

Einfluss von Fließhilfsmitteln auf den Binder-Jetting-Prozess

Vom Fachbereich Produktionstechnik

der

UNIVERSITÄT BREMEN

zur Erlangung des Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

genehmigte

Dissertation

von

M. Sc. Anwar Shad

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Busse

Prof. Dr.-Ing. Kurosch Rezwan

Tag der mündlichen Prüfung: 19.07.2023

Bibliografische Beschreibung

Shad, Anwar

Thema:

Einfluss von Fließhilfsmitteln auf den Binder-Jetting-Prozess

Dissertation am Fachbereich 4 (Produktionstechnik) der Universität Bremen

Köln, den 10.09.2023

175 Seiten

121 Abbildungen

19 Tabellen

143 Literaturzitate

Disclaimer:

Die Ergebnisse, Meinungen und Schlüsse dieser Arbeit sind nicht notwendigerweise die der Volkswagen AG.

The results, opinions and conclusions expressed in this thesis are not necessarily those of Volkswagen Aktiengesellschaft.

Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Zeit als Doktorand und Mitarbeiter bei der Volkswagen AG im 3D-Druck-Zentrum der Marke VW in Wolfsburg.

Mein Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Busse für die Betreuung der Arbeit und die Übernahme des Hauptreferats. Darüber hinaus danke ich Herrn Prof. Dr.-Ing. Kurosch Rezwan für die Übernahme des Koreferats. Ein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Frank Petzoldt für die zahlreichen, wertvollen (über-) fachlichen Gespräche und Tipps, die entscheidend zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben.

Darüber hinaus gilt mein Dank allen Kollegen und Kolleginnen des 3D-Druck-Zentrums der Volkswagen AG in Wolfsburg. Gemeinsam haben wir über die Zeit ein großartiges Zentrum für additive Fertigung aufgebaut und ich bin sehr dankbar für die Erfahrungen, die ich auf dem Weg mit euch gemeinsam machen durfte. Ganz besonders danke ich an dieser Stelle Herrn Dr.-Ing. Robert Stache, der mich seit Ende des Studiums begleitet und sich dafür eingesetzt hat, dass ich die Möglichkeit zur Anfertigung einer Dissertation bekomme. Mit seiner fachlichen Expertise trug er zum Erfolg dieser Arbeit bei. Ein weiterer Dank gilt Herrn Sven Crull und Herrn Oliver Pohl. Beide haben sich stets für die Belange ihrer Mitarbeiter/-innen eingesetzt, wodurch sie auch mir die Möglichkeit der Promotion verschafft haben. Ein weiterer besonderer Dank gilt Herrn Dr.-Ing. Alexander Rütjes. Das ist das erste Mal, dass ich deinen Namen mit Dr.-Titel schreibe. Wahnsinn, dass wir beide es bis zu diesem Punkt geschafft haben. Vielen, vielen Dank für jegliche Unterstützung, die vielen lustigen Momente und ständigen Lacher auf der Arbeit. Ein weiterer Dank gilt Herrn Shahrooz Sadeghi Borujeni, der unser Doktoranden-Trio vervollständig hat und bald hoffentlich seine letzten Versuche beendet. Euch beiden danke ich für die großartige Zusammenarbeit. Ich werde immer gerne an diese Zeit zurückdenken.

Zuletzt möchte ich meiner Familie und meiner Partnerin für die bedingungslose Liebe und Unterstützung in allen Lebenslagen danken. Diese Arbeit ist meinen Eltern gewidmet, die sich selbst immer an zweite Stelle gesetzt haben, um uns Kindern die Erfüllung jeglicher Wünsche und Träume zu ermöglichen – es war nicht immer leicht und ich weiß, wie viel ihr für uns geopfert habt und bin mehr als dankbar dafür. Ein ganz besonderer Dank gilt meiner Partnerin. Von tiefstem Herzen danke ich dir für die Liebe und Unterstützung über jegliche Arbeits- und Lebensphasen. Diese Arbeit hat auch dir einiges abverlangt und uns letztlich noch mehr zusammengeschweißt.

Kurzfassung

Das Binder-Jetting ist ein neuartiges, additives Fertigungsverfahren, bei dem Metallpulver schichtweise durch einen Binder verfestigt wird. Der dadurch erzeugte Grünling wird anschließend zu voller Dichte gesintert. Für eine ausreichende Verdichtung im Sinterprozess ist eine möglichst hohe Grünteildichte notwendig. Zudem werden dadurch die Festigkeit des Grünteils gesteigert und Schwindung und Verzug im Bauteil während des Sintervorgangs reduziert. Die Grünteildichte wird maßgeblich über die Pulvereigenschaften beeinflusst.

In der vorliegenden Dissertation wird der Einfluss von Fließhilfsmitteln auf die Prozesskette und insbesondere die Grünteildichte untersucht. Anhand der Pulversversuche wird gezeigt, dass bereits existierende Theorien zur Wirkweise von Fließhilfsmitteln in Schüttgütern auf Metallpulver übertragbar sind. Dies ist unabhängig von der Partikelmorphologie. Die Fließhilfsmittel werden durch den Mischprozess aufgebrochen und anschließend fein auf der Metallpulveroberfläche adsorbiert. Versuche zur Sättigung der Fließhilfsmittel im Pulver zeigen, dass ein Belegungsgrad der Metallpulveroberfläche mit Nanopartikeln im Bereich von 20 % - 25 % für eine Verbesserung der Fließ- und Packungseigenschaften der Pulver sorgt. Der Belegungsgrad ist abhängig vom Mischprozess, der spezifischen Oberfläche der Pulver, der Sättigung an Fließhilfsmitteln und deren Eigenschaften. Mit zielführenden Parametern wird die Schüttdichte um bis zu 49 % und die Klopfdichte um bis zu 15 % gesteigert.

Anhand von Druckversuchen wird deutlich, dass die verbesserte Fließfähigkeit der Pulver die Dichte des Pulverbettes im Prozess verbessert (bis zu 18 %), wodurch auch die Grünteildichte erhöht wird (bis zu 13 %). Damit sind Grünteildichten möglich, die oberhalb der Klopfdichte der unmodifizierten Pulver liegen. Des Weiteren wird ein starker Einfluss der Klopfdichte auf die prozessrelevanten Dichten deutlich. Der Belegungsgrad der Fließhilfsmittel auf der Metallpulveroberfläche wird als wichtiger Parameter für den Druckprozess identifiziert. Tiefgehende Analysen zeigen, dass die Zugabe von Fließhilfsmitteln in geringen Mengen (0,10 Gew.-% - 0,25 Gew.-%) keinen negativen Effekt hat. Eine Übersättigung der Fließhilfsmittel im Pulver (0,50 Gew.-%) hat jedoch einen negativen Einfluss auf die Pulver-Binder-Interaktion, wodurch die Oberflächenqualität der Grünteile und die Grünteilfestigkeit negativ beeinflusst werden (-57 %). Abschließend zeigen Sinterversuche, dass durch Zugabe von Fließhilfsmitteln eine höhere Sinterdichte erreicht wird. Die Sinterkinetik und die Legierungszusammensetzung werden durch die Fließhilfsmittel nicht beeinflusst.

Abstract

Binder-Jetting is a fairly new additive manufacturing process in which metal powder is layerwise consolidated by a binder. The green part is then sintered to form a metallic component. In order to achieve the highest possible densification through sintering, a high green part density is required. This also increases the strength of the green part and reduces shrinkage and distortion in the component during sintering. The green part density is significantly influenced by the powder properties.

In this research, the influence of flow additives on the process chain and, in particular, on the green part density was investigated. Powder experiments show that existing theories on the effect of flow additives in bulk materials can be applied to metal powders as well. This is independent of particle morphology. The additives are broken up during the mixing process and are then finely distributed on the surface of the metal powder. Experiments regarding the saturation of the flow aids in the powder show that a surface coverage in the range of 20 % - 25 % improves the flow and packing behaviour of the powders. The coverage depends on the mixing process, the specific surface area of the powders and the saturation of flow aid as well as their properties. With target-specific parameters, the apparent density is increased up to 49 % and the tap density up to 15 %.

By experiments regarding the printing process, it gets obvious, that improved flowability of the powders improves the density of the powder bed during the process (up to 18 %), which also increases the green part density (up to 13 %). Thus, green part densities are possible which are above the tap density of the unmodified powders. Furthermore, a strong influence of the tap density on the process related densities becomes apparent. The surface coverage of the flow aid on the metal powder surface is identified as an important parameter. Deeper analysis show that the addition of flow aids in small amounts (0,10 Wt.-% - 0,25 Wt.-%) has no negative effect. However, oversaturation of the powders with flow aids (0,50 Wt.-%) has a negative effect on the powder-binder interaction, affecting the surface quality of the green parts. Furthermore, oversaturation also has a negative effect on the green part strength (-57 %).

Finally, sintering tests show that a higher sintering density is achievable by adding flow aids. The sintering kinetics and alloy composition are not influenced by the flow additives.

Inhaltsverzeichnis

Bibliografische Beschreibung	I
Vorwort und Danksagung	II
Kurzfassung	III
Abstract	IV
Inhaltsverzeichnis	V
1 Einleitung und Motivation	1
2 Grundlagen und Stand der Technik	3
2.1 Herstellung und Eigenschaften metallischer Schüttgüter	3
2.1.1 Herstellung von Pulvern	3
2.1.2 Pulvereigenschaften	5
2.2 Fließhilfsmittel	15
2.3 Binder-Jetting	21
2.3.1 Prozesskette	21
2.3.2 Pulverauftrag	27
2.3.3 Pulver-Binder-Interaktion	28
3 Aufgabenstellung und Methodik	32
3.1 Aufgabenstellung und Aufbau	32
3.2 Messmittel und Anlagentechnik	35
3.2.1 Dynamische Bildanalyse	35
3.2.2 Rasterelektronenmikroskop (REM)	35
3.2.3 Gasadsorptionsanalyse mittels BET	36
3.2.4 Stampfvolumeter	36
3.2.5 Schüttdichteapparatur	36
3.2.6 Hall-Flowmeter	36
3.2.7 Schulze Ringschertester	37
3.2.8 Hausnerfaktor	37
3.2.9 Taumelmischer	37
3.2.10 ExOne Innovent+	38
3.2.11 Konfokalmikroskop	38

3.2.12	Grünteilfestigkeit / 4-Punkt-Biegeversuch.....	39
3.2.13	Metallografie und Lichtmikroskopie.....	39
3.2.14	Sinterdilatometer	39
4	Pulvercharakterisierung.....	40
4.1	Pulver im Grundzustand.....	40
4.1.1	Partikelgrößenverteilung und Porosität	42
4.1.2	REM-Aufnahmen.....	46
4.1.3	Spezifische Oberfläche.....	48
4.1.4	Schütt- und Klopfdichte	48
4.1.5	Fließfähigkeit	49
4.1.6	Diskussion.....	51
4.2	Auswahl der Fließhilfsmittel und Machbarkeitsstudie	55
4.2.1	Auswahl des Mischverfahrens	55
4.2.2	Auswahl der Additive	56
4.2.3	Machbarkeitsstudie	58
4.2.4	Diskussion.....	61
4.3	Entwicklung der Mischparameter.....	62
4.3.1	Einfluss des Mischens auf die Grundpulver	62
4.3.2	Entwicklung der Mischparameter für Aerosil	65
4.3.3	Diskussion.....	68
4.4	Analyse der Pulvereigenschaften bei Zugabe von Aerosil.....	71
4.4.1	Ergebnisse für gasverdüste Pulver	71
4.4.2	Ergebnisse für wasserverdüste Pulver	77
4.4.3	Diskussion.....	78
4.5	Einfluss der Partikelgrößenverteilung.....	82
5	Druckversuche mit Aerosil-Pulvermischungen.....	85
5.1	Auswahl Pulvermischungen	85
5.2	Baujob und Druckparameter.....	86
5.3	Analyse der Pulverbettdichte.....	88
5.3.1	Gasverdüste Pulver.....	89
5.3.2	Wasserverdüste Pulver	90
5.3.3	Diskussion.....	92

5.3.4	Korrelationen	93
5.4	Analyse der Grünteildichte	99
5.4.1	Gasverdüste Pulver	99
5.4.2	Wasserverdüste Pulver	100
5.4.3	Diskussion	102
5.4.4	Korrelationen	107
5.5	Aerosilanhaftung nach dem Druckprozess	109
5.6	Oberflächenqualität	111
5.6.1	REM-Aufnahmen	112
5.6.2	Bestimmung der Oberflächenrauigkeit	112
5.6.3	Diskussion	119
5.7	Grünteilfestigkeit	123
5.7.1	Durchführung	123
5.7.2	Ergebnisse	124
5.7.3	Diskussion	126
6	Sinterversuche	128
6.1	Dichteversuche	128
6.1.1	Durchführung	128
6.1.2	Ergebnisse	129
6.1.3	Diskussion	130
6.2	Dilatometerversuche	132
6.3	Chemische Zusammensetzung	134
7	Fazit und Ausblick	135
8	Studentische Arbeiten und Veröffentlichungen	138
9	Literaturverzeichnis	139
10	Anhang	154
10.1	Anhang Kapitel 3: Aufgabenstellung und Methodik	154
10.1.1	Dynamische Bildanalyse	154
10.1.2	Rasterelektronenmikroskop (REM)	154
10.1.3	Gasadsorptionsanalyse mittels BET	155
10.1.4	Stampfvolumeter	156
10.1.5	Schüttdichteapparatur	156

10.1.6	Schulze Ringschertester	158
10.1.7	Taumelmischer.....	158
10.1.8	Ex One Innovent+.....	159
10.1.9	Konfokalmikroskop	160
10.1.10	Grünteilfestigkeit mittels 4-Punkt-Biegeversuch.....	162
10.2	Anhang Kapitel 4: Pulvercharakterisierung	163
10.2.1	Approximation des Aerosilgehaltes anhand der Partikelgröße.....	163
10.3	Anhang Kapitel 5: Druckversuche.....	165
	Abbildungsverzeichnis.....	168
	Tabellenverzeichnis.....	173
	Abkürzungs- und Formelverzeichnis	174

1 Einleitung und Motivation

Durch den Umstieg von fossilen Brennstoffen auf elektrische Antriebe, durchläuft die Automobilindustrie derzeit den größten Wandel seit der Fertigung der ersten Generation an Verbrennungsmotoren. Dadurch entstehen neue Herausforderung in der Konzeptionierung, Entwicklung und Produktion von Fahrzeugen. Umso wichtiger ist es, vorhandene Fertigungstechnologien möglichst effizient einzusetzen, um ein Maximum an Produktqualität und -nutzen sicherzustellen. So bringt bspw. die Batterie ein deutliches Mehrgewicht ins Auto ein, das durch Leichtbau in anderen Bereichen des Fahrzeugs kompensiert werden muss. Zusätzlich müssen die Batteriezellen aktiv gekühlt werden, sodass das Thermomanagement deutlich erschwert wird [1–3].

Ein Ansatzpunkt zur Lösung dieser komplexen Anforderungen ist der Einsatz von additiven Fertigungsverfahren (engl.: Additive Manufacturing, kurz: AM) im Automobilbau. Im Gegensatz zu etablierten Produktionsverfahren wie dem Metallguss besitzen additive Fertigungsverfahren deutlich weniger geometrische Restriktionen. Daraus resultiert das Potenzial, Komponenten bei der Fertigung zusammenzufassen oder eine Funktionssteigerung durch bspw. interne Kühlkanäle zu realisieren [4–6].

Auf dem Gebiet der metallischen additiven Fertigungsverfahren ist das Binder-Jetting ein neues Verfahren. Bei diesem Prozess werden Bindemittel (nach Bauteilgeometrie) in ein Metallpulverbett gedruckt. Schicht für Schicht wird so ein Grünteil erzeugt, das anschließend entbindert und zu voller Dichte gesintert wird. Zu den Potenzialen dieser Technologie zählt eine hohe Auftragsrate. Des Weiteren werden keine Stützstrukturen für den Bauprozess benötigt, wodurch der vorhandene Bauraum effizient genutzt wird. Ein weiteres Potenzial liegt in der Skalierung des Prozesses für Serienanwendungen, insbesondere, da das Sintern bereits als industrielles Massenfertigungsverfahren etabliert ist [7; 8].

Um einen möglichst effizienten Sinterprozess zu ermöglichen, ist die Grünteildichte ein entscheidender Faktor. Je dichter die Partikel gepackt und aufgebaut werden, desto schneller kann der Sinterprozess bei gleicher Bauteilqualität durchlaufen werden [9; 10]. Darüber hinaus wird Sintern direkt über die Partikelgrößenverteilung des Pulvers beeinflusst. Kleine Partikel haben aufgrund einer hohen spezifischen Oberfläche eine höhere Sinteraktivität und bieten daher zusätzliches Potenzial zur Verbesserung des Sinterprozesses. Die Verwendung dieser Partikel im Druckprozess ist allerdings

herausfordernd, da die Fließfähigkeit häufig nicht ausreichend ist, um ein homogenes Pulverbett zu erzeugen (vgl. Abbildung 1-1) [11–13].

Homogenes Pulverbett



Größere Partikelgrößen
=
gute Fließfähigkeit

Inhomogenes Pulverbett



Kleine Partikelgrößen
=
schlechte Fließfähigkeit

Abbildung 1-1: Homogenität des Pulverbettes in Abhängigkeit der Partikelgrößen und Fließfähigkeit [14]

Eine Möglichkeit, die Fließfähigkeit zu verbessern, besteht in der Verwendung von Fließhilfsmitteln, die dem Pulver als Additive hinzugesetzt werden. Diese Technik findet bereits in der Pharmazie und in der Lebensmitteltechnik Anwendung, um die Förder- und Dosierbarkeit von Pulvern zu verbessern [15–17]. Im Bereich des 3D-Drucks sind erste wissenschaftliche Kenntnisse zur Anwendung von Fließhilfsmitteln für das Laser Powder Bed Fusion (LPBF) und das Selective Laser Sintering (SLS) bekannt [18–20]. Speziell für das Binder-Jetting liegen bisher noch keine wissenschaftlichen Erkenntnisse zur Verwendung von Fließhilfsmitteln für den Prozess vor. Diese Dissertation untersucht daher die Anwendung von Fließhilfsmitteln im Pulver und deren Auswirkung auf die gesamte Prozesskette des Binder-Jetting. Ziel ist es, die Fließfähigkeit der Pulver zu steigern und somit die Grünteilichte zu erhöhen, um den Sinterprozess zu vereinfachen. Der wissenschaftliche Fokus liegt auf dem Verständnis der Wirkweise der Fließhilfsmittel auf das Pulvermaterial und den verschiedenen Prozessschritten (Pulvereigenschaften, Drucken, Sintern).

2 Grundlagen und Stand der Technik

In diesem Kapitel werden die Grundlagen zum Verständnis der vorliegenden Ausarbeitung erläutert. Das Ziel ist es, einen umfassenden Überblick über die Grundlagen und aktuelle Forschungsthemen zu erhalten. Zunächst werden hierfür die Grundlagen zur Herstellung von metallischen Schüttgütern erläutert und die wichtigsten Eigenschaften der Pulver in Bezug auf die additive Fertigung diskutiert. Des Weiteren wird ein Überblick über die Verwendung von Fließhilfsmitteln in Pulvern gegeben und das additive Fertigungsverfahren Binder-Jetting ausführlich vorgestellt.

2.1 Herstellung und Eigenschaften metallischer Schüttgüter

Für die additive Fertigung von Metallbauteilen werden pulverförmige Ausgangsstoffe benötigt. Da diese als Basis für den Prozess dienen, haben die Eigenschaften des Pulvers einen maßgeblichen Anteil an der Qualität und Reproduzierbarkeit der Endprodukte [21]. Diese vorliegende Dissertationsschrift legt ebenfalls einen großen Fokus auf die Pulvereigenschaften, deshalb werden im Folgenden die Grundlage zur Herstellung von metallischen Pulvern und die Einflussfaktoren auf die Fließfähigkeit von Pulvern näher erläutert.

2.1.1 Herstellung von Pulvern

Grundsätzlich bestehen mehrere Möglichkeiten, metallische Pulver herzustellen. Dazu gehören bspw. die Herstellung aus der Schmelze, durch eine chemische Reaktion, durch mechanisches Legieren oder durch Verdampfung und Kondensation. Der Herstellungsprozess richtet sich nach den Qualitätskriterien, die für die Anwendung entscheidend sind. Aufgrund der benötigten runden Partikelmorphologie wird für die additive Fertigung das Verdüsen aus der Schmelze durchgeführt. Hierbei sind insbesondere das Wasser- und das Gasverdüsen von Bedeutung, deren unterschiedliche Verfahrensabläufe in Abbildung 2-1 schematisch gegenübergestellt sind [22; 23]. Zu Beginn des Prozesses wird in beiden Verfahren zunächst die fertige Legierung innerhalb eines Keramiktiegels aufgeschmolzen. Aufgrund der Schwerkraft entweicht der Schmelzstrahl in die Wechselwirkungszone. In dieser wird das Zerstäubungsmedium hinzugeführt und dadurch der Schmelzstrahl aufgefächert. Bei der Wasserverdüsung

wird für die Zerstäubung ein Wasserstrahl mittels Ringdüse auf den Schmelzstrahl gerichtet und die Schmelze infolge der Wechselwirkung aufgefächert [23; 24].

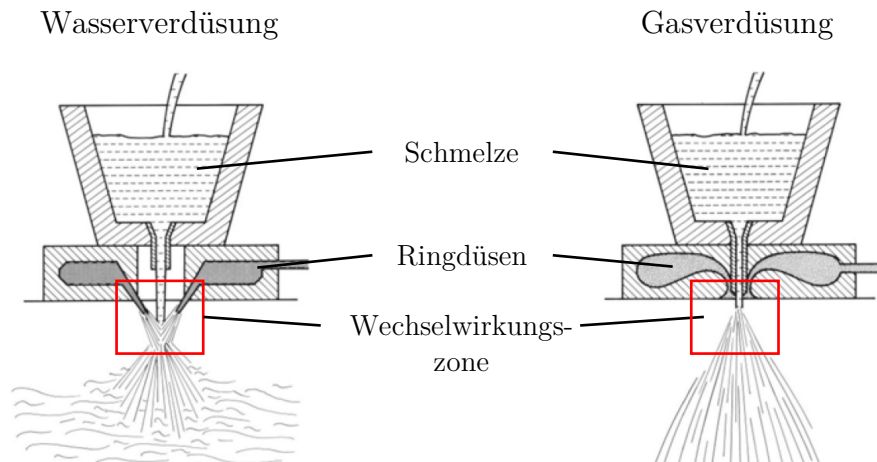


Abbildung 2-1: Schematische Darstellung der Wasserverdüstung (links) und Gasverdüstung (rechts) [23]

Neben der Zerstäubung dient der Wasserstrahl auch als Wärmeabfuhrmittel. Durch die hohe Wärmekapazität des Wassers wird die Wärme schnell entzogen, wodurch die Pulverpartikel schlagartig erstarren. Hierdurch wird eine spratzige und inhomogene Partikelform ausgebildet (vgl. Abbildung 2-2).

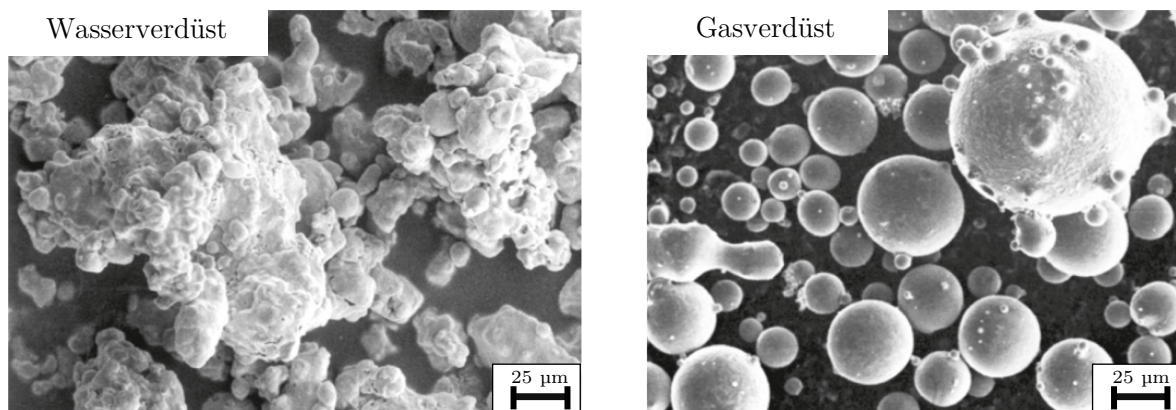


Abbildung 2-2: Vergleich der Kornmorphologie bei wasser- und gasverdüsten Pulvern [23]

Die erstarrten Pulverpartikel werden am Boden der Prozesskammer durch Schlammumpfen abgesaugt und anschließend homogenisiert und ggf. zu einer bestimmten Kornfraktion klassiert [23; 24].

Bei der Gasverdüstung werden die Prozessgase dem Schmelzstrahl ebenfalls über Ringdüsen zugeführt. Typische Zerstäubungsmedien sind Stickstoff, Argon oder Helium, da diese während der kurzen Einwirkdauer keine Reaktion mit der Schmelze eingehen. Im Vergleich zu Wasser haben die Gase eine geringere Wärmekapazität, sodass die

Partikel langsamer erstarren und eine sphärische Kornform erreicht wird (vgl. Abbildung 2-2, rechts) [22–25].

2.1.2 Pulvereigenschaften

Pulverwerkstoffe bestehen aus komplexen Systemen, in denen Millionen von Partikeln miteinander interagieren und so die Eigenschaften des Pulvers bestimmen. Zu den wichtigen Pulvereigenschaften gehören:

- Kornmorphologie
- Interpartikuläre Haftkräfte
- Partikelgrößenverteilung
- Packungsdichte
- Fließfähigkeit

Im Folgenden werden die zentralen Qualitätskriterien für Pulver vorgestellt und deren Auswirkung auf den 3D-Druck-Prozess verdeutlicht [8].

2.1.2.1 Kornmorphologie und Oberflächenrauigkeit

Für eine gute Fließfähigkeit sind runde bzw. sphärische Partikel zu bevorzugen. Aufgrund der Rundheit werden die Kontaktflächen zwischen den Pulvern minimiert. Spratzige oder ungleichmäßig geformte Partikel verursachen dahingegen eine mechanische Verklammerung der Pulverpartikel. Dies stellt eine zusätzlich zu überwindende Kraft bei der Fließbewegung dar und beeinträchtigt daher die Fließeigenschaften negativ. Aus diesem Grund werden für die additive Fertigung größtenteils gasverdünnte Pulver eingesetzt [8; 26; 27].

Neben der Morphologie hat auch die Oberflächenrauigkeit der Pulver Einfluss auf die Fließfähigkeit. Ein bekanntes Phänomen ist die Anhaftung von kleineren Pulverpartikeln, sogenannte Satelliten. Mussatto et al. [28] zeigen in ihrer Studie, dass die Satellitenausbildung der Pulver im LPBF-Prozess zu einer verringerten Fließfähigkeit führt, die durch die mechanische Verhakung der Nachbarpartikel an den Satelliten zu begründen ist. Ein großes Maß an Oberflächenunebenheiten ist daher ebenfalls zu vermeiden [28–31].

Darüber hinaus wird auch die Packungsdichte der Pulver in entscheidendem Maße von der Partikelform beeinflusst, wie in Abbildung 2-3 zu erkennen ist. Auf der Y-Achse ist die Packungsdichte dargestellt, auf der X-Achse die Rundheit der Partikel ($0 =$

absolut unspärlich, 1 = perfekte Kugel). Es ist ersichtlich, dass mit steigender Sphärizität der Pulverpartikel eine erhöhte Fließfähigkeit einhergeht und daher die Packungsdichte ansteigt.

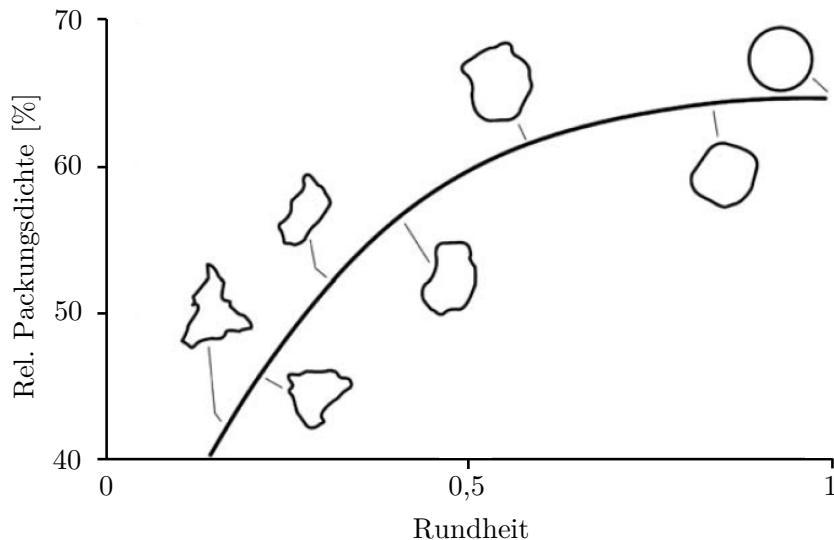


Abbildung 2-3: Einfluss der Partikelmorphologie auf die Packungsdichte [32]

Speziell für den Binder-Jetting-Prozess ist die Packungsdichte ein bedeutender Faktor, da die Grünteildichte durch die Packungsdichte des Pulvers dominiert wird. Darüber hinaus ist eine hohe Packungsdichte erstrebenswert, um möglichst schnell eine hohe Sinterdichte zu erreichen. Elliott et al. [33] haben den Einfluss der Partikelmorphologie für Titanpulver im Binder-Jetting analysiert. Die Autoren kommen zu dem Schluss, dass gasverdünnte Partikel aufgrund der höheren Fließfähigkeit dichter packen und daher zu bevorzugen sind [8; 33; 32].

2.1.2.2 Interpartikuläre Haftkräfte

Interpartikuläre Haftkräfte sind als anziehende Kräfte zwischen den Pulverpartikeln zu verstehen. Durch die anziehende Wirkung muss eine zusätzliche Kraft bei der Initiierung der Fließbewegung aufgebracht werden. Dabei sind interpartikuläre Haftkräfte ein Sammelbegriff für:

- Flüssigkeitsbrücken
- Van-der-Waals-Kräfte
- Elektrostatische Kräfte
- Gravitations- bzw. Gewichtskräfte

Diese Kräfte sind vom Abstand der Pulverpartikel zueinander abhängig, wie Abbildung 2-4 verdeutlicht [34; 35].

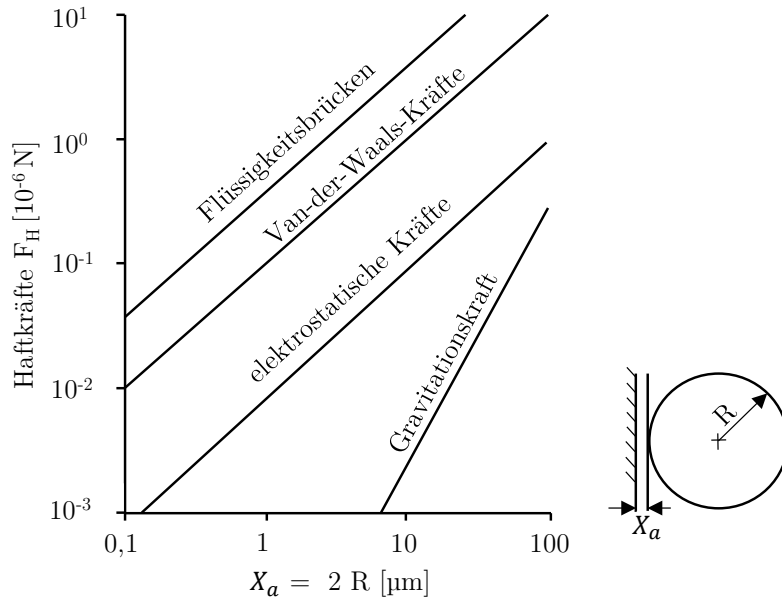


Abbildung 2-4: Verlauf der Interpartikuläre Haftkräfte in Abhängigkeit vom Abstand der Pulverpartikel [35]

Gemessen werden die einzelnen interpartikulären Haftkräfte eines Pulverpartikels zu einer Wand im Abstand X . Flüssigkeitsbrücken und Van-der-Waals-Kräfte leisten bei einem kleinen Abstand den größten Beitrag. Sobald geladene Partikel vorhanden sind, dürfen auch elektrostatische Kräfte nicht vernachlässigt werden. Mit steigendem Abstand werden vor allem Gravitations- bzw. Gewichtskräfte dominant. Dies ist der Grund dafür, dass Pulver mit sehr geringen Partikelgrößen eine geringere Fließfähigkeit besitzen als Pulver mit großen Partikelgrößen (vgl. Abbildung 2-5) [29; 30; 36–38].

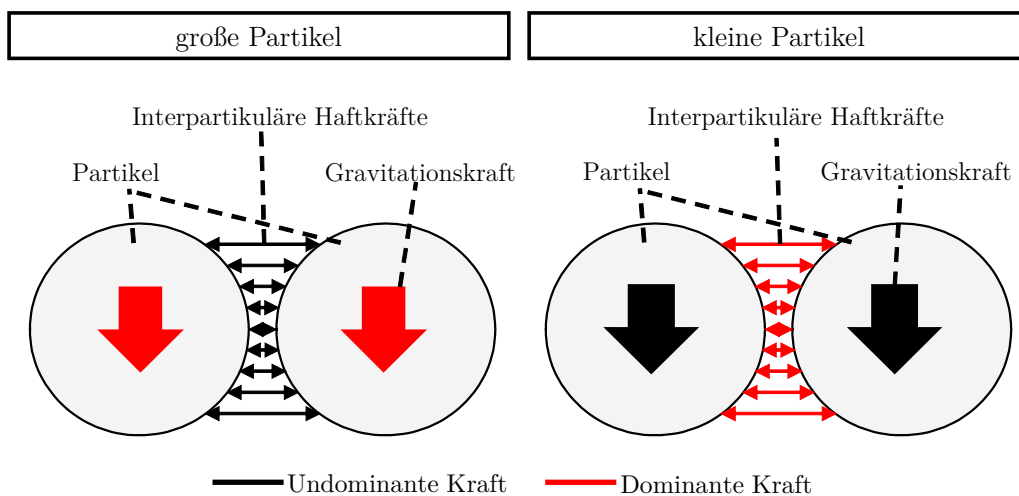


Abbildung 2-5: Dominante Kräfte für verschiedene Partikelgrößen [39]

Betrachtet werden Partikel mit einer großen und einer kleinen Partikelgröße. In beiden Fällen herrschen zwischen den Partikeln interpartikuläre Haftkräfte, speziell Van-der-Waals-Kräfte. Darüber hinaus wirken auf alle Partikel Gravitationskräfte. Bedingt durch die Größe und das Gewicht der Partikel sind Gravitationskräfte in großen Partikeln höher und stellen gegenüber den interpartikulären Haftkräften die dominante Kraft dar. Das sorgt dafür, dass die Pulver nur geringe Kräfte untereinander ausbilden und durch die Gravitationswirkung beim Fließvorgang aneinander vorbeigleiten. Im Falle von kleineren Partikeln werden die Gravitationskräfte aufgrund der geringen Größe der Partikel vernachlässigbar und die Van-der-Waals-Kräfte werden die dominante Kraft. Durch die anziehenden Kräfte wird die Fließfähigkeit verschlechtert [34; 39–41].

2.1.2.3 Partikelgrößenverteilung

In der additiven Fertigung werden Pulver mit unterschiedlicher Partikelgrößenverteilung verarbeitet, da die kleineren Partikel Hohlräume zwischen den größeren auffüllen und dadurch eine höhere Packungsdichte erreicht wird. Da sowohl die spezifische Oberfläche als auch das Gewicht der Pulverpartikel einen Einfluss auf die Fließfähigkeit haben, ist die Partikelgrößenverteilung ein weiteres nennenswertes Qualitätskriterium. Eine typische Partikelgrößenverteilung ist beispielhaft in Abbildung 2-6 dargestellt [22; 25].

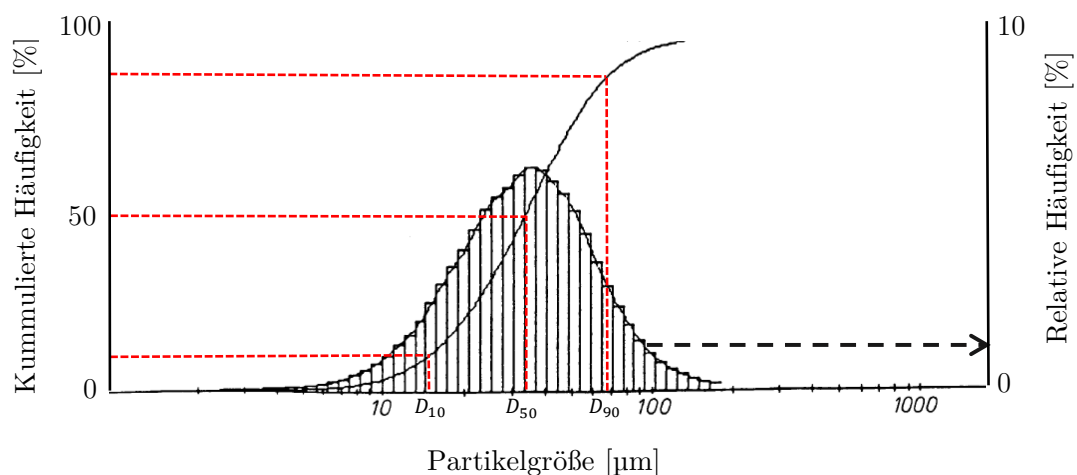


Abbildung 2-6: Beispiel für eine Partikelgrößenverteilung [25]

Auf der X-Achse ist die Partikelgröße in μm aufgetragen. Die primäre Y-Achse zeigt die kumulierte relative Häufigkeit in % und die sekundäre Y-Achse die relative Häufigkeit in %. Die Verteilungskurve kann einen oder mehrere Peaks aufweisen, sodass

man entweder von einer Normalverteilung oder von einer bi-, tri- oder multimodalen Verteilung spricht. Zudem ist es möglich, durch gezieltes Zumischen von Pulvern die Lage der Peaks zu variieren und so die Eigenschaften des Pulvers auf den Prozess maßzuschneidern. Neben der Verteilungskurve werden häufig auch die Perzentile D_{10} , D_{50} und D_{90} angegeben, um die Partikelgrößenverteilung zu beschreiben. Diese Werte beschreiben, dass jeweils 10 %, 50 % oder 90 % der Partikel unterhalb der jeweiligen Partikelgrößen liegen. Die Ausbildung dieser Peaks beeinflusst auch die Packungseigenschaften der Pulver, da kleine Partikel die Hohlräume zwischen den großen Partikeln auffüllen [8; 25].

Die Wahl der Partikelgrößenverteilung ist abhängig von den benötigten Prozesseigenschaften. Für Sinterverfahren sind aufgrund einer hohen spezifischen Oberfläche bspw. kleine Partikelgrößen geeignet. Für die additive Fertigung ist ein homogenes und dichtes Pulverbett ein zentrales Qualitätskriterium, das durch die Partikelgrößenverteilung beeinflusst wird. Barthel et al. [11] zeigen, dass die Packungsdichte der Pulver und die Grünteilichte mit sinkender Partikelgrößenverteilung abnimmt. Grund dafür ist die verstärkte Ausbildung von interpartikulären Haftkräften und eine verringerte Fließfähigkeit für kleine Partikelgrößen. Bai et al. [7] haben die Verwendung von bimodalen Pulvern im Binder-Jetting von Kupfer studiert. Durch geeignete Anpassung der Partikelgrößenverteilung wird die Grünteilichte um ca. 10 % gesteigert und auch die Sinterdichte verbessert. Elliott et al. [33] haben ähnliche Beobachtungen bei der Verwendung von Inconel-Pulvern im Binder-Jetting gemacht.

2.1.2.4 Packungsdichte

Die Packungsdichte gibt an, wie dicht das Pulver in unterschiedlichen Zuständen gepackt werden kann. Beim Binder-Jetting beeinflusst die Packungsdichte einige Faktoren. Die Dichte des Grünteils ist maßgeblich von der Packungsdichte der Pulver abhängig. Zudem hat die Packungsdichte einen Einfluss auf die Pulver-Binder-Interaktion, da die Kapillarkräfte durch die Porosität des Pulvers beeinflusst werden. Auch die Grünteilfestigkeit ist abhängig von der Dichte, da in einem dichteren Pulverbett eine größere Anzahl an Pulverkontakten existiert. Des Weiteren wird eine möglichst hohe Grünteilichte angestrebt, um den Sinterprozess zu verkürzen und den Schrumpf während des Sinters so gering wie möglich zu halten [8; 12; 14; 33; 42].

Um die Packungsdichte von Metallpulvern zu analysieren, wird die Schütt- bzw. Klopf-dichte der Pulver gemessen. Die Schüttdichte ist die (minimale) Dichte, die beim freien Fließen des Pulvers erreicht wird. Die Klopf-dichte wird durch einen Klopfprozess bestimmt und stellt die maximale Dichte eines Pulvers dar. Die Dichte, die während des Prozessablaufs beim Binder-Jetting erzeugt wird, liegt zwischen Schütt- und Klopf-dichte [8; 23; 43–45].

2.1.2.5 Fließfähigkeit

Der Begriff der Fließfähigkeit von Pulvern ist nicht eindeutig definiert. Grundsätzlich ist die Fließfähigkeit eines Pulvers ein komplexes Zusammenspiel aus Kräften, die der Fließbewegung entgegenwirken (bspw. Haftkräfte, mechanische Verhakung) und Kräften, die die Fließbewegung fördern (externe Kräfte, Schwerkraft etc.). Da die Fließbewegung zumeist durch externe Kräfte bewirkt wird, müssen diese bei der Bewertung der Pulver berücksichtigt werden. Es existiert kein eindeutiges Messverfahren, das die Fließfähigkeit eines Pulvers als gut oder schlecht definiert. Die Komplexität der Pulvereigenschaften wird vielmehr durch eine Vielzahl an Tests und Metriken abgebildet, welche die Einsatzverhältnisse des Pulvers möglichst differenziert widerspiegeln. Darüber hinaus existiert eine Vielzahl an Einflussfaktoren auf die Fließfähigkeit von Schüttgütern, wie bspw. die Partikelgrößenverteilung, die Morphologie, der Feuchtegehalt, die Dichte sowie die Oberflächenrauigkeiten und Oxidationsschichten. Ähnlich wie die Packungsdichte ist auch die Fließfähigkeit keine inhärente Pulvereigenschaft, sondern wird durch die oben genannten Punkte beeinflusst. Eine gute Fließfähigkeit resultiert in einem homogenen Pulverbettauftrag und verringert die Wahrscheinlichkeit für Fehlstellen [21; 30; 46–49].

Elliott et al. [33] zeigen, dass die Fließfähigkeit und Packungsdichte im Binder-Jetting-Prozess mit wasserverdünnten Inconel-Partikeln unzureichend sind und daher gasverdünnte Partikel zu bevorzugen sind. Schade et al. [50] und Barthel et al. [11] zeigen, dass die Verringerung der Partikelgrößenverteilung einen negativen Effekt auf die Fließfähigkeit hat, da die interpartikulären Haftkräfte dominanter werden. Dadurch wird auch die Neigung zur Agglomeratbildung während des Pulverauftrags gesteigert. Chen et al. [51] zeigen diesbezüglich auf, dass ab einem Partikelradius von 21,8 μm der Einfluss der Van-der-Waals-Kräfte dominant wird und sowohl Fließfähigkeit als auch Packungsdichte im Binder-Jetting-Prozess reduziert werden [11; 33; 50; 51].

Eine umfangreicheres Modell zur Bewertung der Fließfähigkeit von Schüttgütern wird durch Jenike dargestellt, das auch in dieser Ausarbeitung Anwendung findet und daher kurz erläutert wird [34; 52]. Maßgebend für die Theorie ist die in Abbildung 2-7 dargestellte Modellvorstellung eines Schüttgutes, das in einem unendlich tiefen Behälter gelagert wird, dessen Wände als reibungsfrei angenommen werden.

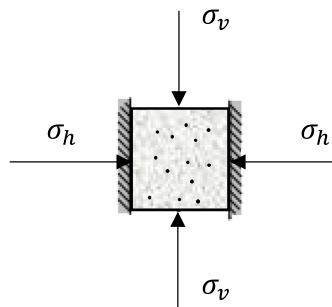


Abbildung 2-7: Modellvorstellung Schüttgut nach Jenike [35]

Auf das Schüttgut wirkt eine vertikale Druckspannung σ_v , aufgrund derer es zu der Ausbildung einer horizontalen Spannung σ_h kommt. Das Verhältnis dieser beiden Spannungen wird als Horizontallastverhältnis λ bezeichnet. Aus dieser Betrachtung wird abgeleitet, dass eine aufgebrachte Vertikalspannung in einer Ebene eine Horizontalspannung in einer anderen Ebene verursacht, die das Pulver zum Fließen bringt. Wichtig hierbei ist die Kenntnis über die Ebene, in welcher der Fließvorgang beginnt und das Wissen über die entsprechende Horizontallast, die für den Fließvorgang benötigt wird [41; 53].

Diese Informationen (Ebene und Last) können aus dem entsprechenden Mohrschen Spannungskreis entnommen werden (s. Abbildung 2-8).

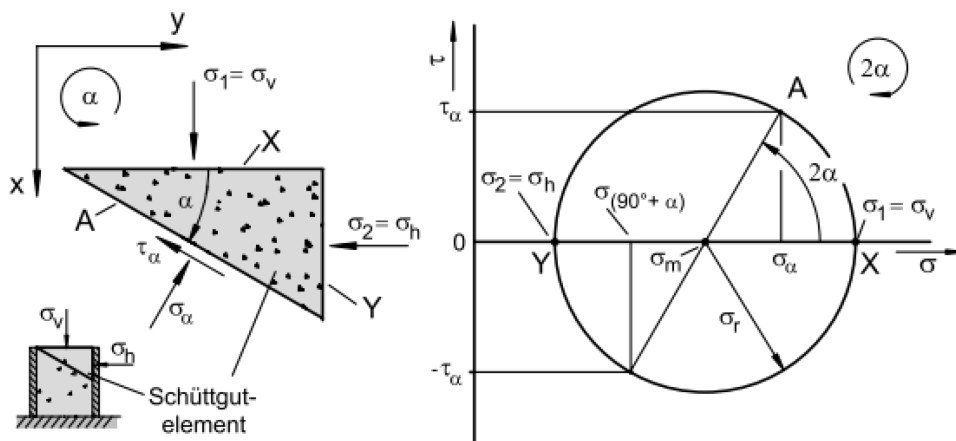


Abbildung 2-8: Konstruktion des Mohrschen Spannungskreises [35]

Über den Mohrschen Spannungskreis werden alle Wertepaare der Normal- und Schubspannungen in einer beliebigen Schnittebene dargestellt. Zur Konstruktion des Mohrschen Spannungskreises ist mindestens ein bekanntes Wertepaar aus Normal- und Schubspannung notwendig. In diesem Beispiel ist die aufgebrachte Verfestigungsspannung $\sigma_1 = \sigma_v$ und $\tau_0 = 0$, da die vertikale Ebene eine Hauptspannungsebene und daher schubspannungsfrei ist. Um nun die Kräfte in der um α gedrehten Schnittebene A zu erhalten, wird von dem bekannten Wertepaar aus eine Verschiebung in entgegengesetzter Richtung um zwei α durchgeführt. Der Punkt A markiert damit das Wertepaar σ_α und τ_α [53].

Überträgt man diese Theorie nun auf einen realen Versuch, gelangt man zum in Abbildung 2-9 dargestellten Modellversuch für die Bestimmung der Druckfestigkeit.

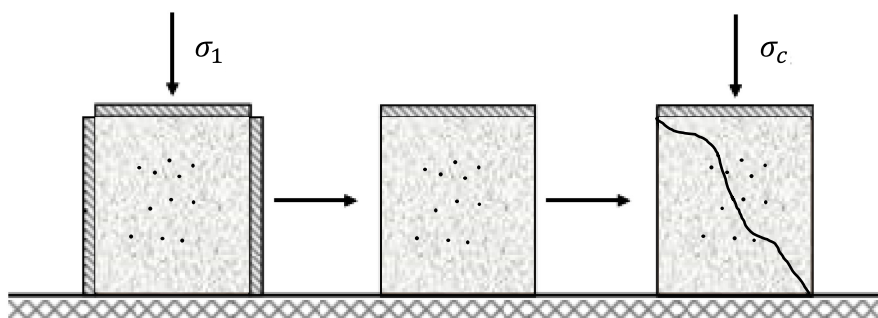


Abbildung 2-9: Modellversuch für die Bestimmung der Druckfestigkeit [34]

Dabei wird ein Behälter mit Pulver gefüllt und von außen mit einer vertikalen Spannung σ_1 belastet und verdichtet. Aus diesem Grund wird σ_1 auch als Verfestigungsspannung bezeichnet. Anschließend werden die stabilisierenden Wände des Behälters entfernt und die Probe wird mit einer weiteren vertikalen Spannung belastet, bis es zum Abgleiten der Pulverpartikel kommt und die Probe anfängt zu fließen. Die dafür nötige Spannung σ_c wird auch als Druckfestigkeit bezeichnet [53; 54].

Die charakteristische Größe für die Fließfähigkeit bezeichnet Jenike als ff_c -Wert, der gemäß Gl. 2.1 als Quotient aus Verfestigungsspannung und Druckfestigkeit definiert wird.

$$ff_c = \frac{\sigma_1}{\sigma_c} \left[\frac{MPa}{MPa} \right] \quad \text{Gl. 2.1}$$

Je höher also der ff_c -Wert, desto besser ist die Fließfähigkeit des Schüttgutes, da bei gleicher Verfestigungsspannung weniger Druck nötig ist, um die Fließbewegung zu initiieren. Dabei ist zu beachten, dass die Druckfestigkeit von der Verfestigungsspannung

abhängig ist. Eine hohe Verfestigungsspannung bewirkt eine große Verdichtung des Pulvers. Die Verdichtung hat eine größere Festigkeit des Pulvers zur Folge, wodurch eine größere Spannung bzw. Kraft benötigt wird, um die Probe zum Fließen zu bringen.

Um ein Schüttgut daher vollständig zu charakterisieren, sind Versuche bei verschiedenen Verfestigungsspannungen notwendig. Wie bereits erwähnt werden für jedes Versuchspaar Mohrsche Spannungskreise erzeugt, die Aufschluss über den Fließort geben. Dies ist beispielhaft in Abbildung 2-10 dargestellt [34; 35; 52]].

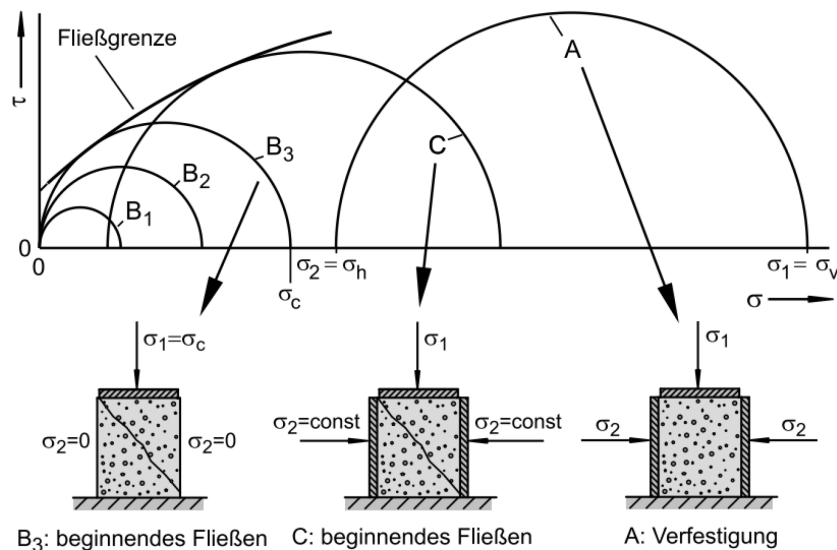


Abbildung 2-10: Konstruktion der Fließgrenze [35]

Betrachtet wird zunächst der Spannungskreis A. Aufgrund der Annahmen sind die Schubspannungen $= 0$. Daher liegen sowohl Verfestigungsspannung als auch die zugehörige Horizontalspannung auf der σ -Achse. Werden nun die Wände des Behälters entfernt, werden mit steigender Drucklast σ_1 verschiedene Spannungszustände durchlaufen, die durch die Spannungskreise B1, B2, B3 definiert werden. Beim Spannungszustand B3 ist schließlich die Druckfestigkeit erreicht und die Probe beginnt in einer Ebene zu fließen. Anhand dessen wird deutlich, dass die Fließgrenze den Spannungskreis B3 an einem Punkt tangieren muss. Die Tangente definiert damit das Wertepaar σ_α , τ_α und den Winkel α der Schnittebene. Einen größeren Spannungskreis als B3 kann es nicht geben, da die Probe bereits bei Erreichen des Spannungszustandes B3 bricht. Aus Gründen der Vollständigkeit ist noch der Spannungszustand C dargestellt, bei dem von außen eine Horizontallast $\sigma_2 > 0$ aufgebracht wird. Auch hier kommt es bei einer höheren Druckbelastung zum Fließen der Probe und einer Tangente des Fließortes [52; 53; 55].

Die hier dargestellten Betrachtungen ermöglichen es nun, eine Fließfunktion A zu erstellen, welche die Einhüllende aller Spannungskreise darstellt (vgl. Abbildung 2-11). Durch Verwendung des eindeutig messbaren ff_c -Wertes ist Jenike in der Lage, eine Einteilung verschiedener Schüttgüter vorzunehmen, von 1 = nicht fließend bis hin zu 10 = frei fließend. Da es sich hier um ein σ_c - σ_1 -Diagramm handelt, werden die entsprechenden Wertepaare dazu genutzt, die Fließfunktion A eines Schüttgutes einzuzeichnen und somit eine Einteilung der Fließfähigkeit bei verschiedenen Verfestigungsspannungen vorzunehmen. Mithilfe einer Scherzelle werden diese unterschiedlichen Spannungszustände geprüft [35; 52].

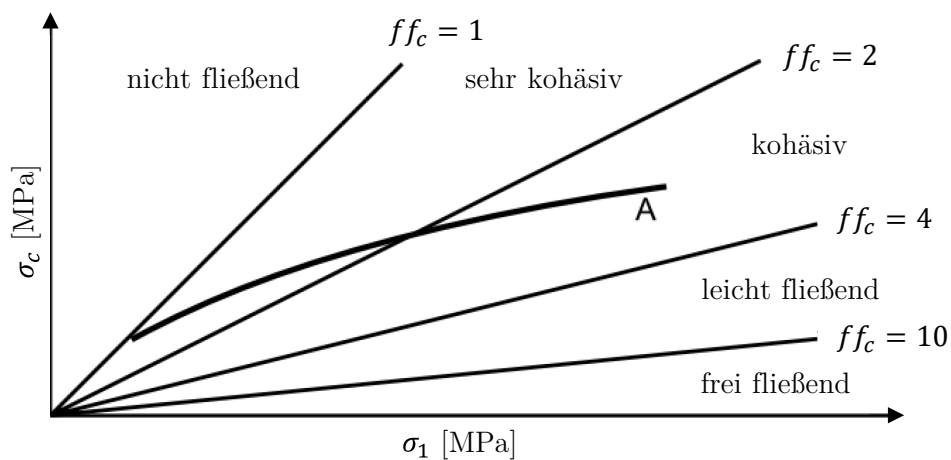
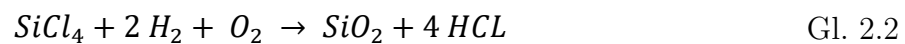


Abbildung 2-11: Beurteilung der Fließfähigkeit von Pulvern anhand des ff_c -Wertes [35]

2.2 Fließhilfsmittel

In der vorliegenden Arbeit werden Additive dazu genutzt, die Fließfähigkeit und damit verbunden die Packungsdichte von Pulvern zu verbessern. Inspiriert wird dieser Ansatz durch die Lebensmittel- und Pharmaindustrie, in denen bspw. pyrogene Kieselsäure (englisch: fumed silica) bereits für solche Fälle eingesetzt wird. Insbesondere in der Pharmaindustrie sind gut fließ- und pressfähige Pulver notwendig, um eine genaue Dosierung der Wirkungsmenge für Kapseln und Tabletten zu realisieren. Da pyrogene Kieselsäuren auch in dieser Arbeit einen maßgeblichen Anteil haben, wird die Herstellung und Wirkweise nachfolgend erläutert [34; 56; 57].

In chemischer Hinsicht sind Kieselsäuren hochdisperses SiO_2 . Bei der Flammenhydrolyse wird Siliziumtetrachlorid bzw. Siliziumtetrafluorid zu pyrogener Kieselsäure nach der folgenden Reaktionsgleichung umgesetzt (vgl. Gl. 2.2) [39; 56]:



Die Reaktionsprodukte werden der Prozesskammer bereits vorgemischt als Gase zugeführt. Die Verbrennung findet bei ca. 1.800° C statt, wobei direkt an der Flamme kleine Kondensationskügelchen entstehen, die bei Kontakt miteinander verschmelzen. Im weiteren Verlauf werden die Teilchen von der Flamme weggeleitet, wodurch die Temperatur schrittweise sinkt. Dabei versintern die Teilchen zu einem kettenartigen Netzwerk, welches für die Struktur von pyrogener Kieselsäure charakteristisch ist (vgl. Abbildung 2-12) [34; 39; 56].

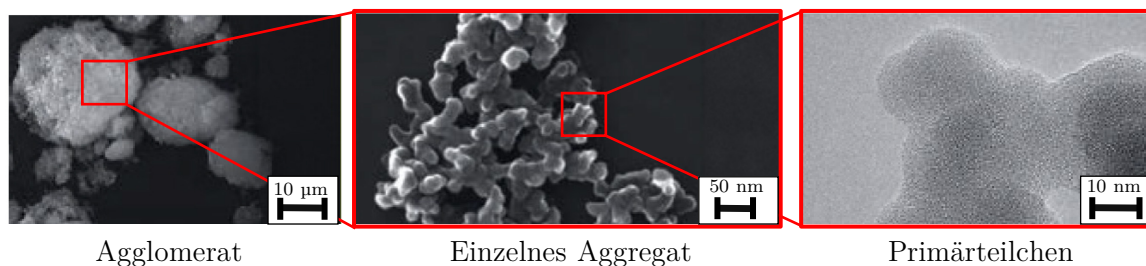


Abbildung 2-12: Übersicht über netzwerkartige Struktur pyrogener Kieselsäure [39]

Übliche Größen für Agglomerate von pyrogener Kieselsäure liegen zwischen 10 µm und 25 µm. Einzelne Aggregate liegen im Bereich von 100 nm - 1.000 nm und die Primärteilchengröße liegt im Bereich von 1 nm - 100 nm. Über die Prozessparameter (bspw. Temperatur und Auslegung der Kühlstrecke) ist die Form der pyrogenen Kieselsäure und damit auch deren Eigenschaften in einem weiten Feld anpassbar. So

entstehen bei höheren Prozesstemperaturen kleinere Primärteilchen, die wiederum eine erhöhte spezifische Oberfläche zur Folge haben. Pyrogene Kieselsäure ist nach der Flammenhydrolyse ein hydrophiles Produkt, kann aber durch nachträgliche Bearbeitung der Oberfläche auch hydrophobisiert werden, sodass eine (dauerhafte) Benetzung mit Wasser ausgeschlossen ist [34; 39; 56].

Wie bereits erwähnt, wird pyrogene Kieselsäure genutzt, um die Fließfähigkeit von insbesondere nicht fließenden bis kohäsiven Schüttgütern zu modifizieren. Die schematische Wirkweise ist in Abbildung 2-13 dargestellt.

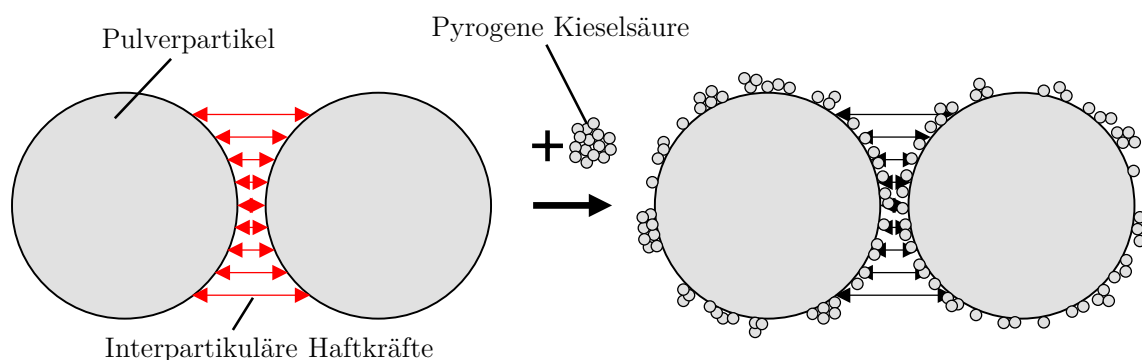


Abbildung 2-13: Schematische Wirkweise pyrogener Kieselsäure [39]

Bei Zugabe von pyrogener Kieselsäure legen sich die Primärpartikel an die Außenhaut der Pulverpartikel an. Dadurch wird eine Nanorauigkeit auf der Oberfläche erzeugt, durch die der Abstand der Partikel zueinander erhöht wird. Die interpartikulären Haftkräfte werden durch einen erhöhten Abstand verringert, da diese vom Abstand der Partikel zueinander abhängig sind (vgl. Kapitel 2.1). Für die Fließbewegung der Pulver müssen somit geringere Kräfte aufgebracht werden, was in eine bessere Fließfähigkeit resultiert [39; 56–59].

Gemäß Meyer [55] ist die modelltheoretische Wirkweise des Aerosils in vier Bereiche zu unterteilen, die schematisch in Abbildung 2-14 dargestellt sind. Die hellen runden Partikel stellen das Additiv dar und besitzen einen Durchmesser von d_a . Die dunklen Halbschalen veranschaulichen die Trägerpartikel, auf denen die Additive adsorbiert werden. In der ersten Phase sind nach einer sehr kurzen Mischdauer bzw. bei geringen Additivkonzentrationen nur wenige Primärpartikel des Additivs auf der Oberfläche des Trägers vorhanden. Träger-Träger-Kontakte werden weiterhin ausgebildet, wodurch es zur Ausbildung von interpartikulären Haftkräften kommt und die Fließfähigkeit konstant bleibt. In der Phase zwei steht, bspw. getrieben durch den Mischprozess, eine höhere Anzahl an Additiven auf den Oberflächen des Trägers zur Verfügung. Dadurch werden Träger-Additiv-Träger-Kontakte ausgebildet.

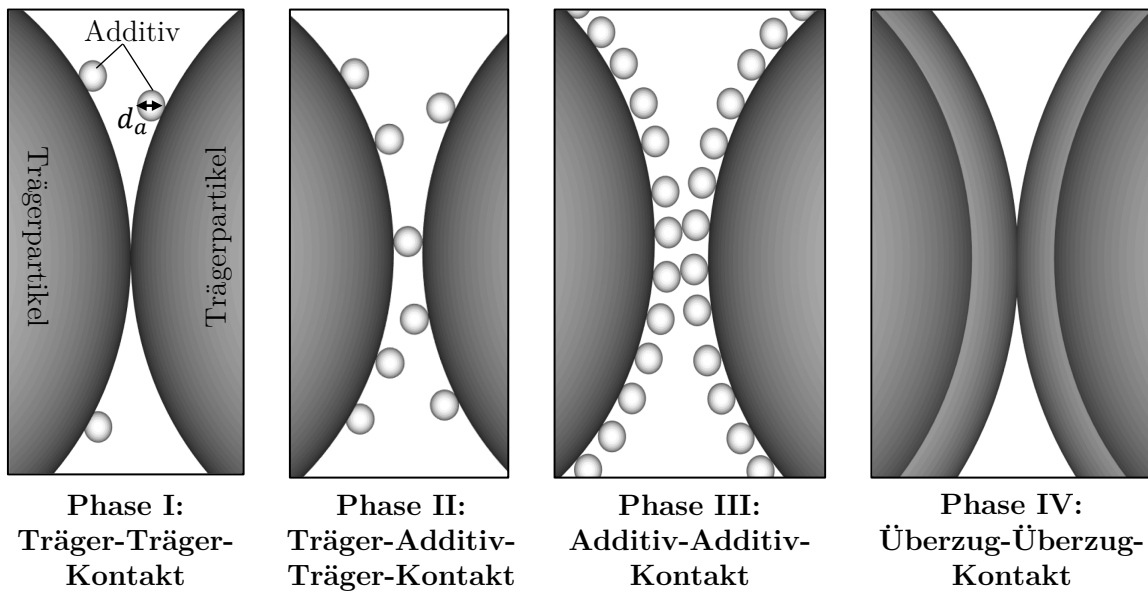


Abbildung 2-14: Vier-Phasen-Modell der Wirkweise von Fließhilfsmitteln nach Meyer [55; 60]

Diese Kontaktart reduziert bereits die interpartikulären Haftkräfte, da der Abstand der beiden Trägerpartikel erhöht wird und die Kontaktfläche reduziert ist. In der Folge steigt die Fließfähigkeit der Pulver an. Der Abstand der Trägerpartikel umfasst hierbei den Durchmesser d_a eines Primärpartikels des Additivs. Bei Steigerung des Belegungsgrades von Additiv auf dem Trägerpartikel wird die Phase drei erreicht. Die beiden Trägerpartikel sind fast vollständig mit Primärpartikeln des Additivs bedeckt, wobei noch kein geschlossener Film entstanden ist. An diesem Punkt beträgt nun der Abstand der beiden Trägerpartikel zueinander zwei d_a . In diesem Zustand ist der maximale Abstand zwischen den Trägerpartikeln eingestellt und die Kontaktfläche auf ein Minimum reduziert. Somit sind in Phase drei die interpartikulären Haftkräfte am niedrigsten, wodurch die höchste Fließfähigkeit erreicht wird. Meyer zeigt darüber hinaus, dass der Hauptbeitrag durch Reduktion der interpartikulären Haftkräfte und nicht durch die Verringerung der Reibung zwischen den einzelnen Trägerpartikeln erfolgt. Bei einer weiteren Zugabe von Additiven entsteht ein geschlossener Film aus Primärpartikeln des Additivs, der die Oberfläche des Trägerpartikels vollständig einhüllt. In dieser Phase bilden Träger- und Primärpartikel des Additivs ein neues Partikel aus, das vollständig durch die Oberflächeneigenschaften des Fließhilfsmittel dominiert wird. Dadurch werden interpartikuläre Haftkräfte zwischen den Additiven aufgebaut, wodurch die Fließfähigkeit wiederum negativ beeinträchtigt wird und sinkt [34; 55; 60]. Fraglich ist, inwiefern dieses Modell auf Metallpulver übertragbar ist, was mit der vorliegenden Arbeit untersucht wird.

In der Literatur existieren verschiedene Ansätze zur Modellierung der Van-der-Waals-Kräfte mit nanoskaligen Oberflächenrauigkeiten. Rumpf [61] hat ein erstes Kugel-Platte-

Modell etabliert, das allerdings nur in erster Annäherung Auskunft über die Van-der-Waals-Kräfte gibt. Meyer [55] hat in ihrer Arbeit diesen Ansatz zu einem Drei-Punkt-Modell weiterentwickelt, das die realen Schüttgutverhältnisse besser beschreibt. Abbildung 2-15 bildet dieses Modell schematisch ab.

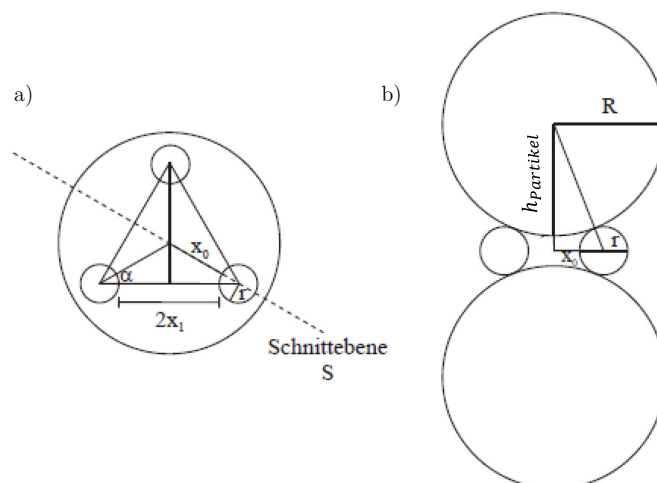


Abbildung 2-15: Schematische Darstellung des Drei-Punkt-Kontaktmodells nach Meyer (a: Draufsicht, b: Schnittebene) [62]

Aus dem Modell kann der Abstand $h_{Partikel}$ zwischen den beiden Schüttgutpartikeln gemäß Gl. 2.3 berechnet werden.

$$h_{Partikel} = \sqrt{(R + r)^2 - \frac{4}{3}(x_1 + r)^2} - R \quad [nm] \quad \text{Gl. 2.3}$$

Daraus geht hervor, dass der Abstand zwischen den beiden Schüttgutpartikeln sowohl durch den Abstand x_1 zwischen den adsorbierten Fließhilfspartikeln als auch durch deren Radius beeinflusst wird. Anhand des Modells kann darüber hinaus gezeigt werden, dass die Oberflächenbelegung die determinierende Größe ist und der Radius r der Fließhilfspartikel lediglich einen marginalen Effekt hat [34; 55; 62].

Wie in Abbildung 2-12 dargestellt liegen pyrogene Kieselsäuren im Grundzustand als Agglomerate vor. In einem Mischvorgang müssen diese aufgebrochen werden, um eine möglichst hohe Oberflächenbelegung zu erzeugen. Nach Bannister und Harnby [63] besteht der Mischvorgang aus den folgenden drei Phasen:

- Aufspalten der Agglomerate
- Kontaktbildung zwischen Kieselsäure und Träger an der Oberfläche
- Homogenisierung der Verteilung über die Dauer des Mischvorganges

Für das Mischen stehen grundsätzlich verschiedene Verfahren zur Verfügung. Dabei muss durch den Mischvorgang genügend Energie bereitgestellt werden, um die Aggregate aufzubrechen und in Primärpartikel aufzuspalten. Gleichzeitig muss der Energieeintrag in das Pulver geringgehalten werden, um die Partikelmorphologie nicht zu beeinflussen [56; 60; 62].

Neben dem Energieeintrag ist auch die Mischdauer von entscheidender Bedeutung. Der Einfluss von nanoskaligen Fließhilfen auf die Fließfähigkeit wurde bereits von Meyer und Eber anhand von Maisstärke untersucht. Unabhängig vom genutzten Fließhilfsmittel wird der in Abbildung 2-16 dargestellte charakteristische Verlauf aufgezeigt [55; 56; 62].

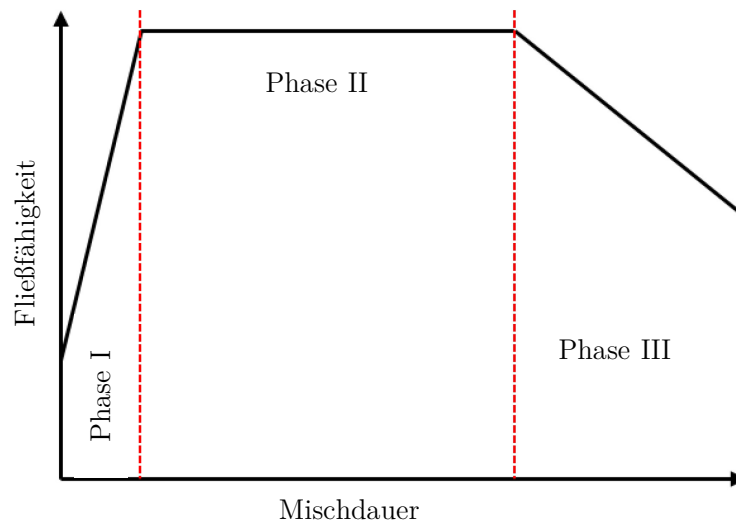


Abbildung 2-16: Schematischer Verlauf für die Fließfähigkeit in Abhängigkeit der Mischdauer [55; 56; 62]

In der ersten Phase werden große Agglomerate an der Pulveroberfläche adsorbiert. Im weiteren Verlauf des Mischens werden diese Agglomerate durch die Mischkraft aufgebrochen und fein verteilt, wodurch die Anzahl an Pulver-Pulver-Kontakten verringert wird und die Fließfähigkeit steigt. Eber [62] zeigt mit seinen Versuchen, dass es sich dabei um einen Mahlvorgang handelt, durch den die Agglomerate aufgebrochen werden. Im weiteren Verlauf wird eine Sättigung der Haftkräfte erreicht. Die Oberflächenbelegung mit Nanopartikeln ist ab diesem Zeitpunkt unabhängig von der Fließfähigkeit und bleibt dadurch auch bei längerer Mischdauer konstant. In der dritten Phase sinkt die Fließfähigkeit wieder, da die Pulverpartikel vollständig durch einen Film an Nanopartikeln umhüllt sind. Die Wirkweise durch Erhöhung der Rauheit bzw. des Abstandes geht verloren [62]. Inwiefern dieser charakteristische Verlauf auch auf Metallpulver übertragbar ist, wird in der vorliegenden Arbeit untersucht (vgl. Kapitel 4.3).

Meyer [55] etabliert darüber hinaus die Begriffe der Wirksamkeit und der Leistungsfähigkeit. Die Wirksamkeit des Fließhilfsmittels steht für die maximal mögliche Reduktion der interpartikulären Haftkräfte. Die Leistungsfähigkeit beschreibt die Mischzeit, die benötigt wird, um bei einer gegebenen Konzentration die Haftkräfte um einen definierten Betrag zu senken [55].

In der Literatur wurde der Einsatz von Fließhilfsmitteln für die additive Fertigung bisher nur wenig untersucht. Erste Untersuchungen im Bereich SLS sind durch Jacksch et. al [64] publiziert worden. Durch die Zugabe von 0,50 Gewichtsprozent (Gew.-%) Aerosil R8200 werden sowohl die Schüttdichte als auch die mechanischen Eigenschaften von gebrauchtem PA12-Pulver verbessert. Im Bereich des metallischen 3D-Drucks sind erste Ergebnisse durch Lüddecke et al. [19] und Pannitz et al. [65] veröffentlicht worden, die den Einsatz verschiedener Fließhilfsmittel für den LPBF-Prozess untersuchen. Die Autoren können die Fließfähigkeit der Pulver durch die Zugabe verschiedener Additive erhöhen und zudem eine Korrelation der Fließfähigkeit zur Schüttdichte aufstellen. In weiteren Versuchen haben die Autoren gezeigt, dass die Verarbeitungsqualität im LPBF-Prozess insbesondere durch Beschichtung der Pulver mit Siliziumcarbid (SiC) und Few-Layer-Graphene (FLG) verbessert wird [19; 64; 65]. Die Untersuchungen im LPBF-Verfahren zeigen zwar den Mehrwert der Fließhilfsmittel für metallische Pulver auf, allerdings sind die Korngrößenverteilungen im Binder-Jetting deutlich feiner und besitzen daher andere charakteristische Eigenschaften in Bezug auf die Fließfähigkeit und Packungsdichte. Zudem hat eine hohe Auftragsdichte des Pulvers im Binder-Jetting einen höheren Stellenwert, da ein direkter Einfluss auf das Sintern und damit auch die Ausbildung der mechanischen Eigenschaften gegeben ist. Bezüglich des Binder-Jetting-Prozesses sind zum bisherigen Zeitpunkt noch keine Kenntnisse oder Versuche veröffentlicht.

2.3 Binder-Jetting

In diesem Teil der Arbeit werden die Grundlagen des additiven Fertigungsverfahrens Binder-Jetting näher vorgestellt. Nachdem die gesamte Prozesskette erläutert wurde, erfolgt eine detaillierte Vorstellung des Pulverauftrags, des Binderauftrags und der Pulver-Binder-Interaktion, da diese für die vorliegende Arbeit von besonderer Bedeutung sind.

Die Technologie des Binder-Jetting wurde in den 1990er-Jahren vom Massachusetts Institute of Technology (MIT) entwickelt und patentiert. Seit Auslaufen der Patente sind mehrere kommerzielle Maschinenhersteller wie bspw. ExOne, Digital Metal und HP Inc. am Markt vertreten. Häufig wird dieses Verfahren auch als 3D-Printing (3DP) bezeichnet, da es dem Verfahren des Tintenstrahldrucks ähnelt [66–69]. Gegenüber anderen additiven Fertigungsverfahren für Metalle bietet das Binder-Jetting unter anderem die folgenden entscheidenden Vorteile [8; 70; 71]:

- Eine breitere Materialauswahl, da kein Schmelz- oder Schweißvorgang notwendig ist
- Eine erhöhte Auftragsgeschwindigkeit
- Keine Stützstrukturen während des Druckprozesses, wodurch der vorhandene Bauraum effizient genutzt wird

2.3.1 Prozesskette

Das Binder-Jetting-Verfahren besteht aus mehreren Prozessschritten zur Erzeugung des fertigen Bauteils. Da für die vorliegende Ausarbeitung nur metallische Ausgangsmaterialien von Interesse sind, liegt der Fokus im Folgenden auf dem Druckprozess für Metalle. In Abbildung 2-17 ist die gesamte Prozesskette dargestellt. Die einzelnen Prozessschritte werden im Folgenden näher vorgestellt, wobei mit dem Druckprozess begonnen wird, da die relevanten Pulvereigenschaften bereits in Kapitel 2.1 erläutert wurden.

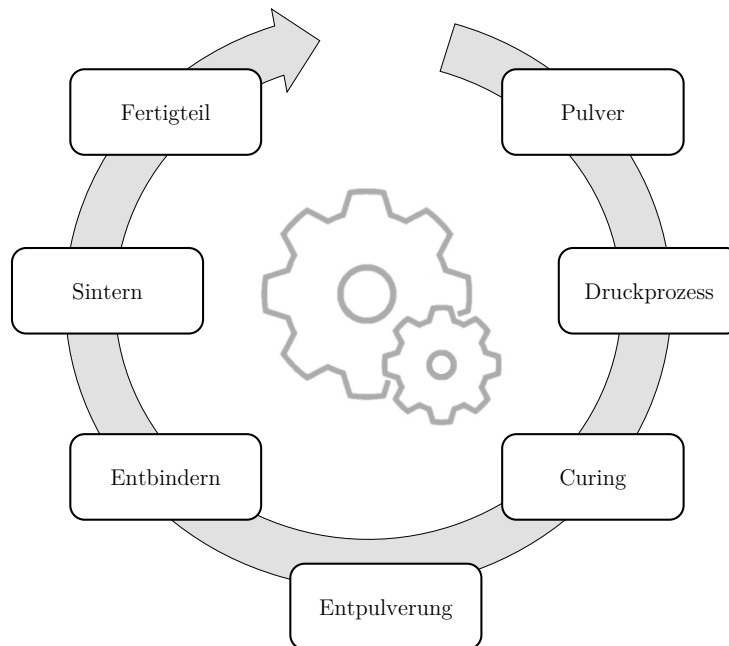


Abbildung 2-17: Schematische Darstellung der gesamten Prozesskette im Binder-Jetting [72]

2.3.1.1 Druckprozess

Der Druckprozess ist schematisch in Abbildung 2-18 dargestellt.

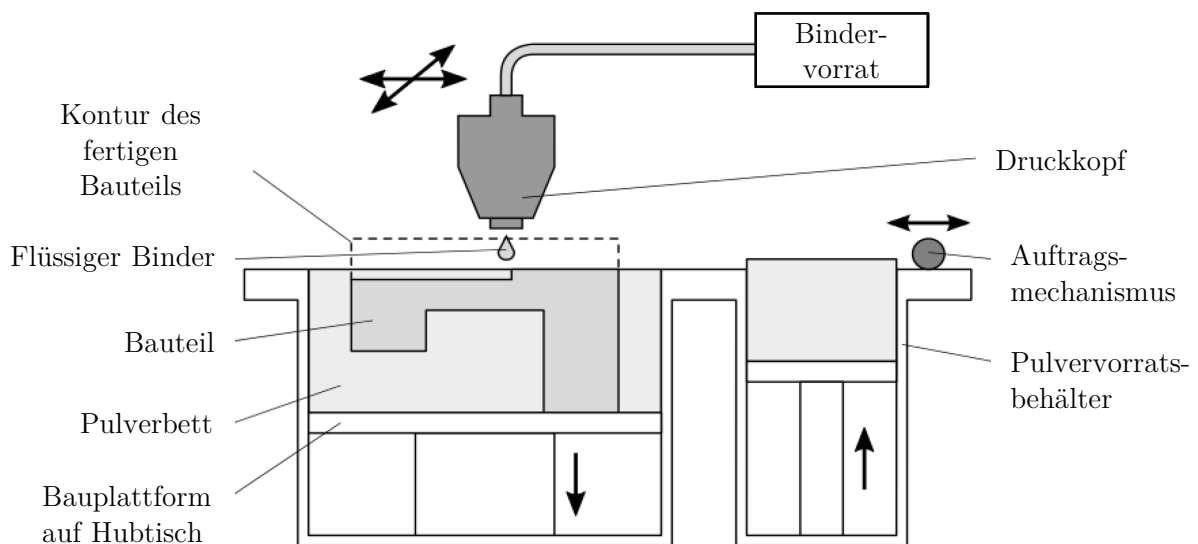


Abbildung 2-18: Schematischer Verfahrensablauf Binder-Jetting [73]

Zu Beginn des Druckprozesses wird der Pulvervorratsbehälter erhöht und per Auftragsmechanismus eine definierte Pulverschicht auf die Bauplattform aufgetragen. Anschließend wird der flüssige Binder über einen Druckkopf an definierten Stellen auf das Pulverbett aufgetragen. Das Pulver wird dadurch lokal verfestigt. Nachdem der Bindereintrag für eine gesamte Schicht erfolgt ist, wird dieser durch eine Wärmelampe

getrocknet. Dieser Schritt ist notwendig, da ein Auftragen auf eine noch restfeuchte Pulverschicht keinen homogenen Schichtauftrag zulässt. Darüber hinaus wird so die strukturelle Integrität des Bauteils während des Auftragsmechanismus gesichert. Anschließend verfährt die Bauplattform in Z-Richtung um eine Schichtdicke und eine neue Schicht Pulver wird aufgetragen. Der Prozess wird schichtweise iterativ solange wiederholt, bis die gewünscht Bauteilgeometrie vollständig aufgebaut ist [12; 66; 74].

2.3.1.2 Curing & Entpulvern

Nachdem der Druckprozess beendet ist, wird der Binder durch das sogenannte Curing thermisch ausgehärtet. Dadurch wird eine ausreichende Festigkeit der Bauteile garantiert, um die strukturelle Integrität des Bauteils während der Entpulverung sicherzustellen. Übliche Prozesstemperaturen liegen bei 130° C - 200° C. Je nach Anlagensystem wird das Curing innerhalb der Anlage oder in einem externen Ofen durchgeführt. Die Dauer wird unter anderem durch das Bindersystem und die Bauteilgröße definiert. Das Ergebnis des Druck- bzw. Curingprozesses wird als Grünteil bezeichnet und besitzt weiterhin eine geringe Festigkeit. Diese resultiert rein aus der Festigkeit des Binders und der Packungsdichte des Pulverbettes. Typische Grünteildichten liegen zwischen 40 % - 60 % der theoretischen Dichte des jeweiligen Vollmaterials. Die restlichen Bestandteile sind Binder und Poren. Nach dem Curing werden die Bauteile aus dem Pulverbett entnommen und entpulvert. Dabei werden Sauger, Pinsel und Druckluftdüsen eingesetzt, um die Bauteile sukzessive vom umliegenden Pulver zu befreien. Aufgrund der geringen Festigkeit muss vorsichtig gearbeitet werden, um die Grünteile nicht zu beschädigen oder zu zerkratzen. Innenliegende Kühlkanäle müssen darüber hinaus möglichst sorgfältig entpulvert werden, da das Pulver andernfalls nach dem Sintervorgang den Kanal dauerhaft blockiert [12; 70; 71; 75; 76].

2.3.1.3 Entbindern

Während der Entbinderung wird der Binder möglichst rückstandsfrei aus dem Grünteil entfernt. Der Prozessschritt ist notwendig, um die Eigenschaften der Legierung nicht zu beeinflussen und eine gute Verdichtung im Sinterprozess sicherzustellen. Wu et al. [77] zeigen beispielsweise, dass Restkohlenstoff aus einer unzureichenden Entbinderung einen großen Einfluss auf die Gefügeentwicklung im

Metallpulverspritzguss hat. Huber et al. [78] zeigen ähnliche Ergebnisse für das Binder-Jetting.

Um dieses Ziel zu erreichen, wird die thermische Entbinderung eingesetzt. Dafür werden die Bauteile oberhalb der Zersetzungstemperatur des Binders erhitzt und der verbleibende Binder ausgebrannt. Dabei muss mit einer geringen Aufheizrate gearbeitet werden, um Gasblasen und Blährisse innerhalb des Bauteils zu vermeiden. Das Ergebnis der Entbinderung ist das Braunteil, welches im Anschluss zu voller Dichte gesintert wird. Der Braunling enthält immer noch einen sogenannten „Backbone“, einen thermisch beständigeren Binderanteil, der erst kurz vor dem Sintern ausgebrannt wird und somit die Formstabilität gewährleistet. Je nach verfügbarer Ofentechnik wird aufeinanderfolgend in einer Ofenfahrt entbindert und gesintert oder die Entbinderung in einer eigenen Ofenfahrt durchgeführt [8; 78–81].

2.3.1.4 Sintern

Der letzte Schritt in der Prozesskette ist das Sintern. Grundsätzlich wird zwischen Fest- und Flüssigphasensintern unterschieden. Für die vorliegende Arbeit ist das Festphasensintern relevant und wird daher näher erläutert. Im Allgemeinen versteht man unter Festphasensintern die Wärmebehandlung eines pulverförmigen Werkstoffes unterhalb der Schmelztemperatur der höchstschmelzenden Legierungskomponente, sodass unter Einfluss von Temperatur und Zeit die Ausbildung von Kontaktbrücken unter den einzelnen Pulverpartikeln stattfindet. In der Literatur wird die Sintertemperatur T_s üblicherweise mit dem 0,8-fachen der Schmelztemperatur T_m angegeben (s. Gl. 2.4). In der Industrie werden für Stähle üblicherweise Temperaturen von $1.120^\circ\text{C} - 1.300^\circ\text{C}$ gewählt [22; 23].

$$T_s = 0,8 \times T_m \text{ [}^\circ\text{C]} \quad \text{Gl. 2.4}$$

Über die Kontaktbrücken der Partikel wird ein stoffschlüssiger Verbund erreicht, der die Werkstoffeigenschaften maßgeblich beeinflusst. Darüber hinaus ist das Ziel des Sinterns, eine Verdichtung des Gefüges zu erreichen und Porenräume weitestgehend zu schließen [22; 23; 82].

Die hohen Temperaturen des Sinterprozesses werden benötigt, um Diffusionsprozesse thermisch zu aktivieren und zu beschleunigen. Über die Diffusionsprozesse findet ein Stofftransport statt, sodass die Pulverpartikel zusammenwachsen. Dieser Vorgang ist

schematisch nach dem Zwei-Kugel-Modell in Abbildung 2-19 dargestellt [82]. Die Triebkraft des Sinterns besteht in der Verringerung der Oberflächenenergie γ und somit der Verringerung der Energie des Gesamtsystems. Je mehr Oberfläche zur Verfügung steht, desto größer ist der Drang des Systems zur Verringerung dieser Energie. Dieser Drang wird auch als Sinteraktivität bezeichnet und ist der Grund dafür, dass feine Pulver (viele kleine Körner = große Oberfläche) eine höhere Sinteraktivität als grobe Pulver (wenige große Körner = geringe Oberfläche) besitzen. [23; 83].

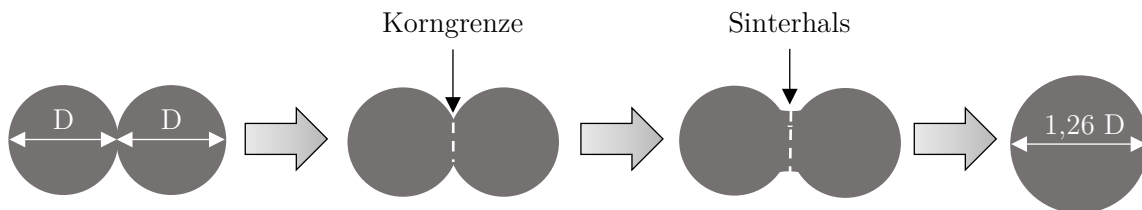


Abbildung 2-19: Schematische Darstellung des Zwei-Kugel-Modells für das Sintern

Stehen zwei Pulverkörner im Kontakt zueinander, wird die Oberflächenenergie durch die Ausbildung einer gemeinsamen Korngrenze verringert. Abbildung 2-20 zeigt die thermodynamisch notwendige Bedingung dafür.

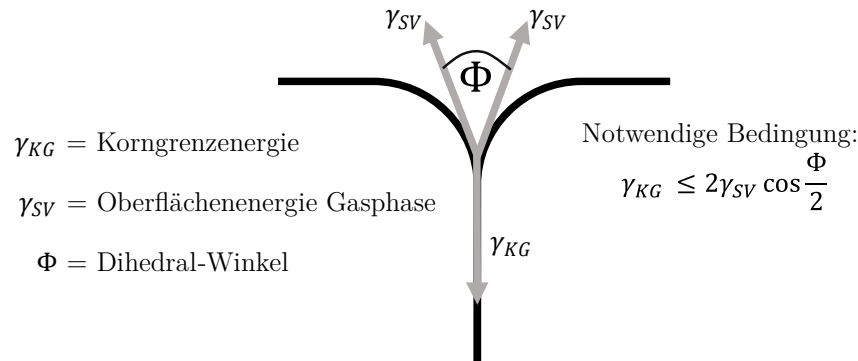


Abbildung 2-20: Bedingung zum Ausbau einer Korngrenze während des Sinterns [84]

Zur Ausbildung einer Korngrenze muss die Abnahme der Oberflächenenergie durch die Korngrenzenergie γ_{KG} kleiner sein als die Oberflächenenergie zur umgebenden Gasphase (oder Flüssigphase) γ_{SV} . Aus Abbildung 2-20 wird ersichtlich, dass die gewonnene Energie mit sinkendem Dihedral-Winkel verringert wird und dadurch mit einer steigenden Verdichtung auch eine Verringerung der Triebkraft des Sinterns einhergeht [23; 84].

Darüber hinaus ist die Kontaktstelle der beiden Pulverkörner immer geprägt durch einen konkaven Verlauf, wobei die Rundung des Partikels außerhalb der Kontaktstelle einen konvexen Verlauf aufweist. Es kann gezeigt werden, dass die

Leerstellenkonzentration in konkaven Verläufen höher ist als in geraden oder konvexen Verläufen. Der Ausgleich dieses Ungleichgewichtes führt zu einem Materialfluss von den konvexen Oberflächen zu den konkaven Oberflächen. Hierdurch wird eine Art Brücke zwischen den Teilchen ausgebildet, die im Allgemeinen als Sinterhals bekannt ist [8; 23].

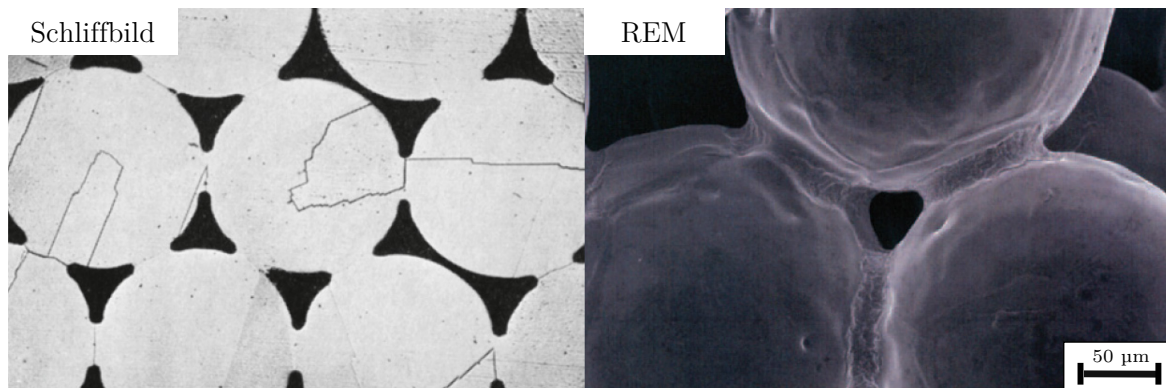


Abbildung 2-21: Beispiele für die Ausbildung von Sinterhälsen im Schlibfbild (links) und im REM (rechts) [23]

Beispiele hierfür sind anhand von Schlibfbild und Rasterelektronenmikroskop (REM) in Abbildung 2-21 dargestellt [84; 85]. Der Materialtransport zur Ausbildung und Wachstum der Sinterhalse findet dabei über verschiedenen Diffusionsprozesse statt, die in Abbildung 2-22 zusammenfassend abgebildet sind (Pfeilrichtung verdeutlicht Transportweg) [23; 84].

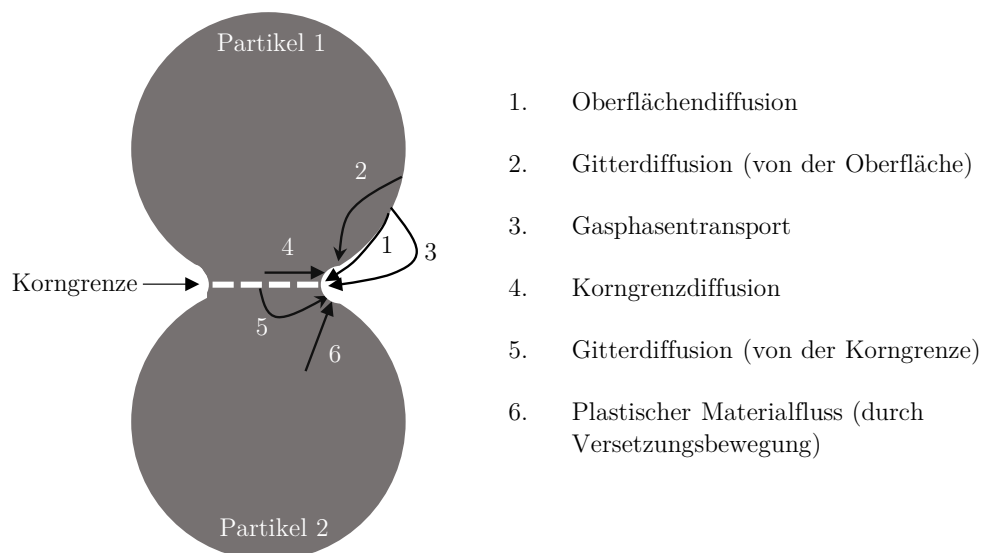


Abbildung 2-22: Sinterhalswachstum durch Diffusionsprozesse während des Sinterns [22; 84]

Die Verdichtung des Körpers erfolgt durch das Zusammenwachsen der Partikelmittelpunkte. Dies resultiert in Porenschluss und Schrumpfung der Bauteile. Der Schrumpfung ist im Binder-Jetting inhomogen, da die Dichte innerhalb einer Schicht höher ist als die Dichte zwischen den Schichten. In der Ebene (X-Y) ist der Schrumpfung deshalb

geringer als in Schichtaufbauichtung (Z), was wiederum bedingt, dass ein Aufmaß beim Drucken berücksichtigt werden muss. Nach dem Sintern wird so eine entsprechende Maßhaltigkeit sichergestellt. Für die Berücksichtigung eines Aufmaßes beim Drucken können bspw. simulative Methoden genutzt werden [8; 22; 23; 82]. Mit Abschluss des Sinterprozesses ist die Prozesskette des Binder-Jetting abgeschlossen. Die erreichbaren Dichten der Endteile liegen bei bis zu 97 % - 99 % der Volldichte des Ausgangsmaterials [8; 71; 86].

2.3.2 Pulverauftrag

Die vorangestellten Erläuterungen zeigen, dass eine möglichst hohe Grünteildichte als Ausgangspunkt für den Sinterprozess erstrebenswert ist. Neben den Pulvereigenschaften (vgl. Kapitel 2.1) wird die tatsächlich erzielbare Dichte maßgeblich über die Packungsdichte des Pulvers im Prozess bestimmt, die im Folgenden als Pulverbettichte bezeichnet wird. Damit ist der Pulverauftrag eine wichtige Prozessgröße, weshalb die für diese Ausarbeitung wichtigen Komponenten des Prozesses noch einmal detaillierter erläutert werden. Begonnen wird mit dem Pulverauftragsmechanismus und weiterführend die Interaktion von Pulver und Binder vorgestellt [8; 11; 75; 87].

Zur Dosierung des Pulvers wird in der vorliegenden Arbeit ein Hopper-System genutzt. Dabei wird der Hopper mit Pulver befüllt und durch Ultraschall angeregt, um einen konstanten Pulverfluss zu garantieren. Durch den Hopper wird das Pulver flächig vor dem Auftragsmechanismus abgelegt [8]. Als Auftragsmechanismus wird beim Binder-Jetting-Verfahren üblicherweise eine entgegen der Bewegungsrichtung rotierende Rolle eingesetzt, die mit einer definierten Rotations- und Verfahrensgeschwindigkeit über die Bauplattform bewegt wird (vgl. Abbildung 2-23). Cheng et al. [88] haben den Pulverauftrag simulativ untersucht. Abbildung 2-23 enthält das vergleichende Ergebnis.

Begünstigt wird der Pulverauftrag durch die entgegengesetzte Rotation der Rolle. In dem Spalt zwischen Rolle und Pulverbett wird das Pulver zusätzlich verdichtet. Bei der Rotation in Beschichtungsrichtung werden die Pulverpartikel bereits in verdichtete Bereiche geschoben. Dies resultiert in einer doppelten Schichthöhe der Pulverschüttung, wodurch die Prozessstabilität negativ beeinträchtigt wird [88]. Darüber hinaus kommen Haeri et al. [89] zu dem Schluss, dass ein Roller bei gleichen Auftragsverhältnissen im Vergleich zu einer Klinge bessere Ergebnisse erzielt, da die Rolle einen besseren Kontakt zum Pulver erzeugt [87; 89].

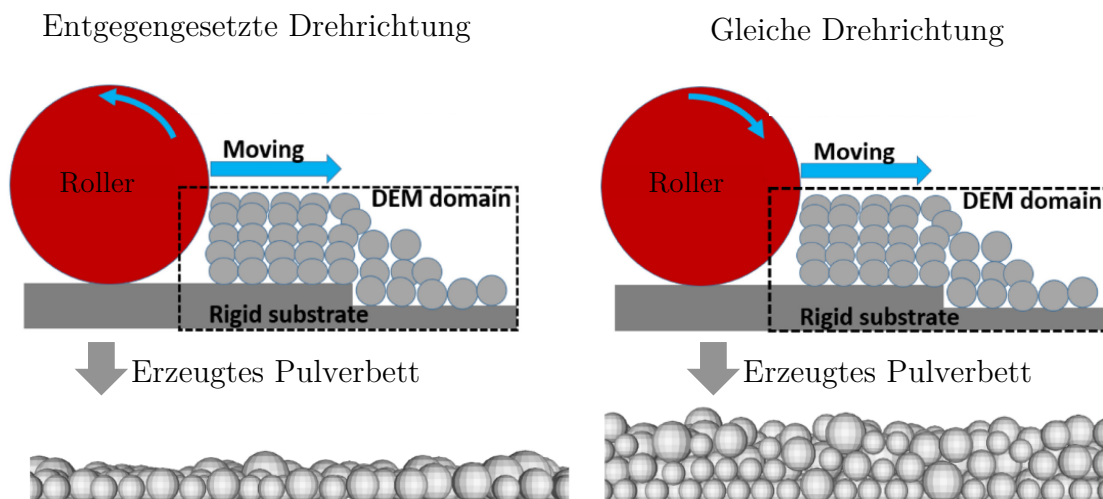


Abbildung 2-23: Vergleich der Pulverbettausbildung für verschiedene Rollerrichtungen [88]

Zu einem ähnlichen Ergebnis kommen auch Budding und Vaneker [90] sowie Nino und Sato [91]. Barthel et al. [87] haben den Einfluss des Pulverauftrags auf die Grünteildichte im Binder-Jetting analysiert und kommen zu dem Schluss, dass die relevanten Faktoren der Durchmesser der Rolle, die Schichtdicke und die Verfahrensgeschwindigkeit des Rollers sind.

Ein weiterer Faktor ist die sogenannte „supply-to-spread-ratio“. Über dieses Verhältnis wird die Menge des Pulvers definiert, die vor der Rolle liegt und anschließend flächig durch diese aufgetragen wird. Bestimmt wird dieser Parameter durch die Kombination aus Recoaterspeed (Geschwindigkeit, mit der das Pulverreservoir beim Pulverauftrag über das Pulverbett bewegt wird), Dispense on Delay (Zeit, in der das Pulverreservoir geöffnet ist, sodass Pulver entweichen kann) und der Ultraschallintensität in %, mit der das Pulverreservoir während des Auftrags beaufschlagt wird. Für den Parameter ist nur eine qualitative Beschreibung möglich, da es keine Sensorik oder Metrik gibt, welche die Menge an Pulver vor der Rolle misst oder beschreibt. Barthel et al. [87] haben mittels ANOVA-Analyse aufgezeigt, dass der Parameter keinen statistisch signifikanten Einfluss auf die Grünteildichte und somit auch nicht auf den Pulverauftrag hat. Bezüglich der Sinterdichte zeigen die Autoren einen geringen Effekt des Parameters auf, der durch andere Literaturergebnisse gestützt wird [87; 92; 93].

2.3.3 Pulver-Binder-Interaktion

Der zweite Prozessschritt zur Herstellung des Grünteils ist die Interaktion von Pulverbett und Binder. Im Folgenden werden die grundlegenden Erkenntnisse zu Bindersystemen dargestellt und die Pulver-Binder-Interaktion charakterisiert.

Grundlegende Funktion des Binders ist die mechanische Stabilisierung der Bauteilform innerhalb des Pulverbettes. In kommerziell verfügbaren Systemen werden größtenteils Drop-on-Demand-Druckköpfe genutzt, da diese eine bessere Kontrolle über die Tropfengröße und somit eine höhere Genauigkeit und Auflösung bieten. Bei den Drop-on-Demand-Druckköpfen ist zwischen thermischen und piezoelektrischen Druckköpfen zu unterscheiden [8; 75; 94; 95].

Beim Auftreffen auf das Pulverbett wird der Tropfen an der Oberfläche adsorbiert und durch Kapillarkräfte in das Pulverbett gezogen (vgl. Abbildung 2-24).

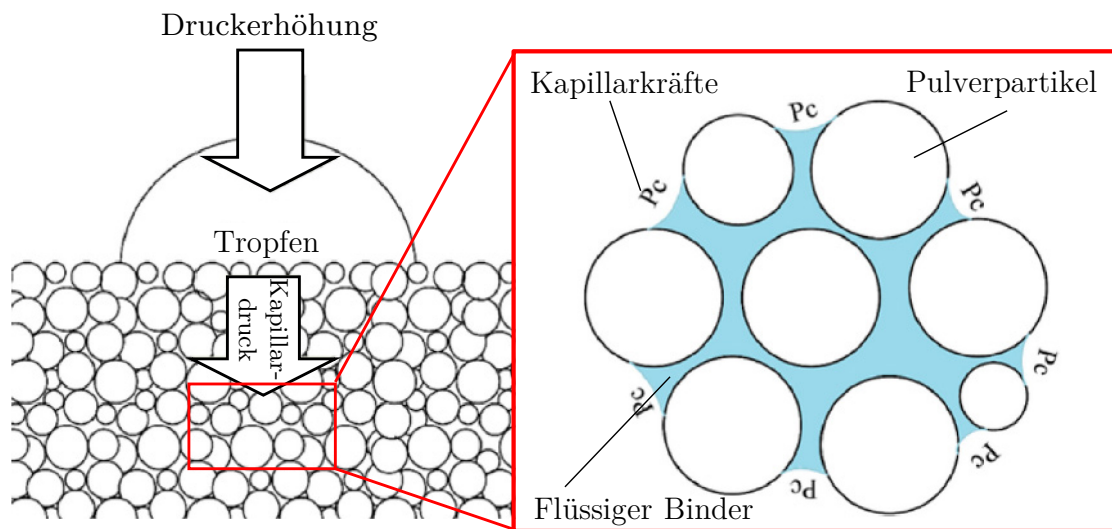


Abbildung 2-24: Schematische Darstellung der Binderpenetration (links.: schematisch, rechts: im Gleichgewicht) [96]

Voraussetzung dafür ist die Benetzbarkeit der Pulverpartikel mit dem Binder. Die Interaktion eines einzigen Bindertropfens mit dem Pulver erzeugt den sogenannten Nucleus und definiert die kleinste herstellbare Größe im Binder-Jetting. Miyanaji et al. [96] haben die Bindersättigung und die Penetration des Binders innerhalb der Pulverschichten genauer untersucht und kommen zu dem Ergebnis, dass diese einerseits durch die Kapillarkräfte aufgrund von Poren und andererseits durch die Druckerhöhung aufgrund der unterschiedlichen Oberflächenspannungen beeinflusst werden (vgl. Abbildung 2-24). Beide Faktoren sorgen dafür, dass der Bindertropfen nach Auftreffen auf das Metallpulver eindringt und sich innerhalb des Pulvers gleichmäßig verteilt, bis ein Equilibrium der Kapillarkräfte in alle Raumrichtung eingestellt ist. Die tatsächliche Größe des Nucleus definiert den maximalen Tropfenabstand zwischen zwei aufeinanderfolgende Tropfen. Dieser muss so gewählt werden, dass der zweite Tropfen sich innerhalb des Pulverbettes mit dem ersten verbindet, um eine funktionierende Linie auszubilden. In 2D wird die nächste Linie an Tropfen ebenfalls mit einer Überlappung

über die erste gelegt und so eine Schicht aufgebaut. In 3D muss der Binder mehr als eine Schichtstärke penetrieren, um einen funktionierenden Körper aufzubauen [96–99].

Zusätzlich sind zum einen das Verhältnis von Pulver zu Binder (Sättigungsgrad) und zum anderen die Penetration des Binders durch das Metallpulver entscheidende Faktoren beim Aufbau von maßhaltigen Teilen [100]. Die Bindersättigung S ist der volumetrische Anteil des Binders zum Volumen der Poren innerhalb einer definierten Größe des Pulverbettes und wird nach Gl. 2.5 berechnet.

$$S = \frac{1000 * V}{\left(1 - \left(\frac{PR}{100}\right)\right) * X * Y * Z} \quad [\%] \quad \text{Gl. 2.5}$$

V steht dabei für das Tropfenvolumen in μL , PR für die Packungsdichte des Pulvers in $\%$, X und Y bezeichnen den Tropfenabstand in μm und Z die Schichtdicke in μm . Wird zu viel Binder in das Pulverbett gegeben, wird dieses übersättigt. Dementsprechend benetzt der Binder unerwünschte Bereiche des Pulvers. Hierdurch verliert das Bauteil an Maßhaltigkeit. Der Vorgang wird auch häufig als „bleeding“ bezeichnet. Wird zu wenig Binder in das Pulver gegeben, entsteht eine unzureichende Verfestigung innerhalb der Schichten und im Schichtverbund. Dadurch wird die geometrische Stabilität negativ beeinflusst [8; 74; 96].

In diesem Zusammenhang ist auch die die Verfahrensgeschwindigkeit des Druckkopfes von Bedeutung, um ein maßhaltiges Werkstück aufzubauen. Einer der wichtigsten Faktoren hierbei ist die Auftreffgeschwindigkeit des Bindertropfens auf dem Pulverbett, die von Marston et al. [101] untersucht wurde (s. Abbildung 2-25).

Während bei der langsameren Aufprallgeschwindigkeit die Tropfenform weitestgehend erhalten bleibt und sich anschließend im Pulverbett verteilt, ist dieser Trend bei einer höheren Aufprallgeschwindigkeit nicht erkennbar. Hier wird der Tropfen bereits durch die erhöhten Kräfte beim Aufprall zerstört (sogenannte „Splashing“), sodass ein größeres Volumen des Pulvers benetzt wird. Das Splashing führt allerdings auch zu einem geringeren Kontaktwinkel zwischen Pulver und Bindertropfen, sodass die vollständige Penetration des Binders in das Pulver bereits nach ca. 25 ms erfolgt ist. Mit einer geringeren Aufprallgeschwindigkeit erfolgt dies erst deutlich später [101]. Beim Binder-Jetting wird der Bindertropfen jedoch nicht nur in Z-Richtung, sondern zusätzlich auch in X-Y-Richtung beschleunigt. Dies geschieht durch die kontinuierliche Bewegung des Druckkopfes während des Prozesses. In der Prozesssoftware ist hierfür ein Offset vorgehalten, sodass die Bindertropfen sicher an der vorgesehenen Stelle landen.

Miyajiri et al. [74] haben diesbezüglich untersucht, inwiefern die Verformung des Tropfens während des freien Falls und bei Aufprall auf das Pulverbett die Bauteileigenschaften beeinflussen. Ein direkter Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften ist nicht nachzuweisen. Allerdings geht mit steigender Druckkopfgeschwindigkeit die Detaillierung verloren [74].

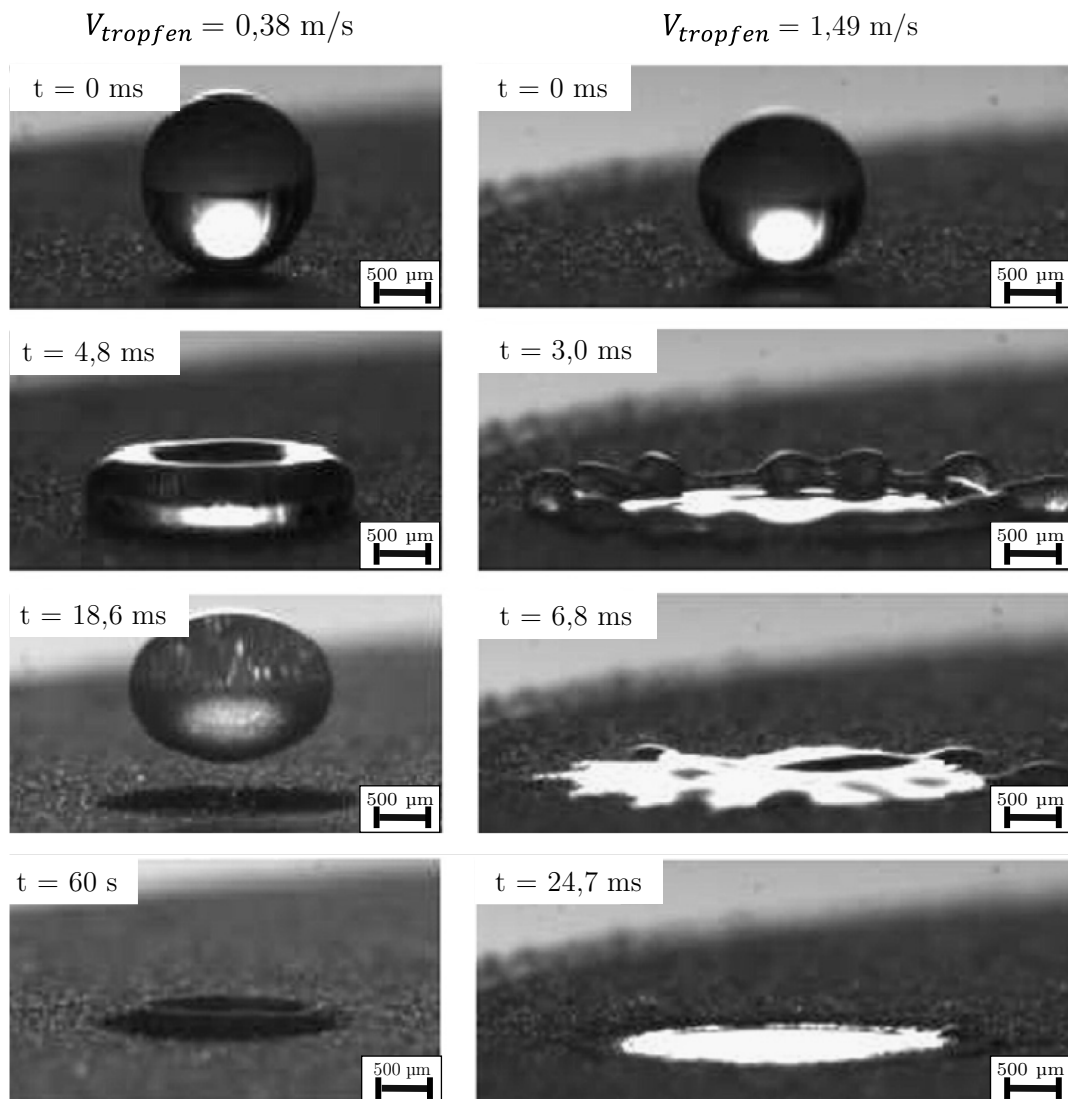


Abbildung 2-25: Links: Aufprall eines Pulvertropfen mit Aufprallgeschwindigkeit $v = 0,38 \text{ m/s}$; Rechts: selbes Pulverbett mit Aufprallgeschwindigkeit $v = 1,49 \text{ m/s}$ [101]

Neben den hier aufgezeigten Parametern sind unter anderem die Benetzbarkeit des Pulvers mit Binder und die Oberflächenspannung bzw. Oberflächenbeschaffenheit sowie die Dichte des Pulverbettes entscheidende Faktoren für eine detaillierte Auflösung durch das Binder-Jetting-Verfahren [100; 102].

3 Aufgabenstellung und Methodik

Auf Basis der Grundlagen wird im Folgenden die konkrete Problemstellung und der Aufbau der Dissertationsschrift aufgezeigt. Anschließend werden die verwendeten Messmittel und die Anlagentechnik kurz vorgestellt.

3.1 Aufgabenstellung und Aufbau

Das Ziel dieser Dissertation ist die Steigerung der erreichbaren Grünteildichte durch die Anpassung der Fließfähigkeit des Pulvers unter Verwendung von Fließhilfsmitteln. Eine erhöhte Grünteildichte hat für den Prozess einige Vorteile. Zunächst vereinfacht ein dichter Grünling die Sinterung, da initial eine höhere Anzahl an Pulverkontakten vorhanden ist. Infolgedessen bietet dies die Möglichkeit, die Sinterzeit bei gleicher Dichte oder die Dichte bei gleicher Sinterzeit zu optimieren. Je dichter der Grünling aufgebaut wird, desto geringer ist die Anisotropie im Bauteil und infolgedessen auch der Schwund beim Sintern. Dadurch wird die Gefahr von Rissen infolge einer starken Schwindung verringert. Des Weiteren wird durch eine erhöhte Dichte eine erhöhte Festigkeit der Grünlinge erreicht, was unter anderem für die Automatisierung des Prozesses wichtig ist und die Anfälligkeit der Grünteile für Defekte reduziert [9; 10; 103].

Die Grünteildichte wird maßgeblich durch die Eigenschaften des Pulvers beeinflusst, insbesondere durch die Fließfähigkeit des Pulvers. Eine erhöhte Fließfähigkeit hat eine erhöhte Packungsdichte zur Folge, da bspw. interpartikuläre Haftkräfte geringer sind und die Pulver sich untereinander besser anordnen [12; 87; 104]. Dazu wird in anderen Industriezweigen die Fließfähigkeit der Pulver durch Zugabe von Fließhilfsmitteln verbessert (vgl. Kapitel 2.2) [16; 55; 105]. Die theoretischen Grundlagen zur Verwendung von Fließhilfsmitteln in Schüttgütern wurden bereits durch die Pharmaindustrie erarbeitet. Eine Übertragung auf metallische Pulver wurde allerdings bisher nur im geringen Maße untersucht (vgl. Kapitel 2.2). Zum Stand der Anfertigung dieser Dissertation ist dem Autor keine Literatur zur Verwendung von Fließhilfsmitteln für Pulver im Binder-Jetting bekannt. Diese Arbeit untersucht daher systematisch den Einfluss der Fließhilfsmittel auf die Prozesskette und prozessrelevante Kenngrößen im Binder-Jetting-Verfahren mit dem Ziel, eine erhöhte Grünteildichte zu erreichen.

Abbildung 3-1 zeigt den Aufbau der vorliegenden Dissertation.

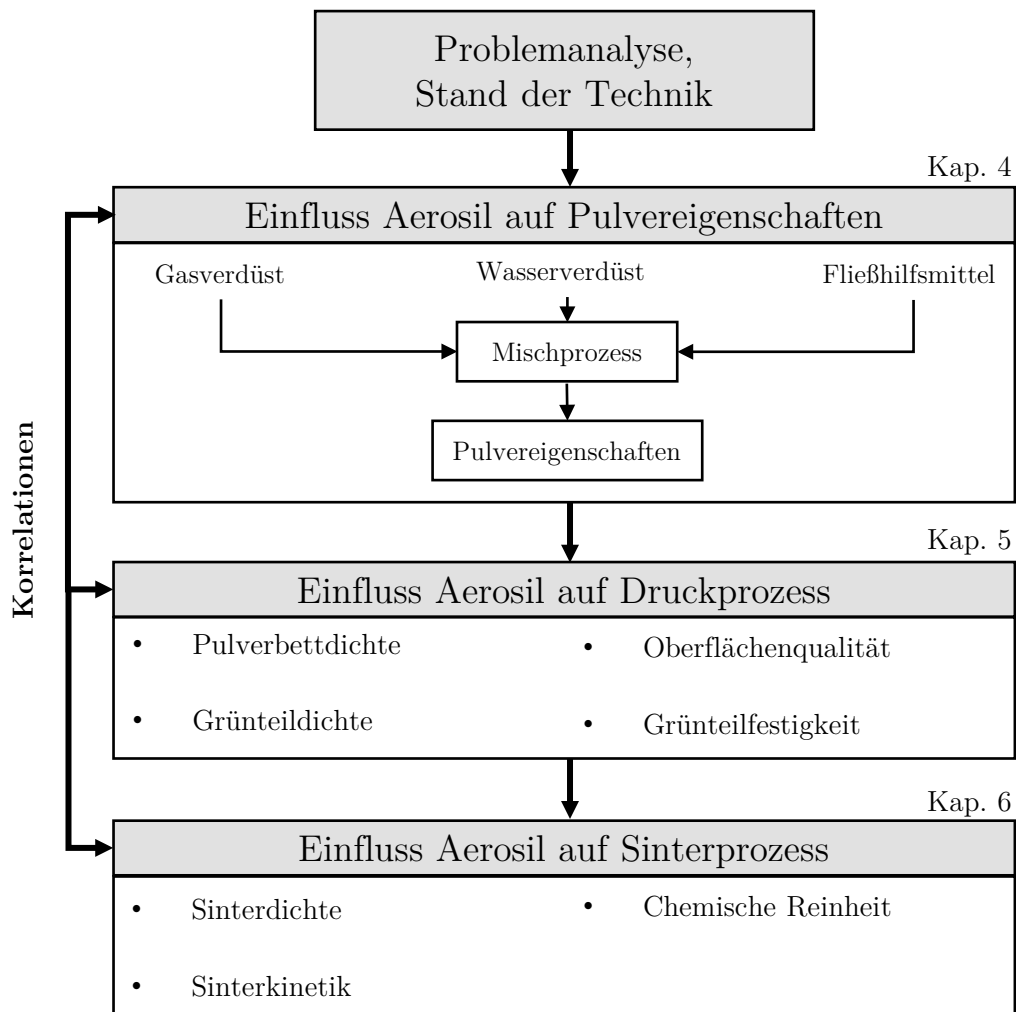


Abbildung 3-1: Aufbau der Dissertationsschrift

Ausgehend vom Stand der Technik wird in Kapitel vier der Einfluss des Aerosils auf die Pulvereigenschaften analysiert. Zu diesem Zweck werden zunächst die Pulvereigenschaften im Grundzustand charakterisiert. Anschließend wird der Mischprozess betrachtet und geeignete Parameter abgeleitet. Auf Basis dieser Ergebnisse werden vollfaktorielle Versuche mit unterschiedlicher Fließhilfsmittelkonzentrationen durchgeführt und die Auswirkungen auf die Pulvereigenschaften analysiert. Um die Auswirkungen der Fließhilfsmittel vollumfänglich zu verstehen, werden Pulver mit verschiedenen Fließfähigkeiten untersucht (variierte Partikelgrößen und Morphologie). Ziel des Arbeitspaketes ist es, die Wirkweise des Aerosils für Metallpulver zu verifizieren und geeignete Pulver-Aerosil-Mischungen für den Druckprozess anhand der Fließfähigkeit bzw. Dichte zu identifizieren.

Mit zielführenden Pulvermischungen werden in Kapitel fünf Druckversuche durchgeführt. Die Ergebnisse werden anhand der prozessrelevanten Dichten und Qualitätsparametern wie Grünteilfestigkeit und Oberflächenqualität bewertet. Ziel dabei

ist es, Korrelationen zwischen Pulver und Prozesseigenschaften aufzuzeigen und die Wirkung des Aerosils auf den Druckprozess nachzuvollziehen.

In Kapitel sechs werden die gedruckten Grünteile gesintert und der Einfluss des Aerosils auf den Sinterprozess anhand einfacher Dichteauswertungen aufgezeigt. Des Weiteren werden Dilatometerversuche durchgeführt, um die Sinterkinetik bei Zugabe von Aerosil zu bewerten. Zuletzt wird die chemische Reinheit der Legierung überprüft, um mögliche Kontaminationen durch Aerosil auszuschließen. Darüber hinaus werden auch hier Korrelationen zu den Prozesseigenschaften aufgezeigt. Insgesamt stehen die folgenden wissenschaftlichen Fragestellungen im Fokus der Untersuchungen:

1. Können die bestehenden Theorien zur Wirkweise von Fließhilfsmitteln in Schüttgütern auf Metallpulver übertragen werden?
2. Wie beeinflusst die Fließhilfsmittelkonzentration die Pulvereigenschaften?
3. Wie verändert die Zugabe von Fließhilfsmitteln die prozessrelevanten Dichten im Druckprozess?
4. Welche Auswirkungen hat die Zugabe von Fließhilfsmitteln auf die Pulver-Binder-Interaktion?
5. Wird die erzielbare Sinterdichte und deren Kinetik durch Fließhilfsmittel beeinflusst?

3.2 Messmittel und Anlagentechnik

Im folgenden Kapitel werden die einzelnen Messmittel und die in der Arbeit verwendeten Analysemethoden näher erläutert. Ausführliche Beschreibungen sowie Darstellungen der Messmittel sind im Anhang dokumentiert (vgl. Kapitel 10.1).

3.2.1 Dynamische Bildanalyse

Die Bestimmung der Partikelgrößenverteilung der Pulver (vgl. Kapitel 2.1) wird in der vorliegenden Arbeit mittels dynamischer Bildanalyse gemäß ISO 13322-2 durchgeführt. Bei dem Messverfahren wird mithilfe von Lichtquellen eine Schattenprojektion einer Pulverprobe im freien Fall erzeugt. Zwei Kameras vermessen währenddessen die Schattenprojektion der Partikel. Die Partikelgrößen werden rechnergestützt erfasst und ausgewertet. Da ein dreidimensionales Pulverpartikel durch Verwendung von Kameras nur in zwei Dimensionen gescannt wird, ist das Messergebnis immer abhängig von dem Winkel, in dem das Partikel von der Kamera erfasst wird und unterliegt damit Schwankungen (vgl. VDI 3405). Weitere Schwankungsursachen sind in den verwendeten Parametern, im Bediener und in der Software zu finden. In dieser Ausarbeitung werden daher alle Variablen (Bediener, Einstellung, Maschine, Software) konstant gehalten [106; 107].

3.2.2 Rasterelektronenmikroskop (REM)

In der vorliegenden Arbeit werden Pulveraufnahmen mittels REM angefertigt, um die Kornmorphologie und die Verteilung des Aerosils auf den Pulverpartikeln zu bewerten. Das Rasterelektronenmikroskop gehört zur Gruppe der Elektronenmikroskope. Es werden deutlich höhere Auflösungen als im Lichtmikroskop erreicht, da Elektronen eine geringere Wellenlänge im Vergleich zu Licht aufweisen. Darüber hinaus wird über einen zusätzlichen Detektor die chemische Zusammensetzung mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (englisch: energie dispersive X-ray spectroscopy; kurz: EDX) gemessen. In der vorliegenden Ausarbeitung wird ein REM der Firma Tescan Orsay Holding vom Typ Tescan Mira 3 eingesetzt [108; 109].

3.2.3 Gasadsorptionsanalyse mittels BET

Die spezifische Oberfläche der Pulver wird gemäß DIN ISO 9277 mittels Gasadsorptionsanalyse bestimmt. Zur Analyse der spezifischen Oberfläche wird die Mehrschichtadsorption nach Bruner, Emmet und Teller (BET-Methode) eingesetzt. Aufgrund der geringen Partikelgröße wird in der vorliegenden Arbeit Krypton als Messgas verwendet. Pro Messung werden 2 g - 4 g Pulver eingewogen [110].

3.2.4 Stampfvolumeter

Die Klopfdichte ρ_{klopf} von Pulvern wird gemäß DIN EN ISO 3953 mittels Stampfvolumeter bestimmt. Gemäß dieser Norm werden für Pulver mit einer Schüttdichte zwischen 1 g/cm³ und 4 g/cm³, 100 g ± 0,5 g in einen Glaszylinder mit einem Fassungsvermögen von mindestens 100 cm³ und einem Skalenteilungswert von einem Kubikzentimeter eingewogen. Zur Messung der Klopfdichte sehr feiner Metallpulver gibt die DIN EN ISO 3953 eine Klopfanzahl von 3.000 als ausreichend vor, die in dieser Ausarbeitung verwendet wird [43; 111].

3.2.5 Schüttdichteapparatur

Die Schüttdichte $\rho_{schütt}$ von Metallpulvern wird nach DIN ISO 3923-1 über eine genormte Trichterapparatur bestimmt. Für die Messung wird der Füllbecher mit einem Volumen V_B von 25 ml mittig unter dem Trichter positioniert und das Schüttgut in den Trichter gegeben. Über den Durchlass rieselt dieses in den Füllbecher. Der Becher wird anschließend abgestrichen und die Masse des im Becher befindlichen Pulvers (m_P) gewogen. Die resultierende Schüttdichte wird nach Gl. 3.3 bestimmt [44; 107]:

$$\rho_{schütt} = \frac{m_P}{V_B} \left[\frac{g}{cm^3} \right] \quad \text{Gl. 3.1}$$

3.2.6 Hall-Flowmeter

Das Trichtermessverfahren wird darüber hinaus auch zur Bestimmung der Fließrate nach Hall (FR_H) gemäß ASTM B213 verwendet. Zur Bestimmung der Fließrate werden 50 g ± 0,1 g des zu messenden Pulvers abgewogen und in den Trichter (2,5 mm

Auslass) gegeben, während der Auslass blockiert wird. Der Auslauf wird freigegeben und die Dauer gemessen, die 50 g Pulver zum Durchfließen des Hall-Trichters benötigen. Die Messung wird auf 0,1 Sekunden genau durchgeführt [112].

3.2.7 Schulze Ringschertester

Der Schulze Ringschertester dient zur Aufnahme der Fließkurve von pulverförmigen Stoffen (vgl. Kapitel 2.1). Die Probe wird bis zum Bruch geschert. Die maximale Schubspannung beim Bruch wird dazu genutzt, den Fließort zu bestimmen. Das Pulver kann anschließend wieder angeschert werden und eine neue Messung mit einer weiteren Abschernormalspannung, durchgeführt werden. Über verschiedene Abschernormalspannungen wird der Fließort Schritt für Schritt definiert. Daher ist es möglich, einen gesamten Fließort durch eine Pulverprobe mit verschiedenen Abschernormalspannungen zu bestimmen [35; 54].

3.2.8 Hausnerfaktor

Der Hausnerfaktor HF ist ein etabliertes Verfahren in der klassischen Pulvermetallurgie zur Bestimmung der Fließfähigkeit. Gemäß Gleichung Gl. 3.2 ist der Hausnerfaktor als Quotient aus Schütt- und Klopfdichte definiert:

$$HF = \frac{\rho_{klopf}}{\rho_{schütt}} \left[\frac{g/cm^3}{g/cm^3} \right] \quad \text{Gl. 3.2}$$

Damit ergibt sich eine dimensionslose Kennzahl. Aus physikalischer Sicht hat das perfekte Schüttgut einen Hausnerfaktor von eins (Schüttdichte = Klopfdichte). In diesem Fall wird das Schüttgut durch ein freies Fließen bereits vollständig verdichtet und besitzt somit eine optimale Fließfähigkeit. Ein Wert kleiner als eins ist aus physikalischer Sicht unmöglich, da die Schüttdichte niemals höher als die Klopfdichte ist. Aus diesem Grund korreliert ein gutes Fließverhalten mit einem niedrigen Hausnerfaktor bzw. einem Hausnerfaktor nahe eins [35; 107; 113; 114].

3.2.9 Taumelmischer

Die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen bzgl. des Mischens von Pulver werden mit einem Taumel- bzw. Freifallmischer der Firma Willy A. Bachofen GmbH

(WAB) vom Typ Turbula T10B durchgeführt. Während des Mischvorganges wird der Mischkorb über zwei Wellen angetrieben und in eine exzentrische Taumelbewegung versetzt. So wird das Mischgut im Mischbehälter in eine dauerhafte Fallbewegung versetzt, wodurch eine Durchmischung sichergestellt wird. Über einen Riemenantrieb kann die Mischintensität über vier Stufen variiert werden (15 U/min, 23 U/min, 32 U/min, 44 U/min) [115].

3.2.10 ExOne Innovent+

Die Druckversuche in dieser Arbeit werden auf einer Binder-Jetting-Anlage der Marke ExOne (Northampton, USA) vom Typ Innovent+ durchgeführt. Die Bauplattform besitzt eine effektive Größe von $160 \times 65 \times 65 \text{ mm}^3$ (L x B x H). Die erzielbaren Schichtgrößen sind im Bereich von 30 - 200 μm und die Druckauflösung beträgt 30 Voxel. Der maximale Durchsatz wird mit $166 \text{ cm}^3/\text{h}$ angegeben [116]. Nach Abschluss des Druckprozesses wird die Baukammer entnommen und für das Curing in einen standardmäßigen Laborofen platziert. Der Prozess dauert 4 h bei 180° C . Nach dem Curing besitzen die Teile eine ausreichende Festigkeit für die Entpulverung und werden mittels Pinsel, Druckluft und Saugereinheit vom restlichen Pulver befreit und entnommen [8; 116].

3.2.11 Konfokalmikroskop

Für die Bestimmung der Oberflächenrauigkeit wird ein Konfokal-Mikroskop der NanoFocus AG vom Typ μ -surf mobile eingesetzt. Bei einem Konfokalmikroskop wird ein kleiner Lichtstrahl auf die Probe gesendet und die Reflektion des Lichtes durch das Objektiv aufgezeichnet. Bauartbedingt sind der Lichtstrahl und das Abbild auf der Zwischenebene konfokal zueinander (gleichzeitig im Fokus). Für die Messung wird ein Messbereich von $2,1 \text{ mm}^2$ aufgespannt, der aus drei x drei Messbereichen besteht. Als Objektiv wird das 800xs mit einer 20-fachen Vergrößerung ausgewählt. Die Messwerte der Oberflächenrauigkeit werden computergesteuert am Profil ausgewertet und sind normgerecht gem. ISO 25178. Für die vorliegende Ausarbeitung werden die Flächenparameter S_a und der S_z genutzt [117; 118].

3.2.12 Grünteilfestigkeit / 4-Punkt-Biegeversuch

Für die Bestimmung der Grünteilfestigkeit wird der 4-Punkt-Biegeversuch gewählt, da somit Querkräfte im Prüfkörperbereich ausgeschlossen werden. Da es noch keine Normung für die Bestimmung der Grünteilfestigkeit von Binder-Jetting-Proben gibt, sind die Versuche an die DIN EN 843-1 angelehnt. Aus der maximalen Prüfkraft F , den normierten Abständen zwischen den Rollenlagern (d_R) und den Maßen der Probe (b, h) wird die Biegefestigkeit σ_f gemäß Gl. 3.3 berechnet [119–123].

$$\sigma_f = \frac{3 F d_R}{b h^2} \left[\frac{N}{\text{mm}^2} \right] \quad \text{Gl. 3.3}$$

3.2.13 Metallografie und Lichtmikroskopie

Anhand von metallografischen Schliften wird die Porosität von Sinterkörpern bewertet. Die Würfel werden getrennt und in einer Warmeinbettpresse der Firma Buehler, Typ Simplimet 1000, bei 190 bar und 200° C in Epoxidharz eingebettet. Durchgeführt wird die Schliffpräparation automatisiert durch ein LaboSystem der Firma Struers. Zunächst wird mit SiC-Schleifpapier bis zu einer 2.500er Körnung geschliffen, anschließend werden die Probekörper in zwei Stufen mit Diamantsuspension poliert. Für die Auswertung der polierten Probekörper wird ein Digitalmikroskop VHX-5000 der Keyence Corporation genutzt. Die Porosität wird anhand einer Phasenkontrastmessung bestimmt, bei der sich die dunklen Poren vom hellen Vollmaterial abheben.

3.2.14 Sinterdilatometer

Dilatometerversuche werden durchgeführt, um die Sinterkinetik der Probekörper zu beurteilen. Hierfür wird ein horizontales Schubstangendilatometer von Typ L75 verwendet, das in Zusammenarbeit mit der Firma Linseis Messgeräte GmbH speziell für den Wasserstoffbetrieb entwickelt wurde. Daher wird während der Messung eine 100%ige Wasserstoffatmosphäre mit einem maximalen Volumenstrom von 10 l/h eingesetzt. Die Probekörper haben einen Durchmesser von 8 mm und eine Höhe von 10 mm. Sie werden liegend in das Dilatometer eingespannt. Gemessen wird somit die Längenänderung der Z-Achse.

4 Pulvercharakterisierung

Der zentrale Ausgangsstoff dieser Arbeit sind verschiedene Metallpulver, die jeweils unterschiedliche Fließfähigkeiten besitzen. In diesem Kapitel werden die Eigenschaften und auch Eigenschaftsänderungen durch die Zugabe von Fließhilfsmitteln ausführlich analysiert. Zunächst werden hierzu die Eigenschaften der verschiedenen Pulver im Anlieferzustand aufgenommen und dargestellt. Darüber hinaus wird die Fließfähigkeit der Pulver mit verschiedenen Methoden analysiert, um die Vor- und Nachteile der jeweiligen Methoden herauszuarbeiten und eine zielführende Methode auszuwählen. Anschließend wird die Auswahl der Additive und des Mischverfahrens mithilfe der Literatur eingegrenzt und eine Machbarkeitsstudie in Kombination mit Metallpulvern durchgeführt. Um die Fließhilfsmittel entsprechend gut im Pulver zu dispergieren, ist ein Mischprozess notwendig. Zuerst werden die Effekte dieses Mischprozesses auf die Grundpulver ermittelt, um danach die Auswirkungen der Mischparameter auf die Dispergierung der Fließhilfsmittel im Metallpulver zu untersuchen. Ziel ist es, Mischparameter zu entwickeln, die eine gute Dispergierung von Fließhilfsmittel und Metallpulver sicherstellen. Die Ergebnisse zu den verschiedenen Additiven und den Mischparametern werden anschließend dazu verwendet, eine vollfaktorielle Untersuchung aller verwendeten Testpulver mit verschiedenen Fließhilfsmittelkonzentrationen durchzuführen. Ziel ist es, anhand der Ergebnisse die Wirkweise der Fließhilfsmittel in Abhängigkeit von der Konzentration des Additivs im Grundpulver, der Partikelgrößenverteilung und der Partikelmorphologie aufzuzeigen. Anhand der Ergebnisse wird beurteilt, inwiefern die bestehende Theorie auf Metallpulver übertragbar ist.

4.1 Pulver im Grundzustand

Die Eigenschaften der Pulverwerkstoffe sind von zentraler Bedeutung für die Qualität der Endbauteile. Darüber hinaus ist der Einfluss des Pulvers im Binder-Jetting größer als in vergleichbaren Technologien, da bspw. auch die Partikelgrößenverteilung einen direkten Einfluss auf die Sinteraktivität des Materials hat (vgl. Kapitel 2.3). In diesem Abschnitt werden zunächst die Grundeigenschaften der Pulver ausführlich analysiert. Dadurch wird eine Basis geschaffen, um im weiteren Verlauf der Arbeit die Veränderung der Eigenschaften durch Zugabe von Fließhilfsmitteln zu bewerten.

Es werden Pulver mit unterschiedlichen Fließfähigkeiten betrachtet, damit der Effekt der Fließhilfsmittel möglichst breit beurteilt werden kann. Die verschiedenen Fließfähigkeiten resultieren aus variierenden Partikelgrößenverteilungen und Morphologien. Insgesamt werden fünf gasverdüστε Pulvermaterialien der Werkstofflegierung 1.4404 (Edelstahl 316L) ausgewählt, bei denen die Partikelgrößenverteilung sukzessive kleiner wird. Des Weiteren werden zwei wasserverdüστε Pulver hinzugezogen, da diese aufgrund ihrer Partikelform eine geringere Fließfähigkeit aufweisen (vgl. Kapitel 2.1). Auch hier wird die Partikelgrößenverteilung variiert. Eine Auflistung aller Pulver im Testfeld ist in Tabelle 4-1 dargestellt.

Tabelle 4-1: Übersicht der Versuchspulver

Hersteller	Herstellungsverfahren	D_{90} [μm]
Sandvik Osprey Ltd.	Gasverdüst	32
Sandvik Osprey Ltd.	Gasverdüst	22
Sandvik Osprey Ltd.	Gasverdüst	16
Sandvik Osprey Ltd.	Gasverdüst	10
Sandvik Osprey Ltd.	Gasverdüst	05
GKN Hoegas Corp.	Wasserverdüστε	24
GKN Hoegas Corp.	Wasserverdüστε	15

Als Ausgangspunkt dient das Pulver mit einem D_{90} von 32 μm , da dieses bereits erfolgreich im Binder-Jetting-Verfahren verarbeitet wird und daher als Benchmark dient [70; 86]. Die Partikelgrößenverteilung der Pulver ist nach unten bei einem D_{90} von 05 μm begrenzt, da eine feinere, kommerziell verfügbare Partikelgrößenverteilung zum Zeitpunkt der Erstellung der Arbeit am Markt nicht verfügbar ist. Die chemischen Bestandteile der Legierung sind in Tabelle 4-2 aufgeführt.

Tabelle 4-2: Chemische Zusammensetzung der Legierung 316L

Element	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	P	C	S	Fe
Gehalt [Gew.-%]	16,9	10,2	2,2	1,26	0,75	0,03	0,016	0,006	Rest

Die VDI 3405 beschreibt mehrere Verfahren für die Analyse von Eigenschaften metallischer Pulver in der additiven Fertigung. In Anlehnung an diese Richtlinie werden die folgenden Verfahren in der vorliegenden Ausarbeitung angewendet [107]:

- Korngrößenverteilung mittels dynamischer Bildanalyse gemäß ISO 13322-2:
- Partikelmorphologie mittels Rasterelektronenmikroskop (REM)
- Spezifische Oberfläche mittels BET-Oberflächenanalyse gemäß DIN ISO 9277
- Schüttdichte mittels Trichtermessverfahren gemäß DIN ISO 3923-1
- Klopfdichte mittels Stampfvolumeter gemäß DIN EN ISO 3953

Im Folgenden werden die Ergebnisse der oben dargestellten Verfahren vorgestellt. Anhand der Korrelationen von Pulvereigenschaften und Fließfähigkeit wird ein zielführendes Verfahren für die Bewertung der Fließfähigkeit identifiziert. Dabei werden die folgenden Verfahren zur Bestimmung der Fließfähigkeit angewendet:

- Fließfähigkeit mittels Hall-Flowmeter gemäß DIN EN ISO 4490
- Fließfähigkeit mittels Hausnerfaktor
- Fließfähigkeit mittels Ringschertester gemäß ASTM D 6773

4.1.1 Partikelgrößenverteilung und Porosität

Um eine bessere Übersichtlichkeit zu gewährleisten, werden die Ergebnisse für gas- und wasserverdünnte Pulver getrennt voneinander betrachtet. Anschließend werden die Kenngrößen (D_{10} , D_{50} , D_{90}) mit den Angaben der Hersteller verglichen. Darüber hinaus erfolgt eine kurze Überprüfung der Porosität der Partikel anhand eines Schliffbildes.

4.1.1.1 Gasverdünnte Pulver

Abbildung 4-1 zeigt die Ergebnisse für die gasverdünnten Pulver. Das 05 μm -Pulver besitzt eine engere Verteilung als die übrigen Pulver und sticht deutlich aus dem Verlauf heraus. Das 10 μm - und das 16 μm -Pulver besitzen beide einen Peak bei ca. 7 μm , wobei dieser beim 10 μm -Pulver ausgeprägter ist. Das 16 μm -Pulver hat dafür allerdings einen breiteren Verlauf. Die gröberen Pulver (22 μm , 32 μm) haben eine ähnliche Verteilung [60]. Um die Angaben der Hersteller zu überprüfen, sind in Tabelle 4-3 die Kenngrößen aller Pulver im Vergleich zu den Herstellerangaben aufgeführt.

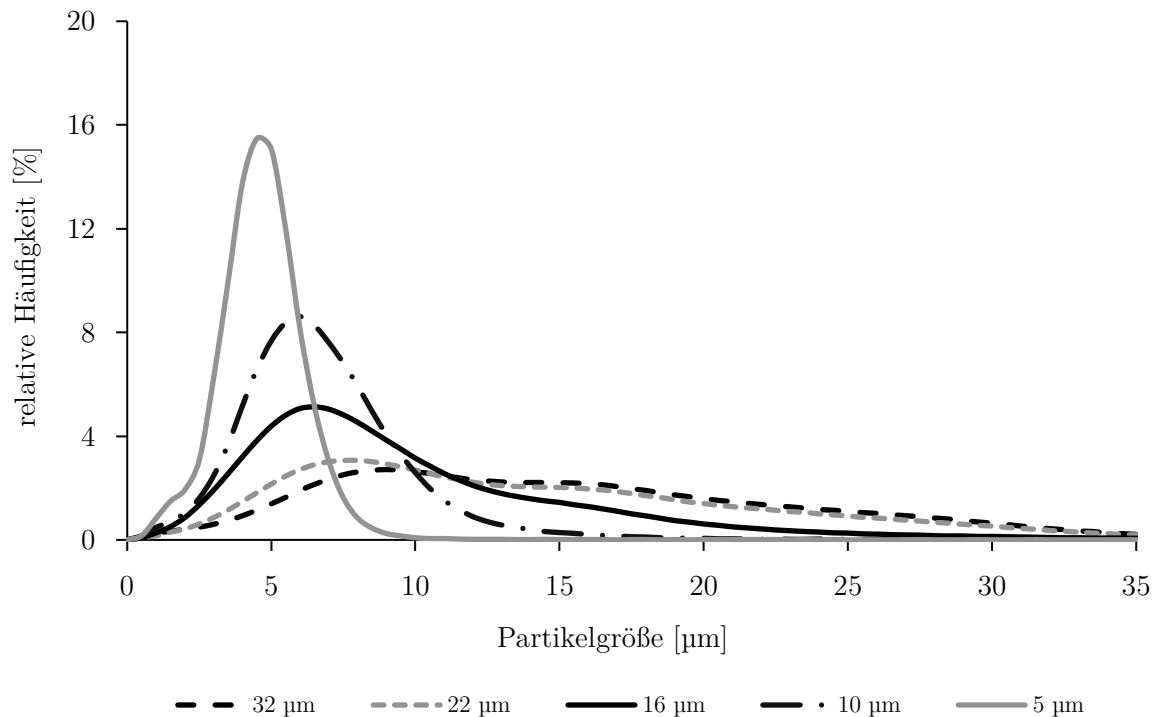


Abbildung 4-1: Ergebnisse der dynamische Bildanalyse für die gasverdünsten Pulver [60]

Tabelle 4-3: Vergleich der Herstellerangaben für Perzentile mit Messwerten für die gasverdünsten Pulver

Pulver	Herstellerangaben [μm]			Messwerte [μm]		
	D_{10}	D_{50}	D_{90}	D_{10}	D_{50}	D_{90}
32 μm	4,1	12,1	26,6	6	14,2	27,3
22 μm	3,9	10,4	21,1	5,2	12,7	26,2
16 μm	2,5	6,1	15,3	3,9	8,2	18,3
10 μm	2,7	5,3	9,6	3,5	6,2	10
05 μm	1,6	3,2	5,9	2,7	4,4	6,2

Die Kenngrößen werden ebenfalls durch die dynamische Bildanalyse bestimmt. Teilweise sind deutliche Unterschiede zwischen den Herstellerangaben und den Messwerten vorhanden. Da die Herstellerangaben mittels Laserdiffraktometrie erstellt werden, sind die Unterschiede auf verschiedene Messgeräte und -Bediener zurückzuführen (wie bereits in VDI 3405 erläutert) [107].

Darüber hinaus wird anhand eines Schliffbildes die Porosität der Pulverproben analysiert. Die einzelnen Aufnahmen der Pulver sind in Abbildung 4-2 gegenübergestellt.

Vereinzelt sind Poren in den Pulverproben erkennbar. In Bezug auf die Porosität der Pulverproben sind keine Auffälligkeiten feststellbar [60].

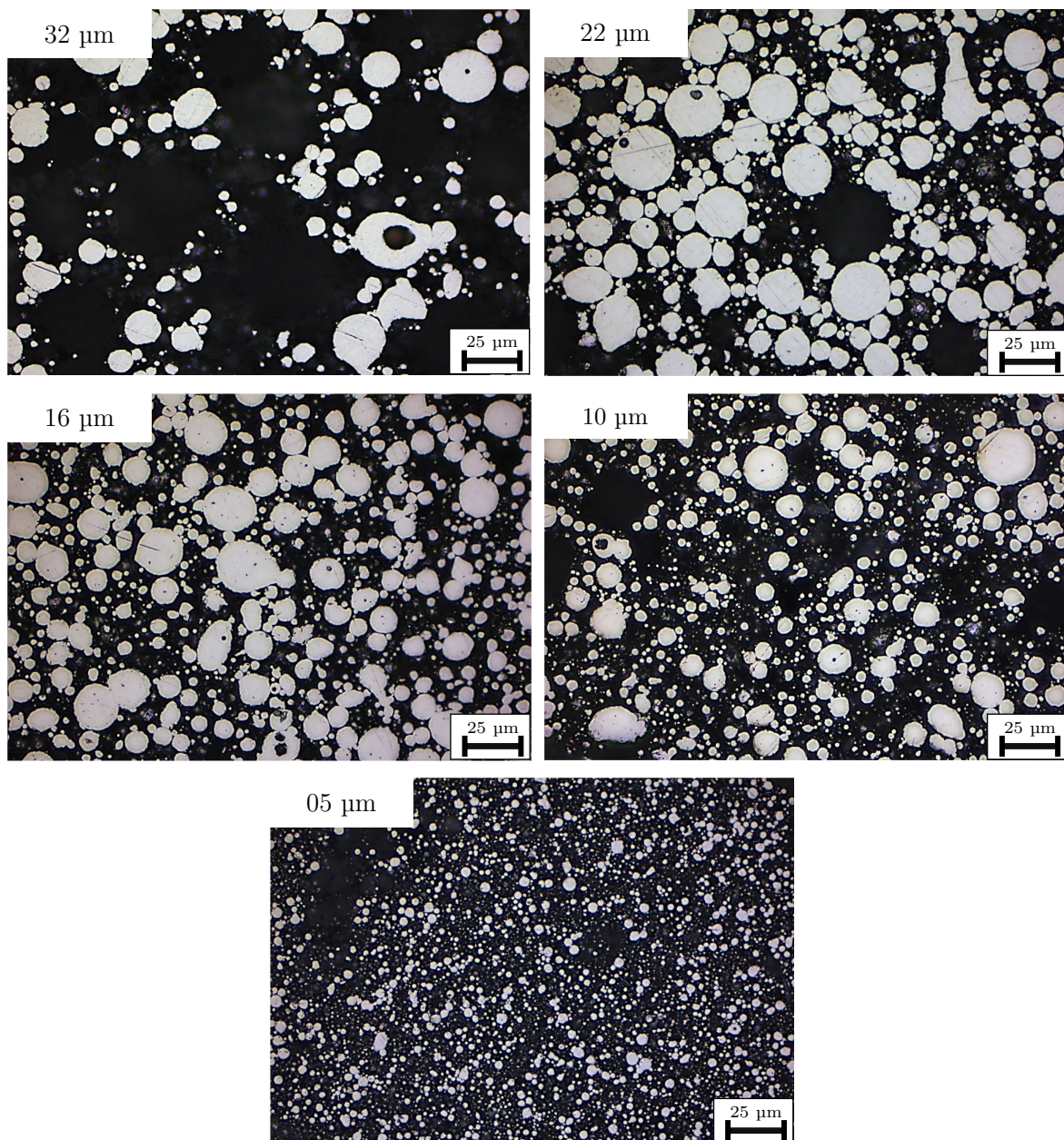


Abbildung 4-2: Pulverschliffe der gasverdüsten Pulver [60]

4.1.1.2 Wasserverdüste Pulver

Abbildung 4-3 zeigt die Ergebnisse der Partikelgrößenverteilung für die wasserverdüsten Pulver. Tabelle 4-4 zeigt den Vergleich der Kenngrößen von Hersteller und Messwerten. In Abbildung 4-4 sind die Pulverschliffe für die wasserverdüsten Pulver dargestellt.

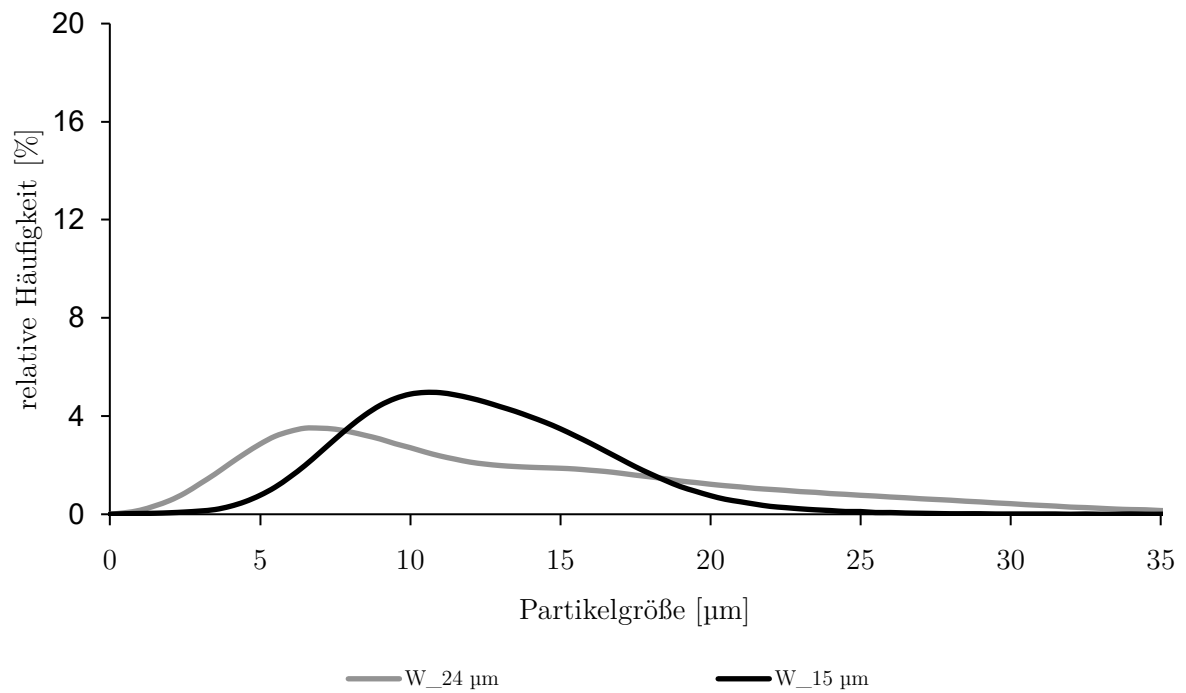


Abbildung 4-3: Ergebnisse der dynamischen Bildanalyse für die wasserverdünnten Pulver

Tabelle 4-4: Vergleich der Herstellerangaben für Perzentile mit Messwerten für die wasserverdünnte Pulver

Pulver	Herstellerangaben [µm]			Messwerte [µm]		
	D_{10}	D_{50}	D_{90}	D_{10}	D_{50}	D_{90}
W_24 µm	2,2	8,2	22,9	3,2	11,1	24,8
W_15 µm	1,6	6,8	14,9	7,1	11,6	17,3

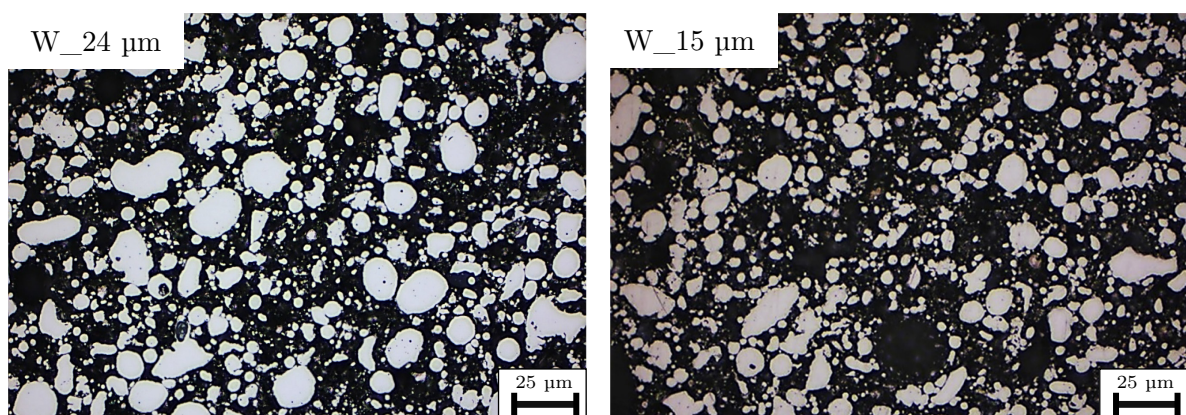


Abbildung 4-4: Pulverschliffe der wasserverdünnten Pulver

4.1.2 REM-Aufnahmen

Die Partikelmorphologie der verschiedenen Pulver wird mittels REM analysiert (vgl. Kapitel 3.2). Aufgezeichnet werden die Proben bei 1.000-facher Vergrößerung und sind vergleichend in Abbildung 4-6 gegenübergestellt. Die REM-Aufnahmen zeigen deutlich, dass alle gasverdünsten Pulver eine sphärische Partikelform besitzen, wohingegen die wasserverdünsten Pulver eine unregelmäßige und eher spratzige Partikelform zeigen. Bei den gröberen gasverdünsten Pulvern ($32\ \mu\text{m}$ - $16\ \mu\text{m}$) sind darüber hinaus Satelliten bzw. Agglomerationen erkennbar. Je kleiner die Partikelgröße der Pulver wird, desto einheitlicher werden die Partikelgrößen. Aufgrund der engeren Verteilungskurven werden die Unterschiede zwischen den Partikelgrößen geringer, wodurch die Agglomeration bzw. Satellitenbildung verringert wird [60]. Aufgrund der Feinheit des $05\ \mu\text{m}$ -Pulvers ist dieses in Abbildung 4-5 vergrößert dargestellt. Insgesamt wird durch die REM-Aufnahme die erwartete Partikelmorphologie bestätigt. Darüber hinaus sind keine besonderen Auffälligkeiten zu beobachten [60].

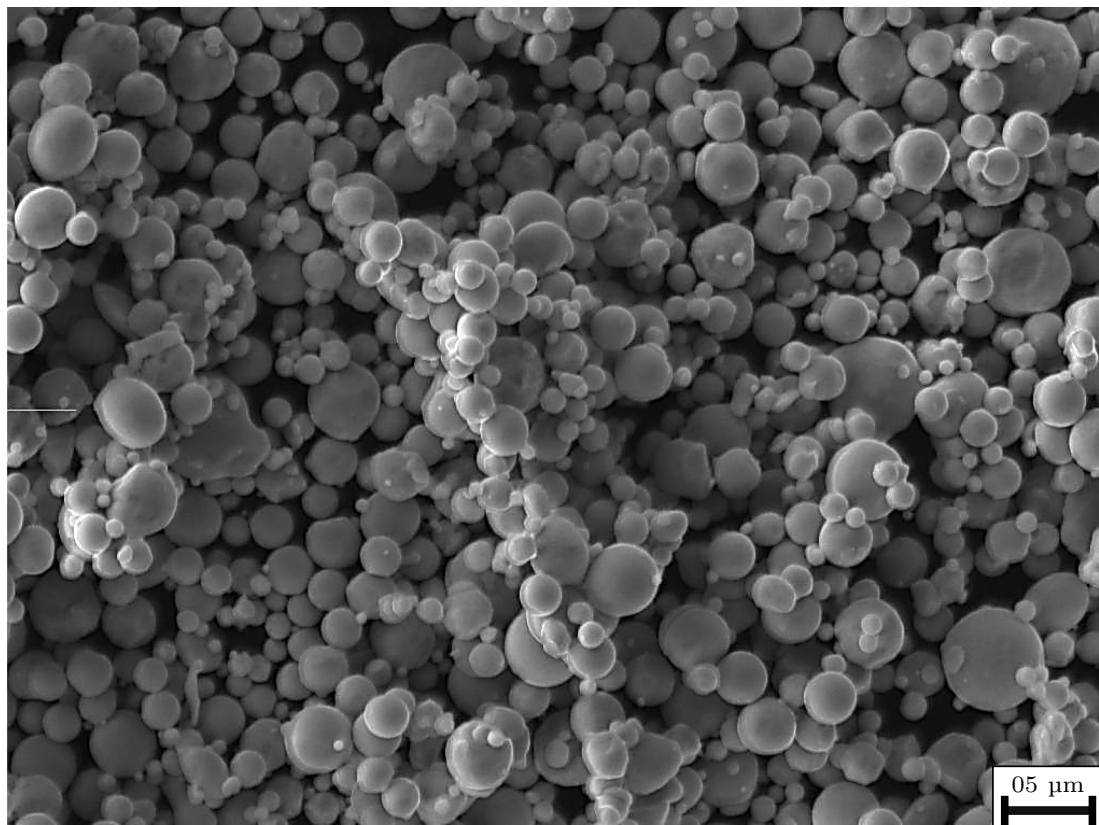


Abbildung 4-5: REM-Aufnahme des $05\ \mu\text{m}$ Pulver bei 2.000-facher Vergrößerung [60]

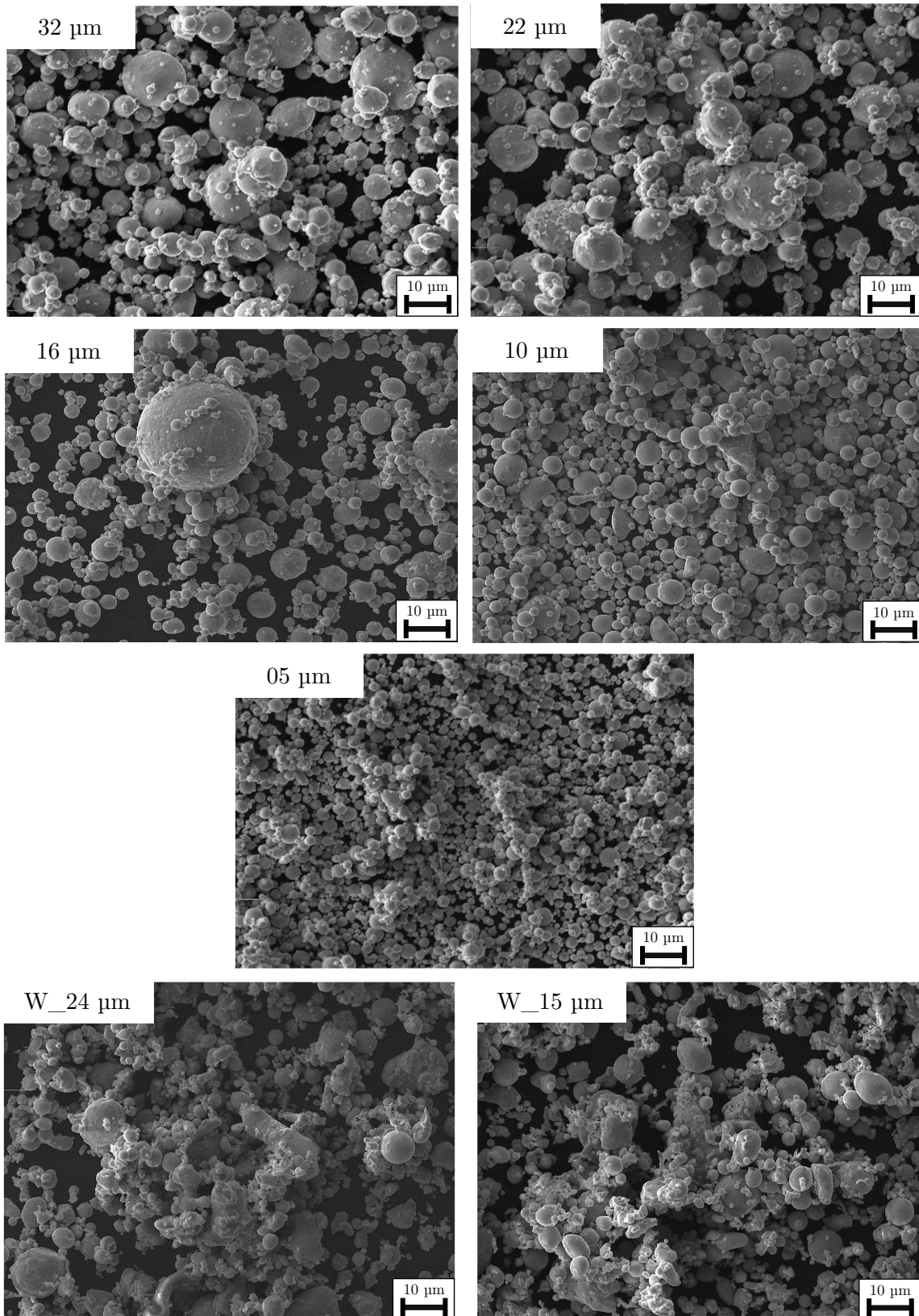


Abbildung 4-6: REM-Aufnahmen der verschiedenen Pulver im Ausgangszustand [60]

4.1.3 Spezifische Oberfläche

Die spezifische Oberfläche der Pulver wird mittels BET-Messung (vgl. Kapitel 3.2) aufgenommen. Der Parameter ist ein wichtiger Faktor für die Sinteraktivität der Pulver, da eine höhere Oberfläche für eine erhöhte Sinteraktivität steht (vgl. Kapitel 2.3). Abbildung 4-7 zeigt die Messwerte für die spezifische Oberfläche der verwendeten Pulver.

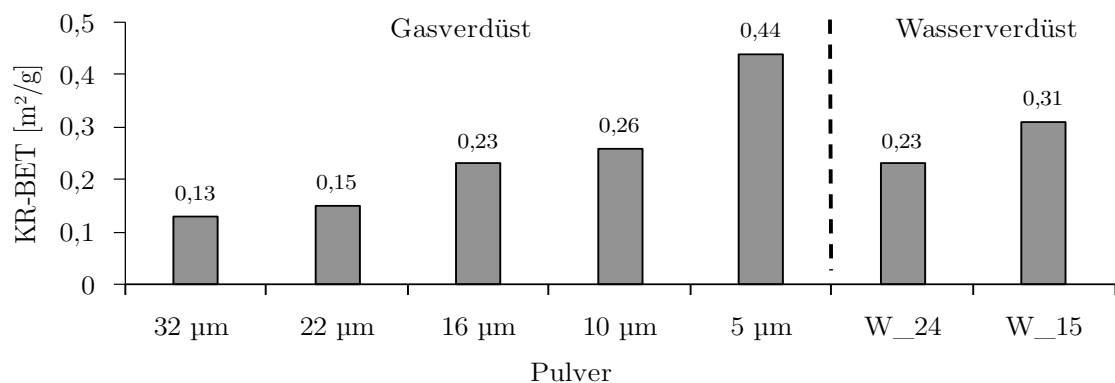


Abbildung 4-7: Ergebnisse der BET-Messung für die Grundpulver [60]

Wie erwartet steigt die spezifische Oberfläche mit sinkender Partikelgrößenverteilung stetig an. Im Vergleich von wasserverdüst zu gasverdüst Pulvern ist auffällig, dass für Pulver mit ähnlichem D_{90} (W_24 vs. 22 μm , W_15 vs. 16 μm) die spezifische Oberfläche für die wasserverdüst Pulvern größer ist. Dies ist auf die unregelmäßige Kornmorphologie der wasserverdüst Pulver zurückzuführen [60].

4.1.4 Schütt- und Klopfdichte

Neben der Fließfähigkeit ist auch die Kompaktierbarkeit des Pulvers eine wichtige Größe. Um die Fließfähigkeit und die Verdichtung der Pulver zu beurteilen, werden nachfolgend die Schütt- und Klopfdichte der Pulver bestimmt. Grafisch gegenüber gestellt werden die Ergebnisse beider Messungen in Abbildung 4-8. Die dargestellten Mittelwerte und Standardabweichungen basieren jeweils auf drei Messwerten.

Zunächst werden die Ergebnisse der Schüttdichtemessung betrachtet. Die Standardabweichung ist über alle Messungen gering, was auf eine starke Reproduzierbarkeit hindeutet. Bzgl. der gasverdüst Pulver besitzt das 16 μm -Pulver die höchste Schüttdichte. Alle Pulver mit $D_{90} > 10 \mu\text{m}$ liegen in einem ähnlichen Bereich.

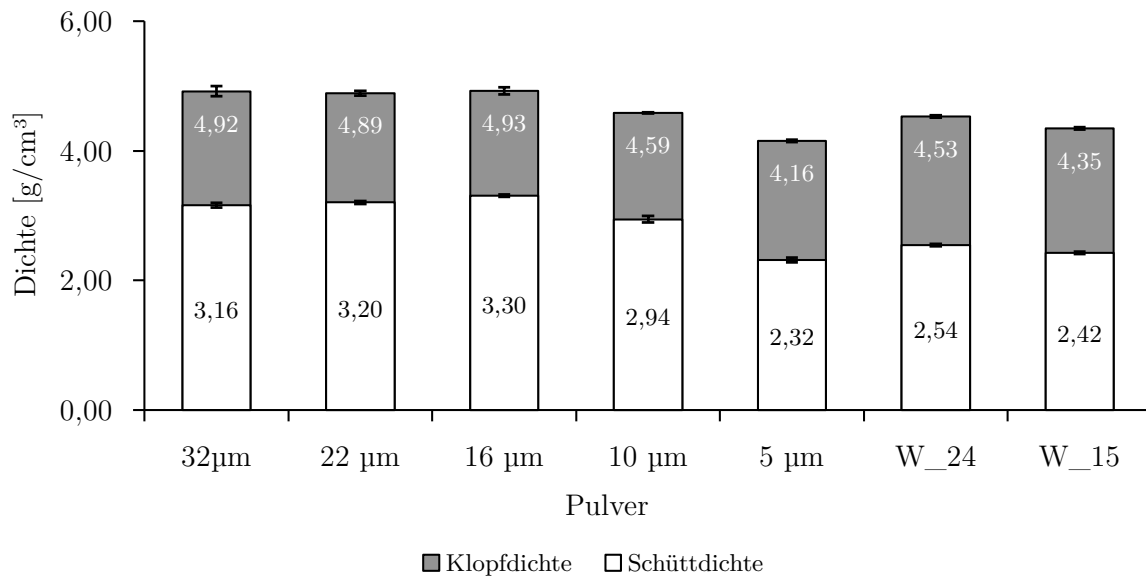


Abbildung 4-8: Ergebnisse für die Schütt- und Klopfdichte der Ausgangspulver [60]

Ab einem D_{90} von 10 μm sinkt die Schüttdichte auf 2,94 g/cm^3 und für das 05 μm -Pulver nochmal auf 2,32 g/cm^3 . Für das 10 μm - und 05 μm -Pulver ist der Effekt der zunehmenden interpartikulären Haftkräfte erkennbar. Auffällig hierbei sind jedoch die guten Werte des 16 μm -Pulvers, das bereits einen hohen Feinanteil aufweist ($D_{50} < 10 \mu\text{m}$) [60]. Die Schüttdichte der wasserverdünnten Pulver liegen auf dem Niveau des 10 μm - und des 05 μm Pulvers. Im Vergleich zu den gasverdünnten Pulvern mit ähnlicher Korngröße sind die Schüttdichten jedoch gering. Dies ist auf die spratzige Partikelform und ein dadurch aufkommendes mechanisches Verhaken der Pulver zurückzuführen.

Die Klopfdichte der Pulver spiegelt den erwarteten Verlauf wider. Das 32 μm -Pulver zeigt als größtes Pulver im Testfeld die höchsten Werte. Ab einem D_{90} von 10 μm sinkt die Klopfdichte wiederum ab, sodass auch hier das Pulver mit einem D_{90} von 05 μm die geringste Klopfdichte aufweist. Für die wasserverdünnten Pulver ist der gleiche Verlauf wie bei der Schüttdichte zu beobachten. Die Werte bleiben auch hier hinter denen vergleichbarer, gasverdünnter Pulver (22 μm , 16 μm) zurück und liegen auf dem Niveau der feineren, gasverdünnten Pulver (10 μm , 05 μm) [60].

4.1.5 Fließfähigkeit

Die Fließfähigkeit wird durch verschiedenste Pulverparameter beeinflusst. Diese wurden in den vorangegangenen Kapiteln bestimmt und werden nun ganzheitlich über die Fließfähigkeit bewertet. Dafür werden die verschiedenen Verfahren zur Bewertung der Fließfähigkeit anhand der Ergebnisse verglichen. Ziel ist es Unterschiede und

Gemeinsamkeiten aufzudecken und damit ein geeignetes Verfahren für die weitere Betrachtung der Fließfähigkeit auszuwählen.

4.1.5.1 Hall-Flowmeter

Der Hall-Flowmeter-Test gem. DIN EN ISO 4490 kann bei keinem der vorliegenden Pulver erfolgreich durchgeführt werden. Dies zeigt, dass die Fließfähigkeit aller betrachteten Pulver zu gering ist, um ein Auslaufen aus dem Zylinder zu garantieren. Selbst durch externe Anregung wird kein ausreichender und konstanter Pulverfluss initiiert. Da es sich bei den betrachteten Pulvern um übliche Partikelgrößenverteilungen für das Binder-Jetting-Verfahren handelt, ist der Hall-Flowmeter-Test für Pulver im Binder-Jetting nicht anwendbar und damit als ungeeignet zu betrachten.

4.1.5.2 Hausnerfaktor

Die Berechnung des Hausnerfaktors basiert auf den Schütt- und Klopfdichtemessungen aus Kapitel 4.1.4. Die Ergebnisse sind grafisch in Abbildung 4-9 dargestellt.

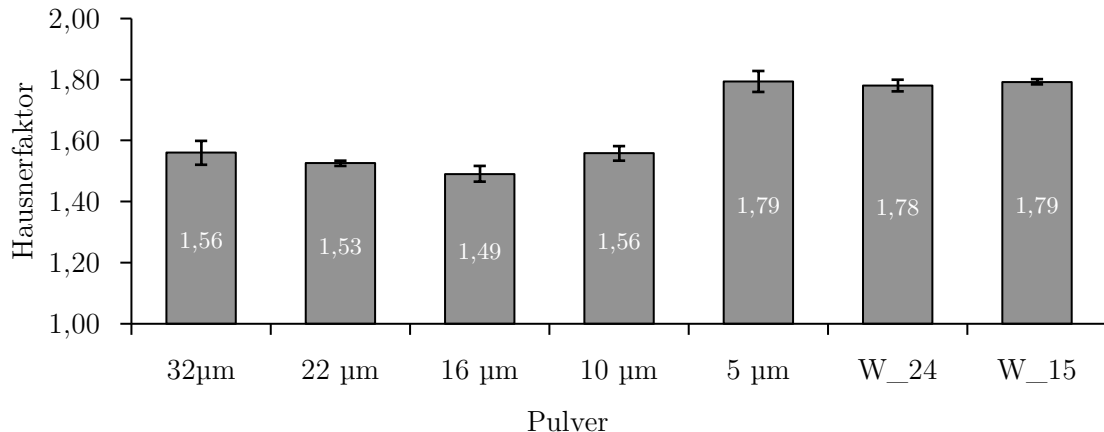


Abbildung 4-9: Vergleich der Hausnerfaktoren der betrachteten Pulver im Ausgangszustand [60]

Für das 16 µm-Pulver wird der geringste Hausnerfaktor gemessen. Gemäß der Bewertung nach Carr liegt das Pulver damit noch im Bereich der schlecht fließenden Pulver. Mit Ausnahme des 16 µm- und 05 µm-Pulvers werden alle anderen gasverdünsten Pulver nach dieser Skala als sehr schlecht fließend (32 µm - 10µm) bewertet. Das 05 µm-Pulver sowie die wasserverdünsten Pulver werden als ungenügend bewertet. Der Vergleich von ähnlichen wasser- und gasverdünsten Pulvern (W_15 µm vs. 16 µm, W_24 µm vs. 22 µm) zeigt, dass die Hausnerfaktoren der wasserverdünsten Pulver

deutlich schlechter sind. Dies ist auf den Einfluss der mechanischen Verhakung der Partikel zurückzuführen [60; 113].

4.1.5.3 Schulze Ringschertester

Die Ergebnisse der Ringscherprüfung sind in Abbildung 4-10 dargestellt. Aufgrund der aufwendigeren Messmethodik erfolgt die Prüfung nur stichprobenartig anhand des 32 μm -, 16 μm - und des 05 μm -Pulvers. Pro Pulver werden drei Normalspannungen vermessen (3 kPa, 6 kPa, 9 kPa), um ein möglichst breites Prüffeld aufzustellen.

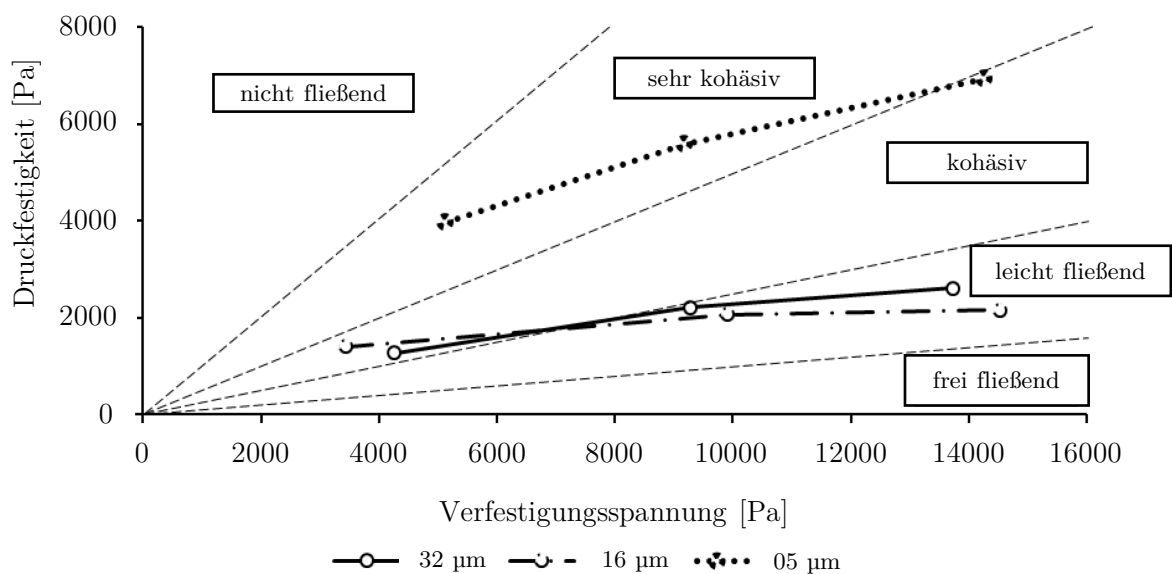


Abbildung 4-10: Ergebnisse der Ringscherprüfung für verschiedene Pulver im Ausgangszustand

Im Diagramm sind die nach Jenike aufgestellten Bereiche für den ff_c -Wert eingezeichnet. Das 05 μm -Pulver liegt für Normalspannungen von 3 – 6 kPa im sehr kohäsiven Bereich, für die höchste Spannung wird der kohäsive Bereich erreicht. Dennoch ist die Fließfähigkeit des Pulvers damit deutlich schlechter als die der anderen Pulver. Für das 32 μm - und das 16 μm -Pulver sind nur geringe Unterschiede in allen Normalspannungen messbar. Beide Pulver entwickeln sich hier bei steigender Normalspannung vom kohäsiven in den leicht fließenden Bereich.

4.1.6 Diskussion

Im Folgenden werden die verschiedenen Methoden zur Bewertung der Fließfähigkeit mit den Pulvereigenschaften korreliert, um eine geeignete Methode zu identifizieren. Da die Bewertung über das Hall-Flowmeter nicht möglich ist, wird dieses nicht weiter

betrachtet. Wie bereits die Schütt- und Klopfdichten zeigen, basieren die unterschiedlichen Werte zum größten Teil auf der unterschiedlichen Partikelgrößenverteilung der Pulver und den daraus resultierenden interpartikulären Haftkräften. Die Unterschiede in der Partikelgröße werden ebenfalls über die spezifische Oberfläche deutlich. Daher werden im Folgenden die Korrelationen zwischen der Schütt- und Klopfdichte, dem Hausnerfaktor und dem ff_c -Wert mit der spezifischen Oberfläche gebildet, um abzuschätzen, welche Messmethoden geeignet sind. Die Werte für Schütt- und Klopfdichte sowie Hausnerfaktor werden aufgeteilt in alle Messwerte (gas- und wasserverdüstete Pulver) und nur gasverdüstete Pulver. Da die wasserverdüsteten Pulver durch die mechanischen Verhakungen einen zusätzlichen Effekt haben, verfälschen die Messwerte die gebildeten Korrelationen und werden daher ausgenommen. Eine einzelne Bewertung der wasserverdüsteten Pulver ist nicht zielführend, da eine Gerade durch zwei Wertepaare immer eine Korrelation von eins ergibt. Es ist zu beachten, dass die Korrelation der ff_c -Werte nur auf drei Messwerten beruht und damit eine limitierte Aussagekraft hat. Die Korrelationskoeffizienten R sind in Tabelle 4-5 zusammengefasst.

Tabelle 4-5: Korrelationskoeffizienten R für die spezifische Oberfläche mit den entsprechenden Messwerten

Messgröße		Korrelationskoeffizient R
Schüttdichte	Gesamt	-0,79
	Gasverdüst	-0,90
Klopfdichte	Gesamt	-0,91
	Gasverdüst	-0,94
Hausnerfaktor	Gesamt	0,68
	Gasverdüst	0,85
ff_c -Wert		-0,42

Grundsätzlich wird eine sehr starke Korrelation zwischen Schütt- und Klopfdichte der gasverdüsteten Pulver mit der spezifischen Oberfläche erreicht. Der ff_c -Wert zeigt hingegen lediglich eine schwach ausgeprägte Korrelation. An den Ergebnissen der Ringscherprüfung ist zu erkennen, dass die Fließfähigkeit stark von der aufgetragenen Verfestigungsspannung abhängig ist. Bei Kenntnis über den Spannungszustand, der im tatsächlichen Pulver bei der jeweiligen Anwendung wirkt, ist der Test in Bezug auf die Fließfähigkeit der Pulver für den jeweiligen Einsatzfall aussagekräftig. Im vorliegenden Fall sind die Kräfte allerdings unbekannt. Spierings et al. [124] haben den Ringscherversuch mit unterschiedlichen Pulvern für die pulverbettbasierte additive

Fertigung untersucht. Die Autoren kommen zu dem Schluss, dass der Ringschertester nur bedingt für die Charakterisierung von AM-Pulvern geeignet ist, da diese, entgegen der Scherzelle, im Auftragsprozess keiner reinen Druckbelastung unterliegen [124]. Lüddecke et al. [19] können dieses Ergebnis grundsätzlich nicht bestätigen, zeigen allerdings mit ihren Untersuchungen, dass die Schüttdichte ebenfalls eine gute Korrelation zur Fließfähigkeit aufzeigt. Im Gegensatz zum LPBF-Prozess sind Druckbelastungen beim Pulverauftrag durch die Rolle durchaus denkbar. Dennoch fehlen Ansatzpunkte, um die im Auftrag wirkenden Kräfte korrekt abzuschätzen. Der ff_c -Wert wird daher aufgrund der oben genannten Gründe nicht weiter betrachtet.

Auf Basis der Korrelationen wird die weitere Bewertung der Fließfähigkeit in dieser Arbeit über die Schütt- und Klopfdichte der Pulver durchgeführt. Da die Datenbasis die Grundlage für den Hausnerfaktor bildet, wird dieser als zusätzliche Datenstütze weiterhin betrachtet. Allerdings zeigen die Ergebnisse auch die Schwäche in der Bewertung von Pulvern durch den Hausnerfaktor. Basierend auf der mathematischen Beschreibung ist für den Parameter nur die Differenz zwischen der Schütt- und Klopfdichte entscheidend. Je näher diese beieinanderliegen, desto niedriger ist der Hausnerfaktor. Dadurch ist es möglich, dass ein Pulver mit geringer Schütt- und Klopfdichte dennoch einen guten Hausnerfaktor erreicht. Beispiele dafür sind das 05 μm -, W_24- und W_15 μm -Pulver. Laut Hausnerfaktor haben alle Pulver eine gleich niedrige Fließfähigkeit. Schüttdichte und Klopfdichte des W_24-Pulvers sind jedoch teilweise besser als die des W_15 μm - und 05 μm -Pulvers. Dies zeigt, dass der Hausnerfaktor nur in Verbindung mit den Werten für Schütt- und Klopfdichte sinnvoll analysiert werden kann. Des Weiteren bietet eine Bewertung über die Dichten den Vorteil, dass ein direkter Vergleich mit der Dichte im Auftragsprozess und der Grünteildichte möglich ist [60].

Die unterschiedliche Fließfähigkeit ist damit über Schütt- und Klopfdichte sowie den Hausnerfaktor erklärbar. Das 32 μm -Pulver erzielt aufgrund geringer interpartikulärer Haftkräfte eine hohe Klopfdichte. Die Schüttdichte ist etwas niedriger als bei vergleichbaren Pulvern, was auf eine höhere Anzahl an Satelliten in dem Pulver zurückzuführen ist. Diese behindern das freie Fließen der Pulver aufgrund von mechanischer Verhakung. Das 22 μm - und das 16 μm -Pulver zeigen keine großen Unterschiede bzgl. der Fließfähigkeit und Packungsdichte. Das 16 μm -Pulver schneidet bei der Bewertung der Fließfähigkeit sehr gut ab, obwohl bereits ein hoher Feinanteil vorhanden ist ($D_{50} < 10 \mu\text{m}$). Das 10 μm - und 05 μm -Pulver zeigen in der Partikelgrößenverteilung annähernde Normalverteilungen auf. Hier ist der Feinanteil so hoch, dass die interpartikulären Haftkräfte zu einer Verschlechterung des Hausnerfaktors

sowie der Schütt- und Klopfdichte führen. Dieser Effekt wird beim 05 μm -Pulver deutlich verstärkt. Die wasserverdünnten Pulver besitzen aufgrund der inhomogenen Partikelform eine höhere spezifische Oberfläche als vergleichbare gasverdünnte Pulver. Die Partikelform sorgt für eine mechanische Verhakung der Pulver. Im Vergleich zu ähnlichen gasverdünnten Partikelgrößenverteilungen wird dadurch die Fließfähigkeit herabgesetzt. Darüber hinaus wird deutlich, dass die mechanische Verhakung der wasserverdünnten Pulver die freie Fließfähigkeit der Pulver (Schüttdichte) stärker beeinflusst als die Kompaktierbarkeit (Klopfdichte) [60].

4.2 Auswahl der Fließhilfsmittel und Machbarkeitsstudie

Im folgenden Kapitel wird die Auswahl des Mischverfahrens und der Fließhilfsmittel dargestellt. Zudem wird eine erste Machbarkeitsstudie mit verschiedenen Fließhilfsmitteln in Kombination mit Metallpulver durchgeführt.

4.2.1 Auswahl des Mischverfahrens

In der Literatur werden die folgenden Mischverfahren für Feststoffe unterschieden [125]:

- Rotierende Fallmischer
- Schüttelmischer
- Scher- und Zwangsmischer

Bei den Fall- bzw. Schwerkraftmischern werden rotierende Behälter eingesetzt, in die das Mischgut eingespannt bzw. eingefüllt wird. Durch die Bewegung werden die Mischgüter aufgrund der Schwerkraft miteinander vermischt. Bei diesen Mixern wirken nur geringe Scherkräfte auf das Mischgut, daher werden diese häufig für sehr empfindliche Mischgüter eingesetzt. Eine Sonderform der Schwerkraftmischer ist der Schüttelmischer. Hierbei wird eine 3D-artige Bewegung des Mixers ausgeführt, wodurch das Mischgut eine höhere Belastung erfährt. Im Vergleich zu den Scher- und Zwangsmischern sind geringe Scherkräfte vorhanden, die eine Aufspaltung von Agglomeraten begünstigen und sich dennoch für vergleichsweise empfindliche Schüttgüter eignen. Die Scher- und Zwangsmischer zeichnen sich durch hohe Scherkräfte während des Mischvorgangs aus, die häufig durch Schaufeln oder Schaber im Inneren des Mixers unterstützt werden. Die hohen Scherkräfte können je nach Mischgut eine Änderung der Kornmorphologie und der Partikelgrößenverteilung bewirken, weswegen dieses Mischverfahren für empfindliche Güter ungeeignet ist [60; 125].

Die Anforderung an das Mischverfahren ist in erster Linie, dass die Mischenergie ausreichend ist, um die Fließhilfsmittel aufzubrechen und dadurch die Primärpartikel zur Adsorption auf der Oberfläche des Metallpulvers zur Verfügung stehen. Da beim Mischprozess die Metallpulver als eine Art Mahlgut dienen, ist darüber hinaus davon auszugehen, dass die reine Bewegung der Metallpulver bereits einen großen Energiebeitrag zum Aufbrechen der Agglomerate liefert. Des Weiteren ist wichtig, dass die Morphologie der Pulver nicht zu sehr beeinträchtigt wird und somit die

grundsätzliche Fließfähigkeit gewährleistet bleibt. Aus diesem Grund scheiden die Scher- und Zwangsmischer für die vorliegende Arbeit aus. Stattdessen wird der Turbulenzmischer aus der Gruppe der Schüttelmischer als geeignetes Mischverfahren identifiziert, da die Scherbelastung ausreichend ist, um die Agglomerate aufzubrechen. Dies wird ebenfalls durch die Literatur bestätigt [57; 59; 62].

4.2.2 Auswahl der Additive

Die Wirkung der Fließhilfsmittel ist insbesondere von deren Struktur und Größe abhängig. In der Literatur werden am häufigsten die folgenden Stoffe als Fließhilfsmittel aufgeführt [34; 55; 126]:

- Pyrogene Kieselsäure bzw. hochdisperses Siliziumdioxid (bspw. Aerosil)
- Hochdisperse Metalloxide (bspw. Titanoxid, Aluminiumoxid)
- Rußprodukte (bspw. Printex)
- Tricalciumphosphat (bspw. Tri-cafos)

Die hier aufgezählten Fließmittel haben die gleiche Struktur nanoskaliger Primärpartikel, die durch Sinterbrücken und interpartikuläre Haftkräfte Agglomerate bilden. Aus der Literatur geht hervor, dass Rußprodukte und Kieselsäuren im Vergleich zu Metalloxiden eine höhere Steigerung der Fließfähigkeit zulassen [55; 62; 127].

Um die Auswahl an Additiven für die vorliegende Arbeit einzugrenzen, ist der Anwendungsfall zu betrachten. Der wichtigste Punkt in der Auswahl des Fließhilfsmittels ist die chemische Reinheit der Legierung, um die mechanischen Eigenschaften wie bspw. Dichte oder Zugfestigkeit nicht zu beeinflussen. Rußprodukte bestehen zu einem großen Teil aus Kohlenstoff, der auch in der Legierung 316L enthalten ist. Über den Kohlenstoffgehalt wird allerdings auch die Gefügeentwicklung und die Sinterung entscheidend beeinflusst. Um keine Quereffekte zu erzeugen, werden die Rußprodukte nicht weiter betrachtet. Bei den hochdispersen Metalloxiden sind Titan- und Aluminiumoxid die beiden bekanntesten Gruppen. Da beide Stoffe keine Legierungselemente des 316L sind, werden auch diese verworfen. Tricalciumphosphat ist bisher noch wenig untersucht und wird daher ebenfalls für diese Ausarbeitung ausgeschlossen. Die hochdispersen Kieselsäuren bestehen aus Siliziumdioxid. Silizium ist mit einem Legierungsanteil von 1 % in 316L enthalten. Aus vorherigen Versuchen ist bereits bekannt, dass nur geringe Mengen von max. 1 Gew.-% an Fließhilfsmittel

eingesetzt werden, um einen positiven Effekt zu erzielen. Zudem ist aus der Literatur bekannt, dass pyrogene Kieselsäure im Gegensatz zu den genannten Konkurrenzprodukten eine hohe Steigerung der Fließfähigkeit bewirkt und damit für die weitere Betrachtung geeignet ist [55; 57; 60; 127].

Pyrogene Kieselsäure wird unter dem Markennamen Aerosil von der Firma Evonik Industries vertrieben. Das Einsatzspektrum pygener Kieselsäure ist vielfältig. Dementsprechend werden die Kieselsäuren durch Variation der Herstellparameter exakt auf die Anwendung zugeschnitten. Zusätzlich besteht die Möglichkeit, eine nachträgliche Oberflächenmodifikation der Aerosile vorzunehmen, sodass die Hydrophilie beeinflusst wird. In Kooperation mit der Firma Evonik Industries werden für die vorliegende Arbeit drei verschiedene Aerosile ausgewählt, die in Abbildung 4-11 abgebildet sind [39].



Abbildung 4-11: Darstellung der verwendeten Aerosile

Damit die Primärpartikel fein auf der Oberfläche des Trägerpulvers verteilt werden können, ist die Dispergierbarkeit im Pulver einer der maßgeblichen Faktoren für die Auswahl der Aerosile [34; 62]. Um dies auch für Metallpulver zu überprüfen, werden drei verschiedene Aerosile mit verschiedener Dispergierbarkeit ausgewählt (s. Tabelle 4-6). Zwei der betrachteten Aerosile sind hydrophob und eines hydrophil. Dabei ist zu erwähnen, dass diese Eigenschaft sich nur auf das Verhalten zu Wasser bezieht. In dieser Arbeit werden Bindersysteme auf Lösungsmittelbasis verarbeitet, wodurch kein Problem für die Binderadsorption zu erwarten ist.

Tabelle 4-6: Vergleich der Dispergierbarkeit der verwendeten Aerosile

Aerosil	Dispergierbarkeit	Verhalten zu Wasser
300	Schlecht	Hydrophil
R812	Gut	Hydrophob
R8200	Sehr gut	Hydrophob

Aerosil 300 bietet die niedrigste Dispergierbarkeit im Testfeld, allerdings die höchste unter den hydrophilen Aerosilen. Aerosil R812 (Abbildung 4-11, Mitte) besitzt eine hohe Dispergierbarkeit. Der Zusatz „R“ steht hier für „repellent“ (deutsch: wasserabweisend) und bezeichnet die nachträglich modifizierten, hydrophoben Aerosile. Gemäß den Angaben von Evonik besitzt nur das Aerosil R8200 (Abbildung 4-11, rechts) eine höhere Dispergierbarkeit als das Aerosil R812 [39; 60].

4.2.3 Machbarkeitsstudie

In diesem Abschnitt werden die drei Aerosile stichprobenartig mit dem 16 µm-Grundpulver versetzt und die Auswirkungen auf Schütt- und Klopfdichte sowie auf den Hausnerfaktor analysiert. Aus der Literatur ist bekannt, dass bereits geringe Mengen einen großen Effekt haben [55]. Aus diesem Grund werden dem Pulver für die vorliegende Analyse zunächst 0,10 Gew.-% des jeweiligen Aerosils hinzugegeben. Für die Durchführung aller Versuche in diesem Kapitel wird 1 kg Pulver mit den gekennzeichneten Gew.-% des jeweiligen Aerosils versetzt. Dabei wird zunächst das Metallpulver eingefüllt, anschließend das Aerosil hinzugegeben und der Mischprozess durchgeführt. Die Mischparameter werden konstant gehalten (Mischdauer; 60 min; Mischintensität: 32 U/min), um eine Vergleichbarkeit der Werte zu gewährleisten. Die Ergebnisse für die Schütt- und Klopfdichte der verschiedenen Aerosile sind in Abbildung 4-12 dargestellt, die Ergebnisse des Hausnerfaktors sind Abbildung 4-13 zu entnehmen.

Zunächst ist zu erkennen, dass alle Aerosile einen positiven Effekt auf die Schütt- und Klopfdichte haben. Der geringste Effekt wird mit Aerosil 300 erreicht, ein mittlerer mit dem R812 und der stärkste mit dem Aerosil R8200. Insbesondere beim Aerosil 300 sind nach dem Mischen deutliche Agglomerationen des Aerosils im Pulver zu erkennen (vgl. Abbildung 4-14). Diese sind beim Aerosil R8200 nicht ersichtlich. Insgesamt unterstreichen die Ergebnisse die Aussage des Herstellers zur Dispergierbarkeit der

einzelnen Aerosile. Um diese Aussage weiter zu überprüfen, werden hochauflösende REM-Aufnahmen der Pulver bei 20.000-facher Vergrößerung aufgenommen (s. Abbildung 4-15).

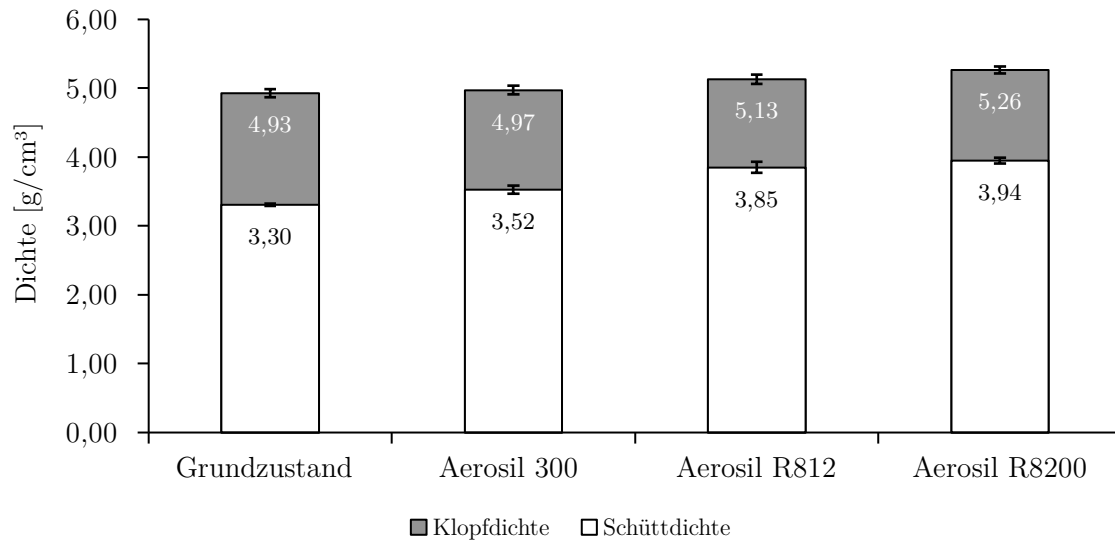


Abbildung 4-12: Vergleich der Schütt- und Klopfdichte für die verschiedenen Aerosile (16 μm Pulver, jeweils 0,10 Gew.-% Aerosil)

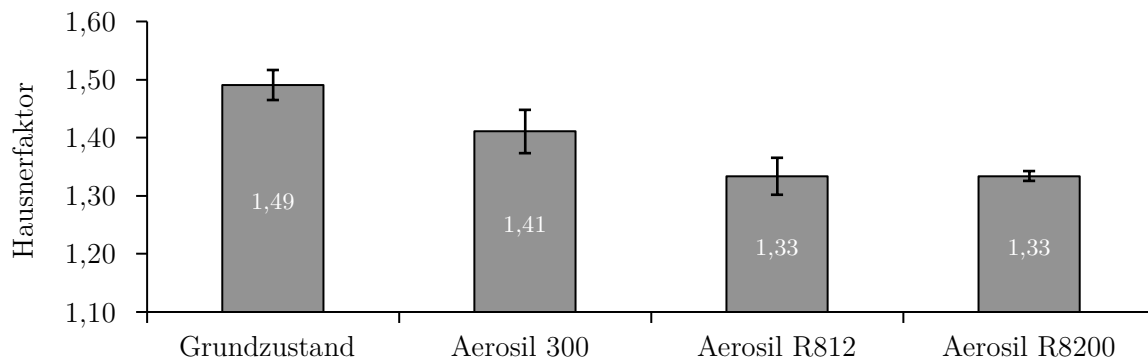


Abbildung 4-13: Vergleich des Hausnerfaktor für die verschiedenen Aerosile (16 μm Pulver, jeweils 0,10 Gew.-% Aerosil)

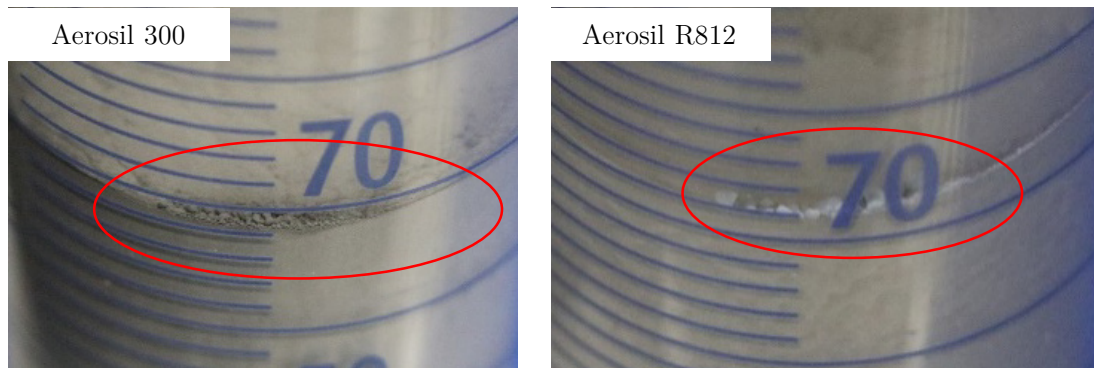


Abbildung 4-14: Ablagerungen verschiedener Aerosile nach dem Mischen

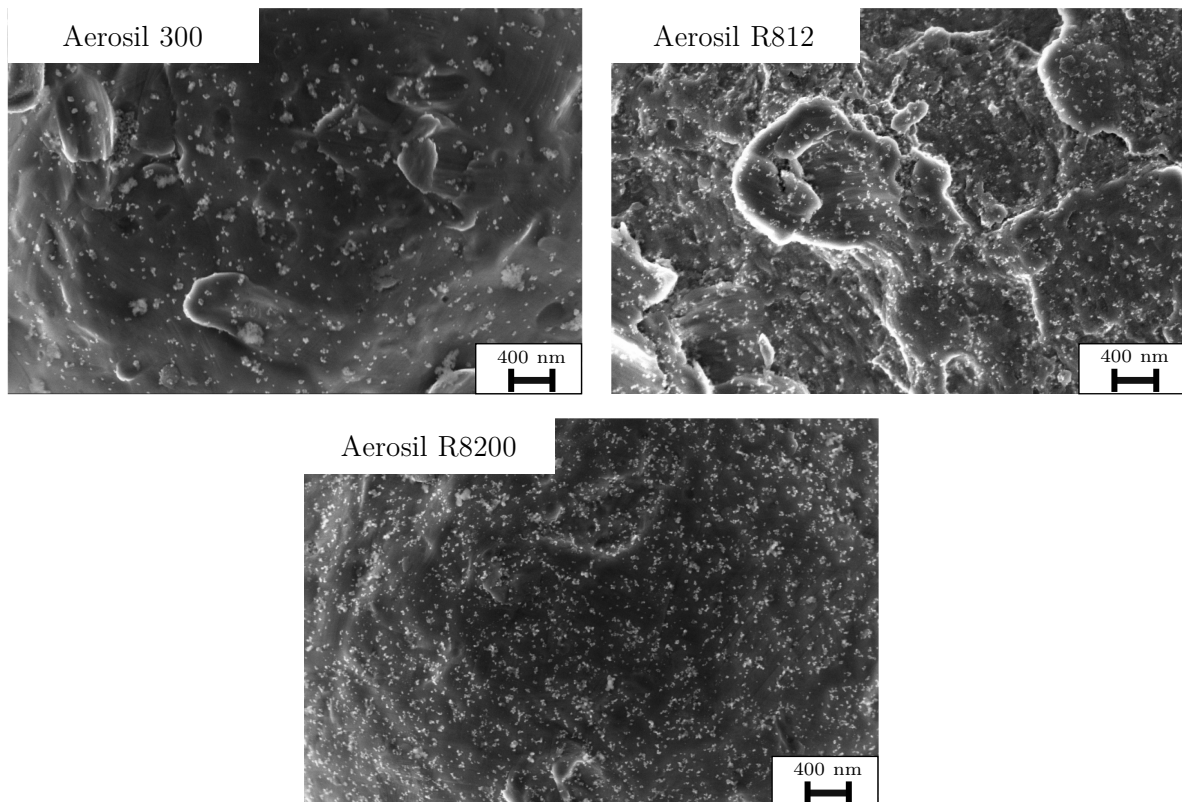


Abbildung 4-15: REM-Aufnahmen der Aerosil-Pulvermischungen bei 20.000-facher Vergrößerung

Dargestellt ist ein kleiner Bereich einer Pulveroberfläche. Die weißen Punkte auf der Partikeloberfläche sind die Primärpartikel des Aerosils, die an der Oberfläche des Metallpulvers adsorbiert werden. Mittels Bildanalysesoftware und Phasenkontrastmessung wird der prozentuale Flächenbelegungsgrad von Aerosil auf der Pulveroberfläche bestimmt (s. Tabelle 4-7).

Tabelle 4-7: Belegungsgrad verschiedener Aerosile auf der Partikeloberfläche

Pulver	Aerosil	Belegungsgrad [%]
16 μm	300	9,18
16 μm	R812	15,31
16 μm	R8200	16,76

4.2.4 Diskussion

Meyer [55] hat in ihrer Dissertation die Wirkung verschiedener Aerosile auf Maisstärkepartikel untersucht. Sie kommt zu dem Schluss, dass ein entscheidendes Maß für die Dispergierbarkeit der Aerosile die Silanolgruppendichte ist. Aerosil ist nach der Herstellung grundsätzlich hydrophil, was mit einer großen Silanolgruppendichte einhergeht. Die Hydrophobie wird durch eine nachträgliche Oberflächenmodifizierung der Aerosile herbeigeführt, bei der die Silanolgruppen entfernt werden. Da die Silanolgruppen für die Hydrophilie verantwortlich sind, erzeugt eine hohe Dichte an Silanolgruppen auch ein höheres Maß an Wasserstoffbrückenbindungen. Die Ausprägung dieser Bindungen führt zu kohäsiven Kräften innerhalb der Aerosilagglomerate. Folglich werden die hydrophilen Aerosile bei gleicher Mischenergie weniger stark aufgebrochen, wodurch eine schlechtere Dispergierung auf dem Trägerpulver erreicht wird. Die Fließeigenschaften sind daher geringer [55]. Eber [62] hat die Untersuchungen von Meyer speziell für das Mischen fortgeführt und kommt zu einem ähnlichen Schluss. Je schneller die Fließhilfsmittel zu einer adsorbierbaren Partikelgröße (20 - 40 nm) zerkleinert werden, desto größer ist auch die Wirkung der Fließhilfsmittel. Meyer und Eber haben in ihren Versuchen die Dispergierung auf Maisstärkepartikeln untersucht. Die dargestellten Ergebnisse zeigen, dass die Beobachtungen auf Stahlpulver übertragbar sind. Eine wichtige Eigenschaft der Aerosile bzw. der Fließhilfsmittel ist damit die Dispergierung innerhalb des Trägerpulvers [55; 62].

Die REM-Aufnahmen und Messdaten zeigen deutlich, dass das Aerosil 300 am schlechtesten dispergiert. Zudem sind die Agglomerate größer als in den hydrophoben Aerosilen. Am feinsten sind die Primärpartikel des Aerosils R8200 auf der Oberfläche der Metallpulver dispergiert. Im Vergleich dazu liefert das Aerosil 300 gegenüber den hydrophoben Aerosilen unzureichenden Ergebnisse. Daher wird das Aerosil 300 für weitere Betrachtungen ausgeschlossen. Da die Aerosile R812 und R8200 gute Fließfähigkeitswerte erzielen, werden diese im Folgenden für die Analyse der Mischparameter verwendet.

4.3 Entwicklung der Mischparameter

Aus der Literatur geht hervor, dass die Effektivität der Fließhilfsmittel von zwei Faktoren entscheidend beeinflusst wird [55; 126]:

- Größe der Agglomerate, die an der Oberfläche des Trägermaterials adsorbieren und den Abstand von Trägerpartikel zu Trägerpartikel definieren
- Dichte der Belegung der Oberfläche der Trägerpartikel mit Agglomeraten des Fließhilfsmittels

Beide Faktoren werden maßgeblich über das Mischverfahren bzw. die eingebrachte Mischenergie beeinflusst. Untersuchungen in der Literatur zum Mischen von Trägerpulvern mit Aerosil wurden bisher nur mit Maisstärke durchgeführt [59; 62; 57]. Die Maisstärke hat im Vergleich zum Metallpulver eine geringere Dichte ($1,5 \text{ g/cm}^3$) [128]. Aufgrund dessen wird eine geringere kinetische Energie während des Mischens erzeugt. Fraglich ist daher, welchen Einfluss das Mischverfahren auf die Metallpulver hat und wie geeignete Mischparameter für die Mischung von Metallpulver und Aerosil definiert sind. Zunächst werden daher die Auswirkungen des Mischens auf das Grundpulver ohne Aerosil dargestellt. Dieser Schritt ist wichtig, um sicherzustellen, dass die Integrität der Pulver nicht bereits durch das Mischverfahren zerstört wird. Anschließend werden die Einflüsse der Mischparameter auf die Wirkung des Aerosils in Verbindung mit Metallpulver untersucht.

4.3.1 Einfluss des Mischens auf die Grundpulver

Im Folgenden wird der Einfluss des Mischens auf die Grundpulver analysiert. Für die Mischungen wird das $16 \mu\text{m}$ -Pulver genutzt, da es in Bezug auf die Partikelgrößenverteilung die Mitte des Testfeldes darstellt. Das Pulver wird zu jeweils 1 kg in kleine Metallfässer eingefüllt und diese im Mischkorb platziert. Alle dargestellten Mittelwerte und Standardabweichungen basieren auf drei Messungen pro Mischeinstellung. Mischdauer und Mischintensität werden getrennt voneinander variiert, um den Einfluss der verschiedenen Einstellungen besser zu verstehen.

Die Ergebnisse der Variation der Mischdauer sind in Abbildung 4-16 (Schütt- und Klopfdichte) und Abbildung 4-17 (Hausnerfaktor) dargestellt. Als Mischintensität wird

ein mittlerer Wert von 23 U/min eingestellt. Des Weiteren wird die Mischintensität bei einer konstanten Dauer von 60 min variiert (vgl. Abbildung 4-18 bzw. Abbildung 4-19).

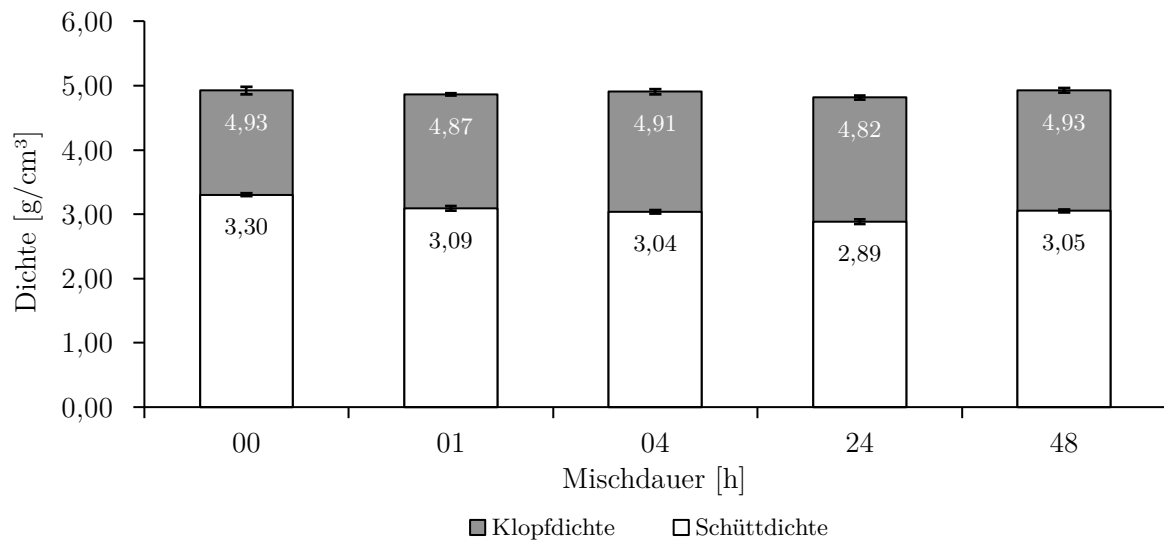


Abbildung 4-16: Schütt- und Klopfdichte bei Variation der Mischdauer (Intensität: 23 U/min, 16 μ m Pulver)

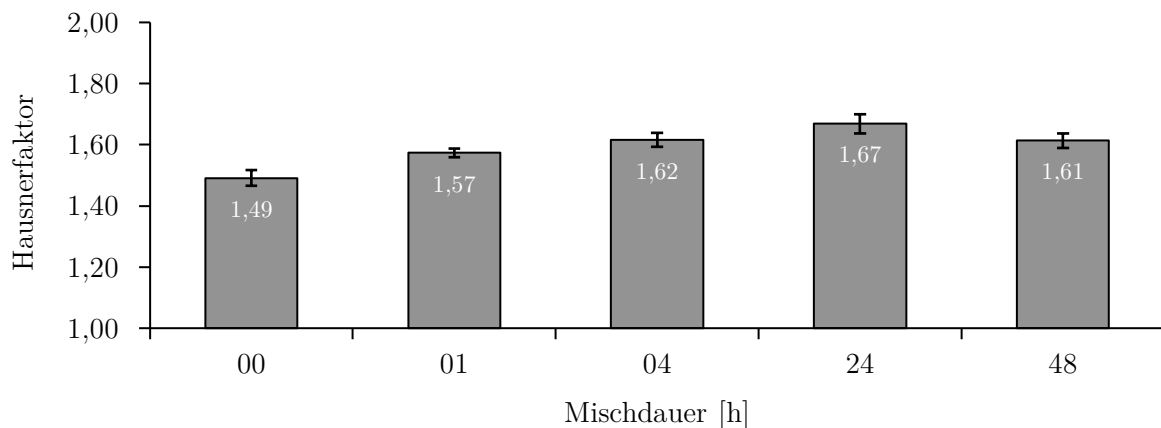


Abbildung 4-17: Hausnerfaktor bei Variation der Mischdauer (Intensität: 23 U/min, 16 μ m Pulver)

Die Schüttdichte nimmt mit steigender Mischintensität ab, die Klopfdichte wiederum wird weniger beeinträchtigt und steigt zunächst leicht an. Bei höheren Mischintensitäten fällt auch die Klopfdichte unterhalb des Ausgangswertes. Um zu analysieren, welche Auswirkungen die hohen Mischintensitäten auf die Partikelform haben, werden REM-Aufnahmen angefertigt, die vergleichend in Abbildung 4-20 dargestellt sind. Die REM-Aufnahmen belegen, dass mit steigender Mischintensität ein höheres Maß an Agglomeratbildung vorhanden ist. Ab 23 U/min sind zudem erste leichte Deformationen und ineinander gedrückte Partikel erkennbar. Bei steigenden Intensitäten werden diese häufiger und markanter.

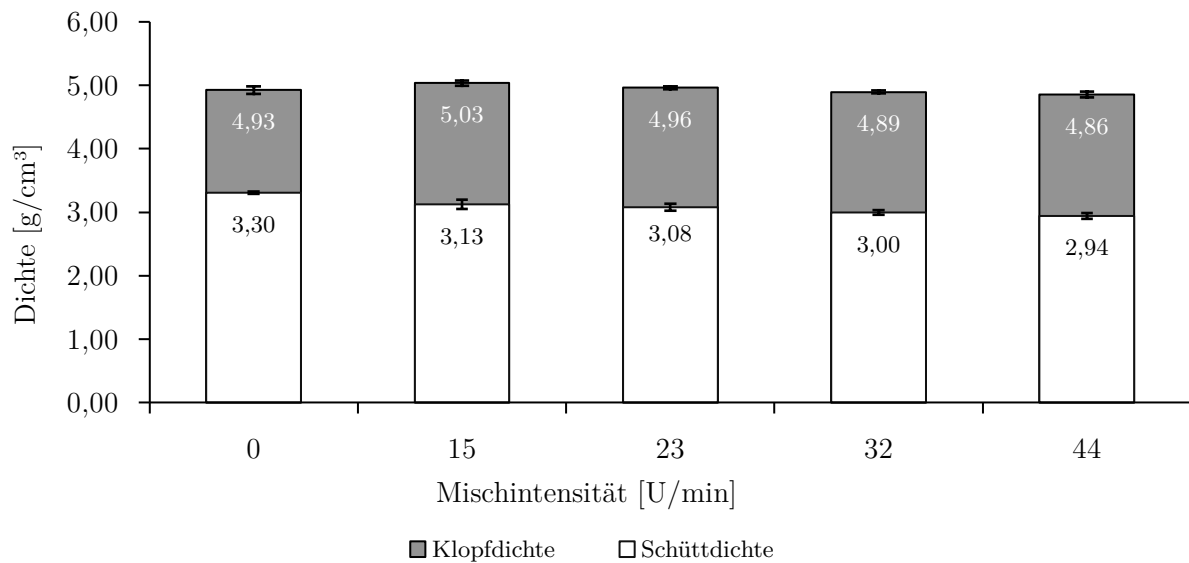


Abbildung 4-18: Schütt- und Klopfdichte bei Variation der Mischintensität (Mischdauer: 1 h, 16 µm Pulver)

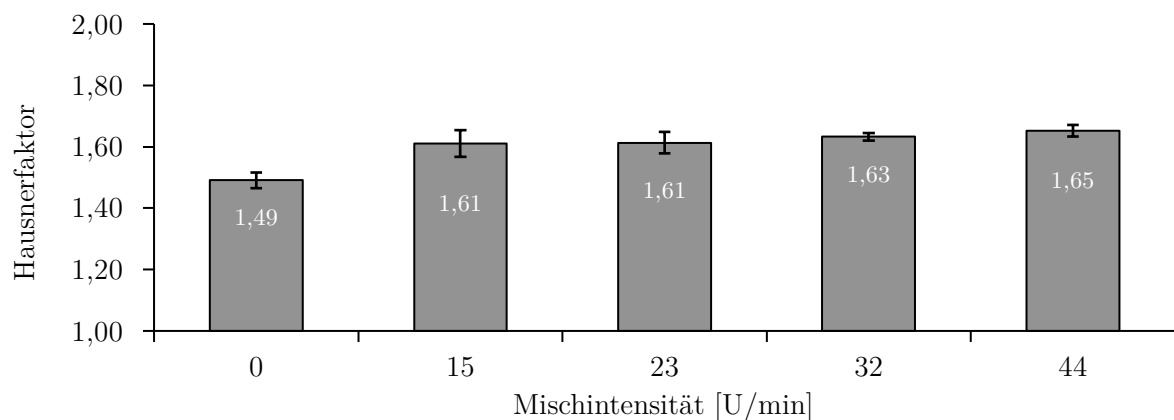


Abbildung 4-19: Verlauf des Hausnerfaktor bei Variation der Mischintensität (Mischdauer: 1 h, 16 µm Pulver)

Mit steigender Intensität werden außerdem mehr und größere Agglomerate gebildet, welche die Fließfähigkeit negativ beeinträchtigen. Es ist davon auszugehen, dass diese Agglomerate durch Kollision von Partikeln aufgrund der Mischkräfte entstehen und daher schwer aufzulösen sind. Die Ergebnisse in Verbindung mit den REM-Aufnahmen belegen, dass das Mischen der Pulver mit dem Taumelmischer einen negativen Effekt auf die Fließfähigkeit und Packungsdichte hat, unabhängig von der Mischdauer oder -intensität. Die Messwerte zeigen, dass der größte Abfall im Hausnerfaktor bereits bei der kürzesten Mischdauer bzw. geringsten Intensität festzustellen ist. Daraus wird abgeleitet, dass der Mischvorgang einen negativen Effekt auf die Fließfähigkeit hat und daher, falls nicht notwendig, zu vermeiden ist. Die Schüttdichte wird dabei stärker beeinträchtigt als die Klopfdichte.

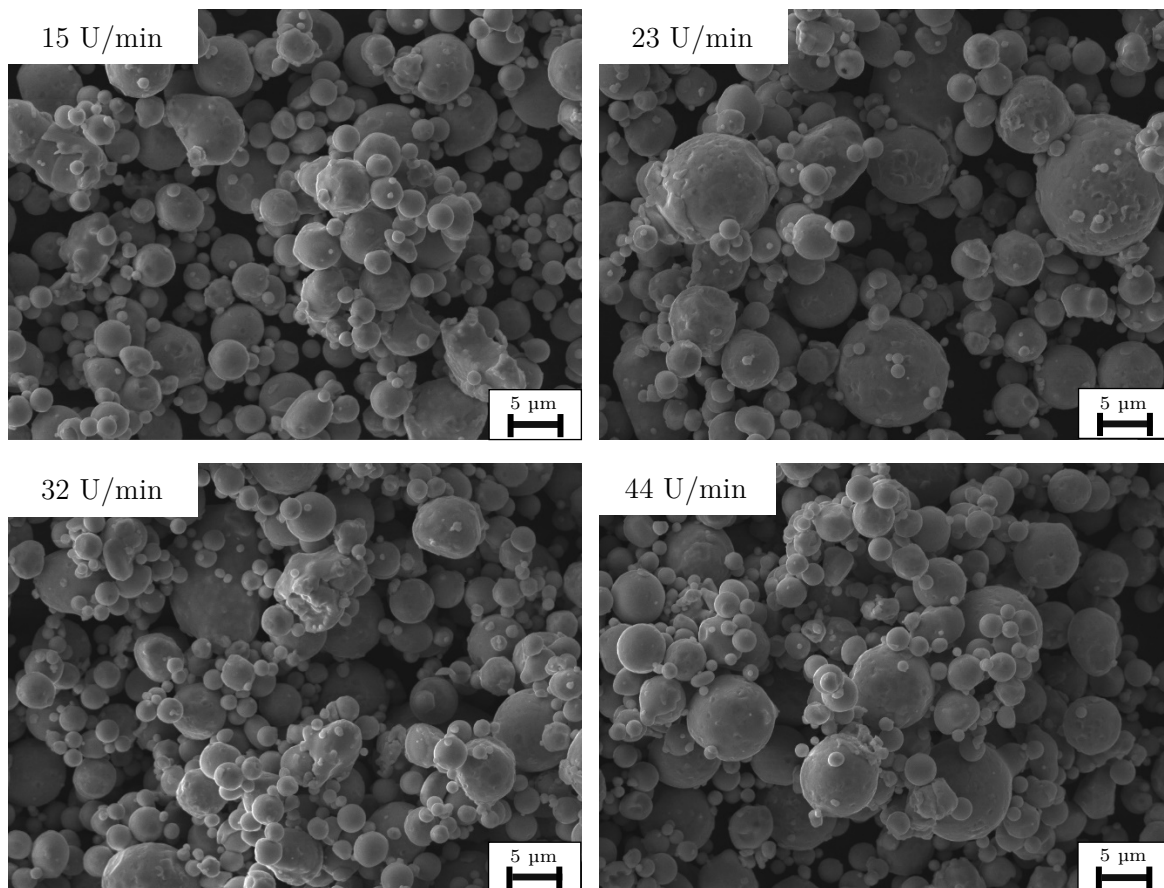


Abbildung 4-20: REM-Aufnahmen des Ausgangspulvers bei verschiedenen Mischintensitäten (16 µm Pulver, Mischdauer: 1 h)

Dieser Effekt ist dadurch zu erklären, dass die Schüttdichte ohne externe Krafteinflüsse gemessen wird und daher der Einfluss einer geringen Fließfähigkeit höher ist. Warum die Fließfähigkeit bei der längsten Mischung wieder zunimmt, ist abschließend nicht zu klären. Gleichzeitig ist dieser Effekt zunächst zu vernachlässigen, da sich der Wert noch immer stark vom Ausgangswert unterscheidet.

4.3.2 Entwicklung der Mischparameter für Aerosil

Nachdem nun der Einfluss des Mischens auf die Grundpulver bekannt ist, werden im Folgenden die Mischparameter in Kombination mit Aerosil erarbeitet. Wie vorab bereits beschrieben werden für die Versuche die Aerosile R812 und R8200 betrachtet (vgl. Kapitel 4.2). Als Ausgangspulver wird weiterhin das 16 µm-Pulver verwendet, da es das Mittelfeld der Pulver abbildet und so die Vergleichbarkeit zu den vorangegangenen Untersuchungen gewährleistet ist. Dabei wird wiederum 1 kg Metallpulver mit 0,10 Gew.-% Aerosil (1 g) versetzt.

Nachfolgend wird zunächst die Variation der Mischdauer bei konstanter Intensität und anschließend die Variation der Mischintensität bei konstanter Mischdauer näher begutachtet. Die dargestellten Mittelwerte und Standardabweichungen basieren auf jeweils drei Messwerten. Da aus den vorangegangenen Versuchen deutlich wird, dass eine zu starke Mischintensität negativ ist, wird für die Variation der Mischdauer zunächst eine mittlere Intensität von 23 U/min angesetzt und die Mischdauer zwischen 0 h und 48 h variiert. Die entsprechenden Ergebnisse für Schütt- und Klopfdichte sind in Abbildung 4-21, die Ergebnisse für den Hausnerfaktor in Abbildung 4-22 dargestellt.

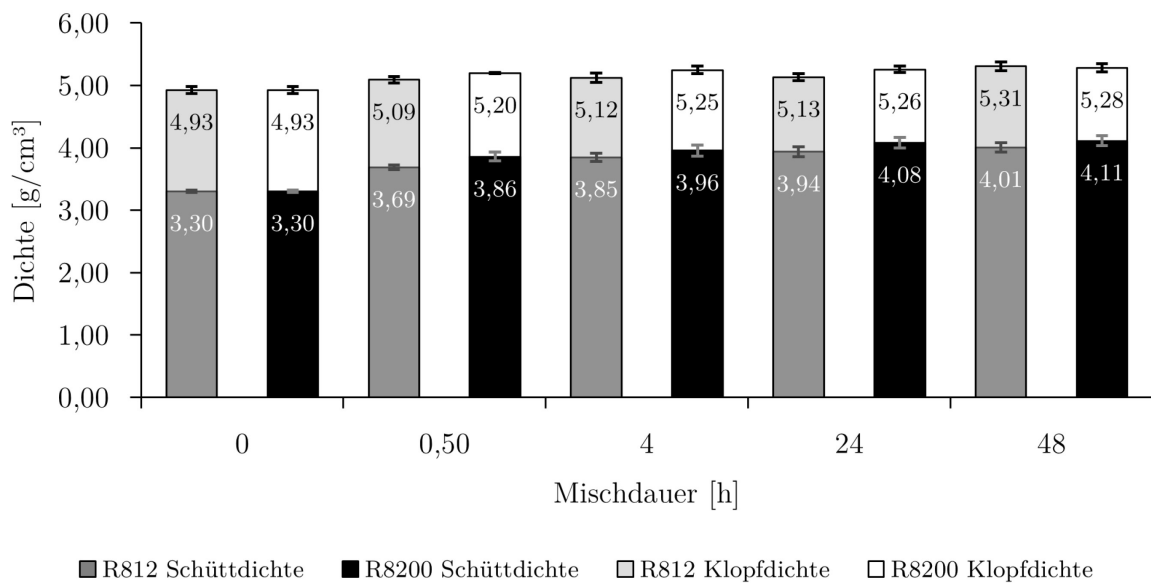


Abbildung 4-21: Schütt- und Klopfdichte bei Variation der Mischdauer (0,10 Gew.-% Aerosil, 23 U/min) [60]

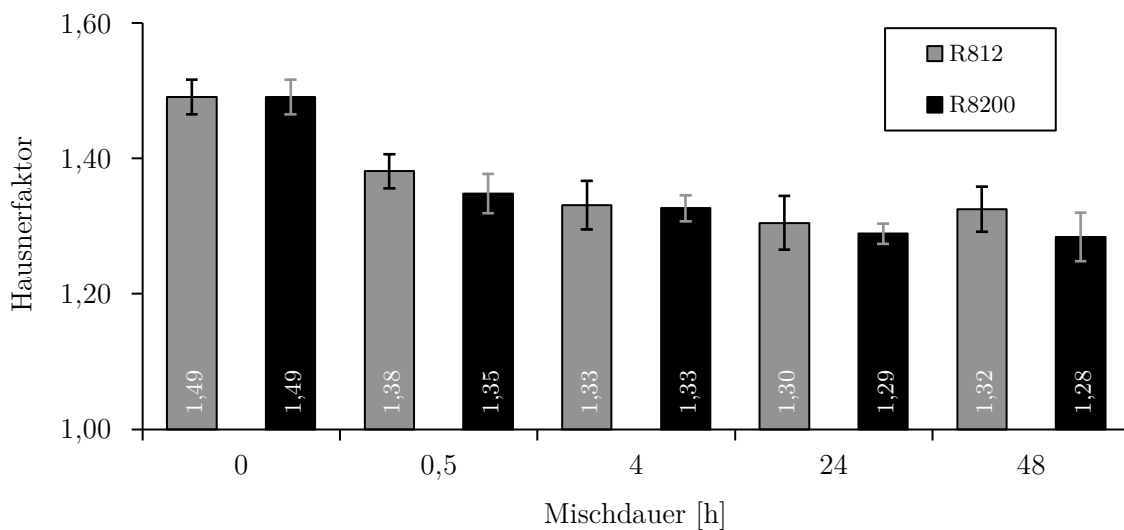


Abbildung 4-22: Hausnerfaktor bei Variation der Mischdauer (0,10 Gew.-% Aerosil, 23 U/min) [60]

Die Werte bei einer Mischintensität von null repräsentieren den Wert des 16 μm -Pulvers im Grundzustand ohne Zugabe von Aerosil und ohne Mischen. Beide Aerosile zeigen über die Mischdauer einen ähnlichen Verlauf. Die Schüttdichte nimmt mit steigender Mischdauer zu, sodass bei den längsten Mischdauern die höchsten Werte für die Schüttdichte gemessen werden. Beim Aerosil R812 ist von 24 h auf 48 h Mischdauer im Trend nochmal eine leichte Steigerung zu erkennen, wohingegen beim R8200 die Dispergierung bereits nach 24 h Mischdauer abgeschlossen ist und anschließend nur eine geringfügige Änderung erlaubt. Die Klopfdichte steigt ebenfalls stetig an, wobei die absolute Änderung geringer ist als bei der Schüttdichte. Dies ist durch die externen Einflüsse des Messverfahrens zu erklären [60].

Für die Variation der Mischintensität werden die Pulver auf der jeweiligen Intensitätsstufe für 60 min. gemischt und anschließend vermessen. Abbildung 4-23 enthält die Ergebnisse für die Schütt- und Klopfdichte. Die Entwicklung des Hausnerfaktors ist in Abbildung 4-24 abgebildet.

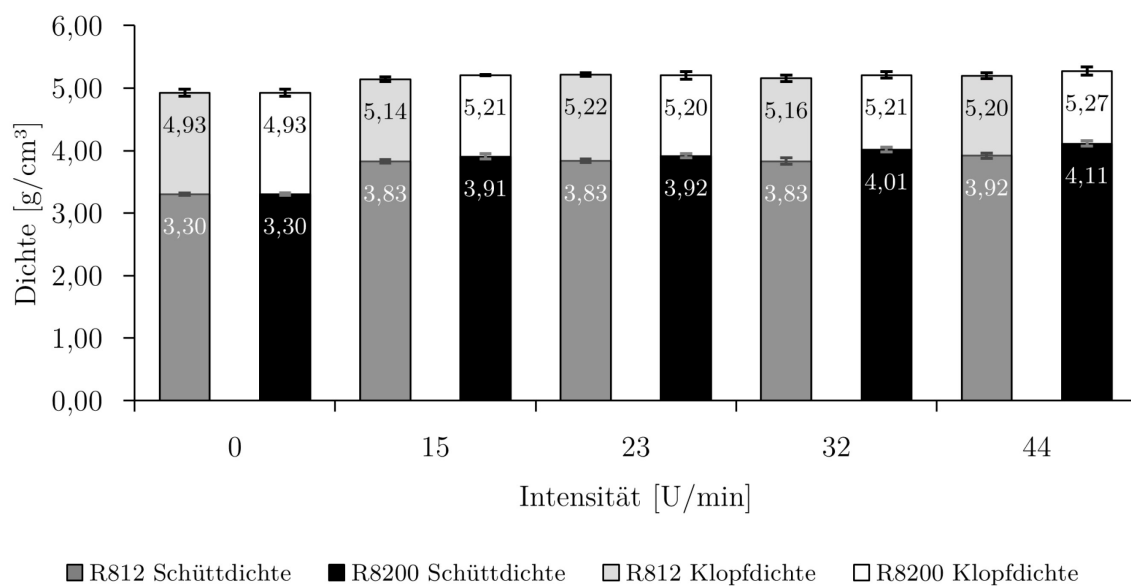


Abbildung 4-23: Schütt- und Klopfdichte bei Variation der Mischintensität (0,10 Gew.-% Aerosil, 1h) [60]

Für die Schüttdichte sind bei Aerosil R812 im Bereich von 15 - 32 U/min nur geringfügige Unterschiede feststellbar. Für die höchste Intensität von 44 U/min wird im Vergleich dazu noch einmal ein Anstieg gemessen. Beim Aerosil R8200 wird dieser Anstieg bereits bei 32 U/min gemessen und bei der höchsten Intensität nochmals verbessert. Für die Klopfdichte wird ein ähnlicher Verlauf in beiden Aerosilen gemessen [60].

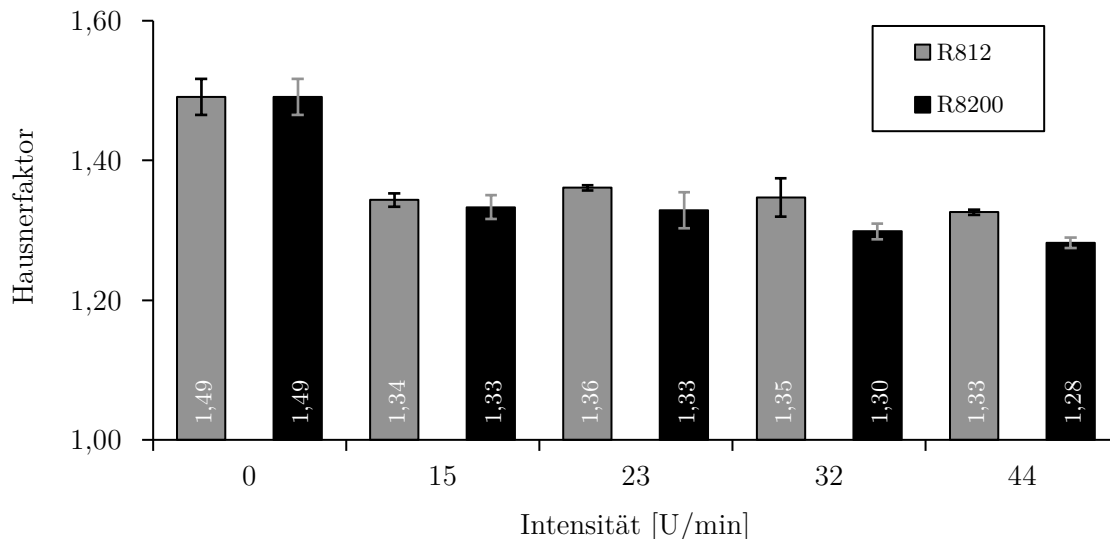


Abbildung 4-24: Hausnerfaktor für die Variation der Mischintensität (0,10 Gew.-% Aerosil,1h) [60]

4.3.3 Diskussion

In Bezug auf die Mischintensität zeigt der Vergleich von R812 und R8200, dass für das R8200 bereits bei geringeren Intensitäten ein Anstieg gemessen und dieser noch einmal für höhere Intensitäten gesteigert wird. Da das R8200 im Vergleich zum R812 eine geringere Silanolgruppendichte aufweist, wird insgesamt weniger Energie benötigt, um die Agglomerate aufzubrechen. Bei gleicher Intensität und Mischdauer werden deshalb bessere Werte für das R8200 erzielt. Um die Dispergierung besser nachzuvollziehen, werden REM-Bilder der einzelnen Stadien des Aerosils R8200 aufgenommen. Diese sind in Abbildung4-25 abgebildet. Dargestellt sind die Pulveroberflächen in 20.000-facher (links) und 40.000-facher (rechts) Vergrößerung. Der prozentuale Belegungsgrad der Partikeloberfläche mit Aerosil ist ebenfalls angegeben. Insbesondere anhand der Aufnahmen mit 40.000-facher Vergrößerung wird deutlich, dass die Belegung des Aerosils mit steigender Mischenergie zunimmt und so die Fließfähigkeit positiv beeinflusst wird.

Die Ergebnisse verdeutlichen, dass die Mischparameter einen großen Einfluss auf die Wirkung der Aerosile haben. Dabei dient der Mischprozess zum Aufbrechen der Agglomerate des Aerosils, wodurch die Primärpartikel des Additivs auf der Oberfläche der Pulverpartikel adsorbiert werden. Infolgedessen wird ein höherer Abstand der Partikel zueinander erreicht, wodurch die interpartikulären Haftkräfte verringert werden und die Fließfähigkeit steigt. Des Weiteren wird anhand der Ergebnisse deutlich, dass Mischintensität und Mischdauer sich gegenseitig aufwiegen (vgl. Tabelle 4-8). Bei

höheren Intensitäten und kurzen Mischdauern werden die gleichen Ergebnisse wie bei hohen Mischdauern und geringen Intensitäten erzielt.

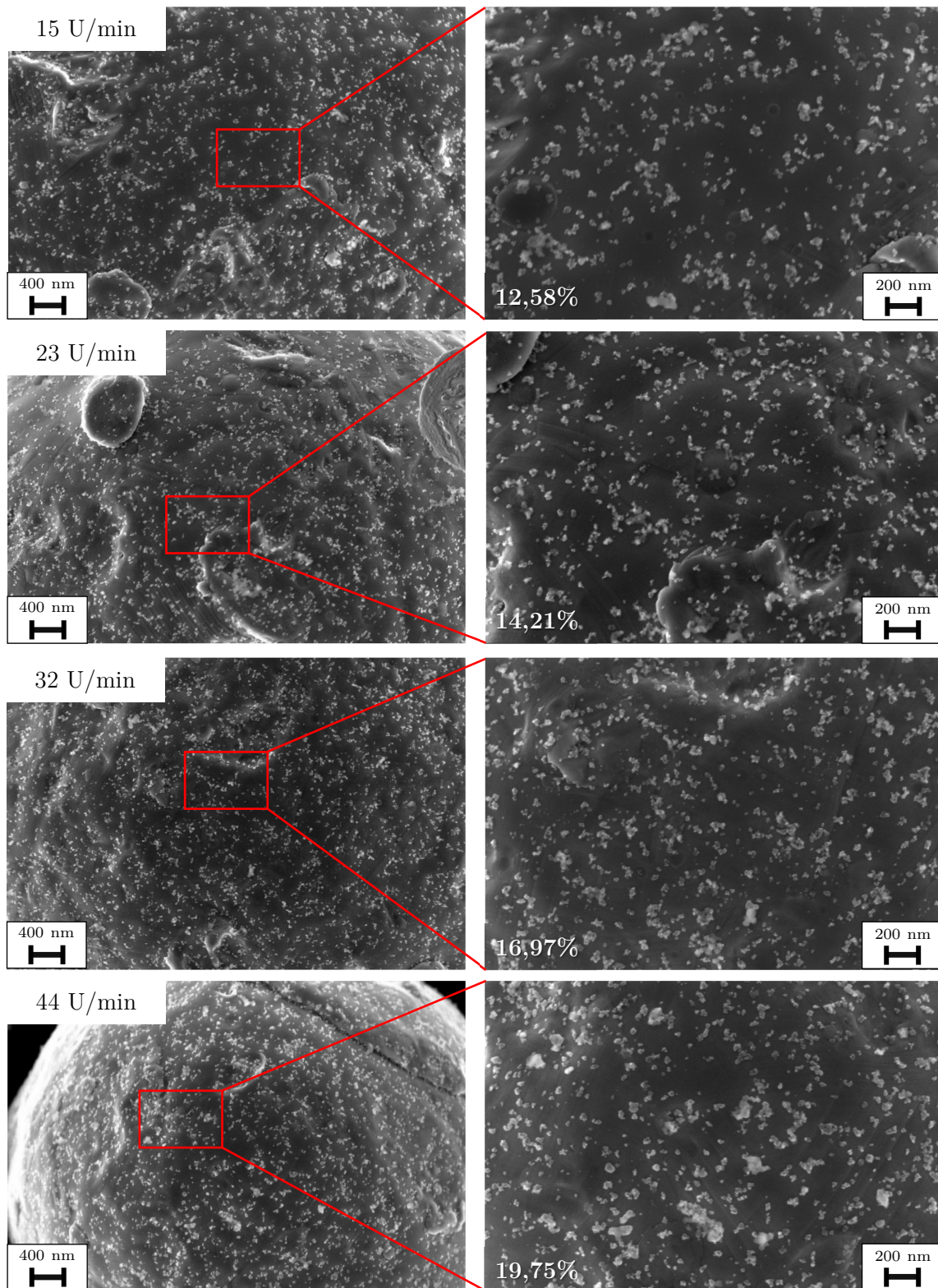


Abbildung 4-25: REM-Aufnahmen der Pulveroberfläche bei verschiedenen Mischintensitäten (Aerosil R8200) [60]

Anhand der Versuche für die Mischdauer ist der Verlauf der Fließfähigkeit in Abhängigkeit von der Mischdauer aus der Literatur (vgl. Abbildung 2-16) für Metallpulver zu bestätigen.

Tabelle 4-8: Ergebnisse für verschiedene Mischparameter aus den Untersuchungen mit R8200 (16 μm Pulver) [60]

Mischdauer [h]	Mischintensität [U/min]	Schüttdichte [g/cm ³]	Klopfichte [g/cm ³]	Hausnerfaktor
48	23	5,28	4,11	1,28
1	44	5,27	4,11	1,28

Mit steigender Mischdauer werden die Agglomerate immer weiter zerkleinert und anschließend an der Pulveroberfläche adsorbiert. Dadurch steigt die Fließfähigkeit mit der Mischdauer zunächst an. Ab ca. 4 h Mischdauer (23 U/min) ist eine Sättigung festzustellen, sodass es zu einer Plateauphase kommt, in welcher die Fließfähigkeit nur geringfügig verändert wird. Die Phase der sinkenden Fließfähigkeit aufgrund von Übersättigung wird bis 48 h (23 U/min) Mischdauer nicht erreicht. Meyer nutzt ebenfalls einen Turbula Taumelmischer mit einer Intensität von 44 U/min. Der direkte Vergleich zeigt, dass in der vorliegenden Ausarbeitung für die maximale Wirksamkeit 1 h ausreichend ist, wohingegen Meyer 6 h - 12 h benötigt. Der Unterschied zeigt, dass die Mahlwirkung der Metallpulver aufgrund der höheren Dichte und des Gewichtes stärker ist und somit die Aerosile schneller aufgebrochen werden. Zudem wird deutlich, dass die Aerosile die negativen Effekte des Mischens kompensieren.

Bezüglich der Wirksamkeit und der Leistungsfähigkeit zeigen die Mischversuche, dass das Aerosil R8200 sowohl die beste Leistungsfähigkeit als auch die beste Wirksamkeit aller untersuchten Aerosile aufzeigt. Der Grund dafür ist die vereinfachte Aufspaltung der hydrophoben Aerosilagglomerate durch eine geringere Silanolgruppendichte. Zudem wird beim Vergleich der beiden Aerosile deutlich, dass das Aerosil R8200 aufgrund der höchsten Dispergierbarkeit in jedem Zustand bessere Ergebnisse erzielt als das R812. Da das R812 keinen Vorteil bietet, wird im Folgenden das Aerosil R8200 für die weiteren Pulvermischungen genutzt. Aufgrund der hohen Anzahl an Pulverversuchen und des zeitintensiven Mischprozesses wird für die weiteren Versuche eine Mischintensität von 44 U/min und eine Mischdauer von 1 h angesetzt [60].

4.4 Analyse der Pulvereigenschaften bei Zugabe von Aerosil

Die in den vorangegangenen Kapiteln gesammelten Erkenntnisse zu Mischparametern und Aerosilen werden im Folgenden dazu genutzt, die Eigenschaftsänderungen durch Aerosil zu analysieren, um so dessen Wirkweise im Zusammenhang mit Metallpulvern zu verstehen. Zu diesem Zweck werden alle sieben Pulver des Testfeldes (vgl. Kapitel 4.1) mit Aerosil versetzt und deren Fließfähigkeit mittels Schütt-, Klopfdichte und Hausnerfaktor untersucht. Des Weiteren wird der Gehalt des Aerosils im Bereich von 0,00 Gew.-% - 1,00 Gew.-% variiert, um den Effekt des Belegungsgrades nachzuvollziehen. Die Ergebnisse werden zum besseren Verständnis für gas- und wasserverdünnte Pulver separat dargestellt. Für die Herstellung der Pulvermischungen werden die in Kapitel 4.2 dargestellten Mischparameter genutzt und 1 kg mit der entsprechenden Menge Aerosil versetzt. Als Fließhilfsmittel wird das Aerosil R8200 genutzt (vgl. Kapitel 4.2).

4.4.1 Ergebnisse für gasverdünnte Pulver

In diesem Abschnitt werden zunächst die Ergebnisse für die gasverdünnten Pulver erläutert. Um die Lesbarkeit zu verbessern und den Effekt des Aerosils auf die verschiedenen Messwerte zu identifizieren, werden die Ergebnisse aufgeteilt in Schütt-, Klopfdichte und Hausnerfaktor abgebildet.

Abbildung 4-26 zeigt die Ergebnisse für die Schüttdichte der gasverdünnten Pulver. Die Schüttdichte bei 0,00 Gew.-% entspricht den Werten der Ausgangspulver aus Kapitel 4.1. Bei allen Pulvern ist bereits eine Steigerung der Fließfähigkeit bzw. der Schüttdichte bei einer Zugabe von ca. 0,10 Gew.-% Aerosil R8200 erkennbar. Anschließend fallen fast alle Kurven wieder ab, mit Ausnahme der Kurve für das 10 μm - und 05 μm -Pulver. Für das 10 μm -Pulver werden von 0,10 Gew.-% bis 0,50 Gew.-% nur geringfügige Änderungen festgestellt. Für das 05 μm -Pulver wird die höchste Schüttdichte bei 0,25 Gew.-% Aerosil erreicht. Für alle anderen Pulvermischungen wird der höchste Wert bei 0,10 Gew.-% Aerosil gemessen. Bei der höchsten Aerosilkonzentration von 1,00 Gew.-% liegen die Werte immer noch oberhalb der Werte des Ausgangszustandes. Den aktuellen Benchmark in Bezug auf die Schüttdichte stellt das 32 μm -Pulver dar, da es bereits erfolgreich verdrückt werden konnte. Die Pulver mit einer Korngröße $> 10 \mu\text{m}$ liegen bereits in ihren Ausgangswerten über dieser Schüttdichte, lediglich die Ausgangswerte des 10 μm - und des 05 μm - Pulvers liegen

unterhalb. Bei Zugabe von Aerosil erreichen auch diese beiden Pulver den Benchmark. Um die Werte ins Verhältnis zu setzen, sind in Tabelle 4-9 die prozentualen und realen Steigerungen gegenübergestellt [60].

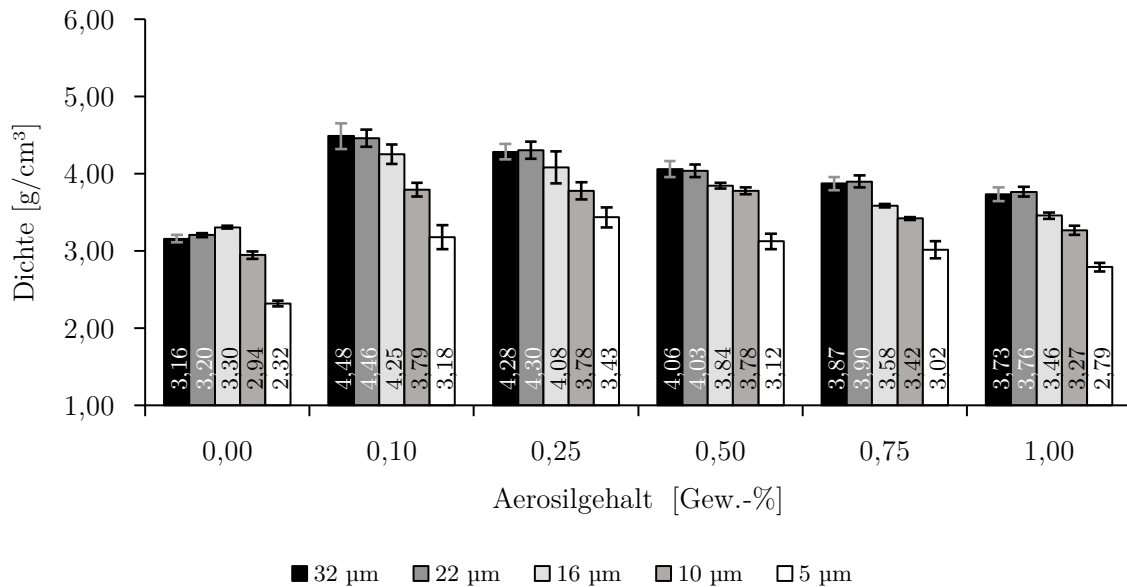


Abbildung 4-26: Vergleich der Schüttdichte der gasverdünsten Pulver mit Aerosil R820 in variierender Aerosilkonzentration [60]

Tabelle 4-9: Absolute und relative Steigerung der Schüttdichte der gasverdünsten Pulver mit Aerosil R820 [60]

Pulver	Ausgangsschüttdichte [g/cm ³]	Max. Schüttdichte [g/cm ³]	Absolute Steigerung [g/cm ³]	Relative Steigerung [%]
32 µm	3,16	4,48	1,32	42
22 µm	3,20	4,46	1,26	39
16 µm	3,3	4,25	0,95	29
10 µm	2,94	3,79	0,85	29
05 µm	2,32	3,43	1,11	48

Damit wird die Schüttdichte im Bereich von 29 % - 48 % gesteigert. Über alle Pulver hinweg erfährt das 05 µm-Pulver mit 0,25 Gew.-% Aerosil die höchste Steigerung. Es ist zu vermuten, dass das Aerosil hier die größte Wirkung entfaltet, da die interpartikulären Haftkräfte bei diesem Pulver am höchsten sind. An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass die eigentliche Wirkung des Aerosils höher ist als hier

dargestellt, da das Mischen einen negativen Einfluss auf die Fließfähigkeit hat, der durch das Aerosil zusätzlich kompensiert wird (vgl. Kapitel 4.3) [60].

In Abbildung 4-27 sind die Ergebnisse für die Variation der Klopfdichte mit steigendem Aerosilgehalt für die verschiedenen Pulver dargestellt.

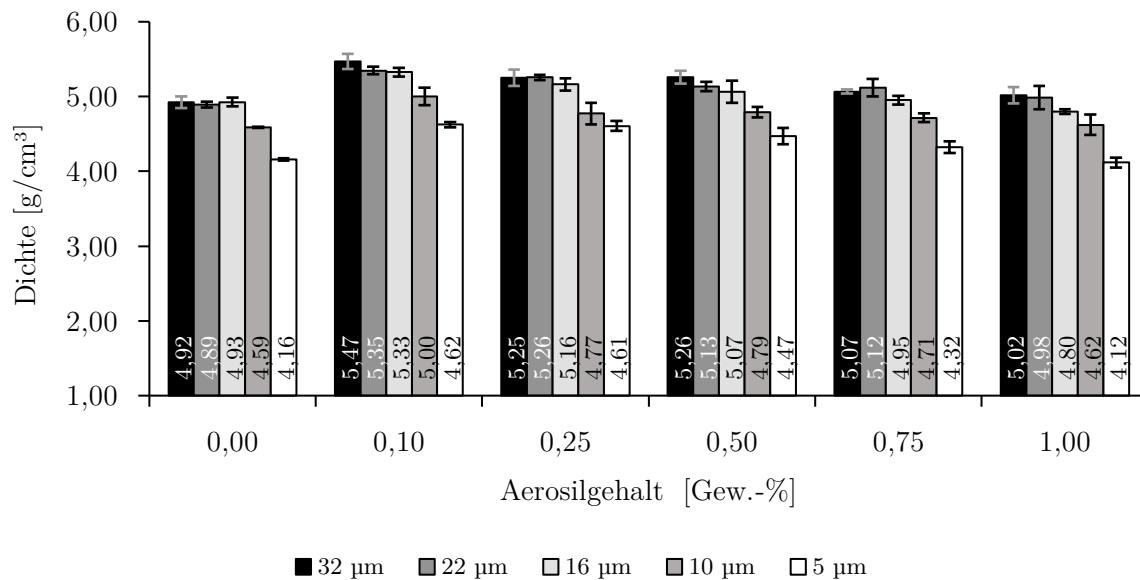


Abbildung 4-27: Ergebnisse Klopfdichte mit steigendem Aerosilgehalt (gasverdüstete Pulver, Aerosil R8200) [60]

Grundsätzlich zeigt die Klopfdichte einen ähnlichen Verlauf wie für die Schüttdichte. Die Messwerte steigen bereits bei der Zugabe von 0,10 Gew.-% Aerosil an. Im Gegensatz zu den Ergebnissen der Schüttdichte wird bei 0,10 Gew.-% für alle Pulver die höchste Klopfdichte erreicht. Ab 0,25 Gew.-% ist eine leichte Abnahme der Kennwerte zu erkennen, wobei die Unterschiede gering und teilweise statistisch nicht signifikant sind. Auch nach der Zugabe von 0,50 Gew.-% sind teilweise nur sehr geringe Unterschiede vorhanden, die innerhalb der Standardabweichung liegen. Ab 0,75 Gew.-% setzt ein Abfall der Eigenschaften ein, der bei 1,00 Gew.-% Aerosil weiter fortgesetzt wird. Alle Pulver erreichen die Klopfdichte des 32 µm-Pulvers als Benchmark nach Zugabe von 0,10 Gew.-% Aerosil, mit Ausnahme des 05 µm-Pulvers. Tabelle 4-10 zeigt die Messwerte und die daraus resultierenden Steigerungen [60]. Damit werden für die Klopfdichte Steigerungen im Bereich von 8 % - 11 % erreicht. Sowohl die realen als auch die prozentualen Steigerungen liegen damit deutlich unterhalb der Zunahme der Schüttdichten. Das verdeutlicht, dass das Aerosil einen größeren Einfluss auf die freie Fließfähigkeit der Pulver hat, statt auf die Kompaktierung der Partikel [60]. In Abbildung 4-28 werden die Ergebnisse für den Hausnerfaktor grafisch dargestellt. In Tabelle 4-11 sind jeweiligen Steigerungen aufgezeigt.

Tabelle 4-10: Absolute und relative Steigerung der Klopfdichte bei Zugabe von Aerosil R8200 (gasverdüsterte Pulver) [60]

Pulver	Ausgangsklopfdichte [g/cm ³]	Max. Klopfdichte [g/cm ³]	Absolute Steigerung [g/cm ³]	Relative Steigerung [%]
32 µm	4,92	5,47	0,55	11
22 µm	4,89	5,35	0,46	9
16 µm	4,93	5,33	0,40	8
10 µm	4,59	5,00	0,41	9
05 µm	4,16	4,62	0,46	11

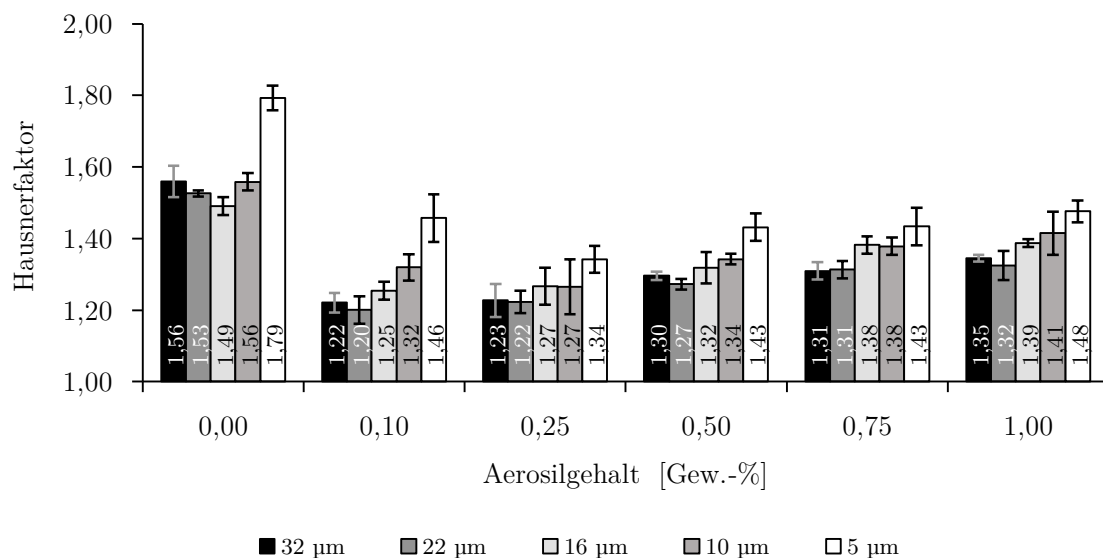


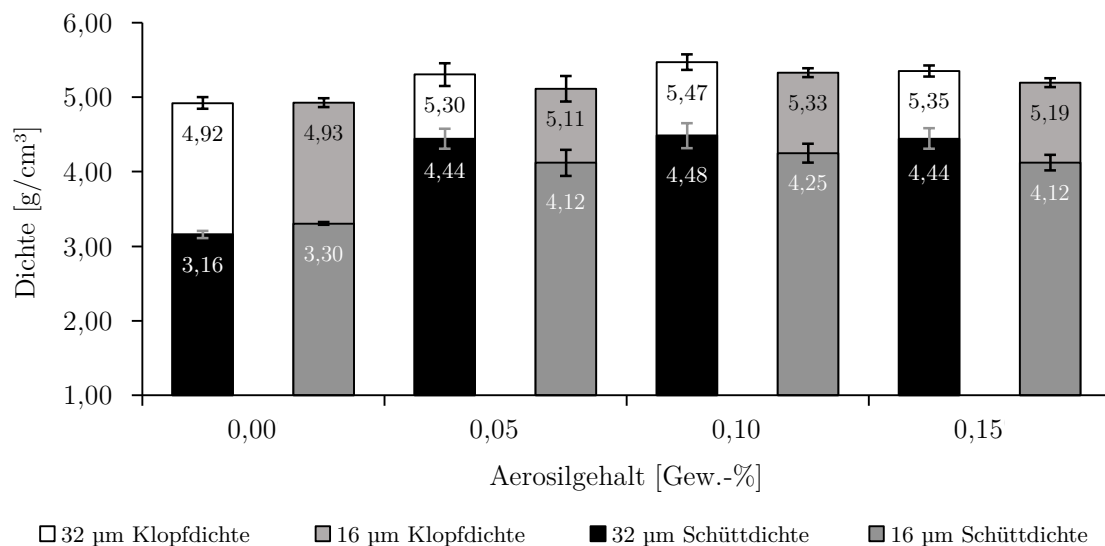
Abbildung 4-28: Hausnerfaktor der gasverdüsterten Pulver bei Zugabe von Aerosil R8200 in variierender Konzentration [60]

Da der Hausnerfaktor aus Schütt- und Klopfdichte gebildet wird, entsprechen die prozentualen Steigerungen ungefähr dem Mittelwert aus Schütt- und Klopfdichte und liegen im Bereich von 18 % - 34 %. Anhand des Hausnerfaktors wird deutlich, dass sich die höchsten Messwerte für die feineren Partikelgrößenverteilungen (10 µm, 05 µm) zu höheren Aerosilgehalten verschieben (0,25 Gew.-%) [60].

Um zu überprüfen, inwiefern es sich bei den Werten um lokale oder globale Maxima handelt, werden exemplarisch für das 32 µm- und das 16 µm-Pulver weitere Messstellen um das Maximum von 0,10 Gew.-% Aerosil untersucht (0,05 Gew.-% und 0,15 Gew.-% Aerosil). Abbildung 4 29 zeigt die Ergebnisse.

Tabelle 4-11: Absolute und relative Steigerung des Hausnerfaktor bei Zugabe von Aerosil R8200 (gasverdüsten Pulver) [60]

Pulver	Ausgangs-Hausnerfaktor	Max. Hausnerfaktor	Absolute Steigerung	Relative Steigerung [%]
32 μm	1,55	1,22	0,33	27
22 μm	1,53	1,20	0,33	27
16 μm	1,49	1,25	0,24	19
10 μm	1,56	1,27	0,29	23
05 μm	1,79	1,34	0,45	34

Abbildung 4-29: Feinere Auflösung der Aerosilgehalte zur Bestimmung der globalen Maxima für das 16 μm und das 32 μm Pulver [60]

Sowohl für das 32 μm - als auch für das 16 μm -Pulver ist ein Maximum bei 0,10 Gew.-% Aerosil für Schütt- und Klopfdichte vorhanden. Für das 32 μm -Pulver sind die Unterschiede gering. Die Daten bestätigen damit, dass für die dargestellten Pulver das globale Maximum bei 0,10 Gew.-% Aerosil zu finden ist.

Um die Belegung der Pulver mit Aerosil zu überprüfen, werden REM-Aufnahmen angefertigt, die beispielhaft für das 22 μm -Pulver in Abbildung 4-30 dargestellt sind. Anhand der REM-Aufnahmen ist deutlich zu erkennen, wie die Belegungsichte des Aerosils auf der Pulveroberfläche mit steigendem Gehalt erhöht wird. Bei 0,10 Gew.-% ist das Aerosil fein verteilt auf der Oberfläche zu erkennen. Bei 0,25 Gew.-% ist die Oberfläche bereits vollständig bedeckt und vereinzelt bilden sich schon wieder Agglomerate auf der Oberfläche.

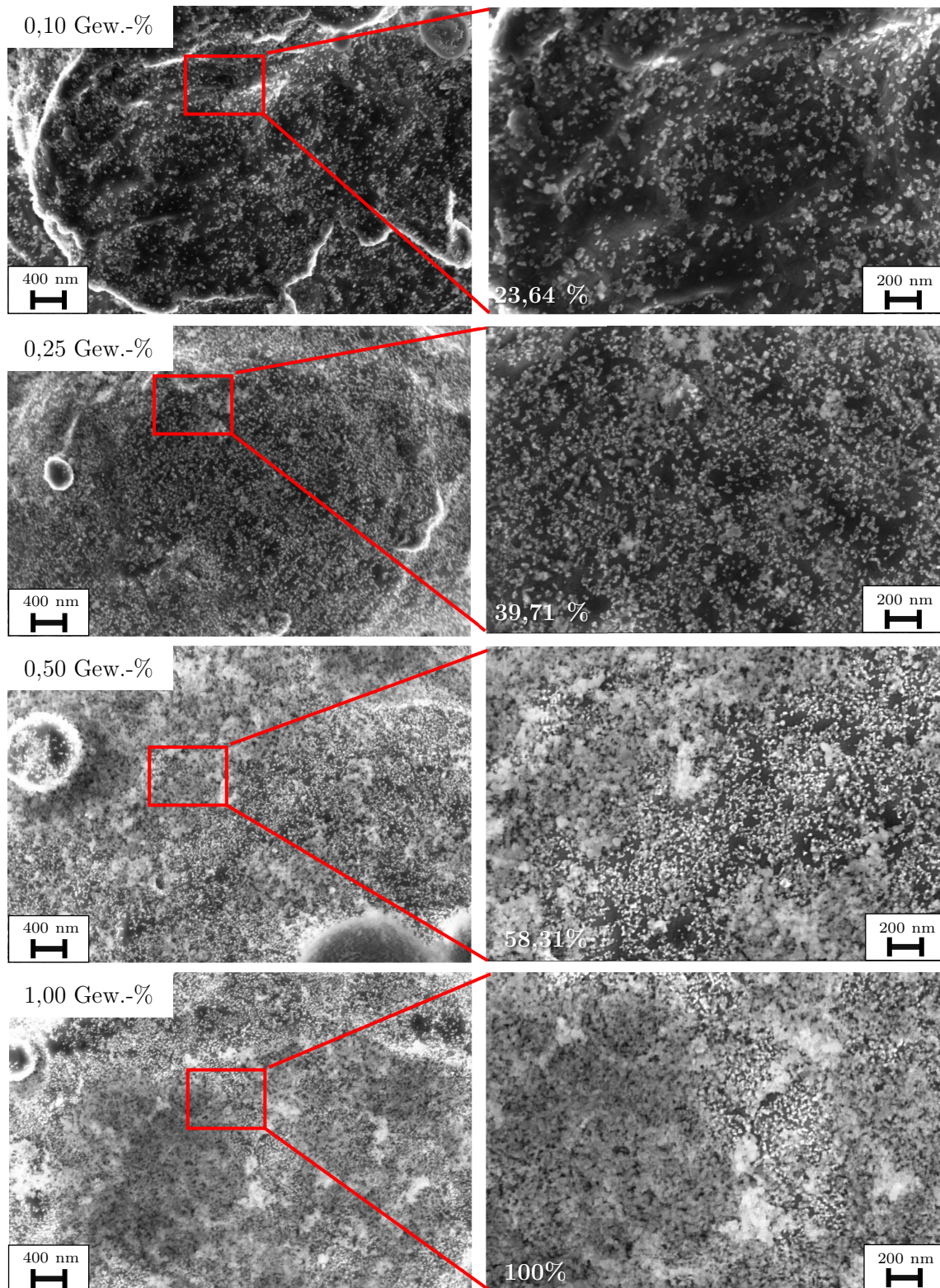
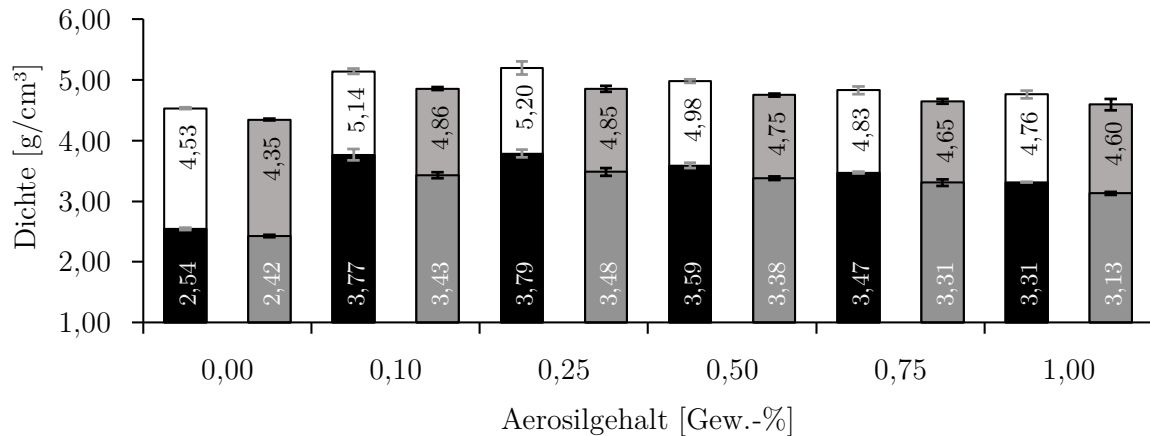


Abbildung 4-30: Belegung des 22 µm Pulver mit Aerosil R8200 bei unterschiedlichen Aerosilgehalten [60]

In den weiteren Ausführungen wird dieser Effekt nur verstärkt, sodass die Oberfläche des Pulvers nicht mehr erkennbar ist und der Aerosilfilm dichter wird. Ab 0,50 Gew.-% Aerosil sind die Pulverpartikel vollständig durch Aerosil eingehüllt [60].

4.4.2 Ergebnisse für wasserverdüste Pulver

Im Folgenden werden die Ergebnisse der wasserverdünnten Pulver gegenübergestellt. Da es sich nur um zwei Pulver handelt, werden die Ergebnisse für Schütt- und Klopfdichte zusammengefasst und in Abbildung 4-31 dargestellt.



□ W_24 µm Klopfdichte ■ W_15 µm Klopfdichte ■ W_24 µm Schüttdichte ■ W_15 µm Schüttdichte

Abbildung 4-31: Ergebnisse der Schütt- und Klopfdichte für wasserverdünnte Pulver mit verschiedenen Aerosilgehalten des R8200

Die Ergebnisse folgen dem Verlauf der gasverdünnten Pulver, sodass bereits bei 0,10 Gew.-% Aerosil eine Zunahme der Schütt- und Klopfdichte zu beobachten ist. Im Gegensatz zu den gasverdünnten Pulvern mit ähnlicher Partikelgrößenverteilung werden die höchsten Dichten bei 0,25 Gew.-% gemessen. Bei weiterer Zugabe von Aerosil nehmen die Werte stetig ab, bleiben jedoch auch noch bei 1,00 Gew.-% oberhalb der Ausgangswerte für Schütt- und Klopfdichte. Tabelle 4-12 verdeutlicht die erreichten Steigerungen. Im Vergleich zu den gasverdünnten Pulvern werden prozentual und real ähnliche Verbesserungen gemessen. Im Vergleich zu ähnlichen gasverdünnten Partikelgrößenverteilungen sind höhere Steigerungen messbar, was darauf hindeutet, dass das Aerosil zusätzlich einen positiven Effekt auf die mechanische Verhakung der Partikel hat und somit ein zusätzlicher Effekt zur Steigerung der Fließfähigkeit vorhanden ist.

Setzt man auch hier das 32 µm als Benchmark an, werden sowohl Schütt- als auch Klopfdichte über die Werte des 32 µm-Pulvers im Ausgangszustand angehoben. Für die wasserverdünnten Pulver wird die Schüttdichte wieder stärker beeinflusst als die Klopfdichte. Die REM-Aufnahmen sind beispielhaft für das W_15 µm-Pulver in Abbildung 4-33 dargestellt. Auch hier ist der Verlauf der gasverdünnten Pulver zu bestätigen.

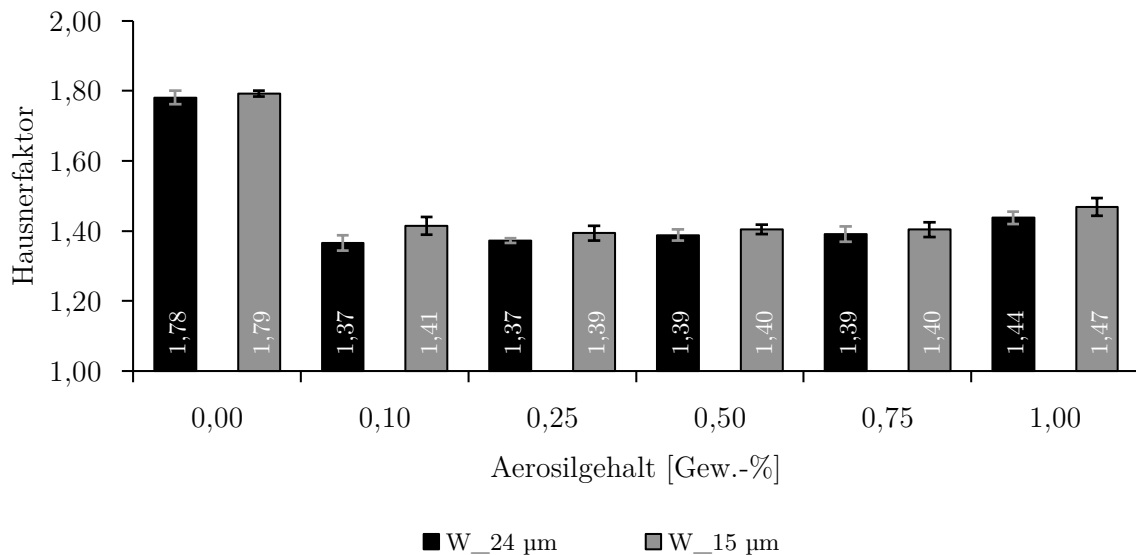


Abbildung 4-32: Hausnerfaktor für verschiedene Aerosilgehalte R8200 der wasserverdünsten Pulvern

Tabelle 4-12: Absolute und relative Steigerung für wasserverdünste Pulver mit Aerosil R8200

Pulver	Bezugsgröße	Ausgangswert	Max. Wert	Absolute Steigerung	relative Steigerung
W_24	Schüttdichte	2,54 g/cm ³	3,79 g/cm ³	1,25 g/cm ³	49 %
	Klopfdichte	4,53 g/cm ³	5,20 g/cm ³	0,67 g/cm ³	15 %
	Hausnerfaktor	1,78	1,37	0,41	30 %
W_15	Schüttdichte	2,42 g/cm ³	3,48 g/cm ³	1,06 g/cm ³	43 %
	Klopfdichte	4,35 g/cm ³	4,85 g/cm ³	0,50 g/cm ³	11 %
	Hausnerfaktor	1,79	1,39 g/cm ³	0,40	29 %

4.4.3 Diskussion

Die modelltheoretische Wirkweise von Meyer (vgl. Abbildung 2-14) wurden anhand von monomodalen, sphärischen Maisstärkepartikeln aufgestellt. Dieses Modell wurde bisher für Metallpulver noch nicht validiert. Anhand der Versuchsergebnisse und über die REM-Aufnahmen ist die Wirkweise des Modells von Meyer für Metallpulver zu bestätigen. Für die Pulver mit einem $D_{90} \geq 10 \mu\text{m}$ sind Phase I und Phase II nicht genau zu identifizieren. Bei 0,10 Gew.-% wird ein Phase III-Kontakt umgesetzt, sodass die höchste Fließfähigkeit der jeweiligen Pulver erreicht wird. Bei weiterer Zugabe von Aerosil wird anschließend die Belegung der Partikeloberfläche mit Aerosil immer dichter,

sodass schrittweise ein Phase IV-Kontakt ausgebildet wird und die Fließeigenschaften der Pulver negativ beeinträchtigt werden.

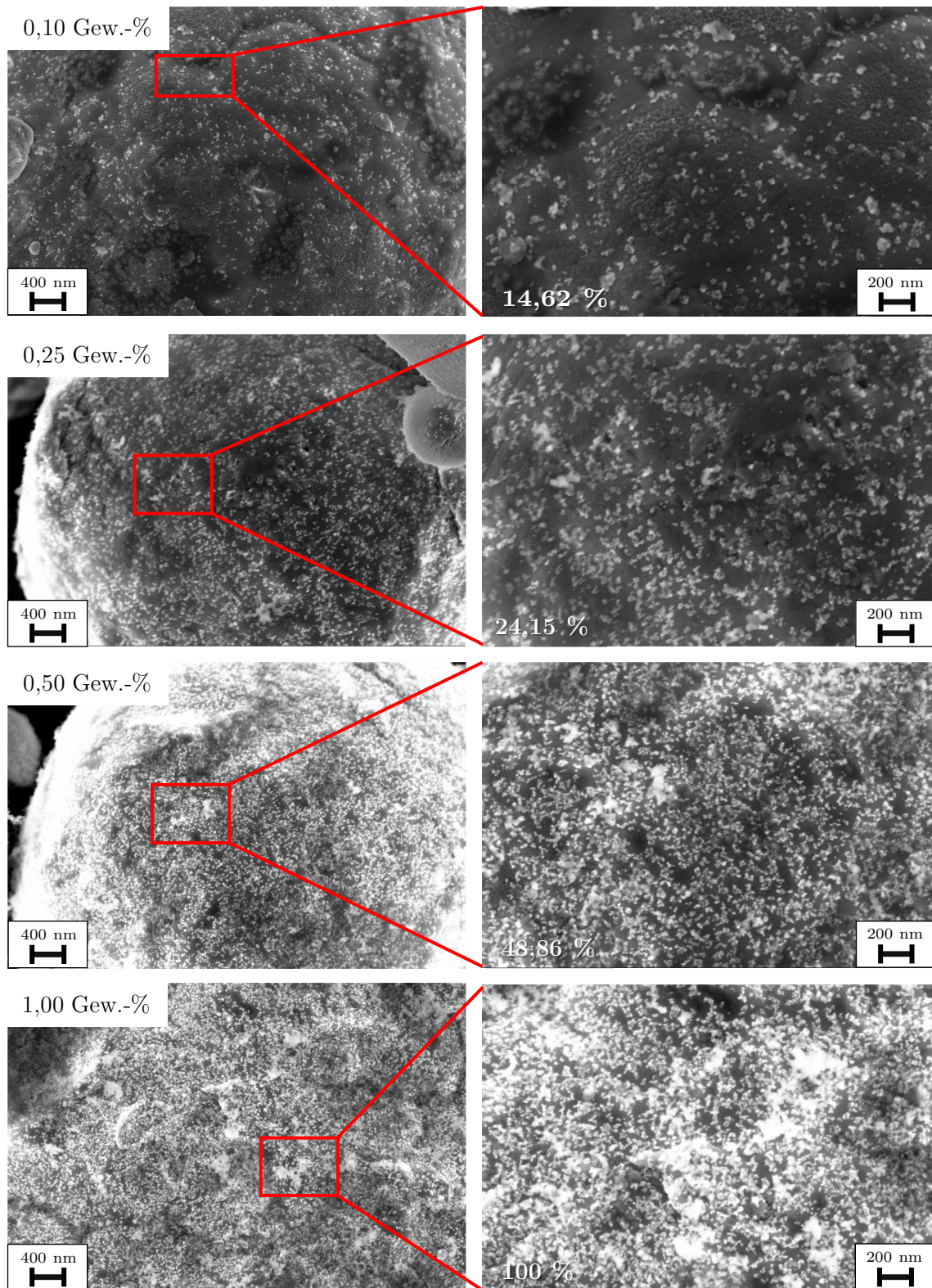


Abbildung 4-33: Beispielhafte Belegung der wasserverdünnten Pulver bei unterschiedlichen Aerosilgehalten

Damit ist die Theorie auch auf sehr kohäsive multimodale Metallpulver übertragbar. Die Versuche zeigen, dass die Theorie unabhängig von der Partikelform auch auf wasserverdünnte bzw. inhomogene Partikel anzuwenden ist. Die Wirkweise wird dadurch nicht beeinträchtigt. Stattdessen zeigen die Ergebnisse, dass Aerosil die mechanische Verhakung der Partikel verringert.

Die theoretische Überlegung zeigt, dass es einen optimale Belegungsgrad der Pulver gibt, die mit einer minimalen Kontaktfläche der Pulver einhergeht und so die interpartikulären Haftkräfte reduziert. Dieses Verhalten wird durch die vorliegenden Versuche bestätigt [55; 60; 62]. Tabelle 4-13 zeigt die jeweiligen Aerosilgehalte und den daraus resultierenden Belegungsgrad, bei dem die höchsten Messwerte erreicht werden.

Tabelle 4-13: Belegungsgrad der verschiedenen Metallpulver mit Aerosil bei höchster Fließfähigkeit

Pulver	Aerosilgehalt [Gew.-%]	Belegungsgrad [%]
32	0,10	24,84
22	0,10	23,64
16	0,10	19,75
10	0,10	21,60
05	0,25	20,74
W_24	0,25	24,61
W_15	0,25	24,15

Die Daten zeigen, dass für alle Pulver der höchste Effekt bei einem Belegungsgrad der Metallpartikeloberfläche mit Primärpartikeln von ca. 20 % - 25 % erreicht wird.

Ein großer Unterschied zu den Ergebnissen von Meyer und Eber liegt in der Wirksamkeit der Aerosile, die mit 99 % deutlich höher ausfällt. Grund dafür ist die verwendete Maisstärke, die im Ausgangszustand bereits eine deutlich höhere Fließfähigkeit als die hier verwendeten Pulver besitzt. Darüber hinaus wird in der vorliegenden Arbeit mit Verteilungen gearbeitet, sodass die interpartikulären Haftkräfte durch sehr feine Partikel einen stärkeren Einfluss besitzen. Zudem ist davon auszugehen, dass durch die unterschiedliche Größe der Partikel auch keine homogene Verteilung auf der Partikeloberfläche zustande kommt. Kleinere Partikel sind dabei bereits vollständig mit Aerosil bedeckt, wohingegen größere Partikel weniger stark bedeckt sind. Da die Belegung der Partikel mit Aerosil einen der Kernpunkte der Theorie darstellen, kommt

es stellenweise zur Ausbildung von interpartikulären Haftkräften, wodurch die Wirksamkeit reduziert wird.

Auffällig ist, dass für gasverdünte Pulver mit einem $D_{90} < 10 \mu\text{m}$ der optimale Aerosilgehalt in Richtung 0,25 Gew.-% verschoben wird. Auch die wasserverdünnten Pulver zeigen die besten Fließeigenschaften bei einem erhöhten Aerosilgehalt von 0,25 Gew.-%. Die Daten deuten damit auf einen Einfluss der Partikelgrößenverteilung hin, der im folgenden Kapitel näher untersucht wird [60].

4.5 Einfluss der Partikelgrößenverteilung

In diesem Kapitel wird untersucht, welchen Einfluss die Partikelgrößenverteilung auf den Belegungsgrad bzw. auf die Aerosilkonzentration hat. Für das 05 μm - und die wasserverdünnten Pulver werden die besten Fließeigenschaften bei 0,25 Gew.-% Aerosil gemessen. Um zu überprüfen, inwiefern die Belegung des Aerosils bei dem 05 μm -Pulver der Theorie entspricht, sind in Abbildung 4-34 vergleichende REM-Aufnahmen des Zustandes bei 0,10 Gew.-% und 0,25 Gew.-% dargestellt.

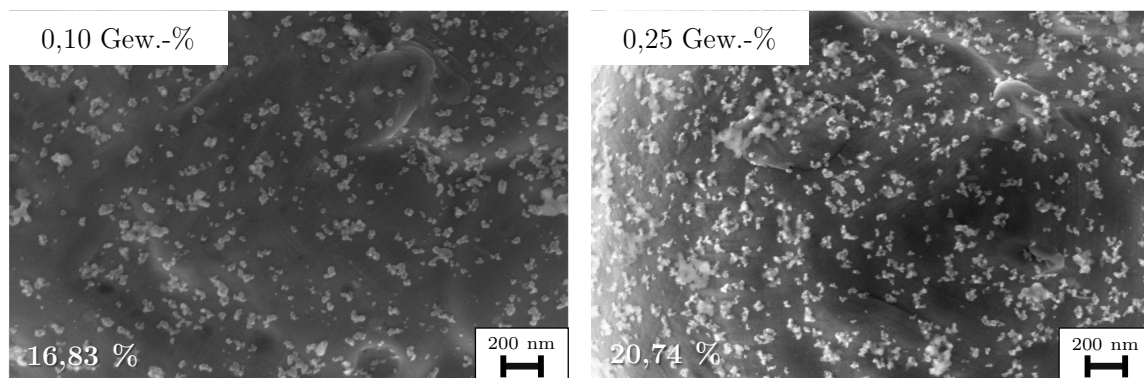


Abbildung 4-34: Belegung des 05 μm Pulver mit Aerosil R8200 bei unterschiedlichen Sättigungen [60]

Wie deutlich zu erkennen ist, wird die Belegung an der Oberfläche von 0,10 Gew.-% zu 0,25 Gew.-% noch einmal deutlich gesteigert. Zudem ist bei 0,25 Gew.-% die Partikeloberfläche des Pulvers immer noch sichtbar. Die Belegungsgrad steigt bei 0,25 Gew.-% auf 20,74 % und damit in den Bereich der effektivsten Belegung für die anderen Pulver. In Kombination mit der verbesserten Fließfähigkeit bei 0,25 Gew.-% ist gezeigt, dass das Maximum bei dem 05 μm -Pulver zu 0,25 Gew.-% Aerosil verschoben wird und hier ein Phase III-Kontakt besteht. Für die wasserverdünnten Pulver wird der gleiche Zusammenhang festgestellt.

Anhand der Versuche wird deutlich, dass die Partikelgrößenverteilung einen Einfluss auf den verwendeten Aerosilgehalt hat. Durch die verringerte Partikelgröße wird die spezifische Oberfläche erhöht, sodass mehr Oberfläche vorhanden ist, die belegt werden muss (vgl. Abbildung 4-7). Im Vergleich ist auffällig, dass das W_24 μm -Pulver eine identische spezifische Oberfläche wie das 16 μm -Pulver aufweist, aber dennoch einen höheren Aerosilgehalt benötigt. Das zeigt, dass die Partikelform einen Einfluss hat und bei unsymmetrischer Partikelform mehr Aerosil benötigt wird. Insgesamt zeigen die Daten damit, dass durch die erhöhte Oberfläche der Pulver mehr Aerosil an der Pulveroberfläche adsorbiert werden muss, um einen Phase III-Kontakt zu erzeugen.

Nachfolgend wird daher analysiert, ob anhand der spezifischen Oberfläche ein Modell zur Abschätzung des effektivsten Aerosilgehaltes abgeleitet werden kann. Die Messwerte der wirksamsten Aerosilgehalte werden gegen die spezifische Oberfläche der Pulver aufgetragen. Diese Daten werden durch eine Ausgleichsgerade approximiert (vgl. Abbildung 4-35).

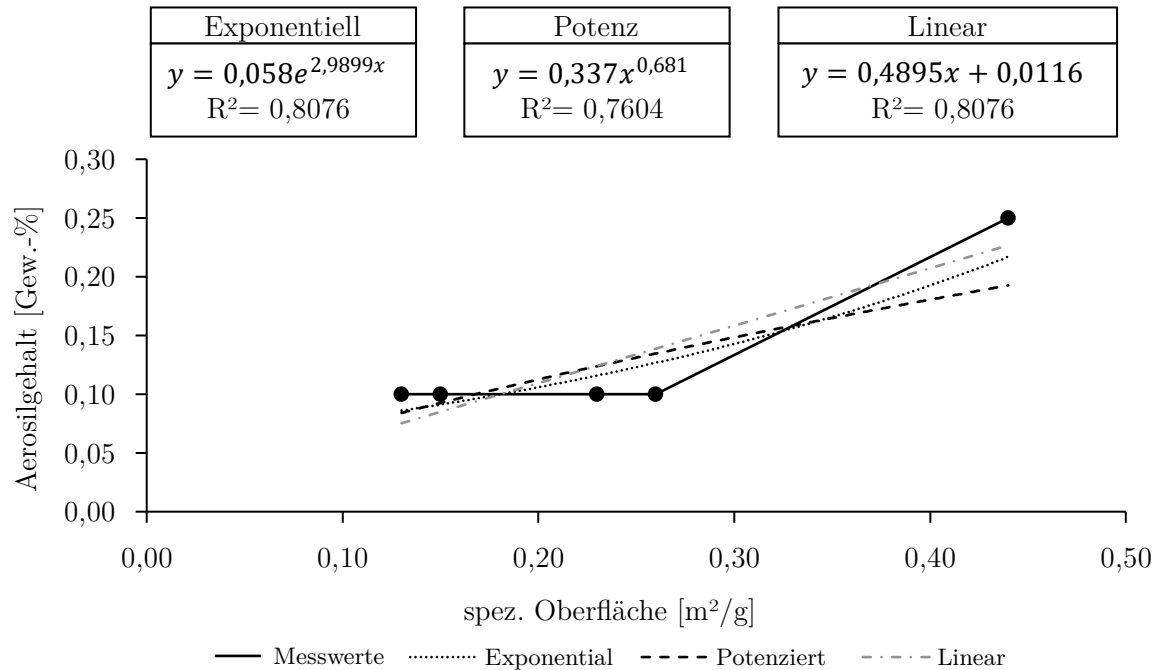


Abbildung 4-35: Approximation des Aerosilgehaltes anhand der spez. Oberfläche

Als Approximationsvarianten werden lineare, exponentielle, logarithmische, potenzierte und polynomische Funktionen getestet. Logarithmische und polynomische Funktionen werden verworfen, da hier negative Werte für die Aerosilsättigung in Betracht kommen, was aus physikalischer Sicht nicht sinnvoll ist. Anhand der Funktionen der Ausgleichsgeraden werden die Messwerte mit den rechnerischen Werten verglichen (vgl. Tabelle 4-14).

Der Vergleich verdeutlicht, dass das Modell grundsätzlich dazu geeignet ist, eine Abschätzung des optimalen Aerosilgehaltes anhand der spezifischen Oberfläche vorzunehmen. Unabhängig von dem Fit kommen die Modelle zu dem Ergebnis, dass die Aerosilsättigung für ein Pulver mit D_{90} von 32 μm bei ca. 0,10 Gew.-% liegt. Ab 05 μm verschiebt sich dies in Richtung 0,25 Gew.-%. Auch wenn die rechnerische Vorhersagekraft limitiert ist und Faktoren wie bspw. die Morphologie oder Oberflächenstruktur der Pulver unbeachtet bleiben, wird der jeweilige Gehalt durch das Modell (auf Basis der Messwerte) auf einen Bereich von ca. $\pm 0,05$ Gew.-% Aerosil eingegrenzt. Weitere Versuche sind notwendig, um die Vorhersagekraft zu steigern und

insbesondere die Art der Ausgleichsgeraden zu validieren. Die Datenbasis ist auch dazu geeignet, den Aerosilgehalt anhand der Partikelgrößenverteilung zu bestimmen. Genauere Ausführungen dazu sind im Anhang zu finden (vgl. Kapitel 10.2).

Tabelle 4-14: Überprüfung der Vorhersagekraft des Modells anhand der Messwerte und Gegenüberstellung zu den Versuchsergebnissen

Pulver	BET [m ² /g]	Aerosilgehalt – berechnet [%]			Aerosilgehalt – gemessen [%]
		Potenz	Linear	Exponentiell	
32	0,13	0,08	0,08	0,09	0,10
22	0,15	0,09	0,09	0,09	0,10
16	0,23	0,12	0,12	0,12	0,10
10	0,26	0,13	0,14	0,13	0,10
05	0,44	0,19	0,23	0,22	0,25

5 Druckversuche mit Aerosil-Pulvermischungen

Im vorangegangenen Kapitel wurde gezeigt, dass die Fließfähigkeit bzw. die Kompaktierung der Pulver unter Zugabe von Fließhilfsmitteln um bis zu 49 % gesteigert wird. Weiterhin fraglich ist jedoch, welchen Effekt die verbesserte Fließfähigkeit auf den Druckprozess und die resultierenden Dichten sowie Qualitätsparameter hat. Um die Auswirkungen des Aerosils auf den Druckprozess zu analysieren, werden zunächst zielführende Pulvermischungen für Druckversuche ausgewählt und auf Basis dessen die Auftragsdichte im Prozess und die Grünteildichte untersucht. Dabei werden Korrelationen zur Fließfähigkeit der Pulver gebildet. Als weitere Qualitätsfaktoren werden die Oberflächenrauigkeit und die Grünteilfestigkeit in Verbindung mit aerosilhaltigen Pulvern ermittelt. Fraglich ist hier insbesondere, inwiefern die Pulver-Binder-Interaktion durch das Aerosil beeinflusst wird.

5.1 Auswahl Pulvermischungen

Auf Basis der vorangegangenen Ergebnisse werden im Folgenden zielführende Pulvermischungen für Druckversuche ausgewählt. Alle Pulver im Testfeld werden weiterhin betrachtet, um den Einfluss der Partikelgrößenverteilung und der Partikelmorphologie weiter zu analysieren. Jedes Pulver wird im Grundzustand verdrückt, um eine Bewertungsgrundlage zu schaffen. Das hat zusätzlich den Vorteil, dass allgemeingültige Aussagen zur Abhängigkeit der Pulverbett- und Grünteildichte von den Pulvereigenschaften getroffen werden können. Die höchsten Fließeigenschaften werden jeweils mit 0,10 Gew.-% bzw. 0,25 Gew.-% Aerosil erreicht, sodass diese Pulver ebenfalls verdrückt werden. Ab 0,50 Gew.-% liegt eine Übersättigung vor, welche die Pulvereigenschaften negativ beeinflusst. Aus diesem Grund werden die übersättigten Pulver ebenfalls verdrückt, um den Einfluss auf den Druckprozess festzustellen. Anhand dieser Proben wird aufgezeigt, inwiefern der Druckprozess außerdem von der korrekten Bestimmung der Aerosilsättigung abhängig ist. In Summe wird jedes der sieben Pulver in drei Sättigungen verdrückt, woraus insgesamt 21 Druckjobs resultieren.

5.2 Baujob und Druckparameter

Die Druckversuche werden auf einer ExOne-Maschine vom Typ Innovent+ durchgeführt (vgl. Kapitel 3.2). Die Grünteildichte resultiert aus der Dichte des Pulverauftrags innerhalb des Druckprozesses und dem Auftrag des Binders. Um beide Einflüsse getrennt voneinander zu bewerten, werden sogenannte Pulverbettcups und Würfelstrukturen gedruckt und analysiert [33]. Das Druckjobdesign ist in Abbildung 5-1 (a) dargestellt.

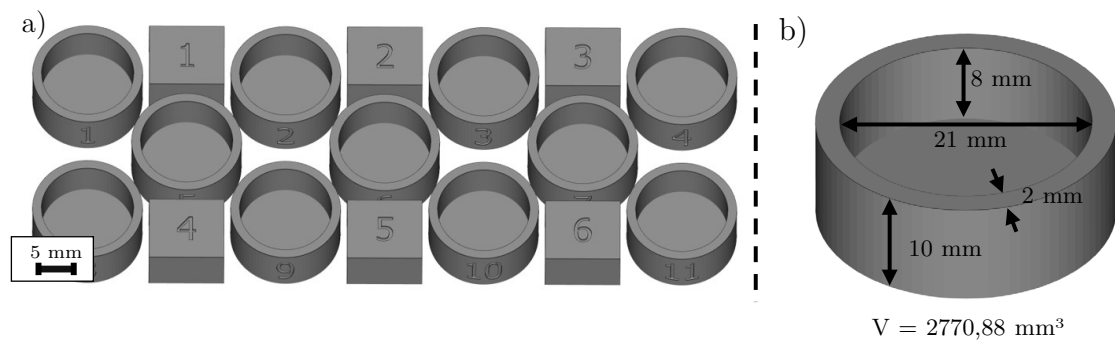


Abbildung 5-1: Druckjobdesign (a) und Detailmaße Pulverbettcups (b) [60]

Jeder Druckjob besteht aus elf Cup-Strukturen und sechs Würfelgeometrien, die als Grünteile aufgebaut werden. Während des Prozesses werden die hohlen Cups gedruckt. Die innere Hohlfläche wird dabei aufgrund des schichtweisen Auftrags mit Pulver gefüllt, erfährt jedoch keinen Einfluss durch den Binder und spiegelt somit die reine Auftragsdichte des Pulvers wider, die sogenannte Pulverbettichte. Zur Bestimmung wird das Pulver innerhalb des Hohlraums nach der Entpulverung entfernt, gewogen und zum Volumen ins Verhältnis gesetzt. Die Cups werden dabei als runde Strukturen ausgeführt, da vorangegangene Versuche mit Würfeln gezeigt haben, dass in den Ecken Pulverrückstände gebildet werden, die zu einem systematischen Fehler führen. Zur Analyse der Grünteildichte werden die Kantenlängen der Würfel vermessen und gewogen. Die Sollmaße betragen $17 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ (X*Y*Z). Um gegebenenfalls die Position im Bauraum in die Bewertung einfließen zu lassen, sind sowohl die Cups als auch die Grünteilwürfel nummeriert. Ein Korrekturfaktor für die eingedruckte Zahl wird beim Volumen berücksichtigt [60].

Über alle Baujobs hinweg werden die in Tabelle 5-1 dargestellten Parameter konstant gehalten. Anhand der Formel für die Bindersättigung (vgl. Gl. 2.5) wird deutlich, dass die Packungsdichte einen entscheidenden Einfluss auf die Parametrisierung hat. Für Pulver mit einer niedrigen Fließfähigkeit ist die Packungsdichte verringert.

Tabelle 5-1: Konstante Parameter der Druckjobs inkl. Einstellung [60]

Parameter	Einstellung
Schichtdicke	50 μm
Umdrehungsgeschwindigkeit Roller	500 U/min
Verfahrgeschwindigkeit Roller	5 mm/s
Drying-time Binder	5 s
Foundation Layers	5
Drucktemperatur	30° C
supply-to-spread-ratio	Mittel

Im Pulverbett entstehen somit mehr und größere Poren, die durch Binder ausgefüllt werden können. Um einen stabilen Aufbau der Grünkörper zu garantieren, wird daher die Bindersättigung für die verschiedenen Pulvermischungen angepasst. Die Pulver im Bereich 32 μm - 16 μm haben eine ähnliche Fließfähigkeit und werden daher mit ähnlichen Bindersättigungen verdrückt (65 % - 70 %). Für das 10 μm - und 05 μm -Pulver werden Bindersättigungen von 90 % bzw. 110 % verwendet. Die wasserverdünnten Pulver werden mit Bindersättigungen von 80 % (W_24 μm) und 90 % (W_15 μm) verarbeitet. Um die Vergleichbarkeit innerhalb einer Pulvercharge zu garantieren, wird für die Versuche innerhalb einer definierten Partikelgrößenverteilung (bspw. 10 μm mit unterschiedlicher Aerosilsättigung) dieselbe Bindersättigung verwendet [60; 70]. Die Umgebungsverhältnisse während des Druckens liegen im Bereich von 19,5° C - 22,3° C sowie bei einer Luftfeuchtigkeit von 13 % - 38 %. Pro Druckjob wird die Anlage mit der gleichen Menge von 4 kg Pulver befüllt. Die Pulvermischungen werden mit den gleichen Parametern wie in Kapitel 4.3 angefertigt. Um zu überprüfen, ob die größere Mischmenge einen Einfluss auf den Mischprozess hat, werden Schütt-, Klopfdichte und Hausnerfaktor stichprobenartig untersucht. Hierbei werden gleiche Messwerte wie in Kapitel 4.4 ermittelt, sodass die Menge des Mischgutes keinen Einfluss auf den Mischprozess hat [60].

5.3 Analyse der Pulverbettichte

Für die Analyse der Pulverbettichte im Prozess werden die Cups ausgewertet. Nach dem Druck und dem anschließenden Curing werden die Cups vorsichtig im Pulverbett freigelegt und anschließend entnommen. Mit einem Spatel wird die obere Fläche gerade abgezogen. Die Cups sind mit und ohne Pulver beispielhaft in Abbildung 5-2 dargestellt. Da die Rundheit der Cups schwierig zu bestimmen ist, dient für die Analyse der Pulverbettichte das Volumen der CAD-Datei. Nach der Entpulverung sind keine Pulverreste innerhalb der Cups zu erkennen, was auf eine gute Methodik in der Bestimmung der Pulverbettichte hindeutet.

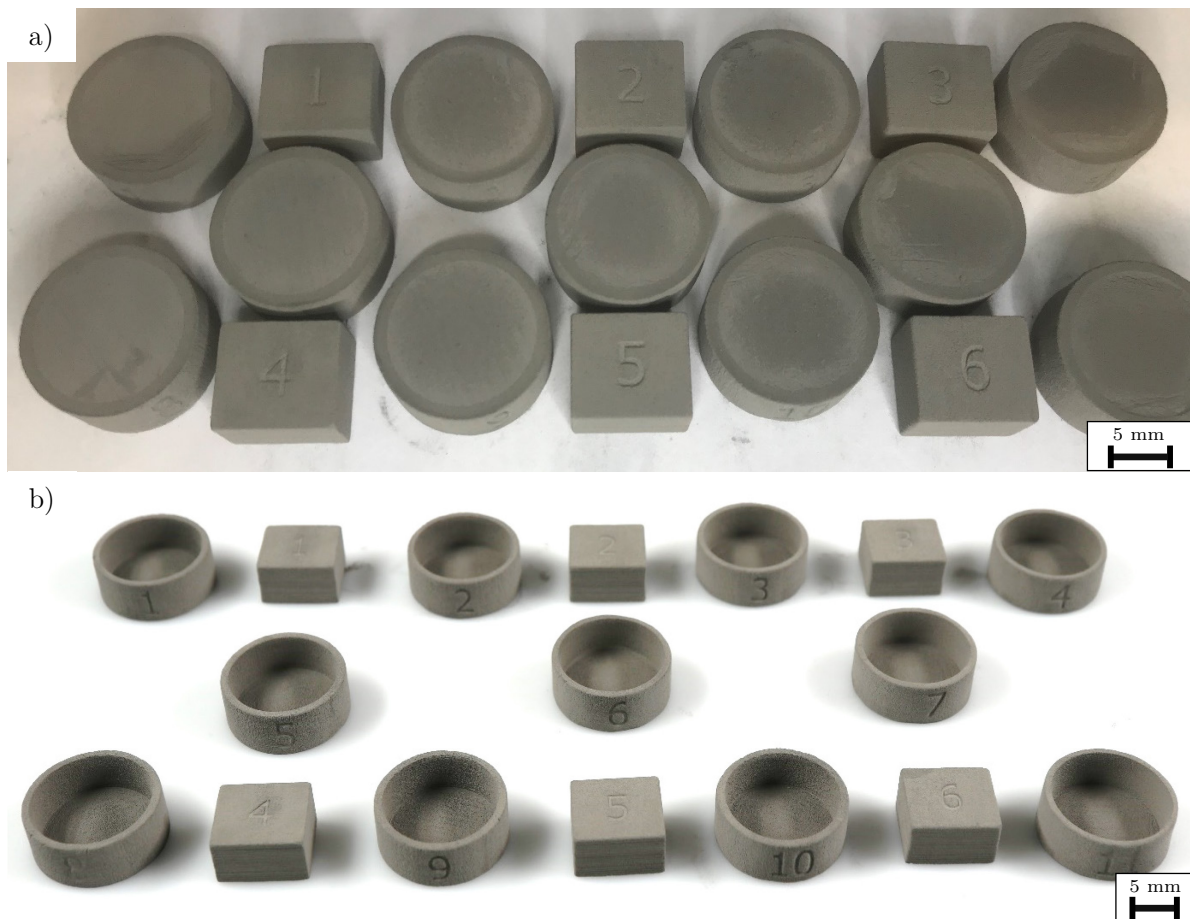


Abbildung 5-2: Cups vor Entleerung (a) und nach Entleerung (b)

Bei Vergleich der gemessenen Gewichte des Pulvers im Cup wird darüber hinaus eine geringe Standardabweichung festgestellt. Sowohl innerhalb eines Baujobs als auch über die verschiedenen Baujobs hinweg. Die Darstellung der Ergebnisse ist aufgrund der Lesbarkeit in gas- und wasserverdünnte Pulver aufgeteilt. Anschließend erfolgt eine Analyse der Korrelationen zwischen den Pulvereigenschaften und der Pulverbettichte.

5.3.1 Gasverdüστε Pulver

Die Ergebnisse für die gasverdüsten Pulver sind in Abbildung 5-3 grafisch veranschaulicht. Für das 05 μm -Pulver kann im Ausgangszustand des Pulvers kein erfolgreicher Parametersatz ermittelt werden, um ein homogenes Pulverbett zu erzeugen. Dies ist auf die geringe Fließfähigkeit des Pulvers im Normalzustand zurückzuführen. Daher gilt dieses Pulver als nicht verdruckbar. Alle weiteren Pulver werden erfolgreich verdruckt und ausgewertet.

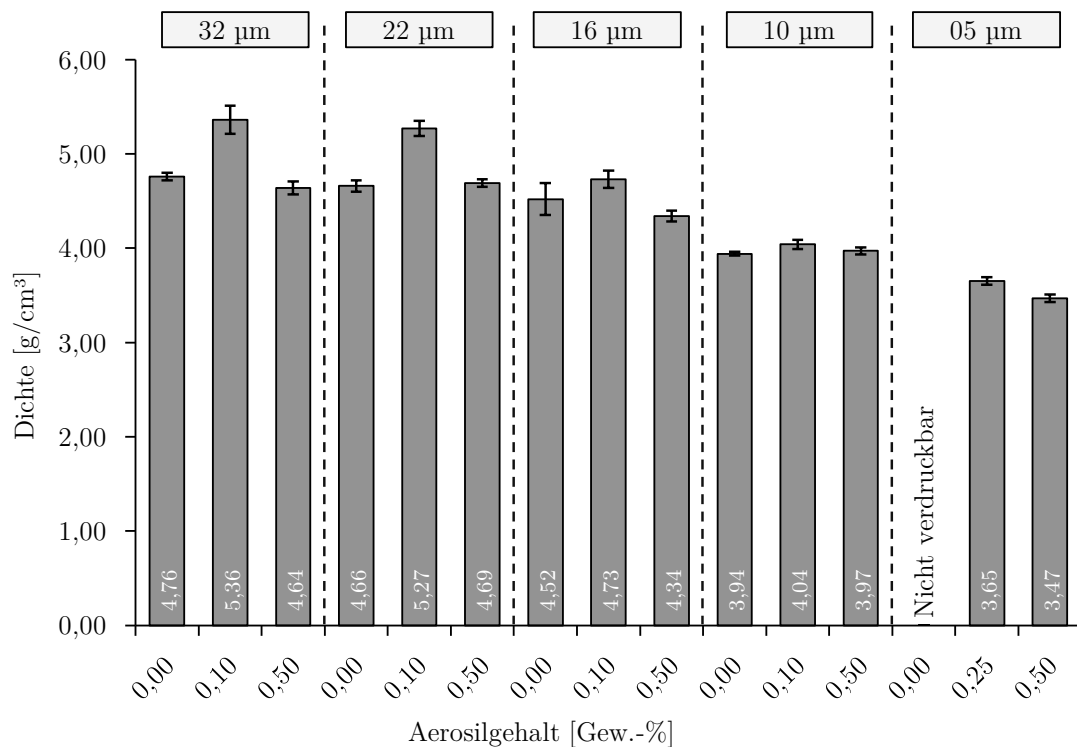


Abbildung 5-3: Grafische Darstellung der Pulverbettichten der gasverdüsten Pulvern mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen [60]

Insgesamt ist für alle Pulvermischungen ein ähnlicher Verlauf sichtbar. Die Pulver mit der höchsten Fließfähigkeit erreichen durchweg die höchsten Pulverbettichten. Im Vergleich dazu werden im Ausgangszustand und im übersättigten Zustand (0,50 Gew.-% Aerosil) ähnliche Pulverbettichten erreicht. Darüber hinaus zeigen die Ergebnisse, dass die erreichbare Dichte mit sinkender Korngrößenverteilung abnimmt und auch die Differenz zwischen höchster Pulverbettichte und Ausgangszustand mit sinkender Korngröße verringert wird.

Eine Einordnung der Pulverbettichten im Vergleich zur Schütt- und Klopfdichte ist in Abbildung 5-4 abgebildet. Für die gröberen Pulvermischungen (32 μm und 22 μm) erreicht die Pulverbettichte im Ausgangszustand bereits fast die Klopfdichte des

Pulvers und damit die höchste Verdichtung. Bei Zugabe von 0,10 Gew.-% Aerosil sind Pulverbettichte und Klopfdichte nicht mehr voneinander zu unterscheiden. Ab dem 16 μm Pulver wird der Verlauf verändert. Bei 0,10 Gew.-% Aerosil steigen die Schütt- und Klopfdichten zwar an, die Pulverbettichte folgt diesem Trend allerdings nicht mehr so stark und wird nur geringfügig um $0,21 \text{ g/cm}^3$ erhöht. Für das 10 μm -Pulver ist ein ähnlicher Verlauf zu erkennen. Für das 05 μm -Pulver ist ein Vergleich zum Ausgangszustand nicht möglich. Auch hier liegen die Werte für Pulverbettichte und Schüttdichte dicht beieinander, sodass davon auszugehen ist, dass dieselben Effekte relevant sind.

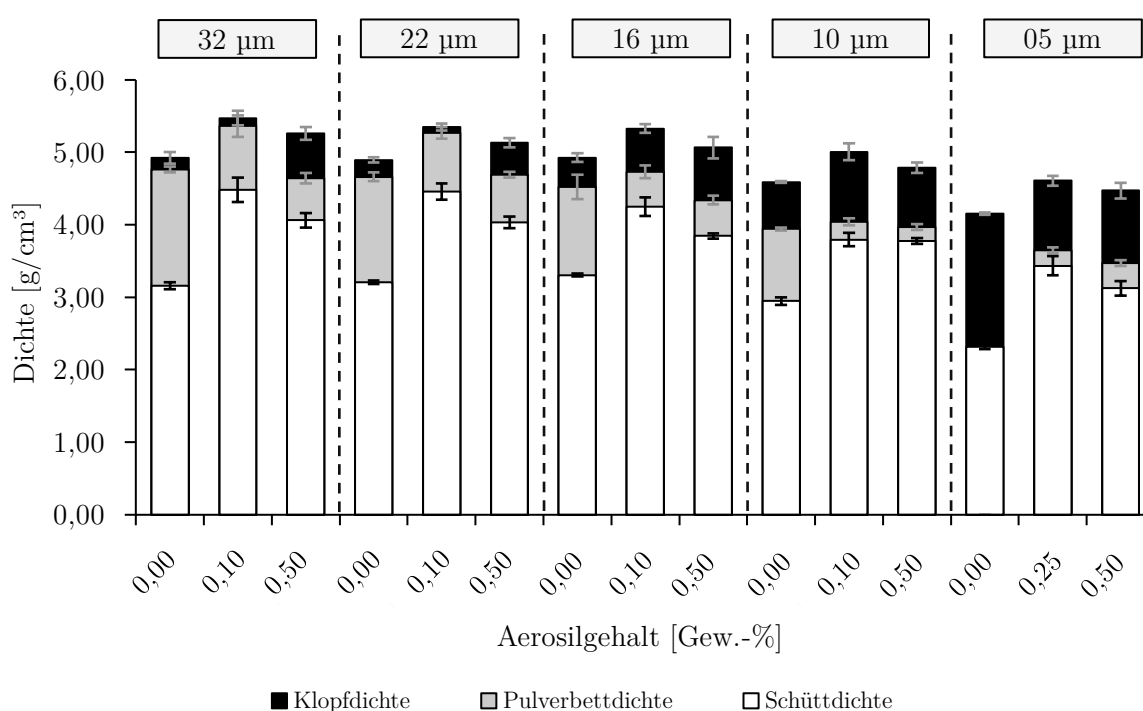


Abbildung 5-4: Vergleich der Klopfdichte, Schüttdichte und Pulverbettichte der gasverdünnten Pulver mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen

5.3.2 Wasserverdünnte Pulver

Im Folgenden werden die Ergebnisse für die wasserverdünnten Pulver dargestellt (s. Abbildung 5-5). Die Einordnung der Pulverbettichte zur Schüttdichte und Klopfdichte ist in Abbildung 5-6 gezeigt. Grundsätzlich spiegeln die Ergebnisse für die wasserverdünnten Pulver den Verlauf der gasverdünnten Pulver wider. Mit steigender Fließfähigkeit bei Zugabe von 0,25 Gew.-% Aerosil steigt die Pulverbettichte an. Bei Übersättigung mit 0,50 Gew.-% Aerosil sinkt die Fließfähigkeit und infolgedessen auch

die Pulverbettdichte. Der Vergleich zeigt, dass die Klopfdichte für beide Pulver unabhängig von der Aerosilkonzentration nicht erreicht wird.

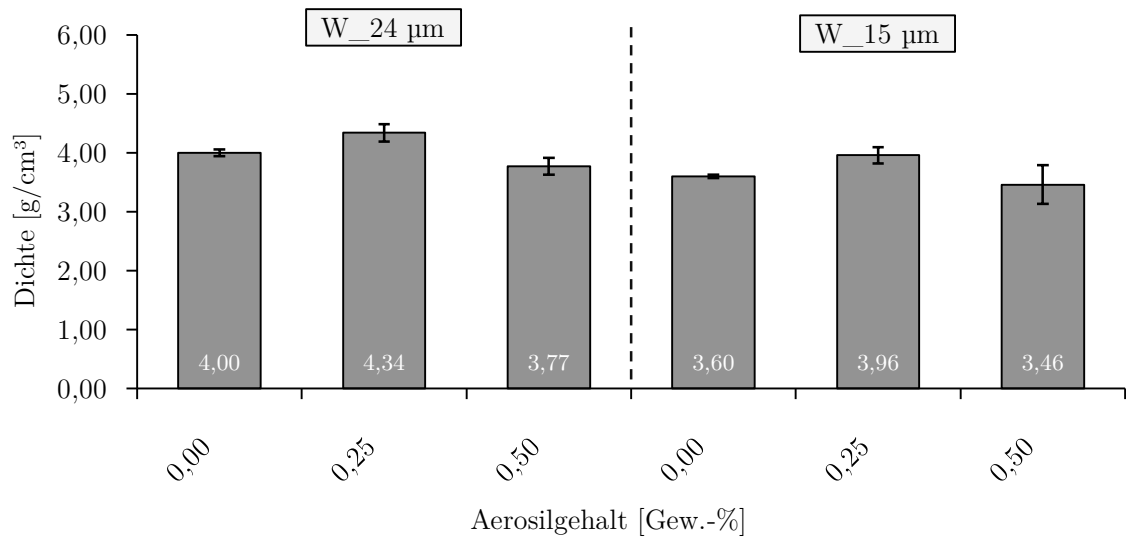


Abbildung 5-5: Ergebnisse für die Pulverbettdichte der wasserverdünnten Pulver mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen

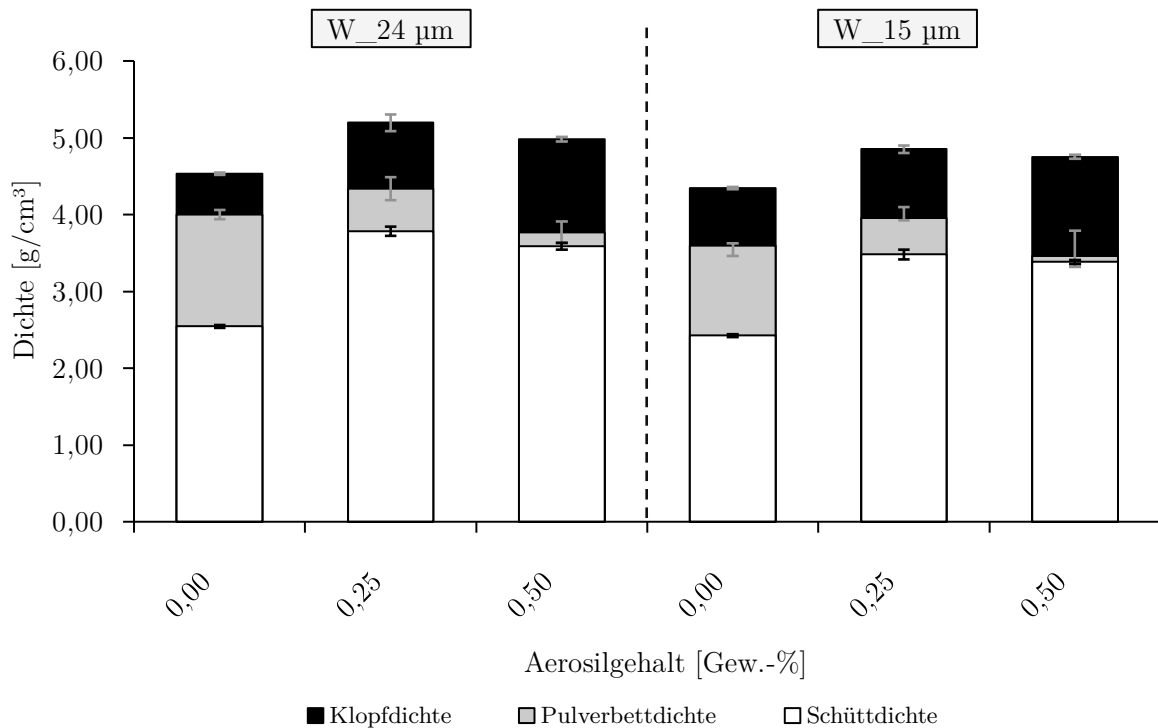


Abbildung 5-6: Vergleich der Klopf-, Schütt- und Pulverbettdichte für die wasserverdünnten Pulver mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen

5.3.3 Diskussion

Tabelle 5-2 verdeutlicht die erreichten Steigerungen für die Pulverbettichte der verschiedenen Pulver im Druckprozess. Unabhängig von der Partikelmorphologie unterstützt Aerosil aufgrund einer erhöhten Fließfähigkeit der Pulver einen dichteren Aufbau des Pulvers während des Prozesses. Insbesondere bei den mit gröberen Pulvern (32 μm , 22 μm), sind Steigerungen der Pulverbettichte von bis zu 13 % möglich. Für das 16 μm - und das 10 μm -Pulver ist die Erhöhung geringer (ca. 2 % - 4 %) und liegt näher an der Schüttdichte. Die Gründe dafür können momentan nicht ausreichend identifiziert werden. Darüber hinaus wird mit dem 05 μm -Pulver gezeigt, dass Aerosil dazu beiträgt, einen Pulverauftrag für stark kohäsive Pulver zu ermöglichen. Die geringe Standardabweichung deutet auf eine robuste Messmethodik hin und zeigt, dass ein homogenes Pulverbett über den gesamten Prozess mit einer gering schwankenden Dichte erzeugt wird.

Tabelle 5-2: Absolute und relative Steigerung der Pulverbettichte für verschiedene Pulver

Pulver	Pulverbettichte Ausgangszustand [g/cm ³]	max. Pulverbettichte [g/cm ³]	Abs. Steigerung [g/cm ³]	Rel. Steigerung [%]
32 μm	4,76	5,36	0,60	12,61
22 μm	4,66	5,27	0,61	13,09
16 μm	4,52	4,73	0,21	4,65
10 μm	3,94	4,04	0,10	2,54
05 μm	n.a.	3,65	3,65	100,00
W_24 μm	4,00	4,34	0,34	8,50
W_15 μm	3,60	3,96	0,36	10,00

Da Aerosil die Klopfdichte steigert, werden Pulverbettichten erreicht, die oberhalb der Klopfdichte im Ausgangszustand liegen. Damit werden Aufbaudichten erzielt, die im Normalzustand der Pulver nicht möglich sind. Anhand der Versuche wird ebenfalls deutlich, dass die Kenntnis über den effektivsten Aerosilgehalt auch die Pulverbettichte im Prozess beeinflusst. Nur dann ist eine Steigerung der Pulverbettichte über den Ausgangszustand hinaus möglich. Die Ergebnisse zeigen den gleichen Verlauf wie die Fließeigenschaften der Pulver bei Zugabe von Aerosil (vgl. Kapitel 4.4) und legen damit

nahe, dass eine Korrelation zwischen Pulverbettichte und Pulvereigenschaften existiert. Die prozentualen Steigerungen der Pulverbettichte liegen im Bereich der Steigerungen für die Klopfdichte der Pulver. Insgesamt deutet es darauf hin, dass die Klopfdichte einen entscheidenden Einfluss auf die Verarbeitungsqualität im Binder-Jetting hat. Aus diesem Grund werden im Folgenden die Korrelationen zwischen Pulverbettichte und Fließfähigkeit aufgezeigt.

5.3.4 Korrelationen

Für die Analyse der Korrelationen wird die Pulverbettichte aller gas- und wasserverdünnten Pulver jeweils gegen Schütt- und Klopfdichte sowie Hausnerfaktor aufgetragen. Die jeweiligen Messwerte werden getrennt voneinander dargestellt. Um Fehlinterpretationen aufgrund der mechanischen Verhakung der wasserverdünnten Pulver auszuschließen, wird einmal die gesamte Messreihe ausgewertet und zusätzlich dazu eine einzelne Auswertung für gas- und wasserverdünnte Pulver durchgeführt. Um allgemeingültige Aussagen abzuleiten, werden die Korrelationen zwischen der Pulverbettichte und der Pulver im Ausgangszustand erneut gesondert analysiert.

5.3.4.1 Schüttdichte

Zunächst werden die Korrelationen für die Schüttdichte der Ausgangspulver gebildet. Hierbei werden die Pulverbett- und Schüttdichten der Pulver im Ausgangszustand betrachtet. Die wasserverdünnten Pulver sind hier nicht dargestellt, da nur zwei Datenpunkte vorhanden sind und daher immer eine perfekte Korrelation vorhanden ist. Die Korrelation für die Pulver im Ausgangszustand ist in Abbildung 5-7 dargestellt. Die Ergebnisse zeigen eine gute Korrelation mit einem Bestimmtheitsmaß von 0,77.

Im Folgenden wird die Untersuchung auf die Pulvermischungen mit Aerosil ausgeweitet. Die entsprechenden Graphen inklusive Ausgleichsgerade und Bestimmtheitsmaß R^2 sind in Abbildung 5-8 dargestellt. Anhand des Bestimmtheitsmaßes ist keine Korrelation zwischen Schüttdichte und Pulverbettichte erkennbar. Grundsätzlich zeigen die Daten, dass die wasserverdünnten Pulver geringere Korrelationen zeigen, im Vergleich zur Gesamtkorrelation und der Korrelation der gasverdünnten Pulver mit der Pulverbettichte. Allerdings beziehen sich die Daten für die wasserverdünnten Pulver auf weniger Stützstellen, sodass die Datenbasen nicht 100%ig miteinander vergleichbar sind.

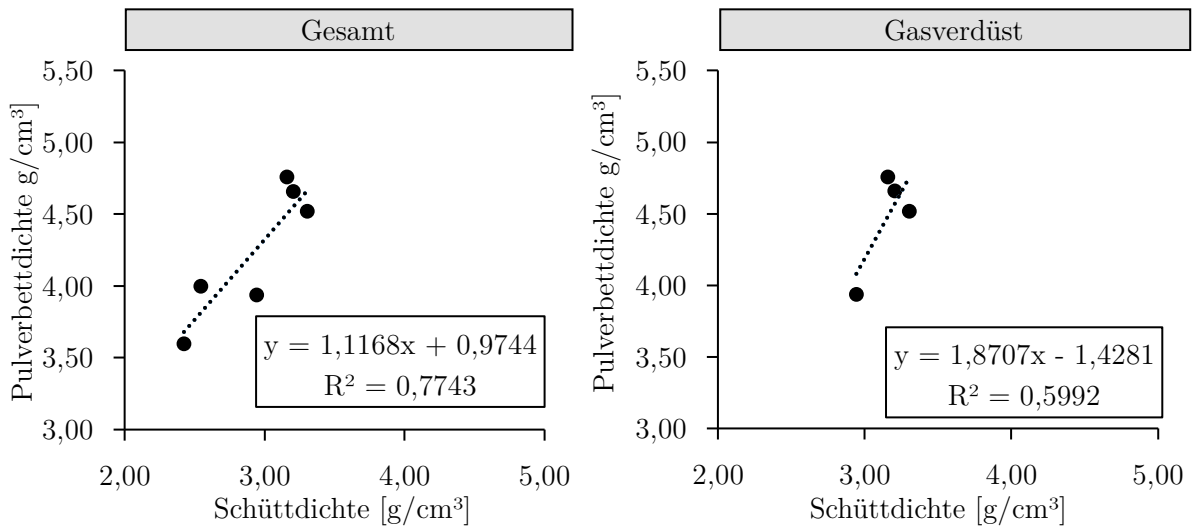


Abbildung 5-7: Korrelation zwischen Pulverbettichte und Schüttdichte der Pulver im Ausgangszustand

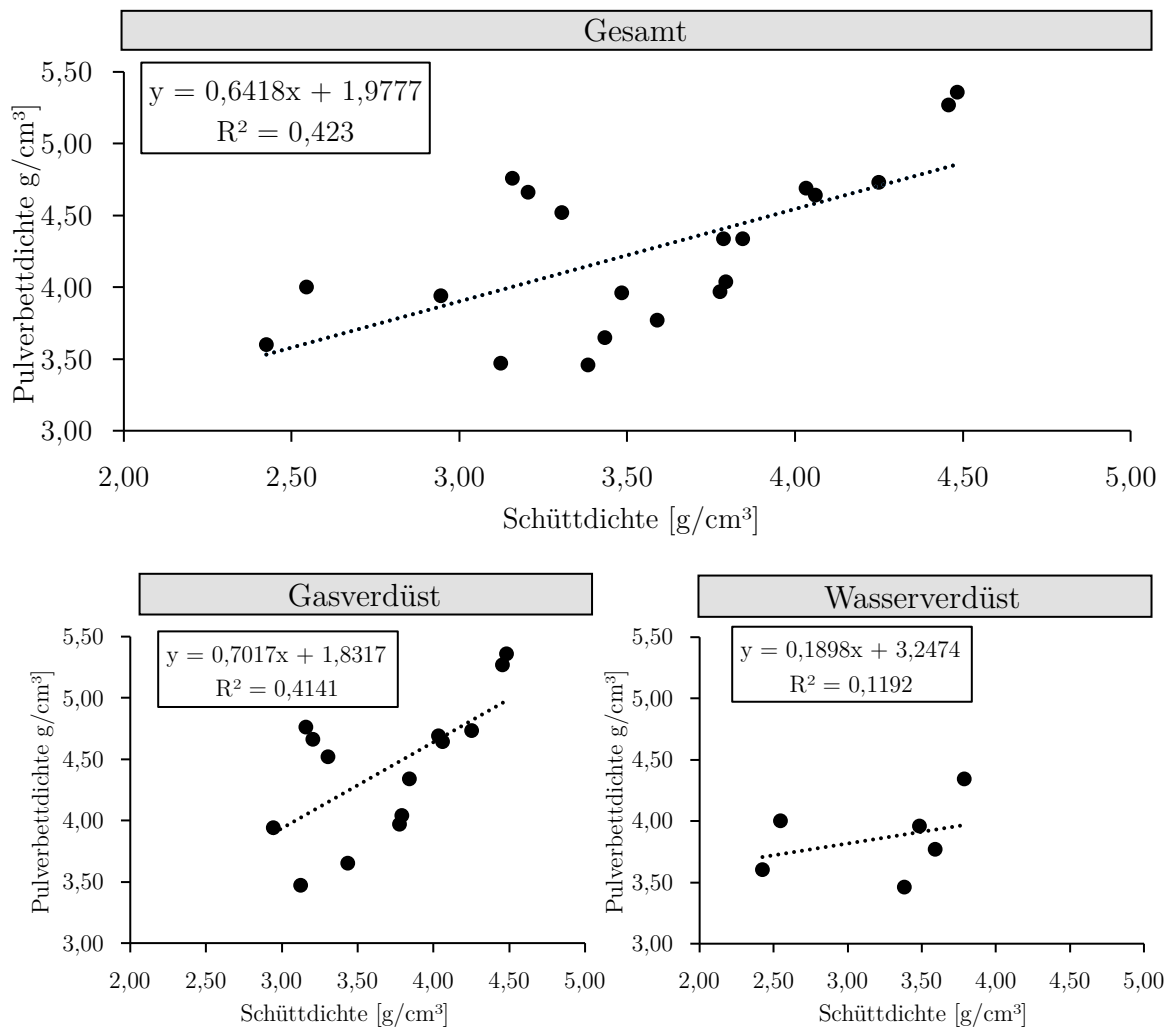


Abbildung 5-8: Korrelation zwischen Pulverbettichte und Schüttdichte (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)

5.3.4.2 Klopfdichte

Abbildung 5-9 zeigt die Korrelation zwischen Pulverbettichte und Klopfdichte für die Pulver im Ausgangszustand. Hierbei wird eine sehr hohe Korrelation zwischen Pulverbettichte und Klopfdichte erreicht. Sowohl in Anbetracht aller Messwerte als auch ausschließlich für die gasverdüsten Pulver. Abbildung 5-10 zeigt die Pulverbettichte der gesamten Messreihe aufgetragen über die Klopfdichte der Pulver. Insgesamt wird zwischen der Pulverbettichte und der Klopfdichte eine gute Korrelation erreicht. Bei reiner Betrachtung der gasverdüsten Pulver wird noch einmal eine höheres Bestimmtheitsmaß für die Korrelation mit der Pulverbettichte erreicht.

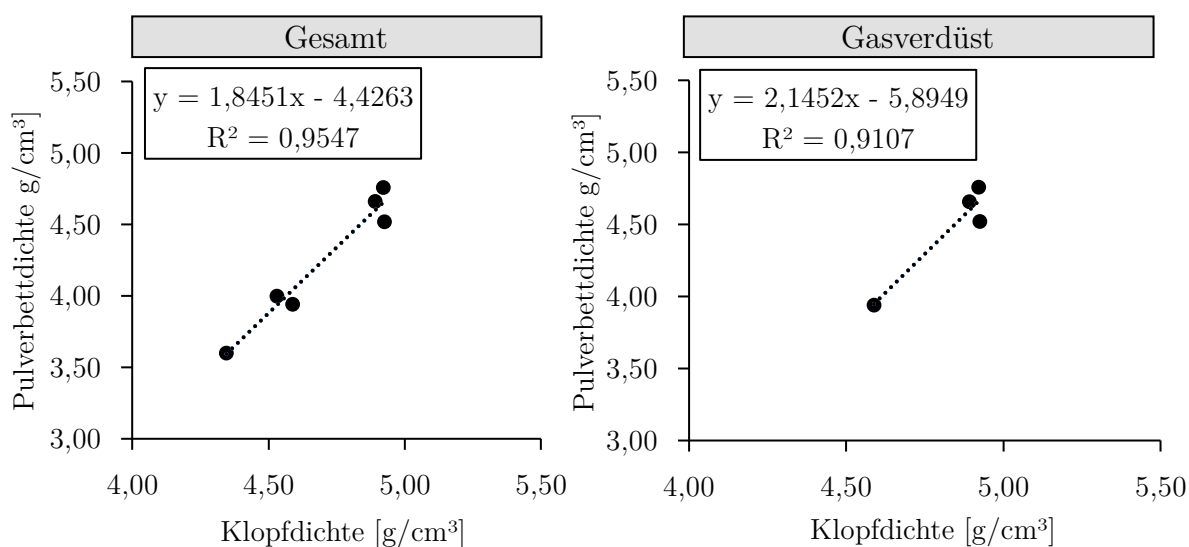


Abbildung 5-9: Korrelation zwischen Pulverbettichte und Klopfdichte für Pulver im Ausgangszustand

Die wasserverdüsten Pulver zeigen hier eine geringere Korrelation, was wiederum auf eine geringe Anzahl an Messwerten und einen Zusatzeffekt durch die mechanische Verhakung zurückzuführen ist.

5.3.4.3 Hausnerfaktor

Abbildung 5-11 zeigt die Korrelation zwischen Hausnerfaktor und Pulverbettichte für die Pulver im Ausgangszustand. Die Korrelation zwischen Hausnerfaktor und Pulverbettichte für die gesamte Testreihe ist in Abbildung 5-12 dargestellt. Für die Testreihe mit Aerosil zeigt der Hausnerfaktor keine Korrelation zur Pulverbettichte. Da für die Normalpulver sowohl die Schütt- als auch die Klopfdichte eine gute

Korrelation zeigen, ist auch hier eine leicht positive Korrelation zwischen Hausnerfaktor und Pulverbettichte im Ausgangszustand gegeben.

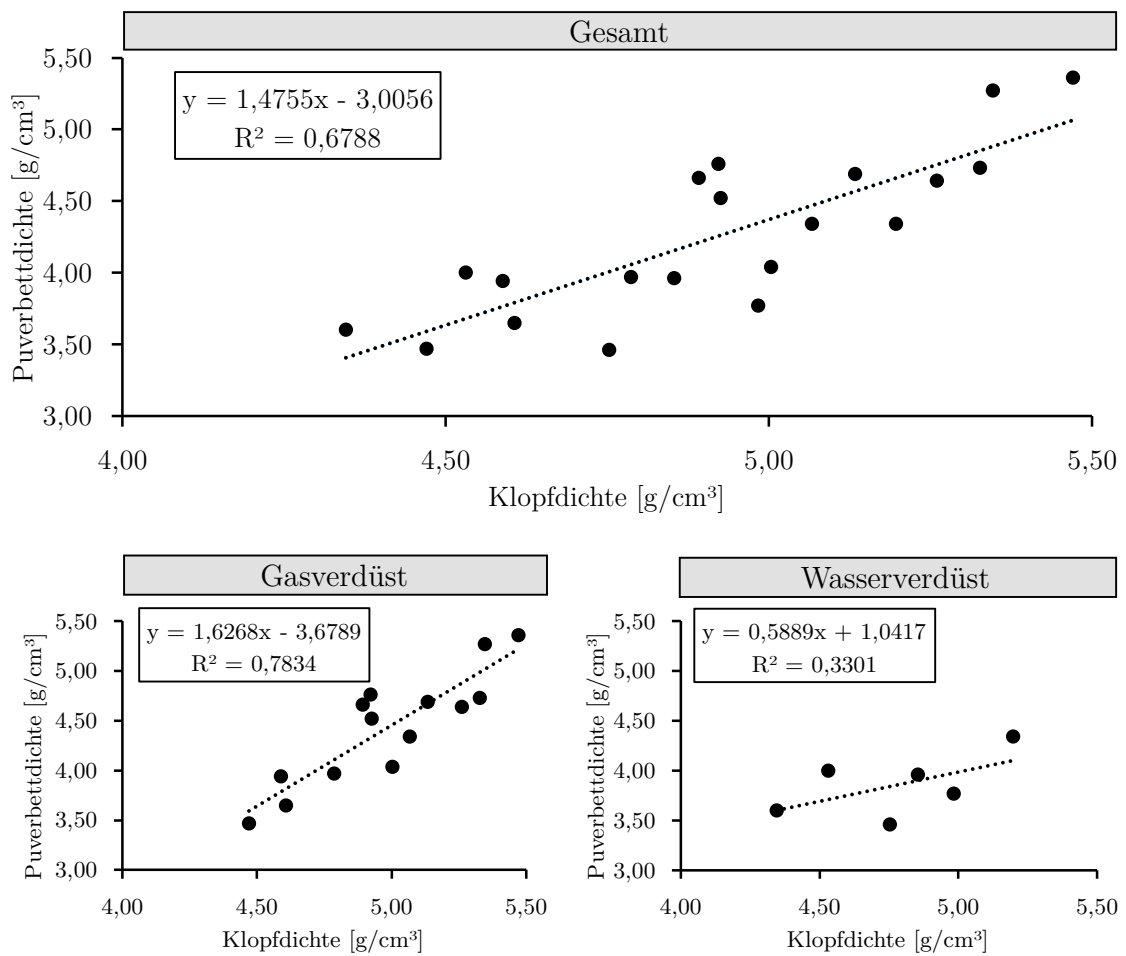


Abbildung 5-10: Korrelation zwischen Pulverbettichte und Klopfichte (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)

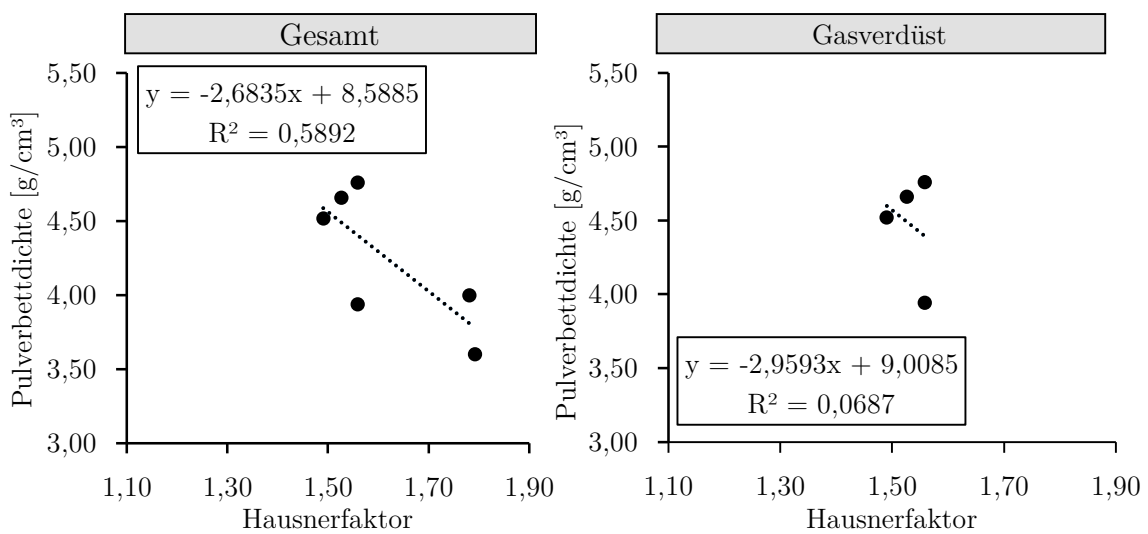


Abbildung 5-11: Korrelation zwischen Pulverbettichte und Hausnerfaktor für Pulver im Ausgangszustand

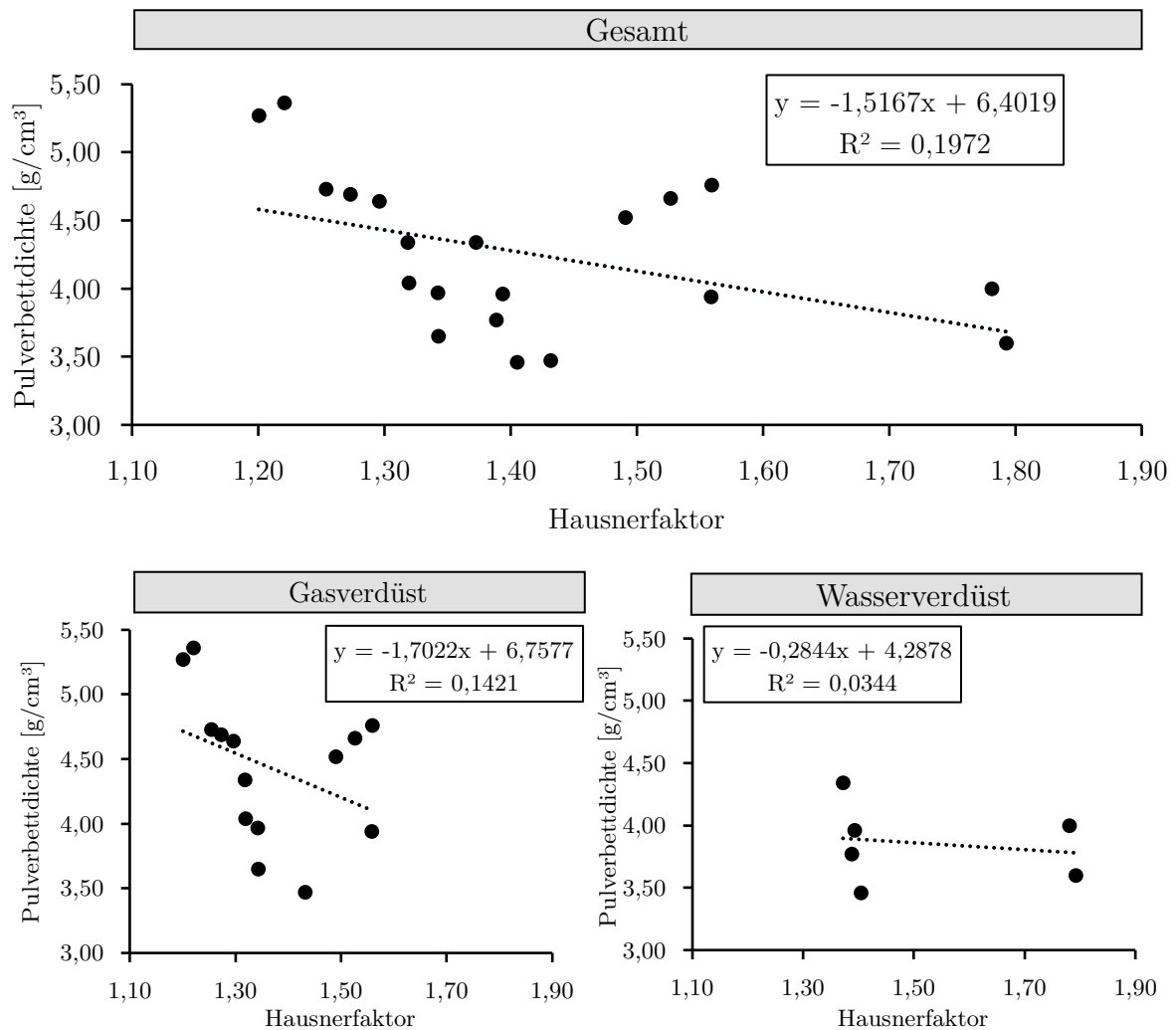


Abbildung 5-12: Korrelation zwischen Pulverbettichte und Hausnerfaktor (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)

5.3.4.4 Diskussion

Die Ergebnisse verdeutlichen den starken Einfluss der Klopfdichte auf die erzielbare Pulverbettichte im Binder-Jetting. Dieser Effekt ist unabhängig von der Anpassung der Pulvereigenschaften durch Aerosil. Des Weiteren kann die Klopfdichte damit als Qualitätsparameter für eine Wareneingangskontrolle genutzt werden. Die Schüttdichte zeigt für den Ausgangszustand ebenfalls eine Korrelation, die nicht so stark ausgeprägt ist wie für die Klopfdichte. Der Grund dafür liegt vermutlich im Auftragsystem über den Roller.

In anderen additiven Fertigungsverfahren werden Klingensysteme zum Auftrag des Pulvers genutzt. Da die Klinge im Vergleich zu rollerbasierten Verfahren eine geringere dynamische Kraft hervorruft, ist die freie Fließfähigkeit wichtig, um ein homogenes Pulverbett zu erzeugen. Bezogen auf den Binder-Jetting-Prozess zeigen die Korrelationen

zur Schüttdichte, dass die freie Fließfähigkeit gewährleistet sein muss, um das Pulver gleichmäßig vor der Rolle zu dosieren und zu transportieren. Beim Auftragen der Pulver löst die Rolle eine Verdichtung des Pulverbettes aus, sodass die Pulver bis an die Klopfichte verdichtet werden. Daraus entsteht die starke Korrelation von Pulverbettichte und Klopfichte.

5.4 Analyse der Grünteildichte

Da nun die Auswirkungen auf die Pulverbettdichte bekannt sind, werden in diesem Abschnitt die Auswirkungen des Aerosils auf die Grünteildichte analysiert. Dafür werden die gedruckten Grünteilwürfel ausgewertet. Dargestellt werden diese wieder aufgeteilt in wasser- und gasverdünste Pulver, um die Lesbarkeit zu erhöhen. Anschließend erfolgt eine Analyse der Korrelationen zwischen Grünteildichte und Pulvereigenschaften.

5.4.1 Gasverdünste Pulver

Die Ergebnisse für die Grünteildichte der gasverdünsten Pulver sind grafisch in Abbildung 5-13 veranschaulicht.

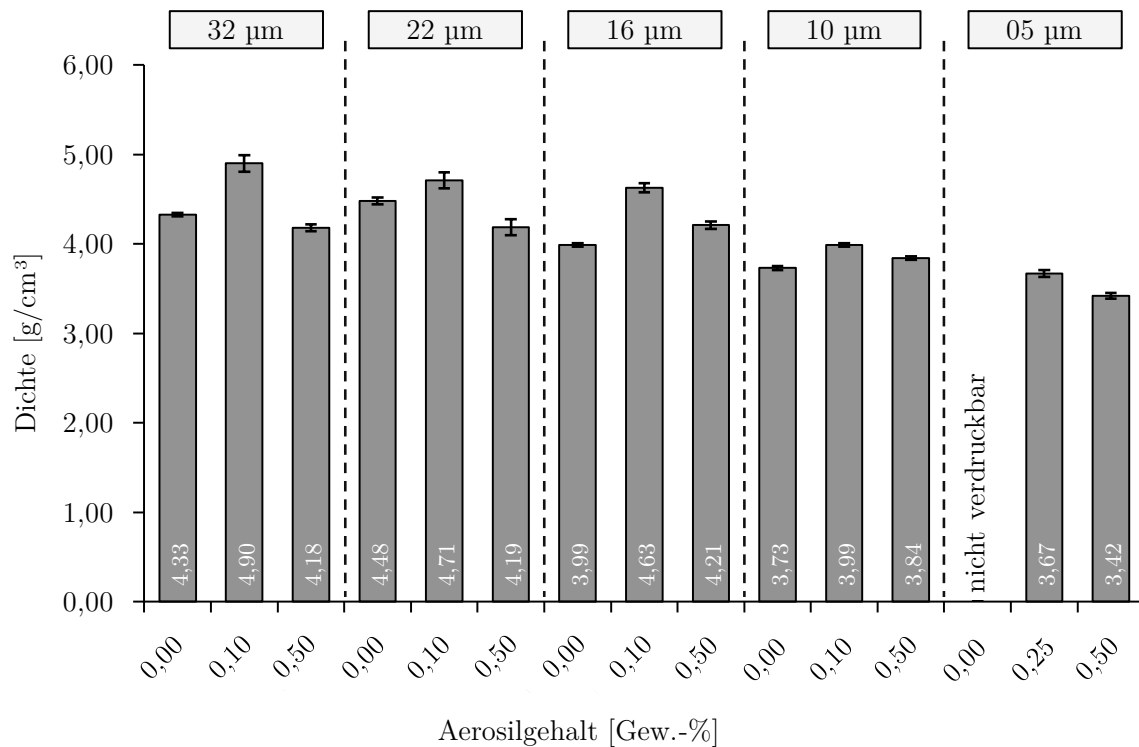


Abbildung 5-13: Ergebnisse für die Grünteildichte der gasverdünsten Pulver-Aerosil-Mischungen [60]

Für das 05 µm-Pulver wird im Ausgangszustand kein Wert angegeben, da das Pulver nicht verdruckbar ist. Die Ergebnisse folgen dem Verlauf für die Pulverbettdichte. Im Gegensatz zur Pulverbettdichte wird beim 16 µm-Pulver eine stärkere Erhöhung der Grünteildichte bei Zugabe von Aerosil festgestellt. Für das 10 µm-Pulver wird ebenfalls eine Erhöhung der Grünteildichte um 0,26 g/cm³ gemessen, obwohl die Pulverbettdichte hier nur um 0,1 g/cm³ gesteigert wird. Bei der übersättigten Pulvermischung nimmt die

Grünteildichte analog zur Pulverbettichte und Fließfähigkeit wieder ab. Um eine Einordnung der Grünteildichte gegenüber der Pulverbett-, Schütt- und Klopfdichte zu erhalten, sind in Abbildung 5-14 alle Dichten vergleichend dargestellt.

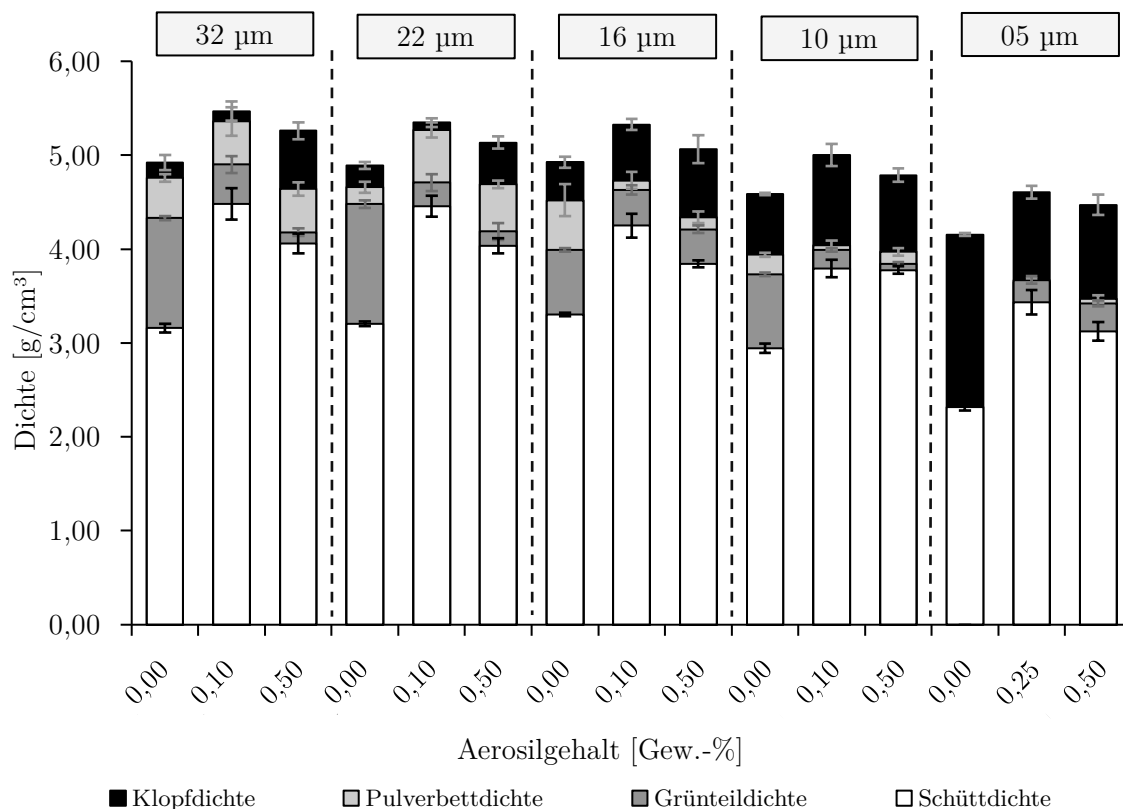


Abbildung 5-14: Grünteildichte im Vergleich zur Schütt-, Klopff- und Pulverbettichte für die gasverdünsten Pulvermischungen mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen

Der Vergleich der Dichten zeigt eine klare Reihenfolge über alle Pulvermischungen hinweg. Die höchste erzielbare Dichte ist die Klopfdichte, gefolgt von der Pulverbettichte. Die Grünteildichte ist konstant geringer bzw. gleich zur Pulverbettichte (für das 10 µm- und 05 µm-Pulver werden ähnliche Werte für Pulverbett und Grünteildichte gemessen). Die geringste Dichte ist die Schüttdichte.

5.4.2 Wasserverdünste Pulver

Abbildung 5-15 enthält die Ergebnisse der Grünteildichte für die wasserverdünsten Pulver. Die verschiedenen Dichten sind vergleichend in Abbildung 5-16 gegenübergestellt. Auch hier wird der Verlauf der gasverdünsten Pulver für die wasserverdünsten Pulver bestätigt. Der Vergleich der Dichten zeigt einen anderen Verlauf als bei den gasverdünsten Pulvern.

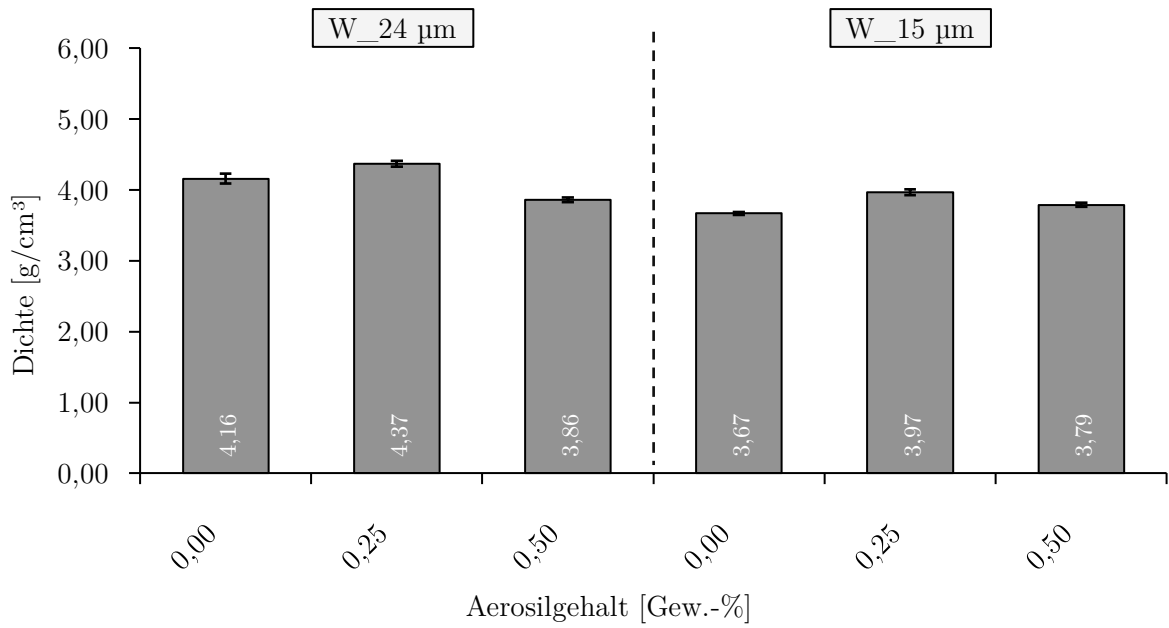


Abbildung 5-15: Grünteildichte der wasserverdünnten Aerosil-Pulvermischungen bei unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen

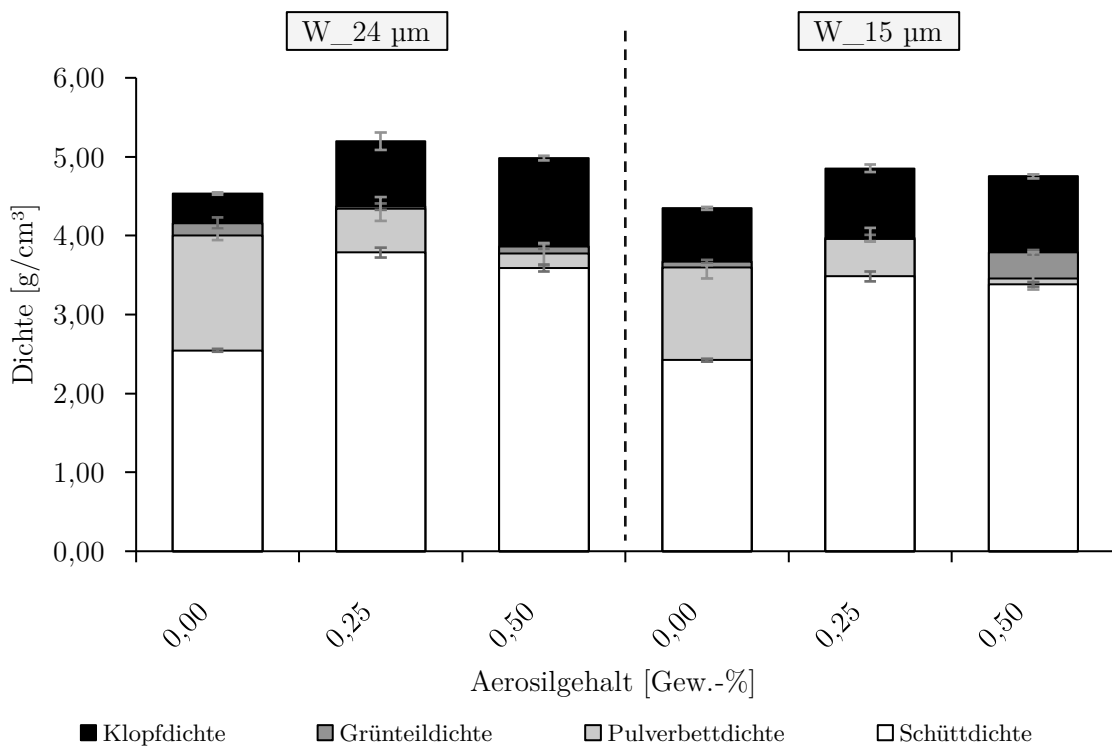


Abbildung 5-16: Einordnung der Grünteildichte der wasserverdünnten Pulver zu Schütt-, Klopf- und Pulverbettichte bei unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen

Schütt- und Klopfdichte sind jeweils die maximale bzw. minimale Dichte. Die Pulverbettichte und die Grünteildichte liegen in allen Pulvermischungen sehr nah zusammen, sodass keine klare Trennung vorhanden ist. Um den Effekt genauer zu

betrachten, werden in Abbildung 5-17 die Werte für Pulverbett- und Grünteildichte in einer höheren Auflösung der Y-Achse dargestellt.

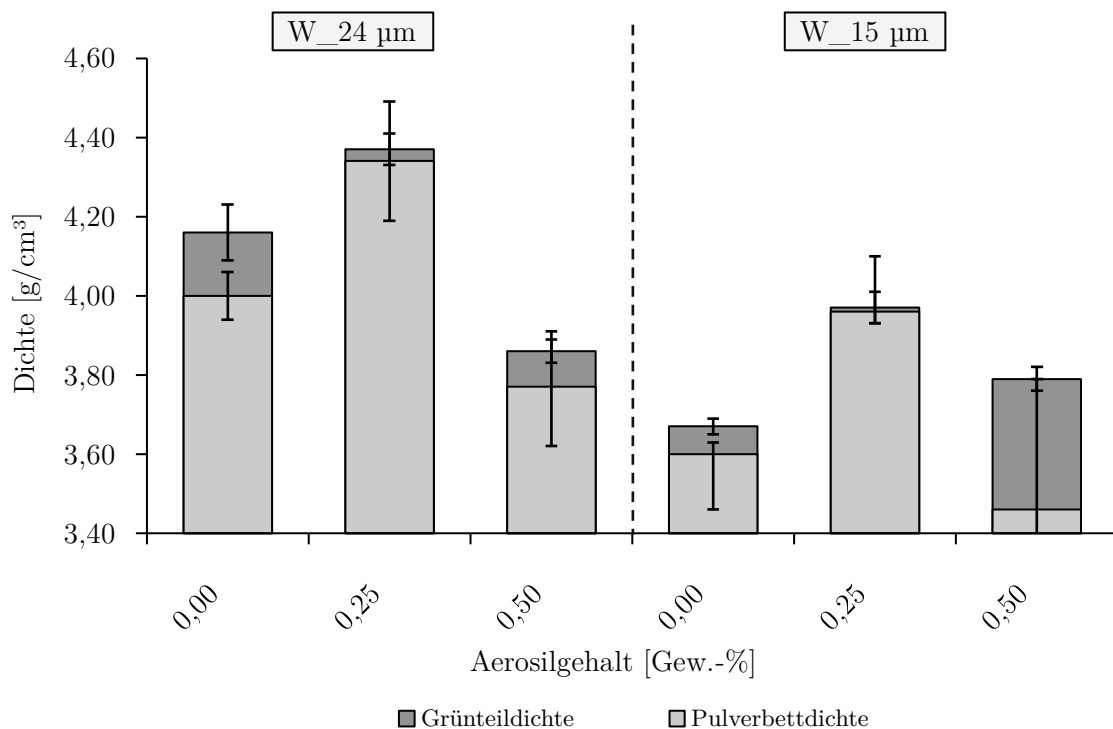


Abbildung 5-17: Höhere Auflösung zur Bewertung des Unterschiedes zwischen Pulverbett- und Grünteildichte für die wasserverdüsterten Pulver mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen

Die Daten zeigen, dass für die wasserverdüsterten Pulver konstant höhere Grünteil- als Pulverbettichten gemessen werden und die Ergebnisse damit konträr zu den Ergebnissen der gasverdüsterten Pulver sind. Da die Daten teilweise innerhalb der Standardabweichung liegen, ist keine definierte Aussage möglich.

5.4.3 Diskussion

Anhand der Versuchsergebnisse ist festzustellen, dass die Grünteildichte durch Zugabe von Aerosil ebenfalls erhöht wird. Tabelle 5-3 zeigt die absoluten und relativen Steigerungen der Grünteildichten bei Zugabe von Aerosil. Es werden Steigerungen im Bereich von 5 % - 16 % realisiert. Fraglich ist nun, inwiefern diese Steigerung auch aus der Steigerung der Pulverbettichte resultiert. Um dies weiter zu analysieren, ist die Korrelation zwischen Pulverbettichte und Grünteildichte in Abbildung 5-18 dargestellt. Anhand der Graphen ist eine gute Korrelation zwischen der Grünteildichte und der Pulverbettichte vorhanden.

Tabelle 5-3: Absolute und relative Steigerung der Grünteildichten für die verschiedenen Pulver

Pulver [µm]	Pulverbettdichte Ausgangszustand [g/cm ³]	Pulverbettdichte max. [g/cm ³]	Abs. Steigerung [g/cm ³]	Rel. Steigerung [%]
32	4,33	4,90	0,57	13,16
22	4,48	4,71	0,23	5,13
16	3,99	4,63	0,64	16,04
10	3,73	3,99	0,26	6,97
05	n.a.	3,65	3,65	100,00
W_24	4,16	4,37	0,21	5,05
W_15	3,67	3,97	0,30	8,17

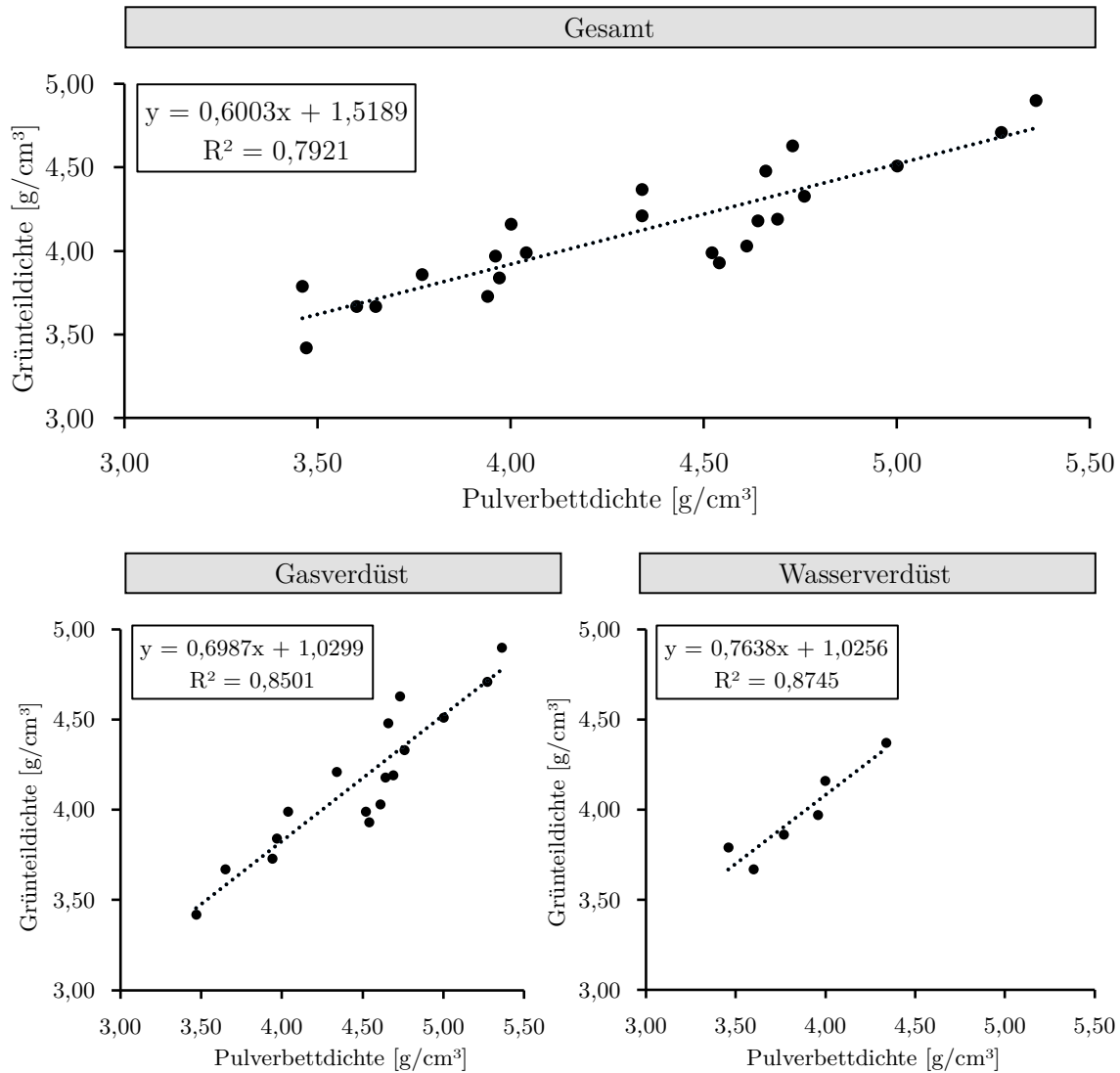


Abbildung 5-18: Korrelation von Grünteildichte mit Pulverbettdichte

Damit ist bestätigt, dass ein Großteil der Steigerung der Grünteildichte aus der Steigerung der Pulverbettichte resultiert und damit auch aus der Steigerung der Fließfähigkeit. Bei Zugabe von 0,10 Gew.-% bzw. 0,25 Gew.-% Aerosil wird die Fließfähigkeit im Vergleich zum Ausgangszustand verbessert. Dies wirkt sich positiv auf die Pulverbettichte aus und dadurch auch auf die Grünteildichte. Bei Übersättigung mit 0,50 Gew.-% sinkt die Fließfähigkeit und infolgedessen auch die Pulverbett- sowie die Grünteildichte. Eine ausreichend hohe Grünteildichte ($> 4,30 \text{ g/cm}^3$) wird für die gasverdünsten Pulver im Bereich $32 \mu\text{m} - 16 \mu\text{m}$ und das W_24 μm -Pulver erreicht. Ohne die erhöhte Fließfähigkeit durch Aerosil zeigen das $16 \mu\text{m}$ - und das W_24 μm -Pulver keine ausreichenden Dichten auf. Damit ist bestätigt, dass Aerosil dazu verwendet werden kann, feinere Partikelgrößenverteilungen oder wasserverdünste Pulver für den Druckprozess zu qualifizieren.

Bei der Einordnung der verschiedenen Dichten ist fraglich, warum die Grünteildichte der gasverdünsten Pulver geringer ist als die Pulverbettichte. Bezogen auf ein gleichbleibendes Volumen bringt der Binder ein zusätzliches Gewicht in das Pulver ein. Die Erwartung ist daher, dass die Grünteildichte konstant höher als die Pulverbettichte ist, da das Zusatzgewicht die Dichte bei gleichem Volumen erhöht. Da zwischen der Entstehung des Pulverbettes und der Grünteildichte lediglich der Binder eingebracht wird, ist der Grund für die Abweichung in der Pulver-Binder-Interaktion zu suchen (vgl. Kapitel 2.3). Zunächst lässt die Beobachtung den Schluss zu, dass der Aufprall des Bindertropfens die Dichte des Pulverbettes beeinflusst. Parab et al. [129] haben eine In-Situ-Visualisierung des Binder-Jetting-Prozesses mittels Synchrotron durchgeführt. Die Autoren kommen zu dem Schluss, dass der Bindertropfen beim Aufprall auf das Pulverbett seine kinetische Energie in das Pulverbett abgibt. Ein kleinerer Anteil der kinetischen Energie führt zur sogenannten „Ballistic Ejection“, bei der Pulverpartikel durch den Aufprall des Tropfens aus dem Pulverbett geschleudert werden. Der Großteil der kinetischen Energie wird vom Pulver aufgenommen und sorgt bis zu einer gewissen Tiefe im Pulverbett für eine Unordnung der Pulverpartikel (vgl. Abbildung 5-19).

Die Autoren bezeichnen dies als Interaktionszone. Die Tiefe ist abhängig von der Partikelgröße und Fließfähigkeit der Partikel. Je geringer die Fließfähigkeit, desto höher sind die Adhäsionskräfte der Partikel. Dementsprechend kann die kinetische Energie innerhalb des Pulvers besser aufgenommen und verteilt werden. Die Interaktionstiefe wird dadurch erhöht [129]. Die Interaktionszone ist darüber hinaus auch von der Ausbildung des Nucleus abhängig. Emady et al. [130] haben die Pulver-Binder-Interaktion in der Nassgranulation untersucht. Dabei wird die Entstehung des Nucleus in drei verschiedene Mechanismen unterteilt, die in Abbildung 5-20 dargestellt sind.

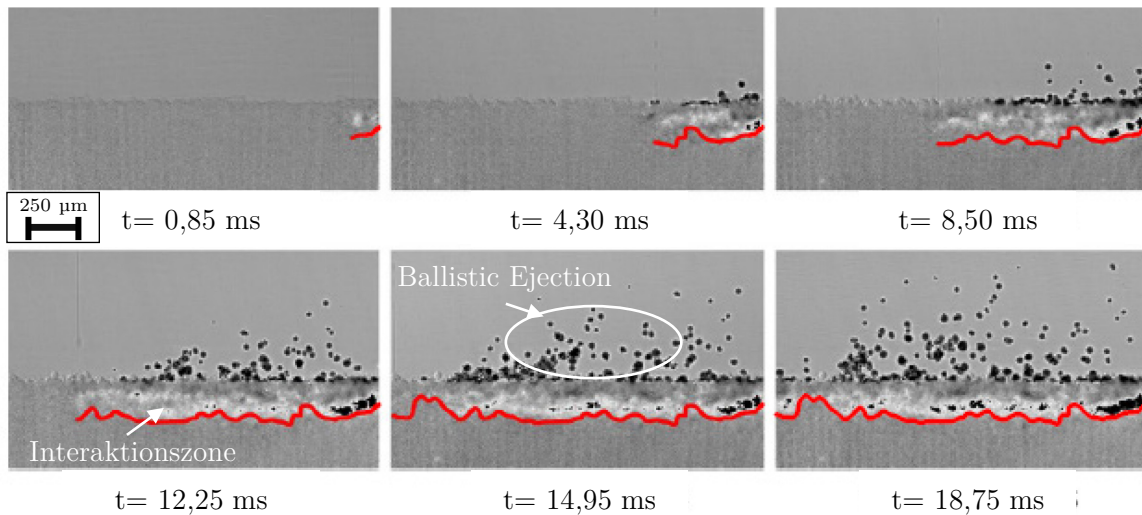


Abbildung 5-19: Ballistic Ejection und Interaktionszone bei Aufprall des Bindertropfens auf das Pulverbett nach Parab et al. [129]

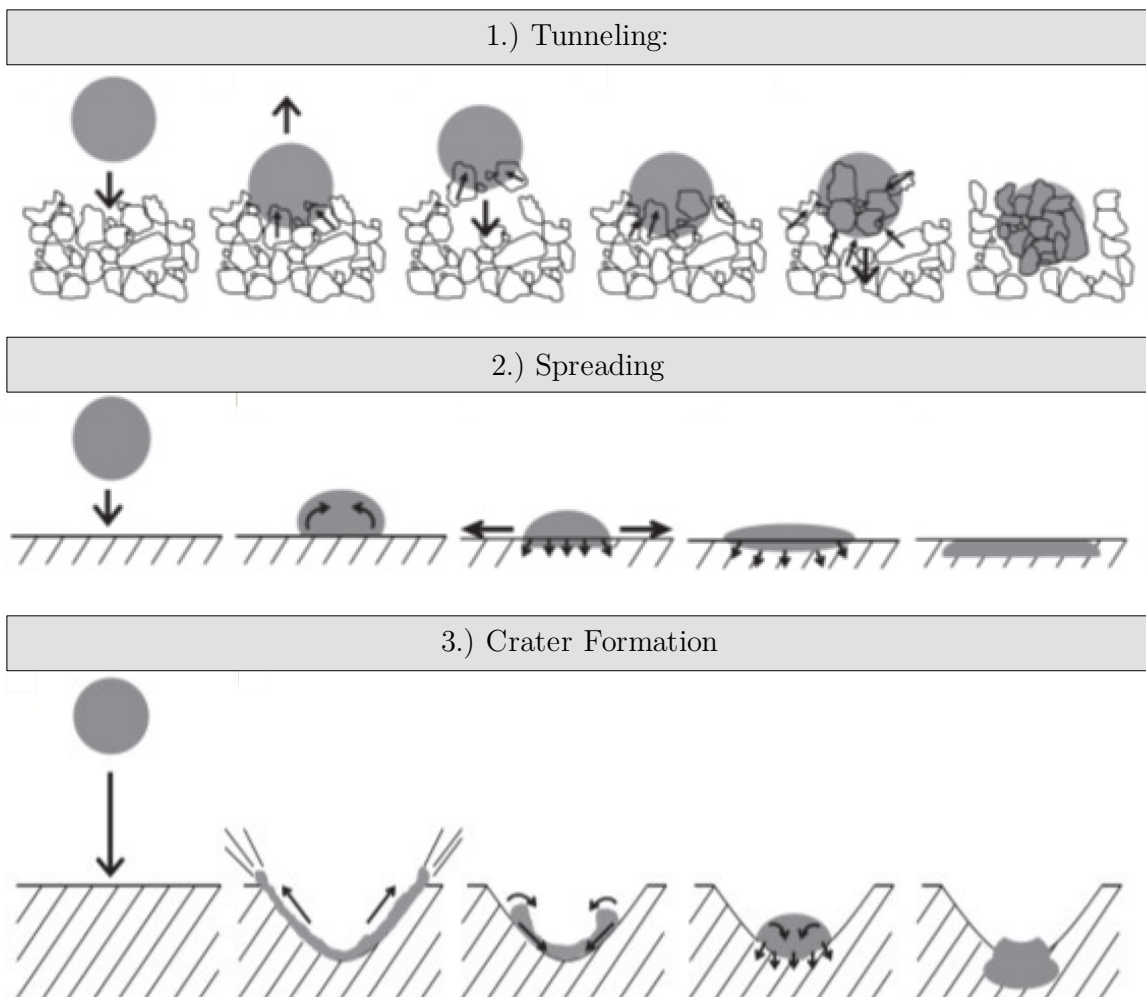


Abbildung 5-20: Mechanismen für Nucleus-Bildung nach Emady et al. [130]

Tunneling tritt für kohäsive Pulver auf. Aufgrund der schlechten Fließfähigkeit werden mehrere Pulveragglomerate anstelle einer homogenen Pulverschicht gebildet. Infolge der

Kapillarkräfte dringt der Binder ausschließlich in die Poren der Agglomerate ein, statt in die großen Poren, die zwischen den Agglomeraten existieren. Da die Kapillarkräfte größer sind als die Haftkräfte zwischen den großen Agglomeraten, werden die Agglomerate in den Bindertropfen gezogen. Der Tropfen wird dadurch immer schwerer und dringt weiter in das Pulverbett ein, sodass von allen Seiten mehr Pulver in den Binder migriert und der Tropfen langsam in das Pulverbett einzieht. Der Nucleus hat eine runde Form. Spreading tritt bei größeren Partikeln auf, die ein homogenes und flaches Pulverbett erzeugen. Der Tropfen trifft hier auf, zieht sich an der Oberfläche nach Aufprall zusammen und penetriert anschließend, getrieben durch Kapillarkräfte, in das Pulverbett. Im Ergebnis ist der Nucleus eine flache Scheibe. Bei der Crater Formation trifft der Bindertropfen mit einer hohen Energie auf das Pulverbett. Die Energie des Tropfens wird in das Pulverbett eingeleitet und erzeugt einen Aufprallkrater. Der Tropfen verformt sich elastisch und zieht sich an den Rändern des Kraters hoch. Am Rand des Kraters nimmt der Tropfen erste Pulverpartikel auf. Der Tropfen zieht sich anschließend wieder zusammen und das aufgenommene Pulver wird an der Oberfläche durch den Tropfen adsorbiert. An der Unterseite dringt der Tropfen tiefer ins Pulverbett ein. Der noch flüssige Teil des Tropfens zieht in das Zentrum des Nucleus und hinterlässt an der Oberfläche einen konkaven Krater. Hier ist der Nucleus pilzförmig [130].

Parab et al. [129] zeigen, dass die berechnete Kratergröße für Pulver mit einer hohen Fließfähigkeit mit der gemessenen Interaktionszone übereinstimmt. Für die Veränderung der Pulverbettdichte ist daher die Crater Formation der Hauptgrund. Zusätzlich dazu finden während der Penetration des Bindertropfens eine Reihe von Umordnungsvorgängen im benetzten Bereich des Pulvers statt [129–131]. Bezogen auf die vorliegenden Versuche wird durch die Ballistic Ejection und Crater Formation die Pulverbettdichte infolge der Interaktion mit dem Bindertropfen verringert und aufgelockert, sodass die Grünteildichte konstant geringer ist als die Pulverbettdichte. Dies könnte außerdem erklären, weshalb Bereiche ohne Bindereinfluss im Sinterprozess stärker verdichten als Bereiche mit Binder (s. Rütjes et al. [72]). Darüber hinaus erklären diese Vorgänge, warum die Grünteildichte bei manchen Pulvern (bspw. 16 μm , 10 μm) bei Zugabe von Aerosil (0,1 Gew.-% bzw. 0,25 Gew.-%) stärker ansteigt als die Pulverbettdichte. Durch die Erhöhung der Fließfähigkeit wird die Interaktionstiefe verringert und so die Grünteildichte erhöht. Das zeigt, dass Aerosil einen Einfluss auf die Pulver-Binder-Interaktion hat. Der grundsätzliche Mechanismus der Nucleus-Bildung bleibt durch Aerosil allerdings unverändert.

Fraglich ist weiterhin, aus welchem Grund dieser Effekt für die wasserverdünnten Pulver nicht vorhanden ist. Teilweise liegt die Pulverbettdichte unterhalb der Grünteildichte. Dies zeigt, dass die Erzeugung des Nucleus im Binder-Jetting mit wasserverdünnten Pulvern einem anderen Mechanismus unterliegt. Da die Pulverbettdichte hier weniger stark beeinflusst wird, könnte statt Crater Formation auch Spreading oder Tunneling auftreten. Die Daten von Parab et al. [129] zeigen, dass Impact Cratering und Ballistic Ejection für inhomogene Partikelmorphologien durch eine zusätzliche Verhakung verringert werden.

5.4.4 Korrelationen

In diesem Kapitel wurde bereits gezeigt, dass ein Großteil der erhöhten Grünteildichte auf die Steigerung der Pulverbettdichte zurückzuführen ist. Dennoch bleibt die Frage offen, inwiefern die Pulvereigenschaften einen Einfluss auf die Grünteildichte haben. Um eine Antwort zu finden, werden die Korrelationen von Schütt- und Klopfdichte sowie des Hausnerfaktors zur Grünteildichte gebildet. Stark ausgeprägte Korrelationen werden nur für die Klopfdichte gefunden (vgl. Abbildung 5-21). Die Korrelationen zwischen Schüttdichte und Grünteildichte sowie zwischen dem Hausnerfaktor und der Grünteildichte sind dem Anhang zu entnehmen (s. Abbildung 10-11 und Abbildung 10-12).

Anhand der Korrelation ist bestätigt, dass die Klopfdichte ein guter Optimierungsparameter für die Pulvereigenschaften ist, da dieser einen großen Einfluss auf die Pulverbettdichte und damit die Grünteildichte hat. Um diesen Faktor auch unabhängig von Aerosil zu zeigen, ist in Abbildung 5-22 die Korrelation von Grünteildichte und Klopfdichte ohne Aerosil dargestellt. Hier ist lediglich eine schwach ausgeprägte Korrelation mit einem R^2 von 0,50 vorhanden. Dies ist ein Indikator dafür, dass die Grünteildichte über die Pulverbettdichte und nicht direkt über die Pulvereigenschaften beeinflusst wird. Da die Grünteildichte und die Pulverbettdichte jedoch eine stärker ausgeprägte Korrelation aufweisen, ist die Klopfdichte weiterhin ein wichtiger Faktor, auch in Bezug auf die Grünteildichte.

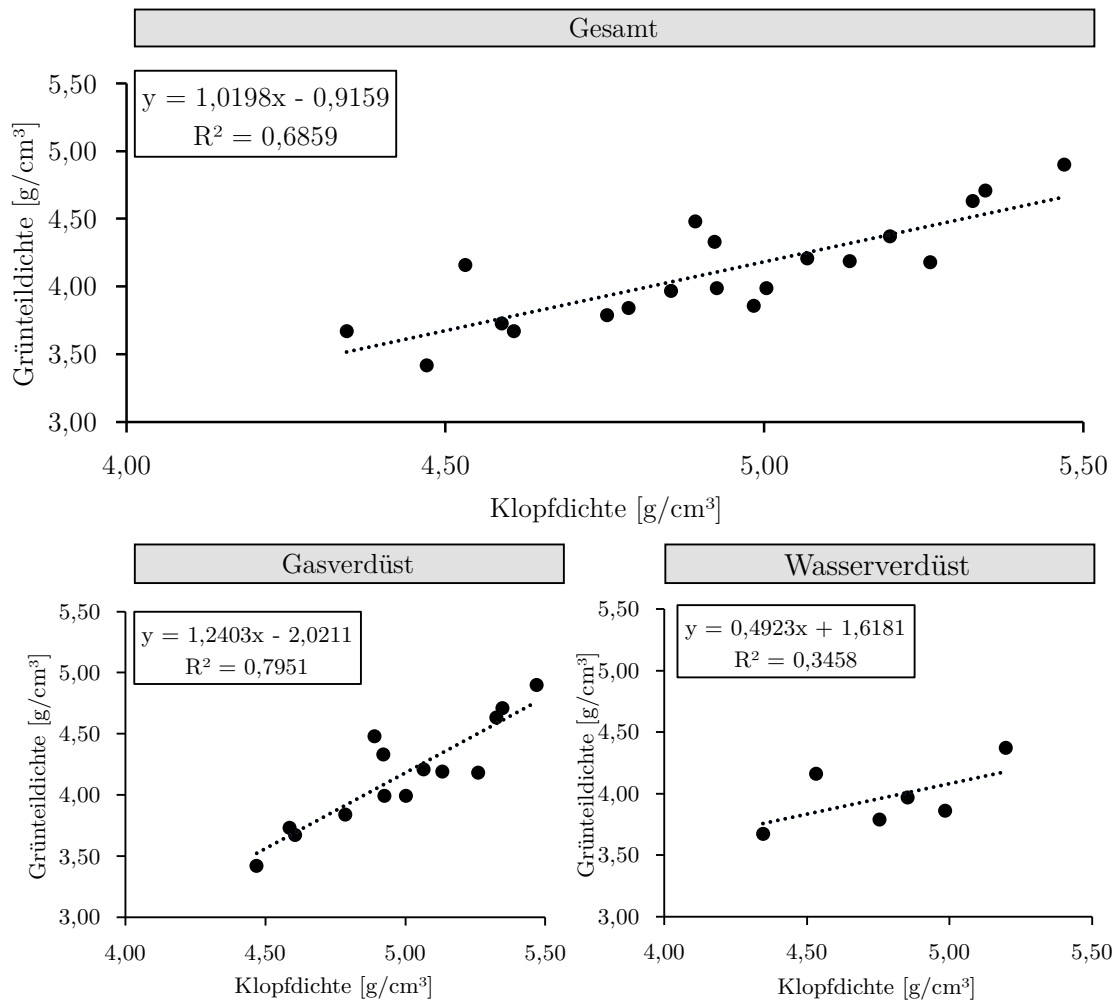


Abbildung 5-21: Korrelation von Grünteildichte und Klopfdichte (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)

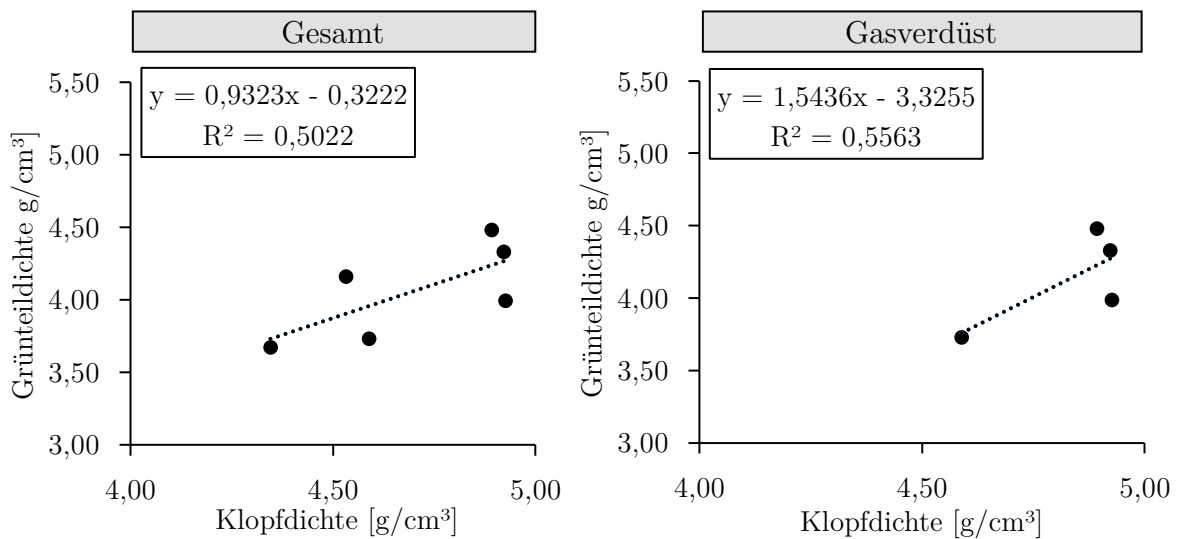


Abbildung 5-22: Korrelation der Grünteildichte mit der Klopfdichte im Ausgangszustand der Pulver

5.5 Aerosilanhaftung nach dem Druckprozess

Wie die Versuche zur Pulverbett- und Grünteildichte gezeigt haben, bleibt die erhöhte Fließfähigkeit aufgrund von Aerosil während des Druckprozess erhalten. Fraglich ist, ob das Aerosil auch nach dem Druckprozess weiter auf den Pulvern haftet oder ob Prozesseinflüsse (Curing, Roller etc.) diese beeinflussen. Um diesen Faktor zu überprüfen, werden im Folgenden hochauflösende REM-Bilder der verschiedenen Pulverproben (gas- und wasserverdüst) dargestellt (s. Abbildung 5-23). Die Pulverproben wurden nach dem Curing aus der Bauplattform entnommen.

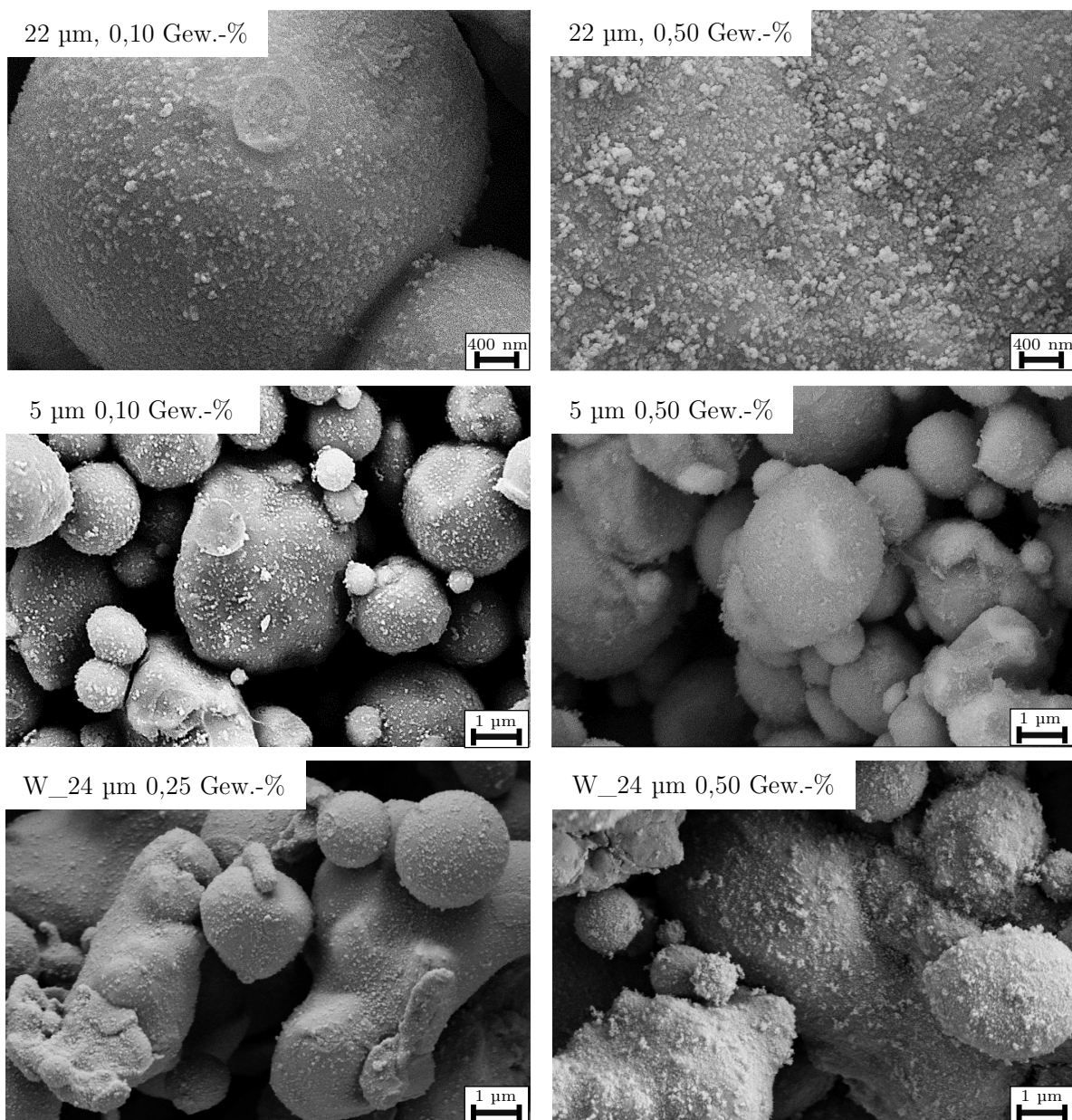


Abbildung 5-23: Hochauflösende REM-Bilder der Pulverpartikel nach dem Curing

Anhand der REM-Bilder ist ersichtlich, dass das Aerosil unabhängig von der Partikelmorphologie auch nach dem Druckprozess weiterhin auf der Oberfläche der Pulverpartikel haftet. Innerhalb des Druckprozesses besitzen die Pulver daher weiterhin die durch Aerosil bedingte erhöhte Fließfähigkeit. Auch der thermische Prozess des Curing trägt nicht zu einer Verflüchtigung der Aerosilpartikel bei. Darüber hinaus ist ebenfalls zu erkennen, dass die jeweiligen Gehalte an Aerosil unverändert auf der Oberfläche der Partikel bestehen bleiben. Bei 0,10 Gew.-% Aerosil ist immer noch die Pulveroberfläche zu erkennen, sodass ein Phase III-Kontakt weiterhin bestehen bleibt (vgl. Abbildung 2-14). Bei der übersättigten Aerosilmischung ist die Oberfläche der Pulverpartikel vollständig mit Aerosil umhüllt, sodass ein Phase IV-Kontakt besteht.

5.6 Oberflächenqualität

Die makroskopischen Oberflächen verschiedener Grünteile sind in Abbildung 5-24 dargestellt. Bei Begutachtung der Grünteiloberflächen ist auffällig, dass die erzeugten Oberflächenqualitäten deutliche Unterschiede aufweisen.

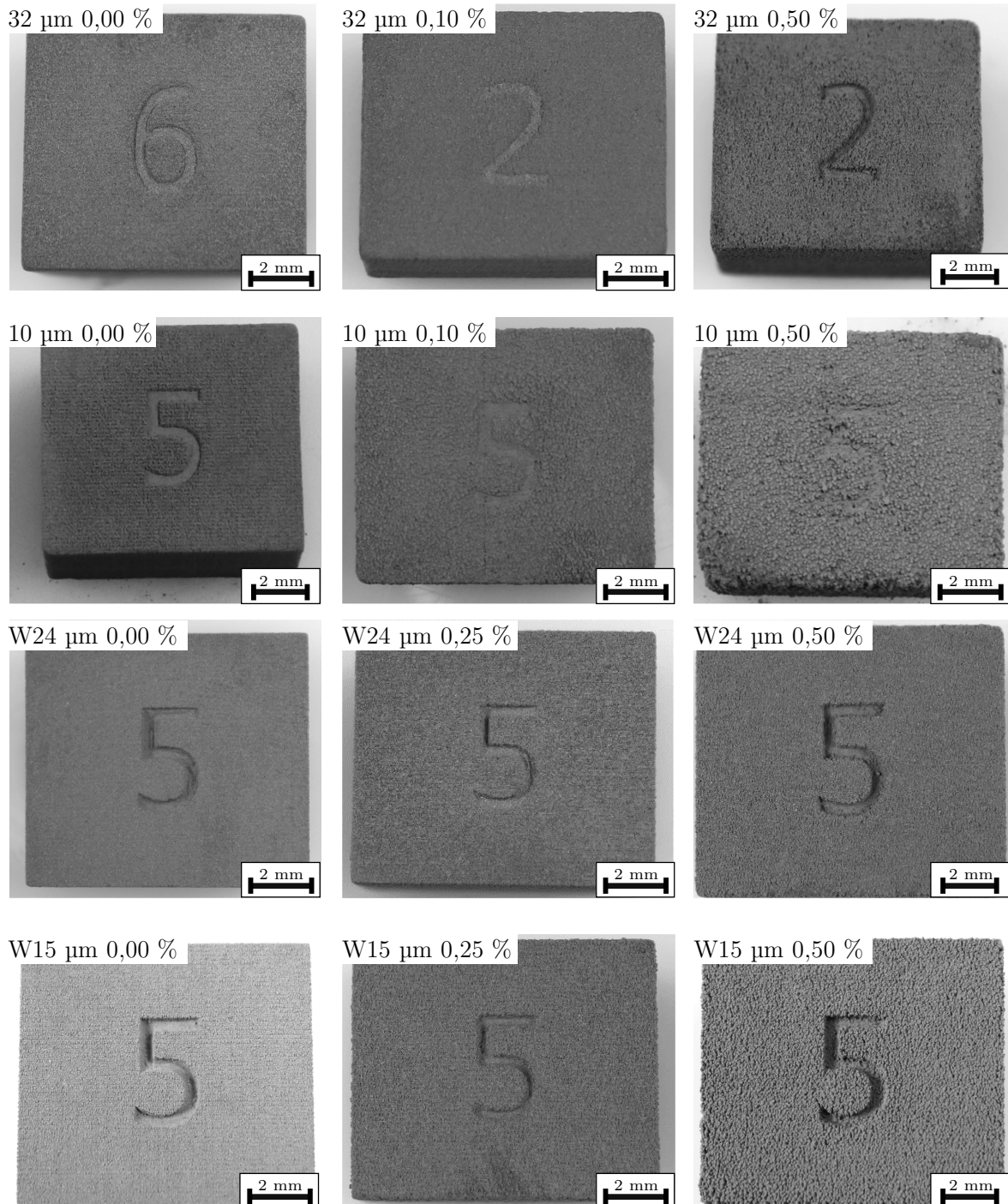


Abbildung 5-24: Makroskopische Unterschiede in der Oberflächenqualität der Bauteile

Zwischen 0,00 Gew.-% und 0,10 Gew.-% sind in allen Pulvervarianten nur geringe Unterschiede feststellbar (Ausnahme: 10 μm -Pulver), wohingegen die Oberfläche bei den übersättigten Pulvermischungen (0,50 Gew.-%) aufgequollen wirken. Der Effekt ist für das 10 μm -Pulver am ausgeprägtesten, sodass die Kantenschärfe vollständig verloren geht. Die Grünteile aus wasserverdünnten Pulvern zeigen insgesamt eine sehr gute Oberflächenqualität mit ausgeprägten Details und scharfen Kanten im Vergleich zu den Grünteilen aus gasverdünnten Pulvermischungen. Um insbesondere die aufgequollenen Oberflächen der übersättigten Pulvermischungen zu verstehen, werden REM-Aufnahmen der Grünteiloberflächen angefertigt.

5.6.1 REM-Aufnahmen

Einige ausgewählte Aufnahmen sind in Abbildung 5-25 bzw. Abbildung 5-26 dargestellt. Die Unterschiede in der Oberflächenbeschaffenheit sind durch das REM ebenfalls zu erkennen. Für das 22 μm -Pulver (eines der gröberen Pulver im Testfeld) sind bei 0,00 Gew.-% und 0,10 Gew.-% homogene Oberflächen vorhanden. Dabei weist die Pulvermischung ohne Aerosil noch größere Inhomogenitäten auf als bei 0,10 Gew.-% Aerosil. Sogar die einzelnen Binderlinien sind hier auf der Oberfläche der Pulver erkennbar. Bei der übersättigten Aerosil-Pulvermischung (0,50 Gew.-% Aerosil) ist eine inhomogene Bauteiloberfläche mit deutlichen Hügeln und Tälern erkennbar. Für das 10 μm -Pulver sind bereits im Ausgangszustand ähnliche Inhomogenitäten vorhanden. Diese nehmen bei steigendem Aerosilanteil zu. Insgesamt wirkt die Oberfläche pickelig. Unter höheren Auflösungen wird deutlich, dass die pickeligen Artefakte größere Agglomerate sind, die aus Pulver und Binder bestehen. Die Artefaktgrößen variieren zwischen 81 μm und 250 μm . Details können dem Anhang entnommen werden (vgl. Abbildung 10-13).

5.6.2 Bestimmung der Oberflächenrauigkeit

Um die Inhomogenitäten auf der Oberfläche analysieren zu können, werden in diesem Abschnitt Oberflächenrauigkeitskennwerte der verschiedenen Grünteile aufgenommen. Ziel ist es, den Effekt anhand der Kennwerte messbar zu machen und zu analysieren, ob dieser auf das Aerosil zurückzuführen ist. Um dies zu bewerten, werden zunächst die Oberflächeneigenschaften der Grünteile aus den Ausgangspulvern betrachtet.

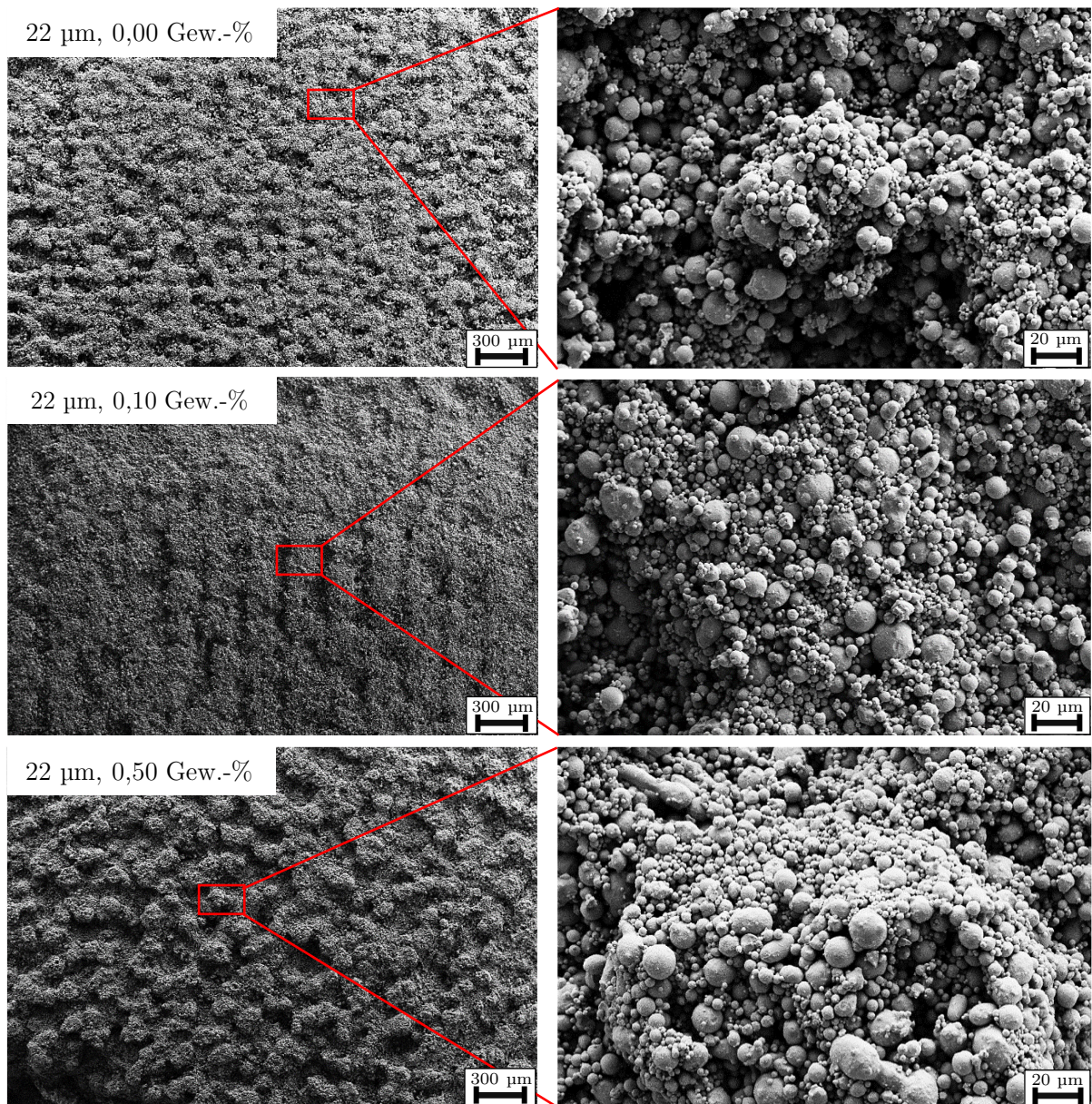


Abbildung 5-25: REM-Aufnahmen der Grünteiloberflächen in Abhängigkeit des Aerosilgehaltes (22 µm Pulver)

Anschließend werden Grünteile aus Aerosil-Pulvermischungen der gasverdünsten Pulver betrachtet und darauffolgend die Grünteile hergestellt aus Aerosil-Pulvermischungen der wasserverdünsten Pulver. Die Oberflächenrauhigkeiten werden mittels Konfokalmikroskop gemessen (vgl. Kapitel 3.2). Aufgrund der flächigen Ausprägung des Effektes werden die Flächenkennwerte S_a und S_z gemäß ISO 25178-2 aufgezeichnet. Die Messstellen dafür sind in Abbildung 5-27 dargestellt. Pro Baujob werden Messungen an den Würfeln zwei, vier und sechs durchgeführt. Als Messpunkte werden jeweils drei zufällige Messstellen an der Oberfläche der Würfel ausgewählt. Die Zahlen sind dabei von der Messfläche ausgenommen, um einen systematischen Messfehler

zu vermeiden. Die dargestellten Mittelwerte und Standardabweichungen basieren daher auf den Mittelwerten aus neun verschiedenen Messungen pro Baujob.

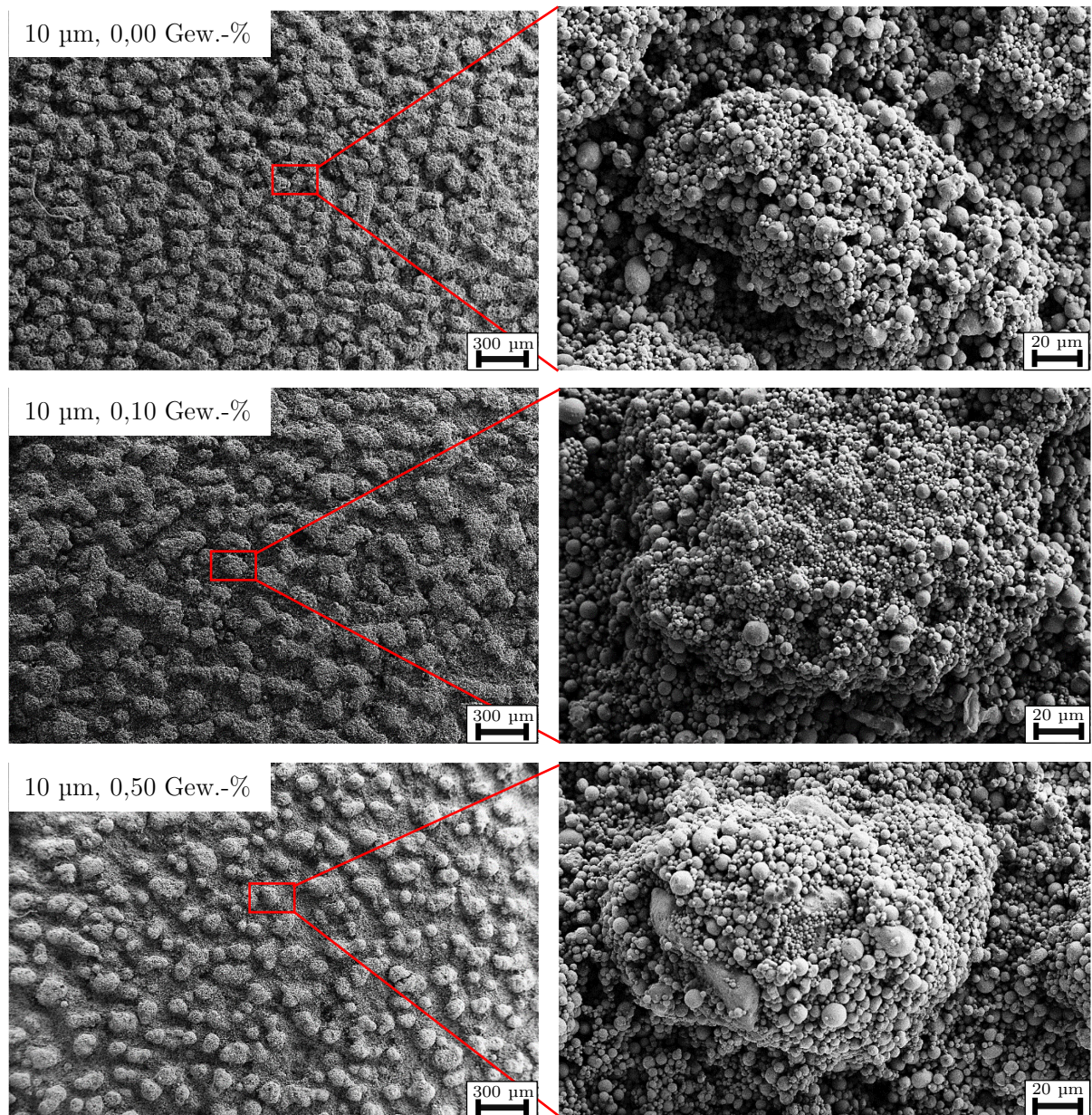


Abbildung 5-26: REM-Aufnahmen der Grünteiloberflächen in Abhängigkeit des Aerosilgehaltes (10 µm Pulver)

5.6.2.1 Ausgangspulver

Abbildung 5-28 zeigt die Messwerte für S_a und S_z der Grünteile, hergestellt aus den Grundpulvern. In Abbildung 5-29 sind die entsprechenden Profilkurven der Oberflächenrauigkeitsmessung vergleichend mit dem REM-Bildern dargestellt.

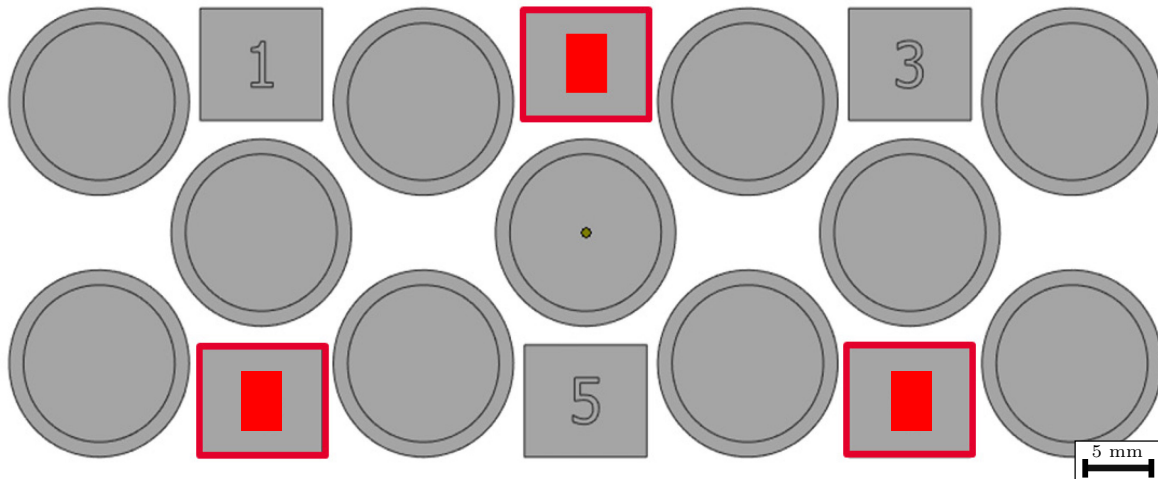
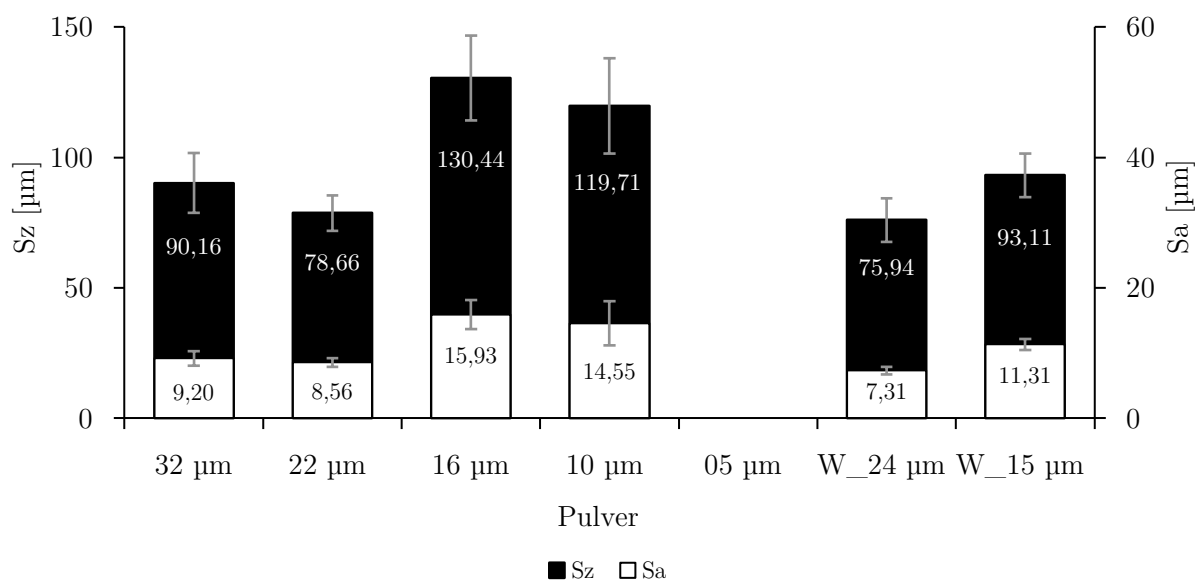


Abbildung 5-27: Messstellen für die Bewertung der Oberflächenrauigkeit

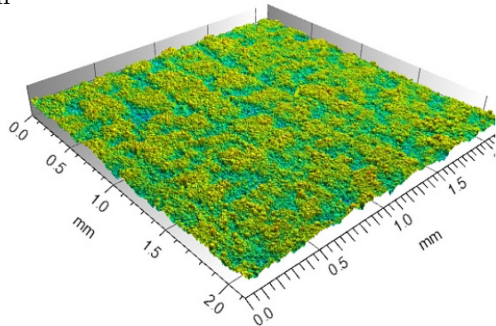
Da für das 05 μm -Pulver im Ausgangszustand kein Aufbau möglich ist, werden keine Daten für dieses Pulver dargestellt.

Abbildung 5-28: Messwerte für S_a und S_z der Grundpulver

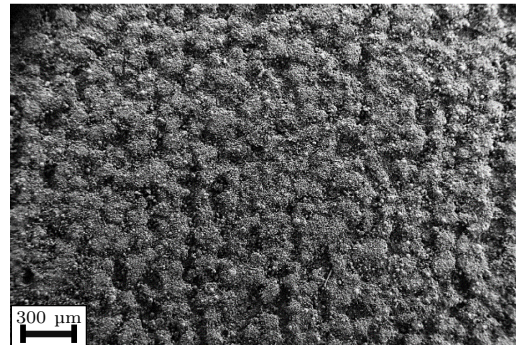
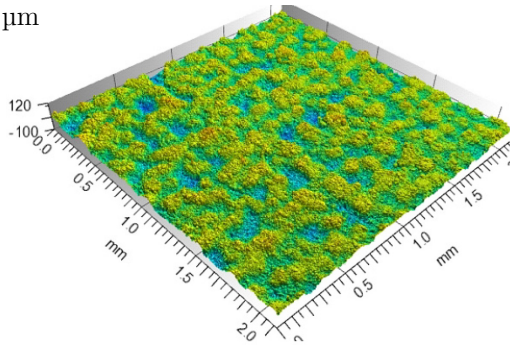
Die größeren Pulver (32 μm , 22 μm) zeigen sowohl für S_a als auch S_z kleinere Oberflächenkennwerte auf. Ab dem 16 μm -Pulver ist ein sprunghafter Anstieg der Rauigkeitskennwerte zu beobachten. Unter dem REM wird im Vergleich die hügelige Oberfläche deutlich. Der Vergleich der Profilkurven mit den REM-Bildern zeigt eindeutig, dass die Profilkurven die Oberfläche der Grünteile gut beschreiben und die Oberflächenrauigkeitskennwerte damit als Messverfahren für diese Aufgabe geeignet sind. Die Grünteile aus den wasserverdünnten Pulvern zeigen geringe Rauigkeiten auf. Für das W_24 μm -Pulver wird beispielsweise die geringste Rauigkeit im Testfeld ermittelt.

Die Messungen zeigen darüber hinaus, dass die Standardabweichung für die Grünteile mit inhomogenen Oberflächen zunimmt.

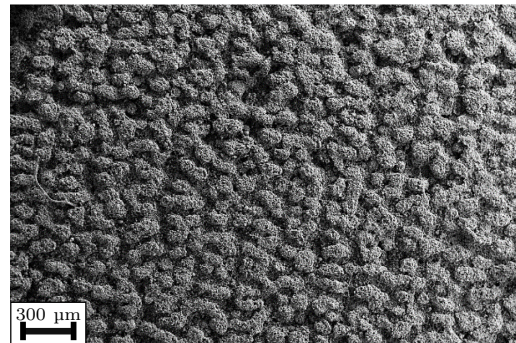
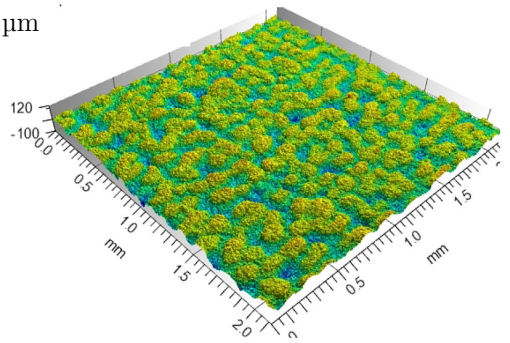
32 μm



16 μm



10 μm



W_24 μm

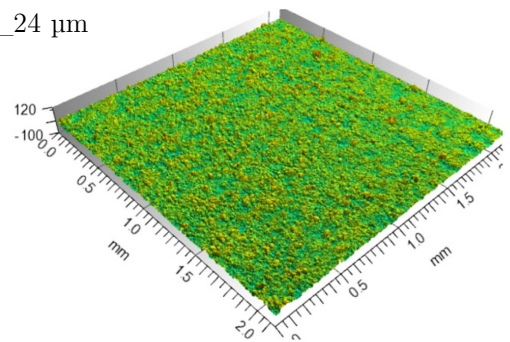


Abbildung 5-29: Links: Profilkurven aus der Rauigkeitsmessung; rechts: REM-Aufnahmen der Grünteiloberfläche

5.6.2.2 Aerosil-Pulvermischungen gasverdüst

Da nun die Inhomogenität bzgl. der Grundpulver bekannt ist, werden im Folgenden die Einflüsse des Aerosils auf die Oberflächenqualität aufgezeigt. Hier werden nur die S_z -Werte dargestellt, da die vorangegangenen Versuche zeigen, dass der Abstand von kleinstem Tal bis zur höchsten Spitze den Effekt präziser abbildet. Die S_a -Werte können dem Anhang entnommen werden (s. Abbildung 10-14). Abbildung 5-30 zeigt die S_z -Messwerte für die Grünteile, die aus den gasverdüsterten Pulvern hergestellt wurden.

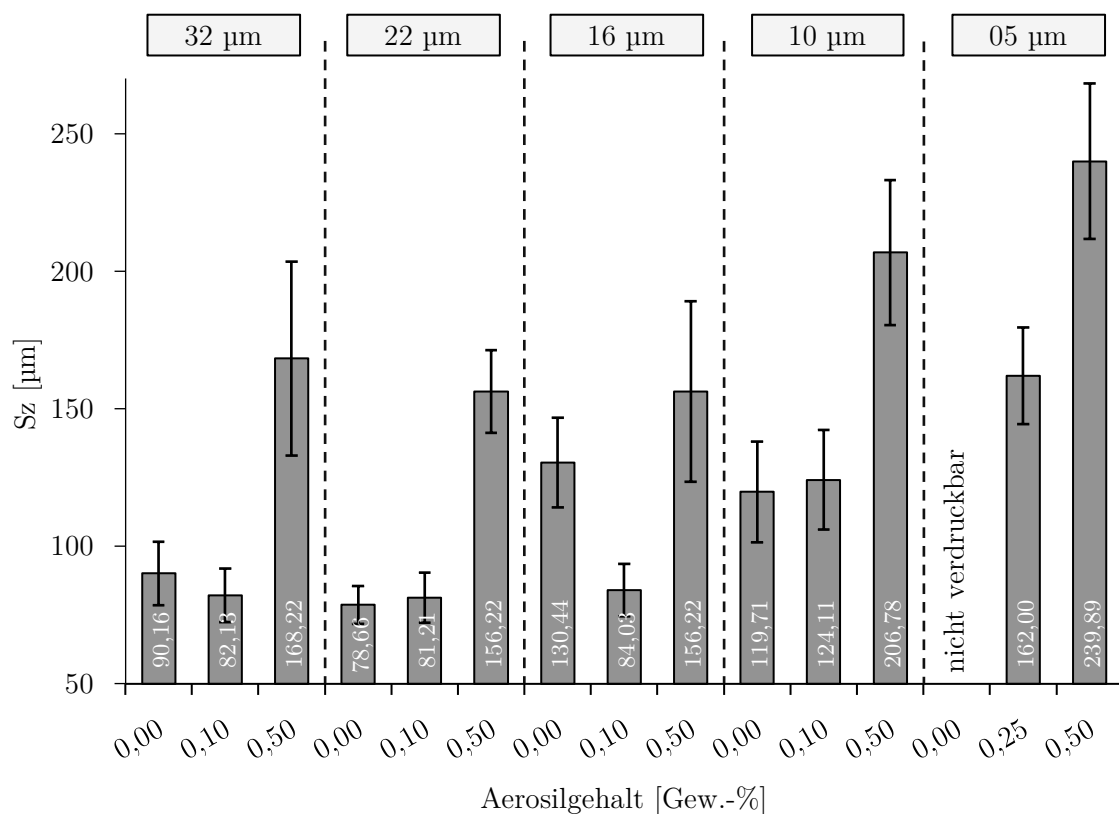


Abbildung 5-30: S_z -Werte für die Oberflächen der Grünteile hergestellt aus gasverdüsterten Pulvern

Im Bereich von 32 µm - 16 µm ist ein identischer Verlauf zu beobachten. Mit der Zugabe von Aerosil wird im Mittel eine leichte Verbesserung der Oberflächenkennwerte erreicht, die aufgrund der Streuung der Messwerte statistisch nicht signifikant ist. Für die übersättigten Pulvermischungen werden in jedem Pulver schlechtere Oberflächenrauigkeiten gemessen. Für das 10 µm-Pulver wird bei Zugabe von Aerosil im Vergleich zum Grundpulver eine im Mittel etwas höhere Rauigkeit gemessen, die ebenfalls nicht signifikant ist. Für das 05 µm-Pulver ist kein Vergleich zum Ausgangszustand möglich. Hier werden allerdings bei Zugabe von Aerosil sehr hohe Oberflächenrauigkeiten gemessen. In Abbildung 5-31 sind REM-Aufnahmen der Grünteiloberfläche vergleichend gegenübergestellt.

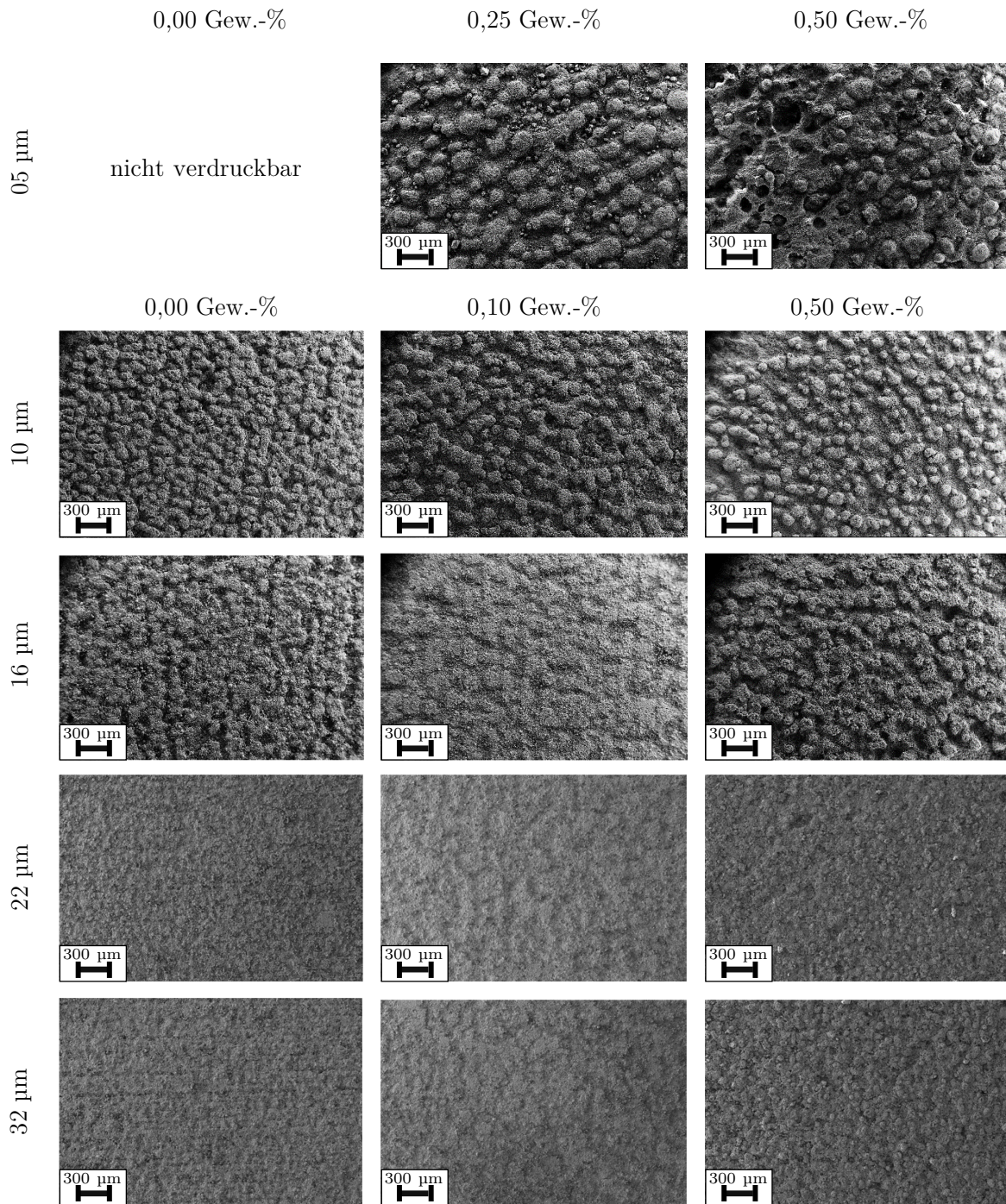


Abbildung 5-31: REM-Aufnahmen der Grünteiloberflächen für Grünteile aus gasverdünsten Pulver

5.6.2.3 Aerosil-Pulvermischungen wasserverdüst

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Oberflächenrauigkeitskennwerte für die Grünteile dargestellt, die aus wasserverdünsten Pulvern hergestellt wurden (s. Abbildung 5-32). Die S_a -Werte können dem Anhang entnommen werden

(vgl. Abbildung 10-15). Die REM-Aufnahmen inkl. der jeweiligen Oberflächentopografien sind in Abbildung 5-33 zusammengefasst.

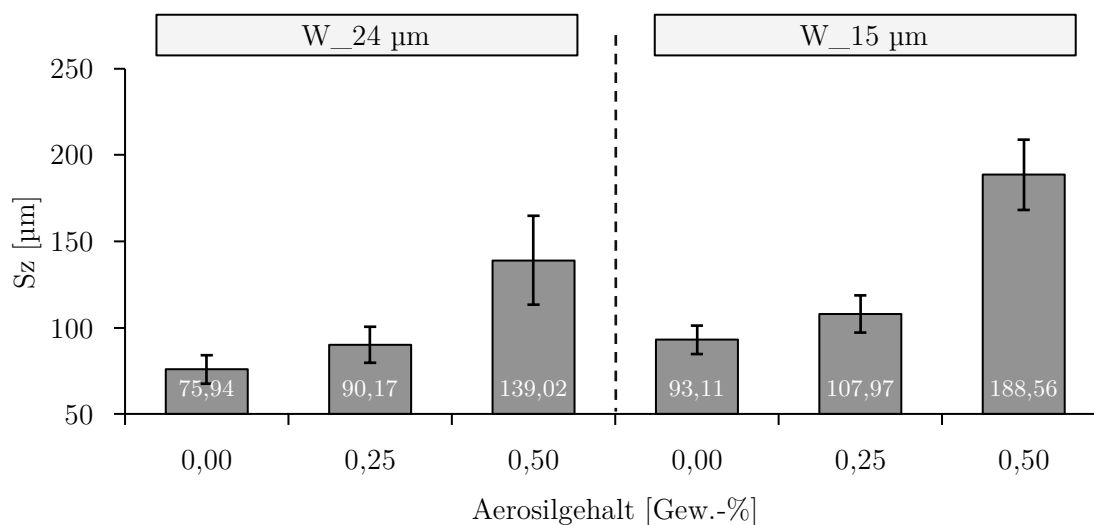


Abbildung 5-32: S_z -Werte für Grünteile hergestellt aus wasserverdünnten Pulvern

Im Vergleich zu den gasverdünnten Pulvern wird bei Zugabe von Aerosil ein Anstieg der Oberflächenkennwerte beobachtet. Der Anstieg ist dabei im Mittelwert höher als bei den gasverdünnten Pulvern, jedoch statistisch nicht signifikant. Der Trend wird durch die REM-Aufnahmen bestätigt. Diese zeigen, dass die Inhomogenität durch die Zugabe von Aerosil verstärkt wird. In den übersättigten Pulvermischungen wird dieser Effekt erneut verstärkt.

5.6.3 Diskussion

Fraglich ist zunächst, wie die Agglomerate bzw. Inhomogenitäten auf der Oberfläche entstehen. In der Literatur sind ähnliche Phänomene aus der pharmazeutischen Nassgranulierung bekannt. Hapgood et al. [132; 133] haben sich intensiv mit dem Binderaufprall auf das Pulver beschäftigt. Der ideale Prozess sieht vor, dass jeder Tropfen ein Nucleus im Pulverbett erzeugt. Dieser Vorgang wird auch als „drop controlled nucleation regime“ bezeichnet. Bedingung dafür ist, dass der Bindertropfen schnell in das Pulverbett einzieht oder nur wenige Tropfen vorhanden sind bzw. sich überschneiden. Zieht der Tropfen nicht schnell genug in das Pulverbett ein, tritt das sogenannte „mechanical dispersion regime“ auf. Dadurch koalieren mehrere Tropfen an der Oberfläche und bilden anschließend einen großen Nucleus [132; 133]. Lee et al. [134] haben ebenfalls die Bildung des Nucleus bei Auftreffen eines Bindemittels auf ein Pulverbett untersucht.

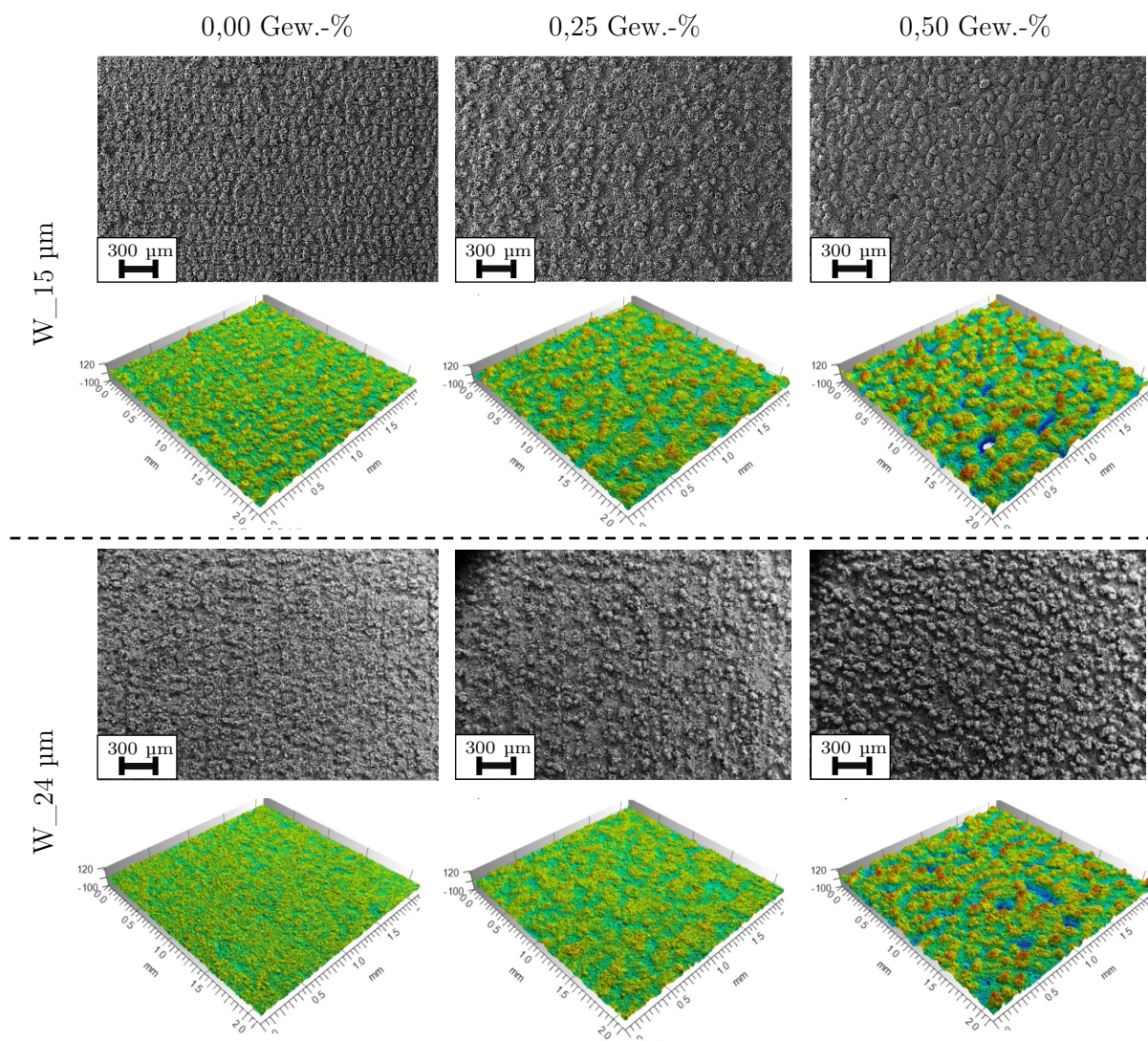


Abbildung 5-33: REM-Aufnahme und Oberflächen-topografie der Grünteile hergestellt aus wasserverdünnten Pulvern

Mithilfe ihrer Versuche zeigen die Autoren ein analytisches Modell auf, mit dem gezeigt wird, dass mit sinkender Partikelgröße die Penetrationszeit des Tropfens erhöht wird [129; 134]. Parab et al. [129] zeigen durch die In-Situ-Beobachtung des Binder-Jetting-Prozesses, dass bzgl. der Pulver-Binder-Interaktion während des Druckprozess ähnliche Phänomene beobachtet werden. Für kleine Partikelgrößen ($d < 10 \mu\text{m}$) wird eine Verbindung von ca. drei Bindertropfen zu einem großen Agglomerat identifiziert (vgl. Abbildung 5-34). Den Grund dafür sehen die Autoren in einem Wechsel vom „drop controlled nucleation regime“ zum „mechanical dispersion regime“. Aufgrund der kleinen Partikelgröße ist die Penetrationszeit des Binders in das Pulverbett erhöht. Daher bleibt der Bindertropfen länger an der Oberfläche erhalten und bekommt die Möglichkeit, sich mit dem nächsten Tropfen zu vereinen. Die Agglomerate haben einen Durchmesser von ca. $95,6 \pm 10,9 \mu\text{m}$, was einer Koaleszenz von ca. drei Bindertropfen entspricht.

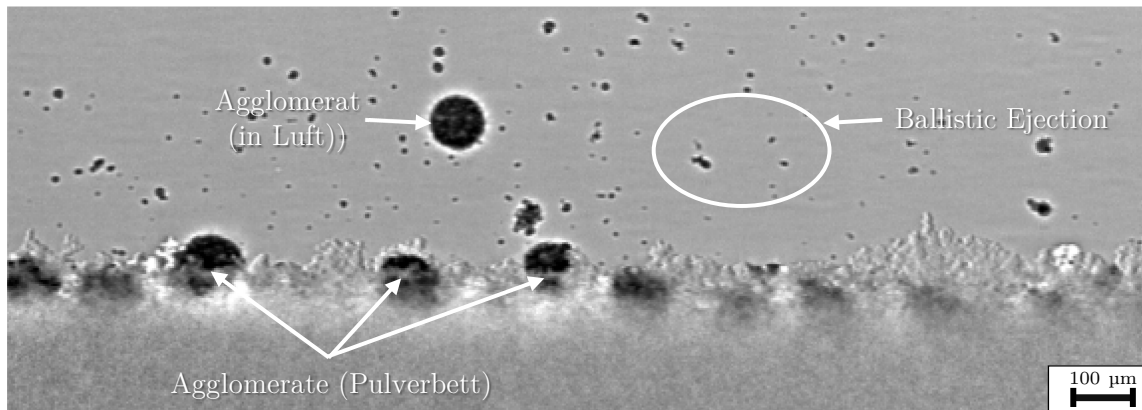


Abbildung 5-34: Agglomerate im Pulverbett und in Luft nach Parab et al. [129]

Der Nucleus ist rund, da sich die Agglomerate aufgrund der Oberflächenspannung zusammenziehen [129]. In anderen Literaturquellen zum Binder-Jetting wird dieser Effekt auch häufig als *Balling* bezeichnet. Die Bindertropfen werden mit einer gewissen Überlappung abgelegt, um einen stabilen Aufbau zu gewährleisten. Auf dem Pulverbett entsteht dadurch eine zylindrische Linie an Fluid, die mit jedem weiteren Tropfen anwächst. Am Anfang der Linie wird Binder absorbiert und am Ende der Linie neuer Binder hinzugefügt. Erfolgt die Absorption schneller als das Ablegen, wird der *Balling*-Effekt unterbunden. Wird umgekehrt schneller abgelegt als absorbiert, wird *Balling* begünstigt. Der hydrodynamische Grund für *Balling* liegt in der Rayleigh-Plateau-Instabilität. Es existiert ein kritisches Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis, sodass ab einer kritischen Länge des Fluidzylinders die Oberflächenenergie einer Kugel energetisch günstiger ist. Die einzelnen Teile formen sich dann als sphärische Kugeln ab, um so ihre Oberflächenenergie zu reduzieren [71; 95; 135].

Der *Balling*-Effekt wird bereits in den gasverdünsten Grundpulvern ab dem 16 µm-Pulver sichtbar. Der Vergleich der Partikelgrößenverteilung (vgl. Kapitel 4.1) zeigt, dass der Feinanteil im Vergleich zu den gröberen Pulvern für das 16 µm-Pulver zunimmt, sodass der D_{50} unter 10 µm fällt. Dies hat bereits einen Effekt auf die Penetration des Bindertropfens in das Pulverbett, wodurch der *Balling*-Effekt auftritt. Die Ergebnisse stimmen dahingehend mit der Literatur überein, dass der *Balling*-Effekt besonders für Partikelgrößenverteilungen kleiner 10 µm zu finden ist. Sinkt die Partikelgrößenverteilung weiter, wird der Effekt verstärkt [129; 95].

Für die gasverdünsten Pulver ist bei Zugabe von Aerosil in geringer Sättigung keine eindeutige Tendenz erkennbar. Im Vergleich von Grünteilen hergestellt mit dem Ausgangspulver und Grünteilen aus Pulvern mit 0,10 Gew.-% bzw. 0,25 Gew.-% Aerosil liegen alle Abweichungen innerhalb der Messschwankungen. Die Ausnahme bildet hier das 16 µm-Pulver, bei dem ein positiver Trend sichtbar wird. Anhand der Daten ist

davon auszugehen, dass Balling aufgrund der Partikelgrößenverteilung der dominierende Effekt ist und das Aerosil in geringer Sättigung keinen negativen Einfluss auf Balling bzw. die Oberflächenqualität hat. Dahingegen begünstigt eine Übersättigung mit Aerosil die Ausbildung des Balling. Bei diesen Pulvermischungen ist die Pulveroberfläche komplett mit Aerosil umhüllt (vgl. Abbildung 5-23). Damit sind die Benetzungseigenschaften zwischen Binder und Partikel nicht mehr durch die Oberfläche der Pulver, sondern vollständig durch das Aerosil beeinflusst. Anhand der Ergebnisse ist davon auszugehen, dass das Aerosil die Penetration des Tropfens in das Pulverbett weiter behindert bzw. verlangsamt und dadurch die Ausprägung des Balling verstärkt wird. Infolgedessen steigen die Oberflächenrauigkeiten so weit an, dass Details in den Bauteilen verloren gehen (vgl. Abbildung 5-24).

Die gleichen Beobachtungen sind auch für die wasserverdünnten Pulver zulässig. Allerdings steigen die Mittelwerte bei Zugabe von Aerosil in geringer Sättigung (0,25 Gew.-%) stärker an als bei den gasverdünnten Pulvern. Dennoch liegen die Unterschiede innerhalb der Standardabweichung, sodass keine eindeutige Aussage möglich ist. Die REM-Bilder der Oberflächen zeigen, dass der Balling-Effekt bereits bei 0,25 Gew.-% sichtbar ist. Daher deuten die Daten einen negativen Effekt des Aerosils für die wasserverdünnten Pulver an. Dieser Unterschied zu den gasverdünnten Pulvern zeigt, dass die wasserverdünnten Pulver einen anderen Mechanismus bei der Nucleus-Bildung aufweisen. Ein weiterer Erklärungsansatz ist ein zu hoher Aerosilanteil. Die Fließfähigkeitsdaten aus Kapitel 4.4 zeigen, dass für die wasserverdünnten Pulver nur geringfügige Unterschiede in Schütt- und Klopfdichte zwischen 0,10 Gew.-% und 0,25 Gew.-% vorhanden sind (vgl. Abbildung 4-31). Das könnte auf eine Übersättigung bei 0,25 Gew.-% hindeuten, die den Bindereintrag negativ beeinflusst. Insgesamt zeigen die Versuche, dass der Aerosilgehalt eine wichtige Größe für den Druckprozess ist und die Kenntnis über eine zielführende Sättigung entscheidend für die Qualität der Bauteile ist.

Des Weiteren ist auffällig, dass genau die Pulver einen starken Balling-Effekt zeigen, bei denen die Pulverbett- und Grünteildichte nur geringfügig gesteigert wird (vgl. Abbildung 5-5 bzw. Abbildung 5-13). Im Ausgangszustand erreichen diese Pulver (16 μm , 10 μm , 05 μm , W_15 μm) geringe Dichten, die durch Aerosil nur geringfügig gesteigert werden können. Es ist davon auszugehen, dass der Balling-Effekt einen Einfluss auf die geringen Dichten hat und durch effektive Vermeidungsstrategien die Pulverbett- und Grünteildichte dieser Pulver erhöht werden können.

5.7 Grünteilfestigkeit

Die vorangegangenen Untersuchungen haben gezeigt, dass das Aerosil einen starken Effekt auf die Qualität der Bauteile hat. Fraglich ist bisher noch, welchen Einfluss das Aerosil auf die Grünteilfestigkeit hat. Dies wird im Folgenden untersucht.

5.7.1 Durchführung

Die Prüfgeometrie ist in Abbildung 5-35 dargestellt.

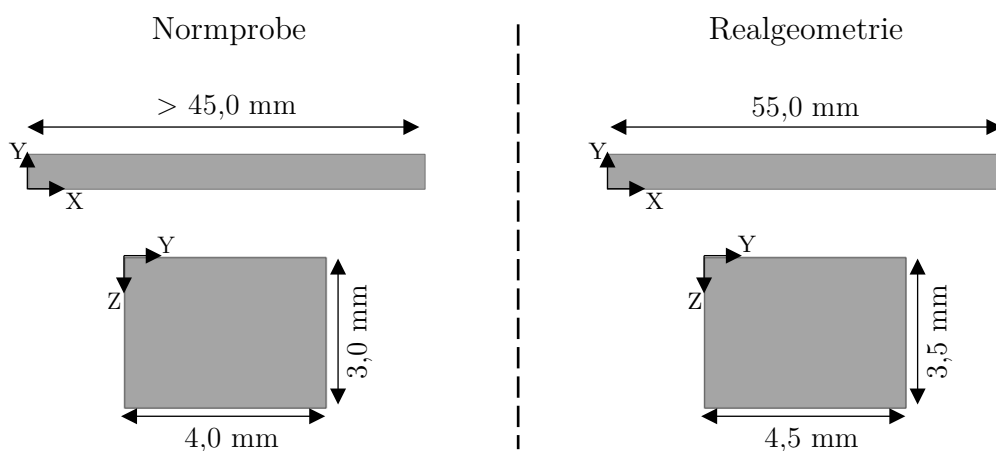


Abbildung 5-35: Vergleich der Norm-Prüfgeometrie und Realgeometrie

In der Länge ist diese normgerecht, weicht jedoch in Breite und Höhe geringfügig ab. Die Veränderung werden vorgenommen, um mögliche Schwankungen aus dem Druck der Probekörper auszugleichen und somit prozesssicher die 4 mm bzw. 3 mm aus der Norm zu erfüllen.

Für die Prüfung der Grünteilfestigkeit wird das 32 μm -Pulver mit 0,00 Gew.-%, 0,10 Gew.-% und 0,50 Gew.-% Aerosil verdrückt. Das Druckjobdesign ist in Abbildung 5-36 dargestellt. Um größere Schwankungen aufgrund der geringen Kräfte zu vermeiden, wird eine erhöhte Probenanzahl von jeweils 20 Probekörpern pro Pulvermischung verdrückt und geprüft. Um die erzielte Pulverbett- und die Grünteildichte zu kontrollieren, werden jeweils vier Cups und zwei Grünteilwürfel mitgedrückt. Die Druckjobs werden jeweils mit identischen Parametern hergestellt (vgl. Kapitel 5.1).

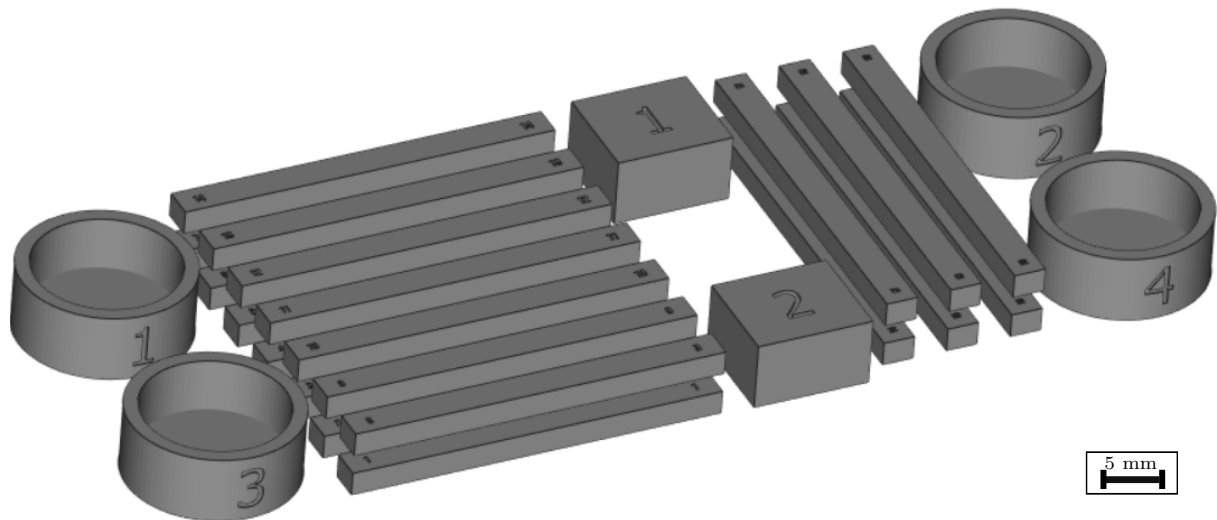


Abbildung 5-36: Druckjobdesign für die Probekörper zur Bestimmung der Grünteilfestigkeit

5.7.2 Ergebnisse

Abbildung 5-37 zeigt den Vergleich der erreichten Pulverbett- und Grünteildichten aus den vorangegangenen Versuchen (V1, s. Kapitel 5.3 bzw. Kapitel 5.4) mit den hier dargestellten Druckversuchen (V2).

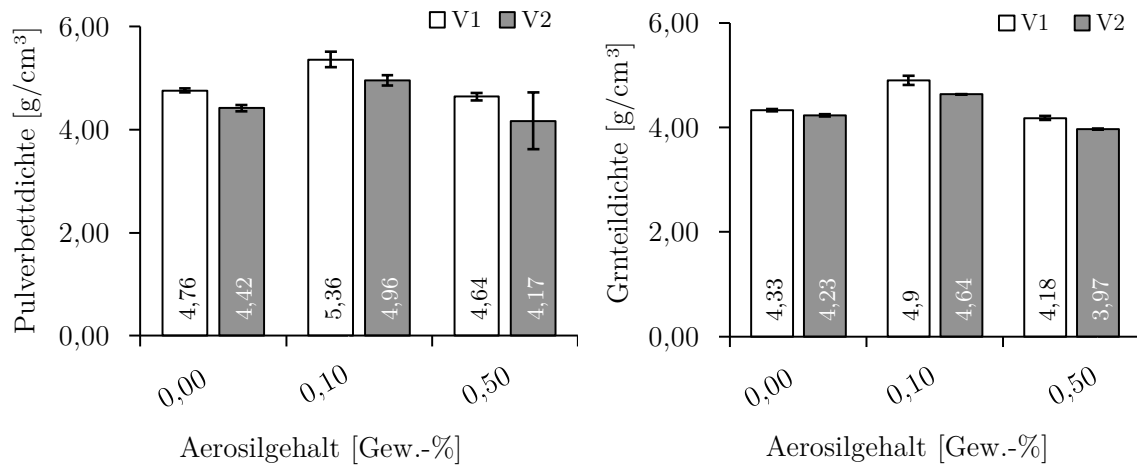


Abbildung 5-37: Vergleich der Pulverbett- und Grünteildichte aus den ersten Baujobs (V1) und den dargestellten Versuchen zur Grünteilfestigkeit (V2)

Sowohl für die Pulverbett- als auch für die Grünteildichte sind Schwankungen feststellbar. Insbesondere für 0,10 Gew.-% Aerosil sind größere Unterschiede (bis zu 0,4 g/cm³) zu erkennen. Darüber hinaus ist der Verlauf der Pulverbett- und Grünteildichte identisch, sodass auch hier die höchste Grünteildichte bei 0,10 Gew.-% gemessen wird. Da der Verlauf identisch ist, kann die Methodik für die Grünteilfestigkeit daher weiterhin angewendet werden. Für die mechanische Prüfung wird vorab die

Grünteildichte jedes Stabes bestimmt, die identisch zu den hier dargestellten Werten der Würfel sind. Die Ergebnisse des 4-Punkt-Biegeversuchs (Maximalkraft und daraus resultierende Biegespannung) sind in Abbildung 5-38 dargestellt.

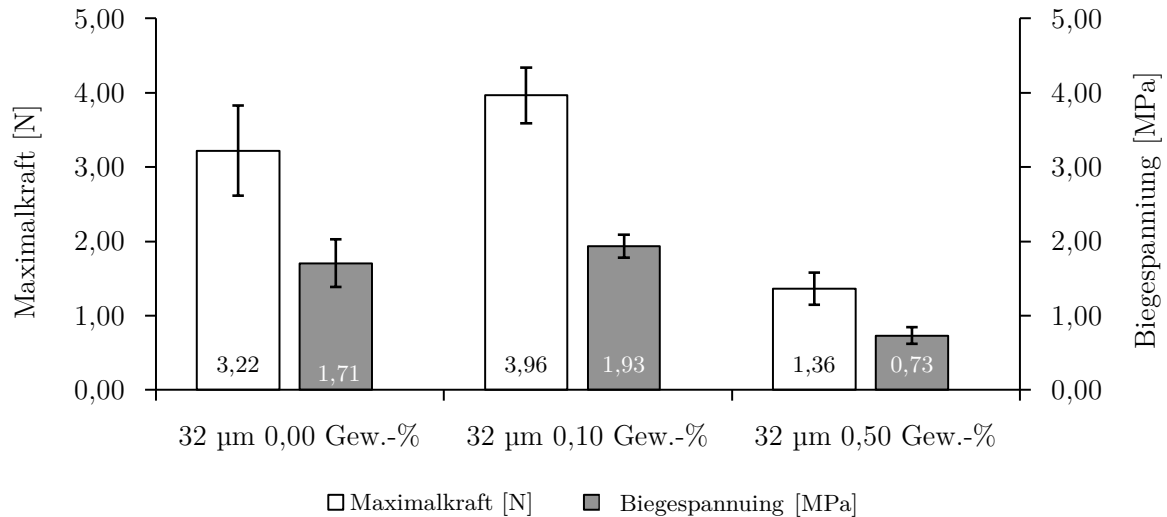


Abbildung 5-38: Ergebnisse der 4-Punkte-Biegeversuche für Maximalkraft und Biegespannung

Die Maximalkraft ist auf der primären Y-Achse und die Biegespannung auf der sekundären Y-Achse aufgetragen. In Bezug auf die Maximalkraft ist der gleiche Verlauf wie für die Grünteildichte zu erkennen. Mit steigendem Aerosilgehalt wird zunächst eine erhöhte Maximalkraft festgestellt. Für die übersättigte Aerosilmischung wird anschließend wiederum eine verringerte Maximalkraft gemessen. Der Vergleich zwischen 0,00 Gew.-% und 0,10 Gew.-% Aerosil zeigt, dass die Niveaus für die Maximalkraft statistisch valide nicht voneinander trennbar sind. Dies ist insbesondere auf die hohe Standardabweichung zurückzuführen, die aus der geringen Kraft bis zum Bruch resultiert und am messbaren Minimum der verwendeten Kraftmessdose liegt. Betrachtet man die Mittelwerte der Ausgangspulvermischung und der optimalen Aerosil-Pulvermischung, ergibt sich eine Erhöhung um 23 % für die Maximalkraft. Da die Biegespannung aus der Maximalkraft berechnet wird, ist der Verlauf für die Biegespannung identisch. Hier wird ebenfalls das Maximum für die Pulvermischung von 0,10 Gew.-% erreicht. Die Biegespannung wird durch die Zugabe von 0,10 Gew.-% Aerosil um 13 % gesteigert. Bei Übersättigung werden sowohl Maximalkraft als auch Biegespannung verringert.

5.7.3 Diskussion

Bei Betrachtung der Ergebnisse ist die unverhältnismäßig starke Abnahme der Maximalkraft und Biegespannung bei 0,50 Gew.-% Aerosil auffällig. Die Grünteildichte ist hier nur geringfügig geringer als im Ausgangszustand ($0,26 \text{ g/cm}^3$), dennoch beträgt die Abnahme der Maximalkraft $1,86 \text{ N}$ (-58 %) bzw. für die Biegespannung $0,98 \text{ MPa}$ (-57 %). Um diesen Punkt weiter zu analysieren, werden REM-Aufnahmen der Bruchflächen angefertigt (s. Abbildung 5-39).

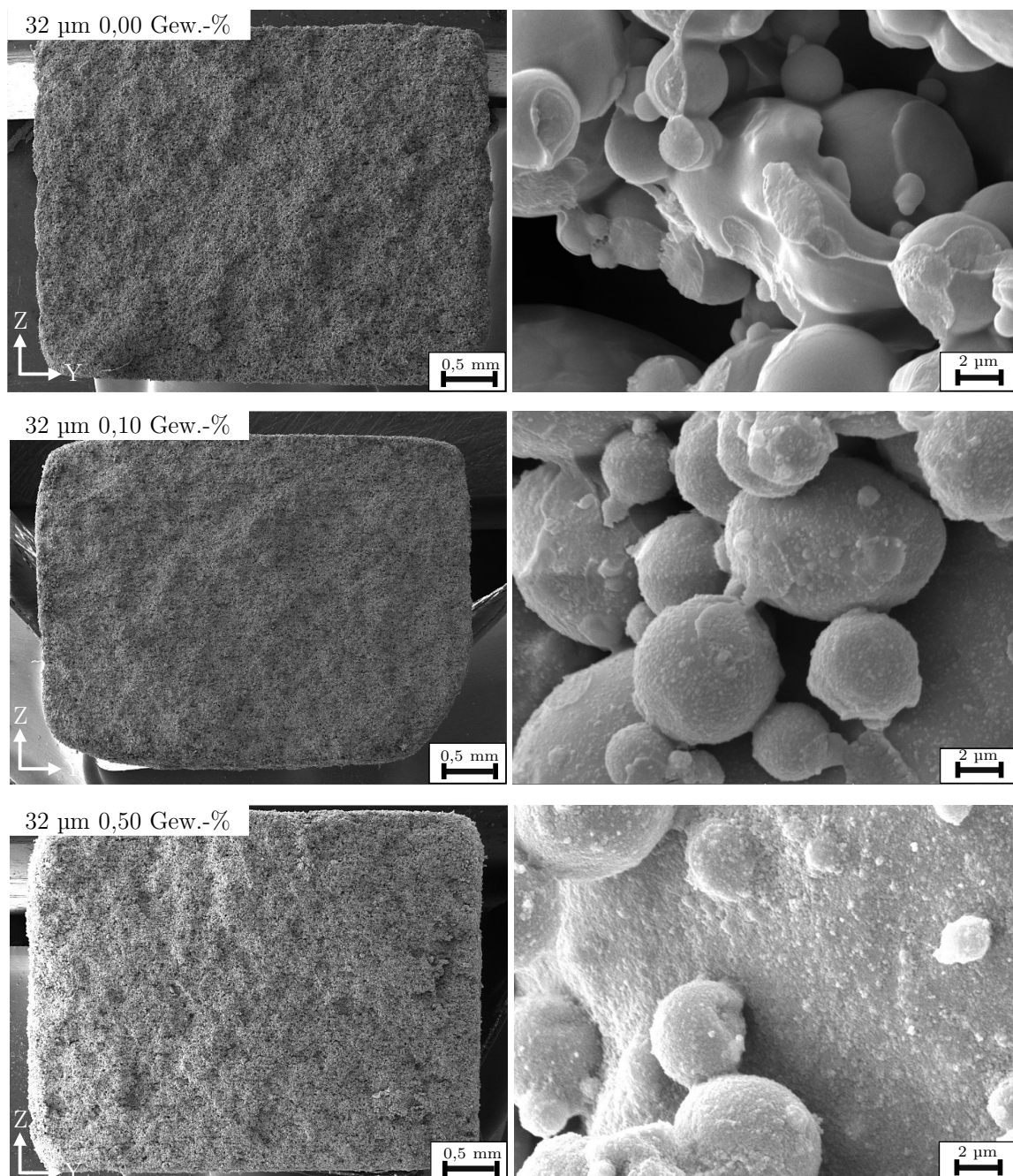


Abbildung 5-39: Bruchflächenanalyse der Biegeproben (links: 100-fache Vergrößerung, rechts: 10.000-fach)

Zunächst ist auf der Bruchfläche eine Zeiligkeit erkennbar, die aus dem schichtartigen Aufbau des Druckprozesses resultiert. Im Vergleich ist kein eindeutiger Unterschied zwischen den Bruchflächen zu erkennen. Anhand der Bruchflächen kann nicht nachgewiesen werden, dass der Abfall in der Festigkeit bei 0,50 Gew.-% Aerosil auf den Balling-Effekt zurückzuführen ist, da keine größeren Fehlstellen im Vergleich zum Grundpulver und 0,10 Gew.-% Aerosil vorhanden sind.

Bei 10.000-facher Vergrößerung wird das Aerosil auf den Pulverpartikeln der Bruchfläche sichtbar. Bei der übersättigten Pulvermischung ist die Pulveroberfläche nicht mehr erkennbar, da die Pulverpartikel bereits vollständig von Aerosil umhüllt sind. Die Festigkeit des Verbundes resultiert aus der Haftkraft von Binder und Pulverpartikeln. Für die übersättigte Pulvermischung ist davon auszugehen, dass der Binder die Oberfläche der Aerosilpartikel und nicht die der Pulverpartikel benetzt. Da die Haftkraft zwischen den Aerosilpartikeln und den Pulverpartikeln nicht so groß ist, wie zwischen Binder und Pulverpartikel, sinkt die Grünteilfestigkeit unverhältnismäßig stark ab. Da bei der geringen Aerosilkonzentration die Aerosilpartikel nicht das gesamte Pulverpartikel umhüllen (vgl. Kapitel 4.4), entstehen weiterhin Pulver-Binder-Kontakte. Durch die erhöhte Dichte wird hier eine erhöhte Grünteilfestigkeit erreicht. Damit ist gezeigt, dass eine Übersättigung mit Aerosil auch auf die Grünteilfestigkeit einen negativen Effekt hat.

6 Sinterversuche

Das vorangegangene Kapitel hat aufgezeigt, dass durch Aerosil sowohl Pulverbettichte als auch Grünteildichte positiv beeinflusst werden. Im Folgenden wird der Einfluss des Aerosils auf den Sinterprozess, als letzten Schritt in der Prozesskette des Binder-Jetting, untersucht. Hierfür wird zunächst die Dichte der Sinterkörper in Verbindung mit Aerosil analysiert. Darüber hinaus wird eine Veränderung der Sinterkinetik aufgrund von Aerosil durch Dilatometerversuche betrachtet. Zuletzt wird die chemische Zusammensetzung untersucht, um zu bewerten, inwiefern die Reinheit der Legierung durch Aerosil beeinflusst wird.

6.1 Dichteversuche

6.1.1 Durchführung

Für die Sinterversuche werden die Würfel aus Kapitel 5.2 verwendet. Hierfür werden die Pulvermischungen 32 μm , 16 μm und das wasserverdünnte 24 μm -Pulver mit den drei unterschiedlichen Aerosilgehalten untersucht, da diese in der Benchmarkanalyse zielführende Grünteildichten aufzeigen. Die Sinterung findet in einem Batchofen der Marke Nabertherm Typ VHT 40/16-MO/H₂ statt. Alle Bauteile werden bei 100 % Wasserstoffatmosphäre nach dem in Abbildung 6-1 dargestellten Temperaturprofil in einer Ofenfahrt entbindert und gesintert. Anschließend werden die Würfel in der Mitte getrennt, metallografisch präpariert und über eine Phasenkontrastmessung die Dichte der Würfel bestimmt.

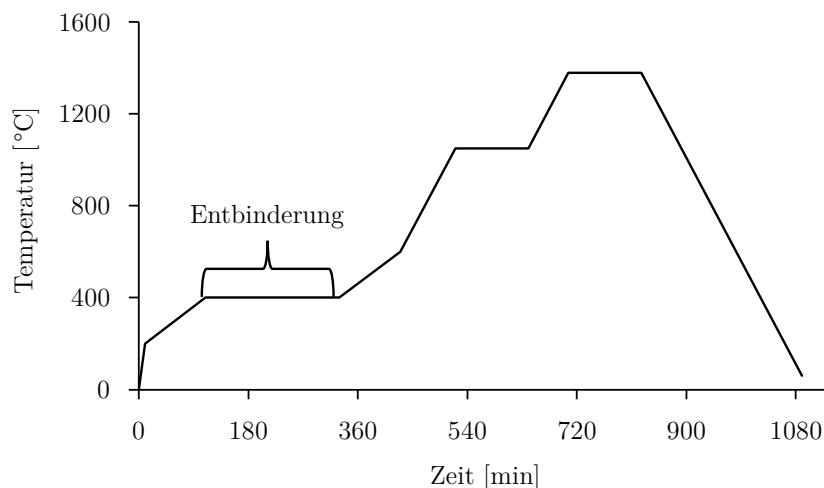


Abbildung 6-1: Sinterzyklus für 316L (Sinteratmosphäre: 100% H₂)

6.1.2 Ergebnisse

Die Ergebnisse der Phasenkontrast- bzw. Dichtemessung sind grafisch in Abbildung 6-2 veranschaulicht. Die Ergebnisse der Schliiffprüfung sind beispielhaft für das 32 μm -Pulver in Abbildung 6-3 dargestellt.

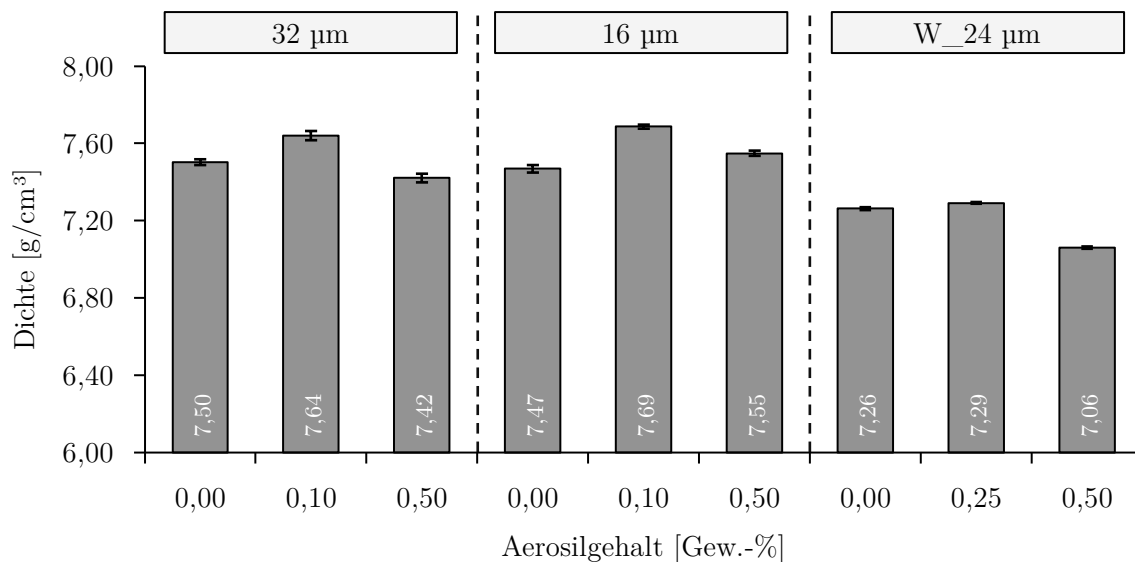


Abbildung 6-2: Grafische Darstellung der Sinterdichte verschiedener Pulver und Aerosilgehalte

Über alle Pulver ist der gleiche Verlauf zu beobachten. Ausgehend vom Ausgangszustand steigt die Dichte mit Zugabe von Aerosil (0,10 Gew.-% bzw. 0,25 Gew.-%) an. Bei Übersättigung mit Aerosil nimmt die Dichte wiederum ab. Für das W_24 μm -Pulver wird bereits im Grundzustand eine geringe Sinterdichte gemessen, die auf die geringe Grünteildichte im Vergleich zu den anderen beiden Pulverchargen zurückzuführen ist. Die Schliiffbilder (vgl. Abbildung 6-3) zeigen einen ähnlichen Verlauf. Während zwischen 0,00 Gew.-% und 0,10 Gew.-% nur ein geringer Unterschied festzustellen ist, wird bei 0,50 Gew.-% eine Zunahme der Poren sichtbar. Weiterhin sind größtenteils kleine, runde Poren sichtbar, die homogen im Gefüge vorliegen.

Anhand der Messwerte werden die Korrelationen zu den Prozessdichten gebildet (s. Abbildung 6-4). Diese sind aufgeteilt in gesamt und nur gasverdüstete Pulver. Aufgrund der geringen Anzahl an Messstellen ist eine einzelne Aufstellung für die wasserverdüsteten Pulver nicht sinnvoll. Die Korrelationen sind jedoch nicht eindeutig. Die Pulverbettichte zeigt in der Gesamtübersicht eine stark ausgeprägte Korrelation, die rein für die gasverdüsteten Pulver nicht bestätigt werden kann. Für die Grünteildichte wird gesamt eine mittelmäßige Korrelation erreicht, wohingegen die Grünteildichten aus gasverdüsteten Pulvern eine stark ausgeprägte Korrelation mit der Sinterdichte aufzeigen.

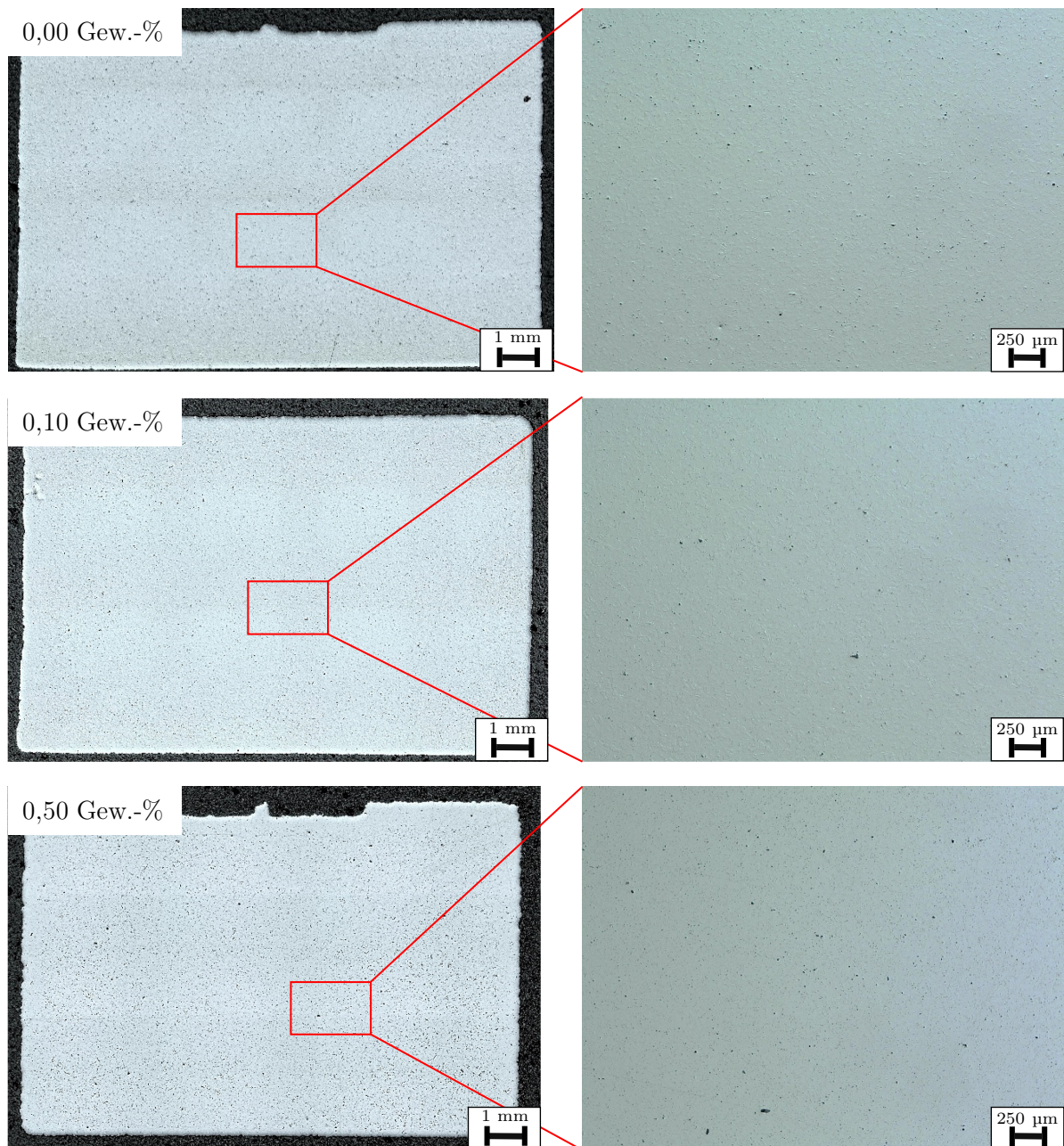


Abbildung 6-3: Schliffbilder der Sinterwürfel hergestellt aus 32 μm-Pulver in verschiedenen Aerosolgehalten (links: Übersichtsaufnahme; rechts: 80-fache Vergrößerung)

6.1.3 Diskussion

Anhand der Ergebnisse ist ersichtlich, dass die Sinterdichte dem Verlauf für die Pulverbett- und Grünteildichte folgt. Die Schliffbilder zeigen, dass die Form der Poren im Vergleich zum Ausgangszustand weitestgehend unverändert bleibt. Unabhängig vom Belegungsgrad der Pulveroberfläche ist ein Partikelkontakt weiterhin gegeben, der beim

Sintern eine Verdichtung auslöst. In Abbildung 6-4 sind die Korrelationen zwischen Sinterdichte und Pulverbettichte (oben) sowie Grünteildichte (unten) dargestellt.

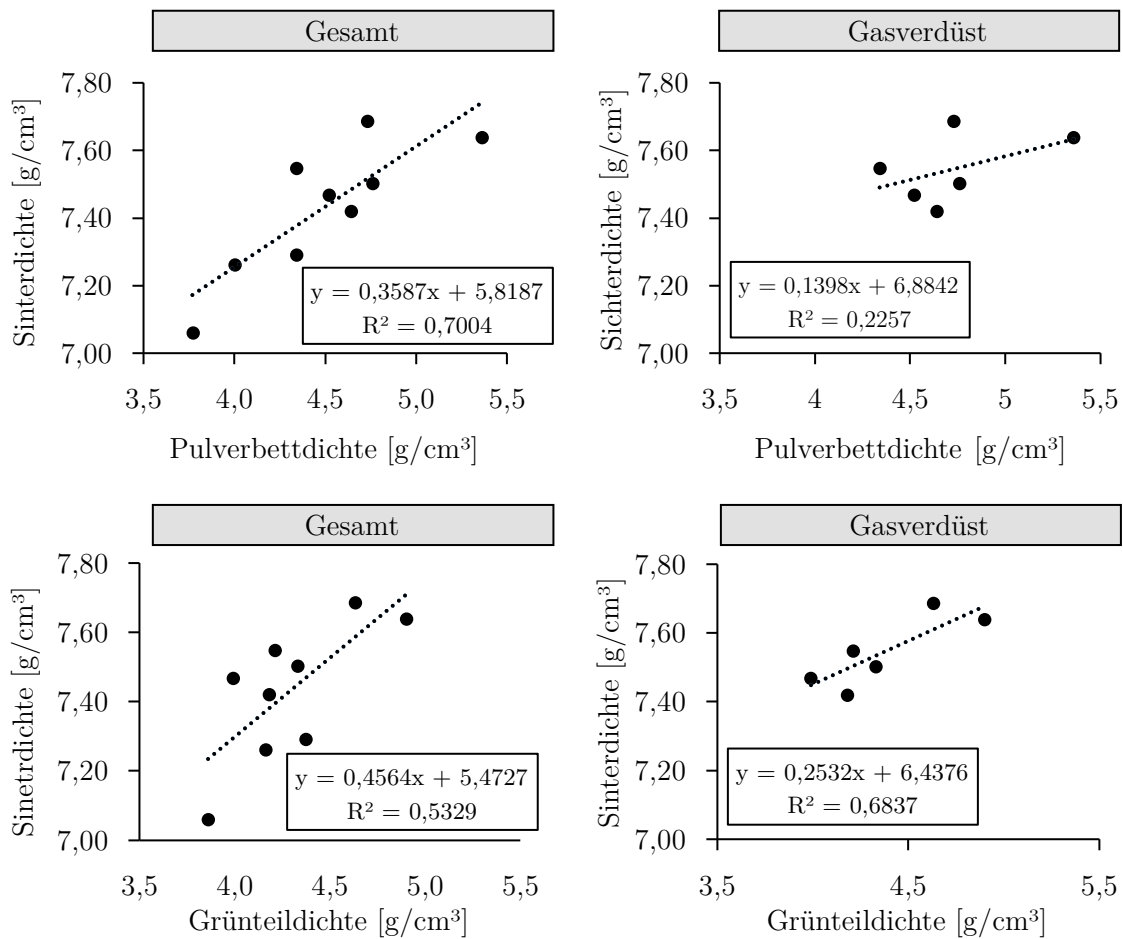


Abbildung 6-4: Korrelationen der Sinterdichte mit Pulverbett- und Grünteildichte in verschiedenen Ausprägungen

Die Korrelationen sind aufgrund der geringen Anzahl an Messpunkten nicht eindeutig. Dennoch ist dadurch gezeigt, dass die Erhöhung der Grünteildichte auch zu einer höheren Sinterdichte führt. Anhand der Ergebnisse wird insgesamt deutlich, dass Aerosil in optimaler Konzentration einen positiven Einfluss auf die resultierende Dichte im Sinterprozess hat. Bei Übersättigung sinkt die Dichte wiederum ab.

6.2 Dilatometerversuche

Offen ist weiterhin die Frage, inwiefern die Sinterkinetik bei Zugabe von Aerosil verändert wird. Um dies zu überprüfen, werden für das 32 μm -Pulver im Grundzustand und mit einer zielführenden Sättigung von 0,10 Gew.-% Aerosil Dilatometertests durchgeführt. Da die Übersättigung mit Aerosil bereits beim Drucken negative Effekte hat, wird diese nicht weiter betrachtet. Für die Prüfung werden zylindrische Dilatometerproben mit beiden Pulverchargen hergestellt. Die in Abbildung 6-1 dargestellt Sinterkurve wird auch für die Dilatometerprüfung verwendet. Gemessen wird die prozentuale Längenänderung der Probekörper zum Ausgangszustand über die Zeit (vgl. Abbildung 6-5).

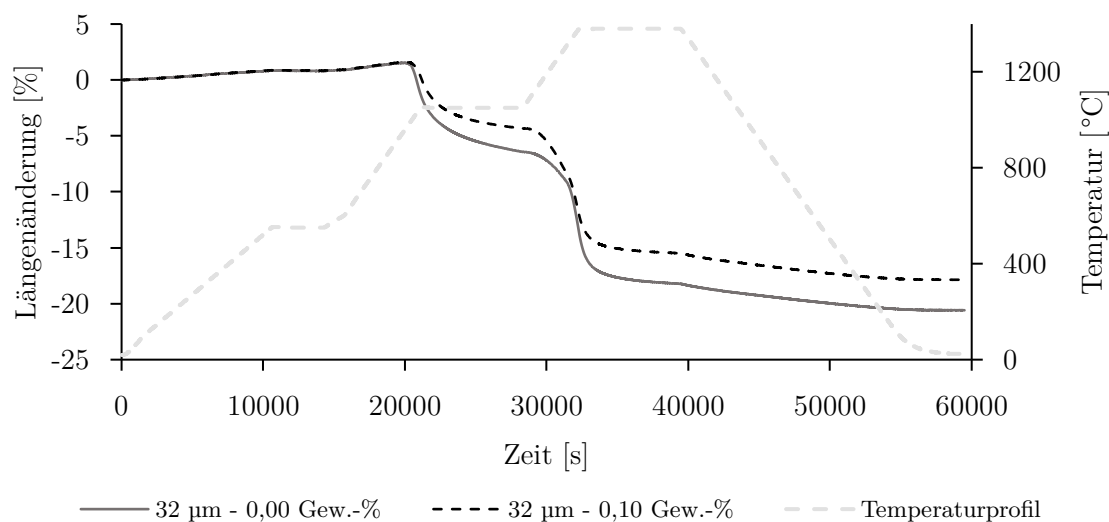


Abbildung 6-5: Längenänderung der Probekörper

Anfangs erfahren die Probekörper aufgrund der thermischen Ausdehnung eine Längenänderung von bis zu 1,5 %. Ab ca. 1.050° C erfahren die Probekörper eine erste Verdichtung mit einhergehendem Schwund. Den Großteil der Längenänderung erfahren die Probekörper ab der Sintertemperatur von 1.380° C. Zunächst liegen die Änderungsprofile der beiden Probekörper übereinander. Mit Beginn der Verdichtung fällt die Längenänderung für die Probe mit Aerosil geringer aus. Der Verlauf der Kurven bleibt anschließend gleich, sodass die Probe ohne Aerosil im Endergebnis eine Längenänderung von 20,60 % aufweist und die Probe mit Aerosil eine Längenänderung von 17,90 %. Da der Kurvenverlauf fast identisch ist, sind die Unterschiede auf die Grünteildichte zurückzuführen und bestätigen damit die Ergebnisse der Dichtemessung. Die Probe mit Aerosil hat initial eine höhere Grünteildichte. Aufgrund dessen ist der

Schwund der Probe geringer, da die Verdichtung bereits früher abgeschlossen ist. Die Probe erreicht bei gleichem Sinterprofil eine höhere Dichte bei geringerer Schwindung.

6.3 Chemische Zusammensetzung

Geklärt werden muss außerdem, inwiefern Aerosil die chemische Zusammensetzung der Legierung nach dem Sintern beeinflusst. Um dies zu überprüfen, werden an den Schliffproben des 32 µm-Pulvers mit 0,10 Gew.-% mittels REM und EDX die chemische Zusammensetzung der Sinterteile analysiert und mit dem Pulver (vgl. Kapitel 4.1) verglichen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 6-1 zusammengefasst.

Tabelle 6-1: Ergebnisse der chemischen Analyse mittels EDX an den Schliffkörpern

Element	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	P	C	S	Fe
Gehalt Pulver [Gew.-%]	16,9	10,2	2,2	1,26	0,75	0,03	0,016	0,006	Rest
Gehalt Sinterteil [Gew.-%]	16,7	10,5	2,1	1,35	0,75	0,02	0,014	0,007	Rest

Die Ergebnisse zeigen nur geringe Abweichungen an. Insbesondere der Si-Gehalt ist gegenüber dem Pulver unverändert und liegt weiterhin in der Spezifikation für die Legierung 316L. Damit ist gezeigt, dass die chemische Zusammensetzung des Stahls durch die Zugabe von 0,10-Gew.-% Aerosil zum Pulver nicht beeinflusst wird. Insgesamt ist damit gezeigt, dass Aerosil in den kleinen Mengen keinen Einfluss auf die Sinterung hat. Eine erhöhte Dichte resultiert aus einer höheren Grünteildichte der Bauteile aufgrund der verbesserten Pulvereigenschaften bei Zugabe von Aerosil.

7 Fazit und Ausblick

Die vorliegende Arbeit untersucht die Verwendung von Fließhilfsmitteln für den Binder-Jetting-Prozess mit dem Ziel, die Grünteildichte zu erhöhen sowie kleine Partikelgrößenverteilungen zu nutzen, um den Sinterprozess zu vereinfachen.

Anhand von Pulversuchen konnte erstmals gezeigt werden, dass bestehende Theorien zur Verwendung von Fließhilfsmitteln in pharmazeutischen Schüttgütern auf Metallpulver übertragbar sind. Durch die Fließhilfsmittel wird ein erhöhter Abstand der Pulverpartikel zueinander erreicht und dadurch interpartikuläre Haftkräfte verringert. Dies hat einen positiven Effekt auf die Fließfähigkeit. Dabei konnte gezeigt werden, dass durch den Mischprozess die Fließhilfsmittelagglomerate aufgebrochen werden und eine Dispergierung auf der Pulveroberfläche nach einem Vier-Phasen-Modell erfolgt. Anhand der Versuche wird gezeigt, dass die höchsten Fließeigenschaften bei einem Belegungsgrad der Pulveroberfläche mit 20 % - 25 % Fließhilfsmittel erreicht werden. Dadurch wird die Schüttdichte um bis zu 49 % und die Klopfdichte um bis zu 15 % verbessert. Die Effekte sind abhängig vom Fließhilfsmittel und dessen Konzentration, dem Mischprozess und der spezifischen Oberfläche der Trägerpulver. Ein direkter Einfluss der Partikelmorphologie ist nicht festzustellen.

Die Druckversuche zeigen, dass die erhöhte Fließfähigkeit sowohl die Pulverbettdichte im Prozess (bis zu 13 %) als auch die Grünteildichte (bis zu 18 %) verbessert. Damit sind Grünteildichten oberhalb der Klopfdichte der Ausgangspulver möglich. Durch die Korrelation zu den Pulvereigenschaften kann erstmalig gezeigt werden, dass die Klopfdichte der Pulver die Dichteigenschaften maßgeblich beeinflusst und daher ein zielführender Optimierungsparameter für Pulver im Binder-Jetting-Prozess darstellt. In geringen Mengen haben die Fließhilfsmittel darüber hinaus keinen negativen Effekt auf die Oberflächenqualität der Grünteile. Durch eine erhöhte Dichte wird auch eine erhöhte Grünteilfestigkeit erreicht. Des Weiteren wurde gezeigt, dass eine Übersättigung mit Fließhilfsmitteln die Pulver-Binder-Interaktion negativ beeinflusst. Da die Fließhilfsmittel bei Übersättigung die Pulveroberfläche komplett umhüllen, penetriert der Binder das Pulverbett langsamer. Dadurch wird die Maßhaltigkeit und Oberfläche der Bauteile durch den Ballig-Effekt negativ beeinflusst. Anhand der Versuche wird zudem deutlich, dass geringe Partikelgrößen und die Morphologie der Partikel diesen Effekt ebenfalls fördern. Zudem hat die Übersättigung einen negativen Effekt auf die Grünteilfestigkeit, da die Haftkräfte zwischen Binder und Fließhilfsmittel wirken und nicht zwischen Binder und Pulverpartikel. Die Sinterversuche haben gezeigt, dass eine

höhere Grünteildichte in einer höheren Sinterdichte resultiert. Die Sinterkinetik und die chemische Zusammensetzung der Legierung werden durch die Fließhilfsmittel nicht verändert.

Diese Ausarbeitung hat gezeigt, dass durch die Zugabe von Fließhilfsmitteln die Grünteildichte erhöht werden kann. Bei Kenntnis des richtigen Aerosilgehaltes sind keine negativen Effekte in der Prozesskette zu erwarten. Um die Potenziale des Ansatzes voll auszunutzen zu können, sind weitere Versuche notwendig. Die Pulverversuche haben gezeigt, dass die Sättigung des Fließhilfsmittels im Pulver einen Einfluss auf die gesamte Prozesskette hat, insbesondere auf die Übersättigung. Anhand der Versuche wurde gezeigt, dass definierte Betriebspunkte bestehen, bei denen die Pulvereigenschaften maximiert werden. Dabei ist die Sättigung abhängig von der spezifischen Oberfläche der Pulver. Über weitere Versuche können analytische Modelle aufgestellt werden, mithilfe derer die Fließhilfsmittelsättigung bereits vorab mit geringem (Versuchs-) Aufwand bestimmt werden kann. Zudem sind weitere Versuche in engeren Grenzen notwendig, um die Betriebspunkte genau zu erfassen.

Anhand der Druckversuche wird deutlich, dass die Pulver-Binder-Interaktion eine kritische Prozessgröße ist, um eine optimale Qualität zu gewährleisten. Diese wird neben der Fließhilfsmittelsättigung insbesondere durch die Partikelmorphologie und die Partikelgrößenverteilung bestimmt. Weitere Prinzipversuche sind notwendig, um die physikalischen Effekte hinter dem Baling zu verstehen und effektive Vermeidungsstrategien zu entwickeln. Dadurch werden die Potenziale kleiner Partikelgrößenverteilungen für den Prozess nutzbar. Dazu können labortechnische Methoden wie bspw. die Tropfengoniometrie genutzt werden. Erste Ansätze dazu existieren bereits in der Literatur (vgl. Bai et al. [136]). Dabei ist zu beachten, dass die Versuche den Zustand des Tropfenaufpralls in der Anlage in Bezug auf Aufprallgeschwindigkeit, Fallhöhe etc. widerspiegeln.

Diese Dissertation liefert ebenfalls einen Beitrag zur Verwendung von wasserverdünnten Pulvern im Binder-Jetting-Prozess. Fließhilfsmittel stellen grundsätzlich eine einfache und kostengünstige Methode dar, solche Pulver mit akzeptablen Grünteildichten zu erzeugen. Zudem erzielen die aus wasserverdünnten Pulvern hergestellten Grünteile sehr geringe Oberflächenrauigkeiten mit gut sichtbaren Details und einer ausgeprägten Kantenschärfe, was den ursprünglichen Erwartungen widerspricht. Allerdings zeigen die Versuche auch, dass durch die Partikelmorphologie die Pulver-Binder-Interaktion beeinflusst wird. Letztlich werden mit den wasserverdünnten Pulvern nur unzureichende Sinterdichten erreicht. Daher müssen weitere Versuche auf diesem Gebiet durchgeführt werden, um die Effekte zu verstehen und die ökonomischen Vorteile nutzbar zu machen.

Darüber hinaus sind weitere Sinterversuche mit Aerosil notwendig. Die hier dargestellten Versuche zeigen stichprobenartig keinen Einfluss des Aerosils auf das Prinzip der Verdichtung im Sinterprozess. Eine Kerneigenschaften des Werkstoffes sind die mechanischen Eigenschaften. Daher ist zu überprüfen, inwiefern die statischen und dynamischen Kennwerte durch Zugabe von Aerosil beeinflusst werden. Des Weiteren ist ebenfalls unklar, inwiefern das Aerosil anwendungsrelevante Funktionen wie bspw. den Korrosionsschutz beeinflusst. Darüber hinaus ist bisher ungeklärt, wo und wie das Aerosil nach der Sinterprozess verbleibt. Es ist denkbar, dass der Si-Gehalt in den Stahl eindiffundiert und hier wiederum die Sinterkinetik oder die Gefügeausbildung beeinflusst. Erste Analysen der chemischen Zusammensetzung konnten hier keinen Anhaltspunkt liefern. Dabei könnten TGA-Messungen sowie weitere Sinterversuche mit reinen Aerosilmischungen hilfreich sein, um Verdampfungspunkte des Aerosils zu bestimmen. Des Weiteren ist denkbar, dass das Silizium eine Verbindung mit der Atmosphäre (bspw. H_2) eingeht und sich so während des Prozesses verflüchtigt. Abgasmessung während des Sinterprozesses können hier genutzt werden um die Zusammensetzung der Atmosphäre zu analysieren.

Abschließend liefert diese Dissertation einen ersten Beitrag zur Verwendung von Fließhilfsmitteln im Binder-Jetting-Prozess. Der Ansatz zeigt vielversprechende Ergebnisse, bei denen Grünteildichten erreicht werden, die ohne Modifizierung der Pulver nicht möglich sind.

8 Studentische Arbeiten und Veröffentlichungen

In der vorliegenden Arbeit sind Ergebnisse enthalten, die im Rahmen der Betreuung folgender studentischer Arbeiten entstanden sind:

Brau, Adrian (2020): Einfluss von Pulveradditiven auf die Fließfähigkeit von Metallpulvern für das Binder Jetting, Masterarbeit, HAW Hamburg, Hamburg, Department Fahrzeugtechnik und Flugzeugbau

Darüber hinaus wurden Auszüge der vorliegenden Dissertation in nachfolgendem Paper veröffentlicht:

Shad, A.; Stache, R.; Rütjes, A. (2021): Effects of fumed silica flow aids on flowability and packing of metal powders used in Binder-Jetting additive manufacturing process. In: Materials & Design 212. DOI: 10.1016/j.matdes.2021.110253.

9 Literaturverzeichnis

- [1] Pischinger, S.; Seiffert, U. (2021): Vieweg Handbuch Kraftfahrzeugtechnik. 9., erweiterte und ergänzte Auflage. Wiesbaden, Springer Vieweg: ATZ/MTZ-Fachbuch.
- [2] Mayr, P. (2012): Tagungsband. Tagungsbeitrag: 8. Chemnitzer Symposium Füge- und Schweißtechnik 2012, Chemnitz.
- [3] Grandfield, J. (2016): Light Metals 2014. Cham, Springer International Publishing.
- [4] Bahnini, I.; Rivette, M.; Rechia, A.; Siadat, A.; Elmesbahi, A. (2018): Additive manufacturing technology: the status, applications, and prospects. In: The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 97. DOI: 10.1007/s00170-018-1932-y.
- [5] Emmelmann, C.; Sander, P.; Kranz, J.; Wycisk, E. (2011): Laser Additive Manufacturing and Bionics: Redefining Lightweight Design. In: Physics Procedia 12. DOI: 10.1016/j.phpro.2011.03.046.
- [6] Kaur, I.; Singh, P. (2021): State-of-the-art in heat exchanger additive manufacturing. In: International Journal of Heat and Mass Transfer 178. DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2021.121600.
- [7] Bai, Y.; Wagner, G.; Williams, C. B. (2017): Effect of Particle Size Distribution on Powder Packing and Sintering in Binder Jetting Additive Manufacturing of Metals. In: Journal of Manufacturing Science and Engineering 139. DOI: 10.1115/1.4036640.
- [8] Mostafaei, A.; Elliott, A. M.; Barnes, J. E.; Li, F.; Tan, W.; Cramer, C. L. et al. (2021): Binder jet 3D printing—Process parameters, materials, properties, modeling, and challenges. In: Progress in Materials Science 119. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2020.100707.
- [9] Mao, Y.; Li, J.; Li, W.; Cai, D.; Wei, Q. (2020): Binder jetting additive manufacturing of 316 L stainless-steel green parts with high strength and low binder content. Binder preparation and process optimization. In: Journal of Materials Processing Technology. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2020.117020.

- [10] Do, T.; Kwon, P.; Shin, C. Seop (2017): Process development toward full-density stainless steel parts with binder jetting printing. In: *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 121. DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2017.04.006.
- [11] Barthel, B.; Hein, S.; Aumund-Kopp, C. (2019): Influence of Particle Size Distribution in Metal Binder Jetting - Effects on the Properties of Green and Sintered Parts. Tagungsbeitrag: Euro PM 2019, 13 - 16.10.2019, Maastricht.
- [12] Dini, F.; Ghaffari, S. Amir; Jafar, J.; Hamidreza, R.; Marjan, S. (2020): A review of binder jet process parameters; powder, binder, printing and sintering condition. In: *Metal Powder Report* 75. DOI: 10.1016/j.mprp.2019.05.001.
- [13] Wang, Y.; Zhao, Y. Fiona (2017): Investigation of Sintering Shrinkage in Binder Jetting Additive Manufacturing Process. In: *Procedia Manufacturing* 10. DOI: 10.1016/j.promfg.2017.07.077.
- [14] Zhou, Z.; Buchanan, F.; Mitchell, C.; Dunne, N. (2014): Printability of calcium phosphate: calcium sulfate powders for the application of tissue engineered bone scaffolds using the 3D printing technique. In: *Materials science & engineering. C, Materials for biological applications* 38. DOI: 10.1016/j.msec.2014.01.027.
- [15] Sharma, R.; Setia, G. (2019): Mechanical dry particle coating on cohesive pharmaceutical powders for improving flowability - A review. In: *Powder Technology* 356. DOI: 10.1016/j.powtec.2019.08.009.
- [16] Jallo, L. J.; Ghoroi, C.; Gurumurthy, L.; Patel, U.; Davé, R. N. (2012): Improvement of flow and bulk density of pharmaceutical powders using surface modification. In: *International Journal of Pharmaceutics* 423. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2011.12.012.
- [17] Müller, A.-K.; Ruppel, J.; Drexel, C.-P.; Zimmermann, I. (2008): Precipitated silica as flow regulator. In: *European journal of pharmaceutical sciences : official journal of the European Federation for Pharmaceutical Sciences* 34. DOI: 10.1016/j.ejps.2008.05.003.
- [18] Sommereyns, A.; Gann, S.; Schmidt, J.; Chehreh, A. Baqerzadeh; Lüddecke, A.; Walther, F. et al. (2021): Quality over Quantity: How Different Dispersion Qualities of Minute Amounts of Nano-Additives Affect Material Properties in Powder Bed Fusion of Polyamide 12. In: *Materials (Basel, Switzerland)* 14. DOI: 10.3390/ma14185322.

- [19] Lüddecke, A.; Pannitz, O.; Zetzener, H.; Sehart, J. T.; Kwade, A. (2021): Powder properties and flowability measurements of tailored nanocomposites for powder bed fusion applications. In: *Materials & Design* 202. DOI: 10.1016/j.matdes.2021.109536.
- [20] Pannitz, O.; Lüddecke, A.; Kwade, A.; Sehart, J. T. (2021): Investigation of the in situ thermal conductivity and absorption behavior of nanocomposite powder materials in laser powder bed fusion processes. In: *Materials & Design* 201. DOI: 10.1016/j.matdes.2021.109530.
- [21] Cooke, A.; Slotwinski, J. (2012): *Properties of Metal Powders for Additive Manufacturing: A Review of the State of the Art of Metal Powder Property Testing*, National Institute of Standards and Technology.
- [22] Klocke, F. (2015): *Fertigungsverfahren 5. Gießen, Pulvermetallurgie, Additive Manufacturing*. In: Klocke, F.; König, W.: *VDI-Buch. 4. Auflage*. Berlin, Heidelberg, Springer Vieweg.
- [23] Beiss, P. (2013): *Pulvermetallurgische Fertigungstechnik*. Berlin, Heidelberg, Springer Berlin Heidelberg.
- [24] Hornbogen, E.; Warlimont, H. (2006): *Metalle. Struktur und Eigenschaften der Metalle und Legierungen. 5., neu bearb. Aufl.* Berlin, Heidelberg, Springer.
- [25] Schatt, W.; Wieters, K.-P.; Kieback, B. (2007): *Pulvermetallurgie. Technologien und Werkstoffe. 1. Aufl. s.l., Springer-Verlag: VDI-Buch*.
- [26] Touzé, S.; Rauch, M.; Hascoët, J.-Y. (2020): Flowability characterization and enhancement of aluminium powders for additive manufacturing. In: *Additive Manufacturing* 36. DOI: 10.1016/j.addma.2020.101462.
- [27] Zegzulka, J.; Gelnar, D.; Jezerska, L.; Prokes, R.; Rozbroj, J. (2020): Characterization and flowability methods for metal powders. In: *Scientific reports* 10. DOI: 10.1038/s41598-020-77974-3.
- [28] Mussatto, A.; Groarke, R.; O'Neill, A.; Obeidi, M. Ahmed; Delaure, Y.; Brabazon, D. (2021): Influences of powder morphology and spreading parameters on the powder bed topography uniformity in powder bed fusion metal additive manufacturing. In: *Additive Manufacturing* 38. DOI: 10.1016/j.addma.2020.101807.

- [29] Carson, J. W.; Pittenger, B. H. (1998): Bulk Properties of Powders. In: American Society of Metals (ASM): ASM Handbook 7: Powder Metal Technologies and Applications.
- [30] Spath, S. (2014): Einfluss der Partikelgröße von Granulaten auf deren Verarbeitung im 3D-Druck-Verfahren und die Beschaffenheit von 3D-gedruckten Implantatkeramiken. Dissertation, Universität Rostock, Rostock, Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik.
- [31] Anderson, I. E.; White, E. M.H.; Dehoff, R. (2018): Feedstock powder processing research needs for additive manufacturing development. In: Current Opinion in Solid State and Materials Science 22. DOI: 10.1016/J.COSSMS.2018.01.002.
- [32] Heaney, D. F. (2012): Handbook of metal injection molding. Oxford, Woodhead Publ: Woodhead Publishing in materials.
- [33] Elliott, A. M.; Nandwana, P.; Siddel, D.; Compton, B. G. (2016): A Method for Measuring Powder Bed Density in Binder Jet Additive Manufacturing Process and the Powder Feedstock Characteristics Influencing the Powder Bed Density. Tagungsbeitrag: Solid Freeform Fabrication Symposium 2016, 08.08.2016 - 10.08.2016, Austin.
- [34] Müller, A.-K. (2008): Untersuchungen zur fließregulierenden Eigenschaft hochdisperser Fällungskieselsäure. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, Fakultät für Chemie und Pharmazie.
- [35] Schulze, D. (2009): Pulver und Schüttgüter. Fließeigenschaften und Handhabung. 2. bearbeitete Auflage. Berlin, Heidelberg, Springer Berlin Heidelberg.
- [36] Davis, N. B.; Waibel, K.; Wang, K.; Litster, J. D. (2017): Microstructure of single-droplet granules formed from ultra-fine powders. In: Powder Technology 305. DOI: 10.1016/j.powtec.2016.09.033.
- [37] Thornton, A.; Saad, J.; Clayton, J. (2019): Measuring the critical attributes of AM powders. In: Metal Powder Report. DOI: 10.1016/j.mprp.2019.01.006.
- [38] Jaeda, H. (2009): The Use of a Ring Shear Tester to Evaluate the Flowability of Pharmaceutical Bulk Solids. Dissertation, Heinrich-Heine-Universität, Düsseldorf, Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät.

- [39] Evonik Industries: Aerosil - Pyrogene Kieselsäure. Technical Overview, <https://products.evonik.com/assets/46/64/244664.pdf>, zuletzt geprüft am 27.12.2022.
- [40] Micromeritics Instruments Corporation: Auswirkung der Variation der Pulverdichte auf die Additive Fertigung (AF),
- [41] Schulze, D.: Fließverhalten von Pulvern und Schüttgütern (Grundlagen), Dr. Ing. Dietmar Schulze Schüttgutmesstechnik, <https://www.dietmar-schulze.de/grdld1.html>, zuletzt geprüft am 19.07.2019.
- [42] Lu, K.; Hiser, M.; William Wu; Wu, W. (2009): Effect of particle size on three dimensional printed mesh structures. In: Powder Technology 192. DOI: 10.1016/j.powtec.2008.12.011.
- [43] DIN EN ISO 3953: Bestimmung der Klopfdichte, Deutsches Institut für Normung (DIN).
- [44] DIN EN ISO 3923-1: Ermittlung der Füll-dichte - Trichterverfahren, Deutsches Institut für Normung (DIN).
- [45] Bhandari, B. (2013): Handbook of food powders. Processes and properties. Cambridge, Woodhead: Woodhead Publishing series in food science, technology and nutrition, 255, <http://gbv.ebilib.com/patron/FullRecord.aspx?p=1574962>.
- [46] Shah, U. V.; Karde, V.; Ghoroi, C.; Heng, J. Y. Y. (2017): Influence of particle properties on powder bulk behaviour and processability. In: International Journal of Pharmaceutics 518. DOI: 10.1016/j.ijpharm.2016.12.045.
- [47] Marchetti, L.; Hulme-Smith, C. (2021): Flowability of steel and tool steel powders. A comparison between testing methods. In: Powder Technology 384. DOI: 10.1016/j.powtec.2021.01.074.
- [48] Aboulkhair, N.; Maskery, I.; Ashcroft; Ian; Tuck, C.; Everitt, N. M. (2015): The role of powder properties on the processability of Aluminium alloys in selective laser melting. Tagungsbeitrag: Lasers in Manufacturing Conference 2015,
- [49] Brika, S. Eddine; Letenneur, M.; Dion, C. Alex; Brailovski, V. (2020): Influence of particle morphology and size distribution on the powder flowability and laser powder bed fusion manufacturability of Ti-6Al-4V alloy. In: Additive Manufacturing 31. DOI: 10.1016/j.addma.2019.100929.

- [50] Schade, C.; Murphy, T. F.; Walton, C.: Development of atomized Powders for Additive Manufacturing, GKN Hoeganaes Corporation; GKN Hoeganaes specialty Products.
- [51] Chen, H.; Wei, Q.; Wen, S.; Li, Z.; Shi, Y. (2017): Flow behavior of powder particles in layering process of selective laser melting: Numerical modeling and experimental verification based on discrete element method. In: International Journal of Machine Tools and Manufacture 123. DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2017.08.004.
- [52] Jenike, A. W. (1964): Storage and Flow of Solids. In: Bulletin of the University of Utah, zuletzt geprüft am 06.04.2019.
- [53] Schulze, D.: Grundlagen der Schüttgutmechanik. Fließverhalten von Pulvern und Schüttgütern, <https://www.dietmar-schulze.de/grld1.html>.
- [54] ASTM D6773: Standard Test Method for Bulk Solids Using Schulze Ring Shear Tester, ASTM International.
- [55] Meyer, K. (2003): Nanomaterialien als Fließregulierungsmittel. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg.
- [56] Leutner, D. (2010): Untersuchungen zur Wirkungsweise und über den Nutzen von Prämixen beim Einsatz von Fließregulierungsmitteln. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, Fakultät für Chemie und Pharmazie.
- [57] Dünisch, S. (2005): Untersuchung der Wirkungsweise von Nanomaterialien. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, Fakultät für Chemie und Pharmazie.
- [58] Ruppel, J. (2007): Vergleich unterschiedlicher Messmethoden zur Beurteilung der Potenz nanostrukturierter Fließregulierungsmittel. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, Fakultät für Chemie und Pharmazie.
- [59] Weber, S. (2009): Untersuchungen zum Einfluss der Mischintensität auf die Potenz nanostrukturierter Fließregulierungsmittel. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, Fakultät für Chemie und Pharmazie.

- [60] Shad, A.; Stache, R.; Rütjes, A. (2021): Effects of fumed silica flow aids on flowability and packing of metal powders used in Binder-Jetting additive manufacturing process. In: *Materials & Design* 212. DOI: 10.1016/j.matdes.2021.110253.
- [61] Rumpf, H. (1974): *Die Wissenschaft des Agglomerierens*,
- [62] Eber, M. (2004): *Wirksamkeit und Leistungsfähigkeit von nanoskaligen Fließregulierungsmitteln*. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, Fakultät für Chemie und Pharmazie.
- [63] Bannister, P.; Harnby, N. (1983): A colorimetric technique for assessing the mixture quality of fine particle mixtures. In: *Powder Technology* 36. DOI: 10.1016/0032-5910(83)85013-X.
- [64] Jaksch, A.; Hesse, N.; Schmidt, J.; Drummer, D. (2021): Selektives Laserstrahlschmelzen von Polyamid 12 - Einfluss von Fließhilfsmitteln auf Verarbeitbarkeit und Bauteileigenschaften. Tagungsbeitrag: *Rapid.Tech 2021*, 22. - 23.06.2021, Erfurt.
- [65] Pannitz, O.; Großwendt, F.; Lüddecke, A.; Kwade, A.; Röttger, A.; Sehrt, J. Torsten (2021): Improved Process Efficiency in Laser-Based Powder Bed Fusion of Nanoparticle Coated Maraging Tool Steel Powder. In: *Materials (Basel, Switzerland)* 14. DOI: 10.3390/ma14133465.
- [66] Gebhardt, A. (2013): *Generative Fertigungsverfahren. Additive Manufacturing und 3D Drucken für Prototyping - Tooling - Produktion*. vollständig überarbeitete Auflage, neue Ausg. München, Hanser, Carl.
- [67] Gibson, I.; Rosen, D.; Stucker, B. (2015): *Additive manufacturing technologies. 3D printing, rapid prototyping and direct digital manufacturing*. Second Edition. New York, Heidelberg, Dodrecht, London, Springer.
- [68] X. Xu, S. Meteyer, N. Perry, Y. F. Zhao (2015): Energy consumption model of Binderjetting additive manufacturing processes. In: *International Journal of Production Research*, S. 7005–7015.
- [69] M. Baldinger (2016): *Supply chain management für additive manufacturing Konzepte, Werkzeuge und Prozesse für die Zusammenarbeit mit Dienstleistern zur Reduktion der Risiken beim Einstieg in additive Manufacturing*. Dissertation, Zürich, ETH Zürich.

- [70] Li, M.; Du, W.; Elwany, A.; Pei, Z.; Ma, C. (2020): Metal Binder Jetting Additive Manufacturing: A Literature Review. In: *Journal of Manufacturing Science and Engineering*.
- [71] Ziaee, M.; Crane, N. B. (2019): Binder jetting - A review of process, materials, and methods. In: *Additive Manufacturing* 28. DOI: 10.1016/j.addma.2019.05.031.
- [72] Rütjes, A. (2019): Binder-Jetting als sinterbasiertes additives Fertigungsverfahren im Automobilbau. Tagungsbeitrag: Binder-JettingFachtagung Rapid Prototyping, 08.11.2019, Lemgo - https://www.th-owl.de/files/webs/produktion/download/labore/konstruktion/06_Tagungen/01_RP_Tagungen/24_RP/24RPT_Ruetjes_FASZINATION_PRODUKTION.pdf -.
- [73] Kumke, M. (2018): Methodisches Konstruieren von additiv gefertigten Bauteilen. Dissertation, Technische Universität Braunschweig, Braunschweig.
- [74] Miyanaji, H.; Momenzadeh, N.; Yang, L. (2018): Effect of printing speed on quality of printed parts in Binder Jetting Process. In: *Additive Manufacturing* 20. DOI: 10.1016/j.addma.2017.12.008.
- [75] Mirzababaei, S.; Pasebani, S. (2019): A Review on Binder Jet Additive Manufacturing of 316L Stainless Steel. In: *Journal of Manufacturing and Materials Processing* 3. DOI: 10.3390/jmmp3030082.
- [76] Rütjes, A.; Stahl, L.; Müller, M.; Petzoldt, F. (2022): Investigation and Simulation of the Surface Contact Characteristics of Sinter-Joined Binder Jetting Components. In: *Applied Sciences* 12. DOI: 10.3390/app12073478.
- [77] Wang, W.-F.; Wu, M.-J. (2006): Effect of silicon content and aging time on density, hardness, toughness and corrosion resistance of sintered 303LSC–Si stainless steels. In: *Materials Science and Engineering: A* 425. DOI: 10.1016/j.msea.2006.03.050.
- [78] Huber, D.; Vogel, L.; Fischer, A. (2021): The effects of sintering temperature and hold time on densification, mechanical properties and microstructural characteristics of binder jet 3D printed 17-4 PH stainless steel. In: *Additive Manufacturing* 46. DOI: 10.1016/j.addma.2021.102114.
- [79] Todd, I.; Sidambe, A. T. (2013): Developments in metal injection moulding (MIM). In: *Advances in Powder Metallurgy*: Elsevier, S. 109–146.

- [80] Wu, Y.; German, R. M.; Blaine, D.; Marx, B.; Schlaefer, C. (2002): Effects of residual carbon content on sintering shrinkage, microstructure and mechanical properties of injection molded 17-4 PH stainless steel. In: *Journal of Materials Science* 37. DOI: 10.1023/A:1016532418920.
- [81] Robak, L. (2015): Mirkowellenunterstützte Wärme- und Stoffübertragung beim Trocknen und Entbindern technischer Keramik. Dissertation, Tu Freiberg, Freiberg, Fakultät für Maschinenbau, Verfahrens- und Energietechnik.
- [82] Sadeghi Borujeni, S.; Shad, A.; Abburi Venkata, K.; Günther, N.; Ploshikhin, V. (2022): Numerical simulation of shrinkage and deformation during sintering in metal binder jetting with experimental validation. In: *Materials & Design* 216. DOI: 10.1016/j.matdes.2022.110490.
- [83] German, R. M. (2012): Metal powder injection molding (MIM): key trends and markets. In: *Handbook of metal injection molding. With assistance of Donald F. Heaney.* Cambridge, UK, Philadelphia, PA: Woodhead Publishing (Woodhead Publishing in materials), S. 1–25.
- [84] Technische Universität Dresden: Vorlesungsreihe Sintern. Vorlesungsskript, Technische Universität Dresden, Dresden, Institut für Werkstoffwissenschaften.
- [85] Trapp, J. (2017): Mikroskopische Aspekte beim feldaktivierten Sintern metallischer Systeme. Dissertation, Technische Universität Dresden, Dresden.
- [86] Lores, A.; Azurmendi, N.; Agote, I.; Zuza, E. (2019): A review on recent developments in binder jetting metal additive manufacturing. *Materials and process characteristics.* In: *Powder Metallurgy* 62. DOI: 10.1080/00325899.2019.1669299.
- [87] Barthel, B.; Janas, F.; Wieland, S. (2021): Powder condition and spreading parameter impact on green and sintered density in metal binder jetting. In: *Powder Metallurgy* 100707. DOI: 10.1080/00325899.2021.1912923.
- [88] Cheng, B.; Li, X.; Tuffile, C.; Ilin, A.; Willeck, H.; Hartel, U. (2018): Multi-Physics Modeling of Single Track Scanning in Selective Laser Melting: Powder Compaction Effect. Tagungsbeitrag: Solid Freeform Fabrication Symposium 2018,
- [89] Haeri, S.; Wang, Y.; Ghita, O.; Sun, J. (2017): Discrete element simulation and experimental study of powder spreading process in additive manufacturing. In: *Powder Technology* 306. DOI: 10.1016/j.powtec.2016.11.002.

- [90] Budding, A.; Vaneker, T. (2013): New Strategies for Powder Compaction in Powder-based Rapid Prototyping Techniques. In: *Procedia CIRP* 6. DOI: 10.1016/j.procir.2013.03.100.
- [91] Nino, T.; Sato, K. (2009): Effect of Powder Compaction in Plastic Laser Sintering Fabrication. Tagungsbeitrag: International Solid Freeform Fabrication Symposium 2009,
- [92] Azurmendi, N.; Lores, A.; Gurays, C.; Agote, I. (2018): Binder Jetting of High Dimensional Stability Alloy for Space Applications. Tagungsbeitrag: Euro PM 2018, 14. - 18.10.2018, Bilbao.
- [93] Shrestha, S.; Manogharan, G. (2017): Optimization of Binder Jetting Using Taguchi Method. In: *JOM* 69. DOI: 10.1007/s11837-016-2231-4.
- [94] Sachs, E.; Cima, M.; Cornie, J. (1990): Three-Dimensional Printing: Rapid Tooling and Prototypes Directly from a CAD Model. In: *CIRP Annals* 39. DOI: 10.1016/S0007-8506(07)61035-X.
- [95] Fan, T. (1995): Droplet-Powder Impact Interaction in three dimensional printing. Dissertation, Massachusetts Institut of Technology, Massachusetts, Departement of Mechanical Engineering.
- [96] Miyanaji, H.; Zhang, S.; Yang, L. (2018): A new physics-based model for equilibrium saturation determination in binder jetting additive manufacturing process. In: *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 124. DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2017.09.001.
- [97] Wagner, J.; Shu, H.; Kilambi, R.; Higgs, F. (2019): Experimental investigation of fluid-particle interaction in Binder Jet 3D printing. Tagungsbeitrag: Solid Freeform Fabrication Symposium 2019,
- [98] Brecht, J. Frederic (1996): Binder Stability and Powder/Binder Interaction in Three Dimensional Printing. Dissertation, Massachusetts Institut of Technology, Massachusetts.
- [99] Baker, P. R., JR. (1997): Three dimensional printing with fine metal powders. Masterthesis, Massachusetts Institut of Technology, Massachusetts, Department of Mechanical Engineering.

- [100] Miyanaji, H.; Orth, M.; Akbar, J. Muhammad; Yang, L. (2018): Process development for green part printing using binder jetting additive manufacturing. In: *Frontiers of Mechanical Engineering* 13. DOI: 10.1007/s11465-018-0508-8.
- [101] Marston, J. O.; Thoroddsen, S. T.; Ng, W. K.; Tan, R. (2010): Experimental study of liquid drop impact onto a powder surface. In: *Powder Technology* 203. DOI: 10.1016/j.powtec.2010.05.012.
- [102] Rioboo, R.; Marengo, M.; Tropea, C. (2002): Time evolution of liquid drop impact onto solid, dry surfaces. In: *Experiments in Fluids* 33. DOI: 10.1007/s00348-002-0431-x.
- [103] Baesso, I.; Karl, D.; Spitzer, A.; Gurlo, A.; Günster, J.; Zocca, A. (2021): Characterization of powder flow behavior for additive manufacturing. In: *Additive Manufacturing* 4. DOI: 10.1016/j.addma.2021.102250.
- [104] Averardi, A.; Cola, C.; Zeltmann, S. Eric; Gupta, N. (2020): Effect of particle size distribution on the packing of powder beds. A critical discussion relevant to additive manufacturing. In: *Materials Today Communications* 24. DOI: 10.1016/j.mtcomm.2020.100964.
- [105] Kleinschmidt, S. (2015): Verbesserung der Fließfähigkeit feiner kohäsiver Pulver durch nanoskalige Fließhilfsmittel. Dissertation, Otto-von-Guericke Universität, Magdeburg, Fakultät für Verfahrens- und Systemtechnik.
- [106] Retsch GmbH: Partikelanalysator Camsizer XT, https://www.microtrac.de/dl.php?file_id=5e396c0a-7774-4f72-b15f-7f30c3c9c754, zuletzt geprüft am 18.01.2022.
- [107] VDI 3405: Charakterisierung von Pulverwerkstoffen, Verein deutscher Ingenieure (VDI).
- [108] Göpel, W.; Ziegler, C. (1994): *Struktur der Materie: Grundlagen, Mikroskopie und Spektroskopie*. Wiesbaden, Vieweg+Teubner Verlag: Teubner Studienbücher Chemie, <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-322-99522-3>.
- [109] Hornbogen, E.; Skrotzki, B. (2009): *Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe*. Berlin, Heidelberg, Springer-Verlag Berlin Heidelberg.
- [110] DIN ISO 9277: Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Festkörpern mittels Gasadsorption - BET-Verfahren, Deutsches Institut für Normung (DIN).

- [111] Neikov, O. Domianovich; Lotsko, D.; Gopienko, V. (2009): Handbook of non-ferrous metal powders. Technologies and applications. 1. ed. Amsterdam, Elsevier, <http://site.ebrary.com/lib/alltitles/docDetail.action?docID=10279744>.
- [112] ASTM B213: Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel, ASTM International.
- [113] Carr, R. L. (1965): Evaluating Flow Properties of Solids. In: Chemical Engineering Journal, S. 163–168.
- [114] Ebert, J. (2010): Einfluss von Formulierungsparametern auf den Powder Layering und Dry Coating Prozess im Rotorgranulator. Dissertation, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Freiburg, Fakultät für Chemie, Pharmazie und Geowissenschaften.
- [115] Willy A. Bachofen AG: Dreidimensionale Schüttelmischer, https://www.wab-group.com/fileadmin/user_upload/WAB_3D_SHAKER_MIXER_TURBULA_de_en_fr.pdf, zuletzt geprüft am 19.01.2022.
- [116] ExOne Company (2020): Innovent+ Data Sheet, https://www.exone.com/getattachment/c96fb545-3373-4093-8c3b-1d920c072cd7/009_de_2020-09_data-sheet_innovent.pdf, zuletzt geprüft am 19.01.2022.
- [117] Mulisch, M.; Welsch, U. (2015): Romeis Mikroskopische Technik. 19. Auflage. Berlin, Heidelberg, Springer Spektrum, <http://gbv.ebib.com/patron/FullRecord.aspx?p=4107756>.
- [118] Mahr GmbH (2020): Optische 3D- Oberflächenmesstechnik für Industrie und Forschung,
- [119] Ravi K. Enneti; Kevin C. Prough; Enneti, R. K.; Prough, K. C. (2019): Effect of binder saturation and powder layer thickness on the green strength of the binder jet 3D printing (BJ3DP) WC-12%Co powders. In: International Journal of Refractory Metals and Hard Materials 84. DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2019.104991.
- [120] Oh, J.-W.; Nahm, S.; Kim, B.; Choi, H. (2019): Anisotropy in Green Body Bending Strength due to Additive Direction in the Binder-Jetting Additive Manufacturing Process. In: Korean Journal of Metals and Materials 57. DOI: 10.3365/KJMM.2019.57.4.227.

- [121] Chumnanklang, R.; Panyathanmaporn, T.; Sitthiseripratip, K.; Suwanprateeb, J. (2007): 3D printing of hydroxyapatite. Effect of binder concentration in pre-coated particle on part strength. In: *Materials Science and Engineering: C* 27. DOI: 10.1016/j.msec.2006.11.004.
- [122] Burgert, I.: *Werkstoffe 1. Teile 1 - Mechanische Eigenschaften*. Vorlesungsskript, ETH Zürich, Zürich, https://ethz.ch/content/dam/ethz/special-interest/baug/ifb/ifb-dam/homepage-IfB/Education/bsc_courses/bsc-materials-I/documents/2016_WerkstoffeI-Teil1_Mechanische_Eigenschaften.pdf.
- [123] DIN EN 843-1: Bestimmung der Biegefestigkeit, Deutsches Institut für Normung (DIN).
- [124] Spierings, A. B.; Voegtlin, M.; Bauer, T.; Wegener, K. (2016): Powder flowability characterisation methodology for powder-bed-based metal additive manufacturing. In: *Progress in Additive Manufacturing* 1. DOI: 10.1007/s40964-015-0001-4.
- [125] Fahr, A.; Voigt, R. (2015): *Voigt pharmazeutische Technologie*. Für Studium und Beruf ; mit 113 Tabellen. 12., völlig neu bearbeitete Auflage. Stuttgart, Deutscher Apotheker-Verlag.
- [126] Althaus, G. (2006): *Der modifizierte Auslauftrichter Eine neue Methode zur Beurteilung der Potenz nanoskaliger Fließregulierungsmittel*. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, Fakultät für Chemie und Pharmazie.
- [127] Jaser, M. (2006): *Untersuchungen zur Wirkungsweise nanoskaliger Fließregulierungsmittel in der Tablettierung*. Dissertation, Julius-Maximilians-Universität Würzburg, Würzburg, Fakultät für Chemie und Pharmazie.
- [128] Caesar & Loretz GmbH (2018): *Sicherheitsdatenblatt Maisstärke*. Mainz, zuletzt geprüft am 26.11.2020.
- [129] Parab, N. D.; Barnes, J. E.; Zhao, C.; Cunningham, R. W.; Fezzaa, K.; Rollett, A. D.; Sun, T. (2019): Real time observation of binder jetting printing process using high-speed X-ray imaging. In: *Scientific reports* 9. DOI: 10.1038/s41598-019-38862-7.
- [130] Emady, H. N.; Kayrak-Talay, D.; Schwerin, W. C.; Litster, J. D. (2011): Granule formation mechanisms and morphology from single drop impact on powder beds. In: *Powder Technology* 212. DOI: 10.1016/j.powtec.2011.04.030.

- [131] Lanzetta, M.; Sachs, E. (2001): The Line Formation with Alumina Powders in Drop on Demand Three Dimensional Printing. Tagungsbeitrag: 1st international seminar on progress in innovative manufacturing engineering, Genua, Italien.
- [132] Hapgood, K. P.; Litster, J. D.; Biggs, S. R.; Howes, T. (2002): Drop Penetration into Porous Powder Beds. In: Journal of Colloid and Interface Science 253. DOI: 10.1006/jcis.2002.8527.
- [133] Hapgood, K. P.; Litster, J. D.; Smith, R. (2003): Nucleation Regime Map for Liquid Bound Granules. In: AIChE Journal 49. DOI: 10.1002/aic.690490207.
- [134] Lee, A. C. S.; Sojka, P. E. (2012): Drop impact and agglomeration under static powder bed conditions. In: AIChE Journal 58. DOI: 10.1002/aic.12575.
- [135] Haefner, S. (2015): Rayleigh-Plateau-type Instabilities in Thin Liquid Films. Dissertation, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, Fakultät für Physik und Mechatronik.
- [136] Bai, Y.; Wall Candace; Pham, H.; Esker, A.; Williams, C. B. (2019): Characterizing Binder-Powder Interaction in Binder Jetting additive manufacturing via sessile drop goniometry. In: Journal of Manufacturing Science and Engineering.
- [137] Brands, K. (2010): Entwicklung und Charakterisierung eines metallischen Substrats für nanostrukturierte keramische Gastrennmembranen. Jülich, Forschungszentrum Jülich: Schriften des Forschungszentrums Jülich Reihe Energie & Umwelt, Bd. 72, <http://hdl.handle.net/2128/3771>.
- [138] Quantachrome GmbH (2003): Partikelwelt Nr. 2. Aktuelle Fachbeiträge der Quantachrome GmbH.
- [139] Thommes, M.; Kaneko, K.; Neimark, A. V.; Olivier, J. P.; Rodriguez-Reinoso, F.; Rouquerol, J.; Sing, K. S.W. (2015): Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). In: Pure and Applied Chemistry 87. DOI: 10.1515/pac-2014-1117.
- [140] ISO 1302: Geometrical Product Specifications (GPS) — Indication of surface texture in technical product documentation, International Standard (ISO).
- [141] ISO 4287: geometrical Product Specifications - surface texture: Profile Method - terms definitions and surface texture parameters, International Standard (ISO).

- [142] Leach, R. (2013): Introduction to surface topography. In: Leach, R.:
Characterisation of areal surface texture. Berlin, Heidelberg, Springer.
- [143] ISO 25178-2: Geometrical product specifications (GPS) — Surface texture: Areal
— Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters, International Standard
(ISO).

10 Anhang

10.1 Anhang Kapitel 3: Aufgabenstellung und Methodik

10.1.1 Dynamische Bildanalyse

Das schematische Messprinzip wird in Abbildung 10-1 dargestellt.

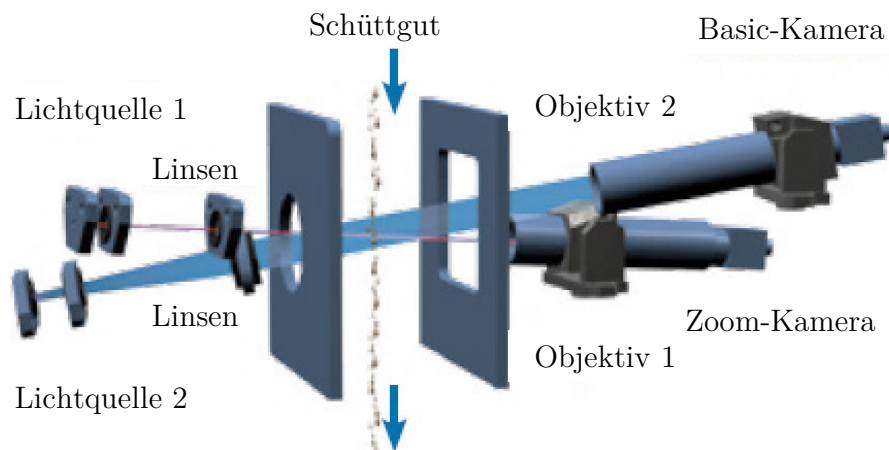


Abbildung 10-1: Schematische Darstellung der dynamischen Bildanalyse [106]

Eine Kamera (Basic-Kamera) erfasst dabei größere Partikel, wohingegen eine zweite Kamera (Zoom-Kamera) zur Erfassung von kleineren Partikeln dient. Durch die Technologie wird ein Messbereich von $1\ \mu\text{m}$ – $3\ \text{mm}$ erreicht. Das Messmittel ist in Abbildung 10-2 dargestellt. Zur Messung werden $4\ \text{g}$ - $5\ \text{g}$ Pulver über die Befüllereinheit auf die Ultraschallrinne gegeben. Mit Start der Messung wird die Rinne mit Ultraschall angeregt, sodass das Pulver dem Druckluftmodul zugeführt wird. In dieser Einheit werden die Pulver mit Druckluft beaufschlagt, um mögliche Agglomerate aufzulösen. Das verwendete Messmittel ist in Abbildung 10-2 dargestellt [106].

10.1.2 Rasterelektronenmikroskop (REM)

Die Funktionsweise des REM basiert auf Wechselwirkungen zwischen Elektronenstrahl und Probe. Dabei werden verschiedene analytische Signale (Sekundärelektronen, Rückstreuelektronen, etc.) ausgesondert, die durch Detektoren aufgefangen und in Bildsignale umgewandelt werden. Als analytische Signale werden vorwiegend Sekundärelektronen (SE) und Rückstreuelektronen (englisch: backscatter electron,



Abbildung 10-2: Messmittel Camsizer XT

kurz: BSE) genutzt. Sekundärelektronen werden durch inelastische Streuprozesse aus einer geringen Tiefe des eindringenden Strahls erzeugt und werden daher zur Untersuchung der Topologie der Werkstoffoberfläche eingesetzt. Bei der BSE-Methodik wird ausgenutzt, dass schwere Elemente aufgrund einer höheren Kernladungszahl auch eine erhöhte Anzahl von Rückstreuelektronen emittieren. Diese erscheinen dadurch im Bild heller, wohingegen leichte Materialien dunkler erscheinen. BSE werden daher genutzt, um Materialkontraste sichtbar zu machen und somit Aussagen über die Zusammensetzung der Oberfläche zu erhalten [108; 109; 117; 137].

10.1.3 Gasadsorptionsanalyse mittels BET

Aus einer gemessenen Isotherme wird die Stoffmenge berechnet, die benötigt wird, um eine Molekülschicht (Monoschicht) auf der Oberfläche des Probekörpers aufzubringen (s. Gl. 10.1) [110; 138; 139]:

$$\frac{\frac{p}{p_0}}{V_a \left(1 - \frac{p}{p_0}\right)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C - 1}{V_m C} \frac{p}{p_0} \quad \text{Gl. 10.1}$$

Der Zielparameter ist die Monoschichtkapazität V_m . Die Gasmenge V_a , BET-Konstante C und Relativdruckverhältnis p/p_0 (0,05 bis 0,3) sind als verfahrensabhängige Größen bekannt. Die spezifische Oberfläche O_{sp} wird daher gem. Gl. 10.2 berechnet (N_a = Avogadrozahl; a_m = Platzbedarf eines Adsorbanzmoleküls) [110; 139].

$$O_{sp} = V_m * N_a * a_m \quad \text{Gl. 10.2}$$

10.1.4 Stampfvolumeter

Das Gerät der Firma HLL Landgraf und der schematische Messaufbau sind in Abbildung 10-3 gegenübergestellt. Der Glaszylinder mit Skala wird auf der Haltevorrichtung installiert und mittels Führungshülse auf den Stahlamboss geführt. Die Nockenwelle, bestehend aus einer einzelnen Nocke, treibt die Haltevorrichtung mit einer festen Frequenz an. Dabei wird der Zylinder pro Umdrehung einmal angehoben und wieder fallengelassen und somit eine Klopfbewegung ausgelöst. Nach Abschluss der Messung wird das verdichtete Volumen auf der Messskala abgelesen und mit dem Gewicht der Probe ins Verhältnis gesetzt. Das Ergebnis ist die Klopfdichte ρ_{Klopf} des verwendeten Pulvers [43].

10.1.5 Schüttdichteapparatur

Der genormte Trichteraufbau ist in Abbildung 10-4 dargestellt. Der Fülltrichter hat einen Konuswinkel von 60°. Am unteren Ende des Fülltrichters ist ein Auslass mit einem Durchmesser von 2,5 mm angebracht (Trichter nach Hall). Ist ein freies Fließen des Schüttgutes durch den Trichter nach Hall nicht möglich, ist ein Öffnungsdurchmesser von 5,0 mm (Trichter nach Carney) anzuwenden. Um eine lockere Aufschüttung des Pulvers zu garantieren und eine reproduzierbare Messung zu gewährleisten, wird mittels Abstandsmaß eine Distanz von 25 mm \pm 0,5 mm eingestellt. Das Schüttgut rieselt in den Füllbecher mit einem definierten Volumen von 25 cm³ \pm 0,03 cm³ [44].

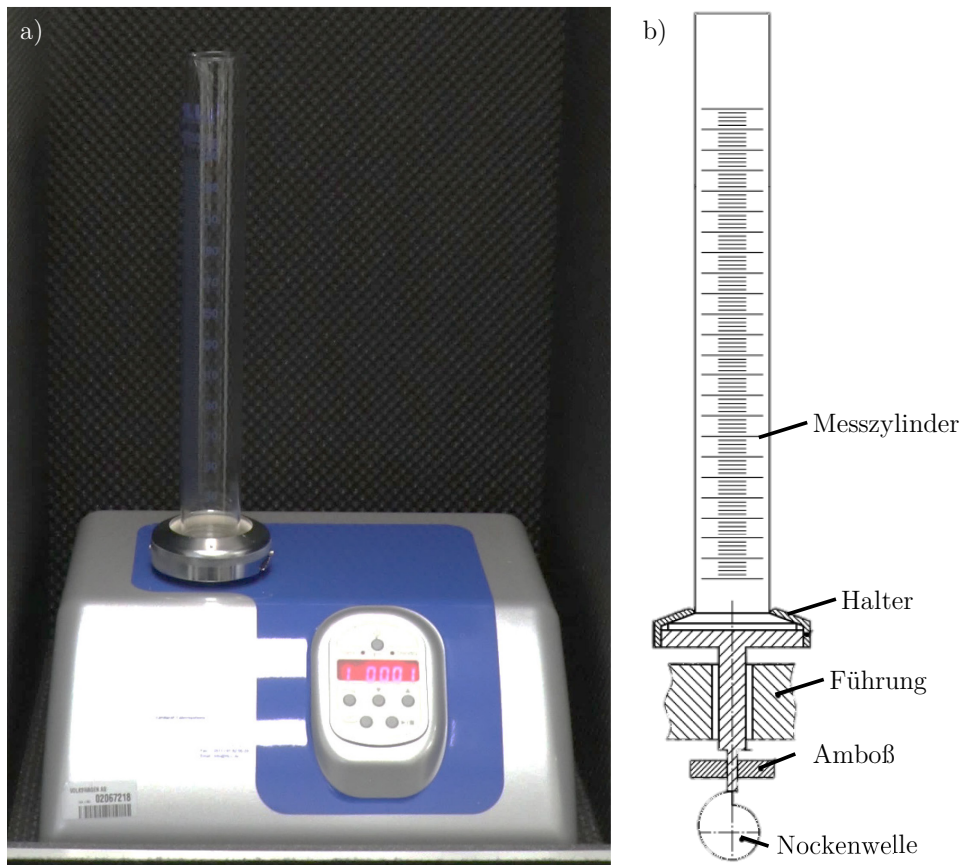


Abbildung 10-3: Stempfvolumeter (a) und schematischer Messaufbau nach Norm (b) [43]

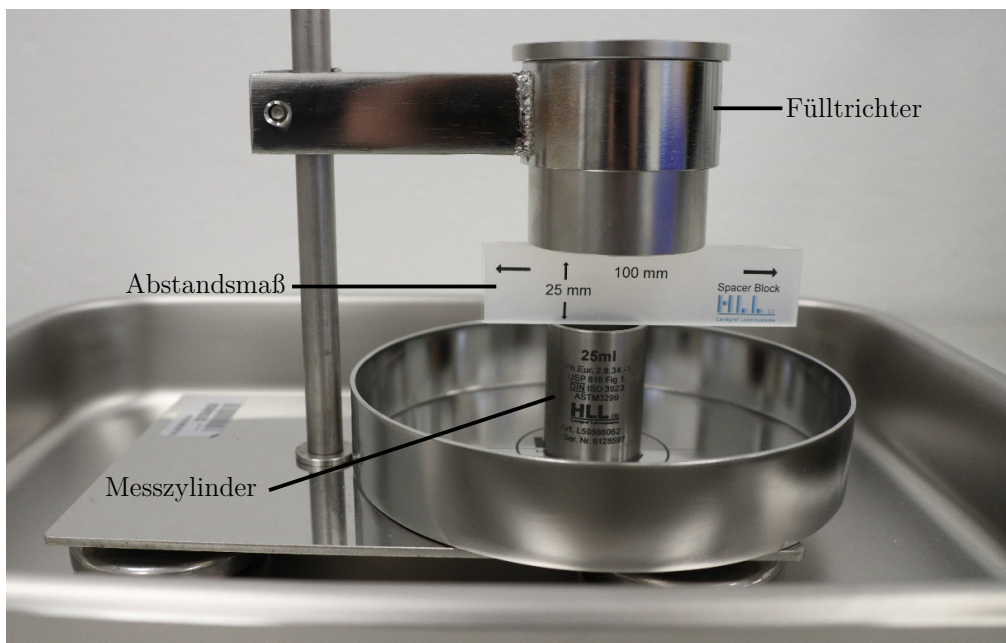


Abbildung 10-4: Apparatur zur Bestimmung der Schüttdichte von Schüttgütern

10.1.6 Schulze Ringschertester

Das Messprinzip ist in Abbildung 10-5 dargestellt.

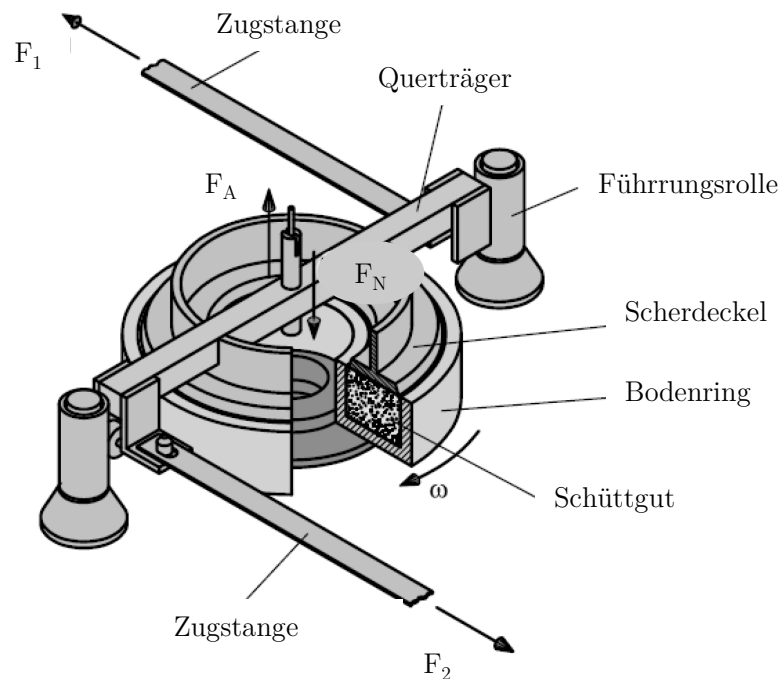


Abbildung 10-5: Schematische Darstellung des Schulze-Ringschertester [35]

Für die Messung wird der Bodenring entnommen, komplett mit Pulver befüllt und anschließend abgestrichen. Der Pulverinhalt wird gewogen und der Scherdeckel aufgesetzt. Der Deckel ist zudem an der Oberseite angeraut, wodurch sichergestellt wird, dass das Abscheren im Pulver stattfindet und nicht zwischen Deckel und Schüttgut. Der Deckel wird mit dem Querträger verbunden und ist daher während der Messung nicht beweglich. Durch Kraftaufnehmer an den Zugstangen wird die Kraft kontinuierlich gemessen. Über Gewichte wird die gewünschte Normalkraft aufgebracht. Zum Anschern wird der Bodenring im Uhrzeigersinn gedreht. Der Anschervorgang ist beendet, wenn keine weitere Erhöhung der Schubspannung festzustellen ist. Anschließend wird vollständig entlastet und die Messung mit den jeweiligen Abschernormalspannung parametrisiert und durchgeführt.

10.1.7 Taumelmischer

Der verwendete Taumelmischer ist in Abbildung 10-6 dargestellt. Der Mischkorb ist für Behältnisse von bis zu 17 Liter Volumen ausgelegt.

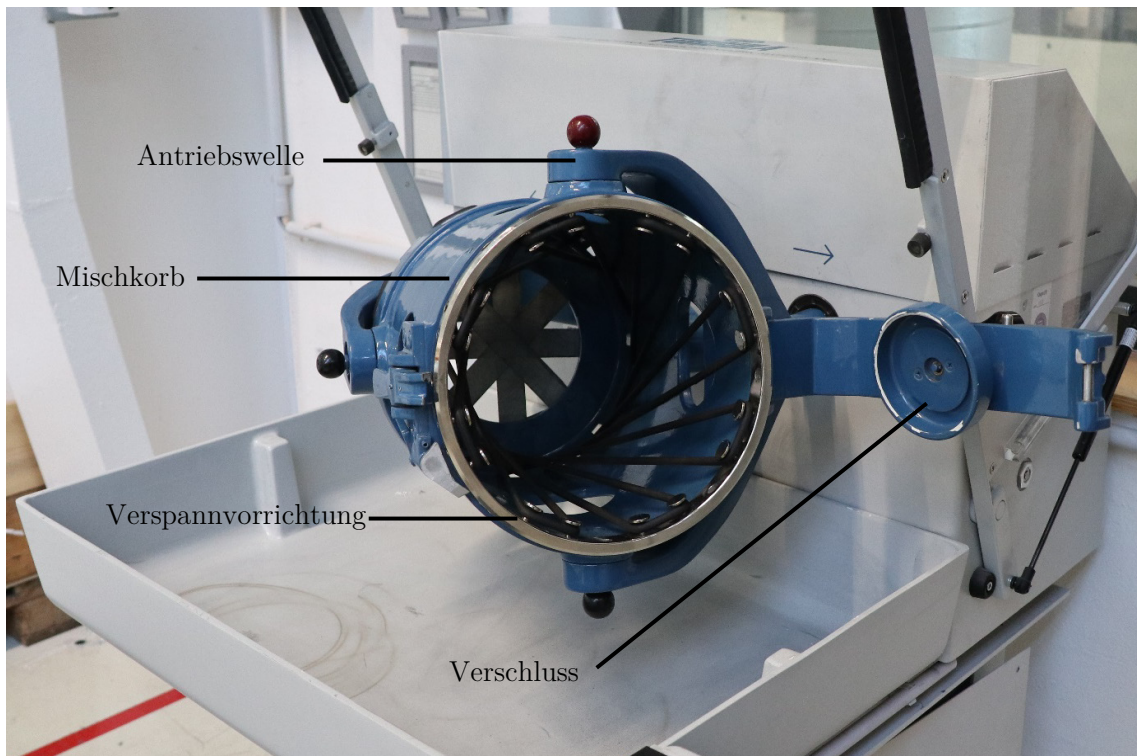


Abbildung 10-6: Taumelmischer Turbula T10B

Um ein optimales Mischergebnis zu erzielen, ist der Füllgrad innerhalb des Behältnisses auf 40 % – 99 % des Volumens anzupassen. Die Arretierung des Behälters erfolgt über eine Verspannvorrichtung am Mischkorb.

10.1.8 Ex One Innovent+

Die verwendete Maschine ist in Abbildung 10-7 dargestellt. Vor Beginn des Druckprozesses wird die Baukammer eingesetzt und auf die Null-Position gefahren. Die Innovent+ besitzt ein Pulverauftragssystem bestehend aus einer Wärmelampe (vorne), dem Pulverreservoir (Mitte) und einer Auftragsrolle (hinten). Alle Teilsysteme sind auf der gleichen Schlittenkonstruktion angebracht und bewegen sich simultan. Das Pulverreservoir wird vor Beginn des Druckprozesses mit Pulver befüllt und wird während des Auftragsprozesses mit Ultraschall beaufschlagt, um die Fließbewegung des Schüttgutes zu verbessern und einen möglichst homogenes Pulverbett zu garantieren. Für den Pulverauftrag verfährt das Pulverreservoir mit einer definierten Geschwindigkeit (Recoaterspeed) über die Bauplatzform, wobei das Schüttgut aus dem Reservoir auf die Bauplatzform rieselt. Nach der Überfahrt bewegt sich der Schlitten wieder Rückwärts, wobei die Auftragsrolle abgesenkt und über das Pulverbett gezogen wird. Die Auftragsrolle dreht sich dabei entgegen der Verfahrtrichtung (vgl. Kapitel 2.3).

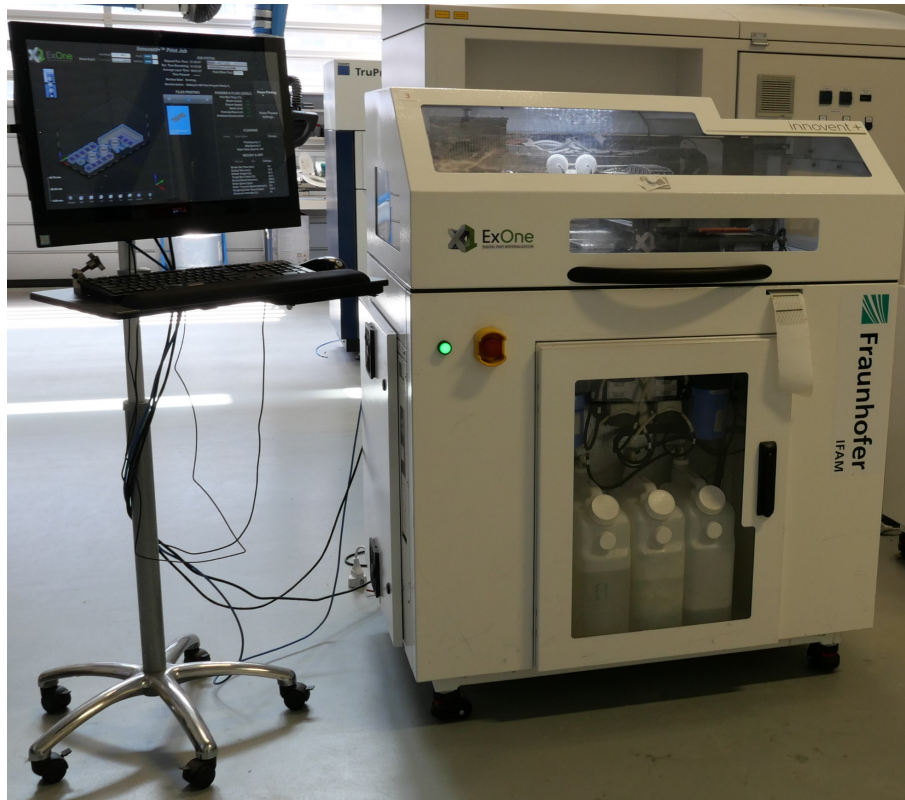


Abbildung 10-7: Binder-Jetting-Anlage ExOne Innovent+

Die Rotationsgeschwindigkeit der Rolle und die Verfahrgeschwindigkeit sind flexible Prozessgrößen. Durch die Rolle wird das Pulverbett homogenisiert und eine gleichmäßige Schichtdicke eingestellt. Das überschüssige Pulver wird abgezogen und aufgefangen. Nachdem das Pulverbett aufgebracht ist, verfährt der Druckkopf in X-Y-Richtung über das Pulverbett und legt den Binder selektiv in diesem ab. Der Druckkopf ist hierbei piezoelektrisch und wird vor jeder Überfahrt mit einer speziellen Lösung gereinigt. Darüber hinaus wird ein kontinuierlicher Abschrieb aller Düsen des Druckkopf erzeugt, um die Druckkopfqualität dauerhaft zu überwachen. Ist der Bindereintrag einer Schicht beendet, wird nach einer definierten Trocknungszeit des Binders (drying-time) eine Wärmelampe mit einer einstellbaren Intensität bzw. Temperatur, über das Pulverbett verfahren, um die feuchten Bestandteile des Binders zu trocknen und so einen erneuten Pulverauftrag zu ermöglichen. Anschließend wird die nächste Pulverschicht erzeugt und mittels Rolle aufgetragen. Der Prozess wird iterativ wiederholt, bis das gesamte Bauteil vollständig aufgebaut ist.

10.1.9 Konfokalmikroskop

Linienparameter, wie bspw. R_a und R_z -Wert, werden bereits seit vielen Jahren zur Bewertung und Charakterisierung von Oberflächen eingesetzt und werden häufig auf

Bauteilzeichnungen angewendet [140]. Neben den Linienparametern werden zunehmend auch Flächenparameter eingesetzt, wie bspw. der S_a -Wert. Flächenparameter haben den Vorteil einen ganzen Abschnitt einer Oberfläche zu charakterisieren, statt nur einer Messlinie. Durch eine erhöhte Anzahl an Datenpunkten wird das reale Profil der Oberfläche besser abgebildet, was insbesondere für funktionalisierte Oberflächen (bspw. Wafer für Herstellung von Mikroelektronik) interessant ist. Sowohl R_a - als auch R_z -Wert können für die Fläche bestimmt werden und werden aufgrund des Flächenbezugs S_a bzw. S_z genannt. Die Parameter werden lediglich auf eine Abfolge von Messlängen bezogen und spannen daher eine Fläche auf. Der S_a -Wert gibt die Summe der absoluten Höhen der einzelnen Täler bzw. Berge (bezogen auf die Messlänge) wieder (arithmetische Durchschnittshöhe). Der S_z -Wert gibt den Abstand zwischen maximaler Profilhöhe und -tiefe eines Messbereichs an. Der Wert wird daher auch als maximale Profilhöhe bezeichnet [141–143].

Das verwendete Konfokalmikroskop ist in Abbildung 10-8 dargestellt.



Abbildung 10-8: Konfokal-Mikroskop Nanofocus μ -surf mobile

Da immer fokussierte Bereiche aufgenommen werden, wird für die Probe ein Messbereich aufgespannt, der abgerastert wird. Dadurch werden Nachbildungen von kleinen Volumina in X/Y/Z erzeugt. Das vorliegende Mikroskop verfügt über einen Revolverkopf mit verschiedenen Objektiven, um einen möglichst breiten Fokusbereich abzudecken. Zudem ist das Gerät mit einem X/Y/Z-Achssystem ausgestattet, wodurch die Messung automatisiert wird und die einzelnen Messbereiche zu einer Gesamtaufnahme zusammengesetzt werden können (sogenannte Stitching).

10.1.10 Grünteilfestigkeit mittels 4-Punkt-Biegeversuch

Der (schematische) Aufbau des Versuchs ist in Abbildung 10-9 dargestellt.

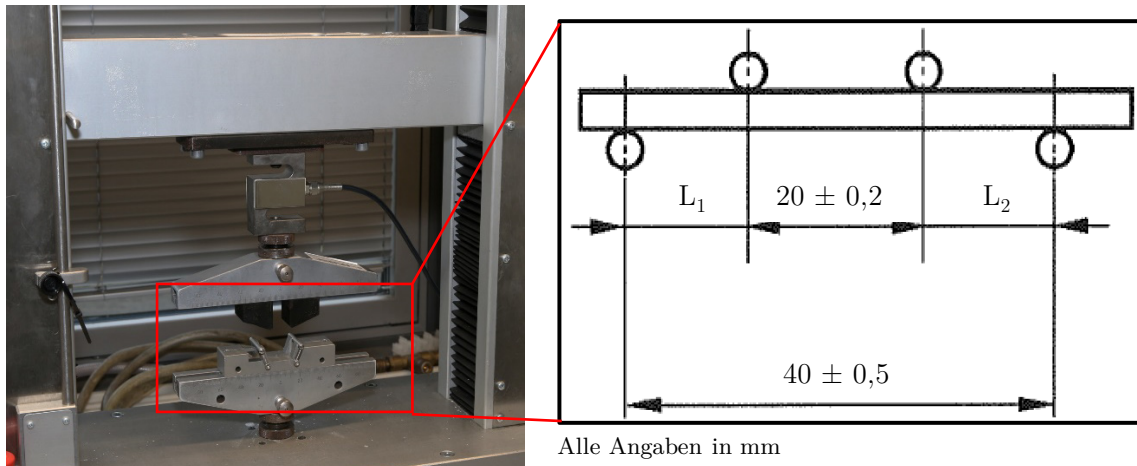


Abbildung 10-9: Prüfmaschine und schematischer Aufbau des 4-Punkt-Biegeversuchs [123]

Der Probekörper wird auf zwei beweglichen Rollen gelagert bzw. eingespannt. Zusätzlich dazu wird der Prüfkörper durch zwei runde Prüfstempel fixiert. Sowohl Auflager als auch Prüfstempel sind als Rollen ausgeführt, um die Torsionsbeanspruchung des Prüfkörpers während der Prüfung zu minimieren. Mit Beginn des Versuchs belastet der Prüfstempel die Probe mit einer konstanten Geschwindigkeit von 2 mm/min, sodass eine Durchbiegung der Probe stattfindet. Der Prüfkörper wird bis zum Bruch belastet. Über eine Kraftmessdose werden die Kräfte bis zum Bruch der Probe aufgezeichnet [123].

10.2 Anhang Kapitel 4: Pulvercharakterisierung

10.2.1 Approximation des Aerosilgehaltes anhand der Partikelgröße

Um weiterführend den Aerosilgehalt anhand der Partikelgrößenverteilung zu approximieren, werden zunächst die Perzentile D_{10} -, D_{50} - und D_{90} der Pulver gegen die spezifische Oberfläche aufgetragen und durch Ausgleichsgeraden approximiert. Dies ist beispielhaft in Abbildung 10-10 für einen exponentiellen Fit dargestellt.

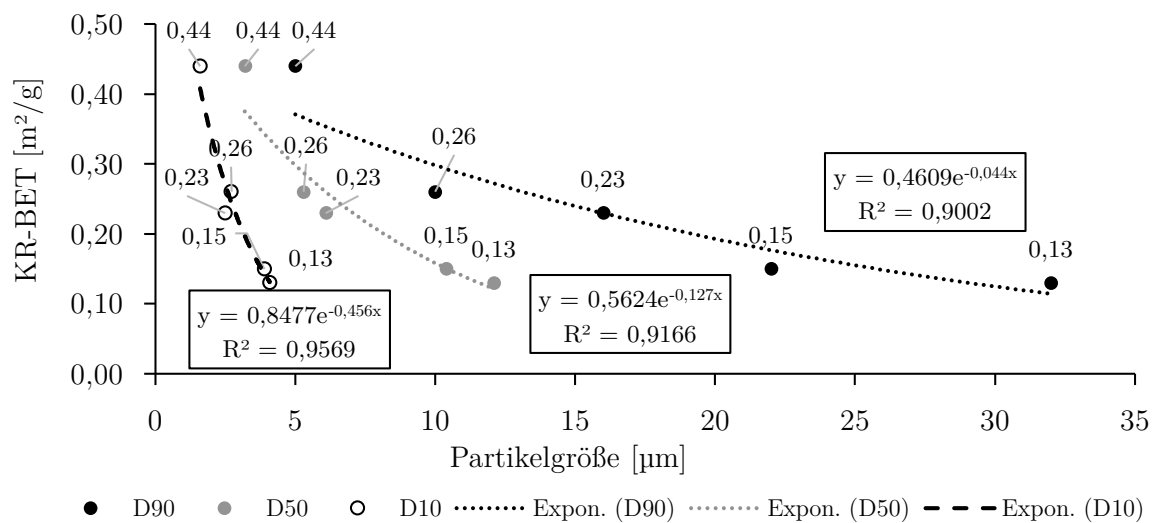


Abbildung 10-10: Approximation der spezifischen Oberfläche anhand der Partikelgrößenperzentile (exponentieller Fit)

Mit Bestimmtheitsmaßen von $R^2 > 0,9$ wird ein guter Fit zur Approximation der spezifischen Oberfläche anhand der Perzentile erreicht. Für weitere Funktionsarten wird keine bessere Korrelation identifiziert. Im Folgenden wird die Ausgleichsgerade des D_{50} verwendet um die spezifischen Oberflächen in einem Bereich von $100 \mu\text{m} - 2 \mu\text{m}$ (D_{90}) zu berechnen. Die Werte werden wiederum dazu genutzt die rechnerischen Aerosilgehalte für die Steigerung der Pulvereigenschaften zu berechnen. Hier können ebenfalls verschiedene Approximationsmodelle (Exponentiell, Linear, Potenz) gewählt werden. In Tabelle 10-1 sind die Ergebnisse zusammengefasst.

Der Fit wird anhand des Korrelationskoeffizient R zwischen den einzelnen Messwerten für den Aerosilgehalt und den mit dem Modell errechneten Sättigungen aufgezeigt. Demnach lassen sich mit der Methode Korrelationskoeffizienten von ca. $0,7 - 0,8$ erreichen. Aufgrund der Methodik ist die Vorhersagekraft limitiert, dennoch wird der Aerosilgehalt eingegrenzt auf einen Bereich von $\pm 0,10$ Gew.-%.

Tabelle 10-1: Rechnerische Approximation des Aerosilgehaltes für Pulver im Bereich 100 μm - 2 μm (D_{90}) in Abhängigkeit verschiedener Fit-Funktionen

D_{90} [μm]	BET [m^2/g]	Aerosilgehalt [Gew.-%]		
		Exponentiell	Linear	Potenz
		R = 0,79	R = 0,73	R = 0,70
100	0,0057	0,06	0,01	0,01
80	0,0136	0,06	0,02	0,02
60	0,0329	0,06	0,03	0,03
40	0,0792	0,07	0,05	0,06
32	0,1126	0,08	0,07	0,08
22	0,1749	0,10	0,10	0,10
16	0,2277	0,12	0,12	0,12
10	0,2965	0,14	0,16	0,15
05	0,3695	0,18	0,19	0,17
02	0,4216	0,21	0,22	0,19

10.3 Anhang Kapitel 5: Druckversuche

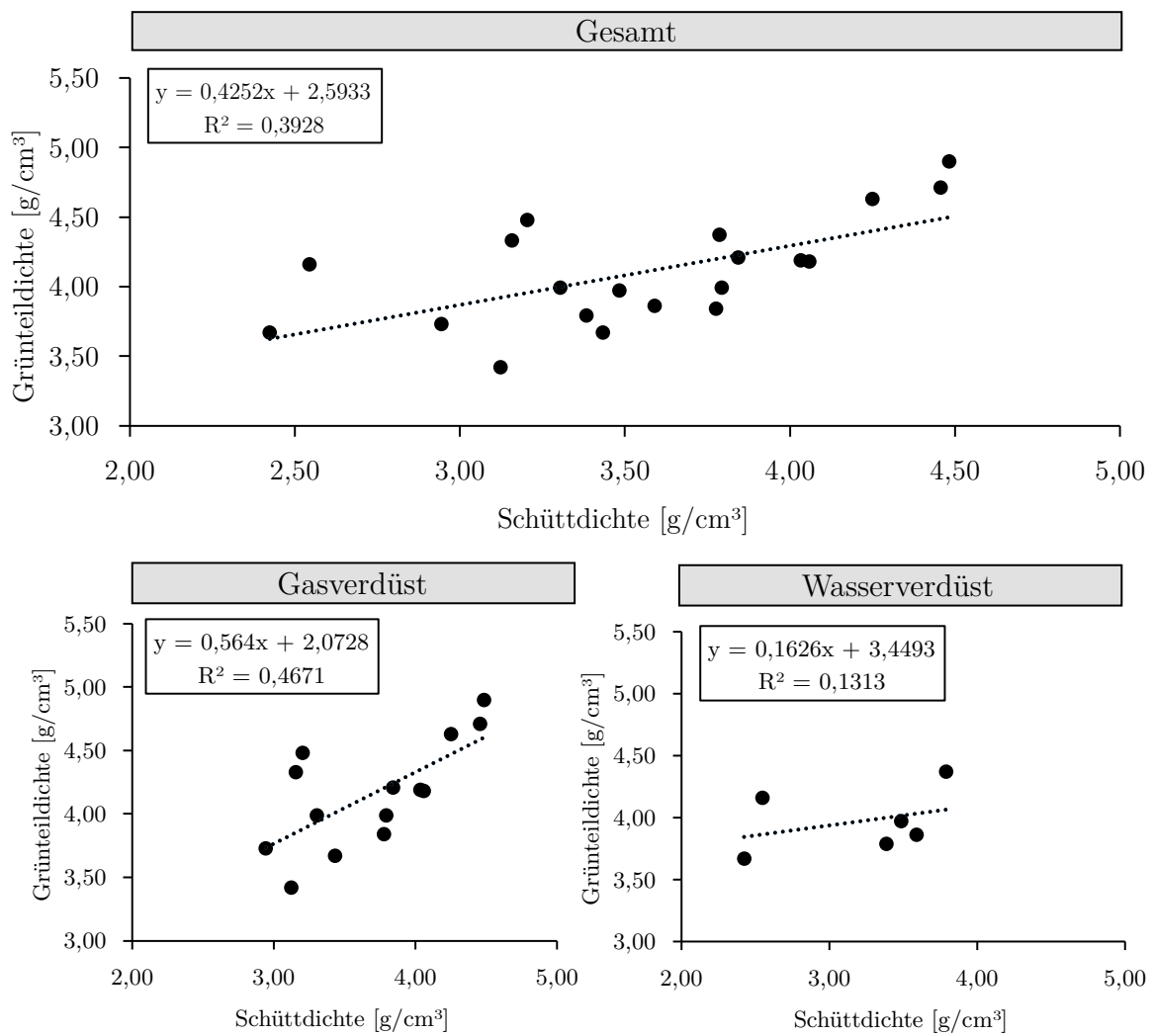


Abbildung 10-11: Korrelationen zwischen Grünteildichte und Schüttdichte (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)

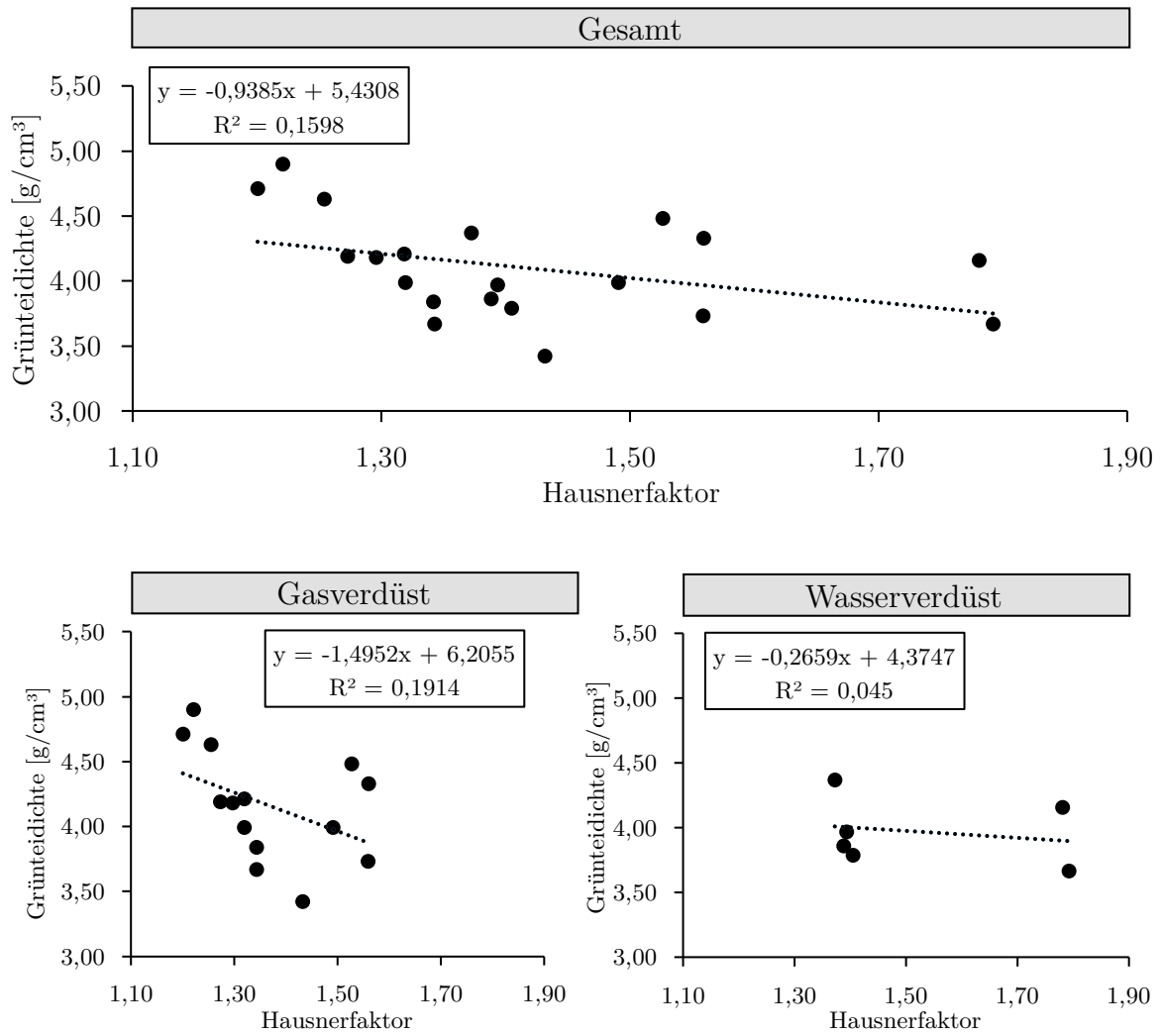


Abbildung 10-12: Korrelationen zwischen Grünteildichte und Hausnerfaktor (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)

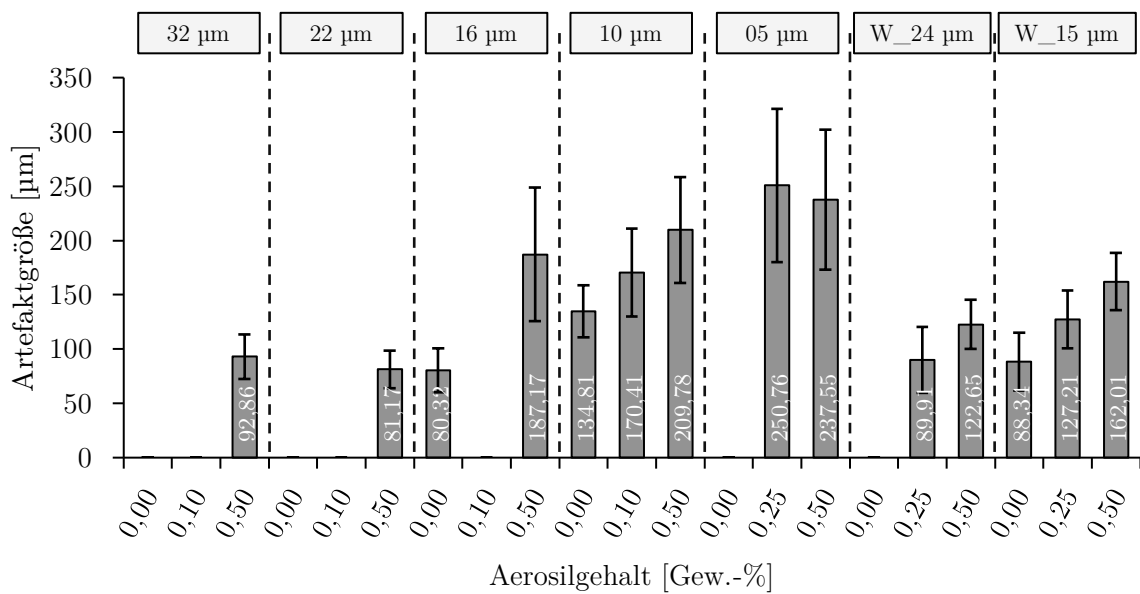


Abbildung 10-13: Artefaktgrößen für die Grünteiloberfläche verschiedener Pulver und Aerosilgehalte

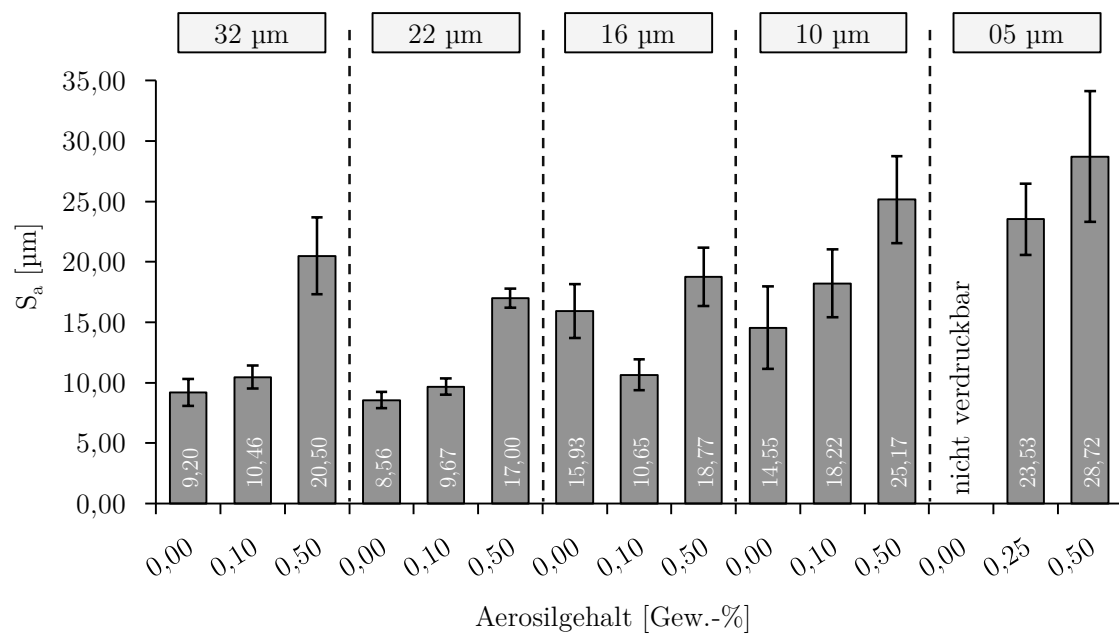


Abbildung 10-14: Grafische Darstellung der Sa-Werte für die Oberflächenrauigkeit der Grünteile hergestellt aus gasverdünsten Pulvern

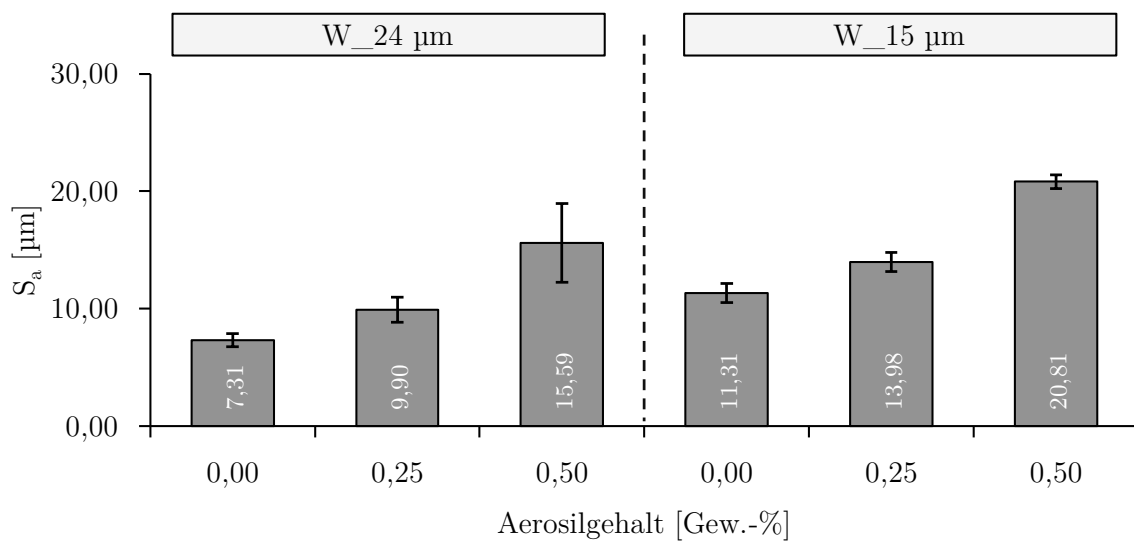


Abbildung 10-15: Grafische Darstellung der Sa-Werte für die Oberflächenrauigkeit der Grünteile hergestellt aus wasserverdünsten Pulvern

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1-1: Homogenität des Pulverbettes in Abhängigkeit der Partikelgrößen und Fließfähigkeit [14]	2
Abbildung 2-1: Schematische Darstellung der Wasserverdüsung (links) und Gasverdüsung (rechts) [23].....	4
Abbildung 2-2: Vergleich der Kornmorphologie bei wasser- und gasverdüstern Pulvern [23]	4
Abbildung 2-3: Einfluss der Partikelmorphologie auf die Packungsdichte [32]	6
Abbildung 2-4: Verlauf der Interpartikuläre Haftkräfte in Abhängigkeit vom Abstand der Pulverpartikel [35]	7
Abbildung 2-5: Dominante Kräfte für verschiedene Partikelgrößen [39].....	7
Abbildung 2-6: Beispiel für eine Partikelgrößenverteilung [25]	8
Abbildung 2-7: Modellvorstellung Schüttgut nach Jenike [35].....	11
Abbildung 2-8: Konstruktion des Mohrschen Spannungskreises [35]	11
Abbildung 2-9: Modellversuch für die Bestimmung der Druckfestigkeit [34]	12
Abbildung 2-10: Konstruktion der Fließgrenze [35]	13
Abbildung 2-11: Beurteilung der Fließfähigkeit von Pulvern anhand des ffc -Wertes [35].....	14
Abbildung 2-12: Übersicht über netzwerkartige Struktur pyrogener Kieselsäure [39].....	15
Abbildung 2-13: Schematische Wirkweise pyrogener Kieselsäure [39].....	16
Abbildung 2-14: Vier-Phasen-Modell der Wirkweise von Fließhilfsmitteln nach Meyer [55; 60]	17
Abbildung 2-15: Schematische Darstellung des Drei-Punkt-Kontaktmodells nach Meyer (a: Draufsicht, b: Schnittebene) [62].....	18
Abbildung 2-16: Schematischer Verlauf für die Fließfähigkeit in Abhängigkeit der Mischdauer [55; 56; 62]	19
Abbildung 2-17: Schematische Darstellung der gesamten Prozesskette im Binder-Jetting [72]	22
Abbildung 2-18: Schematischer Verfahrensablauf Binder-Jetting [73]	22
Abbildung 2-19: Schematische Darstellung des Zwei-Kugel-Modells für das Sintern.....	25
Abbildung 2-20: Notwendige Bedingung zum Ausbau einer Korngrenze während des Sinterns [84].....	25
Abbildung 2-21: Beispiele für die Ausbildung von Sinterhälsen im Schliffbild (links) und im REM (rechts) [23].....	26
Abbildung 2-22: Sinterhalswachstum durch Diffusionsprozesse während des Sinterns [22; 84].	26
Abbildung 2-23: Vergleich der Pulverbettausbildung für verschiedene Rollerrichtungen [88]...	28
Abbildung 2-24: Schematische Darstellung der Binderpenetration (links.: schematisch, rechts: im Gleichgewicht) [96]	29
Abbildung 2-25: Links: Aufprall eines Pulvertropfen mit Aufprallgeschwindigkeit $v = 0,38$ m/s; Rechts: selbes Pulverbett mit Aufprallgeschwindigkeit $v = 1,49$ m/s [101].....	31
Abbildung 3-1: Aufbau der Dissertationsschrift.....	33
Abbildung 4-1: Ergebnisse der dynamische Bildanalyse für die gasverdüstern Pulver [60]	43
Abbildung 4-2: Pulverschleife der gasverdüstern Pulver [60].....	44

Abbildung 4-3: Ergebnisse der dynamischen Bildanalyse für die wasserverdünsten Pulver.....	45
Abbildung 4-4: Pulverschleife der wasserverdünsten Pulver	45
Abbildung 4-5: REM-Aufnahme des 05 μm Pulver bei 2.000-facher Vergrößerung [60]	46
Abbildung 4-6: REM-Aufnahmen der verschiedenen Pulver im Ausgangszustand [60]	47
Abbildung 4-7: Ergebnisse der BET-Messung für die Grundpulver [60]	48
Abbildung 4-8: Ergebnisse für die Schütt- und Klopfdichte der Ausgangspulver [60]	49
Abbildung 4-9: Vergleich der Hausnerfaktoren der betrachteten Pulver im Ausgangszustand [60].....	50
Abbildung 4-10: Ergebnisse der Ringscherprüfung für verschiedene Pulver im Ausgangszustand	51
Abbildung 4-11: Darstellung der verwendeten Aerosile	57
Abbildung 4-12: Vergleich der Schütt- und Klopfdichte für die verschiedenen Aerosile (16 μm Pulver, jeweils 0,10 Gew.-% Aerosil)	59
Abbildung 4-13: Vergleich des Hausnerfaktor für die verschiedenen Aerosile (16 μm Pulver, jeweils 0,10 Gew.-% Aerosil)	59
Abbildung 4-14: Ablagerungen verschiedener Aerosile nach dem Mischen	60
Abbildung 4-15: REM-Aufnahmen der Aerosil-Pulvermischungen bei 20.000-facher Vergrößerung	60
Abbildung 4-16: Schütt- und Klopfdichte bei Variation der Mischdauer (Intensität: 23 U/min, 16 μm Pulver).....	63
Abbildung 4-17: Hausnerfaktor bei Variation der Mischdauer (Intensität: 23 U/min, 16 μm Pulver).....	63
Abbildung 4-18: Schütt- und Klopfdichte bei Variation der Mischintensität (Mischdauer: 1 h, 16 μm Pulver).....	64
Abbildung 4-19: Verlauf des Hausnerfaktor bei Variation der Mischintensität (Mischdauer: 1 h, 16 μm Pulver).....	64
Abbildung 4-20: REM-Aufnahmen des Ausgangspulvers bei verschiedenen Mischintensitäten (16 μm Pulver, Mischdauer: 1 h).....	65
Abbildung 4-21: Schütt- und Klopfdichte bei Variation der Mischdauer (0,10 Gew.-% Aerosil, 23 U/min) [60].....	66
Abbildung 4-22: Hausnerfaktor bei Variation der Mischdauer (0,10 Gew.-% Aerosil, 23 U/min) [60].....	66
Abbildung 4-23: Schütt- und Klopfdichte bei Variation der Mischintensität (0,10 Gew.-% Aerosil, 1h) [60]	67
Abbildung 4-24: Hausnerfaktor für die Variation der Mischintensität (0,10 Gew.-% Aerosil,1h) [60].....	68
Abbildung 4-25: REM-Aufnahmen der Pulveroberfläche bei verschiedenen Mischintensitäten (Aerosil R8200) [60].....	69
Abbildung 4-26: Vergleich der Schüttdichte der gasverdünsten Pulver mit Aerosil R8200 in variierender Aerosilkonzentration [60]	72

Abbildung 4-27: Ergebnisse Klopfdichte mit steigendem Aerosilgehalt (gasverdüste Pulver, Aerosil R8200) [60]	73
Abbildung 4-28: Hausnerfaktor der gasverdüsten Pulver bei Zugabe von Aerosil R8200 in variierender Konzentration [60]	74
Abbildung 4-29: Feinere Auflösung der Aerosilgehalte zur Bestimmung der globalen Maxima für das 16 µm und das 32 µm Pulver [60].....	75
Abbildung 4-30: Belegung des 22 µm Pulver mit Aerosil R8200 bei unterschiedlichen Aerosilgehalten [60].....	76
Abbildung 4-31: Ergebnisse der Schütt- und Klopfdichte für wasserverdüste Pulver mit verschiedenen Aerosilgehalten des R8200	77
Abbildung 4-32: Hausnerfaktor für verschiedene Aerosilgehalte R8200 der wasserverdüsten Pulvern	78
Abbildung 4-33: Beispielhafte Belegung der wasserverdüsten Pulver bei unterschiedlichen Aerosilgehalten	79
Abbildung 4-34: Belegung des 05 µm Pulver mit Aerosil R8200 bei unterschiedlichen Sättigungen [60].....	82
Abbildung 4-35: Approximation des Aerosilgehaltes anhand der spez. Oberfläche.....	83
Abbildung 5-1: Druckjobdesign (a) und Detailmaße Pulverbettcups (b) [60].....	86
Abbildung 5-2: Cups vor Entleerung (a) und nach Entleerung (b)	88
Abbildung 5-3: Grafische Darstellung der Pulverbettdichte der gasverdüsten Pulvern mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen [60]	89
Abbildung 5-4: Vergleich der Klopf-, Schütt- und Pulverbettdichte der gasverdüsten Pulver mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen	90
Abbildung 5-5: Ergebnisse für die Pulverbettdichte der wasserverdüsten Pulver mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen	91
Abbildung 5-6: Vergleich der Klopf-, Schütt- und Pulverbettdichte für die wasserverdüsten Pulver mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen.....	91
Abbildung 5-7: Korrelation zwischen Pulverbettdichte und Schüttdichte der Pulver im Ausgangszustand	94
Abbildung 5-8: Korrelation zwischen Pulverbettdichte und Schüttdichte (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)	94
Abbildung 5-9: Korrelation zwischen Pulverbettdichte und Klopfdichte für Pulver im Ausgangszustand	95
Abbildung 5-10: Korrelation zwischen Pulverbettdichte und Klopfdichte (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)	96
Abbildung 5-11: Korrelation zwischen Pulverbettdichte und Hausnerfaktor für Pulver im Ausgangszustand	96
Abbildung 5-12: Korrelation zwischen Pulverbettdichte und Hausnerfaktor (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)	97
Abbildung 5-13: Ergebnisse für die Grünteildichte der gasverdüsten Pulver-Aerosil-Mischungen [60].....	99

Abbildung 5-14: Grünteildichte im Vergleich zur Schütt-, Klopf- und Pulverbettichte für die gasverdünnten Pulvermischungen mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen	100
Abbildung 5-15: Grünteildichte der wasserverdünnten Aerosil-Pulvermischungen bei unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen	101
Abbildung 5-16: Einordnung der Grünteildichte der wasserverdünnten Pulver zu Schütt-, Klopf- und Pulverbettichte bei unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen.....	101
Abbildung 5-17: Höhere Auflösung zur Bewertung des Unterschiedes zwischen Pulverbett- und Grünteildichte für die wasserverdünnten Pulver mit unterschiedlichen Aerosilkonzentrationen	102
Abbildung 5-18: Korrelation von Grünteildichte mit Pulverbettichte	103
Abbildung 5-19: Ballistic Ejection und Interaktionszone bei Aufprall des Bindertropfens auf das Pulverbett nach Parab et al. [129]	105
Abbildung 5-20: Mechanismen für Nucleus-Bildung nach Emady et al. [130].....	105
Abbildung 5-21: Korrelation von Grünteildichte und Klopfdichte (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)	108
Abbildung 5-22: Korrelation der Grünteildichte mit der Klopfdichte im Ausgangszustand der Pulver	108
Abbildung 5-23: Hochauflösende REM-Bilder der Pulverpartikel nach dem Curing	109
Abbildung 5-24: Makroskopische Unterschiede in der Oberflächenqualität der Bauteile.....	111
Abbildung 5-25: REM-Aufnahmen der Grünteiloberflächen in Abhängigkeit des Aerosilgehaltes (22 µm Pulver)	113
Abbildung 5-26: REM-Aufnahmen der Grünteiloberflächen in Abhängigkeit des Aerosilgehaltes (10 µm Pulver)	114
Abbildung 5-27: Messstellen für die Bewertung der Oberflächenrauigkeit.....	115
Abbildung 5-28: Messwerte für Sa und Sz der Grundpulver	115
Abbildung 5-29: Links: Profilkurven aus der Rauigkeitsmessung; rechts: REM-Aufnahmen der Grünteiloberfläche	116
Abbildung 5-30: Sz -Werte für die Oberflächen der Grünteile hergestellt aus gasverdünnten Pulvern	117
Abbildung 5-31: REM-Aufnahmen der Grünteiloberflächen für Grünteile aus gasverdünnten Pulver	118
Abbildung 5-32: Sz -Werte für Grünteile hergestellt aus wasserverdünnten Pulvern.....	119
Abbildung 5-33: REM-Aufnahme und Oberflächentopografie der Grünteile hergestellt aus wasserverdünnten Pulvern.....	120
Abbildung 5-34: Agglomerate im Pulverbett und in Luft nach Parab et al. [129]	121
Abbildung 5-35: Vergleich der Norm-Prüfgeometrie und Realgeometrie	123
Abbildung 5-36: Druckjobdesign für die Probekörper zur Bestimmung der Grünteilfestigkeit	124
Abbildung 5-37: Vergleich der Pulverbett- und Grünteildichte aus den ersten Baujobs (V1) und den dargestellten Versuchen zur Grünteilfestigkeit (V2).....	124
Abbildung 5-38: Ergebnisse der 4-Punkte-Biegeversuche für Maximalkraft und Biegespannung	125

Abbildung 5-39: Bruchflächenanalyse der Biegeproben (links: 100-fache Vergrößerung, rechts: 10.000-fach)	126
Abbildung 6-1: Sinterzyklus für 316L (Sinteratmosphäre: 100% H_2)	128
Abbildung 6-2: Grafische Darstellung der Sinterdichte verschiedener Pulver und Aerosilgehalte	129
Abbildung 6-3: Schliffbilder der Sinterwürfel hergestellt aus 32 μm -Pulver in verschiedenen Aerosilgehalten (links: Übersichtsaufnahme; rechts: 80-fache Vergrößerung)	130
Abbildung 6-4: Korrelationen der Sinterdichte mit Pulverbett- und Grünteildichte in verschiedenen Ausprägungen	131
Abbildung 6-5: Längenänderung der Probekörper	132
Abbildung 10-1: Schematische Darstellung der dynamischen Bildanalyse [106]	154
Abbildung 10-2: Messmittel Camsizer XT	155
Abbildung 10-3: Stampfvolumeter (a) und schematischer Messaufbau nach Norm (b) [43] ...	157
Abbildung 10-4: Apparatur zur Bestimmung der Schüttdichte von Schüttgütern.....	157
Abbildung 10-5: Schematische Darstellung des Schulze-Ringschertester [35]	158
Abbildung 10-6: Taumelmischer Turbula T10B	159
Abbildung 10-7: Binder-Jetting-Anlage ExOne Innovent+	160
Abbildung 10-8: Konfokal-Mikroskop Nanofocus μ -surf mobile	161
Abbildung 10-9: Prüfmaschine und schematischer Aufbau des 4-Punkt-Biegeversuchs [123].	162
Abbildung 10-10: Approximation der spezifischen Oberfläche anhand der Partikelgrößenperzentile (exponentieller Fit).....	163
Abbildung 10-11: Korrelationen zwischen Grünteildichte und Schüttdichte (gesamte Messreihe inkl. Aerosil)	165
Abbildung 10-12: Korrelationen zwischen Grünteildichte und Hausnerfaktor (gesamte Messreihe inkl. Aerosil).....	166
Abbildung 10-13: Artefaktgrößen für die Grünteiloberfläche verschiedener Pulver und Aerosilgehalte	166
Abbildung 10-14: Grafische Darstellung der Sa-Werte für die Oberflächenrauigkeit der Grünteile hergestellt aus gasverdünsten Pulvern.....	167
Abbildung 10-15: Grafische Darstellung der Sa-Werte für die Oberflächenrauigkeit der Grünteile hergestellt aus wasserverdünsten Pulvern.....	167

Tabellenverzeichnis

Tabelle 4-1: Übersicht der Versuchspulver	41
Tabelle 4-2: Chemische Zusammensetzung der Legierung 316L	41
Tabelle 4-3: Vergleich der Herstellerangaben für Perzentile mit Messwerten für die gasverdüsten Pulver.....	43
Tabelle 4-4: Vergleich der Herstellerangaben für Perzentile mit Messwerten für die wasserverdüste Pulver.....	45
Tabelle 4-5: Korrelationskoeffizienten R für die spezifische Oberfläche mit den entsprechenden Messwerten	52
Tabelle 4-6: Vergleich der Dispergierbarkeit der verwendeten Aerosile	58
Tabelle 4-7: Belegungsgrad verschiedener Aerosile auf der Partikeloberfläche	61
Tabelle 4-8: Ergebnisse für verschiedene Mischparameter aus den Untersuchungen mit R8200 (16 µm Pulver) [60].....	70
Tabelle 4-9: Absolute und relative Steigerung der Schüttdichte der gasverdüste Pulver mit Aerosil R8200 [60].....	72
Tabelle 4-10: Absolute und relative Steigerung der Klopfdichte bei Zugabe von Aerosil R8200 (gasverdüste Pulver) [60]	74
Tabelle 4-11: Absolute und relative Steigerung des Hausnerfaktor bei Zugabe von Aerosil R8200 (gasverdüsten Pulver) [60]	75
Tabelle 4-12: Absolute und relative Steigerung für wasserverdüste Pulver mit Aerosil R8200. 78	
Tabelle 4-13: Belegungsgrad der verschiedenen Metallpulver mit Aerosil bei höchster Fließfähigkeit	80
Tabelle 4-14: Überprüfung der Vorhersagekraft des Modells anhand der Messwerte und Gegenüberstellung zu den Versuchsergebnissen	84
Tabelle 5-1: konstante Parameter der Druckjobs inkl. Einstellung [60]	87
Tabelle 5-2: Absolute und relative Steigerung der Pulverbettdichte für verschiedene Pulver ..	92
Tabelle 5-3: Absolute und relative Steigerung der Grünteildichten für die verschiedenen Pulver	103
Tabelle 6-1: Ergebnisse der chemischen Analyse mittels EDX an den Schliffkörpern.....	134
Tabelle 10-1: Rechnerische Approximation des Aerosilgehaltes für Pulver im Bereich 100 µm - 2 µm (<i>D90</i>) in Abhängigkeit verschiedener Fit-Funktionen	164

Abkürzungs- und Formelverzeichnis

AM	Additive Manufacturing
LPBF	Laser Powder Bed Fusion
SLS	Selective Laser Sintering
FLG	Few-Layer-Graphene
SiC	Siliziumcarbid
MIT	Massachusetts Institute of Technology
Gew.-%	Gewichtsprozent
REM	Rasterelektronenmikroskop
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
BET	Bruner, Emmet, Teller-Methode
WAB	Willy A. Bachofen GmbH
F_H	Haftkraft
X_a	Abstand zwischen Partikel und Wand
D_{10}	Partikelgröße 10 % Perzentil
D_{50}	Partikelgröße 50 % Perzentil
D_{90}	Partikelgröße 90 % Perzentil
σ_v	vertikale Druckspannung
σ_h	horizontale Spannung
λ	Horizontallastverhältnis
τ_0	Schubspannungsnormale
α	Drehwinkel Ebene
σ_α	Spannung bei Drehwinkel α
τ_α	Schubspannung bei Drehwinkel α
σ_1	Verfestigungsspannung
σ_c	Druckfestigkeit
σ_2	Horizontallast
SiO_2	Siliziumdioxid (Kieselsäure)
$SiCl_4$	Siliziumtetrachlorid
H_2	Wasserstoff
O_2	Sauerstoff
HCL	Chlorwasserstoff
d_a	Durchmesser Primärpartikel Additiv
$h_{partikel}$	$\frac{1}{2}$ Abstand zwischen 2 Primärpartikeln

R	Radius Trägerpartikel
r	Radius Primärpartikel Additiv
x_1	Abstand zwischen 2 Schüttgutpartikeln
T_s	Sintertemperatur
T_m	Schmelztemperatur
γ_{KG}	Korngrenzenergie
γ_{SV}	Oberflächenenergie Gasphase
ϕ	Dihedral-Winkel
S	Bindersättigung
P_c	Kapillarkraft
V	Tropfenvolumen Binder
PR	Packungsdichte Pulver
X	Tropfenabstand X-Richtung
Y	Tropfenabstand Y-Richtung
Z	Schichtdicke
ρ_{Klopf}	Klopfichte
$\rho_{Schütt}$	Schüttdichte
V_B	Bechervolumen
m_p	Masse Pulver
FR_H	Fließrate nach Hall
HF	Hausnerfaktor
S_a	arithmetische Durchschnittshöhe
S_z	maximale Profilhöhe
F	Prüfkraft
d_R	Abstand Rollenlager
b	Breite Prüfkörper Grünteilfestigkeit
h	Höhe Prüfkörper Grünteilfestigkeit
R^2	Bestimmtheitsmaß