

Research Paper

Investigating on the microstructure of cross-section and surface of Ti-10Mo alloy produced by selective laser melting

Karim Avak¹, Maziyar Azadbeh^{2*}, Samira Eslami³, Mehdi Ojaghi⁴

1. MSc Student, Faculty of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran
2. Professor, Faculty of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran
3. PhD candidate, Faculty of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran
4. Associate Professor, Faculty of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran

Received: 2024/01/11

Revised: 2024/02/22

Accepted: 2024/02/26

Use your device to scan and read the article online



DOI:

[10.30495/jnm.2024.32954.2026](https://doi.org/10.30495/jnm.2024.32954.2026)

Keywords:

Ti-10Mo, Selective laser melting, Molten pool morphology, Molybdenum dissolution

Abstract

Introduction: Considering the nature of the additive manufacturing process and the produced layered structure, the possible gradient in microstructure can be predictable. For this purpose, the morphology and microstructure of the cross-section from top to bottom was evaluated. The morphology of the last and first printed layers, were also investigated.

Methods: Ti-10Mo was printed using mixed powder in 120 layers, each thickness of 25 μ m, by selective laser melting (SLM) with a laser power of 95 W, a scanning speed of 600 mm.s⁻¹, and a hatching distance of 88 μ m under argon atmosphere. Density was measured, and the constituent phases were identified by XRD. The microstructural feature was studied by optical and scanning electron microscopies.

Findings: The printed samples were dense, and the relative density was about 98.53%. Details in microstructural evaluation show spectacular Mo-enriched rims, which reveal the circumstance of Mo dissolution in molten Ti and homogenization, consequently. Also, a gradient in Mo dissolution is seen along the cross-section. So that, at the top, the sides of molten pools that are mostly Mo enriched are seen as thick white and bright rims in electron microscopy and as white to light purple in optical microscopy. However, at the bottom, the rims seem to be really thinner and smoother, which can be in consequence of enhanced diffusion of the Mo to Ti matrix. Here, the promoted diffusion could be in the result of heat transfer from the newly printed layer to the previous printed ones.

Citation: Karim Avak, Maziyar Azadbeh, Samira Eslami, Mehdi Ojaghi, Investigating on the microstructure of cross-section and surface of Ti-10Mo alloy produced by selective laser melting, Quarterly Journal of New Materials. 2023; 14 (53): 1-20.

*Corresponding author: Maziyar Azadbeh

Address: Faculty of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, Iran.

Tell: +98(041)33459452

Email: azadbeh@sut.ac.ir

Extended Abstract

Introduction

The titanium alloys based on the content of α and β phases in their microstructure are divided into three main groups of α , $\alpha + \beta$, and β alloys and broadly classified into alloys that are near α and those that are near β depending on the proportion of each phase present in their microstructure (1,2). Among the non-toxic alloying elements that stabilize the beta phase in titanium, Mo is considered the most preferred β -stabilizing element in titanium alloy, and it is also able to stabilize the β -phase even at low concentrations of the alloying element (3–6).

Usually, most of the Ti-xMo alloys are produced from Ti-xMo Bar stock using the vacuum arc melting process, and subsequent machining processes cause waste of materials and increase the production cost. On the other hand, preparing Ti-xMo alloy using conventional powder metallurgy techniques (such as pressing and sintering or even spark plasma sintering) results in insufficient molybdenum dissolution and microstructure heterogeneity. However, adding ceramic particles such as TiB_2 -TiC and B_4C due to their exothermic reaction with Ti can improve molybdenum dissolution between reinforcement and matrix; using selective laser melting would be more beneficial (7–10).

Although pre-alloyed powders would be suitable for better homogenization, the pre-alloyed powder is expensive. Improving in-situ alloying of molybdenum and titanium elemental powders by selecting proper manufacturing parameters provides the possibility of using mixed powder instead of pre-alloyed powder, which seems to be reasonable (11,12).

Considering the higher melting temperature and laser radiation reflection of molybdenum than those of Ti, it can be expected that a part of Mo particles remains fairly unmelted in molten Ti. The remained Mo particles will tend to settle at the bottom of the melt pool because of their much higher density as well as, and some of

them will be accommodated in the surrounding of the melt pool as a consequence of the Marangoni effect and convective flow (12,13). Totally, the printing method (scan strategy) and build direction can lead to anisotropy.(14,15). Considering the nature of the layered structure in the SLM process, the bottom layers (already printed) are exposed to more thermal cycles than the top layers. So, a gradient in the molybdenum dissolution along the cross-section from top to bottom can be expected. In fact, the suggestion of such a gradient originated from Azadbehs' Previous findings (16), in studying the super solidus liquid phase sintering of brass alloys in the liquid phase settling cause's gradient structure (17–21).

To demonstrate such an eventual feature, Ti-10Mo mixed powder was printed by SLM. Then, layered structure and microstructural gradients were investigated.

Materials and Methods

spherical titanium powder with 99% Purity, 15-45 μm Particle size (TLS Technik GmbH & Co) and irregular shape molybdenum powder with dual morphology and Particle size less than 20 μm (Sigma-Aldrich) were used as starting materials. The powders were mixed mechanically in ceramic jars without any balls for 24 h.

The printing was performed by adopting a commercial Concept Laser M-Lab machine equipped with a 100 W Nd-YAG laser with a laser spot diameter of 50 μm . The protective atmosphere was Ar, and the oxygen content inside the chamber was kept below 0.1%. The samples were produced using a constant laser power of 95 W, a scan speed of 600 mm/s, a hatching distance of 0.088 mm, and a layer thickness of 25 microns.

The density of the printed sample was measured according to the ASTM B962 standard.

The constituent phases were evaluated using a Siemens D5000 X-ray diffraction machine equipped with Cu $K\alpha$ cathode source.

The microstructure of the last printed layer, the first printed layer, and also the cross-section was studied using Olympus BH2-UMA optical microscope and FE-SEM, Tescan Mira 3.

Findings and Discussion

The printed samples were dense and had a relative density of 98.53%. The constituent phases of the printed sample, were alpha + beta, whereas the mixed powder contained only the alpha phase and Mo. Some of the alpha peaks in the printed sample were shifted partially to the lower degree which indicates the diffusion of molybdenum in the titanium matrix.

During the scanning of the powder bed by the laser beam, molybdenum particles are scattered mainly to the sides of the molten pool due to the laser force and also to the inside of the pools because of the Marangoni current. In that way, they dissolve in the titanium melt and leave a trace as rims in their behind. The remaining molybdenum is terminated mostly in the sides of the molten pools. Rarely, some Mo cluster is found in the powder mixture without comminution, and when the molten metal reaches them, it passes through the open pores of the cluster, and larger areas of molten Ti, which is enriched with dissolved molybdenum are formed. Spherical pores, which are likely to be Kirkendal porosity, are also observed inside these areas.

Furthermore, considering the nature of the selective laser melting process, when a new layer is printed on the already printed one, some of the heat of the currently melted layer is transferred to the near bottom layers. Therefore, the molybdenum diffusion/dissolution in the titanium matrix is affected more at the bottom than at the top. Therefore, the bottom layers will be more homogeneous than the top layers. For the same reason, the path of the Mo movement in the Ti molten (the formed rims) at the early printed layers appears faded and with calmer waves.

Conclusion

A layered structure Ti-10Mo, in 120 layers and the thickness of each layer equal to 25 μm , was successfully printed. The relative density was high, at about 98.53%. In SLM processing of

mixed Ti-10Mo powder, the Mo particles are not directly melted in the laser beam effect. The dissolution of Mo in Ti as a consequence of a higher diffusion coefficient of Mo in Ti is the most probable event for the homogenization of Mo in Ti.

The appearance of the beta phase and partially shifting alpha peaks to the lower degree indicate the diffusion of Mo in Ti and, consequently, its dissolution during the fabricating process.

The surveillance of Mo movement in molten Ti is very important to know the circumstance of homogenization. Here, laser force and the Marangoni current are responsible for pulling Mo particles to the sides and within the molten pool.

Another important event during the fabricating of this alloy is the creation of microstructural gradient, which would be due to experiencing the transferred heat of the early printed layer to the previous ones. This improves the diffusion of Mo in Ti at the bottom layers and a kind of in situ homogenization occurs.

Ethical Considerations compliance with ethical guidelines

The cooperation of the participants in the present study was voluntary and accompanied by their consent.

Authors' contributions

Design and conceptualization: Maziyar Azadbeh;
 Conducting experiments: Karim Avak;
 Methodology and data analysis: Maziyar Azadbeh, Karim Avak, Samira Eslami;
 Supervision and final writing: Maziyar Azadbeh, Karim Avak, Samira Eslami, Mehdi Ojaghi.

Conflicts of interest

The authors declared no conflict of interest.

Funding

No funding.

مقاله پژوهشی

بررسی ریزساختار و مورفولوژی سطح و مقطع آلیاژ Ti-10Mo تولید شده به روش ذوب لیزری انتخابی

کریم آواک^۱، مازیار آزادبه^{۲*}، سمیرا اسلامی^۳، مهدی اجاقی^۴

۱. دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

۲. استاد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

۳. دانشجوی دکتری، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

۴. دانشیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

چکیده

مقدمه: با توجه به ماهیت فرآیند ساخت افزایشی به روش ذوب لیزری انتخابی که منجر به ایجاد ساختار لایه‌ای می‌شود، انتظار می‌رود گرادیان ریزساختاری در مقطع نمونه ایجاد شود. بدین منظور در آلیاژ Ti-10Mo پرینت شده، مورفولوژی و ریزساختار سطح مقطع بررسی شد. مورفولوژی لایه‌های بالایی و پایینی یعنی آخرین و اولین لایه چاپ شده نیز برای کسب اطلاعات بیشتر مورد بررسی قرار گرفت.

روش: نمونه آلیاژی Ti-10Mo از مخلوط پودری در ۱۲۰ لایه، هر کدام با ضخامت ۲۵ میکرون، به روش ذوب لیزری انتخابی با توان لیزر ۹۵ W، سرعت اسکن ۶۰۰ mm.s⁻¹ و فاصله مراکز دو حوضچه مجاور ۸۸ μm تحت اتمسفر آرگون پرینت شد. چگالی نمونه پرینت شده اندازه‌گیری و سپس فازهای تشکیل دهنده مخلوط پودری و همچنین نمونه پرینت شده با استفاده از پراش پرتو اشعه ایکس (XRD) شناسایی شد. مورفولوژی و ریزساختار، توسط میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی روبشی مورد مطالعه قرار گرفت.

یافته‌ها: بررسی‌ها نشان می‌دهد نمونه پرینت شده، متراکم بوده و چگالی نسبی آن ۹۸/۵۳ درصد است. نمونه بعد از پرینت متشکل از فازهای آلفا و بتا بوده، در حالی که پودر مخلوط فقط شامل فاز آلفا همراه با پیک‌های مربوط به مولیبدن می‌باشد. بررسی جزئیات مورفولوژی حوضچه‌های مذاب، رگه‌های غنی از مولیبدن را نشان می‌دهد که بیانگر شرایط انحلال مولیبدن در مذاب تیتانیوم می‌باشد. گرادینانی از انحلال مولیبدن در طول مقطع از بالا به پایین دیده می‌شود. به این صورت که در قسمت بالا، کناره‌های حوضچه‌های مذاب که عمدتاً غنی از مولیبدن هستند، در میکروسکوپ الکترونی به صورت رگه‌های سفید روشن و ضخیم، و در میکروسکوپ نوری به رنگ سفید مایل به بنفش روشن دیده می‌شوند. با این حال، در قسمت پایین، این رگه‌ها نازک‌تر و صاف‌تر به نظر می‌رسند، که می‌تواند در نتیجه افزایش نفوذ مولیبدن در زمینه تیتانیوم باشد.

نتیجه‌گیری: بررسی میکروسکوپی ریزساختار در قسمت‌های بالایی، میانی و پایینی سطح مقطع، با توجه به ماهیت و روش ساخت نمونه بیانگر وجود گرادینانی در نحوه نفوذ مولیبدن و مورفولوژی حوضچه‌های مذاب است.

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۲۱

تاریخ داوری: ۱۴۰۲/۱۲/۰۳

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۱۲/۰۷

از دستگاه خود برای اسکن و خواندن مقاله به صورت آنلاین استفاده کنید



DOI:

10.30495/jnm.2024.32954.2026

واژه‌های کلیدی:

Ti-10Mo، ذوب لیزری انتخابی، نفوذ مولیبدن، مورفولوژی حوضچه مذاب

* نویسنده مسئول: مازیار آزادبه

نشانی: دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

تلفن: ۰۴۱-۳۴۵۹۴۵۲

پست الکترونیکی: azadbeh@sut.ac.ir

مقدمه

Ti-xMo، توزیع و انحلال ذرات مولیبدن در حوضچه‌ی مذاب، می‌تواند با اثر مارانگونی و جریان همرفتی حاکم در حوضچه‌ی مذاب مرتبط باشد. در این روش از لیزر فیبر^۷ استفاده می‌گردد که در نقطه برخورد با بستر پودر دارای توزیع انرژی قوسی شکل است، به عبارتی هنگامی که لیزر، بستر پودر را ذوب می‌کند، پرتو لیزر در مرکز حوضچه مذاب بالاترین دما را ایجاد می‌کند و این دما به صورت شعاعی به سمت حاشیه‌های حوضچه مذاب کاهش می‌یابد. اختلاف دما باعث اختلاف کشش سطحی و جریان همرفتی در حوضچه مذاب می‌گردد. از دیگر عواملی که در فرآیند ذوب لیزری انتخابی، در حوضچه مذاب بر سیلان مذاب اثر می‌گذارد، جریان همرفتی است که توسط نیروی مارانگونی^۸ هدایت می‌شود و از کشش سطحی مذاب سرچشمه می‌گیرد. نیروی مارانگونی به عنوان یک تنش برشی^۹ در سطح آزاد^{۱۰} مذاب عمل می‌کند و در نتیجه، جریان همرفتی را در حوضچه مذاب القا می‌کند. از مکانیزم‌های اصلی محرک کشش سطحی، می‌توان گرادیان دما^{۱۱} و گرادیان غلظت^{۱۲} را نام برد. در این میان گرادیان دما به عنوان نیروی محرکه اصلی جریان سیال در ذوب لیزری فلزات خالص و اکثر آلیاژها در نظر گرفته می‌شود (۲۲).

با توجه به دماهای ذوب تیتانیوم (۱۶۶۸ °C) و مولیبدن (۲۶۲۳ °C)، این دو عنصر علاوه بر اختلاف دمای ذوب حدوداً ۱۰۰۰ °C، تفاوت‌های ترموفیزیکی نیز دارند که می‌تواند بر ذوب و انحلال این عناصر در حوضچه مذاب تأثیرگذار باشد. بازتاب لیزری مولیبدن بیشتر از تیتانیوم می‌باشد، که باعث بازتاب بیشتر پرتو لیزر توسط ذرات پودر مولیبدن می‌گردد، به این معنی که ذرات پودر تیتانیوم زودتر از پودر مولیبدن ذوب می‌گردند. علاوه بر این، چگالی مولیبدن (3 g.cm⁻³) ۱۰/۲۲ بالاتر از چگالی تیتانیوم (4/5۱ g.cm⁻³) می‌باشد، که می‌تواند در حین فرآیند ذوب به کف و حاشیه‌های حوضچه فرو برود و از برخورد کامل پرتو لیزر بی‌بهره شود، این عوامل در کنار سرعت بالای گرمایش و سرمایش در فرآیند ذوب لیزری انتخابی، می‌تواند منجر به انحلال ناکافی ذرات مولیبدن می‌گردد (۱۲، ۱۳).

انتخاب صحیح پارامترهای اسکن لیزر یا به عبارتی چگالی انرژی لیزر^{۱۳} (ED) و اندازه صحیح ذرات پودر مولیبدن می‌تواند ذوب و انحلال مولیبدن را در فرآیند ذوب لیزری انتخابی نسبت به دیگر فرآیندهای متالورژی پودر بهبود بخشد. چگالی انرژی عبارت است از مقدار انرژی اعمالی در واحد حجم (J/mm³) که با استفاده از رابطه ۱ برای روش‌های ساخت افزایشی به دست می‌آید (۲۳-۲۶):

$$ED = \frac{P}{v \times h \times H} \quad (1)$$

طبقه‌بندی آلیاژهای تیتانیوم بر اساس محتوای فازهای α و β در ریزساختار آنها انجام می‌گیرد، که در سه گروه اصلی آلیاژهای $\alpha + \beta$ ، β و β متمایز و به تفصیل به آلیاژهای نزدیک به α و نزدیک به β تقسیم بندی می‌شوند (۱، ۲). در میان عناصر آلیاژی غیر سمی پایدار کننده فاز بتا، Mo به عنوان ارجح ترین عنصر تثبیت کننده β در آلیاژهای تیتانیوم در نظر گرفته می‌شود و همچنین قادر به تثبیت فاز β حتی در غلظت‌های کم عنصر آلیاژی (حل شونده) است (۳-۶).

به طور معمول اکثر محصولات آلیاژی Ti-xMo از میلگرد^۱‌های (شمال) Ti-xMo با استفاده از فرآیند ذوب قوس خلا تولید می‌شوند و متعاقب آن فرآیندهای کاهشی ماشین کاری باعث هدر رفت مواد و افزایش هزینه تولید می‌گردد. از طرفی، ساخت آلیاژ Ti-xMo با استفاده از تکنیک‌های متالورژی پودر معمولی مانند پرس و تفجوشی یا حتی تفجوشی پلاسما جرقه‌ای، انحلال و نفوذ ناکافی مولیبدن و ناهمگنی ریزساختار را در پی دارد. اگر چه استفاده از تقویت کننده‌های سرامیکی مانند TiB₂-TiC و B₄C، به علت وقوع واکنش گرمازا با زمینه می‌تواند باعث بهبود انحلال و نفوذ مولیبدن در زمینه تیتانیومی گردد، با این حال این روش نیز با محدودیت‌ها و معایبی همراه است (۷-۱۰).

فرآیند ذوب لیزری انتخابی^۲ (SLM) که از زیر مجموعه‌های ساخت افزودنی^۳ (AM) است، به عنوان روشی نوین برای تولید قطعات با ساختارهای هندسی پیچیده و در یک مرحله (عدم نیاز به مونتاژ چندین مولفه)، بدون نیاز به تولید کاهشی (تراشکاری و ماشین کاری کاهشی و... برای به دست آوردن قطعه نهایی)، با کمترین نقص و بالاترین دقت در نظر گرفته می‌شود. در این روش دمای فرآیند نسبت به روش‌های دیگر متالورژی پودر بالا بوده و با توجه به ذوب شدن بستر تیتانیومی، این امر شاید بتواند به انحلال بیشتر مولیبدن کمک کند و ساختار یکنواخت‌تری حاصل شود. از طرفی، تولید پودر آلیاژی^۴ کرووی نیاز به مراحل پرهزینه و متعدد دارد، که هزینه نهایی تولید را افزایش می‌دهد. آلیاژسازی درجه^۵ پودرهای عنصری مولیبدن و تیتانیوم با استفاده از فرآیند ذوب لیزری انتخابی، نه تنها باعث آزادی عمل در به کارگیری درصد‌های مختلف عناصر آلیاژی و سفارشی سازی محتوای آلیاژی می‌شود، بلکه هزینه نهایی تولید را نیز کاهش می‌دهد (۱۱، ۱۲).

فرآیند ذوب لیزری انتخابی توسعه تدریجی مسیرها و لایه‌ها با ذوب، همجوشی و فرآیند انجماد است. به عبارتی مسیرهای منفرد^۶ اولین اجزاء تولید شده در طول فرآیند ذوب لیزری انتخابی هستند و این همپوشانی مسیرهای ذوب شده (حوضچه‌های مذاب) است که لایه‌های منفرد را ایجاد می‌کند. متعاقباً، برهم‌نهی این لایه‌های منفرد یک ساختار سه بعدی را ایجاد می‌کند. در فرآیند ذوب لیزری آلیاژ

7- Fiber laser

8- Marangoni

9- Shear stress

10- Free surface

11- Temperature gradient

12- Concentration gradient

13- ED, Energy density

1- Bar stock

2- SLM, Selective laser melting

3- AM, Additive manufacturing

4- Alloyed (or pre-alloyed) metal powder

5- In-situ alloying

6- Single tracks

تغییرات ریزساختاری در سطح مقطع آلیاژ Ti-10Mo تهیه شده به روش ذوب لیزری انتخابی را نشان دهد و تأثیر ساختار لایه‌ای و چرخه‌های حرارتی بر انحلال/ نفوذ مولیبدن و مورفولوژی حوضچه‌های مذاب در راستای جهت ساخت را بررسی و تفسیر نماید، ریشه در مطالعات گسترده‌ی قبلی آزادبه و همکاران (۱۷-۲۱) دارد. در این پژوهش با توجه به موارد ذکر شده، آلیاژ Ti-10Mo به روش ذوب لیزری انتخابی با انتخاب پارمترهای بهینه پرینت شد و گرادیان ساختاری مورد بررسی و بحث قرار گرفت.

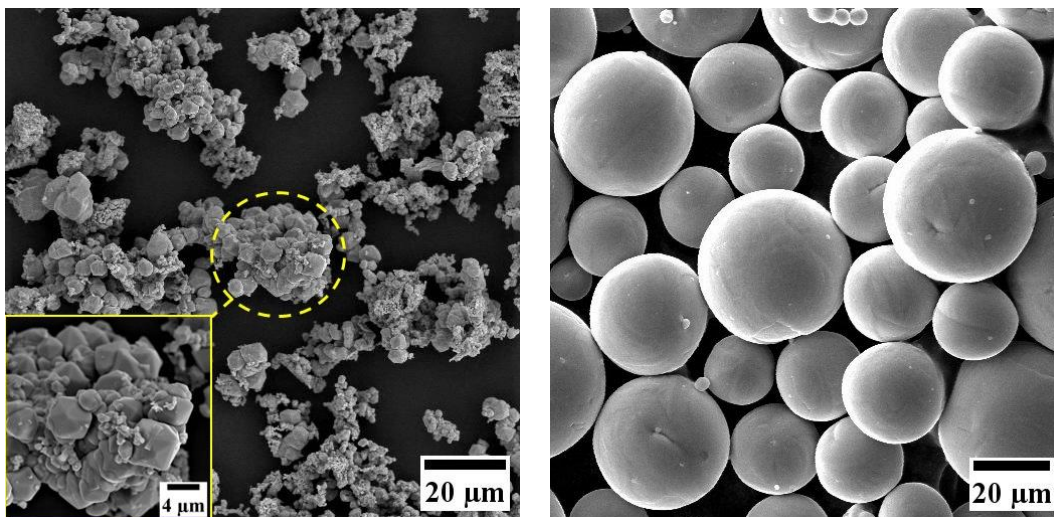
مواد و روش‌ها

در این پژوهش از پودرهای تیتانیوم و مولیبدن خالص که مشخصات آنها در جدول ۱ قابل مشاهده است، برای ساخت نمونه‌های آزمایشی استفاده شد. همانطور که در شکل ۱ نشان داده شده است، پودر تیتانیوم دارای شکل کروی با سطوح صاف بوده، ولی پودر مولیبدن عمدتاً بصورت خوشه‌های متشکل از ذرات چندوجهی می‌باشد. پودرهای تیتانیوم و مولیبدن خالص به ترتیب با نسبت‌های وزنی ۰/۹ و ۰/۱ در محفظه‌های سرامیکی بدون گلوله^۷ به مدت ۲۴ ساعت مخلوط و قبل از بارگیری در دستگاه ذوب لیزری انتخابی، جهت حذف رطوبت احتمالی در دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت و تحت اتمسفر آرگون در آن خشک شدند.

که در این رابطه P توان لیزر (بر حسب W)، v سرعت اسکن^۲ (بر حسب $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$)، h فاصله مراکز دو حوضچه‌ی مذاب مجاور (فاصله هش^۳) (بر حسب mm) و H ضخامت لایه^۴ (بر حسب mm) است. نحوه پرینت و جهت ساخت می‌تواند منجر به ناهمسانگردی^۵، ایجاد ریزساختار و فازهای متفاوت در نمونه پرینت شده گردد. نوع دانه بندی (ستونی، هم‌محور و...)، اندازه دانه‌ها و جهت‌گیری کریستالوگرافی دانه‌ها و انواع فازهای تشکیل دهنده، می‌تواند با توجه به جهت ساخت، تاریخچه گرما و نرخ خنک شونده‌ی متفاوت باشد، که این امر می‌تواند بر ریزساختار و خواص فیزیکی نمونه تأثیر بگذارد (۱۴، ۱۵). با توجه به ماهیت ساختار لایه‌ای در فرآیند ذوب لیزری انتخابی، لایه‌های پایین‌تر (لایه‌هایی که قبلاً پرینت شده‌اند) در معرض چرخه‌های حرارتی^۶ (گرم و سرد شدن‌های متوالی) بیشتری نسبت به لایه‌های بالاتر قرار می‌گیرند، به همین دلیل احتمال می‌رود این امر بر انحلال و توزیع مولیبدن در لایه‌های پایین‌تر موثر باشد و به صورت گرادینانی در انحلال مولیبدن در مقطع نمونه پرینت شده نمایان شود. در واقع پیش‌بینی پیدایش چنین گرادینانی، با اقتباس از یافته‌های قبلی آزادبه و همکاران (۱۶) در مطالعه‌ی تفجوشی فراجامد آلیاژهای برنجی بوده که در آنجا فاز مایع در نتیجه نیروی جاذبه زمین در پائین قطعه تجمع یافته و منجر به رشد دانه در آن قسمت شده است. عبارتی دیگر اساس و مفهوم بکار گرفته شده برای پیاده سازی و انجام تحقیقی که

جدول ۱- مشخصات پودرهای مورد استفاده

عنصر	اندازه ذرات پودر	خلوص پودر	شرکت تولید کننده
تیتانیوم	۱۵-۴۵ μm	%۹۹	TLS Technik GmbH & Co
مولیبدن	< ۲۰ μm	%۹۹	Sigma-Aldrich



شکل ۱- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی، (الف) ذرات پودر تیتانیوم و (ب) ذرات پودر مولیبدن

6- Thermal cycles
7 -Ball
8 -Oven

1 -laser power
2- scanning speed
3- hatch spacing
4- layer thickness
5 -Anisotropy

($1.0/22 \text{ g.cm}^{-3}$) و چگالی تئوری مولیبدن ($4/51 \text{ g.cm}^{-3}$) می‌باشند. در نهایت چگالی نسبی نمونه (ρ_r) از رابطه ۴ محاسبه شد.

$$\rho_r = \frac{\rho}{\rho_t} \times 100 \quad (4)$$

بررسی فازهای تشکیل‌دهنده نمونه توسط دستگاه پراش پرتو اشعه ایکس Siemens D5000 مجهز به چشمه کاتدی Cu K α در زوایای پراش ۲۰ الی ۹۰ درجه (2θ)، با سرعت اسکن $0.2^\circ/\text{s}$ در هر ثانیه ($2\theta.S^{-1}$) انجام شد. جهت تفسیر داده‌ها از نرم‌افزار X'pert Highscore Plus استفاده شد و الگوهای پراش توسط نرم‌افزار Origin Pro رسم شدند.

ریزساختار سطح بالایی (لایه‌ی رویی، X-Y at H= 3 mm)، سطح پایین (لایه‌های زیرین، X-Y at H= 0 mm) و همچنین سطح مقطع نمونه (صفحه X-Z) مورد مطالعه قرار گرفت. برای مطالعه دقیق‌تر، از قسمت‌های بالایی (5/6H)، میانی (3/6H) و پایینی (1/6H) سطح مقطع نمونه (که H همان ارتفاع نمونه است) همانند طرحواره شکل ۳، تصویربرداری شد. به همین منظور آماده‌سازی متالوگرافی نمونه‌ها در چند مرحله مطابق استاندارد ASTM E3، انجام گرفت. ابتدا نمونه‌ها درون مانتی از رزین پلی استر قرار داده شدند. عملیات سنباده‌زنی توسط کاغذ سنباده سیلیکون کاربرد انجام شد و در مرحله بعدی سطح نمونه‌ها به وسیله خمیر الماس ۱ میکرون پولیش و سپس توسط استون و آب مقطر شسته شده و با دمش هوا خشک شدند. در مرحله آخر سطح نمونه‌ها با استفاده از محلول کروم 5 ml HF (۱/۵ ml) گرفته و سپس با آب مقطر شسته شده و خشک شدند. ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری Olympus BH2- UMA و میکروسکوپ الکترون روبشی FE- SEM Tescan Mira 3 مجهز به سیستم EDS بررسی شد و آنالیز خطی عناصر توسط طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس انجام گرفت.

نمونه به روش ذوب لیزری انتخابی^۱ توسط دستگاه تجاری Concept Laser M-Lab، مجهز به لیزر فیبر Nd-YAG با حداکثر توان ۱۰۰ وات، تحت پارامترهای عنوان شده در جدول ۲، در اتمسفر محافظ گاز آرگون و محتوای اکسیژن داخل محفظه ساخت زیر 0.1% درصد، به شکل مکعب مستطیل و در ابعاد $20 \times 77/36$ میلی‌متر در 120 لایه و به ارتفاع ۳ میلی‌متر (در راستای محور Z) ساخته شد، که طرحواره آن در

شکل ۲- الف آورده شده است. برای تولید نمونه مطابق طرحواره شکل ۲- ب از روش اسکن خطی^۲ استفاده شد، به این صورت که مسیر^۳ اسکن لیزر در هر لایه (n) نسبت به لایه‌ی ماقبل خود (n-1)، 67° درجه چرخش داشت.

چگالی بر اساس اصل ارشمیدس، طبق استاندارد ASTM B962، اندازه‌گیری شد. وزن نمونه‌ها در هوا (m_1) توسط ترازو مدل AND GR-202 با دقت اندازه‌گیری 0.0001 گرم اندازه‌گیری و بعد از آن سطح نمونه توسط اسپری مخصوص ضد آب در چند مرحله پوشش داده شده و سپس وزن نمونه‌ها در هوا (m_2) بعد از اعمال پوشش اندازه‌گیری شد. در نهایت وزن غوطه‌وری در آب نمونه‌های پوشش داده شده (m_3) اندازه‌گیری و چگالی نمونه‌ها (ρ) توسط رابطه ۲ محاسبه شد.

$$\rho = \frac{m_1}{m_2 - m_3} \times \rho_{Water} \quad (2)$$

چگالی تئوری آلیاژ Ti-10Mo (ρ_{Ti})، برای مقایسه با چگالی اندازه‌گیری شده بر اساس اصل ارشمیدس، با استفاده از چگالی نظری اختلاط^۴ و مطابق رابطه ۳ محاسبه شد (۲۷).

$$\frac{1}{\rho_t} = \frac{W_{Ti}}{\rho_{Ti}} + \frac{W_{Mo}}{\rho_{Mo}} \quad (3)$$

در این رابطه W_{Ti} و W_{Mo} به ترتیب بیانگر درصد وزنی تیتانیوم و مولیبدن است، که در اینجا به ترتیب برابر 0.9 و 0.1 درصد وزنی می‌باشد. همچنین ρ_{Ti} و ρ_{Mo} به ترتیب چگالی تئوری تیتانیوم

جدول ۲- پارامترهای تولید نمونه Ti-10Mo به روش ذوب لیزری انتخابی

توان لیزر	فاصله هش ^۶	ضخامت هر لایه	سرعت اسکن	قطر نقطه ای لیزر ^۷
(μm)	(μm)	(μm)	(mm.s^{-1})	(μm)
۹۵	۸۸	۲۵	۶۰۰	۵۰

^۵ -Kroll's etch solution

^۶ -Hatching distance

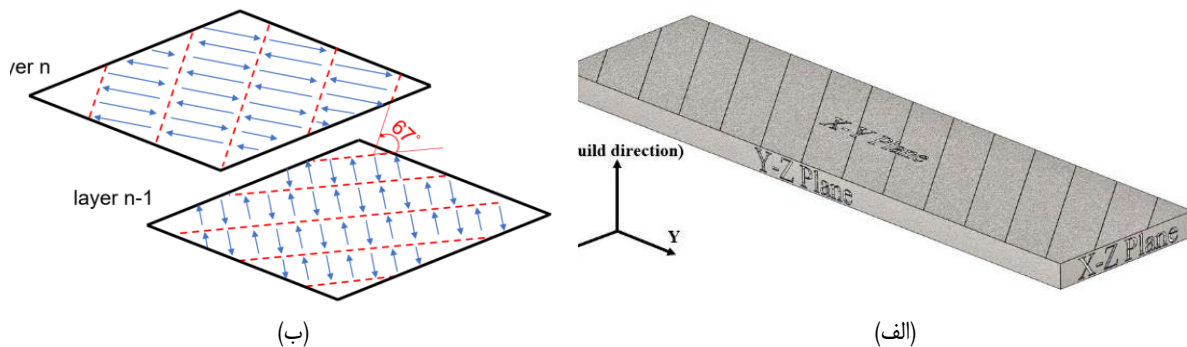
^۷ -Laser spot diameter

^۱ -Selective laser melting

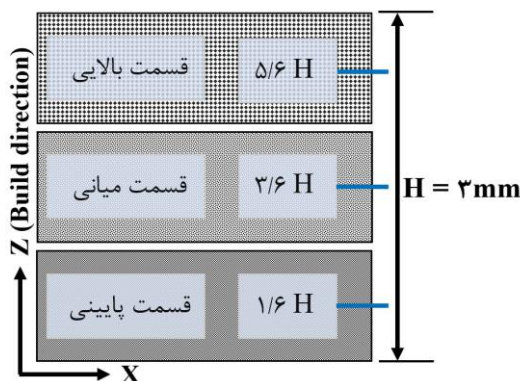
^۲ -Stripe

^۳ -Track

^۴ -Mixture theoretical density



شکل ۲- (الف) طرحواره نمونه تولید شده به روش ذوب لیزری انتخابی، (ب) طرحواره روش اسکن خطی با چرخش مسیر اسکن لیزر بین لایه ای ۶۷ درجه (صفحه X-Y) مورد استفاده در فرآیند تولید نمونه



شکل ۳- طرحواره نحوه تقسیم بندی و نام گذاری قسمت های مختلف سطح مقطع نمونه (صفحه X-Z) بمنظور بررسی گرادیان ساختاری

نتایج

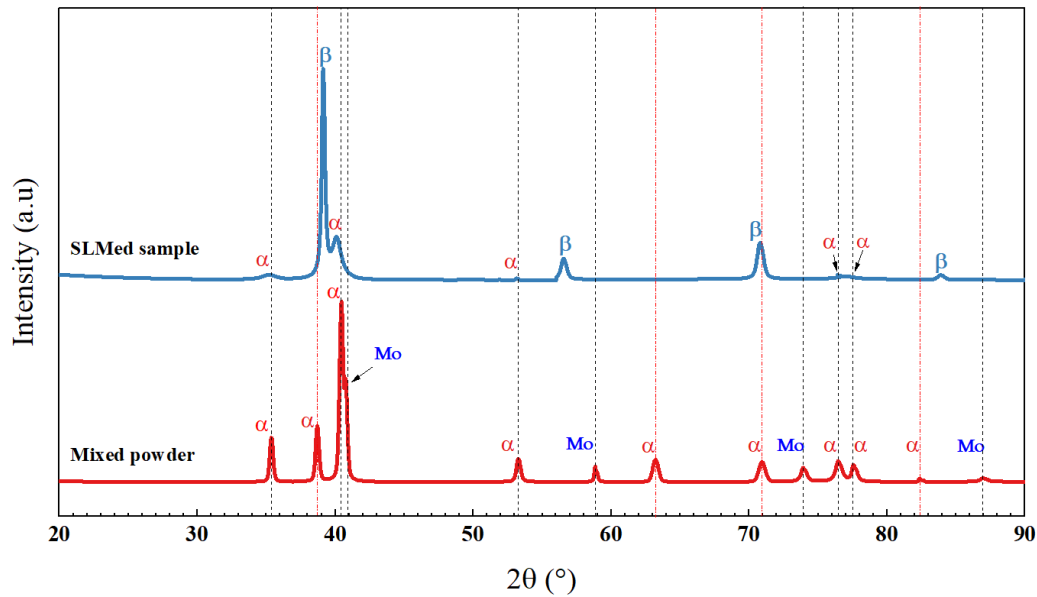
۱-۳- چگالی نمونه

چگالی نمونه آلیاژ Ti-۱۰Mo تولید شده به روش ذوب لیزری انتخابی، توسط اصل ارشمیدس برابر $4/70 \text{ g.cm}^{-3}$ اندازه گیری شد. چگالی تئوری برای این آلیاژ مطابق رابطه ۳ برابر $4/77 \text{ g.cm}^{-3}$ محاسبه شد. همچنین بر اساس رابطه ۴ چگالی نسبی برابر $98/53\%$ محاسبه گردید، که نشان دهنده متراکم بودن و تخلخل کم نمونه است.

۲-۳- مطالعه فازي

تولید شده Mo-۱۰Ti الگوی پراش اشعه ایکس مخلوط پودر و آلیاژ به روش ذوب لیزری انتخابی در شکل ۴ آورده شده است. مشاهده می شود فازهای تشکیل دهنده نمونه پرنیت شده مخلوطی از فازهای آلفا و بتا می باشند، این در حالی است که فاز بتا در آنالیز مخلوط پودری،

به عنوان ماده اولیه پرنیت مشاهده نمی شود و در اثر نفوذ مولیبدن به زمینه تیتانیومی در نمونه ی پرنیت شده ایجاد شده است، بطوریکه فاز بتا در زوایای (2θ) $39/1^\circ$ ، $52/56^\circ$ ، $70/75^\circ$ و $83/84^\circ$ (خطوط قرمز رنگ) در الگوی پراش اشعه ایکس نمونه پرنیت شده قابل مشاهده است. لازم به ذکر است که مولیبدن پایدارکننده فاز بتا بوده و در مخلوط پودری حضور آن در پیک های $40/75^\circ$ ، $58/83^\circ$ و $73/90^\circ$ قابل مشاهده است و حذف شدن پیک های مولیبدن در نمونه پرنیت شده دلیلی بر این ادعا می باشد. همچنین شدت پیک های فاز آلفا در نمونه پرنیت شده نسبت به نمونه پودری در زوایای $35/45^\circ$ ، $40/41^\circ$ ، $53/24^\circ$ ، $76/44^\circ$ و $77/56^\circ$ درجه کاهش یافته و برخی از پیک های فاز آلفا نیز در زوایای $38/67^\circ$ ، $63/17^\circ$ و $70/88^\circ$ حذف شده است.



شکل ۴- الگوی پراش اشعه ایکس مخلوط پودر Ti-10Mo و آلیاز Ti-10Mo تولید شده به روش ذوب لیزری انتخابی

همانطور که در شکل ۶ و شکل ۷ مشاهده می‌شود در حالت کلی سه نوع پاشش مذاب در حین اسکن ایجاد می‌شود. در پاشش نوع اول قطرات مذاب به صورت فواره‌ای، در حین اسکن و متأثر از انرژی لیزر و تحت فشار پس زدگی از حوضچه مذاب خارج شده و مرتفع‌ترین و طولانی‌ترین فاصله را طی می‌کنند. در این حالت قطرات مذاب فرصت کافی برای منجمد شدن قبل از رسیدن به سطح پودر را دارند و حالت کروی خود را حفظ می‌کنند و قبل از رسیدن به بستر پودر منجمد می‌شوند. در پاشش نوع دوم، پاشیدن قطرات مذاب با فاصله کمتر و کوتاه‌تر تحت فشار پس زدگی ایجاد می‌گردد، در این حالت مذاب قبل از رسیدن به بستر پودر انجماد نسبی را تجربه می‌کند و امکان چسبیدن ذرات پودر و قطرات مذاب دیگر به آن وجود دارد. در پاشش نوع سوم نیز پاشش مذاب کمترین فاصله را تجربه کرده و هنگامی که پرتو لیزر بستر پودر را اسکن می‌کند، قطرات از حوضچه مذاب خارج شده و به بستر پودر در جلو رانده می‌شوند. در این حالت مذاب زمان کافی برای منجمد شدن را ندارد و پاشش به صورت توده‌ای خواهد بود. اثر توپی^۳ (گلوله‌ای شدن)، پدیده‌ای است که با کاهش انرژی آزاد رخ می‌دهد. انرژی ورودی کم به بستر پودر در اطراف ناحیه اسکن لیزر (کناره‌های حوضچه مذاب) منجر به خیس^۴ نشدن و ذوب ناکافی قسمت‌های اطراف ناحیه عمل شده و یک حوضچه مذاب ویسکوز با کشش سطحی بالا تولید می‌کند. برای کاهش کشش سطحی، تشکیل توپی شروع می‌شود. توپی تشکیل شده در صورت کوچک بودن از حوضچه مذاب خارج می‌شود و در صورتی که بزرگ باشد، متصل به حوضچه باقی می‌ماند، نمونه‌ای از این پدیده در شکل ۶ (ب) قابل مشاهده است.

برخی از قله‌های فاز آلفا در نمونه پرینت شده انتقال جزئی به سمت درجه‌های پایین‌تر را (از $35/45^\circ$ به $35/18^\circ$ ، $40/41^\circ$ به $40/07^\circ$ ، $76/44^\circ$ به $76/41^\circ$ و $77/56^\circ$ به 77°) نشان می‌دهند. باتوجه به اینکه از لحاظ فیزیکی شعاع اتمی مولیبدن (اتم جانشینی) بزرگتر از شعاع اتمی تیتانیوم می‌باشد، انحلال مولیبدن در زمینه تیتانیوم، ثابت شبکه تیتانیوم را افزایش داده و باتوجه به رابطه براگ (رابطه ۵)، افزایش d (ثابت شبکه) باعث می‌گردد که قله‌ها در درجه‌های (2θ) پایین‌تر ظاهر شوند.

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (5)$$

۳-۳- مورفولوژی و ریزساختار

در شکل ۵ تصویر میکروسکوپی سطح بالای نمونه (آخرین لایه پرینت شده) آورده شده است، که در آن خطوط اسکن لیزر بدون هیچگونه عملیات متالوگرافی به وضوح دیده می‌شود. برای آشکار کردن جزئیات بیشتر، همان سطح توسط میکروسکوپ الکترون روبشی مورد بررسی قرار گرفت که تصاویر آن در شکل ۶ آورده شده است. مسیرهای اسکن لیزر و انتهای حوضچه‌ها در شکل ۶ الف و همان تصویر با بزرگنمایی بالاتر در شکل ۶-ب به وضوح قابل مشاهده است. در بالای حوضچه‌های مذاب، سطوح موج دار^۱ به ویژه در انتهای هر مسیر اسکن، منافذ ریز (کناره‌های حوضچه مذاب) و همچنین ذرات مذاب پاشیده شده^۲ دیده می‌شود، که این پاشش در فرآیند ذوب لیزری انتخابی امری بسیار رایج و اجتناب‌ناپذیر است. مهم‌ترین عامل تأثیرگذار بر ایجاد حالت مواج که در کناره‌های مسیر اسکن و بویژه در انتهای آن بوضوح قابل رویت است، چگالی انرژی لیزر (ED) می‌باشد.

³ Balling effect

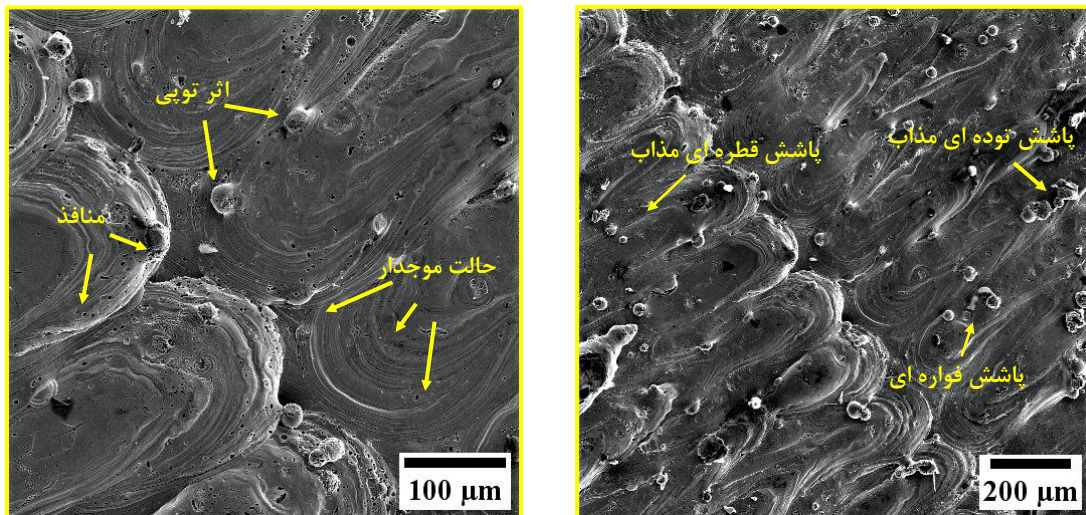
⁴ Wetting

¹ -Rippled surface

² -Spattered particles



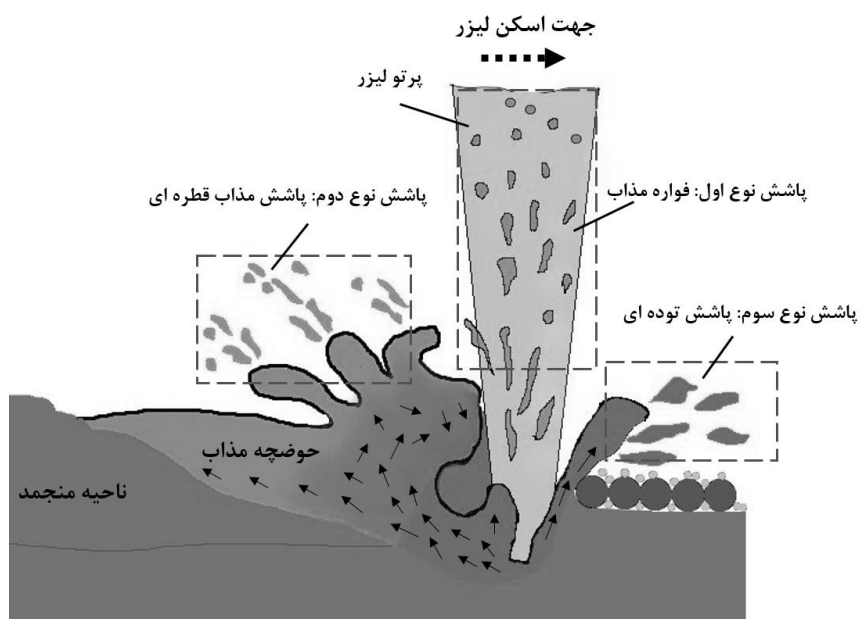
شکل ۵- تصویر ماکروسکوپی از سطح بالای نمونه بدون آماده سازی متالوگرافی (صفحه X-Y)



(ب)

(الف)

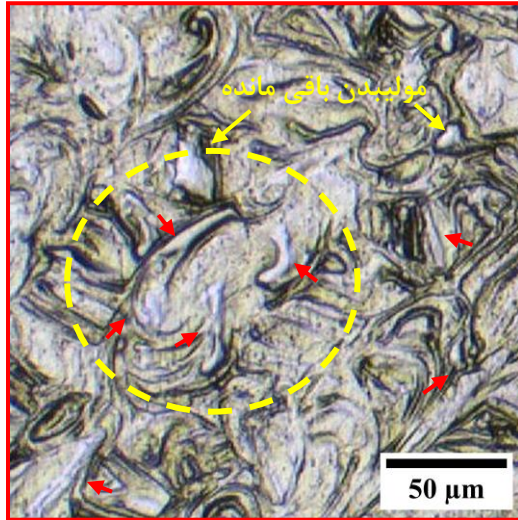
شکل ۶- (الف) تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی از مسیر اسکن لیزر (شکل ۵)، بدون آماده سازی متالوگرافی؛ (ب) تصویر (الف) با بزرگنمایی بالا



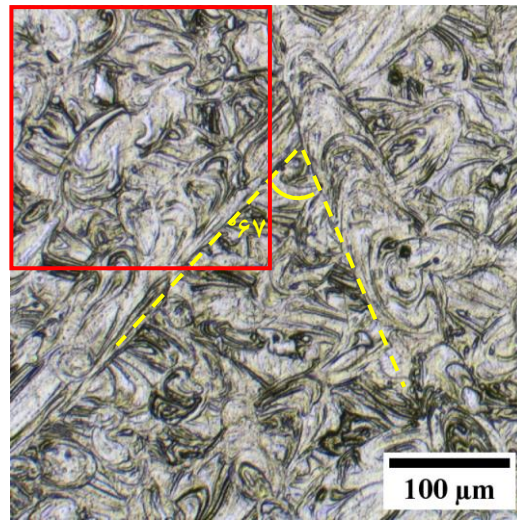
شکل ۷- طرحواره حوضچه مذاب و انواع پاشش مذاب در حین اسکن لیزر

دقت، بترتیبی که با تقدم و تأخر پرینت شده‌اند با سنباده‌زنی لایه به لایه برداشته شوند) بسادگی انجام نمی‌شود، می‌توان در تصویر مسیره‌های اسکن دو یا چند لایه پرینت شده روی هم که، با زاویه 67° نسبت به هم قرار گرفته‌اند را تشخیص داد.

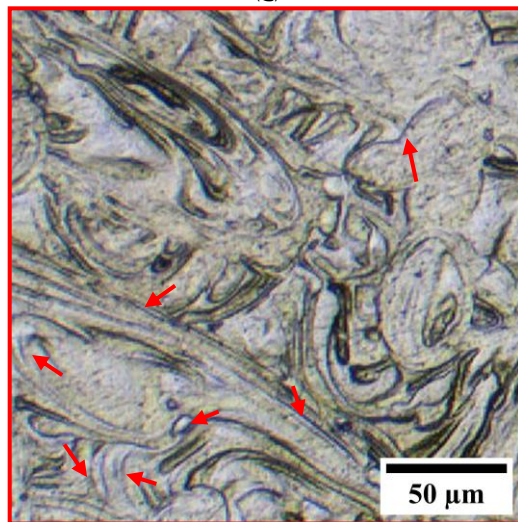
در شکل ۸ تصویر میکروسکوپ نوری از سطح بالایی نمونه (لایه‌های رویی، $X-Y$ at $H=3\text{mm}$) و همچنین سطح پایینی نمونه (لایه‌های زیرین، $X-Y$ at $H=0\text{mm}$)، بعد از آماده‌سازی متالوگرافی آورده شده است. در اولین نگاه در هر دو سطح بدلیل اینکه آماده‌سازی متالوگرافی کاملاً دقیق (بعبارتی آماده‌سازی به گونه‌ای که لایه‌ها با



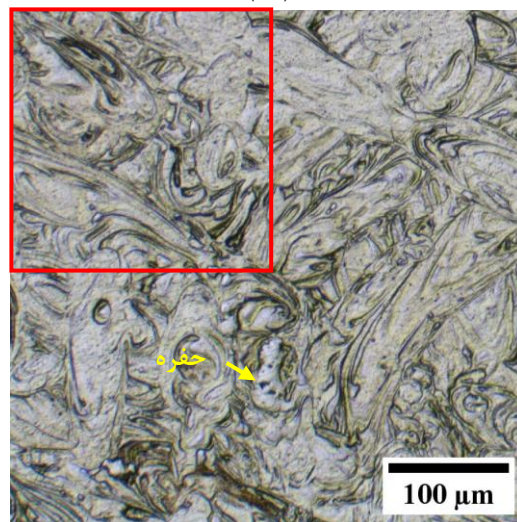
(ج)



(الف)



(د)



(ب)

شکل ۸- تصویر میکروسکوپ نوری (صفحه $X-Y$)، (الف) سطح بالایی نمونه (لایه های رویی $H=3\text{mm}$)، (ب) سطح پایینی نمونه (لایه های زیرین $H=0\text{mm}$)، (ج) و (د) بترتیب تصاویر الف و ب با بزرگنمایی بالاتر

دیگر این رگه‌ها که در برخی مناطق بصورت مخروطی نیز هستند، می‌تواند همان مذاب تیتانیوم غنی شده با مولیبدن در نظر گرفته شود، به این صورت که ذرات مولیبدن بدلیل نیروهای موثر در فرآیند ذوب لیزر در داخل مذاب تیتانیوم حرکت می‌کند و مسیری را طی می‌نماید و در پایان متوقف می‌گردد و چنین رد اثری از حرکت خود بجا می‌گذارد (پیکان‌های قرمز رنگ در شکل ۸ (ج) و (د)). می‌توان گفت که در مکان‌های متوقف شدن این رد اثر، گاهاً مولیبدن حل نشده به صورت باقی مانده محبوس می‌شود. در مقایسه تصاویر سطح بالا و پایین

در نگاه بعدی به همان دو سطح در تصاویری با بزرگنمایی بالاتر (شکل ۸ (ج) و (د))، می‌توان تا حدودی به چگونگی انحلال مولیبدن در زمینه تیتانیومی پی برد. حضور مولیبدن حل شده در زمینه تیتانیومی به صورت رگه‌های سفید رنگ مایل به بنفش با فصل مشترک سیاه رنگ موجی شکل با زمینه، قابل مشاهده است. در واقع ذرات مولیبدن تحت تاثیر چگالی بالا و نیروی لیزر به کناره‌ها و کف حوضچه مذاب رانده شده و سپس در اثر جریان مارانگونی به داخل حوضچه‌های مذاب حرکت می‌کند و در طی آن مسیر در مذاب تیتانیوم حل می‌شوند. به عبارت

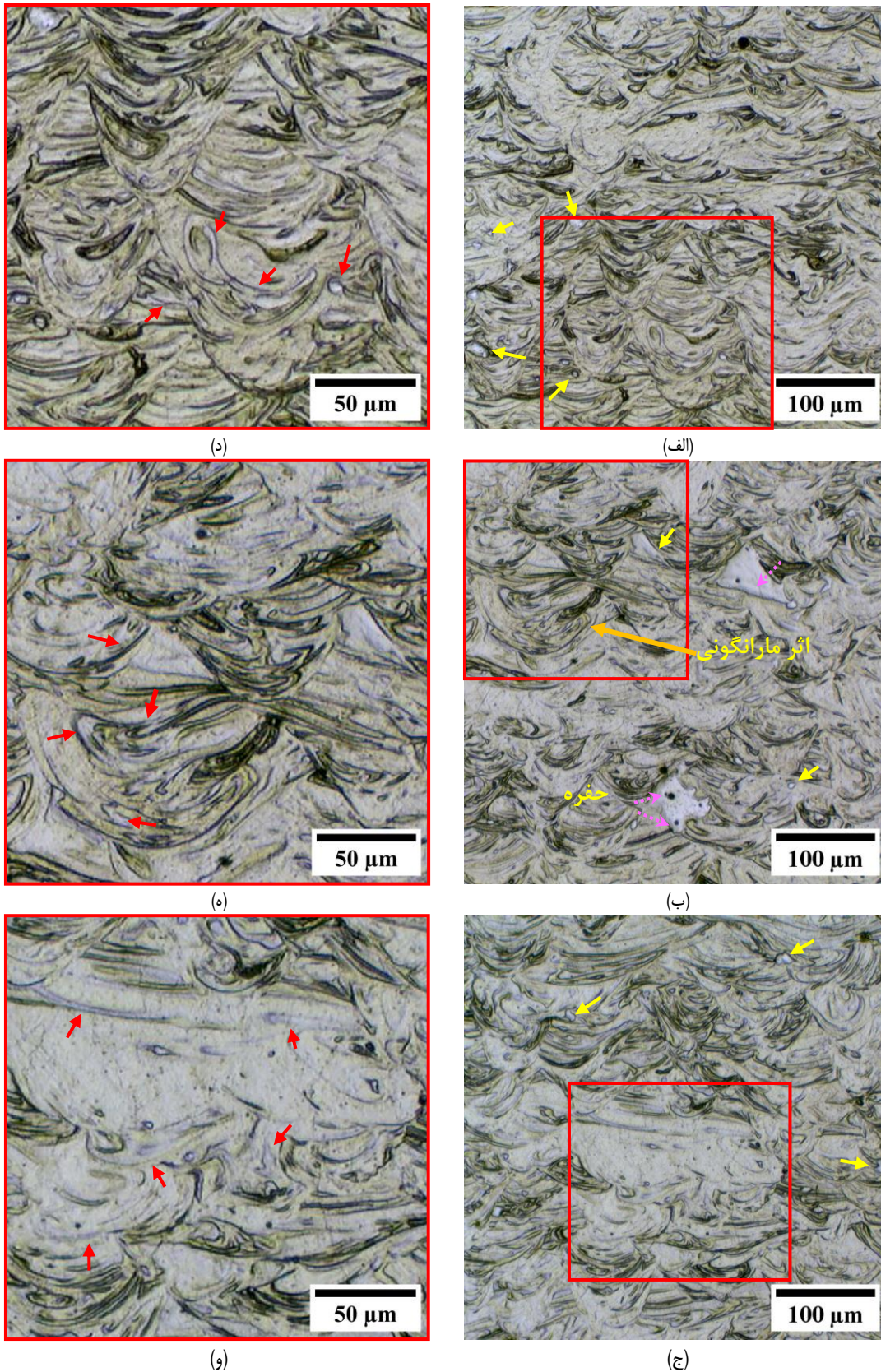
تقریباً با زمینه ادغام شده و نامشهودتر است. در ضمن در سطح بالایی نمونه، برجستگی و تلاطم موج‌ها مشهود است در حالیکه در سطح پایینی این موج‌ها صاف‌تر و آرام‌تر شده و زمینه‌ی همگن‌تری دیده می‌شود.

مشابه شکل ۱۰، گرادیانی از هاله‌های سفید رنگ در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح مقطع نمونه (صفحه X-Z) قسمت بالایی ($H=5/6$)، میانی ($H=3/6$) و پایینی ($H=1/6$)، در شکل ۱۲ آورده شده است. به این صورت که هاله‌های سفید رنگ شبیه موج‌های چین خورده (که شاید پستی و بلندی خاصی در خود دارد) مشاهده می‌شود که در قسمت‌های بالایی نمونه علاوه بر این که ضخیم‌تر، روشن‌تر و در هم تنیده‌تر هستند و در واقع به نوعی حالت خشن‌تری دارند. چنین بنظر می‌آید که تلاطم موج‌ها بتدریج در قسمت‌های میانی و پایینی نمونه کاهش یافته و حالت آرام‌تری به خود گرفته است. در واقع هاله‌ها کم رنگ‌تر شده و گویی با زمینه تیتانیومی ادغام شده است، از حالت خشنی موج‌ها نیز کاسته شده و ملایم‌تر به نظر می‌آید. برای نشان دادن تقریبی حضور مولیبدن در این هاله‌ها، نتایج آنالیز خطی طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس در شکل ۱۲ آورده شده است. همانطور که مشاهده می‌شود، در نقاطی که اسکن خطی بر روی هاله‌های سفید رنگ افتاده است، آنالیز مقدار مولیبدن بیشتری را (به صورت درصد وزنی) نسبت به نواحی مجاور نشان می‌دهد. در تحقیقی مشابه توسط کانگ و همکاران (۲۸)، که در آن آلیاژ $Ti-7\Delta Mo$ به روش ذوب لیزری بستر با استفاده از مخلوط پودرهای عنصری تیتانیوم و مولیبدن تقریباً با مورفولوژی مشابه با مواد اولیه‌ی پژوهش حاضر انجام شده، با مطالعات میکروپروب الکترونی بر روی هاله‌های سفید مشابه نشان داده شده است که این مناطق غنی از مولیبدن بوده و در واقع همان فاز بتا می‌باشد.

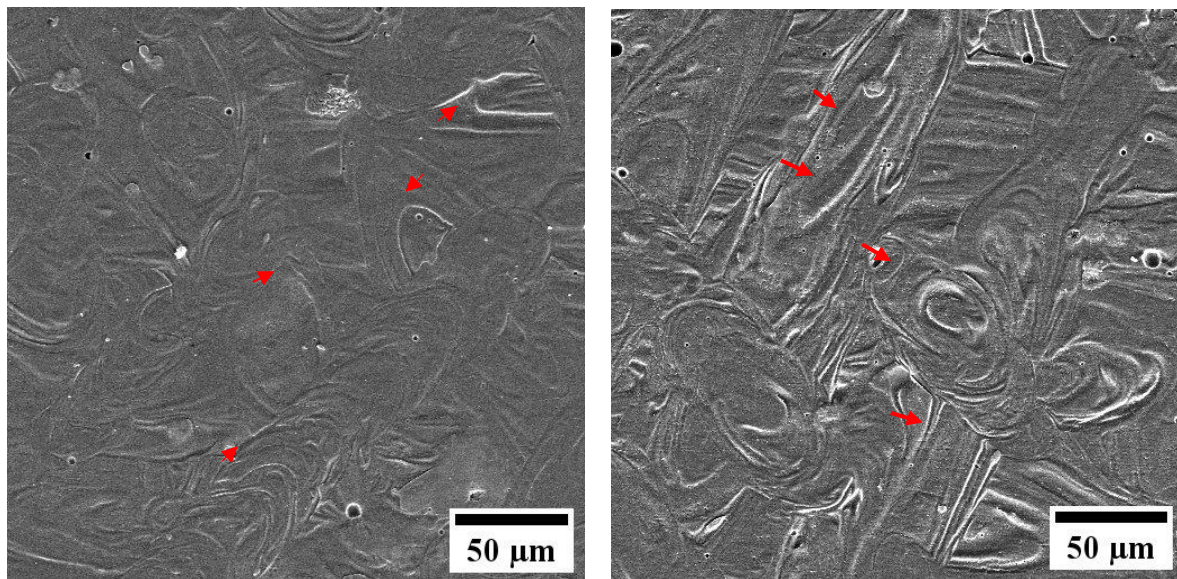
با توجه به ماهیت این هاله‌های سفید، می‌توان چنین نتیجه گرفت که در قسمت پائینی سطح مقطع، یکنواختی بیشتری از نظر انحلال مولیبدن نسبت به دیگر قسمت‌ها وجود دارد. با توجه به اینکه در فرآیند ذوب لیزری انتخابی، لایه‌ها به ترتیب بر روی هم ایجاد می‌گردند، بنابراین لایه‌های پایینی‌تر به دلیل تداوم حرکت پرتو لیزر جهت تکمیل فرآیند ساخت، تحت تأثیر گرم شدن‌های متوالی بیشتری نسبت به لایه‌های بالاتر قرار می‌گیرند، لذا در لایه‌های پایین نفوذ/انحلال مولیبدن به اطرافش بیشتر اتفاق می‌افتد و در نتیجه در لایه‌های زیرین یکنواختی بیشتری از نظر انحلال مولیبدن در زمینه تیتانیومی به وجود می‌آید. حال با این توضیح، کم رنگ‌تر دیده شدن هاله‌های سفید رنگ در سطح مقطع پائینی و آرام شدن موج‌ها منطقی بنظر می‌آیند. در کل می‌توان پیش بینی کرد که در اسکن کردن لایه‌ها روی همدیگر، گرادیان ساختاری، حداقل در مقیاس کوچک اتفاق افتاده و پدیده‌ای دور از انتظار نیست.

تفاوتی در تراکم فصل مشترک موجی شکل سیاه رنگ دیده می‌شود، بطوریکه در سطح بالای نمونه (شکل ۸ الف) و (ج)) این فصل مشترک پررنگ‌تر و مشهودتر و عبارتی خشن‌تر از سطح پایین نمونه (شکل ۸ ب) و (د) دیده می‌شود و در سطح پایینی بدلیل تجربه‌ی حرارتی بیشتر ناشی از اسکن لایه‌ها در بالای آن، نفوذ مولیبدن باقی مانده یا رگه‌های غنی از آن در زمینه تیتانیومی بیشتر شده و سطح نسبتاً یکنواخت‌تری در مقایسه با بالای نمونه بدست آمده است. بطوریکه در فصل مشترک نیز اختلاف غلظت کمتر شده و خطوط تیره ملایم‌تر دیده می‌شوند. همچنین در مسیرهای اسکن لیزر (حوضچه‌های مذاب) ذرات مولیبدن باقی مانده در اندازه‌ی حدود $5\ \mu m$ و در برخی موارد ذرات مولیبدن آگلومره‌ای به اندازه $25\ \mu m$ ، عمدتاً در حاشیه‌های حوضچه‌های مذاب قابل مشاهده است (پیکان‌های زرد رنگ). با توجه به اختلاف مورفولوژی و اختلاف غلظت مشاهده شده در سطح بالا و سطح پائین پیش‌بینی می‌شود که لایه‌های در حال اسکن، حرارتی را به لایه‌های قبلاً پرینت شده منتقل می‌نمایند و این موجب ترغیب نفوذ مولیبدن (مولیبدن باقی مانده و یا رگه‌ها یعنی جاهایی که ذرات مولیبدن بدلیل نیروهایی از قبیل نیروهای مارانگونی در داخل مذاب طی نموده‌اند) به داخل زمینه تیتانیومی می‌شود. به همین دلیل مطالعه سطح مقطع نمونه‌های پرینت شده می‌تواند اطلاعات وسیع‌تری را در این رابطه آشکار نماید. از این رو، تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح مقطع (صفحه X-Z)، از قسمت‌های بالایی ($H=5/6$)، میانی ($H=3/6$) و پایینی نمونه‌ها ($H=1/6$) در شکل ۹ آورده شده است. در این شکل مقطع حوضچه‌های مذاب به وضوح دیده می‌شوند، که در آن رگه‌های سفید رنگ مایل به بنفش غنی از مولیبدن با فصل مشترک سیاه رنگ نیز همانند سطح بالا و سطح پائین قابل مشاهده است. همچنین گرادیانی از آرام شدن موج‌ها و ملایم شدن فصل مشترک سیاه‌رنگ از بالا به پائین قابل تشخیص است، در برخی نواحی ذرات نسبتاً بزرگ‌تر مولیبدن با رنگ سفید مایل به بنفش، به شکل چند ضلعی و با گوشه‌های تیز مشاهده می‌شود که در داخل آن حفراتی وجود دارد (پیکان‌های بنفش رنگ در شکل ۹-ب)). بنظر می‌رسد این ذرات در نتیجه جریان اتفاقی مذاب‌های غنی از مولیبدن (در اثر حرکت پرتو لیزر و جریان‌های همرفتی و مارانگونی)، و از به هم پیوستن ذرات مولیبدن باقی مانده در داخل مذاب، تشکیل شده باشند و یا اینکه این مناطق مربوط به مولیبدن آگلومره شده است که مذاب تیتانیومی به لابلای آن رفته است.

در شکل ۱۰ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از سطح بالایی (لایه‌های رویی) و پایینی (لایه‌های زیرین) نمونه‌ها (صفحه X-Y) آورده شده است. در این تصاویر هاله‌های سفید رنگ در حاشیه و داخل حوضچه‌ها، دیده می‌شود که در سطح بالایی نمونه (شکل ۱۰-الف)) این هاله‌ها نسبت به سطح پایینی نمونه (شکل ۱۰-ب)) روشن‌تر، پررنگ‌تر و ضخیم‌تر می‌باشد. به عبارتی، این هاله‌ها در سطح پایینی



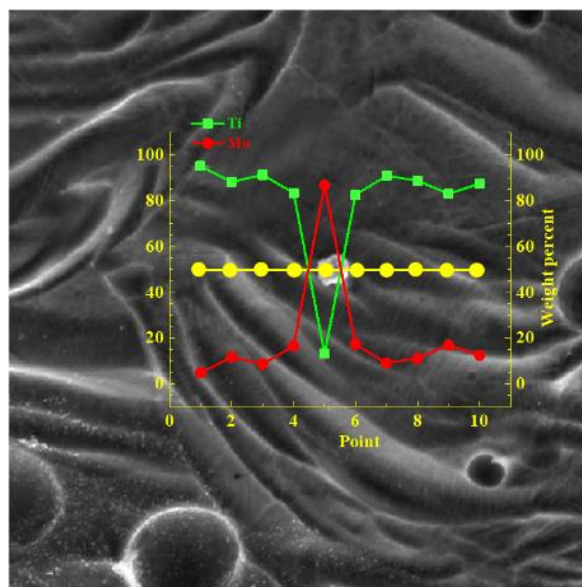
شکل ۹- تصاویر میکروسکوپ نوری از سطح مقطع (صفحه X-Z)؛ (الف)، (ب) و (ج) تصاویر حوضچه‌های مذاب از بالا به پایین، به ترتیب از ارتفاع $\frac{5}{6}H$ ، ارتفاع $\frac{3}{6}H$ و ارتفاع $\frac{1}{6}H$ بطوریکه $H=3\text{mm}$ ارتفاع نمونه است، (د)، (ه) و (و) بترتیب همان تصاویر (الف)، (ب) و (ج) با بزرگنمایی بالاتر



(ب)

(الف)

شکل ۱۰- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی (مود الکترون ثانویه)؛
(الف) از سطح بالایی (صفحه X-Y در H=3 mm) و (ب) پایین نمونه (صفحه X-Y در H=0 mm)



شکل ۱۱- آنالیز EDX به صورت خطی از حوضچه های مذاب Ti-10Mo از دو
عنصر تیتانیوم و مولیبدن

ذوب مجدد آن نیست، اقلأ گرمای ذوب لایه‌های بالایش در حین اسکن لیزر را تجربه می‌کند و این گرمای منتقل شده نیز می‌تواند قدری به نفوذ مولیبدن کمک نماید. برای اثبات این ادعا می‌توان تاثیر اسکن مجدد را در مخلوط پودری Ti-5Mo و Ti-10Mo در نظر گرفت که در آنجا اسکن مجدد نمونه‌ی متشکل از فقط دو لایه منجر به همگن شدن هر دو آلیاژ شده است. پس شاید این فرض که لایه‌های

ضمناً باید این را نیز در نظر گرفت که وقتی لایه‌ای در حال پرینت شدن است، توان لیزر بقدری است که چند لایه‌ی زیرین (مثلاً حدود ۳ لایه) را مجدداً ذوب می‌کند و انحلال دوباره ذرات مولیبدن باقی مانده به نواحی اطراف بدلیل قرار گیری دوباره در مذاب، اتفاق می‌افتد و این به همگن شدن بیشتر کمک می‌کند. اگر پرینت کردن لایه‌ها ادامه یابد، آخرین لایه زیرین پرینت شده‌ای که توان لیزر عبوری دیگر قادر به

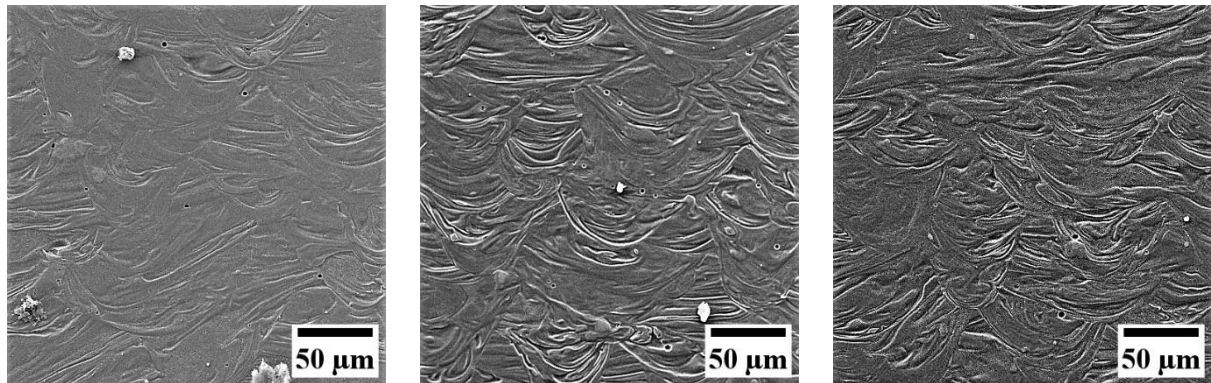
بطور شماتیک در پس زمینه‌ی نمودار رسم شده است) و ناحیه درونی حوضچه‌ها کاهش می‌یابد و نقاط مختلف حوضچه همگن تر می‌شود. عبارتی دیگر مولیبدن بطور یکنواخت در تمام مناطق حوضچه حل می‌شود و کمتر بصورت متمرکز در مناطق کناری حوضچه‌ها باقی خواهد ماند. چگونگی انحلال مولیبدن در آلیاژ پرینت شده از مخلوط پودر تیتانیوم-مولیبدن را می‌توان طبق رابطه ۶ مشابه نفوذ در یک قطعه ریختگی (Ti) دارای نوسانات غلظتی (Mo) دانست.

$$C_{(X,0)} = C_m + \beta \sin\left(\frac{\pi}{2} - \frac{\pi X}{l}\right) \quad (۶)$$

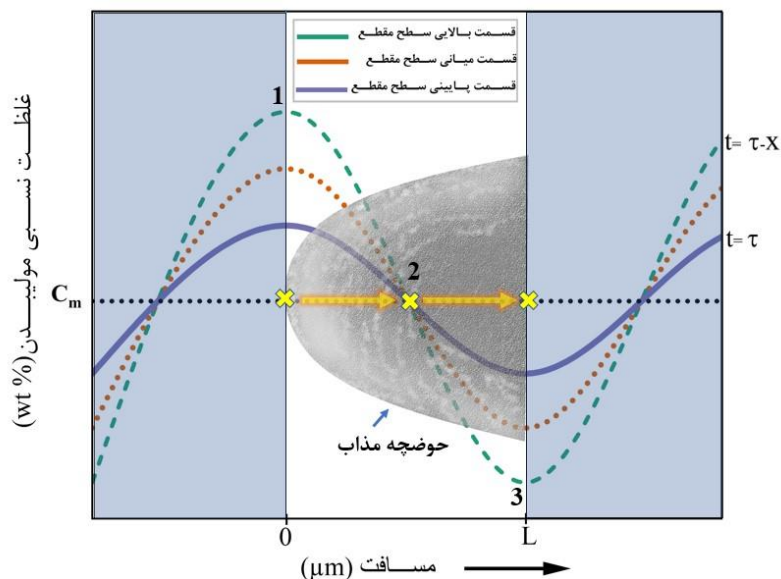
که در آن C_m میانگین غلظت مولیبدن در کل قطعه، β دامنه نوسان غلظت مولیبدن و l نیم پریود نوسانات غلظت است. می‌توان نموداری همانند شکل ۱۳ متصور شد، که بر اساس آن در صورت فراهم شدن شرایطی، مولیبدن از درون هاله‌های سفید رنگ کناره‌های حوضچه‌های مذاب، از فاصله $0 < X < l/2$ (یعنی کناره‌های حوضچه‌ها که محل تجمع مولیبدن هستند) به فاصله $l/2 < X < l$ (زمینه تیتانیومی) نیز منتقل می‌شود، تا همگنی نسبی در حوضچه حاصل شود. در اینجا برای ساده‌تر توضیح دادن مطلب، نفوذ فقط در یک راستا در نظر گرفته شده است.

قبلاً پرینت شده نسبت به لایه‌های دیرتر پرینت شده گرمای بیشتری تجربه می‌کنند و منجر به همگن شدن هر چه بیشتر شان می‌شوند دلیل قانع کننده‌ای بر آنچه که در شکل ۱۲ مشاهده می‌شود باشد (۲۹،۳۰).

برای توضیح بیشتر، چگونگی حرکت ذره مولیبدن در مذاب و انحلال آن می‌توان ذرات مولیبدن در مذاب تیتانیوم در نظر گرفت که هنگام متمرکز شدن لیزر بدلیل نقطه ذوب بالایش (2623°C) نسبتاً ذوب نشده باقی مانده ولی بدلیل داشتن ضریب نفوذ بالایش در تیتانیوم امکان انحلالش فراهم است. در ابتدا این ذرات بدلیل نیروی لیزر و همچنین چگالی بیشتر، به سمت کناره‌ها و کف حوضچه‌ها رانده شده و در ادامه بعط جریان‌های مارانگونی و همرفتی ایجاد شده در حوضچه مذاب تا حدودی به سمت مراکز حوضچه‌ها حرکت می‌کند (مطابق طرحواره رسم شده در شکل ۱۳). با حرکت این ذره در مسیر ذکر شده، مذاب تیتانیوم آغشته به مولیبدن می‌شود و در ادامه پس از گذر لیزر که تیتانیوم شروع به منجمد شدن می‌کند حرکت ذره کند شده و در نهایت متوقف می‌شود. در ادامه، مطابق توضیحات قبلی با پرینت شدن هر لایه جدید بالای این حوضچه، حرارت به آن منتقل شده و مولیبدن تجمع یافته در اطراف حوضچه‌ها (رگه یا هاله‌های غنی از مولیبدن) به مناطقی که مولیبدن کمتری دارند (یعنی داخل حوضچه‌ها) نفوذ پیدا می‌کنند. با گذشت زمان یعنی پرینت لایه‌ها بر روی یکدیگر، اختلاف غلظت مولیبدن بین کناره‌ی حوضچه‌ها (هاله‌های روشن که



شکل ۱۲- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی (SE) از سطح مقطع (صفحه X-Z؛ الف)، (ب) و (ج) تصاویر حوضچه‌های مذاب از بالا به پایین به ترتیب در ارتفاع $\frac{5}{6}H$ ، ارتفاع $\frac{3}{6}H$ و ارتفاع $\frac{1}{6}H$



شکل ۱۳- طرحواره حوضچه و نوسانات غلظتی مولیبدن در قسمت‌های بالایی، میانی و پایینی سطح مقطع

نتیجه گیری

در این پژوهش آلیاژ $Ti-10Mo$ با ساختار لایه‌ای با استفاده از مخلوط پودرهای عنصری تیتانیوم و مولیبدن به روش ذوب لیزری انتخابی در 120 لایه، هر کدام با ضخامت تقریبی 25 میکرومتر با موفقیت ساخته شد که چگالی نسبی آن نسبتاً بالا و در حد $98/53$ درصد بود. ظهور پیک‌های مربوط به فاز بتا و همچنین انتقال جزئی پیک‌های فازهای آلفا به سمت پایین‌تر، در آنالیز پراش اشعه ایکس نمونه‌ی پرینت شده نشان دهنده نفوذ و انحلال مولیبدن در زمینه تیتانیومی در طی فرآیند ذوب لیزری انتخابی می‌باشد. در این فرآیند جریان همرفتی و مارانگونی در انحلال ذرات مولیبدن در مذاب تیتانیوم موثر است و با تعقیب رگه‌های بنفش رنگ در تصاویر میکروسکوپ نوری، مسیر حرکت ذرات مولیبدن در مذاب تیتانیوم و حل شدن‌شان بسادگی قابل پی‌گیری است. نتیجه بررسی دقیق این رگه‌ها در مناطق مختلف سطح مقطع نشان داد که گویی‌گرادیان نسبتاً منظم ساختاری در نتیجه انحلال متمایز مولیبدن از بالا تا پایین نمونه وجود دارد. به عبارت دیگر لایه‌های پائین‌تر همگن‌تر هستند ولی در لایه‌های بالاتر رگه‌های غنی از مولیبدن با تمایز قابل توجهی دیده می‌شوند. علت این موضوع این است که بطور کلی هر لایه نسبت به لایه بالایی خود حرارت بیشتری را تجربه می‌کند و پدیده همگن شدن درجا را می‌توان به آن نسبت داد. این گرادیان می‌تواند با بررسی تغییرات مورفولوژی موج‌های موجود آمده در حوضچه‌ی مذاب از بالا به پائین سطح مقطع نیز تفسیر شود. بررسی منظم تغییرات مورفولوژی لایه‌ها یا همان موج‌ها از بالا به پائین نشان داد که در قسمت بالا مورفولوژی به گونه‌ای است که موج‌ها کاملاً با فصل مشترک واضحی مشاهده می‌شوند گویی که تازه بوجود آمده‌اند، این در حالی است که در قسمت پائین سطح مقطع مورفولوژی آرام‌تر دیده می‌شود و مشابه این است که موج‌های تازه بوجود آمده در قسمت بالا در اینجا به میرایی رسیده‌اند.

ملاحظات اخلاقی پیروی از اصول اخلاق پژوهش

همکاری مشارکت‌کنندگان در تحقیق حاضر به صورت داوطلبانه و با رضایت آنان بوده است.

حامی مالی

این پژوهش با هزینه شخصی نویسندگان و حمایت مالی دانشگاه صنعتی سهند از پروژه‌های کارشناسی ارشد انجام شده است.

مشارکت نویسندگان

طراحی و ایده پردازی: مازیار آزادبه؛

انجام آزمایشات: کریم آواک؛

تحلیل داده‌ها و نتایج: مازیار آزادبه، کریم آواک، سمیرا اسلامی؛

نگارش نهایی: مازیار آزادبه، کریم آواک، سمیرا اسلامی، مهدی اجاقی.

تعارض منافع

بنابر اظهار نویسندگان، مقاله حاضر فاقد هرگونه تعارض منافع بوده است.

References

- Leyens C (Christoph), Peters M (Manfred). Titanium and titanium alloys : fundamentals and applications. Wiley-VCH; 2003. 513 p. <https://doi.org/10.1002/3527602119>.
- Niinomi M. Biologically and mechanically biocompatible titanium alloys. Mater Trans. 2008;49(10):2170–8. <https://doi.org/10.2320/matertrans.L-MRA2008828>.
- Zhou YL, Luo DM. Corrosion behavior of Ti-Mo alloys cold rolled and heat treated. J Alloys Compd. 2011 May 26;509(21):6267–72. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.03.045>.
- Ho WF, Ju CP, Chern Lin JH. Structure and properties of cast binary Ti-Mo alloys. Biomaterials. 1999;20(22):2115–22. [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(99\)00114-3](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(99)00114-3).
- Zhou YL, Niinomi M, Akahori T. Effects of Ta content on Young's modulus and tensile properties of binary Ti-Ta alloys for biomedical applications. Materials Science and Engineering: A. 2004 Apr 25;371(1–2):283–90. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.12.011>.
- Lee CM, Ju CP, Chern Lin JH. Structure–property relationship of cast Ti–Nb alloys. J Oral Rehabil. 2002;29(4):314–22. <https://doi.org/10.1046/j.1365-2842.2002.00825.x>.
- Nguyen TP, Delbari SA, Azizian-Kalandaragh Y, Babapoor A, Le Q Van, Sabahi Namini A, et al. Characteristics of quadruplet Ti–Mo–TiB₂–TiC composites prepared by spark plasma sintering. Ceram Int. 2020;46(13):20885–95. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.05.137>.
- Sabahi Namini A, Shahedi Asl M, Delbari SA. Influence of Sintering Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Ti–Mo–B₄C Composites. Metals and Materials International. 2021;27(5):1092–102. <https://doi.org/10.1007/s12540-019-00469-y>.
- رنجبری م, آزادبه م, صباحی نمینی ع. بررسی نفوذ مولیبدن و تشکیل تقویت کننده های درجا در کامپوزیت مخلوط پودری Ti-10Mo-1.5B₄C تف جوشی شده ی قوس پلاسمای جرقه ای در دما و زمان های مختلف. فصلنامه علمی - پژوهشی مواد نوین. <https://doi.org/10.30495/jnm.2023.32589.2014>.
- رنجبری م, آزادبه م, صباحی نمینی ع. نقش تقویت کننده ی برون جای B₄C و درون جای TiC و TiBw در تحولات ساختاری آلیاژ مخلوط پودری Ti-10Mo. فصلنامه علمی - پژوهشی مواد نوین. <https://doi.org/10.30495/jnm.2023.32053.2003>.
- Dunkley JJ. Metal powder atomisation methods for modern manufacturing. Johnson Matthey Technology Review. 2019;63(3):226–32. <https://doi.org/10.1595/205651319X15583434137356>.
- Dzogbewu TC. Laser powder bed fusion of Ti15Mo. Results in Engineering. 2020;7(July):100155. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2020.100155>.
- Ghosh G. Handbook of Thermo-Optic Coefficients of Optical Materials with

- Applications. Vol. 5, Chemistry & 1998. 368 p.
14. Xu ZW, Liu A, Wang XS. The influence of building direction on the fatigue crack propagation behavior of Ti6Al4V alloy produced by selective laser melting. *Materials Science and Engineering A*. 2019;767(August). <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138409>.
 15. Chen J, Li C, Zhou L, Ren Y, Li C, Liao X, et al. The anisotropic of corrosion and tribocorrosion behaviors of Ti-15Mo alloy fabricated by selective laser melting. *Mater Charact*. 2022;190(December 2021):112000. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112000>.
 16. Azadbeh M, Danninger H, Gierl C. Evolution of properties and graded densification during sintering of Cu-20Zn prepared from prealloyed powder. In: *Proceedings Euro PM2011 Volume 3*. European Powder Metallurgy Association; 2011. p. 99-104. <https://doi.org/20.500.12708/47437>.
 17. Mousapour M, Azadbeh M, Danninger H. Effect of compacting pressure on shape retention during supersolidus liquid phase sintering of Cu base alloys. *Powder Metallurgy*. 2017 Oct 20;60(5):393-403. <https://doi.org/10.1080/00325899.2017.1357781>.
 18. Sabahi Namini A, Azadbeh M, Mohammadzadeh A, Shadpour S. Liquid Phase Sintering of Lead Tin Bronze Alloyed Powder. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2016 Sep 1;69(7):1377-88. <https://doi.org/10.1007/s12666-015-0683-9>.
 19. Mousapour M, Azadbeh M, Danninger H. Feasibility study of 'elephant foot' phenomenon during liquid phase sintering of systems with volatile components. *Powder Metallurgy*. 2016 Oct 19;59(5):321-8. <https://doi.org/10.1080/00325899.2016.1242526>.
 20. Azadbeh M, Danninger H, Gierl-Mayer C. Particle rearrangement during liquid phase sintering of Cu-20Zn and Cu-10Sn-10Pb prepared from prealloyed powder. *Powder Metallurgy*. 2013 Dec;56(5):342-6. <https://doi.org/10.1179/0032589913Z.00000000138>.
 21. Sabahi Namini A, Azadbeh M, Mohammadzadeh A. Microstructure and densification behavior of liquid phase sintered Cu-28Zn prealloyed powder. *Science of Sintering*. 2013;45(3):351-62. <https://doi.org/10.2298/SOS1303351S>.
 22. Xiao X, Lu C, Fu Y, Ye X, Song L. Progress on Experimental Study of Melt Pool Flow Dynamics in Laser Material Processing. *Liquid Metals*. 2021;1-16. <https://doi.org/10.5772/intechopen.97205>.
 23. Dzogbewu TC, Du Preez WB. In situ alloying of Ti10Mo fused tracks and layers via laser powder bed fusion. *Manuf Rev (Les Ulis)*. 2022;9. <https://doi.org/10.1051/mfreview/2022022>.
 24. Dzogbewu TC, Du Preez WB. Producing Ti5Mo-Fused Tracks and Layers via Laser Powder Bed Fusion. *Metals (Basel)*. 2022;12(6):1-21. <https://doi.org/10.3390/met12060950>.
 25. Pal S, Finšgar M, Bončina T, Lojen G, Brajljih T, Drstvenšek I. Effect of surface powder particles and

- morphologies on corrosion of Ti-6Al-4V fabricated with different energy densities in selective laser melting. *Mater Des.* 2021;211. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110184>.
26. Pal S, Lojen G, Hudak R, Rajtukova V, Brajliah T, Kokol V, et al. As-fabricated surface morphologies of Ti-6Al-4V samples fabricated by different laser processing parameters in selective laser melting. *Addit Manuf.* 2020;33(March):101147. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101147>.
27. German RM, Park SJ. Handbook of mathematical relations in particulate materials processing: ceramics, powder metals, cermets, carbides, hard materials, and minerals. John Wiley & Sons; 2009. ISBN-13: 978-0-470-17364-0
28. Kang N, Li Y, Lin X, Feng E, Huang W. Microstructure and tensile properties of Ti-Mo alloys manufactured via using laser powder bed fusion. *J Alloys Compd.* 2019;771:877–84. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.09.008>.
29. Dzogbewu TC, Du Preez WB. Producing Ti5Mo-Fused Tracks and Layers via Laser Powder Bed Fusion. *Metals (Basel).* 2022;12(6):1–21. <https://doi.org/10.3390/met12060950>.
30. Dzogbewu TC, Du Preez WB. In situ alloying of Ti10Mo fused tracks and layers via laser powder bed fusion. *Manuf Rev (Les Ulis).* 2022;9. <https://doi.org/10.1051/mfreview/2022022>.

