

Untersuchungen zur Temperaturleitfähigkeit additiv gefertigter Stahlproben in Abhängigkeit der relativen Dichte

Dennis Ochs, Kira-Kristin Wehnert, Kevin Knopp, Jürgen Hartmann, Alexander Versch, Alexander Schiffler

Short Facts

Projekt: ProDiMe – Projektgruppe digitale Anwendungen in der Metallverarbeitung

Projektlaufzeit: 2017–2020

1 EINLEITUNG

Das direkte Metall-Laser-Schmelzen (DMLS) aus der Familie der Additiven Fertigungsverfahren (AM) ermöglicht die schichtweise Erzeugung komplexer dreidimensionaler Geometrien mit hoher relativer Dichte unter Verwendung von Metallpulver als Ausgangsmaterial [1]. Die Technologie wird zunehmend eingesetzt, um innovative Bauteile material- und gewichtsparend herzustellen oder komplexe Produkte ohne zusätzliche Werkzeuge oder Spannvorrichtungen zu fertigen. Darüber hinaus sind Funktionsintegrationen, zum Beispiel Gussformen mit eingepprägten Kühlkanälen, möglich.

Da einzelne Metallpulverschichten auf vorhergehende Schichten aufgeschmolzen werden, entstehen während der Herstellung des Bauteils komplexe, zeitabhängige Temperaturprofile [2]. Durch den Einsatz hoher Laserintensitäten und Scangeschwindigkeiten, bei denen die Belichtungszeit der Laserbestrahlung im Bereich von Millisekunden liegt, werden zudem extrem hohe Aufheiz- und Abkühlraten induziert, die zu einzigartigen Mikrostrukturen und Materialeigenschaften führen [3].

Diese extremen Prozessbedingungen können sich jedoch auch negativ auf den Fertigungsprozess auswirken. Bei komplexen Bauteilen bleibt die Prozessstabilität und Qualitätssicherung Umfragen zufolge weiterhin die wichtigste technologische Barriere für den Einsatz additiv gefertigter Bauteile in hochbelasteten oder sicherheitsrelevanten Bereichen [4]. Daher verspricht der Zusammenhang zwischen Temperaturprofil während der Fertigung, relativer Dichte der Bauteile, sowie thermophysikalischer Eigenschaften additiv gefertigter Proben wichtige Erkenntnisse, insbesondere im Hinblick auf eine zerstörungsfreie Qualitätssicherung, sowie neue Anwendungsmöglichkeiten.

2 METHODE

2.1 Probenherstellung

Für die Herstellung der Teile wird eine EOS M290 Metalldruckanlage mit einem 400 W Faserlaser und einem Laserfokussdurchmesser von 100 μm verwendet. Die Proben werden mit einer Belichtungsstrategie bestehend aus einer rotierenden Streifenbelichtung mit einem kontinuierlichen Wechsel der Scanrichtung zwischen jeder aufeinanderfolgenden Schicht um einen Drehwinkel von 67 Grad hergestellt. Weiterhin werden die Probenflächen in 10 mm breite Streifen unterteilt und mit einem Streifenüberlapp von 80 μm alternierend belichtet. Die Belichtungsstrategie ist in Abbildung 1 schematisch dargestellt.

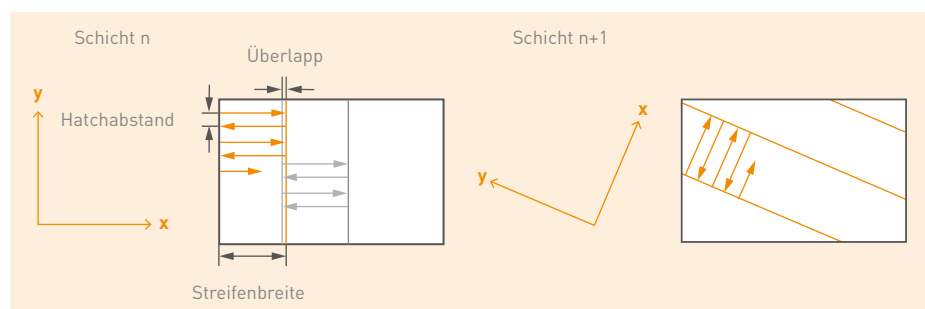


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Belichtungsstrategie

Weitere, für alle Proben konstante Prozessparameter sind eine Scangeschwindigkeit von 960 mm/s, eine Laserleistung von 285 W und eine Pulverschichtdicke von 40 μm . Als Material kommt EOS MaragingSteel MS1 mit einer Korngröße $\leq 63 \mu\text{m}$ zum Einsatz. Das Pulvermaterial entspricht dabei in Zusammensetzung der europäischen Klassifikation 1.2709. Die genaue Zusammensetzung ist in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: Materialzusammensetzung EOS MaragingSteel MS1 [5]

FE	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Cr	C	Mn, Si	P, S
Rest	17–19	8,5–9,5	4,5–5,2	0,6–0,8	0,05–0,15	$\leq 0,5$	$\leq 0,03$	$\leq 0,1$	$\leq 0,01$

Die thermische Analyse der Proben wird an einer Laser-Flash-Apparatur durchgeführt. Dazu werden zylinderförmige Proben mit einem Durchmesser von 12,7 mm und einer Höhe von 4 mm hergestellt. Um Proben mit unterschiedlichen relativen Dichten zu erzeugen, wird der Hatchabstand, welcher den Abstand zweier benachbarter Schmelzspuren beschreibt, variiert. Die Zuordnung der Hatchabstände und die daraus resultierenden volumetrischen Energiedichten sind in Tabelle 2 dargestellt. Zum Vergleich wird zudem eine CNC-gedrehte Probe aus konventionell hergestelltem 1.2709 mit der gleichen geometrischen Form verwendet, um die Temperaturleitfähigkeit mit den Werten der additiv gefertigten Proben zu vergleichen.

Tabelle 2: Probenbezeichnungen mit zugehörigen Hatchabständen und resultierender volumetrischer Energiedichte

Probenbezeichnung	Hatchabstand [mm]	volumetrische Energiedichte [J/mm^3]
Probe 1	1	7,42
Probe 2	0,5	14,84
Probe 3	0,25	26,69
Probe 4	0,11	67,47

2.2 Dichtemessung

Die relative Dichte der additiv gefertigten Probenkörper wird optisch bestimmt. Dazu werden die Proben metallographisch präpariert und anschließend ein Schliffbild erstellt. Aus dem Verhältnis von Porenfläche zur Fläche des Vollmaterials wird die relative Dichte bestimmt.

Da in der konventionellen Probe kein unvollständig aufgeschmolzenes Pulver im Probeninneren vorliegt, welches die Messung verfälscht, kann die relative Dichte hier nach dem archimedischen Prinzip über das Wägen an Wasser und an Luft ermittelt werden.

2.3 Prozessüberwachung

Das zur Prozessüberwachung eingesetzte System ist ein EOSTATE Exposure OT, welches zur Qualitätssicherung und -kontrolle bei der Produktion additiv gefertigter Teile entwickelt wurde. Das System enthält eine sCMOS-Kamera, welche die Prozessemissionen während der Belichtung mit 10 fps bei einer zentralen Wellenlänge von 900 nm und einem schmalen Bandpass von 25 nm erfasst. Anschließend werden die Werte der einzelnen Pixel über die Belichtungszeit der jeweiligen Schicht integriert. Durch die Korrelation der Helligkeit im Bild mit der berechneten Größe Strahlungsdichte $\times$ Zeit lassen sich Grauwertinformationen gewinnen, um den Prozess zu charakterisieren.

2.4 Laser-Flash-Analyse

Die Laser-Flash-Analyse kommt bei der Messung der Temperaturleitfähigkeit einer Vielzahl unterschiedlicher Materialien zum Einsatz. Ein Laserpuls erwärmt die Vorderseite einer planparallelen Probe und der daraus resultierende Temperaturanstieg auf der Rückseite der Probe wird in Abhängigkeit der Zeit detektiert. Je höher die Temperaturleitfähigkeit, desto schneller erreicht der Temperaturanstieg die Probenrückseite. Für den eindimensionalen, adiabatischen Fall wird die Temperaturleitfähigkeit aus dem rückseitigen Temperaturanstieg wie folgt berechnet [6].

$$a = 0,1388 \frac{d^2}{t_{0,5}} \quad (1)$$

Dabei beschreibt d den Probendurchmesser und $t_{0,5}$ die Halbwertszeit des maximalen Temperaturanstiegs. Gemessen werden vier additiv hergestellte Proben unterschiedlicher relativer Dichte sowie eine konventionell hergestellte Probe. Die Temperaturschritte betragen $\Delta T = 50 \text{ °C}$ über einen Temperaturbereich von $50 \text{ °C} - 1000 \text{ °C}$. Die nominelle Dichte des Materials wird auf $8,1 \text{ g/cm}^3$ und die spezifische Wärmekapazität zunächst auf einen konstanten Wert von $c_p = 450 \text{ J/kgK}$ eingestellt [5].

3 ERGEBNISSE

Die mittels DMLS hergestellten Proben sind in Abbildung 2 dargestellt. Aufgrund der unterschiedlichen Hatchabstände und den daraus resultierenden, unterschiedlichen volumetrischen Energiedichten, sind Proben mit unterschiedlichen relativen Dichten entstanden.



Abbildung 2: Darstellung der additiv hergestellten Proben und der konventionell hergestellten Probe von links nach rechts: Probe 1, Probe 2, Probe 3, Probe 4, konventionelle Probe

Je größer der Hatchabstand bei ansonsten konstanten Prozessparametern ist, desto geringer ist die volumetrische Energiedichte bei der Belichtung (vgl. Tabelle 2). Dies hat zur Folge, dass die Laserstrahlung das Metallpulver nicht mehr vollständig aufschmilzt. Folglich steigt

die Menge an unvollständig aufgeschmolzenem Pulver, sowie die Anzahl der Defekte und Einschlüsse, was zu einer Zunahme der Porosität und folglich zu einer Abnahme der relativen Dichte führt. Die Schliffbilder, anhand derer die relativen Dichten bestimmt wurden, sind in Abbildung 3 dargestellt. Die relativen Dichten der einzelnen Proben in Abhängigkeit von der volumetrischen Energiedichte sind weiterhin in Tabelle 3 aufgeführt.

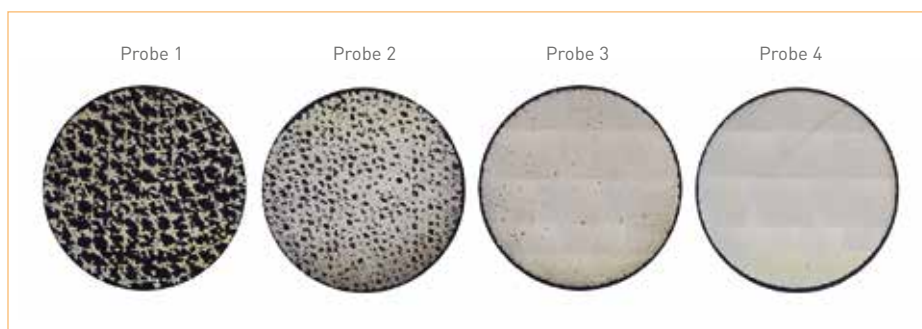


Abbildung 3: Schliffbilder der additiv gefertigten Proben. Das Material ist in grau, die Porenfläche in schwarz dargestellt

Tabelle 3: Zuordnung der Hatchabstände und der volumetrischen Energiedichten zu den resultierenden relativen Dichten, der Temperaturleitfähigkeit bei 200 °C und dem mittleren Grauwerten über alle Schichten

Probenbezeichnung	Hatchabstand [mm]	volumetrische Energiedichte [J/mm^3]	Relative Dichte [%]	durchschnittlicher Grauwert [–]	Temperaturleitfähigkeit bei 200 °C [mm^2/s]
Probe 1	1	7,42	42,3	1.692	1,299
Probe 2	0,5	14,84	82,2	3.317	2,583
Probe 3	0,25	29,69	99,1	8.219	4,462
Probe 4	0,11	67,47	99,7	26.134	5,120
konv. Probe	–	–	99,8	–	4,969

Die räumliche Temperaturverteilung während des Fertigungsprozesses lässt zudem Rückschlüsse auf den Prozess und die resultierenden Materialeigenschaften zu. Abbildung 4 zeigt beispielhaft ein integriertes OT-Bild des Prozessüberwachungssystems. In Anlehnung an das Planck'sche Strahlungsgesetz, das den Zusammenhang zwischen der Strahldichte der Wärmestrahlung pro Raumwinkel, Flächenelement und Wellenlängenintervall eines schwarzen Körpers und dessen Temperatur als Funktion der Wellenlänge beschreibt, können Unterschiede in der Pixel-Helligkeit prinzipiell auf Temperaturunterschiede während des Fertigungsprozesses zurückgeführt werden. Aufgrund der sich schnell ändernden Aggregatzustände, die zu wechselnden Emissionskoeffizienten im Schmelzbad führen, sowie der räumlich und zeitlich extremen Temperaturgradienten, ist es allerdings nicht einfach möglich, absolute Temperaturen zu bestimmen.

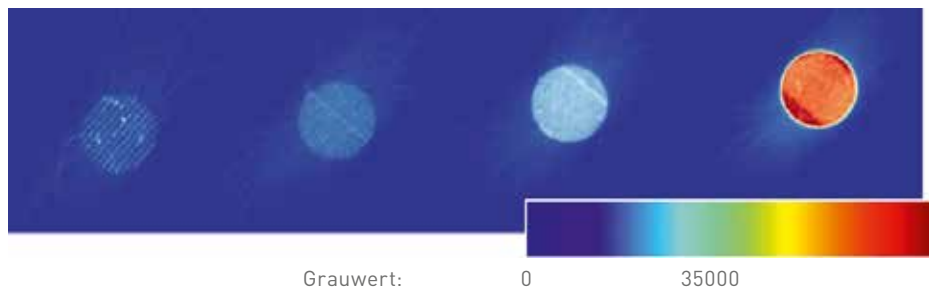


Abbildung 4: Integriertes Bild des Prozessüberwachungssystems für eine Schicht. Von links nach rechts: Probe 1, Probe 2, Probe 3, Probe 4

Da einige Pixel aufgrund der teilweise nah beieinanderliegenden Schmelzspuren und der daraus resultierenden Überlappung der Wärmeeinflusszonen während der Integrationszeit mehrere zeitlich versetzte Aufheiz- und Abkühlphasen beobachten, können die Grauwerte der einzelnen Pixel für jede Schicht zudem nicht auf eine einzige, absolute Verarbeitungstemperatur zu einem definierten Zeitpunkt bezogen werden.

Dennoch gilt: je höher die Temperatur während der Belichtung, desto höher ist die vom Schmelzbad und dem umgebenden Material abgegebene Strahldichte, welche folglich von der Thermografiekamera detektiert wird.

Abbildung 5 zeigt die gemittelten Grauwerte von Schicht 5–95 der vier additiv hergestellten Proben. Wie zuvor beschrieben steigen die ermittelten Grauwerte mit ansteigender volumetrischer Energiedichte.

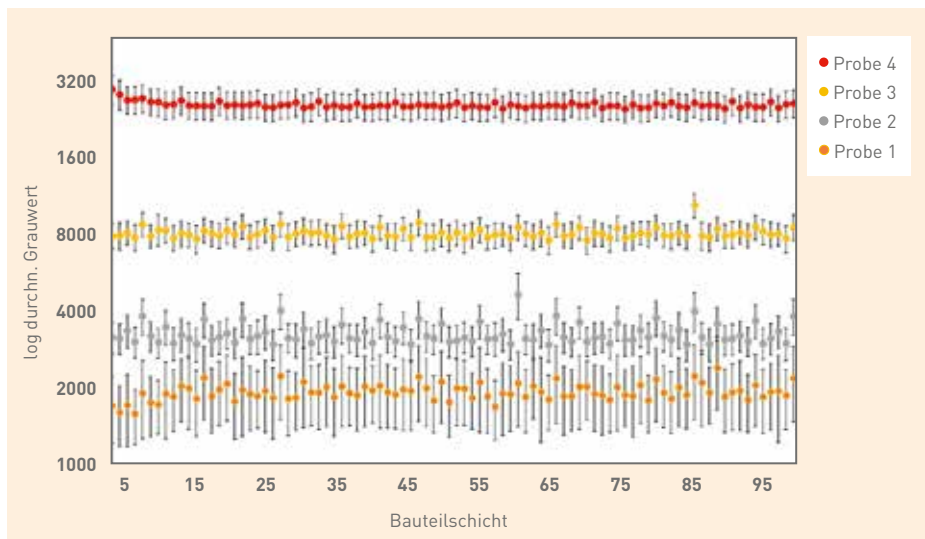


Abbildung 5: Mittlere Grauwerte des OT-Überwachungssystems für die Bauteilschichten 5–95

Da sich aufgrund der unterschiedlichen Hatchabstände allerdings nicht nur die in die einzelnen Schichten eingebrachte volumetrische Energiedichte ändert, sondern damit zusammenhängend sowohl Belichtungsfläche als auch in gleichem Maße auch Bearbeitungszeit des Lasers und somit Integrationszeit der OT-Bilder, erscheint es sinnvoll, die durchschnittlichen Grauwerte der einzelnen Schichtbilder in Abhängigkeit der Wegstrecke L_1

des Bearbeitungslasers darzustellen. Dabei ergibt sich aus einer Halbierung des Hatchabstandes eine Verdoppelung der Wegstrecke. Somit lassen sich die erhöhten durchschnittlichen Grauwerte der einzelnen Schichten aufgrund der mehr belichteten Fläche berücksichtigen und Rückschlüsse auf etwaige Temperaturunterschiede ziehen. Die Wegstrecke L_1 des Bearbeitungslasers in einer Schicht der Probe 1 mit einem Hatchabstand $\Delta y_1 = 1$ mm gilt dabei als Referenzwert. Im Folgenden sind die mittleren Grauwerte in Abhängigkeit der Wegstrecke L_1 des Bearbeitungslasers dargestellt.

Tabelle 4: Zusammenhang zwischen relativer Dichte und auf die Laser-Bearbeitungstrecke L_1 normierten Grauwerte

Probenbezeichnung	Relative Dichte	Mittlerer Grauwert (L_1)
Probe 1	42,3	1.692
Probe 2	82,2	1.658
Probe 3	99,1	2.055
Probe 4	99,7	2.875

Die Auswertung zeigt, dass sich die normierten mittleren Grauwerte und damit zusammenhängend die Prozesstemperatur der ersten beiden Proben nur gering unterscheiden. Grund dafür ist der große Hatchabstand und damit der große Abstand zweier benachbarter Schmelzspuren dieser Proben von 1 mm (Probe 1) bzw. 0,5 mm (Probe 2). Dadurch überlappen sich die Schmelzlinien, welche eine Schmelzbadbreite von etwa 180 μm – 200 μm haben, sowie deren Wärmeeinflusszonen im Anschluss nicht oder nur gering. Infolgedessen kann die eingebrachte Energie vollständig nach unten abgeleitet werden, ohne dass es zu einer signifikanten Erwärmung des Materials im Bereich zwischen den Schmelzlinien kommt. Somit wird das Pulvermaterial nicht vollständig aufgeschmolzen, was zu erhöhter Porosität im Bauteil führt. Bei einem Hatchabstand von 0,25 mm (Probe 3) beginnen sich die Wärmeeinflusszonen um das Schmelzbad zu überlappen und die Schmelzbäder nähern sich weiter an. Dadurch verringert sich der Bereich des unaufgeschmolzenen Pulvers zwischen den Schmelzspuren, was die relative Dichte steigen lässt. Außerdem erfährt das Material während der Integrationszeit mehrere zeitlich versetzte Aufheiz- und Abkühlphasen, wodurch die detektierten Grauwerte weiter steigen. Bei einem Hatchabstand von 0,11 mm (Probe 4) liegen die Schmelzlinien so nah beieinander, dass sich die Schmelzspuren gerade berühren. Die eng beieinanderliegenden Schmelzspuren in Kombination mit den durch die Streifenbelichtung erzeugten, kurzen Scanvektoren verstärken zudem das lokale Aufheizen der Probe, wodurch die Aufschmelzung des Materials und damit die relative Dichte der resultierenden Probe maximiert wird.

Abschließend ist in Abbildung 6 die Temperaturleitfähigkeit der additiv, sowie der konventionell hergestellten Proben über die Temperatur dargestellt. Die Verläufe bestätigen die Aussage von Eucken [5], wonach die Temperaturleitfähigkeit poröser Materialien mit sinkender Porosität zunimmt. Ausgehend davon ist der maximal erreichbare Wert derjenige des vollständig dichten Körpers. Die Temperaturleitfähigkeit nimmt überdies exponentiell mit der Dichte zu. Diese Ergebnisse decken sich auch mit denen von Beiss [8] und Bocchini [9]. Auffällig ist indes, dass die additiv gefertigte Probe trotz geringerer relativer Dichte

eine höhere Temperaturleitfähigkeit aufweist, als die konventionelle Probe, was Gegenstand weiterer Forschungen ist.

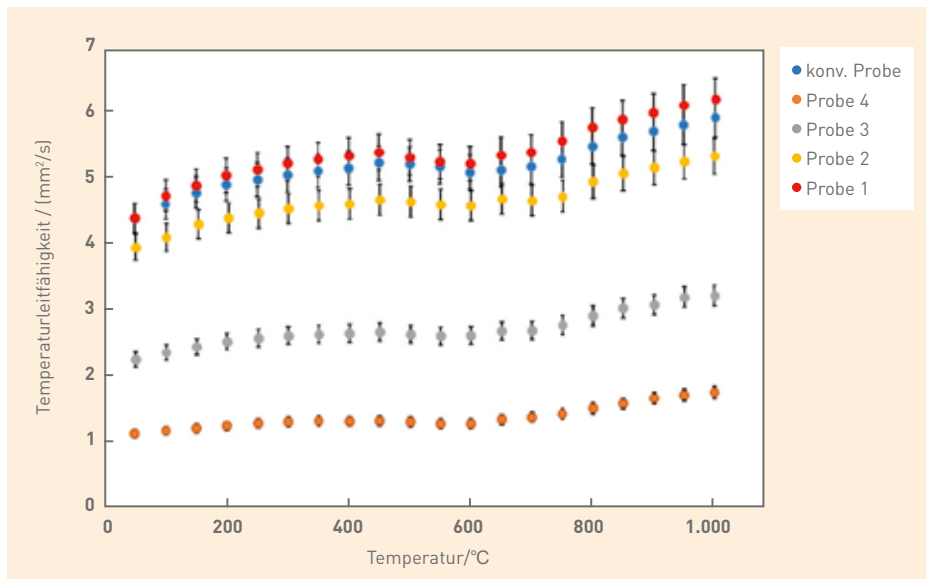


Abbildung 6: Temperaturleitfähigkeit der additiv gefertigten, sowie der konventionell hergestellten Proben aus MaragingSteel MS1 bzw. 1.2709 über die Temperatur

LITERATURVERZEICHNIS

- [1] Shamsaei, N.; Yadollahi, A.; Bian, L.; Thompson, S.M. (2015), »An overview of Direct Laser Deposition for additive manufacturing; Part II: Mechanical behavior, process parameter optimization and control«, Additive Manufacturing 8 [2015], S. 12–35
- [2] Hartmann, J.; Manara, J.; Zipf, M.; Stark, T.; Knopp, K.; Zänglein, M.; Lenski, P.; Schreiber, E.; Schmidt, F.; Brunner, M.; Müller, M. (2018), »Thermophysical property measurements at high-temperatures for power engineering and additive manufacturing processes«, DGZfP-Proceedings BB 167 Tu.3.A.1
- [3] Kempen, K., Yasa, E., Thijs, L., Kruth, J. P., & Van Humbeeck, J. (2011), »Microstructure and mechanical properties of Selective Laser Melted 18Ni-300 steel«, Physics Procedia, 12, S. 255–263.
- [4] Koch, C. (2019), »3. Normung für neue Technologien am Beispiel Additiver Fertigung.« In Mangelsdorf, A.; Weiler, P. (Hrsg.), Normen und Standards für die digitale Transformation, Berlin, Boston, De Gruyter Oldenbourg, S. 18–36
- [5] EOS GmbH. Materialdatenblatt EOS MaragingSteel MS1 (2011), Krailling, verfügbar in: <https://www.fabb-it.de/files/datenblaetter/werkzeugstahl.pdf>

- [6] Parker W.J.; Jenkins, R.J.; Butler, C.P.; Abbott, G.L. (1961), »Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity«, Journal of Applied Physics. 32, Nr. 9
- [7] Eucken, A. (1940), »Allgemeine Gesetzmäßigkeiten für das Wärmeleitvermögen verschiedener Stoffarten und Aggregatzustände«, Forschung auf dem Gebiet des Ingenieurwesens, A 11(1), S. 6–20.
- [8] Beiss, P., Kutsch, U., Jager, H. J., Schmitz, F.; Maier, H. (1998), »Thermal Conductivity of Sintered Stainless Steel 316 L«, PM 98: 1998 Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, S. 3.
- [9] Bocchini, G. F., Bovesecchi, G., Coppa, P., Corasaniti, S., Montanari, R., & Varone, A. (2016), »Thermal diffusivity of sintered steels with flash method at ambient temperature«, International Journal of Thermophysics 37(4), S. 38.