



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN

Diplomarbeit

Herstellung von Edelstahlpulvern für die additive Fertigung und deren Charakterisierung

Ausgeführt am

Institut für Chemische Technologien und Analytik
der Technischen Universität Wien

unter der Anleitung von:

Univ. Prof. Christian Gierl-Mayer

Dipl.-Ing. Alexander Holzer

Verfasst durch

Lukas Stark BSc

Datum

Unterschrift

Abstract

In the field of contemporary production techniques, additive manufacturing is a rapidly evolving technology. One example of such a method is the laser powder bed fusion, which uses laser beams to selectively melt layers of powder, thereby fabricating the desired product layer by layer. The powder quality is one of the most important aspects for creating flawless workpieces, as it should be round, free of satellites and as dense as possible. The production of powder with these properties represents a significant challenge. Consequently, there is always an incentive to develop and utilize new ways of powder production. One possibility is the ultrasonic atomization process, which will be discussed in this thesis.

Two distinct stainless steel wires, 316L and 316LSi, were used in the powder production process. They are similar in composition, with the sole difference being the silicon content, which is higher in 316LSi. The production parameters were varied and their influence on the morphology, powder size distribution and chemical composition of the powder evaluated. Furthermore, the spreadability and hence the suitability of the powder for laser powder bed fusion was tested using a spreading tester.

The ultrasonic atomization process employed in this thesis results in the production of exceptionally round powder, with a roundness of approximately 0,98. Additionally, it has been shown that the powders are free of satellites and exhibit a very narrow particle size distribution with a minimum of 75 % of all particle diameters falling between 45 and 63 μm . Furthermore, the suitability of ultrasonic atomized powder for laser powder bed fusion could be demonstrated by the use of a spreading tester and topographical images. On the surface of the powder particles structures containing manganese were found, whose origin and exact composition warrants further investigation.

The findings of this thesis demonstrate the remarkable suitability of ultrasonic atomized stainless steel powders for laser powder bed fusion. The next step should be to test this in real additive manufacturing processes.

Kurzfassung

Additive Fertigung ist als innovatives Fertigungsverfahren nicht mehr wegzudenken. Durch dessen Flexibilität nicht nur als Rapid Prototyping, sondern mit dem Vorteil der Designfreiheit und verbesserten Verfahren zunehmend auch für die Massenfertigung. Insbesondere pulverbettbasierte Verfahren stellen hohe Ansprüche an die zu verwendenden Pulver, da diese sehr rund, frei von Satelliten und möglichst dicht sein sollen.

Diese Anforderungen erfüllt mittels Ultraschall-Atomisierung hergestelltes Pulver, welches in dieser Arbeit behandelt wird, zur Gänze. Es wurden zwei Edelstähle getestet, chromnickelhaltiges 316L, sowie 316LSi mit höherem Siliciumgehalt. Letzterer findet häufig als Schweißzusatz für 316L Verwendung. Die Herstellungsparameter wurden variiert und die Auswirkungen auf Form, Partikelgrößenverteilung und chemische Zusammensetzung betrachtet. Außerdem wurde die Eignung für pulverbettbasierte Fertigung mittels Rakelprüfer getestet.

Es konnte gezeigt werden, dass die hergestellten Pulver außergewöhnlich rund (Roundness $\sim 0,98$) sowie frei von Satelliten sind und eine enge Partikelgrößenverteilung aufweisen (mehr als 75 % der Pulverpartikel haben einen Durchmesser von 45 – 63 μm). Außerdem konnte die gute Rakeleignung des Pulvers mittels Topographieaufnahmen von gerakelten Schichten bestätigt werden. An den Oberflächen der Pulverpartikel wurden durch energiedispersive Röntgenspektroskopie – Analyse manganhaltige Strukturen entdeckt, deren genaue Ursache und Zusammensetzung allerdings noch weiterer Untersuchungen bedarf.

Diese Ergebnisse zeigen, dass Edelstahlpulver, die mittels Ultraschall-Atomisierung hergestellt werden, ausgezeichnet für pulverbettbasiertes Schmelzen geeignet sind. Additive Fertigung sollte in einem nächsten Schritt die aufgezeigten theoretischen Erkenntnisse bestätigen können.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich herzlich bei all jenen bedanken, die mich während der Anfertigung dieser Arbeit unterstützt haben.

Mein besonderer Dank gilt meinem Betreuer, Herrn Professor Christian Gierl-Mayer, für seine wertvolle fachliche Unterstützung, sein stets offenes Ohr und seine fundierten Ratschläge, die maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Ebenso bedanke ich mich bei Herrn Dipl.-Ing. Alexander Holzer und Herrn Dipl.-Ing. Peter Nahrungbauer für ihre engagierte Betreuung, ihre fachliche Expertise und die hilfreichen Diskussionen, die mich in meiner Arbeit entscheidend unterstützt haben.

Mein besonderer Dank gilt auch Herrn Dr. Johannes Zbiral, der die Röntgenfluoreszenzanalyse für diese Arbeit durchgeführt hat.

Darüber hinaus möchte ich mich bei allen Studierenden und Mitarbeiter:innen des Instituts für die großartige Stimmung und das freundliche Arbeitsumfeld bedanken, die diese Zeit für mich so angenehm gemacht haben.

Schließlich gilt mein Dank meiner Familie, meinen Freunden und insbesondere meiner Freundin Lisa für ihre unermüdliche moralische Unterstützung und ihren Glauben an mich.

Vielen Dank an alle, die mich auf diesem Weg begleitet haben.

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung in die additive Fertigung von Edelstahl	1
1.1	Herausforderungen im pulverbettbasierten Schmelzen von Edelstählen	2
1.2	Mögliche Lösung und Motivation der Arbeit	6
2	Theoretischer Hintergrund	8
2.1	Eisen & Stahl	8
2.1.1	Eigenschaften von Eisen	8
2.1.2	Einfluss der Legierungselemente auf das Phasendiagramm.....	9
2.1.3	Austenitischer molybdänhaltiger Edelstahl	11
2.2	Ultraschall-Atomisierung	13
2.3	Additive Fertigung – pulverbettbasiertes Laserstrahlschmelzen	15
2.3.1	Grundprinzip pulverbettbasiertes Laserstrahlschmelzen (L-PBF).....	15
2.3.2	Pulveraufbringung und Anforderungen an die Materialien	16
2.4	Pulver Charakterisierung.....	19
2.4.1	Partikelgrößen- und Partikelformdeskriptoren	19
2.4.2	Rakelfähigkeit	21
2.4.2.1	Rakelprüfer	21
2.4.2.2	Herkömmliche Methoden	25
3	Praktische Durchführung.....	27
3.1	Verwendete Materialien.....	27
3.2	Ultraschall-Atomisierung	27
3.2.1	Funktionsweise ATO Lab Plus	27
3.2.2	Durchführung der Ultraschall-Atomisierung.....	28
3.3	Wärmebehandlung.....	31
3.4	Pulvercharakterisierung.....	32
3.4.1	Partikelgrößenverteilung	32

3.4.1.1	Siebenanalyse.....	32
3.4.1.2	Optische Analyse der Partikelgröße.....	32
3.4.2	Optische Analyse der Formfaktoren.....	34
3.4.3	Hall Durchflussrate, Schüttdichte und Klopfdichte.....	34
3.4.4	Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt.....	34
3.4.5	Metallographische Präparation.....	34
3.4.5.1	Einbetten der Pulver.....	34
3.4.5.2	Schleifen & Polieren.....	35
3.4.5.3	Ätzen der Pulverschliffe.....	36
3.4.6	Weitere verwendete Messmethoden.....	36
3.4.6.1	Optisches Lichtmikroskop.....	36
3.4.6.2	Rasterelektronenmikroskopie und Energiedispersive Röntgenspektroskopie.....	36
3.4.6.3	Röntgendiffraktometrie.....	36
3.4.6.4	Röntgenfluoreszenzanalyse.....	37
3.5	Prüfung der Rakelfähigkeit.....	38
3.5.1	Durchführung des Rakelvorgangs.....	38
3.5.2	Topographische Aufnahmen.....	40
4	Auswertung und Interpretation der Ergebnisse.....	42
4.1	Parametervariation und Nomenklatur der Proben.....	42
4.1.1	Parametervariation.....	42
4.1.2	Nomenklatur der Proben.....	42
4.2	Partikelgrößenverteilung.....	43
4.2.1	Siebanalyse.....	43
4.2.2	Optische Partikelgrößenanalyse.....	45
4.2.3	Vergleich Sieb- und optische Analyse.....	45
4.3	Optische Analysen mit dem Rasterelektronenmikroskop.....	48

4.3.1	Rasterelektronenmikroskop Aufnahmen.....	48
4.3.2	Energiedispersive Röntgenspektroskopie.....	51
4.3.3	Partikelformdeskriptoren.....	56
4.4	Röntgenfluoreszenzanalyse.....	58
4.5	Kohlen- und Sauerstoffgehalt	60
4.5.1	Sauerstoffgehalt.....	60
4.5.2	Kohlenstoffgehalt	62
4.6	Röntgendiffraktometrie.....	64
4.7	Metallographie	67
4.7.1	316L_120A	67
4.7.2	316LSi_120A	71
4.8	Rakelfähigkeit.....	76
4.8.1	Herkömmliche Methoden.....	76
4.8.2	Rakelprüfer.....	78
4.8.2.1	Optische Analyse.....	78
4.8.2.2	Analyse der Messparameter.....	81
5	Zusammenfassung der Ergebnisse, Conclusio & Ausblick	84
5.1	Zusammenfassung der Ergebnisse	84
5.2	Conclusio.....	86
5.3	Ausblick	87
6	Literaturverzeichnis	88
7	Abbildungsverzeichnis	94
8	Tabellenverzeichnis	98
9	Formelverzeichnis	99
10	Anhang.....	100
10.1	Partikelgrößenverteilung	100

10.2	Energiedispersive Röntgenspektroskopie	101
10.3	RFA.....	102
10.4	Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt	103
10.5	Röntgendiffraktometrie	106
10.6	Metallographie	108
10.6.1	316L_100A	108
10.6.2	316L_140A	109
10.6.3	316LSi_100A	110
10.6.4	316LSi_140A	111
10.7	Rakel.....	112
10.7.1	Herkömmliche Methoden	112
10.7.2	Höhenprofile Rakelprüfer	112
10.7.3	Messdaten Rakelprüfer.....	117

1 Einführung in die additive Fertigung von Edelstahl

Additive Fertigung ist ein innovatives Verfahren zur Herstellung von Bauteilen, dass in der Norm DIN EN ISO /ASTM 52900 folgendermaßen definiert wird:

„**additive Fertigung**, Substantiv **AM**, en: additive manufacturing - Prozess, der durch Verbinden von Material Bauteile ... aus 3-D-Modelldaten, im Gegensatz zu subtraktiven und umformenden Fertigungsmethoden, üblicherweise Schicht ... für Schicht, herstellt“ [1]

Diese Definition verdeutlicht den Unterschied zwischen additiver Fertigung und herkömmlichen Herstellungsverfahren. Diese Gegensätze bringen zahlreiche Vorteile mit sich. So herrscht unter anderem annähernde Designfreiheit der Bauteile und es können Geometrien realisiert werden, die durch herkömmliche Formgebungsverfahren nicht, oder nur durch das Fügen mehrerer Teile realisiert werden können. Beispiele sind hier etwa Hinterschneidungen oder integrierte Kühlkanäle. Im Grunde kann, mit wenigen Ausnahmen, jedes Bauteil produziert werden, das mittels Computer gezeichnet werden kann und den Abmessungen der jeweiligen Bauplattform entspricht. Durch die endkonturnahe Produktion der Bauteile entfällt weiters ein großer Teil der Nachbearbeitung. Das schont nicht nur große Mengen an Ressourcen, sondern hat auch das Potential Zeit und Kosten einzusparen. Ein weiterer Vorteil ist die Möglichkeit kostengünstig Einzel- und Kleinserien zu fertigen. In den üblichen industriellen Verfahren müssen für die meisten Bauteile, besonders bei komplexer Bauform, teure Werkzeuge hergestellt werden. Neben den Kosten bedeutet das auch einen großen zeitlichen Aufwand, wodurch sich diese Art der Fertigung erst bei hohen Stückzahlen rentiert. Nachteile der additiven Fertigung sind die vergleichsweise höheren Anforderungen an die Ausgangsmaterialien und die oft lange Bauzeit pro Stück, wodurch sich additive Fertigung bei hohen Stückzahlen häufig nicht lohnt, falls alternative Formgebungsverfahren möglich sind.

Auch aus der Stahlindustrie ist die additive Fertigung nicht mehr wegzudenken. So gibt es etwa in der Luft- und Raumfahrt, im Sportbereich, sowie in der Medizintechnik zahlreiche Anwendungen von Bauteilen aus Edelstahl [2]. Zwei Beispiele hierfür sind in Abbildung 1 ersichtlich [3,4].

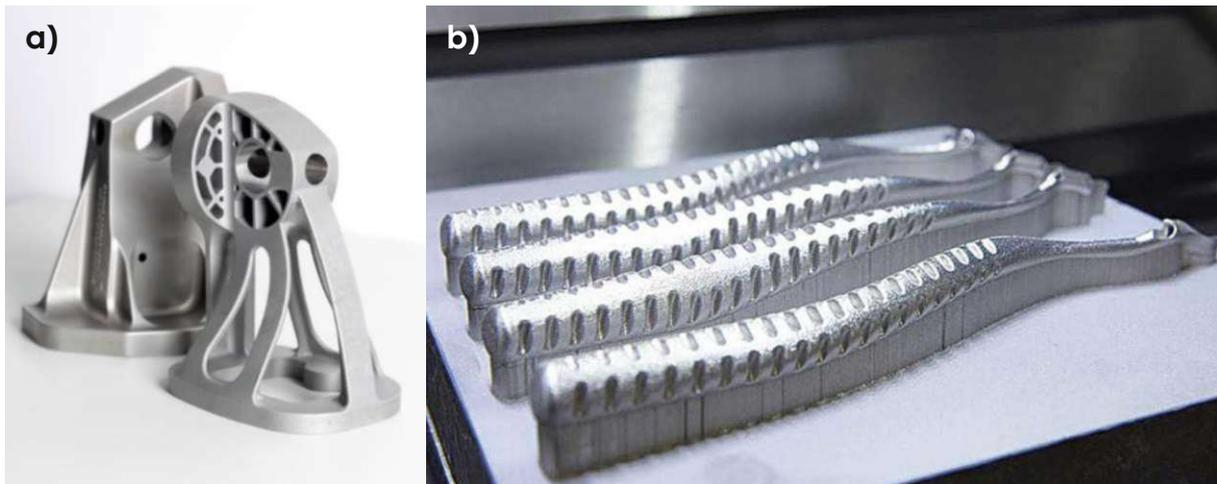


Abbildung 1: Anwendungen von Edelstahl in der additiven Fertigung in der a) Luftfahrt b) Medizintechnik [3,4]

In Abbildung 1 a) ist eine Halterung ersichtlich, wie sie in der Luftfahrt zum Einsatz kommt. Abbildung 1 b) zeigt Führungen, wie sie bei Operationen des Kreuzbandes im Knie verwendet werden.

Trotz aller Erfolge der Branche gibt es immer Verbesserungsbedarf in den Verfahren. Daher werden in den folgenden Punkten aktuelle Herausforderungen und mögliche Lösungen in einem bestimmten additiven Fertigungsverfahren und zwar dem Pulverbettbasierten Schmelzen vorgestellt.

1.1 Herausforderungen im pulverbettbasierten Schmelzen von Edelstählen

Die Qualität von durch pulverbettbasiertes Schmelzens hergestellten Bauteilen wird von einer Vielzahl von Faktoren beeinflusst. Beispiele sind hierfür die gewählten Prozessparameter, die Anzahl an Lasern und damit verbunden die Strategie des Abrasterns, die Atmosphäre im Gerät, die Art der Pulveraufbringung und das verwendete Pulver [5]. Diese Arbeit beschäftigt sich mit den Herausforderungen, die aufgrund des Pulvers auftreten können. Diese teilen sich im Wesentlichen in zwei Gruppen. Einerseits Herausforderungen im Prozess selbst und andererseits Herausforderungen in der Materialentwicklung. Um optimale Bedingungen für pulverbettbasiertes Schmelzen zu schaffen, werden an die verwendeten Pulver sehr spezifische Anforderungen gestellt. So ist es wichtig, dass sie möglichst dicht sind, also keine Hohlräume oder Poren aufweisen, um für den Schmelzprozess möglichst viel Material zur Verfügung zu stellen und damit Bauteilfehlern vorzubeugen. Auch

die Form des Pulvers ist essenziell, da das Pulver mit einem Raket in die Bauplattform geschoben wird. Das Fließverhalten des Pulvers und weiters die Dichte dieser Schüttung sind also von entscheidender Bedeutung, um Materialmangel vorzubeugen. Benötigt werden also möglichst runde Pulver, die idealerweise keinerlei Satelliten aufweisen und wie zuvor erwähnt möglichst dicht sein sollen. Nun stellt sich die Frage, wie diese Edelstahlpulver hergestellt werden können. Typische, allgemein bekannte Verfahren sind etwa die Wasser- und die Gasverdüsung. Durch die genannten Verfahren hergestellte Pulver sind in Abbildung 2 ersichtlich [6].

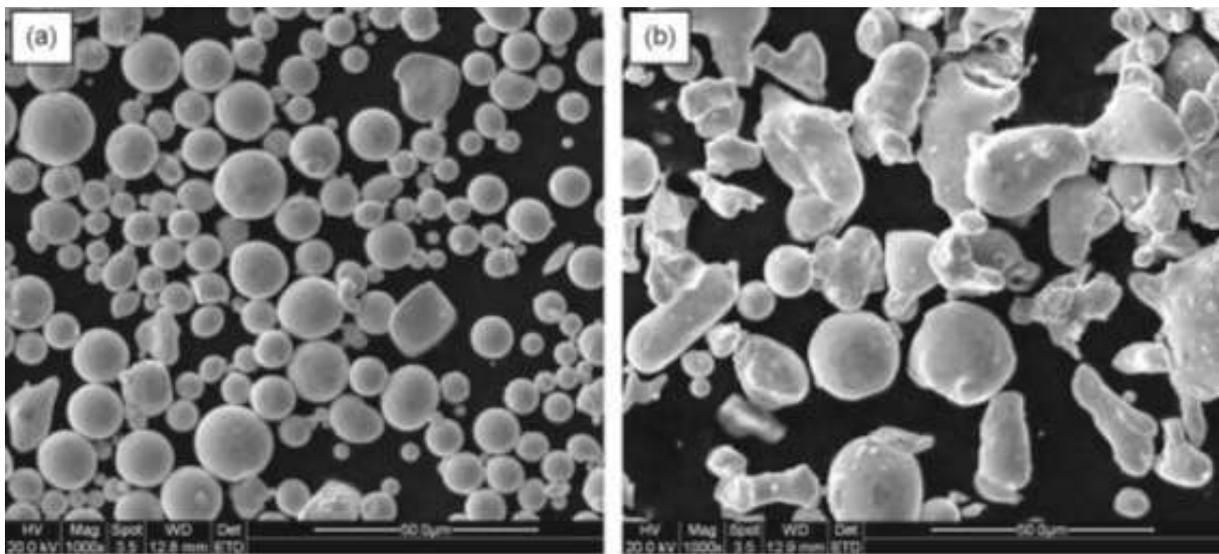


Abbildung 2: a) Gas- und b) Wasserverdüstes Edelstahlpulver [6]

Das wasserverdüstete Pulver erweist sich schon auf den ersten Blick als ungeeignet, den zuvor festgestellten Ansprüchen zu genügen. Das über Gasverdüsung hergestellte Pulver scheint dabei alle Anforderungen zu erfüllen und ist in der Anwendung tatsächlich weit verbreitet. Bei genauerer Betrachtung zeigt sich jedoch, dass ein nicht unerheblicher Anteil der Pulverpartikel deformiert ist und viele Satelliten existieren. Außerdem weisen viele Partikel Hohlräume auf, was der Herstellung geschuldet ist. Ein weiterer Nachteil ist die breite Partikelgrößenverteilung der Gasatomisierung, wodurch nur ein kleiner Anteil des hergestellten Materials tatsächlich Verwendung findet. Das zeigt, dass weitere Möglichkeiten der Pulverherstellung in Betracht gezogen werden müssen, um ideales Pulver herzustellen. Eine dieser Möglichkeiten ist die Plasma Spheroidization. Das Schema dieses Verfahrens ist in Abbildung 3 zu sehen [7].

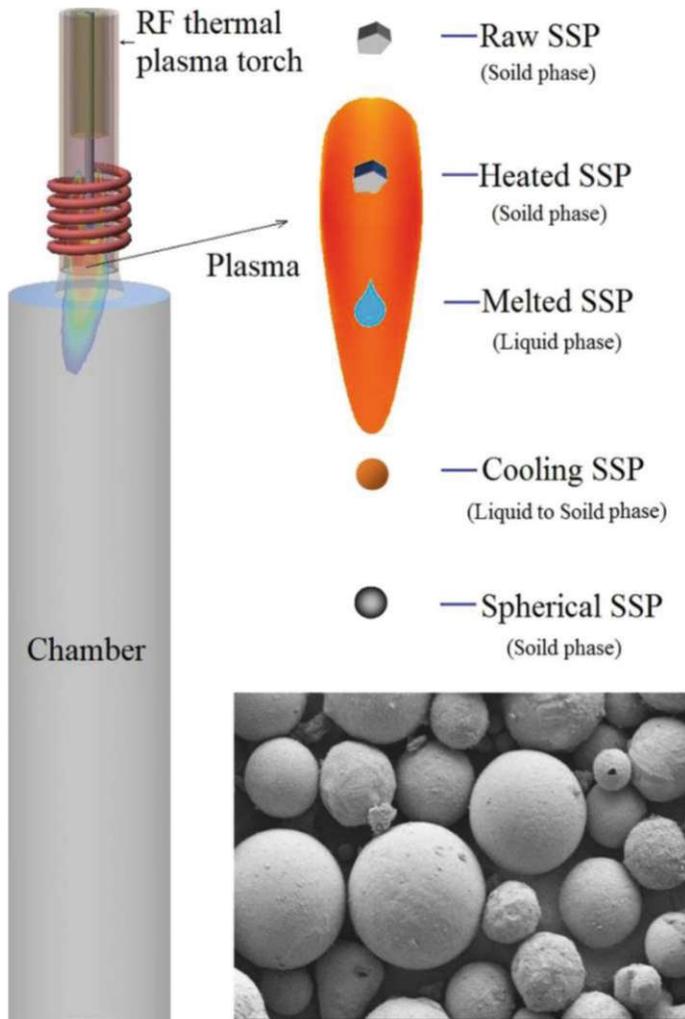


Abbildung 3: Ablauf der Plasma Spheroidization [7]

Das Verfahren läuft nach Boulos folgendermaßen ab. Ausgangsmaterial ist ein beliebig hergestelltes Pulver oder Granulat mit ungenügender Rundheit. Dieses Pulver wird im Flug durch ein Plasma geschmolzen und bildet, um die Oberflächenspannung zu minimieren, runde Tropfen. Diese Tropfen kühlen noch im Flug ab und bilden sphärische Pulver [8]. Die so hergestellten Pulver sind ausgezeichnet rund und weisen keine Satelliten auf. Dennoch hat auch diese Herstellungsart ihre Herausforderungen. Die Erste ist das Ausgangsmaterial. Bei der Plasma Spheroidization handelt es sich nicht um ein Verfahren zu Herstellung von Pulver, sondern zu deren Verbesserung. Somit entsteht ein mehrstufiger Prozess, was Kosten und Aufwand der Pulverherstellung erhöht. Eine weitere Schwierigkeit ist nach Zhu et al. die Bildung von hohlen Pulverpartikeln. Liegen im Ausgangsmaterial Hohlräume oder Poren vor, bleiben diese Vorhanden oder können sich durch den steigenden Gasdruck der Erwärmung sogar vergrößern. Erst wenn der Gasdruck die Oberflächenspannung deutlich übertrifft, kann das Gas über offene Porosität entweichen [7].

Neben Herausforderungen mit der Qualität der Pulver, zeigen sich auch in der Materialentwicklung Schwierigkeiten mit den genannten Verfahren. So ist es mit Wasser- und Gasverdüsung nicht möglich Kleinstmengen an Pulver herzustellen, wie sie für die Materialentwicklung benötigt werden um Zeit, Ressourcen und somit Kosten zu sparen. Die Plasma Spheroidization wäre zwar grundsätzlich geeignet, um kleinere Pulvermengen zu erzeugen, jedoch wird hierfür Ausgangspulver benötigt, welches wieder schwierig in kleinen Mengen herzustellen ist. Es werden somit alternative Verfahren benötigt, um das ideale Pulver herzustellen.

1.2 Mögliche Lösung und Motivation der Arbeit

Es ist von großem Interesse Verfahren zu finden, welche die zuvor beschriebenen Anforderungen erfüllen können. Eine vielversprechende Möglichkeit ist die Ultraschall-Atomisierung, die in dieser Arbeit behandelt wird. Die Funktionsweise wird im Detail in Punkt 2.2 erklärt. Im Folgenden werden die Vorteile des Verfahrens und daraus folgend die Motivation der Arbeit beschrieben. Der erste große Vorteil ist die Handlichkeit des Gerätes, welches selbst mit den benötigten Peripheriegeräten auf wenigen Quadratmetern und bei normaler Deckenhöhe Platz findet. Die Ausgangsmaterialien sind Drähte oder Stäbe, welche, falls (noch) nicht am Markt verfügbar, leicht in den für die Materialforschung benötigten Mengen selbst hergestellt werden können. Die Anlage kann jederzeit ohne Zeitverzögerung an und abgefahren werden, sobald die gewünschte Pulvermenge produziert ist. Je nach verwendetem Ausgangsmaterial können so in wenigen Stunden Pulvermengen im Kilobereich hergestellt werden. Nun zu den Eigenschaften der erzeugten Pulver: Diese weisen eine äußerst enge Partikelgrößenverteilung auf, sind ausgezeichnet rund und weisen weder Satelliten, noch größere Mengen an Hohlräumen auf. Ein beispielhaftes Foto von so hergestelltem Pulver ist in Abbildung 4 ersichtlich. Dieses Pulver ist frisch aus dem Gerät, vor jeglicher Aufarbeitung.

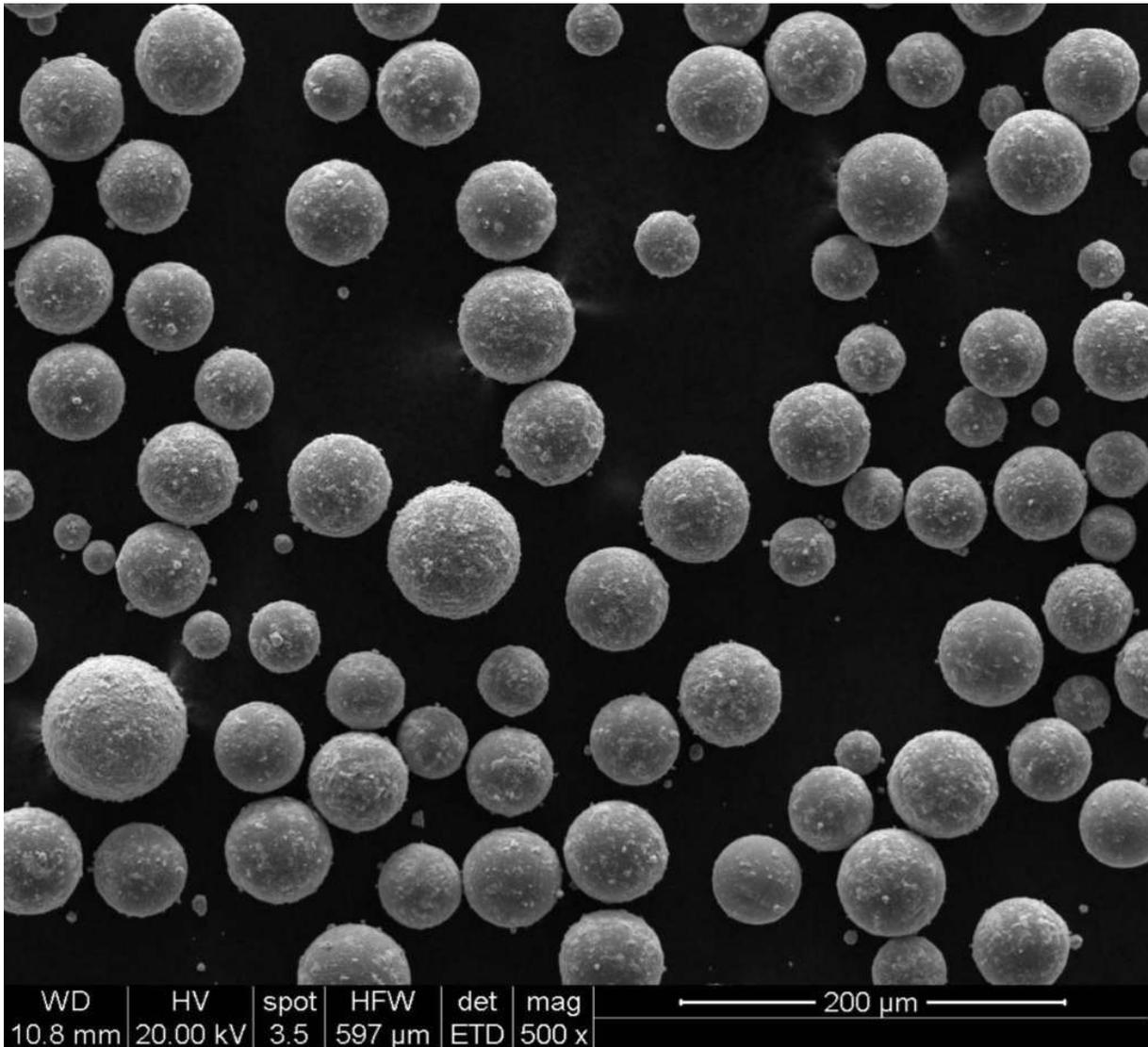


Abbildung 4: Durch Ultraschall-Atomisierung hergestelltes Pulver

Das große Potenzial dieses Verfahrens führt nun auch zur Motivation dieser Arbeit. Zunächst sollen die Grenzen des Gerätes getestet werden, indem die Herstellungsparameter variiert und deren Einfluss auf die hergestellten Pulver untersucht werden. Hierfür werden zwei Edelstähle verwendet: 316L und 316LSi, welcher einen höheren Siliciumgehalt aufweist. Auch der Einfluss dieses Materialunterschieds auf den Prozess und die Eigenschaften des Pulvers soll untersucht werden. Dazu werden die hergestellten Pulver mit zahlreichen Verfahren charakterisiert und geprüft. Zuletzt soll untersucht werden, ob mittels Ultraschall-Atomisierung hergestellte Pulver, wie vermutet, zum pulverbettbasierten Schmelzen geeignet sind.

2 Theoretischer Hintergrund

2.1 Eisen & Stahl

In diesem Unterkapitel werden die Eigenschaften von Eisen und die Auswirkungen der Legierungselemente auf diese behandelt.

2.1.1 Eigenschaften von Eisen

Dieser Abschnitt beschäftigt sich mit Eisen und in welchen Phasen es vorliegen kann. Er basiert im Wesentlichen auf dem Buch *Eisenwerkstoffe* von Berns und Theisen [9]. Eisen gehört zur Gruppe der Metalle und liegt im festen Zustand kristallin geordnet vor. Es gibt unterschiedliche Ordnungszustände, in denen sich die Eisenatome anordnen können und wenn ganze Bereiche diesen Ordnungszustand aufweisen, wird von Phasen gesprochen. Eisenwerkstoffe können aus einer einzelnen Phase, oder aus unterschiedlichen Phasen bestehen, sie sind also entweder homogen oder heterogen. Welche Phase nun vorliegt hängt von Temperatur, Druck und der Konzentration der vorhandenen Begleitelemente ab. Welche Phasen sich ausbilden können, ist in Abbildung 5 ersichtlich.

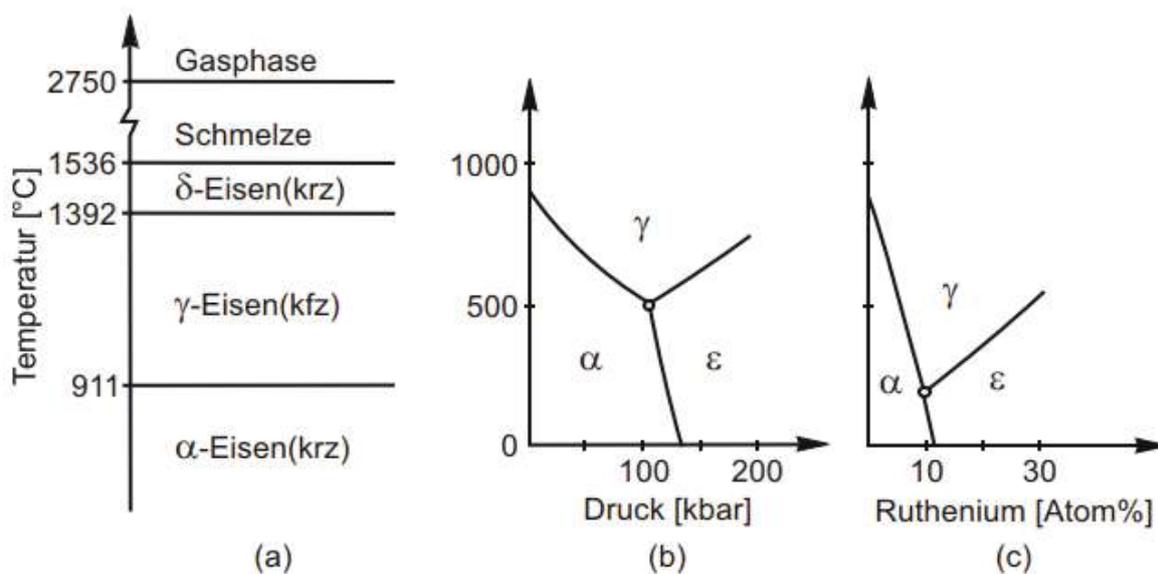


Abbildung 5: Konstitution von Eisen in Abhängigkeit von (a) Temperatur (b) Druck (c) Konzentration von Begleitelementen nach Berns und Theisen [9]

Bei Normaldruck können drei unterschiedliche feste Phasen entstehen, nämlich α -, γ - und δ -Eisen. Diese Phasen liegen in zwei unterschiedlichen Strukturen vor, als kubisch raum- (krz, bcc) oder kubisch flächenzentriertes Gitter (kfz, fcc). Von der kubisch raumzentrierten

Variante gibt es eine Niedrigtemperaturmodifikation, das α -Eisen, das bis 911 °C und eine Hochtemperaturmodifikation, das δ -Eisen, das von 1392 – bis 1536 °C stabil ist. Zwischen diesen beiden Phasen ist die kubisch flächenzentrierte Phase stabil, das γ -Eisen. ϵ -Eisen weist ein hexagonal dichtest gepacktes Gitter auf und entsteht erst bei Drücken jenseits von 100 kbar oder über Begleitelemente, die den Binnendruck erhöhen und die Konzentration der freien Elektronen ändern können. ϵ -Eisen ist technisch wenig relevant und wird meist nur der Vollständigkeit halber genannt. Liegen im Eisen nun Begleitelemente vor, entstehen aus diesen Phasen Mischkristalle mit den folgenden Bezeichnungen. α -Eisen wird als Ferrit, γ -Eisen als Austenit und δ -Eisen als δ -Ferrit bezeichnet. Im Vergleich zu den Reineisenphasen weisen die Mischkristalle veränderte Strukturen auf. Kleine Atome setzen sich bei diesen in die Gitterlücken, während große Atome die Eisenatome des Gitters ersetzen können. Dadurch bilden sich Spannungen im Gitter aus und es wird verzerrt. Die Art dieser Verzerrung hängt von den Begleitelementen und deren Konzentration ab. Wie gut diese Begleitelemente in den Mischkristallen löslich sind, hängt maßgeblich von der Temperatur, dem Unterschied der Durchmesser von Eisen und den substituierten Atomen, sowie der Kristallstruktur von Mischkristall und Begleitelement ab. Wird die Löslichkeit überschritten, können sich Ausscheidungen dieser Elemente oder auch andere Phasen bilden. Diese Gitterverzerrungen beeinflussen auch das Umwandlungsverhalten zwischen der α und der δ – Modifikation. Es gibt Elemente die ferritstabilisierend wirken. Sie schnüren mit steigender Konzentration den Phasenraum des Austenits ein, bis es zur Verbindung der Phasenräume von Ferrit und δ -Ferrit kommt. Austenitstabilisierende Elemente erweitern bei steigender Konzentration den austenitischen Phasenraum zu niedrigeren Temperaturen, bis die Ferritphase erst unterhalb der Raumtemperatur stabil ist. Die Einflüsse der verschiedenen Legierungselemente werden im folgenden Abschnitt 2.1.2 behandelt [9].

2.1.2 Einfluss der Legierungselemente auf das Phasendiagramm

Dieses Unterkapitel beschäftigt sich mit den Legierungselementen in Eisenwerkstoffen und beruht im Wesentlichen auf den Werken *Eisenwerkstoffe* von Berns und Theisen [9], *Werkstoffkunde* von Bargel [10], sowie *The World of Steel* von Schlegel [11].

Das wichtigste Begleitelement im Eisen ist sicher der Kohlenstoff, der durch die Eisenreduktion mit Kohlenstoff schon historisch in allen Eisenwerkstoffen vorhanden war. Von Stahl wird gesprochen, wenn der Kohlenstoffmassenanteil weniger als 2,06 % beträgt. Der

vorhandene Kohlenstoff wird als kleines Element in die Gitterlücken der Eisenkristalle eingelagert, ist jedoch zu groß für diese, wodurch es zu Gitterverzerrungen kommt. Das Material wird also härter und spröder. Austenit weist trotz der dichteren Packung eine höhere Kohlenstofflöslichkeit als der Ferrit auf, was im ersten Moment widersprüchlich klingt. Dieses Phänomen kann jedoch über die größeren Oktaederlücken im Austenit erklärt werden, wodurch die eingelagerten Kohlenstoffatome weniger Spannungen verursachen. Kohlenstoff erweitert das austenitische Phasenfeld, zählt also zu den austenitstabilisierenden Legierungselementen.

Während Kohlenstoff ein gewünschter Legierungsbestandteil ist, handelt es sich bei Sauerstoff um ein unerwünschtes Begleitelement. Es ist im Ferrit zwar kaum löslich, jedoch reichen schon diese geringen Mengen aus, um die mechanischen Eigenschaften von Stählen unerwünscht zu verändern. Sauerstoff führt zu starker Versprödung im Stahl und verringert insbesondere die Schlagzähigkeit deutlich. Der gelöste Sauerstoff kann weiters zur Bildung von Eisen(II)-oxid führen, das sich an den Korngrenzen anlagert und zu Rotbruch führen kann.

Silicium wird der Stahlschmelze als Desoxidationsmittel zugegeben, wo es rundliche Silicaausscheidungen bildet. Es wirkt als Ferritbildner und erhöht die Festigkeit sowie die Verschleißbeständigkeit in Stählen, wobei der Siliciumgehalt üblicherweise weniger als 1 % Massenanteil beträgt. Nichtrostende Stähle für Hochtemperaturanwendungen beinhalten bis zu 2,5 % Massenanteil Silicium um die Zunderbeständigkeit zu erhöhen [12].

Chrom ist ein typisches Legierungselement in Stählen und wirkt ferritstabilisierend und kornverfeinernd. Es wirkt auch als Karbidbildner, was die Schneide- und die generelle Verschleißfähigkeit erhöht. Übersteigt der Chromgehalt in Stählen 12 % Massenanteil, wird an den Oberflächen eine passivierende Deckschicht aus Chromoxiden gebildet, die eine flächige Korrosion verhindert. Eine lokale Zerstörung dieser Passivschicht, durch mechanische oder chemische Einwirkung, kann jedoch zu Loch- oder Spaltkorrosion führen. Stähle werden ab diesem Chromgehalt dennoch als nichtrostende Stähle bezeichnet.

Mit Nickel legierte Stähle weisen bei tiefen Temperaturen verbesserte Zähigkeiten, sowie durch feine Karbidausscheidungen erhöhte Festigkeiten auf. Weiters weisen diese eine Resistenz gegen Korrosion auf, die jedoch viel schwächer als die Passivschicht des Chroms wirkt. Nickel senkt alle Phasenumwandlungspunkte im Stahl und erweitert das austenitische

Phasenfeld stark. Höhere Nickelkonzentrationen werden daher in solchen Stählen verwendet, die eine austenitische Struktur aufweisen sollen, selbst wenn diese Stähle hohe Gehalte von ferritstabilisierenden Elementen wie etwa Chrom besitzen. Typischerweise handelt es sich dabei um austenitische rostfreie Stähle.

Molybdän wirkt im Stahl als Ferrit- und Karbidbildner. Es fördert Kornverfeinerung, verbessert Härtebarkeit und verringert die Anlasssprödigkeit. Weiters wird die Festigkeit, Warmfestigkeit und Streckgrenze von Stählen verbessert. In hoch chromhaltigen Stählen verstärkt Molybdän weiters die Korrosionsbeständigkeit des Chroms.

Mangan ist typischerweise in allen Stahlsorten enthalten, da es desoxidierend wirkt und Schwefel bindet. Mangan ist weiters austenitstabilisierend, verbessert die Härtebarkeit, neigt jedoch zu Anlassversprödung [9–11].

2.1.3 Austenitischer molybdänhaltiger Edelstahl

Dieser Abschnitt behandelt austenitischen molybdänhaltigen Edelstahl mit seinen Eigenschaften und beruht im Wesentlichen auf dem Werk *Nichtrostender austenitischer Stahl – Ein Stahlporträt* von Schlegel [12]. Viele Eigenschaften lassen sich schon aus dem Namen ableiten. So weist der gesamte Stahl eine austenitische Struktur auf, was durch die Zugabe von Nickel realisiert wird. Der Widerstand gegen flächige Korrosion wird durch die Zugabe von Chrom und Molybdän realisiert. Allgemein sind nach Schlegel die folgenden Eigenschaften von austenitischem Edelstahl von Bedeutung:

„hohe Beständigkeit gegenüber Korrosion, gute Umformbarkeit, Festigkeit kombiniert mit guter Zähigkeit, Hochtemperaturfestigkeit, gute Bearbeitbarkeit incl. Schweißbarkeit und spezielle physikalische Eigenschaften...“ [12]

Das Besondere an der Korrosionsbeständigkeit von austenitischen Edelstählen ist nicht nur die Beständigkeit der schützenden Schicht, sondern auch, dass die Passivierungsschicht von der Matrix selbst aufgebaut wird und somit nicht anfällig gegen Schäden an der Oberfläche ist. Austenitische Edelstähle weisen im Vergleich zu ferritischen eine niedrigere Streckgrenze, Festigkeit und Härte auf. Sie sind jedoch wesentlich duktiler und zäher, was zu der verhältnismäßig besseren Umformbarkeit führt. Aufgrund der fehlenden Phasenumwandlung sind austenitische Edelstähle nicht umwandlungshärtbar, die gewünschte Festigkeit muss durch Kaltverfestigung oder Kornverfeinerung eingestellt werden. Austenitische

Edelstähle sind ausgezeichnet umformbar, führen jedoch bei spanender Bearbeitung durch deren Duktilität und Neigung zur Kaltverfestigung zur Bildung von Aufbauschneiden. Das führt nicht nur zu problematischem Werkzeugverschleiß, sondern auch zu Verringerung der Oberflächenqualität und Maßgenauigkeit. Das Material weist weiters eine gute Schweißbeignung auf, weshalb das eine weitverbreitete Fügechnik dieses Materials ist. Hierbei ist es nach Berns und Theisen jedoch wichtig die Bildung von chromreichen Korngrenzenkarbiden zu unterdrücken, um interkristalline Korrosion zu verhindern. Das kann unter anderem durch die Verwendung von Edelstählen der extra low carbon Güte, also einem Massenanteil von maximal 0,03 % Kohlenstoff, oder durch die Zugabe von starken Karbidbildnern wie Titan oder Niob realisiert werden [9].

Durch die im Vergleich zu ferritischen und unlegierten Stählen höhere Wärmeausdehnung und geringeren Wärmeleitfähigkeit müssen die Schweißparameter exakt dem Prozess angepasst sein, um die Eigenschaften des Grundwerkstoffes nicht zu verändern. Durch den schnellen Abkühlprozess des Schweißgutes kann es jedoch sein, dass die Umwandlung von δ -Ferrit in Austenit nicht vollständig abläuft und Anteile an δ -Ferrit übrigbleiben [12].

2.2 Ultraschall-Atomisierung

Ultraschall-Atomisierung von Flüssigkeiten wird seit nahezu einem Jahrhundert wissenschaftlich erforscht. Erstmals beschrieben wurde es von Wood und Loomis [13], wobei sich Vorläufer dieser Technologie bereits in traditionellen Anwendungen finden lassen. Ein Beispiel hierfür sind Klangschalen, die durch akustische Anregung Wassertropfen auswerfen. Diese frühen Anwendungen demonstrieren, dass die Prinzipien der Ultraschall-Atomisierung bereits vor ihrer wissenschaftlichen Erklärung in der Praxis genutzt wurden. Hierbei wird ein Flüssigkeitsfilm mit einer Frequenz im Ultraschallbereich angeregt, wodurch Tropfen entstehen, deren Durchmesser von der Frequenz abhängig sind [14]. In der Literatur werden zwei Mechanismen beschrieben: Der der Kavitation und der der Kapillarwelle [15,16]. Der Kavitationsmechanismus wird in der Regel in Systemen mit hoher Energie und Frequenz angewandt [14]. Hierbei kommt es aufgrund der Energie, die durch die Ultraschallanregung zugeführt wird, zu Druckunterschieden und es werden Mikroblasen gebildet, die beim Zusammenbrechen zur Tropfenbildung führen [17]. Die Anwesenheit von Kavitation im Ultraschall-Atomisierungsprozess wurde von Zhang et al. bestätigt [18], die Hauptrolle spielt jedoch der Kapillarwellenmechanismus [15]. Lang konnte zeigen, dass sich in einem Flüssigkeitsfilm gleichmäßige Muster von kreuzenden, stehenden Wellen ausbilden, wenn sich dieser an einer Oberfläche befindet, die mit Ultraschallfrequenz angeregt wird. Ist die anregende Vibration stark genug, verstärkt sich die Amplitude der stehenden Welle bis sie instabil wird und sich die Spitzen als Tropfen ablösen [15]. Eine schematische Darstellung der Tropfenbildung ist in Abbildung 6 dargestellt [19].

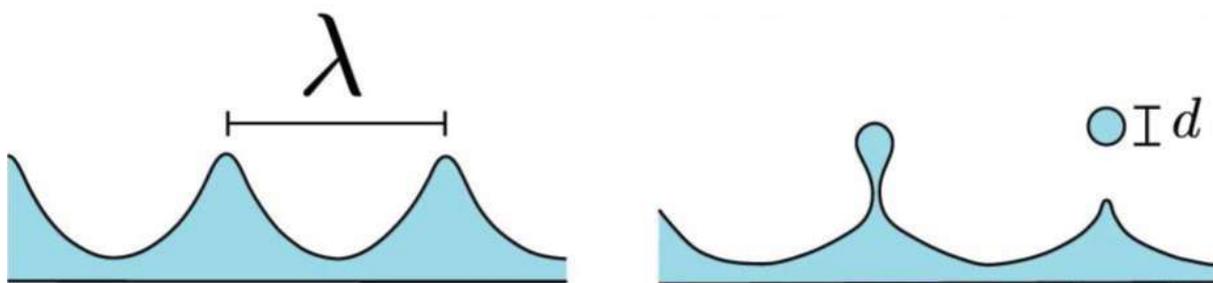


Abbildung 6: Schematische Darstellung des Kapillarwellenmechanismus [19]

Weiters konnte Lang zeigen, dass der mittlere Partikeldurchmesser das 0,34 – fache der Kapillarwellenlänge ist [15]. Die zugehörige Formel (11) lautet wie folgt:

$$D = 0,34 \cdot \lambda_{\text{cap}} = 0,34 \cdot \sqrt[3]{\left(\frac{8\pi\sigma}{\rho f^2}\right)} \quad (1)$$

Hierbei beschreibt D den Partikeldurchmesser, λ_{cap} die Kapillarwellenlänge, σ die Oberflächenspannung der Schmelze, ρ die Dichte der Schmelze und f die Frequenz des Ultraschalls. Um dieses Phänomen zur Herstellung von Metallpulvern verwenden zu können, gibt es verschiedene Verfahren. Die Schwingungen können direkt über eine Sonotrode auf die Metallschmelze übertragen werden, wobei entweder das geschmolzene Material mit konstantem Fluss auf eine Sonotrode geleitet wird [20] oder die Sonotrode aus dem gewünschten Material besteht und selbstverzehrend aufgeschmolzen und atomisiert wird [21]. Sie können aber auch indirekt über ein Medium übertragen werden. Dabei fließt die Metallschmelze konstant zwischen zwei Sonotroden, die mit kurzem Abstand gegeneinander oszillieren. Aufgrund der übertragenen Schwingungen bildet die Metallschmelze eine flache Scheibe parallel zwischen diesen Sonotroden, aus welcher sich die Metalltropfen ablösen [22]. Żrodowski et al. beschreiben eine neue Art der Metallpulverherstellung durch Ultraschall-Atomisierung. Es wird mit einer stetig gekühlten Sonotrode gearbeitet, wodurch das zugeführte Material direkt auf dieser mittels Lichtbogen geschmolzen werden kann [23]. Diese Vorgehensweise vereinigt die Vorteile der zuvor beschriebenen direkten Ultraschall-Atomisierungsverfahren. Wird das Material zuvor geschmolzen und anschließend auf die Sonotrode geleitet, kommt es durch den Aufprall des Materials zum Spritzen, wodurch nicht das gesamte Material nach dem Kapillarwellenmechanismus atomisiert wird und somit die Ausbeute an qualitativ hochwertigem Pulver sinkt [24]. Dieses Problem wird bei dieser Methode umgangen, während der Prozess trotzdem kontinuierlich betrieben werden kann, da die gekühlte Sonotrode nicht verbraucht wird, sondern laufend Material zugeführt wird.

2.3 Additive Fertigung – pulverbettbasiertes Laserstrahlschmelzen

Es gibt eine Vielzahl von Verfahren, die der Definition der additiven Fertigung entsprechen. Eines dieser ist das pulverbettbasierte Schmelzen. Darunter werden Verfahren verstanden, bei denen ein Pulverbett Schicht für Schicht aufgetragen und selektiv geschmolzen oder gesintert wird [5]. Als Beispiele wären etwa Selektives Lasersintern (SLS), pulverbettbasiertes Elektronenstrahl- (PBF-EB) und pulverbettbasiertes Laserstrahlschmelzen (L-PBF), auch unter Selektivem Laserschmelzen (SLM) bekannt, zu nennen [5]. Diese Verfahren folgen alle dem gleichen Grundprinzip und unterscheiden sich im Wesentlichen nur durch die Art der Energieaufbringung.

Nach Beaman entstand pulverbettbasiertes Laserstrahlschmelzen aus der Fragestellung heraus, wieso es so lange dauert, ein neues Teil zum ersten Mal herzustellen. Beaman und Deckard setzten sich ab 1986 intensiv mit dieser Fragestellung auseinander und entwickelten die ersten L-PBF Systeme für Polymere. Diese Systeme wurden Schritt für Schritt verbessert und kommerzialisiert. In den 1990er Jahren wurden auch erste Systeme für Metalle entwickelt, auf denen die heute bekannten Geräte basieren [25].

2.3.1 Grundprinzip pulverbettbasiertes Laserstrahlschmelzen (L-PBF)

Die Herstellung eines Bauteils durch pulverbettbasiertes Laserstrahlschmelzen erfolgt in mehreren Schritten [5]:

- (1) Das gewünschte 3D – Modell wird erzeugt.
- (2) Das 3D – Modell wird durch Spezialsoftwares analysiert, wodurch Fehler behoben, Stützstrukturen hinzugefügt und das Modell in Schichten geschnitten wird.
- (3) Das nun aus Schichten aufgebaute Modell wird an das L-PBF System übermittelt, welches die Abrasterungswege festlegt und die erste Pulverschicht initialisiert.
- (4) Der Laserstrahl folgt den vorgegebenen Abrasterungswegen.
- (5) Das mittels Laser bestrahlte Material bildet einen Schmelzpool und nach dem Abkühlen die gewünschte metallische Struktur.

- (6) Nach dem Ende des Abrasterungsvorgangs sinkt die Bauplattform (Buildplattform) um die Schichtdicke nach unten und der Rakel (Recoating Blade) trägt die nächste Pulverschicht auf, indem er Material von der Pulverplattform (Powder Platform) zur Bauplattform zieht.
- (7) Nun werden die Schritte Vier bis Sechs bis zur Vollendung des Bauteils wiederholt.

Eine schematische Darstellung des Prozesses ist in Abbildung 7 dargestellt [26].

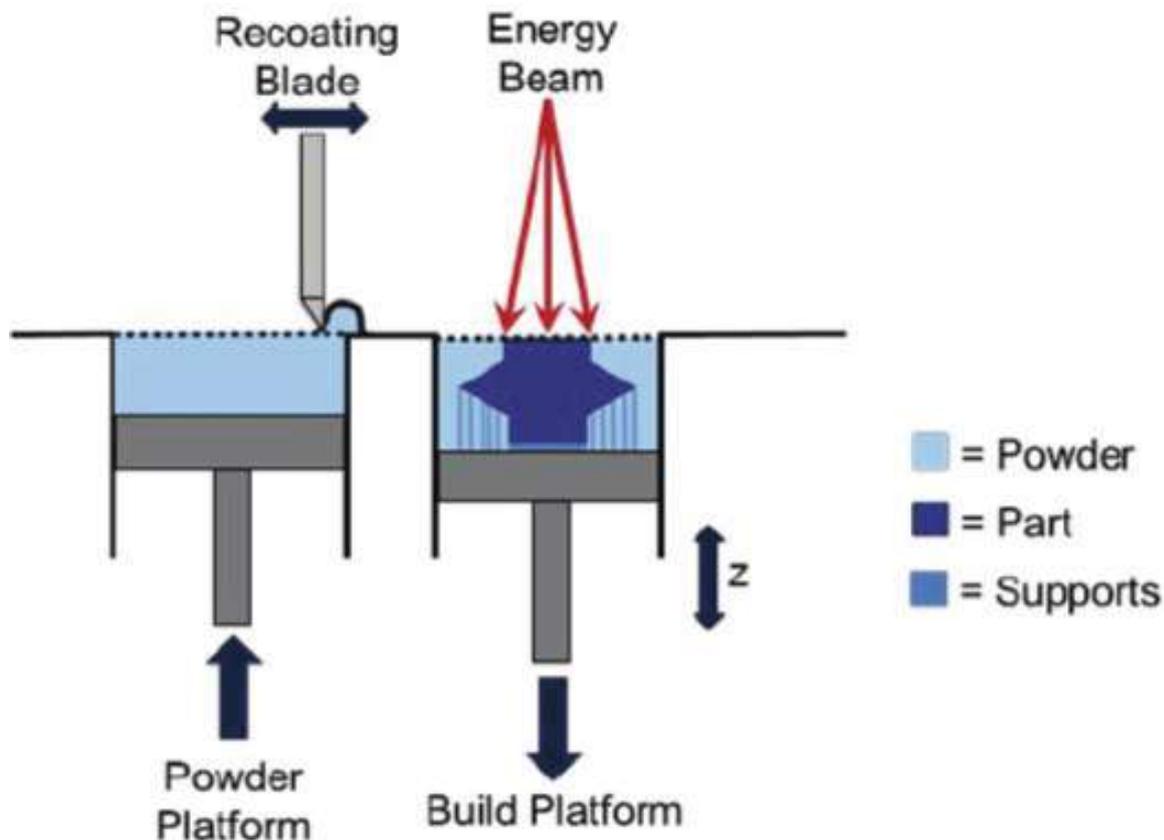


Abbildung 7: Schematische Darstellung von Pulverbettbasiertem Laserstrahlschmelzen [26]

Nach Sun et al. gibt es viele Prozessparameter die den Prozess beeinflussen, wobei diese entweder laserbezogen, abrasterungsbezogen, temperaturbezogen oder pulverbezogen sein können [27]. Diese Arbeit beschäftigt sich mit den pulverbezogenen Parametern, weshalb im folgenden Punkt 2.3.2 genauer auf die Pulveraufbringung eingegangen wird.

2.3.2 Pulveraufbringung und Anforderungen an die Materialien

Die Hauptaufgabe der Pulveraufbringungssysteme ist die Herstellung von gleichmäßigen und kompakten Pulverschichten auf der Bauplattform [28]. Es gibt üblicherweise zwei Reservoir Arten, in denen das Pulver vor der Aufbringung gespeichert werden kann. Entweder

in einem Zylinderförmigen Speicher, in dem ein Kolben das Pulver von unten nach oben schiebt, oder in einem Trichterartigen Reservoir, wo das Pulver in der gewünschten Menge von oben nach unten fließt [5]. Ist das Pulver dem System zugeführt, gibt es unterschiedliche Möglichkeiten die Pulverschicht in der Bauplattform aufzubringen. Nach Yadroitsev et al. führen die gängigen Auftragssysteme lineare gleichmäßige Bewegungen von Seite zu Seite aus und benutzen entweder einen Rakel oder eine Walze zur Pulververteilung. Walzen werden aus steifen Materialien wie Werkzeugstahl gefertigt, während Rakel entweder aus einem flexiblen Material wie Gummi, oder ebenso aus steifen Materialien, bestehen können [28]. Welches dieser Systeme gewählt wird, hängt von den verwendeten Materialien und den strukturellen Charakteristiken der herzustellenden Teile ab [5].

Ein weiterer wichtiger Parameter im pulverbettbasierten Laserstrahlschmelzen ist die Schichtdicke. Diese muss einerseits so gewählt werden, dass die gewünschte Genauigkeit im Werkstück erreicht werden kann. Denn je dicker die Schichtdicke, desto kürzer ist zwar die Druckzeit, umso weniger genau ist jedoch das Bauteil [5]. Außerdem muss nach Mitterlehner et al. die Schichtdicke dem verwendeten Material angepasst werden, da es sonst zu unerwünschten Effekten kommen kann. Wird die Schichtdicke kleiner als der Pulverdiameter gewählt (Abbildung 8a), kann es zu Verklemmungen kommen und es wird kein Pulver aufgetragen. Daher ist es wichtig, die Schichtdicke größer als den Partikeldiameter zu wählen (Abbildung 8b), um einen gleichmäßigen Pulverauftrag zu gewährleisten. Hat das verwendete Pulver eine breitere Partikelgrößenverteilung und wird die Schichtdicke in der Mitte dieser gewählt, kann das zu Segregation (Abbildung 8c), aber auch zu Bildung von Löchern in der Pulverschicht (Abbildung 8d) führen [29].

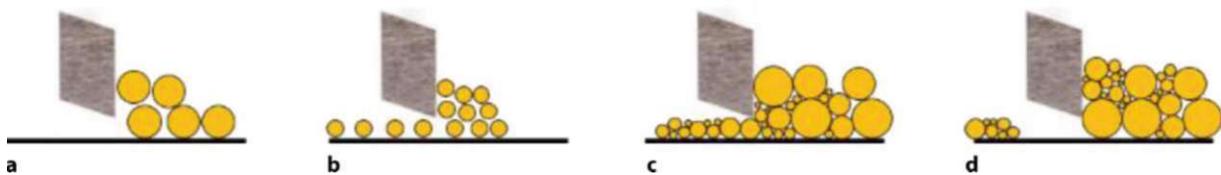


Abbildung 8: Schematische Darstellung der Auswirkung der Schichtdicken: a) Verklemmung, b) gewünschtes Verhalten, c) Segregation, d) Lochbildung [29]

Um das gewünschte Verhalten der Pulver zu erhalten, gibt es gezielte Anforderungen an die verwendeten Materialien. Eine erste wichtige Eigenschaft ist die Fließfähigkeit, die im Wesentlichen von der Form der Partikel abhängt. Je fließfähiger das Pulver, desto gleichmäßiger können die Schichten aufgetragen werden. Benötigt werden somit runde Pulver

die keine Satelliten aufweisen sollen [5,27]. Mit diesen Eigenschaften wird eine möglichst hohe Packungsdichte gewährleistet, die ein gleichmäßiges Aufschmelzen des Pulvers sicherstellt und Schrumpfung bestmöglich verringert. Das kann durch porenfreie Partikel und durch gezielte Einstellung der Partikelgrößen im Pulver optimiert werden, da die Hohlräume zwischen größeren Partikeln zusätzlich noch durch Kleinere aufgefüllt werden [30].

2.4 Pulver Charakterisierung

2.4.1 Partikelgrößen- und Partikelformdeskriptoren

Um die Größe und Form von Partikeln zu beschreiben, gibt es in der Literatur viele unterschiedliche Herangehensweisen. Häufig werden 2D Parameter herangezogen, um 3D Strukturen zu beschreiben, da diese in der Auswertung einfacher zu handhaben sind. Hierbei muss jedoch darauf geachtet werden, dass es sich um die Projektion einer räumlichen Struktur handelt und die Richtung der Ansicht somit einen großen Einfluss auf die Ergebnisse hat [31]. Weiters muss eine große Anzahl an Partikeln betrachtet und ausgewertet werden, um eine statistische Genauigkeit gewährleisten zu können [32]. Die ISO Norm 9276-6:2008 [33] listet eine große Auswahl an Größen- und Formdeskriptoren, wobei in dieser Arbeit die nun folgenden Parameter von Relevanz sind. Der maximale und minimale Feret-Durchmesser ($x_{Fe, max/min}$) wird durch den Abstand zweier paralleler Tangenten ermittelt. Diese werden um die Partikel gelegt und der maximale und minimale Abstand zwischen diesen ermittelt [34]. Das Seitenverhältnis (SV) ist in Formel (2) dargestellt und beschreibt wie rund ein Partikel ist anhand des Verhältnisses der Feret-Durchmesser [33]. Ein perfekter Kreis hat ein Seitenverhältnis von 1.

$$SV = \frac{x_{Fe, max}}{x_{Fe, min}} \quad (2)$$

SV: Seitenverhältnis

$x_{Fe, max/min}$: maximaler/minimaler Feret-Durchmesser / μm

Die Zirkularität wird durch Formel (3) beschrieben.

$$\text{Zirkularität} = \sqrt{\frac{4 \cdot \pi \cdot A}{U^2}} \quad (3)$$

A: Fläche / μm^2

U: Umfang / μm

Dabei wird in erweiterter Form die Fläche (A) mit dem Umfang (U) des Partikels verglichen und auch hier hat ein perfekter Kreis den Wert 1. Die Länge des Umfangs hat einen quadratischen Einfluss auf die Zirkularität, was bedeutet, dass die Oberflächenrauigkeit und die optische Auflösung der Partikel einen starken Einfluss auf die Ergebnisse ausüben. Daher

gibt es noch einen weiteren Formdeskriptor, der sich aus der Zirkularität ableiten lässt und in Formel (11) dargestellt ist.

$$\text{Kompaktheit} = \sqrt{\frac{4 \cdot A}{x_{\text{Fe, max}}^2 \cdot \pi}} \quad (4)$$

A: Fläche / μm^2

$x_{\text{Fe, max}}$: Feret-Durchmesser / μm

Die Kompaktheit eines Partikels vergleicht seine tatsächliche Fläche mit der eines Kreises, wobei sich dieser Kreis aus dem maximalen Feret-Durchmesser berechnet [33,35]. Für perfekt kreisförmige Partikel ergibt sich eine Kompaktheit von 1.

In Abbildung 9 sind zum besseren Verständnis der vorgestellten Partikelformdeskriptoren drei Beispiele angeführt.

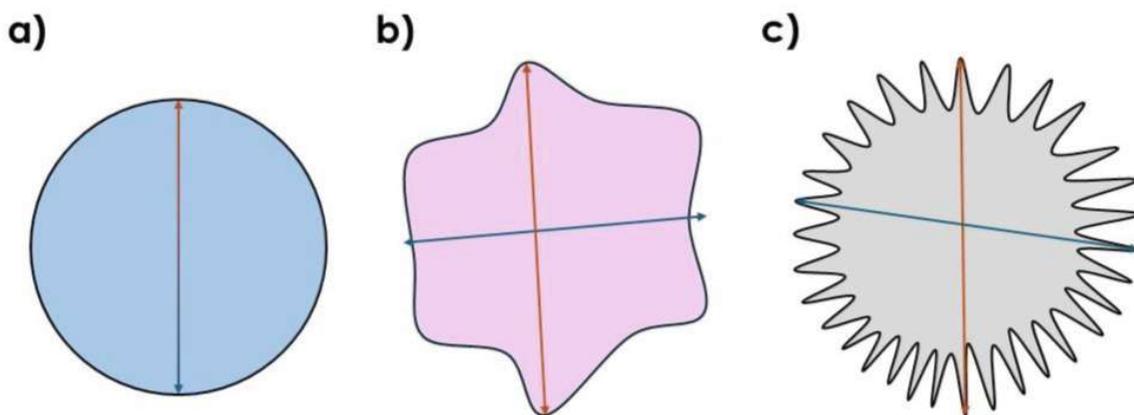


Abbildung 9: Drei Partikel mit gleichem Flächeninhalt und nahezu identen Feret-Durchmessern, die auf der Grundform eines Kreises basieren und sich im Umfang unterscheiden

Alle drei Partikel weisen einen identischen Flächeninhalt und sehr ähnliche Feret-Durchmesser auf, während sich ihre Umfänge deutlich unterscheiden. Bei Betrachtung des Seitenverhältnisses dieser drei Partikel ergibt sich für den perfekt kreisförmigen Partikel a) ein Seitenverhältnis von 1. Für die Partikel, b) und c), die zwar von dieser Kreisform abweichen, aber dennoch beinahe identische maximale und minimale Feret-Durchmesser aufweisen, ergibt sich somit ein Seitenverhältnis von nahezu 1. Daraus lässt sich ableiten, dass das Seitenverhältnis nur geringfügig von der Oberflächenbeschaffenheit, sondern in erster Linie von der Grundform der Partikel abhängig ist. Hinsichtlich der Zirkularität dieser drei Partikel lassen sich große Unterschiede feststellen. Das folgt aus den großen Unterschieden

im Umfang, bei gleichem Flächeninhalt. Beträgt die Zirkularität beim kreisförmigen Partikel a) genau 1, nimmt sie mit steigendem Umfang der Partikel b) und c) deutlich ab. Das lässt den Schluss zu, dass die Zirkularität stark von der Partikeloberfläche abhängt. Wird die Kompaktheit der Partikel betrachtet, zeigen sich wie beim Seitenverhältnis ähnliche Ergebnisse. Alle drei weisen den gleichen Flächeninhalt und beinahe identische Feret-Durchmesser auf, was zu Ergebnissen von 1 im Fall von a) und beinahe 1 im Falle von b) und c) führt.

2.4.2 Rakelfähigkeit

Es ist von großem Interesse zu prüfen, ob Pulver grundsätzlich dafür geeignet sind, im pulverbettbasierten Laserstrahlschmelzen eingesetzt zu werden, bevor überhaupt Bauteile hergestellt werden, da so Zeit und Ressourcen geschont werden können. Ein wichtiger Aspekt davon ist die Rakelfähigkeit dieser Pulver, also ob sie sich den Anforderungen entsprechend schichtweise auf der Bauplattform auftragen lassen. Eine Möglichkeit ist ein Rakelprüfer, ein Gerät das gezielt zur Überprüfung der Rakelfähigkeit an der TU Wien gebaut wurde [36]. Alternative Möglichkeiten werden in Punkt 2.4.2.2 beschrieben.

2.4.2.1 Rakelprüfer

Die Grundidee des Rakelprüfers ist es, den Prozess des Pulverauftragens von L-PBF Maschinen in einem kleineren Maßstab zu imitieren, um die Rakelfähigkeit von Pulvern zu überprüfen, ohne dass das Gerät mit den teuren Laser- und Schutzgassystemen bestückt sein muss [36]. Ein Foto des Rakelprüfers mit seinen Bestandteilen ist in Abbildung 10 ersichtlich [37].

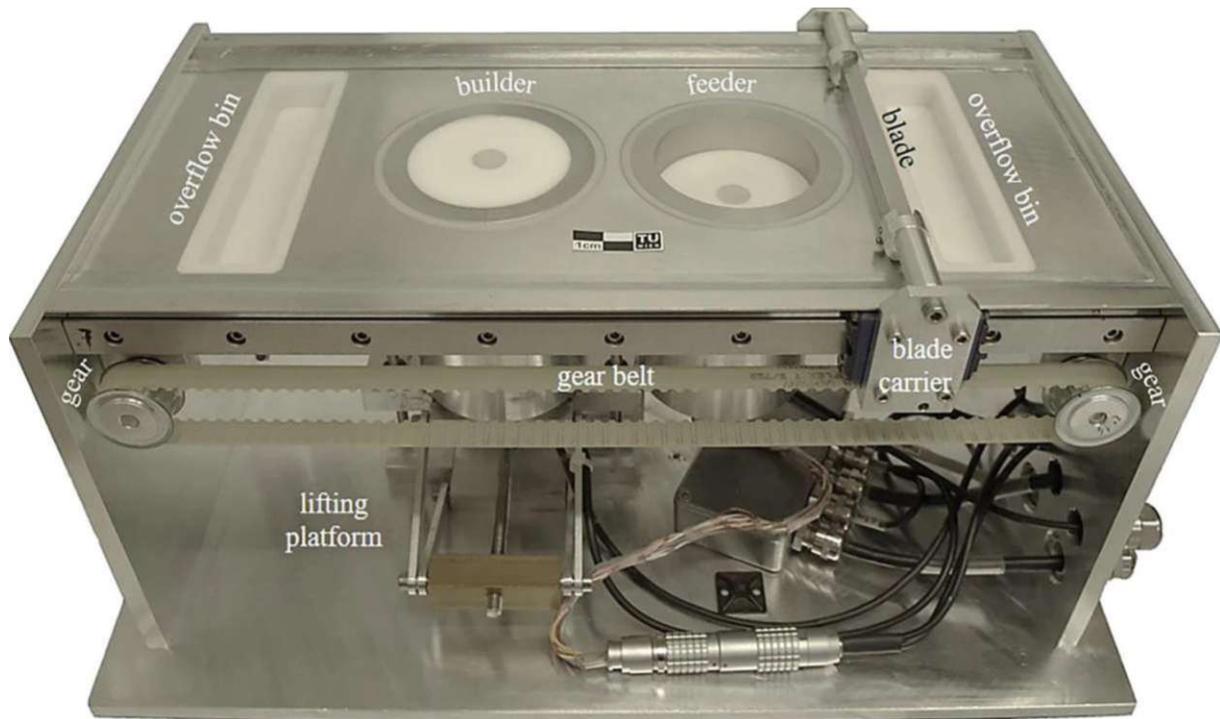


Abbildung 10: Bestandteile des Rakelprüfers [37]

Beim Vergleich des Rakelprüfers mit einem L-PBF System (Abbildung 7) sind die Gemeinsamkeiten klar ersichtlich. Der Rakelprüfer besitzt alle Bestandteile die wichtig sind, um eine Pulverschicht aufzutragen. Das sind die Bauplatzform (builder), die Pulverplattform (feeder), der Rakel (blade) und die Überlaufbehälter (overflow bin) an beiden Enden. Zusätzlich befindet sich die Bauplatzform auf einer Hebebühne, die nach dem Abschluss des Rakelexperiments nach oben gefahren werden kann. Das ermöglicht eine weitgehend erschütterungsfreie Entnahme der Bauplatzform, was für die anschließende Analyse der Rakelschicht unerlässlich ist [36].

Die Oberflächen der Pulverschichten werden nach Mitterlehner et al. durch vier Parameter beschrieben. Die Höhendifferenz ΔH , beschrieben in Formel (5), gibt an wie weit der höchste und niedrigste Punkt der gerakelten Schicht voneinander entfernt sind und soll beschreiben, wie flach die Oberfläche ist.

$$\Delta H = h_{\max} - h_{\min} \quad (5)$$

- ΔH : Höhendifferenz / μm
- h_{\max} : maximale Höhe / μm
- h_{\min} : minimale Höhe / μm

Dieser Kennwert ist sehr anfällig für Ausreißer und daher nicht besonders robust. Daher wird zusätzlich in Formel (6) der Interquartilsabstand ΔQ eingeführt, der das Intervall angibt, in dem sich die mittleren 50 % der Messwerte befinden.

$$\Delta Q = h_{0,25} - h_{0,75} \quad (6)$$

ΔQ : Interquartilsabstand / μm

$h_{0,25}$: Höhe unter der 25 % der Höhenwerte liegen / μm

$h_{0,75}$: Höhe unter der 75 % der Höhenwerte liegen / μm

Dieser ist vorteilhaft, da nicht nur zwei Werte, sondern die gesamte Menge betrachtet wird, was diesen Parameter im Vergleich zur Höhendifferenz wesentlich robuster macht. Die Oberfläche A der gerakelten Schichten wird mit Hilfe von Formel (7) approximiert. Das ist möglich, da die Höhenwerte regelmäßig angeordnet sind.

$$A = \sum dA \approx \sum A_{\text{Dreieck1}} + A_{\text{Dreieck2}} = \sum \frac{1}{2} \cdot |\vec{v}_1 \times \vec{v}_2| + \frac{1}{2} \cdot |\vec{v}_2 \times \vec{v}_3| \quad (7)$$

A : Oberfläche / μm^2

dA : Teilfläche zwischen 4 rechteckig angeordneten Höhenwerten h_{1-4} / μm^2

v_1 : Vektor zwischen h_1 und h_2 / μm

v_2 : Vektor zwischen h_1 und h_3 / μm

v_3 : Vektor zwischen h_1 und h_4 / μm

Die Oberfläche stellt einen Vergleichswert für die Oberflächenrauigkeit dar. Wird sie größer, bedeutet das eine rauere Oberfläche. Das Ausgleichsvolumen V_{ausgl} , Formel (10), wird durch eine Ebene bestimmt, die durch die Oberfläche der gerakelten Schichten gelegt wird. Das Volumen über (Formel (8)) und unter (Formel (9)) dieser Ausgleichsebene wird bestimmt und diese dann so nach oben oder unten verschoben, bis das Volumen darüber und darunter gleich groß ist. Das Volumen darüber beschreibt somit das Volumen des Pulvers, während das Pulver darunter die Kavitäten beschreibt.

$$V_{\text{oben}} = \int_{x_0}^{x_n} \int_{y_0}^{y_m} \max(h(x,y) - h_{\text{ausgl}}, 0) dx dy \quad (8)$$

$$V_{\text{unten}} = \int_{x_0}^{x_n} \int_{y_0}^{y_m} \max(h_{\text{ausgl}} - h(x,y), 0) dx dy \quad (9)$$

$$V_{\text{ausgl}} = V_{\text{oben}} = V_{\text{unten}} \quad (10)$$

V_{ausgl} :	Ausgleichsvolumen / μm^3
$h(x,y)$:	Höhe am Punkt (x,y) / μm
h_{ausgl} :	Höhe der Ausgleichsebene / μm
V_{oben} :	Volumen über der Ausgleichsebene / μm^3
V_{unten} :	Volumen unter der Ausgleichsebene / μm^3

Auch dieser Wert ist eine Darstellung der Oberflächenrauigkeit, denn je rauer die Oberfläche, desto größer das Ausgleichsvolumen. [36,37]. Für den Rakelvorgang sind möglichst glatte Oberflächen wünschenswert, da hierbei die größtmögliche Materialdichte in einer Pulverschicht vorliegt. Beim Vergleich des gleichen Messparameters von mehreren Proben ist somit jeweils der niedrigste zu bevorzugen.

Zum besseren Verständnis sind die vier zuvor beschriebenen Parameter in Abbildung 11 grafisch dargestellt.

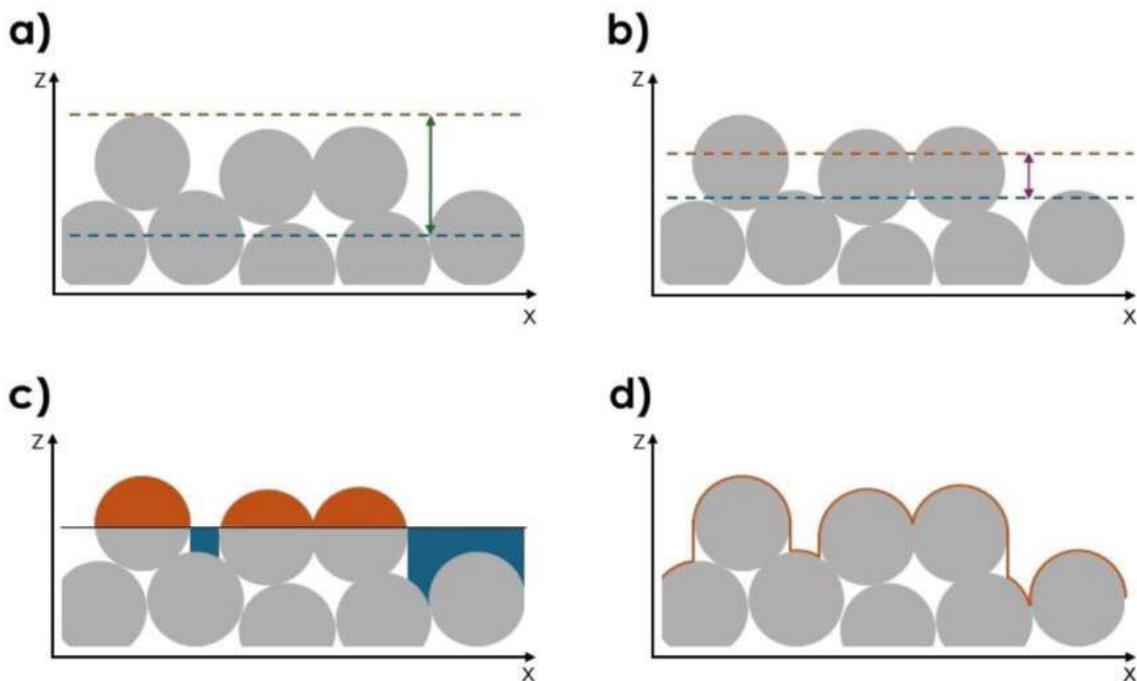


Abbildung 11: a) maximaler Höhenunterschied b) Interquartilsabstand c) Volumen über (rot) und unter (blau) der Ausgleichsebene (schwarz) d) Oberfläche der Pulverschicht

2.4.2.2 Herkömmliche Methoden

In der Literatur gibt es zahlreiche Anstrengungen, die Rakelfähigkeit durch möglichst einfache und standardisierte Kennwerte einheitlich darzustellen [38–44]. Einer dieser Versuche ist es, die Fließfähigkeit von Pulvern mit der Rakelfähigkeit zu korrelieren [38]. Typische Parameter sind hierbei die Hall Durchflussrate, die Schüttdichte, die Klopfdichte, der Böschungswinkel und der Hausner Faktor. Der Hausner Faktor ergibt sich aus dem Quotienten von Klopf- und Schüttdichte [45]. Nach Dobson et al. besagt ein Hausner Faktor $<1,25$, dass ein Pulver problemlos gerakelt werden kann [46]. Da diese Kennwerte jedoch von vielen Faktoren abhängen, reicht es gemäß Clayton et al. nicht, einzelne Parameter zur Bestimmung der Eignung von Pulvern für L-PBF heranzuziehen. Weiters zeigen die Autor:innen in ihrer Arbeit, dass Metallpulver zwar vergleichbare Hausner Faktoren und Böschungswinkel aufweisen, sich im Rakelprozess dennoch sehr unterschiedlich verhalten können [42]. Auch Capozzi et al. bezeichnen etwa die Hall Durchflussrate als ungeeignete Methode zur Bestimmung der Rakelfähigkeit, da nicht fließende Pulver durchaus erfolgreich gerakelt werden konnten und auch Pulver mit der gleichen Hall Durchflussrate unterschiedliche Rakeleignung zeigen können [38].

Weiters wurden Versuche unternommen, durch die Analyse mit Pulverrheometern Parameter zu finden, die mit der Rakelfähigkeit korrelieren [38]. Beispiele hierfür sind die dynamische Fließenergie (Basic flowability energy – BFE) und die spezifische Energie (SE). Die dynamische Fließenergie beschreibt den Widerstand, der überwunden werden muss, um ein Pulver zum Fließen zu bringen. Sie wird gemessen, in dem ein rotierendes Messer von oben nach unten durch das getestete Pulver bewegt und die Energie gemessen wird, die das Messer benötigt. Die spezifische Energie wird gemessen, in dem das Messer von unten nach oben bewegt wird. Der Unterschied der beiden Messwerte findet sich in der Verdichtung des Pulvers wieder. Bei der Messung der BFE befindet sich das Pulver, durch die Bewegung nach unten, in einem eingeschlossenen Zustand und wird dadurch auch verdichtet, während bei der Aufwärtsbewegung ein offener Zustand gemessen wird [38,42]. Clayton et al. beschreiben in ihrer Arbeit, einen Zusammenhang zwischen BFE bzw. SE und der Rakelfähigkeit. Hohe Werte sollen einen größeren Widerstand des Pulvers gegen Bewegung zeigen und deshalb schlechte Fließfähigkeit und somit schlechte Rakelfähigkeit voraussagen [42]. Die Arbeit von Balbaa et al. zeigt jedoch Widersprüche dieser Messmethoden in Bezug auf die Zusammenhänge zur Rakelfähigkeit auf [47]. Auch Snow et al. bestätigen diese

Korrelation nicht und beschreiben, dass weitere Untersuchungen zu den Zusammenhängen von Pulverrheometern und Rakelfähigkeit vonnöten sind [48].

3 Praktische Durchführung

3.1 Verwendete Materialien

Im Zuge dieser Diplomarbeit sind Pulver aus zwei unterschiedlichen Drähten hergestellt worden. Einerseits 316L und andererseits 316LSi. Die Zusammensetzung der beiden Drähte ähnelt sich stark, wobei das 316LSi einen etwas höheren Siliciumgehalt aufweist. Die Zusammensetzungen der Ausgangsmaterialien laut Hersteller sind in Tabelle 1 ersichtlich. Der 316L-Draht stammt von der Firma Stahl-Becker GmbH, während der 316LSi-Draht von der Firma Metal Technology-Canterbo GmbH bezogen wurde.

Tabelle 1: Inhaltsstoffe der Ausgangsmaterialien laut Herstellern

Inhaltsstoffe	Massenanteil 316L /%	Massenanteil 316LSi /%
Cr	16,5 – 18,5	18,0 – 20,0
Ni	10,0 – 13,0	11,0 – 14,0
Mo	2,0 – 2,5	2,5 – 3,0
Mn	< 2,0	1,0 – 2,5
Si	< 1,0	0,65 – 1,2
C	<0,03	0,03
Fe	Rest	Rest

3.2 Ultraschall-Atomisierung

Das ultraschall-atomisierte Pulver wurde mit dem Gerät ATO Lab Plus der Firma 3D Lab hergestellt, die Funktionsweise ist in Abschnitt 3.2.1, die eigentliche Durchführung in Punkt 3.2.2 beschrieben.

3.2.1 Funktionsweise ATO Lab Plus

Die Funktionsweise des Verwendeten Ultraschall-Atomisierers ist in Abbildung 12 dargestellt [49].

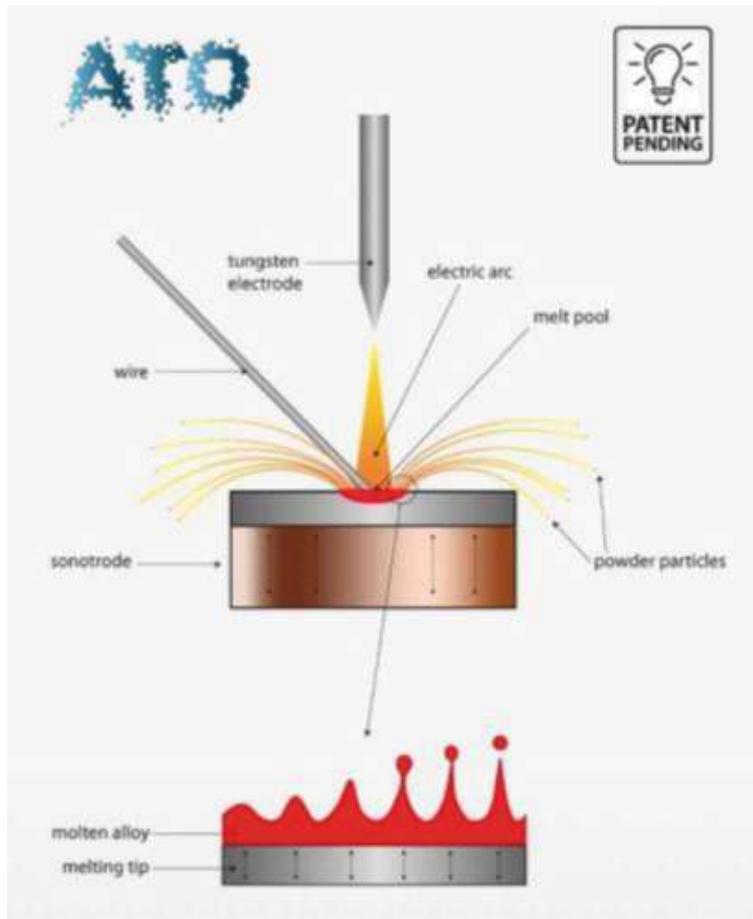


Abbildung 12: Funktionsweise des Gerätes ATO Lab Plus [49]

Zur Pulverherstellung wird zwischen der Wolframelektrode und der Sonotrode ein Lichtbogen gezündet und gleichzeitig das zu atomisierende Material zugeführt. Es gibt dabei zwei mögliche Zuführsysteme, eines für Drähte und eines für Stäbe. Im Lichtbogen schmilzt das zugeführte Material, wodurch sich auf der Sonotrode ein Schmelzpool bildet. Nach erfolgter Aktivierung des Ultraschallmoduls lösen sich, wie in der Abbildung dargestellt, Tropfen aus dem Schmelzpool, welche nach ihrem Erstarren das Pulver bilden. Dieses wird im Anschluss mithilfe eines Zyklons vom Gasstrom getrennt und sammelt sich in einem Behälter am unteren Ende von diesem. Um Oxidation zu vermeiden, wird das Gerät in einer Argonatmosphäre betrieben.

3.2.2 Durchführung der Ultraschall-Atomisierung

Um den Sauerstoffgehalt der Pulver so gering wie möglich zu halten, wurde zu Beginn eine Füllung des Gerätes mit Argon durchgeführt. Hierbei wurde abwechselnd Vakuum angelegt und mit Argon gespült, bis die Konzentration von Sauerstoff kleiner als 400 ppm war. Am Ende dieser Prozedur herrschte im Ultraschall-Atomisierer ein Überdruck von

50 mbar, welcher während des gesamten Betriebes aufrechterhalten werden soll, um potenzielles Eindringen von Sauerstoff zu verhindern. Anschließend wurde ein Argon Gasstrom von 15 L min^{-1} eingestellt und die Eigenfrequenz des Ultraschallmoduls ermittelt. Diese betrug in allen Fällen 35 kHz. Nun wurde der Lichtbogen gezündet und der Automover des Schweißkopfes aktiviert. Dieser führte eine alternierende Bewegung mit einer Breite von 2 mm und einer Maximalgeschwindigkeit von 5 mm s^{-1} aus, wodurch eine gleichmäßige Erhitzung des Schmelzpool gewährleistet wurde. Die Stromstärke des Lichtbogens betrug entweder 100 A, 120 A oder 140 A, wobei pro Material ein Versuch mit jeder dieser Stromstärken durchgeführt wurde. In dieser Arbeit wurden zur Pulverherstellung Drähte als Ausgangsmaterial und somit auch das entsprechende Zuführsystem verwendet. Dieses wurde nun aktiviert und langsam Material zugeführt. Nach der Bildung eines Schmelzpool wurde das Ultraschallmodul mit einer Amplitude von 75 % aktiviert. Die entstehenden Partikel waren sofort sichtbar und wurden vom Argon Gasstrom zum Zyklon getragen. Die Geschwindigkeit der Drahtzugabe wurde nun der ablaufenden Atomisierung angepasst, sodass die Größe des Schmelzpool möglichst konstant blieb. Für 316L war das eine Feedgeschwindigkeit von 30 – 34 %, beim mit Silicium angereicherten 316LSi 60 – 64 %. Der Herstellprozess wurde so lange aufrechterhalten, bis die gewünschte Pulvermenge erzeugt war. Anschließend wurde die Drahtzugabe beendet, der restliche Schmelzpool atomisiert und darauffolgend Ultraschallmodul und Lichtbogen abgeschaltet. Der Argon Gasstrom wurde zum Abkühlen des Gerätes, bis die Temperatur weniger als $40 \text{ }^{\circ}\text{C}$ betrug, benutzt und anschließend ebenfalls beendet. Nun konnte der Pulverbehälter entfernt und das erzeugte Pulver entnommen werden. Die Herstellparameter sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Tabelle 2: Parameter der Pulverherstellung

Name	Gasstrom / L min^{-1}	Stromstärke / A	Amplitude /%	Frequenz / kHz	Feed /%
316L_100A	15	100	75	35	30-34
316L_120A	15	120	75	35	30-34
316L_140A	15	140	75	35	30-34
316LSi_100A	15	100	75	35	60-64
316LSi_120A	15	120	75	35	60-64
316LSi_140A	15	140	75	35	60-64

Das hergestellte Pulver wurde in einem ersten Aufarbeitungsschritt mit einem Sieb mit einer Maschenweite von 500 μm gesiebt, um Drahtreste und sonstigen bei der Atomisierung entstandenen Grobanteil abzutrennen.

3.3 Wärmebehandlung

Es wurden auch Wärmebehandlungen der Pulver mit einem Röhrenofen unter Wasserstoff/Argon Atmosphäre durchgeführt. Die Proben wurden kalt in einem Schiff in den Ofen gestellt und dieser anschließend mit der maximal möglichen Aufheizrate auf 810 °C aufgeheizt. Diese Temperatur wurde für 35 Minuten gehalten. Anschließend wurden die Proben in die Kühlzone geschoben, für eine weitere halbe Stunde abgekühlt und anschließend aus dem Ofen entnommen. Der genaue Temperaturverlauf wurde am Ofen abgelesen und ist in Abbildung 13 ersichtlich.

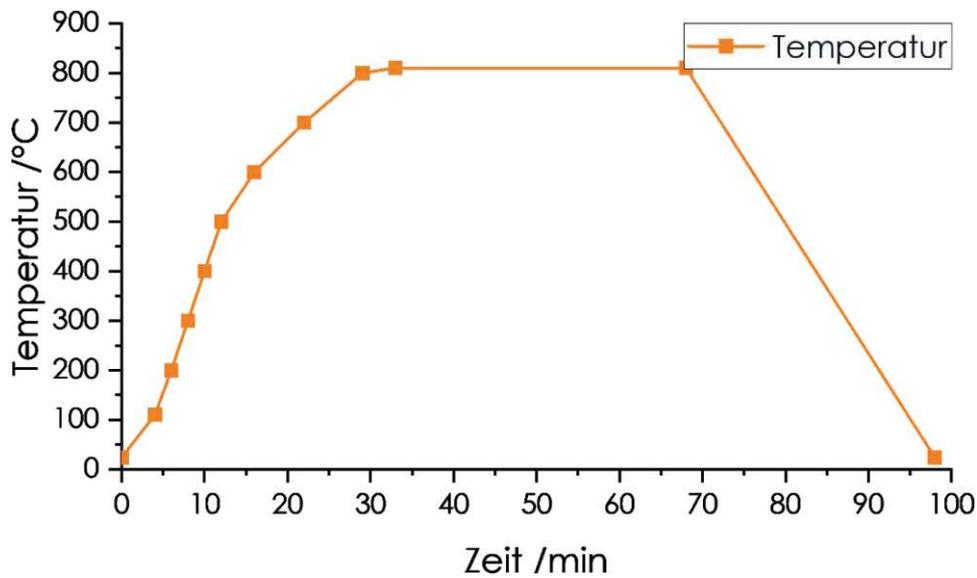


Abbildung 13: Temperaturverlauf der Wärmebehandlung

3.4 Pulvercharakterisierung

Das erhaltene Pulver wurde nun in den nächsten Arbeitsschritten charakterisiert.

3.4.1 Partikelgrößenverteilung

Zunächst wurde die Partikelgrößenverteilung der erzeugten Pulver bestimmt, wobei die nun folgenden beiden Methoden verwendet wurden.

3.4.1.1 Siebenanalyse

Zur Siebanalyse wurde eine Laborsiebmaschine FRITTSCH Analysette 3 und ein Siebturm mit neun Sieben verwendet. Die Siebanalysen wurden der Norm DIN EN ISO 4497 folgend durchgeführt [50]. Die verwendeten Siebe mit deren Maschenweite sind in Tabelle 3 ersichtlich.

Tabelle 3: Verwendete Siebe für Siebanalyse

Sieb	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Maschenweite / μm	25	36	45	53	63	75	100	150	180

Somit wurden pro Siebanalyse zehn Fraktionen gewonnen. Die Siebanalysen wurden in einem ersten Schritt optimiert und anschließend mit den in Tabelle 4 dargestellten Parametern durchgeführt.

Tabelle 4: Parameter der Siebanalyse

Intervall /s	Schwingungsintensität /mm	Dauer /min	Trockensiebung
10	2,5	120	ja

Um eine bessere Siebleistung zu erzielen, wurden nach dem Ende des maschinellen Siebens die einzelnen Siebe durch Klopfen zusätzlich händisch gesiebt. Zur Überprüfung der Qualität der gesiebten Fraktionen wurde wie in 3.4.1.2 beschrieben vorgegangen.

3.4.1.2 Optische Analyse der Partikelgröße

Für die optische Analyse der Pulver und Pulverfraktionen wurden Überblicksfotos mittels Rasterelektronenmikroskop aufgenommen und mit der Software ImageJ mit dem Canny Edge Detector plugin ausgewertet. Der Canny Edge Detector erhöht dabei den Kontrast

wie in Abbildung 14a) dargestellt, wodurch die Partikel von der Software ImageJ, wie in Abbildung 14b) gezeigt, erkannt und ausgewertet werden konnten.

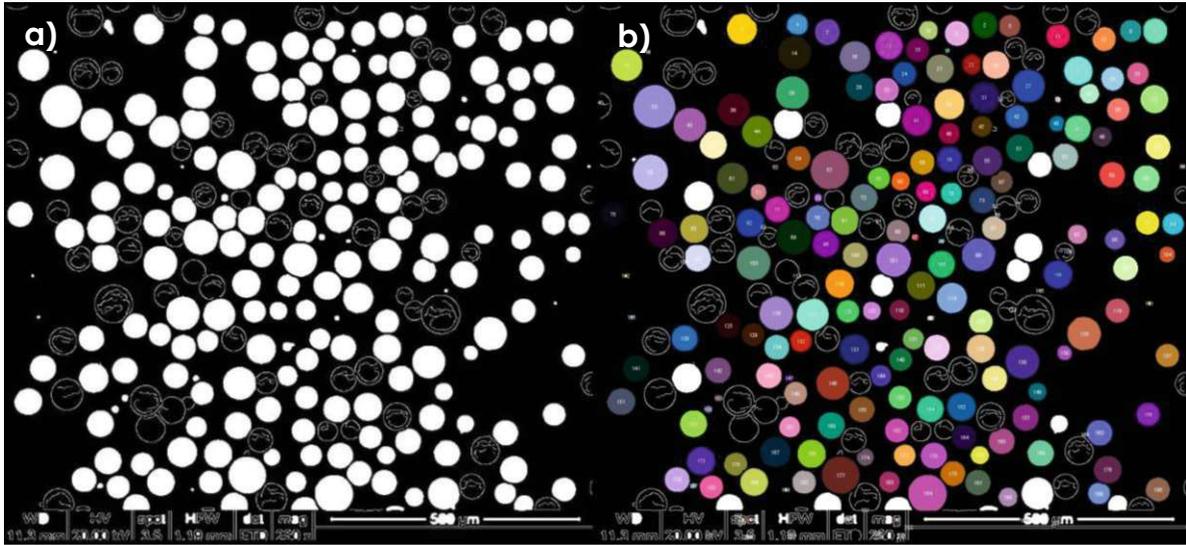


Abbildung 14: Rasterelektronenmikroskop Aufnahme nach a) Aufbereitung mittels Canny Edge Detector und b) anschließender Auswertung mittels ImageJ

Dabei wurden unter anderem der maximale und minimale Feret-Durchmesser der Pulverpartikel bestimmt. Die Auswertung der vorliegenden Daten erfolgte durch die Verwendung eines vom Verfasser erstellten Python Codes. Das Volumen wurde mithilfe der Formel für das eines Ellipsoids (Formel (11)) approximiert.

$$V = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot a \cdot b \cdot c \approx \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot \frac{X_{\text{Fe, max}}}{2} \cdot \frac{X_{\text{Fe, min}}^2}{4} \quad (11)$$

V: Volumen/ μm^3

a, b ,c: Halbachsen Ellipsoid/ μm

$X_{\text{Fe, max/min}}$: maximaler/minimaler Feret-Durchmesser / μm

Die hohe Rundheit der Pulver, die in Punkt 4.3.3 aus den drei beschriebenen Partikelformdeskriptoren abgeleitet wird, erlaubt die Anwendung dieser Methode. Im Mittel beträgt das Seitenverhältnis 1,03, die Zirkularität 0,91 und die Kompaktheit 0,98, was auf äußerst sphärische Pulver hinweist.

Zur daraus folgenden Berechnung der Masse der Partikel wurde die theoretische Dichte von 316L herangezogen. Nach DIN EN 10088-1 beträgt diese $8,0 \text{ kg} \cdot \text{dm}^{-3}$ [51]. Pro Probe wurden zwischen 1000 und 2000 Pulverpartikel ausgewertet.

3.4.2 Optische Analyse der Formfaktoren

Die Formfaktoren wurden wie zuvor beschrieben mit Hilfe der Software ImageJ ausgewertet. Neben den Feret-Durchmessern der Pulverkörner, wurden weiters auch noch drei Formfaktoren bestimmt.

3.4.3 Hall Durchflussrate, Schüttdichte und Klopfdichte

Die Hall Durchflussrate wurde der Norm DIN EN ISO 4490 folgend bestimmt, wobei die Variante mit geöffneter Ausflussöffnung durchgeführt wurde [52]. Im Anschluss wurde die Schüttdichte nach der Norm DIN EN ISO 3923 – 1 gemessen [53]. Verwendet wurde ein Hall Trichter.

Zusätzlich wurde auch die Klopfdichte nach der Norm DIN EN ISO 3953 bestimmt, wobei der Klopffapparat JEL STAV II der Firma J. Engelsmann AG verwendet wurde [54].

3.4.4 Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt

Der Sauerstoffgehalt der Pulver wurde mittels LECO TC400 bestimmt. Dazu wurden etwa 100 mg der zu bestimmenden Probe in Zinnkapseln eingewogen und diese anschließend in Kohlenstofftiegel geschmolzen und analysiert. Dazu wurde vor jeder Messung ein neuer Tiegel in die Elektrode des Geräts eingesetzt und die Kapsel über ein Probeladesystem zugegeben.

Der Kohlenstoffgehalt wurde mittels LECO CS230 bestimmt. Bei dieser Messmethode wurden etwa 500 mg Pulver in Aluminiumoxidtiegel eingewogen und eine Spatelspitze Wolfram Beschleuniger zugefügt. Darauffolgend wurde der Tiegel in das Gerät eingesetzt, die Probe geschmolzen und analysiert.

Es wurden jeweils drei Messungen pro Probe durchgeführt.

3.4.5 Metallographische Präparation

In den folgenden Punkten werden die durchgeführten Arbeitsschritte für die metallographische Präparation im Detail beschrieben.

3.4.5.1 Einbetten der Pulver

Zuerst wurden die Proben eingebettet, wobei zwei unterschiedliche Methoden verwendet wurden. Einerseits Warmeinbetten mittels MultiFast, einem Phenolharz mit Holzfüllstoff

und andererseits Kalteinbetten mit ProntoFix, einem Epoxidharz. Beide Systeme stammen von der Firma Struers.

Zum Warmeinbetten wurde eine CitoPress-1 der Firma Struers verwendet. Im Fall von Pulverproben wurde zunächst MultiFast in der Reibschale gemahlen, dann mit Pulver im Verhältnis 1 : 9 gemischt und in die Einbettpresse gefüllt. Im Fall von Drahtproben wurden diese direkt in der Presse platziert. Die jeweilige Probe wurde anschließend mit 25 mL MultiFast bedeckt. Darauffolgend wurde die Einbettpresse mit den Parametern aus Tabelle 5 in Betrieb genommen.

Tabelle 5: Parameter der Einbettpresse

Heizphase /min	Druck /bar	Temperatur /°C	Kühlphase /min
6	250	180	4

Für das Kalteinbetten wurden ProntoFix Harz und Härter laut System Guide gemischt und in die schon mit Probe vorbereiteten Einbettformen gefüllt. Das Epoxidharz musste dann für mindestens 12 Stunden aushärten, bevor es aus der Form entfernt und weiter präpariert werden konnte.

3.4.5.2 Schleifen & Polieren

Die eingebetteten Proben wurden anschließend mit einer Schleif- und Poliermaschinenkombination (TegraForce-5/TegraPol-31) der Firma Struers mit den in Tabelle 6 angegebenen vier Schritten geschliffen und poliert.

Tabelle 6: Schleif- und Polierschritte

Schritt	1	2	3	4
Scheibe	MD Piano	MD Allegro	MD Dac	MD Nap
Körnung	220 Diamant	9 µm Diamant	3 µm Diamant	1 µm Diamant
Drehzahl Scheibe/rpm	300	140	140	120
Drehzahl Halter/rpm	150	130	140	100
Drehung gleichgerichtet	ja	ja	ja	ja
Kraft pro Probe /N	25	20	25	25
Wasser	Ja	nein	nein	nein
Dauer /min	4	4	6	4

Die Schleif- und Polierschritte orientieren sich dabei lose an den Anwendungsempfehlungen der Firma Struers für Edelstähle. Zwischen allen Schleif- und Polierschritten wurden

die Schlitze mit Seife gewaschen, für 10 Minuten mit Isopropanol in einem Ultraschallbad gereinigt und abschließend mit Isopropanol abgespült und trocken geföhnt.

3.4.5.3 Ätzen der Pulverschlitze

Die hergestellten Proben wurden mit dem Ätzmittel V2A Beize geätzt. Hierzu wurden 50 mL deionisiertes Wasser, 50 mL konzentrierte HCl und 5 mL konzentrierte HNO₃ gemischt. Die frisch hergestellte V2A Beize wurde in einem Becherglas mit Hilfe einer Heizplatte auf etwa 70 °C erwärmt und die Proben anschließend für 10 bis 20 Sekunden eingetaucht. Anschließend wurde das Ätzmittel mit Wasser abgespült und mit Isopropanol gereinigt und getrocknet. Dann wurde mit dem Lichtmikroskop der Schliff begutachtet und die Tauchätzung so lange wiederholt, bis das Ergebnis zufriedenstellend war. Die ursprünglichen Proben wurden dabei in 4 bis 6 Schritten für insgesamt 1,5 bis 2 Minuten geätzt. Für die wärmebehandelten Proben war ein Schritt von 20 Sekunden ausreichend, um die gewünschte Ätzung zu erzielen.

3.4.6 Weitere verwendete Messmethoden

Für die weitere Pulvercharakterisierung wurden die folgenden Messmethoden verwendet.

3.4.6.1 Optisches Lichtmikroskop

Die Bilder der Schlitze wurden mit einem optischen Lichtmikroskop Olympus GX51 aufgenommen, wobei die Software Olympus Stream Motion verwendet wurde.

3.4.6.2 Rasterelektronenmikroskopie und Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Für detailliertere Aufnahmen wurde ein FEI Quanta 200 Rasterelektronenmikroskop verwendet, welches für zusätzliche Elementanalysen mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie kombiniert ist. Zur Kontaktierung und Befestigung der Pulverproben wurde ein leitfähiges Kohlenstoffklebeband benutzt, welches auf einen Probenträger geklebt wurde. Die Proben wurden anschließend im Hochvakuum analysiert.

3.4.6.3 Röntgendiffraktometrie

Weiters wurden Röntgendiffraktogramme mit einem Gerät von PAN Analytical aufgenommen, wobei ein 2θ Winkel zwischen 20 und 120 ° gemessen wurde. Die Pulverproben wurden mit einem Tropfen Heptan auf Siliciumwafern fixiert, während die polierten

Schliffe keine weitere Behandlung benötigten. Die erhaltenen Diffraktogramme wurden mit der Software HighscorePlus ausgewertet.

3.4.6.4 Röntgenfluoreszenzanalyse

Für die Röntgenfluoreszenzanalyse wurden Pulverschliffe vorbereitet, die wie in Unterabschnitt 3.4.5 beschrieben präpariert wurden. Die Messungen wurden von Dr.techn. Johannes Zbiral durchgeführt.

3.5 Prüfung der Rakelfähigkeit

Die Rakelfähigkeit wurde in zwei Teilschritten geprüft. Zuerst wurden mit dem Rakelprüfer Pulverschichten aufgetragen, die im nächsten Schritt durch topographische Aufnahmen analysiert wurden. Die genaue Vorgehensweise wird in den nächsten Punkten genauer erläutert.

3.5.1 Durchführung des Rakelvorgangs

Für die Durchführung des Rakelvorgangs wurden erst die Software und der Rakelprüfer gestartet. Anschließend wurden alle Flächen, die mit der Probe in Berührung kommen, mit einem in Isopropanol getränkten Papiertuch gereinigt. Nun wurden die entsprechenden Testparameter gewählt, die Distanz zwischen Rakel und Bauplattform manuell der Schichtdicke angepasst, der Feeder mit Pulver befüllt und der Rakelvorgang gestartet. In dieser Arbeit wurden die Parameter nicht variiert und alle Proben mit den in Tabelle 7 ersichtlichen Größen geprüft.

Tabelle 7: Parameter des Rakelvorgangs

Testvariante	Schichtdicke / μm	Schichten	Rakelgeschwindigkeit / mm s^{-1}	Rakel
Concept Laser	80	20	50	Edelstahl

Die Testvariante beschreibt, von welcher Maschine der Rakelvorgang imitiert wird. In diesem Fall der eines 3D – Druckers der Concept Laser GmbH. Das zugehörige Rakelschema ist in Abbildung 15 dargestellt.

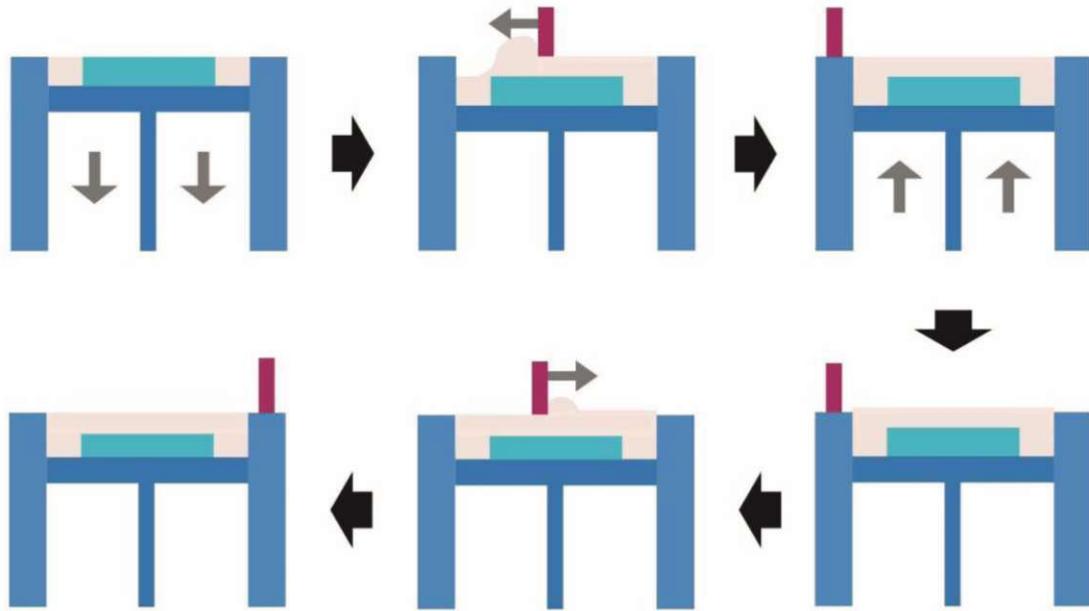


Abbildung 15: Schema des Rakelvorgangs eines 3D-Druckers von Concept Laser.
Blau: Bauplattform, Türkis: geschmolzenes Material, Grau: Pulver, Rot: Rakel

Nach dem Ende des Rakelvorgangs wurde das Pulver mit einem Pinsel vorsichtig bis zum Rand des Builders entfernt (Abbildung 16).

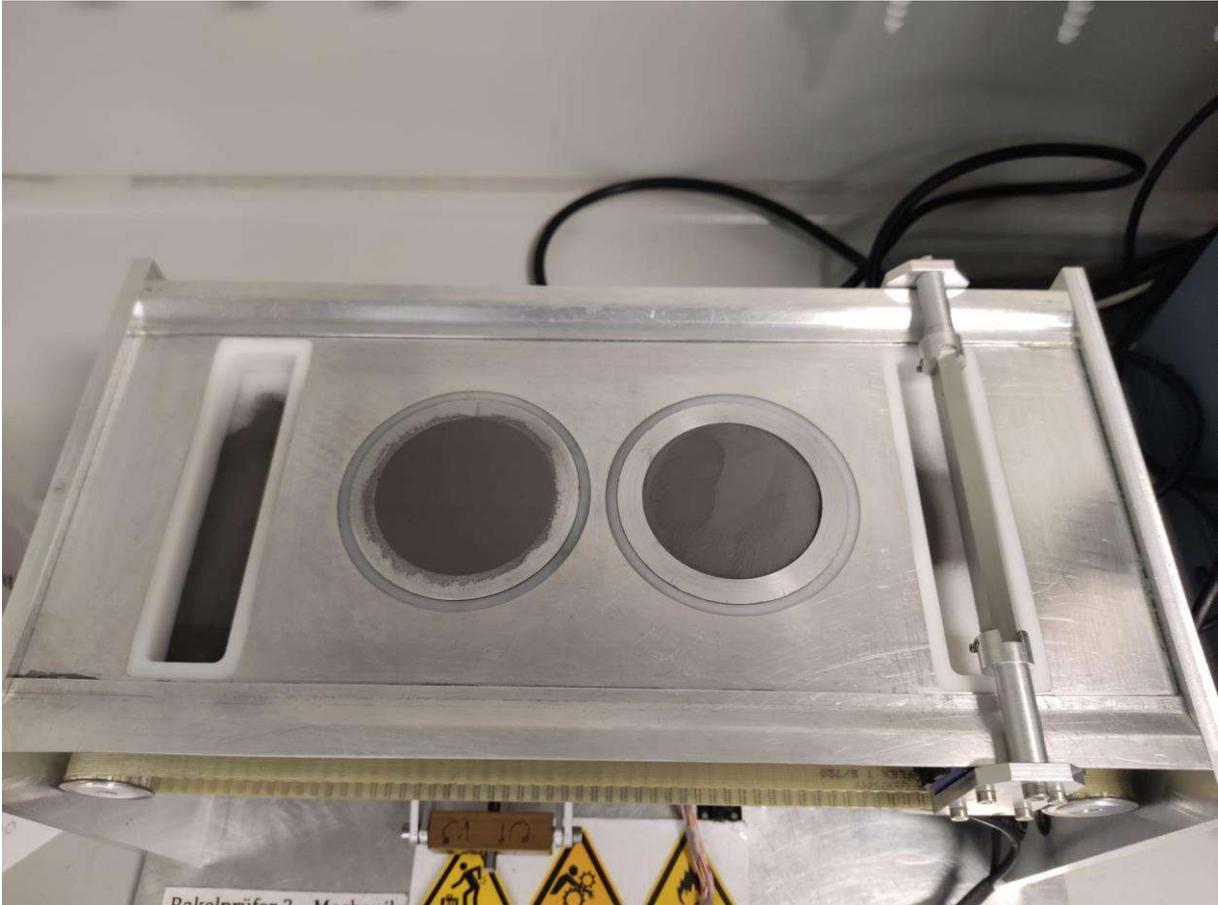


Abbildung 16: Plattform nach dem Ende des Rakelvorgangs und der Reinigung

Anschließend konnte die Bauplattform nach oben gefahren sowie der Builder entnommen und erschütterungsfrei zum Mikroskop überführt werden.

3.5.2 Topographische Aufnahmen

Die zur Auswertung des Rakelvorgangs benötigten topographischen Bilder wurden mittels Keyence VHX-5000 aufgenommen. Dazu wurde in einem ersten Schritt die Linse VH-Z100UR/W/T montiert und anschließend kalibriert. Dabei wurden 9 Flächen des Builders wie in Abbildung 17 [29] ersichtlich, festgelegt und jeweils der höchste und niedrigste Punkt der Pulverschicht ermittelt. Mit diesen Angaben wurden die Flächen automatisch abgerastert und ein zusammengesetztes topographisches Foto pro Fläche erstellt.



Abbildung 17: Schema der Topographischen Aufnahmen

Diese Aufnahmen wurden in CSV - Dateien umgewandelt und anschließend mit einem vom Verfasser geschriebenen Python Code ausgewertet.

4 Auswertung und Interpretation der Ergebnisse

4.1 Parametervariation und Nomenklatur der Proben

4.1.1 Parametervariation

Ziel dieser Arbeit war es, den Einfluss von Parametervariationen im Ultraschall-Atomisierungsprozess zu untersuchen. Im Fall des hier verwendeten Gerätes gibt es dafür zwei Möglichkeiten. Es kann einerseits die Stromstärke des Lichtbogens verändert werden, oder die Frequenz der Sonotrode. In dieser Arbeit wurde der Einfluss der Stromstärke auf die Partikelgrößenverteilung untersucht, die Frequenz wurde nicht verändert. Die verwendeten Stromstärken waren 100, 120 und 140 Ampere. Mit steigender Stromstärke sollte sich die Temperatur des Schmelzpool erhöhen und nach Pichler et al. dessen Oberflächenspannung steigen und Dichte sinken [55,56], was nach Formel (1) die Partikelgrößenverteilung zu größeren Durchmessern verschieben sollte. Nach Tang et al. beginnt die Oberflächenspannung ab etwa 2000 K wieder zu sinken, was wiederum zu kleineren Partikeldurchmessern führen würde [57]. Der Einfluss der Stromstärke auf die Partikelgrößenverteilung gibt also auch Aufschluss über die Schmelzpooltemperatur.

4.1.2 Nomenklatur der Proben

Die für diese Arbeit gewählte Nomenklatur besteht aus 4 Teilen, die von Unterstrichen getrennt sind. Zuerst wird angegeben, welches Material für die Atomisierung verwendet worden ist - in diesem Fall 316L oder 316LSi. Als Zweites werden die variierten Parameter in der Herstellung angegeben, in diesem Fall eine Stromstärke zwischen 100 und 140 Ampere. Als Drittes ist angegeben, ob eine Wärmebehandlung durchgeführt worden ist. Falls ja, wird der Zusatz WBH angehängt. Falls nicht entfällt dieser Teil. Zuletzt wird angegeben, um welche Siebfraktion es sich handelt. Handelt es sich um eine Zwischenfraktion, wird die Maschenweite der entsprechenden zwei Siebe in μm angegeben. Diese zwei Zahlen, die von einem b getrennt sind, was bedeutet, dass diese Fraktion aus Partikeln mit einem Durchmesser von der ersten bis zur zweiten Zahl besteht. Handelt es sich um die Endfraktion, ist die Maschenweite des letzten Siebes in μm in Verbindung mit einem Kleinerzeichen angegeben. Das bedeutet, dass die Fraktion alle Partikel kleiner diesem Durchmesser beinhaltet. Wird die Siebfraktion in der Benennung nicht angegeben, wird von der Gesamtprobe gesprochen.

4.2 Partikelgrößenverteilung

Wie zuvor erwähnt wurden die beiden Materialien bei unterschiedlichen Stromstärken geschmolzen und atomisiert, um zu überprüfen, ob eine Änderung der Temperatur des Schmelzpoolauswirkungen auf die Partikelgrößenverteilung hat. Diese Temperaturerhöhung sollte die Oberflächenspannung und Dichte verändern und somit auch den mittleren Partikeldurchmesser. Die Ergebnisse der Sieb- und optischen Analysen werden in den folgenden Unterabschnitten angeführt und analysiert.

4.2.1 Siebanalyse

Die Siebanalysen wurden wie in Punkt 3.4.1.1 beschrieben durchgeführt. Die Ergebnisse sind graphisch in Abbildung 18 dargestellt, die genauen Ergebnisse befinden sich im Anhang im Punkt 10.1.

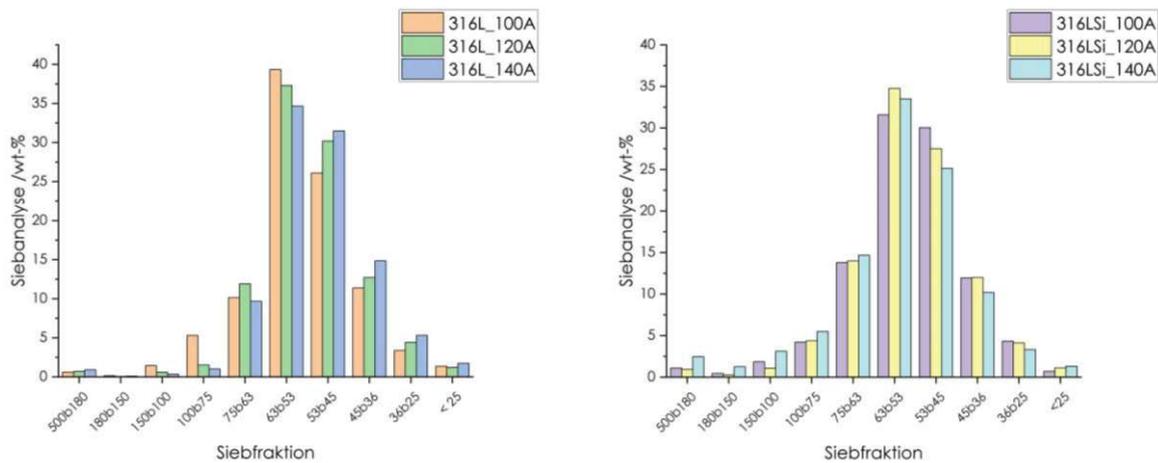


Abbildung 18: Ergebnisse der Siebanalysen

Beim Vergleich der 316L Proben ist eine Tendenz zwischen Stromstärke und Partikeldurchmesser erkennbar. Bei steigender Stromstärke steigt die Ausbeute der Fraktionen mit kleinerem Partikeldurchmesser und die der größeren sinkt im gleichen Maß. Die 316LSi Proben weisen diese Tendenz nicht auf. Hier scheint es so, dass eine höhere Stromstärke zu einer Steigerung des Partikeldurchmessers führt. Diese Tendenz ist allerdings kaum erkennbar und muss aufgrund der Abweichungen, die bei Siebanalysen auftreten, mit Vorsicht betrachtet werden. Um hier sichere Aussagen treffen zu können sind noch weitere Analysen vonnöten.

Die Variation der Stromstärke scheint also nur einen geringen Einfluss auf den Partikeldurchmesser zu haben, was verschiedene mögliche Gründe haben kann. Zunächst ist beim Betrachten der Formel (1) klar ersichtlich, dass der Parameter der Frequenz im Gegensatz zur Oberflächenspannung einen quadratischen Einfluss übt. Die Frequenz hat somit einen wesentlich größeren Einfluss auf den Partikeldurchmesser, wodurch Änderungen der Oberflächenspannung und Dichte nur wenig ins Gewicht fallen könnten. Weiters stellt sich die Frage, wie stark die Temperatur des Schmelzpool durch die Änderung der Stromstärke tatsächlich variiert wird. Da es im ATO Lab + keine Möglichkeit der Temperaturmessung gibt, lässt sich diese Frage leider nicht beantworten. Zuletzt ist es auch wichtig, die Abhängigkeiten zwischen Temperatur und Oberflächenspannung bzw. Dichte der Stahlschmelzen zu kennen. Hier bedarf es noch weiterer Untersuchungen. Die Tatsache, dass es eine Tendenz zu kleineren Partikelgrößen mit steigender Stromstärke gibt, scheint allerdings darauf hinzudeuten, dass die Schmelzpooltemperatur schon bei 100 A die Temperatur von 2000 K überschreitet, da erst ab dieser Temperatur die Oberflächenspannung der Stahlschmelze bei weiterer Temperaturerhöhung abnimmt.

Weiters wurde die Güte der Siebung durch optische Analyse von Siebfractionen beurteilt. Diese wurde wie in Unterabschnitt 3.4.1.2 beschrieben für die Siebfractionen 53b63 durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 8 ersichtlich.

Tabelle 8: Ergebnisse der optischen Analyse der Fraktionen 53b63

Fraktion	316L_100A /wt-%	316L_120A / wt-%	316L_140A / wt-%	316LSi_100A / wt-%	316LSi_120A / wt-%	316LSi_140A / wt-%
500b75	0,00	0	0,00	0,00	0,00	0,00
75b70	0,22	0	0,53	0,00	0,00	0,41
70b67	7,43	3,77	2,72	8,73	2,59	4,42
67b65	11,83	5,37	9,17	13,53	7,12	7,59
65b63	6,40	4,96	7,96	10,92	6,68	8,03
53b63	73,39	84,15	78,40	66,05	81,67	78,54
53b51	0,45	1,38	0,90	0,42	1,22	0,85
51b48	0,18	0,24	0,29	0,17	0,38	0,00
48b45	0,00	0,14	0,00	0,00	0,16	0,10
< 45	0,09	0	0,04	0,18	0,17	0,05

Die dargestellten Werte stellen deutlich dar, dass das Sieben dieser Fraktionen nicht ideal funktioniert hat, da nicht 100 % der vorhandenen Pulverpartikel den gewünschten Durchmesser aufweisen. Es sind kaum kleinere Partikel vorhanden sind, was für einen gut

funktionierenden Siebvorgang spricht. Die größere Anzahl an Partikeln, die eigentlich über der Obergrenze der Fraktion liegt, könnte durch Streuung der Maschenweite des verwendeten 63 μm Siebes erklärt werden. Das würde bewirken, dass auch größere Partikel hindurchfallen können. Dass diese Erklärung zutrifft und keine Löcher im Sieb vorhanden sind, wird von der Tatsache unterstützt, dass nahezu alle der zu großen Partikel einen Durchmesser zwischen 63 und 70 μm besitzen, während die nächstgrößere Fraktion aus Partikeln mit einem Durchmesser von 63 und 75 μm besteht.

4.2.2 Optische Partikelgrößenanalyse

Zum Vergleich mit den Siebanalysen wurden zusätzlich optische Analysen der atomisierten Pulver wie in Punkt 3.4.1.2 beschrieben durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 19 dargestellt, die genauen Werte sind im Anhang in Abschnitt 10.1 ersichtlicher.

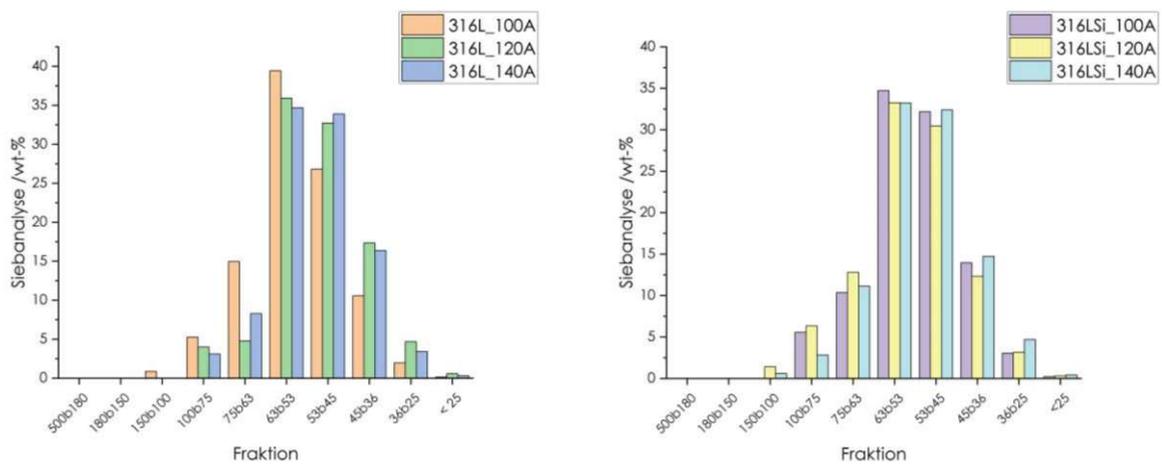


Abbildung 19: Ergebnisse der optischen Auswertung

Beim Betrachten der Ergebnisse ist ersichtlich, dass der Gewichtsanteil der einzelnen Fraktionen miteinander vergleichbar ist. Die beiden Diagramme zeigen ähnliche Tendenzen wie zuvor bei der Siebanalyse. Beim 316L eine Tendenz zu kleineren Partikelgrößen bei steigenden Stromstärken, wobei diese in diesem Fall nur in den Fraktionen 53b63 und 45b53 erkennbar ist. Im Fall von 316LSi zeigt sich wie zuvor keine klare Tendenz.

4.2.3 Vergleich Sieb- und optische Analyse

In diesem Abschnitt werden nun die beiden Methoden zur Analyse der Partikelgröße miteinander verglichen. Zur besseren Sichtbarmachung sind diese graphisch in Abbildung 20 dargestellt.

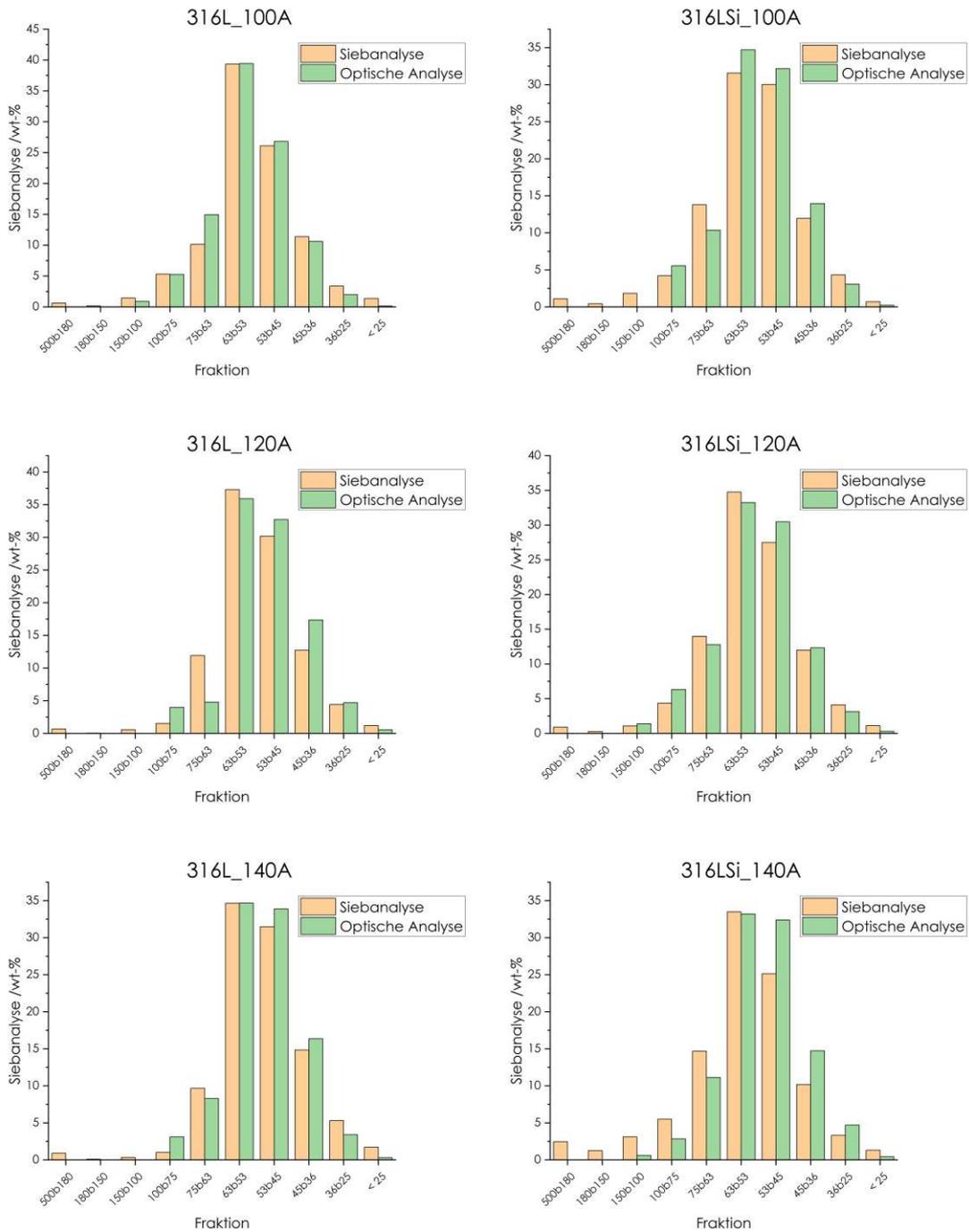


Abbildung 20: Vergleich von Sieb und optischer Analyse

Die in Abbildung 20 dargestellten Ergebnisse zeigen bei den benutzten Methoden eine hohe Übereinstimmung im Bereich der Hauptfraktionen. Mit zunehmenden Abstand von diesen und der damit verbundenen Abnahme der Fraktionsmasse, sind jedoch Abweichungen zwischen den Methoden zu beobachten. Die kleinen und großen Partikel werden in der

optischen Analyse im Vergleich zur Siebanalyse unterschätzt, was auf die stark verringerte Stichprobengröße der leichteren Fraktionen zurückzuführen sein könnte.

Da beide Messmethoden mit gewissen Unsicherheiten behaftet sind, wie etwa der Probenahme oder Qualität des Siebvorgangs, ist es wichtig, mehrere Methoden zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung durchzuführen, um die erhaltenen Ergebnisse zu verifizieren.

4.3 Optische Analysen mit dem Rasterelektronenmikroskop

Die ultraschall-atomisierten Pulver wurden nach der Siebanalyse mit dem Rasterelektronenmikroskop betrachtet. Einerseits, wie schon erwähnt, zur Beurteilung der Güte der Siebung und der optischen Analyse der Partikelgrößenverteilung. Andererseits, um nach Auffälligkeiten in der Oberflächenstruktur der Pulver zu Suchen und Analysen mittels energie-dispersiver Röntgenspektroskopie durchzuführen. Weiters wurden in Kapitel 4.3.3 die Partikelformdeskriptoren bestimmt.

4.3.1 Rasterelektronenmikroskop Aufnahmen

Beim Betrachten der Überblicksaufnahmen der Partikel wird sofort deutlich, dass es sich um äußerst gleichmäßige und sphärische Pulver handelt. Hierbei sind rein optisch auch zwischen den unterschiedlichen Proben keine merkbaren Unterschiede feststellbar. Beispielsweise sind in Abbildung 21 Überblicksaufnahmen der Proben 316L_120A_53b63 und 316LSi_120A_53b63 dargestellt, wie sie auch für die Auswertung von Partikelgrößenverteilung und Partikelformdeskriptoren verwendet wurden.

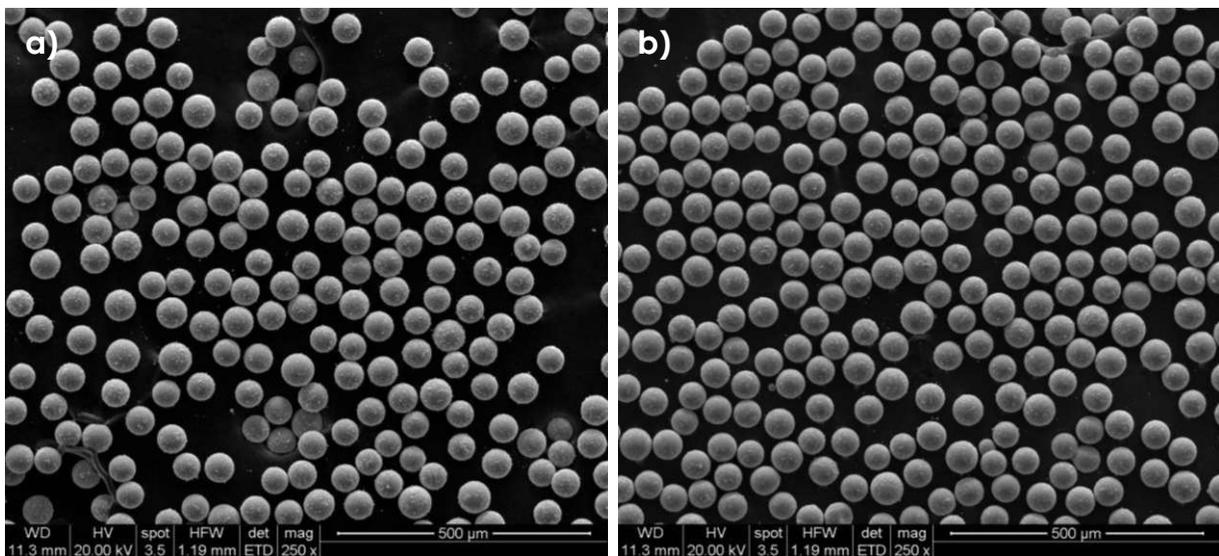


Abbildung 21: Überblicksbilder der Proben 316L_120A_53b63 (a) und 316Si_120A_53b63 (b)

Werden die Oberflächen der Pulver genauer betrachtet, zeigen sich in jeder der Proben die gleichen unterschiedlichen Oberflächenbeschaffenheiten. In Abbildung 22 ist die erste Variante dargestellt.

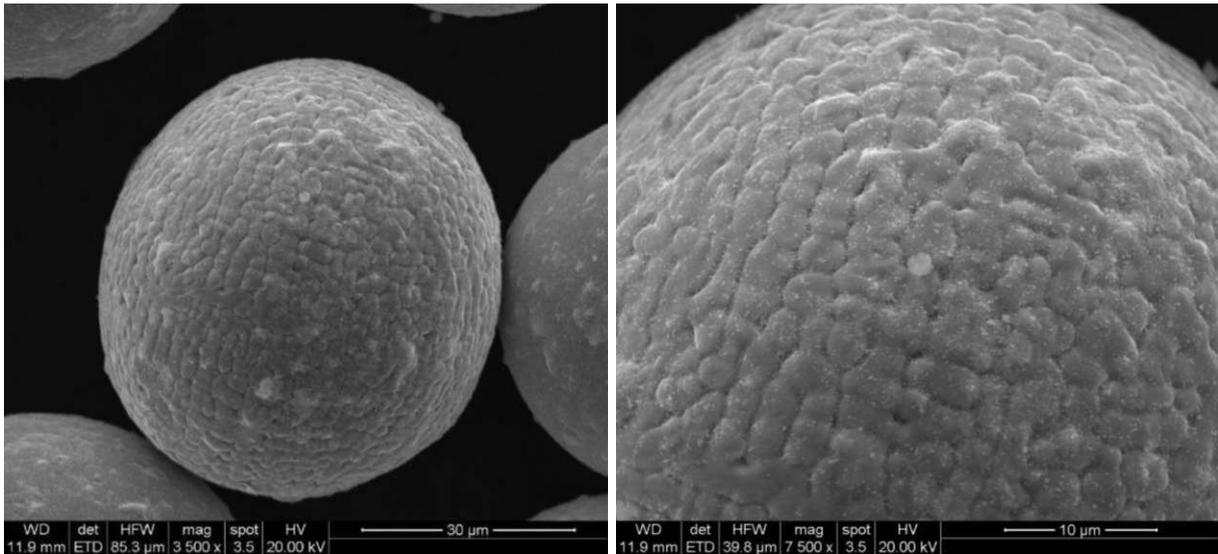


Abbildung 22: Kornartige Oberfläche mit feinen Besetzungen (316L_120A)

Hier sind an der Oberfläche voneinander abgetrennte Bereiche sichtbar, die an einzelne Körner erinnern. Wird die Oberfläche nun mit höherer Vergrößerung betrachtet, sind kleine punktartige Besetzungen der Oberfläche erkennbar.

Die zweite Art der Oberflächenbeschaffenheit ist in Abbildung 23 ersichtlich.

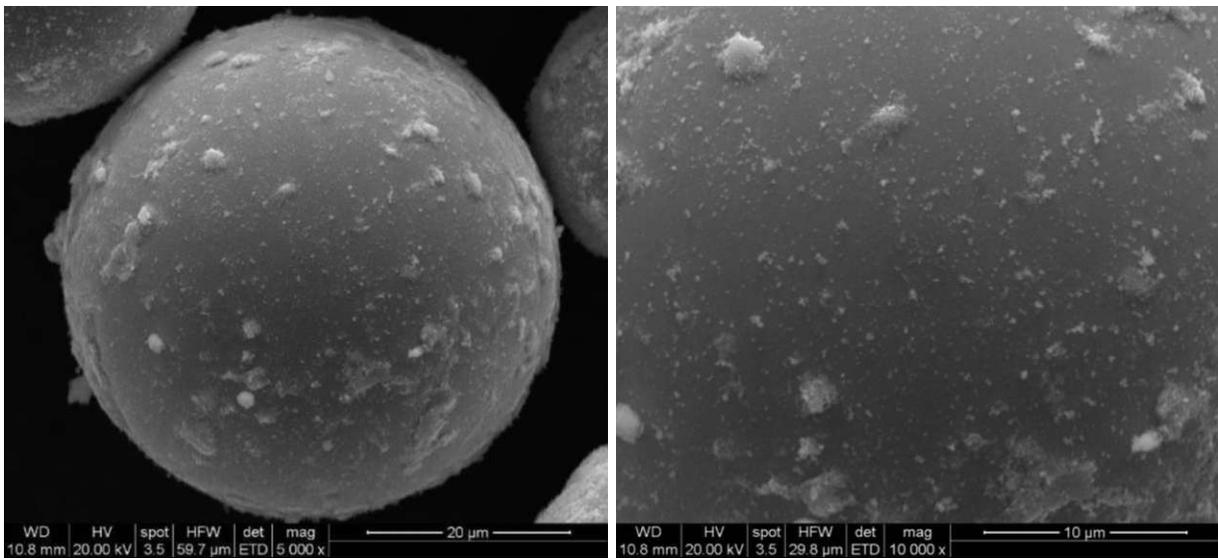


Abbildung 23: Glatte Oberfläche mit feinen und größeren Besetzungen (316L_120A)

Hier ist keine körnerartige Grundstruktur erkennbar, sondern eine glatte, saubere Oberfläche, die allerdings wie zuvor von feinen, aber auch von wenigen größeren Strukturen besetzt ist.

Die dritte und letzte Möglichkeit der Oberflächenbeschaffenheit ist in Abbildung 24 zu sehen.

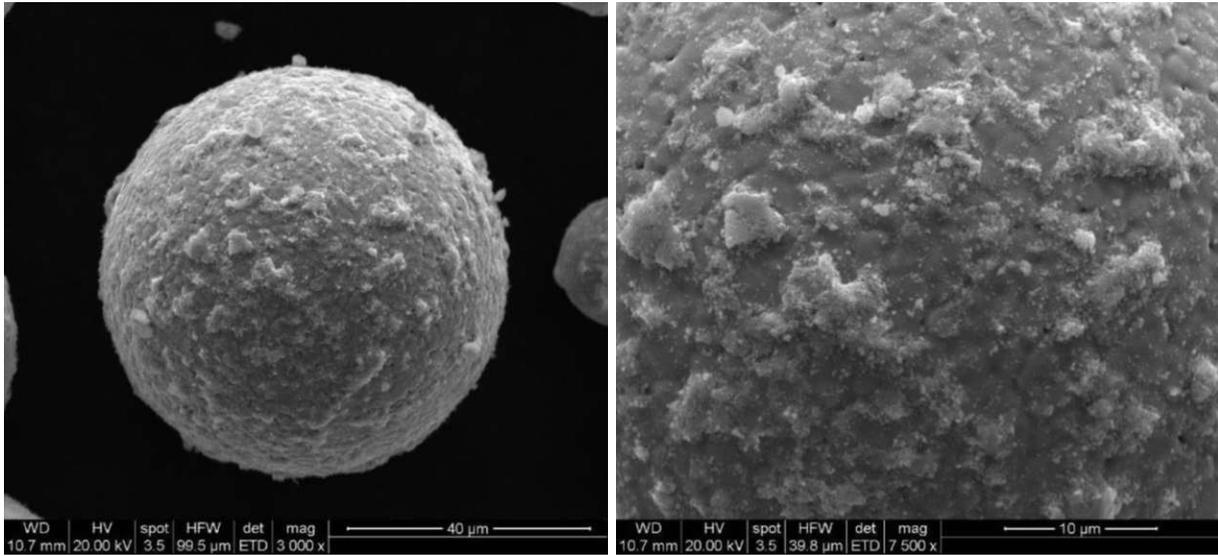


Abbildung 24: Oberfläche mit starken zerklüfteten Besetzungen (316L_120A)

In dieser Modifikation ist die Oberfläche nicht nur fein punktiert, sondern zusätzlich auch mit größeren, zerklüfteten Strukturen besetzt. Aufgrund der starken Bedeckung der Oberfläche ist nicht immer klar erkennbar, ob das Korn eine glatte oder kornartige Grundstruktur aufweist.

Auch die wärmebehandelten Proben sind mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht worden. Rein optisch kann dabei kein Unterschied zu den ursprünglichen Pulvern festgestellt werden. Beispielbilder zweier Proben sind in Abbildung 25 ersichtlich.

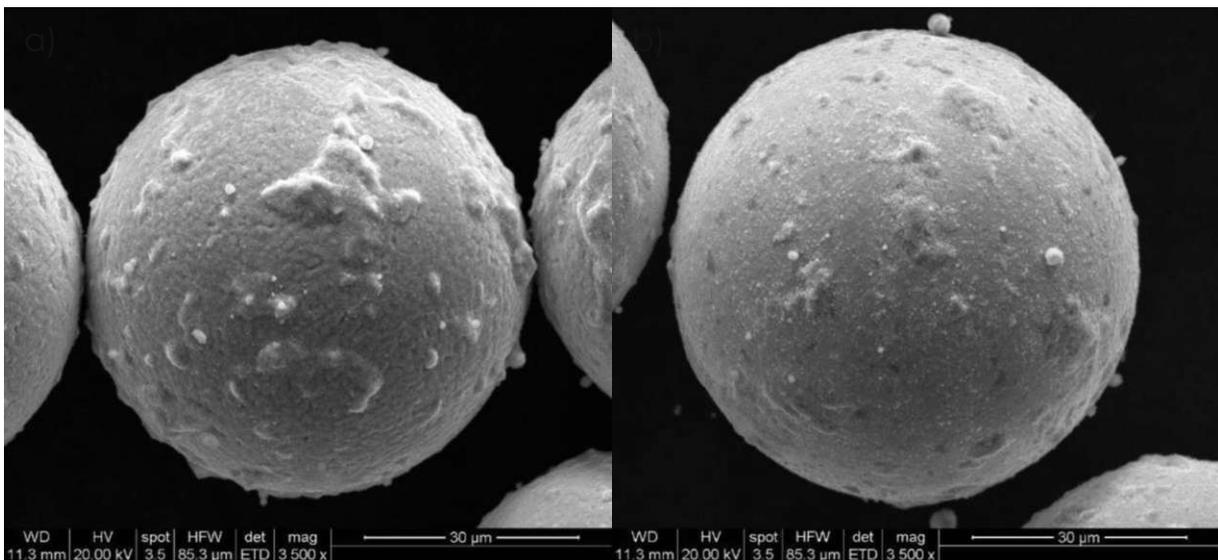


Abbildung 25: Aufnahmen der Wärmebehandelten Pulver von a) 316L_120A_WBH_53b63 und b) 316LSi_120A_WBH_53b63

Zusammengefasst gibt es somit zwei Grundstrukturen der Oberfläche: Eine kornartige und eine glatte, die unterschiedlich stark besetzt sind. Nach Hedberg et al. handelt es sich bei den vorhandenen Strukturen vermutlich um Oxide, die von starken Oxidbildnern wie Mn, Cr oder Si an der Oberfläche entstanden sein könnten [58]. Zur Identifikation der Oxide wurden Mappings mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie durchgeführt. Des Weiteren konnte festgestellt werden, dass die Wärmebehandlung keinen Einfluss auf die Oberflächenmorphologie der Pulver nimmt.

4.3.2 Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Wie zuvor erwähnt wurde zur Kontaktierung und Befestigung der Pulver ein Kohlenstoffband benutzt. Bei Betrachtung unter dem Rasterelektronenmikroskop zeigte sich dabei, dass sich manche Pulverpartikel nach der ursprünglichen Befestigung noch etwas weitergedreht hatten und dabei Teile der Oberfläche am Kohlenstoffband haften geblieben waren. Das impliziert, dass die vorhandenen Oberflächenstrukturen nicht sehr stark mit der Oberfläche verbunden sind und gibt weiters die Möglichkeit, die am Kohlenstoffband haftenden Strukturen zu analysieren. Ein solches Beispiel findet sich in Abbildung 26 wieder und wurde durch ein Mapping, das mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie durchgeführt wurde, analysiert.

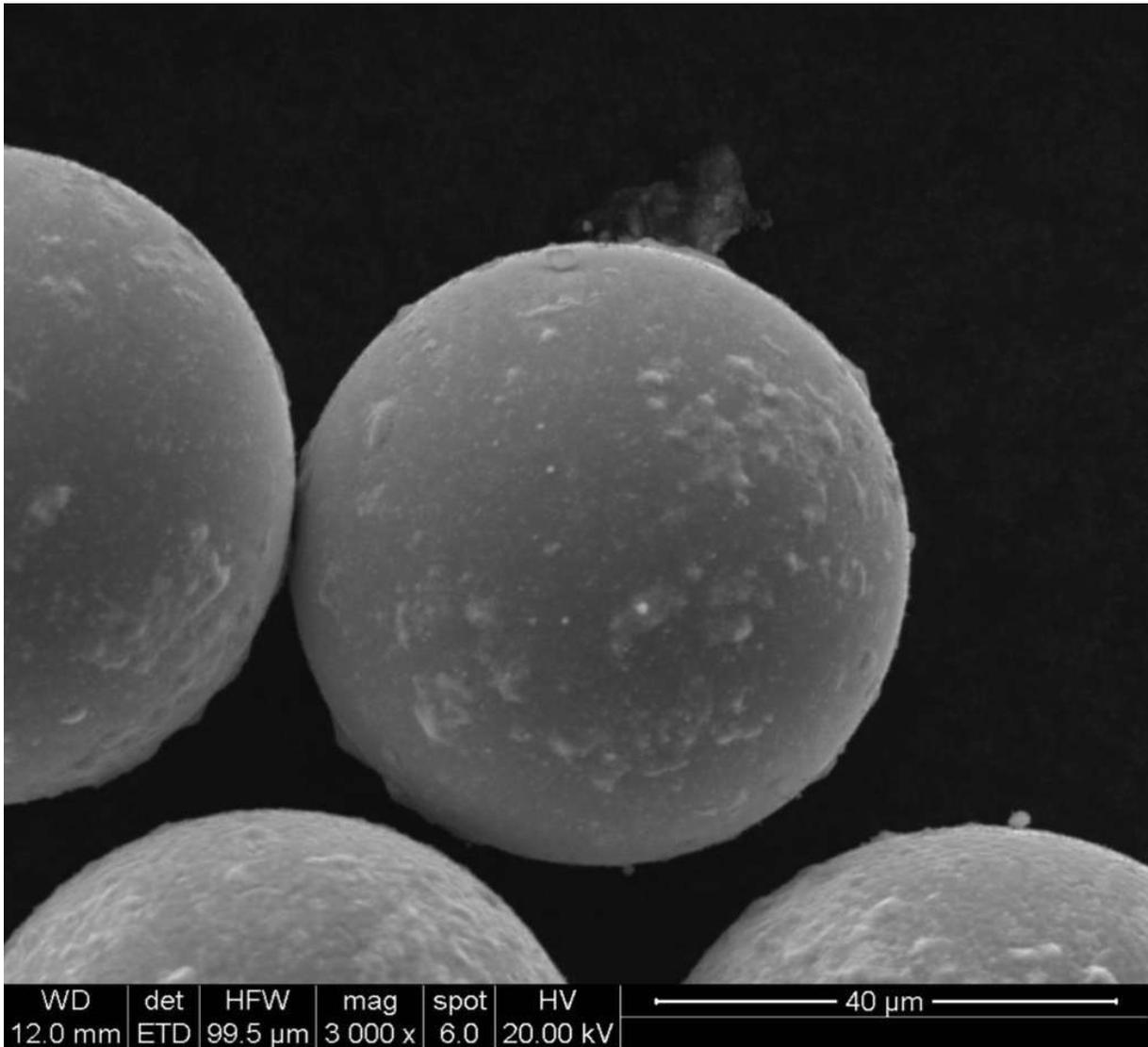


Abbildung 26: Abgelöste Oberflächenstrukturen am Beispiel von 316L_100A

Analysiert wurden die Elemente Eisen, Chrom, Nickel, Molybdän, Kupfer, sowie Mangan. Die Ergebnisse sind in Abbildung 27 dargestellt. Der deutlich erkennbare Unterschied der Partikelform in Abbildung 26 im Vergleich zu den Elementmappings liegt am Drift des Mikroskops, der die Pulverkörner scheinbar in die Länge zieht.

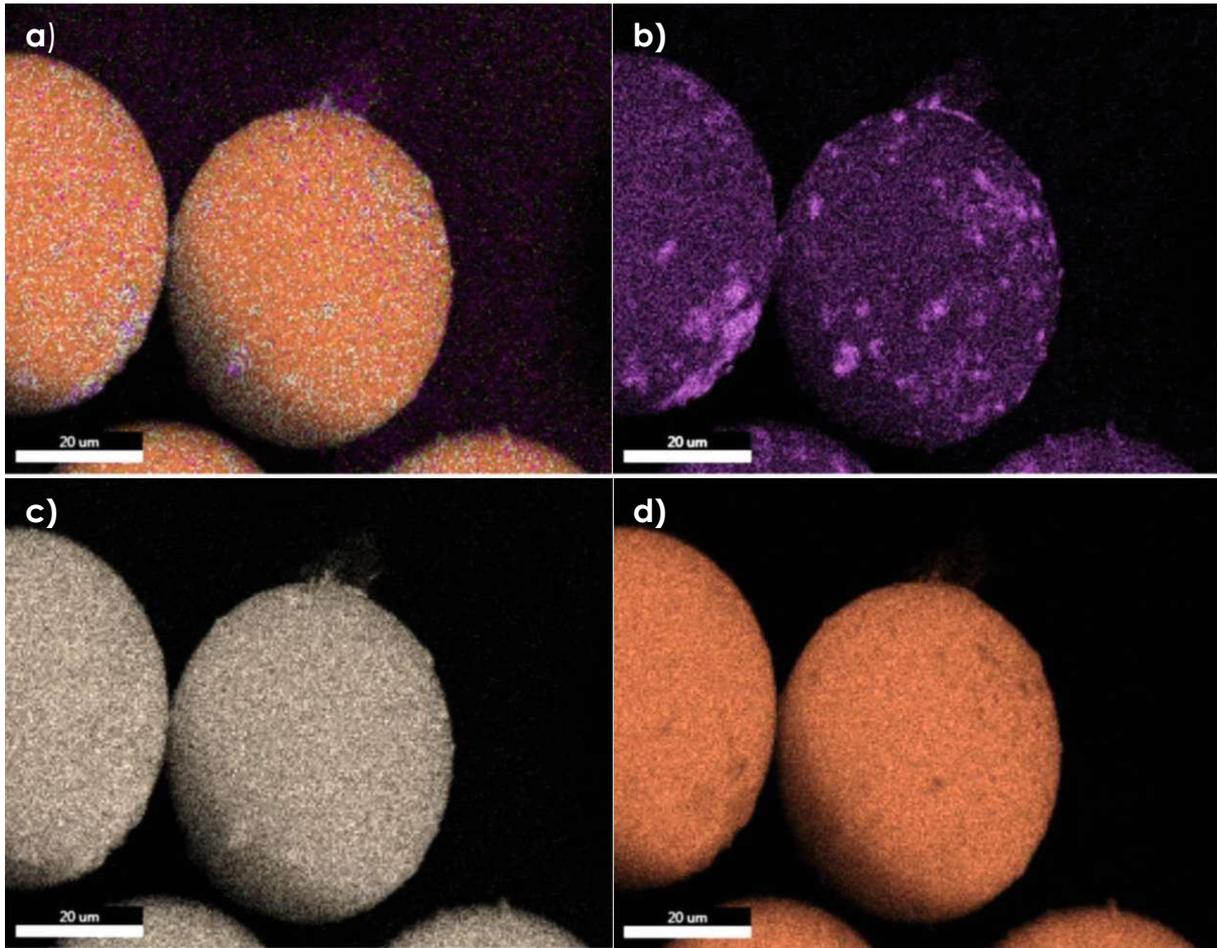


Abbildung 27: a) Überlagertes Gesamtmapping b) Mapping Mangan c) Mapping Chrom d) Mapping Eisen

In Abbildung 27a ist das gesamte überlagerte Mapping dargestellt. Zur genaueren Betrachtung sind weiters die Einzelmappings von Mangan (b), Chrom (c) und Eisen (d) zu sehen. Beim Vergleich dieser wird sofort deutlich, dass die abgelösten Teile, die am Kohlenstoffband haften, aus Mangan und Chrom bestehen. Abbildung 27b zeigt das Mapping von Mangan mit deutlich erkennbaren Unterschieden in dessen Verteilung. Dieses Bild verdeutlicht, dass sich Mangan in den Oberflächenstrukturen anreichert, was annehmen lässt, dass es sich bei diesen unter anderem um Manganoxide handelt. Das Mapping in Abbildung 27c zeigt eine gleichmäßige Verteilung von Chrom. Das widerspricht dem zuvor getätigten Verdacht, dass sich in den an der Oberfläche haftenden Strukturen Chrom anreichert und sich stattdessen vermutlich gleichmäßige Oberflächenoxide bilden. Wird nun Abbildung 27d betrachtet, zeigen sich einige dunkle Flecken an den Stellen, an denen sich die Mangananreicherungen befinden. Die Eisenkonzentration dürfte in diesen Bereichen also geringer als im Rest des Pulvers sein. Die Mappings von Nickel, Molybdän und Kupfer weisen ähnliche Eigenschaften auf und sind im Anhang in Abschnitt 10.2 ersichtliche.

Die gefundenen Oberflächenstrukturen bestehen somit vermutlich hauptsächlich aus Manganoxiden, die auf den hohen Dampfdruck von Mangan [59] zurückzuführen sein könnten. Wichtig ist auch zu beachten, dass in diesem Fall die feinen punktartigen Besetzungen der Oberfläche nicht analysiert wurden. Die Zusammensetzung dieser bedarf weiterer Analysen.

Unter dem Rasterelektronenmikroskop wurden auch in allen Proben vereinzelt Pulverpartikel, wie in Abbildung 28, entdeckt.

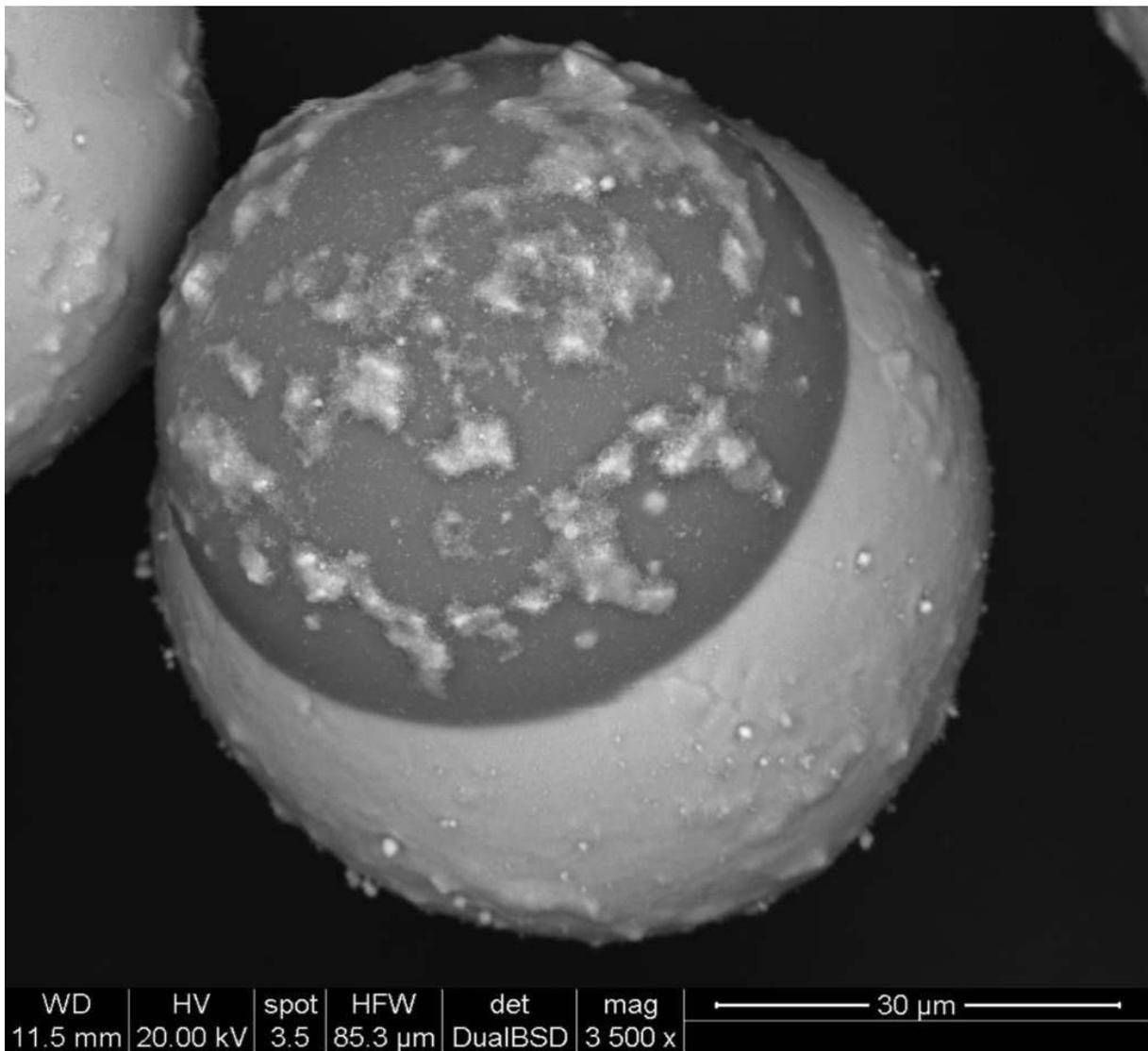


Abbildung 28: Siliciumhaltige Halbkugel am Beispiel von 316LSi_140A_53b63

Hier zeigt sich eine dunkle Halbkugel am Pulverpartikel. Da dunkle Stellen in der Rasterelektronenmikroskopie leichte Elemente zeigen, legt das den Verdacht nahe, dass es sich hierbei um siliciumhaltige Bestandteile handeln könnte. Weiters zeigen sich auf dieser dunklen Halbkugel die gleichen Oberflächenstrukturen wie auf den weiteren Pulverpartikeln.

Daher wurde auch von einem dieser Partikel ein Elementmapping mit Silicium, Mangan, Chrom, Eisen, Molybdän, Nickel und Kupfer durchgeführt, um die Zusammensetzung der Bestandteile zu klären. Die Ergebnisse sind in Abbildung 29 ersichtlich.

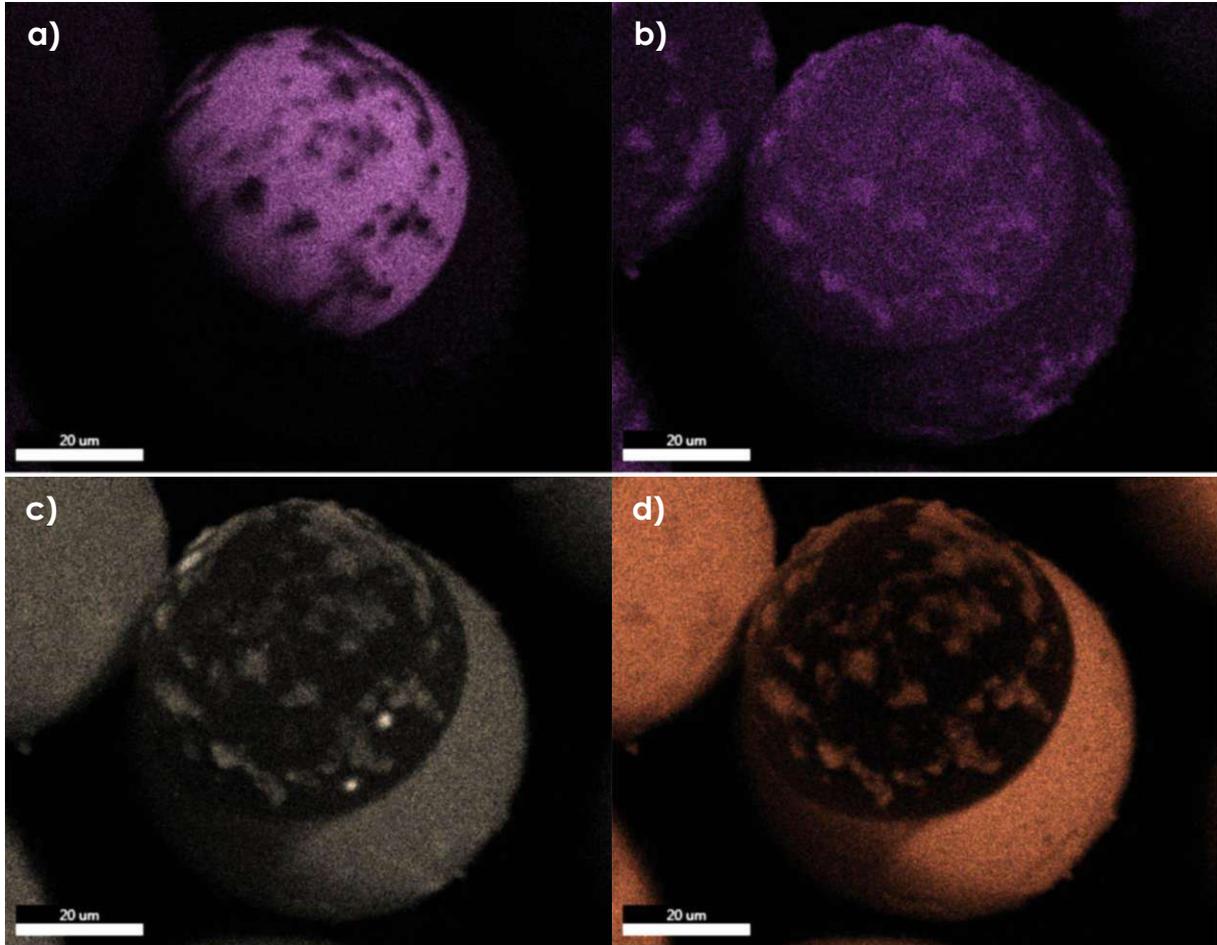


Abbildung 29: a) Mapping Silicium b) Mapping Mangan c) Mapping Chrom d) Mapping Eisen

Abbildung 29a zeigt das Einzelmapping von Silicium bestätigt den Verdacht, dass es sich bei der dunklen Halbkugel um eine siliciumhaltige Verbindung handelt, während in den restlichen Pulverpartikeln kein Silicium vorhanden zu sein scheint. Die Oberflächenstrukturen scheinen zudem kein Silicium zu beinhalten, was an den nicht gefärbten Bereichen erkennbar ist. Das Mangan (Abbildung 29b) zeigt wie schon zuvor Unterschiede in der Verteilung und reichert sich in den Oberflächenstrukturen an. Auch Chrom (Abbildung 29c) und Eisen (Abbildung 29d) verhalten sich zum Großteil wie in der vorherigen Analyse. Unterschiede zeigen sich jedoch beim Betrachten der siliciumhaltigen Halbkugel und den darauf haftenden Oberflächenstrukturen. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Oberflächenstrukturen aus Mangan, Chrom und Eisen bestehen und dass der siliciumhaltige Bereich ebenfalls aus Mangan, nicht aber Chrom und Eisen besteht. Die

Mappings der Elemente Molybdän, Nickel und Kupfer zeigen keine Auffälligkeiten und sind im Anhang im Punkt 10.2 dargestellt.

Die Ergebnisse dieser Analysen lassen einige Schlüsse zu. Zunächst dürften die Oberflächenstrukturen zu einem Großteil aus Mangan, aber auch aus Chrom und Eisen bestehen. Das wird durch das Mapping der siliciumhaltigen Halbkugel bestätigt, auf der sich genau diese Elemente in diesen Strukturen finden. Weiters dürften sich die Oberflächenstrukturen aus der Gasphase ablagern. Diese Vermutung wird durch die Tatsache unterstützt, dass sich auch auf den siliciumhaltigen Bereichen Ablagerungen befinden, obwohl diese Bereiche frei von Eisen und Chrom sind.

4.3.3 Partikelformdeskriptoren

Die Partikelformdeskriptoren wurden, wie in Kapitel 3.4.2 beschrieben bestimmt und die Ergebnisse sind in Tabelle 9 zu sehen. Es wurde einerseits die Hauptsiebfraktion von 53 bis 63 μm betrachtet, da diese den üblichen Partikeldurchmessern beim pulverbettbasierten Schmelzen entspricht, und andererseits das gesamte Pulver analysiert.

Tabelle 9: Ergebnisse der Bestimmung der Formdeskriptoren

Fraktion	Seitenverhältnis		Zirkularität		Kompaktheit	
	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD
316L_100A_53b63	1,02	0,02	0,91	0,01	0,98	0,02
316L_120A_53b63	1,02	0,02	0,91	0,01	0,98	0,02
316L_140A_53b63	1,04	0,07	0,91	0,02	0,97	0,05
316LSi_100A_53b63	1,04	0,12	0,91	0,04	0,97	0,06
316LSi_120A_53b63	1,03	0,02	0,91	0,01	0,98	0,02
316LSi_140A_53b63	1,02	0,02	0,91	0,02	0,98	0,02
316L_100A_<500	1,03	0,06	0,91	0,02	0,97	0,03
316L_120A_<500	1,02	0,01	0,90	0,02	0,98	0,01
316L_140A_<500	1,05	0,10	0,91	0,03	0,96	0,05
316LSi_100A_<500	1,03	0,04	0,91	0,02	0,97	0,03
316LSi_120A_<500	1,03	0,03	0,91	0,02	0,97	0,02
316LSi_140A_<500	1,03	0,03	0,92	0,02	0,97	0,02

Die dargestellten Ergebnisse zeigen deutlich, dass es kaum Abweichungen zwischen den Fraktionen gibt. Weder die Schmelzpooltemperatur, das gewählte Material, noch die gewählte Fraktion scheint einen Einfluss auf die Partikelformdeskriptoren zu haben. Alle analysierten Pulver weisen ein äußerst ausgeglichenes Seitenverhältnis und ausgezeichnete

Kompaktheit auf, was auf nahezu perfekt sphärische Pulver hinweist. Die Zirkularität ist etwas niedriger als die Kompaktheit, was auf Oberflächenrauigkeit der Partikel schließen lässt, da mögliche Satelliten durch Seitenverhältnis und Kompaktheit ausgeschlossen werden können. Die Zirkularität ist jedoch stark von der Qualität der Aufnahmen und der Auswertungssoftware abhängig, weshalb diese Werte mit einer gewissen Unsicherheit behaftet sind. Weiters ist wichtig zu beachten, dass es sich hierbei um 2D-Methoden handelt, weshalb trotz der großen Anzahl betrachteter Partikel eine gewisse Unsicherheit bleibt, wenn auf die räumlichen Eigenschaften der Pulver geschlossen wird.

Kurz zusammengefasst lässt sich durch Ultraschall-Atomisierung Pulver mit ausgezeichneter Rundheit herstellen, welches allerdings eine gewisse Oberflächenrauigkeit aufweist.

4.4 Röntgenfluoreszenzanalyse

Es wurden Röntgenfluoreszenzanalysen der beiden Ausgangsdrahte sowie der 53 bis 63 μm Fraktion der sechs produzierten Pulver durchgeführt. Der jeweilige Ausgangsdraht wird in Abbildung 30 mit den zugehörigen Pulvern verglichen, um eventuelle Veränderungen in der Zusammensetzung feststellen zu können. Die genauen Messergebnisse sind im Anhang in Punkt 10.3 ersichtlich.

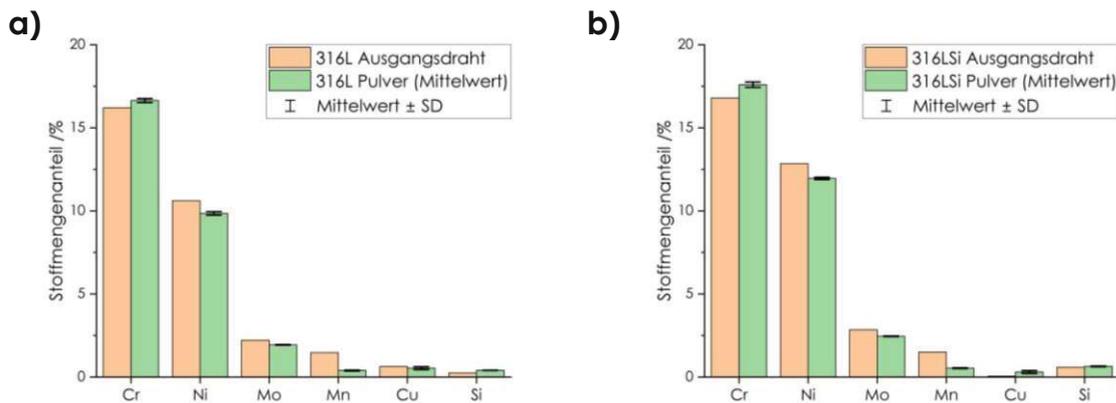


Abbildung 30: RFA – Messungen der Ausgangsdrahte und der produzierten Pulver von a) 316L und b) 316LSi

Die hohe Übereinstimmung der Messwerte der Pulver, die aus dem gleichen Material bestehen, jedoch bei unterschiedlicher Stromstärke hergestellt wurden, erlaubt eine Zusammenfassung dieser zu einem Mittelwert sowie dazugehöriger Standardabweichung. Die geringe Standardabweichung zeigt, dass die gewählte Stromstärke in der Herstellung keinen Einfluss auf die elementare Zusammensetzung der Pulver hat. Im Vergleich zum Ausgangsdraht sind jedoch deutliche Veränderungen sichtbar, wobei beide verwendeten Materialien ähnliche Trends aufweisen. So weisen die ultraschall-atomisierten Pulver höhere Chromgehalte auf, während Nickel- und Molybdängehalt leicht und der Mangangehalt sogar stark verringert sind. Unterschiede zeigen sich im Kupferanteil, der im Fall des 316L Ausgangsdrahtes etwas verringert, im Fall von 316LSi leicht erhöht wird. Der Anteil an Silicium im Pulver dürfte sich wiederum etwas erhöhen. Trotz der Veränderungen entspricht das hergestellte Pulver noch der Norm für 316L [51].

Für diese Veränderungen gibt es mehrere mögliche Erklärungen. Der hohe Verlust an Mangan könnte auf dessen im Vergleich zu den anderen Legierungselementen höheren Dampfdruck zurückzuführen sein [59]. So ist es möglich, dass im Draht vorhandenes Mangan im

Schmelzvorgang abdampft und nur in kleinen Mengen in den zuvor analysierten Oberflächenstrukturen zurückbleibt. Die weiteren Veränderungen sind möglicherweise auch auf die Art der angefertigten Proben zurückzuführen. Die Fertigung eines idealen Pulverschliffs, welcher die Oberfläche und das Bulkmaterial im realen Verhältnis zeigt, ist mit Schwierigkeiten verbunden. Die Herausforderungen sind dabei die Pulverkörner, die während des Schleifvorgangs leicht aus dem Einbettmittel herausfallen, sowie die leichte Ablösung der in Punkt 4.3.1 beschriebenen Oberflächenstrukturen. So ist es möglich, dass beim Herausfallen der Pulverkörner die Oberflächenstrukturen am Einbettmittel haften bleiben, wodurch übermäßig viel Oberfläche analysiert wird. Da in den vorhandenen Oberflächenstrukturen auch Chrom, aber keine der anderen Legierungselemente vorhanden sind, wäre dies eine mögliche Erklärung für den steigenden Chromgehalt. Da sich auch siliciumhaltige Strukturen an der Pulveroberfläche bilden, würde das auch diesen Anstieg erklären. Der Kupfergehalt ist stark von der Pulverherstellung abhängig, da die Atomisierungsplattform aus wassergekühltem Kupfer besteht. Da diese laufend abgenutzt wird, beeinflusst das den Kupfergehalt in den hergestellten Pulvern stark.

4.5 Kohlen- und Sauerstoffgehalt

Der Kohlen- und Sauerstoffgehalt hat großen Einfluss auf die Eigenschaften von Edelstählen. Deshalb ist es sehr wichtig zu verstehen, wie der Ultraschall-Atomisierungsprozess diese Gehalte beeinflusst. Analysiert wurden der Ausgangsdraht, sowie alle Siebfraktionen kleiner 63 μm für die Sauerstoffgehaltmessungen. Bei den Messungen des Kohlenstoffgehaltes wurden bis auf die kleinste Fraktion <25 μm , da hier nicht ausreichend Probe für die Kohlenstoffmessungen vorhanden war, dieselben Proben gemessen. Diese Fraktionen wurden gewählt, da das der relevante Größenbereich für die im pulverbettbasierten Schmelzen eingesetzten Pulver ist.

4.5.1 Sauerstoffgehalt

Die Sauerstoffgehalte der 316L Fraktionen sind in Abbildung 31, die der 316LSi Fraktionen in Abbildung 32 ersichtlich. Die einzelnen Messergebnisse sind im Anhang in Abschnitt 10.4 ersichtlich.

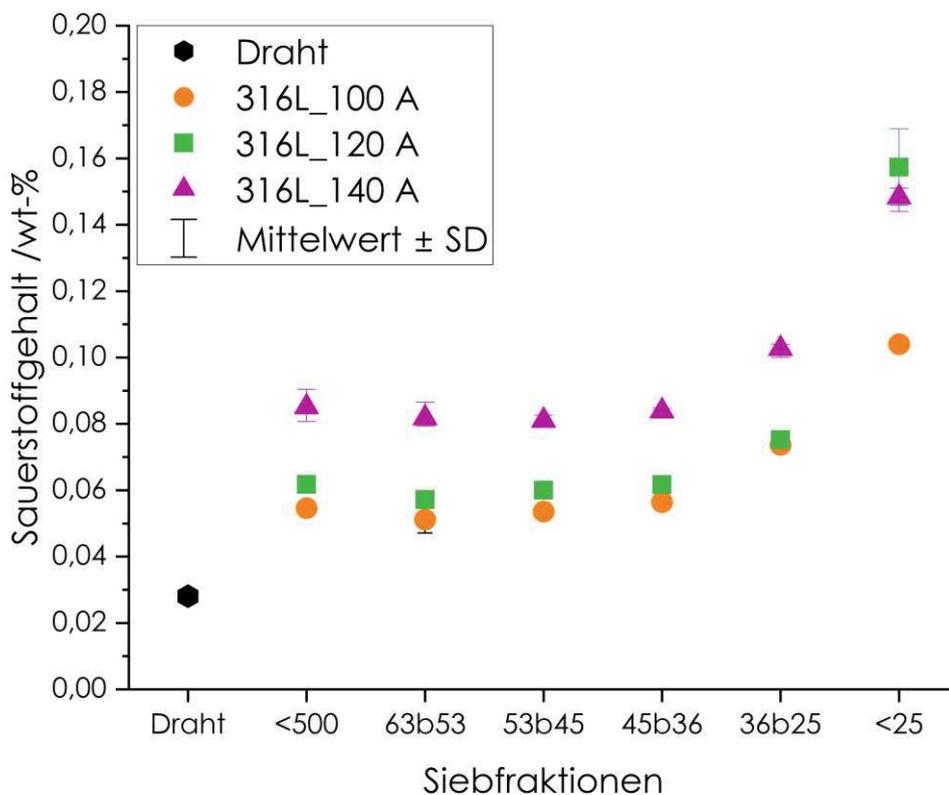


Abbildung 31: Sauerstoffgehalte der 316L Proben

Beim Betrachten der Messwerte sind mehrere Trends ersichtlich. Zunächst ist der Sauerstoffgehalt der erzeugten Pulver im Vergleich zum Ausgangsdraht erhöht. Das ist nicht weiter verwunderlich, da trotz der Spülung mit Argon ein geringer Restsauerstoffanteil in der Atmosphäre des Ultraschall-Atomisierers verbleibt. Dieser reagiert mit der Metallschmelze und den gebildeten Partikeln und bildet Oxide im Grundmaterial und an der Oberfläche des Pulvers. Für die Bildung von Oberflächenoxiden spricht die Tatsache, dass der Sauerstoffgehalt mit Verringerung des Partikeldurchmessers steigt. Weiters ist erkennbar, dass der Sauerstoffgehalt mit steigender Stromstärke des Lichtbogens steigt. Das könnte auf die höheren Temperaturen im Prozess und daraus resultierende Unterschiede in den erzeugten Oberflächen zurückzuführen sein.

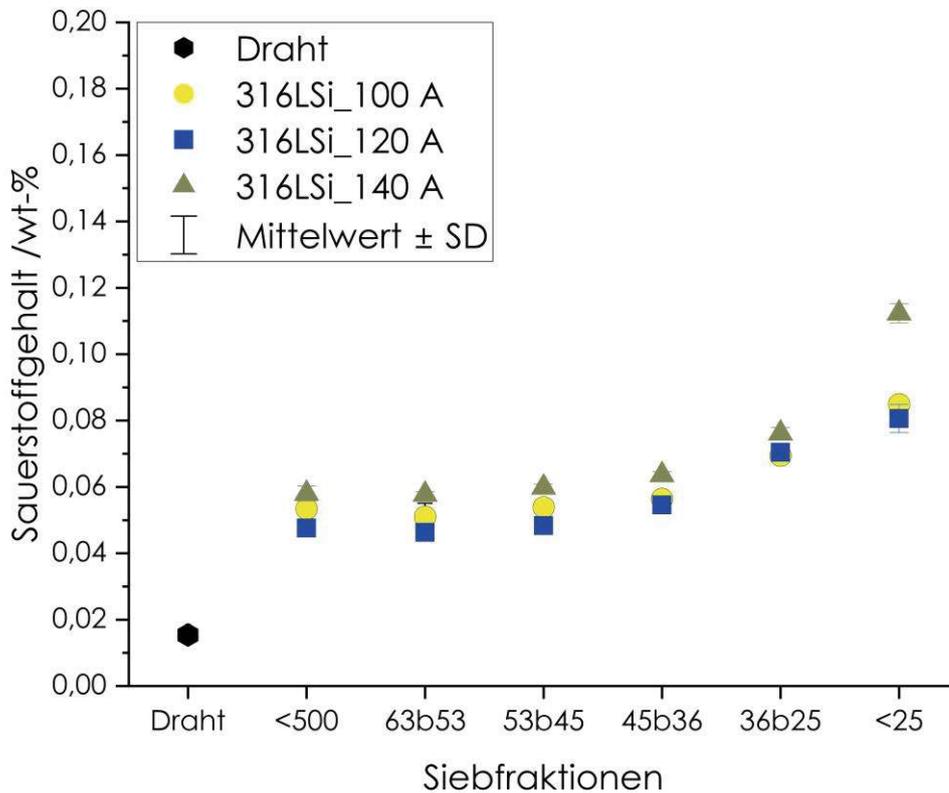


Abbildung 32: Sauerstoffgehalte der 316LSi Proben

Im Vergleich zu den 316L Proben verhalten sich die aus 316LSi sehr ähnlich. Auch hier ist ein Anstieg des Sauerstoffgehaltes im Vergleich zum Draht erkennbar, mit der Vermutung, dass es sich um Oberflächenoxidation handelt. Der Einfluss der unterschiedlichen Stromstärken ist hier allerdings weniger ausgeprägt. Zwar weisen auch in diesem Fall die

Siebfraktionen der höchsten Stromstärke höhere Sauerstoffgehalte auf, jedoch ist der Unterschied zu den anderen beiden Fraktionen weniger deutlich. Weiters weist die Fraktion, die bei 120 A atomisiert wurde, die niedrigsten Sauerstoffgehalte auf.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass der Sauerstoffgehalt im Vergleich zum Ausgangsmaterial zwar gestiegen ist, sich aber immer noch in einem ausreichend niedrigen Bereich befindet. Wie stark der Einfluss der verwendeten Stromstärke tatsächlich ist, bedarf noch weiterer Untersuchungen.

4.5.2 Kohlenstoffgehalt

Die Ergebnisse der Messungen der Kohlenstoffgehalte sind in Abbildung 33 für 316L und Abbildung 34 für 316LSi graphisch dargestellt, die genauen Messergebnisse sind im Anhang in Punkt 10.4 ersichtlich.

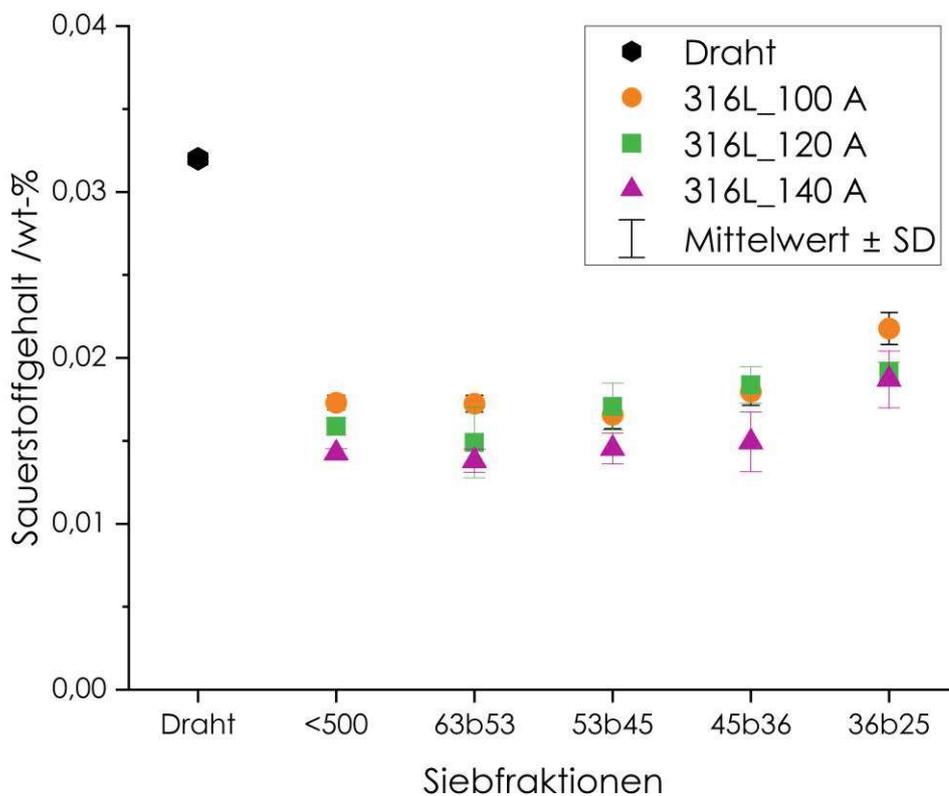


Abbildung 33: Kohlenstoffgehalte der 316L Proben

Im Vergleich zum Ausgangsdraht ist beim Betrachten der Messergebnisse der Siebfraktionen ein Absinken der Kohlenstoffkonzentration erkennbar. Dieser Effekt kann durch das Zusammenspiel mit der zuvor beschriebenen Oxidation erklärt werden. Und zwar wirkt

der vorhandene Kohlenstoff als inneres Reduktionsmittel für oxidierte Metalle und wird so aus dem Material entfernt. Dieser Effekt erklärt weiters, weshalb der Kohlenstoffgehalt mit steigender Stromstärke sinkt. Hier führt die verstärkte Oxidation der Metalle zu einem höheren Verbrauch des Oxidationsmittels. Was so allerdings nicht erklärbar ist, ist das Steigen des Kohlenstoffgehaltes hin zu kleineren Pulverdurchmessern. Durch das Steigen des Sauerstoffgehaltes in diesen wäre die umgekehrte Tendenz zu erwarten gewesen. Für eine mögliche Begründung bedarf es weiterer Untersuchungen.

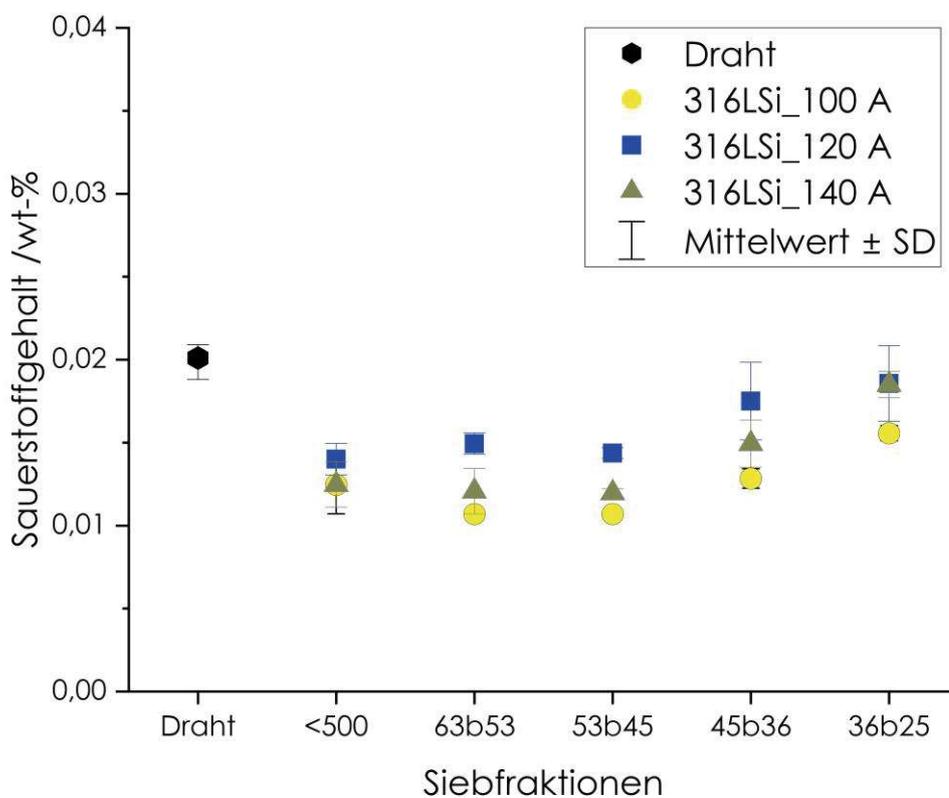


Abbildung 34: Kohlenstoffgehalte der 316L Proben

Auch bei den 316LSi Proben sinkt der Kohlenstoffgehalt im Zuge der Atomisierung. Wie schon im vorherigen Unterabschnitt 4.5.1 haben sich die bei den Proben aus 316L festgestellten Abhängigkeiten von der Stromstärke nicht bestätigt. Jedoch steigt auch bei diesen Proben der Kohlenstoffgehalt bei sinkenden Partikeldurchmessern.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass der Kohlenstoffgehalt zwar abnimmt, nach DIN EN 10088 aber immer noch dem von 316L entspricht [51].

4.6 Röntgendiffraktometrie

Im Verlauf der Versuche wurde magnetisches Verhalten der durch Ultraschall-Atomisierung hergestellten Pulver festgestellt. Da diese im Zuge der Herstellung hohen Abkühlgeschwindigkeiten ausgesetzt sind, bestand der Verdacht, dass sich größere Mengen δ -Ferrit gebildet haben könnten. Daher wurden mittels Röntgendiffraktometrie Phasenanalysen der hergestellten Pulver durchgeführt. Außerdem wurde eine Wärmebehandlung mit langsamerer Abkühlrate durchgeführt, wodurch sich Austenit bilden sollte. Die erhaltenen Proben wurden ebenso analysiert. Die Diffraktogramme der ursprünglichen und wärmebehandelten Pulver wurden wie in Abbildung 35 miteinander verglichen. Da alle Proben die gleichen Ergebnisse zeigen, sind beispielhaft die Proben 316L_120A(_WBH)_53b63 und 316LSi_120A(_WBH)_53b63 dargestellt. Die weiteren Diffraktogramme sind im Anhang in Abschnitt 10.5 ersichtlich.

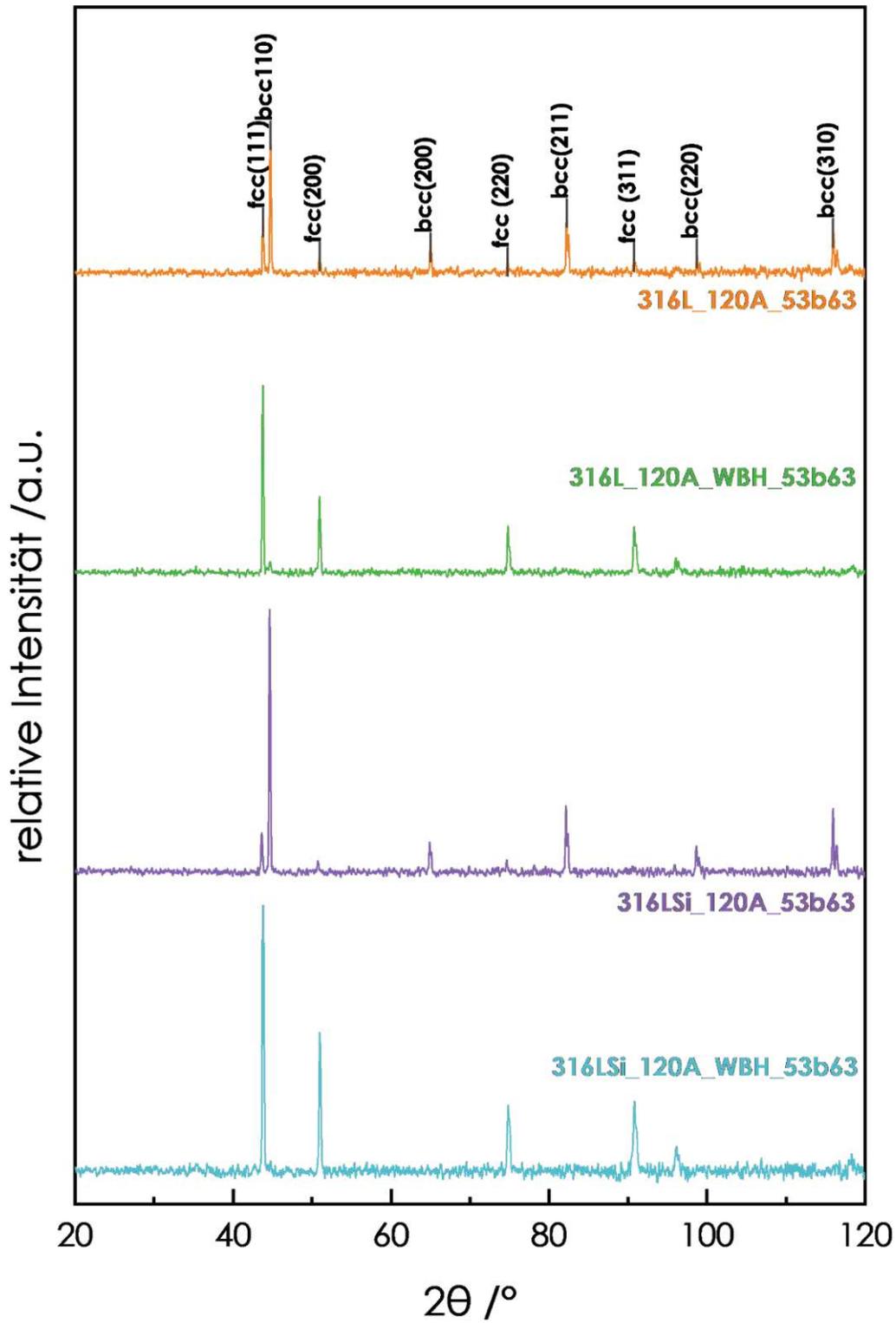


Abbildung 35: Vergleich der Diffraktogramme von ursprünglichem und wärmebehandelten Proben im Fall von 316L_120A_53b63 (orange – grün) und 316LSi_120A_53b63 (violett – türkis)

Die Diffraktogramme zeigen Peaks von zwei verschiedenen Kristallstrukturen, kubisch innenzentriert (bcc) und kubisch flächenzentriert (fcc), wobei die bcc Phase den δ -Ferrit und die fcc Phase den Austenit beschreibt. Somit wird beim Betrachten der Diffraktogramme sofort deutlich, dass in den ursprünglichen Pulvern große Mengen δ -ferritische Phase vorhanden sind. Weiters zeigt sich aber, dass die Wärmebehandlung den erwünschten Effekt erzielt und nun der erwartete austenitische Edelstahl vorliegt.

Die erhaltenen Ergebnisse geben einen guten Einblick in den Ultraschall-Atomisierungsprozess, da in austenitischem Edelstahl nur bei sehr hohen Abkühlraten δ -Ferrit gebildet wird. In diesem Fall stellt das kein größeres Problem dar, da die Pulver leicht wärmebehandelt werden können, falls austenitische Phasen gewünscht sind. Sollen jedoch weitere Materialien ultraschall-atomisiert werden, ist die hohe Abkühlrate unbedingt zu berücksichtigen.

4.7 Metallographie

Um weitere Erkenntnisse zu gewinnen, wurden von allen sechs hergestellten Pulvern die Fraktionen 53b63 in ursprünglicher und wärmebehandelter Form metallographisch präpariert und verglichen. Da die Proben aus denselben Materialien optisch nicht voneinander unterscheidbar sind, sind in den folgenden Kapiteln beispielhaft die Proben 316L_120A und 316LSi_120A dargestellt. Vergleichbare Fotos der weiteren Proben sind im Anhang in Abschnitt 10.6 ersichtlich.

4.7.1 316L_120A

Zunächst wurden Überblicksbilder der beiden Pulverschliffe angefertigt, um die Unterschiede zwischen ursprünglichem und wärmebehandeltem Pulver zu verdeutlichen. Diese sind in Abbildung 36 a) und b) zu sehen.

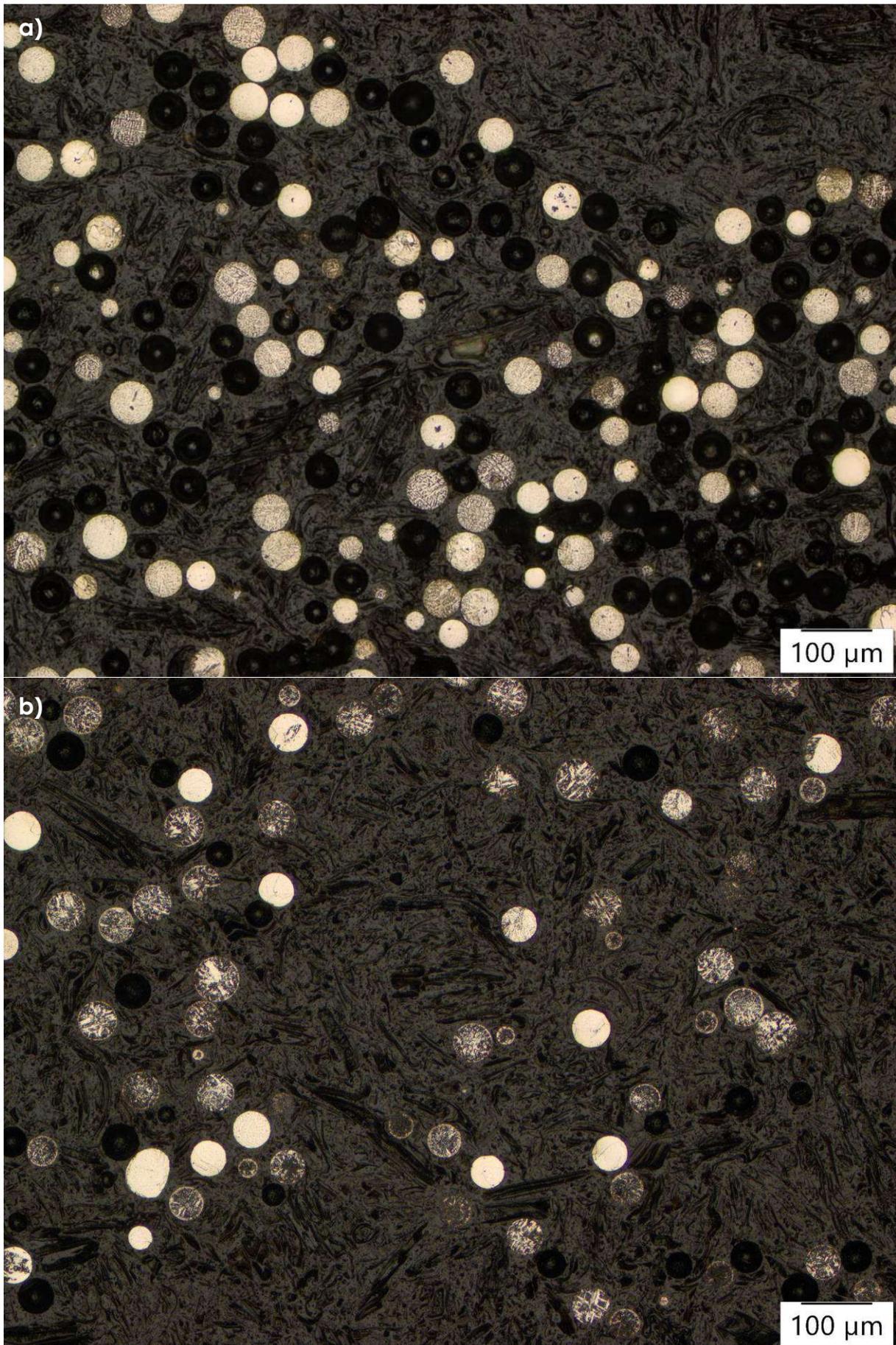


Abbildung 36: Überblicksaufnahme der Proben a) 316L_120A_53b63 und b) 316L_120A_WBH_53b63

Beim Vergleich dieser Aufnahmen sticht sofort das unterschiedliche Ätzverhalten ins Auge. Obwohl die ursprüngliche Probe etwa dreimal so lange ins Ätzbad getaucht wurde, wurde diese weit weniger von diesem angegriffen, was auf unterschiedliche Phasen hindeutet. Im Folgenden werden nun einige Pulverpartikel im Detail betrachtet. Trotz aller Unterschiede in den Überblicksaufnahmen finden sich in beiden Proben ähnliche, vermutlich austenitische Mikrostrukturen, wie in Abbildung 37 abgebildet. Dass es sich um Austenit handelt, lässt sich aufgrund der für ihn üblichen Zwillingsbildung vermuten.

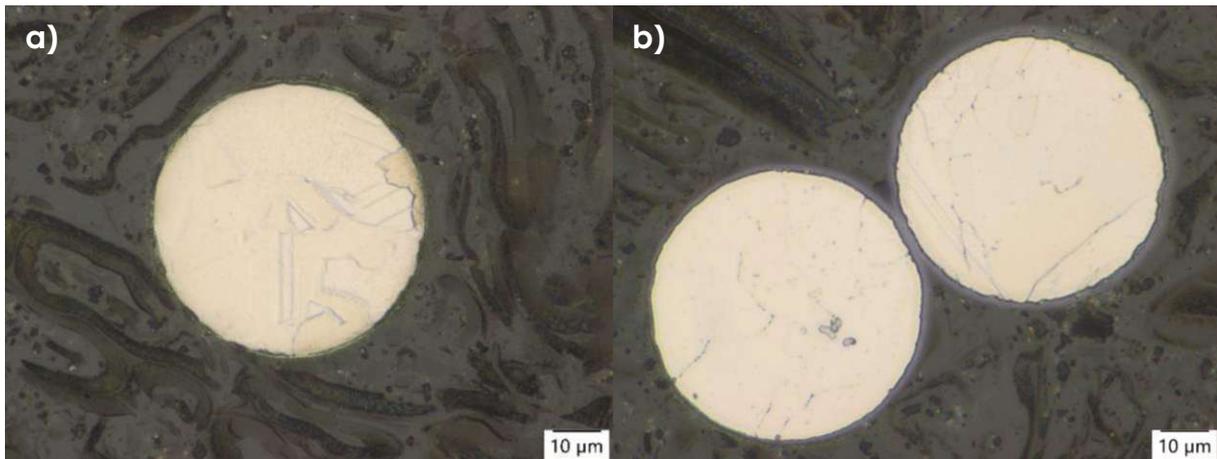


Abbildung 37: Austenitische Mikrostruktur in a) 316L_120A_53b63 und b) 316L_120A_WBH_53b63

Das Gefüge von großen Teilen der Pulverpartikeln unterscheidet sich jedoch sehr deutlich von diesen. So zeigt sich in der Probe 316L_120A_53b63 hauptsächlich die in Abbildung 38 dargestellte Mikrostruktur, die die im Überblicksfoto etwas dunkler gefärbten Partikel aufweisen.

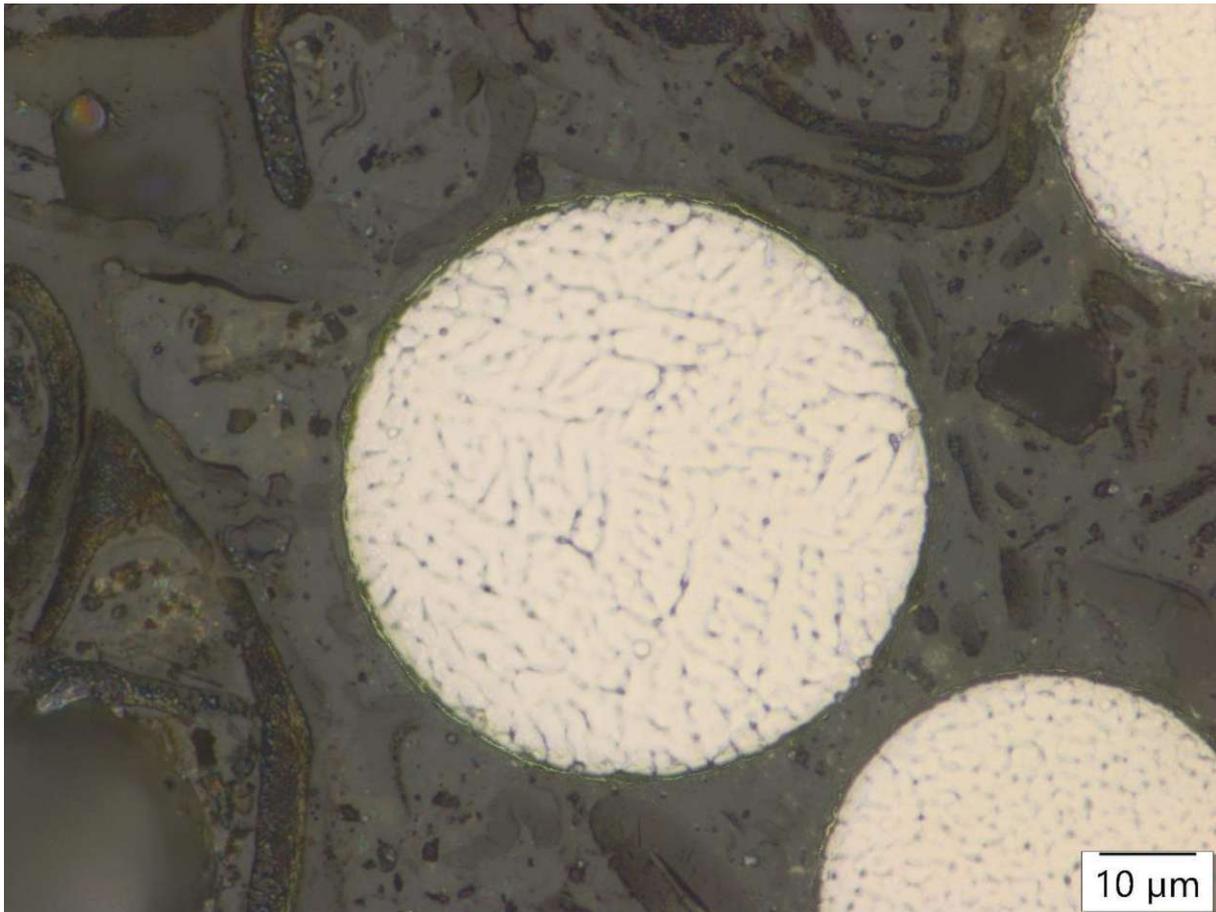


Abbildung 38: Häufigste Mikrostruktur der Probe 316L_120A_53b63

Da die V2A Beize bei diesen Partikeln wenig Wirkung zeigt und der Großteil des Pulverschliffes dieses Gefüge aufweist, handelt es sich hierbei vermutlich um δ -Ferrit. Das würden auch die Ergebnisse der Röntgendiffraktometrie Messungen vermuten lassen, wonach sich in der ursprünglichen Probe ein wesentlicher Anteil an δ -Ferrit gebildet hat. Abbildung 39 zeigt die am häufigsten in 316L_120A_WBH_53b63 vorkommende Mikrostruktur.

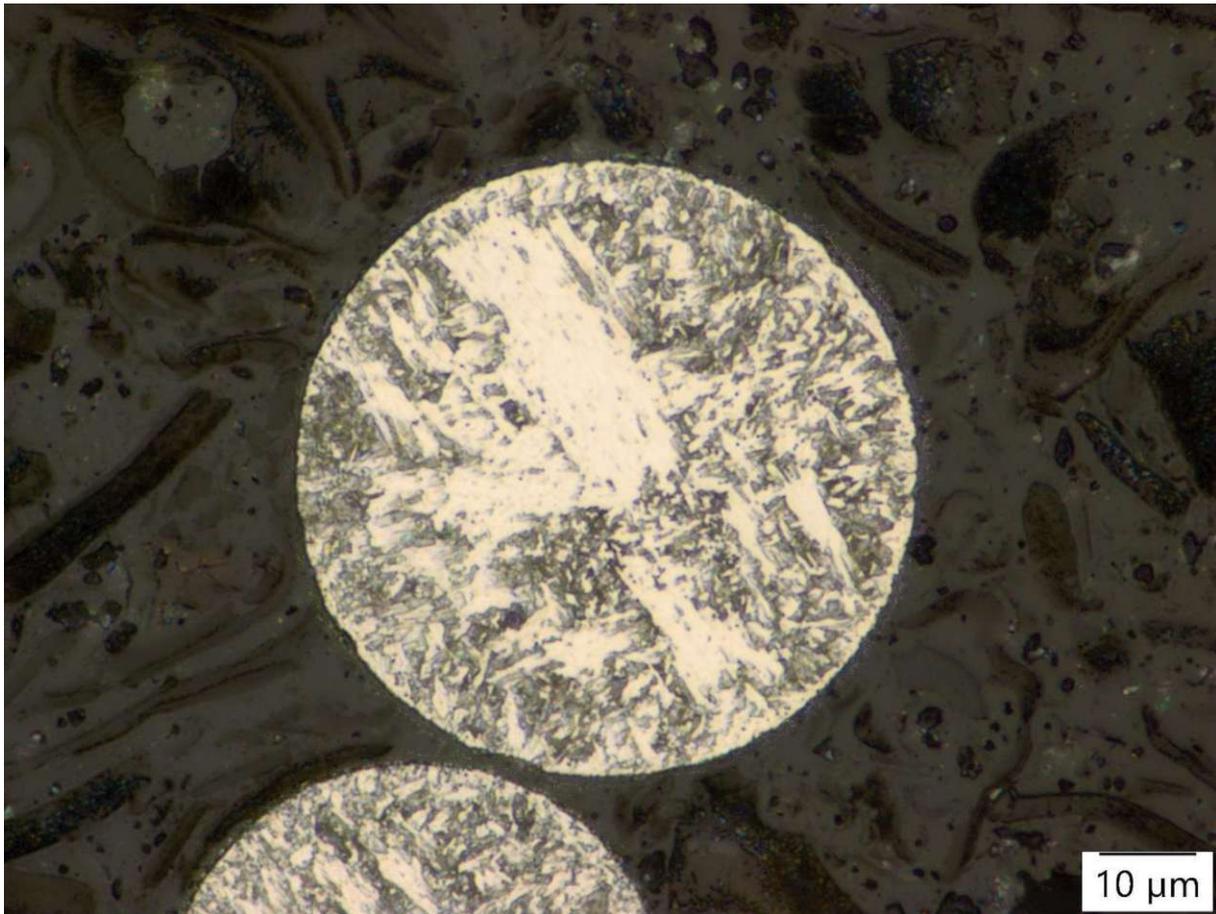


Abbildung 39: Häufigste Mikrostruktur der Probe 316L_120A_WBH_53b63

Die in der Überblicksaufnahme sehr dunkel gefärbten Partikel weisen die obige Mikrostruktur auf, wobei keine eindeutigen austenitischen Strukturen erkennbar sind. Da laut der Röntgendiffraktometrie nur mehr Austenit vorhanden sein sollte, könnte es sich hierbei um überätzte Bereiche handeln.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die vorgenommene Wärmebehandlung die Phasen und somit auch die Mikrostruktur der Proben, wie auch in Abschnitt 4.6 festgestellt, verändert. Weiters sind auf allen betrachteten Aufnahmen keine Hohlräume und kaum Poren erkennbar. Es dürfte sich also um sehr dichtes Material handeln, was die gute Eignung für die Verwendung im pulverbettbasierten Schmelzen bestätigt.

4.7.2 316LSi_120A

Auch von dieser Probe werden zunächst die Überblicksaufnahmen miteinander verglichen. In Abbildung 40 a) ist die Probe 316LSi_120A_53b63, in Abbildung 40 b) die Probe 316L_120A_WBH_53b63 ersichtlich.

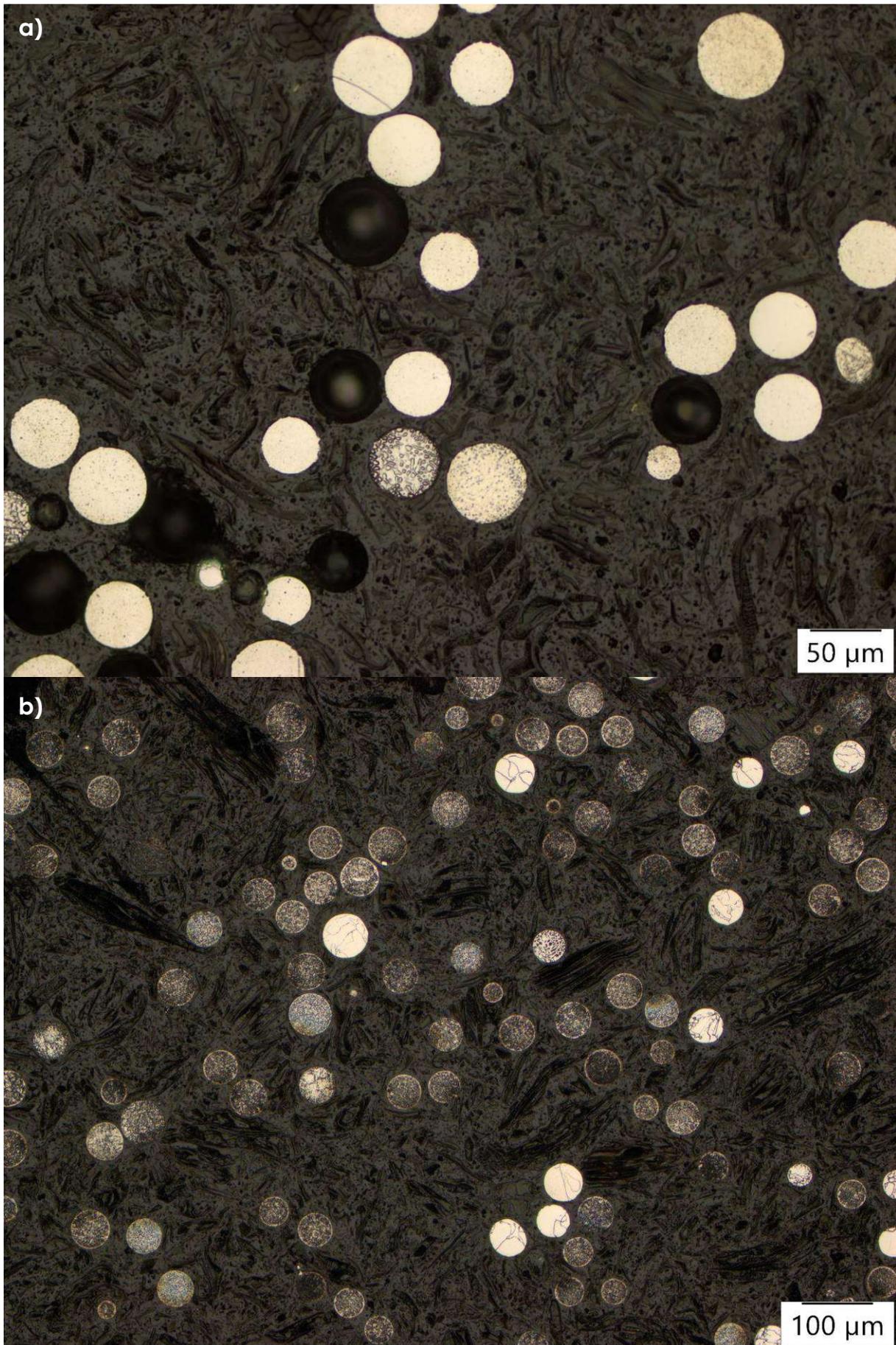


Abbildung 40: Überblicksaufnahme der Proben a) 316LSi_120A_53b63 und b) 316LSi_120A_WBH_53b63

Die Überblicksfotos der Proben mit höherem Siliciumanteil weisen hohe Ähnlichkeit zu denen der Probe 316L_120A auf. Auch hier zeigt sich das unterschiedliche Ätzverhalten von ursprünglicher und wärmebehandelter Probe. Ebenso sind in beiden Proben austenitische Mikrostrukturen erkennbar, die in Abbildung 41 dargestellt sind.

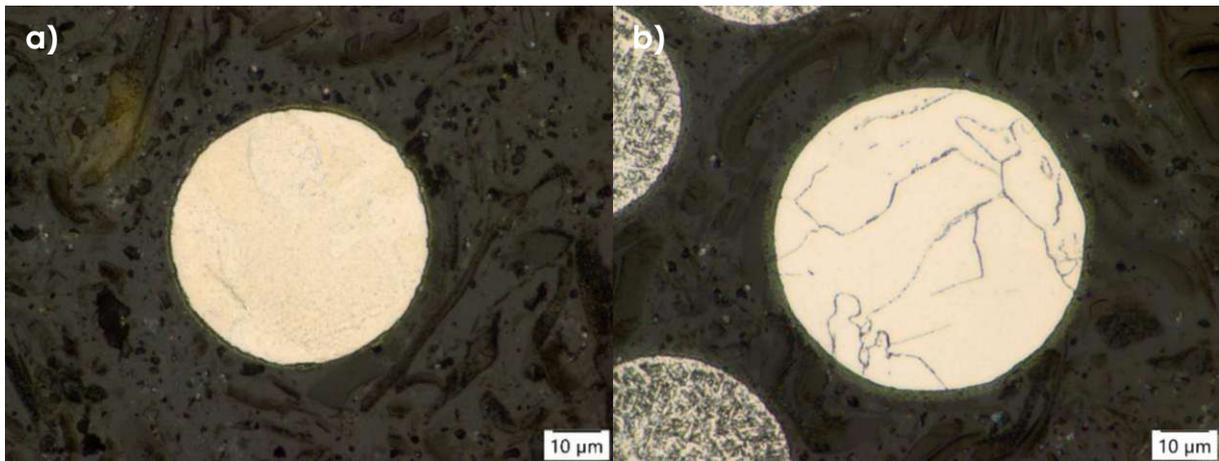


Abbildung 41: Austenitisches Gefüge in a) 316LSi_120A_53b63 und b) 316LSi_120A_WBH_53b63

Die Mehrheit der Pulverpartikel weist jedoch im Fall beider Proben wie zuvor ein anderes Gefüge auf. In Abbildung 42 ist die am häufigsten vorkommende Mikrostruktur der Probe 316LSi_120A_53b63 dargestellt.

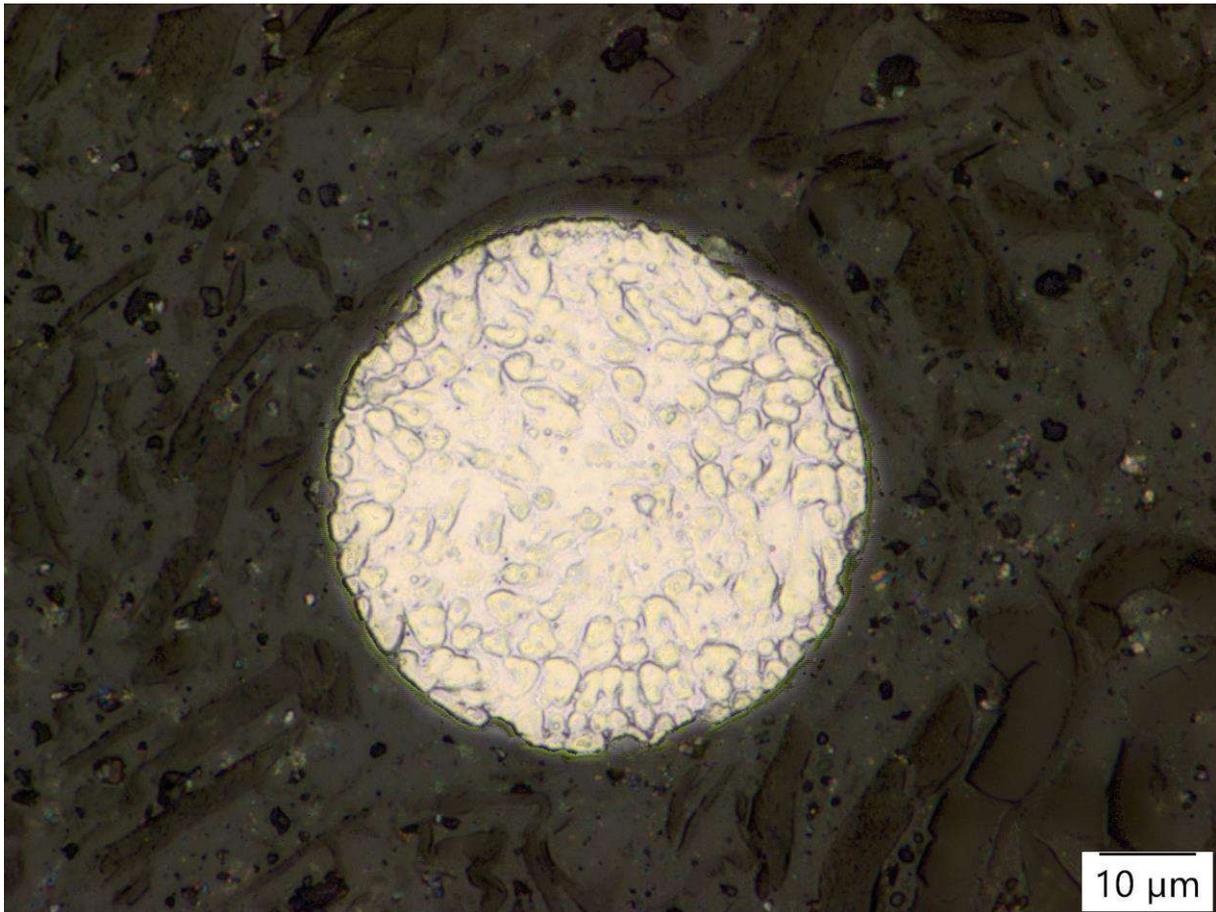


Abbildung 42: Häufigste Mikrostruktur der Probe 316LSi_120A_53b63

Diese unterscheidet sich von der Mikrostruktur der Probe 316L_120A_53b63, jedoch dürfte es sich auch hierbei um δ -Ferrit handeln. Die andere Optik könnte auf den höheren Siliciumanteil zurückzuführen sein. Abbildung 43 zeigt die am häufigsten vorkommende Mikrostruktur der Probe 316LSi_120A_WBH_53b63.

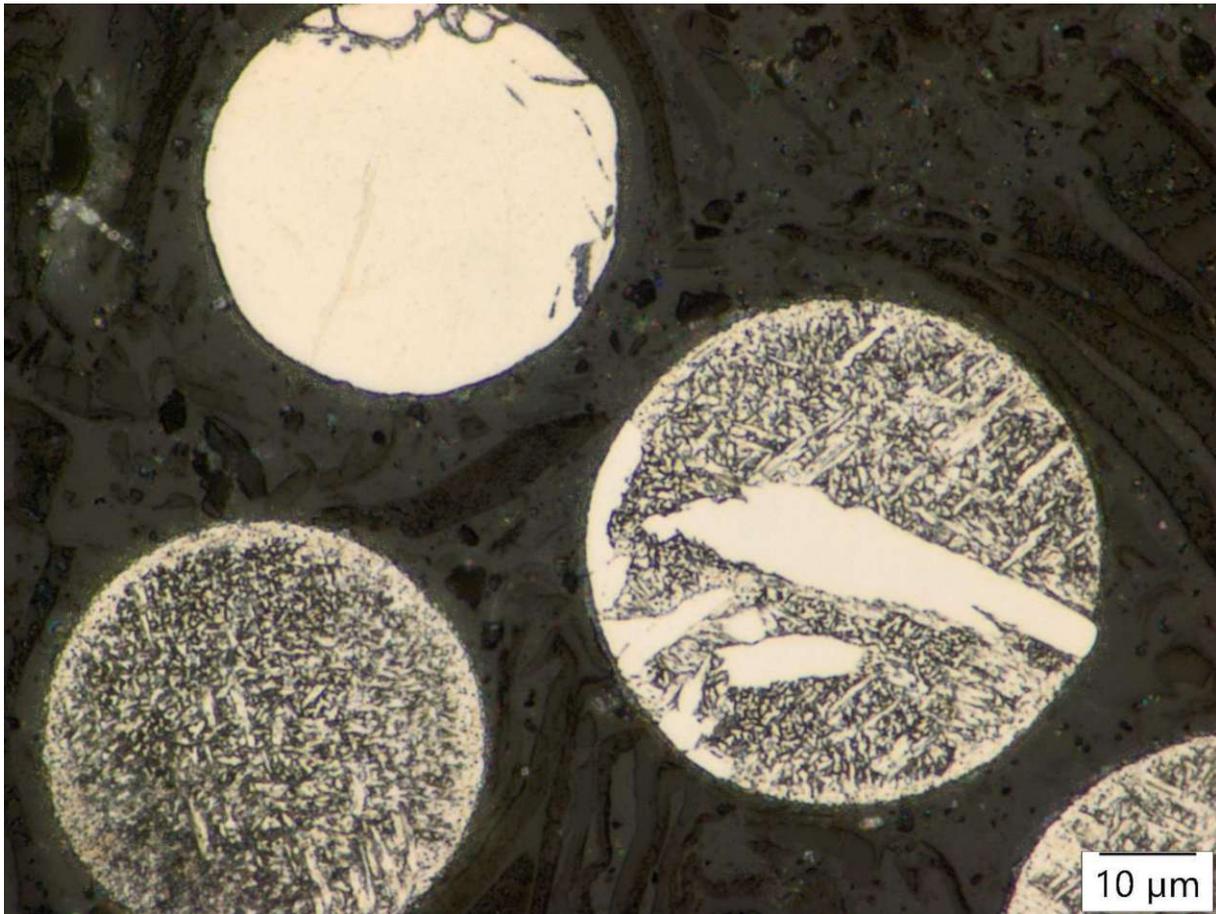


Abbildung 43: Häufigste Mikrostruktur der Probe 316LSi_120A_WBH_53b63

Beim Betrachten dieses Pulverschliffes ist klar ersichtlich, dass das Gefüge dem der Probe 316L_120A_WBH_53b63 gleicht. Die Ergebnisse der Röntgendiffraktometrie weisen darauf hin, dass durch die Wärmebehandlung der vorhandene δ -Ferrit vollständig in Austenit umgewandelt wurde. Die Ähnlichkeiten zwischen den wärmebehandelten Gefügen bestätigen diesen Verdacht.

Die Erkenntnisse, die in diesem Abschnitt gewonnen wurden, gleichen denen der vorherigen Probe 316L_120A. Auch hier wurden Phasenveränderungen beobachtet, die auf die Wärmebehandlung zurückzuführen sind. Ebenso wurden keinerlei Hohlräume und nur wenige Poren entdeckt. Die Wahl des Materials scheint somit keinen Einfluss auf die Anzahl dieser zu haben.

4.8 Rakelfähigkeit

Die Hergestellten Pulver wurden auf deren Rakelfähigkeit getestet. Es wurden Versuche mit vier Proben durchgeführt. Pro verwendetem Material wurde stellvertretend ein mit Ultraschall-Atomisierung hergestelltes Pulver verwendet, da die verwendete Stromstärke in der Herstellung keinen Einfluss auf die Pulvereigenschaften zu haben scheint. Verwendet wurde das bei 120 A Spannung hergestellte Pulver. Von diesen Proben wurden die gleichen zwei Fraktionen ausgewählt, einmal kleiner 63 μm und einmal 45 bis 63 μm . Die Fraktion 45 bis 63 μm wurde gewählt, da sie den üblichen Pulverdurchmessern im pulverbettbasierten Schmelzen entspricht. Um zu überprüfen, ob das Abtrennen des Feinanteils überhaupt nötig ist, wurde die Fraktion kleiner 63 μm ebenfalls analysiert.

4.8.1 Herkömmliche Methoden

In einem ersten Schritt wurden die herkömmlichen Parameter zur Überprüfung der Rakelfähigkeit bestimmt. Hierzu zählen Hall Durchflussrate, Schüttdichte, Klopf-dichte und der Hausner Faktor. In Abbildung 44 wurden die Klopf- und Schüttdichten der jeweiligen Proben gegeneinander aufgetragen. Die genauen Messwerte sind im Anhang im Abschnitt 10.7.1 ersichtlich.

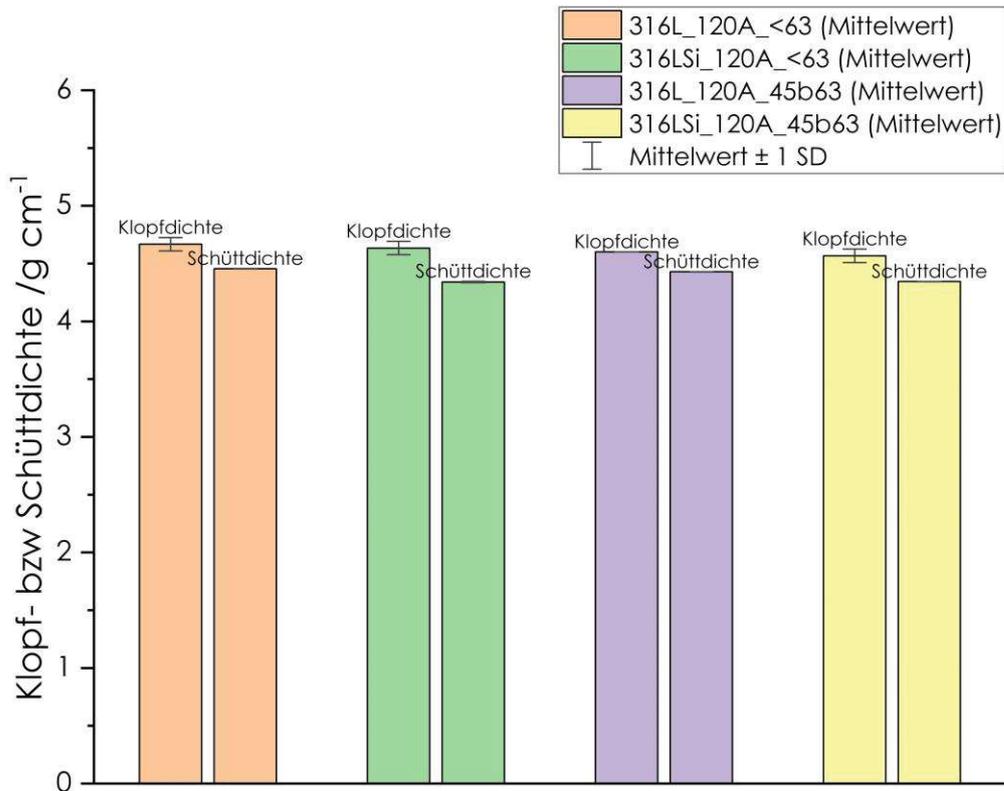


Abbildung 44: Ergebnisse der Klopf- und Schüttdichte Messungen

Alle Proben zeigen sehr ähnliche Ergebnisse. Wie zu erwarten, zeigt die Klopfdichte höhere Werte als die Schüttdichte. Aus diesen Parametern kann nun der Hausner-Faktor der Proben berechnet werden, wobei die Ergebnisse in Tabelle 10 dargestellt sind.

Tabelle 10: Ergebnisse der Berechnung des Hausner Faktors

Hausner Faktor	316L_120A_<63	316LSi_120A_<63	316L_120A_45b63	316LSi_120A_45b63
MW	1,05	1,06	1,04	1,06
SD	0,000	0,001	0,000	0,000

Die Hausner Faktoren aller Proben weisen Werte kleiner 1,25 auf und die Pulver sollten somit nach Dobson et al. [46] eine gute Rakelfähigkeit aufweisen.

Zusätzlich wurde auch die Hall Durchflussrate bestimmt und die Ergebnisse in Tabelle 11 dargestellt.

Tabelle 11: Ergebnisse der Hall Durchflussrate

Hall Durchflussrate /s 50g-1	316L_120A_	316LSi_120A_	316L_120A_	316LSi_120A_
	<63	<63	45b63	45b63
MW	13,1	13,7	13,2	13,6
SD	0,15	0,15	0,06	0,15

Die Hall Durchflussrate ist zwar wie in Unterabschnitt 2.4.2.2 erwähnt keine geeignete Methode, um eine generelle Rakeleignung festzustellen, dennoch zeigt die außergewöhnlich schnelle Hall Durchflussrate der ultraschall-atomisierten Pulver, dass es ausgezeichnete Fließeigenschaften besitzt. So fließen die gasatomisierten Edelpulver in den Versuchen von Dobson und Starr um etwa ein Drittel langsamer durch den Hall Trichter [46].

Zusammenfassend sagen die erhaltenen Ergebnisse eine gute Rakeleignung aller Pulver voraus, die im Folgenden noch mit dem Rakelprüfer getestet wird.

4.8.2 Rakelprüfer

In den folgenden Unterabschnitten werden die Ergebnisse der einzelnen Proben dargestellt und abschließend verglichen. Die Proben werden einerseits optisch anhand von Höhenprofilen und andererseits mit den in Punkt 2.4.2.1 definierten Parametern analysiert.

4.8.2.1 Optische Analyse

Bei der optischen Analyse sind nicht die Farbunterschiede zwischen den unterschiedlichen Aufnahmen von Bedeutung, sondern die Farbunterschiede innerhalb eines Höhenprofils. Die Grundfärbung des Höhenprofils orientiert sich an der maximalen Höhendifferenz und ist ebenso anfällig auf Ausreißer nach oben oder unten wie diese. Entscheidend für die Qualität einer gerakelten Schicht ist deren Gleichmäßigkeit. Gewünscht sind somit Höhenprofile mit einer möglichst gleichmäßigen Färbung, ohne Täler und Berge. Diese zeigen sich in Form von größeren Bereichen, die in ihrer Färbung deutlich von der Umgebung abweichen.

316L 120A <63

In Abbildung 45 sind zwei der neun Höhenprofile dargestellt. Die restlichen sieben sind im Anhang im Abschnitt 10.7.2 ersichtlich. Diese beiden Aufnahmen wurden gewählt, da sie die größten Unterschiede in der Grundfärbung aufweisen.

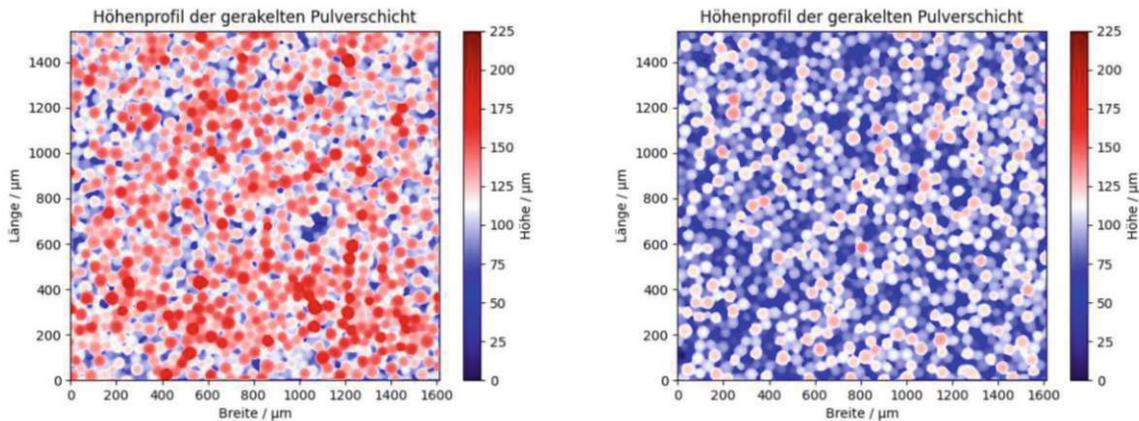


Abbildung 45: Höhenprofile der Probe 316L_120A_<63, Bereich 1 (links) und 8 (rechts)

Beim Betrachten der Höhenprofile stechen rein optisch sofort die Unterschiede bezüglich des Blauanteils ins Auge. Trotzdem zeigen beide Aufnahmen eine sehr gleichmäßige Pulververteilung, die für pulverbettbasiertes Schmelzen gut geeignet wäre.

316LSi 120A <63

Auch hier sind nach denselben Kriterien wie zuvor zwei beispielhafte Höhenprofile in Abbildung 46 dargestellt, während sich die übrigen im Anhang im Punkt 10.7.2 befinden.

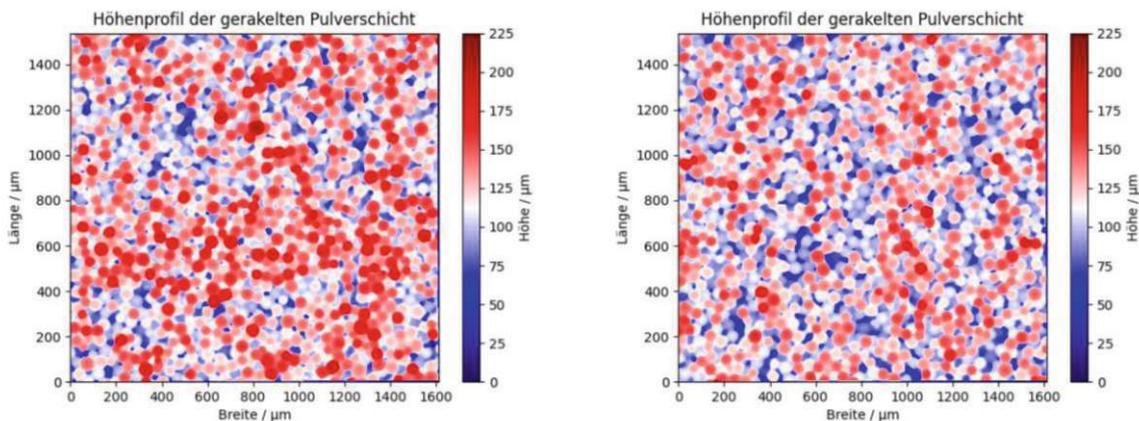


Abbildung 46: Höhenprofile der Probe 316LSi_120A_<63, Bereich 1 (links) und 5 (rechts)

Beim Vergleich dieser beiden Aufnahmen zeigt sich im Bereich 1 ein höherer Rotanteil als im Bereich 5. Das bedeutet allerdings, wie zuvor erwähnt, nicht, dass einer der beiden

Bereiche besser gerakelt ist. Beide Aufnahmen weisen kleinere Täler bzw. Berge auf, sind aber dennoch gleichmäßig verteilt und sollten somit für den Pulverauftrag im pulverbettbasierten Schmelzen gut geeignet sein.

316L_120A_45b63

Abbildung 47 zeigt zwei Höhenprofile der Probe 316L_120A_45b63, die sieben anderen sind im Anhang im Abschnitt 10.7.2 zu finden.

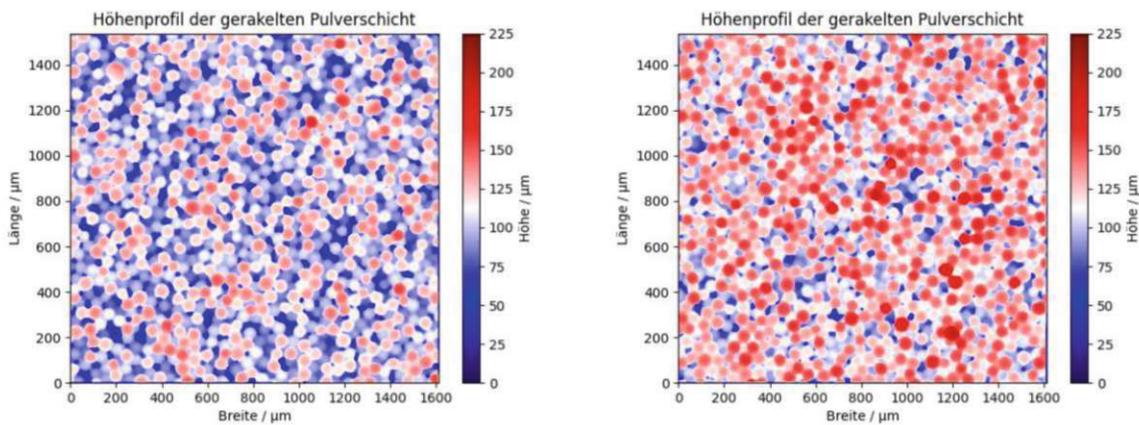


Abbildung 47: Höhenprofile der Probe 316L_120A_45b63, Bereich 5 (links) und 9 (rechts)

Die beiden Abbildungen zeigen äußerst gleichmäßig aufgetragenes Pulver, das keinerlei Täler oder Berge aufweist und somit ausgezeichnet für pulverbettbasiertes Schmelzen geeignet sein sollte.

316LSi_120A_45b63

In Abbildung 48 sind die zwei ausgewählten Höhenprofile dieser Probe ersichtlich, die weiteren befinden sich im Anhang im Abschnitt 10.7.2.

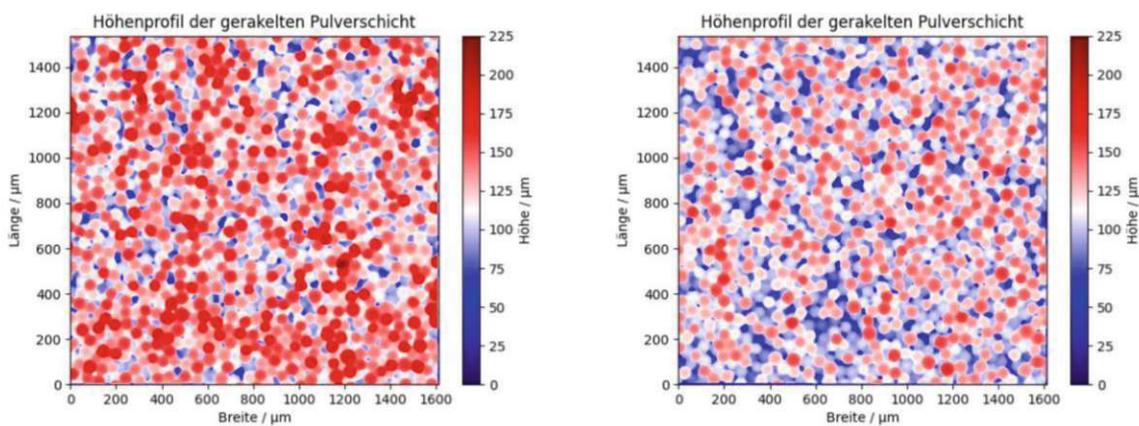


Abbildung 48: Höhenprofile der Probe 316LSi_120A_45b63, Bereich 2 und 9

Auch in diesem Fall sollte der Fokus nicht auf der unterschiedlichen Grundfärbung liegen, sondern auf der Gleichmäßigkeit der Pulververteilung. Die Abbildungen der beiden Schichten weisen kleinere Täler auf, sind aber dennoch gleichmäßig aufgetragen.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass alle vier Proben gut geeignet zur Verwendung im pulverbettbasierten Schmelzen sein sollten. Des Weiteren lässt sich sagen, dass die Abtrennung des Feinanteils der Pulver mit einem Durchmesser von weniger als $45\ \mu\text{m}$ keinen entscheidenden Einfluss auf die Rakelfähigkeit nimmt. Auf diese Maßnahme kann somit zukünftig verzichtet werden.

4.8.2.2 Analyse der Messparameter

Während im vorherigen Unterabschnitt optisch die Gleichmäßigkeit der gerakelten Schichten bestimmt wurde, werden nun die Messparameter, die vergleichbare Daten zur Oberflächenrauigkeit liefern, ausgewertet. In Abbildung 49 sind die Mittelwerte der vier Proben als Balkendiagramme ersichtlich. Der Fehlerbalken gibt die Standardabweichung an. Dargestellt sind der maximale Höhenunterschied, der Interquartilsabstand, die Oberfläche und das Ausgleichsvolumen der Pulverschichten. Die genauen Messdaten sind im Anhang ersichtlich.

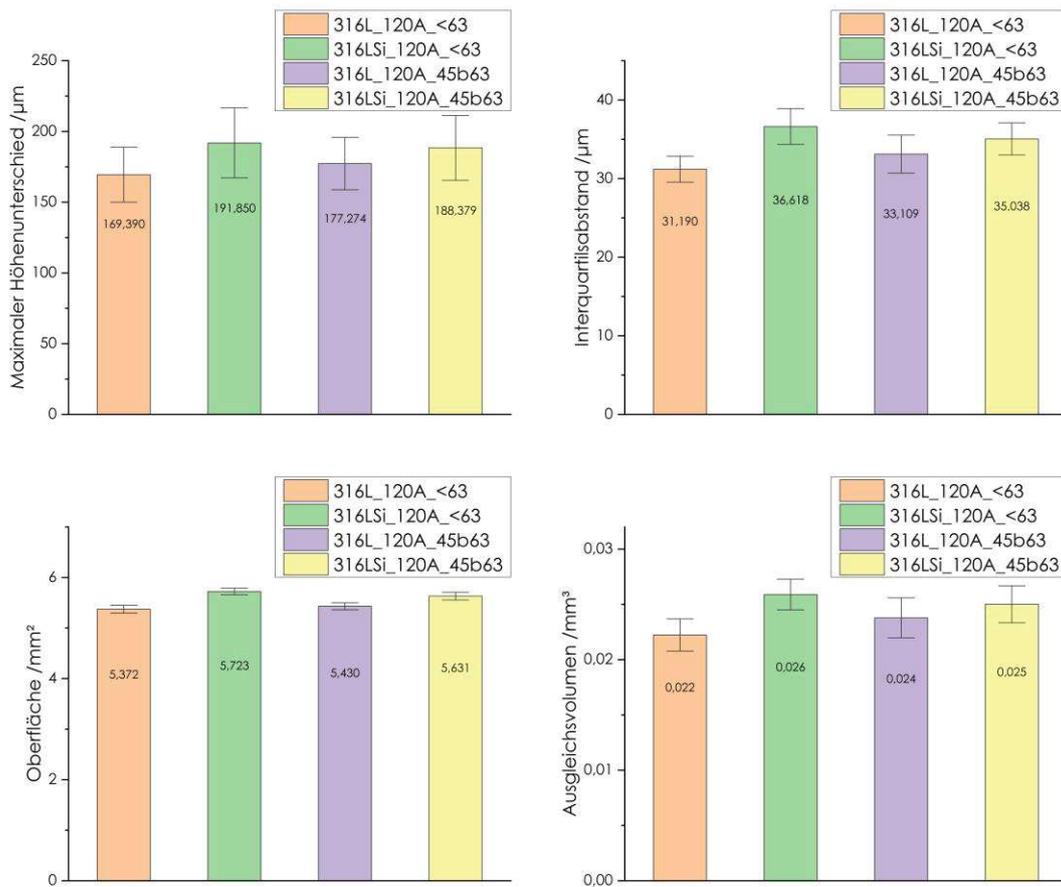


Abbildung 49: Mittelwerte und Standardabweichungen der Messparameter Maximaler Höhenunterschied, Interquartilsabstand, Oberfläche und Ausgleichsvolumen

Zunächst zeigen alle vier Proben ähnliche Ergebnisse, die größtenteils in den Fehlerbereichen der anderen Proben liegen. Das ist aufgrund der ähnlichen Eigenschaften der hergestellten Pulver nicht weiter verwunderlich, aber dennoch zeigen sich einige Tendenzen. So weist das 316L im Vergleich zum 316LSi die besseren Eigenschaften auf. Das ist daran erkennbar, dass bei den vergleichbaren Fraktionen <63 und 45b63 in allen Fällen das 316L die niedrigeren Messwerte aufweist. Beim Vergleich der Fraktionen desselben Materials lassen sich weitere Schlüsse ziehen. So weist die Probe 316L_120A_<63 bei den vier Parametern kleinere Werte als die Fraktion 316L_120A_45b63 auf, von welcher der Feinanteil abgetrennt wurde. Werden die Ergebnisse von 316LSi betrachtet, sind die Ergebnisse gegengleich. Hier scheint das Abtrennen des Feinanteils eine geringfügige Verbesserung der Ergebnisse zu bewirken.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass der höhere Siliciumanteil die Rakelfähigkeit zu verschlechtern scheint. Weiters scheint der Arbeitsschritt der Feinanteilabtrennung die

Eigenschaften nicht nur nicht zu verbessern, sondern sie potenziell sogar geringfügig negativ zu beeinflussen. Dieser sollte somit weiters nicht mehr durchgeführt werden. Wichtig ist auch zu beachten, dass diese Tendenzen zwar grundsätzlich erkennbar, aber dennoch alle Messwerte in sehr vergleichbaren Bereichen liegen. Für eindeutige Schlüsse sollten somit weitere Analysen durchgeführt werden. Diese Ähnlichkeit bedeutet aber auch, dass wenn eines dieser Pulver gut rakelbar ist, das mit großer Wahrscheinlichkeit auch für die anderen gilt. Somit sollten für die Auswahl des geeigneten Pulvers zusätzlich zur Rakelfähigkeit auch weitere Kriterien, wie die Verfügbarkeit des Grundmaterials, sowie die Anzahl und Dauer der Arbeitsschritte in der Herstellung in Betracht gezogen werden.

5 Zusammenfassung der Ergebnisse, Conclusio & Ausblick

5.1 Zusammenfassung der Ergebnisse

In dieser Arbeit wurden aus zwei unterschiedlichen Edelstählen jeweils drei Pulver mittels Ultraschall-Atomisierung hergestellt. Diese Pulver weisen eine enge Partikelgrößenverteilung auf, was mittels Sieb- und optischer Analyse bestätigt worden ist. So weisen in allen Fällen zumindest 85 % der Massenanteile der hergestellten Pulver einen Durchmesser von weniger als $63 \mu\text{m}$ auf und sind somit für das pulverbettbasierte Schmelzen verwendbar. Die aus 316L erzeugten Pulver zeigen einen Einfluss der verwendeten Stromstärke. So wird der Partikeldurchmesser bei steigender Stromstärke kleiner. Die Pulver aus 316LSi zeigen keine klare Tendenz.

Die produzierten Pulver weisen weiters eine ausgezeichnete Rundheit auf, denn keine der geprüften Fraktionen weist ein Seitenverhältnis von größer als 1,05, noch eine Kompaktheit von kleiner als 0,96 auf. Die Oberflächen der Pulver weisen keinerlei Satelliten oder größere Unebenheiten auf. Es sind allerdings Oberflächenstrukturen zu erkennen, die mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie analysiert worden sind. Laut diesen Analysen gibt es zwei unterschiedliche Arten. Es finden sich feine Oberflächenstrukturen, die in unterschiedlicher Ausprägung auf jedem Pulverpartikel vorhanden sind und mangan-, chrom- sowie eisenhaltig sind. Die zweite Art ist eine Halbkugelförmige Struktur, die siliciumhaltig ist. Bei beiden vorkommenden Oberflächenstrukturen handelt es sich vermutlich um Oberflächenoxide.

Beim Vergleich der Röntgenfluoreszenzanalysen der Ausgangsmaterialien mit den hergestellten Pulvern zeigt sich, dass der Ultraschall-Atomisierungsprozess Einfluss auf die Materialzusammensetzung hat. So sinkt etwa der Mangangehalt um knapp 70 %. Es gibt auch Veränderungen in den weiteren Bestandteilen. Dennoch entspricht die Legierungszusammensetzung der Norm für 316L. Der Sauerstoffgehalt der erzeugten Pulver ist im Vergleich mit dem Ausgangsmaterial zwei bis dreimal so hoch. Es ist im Fall des 316L auch die Tendenz von höherem Sauerstoffgehalt bei höheren Stromstärken zu erkennen, was beim 316LSi nicht der Fall ist. Der Kohlenstoffgehalt verringert sich im Gegenzug um etwa die Hälfte. Die beim 316L erkennbare Tendenz der Fraktionen ist in diesem Fall umgekehrt,

denn je höher die Stromstärke und der Sauerstoffgehalt sind, desto niedriger ist der Kohlenstoffgehalt in der Fraktion. Im Fall von 316LSi sind wiederum keine klaren Tendenzen erkennbar, weder in Bezug auf die Stromstärke noch auf den Sauerstoffgehalt. Sowohl beim Kohlenstoff- als auch beim Sauerstoffgehalt zeigt sich weiters eine Tendenz zu höheren Gehalten bei kleinerem Partikeldurchmesser.

Die zur Phasenanalyse durchgeführte Röntgendiffraktometrie zeigt eindeutig, dass in den hergestellten Pulvern große Mengen δ -Ferrit vorhanden sind, die durch eine Wärmebehandlung entfernt werden können. Auch die mittels Metallographie analysierten Proben zeigen eindeutig Phasenveränderungen durch die Wärmebehandlung.

Um die Rakeleignung zu testen, wurden Klopff- sowie Schüttdichte der Pulver und daraus der Hausner Faktor bestimmt. Mit Hausner Faktoren von maximal 1,06 sollten alle Proben ausgezeichnet rakelfähig sein. Auch die außergewöhnlich schnelle Hall Durchflussrate von maximal 13,8 Sekunden bescheinigt allen Proben ausgezeichnete Fließeigenschaften.

Die mittels Rakelprüfer analysierten Pulver wurden zunächst optisch auf die Gleichmäßigkeit der Pulveraufbringung geprüft. Diese war im Fall aller Proben sehr regelmäßig ohne erkennbare Täler und Berge. Auch die Parameter Maximalabstand, Interquartilsabstand, Oberfläche und Ausgleichsvolumen wurden analysiert. Die Resultate legen nahe, dass der höhere Siliciumgehalt eine geringfügige Verschlechterung der Rakelfähigkeit zur Folge hat. Weiters zeigen die Pulver mit abgetrenntem Feinanteil keine besseren Eigenschaften.

5.2 Conclusio

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass durch Ultraschall-Atomisierung Edelstahlpulver von ausgezeichneter Qualität hergestellt werden kann. Es weist eine enge Partikelgrößenverteilung, ausgezeichnete Rundheit, keine größeren Hohlräume sowie keinerlei Satelliten auf. Die Zusammensetzung des Ausgangsmaterials wird durch den Prozess zwar verändert, jedoch nur in geringem Maß, so dass auch die Zusammensetzung der Pulver noch den Normen der Ausgangsmaterialien entspricht. Lediglich das Mangan verringert sich im Lauf des Prozesses stark in seiner Konzentration. Für die verwendeten 316L Materialien gibt es keinen Mindestgehalt an Mangan. Falls Materialien ultraschall-atomisiert werden, die einen Manganmindestanteil benötigen, sollte dieses Verhalten allerdings berücksichtigt werden. Die vorhandenen Phasen werden durch den Ultraschall-Atomisierungsprozess ebenso verändert. So weisen die hergestellten Pulver aufgrund der hohen Abkühlgeschwindigkeit im Prozess große Mengen δ -Ferrit auf. Wird in den Pulvern eine austenitische Mikrostruktur benötigt, kann diese durch eine Wärmebehandlung leicht eingestellt werden.

Die Variation der Herstellparameter in Form der Stromstärke hat wenig bis keinen Einfluss auf die hergestellten Edelstahlpulver. So gibt es im Fall der vorhandenen Phasen und der Legierungszusammensetzung keine Unterschiede zwischen den Fraktionen. Lediglich bei der Partikelgrößenverteilung sowie dem Sauerstoff-, und Kohlenstoffgehalt sind Unterschiede erkennbar.

Die hergestellten Edelstahlpulver weisen ausgezeichnete Fließ- und Rakeleigenschaften auf, wodurch sie für das pulverbettbasierte Schmelzen gut geeignet sind. Aufgrund der engen Partikelverteilung der hergestellten Pulver ist es zudem nicht notwendig den Feinanteil abzutrennen, da dieser die entsprechenden Eigenschaften nicht nachteilig beeinflusst.

5.3 Ausblick

Die Ergebnisse zur Partikelgrößenverteilung zeigen die Notwendigkeit weiterer Analysen, um den tatsächlichen Einfluss der Stromstärke auf den Ultraschall-Atomisierungsprozess zu ermitteln. So könnte die Partikelgrößenverteilung der hergestellten Proben zusätzlich mittels Laserdiffraktometrie bestimmt werden und weitere Ultraschall-Atomisierungsvorgänge durchgeführt und analysiert werden.

Auch die Ergebnisse zur chemischen Zusammensetzung führen zu Folgefragen. So zeigt die Röntgenfluoreszenzanalyse Unterschiede in der Zusammensetzung der hergestellten Edelstahlpulver im Vergleich zu den Ausgangsmaterialien. Die Stärke des Einflusses der Pulveroberflächen auf diese Messergebnisse bedarf allerdings noch weiterer Untersuchungen. Zur Analyse der Oberflächenstrukturen könnten ebenso weitere Messungen wie etwa Augerelektronen- oder Röntgenphotoelektronenspektroskopie durchgeführt werden.

Offen bleibt die Frage, wieso der Kohlenstoffgehalt zu kleineren Partikeldurchmessern hin steigt. Der umgekehrte Trend war erwartet worden, da der Sauerstoffgehalt der Proben mit kleinerem Partikeldurchmesser steigt und dadurch der Kohlenstoffgehalt sinken müsste, da dieser als Reduktionsmittel dient.

Die vermutete hohe Dichte der Pulver, wird durch die Ergebnisse der Metallographie bestätigt, wo die Pulver keine Hohlräume und kaum Poren aufweisen. Dennoch sollten zusätzlich Versuche mit einem Heliumpyknometer durchgeführt werden, um diese Erkenntnisse zu bestätigen.

Die vielversprechenden Ergebnisse bei der Prüfung der Rakelfähigkeit sollten zum Anlass genommen werden, um erste Versuche mit ultraschall-atomisierten Edelstahlpulvern im pulverbettbasierten Schmelzen durchzuführen. Darüber hinaus könnten Versuche mit weiteren Materialien durchgeführt werden, um die Grenzen des Geräts weiter zu testen.

6 Literaturverzeichnis

- [1] Deutsches Institut für Normung e.V. DIN EN ISO/ASTM 52900:2022 03.
- [2] *Laser Additive Manufacturing: Materials, Design, Technologies, and Applications*; Brandt, M., Ed.; 1st ed.; Woodhead Publishing: Kent, **2016**.
- [3] Additive Manufacturing in Aerospace. <https://www.rapidmade.com/rapidmade-blog/2013/11/1/additive-manufacturing-in-aerospace> (Accessed Aug 1, **2024**).
- [4] Additive Manufacturing for Medical Device Production | 2018-05-01 | Assembly Magazine | ASSEMBLY. <https://www.assemblymag.com/articles/94273-additive-manufacturing-for-medical-device-production> (Accessed Aug 1, **2024**).
- [5] Wang, D.; Yang, Y.; Liu, Y.; Bai, Y.; Tan, C. *Laser Powder Bed Fusion of Additive Manufacturing Technology*; Additive Manufacturing Technology; Springer Nature Singapore: Singapore, **2024**.
- [6] Li, R.; Shi, Y.; Wang, Z.; Wang, L.; Liu, J.; Jiang, W. Densification Behavior of Gas and Water Atomized 316L Stainless Steel Powder during Selective Laser Melting. *Appl. Surf. Sci.*, **2010**, *256*, 4350–4356.
- [7] Zhu, H.; Li, X.; Chen, Q. Three-Dimensional Simulation and Experimental Investigation on Spheroidization of Stainless Steel Powders Using Radio Frequency Thermal Plasma. *J. Mater. Eng. Perform.*, **2022**, *31*, 6606–6616.
- [8] Boulos, M. Plasma Power Can Make Better Powders. *Met. Powder Rep.*, **2004**, *59*, 16–21.
- [9] Berns, H.; Theisen, W. *Eisenwerkstoffe - Stahl und Gusseisen*; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg, **2008**.
- [10] *Werkstoffkunde: Strukturen - grundlegende Eigenschaften*; Bargel, H.-J., Ed.; Springer-Lehrbuch; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg, **2022**.
- [11] Schlegel, J. *The World of Steel: On the History, Production and Use of a Basic Material*; Springer Fachmedien Wiesbaden: Wiesbaden, **2023**.
- [12] Schlegel, J. *Nichtrostender austenitischer Stahl: Ein Stahlporträt*; essentials; Springer Fachmedien Wiesbaden: Wiesbaden, **2023**.

- [13] For.Mem.R.S, P.R.W.W.; Loomis, A.L. XXXVIII. The Physical and Biological Effects of High-Frequency Sound-Waves of Great Intensity. *Lond. Edinb. Dublin Philos. Mag. J. Sci.*, **1927**.
- [14] Rajan, R.; Pandit, A.B. Correlations to Predict Droplet Size in Ultrasonic Atomisation. *Ultrasonics*, **2001**, *39*, 235–255.
- [15] Lang, R.J. Ultrasonic Atomization of Liquids. *J. Acoust. Soc. Am.*, **1962**, *34*, 6–8.
- [16] Zhang, Y.; Yuan, S.; Wang, L. Investigation of Capillary Wave, Cavitation and Droplet Diameter Distribution during Ultrasonic Atomization. *Exp. Therm. Fluid Sci.*, **2021**, *120*, 110219.
- [17] Neppiras, E.A.; Noltingk, B.E. Cavitation Produced by Ultrasonics: Theoretical Conditions for the Onset of Cavitation. *Proc. Phys. Soc. Sect. B*, **1951**, *64*, 1032–1038.
- [18] Zhang, H.; Zhang, X.; Yi, X.; He, F.; Niu, F.; Hao, P. Dynamic Behaviors of Droplets Impacting on Ultrasonically Vibrating Surfaces. *Exp. Therm. Fluid Sci.*, **2020**, *112*, 110019.
- [19] Kooij, S.; Astefanei, A.; Corthals, G.L.; Bonn, D. Size Distributions of Droplets Produced by Ultrasonic Nebulizers. *Sci. Rep.*, **2019**, *9*, 6128.
- [20] Lierke, E.G.; Griebhammer, G. The Formation of Metal Powders by Ultrasonic Atomization of Molten Metals. *Ultrasonics*, **1967**, *5*, 224–228.
- [21] Alavi, S.H.; Harimkar, S.P. Ultrasonic Vibration-Assisted Laser Atomization of Stainless Steel. *Powder Technol.*, **2017**, *321*, 89–93.
- [22] Bauckhage, K.; Andersen, O.; Hansmann, S.; Reich, W.; Schreckenber, P. Production of Fine Powders by Ultrasonic Standing Wave Atomization. *Powder Technol.*, **1996**, *86*, 77–86.
- [23] Żrodowski, Ł.; Wróblewski, R.; Choma, T.; Morończyk, B.; Ostrysz, M.; Leonowicz, M.; Łacisz, W.; Blyskun, P.; Wróbel, J.S.; Cieślak, G.; Wysocki, B.; Żrodowski, C.; Pomian, K. Novel Cold Crucible Ultrasonic Atomization Powder Production Method for 3D Printing. *Materials*, **2021**, *14*, 2541.

- [24] Balasz, B.; Bielecki, M.; Gulbiński, W.; Słoboda, Ł. Comparison of Ultrasonic and Other Atomization Methods in Metal Powder Production. *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.*, **2023**, *116*, 11–24.
- [25] Beaman, J.J. Historical Background. In: *Fundamentals of Laser Powder Bed Fusion of Metals*; Elsevier, **2021**; pp. 1–14.
- [26] Moylan, S.; Whittenton, E.; Lane, B.; Slotwinski, J. Infrared Thermography for Laser-Based Powder Bed Fusion Additive Manufacturing Processes. *AIP Conf. Proc.*, **2014**, *1581*.
- [27] Sun, S.; Brandt, M.; Easton, M. 2 - Powder Bed Fusion Processes: An Overview. In: *Laser Additive Manufacturing*; Brandt, M., Ed.; Woodhead Publishing Series in Electronic and Optical Materials; Woodhead Publishing, **2017**; pp. 55–77.
- [28] Yadroitsev, I.; Yadroitsava, I.; Du Plessis, A. Basics of Laser Powder Bed Fusion. In: *Fundamentals of Laser Powder Bed Fusion of Metals*; Elsevier, **2021**; pp. 15–38.
- [29] Mitterlehner, M.; Danninger, H.; Gierl-Mayer, C.; Frank, J.; Tomischko, W. Study on The Influence of the Blade on Powder Layers Built in Powder Bed Fusion Processes for Additive Manufacturing. *BHM Berg- Hüttenmänn. Monatshefte*, **2020**, *165*, 157–163.
- [30] Kumar, S. Selective Laser Sintering: A Qualitative and Objective Approach. *JOM*, **2003**, *55*, 43–47.
- [31] Ulusoy, U. A Review of Particle Shape Effects on Material Properties for Various Engineering Applications: From Macro to Nanoscale. *Minerals*, **2023**, *13*, 91.
- [32] Zheng, J.; Hryciw, R. Soil Particle Size and Shape Distributions by Stereophotography and Image Analysis. *Geotech. Test. J.*, **2017**, *42*, 1–14.
- [33] International Organization for Standardization. ISO 9276-6:2008, **2008**.
- [34] Faria, N.; Pons, M.N.; Feyer De Azevedo, S.; Rocha, F.A.; Vivier, H. Quantification of the Morphology of Sucrose Crystals by Image Analysis. *Powder Technol.*, **2003**, *133*, 54–67.
- [35] Pons, M.N.; Vivier, H.; Belaroui, K.; Bernard-Michel, B.; Cordier, F.; Oulhana, D.; Dodds, J.A. Particle Morphology: From Visualisation to Measurement. *Powder Technol.*, **1999**, *103*, 44–57.

- [36] Mitterlehner, M.; Danninger, H.; Gierl-Mayer, C.; Frank, J.; Tomischko, W.; Gschiel, H. Novel Testing Device and Routine to Characterise the Spreadability of Powders for Powder Bed Fusion Processes – a Problem-Oriented Approach. *Powder Metall.*, **2022**, *65*, 318–334.
- [37] Mitterlehner, M.; Danninger, H.; Gierl-Mayer, C.; Gschiel, H. Investigation of the Influence of Powder Moisture on the Spreadability Using the Spreading Tester. *BHM Berg-Hüttenmänn. Monatshefte*, **2021**, *166*, 14–22.
- [38] Capozzi, L.C.; Sivo, A.; Bassini, E. Powder Spreading and Spreadability in the Additive Manufacturing of Metallic Materials: A Critical Review. *J. Mater. Process. Technol.*, **2022**, *308*, 117706.
- [39] Vock, S.; Klöden, B.; Kirchner, A.; Weißgärber, T.; Kieback, B. Powders for Powder Bed Fusion: A Review. *Prog. Addit. Manuf.*, **2019**, *4*, 383–397.
- [40] Mitterlehner, M.; Danninger, H.; Gierl-Mayer, C.; Gschiel, H.; Martinez, C.; Tomisser, M.; Schatz, M.; Senck, S.; Auer, J.; Benigni, C. Comparative Evaluation of Characterization Methods for Powders Used in Additive Manufacturing. *J. Mater. Eng. Perform.*, **2021**, *30*, 7019–7034.
- [41] Spierings, A.; Voegtlin, M.; Bauer, T.; Wegener, K. Powder Flowability Characterisation Methodology for Powder-Bed-Based Metal Additive Manufacturing. *Prog. Addit. Manuf.*, **2015**, *1*.
- [42] Clayton, J.; Millington-Smith, D.; Armstrong, B. The Application of Powder Rheology in Additive Manufacturing. *JOM*, **2015**, *67*, 544–548.
- [43] Ahmed, M.; Pasha, M.; Nan, W.; Ghadiri, M. A Simple Method for Assessing Powder Spreadability for Additive Manufacturing. *Powder Technol.*, **2020**, *367*, 671–679.
- [44] Lupo, M.; Ajabshir, S.Z.; Sofia, D.; Barletta, D.; Poletto, M. Experimental Metrics of the Powder Layer Quality in the Selective Laser Sintering Process. *Powder Technol.*, **2023**, *419*, 118346.
- [45] Hausner, H.H. Powder Characteristics and Their Effect on Powder Processing. *Powder Technol.*, **1981**, *30*, 3–8.

- [46] Dobson, S.D.; Starr, T.L. Powder Characterization and Part Density for Powder Bed Fusion of 17-4 PH Stainless Steel. *Rapid Prototyp. J.*, **2021**, *27*, 53–58.
- [47] Balbaa, M.A.; Ghasemi, A.; Fereiduni, E.; Elbestawi, M.A.; Jadhav, S.D.; Kruth, J.-P. Role of Powder Particle Size on Laser Powder Bed Fusion Processability of AlSi10Mg Alloy. *Addit. Manuf.*, **2021**, *37*, 101630.
- [48] Snow, Z.; Martukanitz, R.; Joshi, S. On the Development of Powder Spreadability Metrics and Feedstock Requirements for Powder Bed Fusion Additive Manufacturing. *Addit. Manuf.*, **2019**, *28*, 78–86.
- [49] ATO | Ultrasonic Metal Powder Atomization. <https://additiveplus.com/ato/> (Accessed Oct 1, **2024**).
- [50] Deutsches Institut für Normung e.V. DIN EN ISO 4497:2020-10, Metallpulver - Bestimmung Der Teilchengröße Durch Trockensiebung (ISO_4497:2020); Deutsche Fassung EN_ISO_4497:2020, **2020**.
- [51] Deutsches Institut für Normung e.V. Nichtrostende Stähle Teil 1: Verzeichnis Der Nichtrostenden Stähle; Deutsche Fassung EN 10088-1:2023.
- [52] Deutsches Institut für Normung e.V. DIN EN ISO 4490, Metallpulver Bestimmung Der Durchflussrate Mit Hilfe Eines Kalibrierten Trichters (Hall Flowmeter) (ISO 4490:2018); Deutsche Fassung EN ISO 4490:2018, **2018**.
- [53] Deutsches Institut für Normung e.V. DIN EN ISO 3923-1, Metallpulver Ermittlung Der Füllichte Teil 1: Trichterverfahren (ISO 3923-1:2018); Deutsche Fassung EN ISO 3923-1:2018, **2018**.
- [54] Deutsches Institut für Normung e.V. DIN EN ISO 3953, Metallpulver - Bestimmung Der Klopfdichte (ISO 3953:2011); Deutsche Fassung EN ISO 3953:2011, **2011**.
- [55] Pichler, P.; Leitner, T.; Kaschnitz, E.; Rattenberger, J.; Pottlacher, G. Surface Tension and Thermal Conductivity of NIST SRM 1155a (AISI 316L Stainless Steel). *Int. J. Thermophys.*, **2022**, *43*, 66.
- [56] Pichler, P.; Simonds, B.J.; Sowards, J.W.; Pottlacher, G. Measurements of Thermophysical Properties of Solid and Liquid NIST SRM 316L Stainless Steel. *J. Mater. Sci.*, **2020**, *55*, 4081–4093.

- [57] Tang, C.; Le, K.Q.; Wong, C.H. Physics of Humping Formation in Laser Powder Bed Fusion. *Int. J. Heat Mass Transf.*, **2020**, *149*, 119172.
- [58] Hedberg, Y.; Norell, M.; Hedberg, J.; Szakálos, P.; Linhardt, P.; Odnevall Wallinder, I. Surface Characterisation of Fine Inert Gas and Water Atomised Stainless Steel 316L Powders: Formation of Thermodynamically Unstable Surface Oxide Phases. *Powder Metall.*, **2013**, *56*, 158–163.
- [59] Yaws, C.L. *Handbook of Vapor Pressure.: Volume 4., Inorganic Compounds and Elements*; Library of physico-chemical property data; Gulf Pub. Co.: Houston, **1995**.

7 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Anwendungen von Edelstahl in der additiven Fertigung in der a) Luftfahrt b) Medizintechnik [3,4]	2
Abbildung 2: a) Gas- und b) Wasserverdüstertes Edelstahlpulver [6]	3
Abbildung 3: Ablauf der Plasma Spheroidization [7].....	4
Abbildung 4: Durch Ultraschall-Atomisierung hergestelltes Pulver.....	7
Abbildung 5: Konstitution von Eisen in Abhängigkeit von (a) Temperatur (b) Druck (c) Konzentration von Begleitelementen nach Berns und Theisen [9]	8
Abbildung 6: Schematische Darstellung des Kapillarwellenmechanismus [19]	13
Abbildung 7: Schematische Darstellung von Pulverbettbasiertem Laserstrahlschmelzen [26]	16
Abbildung 8: Schematische Darstellung der Auswirkung der Schichtdicken: a) Verklemmung, b) gewünschtes Verhalten, c) Segregation, d) Lochbildung [29]	17
Abbildung 9: Drei Partikel mit gleichem Flächeninhalt und nahezu identen Feret- Durchmessern, die auf der Grundform eines Kreises basieren und sich im Umfang unterscheiden	20
Abbildung 10: Bestandteile des Rakelprüfers [37].....	22
Abbildung 11: a) maximaler Höhenunterschied b) Interquartilsabstand c) Volumen über (rot) und unter (blau) der Ausgleichsebene (schwarz) d) Oberfläche der Pulverschicht... 24	24
Abbildung 12: Funktionsweise des Gerätes ATO Lab Plus [49]	28
Abbildung 13: Temperaturverlauf der Wärmebehandlung	31
Abbildung 14: Rasterelektronenmikroskop Aufnahme nach a) Aufbereitung mittels Canny Edge Detector und b) anschließender Auswertung mittels ImageJ.....	33
Abbildung 15: Schema des Rakelvorgangs eines 3D-Druckers von Concept Laser.	39
Abbildung 16: Plattform nach dem Ende des Rakelvorgangs und der Reinigung	40
Abbildung 17: Schema der Topographischen Aufnahmen.....	41
Abbildung 18: Ergebnisse der Siebanalysen.....	43
Abbildung 19: Ergebnisse der optischen Auswertung.....	45
Abbildung 20: Vergleich von Sieb und optischer Analyse	46
Abbildung 21: Überblicksbilder der Proben 316L_120A_53b63 (a) und 316Si_120A_53b63 (b)	48
Abbildung 22: Kornartige Oberfläche mit feinen Besetzungen (316L_120A) 49	49

Abbildung 23: Glatte Oberfläche mit feinen und größeren Besetzungen (316L_120A) ...	49
Abbildung 24: Oberfläche mit starken zerklüfteten Besetzungen (316L_120A)	50
Abbildung 25: Aufnahmen der Wärmebehandelten Pulver von a) 316L_120A_WBH_53b63 und b) 316LSi_120A_WBH_53b63	50
Abbildung 26: Abgelöste Oberflächenstrukturen am Beispiel von 316L_100A.....	52
Abbildung 27: a) Überlagertes Gesamtmapping b) Mapping Mangan c) Mapping Chrom d) Mapping Eisen.....	53
Abbildung 28: Siliciumhaltige Halbkugel am Beispiel von 316LSi_140A_53b63.....	54
Abbildung 29: a) Mapping Silicium b) Mapping Mangan c) Mapping Chrom d) Mapping Eisen	55
Abbildung 30: RFA – Messungen der Ausgangsdrähte und der produzierten Pulver von a) 316L und b) 316LSi.....	58
Abbildung 31: Sauerstoffgehalte der 316L Proben	60
Abbildung 32: Sauerstoffgehalte der 316LSi Proben.....	61
Abbildung 33: Kohlenstoffgehalte der 316L Proben	62
Abbildung 34: Kohlenstoffgehalte der 316L Proben	63
Abbildung 35: Vergleich der Diffraktogramme von ursprünglichem und wärmebehandelten Proben im Fall von 316L_120A_53b63 (orange – grün) und 316LSi_120A_53b63 (violett – türkis)	65
Abbildung 36: Überblicksaufnahme der Proben a) 316L_120A_53b63 und b) 316L_120A_WBH_53b63.....	68
Abbildung 37: Austenitische Mikrostruktur in a) 316L_120A_53b63 und b) 316L_120A_WBH_53b63.....	69
Abbildung 38: Häufigste Mikrostruktur der Probe 316L_120A_53b63	70
Abbildung 39: Häufigste Mikrostruktur der Probe 316L_120A_WBH_53b63.....	71
Abbildung 40: Überblicksaufnahme der Proben a) 316LSi_120A_53b63 und b) 316LSi_120A_WBH_53b63.....	72
Abbildung 41: Austenitisches Gefüge in a) 316LSi_120A_53b63 und b) 316LSi_120A_WBH_53b63.....	73
Abbildung 42: Häufigste Mikrostruktur der Probe 316LSi_120A_53b63	74
Abbildung 43: Häufigste Mikrostruktur der Probe 316LSi_120A_WBH_53b63	75
Abbildung 44: Ergebnisse der Klopff- und Schüttdichte Messungen	77

Abbildung 45: Höhenprofile der Probe 316L_120A_<63, Bereich 1 (links) und 8 (rechts)	79
Abbildung 46: Höhenprofile der Probe 316LSi_120A_<63, Bereich 1 (links) und 5 (rechts)	79
Abbildung 47: Höhenprofile der Probe 316L_120A_45b63, Bereich 5 (links) und 9 (rechts)	80
Abbildung 48: Höhenprofile der Probe 316LSi_120A_45b63, Bereich 2 und 9	80
Abbildung 49: Mittelwerte und Standardabweichungen der Messparameter Maximaler Höhenunterschied, Interquartilsabstand, Oberfläche und Ausgleichsvolumen.....	82
Abbildung 50: Energiedispersive Röntgenspektroskopie – Analyse von a) Molybdän b) Nickel c) Kupfer.....	101
Abbildung 51: Energiedispersive Röntgenspektroskopie – Analyse von a) Molybdän b) Nickel c) Kupfer.....	101
Abbildung 52: Vergleich der Diffraktogramme von ursprünglichem und wärmebehandelten Proben im Fall von 316L_100A_53b63 (orange – grün) und 316L_140A_53b63 (violett – türkis).....	106
Abbildung 53: Vergleich der Diffraktogramme von ursprünglichem und wärmebehandelten Proben im Fall von 316LSi_100A_53b63 (orange – grün) und 316LSi_140A_53b63 (violett – türkis)	107
Abbildung 54: Überblicksbilder von a) 316L_100A_53b63 und b) 316L_100A_WBH_53b63.....	108
Abbildung 55: Austenitische Mikrostruktur in a) 316L_100A_53b63 und b) 316L_100A_WBH_53b63.....	108
Abbildung 56: Häufigste Mikrostruktur der Probe a) 316L_100A_53b63 b) 316L_100A_WBH_53b63.....	108
Abbildung 57: Überblicksbilder von a) 316L_140A_53b63 und b) 316L_140A_WBH_53b63.....	109
Abbildung 58: Austenitische Mikrostruktur in a) 316L_140A_53b63 und b) 316L_140A_WBH_53b63.....	109
Abbildung 59: Häufigste Mikrostruktur der Probe a) 316L_140A_53b63 b) 316L_140A_WBH_53b63.....	109

Abbildung 60: : Überblicksbilder von a) 316LSi_100A_53b63 und b) 316LSi_100A_WBH_53b63.....	110
Abbildung 61: Austenitische Mikrostruktur in a) 316LSi_100A_53b63 und b) 316LSi_100A_WBH_53b63.....	110
Abbildung 62: Häufigste Mikrostruktur der Probe a) 316LSi_100A_53b63 b) 316LSi_100A_WBH_53b63.....	110
Abbildung 63: : Überblicksbilder von a) 316LSi_140A_53b63 und b) 316LSi_140A_WBH_53b63.....	111
Abbildung 64: Austenitische Mikrostruktur in a) 316LSi_140A_53b63 und b) 316LSi_140A_WBH_53b63.....	111
Abbildung 65: Häufigste Mikrostruktur der Probe a) 316LSi_140A_53b63 b) 316LSi_140A_WBH_53b63.....	111
Abbildung 66: Weitere Höhenprofile der Probe 316L_120A_<63.....	113
Abbildung 67: Weitere Höhenprofile der Probe 316LSi_120A_<63.....	114
Abbildung 68: Weitere Höhenprofile der Probe 316L_120A_45b63.....	115
Abbildung 69: Weitere Höhenprofile der Probe 316LSi_120A_45b63.....	116

8 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Inhaltsstoffe der Ausgangsmaterialien laut Herstellern	27
Tabelle 2: Parameter der Pulverherstellung	29
Tabelle 3: Verwendete Siebe für Siebanalyse	32
Tabelle 4: Parameter der Siebanalyse	32
Tabelle 5: Parameter der Einbettpresse	35
Tabelle 6: Schleif- und Polierschritte	35
Tabelle 7: Parameter des Rakelvorgangs.....	38
Tabelle 8: Ergebnisse der optischen Analyse der Fraktionen 53b63	44
Tabelle 9: Ergebnisse der Bestimmung der Formdeskriptoren.....	56
Tabelle 10: Ergebnisse der Berechnung des Hausner Faktors	77
Tabelle 11: Ergebnisse der Hall Durchflussrate	78
Tabelle 12: Ergebnisse der Siebanalysen	100
Tabelle 13: Ergebnisse der optischen Analyse.....	100
Tabelle 14: Gehalt der Legierungselemente in den Ausgangsmaterialien	102
Tabelle 15: Mittelwert und Standardabweichung der Legierungselementgehalte der Fraktion 53b63 aller hergestellter Pulver aus dem jeweiligen Edelstahl, unabhängig von der Stromstärke.....	102
Tabelle 16: Messwerte des Sauerstoffgehaltes	103
Tabelle 17: Messwerte des Kohlenstoffgehaltes.....	104
Tabelle 18: Messergebnisse der Rakelprüfung der Probe 316L_120A_<63	117
Tabelle 19: Messergebnisse der Rakelprüfung der Probe 316LSi_120A_<63	117
Tabelle 20: Messergebnisse der Rakelprüfung der Probe 316L_120A_45b63.....	118
Tabelle 21: Messergebnisse der Rakelprüfung der Probe 316LSi_120A_45b63.....	118

9 Formelverzeichnis

(1)	14
(2)	19
(3)	19
(4)	20
(5)	22
(6)	23
(7)	23
(8)	24
(9)	24
(10)	24
(11)	33

10 Anhang

10.1 Partikelgrößenverteilung

Tabelle 12: Ergebnisse der Siebanalysen

Fraktion	316L_100A /wt-%	316L_120A / wt-%	316L_140A / wt-%	316LSi_100A / wt-%	316LSi_120A / wt-%	316LSi_140A / wt-%
500b180	0,61	0,68	0,91	1,09	0,92	2,45
180b150	0,15	0,05	0,08	0,44	0,27	1,25
150b100	1,44	0,58	0,32	1,84	1,08	3,10
100b75	5,34	1,50	1,01	4,22	4,36	5,47
75b63	10,22	11,84	9,66	13,80	13,97	14,61
53b63	39,67	37,09	34,65	31,59	34,74	33,35
53b45	26,32	30,01	31,48	30,05	27,47	25,03
45b36	11,47	12,65	14,85	11,94	11,98	10,14
36b25	3,40	4,40	5,31	4,33	4,12	3,30
< 25	1,37	1,21	1,73	0,69	1,11	1,31

Tabelle 13: Ergebnisse der optischen Analyse

Fraktion	316L_100A /wt-%	316L_120A / wt-%	316L_140A / wt-%	316LSi_100A / wt-%	316LSi_120A / wt-%	316LSi_140A / wt-%
500b180	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
180b150	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
150b100	0,87	0,00	0,00	0,00	1,39	0,60
100b75	5,26	3,99	3,10	5,55	6,33	2,83
75b63	14,95	4,78	8,28	10,36	12,79	11,13
53b63	39,42	35,90	34,67	34,71	33,25	33,20
53b45	26,81	32,72	33,88	32,16	30,46	32,39
45b36	10,58	17,36	16,37	13,96	12,32	14,73
36b25	1,97	4,69	3,40	3,04	3,15	4,70
< 25	0,14	0,56	0,30	0,22	0,31	0,42

10.2 Energiedispersive Röntgenspektroskopie

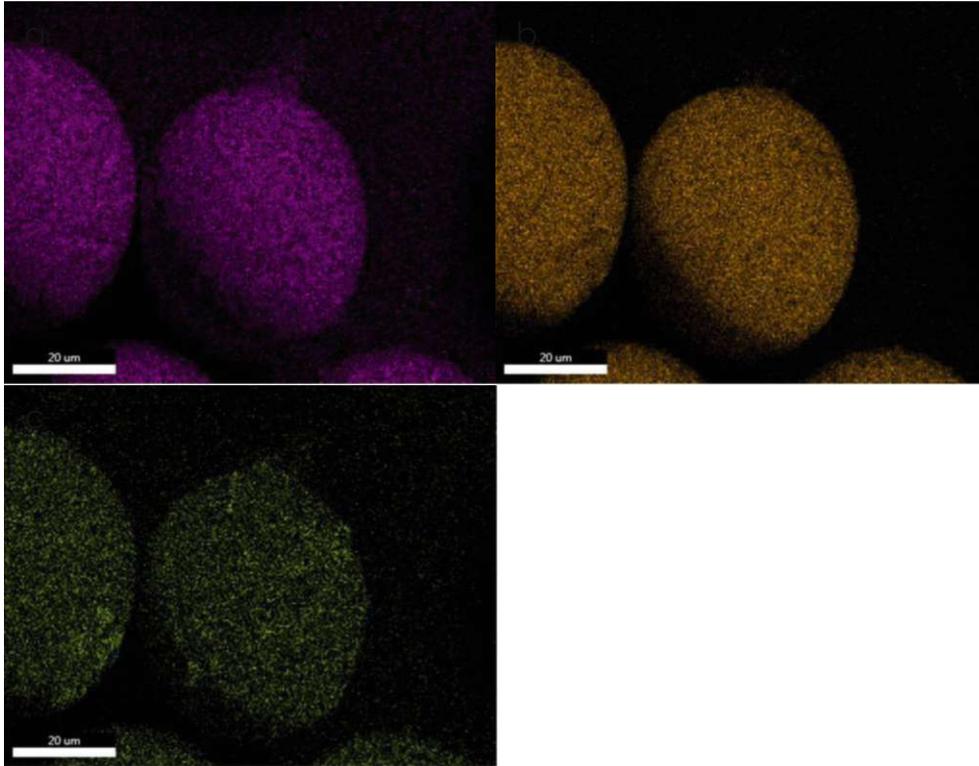


Abbildung 50: Energiedispersive Röntgenspektroskopie – Analyse von a) Molybdän b) Nickel c) Kupfer

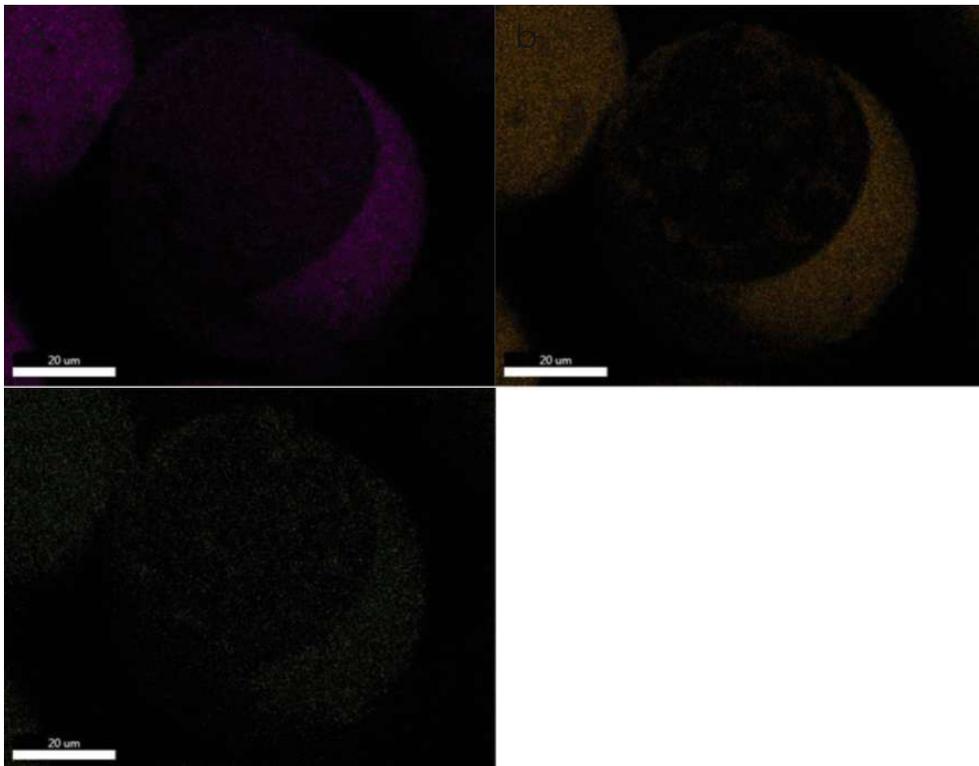


Abbildung 51: Energiedispersive Röntgenspektroskopie – Analyse von a) Molybdän b) Nickel c) Kupfer

10.3 RFA

Tabelle 14: Gehalt der Legierungselemente in den Ausgangsmaterialien

Legierungselemente	316L Draht/%	316LSi Draht/%
Cr	16,20	16,80
Ni	10,610	12,84
Mo	2,21	2,85
Mn	1,47	1,50
Cu	0,64	0,05
Si	0,25	0,59
P	0,04	0,02
Fe	Rest	Rest

Tabelle 15: Mittelwert und Standardabweichung der Legierungselementgehalte der Fraktion 53b63 aller hergestellter Pulver aus dem jeweiligen Edelstahl, unabhängig von der Stromstärke

Legierungselemente	316L Pulver/%		316LSi Pulver/%	
	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD
Cr	16,64	0,12	17,60	0,16
Ni	9,85	0,10	11,96	0,07
Mo	1,94	0,02	2,45	0,02
Mn	0,40	0,03	0,54	0,02
Cu	0,54	0,08	0,31	0,09
Si	0,41	0,00	0,64	0,02
P	0,02	0,00	0,00	0,00
Fe	Rest	-	Rest	-

10.4 Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt

Tabelle 16: Messwerte des Sauerstoffgehaltes

Name	Masse /g		Sauerstoff /wt-%	
	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD
316L_wire_1.4404	0,1008	0,00660	0,0281	0,00131
316LSi_wire_1.4430	0,1103	0,00642	0,0154	0,00291
316L_100A_<500µm	0,1077	0,00249	0,0546	0,00165
316L_100A_63b53µm	0,1072	0,02007	0,0511	0,00407
316L_100A_53b45µm	0,1033	0,01034	0,0536	0,00108
316L_100A_45b36µm	0,1039	0,00568	0,0564	0,00180
316L_100A_36b25µm	0,1056	0,00425	0,0737	0,00180
316L_100A_kl25µm	0,1053	0,00575	0,1040	0,00100
316L_120A_<500µm	0,1050	0,00419	0,0617	0,00076
316L_120A_63b53µm	0,1035	0,00145	0,0571	0,00226
316L_120A_53b45µm	0,0968	0,00566	0,0600	0,00046
316L_120A_45b36µm	0,1072	0,00287	0,0617	0,00026
316L_120A_36b25µm	0,1048	0,00580	0,0752	0,00246
316L_120A_kl25µm	0,1058	0,00187	0,1573	0,01155
316L_140A_<500µm	0,1037	0,00539	0,0851	0,00490
316L_140A_63b53µm	0,0975	0,00505	0,0818	0,00416
316L_140A_53b45µm	0,0978	0,00101	0,0811	0,00134
316L_140A_45b36µm	0,1043	0,00264	0,0839	0,00097
316L_140A_36b25µm	0,1034	0,00368	0,1027	0,00231
316L_140A_kl25µm	0,1037	0,00430	0,1483	0,00379
316LSi_100A_<500µm	0,0974	0,00370	0,0534	0,00353
316LSi_100A_63b53µm	0,1030	0,00922	0,0510	0,00404
316LSi_100A_53b45µm	0,1045	0,00453	0,0539	0,00159
316LSi_100A_45b36µm	0,1069	0,00405	0,0564	0,00032
316LSi_100A_36b25µm	0,0969	0,00786	0,0694	0,00032
316LSi_100A_<25µm	0,1043	0,00591	0,0849	0,00164
316LSi_120A_<500µm	0,1035	0,00547	0,0476	0,00144
316LSi_120A_63b53µm	0,1019	0,00806	0,0463	0,00182
316LSi_120A_53b45µm	0,1029	0,00516	0,0483	0,00146
316LSi_120A_45b36µm	0,1008	0,00631	0,0546	0,00050
316LSi_120A_36b25µm	0,1023	0,00425	0,0704	0,00066
316LSi_120A_<25µm	0,1045	0,00651	0,0806	0,00420

Name	Masse /g		Sauerstoff /wt-%	
	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD
316LSi_140A_<500µm	0,1007	0,00418	0,0580	0,00227
316LSi_140A_63b53µm	0,1055	0,00150	0,0577	0,00090
316LSi_140A_53b45µm	0,1023	0,00484	0,0599	0,00091
316LSi_140A_45b36µm	0,1010	0,00762	0,0636	0,00101
316LSi_140A_36b25µm	0,1029	0,00526	0,0762	0,00178
316LSi_140A_<25µm	0,1028	0,00203	0,1123	0,00289

Tabelle 17: Messwerte des Kohlenstoffgehaltes

Name	Masse /g		Kohlenstoff /wt-%	
	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD
316L_wire_1.4404	0,5015	0,00280	0,0320	0,00017
316LSi_wire_1.4430	0,5048	0,01152	0,0201	0,00114
316L_100A_<500µm	0,6343	0,13113	0,0173	0,00044
316L_100A_63b53µm	0,5274	0,01030	0,0172	0,00050
316L_100A_53b45µm	0,5068	0,03024	0,0166	0,00085
316L_100A_45b36µm	0,5189	0,01251	0,0180	0,00083
316L_100A_36b25µm	0,5113	0,00401	0,0218	0,00096
316L_120A_<500µm	0,5415	0,00390	0,0159	0,00049
316L_120A_63b53µm	0,5106	0,01064	0,0149	0,00214
316L_120A_53b45µm	0,4975	0,00325	0,0171	0,00142
316L_120A_45b36µm	0,4870	0,03343	0,0184	0,00111
316L_120A_36b25µm	0,5019	0,00600	0,0192	0,00057
316L_140A_<500µm	0,5249	0,04234	0,0143	0,00025
316L_140A_63b53µm	0,4939	0,00161	0,0138	0,00070
316L_140A_53b45µm	0,5032	0,00992	0,0145	0,00093
316L_140A_45b36µm	0,5229	0,01844	0,0149	0,00180
316L_140A_36b25µm	0,5067	0,01457	0,0187	0,00171
316LSi_100A_<500µm	0,5205	0,03545	0,0125	0,00176
316LSi_100A_63b53µm	0,5079	0,01347	0,0107	0,00017
316LSi_100A_53b45µm	0,5254	0,02492	0,0107	0,00026
316LSi_100A_45b36µm	0,5044	0,00452	0,0128	0,00059
316LSi_100A_36b25µm	0,5029	0,00718	0,0156	0,00046
316LSi_120A<500µm	0,5089	0,01252	0,0140	0,00095
316LSi_120A63b53µm	0,5104	0,01437	0,0149	0,00064
316LSi_120A53b45µm	0,4979	0,00395	0,0144	0,00032
316LSi_120A45b36µm	0,5089	0,01475	0,0175	0,00234
316LSi_120A36b25µm	0,5113	0,00359	0,0186	0,00228

Name	Masse /g		Kohlenstoff /wt-%	
	Mittelwert	SD	Mittelwert	SD
316LSi_140A_<500µm	0,5092	0,01459	0,0125	0,00137
316LSi_140A_63b53µm	0,4986	0,00170	0,0121	0,00137
316LSi_140A_53b45µm	0,5060	0,00430	0,0120	0,00025
316LSi_140A_45b36µm	0,4951	0,00305	0,0149	0,00142
316LSi_140A_36b25µm	0,5078	0,00792	0,0185	0,00079

10.5 Röntgendiffraktometrie

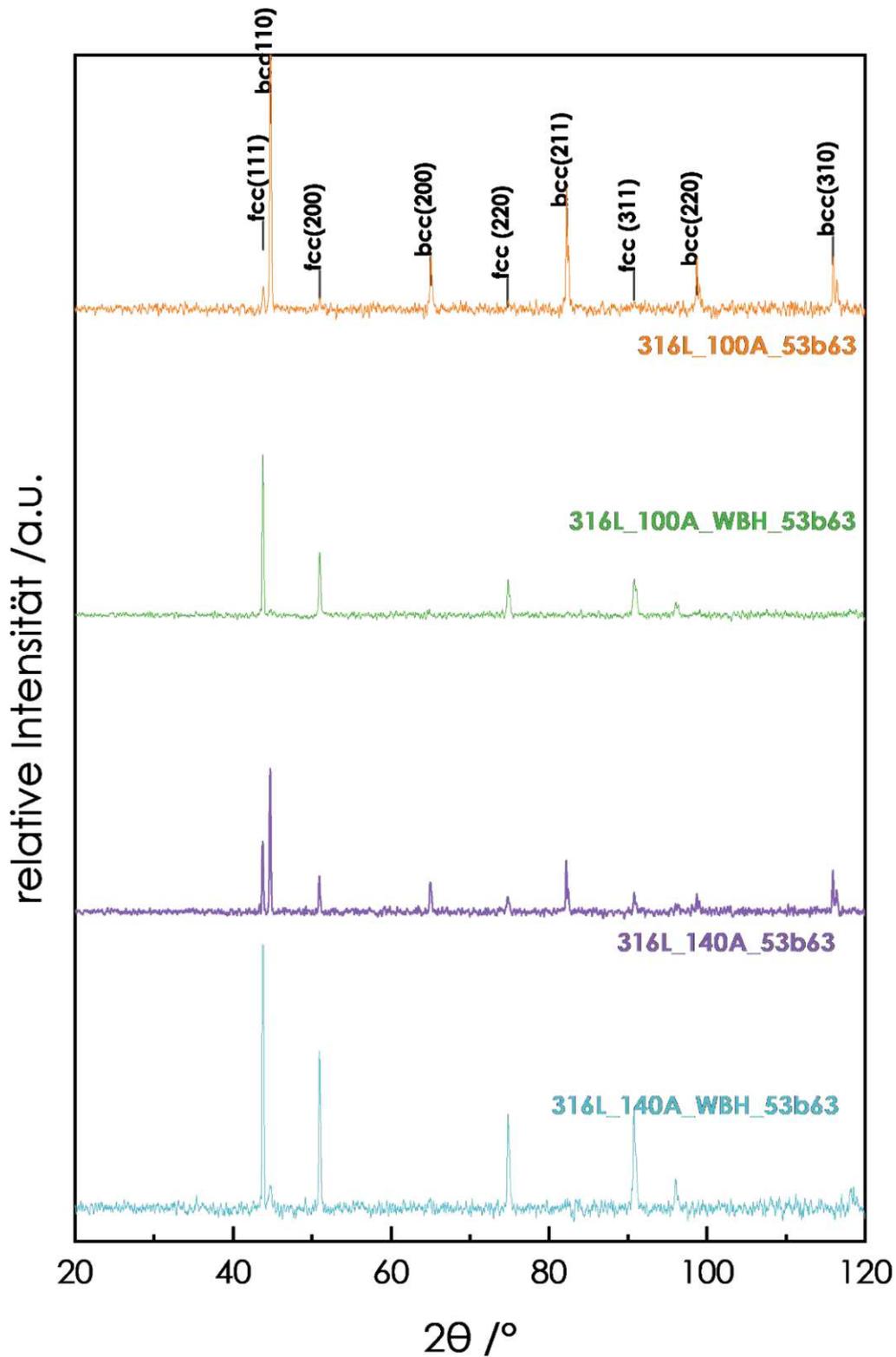


Abbildung 52: Vergleich der Diffraktogramme von ursprünglichem und wärmebehandelten Proben im Fall von 316L_100A_53b63 (orange – grün) und 316L_140A_53b63 (violett – türkis)

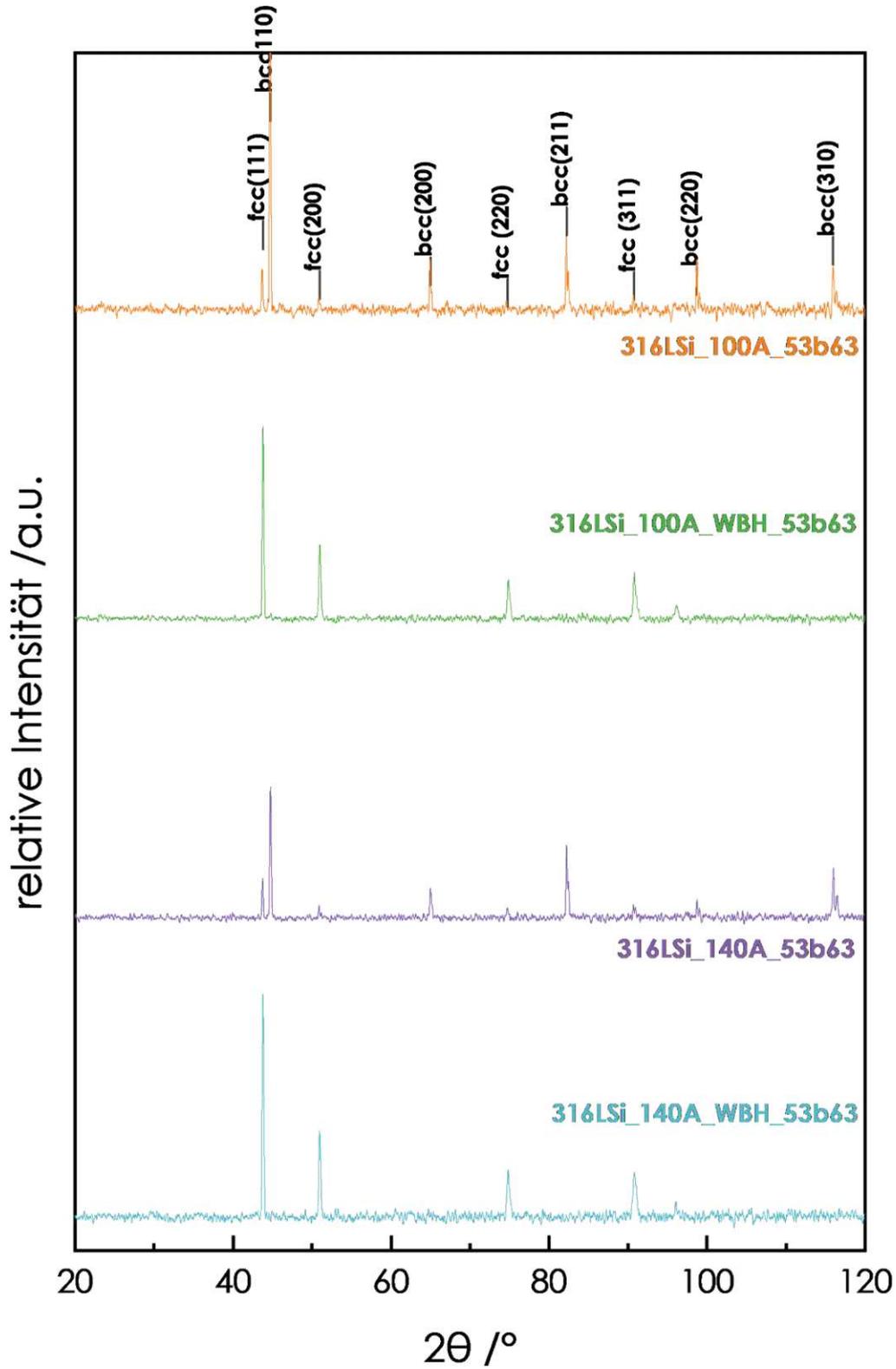


Abbildung 53: Vergleich der Diffraktogramme von ursprünglichem und wärmebehandelten Proben im Fall von 316LSi_100A_53b63 (orange – grün) und 316LSi_140A_53b63 (violett – türkis)

10.6 Metallographie

10.6.1 316L_100A

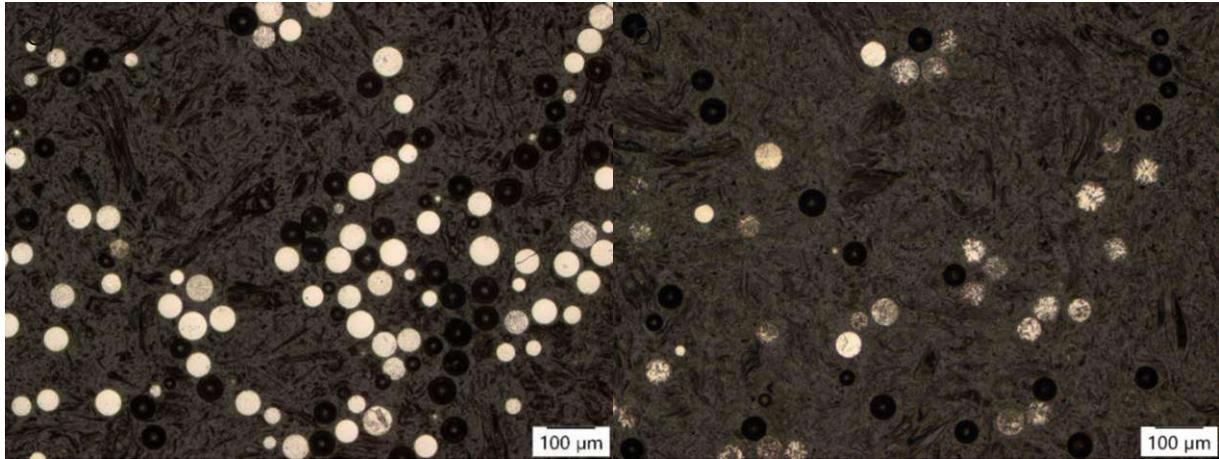


Abbildung 54: Überblicksbilder von a) 316L_100A_53b63 und b) 316L_100A_WBH_53b63

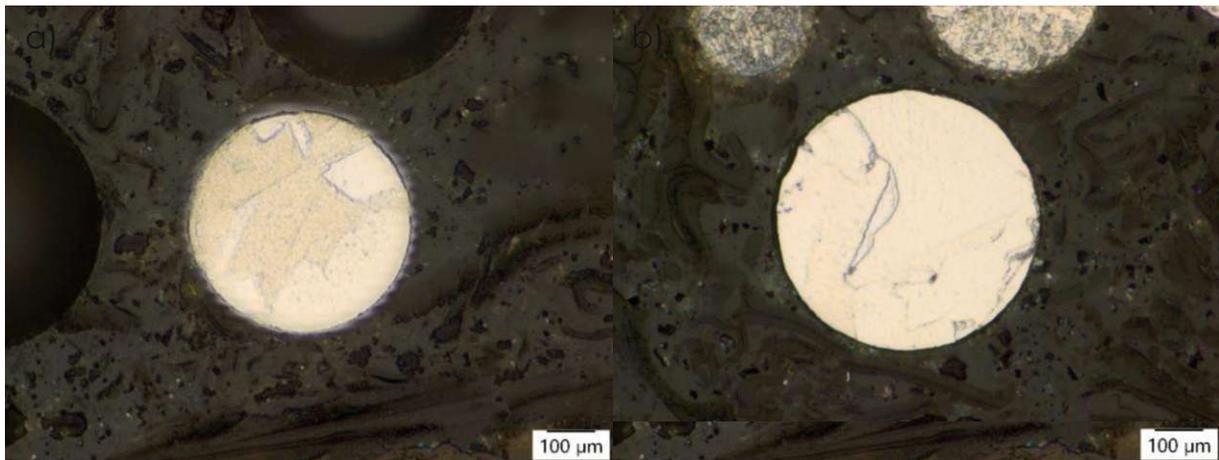


Abbildung 55: Austenitische Mikrostruktur in a) 316L_100A_53b63 und b) 316L_100A_WBH_53b63

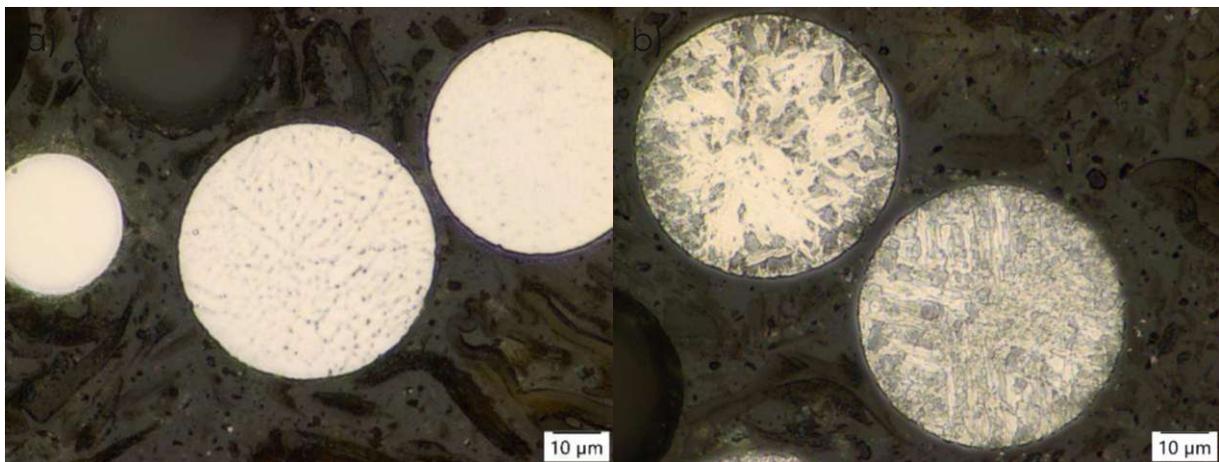


Abbildung 56: Häufigste Mikrostruktur der Probe a) 316L_100A_53b63 b) 316L_100A_WBH_53b63

10.6.2 316L_140A

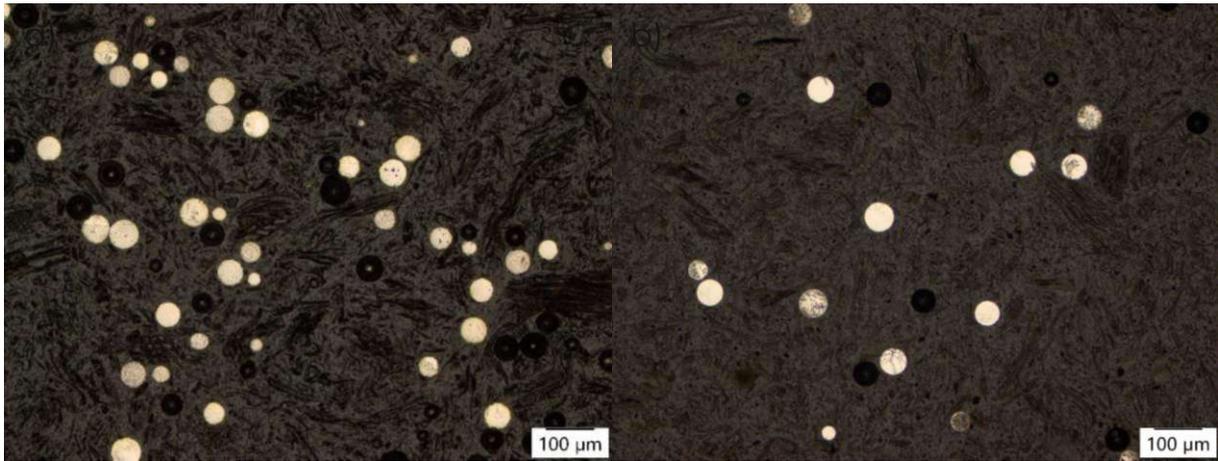


Abbildung 57: Überblicksbilder von a) 316L_140A_53b63 und b) 316L_140A_WBH_53b63

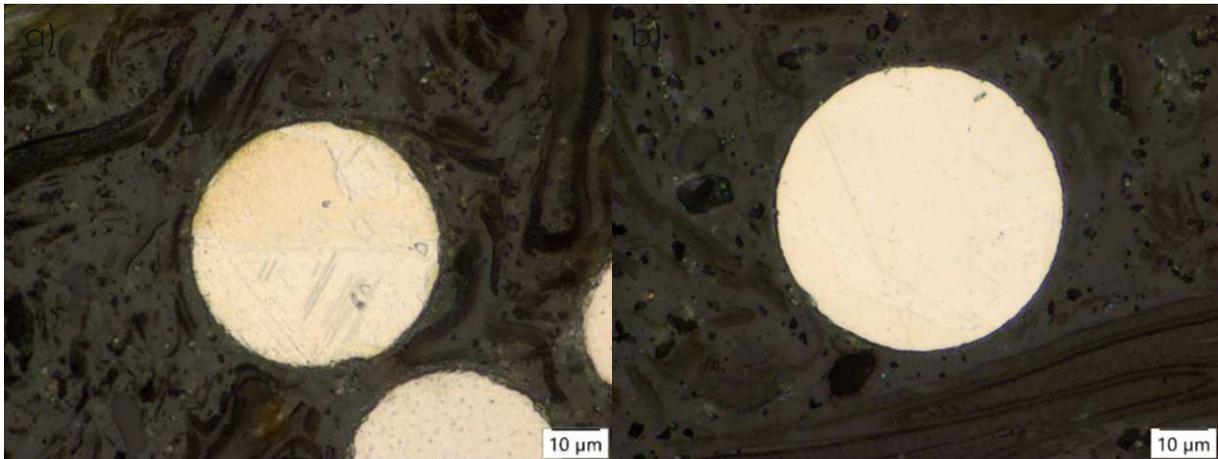


Abbildung 58: Austenitische Mikrostruktur in a) 316L_140A_53b63 und b) 316L_140A_WBH_53b63

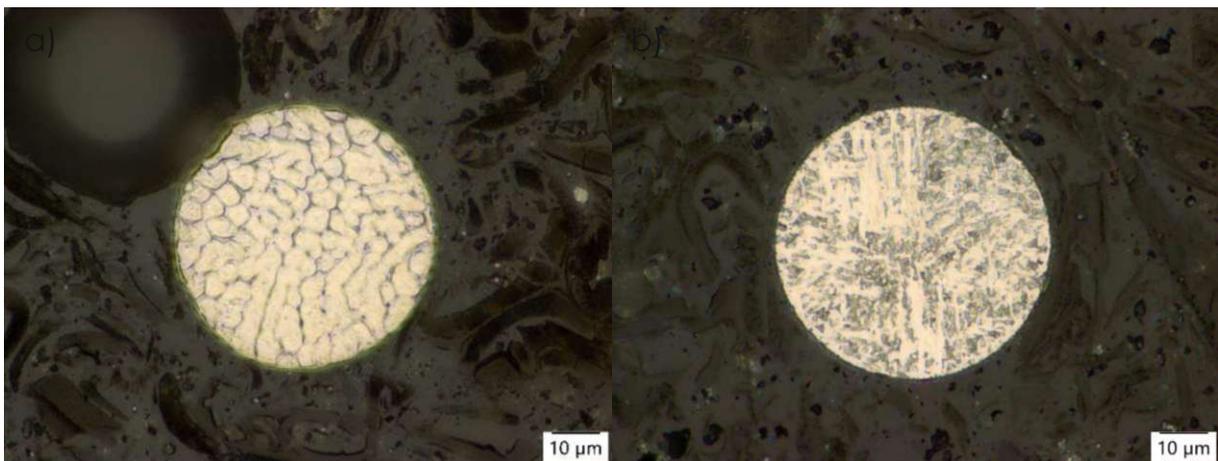


Abbildung 59: Häufigste Mikrostruktur der Probe a) 316L_140A_53b63 b) 316L_140A_WBH_53b63

10.6.3 316LSi_100A

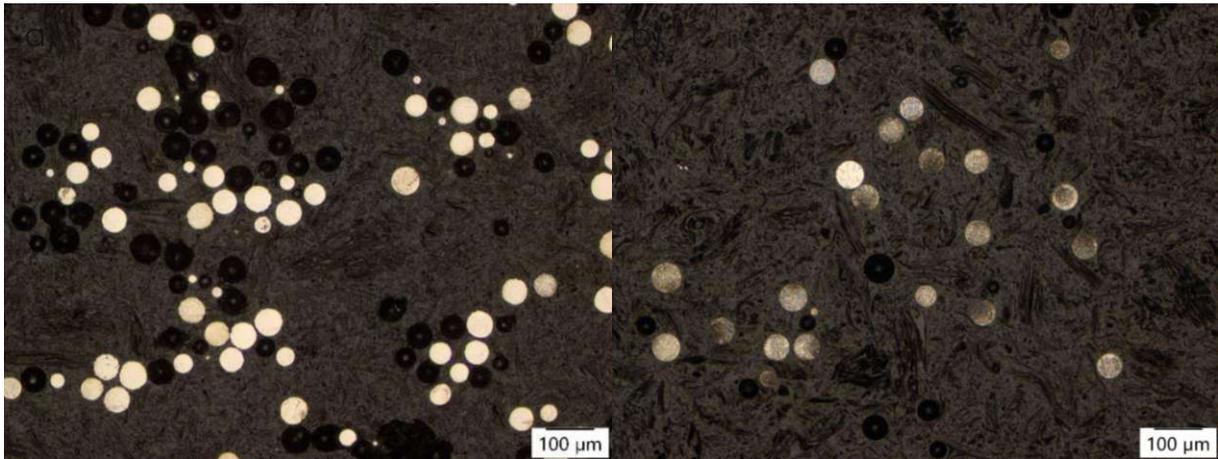


Abbildung 60: : Überblicksbilder von a) 316LSi_100A_53b63 und b) 316LSi 100A_WBH_53b63

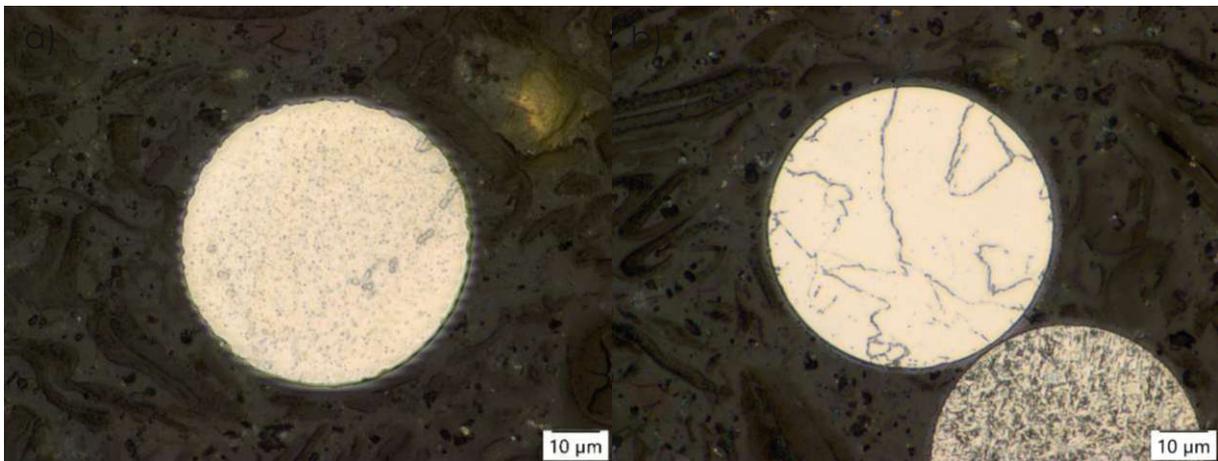


Abbildung 61: Austenitische Mikrostruktur in a) 316LSi_100A_53b63 und b) 316LSi 100A_WBH_53b63

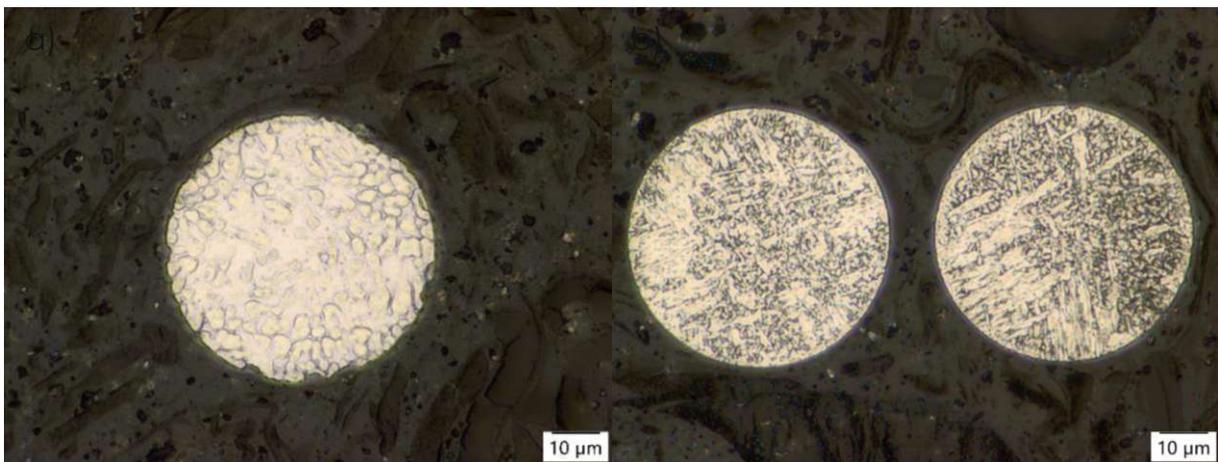


Abbildung 62: Häufigste Mikrostruktur der Probe a) 316LSi_100A_53b63 b) 316LSi_100A_WBH_53b63

10.6.4 316LSi_140A

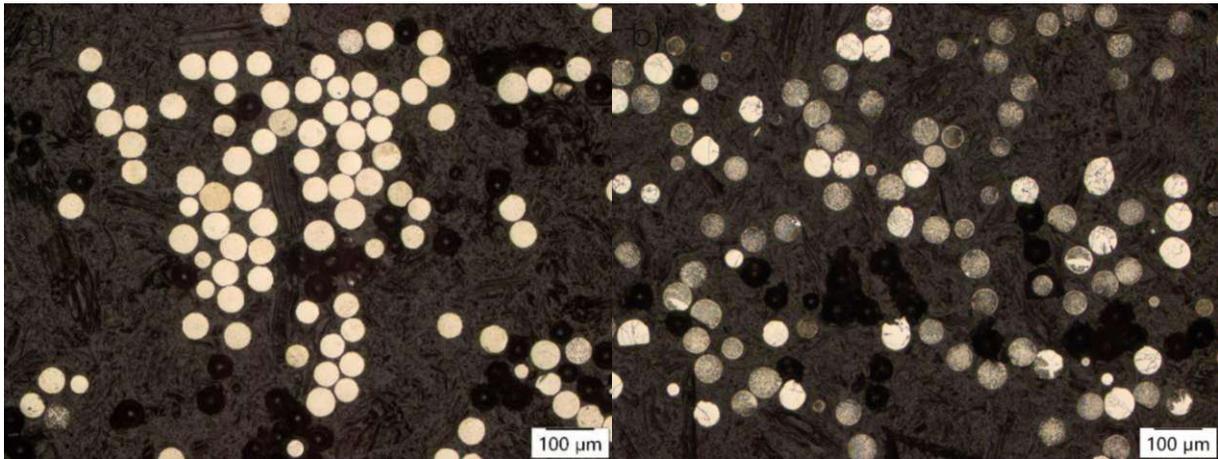


Abbildung 63: : Überblicksbilder von a) 316LSi_140A_53b63 und b) 316LSi_140A_WBH_53b63

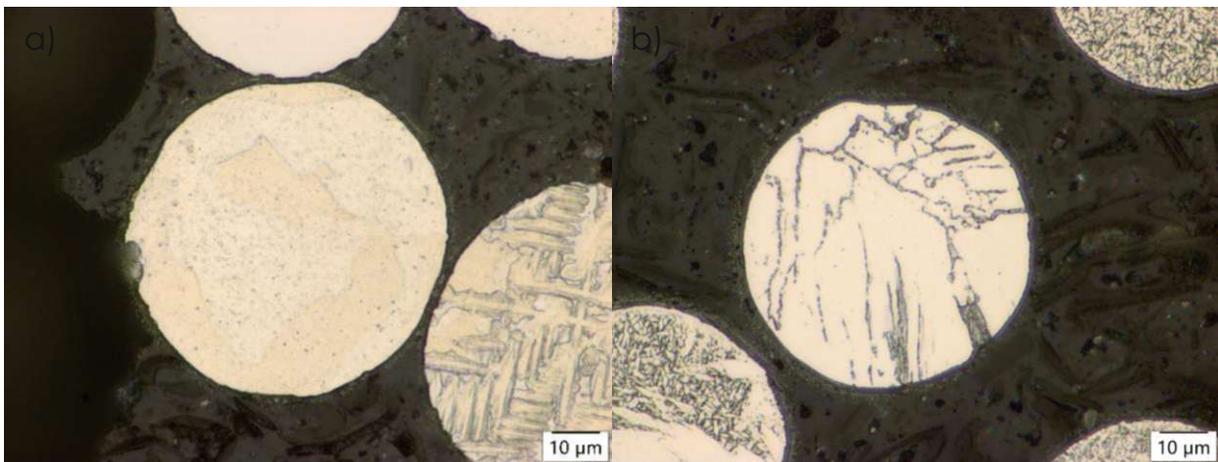


Abbildung 64: Austenitische Mikrostruktur in a) 316LSi_140A_53b63 und b) 316LSi_140A_WBH_53b63

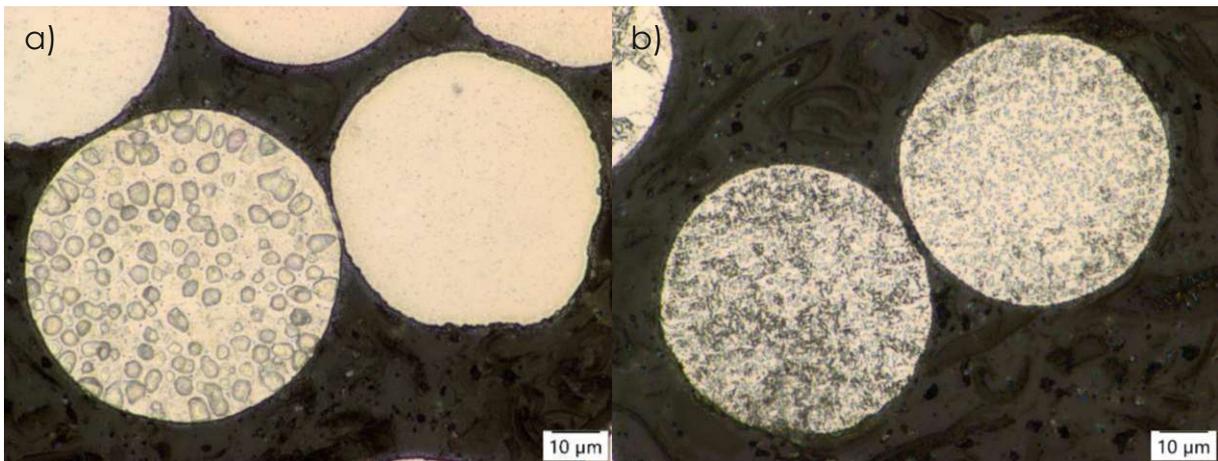


Abbildung 65: Häufigste Mikrostruktur der Probe a) 316LSi_140A_53b63 b) 316LSi_140A_WBH_53b63

10.7 Raket

10.7.1 Herkömmliche Methoden

Probe	Hall Durchflussrate /s 50g ⁻¹		Klopfichte /g cm-1		Schüttdichte /g cm-1		Hausner-Faktor	
	MW	SD	MW	SD	MW	SD	MW	SD
316L_120A_<63	13,1	0,15	4,7	0,06	4,455	0,0012	1,05	0,000
316LSi_120A_<63	13,7	0,15	4,6	0,06	4,339	0,0059	1,06	0,001
316L_120A_45b63	13,2	0,06	4,6	0,00	4,428	0,0010	1,04	0,000
316LSi_120A_45b63	13,6	0,15	4,6	0,06	4,343	0,0012	1,06	0,000

10.7.2 Höhenprofile Raketprüfer

316L 120A <63

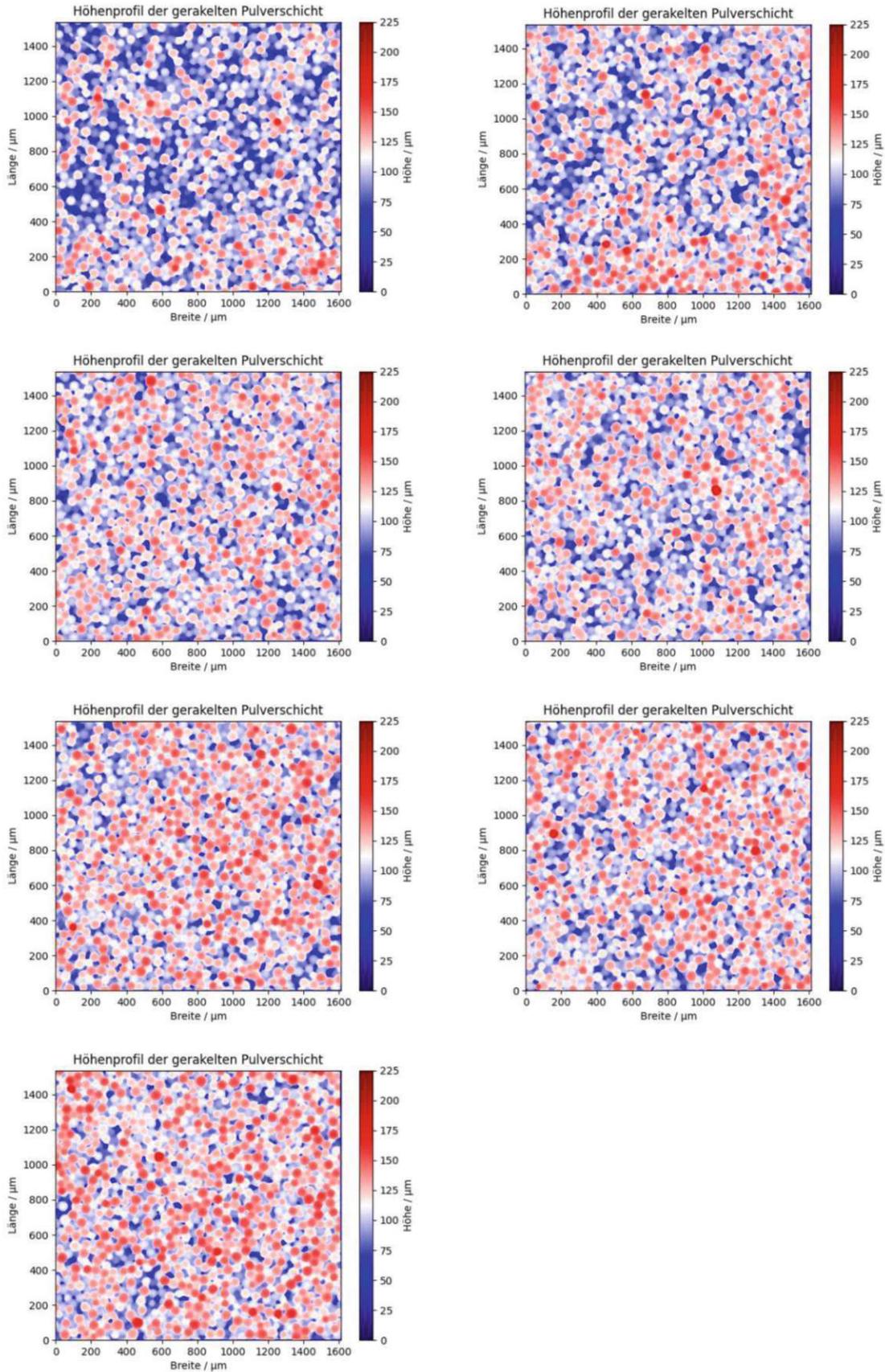


Abbildung 66: Weitere Höhenprofile der Probe 316L_120A_<63

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.



316LSi_120A_<63

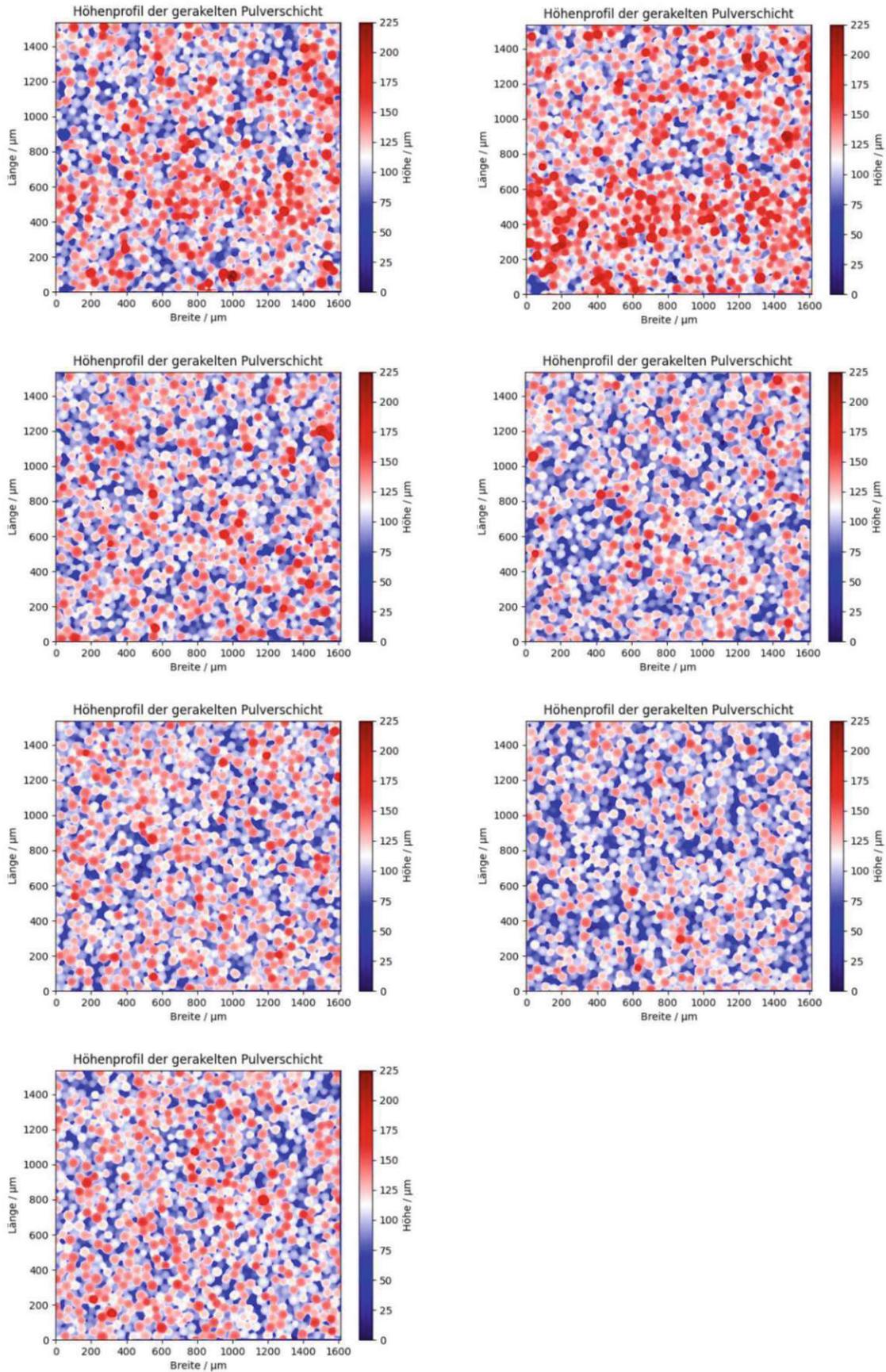


Abbildung 67: Weitere Höhenprofile der Probe 316LSi_120A_<63

316L 120A 45b63

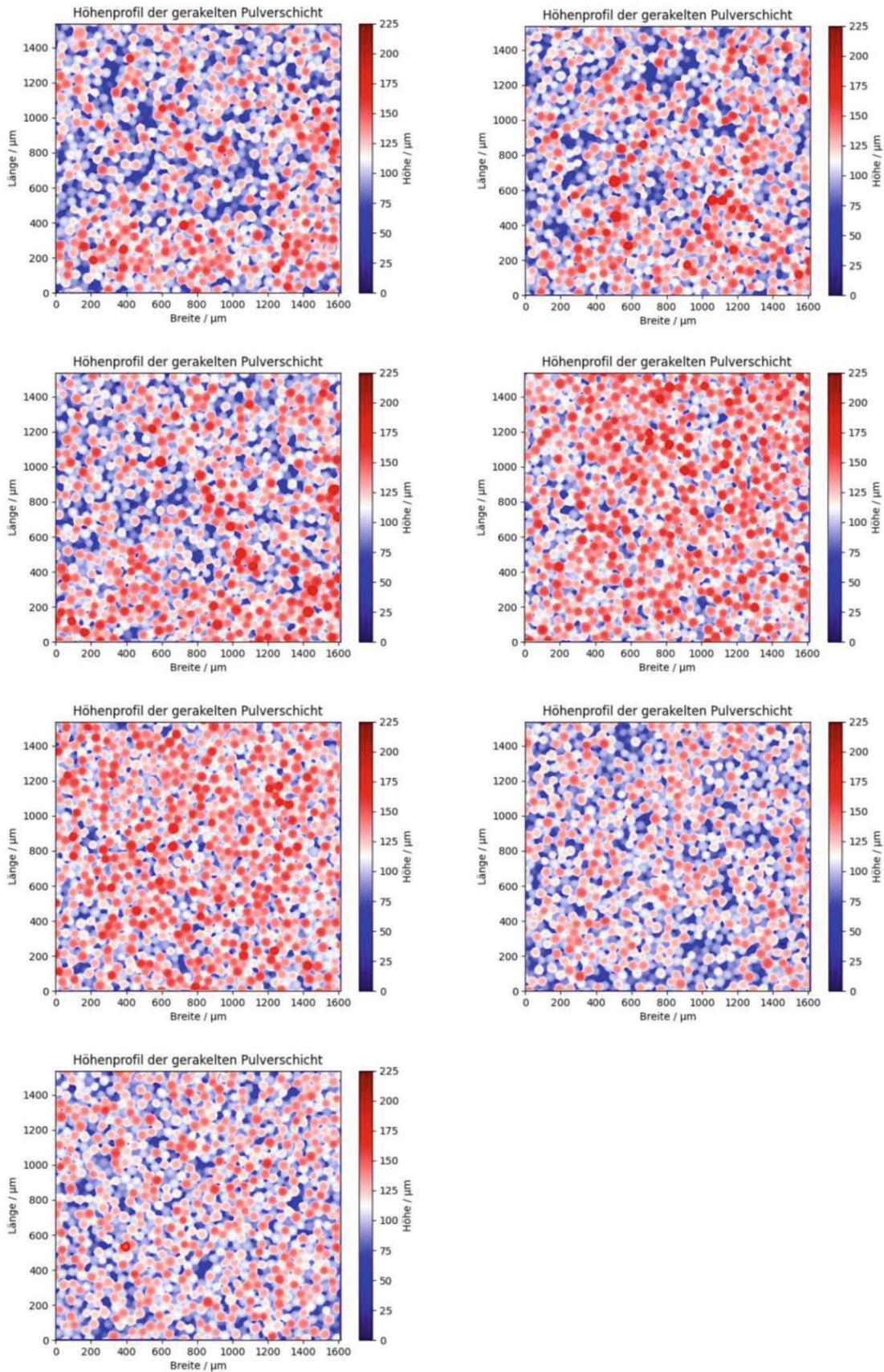


Abbildung 68: Weitere Höhenprofile der Probe 316L_120A_45b63

316LSi_120A_45b63

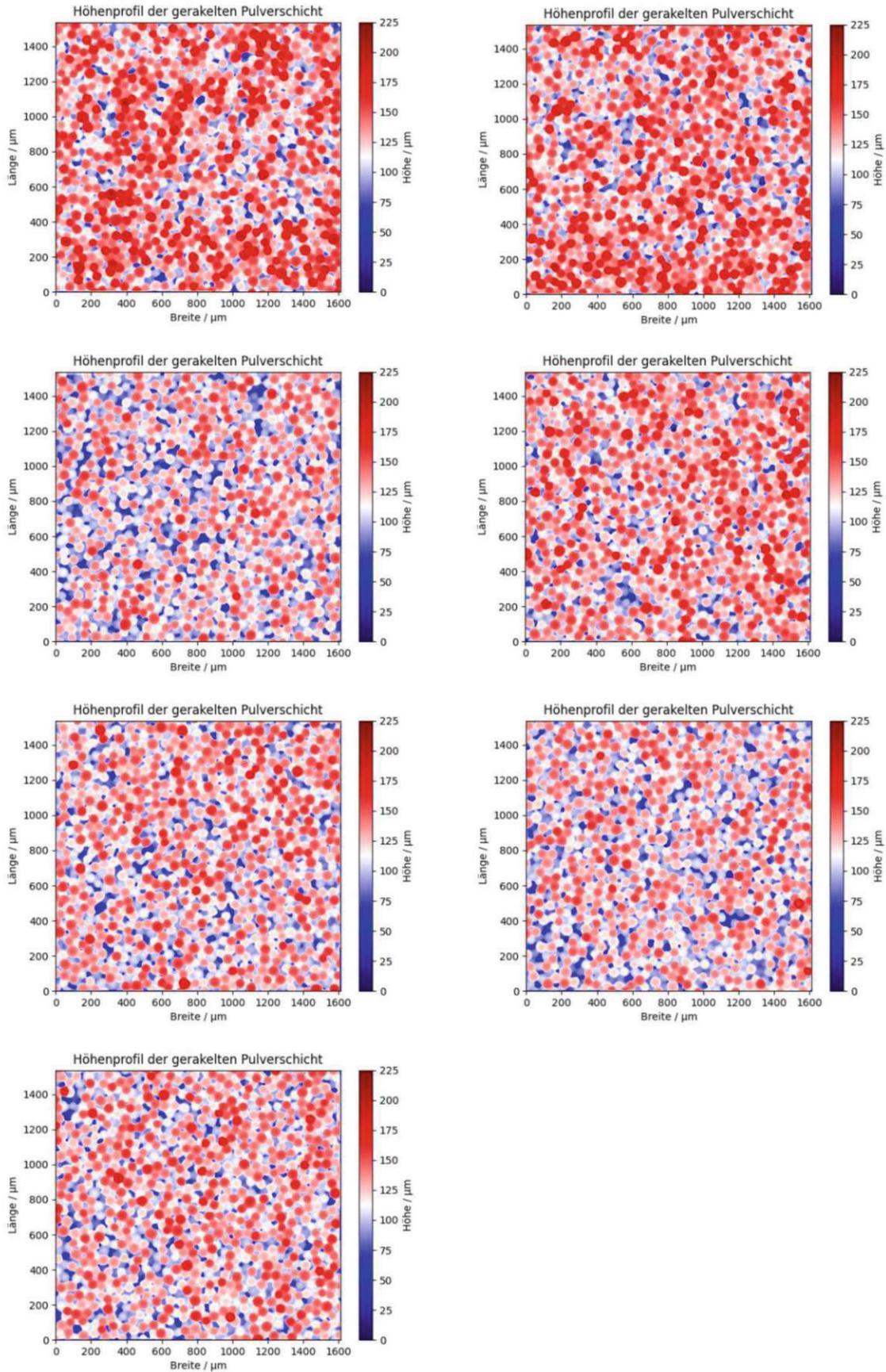


Abbildung 69: Weitere Höhenprofile der Probe 316LSi_120A_45b63

10.7.3 Messdaten Rakelprüfer

Tabelle 18: Messergebnisse der Rakelprüfung der Probe 316L_120A_<63

Be- reich	Oberfläche /μm ²	Ausgleichsvolumen /μm ³	Höhenunterschied / μm	Interquartilsabstand /μm
1	5,421	0,024	191,594	32,545
2	5,397	0,023	163,479	32,764
3	5,430	0,023	166,431	32,548
4	5,385	0,022	161,819	30,779
5	5,320	0,021	176,945	30,132
6	5,426	0,022	174,560	30,558
7	5,301	0,022	174,004	30,175
8	5,358	0,021	144,013	30,372
9	5,309	0,022	171,669	30,839
M	5,372	0,022	169,390	31,190
SD	0,0517	0,0010	12,9823	1,0993

Tabelle 19: Messergebnisse der Rakelprüfung der Probe 316LSi_120A_<63

Be- reich	Oberfläche /μm ²	Ausgleichsvolumen /μm ³	Höhenunterschied / μm	Interquartilsabstand /μm
1	5,804	0,027	207,132	38,023
2	5,736	0,027	218,742	38,934
3	5,736	0,027	208,593	38,188
4	5,767	0,026	194,230	36,838
5	5,685	0,026	186,441	36,272
6	5,685	0,025	180,122	35,993
7	5,721	0,025	175,849	34,793
8	5,672	0,025	170,159	34,540
9	5,698	0,025	185,381	35,977
M	5,723	0,026	191,850	36,618
SD	0,0431	0,0009	16,4996	1,5174

Tabelle 20: Messergebnisse der Rakelprüfung der Probe 316L_120A_45b63

Be- reich	Oberfläche /μm ²	Ausgleichsvolumen /μm ³	Höhenunterschied / μm	Interquartilsabstand /μm
1	5,411	0,025	174,702	34,467
2	5,492	0,025	184,531	35,298
α3	5,484	0,026	184,980	35,478
4	5,436	0,023	180,212	32,123
5	5,471	0,023	164,431	33,383
6	5,417	0,023	174,112	32,084
7	5,407	0,023	156,306	32,367
8	5,403	0,023	177,002	31,579
9	5,351	0,023	199,192	31,204
M	5,430	0,024	177,274	33,109
SD	0,0456	0,0012	12,3610	1,6150

Tabelle 21: Messergebnisse der Rakelprüfung der Probe 316LSi_120A_45b63

Be- reich	Oberfläche /μm ²	Ausgleichsvolumen /μm ³	Höhenunterschied / μm	Interquartilsabstand /μm
1	5,641	0,027	201,519	37,667
2	5,664	0,026	215,479	35,964
3	5,620	0,026	198,465	35,909
4	5,704	0,025	173,531	35,133
5	5,627	0,024	192,916	33,507
6	5,636	0,025	180,645	35,439
7	5,575	0,024	183,269	33,890
8	5,673	0,024	183,795	33,777
9	5,534	0,024	165,789	34,058
M	5,631	0,025	188,379	35,038
SD	0,0511	0,0011	15,2770	1,0993