Entwicklung hochfester AlMgSi-Legierungen für die laseradditive Fertigung unter Berücksichtigung der thermischen Prozessführung zur in-situ Ausscheidungshärtung

Vom Fachbereich Produktionstechnik der

UNIVERSITÄT BREMEN

zur Erlangung des Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

genehmigte

Dissertation

von

Daniel Knoop, M.Sc.

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Hans-Werner Zoch, Universität Bremen

Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler, Universität Rostock

Tag der mündlichen Prüfung: 21. November 2023

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit in der Abteilung Leichtbauwerkstoffe im Programmbereich Werkstofftechnik am Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien – IWT in Bremen. Teile dieser Arbeit basieren auf Ergebnissen des vom Bundesministerium für Bildung und Forschung im Rahmen des Förderprogramms "Additive Fertigung – Individualisierte Produkte, komplexe Massenprodukte, innovative Materialien (ProMat_3D)" geförderten Forschungsvorhabens "CustoMat 3D – Maßgeschneiderte LAM-Aluminiumwerkstoffe für hochfunktionale, variantenreiche Strukturbauteile in der Automobilindustrie".

Zunächst möchte ich mich bei allen bedanken, die mich während des Promotionsverfahrens und der Anfertigung dieser Dissertation unterstützt haben.

Ein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr.-Ing. Hans-Werner Zoch für die Unterstützung bei meiner Promotion mit praktischen Ratschlägen, dem Ermöglichen umfangreicher Untersuchungen und der Begeisterung für das Thema additive Fertigung.

Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler danke ich für die Übernahme des Koreferats und seine wertvollen Hinweise zur Methodik der dynamischen Differenzkalorimetrie.

Ich danke Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Matthias Busse für die Übernahme des Vorsitzes des Prüfungsausschusses, sowie Herrn PD Dr.-Ing. habil. Daniel Meyer, Frau Michaela Sommer und Herrn Thiemo Benthien für ihre Mitarbeit in diesem Gremium.

Des Weiteren möchte ich mich bei meiner Abteilungsleiterin Frau Dr.-Ing. Anastasiya Tönjes und meinem früheren Abteilungsleiter Herrn Prof. Dr.-Ing. Axel von Hehl für ihre Hilfsbereitschaft, die fruchtbaren Diskussionen, die konstruktive Kritik und ihre stets wertvollen Anregungen bedanken.

Meinen ehemaligen und aktuellen Bürokolleginnen und -kollegen Lena Heemann, Dr.-Ing. Christian Werner und Lisa Husemann danke ich für ihre vielfältige und sehr hilfreiche Unterstützung in den verschiedenen Stadien der Promotion. Ebenso danke ich meinem Kollegen Marcel Hesselmann für die ausdauernden Diskussionen und das Korrekturlesen. Für die Durchführung der transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen danke ich Dr. rer. nat. Thorsten Mehrtens vom Institut für Festkörperphysik der Universität Bremen und Dr.-Ing. Julian Müller vom Lehrstuhl für Mikro- und Nanoanalytik der Universität Siegen.

Ein weiterer Dank gilt den Projektpartnern des Forschungsvorhabens CustoMat3D, insbesondere den Kollegen Farhad Mostaghimi und Dr.-Ing. Volker Uhlenwinkel, mit denen gemeinsam das Thema der additiven Fertigung von Aluminiumlegierungen im Automobilbau vorangetrieben werden konnte.

Ein großer Dank geht auch an die vielen Kolleginnen und Kollegen des IWT für die technische Unterstützung und die vielen hilfreichen Ratschläge. Dies gilt vor allem für die Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter der metallografischen Analytik, der Werkstatt, der Härterei sowie der Abteilung Metallische Werkstoffe der Amtlichen Materialprüfungsanstalt der Freien Hansestadt Bremen (MPA). Insbesondere danke ich Ingo Bunjes, Carolin Cyron, Martin Engel, Christian Fried, Andreas Grohnert, Daniel Hallmann, Dr.-Ing. Kerstin Hantzsche, Kirsten Herwig, Marein Köhlenbeck-Duda, Volker Lieck, Christian Mahnke, Petra Meier, Jörg Reichert, Martina Rickers, Karl Siebels und Fin Walter.

Ein weiterer Dank geht an meine Familie. An meine Eltern, die mich auf dem ganzen Weg bis zum heutigen Tag immer begleitet und gefördert haben sowie an meine Frau für den bedingungslosen Rückhalt und die Unterstützung, die es mir ermöglicht hat, diese Arbeit zu vollenden. Meiner Tochter danke ich für die Motivation, die dazu beigetragen hat, die Dissertation fertigzustellen.

Bremen, im Dezember 2023

Daniel Knoop

Kurzzusammenfassung

Zur laseradditiven Fertigung von komplexen Aluminiumbauteilen werden bisher größtenteils Werkstoffe verwendet, die für die Verarbeitung mittels anderer Fertigungsverfahren entwickelt wurden und die werkstofftechnischen Potenziale des PBF-LB/M-Prozesses nicht ausschöpfen. In der vorliegenden Arbeit wurde eine neuartige, innovative, prozessoptimierte Aluminiumlegierung für die laseradditive Fertigung im Pulverbett entwickelt und die Prozessführung zur Einstellung eines weiten Eigenschaftsspektrums untersucht.

Es wurden verschiedene Al-Mg-Si-Legierungen mit einem Mg₂Si-Gehalt oberhalb der maximalen Löslichkeit im α-Mischkristall und variierendem Magnesium- und Siliziumgehalt ausgewählt, in Pulverform hergestellt und mittels selektivem Laserstrahlschmelzen verarbeitet. In Folge der prozessinhärenten Schnellabschreckung aus der Schmelze bis auf die Bauteiltemperatur während des Prozesses wird eine Übersättigung des Mischkristalls eingestellt, der eine Ausscheidungshärtung ohne erneutes Lösungsglühen und Abschrecken erlaubt. Das Verhalten und die Eigenschaften dieser Legierungen werden maßgeblich durch den Ausscheidungszustand bestimmt. Es konnte gezeigt werden, dass die Eigenschaften einerseits durch eine dem additiven Fertigungsprozess nachgeschaltete Warmauslagerung eingestellt werden, andererseits durch die im PBF-LB/M-Prozess vorliegenden thermischen Bedingungen, wie beispielsweise die eingebrachte Energie und die Grundplattformtemperatur, verändert werden. Es wurden die werkstofftechnischen Zusammenhänge zwischen der thermischen Prozessführung, dem legierungsspezifischen Auslagerungsverhalten, dem sich bildenden Makrogefüge und dem resultierenden mechanischen Eigenschaftsprofil untersucht.

Die entwickelte Legierung AlSi3,5Mg2,5 bietet, in Abhängigkeit des Wärmebehandlungszustands, eine Zugfestigkeit von über 500 MPa, beziehungsweise eine Bruchdehnung von bis zu 26,7 %, und erlaubt die Einstellung des benötigten Eigenschaftsprofils in einem größeren Spektrum. Damit übertrifft sie die Kennwerte der Referenzlegierung AlSi10Mg, die typischerweise eine maximale Festigkeit von 420 MPa aufweist.

| Inhalte | verz | eich | nnie |
|---------|--------|------|------|
| Imans | V UI Z | cici | 1113 |

| Kurzzus | sammenfassung | Ι |
|----------|--|-----|
| Inhaltsv | rezeichnis | III |
| Abkürzı | ungsverzeichnis | VII |
| 1 | Einleitung | 1 |
| 2 | Kenntnisstand und Grundlagen | 3 |
| 2.1 | Additive Fertigung | 3 |
| 2.1 | .1 Laseradditive Fertigung im Pulverbett | 3 |
| 2.1 | .2 Prozessparameter des selektiven Laserstrahlschmelzens | 5 |
| 2.1 | .3 Zeit-Temperaturverlauf beim selektiven Laserstrahlschmelzen | 11 |
| 2.2 | Aluminiumlegierungen | 13 |
| 2.2 | 2.1 Das Legierungssystem Al-Mg-Si und dessen Wärmebehandlung | 15 |
| 2.2 | 2.2 Legierungs- und Begleitelemente des Legierungssystems Al-Mg-Si | 21 |
| 2.3 | Aluminiumlegierungen für das selektive Laserstrahlschmelzen | 24 |
| 2.4 | Kristallisation und Erstarrung von Metallen | 30 |
| 2.5 | Erstarrungsrisse und Kenngrößen der Rissempfindlichkeit | 34 |
| 3 | Problemstellung, Zielsetzung und Vorgehensweise | 41 |
| 4 | Versuchstechnik und Methodik | 43 |
| 4.1 | Definition der Legierungsvarianten und theoretische Betrachtung | 43 |
| 4.2 | Pulvererzeugung und Pulvercharakterisierung | 46 |
| 4.2 | 2.1 Chemische Analyse der Pulver | 47 |

| 4.2.2 Partikelgrößenverteilung | 47 |
|--|----|
| 4.2.3 Partikelform | 47 |
| 4.3 Laseradditive Fertigung im Pulverbett | 48 |
| 4.3.1 Anlagentechnik zur additiven Fertigung | 48 |
| 4.3.2 Ermittlung der Prozessparameter für das selektive Laserstrahlschmelzen | 50 |
| 4.3.3 Probenfertigung | 52 |
| 4.3.4 In-situ Temperaturmessung | 55 |
| 4.4 In-situ Wärmebehandlung | 56 |
| 4.5 Konsekutive Wärmebehandlung | 58 |
| 4.5.1 Festigkeitssteigernde Wärmebehandlung | 60 |
| 4.5.2 Duktilitätssteigernde Wärmebehandlung | 61 |
| 4.6 Metallografische Charakterisierung | 62 |
| 4.6.1 Lichtmikroskopie und Ätzmethoden | 63 |
| 4.6.2 Rasterelektronenmikroskopie und Elektronenrückstreubeugung | 64 |
| 4.6.3 Transmissionselektronenmikroskopie | 65 |
| 4.6.4 Dynamische Differenzkalorimetrie | 65 |
| 4.6.5 Optische Emissionsspektrometrie | 67 |
| 4.7 Mechanische Charakterisierung | 68 |
| 4.7.1 Quasistatischer Zugversuch | 68 |
| 4.7.2 Härteprüfung | 68 |
| 5 Ergebnisse und Diskussion | 69 |

| 5.1 Pulverch | harakterisierung | 69 |
|------------------------|---|-----|
| 5.1.1 Chemi | ische Analyse der verwendeten Pulver | 69 |
| 5.1.2 Partike | elgrößenverteilung | 70 |
| 5.1.3 Partike | elform | 72 |
| 5.2 Paramet | erfindung und Prozesseignung für den PBF-LB/M-Prozess | 75 |
| 5.2.1 Ermitt | lung geeigneter PBF-LB/M-Prozessparameter | 75 |
| 5.2.2 Beurte | eilung der Prozesseignung der Legierungsvarianten | 85 |
| 5.3 Charakte | erisierung der Versuchslegierungen im as-built-Zustand | 89 |
| 5.3.1 Therm | nische Bedingungen während des PBF-LB/M-Prozesses | 90 |
| 5.3.2 Gefüg | e der Versuchslegierungen im as-built-Zustand | 102 |
| 5.3.3 Chemi | ische Zusammensetzung nach Abschluss des PBF-LB/M-Prozesses | 125 |
| 5.3.4 Zugpr | üfung im as-built-Zustand | 127 |
| 5.3.5 Aussel | heidungszustand nach dem PBF-LB/M-Prozess | 135 |
| 5.4 Thermis Aussche | sche Prozessführung des PBF-LB/M-Prozesses zur in-situ eidungsbildung | 141 |
| 5.4.1 Einflu | ss der Grundplattentemperatur auf das Gefüge im as-built-Zustand | 142 |
| 5.4.2 Einflu und de | ss der Grundplattentemperatur auf die mechanischen Eigenschaften en Ausscheidungszustand | 155 |
| 5.4.3 Einflu | ss der Grundplattentemperatur auf den Bauteilverzug | 164 |
| 5.4.4 Einflu | ss der Stützstrukturdichte auf den Ausscheidungszustand | 165 |
| 5.5 Wärmeb | behandlung im Anschluss an den PBF-LB/M-Prozess | 168 |
| 5.5.1 Festig | keitssteigernde Wärmebehandlung | 168 |

| | 5.5.2 Duktilitätssteigernde Wärmebehandlung | 183 |
|---|---|-----|
| 6 | Zusammenfassung und Ausblick | 189 |
| 7 | Literaturverzeichnis | 195 |
| 8 | Anhang | 215 |

Abkürzungsverzeichnis

Formelzeichen

| Kurzzeichen | Beschreibung | Einheit |
|-----------------------------------|--|----------------------|
| A | Bruchdehnung | [%] |
| α | Absorptionsgrad | [%] |
| α' | Diffusionsterm | - |
| β'', β', U1, U2, B', β, Si(A4) | Ausscheidungsphasen der Mg2Si- Ausscheidungssequenz | - |
| d | Teilchendurchmesser | [µm] |
| d_{C} | Konturabstand | [mm] |
| dkrit | Kritischer Teilchendurchmesser bei der Ausscheidungshärtung | [µm] |
| DL | Fokusdurchmesser des Laserstrahls | [mm] |
| ds | Pulverschichtstärke beim selektiven Laserstrahlschmelzen | [mm] |
| E | Elastizitätsmodul, E-Modul | [GPa] |
| El | Linienenergie | [J/mm] |
| Ev | Volumenenergiedichte | [J/mm ³] |
| fs(T) | Temperaturabhängiger Festphasenanteil | - |
| G | Temperaturgradient bei der Erstarrung | [K/mm] |
| ΔG_{K} | Keimbildungsarbeit | [J/mol] |
| hs | Spurabstand | [mm] |
| k | Verteilungskoeffizient | - |
| λ | Wellenlänge der Laserstrahlung | [µm] |
| PL | Laserleistung | [W] |
| Q3(x) | Verteilungssummenfunktion | - |
| q3(x) | Verteilungsdichtefunktion | [µm ⁻¹] |

| Kurzzeichen | Beschreibung | Einheit |
|----------------------|--|---------|
| Q condpow. | Konduktiver Wärmestrom im Festkörper | [W] |
| $\dot{Q}_{condbulk}$ | Konduktiver Wärmestrom in der Pulverschüttung | [W] |
| $\dot{Q}_{conv.}$ | Konvektiver Wärmestrom | [W] |
| Qrad. | Wärmestrahlung der Schmelze | [W] |
| σ | Geometrische Standardabweichung der Partikelgrößenverteilung | - |
| R _m | Zugfestigkeit | [MPa] |
| R _{p0,2} | 0,2%-Dehngrenze | [MPa] |
| Ť | Abkühlgeschwindigkeit | [K/s] |
| $\Delta \tau$ | Verfestigung, Zunahme der Schubspannung | [MPa] |
| Т | Temperatur | [K] |
| T_{BP} | Temperatur der Bauplatte im PBF-LB/M-Prozess | [°C] |
| $t(c_{Lx1}-c_{Lx2})$ | Zeitdifferenz zwischen zwei definierten Flüssigphasenanteilen x_1 und x_2 im CSC-Modell | [s] |
| T_{Liq} | Liquidustemperatur | [K] |
| t _R | Zeitdauer der Spannungsrelaxation im CSC-Modell | [s] |
| Tsol | Solidustemperatur | [K] |
| tv | Zeitdauer der Warmrissgefahr im CSC-Modell | [s] |
| Тwв | Wärmebehandlungstemperatur | [°C] |
| V | Erstarrungsgeschwindigkeit | [mm/s] |
| VS | Scangeschwindigkeit beim selektiven Laserstrahlschmelzen | [mm/s] |
| Abkürzungen | | |
| AM | Additive Fertigung (engl. additive manufacturing) | - |
| APT | Atomsondentomografie (engl. atom probe tomography) | - |
| CAD | Computer-aided design | - |

| Kurzzeichen | Beschreibung | Einheit |
|----------------|---|---------|
| CALPHAD | Calculation of phase diagrams | - |
| CSC | Rissempfindlichkeitskoeffizient (engl. cracking susceptibility coefficient) | - |
| CET | Columnar to equiaxed transition | - |
| DSC | Dynamische Differenzkalorimetrie (engl. differential scanning calorimetry) | - |
| EBSD | Elektronenrückstreubeugung (engl. electron backscatter diffraction) | - |
| EDX | Energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl. energy dispersive X-ray spectroscopy) | - |
| EN AC | Europäische Norm Aluminium Gusslegierung (engl. aluminum cast alloy) | - |
| EN AW | Europäische Norm Aluminium Knetlegierung (engl. aluminum wrought alloy) | - |
| F | Fertigungszustand, Bezeichnung von Zuständen von Aluminiumlegierungen | - |
| FIB | Fokussierter Ionenstrahl (engl. focused ion beam) | - |
| GP-Zone | Guinier-Preston-Zone | - |
| HAADF-Detektor | Ringförmiger Dunkelfelddetektor bei der Transmissionselektronenmikroskopie (engl. high- angle annular dark-field) | |
| PBF-EB/M | Elektronenstrahlschmelzen, pulverbettbasiertes Schmelzen von Metall mittels Elektronenstrahl (engl. powder bed fusion of metals using a electron beam) | - |
| PBF-LB/M | Pulverbettbasiertes Schmelzens von Metall mittels Laserstrahl, selektives Laserstrahlschmelzen (engl. powder bed fusion of metal with laser beam) | - |
| PID-Regler | Proportional-integral-derivative Controller | - |
| RDG-Kriterium | Kriterium zur Beurteilung der Rissempfindlichkeit nach Rappaz-Drezet-Gremaud | - |

| Kurzzeichen | Beschreibung | Einheit |
|-------------|---|---------|
| REM/SEM | Rasterelektonenmikroskop (engl. scanning electron microscopy) | - |
| REM | Rasterelektronenmikroskopie (SEM, engl. scanning electron microscopy) | - |
| RFA | Röntgenfluoreszenzanalyse | - |
| SE-Aufnahme | Rasterelektronenmikroskopische Sekundärelektronenaufnahme | - |
| STEM | Rastertransmissionselektronenmikroskopie (engl. scanning transmission electron microscopy) | - |
| TEM | Transmissionselektronenmikroskopie | - |
| TFR | Thermal Freezing Range | - |
| T6 | Wärmebehandlungszustand der maximalen Festigkeit nach Warmauslagerung, Bezeichnung von Zuständen von Aluminiumlegierungen | - |
| ÜMK | Übersättigter Mischkristall | - |
| VAW | Vereinigte Aluminium-Werke AG | - |
| WB | Wärmebehandlung | - |
| WEZ | Wärmeeinflusszone | - |
| WDX | Wellenlängendispersive Röntgenspektroskopie (engl. wavelength-dispersive X-ray spectroscopy) | - |

1 Einleitung

Der Leichtbau kann als eine der Schlüsseltechnologien im Mobilitätswesen zur Steigerung der Energieeffizienz und Schonung der natürlichen Ressourcen angesehen werden und trägt dazu bei, die Ziele des Pariser Klimaschutzabkommens [UN15] und des grünen Deals der europäischen Kommission [EU19] zu erfüllen. Er besitzt mit seiner Wirkung über den gesamten Produktlebenszyklus sowohl für ökologische, wie auch für ökonomische Fragestellungen, eine hohe Relevanz in der Forschung und industriellen Anwendung. Ein großes Potenzial zur Verbesserung des Leichtbaugrades, insbesondere in der Luft- und Raumfahrtbranche, wie auch im Automobilbau, ergibt sich über die Verarbeitung von Leichtmetallen, wie dem Aluminium, mittels additiver Fertigungsverfahren, die gänzlich neue konstruktive Leichtbaulösungen ermöglichen.

Dies zeigt sich auch durch das starke und zunehmende Wachstum der Branche der additiven Fertigung (AM, engl. Additive Manufacturing) im vergangenen Jahrzehnt. In den Jahren 2010 bis 2019 lag das jährliche Wachstum, gemessen am Umsatz, bei durchschnittlich 27,4 %, brach 2020 aufgrund der Covid-19 Pandemie auf 7,5% ein und lag 2021 bereits wieder bei 19,5 % [Wohl22].

Gewichtsreduktion metallischer Eine konsequente Bauteile die, durch additive Fertigungsverfahren wie beispielsweise das selektive Laserstrahlschmelzen (PBF-LB/M, eng. powder bed fusion of metals using a laser beam) ermöglicht wird, erfordert neben der konstruktiven Neugestaltung von Endprodukten und Baugruppen auch den Einsatz von, auf den Fertigungsprozess abgestimmten, Werkstoffen. Bisher werden für das PBF-LB/M-Verfahren größtenteils Werkstoffe verwendet, die für die Verarbeitung mittels anderer Fertigungsverfahren entwickelt und angepasst wurden. Werkstofftechnische Potenziale des PBF-LB/M-Prozesses, wie die Schnellerstarrung von der Schmelze zum endkonturnahen Bauteil, werden deshalb nicht genutzt. Die am häufigsten genutzte Aluminiumlegierung ist die Gusslegierung AlSi10Mg, die in dieser Arbeit als Referenzlegierung verwendet wird.

Ein Ziel der Arbeit ist die Entwicklung einer neuartigen Al-Mg-Si-Legierung, welche speziell auf die Charakteristika des PBF-LB/M-Prozesses abgestimmt wird. Somit soll, im Vergleich zur Referenzlegierung, eine gesteigerte Duktilität bei vergleichbarer Festigkeit erreicht werden. Auf den Einsatz von kostenintensiven Legierungselementen wird verzichtet. Angestrebt wird darüber hinaus eine gute Einstellbarkeit der mechanischen Eigenschaften über Wärmebehandlungsprozesse, um den Einsatz der Legierung für einen möglichst breites Anwendungsspektrum zu ermöglichen. Zur Erhöhung der Duktilität wird der Siliziumgehalt auf das für einen rissfreien Probenaufbau notwendige Minimum reduziert. Der erwartete, damit einhergehende Festigkeitsverlust soll über eine Mg₂Si-Ausscheidungshärtung, die über eine Erhöhung des Magnesiumgehalts ermöglicht wird, kompensiert werden. Zeitgleich erlaubt dies die Einstellung des Eigenschaftsprofils. Zur Erreichung dieser Ziele werden Al-Mg-Si-Legierungen mit einem Mg₂Si-Gehahlt oberhalb der maximalen Löslichkeit im α-Mischkristall für den PBF-LB/M-Prozess untersucht. Hierfür werden verschiedene Legierungen mit variierendem Magnesium- und Siliziumgehalt ausgewählt, in Pulverform hergestellt und mittels selektivem Laserstrahlschmelzen verarbeitet. In Folge der prozessinhärenten Schnellabschreckung aus der Schmelze bis auf die Bauteiltemperatur während des Prozesses wird eine Übersättigung des Mischkristalls angestrebt, die eine Ausscheidungshärtung ohne erneutes Lösungsglühen und Abschrecken erlaubt.

Das Verhalten und die Eigenschaften dieser Legierungen werden maßgeblich durch den Ausscheidungszustand bestimmt. Dieser kann einerseits durch eine dem additiven Fertigungsprozess nachgeschaltete Warmauslagerung eingestellt werden, wird aber andererseits auch durch die im PBF-LB/M-Prozess vorliegenden thermischen Bedingungen, wie beispielsweise die eingebrachte Energie und die Grundplattformtemperatur, verändert. Zur gezielten Einstellung einer finalen Eigenschaftskombination des Werkstoffs, wie beispielsweise bestimmten Duktilitäts- und Festigkeitswerten, ist es notwendig, die werkstofftechnischen Zusammenhänge zwischen der thermischen Prozessführung, dem legierungsspezifischen Auslagerungsverhalten, dem sich bildenden Makrogefüge und dem resultierenden mechanischen Eigenschaftsprofil zu kennen. Die relevanten Wechselwirkungen werden experimentell untersucht und die neuartigen PBF-LB/M-Legierungen umfangreich charakterisiert. Abschließend wird evaluiert, ob eine Einstellung des Ausscheidungszustandes durch Steuerung der Bauteiltemperatur im PBF-LB/M-Prozess möglich ist und die entwickelte Legierung die zuvor genannten Anforderungen erfüllt.

2 Kenntnisstand und Grundlagen

2.1 Additive Fertigung

Die additive Fertigung ist der allgemeine Begriff für Fertigungsverfahren, mit denen durch die sukzessive Zugabe von Material Bauteile erzeugt werden. Eine Klassifizierung der verschiedenen Fertigungsverfahren ist, beispielsweise über die Art des Werkstoffes, die Verbindungsart, den Zustand des Ausgangsmaterials und die Art des Materialauftrags möglich. Es ist sowohl die Verarbeitung von Metallen, Kunststoffen, Keramiken, als auch von Verbundwerkstoffen möglich. Die Ausgangsmaterialien hierfür können in verschiedenen Formen vorliegen, am häufigsten verwendet werden Pulver, Drähte und Flüssigkeiten. Einen ausführlichen Überblick bietet die Norm DIN EN ISO/ASTM 52900.

Die bereits vielfach genutzten Vorteile des Verfahrens sind die große geometrische Freiheit, die Möglichkeit der Fertigung anderweitig nicht herstellbarer Geometrien, eine hohe Wirtschaftlichkeit bei kleinen Losgrößen und die hohe Individualisierbarkeit der Bauteile, da keine bauteilspezifischen Werkzeuge benötigt werden [Gebh16]. Ein weiterer, bisher wenig genutzter Vorteil, ist die Möglichkeit der Anwendung neuer Werkstoffkonzepte. Aktuell wird der großflächige Einsatz dieses Fertigungsverfahrens durch geringe Aufbauraten von wenigen cm³/h und eine eingeschränkte Auswahl an verfügbaren Werkstoffen, bei zeitgleich hohen Materialkosten, begrenzt.

2.1.1 Laseradditive Fertigung im Pulverbett

Das pulverbettbasierte Schmelzen mittels Laserstrahl (PBF-LB), ermöglicht die schichtweise Fertigung von endkonturnahen Bauteilen aus pulverförmigen Ausgangsmaterialien mit Hilfe von Laserstrahlung. Am häufigsten wird dieses Verfahren für metallische Werkstoffe verwendet, auf die sich im Weiteren alle Aussagen beziehen. Industriell etabliert ist dieses Verfahren bereits für die Verarbeitung von Stählen, Aluminium-, Titan-, Nickel- und Kobalt-Chrom-Legierungen. Es ist jedoch auch die Fertigung von Bauteilen aus weiteren Werkstoffen, wie beispielsweise Kupferlegierungen und Hartmetallen, möglich. Zu Gunsten einer besseren Lesbarkeit wird in dieser Arbeit jedoch der, ebenfalls weitverbreitete, Begriff des selektiven Laserstrahlschmelzens anstelle der Bezeichnung pulverbettbasiertes Schmelzen von Metall mittels Laserstrahl verwendet. Abkürzt wird dies gemäß DIN EN ISO/ASTM 52900 mit PBF-LB/M.

Das Pulver wird in dünnen Schichten von üblicherweise 20-100 µm Stärke auf eine Bauplatte abgelegt und anschließend selektiv mittels Laserstrahlung aufgeschmolzen. Die Generierung der Bauteile erfolgt aus einem CAD-Modell, das vor Beginn des eigentlichen Fertigungsprozesses in Schichten aufgeteilt wird (Slicen). Anschließend erfolgen die Zuweisung der Prozessparameter, Aufteilung in Belichtungsvektoren (siehe Bild 2-3) und Umwandlung in ein vom 3D-Drucker lesbares Dateiformat. Der Laserstrahl wird in der Ebene durch Spiegel ausgelenkt und folgt den berechneten Scanvektoren. Das erzeugte Bauteil ist nach Abschluss des Fertigungsprozesses stoffschlüssig mit der Bauplatte verbunden und muss abgetrennt werden. Oftmals erfolgt die Verbindung durch die Verwendung von Stützstrukturen.

Der Prozess des selektiven Laserstrahlschmelzens besteht aus den Prozessschritten des Pulverauftrags, der selektiven Belichtung durch die Laserquelle, sowie dem Absenken der Bauplatte um die definierte Schichtdicke ds (Bild 2-1). Anschließend beginnt ein neuer Zyklus und es wird erneut eine Pulverschicht aufgetragen [Gebh16]. Dieser dreistufige Zyklus wiederholt sich solange, bis alle Bauteile vollständig erzeugt wurden. Ein solcher, in sich abgeschlossener Prozessdurchlauf, wird als Baujob bezeichnet. Während des zweiten Prozessschritts wird die eingebrachte Laserenergie zum Großteil von den Pulverpartikeln des Pulverbetts absorbiert und das Pulver und ein Teil der darunter liegenden Schichten werden lokal aufgeschmolzen. Damit ergibt sich die Aufbaurichtung eines Bauteils entlang der z-Achse.



Bild 2-1 Prozessablauf beim selektiven Laserstrahlschmelzen

2.1.2 Prozessparameter des selektiven Laserstrahlschmelzens

Durch die parallele Erzeugung des Werkstoffs und der Geometrie während des Laserstrahlschmelzens ergeben sich für diesen Prozess viele Prozessparameter und Einflussgrößen (Bild 2-2), von denen im Folgenden einige genauer betrachtet werden.



Bild 2-2 Ishikawa-Diagramm des PBF-LB/M-Prozesses nach [Rehm10]

Hinsichtlich werkstofftechnischer Fragestellungen sind insbesondere die Prozessparameter und die aus dem Werkstoff resultierenden Einflussgrößen von Bedeutung. Der Prozess des selektiven Laserstrahlschmelzens zeichnet sich durch Abkühlgeschwindigkeiten der Schmelze von bis zu 10⁷ K/s aus [Bert17a]. Diese resultieren aus der Erstarrung des kleinen Schmelzbads, mit einem Volumen von etwa 0,005 bis 0,01 mm³, innerhalb weniger Millisekunden.

Die wichtigsten Prozessparameter sind die Laserleistung, die Scangeschwindigkeit, die Schichtstärke einer Pulverlage, der Spurabstand und die Vorwärmtemperatur der Grundplatte. Im Unterschied zur Bauplatte ist die Grundplatte Teil der PBF-LB/M-Anlage und dient der Aufnahme der Bauplatte.

Der Spurabstand entspricht dem Abstand zwischen zwei benachbarten Scanvektoren und bestimmt damit die Überlappbreite der Schmelzspuren. Die Laserleistung liegt üblicherweise im Bereich von 0,1 – 1 kW [Gebh16]. Zum Vergleich verschiedener Prozesse werden oftmals volumen- beziehungsweise geometriebezogene Hilfsgrößen verwendet, die sich aus diesen Prozessparametern berechnen. Üblich ist die Angabe der Volumenenergiedichte

$$E_{v} = \frac{P_{L}}{h_{S} * d_{S} * v_{S}}$$
 Formel 2.1-1 [Over03]

und der Linienenergie

$$E_{L} = \frac{P_{L}}{v_{S}} \qquad Formel \ 2.1-2 \ [Gu09]$$

mit der Laserleistung P_L , dem Spurabstand h_S , der Schichtstärke d_S und der Scangeschwindigkeit v_S . Diese Kenngrößen ermöglichen eine einfache Einschätzung der verwendeten Energie, jedoch ist die darüber hinausgehende Aussagekraft aufgrund der geringen Anzahl an berücksichtigten Prozessparametern begrenzt [Abou19, Bert17b, Pras17].

Weitere wichtige Prozessparameter mit direktem Einfluss auf die Porosität der erzeugten Bauteile sind der Fokusdurchmesser des Laserstrahls D_L und die verwendete Belichtungsstrategie. Der Durchmesser des Laserstrahls im Arbeitsbereich liegt üblicherweise zwischen 30 µm und 500 µm. Der Laserstrahl bewegt sich mit einer Geschwindigkeit von bis zu 3 m/s über das Pulverbett. Einen indirekten Einfluss gibt es des Weiteren über die verwendete Stützstruktur, die bei auskragenden Geometrien zur Anbindung der Bauteile an die Bauplatte verwendet wird und entscheidend für die Wärmeleitung vom Bauteil in die Grundplatte ist.

Bei vielen verfügbaren PBF-LB/M-Anlagen ist eine Änderung des Laserstrahldurchmessers durch Verschiebung des Abstands der Arbeitsebene über optische Elemente möglich. Neben dem Durchmesser des Strahls ändert sich dabei auch die Intensitätsverteilung der Strahlenergie über den Querschnitt. In der Fokusebene weisen die verwendeten Laser üblicherweise eine Gaußverteilung mit einem Maximum in der Strahlmitte auf.

Die Belichtungsstrategie beschreibt die Orientierung der einzelnen Belichtungspfade, auch Scanvektoren genannt. Die Belichtungsstrategien können in nicht alternierende und alternierende Strategien aufgeteilt werden. Bild 2-3 zeigt eine Auswahl grundlegender Vorgehensweisen. Bei nicht alternierenden Belichtungsstrategien wird jede Schicht des Bauprozesses identisch belichtet. Hierbei kann entweder nur in positive/negative Richtung einer Achse oder auch abwechselnd in positive und negative Richtung (Scanrichtung y+/y-) belichtet werden. Die Achsen können dabei frei in der xy-Ebene rotiert werden. Bei alternierenden Strategien wirden aufeinanderfolgende Schichten nicht gleich belichtet, sondern jeweils um einen beliebigen Winkel zueinander rotiert. Das Belichtungsmuster wiederholt sich somit nicht in jeder Schicht. Durch dieses Vorgehen löschen sich bei der Erstarrung entstehenden Eigenspannungen nach dem Prinzip der Superposition gegenseitig aus [Over03] und das Verzugspotenzial des Bauteils wird vermindert. Weitere mögliche Strategien sind die Verwendung eines Schachbrettmusters [Abou19] oder eine geometrieangepasste Strategien auf Grundlage einer simulationsbasierten thermischen Analyse der Bauteile [Illi20].



Bild 2-3 Grundlegende Belichtungsstrategien beim selektiven Laserstrahlschmelzen

Der pulverförmige Ausgangswerkstoff beeinflusst den Prozess neben seiner chemischen Zusammensetzung allem voran über die Partikelgrößenverteilung und die Partikelform, da für eine erfolgreiche Verarbeitung ein gleichmäßiger Pulverauftrag auf die Bauplatte unabdingbar ist. Die Partikelgrößenverteilung und die Partikelform beeinflussen maßgeblich die dafür relevanten Rakel- und Fließeigenschaften. Diese verschlechtern sich beispielsweise durch anhaftende Partikel aus dem Zerstäubungsprozess (Satelliten) oder einen zu hohen Anteil von kleinen Partikeln im Pulver [Seyd18], was zu Bauteilen mit einer geringeren Dichte führt. Die Verwendung von nicht ausreichend sphärischen Partikeln, kann neben der Störung des Pulverauftrags auch zu Instabilitäten im Schmelzbad und damit zu unzureichend dichten Bauteilen führen [Olak13].

Der gesamte Aufbauprozess findet in einer Schutzgasatmosphäre mit einem Überdruck von 10 - 50 mbar statt, die mit Strömungsgeschwindigkeiten von mehreren Metern pro Sekunde das Pulverbett geleitet wird und somit die auftretenden partikelförmigen über Schmauchrückstände, Schmelzspritzer und Metallkondensate wegträgt [Bida18]. Diese werden anschließend in einem Filter abgeschieden. Das Schutzgas, üblicherweise Argon oder Stickstoff, wird dabei im Kreis geführt. Der Prozessdruck und der Restsauerstoffgehalt der Schutzgasatmosphäre werden kontinuierlich überwacht. Bild 2-4 zeigt schematisch den Wechselwirkungsbereich der Laserstrahlung mit dem Pulverbett im Querschnitt. Im dargestellten Fall bewegt sich der Laserstrahl von links nach rechts. Die über Laserstrahlung eingebrachte Energie wird durch Mehrfachreflexionen zu großen Teilen von den Pulverpartikeln absorbiert und führt zum Aufschmelzen der Pulverschicht und Wiederaufschmelzen von Teilen der darunterliegenden Schichten. Das entstehende Schmelzbad läuft dem Strahl nach und bildet eine charakteristische Form aus. Unterhalb des Strahls, im Bereich der höchsten Strahlungsintensität, bildet sich eine Verdrängungszone (engl. depression zone), in der die flüssige Schmelze verdrängt wird [Khai16]. Darüber hinaus entsteht in der Wechselwirkungszone des Lasers mit dem Werkstoff ein Plasma. Bei der Erstarrung wird die zuvor absorbierte Energie zu großen Teilen über das bereits erstarrte Bauteil abgeleitet (Qcond.-bulk). Die über das verbleibende Pulverbett abgeleitete Wärme ist aufgrund der um mindestens eine Größenordnung geringeren Wärmeleitfähigkeit der Pulverschüttung (Qcond.pow.) im Vergleich zum Festkörper sehr gering [Romb05]. Eine weitere Wärmeableitung erfolgt über Wärmestrahlung der Schmelze ($\dot{Q}_{rad.}$), konvektiv über das Schutzgas ($\dot{Q}_{conv.}$) und über Schmelzetropfen, die aus dem Wechselwirkungsbereich austreten. Auf die Darstellung der Schmauchpartikel und aller weiteren Emissionspartikel der Wechselwirkungszone wird an dieser Stelle, zugunsten einer übersichtlicheren Darstellung, verzichtet, obwohl auch sie in der Energiebilanz berücksichtigt werden müssen. Die vorliegenden Bedingungen hängen direkt von den verwendeten Prozessparametern und dem Ausgangswerkstoff ab.



Bild 2-4 Schematische Darstellung des Wechselwirkungsbereichs der Laserstrahlung mit dem Pulverbett parallel zur Scanrichtung

Zum erfolgreichen Aufbau der Bauteile wird eine möglichst stabile, unterbrechungsfreie Schmelzspur angestrebt, da Instabilitäten zur Bildung von irregulären Poren führen können [Yadr10], die einen entscheidenden Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften eines additiv gefertigten Bauteils haben. Zusammen mit Rissen gehören die Poren zu den häufigsten Defekten bei der additiven Fertigung von Metallen [Leud13]. Eingeschlossenes Gas bildet in den meisten Fällen sphärische Poren, die sich im Schliffbild von den irregulär geformten Poren, die sich bei Verwendung ungeeigneter Prozessparameter bilden, unterscheiden. Bild 2-5 zeigt ein Schliffbild einer Probe aus AlSi10Mg, in dem beide Formen der Porosität zu sehen sind. Weitere mögliche Ursachen für Porenbildung sind Poren, die bereits während der Pulverzerstäubung in die Metallpulverpartikel eingebracht werden [Cunn17], Instabilität der Verdrängungszone durch ungeeignete Prozessparameter [Khai16], Prozessinstabilitäten durch Unterschiede im thermischen Ausdehnungsverhalten auftretender Phasen [Olak13], Löslichkeitssprünge für Gase zwischen Festkörper und Schmelze [Wein15], sowie das Verdampfen von Legierungsbestandteilen [Tang17]. Im Kontext einer Legierungsentwicklung insbesondere Legierungsbestandteile mit geringen Dampfdrücken sind und das

Prozessverhalten, beeinflusst durch die chemische Zusammensetzung und die verwendeten Prozessparameter, von Bedeutung.



Bild 2-5 Schliffbild einer mittels PBF-LB/M gefertigten Probe aus AlSi10Mg mit stark ausgeprägter Porosität nach [Wein15]

Durch geeignete Folgeprozesse, wie beispielsweise das heißisostatische Pressen, kann die Anzahl der Defekte reduziert und die mechanischen Eigenschaften verbessert werden. Dies unterliegt jedoch technologischen Grenzen und ist mit zusätzlichen Fertigungskosten verbunden.

2.1.3 Zeit-Temperaturverlauf beim selektiven Laserstrahlschmelzen

Durch die räumliche Anordnung der einzelnen Scanvektoren und der schichtweisen Aufteilung des Bauteils bei der additiven Fertigung kommt es zu einem mehrskaligen Zeit-Temperaturprofil [Körn16]. Dieser Verlauf wird schematisch für den Prozess pulverbettbasiertes Schmelzen von Metall mittels Elektronenstrahl (engl. Powder Bed Fusion of metals using a electron beam, PBF-EB/M) in Bild 2-6 dargestellt und ist für das selektive Laserstrahlschmelzen in ähnlicher Form gültig. Wird ein beliebiger Punkt innerhalb des Bauteils während des Aufbauprozesses betrachtet so unterliegt dieser einem zeitlichen Temperaturprofil, das mit dem Ablegen der Pulverschicht beginnt. Diese wärmt sich innerhalb kurzer Zeit auf die Temperatur des darunter liegenden Bauteils auf. Anschließend beginnt die Belichtung der abgelegten Schicht und die Temperatur am betrachteten Ort erhöht sich weiter, sobald in der näheren Umgebung Teile der Pulverschicht belichtet werden. Während der Belichtung des betrachteten Punktes wird die Schmelztemperatur des Werkstoffes erstmals deutlich überschritten. Das sich ausbildende Schmelzbad erstarrt anschließend innerhalb weniger Millisekunden und die Temperatur im betrachteten Punkt sinkt solange, bis der benachbarte Vektor belichtet wird und die Temperatur wieder ansteigt. Hierbei kann es in Abhängigkeit der Prozessparameter, der Belichtungsstrategie und dem Werkstoff zum Wiederaufschmelzen kommen. Üblicherweise vergehen zwischen diesen Temperaturmaxima nur wenige Millisekunden bis Sekunden. Während der weiteren Belichtung der aktuellen Bauteilschicht, die je nach Komplexität und zu belichtender Fläche zwischen einigen Sekunden bis wenigen Minuten dauert, kühlt der Werkstoff bis auf die Bauplattform- beziehungsweise Bauteiltemperatur ab. Kommt es anschließend in der nächsten Bauteilschicht zur Belichtung oberhalb des betrachteten Punktes, unterliegt der betrachtete Punkt einem ähnlichen Temperaturprofil, jedoch ist die erreichte Maximaltemperatur geringer, je größer die Distanz zwischen dem betrachteten Punkt und der belichteten Stelle ist.



Bild 2-6 Mehrskaliger Zeit-Temperaturverlauf beim pulverbettbasiertes Schmelzen von Metall mittels Elektronenstrahl (PBF-EB/M) von Ti-6Al-4V in einem Punkt innerhalb des Bauteils nach [Körn16]

Dies wiederholt sich bei den folgenden Schichten solange, bis der Abstand zum lokalen Schmelzbad ausreichend groß ist, sodass die Temperaturänderung sehr klein wird, beziehungsweise der betrachtete Punkt für die Restdauer des Baujobs annähernd auf der Plattform- beziehungsweise Bauteiltemperatur verbleibt. Zum Wiederaufschmelzen kommt es meistens während der Belichtung der nächsthöheren zwei bis vier Schichten [Whit14]. Im Laufe des Baujobs kann es zum Anstieg der mittleren Bauteiltemperatur kommen, sollte die eingebrachte Energie nicht in ausreichendem Maße aus dem Bauteil und der Bauplattform abgeführt werden. Nach Abschluss der Fertigung kühlt die Prozesskammer mit dem Bauteil auf Umgebungstemperatur ab. Die Abkühlung beim selektiven Laserstrahlschmelzen erfolgt schneller als beim Elektronenstrahlschmelzen, da die Bauteiltemperatur in der Regel geringer ist und die Fertigung und Abkühlung beim PBF-LB/M, anders als beim PBF-EB/M, nicht im Vakuum abläuft. Die Dauer eines vollständigen Baujobs liegt, in Abhängigkeit der Größe und Anzahl der Bauteile, zwischen wenigen Stunden und mehreren Wochen.

Das beschriebene lokale Zeit-Temperaturprofil kann in verschiedenen Werkstoffen bereits zu Phasenumwandlungen führen. Für ausscheidungshärtende Aluminiumlegierungen ist beispielsweise eine Warmauslagerung während des Fertigungsprozesses denkbar.

2.2 Aluminiumlegierungen

Die Klassifizierung von Aluminiumlegierungen erfolgt über die Hauptverarbeitungsroute, sowie die Hauptlegierungselemente und ist in der Norm DIN EN 573-3 festgelegt. Es wird dabei zwischen Knet- (EN AW-X) und Gusslegierungen (EN AC-X) unterschieden. Es ergeben sich über die Einteilung nach den Legierungselementen Kupfer (Cu), Mangan (Mn), Silizium (Si), Magnesium (Mg), Zink (Zn) und Zinn (Sn) folgende Legierungsklassen:

| Gusslegierungen EN AC-X | Legierungssystem | Knetlegierungen EN AW-X | Legierungssystem |
|----------------------------|------------------------------|----------------------------|------------------------------|
| -1xxxx | Reinaluminium- qualitäten | -1xxx | Reinaluminium- qualitäten |
| -2xxxx | Al-Cu | -2xxx | Al-Cu |
| -3xxxx | Al-Si-Mg/Cu | -3xxx | Al-Mn |
| -4xxxx | Al-Si | -4xxx | Al-Si |
| -5xxxx | Al-Mg | -5xxx | Al-Mg |
| | | -6xxx | Al-Si-Mg |
| -7xxxx | Al-Zn | -7xxx | Al-Zn |
| -8xxxx | Al-Sn | -8xxx | Sonderlegierungen |
| -9xxxx | Vorlegierungen | | |

Tabelle 2-1 Klassifizierung von Aluminiumlegierungen nach DIN EN 573

Des Weiteren lassen sich die Legierungsklassen nach ihrer Aushärtbarkeit gruppieren. Eine Festigkeitssteigerung über Aushärtung ist bei den Legierungsklassen EN AC-2xxxx, AC-3xxxx, AC-7xxxx, AW-2xxx, AW-6xxx, AW-7xxx, sowie bei einem Teil der AW-8xxx-Legierungen möglich.

Die Festigkeit und Duktilität von Aluminiumwerkstoffen wird, wie bei anderen Metallen auch, maßgeblich durch das Gleitverhalten der Versetzungen bestimmt. Können sich diese ohne größeren Widerstand bewegen, weist der Werkstoff eine geringe Festigkeit auf. Eine Erhöhung der Festigkeit ist über die Bildung von Hindernissen, die die Gleitbewegung erschweren, möglich. Unterschieden werden vier mögliche Mechanismen zur Festigkeitssteigerung:

- Mischkristallverfestigung durch gelöste Fremdatome
- Korngrenzenverfestigung durch Erhöhung der Korngrenzendichte
- Versetzungsverfestigung durch Einbringen von zusätzlichen Versetzungen, beispielsweise durch Kaltverformung
- Teilchenverfestigung durch Einbringen von Zweitphasen, zum Beispiel mittels Ausscheidungsbildung

Für die Einstellung der Eigenschaften im betrachteten Legierungssystem Al-Mg-Si hat die Teilchenverfestigung mittels Ausscheidungsbildung die größte Bedeutung. Dabei bildet sich in der direkten Umgebung der ausgeschiedenen Mg₂Si-Teilchen, soweit sie (teil-)kohärent mit dem Matrixgitter sind, durch Gitterverzerrung ein Spannungsfeld, die das Versetzungsbewegung behindert. Die Versetzungen müssen bei der plastischen Verformung dieses zusätzliche Hindernis überwinden. Hierbei gibt es zwei mögliche Mechanismen, die in Abhängigkeit der Teilchengröße wirksam werden. Bei geringer Teilchengröße werden diese bevorzugt geschnitten (Kelly-Fine-Mechanismus). Oberhalb eines ausscheidungsspezifischen, kritischen Teilchendurchmessers dkrit dominiert das Umgehen des Teilchens (Orowan-Mechanismus) [Berg13]. Je nach Größe, Anzahl und Abstand der Teilchen ändert sich für beide Mechanismen der Spannungsbetrag, der zum Überwinden des Hindernisses notwendig ist. Wirksam ist der jeweils energetisch günstigere Mechanismus. Schematisch ist dieser Zusammenhang in Bild 2-7 dargestellt. Die maximale Festigkeitssteigerung erfolgt im Schnittpunkt der beiden Kurven. Darüber hinaus muss die Einbindung des Teilchens in das Matrixgitter beachtet werden. Ein Schneiden ist beispielsweise nur bei kohärenten oder teilkohärenten Teilchen möglich.





2.2.1 Das Legierungssystem Al-Mg-Si und dessen Wärmebehandlung

Al-Mg-Si- beziehungsweise Al-Si-Mg-Legierungen werden sowohl als Knetlegierungen (EN AW-6xxx) als auch als Gusslegierungen (EN AC-4xxxx) verwendet. Al-Mg-Si-Knetlegierungen weisen mittlere bis hohe Festigkeiten, eine gute Bruchzähigkeit und Korrosionsbeständigkeit auf. Die Schweißbarkeit dieser Legierungen ist, unter Verwendung von Schweißzusatzwerkstoffen zur Erhöhung des Siliziumgehalts in der Schweißnaht, gut. Hieraus ergibt sich ein breites Anwendungsfeld im Automobil- und Schiffsbau [Henn20, Hirs14] sowie in der Luft- und Raumfahrtindustrie [Will03]. Obwohl Al-Mg-Si-Guss- und

Knetlegierungen die gleichen Hauptlegierungselemente nutzen, unterscheidet sich der jeweilige Legierungsgehalt deutlich. Die Knetlegierungen weisen üblicherweise einen Siliziumgehalt unterhalb der Löslichkeitsgrenze von 1,65 Ma% im Aluminiummischkristall [Mond76] auf, während Gusslegierungen zu 3 bis 20 Ma% aus Silizium bestehen, da ein hoher Siliziumgehalt die Gießeigenschaften verbessert. Bei den EN AW-6xxx-Knetlegierungen bestimmen der Magnesium- und Siliziumgehalt die Aushärtbarkeit durch Mg-Si-Ausscheidungen. Kommerzielle Legierungen (Bild 2-8(a)) weisen im Festen einen Mg₂Si-Gehalt von 0,6 Ma% bis zur Mg₂Si-Löslichkeitsgrenze im α-Aluminium von 1,85 Ma% bei 583,5 °C auf [Oste14]. In Abhängigkeit des Magnesiumgehalts kommt es zur Abnahme der Löslichkeitsgrenze [Zhu19, Yan13, Asen14].



Bild 2-8 (a) Vergleich der nominellen Zusammensetzung ausgesuchter Legierungen aus dem System EN AW-6xxx im Vergleich zur stöchiometrischen Zusammensetzung Mg₂Si nach [Ostel4], (b) Ausschnitt aus dem quasibinären Al-Mg₂Si-Phasendiagramm nach [Male12]

Die klassische Ausscheidungshärtung setzt sich aus den Prozessschritten Lösungsglühen mit anschließender Abschreckung und Auslagerung zusammen. Voraussetzung ist das Vorhandensein von mindestens einem Legierungselement, das eine mit der Temperatur sinkende Löslichkeit im Aluminiummischkristall aufweist [Polm17]. Ziel des Lösungsglühens ist es, einen möglichst großen Anteil der ausscheidungsbildenden Legierungselemente im Aluminiummischkristall zu lösen. Dies geschieht, indem der Werkstoff im Einphasengebiet des homogenen Aluminiummischkristalls geglüht wird. Die Glühtemperatur hängt von der Legierungszusammensetzung und den Bauteilabmessungen ab, liegt aber üblicherweise im Bereich zwischen 500 °C und 600 °C und wird für eine Dauer von mehreren Stunden gehalten. Mit zunehmender Temperatur steigen der gelöste Anteil des Legierungselements und die Homogenität der räumlichen Verteilung. Wird der Werkstoff nach Erreichen der angestrebten Glühdauer ausreichend schnell abgeschreckt, werden die zuvor gelösten Atome im Matrixgitter zwangsgelöst und eine Leerstellenübersättigung erzeugt [Oste14]. Oftmals erfolgt das Abschrecken in einem Wasserbad. Dabei werden Abkühlgeschwindigkeiten von maximal 1000 K/s erreicht. Der anschließende Auslagerungsschritt kann direkt im Anschluss oder nach erfolgen. Die einer Zwischenlagerung Auslagerungsbehandlung kann je nach Legierungszusammensetzung bei Raumtemperatur (Kaltauslagerung) oder bei erhöhter Temperatur von meistens 100 bis 200 °C (Warmauslagerung) durchgeführt werden (Bild 2-9). Variationen davon können beispielsweise zweistufig auf verschiedenen Temperaturniveaus oder auch mit Unterbrechungen ablaufen. Der Wärmebehandlungszustand der maximalen Festigkeit nach Warmauslagerung wird T6 genannt. Aufgrund des abweichenden Gefüges nach der additiven Fertigung, ist jedoch oftmals eine Anpassung der Wärmebehandlungsstrategie notwendig. Aboulkhair et al. untersuchten am Beispiel der Legierung AlSi10Mg den Effekt einer konventionellen T6-Wärmebehandlung auf die mechanischen Eigenschaften additiv gefertigter Proben [Abou16] und konnten zeigen, dass mit Ausnahme der Bruchdehnung alle untersuchten mechanischen Kennwerte absanken.





Der in der Wärmebehandlungsprozesskette verwendete Zeit-Temperaturverlauf wird in Abhängigkeit des angestrebten Wärmebehandlungszustands und den daraus resultierenden mechanischen Eigenschaften, der chemischen Zusammensetzung der Legierung und dem Ausgangszustand des Gefüges gewählt. Der Ausgangszustand für die Ausscheidungshärtung wird durch den Herstellungsprozess und die vorgelagerten Prozessschritte stark beeinflusst und weist nach der additiven Fertigung große Abweichungen zu anderen Herstellprozessen wie beispielsweise dem Gießen auf [Uzan18]. Ausgehend vom übersättigten Mischkristall (ÜMK) liegt bei Al-Si-Mg-Legierungen folgende, in der Literatur vielfach beschriebene Ausscheidungssequenz vor, die schlussendlich zur Bildung der stabilen β -Phase (Mg₂Si) und Si(A4) führt [Hast09, Frøs03]:

$$\ddot{U}MK$$
 → Mg- und Si-Clusterbildung → Guinier-Preston (GP-)Zonen → β⁺⁺

$$\rightarrow \beta$$
, U1, U2, B, $\rightarrow \beta$, Si(A4)

Die Übergänge zwischen den einzelnen metastabilen Phasen sind nicht immer klar zu trennen. So werden in einigen Veröffentlichungen die GP-Zonen als GPI-Zonen und die β "-Ausscheidungen als GPII-Zonen beschrieben [Edwa98, Dutt91]. Für die Phasen U1, U2 und B' werden auch die Bezeichnungen Typ A, Typ B und Typ C verwendet [Mats00, Ande07].

Die schnelle Abkühlung nach dem Lösungsglühen, beziehungsweise nach Erstarrung auf Umgebungstemperatur, führt zur Verteilung und Zwangslösung der Legierungselemente im Aluminiummischkristall. Nicht abschließend geklärt ist die Rolle der Leerstellen bei der Ausscheidungshärtung bei erhöhter Temperatur und in den ersten Stadien der Kaltauslagerung nach dem Abschrecken. Es wird angenommen, dass der Mischkristall nach der Abschreckung mit Fremdatomen und Leerstellen doppelt übersättigt ist [Buha04, Banh10]. Nach der Abschreckung kommt es zur diffusionsgesteuerten Bildung von Komplexen aus Leerstellen und den Magnesium- und Siliziumatomen. Es bilden sich sowohl Silizium-, als auch Magnesiumcluster [Dumi18]. Die resultierende Festigkeit nach der Abschreckung wird hauptsächlich durch die Mischkristallverfestigung bestimmt. Mit fortschreitender Zeit kommt es zu einer Auflösung der Magnesiumcluster und Bildung von Mg-Si-Clustern durch Diffusion der Magnesiumatome. Anschließend kommt es zur Bildung von GPI-Zonen, die sich kohärent im Matrixgitter ausscheiden. Diese Vorgänge laufen bereits bei einer Kaltauslagerung bei Raumtemperatur ab und führen zu einer geringen Festigkeitssteigerung [Oste14]. Die Kaltauslagerung wird bei Al-Si-Mg-Legierungen technologisch nicht genutzt, hat oftmals jedoch als unvermeidbarer Zwischenschritt in komplexeren Prozessketten eine praktische Bedeutung, da dieser Zwischenschritt die folgende Warmauslagerung und damit die resultierende Festigkeit beeinflussen kann. Bei stöchiometrischen Al-Mg2Si-Legierungen

kommt es ab einem Mg₂Si-Gehalt von 0,8 Ma% durch die Zwischenlagerung zu einer Verringerung der erreichbaren Festigkeit nach Warmauslagerung.

Die GPI-Zonen werden öfter auch als pre- β "-Ausscheidungen bezeichnet, da sich aus ihnen durch weitere Magnesium- und Siliziumdiffusion bei erhöhter Temperatur die β "-Ausscheidungen bilden. Diese weisen ein Mg/Si-Verhältnis von ca. 1,2 auf (Mg₅Si₆) [Zand97] und führen zu der stärksten Festigkeitszunahme [Yang20, Gao02]. Untersuchungen der Zusammensetzung der β "-Phase mittels Atomsondentomografie (engl. atom probe tomography, APT) weisen darauf hin, dass Aluminium ebenfalls Bestandteil dieser Phase ist [Mura99, DeGe06]. Spätere Untersuchungen von Hastings et al. weisen auf die Zusammensetzung Mg₅Al₂Si₄ hin [Hast09]. Untersuchungen von Wenner et al. mittels Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM), gekoppelt mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) bestätigen die Zusammensetzung von Mg₅Al₂Si₄ [Wenn17].

Bei weiterer Auslagerung verschiebt sich das Mg/Si-Verhältnis zu einem Magnesiumüberschuss in den Ausscheidungen (
ß': Mg9Si5, Mg/Si~1,8) [Yang20] und es kommt zu einer abnehmenden Kohärenz zwischen Ausscheidung und Matrixgitter, wodurch die Ausscheidungen von den Versetzungen leichter umgangen werden können, was mit einer Abnahme der Festigkeit einhergeht. Der nächste Schritt der Ausscheidungssequenz ist die Bildung der stabilen, inkohärenten β-Ausscheidung mit der Zusammensetzung Mg2Si, die eine sehr geringe festigkeitssteigernde Wirkung hat. Bei Vorliegen von β'- und β-Ausscheidungen spricht man von einem überalterten Zustand.

Die beschriebene Ausscheidungssequenz gilt zunächst für Legierungen mit einem Mg/Si-Verhältnis im übersättigten Zustand, das dem Mg/Si-Verhältnis der β-Ausscheidungen von zwei entspricht. Bei Vorliegen eines Magnesium- oder Siliziumüberschusses kommt es zu einer Änderung der Ausscheidungsreaktionen. Die weiteren metastabilen Ausscheidungen U1 (MgAl₂Si₂), U2 (MgAlSi) und B' (Mg₉Al₃Si₈) [Chen20] treten bevorzugt bei Überalterung in Legierungen mit Siliziumüberschuss auf [Dumi18]. Gleiches gilt für die stabile Si(A4)-Phase [Doan02]. U1, U2 und B' unterschieden sich hauptsächlich in ihrer Struktur, sind aufgrund ihrer geringen festigkeitssteigernden Wirkung [Ande07] jedoch nur von geringer technologischer Bedeutung.

Al-Mg-Si-Legierungen lassen sich folglich anhand des Mg/Si-Verhältnisses in die drei Kategorien "Legierungen mit Magnesiumüberschuss", "Legierungen mit stöchiometrischem

Mg/Si-Verhältnis" und "Legierungen mit Siliziumüberschuss" unterteilen. Die scheinbare Abweichung des atomaren Mg/Si-Verhältnisses bei den in Tabelle 2-2 als Beispiel genannten Legierungen ist auf die Angabe in Ma% im Legierungsnamen zurückzuführen.

Tabelle 2-2Kategorisierung von Al-Mg-Si-Legierungen nach dem Mg/Si-Verhältnis und
beispielhafte Legierungen

| Kategorie | Mg/Si-Verhältnis | Beispielhafte genormte Legierungen | |
|-----------------------|------------------|------------------------------------|--|
| Mg-Überschuss | > 2 | AlMg2,5Si0,25 (EN AW-5052) | |
| Stöchiometrisch Mg2Si | ca. 2 | AlMg0,7Si0,4 (EN AW-6063) | |
| Si Übergebugg | - 2 | AlSi1,2Mg0,4 (EN AW-6016) | |
| SI-Oberschuss | ~ 2 | AlSi7Mg0,6 (EN AC-42200) | |

Ein Überschuss an Silizium stabilisiert die $\beta^{\prime\prime}$ -Phase durch geänderte Gleichgewichtszustände, was zu einer Unterdrückung der Reaktion $\beta^{\prime\prime} \rightarrow \beta^{\prime}$ führt. Des Weiteren kommt es zur Ausscheidung des Siliziums. Diese beiden Mechanismen führen zu einer stärkeren Festigkeitszunahme, als sie über einen gleich großen Magnesiumüberschuss oder einen vergleichbar höheren Gehalt an Mg₂Si zustande kommen würde [Oste14]. Darüber hinaus werden die bereits genannten weiteren Phasen U1, U2 und B' gebildet, die bei einem Magnesiumüberschuss und in quasibinären Legierungen nicht auftreten [Mats00, Doan02].

Ebenso wie die eigentliche Auslagerung ist auch der Effekt der Zwischenlagerung bei Raumtemperatur von der Legierungszusammensetzung abhängig. Die Grenze des positiven Effekts der Zwischenlagerung liegt bei stöchiometrischen Al-Mg₂Si-Legierungen im Bereich von 0,8 Ma% Mg₂Si und sinkt mit einem Magnesium- oder Siliziumüberschuss weiter ab. Für die meisten Legierungen des EN AW-6xxx Systems ist mit einem negativen Einfluss auf die Festigkeit durch eine Zwischenlagerung zu rechnen (Grenze des positiven Effekts in Bild 2-8). Oftmals ist das Festigkeitsniveau dieser Legierungen durch den höheren Ausscheidungsgehalt jedoch auch nach schädlicher Zwischenlagerung höher als bei Legierungen, die aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung nicht davon betroffen sind. Zur Abwendung des negativen Effekts der Zwischenlagerung ist es auch möglich, die Prozessführung über zusätzliche Wärmebehandlungsschritte wie zum Beispiel ein Stabilisierungsglühen nach der Abschreckung oder eine Stufenabschreckung anzupassen [Engl19, Oste14]. Die Vorgänge während der Zwischenlagerung bei Umgebungstemperatur direkt nach der Abschreckung und der Grund für deren möglichen negativen Einfluss auf die weitere Aushärtung, sind noch nicht abschließend geklärt [Cuni10]. Vermutet wird, dass es bereits nach kurzer Zeit zu einer Anlagerung von Silizium- und Magnesiumatomen an Leerstellen kommt (Clusterbildung), die die Leerstellendiffusion behindert und damit die spätere β "-Auslagerung beeinflusst [Lay12, Chan12].

Vergleichbar zu der Beeinflussung der Ausscheidungskinetik durch die Leerstellendichte ist auch eine Abhängigkeit von der Versetzungsdichte bekannt, da Versetzungen als heterogene Keimstellen bei der Ausscheidungsbildung wirken können [Teic12].

Neben den ternären Al-Mg-Si-Legierungen werden vielfach auch Knetlegierungen mit weiteren zusätzlichen Legierungselementen verwendet. So erhöht die Zugabe von Kupfer die Festigkeit durch Aktivierung weiterer Ausscheidungssequenzen, in diesem Fall die Bildung der Q-Phase (Al₅Cu₂Mg₈Si₆) und ihrer Vorstufen [Ding18, Polm2017]. Ein Beispiel für diese Werkstoffe ist die Legierung AlMg1Si0,8CuMn (EN AW-6013). Der erhöhte Kupfergehalt reduziert jedoch die Korrosionsbeständigkeit und erhöht die Heißrissneigung [Tagh18], was insbesondere im PBF-LB/M-Prozess nachteilig ist.

2.2.2 Legierungs- und Begleitelemente des Legierungssystems Al-Mg-Si

Durch das Hinzufügen ergänzender Legierungselemente kommt es zu weiteren Änderungen der Eigenschaften einer Legierung und der Ausscheidungssequenz. Die Legierungselemente können einerseits gezielte Zugaben zur Einstellung der Legierung sein, andererseits aber auch Verunreinigungen, die beispielsweise bei der Aluminiumgewinnung nicht vollständig entfernt werden konnten. Diese Elemente beeinflussen, in Abhängigkeit ihrer Konzentration, die Eigenschaften des Werkstoffs in vielfältiger Weise. So kann es beispielsweise zur Bildung von intermetallischen Phasen kommen, die oftmals einen direkten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften haben, dabei jedoch auch indirekt das Ausscheidungsverhalten der restlichen Legierungselemente verändern. Dies ist einerseits durch eine geänderte Diffusionskinetik, andererseits durch eine Reduzierung der Übersättigung möglich [Lian10, Weri16]. Aus technologischer Sicht ist der Einfluss der Legierungselemente auf das Prozessverhalten in der angestrebten Verarbeitungsroute zu beachten. Im Fall der PBF-LB/M-Prozesskette sind insbesondere das Aufschmelz- und Erstarrungsverhalten während der Pulvererzeugung und des eigentlichen additiven Fertigungsprozesses von Bedeutung. Im Folgenden wird auf die Wirkung der wichtigsten Legierungselemente und Verunreinigungen im Legierungssystem AlSi-Mg eingegangen. Eine Beschreibung der Bedeutung der beiden Hauptlegierungselemente Silizium und Magnesium für die Ausscheidungsbildung findet sich im vorherigen Kapitel.

Silizium (Si)

Neben der bereits beschrieben Rolle des Siliziums in der Hauptausscheidungssequenz des verwendeten Legierungssystems, hat es ebenso bedeutenden Einfluss auf das Erstarrungsverhalten des Werkstoffs. Die Zugabe von Silizium senkt die Viskosität der Schmelze [Dins04] und führt somit zu einer Verringerung der Rissneigung [Well20]. Ein ebenfalls positiver Effekt, der zur Reduzierung der Rissneigung führt, ist die Verminderung des Wärmeausdehnungskoeffizienten und der Schwindung bei der Erstarrung mit steigendem Siliziumgehalt [Magn01, Mond76]. Nach der Erstarrung im PBF-LB/M-Prozess führt das eutektisch erstarrte Silizium zu einer Steigerung der Festigkeit und Abnahme der Duktilität des Werkstoffs [Thij13].

Magnesium (Mg)

Magnesium dient im betrachteten Legierungssystem hauptsächlich der gemeinsamen Ausscheidungsbildung mit Silizium. Bei Abwesenheit von Silizium, wie sie in den Legierungen der Klasse EN AW-5xxx vorliegt, kommt es zur Mischkristallverfestigung. Eine Besonderheit von Al-Mg-Legierungen ist das planare Gleitverhalten [Oste14]. Magnesium weist eine hohe Löslichkeit von bis zu 17,1 Ma% im α-Aluminium auf, die mit sinkender Temperatur abnimmt [Okam16]. Verunreinigungen, wie zum Beispiel Eisen, senken die Löslichkeit [Belo05].

Nachteilig wirkt sich Magnesium durch die zunehmende Benetzung der Schmelze durch mögliche Oxidfilme [Wang95], eine erhöhte Wasserstofflöslichkeit [Lin89] und eine Zunahme der Viskosität [Mond76], die zu einer Zunahme der Rissneigung führt, aus. Die hohe Oxidationsneigung senkt ferner die Korrosionsbeständigkeit. Durch die Zugabe von Beryllium im Bereich < 100 ppm zu Al-Mg-Legierungen kann eine Verringerung der Oxidationsneigung des Magnesiums in der Schmelze und eine Verlangsamung der Oxidation erreicht werden [Coch77, Smit18]. Nachteilig ist die hohe Toxizität von Beryllium [Smit19], was insbesondere beim Schweißen aufgrund der auftretenden Dämpfe berücksichtigt werden muss.

Im Hinblick auf das Prozessverhalten im PBF-LB/M-Prozess muss die geringe Verdampfungsenthalpie von 128 kJ/mol [Zhan11] beachtet werden. Magnesium neigt, ebenso wie Zink, zur Verdampfung beim Aufschmelzen im PBF-LB/M-Prozess [Abou14, Kauf16].
Dies wirkt sich nachteilig auf die Dichte der Bauteile aus, da die Gasblasen bei schneller Erstarrung im Schmelzbad eingeschlossen werden können und es zur Porenbildung kommt. Darüber hinaus ergibt sich durch das Verdampfen eine abweichende chemische Zusammensetzung zwischen Pulver und dem erstarrten Bauteil. Diese ist für die Gebrauchseigenschaften relevant, sodass der Verlust durch geeignete Maßnahmen, wie beispielsweise eine entsprechend höhere Magnesiumkonzentration im Pulver, zu kompensieren ist.

Bedingt durch die Verdampfungs- und Oxidationsneigung kommt es beim selektiven Laserstrahlschmelzen von magnesiumhaltigen Legierungen, im Vergleich zu magnesiumfreien Legierungen, zu einem instabileren Schmelzbad mit verstärkter Schmauchbildung [Palm20].

Eisen (Fe)

Eisen wird nur in wenigen Aluminiumlegierungen als Legierungselement verwendet und ist in Al-Mg-Si-Legierungen als Verunreinigung zu sehen. Durch seine geringe Löslichkeit von maximal 0,04 Ma% im α-Al bildet es intermetallische Phasen aus Aluminium und den weiteren Legierungsbestandteilen, die zu einer Abnahme der Duktilität führen [Hatc84]. Hierbei handelt es sich um die Al-Fe-(Si)-Phasen Al₃Fe, Al₉Fe₂Si, Al₅FeSi und Al₁₂Fe₃Si₂ [Shab02, Uyma07], welche platten- beziehungsweise nadelförmig im Schliffbild erscheinen. Eine Verringerung der schädlichen Wirkung ist durch das Hinzulegieren von Eisenkorrektoren wie beispielsweise Mangan oder Chrom möglich [Gust86, Lu05].

Mangan (Mn)

Die Hauptaufgabe des Legierungselementes Mangan, in den in dieser Arbeit betrachteten Al-Mg-Si-Legierungen, ist das Abschwächen der schädlichen Wirkung des in technischen Legierungen immer vorhandenen Eisens. Mangan formt die nadelförmigen AlFeSi-Verbindungen in die globulitische Phase Al₁₅(Mn,Fe)Si₂ um und reduziert auf diese Weise die schädliche Wirkung des Eisens [Shab02]. Hierfür sind bereits geringe Mangangehalte von maximal 0,6 Ma% ausreichend [Bidm16]. Bei höheren Gehalten kommt es hingegen zu einer Abnahme der Bruchdehnung bei steigender Kerbschlagzähigkeit [Tale98]. Darüber hinaus homogenisiert die Zugabe von Mangan das planare Gleitverhalten, und es kommt zu einem reduzierten interkristallinen Bruchanteil [Oste14].

Zirkonium (Zr)

Zirkonium wird vielen Aluminiumlegierungen in geringen Mengen von < 0,5 Ma% zugefügt, da es zu einer Kornfeinung durch verbesserte heterogene Keimbildung führt [Wang13a]. Darüber hinaus beeinflusst Zirkonium auch die Ausscheidungssequenz in Al-Mg-Si-Legierungen durch Behinderung der Diffusion der Magnesium- und Siliziumatome [Fu20]. Bei Vorliegen der metastabilen L₁₂-Ausscheidung Al₃Zr erhöht sich die Warmfestigkeit der Legierung durch verminderte Rekristallisation [Yuan11, Lity06]. Der kornfeinende Effekt des Zirkoniums senkt des Weiteren auch die Erstarrungsrissempfindlichkeit von Aluminiumlegierungen, beispielsweise im PBF-LB/M-Prozess [Zhan17].

Titan (Ti)

Titan findet in Aluminiumlegierungen in geringen Mengen von < 0,15 Ma% als Legierungselement zur Kornfeinung Verwendung [Jara05]. Eine zusätzliche Feinung kann über die kombinierte Verwendung von Titan und Bor erreicht werden, die zur Bildung von TiB2-Dispersoiden führt, die als Keimstellen bei der Erstarrung wirken [Gree00]. Darüber hinaus ist eine Verfestigung durch feine TiB2- und Al₃Ti-Dispersoide möglich [Liu14, Goya19]. Vergleichbare Effekte können auch über das Hinzulegieren von Vanadium und Niob [Wang13b], sowie die kombinierte Beigabe von Titan und Kohlenstoff, die zur Bildung von Titankarbiden führt, erreicht werden.

2.3 Aluminiumlegierungen für das selektive Laserstrahlschmelzen

Bisherige Untersuchungen zum selektiven Laserstrahlschmelzen von Aluminiumlegierungen zeigen, dass diese sich schlechter verarbeiten lassen als beispielsweise austenitische Stähle oder Titanlegierungen [Thij13, Abou19]. Die größten Herausforderungen dabei sind das Oxidationsverhalten, die Bildung von Wasserstoffporen, die schlechtere optische Einkopplung der Laserstrahlung, bei der üblicherweise verwendeten Wellenlänge von 1070 nm, und die hohe Wärmeleitfähigkeit von Aluminium.

Aluminium bildet unter den üblichen Prozessbedingungen beim selektiven Laserstrahlschmelzen ein thermodynamisch stabiles, passivierendes Oxid, welches sich zwischen den einzelnen Belichtungsspuren und –schichten bilden kann. Ebenso ist die Partikeloberfläche des verwendeten Aluminiumpulvers passiviert. Das Oxid verschlechtert die Benetzungseigenschaften und kann auf diese Weise Schmelzbadinstabilitäten begünstigen [Louv11]. Für eine gute interlamellare Verbindung muss die Oxidschicht auf der zuvor erstarrten Schmelzbadspur und den Pulverpartikeln aufgebrochen werden. Die Oxidreste können sich dabei im Schmelzbad verteilen. Sie werden aufgrund der schnellen Erstarrung eingekapselt und wirken als Fehlstellen im Gefüge [Abou19]. Darüber hinaus weist Aluminium eine hohe Affinität zu Wasserstoff auf, dessen Löslichkeit in der Aluminiumschmelze größer ist als im erstarrten Aluminium. Die sprunghafte Änderung der Löslichkeit während der Erstarrung kann zur Bildung von Wasserstoffporen führen [Louv11]. Diese sind in den meisten Fällen an ihrer sphärischen Form im Schliffbild zu erkennen.

Bild 2-10 zeigt das Absorptionsverhalten verschiedener Metalle in Abhängigkeit der eingestrahlten Wellenlänge der Laserstrahlung. Für die üblicherweise beim selektiven Laserstrahlschmelzen verwendeten Wellenlängen von circa 1 µm ist die Absorptionsfähigkeit von Aluminium geringer als für andere Werkstoffe wie beispielsweise Stahl [Hüge04]. Durch mehrfache Reflexionen zwischen den einzelnen Pulverpartikeln ist die Absorption im unberührten Pulverbett jedoch höher als auf dem Festkörper [Mein99], die dem Diagramm in Bild 2-10 zu Grunde liegt. Ebenfalls zu einer Erhöhung der Absorption führt die bereits genannte Oxidschicht [Berg08], die sich üblicherweise auf den Aluminiumpulverpartikeln bildet.



Bild 2-10 Absorptionsgrad a von Aluminium, Kupfer und Eisen in Abhängigkeit der Wellenlänge nach [Hüge04]

Darüber hinaus erhöht die vergleichsweise hohe Wärmeleitfähigkeit von Aluminiumwerkstoffen die benötigte Laserleistung weiter, da die eingebrachte Energie über die bereits erstarrten Bauteilbereiche aus der Schmelze abgeleitet wird [Buch11]. Oftmals wird eine grundlegende Verarbeitbarkeit im PBF-LB/M-Prozess angenommen, wenn eine Legierung gute Gieß- und Schweißeigenschaften aufweist. Eine Vielzahl von schweißund gießbaren Legierungen basiert auf dem System Aluminium-Silizium, da dieses bei Zusammensetzungen nahe des Eutektikums bei 12 Ma% ein kleines Erstarrungsintervall aufweist und entsprechend schwindungsarm erstarrt. Derzeit werden Aluminiumbauteile in der laseradditiven Fertigung größtenteils aus Gusslegierungen wie AlSi10Mg oder AlSi12 hergestellt. Die am besten untersuchte und am meisten verwendete Aluminiumlegierung für den PBF-LB/M-Prozess ist die Legierung AlSi10Mg [Abou19]. Diese klassische Gusslegierung lässt sich vergleichsweise einfach prozessieren und erreicht Zugfestigkeiten von 400 MPa bei einer Bruchdehnung von circa 6 % nach PBF-LB/M-Fertigung [Zhan19a]. Diese Kennwerte werden bei Gussteilen auch durch eine T6-Warmauslagerung nicht erreicht. Der Zustand nach Abschluss des additiven Fertigungsprozesses wird üblicherweise as-built-Zustand genannt. Eine genauere Beschreibung dieser, in der Arbeit als Referenzlegierung verwendeten Legierung, ist in den folgenden Kapiteln zu finden.

Hypereutektische Al-Si-Legierungen (>12,5 Ma% Si), wie sie vielfach in der Luftfahrt und im Automobilbau verwendet werden, haben für die laseradditive Fertigung keine große Vorteile, wie etwa hohen Verschleiß-Bedeutung. Trotz ihrer einer und Korrosionsbeständigkeit, geringer Dichte, guter Zerspanbarkeit, sowie hoher thermischer Stabilität und einer geringen thermischen Ausdehnung [Ma14], eignen sie sich nach der additiven Fertigung, aufgrund der geringen Duktilität, nur für wenige Anwendungen, wie beispielsweise Kolben für Hochleistungsverbrennungsmotoren [vonH13]. Legierungen wie AlSi20 weisen im as-built-Zustand nach dem selektiven Laserstrahlschmelzen höhere Festigkeiten auf, als sie mittels Gießen erreicht werden können ($R_m > 500$ MPa). Die Bruchdehnung liegt jedoch nur bei 2 % [Zhan19b].

Bedingt durch hohe Fertigungskosten sind additive Fertigungsverfahren insbesondere für die Verarbeitung von hochfesten Legierungen von Interesse, zu denen die aushärtbaren Aluminiumknetlegierungen der Klassen EN AW-2xxx (Al-Cu-(Mg)), EN AW-6xxx (Al-Mg-Si) und EN AW-7xxx (Al-Zn-Mg) zählen. Untersuchungen zur Verarbeitung dieser Legierungsklassen zeigen jedoch eine hohe Anfälligkeit für Riss- und Porenbildung.

Der Einsatz von EN AW-2xxx Aluminiumwerkstoffen wurde anhand der Legierungen EN AW-2024 (AlCu4Mg1) [Zhan16], EN AW-2022 (AlCu5Mg) [Karg14], EN AW-2219 (AlCu6Mn) [Karg17] und EN AW-2618 (AlCu2Mg1,5Ni) [Kout18, Ahuj14] untersucht. Diese

Legierungen gehören aufgrund ihres Kupfergehaltes zu den aushärtbaren, höherfesten Legierungen, gelten jedoch als schlecht schweißbar. Es ist möglich, bei einfachen Probengeometrien eine Dichte von mehr als 99% zu erreichen. Die bisherigen Untersuchungen zeigen jedoch die zu erwartende schlechtere Verarbeitbarkeit im Vergleich zu den gut schweißbaren Legierungen vom Typ AlSi10Mg. Einzig für die Legierung EN AW-2024 konnten mechanische Kennwerte ermittelt werden [Zhan16].

Bei der Verarbeitung von Al-Mg-Si-Legierungen der EN AW-6xxx Klasse kann es ebenfalls zur Bildung von Heißrissen kommen. Dadbakhsh et al. sowie Maamoun et al. untersuchten die Verarbeitung der Legierung EN AW-6061 (AlMg1SiCu) [Maam18, Maam19], konnten jedoch, auch durch Zugabe von ZnO-Nukleationshilfen, keine rissfreien Proben aufbauen [Dadb18]. Uddin et al. untersuchten den Einfluss der Bauplattformtemperatur auf die Rissbildung der gleichen Legierung ohne Zusatz von Additiven. Ohne zusätzliche Beheizung des Pulverbetts konnten keine rissfreien Proben aufgebaut werden. Bei Verwendung einer Plattformtemperatur von 500 °C ist hingegen ein rissfreier Aufbau möglich [Uddi18]. Das Gefüge zeigt nach dem Hochtemperaturaufbau keine charakteristischen Merkmale von additiv gefertigten Gefügen und weist keine Übersättigung auf. Die Festigkeit entspricht der, die nach konventioneller Verarbeitung erreicht wird und ist damit geringer, als bei anderen additiv verarbeiteten Aluminiumlegierungen. Untersuchungen zur Verwendung weiterer EN AW-6xxx Legierungen sind nicht bekannt.

Zum zwischenzeitlich mehrfach betrachteten Legierungssystem Al-Zn-Mg-(Cu) (EN AW-7xxx) zählt die hochfeste Legierung EN AW-7075 (AlZn5,5MgCu). Diese Legierung wird aufgrund ihrer Festigkeit nach leichter Überalterung (Zustand T7) vielfach in der Luftfahrt eingesetzt. Ein Nachteil im Hinblick auf die Verarbeitung mittels selektivem Laserstrahlschmelzen ist die schlechte Schweißbarkeit dieses Werkstoffs aufgrund seiner Anfälligkeit für Heißrisse. Reschetnik et al. [Resc16] untersuchten die mechanischen Eigenschaften mittels PBF-LB/M aufgebauter Proben aus EN AW-7075. Diese erreichen Zugfestigkeiten von lediglich 200 MPa. Die geringen Festigkeiten sind auf die hohe Anzahl an Rissen in den Probekörpern zurückzuführen. Dies zeigt, dass diese Legierung in ihrer Normzusammensetzung nicht für die Verarbeitung mittels des PBF-LB/M-Prozesses geeignet ist. Bild 2-11 zeigt vergleichbare Erstarrungsrisse in einer Probe aus einer modifizierten EN AW-7020 (AlZn4,5Mg1) Legierung.



Bild 2-11 Erstarrungsrissbildung bei der laseradditiven Verarbeitung der Legierung AlZn4,5Mg1,2Zr0,4 (modifizierte EN AW-7020 Legierung)

Kempen untersuchte die Verarbeitbarkeit von ENAW-7075 bei Verwendung einer Plattformheizung bis 200 °C, sowie durch Modifizierung der Legierungszusammensetzung mittels Beigabe von bis zu 4 Ma% Silizium. Höhere Gehalte an Silizium wurden aufgrund der zu erwartenden Degradation der mechanischen Kennwerte nicht untersucht. Ab 3 Ma% Silizium konnten rissfreie Probekörper aufgebaut werden, die erreichte Dichte war mit 98,5 % der theoretischen Dichte aber nicht zufriedenstellend, sodass keine mechanische Charakterisierung erfolgte [Kemp15]. Weitere Untersuchungen bestätigten, dass die Beigabe von 3 Ma% Silizium zu dieser Legierung den rissfreien Aufbau ermöglicht [Mont16]. Bei geringeren Si-Gehalten [Qi19] war, wie in anderen Untersuchungen, kein Aufbau ohne Auftreten von Heißrissen möglich. Durch die Zugabe von Silizium verringern sich die Schmelztemperatur sowie die Viskosität der Schmelze, und es bildet sich ein schmelzflüssiges Eutektikum, mit dem Risse, die während der ersten Phase der Erstarrung entstehen, aufgefüllt werden [Xiao14]. Der selbe Effekt wird auch bei der Verwendung von hypereutektischen Al-Si-Schweißzusatzwerkstoffen genutzt [Voll08]. Kaufmann et al. untersuchten ebenfalls die Verarbeitung der Legierung EN AW-7075, konnten jedoch unabhängig von den gewählten Prozessparametern und der Berücksichtigung von Vorheiztemperaturen der Bauplatte bis 200 °C keine rissfreien Proben aufbauen. Weitere Schwierigkeiten wurden in der Verringerung des Zinkgehalts der Legierung, durch Verdampfung während des Laserstrahlschmelzprozesses, erkannt [Kauf16].

Eins der wenigen speziell auf den laseradditiven Fertigungsprozess angepassten Legierungskonzepte ist das System Al-Mg-Sc. Dieses ursprünglich für das Bandgießen entwickelte Legierungssystem [vonH13] wurde durch Modifikation des Scandiumgehalts für

den PBF-LB/M-Prozess optimiert. Hier ist vor allem die unter der Marke Scalmalloy vertriebene Legierung AlMg4,5Sc0,7MnZr zu nennen. Diese Legierung zeichnet sich durch die Kombination hoher Festigkeit von $R_m = 520$ MPa, $R_{p0,2} = 470$ MPa und zugleich hoher Bruchdehnung von 13 % nach Warmauslagerung bei 325 °C aus. Durch einen Kombinationsprozess aus heißisostatischem Pressen und der Warmauslagerung ist eine weitere Steigerung der Dehngrenze möglich [Spie17a]. Diese Eigenschaften sind auf die Bildung von kohärenten Al₃(Sc,Zr)-Ausscheidungen aus nanoskaligen, dem stark übersättigten Mischkristall nach dem PBF-LB/M-Prozess zurückzuführen und nutzen damit die charakteristische, hohe Abkühlgeschwindigkeit des additiven Laserstrahlschmelzens vorteilhaft aus [Spie17b, Aver19]. Durch die geringe Löslichkeit für Scandium im α-Mischkristall können diese hohen Festigkeiten nur nach Schnellabkühlung aus der Schmelze erzeugt werden. Einige seltene Erden wie beispielswiese Scandium wirken gleichzeitig kornfeinend und rekristallisationshemmend und erhalten so ein feines Gefüge auch bei erhöhten Temperaturen [Spie16, Yang17]. Der Nachteil dieser Legierungskonzepte sind die hohen Kosten des Legierungselements Scandium, die den Einsatz dieser Legierungen einschränken. Des Weiteren werden seltene Erden als kritische Rohstoffe eingestuft [EU20]. Im Fall von Scandium ist dies auf ein hohes Risiko eines Versorgungsausfalls durch die geringe Anzahl an weltweiten Abbaugebieten, eine geringe Recyclingquote, die begrenzte Substituierbarkeit und eine zunehmende wirtschaftliche Relevanz für eine Vielzahl von Technologien zurückzuführen Punkte sind ökologische und ethische Fragestellungen [Bote21]. Weitere der Gewinnungsprozesse.

Ein ähnliches Konzept wird auch bei Al-Cr-Sc-Legierungen verwendet. Die Substitution des Magnesiums durch Chrom, führt zu einem stabileren Prozessverhalten bei der additiven Fertigung und einer Änderung des Gefüges von den feinen Körnern der Al-Mg-Sc-Legierung hin zu größeren, säulenförmigen Körnern bei der Al-Cr-Sc-Legierung [Palm20].

Ein weiterer Ansatz ist die Konditionierung von konventionellen Legierungskonzepten mittels feinstverteilter, nanoskaliger Zusatzstoffe. Martin et al. konnten durch die Zugabe von 1 Vol% wasserstoffstabilisiertem Zirkonium die Legierung EN AW-7075 erfolgreich mittels Laserstrahlschmelzen verarbeiten [Mart17]. Die Zirkoniumpartikel wirken als heterogene Keimstellen während der Erstarrung und begünstigen die globulitische Erstarrung des Gefüges, die weniger anfällig für Rissbildung ist als die sonst zu beobachtende dendritische Erstarrung. Die ermittelten mechanischen Eigenschaften liegen jedoch unterhalb der Kennwerte der

unverstärkten Legierung nach konventioneller Prozessierung, was auf die Verdampfung des Legierungselements Zink zurückgeführt wird. Ein weiterer Nachteil sind die hohen Kosten für die Pulverkonditionierung mit den Nukleationsadditiven, die die Kosten für den Pulverwerkstoff erhöhen.

Vergleichbare mechanische Eigenschaften können auch mit der Legierung A20XTM Powder der Fa. Aeromet International PLC erreicht werden. Hierbei handelt es sich um eine Titandiborid-(TiB₂) verstärkte AlCu4,5MgAg - Legierung. Während der Erstarrung kommt es zur Bildung von TiB₂-Partikeln, die Seigerungen in der Restschmelze reduzieren und so zu einer globulitischen Erstarrung führen. Darüber hinaus hat TiB₂ eine stark kornfeinende Wirkung [Bele21]. Die Zugabe von Silber zu Al-Cu-Legierungen führt zu einer Änderung der Al₂Cu-Ausscheidungssequenz von θ -Ausscheidungen zu Ω -Ausscheidungen und steigert damit die Festigkeit [Reic98].

Zusammenfassend kann für viele hochfeste Aluminiumlegierungskonzepte die Erstarrungsrissbildung als limitierender Faktor bei der Verwendung dieser Legierungen im PBF-LB/M-Prozess identifiziert werden. Es gibt verschiedene Ansätze zur Reduzierung der Rissneigung und Anpassung der Legierungen, um die Prozesseignung zu erhöhen. Dazu zählen:

- Anpassung der bestehenden Legierungsgehalte zur Verkleinerung des Erstarrungsintervalls, zum Beispiel durch eine Erhöhung des Siliziumgehalts
- Zugabe von zusätzlichen Legierungselementen zur Minimierung des Erstarrungsintervalls, zum Beispieldurch Zugabe von Silizium zu EN AW-7075
- Einbringen von nanoskaligen Nukleationshilfen, wie zum Beispiel wasserstoffstabilisertem Zirkonium oder Titandiborid
- Kornfeinung durch das Hinzufügen von Legierungselementen, die höherschmelzende Zweitphasen bilden, wie zum Beispiel Zirkonium oder Titan

Darüber hinaus ist auch die Entwicklung neuartiger Legierungskonzepte ein vielversprechender Ansatz, der jedoch bisher selten verfolgt wird.

2.4 Kristallisation und Erstarrung von Metallen

Bei der additiven Fertigung gelten, ebenso wie bei allen anderen Erstarrungsvorgängen, bekannte thermodynamische Gesetzmäßigkeiten. Damit eine Schmelze erstarrt, bedarf es einer ausreichenden Unterkühlung und Keime, an denen die Kristallisation initiiert wird.

Unterschieden wird zwischen der homogenen und der heterogenen Keimbildung [Gott14]. Bei der heterogenen Keimbildung beginnt die Kristallisation an Fremdkeinen, wie beispielsweise Ausscheidungen oder Teilchen, die eine höhere thermische Stabilität aufweisen und sich Schmelze nicht auflösen. Weitere mögliche Fremdkeime deshalb in der sind Festkörperoberflächen, wie beispielsweise Kokillenwände beim Gießen und die bereits erstarrten Bauteilbereiche bei der additiven Fertigung. Durch die Benetzung dieser Fremdkeime mit der Schmelze, wird die zum Keimwachstum aufzubringende Grenzflächenenergie reduziert, weshalb dieser Mechanismus bei geringerer Unterkühlung bevorzugt abläuft [Ilsc10]. Bei der homogenen Keimbildung beginnt die Kristallisation an Eigenkeimen, die sich durch lokale, thermische Fluktuation zufällig in der Schmelze bilden. Oberhalb eines spezifischen kritischen Keimradius sind die Eigenkeime stabil und es kommt zur Kristallisation. Mit steigender Unterkühlung nimmt die Wahrscheinlichkeit für die homogene Keimbildung zu, die aufgrund einer Vielzahl von gleichzeitig vorliegenden Eigenkeimen zu einem feinkörnigen Gefüge führt. Die Keimbildungsrate folgt der Arrhenius-Beziehung und ist proportional zu der temperaturabhängigen Aktivierungsenergie für die Diffusion und der Keimbildungsarbeit ΔG_{K} , die wiederum von der spezifischen Erstarrungsenergie und der spezifischen Grenzflächenenergie zwischen Keim und Schmelze abhängig ist.

Für die homogene Keimbildung gilt, dass bei geringer Unterkühlung und entsprechend hoher Temperatur, die Keimbildung durch die hohe Keimbildungsarbeit stark gehemmt ist, sodass es zur Bildung grober Körner kommt. Mit zunehmender Unterkühlung steigt die Keimbildungsrate an und das Gefüge erstarrt feinkörniger, da sich eine Vielzahl an Keimen gleichzeitig bildet und diese sich gegenseitig im Wachstum behindern. Bei weiter steigender Unterkühlung nimmt die Keimbildungsrate wieder stark ab, da die Aktivierungsenergie für die Diffusion durch die geringe Temperatur der Schmelze stark ansteigt. Diffusionsprozesse werden behindert, und es kommt im Extremfall zur amorphen Erstarrung [Barg12]. Im Fall der heterogenen Keimbildung kommt es durch die Fremdkeime zur Verringerung der Keimbildungsarbeit ΔG_k , da sich die Grenzflächenenergie verringert. Die Keimbildungsrate steigt in diesem Fall an [Horn19].

Damit es nach der Keimbildung zur Erstarrung der gesamten Schmelze kommt, muss die dabei entstehende Kristallisationswärme entlang des vorliegenden Temperaturgradienten abgeleitet werden. Wird das Volumen der Schmelze nicht berücksichtigt können zwei Fälle unterschieden werden. Im ersten Fall wird die Energie über den entstandenen Festkörper abgeleitet, was zu einem polygonalen Kristallwachstum führt. Im zweiten Fall erfolgt die Ableitung über die Schmelze und es kommt zum dendritischen Wachstum. Beim polygonalen Wachstum läuft die Wärmeleitung entsprechend entgegengesetzt zur Wachstumsrichtung, bei der Ableitung über die Schmelze parallel zur Wachstumsrichtung [Ilsc10]. Der Wärmetransport über die Schmelze kommt häufiger im späten Stadium der Erstarrung vor, da die Temperatur des bereits erstarrten Festkörpers durch die freigesetzte Erstarrungswärme wärmer ist als die Schmelze.

Beim selektiven Laserstrahlschmelzen ist aufgrund des geringen Volumens der Schmelze im Vergleich zu dem umgebenden Festkörper eine bevorzugte Ableitung der Wärme über den Festkörper zu erwarten. Dabei kann die Erstarrung in Abhängigkeit der Unterkühlung zu einem globulitisch polygonal erstarrtem oder einem gerichtet erstarrten zellulärem beziehungsweise dendritischem Gefüge führen. Die Unterkühlung an der Erstarrungsfront ergibt sich einerseits durch die Änderung der Schmelz- und Festkörpertemperatur im Laufe der Abkühlung, andererseits durch die lokale Änderung der Solidus- und Liquidustemperatur in Abhängigkeit der Legierungselementkonzentration in der Schmelze. Dieser Vorgang wird als konstitutionelle Unterkühlung bezeichnet, der vereinfacht anhand eines binären Legierungssystems erklärt werden kann. Da die Diffusion in der Schmelze sehr viel schneller abläuft als im Festkörper und der Festkörper eine geringere Löslichkeitsgrenze als die Schmelze aufweist, kommt es bei fortschreitender Erstarrung zu einer Anreicherung der Schmelze mit den Legierungselementen an der Erstarrungsfront. Im Fall von nichtbinären Legierungen ist zusätzlich die unterschiedliche Löslichkeit verschiedener Legierungselemente von Bedeutung. Infolge des geänderten Konzentrationsverhältnisses kommt es zur lokalen Änderung der Liquidus- und Solidustemperatur. Ist die Änderung größer als der vorliegende Temperaturgradient in der Schmelze, wird die Liquidustemperatur an der Erstarrungsfront unterschritten und es liegt eine konstitutionelle Unterkühlung vor. Unregelmäßigkeiten an der Erstarrungsfront ragen bei Auftreten in die unterkühlten Bereiche und es kommt zur Erstarrung mit Dendritenbildung, die in die Schmelze hineinwachsen [Gott14]. Ein Sonderfall ist die eutektische Erstarrung, wie sie beispielweise im Aluminium-Silizium-System bei einem Siliziumgehalt von 12,6 Ma% auftritt. In solch einem Fall kommt es zur gleichzeitigen, getrennten Erstarrung der zwei Phasen, sobald die Liquidustemperatur, die in diesem Fall der Solidustemepratur entspricht, erreicht wird. Bei der Erstarrung wird latente Wärme freigesetzt, sodass die Temperatur, bis zum vollständigen Abschluss der Erstarrung, konstant bleibt. Durch das nicht vorhandene Erstarrungsintervall liegt in diesem Fall eine hohe Unterkühlung der Schmelze vor, und es ist eine feinkörnige Erstarrung zu erwarten. Eine teilweise eutektische Erstarrung ist auch in Legierungen mit nichteutektischer Zusammensetzung möglich, da eine lokale eutektische Zusammensetzung, durch Änderung des Konzentrationsverhältnisses bei der vorherigen Erstarrung, erreicht werden kann. Dies wird bei einer Vielzahl von Aluminium-Silizium-Legierungen beobachtet.

Die auftretende Erstarrungsstruktur ist nach Kurz et al. [Kurz98] abhängig von der Ausbreitungsgeschwindigkeit der Erstarrungsfront (Erstarrungsgeschwindigkeit) V und dem Temperaturgradienten G, der sich aus dem Temperaturprofil vor der Erstarrungsfront ergibt (Bild 2-12). Mit steigender Abkühlgeschwindigkeit T erstarrt das Gefüge feiner. Bei konstanter Abkühlgeschwindigkeit ändert sich die Erstarrungsmorphologie mit sinkendem Temperaturgradienten G und steigender Erstarrungsgeschwindigkeit V von planarer Erstarrung über gerichtet zellularer, gerichtet dendritischer, äquiaxial dendritischer hin zu zellularer Erstarrung.



Bild 2-12 Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Erstarrungsmorphologie vom Temperaturgradienten G und der Erstarrungsgeschwindigkeit V nach [Kurz98]

Die Erstarrungsgeschwindigkeit und der Temperaturgradient weisen beim selektiven Laserstrahlschmelzen einen großen Unterschied innerhalb der Schmelzspur auf. Coday et al.

haben den Temperaturgradienten innerhalb des Schmelzbades für den Werkstoff AlSi10Mg auf ~ 8000 K/mm für die Bereiche in der Nähe des Laserinteraktionsbereichs und auf ~ 500 K/mm im Auslaufbereich des Schmelzbads abgeschätzt. Für die Erstarrungsgeschwindigkeit wird ein Wert von ~ 150 mm/s angegeben [Coda20]. Die Abkühlgeschwindigkeit beträgt bis zu 10⁷ K/s [Mart20]. Neben einer Änderung entlang der Belichtungsrichtung gibt es auch Unterschiede der Erstarrungsbedingungen über den Querschnitt des Schmelzbads.

Das Diagramm in Bild 2-12 lässt sich in einen nukleationsdominierten (globulitische Morphologie) und einen wachstumsdominierten Bereich (planare, gerichtete und dendritische Erstarrungsmorphologie) unterteilen [Lipp15]. Der Übergang zwischen diesen beiden Bereichen wird als Columnar to Equiaxed Transition (CET) bezeichnet und eignet sich auch für die Beschreibung der Gefügeentwicklung von Aluminiumlegierungen in additiven Fertigungsprozessen. Untersuchungen an Al-Mg-Sc-Zr-Legierungen [Yang17, Shi18] und Al-Si-Mg-Legierungen [Hada18, Rao16, Thij13] zeigen die Abhängigkeit des CET im PBF-LB/M-Prozess von Prozessparametern wie beispielsweise der Scangeschwindigkeit und der Plattformtemperatur. Für viele Anwendungen wird ein äquiaxiales Gefüge angestrebt, da es eine geringere Anisotropie als ein kolumnares Gefüge aufweist und Eigenschaften wie die Duktilität und Festigkeit positiv beeinflusst [Mart17].

Durch die mehrfache Wiedererwärmung im PBF-LB/M-Prozess, bis kurz unterhalb der Solidustemperatur, kann es darüber hinaus zur Änderung des Gefüges im Festkörper kommen. Das im as-built-Zustand beobachtbare Gefüge entspricht damit nicht zwangsläufig der Erstarrungsstruktur. Ein Beispiel dafür ist das Wachstum säulenförmiger Körner über mehrere aufeinanderfolgende Schichten [Koep19, Mart20].

Der Vergleich der Erstarrung im PBF-LB/M-Prozesses mit anderen Schnellerstarrungsprozessen, wie beispielsweise dem Meltspinning, sind nach Martin et al. nicht zulässig, da die Bedingungen abweichend sind, es zur Bildung von Gleichgewichtsphasen kommt und sich ein dendritisches oder zelluläres Gefüge bildet [Mart20]. Amorphe Gefügebereiche werden nach dem PBF-LB/M-Prozess nur in Einzelfällen beobachtet.

2.5 Erstarrungsrisse und Kenngrößen der Rissempfindlichkeit

Rissbildung während der Erstarrung ist ein bekanntes Phänomen aus der Schweiß- und Gießtechnik, das auch beim selektiven Laserstrahlschmelzen zu den entscheidenden Faktoren zur Beurteilung der Prozessierbarkeit einer Legierung zählt. Erstarrungsrisse erscheinen im

Schliffbild einer PBF-LB/M-Probe entlang der Abkühlrichtung und lassen sich aufgrund ihrer Größe, Morphologie und Ausbreitungsrichtung von spannungsinduzierten Rissen, die nach der Erstarrung auftreten, unterscheiden.

Nach Rappaz et al. setzt die Erstarrungsrissbildung zum Ende der Erstarrung, nach Unterschreiten der Kohärenztemperatur, ein, wenn bereits ein Großteil des Materials erstarrt ist. Zu diesem Zeitpunkt liegt ein Gemisch aus bereits erstarrten Körnern und der Restschmelze vor, die sich als Flüssigkeitsfilm zwischen den Körnern befindet. Durch die Erstarrungsschrumpfung, ausgelöst durch thermische Ausdehnung und Dichteänderungen zwischen Schmelze und Festkörper, kommt es zur Rissentstehung, sollte dieser Riss nicht durch die nachfließende Schmelze aufgefüllt werden [Rapp99]. Entsprechend groß ist der Einfluss der physikalischen Eigenschaften der Schmelze, die durch ihre lokale chemische Zusammensetzung bestimmt werden. Das darauf basierende RDG- (Rappaz-Drezet-Gremaud)-Kriterium zur Beurteilung der Rissempfindlichkeit nutzt eine Massenbilanz der Fest- und Flüssigphasenanteile und berücksichtigt die Zugspannung, die quer zur Erstarrungsrichtung auf die Festphase wirkt, jedoch keine Phasenumwandlungen und Korngrenzen [Auco18].

Eine oftmals verwendete Methode zur Ermittlung der Warmrissneigung einer Legierung für Gießprozesse ist die Ermittlung des Rissempfindlichkeitskoeffizienten CSC (engl. cracking susceptibility coefficient) nach Clyne et al. [Clyn81]. Dieser berechnet sich zu

$$CSC = \frac{t_V}{t_R} = \frac{t(c_{L10} - c_{L1})}{t(c_{L60} - c_{L10})}$$
 Formel 2.5-1 [Pabel1]

mit t_V : Zeitdauer der Warmrissgefahr

 t_R : Zeitdauer der Spannungsrelaxation

t(c_{Lx1} - c_{Lx2}): Zeitdifferenz zwischen zwei definierten Flüssigphasenanteilen x_1 und x_2 (zum Beispiel: 1%, 10%, 60%)

Während der Spannungsrelaxation verhindert die Speisung mit der Restschmelze die Rissbildung. Im Zeitintervall tv hingegen ist die Rissbildungsgefahr hoch, da die Nachspeisung nur noch interdendritisch erfolgen kann. Die Verwendung der Zeit für Spannungsrelaxation und Warmrissgefahr hat den Nachteil, dass die Festlegung geeigneter Festphasenanteil für unterschiedliche Legierungen schwierig ist, was auch einen Vergleich verschiedener Werkstoffe erschwert.

Ein weiterer Ansatz für den eine Korrelation zur Heißrisswahrscheinlichkeit nachgewiesen wurde, ist die Kenngröße der Thermal Freezing Range (TFR) [Camp03]. Als Indikator für die Rissanfälligkeit wird die Temperaturdifferenz in der Abkühlkurve zwischen zwei definierten Punkten, oftmals 90% und 99,5% Festphasenanteil, ermittelt. Problematisch ist, vergleichbar zum CSC-Modell, dass es keine einheitliche Definition der zu verwendenden Festphasenanteile gibt, ein konstanter Bereich jedoch auch nicht für jedes Legierungssystem anwendbar ist [Zak17].

Kou entwickelte ein weiteres Rissempfindlichkeitskriterium basierend auf der Abkühlkurve einer Legierung [Kou15a]. Er konnte zeigen, dass die Rissempfindlichkeit einer Legierung mit der Steigung der Abkühlkurve $f_s(T)$ beziehungsweise $f_s^{1/2}(T)$ kurz vor der vollständigen Erstarrung ($f_s^{1/2} \approx 1$) korreliert. f_s kann über die Scheil-Gulliver-Gleichung:

$$f_S(T) = 1 - \left(\frac{T_{Sol} - T}{T_{Sol} - T_{Liq}}\right)^{\frac{1}{k-1}}$$
 Formel 2.5-2 [Kou03a]

mit T_{Sol}: der Solidustemperatur

T_{Liq}: der Liquidustemperatur

k: dem Verteilungskoeffizienten

berechnet werden. Als Kennwert für die Rissempfindlichkeit wird entsprechend $|dT/df_s^{1/2}|$ verwendet. Als zu betrachtender Bereich wird ein Festphasenanteil 0,87 < fs < 0,94 beziehungsweise 0,933 < fs^{1/2} < 0,97 vorgeschlagen. Für komplexe Mehrkomponentensysteme ist die Bestimmung der Abkühlkurve fs mit Hilfe von CALPHAD- (CALculation of PHAse Diagrams) Software möglich. Veranschaulicht ist dies in Bild 2-13 für zwei mögliche Systeme A und B mit unterschiedlichem, zusammensetzungsbedingtem Erstarrungsverhalten. Die Kurve fs^{1/2} symbolisiert die Fest-Flüssig-Phasengrenzen zwischen zwei Körnern bei der Erstarrung. Während der Erstarrung wachsen die beiden Körner zusammen, es kann jedoch zur Erstarrungsrissbildung durch Schrumpf und thermische Kontraktion kommen. Damit kein Riss entsteht, muss eine ausreichende Menge an Schmelze über den sich bildenden Spalt

nachfließen. Je länger dieser Spalt ist, desto stärker wird die Nachspeisung behindert und die Rissbildungswahrscheinlichkeit steigt. Der Rissempfindlichkeitskennwert $|dT/df_{s}^{1/2}|$ ist folglich für das System B größer als für das System A.



Bild 2-13 Schematische Darstellung des Rissempfindlichkeitskriteriums |dT/dfs^{1/2}| für zwei Legierungen A (links) und B (rechts) nach [Kou15a]

Da durch die willkürliche Festlegung des zu betrachtenden $\Delta fs^{1/2}$ –Intervalls der Rissempfindlichkeitskennwert verändert werden kann [Liu15], wird eine angepasste Variante unter Verwendung des finalen, maximalen Wertes von $|dT/dfs^{1/2}|$ im Bereich $fs^{1/2} < 0,99$ vorgeschlagen [Kou15b]. Bei einem Festphasenanteil $fs^{1/2} > 0,99$ kommt es, aufgrund von ausreichend starker Verbindung der Körner, nicht mehr zur Erstarrungsrissbildung. Durch Verwendung von $|dT/dfs^{1/2}|$ als Rissempfindlichkeitskennwert wird darüber hinaus eine einheitliche Beurteilung von Legierung mit einer teilweise eutektischen Erstarrung, die die eutektische Temperatur bereits bei geringeren Gehalten als zum Beispiel fs = 0,87 erreichen, ermöglicht. Die Anwendbarkeit dieses Rissempfindlichkeitskriteriums für Aluminiumlegierungen im PBF-LB/M-Prozess wurde durch Untersuchungen von Hyer et al. bestätigt [Hyer21].

Des Weiteren haben Liu et al. für binäre Aluminium-Silizium-, Aluminium-Kupfer- und Aluminium-Magnesiumlegierungen gezeigt, dass es einen Einfluss der Festkörperdiffusion auf die Rissempfindlichkeit gibt [Liu15], die in der klassischen Scheil-Gulliver-Gleichung (Formel 2.5-2) nicht berücksichtigt wird. Der größte Einfluss wird für das System Al-Mg identifiziert, das unter den untersuchten Systemen die höchste spezifische Löslichkeit im Festkörper aufweist. Eine Berücksichtigung der Festkörperdiffusion im Kriterium nach Kou führt zu einer Abschwächung und Verschiebung der maximalen Rissempfindlichkeit zu höheren Magnesiumgehalten und verbesserter Übereinstimmung mit experimentellen Untersuchungen (Bild 2-14). Je größer der Diffusionsterm a', desto stärker wird die Diffusion im Festkörper berücksichtigt. Wenn α = 0 ist, entspricht die Berechnung der klassischen Scheil-Gulliver-Gleichung. Mit steigender Abkühlgeschwindigkeit nimmt der Einfluss der Diffusion jedoch ab [Liu17, Hyer21] und hat deshalb für den PBF-LB/M-Prozess eine geringere Bedeutung als für Schweiß-Gießprozesse. Basierend auf und den prozessparameterbedingten Abkühlbedingungen und dem beobachteten Gefüge hat Hyer einen Wert zwischen 0,02 und 0,16 für α' für die Erstarrung von AlSi10Mg im PBF-LB/M-Prozess ermittelt [Hyer21].



Bild 2-14 Berechnete $|dT/df_S^{1/2}|$ Kurven mit variierendem Diffusionsterm α ' für (a) binäre Al-Si-Legierungen und (b) binäre Al-Mg-Legierungen nach [Liu15]

Neben der Erstarrungsrissbildung kann es auch zur Bildung von Wiederaufschmelzrissen (engl. liquation cracks) kommen. Diese Risse entstehen in der Wärmeeinflusszone (WEZ) der Schmelzspuren durch teilweises Aufschmelzen von niedrigschmelzenden Phasen wie beispielsweise einem Eutektikum [Kou03b]. Im PBF-LB/M-Gefüge ist eine Unterscheidung

jedoch schwierig, da es, anders als bei Verbindungsschweißprozessen, keine nicht zuvor aufgeschmolzenen Bauteilbereiche, wie dem Grundmaterial beim Verbindungsschweißen, gibt. Die WEZ einer Schmelzspur liegt prozessbedingt immer innerhalb einer zuvor erstarrten Schmelzspur und kann im Schliffbild nicht klar getrennt werden. Durch die zyklische Wiedererwärmung des Bauteils ist darüber hinaus auch eine Vergrößerung zuvor entstandener Risse durch thermische Spannungen möglich.

Experimentelle Prüfverfahren, wie sie oftmals in der Schweißtechnik zur Ermittlung von Risskoeffizienten verwendet werden [Lipp15], lassen sich nicht auf die Größenskalen beim selektiven Laserstrahlschmelzen übertragen und finden deshalb keine Anwendung.

3 Problemstellung, Zielsetzung und Vorgehensweise

Die Entwicklung von neuen Legierungen sollte immer die vorgesehene Verarbeitung und die damit verbundenen Fertigungsprozesse berücksichtigen. Eine geschickte Wahl der Legierungszusammensetzung und die Kontrolle der Prozessführung erlauben das Abmildern von Prozessrestriktionen und die vorteilhafte Nutzung der Prozessmerkmale zur Verbesserung der Werkstoffeigenschaften. Die Anzahl der Aluminiumwerkstoffe, die für das selektive Laserstrahlschmelzen verwendet werden, ist aktuell sehr gering. Wie in Kapitel 2.3 gezeigt, werden zwar verschiedene Ansätze zur Erweiterung der Werkstoffspektrums verfolgt, bisher konnten sich jedoch nur wenige Legierungen industriell etablieren, die darüber hinaus oftmals für andere Fertigungsverfahren entwickelt und eingestellt wurden.

Im Hinblick auf eine Legierungsentwicklung für das selektive Laserstrahlschmelzen ist die wichtigste zu berücksichtigende Herausforderung hinsichtlich der Verarbeitbarkeit die Unterdrückung der Rissbildung bei der Erstarrung, deren Auftreten den erfolgreichen Einsatz einer Legierung ausschließt. Ein, aus werkstofftechnischer Sicht, großer Vorteil des Fertigungsprozesses PBF-LB/M ist die hohe Erstarrungsgeschwindigkeit, die eine Überschreitung der Sättigungsgrenze des Aluminiummischkristalls für einzelne Legierungselemente ermöglicht und zu einer sehr feinen Strukturierung des Gefüges führt. Um dieses Potenzial vollständig zu nutzen, ist es jedoch nötig, die Bauteiltemperatur genau zu kontrollieren und auf diese Weise eine Einstellung des gewünschten Ausscheidungszustands zu erreichen. Bisher wird eine erhöhte Bauteiltemperatur vor allem zur Reduzierung von Eigenspannungen, beziehungsweise zur Reduzierung des möglichen Bauteilverzugs genutzt.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es zu untersuchen, ob eine Erhöhung des Mg₂Si-Gehalts oberhalb der maximalen Löslichkeit im α-Mischkristall bei laseradditiv gefertigten Proben zu einer Steigerung der Festigkeit genutzt werden kann. Dazu muss zunächst die Eignung dieser Al-Mg-Si-Legierungen für den PBF-LB/M-Prozess untersucht und im nächsten Schritt eine geeignete Legierung definiert und charakterisiert werden. Hierfür werden verschiedene Legierungsvarianten mit variierendem Magnesium- und Siliziumgehalt ausgewählt, in Pulverform hergestellt und mittels selektivem Laserschmelzen verarbeitet. Anschließend wird der as-built-Zustand metallografisch und mechanisch charakterisiert. In Folge der prozessinhärenten Schnellabschreckung aus der Schmelze bis auf das Niveau der Bauteiltemperatur wird eine Übersättigung des Mischkristalls angestrebt, die eine Ausscheidungshärtung ohne erneutes Lösungsglühen und Abschrecken erlaubt. Das Verhalten und die Eigenschaften dieser Legierungen werden maßgeblich durch den Ausscheidungszustand bestimmt. Dieser kann einerseits durch eine dem additiven Fertigungsprozess nachgeschaltete Warmauslagerung eingestellt werden, andererseits durch die im PBF-LB/M-Prozess vorliegenden thermischen Bedingungen, wie etwa die eingebrachte Energie und die Grundplattformtemperatur, verändert werden. Zur gezielten Einstellung einer finalen Eigenschaftskombination des Werkstoffs, wie beispielsweise bestimmten Duktilitätsund Festigkeitswerten, ist es notwendig, die werkstofftechnischen Zusammenhänge zwischen der thermischen Prozessführung, dem legierungsspezifischen Auslagerungsverhalten und dem resultierenden mechanischen Eigenschaftsprofil, sowie dem entstehenden Makrogefüge zu kennen. Die relevanten Wechselwirkungen werden experimentell untersucht und die Legierungen umfassend charakterisiert. Abschließend wird evaluiert, ob eine Einstellung des Ausscheidungszustands durch Steuerung der Bauteiltemperatur im selektiven Laserstrahlprozess möglich ist und wie dieser durch eine ergänzende nachfolgende Wärmebehandlung beeinflusst werden kann.



Bild 3-1 Flussdiagramm der betrachteten Prozesskette zur additiven Fertigung und die durchgeführten Untersuchungen zur Entwicklung und Charakterisierung einer neuartigen Legierung

4 Versuchstechnik und Methodik

In diesem Kapitel wird die Versuchsplanung erklärt, sowie die verwendeten Legierungen, Analysemethoden und Geräte erläutert. Bild 4-1 bietet eine Übersicht über die durchgeführten Untersuchungen, die die Prozesskette von der Legierungsdefinition bis zur Analyse der additiv gefertigten Proben in verschiedenen Wärmebehandlungszuständen abdecken.



Bild 4-1 Übersicht über die durchgeführten Untersuchungen

4.1 Definition der Legierungsvarianten und theoretische Betrachtung

Basierend auf dem zuvor beschriebenen Stand der Technik zu dem Legierungssystem Aluminium – Magnesium – Silizium werden fünf Legierungen mit variierendem Magnesiumund Siliziumgehalt definiert. Der nominelle Siliziumgehalt liegt zwischen 1,5 Ma% und 3,5 Ma%, der Magnesiumgehalt reicht von 1,5 Ma% bis 5 Ma%. Allen fünf Legierungen ist ein Mangangehalt von 0,2 Ma% und ein Zirkoniumgehalt von 0,2 Ma% gemein. Das Bild 4-2 (b) zeigt den resultierenden Bereich des maximalen Mg2Si-Gehalts im binären Al-Mg2Si-Phasendiagramm. Bei allen Legierungsvarianten liegt dieser Gehalt oberhalb der maximalen Löslichkeit im Aluminiummischkristall, sodass die maximale Festigkeitszunahme durch festigkeitssteigernde Ausscheidungen der Mg₂Si-Ausscheidungssequenz nur nach Schnellerstarrung aus der Schmelze, wie sie im PBF-LB/M-Prozess auftritt, erreicht werden kann. Nach einem Lösungsglühen und folgender Abschreckung im Bereich der maximalen Löslichkeit kann nicht der vollständige Legierungsgehalt zwangsgelöst werden und eine langsamere Abkühlung aus der Schmelze, wie beispielsweise nach einem Gießprozess, würde zur Bildung von primären β -Ausscheidungen führen (Bild 4-2 (a)).



Bild 4-2 Schematische Darstellung der temperaturabhängigen Ausscheidungsbildung und Abkühlbedingungen beim Gießen, selektiven Laserstrahlschmelzen (PBF-LB/M) und Abschrecken nach dem Lösungsglühen (a) und binäres Al-Mg2Si Phasendiagramm mit dem Legierungsgehalt der Versuchslegierungen (b)

Die Festlegung der Silizium- und Magnesiumgehalte der Versuchslegierungen erfolgt des Weiteren unter Berücksichtigung bekannter Zusammenhänge der Legierungszusammensetzung und der Rissanfälligkeit beim Laserstrahlschweißen [Kou03a] (Bild 4-3). Der Siliziumgehalt liegt, mit Ausnahme einer Variante, mit 3 Ma% beziehungsweise 3,5 Ma% außerhalb des Bereichs für den eine erhöhte Rissanfälligkeit erwartet wird. Die Legierungsvariante AlSi1,5Mg2,5 dient entsprechend auch der Überprüfung dieses Grenzwerts.

Für zwei Legierungsvarianten wird davon ausgehend über den Magnesiumgehalt ein Mg/Si-Verhältnis eingestellt, das der stöchiometrischen Zusammensetzung Mg₂Si entspricht (AlSi1,5Mg2,5 und AlSi3Mg5). Die weiteren drei Legierungsvarianten weisen einen Siliziumüberschuss auf. Der Magnesiumgehalt dieser drei Varianten wird stufenweise variiert, um den Einfluss des zu erwartenden zunehmenden Mg₂Si-Ausscheidungsgehalts auf die

mechanischen Eigenschaften zu untersuchen. Die niedrigste gewählte Magnesiumkonzentration von 1,5 Ma% der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 entspricht dem minimalen Gehalt der notwendig ist, um eine Legierung zu erhalten, die einen Mg2Si-Gehalt oberhalb der maximalen Löslichkeit im Aluminiummischkristall aufweist. Die Beigabe von geringen Mengen Mangan und Zirkonium dient der Abschwächung schädlicher Einflüsse von potentiellen Eisenverunreinigungen durch Bildung einer quaternären AlFeSiMn-Phase und der Verringerung der Erstarrungsrissneigung.



Bild 4-3 Rissanfälligkeit von Al-Mg-Si-Legierungen in Abhängigkeit des Silizium- und Magnesiumgehalts beim Schweißen nach [Kou03a] und Einordnung der Versuchslegierungen entsprechend ihrer Legierungszusammensetzung

Ergänzend wird die vielfach in der additiven Fertigung verwendete Legierung AlSi10Mg (EN AC-43500) als Referenz herangezogen. Diese weist folgende Zusammensetzung auf:

| Tabelle 4-1 | Nominelle chemische Zu | usammensetzung der | Referenzlegierung | AlSi10Mg nach |
|-------------|------------------------|--------------------|-------------------|---------------|
| | <i>DIN EN 1676</i> | | | |

| Ma% | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Ni | Ti | Weitere | Al |
|------|------|------|------|-----|-----|------|------|---------|-------|
| min. | 9,5 | | | 0,4 | 0,1 | | 0,03 | | Basis |
| max. | 11,0 | 0,25 | 0,05 | 0,7 | 0,4 | 0,07 | 0,12 | 0,2 | Basis |

Tabelle 4-2 bietet eine Übersicht über die nominelle Zusammensetzung aller betrachteten Versuchslegierungen.

| Ma% | Si | Mg | Mn | Zr | Al |
|--------------|-----|-----|-----|-----|-------|
| AlSi1,5Mg2,5 | 1,5 | 2,5 | 0,2 | 0,2 | Basis |
| AlSi3Mg5 | 3,0 | 5,0 | 0,2 | 0,2 | Basis |
| AlSi3,5Mg1,5 | 3,5 | 1,5 | 0,2 | 0,2 | Basis |
| AlSi3,5Mg2,5 | 3,5 | 2,5 | 0,2 | 0,2 | Basis |
| AlSi3,5Mg3,5 | 3,5 | 3,5 | 0,2 | 0,2 | Basis |

 Tabelle 4-2
 Nominelle Zusammensetzung der fünf Versuchslegierungen

Zur besseren Lesbarkeit erfolgt im weiteren Verlauf dieser Arbeit die Bezeichnung der Legierungsvarianten nur über den nominellen Silizium- und Magnesiumgehalt, da der Gehalt der weiteren Legierungselemente Mangan und Zirkonium nicht verändert wird. So ergibt sich für die Legierung AlSi3Mg5Mn0,2Zr0,2 die Bezeichnung AlSi3Mg5. Dies wird bereits in Tabelle 4-2 umgesetzt.

Zur Untersuchung des Einflusses der aus der chemischen Zusammensetzung resultierenden Erstarrungsrissneigung der verschiedenen Legierungen wird jeweils der Rissempfindlichkeitskennwert $|dT/df_s^{1/2}|$ nach Kou [Kou15b] berechnet. Die dafür benötigten fs-T Abkühlkurven werden mit Hilfe der CALPHAD-Software Thermocalc 2019a [Ande02] und der thermodynamischen Datenbank TCAL5 v5.1 [Ther19] nach Scheil-Gulliver berechnet.

4.2 Pulvererzeugung und Pulvercharakterisierung

Alle in dieser Arbeit verwendeten Pulver werden bei der Fa. Ecka Granules Germany GmbH mittels closed-coupled Zerstäubung anschließend auf eine hergestellt und Partikelgrößenverteilung von 20 – 63 µm klassiert. Die Zerstäubung der Legierungsvarianten wird auf einer Versuchsanlage durchgeführt. Für einen Teil der Versuche mit der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 wird Pulver aus einer zweiten, größeren Pulvercharge, deren Zerstäubung auf einer Produktionsanlage durchgeführt wird, verwendet. Auf die Verwendung von Proben, die aus der zweiten Pulvercharge gefertigt werden, wird gesondert hingewiesen. Da dem Metallpulver als Ausgangsmaterial für den additiven Fertigungsprozess eine entscheidende Rolle für das spätere Prozess- und Werkstoffverhalten zukommt, werden die chemische Zusammensetzung des Pulvers, die Partikelform und die Partikelgrößenverteilung bestimmt. All diese Untersuchungen werden im Gebrauchszustand des Frischpulvers nach dem Klassieren durchgeführt. Die Probennahme erfolgt für jede Pulvercharge vor dem ersten Prozesszyklus der additiven Fertigung, der zu Änderungen der Pulvereigenschaften führen könnte. Auf eine Bestimmung von Kenngrößen zur Beurteilung der Fließeigenschaften, beispielweise mittels Hall-Flow Trichter wird verzichtet. Diese. für andere entwickelten pulvermetallurgische Prozesse Messverfahren zur Beurteilung der Fließeigenschaften weisen eine begrenzte Übertragbarkeit auf den Pulverauftrag bei der laseradditiven Fertigung im Pulverbett auf [Seyd18].

4.2.1 Chemische Analyse der Pulver

Die chemische Zusammensetzung des Pulvers als Ausgangswerkstoff ist von besonderer Relevanz, da sie sowohl das Prozessverhalten bei der laseradditiven Fertigung, als auch die Ausscheidungskinetik und damit die mechanischen Eigenschaften des Endproduktes beeinflusst. Ermittelt wird der Gehalt der Legierungselemente Silizium, Magnesium, Mangan und Zirkonium, sowie der Eisen-, Sauerstoff- und Wasserstoffgehalt. Die Bestimmung des Gehalts von Si, Mg, Mn, Zr und Fe erfolgt mittels wellenlängendispersiver Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA), die des **O**und H-Gehaltes mittels Trägergasheißextraktion. Für die Trägergasheißextraktion wird ein Messgerät ONH-2000, Fa. Eltra GmbH verwendet. Pro Pulvercharge werden fünf Messungen mit Einwaagen zwischen 60 mg bis 110 mg durchgeführt und anschließend gemittelt. Die RFA wird durch ein unabhängiges Prüflabor an Boratschmelztabletten durchgeführt.

4.2.2 Partikelgrößenverteilung

Die Partikelgrößenverteilung der verwendeten Pulverchargen wird mittels Laserbeugung bestimmt. Verwendet wird ein Laserbeugungsspektrometer Mastersizer 2000, Fa. Malvern Panalytical Ltd. Aus jeder Pulvercharge werden drei Proben genommen. Pro Probe werden drei Messungen durchgeführt, deren Ergebnisse abschließend für jede Charge gemittelt werden. Für die Messungen wird das Pulver in Wasser dispergiert.

4.2.3 Partikelform

Zur Beurteilung der Partikelform- und -oberfläche werden mikroskopische Aufnahmen der verwendeten Metallpulver bei 500-facher und 3500-facher Vergrößerung angefertigt. Verwendet wird ein Rasterelektronenmikroskop (REM) Vega, Fa. Tescan GmbH. Die REM-Bilder mit 500-facher Vergrößerung erlauben die Beurteilung der Partikelform. Bei stärkerer Vergrößerung lassen sich Details der Oberfläche einzelner Partikel auflösen. Zur quantitativen Formanalyse wird die Sphärizität der Pulverpartikel mittels statischer Bildanalyse mit dem Bildanalysegerät Morphologi G3, Fa. Malvern Panalytical Ltd. bestimmt.

4.3 Laseradditive Fertigung im Pulverbett

Im Folgenden werden die verwendeten PBF-LB/M-Systeme, sowie das Vorgehen zur Ermittlung geeigneter Prozessparameter und die anschließende Probenfertigung erläutert.

4.3.1 Anlagentechnik zur additiven Fertigung

Für die Versuchsdurchführung werden verschiedene Systeme zum selektiven Laserstrahlschmelzen verwendet. Der Großteil der Versuche wird auf einer PBF-LB/M-Anlage SLM 125, Fa. SLM Solutions Group AG durchgeführt (Bild 4-4 (a)). Die Anlage verfügt über einen Bauraum von 125 x 125 x 125 mm³, einen Yb-Faserlaser mit einer Wellenlänge von 1,07 µm und einer maximalen Leistung PL von 400 W. Der minimale Strahldurchmesser im Fokus beträgt 68 µm. Durch eine Verschiebung der Fokuseben ist eine Aufweitung des Strahls in der Arbeitsebene möglich. Des Weiteren ist es möglich, über Heizelemente die Bauplatte während des Prozesses auf bis zu 200 °C zu erwärmen. Die Temperaturregelung erfolgt über ein in die Grundplatte integriertes Thermoelement, dessen Messwert während des Baujobs aufgezeichnet wird und so eine nachfolgende Auswertung der, während des Prozesses vorliegenden, Temperatur erlaubt (Bild 4-4 (b)). Es muss jedoch berücksichtigt werden, dass sich über die Bauplatte und das Bauteil in normaler und lateraler Richtung ein Temperaturgradient einstellen kann, der auf diese Weise nicht gemessen werden kann.



Bild 4-4 Verwendetes PBF-LB/M-System SLM 125 (a) und Position des zur Temperaturregelung verwendeten Thermoelements (b)

Zur Durchführung von Versuchen zur Steuerung der in-situ Ausscheidungshärtung wird eine PBF-LB/M-Anlage Aconity Mini, Fa. Aconity 3D GmbH (Bild 4-5 (a)) verwendet. Diese Anlage verfügt über einen baugleichen Yb-Faserlaser mit einer maximalen Laserleistung von 400 W bei einer Wellenlänge von 1,07 µm. Der minimale Strahldurchmesser im Fokus beträgt 49 µm und lässt sich über eine Verschiebung der Fokusebene mittels 3D-Optik ebenfalls aufweiten. Der zylindrische Bauraum weist einen maximalen Durchmesser von 140 mm und eine Höhe von 190 mm auf. Die Anlage verfügt über eine gute Zugänglichkeit des Bauplattformzylinders und eine offene Maschinensteuerung, sodass es möglich ist, verschiedene Grundplatten zur erweiterten Temperaturregelung zu verwenden. Im Rahmen dieser Arbeit werden zwei verschiedene Grundplatten, eine beheizte und eine gekühlte, eingesetzt. Die beheizte Grundplatte erlaubt die Erwärmung der Bauplatte auf bis zu 800 °C, die Temperaturregelung erfolgt über ein in die Grundplatte integriertes Thermoelement. Der nutzbare Durchmesser des Plattformzylinders reduziert sich dabei auf 100 mm.

Die neu entwickelte gekühlte Grundplatte ermöglicht die Ableitung der, über den Laser eingebrachten, Prozesswärme über den Wasserkühlkreislauf der PBF-LB/M-Anlage. Die Grundplatte verfügt über einen Z-förmigen Kühlkanal und zwei Thermoelemente zur Überwachung der Bauplattformtemperatur (Bild 4-5 (b)). Die kontinuierliche Aufzeichnung der gemessenen Temperaturen an den beiden Messpunkten, erlaubt es, lokale Abweichungen zu erkennen. Der nutzbare Durchmesser des Plattformzylinders wird nicht reduziert. Über die darauf liegende Bauplatte homogenisiert sich die Temperatur weiter.



Bild 4-5 PBF-LB/M-System Aconity Mini (a) und Aufbau der modifizierten Grundplatte zur Bauplattenkühlung (b)

Als Schutzgas wird bei beiden Anlagen Argon genutzt. Im weiteren Verlauf der Arbeit werden die Kurzbezeichnungen SLM 125 und Aconity Mini für die beiden PBF-LB/M-Anlagen verwendet.

Des Weiteren werden Proben der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 verwendet, die auf einem PBF-LB/M-System Concept Laser M2, Fa. GE Additive gefertigt. Auf diesem PBF-LB/M-System wird eine Laserleistung P_L von 370 W, eine Scangeschwindigkeit v_S von 1200 mm/s und ein Spurabstand h_S von 0,11 mm verwendet. In allen Fällen erfolgt die Angabe auf welchem System die additive Fertigung erfolgt.

4.3.2 Ermittlung der Prozessparameter für das selektive Laserstrahlschmelzen

Grundvoraussetzung für den erfolgreichen Einsatz einer Legierung im PBF-LB/M-Prozess ist der porenarme und rissfreie Aufbau von Bauteilen. Eine Erläuterung der wesentlichen Prozessparameter und ihrer Wechselwirkungen findet sich in Kapitel 2.1. Die initiale Ermittlung eines geeigneten Prozessfensters für jede Legierung wird auf der PBF-LB/M-Anlage SLM 125 durchgeführt. Für alle Versuche werden eine Laserleistung P_L von 370 W und eine Schichtstärke ds von 50 µm verwendet. Variiert wird die Scangeschwindigkeit vs und der Spurabstand hs in den in Tabelle 4-3 genannten Bereichen. Der Umfang der Parametervariation ist nicht bei jeder Legierungsvariante identisch, da durch die zeitlich aufeinanderfolgende Versuchsdurchführung der Versuchsumfang durch die Verwendung der zuvor ermittelten Erkenntnisse reduziert werden kann. Es erfolgt keine Beheizung der Grundplatte während der Fertigung der Würfelproben zur Parameterermittlung. Des Weiteren wird für die Fertigung aller Proben eine Konturbelichtung mit einer Laserleistung von 370 W, einer Scangeschwindigkeit von 1250 mm/s bei einem Konturabstand von 0,11 mm verwendet.

| | 1 | 1 | | |
|--------------|--------------|----------------|-------------------------------------|------------------|
| Legierung | vs (mm/s) | hs (mm) | E _V (J/mm ³) | Parametersätze |
| AlSi10Mg | 800 bis 1700 | 0,07 bis 0,16 | 27,2 bis 132,1 | 38 Kombinationen |
| AlSi1,5Mg2,5 | 700 bis 2100 | 0,05 bis 0,175 | 20,1 bis 211,4 | 48 Kombinationen |
| AlSi3Mg5 | 800 bis 1600 | 0,07 bis 0,17 | 27,2 bis 132,1 | 40 Kombinationen |
| AlSi3,5Mg1,5 | 800 bis 1600 | 0,07 bis 0,13 | 35,6 bis 132,1 | 16 Kombinationen |
| AlSi3,5Mg2,5 | 800 bis 1800 | 0,05 bis 0,15 | 27,4 bis 185 | 28 Kombinationen |
| AlSi3,5Mg3,5 | 800 bis 1600 | 0,07 bis 0,13 | 35,6 bis 132,1 | 25 Kombinationen |

Tabelle 4-3 Versuchsfenster für die Ermittlung geeigneter Prozessparameter für die verschiedenen Legierungsvarianten

Aus den gewählten vollfaktoriellen Versuchsfenstern ergeben sich Volumenenergiedichten E_V von 20,1 bis 211,4 J/mm³. Verwendet wird eine Streifenbelichtung mit einer maximalen Vektorlänge von 10 mm. Das Belichtungsmuster wird von Schicht zu Schicht um 67 ° gedreht. Im Anhang (Kapitel 8) bietet Tabelle 8-1 einen Überblick über alle untersuchten Parameterkombinationen aus Scangeschwindigkeit v_S und Spurabstand h_S . Pro Parameterkombination wird ein Würfel mit 10 mm Kantenlänge gefertigt und anschließend die Dichte mittels Schliffbildanalyse orthogonal zur Aufbaurichtung ermittelt. In späteren Baujobs werden nach Möglichkeit Kontrollproben gefertigt und die Dichte, wie in Kapitel 4.6.1 beschrieben, metallografisch bestimmt.

Vergleichbar zu der Parameterermittlung auf der PBF-LB/M-Anlage SLM 125 ist auch bei für die Fertigung von Proben auf der PBF-LB/M-Anlage Aconity Mini eine Parameterentwicklung nötig. Die Parameterentwicklung wird bei einer konstanten Plattformtemperatur von 20 °C, unter Verwendung der wassergekühlten Plattform, durchgeführt. Die verwendete Schichtstärke ds beträgt 50 µm, die Laserleistung P_L 370 W. Die Scangeschwindigkeit v_s wird in Schritten von 200 mm/s zwischen 1000 mm/s und 1800 mm/s variiert, der Spurabstand hs in Schritten von 0,015 mm zwischen 0,055 mm und 0,115 mm. Eine getrennte Parameterentwicklung für verschiedene Plattformtemperaturen wird nicht durchgeführt, da der Vergleich der Probendichte nach Fertigung bei 20 °C und 170 °C, mit demselben Parametersatz, keinen Unterschied aufweist (siehe Kapitel 5.2.1).

4.3.3 Probenfertigung

Die Proben für die weitere mechanische und metallografische Charakterisierung werden, soweit nicht abweichend angegeben, für alle Legierungsvarianten auf der PBF-LB/M-Anlage SLM 125, mit den zuvor ermittelten Parametersätzen, gefertigt. Bei der Probenfertigung wird eine Konturbelichtung verwendet, deren Belichtungsparameter mit PL=370 W, vs=1250 mm/s für alle Legierungen identisch ist. In allen Fällen wird ein Konturabstand d_C von 0,1 mm verwendet. Für die Legierungsvariante AlSi1,5Mg2,5 erfolgt keine weitere Probenfertigung zur mechanischen Charakterisierung, da kein Prozessfenster ermittelt werden konnte, in dem ein rissfreier Aufbau von Proben möglich ist (siehe Kapitel 5.2). Für jeden durchgeführten Baujob erfolgt eine Auswertung der Bauplattentemperatur, um mögliche Einflüsse auf den Ausscheidungszustand zu identifizieren. Nach Abschluss der additiven Fertigung werden die Proben bis zur Prüfung bei einer Temperatur von -40 °C gelagert. Bei dieser Temperatur wird der für die Ausscheidungsbildung nötige Diffusionsprozess, im Vergleich zur Lagerung bei Raumtemperatur, behindert und der as-built-Zustand kann erhalten werden. Notwendige Zwischenprozesse, wie die mechanische Bearbeitung der Proben, können nur bei Raumtemperatur durchgeführt werden, die Zwischenzeiten werden jedoch möglichst kurz und für alle Proben vergleichbar gehalten.

Im Folgenden ist die Beschreibung der Probenfertigung nach Verwendungszweck der Proben gegliedert, da sich daraus unterschiedliche Anforderungen und Vorgehensweisen ergeben.

Härteprüfung und DSC-Messungen

In Abhängigkeit der Bauhöhe im PBF-LB/M-Prozess kommt es zu einem unvermeidbaren Gradienten der Dauer, die der Werkstoff der Prozesstemperatur ausgesetzt wird. Dabei ist es möglich, dass sich ein bauhöhenabhängiger Unterschied im Gefüge und im Ausscheidungszustand einstellt. Zur Untersuchung dieses Einflusses mittels Härteprüfung und DSC-Messungen werden Zylinderproben mit einer Höhe von 45 mm drahterosiv in Scheiben getrennt und der Bauhöhe zugeordnet. Bild 4-6 zeigt beispielhaft die Zuordnung für Proben, die bei einer Plattformtemperatur von 20 °C auf der PBF-LB/M-Anlage Aconity Mini aus der Legierung AlSi3,5Mg2,5 aufgebaut wurden.



Bild 4-6 Zuordnung der Scheibenproben für die Härteprüfung und DSC-Messungen

Ein Endbereich der Proben kann nicht zu Scheibenproben verarbeitet werden, da er als Einspannbereich bei der Probenfertigung benötigt wird. Für die Charakterisierung des unteren Probenbereichs, der am längsten dem Temperaturprofil des Prozesses ausgesetzt war, werden die untersten drei Proben verwendet (Z01 bis Z03). Analog erfolgt die Untersuchung des Probenzustandes für die kürzere Baujobdauer an den obersten drei Proben (Z15 bis Z17). Der mittlere Probenbereich wird an Hand der Proben Z08 bis Z10 charakterisiert. Aus den auf der PBF-LB/M-Anlage SLM 125 gefertigten Proben werden aufgrund der größeren Bauhöhe von 63 mm mehr Proben gefertigt (Z01 bis Z24). Das sonstige Vorgehen ist identisch.

Zugprüfung

Für die Durchführung der Zugprüfung im as-built-Zustand, ohne nachfolgende Wärmebehandlung, werden zylindrische Probenrohlinge mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Höhe von 63 mm gefertigt. Die Längsachse der Proben liegt senkrecht zur Bauplatte. Um einen möglichst guten Vergleich des Einflusses der Legierungszusammensetzung auf die mechanischen Eigenschaften zu ermöglichen, wird für alle Baujobs eine identische Probenanzahl und –positionierung gewählt, sodass vergleichbare thermische Bedingungen vorliegen. In jedem Baujob werden 16 Zugprobenrohlinge und vier Zylinder zur Fertigung von DSC-Proben gefertigt. Bild 4-7 zeigt die Anordnung der Proben auf der Bauplatte und ein Foto der gefertigten Proben. Die zylindrischen Rohlinge werden mittels Drahterosion von der Bauplatte getrennt und anschließend auf die finale Probenform, nach DIN 50125 Typ B mit einem Prüfdurchmesser von 5 mm, abgedreht. Die Zylinder zur Fertigung der Scheibenproben

für Messungen mit einem dynamischen Differenzkalorimeter haben einem Durchmesser von 4 mm.



Bild 4-7 Probenanordnung des Baujobs zur Fertigung von DSC-Proben und Zugprobenrohlingen mit dem PBF-LB/M-System SLM 125 und die gefertigten Proben

Die Proben zur Langzeitwarmauslagerung werden abweichend auf einer PBF-LB/M-Anlage Concept Laser M2 aus Pulver der zweiten Charge der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 gefertigt. Das weitere Vorgehen der Zugprobenfertigung ist identisch.

Einfluss der Stützstrukturen auf den as-built-Ausscheidungszustand

Zur Untersuchung des Einflusses der Wärmeleitung während des PBF-LB/M-Prozesses auf den as-built-Ausscheidungszustand, werden Würfelproben mit fünf verschiedenen Anbindungsquerschnitten zur Bauplatte zur metallografischen Charakterisierung und Zylinder zur Fertigung von Proben zur DSC-Messung aus der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 gefertigt. Die Anbindung zur Bauplattenform wird über verschiedene Stützstrukturen, auch Support genannt, realisiert. Vergleichend wird jeweils eine Probe mit direkter Anbindung an die Bauplattform gefertigt, was dem Vorgehen bei der Fertigung aller weiteren, im Rahmen dieser Arbeit, untersuchten Proben entspricht. Gewählt wird ein Blocksupport. Diese Art von Struktur weist eine unterbrochene Kreuzschraffur mit einem definierten Abstand zwischen den einzelnen Wänden auf. Für gewöhnlich werden die einzelnen Wände als Einzelvektoren belichtet, sodass sich die Wandstärke, in Abhängigkeit der gewählten Parameter, als Breite einer Einzelspur ergibt. Neben dieser Grundvariante wird die Wandstärke der weiteren Varianten durch Verwendung zusätzlicher Belichtungsvektoren auf eine Stärke von 0,2 mm, 0,4 mm und 0,6 mm erhöht. Bild 4-8 zeigt das CAD-Modell der verschiedenen untersuchten Anbindungsvarianten. Die Anbindung des Blocksupports an die Bauplattform und das Bauteil erfolgt über ein Zahnprofil, dessen Breite analog zur Wandstärke erhöht wird. Durch die Veränderung des Anbindungsquerschnitts wird die Wärmeableitung aus dem eigentlichen Bauteil geändert. Dieser Versuch soll auch exemplarisch für variierende Bauteilgeometrien, wie sie bei geringen Losgrößen der Regelfall sind, die Auswirkungen auf den Ausscheidungszustand demonstrieren.



Anbindungsquerschnitt



Die Würfel weisen eine Kantenlänge von 15 mm auf, die Zylinder einen Durchmesser von 4 mm und eine Höhe von 15 mm.

4.3.4 In-situ Temperaturmessung

Die Regelung der Prozesstemperatur erfolgt im PBF-LB/M-Prozess üblicherweise über ein in die Grundplatte der Anlage integriertes Heizelement. Eine Temperaturüberwachung ist dabei über ein ebenfalls in die Grundplatte integriertes Thermoelement möglich. Die über den Laser eingebrachte Energie fließt zum Teil über die Bauteile, die eigentliche Bauplatte und die Grundplatte in die Maschinenstruktur und die Umgebung ab. In Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit und Probengeometrie kommt es dadurch zu einem unbekannten Temperaturgradienten über die Bauhöhe. Zur besseren Abschätzung dieses Effektes wird ein Baujob mit der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5, mit einer Probenanordnung, die vergleichbar zu den Baujobs zur Fertigung von Zug- und Scheibenproben ist, auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 durchgeführt. Währenddessen wird die Temperatur in zwei Zylinderproben und der

Bauplatte gemessen. Einzige Abweichungen in der Probengeometrie sind Kanäle zur Einführung von Thermoelementen bis zur Probenmitte auf einer Bauhöhe von 20 mm und 40 mm. Da diese Kanäle additiv gefertigt werden, reduziert sich belichtete Fläche pro Schicht in diesem Probenbereichen. Bild 4-9 (a) zeigt die modifizierte Probengeometrie. Die Temperatur der Grundplatte wird, ebenfalls analog zu den anderen Baujobs, auf 120 °C geregelt.



Bild 4-9 Probengeometrie (a) und Position der Messstellen (b) zur in-situ Temperaturmessung während des PBF-LB/M-Prozesses

Die Messung der Bauplattentemperatur erfolgt über eine Bohrung in der Mitte der Platte. Durch den schichtweisen Aufbau der Proben und den Beschichtungsvorgang muss der PBF-LB/M-Prozess zur Einführung der Thermoelemente unterbrochen werden. Die Unterbrechung erfolgt, aus technischen Gründen, bei einer Bauhöhe von 25 beziehungsweise 45 mm. Da auch das Thermoelement zur Messung der Bauplattentemperatur von oben zugeführt wird, wird hierfür der Baujob bei einer Bauhöhe von 7,5 mm unterbrochen. Die Messung erfolgt mit Mantelthermoelementen vom Typ K mit einem Außendurchmesser von 0,5 mm und einer Messfrequenz von 10 Hz. Bild 4-9 (b) zeigt die Position der Messstellen.

4.4 In-situ Wärmebehandlung

Zur Untersuchung des Einflusses der Bauteiltemperatur auf den Gefügezustand nach dem additiven Fertigungsprozess wird ein identischer Baujob bei Plattformtemperaturen von 20 °C,

100 °C, 170 °C und 275 °C aufgebaut. Bei Verwendungen einer höheren Temperatur kann ein Sintern des die Bauteile umgebenden Pulvers nicht ausgeschlossen werden. Da dieser Effekt das Pulver für die Verwendung in weiteren Baujobs unbrauchbar machen würde, wird, auch in Anbetracht des Ziels einer ökonomischen und ökologischen Fertigung, auf den Einsatz höherer Plattformtemperaturen verzichtet. Des Weiteren erlaubt die im Vergleich zu den Ofenprozessen lange Laufzeit der Baujobs das Absenken der Wärmebehandlungstemperatur. Bild 4-10 zeigt die Anordnung der Bauteile und deren Verwendungszweck.



Bild 4-10 Probenanordnung zur Fertigung bei verschiedenen Plattformtemperaturen mit PBF-LB/M-System Aconity Mini

Nach Abschluss des Baujobs werden die Bauteile, mit Ausnahme der Cantileverprobe, von der Bauplatte getrennt. Bei der Cantileverprobe werden lediglich die Sockelpunkte getrennt und die Basis bleibt mit der Bauplatte verbunden (Bild 4-11, Schritt 1). Die Cantileverprobe wird entlang der Probenlängsachse auf der Oberseite taktil vermessen (Schritt 2). Hierfür wird eine Koordinatenmessmaschine PMM 654, Fa. Leitz verwendet. Die Messpunkte sind in zwei Reihen mit einem Abstand von 9 mm angeordnet. Entlang der Probe beträgt der Abstand zwischen den einzelnen Messpunkten 3,5 mm. Die Referenzierung erfolgt auf der Oberfläche der Bauplatte. Der Vergleich der gemessenen Verformung nach dem Trennen mit der Ausgangsgeometrie der Probe erlaubt es, die thermisch induzierten Spannungen und späteren Eigenspannungen, in Abhängigkeit der Plattformtemperatur, abzuschätzen.



Bild 4-11 Messung der Auslenkung der Cantileverprobe nach teilweisem Trennen von der Bauplatte

Die Quader werden metallografisch präpariert und ein Härteverlauf in Aufbaurichtung gemessen, um mögliche Härteänderungen durch die in-situ Ausscheidungshärtung nachzuweisen.

Zur Untersuchung des Einflusses der in-situ Ausscheidungshärtung auf die mechanischen Eigenschaften werden für jede untersuchte Plattformtemperatur Zugprüfungen im as-built-Zustand durchgeführt. Auf diese Weise ist eine genauere Untersuchung der Änderung der Ausscheidungskinetik durch das in der Praxis oftmals verwendete Vorwärmen zur Verzugsminimierung möglich.

Aus den dünneren Zylindern werden Scheibenproben mit einer Stärke von 2 mm drahterosiv getrennt. Mittels Härtemessungen und DSC-Messungen wird untersucht, wie sich der Ausscheidungszustand in Abhängigkeit der Plattformtemperatur und der Bauhöhe ändert. Um eine Zuordnung der einzelnen Proben zu der Bauhöhe zu ermöglichen, werden die Scheiben nicht vollständig abgetrennt, sondern ein Steg von 0,5 mm Breite verbleibt, sodass die Proben händisch getrennt und sortiert werden können.

Weitere Aussagen zum Einfluss der in-situ Wärmebehandlung werden aus den zuvor beschriebenen Versuchen zur Variation der Stützstrukturdichte erwartet, da sich in deren Abhängigkeit der thermische Widerstand zwischen der Bauplatte und den Proben ändert und es somit zu einer Änderung des Zeit-Temperaturprofils kommt.

4.5 Konsekutive Wärmebehandlung

Während des selektiven Laserstrahlschmelzens kann es durch den Temperaturverlauf während des Prozesses bereits zu einer Wärmebehandlung der sich im Aufbau befindenden Probe
kommen. Die in diesem Kapitel beschriebenen Wärmebehandlungsschritte beziehen sich ausschließlich auf die an den additiven Fertigungsprozess angeschlossene Wärmebehandlung in separaten Wärmebehandlungsöfen. Oftmals wird im Anschluss an das selektive Laserstrahlschmelzen von Aluminiumlegierungen ein Spannungsarmglühen bei 300 °C für wenige Stunden durchgeführt (Bild 4-12, PBF-LB/M Standard) [Gebh16]. Eine solche Wärmebehandlung kann möglichem Verzug der additiv gefertigten Bauteile nach dem Trennen von der Bauplatte vorbeugen, führt bei Al-Si-Mg-Legierungen jedoch zu einer Abnahme der Festigkeit durch Änderung des Ausscheidungszustands, sodass es sich um kein reines Spannungsarmglühen handelt. Im Folgenden wird die Ermittlung geeigneter Wärmebehandlungsparameter nach dem angestrebten Eigenschaftsprofil eine in festigkeitsoptimierende und eine duktilitätsoptimierende Wärmebehandlung gegliedert.



Bild 4-12 Schematische Darstellung des Prozessablaufs verschiedener Wärmebehandlungsprozesse für Aluminiumlegierungen nach additiver Fertigung (a) und nach konventioneller Fertigung (b)

4.5.1 Festigkeitssteigernde Wärmebehandlung

Eine Festigkeitssteigerung von aushärtbaren Aluminiumlegierungen wird konventionell über eine Wärmebehandlung bestehend aus einem Lösungsglühen im Einphasengebiet, Abschrecken auf Raumtemperatur und anschließender Warmauslagerung erzielt (Bild 4-12, Aluminium Aushärtung). Bei den untersuchten Legierungen soll die Steigerung der Festigkeit über die gezielte Bildung von Mg/Si-Ausscheidungen mittels Warmauslagerung erreicht werden. Die Al-Si-Mg-Versuchslegierungen eignen sich aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung, die zu einer Übersättigung mit Mg₂Si über die maximale Löslichkeit im Aluminiumfestkörper hinaus führt, nicht für das Lösungsglühen. Die für die Auslagerung notwendige Übersättigung resultiert aus der prozessinhärenten Abschreckung im PBF-LB/M-Prozess. Die untersuchte festigkeitsoptimierende Wärmebehandlung besteht folglich aus einer Warmauslagerung die sich an den PBF-LB/M-Prozess anschließt. Der Einfluss der Warmauslagerung auf die Ausscheidungsbildung wird für die Legierungsvarianten AlSi3,5Mg1,5, AlSi3,5Mg2,5, AlSi3,5Mg3,5 und AlMg5Si3 an Hand von Härtemessungen an Mikroscheibenproben ermittelt, die bei einer Bauplattentemperatur von 40 °C gefertigt werden. Es wird eine konstante Warmauslagerungstemperatur von 170 °C verwendet und die Auslagerungsdauer zwischen 0.5 h und 10 h variiert. Die Wärmebehandlung wird in einem Umluftkammerofen N 120/65HA, Fa. Nabertherm GmbH durchgeführt. Während der Warmauslagerung wird die Probentemperatur in zwei Begleitproben identischer Geometrie mittels Thermoelementen, die in das Zentrum der beiden Proben eingebracht sind, gemessen. Pro Parametersatz werden 3 Proben untersucht. Im Anschluss an die Warmauslagerung wird die Kernhärte für alle Proben bestimmt. Die Abmessung der Proben eignet sich für eine anschließende Messung des Ausscheidungszustandes mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC), die an ausgewählten Proben durchgeführt wird.

Für die Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 wird ein Teil der Warmauslagerungsvariation parallel an zylindrischen Proben durchgeführt, die anschließend in quasistatischen Zugversuchen geprüft werden. Für diese Legierung liegen damit neben den Härtewerten und DSC-Messkurven auch mechanische Kennwerte vor. Für die Zugproben werden Auslagerungstemperatur und -dauer entsprechend Tabelle 4-4 variiert. Die Abkühlung der Proben nach der Warmauslagerung erfolgt an ruhender Luft.

| Tabelle 4-4 | Übersicht der durchgeführten Prozessparametervariation zur Entwicklung einer |
|-------------|--|
| | festigkeitsoptimierenden Wärmebehandlung |

| Legierungsvariante | Temperatur | Dauer | | |
|--------------------|------------|--|--|--|
| A18;3 5Mg2 5 | 140 °C | 1 h, 2,5 h, 4 h, 5,5 h, 7 h, 8,5 h, 10 h | | |
| A1515,5141g2,5 | 170 °C | 1 h, 2,5 h, 4 h, 5,5 h, 7 h, 8,5 h, 10 h | | |

Ergänzend wird eine Langzeitwarmauslagerung für bis zu drei Wochen (504 h) bei 170 °C im Umluftkammerofen durchgeführt. Dies bildet die in-situ Warmauslagerung während der Laufzeit von Baujobs nach, wie sie bei der Fertigung von Strukturbauteilen im Automobilbau und in der Luft- und Raumfahrt auftreten kann. Insbesondere die Fertigung von komplexen und großen Bauteilen wird oftmals unter Verwendung einer Plattformheizung bis 200 °C zur Vorbeugung eines möglichen Bauteilverzugs durchgeführt.

4.5.2 Duktilitätssteigernde Wärmebehandlung

Zur Einstellung eines Werkstoffzustandes mit gesteigerter Duktilität im Vergleich zum as-built-Zustand und Ermittlung der Zusammenhänge zwischen Wärmbehandlungsprozessparametern und resultierenden mechanischen Eigenschaften werden Glühbehandlungen bei Temperaturen zwischen 250 °C und 380 °C an Proben der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 durchgeführt. Die Dauer der Wärmebehandlung variiert zwischen 15 min und 4 h (Tabelle 4-5). Nach der Wärmebehandlung im Umluftkammerofen kühlen die Proben an ruhender Luft ab. Im Vergleich zu den Baujobs zur Untersuchung der in-situ Wärmebehandlung wird die Temperatur weiter erhöht.

| | Glühdauer | | | | |
|----------------|-----------|--------|-----|-----|-----|
| Glühtemperatur | 15 min | 30 min | 1 h | 2 h | 4 h |
| 250 °C | | | Х | | |
| 275 °C | | | Х | | |
| 300 °C | | Х | Х | | |
| 340 °C | | Х | | | |
| 380 °C | Х | Х | Х | Х | Х |

Tabelle 4-5Übersicht der durchgeführten Prozessparametervariation zur Entwicklung einer
duktilitätsoptimierenden Wärmebehandlung

Die Untersuchung dieser Wärmebehandlung erfolgt exemplarisch an der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5, da angenommen wird, dass der der Duktilitätssteigerung zugrunde liegende Mechanismus unabhängig vom Mg2Si-Ausscheidungsgehalt ist.

4.6 Metallografische Charakterisierung

Die metallografische Charakterisierung der Probenzustände erfordert den Einsatz verschiedener Mikroskopietechniken, die eine Auflösung des Gefüges auf unterschiedlichen Größenskalen erlauben. Da es beim PBF-LB/M-Prozess zu einer gerichteten Erstarrung, einer Vielzahl von einzelnen Teilvolumina des Bauteils kommt, weisen die Proben oftmals kein homogenes Gefüge auf. Aus diesem Grund erfolgt die metallografische Untersuchung bei Bedarf sowohl transversal (xy-Ebene) als auch longitudinal (xz/yz-Ebene) zur Aufbaurichtung der Proben im additiven Fertigungsprozess (Bild 4-13). Aufgrund der verwendeten Belichtungsstrategie mit rotierenden Scanvektoren ist keine Unterscheidung zwischen xz- und yz-Ebene notwendig. Im Folgenden werden die verwendeten Methoden beschrieben.



Bild 4-13 Schematische Darstellung der Größenskalen des Gefüges, die mittels der verschiedenen Mikroskopietechniken untersucht werden können

4.6.1 Lichtmikroskopie und Ätzmethoden

Zur lichtmikroskopischen Untersuchung der Gefüge werden die zu untersuchenden Proben eingebettet und anschließend geschliffen und poliert. Als Einbettmittel wird das Epoxidharzsystem Technovit EPOX, Fa. Kulzer GmbH verwendet. Bei der Aushärtung kann sich die Probe auf bis zu 65 °C erwärmen und somit den Ausscheidungszustand beeinflussen. Eingebettete Proben werden jedoch nur zur Untersuchung des Makrogefüges und der Porosität mittels Licht- und Rasterelektronenmikroskopie verwendet. Eine Beeinflussung des Makrogefüges ist durch diese Wärmeeinwirkung nicht zu erwarten. Es wird darauf geachtet, dass ein Mindestabtrag von 3 mm von der Bauteilkante gewährleistet ist, damit es zu keiner Verfälschung der Ergebnisse durch Randeffekte kommt. Die lichtmikroskopische Untersuchung des Makrogefüges erfolgt mittels eines Mikroskops Axioplan 2, Fa. Zeiss. Zur Bestimmung der Porosität werden die Proben im ungeätzten Zustand untersucht. Für jeden Würfel der Prozessparametervariation werden mit einem Mikroskop VK-X 1000, Fa. Keyence Aufnahmen des vollständigen Probenquerschnitts längs der Aufbaurichtung bei fünfzigfacher Vergrößerung angefertigt und die Einzelbilder anschließend zusammengefügt. Nach der darauffolgenden Umwandlung in ein Schwarzweißbild, wird der Porenanteil auf der Probenfläche in der Schliffebene mittels digitaler Flächenanalyse bestimmt.

Um die Gefügestruktur hervorzuheben, werden des Weiteren folgende Ätzmethoden verwendet:

- Ätzmittel nach VAW:

50 ml 40%ige Flusssäure, 100 ml Schwefelsäure, 850 ml destilliertes Wasser, Ätzen für 40 s

Angepasste Dix-Keller Ätzung:
10 ml 40%ige Flusssäure, 15 ml 32%ige Salzsäure, 25 ml 65%ige Salpetersäure und
960 ml destilliertes Wasser; Ätzen für 25 s

Die angegebenen Ätzzeiten sind beispielhaft für lichtmikroskopische Untersuchungen. Bei Verwendung höherauflösender Mikroskopietechniken werden die gleichen Ätzmittel auch für kürzere Zeiten und in geringerer Konzentration verwendet. Verwendet wird eine Verdünnung des zuvor genannten Ätzmittels von 4:1 mit destilliertem Wasser. Bei Abweichungen erfolgt die Angabe in der Bildbeschriftung.

4.6.2 Rasterelektronenmikroskopie und Elektronenrückstreubeugung

Da die laterale Auflösung der Lichtmikroskopie nicht ausreicht, um feine Gefügestrukturen und Ausscheidungen in Aluminiumlegierungen darzustellen, wird ergänzend auf elektronenmikroskopische Verfahren zurückgegriffen.

Gefügeaufnahmen werden mit einem REM VEGA II XLH, Fa. Tescan mit EDX Detektor angefertigt und als Sekundärelektronenaufnahme ausgewertet. Es wird eine Beschleunigungsspannung von 15 kV verwendet.

Einzelne Proben werden mittels wellenlängendispersiver Röntgenspektroskopie (WDX) untersucht. Dies ist ein elektronenmikroskopisches Verfahren zur quantitativen chemischen Analyse einer Probe in der Schliffebene. Es wird die Beugung der von der Probe emittierten Röntgenstrahlung, nach Anregung mit einem Elektronenstrahl, gemessen. Im Vergleich zur EDX weist die WDX eine erhöhte Nachweisempfindlichkeit auf. Für die Erstellung von ortsaufgelösten Verteilungsdiagrammen der Elemente Aluminium, Silizium und Magnesium wird eine Mikrosonde JXA8200, Fa. Jeol verwendet. Es wird jeweils eine Matrix aus 500 x 500 Punkten mit einer Schrittweite von 0,0196 µm abgerastert. Der resultierende Bildausschnitt ist somit quadratisch und weist eine Kantenlänge von 9,77 µm auf.

Mittels Elektronenrückstreubeugung (engl. electron backscatter diffraction, EBSD) werden die Kristallorientierung und Korngröße der laserstrahlgeschmolzenen Proben ermittelt. Die Untersuchungen werden mit einem REM XL30, Fa. Philips an zuvor polierten Proben durchgeführt. Es wird eine Beschleunigungsspannung von 25 kV verwendet. Die Schrittweite zwischen den einzelnen Messpunkten liegt bei 0,8 µm.

4.6.3 Transmissionselektronenmikroskopie

Eine weitere Steigerung der lateralen Auflösung bieten Transmissionselektronenmikroskope (TEM) und Rastertransmissionselektronenmikroskope (STEM). Mit Hilfe dieser Techniken können feine Strukturen bis hin zu einzelnen Atomen aufgelöst werden, und es ist der Nachweis von festigkeitssteigernden Ausscheidungsphasen möglich.

Zu diesem Zweck werden exemplarisch Proben der Legierung AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei Plattformtemperaturen von 110 °C und 170 °C untersucht. Die für die Untersuchung notwendige Präparation der TEM-Lamellen erfolgt mittels Focused-Ion-Beam (FIB) Nova 200, Fa. FEI und Helios NanoLab 600, Fa. FEI und mittels Polieren.

Die mikroskopische Untersuchung erfolgt mit einem TEM Titan 80/300 G1, Fa. FEI und einem TEM Talos F200X, Fa. FEI. Beide Geräte verfügen über einen integrierten EDX-Detektor und ermöglichen damit die Untersuchung der lokalen chemischen Zusammensetzung.

4.6.4 Dynamische Differenzkalorimetrie

Die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) ermöglicht Vergleich des den Ausscheidungszustandes der untersuchten Proben, indem kalorische Effekte, wie beispielsweise die Bildung und Auflösung von Ausscheidungen, im Vergleich zu einer inerten Referenzprobe unter einem definierten Zeit-Temperaturprofil, gemessen werden. Die additiv gefertigten Zylinderrohlinge mit einem Durchmesser von 4 mm werden drahterosiv in Scheiben mit einer Stärke von 2 mm getrennt. Hierbei kommt es zu einer unvermeidbaren Wärmeentwicklung, die für alle Proben vergleichbar ist. Der mögliche Fehler durch die abweichende in-situ Auslagerungszeit wird durch die Wahl identischer Bauhöhen für die direkt zu vergleichenden Proben der verschiedenen Legierungsvarianten minimiert. Die Messungen werden mit einem Wärmestromdifferenzkalorimeter DSC 3+ der Fa. Mettler Toledo durchgeführt. Es wird der Wärmestrom beim Aufheizen der Proben von 25 °C auf 550 °C aufgezeichnet. Das Aufheizen der Proben erfolgt unter Stickstoff mit einer Heizrate von 10 K/min. Alle verwendeten Proben haben eine Masse von 84.0 ± 0.1 mg (Fertigung auf PBF-LB/M-System Aconity Mini) beziehungsweise $61,0 \pm 0,1$ mg (Fertigung auf PBF-LB/M-System SLM Solutions 125). Einzelne Proben werden auf ein Gewicht von $59,0 \pm 0,1$ mg, beziehungsweise 54.0 ± 0.1 mg geschliffen, da das Zielgewicht von 61.0 mg bereits in vorherigen Präparationsschritten unterschritten wurde. Die Proben befinden sich während der Messung in Reinaluminiumtiegeln mit einem Volumen von 100 µl. Zum Ausgleich der Wärmekapazität der Probe wird im Referenztiegel eine Reinaluminiumreferenzprobe (EN AW-1090) verwendet. Für jeden untersuchten Zustand werden zwei Wiederholmessungen durchgeführt. Zu Beginn der Messungen wird eine Basislinie durch Messen zweier Referenzproben ermittelt. Die Aufnahme der Basislinie wird regelmäßig wiederholt, sodass zur Datenaufbereitung Basislinien verwendet werden können, die zeitnah zu den jeweiligen Messungen der verschiedenen Proben aufgezeichnet wurden. Vor Beginn und nach Abschluss der Erwärmung wird die jeweilige Start- beziehungsweise Endtemperatur für 5 min gehalten. Vor Beginn der Auswertung der gemessenen Wärmestromkurven werden diese aufbereitet. Bild 4-14 zeigt am Beispiel einer Probe das Vorgehen bei der Aufbereitung der Rohdaten. Zuerst wird der Anfangs- und Endbereich der Messkurve im Temperaturbereich unterhalb von 40 °C und oberhalb von 545 °C abgeschnitten, da es hier zu einer sprunghaften Änderung des gemessen Wärmestroms durch Einschwingvorgänge der Temperaturregelung kommt (a). Anschließend erfolgt eine Glättung der Kurve indem Artefakte, die auf Umgebungsbedingungen wie zum Beispiel Erschütterungen zurückgeführt werden können, entfernt und die betreffenden Bereich interpoliert werden (b). Im nächsten Schritt wird die ermittelte Basislinie von der Messkurve subtrahiert (c). Danach wird ein Ausgleichspolynom zweiten Grades, mit reaktionsfreien Bereichen bei einer Probentemperatur zwischen 115 °C und 135 °C, sowie zwischen 400 °C und 420 °C als Stützstellen, berechnet (d). Dieses wird anschließend von der Messkurve subtrahiert. Bild 4-14 (e) zeigt die aufbereitete Messkurve, wie sie für die Auswertung verwendet wird. Auf diese Weise können Geräte- und probenbedingte Fehler minimiert werden [Oste15]. Während des Messzeitraums erfolgt eine regelmäßige Kalibrierung des Messgeräts mittels Messungen an Indiumund Zinkreferenzproben. Ergänzend wurde die Justierung vor der Durchführung der Messungen überprüft.



Bild 4-14 Vorgehen zur Aufbereitung der DSC-Rohdaten. (a) Entfernung von Anfangs- und Endbereich der Messkurve, (b) Glättung durch Entfernung von Artefakten, (c) Subtraktion der Basislinie, (d) Berechnung und Subtraktion eines Ausgleichspolynoms, (e) für die Auswertung aufbereitete DSC-Messkurve.

4.6.5 Optische Emissionsspektrometrie

Die chemische Zusammensetzung der additiv gefertigten zylindrischen Proben wird mit einem optischen Funkenspektrometer ARL3460, Fa. Thermo Fisher Scientific für alle Legierungsvarianten im as-built-Zustand nach Fertigung bei 120 °C auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 bestimmt. Durch den Abgleich mit der chemischen Zusammensetzung der Pulver kann auf Änderungen von Elementgehalten während des PBF-LB/M-Prozesses durch Verdampfen rückgeschlossen werden und die Abweichung vom Sollgehalt, insbesondere hinsichtlich des resultierenden maximalen theoretischen Mg₂Si-Gehalts, abgeschätzt werden. Für jede Probe wird die Zusammensetzung an fünf Messpunkten bestimmt und anschließend

gemittelt. Bestimmt wird der Gehalt der Elemente Silizium, Magnesium, Eisen, Mangan, Zirkonium und Titan.

4.7 Mechanische Charakterisierung

Im Rahmen der Arbeit werden Härteprüfungen und quasistatische Zugversuche zur Charakterisierung des mechanischen Verhaltens der untersuchten Legierungsvarianten verwendet. Im Folgenden werden die angewandten Methoden erläutert.

4.7.1 Quasistatischer Zugversuch

Zur Ermittlung der 0,2% Dehngrenze R_{p0,2}, der Zugfestigkeit R_m, des Elastizitätsmoduls E und der Bruchdehnung A werden quasistatische Zugversuche nach DIN EN ISO 6892-1 an einer Prüfmaschine vom Typ Inspekt 100, Fa. Hegewald & Peschke Meß- und Prüftechnik GmbH durchgeführt. Die Bruchdehnung wird durch Ausmessen der Probe nach dem Bruch ermittelt. Für den Fall, dass die über den Traversenweg ermittelte Bruchdehnung kleiner als 5 % ist, wird keine zusätzliche manuelle Bestimmung vorgenommen. Im Bereich der elastischen Dehnung wird ein Extensometer zur Messung der Dehnung verwendet. Für jeden Probenzustand werden mindestens vier Wiederholmessungen durchgeführt. Die zu prüfenden Proben wom Typ B mit einem Prüfdurchmesser von 4 mm und 5 mm verwendet.

4.7.2 Härteprüfung

Die Härteprüfung an den Scheibenproben, die auch zur DSC-Messung verwendet werden, erfolgt nach Vickers mit einer Prüflast von 9,807 N (HV 1) mit einem Härteprüfgerät LV-700AT, Fa. Leco Co. Je Scheibenprobe werden fünf Härteeindrücke gesetzt. Des Weiteren wird an weiteren Proben der Härteverläuf längs der Aufbaurichtung ermittelt. Hierfür wird das gleiche Prüfverfahren verwendet. Die einzelnen Eindrücke werden mit einem Abstand von 1 mm gesetzt. Für die oberen 5 mm Bauhöhe wird dieser Abstand auf 250 µm reduziert, da in diesem Bereich die stärkste Änderung erwartet wird. Um eine gegenseitige Beeinflussung der einzelnen Eindrücke auszuschließen, werden diese seitlich versetzt eingebracht.

5 Ergebnisse und Diskussion

5.1 Pulvercharakterisierung

Da die verwendeten Metallpulver als Ausgangswerkstoffe einen großen Einfluss auf den PBF-LB/M-Prozess und die additiv gefertigten Bauteile haben, erfolgt eine initiale Charakterisierung der für das PBF-LB/M-Verfahren grundlegenden Eigenschaften dieser Pulver.

5.1.1 Chemische Analyse der verwendeten Pulver

Die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung der verwendeten Pulver dient dem späteren Abgleich mit der Zusammensetzung der additiv gefertigten Proben und der zuvor definierten Sollzusammensetzung. Tabelle 5-1 zeigt die chemische Zusammensetzung der verwendeten Metallpulver der verschiedenen Legierungsvarianten inklusive des Sauerstoffund Wasserstoffgehalts.

| Legierung | Si | Mg | Mn | Zr | Fe | Н | 0 | Al |
|-----------------------|------|------|------|-------|------|-------------|--------------|------|
| AlSi10Mg | 10,3 | 0,32 | 0,6 | <0,03 | 0,2 | 43 ± 2 | 1157 ± 78 | Rest |
| AlSi1,5Mg2,5 | 1,64 | 2,55 | 0,27 | 0,13 | 0,09 | 122 ± 2 | 1862 ± 215 | Rest |
| AlSi3,5Mg1,5 | 3,73 | 1,13 | 0,19 | 0,13 | 0,09 | 110 ± 2 | 1710 ± 72 | Rest |
| AlSi3,5Mg2,5 Charge 1 | 3,69 | 2,38 | 0,22 | 0,13 | 0,1 | 97 ± 1 | 1609 ± 38 | Rest |
| AlSi3,5Mg2,5 Charge 2 | 3,78 | 2,73 | 0,19 | 0,17 | 0,09 | n.b. | n.b. | Rest |
| AlSi3,5Mg3,5 | 3,66 | 3,55 | 0,18 | 0,2 | 0,11 | 109 ± 1 | 1655 ± 408 | Rest |
| AlSi3Mg5 | 3,24 | 5,08 | 0,2 | <0,03 | 0,12 | 68 ± 1 | 1504 ± 300 | Rest |

Tabelle 5-1Chemische Zusammensetzung der verwendeten Metallpulver. Angaben in Ma%
beziehungsweise ppm für die Elemente O und H, n.b.: nicht bestimmt

Der Abgleich der gemessenen chemischen Zusammensetzung mit der Sollzusammensetzung zeigt nur geringe Abweichungen. Der Siliziumgehalt ist bei allen Legierungsvarianten um 0,14 bis 0,28 Ma% höher. Der Magnesiumgehalt weist für die Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 die größte Abweichung von 0,37 Ma% auf. Für die weiteren Legierungsvarianten liegt die Abweichung bei maximal 0,23 Ma%. Der Zirkoniumanteil liegt etwas unterhalb der Spezifikationen. Ein stärkerer Einfluss dieser geringen Abweichungen auf das Erstarrungs- und Prozessverhalten wird nicht erwartet. Alle Legierungsvarianten weisen einen Eisengehalt von circa 0,1 Ma% auf. Dies liegt im Bereich der zu erwarteten Verunreinigungen in technischen

Aluminiumlegierungen. Das Auftreten von spröden AlFeSi-Phasen ist möglich, da der gemessene Gehalt oberhalb der Löslichkeitsgrenze liegt, wird jedoch aufgrund der hohen Abkühlgeschwindigkeiten bei der Erstarrung als unwahrscheinlich eingeschätzt. Die chemische Zusammensetzung der Referenzlegierung AlSi10Mg liegt für alle untersuchten Legierungselemente innerhalb der Spezifikation. Der ermittelte Wasserstoffgehalt ist bei der Legierung AlSi10Mg mit 42.5 ± 1.6 ppm geringer als bei den weiteren untersuchten Legierungsvarianten. Für die weiteren Legierungsvarianten liegt der Wasserstoffgehalt zwischen $68,4 \pm 1,1$ ppm und $122,3 \pm 1,7$ ppm und damit ausreichend gering um keinen negativen Einfluss auf den PBF-LB/M-Prozess erwarten zu lassen [Seyd18]. Hinsichtlich der resultierenden technologischen Eigenschaften der Legierungsvarianten ist die chemische Zusammensetzung nach dem PBF-LB/M-Prozess zu betrachten, da das Aufschmelzen des Pulvers, durch Verdampfen einzelner Legierungselemente, zu einer Änderung der Zusammensetzung, im Vergleich zum Zustand im Pulver, führen kann.

5.1.2 Partikelgrößenverteilung

Die Partikelgrößenverteilung der verwendeten Metallpulver wird in Form der volumetrischen Verteilungsfunktionen, der Verteilungsdichte $q_3(x)$ und der Verteilungssumme $Q_3(x)$ (Bild 5-1) dargestellt. Darüber hinaus sind in Tabelle 5-2 die Werte x_{10} , x_{16} , x_{50} , x_{84} und x_{90} der verschiedenen Pulver aufgeführt. Diese Werte geben an, bei welcher Partikelgröße 10 % beziehungsweise 16 %, 50 %, 84 % und 90 % aller Partikel der untersuchten Probe unterhalb dieses Wertes liegen. Die Farbkodierung dient der schnelleren Vergleichbarkeit der verschiedenen Pulver. Die Kodierung erfolgt spaltenweise vom niedrigsten Messwert (gelbgrün) zum höchsten Messwert (dunkelgrün).



Bild 5-1 Verteilungsdichte $q_{3(x)}$ und Verteilungssumme $Q_3(x)$ der verwendeten Metallpulver im Gebrauchszustand. Der Größenbereich der angestrebten Zielfraktion ist in beiden Diagrammen markiert.

Alle sechs Pulver weisen eine monomodale, gaußförmige Verteilungsdichtefunktion auf. Die Messung der Partikelgrößenverteilungen zeigt einen Anteil von 10-25 % an Pulverpartikeln mit einem Durchmesser größer als 63 µm. Da in den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (Bild 5-3) keine entsprechend großen Partikel zu erkennen sind, handelt es sich bei den großen Partikeln vermutlich um Partikel mit geringer Sphärizität. An der oberen Trenngrenze sind die Verteilungsfunktionen aller Pulver jedoch vergleichbar. Die Pulver der Legierungen AlSi1,5Mg2,5, AlSi3,5Mg1,5, AlSi3,5Mg2,5 und AlSi3,5Mg3,5 weisen sehr ähnliche Verteilungsfunktionen auf. Bei der Legierung AlSi5Mg3 gibt es hingegen einen größeren Anteil feinerer Partikel und die Verteilungsfunktion ist breiter als bei den restlichen Pulvern. Das Pulver der Legierung AlSi10Mg weist die schmalste Verteilung und den geringsten Anteil feiner Partikel, die kleiner als 20 µm sind, auf. Die beiden Charge weist einen größeren Anteil von Partikeln kleiner als 20 µm und eine breitere Verteilung auf.

| Pulver | x ₁₀ (μm) | x ₁₆ (μm) | x ₅₀ (μm) | x ₈₄ (μm) | x ₉₀ (μm) | σ |
|-----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|------|
| AlSi5Mg3 | 22,8 | 25,6 | 39,4 | 60,1 | 67 | 1,53 |
| AlSi1,5Mg2,5 | 27,1 | 29,6 | 41 | 57 | 62 | 1,39 |
| AlSi3,5Mg1,5 | 27,7 | 30,5 | 44,2 | 63,3 | 69,8 | 1,44 |
| AlSi3,5Mg2,5 Charge 1 | 28 | 30,7 | 43,4 | 61,1 | 67,2 | 1,41 |
| AlSi3,5Mg2,5 Charge 2 | 26,5 | 29,5 | 44,4 | 66,4 | 73,3 | 1,05 |
| AlSi3,5Mg3,5 | 27,5 | 30,6 | 46 | 68,6 | 76,1 | 1,5 |
| AlSi10Mg | 31 | 33,8 | 46,4 | 63,4 | 69,2 | 1,37 |

Tabelle 5-2 x10, x16, x50, x84 und x90 der verwendeten Metallpulver im Gebrauchszustand

Da die Analyse der Pulver im Gebrauchszustand nach den Klassierschritten erfolgt und auf den REM-Aufnahmen keine abweichenden Partikelformen sichtbar sind, sind die Unterschiede zwischen den verschiedenen Pulvern hauptsächlich auf das Klassieren und nicht auf die chemische Zusammensetzung und den Gaszerstäubungsprozess zurückzuführen. Ein höherer Anteil an feinen Partikeln behindert einerseits die Fließfähigkeit des Pulvers, da es bei identischer sphärischer Partikelform zu einem Anstieg der Haftkräfte mit abnehmendem Partikeldurchmesser kommt [Schu19], andererseits steigt die Schüttdichte des Pulverbetts bei einem höheren Feinanteil an und begünstigt eine höhere Bauteildichte [Spie11]. Aufgrund der geringen Unterschiede in den Pulvereigenschaften zwischen den verschiedenen Legierungen, wird keine signifikante Abweichung des Einflusses auf das Prozessverhalten erwartet.

5.1.3 Partikelform

Die verschiedenen Legierungsvarianten weisen eine vergleichbare Partikelform auf. Die zweite Charge der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 zeigt geringe Abweichungen in Form eines größeren Anteils an ellipsoidförmigen Partikeln. Dies erklärt auch den größeren Anteil großer Partikel, der mittels Laserbeugung für diese Pulvercharge ermittelt wurde. Die Abweichung ist vermutlich auf den Einsatz einer anderen Zerstäubungsanlage zurückzuführen. Die erste Charge dieser Legierungsvariante, die auf der gleichen Zerstäubungsanlage wie alle weiteren Legierungen erzeugt wurde, weist keine abweichende Partikelform auf. Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (Bild 5-3) zeigen keine großen Anteile an feinen oder sehr groben Partikeln. Es treten jedoch, bevorzugt auf größeren Pulverpartikeln, Anhaftungen, genannt Satelliten, auf. Diese kleinen Partikel haften an den größeren an, nachdem sie durch Rezirkulation im Sprühturm während des Zerstäubungsprozesses auf die noch schmelzflüssigen, beziehungsweise teilweise schmelzflüssigen, Partikel treffen und in der Folge an der Oberfläche erstarren. Die Satelliten können das Fließverhalten des Pulvers beeinträchtigen und einen homogenen Auftrag der Pulverschichten im PBF-LB/M-Prozess erschweren [Seyd18]. Die quantitative Bewertung (Bild 5-2) bestätigt, dass die Pulverpartikel eine hohe Sphärizität aufweisen und zeigt einen ähnlichen Verlauf für alle Legierungsvarianten im Größenbereich der Zielfraktion zwischen 20 und 63 µm.



Bild 5-2 Sphärizität in Abhängigkeit der Partikelgröße für die Al-Mg-Si-Legierungen

Im Bereich unterhalb von 20 µm und oberhalb von 63 µm kommt es zu stärkeren Schwankungen in der gemessenen Sphärizität. Dies kann auf die geringe Anzahl der gemessenen Partikel in diesem Bereich zurückgeführt werden. Durch die auf den größeren Pulverpartikeln sichtbaren Satelliten kommt es mit steigender Partikelgröße zu einer abnehmenden Sphärizität bei allen Pulvern.



Bild 5-3 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der verwendeten Pulverchargen

5.2 Parameterfindung und Prozesseignung für den PBF-LB/M-Prozess

Wesentlich für den Einsatz eines additiv gefertigten Bauteils ist eine gute Prozesseignung des verwendeten Werkstoffs, die sich über eine minimale Porosität und das Ausbleiben von Erstarrungsrissen auszeichnet.

5.2.1 Ermittlung geeigneter PBF-LB/M-Prozessparameter

Im Folgenden wird der Einfluss der Variation von Scangeschwindigkeit vs und Spurabstand hs auf die relative Dichte für alle untersuchten Legierungen beschrieben. Die Laserleistung $P_L = 370$ W und die Schichtstärke ds = 0,05 mm sind bei allen Versuchen konstant.

Referenzlegierung AlSi10Mg

Die Schliffbildanalyse der Legierung AlSi10Mg zeigt, dass im untersuchten Parameterfeld ein Spurabstand größer als 100 µm zur Abnahme der relativen Dichte vom erreichten Maximalwert von 99,84 % führt (Bild 5-4). Ein vergleichbarer Trend lässt sich auch für Scangeschwindigkeiten, die kleiner als 1200 mm/s sind, beobachten. Dies gilt nicht für einen Spurabstand von 100 µm, bei dem die Abnahme der relativen Dichte nicht auftritt und bei allen untersuchten Scangeschwindigkeiten bei mindestens 99,42 % liegt. Bei Verwendung einer Scangeschwindigkeit von 800 mm/s wird die maximale relative Dichte erreicht.



Bild 5-4 Bauteildichte der für die Parameterentwicklung aufgebauten Proben der Referenzlegierung AlSi10Mg. Die Markierungen (roter Kreis und gestrichelte Linien) zeigen den für die spätere Probenfertigung ausgewählten Parametersatz.

Basierend auf den gemessenen Dichtewerten, der optischen Beurteilung der Schliffbilder und Berücksichtigung der Ergebnisse der im Parameterfeld benachbarten Kombinationen wird der Prozessparametersatz mit einem Spurabstand von 90 µm und einer Scangeschwindigkeit von 1400 mm/s für den Aufbau der Proben der Referenzlegierung AlSi10Mg verwendet. Bild 5-5 zeigt auf der linken Seite die Probe mit der höchsten erreichten Dichte (relative Dichte: 99,84 %, vs: 800 mm/s, hs: 0,1 mm) und auf der rechten Seite die Probe, die mit dem Parametersatz aufgebaut wurde, der für die spätere Probenfertigung verwendet wird (relative Dichte: 99,74 %, vs: 1400 mm/s, hs: 0,09 mm). Der Vergleich der Schliffbilder zeigt, dass die höhere Porosität allem voran im Randbereich der Probe auftritt, was nicht zwangsläufig auf den verwendeten Parametersatz für den Volumenbereich zurückzuführen ist, da alle Proben mit einer zusätzlichen Konturbelichtung aufgebaut werden. Im Kern der Probe ist die Dichte hingegen höher als bei der Probe, für die die höchste Dichte ermittelt wurde. Darüber hinaus weisen die weiteren Proben, die mit einer Scangeschwindigkeit von 800 mm/s aufgebaut wurden, eine deutlich geringere Dichte auf. Das Prozessfenster ist bei Verwendung dieser Scangeschwindigkeit daher kleiner als bei einer Scangeschwindigkeit von 1400 mm/s. Dies steht den angestrebten stabilen Prozessbedingungen entgegen, weshalb in diesem Fall für die

weitere Probenfertigung nicht der Parametersatz, der zur höchsten Dichte geführt hat, ausgewählt wird.





Diese Erläuterung ist exemplarisch. Für die weiteren Legierungsvarianten wird ebenfalls nicht in allen Fällen der Parameter für die weitere Probenfertigung verwendet, mit dem in der Parameterstudie die höchste Dichte erreicht wird. In diesen Fällen sind vergleichbare Gründe ursächlich.

Legierungsvariante AlSi1,5Mg2,5

Im betrachteten Parameterfeld kann für die Legierungsvariante AlSi1,5Mg2,5 eine relative Dichte von 96,03 % bis 99,38 % bestimmt werden. Die höchste relative Dichte wird an einer Probe gemessen, die mit einer Scangeschwindigkeit von 1000 mm/s bei einem Spurabstand von 0,075 mm belichtet wurde. Damit kann für diese Legierungsvariante kein Prozessparametersatz ermittelt werden, mit dem sich Proben mit einer relativen Dichte von mehr als 99,5 % herstellen lassen. Dieser Wert wird oftmals als Grenzwert für die Fertigung qualitativ hochwertiger Proben angesehen.



Bild 5-6 Bauteildichte der für die Parameterentwicklung aufgebauten Proben der Legierungsvariante AlSi1,5Mg2,5

Es ist ein Abfall der Dichte bei Scangeschwindigkeiten kleiner als 1000 mm/s und größer als 1800 mm/s zu beobachten. Ebenfalls nimmt die Porosität bei Spurabständen, die kleiner als 0,0625 mm sind, zu. Eine relative Dichte von mehr als 99 % kann bei Scangeschwindigkeiten zwischen 1000 und 1600 mm/s erreicht werden.

Bei stärkerer Vergrößerung der Schliffe im ungeätzten Zustand wird eine starke Rissbildung in Aufbaurichtung sichtbar (Bild 5-7). Die Rissbildung in Aufbaurichtung lässt sich in ähnlicher Form bei allen untersuchten Proben nachweisen. Ein Einfluss der Prozessparameter auf die Länge und Anzahl der Risse wird nicht untersucht, es ist jedoch bekannt, dass es bei dieser Art von Legierungen einen Zusammenhang zwischen Prozessparametern und Rissbildung über die Abkühlbedingungen gibt [Maam18]. Nicht ausreichend optimierte Prozessparameter als Ursache der Rissbildung werden in Anbetracht der Größe des untersuchten Prozessfensters und der höheren Rissempfindlichkeit dieser Legierungsvariante im Vergleich zu den restlichen untersuchten Legierungen (siehe Kapitel 5.2.2) ausgeschlossen. In anderen Untersuchungen zur PBF-LB/M-Verarbeitung von siliziumarmen Al-Mg-Si-Legierungen war ein rissfreier Aufbau dieser Legierungen ebenfalls nicht möglich [Maam18, Dadb18, Uddi18].



Bild 5-7 Erstarrungsrissbildung in Aufbaurichtung bei der Legierungsvariante AlSi1,5Mg2,5

Aufgrund der erzielten Ergebnisse wird keine weitere Charakterisierung der Legierungsvariante AlSi1,5Mg2,5 durchgeführt.

Legierungsvariante AlSi3Mg5

Für die Legierungsvariante AlSi3Mg5 kann ein geeigneter Prozessparametersatz festgelegt werden. Die höchste relative Dichte von 99,83 % wird bei Verwendung einer Scangeschwindigkeit von 1400 mm/s und einem Spurabstand von 0,07 mm erreicht. Bei einer Scangeschwindigkeit von 800 mm/s liegt die maximal erreichte relative Dichte unterhalb von 99 %. Bei Erhöhung des Spurabstandes zeigt sich eine Tendenz abnehmender Dichte. Bei Verwendung eines Abstands größer als 0,11 mm sinkt die maximale relative Dichte auf weniger als 99,5 %, ab einem Abstand von 0,15 mm auf weniger als 99 %.



Bild 5-8 Bauteildichte der für die Parameterentwicklung aufgebauten Proben der Legierungsvariante AlSi3Mg5. Die Markierungen (roter Kreis und gestrichelte Linien) zeigen den für die spätere Probenfertigung ausgewählten Parametersatz.

Für die Fertigung der weiteren Proben wird der Prozessparametersatz mit einer Scangeschwindigkeit von 1400 mm/s und einem Spurabstand von 0,07 mm verwendet.

Der ermittelte Zusammenhang von Spurabstand und Scangeschwindigkeit auf die relative Bauteildichte zeigt eine zunehmende Dichte mit steigender Scangeschwindigkeit und abnehmendem Spurabstand. Da der Prozessparametersatz, mit dem die maximale Dichte erreicht wird, am Rand des untersuchten Parameterfeldes liegt, ist eine weitere Optimierung der Parameter denkbar. Eine Erhöhung der Scangeschwindigkeit würde beispielsweise die Aufbaurate erhöhen und so eine wirtschaftlichere Fertigung ermöglichen. Da dies nicht im Fokus dieser Arbeit steht und die erreichte relative Dichte ausreichend hoch ist, wurde auf eine weitere Untersuchung verzichtet.

Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5

Die Dichtebestimmung für die Legierung AlSi3,5Mg1,5 zeigt, dass im untersuchten Parameterfeld die Verwendung einer Scangeschwindigkeit von 1000 mm/s zu einer geringeren relativen Dichte von maximal 99,5 % führt. Bei Verwendung von höheren Scangeschwindigkeiten, insbesondere von 1400 mm/s, steigt die relative Dichte auf bis zu

99,92 % an. Diese maximale Dichte wird bei einem Spurabstand von 0,1 mm erreicht. Bei Verwendung eines Spurabstandes von 0,08 mm ist eine abnehmende relative Bauteildichte zu beobachten. Alle ermittelten Dichtewerte liegen oberhalb von 99 %. Dies ist jedoch auf das, im Vergleich zu den weiteren Legierungsvarianten, enger gewählte Parameterfeld zurückzuführen.



Bild 5-9 Bauteildichte der für die Parameterentwicklung aufgebauten Proben der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5. Die Markierungen (roter Kreis und gestrichelte Linien) zeigen den für die spätere Probenfertigung ausgewählten Parametersatz.

Für die weitere Probenfertigung wird der Parametersatz mit einer Scangeschwindigkeit von 1400 mm/s und einem Spurabstand von 0,1 mm verwendet.

Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5

Die Variation von Scangeschwindigkeit und Spurabstand zur Ermittlung geeigneter PBF-LB/M-Prozessparameter für die Legierung AlSi3,5Mg2,5 zeigt, dass es bei Scangeschwindigkeiten von 800 mm/s, sowie 1400 mm/s und 1600 mm/s zur Abnahme der erzielten Dichte kommt. Für den Spurabstand kann im untersuchten Parameterbereich kein vergleichbarer Zusammenhang gefunden werden, jedoch ist bei einem Spurabstand von 0,05 mm nur bei einer Scangeschwindigkeit von 1000 mm/s der Aufbau von Bauteilen möglich. Bei höheren Scangeschwindigkeiten kommt es zu unregelmäßigen Überhöhungen des Bauteils, die zu einem Prozessabbruch führen würden. Der Aufbau mit diesen Parameterkombinationen (rot markierte Datenpunkte in Bild 5-10) wurde deshalb frühzeitig abgebrochen und es wurden keine Dichtewerte ermittelt.

Die höchste relative Dichte von 99,93 % wird bei Verwendung einer Scangeschwindigkeit von 1200 mm/s und einem Spurabstand von 0,075 mm erreicht. Unter Berücksichtigung der im untersuchten Parameterfeld benachbarten Kombinationen wird für den Parametersatz mit einer Scangeschwindigkeit von 1200 mm/s und einem Spurabstand von 0,1 mm eine höhere Robustheit angenommen und dieser für die weitere Probenfertigung verwendet. Die gemessene relative Dichte bei Verwendung des ausgewählten Parametersatzes beträgt 99,81 %.



Bild 5-10 Bauteildichte der für die Parameterentwicklung auf der PBF-LB/M-Anlage SLM 125 aufgebauten Proben der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5. Die Markierungen (roter Kreis und gestrichelte Linien) zeigen den für die spätere Probenfertigung ausgewählten Parametersatz.

Am Beispiel der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 werden weiterführende Versuche zur Steuerung der Prozesstemperatur durchgeführt, die auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 nicht durchführbar sind. Deshalb ist eine zweite Parameteroptimierung auf dem zweiten verwendeten PBF-LB/M-System Aconity Mini notwendig. Für den Übertrag der zuvor für die PBF-LB/M-Anlage SLM 125 ermittelten Parameter wird ein reduzierter Versuchsumfang verwendet. Die auf der Aconity Mini erzielte maximale relative Dichte ist mit 99,71 % geringer als die auf der

SLM 125 erzielte Dichte, wird jedoch in einem vergleichbaren Prozessfenster erreicht (Bild 5-11). Im Gegensatz zur SLM 125 ist der Aufbau von Proben bei geringen Spurabständen unterhalb von 0,06 mm möglich. Hinsichtlich der Variation der Scangeschwindigkeit ist ebenfalls eine Abnahme der Dichte bei hohen Scangeschwindigkeiten zu beobachten. Da mit dem gleichen Parametersatz, der auch auf der SLM 125 verwendet wird, eine Dichte von 99,67 % erreicht werden kann, wird dieser Parametersatz auch für die weitere Probenfertigung auf der PBF-LB/M-Anlage Aconity Mini ausgewählt.



Bild 5-11 Bauteildichte der für die Parameterentwicklung auf der PBF-LB/M-Anlage Aconity Mini aufgebauten Proben der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5. Die Markierungen (roter Kreis und gestrichelte Linien) zeigen den für die spätere Probenfertigung ausgewählten Parametersatz.

Die Parameterentwicklung auf der PBF-LB/M-Anlage Aconity Mini wird ausschließlich unter Verwendung der wassergekühlten Bauplattform bei einer Plattformtemperatur von 20 °C durchgeführt, obwohl ebenso Versuche bei höheren Plattformtemperaturen Teil des Versuchsplans sind.

Legierungsvariante AlSi3,5Mg3,5

Die Dichtebestimmung nach der PBF-LB/M-Parametervariation für die Legierung AlSi3,5Mg3,5 zeigt, dass eine Scangeschwindigkeit von 800 mm/s zur geringsten relativen

Dichte im untersuchten Parameterfeld führt. Bei Verwendung von höheren Scangeschwindigkeiten, insbesondere von 1200 mm/s, steigt die relative Dichte auf bis zu 99,7 % an. Diese Dichte wird zwar bei einem Spurabstand von 0,085 mm erreicht, jedoch ist der Einfluss des Spurabstands bei dieser Scangeschwindigkeit gering. Die Abhängigkeit der erreichten Bauteildichte von der Scangeschwindigkeit ist hingegen stärker ausgeprägt.



Bild 5-12 Bauteildichte der für die Parameterentwicklung auf der PBF-LB/M-Anlage SLM 125 aufgebauten Proben der Legierungsvariante AlSi3,5Mg3,5. Die Markierungen (roter Kreis und gestrichelte Linien) zeigen den für die spätere Probenfertigung ausgewählten Parametersatz.

Für die weitere Probenfertigung wird der Parametersatz mit einer Scangeschwindigkeit von 1200 mm/s und einem Spurabstand von 0,085 mm verwendet.

Zusammenfassung

Die Versuche zur Parameterfindung für den PBF-LB/M-Prozess zeigen, dass sich alle betrachteten Legierungsvarianten mit Ausnahme der AlSi1,5Mg2,5 zu rissfreien Proben mit einer vergleichbaren relativen Dichte verarbeiten lassen. Für vier Legierungsvarianten liegt damit eine grundlegende Prozesseignung vor. In allen Fällen gibt es einen Einfluss der variierten Prozessparameter Scangeschwindigkeit vs und Spurabstand hs auf die Bauteildichte. Die Prozessfenster für alle prozessierbaren Legierungsvarianten liegen in einem ähnlichen Parameterbereich, wie es aufgrund der ähnlichen chemischen Zusammensetzung zu erwarten ist. Für die abhängige Größe der Volumenenergie ist kein Zusammenhang zu der erzielten Bauteildichte auszumachen. Zwar zeigen einige Legierungen eine abnehmende Dichte bei geringer, beziehungsweise hoher Volumenenergiedichte, dies ist jedoch auf die Auswahl der zu untersuchenden Parameterkombinationen zurückzuführen, da die Anzahl der Parameterkombinationen, die zu einer mittleren Volumenenergiedichte führen, höher ist. Die Beobachtungen stützen die Aussage von Aboulkhair et al. [Abou19], dass die Volumenenergiedichte als abhängige Größe keine geeignete Kenngröße zur Einordnung einer Parameterkombination beim selektiven Laserstrahlschmelzen ist.

Die oftmals schwierige Übertragbarkeit von Prozessparametern zwischen verschiedenen PBF-LB/M-Anlagen [Spea16] erweist sich im Fall der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 als unkritisch, da bei Verwendung identischer Prozessparameter auf beiden PBF-LB/M-Systemen Proben mit einer hohen relativen Dichte gefertigt werden können.

Tabelle 5-3 fasst die für die weitere Probenfertigung ausgewählten Parametersätze für alle Legierungsvarianten mit Ausnahme der Legierungsvariante AlSi1,5Mg2,5, für die keine weitere Probenfertigung durchgeführt wird, zusammen.

| Legierung | Relative Dichte (%) | Scangeschwindigkeit (mm/s) | Spurabstand (mm) | Theo. Aufbaurate (mm ³ /s) |
|--------------|------------------------|-------------------------------|---------------------|--|
| AlSi10Mg | 99,7 | 1400 | 0,09 | 6,3 |
| AlSi3Mg5 | 99,9 | 1400 | 0,07 | 4,9 |
| AlSi3,5Mg1,5 | 99,9 | 1000 | 0,1 | 5 |
| AlSi3,5Mg2,5 | 99,8 | 1200 | 0,1 | 6 |
| AlSi3,5Mg3,5 | 99,7 | 1200 | 0,085 | 5,1 |

 Tabelle 5-3
 Übersicht über die für die Probenfertigung ausgewählten Parametersätze

5.2.2 Beurteilung der Prozesseignung der Legierungsvarianten

Die Rissempfindlichkeit ist ein Hauptmerkmal zur Beurteilung der Prozesseignung einer Legierung. In Abhängigkeit des Silizium- und Magnesiumgehalts kommt es zu den in Bild 5-13 sichtbaren Änderungen der Abkühlkurven fs^{1/2}. Der Mangan- und Zirkoniumgehalt wird bei den Berechnungen mittels CALPHAD-Methode berücksichtigt, ist jedoch in allen Legierungsvarianten, mit Ausnahme der Referenzlegierung AlSi10Mg, konstant. Für die



Legierung AlSi10Mg wird ein Siliziumgehalt von 10,25 Ma%, ein Magnesiumgehalt von 0,25 Ma%, ein Mangangehalt von 0,55 Ma% und ein Titangehalt von 0,08 Ma% verwendet.

Bild 5-13 Erstarrungskurven fs^{1/2} nach Scheil-Gulliver für die untersuchten Legierungsvarianten

Die Berechnung des Rissempfindlichkeitskennwerts $|dT/dfs^{1/2}|$ nach Kou [Kou15b] ergibt Werte zwischen 384 und 2153 für die untersuchten Legierungsvarianten (Tabelle 5-4). Am wahrscheinlichsten ist die Rissbildung damit für die Legierungsvariante AlSi1,5Mg2,5, was in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der PBF-LB/M-Parameterentwicklung steht und auf den geringeren Siliziumgehalt zurückgeführt werden kann. Ein allgemeingültiger, kritischer Grenzwert, oberhalb dessen mit Heißrissbildung im PBF-LB/M-Prozess gerechnet werden muss, ist nicht bekannt. Soysal [Soys21] schlägt für das Schweißen von Al-Si-Mg-Legierungen einen kritischen $|dT/dfs^{1/2}|$ -Wert von \leq 1423 vor. Bei Anwendung dieses kritischen Werts sollte es somit in den Legierungsvarianten AlSi1,5Mg2,5 und AlSi3Mg5 zur Rissbildung kommen. Da für die Legierungsvariante AlSi3Mg5 keine Heißrissbildung beobachtet wird, ist der vorgeschlagene Grenzwert von 1423 für die Vorhersage der Heißrissbildung im PBF-LB/M-Prozess für Al-Mg-Si-Legierungen nicht geeignet und muss höher angesetzt werden.

| Legierung | $ dT/df_S^{1/2} $ |
|--------------|-------------------|
| AlSi1,5Mg2,5 | 2153 |
| AlSi3Mg5 | 1564 |
| AlSi3,5Mg1,5 | 670 |
| AlSi3,5Mg2,5 | 384 |
| AlSi3,5Mg3,5 | 515 |
| AlSi10Mg | 875 |

Tabelle 5-4 Werte des Rissempfindlichkeitskennwerts $|dT/df_s^{1/2}|$ für die Versuchslegierungen

Auf die Berücksichtigung der Festkörperdiffusion wurde verzichtet, jedoch liegen für das ternäre Al-Mg-Si-System Rissempfindlichkeitsabschätzungen aus der Literatur [Liu17] vor (Bild 5-14), bei denen die Diffusion, abweichend zur Scheil-Gulliver-Gleichung, berücksichtigt wurde.



Bild 5-14 Vergleich des Rissempfindlichkeitskriteriums |dT/dfs^{1/2}| für das System Al-Mg-Si bei Verzicht und unter Berücksichtigung der Festkörperdiffusion in Abhängigkeit des Silizium- und Magnesiumgehalts nach [Liu17]. Beachtet werden muss die abweichende Farbskalierung der beiden Diagramme.

Der Einfluss der Festkörperdiffusion in Al-Mg-Si-Legierungen bei der Erstarrung im PBF-LB/M-Prozess auf die Heißrissempfindlichkeit ist nur schwer abzuschätzen. Bei einer Abkühlgeschwindigkeit von 100 K/s konnten Liu et al. [Liu17] eine Abnahme der Rissempfindlichkeit im Vergleich zur Berechnung ohne Festkörperdiffusion zeigen. Jedoch ist die Abkühlgeschwindigkeit beim selektiven Laserstrahlschmelzen mit bis zu 10⁷ K/s höher, sodass der Werkstoff in sehr kurzer Zeit auf eine Temperatur deutlich unterhalb der für die Rissbildung relevanten Temperatur fällt und entsprechend weniger Zeit für Diffusionsprozesse verbleibt. Für das selektive Laserstrahlschmelzen kann somit angenommen werden, dass der Fehler durch die Nichtberücksichtigung der Diffusion zu einem geringeren Fehler führt, als es bei anderen Erstarrungsprozessen der Fall wäre. Es konnte darüber hinaus an Untersuchungen für binäre Systeme gezeigt werden, dass der Einfluss der Festkörperdiffusion auf die Erstarrungsrissbildung im System Al-Mg sehr viel stärker ausgeprägt ist als im System Al-Si [Liu15]. Daraus folgend ist davon auszugehen, dass der Einfluss der Festkörperdiffusion mit steigendem Magnesiumgehalt relevanter wird. Für die ausgewählten Legierungsvarianten ist entsprechend der größte Fehler, der durch die Nichtberücksichtigung der Diffusion entsteht, für den Rissempfindlichkeitskennwert der Legierungsvariante AlSi3,5Mg5 zu erwarten.

Als Einschränkung gilt des Weiteren, dass für das Rissempfindlichkeitskriterium |dT/dfs^{1/2}| in der verwendeten Form die Rissentstehung zwischen zwei säulenförmigen Körnern betrachtet wird. Durch die Zugabe von weiteren Legierungselementen als Nukleationshilfe [Mart17] oder eine Änderung der Erstarrungsbedingungen über die Prozessparameter [Rasc20] ist es jedoch möglich, den Erstarrungsmodus einer Legierung zu verändern, sodass es zur globulitischen Erstarrung kommt, für die die ermittelte Rissempfindlichkeit nicht mehr gültig ist. Zhang et al. konnten beispielsweise durch Zugabe von 2 Ma% Zirkonium zu einer rissempfindlichen Al-Cu-Mg-Legierung eine globulitische Erstarrung erzielen, die einen rissfreien PBF-LB/M-Aufbau ermöglicht [Zhan17]. Zwar ist eine Anpassung der Berechnungsmethode an globulitische Körner möglich [Kou15a], jedoch ist im Bereich des CET die Vorhersage der vorherrschenden Kornmorphologie nicht zuverlässig möglich. Der Großteil aller Aluminiumlegierungen erstarrt, bei Verwendung von üblichen Prozessparametern, jedoch unter Bildung von säulenförmigen Körnern.

Zusammenfassend zeigt die Untersuchung des Einflusses der Konzentration der beiden Hauptlegierungselemente auf die Rissempfindlichkeit den positiven Einfluss eines minimalen Siliziumgehalts von 3 Ma%. Mit zunehmendem Magnesiumgehalt steigt die Rissempfindlichkeit im betrachteten Konzentrationsbereich an. Der kritische Siliziumgehalt von 3 Ma% konnte auch für das selektive Laserstrahlschmelzen der eigentlich siliziumfreien Legierung EN AW-7075 (AlZn5,5MgCu) nachgewiesen werden [Kemp15] und steht in Einklang mit früheren Untersuchungen zum Laserstrahlschweißen von Al-Mg-Si-Legierungen [Kou03a]. Es sei darauf hingewiesen, dass die Rissempfindlichkeit nur eins von vielen Kriterien

zur Beurteilung der Prozesseignung ist. Bei der Entwicklung einer Legierung kommt ihr eine wichtige Rolle zu, da eine Legierung, die nicht rissfrei prozessiert werden kann, niemals erfolgreich eingesetzt werden könnte. Es müssen jedoch auch Aspekte, wie beispielsweise die zu erreichenden mechanischen Eigenschaften, bedacht werden.

Eine weitere, ergänzende, da nicht objektive, Möglichkeit zur Beurteilung der Prozesseignung ist die Beobachtung des Schmelzverhaltens und der Schmauchbildung während des PBF-LB/M-Prozesses. Bei der Verarbeitung der verschiedenen Legierungsvarianten zeigt sich eine stärkere Schmauchbildung bei den Versuchslegierungen im Vergleich zur Referenzlegierung AlSi10Mg. Dies ist auf den geringeren Magnesiumgehalt der Legierung AlSi10Mg zurückzuführen, da Magnesium aufgrund seines geringen Dampfdrucks zum Verdampfen im PBF-LB/M-Prozess neigt. Durch die stärkere Schmauchbildung kann es zur Ablagerung von größeren Schmauchpartikeln und Schmelzespritzern, mit einer zum Grundwerkstoff abweichenden chemischen Zusammensetzung, auf benachbarten Bauteilbereichen kommen. Diese werden im weiteren Prozess nicht immer vollständig aufgeschmolzen und können als Fehlstellen wirken. Ein weiterer negativer Effekt, der mit dem Verdampfen einzelner Legierungselemente einhergeht, ist die unkontrollierte Änderung der chemischen Zusammensetzung des aufgebauten Bauteils und resultierende Abweichungen von der Sollzusammensetzung. Hinsichtlich seines Einflusses auf die Prozessstabilität ist Magnesium daher als Legierungselement nicht vorteilhaft für PBF-LB/M-Aluminiumlegierungen zu bewerten. Vorteile von Magnesium als Legierungselement sind seine duktilitäts- und festigkeitssteigernden Eigenschaften [Oste14], seine geringen Kosten, geringe Dichte und seine Rolle in der Mg2Si-Ausscheidungssequenz, die eine Einstellung der mechanischen Eigenschaften über Warmauslagerung ermöglicht.

5.3 Charakterisierung der Versuchslegierungen im as-built-Zustand

Der Bauteilzustand nach Abschluss des PBF-LB/M-Prozesses ist einerseits von Interesse, da er der Ausgangszustand für alle weiteren Prozessschritte, wie beispielsweise eine Wärmebehandlung, ist, andererseits aber auch Rückschlüsse auf die Abläufe während des PBF-LB/M-Prozesses zulässt. Da der PBF-LB/M-Prozess die Fertigung von endkonturnahen Bauteilen ermöglicht, ist es jedoch auch möglich, diese im as-built-Zustand einzusetzen, sodass dieser Bauteilzustand dem Gebrauchszustand entspricht. Untersucht werden das Gefüge, die mechanischen Eigenschaften und der Ausscheidungszustand. Da die Beurteilung des Zustandes nach dem PBF-LB/M-Prozess nur unter Berücksichtigung des, den Proben während des

Fertigungsprozesses aufgeprägten, thermischen Profils erfolgen kann, wird dies zunächst für die verwendeten Proben diskutiert.

5.3.1 Thermische Bedingungen während des PBF-LB/M-Prozesses

Wie bereits in Kapitel 2.1.3 erläutert, unterliegt der Werkstoff im PBF-LB/M-Prozess einem mehrskaligen Zeit-Temperaturprofil. Nach dem erstmaligen Aufschmelzen des Pulvers wirkt ein dynamisches Profil auf den betroffenen Bauteilbereich ein, wobei die lokale Probentemperatur mehrfach oberhalb der Schmelztemperatur liegt, und im Anschluss wiederholt bis nahe an die Schmelztemperatur erwärmt wird. Dieses Temperaturprofil ist entscheidend für die entstehende Erstarrungsmorphologie mit primären Siliziumausscheidungen und die Übersättigung des Gefüges mit zwangsgelösten Legierungselementen. Eine primäre Ausscheidungsbildung der Mg2Si-Ausscheidungssequenz ist aufgrund der hohen Abkühlgeschwindigkeiten in diesem Bereich des Temperaturprofils nicht zu erwarten. Mit zunehmender Distanz zum lokalen Schmelzbad stabilisiert sich das Temperaturprofil und geht in einen quasistationären Zustand über, der besonders für die in-situ Ausscheidungsbildung von Bedeutung ist. Da die Probentemperatur während des PBF-LB/M-Prozesses üblicherweise nicht überwacht wird, ist eine Abschätzung über die Plattformtemperatur notwendig.



Bild 5-15 Schematisches Temperaturprofil für einen definierten Ort unter der Oberfläche während des PBF-LB/M-Prozesses in vereinfachter Form. Die Zeitachse ist zu Gunsten einer besseren Darstellung stark verzerrt.

Korrelation Zur Abschätzung der Güte der zwischen Plattformtemperatur und Probentemperatur wird ein Baujob zur in-situ Temperaturmessung durchgeführt. Bild 5-16 zeigt die aufgezeichneten Messsignale der fünf in die Bauplatte beziehungsweise in die Proben integrierten Thermoelemente und des in die Grundplatte der Anlage integrierten Thermoelements, dessen Signal für die Temperaturregelung der Bauplatte verwendet wird. Die Grund- und die Bauplatte werden vor Start des Baujobs auf die Solltemperatur von 120 °C vorgeheizt. Die fünf weiteren Thermoelemente befinden sich zu Beginn des Baujobs innerhalb der Prozesskammer. Deren aufgezeichnete Temperatur bis zur Platzierung an der vorgesehenen Messstelle entspricht damit der Gastemperatur am Rand der Prozesskammer, die im Laufe des Baujobs auf bis zu 40 °C ansteigt. Die Messkurven lassen sich, entsprechend des Vorgehens mit drei Unterbrechungen zur Einbringung der Thermoelemente an die Messstellen, in vier Abschnitte unterteilen. Die Temperatur an der Messstelle zur Regelung (Thermoelement "Grundplatte integriert") weicht über die gesamte Baujobdauer nur geringfügig vom Sollwert ab. Die maximale Abweichung von ± 0.4 K tritt während der Unterbrechung des Baujobs und der damit verbundenen Öffnung der Prozesskammertür auf. Die Plattformheizung wird während der Unterbrechung nicht abgeschaltet. Während des restlichen Baujobs liegt die Abweichung bei \pm 0,2 K.



Bild 5-16 Ergebnis der Temperaturmessung während des PBF-LB/M-Prozesses in zwei zylindrischen Proben und in der Bauplatte

Während der Baujobunterbrechung fällt die Temperatur an allen weiteren Messstellen, unabhängig von der Temperatur während des Baujobs, auf circa 100 °C. Die Temperatur der Bauplatte ist dabei wenige Kelvin höher als die der Proben. Dies kann über die kürzere Entfernung zur beheizten Grundplatte erklärt werden. Während des Baujobs liegt die mittlere Temperatur der Bauplatte circa 3 K höher als die Temperatur der Grundplatte. An allen sechs Messstellen liegt eine periodische Schwankung der Temperatur vor, die auf den schichtweisen Aufbau der Proben zurückzuführen ist. In den beiden im Bild 5-16 dargestellten, vergrößerten Ausschnitten ist somit die Belichtung von neun Schichten abgebildet. Bei Beginn der Belichtung der jeweiligen Probe steigt die Temperatur sprunghaft an und kühlt nach Ende der Belichtung der Probe ab, bis sie durch die Belichtung in der nächsten Schicht wieder ansteigt. Die maximale gemessene Temperatur beträgt 167 °C und tritt nach der Fortsetzung des Baujobs bei 45 mm Bauhöhe auf. Es ist anzunehmen, dass die Maximaltemperatur bei einem Abstand von weniger als 5 mm zur belichteten Ebene höher ist, dies kann jedoch mit dem verwendeten Messaufbau nicht aufgezeichnet werden. Die Messsignale der Thermoelemente bei 20 mm Bauhöhe im dritten Abschnitt und die der Thermoelemente bei 40 mm Bauhöhe im vierten Abschnitt sind vom Verlauf vergleichbar, jedoch kommt es durch den zunehmenden Abstand zur Bauplatte zu einer Verschiebung zu höheren Temperaturen um circa 10 K.

Die Unstetigkeit des Temperaturverlaufs während des Abkühlens nach der Belichtung jeder Schicht (Bild 5-17) ist auf den Pulverauftrag zurückzuführen, der jeweils nach Abschluss der Belichtung stattfindet. Die zeitliche Verschiebung der Temperaturschwankung zwischen den Proben 1 und 2 ist auf die Belichtungsreihenfolge der Proben zurückzuführen.



Bild 5-17 Vergrößerter Ausschnitt der Ergebnisse der Temperaturmessung (Bild 5-16)

Mit zunehmendem Abstand von der Belichtungsebene nimmt die periodische Schwankung der Temperatur ab und es stellt sich eine bauhöhenabhängige quasistationäre Temperatur ein. Diese liegt in der Bauplatte bei 125 °C. Innerhalb der Proben kann dieser Zustand über die Dauer des Baujobs noch nicht erreicht werden. Die mittlere Temperatur bei 20 mm Bauhöhe liegt am Ende des Baujobs bei 133 ± 2 °C und bei einer Bauhöhe von 40 mm bei 146 ± 5 °C. Dies entspricht

einer gemittelten Zunahme der quasistationären Bauteiltemperatur von 0,5 K pro Millimeter Bauhöhe.

Hinsichtlich einer in-situ Warmauslagerung der Proben wirken somit zwei gegenläufige Effekte im PBF-LB/M-Prozess. So steigt einerseits die lokale Auslagerungsdauer mit abnehmender Bauhöhe, während andererseits die quasistationäre Auslagerungstemperatur mit zunehmender Bauhöhe steigt. Inwieweit sich diese beiden Effekte ausgleichen und den Auslagerungszustand einer Probe homogenisieren, lässt sich nicht allgemeingültig ableiten, da die sich einstellende Temperaturverteilung von einer Vielzahl von Einflussfaktoren, wie beispielsweise dem verwendeten Werkstoff, der Probengeometrie und -anzahl und den gewählten Prozessparametern abhängt. Darüber hinaus ist auch das Auslagerungsverhalten eines Werkstoffes von verschiedenen Faktoren abhängig, wie zum Beispiel seiner chemischen Zusammensetzung. Eine Ermittlung des speziellen lokalen Ausscheidungszustandes ist über begleitende Analysen möglich.

Der Abfall der Temperatur auf ein gemeinsames Niveau innerhalb der gesamten Probe bei Unterbrechung des Baujobs zeigt, dass die Wärmeleitfähigkeit des verwendeten Aluminiumwerkstoffs ausreichend groß ist, um einen zügigen Temperaturausgleich innerhalb der Proben zu gewährleisten.

In den Verläufen der Messsignale der Grundplatte und auf einer Bauhöhe von 20 mm sind temporär etwas geringere Temperaturen sichtbar. Dies lässt sich beispielsweise bei einer Baujoblaufzeit zwischen 01:40:00 h und 02:00:00 h beobachten und ist auf einen geringeren Energieeintrag über den Laser zu erklären, da die Bauteile bei der korrespondierenden Bauhöhe die Kanäle für die Thermoelemente aufweisen und sich die belichtete Fläche damit reduziert. Der Abfall des Messsignals des in die Grundplatte integrierten Thermoelements bei 08:16:00 h entspricht dem Ende des Baujobs, da bei Abschluss des Baujobs automatisch die Aufzeichnung gestoppt und das Heizelement abgeschaltet wird. Die Aufzeichnung der Messsignale der restlichen Thermoelemente wurde noch einige Minuten fortgesetzt, um den Abfall der Temperatur und die Entwicklung des Temperaturgradienten in den Proben nach Abschaltung des Heizelements und Ausbleiben des Wärmeeintrags über den Laser zu beobachten. Durch die Unterbrechungen des Baujobs ist die Gesamtdauer länger als bei den vergleichbaren Baujobs zur Probenfertigung für die metallografischen und mechanischen Untersuchungen.
Durch die identische Probenanordnung in dem Baujob zur in-situ Temperaturmessung und den Baujobs zur Fertigung der weiteren Proben ist eine Abschätzung der Probentemperatur für die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Proben möglich. Die Ergebnisse zeigen aber auch, dass selbst für Aluminiumwerkstoffe mit ihrer hohen Wärmeleitfähigkeit, die Entwicklung eines Temperaturgradienten über die Bauhöhe zu berücksichtigen ist. Untersuchungen an Stählen zeigen, dass es über die Probenhöhe zu größeren Temperaturgradienten kommen kann [Heng19], sodass die Abschätzung der Probentemperatur bei Verwendung anderer Werkstoffe eine noch größere Relevanz hat.

Die Bilder 5-18 bis 5-26 zeigen die aufgezeichneten Temperaturprofile für alle durchgeführten Baujobs. Auf die Darstellung der Temperaturprofile der Baujobs zur PBF-LB/M-Parameterfindung wird verzichtet, da an den aufgebauten Proben keine über die Porositätsbestimmung hinausgehenden Untersuchungen durchgeführt werden. Die angestrebte Plattformtemperatur wird für alle Baujobs über die gesamte Laufzeit erreicht und zeigt in den meisten Fällen nur geringe Schwankungen, die die Aussagekraft der Versuche nicht einschränken. Dies gilt auch für die Baujobs mit stärkeren Abweichungen vom Sollwert, wie beispielsweise bei den Baujobs mit einer Solltemperatur von 100 °C und 275 °C zur gezielten in-situ Warmauslagerung, die auf dem PBF-LB/M-System Aconity Mini durchgeführt wurden (Bild 5-18 (b) und (d)). Die Abweichungen sind zeitlich begrenzt und im Vergleich zur gewählten Differenz der Solltemperaturen ausreichend klein, sodass der Vergleich der Zustände nach Fertigung bei den gewählten Temperaturen möglich ist. Die Abweichungen von der Solltemperatur sind auf technische Probleme des für die Temperaturregelung verwendeten PID-Reglers zurückzuführen. Beim Baujob mit einer Plattformtemperatur von 20 °C wird die modifizierte wassergekühlte Grundplatte verwendet, die die Temperaturmessung an zwei Stellen innerhalb der Grundplatte ermöglicht. Die maximale Abweichung zwischen den beiden Messpunkten beträgt 1,2 K.



Bild 5-18 Zeit-Temperaturverlauf der auf dem PBF-LB/M-System Aconity Mini durchgeführten Baujobs mit der Legierung AlSi3,5Mg2,5 bei verschiedenen Plattformtemperaturen zur in-situ Warmauslagerung

Bild 5-19 zeigt die Temperaturverläufe der Baujobs auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 ohne Beheizung der Plattform. In diesem Fall liegt die Temperatur zu Beginn eines Baujobs auf Höhe der Umgebungstemperatur und steigt danach an, da die über den Laser eingebrachte Energie größer ist als die an die Umgebung abgeführte Energie. Durch die gewählte lange Abkühlzeit zwischen den einzelnen Schichten stellt sich bei den durchgeführten Baujobs eine quasistationäre Plattformtemperatur von circa 40 °C ein. Eine Verkürzung dieser Pausenzeiten würde zu einer höheren Plattformtemperatur führen, eine Verlängerung der Pausenzeiten dagegen eine entsprechend niedrigere Temperatur bewirken. Stichversuche zur Fertigung der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 ohne Verwendung der Heizung und ohne Abkühlpausen resultieren beispielsweise in einer quasistationären Plattformtemperatur von 110 °C (Bild 5-26). Dieser unkontrollierte Zustand entspricht der üblichen Praxis und ist abhängig von den verwendeten Prozessparametern, dem PBF-LB/M-System, der gefertigten Bauteilgeometrie und der Belegungsdichte des Baujobs.

Für den Baujob ohne Verwendung der Plattformheizung mit der Legierungsvariante AlSi3,5Mg3,5 (Bild 5-19 (c)), liegen keine vollständigen Messdaten für die ganze Laufzeit des Baujobs vor, da dieser durch eine technische Störung für wenige Minuten unterbrochen wurde und die bis dahin aufgenommenen Sensordaten deshalb nicht gespeichert werden konnten. Die gestrichelte Linie zeigt den angenommenen Verlauf der Plattformtemperatur TBP, basierend auf den Verläufen der Baujobs bei Verwendung der anderen Legierungsvarianten und der Beobachtung des Prozesses. Der als schwarze Linie dargestellte Teil des Temperaturverlaufs zeigt die gemessene Temperatur nach Fortsetzung des Baujobs. Eine Auswirkung auf die insitu Ausscheidungsbildung ist durch die Unterbrechung des Baujobs nicht zu erwarten. Verglichen mit der Fertigung mit der wassergekühlten Plattform auf dem PBF-LB/M-System Aconity Mini ist die quasistationäre Plattformtemperatur bei Fertigung ohne Beheizung der Grundplatte auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 20 K höher. Darüber hinaus führen die eingefügten Abkühlpausen zwischen der Belichtung der einzelnen Schichten zu einer starken Verlängerung der Laufzeit der Baujobs. Diese beiden Aspekte können zu einer Abweichung des Ausscheidungszustands der jeweiligen Proben führen. Dies wird in Kapitel 5.4.2 für die Legierungsvarianten AlSi3,5Mg2,5, die auf beiden Systemen verarbeitet wird, mittels DSC-Messungen überprüft.



Bild 5-19 Zeit-Temperaturverlauf der auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 durchgeführten Baujobs mit den verschiedenen Legierungen bei einer Plattformtemperatur T_{BP} von 40 °C

Die auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 durchgeführten Baujobs zeigen bei Verwendung der Plattformheizung ein Einschwingen des Reglers nach Beginn des Baujobs. Die Bauplattform wurde vor Beginn des Baujobs auf die gewählte Temperatur vorgeheizt. Mit Beginn des Baujobs kommt es zu einem zusätzlichen Energieeintrag über die Laserstrahlung, der ursächlich für die beobachtete Schwankung ist. Änderungen der Plattformtemperatur wie sie bei den Baujobs der Legierungsvarianten AlSi3,5Mg2,5 und AlSi3,5Mg3,5 bei einer Solltemperatur von 120 °C aufgetreten sind (Bild 5-20 (b) und (c)), korrelieren mit einer Schwankung der Umgebungstemperatur, die während der Baujobs in der direkten Umgebung der PBF-LB/M-Anlage kontinuierlich gemessen wurde.



Bild 5-20 Zeit-Temperaturverlauf der auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 durchgeführten Baujobs mit den verschiedenen Legierungen bei einer Plattformtemperatur T_{BP} von 120 °C

Nach Abschluss der Fertigung kühlen die Proben für 20 Minuten bei Umgebungstemperatur ab und werden anschließend in eine Kühltruhe mit einer Temperatur von -40 °C überführt und bis zur weiteren Bearbeitung verwahrt, um eine Kaltauslagerung zu verhindern und den Ausscheidungszustand nach Abschluss der Baujobs zu erhalten. Es ergibt sich damit ein Temperaturprofil, von der Erstarrung bis zur Prüfung, gemäß Bild 5-21. Der Temperaturverlauf nach der letztmaligen Erstarrung wird vereinfacht dargestellt und berücksichtigt das mehrfache Aufschmelzen während des PBF-LB/M-Prozesses und den Einfluss in der Wärmeeinflusszone nicht.



Bild 5-21 Vereinfachtes schematisches Temperaturprofil von der letztmaligen Erstarrung bis zur Prüfung der Proben

Die Bilder 5-22 bis 5-26 zeigen die aufgezeichneten Verläufe der Plattformtemperatur T_{BP} für die weiteren Baujobs zur Probenfertigung. Bedingt durch die verwendeten Probengeometrien weichen die Baujobs und die resultierenden Temperaturverläufe leicht von den zuvor gezeigten Verläufen ab. Bei keinem der Baujobs können Abweichungen vom gewünschten Temperaturprofil beobachtet werden, die eine relevante Änderung des Ausscheidungszustands erwarten lassen.



Bild 5-22 Zeit-Temperaturverlauf des auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 durchgeführten Baujobs mit der Referenzlegierung AlSi10Mg



Bild 5-23 Zeit-Temperaturprofil des auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 durchgeführten Baujobs mit getrocknetem Pulver der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5



Bild 5-24 Zeit-Temperaturprofil des auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 durchgeführten Baujobs zur Untersuchung des Einflusses der Stützstrukturdichte auf den Ausscheidungszustand



Bild 5-25 Zeit-Temperaturprofile der auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 durchgeführten Baujobs zur Herstellung der Zugproben zur Untersuchung des Einflusses einer nachgelagerten festigkeitssteigernden Wärmebehandlung

Die in Bild 5-25 dargestellten Temperaturverläufe der zwei Baujobs zur Probenfertigung der Zugproben zur Untersuchung der festigkeitssteigernden Wärmebehandlung weisen eine Abnahme der quasistatischen Grundplattentemperatur nach 31 h und 62 h beziehungsweise 77 h Laufzeit auf. Diese Abnahme ist auf die Fertigstellung von Proben mit geringerer Bauhöhe, die in den Baujobs gefertigt wurden, zurückzuführen. Nach Fertigstellung einzelner Proben nimmt die belichtete Fläche in den verbleibenden Schichten ab. Damit verringert sich auch die eingebrachte Energie und die Temperatur sinkt. Die zusätzliche Abnahme der Temperatur für einige Stunden auf 30 °C beim zweiten Baujob, ist auf eine störungsbedingte Prozessunterbrechung zurückzuführen. Aufgrund der geringen Temperatur wird der Einfluss auf die resultierende Festigkeit nach der Warmauslagerung bei 140 °C beziehungsweise 170 °C als gering eingeschätzt.





5.3.2 Gefüge der Versuchslegierungen im as-built-Zustand

Die metallografische Untersuchung der verschiedenen Versuchslegierungen im as-built-Zustand erfolgt im Kopfbereich einer Zugprobe, die bei einer Plattformtemperatur von 40 °C auf der SLM 125 gedruckt wurde. Es wird jeweils die Probe gewählt, die an der gleichen Position in der Baukammer gefertigt wurde. Dies gilt nicht für die Referenzlegierung AlSi10Mg, da hier ausschließlich Proben bei einer Plattformtemperatur von 100 °C gefertigt wurden. Die Betrachtung des Einflusses der Plattformtemperatur auf das Gefüge und den Ausscheidungszustand ist in Kapitel 5.4 zu finden.

Referenzlegierung AlSi10Mg

Das Gefüge nach dem selektiven Laserstrahlschmelzen der Referenzlegierung ist in Bild 5-27 (a) bis (c) in unterschiedlichen Vergrößerungen dargestellt. Die Aufnahmen zeigen den Kernbereich einer Würfelprobe nach Ätzung nach VAW mit den für den Fertigungsprozess charakteristischen Schmelzspuren.



Bild 5-27 Schliffbilder der Referenzlegierung AlSi10Mg im as-built-Zustand längs zur Aufbaurichtung, Ätzung nach VAW

Die variierende Größe der Querschnitte der sichtbaren Schmelzspuren ist auf die Rotation der Belichtungsrichtung in jeder Schicht zurückzuführen, da es so zu Unterschieden in der Ausrichtung der Schmelzspuren bezogen auf die Schliffebene kommt. Bei stärkerer Vergrößerung wird ein sehr feines Gefüge sichtbar. Im Randbereich der Schmelzspuren, der Wärmeeinflusszone, erscheint das Gefüge heller. Es ist anzunehmen, dass es sich hierbei um das vielfach in der Literatur beschriebene Gefüge aus einer α -Matrix (helle Bereiche) und einem umliegenden eutektischen Netzwerk, mit darin eingebettetem, ausgeschiedenem Silizium, handelt [Rowo18], [Thij13]. Das Schliffbild mit der stärksten Vergrößerung (Bild 5-27 (c)) zeigt, dass sich das Gefüge im Kern der Schmelzspur durch die Strukturgröße vom Randbereich unterscheidet und die hellen Bereiche des α -Mischkristalls kleiner sind, sodass das Gefüge dunkler erscheint. Während die Struktur im Randbereich teilweise globulitisch erscheint, überwiegt im Kernbereich eine dendritische Struktur, die sich aus dem Gradienten der Erstarrungsgeschwindigkeit innerhalb der Schmelzspur und der daraus resultierenden gerichteten Erstarrung, ergibt. Dies kann lichtmikroskopisch jedoch nicht vollständig aufgelöst werden.

Bild 5-28 zeigt EBSD-Aufnahmen mit den einzelnen Körnern und ihrer Orientierung entlang der Aufbaurichtung (a) und quer zur Aufbaurichtung (b). Entlang der Aufbaurichtung sind die einzelnen Schmelzbäder gut zu erkennen. Im Randbereich eines Schmelzbades liegen oftmals globulitisch erstarrte Körner mit einer Korngröße von wenigen Mikrometern vor. Über die Höhe einer Schmelzspur ist das Gefüge gerichtet erstarrt. Die Körner erstrecken sich über die Höhe der Schmelzpur und in Einzelfällen auch darüber hinaus. Die maximal gemessene Länge liegt bei 120 µm. Die Ausdehnung in die Breite ist deutlich geringer und liegt bei unter 20 µm. Die Orientierung der Gitterebenen ist regellos. Im Querschliff erscheinen die Körner globulitisch. Dies bedeutet, dass die im Längsschliff gestreckt erscheinenden Körner säulenförmig sind. Eine Unterscheidung zwischen den säulenförmigen großen Körnern und den feinen globulitischen Körnern im Randbereich der Schmelzlinsen ist im Querschliff nicht sicher möglich. Einen Hinweis auf die Zuordnung gibt die Kornorientierung, die im Querschliff eine Regelmäßigkeit aufweist. Neben Bereichen mit einer regellosen Gitterorientierung sind auch Bereiche mit einer bevorzugten (001)-Orientierung zu erkennen. Darüber hinaus sind Anhäufungen von gröberen und feineren Körnern zu erkennen. Im Größenvergleich mit dem Längsschiff ist anzunehmen, dass die kleinen Körner mit einem Durchmesser von circa 1µm dem globulitischen Randbereich der Schmelzspuren zuzuordnen sind. Darüber hinaus zeigen die EBSD-Aufnahmen, dass es sich bei den im Lichtmikroskop sichtbaren Strukturen nicht um einzelne Körner handelt. Das eutektische Netzwerk bildet sich innerhalb der Körner und unterteilt diese in einzelne Zellen.



Bild 5-28 Inverse Polfiguren der Referenzlegierung AlSi10Mg parallel zur Aufbaurichtung (a) und quer zur Aufbaurichtung (b)

Durch die regelmäßige Rotation der Belichtungsrichtung um die Achse orthogonal zur Schliffebene und Variationen in der Schmelzspurtiefe werden beim Querschliff Schmelzspuren in verschiedenen Ebenen angeschliffen. So ist es möglich, dass in Bild 5-28 (b) sowohl eine Schmelzspur im oberen Bereich der Schmelzlinse angeschnitten wurde, als auch eine im unteren Bereich, sodass in dieser Schliffebene die Zuordnung der Gefügebereiche erschwert ist. Für die Versuchslegierung erfolgt die metallografische Charakterisierung deshalb bevorzugt longitudinal zur Aufbaurichtung.

Bild 5-29 zeigt Sekundärelektronen (SE)-Aufnahmen des Gefüges der Referenzlegierung AlSi10Mg, stärker vergrößert als es lichtmikroskopisch möglich wäre. In der Übersichtsaufnahme (Teilbild (a)) können mehrere Schmelzspuren identifiziert werden. Der Randbereich der Schmelzspuren ist auf Basis der Struktur der zwischen einzelnen Zellen liegenden eutektischen Phase vom Kernbereich der Schmelzspuren zu unterscheiden. Teilbild (b) zeigt einen Ausschnitt mit Teilen des Kernbereichs zweier Schmelzspuren (oberer Bereich der unteren Schmelzspur und unterer Bereich der oberen Schmelzspur) und dem dazwischenliegenden unteren Randbereich der oberen Schmelzspur. Der Kernbereich der Schmelzspuren zeigt ein gerichtet erstarrtes Eutektikum auf den Zellgrenzen in Richtung des Schmelzspurrandes. Die Zellgröße liegt bei circa 0,5 µm x 1,5 µm (Teilbild (c)). Darüber hinaus ist sichtbar, dass sich der Rand der Schmelzspuren aus zwei Zonen zusammensetzt. In einem Bereich von circa 10 µm oberhalb der Grenze zwischen diesen beiden Zonen erscheint

diese Struktur stärker dendritisch verästelt und ist gröber als der Kernbereich. Die Strukturgröße steigt auf circa 1 µm x 3 µm. Die Strukturgröße stimmt in diesem Bereich mit der in den EBSD-Aufnahmen ermittelten Korngröße überein, sodass es in diesem Bereich nicht zur Zellbildung kommt, sondern das eutektische Netzwerk einzelne Körner voneinander abtrennt. Die Strukturgröße des eutektischen Netzwerkes ist abhängig von der lokalen Abkühlrate [Tang16]. Das Eutektikum erstarrt auf den Zellgrenzen. Im Vergleich zum Kernbereich der Schmelzspur sind die Stege des Eutektikums in diesem Bereich breiter und bilden teilweise flächige Strukturen. Innerhalb der Körner sind punktförmig erscheinende Siliziumausscheidungen sichtbar.



Bild 5-29 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen mehrerer Schmelzspuren (Teilbilder (a) und (b)), des Kernbereichs einer Schmelzspur (Teilbild (c)) und des Randbereichs und der Wärmeeinflusszone (Teilbild (d)) der Referenzlegierung, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s

Unterhalb des Schmelzspurrandes ist eine Wärmeeinflusszone zu erkennen, in der das eutektische Netzwerk unvollständig ist (Bild 5-29 (d)). Es ist anzunehmen, dass es durch die Erwärmung bis kurz unterhalb der Solidustemperatur zu einer beginnenden Auflösungsreaktion

des Eutektikums kommt. Die Wärmeeinflusszone ist im untersuchten Bereich der Probe circa 2 µm breit. Die punktförmigen Ausscheidungen innerhalb der Körner sind größer und die Anzahl der sichtbaren Ausscheidungen ist höher. Des Weiteren sind auf den Korngrenzen dunkle Punkte sichtbar. Hierbei könnte es sich um Vertiefungen handeln, die durch die Auflösung von magnesiumreicheren Ausscheidungen beim Ätzvorgang entstanden sind. Die Vertiefungen könnten jedoch auch der beginnenden Auflösung des Eutektikums zuzurechnen sein.

Versuchslegierung AlSi3,5Mg1,5

Die lichtmikroskopischen Gefügeaufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 (Bild 5-30) zeigen einzelne Schmelzspuren im Schliff längs zur Aufbaurichtung. Der Kernbereich ist in Folge der Dix-Keller-Ätzung gelblich, während der Randbereich grau-weiß erscheint. In beiden Bereichen sind feine Ausscheidungen zu erkennen, die im Schliff sowohl punkt- als auch linienförmig erscheinen. Auffällig sind die irregulär geformten Poren und feinen Risse in Aufbaurichtung, die in den Proben zur PBF-LB/M-Prozessparameterermittlung nicht sichtbar sind. Basierend auf der in den Schliffbildern sichtbaren höheren Anzahl an Rissen, im Vergleich zu den Poren, kann ausgeschlossen werden, dass die Poren als Rissinitiatoren gewirkt haben. Der Rissverlauf scheint entlang von Korn- und Zellgrenzen zu verlaufen. Eine mögliche Erklärung für die auftretenden Mikrorisse ist die von Tsuru et al. beschriebene Mikrorissbildung in hochfesten Aluminiumwerkstoffen durch die Ansammlung von Wasserstoff an Matrix-Ausscheidungs-Grenzflächen, die einer lokalen zu wasserstoffinduzierten Versprödung und spontanen Rissbildung führen können [Tsur20]. Ein Rissentstehungsmechanismus durch solcher wird das verwendete Rissempfindlichkeitskriterium nach Kou nicht abgebildet, nach dem die Rissempfindlichkeit der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 als gering eingeschätzt wird. Die Orientierung und Lokalisation der Risse entspricht dem für Heißrissbildung bekannten Verhalten, jedoch ist die Anzahl und Größe der Risse untypisch für Heißrissbildung, wie sie beim Schweißen oftmals beobachtet wird. Im Vergleich zur Referenzlegierung AlSi10Mg sind die Schmelzspurränder breiter, es wird jedoch, aufgrund des höheren Siliziumgehalts der Referenzlegierung, ein anderes Ätzmittel für die Präparation für die lichtmikroskopische Untersuchung verwendet.



Bild 5-30 Lichtmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5, angepasste Dix-Keller-Ätzung, Ätzdauer: 20 s

Bild 5-31 zeigt Sekundärelektronenaufnahmen des Gefüges der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5. Vergleichbar zu den lichtmikroskopischen Aufnahmen sind bei geringerer Vergrößerung die einzelnen Schmelzspuren sichtbar (Bild 5-31 (a)). Bild 5-31 (b) zeigt den Überlappungsbereich mehrerer Schmelzspuren. Vergleichbar zur Referenzlegierung sind verschiedene Bereiche innerhalb der Schmelzspuren zu erkennen. Der Kernbereich der Schmelzspur (Bild 5-31 (c)) ist gerichtet-zellular erstarrt und es hat sich ein Netzwerk auf den Zellgrenzen gebildet. Im Vergleich zur Referenzlegierung AlSi10Mg ist das Netzwerk jedoch schwächer ausgeprägt und nicht geschlossen. Dies kann über den geringeren Siliziumgehalt der Versuchslegierungen erklärt werden, der zu einem geringeren Anteil eutektischer Erstarrung führt. Des Weiteren sind ein gröberer Schmelzspurrand, in dem die Abstände zwischen den einzelnen Stegen des eutektischen Netzwerks größer sind, und eine Wärmeeinflusszone sichtbar. Der in Bild 5-31 (c) und (d) sichtbare Bereich der Wärmeeinflusszone zeigt keine Netzwerkstruktur und besteht aus regellos verteilten Ausscheidungen in der Aluminiummatrix mit einer Größe von weniger als 400 nm. Das Gefüge einer der Schmelzspuren Bild 5-31 (b) erscheint vergleichbar zu der Wärmeeinflusszone die in anderen Gefügebereichen am Schmelzspurrand beobachtet werden kann. Dies kann auf die Überlappung mehrerer einzelner Schmelzspuren in diesem Bereich der Probe zurückgeführt werden, durch den es zu einem erhöhten Energieeintrag gekommen sein könnte. In den weiteren sichtbaren Schmelzspuren liegt das, bereits beschriebene, gerichtet erstarrte Gefüge vor.



Bild 5-31 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen mehrerer Schmelzspuren (Teilbilder (a) und (b)), des Kernbereichs einer Schmelzspur (Teilbild (c)) und des Randbereichs und der Wärmeeinflusszone (Teilbild (d)) der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s

Die durchgeführten EBSD-Untersuchungen (Bild 5-32) zeigen ein mit der Referenzlegierung vergleichbares Gefüge aus säulenförmigen Körnern entlang der Aufbaurichtung. Die Schmelzspuren sind nicht sichtbar, da es keinen Bereich mit globulitischen Körnern am Schmelzspurrand gibt. Die Körner weisen darüber hinaus eine größere Ausdehnung entlang der Aufbaurichtung auf und wachsen über die einzelnen fertigungsbedingten Schichten hinaus. Die mittlere Korngröße längs zur Aufbaurichtung beträgt $8,9 \pm 8,6 \,\mu\text{m}$ und quer zur Aufbaurichtung 7,9 \pm 6,5 μm . Das Fehlen der globulitischen Körner ist eine weitere mögliche Ursache für die beobachtete Rissbildung, da ein Gefüge mit einem größeren Anteil säulenförmiger Körner ein höheres Risiko für Rissbildung aufweist [Mart17]. Eine solche Änderung der Erstarrungsmorphologie wird durch die betrachteten Modelle zur Abschätzung der Rissempfindlichkeit nicht berücksichtigt.



Bild 5-32 Inverse Polfiguren der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 längs zur Aufbaurichtung (a) und quer zur Aufbaurichtung (b)

Versuchslegierung AlSi3,5Mg2,5

Die Versuchslegierung AlSi3,5Mg2,5 zeigt im geätzten lichtmikroskopischen Schliffbild (Bild 5-33) ein für den PBF-LB/M-Prozess charakteristisches Gefüge, bestehend aus sich überlappenden Schmelzspuren. Es sind einzelne, kleine (< 10 μ m), irregulär geformte Poren sichtbar, deren Auftreten keine Regelmäßigkeit zeigt. Durch die Ätzung ist eine Unterscheidung zwischen Kern- und Randbereich der einzelnen Schmelzspuren möglich. Es sind, abweichend zu der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5, keine Risse zu erkennen.



Bild 5-33 Lichtmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5, angepasste Dix-Keller-Ätzung, Ätzdauer: 25 s

Bei Anwendung des gleichen Ätzverfahrens wie bei der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 erscheint der Kernbereich der Schmelzspuren dunkler. Eine mögliche Erklärung ist die etwas längere Ätzdauer oder ein höherer Ausscheidungsgehalt durch den größeren Anteil an Magnesium in der Legierung AlSi3,5Mg2,5.

Bild 5-34 (a) zeigt mehrere Schmelzspuren der Versuchslegierung AlSi3,5Mg2,5 mit Kernbereich, Schmelzspurrand und Wärmeeinflusszone. Der Kernbereich (Bild 5-34 (c)) ist gerichtet erstarrt und zeigt ein in Abkühlrichtung gestrecktes Netzwerk der helleren eutektischen Phase. Im Vergleich zur Referenzlegierung ist das Netzwerk schwächer ausgeprägt und nicht geschlossen. Im Vergleich mit der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5, mit geringerem Magnesiumgehalt, ist das Netzwerk durch den Ätzvorgang teilweise aufgelöst und zeigt Löcher in der Matrixphase. Die Unterschiede sind auf die Legierungszusammensetzung mit abweichendem Silizium- und Magnesiumgehalt zurückzuführen. Bei der Legierung AlSi3,5Mg2,5 kommt es im Randbereich zu einer Vergröberung der Strukturen und einer Änderung der Zellform. Die Zellen sind nicht mehr gestreckt, sondern stärker globular geformt. In der Wärmeeinflusszone (Bild 5-34 (d)) ist das in den anderen Schmelzspurbereichen sichtbare Netzwerk größtenteils zurückgebildet und es liegen separierte sphärische Ausscheidungen vor. Vereinzelt sind noch Ausscheidungslinien sichtbar. Bei diesen, in Bild 5-34 (b) und (d) in der Wärmeeinflusszone sichtbaren Ausscheidungslinien, vergleichbar zum Netzwerk in den anderen Probenbereichen, könnte es sich um Korngrenzausscheidungen handeln, die thermisch stabiler sind als die Ausscheidungen auf den Zellgrenzen.

Offen ist, ob das Ätzmittel nach Dix-Keller das hell erscheinende eutektische Netzwerk direkt aufgelöst hat, oder es zu einem verstärkten Ätzangriff auf die Matrix an den Zellgrenzen gekommen ist. In der Nähe der Zellgrenzen könnte die Matrix aufgrund von Diffusion von Legierungselementen in die Netzwerkstruktur lokal einen geringeren Legierungsgehalt als die restliche Matrix aufweisen und deshalb stärker angeätzt werden. Da es in diesem Bereich oftmals nicht zur Bildung von Ausscheidungen kommt, wird er auch als ausscheidungsfreie Zone bezeichnet. In diesem Fall könnten Teile der eutektischen Phase gelockert werden und sich mechanisch aus der Matrix lösen.



Bild 5-34 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen mehrerer Schmelzspuren (Teilbilder (a) und (b)), des Kernbereichs einer Schmelzspur (Teilbild (c)) und des Randbereichs und der Wärmeeinflusszone (Teilbild (d)) der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s

Die EBSD-Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 (Bild 5-35) zeigen jeweils mehrere Schmelzspuren, die im unteren Bereich aus feinen gleichachsigen Körnern, mit einer Korngröße von weniger als einem Mikrometer, bestehen (Teilbild (a)). Oberhalb dieses feinkörnigen Saums schließen sich langgestreckte Körner an. Sie übertreffen teilweise die Höhe der Schmelzspuren und wachsen somit über mehrere Schichten. Diese Körner sind entlang der Abkühlungsrichtung orientiert. Quer zur Aufbaurichtung erscheinen die Körner größtenteils gleichachsig. Dies bedeutet, dass die längs zur Aufbaurichtung gestreckten Körner säulenförmig sind. Der Durchmesser der Körner quer zur Aufbaurichtung beträgt wenige Mikrometer und nimmt vom Kern der Schmelzspur zum Rand ab. Im Randbereich sind auch im Teilbild (b) sehr feine Körner sichtbar. Hierbei könnte es sich ebenfalls um gleichachsige Körner handeln. Eine bevorzugte Kristallorientierung ist anhand der inversen Polfiguren nicht zu erkennen. Im Vergleich zur Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 ist die mittlere Korngröße mit $6,2 \pm 5,7 \mu m$ längs zur Aufbaurichtung und $6,0 \pm 4,6 \mu m$ quer zur Aufbaurichtung geringer.



Bild 5-35 Inverse Polfiguren der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 längs zur Aufbaurichtung (a) und quer zur Aufbaurichtung (b)

Die Gefügeuntersuchung mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) ermöglicht stärkere Vergrößerungen als die anderen verwendeten Techniken und ist damit geeignet, festigkeitssteigernde Ausscheidungen darzustellen und direkt nachzuweisen. Des Weiteren ist es möglich, die chemische Zusammensetzung mittels EDX mit höherer lateraler Auflösung zu bestimmen. Die bei EDX-Messungen an Proben mit größerer Dicke, wie sie üblicherweise im Rasterelektronenmikroskop untersucht werden, entstehende Anregungsbirne unterhalb der Probenoberfläche tritt bei EDX-Messungen im TEM nicht auf, da die elektronentransparente Probe eine geringere Dicke aufweist. Darüber hinaus ist die Beschleunigungsspannung im TEM um ein Vielfaches höher, was zu einer geringeren Streuung des Elektronenstrahls führt.

Bild 5-36 zeigt die Ergebnisse eines EDX-Linienscans entlang der Markierung im Gefügebild der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei 110 °C. Auch in dieser Aufnahme ist die bereits gezeigte Zellstruktur sichtbar. Der Linienscan deckt den Bereich zwischen der Netzwerkstruktur, den hell erscheinenden Steg des Netzwerks (Position A), als auch eine dunklere Ausscheidung an einem Punkt, an dem drei Zellen aufeinandertreffen (Position B) ab.



Bild 5-36 EDX-Linienscan an einer TEM-Lamelle der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach PBF-LB/M-Fertigung bei 110 °C

Der Verlauf der Konzentration der Elemente Aluminium, Magnesium, Silizium, Mangan und Eisen zeigt, dass es sich bei dem Gefüge zwischen den Stegen des Netzwerkes um den Aluminiummischkristall handelt, der eine mittlere Siliziumkonzentration von 0,8 at% und eine mittlere Magnesiumkonzentration von 3,6 at% aufweist. Ein Teil der Fremdatome könnte jedoch auch in nanoskaligen Ausscheidungen gebunden sein, die sich innerhalb der Zellen befinden könnten. Der Eisen- und Mangangehalt innerhalb der Zellen ist geringer als die gemessene Gesamtkonzentration der Probe, da sich diese beiden Elemente bevorzugt in den Stegen des Netzwerks ausscheiden (Position A). Die Konzentration der weiteren Elemente bestätigt, dass das Netzwerk eine Zusammensetzung nahe des Aluminium-Silizium-Eutektikums aufweist. Die Magnesiumkonzentration ist identisch zum umliegenden Aluminiummischkristall.

Die dunklere Ausscheidung (Position B), die in ähnlicher Form auch an anderen Stellen des eutektischen Netzwerkes sichtbar ist, weist eine Zusammensetzung von circa 30 bis 40 at% Magnesium, 20 bis 30 at% Silizium und 40 bis 50 at% Aluminium auf und wird damit Teil der Mg₂Si-Ausscheidungssequenz sein. Die maximale Ausdehnung der Ausscheidung in der Untersuchungsebene liegt bei 100 nm. Dies ist ein Hinweis auf die β-Phase, da deren Vorläufer

üblicherweise kleiner sind. Eine eindeutige Identifizierung auf Basis der Größe und chemischen Zusammensetzung ist jedoch nicht möglich, da nicht bestimmt werden kann, inwieweit die gemessene chemische Zusammensetzung durch die eventuell darunterliegende Matrix beeinflusst wird und die lokale thermische Historie der untersuchten Probenstelle aufgrund der Komplexität unbekannt ist. Ein Vergleich mit der Literatur ist nur eingeschränkt möglich, da keine TEM-Untersuchungen an Al-Mg₂Si-Legierungen mit vergleichbarer Übersättigung bekannt sind.

Das EDX-Mapping in Bild 5-37 nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 170 °C bestätigt die bereits zuvor beschriebenen Erkenntnisse. Auch in dieser Probe ist ein eutektisches Aluminium-Siliziumnetzwerk mit magnesiumreichen Phasen, die sich bevorzugt an das Netzwerk anlagern, sichtbar. Im gewählten Bildausschnitt sind diese Phasen jedoch größer und zahlreicher als nach Fertigung bei 110 °C (Bild 5-36). Vermutlich ist dies auf Abweichungen der thermischen Historie zurückzuführen. Eine andere mögliche Ursache ist die zufällige Auswahl des untersuchten Gefügebereichs. Neben den gezeigten Elementen wurde auch der Zirkoniumgehalt gemessen. Dieser ist jedoch homogen über den Messbereich verteilt.



Bild 5-37 EDX-Mapping an einer TEM-Lamelle der Legierung AlSi3,5Mg2,5 nach PBF-LB/M-Fertigung bei 170 °C

Die zum direkten Nachweis der festigkeitssteigernden Ausscheidungsphasen der Mg2Si-Ausscheidungssequenz durchgeführten Untersuchungen mit dem Transmissionselektronenmikroskop waren nicht erfolgreich. Ursächlich wird die sehr hohe Komplexität des Gefüges gesehen, die zu sehr komplexen Beugungsmustern führt, die eine Zuordnung der beobachteten Phasen nicht zweifelsfrei zulassen. Des Weiteren weist das Gefüge der additiv gefertigten Proben eine Makrostrukturierung mit verschiedenen Gefügebereichen im Kern, am Rand und unterhalb einer Schmelzspur, sowie beliebige geometrische Überschneidung mehrerer Schmelzspuren, auf. Die Verteilung und das Auftreten der Ausscheidungsphasen in den verschiedenen Bereichen sind nicht bekannt, da die für die Untersuchung benötigten Probenvolumina größer als die jeweiligen Gefügebereiche sind und somit die weiteren Untersuchungsmethoden für diese Fragestellung integral sind. Eine Zielpräparation der Bereiche über verschiedene Probenzustände ist im Rahmen der Arbeit nicht vorgesehen. Im Folgenden findet sich dennoch eine Auswahl von TEM-Aufnahmen des Gefüges, die möglicherweise festigkeitssteigernde Ausscheidungen der Mg2Si-Sequenz zeigen, jedoch haben diese ausschließlich informativen Charakter und dienen der Veranschaulichung. Sie fließen nicht in die weitere Diskussion der Ergebnisse ein.

Bild 5-38 zeigt einen Ausschnitt des Gefüges der Legierung AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei 110 °C quer zur Aufbaurichtung. In Teilbild (a) ist das bereits beschriebene, in die Aluminiummatrix eingebettete, eutektische Netzwerk sichtbar. Im rechten Bildbereich ist der aus der FIB-Präparation resultierende Probenrand zu sehen. Das Teilbild (b) zeigt den in Teilbild (a) markierten Ausschnitt bei stärkerer Vergrößerung. In diesem Fall ist in der unteren rechten Ecke des Bildes ebenfalls das eutektische Netzwerk (helle Struktur) zu erkennen. Das restliche Bild zeigt die Aluminiummatrix innerhalb der untersuchten Zelle und darin verteilt helle Strukturen von wenigen Nanometer Größe. Es ist naheliegend, dass es sich dabei um Ausscheidungen handelt, jedoch kann deren Struktur und Zusammensetzung nicht bestimmt werden. Entlang des eutektischen Netzwerkes ist des Weiteren ein Bereich zu erkennen, in dem die Ausscheidungen nicht sichtbar sind. Dieser ausscheidungsfreie Saum kann entstehen, wenn die für die Ausscheidungsbildung nötigen Legierungselemente in größeren Ausscheidungen, in diesem Fall dem eutektischen Netzwerk, gebunden sind und der Bereich des Saums nach der Erstarrung ärmer an gelösten Legierungselementen ist.



Bild 5-38 TEM-Dunkelfeldaufnahme der Zellstruktur und möglichen Ausscheidungen der Legierung AlSi3,5Mg2,5

Bild 5-39 zeigt eine hochauflösende Aufnahme einer TEM-Lamelle längs der Aufbaurichtung, die aus der gleichen Probe präpariert wurde, an denen auch die zuvor gezeigten Aufnahmen entstanden sind. Die Auflösung ist ausreichend hoch, sodass die einzelnen Gitterebenen sichtbar sind. Des Weiteren sind längliche Strukturen (helle und dunkele Nadeln) zu sehen, die eine Länge von 2 bis 5 nm aufweisen und wenige Atomlagen breit sind. Auch in diesem Fall könnte es sich um Ausscheidungen handeln, jedoch ist eine eindeutige Bestimmung, nur auf Basis von Form und Größe, nicht möglich.



Bild 5-39 Hochauflösende TEM-Aufnahme des Gefüges der Legierung AlSi3,5Mg2,5 längs zur Aufbaurichtung

Versuchslegierung AlSi3,5Mg3,5

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen des geätzten Gefüges der Legierung AlSi3,5Mg3,5 (Bild 5-40) zeigen die bereits von den anderen Legierungsvarianten bekannten Strukturen. Es ist sind keine signifikanten Unterschiede zur Legierung AlSi3,5Mg2,5 zu erkennen.



Bild 5-40 Lichtmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg3,5, angepasste Dix-Keller-Ätzung, Ätzdauer: 25 s

Die elektronenmikroskopischen Aufnahmen des Gefüges der Versuchslegierung AlSi3,5Mg3,5 in Bild 5-41 zeigen ebenfalls eine Zellstruktur, die jedoch feiner ist als bei den Legierungen mit geringerem Magnesiumgehalt. Ebenso ist die Ausrichtung der Zellstruktur in Bild 5-41 (c) nicht so deutlich wie bei den gröberen Strukturen der AlSi3,5Mg1,5 und AlSi3,5Mg2,5. Teilbild (d) zeigt, dass in der Wärmeeinflusszone die Lochbildung durch den Ätzangriff deutlich geringer ist, als im Kernbereich der Schmelzspuren, was auf eine abweichende chemische Zusammensetzung der Ausscheidungen hinweist, beziehungsweise auf einen geringeren Anteil an Zellgrenzausscheidungen, da sich diese Ausscheidungen durch den thermischen Einfluss umgebildet haben.



Bild 5-41 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen mehrerer Schmelzspuren (Teilbilder (a) und (b)), des Kernbereichs einer Schmelzspur (Teilbild (c)) und des Randbereichs und der Wärmeeinflusszone (Teilbild (d)) der Legierungsvariante AlSi3,5Mg3,5, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s

Versuchslegierung AlSi3Mg5

Abweichend zu den lichtmikroskopischen Aufnahmen der weiteren Legierungsvarianten ist bei den Aufnahmen der Legierung AlSi3Mg5 ein rötlicher Saum in der Wärmeeinflusszone sichtbar (Bild 5-42). Die Asymmetrie des Saums kann über die Orientierung der Schliffebene zur Scanrichtung der Belichtung und damit der Orientierung der Schmelzspur erklärt werden, da durch die Rotation der Vektoren in den meisten Fällen kein orthogonaler Schnitt erfolgt.



Bild 5-42 Lichtmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3Mg5, angepasste Dix-Keller-Ätzung, Ätzdauer: 20 s

Die elektronenmikroskopischen Aufnahmen im Bild 5-43 zeigen ein Gefüge vergleichbar zur Legierung AlSi3,5Mg3,5 mit einem nochmals stärkeren Ätzangriff. Dies bestätigt einen Zusammenhang der Verstärkung des Ätzangriffs mit steigendem Magnesiumgehalt. Der in den lichtmikroskopischen Aufnahmen sichtbare rötliche Saum am Rand einzelner Schmelzspuren ist im Elektronenmikroskop nicht sichtbar, sodass auf diese Wiese keine weiteren Erkenntnisse über deren Auftreten gewonnen werden können.



Bild 5-43 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen mehrerer Schmelzspuren (Teilbilder (a) und (b)), des Kernbereichs einer Schmelzspur (Teilbild (c)) und des Randbereichs und der Wärmeeinflusszone (Teilbild (d)) der Legierungsvariante AlSi3Mg5, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass mittels Lichtmikroskopie die Makrostruktur mit einzelnen Schmelzlinsen und deren verschiedenen Bereichen dargestellt werden kann. Darüber hinaus sind diese Aufnahmen zur Beurteilung der Porosität und dem Erkennen möglicher Heißrissbildung geeignet. Die Mikrostruktur, die verantwortlich für das optische Erscheinungsbild der verschiedenen Bereiche der Schmelzlinsen ist, lässt sich jedoch nur elektronenmikroskopisch auflösen. Festigkeitssteigernde Ausscheidungen der Mg₂Si-Sequenz lassen sich mit keiner der verwendeten Mikroskopietechniken darstellen.

Das Gefüge von laserstrahlgeschmolzenen Al-Mg-Si-Legierungen unterscheidet sich deutlich vom Gefüge im Gusszustand. Dies ist allem voran auf die gerichtete Erstarrung und die hohen Abkühlgeschwindigkeiten zurückzuführen [Trev17]. Das Gefüge, schematisch im Bild 5-44, zeigt eine zellular-dendritische Struktur aus der α -Aluminiummatrix und einem eutektischen Siliziumnetzwerk auf den Zell- und Korngrenzen. Durch das wiederkehrende Aufheizen und Abkühlen während der Belichtung kommt es zur Ausbildung einer Gefügestruktur im Größenbereich der Schmelzspurbreite. Die genaue Beschaffenheit der Struktur wird vor allem durch die verwendete Scanstrategie bestimmt. So lassen sich im Schliff parallel zur Aufbaurichtung die charakteristischen halbzylindrischen Schmelzlinsen erkennen, während diese Schmelzspuren im Querschliff länglich erscheinen. In einer Schmelzlinse lassen sich die drei Bereiche Kern, Rand und Wärmeeinflusszone unterscheiden. Bei stärkerer Vergrößerung ist zu erkennen, dass sowohl im Kern- als auch im Randbereich eine Zellstruktur vorliegt. Diese ist im Kern feiner und die Zellen sind säulenförmig, was auf eine gerichtete Erstarrung schließen lässt. Im Randbereich liegen hingegen teilweise kleinere globulitische Zellen vor. Im Bereich der Wärmeeinflusszone, unterhalb des beschriebenen Randbereichs, kommt es durch die thermische Einwirkung bereits zu einer Auflösung des Siliziumnetzwerkes und Einformung zu sphärischen Siliziumpartikeln. Mit zunehmendem Abstand zum Randbereich einer in Aufbaurichtung höherliegenden Schmelzlinse, nimmt die thermische Wirkung des Aufschmelzens ab, und es kommt nicht zur Änderung des zuvor vorliegenden Gefüges. EBSD-Untersuchungen zeigen, dass im Kernbereich ein epitaktisches Wachstum dominiert und es zur Ausbildung von säulenförmigen Körnern kommt, die deutlich größer als die Zellen sind. Ein Korn besteht im Allgemeinen also aus einer Vielzahl von Zellen. Im Randbereich dominieren hingegen feine globulitische Körner und die Korngröße ist geringer. Ein Größenvergleich der Schmelzlinsen zwischen den verschiedenen Schliffbildern sollte nicht durchgeführt werden, da durch die unterschiedlichen Orientierungen der Schmelzspuren keine vergleichbaren Schliffebenen abgebildet werden.



Bild 5-44 Schematische Darstellung des Gefüges von Al-Si-Mg-Legierungen im as-built-Zustand nach PBF-LB/M-Fertigung mit Kern- und Randbereich der Schmelzlinsen

Der Vergleich der verschiedenen Legierungsvarianten zeigt eine geringe Porosität für alle betrachteten Werkstoffe. Die vereinzelt auftretenden Poren sind größtenteils sphärisch und nur wenige Mikrometer groß. Mit Ausnahme der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 sind keine weiteren Defekte im Gefüge sichtbar geworden. Die genannte Legierungsvariante zeigt eine Rissbildung, die in den Proben zur Parameterermittlung nicht aufgetreten ist. Das zuvor beschriebene Gefüge ist für alle untersuchten Legierungen zu beobachten. Im Vergleich zur Referenzlegierung (Bild 5-45) ist das eutektische Netzwerk, durch den geringeren Siliziumgehalt, in allen Fällen weniger stark ausgeprägt. Mit steigendem Magnesiumgehalt sind in den elektronenmikroskopischen Aufnahmen zunehmend Löcher durch den Ätzangriff festzustellen, was auf eine Änderung der Ausscheidungen auf den Zell- und Korngrenzen hinweist. Über den zunehmenden Ätzangriff kann auch der im Lichtmikroskop mit zunehmendem Magnesiumgehalt heller erscheinende Kernbereich der Schmelzlinsen erklärt werden. Eine Änderung des Makrogefüges in Abhängigkeit des Magnesiumgehalts lässt sich nicht beobachten. Der direkte Vergleich der REM-Aufnahmen der Gefüge zeigt darüber hinaus eine Tendenz der Gefügefeinung mit zunehmendem Magnesiumgehalt, es kann jedoch nicht ausgeschlossen werden, dass dieser Eindruck auch durch die zufällige Wahl der sehr kleinen Bildausschnitte bei 20.000-facher Vergrößerung entsteht.



Bild 5-45 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der verschiedenen Legierungsvarianten. Es ist jeweils der Kernbereich einer Schmelzspur sichtbar, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s

In manchen Gefügebereichen erfolgte das Kornwachstum nicht gleichmäßig senkrecht zum Schmelzspurrand in Richtung des Wärmeflusses. Dies kann auch für andere PBF-LB/M-

Gefüge beobachtet werden. Wang et al. konnten zeigen, dass dies an bevorzugten Wachstumsrichtungen des Kristallgitters und Effekten wie beispielsweise der Marangoni-Konvektion der Schmelze, die die Richtung des Wärmeflusses ändern kann, liegt [Wang16].

5.3.3 Chemische Zusammensetzung nach Abschluss des PBF-LB/M-Prozesses

Das Aufschmelzen des Metallpulvers im PBF-LB/M-Prozess kann zu einer Änderung der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffs führen, die Auswirkungen auf die Gebrauchseigenschaften haben kann. Tabelle 5-5 zeigt die mittels Funkenspektrometrie bestimmte chemische Zusammensetzung der Legierungsvarianten im as-built-Zustand.

| Legierung | Si | Mg | Mn | Zr | Ti | Fe | Al |
|--------------------------|---|-------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------|-------|
| AlSi10Mg | $10,83 \pm 0,11$ | 0,29 ± 0,01 | $0,653 \pm 0,008$ | $0,009 \pm 0,000$ | $0,053 \pm 0,001$ | 0,23 ± 0,01 | Basis |
| AlSi3,5Mg1,5 | $\begin{array}{c} 3,75 \pm \\ 0,08 \end{array}$ | 1,07 ± 0,02 | $0,228 \pm 0,002$ | 0,182 ± 0,002 | nnw | 0,10 ± 0,01 | Basis |
| AlSi3,5Mg2,5 Charge 1 | 3,63 ± 0,07 | 2,17 ± 0,04 | $0,265 \pm 0,004$ | 0,191 ± 0,002 | 0,015 ± 0,001 | 0,12 ± 0,01 | Basis |
| AlSi3,5Mg2,5 Charge 2 | $\begin{array}{c} 3,56 \pm \\ 0,07 \end{array}$ | 2,49 ± 0,01 | 0,229 ± 0,010 | $0,255 \pm 0,004$ | nnw | 0,10 ± 0,01 | Basis |
| AlSi3,5Mg3,5 | 3,60 ± 0,09 | 3,08 ± 0,08 | 0,214 ± 0,002 | 0,318 ± 0,003 | nnw | 0,13 ± 0,01 | Basis |
| AlSi3Mg5 | 3,18 ± 0,07 | 4,37 ± 0,05 | 0,237 ± 0,002 | $0,003 \pm 0,000$ | nnw | 0,13 ± 0,01 | Basis |

Tabelle 5-5 Chemische Zusammensetzung der Versuchslegierung im as-built-Zustand

*Angaben in Ma%, nnw: nicht nachweisbar

Im Vergleich zu den Sollzusammensetzungen (Kapitel 4.1) zeigen die Versuchslegierungen geringe Abweichungen. Dies gilt insbesondere für den Magnesium- und Zirkoniumgehalt. Der Magnesiumgehalt liegt für alle Legierungsvarianten, mit Ausnahme der zweiten Charge der Variante AlSi3,5Mg2,5 unterhalb des Sollwerts. Hinsichtlich des Zirkoniumgehalts weichen die Variante AlSi3,5Mg3,5 mit einem höheren Gehalt und die Variante AlSi3Mg5 mit einem geringeren Gehalt am stärksten ab. Die Abweichungen des Zirkoniumgehalts können zu Unterschieden in der Erstarrung führen, da Zirkonium als Nukleationshilfe wirken kann und damit eine feinkörnige globulitsche Erstarrung begünstigt. Der Mangangehalt ist bei den

Versuchslegierungen vergleichbar. Der Eisengehalt zeigt ebenfalls keine Abweichungen zwischen den Versuchslegierungen und entspricht dem natürlichen Verunreinigungsgehalt wie er für technische Legierungen üblich ist [Tayl04]. Der Vergleich mit der Zusammensetzung der Pulver der Versuchslegierungen zeigt nur für den Magnesiumgehalt eine signifikante Änderung der chemischen Zusammensetzung durch den PBF-LB/M-Prozess. Für alle untersuchten Legierungen ist der Gehalt im as-built-Zustand niedriger als der Magnesiumgehalt der Pulver. Mit steigendem Magnesiumgehalt nimmt der relative Verlust zu, und ist für die Varianten mit einem Sollgehalt von 3,5 Ma% und 5 Ma% mit 14% am höchsten. Durch den geringen Dampfdruck des Magnesiums kann es, sowohl bei der Pulverzerstäubung als auch im PBF-LB/M-Prozess, zu einem Abdampfen von Magnesium kommen. Dies ist prozesstechnisch nicht vollständig zu verhindern und kann nur durch einen entsprechend höheren Magnesiumgehalt im Pulver kompensiert werden. Der abweichende Magnesiumgehalt hat eine direkte dominierende Auswirkung auf die in dem gewählten Legierungskonzept Ausscheidungssequenz Mg2Si und damit auf die mechanischen Eigenschaften. Bild 5-46 zeigt die Abweichung des maximalen theoretischen Mg2Si-Gehalts im Vergleich zwischen gemessener chemischer Zusammensetzung und der Sollzusammensetzung. Der tatsächliche Mg2Si-Gehalt in den Proben wird in Abhängigkeit des Auslagerungszustandes geringer sein. Eine exemplarische Bestimmung des Gehalts an Mg2Si- und Siliziumausscheidungen an einer Probe der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 mittels **Rietveld-Analyse** eines Neutronenbeugungsspektrums ergab einen Mg₂Si-Gehalt von $2,11 \pm 0,02$ Ma% und einen Gehalt an Siliziumausscheidungen von 1.62 ± 0.06 Ma% [Zhan21a]. Die PBF-LB/M-Probenfertigung erfolgte abweichend zu den im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Proben jedoch in horizontaler Probenorientierung bei einer Plattformtemperatur von 100 °C. Ein direkter Vergleich mit den weiteren Untersuchungen ist aufgrund des abweichenden thermischen Profils und dem daraus folgenden abweichenden as-built-Ausscheidungszustand nicht möglich.



Bild 5-46 Maximaler, theoretischer Mg2Si-Gehalt für die verschiedenen Legierungsvarianten und Abweichungen durch prozessinduzierte Änderungen der chemischen Zusammensetzung im Vergleich zur Sollzusammensetzung

Die chemische Zusammensetzung der Referenzlegierung liegt für alle untersuchten Elemente innerhalb der Toleranzgrenzen.

5.3.4 Zugprüfung im as-built-Zustand

Für alle Versuchslegierungen, mit Ausnahme der AlSi1,5Mg2,5, werden quasistatische Zugversuche im as-built-Zustand nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 40 °C (Bild 5-47) und 120 °C (Bild 5-48) durchgeführt. Auf diese Weise ist eine Abschätzung des Einflusses des Silizium- und Magnesiumgehalts auf die mechanischen Kennwerte möglich. Für die Referenzlegierung AlSi10Mg erfolgte lediglich eine Prüfung nach Fertigung bei 100 °C. Es werden keine Proben bei geringerer Plattformtemperatur aufgebaut, da die Festigkeit bei dieser Legierung im Vergleich zu den Versuchslegierungen im Wesentlichen nicht auf Mg2Si-Ausscheidungshärtung beruht [Taka20].



Bild 5-47 Ergebnisse der Zugprüfung von Proben der Legierungsvarianten AlSi3,5Mg1,5, AlSi3,5Mg2,5, AlSi3,5Mg3,5 und AlSi3Mg5 nach additiver Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 40 °C

Für die Referenzlegierung AlSi10Mg wird ein E-Modul von $72,0 \pm 0,4$ GPa sowie eine Bruchdehnung A von $4,2 \pm 0,4$ % ermittelt. Die 0,2%-Dehngrenze R_{p0,2} beträgt 246 ± 1 MPa und die Zugfestigkeit R_m 445 ± 9 MPa. Dies entspricht den bekannten Kennwerten [Uzan17, Xion19, Abou19], wobei die Zugfestigkeit etwas höher und die Bruchdehnung etwas geringer ist. Bei Vergleichen mit Literaturkennwerten muss jedoch bedacht werden, dass die Güte der verwendeten Prozessparameter und die thermischen Prozessbedingungen oftmals unbekannt sind oder nicht genannt werden.

Die 0,2%-Dehngrenze $R_{p0,2}$ steigt mit zunehmendem Magnesiumgehalt von 193 ± 1 MPa bei der Legierung AlSi3,5Mg1,5 auf bis zu 323 ± 1 MPa bei der Legierung AlSi3Mg5. Gleiches gilt für die Zugfestigkeit R_m die von 315 ± 8 MPa auf bis zu 437 ± 12 MPa steigt. Einen entgegengesetzten Trend gibt es bei der Bruchdehnung A die von 6,2 ± 1,0 % auf 3,9 ± 0,3 % beziehungsweise 4,1 ± 1,2 % abnimmt. Da eine relevante in-situ Ausscheidungshärtung bei der Plattformtemperatur von 40 °C und dem angewandten Vorgehen zur Handhabung der Proben im Anschluss auszuschließen ist, ist die Verfestigung mit zunehmenden Magnesiumgehalt auf eine Mischkristallverfestigung zurückzuführen. Die beobachtete Feinung der Zell- und Kornstruktur kann ebenfalls zu einer Verfestigung führen. Im Vergleich mit der Referenzlegierung zeigen sich eine geringere Festigkeit und eine vergleichbare Bruchdehnung für die meisten der Versuchslegierungen. Die geringere Festigkeit ist auf das schwächer ausgeprägte Siliziumnetzwerk aufgrund des geringeren Siliziumgehalts zurückzuführen. Da es nach Fertigung bei 40 °C noch nicht zur Bildung von festigkeitssteigernden Ausscheidungen durch Warmauslagerung gekommen ist, wird erwartet, dass die Festigkeit durch Fertigung bei höheren Plattformtemperaturen oder eine anschließende Wärmebehandlung steigt. Im Gegensatz zur 0,2%-Dehngrenze weist die Bruchdehnung der Versuchslegierungen eine starke Streuung auf und die Spannungs-Dehnungs-Diagramme zeigen im plastischen Bereich eine stärkere Abweichung zwischen den einzelnen Proben als im linear-elastischen Bereich (Bild 5-47).





Nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 120 °C kommt es bei allen vier Legierungsvarianten zu einer Erhöhung der 0,2%-Dehngrenze $R_{p0,2}$ und einem Absinken der Bruchdehnung. Die 0,2%-Dehngrenze steigt mit zunehmendem Magnesiumgehalt von

 284 ± 4 MPa bei der Legierung AlSi3,5Mg1,5 auf bis zu 349 ± 7 MPa für die Legierung AlSi3Mg5. Für die Legierung AlSi3,5Mg2,5 und AlSi3,5Mg3,5 liegt dieser Kennwert bei 326 ± 4 MPa beziehungsweise 337 ± 8 MPa und ändert sich damit bei höheren Magnesiumgehalten nur geringfügig. Die weiteren Kennwerte können dem Bild 5-48 entnommen werden.

Bild 5-49 und Bild 5-50 zeigen, dass das Gefüge eine Vielzahl von Fehlstellen in Form von Porosität aufweist, die in den Proben zur Parameterentwicklung nicht aufgetreten sind. Es handelt sich dabei um große irregulär geformte Poren. Nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 40 °C ist die auftretende Porosität stärker als nach der Fertigung bei 120 °C, tritt jedoch auch dort auf. Darüber hinaus nimmt die Porosität mit steigendem Magnesiumgehalt ab. Eine mögliche Ursache für die Porosität ist Feuchtigkeit, die während der Lagerung des Pulvers auf der Partikeloberfläche adsorbiert sein könnte [Cord20]. Eine quantitative Bestimmung des Feuchtegehalts wird nicht durchgeführt, da es keine Referenzwerte des Feuchtegehalts der Pulver zu Beginn der Untersuchungen gibt. Die geringere Porosität bei einer Plattformtemperatur von 120 °C könnte auf eine Trocknung des Pulvers nach dem Auftrag auf die Bauplattform zurückzuführen sein, die bei dieser Temperatur denkbar ist. Durch die Porosität kann es insbesondere im plastischen Bereich, in dem die Bruchdehnung und die Zugfestigkeit ermittelt werden, zu einem frühzeitigen Probenversagen kommen, sodass die Auswertbarkeit dieser Ergebnisse eingeschränkt ist. Darüber hinaus ist zu erwarten, dass der Einfluss der Porosität auf dynamische Festigkeitskennwerte noch größer ist.


Bild 5-49 Porosität im ungeätzten Schliffbild in Zugproben jeder Legierungsvariante nach mechanischer Prüfung, PBF-LB/M-Plattformtemperatur: 40 °C



Bild 5-50 Porosität im ungeätzten Schliffbild in Zugproben jeder Legierungsvariante nach mechanischer Prüfung, PBF-LB/M-Plattformtemperatur: 120 °C

Trägt man die 0,2%Dehngrenze über den theoretischen maximalen Mg₂Si-Gehalt auf, ergibt sich der in Bild 5-51 zu erkennende Verlauf, der sich einem Maximalwert von etwa 350 MPa annähert. Es muss jedoch bedacht werden, dass mit zunehmendem Magnesiumgehalt eine abnehmende Porosität beobachtet wird, die einen Einfluss auf die 0,2%-Dehngrenze haben wird. Nach Fertigung bei 120 °C wird dieser Maximalwert bereits bei einem geringeren Gehalt erreicht als nach einer Fertigung bei 40 °C. Zudem gibt es über den gesamten Verlauf einen Unterschied in der Festigkeit, der vermutlich auf eine in-situ Warmauslagerung während des PBF-LB/M-Prozesses zurückzuführen ist. Ein Nachweis erfolgt über DSC-Messungen der verschiedenen Zustände.



Bild 5-51 0,2% Dehngrenze $R_{p0,2}$ in Abhängigkeit des theoretischen maximalen Mg_2Si -Gehalts der Versuchslegierungen

Darüber hinaus ist es auffällig, dass alle zwanzig geprüften Proben der vier Legierungen nach Aufbau bei einer Plattformtemperatur von 120 °C am Ende der Prüflänge gebrochen sind. Da die Orientierung der Proben nach der zerspanenden Probenvorbereitung nicht mehr nachvollziehbar ist, wird die Bruchlage entlang der Bauhöhe über die Bestimmung der Orientierung der Schmelzlinsen rekonstruiert (Bild 5-52). Diese Untersuchung zeigt, dass alle Proben am oberen Ende der Prüflänge gebrochen sind, was auf einen Gradienten des Ausscheidungszustands entlang der Aufbaurichtung zurückzuführen ist. Da es bei der Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 120 °C zu einer in-situ Auslagerung kommt, und die Auslagerungszeit mit zunehmendem Abstand von der Bauplatte abnimmt, reduziert sich auch die Festigkeit mit zunehmendem Abstand. Die Proben sind somit an der schwächsten Stelle gebrochen und die ermittelten Kennwerte sind nicht repräsentativ für die gesamte Probe. Es kann angenommen werden, dass die Festigkeit im unteren Probenbereich höher ist. Die ausgewählte Probenanordnung der vertikalen Zugproben ist damit für die Charakterisierung von ausscheidungshärtenden Legierungen aus PBF-LB/M-Fertigung bei erhöhten Plattformtemperaturen nur eingeschränkt geeignet.



Bild 5-52 Bruchlage entlang der Bauhöhe für die Proben nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 120 °C

Eine Wiederholung des Baujobs bei 120 °C mit der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Trocknung des Pulvers für 24 h bei 100 °C in einem Trockenschrank zeigt ein Ausbleiben der irregulären Porosität (Bild 5-53 (a)) und eine Verbesserung der mechanischen Kennwerte (Bild 5-53 (b)). Die Restporosität ist sehr gering und vergleichbar zu den Ergebnissen der Parameterstudie. Die 0,2 %-Dehngrenze erhöht sich um 28 %, die Zugfestigkeit um 27 % und die Bruchdehnung um 80 %. Der E-Modul steigt von 67,2 GPa auf 69,3 GPa. Eine Erwärmung des Pulvers auf diese Temperatur kann zu einer Abnahme von adsorbierter Feuchtigkeit führen, jedoch ist keine Abnahme, des möglicherweise in Hydroxiden gebundenen Wasserstoffs, an der Oberfläche der Pulverpartikel möglich. Dies wäre nur bei höheren Temperaturen, bei denen ein Sintern der Partikel, das das Pulver für den PBF-LB/M unbrauchbar machen würde, nicht mehr ausgeschlossen. Untersuchungen von Riener et al. zur Lagerung von AlSi10Mg-Pulver unter erhöhter Feuchte zeigten jedoch, dass es nicht zur Bildung von Hydroxiden auf den Oberflächen der Pulverpartikel kommt, sondern nur zur Adsorption der Feuchtigkeit [Rien21].



Bild 5-53 Schliffbild einer Probe (a) und Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zugprüfung von Proben (b) der Legierungsvarianten AlSi3,5Mg2,5 nach additiver Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 120 °C und vorheriger Trocknung des Pulvers für 24 h bei 100 °C

Weitere Kennwerte, die zur Beschreibung der mechanischen Eigenschaften herangezogen werden können, sind Ergebnisse weiterer Untersuchungen an der Legierung AlSi3,5Mg2,5, die nicht im Rahmen dieser Arbeit entstanden sind. Die dafür untersuchten Proben wurden auf bei verschiedenen PBF-LB/M-Systemen unterschiedlichen Temperaturen und Belegungsdichten der Bauplatte gefertigt. Für diese Proben liegen jedoch keine vollständigen Temperaturverläufe vor. Des Weiteren wurde die Lagertemperatur dieser Proben zwischen Fertigung und Prüfung nicht kontrolliert und ist deshalb unbekannt. Tabelle 5-6 zeigt die vorliegenden Kennwerte. Im Vergleich zu den zuvor gezeigten Ergebnissen weisen die Proben eine höhere Duktilität auf. Für einen Teil der Proben liegt die Festigkeit in Abhängigkeit der Fertigungstemperatur auf einem vergleichbaren Niveau wie nach Fertigung mit dem getrockneten Pulver.

| PBF-LB/M-System | Твр | R _{p0,2} (MPa) | R _m (MPa) | A (%) | Quelle |
|-----------------|-----------|--------------------------------|----------------------|----------------|-------------|
| CL M2 | 80 °C | 406 ± 4 | 501 ± 1 | $8,6 \pm 0,1$ | [Zhan21b] |
| CL M2 | unbekannt | 271 ± 3 | 407 ± 2 | $8,1 \pm 0,7$ | [Lutz20] |
| SLM 125 | 120 °C | 340 ± 3 | 437 ± 3 | 7,6 ± 1,3 | [Zhan21a] |
| CL M2 | unbekannt | 290 ± 1 | 438 ± 1 | 9,0 ± 0,4 | Vorversuche |
| SLM 125 | 100 °C | 381 ± 3 | 483 ± 3 | 6,0 ± 1,2 | Vorversuche |
| SLM 125 | 40 °C | 270 ± 1 | 442 ± 1 | $12,7 \pm 0,8$ | Vorversuche |

Tabelle 5-6Weitere Kennwerte der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung auf
verschiedenen PBF-LB/M-Systemen und variierenden Prozessbedingungen

Durch die unkontrollierten Fertigungsbedingungen sind auch diese Ergebnisse mit Einschränkungen auszuwerten, ermöglichen jedoch eine bessere Abschätzung des Potenzials des untersuchten Legierungssystems. Da nur für die Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 ergänzende Kennwerte vorliegen, ist eine Bewertung des Einflusses des Magnesiumgehalts auf Basis dieser Ergebnisse nicht möglich.

Aufgrund des ausscheidungshärtenden Legierungskonzeptes zeigen die Versuchslegierungen eine starke Abhängigkeit der mechanischen Kennwerte von der Prozesstemperatur. Dies ermöglicht eine anschließende Wärmebehandlung zur weiteren Anpassung des Eigenschaftsprofils. Im Vergleich zur Referenzlegierung AlSi10Mg erreichen die Legierungen eine höhere maximale Festigkeit bei gleichzeitig höherer Bruchdehnung und bieten ein größeres Potenzial zur anwendungsorientierten Prozessführung. Ein besonders ausgeglichenes Eigenschaftsprofil liegt für die Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 vor, die im Folgenden am ausführlichsten untersucht wird.

5.3.5 Ausscheidungszustand nach dem PBF-LB/M-Prozess

In diesem Kapitel erfolgt zunächst nur die Auswertung der Proben, die auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 bei den beiden Temperaturen 40 °C und 120 °C durchgeführt wurden. Die Auswertung der Versuche, die auf dem PBF-LB/M-System Aconity Mini zur Untersuchung der Nutzung der Plattformtemperatur zur in-situ Wärmebehandlung durchgeführt wurden, ist in Kapitel 5.4 dargestellt. Der Ausscheidungszustand im as-built-Zustand wird mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) in Erwärmversuchen an Scheibenproben charakterisiert. Kommt es durch die Erwärmung zu endo- oder exothermen Prozessen, wie beispielsweise der Bildung oder Auflösung von Ausscheidungsphasen, sind diese als lokale Extremstellen in entsprechende (Peaks) den Messkurven sichtbar. Die Ausscheidungsbildung ist ein exothermer Prozess, wohingegen die Auflösung endotherm ist. Das Auftreten eines Reaktionspeaks in der Erwärmkurve lässt darauf schließen, dass die entsprechende Reaktion im zu charakterisierenden Probenzustand noch nicht oder nicht vollständig erfolgte. Folglich bedeutet dies auch, dass das Ausbleiben einer Reaktion während der DSC-Messung eines Probenzustands im Vergleich zu einem anderen Probenzustand ein Hinweis darauf ist, dass die entsprechende Reaktion bereits vor Beginn der Messung, beispielsweise während des PBF-LB/M-Prozesses abgelaufen ist oder notwendige Vorstufen einer Ausscheidung nicht vorliegen. Durch Überlagerung verschiedener Reaktionen ist eine eindeutige Identifizierung einzelner Peaks nicht immer möglich. Um einen Einfluss der Bauhöhe im PBF-LB/M-Prozess auszuschließen, werden die Scheibenproben aus identischer Probenposition im Bauraum entnommen. Die Probenentnahme erfolgt auf halber Probenhöhe.

In den dargestellten Kurvenverläufen werden die exothermen Peaks mit zunehmender Temperatur, beginnend an der unteren Temperaturgrenze des Messbereichs, mit alphabetisch aufsteigenden Großbuchstaben (A, B, C, D, E, F) gekennzeichnet. Die endothermen Peaks werden ebenfalls mit zunehmender Temperatur alphabetisch aufsteigend (V[•], X[•], Y[•], Z[•]) markiert. Zur besseren Vergleichbarkeit der einzelnen Messungen werden Peaks, denen die gleiche Reaktion zugeordnet wird, über alle durchgeführten Messungen identisch gekennzeichnet. Sollte eine Reaktion in einer Messkurve nicht nachgewiesen werden, wird der entsprechende Buchstabe bei der Beschriftung übersprungen. Für alle Probenzustände wird jeweils nur die Messung einer der drei Proben dargestellt. In den Kurven werden maximal sechs exotherme Peaks (A, B, C, D, E, F) und vier endotherme Peaks (V[•], X[•], Y[•], Z[•]) erkannt. Je Probenzustand ist die, gemäß des in 4.6.4 beschriebenen Vorgehens, aufbereitete Messkurve einer Probe dargestellt. Untersucht werden Proben der vier Legierungsvarianten AlSi3,5Mg1,5, AlSi3,5Mg2,5, AlSi3,5Mg3,5 und AlSi3Mg5, jeweils nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 40 °C und 120 °C (Bild 5-54).

In den Messungen der verschiedenen Legierungsvarianten im as-built-Zustand nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 40 °C und 120 °C auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 werden fünf exotherme Peaks (B, C, D, E und F) und die beiden endothermen Peaks X' und Z' identifiziert. Die exothermen Peaks B, C, D und F werden der Mg₂Si-Ausscheidungssequenz zugeordnet, der Peak E hingegen der Siliziumausscheidungsbildung [Nose16, Chan11].



Bild 5-54 DSC-Erwärmkurven der Legierungsvarianten im as-built-Zustand nach Fertigung bei Plattformtemperaturen von 40 °C und 120 °C

Die Kurven zeigen einen Verlauf, der sowohl von der chemischen Zusammensetzung, als auch der Fertigungstemperatur abhängt. Beim Vergleich der Messungen einer Legierungsvariante bei beiden Plattformtemperaturen unterscheiden sich die Kurven vor allem im Temperaturbereich unterhalb von 250 °C. Oberhalb dieser Temperatur sind die Messkurven vergleichbar und weisen nur geringe Abweichungen voneinander auf. Dies bestätigt die Annahme einer in-situ Warmauslagerung durch die prozessinduzierte Wärmeenergie. Da die untersuchten Phasenumwandlungen neben einer Temperatur- auch einer Zeitabhängigkeit unterliegen, führen die unterschiedlichen Zeitkomponenten zwischen dem PBF-LB/M-Prozess und der linearen Erwärmung während der DSC-Messung zu einer Verschiebung der Onset- und Peaktemperaturen, sodass auch die Verwendung einer Plattformtemperatur von 120 °C zu Abweichungen der Messkurven bei höheren Temperaturen, wie in diesem Fall 250 °C, führen. Gleiches gilt für die Unterschiede zwischen den Temperaturen, bei denen Reaktionen während der DSC-Messung beobachtet werden und den Gleichgewichtstemperaturen, wie sie zum Vergleich aus Phasendiagrammen entnommen werden. Ebenso ist eine Verschiebung der Peaks durch Verwendung variierender Heizraten bei der DSC-Messung zu erwarten [Rowo18]. Dies muss beim Vergleich mit Messkurven aus der Literatur bedacht werden.

Der Peak B der nach Fertigung bei 40 °C in Kurven der Legierungsvarianten AlSi3,5Mg1,5, AlSi3,5Mg3,5 und in geringerer Ausprägung in der Legierungsvariante AlSi3Mg5 auftritt, ist der Bildung der GP-Zonen zuzuordnen [Chan11]. Das Ausbleiben dieser Reaktion in der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 ist über die chemische Zusammensetzung und die thermische Historie der Probe nicht zu erklären. Da die Reaktion, im Vergleich zu den weiteren Reaktionen, jedoch nur schwach ist, ist es möglich, dass diese durch die Rohdatenaufbereitung geglättet wurde. Nach Fertigung bei 120 °C ist die GP-Zonenbildung bei keiner der Legierungen während der DSC-Messung zu beobachten, da die Reaktion durch die erhöhte Probentemperatur bereits während des PBF-LB/M-Prozesses vollständig abgelaufen ist.

Der Peak C ist der Bildung der β ^{**}-Phase zuzuordnen und ist bei allen Legierungen nach Fertigung bei beiden Plattformtemperaturen zu beobachten. Das Maximum liegt zwischen 230 °C und 240 °C. Bei den bei geringerer Plattformtemperatur gefertigten Proben ist die Reaktion stärker ausgeprägt, was zeigt, dass die Reaktion bei der Plattformtemperatur von 120 °C zwar bereits in-situ abläuft, jedoch auf der untersuchten Probenhöhe mit dem Ende des Baujobs noch nicht abgeschlossen ist. Dem Peak D wird, als nächstem Schritt der Mg₂Si-Ausscheidungssequenz, die Bildung der β ^{*}-Phase zugeordnet. Diese Ausscheidungsreaktion lässt sich nur für die Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 als separater Peak beobachten, obwohl sie auch in den weiteren Legierungen erwartet wird. Bei den weiteren Legierungsvarianten wird jedoch eine Verschiebung des Peaks E zu geringeren Temperaturen beobachtet, was dafür spricht, dass es in diesem Fall zu einer Überlagerung der Peaks D und E kommt und diese nicht mehr separat auftreten. Möglicherweise führt der höhere Magnesiumgehalt in den weiteren Legierungsvarianten zu einer Verschiebung des Peaks. Die Verschiebung zeigt darüber hinaus eine Abhängigkeit von der Temperatur der Grundplatte und damit von der in-situ Ausscheidungsbildung. Nach Fertigung bei 40 °C befindet sich der Peak E, beziehungsweise der überlagerte Peak D/E, bei geringeren Temperaturen als nach Fertigung bei 120 °C, was im Einklang mit einer stärkeren β ^c-Phasenbildung bei höherer Fertigungstemperatur steht. Ebenfalls nur bei der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 beobachtbar ist der endotherme Peak X^c, der mit der Auflösung der β ^c-Phase verbunden ist. Auch in diesem Fall ist eine Überlagerung, in diesem Fall mit den exothermen Peaks, anzunehmen. Der letzte Schritt der Mg2Si-Ausscheidungssequenz, die Bildung der stabilen β -Phase, wird dem Peak F zugeordnet, der in allen DSC-Kurven auftritt.

In allen Legierungsvarianten lässt sich der exotherme Peak E, teilweise in Überlagerung mit dem schwächeren Peak D, erkennen. Dieser Peak ist der Ausscheidung von Silizium zuzuordnen, wie der Vergleich mit DSC-Erwärmkurven von Gusslegierungen wie der AlSi7Mg [Chen18] und AlSi10Mg [VanC21] zeigt. Oftmals wird in der Literatur bei der Diskussion von DSC-Erwärmkurven von PBF-LB/M-AlSi10Mg fälschlicherweise angenommen, dass die beiden, bei Annahme einer üblichen Plattformtemperaturen von circa 100 °C, zu beobachtenden Peaks der Mg2Si-Ausscheidungssequenz zuzuordnen wären, was in Anbetracht der chemischen Zusammensetzung dieser Legierung jedoch nicht zu erwarten ist. Van Cauwenbergh et al. haben darüber hinaus gezeigt, dass die beiden Peaks der Bildung und Sphäroidisierung der Siliziumausscheidungen zuzuordnen sind [VanC21], wie sie metallografisch auch in den Versuchslegierungen dieser Arbeit beobachtet werden. Getrennte Peaks für die Ausscheidungsbildung und Sphäroidisierung lassen sich in den im Rahmen dieser Arbeit aufgenommenen DSC-Kurven jedoch nicht erkennen, was auf den geringeren Siliziumgehalt der Legierungen zurückzuführen ist.

Gemein ist allen Proben ein starker endothermer Peak Z⁴, beziehungsweise der Abfall der Messkurve oberhalb von 400 °C. Dies hält bis zum Ende des Messbereichs an. Die zugrundeliegende Silizium- und Mg₂Si- Auflösungsreaktion ist somit zum Ende des Messbereichs noch nicht abgeschlossen. Ein Vergleich mit berechneten Gleichgewichtsdaten (Bild 5-55) zeigt, dass die Auflösungsreaktion auch bei Erreichen der Solidustemperatur noch nicht abgeschlossen ist. Die in Bild 5-55 dargestellten Gleichgewichtszustände lassen jedoch nur eine Abschätzung der ablaufenden Reaktionen zu, da weder die Erwärmung mit 10 K/min während der DSC-Messung, noch die prozessinhärente Abschreckung bei der Erstarrung im PBF-LB/M-Prozess dem Gleichgewichtszustand entsprechen.

Für die Legierungsvariante AlSi3Mg5 kann des Weiteren ein Knick der Messkurve bei 530 °C beobachtet werden. Dies ist über die, im Vergleich zu den anderen Legierungen, geänderte Auflösungsreaktion der Siliziumphase zu erklären. Wie Bild 5-55 zeigt, ist die Auflösungsreaktion bereits bei einer Temperatur von circa 510 °C abgeschlossen und damit vor Erreichen der Solidustemperatur und früher als bei den anderen untersuchten Legierungsvarianten. Entstand der endotherme Peak Z' bis zu dieser Temperatur aus der Superposition der Auflösungsreaktionen der Mg2Si- und der Siliziumausscheidungen, entfällt der Anteil der Siliziumauflösungsreaktion nach Abschluss der Reaktion und die Wärmestromkurve knickt ab. Mit steigendem Magnesiumgehalt der Legierungen ändert sich auch das Verhältnis der Höhen des Peaks C und E beziehungsweise D/E. Ein geringerer Magnesiumgehalt ist gleichzusetzten mit einem größeren Siliziumüberschuss, sodass beispielsweise bei der Legierungsvariante der Ausscheidungsdruck für die Bildung der β''-Phase geringer und der Ausscheidungsdruck der Siliziumausscheidung höher ist, als für die Legierungsvarianten AlSi3,5Mg3,5.

Die vorgenommene Zuordnung der Reaktionspeaks steht in Einklang mit den mechanischen Eigenschaften, den durchgeführten metallografischen Untersuchungen und Ergebnissen von Untersuchungen an anderen Legierungen, die der Literatur entnommen wurden [Oste15, Edwa98, Tsao06, Dumi18]. Ein direkter Nachweis der verschiedenen Ausscheidungsphasen ist nur mit Hilfe hochauflösender Elektronenmikroskopie möglich. Verschiebungen einzelner Peaks zwischen den verschiedenen Fertigungszuständen, wie sie teilweise zu beobachten sind, können durch abweichende Anteile an gelöstem Magnesium und Silizium durch die temperaturbedingten Unterschiede bei der Erstarrung erklärt werden [Gupt01].



Bild 5-55 Gleichgewichtsanteile der auftretenden Phasen für die vier Versuchslegierungen in Abhängigkeit der Temperatur. Chemische Zusammensetzung gemäß Messung an additiv gefertigten Proben. Die Diagramme zeigen einen Ausschnitt bis maximal 10 Ma% einer Phase.

5.4 Thermische Prozessführung des PBF-LB/M-Prozesses zur in-situ Ausscheidungsbildung

Ein vielversprechender Ansatz zur Schaffung effizienter Prozessketten in der additiven Fertigung ist die Integration der Wärmebehandlung in den Prozess des selektiven Laserstrahlschmelzens. Ebenso wie die zuvor im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche, zeigen Untersuchungen von Casati et al. [Casa18] einen Einfluss der Bauplattformbeziehungsweise Bauteiltemperatur während des PBF-LB/M-Prozesses auf die resultierenden mechanischen Eigenschaften und den Ausscheidungszustand. Zur (Teil-)Integration des Wärmebehandlungsprozesses in den additiven Fertigungsprozess ist es essentiell, die thermischen Prozess-Eigenschaftsbeziehungen auch für übersättigte Al-Mg2Si-Legierungen zu kennen, da bei diesen Legierungen die mechanischen Kennwerte stärker vom Ausscheidungszustand beeinflusst werden. Zur Erweiterung des Verständnisses werden Baujobs mit identischer Probenanordnung mit der Legierung AlSi3,5Mg2,5 bei Plattformtemperaturen von 20 °C, 100 °C, 170 °C und 275 °C aufgebaut. Die während dieser vier Baujobs gemessenen Temperaturprofile wurden bereits in Kapitel 5.3.1 dargestellt.

5.4.1 Einfluss der Grundplattentemperatur auf das Gefüge im as-built-Zustand

Der Vergleich der ungeätzten Schliffbilder in Bild 5-56 zeigt Unterschiede in der Dichte der Proben, die in den Baujobs bei unterschiedlichen Plattformtemperaturen gefertigt wurden. Die stärkste Porosität weist die Probe auf, die bei 100 °C aufgebaut wurde. Die bei höheren Temperaturen gefertigten Proben zeigen eine geringere Porosität. Die relative Dichte liegt zwischen 99,0 % und 99,8 % und ist damit vor allem für die bei 20 °C und 100 °C Proben deutlich geringer, als die zuvor im Rahmen der Parameterermittlung, die bei einer Plattformtemperatur von 20 °C durchgeführt wurde, gemessenen Werte. Darüber hinaus weicht die Morphologie der Poren in allen vier Proben von der in den Parameterstudien beobachten sphärischen Porosität ab. Die unregelmäßig geformten Poren in diesen Proben weisen eine Vorzugsrichtung parallel zur Schichtorientierung auf und sind vermutlich auf Prozessirregularitäten zurückzuführen. Es ist anzunehmen, dass der gleiche Effekt, der auch zu der erhöhten Porosität bei den auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 gefertigten Proben beobachtet wurde, der Grund für die Abweichungen ist. Die Fertigung erfolgte zeitlich parallel, sodass der Pulverzustand vergleichbar ist. Mögliche, im Nachhinein nicht mehr Fehlerquellen nachvollziehbare, sind, neben umweltbedingten Änderungen der Pulverbeschaffenheit, eine Alterung der Strahlquelle, optische Verschiebungen und Verunreinigungen im Strahlengang der PBF-LB/M-Anlage oder Abweichungen der Schutzgasströmung. Die Form und Häufigkeit der Poren in diesen Proben ist repräsentativ für den jeweiligen Baujob und es ist ein Einfluss auf die mechanischen Kennwerte zu erwarten, sodass die Ergebnisse der durchgeführten Zugversuche nur eine eingeschränkte Aussagekraft für die Untersuchung des Einflusses der thermischen Gefügemodifikation auf die Festigkeit haben. Ein Einfluss auf die metallografische und kalorimetrische Untersuchung der Proben wird nicht angenommen. Eine eindeutige Abhängigkeit der Porosität von der Plattformtemperatur kann auf Basis der vorliegenden Daten nicht bewertet werden, es ist aber analog zu den auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 gefertigten Proben eine Pulvertrocknung durch die Beheizung der Grundplatte möglich. Eine signifikante Änderung der Porosität entlang der Aufbaurichtung kann bei keiner Probe beobachtet werden. Die abweichende Bauteilhöhe

der einzelnen Blöcke ist auf Unterschiede im Verschnitt beim funkenerosiven Trennen der Bauteile von der Bauplatte zurückzuführen.



Bild 5-56 Ungeätzte Schliffbilder der Quaderproben der Versuchslegierung AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei Grundplattentemperaturen zwischen 20 °C und 275 °C

Bild 5-57 zeigt geätzte lichtmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 im oberen und mittleren Probenbereich nach der Fertigung bei den vier Plattformtemperaturen 20 °C (a, b), 100 °C (c, d), 170 °C (e, f) und 275 °C (g, h) längs der Aufbaurichtung. In allen Schliffbildern lassen sich die, für das selektive Laserstrahlschmelzen charakteristischen, Schmelzlinsen erkennen. Der Kern der Schmelzlinsen erscheint im geätzten Schliffbild weiß-gräulich bräunlich, wohingegen der Randbereich erscheint. Bei einer Plattformtemperatur von 20 °C bis 170 °C ist eine weitere Abstufung in den Randbereichen zu erkennen. Der obere, an den Kern der Schmelzspur angrenzende Abschnitt des Randes erscheint im geätzten Schliffbild grau, während der untere Abschnitt eine gelbliche Färbung aufweist. Dies ist bei der bei 20 °C gefertigten Probe am stärksten ausgeprägt und nimmt mit zunehmender Plattformtemperatur ab. Bei einer Plattformtemperatur von 275 °C ist dies nicht mehr zu erkennen. Die Struktur der verschiedenen Bereiche lässt sich bei der gewählten Vergrößerung nicht auflösen, sodass hier auf die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen verwiesen sei.



Bild 5-57 Lichtmikroskopische Schliffbilder der oberen und mittleren Probenbereiche von Proben aus der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach laseradditiver Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 20 °C (a, b), 100 °C (c, d), 170 °C (e, f) und 275 °C (g, h), angepasste Dix-Keller-Ätzung, Ätzdauer: 30 s

Mit steigender Plattformtemperatur ist eine Zunahme der Breite des helleren Rands der Schmelzlinse zu erkennen. Exemplarisch wurde an fünf ausgesuchten Stellen die Breite der hellen Randbereiche im oberen Probenbereich für alle vier verwendeten Plattformtemperaturen ermittelt. Bei einer Plattformtemperatur von 20 °C liegt die ermittelte Breite zwischen 8 µm und 20 µm, bei einer Temperatur von 100 °C und 170 °C ist die ermittelte Breite vergleichbar und liegt zwischen 16 µm und 34 µm. Bei Verwendung einer Plattformtemperatur von 275 °C sind die Randbereiche verschiedener Schmelzspuren oftmals nicht mehr voneinander zu trennen. In Fällen, bei denen noch eine Abgrenzung möglich ist, liegt die Breite bei mehr als 30 µm. Schwankungen in der gemessenen Breite dieser Zonen mehrerer Schmelzspuren eines Probenabschnitts bei einer Temperatur sind, neben lokaler Variation der Abkühlbedingungen, auf eine abweichende Orientierung der Bildebene zur Belichtungsrichtung einer Schmelzspurz zurückzuführen. Dieser Effekt ist vergleichbar der Auswertung der Schmelzspurgröße, jedoch aufgrund der Geometrie nicht so groß, dass ein Vergleich zwischen den verschiedenen Zuständen nicht möglich wäre. Dennoch sind die ermittelten Breiten nur eine Kenngröße zur Abschätzung des Effekts, und als Ergänzung zum optischen Eindruck zu verwenden.

Bauhöhenabhängige Unterschiede im Gefüge lassen sich lichtmikroskopisch nur für den Aufbau bei einer Plattformtemperatur von 275 °C erkennen. Bei dieser Temperatur ist der Anteil der bräunlichen Kernbereiche der Schmelzlinsen in der Mitte der Probe kleiner als am oberen Ende. In einigen Probenbereichen sind die einzelnen Schmelzlinsen nicht mehr zu erkennen. Weitere Schliffbilder mit geringerer Vergrößerung, die dies zeigen, befinden sich im Anhang (Bild 8-5).

Die Auswertung der absoluten Schmelzbadgröße ist aufgrund der verwendeten Scanstrategie, mit rotierender Belichtungsrichtung, nicht möglich. Wie bereits die ungeätzten Übersichtsaufnahmen der geschliffenen Proben gezeigt haben, sind auch in den höher auflösenden Schliffbildern Defekte wie Poren und kurze Risse an einzelnen Poren sichtbar, die in vorherigen Baujobs nicht aufgetreten sind. Für die Bewertung des Temperatureinflusses auf das Gefüge müssen die Defekte nicht berücksichtigt werden.

Bild 5-58 zeigt elektronenmikroskopische Aufnahmen des Gefüges aus mittlerer Bauhöhe nach Aufbau bei 20 °C Plattformtemperatur. Neben der Makrostruktur der einzelnen Schmelzlinsen, wie sie auch bereits im lichtmikroskopischen Bild sichtbar sind, ist bei stärkerer Vergrößerung (Teilbild (b) und (c)) auch die Mikrostruktur der einzelnen Bereiche im Kern und am Rand der Schmelzlinsen aufgelöst.



Bild 5-58 Elektronenmikroskopische Aufnahme der Quaderprobe der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach PBF-LB/M-Fertigung bei 20 °C auf mittlerer Bauhöhe. Die Rechtecke markieren jeweils den Bildausschnitt, der in der Aufnahme mit der nächsthöheren Vergrößerung abgebildet ist. Ätzung: verdünntes Dix-Keller-Ätzmittel, Ätzdauer: 10 s.

Der Kern der Schmelzlinsen besteht größtenteils aus gerichtet erstarrten, säulenförmigen Zellen, die durch Kleinwinkelkorngrenzen getrennt sind. Auf den Zellgrenzen ist die hellere, siliziumreiche Ausscheidungsphase zu erkennen. Am Schmelzspurrand vergröbert sich diese Struktur und es liegt ein größerer Anteil an globulitischen Strukturen vor. EBSD-Messungen an vergleichbaren Proben zeigen (siehe Kapitel 5.3.2), dass es sich dabei auch um einzelne kleine Körner handelt. Unterhalb des Schmelzspurrandes, im oberen Bereich der darunterliegenden Schmelzspur, ist eine Wärmeeinflusszone sichtbar, in der die helle Ausscheidungsphase teilweise aufgelöst und sphärisch eingeformt ist.



Bild 5-59 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Gefüges nach Fertigung bei 20 °C im oberen Bereich der untersuchten Probe ((a) und (c)) und im mittleren Bereich der Probe ((b) und (d)), Ätzung: verdünntes Dix-Keller-Ätzmittel, Ätzdauer: 10 s

Bild 5-59 zeigt Schliffbilder nach Ätzung mit einem verdünnten Ätzmittel nach Dix-Keller einer Probe nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 20 °C. Alle Ausschnitte zeigen eine größtenteils gerichtet Erstarrung im Kernbereich der Schmelzspuren. Im Kernbereich sind keine signifikanten Unterschiede zwischen der Aufnahme aus dem oberen und dem mittleren Probenbereich zu erkennen. Insbesondere im oberen Bereich der Probe ist die Breite des Schmelzspurrands, bestehend aus dem teilweise globulitisch erstarrten Bereich und der Wärmeeinflusszone, mit einer Breite von wenigen Mikrometern sehr schmal. So ist der größere Teil der Bildfläche in Bild 5-59 (c) ebenfalls dem Kern der Schmelzlinse zuzuordnen. Auf mittlerer Bauhöhe ist der Randbereich stärker ausgeprägt. Der teilweise globulitisch erstarrte Bereich ist deutlich gröber und mit einer Höhe von bis zu 5 µm auch breiter als im oberen Probenabschnitt. Die Zellen, beziehungsweise Körner, begrenzt durch die helle, siliziumreiche Phase, erreichen eine Breite von bis zu 1,5 µm, was ein Vielfaches der Breite im oberen Probenabschnitt ist. Diese Beobachtung widerspricht der Beobachtung in den lichtmikroskopischen Aufnahmen (Bild 5-57), es ist jedoch zu beachten, dass in den elektronenmikroskopischen Aufnahmen, insbesondere bei der dargestellten 20.000fachen Vergrößerung, nur ein sehr kleiner Probenausschnitt abgebildet wird, der nicht zwingend repräsentativ für den gesamten Gefügebereich bei der gewählten Bauhöhe ist.

Nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 100 °C zeigt sich ebenfalls ein sehr feines, gerichtet erstarrtes Gefüge (Bild 5-60). Im Kernbereich ist, unabhängig von der Bauhöhe, kein Unterschied zu den Schliffbildern der bei 20 °C aufgebauten Proben zu erkennen. Das Gefüge am Schmelzspurrand ist signifikant abweichend zu dem im Kern, zeigt jedoch ebenfalls keine deutliche Abhängigkeit von der Bauhöhe. Auf den gewählten Bildausschnitten ist fast ausschließlich der teilweise globulitisch erstarrte Gefügebereich zu erkennen. Lediglich am unteren Bildrand ist jeweils der Beginn der Wärmeeinflusszone sichtbar. Die stärkere Ausscheidungsbildung (helle Linien) auf den Grenzflächen lässt vermuten, dass es sich hierbei Großwinkelals Kleinwinkelkorngrenzen eher um um handelt, da die Grenzflächenausscheidungen in diesem Fall stabiler wären. Darüber hinaus ist gut zu erkennen, dass in dem feinkörnigen Bereich am Schmelzspurrand die Körner ebenfalls eine gestreckte Form haben und nicht vollständig globulitisch sind. Das Verhältnis von Länge zu Breite der Körner ist jedoch kleiner, als bei den säulenförmigen Körnern, die im Kern der Schmelzlinsen entstehen.



Bild 5-60 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Gefüges nach Fertigung bei 100 °C im oberen Bereich der untersuchten Probe ((a) und (c)) und im mittleren Bereich der Probe ((b) und (d)), Ätzung: verdünntes Dix-Keller-Ätzmittel, Ätzdauer: 10 s

Bei weiterer Erhöhung der Plattform- beziehungsweise Fertigungstemperatur auf 170 °C sind keine Änderungen der Struktur des Gefüges im Vergleich zur Fertigung bei 100 °C zu erkennen (Bild 5-61). Es liegt ebenfalls eine gerichtete Erstarrung im Kern der Schmelzspur im oberen Probenbereich vor. Die Strukturgrößen erhöhen sich jedoch. Das Gefüge im mittleren Probenbereich (Bild 5-61 (b)) zeigt deutliche Abweichungen zum oberen Probenbereich und zu den Aufnahmen bei geringeren Fertigungstemperaturen.



Bild 5-61 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Gefüges nach Fertigung bei 170 °C im oberen Bereich der untersuchten Probe ((a) und (c)) und im mittleren Bereich der Probe ((b) und (d)), Ätzung: verdünntes Dix-Keller-Ätzmittel, Ätzdauer: 10 s

Aufnahmen bei geringer Vergrößerung (Bild 5-62) zeigen, dass die Aufnahme bei 20.000facher Vergrößerung nicht repräsentativ für das Gefüge ist. In den angrenzenden Schmelzspuren ist eine gerichtete Erstarrung in Aufbaurichtung, vergleichbar zu dem Schliffbild der oberen Probenposition (Bild 5-61 (a)), sichtbar. Eine mögliche Erklärung für das Erscheinungsbild des Gefüges ist, dass in dem gewählten Gefügebereich die Erstarrungsrichtung in einem größeren Winkel zur Aufbaurichtung liegt, und die säulenförmigen Körner in diesem Fall quer zur Erstarrungsrichtung angeschliffen wurden. Solche Abweichungen sind in den randnäheren Bereichen der Schmelzlinsen möglich, da sich die Erstarrungsrichtung entlang des größten Temperaturgradienten ausbildet und diese dort nicht parallel zur Aufbaurichtung ist.

Am Rand der Schmelzspuren ist das Gefüge im Vergleich zum Kern gröber und zeigt ebenfalls den globulitischen Saum und die Wärmeeinflusszone. In den gewählten Bildausschnitten ist einzig der Übergang des globulitischen Bereichs in die Wärmeeinflusszone dargestellt. Der jeweilige Übergang in dem gerichtet erstarrten Bereich liegt außerhalb des Bildausschnitts. Der Vergleich der Randbereiche im oberen und mittleren Probenabschnitt zeigt eine gröbere Struktur im unteren Abschnitt, beziehungsweise bei geringerer Bauhöhe, die auf die längere insitu Wärmebehandlung zurückzuführen ist.



Bild 5-62 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Gefüges nach Fertigung bei 170 °C im mittleren Bereich der Probe bei 1500facher Vergrößerung, Ätzung: verdünntes Dix-Keller-Ätzmittel, Ätzdauer: 10 s

Bild 5-63 zeigt die rasterelektronmikroskopischen Aufnahmen der Probe nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 275 °C im oberen Bereich der Probe und auf mittlerer Bauhöhe. Sowohl im Kern, als auch im Randbereich der Schmelzspur, sind die bekannten Strukturen mit siliziumreichen Ausscheidungen und der Wärmeeinflusszone unterhalb der Schmelzspur vorhanden. Das Ausscheidungsnetz ist deutlich unterbrochen und besteht aus linienförmig angeordneten größeren Ausscheidungen. Im mittleren Probenbereich, entsprechend einer längeren in-situ Auslagerung, ist das Netzwerk nicht mehr als solches zu erkennen. Die einzelnen Ausscheidungen sind größer und in geringerer Anzahl vorhanden, was auf einen diffusionsgesteuerten Wachstumsprozess hindeutet. Der Unterschied der Strukturen in Abhängigkeit der in-situ Auslagerungszeit zeigt, dass eine Plattformtemperatur von 275 °C nicht dazu führt, dass die Erstarrungsmorphologie des eutektischen Netzwerkes grundlegend abweichend zum Gefüge bei niedrigeren Plattformtemperaturen erstarrt. Vielmehr kommt es durch die in-situ Auslagerung, beziehungsweise Wärmebehandlung, zu einer Umformung der primären Erstarrungsstruktur, die vergleichbar zu einer, dem PBF-LB/M-Prozess nachfolgenden Ofenbehandlung, abläuft.

Mit zunehmender Plattformtemperatur und Auslagerungsdauer steigt auch der Anteil der, durch den Ätzangriff entstandenen, Löcher. Es wird angenommen, dass sich an diesen Stellen, die zuvor im TEM beobachteten, magnesiumreicheren Ausscheidungen befunden haben. Durch den höheren lokalen Magnesiumgehalt kommt es zu einem stärkeren Ätzangriff und die Ausscheidungen werden aufgelöst oder aus der Matrix gelöst. Diese Beobachtung ist konsistent mit der bekannten Mg₂Si-Ausscheidungssequenz, bei der sich Magnesium mit zunehmender Auslagerung in den Ausscheidungen anreichert [Yang20], und damit die Abweichung zu der eutektischen Netzwerkphase zunimmt.



Bild 5-63 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Gefüges nach Fertigung bei 275 °C im oberen Bereich der untersuchten Probe ((a) und (c)) und im mittleren Bereich der Probe ((b) und (d)), Ätzung: verdünntes Dix-Keller-Ätzmittel, Ätzdauer: 10 s

Bei Untersuchung eines Bildausschnitts, vergleichbar zu den lichtmikroskopischen Aufnahmen (Bild 5-57), mittels EBSD wird der Einfluss der Prozesstemperatur auf die Kornmorphologie sichtbar. Bild 5-64 zeigt jeweils eine Aufnahme aus der mittleren Bauhöhe der Blockproben nach Fertigung bei 20 °C, 100 °C, 175 °C und 275 °C auf dem PBF-LB/M-System Aconity Mini. Unterschiedliche Farben dienen der Unterscheidung der verschiedenen Körner und symbolisieren keine Kornorientierung. Es zeigt sich, dass auch in diesem Fall, die bereits zuvor nachgewiesene Struktur aus säulenförmigen Körnern im Kern der Schmelzspuren und feineren globulitischen Körnern im Randbereich der Schmelzspuren vorliegt. In Abhängigkeit der Prozesstemperatur können jedoch Unterschiede in Strukturgröße und dem Mengenverhältnis

der unterschiedlichen Kornformen beobachtet werden. Im Vergleich zur Probe nach Fertigung bei 20 °C vergröbern sich die Körner nach Fertigung bei 100 °C und 170 °C und der Anteil der globulitischen Körner nimmt ab. Darüber hinaus sind vermehrt säulenförmige Körner zu sehen, die über mehrere Schichten, beziehungsweise durch mehrere Schmelzspuren, gewachsen sind.



Bild 5-64 Korndarstellung des Gefüges der Legierung AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 20 °C (a), 100 °C (b), 170 °C (c) und 275 °C (d)

Nach Fertigung bei 275 °C ändert sich das Gefüge im Vergleich zur Fertigung bei geringerer Temperatur deutlich. So sinkt die Größe der säulenförmigen Körner stark ab und der Anteil der feinen, globulitischen Körner nimmt zu. Durch die geänderten thermischen Bedingungen, insbesondere den geringeren Temperaturgradienten, kommt es bevorzugt zur Bildung von globulitischen Körnern. Möglicherweise wird dieser Effekt noch durch eine höhere Anzahl an Ausscheidungen verstärkt, die sich durch die zyklische Erwärmung bereits gebildet haben könnten, aber aufgrund der kurzen Lebensdauer des Schmelzbades beim Wiederaufschmelzen nicht vollständig aufgelöst werden und so als Nukleationskeime bei der erneuten Erstarrung wirken können. Ein vergleichbarer Effekt ist auch für Al-Mg-Sc-Zr-Legierungen bekannt [Shi18, Yang17], deren Al₃(Sc,Zr)-Ausscheidungen jedoch auch eine höhere thermische Stabilität als Mg₂Si-Ausscheidungen aufweisen. Eine weitere mögliche Ursache für die Entstehung des feinkörnigen Gefüges ist die Rekristallisation, ausgelöst durch die zyklische Wiedererwärmung während der Belichtung höherliegender Schichten [Sabz20]. Die dabei auftretenden Temperaturen liegen oberhalb der Rekristallisationstemperatur und das Gefüge weist nach der Erstarrung eine ausreichend hohe Versetzungsdichte auf. Der höhere Anteil des feinen, globulitischen Gefüges erklärt auch die im Lichtmikroskop beobachteten breiten Säume am Rand der Schmelzspuren und stellt einen möglichen Unterschied für die Gebrauchseigenschaften nach einer in-situ Wärmebehandlung und einer nachgeschalteten Wärmebehandlung bei gleicher Temperatur dar. Dies feinere Gefüge kann nach Abschluss der PBF-LB/M-Fertigung nicht über eine Wärmebehandlung eingestellt werden.

5.4.2 Einfluss der Grundplattentemperatur auf die mechanischen Eigenschaften und den Ausscheidungszustand

Zur Charakterisierung des Temperatureinflusses auf die mechanischen Eigenschaften werden sowohl quasistatische Zugversuche als auch Härteprüfungen durchgeführt. Bedingt durch die größere benötigte Probengröße für den Zugversuch und den gewählten vertikalen Probenaufbau, bilden die Ergebnisse dieses Versuchs nur den lokalen Zustand an der Bruchstelle, die dem Bereich mit der geringsten Festigkeit entlang der Prüflänge entspricht, ab. Mittels der Härteprüfung ist auch eine örtlich aufgelöste Untersuchung entlang der Aufbaurichtung möglich. Wie in Kapitel 5.3.1 gezeigt, steigt mit zunehmendem Abstand die quasistationäre Bauteiltemperatur, während die effektive Zeit für eine in-situ Dies Wärmebehandlung sinkt. lässt eine zunehmende Inhomogenität der Werkstoffeigenschaften mit steigender Plattformtemperatur erwarten.

Härteverlauf über die Bauhöhe

Die Messung des Härteverlaufs entlang der Aufbaurichtung, der in Bild 5-56 abgebildeten Proben zeigt ein unterschiedliches Härteniveau in Abhängigkeit der Bauplattformtemperatur (Bild 5-65). Über die gesamte Messlänge gemittelt liegt der Härtewert der bei 20 °C aufgebauten Probe bei 131 ± 6 HV1, nach Fertigung bei 100 °C bei 152 ± 11 HV1 und bei Verwendung einer Plattformtemperatur von 170 °C bei 158 ± 8 HV1. Eine Plattformtemperatur von 275 °C führt zu einem gemittelten Härtewert von 76 ± 6 HV1. Die größere Standardabweichung des gemittelten Härtewerts der Probe nach Fertigung bei 100 °C kann über die stärkere Schwankung der Härte durch die höhere Porosität im Vergleich zu den anderen Proben erklärt werden. Auch wenn beim Setzen der Härteeindrücke darauf geachtet wird, dass diese nicht in der Nähe von Poren liegen, kann nicht ausgeschlossen werden, dass es nicht sichtbare Poren unterhalb der Schliffebene, in der Nähe oder unterhalb der Eindrücke gibt. Dies ist die wahrscheinlichste Ursache für größere Abweichungen, wie sie bei allen Proben mit Ausnahme der Probe nach 275 °C auftreten. Es muss jedoch auch berücksichtigt werden, dass es insbesondere bei der bei 100 °C aufgebauten Probe auch eine Härteänderung im oberen Probenbereich gibt, die zu einer Erhöhung der Standardabweichung, der über die gesamte Bauhöhe gemittelten Härte, führt.



Bild 5-65 Härteverlauf im as-built-Zustand an Proben der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei verschiedenen Grundplattentemperaturen

Nach PBF-LB/M-Fertigung bei 20 °C ist der Härteverlauf über die gesamte Probenhöhe konstant. Einen vergleichbaren Verlauf zeigt der Härtewert nach Fertigung bei 170 °C, jedoch auf einem höheren Härteniveau, was auf die in-situ Warmauslagerung zurückzuführen ist. Die oberen 5 mm Bauhöhe, entsprechend einer Auslagerungszeit von etwa einer Stunde, zeigen

eine Tendenz zu höheren Härtewerte. Dies könnte auf eine beginnende Überalterung in den unteren Bauteilbereichen, die deutlich länger in-situ ausgelagert wurden, erklärt werden. Bei der bei 100 °C gefertigten Probe ist die Härte, vor allem im mittleren Probenbereich, vergleichbar zur Probe nach Fertigung bei 170 °C. Im unteren Probenbereich ist die Härte tendenziell geringfügig höher, was auf eine geringere Überalterung bedingt durch die geringere Temperatur bei gleicher in-situ Auslagerungszeit zurückzuführen wäre. Die oberen 10 mm der Probe weisen eine zum oberen Probenende abnehmende Härte auf, die, auf die im Vergleich zur restlichen Probe, weniger fortgeschrittene Ausscheidungshärtung zurückzuführen ist. Der Vergleich der Härte nach Fertigung bei 100 °C und 170 °C im oberen Probenbereich zeigt anschaulich den Einfluss der Prozesstemperatur auf die in-situ Ausscheidungsbildung. Nach Aufbau bei 170 °C liegt eine höhere Härte in diesem Bereich vor, da die Ausscheidungsbildung schneller voran schreitet als bei 100 °C. Bei zunehmender Auslagerungszeit näheren sich die Härtewerte an, da auch die Ausscheidungsbildung bei 100 °C ausreichend weit fortgeschritten ist. Im Vergleich zur Fertigung bei 20 °C ist in beiden Fällen eine in-situ Aushärtung erfolgt. Nach Fertigung bei 275 °C ist das Härteniveau deutlich geringer als bei den anderen untersuchten Plattformtemperaturen. Im oberen Probenbereich ist die Härte höher und nimmt über die oberen 10 mm kontinuierlich ab. Die Schliffbilder (Bild 5-63) zeigen, dass das Gefüge in dieser Probe deutliche Abweichungen zu den bei geringeren Temperaturen gefertigten Proben, insbesondere hinsichtlich der Struktur der eutektischen Phase aufweist, die maßgeblich die mechanischen Eigenschaften bestimmt [Zhan21b]. Folglich kommt es mit der im Schliffbild beobachteten thermisch induzierten Gefügeänderung über die Bauhöhe auch zu einer Änderung der Härte. Neben der veränderten Gefügestruktur ist auch eine Beeinflussung der Mg2Si-Ausscheidungsbildung zu erwarten. Durch die vergleichsweise hohe Temperatur ist mit einer Überalterung des Werkstoffs zu rechnen, die, wie beobachtet, zu einer geringeren Härte führt. Eine Bestätigung dieser Annahme ist über die DSC-Messungen möglich.

Ausscheidungszustand

Die DSC-Erwärmkurven der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 (Bild 5-66 und Bild 5-67) zeigen eine Vielzahl von exo- und endothermen Peaks in Abhängigkeit der Plattformtemperatur T_{BP} im PBF-LB/M-Prozess und der Entnahmeposition der Proben in Relation zur Bauhöhe und damit zur in-situ Auslagerungszeit. Es können maximal sechs exotherme Peaks (A, B, C, D, E, F) und vier endotherme Peaks (V', X', Y', Z') erkannt werden. Insbesondere im Temperaturbereich zwischen 200 °C und 400 °C ist durch die Überlagerung der Peaks eine eindeutige Identifizierung schwierig, und es ist möglich, dass dort weitere, insbesondere endotherme Reaktionen, ablaufen. Die exothermen Peaks A, B, C, D und F werden der Mg₂Si-Ausscheidungssequenz zugeordnet. Der Peak A, der nur in den Proben nach Fertigung bei 20 °C auftritt, wird der Magnesium- und Siliziumclusterbildung als Beginn der Ausscheidungssequenz zugeordnet [Dumi18, Mura99, Zhen98]. Das Ausbleiben dieses Peaks nach Fertigung bei den höheren Plattformtemperaturen zeigt, dass diese Reaktion bereits während des PBF-LB/M-Prozesses abgeschlossen wurde.

Die Bildung der GP-Zonen (Peak B) lässt sich nach Fertigung bei 20 °C und im oberen Probenbereich auch nach Fertigung bei 100 °C während der DSC-Messung nachweisen. Die Unterschiede zwischen der oberen und mittleren Probenposition zeigen den Einfluss der Bauhöhe, beziehungsweise der in-situ Auslagerungszeit, bei einer Plattformtemperatur von 100 °C auf den lokalen Ausscheidungszustand. Dieser Aspekt wird im Bild 5-68 noch einmal genauer betrachtet.



Bild 5-66 DSC-Erwärmkurven der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei verschiedenen Plattformtemperaturen, Probenentnahme auf mittlerer Bauhöhe

Der Peak C ist ebenfalls ausschließlich in den Proben nach Fertigung bei 20 °C und 100 °C zu beobachten, wobei er nach Fertigung bei 20 °C der Hauptausscheidungspeak ist und nach Fertigung bei 100 °C schwächer ausgeprägt ist. Dieser Peak ist der Bildung der β ^(*)-Phase zuzuordnen. Das Maximum liegt bei 230 °C. Der Peak D, als Hauptpeak nach Fertigung bei 100 °C, ist mit der Bildung der β ^(*)-Phase verbunden [Nose16, Chan11]. Nach Fertigung bei 170 °C ist es möglich, dass die Reaktion der β ^(*)-Phasenbildung ebenfalls noch nicht vollständig abgeschlossen ist. Analog zu den Erwärmkurven der verschiedenen Legierungsvarianten im asbuilt-Zustand (Kapitel 5.3.5) ist eine Verschiebung des exothermen Peaks der Siliziumausscheidungsbildung zu geringeren Temperaturen, in Kombination mit der abnehmenden Intensität der β ^(*)-Phasenbildung, zu erkennen, die auch in diesem Fall mit einer Überlagerung der Peaks D und E, erklärt werden kann. Der letzte Schritt der Mg₂Si-Ausscheidungssequenz, die Bildung der stabilen β -Phase, wird dem Peak F zugeordnet, der mit Ausnahme der Probe aus mittlerer Bauhöhe nach Fertigung bei 275 °C, in jeder Probe beobachtet werden kann. Im oberen Probenbereich nach Fertigung bei 275 °C ist er jedoch weniger stark ausgeprägt als nach Fertigung bei geringeren Temperaturen.



Bild 5-67 DSC-Erwärmkurven der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei verschiedenen Plattformtemperaturen, Probenentnahme auf oberer Bauhöhe

Der exotherme Peak E und damit die Ausscheidung von Silizium ist bei allen Erwärmkurven, mit Ausnahme nach Fertigung bei 275 °C, sichtbar. Bei dieser hohen Plattformtemperatur kommt es bereits zur in-situ Ausscheidungsbildung und Sphäroidiserung während des PBF-LB/M-Prozesses. Dies zeigen auch die metallografischen Untersuchungen. Die Überlagerung der zweistufigen exothermen Reaktion der Siliziumausscheidung und Sphäroidisierung mit dem Peak F der β-Phasenbildung sind eine mögliche Erklärung für das ausgeprägte Plateau der DSC-Erwärmkurven im Temperaturbereich zwischen 280 °C und 350 °C. Besonders deutlich kann dies in den Proben nach Fertigung bei 170 °C beobachtet werden. Für Al-Mg-Si-Knetlegierungen ist diese Ausscheidungsbildung aufgrund des geringen Siliziumgehalts meist nicht nachweisbar.

Die endothermen Peaks V[•], X[•], Y[•] sind ebenfalls der Mg₂Si-Ausscheidungssequenz zuzuordnen. Dem Peak V[•] wird die Auflösung der GP-Zonen und dem Peak X[•] die der $\beta^{••}$ -Phase zugeordnet. Insbesondere bei Ausbleiben der exothermen Peaks B, C und D erscheint der endotherme Peak V[•] sehr breit, sodass es sich dabei auch um die Überlagerung der beiden Reaktionen handeln könnte und der Peak X[•] nicht mehr separiert auftritt. Denkbar ist auch, dass es sich nach der Fertigung bei 20 °C und 100 °C Plattformtemperatur um die Auflösung der $\beta^{••}$ -Phase handelt [Gupt01] und es noch eine weitere endotherme Reaktion, die Auflösung der GP-Zonen, gibt, die nur nach der Fertigung bei 170 °C sichtbar ist, da sie bei den geringen Temperaturen von dem exothermen Peak C überlagert ist. In diesem Fall ist von einer Überlagerung der beiden möglichen endothermen Reaktionen bei der Probe nach Fertigung bei 170 °C auszugehen. Der endotherme Peak Y[•] ist der Auflösung der $\beta^{•}$ -Phase zuzuordnen, und ist nur nach Fertigung bei 275 °C zu erkennen. Auch in diesem Fall ist die Überlagerung mit den exothermen Peaks ursächlich für das Ausbleiben des Peaks bei geringeren Fertigungstemperaturen.



Bild 5-68 DSC Erwärmkurven der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei einer Plattformtemperaturen von 20 °C, Probenentnahme auf oberer Bauhöhe, Messung der obersten drei Scheibenproben

Die endotherme Reaktion Z^{\cdot} zeigt die überlagerte Auflösung der Silizium- und β -Ausscheidungen, wie die mittels der CALPHAD-Methode berechneten Daten (Bild 5-55) nahelegen. Die Auflösungsreaktionen sind am oberen Ende des Messbereichs und auch bei Erreichen der Solidustemperatur noch nicht abgeschlossen und weisen deshalb kein lokales Minimum auf.

Bild 5-68 zeigt den Vergleich der Wärmestromkurven der drei Scheibenproben mit der geringsten in-situ Auslagerungszeit. Die oberste Probe (Probe 1) unterlag der kürzesten in-situ Auslagerung, da sie als letzte im PBF-LB/M-Prozess entstanden ist. Mit Ausnahme des Peaks X' liegen in allen Proben die gleichen charakteristischen Peaks vor. Es ist jedoch selbst bei den geringen Unterschieden in der Bauhöhe der drei Proben ein Einfluss auf die Ausprägung der einzelnen Peaks sichtbar. Allem voran der Peak C der B".-Bildung nimmt mit zunehmender Bauhöhe beziehungsweise abnehmender in-situ Auslagerungszeit zu. Dies bedeutet, dass die Ausscheidungsbildung durch das vorliegende lokale Zeit-Temperaturprofil unterschiedlich fortgeschritten ist. Hierin ist auch die Ursache für die Änderungen der Härte im oberen Probenbereich zu sehen. wie sie zuvor ermittelt wurde. Der Gradient des Ausscheidungszustandes ist über die gesamte Bauhöhe zu erwarten, auch wenn sich dies nicht im Härteverlauf zeigt. So ist beispielweise mit zunehmender Baujobdauer zu erwarten, dass die unteren Probenbereiche zuerst überaltern und die Härte in diesen Bereich abfällt.

Im Vergleich zu der DSC-Messung der Proben derselben Legierung, die auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 gefertigt wurden (Bild 5-54), sind zusätzliche Reaktionspeaks zu erkennen. Bei den Peaks A, V' und Y' ist dies auf das größere Spektrum an untersuchten Plattformtemperaturen zurückzuführen, da Peak A und V' nach Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 40 °C bereits nicht mehr nachweisbar sind. Neben der von 40 °C auf 20 °C halbierten Plattformtemperatur ist auch ein Einfluss der Baujobdauer möglich, da diese bei Fertigung auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 bei 65,5 h lag. Der Peak Y' ist ausschließlich nach Fertigung bei 275 °C sichtbar, da er bei den Messungen der Proben die bei geringerer Temperatur gefertigt wurden, vermutlich durch den Peak E der Siliziumausscheidungsbildung überlagert ist.

Zugprüfung

Die Zugprüfung der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 im as-built-Zustand nach Fertigung bei unterschiedlichen Plattformtemperaturen zeigt für alle untersuchten Temperaturen eine geringe Streuung im elastischen Bereich und zu Beginn der plastischen Verformung. Mit fortschreitender plastischer Verformung kommt es zu einem raschen Bruch bei Bauplattformtemperaturen T_{BP} von 20 °C, 100 °C und 170 °C. Bild 5-69 zeigt den Spannungs-Dehnungs-Verlauf für alle in diesem Zusammenhang untersuchten Proben. Es ergeben sich Bruchdehnungen A von $2,7 \pm 0,5$ %, $0,5 \pm 0,2$ %, beziehungsweise $0,6 \pm 0,3$ %. Bei einer Bauplattformtemperatur von 275 °C ist die Bruchdehnung mit $9,6 \pm 2,2$ % höher, weist aber, wie auch die Proben nach Fertigung bei geringerer Plattformtemperatur, eine starke Streuung auf. Gleiches gilt für die Zugfestigkeit Rm. Durch das spröde Bruchverhalten der untersuchten Proben streut diese ebenfalls stark. Wie bereits in Bild 5-56 zu sehen, weisen auch die auf dem PBF-LB/M System Aconity Mini gefertigten Proben eine erhöhte Porosität auf. Die absoluten Kennwerte entsprechen nicht den mechanischen Kennwerten, die zuvor (siehe Kapitel 5.3.4) diskutiert wurden. Insbesondere die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung sind deutlich reduziert und weisen eine starke Streuung auf, da die Fehlstellen das Verformungsverhalten im plastischen Bereich begrenzen. Die im elastischen Bereich, beziehungsweise kurz danach ermittelten Kennwerte der 0,2%-Dehngrenze und des E-Moduls weisen eine geringere Streuung auf. Dieser Einfluss der Porosität auf die verschiedenen mechanischen Kennwerte des quasistatischen Zugversuches entspricht dem bekannten Verhalten [Mugi04, Shor70].



Bild 5-69 Spannungsdehnungsdiagramme der Zugprüfung von Proben der Legierungsvarianten AlSi3,5Mg2,5, gefertigt bei einer Grundplattentemperatur T_{BP}: 20 °C (a), T_{BP}: 100 °C (b), T_{BP}: 170 °C (c) und T_{BP}: 275 °C (d)

Die Änderung der mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit der Bauplattformtemperatur zeigt ein, im Hinblick der vorherigen Beobachtungen zur Änderung des Gefüges und des Ausscheidungszustands, erwartetes Verhalten. Bis zu einer Bauplattformtemperatur von 170 °C steigt mit zunehmender Temperatur die Fließgrenze an und die Bruchdehnung sinkt. Es kommt somit zu einer in-situ Ausscheidungshärtung während des PBF-LB/M-Prozesses, die durch die DSC-Messungen und die Härteprüfung bestätigt wird. Der Prozess der in-situ Ausscheidungshärtung lässt sich für die Einstellungen der Gebrauchseigenschaften eines Bauteils nutzen und bietet die Möglichkeit, bei ausreichender Prozesskontrolle, die Wirtschaftlichkeit der PBF-LB/M-Bauteilfertigung zu erhöhen.

Bei weiterer Anhebung der Plattformtemperatur auf 275 °C, kommt es zu einem starken Abfall der Fließgrenze, einer Änderung des Bruchverhaltens und zur Zunahme der Duktilität. Dies ist sowohl auf den ausbleibenden Effekt einer Festigkeitssteigerung durch Ausscheidungen der Mg₂Si-Sequenz, als auch auf das geänderte eutektische Netzwerk zurückzuführen, das in den anderen Probenzuständen die Duktilität begrenzt [Lale23].

5.4.3 Einfluss der Grundplattentemperatur auf den Bauteilverzug

Neben der Beeinflussung des Gefüges und des Ausscheidungszustands, kann eine erhöhte Bauteiltemperatur auch zur Reduktion von Verzug nach dem Abtrennen der additiv gefertigten Bauteile von der Bauplatte genutzt werden [Buch14]. Die exemplarische Untersuchung des Verzugs der Legierungsvarianten AlSi3,5Mg2,5 für die vier Grundplattentemperaturen T_{BP} von 20 °C, 100 °C, 170 °C und 275 °C (Bild 5-70) zeigt, dass dieser mit steigender Temperatur abnimmt. Bei einer Fertigungstemperatur von 20 °C ist die Auslenkung des freien Endes des Biegebalkens mit 1,4 mm, bezogen auf das weiterhin mit der Bauplatte verbundene Ende der Probengeometrie, am größten. Nach Fertigung bei 100 °C, beziehungsweise 170 °C, wird jeweils eine Auslenkung von 0,8 mm gemessen. Eine Erhöhung der Grundplattentemperatur auf 275 °C führt zum Ausbleiben des Verzugs.



Bild 5-70 Biegebalken aus der Versuchslegierung AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei verschiedenen Plattformtemperaturen (a) und Auslenkung der Proben nach Abtrennen der Stützsztukturbereiche (b)

Durch die erhöhte Grundplattentemperatur verringert sich einerseits die Temperaturdifferenz zwischen Schmelze und dem restlichen Bauteil, was thermisch induzierte Spannungen verringert. Andererseits kommt es, bedingt durch die Temperaturabhängigkeit, zu einer Reduzierung der lokalen Streckgrenze, sodass der maximale Spannungsbetrag abnimmt. Beide Mechanismen führen zu einer Reduzierung der Eigenspannungen erster Ordnung des additiv gefertigten Bauteils [Merc06]. Die Erhöhung der Plattformtemperatur ist somit eine Möglichkeit, einer Spannungsrissbildung beim Aufbau komplexer Geometrien vorzubeugen, sollte jedoch nur unter Berücksichtigung der temperaturbedingten Änderung des Gefüges und des Ausscheidungszustandes erfolgen. Schwankungen der Auslenkungen sind auf die raue Oberfläche der Biegebalken zurückzuführen, da die Auslenkung an dieser Fläche gemessen wurde. Auf eine Glättung der Oberfläche wird verzichtet, da dies zu einer unbekannten Änderung des Eigenspannungszustands führen würde. Rauheitsbedingte negative Messwerte der Auslenkung werden als Null dargestellt. Eine genauere Messung wäre durch direkte Messung der Öffnung an der Unterseite des ausgelenkten Balkens möglich, jedoch ist die für eine taktile Messung benötigte Zugänglichkeit nicht gegeben. Für eine Abschätzung des Effekts sind die Messungen dennoch auswertbar. Die optische Beurteilung (Bild 5-70 (a)) bestätigt die Koordinatenmessung.

5.4.4 Einfluss der Stützstrukturdichte auf den Ausscheidungszustand

Zur Demonstration des Einflusses der thermischen Bedingungen auf die Eigenschaften der Bauteile werden Proben mit variierender Dichte der Stützstruktur aufgebaut (vgl. Bild 4-8). Bild 5-71 zeigt den Querschliff der aufgebauten Stützstrukturen für die Quadergeometrien und die Zylinderproben zur DSC-Messung. Bei beiden aufgebauten Probentypen konnten unterschiedliche Füllgrade der Stützstruktur realisiert werden, über die eine Variation der Wärmeleitung in die Bauplatte und damit der thermischen Bedingungen in der Probe erzeugt werden sollen. Die Temperatur der Grundplatte beträgt während des Baujobs 120 °C. Beim massiven Support entspricht der Stützstrukturbereich dem eigentlichen Bauteil und damit dem Großteil der im Rahmen der Arbeit aufgebauten Proben.



Bild 5-71 Querschliffe der Stützstrukturen zur Variation der Wärmeableitung aus den Bauteilen und relative Dichte der Stützstrukturen

Die Auswertung der relativen Dichte der Stützstruktur als Maß für deren thermischen Widerstand zeigt, dass es trotz Verwendung einer identischen Scanstrategie bei Quader- und Zylindergeometrien zu einer abweichenden Dichte, beziehungsweise Anbindungsfläche der Probe an die Bauplatte, kommt. Dies ist auf die Breite der äußeren Konturbelichtung zurückzuführen, die bei dem kleineren Probendurchmesser der Zylinder einen größeren Anteil der Gesamtfläche ausmacht und ein Verschmelzen der inneren Stützstrukturbereiche begünstigt. Insbesondere beim Blocksupport mit Einzelvektoren ist der Unterschied zwischen den beiden Probengeometrien mit einer relativen Dichte von 27% (Quader) und 57% (Zylinder) sehr groß. Dies hat einen Einfluss auf den folgenden Vergleich des Gefüges und des Ausscheidungszustands.



Bild 5-72 Längsschliffe der Probenquader nach Fertigung mit Einzelvektorsupport (a) und massivem Support (b), angepasste Dix-Keller-Ätzung, Ätzdauer: 45 s

Die Gegenüberstellung der Aufnahmen des geätzten Gefüges der Probe mit dem Blocksupport mit Einzelvektoren und der Probe mit massivem Support (Bild 5-72) zeigt leichte Unterscheide in der Breite der hellen Schmelzspurränder. In stärkerer Ausprägung konnte dies bereits als Einfluss der Bauteiltemperatur durch die Fertigungsversuche bei unterschiedlichen Plattformtemperaturen nachgewiesen werden. Somit ist es auch in diesem Fall ein Hinweis darauf, dass die lokale Probentemperatur während des PBF-LB/M-Prozesses bei geringerer Dichte der Stützstruktur höher ist.

Die DSC-Erwärmkurven der Zylinderproben im as-built-Zustand nach Fertigung unter Verwendung verschiedener Stützstrukturen zeigen geringe Unterschiede in Abhängigkeit des Anbindungsquerschnitts. Die Probenhöhe beträgt in diesem Fall 25 mm. Die auftretenden Reaktionen sind für alle Proben identisch. Es lassen sich die Bildung der GP-Zonen (Peak B), der β "-Ausscheidungen (Peak C), der β -und Siliziumausscheidungen (Peak D/E), sowie die Bildung der Mg₂Si-Phase (Peak F) und die überlagerte Auflösung dieser Phase und des
Siliziums (Peak Z') nachweisen. Mit zunehmendem Anbindungsquerschnitt liegt eine Tendenz zu einer verstärkten GP-Zonen- und β ''-Bildung während der DSC-Messung vor. Durch die geringere Bauteiltemperatur bei höherem Anbindungsquerschnitt werden diese Reaktionen während der PBF-LB/M-Fertigung unterdrückt und treten verstärkt bei Erwärmung während der Messung auf.



Bild 5-73 DSC-Erwärmkurven der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 im as-built-Zustand nach Fertigung auf verschiedenen Stützstrukturen

Die geringe Anzahl an Bauteilen des Baujobs, in dem die untersuchten Proben gefertigt werden, und die daraus resultierende kurze Prozessdauer führen zu kurzen in-situ Auslagerungszeiten. Die Änderungen des Gefüges und des Ausscheidungszustands sind somit vergleichsweise schwach ausgeprägt. Im industriellen Produktionsumfeld ist von einer höheren Bauplattenbelegung und längeren Prozesszeiten auszugehen, sodass die beschriebenen Effekte einen stärken Einfluss haben dürften.

5.5 Wärmebehandlung im Anschluss an den PBF-LB/M-Prozess

Ergänzend zu der gezeigten in-situ Einstellung des Gefüges und des Ausscheidungszustands über die thermische Prozessführung des PBF-LB/M-Prozesses ist eine weitere Anpassung mittels einer Ofenwärmebehandlung im Anschluss an den additiven Fertigungsprozess möglich. Die Untersuchung des as-built-Zustands der Legierungsvarianten legt nahe, dass über eine Variation der Wärmebehandlung die mechanischen Eigenschaften in weiten Bereichen eingestellt werden können. In Abhängigkeit des aufgebrachten Zeit-Temperaturprofils sollten sich der Ausscheidungszustand und das eutektische Netzwerk einstellen lassen.

5.5.1 Festigkeitssteigernde Wärmebehandlung

Die Steigerung der Festigkeit von warmaushärtbaren Aluminiumlegierungen mittels Wärmebehandlung erfolgt üblicherweise durch eine Warmauslagerung im Temperaturbereich zwischen 150 °C bis 200 °C. Das Auslagerungsverhalten der Versuchslegierungen wird mittels Härteprüfung und DSC-Messungen an Scheibenproben untersucht. Für die Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 erfolgt anschließend eine Übertragung der Wärmebehandlungsparameter auf Zugproben. Verwendet wird eine Direct-Aging-Behandlung, bei der die Warmauslagerung der Bauteile im as-built-Zustand ohne vorheriges Lösungsglühen und Abschrecken, erfolgt. Dies führt zu einer sehr kurzen und wirtschaftlichen Prozesskette.

Ermittlung von Warmauslagerungskurven mittels Härteprüfung für vier Legierungsvarianten

Für die Untersuchung Warmauslagerungsverhaltens verschiedenen des der Scheibenproben bei 170 °C Legierungsvarianten werden für bis zu 50 Stunden wärmebehandelt. Die gewählte Temperatur liegt Bereich üblicher im Auslagerungstemperaturen für diese Legierungsklasse unterhalb von 200 °C. Die additive Fertigung der verwendeten Proben erfolgt zuvor bei einer Plattformtemperatur von 40 °C. Aus Untersuchungen an Al-Mg-Si-Knetlegierungen ist bekannt, dass die maximal erreichbare Härte, beziehungsweise Festigkeit, mit steigender Auslagerungstemperatur abnimmt und sich das Maximum zu kürzeren Auslagerungszeiten verschiebt [Oste14, Sama06].



Bild 5-74 Härte HV1 in Abhängigkeit der Warmauslagerungszeit für die Legierungsvarianten AlSi3,5Mg1,5 (a), AlSi3,5Mg2,5 (b), AlSi3,5Mg3,5 (c) und AlSi3Mg5 (d). Jeder Datenpunkt repräsentiert den gemittelten Härtewert der fünf Prüfeindrücke einer Probe.

Der direkte Vergleich der vier Legierungsvarianten (Bild 5-74) zeigt für alle Werkstoffe ein grundlegend vergleichbares Warmauslagerungsverhalten mit zunehmender Härte bei längerer Auslagerungszeit und einer Abnahme der Härte bei Auslagerungszeiten von mehr als 10 Stunden. Die Legierungsvariante AlSi3Mg5 zeigt größere Abweichungen von diesem Verlauf und eine höhere Streuung der Härtewerte der einzelnen Proben. Dies wird auf Porosität in den Proben zurückgeführt. Die Ausgangshärte im as-built-Zustand nach PBF-LB/M-Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 40 °C ist mit Ausnahme der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 bei allen Legierungsvarianten auf ähnlichem Niveau, mit Werten zwischen 97 ± 8 HV1 bis 99 ± 9 HV1. Dies steht im Gegensatz zu den im Zugversuch im as-built-Zustand ermittelten Unterschieden zwischen den Legierungsvarianten, kann jedoch auf die abweichende in-situ Auslagerungszeit zwischen der Bruchlage der Zugproben und der Bauhöhe, aus der die Scheibenproben für die Messung des as-built-Zustandes entnommen wurden, zurückgeführt werden. Die Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 weist eine geringe asbuilt-Härte von 88 ± 5 HV1 auf. Durch die geringe, kontrollierte Plattformtemperatur von 40 °C und die anschließende Probenlagerung bei - 40 °C sollte es nur zu einer sehr geringen natürlichen Auslagerung in Form von Clusterbildung gekommen sein. Die Variationen des

Magnesiumgehalts tragen in diesem Auslagerungszustand entsprechend nur über eine erhöhte Mischkristallverfestigung zur Härte, beziehungsweise Festigkeit bei. Die Härte wird im asbuilt-Zustand hauptsächlich durch das eutektische Netzwerk bestimmt, das aufgrund des vergleichbaren Siliziumgehalts in allen Legierungsvarianten ähnlich ausgeprägt ist. Einen geringen Anteil trägt die Mischkristallverfestigung bei.

Bild 5-74 (a) zeigt den Härteverlauf der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 nach Warmauslagerung bei 170 °C, gemessen an den Scheibenproben nach additiver Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 40 °C. Die Härte steigt infolge der Warmauslagerung auf bis zu 118 ± 5 HV1 nach sechsstündiger Warmauslagerung an und fällt danach wieder ab. Nach einer Warmauslagerung für 50 h liegt die Härte jedoch noch oberhalb des Ausgangszustandes. Die Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 zeigt ebenfalls den erwarteten Härteanstieg. Mit zunehmender Auslagerungszeit steigt der Wert, ausgehend vom as-built-Kennwert von 97 ± 8 HV1, innerhalb von 1,5 h auf 123 ± 8 HV1 an. Bis zu einer Auslagerungszeit von 10 h kommt es nur noch zu kleinen Änderungen der Härte, wobei der höchste Härtewert an einer Probe nach 10 h Auslagerung mit 128 ± 5 HV1 ermittelt wurde. Nach einer Auslagerungszeit von 15 h kommt es zum Abfall der Härte durch Überalterung. Die leichte Abnahme der Härte bei 2 h Auslagerungszeit kann technisch nicht erklärt werden und ist vermutlich auf die Streuung der Messwerte bei der Härteprüfung an den sehr kleinen Proben zurückzuführen. Für die Legierungsvariante AlSi3,5Mg3,5 wird die durch Warmauslagerung bei 170 °C maximale Härte von 118 ± 8 HV1 nach einer zweistündigen Wärmebehandlung erreicht. Im weiteren Verlauf bis zu einer Auslagerungsdauer von 10 h schwankt der gemessene Härtewert zwar, liegt jedoch nach 10 h immer noch bei 117 ± 6 HV1. Bei längerer Auslagerung kann ein leichter Abfall der Härte beobachtet werden. Die Legierungsvariante AlSi3Mg5 erreicht das Härtemaximum nach 15 h Warmauslagerung mit 112 ± 5 HV1, bereits nach 1,5 h werden jedoch 110 ± 7 HV1 erreicht. Der Verlauf der Warmauslagerungskurve dieser Legierung erscheint mit den lokalen Minima nach drei- und zehnstündiger Warmauslagerung nicht plausibel und kann, wie bereits erwähnt, auf die Probengeometrie und das Prüfverfahren zurückgeführt werden. Zwar erlaubt die Probengeometrie eine normgerechte Härteprüfung, jedoch ist die Streuung im Vergleich zur Prüfung an größeren Proben höher, da die Probenpräparation und -handhabung, wie beispielsweise das planparallele Schleifen und Polieren der Auflage- und Prüffläche, erschwert sind. Darüber hinaus kann auch nicht ausgeschlossen werden, dass es bei einzelnen Härteeindrücken zu Fehlern durch Poren, die unterhalb des Eindrucks liegen, kommt.

Bei allen vier Legierungsvarianten sinkt die Härte auch nach der Warmauslagerung für 50 h nicht unter den Ausgangswert im as-built-Zustand, da das eutektische Netzwerk bei einer Wärmebehandlung bei 170 °C im untersuchten Zeitraum erhalten bleibt. Bei sehr langer Warmauslagerung könnte es dennoch zu einer Abnahme kommen. Darüber hinaus zeigt sich eine Tendenz zu einer Verzögerung beziehungsweise Verschiebung der Aushärtungsreaktion zu einer kürzeren Warmauslagerungszeit mit zunehmendem Magnesiumgehalt. Durch den höheren Anteil an gelöstem Magnesium kommt es zu einem höheren Ausscheidungsdruck, der sich in einer beschleunigten Ausscheidungsbildung äußert.

Die vergleichbare maximale Härte der Legierungsvarianten AlSi3,5Mg1,5, AlSi3,5Mg3,5 und AlSi3Mg5 steht im Widerspruch zu der mit steigendem Magnesiumgehalt ansteigenden Festigkeit im as-built-Zustand nach Fertigung bei beiden untersuchten Plattformtemperaturen, wie sie im quasistatischen Zugversuch ermittelt wurde. Ebenfalls inkonsistent ist der Vergleich mit der ermittelten Vickershärte an den auf dem PBF-LB/M-System Aconity Mini gefertigten Proben im as-built-Zustand, die mit 132 ± 7 HV1 nach Fertigung bei 20 °C und 155 ± 8 HV1 nach Fertigung bei 170 °C eine höhere absolute Härte aufweisen. Dies gilt sowohl für die Quaderproben, die sich aufgrund ihrer Abmessung besser für die Härtemessung eignen, als auch für die Scheibenprobe mit identischer Geometrie. Die Legierungsvarianten AlSi3,5Mg1,5 und AlSi3,5Mg2,5 zeigen die größte Härtezunahme zwischen dem as-built-Zustand und der maximalen Härte von 28 % beziehungsweise 25 %.

Ein direkter Vergleich mit dem Auslagerungsverhalten von Knetlegierungen, ist für den Fertigungszustand F nicht nützlich, da sich dieser durch die abweichenden Charakteristika der Fertigungsprozesse zu stark unterscheidet. Möglich wäre ein Vergleich des as-built-Zustands der PBF-LB/M Proben mit Literaturwerten für Knetlegierungen nach dem Lösungsglühen und Abschrecken und im warmausgelagerten Zustand.

DSC-Messungen - Änderung des Ausscheidungszustands durch Warmauslagerung

Die Bilder 5-75 bis 5-78 zeigen jeweils DSC-Erwärmkurven der vier Versuchslegierungen, die nach einer Warmauslagerung bei 170 °C für variierende Zeiten zwischen 30 min und 50 h gemessen wurden. Die an denselben Proben durchgeführte Härteprüfung zeigt, dass in dem untersuchten Zeitfenster sowohl unteralterte Zustände, Ausscheidungszustände der maximalen Festigkeit, als auch eine Überalterung auftritt.

Grundlegend kann festgestellt werden, dass alle aufgenommen Kurven konsistent mit den Messungen des as-built-Zustands und dem mit zunehmender Auslagerungsdauer fortschreitenden Ausscheidungsprozess sind. Allen Legierungen gemein ist eine Änderung der messbaren Ausscheidungsreaktionen unterhalb von circa 300 °C, beziehungsweise aller Reaktionen mit Ausnahme der Bildung der β -Phase (Peak F) sowie der Auflösungsreaktion der Mg₂Si- und Siliziumausscheidungen (Peak Z^c).

Der im as-built-Zustand teilweise noch sichtbare Peak A der Clusterbildung ist bereits nach halbstündiger Warmauslagerung bei keiner der Legierungsvarianten nachweisbar und folglich abgeschlossen. Die GP-Zonenbildung (Peak B) ist hingegen bei allen bereits Legierungsvarianten, mit Ausnahme der AlSi3,5Mg3,5, nach halbstündiger Warmauslagerung nachweisbar und somit noch nicht abgeschlossen. Nach längerer Warmauslagerung ist die GP-Zonenbildung jedoch nur noch für die Legierungsvariante AlSi3Mg5 bis zu einer Dauer von 1,5 h nachzuweisen und somit im Zeitfenster zwischen 1,5 h und 3 h abgeschlossen. Neben der längeren Dauer der Ausscheidungsreaktion sind auch die Peakhöhe und die Fläche unterhalb des Peaks bei dieser Legierungsvariante größer. Dies spricht für eine größere Menge an gebildeten GP-Zonen bedingt durch den höheren Magnesiumgehalt, beziehungsweise die stöchiometrische Mg2Si-Zusammensetzung. Bei fortschreitender Warmauslagerung tritt anstelle des exothermen Peaks B der endotherme Peak V', der der Auflösung der Magnesiumund Siliziumcluster und der GP-Zonen zugeordnet wird. Die Auflösung der Cluster muss zwar auch bereits bei kürzerer Auslagerungsdauer erfolgen, es könnte jedoch sein, dass der Peak der Clusterbildung in den betreffenden Messkurven vom Peak B überlagert ist. Entsprechend der länger anhaltenden GP-Zonenbildung ist bei der Legierungsvariante AlSi3Mg5 auch das erstmalige Auftreten des Auflösungspeaks V' zu längeren Auslagerungszeiten verschoben. Der Peak V' ist bei weiter zunehmender Auslagerungsdauer in jeder Probe nachweisbar und die Reaktion wird immer stärker. Das Auftreten und die zunehmende Verbreiterung des Peaks Richtung höherer Temperatur bei langen Auslagerungszeiten spricht dafür, dass es zu einer Überlagerung mehrerer Auflösungsreaktionen beziehungsweise einer Änderung der zugrundeliegenden Auflösungsreaktion kommt. Nach einer Warmauslagerung für 50 h sollten zum Beispiel die GP-Zonen nicht mehr vorliegen und es könnte sich um die Auflösung der β''oder β'-Phase handeln, die nach kürzerer Wärmebehandlung teilweise als separater Peak sichtbar sind. Ein Nachweis wäre durch umfangreiche TEM-Untersuchungen möglich.

Der Peak C der β ``-Ausscheidung ist für alle Legierungsvarianten nach Warmauslagerung bis maximal 3 h nachweisbar. Die Reaktion ist also spätestens nach sechsstündiger Warmauslagerung bei 170 °C abgeschlossen. Wie mit fortschreitender Warmauslagerung zu erwarten, nimmt auch die Intensität dieses Peaks mit zunehmender Dauer der Wärmebehandlung ab. Die bereits im as-built-Zustand beobachtete Abhängigkeit der Reaktionsintensität vom Magnesiumgehalt der Legierung über das Verhältnis der Peakhöhe im Vergleich zum Peak E, bestätigt sich auch in diesen Messungen.

Ebenfalls deckungsgleich mit den Messungen des as-built-Zustands ist das Auftreten der Peaks D und X[•] der β [•]-Bildung und β ^{••}-Auflösung, die nur bei der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 als einzelne Peaks sichtbar sind. Die β ^{••}-Auflösungsreaktion ist gemäß den Messungen nach einer Wärmebehandlung von 1,5 h bis 3 h abgeschlossen, die Bildung der β [•]-Phase im Zeitraum zwischen 10 h und 25 h. Die Intensität des Peaks D nimmt aber bereits nach sechsstündiger Warmauslagerung bei 170 °C ab. Diese Reaktion hat zu diesem Zeitpunkt folglich bereits begonnen. Für die weiteren Legierungen ist, wie bei den Messungen im as-built-Zustand, mit einer Überlagerung dieser Reaktion mit dem Peak E auszugehen. Durch die Überlagerung ist die Abnahme der β [•]-Bildung jedoch schwerer abzuschätzen, da dies nur über die Verringerung des Doppelpeaks D/E möglich ist.

Bei der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 ist für die Siliziumausscheidungsbildung (Peak E) keine deutliche Änderung mit der Dauer der Wärmebehandlung sichtbar. Bei den Legierungen AlSi3,5Mg2,5, AlSi3,5Mg3,5 und AlSi3Mg5 lässt sich jedoch eine abnehmende Intensität des Doppelpeaks D/E nach mehr als zehnstündiger Wärmebehandlung erkennen. Unter der dass auch bei diesen Legierungsvarianten keine signifikante Annahme, es Siliziumausscheidungsbildung bei der Warmauslagerung gibt, wäre die zunehmende Verkleinerung des Doppelpeaks auf die β'-Bildung während der Wärmebehandlung zurückzuführen. Eine solche Überalterung ist ursächlich für die beobachtete Abnahme der Härte. Durch den konstanten Siliziumgehalt der Legierungsvarianten bei variierendem Magnesiumgehalt ist es jedoch auch denkbar, dass die Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 eine stärkere Siliziumausscheidungsbildung zeigt, da ein geringerer Anteil des Siliziums durch die thermodynamisch günstigere Mg₂Si-Ausscheidungssequenz gebunden ist (Bild 5-55). Der Peak E erscheint nach kurzer Wärmebehandlungszeit dennoch ähnlich zu den anderen Legierungsvarianten, bei denen die Silizium- und ß'-Ausscheidungsbildung stärker überlagert sind.

Die Bildung der stabilen β-Phase Mg₂Si ist ebenso für alle Legierungsvarianten nachzuweisen. Durch die Überlagerung mit den benachbarten Peaks ist eine genaue Bestimmung der Reaktionswärme dieser Reaktion nicht verlässlich möglich. Es lässt sich jedoch eine Tendenz in Richtung einer stärkeren Reaktion mit zunehmendem Magnesiumgehalt und einer Abnahme der Reaktionsintensität nach Warmauslagerung für die beiden längsten untersuchten Auslagerungsdauern von 25 h und 50 h erkennen. Die Auflösung dieser Phase beginnt oberhalb von 400 °C (Peak Z⁴) und läuft parallel zur Auflösung der Siliziumausscheidungen und ist bis zum Ende des Messbereichs nicht abgeschlossen.

Bei dem in der Probe der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 nach 50 h Warmauslagerung sichtbaren Peak G handelt es sich vermutlich um einen Messfehler, da dieser bei keinem anderen Probenzustand auftritt.



Bild 5-75 DSC-Erwärmkurven der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5 nach Warmauslagerung bei 170 °C für 30 min bis 50 h



Bild 5-76 DSC-Erwärmkurven der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Warmauslagerung bei 170 °C für 30 min bis 50 h



Bild 5-77 DSC-Erwärmkurven der Legierungsvariante AlSi3,5Mg3,5 nach Warmauslagerung bei 170 °C für 30 min bis 50 h



Bild 5-78 DSC-Erwärmkurven der Legierungsvariante AlSi3Mg5 nach Warmauslagerung bei 170 °C für 30 min bis 50 h

Einfluss der Warmauslagerung auf die mechanischen Kennwerte der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5

Da die bei einer Bauplattformtemperatur von 40 °C aufgebauten Proben eine erhöhte Porosität aufweisen (siehe Kapitel 5.3.4), wird für die Durchführung der Warmauslagerungsversuche auf zuvor bei einer Bauplattformtemperatur von 50 °C gefertigte Proben zurückgegriffen. Bild 5-79 zeigt die Kennwerte des quasistatischen Zugversuchs nach Warmauslagerung bei 170 °C für bis zu 10 h und ein Schliffbild einer der geprüften Proben. Dies zeigt, dass die Porosität in diesen Proben geringer ist. Die Wärmebehandlungsdauer wird auf diesen Zeitraum begrenzt, da mit den zuvor durchgeführten Auslagerungsversuchen an den Scheibenproben gezeigt werden konnte, dass das Festigkeitsmaximum innerhalb von 10 h erreicht wird.



Bild 5-79 Einfluss der Warmauslagerung bei 170 °C auf die Kennwerte des quasistatischen Zugversuchs der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 und Schliffbild des Kopfes einer der geprüften Zugproben

Ausgehend von einer Zugfestigkeit R_m von 442 ± 1 MPa, einer 0,2%-Dehngrenze $R_{p0,2}$ von 270 ± 1 MPa und einer Bruchdehnung A von $12,7 \pm 0,8$ %, den as-built-Kennwerten nach Fertigung bei 50 °C, steigt die Festigkeit bei Warmauslagerung an und die Bruchdehnung sinkt ab. Die Zugfestigkeit erreicht nach 7 h das Maximum von 504 ± 1 MPa, es liegt jedoch bereits nach 2,5 h eine Zugfestigkeit R_m von 496 ± 1 MPa vor. Es bildet sich ein Plateau, das bis zur maximal untersuchten Wärmebehandlungsdauer anhält. Dies gilt auch für die 0,2%-Dehngrenze $R_{p0,2}$ und die Bruchdehnung A, wobei diese Kennwerte erst nach vierstündiger Warmauslagerung ein Plateau erreichen. Der Kennwert $R_{p0,2}$ erreicht circa 400 MPa mit einem Maximum von 404 ± 1 MPa nach siebenstündiger Wärmebehandlung. Die Bruchdehnung weist eine größere Streuung als die Festigkeit auf und fällt vom Ausgangswert innerhalb der

ersten vier Stunden der Wärmebehandlung auf circa 6 % ab. Der E-Modul wird durch die durchgeführte Wärmebehandlung nicht beeinflusst und beträgt, gemittelt über alle Wärmebehandlungszustände, $68,6 \pm 0,2$ GPa.



Bild 5-80 Einfluss der Warmauslagerung bei 140 °C auf die Kennwerte des quasistatischen Zugversuchs der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5

Um den Einfluss einer abweichenden Auslagerungstemperatur zu untersuchen, wird vergleichend eine Warmauslagerung bei 140 °C an Proben der gleichen Charge durchgeführt (Bild 5-80). Es ergibt sich dabei ein vergleichbarer Zusammenhang wie bei der Warmauslagerung bei 170 °C, jedoch läuft die Aushärtung verzögert ab und die maximale Festigkeit ist geringer. Die Zugfestigkeit erreicht nach vierstündiger Warmauslagerung ein Plateau bei circa 485 MPa. Die 0,2%-Dehngrenze steigt nach einstündiger Warmauslagerung um 40 MPa auf 310 ± 2 MPa. Anschließend steigt diese stetig weiter an und erreicht nach zehnstündiger Warmauslagerung den ermittelten Maximalwert von 351 ± 1 MPa. Die Bruchdehnung liegt nach einer ein- bis siebenstündigen Warmauslagerung zwischen 9 % und 11 % und sinkt bei längerer Wärmebehandlung weiter ab und erreicht den ermittelten Minimalwert von $6,7 \pm 0,1$ MPa nach zehnstündiger Warmauslagerung.

Der as-built-Ausgangszustand der verwendeten Proben lässt sich neben dem Temperaturverlauf im PBF-LB/M-Prozess anhand der Kennwerte des quasistatischen Zugversuchs im Vergleich zu den Kennwerten der zuvor verwendeten Proben einordnen. Die 0,2%Dehngrenze liegt 25 MPa beziehungsweise 30 MPa höher als nach Fertigung auf dem PBF-LB/M-System Aconity Mini bei 20 °C, beziehungsweise Fertigung auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 bei 40 °C. Im Vergleich zu den bei höherer Temperatur gefertigten Proben ist der Kennwert R_{p0,2} 50 MPa (PBF-LB/M-System Aconity Mini, T_{BP}: 100 °C), beziehungsweise 146 MPa (PBF- LB/M-System SLM 125, T_{BP}: 120 °C, getrocknetes Pulver) geringer. Der Ausscheidungszustand vor der Warmauslagerung wird somit als vergleichbar zu den anderen bei geringen Bauplattformtemperaturen gefertigten Proben eingeschätzt. Ein Vergleich der Zugfestigkeit und Bruchdehnung ist aufgrund der Porosität nicht aussagekräftig.

Der Vergleich der Aushärtungskurven mit den Warmauslagerungskurven, die mittels Härteprüfung ermittelt wurden, zeigt für die Legierung AlSi3,5Mg2,5 einen ähnlichen Verlauf der Plateaubildung. Der Härteabfall nach mehr als zehnstündiger Wärmebehandlung liegt außerhalb des mittels Zugprüfung untersuchten Bereichs und kann entsprechend nicht beobachtet werden.

Der für Knetlegierungen bekannte Effekt einer geringeren maximalen Festigkeit bei steigender Auslagerungstemperatur [Oste14] kann in diesen Experimenten für die untersuchte Legierung nicht beobachtet werden. Neben Abweichungen zu der konventionellen Prozessroute ist die Vergleichbarkeit auch durch den stark von der stöchiometrischen Mg₂Si-Zusammensetzung abweichenden Silizium- und Magnesiumgehalt eingeschränkt.

Da die zur Fertigung größerer Bauteile benötigte Laufzeit eines Baujobs länger ist als die für die Fertigung der in dieser Arbeit verwendeten Zugproben, wird exemplarisch eine Warmauslagerung bei 170 °C für bis zu 504 h (3 Wochen) durchgeführt. Diese Wärmebehandlung ist stellvertretend für einen Baujob mit großen Bauteilen zu sehen, wie sie als Strukturbauteile im Automobilbau und in der Luft- und Raumfahrt benötigt werden. Insbesondere die Fertigung von komplexen und großen Bauteilen wird oftmals unter Verwendung einer Plattformheizung bis 200 °C zur Vorbeugung eines möglichen Bauteilverzugs durchgeführt.

Bild 5-81 zeigt den Verlauf der Langzeitwarmauslagerung für bis zu drei Wochen. Der Beginn der Auslagerungskurve entspricht den weiteren durchgeführten Untersuchungen mit einer maximalen Zugfestigkeit R_m von 505 ± 3 MPa bei einer 0,2%-Dehngrenze $R_{p0,2}$ von 413 ± 3 MPa und einer Bruchdehnung A von $6,0 \pm 0,5$ %. Dieses Eigenschaftsprofil wird durch eine fünfstündige Warmauslagerung erreicht. Da der Fokus dieser Untersuchungsreihe nicht auf der Bestimmung der anfänglichen Auslagerungskurve liegt und es entsprechend wenig Datenpunkte in diesem Bereich gibt, ist die Interpolation des Kurvenverlaufs in diesem Bereich der Warmauslagerungskurve fehleranfällig und es ist möglich, dass sich eine geringfügig höhere Festigkeit durch eine Veränderung der Wärmebehandlungsdauer um wenige Stunden einstellen würde. Eine direkte Übertragbarkeit der zuvor ermittelten Wärmebehandlungsparameter insbesondere für die zeitliche Komponente ist nur eingeschränkt möglich, da das Temperaturprofil des Baujobs, und damit der as-built-Auslagerungszustand, unbekannt sind. Eine Messung der Bauplattformtemperatur war auf dem verwendeten PBF-LB/M-System aus technischen Gründen nicht möglich.



Bild 5-81 Einfluss einer längeren Warmauslagerung bei 170 °C auf die Kennwerte des quasistatischen Zugversuchs der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5

Während die für 25 h ausgelagerten Proben nur eine geringe Abnahme der Festigkeit durch Überalterung zeigen, ist die Festigkeitsabnahme nach Auslagerung für 50 h stärker ausgeprägt. Die Zugfestigkeit ist 98 MPa und die 0,2%-Dehngrenze 81 MPa geringer als nach fünfstündiger Auslagerung. Im weiteren Verlauf kommt es zu einem weiteren Absinken der Zugfestigkeit auf bis zu 329 ± 4 MPa und der 0,2%-Dehngrenze auf bis zu 227 ± 4 MPa. Die Bruchdehnung steigt hingegen an und erhöht sich auf bis zu 8,8 ± 0,9 %. Da eine Warmauslagerung von bis zu drei Wochen kein technisch relevanter Wärmebehandlungsprozess für Al-Mg2Si-Legierungen ist, gibt es keine Vergleichswerte über die Entwicklung mechanischer Kennwerte anderer Werkstoffe nach Anwendung einer solch langen Warmauslagerung. Anzumerken ist jedoch, dass die mechanischen Kennwerte der Legierung AlSi3,5Mg2,5 selbst im überalterten Zustand noch auf dem Niveau einer konventionellen verarbeiteten EN AW-6082 (AlSi1MgMn) im T6-Zustand [DIN EN 755-2] liegen. Die verbleibende Festigkeit nach der langen Warmauslagerung wird auf das zellulare eutektische Netzwerk zurückgeführt, das im Vergleich zu der β ^{*,-} und β ^{*}-Phase bei den verwendeten Temperaturen stabil ist.

Die Prozesszeiten bei der PBF-LB/M-Fertigung von großen Bauteilen können, je nach verwendetem PBF-LB/M-System, mehrere Tage bis Wochen betragen, sodass es zu einer

entsprechend langen in-situ Warmauslagerung kommen kann. Diese Untersuchung zeigt die Relevanz der Beachtung und Kontrolle der Prozesstemperaturen, um eine robuste Fertigung zu Dies gilt insbesondere im Hinblick auf die Verwendung von gewährleisten. ausscheidungshärtbaren Legierungen mit einem Legierungsgehalt der ausscheidungsbildenden Elemente oberhalb der maximalen Löslichkeit im Festkörper. Bei diesen Legierungen, zu denen auch die in dieser Arbeit untersuchten Al-Mg-Si-Legierungen oder die Al-Mg-Sc-Legierung Scalmalloy zählen, lässt sich eine ungewollte in-situ Überalterung durch eine nachfolgende Wärmebehandlung nicht vollständig korrigieren und das werkstofftechnische Potenzial nicht mehr nutzen. Unabhängig vom Ausscheidungsprozess muss bei der Prozesstemperaturkontrolle das resultierende PBF-LB/M-Gefüge beachtet werden. So hängen die mechanischen Eigenschaften der Legierung AlSi10Mg nach PBF-LB/M-Fertigung vom Auftreten des feinen eutektischen Netzwerks ab. Eine unkontrollierte Temperaturführung während des PBF-LB/M-Prozesses könnte zu einer Auflösung, beziehungsweise einem Ausbleiben, der Bildung dieser Struktur führen, womit sich das Eigenschaftsprofil stark verändern würde. Des Weiteren muss bedacht werden, dass es zu lokalen und zeitlichen Prozesstemperaturgradienten in Abhängigkeit der Bauteilgeometrie und der Platzierung der Bauteile im Bauraum des PBF-LB/M-Systems kommen kann.

5.5.2 Duktilitätssteigernde Wärmebehandlung

Durch ein Glühen bei Temperaturen oberhalb der Auslagerungstemperatur ist es möglich, die Duktilität von Al-Si-Legierungen mit eutektischen Gefügebestandteilen stark zu erhöhen [Ogri02]. Verschiedene Untersuchungen an additiv gefertigten Proben aus der Legierung AlSi10Mg zeigen, dass eine Wärmebehandlung auch für PBF-LB/M-Werkstoffe erfolgreich angewendet werden kann [Sun19, Algh20].

Die Anwendung einer Glühbehandlung zwischen 250 °C und 380 °C an der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 zeigt einen mit der Wärmebehandlungstemperatur steigenden Effekt auf die Kennwerte des quasistatischen Zugversuchs (Bild 5-82). Im as-built-Zustand wird eine 0,2%-Dehngrenze von 388 ± 1 MPa, eine Zugfestigkeit von 472 ± 1 MPa und eine Bruchdehnung von 4,1 ± 0,1 % erreicht. Mit zunehmender Wärmebehandlungstemperatur und –zeit sinken die 0,2%-Dehngrenze und die Zugfestigkeit ab, während die Bruchdehnung zunimmt. Die geringste Festigkeit, bei der gleichzeitig höchsten Bruchdehnung, wird nach einer Wärmebehandlung bei 380 °C für 1 h erreicht. Die 0,2%-Dehngrenze beträgt 111 ± 1 MPa, die Zugfestigkeit 190 ± 1 MPa und die Bruchdehnung 26,7 ± 1,2 %. Das beobachtete Werkstoffverhalten ist damit vergleichbar zu dem nach PBF-LB/M-Fertigung bei einer Plattformtemperatur von 275 °C.



Bild 5-82 Kennwerte des quasistatischen Zugversuchs der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach duktilitätsoptimierender Wärmebehandlung bei verschiedenen Zeiten und Temperaturen

Die Variation der Wärmebehandlungsdauer bei der höchsten Temperatur von 380 °C an Proben nach Fertigung auf dem PBF-LB/M-System Concept Laser M2 (Bild 5-83) bestätigen die steigende Duktilität bei zunehmender Wärmebehandlungsdauer. Die zeitliche Änderung der mechanischen Kennwerte ist bei einer Wärmebehandlung von mehr als einer Stunde jedoch geringer als bei kürzerer Wärmebehandlung. Im Vergleich mit den Proben, die auf dem PBF-LB/M-System SLM 125 gefertigt und anschließend ebenfalls für eine Stunde bei 380 °C wärmebehandelt wurden, fällt auf, dass die Bruchdehnung um 30% geringer ist. Ursächlich ist der abweichende as-built-Zustand, der aus der Verwendung eines anderen PBF-LB/M-Systems, der veränderten Grundplattentemperatur und der Nutzung einer anderen Pulvercharge resultieren kann.



Bild 5-83 Kennwerte des quasistatischen Zugversuchs der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Wärmebehandlung bei 380 °C

Dieses Ergebnis zeigt, dass mittels einer vergleichsweise kurzen und damit wirtschaftlichen Wärmebehandlung die mechanischen Eigenschaften der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 grundlegend geändert werden können und der Werkstoff damit für verschiedene Anwendungen angepasst werden kann.

Die Untersuchung des Gefüges mittels einer WDX-Flächenanalyse an einer Probe im as-built-Zustand (Bild 5-84) und einer Probe nach einem Glühen bei 380 °C für eine Stunde (Bild 5-85) zeigt, dass, anders als bei der Steigerung der Festigkeit mittels Mg2Si-Ausscheidungshärtung, eine Änderung der Struktur der eutektischen Al-Si-Phase auftritt. Wie bereits in den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen sehen, ist das Gefüge der zu Versuchslegierungen im as-built-Zustand durch ein eutektisches Netzwerk geprägt, das einerseits die erzielten Festigkeitseigenschaften ermöglicht, andererseits jedoch auch die Duktilität begrenzt. In der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme (Bild 5-84 (a)) ist das genannte eutektische Netzwerk sichtbar. Zwischen den Stegen des Netzwerks befinden sich einzelne Teilchen. Die Siliziumverteilung (Teilbild (d)) lässt das eutektische Netzwerk ebenfalls deutlich erkennen, da der Siliziumgehalt auf den Stegen des Netzwerkes höher ist als in der umgebenden Matrix. Die Verteilung des Magnesiums zeigt kein geschlossenes Netzwerk, sondern einzelne Teilchen mit erhöhter Konzentration, die sich jedoch bevorzugt am eutektischen Netzwerk bilden. Dies bedeutet, dass nach der PBF-LB/M-Fertigung bei erhöhter Plattformtemperatur bereits zu einer in-situ Ausscheidungsbildung kommt.



Bild 5-84 REM-Aufnahme (a) und WDX Mapping der Legierungselemente Aluminium (b), Magnesium (c) und Silizium (d) der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 im as-built-Zustand im Querschliff. Die REM-Aufnahme zeigt einen abweichenden Gefügebereich der Probe nach Ätzung.

Den Einfluss der gleichen Wärmebehandlung auf den Werkstoff AlSi10Mg haben Lutz et al. untersucht [Lutz20]. Auch bei dieser Legierung kann eine deutliche Änderung der mechanischen Eigenschaften beobachtet werden. Die 0,2%-Dehngrenze reduziert sich von 238 ± 4 MPa auf 127 ± 2 MPa, die Zugfestigkeit von 429 ± 13 MPa auf 228 ± 2 MPa. Die Bruchdehnung steigt hingegen von 5,1 ± 0,9 % auf 20,4 ± 1,2 % an. Eine Messung des Biegewinkels im Plättchenbiegeversuch nach VDA 238-100 ergibt eine Steigerung des Biegewinkel von 16,7 ± 1,2 ° auf 50,7 ± 0,5 °. Die ebenfalls durchgeführte Messung dieses Kennwerts an der Legierung AlSi3,5Mg2,5 zeigt einen Biegewinkel von 26,8 ± 0,7 °im asbuilt-Zustand und 96,5 ± 3,0 ° im wärmebehandelten Zustand [Lutz20]. Die Untersuchungen zeigen, dass sich diese Legierungsvariante im geglühten Zustand somit voraussichtlich gut für den Einsatz in hochdynamisch belasteten Bauteilen, beispielsweise im Automobilbau, eignet. Die bessere Eignung aufgrund der höheren Duktilität ist in diesem Fall auf die geringere Ausprägung des eutektischen Netzwerks im Vergleich zur Referenzlegierung AlSi10Mg zurückzuführen. Basierend auf den ebenfalls angegebenen Kennwerten des quasistatischen Zugversuchs ist anzunehmen, dass der as-built-Zustand der von Lutz et al. untersuchten Proben einen abweichenden Ausscheidungszustand zu den in dieser Wärmebehandlungsentwicklung genutzten Proben aufweist, da die Festigkeit geringer und die Duktilität höher ist. Dies ist vermutlich auf eine geringere Plattformtemperatur durch die Verwendung eines anderen PBF-LB/M-Systems zurückzuführen.





Die Wärmebehandlung bei 380 °C verändert die chemische Verteilung der Elemente Magnesium und Silizium, wie Bild 5-85 zeigt. Bereits in der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme des geätzten Gefüges ist die Umwandlung des Gefüges deutlich sichtbar (Teilbild (a)). Das Netzwerk der eutektischen Phase hat sich vollständig aufgelöst und einzelne Ausscheidungen sind gewachsen. Darüber hinaus sind Löcher mit einer Größe von mehreren Zehntel Nanometern bis etwa 250 nm sichtbar. Diese haben sich vermutlich während des Ätzvorgangs gebildet. Da das Ätzmittel magnesiumreiche Phasen stärker angreift als das eutektische Netzwerk und die Matrix, wird davon ausgegangen, dass sich an dieser Stelle haben. Das entsprechende Ausscheidungen befunden Verteilungsdiagramm der Magnesiumkonzentration, gemessen im ungeätzten Zustand der Probe, zeigt übereinstimmend die Bildung von größeren magnesiumreichen Ausscheidungen, die eine ähnliche Verteilung aufweisen. Ebenso ist eine Sphäroidisierung der Siliziumphasen sichtbar. Darüber hinaus sinken sowohl der Magnesium-, als auch der Siliziumgehalt in der Aluminiummatrix, sodass die Bildung der sphärischen Partikel sowohl auf die Umbildung des Netzwerks, als auch auf eine fortschreitende Ausscheidung aus dem übersättigten Mischkristall zurückzuführen ist. Dieses Ergebnis zeigt, dass noch eine für weitere Ausscheidungsbildung ausreichende Übersättigung des Aluminiummischkristalls vorliegt, obwohl im untersuchten as-built-Zustand die in-situ Ausscheidungsbildung bereits begonnenen hat.

In der Strukturänderung des eutektischen Netzwerks und der Vergröberung der Ausscheidungen ist die Hauptursache für die Zunahme der Duktilität und Abnahme der Festigkeit durch die angewendete Wärmebehandlung zu sehen, was auch durch vergleichbare Untersuchungen an Al-Si-Legierungen bestätigt wird [Li15, Zhan22, Abou15].

6 Zusammenfassung und Ausblick

Zur laseradditiven Fertigung von komplexen Aluminiumbauteilen, werden in der industriellen Praxis, bisher größtenteils Werkstoffe verwendet, die für die Verarbeitung mittels anderer Fertigungsverfahren entwickelt wurden und die werkstofftechnischen Potenziale des PBF-LB/M-Prozesses nicht ausschöpfen. In der vorliegenden Arbeit wird eine neuartige, innovative, prozessoptimierte Aluminiumlegierung für die laseradditive Fertigung im Pulverbett entwickelt und die Prozessführung, zur Einstellung eines weiten Eigenschaftsspektrums für den Einsatz beispielsweise im Automobilbau und der Luft- und Raumfahrt, untersucht.

Ausgehend von der am häufigsten für den PBF-LB/M-Prozess genutzten Aluminiumlegierung AlSi10Mg wird der Siliziumgehalt der Versuchslegierungen reduziert, um eine Steigerung der Duktilität zu ermöglichen. Die damit einhergehende Abnahme der Festigkeit wird über eine Erhöhung des Magnesiumgehalts kompensiert. Durch die Erhöhung des Gehalts auf bis zu 5 Ma% wird die Festphasenlöslichkeit des Aluminiums deutlich überschritten und die Grundlage für eine starke Ausscheidungshärtung gebildet. Die prozessinhärente Schnellerstarrung des PBF-LB/M-Prozesses unterdrückt die Bildung von groben Primärausscheidungen und führt zu einer starken Übersättigung des Gefüges, die eine Einstellung der Gebrauchseigenschaften mittels Ausscheidungshärtung erlaubt.

Es wurden Al-Mg-Si-Legierungen mit einem Siliziumgehalt von 1,5 Ma% bis 3,5 Ma% und einem Magnesiumgehalt von 1,5 Ma% bis 5 Ma% untersucht. Die durchgeführten Prozessparameterstudien bestätigen die Prozesseignung und die Notwendigkeit eines Siliziumgehalts von circa 3 Ma%, um einen rissfreien Aufbau von Proben sicherzustellen. Diese allgemeingültigen Prozessgrenzen lassen sich auf weitere Aluminiumlegierungen übertragen. Der Einfluss des Magnesiumgehalts auf die Rissempfindlichkeit wird mittels thermodynamischer Berechnungen untersucht. Gefügeuntersuchungen an den Versuchslegierungsvarianten und der Abgleich mit parallel gefertigten Proben der Referenzlegierung AlSi10Mg zeigen des Weiteren den Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf das Makrogefüge. Insbesondere die Ausprägung und Zusammensetzung des für laseradditiv verarbeitete Al-Si-Legierungen charakteristischen, eutektischen Netzwerks auf den Korn- und Zellgrenzen wird detailliert betrachtet.

Mit zunehmendem Magnesiumgehalt kann durch Messungen mittels dynamischer Differenzkalorimetrie darüber hinaus eine zunehmende Ausscheidungsbildung der Mg₂Si-

Sequenz nachgewiesen werden, die sich auf die im quasistatischen Zugversuch ermittelte Festigkeit auswirkt. Hierbei ist darauf zu achten, dass sich ein bauhöhenabhängiger Gradient des Ausscheidungszustandes einstellt, da sich sowohl die Auslagerungstemperatur, als auch die Auslagerungsdauer mit zunehmendem Abstand von der Bauplatte ändern. Hiervon betroffen sind auch die in dieser Arbeit verwendeten vertikal aufgebauten Zugproben. Während der Zugprüfung versagt die Probe an der schwächsten Stelle, die in diesem Fall, bedingt durch den Eigenschaftsgradienten über die Bauhöhe, am oberen Ende der Prüflänge, am Übergang zum Probenkopf mit einem größeren Querschnitt, liegt. Für zukünftige Versuche sollte dies berücksichtigt werden und ein homogener Probenzustand sichergestellt werden. Möglich wäre dies durch die Entnahme kleinerer Proben aus identischer Bauhöhe oder den horizontalen Aufbau der Proben. Gleichwohl lassen die erhobenen Daten den Vergleich der verschiedenen Legierungsvarianten zu, da die Baujobs einem vergleichbaren Temperaturzyklus unterlagen und das Versagen bei allen Proben auf ähnlicher Bauhöhe und damit nach ähnlicher in-situ Auslagerungsdauer auftritt.

Diese Ergebnisse zeigen, insbesondere für die Verarbeitung von ausscheidungshärtenden Legierungen, deutlich die Relevanz einer genauen Kontrolle der lokalen Bauteiltemperaturen, die zu starken Eigenschaftsgradienten, in Folge eines Ausscheidungsgradienten, innerhalb des Bauteils führen können. Der oftmals verallgemeinerte as-built-Zustand ist eine Funktion des lokalen Zeit-Temperaturprofils während des Baujobs, das seinerseits von einer Vielzahl von Faktoren beeinflusst wird. So gibt es neben dem Einfluss von geometrieunabhängigen Faktoren, wie beispielsweise den gewählten Prozessparametern, eine starke Änderung des Zeit-Temperaturprofils durch die Geometrie der gefertigten Bauteile, die verwendeten Stützstrukturen und die Belegungsdichte der Bauplattform. Es spielen jedoch auch Faktoren wie die thermischen Widerstände innerhalb des verwendeten PBF-LB/M-Systems eine Rolle.

Die bei der Zugprüfung im as-built-Zustand aufgetreten Abweichungen zwischen Proben, die zu unterschiedlichen Zeiten und auf verschiedenen PBF-LB/M-Systemen gefertigt wurden, zeigen, wie wichtig die durchgängige Kontrolle des Pulverzustands, insbesondere im Hinblick auf eine mögliche Feuchtigkeitsaufnahme ist. Ebenso sollte der Zustand des Lasers und der optischen Komponenten als Werkzeuge des PBF-LB/M-Prozesses überwacht werden.

Eine Möglichkeit, die Homogenität des Ausscheidungszustands zu erhöhen, ist das Absenken der Bauplatten- und Bauteiltemperatur während des PBF-LB/M-Prozesses auf ein Niveau, das keine oder nur sehr geringe Ausscheidungsbildung erlaubt. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit

konnte dies erfolgreich durch den Einsatz einer wassergekühlten Grundplatte, die die Temperatur während des gesamten Fertigungsprozesses auf circa 20 °C begrenzte, demonstriert werden. Beachtet werden müssen hierbei die mit sinkender Bauplattformtemperatur zunehmenden thermisch induzierten Eigenspannungen, die zum Verzug der Bauteile führen können.

Die Ausscheidungshärtung zur Einstellung des gewünschten Eigenschaftsprofils kann sowohl im Anschluss an die additive Fertigung in einem Ofenprozess realisiert werden, als auch in-situ während des PBF-LB/M-Prozesses. Auf ein dem additiven Fertigungsprozess folgendes Lösungsglühen kann und sollte für die betrachteten Legierungen verzichtet werden, da der Gehalt der ausscheidungshärtenden Legierungselemente Magnesium und Silizium oberhalb der maximalen Festphasenlöslichkeit des Aluminiums liegt. Es kann somit keine Erhöhung des Übersättigungszustands für die Ausscheidungshärtung, im Vergleich zur prozessinhärenten Schnellerstarrung während des PBF-LB/M-Prozesses, erzielt werden. Neben den Vorteilen eines höheren Ausscheidungsgehalts mit festigkeitssteigernder Wirkung und einer Verkürzung der Prozesskette durch Wegfall des Lösungsglühens, sinkt auch das Risiko für Bauteilverzug, da mit dem Lösungsglühen auch das anschließende Abschrecken, das üblicherweise in Flüssigkeiten erfolgt, entfällt.

Je nach Anwendung ist es denkbar, dass anstatt einer maximalen Festigkeit eine Erhöhung der Duktilität des Werkstoffs priorisiert wird. Eine dafür geeignete duktilitätssteigernde Wärmebehandlung wurde ebenfalls untersucht. In Abhängig der verwendeten Wärmebehandlungstemperatur und -dauer kann auf diese Weise die Bruchdehnung der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 auf bis zu 26,7 % gesteigert werden. Wie die Untersuchungen zeigen, ist dies mit einer Änderung der im as-built-Zustand dominanten eutektischen Netzwerkstruktur verbunden.

Diese beiden Wärmebehandlungsprozesse zur Steigerung der Festigkeit, beziehungsweise der Duktilität können ebenfalls als in-situ Wärmebehandlung umgesetzt werden. Dies wurde beispielhaft durch Verarbeitung der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 bei verschiedenen Bauplattformtemperaturen zwischen 20 °C und 275 °C gezeigt. Insbesondere diese Untersuchungen tragen zum Verständnis der dabei ablaufenden Gefügeänderungen bei. Alternativ zur vollständigen in-situ Wärmebehandlung kann auch eine Teilintegration erfolgen und die in-situ Wärmebehandlung mit einem anschließenden Ofenprozess kombiniert werden. Neben der Änderung des Ausscheidungs- und Eigenspannungszustands beeinflusst die Bauteiltemperatur jedoch auch das Makrogefüge. In Abhängigkeit der Plattformtemperatur kann es zu veränderten Erstarrungsbedingungen kommen, sodass beispielsweise nach Fertigung bei 275 °C ein feineres Gefüge entsteht als nach Fertigung bei geringeren Temperaturen. Das Gefüge unterscheidet sich somit auch vom Gefüge nach additiver Fertigung bei geringerer Plattformtemperatur und anschließender duktilitätssteigender Wärmebehandlung und kann ohne in-situ Wärmebehandlung nicht erreicht werden. Auch diese Erkenntnisse unterstreichen noch einmal die Relevanz einer genaueren Kontrolle der Bauteiltemperatur zur reproduzierbaren additiven Fertigung qualitativ hochwertiger Bauteile.



Bild 6-1 Diagramm zur Einordnung des mechanischen Eigenschaftsprofils der neuartigen PBF-LB/M-Legierung AlSi3,5Mg2,5 im Vergleich zu konventionell verarbeiteten Knet- und Gusslegierung sowie der oftmals für die additive Fertigung verwendeten Legierung AlSi10Mg und der hochfesten Al-Mg-Sc-Zr-Legierung Scalmalloy nach [Knoo20]

Bild 6-1 erlaubt eine Einordnung der einstellbaren Eigenschaften der Legierung AlSi3,5Mg2,5 im Vergleich zu anderen Aluminiumlegierungen. Verglichen mit der Referenzlegierung AlSi10Mg bietet die entwickelte Legierung AlSi3,5Mg2,5 eine höhere Festigkeit bei zeitgleich höherer Bruchdehnung. Darüber hinaus ist die Einstellung des mechanischen Eigenschaftsprofils in einem großen Bereich durch einen einstufigen, kostengünstigen

Wärmebehandlungsprozess bei geringen Temperaturen und kurzen Zeitdauern möglich. Es konnte somit das anfangs gesetzte Ziel erreicht werden und gezeigt werden, dass eine Erhöhung des Mg₂Si-Gehalts oberhalb der maximalen Löslichkeit im α-Mischkristall, bei laseradditiv gefertigten Proben zu einer Steigerung der Festigkeit genutzt werden kann. Im Vergleich zur Referenzlegierung sind die werkstoffabhängigen Fertigungskosten vergleichbar, da die gleichen Legierungselemente verwendet werden und die erreichbare Aufbaurate im PBF-LB/M-Prozess ähnlich groß ist. Im Vergleich zu Al-Mg-Sc-Zr-Legierungen ist das Produkt aus Festigkeit und Duktilität geringer. Die Materialkosten solcher Legierungen sind durch den Einsatz des Elements Scandium jedoch um ein Vielfaches höher und Seltene Erden werden als kritische Rohstoffe eingestuft [EU20]. Im Vergleich zu konventionellen Aluminiumknetlegierungen zeigt die entwickelte Legierung ebenfalls ein überlegenes mechanisches Eigenschaftsprofil, allem voran auch unter Berücksichtigung, dass hochfeste Knetlegierungen, wie beispielsweise Al-Zn-Mg-Legierungen (EN AW-7xxx), aufgrund von Rissbildung nicht für die laseradditive Fertigung geeignet sind.

Das breite, einstellbare Eigenschaftsspektrum nach additiver Fertigung ermöglicht darüber hinaus die Reduktion der Anzahl der verwendeten Legierungen in einem Betrieb, da die Anforderungen für verschiedene Bauteile mit einer Legierung abgedeckt werden können. Dies ist ein großer Stellhebel für die Erhöhung der Wirtschaftlichkeit, da mit der Reduktion der Anzahl der benötigten Legierungen auch ein reduzierter Aufwand in der Fertigung und hinsichtlich etwaiger Werkstofffreigabeprozesse einhergeht. Darüber hinaus wird in Entwicklungsprozessen die Herstellung von Einzelteilen, beziehungsweise Kleinserien möglich, da keine bauteil- und prozessspezifischen Werkzeuge benötigt werden. Diese Vorteile kommen darüber hinaus nicht erst beim Einsatz in einer Serienfertigung zum Tragen, sondern stärken auch die Rolle des PBF-LB/M-Prozesses als Werkzeug in der Vorserienentwicklung, in dem Eigenschaftsprofile verschiedener Fertigungsprozesse, die später oftmals für eine Großserienfertigung eingesetzt werden, wie beispielsweise Gießen und Schmieden, mit einer Legierung abgebildet werden können. Weitere mögliche Anwendungsbereiche können dem Patent "Verfahren zur Herstellung eines Bauteils aus einer Aluminiumlegierung" [Lutz19] entnommen werden, in das Ergebnisse dieser Arbeit eingeflossen sind.

Für ein tieferes Verständnis der Warmauslagerung zur Eigenschaftseinstellung von stark übersättigten, schnellerstarrten Al-Mg-Si-Legierungen, wie sie erstmals in dieser Arbeit für den PBF-LB/M-Prozess entwickelt wurden, wäre eine Charakterisierung der Mg₂SiAusscheidungssequenz unter Berücksichtigung des lokalen as-built-Ausscheidungszustands mittels Transmissionselektronenmikroskopie und Atomsondentomografie von großem Wert. Dies würde die durchgeführten metallografischen Untersuchungen und DSC-Messungen vorteilhaft ergänzen.

Zur erfolgreichen industriellen Anwendung einer in den PBF-LB/M-Prozess (teil-)integrierten Wärmebehandlung, unter Nutzung der in-situ Ausscheidungsbildung, sollte das an idealisierten Geometrien untersuchte, zeit- und temperaturabhängige Ausscheidungsverhalten mit dem zeitund geometrieabhängigen Temperaturfeld komplexerer Bauteile korreliert werden. Eine Abschätzung des Temperaturfeldes ist über die Kopplung von Prozesssimulationen und Onlineprozessüberwachung des PBF-LB/M-Prozesses denkbar. Ein Beispiel für eine solche Prozessüberwachung ist die ortsaufgelöste Thermografie.

7 Literaturverzeichnis

- [Aboul4] Aboulkhair, N. T.; Everitt, N. M.; Ashcroft, I.; Tuck; C.: *Reducing porosity in AlSi10Mg parts processed by selective laser melting*. Additive Manufacturing, 1-4, 77-86, 2014
- [Abou15] Aboulkhair, N. T.; Tuck, C.; Ashcroft, I.; Maskery, I.; Everitt, N. M.: *On the precipitation hardening of selective laser melted AlSi10Mg*. Metallurgical and Materials Transactions A, 46A, 3337-3341, 2015
- [Abou16] Aboulkhair, N. T.; Maskery, I.; Tuck, C.; Ashcroft, I.; Everitt, N. M.: *The microstructure and mechanical properties of selectively laser melted AlSi10Mg: The effect of a conventional T6-like heat treatment.* Materials Science and Engineering: A, 667, 139-146, 2016
- [Abou19] Aboulkhair, N. T.; Simonelli, M.; Parry, L.; Ashcroft, I.; Tuck, C.; Hague, R.:
 3D printing of Aluminium alloys: Additive Manufacturing of Aluminium alloys using selective laser melting. Progress in Materials Science, 106, 100578, 2019
- [Ahuj14] Ahuja, B.; Karg, M.; Nagulin, K. Y.; Schmidt, M.: Fabrication and Characterization of High Strength Al-Cu Alloys Processed Using Laser Beam Melting in Metal Powder Bed. Physics Proceedia, 56, 135-146, 2014
- [Algh20] Alghamdi, F.; Song, X.; Hadadzadeh, A.; Shalchi-Amirkhiz, B.; Mohammadi,
 M.; Haghshenas, M.: Post heat treatment of additive manufactured AlSi10Mg:
 On silicon morphology, texture and small-scale properties. Materials Science
 & Engineering A, 783, 139296, 2020
- [Ande02] Andersson, J. O.; Helander, T.; Höglund, L.; Shi, P. F.; Sundman, B.: *Thermo-Calc 2019, Computational tools for materials science*. Calphad, 26, 273-312, 2002
- [Ande07] Andersen, S. J.; Marioara, C. D.; Vissers, R.; Frøseth, A.; Zandbergen, H. W.: *The structural relation between precipitates in Al-Mg-Si alloys, the Al-matrix and diamond silicon, with emphasis on the trigonal phase U1-MgAl₂Si₂*. Materials Science and Engineering A, 444, 1-2, 157-169, 2007
- [Asen14] Asensio-Lozano, J.; Suárez-Peña, Vander Voort, G. F.: *Effect of Processing* Steps on the Mechanical Properties and Surface Appearance of 6063 Aluminium Extruded Products. Materials, 7, 4224-4242, 2014

| [Auco18] | Aucott, L.; Huang, D.; Dong, H. B.; Wen, S. W.; Marsden, J.; Rack, A.; Cocks, A. C. F.: <i>A three-stage mechanistic model for solidification cracking during welding of steel</i> . Metallurgical and Materials Transactions A, 49A, 1674-1682, 2018 |
|-----------|--|
| [Aver19] | Aversa, A.; Marchese; G.; Saboori, A.; Bassini, E.; Manfredi, D.; Biamino, S.; Ugues, D.; Fino, P.; Lombardi, M.: <i>New Aluminum Alloys Specifically Designed for Laser Powder Bed Fusion: A Review</i> . Materials, 12, 1007–1025, 2019 |
| [Banh10] | Banhart, J.; Chang, C. S. T.; Liang, Z.; Wanderka, N.; Lay, M. D. H.; Hill, A. J.: <i>Natural Aging in Al-Mg-Si Alloys – A Process of Unexpected Complexity</i> . Advanced Engineering Materials, 12, 17, 559-571, 2010 |
| [Barg12] | Bargel, HJ.; Schulze, G.: Werkstoffkunde, Springer Verlag, Berlin, 2012 |
| [Bele21] | Belelli, F.; Casati, R.; Larini, F.; Riccio, M.; Vedani, M.: <i>Investigation on two Ti-B-reinforced Al alloys for Laser Powder Bed Fusion</i> . Materials Science and Engineering: A, 808, 140944, 2021 |
| [Belo05] | Belov, N. A.; Eskin, D. G.; Aksenov, A. A.: <i>Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminum Alloys</i> , Elsevier Science, Amsterdam, 2005 |
| [Berg08] | Bergström, D.: <i>The Absorption of Laser Light by Rough Metal Surfaces</i> , Dissertation, Luleå University of Technology, Luleå, 2008 |
| [Berg13] | Bergmann, W.: Werkstofftechnik 1: Struktureller Aufbau von Werkstoffen – Metallische Werkstoffe – Polymerwerkstoffe – Nichtmetallisch-anorganische Werkstoffe, Carl Hanser Verlag, München, 2013 |
| [Bert17a] | Bertoli, U. S.; Guss, G.; Wu, S.; Matthews, M. J.; Schoenung, J. M.: <i>In-Situ Characterization of Laser-Powder Interaction and Cooling Rates through High-Speed Imaging of Powder Bed Fusion Additive Manufacturing</i> . Materials & Design, 135, 385-396, 2017 |
| [Bert17b] | Bertoli, U. S.; Wolfer, A. J.; Matthews, M. J.; Delplanque, JP. R.; Schoenung, J. M.: <i>On the linitations of Volumetric Energy Density as a design</i> <i>parameter for Selective Laser Melting</i> . Materials and Design, 113, 331-340, 2017 |
| [Bida18] | Bidare, P.; Bitharas, I.; Ward, R. M.; Attallah, M. M.; Moore, A. J.: <i>Fluid and particle dynamics in laser powder bed fusion</i> . Acta Materialia, 142, 107-120, 2018 |

| [Bidm16] | Bidmeshki, C.; Abouei, V.; Saghafian, H.; Shabestari, S. G.; Noghani, M. T.: <i>Effect of Mn addition on Fe-rich intermetallics morphology and dry sliding wear investigation of hypereutectic Al-17.5%Si alloys.</i> Journal of Materials Research and Technology, 5, 3, 250-258, 2016 |
|----------|---|
| [Bote21] | Botelho Junior, A. B.; Espinosa, D. C. R.; Vaughan, J.; Tenório, J. S. A.: <i>Recovery of scandium from various sources: A critical review of the state of the art and future prospects.</i> Minerals Engineering, 172, 107148, 2021 |
| [Buch11] | Buchbinder, D.; Schleifenbaum, H.; Heidrich, S.; Meiners, W.; Bültmann, J.: <i>High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts</i> . Physics Procedia, 12A, 271-278, 2011 |
| [Buch14] | Buchbinder, D.; Meiners, W.; Pirch, N.; Wissenbach, K.: Investigation on reducing distortion by preheating during manufacture of aluminum components using selective laser melting. Journal of Laser Applications, 26, 2014 |
| [Buha04] | Buha, J.; Munroe, P. R.; Lumley, R. N.; Crosky, A. G.; Hill, A. J.: <i>Positron Studies of Precipitation in 6061 Aluminium Alloy</i> . Proceedings of the 9 th International Conference on Aluminium Alloys, 1028-1033, 2004 |
| [Camp03] | Campbell, J.: Castings, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2003 |
| [Casa18] | Casati, R.; Nasab, M. H.; Coduri, M.; Tirelli, V.; Vedani, M.: <i>Effects of Platform Pre-Heating and Thermal-Treatment Strategies on Properties of AlSi10Mg Alloy Processed by Selective Laser Melting. Metals</i> , 8, 954-965, 2018 |
| [Chan11] | Chang, C. S. T.; Banhart, J.: <i>Low-temperature differential scanning calorimetry of a Al-Mg-Si alloy</i> . Metallurgical and Materials Transactions A, 42, 7, 1960-1964, 2011 |
| [Chan12] | Chang, C. S. T.; Liang, Z.; Schmidt, E.; Banhart, J.: <i>Influence of Mg/Si ratio</i> on the clustering kinetics in Al-Mg-Si alloys. International Journal of Materials Research, 103, 955-961, 2012 |
| [Chen18] | Chen, WC.; Lee, SL.; Tan, AH.: <i>Effect of Pre-Ageing on the Precipitation Behaviors and Mechanical Properties of Al-7Si-Mg Alloys</i> . Journal of Materials Science and Chemical Engineering, 6, 55-67, 2018 |
| | |

| [Chen20] | Chen, H.; Lu, J.; Kong, Y.; Li, K.; Yang, T.; Meingast, A.; Yang, M.; Lu, Q.; Du, Y.: <i>Atomic scale investigation of the crystal structure and interfaces of the B' precipitate in Al-Mg-Si alloys</i> . Acta Materialia, 185, 193-203, 2020 |
|----------|--|
| [Clyn81] | Clyne, T. W.; Davies, G. J.: The influence of composition on solidification cracking susceptibility in binary alloy systems. The British foundryman, 74, 4, 65-73, 1981 |
| [Coch77] | Cochran, C. N.; Belitskus, D. L.; Kinosz, D. L.: Oxidation of Aluminum- Magnesium Melts in Air, Oxygen, Flue Gas and Carbon Dioxide. Metallurgical Transactions B, 8B, 323-332, 1977 |
| [Coda20] | Coday, M. M.: <i>In-situ x-ray imaging of the selective laser melting process</i> , Masterthesis, Missouri University of Science and Technology, Rolla, 2020 |
| [Cord20] | Cordova Gonzalez, L.: <i>Exploring the influence of powder properties and handling on the selective laser melting process</i> , Dissertation, University of Twente, Enschede, 2020 |
| [Cuni10] | Cuniberti, A.; Tolley, A.; Castro Riglos, M. V.; Giovachini, R.: <i>Influence of natural aging on the precipitation hardening of an AlMgSi alloy</i> . Materials Science and Engineering A, 527, 5307-5311, 2010 |
| [Cunn17] | Cunningham, R.; Nicolas, A.; Madsen, J.; Fodran, E.; Anagnostou, E.; Sangid, M. D.; Rollett, A. D.: <i>Analyzing the effects of powder and postprocessing on porosity and properties of electron beam melted Ti-6Al-4V</i> . Materials Research Letters, 5, 7, 516-525, 2017 |
| [Dadb18] | Dadbakhsh. S.; Mertens, R.; Vanmeensel, K.; Vleugels, J.; Van Humbeeck, J.; Kruth, JP.: <i>In situ alloying and reinforcing of Al6061 during selective laser melting</i> . Procedia CIRP 10 th CIRP Conference on Photonic Technologies LANE, 74, 39-43, 2018 |
| [DeGe06] | De Geuser, F.; Lefebvre, W.; Blavette, D.: <i>3D atom probe study of solute atoms clustering during natural ageing and pre-ageing of an Al-Mg-Si alloy.</i> Philosopical Magazine Letters, 86, 4, 227-234, 2006 |
| [Ding18] | Ding, L.; Jia, Z.; Nie, JF.; Weng, Y.; Cao, L.; Chen, H.; Wu, X.; Liu, Q.: <i>The structural and compositional evolution of precipitates in Al-Mg-Si-Cu alloy.</i> Acta Materialia, 145, 437-450, 2018 |
| [Dins04] | Dinsdale, A. T.; Quested, P. N.: <i>The viscosity of aluminium and its alloys – A review of data and models</i> . Journal of Materials Science, 39, 7221-7228, 2004 |

| [Doan02] | Doan, L. C.; Nakai, K.; Matsuura, Y.; Kobayashi, S.; Ohmori, Y.: <i>Effects of Excess Mg and Si on the Isothermal Aging Behaviours in the Al-Mg2Si Alloys</i> . Materials Transactions, 43, 6, 1371 - 1380, 2002 |
|----------|--|
| [Dumi18] | Dumitraschkewitz, P.; Gerstl, S. A. S.; Stephenson, L. T.; Uggowitzer, P. J.; Pogatscher, S.: <i>Clustering in Age-Hardenable Aluminum Alloys</i> . Advanced Engineering Materials, 20, 10, 1800255, 2018 |
| [Dutt91] | Dutta, I.; Allen, S. M.: A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061. Journal of Materials Science Letters, 10, 323-326, 1991 |
| [Edwa98] | Edwards, G. A.; Stiller, K.; Dunlop, G. L.; Couper, M. J.: <i>The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys</i> . Acta Materialia, 46, 11, 3893 - 3904, 1998 |
| [Engl19] | Engler, O.; Marioara, C. D.; Aruga, Y.; Kozuka, M.; Myhr, O. R.: <i>Effect of natural ageing or pre-ageing on the evolution of precipitate structure and strength during age hardening of Al-Mg-Si alloy AA 6016</i> . Materials Science and Engineering A, 759, 520-529, 2019 |
| [EU19] | Europäische Kommission: Der europäische Grüne Deal, 2019 |
| [EU20] | Europäische Kommission: Widerstandsfähigkeit der EU bei kritischen Rohstoffen: Einen Pfad hin zu größerer Sicherheit und Nachhaltigkeit abstecken, Mitteilung der Kommission an das europäische Parlament, den Rat, den europäischen Wirtschafts- und Sozialausschuss und den Ausschuss der Regionen, 2020 |
| [Frøs03] | Frøseth, A. G.; Høier, R.; Derlet, P. M.; Andersen, S. J.; Marioara, C. D.: <i>Bonding in MgSi and AlMgSi Compounds Relevant to AlMgSi Alloys</i> . Physical Review B, 67, 22, 224106, 2003 |
| [Fu20] | Fu, J.; Yang, Z.; Deng, Y.; Wu, Y.; Lu, J.: Influence of Zr addition on precipitation evolution and performance of Al-Mg-Si alloy conductor. Materials Characterization, 159, 110021, 2020 |
| [Gao02] | Gao, R. Q.; Stiller, K.; Hansen, V.; Oskarsson, A.; Danoix, F.: Influence of Aging Conditions on the Microstructure and Tensile Strength of Aluminium Alloy 6063. Materials Science Forum, 396-402, 1211-1216, 2002 |
| [Gebh16] | Gebhardt, A.: Additive Fertigungsverfahren – Additive Manufacturing und 3D-Drucken für Prototyping – Tooling - Produktion, Carl Hanser Verlag, München, 2016 |

| [Gott14] | Gottstein, G.: Materialwissenschaften und Werkstofftechnik – Physikalische Grundlagen, Springer Verlag, Berlin, 2014 |
|----------|---|
| [Goya19] | Goyal, V.; Ravi, R.; Bakshi, S. R.; Soni, P. R.: Development and Mechanical Properties of In Situ Al ₃ Ti-Reinforced Nanostructures AA6061 via Mechanical Alloying. Journal of Materials Engineering and Performance, 28, 117-122, 2019 |
| [Gree00] | Greer, A. L.; Bunn, A. M.; Tronche, A.; Evans, P. V.; Bristow, D. J.: Modelling of inoculation of metallic melts: Application to grain refinement of aluminium by Al–Ti–B. Acta Materialia, 48, 11, 2823-2835, 2000 |
| [Gu09] | Gu, D.; Shen, Y.: Balling phenomena in direct laser sintering of stainless steel powder: Metallurgical mechanisms and control methods. Materials and Design, 30, 2903-2910, 2009 |
| [Gupt01] | Gupta, A. K.; Lloyd, D. J.; Court, S. A.: <i>Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si</i> . Materials Science and Engineering A, 316, 11 - 17, 2001 |
| [Gust86] | Gustafsson, G.; Thorvaldssons, T; Dunlop, G. L.: <i>The influence of Fe and Cr on the microstructure of cast Al-Si-Mg alloys</i> . Metallurgical Transactions A, 17A, 45-52, 1986 |
| [Hada18] | Hadadzadeh, A.; Amirkhiz, B. S.; Li, J.; Mohammadi, M.: Columnar to equiaxed transition during direct metal laser sintering of AlSi10Mg alloy: Effect of building direction. Additive Manufacturing, 23, 121-131, 2018 |
| [Hast09] | Hasting, H. S.; Frøseth, A. G.; Andersen, S. J.; Vissers, R.; Walmsley, J. C.; Marioara, C. D.; Danoix, F.; Lefebvre, W.; Holmestad, R.: <i>Composition of</i> β ["] <i>precipitates in Al-Mg-Si alloys by atom probe tomography and first principles calculations</i> . Journal of Applied Physics, 106, 123527, 2009 |
| [Hatc84] | Hatch, J. E.: <i>Aluminum: Properties and Physical Metallurgy</i> , ASM International, Ohio, 1984 |
| [Heng19] | Hengsbach, F.; Weiss, O.; Gierse, J.; Ahlers, D.; Hoyer, P.; Zissing, H.; Tröster, T.; Schaper, M.: <i>Innovative infrared heating technology utilized for</i> <i>selective laser melting of medium carbon alloys</i> . Konferenzbeitrag, European congress and exhibition on advanced materials and processes EuroMat2019, Stockholm, 05.09.2019 |

201

[Henn20] Henning, F.; Moeller, E.: Handbuch Leichtbau – Methoden, Werkstoffe, Fertigung, Carl Hanser Verlag, München, 2020 [Hirs14] Hirsch, J.: Recent development in aluminium for automotive applications. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 24, 1995-2002, 2014 [Horn19] Hornbogen, E.; Eggeler, G.; Werner, E.: Werkstoffe: Aufbau und Eigenschaften von Keramik-, Metall-, Polymer- und Verbundwerkstoffen, Springer Verlag, Berlin, 2019 [Hüge04] Hügel, H.; Dausinger, F.: 1.1 Fundamentals of laser-induced processes in Landolt-Börnstein - Group VIII Advanced Materials and Technologies 1C (Laser Applications), Springer Verlag, Berlin, 2004 [Hyer21] Hyer, H.; Zhou, L.; Mehta, A.; Sohn, Y.: Effects of Alloy Composition and Solid-State Diffusion Kinetics on Powder Bed Fusion Cracking Susceptibility. Journal of Phase Equilibria and Diffusion, 42, 5-13, 2021 [Illi20] Illies, O.: Simulationsbasierte thermische Analyse zur Anpassung der Hatching-Strategie beim selektiven Laserstrahlschmelzen, Dissertation, Universität Bremen, Bremen, 2020 [Ilsc10] Ilschner, B.; Singer, R. F.: Werkstoffkunde und Fertigungstechnik – Eigenschaften Vorgänge, Technologien, Springer Verlag, Berlin, 2010 Jaradeh, M.; Carlberg, T.: Effect of titanium additions on the microstructure [Jara05] of DC-cast aluminium alloys. Materials Science and Engineering: A, 413-414, 277-282, 2005 [Karg14] Karg, M.; Ahuja, B.; Kuryntsev, S.; Gorunov, A.; Schmidt, M.: Processability of high strength Aluminium-Copper alloys AW-2022 and 2024 by Laser Beam Melting in Powder Bed. Proceedings of 25th Solid Freeform Fabrication Symposium, Austin, 2014. [Karg17] Karg, M. C. H.; Ahuja, B.; Wiesenmayer, S.; Kuryntsev, S. V.; Schmidt, M.: Effects of Process Conditions on the Mechanical Behavior of Aluminium Wrought Alloy EN AW-2219 (AlCu6Mn) Additively Manufactured by Laser Beam Melting in Powder Bed. Micromachines, 8, 1, 23, 2017 [Kauf16] Kaufmann, N.; Imran, M.; Wischeropp, T.M.; Emmelmann, C.; Siddique, S.; Walther, F.: Influence of process parameters on the quality of aluminium alloy EN AW 7075 using selective laser melting (SLM). Physics Procedia, 83, 918 -926, 2016

| [Kemp15] | Kempen, K.: Expanding the materials palette for Selective Laser Melting of metals, Dissertation, Katholieke Universiteit Leuven, Leuven, 2015 |
|----------|--|
| [Khai16] | Khairallah, S. A.; Anderson, A. T.; Rubenchik, A.; King, W. E.: Laser powder- bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter and denudation zones. Acta Materialia, 108, 36-45, 2016 |
| [Knoo20] | Knoop, D.; Lutz, A.; Mais, B.; von Hehl, A.: <i>A Tailored AlSiMg Alloy for Laser Powder Bed Fusion</i> . metals, 10, 514, 2020 |
| [Koep19] | Koepf, J.A.; Soldner, D.; Ramsperger, M.; Mergheim, J.; Markl, M.; Körner, C.: <i>Numerical microstructure prediction by a coupled finite element cellular automaton model for selective electron beam melting</i> . Computational Materials Science, 162, 148-155, 2019 |
| [Körn16] | Körner, C.: Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting – a review. International Materials Reviews, 61, 5, 361-377, 2016 |
| [Kou03a] | Kou, S.: Welding Metallurgy, John Wiley & Sons, Hoboken, 2003 |
| [Kou03b] | Kou, S.: Solidification and Liquation Cracking Issues in Welding. JOM, 55, 37-42, 2003 |
| [Kou15a] | Kou, S.: <i>A criterion for cracking during solidification</i> . Acta Materialia, 88, 366-374, 2015 |
| [Kou15b] | Kou, S.: A Simple Index for Predicting the Susceptibility to Solidification Cracking. Welding Journal, 94, 374-388, 2015 |
| [Kout18] | Koutny, D.; Palousek, D.; Pantelejev, L.; Hoeller, C.; Pichler, R.; Tesicky, L.; Kaiser, J.: <i>Influence of Scanning Strategies on Processing of Aluminium Alloy</i> <i>EN AW 2618 Usind Selective Laser Melting</i> . Materials, 14, 11, 2018 |
| [Kurz98] | Kurz, W.; Fisher, D.J.: Fundamentals of Solidification, Trans Tech Publications, Zürich, 1998 |
| [Lale23] | Laleh, M.; Sadeghi, E.; Revilla, R. I.; Chao, Q.; Haghdadi, N.; Hughes, A. E.; Xu, W.; De Graeve, I.; Qian, M.; Gibson, I.; Tan, M. Y.: <i>Heat treatment for metal additive manufacturing</i> . Progress in Materials Science, 133, 101051, 2023 |
| [Lay12] | Lay, M. D. H.; Zurob, H. S.; Hutchinson, C. R.; Bastow, T. J.; Hill, A. J.: <i>Vacancy Behavior and Solute Cluster Growth During Natural Aging of an Al-</i> <i>Mg-Si Alloy.</i> Metallurgical and Materials Transactions A, 43, 4507-4513, 2012 |
|----------|--|
| [Leud13] | Leuders, S.; Thöne, M.; Riemer, A.; Niendorf, T.; Tröster, T.; Richard, H. A.; Maier, H. J.: On the mechanical behavior of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance. International Journal of Fatigue, 48, 300-307, 2013 |
| [Li15] | Li, X. P.; Wang, X. J.; Saunders, M.; Suvorova, A.; Zhang, L. C.; Liu, Y. J.; Fang, M. H.; Huang, Z. H.; Sercombe, T. B.: <i>A selective laser melting and solution heat treatment refined Al-12Si alloy with a controllable ultrafine eutectic microstructure and 25 % tensile ductility</i> . Acta Materialia, 95, 74-82, 2015 |
| [Lian10] | Liang, Z.; Chang, C. S. T.; Wanderka, N.; Banhart, J.; Hirsch, J.: <i>The Effect</i> of Fe, Mn and Trace Elements on Precipitation in Al-Mg-Si Alloy. Proceedings of the 12 th International Conference on Aluminium Alloys, 492-497, 2010 |
| [Lin89] | Lin, R. Y.; Hoch, M.: <i>The Solubility of Hydrogen in Molten Aluminum All</i> oys. Metallurgical Transactions A, 20A, 1785-1791, 1989 |
| [Lipp15] | Lippold, J. C.: Welding Metallurgy and Weldability, John Wiley & Sons, Hoboken, 2015 |
| [Lity06] | Lityñska, L.; Abou-Ras, D.; Kostorz, G.; Dutkiewicz, J.: <i>TEM and HRTEM study of Al₃Zr precipitates in an Al-Mg-Si-Zr alloy</i> . Journal of Microscopy, 223,3, 182-184, 2006 |
| [Liu14] | Liu, Z.; Rakita, M.; Wang, X.; Xu, W.; Han, Q.: In situ formed Al ₃ Ti particles in Al alloy matrix and their effects on the microstructure and mechanical properties. Journal of Materials Research, 29, 1354-1361, 2014 |
| [Liu15] | Liu, J.; Kou, S.: <i>Effect of diffusion on susceptibility cracking during solidification</i> . Acta Materialia, 100, 359-368, 2015 |
| [Liu17] | Liu, J.; Kou, S.: Susceptibility of ternary aluminum alloys to cracking during solidification. Acta Materialia, 125, 513-523, 2017 |
| [Louv11] | Louvis, E.; Fox, P.; Sutcliffe, C. J.: Selective laser melting of aluminium components. Journal of Materials Processing Technology, 211, 275-284, 2011 |

| [Lu05] | Lu. L.; Dahle, A. K.: Iron-rich intermetallic phases and their role in casting defect formation in hypoeutectic Al-Si alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, 36A, 819-835, 2005 |
|----------|---|
| [Lutz19] | Lutz, A.; Knoop, D.; Mais, B.; Caba, S.; Hillebrecht, M.; Jäger, S.: Verfahren zur Herstellung eines Bauteils aus einer Aluminiumlegierung (DE10 2019 214 740 B3). Deutsches Patent- und Markenamt, 2019 |
| [Lutz20] | Lutz, A.; Huber, L.; Emmelmann, C.: <i>Strain-rate dependent material properties of selective laser melted AlSi10Mg and AlSi3,5Mg2,5</i> . Materials Testing, 62, 6, 573–583, 2020 |
| [Ma14] | Ma, P.; Prashanth, K. G.; Scudino, S.; Jia, Y.; Wang, H; Zou, C.; Wei, Z.; Eckert, J.: <i>Influence of Annealing on Mechanical Properties of Al-20Si Processed by Selective Laser Melting</i> . Metals, 4, 28 - 36, 2014 |
| [Maam18] | Maamoun, A. H.; Xue, Y. F.; Elbestawi, M. A.; Veldhuis, S. C.: Effect of Selective Laser Melting Process Parameters on the quality of Al Alloy Parts: Powder Characterization, Density, Surface Roughness and Dimensional Accuracy. Materials, 11, 2342, 2018 |
| [Maam19] | Maamoun, A. H.; Xue, Y. F.; Elbestawi, M. A.; Veldhuis, S. C.: <i>The Effect of Selective Laser Melting Process Parameters on the Microstructure and Mechanical Properties of Al6061 and AlSi10Mg Alloys</i> . Materials, 12, 12, 2019 |
| [Magn01] | Magnusson, T.; Arnberg, L.: <i>Density and Solidification Shrinkage of Hypoeutectic Aluminum-Silicon Alloys</i> . Metallurgical and Materials Transactions A, 32A, 2605-2613, 2001 |
| [Male12] | Malekan, A.; Emamy, M.; Rassizadehghani, J.; Malekan, M.: Effect of Isothermal Holding on semisolid Microstructure of Al-Mg2Si Composites. ISRN Metallurgy, 631096, 2012 |
| [Mart17] | Martin, J. H.; Yahata, B. D.; Hundley, J. M.; Mayer, J. A.; Schaedler, T. A.; Pollock, T. M.: <i>3D printing of high strength aluminium alloys</i> . Nature, 549, 365 - 369, 2017 |
| [Mart20] | Martin, J. H.; Yahata, B.; Mayer, J.; Mone, R.; Stonkevitch, E.; Miller, J.; O'Masta, M. R.; Schaedler, T.; Hundley, J.; Callahan, P.; Pollock, T.: <i>Grain refinement mechanisms in additively manufactured nanofunctionalized aluminum</i> . Acta Materialia, 200, 1022-1037, 2020 |

| [Mats00] | Matsuda, K.; Sakaguchi, Y.; Miyata, Y.; Uetani, Y.; Sato, T.; Kamio, A.; Ikeno, S.: <i>Precipitation sequence of various kinds of metastable phases in Al-</i> <i>1.0 mass% Mg₂Si-0.4 mass% Si alloy</i> . Journal of Materials Science, 35, 179- 189, 2000 |
|----------|---|
| [Mein99] | Meiners, W.: Direktes Selektives Laser Sintern einkomponentiger metallischer Werkstoffe, Dissertation, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Aachen, 1999 |
| [Merc06] | Mercelis, P.; Kruth, JP.: Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting. Rapid Prototyping Journal, 12, 254-265, 2006 |
| [Mond76] | Mondolfo, L. F.: <i>Aluminum Alloys: Structure and Properties</i> , Butterworth & Co Ltd, London, 1976 |
| [Mont16] | Montero, M.L.; Mertens, R.; Vrancken, B.; Wang, X.; van Hooreweder, B.; Kruth, JP.; van Humbeeck, J.: <i>Changing the alloy composition of Al7075 for better processability by selective laser melting</i> . Journal of Materials Processing Technology, 238, 437-445, 2016 |
| [Mugi04] | Mugica, G. W.; Tovio, D. O.; Cuyas, J. C.; González, A. C.: <i>Effect of Porosity</i> on the Tensile Properties of Low Ductility Aluminum Alloys. Materials Research, 7, 2, 221-229, 2004 |
| [Mura99] | Murayama, M.; Hono, K.: Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys. Acta Materialia, 47, 5, 1537-1548, 1999 |
| [Nose16] | Noseda Grau, V.; Cuniberti, A.; Tolley, A.; Castro Riglos, V.; Stipcich, M.: <i>Solute clustering behavior between 293 K and 373 K in a 6082 Aluminum alloy</i> . Journal of Alloys and Compounds, 684, 481-487, 2016 |
| [Ogri02] | Ogris, E.; Wahlen, A.; Lüchinger, H.; Uggowitzer, P. J.: On the silicon spheroidization in Al-Si alloys. Journal of Light Metals, 2, 263-269, 2002 |
| [Okam16] | Okamoto, H.; Schlesinger, M. E.; Mueller, E. M.: ASM Handbook Volume 3 Alloy Phase Diagrams, ASM International, Ohio, 2016 |
| [Olak13] | Olakanmi, E. O.: Selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of pure Al, Al- Mg, and Al-Si powder: Effect of processing conditions and powder properties. Journal of Materials Processing Technology, 213, 1387-1405, 2013 |
| [Oste14] | Ostermann, F.: Anwendungstechnologie Aluminium, Springer Verlag, Berlin, 2014 |

| [Oste15] | Osten, J.; Milkereit, B.; Schick, C.; Kessler, O.: <i>Dissolution and precipitation behaviour during continuous heating of Al-Mg-Si alloys in a wide range of heating rates</i> . Materials, 8, 2830-2848, 2015 |
|----------|---|
| [Over03] | Over, C.: Generative Fertigung von Bauteilen aus Werkzeugstahl X38CrMoV5-1 und Titan TiAl6V4 mit "Selective Laser Melting". Berichte aus der Lasertechnik, Dissertation RWTH Aachen, Shaker Verlag, Aachen, 2003 |
| [Pabe11] | Pabel, T.; Bozorgi, S.; Kneißl, C.; Haberl, K.; Schumacher, P.: Warmrissneigung bei Aluminiumgusslegierungen in Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung. Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, 156, 7, 261-268, 2011 |
| [Palm20] | Palm. F.; Bärtl, M.; Schimbäck, D.; Maier, A.: New tailored high strength & ductile Al-alloys for laser powderbed fusion (LPB-F), 11 th CIRP Conference on Photonic Technologies LANE, 2020 |
| [Polm17] | Polmear, I.; StJohn, D.; Nie, JF.; Qian, M.: Light Alloys – Metallurgy of Light Metals, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2017 |
| [Pras17] | Prashanth, K. G.; Scudino, S.; Maity, T.; Das, J.; Eckert, J.: Is the energy density a reliable parameter for materials synthesis by selective laser melting?. Materials Research Letters, 5, 6, 386-390, 2017 |
| [Qi19] | Qi, T.; Zhu, H.; Zeng, X.; Yin, J.: <i>Effect of Si content on the cracking behavior of selective laser melted Al7075</i> . Rapid Prototyping Journal, 25, 10, 1592-1600, 2019 |
| [Rao16] | Rao, H.; Giet, S.; Yang, K.; Wu, X.; Davies, C. H. J.: <i>The influence of processing parameters on aluminium alloy A357 manufactured by Selective Laser Melting</i> . Materials and Design, 109, 334-346, 2016 |
| [Rapp99] | Rappaz, M.; Drezet, JM.; Gremaud, M.: <i>A new hot-tearing criterion</i> . Metallurgical and Materials Transactions A, 30A, 449-455, 1999 |
| [Rasc20] | Rasch, M.; Heberle, J.; Dechet, M. A.; Bartels, D.; Gotterbarm, M. R.; Klein, L.; Gorunov, A.; Schmidt, J.; Körner, C.; Peukert, W.; Schmidt, M.: <i>Grain Structure Evolution of Al-Cu Alloys in Powder Bed Fusion with Laser Beam for Excellent Mechanical Properties</i> . Materials, 13, 82, 13010082, 2020 |
| [Rehm10] | Rehme, O.: <i>Cellular Design for Laser Freeform Fabrication</i> , Dissertation TU Hamburg, Cuvillier Verlag, Göttingen, 2010 |

- [Reic98] Reich, L.; Murayama, M.; Hono, K.: Evolution of Ω phase in an Al-Cu-Mg-Ag alloy – A three-dimensional atom probe study. Acta Materialia, 46, 6053 -6062, 1998
- [Resc16] Reschetnik, W.; Brüggemann, J.-P.; Aydinöz, M. E.; Grydin, O.; Hoyer, K. –
 P.; Kullmer, G.; Richard, H. A.: *Fatigue crack growth behavior and mechanical properties of additively processed EN AW-7075 aluminium alloy.* Procedia Structural Integrity, 2, 3040-3048, 2016
- [Rien21] Riener, K.; Oswald, S.; Winkler, M.; Leichtfried, G. J.: Influence of storage conditions and reconditioning of AlSi10Mg powder on the quality of parts produced by laser powder bed fusion (LPBF). Additive Manufacturing, 39, 101896, 2021
- [Romb05] Rombouts, L.; Froyen, L.; Gusarov, A. V.; Bentefour, E. H.; Glorieux, C.: *Photopyroelectric measurement of thermal conductivity of metallic powders*. Journal of Applied Physics, 97, 024905, 2005
- [Rowo18] Rowolt, C.; Milkereit, B.; Gebauer, M.; Seidel, C.; Müller, B.; Kessler, O.: In-Situ Phase Transition Analysis of Conventional and Laser Beam Melted AlSi10Mg and X5CrNiCuNb16-4 Alloys. Journal of Heat Treatment Materials, 73, 6, 317-333, 2018
- [Sabz20] Sabzi, H. E.; Aboulkhair, N. T.; Liang, X.; Li, X.-H.; Simonelli, M.; Fu, H.; Rivera-Díaz-del-Castillo: Grain refinement in laser powder bed fusion: The influence of dynamic recrystallization and recovery. Materials and Design, 196, 109181, 2020
- [Sama06] Samaras, S. N.: Modelling of microstructure evolution during precipitation processes: a population balance approach of the KWN model. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, 14, 1271 - 1292, 2006
- [Schu19] Schulze, D.: *Pulver und Schüttgüter Fließeigenschaften und Handhabung*, Springer Verlag, Berlin, 2019
- [Seyd18] Seyda, V.: Werkstoff- und Prozessverhalten von Metallpulvern in der laseradditiven Fertigung, Springer Vieweg, Berlin, 2018
- [Shab02] Shabestari, S. G.; Mahmudi, M.; Emamy, M.; Campbell, J.: *Effect of Mn and Sr on intermetallics in Fe-rich eutectic Al-Si alloy*. International Journal of Cast Metals Research, 15, 1, 17-24, 2002

| [Shi18] | Shi, Y.; Yang, K.; Kairy, S.K; Palm, F.; Wu, X.; Rometsch, P. A.: <i>Effect of platform temperature on the porosity, microstructure and mechanical properties of an Al–Mg–Sc–Zr alloy fabricated by selective laser melting.</i> Materials Science and Engineering: A, 732, 41-52, 2018 |
|-----------|---|
| [Shor70] | Shore, R. J.; McCauley, R. B.: <i>Effects of Porosity on High Strength Aluminum</i> 7039. Welding Research Supplement, 49, 7, 311-321, 1970 |
| [Smit18] | Smith, N.; Kvithyld, A.; Tranell, G.: <i>The mechanism behind the oxidation protection of high Mg Al alloys with beryllium</i> . Metallurgical and Materials Transactions B, 49B, 2846-2857, 2018 |
| [Smit19] | Smith, N.: <i>Methods of Oxidation Inhibition for Al-Mg Alloy</i> , Dissertation, Norwegian University of Science and Technology NTNU, Trondheim, 2019 |
| [Soys21] | Soysal, T.: <i>A criterion to find crack-resistant aluminium alloys to avoid solidification cracking</i> . Science and Technology of Welding and Joining, 26, 2, 99-105, 2021 |
| [Spea16] | Spears, T. G.; Gold, S. A.: <i>In-process sensing in selective laser melting (SLM)</i> <i>additive manufacturing</i> . Integrating Materials and Manufacturing Innovation, 5, 2, 2016 |
| [Spie11] | Spierings, A.B.; Herres, N.; Levy, G.: Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts. Rapid Prototyping Journal, 17, 3, 195 - 202, 2011 |
| [Spie16] | Spierings, A. B.; Dawson, K.; Voegtlin, M.; Palm, F.; Uggowitzer, P. J.: Microstructure and mechanical properties of as-processed scandium- modified aluminium using selective laser melting. CIRP Annals – Manufacturing Technology, 65, 213-216, 2016 |
| [Spie17a] | Spierings, A. B.; Dawson, K.; Kern, K.; Palm, F.; Wegener, K.: <i>SLM-processed Sc- and Zr- modified Al-Mg alloy: Mechanical properties and microstructural effects of heat treatment</i> . Materials Science & Engineering A, 701, 264 - 273, 2017 |
| [Spie17b] | Spierings, A. B.; Dawson, K.; Heeling, T.; Uggowitzer, P.J.; Schäublin, R.; Palm, F.; Wegener, K.: <i>Microstructural features of Sc- and Zr- modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting</i> . Materials and Design, 115, 52 - 63, 2017 |
| | |

| [Sun19] | Sun, J.; Qiu, L.; Wang, F.; Yang, Y.; Guo, L.: A new modification of eutectic Si in selective laser melted AlSi10Mg. Materials Science and Technology, 35, 6, 709-715, 2019 |
|----------|---|
| [Tagh18] | Taghiabadi, R.; Fayegh, A.; Pakbin, A.; Nazari, M.; Ghoncheh, M. H.: <i>Quality index and hot tearing susceptibility of Al-7Si-0.35Mg-xCu alloys</i> . Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 28, 7, 1275-1286, 2018 |
| [Taka20] | Takata, N.; Liu, M.; Kodaira, H.; Suzuki, A.; Kobashi, M.: Anomalous strengthening by supersaturated solid solutions of selectively laser melted Al-Si-based alloys. Additive Manufacturing, 33, 101152, 2020 |
| [Tale98] | Taleff, E. M.; Henshall, G. A.; Nieh, T. G.; Lesuer, D. R.; Wadsworth, J.: <i>Warm-Temperature Tensile Ductility in Al-Mg Alloys</i> . Metallurgical and Materials Transactions A, 29A, 1081-1091, 1998 |
| [Tang16] | Tang, M.; Pistorius, P. C.; Narra, S.; Beuth, J. L.: <i>Rapid Solidification: Selective Laser Melting of AlSi10Mg.</i> JOM The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 68, 960–966, 2016 |
| [Tang17] | Tang, M.; Pistorius, P. C.: Oxides, porosity and fatigue performance of AlSi10Mg parts produced by selective laser melting. International Journal of Fatigue, 94, 192-201, 2017 |
| [Tay104] | Taylor, J. A.: <i>The effect of iron in Al-Si casting alloys</i> . Proceedings of the 35 th Australian Foundry Institute National Conference, 148-157, 2004 |
| [Ther19] | Thermo-Calc Software AB: <i>TCAL5 Aluminiumdatenbank Version 5.1</i> , Solna, 2019 |
| [Teic12] | Teichmann, K.; Marioara, C. D.; Andersen, S.; Marthinsen, K.: <i>The Effect of Preaging Deformation on the Precipitation Behavior of an Al-Mg-Si Alloy.</i> Metallurgical and Materials Transactions A, 43, 4006-4014, 2012 |
| [Thij13] | Thijs, L.; Kempen, K.; Kruth, JP., Van Humbeeck, J: <i>Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder</i> . Acta Materialia, 61, 1809-1819, 2013 |
| [Trev17] | Trevisan, F.; Calignano, F.; Lorusso, M.; Pakkanen; J.; Avera, A.; Ambrosio, E. P.; Lombardi, M.; Fino, P.; Manfredi, D.: <i>On the Selective Laser Melting (SLM) of the AlSi10Mg Alloy: Process, Microstructure and Mechanical Properties.</i> Materials, 10, 76, 2017 |

| [Tsao06] | Tsao, CS.; Chen, CY.; Jeng, US.; Kuo, TY-: <i>Precipitation kinetics and transformation of metastable phases in Al-Mg-Si alloys</i> . Acta Materialia, 54, 17, 4621-4631, 2006 |
|----------|---|
| [Tsur20] | Tsuru, T.; Shimizu, K.; Yamaguchi, M.; Itakura, M.; Ebihara, K.; Bendo, A.; Matsuda, K.; Toda, H.: <i>Hydrogen-accelerated spontaneous microcracking in</i> <i>high-strength aluminum alloys</i> . Nature Scientific Reports, 10, 1998, 2020 |
| [Uddi18] | Uddin, S. Z.; Murr, L. E.; Terrazas, C. A.; Morton, P.; Roberson, D. A.; Wicker, R. B.: <i>Processing and characterization of crack-free aluminum 6061 using high-temperature heating in laser powder bed fusion additive manufacturing</i> . Additive Manufacturing, 22, 405-415, 2018 |
| [UN15] | United Nations: Paris Agreement, 2015 |
| [Uyma07] | Uyma, F.: Untersuchungen auf dem Gebiet der Al-Mg-Si- und Al/Mg ₂ Si-in- situ Legierungen, Dissertation, Technische Universität Bergakademie Freiberg, Freiberg, 2007 |
| [Uzan17] | Uzan, N. E.; Shneck, R.; Yeheskel, O.; Frage, N.: <i>Fatigue of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing selective laser melting (AM-SLM)</i> . Materials Science and Engineering: A, 704, 229–237, 2017 |
| [Uzan18] | Uzan, N. E.; Ramati, S.; Shneck, R.; Frage, N.; Yeheskel, O.: On the effect of shot-peening on fatigue resistance of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing using selective laser melting (AM-SLM). Additive Manufacturing, 21, 485-464, 2018 |
| [VanC21] | Van Cauwenbergh, P.; Samee, V.; Thijs, L.; Nejezchlebová, J.; Sedlák, P.; Iveković, A.; Schryvers, D.; Van Hooreweder, B.; Vanmeensel, K.: Unravelling the multi-scale structure-property relationship of laser powder bed fusion processed and heat-treated AlSi10Mg. Nature Scientific Reports, 11,6423, 2021 |
| [Voll08] | Vollertsen, F.; Buschenhenke, F.; Seefeld, T.: <i>Reduction of hot cracking in laser welding using hypereutectic AlSi filler wire</i> . Welding in the World, 52, 5, 3-8, 2008 |
| [vonH13] | von Hehl, A.; Krug, P.: Aluminium and Aluminium Alloys in Structural Materials and Processes in Transportation, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2013 |

- [Wang95] Wang, L.; Makhlouf, M.; Apelian, D.: Aluminium die casting alloys: alloy composition, microstructure and properties-performance relationships. International Materials Reviews, 40, 6, 221-238, 1995
- [Wang13a] Wang, F.; Qiu, D.; Liu, Z.-L.; Taylor, J. A.; Easton, M. A.; Zhang, M.-X.: The grain refinement mechanism of cast aluminium by zirconium. Acta Materialia, 61, 15, 5636-5645, 2013
- [Wang13b] Wang, F.; Liu, Z.; Qiu, D.; Taylor, J. A.; Easton, M. A.; Zhang, M.-X.: Revisiting the role of peritectics in grain refinement of Al alloys. Acta Materialia, 61, 1, 360-370, 2013
- [Wang16] Wang, D; Song, C.; Yang, Y.; Bai, Y.: Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts. Materials and Design, 100, 291-299, 2016
- [Wein15] Weingarten, C.; Buchbinder, D.; Pirch, N.; Meiners, W.; Wissenbach, K.; Poprawe, R.: Formation and reduction of hydrogen porosity during selective laser melting of AlSi10Mg. Journal of Materials Processing Technology, 221, 112-120, 2015
- [Well20] Weller, D.; Hagenlocher, C.; Weber, R.; Graf, T.: *Influence of the* solidification path of AlMgSi aluminium alloys on the critical strain rate during remote laser beam welding. Science and Technology of Welding and Joining, 25, 2, 101-105, 2020
- [Wenn17] Wenner, S.; Jones, L.; Marioara, C. D.; Holmestad, R.: *Atomic-resolution chemical mapping of ordered precipitates in Al alloys using energy-dispersive X-ray spectroscopy*. Micron, 96, 103-111, 2017
- [Weri16] Werinos, M.; Antrekowitsch, H.; Ebner, T.; Prillhofer, R.; Uggowitzer, P. J.; Pogatscher, S.: Hardening of Al-Mg-Si alloys: Effect of trace elements and prolonged natural aging. Materials & Design, 107, 257-268, 2016
- [Whit14] White, J. P.; Read, N.; Ward, R. M.; Mellor, R.; Attallah, M. M.: Prediction of melt pool profiles for selective laser melting of AlSi10Mg alloy. Proceedings of the Materials Science and Technology (MS&T) Conference 2014, 1985-1992, 2014
- [Will03] Williams, J. C.; Starke, E. A.: *Progress in structural materials for aerospace systems*. Acta Materialia, 51, 5775-5799, 2003

| [Wohl22] | Wohlers, T.; Campbell, I.; Diegel, O.; Kowen, J.; Mostow, N.: <i>Wohlers Report</i> 2022 – 3D Printing and Additive Manufacturing – Global State of the Industry, Wohlers Associates, ASTM International, Washington, USA, 2022 |
|----------|--|
| [Xiao14] | Xiao, R.; Zhang, X.: Problems and issues in laser beam welding of aluminium-lithium alloys. Journal of Manufacturing Processes, 16, 166–175, 2014 |
| [Xion19] | Xiong, Z. H.; Liu, S. L.; Li, S. F.; Shi, Y.; Yang, Y. F.; Misra, R. D. K.: <i>Role of melt pool boundary condition in determining the mechanical properties of selective laser melting AlSi10Mg alloy.</i> Materials Science and Engineering: A, 740 - 741, 148–156, 2019 |
| [Yadr10] | Yadroitsev, I.; Smurov, I.: Selective laser melting technology: from the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape. Physics Procedia, 5, 551-560, 2010 |
| [Yan13] | Yan, F.; Ji, S.; Fan, Z.: <i>Effect of Excess Mg on the Microstructure and Mechanical Properties of Al-Mg</i> ₂ Si High Pressure Die Casting Alloys. Materials Science Forum, 675, 64-68, 2013 |
| [Yang17] | Yang, K. V.; Shi, Y.; Palm, F.; Wu, X.; Rometsch, P.: Columnar to equiaxed transition in Al-Mg(-Sc)-Zr alloys produced by selective laser melting. Scripta Materialia, 145, 113-117, 2018 |
| [Yang20] | Yang, M.; Chen, H.; Orekhov, A.; Lu, Q.; Lan, X.; Li, K.; Zhang, S.; Song, M.; Kong, Y.; Schryvers, D.; Du, Y.: <i>Quantified contribution of</i> β '' and β ' precipitates to the strengthening of an aged Al-Mg-Si alloy. Materials Science and Engineering A, 774, 138776, 2020 |
| [Yuan11] | Yuan, W.; Liang, Z.: <i>Effect of Zr addition on properties of Al-Mg-Si aluminum alloy used for all aluminum conductor</i> . Materials and Design, 32, 4195-4200, 2011 |
| [Zak17] | Zak, H.: Optimierung von höchstfesten AlZnMgCu-Legierungen für den Kokillenguss, Dissertation, Technische Universität Clausthal, Clausthal-Zellerfeld, 2017 |
| [Zand97] | Zandbergen, H. W.; Andersen, S. J.; Jansen, J.: Structure Determination of <i>Mg</i> ₅ Si ₆ Particles in Al by Dynamic Electron Diffraction Studies. Science, 277, 1221-1225, 1997 |

| [Zhan11] | Zhang, Y.: Corrected Values for Boiling Points and Enthalpies of Vaporization of Elements in Handbooks. Journal of Chemical & Engineering Data, 56, 328-337, 2011 |
|-----------|--|
| [Zhan16] | Zhang, H.; Zhu, H.; Qi, T.; Hu, Z.; Zeng, X.: Selective laser melting of high strength Al-Cu-Mg alloys: Processing, microstructure and mechanical properties. Materials Science & Engineering A, 656, 47-54, 2016 |
| [Zhan17] | Zhang, H.; Zhu, H.; Nie, X.; Yin, J.; Hu, Z.; Zeng, X.: <i>Effect of Zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al-Cu-Mg alloy.</i> Scripta Materialia, 134, 6-10, 2017 |
| [Zhan19a] | Zhang, J.; Song, B.; Wie, Q.; Bourell, D.; Shi, Y.: <i>A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends.</i> Journal of Materials Science & Technology, 35, 270-284, 2019 |
| [Zhan19b] | Zhang, S.; Ma, P.; Jia, Y.; Yu, Z.; Sokkalingam, R.; Shi, X.; Ji, P.; Eckert, J.; Prashanth, K. G.: <i>Microstructure and Mechanical Properties of Al-(12-20)Si</i> <i>Bi-Material Fabricated by Selective Laser Melting</i> . Materials, 12, 2126, 2019 |
| [Zhan21a] | Zhang, X. X.; Knoop, D.; Andrä, H.; Harjo, S.; Kawasaki, T.; Lutz, A.; Lahres, M.: <i>Multiscale constitutive modeling of additively manufactured Al-Si-Mg alloys based on measured phase stresses and dislocation density.</i> International Journal of Plasticity, 140, 102972, 2021 |
| [Zhan21b] | Zhang, X. X.; Lutz, A.; Andrä, H.; Lahres, M.; Sittig, D.; Maawad, E.; Gan, W. M.; Knoop, D.: <i>An additively manufactured and direct-aged AlSi3.5Mg2.5 alloy with superior strength and ductility: micromechanical mechanisms</i> . International Journal of Plasticity, 146, 103083, 2021 |
| [Zhan22] | Zhang, X. X.; Lutz, A.; Andrä, A.; Lahres, M.; Gong, W.; Harjo, S.; Emmelmann, C.: <i>Strain hardening behavior of additively manufactured and annealed AlSi3.5Mg2.5 alloy.</i> Journal of Alloys and Compounds, 898, 162890, 2022 |
| [Zhen98] | Zhen, L.; Kang, S. B.: <i>DSC analyses of the precipitation behavior of two Al-Mg-Si alloys naturally aged for different times</i> . Materials Letters, 37, 6, 349-353, 1998 |
| [Zhu19] | Zhu, X.; Yang, H.; Dong, X.; Ji, S.: <i>The effects of varying Mg and Si levels on the microstructural inhomogeneity and eutectic Mg2Si morphology in die-cast Al-Mg-Si alloys</i> . Journal of Materials Science, 54, 5773-5787, 2019 |

Normen

| DIN EN 1676 | Aluminium und Aluminiumlegierungen - Legierte Masseln zum Wiedereinschmelzen - Spezifikationen; Deutsche Fassung EN 1676:2020, Beuth Verlag, Berlin, 2020 |
|-----------------------|--|
| DIN 50125 | Prüfung metallischer Werkstoffe – Zugproben, Beuth Verlag, Berlin, 2016 |
| DIN EN ISO/ASTM 52900 | Additive Fertigung - Grundlagen - Terminologie (ISO/ASTM 52900:2021); Deutsche Fassung EN ISO/ASTM 52900:2021, Beuth Verlag, Berlin, 2022 |
| DIN EN 573-3 | Aluminium und Aluminiumlegierungen – Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug – Teil 3: Chemische Zusammensetzung und Erzeugnisformen; Deutsche Fassung EN 573-3:2019+A1:2022, Beuth Verlag, Berlin, 2022 |
| DIN EN ISO 6892-1 | Metallische Werkstoffe – Zugversuch – Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur (ISO 6892-1:2019); Deutsche Fassung EN ISO 6892-1:2019, Beuth Verlag, Berlin, 2020 |
| DIN EN 755-2 | Aluminium und Aluminiumlegierungen - Stranggepresste Stangen, Rohre und Profile - Teil 2: Mechanische Eigenschaften; Deutsche Fassung EN 755-2:2016, Beuth Verlag, Berlin, 2016 |
| VDA 238-100 | Plättchen-Biegeversuch für metallische Werkstoffe / Plate Bending Test for metallic materials (Version 07/2020), Verband der Automobilindustrie e. V. (VDA), Berlin, 2020 |

8 Anhang

Untersuchte PBF-LB/M-Parameterkombinationen

Tabelle 8-1Untersuchte Parameterkombinationen für die sechs Legierungen AlSi10Mg (1),
Alsi1,5Mg2,5 (2), AlSi3Mg5 (3), AlSi3,5Mg1,5 (4), AlSi3,5Mg2,5 (5),
AlSi3,5Mg3,5 (6). Grau eingefärbte Parameterkombinationen werden für die
entsprechende Legierung untersucht.

| | | | | | | | | | | | | | S | ca | ng | es | ch | wi | nd | lig | ke | it | Vs (| (mi | m /: | s) | | | | | | | | | | | | | |
|-------|--------|-----------|--------|--------|--|--|--|------|--|---|------|---|-----------|----|----|----|-----|----|----|-----|----|------|------|-----------|-------------|----|--|--------|---|---|------|---|---|------|---|-----------|------|--|--|
| | | 700 800 | | | | | | 1000 | | | 1050 | | 1 | 20 | 0 | 13 | 300 |) | 14 | 100 |) | 1500 | | | 1600 | | | 1700 | | | 1750 | | | 1800 | | | 2100 | | |
| | 0,05 | 1 4 | 2 5 | 3 6 | | | | | | + | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | | _ | | _ | | | | Ⅎ | | | |
| | 0,0625 | | | | | | | | | + | | - | \vdash | | | | _ | _ | | | _ | _ | + | - | | | | _ | _ | _ | | _ | | _ | _ | - | | | |
| | 0,07 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | \neg | | | |
| | 0,075 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | - | | | |
| | 0,8 | | | | | | | | | _ | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | | | | - | | | |
| | 0,085 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | | | | | | | \exists | | | |
| | 0,0875 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | - | | | |
| (uu | 0,09 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | _ | _ | | | | | | _ | | | | |
| hs (n | 0,1 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | - | | | |
| tand | 0,11 | | | | | | | | | | _ | | | | | | _ | _ | | | | _ | + | | | | | _ | _ | _ | _ | _ | | | _ | \neg | | | |
| rabs | 0,115 | \vdash | | | | | | | | | + | - | | | | | | _ | | | | | + | | | | | | | | _ | | | | | \neg | | | |
| spu | 0,12 | | | | | | | | | | | + | | | | | - | _ | | | | _ | + | | | | | - | | _ | _ | | | | | \neg | | | |
| | 0,125 | \vdash | | | | | | | | ╡ | + | + | \square | | | | | _ | | | | - | + | \square | | | | - | | | _ | | | | | \neg | | | |
| | 0,13 | \vdash | | | | | | | | | + | + | | | | | _ | _ | | | | _ | + | | F | | | \neg | | | _ | | | | | \neg | | | |
| | 0,14 | | | | | | | | | + | | + | | | | | - | | | - | | - | + | | | | | - | | | _ | | | | | \neg | | | |
| | 0,15 | | | | | | | | | - | - | + | | | | | | | | | | | + | F | | | | | | | _ | | | | | | | | |
| | 0,16 | \square | | | | | | | | 7 | | + | | | | | | _ | | | | + | + | | F | | | | | | | | _ | | | 7 | | | |
| | 0,17 | | | | | | | | | | | + | | | | | | | | | | | + | | | | | | | | | | | | | 7 | | | |
| | 0,175 | | | | | | | | | 1 | | + | F | | | | - | | | | | - | + | T | | | | - | | _ | _ | | | | | 7 | | | |



Ergänzende rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvarianten

Bild 8-1 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg1,5, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s



Bild 8-2 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s



Bild 8-3 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg3,5, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s



Bild 8-4 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3Mg5, angepasste Dix-Keller-Ätzung mit verdünntem Ätzmittel, Ätzdauer: 15 s



Ergänzende lichtmikroskopische Aufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5

Bild 8-5 Weitere lichtmikroskopische Gefügeaufnahmen der Legierungsvariante AlSi3,5Mg2,5 nach Fertigung bei einer Bauplattformtemperatur von 275 °C aus unterschiedlichen Bauhöhen