J. Korean Powder Metall. Inst., Vol. 27, No. 6, 509-519, 2020
DOI: 10.4150/KPMI.2020.27.6.509
ISSN 1225-7591(Print) / ISSN 2287-8173(Online)

Review Paper

금속 Powder Bed Fusion(PBF) 공정용 분말의 특성평가 방법 및 관련 연구 동향

이 빈[a,*] · 김대겸[a,b] · 김영일[a,c] · 김도훈[a,c] · 손 용[d] · 박경태[a] · 김택수[e]

[a]한국생산기술연구원 한국희소금속산업기술센터, [b]한양대학교 신소재공학과, [c]충북대학교 신소재공학과,
[d]한국생산기술연구원 공정지능연구부문, [e]한국생산기술연구원 뿌리기술연구소

Review on Characterization Method and Recent Research Trend about Metal Powder for Powder Bed Fusion (PBF) Process

Bin Lee[a,*], Dae-Kyeom Kim[a,b], Young Il Kim[a,c], Do Hoon Kim[a,c], Yong Son[d], Kyoung-Tae Park[a] and Taek-Soo Kim[e]

[a]Korea Institute for Rare Metals, Korea Institute of Industrial Technology, Incheon 21999, Republic of Korea
[b]Division of Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 04763, Republic of Korea
[c]Department of Advanced Materials Engineering, Chungbuk National University, Cheongju 28644, Republic of Korea
[d]Intelligent Manufacturing R&D Department, Korea Institute of Industrial Technology, Siheung 15014, Republic of Korea
[e]Research Institute of Advanced Manufacturing Technology, Incheon 21999, Republic of Korea

(Received November 2, 2020; Revised November 26, 2020; Accepted November 30, 2020)

Abstract A well-established characterization method is required in powder bed fusion (PBF) metal additive manufacturing, where metal powder is used. The characterization methods from the traditional powder metallurgy process are still being used. However, it is necessary to develop advanced methods of property evaluation with the advances in additive manufacturing technology. In this article, the characterization methods of powders for metal PBF are reviewed, and the recent research trends are introduced. Standardization status and specifications for metal powder for the PBF process which published by the ISO, ASTM, and MPIF are also covered. The establishment of powder characterization methods are expected to contribute to the metal powder industry and the advancement of additive manufacturing technology through the creation of related databases.

Keywords: Powder bed fustion, Metal 3D printing, Metal powder characterization, Flowability, Spreadability

1. Introduction

금속 3D 프린팅 기술은 설계의 자유도가 높고, 금형을 필요로 하지 않으며, 수 μm 수준의 정밀한 조형이 가능하다는 특징이 있다. 항공, 우주, 수송기기, 국방, 의료 및 금형 산업의 일부 분야에서 주조, 금형 등을 활용한 기존 제조기술에 비한 장점을 갖고 있어, 시장이 점진적으로 형성되고 있다.

ASTM Committee F42에서는 Material extrusion, Material jetting 등을 포함한 7개의 공정을 Additive manufacturing, 즉 3D 프린팅의 범주로 정의하였고[1], 이 중 2020년 현재 상용화의 영역에 들어와 있는 금속 관련 공정은 Powder Bed Fusion(PBF) 공정 및 Directed Energy Deposition(DED) 공정이다.

이 중 PBF 공정은 금속 분말을 평평히 도포할 수 있는 분말 베드에 수십 μm의 분말 층을 동일한 두께로 쌓으며,

- 이 빈: 선임연구원, 김대겸·김영일·김도훈: 학생, 손 용, 박경태, 김택수: 수석연구원
*Corresponding Author: Bin Lee, **TEL:** +82-32-458-5114, **FAX:** +82-32-458-5120, **E-mail:** lbin@kitech.re.kr

레이저 또는 전자빔을 적층하고자 하는 영역에 선택적으로 조사하여 3차원 부품을 제조하는 적층가공 공정이다. DED 공정에 비해 형상의 자유도와 치수 정밀도가 더 높은 장점이 있는 것으로 알려져 있다.

일반적으로 PBF 공정에는 Atomization법을 통해 제조된 50 μm 이하의 분말이 사용된다. 원하는 물성의 부품을 얻기 위해 정밀히 제어된 상(phase), 조성(composition) 및 순도(purity)가 요구되며, 이들은 필수적으로 평가되어야 하는 분말의 특성이다.

상기 상, 조성 및 순도 등은 '소재'의 관점에서 제조된 부품의 물성과의 연관성이 있다. PBF '공정'에서는 균일하고 최적화된 층별 물성을 얻기 위해 분말 베드에 분말을 쌓는 리코팅(recoating) 공정이 원활히 이뤄져야 한다[2]. 리코팅이 원활히 이루어지는 정도를 나타내는 리코팅능은 Spreadability라는 용어로도 연구되고 있다[3-5].

리코팅능을 예측하기 위한 특성평가에는 미세조직 분석을 통한 분말의 형상 관찰, 분말의 크기 분포 측정이 있다. 구형 분말 제조를 위한 아토마이징 공정에서 형성된 위성분말이 리코팅능에 영향을 준다는 보고가 있어[6, 7], 형상 관찰 시 주의가 필요하다. 또한 원활한 리코팅을 위해서는 유동도가 중요한 요소이기 때문에 전통적인 분말야금 공정에서 활용되는 Flowability(흐름성)[8], Tap density(탭밀도)[9], Angle of repose(안식각)[3] 등을 측정하고 있고, 결과값이 PBF 리코팅과 상관관계를 갖고 있는 것으로 알려

Table 1. Metal Powder Characterization Standards from ISO and ASTM

순번	표준번호	표준명	reference
1	ISO/ASTM 52907	Additive manufacturing – Feedstock materials – Methods to characterize metallic powders	[10]
2	ISO 3310-1	Test sieves – Technical requirements and testing – Part 1: Test sieves of metal wire cloth	[13]
3	ASTM E11	Standard specification for woven wire test sieve cloth and test sieves	[14]
4	ASTM B214	Standard test method for sieve analysis of metal powders	[15]
5	ISO 4497	Metallic powders - Determination of particle size by dry sieving	[16]
6	ISO 2591-1	Test sieving – Part 1: Methods using test sieves of woven wire cloth and perforated metal plate	[17]
7	ASTM B822	Standard test method for particle size distribution of metal powders and related compounds by light scattering	[18]
8	ISO 13320	Particle size analysis – Laser diffraction methods	[19]
9	ISO 4490	Metallic powders – Determination of flow rate by means of a calibrated funnel (Hall flowmeter)	[23]
10	ASTM B213	Standard test methods for flow rate of metal powders using the hall flowmeter funnel	[24]
11	ASTM B964	Standard test methods for flow rate of metal powders using the carney funnel	[25]
12	ISO 13517	Metallic powders - Determination of flow rate by means of calibrated funnel (Gustavsson flowmeter)	[27]
13	ASTM B212	Standard test method for apparent density of free-flowing metal powders using the hall flowmeter funnel	[28]
14	ISO 3923-1	Metallic powders – Determination of apparent density – Part 1: Funnel method	[29]
15	ASTM B417	Standard test method for apparent density of non-free-flowing metal powders using the carney funnel	[30]
16	ASTM B329	Standard test method for apparent density of metal powders and compounds using the scott volumeter	[31]
17	ASTM B703	Standard test method for apparent density of metal powders and related compounds using the arnold meter	[32]
18	ASTM B527	Standard test method for tap density of metal powders and compounds	[33]
19	ISO 3953	Metallic powders - Determination of tap density	[34]
20	ASTM D6393	Standard test method for bulk solids characterization by carr indices	[36]
21	ISO/ASTM 52900	Additive manufacturing – General principles – Terminology	[39]
22	ISO/ASTM 52901	Additive manufacturing – General principles – Requirements for purchased AM parts	[40]
23	ASTM F3049	Standard guide for characterizing properties of metal powders used for additive manufacturing processes	[41]
24	ASTM B855	Standard test method for volumetric flow rate of metal powders using the arnold meter and hall flowmeter funnel	[42]
25	ASTM B923	Standard test method for metal powder skeletal density by helium or nitrogen pycnometry	[43]
26	ASTM D7891	Standard test method for shear testing of powders using the freeman technology FT4 powder rheometer shear cell	[48]

져 있다.

하지만 이 역시 직접적인 리코팅능 측정이 아니므로 한계를 보이고 있다. 예를 들면, Hall Flowmeter, 심지어 Carney flowmeter를 이용해 측정이 불가능한 분말들은 Flowability의 정량적 비교가 불가능하다. 또한 후술할 적층제조용 금속 분말 특성평가법을 다루는 ISO/ASTM 52907에서도 Flowability와 Spreadability가 직접적인 관계를 갖고 있지 않다고 명시하고 있어[10], 전통적인 측정방식에 대한 의문 제기와 새로운 리코팅능 측정법에 대한 연구가 진행되고 있다. Avalanche angle을 측정하는 방식과 FT4 장비를 활용하여 Rheometer를 측정하는 방식이 대표적이다[8].

기존 정립된 분말 특성평가법을 바탕으로, PBF용 분말의 특성평가법을 표준화하려는 노력도 진행 중이다. ASTM과 MPIF 등의 기관이 대표적이며, 전통적인 측정방식들을 조합하여 일련의 표준화된 측정평가법을 제공하고 있다.

금속 3D 프린팅을 통한 부품 제조의 원가 절감을 위한 저가형 금속 분말의 사용 가능 여부, 분말의 재사용 가능 여부, 미지의 분말의 특성평가를 통한 PBF 공정 적용 가능 여부 등 정립된 특성평가법이 필요하다. 또한 국내 적층제조용 분말 제조업체의 3D 프린팅용 분말이, 3D 프린터에 적용될 수 있는지를 평가할 수 있는 일련의 가이드라인이 필요한 상황이다.

본 기고문에서는, PBF용 분말의 특성평가 방법을 목적별로 정리하고, 국제적인 표준화 현황에 대해서 분석해보고자 한다. 또한, PBF용 분말의 새로운 리코팅능 측정법에 대한 연구 현황 및 특징들에 대해 리뷰함을 통해 연구동향을 정리하고 추후 연구 방안을 제시하고자 한다. 먼저, 본 기고문에서 다룰 ISO, ASTM 등의 표준을 표 1에 정리하였다.

2. PBF용 금속 분말 특성평가 방법

2.1 분말 크기 및 형상

분말의 크기 및 형상은 PBF 공정의 적용에 있어 가장 중요한 요소라고 할 수 있다. PBF 공정 중 하부 Plate의 z축 방향 이동거리, 즉 powder bed의 두께와도 밀접한 관계를 갖고 있다. 본 연구팀에서는 Powder bed의 z축 방향 이동거리보다 큰 분말이 포함되어 있을 경우 적층가공체에 pore가 크게 증가한다는 시뮬레이션 결과를 제시한 바 있다[11].

또한 분말 크기가 다르면 같은 Parameter의 SLM 공정을 적용하더라도 Balling 또는 크랙형성 여부가 변화하는 등[12] 분말 크기(particle size)는 PBF 공정에 중요한 영향을 미친다. 분말의 형상 역시 Powder bed의 밀도에 영향을 주는 것으로 보고된 바 있어, 분말 형상에 대한 측정도 필요하다.

가장 간단한 측정법은 Sieve analysis(체 분석)이다. 특정한 체눈 크기의 sieve에 분말을 통과시켜서 포집된 분말의 질량을 측정하여 체눈 크기 이하의 분말 함량을 파악할 수 있다. 체눈의 크기가 다른 Sieve를 층층이 겹쳐 측정하면 분말 크기의 분포를 정량적으로 측정가능하다. Sieve는 ISO 3310(Test sieves – Technical requirements and testing – Part 1: test sieves of metal wire cloth)[13], ASTM E11(Standard specification for woven wire test sieve cloth and test sieves)[14]의 표준으로 만들어진 Sieve를 주로 사용하는데, PBF에 활용가능한 크기로는 ISO 3310 기준 53, 50, 45, 40, 38, 36, 32, 25, 20 μm 등이 있으며, ASTM E11 기준 53, 45, 38, 32, 25, 20 μm 등이 있다. Sieve analysis를 활용한 금속 분말의 측정방법으로는 ASTM B214(Standard test method for sieve analysis of metal powders)[15], ISO 4497(Metallic powders - Determination of particle size by dry sieving)[16], ISO 2591-1(Test sieving – Part 1: Methods using test sieves of woven wire cloth and perforated metal plate)[17] 등이 있다.

ASTM B822(Standard test method for particle size distribution of metal powders and related compounds by light scattering)[18]는 light scattering을 활용한 분말의 특성평가 가이드를 제시하고 있다. 또한 ISO 13320(Particle size analysis – Laser diffraction methods)[19] 역시 유사한 원리의 분말 입도 분석 방법이다. Sampling을 통해 적은 양의 분말로 측정이 가능하며 빠르고 정확한 측정법으로, 가장 널리 사용되고 있다. ASTM B822 표준을 통해 측정된 분말의 입도 분포 측정 결과를 Fig. 1(a)에 나타내었다.

이 밖에 광학현미경, 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope, SEM) 등을 활용하여 미세조직을 직접 관찰하는 방법도 있다. 이 경우 상기 방법들에 비해 국소적인 영역의 측정만이 가능하지만, 크기 뿐 아니라 위성분말(satellite), 불규칙형상 등 흐름성에 영향을 준다고 알려져 있는 분말의 형상 측정이 가능하다는 장점이 있어 필수적으로 측정된다. SEM을 사용하여 분말의 형상을 측정한 결과의 예시를 Fig. 1(b)에 나타내었다.

마찬가지로 분말 형상 측정을 위해 Particle Shape Analyzer[20] 또는 Micro X-ray CT[21] 등의 장비를 활용한 연구도 진행 중이다. 널리 활용되는 장비는 아니지만, 구형도 등을 정량화할 수 있다는 장점을 바탕으로 일부 연구팀에서 형상과 적층가공물과의 관계에 대한 연구결과가 보고되고 있다.

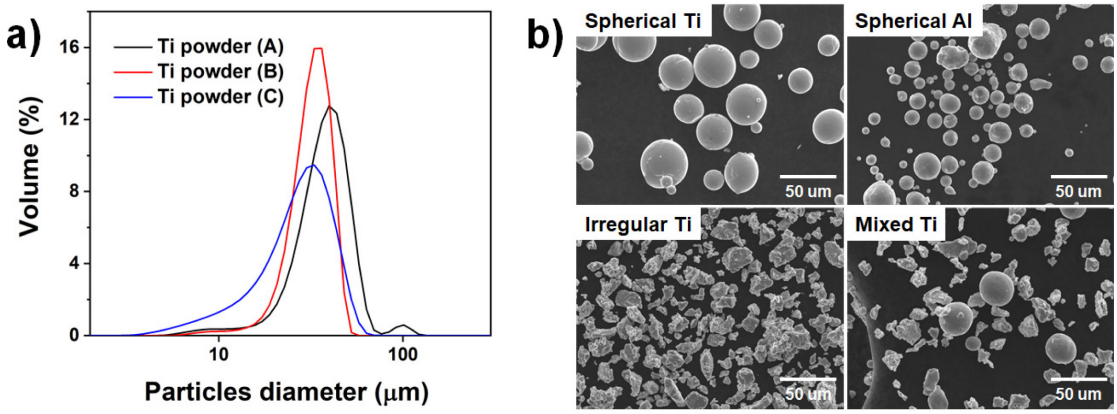

Fig. 1. Examples of (a) particle size analyze and (b) SEM measurement for metal powders.

2.2 상, 조성 및 순도 분석

제조된 적층가공용 분말이 원하는 상(phase), 조성(composition) 및 순도(purity)를 가지고 있는지에 대한 전통적인 재료공학적 분석도 수행된다. 상분석을 위한 측정법으로는 X-선 회절 분석법(X-ray Diffraction, XRD) 및 후방 산란 전자회절 분석법(Electron Backscatter Diffraction, EBSD) 등이 있다. XRD의 경우 분말의 전반적인 상 분포를 파악할 수 있으며, EBSD는 미세조직 내에서의 상 분포 상태를 확인할 수 있다.

조성과 순도는 '원소 분석'이라는 측면에서 동일하나, 합금 분말 제조과정에서의 '합금화'가 원하는 조성대로 이루어졌는지에 대한 측정이 '조성' 분석이며, 산소(oxygen), 질소(nitrogen), 탄소(carbon) 및 분말 제조공정에서의 오염물질에 대한 측정이 '순도' 분석으로 구분될 수 있다.

일반적으로 조성 분석은 X선 형광분광법(X-ray Fluorescence, XRF), 유도 결합 플라즈마 분광 분석법(Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectroscopy, ICP-OES), 및 유도 결합 플라즈마 질량 분석법(Inductively Coupled Plasma Mass Spectroscopy, ICP-MS) 등의 측정법으로 이뤄진다. 원하는 조성 정량 측정의 정밀도에 따라 측정 방법을 선택하여 활용할 수 있다. Vunnam[22] 등의 논문에서는, 같은 17-4PH강 분말이더라도, 미세한 Cr, Ni 조성 변화에 따라 적층가공 후의 미세조직이 확연히 차이나는 결과를 보여주고 있다. 따라서 적층가공물의 최적화에 있어, 정교한 조성분석은 필수적이다.

불순물 분석은 일반적인 적층가공용 분말 제조공정인 Gas atomizing 및 Water atomizing 공정 중 오염요소인 도가니 성분, 장비의 진공상태 또는 분말 제조 후 분급, 포장, 보관 등의 과정에서 침투될 수 있는 산소, 탄소, 질소 등의 원소를 측정하는 측정을 의미한다. 일반적으로 무기물의 산소/질소/수소를 측정하는 장비와 탄소/황을 측정하는 장비가 구분되어 있다. 철강에서는 탄소 함량에 따라 강종을 구별하고, 타이타늄 금속은 산소 함량에 따라 Grade 1~4를 구분하는 등 불순물 원소의 함량은 적층가공물의 기계적 물성, 공정변수 등에 큰 영향을 줄 수 있어 주의 깊은 측정이 필요하다.

2.3 흐름성 분석

서론에서 언급했듯, 원활한 PBF 공정의 적용을 위해 분말이 Powder bed에 균일하게 도포(recoating)되어야 하며 이는 일반적으로 분말의 흐름성과 상관관계가 있다고 알려져 있다. 따라서 분말의 흐름성을 측정하는 기존의 유동도(flowability 또는 flow rate), 분말 밀도(powder density), 안식각(angle of repose) 등의 측정법이 활용된다.

깔때기(funnel) 모양의 장치에 정량의 분말을 투입한 후 분말이 중력에 의해 모두 떨어질 때까지의 시간을 측정하는 방식이 일반적인 유동도의 측정방법이다. 가장 기본적인 측정법은 "Hall flowmeter" 측정법이다. 2.5 mm 직경의 구멍이 있는 Standard funnel에 50 g의 분말을 낙하시키는 ISO 4490(Metallic powders – Determination of flow rate by means of a calibrated funnel (Hall flowmeter))[23] 및 ASTM B213(Standard test methods for flow rate of metal powders using the hall flowmeter funnel)[24] 표준을 따른다.

분말의 유동도가 부족하여 발생한 막힘 현상으로 상기 Hall flowmeter로 측정이 어려운 경우 또는 알루미늄 등 경량 금속의 경우, ASTM B964(Standard test methods for flow rate of metal powders using the carney funnel)[25]의 규격에 있는 Carney funnel을 이용하기도 한다. Carney funnel의 Standard funnel과 비교되는 가장 큰 차이는 분말이 낙하되는 구멍의 크기가 5 mm로 더 크다는 점이다. Hall flowmeter 및 Standard, Carney funnel의 구조 및 실제사진을 Fig. 2(a)-(c)에 나타내었다.

상기 Hall flowmeter와 Carney flowmeter의 Funnel은 내부 각도가 60°로 비교적 완만한 경사를 보유하고 있어, 흐

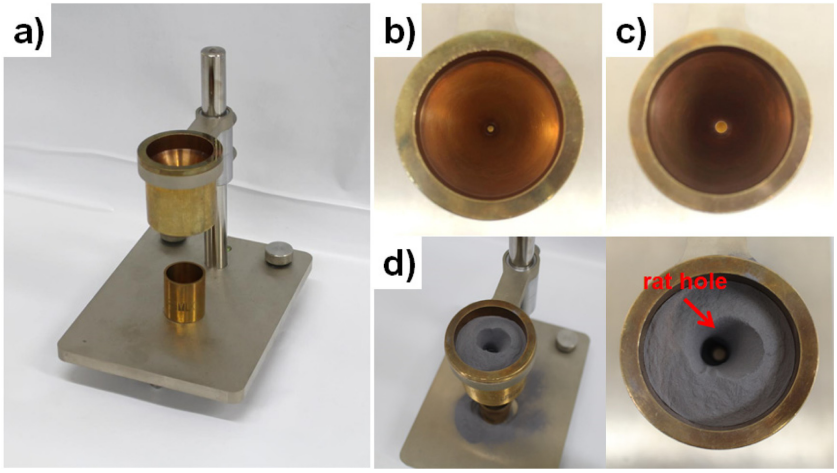

Fig. 2. a) Hall flowmeter, b) Standard funnel, c) Carney funnel, and d) rat hole phenomena at hall flowmeter.

름성이 낮은 분말의 경우 funnel 벽에 가까운 분말의 낙하 속도가 중앙에 있는 분말의 낙하속도와 차이가 나는 "rat hole"이라고 불리는 현상이 발생하기도 한다. 실제 funnel 내에서 rat hole이 발생했을 때의 모습을 Fig. 2(d)에 나타내었다. 일부 연구자 들은 상기 현상이 정확한 흐름성 측정에 영향을 줄 수 있다고 주장하고 있어, 2.5 mm 직경 구멍 및 Funnel 각도 30°의 더 급격한 경사를 가진 Gustavsson funnel을 통해 흐름성을 측정한 연구결과를 보고하기도 하였다[26]. Gustavsson funnel을 통한 금속 분말의 흐름성 측정의 경우 ISO 13517(Metallic powders - Determination of flow rate by means of calibrated funnel (Gustavsson flowmeter))[27]에 규격화되어 있다.

이외에도 흐름성이 높은 분말은 외부 힘을 가하지 않아도 흐름성이 낮은 분말에 비해 높은 밀도로 충진되는 원리를 활용, 분말의 겉보기밀도를 정량화하여 흐름성을 비교하는 방법이 있다. ASTM B212(Standard test method for apparent density of free-flowing metal powders using the hall flowmeter funnel)[28] 및 ISO 3923-1(Metallic powders – Determination of apparent density – Part 1: Funnel method)[29]은 상기 Hall flowmeter를 통해(ISO는 Carney, Gustavsson funnel 모두 가능하며, ASTM의 경우 Carney funnel을 통한 겉보기밀도 측정법을 ASTM B417[30]에 별도로 제시함) 분말을 부피 25.00 ± 0.03 cm^3의 용기(density cup)에 낙하하게 한 후 상단을 평평하게 깎아서 용기에 채워진 분말의 무게를 측정하는 방식의 표준을 제공한다.

칸막이(baffle)를 통해 분말의 낙하 속도를 조절하여 더 정교한 겉보기 밀도를 측정할 수 있는 Scott volumeter를 이용한 방식 역시 ASTM B329(Standard test method for apparent density of metal powders and compounds using the scott volumeter)[31]에서 다루고 있다.

이밖에 ASTM B703(Standard test method for apparent density of metal powders and related compounds using the arnold meter)[32]에서는 부피 20.0 cm^3의 구멍이 뚫린 강재 블록 위에 분말을 올린 후 동 소재의 원기둥형 실린더로 회전하며 수평으로 미는 동작을 통해 분말이 구멍에 채워지도록 한 후 구멍에 채워진 분말의 무게를 측정하는 겉보기밀도 측정법을 제공하고 있다.

흐름성이 부족하여 겉보기밀도가 낮더라도, 외부에서 반복되는 충격을 가하면 분말이 높은 밀도로 점차 충진되고, 이를 반복하여 분말의 밀도가 변하지 않는 시점의 밀도를 탭밀도(또는 충진밀도)라고 한다. ASTM B527 (Standard test method for tap density of metal powders and compounds)[33] 및 ISO 3953(Metallic powders - Determination of tap density)[34]에 탭밀도 측정방법이 제공되고 있으며, 100~300 taps/min을 약 3,000회 이상 반복 후의 분말 부피로 초기 질량을 나눠 구할 수 있다.

분말의 흐름성이 높을수록 겉보기밀도가 높기 때문에 탭밀도와의 차이가 적다. 따라서 탭밀도를 겉보기밀도로 나눈 값을 Hausner ratio라는 지표로 정량화하여 분말 흐름성의 척도로 나타내기도 한다. Hausner ratio가 1.00~1.11사이면 흐름성이 매우 우수한 분말, 1.35 이상이면 흐름성이 불량한 분말 등으로 분류하고 있지만, 분말의 크기에 지나치게 영향을 많이 받는 등 Hausner ratio만으로 흐름성을 정량화하기에는 문제가 있을 수 있다는 연구결과가 보고되고 있으며[35], 2020년 기준 ISO, ASTM 등에서 표준으로 다루고 있지 않은 상황이다.

Hall flowmeter 등을 통해 낙하하는 분말이 쌓이며 형성하는 각도가 분말의 흐름성에 따라 다르다는 점에 착안하여 분말의 안식각(angle of repose)을 측정하여 흐름성을 정량화하기도 한다. 상부가 평평한 원기둥에 분말을 낙하시켜 금속 분말이 쌓이면 측면에서 봤을 때 최고점을 갖

는 삼각형을 형성하게 된다. 이후 평형에 도달하였을 때 바닥에서 최고점까지의 각도를 측정한다. ASTM 및 ISO 표준에서는 2020년 현재 3D 프린팅용 금속 분말과 관련된 안식각 측정법을 제공하고 있지 않다. 다만, 2 mm 이하의 분말 또는 알갱이에 대한 Carr Index를 다루는 ASTM D6393(Standard test method for bulk solids characterization by Carr Indices)[36]에서 안식각 측정법을 다루고 있다.

3. PBF 금속 분말 특성평가 관련 표준 및 기관 동향

상기 금속 분말의 크기, 형상, 흐름성 등의 분석을 위한 방법들을 다루며 각각의 측정법들과 연관된 분말 관련 표준들을 함께 제시하였다. 소개한 측정법과 이에 관련된 표준은 3D 프린팅용 금속 분말의 특성평가 전용 표준이 아닌, 금속 분말을 포함한 다양한 분말들의 측정법을 다루고 있다.

이에 ISO, ASTM 및 분말야금산업협회(MPIF, Metal Powder Industries Federation) 등 표준화기구 및 기관에서는 PBF 3D 프린팅용 금속 분말의 측정을 위한 표준 및 가이드라인을 개발 및 배포하고 있다[37]. 이 중 ISO와 ASTM은 각각 TC261 및 F42의 표준개발위원회(ISO는 Technical committee, ASTM의 경우 Committee)를 구성하여 표준을 개발하고 있으며 2020년 현재 관련 표준은 두 기관의 협력을 기반으로 개발되고 있다. 본 기고문에서는 ISO/ASTM 및 MPIF에서 발간된 표준과 측정 가이드라인을 분석하고자 한다.

3.1 ISO 및 ASTM

ASTM은 2009년에 Committee F42를 설립하였고, ISO는 2011년에 TC261의 신설을 통해 적층제조 관련 표준을 다루기 시작했다[38]. 상기 언급했듯, 2013년부터 ASTM과 ISO의 두 위원회는 협력 표준을 개발하기 시작했다. 용어(Terminology) 관련 표준(ISO/ASTM 52900, Additive manufacturing – General principles – Terminology)[39], 적층가공 제품의 정보제공 표준(ISO/ASTM 52901, Additive manufacturing – General principles – Requirements for purchased AM parts)[40] 등 많은 표준이 개발되고 있으나 본 기고문에서는 금속 분말과 관련된 두 건의 표준을 중심으로 소개하고자 한다.

3.1.1 ASTM F3049(Standard guide for characterizing properties of metal powders used for additive manufacturing processes)[41]

2014년에 개발이 완료되어 공개된 ASTM F3049는 Binder jetting, DED 및 PBF 방식에 사용되는 금속 분말의 측정법을 다루고 있다. 기존 산재되어 있는 금속 분말의 측정법 중 금속 적층제조에 유용한 표준들을 측정의 목적별로 분류 및 선별하였다.

금속 분말의 샘플 추출법(sampling)을 시작으로, 분말의 크기 측정법, 형상 측정법, 화학적 조성 측정법 등을 포함하고 있다. 흐름성 측정의 경우 상기 흐름성 측정 세션에서 다룬 ASTM B213, B964 및 추가로 ASTM B855 (Standard test method for volumetric flow rate of metal powders using the arnold meter and hall flowmeter funnel)[42] 등을 이용한 측정을 권하고 있다. 흐름성과 상관관계가 있는 분말의 밀도(density)의 경우, B212, B417, B329, B703 및 B527 등의 측정법을 통한 측정법을 제시하고 있으며, 본 기고문에서는 다루지 않았지만 가스를 이용한 분말 비중 측정(picnometry) 역시 표준화된 적층제조용 분말의 밀도 측정법으로 명시되어 있다(ASTM B923, Test method for metal powder skeletal density by helium or nitrogen pycnometry)[43].

3.1.2 ISO/ASTM 52907(Additive manufacturing – Feedstock materials – Methods to characterize metallic powders)[10]

ISO와 ASTM의 협력을 기반으로 2019년 11월에 발간된 ISO/ASTM 52907은 금속 적층제조에 사용되는 금속 분말의 기술규격서(technical specification)를 제안하는 표준이다. 측정을 위한 분말의 샘플 추출법, 크기 분석법, 밀도 측정법, 형상 측정법, 유동도 측정법, 오염 측정법 등 분말의 측정법만을 다룬 상기 ASTM F3049의 범위를 대부분 포함하고 있다. 특히 화학적 조성의 측정의 경우에는 철계, 타이타늄계, 니켈계, 코발트계 등 각종 합금의 불순물(탄소, 황, 산소, 질소 등) 측정을 위한 표준들을 각각 제시하고 있다.

나아가 분말의 취급 또는 거래에 있어 포함되어야 하는 정보들과 포맷(certificate)의 예시를 제안하였다. 분말 공급자의 정보와 분말의 제조 방법, 분말 제조 시 사용된 유체(Ar, N_2, water 등), 포장 방법, 포장된 분말의 무게, 분말 크기 범위, 화학적 조성, 밀도, 유동도 등을 표기할 수 있는 포맷의 예시가 표준에 제시되어 있다. ASTM B855 표준이 분말의 측정법에 초점을 맞춘 표준이라면, ISO/ASTM 52907은 분말의 취급과 거래에 있어, 생산자와 수요자의 분말의 특성, 품질, 생산방법 등 정보 균형을 맞추기 위한 성격의 표준이다.

3.2 MPIF

MPIF는 표준화 전문기관이 아닌 분말야금산업협회이지

Table 2. MPIF Standards for Metal Additive Manufacturing

순번	표준 번호	표준명	관련 표준	reference
1	MPIF Standard 01	Method for sampling metal powders	ASTM B215 ISO 3954	[44]
2	MPIF Standard 02	Method for determination of loss of mass in a reducing atmosphere for metal powders (Hydrogen loss)	ASTM E159 ISO 4491-2	[45]
3	MPIF Standard 03	Method for determination of flow rate of free-flowing metal powders using the hall apparatus	ASTM B213 ISO 4490	[46]
4	MPIF Standard 04	Method for determination of apparent density of free-flowing metal powders using the hall apparatus	ASTM B212 ISO 3923-1	[47]
5	MPIF Standard 05	Method for determination of sieve analysis of metal powders	ASTM B214 ISO 4497	[48]
6	MPIF Standard 28	Method for determination of apparent density of non-free-flowing metal powders using the carney apparatus	ASTM B417 ISO 3923-1	[49]
7	MPIF Standard 46	Method for determination of tap density of metal powders	ASTM B527 ISO 3953	[50]
8	MPIF Standard 48	Method for determination of apparent density of metal powders using the arnold apparatus	ASTM B703	[51]
9	MPIF Standard 53	Method for measuring the volume of the apparent density cup used with the hall and carney apparatus	ASTM B873	[52]

만, 협회 차원에서의 표준안인 MPIF Standard를 개발 및 발간하고 있다. 2019년 MPIF에서는 기존 발간된 MPIF Standard 중 금속 적층가공에 활용할 수 있는 표준들을 모은 “A Collection of Powder Characterization Standards for Metal Additive Manufacturing”을 발간하였다. 총 9개의 표준을 포함하고 있으며, 다루고 있는 표준들을 표 2에 표시하였다.

금속 적층가공을 위한 표준을 새로 개발하기보다는 기존 MPIF에서 발간된 표준들 중 금속 적층가공과 관련된 표준을 선별하여 패키지형태로 발간하였다. 샘플링(MPIF Standard 01)[44], 불순물 측정(MPIF Standard 02)[45], Sieve를 이용한 Particle size 측정(MPIF Standard 05)을 [48] 제외하면 나머지 6개의 표준이 분말의 유동도 또는 밀도와 관련된 측정 표준이다[46, 47, 49-52]. 이를 통해 적층가공, 특히 상용화된 PBF 공정에서의 분말 유동도와 Spreadability 확보 및 측정에 대한 산업계의 관심을 확인할 수 있다.

MPIF Standard 02는 금속 분말의 환원성 분위기 열처리 전후 무게를 비교하여 분말의 산소를 측정하는 방법이며 [45], 탄소, 황 등의 침입형 원소 및 카드뮴, 아연 등 저융점 원소 등 ‘불순물’에 속하는 물질의 양을 측정하는 방법이다. 코발트, 구리, 철계, 니켈, 텅스텐 분말들의 측정을 예시로 제공하고 있다. 다만 본 표준은 알루미늄계 합금 분말, 타이타늄 합금 분말 등에서 형성되는 Al_2O_3, TiO_2 등 결합력이 강한 산화 표면층을 형성하는 금속 합금 분말에는 적용할 수 없다는 한계가 있다.

4. PBF 금속 분말 특성평가의 한계와 최신 연구 동향

PBF용 금속 분말의 특성평가법과 이에 관련된 국제, 국가, 단체표준들에 대해 살펴보았다. 상기 언급했듯, 지금까지 살펴본 특성평가법은 ‘적층가공용 금속 분말평가법’이 아닌 기존 분말야금 산업에서 주로 활용되는 특성평가법 중 적층가공에 적합한 방법을 채용하여 활용하는 방식이다. 또한 분말의 유동도 또는 밀도 측정을 통해 PBF 공정 적용 시 충분한 Spreadability를 확보할 수 있는지를 간접적으로 정량화하는 방식이 주를 이루고 있다.

Hall/Carney flowmeter, 겉보기/탭밀도 측정, 안식각 측정을 통해 간접적인 방식으로 Spreadability를 측정하는 방식에 대한 의구심을 바탕으로 새로운 Spreadability 정량화 방법들이 제시되고 있다. Avalanche angle을 측정하는 법, Powder rheometer 측정법 및 Spreadability 직접 정량화법 등의 방법을 기반으로 한 연구결과들에 대해 다루도록 하겠다.

4.1 Avalanche angle

Avalanche는 우리말로 ‘눈사태’라는 뜻으로 번역된다. Avalanche angle은 투명한 원통형 용기에 분말을 채우고 회전시켜 용기와 함께 회전하는 분말이 형태가 변하는 순간을 이미지화하고 이때의 각도를 측정하여 구한다. 분말의 응집체가 원통의 표면을 따라 상승하다가 중력에 의해 떨어지는 모습이 눈사태와 비슷하다고 하여 Avalanche angle이라 부른다[53].

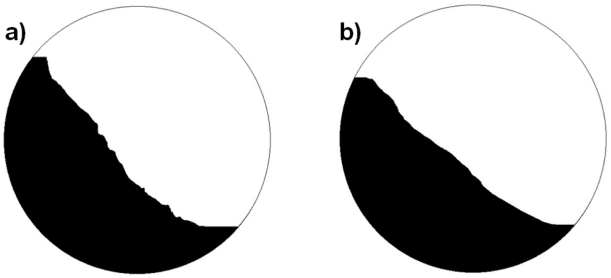

Fig. 3. Avalanche angle measurement of HDH titanium powders (a) before surface treatment, and (b) after surface treatment.

분말의 Avalanche 측정은 1990년대 초반에 B.H.Kaye 교수 등을 통해 제안된 것으로 알려져 있다[54-56]. 기존 단순한 Hall flowmeter에 비해 온도, 습도 등 외부 요인을 줄일 수 있고, 반복 측정이 용이하다는 장점 등을 바탕으로 제약 산업, 식품 산업 등에서 유동성 측정에 활용되고 있다. 다만 용기-분말 사이의 마찰에 영향을 줄 수 있는 용기의 크기, 정확한 각도 측정을 위한 광원의 영향, 측정 횟수 등에 대한 표준화가 부족한 상황이다. 하지만 Avalanche angle의 측정을 위한 장비 제작사가 한정되어 있어, 대부분의 측정이 비슷한 환경에서 이뤄지고 있기 때문에 표준화에 대한 중요성이 높지 않은 상황이다.

Avalanche 측정법은 장비가 고도화되어 Avalanche 에너지, 분말 응집체 표면의 거칠기 등에 대한 정량화가 함께 가능하다는 장점이 있어, 적층가공용 분말의 신규 개발 및 제조에 있어 기초 데이터베이스 확보에 널리 사용될 수 있는 새로운 측정법으로 기대된다.

2020년 기준, 최근 보고되고 있는 적층가공용 분말의 특성평가, 분말의 재활용 등의 연구에서 빈번히 활용되고 있으며, Zackary Snow 등의 연구결과에서 실제 Spreadability와 높은 상관관계를 가지고 있다는 것을 확인하였다[3]. Fig. 3에서 본 연구팀에서 HDH 타이타늄 분말을 측정한 Avalanche 측정법의 예시를 확인할 수 있다.

4.2 Powder Rheometer

유체 또는 유체와 유사한 물질의 유동(流動) 특성을 분석하는 장비를 Rheometer라고 한다. 금속 분말도 각각의 개체는 고체상이지만, 고상과 고상 사이의 공기, 수증기 등과의 상호작용으로 인해 유체와 유사한 기질을 보유하고 있다. 또한 PBF의 원활한 공정을 위해 '유동도'(flowability)를 측정한다는 점에서, Rheometer 역시 분말의 특성 정량화에 활용이 가능하다. 본 기고문에서 특정 기업의 제품명을 언급하는 것은 바람직하지 않지만, 분말 Rheometer의 경우 Freeman Technology의 FT4라는 장비가 해당 장비명이 포함된 제목의 표준이 개발되는 등 독보적인 위치를 차지하고 있다.

ASTM D7891(Standard test Method for shear testing of powders using the freeman technology FT4 powder rheometer shear cell)[57]에서는 FT4 장비를 활용한 분말의 일정 하중 하에서의 거동을 정량화하는 방법을 포함하고 있다.

분말의 유동특성 관련 다양한 정량화가 가능하기 때문에 상기 Avalanche angle/energy 측정과 마찬가지로 Rheometer를 활용한 Shear test 결과가 PBF 적용을 위한 Spreadability를 정량화할 수 있는지에 관련된 연구가 진행되고 있다[3, 58].

4.3 직접측정

앞서 살펴보았듯, 흐름성, 안식각, Avalanche angle, Powder rheology 측정 등 PBF 공정에서의 원활한 Recoating과의 상관관계가 있는 정량적 측정법 관련 표준화 및 연구가 활발하다. 하지만 상기 측정법들 역시 제조된 PBF용 분말의 Recoating능을 직접 정량화할 수 없는 간접적 측정법이라는 한계를 가지고 있다.

이에 일부 연구그룹에서는 직관적으로 제조 분말이 PBF 공정에 활용될 수 있는지를 확인할 수 있도록 Recoating된 Powder bed의 Packing density를 직접 측정하는 방법 또는 장치를 고안하여 연구를 진행하고 있다.

Zackary Snow 등은 분말을 Recoating할 수 있는 설비를 고안하고, 입도 분포가 다양한 분말을 Recoating한 뒤 상부에서 이미지를 측정하고, 분말의 코팅된 곳과 그렇지 않은 곳과의 색 차이를 이용, 분말이 어느 정도의 밀도로 코팅될 수 있는지를 정량화하는 방법을 고안하였다[3]. PBF와 같은 방식으로 Powder bed의 높낮이를 조절할 수 없어 1회성 Recoating인 'deposition' 수준의 측정법이지만, 간단한 방법의 정량화가 가능하다는 장점이 있다.

Moustafa Ahmed 등의 논문에서는 더 간단한 장치를 고안하였다[59]. 구멍이 뚫린 두꺼운 종이를 이용, 그 종이의 구멍에 Recoating과 유사한 방식으로 구멍이 분말로 가득 차게 한 후 내부를 접착제로 고정하였다. 이후 미세조직 분석 및 분말을 채우는 공정 중 초고속카메라 측정 등을 통해 구멍 내부의 분말이 잘 채워지지 않는 부분의 빈도, 크기 등을 정량화한 논문을 발표하였다.

이외에도 Steffen Beitz 등의 Powder bed roughness 직접 측정법[9], Nima E. Gorji 등의 Powder bed X-ray CT 측정법[60], Luis I. Escano 등의 X-ray imaging을 활용한 Recoating 중 안식각 측정을 통한 정량화[7], Kirstin Riener 등의 84.5 μm 깊이의 얕은 구멍을 만들어 분말을 채우고 무게 변화를 관찰하는 방법[61] 등 다양한 방법을 통한 분말의 PBF Recoating능 직접평가법이 제시되고 있다.

본 연구팀에서도 2020년 현재 PBF 공정에서의 Recoating

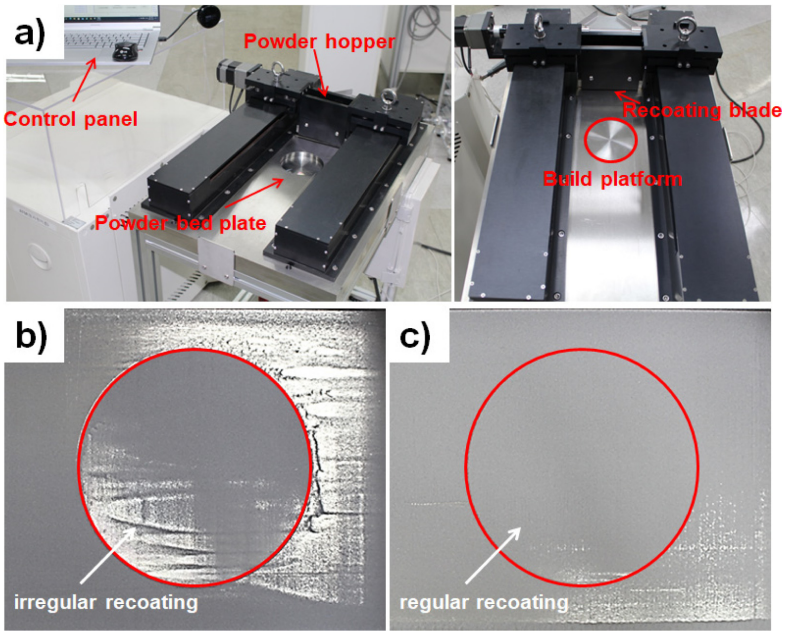

Fig. 4. Spreadability tester designed by this research team. (a) the image of the spreadability tester, (b) recoating result with low-flowability powder, and (c) recoating result with high-flowability powder.

density를 정량화하기 위한 장치를 고안하고, 연구를 수행 중이다(Fig. 4). PBF 공정과 동일하게, Powder bed가 미리 설정한 수치만큼(resolution : 10 μm) 하강하게 하며, 실제 PBF 공정에서 활용되는 재질과 형상의 Recoater를 이용하여 분말을 쌓는다. 다만 Laser 공정은 적용하지 않으며, 미리 정해진 횟수만큼 Recoating과 하강을 반복한 후 적층된 분말의 무게를 측정할 수 있도록 적층부를 설계하였다. 유동도를 비롯한 분말의 Recoating과 연계된 특성이 우수할수록 적층된 Powder bed가 높은 밀도를 가질 것으로 예측했고, 실제 실험을 통해 확인하였다.

같은 조성의 유동도가 상이한 두 가지 종류의 알루미늄계 합금 분말(MKT, Al-10Si-Mg)의 Recoating density를 본 장비를 통해 측정하였다. Carney flowmeter, 50 g 기준 각각 34.8초 및 14.5초의 흐름성을 보유한 알루미늄계 합금 분말의 Spreadability를 본 연구팀에서 고안한 Recoating density 정량화장치를 통해 확인하였다. 회당 50 μm씩 10회 Recoating 기준, 낮은 유동도의 분말은 1.337 g/cm^{3}이고(Fig. 4b) 높은 유동도를 보유한 분말은 1.657 g/cm^{3}으로(Fig. 4c) 약 24% 향상된 Recoating density를 보였으며, 분말의 유동도가 향상되면 PBF 공정의 원활한 적용이 가능하며, 높은 적층밀도를 통해 적층물의 물성이 향상됨을 예측할 수 있다.

본 장치의 장점은 실제 PBF 공정과 동일한 조건을 모사한 상황에서의 Recoating density를 정량화할 수 있다는 점이고, Powder bed의 이동거리, Recoating speed, Recoater의 형상, 재질 등의 변수에 대한 Recoating density를 예측할 수 있다는 점이다. 다만, 상기 다른 직접측정법보다 많은 양의 분말을 필요로 한다는 단점을 갖고 있으며, 분말의 무게 측정을 통한 Recoating density 측정 과정에서의 측정 오류 등에 대해 보완 및 최적화가 필요하다.

5. 결 론

지금까지 PBF용 금속 분말의 특성평가 방법, 표준화 현황 및 최신 연구 동향에 대해 살펴보았다. 기존 분말야금 산업에서 사용되는 특성평가법을 대부분 채용하고 있다는 점에서 금속 3D 프린팅 기술은 분말야금 기술의 확장이라고 보아도 과언이 아닐 것이다. 다만, ‘powder bed’를 층층이 쌓아간다는 새로운 공정과 이에 따른 Spreadability라는 새로운 개념에 대한 정의, 정량화는 3D 프린팅용 금속 분말의 제조에 있어 새로운 기술적 요구이다.

3D 프린팅 공정의 진보에 맞춰 3D 프린팅용 금속 분말의 제조, 특성평가 등에 대한 연구개발이 함께 수행되어야 한다. 본 리뷰는 2020년 현재의 PBF용 금속 분말의 특성평가법과 진행되고 있는 연구 동향에 대해 다루고 있지만, 국제적인 저널과 기술잡지 등에서 지속적으로 관련 연구가 보고되고 있어, 지속적인 업데이트가 필요하다. 특성평가법의 정립은 금속 분말 산업의 안정화에 기여할 수 있을 것으로 보이며, 관련 데이터베이스의 확보를 통해 3D 프린팅 공정기술의 진보에도 영향을 미칠 수 있을 것으로 기대한다.

Acknowledgement

이 연구는 2020년도 산업통상자원부 및 산업기술평가관리원(KEIT) 연구비 지원에 의한 연구임(20001221, 20013122).

References

[1] S. A. M. Tofai, E. P. Koumoulos, A. Bandyopadhyay, S. Bose, L. O'Donoghue and C. Charitidis: Materials Today, **21** (2018) 22.
[2] C. Meier, R. Weissbach, J. Weinberg, W. A. Wall and A. J. Hart: J. Mater. Process. Technol., **266** (2019) 484.
[3] Z. Snow, R. Martukanitz and S. Joshi: Addit. Manuf., **28** (2019) 78.
[4] J. A. M. Lerma, A. N. Nomm, K. E. Waters and M. Brochu: Materials, **11** (2018) 2386.
[5] L. Lefebvre, J. Dai, Y. Thomas, M. Daroszewska and Y. M. Rubi: Mater. Perform. Charact., **9** (2020) 426.
[6] L. C. Tshabalala, N. Mathe and H. Chikwanda: Key Eng. Mater., **770** (2018) 3.
[7] L. I. Escano, N. D. Parab, L. Xiong, Q. Guo, C. Zhao, K. Fezzaa, W. Everhart, T. Sun and L. Chen: Sci. Rep., **8** (2018) 15079.
[8] S. Vock, B. Klöden, A. Kirchner, T. Weißgärber and B. Kieback: Prog Addit. Manuf., **4** (2019) 383.
[9] S. Beitz, R. Uerlich, T. Bokelmann, A. Diener, T. Vietor and A. Kwade: Materials, **12** (2019) 297.
[10] ISO/ASTM 52907, Additive manufacturing – Feedstock materials – Methods to characterize metallic powders.
[11] H. S. Lee, D. K. Kim, Y. I. Kim, J. E. Nam, Y. Son, T. S. Kim and B. Lee: J. Korean Powder Metall. Inst., **27** (2020) 44.
[12] J. Zhang, D. Gu, Y. Yang, H. Zhang, H. Chen, D. Dai and K. Lin: Engineering, **5** (2019) 736.
[13] ISO 3310-1, Test sieves – Technical requirements and testing – Part 1: Test sieves of metal wire cloth.
[14] ASTM E11, Standard specification for woven wire test sieve cloth and test sieves.
[15] ASTM B214, Standard test method for sieve analysis of metal powders.
[16] ISO 4497, Metallic powders - Determination of particle size by dry sieving.
[17] ISO 2591-1, Test sieving – Part 1: Methods using test sieves of woven wire cloth and perforated metal plate.
[18] ASTM B822, Standard test method for particle size distribution of metal powders and related compounds by light scattering.
[19] ISO 13320, Particle size analysis – Laser diffraction methods.
[20] J. Boes, A. Röttger, W. Theisen, C. Cui, V. Uhlenwinkel, A. Schulz, H. W. Zoch, F. Stern, J. Tenkamp and F. Walther: Addit. Manuf., **34** (2020) 101379.
[21] A. Plessis, P. Sperling, A. Beerlink, W. B. Preez and S. G. Roux: MethodsX, **5** (2018) 1336.
[22] S. Vunnam, A. Saboo, C. Sudbrack and T. L. Starr: Addit. Manuf., **30** (2019) 100876.
[23] ISO 4490, Metallic powders – Determination of flow rate by means of a calibrated funnel (Hall flowmeter).
[24] ASTM B213, Standard test methods for flow rate of metal powders using the hall flowmeter funnel.
[25] ASTM B964, Standard test methods for flow rate of metal powders using the carney funnel.
[26] P. Mellin, O. Lyckfeldt, P. Harlin, H. Brodin, H. Blom and A. Strondl: Met. Powder Rep., **72** (2017) 322.
[27] ISO 13517, Metallic powders - Determination of flow rate by means of calibrated funnel (Gustavsson flowmeter).
[28] ASTM B212, Standard test method for apparent density of free-flowing metal powders using the hall flowmeter funnel.
[29] ISO 3923-1, Metallic powders – Determination of apparent density – Part 1: Funnel method.
[30] ASTM B417, Standard test method for apparent density of non-free-flowing metal powders using the carney funnel.
[31] ASTM B329, Standard test method for apparent density of metal powders and compounds using the scott volumeter.
[32] ASTM B703, Standard test method for apparent density of metal powders and related compounds using the arnold meter.
[33] ASTM B527, Standard test method for tap density of metal powders and compounds.
[34] ISO 3953, Metallic powders - Determination of tap density.
[35] M. A. Kaleem, M. Z. Alam, M. Khan, S. H. I. Jaffery and B. Rashid: Met Powder Rep., (2020).
[36] ASTM D6393, Standard test method for bulk solids characterization by carr indices.
[37] W. C. Sung: KATS Technical Reports, **75** (2015).
[38] F. Petzoldt and C. A. Kopp: Metal AM, **2** (2016) 45.
[39] ISO/ASTM 52900, Additive manufacturing – General principles – Terminology.
[40] ISO/ASTM 52901, Additive manufacturing – General principles – Requirements for purchased AM parts.
[41] ASTM F3049, Standard guide for characterizing properties of metal powders used for additive manufacturing processes.
[42] ASTM B855, Standard test method for volumetric flow rate of metal powders using the arnold meter and hall flowmeter funnel.
[43] ASTM B923, Standard test method for metal powder skeletal density by helium or nitrogen pycnometry.
[44] MPIF Standard 01, Method for sampling metal powders.
[45] MPIF Standard 02, Method for determination of loss of mass in a reducing atmosphere for metal powders (Hydrogen loss).
[46] MPIF Standard 03, Method for determination of flow rate of free-flowing metal powders using the hall apparatus.

[47] MPIF Standard 04, Method for determination of apparent density of free-flowing metal powders using the hall apparatus.
[48] MPIF Standard 05, Method for determination of sieve analysis of metal powders.
[49] MPIF Standard 28, Method for determination of apparent density of non-free-flowing metal powders using the carney apparatus.
[50] MPIF Standard 46, Method for determination of tap density of metal powders.
[51] MPIF Standard 48, Method for determination of apparent density of metal powders using the arnold apparatus.
[52] MPIF Standard 53, Method for measuring the volume of the apparent density cup used with the hall and carney apparatus.
[53] M. Krantz, H. Zhang and J. Zhu: Powder Technol., **194** (2009) 239.
[54] B. H. Kaye: Part. Part. Syst. Charact., **10** (1993) 191.
[55] B. H. Kaye, J. G. Liimatainen and J. Lloyd: Part. Part. Syst. Charact., **12** (1995) 194.
[56] A. N. Faqih, A. W. Alexander, F. J. Muzzio and M. S. Tomassone: Chem. Eng. Sci., **62** (2007) 1536.
[57] ASTM D7891, Standard test method for shear testing of powders using the freeman technology FT4 powder rheometer shear cell.
[58] S. Hatami, O. Lyckfeldt, L. Tönnäng and K. Fransson: Powder Metall., **60** (2017) 353.
[59] M. Ahmed, M. Pasha, W. Nan and M. Ghadiri: Powder Technol., **367** (2020) 671.
[60] N. E. Gorji, P. Saxena, M. Corfield, A. Clare, J. Rueff, J. Bogan, P. G. M. González, M. Snelgrove, G. Hughes, R. O'Connor, R. Raghavendra and D. Brabazon: Mater. Charact., **161** (2020) 110167.
[61] K. Riener, N. Albrecht, S. Ziegelmeier, R. Ramakrishnan, L. Haferkamp, A. B. Spierings and G. J. Leichtfried: Addit. Manuf., **34** (2020) 101286.