

분말 3D 프린팅된 Ti-6Al-4V 합금의 피로특성에 미치는 후열처리의 영향

최영신^a · 장지훈^a · 김건희^b · 이창우^b · 김휘준^c · 이동근^{a*}

^a국립순천대학교 신소재공학과, ^b한국생산기술연구원 강원지역본부, ^c한국생산기술연구원 인천지역본부

Effect of post heat treatment on fatigue properties of EBM 3D-printed Ti-6Al-4V alloy

Young-Sin Choi^a, Ji-Hoon Jang^a, Gun-Hee Kim^b, Chang-Woo Lee^c,
Hwi-Jun Kim^c and Dong-Geun Lee^{a*}

^aSunchon National University, 255, Jungang-ro, Suncheon-Si, Jeollanam-do, Republic of Korea

^bGangwon Regional Division, Korea Institute of Industrial Technology (KITECH), Gwahakdanji-ro 137-41, Gangneung-si, Gangwon-do 25440, Republic of Korea

^cIncheon Regional Division, Korea Institute of Industrial technology (KITECH), Incheon 21999, Republic of Korea

(Received August 17, 2018; Revised August 21, 2018; Accepted August 22, 2018)

Abstract Additive manufacturing by electron beam melting is an affordable process for fabricating near net shaped parts of titanium and its alloys. 3D additive-manufactured parts have various kinds of voids, lack of fusion, etc., and they may affect crack initiation and propagation. Post process is necessary to eliminate or minimize these defects. Hot isostatic pressing (HIP) is the main method, which is expensive. The objective of this paper is to achieve an optimum and simple post heat treatment process without the HIP process. Various post heat treatments are conducted for the 3D-printed Ti-6Al-4V specimen below and above the beta transus temperature (996°C). The as-fabricated EBM Ti-6Al-4V alloy has an α' -martensite structure and transforms into the $\alpha+\beta$ duplex phase during the post heat treatment. The fatigue strength of the as-fabricated specimen is 400 MPa. The post heat treatment at 1000°C/30 min/AC increases the fatigue strength to 420 MPa. By post heat treatment, the interior pore size and the pore volume fraction are reduced and this can increase the fatigue limit.

Keywords: Additive manufacturing, electron beam melting, Ti-6Al-4V, heat treatment, fatigue properties

1. 서 론

Ti-6Al-4V 합금은 상온에서 996°C 온도 영역까지 $\alpha+\beta$ 상으로 이루어져 있으며 다수를 차지하고 있는 α 상은 슬립계의 개수가 적은 HCP구조를 가지고 있어 소성가공이 어렵다는 단점이 있다. 이 때 타이타늄 합금과 같은 변형이 어려운 금속소재의 경우 additive manufacturing (AM) 방식을 적용하면 원하는 형상으로서의 제작이 용이하다.

AM 공정은 분말 및 와이어를 토대로 원하는 형상을

near net shape (NNS) 형태로 만들 수 있는 제조방식이다. 그 중에 분말을 사용한 AM 방식은 크게 powder bed fusion (PBF) 방식과 directed energy deposition (DED) 형태로 나뉜다. 분말을 미리 도포한 후 열원을 조사하는 PBF 방식은 열원의 형태에 따라 selective laser melting (SLM) 방식과 electron beam melting (EBM) 방식으로 나뉜다. EBM 방식은 열원으로 전자빔을 이용하며 레이저빔을 사용하는 SLM 방식보다 넓은 영역을 조사하며 급속냉각이 일어난다는 점이 특징이다[1]. EBM 방식으로 제조

*Corresponding Author: Dong-Geun Lee, TEL: +82-61-750-3555, FAX: +82-61-750-3550, E-mail: leechodg@scnu.ac.kr

된 Ti-6Al-4V 합금은 β 변태점 이상의 온도에서 급속냉각이 일어나며 그에 따른 마르텐사이트가 생성되며 소재의 높은 강도와 경도, 낮은 연신율의 주요 원인이 된다. EBM Ti-6Al-4V 합금은 마르텐사이트로 인한 높은 강도값을 가지나 SLM 보다 낮은 피로특성을 보인다[2, 3]. EBM이 낮은 피로특성을 보이는 주요 요인으로는 용융되지 않은 분말이 SLM보다 많아[3] 이를 제어하기 위해 열간 정수압 성형(hot isostatic pressing; HIP)을 후처리 공정으로 수행한다. HIP처리는 특정한 온도조건에서 등방의 압력을 소재에 가해 소결하는 방식으로 이를 통해 분말야금성형법으로 제조된 시편의 기공을 제거하여 소재의 건전성을 높이며 우수한 기계적 특성을 띠게 한다[4, 5]. 하지만 추가적인 HIP처리 수행은 NNS의 제작을 장점으로 갖는 3D 프린팅의 경제성을 낮추는 역할을 한다.

SLM공정은 HIP처리와 열처리 및 shot-peening 방식 등 후처리 기술이 활발히 연구되었다[6-8]. 반면 EBM 공정은 SLM에 비해 후처리 공정에 대한 연구가 부족한 실정이며 각 문헌별 Ti-6Al-4V 소재의 피로강도에 대한 차이가 심한 편이다[9, 10]. 따라서 본 연구에서 EBM방식으로 3D 프린팅된 Ti-6Al-4V 시편에 HIP를 대신하여 열처리를 수행하였으며 이를 통해 EBM 시편의 기공 및 피로강도에 미치는 영향을 조사하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 실험에서는 Arcam社에서 제조한 Ti-6Al-4V 분말을 활용한 $\Phi 12$, 68 mm의 EBM 방식으로(EBM A2X, Sweden) 수직방향으로 적층된 실린더 형상의 EBM 시편을 사용하였다. 분말의 화학조성은 표 1에 표기되어 있으며 분말입도는 $d_{10}=42 \mu\text{m}$, $d_{50}=63 \mu\text{m}$, $d_{90}=93 \mu\text{m}$ 이다. 전자빔 스캔 속도는 500mm/s로 수행되었으며 동일한 방식으로 적층된 EBM Ti-6Al-4V 시편에 850°C, 950°C, 1000°C 세 가지 조건으로 용체화처리를 수행하였다. 850°C에서는 30분/ 1시간/ 2시간/ AC 열처리를 수행하였으며 900°C 조건은 30분/ AC, 950°C의 경우 30분/ 1시간/ 2시간/ AC 열처리 온도를 유지하였다. β 변태점인 996°C 이상에서의 열처리(1000°C)는 각각 1000°C/ 30분/ 1시간/ AC 로 수행되었다.

광학현미경으로 조건별 열처리 시편의 미세조직 관찰을 통해 OM Image analysis 방식을 사용하여 미세조직에 발견되는 기공들의 크기를 측정하였다. 또한 EBM 시편의

피로강도에 미치는 열처리의 효과를 파악하기 위해 피로시험을 수행하였다. 미세조직은 마이크로폴리싱 수행 후 H₂O 100 ml, HNO₃ 5 ml, HF 2 ml로 에칭하였으며 LEICA ICC50HD를 이용해 $\times 200$, $\times 500$ 배율로 관찰하였다. XRD 회절패턴은 Brucker사의 D8 discover를 사용하여 측정하였다. 3D 프린팅 시편의 피로시험은 ONO bending fatigue tester H7 Shimadzu Japan의 동적회전굽힘피로시험기를 사용하였으며 회전속도 3000 rpm으로 하중별 시험을 진행하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 열처리 조건별 미세조직 특성

As-fabricated 시편의 XRD 패턴을 그림 1에 첨부하였다. α (hcp) peak만이 관찰되었으며 β (bcc) peak는 관찰되지 않았다. Ti-6Al-4V의 α' 마르텐사이트 또한 hcp 구조이며 그림 1 속 붉은 글씨로 쓰여진 α peak 값은 대부분 α' 마르텐사이트 peak와 2 θ 값이 상당수 겹치는 것을 확인하였다[11]. 이는 EBM 공정을 통해 적층된 Ti-6Al-4V 소재는 410°C/s 이상의 빠른 냉각속도를 수반하기 때문인 것으로 보고되고 있으며[12], 따라서 as-fabricated 조직은 α' 마르텐사이트 상을 가지고 초정 α 를 일부 포함하고 있음을 알 수 있다. 열처리를 수행하기 전의 as-fabricated 시편의 미세조직 사진은 그림 2(a)에 삽입되었으며, non-melted powder 및 partially melted powder의 용착 불량 부분이 있음을 육안으로 확인할 수 있다. 이와 비교하여 동일한 조건으로 적층된 EBM Ti-6Al-4V 시편에 각각의 조건으로

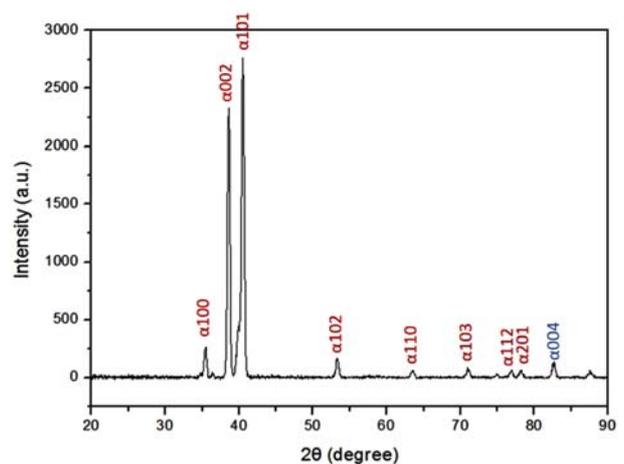


Fig. 1. XRD pattern of EBM 3D-printed Ti-6Al-4V specimen.

Table 1. Chemical compositions of EBM 3D-printed Ti-6Al-4V powder (wt.%)

Elements	Ti	Al	V	Fe	C	N	O	S	P
(wt.%)	Bal.	5.99	4.00	0.24	0.015	0.024	0.170	0.0036	0.0054

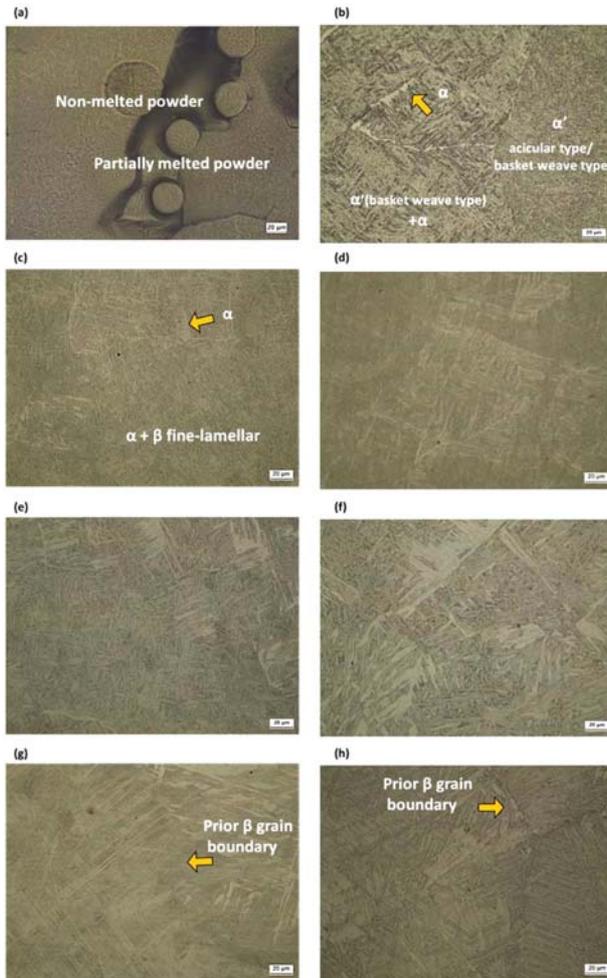


Fig. 2. Microstructures of EBM 3D-printed Ti-6Al-4V obtained by various heat treatments; (a) as-fabricated, (b) 850°C, 30min, AC, (c) 850°C, 1h, AC, (d) 900°C, 30min, AC, (e) 950°C, 30min, AC, (f) 950°C, 1h, AC, (g) 1000°C, 30min, AC, and (h) 1000°C, 1h, AC.

열처리를 수행한 미세조직 사진을 그림 2에 삽입하였다. 850°C/ 30분/ AC의 열처리를 통해 AM 공정 시 생성된 마르텐사이트가 부분적으로 α , β 으로 변태된다(그림 2(a)). Acicular 형태의 마르텐사이트가 grain boundary α phase로 변하는 형태를 많이 띄며 이는 상온에서부터 893°C에 이르기까지 α 상의 Gibbs free energy가 β 보다 낮아 열처리 시 마르텐사이트상에서 우선적으로 변태된 것이다[13]. 상변화가 일어나지 않은 마르텐사이트 조직은 열처리전과 동일하게 acicular 마르텐사이트상(α')이 그대로 유지되어 있는 모습을 보이며 acicular 마르텐사이트 조직 중간에 basket weave pattern 형태의 마르텐사이트를 포함하고 있다. 850°C /1시간/ AC (그림 2(c))의 경우 미세조직이 비슷한 양상을 보이며 열처리 시간의 증가에 따른 결정립 조대화 현상이 미약하게 나타난다. grain boundary α 의 lath 간격이 넓어진 점이 특징이다. 그림 2(d)는 열처리 조

건 900°C/ 30분/ AC 또한 acicular 형상의 grain boundary α 을 갖고 있으며 850°C 미세조직과 비슷한 형태를 보인다. 850°C/ 1시간/ AC 미세조직은 $\alpha+\beta$ basket weave 형상이 많이 관찰되는 반면, 900°C/ 30분/ AC은 조밀한 $\alpha+\beta$ lamellae 형상으로 이루어진 Widmanstatten 조직을 갖는다. 열처리 조건 950°C/ 30분/ AC의 조직에선 (그림 2(e)) 넓어진 grain boundary α 가 발견되며 850°C에선 다수를 이루고 있던 α' 의 조직이 $\alpha+\beta$ 로 완전히 변태된 모습을 보이고 이 형상은 as-fabricated 시편의 마르텐사이트 형상에 기초하고 있다. 950°C 하에 열처리 시간을 증가한 시편은 30분 열처리 때의 시편보다 α 의 lath 간격이 넓어졌지만(그림 2(f)), 눈에 띄는 차이를 보이지 않았다. 1000°C/ 30분/ AC의 조건은 Ti-6Al-4V의 베타 변태점 (996°C) 이상에서 수행되어 fully acicular martensite 상을 fully beta상으로 변태시킨 후 공냉한 열처리이다. 앞서 수행한 850°C, 950°C의 열처리가 α' , α , β 상을 포함하고 있던 것과 달리 1000°C에서의 열처리는 fully beta 단상에서 빠른 냉각을 통해 $\alpha+\beta$ lamellae 구조와 α 및 β basket weave 형상을 띤다. 1000°C 구간에서 초정 베타의 결정립이 조대화되어 베타변태점 아래에서의 열처리 후 공냉한 시편의 미세조직의 초정 α 상의 결정립과 비교하였을 때 초정 결정립 크기가 큰 것을 확인할 수 있다. 1000°C 열처리 시편은 $\alpha+\beta$ 영역에서의 열처리 시편들보다 생성된 α , β 조직이 모두 긴 lath 형태이지만 Lath 길이와는 달리 lath 간격은 좁은 편으로 기계적 물성에 악영향을 미치지 않을 것으로 판단된다. 1000°C/ 30분/ AC 열처리 후 미세조직은 1000°C/ 1시간/ AC 조건과 비교하였을 때 α 의 조대화 영역이 작으며 lath 길이 또한 미세하게 더 짧은 형상을 나타냈다.

3.2. 열처리에 따른 기공의 크기 분포 변화

각 시편들의 내부에 존재하는 기공들의 크기를 측정하였으며 as-fabricated 시편과 850°C 열처리시편 세가지 및 950°C에서 수행한 세 가지 열처리 시편 총 7가지 시편의 기공 크기별 분포도를 그림 3에 삽입하였다. As-fabricated 시편은 5 μm 이하의 기공 개수가 적고 50~80 μm 크기의 기공이 일정 수 존재함을 확인하였다. 850°C/30분/AC 열처리는 15~30 μm 크기의 기공 분포도가 as-fabricated 시편과 큰 차이를 보이지 않으나 5 μm 이하의 미세한 기공 분율이 증가하였고 5~10 μm 의 기공 개수도 일정 부분 감소하는 모습을 보였다. 또한, as-fabricated 시편에 존재하던 50 μm 이상 크기의 기공이 많이 감소하였다. 850°C/ 1시간/ AC 열처리는 20~25 μm , 35~40 μm 크기의 기공들이 거의 발견되지 않았고, 50~65 μm , 100 μm 에 달하는 크기의 용착 불량부분에 의한 기공들이 존재하는 것을 확인할 수 있었다. 850°C/2시간/AC 열처리는 기공 및 결함의

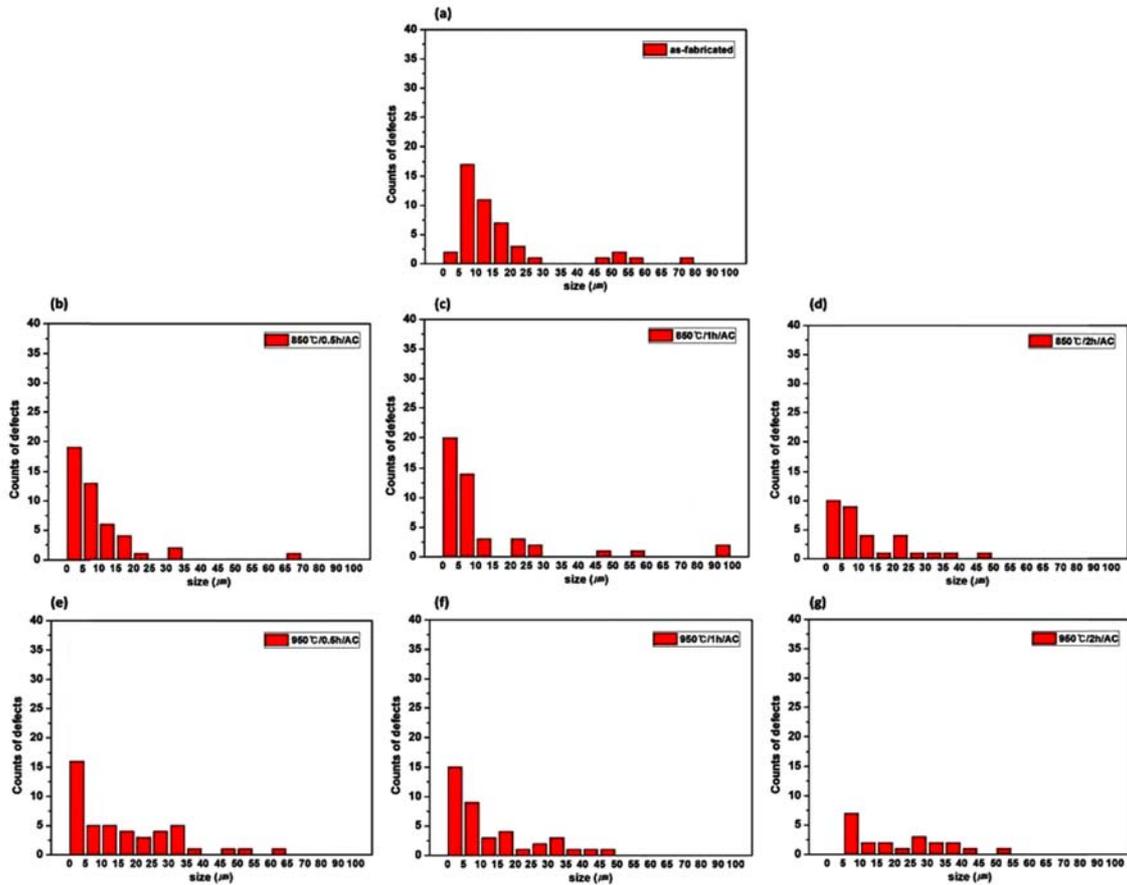


Fig. 3. Distribution of pore size and numbers at various post heat treatments of Ti-6Al-4V alloy fabricated by EBM 3D printing; (a) as-fabricated, (b) 850°C, 30min, AC, (c) 850°C, 1h, AC, (d) 850°C, 2h, AC, (e) 950°C, 30min, AC, (f) 950°C, 1h, AC, and (g) 950°C, 2h, AC.

개수가 850°C 타조건 열처리들에 비하여 확연히 줄어드는 모습을 보이며 피로 균열에 악영향을 미치는 55 μm 이상의 용착 불량부가 관찰되지 않았다. 950°C/ 30분/ 1시간/ 2시간/ AC 세 가지 조건에서 모두 as-fabricated 및 850°C 열처리 시편들보다 현저히 기공 및 결합부의 개수가 적었으며 950°C/ 30분/ AC 조건보다 950°C /1시간/ AC 조건이 30~70 μm 사이의 기공 개수가 작았으며 10 μm 이하의 기공 개수가 늘어 30분 열처리보다 기공 제어에 효과적이라 할 수 있다. 950°C/ 2시간/ AC는 850°C에서와 마찬가지로 열처리시간이 길어질수록 기공의 개수가 줄어들었으며 10 μm 이하의 기공 수도 줄어들었음을 확인하였다. 그 외의 열처리 조건들에서도 55 μm 이상의 기공들은 약

1~2개 수준으로 소량 존재하였다. 이와 같이 후열처리를 통해 약 10~40 μm정도 크기의 결함 제어에 일정수준 효과를 보임을 확인하였다. 장시간 열처리를 하면 기공 면적이 증가하게 된다는 논문이 존재하지만[14] 불규칙적인 형상의 기공 제어에 효율적이라는 연구가 있다[15]. 각 시편들의 10 μm 이하의 기공들이 전체 결함에서 차지하는 비율을 표 2에 삽입하였다. As-fabricated 시편은 10 μm 이하의 기공들이 전체의 42.9%를 차지하는 반면 열처리를 수행한 시편들은 950°C/ 30분/ AC, 950°C/ 2시간/ AC 두 가지 조건을 제외한 조건들에서 10 μm 이하의 기공들이 전체의 60%~75%를 차지하는 양상을 보였다. 따라서 EBM Ti-6Al-4V 시편에 열처리를 수행하면 시간이 증가할수록 (~2시간)

Table 2. Fraction of the pore size under 10 μm at various post heat treatments.

Conditions	as-fabricated	850°C/30min/ AC	850°C/1h/AC	850°C/2h/AC	950°C/30min/ AC	950°C/1h/AC	950°C/2h/AC
Fraction of under 10 μm pore size	42.85%	60.86%	73.61%	59.37%	45.65%	60.00%	33.34%

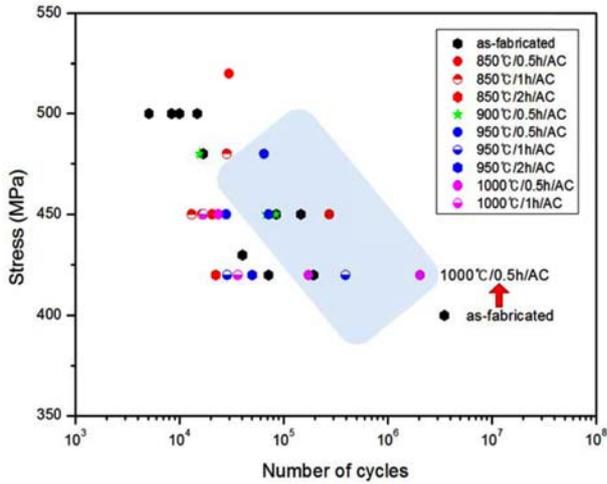


Fig. 4. Variation of fatigue stress as a function of post heat treatment conditions for Ti-6Al-4V alloy fabricated by EBM 3D printing.

유해한 기공의 개수가 감소하며, 0~10 μm 크기의 기공이 차지하는 비율이 증가함을 알 수 있었다.

3.3. 고주기 피로 특성

EBM방식으로 분말 3D 프린팅된 Ti-6Al-4V 합금 시편을 as-fabricated 시편 및 각 조건별 열처리된 시편들에 대해 고주기 피로시험을 실시하여 그 결과를 그림 4에 나타내었다. 열처리를 통한 피로강도 증가를 평가하기 위해 400 MPa 이상의 조건에서 시험을 진행하였으며 1000°C/30분/AC 열처리 시편이 가장 우수한 피로특성을 띄었고 420 MPa의 응력에서 2×10^6 회전수를 기록하였다. 또한 동적 회전굽힘 피로시험 결과를 나타낸 그림 4의 S-N 곡선에서 확인할 수 있듯이 1000°C/30분/AC, 850°C/30분/AC, 950°C/30분/AC의 열처리의 피로특성이 곡선의 가장 우상향 방향에 위치하여 실험 조건들 중에서 우수한 조건임을 확인할 수 있었다. β 변태점 이하 (850~950°C) 열처리는 각 온도 별 열처리 시간이 길어질수록 Ti-6Al-4V 상태도의 lever rule에 의해 β 상으로 변태될 시간이 확보됨으로 인해 피로강도가 일부 감소하는 경향을 나타냈다. 그림 5는 450 MPa 응력하에서 피로시험이 진행된 850°C/30분/AC, 900°C/30분/AC, 950°C/30분/AC의 열처리 시편의 피로파단면을 관찰한 것이다. 850°C의 경우 타 열처리 조건에 비해 파단면이 고르며 발견된 기공의 개수가 적었고 동시다발적 균열 개시 형태를 띠지 않았다. 850°C/30분/AC 열처리 시편 파단면에서 35.6~41.3 μm , 900°C/30분/AC 열처리의 시편의 파단면에서 37.5~93.7 μm 의 기공이 관찰되었으며 950°C/30분/AC 열처리의 시편 또한 50~60 μm 의 기공이 관찰되었다. 열처리 온

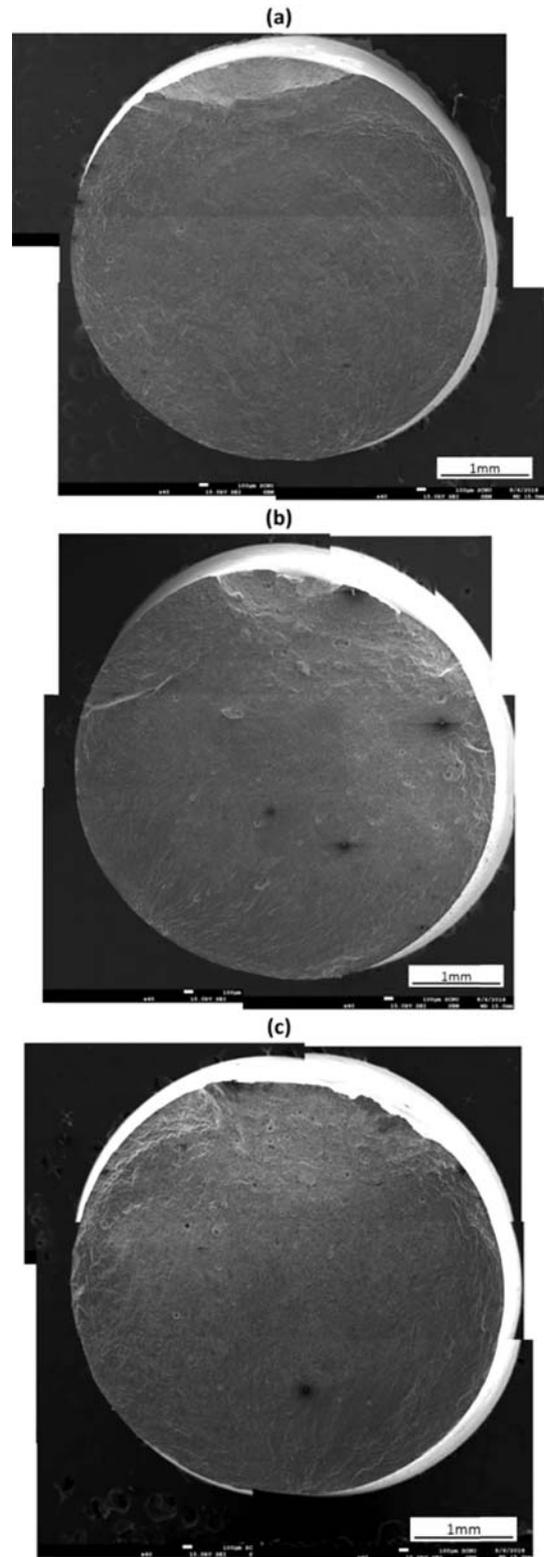


Fig. 5. Fractographs of EBM 3D-printed Ti-6Al-4V specimens; (a) 850°C, 30min, AC (450 MPa), (b) 900°C, 30min, AC (450 MPa), and (c) 950°C 30min, AC (450 MPa).

도가 증가함에 따라 동적 피로특성에 직접적 영향을 미치는 큰 기공의 개수는 감소하며 기공의 크기는 거의 유지

되고 있어 피로파괴에 치명적 영향을 미치게 된다. 이에 900°C, 950°C 조건 모두의 피로파면에 큰 기공이 관찰 되는 것을 확인할 수 있다. 기공은 균열 개시점으로 작용하기도 하지만 균열 생성시 균열 전파에 큰 영향을 미치므로 효율적으로 기공의 크기와 분율을 줄이는 것이 필요하다. 850°C/30분/AC 열처리를 통해 약 40 μm 이하 크기의 기공을 포함한 피로시편은 450MPa의 응력에서 회전수 이상을 버틸 수 있음을 확인하였으며, 1000°C/ 30분/ AC 열처리 시편은 420 MPa 응력하에 2×10^6 회전수를 기록하여 as-fabricated EBM Ti-6Al-4V의 피로강도 400 MPa보다 20 MPa 만큼 향상시킬 수 있음을 확인하였다. 피로특성 증가를 위한 열처리는 850°C~1000°C 구간에서 약 30분 정도의 짧은 시간 용체화 처리 후 공냉하는 것이 바람직한 것으로 판단된다.

4. 결 론

EBM방식으로 분말 3D 프린팅된 Ti-6Al-4V합금을 베타 변태점(996°C) 이하인 850°C~950°C에서 열처리한 후 공냉한 EBM시편은 α' 이 $\alpha+\beta$ 로 변태되며 미세한 조직 형상을 띄며 열처리 시간의 증가에 따라 점차 조대화되었다. 베타 변태점이상인 1000°C에서 열처리를 수행한 EBM 시편은 fully β 단상영역에서 냉각됨에 따라 $\alpha+\beta$ lamellae 구조와 $\alpha-\beta$ basket weave 구조를 가지며, 보다 큰 결정립 크기의 전형적인 Widmanstätten $\alpha+\beta$ 조직을 나타내었다.

As-fabricated 시편은 0~80 μm에 이르는 다양한 크기의 기공이 분포하고 있다. 열처리를 0.5시간 수행하였을 때 작은 크기(0~10 μm)의 결함 수가 증가하는 모습을 보였으며 1시간 수행하였을 때 중간 범위(40~60 μm) 용착 불량 부분의 개수가 줄어들었고, 2시간 열처리 수행 시 모든 범위에서 결함 개수가 감소하는 것을 확인하였다. 즉, 열처리에 따른 기공 감소는 시간이 증가함에 따라 효과적임을 알 수 있다. 10 μm 이하의 작은 기공이 전체 결함부에서 차지하는 비율은 각 온도조건별 1시간 열처리를 수행하였을 때가 가장 높게 나타났다.

3D 프린팅된 Ti-6Al-4V 시편의 동적회전굽힘피로강도는 400 MPa이었으나 1000°C/ 30분/ AC 열처리된 시편의 피로강도는 420 MPa로서, 3D프린팅후 단순한 후열처리를 통해 20 MPa만큼 큰 피로강도 향상을 꾀할 수 있었다. 또한 후열처리를 통해 40~60 μm의 기공들이 35 μm 이하로 줄어들

확인하였으며, 열처리가 기공 크기를 일정수준 감소시키며 이를 통한 피로강도 증가를 야기함을 확인하였다.

감사의 글

본 논문은 2017년도 산업통상자원부(MOTIE)와 산업기술 평가관리원(KEIT) 산업핵심기술개발사업의 연구지원으로 수행되었으며(과제번호: 10053101), 이에 감사드립니다.

References

- [1] D. Gibson, R. Plume, E. Bergin, S. Ragan and N. Evans: *Astrophys J.*, **705** (2009) 123.
- [2] H.K. Rafi, N.V. Karthik, Haijun Gong, Thomas L. Starr and Brent E. Stucker: *J. Mater. Eng. Perform.*, **22** (2013) 3872.
- [3] V. Chastand, P. Quaegebeur, W. Maia and E. Charkaluk: *Mater. Charact.*, (2018) Available online 27 March (in press).
- [4] N. Hrabec, T. G. Herold and T. Quinn: *Int. J. Fatigue*, **94** (2017) 202.
- [5] G.S. Shin, Y-T. Hyun, N-K. Park, Y-H. Park and D-G. Lee: *J. Korean Powder Metall. Inst.*, **24** (2017) 235.
- [6] T. Vilaro, C. Colin and J. D. Bartout: *Metall. Mater. Trans. A*, **42** (2011) 3190.
- [7] T.H. Becker, M. Beck and C. Scheffer: *South Africal Journal of Industrial Engineering* **26** (2015) 1.
- [8] E. Wycisk, C. Emmelmann, S. Siddique and F. Walther: *Adv. Mater. Res.*, **816-817** (2013) 134.
- [9] S. Hongbo, C. Zheyuan, L. Jianrong, G. Shuili and X. Jianzhong: *Rare Met. Mater. Eng.*, **43** (2014) 780.
- [10] A. Kirchner, B. Klöden, T. Weißgärber, B. Kieback, A. Schoberth, S. Bagehorn and D. Greitemeier: *Euro PM2015 Proceedings: AM - Electron Beam Melting*, (2015).
- [11] H. Beladi, Q. Chao and G.S. Rohrer: *Acta Mater.*, **80** (2014) 478.
- [12] T. Ahmed and H.J. Rack: *Mater. Sci. Eng., A* **243** (1998) 206.
- [13] S.L. Lu, M. Qian, H.P. Tang, M. Yan, J. Wang and D.H. Stjohn: *Acta Mater.*, **104** (2016) 303.
- [14] S.T. Williams, P.J. Withers, I. Todd and P.B. Prangnell: *Scripta Mater.*, **122** (2016) 72.
- [15] Bin Zhang, K.M. Han, S. Shao, N. Shamsaei and S.M. Thompson: *Solid Freeform Fabrication 2017: Proceedings of the 28th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*. (2017) 107.