 相の析出物が

存在することが確認された。

Fig. 12 (a)と(b)は、413K で 43.2ks 熱処理した AlSi10Mg 試料のナノ析出物の高分解能 TEM 像と、(c)対応する SAED パターンである。高分解能 TEM 像から、 α -Al 結晶粒内の 111 面に沿って、長さ \sim 10nm、厚さ \sim 2nm の板状のコントラストが見られる。SAED パターンからは、ストリークは観察されず、板状のコントラストは Guinier-Preston (GP)ゾーンではないことがわかった。ナノサイズの Si 相は、溶液中の過飽和 Si を含む α -Al マトリックス内の 111 面上に核生成することが示唆される。

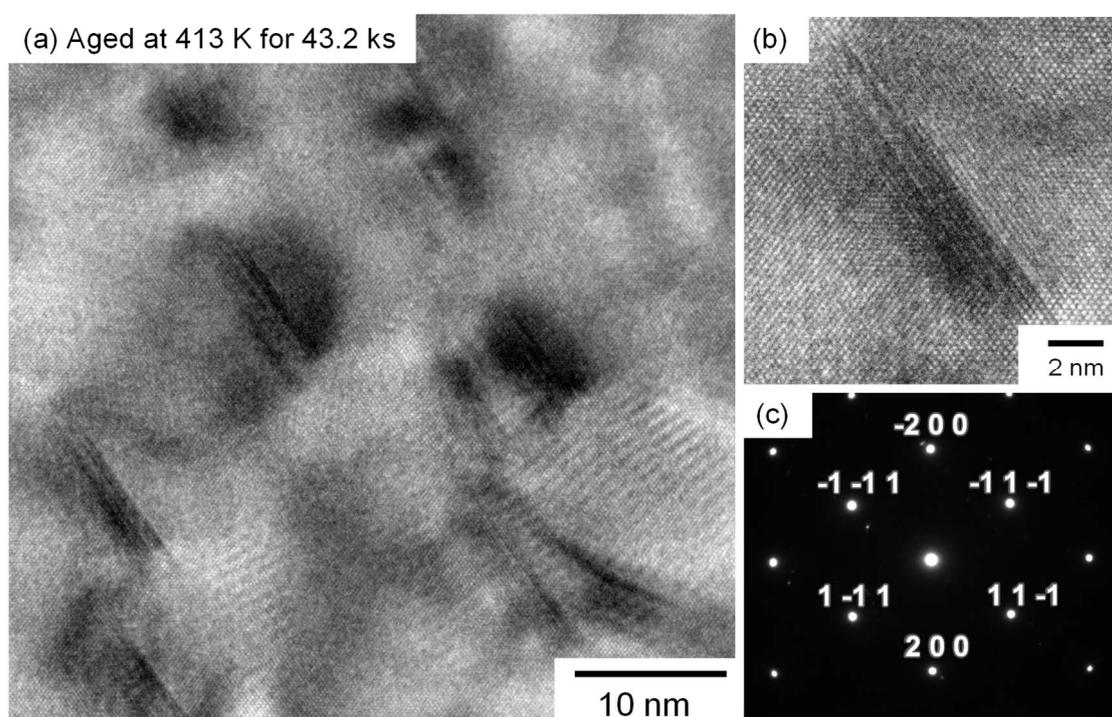


Fig. 12 (a, b) High-resolution TEM images showing nano-sized precipitates and (c) corresponding selected area electron diffraction patterns of L-PBF AlSi10Mg samples annealed at 413 K for 43.2 ks. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

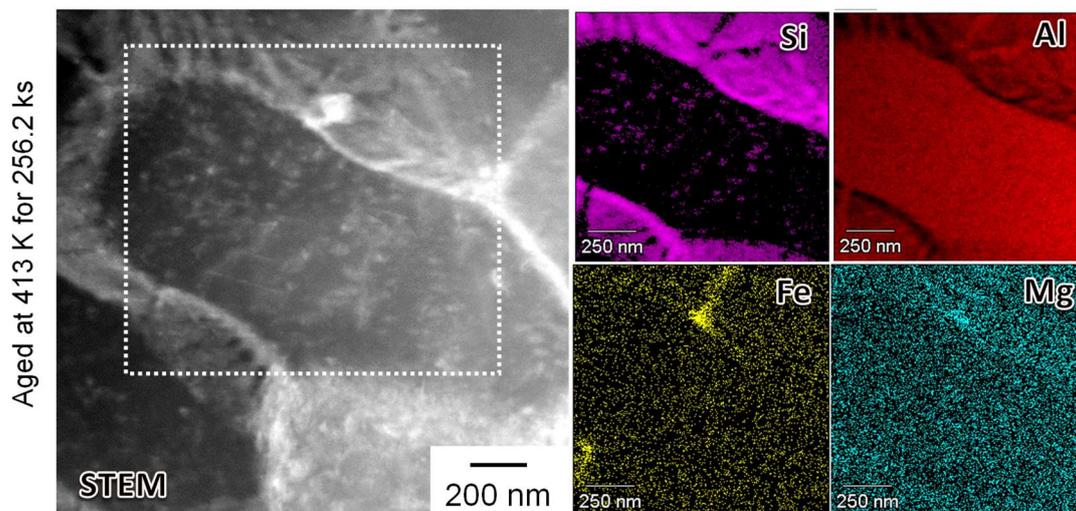


Fig. 13. STEM image and corresponding EDS element maps of the L-PBF AlSi10Mg sample aged at 413 K for 256.2 ks. (reference: Effect of low-temperature annealing on electrical resistivity and mechanical properties of laser-powder bed fused AlSi10Mg alloy, Materials Science and Engineering: A, Volume 871, 26 April 2023, pp. 144876, Miyajima *et al.*, Copyright Elsevier)

Fig. 13 に示すように、STEM 像と対応する EDS 元素マップからも、413K で 256.2ks 焼鈍した AlSi10Mg 試料では、 α -Al 粒内の析出物に Si 元素が濃化していることがわかる。しかし、析出物には Mg や Fe 元素は検出されなかった。その結果、TEM と STEM/EDS の観察結果は、 α -Al 結晶粒内の過飽和固溶 Si を消費する Si 相の析出を示唆しており、その結果は電気抵抗率と XRD 測定の結果と一致した。

4. 結言

AlSi10Mg を L-PBF で作製し、その後 413K と 473K の LTA を適用した結果、以下が判明した。ビッカース硬さ測定では、473K 焼鈍で約 160HV、413K 焼鈍で約 145HV の最大値を示した。引張試験で得られた 0.2%耐力は約 270MPa であるのに対し、圧縮試験で得られた耐力は 326MPa から 386MPa の間であった。293K で測定した電気抵抗率は約 80n Ω m から約 60n Ω m に変化し、77K で測定した電気抵抗率は約 40n Ω m から約 20n Ω m に変化した。溶質 Si の推定濃度は 2.5mass% から 2.9mass% である。X 線回折から得られた格子定数は 0.4043nm 付近から LTA により 0.4048nm まで増加し、溶質 Si 濃度が減少していることがわかった。Si 相の析出形態に関する TEM 観察結果は、LTA による溶質 Si 原子の消費を支持するものであり、これは電気抵抗率および XRD 測定の結

果と一致した。これらの結果より、適切な LTA を施すことで α -Al 粒内にナノ Si 粒子を析出させることができ、力学特性も向上させることが出来ることが判明した。また、それに伴って電気導電率も増加する事が判明した。

References

- [1] A. Aversa, G. Marchese, A. Saboori, E. Bassini, D. Manfredi, S. Biamino, D. Ugues, P. Fino, M. Lombardi, New Aluminum Alloys Specifically Designed for Laser Powder Bed Fusion: A Review, *Materials* 12(7) (2019) 1007, <https://doi.org/10.3390/ma12071007>.
- [2] N.T. Aboulkhair, M. Simonelli, L. Parry, I. Ashcroft, C. Tuck, R. Hague, 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting, *Prog. Mater. Sci.* 106 (2019)100578, <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100578>.
- [3] H.R. Kotadia, G. Gibbons, A. Das, P.D. Howes, A review of Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing of aluminium alloys: Microstructure and properties, *Addit. Manuf.* 46 (2021) 102155, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2021.102155>.
- [4] L. Zhao, L.B. Song, J.G.S. Macias, Y.X. Zhu, M.S. Huang, A. Simar, Z.H. Li, Review on the correlation between microstructure and mechanical performance for laser powder bed fusion AlSi10Mg, *Addit. Manuf.* 56 (2022) 102914, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2022.102914>.
- [5] M.S. Pham, C. Liu, I. Todd, J. Lertthanasarn, Damage-tolerant architected materials inspired by crystal microstructure, *Nature* 565(7739) (2019) 305–311, <https://doi.org/10.1038/s41586-018-0850-3>.
- [6] A. Suzuki, K. Sekizawa, M.L. Liu, N. Takata, M. Kobashi, Effects of Heat Treatments on Compressive Deformation Behaviors of Lattice-Structured AlSi10Mg Alloy Fabricated by Selective Laser Melting, *Adv. Eng. Mater.* 21(10) (2019) 1900571, <https://doi.org/10.1002/adem.201900571>.
- [7] M.L. Liu, N. Takata, A. Suzuki, M. Kobashi, Development of gradient microstructure in the lattice structure of AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting, *J. Mater. Sci. Technol.* 36 (2020) 106-117, <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.06.015>.
- [8] N. Takata, M.L. Liu, H.M. Li, A. Suzuki, M. Kobashi, Fast scanning calorimetry study of Al alloy powder for understanding microstructural development in laser powder bed fusion, *Mater. Design* 219 (2022) 110830, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2022.110830>.
- [9] N. Takata, H. Kodaira, K. Sekizawa, A. Suzuki, M. Kobashi, Change in microstructure of selectively

- laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments, *Mat. Sci. Eng. A* (2017) 218-228,
<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.029>.
- [10] J. Fiocchi, A. Tuissi, C.A. Biffi, Heat treatment of aluminium alloys produced by laser powder bed fusion: A review, *Mater. Design* 204 (2021) 109651, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.109651>.
- [11] J. Fiocchi, A. Tuissi, P. Bassani, C.A. Biffi, Low temperature annealing dedicated to AlSi10Mg selective laser melting products, *J. Alloy. Compd.* 695 (2017) 3402-3409,
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.019>.
- [12] A.H. Maamoun, M. Elbestawi, G.K. Dosbaeva, S.C. Veldhuis, Thermal post-processing of AlSi10Mg parts produced by Selective Laser Melting using recycled powder, *Addit. Manuf.* 21 (2018) 234-247, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.03.014>.
- [13] R. Casati, M.H. Nasab, M. Coduri, V. Tirelli, M. Vedani, Effects of Platform Pre-Heating and Thermal-Treatment Strategies on Properties of AlSi10Mg Alloy Processed by Selective Laser Melting, *Metals* 8(11) (2018) 954, <https://doi.org/10.3390/met8110954>.
- [14] L. Zhao, J.G.S. Macias, L.P. Ding, H. Idrissi, A. Simar, Damage mechanisms in selective laser melted AlSi10Mg under as built and different post-treatment conditions, *Mat. Sci. Eng. A* 764 (2019) 138210, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138210>.
- [15] J. Fite, S.E. Prameela, J.A. Slotwinski, T.P. Weihs, Evolution of the microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg during room temperature holds and low temperature aging, *Addit. Manuf.* 36 (2020) 101429, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101429>.
- [16] T.H. Park, M.S. Baek, H. Hyer, Y. Sohn, K.A. Lee, Effect of direct aging on the microstructure and tensile properties of AlSi10Mg alloy manufactured by selective laser melting process, *Mater. Charact.* 176 (2021) 111113, <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111113>.
- [17] P. Van Cauwenbergh, V. Samaee, L. Thijs, J. Nejezchlebova, P. Sedlak, A. Ivekovic, D. Schryvers, B. Van Hooreweder, K. Vanmeensel, Unravelling the multi-scale structure-property relationship of laser powder bed fusion processed and heat-treated AlSi10Mg, *Sci. Rep.* 11(1) (2021) 6423,
<https://doi.org/10.1038/s41598-021-85047-2>.
- [18] E. Cerri, E. Ghio, Aging Profiles of AlSi7Mg0.6 and AlSi10Mg0.3 Alloys Manufactured via Laser-Powder Bed Fusion: Direct Aging versus T6, *Materials* 15(17) (2022) 6126,
<https://doi.org/10.3390/ma15176126>.
- [19] B. Jianguang, W. Zhengkai, W. Shengchuan, H. Dianyin, S. Wei, W. Rongqiao, The role of defects

- on tensile deformation and fracture mechanisms of AM AlSi10Mg alloy at room temperature and 250 °C, *Eng. Fract. Mech.* 261 (2022) 108215, <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2021.108215>.
- [20] C. Kittel, *Introduction to Solid State Physics*, Wiley 2004.
- [21] Y. Miyajima, S.Y. Komatsu, M. Mitsuhara, S. Hata, H. Nakashima, N. Tsuji, Change in electrical resistivity of commercial purity aluminium severely plastic deformed, *Philos. Mag.* 90(34) (2010) 4475-4488, <https://doi.org/10.1080/14786435.2010.510453>.
- [22] Y. Miyajima, S. Komatsu, M. Mitsuhara, S. Hata, H. Nakashima, N. Tsuji, Microstructural change due to isochronal annealing in severely plastic-deformed commercial purity aluminium, *Philos. Mag.* 95(11) (2015) 1139-1149, <https://doi.org/10.1080/14786435.2015.1021400>.
- [23] Y. Miyajima, T. Nagata, K. Takeda, S. Yoshida, S. Yasuno, C. Watanabe, I. Kazuhiro, H. Adachi, N. Tsuji, Destruction of mesoscopic chemically modulated domains in single phase high entropy alloy via plastic deformation, *Sci. Rep.* 12(1) (2022) 16776, <https://doi.org/10.1038/s41598-022-20932-y>.
- [24] J.B. Nelson, D.P. Riley, An experimental investigation of extrapolation methods in the derivation of accurate unit-cell dimensions of crystals, *Proceedings of the Physical Society* 57 (1945) 160, 10.1088/0959-5309/57/3/302.
- [25] A.S. Karolik, A.A. Luhvich, Calculation of Electrical-Resistivity Produced by Dislocations and Grain-Boundaries in Metals, *J. Phys. Cond. Matter* 6(4) (1994) 873-886, 0.1088/0953-8984/6/4/007.
- [26] F.R. Fickett, Aluminum—1. A review of resistive mechanisms in aluminum, *Cryogenics* 11(5) (1971) 349-367, [https://doi.org/10.1016/0011-2275\(71\)90036-1](https://doi.org/10.1016/0011-2275(71)90036-1).
- [27] N. Takata, M.L. Liu, H. Kodaira, A. Suzuki, M. Kobashi, Anomalous strengthening by supersaturated solid solutions of selectively laser melted Al-Si-based alloys, *Addit. Manuf.* 33 (2020) 101152, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101152>.
- [28] M. Schuch, T. Hahn, M. Bleckmann, The mechanical behavior and microstructure of additively manufactured AlSi10Mg for different material states and loading conditions, *Mat. Sci. Eng. A* 813 (2021) 141134, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141134>.
- [29] E. Sert, L. Hitzler, S. Hafenstein, M. Merkel, E. Werner, A. Öchsner, Tensile and compressive behaviour of additively manufactured AlSi10Mg samples, *Prog. Addit. Manuf.* 5 (2020) 305–313, <https://doi.org/10.1007/s40964-020-00131-9>.
- [30] W. Zhengkai, W. Shengchuan, B. Jianguang, Q. Weijian, K. Suleyman, S. Wei, P. J. Withers, The effect of defect population on the anisotropic fatigue resistance of AlSi10Mg alloy fabricated by laser

- powder bed fusion, *I. J. Fatigue* 151 (2021) 106317, <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2021.106317>.
- [31] H.S. Rosenbaum, D. Turnbull, Metallographic investigation of precipitation of silicon from aluminum, *Acta. Metall.* 7(10) (1959) 664, [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(59\)90143-9](https://doi.org/10.1016/0001-6160(59)90143-9).
- [32] M. Liu, N. Takata, H. Kodaira, A. Suzuki, M. Kobashi, Enhancement in strength and ductility of laser powder bed fused Al–12Si alloy by introducing nanoscale precipitates, *Addit. Manuf. Lett.* 1 (2021) 100008, <https://doi.org/10.1016/j.addlet.2021.100008>.

III. 謝辭

本研究は、軽金属奨学会 統合的先端研究（2021～2022 年度）として採択され、公益財団法人軽金属奨学会の多大な支援を頂きました。名古屋大学、兵庫県立大学、金沢大学の 3 つの研究機関の間の共同研究として実施されました。研究発足時、新型コロナウイルス感染症による世界的なパンデミックの影響を受け、初年度は対面での共同実験や打ち合わせの機会が制限されるなどの影響を受けました。そのような困難な状況下において、研究代表者である高田と共に研究室を運営する小橋 眞教授、鈴木 飛鳥助教には多くの協力を得ました。また、あいち産業科学技術総合センターの加藤 正樹博士には、造形実験に対して全面的なサポートを受けました。名古屋大学 大学院生である劉 牧霖君、大谷 祐貴君、崎 啓人君から多大な実験協力を得ました。組織解析には、名古屋大学 未来材料・システム研究所 超高压電子顕微鏡施設の皆様には電子顕微鏡の使用に関して多大な支援を頂きました。ここに特記して、感謝します。

SPring-8 高輝度光科学研究センターの佐藤眞直博士、Rosantha Kumara 博士、大坂恵一博士には、放射光実験に対して多大な支援を頂きました。兵庫県立大学 大学院生である平田 雅裕君、岩井 駿平君から多大な実験協力を得ました。

研究分担者の宮嶋は、研究室を共同で運営する石川和宏教授に感謝いたします。また、FE-SEM/EBSD/EDS 観察に関して金沢大学の渡邊千尋教授に、 $\cos \alpha$ 法を用いた残留応力測定に関して佐々木敏彦名誉教授に協力していただきました。また、金沢大学 大学院生である浜崎友貴君から実験協力を得ました。ここに謝意を示します。

最後に、公益財団法人軽金属奨学会の今後のますますの発展を祈念します。

名古屋大学 大学院工学研究科 高田 尚記
兵庫県立大学 大学院工学研究科 足立 大樹
金沢大学 理工研究域機械工学系 宮嶋 陽司