Entwicklung der laserbasierten additiven Fertigung für intermetallische Fe-Al-Legierungen

Development of Laser-based Additive Manufacturing for Intermetallic Fe-Al Alloys

Von der Fakultät für Maschinenwesen der
Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen
zur Erlangung des akademischen Grades einer
Doktorin der Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation

von

Gesa Rolink

Berichter:

Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Reinhart Poprawe

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Christoph Broeckmann

Tag der mündlichen Prüfung:

15.07.2016

Berichte aus der Lasertechnik

Gesa Rolink

Entwicklung der laserbasierten additiven Fertigung für intermetallische Fe-Al-Legierungen

Shaker Verlag
Aachen 2016

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.d-nb.de abrufbar.

Zugl.: D 82 (Diss. RWTH Aachen University, 2016)

Copyright Shaker Verlag 2016
Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-4936-7
ISSN 0945-084X

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen
Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9
Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand neben meinen wissenschaftlichen Tätigkeiten am Lehrstuhl für Lasertechnik der RWTH Aachen und dem Fraunhofer-Institut für Lasertechnik in Aachen. An dieser Stelle möchte ich mich bei den Personen bedanken, die direkt und indirekt zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. Reinhart Poprawe danke ich für die Überlassung des Themas und die Betreuung der Arbeit. Herrn Prof. Dr.-Ing. Christoph Broeckmann danke ich für die Übernahme des Koreferats und die kritische Durchsicht und Diskussion der Arbeit. Herrn Prof. Dr.-Ing. Lorenz Singheiser danke ich für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Weiterhin gilt mein besonderer Dank Herrn Dr. rer. nat. Konrad Wissenbach, in dessen Kompetenzfeld ich als wissenschaftliche Mitarbeiterin tätig war, und Herrn Dr.-Ing. Andreas Weisheit, meinem Gruppenleiter während dieser Zeit. Beiden danke ich für die gewährten Freiräume, ihre Diskussionsbereitschaft und die kritischen Anregungen.

Darüber hinaus gilt mein besonderer Dank Dr. rer. nat. Martin Palm vom Max-Planck-Institut für Eisenforschung MPIE GmbH in Düsseldorf für die Einweihung in die „Geheimnisse" der Eisenaluminide. Die stete Bereitschaft, die materialwissenschaftlichen Hintergründe und die erzielten Ergebnisse zu diskutieren, hat im gemeinsamen vom BMBF geförderten Projekt *Radikal* maßgeblich zu einer sehr fruchtbaren Arbeitsatmosphäre beigetragen. Besonders danke ich für die kritische Durchsicht dieser Arbeit und die hilfreichen Anmerkungen.

Weiterhin danke ich Frau Ing. Lucia Senčekova, Ph.D. und Frau Ing. Alena Michalcová, Ph.D. vom Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH in Düsseldorf für die Analyse der im Projekt *Radikal* und für diese Dissertation entstanden Proben. Erst durch die intensive und konstruktive Zusammenarbeit war die umfassende Ergebnisinterpretation möglich.

Zudem danke ich den weiteren Projektpartnern im Projekt *Radikal* für die sehr gute Zusammenarbeit. Mein besonderer Dank gilt Herrn Heinz Pilz von der Siemens AG Corporate Technology in Berlin für die Bereitstellung der Daten zum Umwelteinfluss von Eisenaluminiden und der CAD-Daten der in dieser Arbeit aufgebauten Demonstrator-Turbinenschaufel. Ebenso danke ich Herrn Martin Stobik von der Nanoval GmbH & Co. KG in Berlin für den stetigen Austausch über die Pulverherstellung und -charakterisierung.

Ein weiterer Dank geht an die Kollegen am ILT, besonders des Kompetenzfeldes „Generative Verfahren und funktionale Schichten", die gruppenübergreifend für ein sehr gutes Arbeitsklima gesorgt haben. Ich danke für die gegenseitige Unterstützung und fachliche Diskussionen. Besonders

danke ich meinem langjährigen Bürokollegen Lucas Jauer für die freundschaftliche und diskussionsfreudige Arbeitsatmosphäre, den Ansporn und die kritische Durchsicht der Arbeit.

Darüber hinaus gilt mein besonderer Dank meinen Diplom-, Bachelor- und Masterarbeitern sowie studentischen Hilfskräften, insbesondere Sabrina Vogt, Markus Wilms, Uli Tromm, Felix Streit, Max Schaukellis, Markus Schulze, Duc Chu, Alexander Nettekoven und Alexander Weber, ohne deren wertvolle Arbeit die Erstellung der vorliegenden Dissertation weder in diesem Zeitrahmen noch in dieser Qualität möglich gewesen wäre.

Von ganzem Herzen danke ich meinen Eltern Irene und Georg Rolink für das in mich gesetzte Vertrauen und für die umfassende Unterstützung beim Verfolgen meiner Ziele nicht nur während der Studien- und Promotionszeit. Zudem danke ich meiner Familie und meinen Freunden, die mich das Wesentliche im Leben nicht aus den Augen verlieren ließen.

Schließlich danke ich ganz besonders meinem Mann Jérôme, der mich mit unendlicher Geduld unterstützt, immer an mich glaubt und mit seinem unglaublichen Verständnis diese Arbeit erst ermöglicht hat.

Aachen, August 2016 Gesa Rolink

Meinen Eltern

Zusammenfassung

In Zeiten von sinkenden Rohstoffvorkommen und einer von Ressourceneffizienz getriebenen Wirtschaft ist die Industrie auf der Suche nach neuen Materialien u.a. als Alternativen für hochlegierte Cr-Stähle und Ni-Basislegierungen. Vielversprechend sind intermetallische Legierungen auf Basis von Eisen und Aluminium.
In der vorliegenden Arbeit werden erstmals grundlegende Erkenntnisse zur Verarbeitung von Fe-Al-Legierungen mittels Laser Metal Deposition (LMD) und Selective Laser Melting (SLM) erarbeitet. Hierfür wird zunächst die binäre Legierung Fe-28Al (At.-%) auf Basis der intermetallischen Fe_3Al-Phase verwendet. In den Volumenkörpern liegt eine epitaktische Gefügestruktur vor. Das Kornwachstum findet gerichtet in Aufbaurichtung über mehrere Schichten hinweg statt. Mithilfe eines Finite Elemente Programms werden die Erstarrungsgeschwindigkeiten und Abkühlraten simuliert, sodass die Quantifizierung der Erstarrungsbedingungen ermöglicht wird.
Die Erkenntnisse der Verarbeitung der binären Legierung werden auf zwei ternäre Legierungskonzepte, Fe-30Al-10Ti und Fe-22Al-5Ti (At.-%), und auf die quaternäre Legierung Fe-30Al-5Ti-0,7B (At.-%) übertragen. Durch die Zugabe des Elements Titan werden die Korngrenzen fixiert und ein feinkörniges äquiaxiales Gefüge entsteht. In der quaternären Legierung wird Titanborid ausgeschieden, das zur weiteren Kornfeinung beiträgt und eine Vergröberung des Gefüges bei höheren Temperaturen im Vergleich zu den ternären Legierungskonzepten verhindern soll.
Aus allen in dieser Arbeit untersuchten Legierungen können rissfreie Prüfkörper mit einer Dichte von mehr als 99,5% hergestellt werden. Die mechanischen Eigenschaften hängen bei der binären Legierung aufgrund des gerichtet erstarrten Gefüges von der Belastungsrichtung der Prüfkörper ab. Bei parallel zur Aufbaurichtung (entspricht der Kornwachstumsrichtung) belasteten Prüfkörpern wird eine geringere Druckfestigkeit als bei einer Belastung senkrecht zur Aufbaurichtung erreicht. Bei den ternären Legierungen und der quaternären Legierung liegen aufgrund des äquiaxialen Gefüges keine Unterschiede in der Belastungsrichtung vor. Für die Legierung Fe-30Al-10Ti werden im Temperaturbereich über 700 °C höhere Druckfestigkeiten erreicht, während die Legierung Fe-22Al-5Ti für die Prüftemperaturen von 500 bis 700 °C höhere Fließspannungen aufweist. Die im 4-Punkt-Biegeversuch bestimmte Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (BDTT) nimmt mit zunehmendem Ti-Gehalt der Prüfkörper zu. Die Fließspannung der quaternären Legierung kann im Vergleich zu den ternären Legierungen vor allem im Bereich bis 700 °C bei gleichzeitiger Reduzierung der BDTT gesteigert werden.
Abschließend wird die Herstellung von Bauteilen mit den Verfahren SLM und LMD anhand von drei ausgewählten Anwendungsbeispielen demonstriert. Modell-Turbinenschaufeln (LMD und SLM), ein Verdichterrad (SLM) und ein Planetengetriebe (SLM) werden konturnah und mit möglichst geringer Oberflächenrauheit aufgebaut.

Abstract

Currently, as stocks of raw material are declining and economy is driven by resource efficiency, the industry is searching for new materials, among others as alternatives for high-alloyed Cr steels and Ni-based alloys. Intermetallic alloys based on the elements iron and aluminum may be able to take up this challenge.
The present work describes fundamental findings of processing Fe-Al alloys with Laser Metal Deposition (LMD) and Selective Laser Melting (SLM) for the first time. To do this, the binary alloy Fe-28Al (at. %) based on the intermetallic Fe3Al phase was investigated in a first step. LMD and SLM bulk volumes show an epitaxial microstructure and the grains grew across multiple layers in building direction. The solidification rates and the cooling rates were simulated by a finite elements program, and the results paved the way for the quantification of the solidification conditions.
The findings of processing the binary alloy were transferred to two ternary alloys, Fe-30Al-10Ti und Fe-22Al-5Ti (at. %), and on the quaternary alloy Fe-30Al-5Ti-0,7B (at. %). When titanium is added, the grain boundaries are fixed and a fined-grained equiaxed microstructure occurs. In the quaternary alloy, segregated titanium borides lead to further grain refinement. In comparison to the ternary alloys, grain coarsening should be prevented at higher temperatures.
Crack-free test specimens that have a density of more than 99.5% could be generated from all the alloys investigated in the present work. The mechanical properties of the binary alloy depend on the loading direction due to the directional solidified microstructure of the test specimens. When specimens are loaded parallel to building direction (corresponds to grain growth direction), they show less compressive strength than those loaded perpendicular to building direction. Due to their equiaxed microstructure, the ternary alloys and the quaternary alloy show no difference of compressive strength regarding the loading direction. For Fe-30Al-10Ti a higher compressive strength has been achieved at temperatures above 700 °C, while the alloy Fe-22Al-5Ti shows higher flow stresses at temperatures between 500 and 700 °C. The brittle-ductile transition temperature (BDTT), determined by four-point bending tests, increases when the amount of titanium in the test specimens increases. In comparison, the flow stress of the quaternary alloy was increased at up to temperatures of 700 °C with a simultaneous decrease of the BDTT.
Final, demonstrator parts for three selected application examples were built by SLM and LMD. A turbine blade model (LMD and SLM), an impeller (SLM) and a planetary gear (SLM) were built close to final shape and with low surface roughness.

Inhalt

1	**Ausgangspunkt, Zielsetzung und Vorgehensweise**	**1**
2	**Eisenaluminide**	**5**
2.1	Intermetallische Phasen	5
2.2	Historie der Eisenaluminide	6
2.3	Das binäre System Fe-Al	7
2.4	Eigenschaften binärer Eisenaluminide	8
2.5	Mehrstofflegierungen auf Basis Fe-Al	11
2.5.1	Ternäre Fe-Al-Ti-Legierungen	12
2.5.2	Quaternäre Fe-Al-Ti-B-Legierungen	14
2.6	Herstellung und Anwendung von Eisenaluminiden	15
3	**Additive Fertigungsverfahren**	**17**
3.1	Laser Metal Deposition – LMD	18
3.2	Selective Laser Melting – SLM	20
3.3	Zusammenfassung der Spezifika der Prozesse LMD und SLM	22
3.4	Schnelle Erstarrung	23
3.5	LMD und SLM von Eisenaluminiden und deren Eigenschaften	25
4	**Anlagentechnik und Analysegeräte**	**27**
4.1	Laser Metal Deposition – LMD	27
4.1.1	Anlage L1 bis 400 °C Vorheizung	27
4.1.2	Anlage L2 bis 1000 °C Vorheizung	28
4.2	Selective Laser Melting – SLM	30
4.2.1	Anlage S1 bis 300 °C Vorheizung	30
4.2.2	Anlage S2 bis 1200 °C Vorheizung	31
4.3	Analysegeräte und -verfahren	32
5	**Binäre Legierung Fe-28Al (At.-%)**	**35**
5.1	Legierungskonzept	35
5.2	Pulveranalyse	35
5.3	Substratmaterial	37
5.4	Laser Metal Deposition – LMD	38
5.4.1	Aufbaustrategien	39
5.4.2	Ermittlung von Verfahrensparametern für defektfreie Volumenkörper	39
5.4.3	Analyse der Porosität in Abhängigkeit der Verfahrensparameter	43
5.4.4	Rissbildung	46
5.4.5	Analyse der Aufmischungszone mittels EDX-Analyse	48
5.4.6	Einfluss der Aufbaustrategie auf die Kornstruktur und Kristallorientierung	49
5.4.7	Zwischenfazit	61

5.5	Selective Laser Melting – SLM	62
5.5.1	Aufbaustrategien	62
5.5.2	Ermittlung von Verfahrensparametern für defektfreie Volumenkörper und Porositätsanalyse	63
5.5.3	Rissbildung	66
5.5.4	Analyse der Aufmischungszone mittels EDX-Analyse	68
5.5.5	Einfluss der Aufbaustrategie und der Verfahrensparameter auf die Kornstruktur und Kristallorientierung	70
5.5.6	Zwischenfazit	75
5.6	Vergleich der Verfahren LMD und SLM	75
5.7	Mechanische Eigenschaften	84
5.7.1	Druckfestigkeit	85
5.7.2	Biegefestigkeit	87
6	**Ternäre Legierungen Fe-30Al-10Ti und Fe-22Al-5Ti (At.-%)**	**89**
6.1	Legierungskonzepte	89
6.2	Pulveranalysen	89
6.3	Laser Metal Deposition – LMD	91
6.3.1	Ermittlung von Verfahrensparametern für defektfreie Volumenkörper	91
6.3.2	Einfluss des Titangehalts auf die Kornstruktur und Kristallorientierung	93
6.3.3	Analyse der Aufmischungszone mittels REM- und EDX-Analyse	96
6.4	Selective Laser Melting – SLM	97
6.4.1	Ermittlung von Verfahrensparametern für defektfreie Volumenkörper	97
6.4.2	Einfluss der Vorheizung auf die Pulverqualität	99
6.4.3	Analyse der Kornstruktur und Kristallorientierung	99
6.5	Mechanische Eigenschaften	103
6.5.1	Druckfestigkeit	103
6.5.2	Biegefestigkeit	105
7	**Quaternäre Legierung Fe-30Al-5Ti-0,7B (At.-%)**	**107**
7.1	Legierungskonzept	107
7.2	Pulveranalyse	107
7.3	Laser Metal Deposition - LMD	109
7.3.1	Parameterfindung	109
7.3.2	Analyse der Kornstruktur und Kristallorientierung	110
7.4	Selective Laser Melting - SLM	110
7.4.1	Parameterfindung	111
7.4.2	Analyse der Kornstruktur und Kristallorientierung	111
7.5	Mechanische Eigenschaften	113
7.5.1	Druck- und Zugfestigkeit	114
7.5.2	Biegefestigkeit	115
8	**Zwischenfazit**	**117**
9	**Demonstratoren**	**121**

10 Zusammenfassung und Ausblick 125

11 Literatur 131

12 Formelzeichen und Abkürzungen 143

13 Anhang 147
13.1 Ergänzungen zu Kapitel 4 147
13.1.1 Kaustikmessungen an LMD-Anlagen 147
13.1.2 Kaustikmessungen an SLM-Anlagen 149
13.2 Ergänzungen zu Kapitel 5 149
13.2.1 Ergänzung zur Analyse der Kornstruktur von LMD-Volumenkörpern 149
13.2.2 Ergänzungen zur Analyse der Porosität von SLM-Volumenkörpern 150
13.2.3 Ergänzung zur Analyse der Kornstruktur von SLM-Volumenkörpern 151
13.2.4 Ergänzung zur Analyse der Aufmischungszone von SLM-Volumenkörpern 153
13.2.5 Ergänzung zur Analyse der effektiven Erstarrungsgeschwindigkeit 155
13.2.6 Ergänzung zur Analyse der mechanischen Eigenschaften 155
13.3 Ergänzung zu Kapitel 6 157
13.4 Ergänzung zu Kapitel 7 159