研究論文

レーザ積層造形により作製した Al-10%Si-0.4%Mg 合金における熱間等方加圧処理の影響

平田 智丈*, 木村 貴広, 中本 貴之

(地独)大阪産業技術研究所, 〒594-1157 和泉市あゆみ野 2-7-1.

Effect of Hot Isostatic Pressing on Al-10%Si-0.4%Mg Alloy Fabricated by Selective Laser Melting

Tomotake HIRATA*, Takahiro KIMURA and Takayuki NAKAMOTO

Osaka Research Institute of Industrial Science and Technology, 2-7-1 Ayumino, Izumi 594-1157, Japan.

Received August 10, 2018; Revised September 21, 2018; Accepted October 5, 2018

ABSTRACT

In this study, we investigated the effects of hot isostatic pressing (HIP) on the mechanical properties of an Al-10%Si-0.4%Mg alloy fabricated by selective laser melting (SLM). In addition, the effect of internal porosity on the mechanical properties of the alloy was also investigated. After the HIP, the internal porosity of the alloy decreased, while its elongation to failure (EL) improved significantly. However, the 0.2% proof stress (PS) and the tensile strength (TS) of the HIPed alloy were significantly lower than those of the as-built state. This can be attributed to the microstructural changes that occurred at elevated temperatures during the HIP. In addition, the PS and TS of the as-built alloy decreased with an increase in the internal porosity. On the other hand, in the case of the HIPed alloy, the PS and TS were not affected by the internal porosity. However, EL was sensitive to the internal porosity. The EL of the HIPed alloy decreased with an increase in its initial internal porosity. This is because the diffusion bonding during the HIP was imperfect owing to the presence of oxidized scales. Hence, it is imperative to optimize the laser irradiation conditions for the fabrication of aluminum alloy by SLM.

KEY WORDS

additive manufacturing (AM), selective laser melting (SLM), aluminum alloy, hot isostatic pressing (HIP), internal porosity

1 緒 言

金属粉末レーザ積層造形 (Selective Laser Melting; SLM) 法は, Additive Manufacturing (付加製造) の一種で, 3D-CAD から作成したスライスデータに基づき, 金属粉末を一層ずつレーザ照射により溶融・凝固し, それを繰り返して積層しながら三次元の構造体を造形する加工法である. 近年, アルミニウムを用いた積層造形に関する研究開発が盛んに行われており¹⁻¹³⁾, 積層造形の形状自由度を活かして機能性を高めた軽量部材や熱制御部品などへの応用が期待されている. アルミニウムは熱伝導率が高く, レーザを吸収しにくい特性があるため¹⁴⁾, アルミニウムに対する吸収性が比較的優れたファイバーレーザを搭載した積層造形装置を利用した報告が多い. 著者らも, 最大出力 400 W のファイバーレーザを搭載した SLM 装置を使用して, Al-10%Si-0.4%Mg の合金粉末の造形を試み, 高密度な造形体の作製に成功した⁶⁾. しかしな

がら, 造形条件を最適化しても, 内部に空隙が全くない状態にすることは困難なため, これらの欠陥による機械的性質への影響が懸念され, 実用化促進の弊害となっている.

熱間等方加圧 (Hot Isostatic Pressing; HIP) 処理は, 内部の空隙を消滅させる手法として古くから知られている. HIP 処理は, 形状を維持したまま加圧することが可能なため, 積層造形体の後処理として非常に有効なプロセスと考えられ, 活発に研究が進められている¹⁵⁻²²⁾. Wu らは, チタン合金の造形体に HIP 処理を施すことにより, 疲労特性等の機械的性質が大きく改善されることを報告している^{17,22)}. また, Kreitzberg らは, ニッケル合金の造形体に HIP 処理を施し, 伸びと異方性が改善されることを報告している²¹⁾. 一方, アルミニウム合金の造形体においては, HIP 処理に関する報告例は殆どなく, HIP 処理の効果は明らかにされていない. そこで本研究では, ダイカスト用合金として広く使用されている Al-10%Si-0.4%Mg (ISO-AlSi10Mg, JIS-ADC3 相当) 合金の積層造形体を作製し, それらに HIP 処理を施して, 内部の

* Corresponding author, E-mail: hirata@tri-osaka.jp

空隙とマイクロ組織の変化, および強度や伸び等の機械的性質を調査した。さらに, SLM 条件を制御することで相対密度の異なる造形体を作製し, HIP 処理による内部の空隙状態の変化を調べ, 造形体の空隙量と HIP 処理の効果の関係について調査した。

2 実験方法

供試粉末は, ダイカスト用合金として広く使用されている Al-10%Si-0.4%Mg (mass%) の合金粉で, 平均粒径は 25.6 μm である。造形には, ドイツ EOS 社製の EOSINT M280 SLM 装置を使用した。搭載しているレーザは, 最大出力 400 W, ビームスポット径約 0.1 mm の Yb ファイバーレーザ (波長約 1.07 μm) である。造形はアルゴン雰囲気 (残留酸素濃度約 0.1%) 中で行い, Fig. 1 (a) に示すように 1 層ごとに走査線を 67° ずつ回転させ, Fig. 1 (b) のように高さ方向と積層方向が一致するように直径 7 mm × 高さ 55 mm の円柱状試験片を作製した。造形の基板となるベースプレート (A5083 材) は, 造形プラットホームに内蔵されたヒータを用いて造形開始前に 35°C に予熱した。

造形体の密度は, レーザ照射により粉末層に投入されたエネルギー密度と相関性があることが知られている^{23,24)}。エネルギー密度 E (J/mm^3) は, P を出力 (W), v を走査速度 (mm/s), s を走査ピッチ (mm), t を積層厚さ (mm) として, 以下のように表される。

$$E = P / (v \cdot s \cdot t) \quad (1)$$

本研究ではこの式を参考にして, 一層の積層厚さを 30 μm 一定とし, この他の照射条件を変化させて, 2 種類の造形体を準備した。一つ目は, 相対密度が最も高くなる条件 (出力 300 W, 走査速度 1200 mm/s , 走査ピッチ 0.15 mm) で造形

した試験片 (以下, 最適条件材と呼ぶ) である。二つ目は, 意図的に内部の空隙率を増加させるために, 最適条件よりも低エネルギー密度になるように各照射条件を制御して造形した試験片 (以下, 低エネルギー密度材と呼ぶ) である。造形体の密度は, 重量と見かけ体積から求めるアルキメデス法により測定し, Al-10%Si-0.4%Mg 合金の真密度 ($2.68 \text{ g}/\text{cm}^3$) に対する相対密度を算出した。Table 1 に, 2 種類の試験片の相対密度を示す。最適条件材は 100% に近い相対密度であるのに対して, 低エネルギー密度材は 99% 以下であることから, 多量の空隙の存在が予測される。

HIP 処理は, アルミナ製容器に充填した造形体を HIP 装置 ((株) 神戸製鋼所製) 内に入れ, Ar 雰囲気中で 500°C に加熱し, 100 MPa で加圧した状態で 2 時間保持した。なお, 造形体は, カプセル等に封入することなくそのままの状態に加圧した。マイクロ組織観察および元素分析は, ショットキー電子銃を搭載した電子プローブマイクロアナライザ (Electron Probe Micro Analyzer; EPMA, 日本電子 (株) 製 JXA-8530F) を使用して実施した。マイクロ組織観察は造形体の水平および鉛直断面で実施し, 元素分析は水平断面で行った。内部の空隙は, X 線 CT スキャナ (東芝 IT コントロールシステム (株) 製 TOSCANER-32300 μFD) にて観察した。装置のターゲット材はタングステンで, 測定条件は X 線管電圧を 200 kV, 管電流を 50 μA に設定した。空間分解能は 8 μm である。材料と空隙の境界は, X 線 CT で得られた 2 次元断面画像を確認しながら, 空隙の縁に境界線が一致するようにしきい値を変化させ決定した。また, 2 次元断面画像を重ねることにより, 3 次元画像を作成した。

機械的性質は, 万能材料試験機 (インストロン社製 INSTRON 5583) を用いて引張試験にて評価した。引張試験片は, Fig. 1 (b) の円柱状の造形体を平行部直径 3.5 mm, 平行部長さ 18 mm のダンベル状に旋削して作製した。クロスヘッド速度は 1 mm/min とし, 0.2% 耐力はカメラ式伸び計 (Imetrum 社製 iMETRUM Video Gauge 4 Lite) で得られた公称応力-公称ひずみ曲線より算出した。引張試験後の試験片の破断面観察は, 汎用の走査電子顕微鏡 (日本電子 (株) 製 JSM-6610) を使用して実施した。

3 実験結果および考察

3.1 最適条件材の初期状態

Fig. 2 に最適条件材の初期組織を示す。灰色部は初晶 α -Al 相, 白色部は Si 系晶出相であり, レーザ照射により瞬時に溶解・凝固することで得られる特有の組織形態が認められる。また, 水平断面と鉛直断面で組織形態が異なり, 水平断

Fig. 1 Schematic illustrations of (a) laser scanning pattern and (b) stacking direction.

Table 1 Relative density of the as-built SLM specimens fabricated under the optimum and low-energy density laser conditions.

Laser Conditions	Relative density (%)
Optimum	99.96
Low-energy density	98.68

Fig. 2 Initial microstructure of the SLM specimen fabricated under the optimum laser conditions: (a) horizontal plane; (b) vertical plane.

Fig. 3 3D visualization of porosity (black) imaged by X-ray CT scans of the as-built SLM specimen fabricated under the optimum laser conditions.

面ではサブミクロンオーダーの微細なセル状デンドライト組織を呈しているが、鉛直断面ではセル状組織が積層方向すなわち熱流方向に沿って伸長した形態となっている。次に、最適条件で造形した円柱状試験片（直径 7 mm）の X 線 CT による 3 次元画像を Fig. 3 に示す。黒色の領域は、空隙に相当する。造形体内部の空隙は非常に少なく、かなり緻密な造形体であるものの、数十ミクロンオーダーの空隙が偏りなく点在しており、機械的性質への影響が懸念される。

Fig. 4 3D visualization of porosity (black) imaged by X-ray CT scans of the HIPed SLM specimen fabricated under the optimum laser conditions.

Fig. 5 Tensile properties of the as-built and HIPed SLM specimens fabricated under the optimum laser conditions.

3.2 最適条件材の機械的性質に及ぼす HIP 処理の影響

内部の空隙を消滅させることを狙い、HIP 処理を施し、その効果を検証した。HIP 処理した最適条件材の X 線 CT による 3 次元画像を Fig. 4 に示す。表面に開口している空隙は、HIP 処理により加圧することができないため、表面近傍で空隙が若干認められるが、内部では処理前に存在した数十ミクロンオーダーの空隙は認められず、HIP 処理の効果が確認できる。次に、空隙状態の変化による効果を定量的に検証するために、機械的性質を調査した。Fig. 5 に、HIP 処理前後の最適条件材における引張試験の結果を示す。HIP 処理前は、凝固組織にも関わらず 450 MPa 以上の引張強さを示し、ジュラルミンや超ジュラルミンなどの熱処理型の合金に匹敵する特性を有するが²⁵⁾、HIP 処理後は 0.2% 耐力および引張強さが大幅に低下している。一方、破断伸びに関しては、HIP 処理により大幅に向上し、30% 程度の非常に大きな伸びを示すことがわかった。

これらの特性変化の要因を調査するために、HIP 処理後のミクロ組織を観察した。Fig. 6 に、HIP 処理後の最適条件材

Fig. 6 Microstructure of the HIPed SLM specimen fabricated under the optimum laser conditions: (a) horizontal plane; (b) vertical plane.

のミクロ組織を示す。Fig. 2に示した最適条件材のHIP処理前の組織と比べると、水平断面と鉛直断面の異方性は軽減されるが、Si相の分布状態が大きく変化している。すなわち、Si相のサイズがマイクロオーダーに粗大化しており、これが材料強度の低下の一因と考えられる。また、材料強度には α -Al相の状態も大きく影響を及ぼすと考えられる。Liらは、Al-12%Si合金の造形体を500°Cに加熱すると、時間経過とともにSi相が粗大化してその数も減少し、その変化にともない引張強さの低下と破断伸びの増加が起こることを報告している¹²⁾。本研究においても、500°CでのHIP処理によって粒内の析出状態が大きく変化し、強度変化に大きく影響していることが示唆される。

以上のように、本造形体へのHIP処理は、内部の空隙に対して影響を及ぼし、延性も改善できるが、高温に加熱することによる強度低下をもたらすことがわかった。しかしながら、HIP処理したチタン合金等の造形体においては、このように大幅な強度低下は殆ど報告されていない^{12,17)}。本研究でのアルミニウム合金の造形体のように、材料強度がSLM特有の組織に依存する傾向が強い場合は、組織の粗大化による機械的性質の大幅な劣化を招くため、HIP処理の採用は求められる特性や用途に応じて、慎重に判断すべきと考えられる。

3.3 低エネルギー密度材の機械的性質に及ぼすHIP処理の影響

アルミニウムのように熱伝導率の高い金属のSLMでは、内部に空隙が生じやすいため、緻密化された造形体が得られる造形条件範囲は決して広くない。さらに、仮に最適条件で

Fig. 7 Initial microstructure of the SLM specimen fabricated under the low-energy density laser conditions: (a) horizontal plane; (b) vertical plane.

造形しても、内部には空隙が残るため、空隙の位置や量の違いに起因して、機械的性質に個体差が現れることが懸念される。前節で述べたように、HIP処理はアルミニウムの造形体において大幅な強度の低下をもたらすが、内部の空隙をすべて消滅させることができれば、特性の安定性や造形条件範囲の拡大という点では効果が期待できる。そこで、内部の空隙量が異なる試験体を使用して、造形体の空隙量とHIP処理の効果の関係を調査した。

Fig. 7に、低エネルギー密度材の初期組織を示す。水平断面、鉛直断面ともに最適条件材 (Fig. 2) と同様な組織的特徴が認められるが、セルサイズは最適条件材よりも若干微細になっている。これは、低エネルギー密度材のほうが造形温度が低く、かつ冷却速度も速いことが要因として考えられる。低エネルギー密度材のX線CTによる3次元画像をFig. 8に示す。空隙の位置に偏りはなく、造形体の全体に空隙が存在する。最適条件材と比べると明らかに多数の空隙が認められ、また空隙のサイズも大きいことから、機械的性質への影響が大いに懸念される。

次に、最適条件材と同じ条件で低エネルギー密度材にHIP処理を施し、内部のミクロ組織および空隙の変化を調査した。Fig. 9に、HIP処理後の低エネルギー密度材のミクロ組織を示す。最適条件材と同様に、Si相の分布状態は著しく変化し、粗大化していることがわかる。また、HIP処理後の低エネルギー密度材のX線CTによる3次元画像をFig. 10に示す。元々表面に開口していた空隙は残っているが、HIP処理

Fig. 8 3D visualization of porosity (black) imaged by X-ray CT scans of the as-built SLM specimen fabricated under the low-energy density laser conditions.

Fig. 10 3D visualization of porosity (black) imaged by X-ray CT scans of the HIPed SLM specimen fabricated under the low-energy density laser conditions.

Fig. 9 Microstructure of the HIPed SLM specimen fabricated under the low-energy density laser conditions: (a) horizontal plane; (b) vertical plane.

Fig. 11 Tensile properties of the as-built and HIPed SLM specimens fabricated under the low-energy density laser conditions.

により内部に空隙は認められない。したがって、99%以下の相対密度の造形体であっても、HIP処理により特性の改善が期待できる。

初期の空隙量の影響を定量的に検証するために、低エネルギー密度材の機械的性質を調査した。Fig. 11に、HIP処理前後の低エネルギー密度材における引張試験の結果を示す。なお、引張試験片の平行部は直径3.5 mmまで旋削するため、

Fig. 10のX線CTによる3次元画像で確認された表面近傍の空隙の影響は無視できる。最適条件材の結果 (Fig. 5) と比較すると、HIP処理前の低エネルギー密度材においては、0.2%耐力はほぼ同じであるが、引張強さは300 MPa程度とかなり低い値を示す。破断伸びについても、低エネルギー密度材のほうが最適条件材より低い値を示しており、これらの要因は内部の空隙の影響と考えられる。一方、HIP処理後においては、低エネルギー密度材の0.2%耐力および引張強さは最適条件材の値とほぼ同じであるが、破断伸びに関してはHIP処理前よりは向上したものの、最適条件材ほどの増大は見られず、低い値になっている。すなわち、内部の空隙部分は、完全には消滅していない可能性が考えられ、HIP処理を施しても機械的性質の安定化や造形条件範囲の拡大は期待できないことが示唆される。

3.4 HIP処理による空隙の消滅メカニズム

同じHIP処理を施したにも関わらず、最適条件材と比べて低エネルギー密度材のほうが著しく低い伸び値を示した要

因を検証するために、各引張試験片において破断面の観察を行った。Fig. 12に、最適条件材におけるHIP処理前後の引張試験片の破断面を示す。HIP処理前の破断面には、ほぼ全面

Fig. 12 Fractured surfaces of the tensile SLM specimens fabricated under the optimum laser conditions: a) as-built; b) after HIP.

に1 μm 以下の非常に微細なディンプルが認められる。ディンプルの形成には、核となる微細粒子等の存在が必要で、セル状デンドライト組織を形成するSi系の粒子等が要因として考えられる。一方、HIP処理後の破断面は、ほぼ全面に数 μm 程度の粗いディンプルが認められる。これは、HIP処理時に粗大化したSi相等によるものと考えられる。

次に、低エネルギー密度材におけるHIP処理前後の引張試験片の破断面をFig. 13に示す。Fig. 13 (b) (Fig. 13 (a)中の白枠部の拡大)に示すように、HIP処理前の破断面には、最適条件材と同様に微細なディンプルが認められるが、Fig. 13 (a)中の矢印で示すような空隙も部分的に認められる。一方、Fig. 13 (d) (Fig. 13 (c)中の白枠部の拡大)に示すように、HIP処理後の破断面は、大部分で最適条件材と同様な粗いディンプルが観察されるが、一部でFig. 13 (c)中の矢印で示す平坦な部分も認められる。この平坦な部分の発生要因を調査するために、低エネルギー密度材の水平断面のミクロ組織観察と元素分析を行った。Fig. 14に、HIP処理後の低エネルギー密度材の水平断面における(a)二次電子像と(b)同箇所のEPMAによる酸素(O)のマッピング分析の結果を示す。低エネルギー密度材の水平断面には、二次電子像に示すような筋状の欠陥が所々に認められ、この部分からOが検出されていることがわかる。この筋状の欠陥は幅が非常に狭いため、X線CTでは検出されなかったことが予想されるが、元素分析の結果から酸化スケールの存在が示唆される。

HIP処理時の空隙の消滅メカニズムは、拡散接合が支配的であると考えられる。すなわち、加圧によって空隙部分が密着し、さらに物質の相互拡散が起こることで接合が進むと考

Fig. 13 Fractured surfaces of the tensile SLM specimens fabricated under the low-energy density laser conditions: a, b) as-built; c, d) after HIP. The (b) and (d) are magnified images of white frame regions in (a) and (c), respectively.

Fig. 14 (a) Microstructure and (b) mapping analysis of oxygen in the HIPed SLM specimens fabricated under the low-energy density laser conditions.

えられる。しかしながら、アルミニウムは表面に緻密な酸化スケールが存在するため、本質的に拡散接合が難しいことが知られている²⁶⁾。酸化スケールが破壊されるほどの塑性流動を伴えば十分な接合強度が期待できるが、造形体の空隙部分では大きな塑性流動は期待できない。ところで、造形後の空隙内には、アルゴンや水素が残留していることが知られているが⁶⁾、HIP 処理した造形体を再度高温に加熱すると、押し潰されたはずの空隙箇所から空孔が成長し始めることが報告されている²⁷⁾。これは、空隙内に残留するガスが、HIP 処理により外部に完全に放出されるわけではなく、圧縮された状態で造形体内部に存在していることを意味する。以上のことから、HIP 処理前に存在していた空隙は、HIP 処理によって押し潰されるが、空隙部の酸化スケールや残留ガスに阻害されて物質の相互拡散が十分に起こらず、材質的な接合が不十分になったと考えられる。その結果、筋状の欠陥部ではディンプルが形成されず、破断後に平坦な部分として観察されたと考えられる。本研究で実施した HIP 処理条件は一条件のみであるため、処理条件の最適化により上記の筋状の欠陥を消滅できる可能性はあるが、アルミニウム合金の造形体においては、HIP 処理で内部の空隙を完全に無害化することは本質的に難しいと考えられる。このことは、内部の空隙の量や位置の個体差が大きい場合、HIP 処理を施しても機械的性質が安定しないことを示唆している。したがって、アルミニウム合金の積層造形体の品質安定化には、造形条件を最適化して、造形時に可能な限り内部に空隙がない状態にすることが重要と考えられる。

4 結 言

本研究では、Al-10%Si-0.4%Mg 合金の積層造形体における HIP 処理の効果を検証し、以下のような知見が得られた。

- (1) HIP 処理の適用により、造形体の内部の空隙を大幅に減少させることができた。ただし、ミクロ組織は大きく変化し、特に Si 相は粒状化してミクロンオーダーにまで粗大化した。また、ミクロ組織の変化に伴い、耐力や引張強さなどの材料強度は大幅に低下したが、逆に破断伸びは著しく向上した。
- (2) HIP 処理前の造形体では、引張強さと破断伸びは内部の空隙量と相関があり、内部の空隙が少ないほうがより高い値を示した。一方、HIP 処理後の造形体では、HIP 処理前の空隙量の多少による耐力や引張強さの差異は殆ど認められなかった。破断伸びについては、HIP 処理前に内部の空隙が少ないほうがより高い値を示した。
- (3) 引張試験片の破断面観察では、すべての試験片においてディンプルが認められたが、HIP 処理を施した試験片のほうが、より粗いディンプルを呈していた。また、HIP 処理前に空隙の多い造形体では、HIP 処理を施した試験片において、一部でディンプルが形成されていない平坦な部分が観察された。これは、HIP 処理を施しても内部の空隙を材質的に完全に接合させることは難しく、多くの箇所筋状欠陥が残存したことが要因と考えられた。

謝 辞

本研究は JSPS 科研費 JP16K06808 の助成を受けたものです。

文 献

- 1) T. Kimura, T. Nakamoto: Mater. Design, **89** (2016) 1294-1301.
- 2) T. Kimura, T. Nakamoto, M. Mizuno, H. Araki: Mater. Sci. Eng. A, **682** (2017) 593-602.
- 3) T. B. Sercombe, G. B. Schaffer: Science, **301** (2003) 1225-1227.
- 4) T. Kimura, T. Nakamoto: Mater. Trans., **58** (2017) 799-805.
- 5) E. Brandl, U. Heckenberger, V. Holzinger, D. Buchbinder: Mater. Design, **34** (2012) 159-169.
- 6) T. Kimura, T. Nakamoto: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, **61** (2014) 531-537.
- 7) E. O. Olakanmi, R. F. Cochrane, K. W. Dalgarno: J. Mater. Proc. Tech., **211** (2011) 113-212.
- 8) E. Girardin, C. Renghini, J. Dyson, V. Calbucci, F. Moroncini: Mater. Sci. Appl., **2** (2011) 1322-1330.
- 9) D. Manfredi, F. Calignano, M. Krishnan, R. Canali, E. P. Ambrosio, E. Atzeni: Materials, **6** (2013) 856-869.
- 10) M. Fousová, D. Dvorský, A. Michalcová, D. Vojtěch: Mater. Character., **137** (2018) 119-126.
- 11) K. G. Prashanth, S. Scudino, H. J. Klauss, K. B. Surreddi, L. Löber, Z. Wang, A. K. Chaubey, U. Kühn, J. Eckert: Mater. Sci. Eng. A, **590** (2014) 153-160.
- 12) X. P. Li, X. J. Wang, M. Saunders, A. Suvorova, L. C. Zhang, Y.

- J. Liu, M. H. Fang, Z. H. Huang, T. B. Sercombe: *Acta Mater.*, **95** (2015) 74-82.
- 13) N. Takata, H. Kodaira, K. Sekizawa, A. Suzuki, M. Kobashi: *Mater. Sci. Eng. A*, **704** (2017) 218-228.
- 14) W. M. Steen, J. Mazumder: *Laser Mater. Processing* 4th Edition, Springer, (2010) 89-93.
- 15) S. L. Lu, H. P. Tang, Y. P. Ning, N. Liu, D. H. StJohn, M. Qian: *Metall. Mater. Trans. A*, **46A** (2015) 3824-3834.
- 16) N. Perevoshchikova, C. R. Hutchinson, X. Wu: *Mater. Sci. Eng. A*, **657** (2016) 371-382.
- 17) M. W. Wu, P. H. Lai: *Mater. Sci. Eng. A*, **658** (2016) 429-438.
- 18) B. Rutttert, M. Ramsperger, L. M. Roncery, I. L. Galilea, C. Körner, W. Theisen: *Mater. Design*, **110** (2016) 720-727.
- 19) A. Röttger, K. Geenen, M. Windmann, F. Binner, W. Theisen: *Mater. Sci. Eng. A*, **678** (2016) 365-376.
- 20) H. P. Tang, J. Wang, C. N. Song, N. Liu, L. Jia, J. Elambasseril, M. Qian: *JOM*, **69** (2017) 466-471.
- 21) A. Kreitzberg, V. Brailovski, S. Turenne, *Mater. Sci. Eng. A*, **689** (2017) 1-10.
- 22) M. W. Wu, J. K. Chen, B. H. Lin, P. H. Chiang, *Mater. Design*, **134** (2017) 163-170.
- 23) T. Nakamoto, N. Shirakawa, Y. Miyata, T. Sone, H. Inui: *Int. J. of Automation Technology*, **2** (2008) 168-174.
- 24) A. Shimchi: *Mater. Sci. Eng. A*, **428** (2006) 148-158.
- 25) *Structures and Properties of Aluminum*, J. Jpn. Inst. Light Metals (1991).
- 26) T. Enjo, K. Ikeuchi, K. Furukawa: *J. Jpn. Inst. Light Metals*, **35** (1985) 388-395.
- 27) S. Tammis-Williams, P. J. Withers, I. Todd, P. B. Prangnell: *Scr. Mater.*, **122** (2016) 72-76.