

Montanuniversität Leoben

Department für Metallkunde und Werkstoffprüfung - Lehrstuhl für Stahl-Design

Masterarbeit

**Charakterisierung und additive Fertigung
von niedriglegiertem Stahlpulver**



Jan Ingo Platl, BSc

Oktober 2018

Die vorliegende Arbeit wurde am Lehrstuhl für Stahldesign des Departments Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit der Firma voestalpine Böhler Edelstahl GmbH & Co KG verfasst.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Oktober 2018, Leoben



Jan Ingo Platl, BSc

Danksagung

Hiermit möchte ich mich bei meinem Betreuer Herrn Univ.-Prof. DI Dr. mont. Ronald Schnitzer recht herzlich bedanken, dass er es mir ermöglicht hat diese wissenschaftliche Arbeit unter seiner Obhut zu verfassen. Des Weiteren möchte ich ihm danken, dass er allseits ein offenes Ohr für alle meine Fragen hatte und natürlich für die Korrektur der vorliegenden Arbeit.

Als nächstes möchte ich mich bei der Firma voestalpine Böhler Edelstahl GmbH & Co KG für die Möglichkeit zur Erstellung der vorliegenden Arbeit bedanken. Besonderer Dank geht an meine Ansprechpartner Herrn DI Dr. mont. Christoph Turk, Frau DI Christin Aumayr und Herrn DI Dr. mont. Horst Zunko für die zahlreichen Ratschläge und anregenden Diskussionen. Zusätzlich möchte ich auch Herrn DI Michael Taschauer und Herrn DI Michael Kordik für die gute Zusammenarbeit bei der additiven Fertigung und der Einsatzhärtung der Proben meinen Dank aussprechen.

Den gesamten Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Departments Metallkunde und Werkstoffprüfung möchte ich ebenso für das tolle Arbeitsklima und die Hilfsbereitschaft danken. Ein besonderer Dank meinerseits gilt hier Herrn Dr.-Ing. Andreas Landefeld für die Unterstützung bei etwaigen Untersuchungen und für das Korrekturlesen der vorliegenden Masterarbeit.

Das allergrößte Dankeschön ergeht an meine Familie, insbesondere an meine Eltern, Britta und Erich und meinen Bruder Jürgen, für die Unterstützung, die sie mir schon mein ganzes Leben entgegenbringen.

Kurzfassung

Die additive Fertigung von metallischen Werkstoffen als relativ neuartiges Verfahren bietet dem Anwender eine umfassende Gestaltungsfreiheit in Bezug auf die Bauteilgeometrie. In den letzten Jahren entwickelte sich die additive Fertigung vom reinen Prototypenbau zu einem etablierten Fertigungsverfahren, das von der Medizintechnik über den Werkzeugbau bis zur Luftfahrt und Automobilindustrie ein breites Anwendungsspektrum findet.

Im Rahmen der vorliegenden Masterarbeit wurde die Herstellbarkeit eines niedriglegierten Einsatzstahls mit dem Selektiven Laserschmelzen beurteilt. Die Charakterisierung umfasst die Untersuchung des Ausgangspulvers, die Findung der Prozessparameter und die mechanische Erprobung additiv gefertigter Proben mit anschließender Beurteilung des Werkstoffverhaltens beim Einsatzhärten. Durch systematische Variation der Prozessparameter konnten Proben aus dem niedriglegierten Stahlpulver mit einem vielversprechenden Eigenschaftsprofil erzeugt werden, die eine gute Basis für weitere Optimierungen darstellen. Als Referenzmaterial fungierte der Einsatzstahl 16MnCr5.

Abstract

Additive Manufacturing (AM) of metal powders is a novel technique that offers comprehensive freedom in design regarding part geometry. In recent years, AM evolved from rapid prototyping to a production technique for a wide range of applications, such as medical, tooling, aerospace or automotive.

In this master thesis, the manufacturability of a low alloyed steel powder with Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing was investigated. The characterization covered the analysis of the powder feedstock, the finding of process parameters and the mechanical testing of AM-samples with subsequent evaluation of the case hardenability. Systematic variations of process parameters enabled manufacturing of samples with promising mechanical properties that create a good basis for further optimizations. The case-hardenable steel grade 16MnCr5 was chosen as a reference material.

Abkürzungsverzeichnis

A_5	Bruchdehnung
AM	<i>Additive Manufacturing</i> , Additive Fertigung
A_V	Kerbschlagarbeit
C_P	Kohlenstoffpegel
DIA	<i>Dynamic Image Analysis</i> , Dynamische Bildanalyse
DMLS	<i>Direct Metal Laser Sintering</i> , Selektives Laserschmelzen
DOE	<i>Design Of Experiments</i> , Statistische Versuchsplanung
D_S	Pulverschichtdicke
EBM	<i>Electron Beam Melting</i> , Elektronenstrahlschmelzen
EHT	Einsatzhärtetiefe
EIGA	<i>Electrode Induction Melting Gas Atomization</i> , Elektroden-Induktionsschmelzen mit anschließender Gasverdüsung
HIP	Heißisostatisches Pressen
HRC	Härte nach Rockwell - Verfahren C
HV	Härte nach Vickers
h_s	<i>Hatch distance</i> , Laserbahnenabstand
ICP-OES	<i>Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy</i> , Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
M_f	Martensitfinishtemperatur
MS	Massenspektrometrie
LBM	<i>Laser Beam Melting</i> , Selektives Laserschmelzen
LIMI	Lichtmikroskopie
LPBFAM	<i>Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing</i> , Selektives Laserschmelzen
Pankl	Pankl Systems Austria GmbH
P	Porosität
P_L	Laserleistung
RA	Restaustenit
RP	<i>Rapid Prototyping</i> , Prototypenfertigung
REM	Rasterelektronenmikroskopie

R_m	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	0,2% Dehngrenze
SLM	<i>Selective Laser Melting</i> , Selektives Laserschmelzen
SLS	<i>Selective Laser Sintering</i> , Selektives Lasersintern
T_A	Austenitisierungstemperatur
vaBEG	voestalpine Böhler Edelstahl GmbH & Co KG
VED	<i>Volumetric Energy Density</i> , Energieeintrag beim selektiven Laserschmelzen
VIGA	<i>Vacuum Induction Melting Inert Gas Atomization</i> , Vakuum-Induktionsschmelzen mit anschließender Inertgasverdüsung
v_s	Scangeschwindigkeit
WBH	Wärmebehandlung
WEZ	Wärmeeinflusszone
Z	Brucheinschnürung
ρ	Dichte
ρ_0	Theoretische Dichte

Inhaltsverzeichnis

Eidesstattliche Erklärung	I
Danksagung	II
Kurzfassung	III
Abstract	IV
Abkürzungsverzeichnis	V
1 Einleitung	1
2 Theoretischer Hintergrund zur additiven Fertigung	3
2.1 Betrachtung des Fertigungsverfahrens	3
2.2 Pulver für die additive Fertigung	9
2.2.1 Pulverherstellung	9
2.2.2 Pulvercharakterisierung	11
2.3 Einfluss der Prozessparameter am Beispiel des SLM-Prozesses	15
2.4 Eigenschaften additiv gefertigter Bauteile	16
2.5 Nachbehandlung additiv gefertigter Bauteile	17
2.5.1 Metallische Bauteile	17
2.5.2 Thermochemische Behandlung - Einsatzhärtung	18
3 Experimenteller Teil	26
3.1 Untersuchtes Material und Vergleichsmaterial	26
3.2 Pulvercharakterisierung	27
3.2.1 Chemische Zusammensetzung	27
3.2.2 Partikelgrößenverteilung	27
3.2.3 Schüttdichte und Rieselfähigkeit	28
3.2.4 REM - Untersuchungen zur Pulvermorphologie	28
3.3 Prozessparameterfindung	28
3.3.1 Porositätsauswertung der verschiedenen Prozessparameter	30
3.3.2 Untersuchungen zur Klärung von Gefügeinhomogenitäten	31
3.3.3 Einfluss der Schliffpräparation auf die Erkennbarkeit von Rissen	31
3.4 Mechanische Erprobung und Wärmebehandlung	32
3.4.1 Härte-Anlasskurven	33
3.4.2 Zugversuche	34
3.4.3 Kerbschlagbiegeversuche	35
3.4.4 Einsatzhärten	35
3.5 Ergänzende Untersuchungen	36
3.5.1 Gefügecharakterisierung	36
3.5.2 Stirnabschreckversuche nach Jominy und Restaustenitmessungen	37
4 Ergebnisse	38
4.1 Pulvercharakterisierung	38
4.1.1 Chemische Zusammensetzung des Pulvers und additiv gefertigter Proben	38
4.1.2 Partikelgrößenverteilung	39
4.1.3 Schüttdichte und Rieselfähigkeit	40

4.1.4	REM - Untersuchungen zur Pulvermorphologie	40
4.2	Prozessparameterfindung	41
4.2.1	Porositätsauswertung der verschiedenen Prozessparameter	42
4.2.2	Zugversuchsergebnisse der verschiedenen Prozessparameter	44
4.2.3	Untersuchungen zur Klärung von Gefügeinhomogenitäten	45
4.2.4	Einfluss der Schliﬀpräparation auf die Erkennbarkeit von Rissen	48
4.3	Mechanische Erprobung	50
4.3.1	Härte-Anlasskurven	50
4.3.2	Zugversuche	50
4.3.3	Kerbschlagbiegeversuche	52
4.3.4	Einsatzhärten	54
4.4	Ergänzende Untersuchungen	55
4.4.1	Gefügecharakterisierung	55
4.4.2	Stirnabschreckversuche nach Jominy und Restaustenitmessungen	57
5	Diskussion	58
5.1	Pulvercharakterisierung	58
5.1.1	Chemische Zusammensetzung	58
5.1.2	Partikelgrößenverteilung	58
5.1.3	Schüttdichte und Rieselfähigkeit	58
5.1.4	REM - Untersuchungen zur Pulvermorphologie	59
5.2	Prozessparameterfindung	59
5.2.1	Porositätsauswertung der verschiedenen Prozessparameter	59
5.2.2	Zugversuchsergebnisse der verschiedenen Prozessparameter	60
5.2.3	Untersuchungen zur Klärung von Gefügeinhomogenitäten	61
5.2.4	Einfluss der Schliﬀpräparation auf die Erkennbarkeit von Rissen	61
5.3	Mechanische Erprobung	62
5.3.1	Härte-Anlasskurven	62
5.3.2	Zugversuche	63
5.3.3	Kerbschlagbiegeversuche	63
5.3.4	Einsatzhärten	64
5.4	Ergänzende Untersuchungen	65
5.4.1	Gefügecharakterisierung	65
5.4.2	Stirnabschreckversuche nach Jominy und Restaustenitmessungen	66
6	Schlussfolgerungen und Ausblick	67
	Literaturverzeichnis	70
	Appendix	74

1 Einleitung

Ursprünglich wurde die additive Fertigung (*Additive Manufacturing*, AM) für das *Rapid Prototyping* (RP, Prototypenfertigung) entwickelt, welches in vielen Industriezweigen bereits seit Jahrzehnten Verwendung (z.B. in der Produktentwicklung) findet. Mithilfe von AM werden heutzutage bereits Bauteile für die verschiedensten Sparten gefertigt (z.B. Medizintechnik, Luftfahrt, Werkzeuge oder Automobilsektor). Verarbeitbar sind von den Kunststoffen über die Keramiken und Halbleiter bis hin zu den Metallen beinahe alle Materialien. Vorteile bringt diese Technologie vorrangig durch die annähernd uneingeschränkte Gestaltungsfreiheit im Vergleich zu konventionellen Fertigungsverfahren. Für metallische Werkstoffe bietet sich unter anderem das Selektive Laserschmelzen (SLM, *Selective Laser Melting*¹ [1]), welches zu den Pulverbettverfahren zählt, an. Hierbei wird ein dreidimensionales Computermodell generativ in ein Bauteil überführt. Dies geschieht durch schichtweises Aufbringen von Pulver, welches anschließend mit einem Laserstrahl belichtet und somit über einen Mikroschweißprozess in einen Festkörper übergeführt wird. [2, 3].

Im Zuge dieser Masterarbeit soll die Herstellbarkeit einer niedriglegierten Stahllegierung mit Potential zur Einsatzhärtung, welche für Automobilkomponenten verwendet werden soll, mittels SLM beurteilt werden. Diese Legierung wurde bewusst mit 0,05 Gew.% Schwefel legiert, welcher möglicherweise Vorteile in Bezug auf die Verdrüsbarkeit durch auftretende niedrigschmelzende Phasen und ein damit verbundenes günstigeres Abkühlverhalten durch ein breiteres Erstarrungsintervall mit sich bringen soll. Die vorliegende Arbeit umfasst den Entwicklungsprozess der Grundlegierung und soll vorrangig Aufschluss über den Einfluss von Schwefel auf die mechanischen Eigenschaften geben.

Der Entwicklungsprozess startete mit der Inertgasverdüsung und einer Pulvercharakterisierung. Das Pulver wurde hierbei hinsichtlich chemischer Zusammensetzung, Partikelgrößenverteilung, Schüttdichte und Rieselfähigkeit untersucht. Des Weiteren wurden rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchungen des Pulvers durchgeführt. Zusätzlich wurde die Auswirkung mehrerer Durchläufe im SLM-Prozess auf die Pulverqualität beurteilt.

Der nächste Schritt umfasste eine Prozessparameterfindung, deren Zweck die Bestimmung von geeigneten Parametern (Laserleistung und Scangeschwindigkeit) für das rissfreie Fertigen von Proben mit möglichst geringer Porosität war. Die gefertigten Probenwürfel wurden hinsichtlich Porosität und vorhandener Risse licht- (LIMI) und rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Nach Abschluss der Prozessparameterfindung wurden Proben des vorliegenden Materials für die mechanische Charakterisierung gefertigt. Diese wurden sowohl im sogenannten *AsBuilt*-Zustand (direkt nach der Entnahme aus dem SLM-Prozess) als auch im vergüteten Zustand erprobt. Als Referenzmaterial wurde der klassische Einsatzstahl 16MnCr5 (1.7131) herangezogen. Die mechanische Erprobung setzt sich aus Zugversuchen, Kerbschlagbiegeversuchen, Stirnabschreckversuchen und einer Beurteilung der Einsatzhärtebarkeit mittels Mikrohärteverläufen zusammen. Zusätzlich wurden Härte-Anlasskurven bei verschiedenen Austenitisierungstemperaturen aufgenommen. Abgerundet wird die Charakterisierung der untersuchten Werkstoffe durch Gefügeanalysen (REM

¹SLM ist eine eingetragene Wortmarke der SLM Solutions Group AG.

und LIMI) und Mikrosondenuntersuchungen. Letztere sind von zentraler Bedeutung, da sie Erkenntnisse über das Seigerungsverhalten von Schwefel liefern sollten.

2 Theoretischer Hintergrund zur additiven Fertigung

2.1 Betrachtung des Fertigungsverfahrens

Die additive Fertigung ist ein Verfahren, welches ursprünglich für die Prototypenfertigung entwickelt wurde und allgemein als 3D-Druck bekannt ist. Technologisch betrachtet stellt das 3D-Drucken [2] jedoch nur eines der additiven Fertigungsverfahren dar. Dabei wird ein geeigneter Binder in ein Pulversubstrat eingebracht und das Pulver nach einem dreidimensionalen Modell verklebt und somit ein Bauteil generiert. Nach DIN 8580 handelt es sich bei den additiven Fertigungsverfahren um Urformverfahren. Ein CAD-Modell des Bauteils wird in einzelne Schichten zerlegt, die im Fertigungsprozess inkrementell aufgebaut werden [3]. Mittlerweile werden AM-Bauteile weit über den Prototypenbau hinaus eingesetzt. Typische Anwendungsfelder sind die Medizintechnik (Hüftprothesen aus Ti6Al4V [4, 5] und Dentalimplantate aus CoCr [6]), der Werkzeugbau (Formeinsätze aus H13-Werkzeugstahl [7] und Zerspanungswerkzeuge [8]), die Luftfahrtindustrie [9] und die Automobilindustrie (Formel 1 [3] und andere Rennsportanwendungen) um nur einige wenige zu nennen. Einige Anwendungsbeispiele sind in Abbildung 2.1 gezeigt. Mithilfe von AM können die unterschiedlichsten Materialien (Kunststoffe, Keramiken und Metalle) verarbeitet werden. Es existieren verschiedene Prozessvarianten [2, 3]:

1. Stereolithografie (UV-aushärtbare Harze und Photopolymere)
2. *Fused Deposition Modeling* (Strangablegeverfahren; Acrylnitril-Butadien-Styrol (ABS))
3. *Material Jetting* (Polymere, Metalle und Keramiken)
4. *Binder Jetting* (3D-Drucken; Polymere, Metalle und Keramiken)
5. *Sheet Lamination Processes* (Bandlaminierungsprozesse; Polymere, Metalle und Keramiken)
6. *Direct Write Technologies* (Polymere, Metalle, Keramiken und Halbleiter)
7. Pulverbettverfahren (Metalle)
8. *Directed Energy Deposition* (Metalle)

Vom wirtschaftlichen Standpunkt aus betrachtet, ist die additive Fertigung besonders geeignet für Kleinserien mit Losgrößen unter 100 Stück, was eine flexible und rasche Anpassung an Kundenwünsche ermöglicht. Ab einer gewissen Stückzahl übersteigen die Kosten pro produziertem Bauteil jedoch jene von konventionellen Methoden. Abbildung 2.2 (a) zeigt das Ergebnis einer Untersuchung von Atzeni *et al.* [10], in der additiv gefertigte (SLS) Aluminiumbauteile mit konventionell druckgegossenen (*High Pressure Die Casting*, HPDC) verglichen wurden. Bei Bauteilen mit komplexen Geometrien bietet die additive Fertigung kostentechnische Vorteile ab einem gewissen Komplexitätsgrad, siehe Abbildung 2.2 (b) [11]. Zusätzlich eröffnet sich durch die hohe Gestaltungsfreiheit die Möglichkeit, mehrere Bauteile in einer multifunktionalen Baugruppe zu vereinen. Eine Kostenersparnis und eine erhöhte Prozessflexibilität entsteht dadurch, dass bei der additiven Fertigung keine Werkzeuge (z.B. Schmiedegesenke) benötigt werden.



(a) Lasergesinterte Schaft- und Einschraubfräser aus polykristallinem Diamant (PKD) für die Zerspaltung von Aluminiumlegierungen [8]



(b) Verbindungselement (*bracket*) im Airbus A350 aus lasergeschmolzenem Ti6Al4V [9, 12]



(c) Gasturbinenschaufel aus einer Nickelbasissuperlegierung [13]

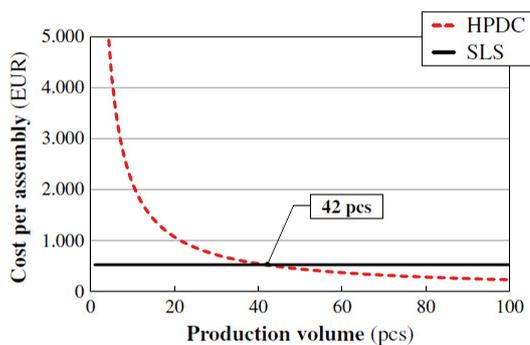


(d) Dentalimplantat aus einer CoCr-Legierung [6]

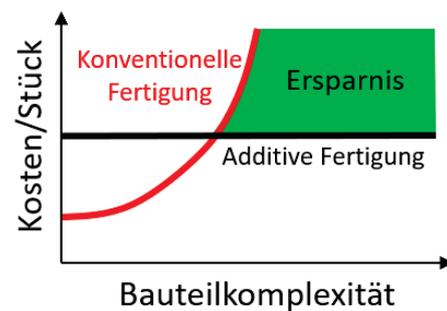


(e) Elektronenstrahlgeschmolzene Hüftprothese aus Ti6Al4V [5]

Abbildung 2.1: Anwendungsbeispiele für additiv gefertigte Bauteile.



(a) Vergleich zwischen Druckgussprozess (HPDC) und AM einer Aluminiumlegierung [10]



(b) Stückkosten in Abhängigkeit von der Bauteilkomplexität nach [11]

Abbildung 2.2: Kostenvergleich zwischen additiver und konventioneller Fertigung.

Pulverbettverfahren

Grundsätzlich sind mit dem Pulverbettverfahren jene Materialien, die geschmolzen und anschließend wieder in den festen Aggregatzustand überführt werden können, verarbeitbar. Dies umfasst von Polymeren und Kompositwerkstoffen über Keramiken bis hin zu Metallen beinahe die komplette Werkstoffpalette.

Die wichtigsten Verfahren für die Verarbeitung von Metallen sind das Selektive Laserschmelzen (SLM für *Selective Laser Melting* [1]), das Selektive Laser Sintern (SLS) und das Elektronenstrahl-schmelzen (EBM für *Electron Beam Melting*). Der Begriff selektiv bedeutet in diesem Kontext, dass Material nur dort aufgeschmolzen bzw. versintert wird, wo es laut 3D-Modell vorgesehen ist. Für das SLM-Verfahren gibt es im Englischen wiederum mehrere Synonyme, wie z.B. *Laser Beam Melting* (LBM), *Laser Powder Bed Fusion Additive Manufacturing* (LPBFAM), LaserCusing [12] oder *Direct Metal Laser Sintering* (DMLS) [14]. SLM und SLS unterscheiden sich im Wesentlichen nur im Grad der Aufschmelzung des Pulvers, beim SLM wird das Pulver in den flüssigen Zustand überführt und beim SLS handelt es sich um einen partiellen Schmelzprozess. Der Bauraum ist in beiden Fällen mit Schutzgas befüllt. Dies dient zur Vermeidung von Kontaminationen und zur Minimierung von Interaktionen (z.B. Oxidationsprozesse) zwischen heißem bzw. flüssigem Pulver und Atmosphäre. Als Schutzgas wird entweder Stickstoff (N_2) oder Argon (Ar) verwendet. Das EBM unterscheidet sich von den Laserverfahren dadurch, dass es nicht in einer Schutzgasatmosphäre, sondern im Vakuum stattfindet und als Energiequelle ein Elektronenstrahl anstatt eines Laserstrahls verwendet wird. Mit dem Elektronenstrahl ist es möglich, den kompletten Bauraum durch Defokussierung des Strahls aufzuheizen, was mit einem fokussierten Laserstrahl in dieser Art nicht durchführbar ist. Es besteht jedoch die Möglichkeit, die Bauplattform zu heizen, was für viele Werkstoffe (z.B. Werkzeugstähle) auch Anwendung findet um den Verzug und das Auftreten von Eigenspannungen zu minimieren und der Rissbildung vorzubeugen [3, 15, 16]. Um den Energieeintrag in das Volumen E_V [J/mm^3] [16] durch den Laser zu quantifizieren wird folgende Gleichung verwendet:

$$E_V = \frac{P_L}{v_s \cdot h_s \cdot D_S} = \text{VED}, \quad (2.1)$$

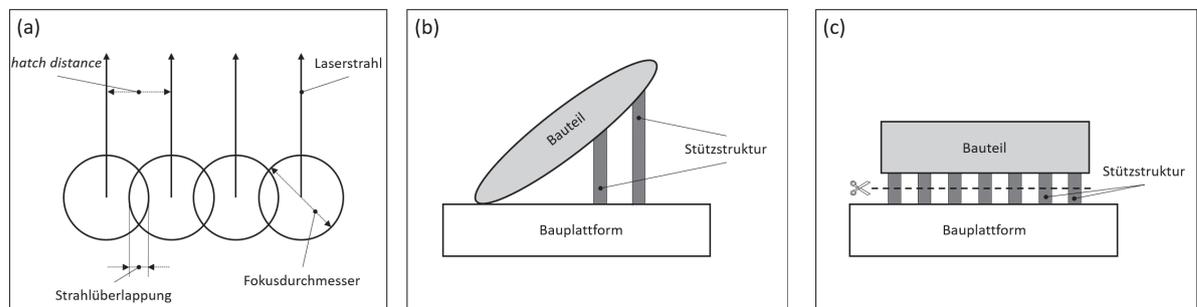
mit der Laserleistung P_L , der Scangeschwindigkeit v_s , dem Überlappingsabstand h_s (*hatch distance*, Abstand zwischen zwei nebeneinander liegenden Laserbahnen) und der Pulverschichtdicke D_S . Häufig wird dieser Energieeintrag als *Volumetric Energy Density*, VED bezeichnet. Üblicherweise werden für Metalle Schichtdicken im Bereich von 20 bis 100 μm verwendet [16]. Die Scangeschwindigkeiten bewegen sich typischerweise zwischen 0,1 und 15 $m \cdot s^{-1}$ [15]. Als Laserquellen dienen beim Laserschmelzen von Metallen, je nach Bauraumgröße, Single-Mode-Faserlaser im *continuous wave (cw) mode* mit Leistungen zwischen 100 und 1000 Watt. Es können auch mehrere Laser in einer Maschine verbaut sein, was bei großen Anlagen der Fall ist. Tabelle 2.1 zeigt eine Auflistung von Maschinenherstellern mit zugehörigen Bauraumvolumina und entsprechenden Laserleistungen. Die Laserfokusdurchmesser liegen zwischen 40 μm (EOS M100) und maximal 500 μm (ConceptLaser XLine 2000R) und die erreichbaren Bauraten liegen im Bereich von 2 bis 100 cm^3/h [17].

Abbildung 2.3 (a) dient zur Veranschaulichung einiger zuvor genannter Begriffe (*hatch distance*

Tabelle 2.1: Auflistung ausgewählter Maschinenhersteller [1, 12, 14].

Bezeichnung	Lasersystem	Bauraumvolumen [mm ³]
EOS M100	Yb-Faserlaser (FL); 100 W	Ø100 x 95
EOS M400	Yb-FL; 4 x 400 W/1 x 1000 W	400 x 400 x 400
ConceptLaser Mlab cusing R	FL; 100 W(cw)	50 x 50 x 80
ConceptLaser X Line 2000 R	FL; 2 x 1000 W(cw)	800 x 400 x 500
SLM 125	IPG FL; 400 W	125 x 125 x 125
SLM 500	IPG FL; 4 x 700 W	500 x 280 x 365

h_s , Laserfokusedurchmesser). Da die Laserleistung im Kernbereich des Laserstrahls höher als am Rand ist, ist zusätzlich die Strahlüberlappung eingezeichnet, die garantieren soll, dass an den Grenzen benachbarter Bahnen keine Porosität auftritt. In Abbildung 2.3 (b) ist eine schematische Darstellung sogenannter Stützstrukturen ersichtlich. Diese Hilfskonstruktionen sind erforderlich, um stark überhängende Bauteilbereiche ohne Verschiebung bzw. Verzug herzustellen. Derartige Verschiebungen resultieren aus Eigenspannungen, die während des Prozesses beim Abkühlen entstehen können. Des Weiteren dienen die Stützstrukturen der Abführung von Wärme aus dem Bauteil, da sie eine höhere Wärmeleitfähigkeit als das Pulverbett besitzen. Um das Entfernen nach dem AM-Prozess zu erleichtern, werden auch oft Stützstrukturen direkt auf der Bauplattform aufgebracht, siehe Abbildung 2.3 (c). Da Stützstrukturen nicht zum Bauteil gehören, müssen diese allesamt nach dem Prozess entfernt werden und sind aus diesem Grund bewusst porös ausgeführt [15].



(a) Veranschaulichung von h_s und Strahlüberlappung

(b) Stützstrukturen

(c) Stützstruktur für erleichtertes Entfernen

Abbildung 2.3: Begriffserklärungen und Stützstrukturdarstellungen nach [15].

Der Verfahrensablauf beim SLM ist in Abbildung 2.4 dargestellt. Abbildung 2.4 (a) zeigt, wie das Pulver über einen Füllstutzen bzw. Trichter in die Prozesskammer eingebracht wird. In weiterer Folge wird das Pulver über die komplette Kammer und somit auch über die Bauplattform von einer Abstreifeinheit verteilt, siehe Abbildung 2.4 (b). In Abbildung 2.4 (c) erfolgt der Energieeintrag in das Pulver durch den Laser über ein Spiegelsystem. Nachdem das Pulver, wie durch das 3D-Modell vorgegeben, aufgeschmolzen und die erste Schicht aufgebracht wurde, senkt sich die Bauplattform um die Schichtdicke ab, siehe Abbildung 2.4 (d). Der beschriebene Prozess wird danach so oft wiederholt, bis das komplette Bauteil fertiggestellt ist und aus dem Bauraum entnommen werden kann. Das überschüssige Pulver wird am Ende des Prozesses abgeführt und

rezykliert, gesiebt und erneut für das Pulverbettverfahren verwendet [3, 14–16].

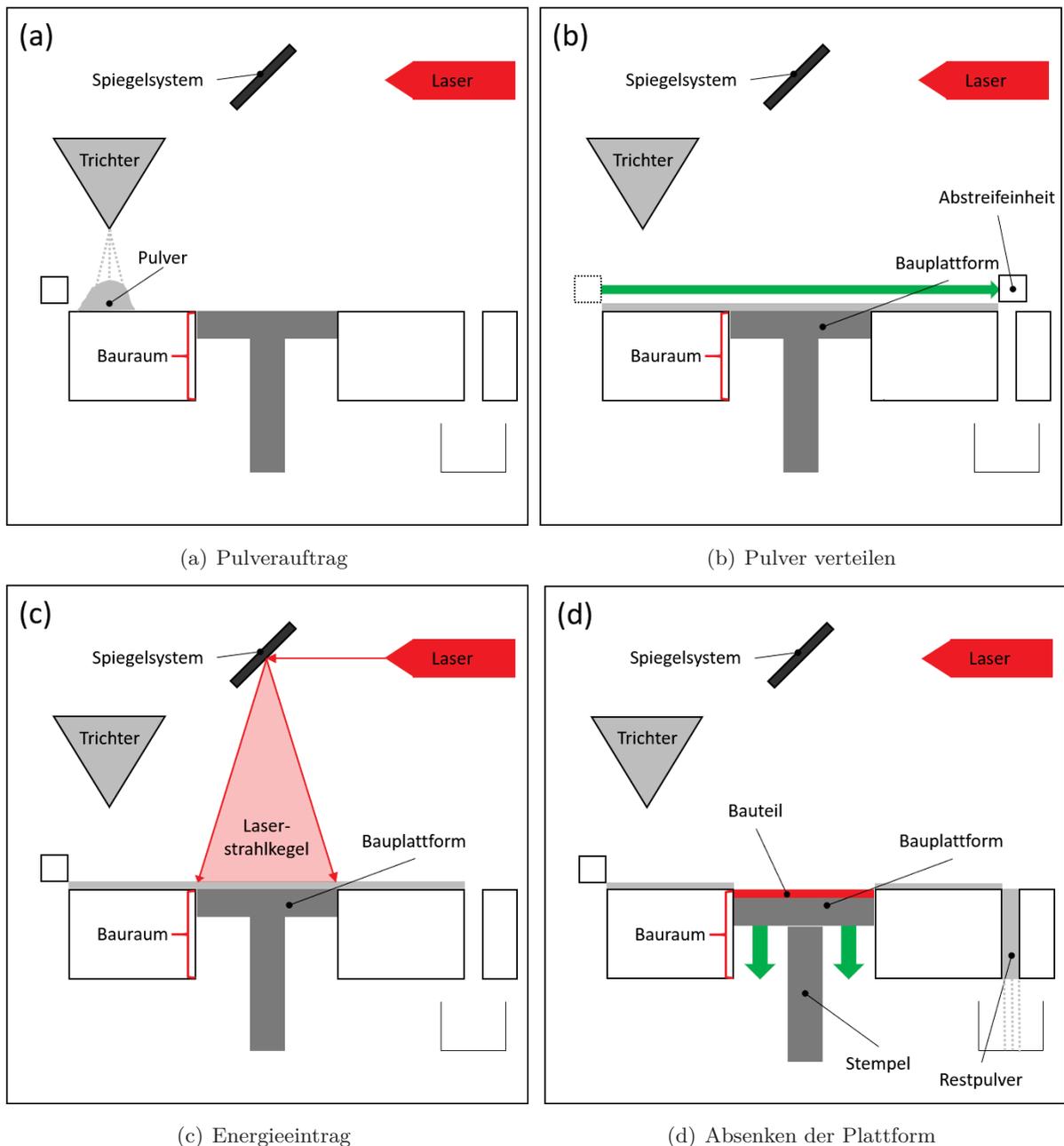


Abbildung 2.4: Illustration des SLM-Prozesses nach [3, 14–16].

Gemeinsamkeit des SLM mit einem Schweißprozess

Der SLM-Prozess stellt einen mehrlagigen Mikroschweißprozess [18] dar, bei dem durch selektives Aufschmelzen und Aneinanderreihen von einzelnen Schweißraupen Bauteile entstehen. Das Pulver als Ausgangsmaterial wird mithilfe eines Laserstrahls lokal aufgeschmolzen und mit dem darunterliegenden Substrat verschweißt. Aufgrund des Energieeintrags durch den Laser kommt es zur Ausbildung einer Schweiß- und einer Wärmeinflusszone (WEZ), die beim Laserstrahlschweißen [19] jedoch deutlich schmaler als z.B. bei konventionellem Elektrodenschweißen sind. Dies kann durch die lokal sehr hohe Leistungsdichte, die durch die Fokussierbarkeit des Laserstrahls entsteht,

begründet werden. Dadurch kommt es zu höheren Aufheizraten und damit verbunden zu steileren Temperaturgradienten.

Direkt neben der Schmelzzone bildet sich eine Zone aus, in der das Material nur partiell aufgeschmolzen wird ($T_{Solidus} < T < T_{Liquidus}$). In dieser Zone können sich niedrigschmelzende Phasen durch rasche Abkühlung an Korngrenzen anlagern. Der Heißriss steht als Überbegriff für Risserscheinungen, die in Zusammenhang mit niedrigschmelzenden Phasen an Korngrenzen stehen und daher interkristallin verlaufen. Heißrisse, die sich im Schweißgut gebildet haben, werden auch als Erstarrungsrisse bezeichnet. Des Weiteren gibt es sogenannte Wiederaufschmelzrisse, die neben Schweißnähten im Grundwerkstoff oder bei Mehrlagenschweißungen im oben beschriebenen partiell aufgeschmolzenen Bereich der WEZ entstehen. Verantwortlich für die Bildung von niedrig schmelzenden Phasen sind Verunreinigungen (hauptsächlich S oder P). Schwefel bildet beispielsweise mit Eisen das bei 988 °C schmelzende Eutektikum Fe–FeS. Für die Entstehung von Heißrissen sind zusätzlich Verformungen (z.B. durch Eigenspannungen bedingt) notwendig [20].

Neben den Heißrissen können beim Laserstrahlschweißen auch sogenannte Kaltrisse [19] auftreten. Bei der Entstehung von Kaltrissen sind keine schmelzflüssigen Phasen beteiligt. Diese Risse können beim Abkühlen des Materials oder auch erst im erkalteten Zustand auftreten. Es gibt mehrere Arten von Kaltrissen (z.B. Härterisse oder wasserstoffinduzierte Risse), die durch Eigenspannungen in einem aufgehärteten Gefüge (verringertes Verformungsvermögen) in Verbindung mit erhöhten Wasserstoffgehalten in Stählen entstehen. Beim Laserstrahlschweißen ist zwar der Martensitanteil im Gefüge höher als bei allen anderen Schweißverfahren, aufgrund des geringen Schmelzbadvolumens ist aber der Anteil des gelösten Wasserstoffs im Schweißgut niedrig und daher ist die Gefahr der Kaltrissbildung relativ gering.

Als weitere Unregelmäßigkeit sei an dieser Stelle die Porenbildung [19] genannt. Aufgrund der sprunghaften Abnahme der Löslichkeit von Gasen beim Erstarren der Schmelze entstehen an der Phasengrenze (fest/flüssig) Gasblasen in der Schmelze, die aufsteigen. Sollte die Erstarrung schneller ablaufen als die Gasblasen aufsteigen können, so werden diese eingefroren und bilden Poren im erstarrenden Material. Eine Maßnahme zur Vermeidung der unerwünschten Poren ist eine Adaption des verwendeten Schutzgases. Beim Lasertiefschweißen mit hohem Energieeintrag kann es zusätzlich zur Porenbildung durch Einschluss von Metaldampf kommen (*keyhole*-Porosität, siehe Kapitel 2.3).

Eigenspannungen [20] entstehen im Schweißgut durch ungleichmäßig verteilte plastische Verformungen, die z.B. durch Temperaturdifferenzen, Gefügewandlungen ($\gamma \rightarrow$ Martensit) oder unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten α bedingt sein können. Um thermisch induzierte Eigenspannungen und möglichen Bauteilverzug bei AM zu verringern kann beim Elektronenstrahlschmelzen der gesamte Bauraum auf hohe Temperaturen gebracht werden. Bei der laserbasierten Fertigung können der Verzug und die Eigenspannungen durch eine Plattformheizung minimiert werden [21].

2.2 Pulver für die additive Fertigung

2.2.1 Pulverherstellung

Ausgangsmaterial für die additive Fertigung von metallischen Werkstoffen ist ein möglichst homogenes Pulver mit definierten Eigenschaften. Die Pulverherstellung für pulvermetallurgische Prozesse kann über verschiedene Routen geschehen. Schatt *et al.* [22] gliedern die Verfahren in nachstehender Weise:

- Mechanische Zerkleinerung ohne Phasenumwandlung
Umfasst Mahlprozesse mit Selbst- oder Fremdzerkleinerung (mit Mahlkörpern) in verschiedenen Mahlaggregaten (z.B. Kugel-, Schwing-, Planetenmühlen oder Attritoren).
- Mechanische Zerkleinerung mit Phasenumwandlung
Erzeugen von Pulvern durch das Zerstäuben von Metallschmelzen (Verdüsen) mithilfe von Druckluft, Druckwasser oder Inertgas. Die Metallschmelze wird dabei durch eine Düse geführt und anschließend zerstäubt. Dabei kommt es zu hohen Abkühlraten ($> 1000\text{ K/s}$ möglich).
- Trockene Reduktion von Metallverbindungen
Hierbei werden vorrangig die Reduktionsmittel Kohlen- und Wasserstoff eingesetzt, um Eisenoxide und Nichteisenmetallverbindungen zu reduzieren. Für die Reduktion gewisser Materialien (Tantal-, Titan- oder Seltenerdmetallpulver) werden als Reduktionsmittel Metalle (z.B. Ca, Mg, Al, Na,...) verwendet.
- Pulvergewinnung durch Elektrolyse
Als Reduktionsmittel dient bei der Elektrolyse von Metallsalzen der elektrische Strom, durch dessen Fluss an der positiven Elektrode (Anode) Metall aufgelöst wird, welches sich anschließend an der Kathode wieder abscheidet. Die Pulverherstellung kann entweder durch die Elektrolyse aus wässrigen Lösungen geschehen oder durch Schmelzflusselektrolyseprozesse, wobei letztere die weitaus gängigere Methode darstellt.
- Nasse Reduktion von Metallverbindungen
Die Reduktion von Metallionen in wässrigen Lösungen kann durch feste, flüssige oder gasförmige Reduktionsmittel erfolgen. Großtechnische Bedeutung hat hier lediglich die Reduktion von Metallsalzlösungen mithilfe von gasförmigem Wasserstoff oder Kohlenmonoxid für die Gewinnung von Cu, Ni oder Co erlangt.

Zusätzlich gibt es noch einige Spezialverfahren (z.B. Verdampfung und Kondensation oder Karbonylverfahren) für Sonderanwendungen. Für die additive Fertigung spielt das Verdüsen die größte Rolle (Erläuterung siehe Kapitel 2.2.2 - Standardmethoden), weshalb im Folgenden näher darauf eingegangen wird.

Verdüsung

Die Unterteilung der Verdüsungprozesse [23, 24] gliedert sich in die Gasverdüsung, die Wasserverdüsung, die Zentrifugalverdüsung und die Plasmaverdüsung (patentierte Technologie von PyroGenesis Canada Inc. [25]). Zusätzlich gibt es einige Spezialverfahren, die für die Produktion von Sonderwerkstoffen verwendet werden. Im englischen Sprachgebrauch wird die Verdüsung bzw. Zerstäubung als *Atomization* bezeichnet. Den Beginn aller Verdüsungprozesse stellt das Aufschmelzen des Rohmaterials dar. Die benötigte Schmelzenergie wird z.B. über induktive Heizsysteme eingebracht und kann in Luft, Schutzgas oder im Vakuum erfolgen. Bei der Wasser- und Gasverdüsung wird das Ausgangsmaterial in einem Tiegel aufgeschmolzen, welcher kippbar gelagert ist oder eine Ausgussvorrichtung im Bodenbereich besitzt, um die Schmelze im nächsten Schritt über einen Verteiler und eine Düse zu einem dünnen Strahl zu bündeln. Beim EIGA-Verfahren (*Electrode Induction Melting Gas Atomization*) können mögliche Tiegeleinflüsse durch das direkte Aufschmelzen von rotierendem stabförmigen Ausgangsmaterial in Induktionsspulen vermieden werden. Dies ist vorrangig bei hochreaktiven Metallen notwendig (z.B. Titanlegierungen). Nachdem das Material aus der Düse austritt, wird der dünne Schmelzestrahle mithilfe des Verdüngungsmediums in kleine Partikel zerstäubt, die im unteren Anlagenteil nach dem Erstarren in der Prozesskammer gesammelt werden. Als Verdüngungsmedien werden, je nach Verfahren, Wasser, Druckluft oder Inertgas (vorwiegend Stickstoff oder Argon) verwendet. Wasser wird hauptsächlich für nicht reaktive Materialien eingesetzt. Bei der Wasserverdüsung entstehen im Allgemeinen irregulär geformte Pulverteilchen, die auch als spratzig bezeichnet werden und sich für anschließendes Pressen in Matrizen eignen. Bei steigenden Qualitätsanforderungen wird Inertgas verwendet, was in einer großteils sphärischen Ausbringung des erzeugten Pulvers resultiert. In Abbildung 2.5 ist der Ablauf des Verdüngungsprozesses schematisch dargestellt.

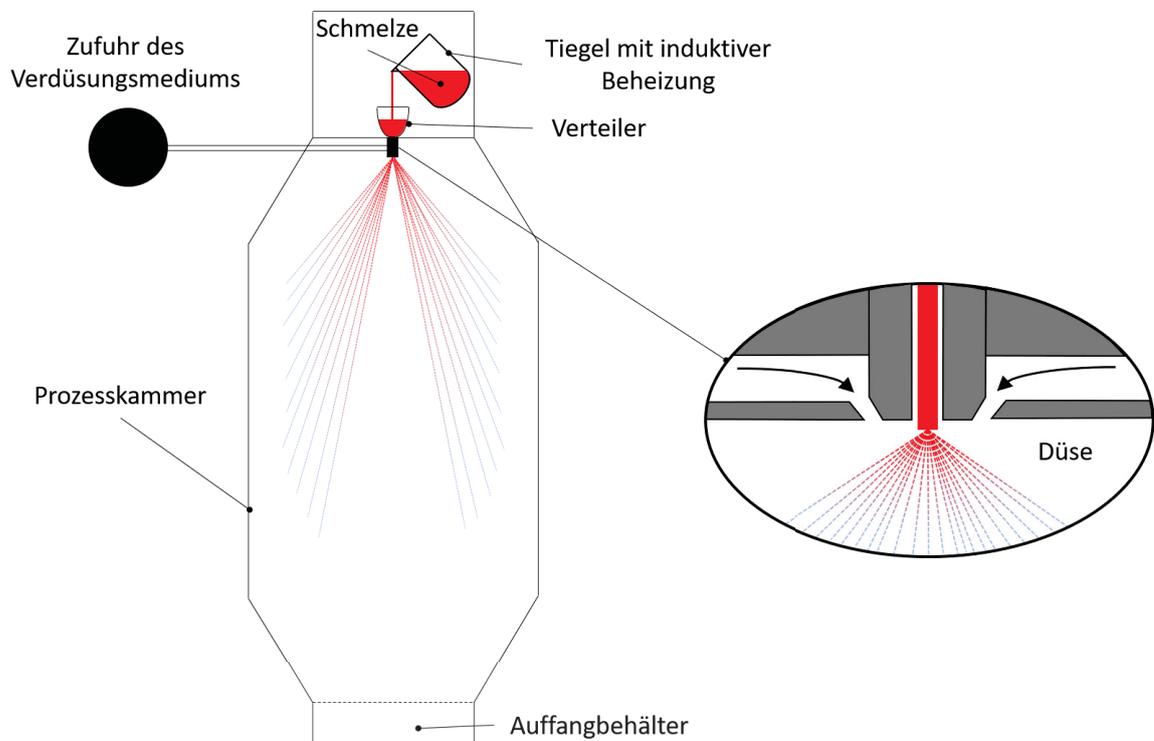


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung des Verdüngungsprozesses nach [23, 24].

Nachdem das gesamte Pulver in der Auffangkammer angekommen ist, wird eine bestimmte Menge für die Pulvercharakterisierung (siehe Kapitel 2.2.2) entnommen. Der Großteil des Pulvers durchläuft anschließend einen Siebprozess.

Bei der Handhabung mit AM-Pulver kann es bei längerer oder wiederholter Exposition (Einatmen) unter anderem zur Schädigung von Organen, zu asthmaartigen Symptomen oder zu Atembeschwerden kommen. Des Weiteren können allergische Hautreaktionen auftreten. Beim Hantieren mit dem Pulver muss das Tragen der entsprechenden Schutzausrüstung (Schutzhandschuhe, Schutzkleidung, Augen- und Gesichtsschutz) gewährleistet werden [26].

2.2.2 Pulvercharakterisierung

Um reproduzierbare Ergebnisse bei einem AM-Prozess garantieren zu können, müssen die Eigenschaften des dafür verwendeten Pulvers bestimmt werden. Deshalb werden seit einigen Jahren Bemühungen angestellt, um Normen für die Charakterisierungsmethoden metallischer Pulver zu generieren (z.B. ASTM F3049). Zusätzlich zur Pulvercharakterisierung existieren unter anderem Normen, die sich mit der Entnahme von Pulverproben (ASTM B215), der Durchführung und Auswertung von Versuchen zur Bestimmung von mechanischen Kennwerten (ASTM F3122) oder der Festlegung der Terminologie zur additiven Fertigung (ISO/ASTM 52921) beschäftigen. Die wichtigsten Eigenschaften, die im Zuge eines Charakterisierungsprozesses betrachtet werden müssen, sind die Pulvermorphologie (Partikelgröße und -verteilung, Partikelform), die chemische Zusammensetzung, die Dichte und die Fließfähigkeit des Pulvers [27].

Standardmethoden

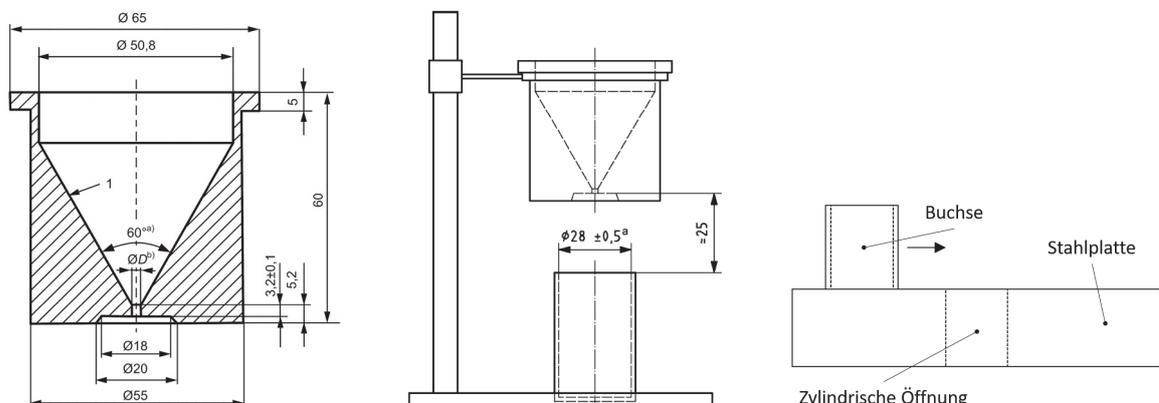
Die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung kann auf mehrere Arten erfolgen. Die einfachste Methode stellt in diesem Fall eine klassische Siebanalyse dar, bei der eine gewisse Pulvermenge in eine Siebanlage gegeben wird. Die Maschenweiten der einzelnen Siebe in dieser Anlage nehmen nach unten hin ab. Die Siebanlage wird in Schwingung bzw. Vibration versetzt, wodurch die kleineren Partikel ihren Weg durch die einzelnen Siebe nach unten finden. Durch Wägung werden nach dem Siebverfahren die Anteile der einzelnen Größenfraktionen bestimmt. Dieser Messaufbau kann sowohl im Labormaßstab verwendet werden, als auch im großindustriellen Maßstab. Letzterer ist für die Pulverproduktion bei der additiven Fertigung essentiell, da für das erfolgreiche Herstellen eines AM-Bauteils, je nach verwendetem Werkstoff, nur eine gewisse Pulvergrößenfraktion Verwendung findet. Die sogenannte Trockensiebung ist in der ISO 4497-Norm festgehalten (*Metallic powders - Determination of particle size by dry sieving*).

Weitere Möglichkeiten zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung, bei denen zusätzlich die Partikelform bzw. -morphologie gemessen werden kann, bieten sich durch die Laserbeugung [28] oder die dynamische Bildanalyse (*Dynamic Image Analysis*, DIA). Dabei wird das Pulver in Form einer Suspension (Pulver + Wasser, *wet method*) bzw. eines Aerosols (Pulver + Luft, *dry method*) analysiert. Die Analyse basiert beim Lasermesssystem auf Streuungs- und Beugungseffekten an Pulverpartikeln, aus denen durch mathematische Umrechnung Partikelgrößenverteilungen generiert werden. DIA nutzt für die Detektion ein optisches Kamerasystem.

Zusätzlich können mithilfe von DIA Pulvermorphologien analysiert werden. Dies erfolgt durch die Auswertung von Pulveraufnahmen, die während der Messung erstellt wurden. Für additive Fertigungsprozesse werden generell sphärisch geformte Pulver bevorzugt, da diese eine besser Riesel- bzw. Streichfähigkeit aufweisen und sich dichter packen als irregulär geformte Pulver [23]. Andere Methoden zur Bestimmung der Pulvermorphologie bieten sich durch die Licht- und Rasterelektronenmikroskopie. Hierbei werden einzelne Pulverkörner betrachtet. Diese können entweder in Pulverform analysiert oder eingebettet und aufbereitet (Schleifen und Polieren) werden. Letzteres bietet die Möglichkeit interne Porositäten zu analysieren, sollten diese vorhanden sein. Eine bewährte Methode zur Bestimmung der zuvor genannten Rieselfähigkeit ist die Ermittlung der Durchflussrate unter Verwendung eines kalibrierten Trichters, dem sogenannten Hall Flowmeter (DIN EN ISO 4490, siehe Abbildung 2.6 (a)). Bei diesem Verfahren wird die Zeit gemessen, die eine bestimmte Pulvermenge (50 g) benötigt, um durch den Trichter zu fließen bzw. zu rieseln.

Mit dem Hall Flowmeter kann des Weiteren die Fülldichte (DIN EN ISO 3923-1) von Stahlpulver ermittelt werden. Dabei wird ein Becher mit bekanntem Volumen ($25 \text{ cm}^3 \pm 0,03 \text{ cm}^3$) über den in Abbildung 2.6 (b) gezeigten Messaufbau befüllt und das Pulver zum Überfließen gebracht. Anschließend wird das Pulver abgestriffen und die Masse des Pulvers bestimmt. Die Fülldichte errechnet sich aus dem Quotienten aus Masse und Volumen. Zusätzlich gibt es für die Bestimmung der Fülldichte das Messverfahren mit einem Arnoldmeter (ASTM B703-10), bei dem eine mit Pulver gefüllte Buchse über eine zylindrische Öffnung mit bekanntem Volumen gestrichen wird und danach die Dichte des Pulvers analog zum Hall Flowmeter bestimmt wird, siehe Abbildung 2.6 (c). Die aus den verschiedenen Verfahren ermittelten Werte für die Dichte können durchaus Abweichungen aufweisen, weshalb bei der Dichtebestimmung die verwendete Messmethode angegeben werden sollte [27, 29].

Neben der Fülldichte gibt es noch die sogenannte Klopfdichte, die einen höheren Wert als die Fülldichte aufweist. Diese dichtere Packung der Pulverpartikel resultiert aus definierter Vibration („Klopfen“) des Pulvers. Die Differenz zwischen Füll- und Klopfdichte beschreibt die Reibungsverhältnisse im Pulverhaufwerk [22].



(a) Hall Flowmeter gemäß DIN EN ISO 4490

(b) Versuchsaufbau des Hall Flowmeters gemäß DIN EN ISO 3923-1

(c) Versuchsaufbau des Arnoldmeters gemäß ASTM B703-10

Abbildung 2.6: Versuchsaufbau zur Bestimmung der Rieselfähigkeit und der Fülldichte.

Chemische Methoden

Die folgende Aufzählung listet Methoden, die für die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung von Metallpulvern angewandt werden. Zusätzlich sind die Elemente, welche mit der jeweiligen Methode detektiert werden können und als Legierungselemente in Stählen vorkommen, angeführt.

- Atomemissionspektroskopie (*Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectroscopy*, ICP-OES) - **Si, Mn, Cr, Mo, Ni** und **V**

Mithilfe von ICP-OES ist die simultane Bestimmung von bis zu 70 Elementen möglich. Das Verfahren zeichnet sich durch Präzision und Reproduzierbarkeit aus, die durch den hohen Atomisierungsgrad aufgrund des verwendeten Argonplasmas (Temperaturen bis zu 10000 Kelvin) bedingt sind [30].

Das Plasma sorgt dafür, dass die zu analysierende Probe verdampft wird und die vorliegenden Gasmoleküle in Atome dissoziiert werden. Danach erfolgt eine Ionisation der Atome und Elektronen werden in höhere Orbitale innerhalb der entstandenen Ionen angehoben. Nach sehr kurzer Verweilzeit (ca. 10^{-8} s) relaxieren diese angeregten Elektronen in energetisch günstigere Zustände und senden dabei für das jeweilige Element charakteristische Strahlung (Energie E und Wellenlänge λ) aus. Diese Strahlung wird über ein Detektorsystem analysiert und das jeweilige Element so identifiziert. Eine quantitative Beurteilung der Elementgehalte erfolgt durch eine Intensitätsmessung der emittierten Strahlung [31].

- Massenspektrometrie (MS) mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) - **P**

Die für die MS benötigten gasförmigen Ionen entstehen hierbei analog zum ICP-OES [31] und werden anschließend von einem Analysator nach dem jeweiligen Masse-zu-Ladungsverhältnis getrennt und von einem Detektor registriert. Die Massentrennung basiert unter anderem auf unterschiedlichen Flugzeiten der Ionen oder auf der Ablenkung in angelegten elektrischen oder magnetischen Feldern. Zur Vermeidung von Kollisionen zwischen den Ionen wird im Massenspektrometer ein Hochvakuum erzeugt [30].

- Verbrennungsanalyse - **C** und **S**

Die Pulverprobe wird in einem Induktionsofen unter Sauerstoffatmosphäre aufgeschmolzen. Dabei wird in der Probe enthaltener Kohlenstoff zu $\text{CO}(g)$ und $\text{CO}_2(g)$ und Schwefel zu $\text{SO}_2(g)$ oxidiert. Die Verbrennungsgase werden in weiterer Folge mit einem Filtersystem von Staub und Feuchtigkeit befreit und anschließend durch Infrarotabsorptionsmessungen quantifiziert. Abbildung 2.7 zeigt den Prozessablauf [32].

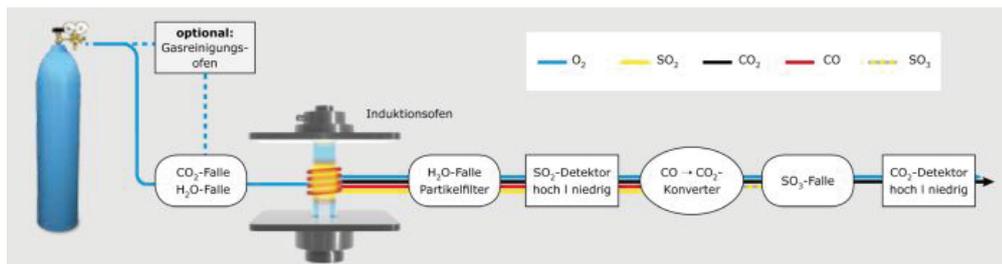


Abbildung 2.7: Schematischer Prozessablauf bei der C- und S-Bestimmung [32].

- Bestimmung von **N**, **O** und **H**

Für die N-, O- und H-Bestimmung [32, 33] wird eine Pulverprobe in einem Graphittiegel durch Widerstandsheizung aufgeschmolzen. Dabei entsteht elementarer Stickstoff, Kohlenmonoxid (CO), welches sich durch die Reaktion zwischen Sauerstoff aus der Probe und Graphit aus dem Tiegel bildet, und Wasserstoff. Der Transport der Gase innerhalb der Messeinrichtung erfolgt über sogenannte Trägergase, die je nach verwendeter Messzelle variieren können. Die Wasser- und Sauerstoffgehalte werden in Infrarotmesszellen ermittelt (CO₂-Infrarotabsorptionsmessung für Sauerstoff). Der Stickstoffanteil wird über einen Wärmeleitfähigkeitsdetektor [30] gemessen. Dieser ist aus einer Mess- und einer Referenzzelle, die beide Heizwendeln mit temperaturabhängigen Widerständen enthalten, aufgebaut. Die Messzelle wird im Gegensatz zur Referenzzelle (reines Trägergas) von stickstoffhaltigem Trägergas durchströmt. Dadurch ändert sich die Wärmeleitfähigkeit des Gasgemisches und somit die Temperatur der Heizwendel. Dies führt zu einer messbaren Widerstandsänderung, aus der eine quantitative Aussage über den Stickstoffgehalt getroffen werden kann.

Als weitere Analysemethoden [28] seien noch die energiedispersive Röntgenspektroskopie (*Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy*, EDX) und die Röntgenphotoelektronenspektroskopie (*X-Ray Photoelectron Spectroscopy*, XPS) genannt.

Sondermethoden

Eine Spezialmethode, um die Rieselfähigkeit quantitativ zu beschreiben, ist die Pulverrheologie [34]. Ein Pulverrheometer besteht aus einem speziellen Rührwerk, welches sich durch eine Pulverschüttung in einem Zylinder nach unten bewegt. Während dieses Prozesses wird kontinuierlich das benötigte Drehmoment gemessen. Der Drehmomentbedarf kann als Messgröße für die Rieselfähigkeit des betrachteten Pulvers verwendet werden. Abbildung 2.8 (a) zeigt einen schematischen Verlauf für ein sphärisches Pulver (blaue Kurve) mit guter Rieselfähigkeit und für ein irregulär geformtes Pulver (rote Kurve) mit schlechter Rieselfähigkeit. Die Abbildungen 2.8 (b) und (c) zeigen ähnliche Gegenüberstellungen für trockenes und feuchtes Pulver bzw. fein- und grobkörniges Pulver.

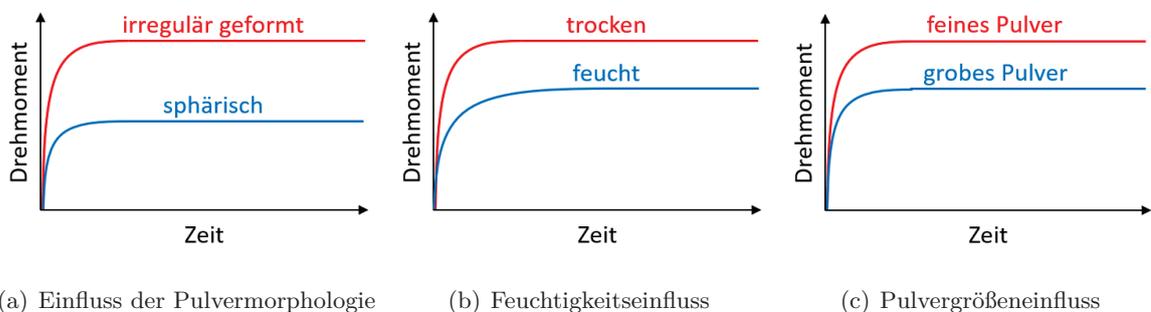
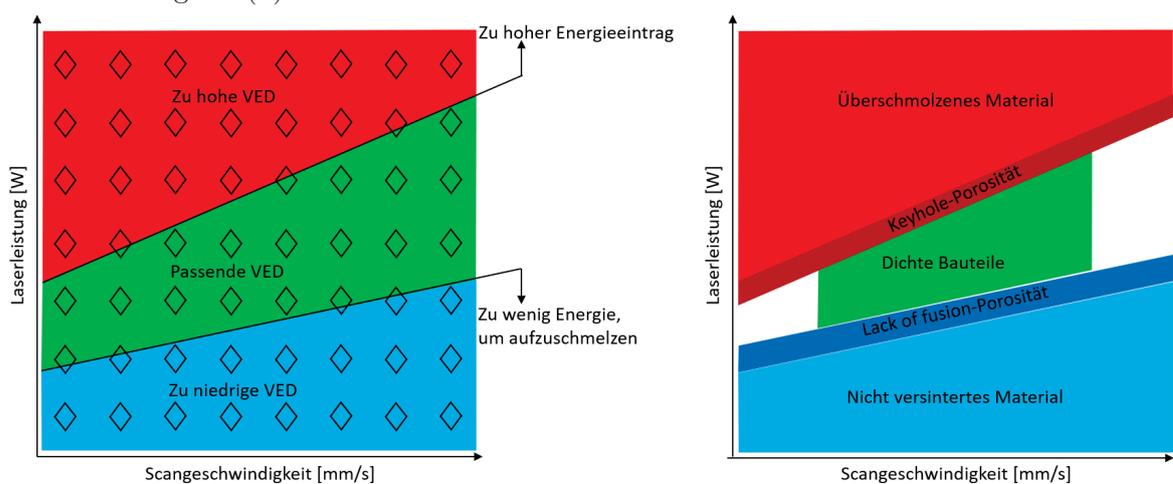


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung pulverrheologischer Messungen nach [34].

2.3 Einfluss der Prozessparameter am Beispiel des SLM-Prozesses

Die Prozessparameter, welche beim selektiven Laserschmelzen (SLM) verwendet werden, bestimmen die Ausbildung der Mikrostruktur und damit die Eigenschaften von AM-Bauteilen. Lasergeschmolzene Strukturen resultieren in hohen ($>99\%$) relativen Dichten [35]. Der Idealfall entspricht also der theoretischen Dichte des verwendeten Materials ($\rho_{0, Stahl} = 7,86 \text{ g/cm}^3$ [36]). Um nun möglichst dichte Bauteile mit homogenen Eigenschaften herzustellen, werden, ausgehend von bekannten Parametern für ähnliche Materialien, die in Gleichung 2.1 enthaltenen Größen variiert. Hierbei handelt es sich vorrangig um eine Variation der Laserleistung P_L und der Scangeschwindigkeit v_s , da der Überlappungsabstand h_s durch den Fokussdurchmesser der jeweiligen Anlage vorgegeben ist und die Pulverschichtdicke D_S durch die verwendete Pulvergrößenfraktion festgelegt wird. Dieser Ansatz wird als statistische Versuchsplanung (DOE für *Design Of Experiments*) bezeichnet und wurde unter anderem von Averyanova *et al.* [37] verwendet, um die optimalen Parameter für martensitische 17-4PH Stähle zu finden. Ein weitere Möglichkeit der experimentellen Parameterbestimmung ist die Durchführung von sogenannten *single-track experiments*, in denen einzelne lasergeschweißte Bahnen auf Substrate aufgebracht und anschließend die entstandenen Schmelzepools charakterisiert werden [38, 39]. Zusätzlich zu experimentellen Methoden können thermomechanische Finite-Elemente (FEM) Simulationen für den SLM-Prozess durchgeführt werden und daraus die Bauteildichten errechnet werden [40].

Abbildung 2.9 (a) zeigt eine Gegenüberstellung von Laserleistung und Scangeschwindigkeit und beinhaltet drei verschiedene Bereiche für die *Volumetric Energy Density* (VED). Im Zuge der Prozessparameterfindung soll der grüne Bereich bestimmt werden. Die verschiedenen Parameterkonstellation (P_L und v_s) sind als schwarze Rauten dargestellt. Der rote Bereich beinhaltet jene Parametersets, bei denen das Material überschmolzen wird und der grüne Bereich jene, bei denen der Energieeintrag zu gering ist, um das Material zu versintern bzw. zu verschmelzen, siehe Abbildung 2.9 (b).



(a) VED-Bereiche

(b) Porositätsbereiche

Abbildung 2.9: $P_L - v_s$ Diagramme zur Visualisierung der verschiedenen VED-Bereiche und zur Darstellung der gängigen Porositätsarten. Die schwarzen Rauten stellen Parametervariationen von P_L und v_s dar.

Porositätsbestimmung

Die Porosität P eines Bauteils ist gegeben durch

$$P = \left(1 - \frac{\rho}{\rho_0}\right) \cdot 100 \%, \quad (2.2)$$

mit der Dichte ρ und der theoretischen Dichte ρ_0 . Für die Porositätsbestimmung, die unter anderem mithilfe eines Lichtmikroskops durchgeführt werden kann, müssen die im Zuge der Prozessparameterfindung erstellten Würfel vertikal in der Mitte geteilt und anschließend eingebettet werden. Nach dem Einbetten wird ein Schliff der zu untersuchenden Fläche angefertigt. Ein Ätzen ist für die Porositätsbestimmung nicht notwendig. Die Porosität errechnet sich hierbei aus nachstehender Gleichung:

$$P = \frac{A_{dunkel}}{A_{gesamt}} \cdot 100 \%. \quad (2.3)$$

A_{dunkel} ist die poröse Fläche, die nach der Schwellwerteinstellung dunkel dargestellt wird. Diese Fläche wird normiert auf die Gesamtfläche der Aufnahme A_{gesamt} . Die verwendeten Vergrößerungen befinden sich zwischen 5-fach [40] und 100-fach.

Zusätzlich zu Unregelmäßigkeiten beim Betrachten des Schliffes (z.B. Risse) sollte bei der Porositätsbestimmung auch auf die Porenart eingegangen werden. Häufig auftretende Porenarten sind die Schlüssellochporosität (*Keyhole*) und die *Lack of fusion*-Porosität (Bindefehler). Die Schlüssellochporosität entsteht durch eingeschlossene Gasporen, die sich durch Abdampfvorgänge im Schweißprozess bilden und von zu schnell erstarrender Schmelze eingefangen werden [41, 42]. Die Bindefehlerporosität entsteht an Zonen, die nicht vollständig aufgeschmolzen wurden und daher bleiben hier einzelne Pulverteilchen in Poren zurück. Dies sind bevorzugt Überlappungszonen mit zu geringem Energieeintrag durch den Laserstrahl [42, 43]. Abbildung 2.9 (b) illustriert die VED-Bereiche, in denen die genannten Porositätsarten auftreten können. Des Weiteren zeigt die Abbildung den gewünschten Bereich der dichten Bauteile.

2.4 Eigenschaften additiv gefertigter Bauteile

Im Pulverbettverfahren durchlaufen die einzelnen Schichten einen komplexen thermischen Zyklus [16]. Dieser beinhaltet ein schnelles Erhitzen auf Temperaturen oberhalb des Schmelzpunktes des verwendeten Pulvers mit nachfolgender rascher Abkühlung. Zusätzlich erfahren die einzelnen Lagen zahlreiche Wiedererwärmungs- und Abkühlsschritte beim Aufschweißen der darüberliegenden Pulverschichten. Dies führt häufig zur Ausbildung von metastabilen Gefügeständen. Oft werden Ungleichgewichtszustände durch die raschen Abkühlprozesse eingefroren.

Lam *et al.* [44] stellten fest, dass sich bei additiv gefertigtem AlSi10Mg im Vergleich zu gegossenen Bauteilen eine feinere Mikrostruktur einstellt. Ähnliche Erkenntnisse lieferte eine Untersuchung von Prashanth *et al.* [45], bei der eine Aluminium-Silizium-Legierung charakterisiert wurde. Diese Gefügefinesung führte zu einer signifikanten Steigerung der Zugfestigkeit (380 MPa für das AM-Material verglichen mit ~ 200 MPa für das Gussmaterial). Begleitet wurde diese Festig-

keitserhöhung jedoch von einer starken Abnahme der Bruchdehnung ($\sim 3\%$ beim SLM-Al-12Si verglichen mit $\sim 9,5\%$), die unter anderem mit einer ausgeprägten Textur erklärt werden kann. Feine Gefügestrukturen entstehen durch die schnellen Abkühlraten, die aufgrund des lokalisierten Energieeintrags (Laser- oder Elektronenstrahl) in ein kleines Schmelzvolumen erfolgen.

Zusätzlich gibt es, abhängig vom verwendeten Material, mehr oder weniger stark ausgeprägte Anisotropieeffekte. Diese resultieren unter anderem aus der Bauteilgeometrie (Unterschiede zwischen oberflächennahen Bereichen und Kernbereichen) oder aus der Richtungsabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit (WLF). Im Allgemeinen ist die WLF in Baurichtung (z) höher als in der x-y-Ebene. Dies kann durch die bereits erstarrten und abgekühlten Pulverlagen in z-Richtung erklärt werden, da diese eine höhere WLF aufweisen als das Pulverbett bzw. Bereiche außerhalb der Probe, die nicht in einen Festkörper überführt wurden [16].

Im Zuge einer Untersuchung [46] eines rostfreien austenitischen Stahls (316L, X2CrNiMo 17-12-2) wurde die Abhängigkeit der Gefügebildung vom Energieeintrag durch den Laser charakterisiert. Bei hohen Laserleistungen stellt sich ein gröberes Gefüge mit ausgeprägter Textur ein. Zusätzlich wurde gezeigt, dass sich bei geringerem Energieeintrag ein feinkörnigeres Gefüge mit relativ isotropen mechanischen Eigenschaften ausbildet.

Mower *et al.* [47] führten zyklische Ermüdungsversuche an AM-Materialien (Ti6Al4V und 316L) durch und kamen zu dem Erkenntnis, dass ein nachträgliches Verdichten des lasergeschmolzenen Material durch einen HIP-Prozess (Heißisostatisches Pressen) die Dauerfestigkeit signifikant erhöht.

Prinzipiell ist zu beachten, dass die mechanischen Eigenschaften von AM-Bauteilen stark von metallurgischen Defekten (Poren, Risse etc.) abhängen, die durch minimale Prozessvariationen entstehen können und das Leistungsvermögen der Bauteile stark beeinträchtigen [48].

2.5 Nachbehandlung additiv gefertigter Bauteile

Nach dem Ausbau des Bauteils sind, je nach geplanter Anwendung, diverse Nachbehandlungen notwendig. Diese Nachbehandlung kann im einfachsten Fall eine Färbung von z.B. additiv gefertigten Spielzeugen sein [35]. Für technische Anwendungen kann der Kosten- und Zeitaufwand stark ansteigen. Einige mögliche *postprocessing*-Methoden sind nachfolgend beschrieben.

Vorhandene Stützstrukturen sind nach dem Fertigungsprozess zu entfernen [49]. Das kann bei Kunststoffen mithilfe einer Zange geschehen oder bei Materialien mit höheren Festigkeiten durch spanende Nachbearbeitung.

2.5.1 Metallische Bauteile

Prinzipiell können metallische AM-Bauteile nach dem Ausbauen und Entfernen von Stützstrukturen wie konventionell gefertigte Bauteile nachbehandelt werden. Bei hohen Anforderungen an die Oberflächenqualität kann z.B. eine spanende Nachbearbeitung (Drehen, Fräsen, Schleifen, Polieren) auf den SLM-Prozess folgen [35].

Wärmebehandlung

Um Eigenspannungen im Bauteil zu reduzieren, kann zusätzlich zur Plattformheizung beim SLM (siehe Kapitel 2.1-Pulverbettverfahren) nach dem Ausbau des Werkstücks eine Spannungsarmglühung durchgeführt werden [50, 51].

Durch HIPen erreicht man bei AM-Bauteilen beinahe die theoretische Dichte, was sich positiv auf die mechanischen Eigenschaften auswirkt [52]. Zusätzlich wurde im Zuge einer Untersuchung von Leuders *et al.* an additiv gefertigtem und anschließend geHIPtem Ti6Al4V eine Reduktion der Eigenspannungen beobachtet [53]. In Kapitel 2.4 wurde bereits die positive Auswirkung eines HIP-Prozesses auf die Dauerfestigkeit beleuchtet [47].

Als weitere Wärmebehandlungsmöglichkeiten seien an dieser Stelle noch das Vergüten (Härten und Anlassen) von Stählen und das Ausscheidungshärten (Lösungsglühen, Abschrecken und Auslagern) von aushärtbaren Aluminiumlegierungen genannt. Im folgenden Kapitel wird auf thermochemische Verfahren eingegangen.

2.5.2 Thermochemische Behandlung - Einsatzhärtung

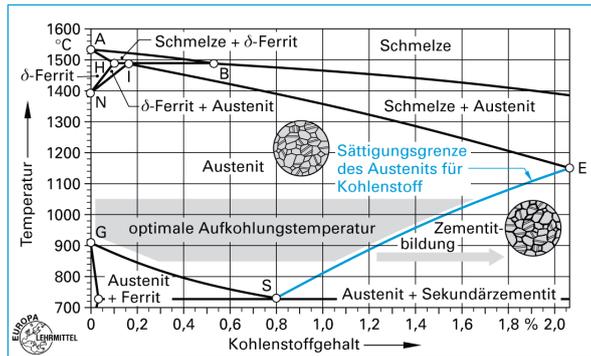
Da mit dem SLM-Verfahren auch Einsatzstähle für z.B. Rennsportanwendungen hergestellt werden können, wird nachfolgend näher auf thermochemische Nachbehandlung bzw. Einsatzhärtung eingegangen.

Das Ziel einer thermochemischen Behandlung ist die Veränderung der chemischen Zusammensetzung eines Werkstoffs in dessen Randschicht. Dies erfolgt über gezielten Stoffaustausch eines Bauteils mit seiner Umgebung durch Diffusionsprozesse verschiedener Elemente. Zu diesen Verfahren zählen unter anderem das Aufkohlen (Eindiffusion von C), das Nitrieren (N), das Carbonitrieren (C und N) oder das Borieren (B). Während der Behandlung kommt es im Falle des Aufkohlens zur Ausbildung einer sogenannten Diffusionsschicht, in der der C-Gehalt sukzessive in Richtung Kern abfällt. Beim Nitrieren entsteht eine Verbindungsschicht mit darunterliegender Diffusionsschicht. In der Verbindungsschicht bleibt die Konzentration des eindiffundierten Elements bzw. der entstandenen Verbindung (z.B. Fe₄N) annähernd konstant [54].

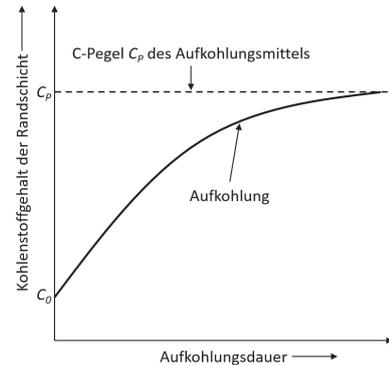
Durch das Einsatzhärten [54, 55] werden die Eigenschaften von kohlenstoffarmen ($C \leq 0,25$ Gew.%) und damit nicht martensitisch härtbaren, Stählen verändert. Diesen Stählen soll eine harte (bis 800 HV) und damit verschleißfeste Oberfläche verliehen werden. Anders als beim Nitrieren, bei dem die Kerneigenschaften nicht beeinflusst werden, wird beim Einsatzhärten die Kernfestigkeit und unter Umständen auch die Kernzähigkeit verbessert. Der Einsatzhärteprozess gliedert sich in drei Teilschritte (Aufkohlen, Härtung und Anlassbehandlung), welche nachfolgend genauer ausgeführt werden.

Beim Aufkohlen, vormals als Einsetzen bezeichnet, wird die Randschicht des Bauteils mit Kohlenstoff angereichert. Dies kann entweder in gasförmigen, flüssigen oder festen kohlenstoffabgebenden Medien bei Temperaturen über A_{C3} (850 °C bis 1050 °C), also im Bereich des einphasigen Austenits für unlegierte Stähle (siehe Abbildung 2.10 (a)), geschehen. Bei diesem Prozess, welcher abhängig vom verwendeten Aufkohlungsmedium und verwendeten Werkstoff einige Stunden

bis maximal 200 Stunden dauern kann, gleicht sich der Kohlenstoffgehalt im Randbereich vom Ausgangsgehalt C_0 mit zunehmender Aufkohlungsdauer an den sogenannten Kohlenstoffpegel C_P an, siehe Abbildung 2.10 (b). C_P beschreibt die Aufkohlungswirkung des verwendeten Kohlungsmittels und ist definiert als der Kohlenstoffgehalt, den eine dünne Reineisenprobe im Gleichgewicht mit dem Kohlungsmittel bei entsprechender Temperatur annimmt. Damit werden die oben genannten erwünschten Eigenschaften erreicht (gute Härtpflichtigkeit des oberflächennahen Bereichs und eine Duktilität im Kern aufgrund des nach wie vor geringen Kohlenstoffgehalts im Bauteilinneren).



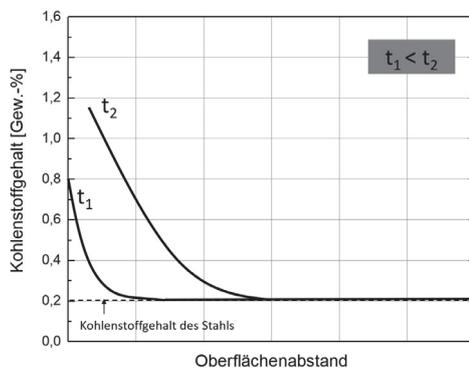
(a) Stahlseite des Eisen-Kohlenstoffdiagramms mit eingezeichnetem Temperaturbereich für das Aufkohlen [55]



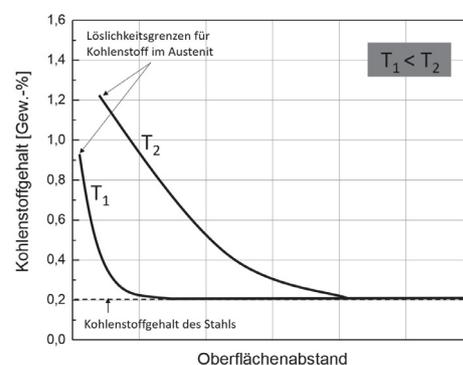
(b) Angleichung von C_0 an den eingestellten Kohlenstoffpegel nach [55]

Abbildung 2.10: Eisen-Kohlenstoffdiagramm und Angleichung des Startkohlenstoffgehalts an den Kohlenstoffpegel.

Abbildung 2.11 zeigt schematisch die Ausbildung des Kohlenstofftiefenprofils (Kohlenstoffgehalt über Abstand von der Oberfläche des Bauteils) in Abhängigkeit der gewählten Aufkohlungszeiten und -temperaturen. Es ist ersichtlich, dass mit zunehmender Dauer bzw. Temperatur der Randkohlenstoffgehalt und die Eindringtiefe des eindiffundierenden Kohlenstoffs ansteigt. Wird die Aufkohlungstemperatur zu niedrig gewählt, dann ist die Diffusionsgeschwindigkeit des Kohlenstoffs im Stahl zu gering und es bildet sich im unmittelbaren Randbereich eine zementitreiche Zone, die zwar etwa 2 Gew.-% Kohlenstoff aufweist, jedoch sehr spröde ist. Bei zu hoher Temperatur ist die Diffusivität des Kohlenstoffs zu hoch um im Randbereich den gewünschten Kohlenstoffgehalt einzustellen.



(a) Einfluss der Aufkohlungsdauer



(b) Einfluss der Aufkohlungstemperatur

Abbildung 2.11: Einflüsse auf die Ausbildung des Kohlenstofftiefenprofils nach [55].

Die folgende Aufzählung beschreibt industriell verwendete Aufkohlungsmethoden [54, 55]:

- Gasaufkohlen

Für das Gasaufkohlen können theoretisch alle kohlenstoffhaltigen Gase verwendet werden, die meistgenutzt sind jedoch Kohlenmonoxid (CO) und Methan (CH₄). Die Aufkohlungstemperaturen betragen zwischen 850 °C und 950 °C. Die nachstehenden Gleichungen illustrieren wesentliche chemische Prozesse, die während des Gasaufkohlens ablaufen. [C] beschreibt in den Gleichungen die Menge an gelöstem Kohlenstoff im Austenit.



Gleichung 2.4 beschreibt die Boudouard-Reaktion, Gleichung 2.5 die heterogene Wassergasreaktion und Gleichung 2.7 die Methan-Reaktion. Die Vorteile des Gasaufkohlens liegen hauptsächlich in der leichten Kontrollier- und Regelbarkeit des Verfahrens, der schnellen Schichtausbildung und des hohen Automatisierungspotentials. Daher ist das Gasaufkohlen auch das industriell bedeutendste und verbreitetste Verfahren. Als Nachteil können die relativ hohen Anlagenkosten genannt werden.

- Pulveraufkohlen

Als Kohlungsmittel wird hier Pulver verwendet, welches aus einem Kohlenstoffträger (z.B. Koks oder Holzkohle), einem Aktivator und einem Bindemittel aufgebaut ist. Die aufzukohlenden Bauteile werden in die Pulvermischung gepackt bzw. eingesetzt, was dem Verfahren den Namen „Einsatzhärtung“ verliehen hat. Der feste Kohlenstoff reagiert mit dem vorhandenen Sauerstoff aus der Atmosphäre oder mit Sauerstoff aus dem Aktivator und bildet so CO₂, welches bei höheren Temperaturen mit zusätzlichem Kohlenstoff CO bildet. Dieses gasförmige Kohlenmonoxid reichert dann nach Gleichung 2.4 Kohlenstoff im Bauteil an. Das Pulveraufkohlen ist das älteste industriell eingesetzte Aufkohlungsverfahren. Es zeichnet sich als einfaches und billiges Verfahren aus. Als Nachteile sind jedoch die langen Aufkohlungszeiten, der hohe Energiebedarf und das fehlende Automatisierungspotential zu nennen.

- Salzbadaufkohlen

Kohlenstofflieferant beim Salzbadaufkohlen ist Natriumcyanid (NaCN) oder Kaliumcyanid (KCN). Der Prozess läuft in Salzschnmelzen ab und es kommt zum Zerfall von Cyaniden und der Bildung von Cyanaten, Kohlenmonoxid und Stickstoff nach folgender Reaktionsgleichung:



Der Kohlenstoff wird danach analog zu den ersten beiden Verfahren über die Boudouar-

reaktion (Gleichung 2.4) im Bauteil angereichert. Die kürzeren Aufkohlungszeiten im Vergleich zu den oben genannten Verfahren und die Gleichmäßigkeit der Aufkohlung sind als Vorteile des Salzbadtaufkohlens zu nennen. Als Nachteile sind die Giftigkeit der Cyansalze und die begrenzten Badgrößen anzuführen, die einerseits die Arbeitssicherheit erschweren und andererseits das Verfahren auf das Aufkohlen kleiner Bauteile beschränken.

- Niederdruckaufkohlen

Das Niederdruckaufkohlen ist ein Vakuumwärmebehandlungsverfahren und geschieht in sauerstofffreier Umgebung bei einem Druck zwischen 2 und 35 mbar mithilfe von Kohlenwasserstoffen (z.B. Propan C_3H_8 oder Acetylen (Ethin, C_2H_2)). Nach dem Kohlungsprozess wird das Bauteil entweder in Öl oder mit Hochdruck in Gas abgeschreckt. Aufgrund der oft sehr hohen Kohlenstoffmassenströme in das Bauteil sind im Vorhinein Versuche und Simulationen zur optimalen Einstellung des Kohlenstoffgehalts durchzuführen. Voraussetzung für das erfolgreiche Aufkohlen mit diesem Verfahren ist die Zersetzung von sauerstofffreien Kohlenwasserstoffen (Cracking oder Pyrolyse). Diese Zerfallsreaktionen laufen bei Temperaturen zwischen $700^\circ C$ für C_3H_8 und $800^\circ C$ für C_2H_2 ab. Es entsteht jeweils Wasserstoff und freier Kohlenstoff, der sich an der Stahloberfläche anlegt und so in das Bauteil eindiffundieren kann. Als großer Vorteil des Niederdruckaufkohlens ist die Sauberkeit und Reproduzierbarkeit des Verfahrens anzuführen. Dem gegenüber stehen hohe Anlagenkosten.

- Plasmaaufkohlen

Beim Plasmaaufkohlen wird ein kohlenstoffhaltiges Gas in einen Vakuumrezipienten gefüllt, welches durch Anlegen einer elektrischen Spannung (Größenordnung von einigen hundert Volt) zwischen dem Bauteil (Kathode) und der Ofenwand (Anode) in ein Plasma überführt wird. Ein Plasma ist ein ionisiertes Gas, welches positive kohlenstoffhaltige Ionen und freie Elektronen enthält. Diese Ionen werden aufgrund ihrer positiven Ladung im elektrischen Feld zur Kathode (Bauteil) hin beschleunigt und geben dort Kohlenstoff an das Material ab. Das Plasmaaufkohlen ist ein Verfahren für Spezialanwendungen und daher von geringer Bedeutung für großindustrielle Maßstäbe.

Nach dem Aufkohlungsprozess erfolgt mit dem Härten der zweite Teilschritt des Einsatzhärtens. Für die Durchführung des Härteprozesses gibt es mehrere Möglichkeiten, die im Folgenden ausgeführt und in den Abbildungen 2.12 bis 2.16 veranschaulicht sind.

- Direkthärten

Am weitesten verbreitetes Verfahren, da es energetisch und damit kostentechnisch am günstigsten ist. Im Regelfall wird die Härtetemperatur an den aufgekohlten Rand angepasst. Es kann zu Kornvergrößerung durch den Aufkohlungsprozess kommen, da keine zusätzlichen Gefügeumwandlungen stattfinden. Dies führt zu einer verringerten Randschichthärtigkeit (durch möglicherweise auftretenden Restaustenit) und zu einer schlechteren Zähigkeit des gesamten Gefüges. Um der Kornvergrößerung entgegenzuwirken, können beispielsweise mikrolegierte (Ti, Nb und V) bzw. Aluminium-beruhigte Feinkornbaustähle verwendet werden.

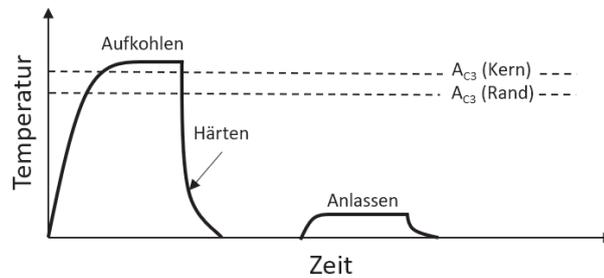


Abbildung 2.12: Zeit-Temperatur Diagramm für das Direkthärten nach [55].

- Einfachhärten

Hierbei wird nach dem Aufkohlen langsam abgekühlt um beim Wiedererwärmen die Phasenumwandlung von Ferrit in den Austenit zu durchlaufen, was im Vergleich zum Direkthärten zu einem feinkörnigerem Gefüge führt. Dies resultiert in einer verbesserten Kernzähigkeit und in einer feinnadeligen martensitischen Mikrostruktur, welche geringere Restaustenitanteile aufweist. Allerdings muss nach dem langsamen Abkühlen erneut auf Härtetemperatur aufgeheizt werden.

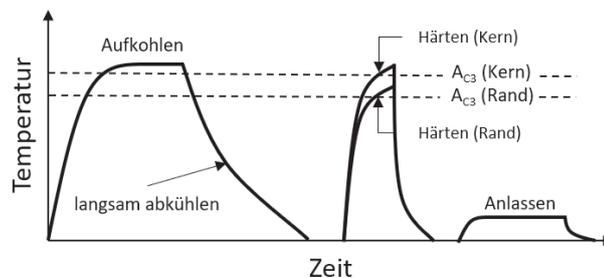


Abbildung 2.13: Zeit-Temperatur Diagramm für das Einfachhärten nach [55].

- Härten nach isothermer Umwandlung

Bei der isothermen Umwandlung, welche bei ca. 550 bis 600 °C abläuft, finden, je nach Stahlgüte, entsprechende Umwandlungen (z.B. Perlit- oder Bainitumwandlung) statt. Zusätzlich zu den verbesserten Kerneigenschaften entstehen in manchen Fällen in der Randschicht feine Karbide, die zu einer erhöhten Verschleißbeständigkeit führen. Nach dem isothermen Halten wird das Material auf Härtetemperatur aufgeheizt und anschließend abgeschreckt, was zur Ausbildung eines martensitischen Gefüges führt. Im Vergleich zum Einfachhärten erzielt man hiermit einen energetischen Vorteil.

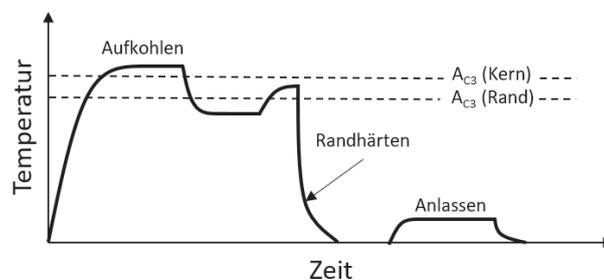


Abbildung 2.14: Zeit-Temperatur Diagramm für das Härten nach isothermer Umwandlung nach [55].

- Doppelhärten

Das Doppelhärten weist den größten Energiebedarf auf. Es wird dann verwendet, wenn die Kernhärte geringer (und der Kern damit duktiler) als beim Direkthärten sein soll. Im ersten Schritt wird von der Kernhärtetemperatur abgeschreckt und im nachfolgenden Schritt von der Härtetemperatur des Randes, wodurch der Kern teilweise austenitisiert wird. Dies führt zur erwünschten geringeren Kernhärte und einem feineren Korngefüge.

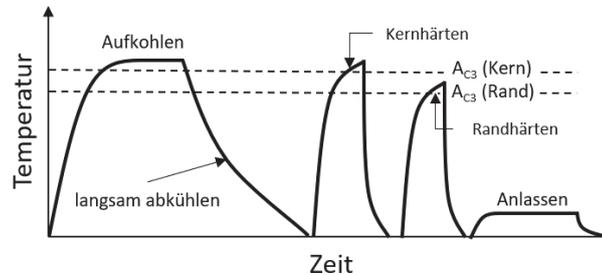


Abbildung 2.15: Zeit-Temperatur Diagramm für das Doppelhärten nach [55].

- Einfachhärten nach Zwischenglühung

Diese Methode wird angewandt, wenn zwischen Aufkohlen und Härten aufwendige Bearbeitungen am Bauteil notwendig sind und daher eine Zwischenglühung zur Verringerung von Eigenspannungen erforderlich ist.

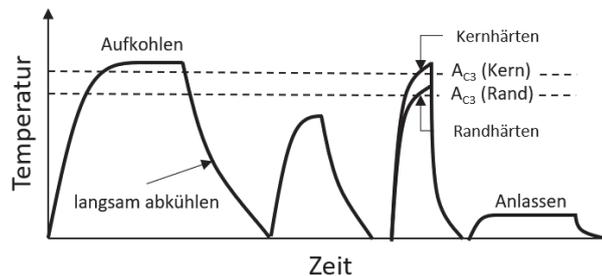


Abbildung 2.16: Zeit-Temperatur Diagramm für das Einfachhärten nach Zwischenglühung nach [54].

Für die Auswahl der Härtetemperatur bestehen zwei Möglichkeiten: Austenitisieren des Randes oder des Kerns. Bei der Randaustenitisierung, die aufgrund des höheren Kohlenstoffgehalts am Rand nach dem Aufkohlen bei niedrigeren Temperaturen durchzuführen ist, kommt es im Randbereich zu geringeren Anteilen von Restaustenit und damit zu einer höheren Randhärte als beim Kernhärten. Jedoch wird dabei das Korngefüge nicht vollständig in Martensit umgewandelt. Oft wird für die Wahl der Härtetemperatur ein Kompromiss zwischen Rand- und Kernaustenitisierungstemperatur getroffen.

Das Abschrecken nach dem Härten kann in unterschiedlichsten Medien stattfinden, z.B. in Luft, Wasser, Öl oder Hochdruckgas.

In Ausnahmefällen kann es erforderlich sein, unmittelbar nach dem Härten eine Tiefkühlbehandlung im Temperaturbereich von -195 °C und -70 °C durchzuführen. Dies geschieht bei Stählen, die nach dem Härten große Mengen an Restaustenit aufweisen, welcher im Allgemeinen unerwünscht ist. Restaustenit entsteht, wenn die martensitische Umwandlung nicht vollständig durchgeführt bzw. die Martensitfinishtemperatur M_f nicht erreicht wurde. M_f unter-

schreitet die Raumtemperatur bei un- bzw. niedriglegierten Stählen ab einem Kohlenstoffgehalt in den Austenitkörnern von etwa 0,6 Gew.%. Restaustenit ist sehr weich und senkt daher die Härte des Materials. Zusätzlich kann es vorkommen, dass Restaustenit unter gewissen Umständen in Martensit umklappt (Temperaturabfall unter M_f , Temperaturanstieg über 150 °C oder durch Verformung). Dies kann zu unerwünschten Spannungen bis hin zum Verzug des Bauteils führen.

Nach dem Härten (bzw. Härten mit anschließendem Tiefkühlen) erfolgt eine Anlassbehandlung im Temperaturbereich von 150 bis 180 °C für unlegierte Stähle bzw. von 160 bis 200 °C für legierte Stähle. Dies dient hauptsächlich der Zähigkeitssteigerung des martensitischen Gefüges und dem Abbau von Spannungsspitzen nach dem Härten ohne den Eigenspannungszustand zu verändern. Die nach dem Härten im Randbereich vorhandenen Druckeigenspannungen dienen der Erhöhung der Schwing- bzw. Dauerfestigkeit von einsatzgehärteten Bauteilen. Zusätzlich kann dabei ein Teil des vorhandenen Restaustenits umwandeln.

Als Einsatzstähle werden unlegierte und legierte Stähle verwendet, die vor dem Einsatzhärten niedrige Kohlenstoffgehalte aufweisen und daher gut schweiß- und zerspanbar sind. Die erreichbaren Härten nach dem Vergüten (Härten und Anlassen) reichen von etwa 610 bis 800 HV. Einsatzstähle sind nach DIN EN 10084 genormt und als Beispiele für gängige Einsatzstähle seien an dieser Stelle die folgenden Güten genannt: C15E (1.0401, unlegiert), 17Cr3 (1.7016), 16MnCr5 (1.7131), 18CrMo4 (1.7243), 16NiCr4 (1.5714) und 20NiCrMo2-2 (1.6523). Die wichtigsten Legierungselemente und deren metallkundliche Auswirkungen sind in folgender Auflistung beschrieben [54, 55]:

- Chrom
 - + Einhärtbarkeit wird verbessert.
 - + Chromreiche Karbide werden gebildet und somit steigt die Verschleißbeständigkeit.
 - Überkohlungsgefahr im Randbereich aufgrund von verringerter Kohlenstoffdiffusivität und damit verbunden erhöhte Restaustenitgehalte.
 - Chromreiche Karbide vermindern die Zähigkeit.
- Mangan
 - + Einhärtbarkeit wird verbessert durch Absenken der kritischen Abkühlgeschwindigkeit.
 - + Steigern der Kernfestigkeit durch Mischkristallverfestigung.
- Nickel
 - + Einhärtbarkeit wird stark verbessert durch Absenken der kritischen Abkühlgeschwindigkeit.
 - + Verbesserung der Zähigkeit und Verschiebung der Übergangstemperatur der Kerbschlagarbeit zu tieferen Werten.
 - Nickel ist ein austenitstabilisierendes Element und erhöht daher den Restaustenitgehalt.
- Molybdän
 - + Einhärtbarkeit wird verbessert.
 - + Molybdänreiche Karbide werden gebildet und somit steigt die Verschleißbeständigkeit.
 - + Während der Aufkohlung wird das Austenitkornwachstums gehemmt und somit einer Kornvergrößerung entgegengewirkt.

Anlassversprödung

Nachdem einsatzgehärtete AM-Bauteile nach der Härtung angelassen werden müssen, sind die zwei bekanntesten Anlassversprödungseffekte [56] von Stählen im Folgenden ausgeführt.

Die sogenannte 300 °C-Versprödung tritt vorrangig bei niedriglegierten Stählen beim Anlassen im Temperaturbereich zwischen 250 und 350 °C auf und äußert sich trotz sinkender Festigkeit mit steigender Anlasstemperatur in einem Minimum der Bruchdehnung und der Kerbschlagarbeit. Bedingt ist diese Art der Versprödung durch die Bildung von Karbiden. Die Seigerung von gewissen Verunreinigungen (P, Sb, As und Sn) verstärkt die Ausprägung dieses unerwünschten Phänomens. Die Karbidausscheidung geschieht vorwiegend an ehemaligen Austenitkorgrenzen als dünne Korngrenzfilme, die den Korngrenzzusammenhalt schwächen und somit in diesen Bereichen erleichtertes Risswachstum ermöglichen. Durch eine verbesserte Reinheit des verwendeten Stahls kann die Ausprägung dieses Effekts vermindert werden. Gänzlich zu vermeiden ist diese Versprödung jedoch nicht, weshalb sie als irreversibel bezeichnet wird. Daher sollte eine Wärmebehandlung in diesem Temperaturbereich vermieden werden.

Zusätzlich tritt bei gewissen Stählen (Mn-, Cr-, CrMn- und CrNi-legiert) ein weiterer Versprödungseffekt (500 °C-Versprödung) auf. Ursache hierfür ist die Segregation von interstitiell gelösten Elementen (P, Sb, As und Sn) an Korngrenzen. Dies führt zu einer Schwächung der Korngrenzadhäsion. Interstitiell gelöster Phosphor besitzt die stärkste Versprödungswirkung durch die Segregation bei Temperaturen um 500 °C. Diese Art der Versprödung ist jedoch reversibel. Um die Sprödigkeit zu verringern, ist eine Glühung bei Temperaturen über 650 °C durchzuführen. Dadurch verteilt sich der im Gefüge vorliegende Phosphor gleichmäßig und kann durch eine schnelle Abkühlung von 600 °C auf 350 °C nicht erneut segregieren. Weitere Möglichkeiten zur Verminderung der Anlassversprödung sind eine Kornfeinung (Zunahme der Korngrenzfläche und somit geringere örtliche Verunreinigungsanreicherung), ein geringerer Verunreinigungsgehalt bzw. eine Erhöhung des Reinheitsgrades, das Abbinden des gelösten Phosphors oder das Zulegieren von korngrenzaaffinen Elementen (z.B. Bor), welche die Korngrenzen ihrerseits belegen.

3 Experimenteller Teil

3.1 Untersuchtes Material und Vergleichsmaterial

Für die Herstellung der AM-Proben wurde niedriglegiertes Stahlpulver verwendet. Die Pulverherstellung geschah bei der Firma voestalpine Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, Kapfenberg (i.F. mit vaBEG bezeichnet) durch Inertgasverdüsung (Argon) mit einer *Vacuum Induction Melting Inert Gas Atomization* (VIGA) - Anlage der Firma ALD Vacuum Technologies GmbH (Planau, Deutschland). Eine Darstellung der Anlage liefert Abbildung 3.1 (a). Für die additive Fertigung wird die Pulverpartikelgrößenfraktion 15 - 45 μm verwendet. Die erwünschte chemische Zusammensetzung des verdüsten Pulvers ist in Tabelle 3.1 aufgelistet.

Die additive Fertigung der Proben geschah bei der Firma Pankl Systems Austria GmbH, Kapfenberg (i.F. mit Pankl bezeichnet). Verwendet wurde eine SLM-Anlage der Firma EOS (EOS M 290) mit einem Bauraumvolumen von 250 x 250 x 325 mm^3 , einem Yb-Faserlaser (max. 400 Watt Laserleistung), einer maximalen Scangeschwindigkeit v_s von 7000 mm/s und einem Fokusdurchmesser von 100 μm [14]. Die Temperatur der Bauplattform betrug 80 $^\circ\text{C}$. Zu Vergleichszwecken wurden einige Proben mit einer Plattformtemperatur von 165 $^\circ\text{C}$ gefertigt.

Der Einsatzstahl 16MnCr5 (1.7131), welcher als Vergleichsmaterial zu dem niedriglegierten Stahlpulver Verwendung fand, wurde von der Firma voestalpine Stahl Donawitz GmbH bezogen. Die chemische Zusammensetzung nach DIN EN 10084 ist ebenfalls in Tabelle 3.1 ersichtlich. Abbildung 3.1 (b) zeigt das Material im walzharten Anlieferungszustand. Es handelt sich um einen Knüppel mit einer Grundfläche von etwa 150 x 150 mm^2 und einer Länge (nach Abzug der Schopfverluste) von 340 mm .



(a) VIGA - Verdüsungsanlage



(b) Anlieferungszustand 16MnCr5-Knüppel

Abbildung 3.1: Verdüsungsturm (VIGA) bei vaBEG und verwendetes Vergleichsmaterial.

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzungen des niedriglegierten Stahlpulvers und des 1.7131.

Gew.%	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	S
Pulver	0,20	0,25	0,25	0,95	0,20	1,25	0,15	0,050
1.7131	0,14-0,19	≤0,40	1,00-1,30	0,80-1,10	-	-	-	≤0,035

3.2 Pulvercharakterisierung

Im Zuge der Pulvercharakterisierung wurde das Stahlpulver (15-45 µm) nach der Siebung untersucht. Dieses Pulver wird im Folgenden als „*Virgin Powder*“ (VP1) bezeichnet, da es sich noch nicht im SLM-Verfahren befand. Ausgewählte Untersuchungen wurden für das Pulver nach jedem SLM-Prozessdurchlauf (nach DOE1, nach DOE2 etc.) durchgeführt. DOE steht für *Design of Experiments* bzw. statistische Versuchsplanung.

3.2.1 Chemische Zusammensetzung

Die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung des VP1 erfolgte im chemischen Labor der Firma vaBEG. Mithilfe folgender Methoden wurden die in der nachstehenden Aufzählung fett gedruckten Elementgehalte bestimmt:

- Atomemissionspektroskopie (ICP-OES) - **Si, Mn, Cr, Mo, Ni** und **V**
- Massenspektrometrie (MS) mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS) - **P**
- Verbrennungsanalyse - **C** und **S**
- Bestimmung von **N** und **O**

Die Bestimmung des Argongehalts erfolgte über MS. In Kapitel 2.2.2 - Chemische Methoden sind die verwendeten Analyseverfahren näher beschrieben.

Des Weiteren erfolgte eine Bestimmung des Argon- und Schwefelgehalts sowie des Kohlen-, Sauer- und Stickstoffgehalts in Pulverproben nach den einzelnen DOEs. Damit soll geklärt werden, ob sich die Pulverqualität des nicht geschmolzenen und damit wiederverwendbaren Pulvers durch den SLM-Prozess verändert. Zusätzlich wurden die Gehalte der oben genannten Elemente in additiv gefertigten Proben bestimmt.

3.2.2 Partikelgrößenverteilung

Die Ermittlung der Größenverteilung der Pulverpartikel geschah für die verschiedenen Pulver (VP1, nach DOE1 etc.) mithilfe eines Analysators (Camsizer XT, Retsch Technology GmbH, Deutschland), welcher mit digitaler Bildanalyse (DIA für *Digital Image Analysis*) arbeitet. Zusätzlich liefert diese Messung Partikeldurchmesser (D10, D50 und D90). Der D10-Wert gibt beispielsweise die Partikelgröße an, die von 10 % der Pulverpartikel unterschritten wird.

3.2.3 Schüttdichte und Rieselfähigkeit

Methoden zur Bestimmung der Schütt- bzw. Füllichte und der Rieselfähigkeit sind in Kapitel 2.2.2 - Standardmethoden beschrieben.

Die Ermittlung der Schüttdichte aller Pulverproben erfolgte nach DIN EN ISO 3923-1.

Für die Rieselfähigkeitsmessung aller Pulverproben kam ein Carney Flowmeters (ASTM B213) zum Einsatz. Dieser Trichter wird verwendet, wenn keine gültigen Messungen mithilfe des Hall Flowmeters (DIN EN ISO 4490) durchführbar sind [57].

Zusätzlich wurde eine VP1-Probe unmittelbar vor der Rieselfähigkeitsmessung für 15 Minuten bei 200 °C getrocknet, wodurch ein Rieseln des Pulvers und eine gültige Zeitmessung erreicht wurde. Zum Trocknen diente ein Feuchtebestimmer (MA 50/1.R) der Radwag Waagen GmbH.

3.2.4 REM - Untersuchungen zur Pulvermorphologie

Die Charakterisierung des VP1 geschah am Lehrstuhl für Stahl-Design mithilfe des Dual Beam Mikroskops FEI FIB Versa 3D. Dabei wurden Aufnahmen von losem Pulver und von einem Pulverschleiff erstellt. Ersteres dient dazu, qualitative Aussagen über die Sphärizität, die Pulveroberfläche und den Satellitenanteil im Pulver zu treffen. Die Untersuchung des Pulverschleiffs soll Aufschluss über möglicherweise vorhandene interne Poren geben.

3.3 Prozessparameterfindung

Ausgangspunkt für Parametervariationen (Laserleistung P_L und Scangeschwindigkeit v_s) sind bekannte Daten für die Nickelbasislegierung Inconel 718, die seit längerem bei Pankl mit dem SLM-Verfahren hergestellt wird. Des Weiteren fließen Erkenntnisse einer im Vorfeld durchgeführten Untersuchung eines artähnlichen Stahlpulvers in die Prozessparameterfindung ein. Die *Volumetric Energy Density* (VED), siehe Gleichung (2.1), variiert dabei zwischen 51 J/mm³ und 97 J/mm³. Es waren insgesamt fünf DOEs nötig. Die Pulverschichtdicke D_S beträgt 40 µm, was durch die maximale Größe des verwendeten Stahlpulvers von 45 µm begründbar ist. Der Überlappungsabstand h_s weist einen Wert unter 115 µm auf. Dieser korreliert mit dem Fokusbereich des EOS M 290, welcher 100 µm beträgt [14].

P_L und v_s wurden in DOE3 und DOE4 in vielversprechenden Bereichen genauer betrachtet. Untersuchungen (siehe Kapitel 3.3.2) nach DOE4 führten zu der Erkenntnis, dass die Art der Schleiffpräparation erheblichen Einfluss auf die Erkennbarkeit von vorhandenen Rissen in den Proben mithilfe eines Lichtmikroskops hat. Einige Proben aus den ersten vier Durchläufen wiesen zwar annehmbare Porositätswerte auf, eine erneute Aufbereitung zeigte jedoch, dass Risse enthalten waren. Aus diesem Grund war ein weiterer Durchlauf (DOE5) nötig. Näheres zur Schleiffpräparation findet sich in den Kapiteln 3.3.3 und 4.2.4 und im Diskussionsteil der vorliegenden Masterarbeit.

Eine Übersicht der gesamten DOEs mit beinhalteter Probenbezeichnung ist in Abbildung 3.2 dargestellt. Der erste DOE beinhaltete 19 Quader, der zweite 16, der dritte 18, der vierte 31 und der fünfte 61. Insgesamt also 145 Quader. Die Grundfläche der Quader beträgt 15 x 15 mm² und die Höhe beläuft sich auf 20 mm. Beim horizontalen Abtrennen der Quader von der Bauplattform wurde mit einem Schnittverlust von ca. 5 mm gerechnet, um im Nachhinein für die Porositätsanalyse Würfel mit einer Kantenlänge von ca. 15 mm zur Verfügung zu haben. Anzumerken ist, dass vor dem Prozess eine Siebung mit einem 80 µm-Sieb erfolgte, um grobe Agglomerate, die sich bei der Lagerung bilden können, im Pulverbett zu vermeiden.

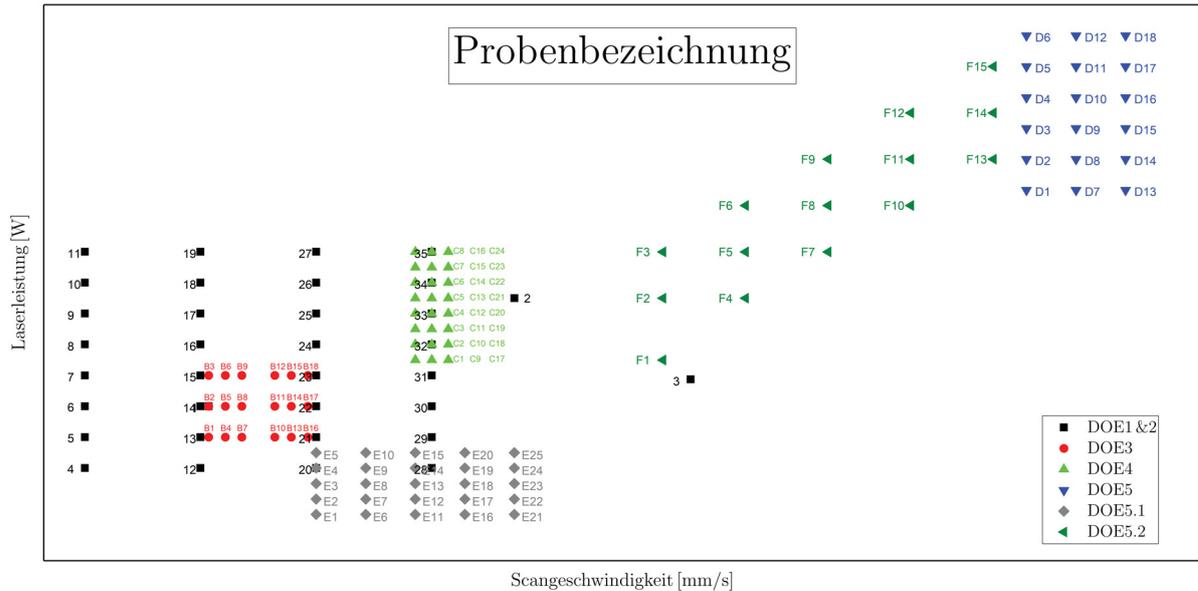
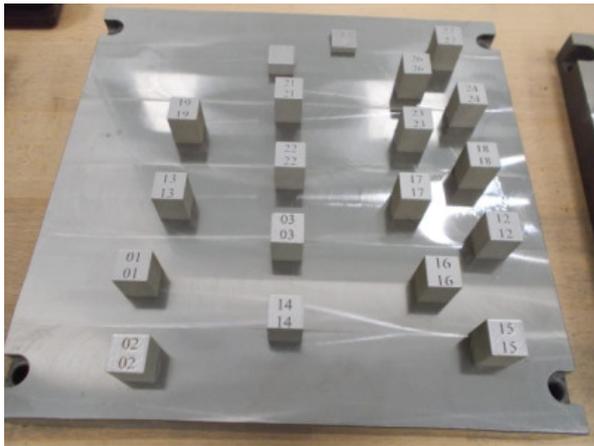


Abbildung 3.2: Probenbezeichnung - Übersicht der fünf DOEs.

Abbildung 3.3 (a) zeigt die Bauplattform nach dem DOE1. In Abbildung 3.3 (b) ist die Probenanordnung auf der Bauplattform als Grundriss des DOE1 dargestellt. Die unregelmäßige Anordnung wird dadurch begründet, dass es bei möglicherweise auftretenden Problemen im Prozess zu Beschädigungen benachbarter Proben durch die Abstreifeinheit kommen kann, wenn diese regelmäßig und eng nebeneinander angeordnet sind. Des Weiteren können Schweißspritzer eines Würfels auf die umliegenden verteilt werden.

Das Trennen der Proben von der Bauplattform erfolgte mithilfe einer Trennsäge bei der Firma Pankl, siehe Abbildung 3.3 (c). Im weiteren Verlauf wurden die Proben bei der Firma vaBEG vertikal in der Mitte geteilt. Dies geschah mithilfe eines Struers Discotom-6 (Abbildung 3.3 (d)).



(a) Bauplattform mit Proben - DOE1



(b) Grundriss - DOE1



(c) Trennen der Würfel von der Bauplattform



(d) Struers Discotom-6

Abbildung 3.3: Prozessparameterfindung - Bauplattform und Trennung der Proben.

3.3.1 Porositätsauswertung der verschiedenen Prozessparameter

Für die Porositätsauswertung der eingebetteten und aufbereiteten Proben kam ein Lichtmikroskop der Fa. Olympus (BX53M) mit der zugehörigen Software (Olympus Stream Motion) zum Einsatz. Die Aufbereitung besteht aus Schleifen mit nachfolgendem Polieren. Eine Ätzung ist nicht von Nöten. Der Großteil der Probenpräparation geschah in der Metallographie der Firma vaBEG. Ausgewählte Proben wurden zusätzlich am Lehrstuhl für Stahl design, Department Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben präpariert und erneut ausgewertet. Die Porosität wurde für jede Probe an fünf Positionen (in den vier Ecken und in der Probenmitte), die jeweils eine Fläche (A_{gesamt} in Gleichung 2.3) von ca. 3 mm^2 aufweisen, ermittelt. Dies entspricht einer 50-fachen Vergrößerung. Abbildung 3.4 zeigt ausgewählte Aufnahmen (linke Seite) mit den zugehörigen Auswertungen (rechte Seite). Mithilfe der Auswertesoftware kann der Schwellwert eingestellt und somit manuell festgelegt werden, welcher Anteil rot eingefärbt und somit als Porenfläche (A_{dunkel} in Gleichung 2.3) erkannt wird.

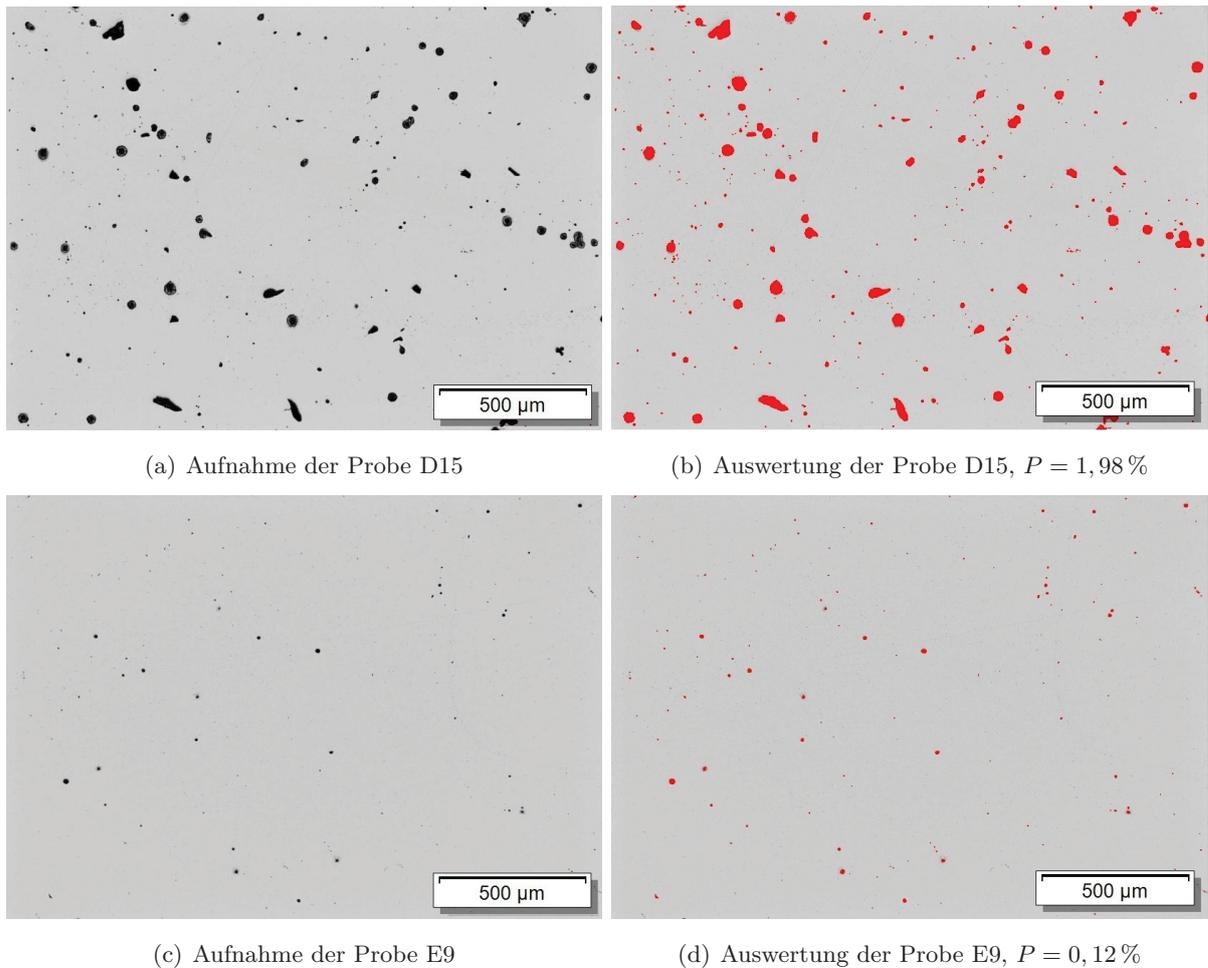


Abbildung 3.4: Porositätsauswertung an zwei ausgewählten Proben des DOE5 (hohe (a, b) und niedrige (c, d) Porosität P).

3.3.2 Untersuchungen zur Klärung von Gefügeinhomogenitäten

In DOE4 wurden zusätzlich zu den Probenwürfeln mit zwei vorerst vielversprechenden Parametern (32 und 33) B6 x 30-Zugproben nach DIN 50125 gefertigt. Aufgrund der niedrigen Bruchdehnung aus dem Zugversuch wurden rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchungen mit einem REM der Fa. JEOL USA, Inc. (JSM-6460 LV) durchgeführt.

Des Weiteren wurden bei der voestalpine Stahl Donawitz GmbH Mikrosondenmessungen in Auftrag gegeben. Diese sollen Aufschluss über das Seigerungsverhalten des vorhandenen Schwefels und anderer enthaltener Legierungselemente liefern.

3.3.3 Einfluss der Schliffpräparation auf die Erkennbarkeit von Rissen

Um den Einfluss der Schliffpräparation auf die Erkennbarkeit von möglicherweise vorhandenen Rissen im Lichtmikroskop zu untersuchen, wurden die beiden verschiedenen Schliffaufbereitungsmethoden näher betrachtet. Die Neuaufbereitung beinhaltet fünf Proben (5, 9, 27, D4 und F14).

Die Probennachbereitung (Methode 2) wurde auf einem Schleifautomaten der Firma Struers GmbH (Tegramin-30) am Lehrstuhl für Stahldesign des Departments Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben nachgestellt. Methode 1 zeigt die Erstaufbereitung. Die verwendeten Parameter sind in Tabelle 3.2 ersichtlich. Methode 2 setzt sich aus Methode 1 und einer anschließenden Nachbereitung (siehe Tabelle 3.3) zusammen. Anzumerken ist, dass die Kraftaufbringung bei Methode 1 zentral auf einen Probenhalter, der maximal sechs Proben fasst, erfolgt. Bei Methode 2 erfolgt die Kraftbeaufschlagung einzeln auf jede Probe. Das Vorpulieren geschah mit einem harten Tuch der Firma Struers GmbH (Dur) und das Feinpolieren mit einem weichen Tuch (Nap). Das verwendete Schmiermittel (Lubricant blue) wurde ebenfalls von Struers bezogen und für alle Schritte verwendet. Als Schmiermittel für das Planschleifen (Methode 1) diente Wasser und im Gegensatz zu den restlichen Schritten wurde hierbei ein gegengleicher Drehsinn gewählt.

Tabelle 3.2: Aufbereitungsparameter der Methode 1.

Teilschritte	Schleif-/Poliermittel	Kraft [N]	Laufzeit/Abtrag	Drehzahl [U/min]
Planschleifen	Schleifstein (Körnung 180)	350	1 mm	1500
Feinschleifen	Diamantsuspension (9 μm)	300	5 min	300
Vorpolieren	Diamantsuspension (6 μm)	300-350	4-6 min	150
Feinpolieren	Diamantsuspension (1 μm)	200-250	4-6 min	150

Tabelle 3.3: Aufbereitungsparameter der Methode 2.

Teilschritte	Poliermittel	Kraft [N]	Laufzeit [min]	Drehzahl [U/min]
Vorpolieren	Diamantsuspension (6 μm)	20	4	150
Feinpolieren	Diamantsuspension (1 μm)	20	4	150

3.4 Mechanische Erprobung und Wärmebehandlung

Die Übersicht des Probenausmaßes für die mechanische Erprobung des lasergeschmolzenen Pulvers und des Vergleichsmaterials ist in Tabelle 3.4 zu sehen. Die Vormachfertigung des AM-Materials erfolgte bei der Firma Pankl. Abbildung 3.5 zeigt die beiden Bauplattformen direkt nach dem Fertigungsprozess. Das Abtrennen der Proben von der Bauplattform fand mittels Drahterodieren bei der Firma Taibinger & Co Sondermaschinenbau GmbH, Kindberg statt. Nach Abschluss der Wärmebehandlung (WBH) erfolgte die Endfertigung der Proben in der mechanischen Werkstätte der Firma vaBEG (Drehen bzw. Fräsen). Die Probenvorbereitung (Vormachfertigung, WBH und Endmachfertigung) des 16MnCr5 geschah gänzlich bei vaBEG.

Die Erprobung beinhaltet für die additiv gefertigten Proben die liegende und stehende Orientierung und für das Vergleichsmaterial die Längs- und Querrichtung zur Hauptverformungsrichtung. Mit Ausnahme der Einsatzhärtebehandlung wurden die gesamten Proben in Kammeröfen der Fa. Medlin u. Naber GesmbH & Co. KG in Luftatmosphäre bei vaBEG wärmebehandelt. Die Einsatzhärtung der entsprechenden Proben beider Materialien realisierte die Fa. Pankl. Näheres zur WBH der Proben findet sich im Folgenden.

Tabelle 3.4: Probenumfang der durchgeführten Untersuchungen je Material.

Erprobung	Anzahl	Vormaßabmessung [mm]	Endmaßabmessung [mm]
Härte-Anlasskurve	30	20 x 20 x 20	20 x 20 x 20
Zugversuch	24	15 x 15 x 85 ²	$d_0 = 6 \text{ mm}$, $L_0 = 30 \text{ mm}$
Kerbschlagbiegeversuch	80 bzw. 40 ³	15 x 15 x 65	10 x 10 x 55
Einsatzhärtung	3	40 x 40 x 10	40 x 40 x 10



(a) Proben des ersten Durchlaufs



(b) Proben des zweiten Durchlaufs

Abbildung 3.5: Bauteilplattformen mit AM-Proben nach dem SLM-Prozess.

Für Härte-Anlasskurven wurden Härtewürfel aus dem Material gefertigt bzw. geschnitten. Um Kerbschlagbiegewerte zu erhalten fanden Charpy-V-Notch Proben Verwendung. Als Zugproben fungierten B6 x 30-Proben nach DIN 50125 und für die Einsatzhärtung Plättchen, die nach dem Aufkohlen und Vergüten zersägt wurden, um Härteverläufe aufnehmen zu können.

3.4.1 Härte-Anlasskurven

Niedriglegiertes Stahlpulver

Um für das additiv gefertigte Material die entsprechende Härtetemperatur zu finden, fand die Austenitisierung der Würfel bei zwei verschiedenen Temperaturen ($T_{A1} = 850 \text{ °C}$ und $T_{A2} = 950 \text{ °C}$) statt. Eine grobe Abschätzung von T_{A1} erfolgte durch Härtetemperaturen ähnlicher Stahlgüten. Zusätzlich wurde mithilfe der Software Thermo-Calc das Phasendiagramm und somit der Austenitisierungsbereich für die entsprechende Zusammensetzung des Pulvers berechnet und in die Wahl der Temperatur miteinbezogen. Die zweite Temperatur (T_{A2}) ist bewusst höher gewählt, da bei einer Einsatzhärtung durchaus Temperaturen in der Größenordnung von 1000 °C erreicht werden können. Die Austenitisierungsdauer betrug jeweils 30 Minuten mit folgender Wasserabschreckung. Nach erfolgtem Abschrecken erfolgte ein gemeinsames Anlassen der Proben aller Härtetemperaturen und der Härtewürfel im sogenannten *AsBuilt*-Zustand für jeweils zwei Stunden mit abschließender Luftabkühlung. *AsBuilt* beschreibt den Entnahmezustand nach dem SLM-Prozess.

²Abmessungen der stehend gebauten Zugproben (Abbildung 3.5 (a)): $\varnothing 12 \times 70 \text{ mm}$.

³Probenausmaß des 16MnCr5.

Das Anlassen geschah bei folgenden Temperaturen: $T = 100, 150, 175, 200, 225, 250$ °C. Des Weiteren wurde für jede Härtetemperatur der naturharte (ohne nachträgliches Anlassen) Zustand erprobt.

Die Härtmessung erfolgte mit einem Härteprüfgerät der Fa. EMCO-TEST PRÜFMASCHINEN GMBH (Härte nach Rockwell - Verfahren C) im Prüflabor der Firma vaBEG. Aufgrund der großen Streuungen der Härtewerte (siehe Ergebnisteil) erfolgte eine erneute Härtmessung an Kerbschlagproben. Diese Werte weisen erneut große Standardabweichungen und streuende Härtewerte auf. Aufgrund der großen Unterschiede in den verschiedenen Messungen wurden *AsBuilt*-Proben bei Pankl in einer Anlage der Fa. ALD (ModulTherm) erneut einer Vergüte-WBH unterzogen. Die Austenitisierungstemperaturen betragen erneut 850 °C und 950 °C, jedoch wurde, um vollständige Durchwärmung der Proben zu garantieren, die Austenitisierungszeit von 30 Minuten auf eine Stunde angehoben. Als Abschreckmedium fungierte in diesem Fall gasförmiger Stickstoff. An diesen Proben erfolgten Härteverlaufsmessungen (HV1, insgesamt 20 Eindrücke je Messung) und zusätzlich Einzelmessungen mit HV10 (drei Eindrücke je Messung).

Vergleichsmaterial

Für das Vergleichsmaterial wurden ebenfalls Härte-Anlasskurven angenommen. Dies geschah bei zwei Austenitisierungstemperaturen ($T_{A1} = 870$ °C und $T_{A2} = 950$ °C für jeweils 30 Minuten). Das Abschrecken mit anschließendem Anlassen und die Härteprüfung gleicht dem Pulverwerkstoff.

3.4.2 Zugversuche

Niedriglegiertes Stahlpulver

Die Erprobung umfasst folgende Zustände (jeweils drei Zugproben stehend und liegend gefertigt):

1. *AsBuilt*
2. *AsBuilt* + Anlassen (200 °C/2h/Luftabkühlung)
3. Härten (850 °C/30'/Wasserabschreckung) + Anlassen (200 °C/2h/Luftabkühlung)
4. Härten (950 °C/30'/Wasserabschreckung) + Anlassen (200 °C/2h/Luftabkühlung)

Die Zugprüfung erfolgte im Prüflabor der Firma vaBEG mit einer Zugprüfmaschine der Fa. MESSPHYSIK MATERIALS TESTING GMBH (BETA 400-2).

Vergleichsmaterial

Die Zugprüfung des 16MnCr5 (Längs- und Querproben) erfolgte analog zum AM-Material. Hierbei wurden folgende Zustände (jeweils Längs- und Querproben) erprobt:

1. Härten (870 °C/30'/Wasserabschreckung) + Anlassen (150 °C/2h/Luftabkühlung)
2. Härten (870 °C/30'/Wasserabschreckung) + Anlassen (200 °C/2h/Luftabkühlung)
3. Härten (950 °C/30'/Wasserabschreckung) + Anlassen (150 °C/2h/Luftabkühlung)
4. Härten (950 °C/30'/Wasserabschreckung) + Anlassen (200 °C/2h/Luftabkühlung)

3.4.3 Kerbschlagbiegeversuche

Niedriglegiertes Stahlpulver

Die Messung der Kerbschlagarbeit (fünf Proben pro Zustand) erfolgte ebenfalls im oben genannten Prüflabor mit einem Kerbschlaghammer der Fa. Zwick GmbH & Co. KG (PSW 750). Die erprobten Zustände gleichen jenen beim Zugversuch. Die Prüfung der liegend und stehend gebauten Proben fand bei Raumtemperatur (RT) und zusätzlich bei -20°C statt.

Vergleichsmaterial

Es wurden folgende Zustände bei RT und bei -20°C erprobt:

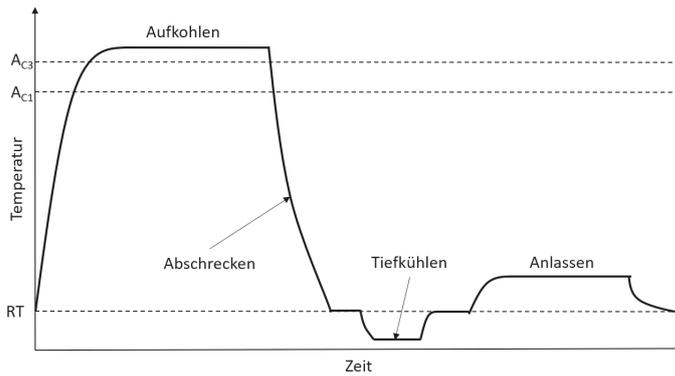
1. Härten ($870^{\circ}\text{C}/30'$ /Wasserabschreckung) + Anlassen ($200^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ /Luftabkühlung)
2. Härten ($950^{\circ}\text{C}/30'$ /Wasserabschreckung) + Anlassen ($200^{\circ}\text{C}/2\text{h}$ /Luftabkühlung)

Die Erprobung der Kerbschlagarbeit erfolgte in Längs- und Querrichtung.

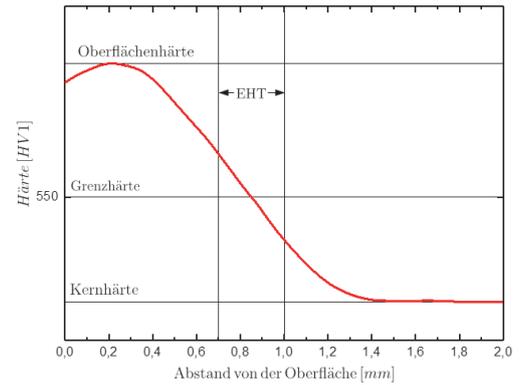
3.4.4 Einsatzhärten

Der Einsatzhärtevorgang (Aufkohlung, Abschrecken, Tiefkühlen und Anlassen) fand bei Pankl in einer Anlage der Fa. ALD (ModulTherm) mittels Unterdruckaufkohlung statt. Die Härtung erfolgte in Form des Direkthärtens aus der Aufkohltemperatur. Der durchlaufene WBH-Zyklus für das AM-Material und das Referenzmaterial (16MnCr5) ist in Abbildung 3.6 (a) ersichtlich. Die Aufkohlungsdauer beträgt zwischen acht und 11 Stunden bei einer Aufkohlungstemperatur zwischen 800°C und 950°C . Von dieser Temperatur findet die Härtung bzw. das Abschrecken mittels Gasdruck (N_2) auf RT statt. Anschließend folgt ein Tiefkühlen bei -75°C und ein Anlassen für zwei Stunden bei 170°C mit abschließender Luftabkühlung.

Abbildung 3.6 (b) zeigt ein typisches Härteprofil nach erfolgter Aufkohlung, in dem die maßgeblichen Kenngrößen eingetragen sind. Das gewählte Härteprofil beider Werkstoffe ist aus Tabelle 3.5 zu entnehmen. Die Härteverläufe wurden mittels Vickershärtemessung (HV1) in Abständen von 0,1 mm mithilfe eines Härteprüfgeräts der Fa. EMCO TEST (DuraScan G5) gemessen. Die Oberflächen- und Kernhärtemessungen erfolgten zusätzlich mit HRC bzw. HV10. Die Oberflächenhärtemessung erfolgt aufgrund von nicht aufbereiteten Oberflächen mittels HRC, da die Vermessung der Eindruckdiagonalen (HV) an unaufbereiteten Flächen nicht möglich ist und ein Abschleifen mit anschließendem Polieren die Messung verfälschen würde. Die Grenzhärte von 550 HV1 soll innerhalb der Einsatzhärte tiefe (EHT) liegen. Härteverläufe wurden für den 16MnCr5 an einer längsorientierten Probe in Längs- und den beiden Querrichtungen und für das AM-Material an einer liegend sowie an einer stehend gebauten Probe gemessen. Die Härtemessungen für das AM-Material beinhalten Verläufe in der Ebene, die parallel auf die Bauplattform steht und Verläufe quer zu dieser Ebene.



(a) WBH-Zyklus



(b) Schematisches Härteprofil

Abbildung 3.6: WBH-Zyklus der Einsatzhärtung und schematische Darstellung des Härteprofils.

Tabelle 3.5: Härteprofil des AM-Materials und des 16MnCr5.

	Oberflächenhärte	Kernhärte	EHT
AM-Material	690 HV10 + 80 HV10	≥ 440 HV10	0,7...1,0 mm
16MnCr5	690 HV10 + 80 HV10	≥ 440 HV10	0,7...1,0 mm

Die Gefügebeurteilung der einsatzgehärteten Proben erfolgte über LIMU-Untersuchungen mit dem Mikroskop Olympus BX53M.

3.5 Ergänzende Untersuchungen

3.5.1 Gefügecharakterisierung

Die Gefügecharakterisierung erfolgte mittels LIMU und REM. Für die LIMU-Untersuchungen fand erneut das Mikroskop Olympus BX53M bei vaBEG Verwendung. Die rasterelektronenmikroskopische Gefügebeurteilung fand am Lehrstuhl für Stahldesign mithilfe eines FEI Versa 3D statt. Die Charakterisierung beinhaltet Proben des additiv gefertigten Materials in den unterschiedlichen WBH-Zuständen:

- *AsBuilt*: Probe H01 (liegend gebaut) und Probe V01 (stehend gebaut)
- *AsBuilt* + 200 °C: Probe H11 (liegend gebaut) und Probe V11 (stehend gebaut)
- 850 °C + 200 °C: Probe H21 (liegend gebaut) und Probe V21 (stehend gebaut)
- 950 °C + 200 °C: Probe H31 (liegend gebaut) und Probe V31 (stehend gebaut)

Zusätzlich wurde der *AsBuilt*-Zustand mit erhöhter Plattformtemperatur (165 °C) untersucht. Für das Vergleichsmaterial wurden LIMU-Aufnahmen von Längs- und Querproben in den beiden Vergütungszuständen betrachtet.

Die Ätzung erfolgte in allen Fällen mit 2-prozentiger Nitallösung. Zusätzlich wurden ausgewählte Proben einer Farbätzung (Beraha-I-Ätzung) unterzogen, um die enthaltenen Gefügebestandteile (Martensit und Bainit) besser unterscheiden zu können.

3.5.2 Stirnabschreckversuche nach Jominy und Restaustenitmessungen

Aus dem Stahlpulver wurden zusätzlich zwei Zylinder ($\varnothing 32 \times 102$ mm) gefertigt, die für Jominy-Abschrecktests verwendet werden (Probenart P41 nach ASTM A 255). Die WBH der beiden Proben setzt sich aus einer Spannungsarmglühung ($650^\circ\text{C} / 6 \text{ h} / \text{Ofenabkühlung}$) mit anschließender Härtung bei 850°C bzw. 950°C (Haltezeit auf Austenisierungstemperatur jeweils 30 Minuten mit anschließender Wasserabschreckung nach Jominy) zusammen. Die WBH und anschließende Erprobung (Härtemessung HRC nach DIN EN ISO 642) wurde bei vaBEG durchgeführt.

An ausgewählten Proben (siehe Aufzählung in Kapitel 3.5.1) wurden bei vaBEG die Restaustenitgehalte mithilfe eines Röntgendiffraktometers der Fa. Bruker (Diffraktometer D8 ADVANCE) gemessen. Zusätzlich erfolgte eine Restaustenitgehaltbestimmung an den naturharten Proben (Austenitierung bei 850°C und 950°C ohne nachfolgendes Anlassen). Die Auswertung des Restaustenitgehalts erfolgte nach ASTM E975-13.

4 Ergebnisse

4.1 Pulvercharakterisierung

4.1.1 Chemische Zusammensetzung des Pulvers und additiv gefertigter Proben

Tabelle 4.1 zeigt die Soll-Analyse (VP1-Soll) des *Virgin Powders 1* (VP1) und die gemessenen Legierungselementgehalte (VP1-Ist). Daraus geht hervor, dass die Gehalte für Si, Mn, Cr, Mo und Ni überschritten wurden. Die Abweichungen befinden sich jedoch innerhalb der festgelegten Toleranzen. Zusätzlich enthält die untenstehende Tabelle die chemische Analyse des *Virgin Powders 2* (VP2-Ist). Dieses Pulver stammt aus einer anderen Verdüsungcharge als das VP1. Die chemische Zusammensetzungen additiv gefertigter Proben aus den beiden Pulvern sind ebenfalls enthalten (Probe 1 und Probe 2). Probe 1 wurde im Zuge des DOE4 gefertigt und Probe 2 ist eine Kerbschlagprobe aus der mechanischen Probenfertigung.

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung des Pulvers und additiv gefertigter Proben.

Gew.%	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	V	S	N	O	Ar
VP1-Soll	0,200	0,25	0,25	0,95	0,20	1,25	0,15	0,050	-	-	-
VP1-Ist	0,190	0,34	0,44	1,12	0,34	1,57	0,22	0,051	0,0024	0,024	0,000063
Probe 1	0,179	0,37	0,40	1,11	0,33	1,58	0,23	0,055	0,0022	0,008	0,000018
VP2-Ist	0,180	0,26	0,28	0,95	0,22	1,27	0,16	0,038	0,0023	0,014	-
Probe 2	0,165	0,32	0,24	0,93	0,21	1,29	0,16	0,046	0,0024	0,015	0,000015

In Abbildung 4.1 (a) sind die Entwicklung des Kohlenstoff- und Schwefelgehalts mit zunehmender Anzahl an SLM-Prozessdurchläufen und die Gehalte in den additiv gefertigten Proben ersichtlich.

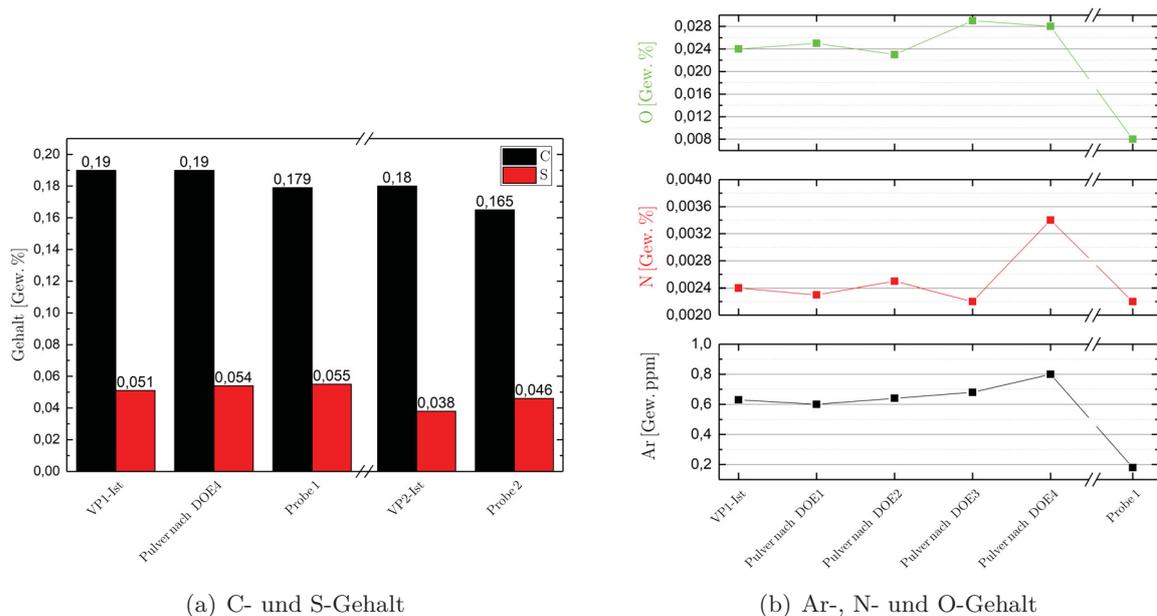


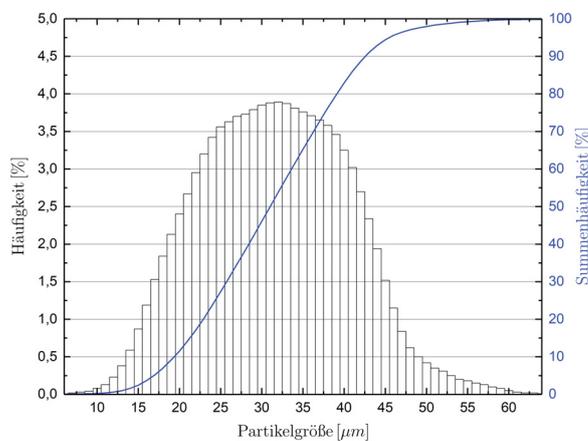
Abbildung 4.1: Entwicklung des C-, S-, Ar-, N- und O-Gehalts im Pulver und im Bauteil.

Der Kohlenstoffgehalt im additiv gefertigten Bauteil ist geringer als jener im Pulver. Dies trifft sowohl für das Pulver, welches bis zum DOE4 verwendet wurde (VP1), als auch für das Pulver für die Probenfertigung (VP2) zu. Anzumerken ist, dass der Schwefelgehalt im VP2 und demnach auch in Probe 2 niedriger als in VP1 ist.

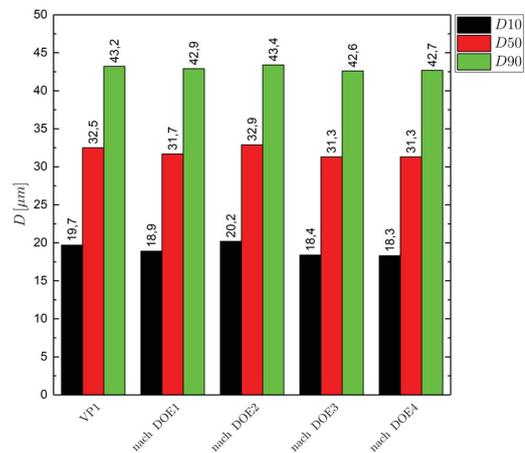
Die Entwicklung des Argon-, Sauer- und Stickstoffgehalt mit steigender Anzahl an Prozessdurchläufen ist in Abbildung 4.1 (b) zu sehen. Alle drei Elemente zeigen einen geringfügigen Anstieg der Gehalte im Pulver bei mehrmaligem Durchlaufen des Prozesses. Zusätzlich sind die Anteile in Probe 1 ersichtlich, in der der Argon- und Sauerstoffgehalt deutlich niedriger als im Pulver ist.

4.1.2 Partikelgrößenverteilung

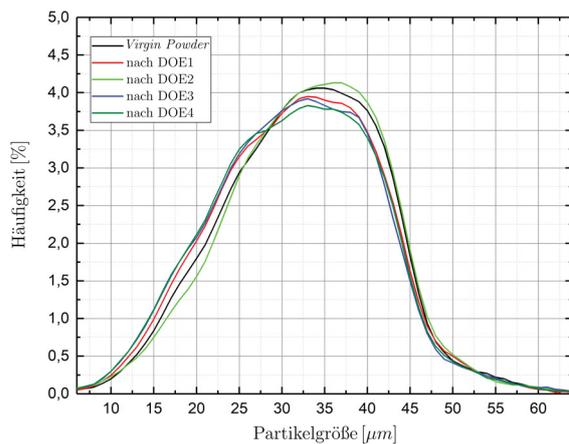
Die Partikelgrößenverteilung des VP1 ist in Abbildung 4.2 (a) zu sehen.



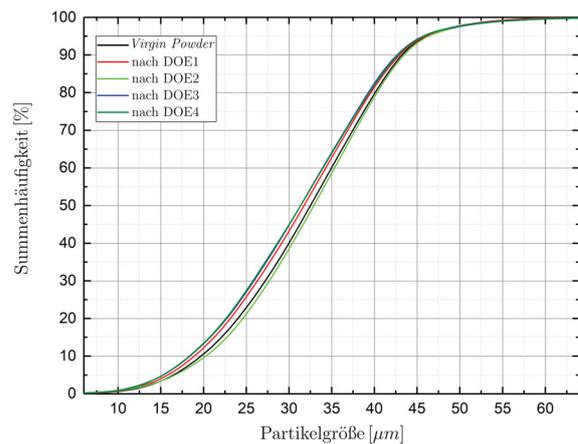
(a) Pulvergrößenverteilung des VP1



(b) Partikeldurchmesserentwicklung



(c) Entwicklung der Häufigkeit



(d) Entwicklung der Summenhäufigkeit

Abbildung 4.2: Pulvergrößenverteilungen und Partikeldurchmesser des niedriglegierten Stahlpulvers. Es ist keine signifikante Änderung der Pulverqualität erkennbar.

Diese Kurve zeigt, dass das verwendete Pulver den im SLM-Prozess gewünschten Größenfraktionsbereich von 15-45 µm aufweist. Abbildung 4.2 (b) zeigt die Entwicklung der Partikeldurchmesser

(D10, D50 und D90) mit steigender Anzahl an Prozessdurchläufen bzw. DOEs. In den Abbildungen 4.2 (c) und 4.2 (d) sind die Entwicklung der Häufigkeit bzw. der Summenhäufigkeit mit fortschreitender Anzahl an Durchläufen dargestellt. Aus diesen Diagrammen sind keine signifikanten Verschiebungen und somit keine Veränderung der Pulverqualität beobachtbar.

4.1.3 Schüttdichte und Rieselfähigkeit

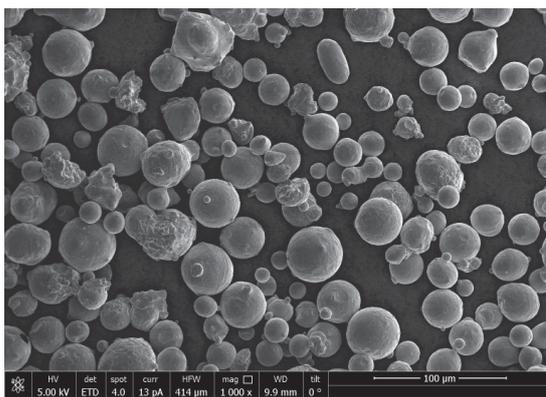
In Tabelle 4.2 sind die Ergebnisse der Schüttdichten- und Rieselfähigkeitsmessungen aufgelistet. Die Schüttdichte zeigt keine signifikanten Veränderungen. Bei der Rieselfähigkeit ist anzumerken, dass für die Messung des VP1 eine Trocknung (siehe Kapitel 3.2.3) notwendig war, bevor die Messung gültig durchführbar war. Daher ist kein Vergleich der erzielten Ergebnisse (VP1 und nach DOE4) möglich. Für die restlichen Zustände (nach DOE1 etc.) wurde keine Pulvertrocknung durchgeführt. Es waren, mit Ausnahme des Pulvers, welches nach dem DOE4 entnommen wurde, keine gültigen Messungen durchführbar.

Tabelle 4.2: Ergebnisse der Schüttdichten- und Rieselfähigkeitsmessungen.

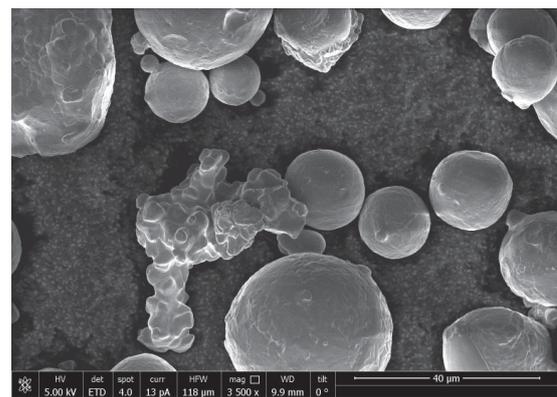
	VP1	nach DOE1	nach DOE2	nach DOE3	nach DOE4
Schüttdichte [g/cm ³]	3,87	4,01	3,93	3,97	4,00
Rieselfähigkeit [$\frac{s}{50g}$]	15	-	-	-	19

4.1.4 REM - Untersuchungen zur Pulvermorphologie

Ein Übersichtsbild des losen Pulvers ist in Abbildung 4.3 (a) gezeigt. Der Aufnahme kann entnommen werden, dass der Anteil der sphärisch geformten Pulverpartikel höher als jener der irregulär geformten Partikel ist.



(a) Übersichtsbild des VP1

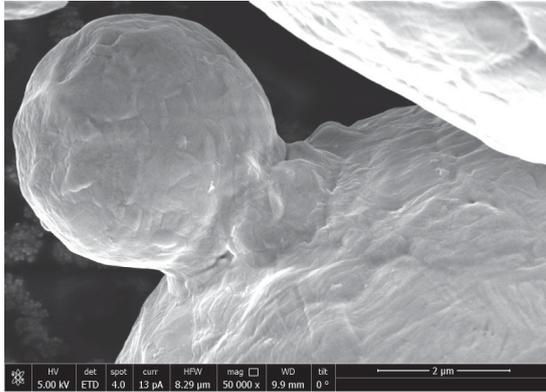


(b) Detaillierte Darstellung einzelner Pulverpartikel

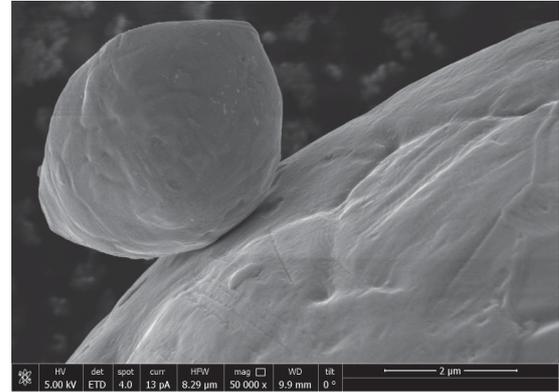
Abbildung 4.3: REM-Aufnahmen des VP1.

In Abbildung 4.3 (b) sind sphärische Pulverpartikel mit relativ glatten Oberflächen im Vergleich zu einem irregulär geformten Partikel, welches keine gleichmäßige Oberfläche aufweist, zu sehen.

Aus den obigen Bildern ist ebenfalls erkennbar, dass kleine Pulverpartikel (Satelliten), die mit größeren an der Oberfläche verbunden sind, im Pulver vorhanden sind. Eine quantitative Abschätzung des Satellitenanteils im Pulver ist hier nicht möglich. Abbildung 4.4 (a) zeigt einen Satelliten, welcher über einen Sinterhals mit dem größeren Partikel verbunden ist. Im Vergleich dazu sind auch Satelliten vorhanden, die adhäsiv mit den Hauptpartikeln verbunden sind, siehe Abbildung 4.4 (b).



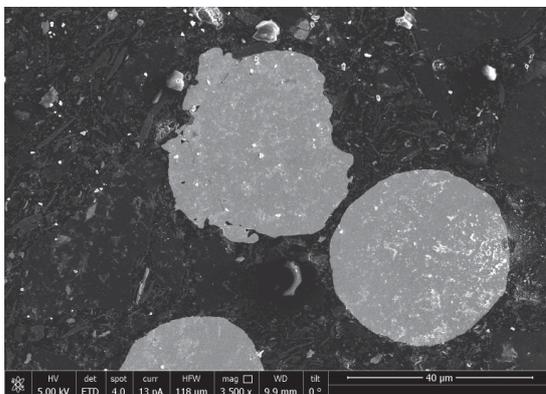
(a) Satellit mit starrer Verbindung



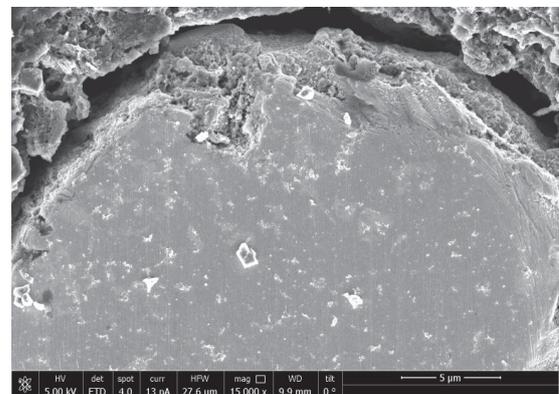
(b) Satellit mit metastabiler Verbindung

Abbildung 4.4: Detaillierte REM-Aufnahmen von Satelliten im Pulver.

Abbildung 4.5 (a) zeigt eine Aufnahme des erstellten Pulverschliffs mit sphärisch und irregulär geformten Partikeln. In Abbildung 4.5 (b) ist ein Pulverpartikel mit rauer Oberfläche zu sehen. Bei Betrachtung der Pulverschliffaufnahmen konnte keine interne Porosität festgestellt werden.



(a) Pulverpartikel in Einbettmasse



(b) Detaillierte Aufnahme der Partikeloberfläche

Abbildung 4.5: REM-Aufnahmen des Pulverschliffs.

4.2 Prozessparameterfindung

Im Rahmen der Prozessparameterfindung wurden, wie in Kapitel 3.3 näher beschrieben, die Laserleistung P_L und die Scangeschwindigkeit v_s (und damit die *Volumetric Energy Density* (VED)) variiert. Die Bauplattformtemperatur beträgt im Regelfall 80 °C. Einzelne Untersuchungsergeb-

nisse von Proben, die mit einer Plattformtemperatur von 165 °C gefertigt wurden, sind ebenfalls dargestellt. Die folgenden Unterkapitel zeigen ausgewählte Ergebnisse der Porositätsanalysen mit diversen weiterführenden Untersuchungen (Zugversuche, REM und Mikrosonde).

Nachdem der Einfluss der Schliffpräparation am Beginn der Prozessparameterfindungsstudie noch nicht bekannt war, wurden DOE1 bis DOE4 mit unzureichender (vorhandene Risse nicht erkennbar) Aufbereitung einer Porositätsanalyse unterzogen. Die Ergebnisse dieser Analyse sind der Vollständigkeit halber im Appendix in den Tabellen 6.1, 6.2 und 6.3 aufgelistet. Hier ist anzumerken, dass Proben, welche mit Methode 1 (Kapitel 3.3.3) präpariert wurden, keine verwertbaren Ergebnisse lieferten. Des Weiteren sind in Tabelle 6.4 die Porositätswerte des DOE5, welcher mit der passenden Aufbereitungsmethode präpariert wurde, ersichtlich.

Nach ausführlicher Betrachtung der gewonnenen Erkenntnisse wurde als Prozessparameter Parameter 21 mit einer VED von 65 J/mm³ gewählt.

4.2.1 Porositätsauswertung der verschiedenen Prozessparameter

In Abbildung 4.6 ist eine Gegenüberstellung ausgewählter Proben, welche einer Neuaufbereitung mit Methode 2 (siehe Kapitel 3.3.3) unterzogen wurden, dargestellt. Es ist ersichtlich, dass gewisse Parameter (unter Anderem 11 und 35) eine weitaus höhere Rissanzahl als andere Parameter aufweisen. Bei den Parametern mit vielen Rissen wurde keine Porositätsanalyse durchgeführt. Parameter 11 und 35 (Abbildung 4.6 (c) und (d)) wurden mit deutlich höherem Energieeintrag (VED) gefertigt als die beiden übrigen Parameter.

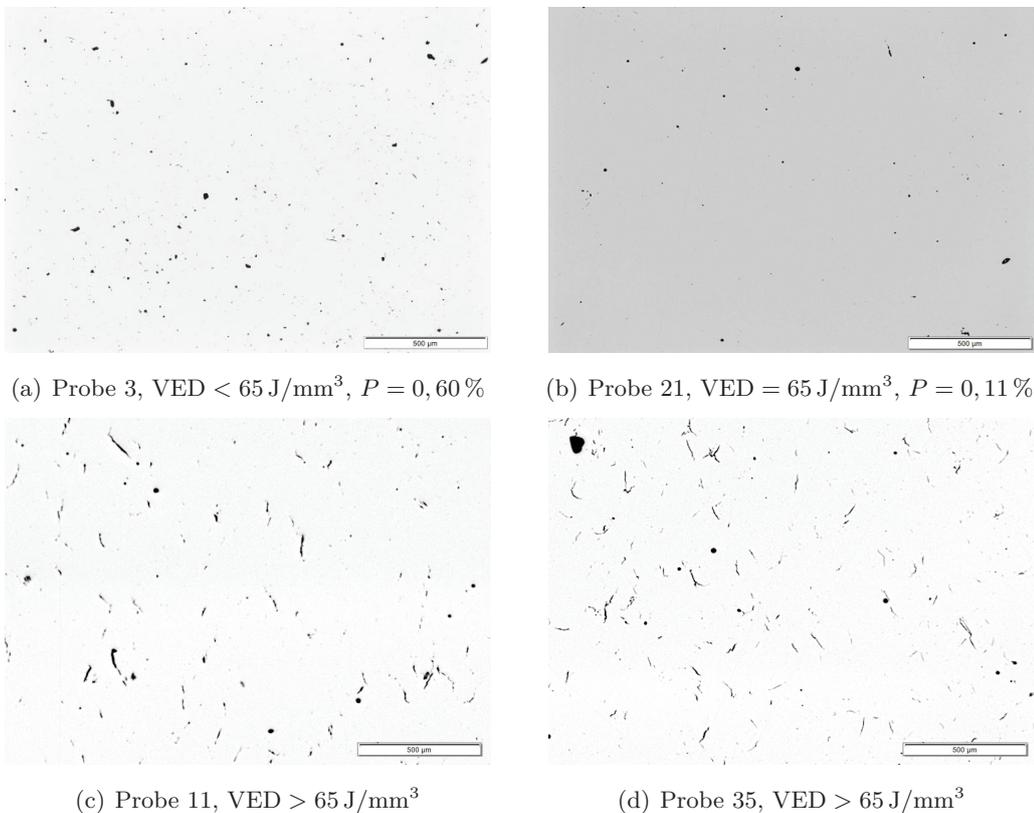


Abbildung 4.6: Gegenüberstellung von Proben mit wenigen und vielen Rissen.

Abbildung 4.7 zeigt eine Gegenüberstellung vielversprechender Parameter. Alle vier Parameter weisen niedrige Porositäten und eine geringe Anzahl an Rissen auf.

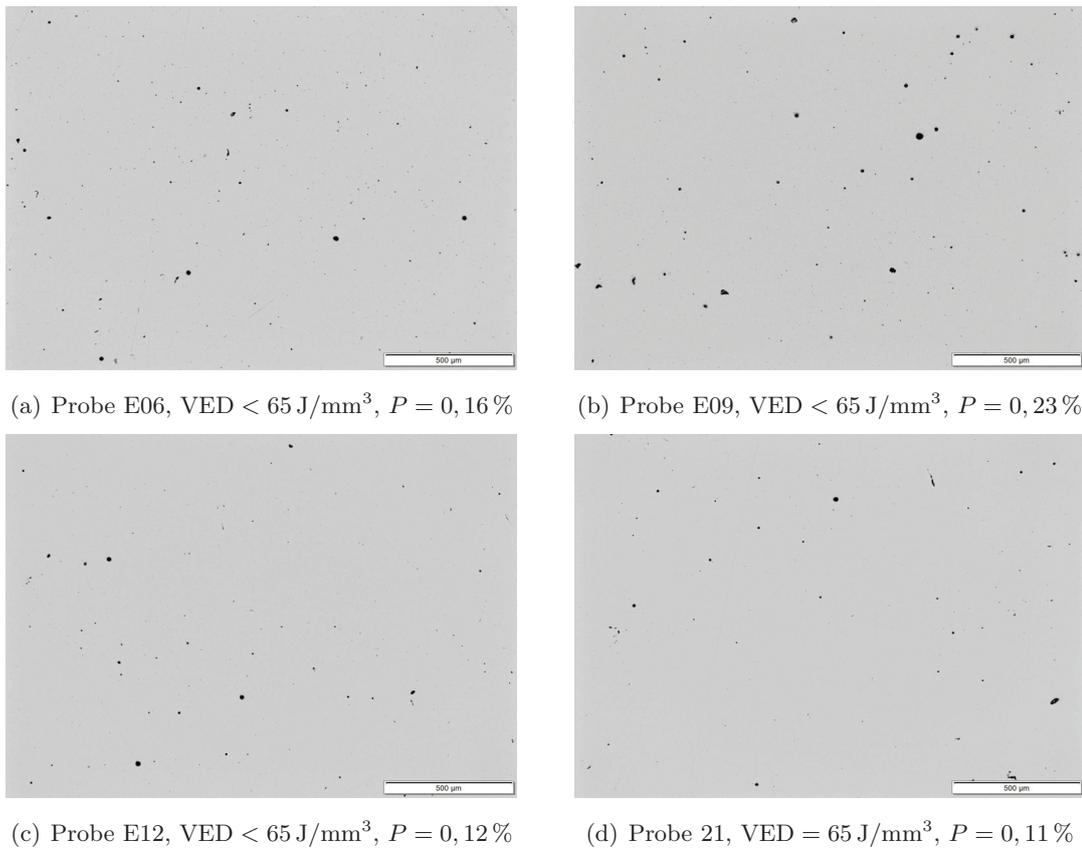


Abbildung 4.7: Gegenüberstellung des gewählten und alternativer Parameter.

Vergleich der Plattformtemperaturen

Eine Gegenüberstellung von ungeätzten LIM1-Aufnahmen ist in Abbildung 4.8 gezeigt. Ein Vergleich der beiden Aufnahmen zeigt, dass bei einer Plattformtemperatur von 165°C deutlich mehr Risse ersichtlich sind als bei 80°C .

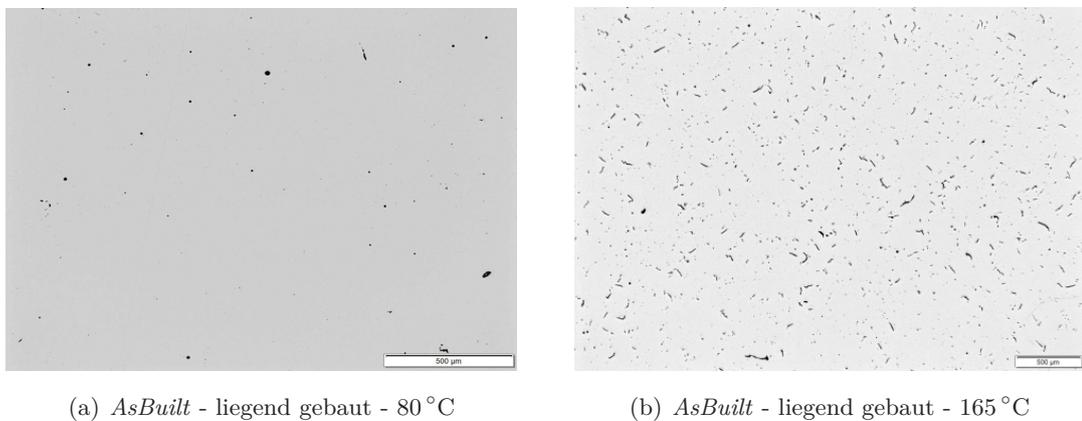
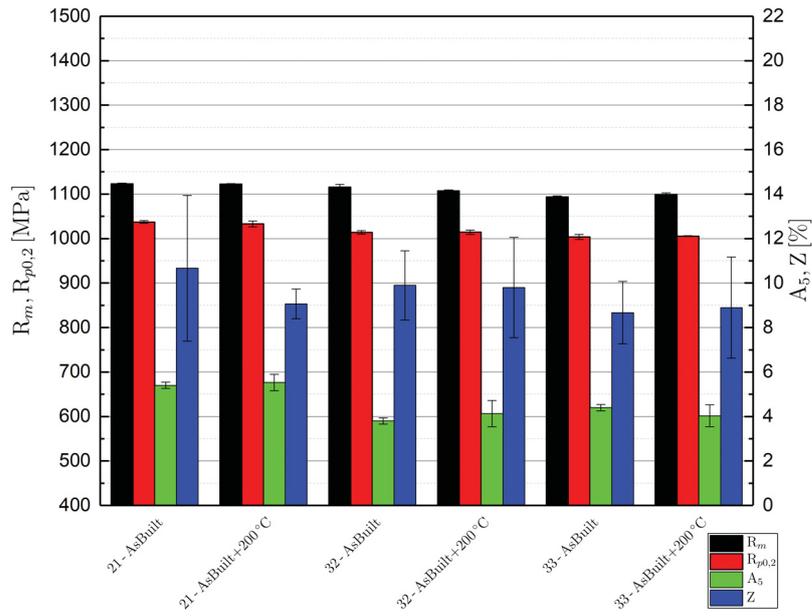


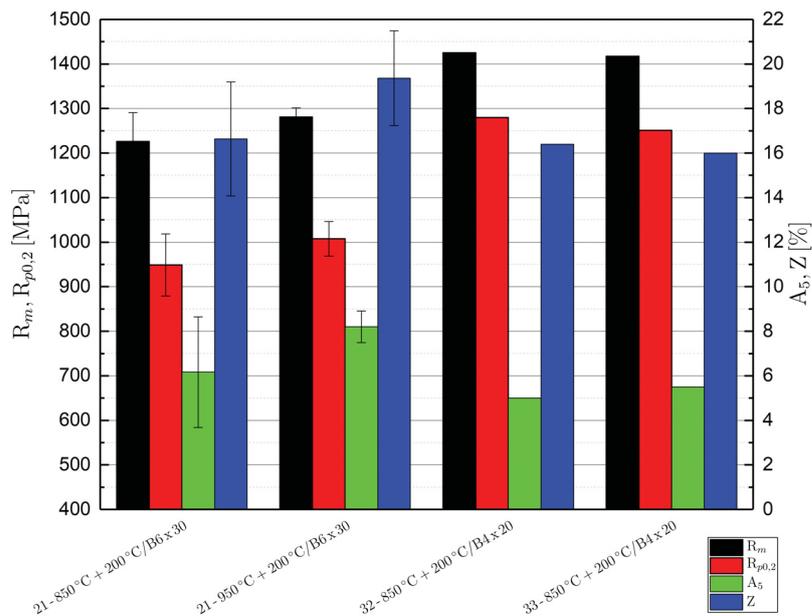
Abbildung 4.8: Gegenüberstellung von ungeätzten Schliften der beiden Plattformtemperaturen.

4.2.2 Zugversuchsergebnisse der verschiedenen Prozessparameter

Im Rahmen des DOE4 wurden Zugproben unter Verwendung des Parameters 32 ($VED = 67 \text{ J/mm}^3$) und 33 ($VED = 70 \text{ J/mm}^3$) gefertigt, da zu diesem Zeitpunkt (Aufbereitung mit Methode 1) diese Parameter die geringsten Porositätswerte ($0,04 \%$ bzw $0,03 \%$) aufwiesen. Durch die anschließende REM-Untersuchung (siehe nächstes Unterkapitel) und eine Neuaufbereitung mit Methode 2 wurden jedoch Risse, die aus dem SLM-Prozess stammen, in den Proben festgestellt. In Abbildung 4.9 sind die Ergebnisse der genannten Parameter jenen des bislang geeignetsten Parameters 21 ($VED = 65 \text{ J/mm}^3$) gegenübergestellt.



(a) *AsBuilt/AsBuilt* und angelassen bei 200 °C



(b) Gehärtet (850 °C/950 °C) und angelassen bei 200 °C

Abbildung 4.9: Vergleich der Zugversuchsergebnisse der Parameter 21, 32 und 33.

Die Festigkeitswerte (Zugfestigkeit R_m und Dehngrenze $R_{p0,2}$) zwischen den verschiedenen Parametern unterscheiden sich im *AsBuilt*-Zustand geringfügig. Die Werte für die Bruchdehnung A_5 ist für den Parameter 21 geringfügig höher. Im vergüteten Zustand sind die Festigkeitswerte der Parameter 32 und 33 signifikant höher als jene des Parameters 21. A_5 und die Brucheinschnürung Z sind für Parameter 21 nach dem Austenitisieren bei 950°C höher als bei 850°C . Die mit Parameter 32 und 33 gefertigten Proben weisen niedrigere Duktilitätskennwerte auf.

Im Zuge der Probenfertigung mit Parameter 21 wurden zusätzlich stehend gebaute Zugproben vielpersprechender Parameter aus DOE5 (E06, E09 und E12, siehe Kapitel 3.3 bzw. Tabelle 6.4) erstellt. Einen Vergleich der verschiedenen Parameter im *AsBuilt*-Zustand zeigt Abbildung 4.10. Daraus kann entnommen werden, dass Parameter 21 in allen Kennwerten niedrigere Werte als die übrigen Parameter aufweist. Für Parameter E06 und E09 weisen die A_5 - und Z -Werte hohe Streuungen auf.

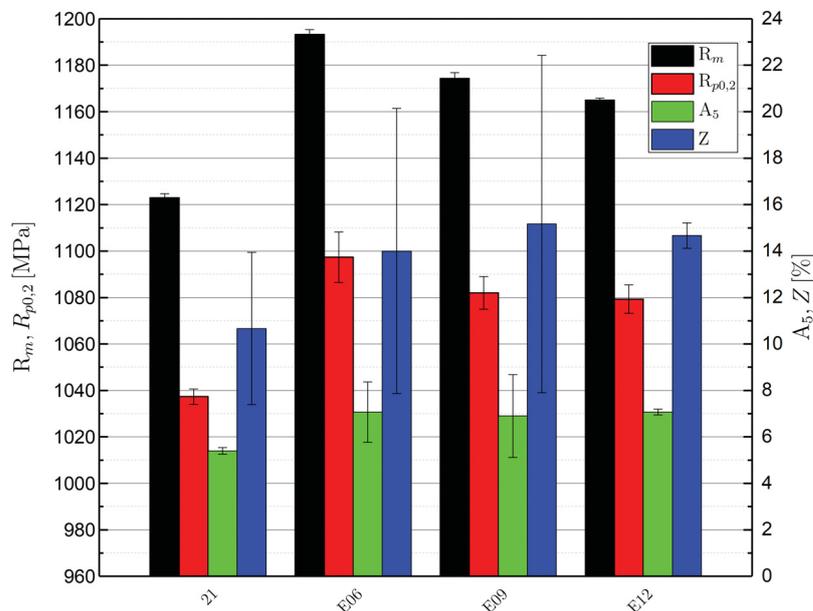


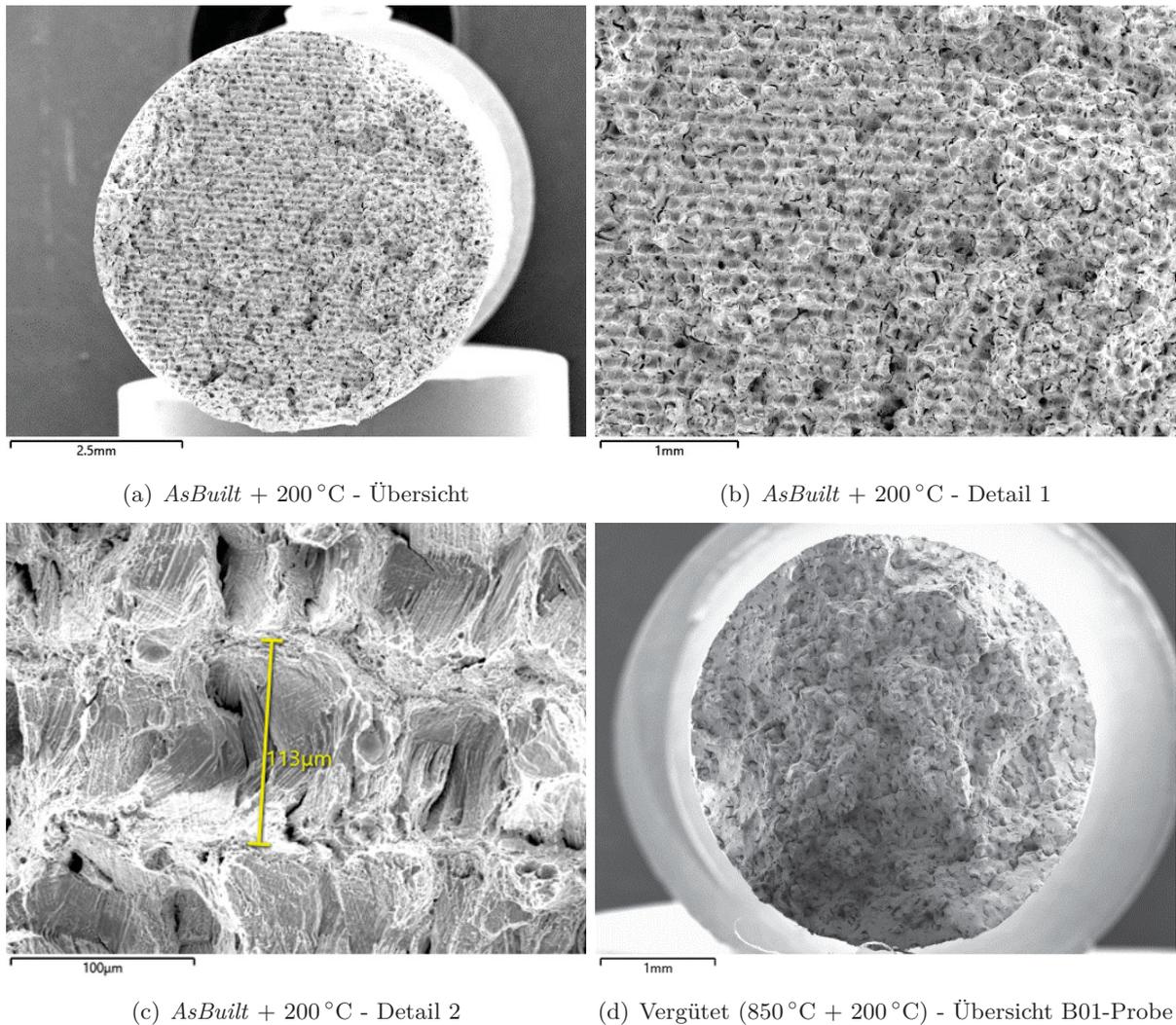
Abbildung 4.10: Vergleich zwischen den Parametern 21, E06, E09 und E12.

4.2.3 Untersuchungen zur Klärung von Gefügeinhomogenitäten

REM-Untersuchungen

In Abbildung 4.11 (a) ist deutlich eine regelmäßige Struktur, die streifenförmig aufgebaut ist, erkennbar. Die Höhe dieser Streifen beläuft sich auf $113\ \mu\text{m}$, wie aus Abbildung 4.11 (c), die den angelassenen *AsBuilt*-Zustand repräsentiert, entnommen werden kann. Abbildung 4.11 (b) zeigt, dass innerhalb dieser Streifen mikroskopische Risse erkennbar sind. Durch das Austenitisieren (850°C) mit anschließendem Anlassen (200°C) wird die Regelmäßigkeit der Streifenstruktur abgeschwächt. Dies ist in Abbildung 4.11 (d) zu sehen.

REM-Untersuchungen von Zugproben des Parameters 32 zeigten die gleichen Auffälligkeiten.



(a) *AsBuilt* + 200 °C - Übersicht

(b) *AsBuilt* + 200 °C - Detail 1

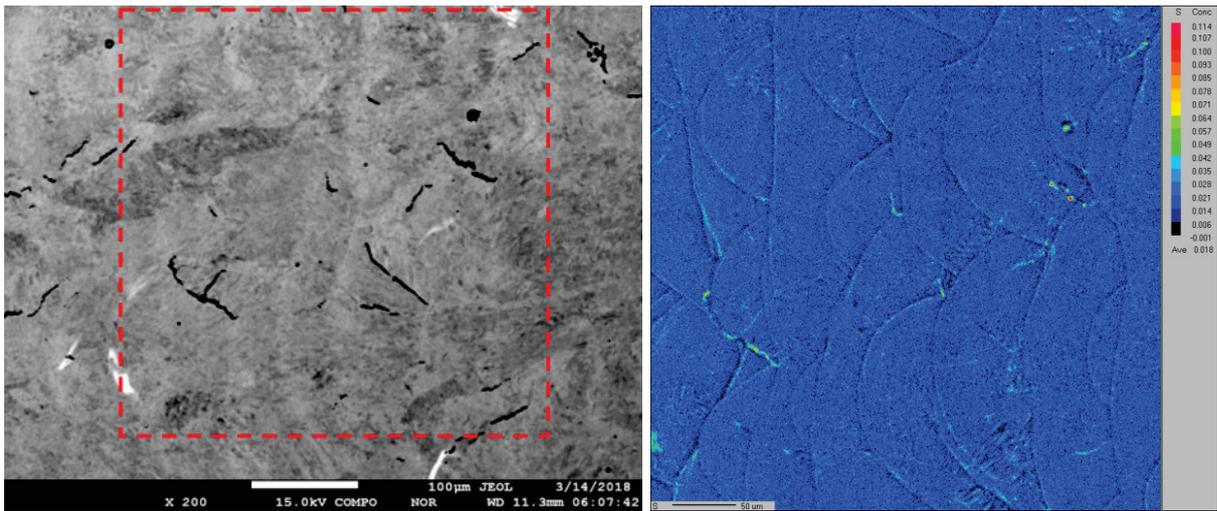
(c) *AsBuilt* + 200 °C - Detail 2

(d) Vergütet (850 °C + 200 °C) - Übersicht B01-Probe

Abbildung 4.11: Parameter 33 - REM-Aufnahmen der Bruchflächen der B6 x 30-Zugproben. Im *AsBuilt*-Zustand (a, b, c) ist eine zeilige Struktur zu sehen.

Mikrosondenuntersuchungen

In Bezug auf das Seigerungsverhalten enthaltener Legierungselemente wurden zwei Mikrosondenmessungen an einer *AsBuilt*-Probe durchgeführt. Eine Übersichtsaufnahme der ersten Messung mit strichliertem Scanbereich (ca. 400 x 400 µm) ist in Abbildung 4.12 (a) zu sehen. Das zugehörige Mapping des Schwefels ist in Abbildung 4.12 (b) dargestellt. Der Schwefel ist nicht homogen über den Scanbereich verteilt. Eine deutliche Raupenstruktur ist erkennbar. Die Schwefelkonzentration steigt an den Erstarrungsfronten (Raupengrenzen) und an rissbehafteten Bereichen.



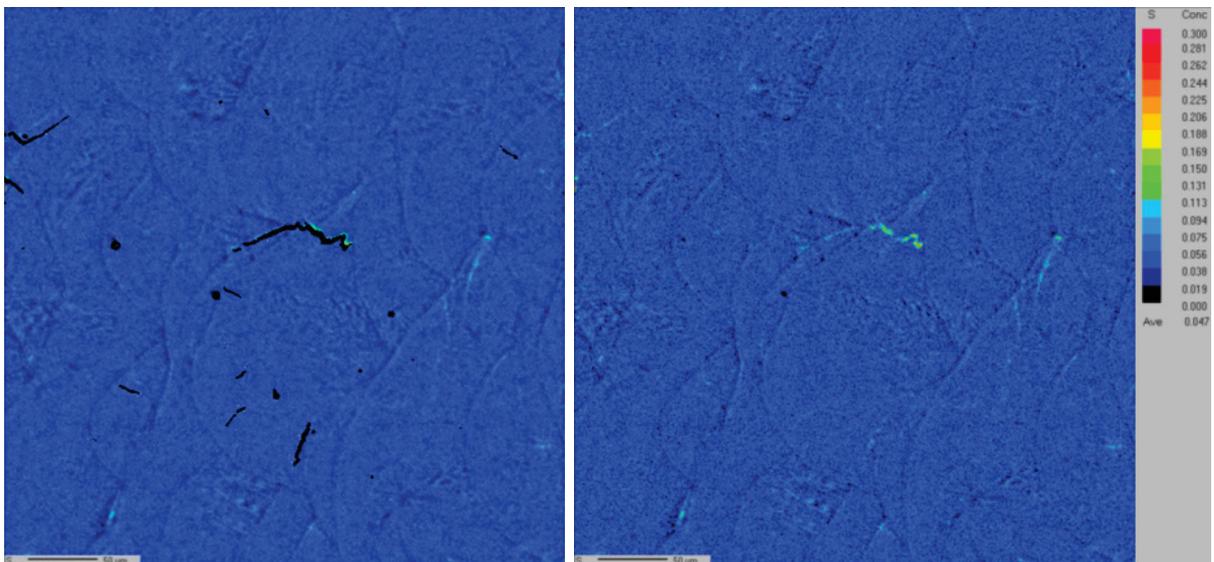
(a) Übersicht des gescannten Bereichs

(b) Mapping der S-Verteilung (Angabe in Gew.%)

Abbildung 4.12: Mikrosondenmessung 1 - Übersicht und Mapping der Schwefelverteilung.

Abbildung 4.13 (a) zeigt das Übersichtsbild, welches mit dem Mapping der zweiten Messung überlagert ist. Der Scanbereich beläuft sich erneut auf ca. 400 x 400 µm. In Abbildung 4.13 (b) ist das Mapping dargestellt. Besonders auffällig ist die erhöhte Schwefelkonzentration im Riss (siehe Bildmitte). Die Raupenstruktur ist wie in Messung 1 erkennbar.

Die Skalierung des Schwefelgehalts unterscheidet sich von der ersten Messung.

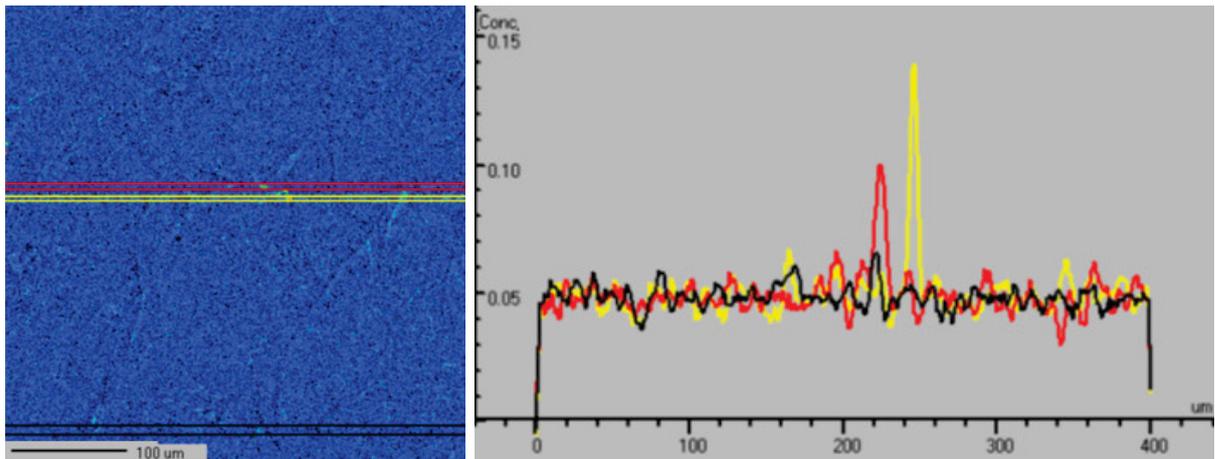


(a) Überlagerung des REM-Bildes mit dem Mapping der S-Verteilung

(b) Mapping der S-Verteilung (Angabe in Gew.%)

Abbildung 4.13: Mikrosondenmessung 2 - Übersicht und Mapping der Schwefelverteilung.

Eine Auswertung der Schwefelkonzentration ist in Abbildung 4.14 ersichtlich. Daraus kann entnommen werden, dass entlang der schwarzen Linien der erwünschte Schwefelgehalt von ca. 0,05 Gew. % vorliegt. Die roten und gelben Linien zeigen zwei deutliche Abweichungen. Die Schwefelkonzentration in der Umgebung des vorliegenden Risses steigt auf ca. 0,15 Gew. % .



(a) Messlinien

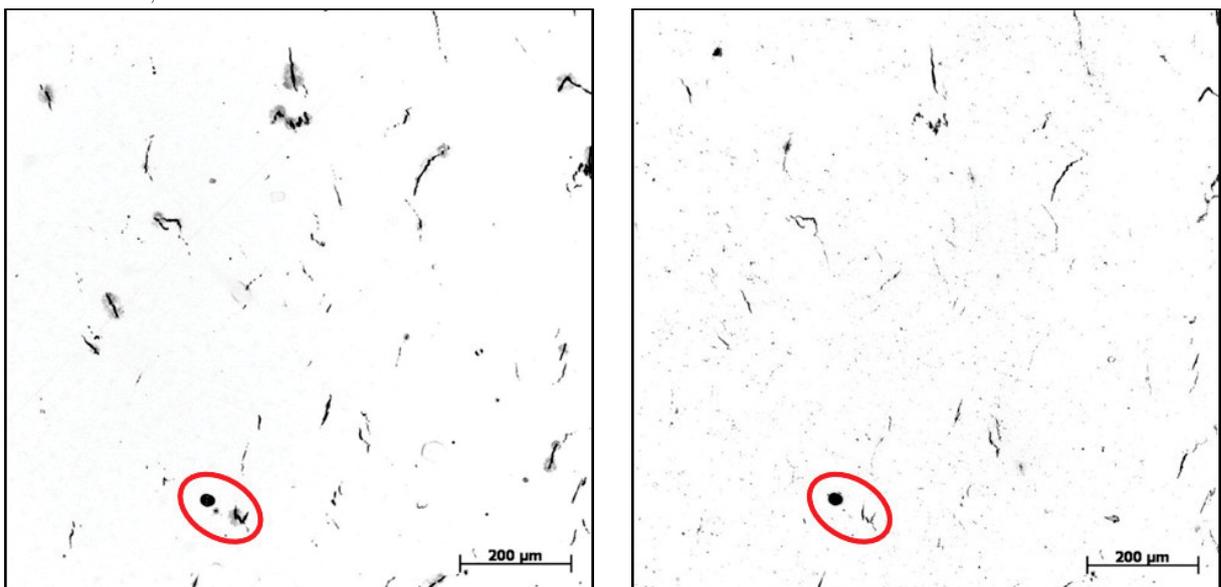
(b) Auswertung der Schwefelkonzentration in Gew. %

Abbildung 4.14: Mikrosondenmessung 2 - Schwefelgehalt entlang eingezeichneter Linien.

4.2.4 Einfluss der Schliﬀpräparation auf die Erkennbarkeit von Rissen

An dieser Stelle sei erneut erwähnt, dass die Porositätsanalysen an Proben, welche mit Methode 1 präpariert wurden, keine verwertbaren Ergebnisse liefern, da vorhandene Risse nicht erkennbar sind. Aus den fünf Proben, die für die Untersuchung der Schliﬀpräparation neu aufbereitet wurden, sind in den Abbildungen 4.15, 4.16 und 4.17 drei Gegenüberstellungen der beiden Aufbereitungsmethoden zu sehen. Die beobachtbaren Unterschiede sind im Folgenden ausgeführt.

Abbildung 4.15 (a) zeigt, dass aus einigen Rissen, die in der Probe 9 vorhanden sind, Poliermittel austritt. Im neu aufbereiteten Schliﬀ (Abbildung 4.15 (b)) ist dieses Austreten nicht mehr zu beobachten, was zu einer detailreicheren Aufnahme führt.



(a) Methode 1

(b) Methode 2

Abbildung 4.15: Parameter 9 (DOE2) - Gegenüberstellung der Aufbereitungsmethoden.

Ein deutlicher Unterschied bezüglich der Erkennbarkeit von Rissen ist durch einen Vergleich von Abbildung 4.16 (a) und 4.16 (b) gegeben. Durch die Neuaufbereitung mit Methode 2 werden Risse, die nach der Grundaufbereitung (Methode 1) nicht ersichtlich waren, erkennbar. Die Betrachtung des linken Bildes liefert den Eindruck, dass die Probe rissfrei ist.

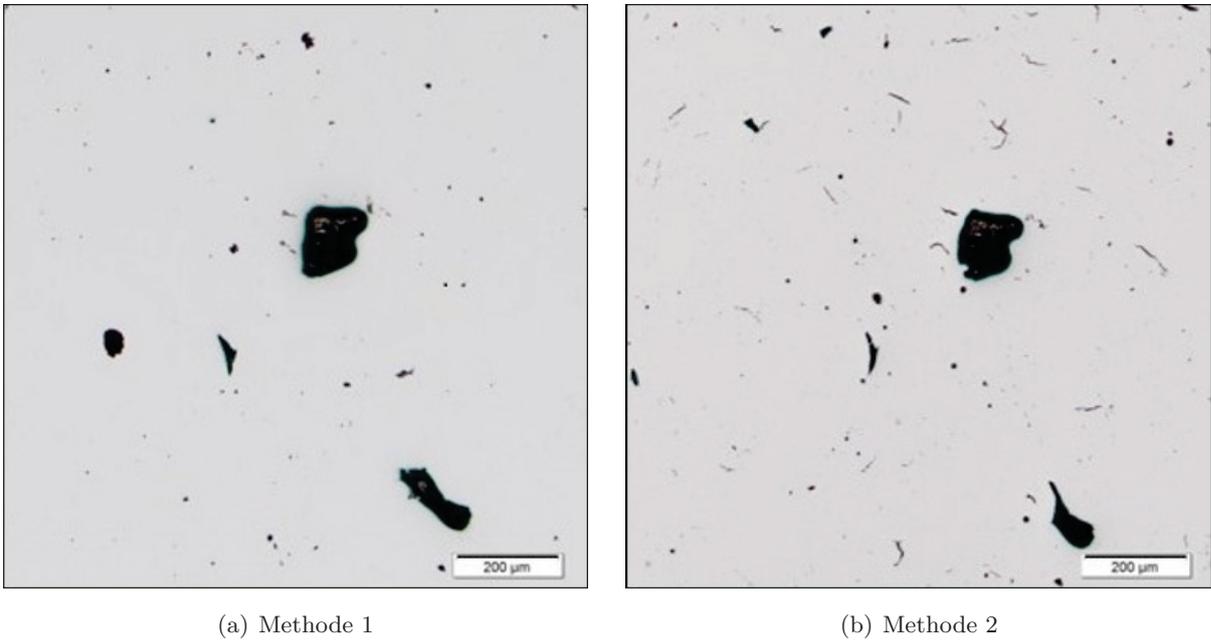


Abbildung 4.16: Parameter D04 (DOE) - Gegenüberstellung der Aufbereitungsmethoden.

Abbildung 4.17 zeigt, dass die verschiedenen Aufbereitungsmethoden ebenso Einfluss auf die Anzahl der erkennbaren Poren haben. In Abbildung 4.17 (b) sind deutlich mehr Poren als in Abbildung 4.17 (a) zu sehen.

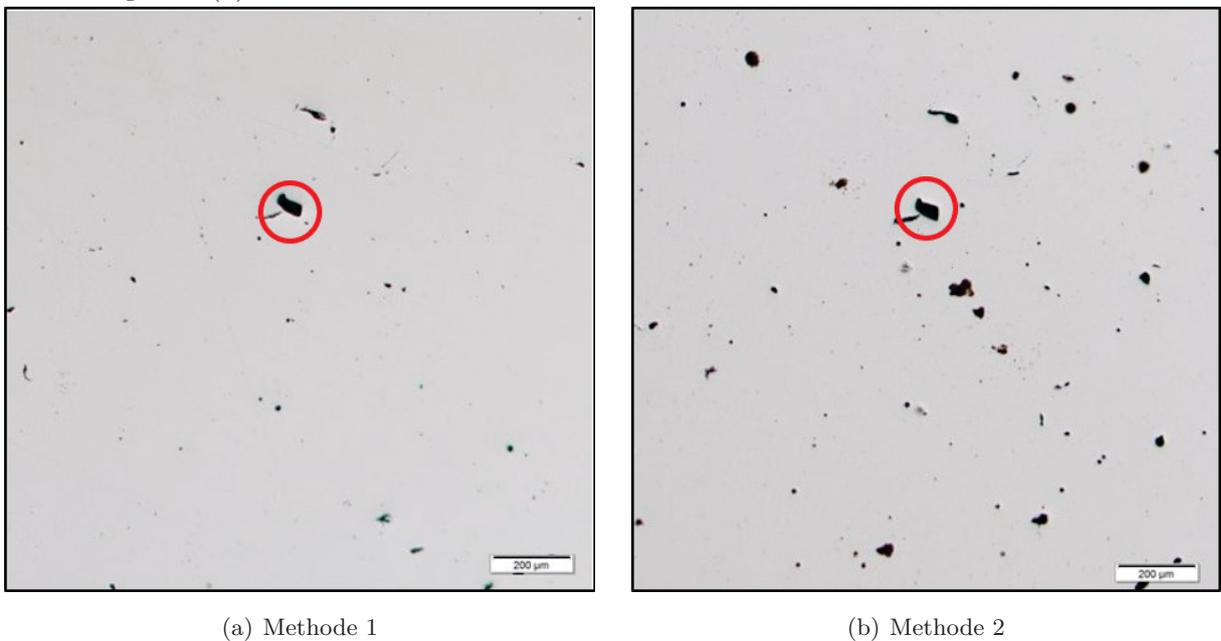


Abbildung 4.17: Parameter F14 (DOE5.2) - Gegenüberstellung der Aufbereitungsmethoden.

Auf die Unterschiede zwischen den Methoden wird im Diskussionsteil näher eingegangen.

4.3 Mechanische Erprobung

4.3.1 Härte-Anlasskurven

Abbildung 4.18 zeigt eine Gegenüberstellung der Härte-Anlasskurven der untersuchten Materialien. Bei Betrachtung von Abbildung 4.18 (a) kann festgestellt werden, dass das Material im *AsBuilt*-Zustand eine deutlich geringere Härte als im vergüteten Zustand aufweist. Mit Ausnahme des Härteabfalls bei einer Anlasstemperatur von 200 °C kann zwischen den beiden Härtetemperaturen kein signifikanter Härteunterschied festgestellt werden. Gleiches gilt für das Referenzmaterial (Abbildung 4.18 (b)). Des Weiteren liegt das Härteniveau des AM-Materials im vergüteten Zustand auf dem Level des Vergleichsmaterials.

Es wurden weitere Härtemessungen am AM-Material durchgeführt, die wiederum niedrigere Härtewerte mit großen Standardabweichungen aufweisen (*AsBuilt* #2, 850 °C #2, 950 °C #2).

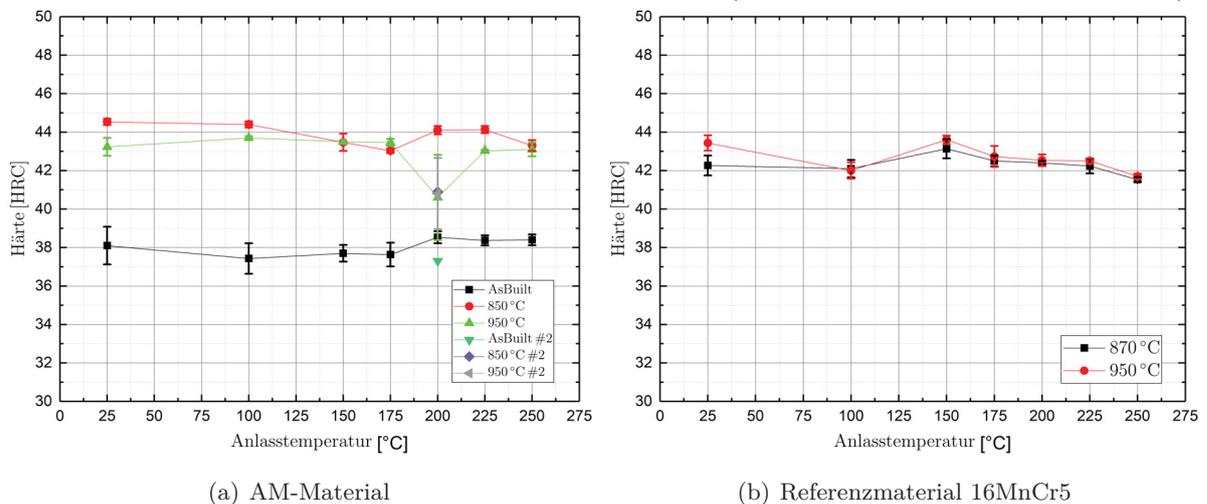


Abbildung 4.18: Vergleich der Härte-Anlasskurven des Pulvers und des Referenzmaterials.

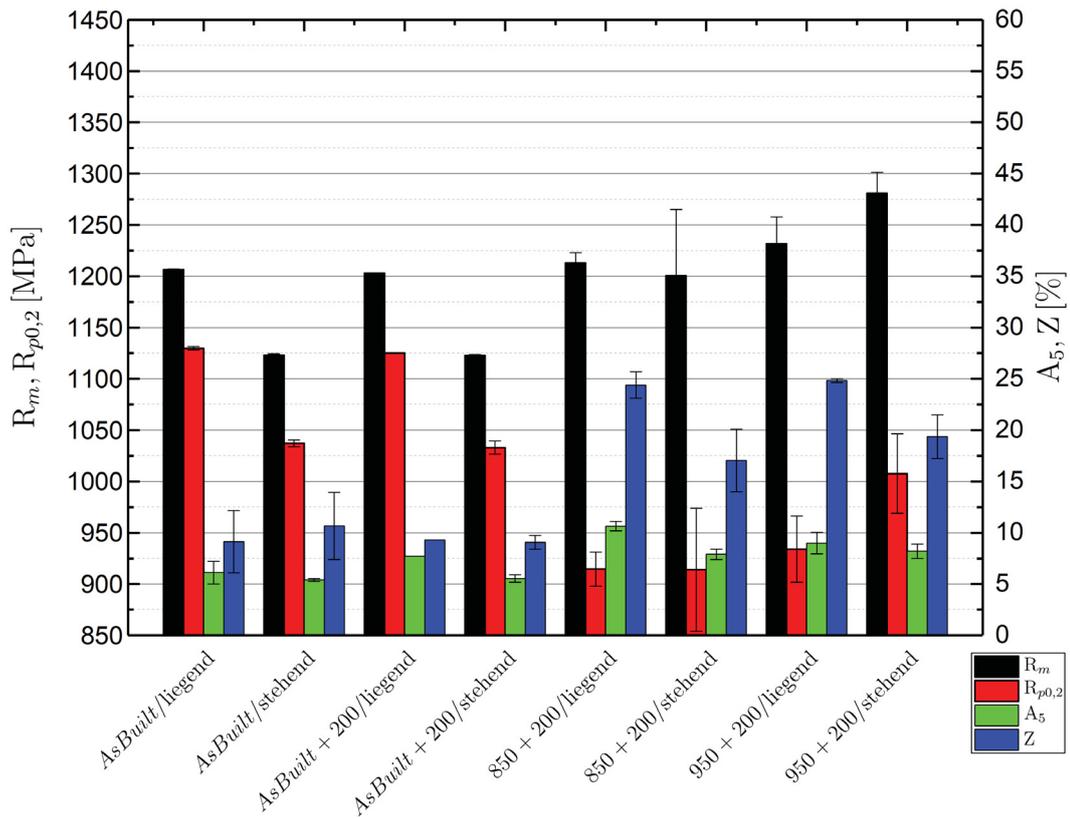
Die mit HV1 bzw. HV10 gemessenen Härtewerte an Proben, die einer Stickstoffabschreckung (anstatt einer Wasserabschreckung wie oben) nach einstündiger Austenitisierung unterzogen wurden, sind in Tabelle 4.3 aufgelistet. Laut Härteumrechnungstabelle entsprechen 310 HV einer Rockwellhärte von 31,0 HRC [58]. Die niedrigere Härte im Vergleich zu den wasserabgeschreckten Proben resultiert hier aus der geringeren Abkühlwirkung des Stickstoffs.

Tabelle 4.3: Ergebnisse der Härtemessungen der stickstoffabgeschreckten Proben.

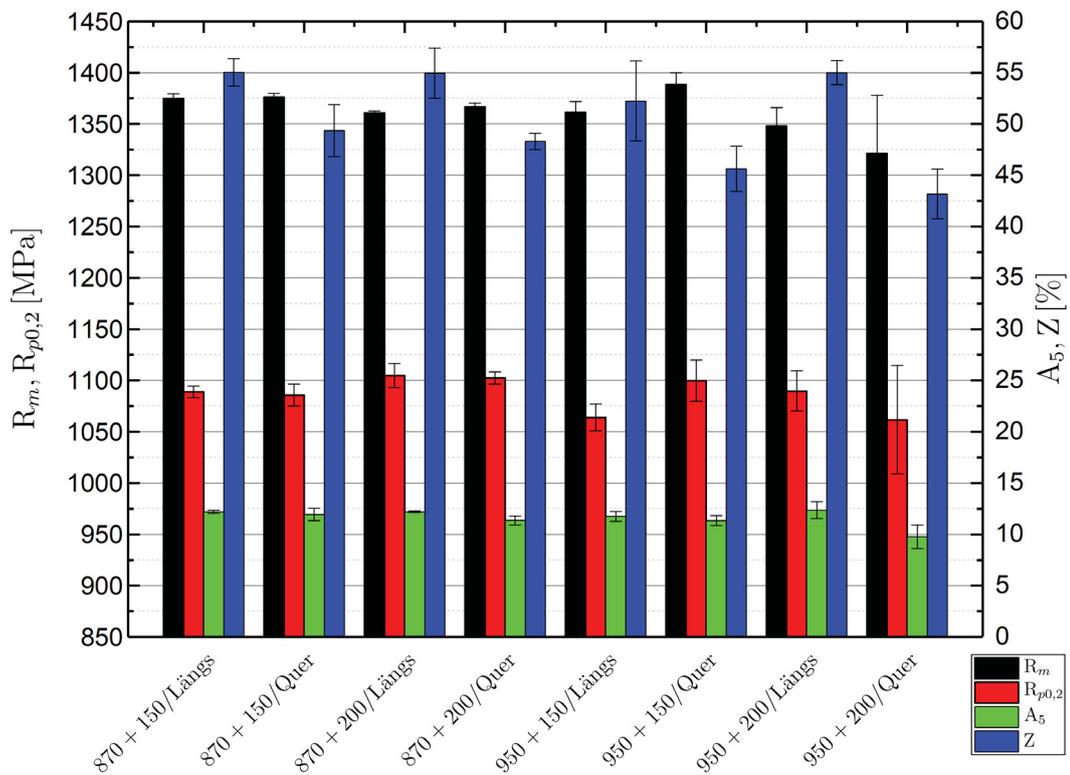
	Härte [HV1]	Härte [HV10]
850 °C/1h/N ₂ + Anlassen bei 200 °C/2h/Luft	312 ± 8	314 ± 3
950 °C/1h/N ₂ + Anlassen bei 200 °C/2h/Luft	303 ± 7	312 ± 9

4.3.2 Zugversuche

Eine Gegenüberstellung der Zugversuchsergebnisse des AM-Materials und des Referenzmaterials (16MnCr5) ist in Abbildung 4.19 zu sehen.



(a) AM-Material



(b) Referenzmaterial 16MnCr5

Abbildung 4.19: Vergleich der Zugversuchsergebnisse des AM-Materials und des 16MnCr5.

Aus obenstehender Abbildung kann entnommen werden, dass die Zugfestigkeit R_m des vergüteten 16MnCr5 jene des additiv gefertigten Materials übertrifft. Die Streckgrenzen $R_{p0,2}$ des AM-Materials im *AsBuilt*-Zustand liegen über jenen der vergüteten Varianten und auch geringfügig über jener des Referenzmaterials. Die Duktilitätskennwerte (A_5 und Z) liegen für das AM-Material im *AsBuilt*-Zustand deutlich unter jenen des 16MnCr5. Eine Bruchdehnung von 10 % wird lediglich im vergüteten Zustand ($850\text{ °C} + 200\text{ °C/liegend}$) erreicht. Die Unterschiede in der Brucheinschnürung sind stark ausgeprägt. Das Referenzmaterial weist Z -Werte zwischen 43 und 55 % auf, welchen weitaus geringere Werte (9 bis 25 %) des AM-Materials gegenüberstehen. Die zugehörigen Zugversuchskurven sind im Appendix in den Abbildungen 6.1 und 6.2 ersichtlich.

Eine Betrachtung von Abbildung 6.3 (Appendix), in der das Streckgrenzenverhältnis $S_V = \frac{R_{p0,2}}{R_m}$ für die beiden Materialien in den verschiedenen WBH-Zuständen aufgetragen ist, liefert die Erkenntnis, dass der *AsBuilt*-Zustand höhere Werte ($S_V \approx 0,93$) als der Vergütungszustand aufweist. S_V ist für das AM-Material im vergüteten Zustand ($\approx 0,77$) etwa gleich groß wie jenes des vergüteten 16MnCr5 ($\approx 0,81$).

Aufnahmen der Bruchflächen von gezogenen Zugversuchsproben (liegend gebaut) im *AsBuilt*- und im vergüteten Zustand sind in Abbildung 4.20 ersichtlich. Beide Bruchflächen enthalten sowohl glatte Bruchflächen (Spaltbruch) als auch wabenähnliche Bruchstrukturen (duktiler Anteil). Diese Charakteristik deutet auf einen Mischbruch hin, wobei die *AsBuilt*-Probe einen größeren Spaltbruchanteil als die vergütete Probe aufweist.

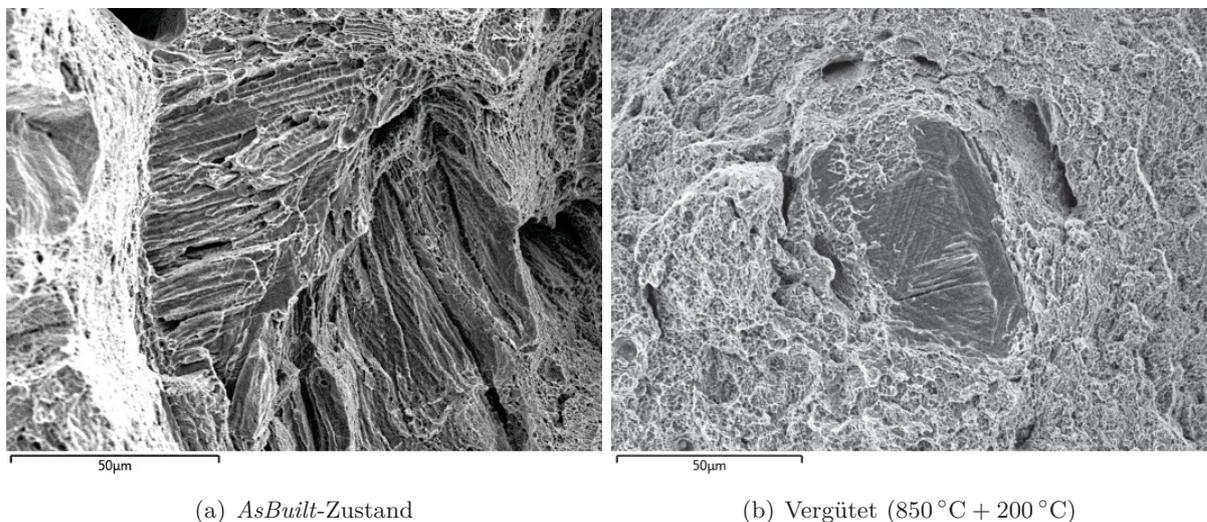


Abbildung 4.20: Detaillierte REM-Aufnahmen der Bruchflächen des AM-Materials.

4.3.3 Kerbschlagbiegeversuche

Die Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche, bestehend aus fünf Proben pro Zustand, welche bei RT (rote Säulen) und bei -20 °C (blaue Säulen) ermittelt wurden, sind für die verschiedenen Zustände des additiv gefertigten Materials und des Referenzmaterials (16MnCr5) in den Abbildungen 4.21 (a) bis (c) dargestellt. Die eingetragenen Härtewerte wurden an den entsprechenden

Kerbschlagproben vor dem Schlagen gemessen. Es ist ersichtlich, dass die Härte des AM-Materials im *AsBuilt*-Zustand geringer als jene der vergüteten Proben ist. Das Referenzmaterial weist mit 42,5 HRC die höchsten Werte auf. Die Kerbschlagarbeiten des *AsBuilt*-Zustands sind geringer als 10 J und damit deutlich unter dem Niveau des vergüteten Materials. Die höchsten Kerbschlagarbeiten wurden wiederum beim Referenzmaterial gemessen. Des Weiteren ist aus den Diagrammen zu entnehmen, dass die liegend gebauten bzw. die längs orientierten Proben jeweils höhere Werte aufweisen als die stehend gebauten bzw. quer orientierten Proben im gleichen WBH-Zustand. Für das AM-Material sind vereinzelt die Kerbschlagbiegewerte bei RT niedriger als jene bei -20°C . Auf diesen Sachverhalt wird im Diskussionsteil der vorliegenden Arbeit näher eingegangen. Anzumerken sind die relativ großen Standardabweichungsbalken der Kerbschlagarbeiten in Abbildung 4.21 (b)

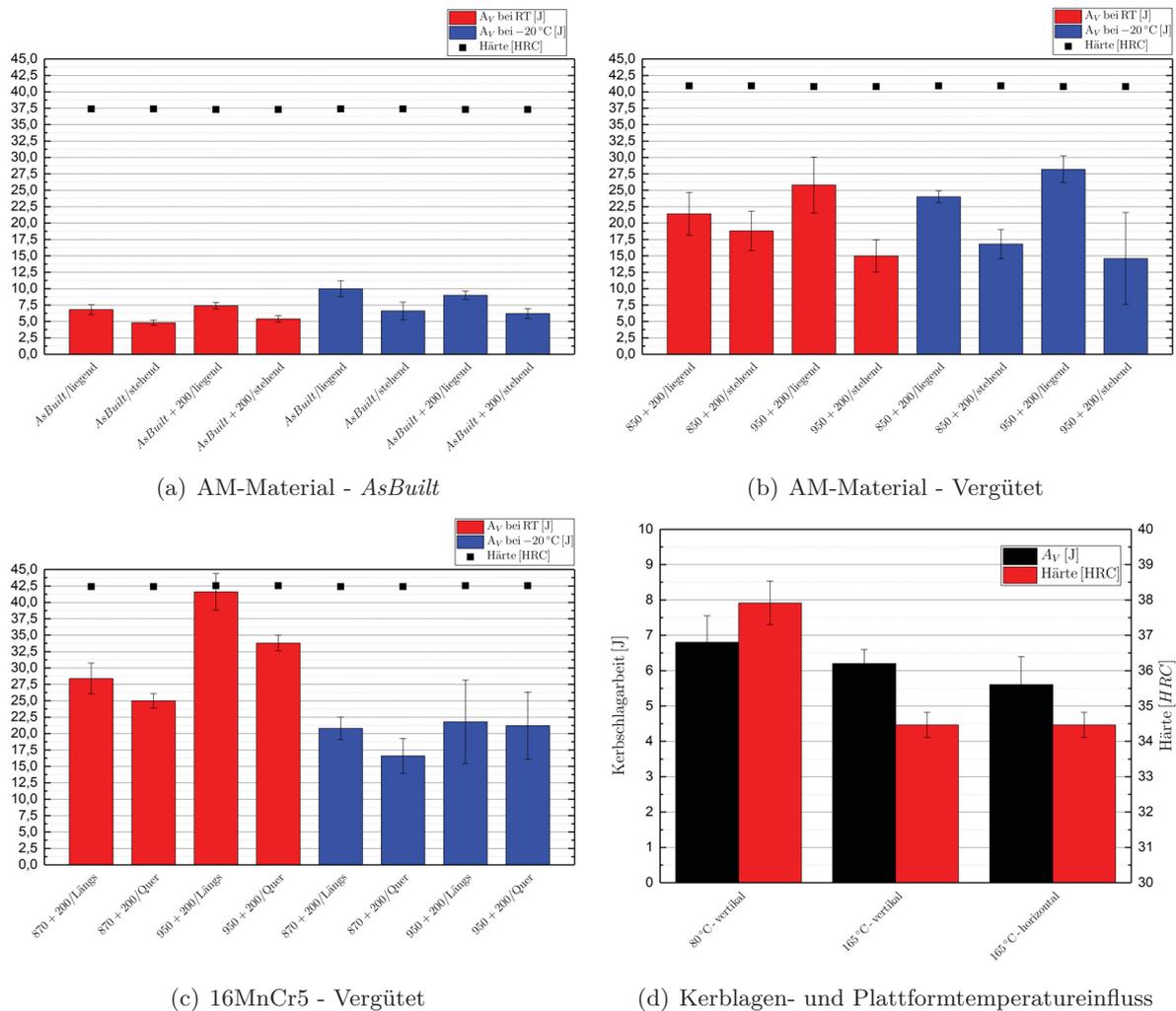


Abbildung 4.21: Kerbschlag- und Härtewerte der verschiedenen WBH-Zustände.

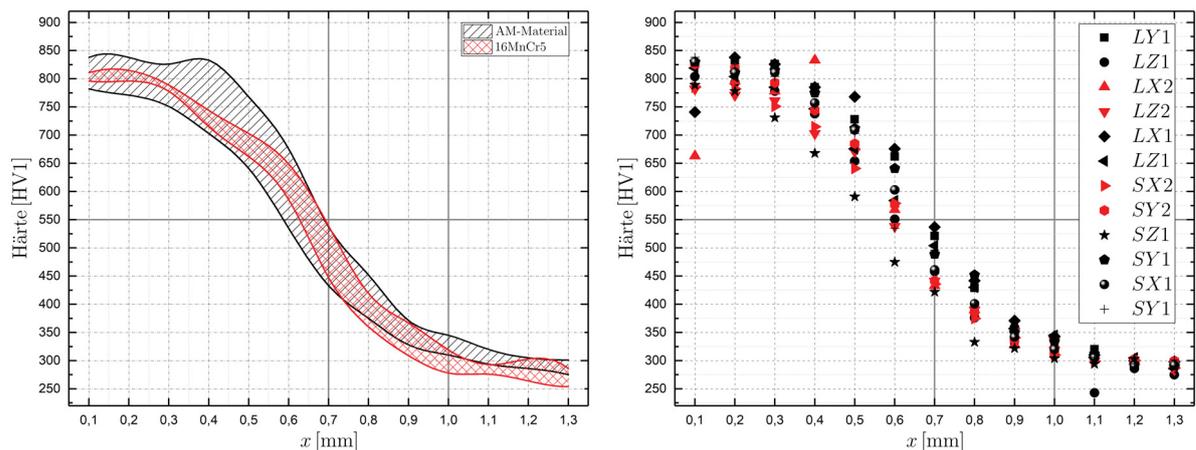
In Abbildung 4.21 (d) ist der Einfluss der Plattformtemperatur (80°C bzw. 165°C) an liegend gebauten Proben im *AsBuilt*-Zustand zu sehen. Die Härte bei erhöhter Plattformtemperatur ist signifikant niedriger als jene bei einer Temperatur von 80°C . Des Weiteren sind die Kerbschlagbiegewerte bei 165°C niedriger als bei 80°C . Zusätzlich ist der Einfluss der Kerblage (horizontal oder vertikal) an liegend gebauten Proben dargestellt. Aufgrund der geringen Unterschiede und der relativ ausgeprägten Standardabweichungen kann hier kein Trend abgeleitet werden.

4.3.4 Einsatzhärten

Abbildung 4.22 (a) zeigt eine Gegenüberstellung der gemessenen Härteprofile, in der zur besseren Übersicht nur die Minimal- und Maximalwerte für das AM-Material und den 16MnCr5 dargestellt sind. Die Einhärtetiefe des AM-Materials und des 16MnCr5 erreichen die gewünschten 0,7...1,0 mm (Grenzhärte von 550 HV1) gerade nicht. Die maximale Härte des AM-Materials liegt etwas höher als die des Referenzmaterials. Aus Abbildung 4.22 (b) kann geschlossen werden, dass die Härteverläufe des AM-Materials, welche von ungeschliffenen Rändern (schwarze Messpunkte) aus gemessen wurden, ein höheres Härtelevel sowie eine größere Einhärtetiefe aufweisen.

L steht in der Legende der Abbildung 4.22 (b) für liegend gebaut, S für stehend gebaut. X , Y beschreiben die beiden Richtungen in der Ebene, die parallel auf die Bauplattform liegt. Die Richtung Z ist senkrecht zu der Bauplattform orientiert. Die Härteverläufe, welche von ungeschliffenen Rändern aus gemessen wurden, werden mit 1 bezeichnet, die von geschliffenen aus mit 2.

Eine Betrachtung von Abbildung 6.4 im Appendix zeigt, dass die maximale Härte und die EHT für Härteverläufe in der XY -Ebene geringfügig höhere Werte aufweisen. Für den 16MnCr5 ist kein Trend bezüglich der verschiedenen Richtungen erkennbar.



(a) AM-Material und 16MnCr5

(b) AM-Material - geschliffen und ungeschliffen

Abbildung 4.22: Gemessene Einsatzhärteprofile des AM-Materials und des 16MnCr5.

Die Oberflächenhärte des AM-Materials beträgt $62,1 \pm 0,1$ HRC, die Kernhärte 262 ± 3 HV10. Für das Referenzmaterial (16MnCr5) betragen die Werte $62,3 \pm 0,3$ HRC (Oberfläche) und 250 ± 4 HV10 (Kern). Härten von 61,8 HRC bzw. 62,5 HRC entsprechen laut Härteumrechnungstabelle [58] 740 HV bzw. 760 HV. Die erwünschten Einsatzhärtekenwerte (Oberflächen- und Kernhärte sowie EHT) aus Tabelle 3.5 wurden nicht gänzlich erfüllt.

Gefügeaufnahmen ausgewählter einsatzgehärteter Proben sind im Appendix in den Abbildungen 6.6 bis 6.9 zu sehen. Daraus kann entnommen werden, dass sich beim ungeschliffenen AM-Material am Rand die breiteste Karbidschicht ($\approx 50...100 \mu\text{m}$) ausbildet. Das geschliffene AM-Material zeigt eine dünnere Karbidschicht ($\approx 35...45 \mu\text{m}$) und beim Referenzmaterial (16MnCr5) ist diese Schicht kaum noch erkennbar ($< 5 \mu\text{m}$). Bei allen betrachteten Proben bildet sich eine ca. $500 \mu\text{m}$ breite Schicht aus, die aus kohlenstoffreichem Martensit besteht (Abbildung 6.6 und 6.7). In

Abbildung 6.8 sind die Übergangszonen dargestellt, in denen sich das Gefüge der einsatzgehärteten Proben von dem kohlenstoffreichen Martensit auf ein Mischgefüge, welches aus kohlenstoffarmem Martensit und Bainit besteht, ändert. Das Kerngefüge der betrachteten Proben besteht aus den gleichen Bestandteilen und ist in Abbildung 6.9 ersichtlich.

4.4 Ergänzende Untersuchungen

4.4.1 Gefügecharakterisierung

Abbildung 4.23 zeigt ausgewählte Gefügaufnahmen des AM-Materials und des 16MnCr5.

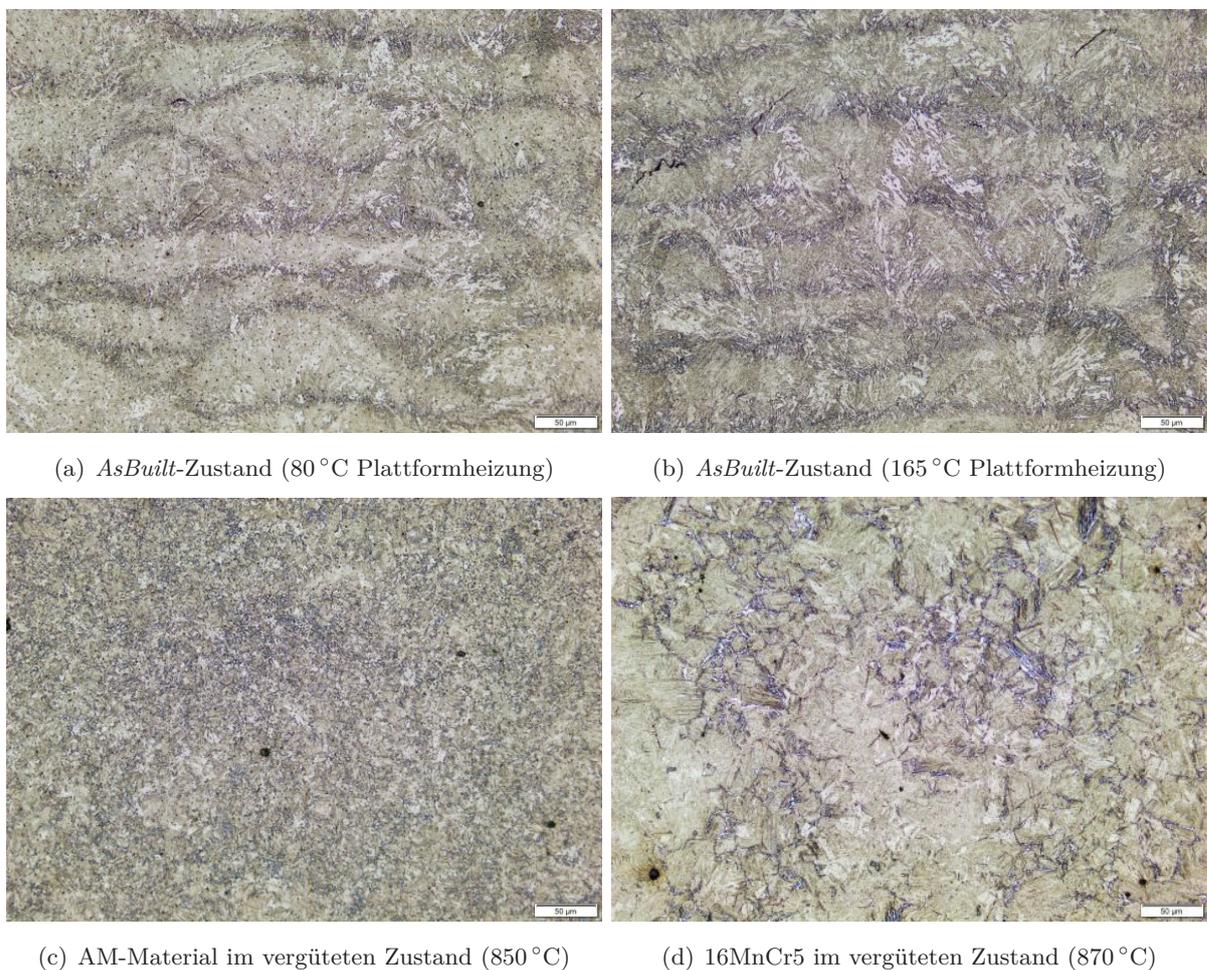


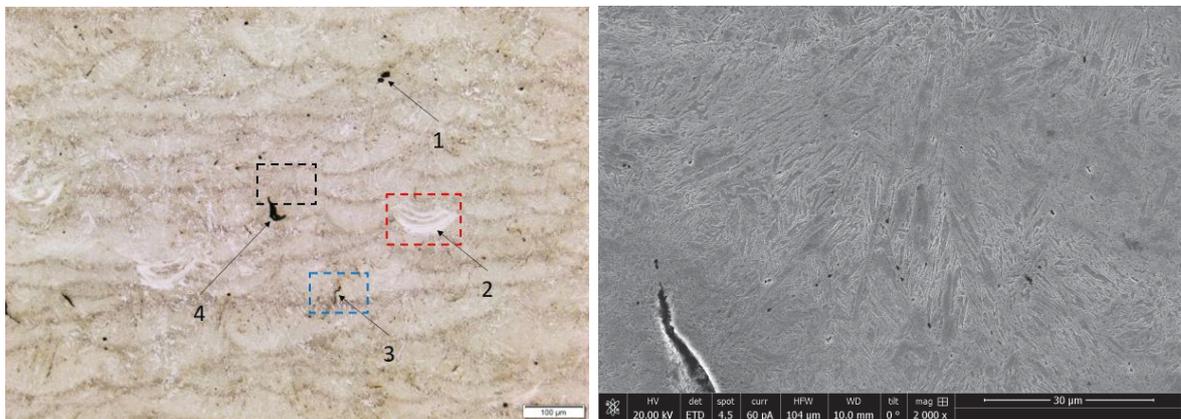
Abbildung 4.23: Gefügaufnahmen des AM-Materials (liegend) und des 16MnCr5 (längs).

Der *AsBuilt*-Zustand des additiv gefertigten Materials (Abbildung 4.23 (a) und (b)) weist eine deutliche Raupenstruktur, bedingt durch den SLM-Prozess, auf. Zusätzlich sind Poren und Risse, welche vorwiegend an den Übergangsbereichen der einzelnen Schweißraupen lokalisiert sind, erkennbar. Durch das Austenitisieren bei 950 °C verliert das Gefüge diese Schweißraupenstruktur und es entsteht eine homogene feine Mikrostruktur, siehe Abbildung 4.23 (c). Abbildung 4.23 (d) zeigt eine Aufnahme des Referenzmaterials. Die grauen Stellen deuten auf Mangansulfide hin,

die an dunklen Stellen durch das Ätzen herausgelöst wurden. Die Mikrostruktur besteht in allen Fällen aus bräunlich erscheinendem Martensit und aus einer Zweitphase. Diese Zweitphase setzt sich entweder aus angelassenem Martensit oder aus Bainit zusammen. Das Referenzmaterial weist weder Poren noch Risse auf.

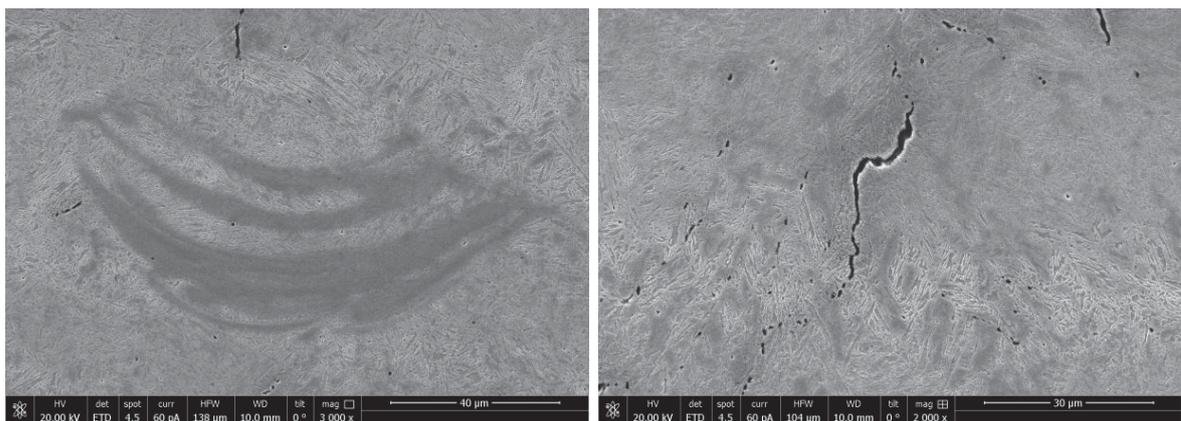
In Abbildung 6.10 (Appendix) sind LIMI-Aufnahmen des AM- und Referenzmaterials, die einer Farbätzung (Beraha-I) unterzogen wurden, zu sehen. Laut [59] erscheint Martensit in der Beraha-I-Ätzung bräunlich bis bläulich. Das Gefüge besteht demnach aus Martensit (bräunlich) und angelassenem (bläulichen) Martensit. Es ist erneut die Raupenstruktur des *AsBuilt*-Zustands (Abbildung 6.10 (a) und (b)) sowie das homogenisierte Gefüge durch das Vergüten (Abbildung 6.10 (c)) ersichtlich. Zusätzlich sind im vergüteten Zustand des AM-Materials überätzte Bereiche um Poren erkennbar. Die weißen Bereiche des 16MnCr5 in Abbildung 6.10 (d) deuten entweder auf Restaustenit oder, aufgrund von ungünstigen Orientierungen, nicht angeätzten Martensit hin.

Abbildung 4.24 (a) zeigt eine LIMI - Übersichtsaufnahme des Gefüges mit den zugehörigen Detailaufnahmen (REM) in den Abbildungen 4.24 (b) bis (d).



(a) LIMI - Übersichtsaufnahme

(b) REM - Detailansicht des schwarz markierten Bereiches



(c) REM - Detailansicht des rot markierten Bereiches (d) REM - Detailansicht des blau markierten Bereiches

Abbildung 4.24: Lichtmikroskopisches Übersichtsbild einer *AsBuilt*-Probe mit zugeordneten Gefügeuntersuchungen im REM.

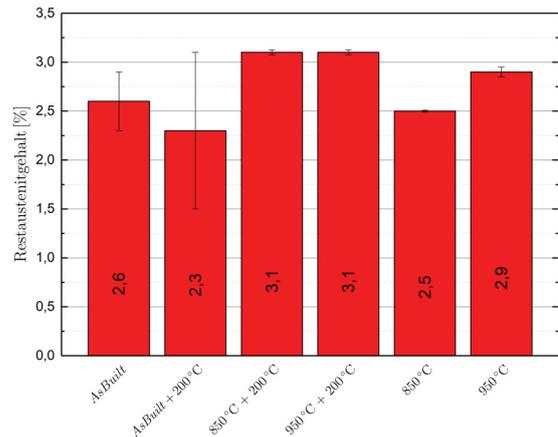
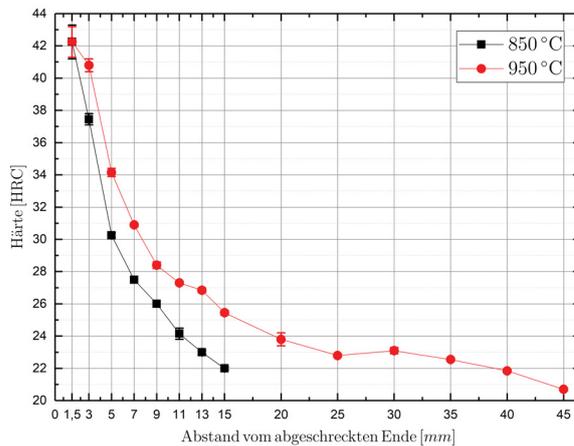
Die in der Übersichtsaufnahme beinhalteten Ziffern beschreiben folgende Bestandteile:

- 1 Pore (Schlüssellochporosität, siehe Kapitel 2.3)
- 2 Mögliche Seigerung
- 3 Riss
- 4 Pore (Bindefehlerporosität, , siehe Kapitel 2.3)

In Abbildung 4.24 (b) ist der Übergangsbereich zwischen den einzelnen Schweißraupen dargestellt. Diese nadeligen Bereiche deuteten auf eine bainitische Mikrostruktur hin.

4.4.2 Stirnabschreckversuche nach Jominy und Restaustenitmessungen

In Abbildung 4.25 (a) ist das Einhärteprofil des AM-Materials, welches nach der Wasserabschreckung der Jominyproben aufgenommen wurde, ersichtlich. Die Härte direkt am abgeschreckten Ende unterscheidet sich nicht bei den beiden Austenitierungstemperaturen. Die Härtetemperatur von 950 °C führt zu einer verbesserten Einhärtbarkeit im Vergleich zur niedrigeren Härtetemperatur (850 °C).



(a) Einhärteprofile nach Stirnabschreckversuchen

(b) RA-Gehalt in Abhängigkeit der Austenitierungs- bzw. Anlasstemperatur

Abbildung 4.25: Ergebnisse der Jominy-Stirnabschreckversuche und der Restaustenitmessungen.

Die Ergebnisse der Restaustenitbestimmung des AM-Materials sind in Abbildung 4.25 (b) dargestellt. Der Restaustenitgehalt (RA-Gehalt) liegt für die unterschiedlichen WBH-Zustände zwischen 2,3 % und 3,1 %. Die *AsBuilt*-Proben weisen relativ hohe Standardabweichungen im Vergleich zu den vergüteten Proben auf. Das Austenitisieren (ohne nachträgliches Anlassen) bei 950 °C führt zu einem geringfügig höheren RA-Gehalt als bei 850 °C. Ein Anlassen bei 200 °C hat keine verringernde Auswirkung auf den gemessenen RA-Gehalt.

5 Diskussion

5.1 Pulvercharakterisierung

5.1.1 Chemische Zusammensetzung

Die chemischen Zusammensetzungen der zwei durchgeführten Verdünnungen des niedriglegierten Stahlpulvers wurden als Aufbauschmelzen durchgeführt. Die gewünschte Legierungszusammensetzung wurde innerhalb der Toleranzen für alle enthaltenen Elemente eingehalten. Die Gehalte an Kohlenstoff und Schwefel im Pulver bleiben vom *Virgin Powder* (VP1) bis nach DOE4 annähernd konstant. Der Argongehalt im Pulver steigt mit zunehmender Anzahl an Prozessdurchläufen geringfügig (0,6 auf 0,8 Gew. ppm) an, was auf die im Prozess verwendete Argonatmosphäre zurückzuführen ist. Der Anstieg des Sauerstoffgehalts im Pulver ist über den in der Prozessatmosphäre enthaltenen Sauerstoff (max. 0,10 at.%) zu erklären. Die Stickstoffentwicklung im Pulver zeigt auch einen leichten Anstieg, der durch Stickstoffaufnahme aus der Luft zu begründen ist. Durch die niedrige Löslichkeit von Sauer- und Stickstoff (mit Ausnahme austenitischer Güten) in Stahl und den Inertgascharakter von Argon zeigen die additiv gefertigten Proben (Probe 1 und 2) geringe Gehalte der genannten Elemente [60, 61]. Die Verringerung des Kohlenstoffgehalts (0,190 auf 0,179 Gew. % bzw. 0,180 auf 0,165 Gew. %) kann durch den oben genannten Sauerstoff begründet werden, da es dadurch zur Reaktion zwischen Sauer- und Kohlenstoff und der Bildung von gasförmigem CO oder CO₂ kommt.

5.1.2 Partikelgrößenverteilung

Mit steigender Anzahl an Prozessdurchläufen (nach DOE1 etc.) kommt es zu keiner signifikanten Veränderung der Partikelgrößenverteilungen bzw. der Partikeldurchmesser (D_{10} , D_{50} und D_{90}) im Vergleich zum Referenzzustand (VP1). Es kommt zu keiner Agglomeration von Pulverpartikeln durch mögliche Sintervorgänge, die durch den Laserenergieeintrag in der Nähe des geschmolzenen Materials im Pulverbett ablaufen hätten können. Daraus kann der Schluss gezogen werden, dass die Pulverqualität durch den Fertigungsprozess in Bezug auf die vorhandene Partikelgrößenverteilung annähernd gleich bleibt.

5.1.3 Schüttdichte und Rieselfähigkeit

Eine Betrachtung der Schüttdichten zeigt, dass sich diese durch das mehrmalige Durchlaufen des Prozesses nicht merklich verändert.

Die ursprünglich zur Beurteilung der Prozesseignung angewandten Rieselfähigkeitsmessungen waren nicht aussagekräftig. Im Prozess gab es keine Probleme hinsichtlich Streichfähigkeit des verwendeten Pulvers, auch nicht nach mehrmaligem Durchlaufen. Um die Streichfähigkeit besser

erfassen zu können, wären möglicherweise andere Tests, welche in [27] kurz ausgeführt sind, besser geeignet. Es handelt sich hierbei um Streichtests, die ein schnelles Resultat liefern, ob sich ein Pulver schichtweise aufstreichen lässt.

5.1.4 REM - Untersuchungen zur Pulvermorphologie

In Abbildung 4.3 auf Seite 40 ist ersichtlich, dass der Großteil der Pulverpartikel eine sphärische Form aufweist. Die sphärische Ausbringung kann über die höhere Erstarrungszeit der Pulverpartikel im Vergleich zur Wasserverdüstung erklärt werden, die wiederum mit der geringeren Wärmekapazität von Gasen (verglichen mit Wasser) zusammenhängt [23]. Näheres zur Verdüstung findet sich auf Seite 10.

Mithilfe von REM-Aufnahmen konnte qualitativ festgestellt werden, dass Satelliten im Pulver vorhanden sind. Eine quantitative Abschätzung des Satellitenanteils ist jedoch nicht möglich. Beobachtet wurde, dass Satelliten an größeren Pulverpartikeln auf zwei Arten anhaften. Die starre Verbindung (Ausbildung eines Sinterhalses) kommt durch Diffusionsprozesse zustande. Eine mögliche Erklärung der zweiten Bindungsart ist über adhäsive Kräfte gegeben.

Eine Betrachtung der angeschliffenen Pulverpartikel (siehe Abbildung 4.5 (a)) lieferte die Erkenntnis, dass sich keine internen Poren im untersuchten Pulver befinden. Bei gasverdüsteten Pulvern kann es durch das Einfangen von Inertgas während der Verdüstung zur Entstehung von internen Poren kommen [62]. Eine Untersuchung von Qi *et al.* [63] an der Nickelbasislegierung Inconel 718 lieferte die Erkenntnis, dass bei Pulver, welches über Gasatomisierung hergestellt wurde, mit steigender Partikelgröße steigende Gehalte an internen Poren festgestellt wurde. Zwei verschiedene Pulverfraktionen wurden im Rahmen der Forschungsarbeit von Qi *et al.* analysiert. Die Feinfraktion (Partikelgröße zwischen 44 und 74 μm) wies geringere Gehalte an internen Poren auf als die Grobfraktion (74-125 μm). Möglicherweise befinden sich in der Grobfraktion ($> 45 \mu\text{m}$) des im Zuge der vorliegenden Arbeit verwendeten Pulvers ebenfalls interne Poren.

5.2 Prozessparameterfindung

5.2.1 Porositätsauswertung der verschiedenen Prozessparameter

Aufgrund der sehr niedrigen Porositätswerte (0,04 % bzw. 0,03 % nach Aufbereitung mit Methode 1, siehe Kapitel 3.3.3) der mit den Parametern 32 bzw. 33 (DOE2) gefertigten Probenwürfel wurden mit diesen Parametern im Rahmen des DOE4 Zugproben gefertigt. Diese Proben wiesen jedoch sehr geringe Duktilitätskennwerte auf. Als Erklärung dafür sind Risse zu nennen, die bei der Erstbetrachtung im LIM1 aufgrund von mangelhafter Präparation nicht sichtbar waren. Durch die Neuaufbereitung mit Methode 2 (siehe Kapitel 3.3.3) wurden vorhandene Risse sichtbar gemacht. An dieser Stelle sei angemerkt, dass die Porositätsauswertung an Proben, die nur mit Methode 1 präpariert wurden, keine zulässigen Werte liefert.

Eine Betrachtung von Abbildung 4.6 und ein Vergleich der angegebenen *Volumetric Energy*

Densities (VEDs) zeigt, dass Proben mit hohem Energieeintrag (Parameter 11 und 35) eine weitaus größere Anzahl an Rissen zeigen. Durch den hohen Energieeintrag kommt es zu einer Verlängerung der Zeit, in der sich Restschmelze in Form von niedrigschmelzenden Eutektika (z.B. FeS) an bereits erstarrten Bereichen anlagern kann. Durch die nachfolgende Abkühlung und Schrumpfspannungen reißen diese Phasen auf und bilden Risse. Auf diese sogenannten Heißrisse [20] wird im Folgenden noch näher eingegangen. Proben mit sehr geringen Energieeinträgen zeigen wiederum sehr hohe Porositätswerte (z.B. E23 mit ($P = 0,75\%$, $VED = 53 \text{ J/mm}^3$) aus DOE5). Diese erhöhte Porosität kann aufgrund von unzureichender Aufschmelzung durch zu geringen Energieeintrag und damit verbundener Bindefehlerporosität (siehe Abbildung 2.9 (b) auf Seite 15) erklärt werden.

Ein Abwägen zur Minimierung der Heißrisse einerseits und einer geringeren Bindefehlerporosität andererseits führte schlussendlich zur Wahl des Parameters 21 ($VED = 65 \text{ J/mm}^3$) als Prozessparameter für die Probenfertigung. Hierbei wurden zusätzlich stehend gebaute Zugproben mit anderen vielversprechenden Parametern (E6, E9 und E12, siehe Abbildung 4.7 und Tabelle 6.4) gefertigt. Die ermittelten Kennwerte (R_m , $R_{p0,2}$, A_5 und Z) an Proben, die mit diesen Parametern gefertigt wurden, weisen jeweils bessere Werte als die der mit Parameter 21 gefertigten Zugproben auf, was durch den verringerten Energieeintrag ($VED < 65 \text{ J/mm}^3$) begründet werden kann. In der vorliegenden Arbeit konnten die mit den E-Parametern gefertigten Proben jedoch nicht näher untersucht werden.

5.2.2 Zugversuchsergebnisse der verschiedenen Prozessparameter

Die höheren Bruchdehnungswerte (A_5) der Zugproben, welche mit Parameter 21 hergestellt wurden, können über eine geringere Anzahl an Rissen im Vergleich zu den mit Parameter 32 bzw. 33 gefertigten erklärt werden. Dies gilt für den *AsBuilt*-Zustand und die vergüteten Proben. Die größere Anzahl an Rissen kann mit dem erhöhten Schwefelgehalt im Pulver der ersten Verdüsung, welches zur Probenfertigung mit den Parametern 32 und 33 (VP1) herangezogen wurde, begründet werden (siehe Tabelle 4.1). Zusätzlich sind die VEDs der Parameter 32 und 33 größer als jene des Parameters 21. Dies spricht erneut dafür, dass die vorhandenen Risse als Heißrisse zu deklarieren sind. Die Festigkeitsunterschiede der Proben im *AsBuilt*-Zustand unterscheiden sich für die verschiedenen Parameter kaum. Im vergüteten Zustand weisen R_m und $R_{p0,2}$ der Parameter 32 und 33 höhere Werte als jene Zugproben auf, die mit Parameter 21 (VP2) gefertigt wurden. Der Festigkeitsanstieg kann auch über die chemischen Zusammensetzungen erklärt werden. Aus Tabelle 4.1 ist des Weiteren zu entnehmen, dass die Legierungselementgehalte (C, Si, Mn, Cr, Mo und Ni) der ersten Verdüsung (VP1) höher als die der zweiten Verdüsung (VP2) sind. Durch die Legierungselemente Mn, Cr, Ni und Mo wird die Einhärtbarkeit durch eine Verschiebung der diffusionsgesteuerten Umwandlungen zu längeren Zeiten verbessert. Dadurch entsteht mehr Martensit als bei den aus VP2 gefertigten Proben. Dieser höhere Martensitanteil trägt zu einer Steigerung von R_m und $R_{p0,2}$ bei. Zusätzlich tragen Si und Mn durch Mischkristallverfestigung zur Festigkeitssteigerung in Stählen bei [54, 55, 64, 65].

Bei einer Plattformheizung von 165°C sind mehr Risse ersichtlich weil die Abkühlgeschwindigkeit im Vergleich zu einer Plattformtemperatur von 80°C verringert wird (siehe Seite 43). Dadurch

kommt es wie bei einer Erhöhung der VED (siehe Kapitel 5.2.1) zu einer Verlängerung der Zeit, in der sich niedrigschmelzende Eutektika an zuvor erstarrten Bereichen anlagern und in Kombination mit den Schrumpfspannungen Heißrisse verursachen. Die mechanischen Eigenschaften werden durch die vorhandenen Risse, die mit großer Wahrscheinlichkeit mit dem enthaltenen Schwefel in Zusammenhang stehen, limitiert. Eine Verbesserung der Eigenschaften ist durch eine weitere Optimierung der Prozessparameter mit hoher Wahrscheinlichkeit nicht zu erwarten.

5.2.3 Untersuchungen zur Klärung von Gefügeinhomogenitäten

Die Regelmäßigkeit der Bruchstruktur im *AsBuilt*-Zustand kann auf den additiven Fertigungsprozess zurückgeführt werden, da die Streifenbreite von $113\ \mu\text{m}$ mit dem gewählten Überlappungsabstand h_s ($< 115\ \mu\text{m}$) korreliert. Eine Vergütungs-WBH führt zu einer Abschwächung dieser Regelmäßigkeit, da durch das Austenitisieren bei Temperaturen über A_3 eine Art Homogenisierung bzw. Umverteilung von Inhomogenitäten (z.B. Seigerungen des Schwefels) stattfindet. Die Ausprägung dieser Regelmäßigkeit hat großen Einfluss auf die mechanischen Kennwerte (vor allem auf die Kerbschlagarbeit A_V und A_5).

Die durchgeführten Mikrosondenmessungen und daraus generierten Mappings der Schwefelverteilung an den *AsBuilt*-Proben liefern folgende Erkenntnisse:

- Der vorhandene Schwefel ist nicht homogen verteilt. Daraus folgt, dass Seigerungen des Schwefels vorhanden sind.
- In Abbildung 4.12 (b) und 4.13 (b) sind deutliche Raupenstrukturen mit erhöhten Schwefelkonzentrationen an den Raupengrenzen erkennbar. Dies führt zu dem Schluss, dass der Schwefel in Form des FeS-Eutektikums vor der Erstarrungsfront hergeschoben wird, was wiederum für die Entstehung von Heißrissen spricht.
- Die gemessene Schwefelkonzentration steigt in Bereichen mit Rissen auf ca. 0,15 Gew.%. Besonders klar wird das bei Betrachtung der Abbildungen 4.13 und 4.14.

Durch die Mikrosondenmessungen und zusätzlich die zuvor beschriebenen Faktoren (größerer Energieeintrag durch hohe VED und verringerte Abkühlgeschwindigkeit durch erhöhte Plattformtemperatur) wird der Schwefel und damit der Heißriss als Rissursache bestätigt.

5.2.4 Einfluss der Schliffpräparation auf die Erkennbarkeit von Rissen

Durch die in Tabelle 3.3 angeführte Präparationsmethode wurde die Erkennbarkeit von vorhandenen Rissen im AM-Material ermöglicht. Wie aus den Gegenüberstellungen der beiden Methoden in Kapitel 4.2.4 erkennbar ist, zeigen die erneut aufbereiteten Proben im Gegensatz zu jenen Proben, die nur mit Methode 1 (siehe Tabelle 3.2) präpariert wurden, eine insgesamt detailreichere Mikrostruktur. Dadurch wird die Erkennbarkeit von Rissen ermöglicht. Zusätzlich werden Gefügebestandteile (z.B. Poren, siehe Abbildung 4.17), die bei der Aufbereitung mit Methode 1 nicht sichtbar sind, erkennbar.

Die Verformung, die durch das Schleifen eingebracht wird, soll durch das anschließende Polieren

bei der Erstellung von metallographischen Schlifflinien sukzessive abgebaut werden [66]. Insgesamt kann die verbesserte Erkennbarkeit von Inhomogenitäten im Gefüge (Risse und Poren) durch die sanftere Präparationstechnik mit Methode 2 begründet werden. Durch den Abtrag von 1 mm beim Planschleifen mit Methode 1 kommt es zu Verformungen, die höchstwahrscheinlich die Risse und kleineren Poren mit verformtem Material füllen. Das folgende Feinschleifen sowie das Polieren mit hoher aufgebrachtener Kraft (ca. 40...50 N je Probe) reicht augenscheinlich nicht aus, um die vorhandenen Risse bzw. Poren wieder zu öffnen und somit für die Betrachtung im LIMI sichtbar zu machen. Des Weiteren wurden in den Proben, die nur mit Methode 1 präpariert wurden, deutliche Kratzer beobachtet, was darauf hindeutet, dass die Verformung, die im Zuge des Schleifens eingebracht wurde, durch den anschließenden Poliervorgang nicht ausgeglichen werden kann. Die in Methode 2 aufgebrachte Kraft von 20 N je Probe beim Vor- und Feinpolieren stellt eine wesentliche schonendere Handhabung der Schlifflinien dar, die zum Öffnen von Rissen und Poren führt und somit das tatsächliche Erscheinungsbild der Mikrostruktur darlegt. Zusätzlich dürfte die Polierzeit von 4 bis 6 min in Methode 1 nicht ausreichen um die eingebrachten Verformungen auszugleichen. In Abbildung 4.15 ist das Austreten von Poliermittel aus Rissen und Poren beobachtbar, was durch längeres Polieren vermieden werden kann.

5.3 Mechanische Erprobung

5.3.1 Härte-Anlasskurven

Das Gefüge des additiv gefertigten Materials weicht im *AsBuilt*-Zustand prozessbedingt deutlich von konventionellem Stahlgefüge (z.B. normalgeglüht oder vergütet) ab. Durch die schnellen Abkühlgeschwindigkeiten im SLM-Prozess kommt es zur Ausbildung von martensitischen Bereichen (siehe Abbildung 4.23 (a) und (b)). Die Abgrenzung zwischen den einzelnen Schweißraupen erfolgt durch Übergangsbereiche, die durch den komplexen thermischen Abkühl- bzw. Wiedererwärmungszyklus beim Aufbringen der darüberliegenden Schweißraupe zustande kommen. Das Härteniveau des AM-Materials wird durch das Vergüten von ≈ 38 HRC auf jenes des 16MnCr5 ($\approx 42...44$ HRC) angehoben. Der Vergütungsprozess führt zu einer Homogenisierung des Gefüges und die Schweißraupenstruktur des *AsBuilt*-Zustands wird dadurch größtenteils beseitigt. Die gewählte Austenitisierungstemperatur für beide Materialien hat lediglich geringen Einfluss auf die Härte. Des Weiteren ist zu beobachten, dass der Härteabfall bis zu einer Anlasstemperatur von 250°C erwartungsgemäß relativ gering ausfällt.

Als Erklärung für die großen Streuungen der Härte des vergüteten AM-Materials bei einer Anlasstemperatur von 200°C fungieren die vorhandenen Risse und eine eventuell unzureichende Durchwärmung bei 30-minütigem Austenitisieren.

5.3.2 Zugversuche

Die aus dem Zugversuch gemessenen geringeren Festigkeiten des AM-Materials im Vergleich zum 16MnCr5 sind über die vorhandenen Risse im AM-Material begründbar.

Der Einfluss der Probenlage (liegend oder stehend gebaut) ist im *AsBuilt*-Zustand derart ausgeprägt, dass die liegend gebauten Proben eine höhere Zugfestigkeit und Streckgrenze aufweisen als die stehend gebauten Proben. Dies kann dadurch begründet werden, dass die stehenden Proben im Zugversuch entlang einer einzelnen Schweißebene auseinandergezogen werden, was sich in Form einer geringeren Festigkeit äußert. Durch das Vergüten wird die Mikrostruktur homogenisiert und die Schweißraupenstruktur geht größtenteils verloren. Dadurch fällt die Ausprägung dieses Orientierungsunterschieds schwächer aus bzw. ist nicht mehr erkennbar. Beim 16MnCr5 ist diese Richtungsabhängigkeit bei den Duktilitätskennwerten (A_5 und Z) in kleinem Ausmaß beobachtbar. Hierbei weist die Längsrichtung, die parallel zur Walzrichtung steht, in allen Fällen geringfügig höhere Werte auf als die Querrichtung.

Die Duktilitätskennwerte A_5 und Z werden durch das Vergüten erhöht. Als Begründung ist hier wiederum die Homogenisierung der Mikrostruktur zu nennen. Die vorhandenen Risse sind im vergüteten Zustand weiterhin vorhanden, weshalb die Duktilität (vor allem hinsichtlich Einschnürung Z) des 16MnCr5 nicht erreicht wird.

Augenscheinlich weist der *AsBuilt*-Zustand des AM-Materials (siehe Abbildung 6.3) höhere Streckgrenzenverhältnisse (S_V) auf als die vergüteten Proben des AM-Materials und des 16MnCr5. Mit einem Streckgrenzenverhältnis von über 90% steht beinahe kein Verfestigungspotential nach Erreichen der Streckgrenze im Zugversuch mehr zur Verfügung. Als Begründung wird abermals das inhomogene Gefüge (Schweißraupenstruktur) des *AsBuilt*-Zustands herangezogen. Durch Inhomogenitäten kommt es im Zugversuch zu stellenweise verringerter Verfestigung und daher zu raschem lokalem Einschnüren (Überschreiten der Zugfestigkeit). Dadurch können die im Vergleich zum homogenen Vergütungszustand geringeren Zugfestigkeiten und die erhöhten S_V -Werte erklärt werden.

5.3.3 Kerbschlagbiegeversuche

Die im *AsBuilt*-Zustand gemessenen niedrigeren Härtewerte stimmen mit den Ergebnissen aus den Zugversuchen überein. Durch das Vergüten wird das Härteniveau im Vergleich zum *AsBuilt*-Zustand angehoben. Auch die niedrigeren Härtewerte des vergüteten AM-Materials verglichen mit dem 16MnCr5 decken sich mit den Ergebnissen aus den Zugversuchen, was über die vorhandenen Risse erklärt werden kann.

Das additiv gefertigte Material zeigt im *AsBuilt*-Zustand niedrige Kerbschlagarbeiten (<10 J). Diese geringen Schlagenergien können durch die vorhandenen Risse in Kombination mit der inhomogenen Schweißraupenstruktur erklärt werden. Die Kerbschlagarbeiten im vergüteten Zustand erreichen trotz vorhandener Risse die Größenordnung ($A_V \approx 25$ J) des 16MnCr5. Eine Vergütung führt im Allgemeinen zu einer Erhöhung der Übergangstemperatur und der Kerbschlagarbeit [65].

Aus den Ergebnissen ist ersichtlich, dass die liegend gebauten AM-Proben sowie die längs orientierten 16MnCr5-Proben jeweils bessere Werte aufweisen als die stehend gebauten bzw. quer orientierten Proben. Für das AM-Material lässt sich diese Abhängigkeit dadurch erklären, dass der Kerbschlaghammer im Kerbschlagebiegeversuch bei stehend gebauten Proben in Richtung der einzelnen Schweißraupen auf die Probe trifft und demnach geringere Schlagarbeiten benötigt als bei liegend gebauten Proben, bei denen die Schweißraupen senkrecht zur Schlagrichtung orientiert sind.

Dass die Kerbschlagarbeiten des AM-Materials bei -20°C in einigen Fällen höhere Werte als bei RT aufweisen kann darauf zurückgeführt werden, dass bei kubisch-raumzentrierten Stählen (niedriglegierte Stahlgüten) ein breiter Übergangsbereich von der Tief- auf die Hochlage der Kerbschlagarbeit existiert. In diesem Bereich weisen die gemessenen Werte große Streuungen der gemessenen Kerbschlagarbeiten auf. In Abbildung 4.21 (b) sind große Standardabweichungen erkenntlich. Des Weiteren ist die Bruchfläche im Übergangsbereich durch einen Mischbruch (spröde und duktile Anteile) charakterisiert [64, 65]. Diese Bruchflächenmorphologie ist auch für das AM-Material auf den Bruchflächen der Zugproben ersichtlich, siehe Abbildung 4.20. Dieser Übergangsbereich dürfte sowohl die Prüftemperatur von -20°C als auch die RT umfassen.

Eine Betrachtung von Abbildung 4.21 (d) liefert kein eindeutiges Ergebnis auf die Fragestellung, ob die Lage der Kerbe im liegend gebauten Zustand Einfluss auf die Höhe der Kerbschlagarbeit hat, da die Proben, welche bei einer Plattformheizung von 165°C gefertigt wurden, große Standardabweichungen aufweisen. Es ist nur ein geringfügiger Unterschied zwischen den verschiedenen Plattformtemperaturen auszumachen, was dadurch begründet wird, dass die gemessenen Werte durch die in beiden Proben vorhandenen Risse (siehe Abbildung 4.8) jeweils sehr niedrig sind. Die bei 165°C gefertigten Kerbschlagproben weisen im Vergleich zu den bei 80°C gefertigten Proben noch geringfügig niedrigere Werte auf. Als Grund hierfür sei die noch höhere Rissanzahl (Abbildung 4.8 (b)) bei erhöhter Plattformtemperatur genannt.

5.3.4 Einsatzhärten

Das vorgegebene Einsatzhärteprofil (siehe Tabelle 3.5) wurde nicht gänzlich erfüllt. Um die gewünschte Einhärtetiefe (EHT) von mindestens 0,7 mm für das AM-Material und den 16MnCr5 zu erreichen sollte entweder die Aufkohldauer, die Aufkohlzeit oder beides erhöht werden. Dadurch würde die Kohlenstoffdiffusivität gesteigert und somit eine größere EHT erreicht werden. Des Weiteren könnte man die Kohlenstoffzufuhr in Form von Acetylen (C_2H_2) erhöhen, wodurch das Kohlenstoffangebot an der Oberfläche steigen würde.

Die Oberflächenhärte, welche mit HRC gemessen und über Härtevergleichstabellen auf HV umgerechnet wurden, weisen für beide Materialien Werte über den laut Tabelle 3.5 erwünschten auf. Die Härtebestimmung nach Rockwell beruht auf einer Messung der Eindringtiefe und erfordert keine Vermessung von Eindruckdiagonalen. Diese Vermessung ist an unpräparierten Proben nicht durchführbar und ein Abschleifen der einsatzgehärteten Oberfläche würde dazu führen, dass die Härtemessung nach Vickers nicht direkt an der Oberfläche erfolgt.

Die erwünschte Kernhärte beider Materialien von mindestens 440 HV10 wurde aufgrund der Abschreckung mit Stickstoff, die mit einer verminderten Kühlwirkung (im Vergleich zu einer

Abschreckung mit Wasser) verbunden ist, nicht erreicht. Beachtlich ist, dass das AM-Material eine höhere Härte zeigt als der 16MnCr5, welcher sich als Einsatzstahl seit Jahren bewährt. Die verbesserte Einhärtpbarkeit hängt mit einer höheren Kohlenstoffdiffusivität zusammen. Die rauere und damit größere Oberfläche des additiv gefertigten Materials im Vergleich zum 16MnCr5 führt zu einer erhöhten Kohlenstoffaufnahme und zu einer verstärkten Karbidbildung im Randbereich, siehe Abbildung 6.7. Durch den erhöhten Kohlenstoffgehalt steigt die Härte ungeschliffener Proben an, was aus den Härteprofilen in Abbildung 4.22 (b) entnommen werden kann.

Die beobachtete verbesserte Einhärtpbarkeit des AM-Materials in der XY-Ebene dürfte ebenfalls mit einer erhöhten Kohlenstoffdiffusivität verbunden sein. In der Ebene der einzelnen Schweißlage scheint die Defektdichte höher zu sein als in der Richtung vertikal zur Plattform (Z). Eine erhöhte Defektdichte (z.B. in Form einer erhöhten Leerstellenkonzentration) führt im Allgemeinen zu einer verbesserten Diffusivität [67].

Gefüge der einsatzgehärteten Proben

Die etwa 500 µm dicke Randschicht mit kohlenstoffreichem Martensit tritt bei allen Proben, wie aus Abbildung 6.6 ersichtlich ist, auf. Um die EHT zu erhöhen, müsste die Breite dieser Schicht des harten kohlenstoffreichen Martensit vergrößert werden. In allen Materialien sind Bereiche, in denen der Übergang von kohlenstoffreichem auf kohlenstoffarmen Martensit bzw. Bainit (Abbildung 6.8) stattfindet, sichtbar. Auffallend ist das feinere Kerngefüge des AM-Materials im Vergleich zum 16MnCr5, welches in Abbildung 6.9 zu sehen ist. Begründbar könnte das durch Gefügebestandteile im AM-Material sein, die das Kornwachstum, welches in dem angegebenen Aufkohltemperaturbereich in Kombination mit langen Haltezeiten zu erwarten ist, hemmen. Um hierzu genaue Aussagen treffen zu können sind weiterführende Untersuchungen notwendig.

5.4 Ergänzende Untersuchungen

5.4.1 Gefügecharakterisierung

Besonders auffällig ist die Schweißraupenstruktur des AM-Materials im *AsBuilt*-Zustand. Diese setzt sich, wie aus Abbildung 4.23 (a) und (b) ersichtlich, aus martensitischen Bereichen, die bräunlich gefärbt sind, und aus einer bläulich gefärbten Übergangszone zusammen. Zusätzlich sind Heißrisse und Poren in den Gefügebildungen sichtbar. Durch die Vergütung entsteht ein homogenisiertes Gefüge (Abbildung 4.23 (c)), welches aus den gleichen Bestandteilen aufgebaut ist. Beim 16MnCr5 (Abbildung 4.23 (d)) sind im Querschliff der längs orientierten Probe kugelförmige Mangansulfide ersichtlich. Diese beeinträchtigen die mechanischen Eigenschaften nicht, da diese Sulfide beim Walzen mitverformt werden und somit die Zähigkeit des Materials nicht merklich verschlechtern.

Die Übergangszone dürfte entweder aus bainitischem Gefüge oder aus angelassenem Martensit bestehen. Eine klare Festlegung auf einen der beiden Gefügebestandteile kann mittels Lichtmikroskopie nicht getroffen werden. In der Nitalätzung wirken die Übergangszonen leicht bläulich, was auf ein bainitisches Gefüge hindeutet. Die durchgeführten REM-Untersuchungen legen

ebenso eine bainitische Mikrostruktur nahe, was dadurch begründet wird, dass in Abbildung 4.24 (b) die Übergangszone nadelige Bereiche aufweist. Die Betrachtung der Proben, die einer Beraha-I-Ätzung unterzogen wurden, lässt wiederum den Schluss zu, dass angelassener Martensit in der bläulich erscheinenden Übergangszone vorhanden ist (Abbildung 6.10). Dieser wird laut [59] in der Beraha-I-Ätzung bräunlich bis bläulich gefärbt. Für eine endgültige Bestimmung der Gefügebestandteile sind weiterführende Analysen, z.B. EBSD-Messungen (*Electron backscatter diffraction*) oder TEM-Untersuchungen (Transmissionselektronenmikroskopie), notwendig. Um die in Abbildung 4.24 (c) als mögliche Seigerung bezeichnete Inhomogenität gänzlich zu charakterisieren sind höchstwahrscheinlich Mikrosondenmessungen erforderlich.

5.4.2 Stirnabschreckversuche nach Jominy und Restaustenitmessungen

Da die maximal erreichbare Härte im Wesentlichen vom Kohlenstoffgehalt des untersuchten Stahls abhängt, ist es nicht verwunderlich, dass die beiden verschiedenen Austenitisierungstemperaturen des AM-Materials diesbezüglich keinen Unterschied aufweisen. Die Einhärtbarkeit wird im Allgemeinen durch die enthaltenen Legierungselementgehalte beeinflusst. Da es sich im betrachteten Fall jedoch um die gleiche Legierungszusammensetzung handelt, muss die verbesserte Einhärtbarkeit bei 950 °C über die höhere Austenitisierungstemperatur begründbar sein. Heterogene Keimbildung, welche für diffusionskontrollierte Umwandlungsprozesse (z.B. Ferrit, Perlit, Bainit) notwendig ist, findet gewöhnlich an Korngrenzen statt, da dort die benötigte Aktivierungsenergie um die Bildungsenergie der Korngrenze verringert wird [64]. Da es bei erhöhter Austenitisierungstemperatur zu einer Kornvergrößerung und damit zu einer Reduktion der Gesamtkorngrenzfläche kommt, werden die diffusionskontrollierten Umwandlungsprozesse zu längeren Zeiten verschoben. Dadurch kommt es zu größeren Anteilen an Martensit, welcher höhere Härten aufweist als beispielsweise Bainit.

Nachdem die zweite Anlasstufe, in der die Umwandlung von Restaustenit in Martensit (oder Bainit) passiert, erst ab etwa 250 °C startet [56], hat ein Anlassen bei 200 °C keinen merklichen Einfluss auf den RA-Gehalt. Die Restaustenitmessungen der beiden *AsBuilt*-Zustände weisen größere Standardabweichungen als die gehärteten bzw. vergüteten Proben auf, wodurch keine klare Aussage über den tatsächlich vorhandenen RA-Gehalt getroffen werden kann. Diese Standardabweichungen dürften durch inhomogene Temperaturverteilungen im SLM-Prozess und damit verbunden durch lokal unterschiedliche Abkühlraten, die wiederum zu variierenden RA-Gehalten führen, entstanden sein. Der Anstieg des Austenitgehalts der gehärteten Proben kann durch die höhere Löslichkeit des Kohlenstoff im Austenit (siehe Eisen-Kohlenstoff-Diagramm) bei erhöhter Austenitisierungstemperatur begründet werden, da gelöster Kohlenstoff im Austenit diesen stabilisiert und somit der RA-Gehalt nach dem Härten von 950 °C einen höheren Wert aufweist. Laut dieser Argumentation, sollte die von 950 °C gehärtete und anschließend angelassene Probe ebenso einen höheren RA-Gehalt aufweisen als die von 850 °C gehärtete Probe. Dass dieser Trend nicht beobachtet wurde, kann über die Nachweisgrenze der verwendeten Methode (Röntgendiffraktometrie), die bei etwa 1 bis 3 % und damit in der Größenordnung des gemessenen RA-Gehalts liegt, begründet werden.

6 Schlussfolgerungen und Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Masterarbeit wurde die Herstellbarkeit einer niedriglegierten einsatzhärtbaren Stahllegierung mit dem Selektiven Laserschmelzen beurteilt. Ein möglicher Anwendungsbereich ist die Automobilindustrie. Der Einfluss des bewusst legierten Schwefels (ca. 0,05 Gew.%) hinsichtlich der Verdüsbarekeit (Inertgas) und der mechanischen Eigenschaften additiv gefertigter Proben wurde untersucht. Zusätzlich beinhaltet die Arbeit eine umfassende Pulvercharakterisierung und eine Prozessparameterfindung. Die mechanische Erprobung nach unterschiedlicher WBH (*AsBuilt* bzw. Gehärtet (850 °C bzw. 950 °C) und angelassen) setzt sich aus Härte-Anlasskurven, Zugversuchen, Kerbschlagbiegeversuchen (RT und –20 °C) und Härteverlaufsmessungen einsatzgehärteter Proben zusammen. Des Weiteren wurden licht- und rasterelektronenmikroskopische Gefügeuntersuchungen sowie Mikrosondenmessungen zur Klärung des Seigerungsverhaltens des vorhandenen Schwefels durchgeführt. Als Referenzmaterial diente der Einsatzstahl 16MnCr5. Ergänzt wird die Erprobung durch Jominy-Abschrecktests und Restaustenitmessungen des additiv gefertigten Materials.

Folgende Schlüsse können gezogen werden:

- **Verdüsbarekeit**

Durch die Zugabe des Schwefels konnte keine verbesserte Verdüsbarekeit des Pulvers im Vergleich zu anderen Güten, die bei vaBEG verdüst werden, beobachtet werden. Um die möglicherweise günstige Auswirkung auf die Erstarrungsstruktur der Pulverpartikel abzuklären, sind weiterführende Untersuchungen notwendig.

- **Pulvercharakterisierung**

Die Ergebnisse der Pulveruntersuchungen zeigen, dass sich mit steigender Anzahl an SLM-Prozessdurchläufen keine bemerkbare Verschlechterung der Pulverqualität einstellt. Dies bezieht sich sowohl auf die gemessenen chemischen Zusammensetzungen und Partikelgrößenverteilungen, als auch auf die Schüttdichten. Die Rieselfähigkeitsmessungen lieferten keine vergleichbaren Messergebnisse. Das *Virgin Powder* (VP1) wurde zusätzlich im REM untersucht, woraus geschlossen werden konnte, dass das Pulver großteils sphärische Partikel aufweist, die teilweise mit Satelliten behaftet sind. Die Betrachtung eines Pulverschliffs lieferte die Erkenntnis, dass im verwendeten Pulver (15-45 µm) keine interne Porosität vorhanden ist.

Die Abnahme des Kohlenstoffgehalts vom Pulver zu den im SLM-Prozess additiv gefertigten Proben (Abbildung 4.1 (a)) könnte durch ein geringfügiges Überlegieren der Verdüsungscharge mit Kohlenstoff kompensiert werden.

- **Prozessparameterfindung**

Die Prozessparameterfindung bezieht sich auf die Variation der Laserleistung P_L sowie der Scangeschwindigkeit v_s in relativ weiten Bereichen. Ausgangspunkte hierfür waren bekannte Parameter artähnlicher Stahlgüten, die bereits mittels SLM verarbeitet wurden.

Als maßgebliche Größe ist hierbei die *Volumetric Energy Density* (VED) zu nennen, die zwischen 51 J/mm^3 und 97 J/mm^3 variiert wurde. Gewählt wurde als Prozessparameter schlussendlich Parameter 21 mit einer VED von 65 J/mm^3 .

Weiters wurde die Erkenntnis gewonnen, dass die Präparationsmethode erheblichen Einfluss auf die Erkennbarkeit von Rissen und Poren in AM-Proben im Lichtmikroskop hat. Als Abhilfe wurde eine schonendere Präparationsmethode herangezogen, die vorhandene Risse für die Betrachtung im Lichtmikroskop sichtbar macht.

Durch REM-Untersuchungen wurden in den Bruchflächen von Zugproben Rissnetzwerke und Strukturen, die definitiv mit dem SLM-Prozess verknüpft sind gefunden, die in Kombination mit Mikrosondenmessungen den Schluss zulassen, dass diese Risse auf den vorhandenen Schwefel zurückgeführt werden können. Die auftretenden Heißrisse mehren sich, wenn die VED des verwendeten Prozessparameters ansteigt, was dadurch begründet werden kann, dass das für die Heißrisse verantwortliche FeS-Eutektikum durch den erhöhten Energieeintrag länger im flüssigen Zustand gehalten wird. Dies führt zur vermehrten Rissausbildung bei höheren Energieeinträgen.

- **Mechanische Kennwerte**

Die Härte des vergüteten AM-Materials weist, mit Ausnahme der Abweichungen im bei 200°C -angelassenen Zustand, ein ähnliches Level wie der 16MnCr5 auf. Der *AsBuilt*-Zustand fällt durch niedrigere Härte und im Folgenden auch niedrigere Festigkeitswerte auf. Die aus dem Zugversuch ermittelte geringere Festigkeit ($R_m, R_{p0,2}$) sowie Duktilität (A_5, Z) des AM-Materials kann durch die vorhandenen Risse im AM-Material erklärt werden. Die im Vergleich zum 16MnCr5 geringeren Kerbschlagarbeiten des vergüteten AM-Materials werden ebenso durch die vorhandenen Risse begründet. Dass die Kerbschlagarbeit im *AsBuilt*-Zustand auf unter 10 J fällt, kann zusätzlich zu den vorhandenen Rissen auf die inhomogene Gefügestruktur zurückgeführt werden.

Die verbesserte Einhärtbarkeit des AM-Materials im Vergleich zum 16MnCr5 kommt durch die rauere (und damit größere) Oberfläche, die ein erhöhtes Kohlenstoffangebot für die Diffusion ins Materialinnere bietet, zustande.

- **Gefügeuntersuchungen**

Das AM-Material weist im *AsBuilt*-Zustand ein für additiv gefertigte Werkstoffe typisches Schweißraupengefüge auf. Dieses setzt sich aus martensitischen Bereichen innerhalb der Schweißraupen und aus Übergangsbereichen zwischen den Raupen zusammen. Zusätzlich sind Poren und Heißrisse im additiv gefertigten Material zu sehen. Durch das Vergüten homogenisiert sich die Mikrostruktur, jedoch besteht das Gefüge aus den gleichen Bestandteilen. Die Übergangszonen, die in der durchgeführten Beraha-I-Ätzung (Abbildung 6.10) bläulich erscheinen, könnten entweder aus angelassenem Martensit, Bainit oder einer Mischung aus beiden Gefügebestandteilen bestehen. Um diesbezüglich eine eindeutige Aussage treffen zu können, wären weiterführende Untersuchungen notwendig. Die gleichen Gefügebestandteile wurden im 16MnCr5 festgestellt, dieser weist jedoch keine Poren und Risse auf.

Das Gefüge der einsatzgehärteten Proben besteht in allen Fällen aus einer karbidrei-

chen Zone am äußersten Rand, die über eine Schicht aus kohlenstoffreichem Martensit in das Kerngefüge übergeht. Dieses besteht wiederum aus den gleichen Bestandteilen wie die nicht einsatzgehärteten Proben (kohlenstoffarmer Martensit und angelassener Martensit bzw. Bainit). Die Breite der karbidreichen Zone unterscheidet sich zwischen den Materialien. Der 16MnCr5 weist eine sehr dünne Schicht auf, die mit der verringerten Einhärtbarkeit im Vergleich zum AM-Material, welches eine weitaus breitere Karbidschicht aufweist, zusammenhängt.

Ausblick

Eine weitere Optimierung der Prozessparameter, z.B durch eine Senkung der VED, dürfte weiterhin zu rissbehafteten Proben führen. Dies kann durch die hohen Schwefelgehalte in Kombination mit einem Laserschweißprozess begründet werden. Des Weiteren sind Variationen der Plattformtemperatur beim Fertigen schwefelhaltiger AM-Materialien wenig erfolgversprechend, da durch eine Erhöhung der Plattformtemperatur, die einem Energieeintrag in Form von Wärme entspricht, das für die Heißrisse verantwortliche FeS-Eutektikum länger flüssig gehalten wird. Dadurch verlängert sich die Zeit, in der sich niedrigschmelzende Phasen an den Korngrenzen des Materials anlagern können und durch thermisch bedingte Spannungen beim Abkühlen zum Auftreten von Rissen führen.

Um die Heißrisse, die für die schlechtere Performance des AM-Materials im Vergleich zum 16MnCr5 verantwortlich sind, zu vermeiden und rissfreie Bauteile herstellen zu können, sollte im Zuge der Legierungsweiterentwicklung eine schwefelfreie Variante des vorliegenden Materials herangezogen werden.

Um die Beurteilung der Mikrostruktur additiv gefertigter Proben mithilfe eines Lichtmikroskops durchführen zu können, muss eine schonendere Präparationsmethode gewählt werden. Dies bezieht sich vorrangig auf den Schleifprozess. Hierbei ist darauf zu achten, dass die eingebrachte Verformung durch die anschließenden Feinschleif- und Polierschritte ausreichend ausgeglichen werden kann. Zusätzlich sollte die Kraftbeaufschlagung beim Polieren verringert und die Polierzeit erhöht werden. Als Grundlage für eine solche Änderung der Präparationsmethode additiv gefertigter Proben im Vergleich zu konventionell gefertigten, und damit im Allgemeinen riss- und porenfreien Proben, dient die in Kapitel 3.3.3 angeführte Methode 2.

Um reproduzierbare Härtewerte an AM-Materialien messen zu können, sollten die angewandten Methoden an die besonderen Gefügeinhomogenitäten (z.B. Poren), die im Allgemeinen bei konventionell gefertigten Materialien nicht auftreten, adaptiert werden. Dies könnte z.B. in Form von Mikro- oder Nanohärtmessungen (Nanoindentierung) zusätzlich zur Makrohärtmessung (z.B. HRC) durchgeführt werden.

Aufgrund der sehr feinen Gefügebildung durch den Mikroschweißprozess bieten sich zusätzlich zur Lichtmikroskopie vor allem EBSD-Messungen zur Beurteilung der Mikrostruktur an.

Literaturverzeichnis

- [1] SLM Solutions Group AG. <https://slm-solutions.de>, abgerufen am 24. Januar 2018.
- [2] M. Schmid. *Additive Fertigung mit Selektivem Lasersintern (SLS): Prozess-und Werkstoffüberblick*. Springer-Verlag, 2015.
- [3] I. Gibson, D. Rosen, and B. Stucker. *Additive Manufacturing Technologies Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing*. Springer, 2010.
- [4] S. Rahmati, F. Abbaszadeh, and F. Farahmand. An improved methodology for design of custom-made hip prostheses to be fabricated using additive manufacturing technologies. *Rapid Prototyping Journal*, 18(5):389–400, 2012.
- [5] M. Crons-kär, M. Bäckström, and L. Rännar. Production of customized hip stem prostheses—a comparison between conventional machining and electron beam melting (ebm). *Rapid Prototyping Journal*, 19(5):365–372, 2013.
- [6] J. Kruth, B. Vandenbroucke, J. Van Vaerenbergh, and I. Naert. Digital manufacturing of biocompatible metal frameworks for complex dental prostheses by means of sls/slm. *Proc. VRAP, Leiria*, pages 139–146, 2005.
- [7] J. Mazumder, J. Choi, K. Nagarathnam, J. Koch, and D. Hetzner. The direct metal deposition of h13 tool steel for 3-d components. *JOM*, 49(5):55–60, 1997.
- [8] KOMET GROUP GmbH. <https://www.kometgroup.com>, abgerufen am 26. Februar 2018.
- [9] R. Liu, Z. Wang, T. Sparks, F. Liou, and J. Newkirk. Aerospace applications of laser additive manufacturing. In : *Laser Additive Manufacturing*, pages 351–371. Elsevier, 2017.
- [10] E. Atzeni and A. Salmi. Economics of additive manufacturing for end-usable metal parts. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 62(9-12):1147–1155, 2012.
- [11] B. Conner, G. Manogharan, A. Martof, L. Rodomsky, C. Rodomsky, D. Jordan, and J. Limperos. Making sense of 3-d printing: Creating a map of additive manufacturing products and services. *Additive Manufacturing*, 1-4:64 – 76, 2014.
- [12] Concept Laser GmbH. <https://www.concept-laser.de>, abgerufen am 24. Januar 2018.
- [13] Siemens AG - Division Power and Gas. <https://www.siemens.com/>, abgerufen am 26. Februar 2018.
- [14] EOS GmbH - Electro Optical Systems. <https://www.eos.info>, abgerufen am 24. Januar 2018.
- [15] S. Kumar. 10.05 - selective laser sintering/melting. In : *Comprehensive Materials Processing*, pages 93 – 134. Elsevier, Oxford, 2014.
- [16] D. Herzog, V. Seyda, E. Wycisk, and C. Emmelmann. Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia*, 117:371 – 392, 2016.
- [17] Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik. <https://www.iws.fraunhofer.de>, abgerufen am 24. Januar 2018.
- [18] T. Töppel, B. Müller, K. Hoeren, and G. Witt. Eigenspannungen und Verzug beim additiven Laserstrahlschmelzen. *Schweißen und Schneiden*, 68(4):176–186, 2016.

- [19] U. Dilthey. *Laserstrahlschweißen: Prozesse, Werkstoffe, Fertigung und Prüfung; Handbuch zum BMBF-Projektverband „Qualifizierung von Laserverfahren“ im Rahmen des Förderkonzeptes Laser 2000*. Verlag für Schweißen und Verwandte Verfahren, DVS-Verlag, 2000.
- [20] G. Schulze. *Die Metallurgie des Schweißens: Eisenwerkstoffe-Nichteisenmetallische Werkstoffe*. Springer-Verlag, 2009.
- [21] E. Brandl, U. Heckenberger, V. Holzinger, and D. Buchbinder. Additive manufactured als10mg samples using selective laser melting (slm): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. *Materials & Design*, 34:159–169, 2012.
- [22] W. Schatt, K. Wieters, and B. Kieback. *Pulvermetallurgie*. Springer, 2007.
- [23] J. Dawes, R. Bowerman, and R. Trepleton. Introduction to the additive manufacturing powder metallurgy supply chain. *Johnson Matthey Technology Review*, 59(3):243–256, 2015.
- [24] L. Antony and R. Reddy. Processes for production of high-purity metal powders. *JOM*, 55(3):14–18, 2003.
- [25] PyroGenesis Canada Inc. <https://http://www.pyrogenesis.com/>, abgerufen am 15. Februar 2018.
- [26] voestalpine Edelstahl GmbH & Co KG. Sicherheitsdatenblatt gemäß Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 - Stoffname / Handelsname: AMPO Additive Manufacturing Powder <150 µm, erstellt am 14. Juli 2016.
- [27] S. Wallner. Comparison of Characterization Technologies for Properties of Metal Powders used in Additive Manufacturing. *voestalpine Edelstahl GmbH & Co KG, Metal Additive Manufacturing Conference 2016, Linz, Austria*, 2016.
- [28] J. Slotwinski, E. Garboczi, P. Stutzman, C. Ferraris, S. Watson, and M. Peltz. Characterization of metal powders used for additive manufacturing. *Journal of research of the National Institute of Standards and Technology*, 119:460, 2014.
- [29] J. Peterson and W. Small. Evaluation of metal powders using arnold density meter and hall flowmeter. *Powder Metallurgy*, 37(1):37–41, 1994.
- [30] M. Gey. *Instrumentelle Analytik und Bioanalytik: Biosubstanzen, Trennmethode, Strukturanalytik, Applikationen*. Springer-Verlag, 2015.
- [31] J. Nölte. *ICP Emissionsspektrometrie für Praktiker: Grundlagen, Methodenentwicklung, Anwendungsbeispiele*. John Wiley & Sons, 2012.
- [32] ELTRA GmbH. <https://www.eltra.com/>, abgerufen am 20. März 2018.
- [33] LECO Instrumente GmbH. <https://de.leco-europe.com/>, abgerufen am 20. März 2018.
- [34] Anton Paar Austria GmbH. <https://www.anton-paar.com/>, abgerufen am 20. Februar 2018.
- [35] A. Gebhardt. *Understanding additive manufacturing: rapid prototyping-rapid tooling-rapid manufacturing*. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG, 2012.
- [36] F. Klocke. *Fertigungsverfahren 5: Gießen, Pulvermetallurgie, Additive Manufacturing*. Springer-Verlag, 2015.

- [37] M. Averyanova, E. Cicala, P. Bertrand, and D. Grevey. Optimization of selective laser melting technology using design of experiments method. In : *Innovative Developments in Virtual and Physical Prototyping: Proceedings of the 5th International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping, Leiria, Portugal, 28 September-1 October*, volume 2011, page 459, 2011.
- [38] I. Yadroitsev, A. Gusarov, I. Yadroitsava, and I. Smurov. Single track formation in selective laser melting of metal powders. *Journal of Materials Processing Technology*, 210(12):1624–1631, 2010.
- [39] H. Gong, H. Gu, K. Zeng, J. Dilip, D. Pal, B. Stucker, D. Christiansen, J. Beuth, and J. Lewandowski. Melt pool characterization for selective laser melting of ti-6al-4v pre-alloyed powder. In : *Solid freeform fabrication symposium*, pages 256–267, 2014.
- [40] P. Laakso, T. Riipinen, A. Laukkanen, T. Andersson, A. Jokinen, A. Revuelta, and K. Ruusuvoori. Optimization and simulation of slm process for high density h13 tool steel parts. *Physics Procedia*, 83:26–35, 2016.
- [41] A. Matsunawa, J. Kim, N. Seto, M. Mizutani, and S. Katayama. Dynamics of keyhole and molten pool in laser welding. *Journal of laser applications*, 10(6):247–254, 1998.
- [42] S. Sun, M. Brandt, and M. Easton. Powder bed fusion processes: An overview. In : *Laser Additive Manufacturing*, pages 55–77. Elsevier, 2017.
- [43] Q. Liu, J. Elambasseril, S. Sun, M. Leary, M. Brandt, and P. Sharp. The effect of manufacturing defects on the fatigue behaviour of ti-6al-4v specimens fabricated using selective laser melting. In : *Advanced Materials Research*, volume 891, pages 1519–1524. Trans Tech Publ, 2014.
- [44] L. Lam, D. Zhang, Z. Liu, and C. Chua. Phase analysis and microstructure characterisation of als10mg parts produced by selective laser melting. *Virtual and Physical Prototyping*, 10(4):207–215, 2015.
- [45] K. Prashanth, S. Scudino, H. Klauss, K. Surreddi, L. Löber, Z. Wang, A. Chaubey, U. Kühn, and J. Eckert. Microstructure and mechanical properties of al-12si produced by selective laser melting: Effect of heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 590:153–160, 2014.
- [46] T. Niendorf, S. Leuders, A. Riemer, H. Richard, T. Tröster, and D. Schwarze. Highly anisotropic steel processed by selective laser melting. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 44(4):794–796, 2013.
- [47] T. Mower and M. Long. Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials. *Materials Science and Engineering: A*, 651:198 – 213, 2016.
- [48] F. Trevisan, F. Calignano, M. Lorusso, J. Pakkanen, A. Aversa, M. Ambrosio, E. and Lombardi, P. Fino, and D. Manfredi. On the selective laser melting (slm) of the als10mg alloy: Process, microstructure, and mechanical properties. *Materials*, 10(1):76, 2017.
- [49] 3DHubs. <https://www.3dhubs.com>, abgerufen am 17. März 2018.
- [50] P. Mercelis and J. Kruth. Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid prototyping journal*, 12(5):254–265, 2006.
- [51] M. Shiomi, K. Osakada, K. Nakamura, T. Yamashita, and F. Abe. Residual stress within metallic model made by selective laser melting process. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, 53(1):195–198, 2004.

- [52] M. Agarwala, D. Bourell, J. Beaman, H. Marcus, and J. Barlow. Post-processing of selective laser sintered metal parts. *Rapid Prototyping Journal*, 1(2):36–44, 1995.
- [53] S. Leuders, M. Thöne, A. Riemer, T. Niendorf, T. Tröster, H. Richard, and H. Maier. On the mechanical behaviour of titanium alloy tial6v4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance. *International Journal of Fatigue*, 48:300–307, 2013.
- [54] H. Zoch. *Handbuch Wärmebehandeln und Beschichten*. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG, 2015.
- [55] V. Läßle. *Wärmebehandlung des Stahls:[Grundlagen, Verfahren und Werkstoffe; mit Aufgabensammlung]*. Verlag Europa-Lehrmittel, 2010.
- [56] W. Bleck, F. Brühl, and RWTH Aachen Institut für Eisenhüttenkunde. *Werkstoffkunde Stahl für Studium und Praxis*. Mainz, 2010.
- [57] American Society for Testing and Materials - ASTM. <https://www.astm.org>, abgerufen am 04. April 2018.
- [58] EMCO-TEST PRÜFMASCHINEN GMBH. <https://www.emcotest.com>, abgerufen am 28. Juli 2018.
- [59] Informationen über Stahl für Metallografen. <http://www.metallograf.de/>, abgerufen am 08. August 2018.
- [60] H. Berns and W. Theisen. *Eisenwerkstoffe-Stahl und Gusseisen*. Springer, 2008.
- [61] E. Houdremont. *Handbuch der Sonderstahlkunde*. Springer-Verlag, 2013.
- [62] W. Sames, F. List, R. Pannala, S. and Dehoff, and S. Babu. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. *International Materials Reviews*, 61(5):315–360, 2016.
- [63] H. Qi, M. Azer, and A. Ritter. Studies of standard heat treatment effects on microstructure and mechanical properties of laser net shape manufactured inconel 718. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40(10):2410–2422, 2009.
- [64] H. Bargel and G. Schulze. *Werkstoffkunde*. Springer-Verlag, 2008.
- [65] W. Weißbach. *Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung*. Springer-Verlag, 2010.
- [66] H. Oettel and H. Schumann. *Metallografie: mit einer Einführung in die Keramografie*. John Wiley & Sons, 2011.
- [67] G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer-Verlag, 2007.

Appendix

Tabelle 6.1: Porositätswerte DOE1 (VED = 61...89 J/mm³) und DOE2 (57...97 J/mm³).

DOE	Probenbezeichnung	Porosität [%]	Standardabweichung [%]
1	1	0,45	0,14
1	2	0,32	0,12
1	3	0,19	0,04
1	12	0,26	0,14
1	13	0,17	0,10
1	14	0,14	0,05
1	15	0,14	0,04
1	16	0,22	0,11
1	17	0,38	0,21
1	18	0,29	0,14
1	19	0,27	0,16
1	20	- ⁴	-
1	21	0,08	0,03
1	22	0,21	0,12
1	23	0,18	0,15
1	24	0,25	0,09
1	25	- ⁴	-
1	26	0,32	0,29
1	27	0,33	0,28
2	4	0,21	0,13
2	5	0,17	0,08
2	6	0,23	0,13
2	7	0,28	0,11
2	8	0,25	0,07
2	9	0,26	0,15
2	10	0,15	0,06
2	11	0,30	0,03
2	28	0,07	0,03
2	29	0,07	0,04
2	30	0,15	0,06
2	31	0,14	0,10
2	32	0,04	0,03
2	33	0,03	0,03
2	34	0,07	0,05
2	35	0,08	0,04

⁴Probenfertigung im SLM-Prozess abgebrochen.

Tabelle 6.2: Porositätswerte DOE3 (VED = 65...76 J/mm³) und DOE4 (65...76 J/mm³).

DOE	Probenbezeichnung	Porosität [%]	Standardabweichung [%]
3	B1	0,07	0,05
3	B2	0,10	0,04
3	B3	0,08	0,02
3	B4	0,18	0,07
3	B5	0,26	0,08
3	B6	0,24	0,11
3	B7	0,13	0,02
3	B8	0,11	0,02
3	B9	0,08	0,03
3	B10	0,14	0,03
3	B11	0,20	0,04
3	B12	0,17	0,05
3	B13	0,08	0,07
3	B14	0,14	0,05
3	B15	0,13	0,07
3	B16	0,05	0,03
3	B17	0,12	0,04
3	B18	0,09	0,03
4	C1	0,24	0,08
4	C2	0,18	0,06
4	C3	0,22	0,11
4	C4	0,24	0,09
4	C5	0,19	0,05
4	C6	0,23	0,06
4	C7	0,23	0,06
4	C8	0,19	0,04
4	C9	0,24	0,13
4	C11	0,22	0,07
4	C13	0,22	0,05
4	C15	0,28	0,17
4	C17	0,23	0,07
4	C18	0,20	0,05
4	C19	0,18	0,07
4	C20	0,13	0,06
4	C21	0,27	0,04
4	C22	0,27	0,12
4	C23	0,27	0,08
4	C24	0,24	0,07
4	B02	0,19	0,08
4	B09	0,22	0,07
4	B13	0,15	0,05

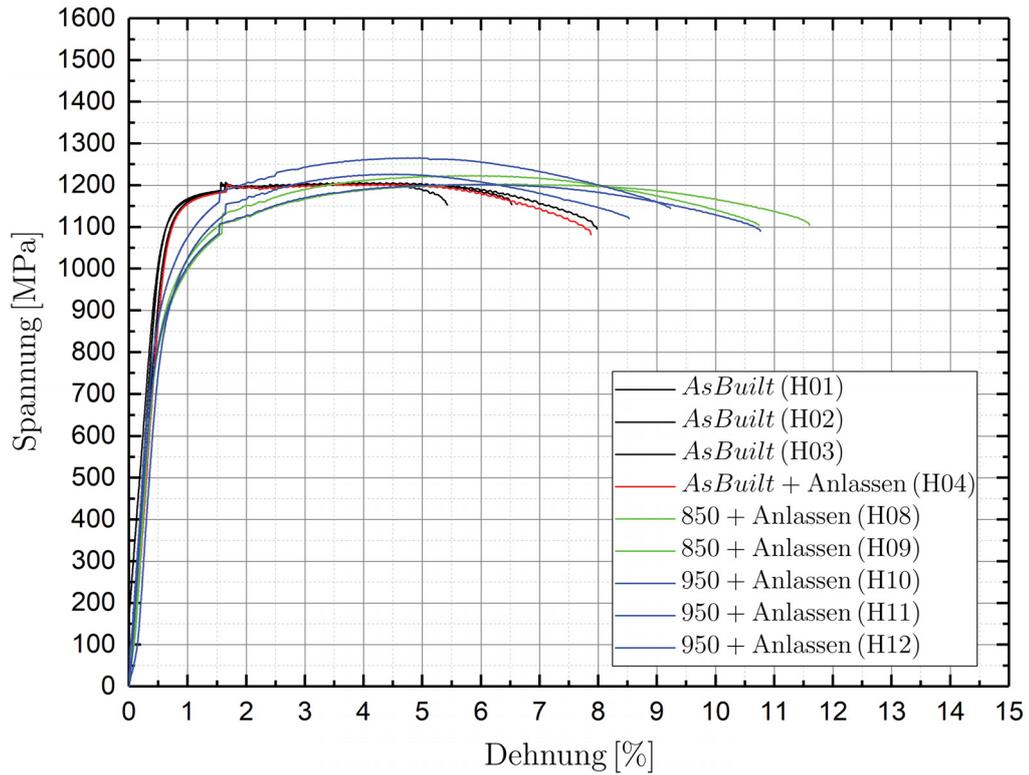
Tabelle 6.3: Porositätswerte DOE4 (VED = 67...75 J/mm³) - Parameter 32, 33, 34 und 35.

DOE	Probenbezeichnung	Porosität [%]	Standardabweichung [%]
4	32_02	0,19	0,08
4	32_03	0,18	0,05
4	32_04	0,20	0,03
4	33_02	0,07	0,03
4	33_03	0,09	0,01
4	33_04	0,10	0,01
4	34_02	0,06	0,01
4	35_02	0,12	0,03

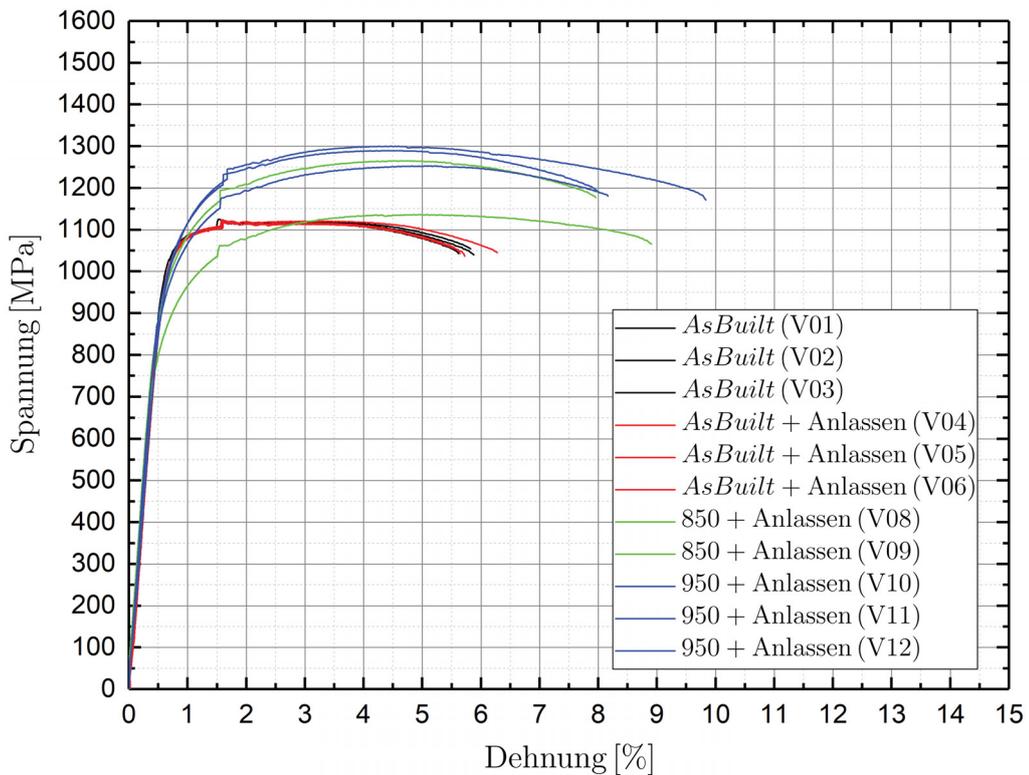
Tabelle 6.4: Porositätswerte DOE5 (VED = 55...63 J/mm³), DOE5.1 (51...64 J/mm³) und DOE5.2 (57...65 J/mm³).

DOE	Probenbezeichnung	Porosität [%]	Standardabweichung [%]
5	D1...D14 und D16...D18	⁵	-
5	D15	1,88	0,35
5.1	E1	0,50	0,21
5.1	E2	0,56	0,13
5.1	E3	0,41	0,17
5.1	E4	0,36	0,24
5.1	E5	0,27	0,04
5.1	E6	0,16	0,02
5.1	E7	0,23	0,07
5.1	E8	0,26	0,09
5.1	E9	0,18	0,04
5.1	E10	0,23	0,08
5.1	E11	0,19	0,04
5.1	E12	0,14	0,04
5.1	E13	0,25	0,07
5.1	E14	0,26	0,08
5.1	E15	0,37	0,09
5.1	E16	0,51	0,16
5.1	E17	0,30	0,09
5.1	E18	0,52	0,09
5.1	E19	0,47	0,21
5.1	E20	0,58	0,34
5.1	E21	0,57	0,15
5.1	E22	0,35	0,09
5.1	E23	0,75	0,18
5.1	E24	0,58	0,21
5.1	E25	0,32	0,08
5.2	F1...F15	⁶	-

⁵ Auswertung aufgrund ähnlich hoher Porositäten wie Probe D15 nicht durchgeführt.⁶ Auswertung aufgrund hoher Porositäten und Rissen nicht durchgeführt.

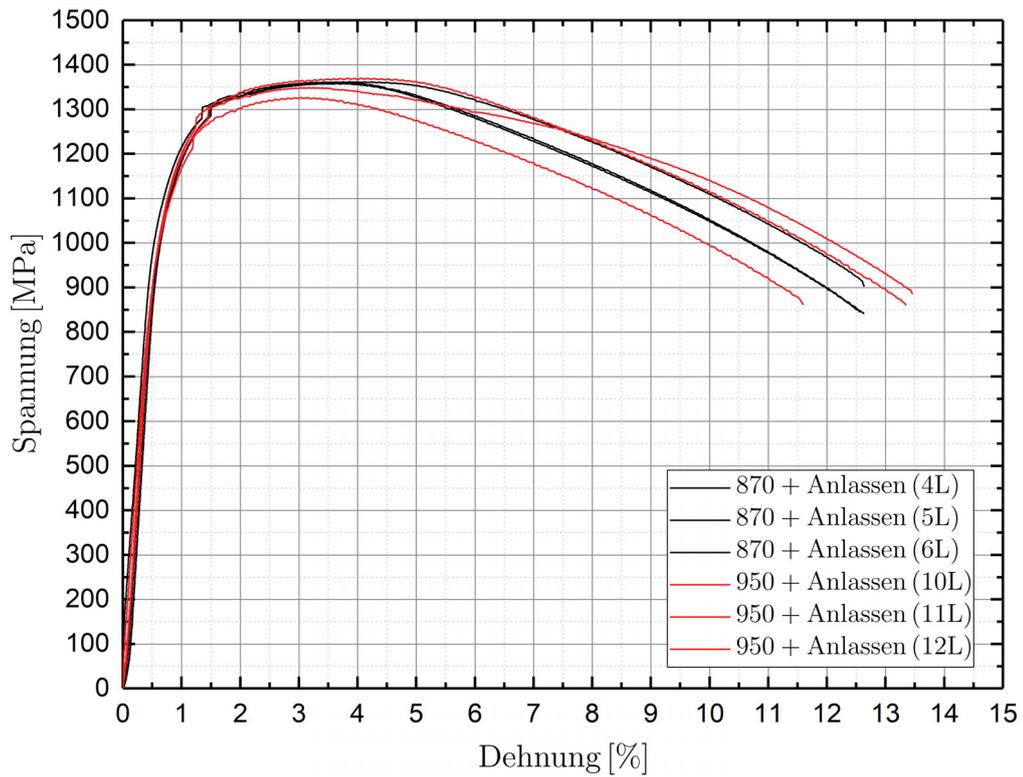


(a) Liegend gebaut

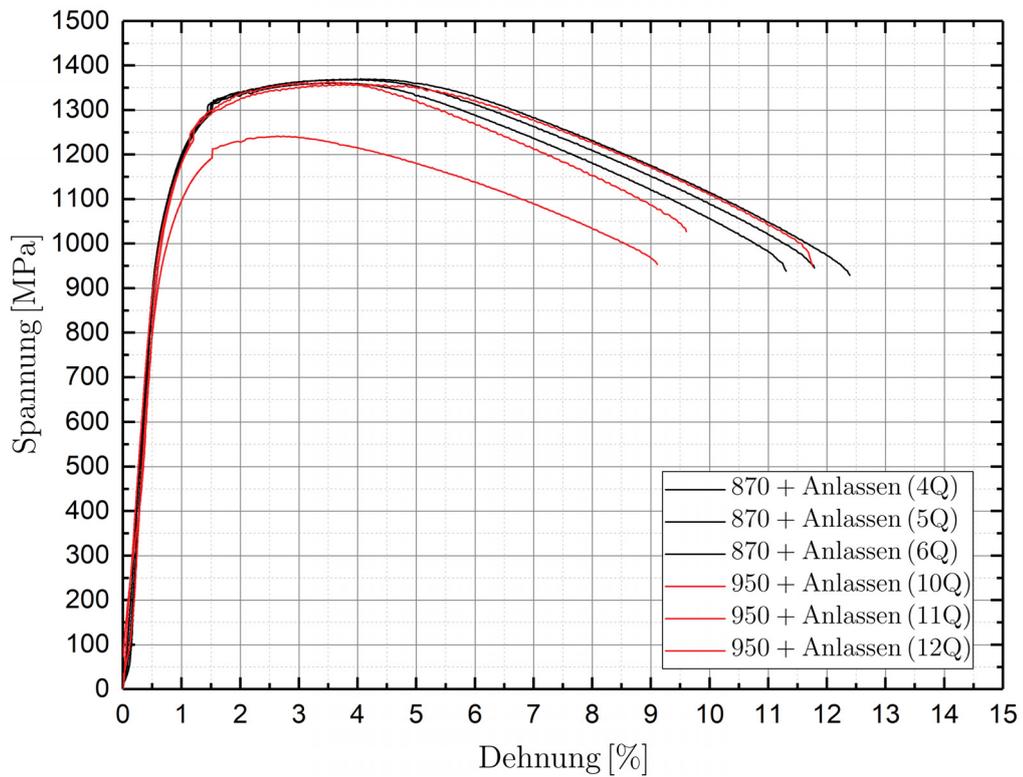


(b) Stehend gebaut

Abbildung 6.1: Vergleich der Zugversuchsergebnisse des AM-Materials - Liegend und stehend gebaut. Keine Kurven für die Proben H05, H06, H07 und V07 aufgrund eines messtechnischen Problems.



(a) Längsrichtung



(b) Querrichtung

Abbildung 6.2: Vergleich der Zugversuchsergebnisse des Referenzmaterials 16MnCr5 - Längs und quer zur Hauptverformungsrichtung.

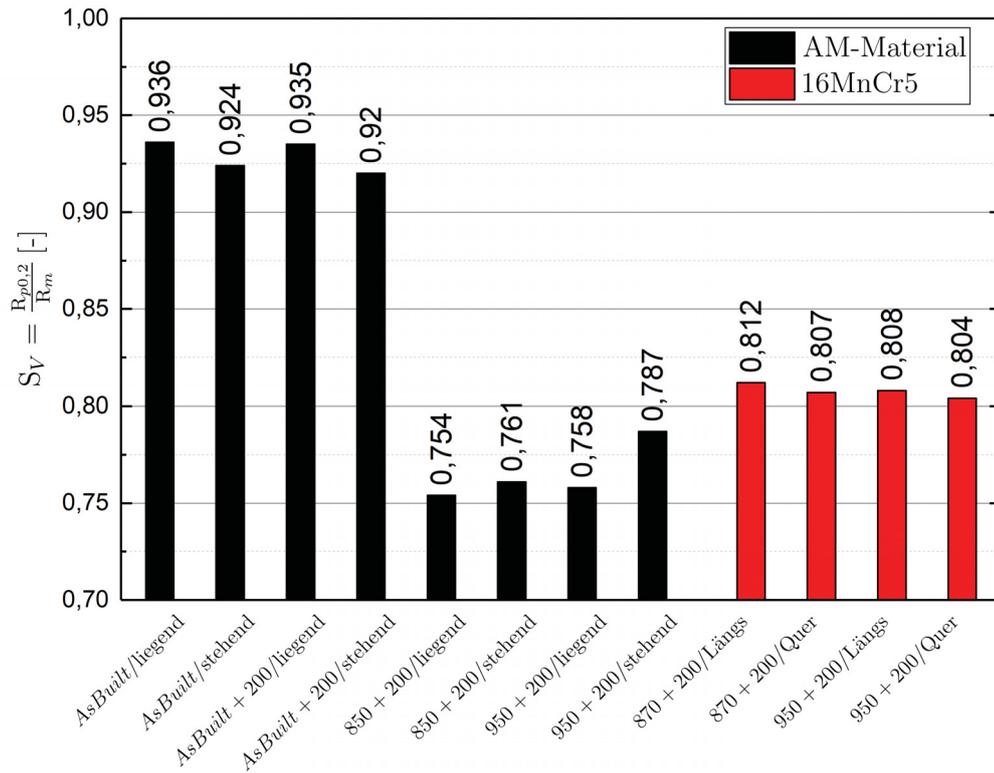


Abbildung 6.3: Vergleich der Streckgrenzenverhältnisse des AM-Materials und des 16MnCr5.

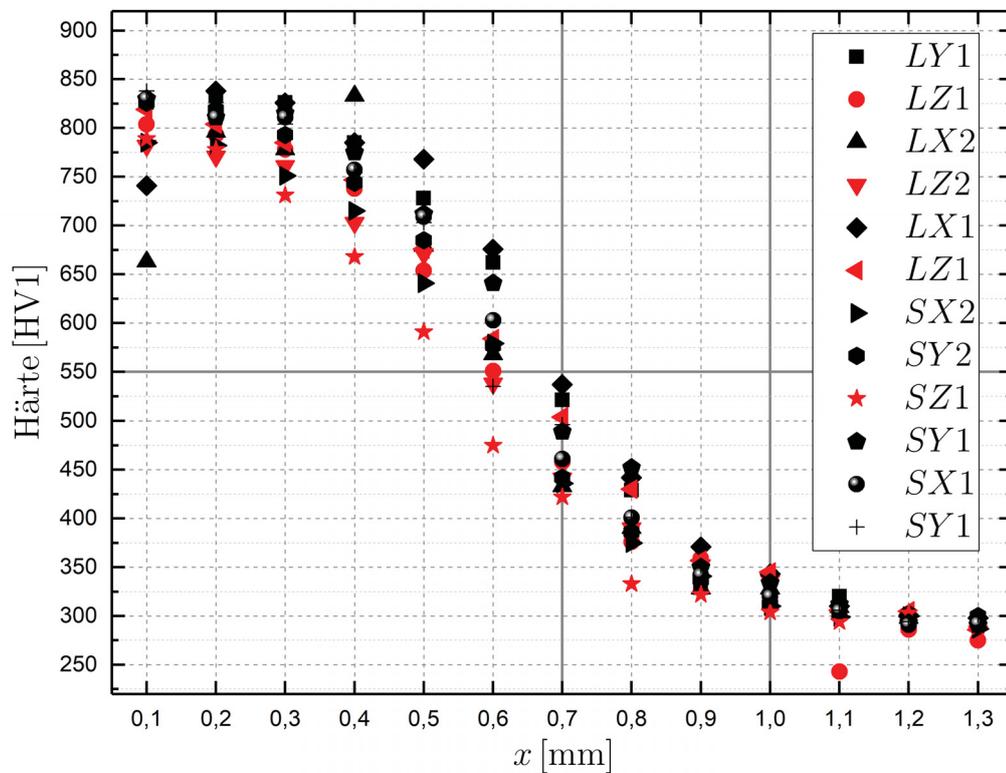
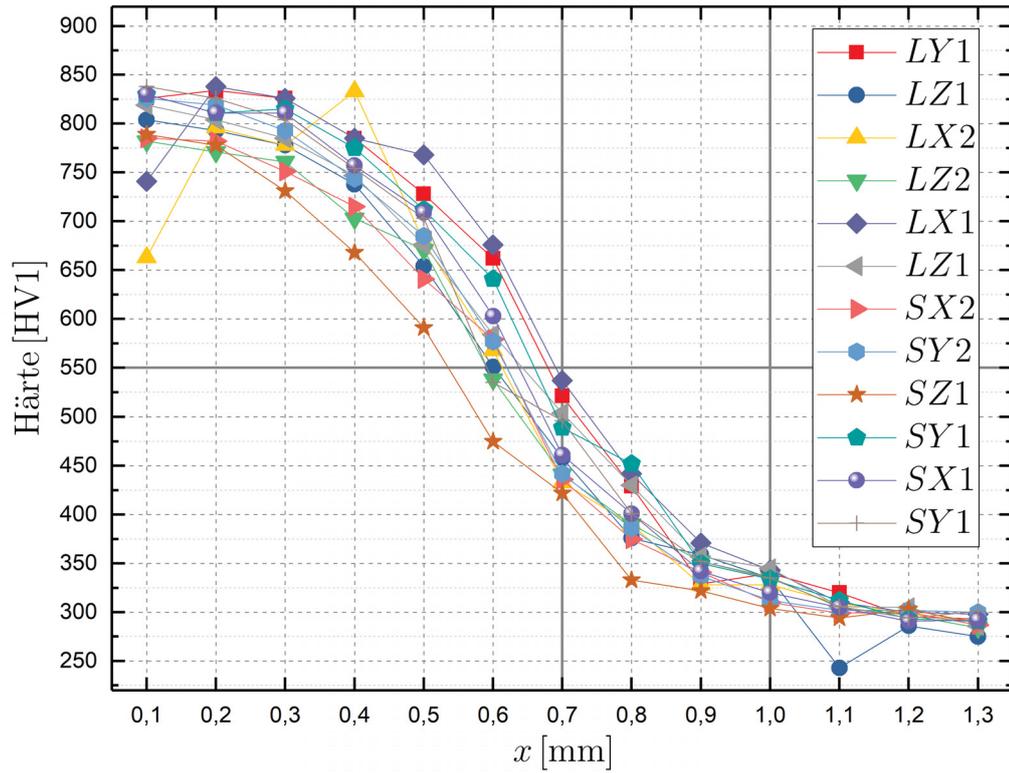
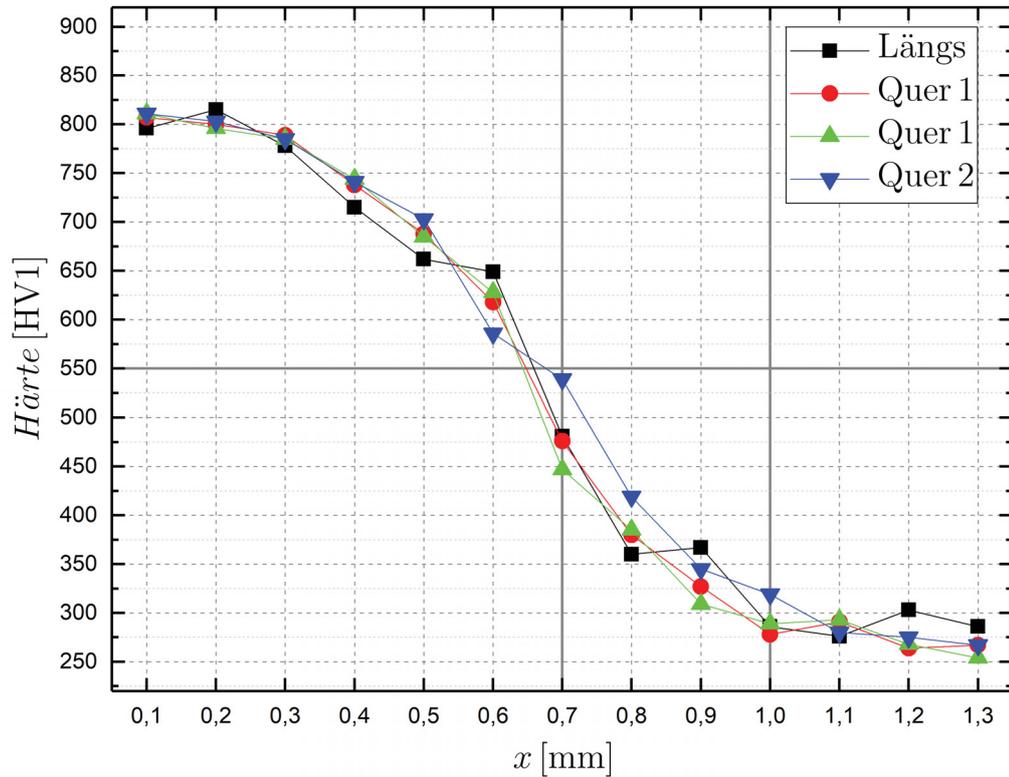


Abbildung 6.4: Einsatzhärteprofil des AM-Materials. Die schwarzen Punkte sind entlang von Härteverläufen in der Ebene parallel zur Bauplattform (X und Y) gemessen. Die roten Datenpunkte vertikal dazu (Z).

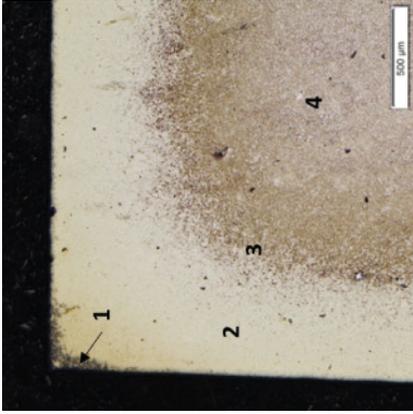


(a) AM-Material

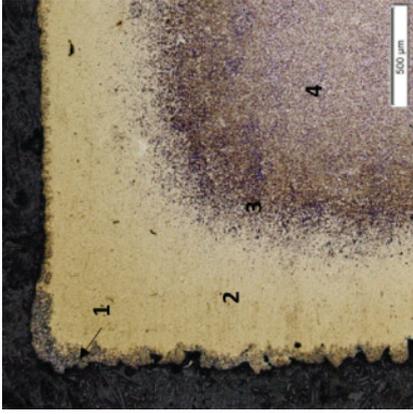


(b) 16MnCr5

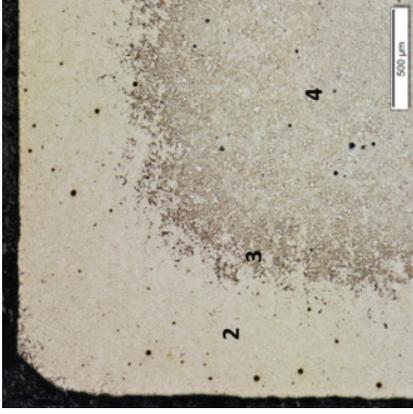
Abbildung 6.5: Gemessene Einsatzhärteprofile mit den einzelnen Messpunkten des AM-Materials und des 16MnCr5.



(a) AM-Material - geschliffen

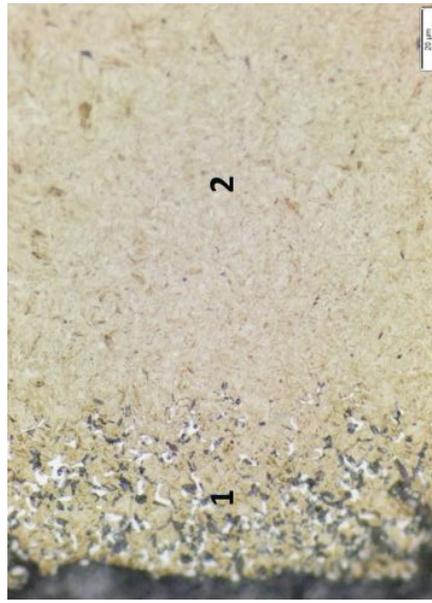


(b) AM-Material - ungeschliffen

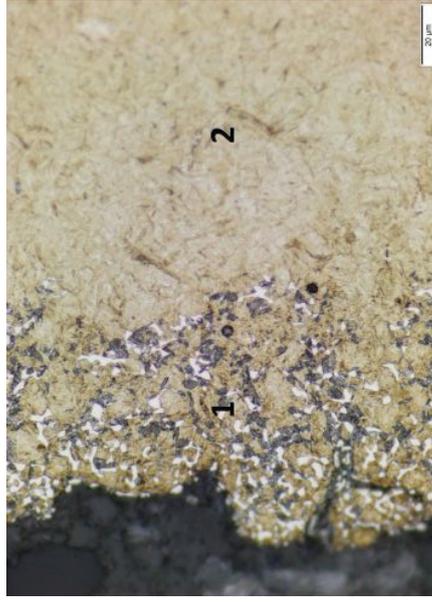


(c) Referenzmaterial 16MnCr5

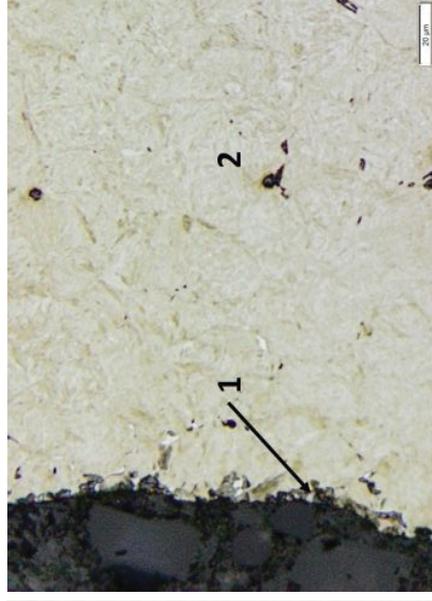
Abbildung 6.6: Übersichtsaufnahmen der Ecken ausgewählter einsatzgehärteter Proben. Bestandteile: 1...Karbide, 2...Martensit (C-reich), 3...Übergangsbereich, 4...Kerngefüge



(a) AM-Material - geschliffen

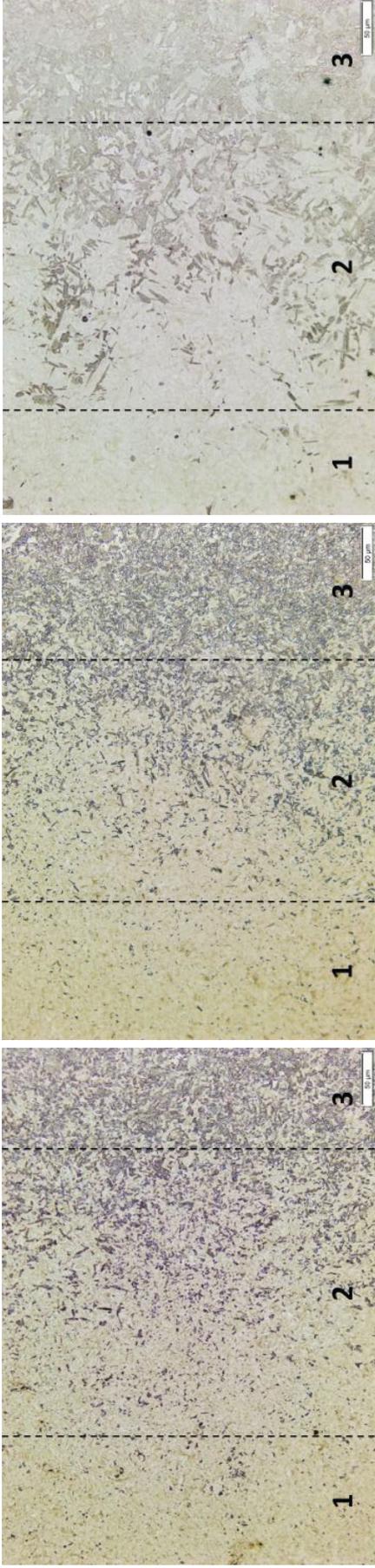


(b) AM-Material - ungeschliffen



(c) Referenzmaterial 16MnCr5

Abbildung 6.7: Randschichtgefüge ausgewählter einsatzgehärteter Proben. Bestandteile: 1...Karbide, 2...Martensit (C-reich).



(a) AM-Material - geschliffen

(b) AM-Material - ungeschliffen

(c) Referenzmaterial 16MnCr5

Abbildung 6.8: Gefügeaufnahmen des Übergangsbereichs (2) von C-reichem Martensit (1) auf das Kerngefüge (3).

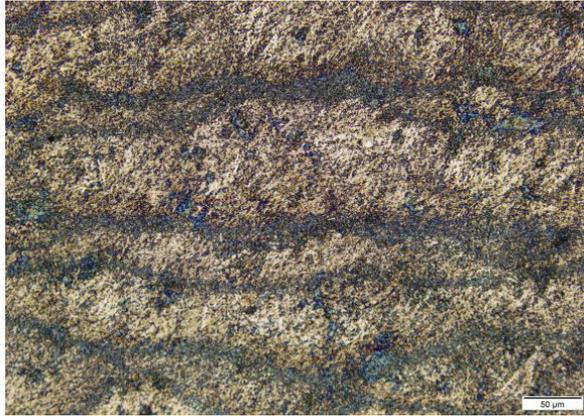


(a) AM-Material - geschliffen

(b) AM-Material - ungeschliffen

(c) Referenzmaterial 16MnCr5

Abbildung 6.9: Aufnahmen des Kerngefüges (Bainit und/oder angelassener C-armer Martensit) ausgewählter einatzgehärteter Proben.



(a) AM-Material - *AsBuilt*



(b) AM-Material - *AsBuilt* + Angelassen



(c) AM-Material im vergüteten Zustand (850 °C)



(d) 16MnCr5 im vergüteten Zustand (950 °C)

Abbildung 6.10: Gefügeaufnahmen (LIMI - Beraha-I-Ätzung) des AM-Materials und des 16MnCr5.