

Untersuchung von pulverförmigen Aluminium-Silizium-Legierungen in der Prozesskette des pulverbettbasierten Laser-Strahlschmelzprozesses

Dominik Matthias Bauer



**Untersuchung von pulverförmigen
Aluminium-Silizium-Legierungen
in der Prozesskette des pulverbettbasierten
Laser-Strahlschmelzprozesses**

Der Fakultät für Ingenieurwissenschaften,
Abteilung Maschinenbau und Verfahrenstechnik der
Universität Duisburg-Essen
zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktors der Ingenieurwissenschaften
Dr.-Ing.

genehmigte Dissertation

von
Dominik Matthias Bauer, M.Sc.
aus
München

Referent: Prof. Dr.-Ing. habil. Gerd Witt
Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Jan T. Sehr

Tag der mündlichen Prüfung: 13.01.2020

Berichte aus der Materialwissenschaft

Dominik Matthias Bauer

**Untersuchung von pulverförmigen Aluminium-
Silizium-Legierungen in der Prozesskette des
pulverbettbasierten Laser-Strahlschmelzprozesses**

Shaker Verlag
Düren 2020

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.: Duisburg-Essen, Univ., Diss., 2020

Copyright Shaker Verlag 2020

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

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-7350-8

ISSN 1618-5722

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren

Telefon: 02421 / 99 0 11 - 0 • Telefax: 02421 / 99 0 11 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Hinweise

In der vorliegenden Dissertation werden Quellen mit numerischen Verweisen angegeben. Hierbei wird folgende Struktur verwendet:

- Erfolgt die Quellenangabe vor dem Satzzeichen, so bezieht sich die genannte Quelle auf den Satz.
- Erfolgt die Quellenangabe nach dem Satzzeichen, so bezieht sich die genannte Quelle auf den gesamten davorliegenden Text des Absatzes.

Danksagung

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Zeit als Mitarbeiter in der Abteilung Materials Structures & Manufacturing Technologies der Airbus Group Innovations. Die Wissenschaftliche Betreuung erfolgte durch Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Gerd Witt, Lehrstuhlinhaber für Fertigungstechnologie im Bereich des Instituts für Produkt Engineering an der Universität Duisburg-Essen.

Hier gilt mein besonderer Dank Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Gerd Witt für das entgegengebrachte Vertrauen, die Betreuung meiner Dissertation und den Beitrag im fachlichen Austausch, der sowohl akademisch als auch mit industriellem Bezug unterstützte.

Zudem möchte ich Herrn Prof. Dr.-Ing. Jan T. Sehr, Lehrstuhlinhaber Hybrid Additive Manufacturing der Fakultät für Maschinenbau an der Ruhr-Universität Bochum, für die Übernahme des Koreferats danken, begleitet von einem intensiven und konspirativen Austausch auf fachlicher und persönlicher Ebene.

Für die intensive Betreuung und der fachlichen Unterstützung gilt ein besonderer Dank Herrn Frank Palm aus dem Bereich Central R&T des Airbus Corporate Technology Office. Der ausgiebige und tiefgehende Austausch, das erwiesene Vertrauen zur Themenfindung und der gegebene Freiraum ermöglichten eine aufbauende Grundlage zur Anfertigung dieser Dissertation.

Dankend möchte ich ebenso meine Arbeitskolleginnen und -kollegen erwähnen, die sowohl fachlich als auch praktisch in den Bereichen der Vorbereitung und der Wärmebehandlung, der Prüftechnik und der Schadensanalytik unterstützt haben. Insbesondere gilt meinem Teamleiter, Herrn Achim Schoberth und dem Leiter der Prüftechnik, Herrn Vitus Holzinger ein besonderer Dank. Auch möchte ich mich bei meinen Masteranden, Bacheloranden und Praktikanten bedanken, die meine Promotion begleitet und damit zu einer unvergesslichen Zeit gemacht haben. Danke euch!

Dem Team des Lehrstuhls Fertigungstechnik der Universität Duisburg-Essen möchte ich für den stets intensiven und freundschaftlichen Austausch danken. Insbesondere Danke ich Herrn Dr.-Ing. Stefan Kleszczynski für die Unterstützung, sowohl beratend als auch im fachlichen Austausch.

Die vorliegende Arbeit wurde vom Bayerischen Staatsministerium für Wirtschaft und Medien, Energie und Technologie und den entsprechenden Projektpartnern des Ludwig Bölkow Campus im Rahmen des Projekts KonRAT (Komponenten von Raketentriebwerken für Anwendungen in Transportsystemen der Luft- und Raumfahrt - LABAY83C) unterstützt. Ein besonderer Dank geht an den Projektponsor, die entsprechenden Projektpartner und den Projektträger der Luftfahrtforschung Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V..

Abschließend danke ich meiner Familie und meinen Freunden für die Unterstützung, dem notwendigen Freiraum und der Nachsicht. Ihr habt oft das ein oder andere Wochenende hinten angestellt, um mir den Raum zur Entfaltung zu geben, während der Zeit meines Studiums und besonders während der Dissertation.

Germering, 31.03.2020

Dominik M. Bauer

Zusammenfassung

Für den Bereich der Luft- und Raumfahrt stellt die Additive Fertigung, im Speziellen: der Laser-Strahlschmelzprozess von metallischen Bauteilen, eine fertigungstechnische Alternative zu konventionellen Verarbeitungs- und Herstellprozessen von Bauteilen dar. Durch den schichtweisen Aufbau des Laser-Strahlschmelzverfahrens lassen sich nicht nur struktur- und topologieoptimierte Formen realisieren, auch potenzielle Gewichtsreduzierungen und Kraftflussoptimierungen in den Bauteilen sind möglich. Der Laser-Strahlschmelzprozess besitzt zudem durch den endkonturnahen Aufbau einen ressourceneffizienten und wirtschaftlichen Vorteil gegenüber konventionellen Verfahren. Es lassen sich komplexe Bauteile, wie beispielsweise bionische Formen, realisieren.

Bei isolierter Betrachtung des reinen Laser-Strahlschmelzprozesses zeigt dieser Parallelen zu den konventionellen Schweißprozessen, für die im Bereich der Luft- und Raumfahrt sehr hohe Anforderungen und strenge Restriktionen auf Grundlage fundierter Erfahrungen und Standards gelten. Die junge Technologie des Laser-Strahlschmelzens besitzt in der Prozesskette, bedingt durch die hohe Komplexität der Technologie, eine Vielzahl von Unsicherheiten und Unstetigkeiten, die mit der Kombination der Aspekte ‚Mensch‘, ‚Maschine‘, ‚Methode‘, ‚Material‘ und ‚Mitwelt‘ zusammenhängen [1].

Die vorliegende Dissertation untersucht und vergleicht kommerziell verfügbare Pulverwerkstoffe der Aluminium-Silizium Gusslegierung A360 (DIN EN 1706 AlSi10Mg) und analysiert die Verarbeitung des unter Vorgaben verdüsten Luftfahrtwerkstoff A357 (AlSi7Mg0,6).

Der Fokus der Beobachtung und der Analyse besteht dabei zum einen im Erfassen und Beschreiben der Robustheit der Prozesskette anhand der erreichbaren Charakteristik von kommerziell verfügbarem Aluminium-Silizium-Pulver. Zum anderen sind die Wechselbeziehung der Qualitätsabweichungen gegenüber der Reproduzierbarkeit zu untersuchen und davon abgeleitet die qualitätsbestimmenden Einflussfaktoren herauszuarbeiten. Die Prozessgasatmosphäre der Laser-Strahlschmelzanlage wird hinsichtlich der Kontaminationen – in Form von Feuchtigkeit und Restsauerstoff, sowohl im Pulverausgangswerkstoff als auch im Bauteil und dem damit verbundenem Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften – experimentell beleuchtet.

Weiter wird durch gezielte Wärmebehandlungen die Ausbildung der Gefüge-Morphologie manipuliert und der damit verbundene Einfluss auf die generierten mechanischen Eigenschaften untersucht. Die Untersuchungen der mechanischen Eigenschaften für die aufgebauten Probekörper erfolgt im statischen und dynamischen Belastungsfall. Zur Verifizierung der Ergebnisse erfolgt unterstützend eine metallografische und fraktografische Untersuchung der Probekörper.

Abstract

For the aerospace industry, additive manufacturing, in particular laser powder bed fusion of metallic components, represents a promising alternative to conventional processing and manufacturing processes for components. The layer-by-layer structure of the laser beam melting process not only makes it possible to achieve structurally and topologically optimized shapes, but also potential weight reductions and force flow optimization at component level. The laser beam melting process also offers resource and economic gains over conventional processes. Complex components, such as bionic shapes, can be realized.

Looking at the pure laser beam melting process in isolation, it reveals parallels to conventional welding processes. Strict requirements and restrictions apply to these processes in the aerospace industry on the basis of well-founded experience and standards. Due to the high complexity of Laser-based powder bed fusion of metals, a multitude of uncertainties and discontinuities in the process chain are associated with this emerging technology. These are related to the combination of 'human', 'machine', 'method', 'material' and 'environment' factors [1].

This thesis examines and compares commercially available powder materials based on the aluminium-silicon cast alloy A360 (DIN EN 1706 AlSi10Mg) and analyses processing of the aerospace material A357 (AlSi7Mg0.6), which has been atomized according to specifications.

The focus of observation and analysis is, on the one hand, on recording and describing the robustness of the process chain on the basis of the achievable characteristics of commercially available aluminium-silicon powder. On the other hand, this thesis investigates the correlation between quality deviations and reproducibility and, derived from this, explores the core factors influencing the quality. The process gas atmosphere of the laser powder bed fusion plant is experimentally illuminated with regard to contamination – in the form of moisture and residual oxygen – both in the base powder material and in the component and with regard to the associated influence on the mechanical properties.

Furthermore, the formation of the microstructure morphology is manipulated by targeted heat treatments and the associated influence on the generated mechanical properties is investigated. The investigations of the mechanical properties for the specimens are carried out in static and dynamic load cases. To verify the results, a metallographic and fractographic examination of the specimens is carried out.

Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung	I
Abstract.....	II
Abkürzungsverzeichnis	VII
1 Einleitung	1
2 Aufgabenstellung / Zielsetzung	2
3 Grundlagen	4
3.1 Additive Fertigungsverfahren	4
3.1.1 Einordnung und Begriffe des pulverbettbasierten Laser-Strahlschmelz- prozesses	4
3.1.2 Grundlagen des Kernprozesses des pulverbettbasierten Laser- Strahlschmelzprozesses	5
3.2 Aluminiumgusslegierungen im Laser-Strahlschmelzprozess	6
3.2.1 Schweißbarkeit von Aluminiumgusslegierungen.....	6
3.2.2 Erstarrungskinetik von aufgeschmolzenen Aluminiumlegierungen	7
3.2.3 Interaktion von Pulverwerkstoff im pulverbettbasierten Laser-Strahlschmelz- prozess	8
3.2.4 Modellvorstellung zur idealen Pulverschüttung / -beschaffenheit	10
3.2.5 Prozessfehler und Defekte im aufgebauten Material	11
3.3 Grundlagen von pulverförmigen Aluminiumlegierungen	14
3.3.1 Herstellverfahren für Pulverwerkstoffe	14
3.3.2 Reaktionen von Medien mit Aluminiumlegierungen	17
3.4 Mechanisch-technologische Eigenschaften von Aluminiumlegierungen im pulverbettbasierten Laser-Strahlschmelzprozess.....	19
3.4.1 Technologische Grundlagen von Aluminium-Silizium	20
3.4.2 Betriebsfestigkeit von Aluminiumlegierungen	25
Statische Beanspruchung.....	25
Dynamische Beanspruchung.....	27
4 Versuchsumgebung und experimentelle Methoden	29
4.1 Maschinenumgebung zum pulverbettbasierten Laser-Strahlschmelzprozess.....	29
4.2 Zuordnung der Pulverwerkstoffe	32
4.3 Pulvermetallurgische Charakterisierung	33
4.4 Messung der chemischen Zusammensetzung	34
4.5 Wärmenachbehandlung von Aluminium-Silizium-Legierungen	35
4.6 Mikrostrukturelle Charakterisierung.....	37
4.6.1 Probenpräparation	37

4.6.2	Porositätsanalyse.....	37
4.7	Zerstörende Charakterisierung.....	38
4.7.1	Statische Festigkeit.....	38
4.7.2	Dynamische Festigkeit.....	39
4.8	Gasanalytik und Regeltechnik.....	40
4.8.1	Gas-Chromatografie.....	40
4.8.2	Sauerstoffmessung und Gasregeltechnik.....	40
5	Eigenschaftsbestimmung und Einfluss des Pulverwerkstoffes.....	42
5.1	Untersuchung der Pulverwerkstoffe AlSi10Mg.....	42
5.1.1	Morphologische / topologische Bewertung.....	42
5.1.2	Chemische Auswertung.....	46
5.1.3	Fließfähigkeitsuntersuchung.....	47
5.1.4	Interpretation der Ergebnisse zu den untersuchten Pulvern.....	48
5.2	Fließverhalten von Pulvern in Abhängigkeit der Partikelgrößenvariation.....	49
5.2.1	Versuchsbeschreibung.....	49
5.2.2	Ergebnisse des Einflusses von verschiedenen Partikelgrößen auf das Fließverhalten.....	50
5.2.3	Interpretation des Einflusses des Feinanteils auf das Fließverhalten.....	52
5.3	Ermittlung der Prozessparameter und Trocknungseffekte für Pulver AS10-6.....	53
5.3.1	Versuchsbeschreibung.....	53
5.3.2	Ergebnisse der ermittelten Prozessparameter.....	54
5.3.3	Interpretation des Einflusses der Prozessparameter und des Trocknungseffektes für AS10-6.....	57
6	Schmelzuntersuchung für Pulverwerkstoffe AlSi10Mg.....	58
6.1	Versuchsbeschreibung.....	58
6.2	Prozessierte Pulverwerkstoffe im Laser-Strahlschmelzprozess.....	58
6.2.1	Härtemessung.....	58
6.2.2	Statischer Belastungsfall.....	59
6.2.3	Chemische Charakterisierung.....	61
6.2.4	Fraktografische Untersuchung der Bruchflächen.....	63
6.3	Interpretation und Bedeutung der Schmelzuntersuchung.....	71
7	Einfluss der Prozessgase auf AlSi10Mg.....	73
7.1	Untersuchung der Schmauchgase.....	73
7.2	Einfluss der Kontamination im Prozessgas auf das Schmelzverhalten.....	74
7.2.1	Dichteauswertung.....	76
7.2.2	Härtemessung.....	77

7.2.3	Statischer Belastungsfall.....	77
7.2.4	Sauerstoffkontamination im aufgebauten Material.....	79
7.2.5	Schadensanalytik der Bruchflächen.....	79
7.3	Interpretation des Einflusses der Prozessgase.....	81
8	Schmelzuntersuchungen am Werkstoff AlSi7Mg0,6.....	82
8.1	Bewertungsmethode der gesamtheitlichen Betrachtung der mechanischen Eigenschaften.....	82
8.2	Untersuchung Pulverwerkstoff A357 (AlSi7Mg0,6).....	82
8.2.1	Morphologische / topologische Bewertung.....	83
8.2.2	Chemische Auswertung.....	84
8.2.3	Fließfähigkeitsuntersuchung.....	84
8.3	Mikrostruktur in Abhängigkeit der durchgeführten Wärmebehandlung.....	86
8.3.1	Chemische Charakterisierung.....	86
8.3.2	Mikrostrukturelle Charakterisierung.....	87
8.3.3	Zerstörende Charakterisierung – statischer Belastungsfall.....	95
8.3.4	Schadensanalytik statische Belastung.....	100
8.3.5	Zerstörende Charakterisierung – dynamischer Belastungsfall.....	109
8.3.6	Schadensanalytik der dynamischen Belastung.....	112
8.4	Interpretation der Ergebnisse.....	124
9	Zusammenfassung und Ausblick.....	130
10	Verzeichnisse.....	133
10.1	Abbildungsverzeichnis.....	133
10.2	Tabellenverzeichnis.....	140
10.3	Referenzen.....	142
11	Lebenslauf des Verfassers.....	147

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Beschreibung	Einheit
<i>A</i>	Bruchdehnung	%
<i>AIMS</i>	Airbus Material Specification	
<i>Al</i>	Aluminium	
<i>AM</i>	Additive Manufacturing (Additive Fertigung)	
<i>CAD</i>	Computer Aided Design	
<i>d</i>	Zugestellte Schichtdicke	µm
<i>DIN</i>	Deutsches Institut für Normung	
<i>EDX</i>	energie-dispersive Röntgen-Spektroskopie	
<i>EN</i>	Europäische Norm	
<i>E_T</i>	Lawinenenergie	kJ/kg
<i>E_V</i>	Volumen-Energie-Dichte	
<i>Fe</i>	Eisen	
<i>h</i>	Schmelzspurabstand	µm
<i>HB</i>	Härte nach Brinell	
<i>HCF</i>	High Cycle Fatigue (Ermüdungsversuch)	
<i>HV</i>	Härte nach Vickers	
<i>ICP-OES</i>	Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectrometry	
<i>kfz</i>	Kubisch-flächenzentriert	
<i>krz</i>	Kubisch-raumzentriert	
<i>L₀</i>	Länge Messbereich Zugprobe	mm
<i>LBM</i>	Laser Beam Melting (Pulverbettbasierter Laser-Strahlschmelzprozess)	
<i>L_c</i>	Abstand Radialen Messbereich der Zugprobe	mm
<i>LOF</i>	Lack of Fusion	
<i>L_t</i>	Min. Gesamtlänge der Zugprobe	mm
<i>Mg</i>	Magnesium	
<i>Mn</i>	Mangan	
<i>P_L</i>	Laserleistung	Watt

<i>PSD</i>	Particle Size Distribution (Partikel-Größen-Verteilung)	
<i>REM</i>	Raster-Elektronen-Mikroskop	
<i>R_m</i>	Zugfestigkeit	MPa (N/mm ²)
<i>R_{p0.2}</i>	Dehngrenze	MPa (N/mm ²)
<i>Si</i>	Silizium	
<i>t_L</i>	Lawinenzzeit	S
<i>VDI</i>	Verband Deutscher Ingenieure e.V.	
<i>v_L</i>	Scan-Geschwindigkeit des Lasers	mm/s
<i>Z</i>	Brucheinschnürung	%
<i>α_P</i>	Mittlerer Lawinenwinkel	°
<i>ψ_P</i>	Oberflächenfraktal	