

行政院原子能委員會核能研究所  
委託研究計畫研究報告

先進合金系統的中子暨影像技術

Using Neutron Diffraction & Complimentary Images for Metal Research

計畫編號：111A002

受委託機關(構)：國立陽明交通大學

計畫主持人：黃爾文

聯絡電話：03-5712121- ex. 55307

E-mail address：ewenhuang@nycu.edu.tw

核研所聯絡人員：陳恩仕

報告日期：111年12月14日

## 目錄

目錄.....	I
中文摘要.....	1
英文摘要.....	2
壹、計畫緣起與目的.....	3
貳、研究方法與過程.....	4
一、樣品製備.....	4
參、主要發現與結論.....	12
一、鋁合金基礎物理及材料性質.....	12
(一)、基礎物理、材料性質之量測暨分析：微結構、結晶性及化學 元素分布.....	16
(二)、基礎物理、材料性質分析：機械性質.....	21
(三)、基礎物理、材料性質之量測暨分析：密度與可能缺陷之佔比 .....	22
二、鋁合金中子繞射.....	26
(一)、鋁合金中子繞射數據分析.....	26
(二)、鋁合金中子繞射數據暨基礎物理、材料性質整合分析.....	27

三、 鋁合金熱處理實驗.....	32
(一)、機械性質分析 .....	33
四、 優化鋁合金熱處理改質.....	35
肆、 參考文獻.....	37
伍、 成果運用情形.....	47
一、期刊投稿.....	47
二、建立國內中子繞射分析技術.....	48
三、建構補助中子繞射的互補量測技術.....	50
四、解析國產基層製造鋁合金，裨益國內產業應用.....	52
五、培育國內中子技術人才.....	53
陸、 作者及所屬單位.....	54

## 附圖目錄

圖 1: 選擇性雷射熔化製備樣品示意圖.....	4
圖 2: 鋁合金 T6 熱處理(固溶 SHT.&人工時效 AA.)升溫路徑示意圖.....	7
圖 3: 不同溫度下 T5 熱處理之硬度時間比較[2] .....	9
圖 4: 中子實驗流程圖 .....	11
圖 5: 傳統鋁合金分類[2].....	13
圖 6: AlSi10Mg 微結構的 SEM 圖 (a)SLM 製備 (b)鑄造製備 (A : Al-Si 共晶, B : Si 分散於 Al 基質, C : 含 Fe 的介金屬相)[44].....	14
圖 7: Al-Si 二元相圖中 AlSi10 的熱行為示意圖[45]、與 TTT 圖之參考[47] .....	15
圖 8: 未預熱粉床製備的 AA6061 中熔池與裂縫的顯微圖[46].....	15
圖 9: 熱處理前 AlSi10Mg 樣品 SEM 圖(a) 融池邊界結構, (b) 共晶矽的 網絡狀 .....	17
圖 10: 熱處理(固溶+人工時效)後 AlSi10Mg 樣品 SEM 圖(i. 500°C-2h + 180°C-6h) [51] .....	18
圖 11: SLM 製備 AlSi10Mg 樣品熱處理後的微結構演變圖[51].....	18
圖 12: T6 熱處理前後樣品表面的析出物狀況 .....	19
圖 13: T6 熱處理前後的 X 光繞射結果與分析結果 .....	20

圖 14: 析出硬化/時效曲線圖 (硬度對時效時間圖)[57].....	22
圖 15: T6 熱處理前後樣品表面的孔洞狀況 .....	23
圖 16: 利用 Image 軟體分析樣品表面孔隙度.....	24
圖 17: OM 下 Si 顆粒密度、平均尺寸和最大顆粒尺寸趨勢圖.....	25
圖 18: 不同固溶溫度與時間對矽顆粒尺寸的影響[25].....	26
圖 19: (a)形變前的中子繞射；(b)in-situ 即時中子繞射圖譜，拉伸中的垂直 樣品，由下到上為應變程度的增加.....	27
圖 20: (a) 晶格應變演變作為兩種 AlSi10Mg 合金中沿荷重方向 (Loading Direction, LD) 和橫向 (Transverse Direction, TD) 的巨觀應力的函 數。 (b) FWHM 演變作為兩種合金中沿 LD 的巨觀應力的函數。 [59] .....	28
圖 21: (a) 兩個方向相關的 AlSi10Mg 的工程應力-應變曲線；(b) 鑄造合 金和 SLM 製造的 AlSi10Mg 合金的降伏強度與伸長率[59].....	31
圖 22: AlSi10Mg 合金水平向(Hz.)與垂直向(Vt.) 時效強化曲線圖.....	32
圖 23: SLMed-AlSi10Mg 做 SHT-520°C-2h+AA-160°C 的時效曲線[60].....	34
圖 24: 明場 TEM 圖像 (a)SLMed-AlSi10Mg 固化晶粒(solidification cells); (b) 熱處理(SHT-540°C)後的晶粒(heat treated cells)[61] .....	34
圖 25: (a)TEM 下 SLMed-AlSi10Mg 晶粒結構(c)為左圖白色方格中 EDS 下 鋁/矽/鎂/鐵的元素分布圖[60].....	35

圖 26: 時效處理不同 T5 熱處理溫度對 YS 及 UTS 之差異[70].....	35
圖 27: 為 as-built 試片與進行 T5、T6 熱處理硬度量測數據曲線圖 .....	36
圖 28: 為 T5 熱處理其機械性質進行比較 .....	37
圖 29: 選擇性雷射熔化製程圖[39].....	53

## 附表目錄

表 1: 熱處理對 SLM 鋁合金部件的微硬度影響[2, 3].....	5
表 2: LPBFed 鋁矽合金在 T6 前後的機械性質(拉伸試驗)[2] .....	6
表 3: 鋁矽十鎂合金在 T5 與 T6 的機械性質比較.....	8
表 4: 鋁矽十鎂合金各相晶體結構與晶格常數值 (GSAS II 分析與文獻比 對).....	21

## 中文摘要

本計畫報告如何應用中子繞射研究金屬材料機械性能。本計畫研究的材料為鋁矽十鎂合金(AlSi10Mg)。鋁矽十鎂合金是近共晶鋁矽合金的一種，除了低比重、高比強度和良好的電與熱傳導性特性之外，由於其矽含量高在高溫下流動性好，且能避免快速冷卻引發的破裂，因此適合用選擇性雷射熔化(Selective Laser Melting, SLM)來製備。利用 SLM 製備的鋁矽十鎂合金具有特殊共晶矽網絡狀微觀結構，期中報到的重點為 T6 熱處理的效應。藉由本計畫的執行，研究生邱昱睿觀察到共晶矽網狀結構消失並伴隨矽顆粒的析出，在機械性質上經固溶處理發現維氏硬度大幅降低，經時效處理後維氏硬度上升到一定峰值後開始下降，也就是發生過時效。並將以上的發現，發表於其碩士論文。本結案報告後報導期中報告所沒有的，亦即下半年應用 T5 熱處理所做的優化。發現透過 T5 直接時效保留原先細小結構的強度共顯，並加上時效強化的加強進行比較，目前在硬度的量測方面可以明顯看出 T5 在較短的時間內可以得到最高硬度，在任何時間段中都具比 T6 更高的維氏硬度。本結論達成計畫甘特圖最後的期末目標「優化鋁合金熱處理改質」。本計畫研究成果已於今年發表在 Materials Science and Engineering: A, 856，另參考文獻[59]部分為本研究之數據產出。

關鍵詞：鋁矽十鎂合金、鋁合金、熱處理、積層製造、選擇性雷射熔化、  
機械性質

## 英文摘要

AlSi10Mg is a near-eutectic aluminum-silicon alloy. AlSi10Mg has good properties, such as its low density, high specific strength, and good electrical and thermal conductivity. AlSi10Mg can also be manufactured by selective laser melting (SLM). Because of its high silicon content, good flowability at high temperatures, and AlSi10Mg can be additively manufactured without rapid cooling-induced rupture. With this project, we published neutron results on Materials Science and Engineering: A, 856 in 2020. Part of the results supported by this program together with Prof. Huang's group's other work was published on reference [59]. We trained undergraduate and graduate students to obtain knowledge on neutron diffraction for mechanical behavior study.

After the midterm report, we further applied different treatments to find better heat treatments to enhance the hardness. In this final report, our results show that the T5 heat treatment is better than T6. The samples after T5 heat treatment have higher hardness than those after the T6 heat treatments.

Keywords: AlSi10Mg; Aluminum alloy; Heat treatment; Additive manufacturing; Selective laser melting (SLM); Mechanical properties

## 壹、計畫緣起與目的

近年來，積層製造開始運用在各大領域，其中，又以汽車及航太領域為主。同時，各國對環境議題的逐漸地重視，開始對燃油排放的碳排放有所管制，以及商用太空旅行載具發展蓬勃，因此產業開始意識到高強度輕金屬的重要性。鋁合金具備上述所需之性質，其中，又以鋁矽十鎂合金(AlSi10Mg)最廣為人知。然而，鋁矽合金系統中，在選擇性雷射融化製程後，因為快速冷卻而出現擬共晶的析出現象。在製造方式上，選擇性雷射融化後樣品的孔隙率會高於傳統鑄造型的樣品，另外也常來探討不同積層方向對機械性質的差異。本次研究希望利用後熱處理方式，來改善選擇性雷射融化之鋁矽十鎂合金的樣品特性。

## 貳、研究方法與過程

### 一、樣品製備

本研究樣品使用東台精機 AMP-160 的選擇性雷射熔化機器來製備鋁合金樣品。依據列印方向(building direction)製備兩批樣品，其中一批為列印平面與荷重方向平行，稱之為 Hz.樣品；另一批為列印平面與荷重方向垂直，稱之為 Vt.樣品，如圖 1 所示，矩形棱柱的尺寸為 14mm\*14mm\*82mm。

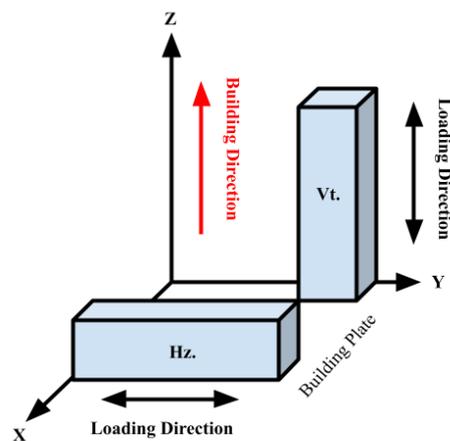


圖 1: 選擇性雷射熔化製備樣品示意圖

在選擇性雷射熔化製備完成後，樣品在荷重方向垂直做切割，厚度為 5mm，再進一步將切割樣品切成 4 塊，進行後續實驗。

### 二、T6 與 T5 熱處理

對本研究的鋁矽鎂合金系統而言，選用析出硬化的熱處理，最廣為運用的有 T6 熱處理[1]，大致可分為兩個階段：固溶處理 (solution treatment) 以及人工時效處理 (artificial aging treatment)。在[2]文獻中，在經過 T6 熱處理之後，機械性質有明顯的變化。

表 1: 熱處理對 SLM 鋁合金部件的微硬度影響[2, 3]

Material	Heat treatment	Details	As-built (HV)	Heat-treated (HV)	Ref.
AlSi7	AA	300°C – (0.1-168 h)	92	45	[4]
AlSi7Mg	T2	300°C – 3 h	124-133	76-78	[5]
	AA	165°C – 0.01-60 h	-	115-150	[6]
	SHT + AA	535°C – 1-8 h	-	60-115	[6]
		165°C – (0.01-60) h			
	SHT + AA	535°C – 1-8 h	-	63-115	[6]
		180°C – (0.01-60) h			
AlSi10Mg	-	-	140-150	-	[7]
	-	-	127	-	[8]
	-	-	106-112	-	[9]
	Annealing	300°C – 2 h	132	88	[10]
	SHT	530°C – 6 h	132	60	[10]
	SHT	520°C – (1-4) h	110	62-68	[11]
	SHT + AA	520°C – 1 h	110	75-79	[11]
		160°C – (6-12) h			
	SHT + AA	520°C – 4 h	110	94-96	[11]
		160°C – (6-12) h			
	SHT + AA	520°C – 1 h	125	100-103	[12]
		160°C – (6-7) h			
AlSi12	-	-	135	-	[13]

	-	-	110	-	[14]
	Annealing	300°C – 3 h	145-150	105-115	[15]
	Annealing	450°C – 6 h	135	65	[16]
	-	-	119	-	[17]
AlSi12/TiB <sub>2</sub>	-	-	142	-	[17]
AA-2024	-	-	111	-	[18]
AA-7075	AA	150°C – 6 h	160	170	[19]
	SHT	470°C – 2 h	160	100	[19]
	SHT + AA	470°C – 2 h	160	115	[19]
		150°C – 6 h			
	SHT + AA + AA	470°C – 1 h	80	150-170	[20]
		110°C – 5 h			
		150°C -14 h			
ScalmalloyRP	AA	325°C – 4 h	105	177	[21]
Al-Sc-Zr	AA	300°C – (0.1-168 h)	40	115	[4]
Al-Mg-Sc-Zr	AA	300°C – 12 h	110-135	160-170	[22]
	-	-	86-94	-	[23]
Al-3.60Mg-1.18Zr	AA	400°C – 0.5-144 h	275	320-410	[24]
Al-3.66Mg-1.57Zr	AA	400°C – 0.5-144 h	300	360-420	[24]

表 2: LPBFed 鋁矽合金在 T6 前後的機械性質(拉伸試驗)[2]

Alloy	Heat treatment	Sy (MPa)	UTS (MPa)	Ef (%)	Ref.
AlSi10Mg	As-built	264	452	8.6	[25]
	540°C – 1 h, 180°C – 2 h	277	332	5.8	
AlSi10Mg	As-built	226	429	4	[26]
	550°C – 1 h, 180°C – 2 h	270	321	9	
AlSi7Mg	As-built	257	398	7.6	[27]
	540°C – 1 h, 160°C – 4 h	256	306	4.7	
AlSi10Mg	As-built	275	406	3.8	[28]
	540°C – 1 h, 160°C – 8 h	236	288	9.3	

AlSi10Mg	As-built	270	446	2.1	[29]
	535°C – 1 h, 190°C – 10 h	164	214	11	

為了觀察選擇性雷射熔化之鋁矽十鎂合金的邊界強化與析出硬化機制，因此選用 T6 熱處理來進行，包含固溶處理和人工時效處理，如圖 2 所示。首先，需要將選擇性雷射熔化的樣品進行固溶處理(solid solution)，使選擇性雷射熔化製備所產生的網狀共晶矽析出相溶回鋁  $\alpha$  相中，隨後再以水淬(quench)方式進行快速冷卻，使得過飽和的鋁  $\alpha$  相因為快速冷卻以及鎂元素的存在，開始有第二相的顆粒析出。

在參考文獻[25]的建議持溫溫度與時間條件下，選用以下熱處理的實驗參數：固溶處理的持溫溫度定為 540°C，持溫時間為 1 小時，並以水淬方式進行冷卻；人工時效處理的持溫溫度定為 180°C，分別在持溫 0、0.5、1、2、4、6、8 小時後以水淬方式進行冷卻。

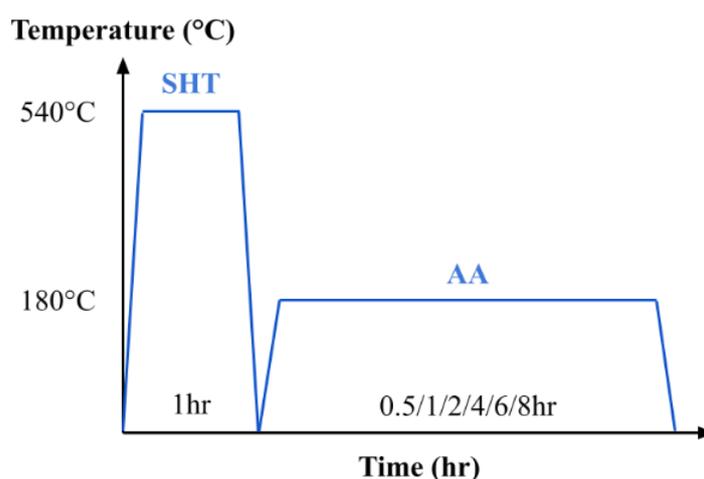


圖 2: 鋁合金 T6 熱處理(固溶 SHT.&人工時效 AA.)升溫路徑示意圖

T5 熱處理屬於直接時效處理，時效處理可分為自然時效與人工時效，其目的在提高材料的機械性質。本次量測使用人工時效，將溫度加溫至一定溫度(鋁合金常見的人工時效溫度約為 200 °C)，使溶質原子獲得足夠的能量從原先固溶體中析出，加速原子擴散以便快速達到時效硬化的尖峰[30]。藉由文獻的蒐集比對，可以發現進行 T5 與 T6 熱處理，T5 在較少的時間內便可以達到比 T6 熱處理效果表現更佳的機械性質，如表 3 所示，因此對於其進行更詳盡的實驗量測。參考其他文獻圖 3 所示，選擇在 180-160 區度之間進行實驗之規劃。

表 3: 鋁矽十鎂合金在 T5 與 T6 的機械性質比較

Heat treatment	Alloy	持溫溫度	總時間	UTS(MPa)	Sy(MPa)	Ef(%)	Ref.
T5	AlSi10Mg	160°C	4hr	411	309	4.8	[2]
		160°C	5hr	342	268	0.9	[2]
		170°C	1.5hr	442	309	5.3	[2]
		175°C	1hr	440	310	4.4	[2]
		200°C	2hr	473	263	7.8	[2]
T6	AlSi10Mg	固溶 540°C - 1 h, 時效 180°C - 2 h	3hr	332	277	5.8	[25]
		固溶 550°C - 1 h, 時效 180°C - 2 h	3hr	321	270	9	[26]
		固溶 540°C - 1 h, 時效 160°C - 8 h	9hr	288	236	9.3	[28]
		固溶 535°C - 1 h, 時效 190°C - 10 h	11hr	214	164	11	[29]

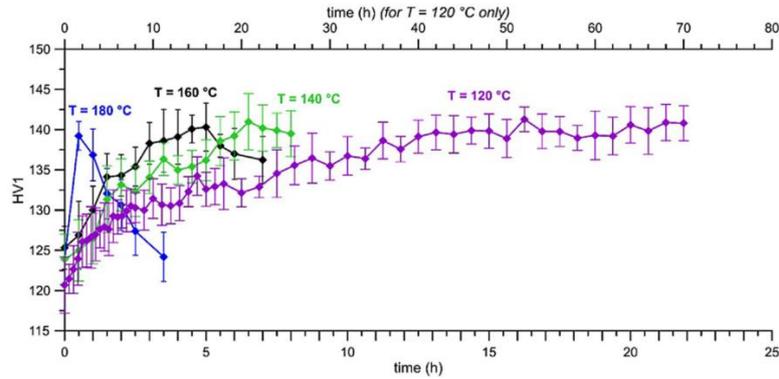


Fig. 14. Ageing curves of LPBFed AlSi10Mg alloy upon holding at 120 °C, 140 °C, 160 °C and 180 °C. Reproduced from [168].

圖 3: 不同溫度下 T5 熱處理之硬度時間比較[2]

### 三、掃描式電子顯微鏡(Scanning Electron Microscope, SEM)

使用本校貴重儀器之 JEOL JSM-6700F 冷場發射掃描式電子顯微鏡來對試片進行表面的顯微觀察，操作電壓為 15kV，放大倍率為 3,000 倍和 5,000 倍。拍攝完成之後可進一步利用圖像分析軟體 ImageJ 來計算圖像中析出物尺寸。

### 四、X 光繞射儀(X-Ray Diffraction, XRD)

使用 PANalytical X 'PERT PRO 的 X 光繞射儀，觀察析出硬化鋁合金在熱處理前後，其相組成的差異。由於 X 光對晶體的繞射現象會遵守布拉格定律(Bragg' s Law)[31, 32]，其公式為：

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

其中，n 為波長的整數倍數， $\lambda$  為入射波波長(Cu K=0.15406 nm)，d 為原子排列的平面間距， $\theta$  為入射光與繞射平面的夾角。

本次研究的實驗參數：繞射角範圍為  $20^\circ \sim 90^\circ$ ，轉動速率為每秒轉動一度。

## 五、微氏硬度(Vickers Hardness)

本次研究使用 HMV-G30S 維氏硬度試驗機，來精確量測鋁合金試片在熱處理前後、不同時效時間下的維氏硬度值。維氏硬度所使用的壓頭為正四稜錐形(即 金字塔形，pyramidal)的金剛石壓頭，相對面之間的夾角為  $136^\circ$ ，如圖所示。硬度試驗所使用的參數為 100gf 的定力荷重，維持荷重 15 秒。以下為維氏硬度值的計算公式：

$$HV = 1854.4P / d^2 \quad (2)$$

其中，HV 為維氏硬度值，P 為荷重(gf)，d 為壓點對角線平均數( $\mu\text{m}$ )。

## 六、中子繞射(Neutron Diffraction)

TAKUMI 是一款專門用於工程科學的 TOF 中子衍射儀。仔細分析中子衍射圖中的布拉格峰可以揭示樣品材料的重要結構細節，例如內部應力、相位條件、差排、內部結構的紋理等。這些信息在工程應用中通常是非常重要的，並且能夠進行原位或原位測量使中子衍射在這方面特別有用。本次實驗以拉伸時 in-situ 的中子繞射數據取得材料的機械性質及晶格尺度的資訊、搭配顯微鏡學的微結構觀察估算各微結構區域的降伏強度、以及顯微鏡下的空隙及裂紋觀察得出其破壞行為。將以上三種結果比較及互補，最後得出形變機制的結論，圖 4 為實驗流程圖。

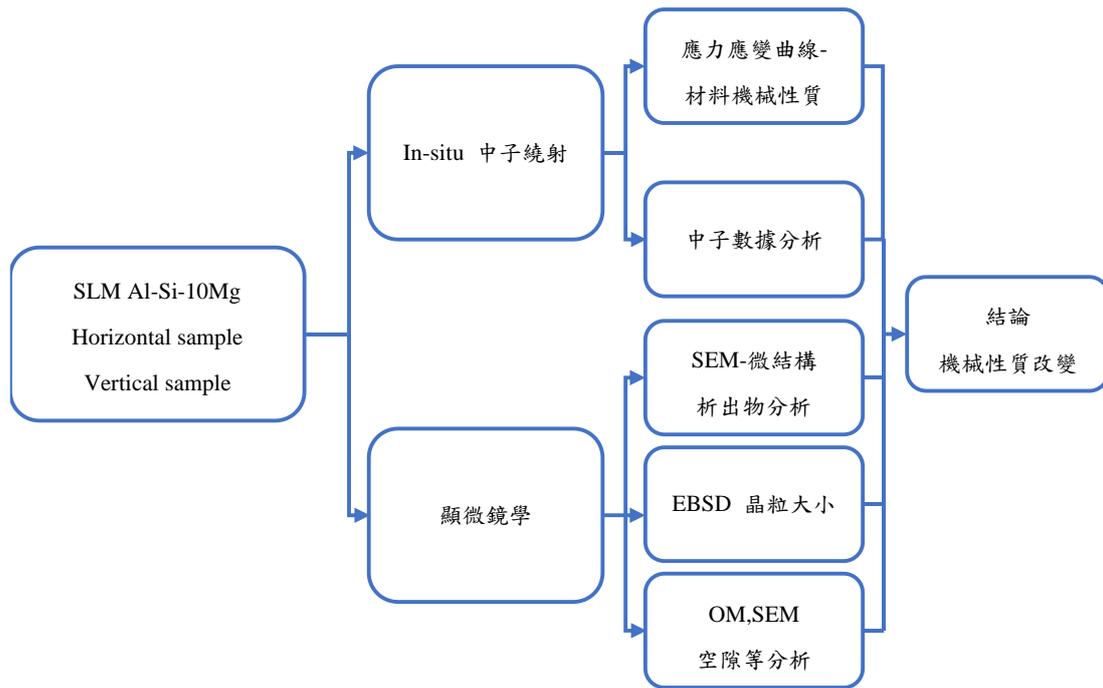


圖 4: 中子實驗流程圖

從中子繞射數據的單峰分析，我們可以得到三種資訊，分別是晶面間距、峰的半高寬、及峰的強度。我們從晶面間距的變化可以得知樣品的彈性行為、從半高寬可以得知缺陷(例如差排)的密度、從峰的強度可以得知是否有相變化、雙晶、晶面旋轉、或是織構。因為中子繞射容易受晶間應變(intergranular strain)的影響而不準確，我們以較不易受影響的(311)晶面來做單峰分析[33]。以式 3 來得出晶格應變。

$$lattice\ strain = \frac{d-d_0}{d_0} \quad (3)$$

其中 d 為某巨觀應變量時峰的位置， $d_0$  為拉伸前事先量測的峰的位置。

## 參、主要發現與結論

### 一、鋁合金基礎物理及材料性質

已完成相關文獻蒐整，包含鋁合金基礎特性以及鋁合金熱處理（固溶處理、時效處理）等文獻；並已針對積層製造鋁矽十鎂合金，設計適合的熱處理條件與溫度；挑選適合的固溶處理持溫時間，以達到最佳機械性質表現。後續將進一步做時效處理，觀察其機械性質的變化。

鋁合金，最常被作為金屬結構性材料；繼鋼鐵之外，在航太、汽車、軍艦、武器、電力電子等領域具有潛力與發展性，主要原因在於其低比重、高比強度、易加工性、耐腐蝕性，以及在其良好的電傳導和熱傳導性質[34-36]。同時，鋁在地球的地殼中豐富量高，其價格便宜[37]。

傳統上，可以基於化學組成、微結構和製程特性，將鋁合金分為鑄造型(cast)和鍛造型(wrought)鋁合金。一般而言，可根據合金元素占比來定義兩者，鑄造型鋁合金的合金元素占比為10%~12%，而鍛造型鋁合金的合金元素占比則為1%~2%(然而，在某些特例中可高達6%~8%)[34]。另外，合金可依據是否能藉由熱處理發生析出硬化，進一步分成熱處理鋁合金與非熱處理鋁合金，如圖5所示。對於熱處理鋁合金，強化來自於析出物，例如：鋁銅合金系統的 $\text{CuAl}_2$ 、鋁鎂矽合金系統的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 、鋁鋅鎂合金系統的 $\text{MgZn}_2$ ...等。非熱處理鋁合金的強化則來自於冷加工。

Form	Designation	Alloy Constituents and heat-treat-ability	Key Properties
Cast	Special	Si + Mg Cu Zn — HT	Low solidification shrinkage, good fluidity, good weldability, & high corrosion & wear resistance
	1xxx	- + - — Non-HT	Excellent corrosion resistance & workability High thermal & electrical conductivity
Wrought	2xxx	Cu + Cu Fe Mn Zn Zr — HT	High strength & toughness Low corrosion resistance - unweldable
	3xxx	Mn + Cu Mg Si Fe — Non-HT	Moderate strength & good workability
	4xxx	Si + Fe Cu Mg Mn — Non-HT	Lower melting point
	5xxx	Mg + Mn Si Fe Zn — Non-HT	Moderate to high strength, good weldability and corrosion resistance
	6xxx	Mg - Si + Zn Fe Mn — HT	High formability & weldability, excellent corrosion resistance, moderately high strength
	7xxx	Zn - Mg + Si Fe Cu Zr Ag — HT	Very high strength, excellent fatigue resistance - highest ageing potential
	8xxx	Otherwise: Sn, Ni, Si, Fe, Li — Non-HT	Depending on the alloying element used

圖 5: 傳統鋁合金分類[2]

對於積層製造鋁合金部件，當今常用於消費、航太、以及汽車產品[2]。原因在於選擇性雷射熔化可製備出塊材(bulk)或是開放孔洞結構(open-cell structure)[3]。而多孔鋁合金為具備良好變形能力的輕金屬材料，因此可做為汽車曲褶緩衝區的候選材料[38]。

另一個選擇性雷射熔化製備鋁合金的特性是微結構強化。對選擇性雷射熔化製備的材料而言，製備過程的熱歷史(thermal history)來自直接熱轉換以及高熱梯度，可以控制材料的微結構生成[3, 39]。由於選擇性雷射熔化的製程特性，內部熱轉換與雷射穿透各層，使得材料會多次再熔融。另外，由於固化過程中隨著雷射能量和掃描速率的提升[40]，使得升降溫速率快速(103~108 K/s)[41]，進而產生細小微結構[42]並伴隨著介穩相(metastable phase)[43]，如圖 6 所示。這樣的細小微結構與傳統製備的粗小微結構有明顯的差異[25, 43]

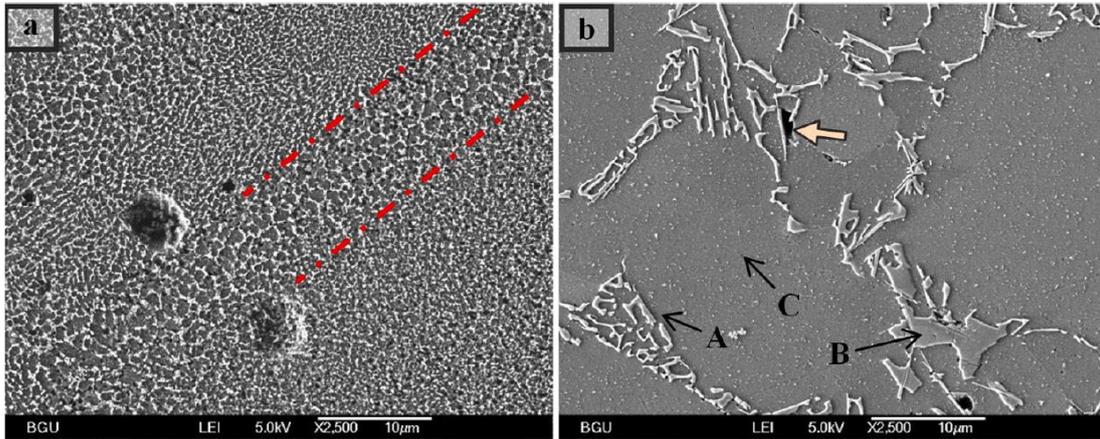


圖 6: AlSi10Mg 微結構的 SEM 圖 (a)SLM 製備 (b)鑄造製備

(A : Al-Si 共晶，B : Si 分散於 Al 基質，C : 含 Fe 的介金屬相)[44]

鋁矽十鎂合金(AlSi10Mg)屬於鋁-矽合金系統，由於此合金系統具有高熔融流動性與低收縮率，在積層製造技術普及之前，過去常以鑄造方式製備，主要原因在於鋁矽十鎂合金的近共晶矽含量(near eutectic silicon content)[2, 45]，雖然鋁矽十鎂合金粉末表現出高反射率和高熱導率[2]，由於與高強度鋁合金相比，液相線和固相線溫度之間的凝固範圍相對較小，見圖 7。這種合金可通過激光技術加工，從而降低了對熱裂紋的敏感性。圖 7 中的時間-溫度-轉變 (Time-Temperature-Transition, TTT) 示意圖顯示了預期的階段，如圖 7 所示。由於其高矽含量的上述合金化效應，接近共晶的矽含量可以液體的流動性 降低凝固溫度範圍，減少了熱裂及熱撕(hot cracking & tearing)，因此這些特性是鋁矽十鎂合金適用於選擇性雷射熔化製備的零件。

在[45, 46]文獻中，比較鋁矽十鎂合金和另一種常見鋁合金—Al6061 在選擇性雷射熔化製備的可行性。鋁矽十鎂合金的矽含量的重量佔比落在 9~11%，相比之下，Al6061 僅含有低含量

的矽元素，為 0.4~0.8%重量佔比。在研究結果中，可觀察到選擇性雷射熔化的鋁矽十鎂合金幾乎沒有熱裂(hot cracking)的出現。而在無額外改質的處理(例如：預熱粉床來避免過大的熱梯度)，選擇性雷射熔化的 Al6061 中可觀察到明顯的熱裂，如圖 8 所示。

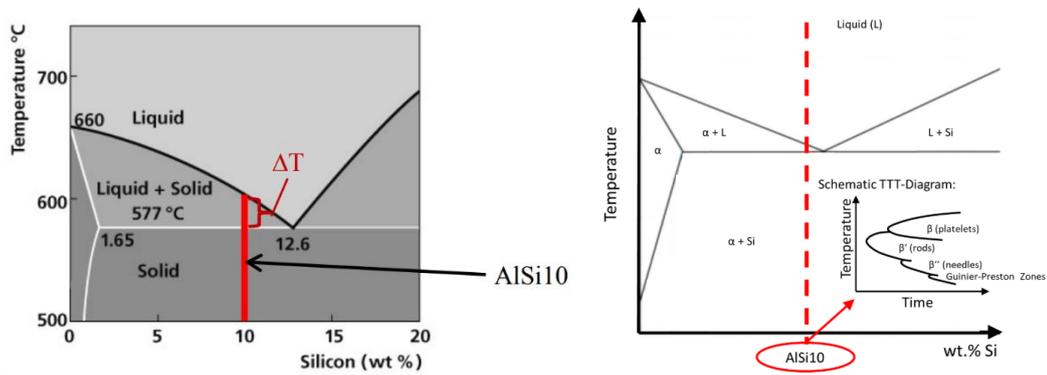


圖 7: Al-Si 二元相圖中 AlSi10 的熱行為示意圖[45]、與 TTT 圖之參考[47]

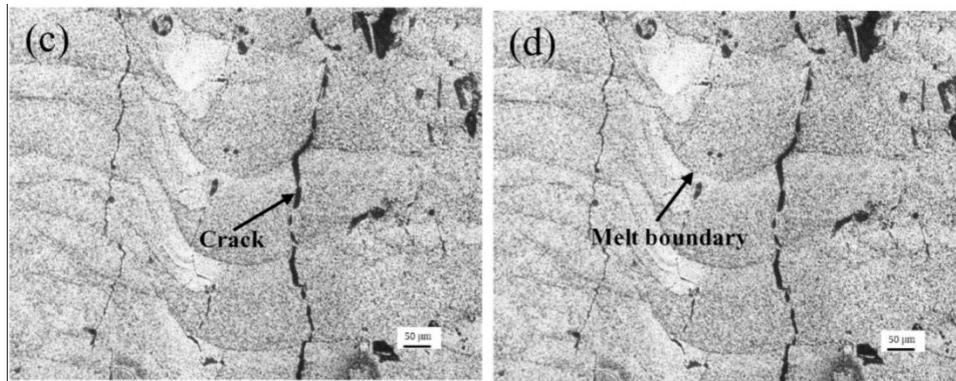


圖 8: 未預熱粉床製備的 AA6061 中熔池與裂縫的顯微圖[46]

在鋁矽合金系統中，當有鎂元素的成分出現，有助於析出硬化的出現，主要原因來自於面心立方的矽化鎂( $Mg_2Si$ )析出物[2]。然而鎂元素的重量含量在鋁矽鎂合金內的占比低；在研究[48]中，與 Si 析出物的含量相比， $Mg_2Si$  析出物的含量低，而且  $Mg_2Si$  析

出物只能利用 TEM 來觀察，因此在研究中暫時忽略  $Mg_2Si$  析出物對強度的貢獻。

### (一)、基礎物理、材料性質之量測暨分析：微結構、結晶性及化學元素分布

許多合金經過熱處理後，基於對第二相的溶解度差異，進一步有性質上的變化發展。常見的處理方法包含：固溶處理、淬火、析出、時效、硬化…等。而對於傳統鋁合金而言，可將鋁合金分為：熱處理鋁合金，以及非熱處理鋁合金[37]。熱處理鋁合金的機械性質提升、變化的主要原因，來自於升溫與後續淬火、快速冷卻後所材料內部發生相的析出，造成硬化、強化。而對於非熱處理鋁合金而言，不會有析出硬化的現象，強化機制則來自於固溶強化、冷加工、晶粒細化強化…等[49]。

對於 LPBF-ed 鋁合金材料的研究而言，含 Si 的鋁合金經常被拿來探討其合適的熱處理方法。特別是，當今研究主要著重於以下三種合金：過共晶  $AlSi_{12}$ 、可時效硬化的亞共晶  $AlSi_7Mg$  和  $AlSi_{10}Mg$  合金。而後熱處理對 LPBF-ed 鋁合金部件的重要性，大多數研究在於開發新的退火程序，以提高機械性能(強度、延展性、抗疲勞性)和合金的功能性能(耐腐蝕性、熱傳導性和電傳導性) [2]。

在鋁-矽-(鎂)合金系統中，其析出機制是基於面心立方的  $Mg_2Si$  相，析出順序為：過飽和固溶體(Super-Saturated Solid Solution, SSSS) Mg/Si 原子團簇、G-P 區域(Guinier-Preston zones, G-P zones)、 $\beta$  (契合性針狀，coherent needles)、 $\beta$  (半契合

性柱狀/板條狀，semi-coherent rods/laths)  $\beta$  (非契合性板狀, incoherent platelets)[2, 50]。

以本次研究的選擇性雷射熔化製備-鋁矽十鎂合金為例，其(as-built)樣品的微結構為細長細胞狀(elongate cellular)晶的鋁基材，伴隨著共晶矽的網絡邊界結構[51]，如圖 9 所示。在經過 T6 處理(固溶處理+人工時效處理)後，原先獨特的共晶矽網絡結構將消失，轉變成矽顆粒的析出並隨著熱處理過程粗化矽顆粒，如圖 10 所示。而圖 11 則示意了熱處理後微結構的演進過程。

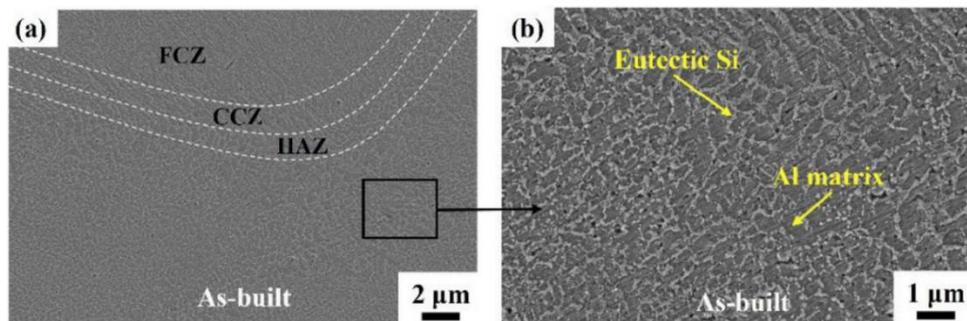


圖 9: 熱處理前 AlSi10Mg 樣品 SEM 圖(a) 融池邊界結構，(b) 共晶矽的網絡狀

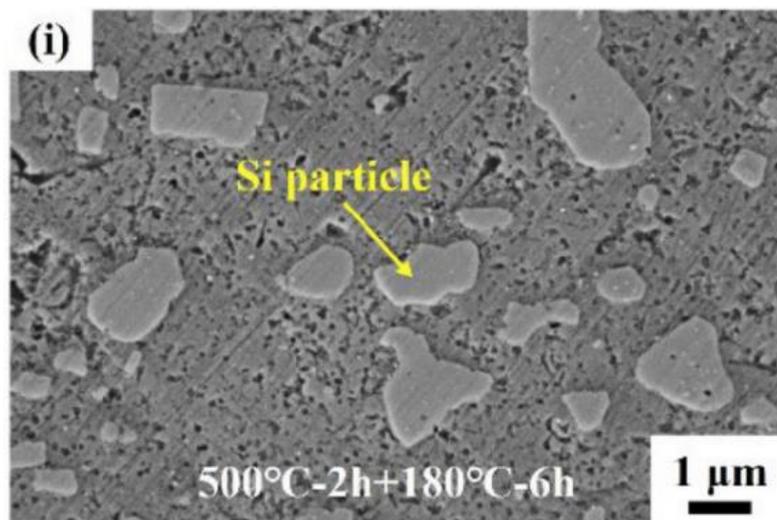


圖 10: 熱處理(固溶+人工時效)後 AlSi10Mg 樣品 SEM 圖(i. 500°C-2h + 180°C-6h) [51]

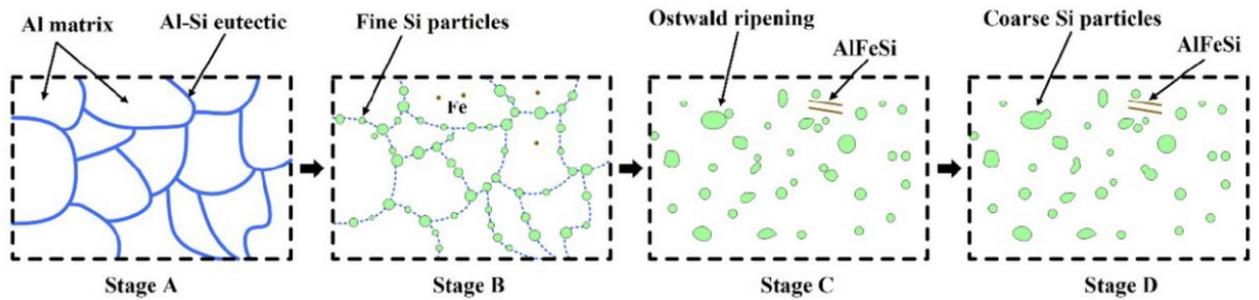


圖 11: SLM 製備 AlSi10Mg 樣品熱處理後的微結構演變圖[51]

經由微觀結構的觀察，更高倍率圖 12 的微結構觀察，可發現熱處理前樣品鋁基材被共晶矽網狀結構包圍，且有明顯的 HAZ 區，但經由熱處理後的樣品除了有黑色的矽顆粒還有細小的針狀結構出現。

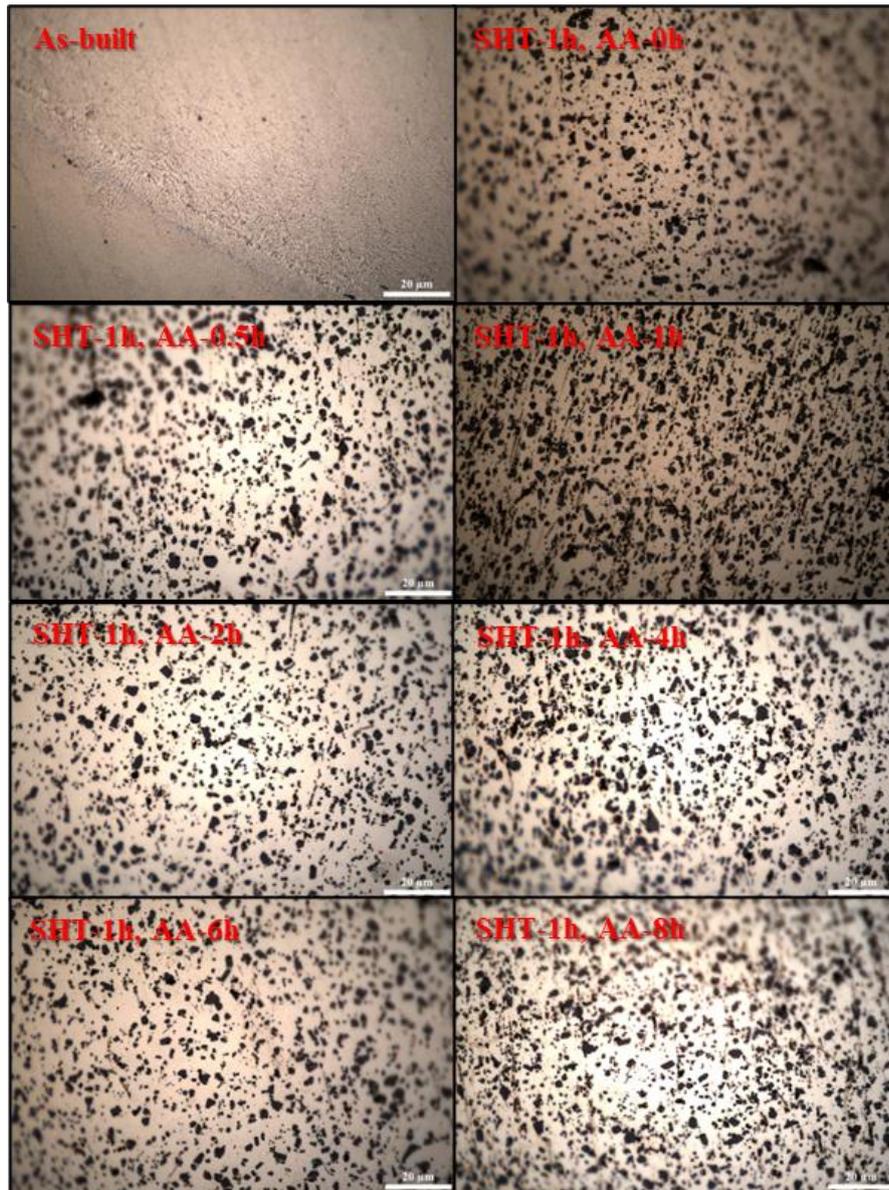


圖 12: T6 熱處理前後樣品表面的析出物狀況

透過 X 射線繞射圖(XRD)結果，發現在原子有序排列的晶格中，當 X 射線打入材料中將遵循布拉格定律(Bragg's Law)。以繞射角度  $\theta$  可藉由布拉格定律推算出特定平面的平面間距(d-spacing,  $d$ )，並藉由平面間距  $d$  帶入材料的晶系所使用的晶格常數轉換公式，獲得此平面的米勒指數— $hkl$  值。圖 13 為 X 光繞射的實驗結果，參考文獻上所提供的鋁矽十鎂合金各相晶體結構

後，利用 GSAS II 分析軟體來對繞射峰進行擬合，計算出樣品的晶格常數；表 4 為鋁矽十鎂合金熱處理前後各相晶格常數值，並與文獻值做比對。結果顯示，在熱處理前的樣品(as-built sample)，其繞射峰訊號主要為 FCC 的 Al 相；在熱處理過後，則開始明顯地可見 FCC 的 Si 相的繞射峰出現，因此推斷在經過 T6 熱處理的固溶處理後，有明顯的 Si 相析出。除了 Al 和 Si 相，並沒有觀察到  $Mg_2Si$  相的訊號出現，推斷經過熱處理後，無  $Mg_2Si$  相的產生。

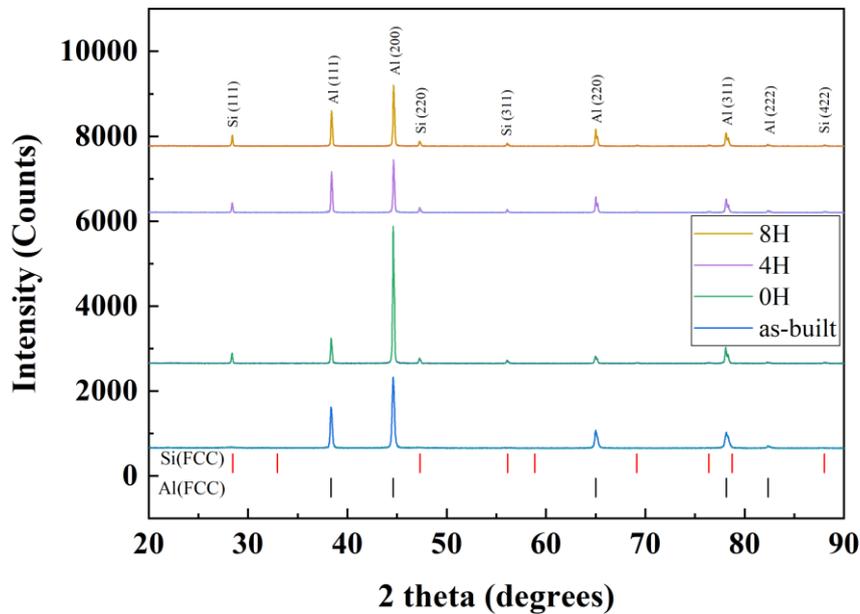


圖 13: T6 熱處理前後的 X 光繞射結果與分析結果

表 4: 鋁矽十鎂合金各相晶體結構與晶格常數值 (GSAS II 分析與文獻比對)

Phase	Lattice parameter(A) (as built/ 0h/ 4h/ 8h) (GSAS II)	Lattice parameter(A) (Ref.)	Ref.
Al (FCC)	a= 4.049/ 4.052/ 4.050/ 4.052	a= 4.049	[52]
Si (FCC)	a= 5.420/ 5.418/ 5.426/ 5.433	a= 5.431	[53]

在[54]文獻中，亦可觀察熱處理後的矽相繞射峰強度增加，且研究中使用不同固溶溫度，推斷出固溶溫度的增加會影響矽在鋁基材的固溶度。同時，在[54]文獻的研究中，繞射峰不易觀察  $Mg_2Si$  相，歸因於樣品的鎂含量太低。

## (二)、基礎物理、材料性質分析：機械性質

本節總結機械性質分析的主要結論，詳細論述詳見於參-三-(一)節，對於本次研究的熱處理鋁合金，強化機制為析出硬化(屬於材料四大強化機制之一)，其強化機制的原理為當過飽和固溶的溶質原子，在鋁基材中以第二相顆粒析出，析出物顆粒在基材中能阻擋差排滑移，而差排受阻後會造成材料的機械強度提升[55, 56]。當機械強度上升至一定程度，第二相顆粒所造成的強化效果達極限，過了強度峰值後開始軟化，稱之為過時效(over-age)，即是析出硬化的最後階段，其析出硬化曲線圖，如圖 14 所示。

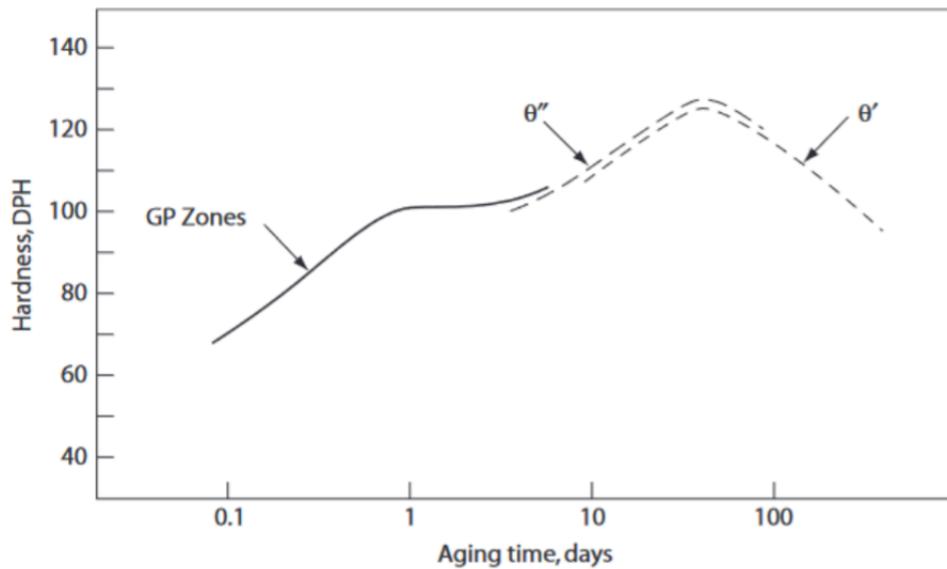


圖 14: 析出硬化/時效曲線圖 (硬度對時效時間圖)[57]

### (三)、基礎物理、材料性質之量測暨分析：密度與可能缺陷之佔比

藉由密度比對材料內部可能的缺陷所佔體積百分比。經由微觀結構的觀察，由圖 15 可以發現經由熱處理之試片表面會變得光澤較差並產生球狀的孔洞，由軟體計算可得孔洞平面密度，如圖 16 所示，其平均孔洞平面密度落在 0.505% (換算的孔洞體密度為 0.040%)，在 2022 年發表在 International Journal of Mechanical Sciences 的研究顯示[58]，在熱處理前的樣品(as-built sample)內，具有較小的孔徑與較少的孔洞數量。在熱處理過後孔隙率以及孔洞尺寸有提升，歸因於熱處理過程中氣體捕獲(gas trapped)和孔洞合併(pore coalescence)有關。

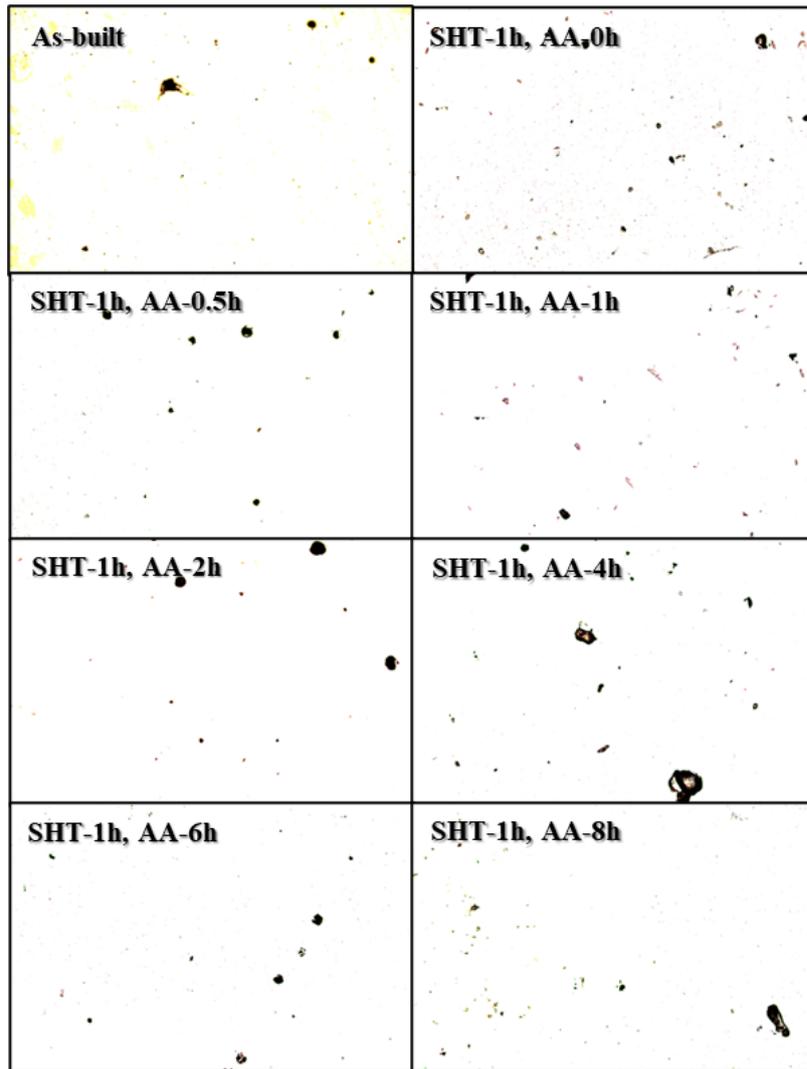


圖 15: T6 熱處理前後樣品表面的孔洞狀況

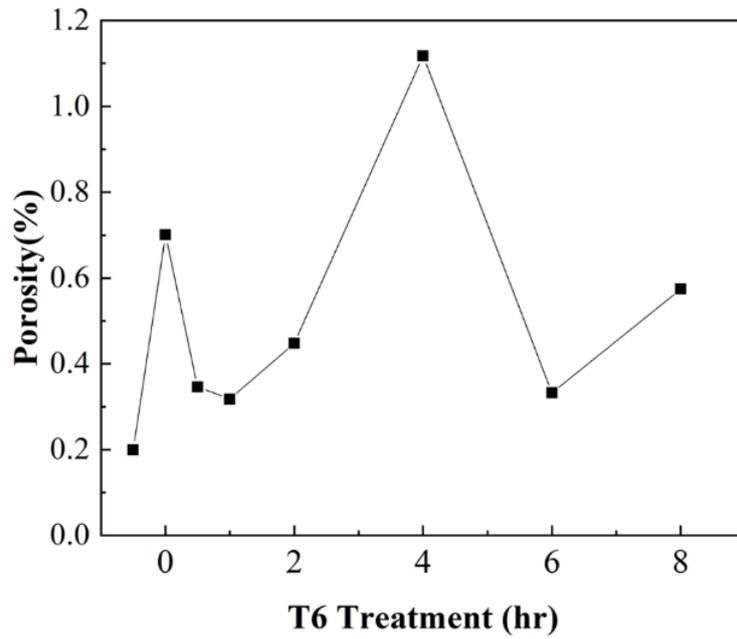


圖 16: 利用 Image 軟體分析樣品表面孔隙度

在本次研究中，將光學顯微鏡 1000 倍下熱處理樣品的圖像，利用 ImageJ 分析軟體，統計矽顆粒的平面密度、平均尺寸以及最大顆粒尺寸，如圖 17 所示。其矽顆粒的平面密度落在 13%~23%之間，整體平均為 16.152%，在 0.5 和 4 小時效時間有出現峰值為 22.095%和 17.264%。矽顆粒的平均尺寸落在 0.8~1.4 微米之間，整體平均為 1.063 微米，在 1 小時時效時間有峰值，為 1.381 微米。最大尺寸顆粒與平均尺寸有相似的趨勢。

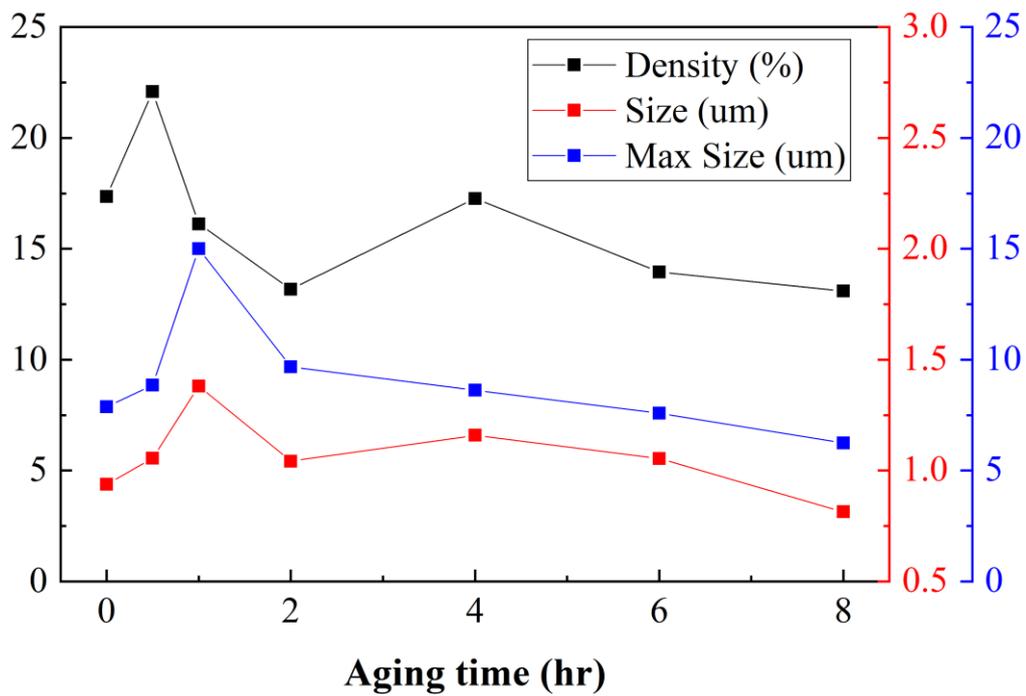


圖 17: OM 下 Si 顆粒密度、平均尺寸和最大顆粒尺寸趨勢圖

在文獻[25]中有提及，在鋁矽合金中矽顆粒的球化(spheroidization)以及粗化(coarsening)主要與固溶處理有關，如圖 18 所示，在較高固溶溫度以及較長固溶時間有最大的平均矽顆粒尺寸；人工時效則對矽顆粒析出並沒有顯著的影響。

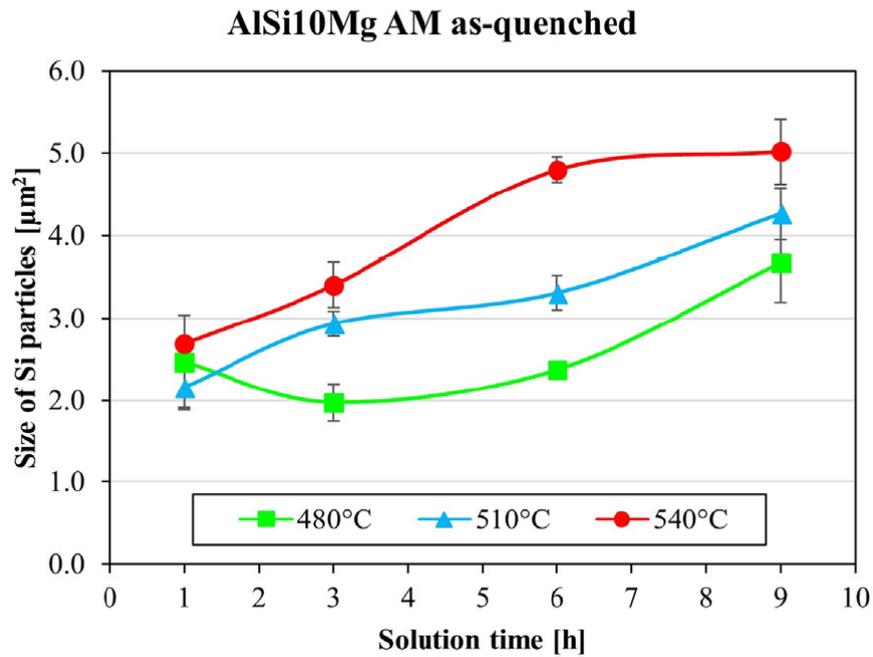


圖 18: 不同固溶溫度與時間對矽顆粒尺寸的影響[25]

## 二、鋁合金中子繞射

### (一)、鋁合金中子繞射數據分析

此中子實驗數據為在日本 J-PARC 的 TAKUMI 中子繞射儀進行拉伸『積層製造鋁矽十鎂合金』實驗的即時(in-situ)中子繞射。

圖 19 為中子繞射圖。分析後訊號為 FCC 鋁及矽，晶面間距從低至高分別為 Al(222)、Al(311)、Al(220)、Si(311)、Si(220)、Al(200)、及 Al(111)。研究顯示 AlSi10Mg 內含有 Mg<sub>2</sub>Si，但可能因為 Mg 含量太少導致中子繞射訊號太低，所以並沒有觀察到。從各應變量下繞射訊號的變化顯示，樣品在拉伸時並沒有產生可觀察到的相變化。

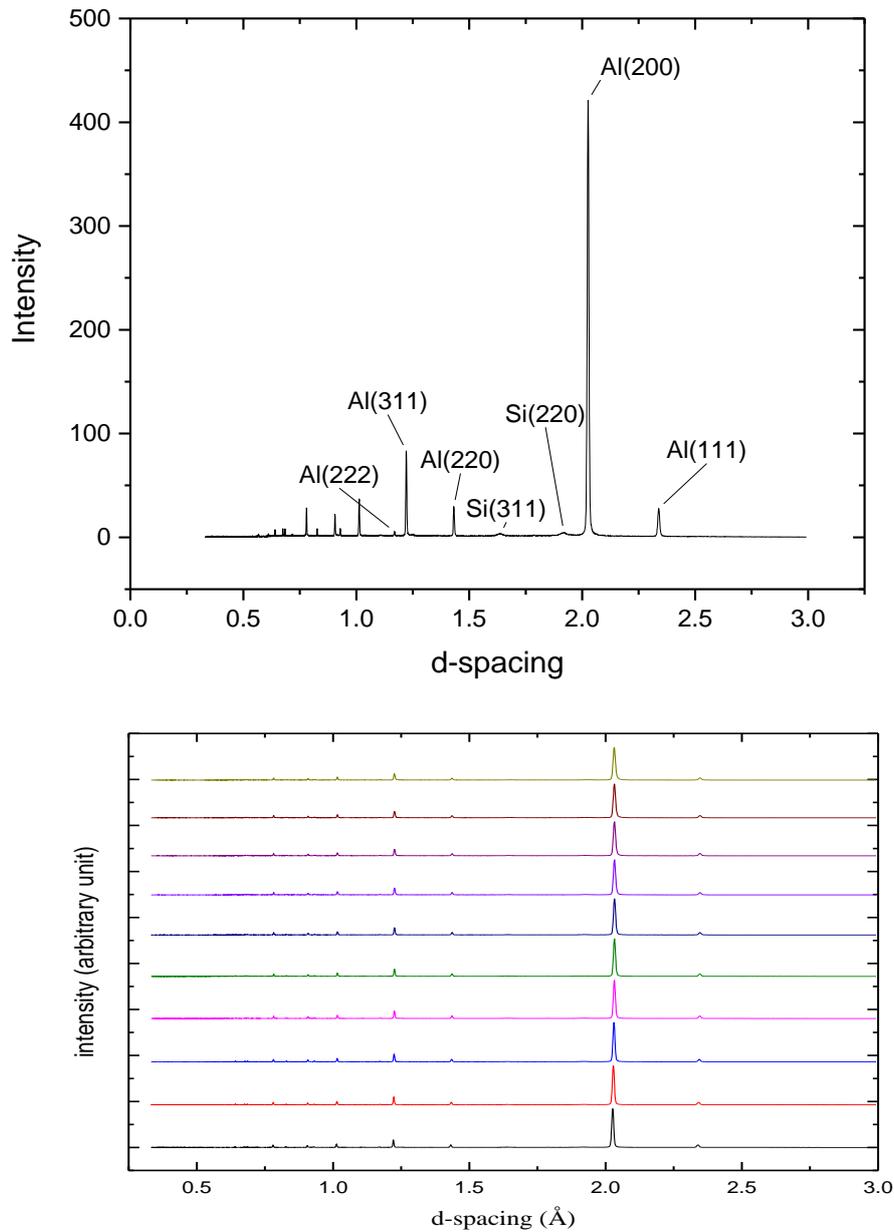


圖 19: (a)形變前的中子繞射；(b)即時(in-situ)中子繞射圖譜，拉伸中的垂直樣品，由下到上為應變程度的增加

## (二)、鋁合金中子繞射數據暨基礎物理、材料性質整合分析

如下圖 20(a)所示，此圖 20(a)為 {311} 系鋁基及矽相之晶格應變演變，作為兩種鋁矽十鎂合金中沿荷重方向 (Loading

Direction, LD) 和橫向 (Transverse Direction, TD) 的巨觀應力的函數。 $\{311\}$  系為 fcc 多晶體在晶體學中最为典型的變形區，承圖上所示，總計呈現三區斜率變化，依序為: I 區之彈性形變區、II 區之塑性形變起始區、III 區之強化項矽材之塑性形變區。I 區彈性形變區中，矽相與鋁基之晶格應變都呈線性成長，II 區之所以為塑性形變起始區，相較於鋁基之晶格應變近乎不改變外，矽相則呈現非線性的成長，這同時表示鋁基開始塑性形變，矽相則經歷相同時間中的塑性形變以及彈性形變，並且，矽相對於晶格應變的影響在兩種方向中都比起鋁基更加重要。

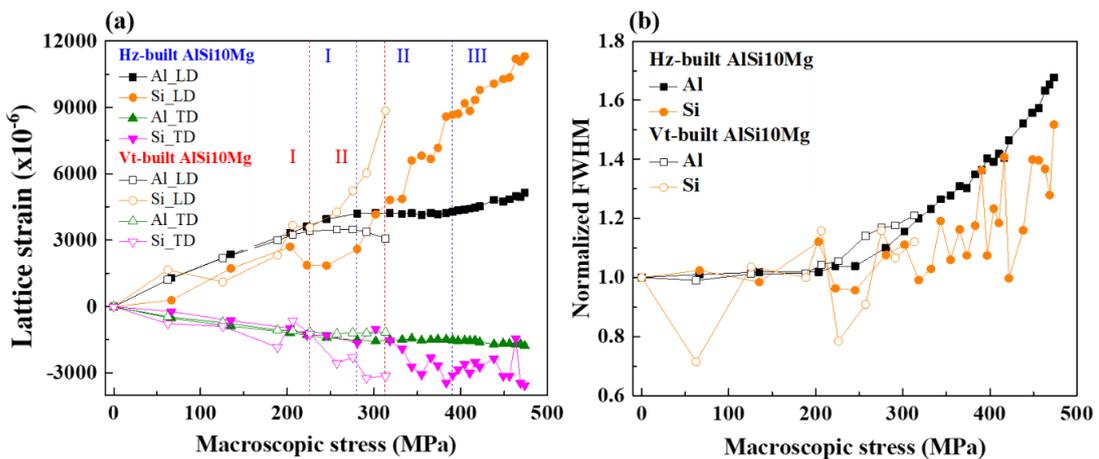


圖 20: (a) 晶格應變演變作為兩種 AlSi10Mg 合金中沿荷重方向 (Loading Direction, LD) 和橫向 (Transverse Direction, TD) 的巨觀應力的函數； (b) FWHM 演變作為兩種合金中沿 LD 的巨觀應力的函數[59]

因鋁基與矽相之晶格應變呈現類似的演變，因此矽相可以作為較弱相之鋁基之強化物。此 I 區、II 區、III 區斜率之變化，可以從圖 20 (b) 繞射半峰寬(Full Width at Half Maximum, FWHM) 沿 LD 的微觀應力演變作為上述機制之佐證。

同時，兩種不同列印方向的 3D 列印鋁合金在不同的荷重方向上有相當大的不同。鋁基之晶格應變在垂直列印方向之鋁合金中 226MPa 開始呈現停滯，水平列印方向則為 280 MPa 開始呈現停滯，可以看出垂直列印鋁合金之晶格應變比起水平列印之鋁合金更快飽和，可以推測垂直列印方向之鋁基有較低的降伏強度。也可以觀察到當應力超過 370MPa，水平列印鋁合金之鋁基之晶格應變開始微幅上升，推測是因為在材料真正破斷前將荷重新轉移回鋁基上。

同時，兩種不同列印方向的 3D 列印鋁合金在不同的荷重方向上有相當大的不同。鋁基之晶格應變在垂直列印方向之鋁合金中 226MPa 開始呈現停滯，水平列印方向則為 280 MPa 開始呈現停滯，可以看出垂直列印鋁合金之晶格應變比起水平列印之鋁合金更快飽和，可以推測垂直列印方向之鋁基有較低的降伏強度。也可以觀察到當應力超過 370MPa，水平列印鋁合金之鋁基之晶格應變開始微幅上升，推測是因為在材料真正破斷前將荷重新轉移回鋁基上。

另外，如圖 20(b)，繞射半峰寬(FWHM)中沿 LD 的微觀應力演變中，塑性形變區之鋁基及矽相均呈現顯著成長，但在峰射峰寬中鋁基在水平列印合金較矽基更加明顯，推測是由於鋁基內部之差排生成以及累積所導致。

在此中子數據之中，我們可以發現到此刻鋁合金之樣品受其異質成核的晶體影響，其機械異向性之晶粒大小尺寸呈現雙峰分布，也因此其性質會類似於晶粒尺寸大小呈現雙峰分布晶體之合金。

這種晶粒大小呈現雙峰分布的合金會有兩種特別顯著的晶粒，一種是粗晶粒（Coarse Grain, CG），另一種則為相當細小的晶粒，我們稱之為（Ultra-Fine Grain, UFG），當它們混合在基質之中，會賦予此合金強性以及韌性並存，而我們的細晶粒在此合金中則包含三種區域，FMP、CMP 以及 HAZ，這三種區域都有不同的楊式模數，也因此我們在中子實驗的量測中得到了三階段的變化，誠如第二段所言。對於三階段的變形值測量，我們假設水平列印方向之合金與垂直列印方式之合金在受力之下都為平行，首先我們先說明水平列印之樣品，圖中，在 I 區我們可以看到都為彈性變形的區域，鋁與矽之應變累積也都為線性，II 區開始，鋁相則到了 280MPa 之極值後呈現平緩的狀態，而這也比起一般的 HAZ 之楊氏模數更大（252MPa），合理推想應變將轉移到較堅硬的區域如 FMP 與 CMP，矽相的應變持續累積間接證明了這點，III 區開始，由於累積的差排密度以及 CMP 相中表面鋁矽之間的些微脫離導致鋁相之應變開始些微累積，荷重重新分給較為柔韌的鋁相，也因此賦予此合金在斷裂之前更好的延展性。

垂直列印之樣品與水平列印之樣品承受相同的荷重，垂直列印之樣品在 I 區的表現則為相似，II 區開始，鋁相則到了 226MPa，只有微微高出 HAZ 之楊氏模（223MPa），因此，我們推測荷重轉移到 FMP 與 Si 相，當開始塑性變形（也就是 II 區開始）我們同時也在垂直列印樣品半高寬的鋁相中觀察到更大的斜率，遠比水平列印樣品之半高寬鋁相更大，而當斜率開始微幅下降時，代表著差排密度達到極限，也因此垂直列印的樣品在 III 區提早脆斷，這代表 HAZ 之硬度相對之下較高，可柔韌性相對較低，而

在垂直列印之樣品我們也可以觀察到，裂紋開始產生時水平列印之樣品之孔隙並不傾向於移動，推測可能是其溶池較為堅硬的關係，這也讓垂直列印之樣品有較低的機械性質表現。

鋁合金中子繞射數據暨基礎物理、材料性質整合分析已整理，如圖 21 所示，為熱處理前鋁矽十鎂合金在日本 J-PARC 的 TAKUMI 中子繞射儀進行拉伸實驗的結果。

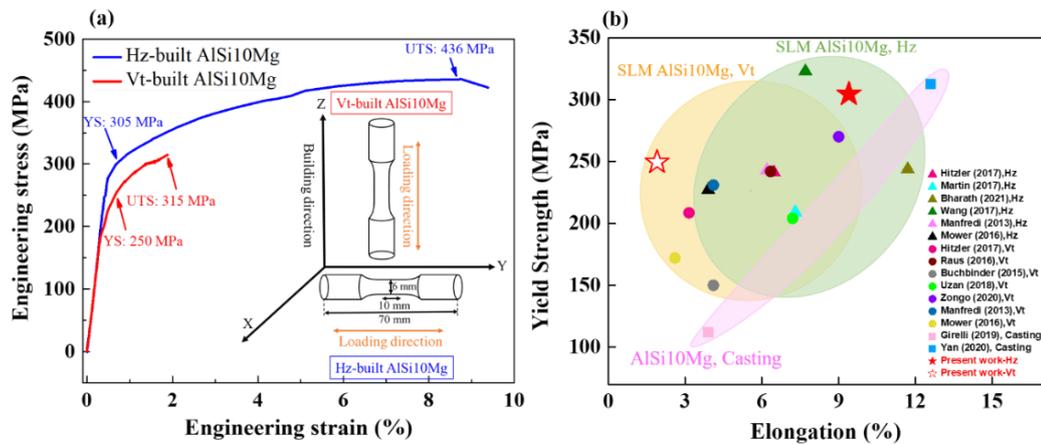


圖 21: (a) 兩個方向相關的 AlSi10Mg 的工程應力-應變曲線。(b) 鑄造合金和 SLM 製造的 AlSi10Mg 合金的降伏強度與伸長率。[59]

實驗以拉伸時的即時(in-situ)中子繞射數據取得材料的機械性質及晶格尺度的資訊、搭配顯微鏡學的微結構觀察估算各微結構區域的降伏強度、以及顯微鏡下的空隙及裂紋觀察得出其破壞行為。將以上三種結果比較及互補，最後得出形變機制的結論。

### 三、鋁合金熱處理實驗

本次機械性質量測選用維氏硬度做量測，在 T6 熱處理前，Hz.樣品的維氏硬度值為 145.9Hv，Vt.樣品的維氏硬度值則是 144.86Hv，兩者相差甚小。在進行 540°C 一小時的固溶處理後，硬度皆有明顯的降低，Hz.樣品和 Vt.樣品的維氏硬度分別是 77.69Hv 與 79.28Hv。而進一步開始 180°C 的人工時效處理後，開始有硬度上的回升，在 0.5 小時至 4 小時的時效時間兩批樣品，平均維氏硬度皆有大於 100Hv 的強度；再過 6 小時之後硬度皆開始下降。結果如圖 22 所示。

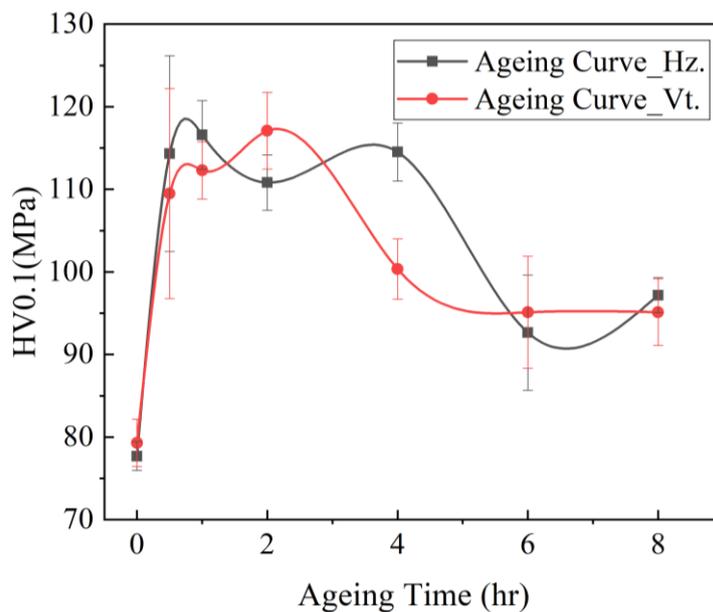


圖 22: AlSi10Mg 合金 (水平向 Hz.與垂直向 Vt.) 時效強化曲線圖。

在[60]文獻中可見，如圖 23 所示，以維氏硬度量測 T6 熱處理的樣品在固溶處理後，有明顯的強度下降，並在人工時效處理後，強度有提升的表現；然而經過長時間人工時效，強度開始遞減。

## (一)、機械性質分析

在[60, 61]文獻中提及，固溶後強度的降低歸因於由過飽和鋁基材排出的矽，以及原先富含矽的細胞狀結構(即共晶矽網絡狀結構)的消失所導致；同時，於圖 22 中觀察到固溶後的樣品中，強度有明顯的下降，來自於微結構粗化和固溶強化的貢獻消失；在經過時效處理後，強度有提升，然而在 2~4 小時後強度開始下降，由於鋁對矽的固溶度從原先 1~3 at.% 下降至小於 1 at.%，即接近於平衡下的固溶度[62]，因此推斷強度下降的來自於：一、過飽和鋁中的矽析出，進而降低固溶強化(solid solution strengthening)的影響。二、原先富含矽的細胞狀結構消失(參考圖 24)。另外，在部分文獻[61, 63]中，提及熱處理後細小再結晶晶粒微結構會造成硬度下降。

當開始進行人工時效處理，選擇性雷射溶化製備鋁矽十鎂合金的析出物與析出過程和鋁矽鎂合金系統的相似[64-69]。初期，GP 區域(GP zones)出現在鋁晶粒間，為富含矽和鎂的區域，如圖 25 所示，其晶體結構與鋁相似，與鋁基材為完全契合型(fully coherent)介面。在[60]文獻的研究中，當達強度最高峰開始可觀察到介穩態  $Mg_2Si$  析出物(即  $\beta''$ )的產生，持續到強度下降皆可觀察到  $\beta''$ ；期間  $\beta''$  析出物由初始小於 10nm 的尺寸成長到最終約 150nm 的尺寸。本節總結介穩態  $Mg_2Si$  析出物分析的主要結論，詳細論述詳見於參一-(一)節 XRD 分析，透過圖 13 與在[54]文獻的研究中得知，繞射峰不易觀察  $Mg_2Si$  相，歸因於樣品的鎂含量太低。從 XRD 數據與 SEM 觀察結果可見，選擇性雷射溶化製備鋁矽十鎂合金中，組成相為 Al 和 Si 相，然而並未發現

Mg<sub>2</sub>Si 相出現在 XRD 數據和 SEM 觀察之中。而 Si 相的 XRD 峰值在熱處理後明顯提升。

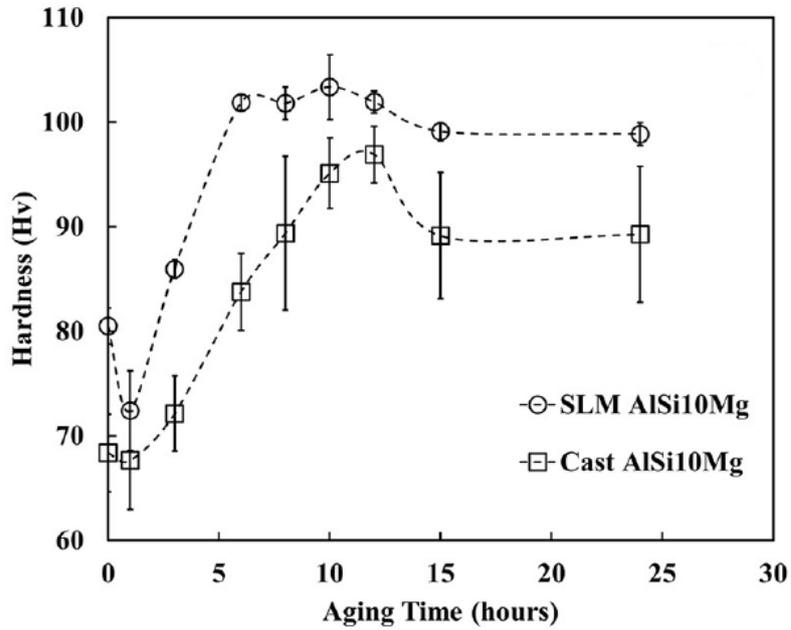


圖 23: SLMed-AlSi10Mg 做 SHT-520°C-2h+AA-160°C 的時效曲線 [60]

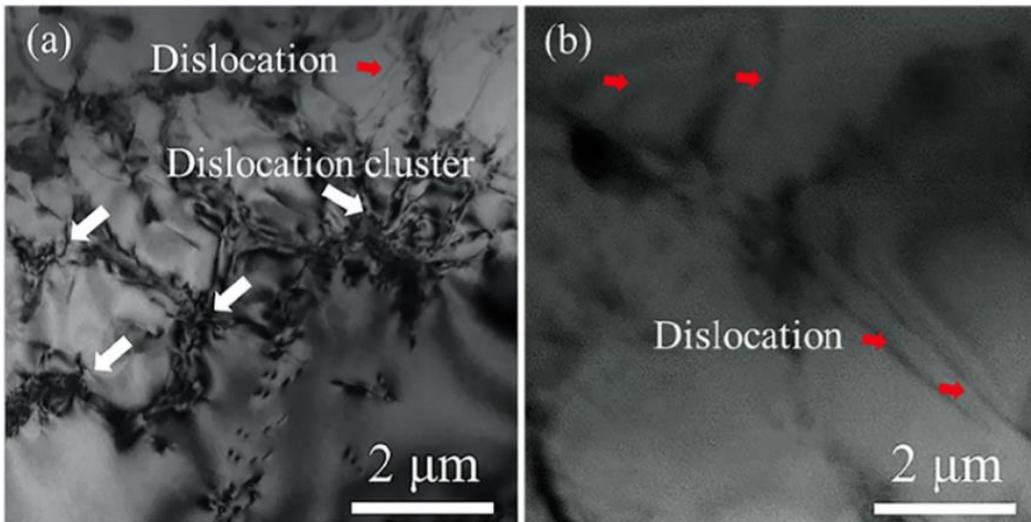


圖 24: 明場 TEM 圖像 (a)SLMed-AlSi10Mg 固化晶粒 (solidification cells); (b) 熱處理(SHT-540°C)後的晶粒(heat treated cells)[61]

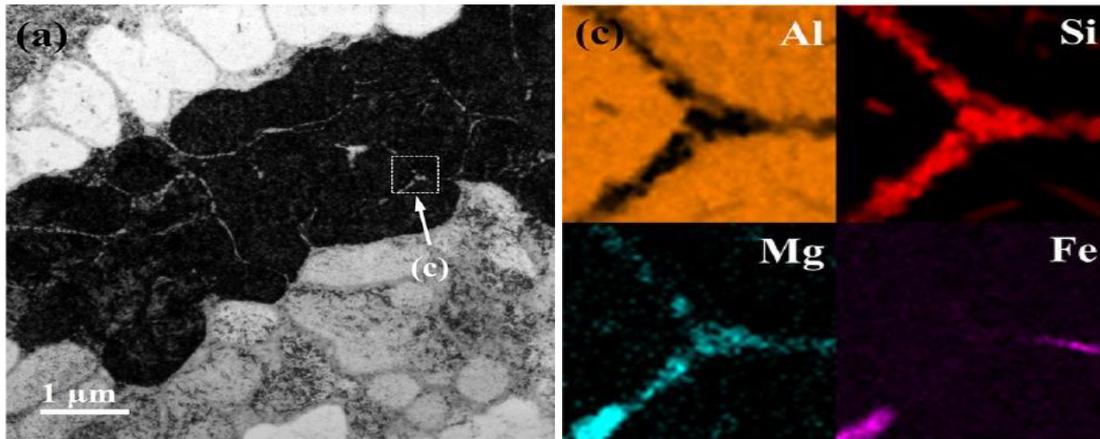


圖 25: (a)TEM 下 SLMed-AlSi10Mg 晶粒結構(c)為左圖白色方格中 EDS 下 鋁/矽/鎂/鐵的元素分布圖[60]

#### 四、優化鋁合金熱處理改質

比較不同的加熱溫度與時效之效果。目前對於 SLM-鋁矽十鎂合金進行 T5 熱處理，以直接時效的方式來保留基層製造所具有的細小微結構，再參考文獻圖 26 建議的溫度與時間的情況下，選用以下熱處理的實驗參數：170°C 持溫 0.5、1、1.5、2、2.5、3 小時，以水淬方式進行冷卻，最後對於其硬度與 T 進行比較。

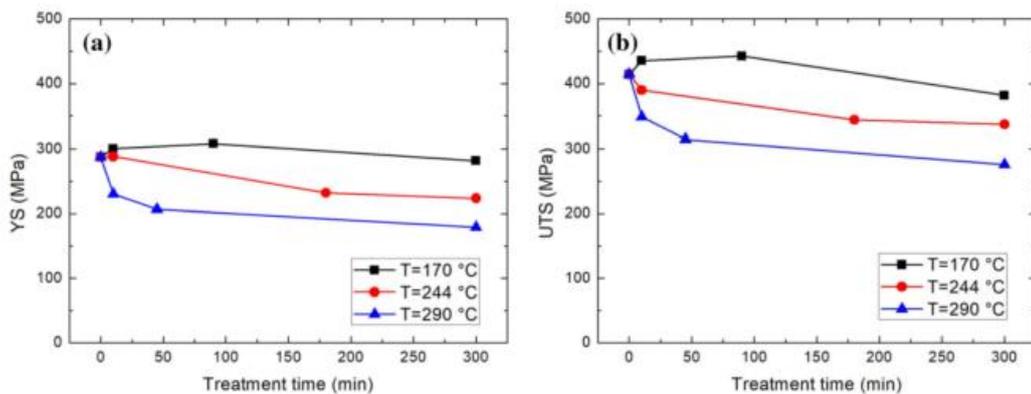


圖 26: 時效處理不同 T5 熱處理溫度對 YS 及 UTS 之差異[70]

本次機械性質量測選用維氏硬度做量測，T5 熱處理選擇使用 Hz.樣品，在進行 170°C 時效處理後，硬度降低接著回升的情況出現，在 1.5hr 時有最大硬度值出現。對於 T5 與 T6 量測硬度之差異性，如圖 27 所示。對於兩者硬度比較，可發現 T5 處理之樣品在 1.5hr 達到 141.6 最高硬度；T6 在 2hr 達到 117.08Hv(最高硬度)，並且 T5 試片硬度在任何時段都比 T6 處理之樣品高，因此經由 T5 處理可以得到較好的性質，如圖 28 所示。

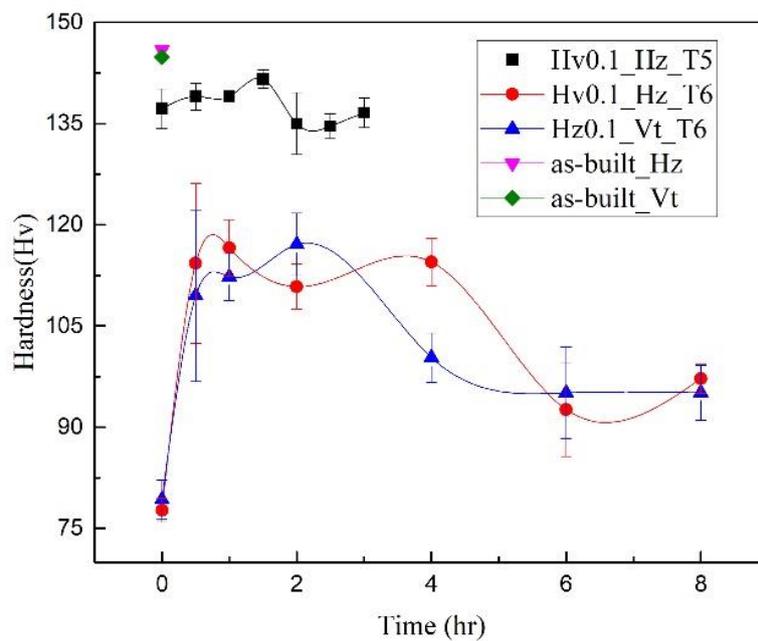


圖 27: 為 as-built 試片與進行 T5、T6 熱處理硬度量測數據曲線圖

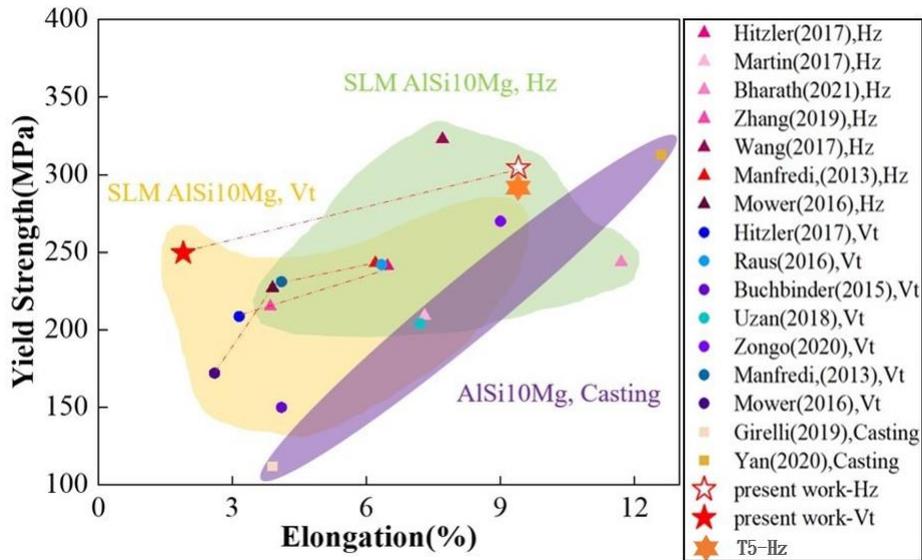


圖 28: 為 T5 熱處理其機械性質進行比較

#### 肆、參考文獻

1. Mukhopadhyay, P.J.I.S.R.N., Alloy designation, processing, and use of AA6XXX series aluminium alloys. 2012. **2012**..
2. Fiocchi, J., A. Tuissi, and C.A. Biffi, Heat treatment of aluminium alloys produced by laser powder bed fusion: A review. Materials & Design, 2021. **204**.
3. Aboulkhair, N.T., et al., 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting. Progress in Materials Science, 2019. **106**.
4. Jia, Q., et al., Towards a high strength aluminium alloy development methodology for selective laser melting. Materials & Design, 2019. **174**.
5. Wang, M., et al., Effects of annealing on the microstructure and

- mechanical properties of selective laser melted AlSi7Mg alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2019. **739**: p. 463-472.
6. Rao, J.H., et al., Multiple precipitation pathways in an Al-7Si-0.6Mg alloy fabricated by selective laser melting. *Scripta Materialia*, 2019. **160**: p. 66-69.
  7. Buchbinder, D., et al., High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts. *Physics Procedia*, 2011. **12**: p. 271-278.
  8. Kempen, K., et al., Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting. *Physics Procedia*, 2012. **39**: p. 439-446.
  9. Takata, N., et al., Size dependence of microstructure of AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting. *Materials Characterization*, 2018. **143**: p. 18-26.
  10. Takata, N., et al., Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments. *Materials Science and Engineering: A*, 2017. **704**: p. 218-228.
  11. Aboulkhair, N.T., et al., On the Precipitation Hardening of Selective Laser Melted AlSi10Mg. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2015. **46(8)**: p. 3337-3341.
  12. Aboulkhair, N.T., et al., The microstructure and mechanical properties of selectively laser melted AlSi10Mg: The effect of a conventional T6-like heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 2016. **667**: p. 139-146.
  13. Chou, R., et al., Additive Manufacturing of Al-12Si Alloy Via Pulsed Selective Laser Melting. *Jom*, 2015. **67(3)**: p. 590-596.

14. Wang, X.J., et al., The effect of atmosphere on the structure and properties of a selective laser melted Al–12Si alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2014. **597**: p. 370-375.
15. Bai, Y., et al., Process optimization and mechanical property evolution of AlSiMg0.75 by selective laser melting. *Materials & Design*, 2018. **140**: p. 257-266.
16. Prashanth, K.G., et al., Tribological and corrosion properties of Al–12Si produced by selective laser melting. *Journal of Materials Research*, 2014. **29**(17): p. 2044-2054.
17. Xi, L., et al., Effect of TiB<sub>2</sub> particles on microstructure and crystallographic texture of Al-12Si fabricated by selective laser melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019. **786**: p. 551-556.
18. Zhang, H., et al., Selective laser melting of high strength Al–Cu–Mg alloys: Processing, microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*, 2016. **656**: p. 47-54.
19. Montero-Sistiaga, M.L., et al., Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting. *Journal of Materials Processing Technology*, 2016. **238**(C): p. 437-445.
20. Sun, S., et al., Effect of solid solution plus double aging on microstructural characterization of 7075 Al alloys fabricated by selective laser melting (SLM). *Optics Laser Technology*, 2019. **114**: p. 158-163.
21. Schmidtke, K., et al., Process and Mechanical Properties: Applicability of a Scandium modified Al-alloy for Laser Additive Manufacturing.

Physics Procedia, 2011. **12**: p. 369-374.

22. Shi, Y., et al., Effect of platform temperature on the porosity, microstructure and mechanical properties of an Al–Mg–Sc–Zr alloy fabricated by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*, 2018. **732**: p. 41-52.
23. Zhanga, H., et al. Selective laser melting of rare earth element Sc modified aluminum alloy : Thermodynamics of precipitation behavior and its influence on mechanical properties. 2018.
24. Croteau, J.R., et al., Microstructure and mechanical properties of Al–Mg–Zr alloys processed by selective laser melting. *Acta Materialia*, 2018. **153**: p. 35-44.
25. Girelli, L., et al., Study of heat treatment parameters for additively manufactured AlSi10Mg in comparison with corresponding cast alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2019. **739**: p. 317-328.
26. Padovano, E., et al., A comparative study of the effects of thermal treatments on AlSi10Mg produced by laser powder bed fusion. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020. **831**.
27. Casati, R. and M. Vedani, Aging Response of an A357 Al Alloy Processed by Selective Laser Melting. *Advanced Engineering Materials*, 2018. **21**(4): p. 1800406.
28. Pellizzari, M., et al., Properties of Laser Metal Fused AlSi10Mg Alloy Processed Using Different Heat Treatments. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, 2020. **165**(3): p. 164-168.
29. Zhuo, L., et al., Effect of post-process heat treatment on microstructure

- and properties of selective laser melted AlSi10Mg alloy. *Materials Letters*, 2019. **234**: p. 196-200.
30. Sjölander, E. and S.J.J.o.m.p.t. Seifeddine, The heat treatment of Al–Si–Cu–Mg casting alloys. 2010. **210**(10): p. 1249-1259.
31. Warren, B.E., *X-ray Diffraction*. 1990: Courier Corporation.
32. Bragg, W.H. and W.L. Bragg, *X rays and crystal structure*. 1915: G. Bell and sons, Limited.
33. Hutchings, M.T., et al., *Introduction to the characterization of residual stress by neutron diffraction*. 2005: CRC press.
34. Zhang, J., et al., A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends. *Journal of Materials Science & Technology*, 2019. **35**(2): p. 270-284.
35. Heinza, A., et al., Recent development in aluminium alloys for aerospace applications. *Materials Science and Engineering: A*, 2000. **280**(1): p. 102-107.
36. Williams, J.C. and E.A. Starke, Progress in structural materials for aerospace systems<sup>11</sup>The Golden Jubilee Issue—Selected topics in *Materials Science and Engineering: Past, Present and Future*, edited by S. Suresh. *Acta Materialia*, 2003. **51**(19): p. 5775-5799.
37. Davis, J.R., *Aluminum and aluminum alloys*. 1993: ASM international.
38. Naoki Takata, et al., Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments. *Materials Science and Engineering: A*, 2017. **704**: p. 218-228.

- 39.Frazier, W.E., Metal Additive Manufacturing: A Review. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2014. **23**(6): p. 1917-1928.
- 40.Li, Y. and D. Gu, Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder. *Materials & Design*, 2014. **63**: p. 856-867.
- 41.Li, X.P., et al., A selective laser melting and solution heat treatment refined Al–12Si alloy with a controllable ultrafine eutectic microstructure and 25% tensile ductility. *Acta Materialia*, 2015. **95**: p. 74-82.
- 42.Aboulkhair, N.T., et al., Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting. *Additive Manufacturing*, 2014. **1-4**: p. 77-86.
- 43.Association, A., *Aluminum: properties and physical metallurgy*. 1984: ASM international.
- 44.Uzan, N.E., et al., On the effect of shot-peening on fatigue resistance of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing using selective laser melting (AM-SLM). *Additive Manufacturing*, 2018. **21**: p. 458-464.
- 45.Fulcher, B.A., D.K. Leigh, and T.J. Watt, COMPARISON OF ALSI10MG AND AL 6061 PROCESSED THROUGH DMLS. 2014.
- 46.Uddin, S.Z., et al., Processing and characterization of crack-free aluminum 6061 using high-temperature heating in laser powder bed fusion additive manufacturing. *Additive Manufacturing*, 2018. **22**: p. 405-415.

47. Megahed, S., et al., Effect of Heat Treatment on Ductility and Precipitation Size of Additively Manufactured AlSi10Mg. *Metals*, 2022. **12**(8).
48. Hadadzadeh, A., B.S. Amirkhiz, and M. Mohammadi, Contribution of Mg<sub>2</sub>Si precipitates to the strength of direct metal laser sintered AlSi10Mg. *Materials Science and Engineering: A*, 2019. **739**: p. 295-300.
49. Starke, E.A., 2 - Heat-Treatable Aluminum Alloys, in *Treatise on Materials Science & Technology*, A.K. Vasudevan and R.D. Doherty, Editors. 1989, Elsevier. p. 35-63.
50. Baruah, M. and A. Borah, Processing and precipitation strengthening of 6xxx series aluminium alloys: A review. *International Journal of Materials Science*, 2020. **1**(1): p. 40-48.
51. Li, D., et al., Effect of heat treatment on AlSi10Mg lattice structure manufactured by selective laser melting: Microstructure evolution and compression properties. *Materials Characterization*, 2022. **187**.
52. Bradley, J.M. and J. Stringer, Hall effect measurements in aluminium alloys. *Journal of Physics F: Metal Physics*, 1974. **4**(6): p. 843.
53. Becker, P., Absolute Measurement of the (220) Lattice Plane Spacing in a Silicon Crystal. *Physical Review Letters*, 1981. **46**(23): p. 1540-1543.
54. Wei, P., et al., Effect of T6 heat treatment on the surface tribological and corrosion properties of AlSi10Mg samples produced by selective laser melting. *Materials Characterization*, 2021. **171**.

55. Reed-Hill, R.E. and R. Abbaschian, *Physical Metallurgy Principles* (3rd edn), vol. 11. 1991, PWS Publishing Company: Boston, MA.
56. Ardell, A.J., Precipitation hardening. *Metallurgical Transactions A*, 1985. **16**(12): p. 2131-2165.
57. Bitter, A. and T. Koyamatsu, Effect of Overaging on Tensile Properties of 2219-T852 Aluminum. 2019.
58. Araújo, L.C., et al., Effects of build orientation and heat treatments on the tensile and fracture toughness properties of additively manufactured AlSi10Mg. *International Journal of Mechanical Sciences*, 2022. **213**.
59. Lam, T.-N., et al., Estimating fine melt pool, coarse melt pool, and heat affected zone effects on the strengths of additive manufactured AlSi10Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2022. **856**.
60. Zhou, L., et al., Microstructure, precipitates and hardness of selectively laser melted AlSi10Mg alloy before and after heat treatment. 2018. **143**: p. 5-17.
61. Wei, P., et al., Effect of T6 heat treatment on the surface tribological and corrosion properties of AlSi10Mg samples produced by selective laser melting. 2021. **171**: p. 110769.
62. Murray, J. and A.J.B.o.a.p.d. McAlister, The Al-Si (aluminum-silicon) system. 1984. **5**(1): p. 74-84.
63. Wang, L., et al., Enhancement in mechanical properties of selectively laser-melted AlSi10Mg aluminum alloys by T6-like heat treatment. 2018. **734**: p. 299-310.

64. Chrominski, W. and M.J.A.M. Lewandowska, Precipitation phenomena in ultrafine grained Al–Mg–Si alloy with heterogeneous microstructure. 2016. **103**: p. 547-557.
65. Sha, G., et al., Solute nanostructures and their strengthening effects in Al–7Si–0.6 Mg alloy F357. 2012. **60**(2): p. 692-701.
66. Vissers, R., et al., The crystal structure of the  $\beta'$  phase in Al – Mg – Si alloys. 2007. **55**(11): p. 3815-3823.
67. Murayama, M. and K.J.A.m. Hono, Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al–Mg–Si alloys. 1999. **47**(5): p. 1537-1548.
68. Edwards, G., et al., The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys. 1998. **46**(11): p. 3893-3904.
69. Andersen, S., et al., The crystal structure of the  $\beta''$  phase in Al–Mg–Si alloys. 1998. **46**(9): p. 3283-3298.
70. Fiocchi, J., et al., Ad Hoc Heat Treatments for Selective Laser Melted AlSi10Mg Alloy Aimed at Stress-Relieving and Enhancing Mechanical Performances. *Jom*, 2020. **72**(3): p. 1118-1127.
71. DebRoy, T., et al., Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties. 2018. **92**: p. 112-224.
72. Milewski, J.O., Additive manufacturing of metals. Vol. 258. 2017: Springer.
73. Sames, W.J., et al., The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. 2016. **61**(5): p. 315-360.



## 伍、成果運用情形

### 一、期刊投稿

『Lam, T.-N., et al., Estimating fine melt pool, coarse melt pool, and heat affected zone effects on the strengths of additive manufactured AlSi10Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2022. 856.』為本補助計畫產出結果，經整理投稿至 *Materials Science & Engineering A* 並已於近期發表，以下為期刊摘要。

Fine melt pool (FMP), coarse melt pool (CMP), and heat affected zone (HAZ) are generally observed in the additive manufactured AlSi10Mg alloys. In this study, we demonstrated that the yield strength can be estimated by the combination of the sizes and volume fractions of FMP, CMP, HAZ together with the second-phase hardening. Two different AlSi10Mg alloys fabricated via powder bed fusion (PBF) process were prepared to examine the lattice strain evolution of constituent phases during uniaxial tensile loading via in-situ neutron diffraction measurements. The horizontally-built (Hz-built) exhibited a much better yield and tensile strength as well as elongation compared to the vertically-built (Vt-built) AlSi10Mg alloy. The stress partitioning from Al matrix to reinforcement Si was obtained during plastic deformation regime in both alloys. However, a greater capability of enduring high load of Si and a load transferring back to the ductile Al matrix found in the latter period of plastic deformation are responsible for better tensile properties in the Hz-built AlSi10Mg alloy. We reported empirical strength quantification based on the sizes and ratios of fine melt pool (FMP), coarse melt pool (CMP), and heat affected zone (HAZ) together with the possible

failure mode to prevent early fracture in the additive manufactured alloys.

Materials Science & Engineering A 856 (2022) 143961



Contents lists available at ScienceDirect

Materials Science & Engineering A

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/msea](http://www.elsevier.com/locate/msea)



Estimating fine melt pool, coarse melt pool, and heat affected zone effects on the strengths of additive manufactured AlSi10Mg alloys

Tu-Ngoc Lam<sup>a,b</sup>, Andrew Lee<sup>a</sup>, Yu-Ray Chiu<sup>a</sup>, Hsuan-Fan Kuo<sup>a</sup>, Takuro Kawasaki<sup>c</sup>, Stefanus Harjo<sup>c</sup>, Jayant Jain<sup>d</sup>, Soo Yeol Lee<sup>e,\*</sup>, E-Wen Huang<sup>a,\*</sup>

<sup>a</sup> Department of Materials Science and Engineering, National Yang Ming Chiao Tung University, Hsinchu, 30010, Taiwan

<sup>b</sup> Department of Physics, College of Education, Can Tho University, Can Tho City, 900000, Viet Nam

<sup>c</sup> J-PARC Center, Japan Atomic Energy Agency, Tokai-mura, Ibaraki, 319-1195, Japan

<sup>d</sup> Department of Materials Science and Engineering, Indian Institute of Technology, New Delhi, 110016, India

<sup>e</sup> Department of Materials Science and Engineering, Chungnam National University, Daejeon, 34134, South Korea

#### ARTICLE INFO

##### Keywords:

Powder bed fusion  
AlSi10Mg alloy  
Neutron diffraction  
Load transferring back  
Mechanical properties

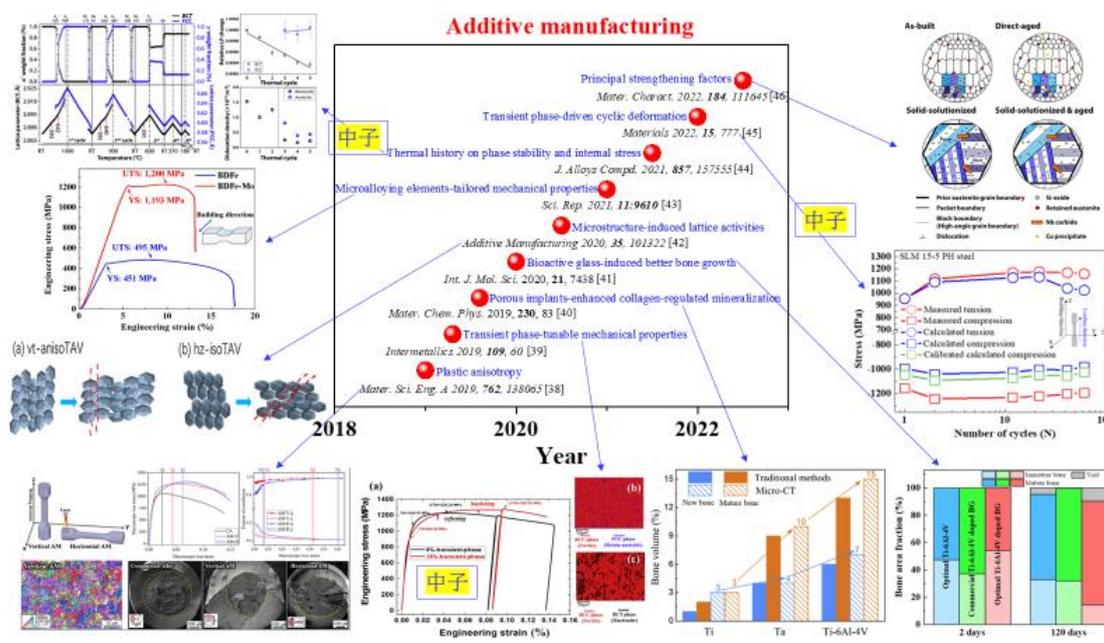
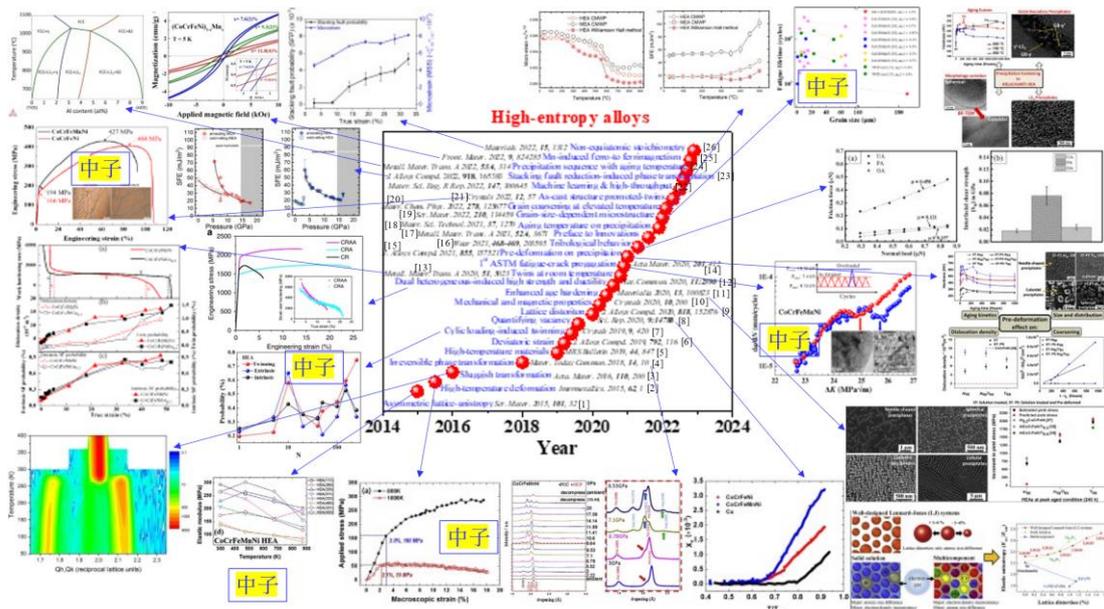
#### ABSTRACT

Fine melt pool (FMP), coarse melt pool (CMP), and heat affected zone (HAZ) are generally observed in the additive manufactured AlSi10Mg alloys. In this study, we demonstrated that the yield strength can be estimated by the combination of the sizes and volume fractions of FMP, CMP, HAZ together with the second-phase hardening. Two different AlSi10Mg alloys fabricated via powder bed fusion (PBF) process were prepared to examine the lattice strain evolution of constituent phases during uniaxial tensile loading via *in-situ* neutron diffraction measurements. The horizontally-built (Hz-built) exhibited a much better yield and tensile strength as well as elongation compared to the vertically-built (Vt-built) AlSi10Mg alloy. The stress partitioning from Al matrix to reinforcement Si was obtained during plastic deformation regime in both alloys. However, a greater capability of enduring high load of Si and a load transferring back to the ductile Al matrix found in the latter period of plastic deformation are responsible for better tensile properties in the Hz-built AlSi10Mg alloy. We reported empirical strength quantification based on the sizes and ratios of FMP, CMP, and HAZ together with the possible failure mode to prevent early fracture in the additive manufactured alloys.

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921509322013405>

## 二、建立國內中子繞射分析技術

計畫主持人黃爾文藉由執行科技部個人型計畫與同步輻射中子實驗差旅補助計畫，建立在交大的計畫主持人黃爾文研究團隊的中子繞射分析技術。歷年建立的技術，可以參閱以下的學術論文發表，分別呈現應用中子繞射分析技術於不同領域材料的研發成果暨分析技術。





					4	量
					5	測
Luo, Mao-Yuan; Lam, Tu-Ngoc; Wang, Pei-Te; Tsou, Nien-Ti; Chang, Yao-Jen; Feng, Rui; Kawasaki, Takuro; Harjo, Stefanus; Liaw, Peter K; Yeh, An-Chou;	Grain-size-dependent microstructure effects on cyclic deformation mechanisms in CoCrFeMnNi high-entropy-alloys	Scripta Materialia	210		124459	繞射峰形分析
Huang, E-Wen; Lee, Wen-Jay; Singh, Sudhanshu Shekhar; Kumar, Poresh; Lee, Chih-Yu; Lam, Tu-Ngoc; Chin, Hsu-Hsuan; Lin, Bi-Hsuan; Liaw, Peter K;	Machine-learning and high-throughput studies for high-entropy materials	Materials Science and Engineering : R: Reports	147		106425	機器學習
Lam, Tu-Ngoc; Wu, Yu-Hao; Liu, Chia-Jou; Chae, Hobyung; Lee, Soo-Yeol; Jain, Jayant; An, Ke; Huang, E-Wen;	Transient Phase-Driven Cyclic Deformation in Additively Manufactured 15-5 PH Steel	Materials	153		70722	相鑑定
Lam, Tu-Ngoc; Luo, Mao-Yuan; Kawasaki, Takuro; Harjo, Stefanus; Jain, Jayant; Lee, Soo-Yeol; Yeh, An-Chou; Huang, E-Wen;	Tensile Response of As-Cast CoCrFeNi and CoCrFeMnNi High-Entropy Alloys	Crystals	12		25272	微結構鑑定
Chen, Shi-Wei; Huang, E-Wen; Chiu, Sung-Mao; Reid, Mark; Wu, Cheng-Yen; Paradowska, Anna M; Lam, Tu-Ngoc; Wu, Yu-Hao; Lee, Soo Yeol; Lu, Shao-Chien;	Diffraction-based residual stress mapping of a stress frame of gray iron via vibratory stress relief method				2022	殘餘應力
Lam, Tu-Ngoc; Lee, Andrew; Chiu, Yu-Ray; Kuo, Hsuan-Fan; Kawasaki, Takuro; Harjo, Stefanus; Jain, Jayant; Lee, Soo Yeol; Huang, E-Wen;	Estimating fine melt pool, coarse melt pool, and heat affected zone effects on the strengths of additive manufactured AlSi10Mg alloys	Materials Science and Engineering : A	856		1433961	本計畫相關發表

Lam, Tu-Ngoc; Chin, Hsu-Huan; Zhang, Xiaodan; Feng, Rui; Wang, Huamiao; Chiang, Ching-Yu; Lee, Soo Yeol; Kawasaki, Takuro; Harjo, Stefanus; Liaw, Peter K;	Tensile Overload-induced Texture Effects on the Fatigue Resistance of a CoCrFeMnNi High-Entropy Alloy	Acta Materialia	1 1 8 5	2 0 2 2 5	織 構 分 析
--	---	-----------------	------------------	-----------------------	------------------

#### 四、解析國產基層製造鋁合金，裨益國內產業應用

以下依據驗收項目五、按計畫性質在執行成果方面，對於行政政策或科學技術等方面之預期貢獻 3. 解析國產積層製造鋁合金。

自從 1990 年代，積層製造的金屬合金逐漸獲得學界和業界的關注[2]。積層製造(Additive Manufacturing，亦稱 Layered Manufacturing)，為利用數位三維模型來製造出薄層材料，層層堆疊成所預期的部件[3, 71]。使用積層製造方法提供了不少好處，例如：可以減少生料的消耗、不須做模具來成型(節省開模成本)、可以客製化設計部件的型貌等。由於積層製造屬於加法製造方式，並且不需要模具來成型，而是利用 3D 電腦輔助設計(Computer Aided Design, CAD)模型，因此對於複雜造型的部件適合用此種一步成型的製造方式來製作，這是傳統製程無法取代的新興優勢。當今，金屬積層製造技術已開始被應用在醫療植入物、航太領域、汽車領域…等，並且適合用於製造複雜的構型[72]。

在積層製造中，可依照餵料種類、製造方式不同再進一步分類。ASTM F42 委員會將製造技術分成七大類：粉床式熔融(Powder-bed fusion)、直接能量沉積(Direct energy deposition)、黏結劑噴塗(Binder jetting)、疊層製造(Sheet lamination)、材料擠製

(Material extrusion)、材料噴塗(Material jetting)以及光聚合固化(Vat photo-polymerization)。其中，後三項不屬於金屬積層製造標準規範的範圍[73]。

在金屬積層製造領域中，粉床式熔融和直接能量沉積技術最常被討論，其中又以粉床式熔融技術中的選擇性雷射熔化最廣為使用。粉床式熔融技術是指使用聚焦能量(電子束或雷射束)在每一層粉床上做選擇性熔化或燒結的製造技術，而選擇性雷射熔化則是指其製造方式選用雷射束對粉床做選擇性熔化，如圖 29 所示。

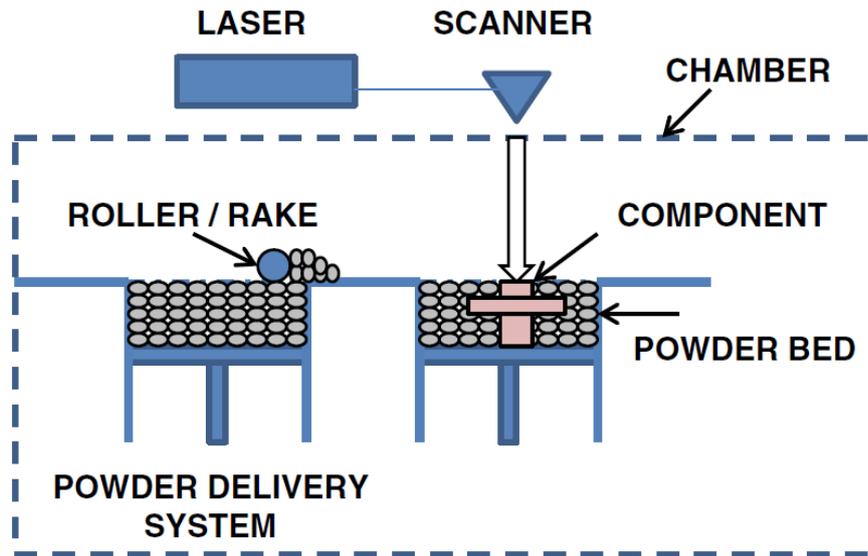


圖 29: 選擇性雷射熔化製程圖[39]

## 五、培育國內中子技術人才

基於此次計畫，培育之人才如下

1. 邱昱睿，以本主題完成碩士論文 2022 畢業
2. 翁慧慈，目前碩一，參與後續優化熱處理部分

3. 郭軒汎，目前大四，主要負責中子繞射數據之分析：以本主題完成專題研究。

### 陸、作者及所屬單位

類別	姓名	職務	於本計畫所擔任之具體工作性質、項目及範圍
主持人	黃爾文	教授	計畫主理人，指導學生。
研究生	邱昱睿	學生	本計畫之熱處理、機械性質、中子實驗。
研究生	翁慧慈	學生	本計畫之整合、優化熱處理實驗。
專題生	郭軒汎	學生	本計畫之中子部分整合。
計畫參與人員	李玟頡	研究員	影像數據統整。
計畫參與人員	芮嘉勇	研究助理	數據資料庫搜尋。