



Untersuchungen zur Wärmebehandlung additiv gefertigter, metallischer Bauteile auf Basis von in-situ Analysen der Phasenumwandlungen

Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.) der Fakultät für Maschinenbau
und Schiffstechnik der Universität Rostock.

*vorgelegt von Christian Rowolt
geboren am 20.10.1988 in Rostock*

Gutachter:

Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler

Universität Rostock
Fakultät für Maschinenbau und Schiffstechnik
Lehrstuhl für Werkstofftechnik

Prof. Dr.-Ing. habil. Mirko Schaper

Universität Paderborn
Fakultät für Maschinenbau
Lehrstuhl für Werkstoffkunde

Abgabe: 20.05.2020 | Verteidigung: 12.10.2020

*„Beurteile einen Menschen lieber nach seinen Handlungen als nach seinen Worten; denn
viele handeln schlecht und sprechen vortrefflich.“*

Matthias Claudius

Kurzfassung

Das selektive Laserstrahlschmelzen gehört zu den additiven Fertigungsverfahren und ist in die Gruppe der Urformverfahren einzuordnen. Die additiven Fertigungsverfahren bieten im Vergleich zu konventionellen Methoden einzigartige Möglichkeiten in der Herstellung komplexer, dreidimensionaler Bauteile. Durch den schichtweisen Aufbau der Bauteile ist eine endkonturnahe Fertigung in einem Fertigungsschritt möglich, womit eine aufwendige, mechanische Nachbearbeitung entfällt. Gleichzeitig ergeben sich weitere Vorteile hinsichtlich Leichtbaukonstruktion, Funktionsintegration oder einem hohen Grad an Materialausnutzung. Die laserstrahlgeschmolzenen Werkstoffstrukturen metallischer Werkstoffe und damit ihre mechanischen Eigenschaften können mit einer nachfolgenden Wärmebehandlung, wie z. B. dem Spannungsarmglühen, dem Härteln und Anlassen von Stählen oder dem Ausscheidungshärteln von Aluminiumlegierungen, gezielt beeinflusst werden. Allgemeine Richtlinien, speziell für die Wärmebehandlung laserstrahlgeschmolzener, metallischer Bauteile, existieren bislang nicht oder werden aus dem Stand der Technik für den konventionell hergestellten Werkstoff abgeleitet. Das Gefüge von laserstrahlgeschmolzenem Werkstoff unterscheidet sich jedoch deutlich von konventionell hergestelltem Material. Dies wiederum hat einen signifikanten Einfluss auf den Erfolg einer Wärmebehandlung. Während konventionell hergestellte, metallische Werkstoffe häufig mit relativ groben Ausgangsgefügen wärmebehandelt werden, liegen nach dem Laserstrahlschmelzen eher feine, besonders rasch erstarrte Gefüge vor, die deutlich andere Wärmebehandlungsparameter erfordern. Für additiv gefertigte Bauteile aus der Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg und dem ausscheidungshärtenden Stahl X5CrNiCuNb16-4 wurden in der vorliegenden Arbeit mit Hilfe systematischer Experimente spezifische, auf das laserstrahlgeschmolzene Gefüge zugeschnittene Wärmebehandlungsparameter entwickelt. Dafür wurden mechanische Kennwerte in Zugversuchen, Kerbschlagbiegeversuchen und Härteprüfungen in unterschiedlichen Wärmebehandlungszuständen ermittelt. Zusätzlich wurde der Effekt unterschiedlicher Wärmebehandlungen auf die Mikrostruktur untersucht. Darüber hinaus wurde das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten der beiden Werkstoffe AlSi10Mg und X5CrNiCuNb16-4 in-situ mittels Kalorimetrie sowie Dilatometrie umfangreich analysiert. Aus den gewonnenen Ergebnissen konnten so neue Wärmebehandlungsstrategien für laserstrahlgeschmolzene Werkstoffe abgeleitet werden.

Abstract

Selective laser beam melting belongs to the additive manufacturing processes and can be classified in the group of primary forming processes. Compared to conventional methods, additive manufacturing processes offer unique possibilities in the production of complex, three-dimensional components. Due to the layer-by-layer structure of the components, near-net-shape production is possible in a single manufacturing step, which eliminates the need for costly mechanical post-processing. At the same time, there are further advantages in terms of lightweight construction, functional integration or a high degree of material utilization. The laser beam melted material structures of metallic materials and thus their mechanical properties can be specifically influenced by subsequent heat treatment, such as stress-relief annealing, hardening and tempering of steels or precipitation hardening of aluminium alloys. General guidelines, especially for the heat treatment of laser beam melted metallic components, do not exist so far or are derived from the state of the art for the conventionally produced material. However, the microstructure of laser beam melted material differs significantly from conventionally produced material. This in turn has a significant influence on the success of a heat treatment. While conventionally produced metallic materials are often heat treated with relatively coarse initial microstructures, there are rather fine, particularly rapidly solidified microstructures after laser beam melting, which require significantly different heat treatment parameters. For additively manufactured components made of the aluminium casting alloy AISi10Mg and the precipitation hardening steel X5CrNiCuNb16-4, specific heat treatment parameters tailored to the laser beam melted microstructure were developed in the present work with the aid of systematic experiments. For this purpose mechanical parameters were determined in tensile tests, notched bar impact tests and hardness tests in different heat treatment conditions. In addition, the effect of different heat treatments on the microstructure was investigated. Furthermore, the dissolution and precipitation behavior of the two materials AISi10Mg and X5CrNiCuNb16-4 was extensively analysed in-situ by calorimetry and dilatometry. From the results obtained, new heat treatment strategies for laser beam melted materials could be derived.

		v
1	Einleitung	1
2	Stand der Technik	7
2.1	Laser-Beam-Melting	7
2.2	Wärmebehandlung konventionell hergestellter Bauteile	11
2.2.1	Aluminiumlegierung AlSi10Mg	11
2.2.2	Stahl X5CrNiCuNb16-4	16
2.3	Wärmebehandlung additiv gefertigter Bauteile	22
2.3.1	Aluminiumlegierung AlSi10Mg	22
2.3.2	Stahl X5CrNiCuNb16-4	27
3	Werkstoffe und Methoden	31
3.1	Untersuchte Werkstoffe	31
3.1.1	Aluminiumlegierung AlSi10Mg	31
3.1.2	Stahl X5CrNiCuNb16-4	32
3.2	Parameter der additiven Fertigung	34
3.2.1	Aluminiumlegierung AlSi10Mg	34
3.2.2	Stahl X5CrNiCuNb16-4	37
3.3	Untersuchte Wärmebehandlungen	39
3.4	Verwendete Methoden	40
3.4.1	Dynamische Differenzkalorimetrie	40
3.4.2	Dilatometrie	55
3.4.3	Mikrostrukturelle Untersuchungen	61
3.4.4	Härteprüfung	63
3.4.5	Zugversuch	63
3.4.6	Kerbschlagbiegeversuch	65
4	Ergebnisdarstellung und Diskussion zu AlSi10Mg	67
4.1	Zustand wie gebaut und nach Standardwärmebehandlung	67
4.1.1	Metallografie	67

4.1.2	Härteprüfung.....	72
4.1.3	Zugversuch	74
4.2	In-situ Analyse von Phasenumwandlungen.....	76
4.2.1	Erwärmversuche	76
4.2.2	Lösungsglühversuche.....	82
4.2.3	Abkühlversuche	89
4.2.4	Versuche zur Direktauslagerung.....	96
4.3	Festgelegte Parameter für angepasste Wärmebehandlungen	98
4.4	Zustand nach angepasster Wärmebehandlung.....	99
4.4.1	Metallografie	99
4.4.2	Härteprüfung.....	101
4.4.3	Zugversuch	102
4.4.4	Schlussfolgerungen	103
5	Ergebnisdarstellung und Diskussion zu X5CrNiCuNb16-4.....	105
5.1	Zustand wie gebaut und nach Standardwärmebehandlung	105
5.1.1	Metallografie	105
5.1.2	Härteprüfung.....	108
5.1.3	Zugversuch	109
5.1.4	Kerbschlagbiegeversuch	112
5.2	In-situ Analyse von Phasenumwandlungen.....	113
5.2.1	Erwärmversuche	113
5.2.2	Abkühlversuche	122
5.2.3	Mikrostrukturuntersuchungen	136
5.2.4	Versuche zur Direktauslagerung.....	147
5.3	Festgelegte Parameter für angepasste Wärmebehandlungen	150
5.4	Zustand nach angepasster Wärmebehandlung.....	151
5.4.1	Metallografie	151

5.4.2	Härteprüfung	153
5.4.3	Zugversuch.....	154
5.4.4	Kerbschlagbiegeversuch	157
5.4.5	Schlussfolgerungen	158
5.5	Vergleich unterschiedlicher Chargen und Baujobs	159
5.5.1	In-situ Charakterisierung von Phasenumwandlungen	162
5.5.2	Metallografie.....	165
5.5.3	Härteprüfung	169
5.5.4	Zugversuch.....	170
6	Zusammenfassung.....	173
	Selbständigkeitserklärung.....	I
	Literaturverzeichnis	II
	Anhang	XII
A.	Abkürzungsverzeichnis	XII
B.	Symbolverzeichnis	XII
C.	Abbildungsverzeichnis	XIV
D.	Tabellenverzeichnis	XXII
E.	Betreute studentische Arbeiten im Rahmen der Promotion	XXIII
	Danksagung	XXIV
	Akademischer Lebenslauf	XXVII

1 Einleitung

Additive Fertigung bietet die Möglichkeit, metallische Bauteile und Komponenten praktisch ohne Beschränkungen der Geometrie werkzeuglos herstellen zu können. Das erlaubt die Entwicklung völlig neuer Produkte und/oder die Steigerung der Produktleistung. Die additive Fertigung erlaubt zudem die effiziente Herstellung von sehr individuellen Bauteilen mit geringen Losgrößen (z. B. für medizinische Anwendungen oder Designobjekte) aus speziellen Legierungen. Der Markt für additive Fertigungsanlagen, Dienstleistungen und Materialien lag bereits 2012 bei 1,7 Mrd. € und wird sich voraussichtlich in den nächsten zehn Jahren vervierfachen, siehe Abbildung 1.

Mit etwa 2-3 % des Werkzeugmaschinenmarktes ist der Anteil der additiven Fertigungsmaschinen noch vergleichsweise gering. Die Lieferantenbasis für diese Maschinen wird von deutschen Anbietern dominiert. Darüber hinaus hat sich bereits eine entsprechende Infrastruktur aus Engineering- und Fertigungsdienstleistern in der Nähe von Technologieführern der Luft- und Raumfahrt, Turbinenentwicklung und Motorsportproduktion entwickelt. In einigen Bereichen (z. B. Dentaltechnik oder Fertigung von Designobjekten) hat sich diese Technologie bereits zur Serienfertigung entwickelt, während in der Luftfahrt- und Turbinenindustrie die Prozessentwicklung und intensive Feldtests noch durchgeführt werden.

Global AM market

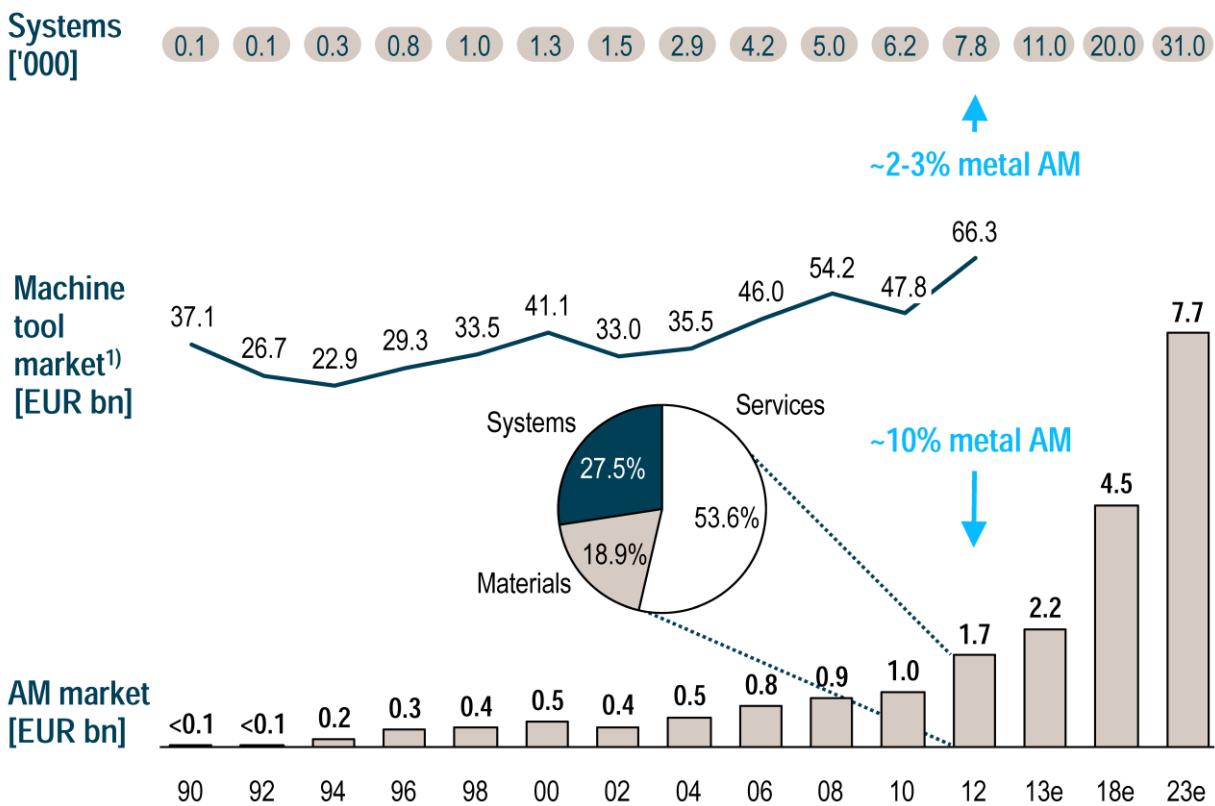


Abbildung 1: Weltweite Werkzeugmaschinenproduktion ohne Teile und Zubehör [1]

Die Kosten für additive Fertigung sind oft deutlich höher als bei konventionellen Produktionsverfahren. Eine detaillierte Analyse der aktuellen Herstellungskosten und die Auswertung der erwarteten Verbesserungen offenbart allerdings ein Kostensenkungspotenzial von etwa 60 % in den nächsten fünf Jahren und weitere 30 % innerhalb der nächsten zehn Jahre [1]. Diese Reduzierung wird den Markt für additiv hergestellte, metallische Bauteile und Komponenten deutlich vorantreiben. Der Bedarf an entsprechenden Lösungen zur Erweiterung des Material- und Einsatzspektrums der additiven Fertigung ist somit groß. Gleichzeitig wird die additive Fertigung für neu entwickelte Hochleistungswerkstoffe als Verarbeitungsverfahren der Wahl immer interessanter [2–5]. Die stetig wachsende Nachfrage nach Leichtbaulösungen und innovativen Bauteilen mit Mehrwert in vielen Bereichen der Industrie lässt erwarten, dass der Bedarf an additiver Fertigung kontinuierlich steigen wird [6]. Die Erschließung neuer Anwendungsfelder wird zudem zu einer Steigerung des Anlagenabsatzes und zu einer erhöhten Nachfrage bzw. Produktion an Pulvermaterial in speziellen Materialklassen mit besonderen mechanischen Eigenschaften führen.

Das additive Fertigungsverfahren Laserstrahlschmelzen (LBM, engl. Laser Beam Melting) ermöglicht aufgrund des schichtweisen Aufbaus der Bauteile einzigartige Möglichkeiten der Formgebungs freiheit im Vergleich zu konventionellen Fertigungsverfahren. Dies gestattet die Herstellung sehr komplexer Bauteile und Geometrien in einem Fertigungsschritt, was beispielsweise für die wirtschaftliche Fertigung funktionsintegrativer Leichtbauteile relevant ist. Ein Beispiel für die Funktionsintegration ist in Abbildung 2 dargestellt. In Teil a) von Abbildung 2 sind innenliegende Kühlkanäle in einem mittels LBM gebauten Zahnrad zu sehen, die für eine konturnahe Kühlung sorgen. In Teil b) ist die Zuführung eines Kühl schmierstoffes über Austrittsöffnungen an der Kopffläche einzelner Zähne des Zahnrades vorgesehen [7].

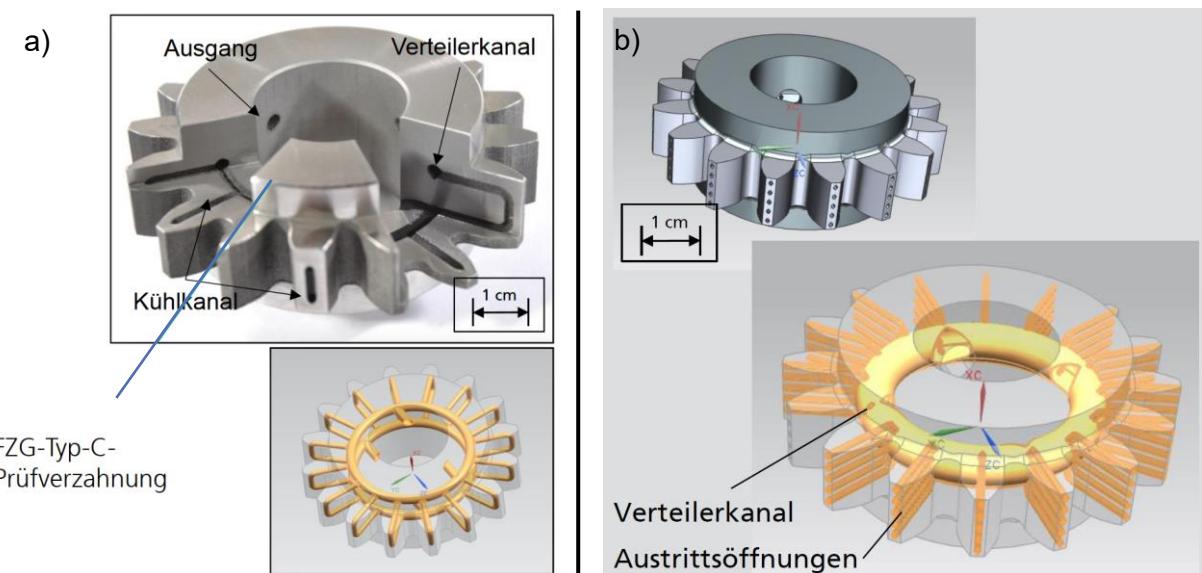


Abbildung 2: Beispiel zur Funktionsintegration in einem 3D-gedruckten Zahnräder, a) konturnahe Kühlung, b) integrierte Kühl schmierstoffzufuhr [7]

Die additive Produktion von Serienbauteilen setzt jedoch die exakte Beherrschung der Bauteileigenschaften voraus [8]. Die Werkstoffstrukturen und die Eigenschaften der Bauteile ergeben sich zunächst aus den Prozessparametern des Laserstrahlschmelzprozesses. Beim Laserstrahlschmelzen wird pulverförmiges Material von einem Laserstrahl definiert aufgeschmolzen und erstarrt zu einem festen Körper. Durch das prinzipbasierte, schichtweise Auf- und Aneinanderreihen von Mikroschweißbahnen entstehen lokal sehr große Temperaturgradienten im Bauteil. In Abhängigkeit der werkstoffspezifischen, thermischen Eigenschaften entstehen so lokal variierende Abkühlgeschwindigkeiten von bis zu $3,5 \times 10^6$ K/s [9–12]. Das über das Bauteil betrachtet ungleichförmige Erkalten resultiert in inhomogenen, elastischen und plastischen Verformungen. In den Bauteilen werden so verfahrensbedingt Eigenspannungen hervorgerufen. Zudem ist der schichtweise Aufbau dafür

verantwortlich, dass die mechanischen Eigenschaften in Baurichtung (z-Richtung) von denen senkrecht zur Baurichtung (x/y-Richtung) abweichen und somit anisotrop sind [13–19].

Laserstrahlgeschmolzene Werkstoffstrukturen und damit auch ihre mechanischen Eigenschaften können mit einer nachfolgenden Wärmebehandlung, z. B. Spannungsarmglühen, Härteln und Anlassen von Stählen oder Ausscheidungshärteln von Aluminiumlegierungen, gezielt beeinflusst werden. Allgemeine Richtlinien, speziell für die Wärmebehandlung laserstrahlgeschmolzener Bauteile, existieren bislang nicht oder werden aus dem Stand der Technik für den konventionell hergestellten Werkstoff abgeleitet.

Das Gefüge von laserstrahlgeschmolzenem Werkstoff unterscheidet sich jedoch deutlich von konventionellem Material. Dies hat wiederum einen signifikanten Einfluss auf eine Wärmebehandlung. Während konventionell hergestellte Werkstoffe häufig mit relativ groben Ausgangsgefügen wärmebehandelt werden, liegen nach dem Laserstrahlschmelzen eher feine, besonders rasch erstarrte Gefüge vor (vgl. Abbildung 3 a) bzw. b)), die deutlich andere Wärmebehandlungsparameter erfordern. Dies verdeutlicht der in Abbildung 3 c) gezeigte VDI-Ringversuch am Beispiel der Bruchdehnung von laserstrahlgeschmolzenem Stahl X3NiCoMoTi18-9-5 [20]. Neben den erkennbaren Schwankungen in Abhängigkeit von der Baulage der Zugproben im additiven Fertigungsprozess (0° liegend, 45° geneigt bzw. 90° stehend) sowie in Abhängigkeit von der herstellenden Institution (A bis E) fällt dabei vor allem der deutliche Unterschied zwischen dem Stangenmaterial (Bruchdehnung > 9,5 %) und den laserstrahlgeschmolzenen Zugproben (Bruchdehnung im Mittel 4 %) auf. Die derzeit auf den additiv gefertigten Werkstoff angewendeten Standardwärmebehandlungsparameter sind inadäquat und bringen eingeschränkte mechanische Eigenschaften hervor.

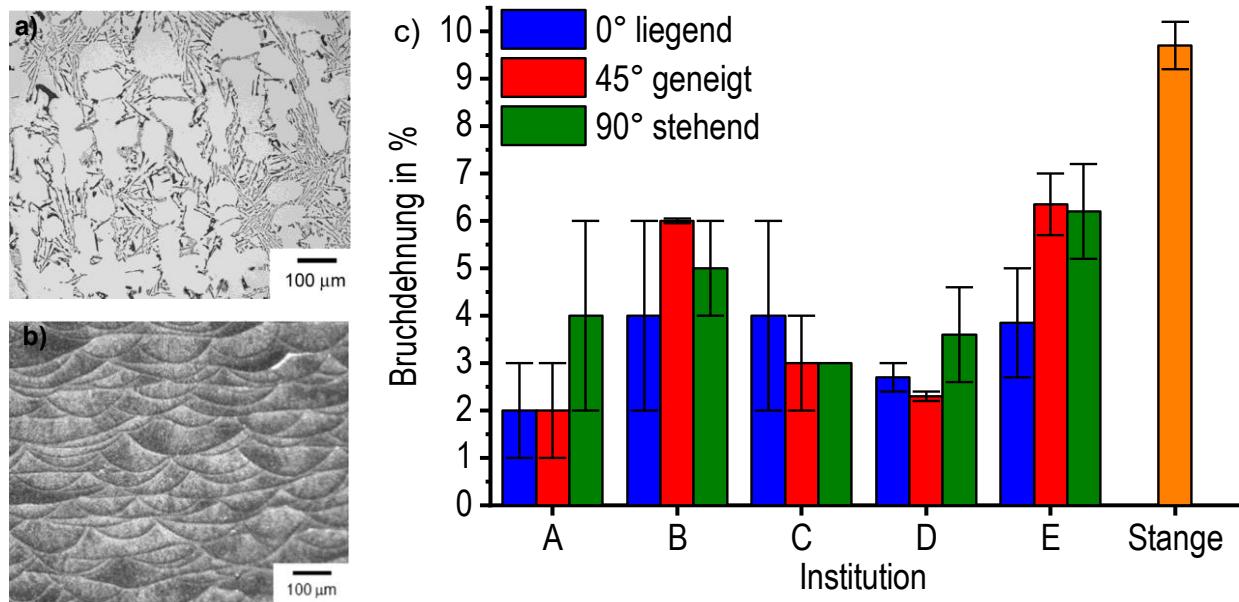


Abbildung 3: a) Gussgefüge der Aluminiumlegierung AlSi10Mg [21],
b) laserstrahlgeschmolzenes Gefüge der Aluminiumlegierung AlSi10Mg [21],
c) Ergebnisse zum VDI-Ringversuch anhand laserstrahlgeschmolzenem und gehärtetem Stahl X3NiCoMoTi18-9-5 (1.2709) in Abhängigkeit von der Baurichtung nach [20]

Eine gesonderte Empfehlung zur Wärmebehandlung von laserstrahlgeschmolzenem Werkstoff unter Berücksichtigung der spezifischen Materialcharakteristika gibt es bislang nicht. Somit ist auch keine gezielte, definierte Einstellung von Werkstoffeigenschaften mittels Wärmebehandlung möglich. Das stellt ein Problem in unterschiedlichen Wirtschaftszweigen dar, da keine verlässlichen Aussagen über reproduzierbare Werkstoffeigenschaften getroffen werden können. Dies führt zu einer Senkung der allgemeinen Produktqualität und somit Marktakzeptanz.

Gesamtziel ist deshalb das anwendungsspezifische Einstellen mechanischer Eigenschaften sowie die Steigerung der Reproduzierbarkeit und der Homogenität der Werkstoff- und Bauteileigenschaften additiv gefertigter metallischer Bauteile. Entsprechende wissenschaftlich-technisch fundierte Konzepte zur Wärmebehandlung sollen systematisch erarbeitet und etabliert werden.

2 Stand der Technik

2.1 Laser-Beam-Melting

Das selektive Laserstrahlschmelzen (engl. Laser Beam Melting - LBM) ist ein Verfahren der additiven Fertigung zur Herstellung insbesondere komplexer, dreidimensionaler Bauteile. Wesentliche Vorteile der additiven Fertigung sind:

- Einzigartiger Freiheitsgrad in Design und Konstruktion von Bauteilen
- Direkte Fertigung des virtuellen Modells
- Entwicklung und Herstellung näher am Kunden
- Minimierung der Lagerlogistik
- Praktisch keine Investitionen für Werkzeuge und Werkzeugersatz (insbesondere im Bereich der Einzelteifertigung und von Kleinserien)
- Minimaler Materialverbrauch [22]

Das grundlegende Verfahrensprinzip der additiven Fertigung ist in Abbildung 4 dargestellt. Es besteht im lagenweisen Aufbau des Werkstoffes, wobei einzelne zweidimensionale Lagen nach und nach aufeinandergeschichtet werden. Der Ausgangspunkt des Fertigungsprozesses ist ein 3D-CAD-Modell des späteren Bauteils. Mit einer entsprechenden Software wird das 3D-CAD-Modell virtuell in zweidimensionale, horizontale Schichten zerlegt, was auch als Slicen bezeichnet wird. Zur Herstellung des physischen Bauteils werden die Geometriedaten einzelner Schichten anschließend an die eigentliche Fertigungsanlage übertragen.

Der Werkstoff liegt zunächst in Form eines Pulvers oder Granulats vor, wobei hinsichtlich der Werkstoffauswahl alle schweißgeeigneten, metallischen Werkstoffe denkbar sind.

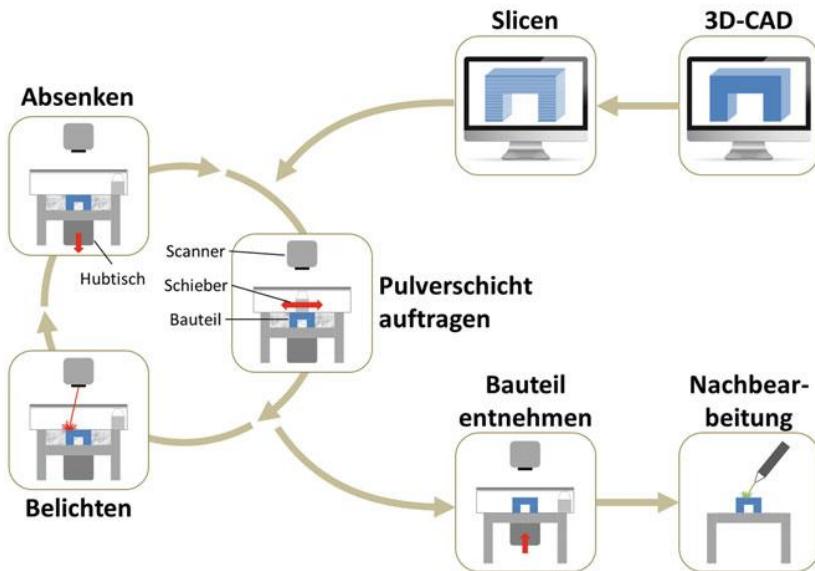


Abbildung 4: Grundprinzip der additiven Fertigung [22, 23]

Das Pulvermaterial wird im LBM-Prozess lokal so stark erhitzt, dass es kurzzeitig vollständig in den flüssigen Zustand übergeht. Das geschmolzene Pulvermaterial erstarrt anschließend weitestgehend ohne Einschlüsse von Poren, sodass metallische Bauteile über unterschiedliche Legierungssysteme hinweg mit einer Dichte von nahezu 100 % entstehen [13, 15, 23–27]. Die Schichtstärke beträgt bei metallischen Bauteilen i. d. R. 20-50 µm, wobei prinzipbedingt an geneigten Seitenflächen ein Treppeneffekt auftreten kann. Das bedeutet, dass im Falle eines zu großen Überhangs Stützstrukturen in den Bauprozess integriert werden müssen. Diese Stützstrukturen werden beim erkalteten Bauteil in einem Nachbearbeitungsprozess wieder abgetrennt [22, 23, 28].

Das LBM-Verfahren ist grundsätzlich vergleichbar mit einem herkömmlichen Schweißprozess, wobei die Breite der Schweißraupen im Falle des LBM-Prozesses lediglich im Bereich von rund 100 µm liegt [29, 30]. Ploshikhin et al. zufolge können im erstarrten Material eines Würfels mit einer Kantenlänge von 1 cm Mikroschweißnähte mit einer Gesamtlänge von ungefähr 3 km entstehen [31]. Die Möglichkeiten der Prozesskontrolle und -überwachung sind gegenwärtig Bestandteil einer Reihe von Forschungsarbeiten.

Eine schematische Darstellung des Bauprozesses im LBM-Verfahren ist in Abbildung 5 zu sehen. Dieser findet i. d. R. unter inerter Schutzgasatmosphäre (Stickstoff oder Argon) statt. Die Schutzgasatmosphäre minimiert Oxidationserscheinungen und der kontinuierliche Gasstrom bereinigt die Wechselwirkungszone zwischen Laserstrahl und Pulvermaterial bzw. bereits verfestigtem Material von Rauch und Spritzern.

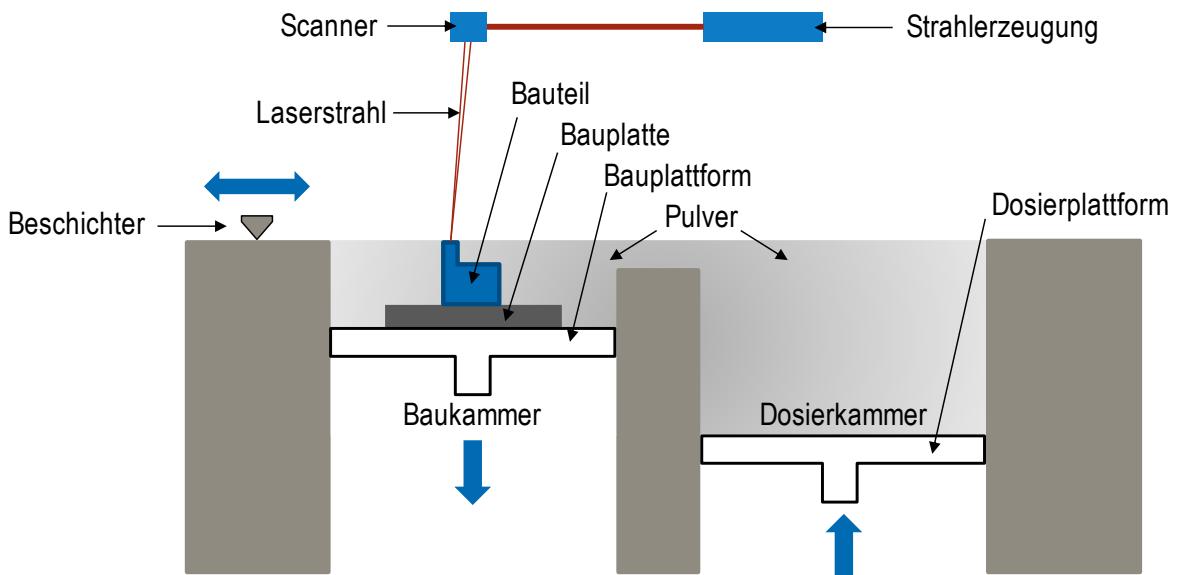


Abbildung 5: Schematische Darstellung des LBM-Prozesses nach Kamps [7]

Die Bauplattform in der Baukammer kann mithilfe einer Heizung erwärmt werden, womit der Bauprozess neben der Raumtemperatur auch bei erhöhter Temperatur stattfinden kann. Damit kann der Entstehung von Eigenspannungen und Verzug entgegengewirkt werden.

Nachdem die Geometriedaten im STL-Format (Surface Tessellation Language) an die Fertigungsanlage übertragen wurden, wird im ersten Schritt eine dünne Schicht des Pulvers auf die Bauplatte (Substratplatte) aufgetragen. Das Pulver dafür befindet sich auf der Dosierplattform in der Dosierkammer und wird von dem Beschichter in die Baukammer befördert. Im zweiten Schritt erfolgt die Belichtung. Dazu wird der Laserstrahl über den Scanner auf einen zur Geometrie der Schicht gehörenden Punkt gerichtet und entsprechend über die Oberfläche bewegt. Die eingebrachte Energie führt dazu, dass das Pulvermaterial im Fokus des Laserstrahls schmilzt, sich mit dem umgebenden Material verbindet und erstarrt. Anschließend wird die Baukammer um die Schichtdicke abgesenkt, im gleichen Schritt die Dosierkammer um den gleichen Betrag angehoben und der Prozess beginnt erneut. Bei der Erzeugung mehrerer Bauteile kann das Aufbauvolumen gesteigert werden, indem statt mit einem einzelnen Fokus mit einem Multifokus gearbeitet wird. Während des gesamten Bauprozesses verbleibt das Bauteil im Pulverbett. Das Pulverbett erfüllt für nachfolgende Pulverschichten eine Stützfunktion und wird nach Fertigstellung des Bauteils entfernt [22].

Die Vorgänge in der Wechselwirkungszone von Laserstrahl und Pulvermaterial bzw. bereits erstarrtem Material sind in Abbildung 6 schematisch dargestellt. Wesentliche Parameter für die Erzielung von hohen Bauteildichten sind dabei die Laserleistung P_L ,

die Scangeschwindigkeit v_s , der Spurabstand h_s und die Schichtstärke l_z . Die Volumenenergiedichte E_V wird durch Gleichung 2.1 definiert und beschreibt die in die Pulverschicht eingebrachte Energie, welche benötigt wird, um ein Pulverelement aufzuschmelzen und mit der vorherigen Schicht zu verbinden, unter der Annahme, dass die gesamte eingebrachte Energie im Bauteil verbleibt. Während des Laserstrahlschmelzprozesses kann sowohl ein zu hoher als auch ein zu niedriger Energieeintrag zu Prozessinstabilitäten führen. Zu wenig Energie könnte nicht vollständig aufgeschmolzenes Pulver zur Folge haben, zu viel Energieeinbringung kann zum lokalen Verdampfen von Pulvermaterial führen und die Spritzerbildung fördern, vgl. Abbildung 6. Die Geschwindigkeit einer Laserstrahlschmelzanlage, mit der ein Bauteil bestimmten Volumens bei konstanter Laserleistung hergestellt werden kann, beschreibt die Aufbaurate \dot{v} , welche nach Gleichung 2.2 berechnet werden kann [23].

$$E_V = \frac{P_L}{v_s \cdot h_s \cdot l_z} \quad 2.1$$

$$\dot{v} = v_s \cdot h_s \cdot l_z \quad 2.2$$

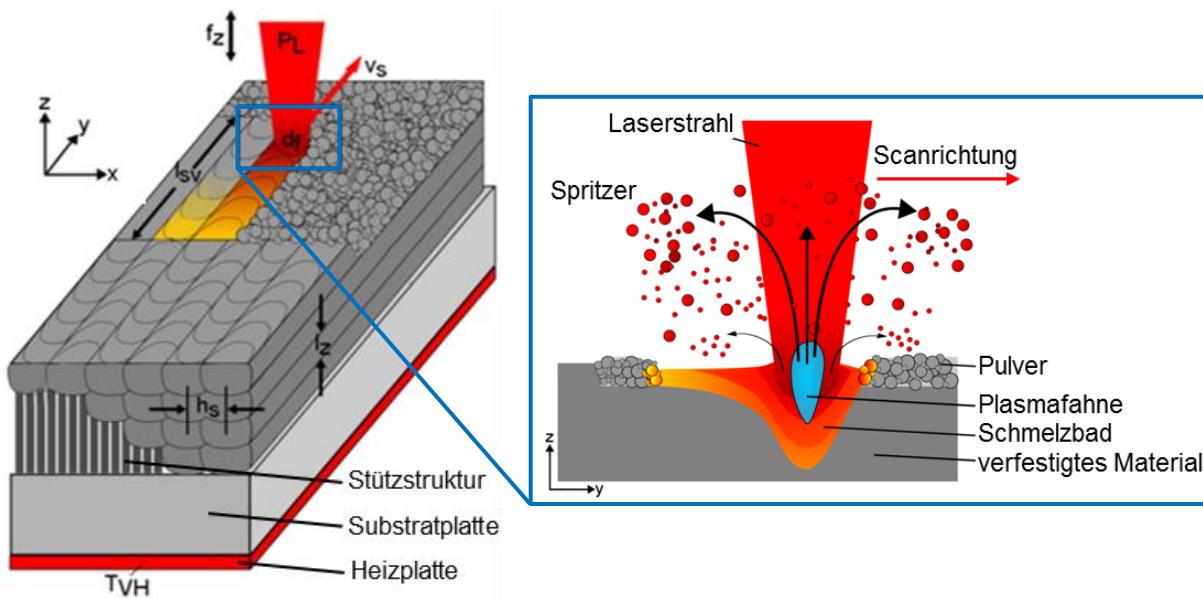


Abbildung 6: Schematische Darstellung der Wechselwirkungszone von Laserstrahl und Pulvermaterial bzw. bereits verfestigtem Material im LBM-Prozess nach Kamps [32]

2.2 Wärmebehandlung konventionell hergestellter Bauteile

2.2.1 Aluminiumlegierung AlSi10Mg

Die Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg (auch EN AC-43000 nach DIN EN 1706) ist eine aushärtbare Al-Si-Legierung mit guter bis sehr guter Gießbarkeit und guten mechanischen Eigenschaften. Dank der Zugabe von 0,2-0,45 Ma.-% Magnesium ist die Legierung aushärtbar. Zur Einstellung der mechanischen Eigenschaften wird das Wärmebehandlungsverfahren Ausscheidungshärten eingesetzt, welches aus den Teilschritten Lösungsglühen, Abschrecken und Auslagern besteht. Folgende Temperaturen und Zeiten bzw. Abschreckmedien sind typisch für die einzelnen Wärmebehandlungsteilschritte von Al-Si-Mg-Gusslegierungen:

Lösungsglühen 525-540 °C, 6-18 h
 Abschrecken in Wasser bei ≤ 70 °C
 Auslagern bei 140-170 °C für 7 h [33].

Hauptlegierungselement für Aluminiumgusslegierungen ist Silizium mit 3-20 Ma.-%, welches für die hervorragenden Gießeigenschaften der Werkstoffe verantwortlich ist. Entsprechend der Höhe des Siliziumgehaltes werden Al-Si-Gusslegierungen in vier unterschiedliche Kategorien eingeteilt. Die Legierung AlSi10Mg kann in den Bereich der hypoeutektischen Gusslegierungen eingeordnet werden, siehe Abbildung 7 [33]. Nach dem binären Al-Si-Phasendiagramm können bei 577 °C maximal 1,65 Ma.-% Silizium im Aluminiummischkristall gelöst werden. Bei Raumtemperatur ist Silizium praktisch unlöslich in Aluminium. Im Gleichgewichtszustand liegt im Gefüge neben dem Aluminiummischkristall daher Eutektikum Al + Si vor. Anwendungsgebiete für Al-Si-Gusslegierungen sind beispielsweise der Maschinen- und Apparatebau, Automobilbau oder Schiffbau. Die normative chemische Zusammensetzung der Legierung AlSi10Mg ist in Tabelle 1 zu sehen.

Tabelle 1: Normative Grenzen der Massenanteile der Legierungselemente in AlSi10Mg nach DIN EN 1706

Massenanteil in %	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti
DIN EN 1706	9,0 - 11,0	< 0,55	< 0,05	< 0,45	0,20 - 0,45	< 0,1	< 0,15

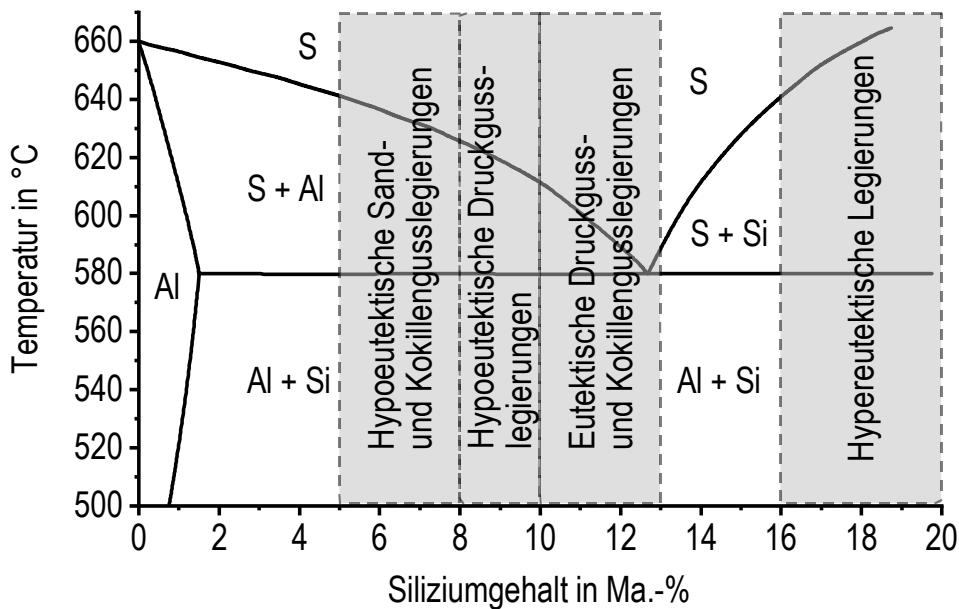


Abbildung 7: Aluminiumreiche Seite des Al-Si-Zustandsdiagrammes nach Ostermann [33]

Die Festigkeitseigenschaften von Al-Si-Mg-Legierungen werden über die Ausscheidungssequenz der Phase Mg_2Si bei der Wärmebehandlung eingestellt. Im vollständig warmausgelagerten Zustand sind für AlSi10Mg eine Zugfestigkeit von rund 260 MPa und eine 0,2 %-Dehngrenze von rund 220 MPa möglich [33]. Die maximale Härtesteigerung bei der Warmauslagerung von Al-Si-Mg-Legierungen erfolgt durch die Ausscheidung von feinem, nadelförmigem $\beta''\text{-Mg}_2\text{Si}$. Die Ausscheidungssequenz in Al-Si-Mg-Legierungen ist komplex und kann vereinfacht wie folgt dargestellt werden:

- Übersättigter Mischkristall
 - ↓
- Si/Mg-Cluster/Co-Cluster
 - ↓
- GP(I)-Zonen (nadelförmig)
 - ↓
- β'' (nadelförmig, zur Matrix kohärent entlang der Nadelachse)
 - ↓
- β' (stäbchenförmig, teilkohärent zur Matrix)
 - ↓
- β (plattenförmig, inkohärent zur Matrix) [33].

Um ein maximales Potential an Härtesteigerung bei der Warmauslagerung zu ermöglichen, sind die beiden Wärmebehandlungsteilschritte des Lösungsglühens und Abschreckens von großer Bedeutung. Nach Apelian et al. hat das Lösungsglühen bei Aluminiumgusslegierungen drei wesentliche Ziele [34]:

1. Phasen auflösen, die während der Erstarrung Mg gebunden haben
2. Legierungselemente, insbesondere Mg, homogen im Werkstoff verteilen
3. Eutektisch erstarrtes Silizium einformen.

Die typischen, langen Glühzeiten sind historisch gewachsen und halten sich bis heute. Für relativ grobe Gefüge sind deutlich längere Glühzeiten erforderlich als für feinere Werkstoffstrukturen. Im Falle einer Veredelung mit Strontium oder Natrium im Bereich einiger 100 ppm, aber auch infolge hoher Erstarrungsraten aus der Schmelze heraus, können sehr feine Werkstoffstrukturen entstehen [35]. In der Literatur [36–45] wurde mehrfach gezeigt, dass das Auflösen von magnesiumhaltigen Phasen, das homogene Verteilen von Legierungselementen sowie die Einformung der eutektischen Siliziumpartikel in Werkstoffen mit feiner Mikrostruktur deutlich kürzere Lösungsglühzeiten erfordert.

Bildhaft dargestellt ist dieser Aspekt am Beispiel einer Legierung AlSi7Mg0,3 in Abbildung 8 aus Arbeiten von Sjölander et al. für das Auflösen magnesiumhaltiger Phasen. Dabei wurde untersucht, wie sich die Magnesiumkonzentration in einem Dendriten mit fortschreitender Lösungsglühdauer verändert. Bei einer Aluminiumgusslegierung mit einem Dendritenarmabstand (DAS) von 10 µm sind bereits nach 10 min praktisch alle magnesiumhaltigen Phasen (insbesondere Mg_2Si , $Al_8FeMg_3Si_6$) aufgelöst und die maximale Magnesiumkonzentration von 0,3 Ma.-% in einem Dendriten gemessen worden. Länger andauerndes Lösungsglühen verändert die Magnesiumkonzentration im betrachteten Dendriten nicht. Bei einem DAS von 28 µm bedarf das Auflösen und Verteilen des Magnesiums bereits 30 min und bei einem DAS von 51 µm wird eine Lösungsglühdauer von 10 h benötigt [39]. Untersuchungen zu mechanischen Eigenschaften von AlSi7Mg0,3 bei verkürzter Lösungsglühdauer wurden von Zhang et al. durchgeführt. Bei einem vorliegenden DAS von etwa 25 µm konnten im Vergleich zur standardmäßigen Lösungsglühdauer von 6 h bei 540 °C vergleichbare mechanische Eigenschaften mit 30-minütiger Lösungsglühung erreicht werden. In Zugversuchen konnten so mehr als 90 % der Streckgrenze, 95 % der Zugfestigkeit und gleichwertige Bruchdehnungen erzielt werden [42].

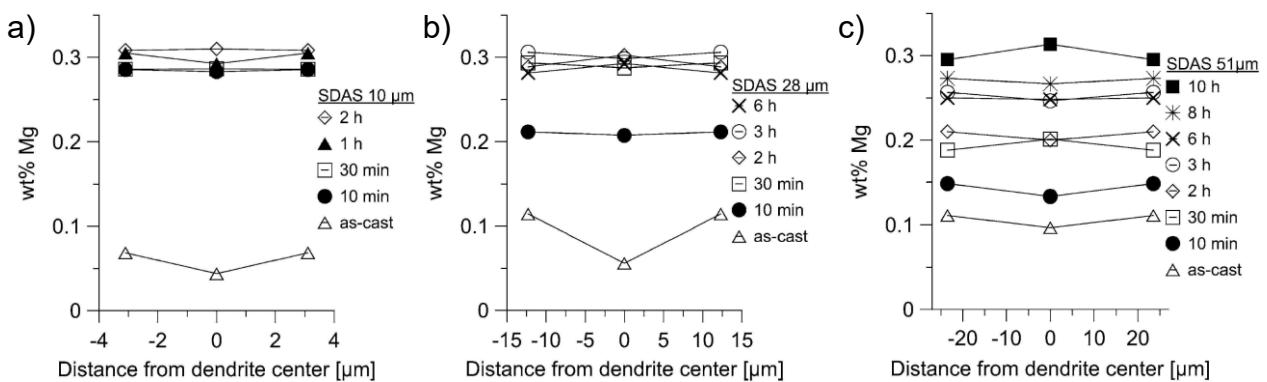


Abbildung 8: Entwicklung der Magnesiumkonzentration in einem Dendriten von AlSi7Mg0,3 mit unterschiedlichen DAS während des Lösungsglühens bei 530 °C
a) 10 μm, b) 28 μm, c) 51 μm [39]

Ein weiterer Aspekt für die mechanischen Eigenschaften von Aluminiumgusslegierungen ist die Siliziummorphologie. Merkmale für die Beschreibung der Morphologie der Siliziumpartikel sind beispielsweise die Partikelgröße, Form oder die Verteilung der Partikel in der umgebenden Matrix. So könnten z. B. nadelförmige scharfkantige Partikel zur Rissinitiierung führen oder zu beschleunigtem Risswachstum beitragen. Während des Lösungsglühens verändert sich die Morphologie der Siliziumpartikel in drei wesentlichen Stufen: Fragmentierung, Einformung und Vergrößerung [34, 43]. So brechen bei der Fragmentierung die mitunter scharfkantigen Siliziumpartikel, die während mechanischer Belastung als Rissinitiatoren in Erscheinung treten können, in kleinere Fragmente auf. Anschließend erfolgt die Einformung oder auch Sphäroidisierung, in der sich die kleineren Siliziumfragmente zu kugelförmigen Partikeln einformen. Weiterführendes Lösungsglühen führt dazu, dass die kugelförmigen Siliziumpartikel beginnen, sich zu größeren Partikeln zu vereinigen und zu vergrößern [34, 40, 43, 44, 46].

Eine Möglichkeit zur Bestimmung zweckmäßiger Lösungsglühparameter besteht in kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Auflösungsdiagrammen. Solche Diagramme geben Auskunft darüber, wann welche Phasen gebildet bzw. aufgelöst werden. Mittels Differential Scanning Calorimetry (DSC) können Beginn und Ende von Phasenumwandlungen bestimmt werden. Für eine Reihe von Aluminiumknetlegierungen sind in der Literatur über eine große Bandbreite von Erwärmgeschwindigkeiten kontinuierliche Zeit-Temperatur-Auflösungsdiagramme zu finden [47–49]. Für Aluminiumgusslegierungen gibt es bisher keine kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Auflösungsdiagramme.

Neben der Lösungsglühtemperatur und -zeit ist die Wahl eines geeigneten Abschreckmediums wichtig. Das Ziel des Abschreckens ist ein mit Legierungselementen

übersättigter Mischkristall. D. h. die Legierungselemente, die während des Lösungsglühens im Mischkristall gelöst wurden, liegen bei Raumtemperatur zwangsgelöst im Mischkristall vor. Das ermöglicht eine maximale Festigkeitssteigerung bei der anschließenden Auslagerung. Zu beachten ist, dass das Abkühlen nicht zu schnell erfolgt, um das Entstehen von Eigenspannungen und Verzug zu verringern. Bei der Entscheidung für ein geeignetes Abschreckmedium können kontinuierliche Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramme helfen [50–53]. Zahlreiche solcher Diagramme konnten in den letzten Jahren für verschiedene Systeme von Aluminiumknetlegierungen aufgenommen werden. Für Aluminiumgusslegierungen existiert bislang lediglich ein kontinuierliches Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm für die Legierung AlSi7Mg [51]. Mithilfe von kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagrammen kann für einen gegebenen Werkstoff ein geeignetes Abschreckmedium bzw. für einen gegebenen Fertigungsprozess (inkl. Abschreckmedium) ein geeigneter Werkstoff ausgewählt werden.

2.2.2 Stahl X5CrNiCuNb16-4

Der Stahl X5CrNiCuNb16-4 (häufig auch bezeichnet als 17-4 PH [Handelsname der Fa. Armco Steel Corp.], S17400 type 630 nach ASTM A564 oder 1.4542 nach DIN EN 10088-3) ist ein martensitischer, ausscheidungshärtender und korrosionsbeständiger Stahl. Er kann im Tieftemperaturbereich eingesetzt werden und verfügt gleichzeitig über eine gute Warmfestigkeit bis ca. 300 °C. Aufgrund dieser Eigenschaften eignet er sich unter anderem für den Einsatz in der Luft- und Raumfahrt, im Maschinen- und Anlagenbau sowie in der chemischen Industrie. Die normative chemische Zusammensetzung des Stahls X5CrNiCuNb16-4 ist in Tabelle 2 zu sehen.

Tabelle 2: Normative Grenzen der Massenanteile der Legierungselemente in X5CrNiCuNb16-4 nach DIN EN 10088-3

Massenanteil in %	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Cu	Nb
DIN EN 10088-3	< 0,07	< 0,7	< 1,5	15,0- 17,0	< 0,60	3,0- 5,0	3,0- 5,0	5 x C- 0,45

Die mechanischen Eigenschaften werden über das Wärmebehandlungsverfahren Ausscheidungshärten eingestellt, welches aus den drei Teilschritten Austenitisieren (hier gleichzeitig Lösungsglühen), Abschrecken und anschließendem Auslagern besteht, siehe Abbildung 9 b). Der Stahl X5CrNiCuNb16-4 kann grundlegend zu den Fe-Cu-Legierungen gezählt werden. Die Phasengrenzen im Fe-Cu-Zustandsdiagramm (Abbildung 9 a)) werden aufgrund der zahlreichen Legierungselemente in X5CrNiCuNb16-4 zwar verschoben, aber die prinzipiellen Abläufe der Wärmebehandlung (insbesondere der Ausscheidungskinetik) sind vergleichbar [54]. Eine detaillierte Beschreibung über die Wirkung einzelner Legierungselemente in korrosionsbeständigen Stählen und deren Einfluss auf die Phasengrenzen ist in [55, 56] zu finden. Abbildung 9 a) stellt die eisenreiche Seite des Fe-Cu-Zustandsdiagrammes bis 4 Ma.-% Kupfer im Temperaturbereich bis 1000 °C dar und Abbildung 9 b) einen schematischen Temperatur-Zeit-Verlauf des Ausscheidungshärtens für Fe-Cu-Legierungen. Der Stahl wird aus dem ferritischen (α)-Gebiet mit begrenzter Löslichkeit für Kupfer beim Austenitisieren/Lösungsglühen in das austenitische (γ)-Gebiet erwärmt, wobei das Kupfer in der austenitischen Matrix gelöst wird. Beim Abschrecken auf Raumtemperatur verbleibt das Kupfer in der Matrix zwangsgelöst, während das Gefüge vom Austenit in den Martensit umklappt. Beim nachfolgenden Auslagern bei erhöhter Temperatur können festigkeitssteigernde, kupferreiche Phasen ausgeschieden werden.

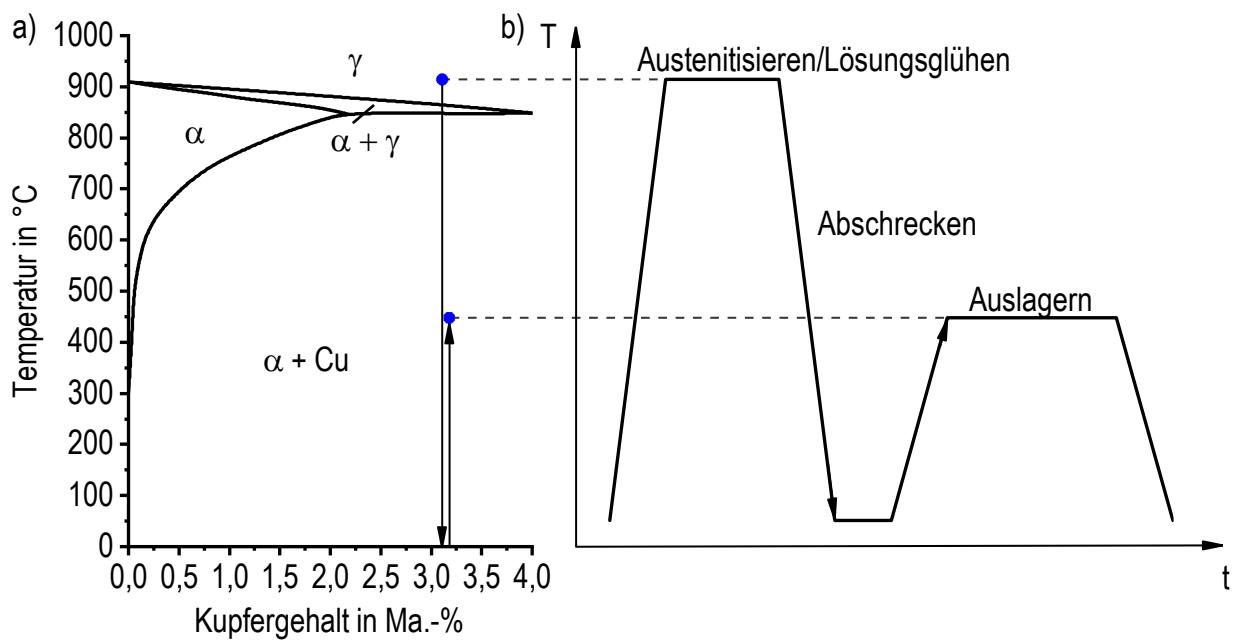


Abbildung 9: a) eisenreiche Seite des Fe-Cu-Zustandsdiagrammes nach Wriedt et al. [57], b) schematische Darstellung der Teilschritte des Ausscheidungshärtens von Fe-Cu-Legierungen

Das Austenitisieren erfolgt für X5CrNiCuNb16-4 bei Temperaturen von 1030 °C bis 1050 °C für mindestens 30 min (je nach Bauteilvolumen). Typische Abschreckmedien sind Luft, Öl oder Wasser. Das Gefüge nach dem Abschrecken ist (weitgehend unabhängig von der gewählten Abkühlrate) rein martensitisch mit geringen Anteilen an δ-Ferrit und Carbiden (NbC). Aufgrund des geringen Kohlenstoffgehaltes von max. 0,07 Ma.-% ist der Martensit allerdings nur geringfügig verzerrt und der Werkstoff verfügt nach dem Abschrecken von Austenisiertemperatur zunächst über relativ geringe Festigkeiten. Deshalb wird der Stahl X5CrNiCuNb16-4 auch als weichmartensitisch bezeichnet [58].

Im abgeschreckten Zustand weist der Werkstoff einen mit Legierungselementen übersättigten Mischkristall auf. Die Legierungselemente, die zuvor während des Austenitisierens im Austenit gelöst und homogen verteilt wurden, sind bei Raumtemperatur im martensitischen Mischkristall zwangsgelöst. Das sich an das Abschrecken anschließende Warmauslagern erfolgt je nach Anwendungsfall in einem Temperaturbereich von 480 °C bis 620 °C und bewirkt die Ausscheidung kupferreicher Phasen als nanoskalige Partikel [54, 55, 59–64]. Der Stahl erreicht so hohe Festigkeiten bei ausreichender Duktilität in Kombination mit einer hervorragenden Korrosionsbeständigkeit. Typische Auslagerungsparameter und resultierende mechanische Eigenschaften nach ASTM A564 sind in Tabelle 3 zusammengefasst.

Tabelle 3: Typische Auslagerungsparameter für X5CrNiCuNb16-4 nach ASTM A564

Zustand	Temperatur T in °C	Zeit t in h	Zugfestigkeit R _m in MPa	0,2 %-Dehngrenze R _{p0,2} in MPa	Bruchdehnung A in %
H900	480	1	1310	1170	10
H925	495	4	1170	1070	10
H1025	550	4	1070	1000	12
H1075	580	4	1000	860	13
H1100	595	4	965	795	14
H1150	620	4	930	725	16

Die kupferreichen Ausscheidungen können je nach Stadium der Auslagerung in unterschiedlichen Morphologien vorliegen. Die verschiedenen Stadien der kupferreichen Ausscheidungen während des Auslagerns wurden in der Literatur ausführlich untersucht. In der Regel wurden die Untersuchungen an Fe-Cu-Legierungen mit Kupfergehalten zwischen 1-5 % durchgeführt. Die Atomradien von Eisen und Kupfer sind mit einem Verhältnis von $r_{\text{Cu}}/r_{\text{Fe}} = 1,003$ sehr ähnlich, weshalb Kupfer als Substitutionsatom in das Kristallgitter der umgebenden Matrix eingebunden wird [59, 65]. Nach Hornbogen et al. geht Kupfer keine intermetallische Verbindung mit Eisen ein [59]. Hornbogen und Glenn haben in einer Fe-Cu-Legierung kupferreiche Partikel mit einem Durchmesser von 9 nm bis 100 nm nach Auslagerung für bis zu 1000 h bei 700 °C mit einem kfz (kubisch-flächenzentriert)-Gitter mittels Elektronenbeugung nachgewiesen. Teilchen kleiner als 9 nm konnten in dieser Untersuchung nicht detektiert werden. Daher wird angenommen, dass das Kupfer zunächst sphärische Cluster bildet, mit fortlaufender Zeit wächst und ab einer kritischen Größe von etwa 30 nm in stäbchenförmige Ausscheidungen umwandelt [59]. Speich und Oriani konnten diese Annahme bestätigen und fanden nach dem Auslagern von 100 h bei 830 °C stäbchenförmige Kupferausscheidungen in einer Größenordnung von bis zu 500 nm. Mithilfe von Elektronenbeugungsmustern konnten sie zeigen, dass die stäbchenförmigen Ausscheidungen nach der Kurdjumov-Sachs-Beziehung zu der krz (kubisch-raumzentriert)-Matrix ausgerichtet sind [66]. Pizzini et al. wiesen mittels EXAFS-Spektroskopie (extended X-ray absorption fine structure) nach, dass die sphärischen Cluster zunächst mit einer der umgebenden krz-Matrix kohärenten Grenzfläche wachsen, ehe sie sich in stäbchenförmige Ausscheidungen mit kfz-Gitter

umwandeln, welche eine inkohärente Grenzfläche zur krz-Matrix aufweisen [67]. Phythian et. al haben die kohärenten, kupferreichen Partikel in einer Fe-Cu-Legierung ebenfalls mittels EXAFS-Spektroskopie sowie mit dem TEM analysiert. In Verbindung mit Härteprüfungen konnte festgestellt werden, dass bei einer Auslagerung von 2 h bei 550 °C die maximale Härte bei einer Teilchengröße von rund 2 nm zu finden ist [68]. In weiteren Veröffentlichungen konnten an unterschiedlichen Fe-Cu-Legierungen vergleichbare Beobachtungen gemacht werden, dass kupferreiche Ausscheidungen im Bereich von 3 nm in maximalen Festigkeitswerten bei maximaler Teilchendichte resultieren [69–74]. Insbesondere im Bereich der maximalen Härte bestehen die kupferreichen Ausscheidungen zu großen Teilen aus Kupfer (50-70 %) und Eisen (30-40 %). Weitere Bestandteile der Ausscheidungen können Aluminium, Nickel und zu kleineren Anteilen Silizium und Mangan sein. Im letzten Stadium der Ausscheidungssequenz liegt nahezu reines Kupfer mit kfz-Gitter vor [61, 69, 71, 75, 76]. Buswell et al. konnten nachweisen, dass die oben angesprochene Umwandlung nicht, wie von Hornborgen und Glenn angenommen, ab einer kritischen Größe von etwa 30 nm stattfindet, sondern bereits ab einem Durchmesser von 6 nm [77]. Damit ergibt sich für Fe-Cu-Legierungen folgende Ausscheidungssequenz:

- krz Matrix (übersättigter Mischkristall)

\Downarrow
- mit der Matrix kohärente, krz, kupferreiche Cluster (bis ca. 6 nm)

\Downarrow
- mit der Matrix inkohärente, kfz, nahezu reine Kupferausscheidungen (ab ca. 40 nm).

Es wird zunächst vermutet, dass diese Umwandlung direkt und ohne eine Zwischenstufe erfolgt [59, 69]. Othen et al. konnten später dank hochauflösender Transmissionselektronenmikroskopie zwei Zwischenstufen bei der Umwandlung der kupferreichen Phasen während der Auslagerung bei 550 °C beobachten [78, 79].

Alle oben beschriebenen Untersuchungen wurden während des Wärmebehandlungsteilschrittes des Auslagerns durchgeführt. Bislang gibt es in der Literatur keine Veröffentlichungen, die sich mit dem Auflösen der kupferreichen Phasen beim Erwärmen bzw. der abschreckinduzierten Ausscheidung von kupferreichen Phasen beim Abkühlen beschäftigen. Typischerweise werden Gefügeumwandlungen in Stählen mit einem Dilatometer untersucht, da diese große Volumenänderungen nach sich ziehen [80]. Da allerdings nur ein kleiner Anteil der Legierungselemente an der Auflösung und Ausscheidung der festigkeitssteigernden Phasen beteiligt ist, resultiert daraus nur eine verhältnismäßig geringe Veränderung des Volumens. Abbildung 10 zeigt ein kontinuierliches Zeit-Temperatur-Austenitisierdiagramm für X5CrNiCuNb16-4, aufgenommen mittels Dilatometrie. Dabei sind zwar die Ausscheidung der kupferreichen Phasen in der martensitischen Matrix berücksichtigt, allerdings nicht die Auflösung der Kupferatome in der austenitischen Matrix. Das Wissen über die vollständige Auflösung ist allerdings entscheidend für die Wahl der richtigen Austenitisiertemperatur.

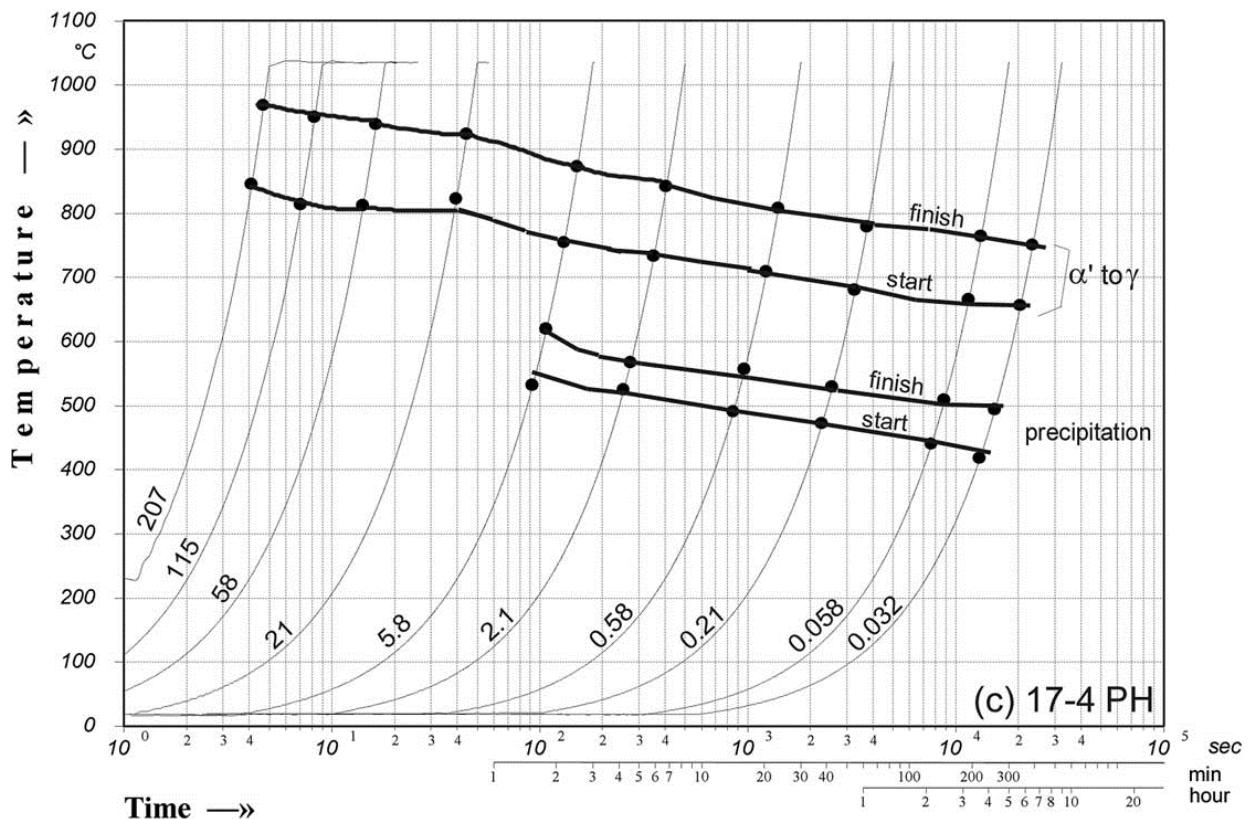


Abbildung 10: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Austenitisierdiagramm für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 [81]

Abbildung 11 zeigt ein kontinuierliches Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm für das Abkühlen des Stahls X5CrNiMoCuNb14-5 (auch 14-5 PH) von zwei verschiedenen Austenitisiertemperaturen. Die durchgezogene Linie kennzeichnet die Abkühlkurve nach Austenitisierung bei 900 °C, die gestrichelte Linie nach Austenitisierung bei 1050 °C. Aus dem Diagramm ist abzulesen, dass über den gesamten Bereich von Abkühlgeschwindigkeiten die Umwandlung in die Martensitstufe stattfindet, wobei die ermittelten Härtewerte (unabhängig von der Austenitisiertemperatur) nahezu konstant sind. Mögliche abschreckinduzierte Ausscheidungen sind in dem Diagramm nicht berücksichtigt. Auch die dargestellten Härtewerte lassen keine Rückschlüsse auf abschreckinduzierte Ausscheidungen zu. Für ausscheidungshärtende Werkstoffe ist die Angabe von Härtewerten nach erfolgter Auslagerung mit Angabe der dafür verwendeten Parameter zu bevorzugen.

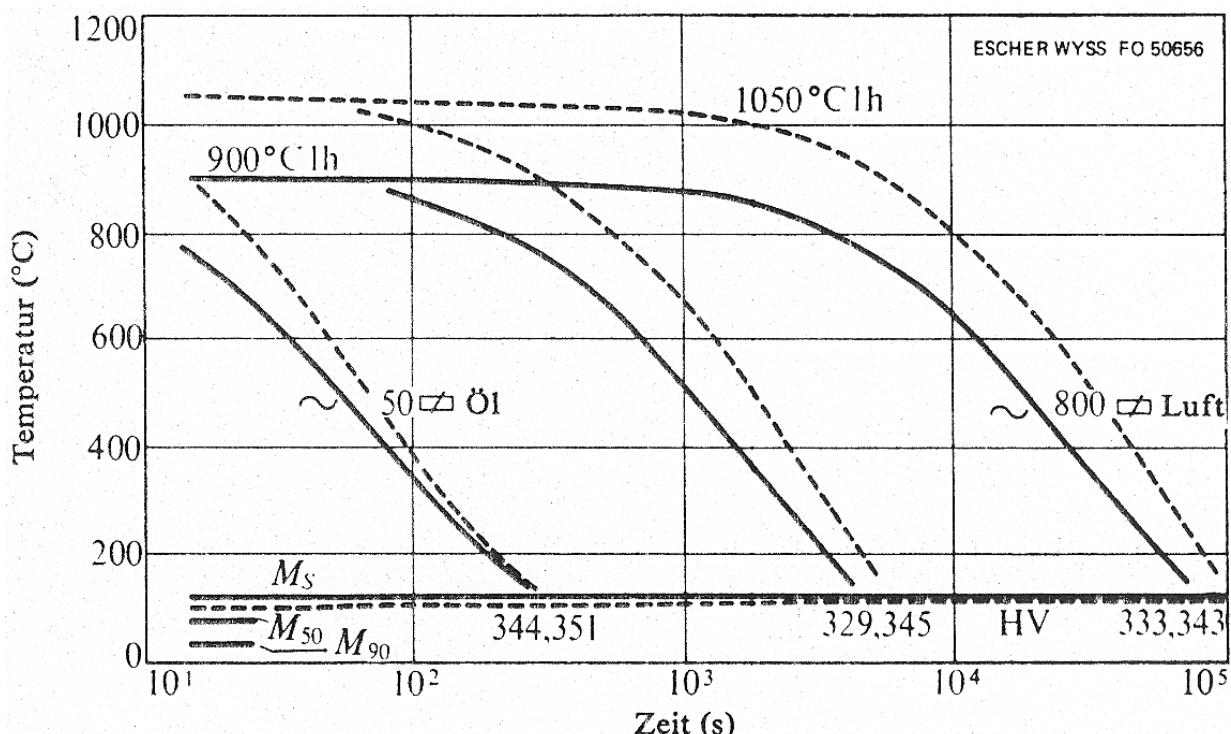


Abbildung 11: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm für den Stahl X5CrNiMoCuNb14-5 (auch 14-5 PH) [82]

2.3 Wärmebehandlung additiv gefertigter Bauteile

2.3.1 Aluminiumlegierung AlSi10Mg

Zur Wärmebehandlung von laserstrahlgeschmolzenen Al-Si-Mg-Legierungen gibt es in der Literatur zahlreiche Veröffentlichungen. So wurde der Einfluss von klassischen, für konventionell hergestellte Aluminiumgusslegierungen entwickelten Wärmebehandlungsparametern auf das laserstrahlgeschmolzene Gefüge und die resultierenden mechanischen Eigenschaften untersucht. Die klassischen, standardmäßigen Wärmebehandlungsparameter basieren auf der häufig angewendeten T6-Wärmebehandlung, die sich aus dem Lösungsglühen, Abschrecken und vollständigen Warmauslagern zusammensetzt [14, 26, 83–92].

Infolge eines Ringversuches ist die Richtlinie VDI 3405 Blatt 2.1 entstanden, welches Materialkenndaten für die Legierung AlSi10Mg enthält. Die mechanischen Eigenschaften für laserstrahlgeschmolzene Bauteile aus AlSi10Mg aus dieser Richtlinie sind in Tabelle 4 zusammengefasst. Enthalten sind Kennwerte für den wie gebauten Zustand sowie nach erfolgter T6-Wärmebehandlung für drei unterschiedliche Baurichtungen im Vergleich zu den mechanischen Eigenschaften eines mittels Kokillenguss gefertigten Stabes im T6-Zustand nach DIN EN 1706. Aus der tabellarischen Auflistung der mechanischen Eigenschaften wird klar, dass die Spannen einzelner Kennwerte zwar relativ groß sind, dennoch mindestens der jeweilige Kennwert des konventionell hergestellten Materials erreicht wird.

Tabelle 4: Mechanische Kennwerte aus einem Ringversuch für laserstrahlgeschmolzene Bauteile aus AlSi10Mg nach VDI 3405 Blatt 2.1 im Zustand wie gebaut und nach Wärmebehandlung in Abhängigkeit von der Baurichtung

Zustand	Baurichtung	R_m in MPa	$R_{p0,2}$ in MPa	A in %
T6 - DIN EN 1706	Kokillenguss	260	220	1
wie gebaut	0° liegend	370-470	240-290	4-7
	45° geneigt	370-480	210-300	4-6
	90° stehend	350-480	210-270	2-5
T6 - 525 °C, 6 h +	0° liegend	290-310	230-260	5-10
Wasserabschreckung +	45° geneigt	290-320	230-270	5-9
165 °C, 7 h	90° stehend	280-310	220-260	6-10

Des Weiteren wird deutlich, dass das laserstrahlgeschmolzene Material im wie gebauten Zustand exzellente mechanische Eigenschaften aufweist, die z. T. erheblich besser sind als die für das konventionell hergestellte Material [14, 17, 21, 85, 91, 93–97]. Die extrem hohen Festigkeitseigenschaften werden auf feinverteilte Siliziumausscheidungen im Nanometerbereich zurückgeführt [17, 95, 96, 98]. Bezüglich der drei unterschiedlichen Baurichtungen wird in der Literatur berichtet, dass insbesondere die Bruchdehnung bei stehend aufgebauten Proben im Vergleich zu liegend aufgebauten Proben geringer ausfallen kann [14, 17, 21, 84, 91, 93].

Die T6-Wärmebehandlung bewirkt signifikante Änderungen der mechanischen Eigenschaften im Vergleich zum wie gebauten Zustand. Während die Zugfestigkeit beträchtlich abnimmt, bleibt die 0,2 %-Dehngrenze annähernd konstant und die Bruchdehnung nimmt stark zu. Eine Erklärung für den Festigkeitsverlust der LBM-Proben ist das Einformen und Vergröbern der ursprünglich sehr feinen (und damit festigkeitssteigernden) Siliziumpartikel während des Lösungsglühens [21, 84, 92, 95]. Deren Anteil an der Verfestigung im wie gebauten Zustand scheint einen wesentlich größeren Einfluss zu haben, als die Verfestigung infolge der Ausscheidungshärtung mit Mg_2Si -reichen Phasen im warmausgelagerten Zustand.

Da das Lösungsglühen die feine Mikrostruktur, die infolge der schnellen Erstarrung im LBM-Prozess entsteht, zerstört und die hohen Festigkeiten aus dem wie gebauten Zustand nach Lösungsglühen, Abschrecken und anschließendem Auslagern nicht mehr erreicht werden können, sind neben der klassischen T6-Wärmebehandlung Versuche zur Direktauslagerung bei typischen Auslagerungstemperaturen ohne Lösungsglühen durchgeführt worden [91, 94]. Das Direktauslagern der LBM-Proben ohne Lösungsglühen führt in der Literatur zu einer weiteren Steigerung der Härtewerte.

Ausgehend von typischen Auslagerungstemperaturen (140-170 °C) haben Kimura et al. den Einfluss des Direktauslagerns bzw. Glühens auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften bei Temperaturen von 150-350 °C für 5 h an laserstrahlgeschmolzenem AlSi7Mg untersucht [84]. Der Verlauf der mechanischen Eigenschaften mit steigender Glühtemperatur ist in Abbildung 12 im Vergleich zum wie gebauten Zustand (25 °C) für stehend und liegend aufgebaute Proben dargestellt. Für die Festigkeit der wie gebauten Proben sind vergleichbare Werte festgestellt worden, hingegen ist die Bruchdehnung der stehend aufgebauten Proben rund 5 % niedriger als bei liegend gebauten Proben. Nach Auslagern der wie gebauten Proben bei 150 °C für 5 h ist ein leichter Anstieg der erzielbaren Festigkeiten zu erkennen. Die Bruchdehnung

beider untersuchter Baurichtungen gleichen sich an und liegen bei rund 11 %. Mit steigender Temperatur nimmt die Festigkeit kontinuierlich ab, während die Bruchdehnung signifikant zunimmt. Die Zugfestigkeit sinkt mit einem Wert von rund 200 MPa nach Glühen bei 350 °C für 5 h auf etwa die Hälfte des Wertes im wie gebauten Zustand bzw. direktausgelagerten Zustand. Für die 0,2 %-Dehngrenze ist das gleiche Verhalten, von ca. 230 MPa im wie gebauten Zustand bzw. direktausgelagerten Zustand auf 125 MPa nach Glühen bei 350 °C, zu beobachten. Nach 5 h bei 350 °C ist dagegen nahezu eine Verdopplung der Bruchdehnung zu verzeichnen. Liegt diese im wie gebauten Zustand zwischen 12-17 %, beträgt sie nach erfolgter Wärmebehandlung 28-31 %. Erklärt wird der Verlauf der mechanischen Eigenschaften mit der Veränderung der Siliziumpartikel. Im wie gebauten Zustand liegen diese im Nanometerbereich vor und vergrößern sich mit steigender Temperatur bis in den Mikrometerbereich. Ein vergleichbarer Einfluss der Glühtemperaturen konnte auch an laserstrahlgeschmolzenem AlSi12 [99] sowie AlSi20 [100] beobachtet werden.

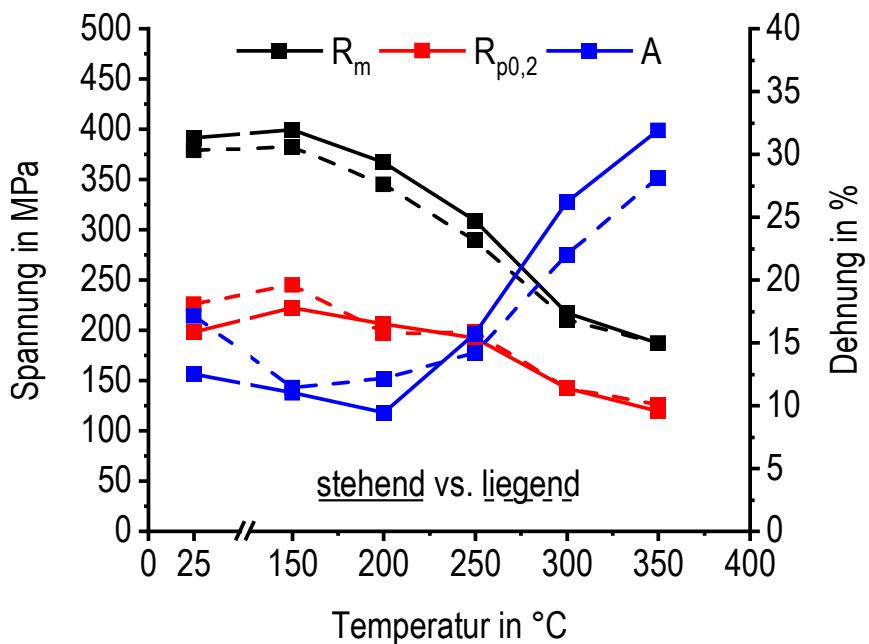


Abbildung 12: Einfluss der Glühtemperaturen (150-350 °C) auf die mechanischen Eigenschaften von laserstrahlgeschmolzenem AlSi7Mg nach einer Zeit von 5 h im Vergleich zum wie gebauten Zustand (25 °C) nach Kimura et al. [84]

Die Wirkung höherer Glühtemperaturen an AlSi10Mg, bis hin zu typischen Lösungsglühtemperaturen, haben Li et al. untersucht [85]. Die Glühparameter variieren hier von 450-550 °C für eine konstante Zeit von 2 h und anschließender Wasserabschreckung. Der Verlauf der mechanischen Eigenschaften mit steigender Glühtemperatur ist in Abbildung 13 im Vergleich zum wie gebauten Zustand (25 °C) dargestellt. Die im wie gebauten Zustand ermittelten, mechanischen Kennwerte sind

vergleichbar mit denen, die in der VDI 3405 Blatt 2.1 hinterlegt sind, vgl. Tabelle 4. Aus Abbildung 13 wird deutlich, dass die Festigkeiten mit steigender Glühtemperatur erheblich abnehmen. Die Zugfestigkeit sinkt nach Glühen bei 550 °C um mehr als die Hälfte und die 0,2 %-Dehngrenze sogar auf weniger als ein Drittel des Wertes im wie gebauten Zustand. Gegenläufig dazu steigt die Bruchdehnung um etwa das Fünffache an, von 5 % im wie gebauten Zustand auf ca. 24 % nach Glühen bei 550 °C für 2 h. In diesem Zustand weist die Mikrostruktur Siliziumpartikel von bis zu 2-4 µm auf.

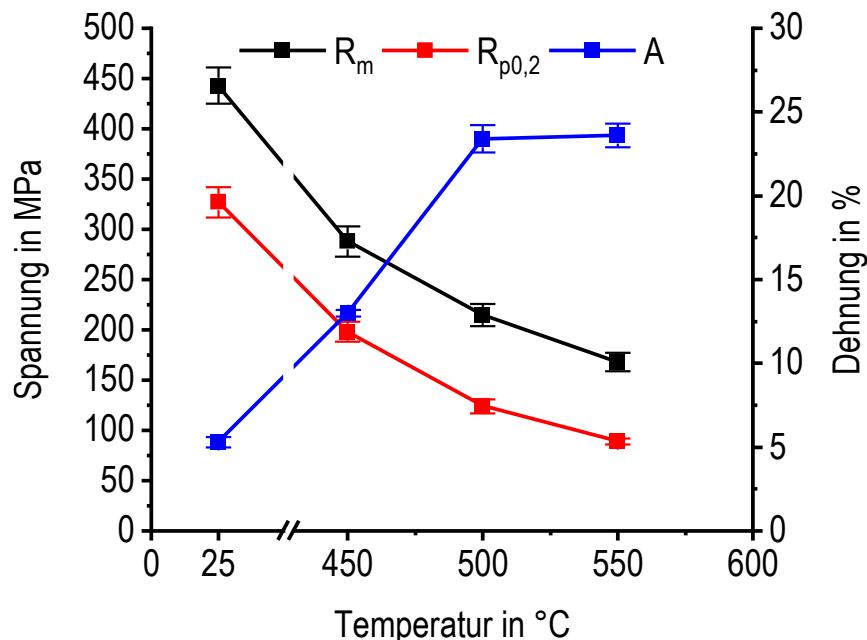


Abbildung 13: Einfluss der Glühtemperatur (450-550 °C) auf die mechanischen Eigenschaften von laserstrahlgeschmolzenem AlSi10Mg nach einer Zeit von 2 h und anschließender Wasserabschreckung im Vergleich zum wie gebauten Zustand (25 °C) nach Li et al. [85]

Rao et al. haben die Auswirkung unterschiedlich langer Glühzeiten bei 535 °C von 0,25-150 h und anschließender Wasserabschreckung auf die mechanischen Eigenschaften untersucht [95]. Der Verlauf der mechanischen Eigenschaften mit zunehmender Glühdauer ist in Abbildung 14 dargestellt. Die im wie gebauten Zustand ermittelten Festigkeiten sind im Diagramm aufgeführt und vergleichbar mit denen, die in der VDI 3405 Blatt 2.1 hinterlegt sind, vgl. Tabelle 4. Das Material in dieser Veröffentlichung weist mit rund 13 % eine sehr hohe Bruchdehnung auf. Anhand von Abbildung 14 wird neben der Entfestigung und der Zunahme der Bruchdehnung im Vergleich zum wie gebauten Zustand deutlich, dass sich sowohl die Festigkeiten als auch die Bruchdehnung mit zunehmender Glühdauer verschlechtern. Daraus kann geschlossen werden, dass kürzeres Lösungsglühen, z. B. bis zu einer Stunde, besser geeignet ist als längeres Lösungsglühen über mehrere Stunden, da sich die

Siliziumpartikel während des andauernden Lösungsglühens immer weiter vergröbern und weniger Widerstand gegen Verformung leisten können.

Anhand der diskutierten Literatur kann geschlussfolgert werden, dass Bauteile im wie gebauten Zustand über hervorragende mechanische Eigenschaften verfügen. Lediglich die Bruchdehnung ist relativ niedrig und kann je nach Baurichtung eine gewisse Anisotropie aufweisen. Das Lösungsglühen bewirkt ein Vergröbern der im wie gebauten Material im Nanometerbereich vorliegenden Siliziumpartikel, was zum Verlust der hohen Festigkeiten führt, aber im Gegenzug eine signifikante Verbesserung der Duktilität bewirkt. Das bedeutet, je nach Anwendungsfall können die mechanischen Eigenschaften mit der Wahl der entsprechenden Glühparameter gezielt eingestellt werden. Stand der Technik ist heute z. T. ein sogenanntes Spannungsarmglühen bei 300 °C für 2 h, welches unmittelbar nach Beendigung des Baujobs durchgeführt wird, bevor die Proben von der Substratplatte entfernt werden. Da dieses Glühen allerdings gleichzeitig zu Gefügeveränderungen führt, ist es definitionsgemäß kein reines Spannungsarmglühen [21, 95, 101–103].

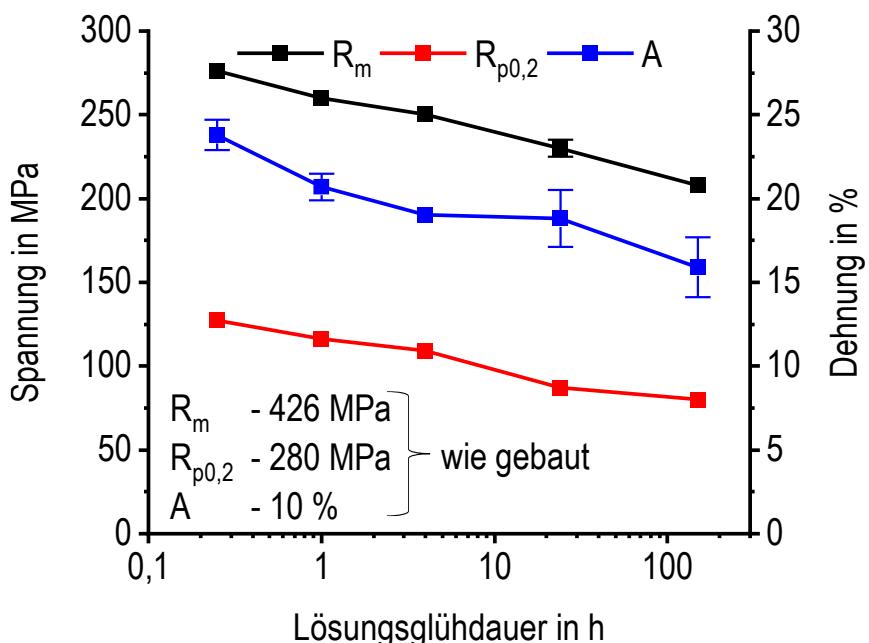


Abbildung 14: Einfluss der Glühdauer (0,25-150 h) auf die mechanischen Eigenschaften von laserstrahlgeschmolzenem AISi10Mg bei 535 °C und anschließender Wasserabschreckung nach Rao et al. [95]

2.3.2 Stahl X5CrNiCuNb16-4

Für den laserstrahlgeschmolzenen Werkstoff X5CrNiCuNb16-4 existieren bisher keine gesonderten, etablierten Wärmebehandlungsparameter. Hauptsächlich werden in der Literatur die für konventionell hergestellte Bauteile entwickelten Parameter verwendet, vgl. Tabelle 5. Grundlegend für die folgende Betrachtung sollen die mechanischen Eigenschaften im Zustand H900 (1040 °C, 1 h + 480 °C, 1 h) nach ASTM A564 sein. In diesem Zustand werden für konventionelle Werkstoffe die höchsten Festigkeiten erreicht. Entscheidend ist dabei die Kombination aus höchsten Festigkeiten bei ausreichend hoher Bruchdehnung. Für laserstrahlgeschmolzene Bauteile aus X5CrNiCuNb16-4 führen diese Parameter jedoch nicht zu den in der Norm angegebenen Mindestwerten. Im Gegensatz zu laserstrahlgeschmolzenem AlSi10Mg können für X5CrNiCuNb16-4 im wie gebauten Zustand keine normgerechten mechanischen Eigenschaften beobachtet werden [104–109]. Dies verdeutlicht die Notwendigkeit einer angepassten, nachgelagerten Wärmebehandlung.

Neben der Durchführung aller Wärmebehandlungsschritte des Ausscheidungshärtens d. h. Austenitisieren, Abschrecken und Auslagern wurden in der Literatur auch Versuche zum direkten Auslagern untersucht. Tabelle 5 fasst die mechanischen Eigenschaften für laserstrahlgeschmolzene Bauteile aus X5CrNiCuNb16-4 nach unterschiedlicher Wärmebehandlung aus der Literatur im Vergleich zur Norm ASTM A564 im Zustand H900 zusammen. Daraus wird ersichtlich, dass die Wärmebehandlung zwar durchaus zu akzeptablen Festigkeiten, aber lediglich bei Yadollahi et al. zu einer ausreichend hohen Bruchdehnung führte.

Neben dem Zustand H900 verweist die Norm ASTM A564 auf weitere mögliche Wärmebehandlungen mit geringeren Festigkeiten. Dazu gehört beispielsweise der Zustand H1025 (1040 °C, 1 h + 550 °C, 4 h) mit einer Mindestzugfestigkeit von 1070 MPa, einer Mindestdehngrenze von 1000 MPa und einer Mindestbruchdehnung von 12 %. Diese mechanischen Eigenschaften können in den Arbeiten von Hu et al. bzw. Rafi et al. an laserstrahlgeschmolzenem X5CrNiCuNb16-4 erreicht werden.

Für das direkte Auslagern sind bisher zwar auch keine normgerechten Eigenschaften festzustellen, wobei allerdings die Abweichungen zur Normvorgabe z. T. nur geringfügig ausfallen [106, 110].

Tabelle 5: Mechanische Eigenschaften für laserstrahlgeschmolzene Bauteile aus X5CrNiCuNb16-4 nach Wärmebehandlung in der Literatur (grün \triangleq normgerecht, gelb \triangleq nicht normgerecht - geringfügige Abweichung zur Norm, rot \triangleq nicht normgerecht - große Abweichung zur Norm)

Autor	Zustand	R_m in MPa	$R_{p0,2}$ in MPa	A in %
ASTM A564 – H900	1040 °C, $\geq 0,5$ h + 480 °C, 1 h	1310	1170	10
Facchini et al. [111]	600 °C, 2 h ^a	1300	600	25
	650 °C, 2 h ^a	915	619	12
Rafi et al. [106]	788 °C, 2 h ^a	1487	858	7
	788 °C, 2 h + 482 °C, 1 h ^a	1457	1126	12
Murr et al. [110]	482 °C, 1 h ^c	1370	1190	8,3
	480 °C, 1 h ^b	1417	945	15,5
LeBrun et al. [105]	1040 °C, 1 h + 480 °C, 1 h ^b	1444	1352	4,6
Yadollahi et al. [18]	1040 °C, 0,5 h + 482 °C, 1 h ^a	1150	1020	2,8
	1040 °C, 0,5 h + 482 °C, 1 h ^b	1410	1250	11
Mahmoudi et al. [109]	1038 °C, 1 h + 482 °C, 1 h ^a	ca. 1130	ca. 930	ca. 2,5
	1038 °C, 1 h + 482 °C, 1 h ^b	ca. 1250	ca. 930	ca. 8
Hu et al. [104]	1040 °C, 0,5 h + 550 °C, 4 h ^c	ca. 1100	ca. 1030	ca. 16
Pasebani et al. [112]	1051 °C, 1 h + 482 °C, 1 h ^c	1368	1200	2,6
	1315 °C, 1 h + 482 °C, 1 h ^c	1300	1255	2

a - senkrecht (stehend) zur Bauplattform gebaute Zugproben

b - waagerecht (liegend) zur Bauplattform gebaute Zugproben

c – keine Angabe zur Baurichtung

Bei der Bewertung der mechanischen Eigenschaften ist die Aufbaurichtung bzw. die Richtung, aus der die Zugproben entnommen wurden, zu berücksichtigen. Aus den Arbeiten von Yadollahi et al. [18, 108, 113] sowie Mahmoudi et al. [109] ist bekannt, dass senkrecht (stehend) zur Bauplattform aufgebaute Proben wesentlich schlechtere mechanische Eigenschaften aufweisen können. Zurückgeführt wird dies auf mögliche Baufehler, die während des LBM-Prozesses entstehen können, wie beispielsweise Poren, nicht oder nur z. T. aufgeschmolzenes Pulver oder Bindefehler. Diese Baufehler können eine schlechte Anbindung zwischen den einzelnen zweidimensionalen Schichten bewirken.

3 Werkstoffe und Methoden

3.1 Untersuchte Werkstoffe

3.1.1 Aluminiumlegierung AlSi10Mg

Die LBM-Proben werden aus gasverdüstetem (Stickstoff) Pulver mit Standardprozessparametern auf einer LBM-Anlage des Typs SLM 250^{HL} der Fa. SLM Solutions unter Argonatmosphäre chargenrein aufgebaut. Das Pulver weist bei einer durchschnittlichen Korngröße von 45 µm folgende Größenverteilung auf: $d_{10} = 26 \mu\text{m}$; $d_{50} = 42 \mu\text{m}$; $d_{90} = 66 \mu\text{m}$. Die Massenanteile der enthaltenen Legierungselemente der Testkörper wurden mittels optischer Emissionsspektroskopie analysiert und sind in Tabelle 6 dargestellt. Die chemische Zusammensetzung liegt innerhalb der normativen Grenzen. Die Eigenschaften der laserstrahlgeschmolzenen Proben aus der Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg werden mit konventionellen Druckgussplatten im wie gegossenen Zustand, 115 x 105 x 6 mm verglichen.

Tabelle 6: Ermittelte Massenanteile der Legierungselemente in AlSi10Mg

Massenanteil in %	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti
DIN EN 1706	9,0 - 11,0	< 0,55	< 0,05	< 0,45	0,20 - 0,45	< 0,1	< 0,15
LBM	9,46	0,16	0,009	0,003	0,296	0,018	0,008
konventionell	10,92	0,16	0,016	0,386	0,232	0,015	0,036

3.1.2 Stahl X5CrNiCuNb16-4

Die LBM-Proben werden aus gasverdüstetem (Argon) Pulver mit Standardprozessparametern auf einer gängigen LBM-Anlage¹ unter Argonatmosphäre aufgebaut. Das Pulver weist bei einer durchschnittlichen Korngröße von 29 µm folgende Größenverteilung auf: $d_{10} = 16 \mu\text{m}$; $d_{50} = 28 \mu\text{m}$; $d_{90} = 44 \mu\text{m}$. Die Massenanteile der enthaltenen Legierungselemente der beiden im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Chargen ist in Tabelle 7 aufgeführt. Die chemische Zusammensetzung liegt innerhalb der normativen Grenzen. Die Eigenschaften der LBM-Proben des Stahls X5CrNiCuNb16-4 werden mit einem warm gewalzten Stab ($\varnothing 15 \text{ mm} \times 3000 \text{ mm}$) im lösungsgeglühten und abgeschreckten Zustand (austenitisiert bei 1038°C für 60 min und an bewegter Luft abgekühlt) verglichen.

Tabelle 7: Ermittelte Massenanteile der Legierungselemente in X5CrNiCuNb16-4

Massenanteil in %	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Cu	Nb
DIN EN 10088-3	< 0,07	< 0,7	< 1,5	15,0-17,0	< 0,60	3,0-5,0	3,0-5,0	5 x C-0,45
LBM	0,013	0,34	0,22	16,65	0,014	4,32	4,15	0,296
konventionell	0,017	0,47	0,59	15,41	0,153	4,59	3,02	0,290

Da es sich beim LBM-Verfahren prinzipiell um ein Schweißverfahren handelt, (vgl. Kapitel 2.1) kann an dieser Stelle das Schaefflerdiagramm zur Abschätzung des Gefüges im fertigen Bauteil herangezogen werden. Das Schaefflerdiagramm wird üblicherweise zur Ermittlung des resultierenden Gefüges im Schweißgut beim Schweißen korrosionsbeständiger Stähle verwendet. Mithilfe des Diagramms kann beispielsweise nach Berechnung des Nickel- und Chromäquivalentes das Schweißgutgefüge bestimmt und beurteilt werden, ob es z. B. in einem Bereich mit Heißriss- oder Härterissanfälligkeit liegt. Die Verwendung eines entsprechenden Zusatzwerkstoffes kann in Abhängigkeit des Aufmischungsgrades dabei helfen, das Gefüge des Schweißgutes in einen Bereich mit besserer Schweißeignung zu bewegen.

Im Rahmen dieser Arbeit wird ohne Zusatzwerkstoff gearbeitet. Die Lage des martensitischen, ausscheidungshärtenden Stahls X5CrNiCuNb16-4 im Schaefflerdiagramm ist, in Abhängigkeit des mit den vorliegenden Massenanteilen berechneten Nickel- bzw. Chromäquivalentes, in Abbildung 15 dargestellt. Aus dem

¹ Anlagenbeschreibung siehe Kapitel 5.5

Schaefflerdiagramm wird deutlich, dass sowohl das konventionelle als auch das LBM-Material im Bereich des martensitischen Gefüges mit geringen Anteilen δ -Ferrit liegen. Durch die Wiedererwärmung beim Aufbringen nachfolgender Schweißlagen kann sich dieser Gefügezustand verändern.

Die Verwendung von argonverdüstem Pulver sowie die Argonatmosphäre während des Probenaufbaus lassen für die wie gebauten LBM-Proben ein nahezu 100 %-iges martensitisches Gefüge erwarten. Unter Verwendung von Stickstoff in einem der Prozessschritte (Herstellen des Pulvermaterials oder Aufbau der Proben in der Laserstrahlschmelzanlage) wurden in der Literatur größere Anteile an Austenit festgestellt [106, 110, 114]. Dies ist darin begründet, dass Stickstoff im Stahl innerhalb bestimmter Grenzen gelöst werden kann und einen signifikanten Einfluss auf die Gefügeausbildung hat. Diese Beobachtungen gehen einher mit der Weiterentwicklung des Schaeffler-Diagramms von De Long. Demnach geht der Stickstoffgehalt mit dem Faktor 30 in die Berechnung des Nickeläquivalentes ein und verschiebt den Werkstoff im Schaeffler-Diagramm somit signifikant in Richtung höherer Austenitanteile [115]. Argon dagegen ist in Stählen nicht lösbar, was im Gegenzug allerdings zu Poren mit eingeschlossenem Argon im finalen Bauteil führen kann, die sich je nach Größe und Anzahl negativ auf die mechanischen und korrosiven Eigenschaften auswirken können.

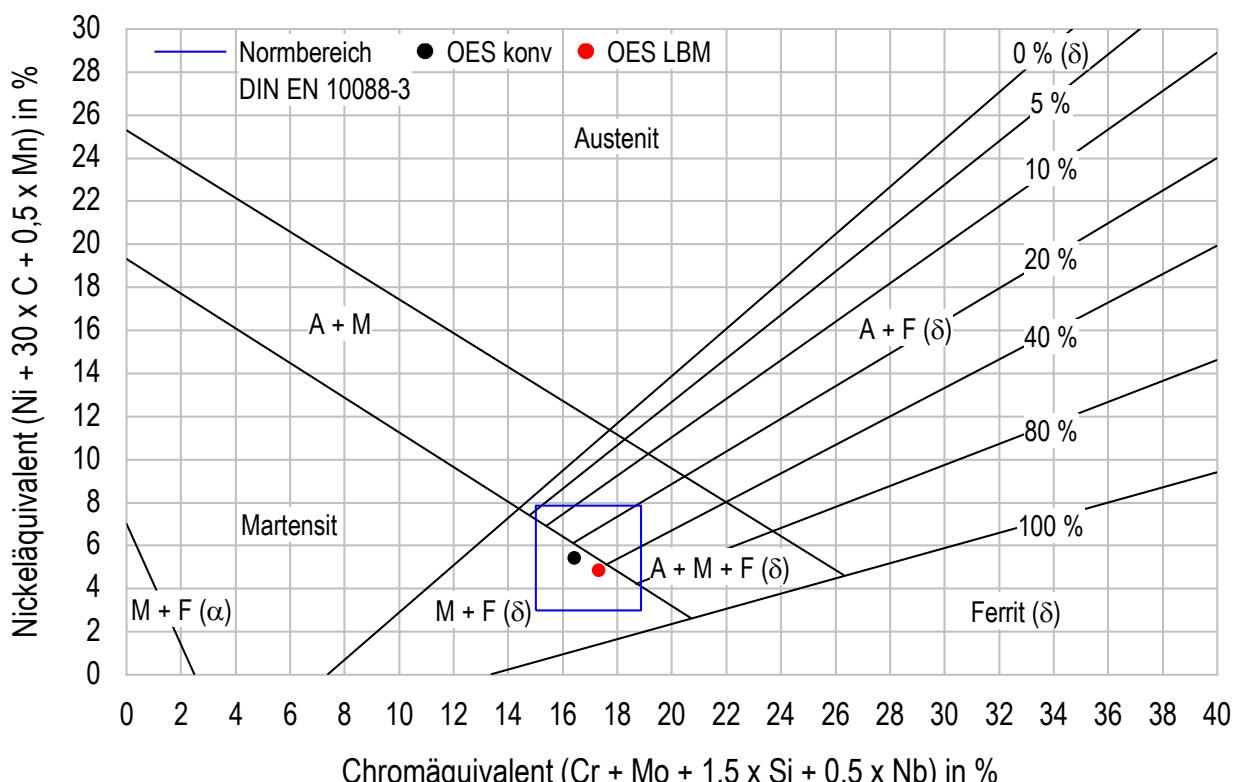


Abbildung 15: Lage des Werkstoffes X5CrNiCuNb16-4 im Schaefflerdiagramm; A - Austenit, F - Ferrit, F (δ) - Deltaferrit, M - Martensit [116]

3.2 Parameter der additiven Fertigung

3.2.1 Aluminiumlegierung AlSi10Mg

Die Herstellung der additiv gefertigten Proben für die Untersuchungen an der Aluminiumlegierung AlSi10Mg erfolgt mit einer kommerziellen Laserstrahlschmelzanlage des Typs SLM 250^{HL} der Fa. SLM Solutions. Die Anlage besitzt eine Bauraumgröße von 248 x 248 x 350 mm und ist mit einem 400 W Nd:YAG-Laser ausgestattet, mit dem sich Aufbauraten von bis zu 20 cm³/h erzielen lassen. Zudem verfügt die Anlage über eine bis zu 200 °C beheizbare Bauplattform und ein Schutzgassystem. Im Detail werden die drei in Abbildung 16 dargestellten Baurichtungen untersucht; senkrecht zur Bauplattform (90° - stehend), 45° geneigt zur Bauplattform und waagerecht zur Bauplattform (0° - liegend).

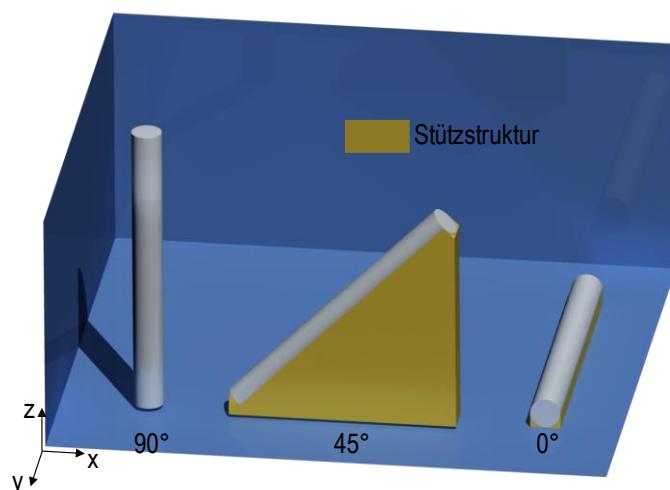


Abbildung 16: Orientierung der additiv gefertigten Testkörper im Bauraum und Darstellung notwendiger Stützstrukturen im Bauprozess; 90° - stehend, 45° - geneigt, 0° - liegend

Aufgrund der Überhänge bei den liegenden 0°- und den geneigten 45°-Proben findet die Herstellung unter Verwendung von Stützstrukturen statt, vgl. Abbildung 16. Stützstrukturen wirken einem möglichen Verzug der Bauteile entgegen und vermeiden in der Folge Prozessabbrüche. Die Stützstrukturen werden nach Beendigung des Bauprozesses entfernt. In den jeweiligen Baurichtungen werden Probenrohlinge für Zugversuche und Kalorimeterversuche gefertigt. Die 60 Zugprobenrohlinge werden mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Länge von 100 mm gefertigt. Die 70 Probenrohlinge für Kalorimeterversuche werden mit einem Durchmesser von 7 mm und einer Länge von 65 mm gebaut. Um die Anbindung der Bauteile auf der Bauplattform zu verbessern, wird eine Substratplatte aus AlSi10Mg verwendet, deren Oberfläche

mittels Sandstrahlen angeraut wird. Vor dem Bauvorgang wird das Metallpulver gesiebt, um zu große Pulverpartikel oder Agglomerate zu entfernen.

Als Parameter werden vom Anlagenhersteller bereitgestellte Standardparametersätze verwendet. Wesentliche Parameter für die Erzielung von hohen Bauteildichten sind die Laserleistung, die Scangeschwindigkeit, der Spurabstand und die Schichtstärke. Im Konturbereich wird mit einer reduzierten Scangeschwindigkeit gearbeitet, um die Rauigkeit an der Oberfläche der Proben zu reduzieren. Eine mäanderförmige Scanstrategie, bei der sich die Scanvektorrichtung nach jeder Schicht um einen festen Winkel von 79° ändert, reduziert zusätzlich Eigenspannungen. In Abbildung 17 a) ist die Belichtungsstrategie schematisch und in Abbildung 17 b) die reale, daraus resultierende Gefügestruktur am finalen Bauteil aus AlSi10Mg dargestellt. Mit der Hatchbelichtung wird die Fläche infolge der Überlappung einzelner Spuren (bestimmt vom Hatchabstand) gefüllt, mit der Konturbelichtung werden entsprechend die Randbereiche der gewünschten Geometrie generiert.

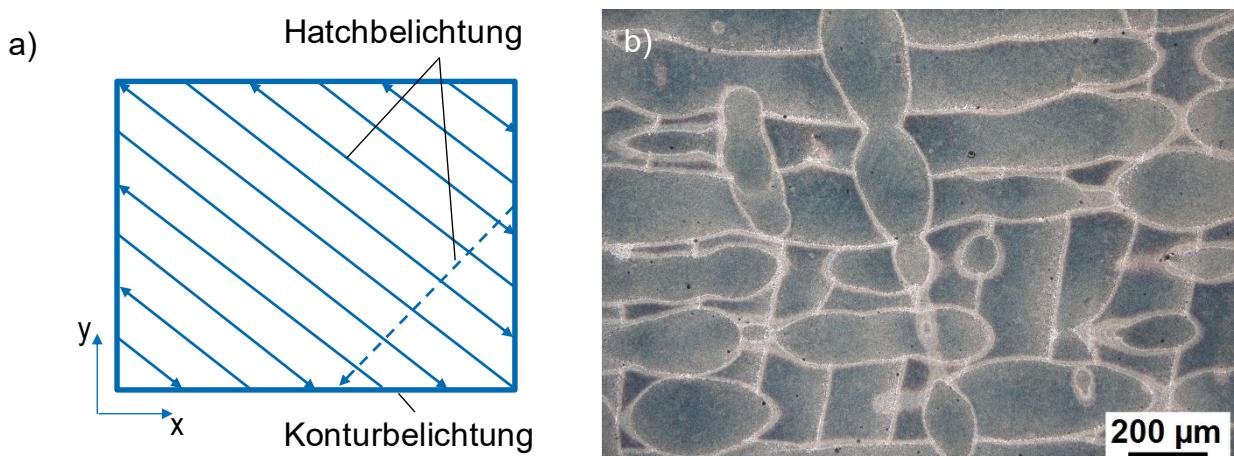


Abbildung 17: Belichtungs- bzw. Scanstrategie des Laserstrahlschmelzprozesses für AlSi10Mg a) schematisch, b) Gefügestruktur des finalen Bauteils

Während der Fertigung wird die Bauplattform auf $T_{VH} = 200^\circ\text{C}$ vorgeheizt. Damit kann für den Werkstoff AlSi10Mg eine erhebliche Reduktion der prozessbedingt auftretenden Eigenspannungen erreicht werden [117]. Allerdings wird hierdurch das erstarrte Bauteil auch über die gesamte Dauer des Bauprozesses auf einer für die Bildung festigkeitssteigernder Ausscheidungen typischen, relativ hohen Temperatur gehalten. Es ist wahrscheinlich, dass dadurch zumindest ein Teil der durch die rasche Erstarrung zu erwartenden Übersättigung des Mischkristalls ausgeschieden wird. Wegen des schichtweisen Aufbaus besteht die Möglichkeit, dass für unterschiedliche Bauteilhöhen auch unterschiedliche Auslagerungszustände resultieren. Anhand einfacher Testwürfel

wird vor der eigentlichen Probenfertigung die erreichbare Werkstoffdichte und somit die Eignung der bereitgestellten Parameter überprüft. Die in diesem Fall erreichte Werkstoffdichte liegt bei 99,8 %. Die verwendeten Fertigungsparameter sind in Tabelle 8 aufgeführt. Demnach ergibt sich für den Volumenbereich laut Gleichung 2.1 bzw. 2.2 eine Volumenenergiedichte von 43 J/mm³ und eine theoretische Aufbaurate von 8,1 mm³/s.

Die LBM-Proben wurden ohne vorheriges Glühen von der Bauplattform getrennt. In diesem Fall war der Erhalt der wie gebauten Werkstoffstruktur wichtiger als der Abbau von Eigenspannungen.

Tabelle 8: Fertigungsparameter von laserstrahlgeschmolzenem AISi10Mg

Fertigungsparameter	P_L in W	v_s in mm/s	h_s in µm	l_z in µm
Volumenbereich	350	930	175	50
Volumenkontur	350	500	-	50

3.2.2 Stahl X5CrNiCuNb16-4

Die additive Herstellung der Testkörper für die Untersuchungen am martensitischen, ausscheidungshärtenden Stahl X5CrNiCuNb16-4 erfolgt auf einer kommerziellen Laserstrahlschmelzanlage² nach dem aktuellen Stand der Technik. Der Laserstrahlschmelzprozess findet unter Schutzgasatmosphäre statt. Für den betrachteten Werkstoff wird dabei Argon verwendet.

Im Detail werden die drei in Abbildung 16 dargestellten Baurichtungen untersucht; senkrecht zur Bauplattform (90° - stehend), 45° geneigt zur Bauplattform und waagerecht zur Bauplattform (0° - liegend). Aufgrund der Überhänge bei den liegenden 0° - und den geneigten 45° -Proben findet die Herstellung unter Verwendung von Stützstrukturen statt, vgl. Abbildung 16. Die Zugprobenrohlinge aus X5CrNiCuNb16-4 werden mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Länge von 75 mm gebaut. Die Probenrohlinge für Dilatometer- und Kalorimeterversuche weisen einen Durchmesser von 7 mm und eine Länge von 65 mm auf. Neben den bereits genannten Probenrohlingen, werden für X5CrNiCuNb16-4 Rohlinge mit den Abmessungen $12 \times 7 \times 57$ mm für Kerbschlagbiegeversuche gefertigt. Die 60 Probenrohlinge für Zugversuche, 36 Probenrohlinge für Kerbschlagbiegeversuche und 70 Probenrohlinge für Dilatometer- und Kalorimeterversuche werden in zwei Baujobs gefertigt, siehe Abbildung 18.

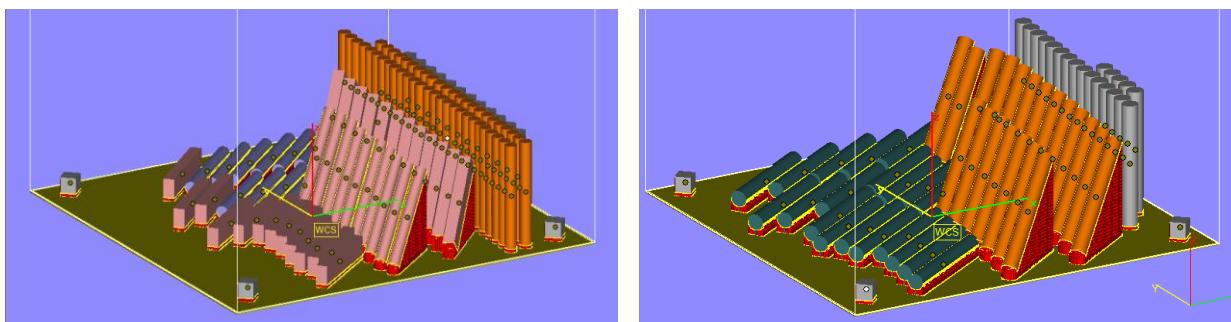


Abbildung 18: Vorbereitung der Probenfertigung von X5CrNiCuNb16-4 in Form von zwei Baujobs mit der 3D-Drucksoftware Materialise Magics

Vor jedem Bauvorgang wird das Ausgangsmaterial gesiebt, um zu große Pulverpartikel oder Agglomerate zu entfernen. Das Sieben wird sowohl bei Neupulver, vor der Erstnutzung, als auch bei Umlaufmaterial durchgeführt. Die Fertigungsparameter werden vom Anlagenhersteller bereitgestellt und unterteilen sich in einen Konturbereich, mit einer reduzierteren Laserleistung und Scangeschwindigkeit für optimale Oberflächen, und einen Füllparametersatz, mit möglichst hoher Aufbaurate, d. h. maximaler Laserleistung. Dabei wird die zu belichtende Fläche wie bei einem Schachbrett in Segmente,

² Anlagenbeschreibung siehe Kapitel 5.5

sogenannte Islands, unterteilt und diese einzeln, stochastisch belichtet. Die Islands verschieben sich in der nächsten Schicht um je 1 mm in x- und y-Richtung, wobei die Scanvektoren zusätzlich noch um einen Winkel von 90° gedreht werden (siehe Abbildung 19). In Abbildung 19 a) ist die Belichtungsstrategie schematisch und in Abbildung 19 b) die reale daraus resultierende Gefügestruktur am finalen Bauteil aus X5CrNiCuNb16-4 dargestellt.

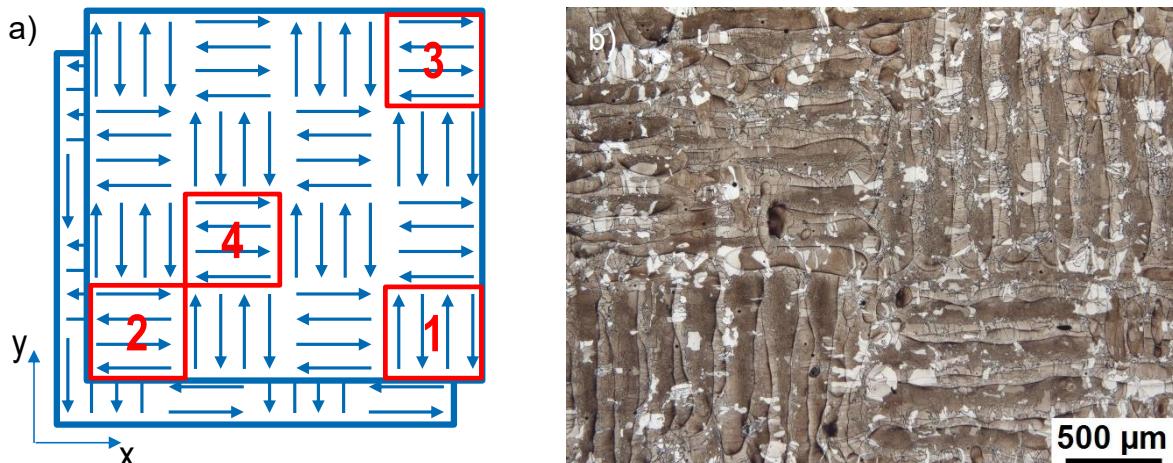


Abbildung 19: Belichtungs- bzw. Scanstrategie des Laserstrahlschmelzprozesses für X5CrNiCuNb16-4 a) schematisch, b) Gefügestruktur des finalen Bauteils

Die stochastische Verteilung des Energie- und Wärmeeintrags durch diese besondere Belichtungsstrategie soll auftretende Eigenspannungen reduzieren und der Versatz der Scanvektoren über die Schichten soll die erreichbare Dichte maximieren. Anhand einfacher Testwürfel wird vor der eigentlichen Probenfertigung die erreichbare Werkstoffdichte und somit die Eignung der bereitgestellten Parameter überprüft. Die in diesem Fall erreichte Werkstoffdichte liegt bei 99,93 %. Die verwendeten Fertigungsparameter sind in Tabelle 9 aufgeführt. Demnach ergibt sich für den Volumenbereich laut Gleichung 2.1 bzw. 2.2 eine Volumenenergiedichte von 74 J/mm³ und eine theoretische Aufbaurate von 5,0 mm³/s. Auch hier wurden die LBM-Proben ohne vorheriges Glühen von der Bauplattform getrennt. Erneut war der Erhalt der wie gebauten Werkstoffstruktur wichtiger als der Abbau von Eigenspannungen.

Tabelle 9: Fertigungsparameter von laserstrahlgeschmolzenem X5CrNiCuNb16-4

Fertigungsparameter	P _L in W	v _s in mm/s	h _s in µm	l _z in µm
Volumenbereich	370	950	105	50
Volumenkontur	250	1200	-	50

3.3 Untersuchte Wärmebehandlungen

Die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften erfolgt in vier verschiedenen Werkstoffzuständen. Die in Kapitel 3.1 beschriebenen Zustände beider Werkstoffe (wie gebaut und Druckguss bzw. Stange) werden als Ausgangszustand definiert.

Der zweite Zustand ist der nach durchgeföhrter Standardwärmebehandlung. Als Standardwärmebehandlung für AlSi10Mg wird der lösungsgeglühte, abgeschreckte und vollständig warmausgelagerte T6-Zustand mit angestrebter maximaler Festigkeit nach VDI 3405 Blatt 2.1 mit den folgenden Parametern definiert: 525 °C, 360 min (Abschrecken in Wasser bei 80 °C) + 165 °C, 420 min³, vgl. Tabelle 4 in Kapitel 2.3.1.

Die Standardwärmebehandlung für X5CrNiCuNb16-4 wird in Anlehnung an die ASTM A564 für den Zustand H900 mit angestrebten, maximalen Festigkeiten mit den folgenden Parametern festgelegt: 1040 °C, 30 min (Hochdruckgasabschreckung mit Stickstoff 3 bar [Abkühlrate ca. 4,5 K/s, ermittelt mithilfe eines Thermoelementes im Kern einer Probe mit Ø 10 mm]) + 480 °C, 60 min⁴, vgl. Tabelle 3 in Kapitel 2.2.2.

Auf Basis dieser beiden Werkstoffzustände sollen nach umfangreichen, dilatometrischen und kalorimetrischen in-situ Versuchen von relevanten Phasenumwandlungen gezielt angepasste Wärmebehandlungsparameter für additiv gefertigte Werkstoffe abgeleitet werden. Die Ergebnisse der mechanischen Werkstoffprüfungen nach den angepassten Wärmebehandlungen werden sowohl mit dem Ausgangszustand als auch dem Zustand nach Standardwärmebehandlung verglichen und bewertet.

³ Die Wärmebehandlung der Aluminiumlegierung AlSi10Mg wurde von Hr. Glinka bei der Fa. Hanomag Lohnhärterei GmbH in Hannover durchgeführt. Der Verfasser der Dissertation war für die Auswahl der Wärmebehandlungsparameter verantwortlich.

⁴ Die Wärmebehandlung des Stahls X5CrNiCuNb16-4 wurde von Hr. Knorr bei der Fa. HTM Härtetechnik und Metallbearbeitung GmbH in Chemnitz durchgeführt. Der Verfasser der Dissertation war für die Auswahl der Wärmebehandlungsparameter verantwortlich.

3.4 Verwendete Methoden

3.4.1 Dynamische Differenzkalorimetrie

AlSi10Mg

Die Dynamische Differenzkalorimetrie oder engl. Differential Scanning Calorimetry (DSC) ist eine etablierte Methode, um das kinetische Verhalten von Festphasenumwandlungen beim Erwärmen oder Abkühlen in-situ zu analysieren. Dabei werden thermische Reaktionen erfasst, indem die Differenz der einer Probe zugeführten Energie zu der einer inerten Referenz gemessen wird. Dank der sich ändernden Wärmekapazität im Probenmaterial können in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit (Temperaturänderungsgeschwindigkeit) Festphasenumwandlungen ermittelt und analysiert werden. In dieser Arbeit werden zwei verschiedene Typen von DSC verwendet, die auf unterschiedlichen Messprinzipien beruhen. Zum einen kommt das Wärmestrom-DSC und zum anderen das Leistungskompensations-DSC zum Einsatz.

In Abbildung 20 ist der schematische Aufbau eines Wärmestrom-DSC vom Calvet-Typ dargestellt. In einem solchen Wärmestrom-DSC befinden sich das Proben- und das Referenzmaterial in einem Tiegel, jeweils in einem zylindrischen Ofen, welcher ein abgeschlossenes, symmetrisches und thermisch voneinander entkoppeltes System darstellt. Um die Tiegel herum sind hochsensible, dreidimensionale Thermosensoren angeordnet. Aufgrund des symmetrischen Messaufbaus ist die Temperaturdifferenz zwischen Probenmaterial und inerter Referenz, z. B. im Falle einer legierten Aluminiumprobe und Reinaluminium, bei Raumtemperatur ideal null. Werden nun Proben- und Referenzmaterial erwärmt, laufen im Probenmaterial thermische Reaktionen ab, wobei Wärme abgegeben oder aufgenommen wird. Somit ändert sich die Temperatur im Probenmaterial im Vergleich zum inerten Referenzmaterial. Die Temperaturdifferenz dabei ist das Maß für die Veränderungen innerhalb des Probenmaterials [118]. Über einen Kalibrierfaktor wird aus der gemessenen Temperaturdifferenz zwischen Proben- und Referenzmaterial der Wärmestrom berechnet.

In Abbildung 21 ist der schematische Aufbau eines Leistungskompensationskalorimeters dargestellt. Der Messkopf besteht hier aus zwei identischen Mikroöfen, welche sich in einem temperierten Aluminiumblock befinden. Die Mikroöfen selbst sind aus einer Platin-Iridium-Legierung gefertigt und sind mit einem Platin-Widerstandsthermometer sowie einem Platin-Heizdraht ausgestattet. Über das Thermometer kann beispielsweise beim Erwärmen die Temperatur in den beiden Mikroöfen gemessen werden. Über einen

entsprechenden Regelkreis wird der Heizdraht so angesteuert, dass die vorgegebene Scanrate erreicht wird. In einem idealen System herrscht dabei in beiden Öfen zu jeder Zeit die gleiche Temperatur bzw. thermische Symmetrie. Laufen nun beispielsweise im Probenmaterial endo- oder exotherme Reaktionen während des Erwärmvorganges ab, ergibt sich eine thermische Asymmetrie im Vergleich zur inerten Referenz im anderen Ofen und eine Differenz in der Heizleistung, die notwendig ist, um beide Öfen auf der gleichen Temperatur zu halten. Dabei kann sowohl eine Erhöhung als auch eine Verringerung der Heizleistung nötig sein, um den Temperaturunterschied zu kompensieren. Die Heizleistungsdifferenz ist demnach das Messsignal für leistungskompensierte Kalorimeter. Die sich ergebende Differenz aus der eingebrachten Heizleistung ist proportional zum Wärmestrom der ablaufenden Reaktionen [118].

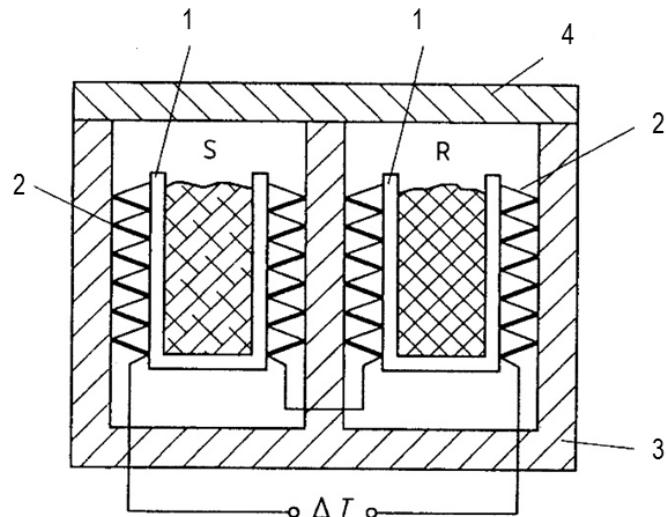


Abbildung 20: Schematischer Aufbau eines Wärmestromkalorimeters;
S - Probe, **R** - Referenz **1** - Tiegel, **2** - Thermoelemente, **3** - Ofen, **4** - Deckel,
 ΔT - Temperaturdifferenz zwischen Proben- und Referenzseite [118]

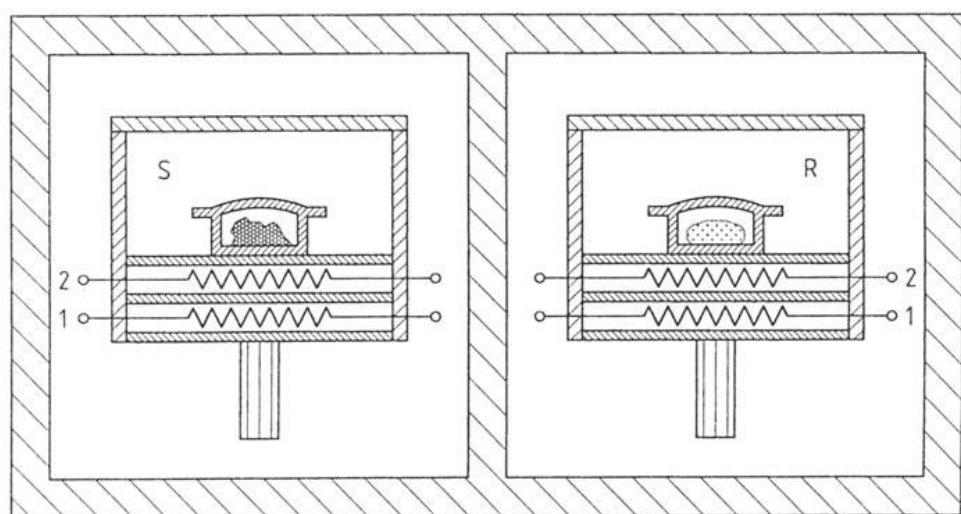


Abbildung 21: Schematischer Aufbau eines Leistungskompensationskalorimeters;
S - Probenofen mit Probenmaterial, **R** - Referenzofen mit Referenzmaterial,
1 - Heizdraht, **2** - Widerstandsthermometer [118]

Die Kinetik der Phasenumwandlungen in AlSi10Mg wird in-situ während des Erwärmens und Abkühlens untersucht. Dafür werden zwei verschiedene Typen von DSC verwendet: das Wärmestromkalorimeter Setaram 121 DSC (0,01-0,1 K/s unter normaler Atmosphäre) sowie das leistungskompensierte Kalorimeter Perkin Elmer Pyris Diamond (0,3-5 K/s unter Stickstoffatmosphäre). Typische Probengeometrien für das Wärmestromkalorimeter liegen bei Ø 6 x 9 mm, für das leistungskompensierte Kalorimeter bei Ø 6,4 x 1 mm. Im Setaram 121 DSC werden, aufgrund der Maße des Ausgangsmaterials, aus den konventionell gefertigten Druckgussplatten (115 x 105 x 6 mm) zwei Scheiben mit den Maßen Ø 6 x 4,5 mm gestapelt. Nach Osten et al. [47] sind die Messergebnisse von gestapelten Proben und Vollproben ohne Einschränkungen vergleichbar. Für AlSi10Mg werden im Wärmestromkalorimeter Setaram 121 DSC i. d. R. je vier Proben pro Scanrate untersucht, im Leistungskompensationskalorimeter Perkin Elmer Pyris Diamond sechs Proben pro Scanrate. Als Referenzmaterial wird reines Aluminium Al5N5 (99,9995 %) verwendet.

Das Erwärmen wird im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 560 °C untersucht und in Anlehnung an [47] ausgewertet. Die Vorgehensweise bei der Auswertung der DSC-Erwärmexperimente ist in Abbildung 22 beispielhaft an konventionellem AlSi10Mg für eine Erwärmrate mit 0,1 K/s im Setaram 121 DSC dargestellt. Abbildung 22 a) zeigt den Temperatur-Zeit-Verlauf des Erwärmexperiments und die Rohmessdaten in Form des Wärmestromes über der Zeit. Die gepunktete Linie in den Diagrammen repräsentiert jeweils das Nullniveau. In Teil b) der Abbildung erfolgt die Subtraktion von Probenmessung \dot{Q}_P und Basislinienmessung \dot{Q}_{BL} , um einen wesentlichen Teil der gerätebedingten Verkrümmung der Messkurven aus der Probenmessung herauszurechnen. Anschließend wird eine Normierung auf Probenmasse m und Scanrate β nach Gleichung 3.1 vorgenommen (Abbildung 22 c). Daraus ergibt sich die spezifische Exzesswärmekapazität $c_{Pexzess}$, welche ermöglicht, dass auch Versuche unterschiedlicher Scanraten sowie verschiedener Probenmassen (resultierend aus den beiden verwendeten Typen von DSC-Geräten) untereinander vergleichbar sind [80]. Die in Teil c) berechnete Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität wird manuell vertikal verschoben, sodass die Kurve im Bereich niedriger Temperaturen auf null liegt. Im letzten Schritt werden die Einschwingpeaks (Overshoots) sowohl zu Beginn des kontinuierlichen Erwärmens und als auch des isothermen Haltens auf Maximaltemperatur weggeschnitten, vgl. Abbildung 22 d). Eine weiterführende Kurvenentkrümmung erfolgt nicht.

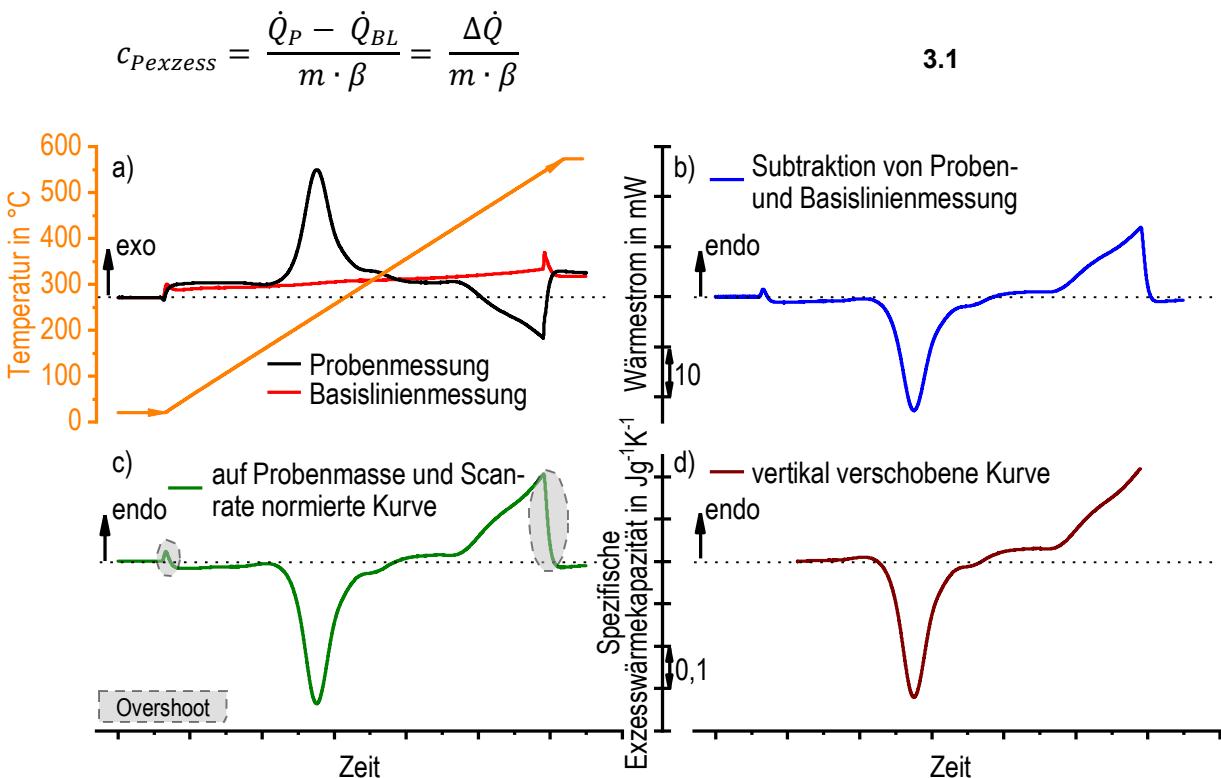


Abbildung 22: Vorgehensweise bei der Auswertung der DSC-Rohmessdaten am Beispiel einer Erwärmrate von 0,1 K/s im Setaram 121 DSC an konventionellem AlSi10Mg
 a) Probenmessung (AlSi10Mg vs. Al5N5) und Basislinienmessung (Al5N5 vs. Al5N5), b) Ergebnis der Subtraktion des Wärmestroms der Basislinienmessung von der Probenmessung, c) auf Scanrate und Probenmasse normierte Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität, d) vertikal verschobene Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität

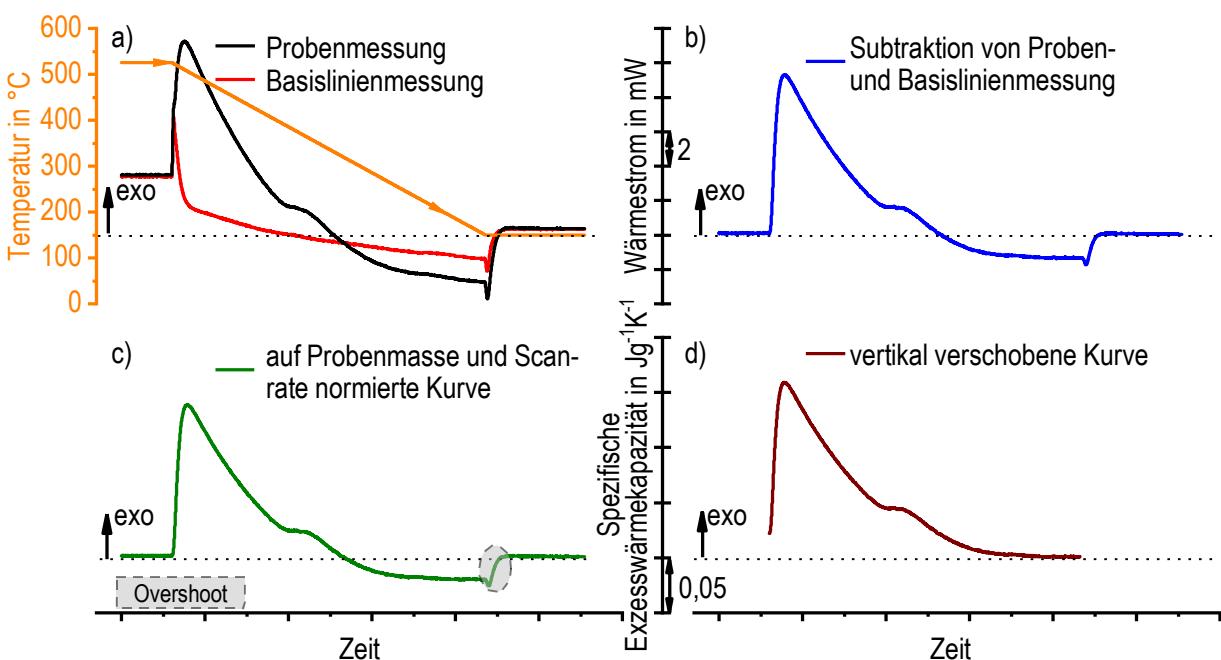


Abbildung 23: Vorgehensweise bei der Auswertung der DSC-Rohmessdaten am Beispiel einer Kühlrate von 0,1 K/s im Setaram 121 DSC an konventionellem AlSi10Mg
 a) Probenmessung (AlSi10Mg vs. Al5N5) und Basislinienmessung (Al5N5 vs. Al5N5), b) Ergebnis der Subtraktion des Wärmestroms der Basislinienmessung von der Probenmessung, c) auf Scanrate und Probenmasse normierte Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität, d) vertikal verschobene Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität

Die Durchführung sowie Auswertung von DSC-Abkühlversuchen wird in Anlehnung an die Arbeiten von Milkereit et al. vorgenommen [50, 119]. Die angewandte Vorgehensweise bei der Auswertung ist in Abbildung 23 in ähnlicher Art und Weise wie für das Erwärmen zusammengefasst. Als Beispiel dient hier das Abkühlen von konventionellem AlSi10Mg mit einer Kühlrate von 0,1 K/s im Setaram 121 DSC nach Lösungsglühung bei 525 °C. Der Temperatur-Zeit-Verlauf in Abbildung 23 a) zeigt eine kontinuierliche Abkühlung bis zu einer Temperatur von 150 °C. Betrachtet wird das Abkühlen in diesem Beispiel bis zu dieser Temperatur, da bei niedrigeren Temperaturen die Abkühlung nicht mehr linear erfolgt. Ähnlich zum Erwärmen ist in Teil b) der Abbildung das Ergebnis der Subtraktion von Proben- und Basislinienmessung dargestellt. Teil c) zeigt die auf Probenmasse und Scanrate normierte Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität. Während beim Erwärmen zu Beginn und am Ende der Overshoot entfernt wird, erfolgt dies beim Abkühlen lediglich am Ende, hier bei 150 °C. Da das Lösungsglühen bei Aluminiumgusslegierungen in einem Mehrphasengebiet stattfindet, beginnt das Abkühlen sofort mit einer ausgeprägten exothermen Reaktion. Die Kurve wird vertikal so verschoben, dass sie im Bereich von rund 150 °C auf Höhe des Nullniveaus ausläuft, weil davon ausgegangen wird, dass ab dieser Temperatur keine Reaktionen mehr ablaufen. Von der finalen, vertikal verschobenen Kurve in Teil d) werden demnach der restliche Teil des isothermen Haltens auf Lösungsglühtemperatur sowie der Overshoot bei 150 °C entfernt.

Für alle im Rahmen der Arbeit durchgeführten DSC-Experimente an AlSi10Mg werden wie in Abbildung 22 d) bzw. Abbildung 23 d) angepasste Kurven der spezifischen Exzesswärmekapazität dargestellt.

X5CrNiCuNb16-4

Neben der Dilatometrie wird die in-situ Analyse des Erwärmens und Abkühlens des Stahls X5CrNiCuNb16-4 mittels DSC durchgeführt. Zu diesem Zweck wird das mit einem hochsensiblen Calvet-DSC-Sensor [120] ausgestattete Wärmestromkalorimeter Setaram Labsys Evo verwendet. Gerätebedingt sind hier Erwärm- und Abkühlraten von ca. 0,01-0,3 K/s mit einer maximalen Temperatur von 1600 °C möglich. Als Referenzmaterial wird die inerte technische Keramik *Rescor960* der Fa. Cotronics Corp. verwendet. *Rescor960* ist eine hochreine, mechanisch bearbeitbare Keramik und besteht zu 96 Ma.-% aus Al_2O_3 . In der Literatur wird beschrieben, dass laut Hersteller ein Anteil von 3 Ma.-% SiO_2 enthalten ist. Mithilfe einer spektroskopischen Elementanalyse konnten darüber hinaus ein Anteil von 1 Ma.-% Magnesium und Spuren von Eisen

< 0,1 Ma.-% nachgewiesen werden. Vermutet wird, dass sich das Magnesium mit Sauerstoff verbindet und in gebundener Form als MgO vorliegt [121]. Hinsichtlich ihrer chemischen, thermischen und elektrischen Eigenschaften entspricht Rescor960 normaler Aluminiumoxidkeramik und ist bis etwa 1650 °C temperaturbeständig. Proben- und Referenzmaterial weisen die Geometrie Ø 4,9 x 11,6 mm auf und werden für die DSC-Versuche in Keramiktiegel platziert, diese wiederum in Platintiegel, siehe Abbildung 24.

Um einen Drift der Kurven bzw. Kurvenkrümmungen zu vermeiden, wird für den Probenwechsel ein Vakuumsauger verwendet. Das ermöglicht, dass nur die Deckel und die Probe selbst für den Probenwechsel bewegt/positioniert werden. Die Tiegel dagegen verbleiben während des Probenwechsels an ihrer Position. Darüber hinaus werden die Versuche unter Argonschutzgasatmosphäre durchgeführt. Dazu wird ein konstanter Volumenstrom von 20 ml/min eingestellt. Für jede der untersuchten Erwärm- bzw. Abkühlraten werden mind. vier individuelle Proben untersucht.

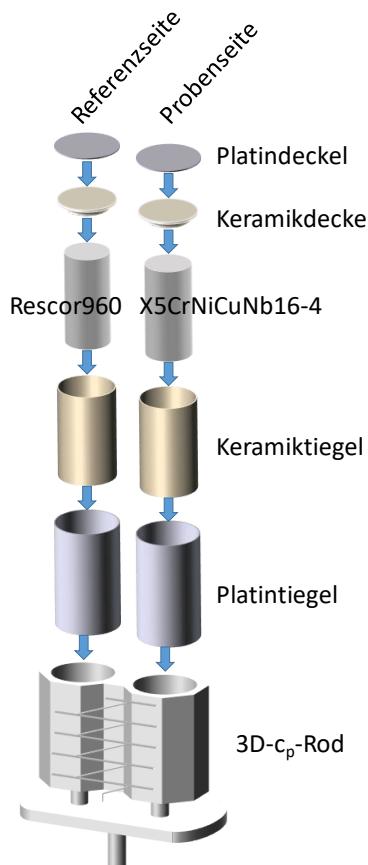


Abbildung 24: Schematische Darstellung eines 3D- c_p -Rod mit Anordnung der verwendeten Tiegel, der Deckel und des Versuchsmaterials

Die Auswertung der Erwärmexperimente an dem Stahl X5CrNiCuNb16-4 orientiert sich an den Methoden von Osten et al. [47] und ist in Abbildung 25 grafisch dargestellt. Abbildung 25 a) zeigt den Temperatur-Zeit-Verlauf des Erwärmexperimentes und die Rohmessdaten in Form des Wärmestromes über der Zeit. Die gepunktete Linie in den Diagrammen repräsentiert jeweils das Nullniveau. In Teil b) der Abbildung erfolgt die Subtraktion von Probenmessung und Basislinienmessung, ehe eine Normierung auf Probenmasse und Scanrate vorgenommen wird (Abbildung 25 c). Die in Teil c) berechnete Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität wird manuell vertikal verschoben, sodass die Kurve im Bereich niedriger Temperaturen auf null liegt. Im letzten Schritt werden die Einschwingpeaks (Overshoots) sowohl zu Beginn des kontinuierlichen Erwärmens als auch des isothermen Haltens auf Maximaltemperatur weggeschnitten, vgl. Abbildung 25 d). Eine weiterführende Kurvenentkrümmung erfolgt nicht.

Die Auswertung der Abkühlexperimente erfolgt ähnlich zu den von Milkereit et al. [50, 119] beschriebenen Methoden. Im Gegensatz zur Auswertung der Abkühlexperimente an AlSi10Mg erfolgt im Schritt d) keine manuelle vertikale Verschiebung der auf Scanrate und Probenmasse normierten Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität auf das Nullniveau. Stattdessen wird in Abbildung 26 Schritt c) ein Polynom dritter Ordnung verwendet, um die nach der Subtraktion der Basislinie verbleibende Kurvenkrümmung zu bestimmen. Das Polynom dritter Ordnung wird im reaktionsfreien Bereich bei hohen und niedrigen Temperaturen an die Kurve angelegt. Die Polynomfunktion wird anschließend von der Probenmessung subtrahiert. Die finale, um die Kurvenkrümmung bereinigte, Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität ist in Abbildung 26 d) zu sehen.

Für alle im Rahmen der Arbeit durchgeführten DSC-Experimente an X5CrNiCuNb16-4 werden wie in Abbildung 25 d) bzw. Abbildung 26 d) angepasste Kurven der spezifischen Exzesswärmekapazität dargestellt.

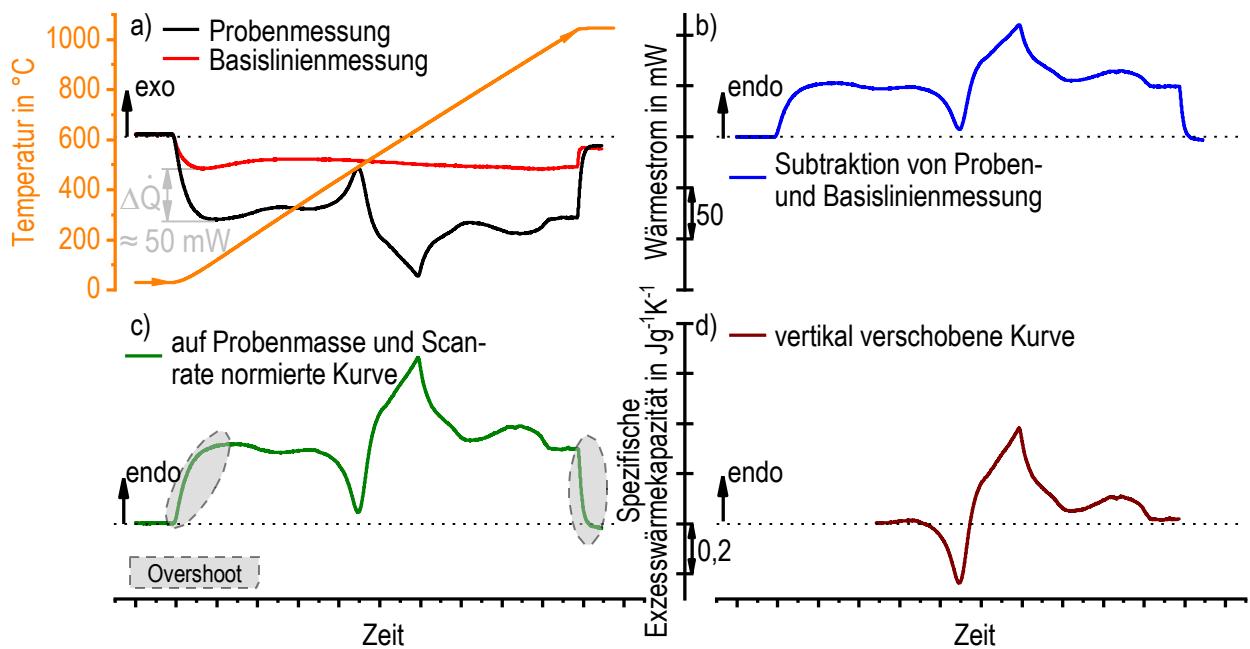


Abbildung 25: Vorgehensweise bei der Auswertung der DSC-Rohmessdaten am Beispiel einer Erwärmrate mit 0,1 K/s in der Setaram Labsys Evo an konventionellem X5CrNiCuNb16-4 a) Probenmessung (X5CrNiCuNb16-4 vs. Rescor960) und Basislinienmessung (Rescor960 vs. Rescor960), b) Ergebnis der Subtraktion des Wärmestroms der Basislinienmessung von der Probenmessung, c) auf Scanrate und Probenmasse normierte Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität, d) vertikal verschobene Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität

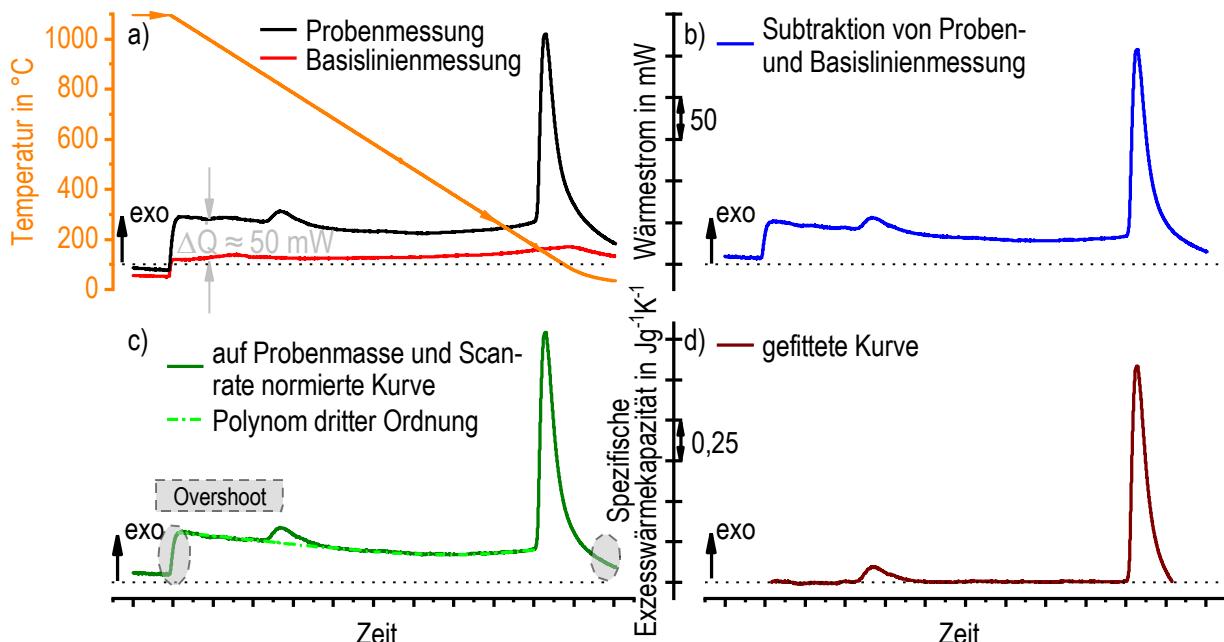


Abbildung 26: Vorgehensweise bei der Auswertung der DSC-Rohmessdaten am Beispiel einer Kühlrate mit 0,1 K/s in der Setaram Labsys Evo an X5CrNiCuNb16-4 LBM a) Probenmessung (X5CrNiCuNb16-4 vs. Rescor960) und Basislinienmessung (Rescor960 vs. Rescor960), b) Ergebnis der Subtraktion des Wärmestroms der Basislinienmessung von der Probenmessung, c) auf Scanrate und Probenmasse normierte Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität und Polynom dritter Ordnung, d) Ergebnis der Subtraktion des Polynoms von der normierten Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität

Für die in Abbildung 25 und Abbildung 26 dargestellten Rohdaten gilt, dass jeweils ein gleiches Volumen von Probenmaterial (X5CrNiCuNb16-4) und Referenzmaterial (*Rescor960*) verwendet wurde. Die DSC-Methodik erfordert einen möglichst symmetrischen Versuchsaufbau, um bestmögliche Versuchsbedingungen zu schaffen [118]. Allerdings führt die Anordnung mit gleichen Volumina in diesem Fall, aufgrund unterschiedlicher spezifischer Wärmekapazitäten/Materialdichten von Referenz- und Probenmaterial, zu einem großen Abstand zwischen Proben- und Basislinienmessung. Beim Erwärmen (Abbildung 25) und Abkühlen (Abbildung 26) tritt in reaktionsfreien Bereichen eine Wärmestromdifferenz von etwa $\Delta\dot{Q} \approx 50 \text{ mW}$ auf. Für die Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg als Probenmaterial und Reinaluminium Al5N5 als Referenzmaterial sind die spezifischen Wärmekapazitäten/Materialdichten dagegen vergleichbar. Bei identischen Volumina führt dies zu deutlich kleineren Wärmestromdifferenzen zwischen Proben- und Basislinienmessung, vgl. Abbildung 22 und Abbildung 23. Diese Wärmestromdifferenz wird im Folgenden als Offset bezeichnet.

Um den Offset zu verringern, werden zwei Strategien diskutiert. In einem ersten Ansatz soll die Anpassung der Wärmekapazitäten betrachtet werden. In Abbildung 27 a) ist der Vergleich der spezifischen Wärmekapazitäten der technischen Keramik *Rescor960*, X5CrNiCuNb16-4 und dem austenitischen Stahl X5CrNi18-10 von 200 °C bis 1200 °C zu sehen. Die spezifischen Wärmekapazitäten wurden während des kontinuierlichen Erwärmens mit einer Scanrate von 0,1 K/s im DSC Setaram Labsys EVO aufgenommen. Die Messung der Substanzen auf der Probenseite erfolgte dabei gegen einen leeren Tiegel auf der Referenzseite. Um die gerätebedingte Kurvenkrümmung zu beseitigen, wurde eine Leermessung, gemessen mit leeren Tiegeln auf der Proben- und Referenzseite, von der Probenmessung subtrahiert. Für *Rescor960* ist von 200 °C ausgehend ein kontinuierlicher Anstieg von $1,02 \text{ Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$ auf ca. $1,35 \text{ Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$ bei 1200 °C zu beobachten. Die Werte für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 beginnen bei rund $0,5 \text{ Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$ und steigen aufgrund der im Material stattfindenden Phasenumwandlungen diskontinuierlich auf $0,7 \text{ Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$. Die Phasenumwandlungen bewirken wegen der endo- bzw. exothermen Reaktionen einen unstetigen Verlauf der Wärmekapazität. Für den austenitischen Stahl X5CrNi18-10 liegt die spezifische Wärmekapazität über den gesamten betrachteten Temperaturbereich stets zwischen $0,5 \text{ Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$ und $0,7 \text{ Jg}^{-1}\text{K}^{-1}$. Diese ist mit den reaktionsfreien Bereichen des Stahl X5CrNiCuNb16-4 vergleichbar und ist annähernd halb so groß wie für *Rescor960*.

Da die Materialdichten der technischen Keramik *Rescor960* ($3,8 \text{ g/cm}^3$ [122]) und der Stähle X5CrNi18-10 bzw. X5CrNiCuNb16-4 ($7,8-7,9 \text{ g/cm}^3$ [123, 124]) signifikant unterschiedlich sind, muss diese für die Diskussion der thermophysikalischen Eigenschaften berücksichtigt werden. In Abbildung 27 b) ist die massebezogene absolute Wärmekapazität (gleiches Volumen von Proben- und Referenzmaterial) dargestellt. Die Massen wurden mittels einer Waage vom Typ AG245 der Fa. Mettler Toledo bestimmt. Für *Rescor960* liegt die absolute Wärmekapazität im Bereich von $0,5 \text{ JK}^{-1}$ und $0,6 \text{ JK}^{-1}$, für den Stahl X5CrNi18-10 bei $0,8 \text{ JK}^{-1}$ bis $1,2 \text{ JK}^{-1}$. Absolut gesehen, ergibt sich demnach für den Stahl X5CrNi18-10 eine signifikant höhere absolute Wärmekapazität als für die technische Keramik *Rescor960*, worin der große Offset in den DSC-Messungen von X5CrNiCuNb16-4 begründet liegt.

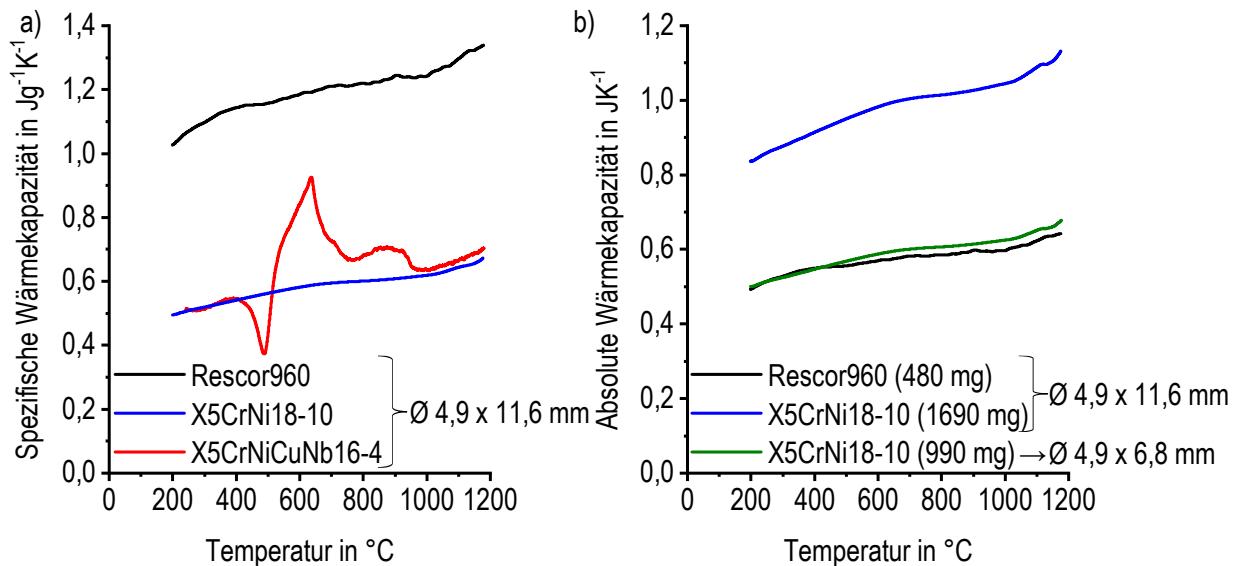


Abbildung 27: a) Vergleich der spezifischen Wärmekapazitäten von *Rescor960*, X5CrNiCuNb16-4 und X5CrNi18-10, b) Vergleich der absoluten Wärmekapazitäten bezogen auf die Massen des verwendeten Proben- und Referenzmaterials

Über eine Massenanpassung der Referenzprobe bzw. der zu analysierenden Probe können die Wärmestromdifferenzen zwischen Proben- und Basislinienmessung signifikant verringert werden [125].

Wird die absolute Wärmekapazität C_p von *Rescor960* mit X5CrNiCuNb16-4 gleichgesetzt, so kann über eine Verhältnisgleichung der spezifischen Wärmekapazitäten c_p und Massen m , eine optimale Masse von Proben- bzw. Referenzmaterial berechnet werden, siehe Gleichungen 3.2, 3.3 und 3.4.

$$C_{pX5CrNiCuNb16-4} = C_{pRescor960} \quad 3.2$$

$$m_{X5CrNiCuNb16-4} \cdot C_{pX5CrNiCuNb16-4} = C_{pRescor960} \cdot m_{Rescor960} \quad 3.3$$

$$m_{X5CrNiCuNb16-4} = \frac{C_{pRescor960} \cdot m_{Rescor960}}{C_{pX5CrNiCuNb16-4}} \quad 3.4$$

Anhand Gleichung 3.4 und Abbildung 27 b) wird deutlich, dass mit einer Verringerung der Probenmasse von 1690 mg auf 990 mg sowohl theoretisch als auch experimentell über einen großen Temperaturbereich eine sehr genaue Anpassung der absoluten Wärmekapazitäten von *Rescor960* und X5CrNi18-10 bzw. X5CrNiCuNb16-4 erreicht werden kann. Im Verhältnis zu einer Probenmasse von 1690 mg würde sich bei diesem Versuchsaufbau allerdings ein um rund 40 % geringeres Messsignal ergeben.

Abbildung 28 a) und b) zeigen das Erwärmen bzw. Abkühlen mit *Rescor960* (\varnothing 4,9 mm x 11,6 mm) als Referenzmaterial mit angepasster Probenmasse von X5CrNiCuNb16-4 (\varnothing 4,9 mm x 6,8 mm). Proben- und Referenzmaterial im Falle der Experimente mit den nicht umwandelnden, austenitischen Stählen hatten hierbei eine Probengeometrie von \varnothing 4,9 mm x 11,6 mm. Für Erwärmen und Abkühlen wurde jeweils eine Scanrate von 0,1 K/s verwendet. Aus den dargestellten Kurven ist ersichtlich, dass eine Anpassung der Probenmasse zu einer beträchtlichen Reduzierung des Offsets führt, wenngleich die Kurven nicht perfekt aufeinanderliegen. Hinsichtlich der Intensität einzelner Reaktionen ergibt sich, wie oben angesprochen, eine Verringerung des Messsignals von rund 35 %. Während die exotherme Reaktion beim Erwärmen einer Probe mit 1690 mg nach etwa 5000 s eine Peakhöhe von rund 30 mW aufweist, ist für Proben mit 990 mg eine Reduzierung der Peakhöhe auf 20 mW zu beobachten. Entsprechend ergibt sich auch für die exotherme Reaktion beim Abkühlen nach etwa 4700 s, anschaulich in Abbildung 28 b) und h) zu sehen, eine deutliche Verringerung des Messsignals von 2,5 mW auf 1,6 mW. Im Hinblick auf möglichst große Messsignale wird im Rahmen dieser Arbeit keine Reduzierung der Probenmasse vorgenommen.

Eine zweite Möglichkeit besteht in der Auswahl des Referenzmaterials. Dieses sollte eine möglichst ähnliche absolute Wärmekapazität wie das Probenmaterial sowie ein inertes Verhalten im betrachteten Temperaturbereich aufweisen. Während für die Aluminiumlegierungen reines Aluminium verwendet wird, ist die Verwendung von reinem Eisen als Referenzmaterial für X5CrNiCuNb16-4 ungünstig. Aufgrund der

Gefügeumwandlungen sowie der temperaturabhängigen Änderung der magnetischen Eigenschaften konnten in DSC-Versuchen von Tajima et al. für reines Eisen deutliche endo- bzw. exotherme Peaks während des Erwärmens und Abkühlens festgestellt werden [126]. Als Referenzmaterial bieten sich hier eher nicht umwandelnde austenitische Stähle mit einem vergleichbaren Legierungselementanteil wie X5CrNiCuNb16-4 an. Diese austenitischen Stähle zeichnen sich dadurch aus, dass sie im betrachteten Temperaturbereich (bis 1200 °C) keinerlei Phasenumwandlungen sowie keine temperaturabhängige Änderung der magnetischen Eigenschaften zeigen. Für Testmessungen wurden drei austenitische Stähle ausgewählt. Tabelle 10 beinhaltet die chemische Zusammensetzung der drei Stähle nach DIN EN 10088-3 sowie als Ergebnis der Analyse mittels OES.

Tabelle 10: Massenanteile der Legierungselemente in X5CrNi18-10, X2CrNiMo18-14-3 und X6CrNiTi18-10 nach DIN EN 10088-3

	Massenanteil in %	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	N	Ti
X5CrNi18-10	Norm	< 0,07	< 1,0	< 2,0	17,5- 19,5	-	8,0- 10,5	< 0,1	-
	OES	0,024	0,32	1,38	18,3	-	8,02	0,08	-
X2CrNiMo18-14-3	Norm	< 0,03	< 1,0	< 2,0	17,0- 19,0	2,5- 3,0	12,5- 15,0	< 0,1	-
	OES	0,024	0,36	1,69	17,5	2,3	13,29	0,03	-
X6CrNiTi18-10	Norm	< 0,08	< 1,0	< 2,0	17,0- 19,0	-	9,0- 12,0	-	5 x C- 0,7
	OES	0,016	0,36	1,82	17,0	-	9,25	-	0,12

Infolge der Verwendung eines voll austenitischen Stahls als Referenzmaterial kann der Offset signifikant reduziert werden. Während für die Stähle X5CrNi18-10 (Abbildung 28 c) und d)) und X2CrNiMo18-14-3 (Abbildung 28 e) und f)) ein geringer Offset im reaktionsfreien Bereich zwischen Proben- und Basislinienmessung erkennbar ist, liegen die Kurven für X6CrNiTi18-10 (Abbildung 28 g) und h)) in diesen Bereichen fast direkt aufeinander. In der Abkühlkurve in Abbildung 28 h) ist im vergrößerten Bildausschnitt bereits ohne einen polynomiellen Fit deutlich eine exotherme Reaktion erkennbar, welche bei einer größeren Wärmestromdifferenz nicht ohne Weiteres zu identifizieren wäre.

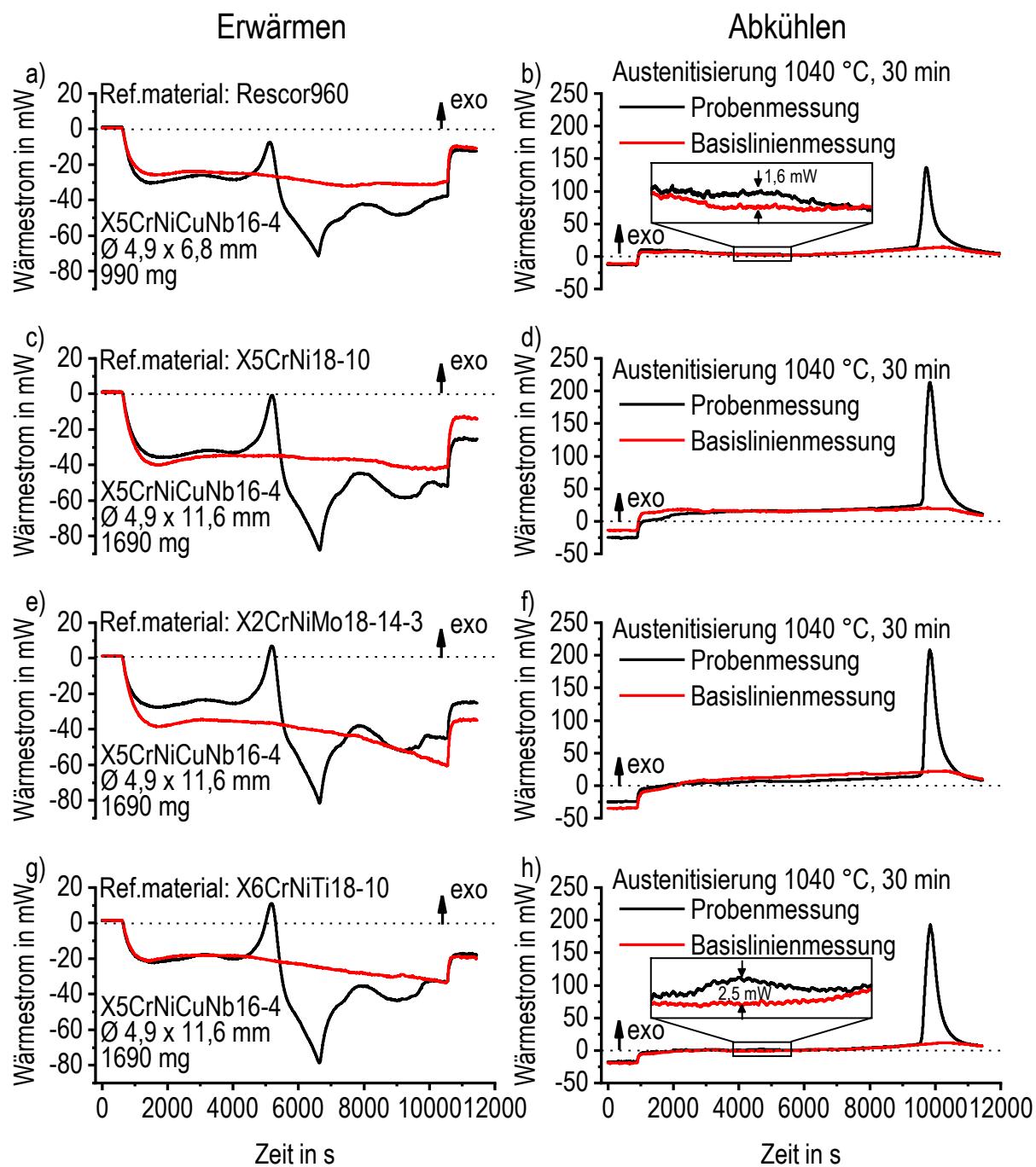


Abbildung 28: Rohmessdaten von DSC-Erwärms- bzw. Abkühlkurven (Scanrate jeweils 0,1 K/s) des Stahls X5CrNiCuNb16-4 konv unter Verwendung unterschiedlicher Referenzmaterialien a) und b) Rescor960 mit angepasster Masse des Probenmaterials c) und d) X5CrNi18-10, e) und f) X2CrNiMo18-14-3, g) und h) X6CrNiTi18-10

Werden die DSC-Erwärm- und Abkühlkurven (Rate 0,1 K/s) für die vier vorgestellten Referenzmaterialien nach der in Abbildung 25 und Abbildung 26 veranschaulichten Methodik ausgewertet, ergibt sich das in Abbildung 29 dargestellte Bild. In Teil a) der Abbildung ist für das Erwärmen gegen alle vier verwendeten Referenzmaterialien ein nahezu identischer Verlauf für den konventionellen Stahl X5CrNiCuNb16-4 zu beobachten. Lediglich ab einer Temperatur von ca. 700 °C weichen die Kurven mit steigender Temperatur voneinander ab. Da die Krümmung nach Subtraktion der Basislinienmessung nicht mittels eines polynomiellen Fits entfernt wurde, bleibt diese methodisch bedingte Krümmung als Restkrümmung der Kurven zurück. Für das Abkühlen in Teil b) von Abbildung 29 wurde die Restkrümmung mittels eines polynomiellen Fits entfernt, was dazu führt, dass alle vier Kurven über den gesamten betrachteten Temperaturbereich praktisch identisch verlaufen. Im vergrößerten Bildausschnitt ist die in Abbildung 28 h) gezeigte exotherme Reaktion für alle Kurven ohne größere Abweichungen untereinander erkennbar.

Ein Nachteil bei der Verwendung der nicht umwandelnden austenitischen Stähle als Referenzmaterial ist die Oberflächenveränderung bei höheren Temperaturen. Während die technische Keramik *Rescor960* auch bei hohen Temperaturen thermisch stabil ist, konnten bei den Stählen deutliche Oberflächenveränderungen beobachtet werden. Bereits nach einem Experiment verfärben sich die Oberflächen, was auf die Ausbildung einer Oxidschicht hindeutet. Aus daraus resultierenden, möglichen Veränderungen im Kurvenverlauf durch Wärmestrahlung und aus Gründen der Reproduzierbarkeit wird im Rahmen dieser Arbeit die technische Keramik *Rescor960* als Referenzmaterial verwendet.

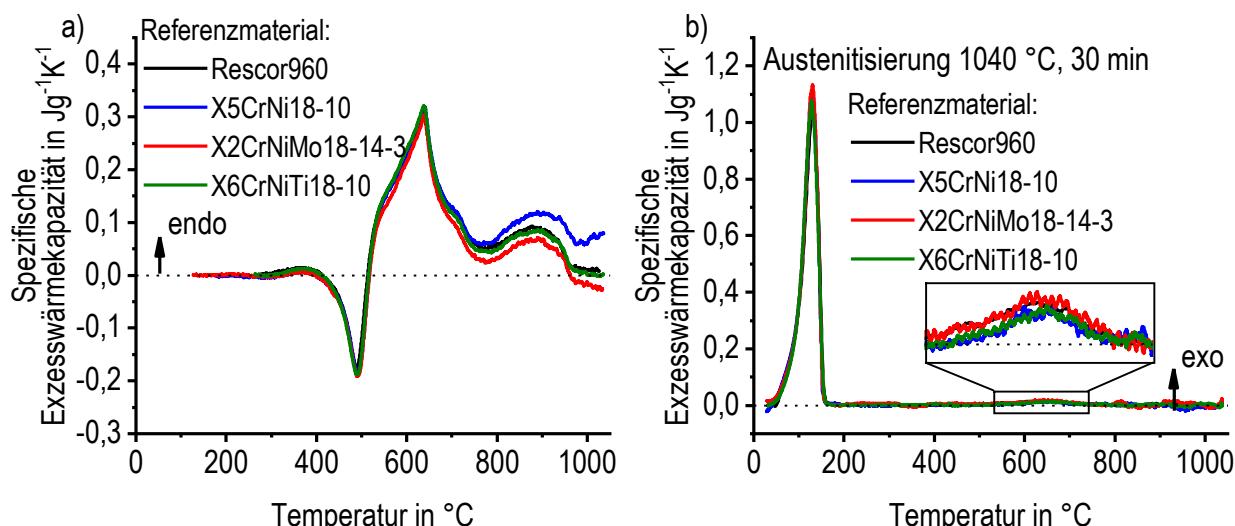


Abbildung 29: Ausgewertete DSC-Kurven (Scanrate 0,1 K/s) des Stahls X5CrNiCuNb16-4 konv unter Verwendung dreier voll austenitischer Stähle als Referenzmaterial im Vergleich zu Rescor960 a) Erwärmen, b) Abkühlen

Da trotz aller Sorgfalt bei der Durchführung der DSC-Messungen eine Vielzahl von Einflüssen jede einzelne Messung individuell beeinflussen, kommt es zu einer gewissen Streuung der Messergebnisse. Die Reproduzierbarkeit von DSC-Kurven des konventionellen Stahls X5CrNiCuNb16-4 ist am Beispiel einer Scanrate von 0,1 K/s mit *Rescor960* als Referenzmaterial in Abbildung 30 zu sehen. In Teil a) der Abbildung sind 25 ausgewertete Einzelmessungen dargestellt. Da alle einzelnen Kurven im Bereich niedriger Temperaturen auf das Nullniveau verschoben werden, sind hier die Abweichungen methodisch bedingt am kleinsten. Mit steigender Temperatur werden die Abweichungen einzelner Messungen untereinander größer. Deutlich wird dies anhand Abbildung 30 b) durch die Berechnung des Mittelwertes (schwarz) und der Standardabweichung (grau) der 25 Einzelmessungen. Aufgrund des hohen betriebenen Aufwands bei der Durchführung und Auswertung zeichnen sich die DSC-Experimente durch eine sehr gute Reproduzierbarkeit aus.

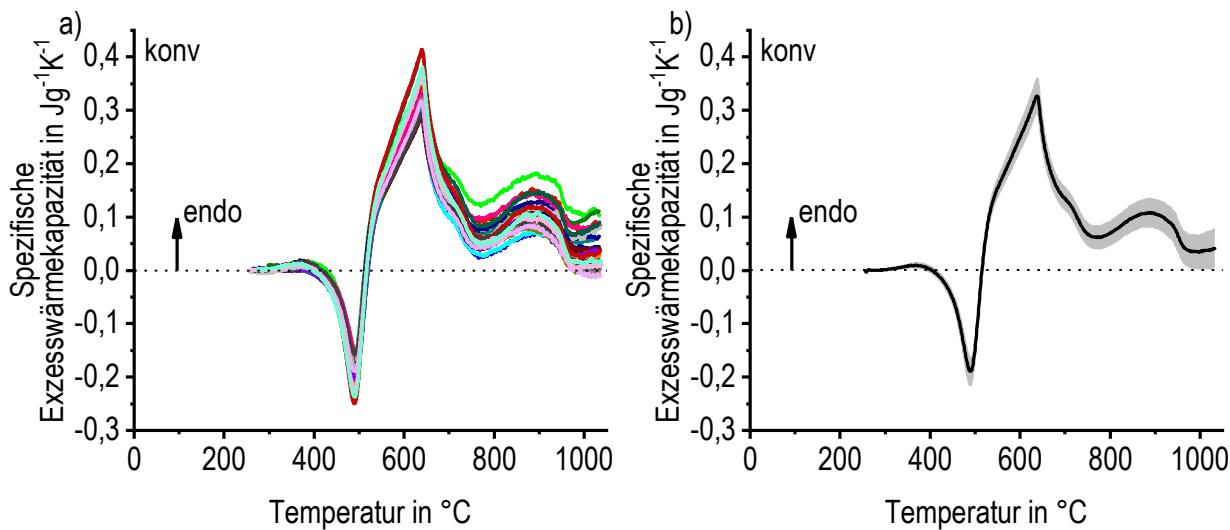


Abbildung 30: DSC-Erwärmkurven des Stahls X5CrNiCuNb16-4 konv mit einer Scanrate von 0,1 K/s und *Rescor960* als Referenzmaterial a) Auswertung von 25 Einzelmessungen, b) resultierende Mittelwertkurve (schwarz) und zugehörige Standardabweichung (grau)

3.4.2 Dilatometrie

Modus: Abschreckdilatometer – Bestimmung von Phasenumwandlungen

Die gängige Methode zur Charakterisierung der Phasenumwandlungen beim Erwärmen und Abkühlen von Stählen ist die Dilatometrie [80]. Über die entstehende Längenänderung können Phasenumwandlungen in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit registriert und so Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramme erstellt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wird ein Abschreck- und Umformdilatometer vom Typ Bähr DIL 805 A/D der Fa. TA Instruments eingesetzt. Der schematische Aufbau eines Abschreckdilatometers ist in Abbildung 31 a) dargestellt. Die Aufnahme eines realen Bildes ist in Teil b) der Abbildung zu sehen. Die Dilatometerproben weisen einen Durchmesser von 4 mm sowie eine Länge von 10 mm auf und werden spanend aus den Rohlingen ($\varnothing 7 \times 65$ mm) gedreht. Die Vorbereitung, Durchführung und Auswertung der Versuche erfolgt in Anlehnung an [127, 128]. Die Anfangs- und Endtemperaturen von Phasenumwandlungen werden nach dem Tangentenverfahren ermittelt.

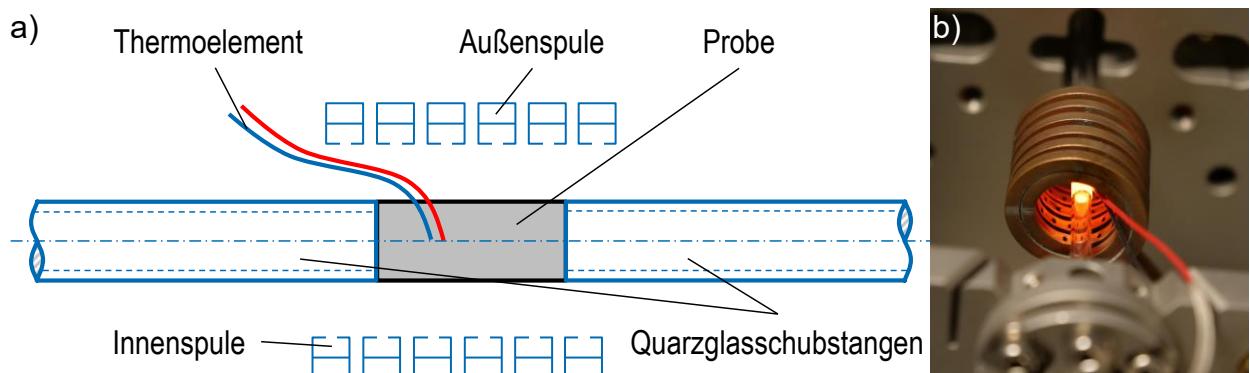


Abbildung 31: a) Schematische Darstellung eines Abschreckdilatometers nach Schumacher et al. [129], b) reales Bild einer Probe innerhalb der Induktionsspule

Die Dilatometerprobe wird mit möglichst geringer Kraft mittig in der Spule zwischen den Quarzglasschubstangen eingespannt. Die doppelwandige Spule ist unterteilt in eine Außen- und eine Innenspule. Das Zuführen von Energie zur Probe erfolgt induktiv über eine wassergekühlte Außenspule. Vor Versuchsbeginn wird die Probenkammer mit einem Vakuum (ca. 10^{-3} mbar) beaufschlagt, ehe sie mit einem inerten Schutzgas (z. B. Stickstoff oder Helium) geflutet wird. Das Abkühlen der Probe kann mit diesen Schutzgasen signifikant beschleunigt werden. Das Gas strömt dafür durch die perforierte Innenspule allseitig auf die Probe, was ein gleichmäßiges Abkühlen der Probe über die gesamte Länge gewährleistet. Auf die Oberfläche der zylindrischen Proben wird mittig ein Thermoelement (Typ S: Pt10Rh-Pt $\varnothing 0,1$ mm) mittels eines Punktschweißgerätes aufgebracht, über welches ein geregelter Temperatur-Zeit-Verlauf gesteuert wird. Die

Erwärm- und Abkühlraten können dabei in einer großen Bandbreite variiert werden. Zur Untersuchung des Stahls X5CrNiCuNb16-4 wird pro Dekade je eine Erwärm- und Abkühlrate in einem Bereich von 0,1-100 K/s eingestellt. Für jede der gewählten Scanraten werden drei Einzelversuche durchgeführt. Für die schnellste Rate von 100 K/s werden Hohlproben mit Ø 4 x 0,2 x 10 mm eingesetzt.

Das Messsignal bei der Dilatometrie ist die aufgrund von Temperaturänderung sowie Phasen- und Gefügeumwandlungen hervorgerufene Längenänderung ΔL , welche auf die Ausgangslänge einer Dilatometerprobe von $L_0 = 10$ mm normiert wird. Aus dem Quotienten ergibt sich nach Gleichung 3.5 die technische Dehnung ε_t . Da an Phasenumwandlungen z. T. nur geringe Anteile an Legierungselementen beteiligt sind, wird die 1. Ableitung des Dehnungssignals ε' zur Auswertung herangezogen, um wesentlich kleinere Volumenänderungen als bei Gefügeumwandlungen erfassen zu können. Die 1. Ableitung der Dehnung lässt sich nach Gleichung 3.6 berechnen [80].

$$\varepsilon_t = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L - L_0}{L_0} \quad 3.5$$

$$\varepsilon' = \frac{d\varepsilon_t}{dT} = \frac{d\left(\frac{\Delta L}{L_0}\right)}{dT} = \frac{d\left(\frac{L - L_0}{L_0}\right)}{dT} \quad 3.6$$

Im Dehnungssignal sind Phasenumwandlungen als Abweichungen vom weitgehend linearen Kurvenverlauf der thermischen Dehnung erkennbar, die infolge der 1. Ableitung deutlicher werden und so eine bessere Übersichtlichkeit und Vergleichbarkeit der einzelnen Dilatometerkurven ermöglichen, insbesondere für kleine Effekte. Des Weiteren ist mit der 1. Ableitung ein direkter Vergleich mit DSC-Kurven möglich [80]. In Abbildung 32 ist der direkte Vergleich von Dehnung und deren 1. Ableitung am Beispiel von konventionell hergestelltem X5CrNiCuNb16-4 für eine Erwärmrate von 1 K/s veranschaulicht. Anhand der Abbildung wird klar, dass die Festlegung eines Nullniveaus für die Dilatometerversuche an X5CrNiCuNb16-4 mit dem vorgestellten Versuchsaufbau bzw. -ablauf nur eingeschränkt möglich ist. Aufgrund der thermischen Ausdehnung der Probe befindet sich die 1. Ableitung der Dehnung bereits unmittelbar mit Beginn des Erwärmvorganges im positiven Bereich des Diagrammes. D. h. die Probe verlängert sich thermisch induziert entsprechend ihres Ausdehnungskoeffizienten proportional zur Temperaturänderung. Für umwandlungsinduzierte Längenänderungen kann demnach lediglich von relativen Längenänderungen in Bezug auf ein definiertes Nullniveau gesprochen werden.

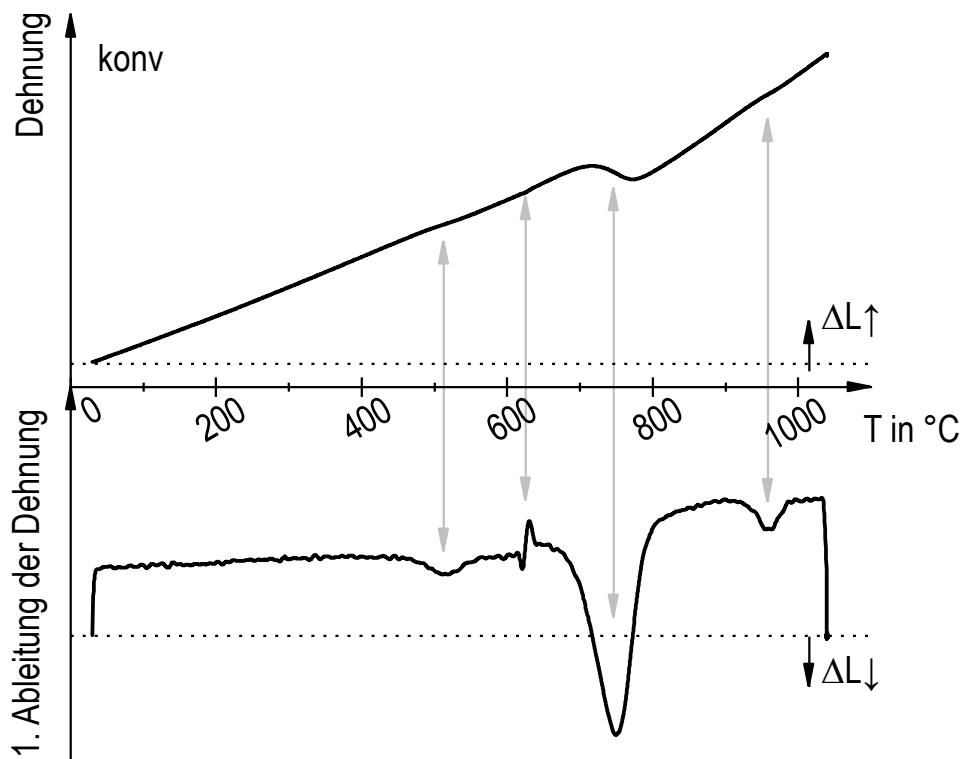


Abbildung 32: Auswertung von Dilatometerversuchen für eine Erwärmrate von 1 K/s am Beispiel von X5CrNiCuNb16-4 konv, oben - Dehnung über der Temperatur, unten – 1. Ableitung der Dehnung über der Temperatur

Modus: Abschreckdilatometer – Wärmebehandlung

Neben der kinetischen Bestimmung von Phasenumwandlungen kann das Dilatometer aufgrund seiner in einem weiten Bereich einstellbaren Erwärm- und Abkühlraten gezielt für Wärmebehandlungen genutzt werden. Um Härteverlaufskurven in Abhängigkeit der Abkühlrate aufzunehmen, wurden Proben des Stahls X5CrNiCuNb16-4, mit Raten von 0,01-100 K/s abgekühlt und anschließend im Dilatometer ausgelagert. Für die Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg werden ebenfalls Abkühlversuche mit anschließender Auslagerung durchgeführt. Die Abkühlraten werden hierbei in einem Bereich von 0,01-400 K/s variiert, wobei die Zwischenlagerung bei Raumtemperatur etwa 5 min beträgt. Des Weiteren werden für AlSi10Mg Lösungsglühversuche bei 525 $^{\circ}\text{C}$ für Glühzeiten bis 30 h mit definierter Abkühlung realisiert, um den Einfluss der Lösungsglühparameter auf die Mikrostruktur und die resultierende Härte zu untersuchen. Für die Wärmebehandlung von AlSi10Mg im Dilatometer werden Proben mit einem Durchmesser von 6,4 mm und einer Höhe von 1 mm verwendet.

Modus: Umformdilatometer

Neben der thermischen Analyse bzw. thermischen Behandlung von Werkstoffen kann das Dilatometer über eine Ausbaustufe zu einem Umformdilatometer erweitert werden. Somit sind thermomechanische Experimente (z. B. Stauchversuche oder Zugversuche) möglich. Der schematische Aufbau eines Umformdilatometers für die Durchführung von Stauchversuchen ist in Abbildung 33 zu sehen. Die Probe mit den Abmessungen $\varnothing 4 \times 8$ mm wird zwischen zwei Stempeln, mit denen die Kraft aufgebracht wird, eingespannt. Zur Verringerung der Reibung werden zwischen den Stempeln und der Probe Molybdänplättchen eingefügt. Diese verhindern bei hohen Temperaturen ein Verbinden des Probenmaterials mit dem Stempelmaterial. Genau wie die Schubstangen, bestehen die Stempel aus Quarzglas. Während einer der Stempel für die Krafteinbringung verantwortlich ist, wirkt der andere als Gegenhalter. Die Messung der resultierenden Verformung erfolgt über die Quarzglasschubstangen.

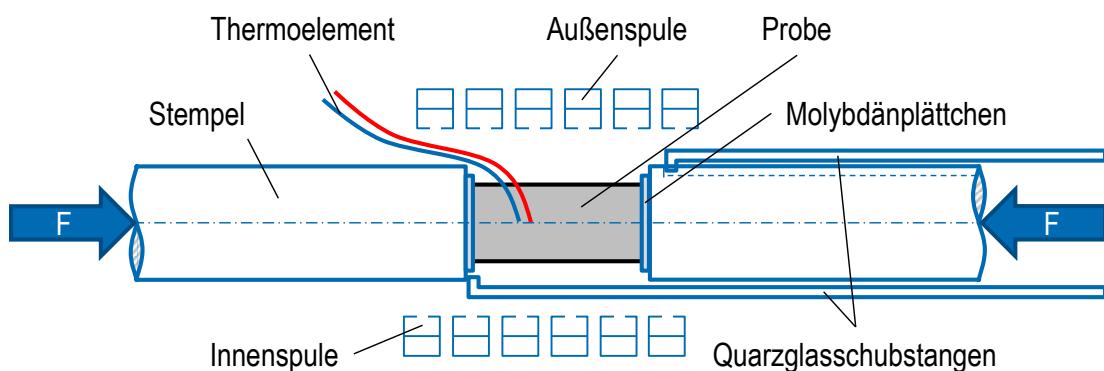


Abbildung 33: Schematische Darstellung eines Umformdilatometers nach Schumacher et al. [129]

In dieser Arbeit werden thermomechanische Analysen an dem Stahl X5CrNiCuNb16-4 LBM 45° durchgeführt. Untersucht werden soll der Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit von Austenitisiertemperatur auf die mechanischen Eigenschaften. Dazu wird der Werkstoff einem definierten Temperatur-Zeit-Verlauf (Abbildung 34) unterworfen, wobei die Abkühlung nicht bis auf Raumtemperatur erfolgt, sondern der Stauchversuch bei erhöhter Temperatur durchgeführt wird, um sicherzustellen, dass die verwendeten Keramikstempel (max. Kraft bis 12 kN) nicht beschädigt werden. Sobald beim Abkühlen eine Temperatur von 400 °C erreicht wird, findet nach einer Verweildauer von 1 s der eigentliche Stauchversuch statt. Gewählt werden hierfür eine Dehnrate von $0,125 \text{ s}^{-1}$ sowie ein Verfahrweg von 2 mm. Für jede der gewählten Abkühlraten von 0,01 - 100 K/s werden drei Proben untersucht.

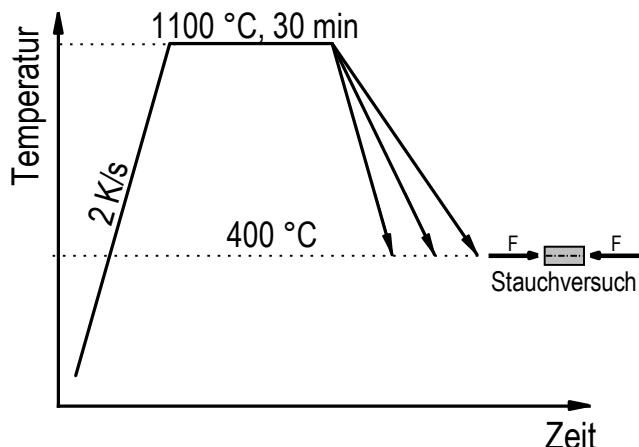


Abbildung 34: Temperatur-Zeit-Verlauf für die thermomechanischen Analysen nach unterschiedlich schneller Abkühlung (0,01 - 100 K/s) von Austenitisiertemperatur an X5CrNiCuNb16-4 LBM 45°

Die Messsignale im Stauchversuch sind die aufgebrachte Kraft und die daraus resultierende Längenänderung, also Kraft-Längenänderungskurven. Aus der Kraft F und dem Anfangsquerschnitt S_0 wird mittels Gleichung 3.7 die technische Spannung σ_t berechnet. Aus Gleichung 3.5 folgt die technische Dehnung. Zu beachten ist, dass für die Auswertung der Stauchversuche jeweils die wahre Spannung σ_w sowie die wahre Dehnung ε_w herangezogen werden. Diese werden gemäß den Gleichungen 3.8 bzw. 3.9 berechnet. Eine wahre Spannungs-Dehnungskurve ist in Abbildung 35 a) zu sehen.

$$\sigma_t = \frac{F}{S_0} \quad 3.7$$

$$\sigma_w = \sigma_t(1 + \varepsilon_t) \quad 3.8$$

$$\varepsilon_w = \ln(1 + \varepsilon_t) \quad 3.9$$

Abbildung 35 b) zeigt einen vergrößerten Ausschnitt, angedeutet mit dem gestrichelten Rahmen, der wahre Spannungs-Dehnungskurve in Abbildung 35 a). Die graue Linie kennzeichnet den Bereich der linear-elastischen Dehnung, welche die x-Achse bei null schneidet. Eine parallele Verschiebung dieser Geraden zu einer bleibenden, plastischen Dehnung von 0,1 % und 0,2 % führt am Schnittpunkt mit der wahre Spannungs-Dehnungskurve zur 0,1 %-Dehngrenze bzw. 0,2 %-Dehngrenze. Diese beiden Kennwerte dienen im Rahmen dieser Arbeit zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften im Stauchversuch.

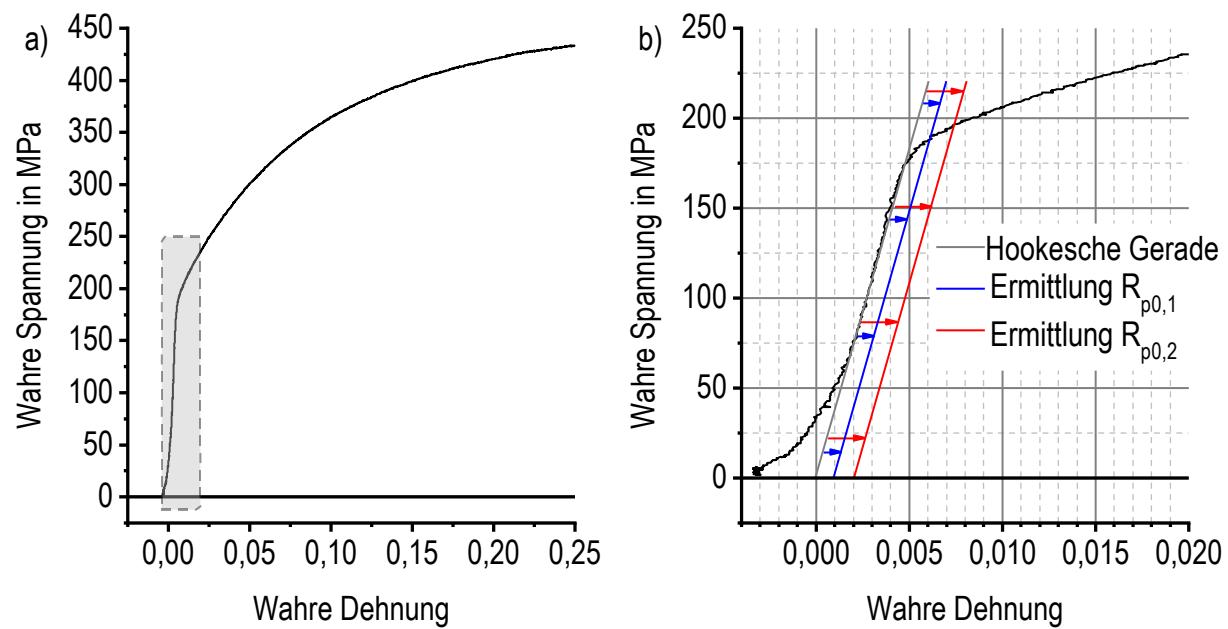


Abbildung 35: a) Wahre Spannungs-Dehnungskurve aus dem Stauchversuch an X5CrNiCuNb16-4 LBM 45° nach 1100 °C, 30 min und Abkühlung mit 0,1 K/s auf 400 °C, b) vergrößerter Bildausschnitt der wahren Spannungs-Dehnungskurve mit den ausgewerteten Kenngrößen

3.4.3 Mikrostrukturelle Untersuchungen

Lichtmikroskopie

Um den Einfluss der Wärmebehandlung auf die Mikrostruktur zu untersuchen, werden in verschiedenen Werkstoffzuständen und Baurichtungen metallografische Schritte angefertigt. Die Schleiflage in Abhängigkeit von der Baurichtung ist in Abbildung 36) zu sehen. Die Untersuchung der Entwicklung der Mikrostruktur in den untersuchten Baurichtungen dient auch dazu, den Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften abzuschätzen. Dafür werden die Proben (in der Regel DSC- bzw. Dilatometerproben), zur besseren Handhabbarkeit, in kaltaushärtendem Epoxidharz eingebettet. Die eingebetteten Proben werden über verschiedene Stufen geschliffen und poliert, ehe die Schleifbilder mit dem Auflichtmikroskop Typ DMI5000 M der Fa. Leica aufgenommen werden.

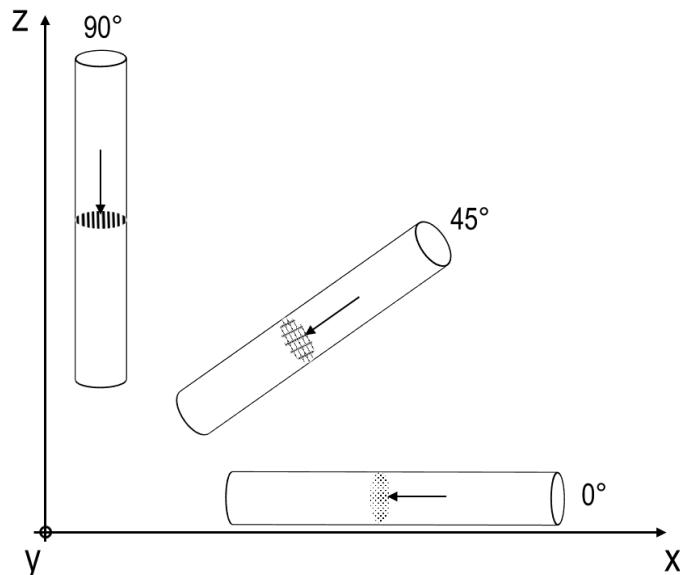


Abbildung 36: Schleiflage in Abhängigkeit von der Baurichtung, die Pfeile deuten die jeweilige Schleifebene und den lagenweisen Aufbau des LBM-Materials an

Für die Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg werden metallografische Schritte sowohl im wasserfrei polierten als auch im geätzten Zustand nach Weck (4 g Kaliumpermanganat $KMnO_4$, 1 g Natronlauge $NaOH$, 100 ml Wasser H_2O) untersucht [130]. Für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 werden die beiden Ätzverfahren nach Fry (5 g Kupferchlorid $CuCl_2$, 40 ml Salzsäure HCl , 30 ml Wasser H_2O , 25 ml Ethanol C_2H_6O) [131] und nach Lichtenegger-Bloech II (20 g Ammoniumbifluorid NH_4HF_2 , 1 g Kaliumdisulfid $K_2S_2O_5$, 100 ml Wasser H_2O) verwendet [132]. Die Ätzungen werden jeweils bei Raumtemperatur für 5-20 s durchgeführt.

Rasterelektronenmikroskopie⁵

Für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 werden zusätzlich zu den lichtmikroskopischen Aufnahmen mikrostrukturelle Untersuchungen mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) durchgeführt. Zum Einsatz kommt ein REM des Typs Merlin VP Compact der Fa. Zeiss. Dabei werden unterschiedlich schnell von Austenitisiertemperatur abgekühlte Proben untersucht. Die einzelnen Präparationsschritte entsprechen denen für die Lichtmikroskopie, wobei die Proben im REM im polierten Zustand untersucht werden.

Die Beschleunigungsspannung für diese REM-Aufnahmen beträgt 5 kV, der gewählte Arbeitsabstand zwischen 5,4-5,9 mm. Sämtliche Aufnahmen werden im Sekundärelektronen-Modus durchgeführt.

Energiedispersive Röntgenspektroskopie

Das REM, mit dem die Bilderserien am Stahl X5CrNiCuNb16-4 erstellt werden, verfügt über ein integriertes System des Typs XFlash 6/30 der Fa. Bruker zur Analyse mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX). Für diese Elementanalysen wird eine Beschleunigungsspannung von 20 kV angelegt, wobei der Arbeitsabstand zwischen 9,4-9,6 mm beträgt. Das TEM ist mit einem Spektrometer JED-2300 Fa. JEOL für EDX-Untersuchungen ausgestattet, um ausgewählte Partikel zu untersuchen.

Transmissionselektronenmikroskopie⁶

Neben der Rasterelektronenmikroskopie werden für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 an unterschiedlich schnell von Austenitisiertemperatur abgekühlten Proben Aufnahmen mit einem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) des Typs JEM ARM200F der Fa. JEOL erzeugt. Sämtliche Aufnahmen werden im Rastertransmissionsmodus (STEM) im high angle annular dark-field (HAADF) gemacht. Die verwendete Beschleunigungsspannung beträgt dabei 200 kV.

Für jeden eingestellten Zustand werden 5-7 TEM-Proben präpariert. Die thermisch vorbehandelten Dilatometerproben (\varnothing 4 x 10 mm) werden mit einem Nasstrennschleifer in etwa 300 μ m dicke Scheiben geschnitten. Im nächsten Arbeitsschritt werden aus den 300 μ m dicken Dünnschnitten kleinere Scheiben mit einem Durchmesser von 3 mm ausgestanzt, die auf Dicken von ca. 100 μ m geschliffen werden. Mithilfe des

⁵ Die REM-Untersuchungen wurden von Dr. Springer am Elektronenmikroskopischen Zentrum der Universität Rostock durchgeführt. Der Verfasser der Dissertation war für die Auswahl und Präparation der Proben sowie für die Diskussion der Ergebnisse verantwortlich.

⁶ Die TEM-Untersuchungen wurden von Dr. Kreyenschulte am Leibniz Institut für Katalyse in Rostock durchgeführt. Der Verfasser der Dissertation war für die Auswahl und Präparation der Proben sowie für die Diskussion der Ergebnisse verantwortlich.

elektrolytischen Dünns werden die Scheiben auf ca. 50-100 nm gebracht. Dafür wird das Gerät TenuPol der Fa. Struers mit dem Elektrolyt A2 (65-85 % Ethanol C_2H_6O , 10-15 % 2-Butoxy-Ethanol $C_6H_{14}O_2$, 5-15 % Wasser H_2O) genutzt. Dabei wird die Probe von zwei Seiten mit einem feinen Elektrolytstrahl angeströmt. Der Elektrolyt wird während des gesamten Dünnvorgangs gekühlt und es liegt eine elektrische Spannung an. Dadurch wird ein Ätzangriff, idealerweise lokal im Bereich der Probenmitte, erzeugt, solange bis ein Loch entsteht, durch welches infrarotes Licht auf eine Fotozelle trifft und der Prozess bei einem voreingestellten Wert beendet wird (Lichtstoppwert). Die verwendeten Parameter für das elektrolytische Dünnen sind wie folgt: Flussrate 50, Lichtstoppwert 130, Polierspannung 20 V, Kühlertemperatur -26,8 °C.

Im Bereich des Lochrandes ist die Probe so dünn, dass sie für eine Durchstrahlung im TEM geeignet ist (ca. 50-100 nm). Der Dünnvorgang dauert für den verwendeten Stahl X5CrNiCuNb16-4 zwischen wenigen bis 10 min. Nach dem Dünnen werden die Proben mithilfe folgender Substanzen in der genannten Reihenfolge von möglichen Rückständen aus dem Präparationsprozess gereinigt: Wasser, destilliertes Wasser, Ethanol.

3.4.4 Härteprüfung

Die Härteprüfung nach Vickers wird nach ISO 6507-1 mittels Kleinlasthärteprüfer des Typs HMV-2 der Fa. Shimadzu mit einer Prüflast von 9,81 N (HV1) durchgeführt. Vermessen werden je sechs Eindrücke, aus den resultierenden Härtewerten werden Mittelwert sowie Standardabweichung berechnet. Dazu werden die Proben ähnlich wie für die Metallografie in kaltaushärtendem Epoxidharz eingebettet. Hier werden die Proben jedoch mit relativ grober Körnung (P600) angeschliffen.

3.4.5 Zugversuch⁷

In Zugversuchen sollen die mechanischen Kennwerte Zugfestigkeit, Dehngrenze sowie Bruchdehnung ermittelt werden. Dabei erfolgt ein Vergleich der drei untersuchten Baurichtungen untereinander, um mögliche Anisotropien festzustellen. Der Kraftfluss in Relation des lagenweisen Aufbaus additiv gefertigter Zugproben ist schematisch in Abbildung 37 a) dargestellt. Des Weiteren wird ein Vergleich zum jeweiligen konventionell hergestellten Werkstoff gezogen und eine Einordnung mit vorgegebenen Normwerten vorgenommen.

⁷ Die Zugversuche wurden von Dr. Kamps und Hr. Schmitt am Fraunhofer IGC in Augsburg durchgeführt. Der Verfasser der Dissertation war für die Auswahl und Herstellung der Werkstoffzustände sowie für die Diskussion der Ergebnisse verantwortlich.

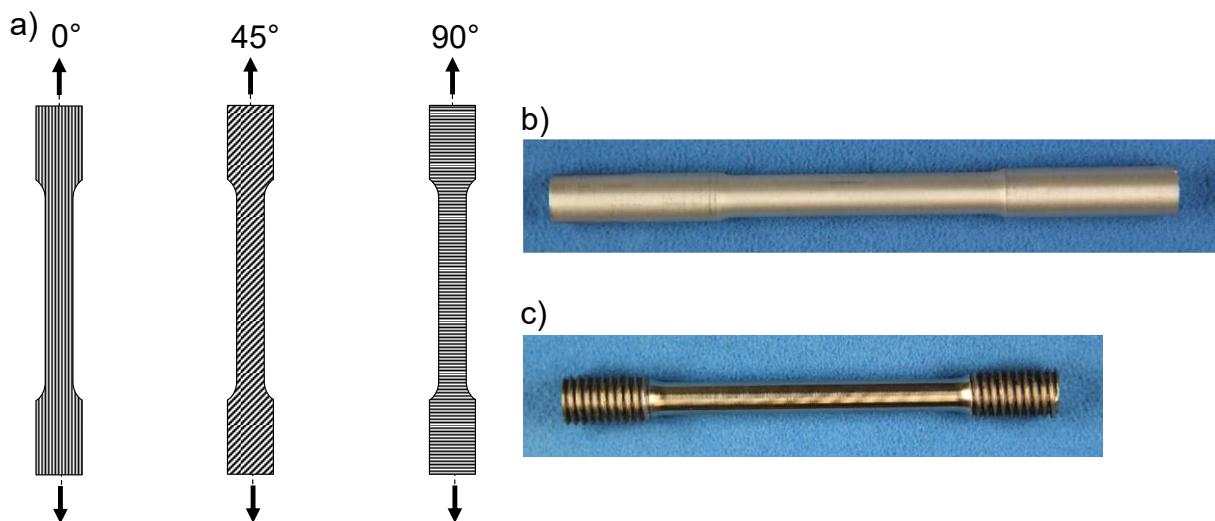


Abbildung 37: a) Kraftfluss in Relation des schematisch angedeuteten LBM-Lagenaufbaus, b) Zugprobe AlSi10Mg Form A 5 x 25, c) X5CrNiCuNb16-4 Form B 5 x 25

Die Geometrie der Zugproben wird nach DIN 50125 bzw. nach VDI 3405 Blatt 2 festgelegt. In VDI 3405 Blatt 2 werden Rundproben der Form B 5 x 25 mit Gewindeköpfen M8 zur Einspannung für additiv gefertigte Proben empfohlen. Für AlSi10Mg wird die Form A 5 x 25 (vgl. Abbildung 37 b)) mit glatten Zylinderköpfen (\varnothing 6 mm) als Einspannung ausgewählt, da aus dem konventionellen Gegenstück (Druckgussplatten mit 6 mm Stärke) keine Proben der Form B hergestellt werden können. Aus den druckgegossenen Platten werden alle Zugproben in Fließrichtung der Schmelze entnommen. Die Zugproben für X5CrNiCuNb16-4 werden auf die in VDI 3405 Blatt 2 empfohlene Form B 5 x 25 festgelegt, siehe Abbildung 37 c). Sämtliche Wärmebehandlungen erfolgen stets in Rohlingform, anschließend werden die Proben spanend auf die für die jeweiligen Werkstoffe festgelegte Endkontur bearbeitet. Die Durchführung der Zugversuche erfolgt gemäß DIN EN ISO 6892-1 auf einer Prüfmaschine ZwickRoell Z100.

Die Rohdaten aus dem Zugversuch sind zum einen die aufgebrachte Kraft in N und die daraus resultierende Verlängerung der Probe in mm. Entsprechend der Gleichungen 3.7 sowie 3.5 werden daraus die Parameter, technische Spannung und technische Dehnung, für die im Zugversuch typische Darstellungsweise berechnet.

3.4.6 Kerbschlagbiegeversuch⁸

In Kerbschlagbiegeversuchen soll die Zähigkeit des Werkstoffs X5CrNiCuNb16-4 untersucht werden. Die Krafteinleitung in die additiven Proben in Relation des schematisch angedeuteten, lagenweisen Aufbaus ist in Abbildung 38 a) dargestellt. Nach DIN EN ISO 148-1 werden Untermaßproben mit V-Kerbe mit den Abmessungen 10 x 5 x 55 mm ausgewählt, siehe Abbildung 38 b). Die Proben werden stets in Rohlingform wärmebehandelt, die spanende Bearbeitung auf Endkontur sowie die Einbringung der Kerbe erfolgen nachträglich. Die Durchführung der Kerbschlagversuche erfolgt nach DIN EN ISO 148-1 an einem Pendelschlagwerk PSd 450 der Fa. WPM Werkstoffprüfsysteme Leipzig GmbH. Für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 wird ein Nennarbeitsvermögen von 450 J verwendet.

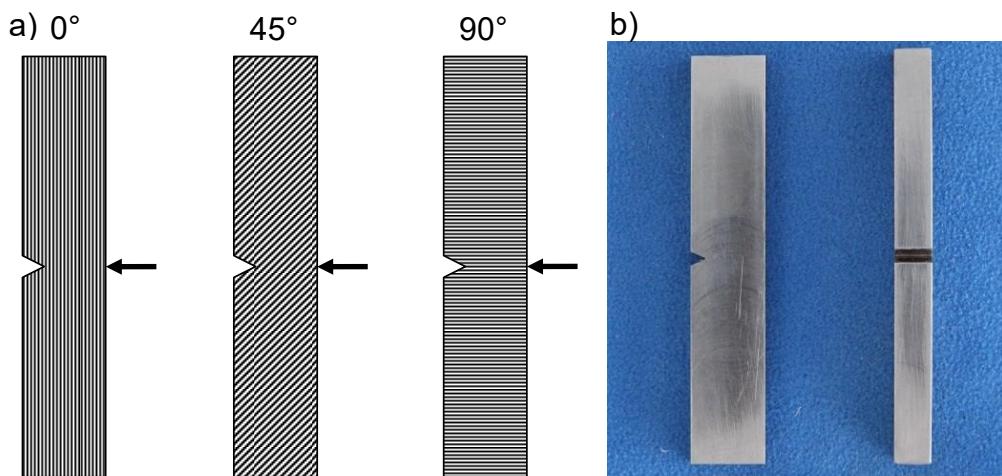


Abbildung 38: Kerbschlagbiegeversuch a) Krafteinleitung in Relation des schematisch angedeuteten LBM-Lagenaufbaus, b) Kerbschlagbiegeprobe

⁸ Die Kerbschlagbiegeversuche wurden von Hr. Brätz am Fraunhofer IGP in Rostock durchgeführt. Der Verfasser der Dissertation war für die Auswahl und Herstellung der Werkstoffzustände sowie für die Diskussion der Ergebnisse verantwortlich.

4 Ergebnisdarstellung und Diskussion zu AlSi10Mg

4.1 Zustand wie gebaut und nach Standardwärmbehandlung

4.1.1 Metallografie

In Abbildung 39 sowie Abbildung 40 sind die mikrostrukturellen Aufnahmen des Ausgangszustandes von AlSi10Mg nach Weck-Ätzung zu sehen. Abbildung 39 zeigt die Mikrostruktur des konventionellen Druckgusses, während Abbildung 40 a), b) und c) zu den drei untersuchten Baurichtungen des LBM-Materials gehört. Die Analyse der lichtmikroskopischen Schliffbilder zeigt erhebliche Unterschiede zwischen dem gegossenen und dem wie gebauten LBM-Werkstoff. Beide Werkstoffe weisen eine typische Struktur eutektischer Erstarrung auf. Aufgrund der extrem hohen Abkühlraten im LBM-Prozess weist das laserstrahlgeschmolzene Material eine sehr feinkörnige Struktur im Vergleich zur eher groben Gussstruktur auf, die infolge deutlich geringerer Erstarrungsraten entsteht. Die Schliffbilder der drei Baurichtungen zeigen neben dem (hellen) dendritischen α -Aluminiummisckristall und dem (dunklen) interdendritischen Eutektikum (α -Aluminiummisckristall + Siliziumpartikel) deutlich sichtbare Schmelzbahnen.

In Abbildung 40 d) und e) ist die LBM-Struktur längs zur Aufbaurichtung vergrößert dargestellt. Hierbei wird eine unterschiedliche Struktur zwischen Schweißnahtmitte und Wärmeeinflusszone sichtbar. Ähnliche Beobachtungen wurden in [83, 94, 98] gemacht und die unterschiedlichen Charakteristika auf lokal verschieden hohe Erstarrungsraten und -richtungen zurückgeführt. So ist die Struktur in der Wärmeeinflusszone in Richtung des thermischen Gradienten gestreckt und zeigt zur Schweißnahtmitte.

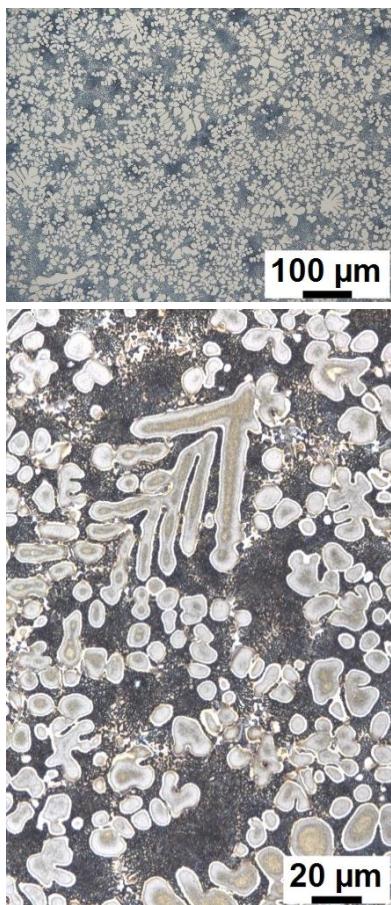


Abbildung 39: Schliffbilder von AlSi10Mg im wie gegossenen Zustand

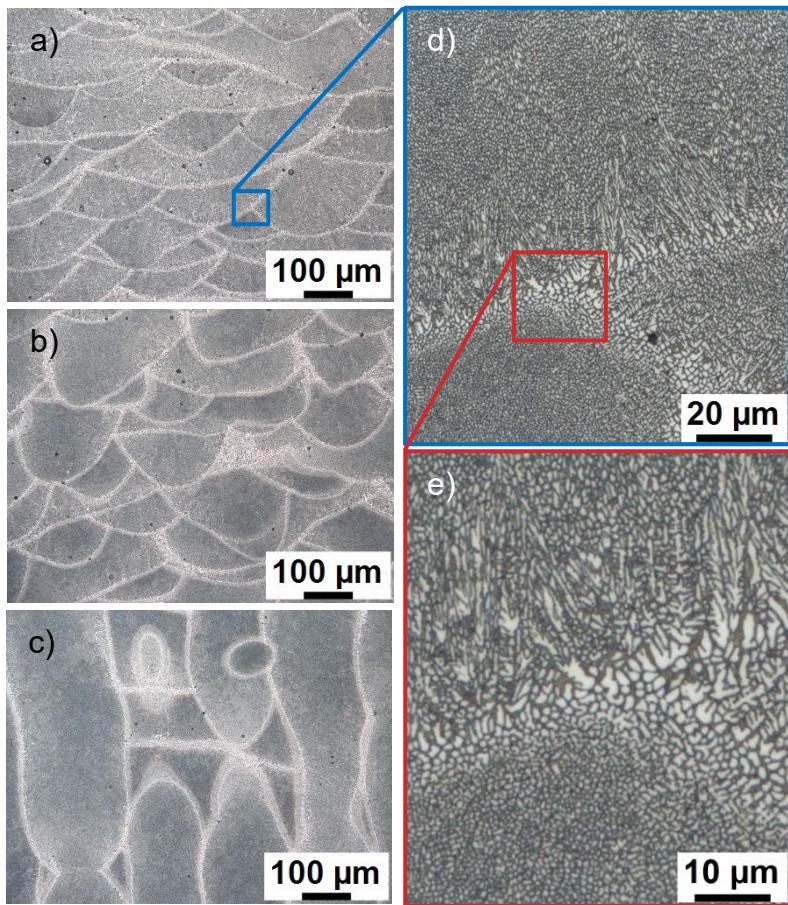


Abbildung 40: Schliffbilder von AlSi10Mg im wie gebauten Zustand a) LBM 0°, b) LBM 45°, c) LBM 90°, d), e) Vergrößerung einer Schweißbahn senkrecht zur Aufbaurichtung

Nach Matyja et al. besteht ein direkter Zusammenhang zwischen der Kühlrate (zwischen Liquidus- und Solidustemperatur) und der Ausprägung bzw. Feinheit der Mikrostruktur [133]. Ein Maß für die Ausprägung bzw. Feinheit der Mikrostruktur ist der Dendritenarmabstand *DAS*. Die Abstände zwischen einzelnen Dendritenarmen sind gesteuert von der lokalen Erstarrungszeit. Lange Erstarrungszeiten bzw. langsame Kühlraten führen zu großen *DAS*, während kurze Erstarrungszeiten bzw. schnelle Kühlraten zu kleinen *DAS* führen. Weitere Untersuchungen belegen die These von Matyja et al. [134–136]. Für Gusslegierungen konnte ferner gezeigt werden, dass ein feineres Gefüge nach rascher Erstarrung im Vergleich zu einem groben Gefüge nach langsamer Erstarrung zu besseren mechanischen Eigenschaften führt [137–139]. Die Bestimmung des *DAS* wird in Anlehnung an die BDG-Richtlinie P220 durchgeführt [140] und ist anhand eines Schliffbildes von der konventionellen Legierung AlSi10Mg beispielhaft in Abbildung 41 verdeutlicht. Der dargestellte Messwert repräsentiert jeweils die Länge eines Dendritenstamms *x* mit der Anzahl *n* an Dendritenarmen. Zu beachten ist, dass nur Dendriten mit mindestens fünf nebeneinanderliegenden Dendritenarmen zur

Auswertung herangezogen werden. Der final ermittelte DAS entspricht dem Mittelwert von mindestens zehn verschiedenen Dendriten und wird mittels Gleichung 4.1 berechnet.

$$DAS = \frac{x}{n-1} \quad 4.1$$

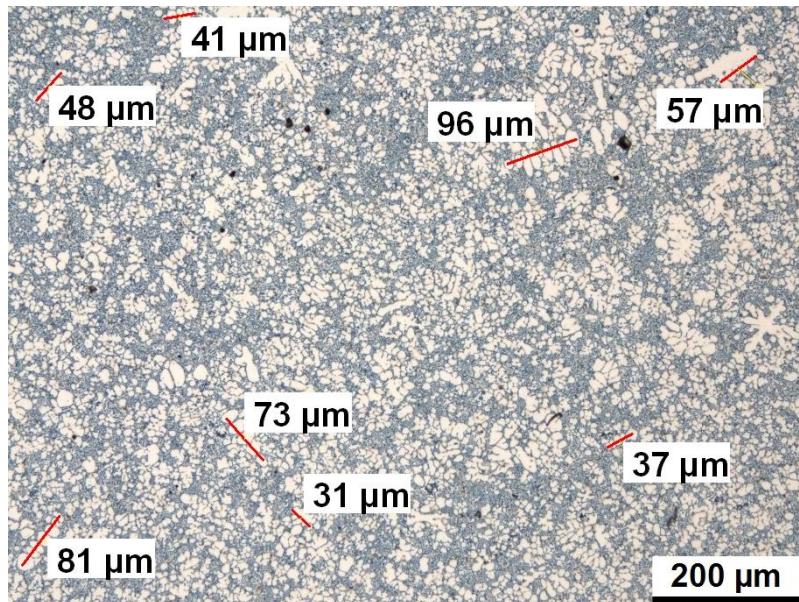


Abbildung 41: Messung des DAS am Beispiel von druckgegossenem AlSi10Mg

Für den konventionellen Werkstoff ergibt sich demnach ein DAS von durchschnittlich 12 μm , für den LBM-Werkstoff von ca. 1 μm . Von Tang et al. [9] wurde der von Matyja et al. gezeigte Zusammenhang von Kühlrate und DAS in Bezug auf das laserstrahlgeschmolzene Material von AlSi10Mg untersucht. Dabei konnte eine gute Übereinstimmung von experimentell und rechnerisch ermittelten Werten gezeigt werden. Die von Matyja et al. vorgeschlagene Methodik kann bei bekanntem DAS zur Abschätzung der bei der Erstarrung aufgetretenen Abkühlrate in den unterschiedlichen Urformprozessen eingesetzt werden. In Abbildung 42 ist der resultierende DAS für das hier untersuchte Material in Abhängigkeit von der Kühlrate in einem Diagramm dargestellt. Aus dem Diagramm lassen sich die ungefähren Kühlraten aus dem Urformprozess der vorliegenden Werkstoffe abschätzen. Dabei ergibt sich für den druckgegossenen Werkstoff eine Kühlrate von ca. 40 K/s. Nach Miki et al. sind für druckgegossene Bauteile DAS von 11-17 μm sowie Kühlraten von 20-80 K/s zu erwarten [141]. Für den LBM-Werkstoff kann mittels Abbildung 42 eine Kühlrate von ca. 100 000 K/s abgelesen werden. Nach [9-12] sind für den LBM-Prozess Abkühlraten von bis zu $3,5 \times 10^6$ K/s möglich und die ermittelte Abkühlrate für den laserstrahlgeschmolzenen Werkstoff somit plausibel.

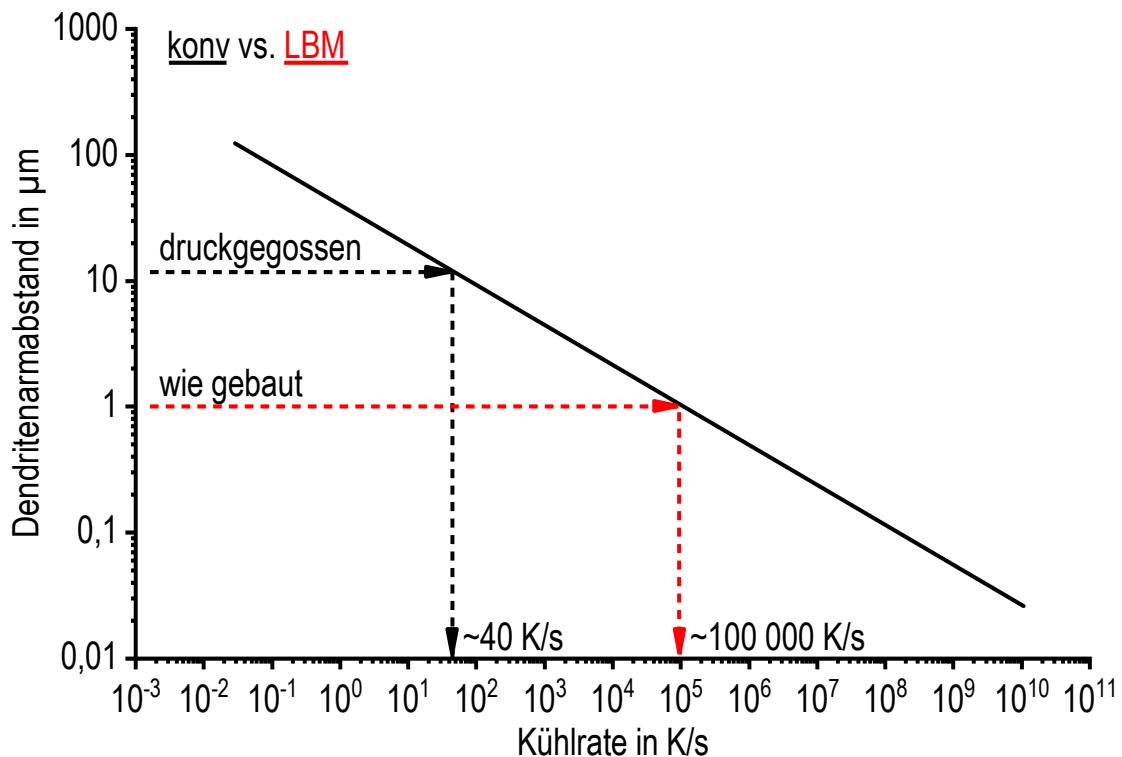


Abbildung 42: Zusammenhang von Dendritenabstand und Kühlrate in AlSi10Mg nach Matyja et al. [133] sowie Einordnung der Zustände wie gegossen und wie gebaut

Die Mikrostruktur von AlSi10Mg nach durchgeföhrter Standardwärmebehandlung (525 °C, 360 min / Abschrecken in Wasser bei 80 °C + 165 °C, 420 min) ist in Abbildung 43 im polierten Zustand dargestellt. Das Lösungsglühen bei 525 °C für 360 min hat sowohl beim konventionellen als auch beim LBM-Material dazu geföhrt, dass das eutektisch erstarrte Silizium eingeförmmt wurde und nun in globularer Form vorliegt. Die Größe der Siliziumpartikel beträgt in beiden Materialien bis zu 5 μm. In der dargestellten Vergrößerung ist nach Standardwärmebehandlung kein signifikanter Unterschied mehr zwischen konventionellem und LBM-Material erkennbar. Die gleiche Schlussfolgerung gilt für alle drei untersuchten Baurichtungen. Die im wie gebauten Zustand sichtbaren Schmelzbahnen sind nicht mehr erkennbar. Neben den dunklen Siliziumpartikeln in der hellen Aluminiummatrix sind im konventionellen Werkstoff hellgraue Phasen mit unbestimmter Form zu erkennen. Dabei handelt es sich um hochschmelzende, eisenhaltige Phasen, die während des Lösungsglühens nicht aufgelöst werden können. Aufgrund der Form der Ausscheidungen könnte es sich um die manganhaltige Phase α -Al₁₅FeMn₃Si₂ handeln [142, 143]. Im LBM-Material können dagegen in jeder der drei untersuchten Baurichtungen nach erfolgter Standardwärmebehandlung hellgraue, stäbchenförmige Phasen mit hohem

Aspektverhältnis gefunden werden, die wahrscheinlich der eisenhaltigen Phase $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ zuzuordnen sind [142–144]. Im wie gebauten Zustand konnte diese Phase nicht beobachtet werden.

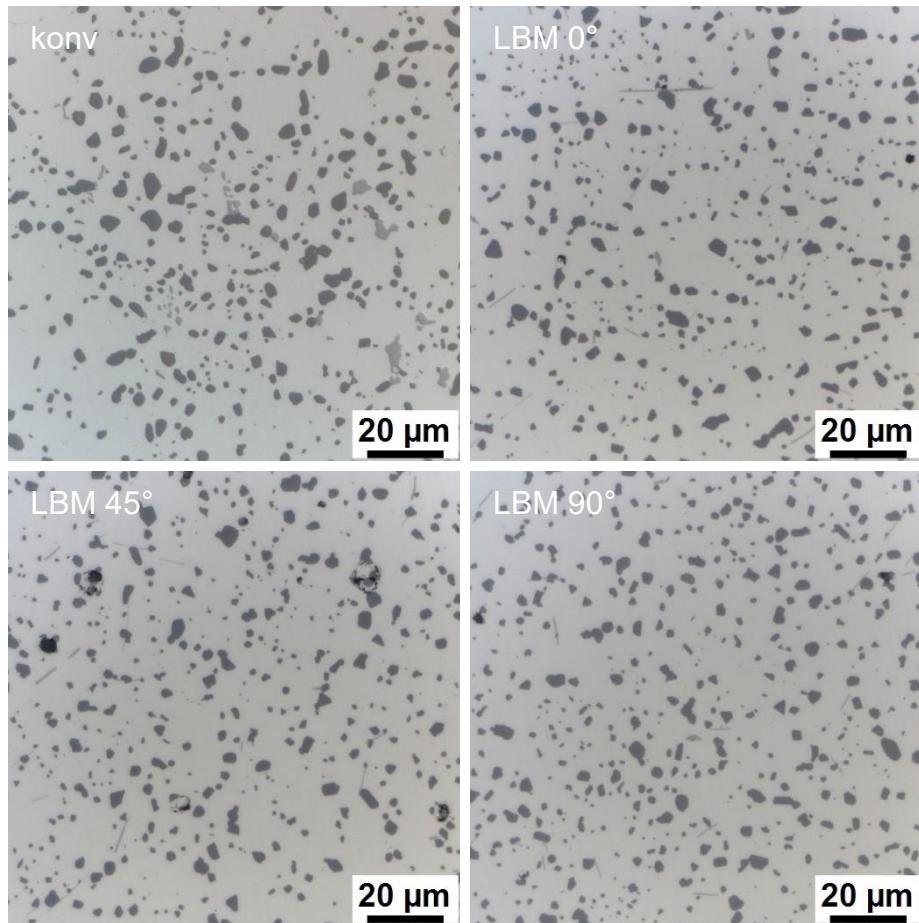


Abbildung 43: Schliffbilder von AlSi10Mg nach Standardwärmbehandlung im polierten Zustand

4.1.2 Härteprüfung

In Abbildung 44 sind die Härtewerte von AlSi10Mg im Ausgangszustand sowie nach Standardwärmbehandlung grafisch dargestellt. Daraus wird deutlich, dass das LBM-Material im wie gebauten Zustand über die höchsten Härtewerte (120-130 HV1) verfügt. Innerhalb der drei untersuchten Baurichtungen gibt es nur geringfügige Unterschiede. Im Vergleich zum wie gegossenen Material weist das wie gebaute LBM-Material eine etwa 30 % höhere Härte auf.

Nach durchgeföhrter Standardwärmbehandlung weisen sowohl die drei unterschiedlichen Baurichtungen als auch das konventionelle Material annähernd gleiche Härtewerte (95-105 HV1) auf. Der konventionelle Werkstoff erfährt infolge der Wärmebehandlung eine Härtesteigerung von rund 10 %. Beim LBM-Material ist ein gegensätzliches Verhalten zu beobachten. Das Lösungsglöhnen und Auslagern bewirkt statt einer Härtezunahme eine Härteabnahme. Ein Grund dafür könnte das Vorhandensein feinster Siliziumpartikel im Aluminiummischkristall des wie gebauten Zustandes sein, vgl. Abbildung 40 [17, 95, 96, 98]. Es erscheint wahrscheinlich, dass diese feinen Siliziumpartikel während des Lösungsglöhens eingeförmert werden und somit eine deutlich geringere Härteverringerung bewirken, welche offensichtlich infolge der Ausscheidungshärtung über die Mg_2Si -Sequenz nicht kompensiert werden kann.

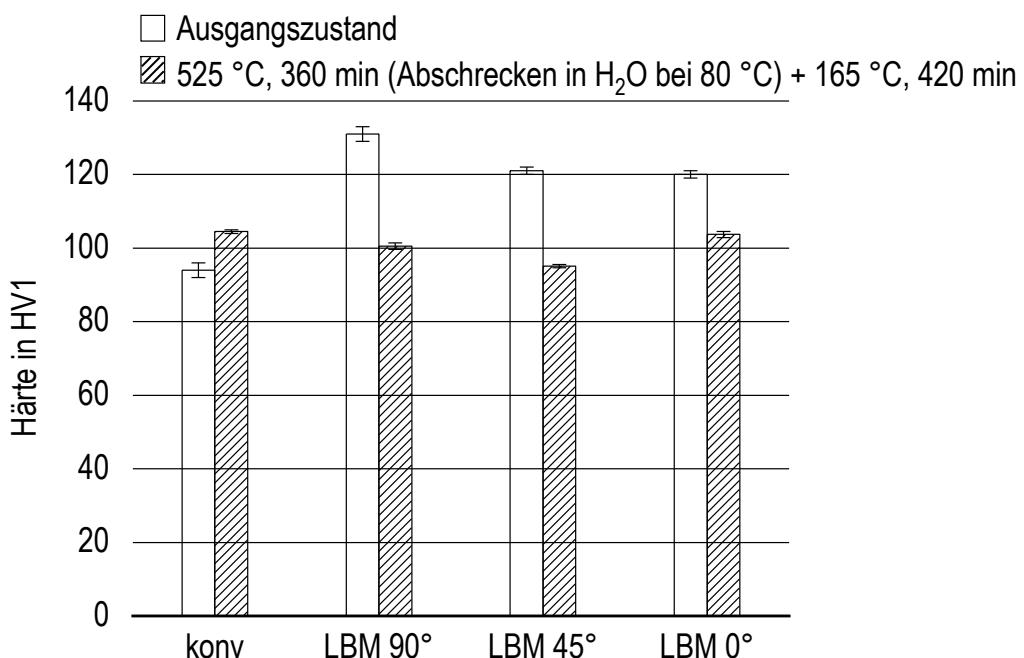


Abbildung 44: Härtewerte für AlSi10Mg im Ausgangszustand und nach Standardwärmbehandlung

Um einen Eindruck über die Härteverteilung innerhalb einer der LBM-Proben zu bekommen, wurden an einem Längsschliff einer stehend aufgebauten, 65 mm hohen Probe systematisch Härteprüfungen vorgenommen. Damit sollte untersucht werden, inwiefern die Entfernung zur beheizten Bauplattform und damit der beim LBM-Verfahren potenziell unterschiedliche Auslagerungsgrad einen Einfluss auf die sich einstellende Härte hat. Die Bauplattform war für den Bauprozess auf 200 °C vorgewärmt worden. Aber auch die thermische Historie von Schichten in unterschiedlicher Höhe kann einen großen Einfluss haben. Unten in der Nähe der Bauplattform liegende Bereiche der Proben werden öfter aufgeschmolzen bzw. wiedererwärmst als Probenteile am oberen Ende. In Abbildung 45 ist die Entwicklung der Härtewerte in Abhängigkeit von der Probenhöhe dargestellt. Die Härtewerte liegen im Bereich von 120 HV1. Dabei ist ein Trend zu beobachten, nach dem die Härtewerte mit zunehmender Probenhöhe geringer werden. Die Abnahme der Härtewerte bewegt sich in einem Bereich von ca. 10 HV1. Dies korreliert mit der über die Aufbauhöhe abnehmenden Auslagerungsdauer.

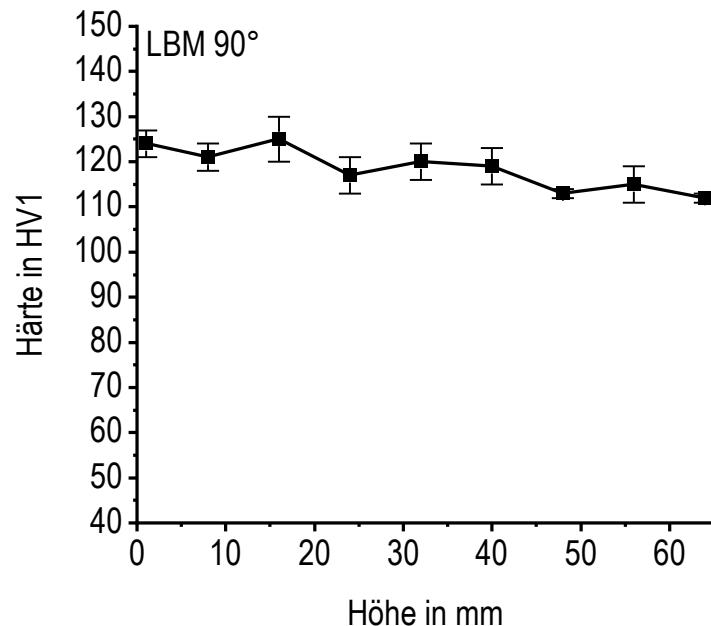


Abbildung 45: Härte in Abhängigkeit von der Höhe einer stehend aufgebauten Probe aus AISI10Mg im wie gebauten Zustand

4.1.3 Zugversuch

In Abbildung 46 werden Zugfestigkeit, Dehngrenze sowie Bruchdehnung von konventionellem Werkstoff mit den richtungsabhängigen Werten des LBM-Werkstoffs verglichen. Als Anhaltspunkt für die ermittelten Werte sind die Kennzahlen für Kokillenguss im T6-Zustand nach DIN EN 1706 als waagerechte, gestrichelte Linien eingetragen.

Im wie gebauten LBM-Zustand von AlSi10Mg sind die hohen Festigkeitswerte (Zugfestigkeit ca. 420 MPa, 0,2 %-Dehngrenze ca. 240 MPa) auffällig. Diese sind im Vergleich zum wie gegossenen Druckguss rund 60 % höher. Die hervorragenden Festigkeitseigenschaften der mittels LBM gefertigten Proben resultieren wahrscheinlich aus dem Vorhandensein sehr fein verteilter Siliziumpartikel im Aluminiummisckristall [17, 95, 96, 98]. Die Bruchdehnungen der drei untersuchten Baurichtungen liegen im Bereich von 3,5-6 %, was in etwa der Bruchdehnung des wie gegossenen Materials entspricht. Im wie gebauten LBM-Zustand weisen die ermittelten Werte der drei untersuchten LBM-Baurichtungen lediglich unwesentliche Unterschiede auf.

Die in Abbildung 46 mit Schraffur versehenen Balken stellen die Ergebnisse der Zugversuche nach Standardwärmebehandlung von AlSi10Mg dar. Gegenüber dem wie gebauten Zustand ist bei den LBM-Proben nach Standardwärmebehandlung ein deutlicher Festigkeitsverlust festzustellen. Die Zugfestigkeit sinkt auf einen Wert von ca. 300 MPa, während die 0,2 %-Dehngrenze bei rund 240 MPa weitgehend konstant ist. Diese Festigkeitswerte sind in etwa vergleichbar mit denen der wärmebehandelten Druckgussproben. Eine Erklärung für den Festigkeitsverlust der LBM-Proben ist das Einformen der ursprünglich sehr feinen Siliziumpartikel während des Lösungslügens. Deren Anteil an der Verfestigung im wie gebauten Zustand scheint einen wesentlich größeren Einfluss zu haben, als die Verfestigung infolge der Ausscheidungshärtung über die Mg₂Si-Sequenz im warmausgelagerten Zustand.

Zwischen den additiv und konventionell gefertigten Proben sind nach der Wärmebehandlung signifikante Unterschiede in der Bruchdehnung zu finden. Die laserstrahlgeschmolzenen Proben verzeichnen Bruchdehnungen von über 10 % und damit einen Anstieg um einen Faktor 2 bis 3. Diese Bruchdehnungswerte liegen beim etwa 3- bis 4-fachen der gegossenen Proben. Über den Einfluss der Wärmebehandlung auf die mechanischen Eigenschaften wird beispielsweise in den Referenzen [84, 85, 95, 96, 145] berichtet, auch hier ist eine Entfestigung des wie gebauten Materials

sowie eine Verbesserung der Duktilität beobachtet worden. In guter Übereinstimmung sind die erzielten Ergebnisse ebenfalls mit den mechanischen Eigenschaften für AISi10Mg aus Ringversuchen, die zur Richtlinie VDI 3405 Blatt 2.1 geführt haben.

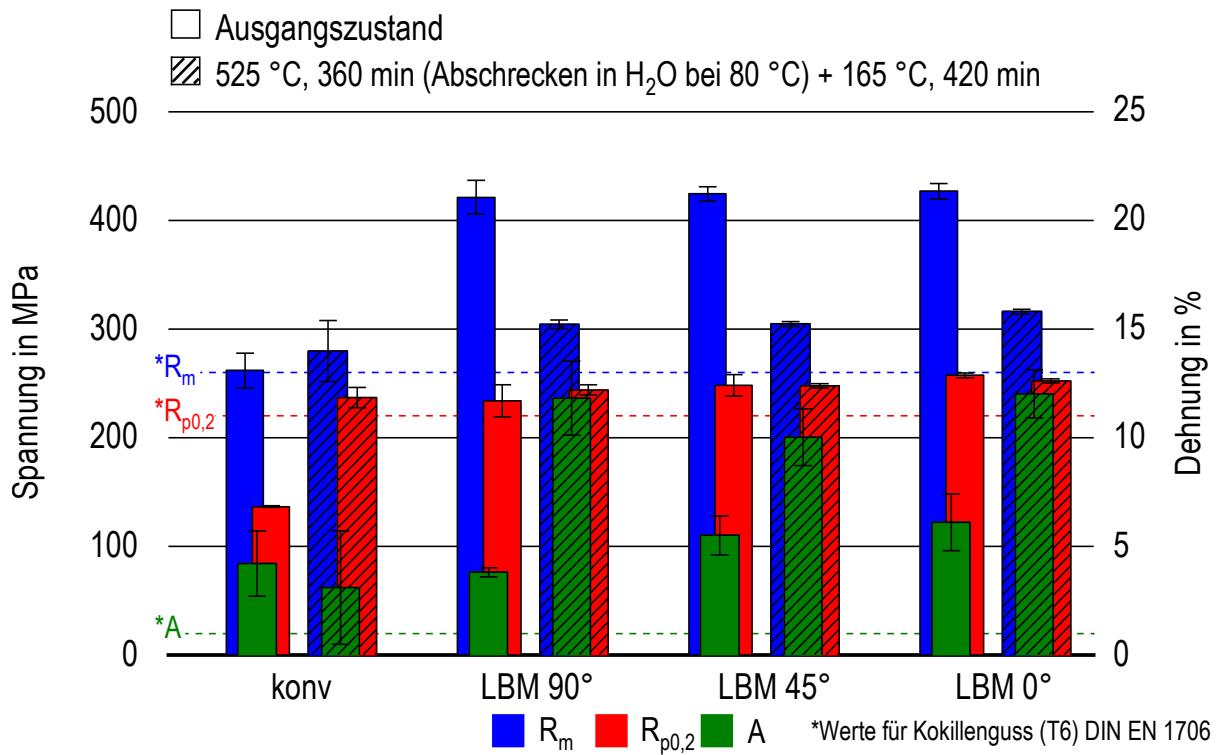


Abbildung 46: Mechanische Kennwerte aus dem Zugversuch für AISi10Mg im Ausgangszustand und nach Standardwärmbehandlung

4.2 In-situ Analyse von Phasenumwandlungen

4.2.1 Erwärmversuche

Die DSC-Ergebnisse des kontinuierlichen Erwärmens von AlSi10Mg sind in Abbildung 47 an ausgewählten Erwärmraten dargestellt. Die Kurven sind zur Veranschaulichung, beginnend mit der langsamsten Rate von oben, hin zu schnellen Raten nach unten, verschoben. Die jeweils gestrichelte Waagerechte entspricht dem Nullniveau der Kurven, Abweichungen des DSC-Signals nach oben indizieren das Überwiegen von endothermen Auflösungsreaktionen, Abweichungen nach unten das Überwiegen von exothermen Ausscheidungsreaktionen. Ein DSC misst immer die Summe aller Wärmetönungen von ablaufenden Reaktionen. Bei Erwärmexperimenten können sich gleichzeitig ablaufende endo- bzw. exotherme Reaktionen gegenseitig überlagern. Daher ist ein Peak im DSC-Erwärmignal nicht zwangsläufig mit dem Intensitätspeak der zugrundeliegenden Mikrostrukturreaktion gleichzusetzen. Dies erschwert die korrekte Interpretation von DSC Erwärmkurven.

Das Erwärmen wurde im Bereich von 30-560 °C untersucht. In Abbildung 47 a) ist zu erkennen, dass alle drei untersuchten Baurichtungen ein ähnliches Umwandlungsverhalten aufweisen. Bei einer Erwärmrate von 0,01 K/s existieren zwei exotherme Reaktionen. Die erste der beiden exothermen Reaktionen beginnt bei rund 150 °C und endet mit einem lokalen Minimum bei 250 °C. Das lokale Minimum kennzeichnet den Beginn der zweiten exothermen Reaktion, welche mit dem Nulldurchgang bei 350 °C endet. Die beiden exothermen Reaktionen sind wahrscheinlich der Ausscheidung von $\beta''\text{-Mg}_2\text{Si}$ und $\beta'\text{-Mg}_2\text{Si}$ aus dem durch die rasche Erstarrung übersättigten Aluminiummischkristall zuzuordnen [35, 146–148]. Die beiden exothermen Reaktionen verschieben sich mit steigender Erwärmrate zu höheren Temperaturen und werden zunehmend unterdrückt. Den beiden exothermen Reaktionen folgt bei weiterem Erwärmen eine endotherme Reaktion, deren Beginn sich mit steigender Erwärmrate zu höheren Temperaturen verschiebt. Während der endothermen Reaktion werden die an der Ausscheidungshärtung beteiligten Legierungselemente Magnesium und Silizium im α -Aluminiummischkristall gelöst. Nach [149, 150] beträgt die maximale Löslichkeit von Silizium im α -Aluminiummischkristall bei 577 °C 1,65 Ma.-%. Da im untersuchten Material deutlich höhere Siliziumgehalte vorliegen, ist die endotherme Reaktion mit Ende des Erwärmens bei 560 °C nicht abgeschlossen und das Silizium kann nicht vollständig im α -Aluminiummischkristall gelöst werden. Die drei untersuchten Baurichtungen resultieren in geringen Unterschieden im DSC-Signal. In Abbildung 47 a) sind schwächere

exotherme Reaktionen in der LBM 45°-Orientierung zu beobachten. Es ist hierbei zu beachten, dass die Proben der unterschiedlichen Richtungen nicht einem einzigen Rohling entnommen wurden und damit auch nicht alle dieselbe thermische Historie aufweisen. Vielmehr wurden die Proben aus einzeln aufgebauten Zylinderrohlingen mit jeweils signifikant unterschiedlicher Stützstruktur gefertigt. Für die 45°-Richtung mussten prozessbedingt mehr Stützstrukturen als für die anderen beiden Baurichtungen (vgl. Abbildung 16) eingesetzt werden. Es ist daher naheliegend, dass die Proben der 45°-Richtung aufgrund der größeren absoluten Wärmekapazität der Stützstruktur etwas mehr Wärme halten konnten und somit im Sinne der Ausscheidungsbildung stärker ausgelagert wurden bzw. weniger stark übersättigt sind. Aufgrund der geringen kalorimetrischen Unterschiede in den drei untersuchten Baurichtungen, wird das LBM-Material im Folgenden am Beispiel der 90°-Richtung diskutiert.

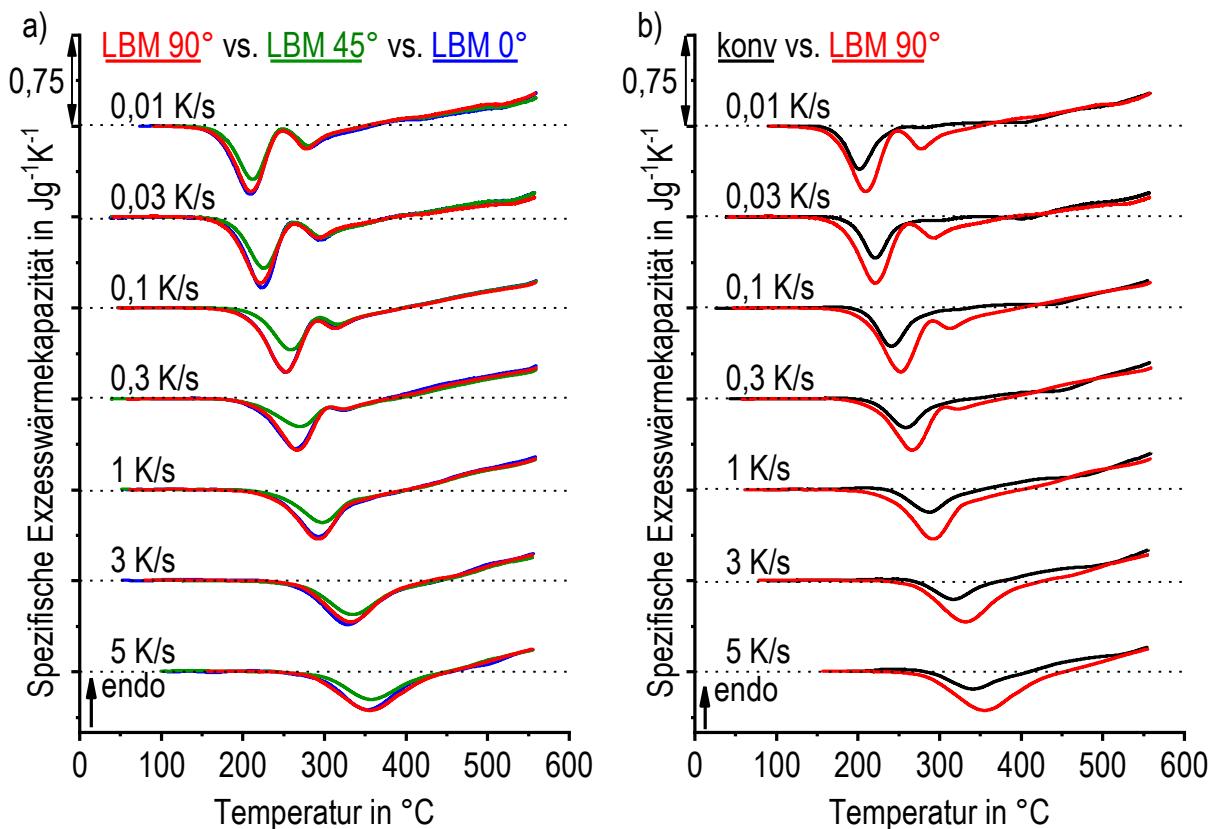


Abbildung 47: AlSi10Mg a) ausgewählte DSC-Erwärmekurven der untersuchten Baurichtungen des LBM-Materials, b) Vergleich der DSC-Erwärmekurven von konventionellem und LBM-Material

Bei dem Vergleich von konventionellem und LBM-Material zeigen sich einige Unterschiede, Abbildung 47 b). Im konventionellen Material kommt es vor den beiden exothermen Reaktionen zu einer endothermen Auflösungsreaktion ab etwa 125 °C (vergrößerte Darstellung in Abbildung 48), welche für das LBM-Material nicht beobachtet werden konnte. Hierbei könnte es sich um das Auflösen von Teilchen (Cluster oder GP-Zonen) handeln, die infolge von Kaltauslagerung zwischen Druckguss und DSC-Experiment ausgeschieden wurden [47, 148, 151]. Die beiden folgenden exothermen Reaktionen sind für das LBM-Material deutlich ausgeprägter als für das gegossene Material. Dies spricht für eine höhere Übersättigung im wie gebauten Zustand. Des Weiteren sind die Peaks der Reaktionen im Falle des LBM-Materials zu höheren Temperaturen verschoben. Die hohe Übersättigung des wie gebauten Zustandes eröffnet demnach die Möglichkeit, die LBM-Proben nach dem Bauprozess ohne zusätzliches Lösungsglühen direkt auszulagern.

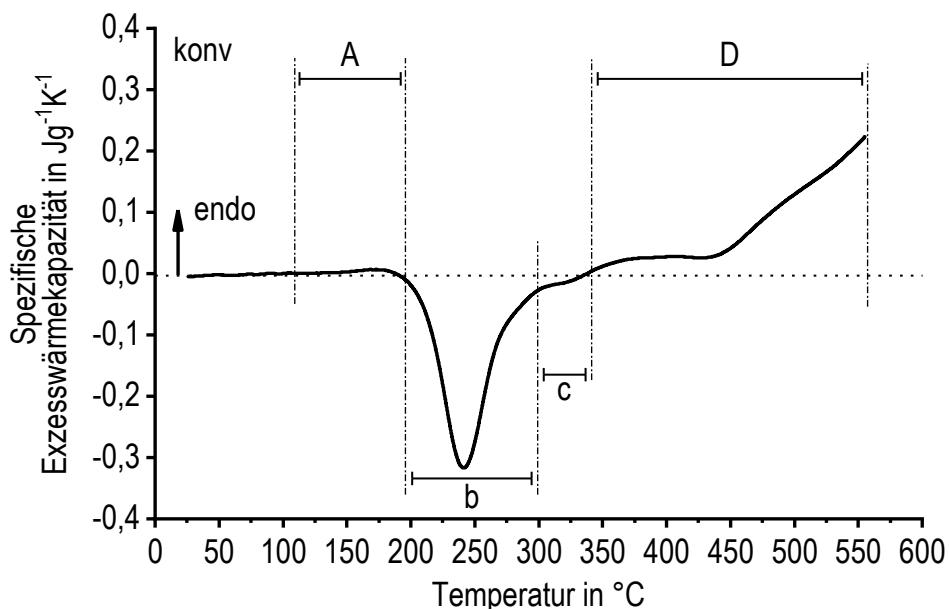


Abbildung 48: Kennzeichnung einzelner Reaktionsbereiche anhand einer DSC-Erwärmkurve von AlSi10Mg konv mit einer Erwärmrate von 0,1 K/s

Einzelne Reaktionen sind dabei anhand der Erwärmkurve in Abbildung 48 mit großen Buchstaben (Auflösungen) bzw. kleinen Buchstaben (Ausscheidungen) gekennzeichnet:

A = Cluster, GP-Zonen

b = $\beta''\text{-Mg}_2\text{Si}$

c = $\beta'\text{-Mg}_2\text{Si}$

D = $\beta''\text{-Mg}_2\text{Si}$, $\beta'\text{-Mg}_2\text{Si}$ und Silizium

Anhand der oben diskutierten DSC-Kurven kann für das konventionelle sowie für das LBM-Material aus AlSi10Mg ein kontinuierliches Zeit-Temperatur-Auflösungsdiagramm erstellt werden, siehe Abbildung 49. Dabei kennzeichnen die eingetragenen Kurven den Anfang einer Reaktion bzw. das Ende der vorangegangenen Reaktion. Gestrichelte Linien bzw. Großbuchstaben repräsentieren Auflösungsreaktionen, während durchgezogene Linien bzw. Kleinbuchstaben Ausscheidungsreaktionen kennzeichnen. Die Auswertung erfolgt mangels akkurate Alternativen anhand der Nulldurchgänge der DSC-Kurve.

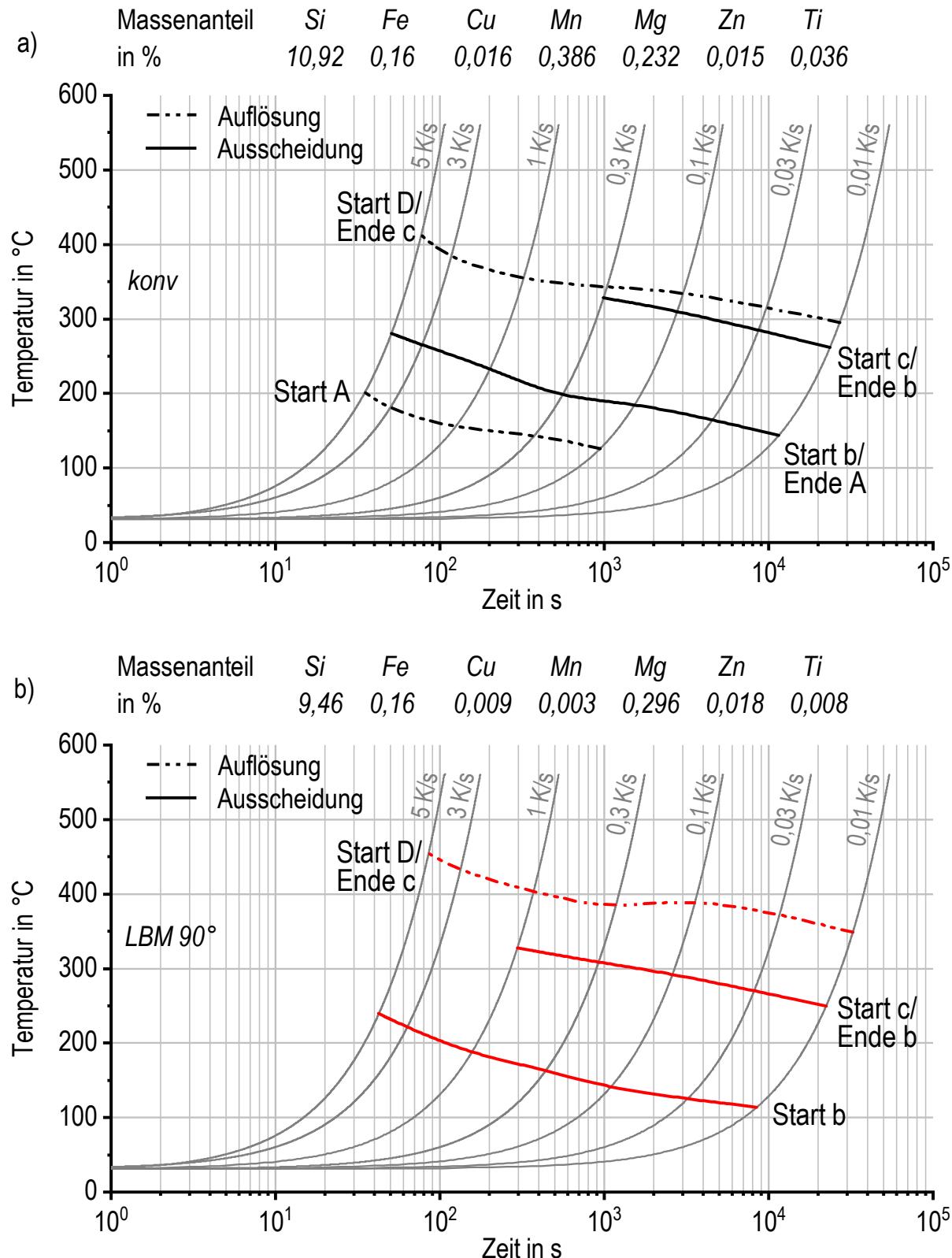


Abbildung 49: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Auflösungsdiagramm für AlSi10Mg
 a) konv, b) LBM 90°

Um einen Eindruck vom Grad der Übersättigung im druckgegossenen und im wie gebauten LBM-Zustand zu erhalten, wurden Setaram-DSC-Proben in einem Ofen lösungsgeglüht ($525\text{ }^{\circ}\text{C}$, 360 min), in Wasser bei Raumtemperatur abgeschreckt und anschließend im DSC wiedererwärmmt. Die Zwischenlagerung zwischen Abschrecken und Wiedererwärmen erfolgte bei $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, um Kaltauslagerung zu vermeiden. Abbildung 50 zeigt die resultierenden Wiedererwärmekurven (kompakte Linie) aus dem DSC bei einer Erwärmrate von $0,1\text{ K/s}$, im Vergleich zu den Erwärmekurven aus dem jeweiligen Ausgangszustand (gestrichelte Linie).

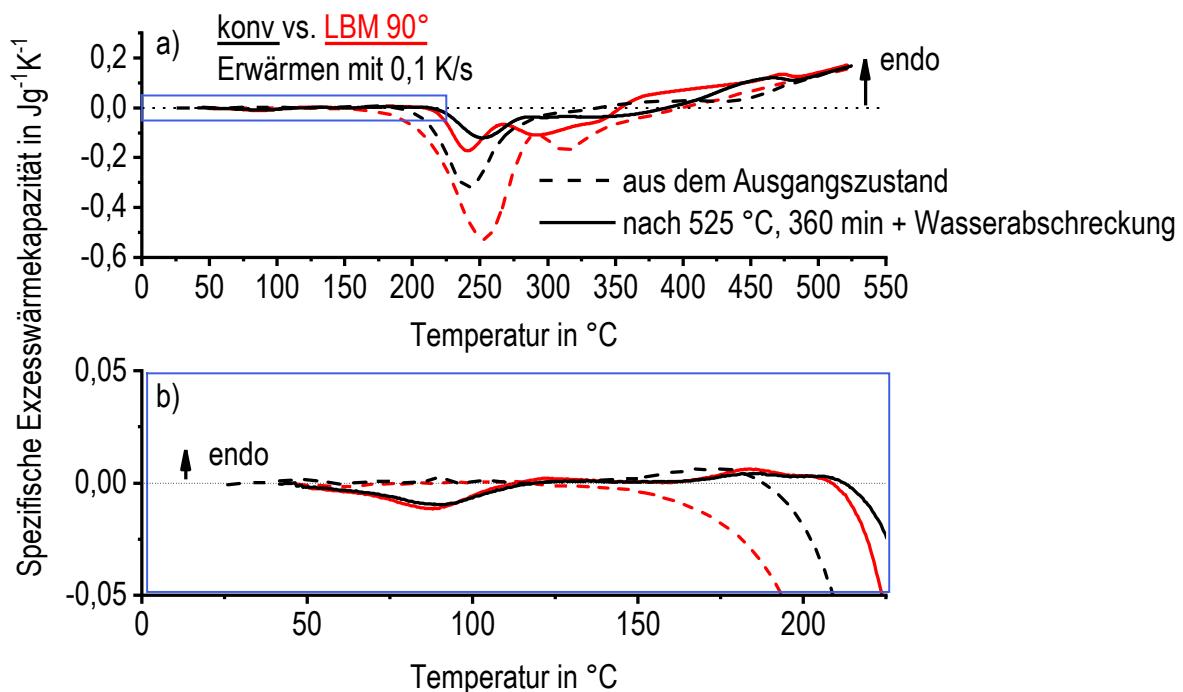


Abbildung 50: a) DSC-Erwärmekurven von AlSi10Mg kony und LBM mit einer Scanrate von $0,1\text{ K/s}$ aus dem Ausgangszustand sowie nach Lösungsglühung ($525\text{ }^{\circ}\text{C}$, 360 min) und anschließender Abschreckung in Wasser bei Raumtemperatur, b) vergrößerter Bildausschnitt bis zu einer Temperatur von $225\text{ }^{\circ}\text{C}$

Bei dem Vergleich der Ausgangszustände mit dem jeweiligen wasserabgeschreckten Zustand fällt auf, dass nach Wasserabschreckung für beide Werkstoffe eine exotherme Reaktion bei ca. $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ zu beobachten ist. Während beim Erwärmen aus dem Ausgangszustand nur für den konventionellen Werkstoff eine endotherme Reaktion (A) bei etwa $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ auftritt, ist diese nach Wasserabschreckung für beide Werkstoffe zu finden. Des Weiteren ist die exotherme Reaktion (b) bei rund $250\text{ }^{\circ}\text{C}$, sowohl beim konventionellen Material als auch beim LBM-Material, im Ausgangszustand deutlich ausgeprägter. Die Intensität von Reaktion (c) ist für das konventionelle Material nach Wasserabschreckung größer, beim LBM-Material kleiner. Beim konventionellen Material sind die Peaktemperaturen von Reaktion (b) und (c) um 10 K in Richtung höherer

Temperaturen verschoben. Für das LBM-Material sind dagegen die beiden exothermen Reaktionen (b) und (c) um 15 K zu geringeren Temperaturen verschoben. Demnach ist auch der Beginn der endothermen Reaktion (D) in beiden Werkstoffen verschoben. Der Beginn der endothermen Reaktion (D) im konventionellen Werkstoff ist um 50 K zu höheren Temperaturen verschoben, während im LBM-Werkstoff ein gegenteiliges Verhalten zu beobachten ist. Eine mögliche Erklärung für diese Unterschiede ist in der Erstarrung/Abkühlung zu vermuten. Bei hoher Erstarrungsrate aus der Schmelze werden mehr Legierungselemente im Mischkristall gelöst als im Gleichgewichtszustand. Die maximale Löslichkeit von Silizium in Aluminium liegt bei einer Temperatur von 577 °C bei 1,65 Ma.-% [149, 150]. Wird allerdings extrem schnell aus der Schmelze abgekühlt, sind Löslichkeiten von bis zu 12 Ma.-% Silizium im Aluminiummischkristall festgestellt worden [152–154]. Da insbesondere während des Laserstrahlschmelzprozesses extrem hohe Erstarrungsraten erreicht werden können, ist hier ebenfalls mit einem deutlich erhöhten, gelösten Siliziumgehalt im Aluminiummischkristall zu rechnen. Dies könnte die großen, exothermen Ausscheidungsreaktionen beim Erwärmen aus dem Ausgangszustand erklären. Wird dagegen bei 525 °C für 360 min lösungsgeglüht und anschließend wasserabgeschreckt, wird offensichtlich keine so große Übersättigung des Aluminiummischkristalls erreicht wie bei der raschen Erstarrung aus der Schmelze. Es ist also denkbar, dass im Rahmen des exothermen Peaks bei 250 °C neben der Ausscheidung von $\beta''\text{-Mg}_2\text{Si}$ auch die Ausscheidung von Silizium einen signifikanten Beitrag leistet.

4.2.2 Lösungsglühversuche

Zur Beurteilung des Einflusses der Lösungsglühdauer auf die Mikrostruktur wurden lichtmikroskopische Aufnahmen im polierten Zustand des konventionellen und des LBM-Materials von AlSi10Mg in Abhängigkeit von der Lösungsglühdauer bei 525 °C erstellt, welche nachfolgend untereinander und mit dem jeweiligen Ausgangszustand verglichen werden. Die Dauer des Lösungsglühens wurde dabei systematisch von 0,1 h bis 30 h variiert. Eine schematische Darstellung der Versuchsdurchführung mit den einzelnen Glühdauern ist in Abbildung 51 zu sehen. Die Durchführung der Lösungsglühung erfolgte im Dilatometer, wobei die Proben nach Erreichen der gewünschten Lösungsglühdauer auf 525 °C mit einer Abkühlrate von etwa 100 K/s abgeschreckt wurden. Für diese Versuche wurden DSC-Proben mit einem Durchmesser von 6,4 mm und einer Höhe von 1 mm verwendet. Die Wärmebehandlung erfolgte paarweise mit je einer Probe des konventionellen und des LBM-Materials. Die Temperatur wurde mittels einer zusätzlich eingespannten Hilfsprobe, auf die ein Thermoelement geschweißt wurde, geregelt.

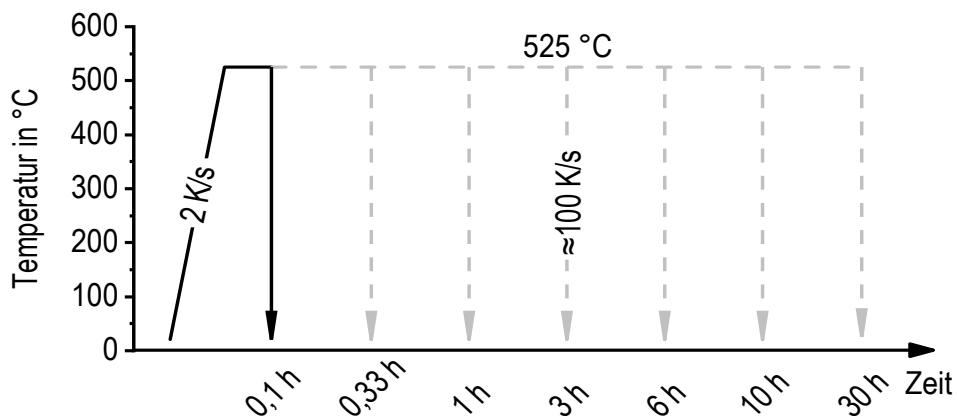
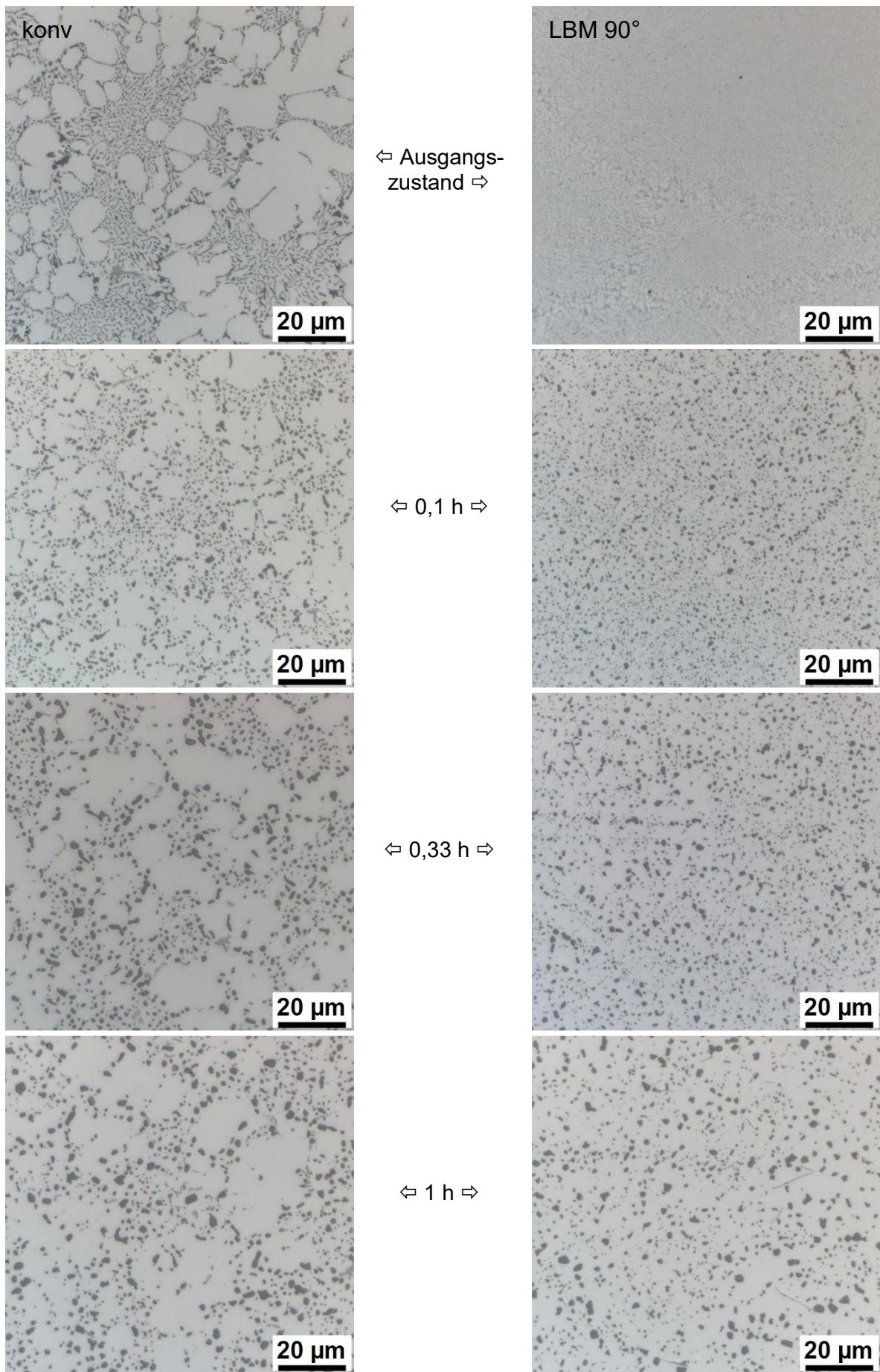


Abbildung 51: Schematische Darstellung der thermischen Probenpräparation für nachfolgende metallografische Untersuchungen und Härteprüfungen unter Variation der Lösungsglühdauer von AlSi10Mg bei 525 °C von 0,1 h bis 30 h

Das resultierende Gefüge nach definierter Lösungsglühdauer ist in Abbildung 52 zu sehen. Zur direkten Vergleichbarkeit mit dem Ausgangszustand (wie gegossen bzw. wie gebaut) ist jeweils ein Schliffbild davon in der ersten Zeile eingebunden. Für beide Werkstoffe, konventionelles und LBM-Material, wird deutlich, dass sich die eutektisch erstarrten (dunklen) Siliziumpartikel mit fortschreitender Lösungsglühdauer vergrößern.

Für das LBM-Material vergrößern sich die Siliziumpartikel sehr rasch. Die für den LBM-Prozess typischen Schmelzbahnen sind noch bis zu einer Lösungsglühzeit von 0,33 h zu erkennen. Ab einer Lösungsglühdauer von 6 h (Standardlösungsglühdauer) ist keine Vergrößerung der Siliziumpartikel mehr ersichtlich. Bei dem Vergleich von konventionellem und LBM-Material sind die Siliziumpartikel ab dieser Lösungsglühdauer in etwa gleich groß.



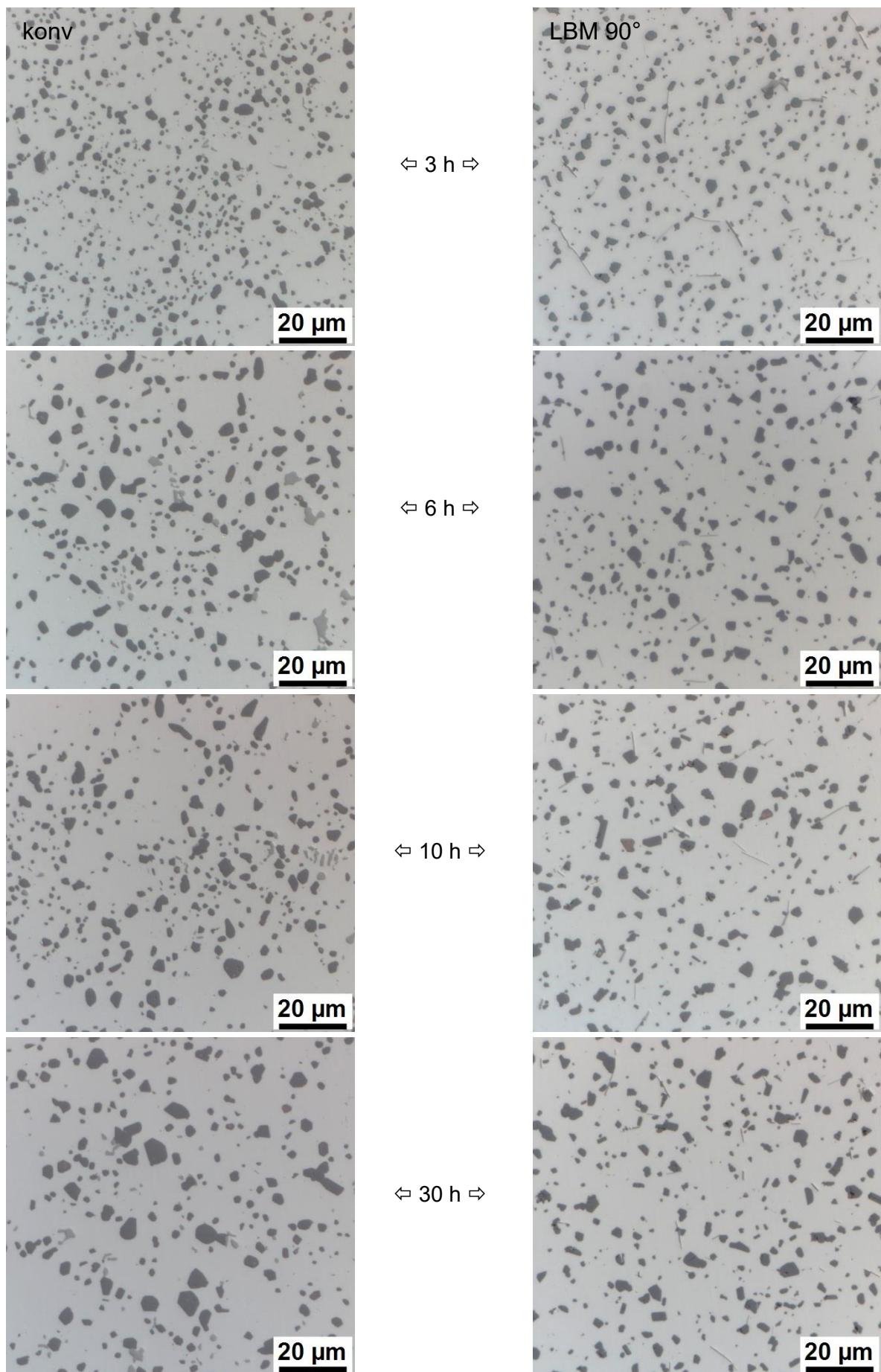


Abbildung 52: Einfluss der Lösungsglühdauer bei 525 °C auf die Mikrostruktur von AlSi10Mg, Vergleich von konventionellem Druckguss (links) mit LBM-Material (rechts)

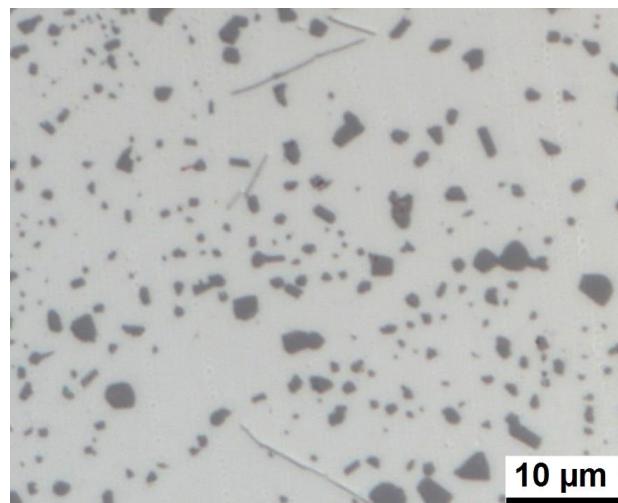


Abbildung 53: Bildausschnitt mit nadelförmigen β -Al₅FeSi in AlSi10Mg LBM 90° nach Lösungsglühen für 1 h bei 525 °C und abschrecken

Neben der Veränderung der Siliziumpartikel ist ab einer Lösungsglühdauer von 1 h die Bildung von feinen, stäbchenförmig erscheinenden (hellgrau) Ausscheidungen zu beobachten, dargestellt im vergrößerten Bildausschnitt in Abbildung 53. Diese stäbchenförmig erscheinenden Ausscheidungen besitzen Größenordnungen von einigen μm bis zu etwa 20 μm . Nach Taylor et al. handelt es sich bei diesen wahrscheinlich um die intermetallische Phase β -Al₅FeSi [142–144]. Diese besitzt in dreidimensionaler Hinsicht eine plattenartige Form, erscheint im zweidimensionalen Schliffbild allerdings stäbchenförmig. Gebildet haben sich die Ausscheidungen vermutlich während des Lösungsglühens, infolge der Auflösung bzw. Transformation magnesiumhaltiger Phasen. Der Literatur zufolge transformiert sich die Phase π -Al₈FeMg₃Si₆ während des Lösungsglühens zu β -Al₅FeSi. Weitergehend wird in der Literatur beschrieben, dass die Phase β -Al₅FeSi auch bei höheren Temperaturen stabil ist, was anhand des Schnittes durch das Zustandsdiagramm Al-Si-Mg in Abbildung 54 erkennbar ist. Zur Einordnung der hier untersuchten Legierung ist ihr Magnesiumgehalt von 0,3 Ma.-% im Diagramm gekennzeichnet. Auf Lösungsglühtemperatur bei 525 °C befindet sich der Werkstoff in einem Gebiet mit Aluminium, Silizium und der Phase β -Al₅FeSi, in dem die Phase π -Al₈FeMg₃Si₆ nicht mehr existent ist. Über die Bildung der intermetallischen Phase β -Al₅FeSi während des Lösungsglühens von laserstrahlgeschmolzenem AlSi10Mg wird auch in [14, 21, 89] berichtet. Zhou et al. haben vergleichbare Lösungsglühversuche mit tiefergehender, mikrostruktureller Analyse durchgeführt und kommen ebenfalls zu der Ansicht, dass sich die Phase β -Al₅FeSi nach Lösungsglühung bei 520 °C von mehr als 1 h in AlSi10Mg LBM ausbildet. Mittels REM-Untersuchungen konnte hier im wie gebauten Zustand die Phase

π -Al₈FeMg₃Si₆ gefunden werden, welche nach den oben beschriebenen Mechanismen die Bildung der Phase β -Al₅FeSi begünstigt [89]. Die Phase β -Al₅FeSi soll sich, abhängig von ihrer Größe, negativ auf die mechanischen Eigenschaften, insbesondere auf die Duktilität, auswirken [33, 142, 155–157]. Um den negativen Effekt der Phase β -Al₅FeSi und die übermäßige Vergrößerung des Siliziums zu vermeiden, wird vorgeschlagen, für den LBM-Werkstoff eine verkürzte Lösungsglühdauer von 0,33 h anzuwenden.

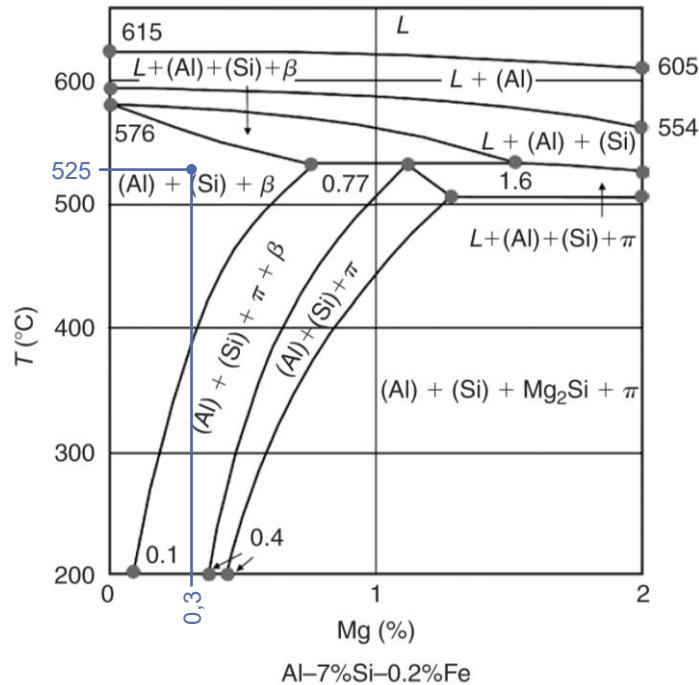


Abbildung 54: Schnitt durch das Zustandsdiagramm Al-Si-Mg bei 7 % Si mit 0,2 % Fe [158]

Neben den mikrostrukturellen Untersuchungen ist der Einfluss verschiedener Lösungsglühdauern auf die Härte untersucht worden. Die Ergebnisse der Härteprüfung sind in Abbildung 55 zusammenfassend dargestellt. Betrachtet werden dabei Proben im lösungsgeglüht und abgeschreckten sowie im lösungsgeglüht, abgeschreckt und warm ausgelagerten Zustand des konventionellen und des LBM-Werkstoffes. Offensichtlich ist, dass für beide Werkstoffe jeweils nahezu dieselben Härtewerte ermittelt wurden. Die größte Differenz ergibt sich bei den kurzen Lösungsglühdauern von 0,1 h bzw. 0,33 h des lösungsgeglüht, abgeschreckt und ausgelagerten Zustandes mit ca. 5 HV1.

Für beide Werkstoffe im lösungsgeglüht und abgeschreckten Zustand liegen die Härtewerte bis zu einer Lösungsglühdauer von 3 h zwischen 85-90 HV1. Ab 6 h Lösungsglühung sinkt die Härte auf ca. 80 HV1 und beträgt nach 10 h bzw. 30 h rund 75 HV1. Die Abnahme der Härte könnte mit dem Grad der Einformung/Vergrößerung der Siliziumpartikel zusammenhängen. Für den

lösungsgeglüht, abgeschreckt und warm ausgelagerten Zustand konnten, unabhängig von der gewählten Lösungsglühdauer, Härtewerte zwischen 110-115 HV1 festgestellt werden. Das Auslagern bewirkt demnach eine Steigerung der Härte von bis zu 40 HV1. Dabei ist allerdings zu beachten, dass die gewählte Kühlrate von 100 K/s vermutlich nicht im Bereich überkritischer Kühlraten liegt [51].

In der Gesamtbetrachtung dieses Kapitels kann gesagt werden, dass bereits die kürzeste untersuchte Lösungsglühdauer von 0,1 h für gravierende Veränderungen der Siliziumpartikel sorgt, was einen signifikanten Rückgang der erreichbaren Festigkeiten zur Folge hat. Diese Vorgänge beginnen wahrscheinlich bereits beim Erwärmen auf Lösungsglühtemperatur. Bei der Diskussion ist zu beachten, dass für die Lösungsglühversuche eine Erwärmrate von 2 K/s verwendet wurde, die im technischen Sinne als eher schnell einzuordnen ist. Im industriellen Maßstab gesehen, sind die Erwärmraten häufig geringer, d. h. die Verweildauer auf erhöhter Temperatur ist somit länger als im Rahmen der vorliegenden Arbeit.

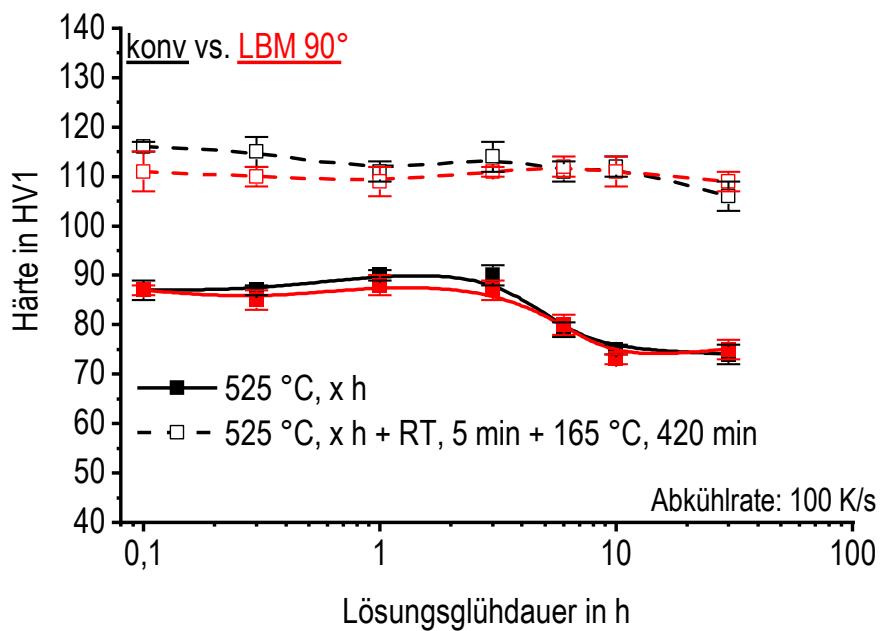


Abbildung 55: Einfluss der Lösungsglühdauer auf die Härte von AlSi10Mg konv und LBM 90° im lösungsgeglüht und abgeschreckten sowie im lösungsgeglüht, abgeschreckt und ausgelagerten Zustand

4.2.3 Abkühlversuche

Das technische Ideal beim Abkühlen ist, so schnell wie nötig und so langsam wie möglich abzukühlen, sodass gerade alle Legierungselemente im Mischkristall gelöst bleiben. Zum einen soll ein maximales Potenzial zur Festigkeitssteigerung beim anschließenden Auslagern ermöglicht und zum anderen sollen Bauteilverzug und Eigenspannungen reduziert werden [50]. Werden Legierungselemente vorzeitig beim Abkühlen ausgeschieden, treten sie bei relativ hohen Temperaturen als relativ grobe Ausscheidungen in Erscheinung und vermindern das Potenzial zur Festigkeitssteigerung bei der abschließenden Auslagerung.

In Abbildung 56 a) sind ausgewählte Abkühlkurven von DSC-Versuchen der Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg nach Lösungsglühen bei 525 °C für 360 min in einem Diagramm zusammengefasst. Die Kurven sind zur Veranschaulichung, beginnend mit der langsamsten Rate von oben, hin zu schnellen Raten nach unten, verschoben. Die jeweils gestrichelte Waagerechte entspricht dem Nullniveau der Kurven, Abweichungen des DSC-Signals nach oben indizieren exotherme Ausscheidungsreaktionen.

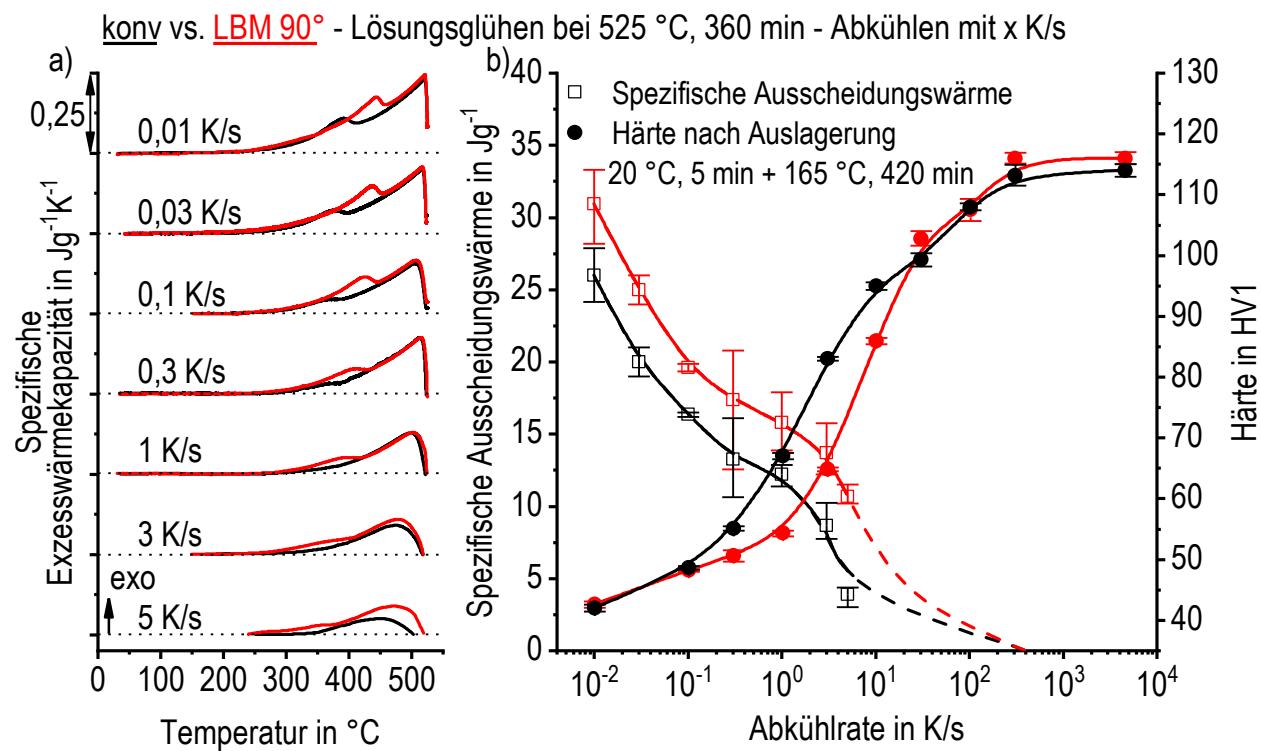


Abbildung 56: AlSi10Mg a) ausgewählte DSC-Abkühlkurven nach Lösungsglühen bei 525 °C, 360 min, b) Härteverlauf nach Auslagerung und spezifische Ausscheidungswärme in Abhängigkeit von der Abkühlrate

Während des Abkühlens von Lösungsglühtemperatur treten in AlSi10Mg mindestens zwei, einander teilweise überlagernde, exotherme Reaktionen auf. Die Ausscheidungsreaktionen werden daher in einen Hoch- und einen Niedertemperaturreaktionsbereich unterteilt. Im Detail sind je Reaktionsbereich ggf. mehrere Reaktionen zu erwarten (eine Sequenz von Ausscheidungen des reinen diamantkubischen Siliziums [159, 160]; sowie eine Sequenz von Mg-Si-reichen Phasen: Mg_2Si und β'/B' [52]). Die Reaktionen verschieben sich mit steigender Kühlrate zu niedrigeren Temperaturen und werden zunehmend unterdrückt. Die zunehmende Unterdrückung der Reaktionen äußert sich durch die spezifische Ausscheidungswärme, die mittels Integration der Fläche unterhalb einer DSC-Abkühlkurve ermittelt wird, vgl. Abbildung 56 b). Diese gilt als Maß für die Intensität der ablaufenden Ausscheidungsreaktionen.

Die Hochtemperaturreaktion setzt unmittelbar mit dem Beginn des Abkühlvorgangs ein, da das Lösungsglühen im Zweiphasengebiet α -Aluminiummischkristall + Si stattfindet und damit günstige Keimbildungsbedingungen vorliegen [149, 150]. Die Kurve steigt rasch an und weist für die langsameren Raten eine Peaktemperatur auf, die oberhalb 500 °C liegt. Die Hochtemperaturreaktion ist vermutlich der Ausscheidung der Gleichgewichtsphase β - Mg_2Si sowie der Ausscheidung von Silizium (Diamantgitter) zuzuordnen [52, 159, 160]. Nach Erreichen der Peaktemperatur flacht die Intensität der Hochtemperaturreaktion ab und die Niedertemperaturreaktion schließt sich an. Diese beginnt für das konventionelle Material und die langsamste, untersuchte Rate von 0,01 K/s mit einem lokalen Minimum im exothermen Bereich bei rund 410 °C und endet bei etwa 200 °C. In diesem Temperaturbereich erfolgt vermutlich die Ausscheidung von Vorstufenphasen wie β' und B' [52]. Da auch die Ausscheidung des Siliziums in mehreren Stufen erfolgen kann [159, 161], ist innerhalb des Niedertemperaturreaktionsbereiches ein Beitrag von Siliziumausscheidungen zu erwarten.

Der Vergleich der Kurven des konventionellen mit dem laserstrahlgeschmolzenen Werkstoff zeigt, dass die Reaktionen für LBM über den gesamten untersuchten Bereich von Abkühlraten ausgeprägter sind. Für eine Kühlrate von 0,01 K/s ergibt sich für das konventionelle Material eine spezifische Ausscheidungswärme von 26,0 J/g und für das LBM-Material von 30,9 J/g. Eine mögliche Erklärung dafür ist in der raschen Erstarrung sowie den Mengenanteilen der Legierungselemente zu finden: im LBM-Werkstoff ist ein etwas höherer Magnesiumanteil vorhanden (vgl. Tabelle 6). Für diese Annahme spricht auch der beim LBM-Werkstoff um 50 K zu höheren Temperaturen verschobene Beginn

der Niedertemperaturreaktionen. Ein höherer Legierungsgehalt führt typischerweise zu höheren Lösungstemperaturen, da sich die Solvustemperaturen der relevanten Phasen mit steigender Konzentration zu höheren Werten verschieben.

Im Rahmen der im DSC untersuchten Abkühlraten (0,01-5 K/s) sind selbst bei der schnellsten Abkühlung noch signifikante Ausscheidungsreaktionen zu beobachten. Für eine Kühlrate von 5 K/s ergibt sich für das konventionelle Material eine spezifische Ausscheidungswärme von 3,9 J/g und für das LBM-Material von 10,7 J/g. Eine Möglichkeit zur Bestimmung der kritischen Abkühlrate, bei der alle Legierungselemente bei Raumtemperatur im Mischkristall zwangsgelöst bleiben, eröffnet der Härteverlauf nach Auslagerung in Abhängigkeit von der vorherigen Abkühlrate. Dazu wurde die Bandbreite im Dilatometer sowie durch Lösungsglühung im Ofen und anschließender Abschreckung in Wasser bei 20 °C auf 400 K/s bzw. 4500 K/s erweitert. Der Härtewert bei 4500 K/s wurde nach Lösungsglühung einer Probe (\varnothing 6,4 x 1 mm) im Ofen, Abschreckung in Wasser bei 20 °C und anschließender Auslagerung aufgenommen. Der Temperatur-Zeit-Verlauf wurde dabei mittels eines auf die Probe geschweißten Thermoelementes (Typ K – NiCr-Ni \varnothing 0,13 mm) bestimmt. Die berechnete Kühlrate wurde im Temperaturbereich zwischen 520-120 °C gemittelt.

Steigt die Härte ab einer bestimmten Kühlrate nicht weiter an, ist hier die kritische Abkühlrate zu finden. Dies kann im Bereich der untersuchten Kühlraten ab 400 K/s beobachtet werden, siehe Abbildung 56 b). Der angenommene Verlauf der spezifischen Ausscheidungswärme für Kühlraten größer 5 K/s kann so abgeschätzt werden und ist mit einer gestrichelten Linie angedeutet. Eine derart hohe kritische Abkühlgeschwindigkeit ist für die hier vorliegende hohe Konzentration an Legierungselementen unter Berücksichtigung von Literaturwissen zur Abschreckempfindlichkeit hochkonzentrierter Aluminiumlegierungen unterschiedlicher Legierungssysteme naheliegend (z. B. [51, 162, 163]). Die maximale Härte für das konventionelle sowie das LBM-Material wird hier mit ca. 115 HV1 erreicht und liegt damit höher als die Härten nach Standardwärmebehandlung (Abbildung 44). Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass die Abschreckgeschwindigkeit der Standardabschreckung in Wasser 80 °C unterkritisch ist.

Die Härteverlaufskurve in Abbildung 56 b) lässt einen direkten Rückschluss auf die erzielte Abkühlrate der Zugprobenrohlinge von Lösungsglühtemperatur im 80 °C warmen Wasser während der Standardwärmebehandlung zu. Dabei wurden Härtewerte von

rund 100 HV1 (Abbildung 44) ermittelt, was nach Interpretation der Härteverlaufskurve auf eine resultierende Abkühlrate von ca. 30 K/s hindeutet.

Daneben ist auch der mittlere Kühlratenbereich von 0,3-10 K/s interessant. Während für langsamere bzw. schnellere Kühlraten gleiche Härtewerte für das konventionelle sowie das LBM-Material erzielt werden, werden im mittleren Kühlratenbereich für das LBM-Material bei gleichen Kühlraten nach Auslagerung geringere Härtewerte (Differenz bis zu 20 HV1 für 3 K/s) ermittelt. Dies deutet darauf hin, dass das LBM-Material wie erwartet, aufgrund der erhöhten Keimstellendichte sowie des etwas höheren Magnesiumgehaltes insgesamt eine geringfügig höhere Abschreckempfindlichkeit aufweist. Auch die durchweg höheren, spezifischen Ausscheidungswärmen des LBM-Materials sprechen dafür. Während die Reaktionen für eine Kühlrate von 0,01 K/s im LBM-Material ca. 20 % intensiver sind, wird dieses Verhältnis mit zunehmender Kühlrate im Vergleich beider Werkstoffe kontinuierlich größer.

Anhand der oben diskutierten DSC-Kurven kann für das konventionelle sowie das LBM-Material aus AlSi10Mg ein kontinuierliches Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm erstellt werden, siehe Abbildung 57. Dabei kennzeichnen die eingetragenen Kurven den Anfang einer Reaktion bzw. das Ende der vorangegangenen Reaktion. Die Hochtemperaturreaktion startet bei allen untersuchten Abkühlraten sofort mit Einsetzen des Abkühlvorganges. Aus diesem Grund ist die Hochtemperaturreaktion über alle Abkühlkurven hinweg gestrichelt eingezeichnet. Die Reaktionsbereiche sind dabei mit HTR für Hochtemperaturreaktion bzw. mit NTR für Niedertemperaturreaktion gekennzeichnet.

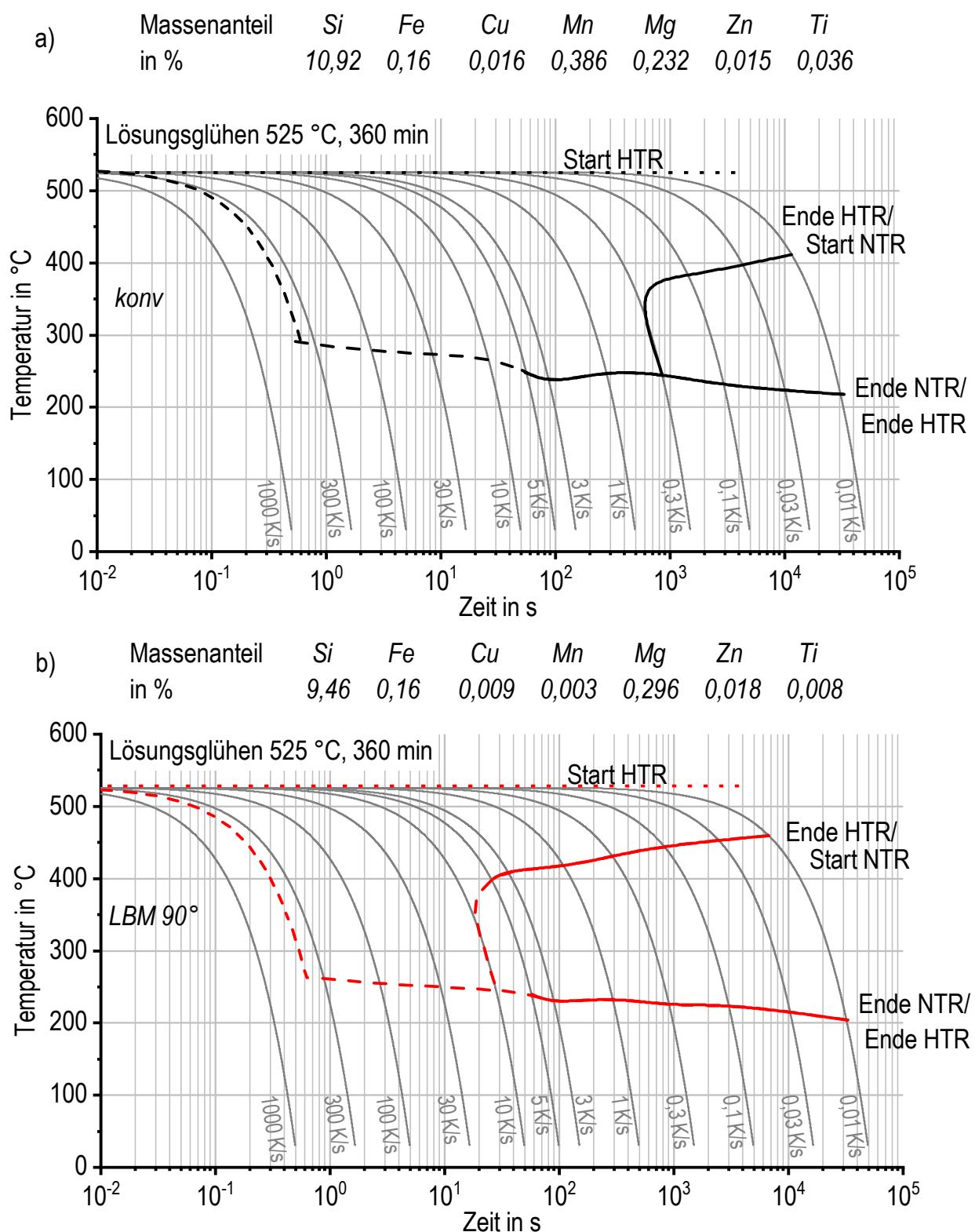


Abbildung 57: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm für AlSi10Mg
a) konv, b) LBM 90°

Neben den Versuchen mit einer Lösungsglühdauer von 360 min sind DSC-Abkühlkurven mit veränderter Lösungsglühdauer aufgenommen worden. Die Lösungsglühdauer bei 525 °C wurde in diesen Versuchen von 360 min auf 20 min reduziert. In Abbildung 58 a) sind ausgewählte Abkühlkurven aus DSC-Versuchen nach Lösungsglühen bei 525 °C für 20 min an AlSi10Mg aus dem Zustand LBM 90° in ähnlicher Art und Weise dargestellt wie in Abbildung 56 a). Die DSC-Kurven sowie die aus diesen berechneten, spezifischen Ausscheidungswärmen zeigen dabei im direkten Vergleich keine nennenswerten Unterschiede. Auch der Härteverlauf in Abhängigkeit von der Abkühlrate in Abbildung 58 b) zeigt nur geringfügige Unterschiede für die beiden untersuchten Lösungsglühdauern. Dies bestätigt die bereits bei den Erwärm- und Lösungsglühversuchen getroffenen Annahme, dass das Lösungsglühen verkürzt werden kann.

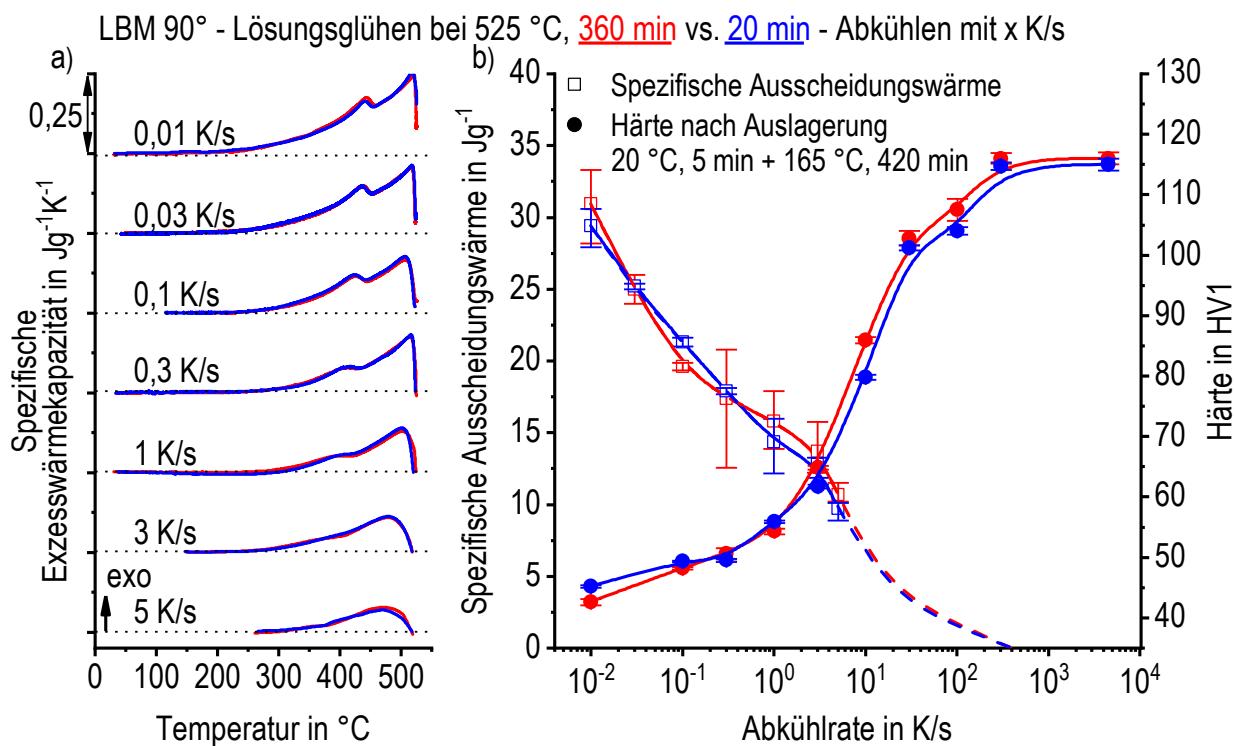


Abbildung 58: AlSi10Mg LBM 90° a) ausgewählte DSC-Abkühlkurven nach Lösungsglühen bei 525 °C für 360 min bzw. 20 min, b) Härteverlauf nach Auslagerung und spezifische Ausscheidungswärme in Abhängigkeit von der Abkühlrate

Ostermann hat die mittlere Abkühlgeschwindigkeit verschiedener Abkühlmedien in Abhängigkeit von der Materialdicke nach in einem Zusammenhang dargestellt, siehe Abbildung 59 [33]. Dabei wird der für Aluminiumlegierungen kritische Temperaturbereich zwischen 400 °C und 290 °C betrachtet. Relevante Abkühlmedien sind hier Luft (stehend/bewegt), ein Glykol-Wassergemisch sowie Wasser unterschiedlicher Temperaturen.

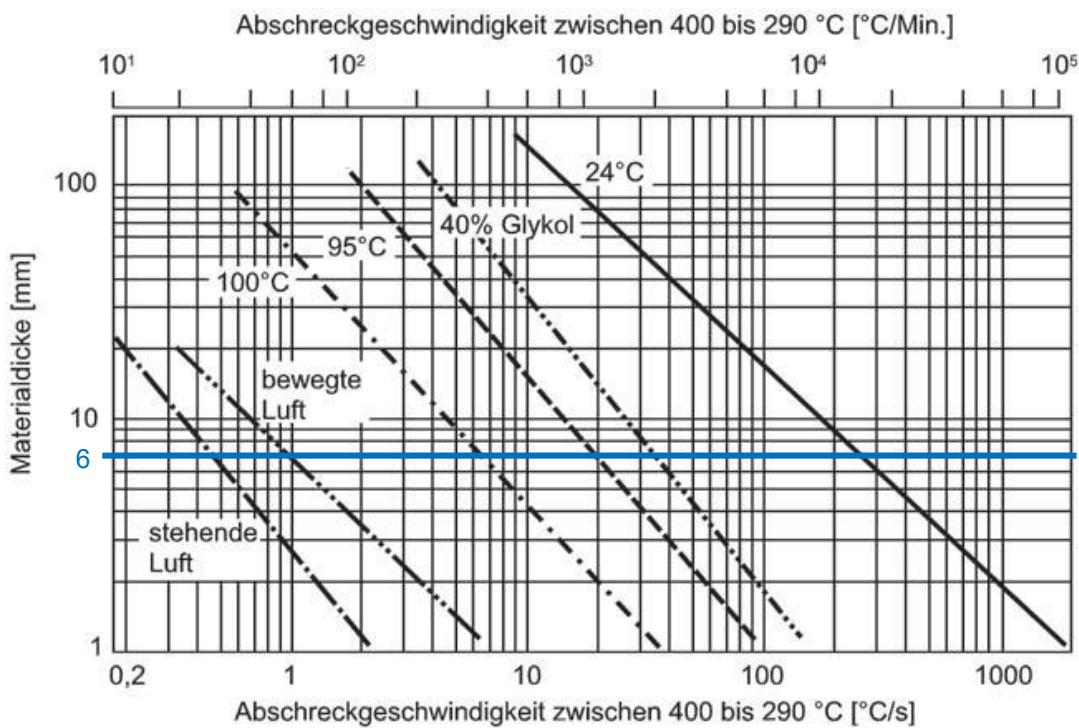


Abbildung 59: Mittlere Abschreckgeschwindigkeit im kritischen Temperaturbereich von Aluminiumlegierungen zwischen 400 °C und 290 °C in Abhängigkeit von der Materialdicke bei Verwendung von verschiedenen Abkühlmedien [33]

Mit Hilfe des Diagramms in Abbildung 59 kann für die Abschreckung der Zugprobenrohlinge aus AlSi10Mg von Lösungsglühtemperatur in Wasser bei 80 °C die Abkühlrate im kritischen Temperaturbereich abgeschätzt werden. Die blaue, waagerechte Linie kennzeichnet den Durchmesser der wärmebehandelten Zugprobenrohlinge aus AlSi10Mg von 6 mm. Die grobe Abschätzung der Kühlrate im kritischen Temperaturbereich ergibt ca. 30-50 K/s. Bei dem Vergleich der abgeschätzten Kühlrate mit den ermittelten Härtewerten ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit der aus Abbildung 56 b) angenommenen Abkühlrate. Die im Rahmen der Standardwärmebehandlung durchgeführte Abschreckung von Lösungsglühtemperatur in 80 °C warmen Wasser ist demnach geringer als die kritische Abkühlrate, welche im Bereich um 400 K/s zu finden ist. Eine Abschreckung in Wasser mit geringeren Temperaturen lässt etwa 15 % höhere Festigkeitswerte erwarten. Jedoch müssen dabei potenziell höhere Eigenspannungen und Verzug berücksichtigt werden.

4.2.4 Versuche zur Direktauslagerung

Auf Basis der Erwärmversuche, der mechanischen Untersuchungen im Ausgangszustand sowie im Zustand nach Standardwärmebehandlung sind Direktauslagerungsversuche mit dem LBM-Material der 90°-Orientierung von AlSi10Mg durchgeführt worden. Die Erwärmversuche haben gezeigt, dass im wie gebauten LBM-Material bereits eine sehr hohe Übersättigung an Legierungselementen und somit ein hohes Potenzial für die Auslagerung vorliegt. Die mechanischen Untersuchungen im Ausgangszustand und im Zustand nach Standardwärmebehandlung haben gezeigt, dass die Orientierung der untersuchten Baurichtungen keinen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat.

Die Auslagerungsversuche sind ohne zusätzliches Lösungsglühen mit wie gebauten Proben in einem Laborofen ausgeführt worden. Bei der Interpretation ist die vorherige Kaltauslagerung der Proben über ein Jahr bei Raumtemperatur zu berücksichtigen. Beginnend mit 0,1 h wurden bei den verschiedenen Auslagerungstemperaturen pro Dekade zwei Zeiten bis zu einer maximalen Auslagerungsdauer von 100 h festgelegt. Nach bestimmten Auslagerungsdauern wurden an den einzelnen Proben Härteprüfungen vorgenommen. Die Auslagerungstemperaturen wurden dabei auf Basis der Auslagerungstemperatur bei der Standardwärmebehandlung 165 °C ausgewählt. Die Variation der Temperaturen erfolgte dabei von 135 °C in 15 K-Schritten bis 180 °C. In Abbildung 60 ist das Auslagerungsdiagramm für AlSi10Mg aus dem Zustand LBM 90° ohne vorheriges Lösungsglühen zu sehen. Zur besseren Einordnung der erzielten Härtewerte sind die Härte im wie gebauten Zustand (8 Wochen bzw. 1 Jahr Lagerung bei Raumtemperatur, ca. 130 bzw. 135 HV1) sowie nach Standardwärmebehandlung (ca. 100 HV1) als waagerechte graue Balken eingetragen. Die Balkenhöhe entspricht dabei dem Mittelwert inklusive Standardabweichung der einzelnen Härtewerte.

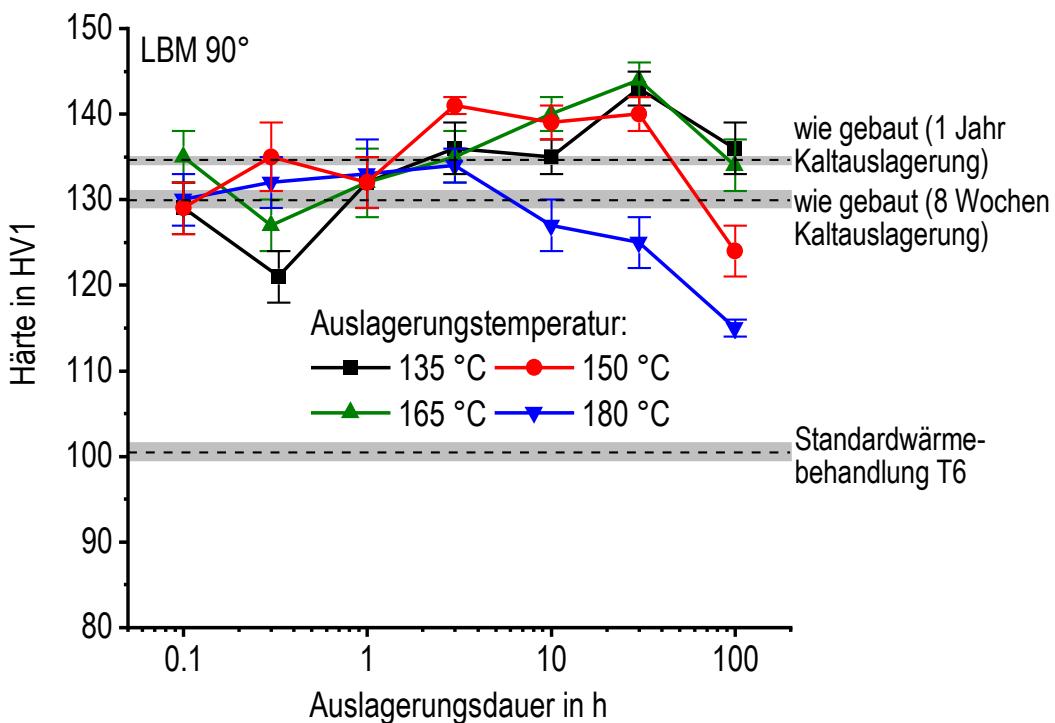


Abbildung 60: Auslagerungsdiagramm für AlSi10Mg LBM 90° ohne vorheriges Lösungsglühen für unterschiedliche Auslagerungstemperaturen und τ -zeiten

Für die untersuchte Legierung AlSi10Mg ergeben sich maximale Härtegrade im Bereich zwischen 3-30 h, je nach Auslagerungstemperatur. Für eine Auslagerungstemperatur von 135 °C ist eine Härtesteigerung auf bis zu 140 HV1 nach 30 h zu beobachten. Vergleichbar hohe Härtegrade werden für die Auslagerungstemperaturen 150 °C und 165 °C erreicht. Für 150 °C werden zwischen 3-30 h, für 165 °C nach 30 h ca. 140 HV1 erzielt. Für die höchste untersuchte Auslagerungstemperatur von 180 °C setzt eine Überalterung bereits nach 3 h ein. Hier ist der maximale Härtegrade mit 135 HV1 zu finden.

Für den Kurvenverlauf ergeben sich zu Beginn der Auslagerung z. T. geringere Härtegrade als im wie gebauten und kaltausgelagerten Zustand. Eine denkbare Begründung für zunächst abnehmende Härtegrade ist, dass die Auflösung von festigkeitssteigernden Phasen, die bei der Kaltauslagerung ausgeschieden wurden, erfolgt [164, 165]. Zu Beginn der Warmauslagerung werden solche Phasen zunächst wieder aufgelöst, ehe anschließend weitere Phasen ausgeschieden werden und sich mit zunehmender Auslagerungsdauer festigkeitssteigernd auswirken. Beschrieben ist der Einfluss der Kaltauslagerung nach Lösungsglühen und Abschrecken auf das Warmauslagerungsverhalten am Beispiel von AlSi7Mg mit unterschiedlichsten Magnesiumgehalten ausführlich in [164–169]. Nach Tsukuda et al. ist ein deutlicher Effekt der Kaltauslagerung auf die Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften bereits

innerhalb weniger Stunden nachzuweisen. Sie berichten, dass ein Zwischenlagern bei Raumtemperatur zu verringriger Festigkeit und gleichzeitig zu verbesserter Duktilität sowie Zähigkeit führen. Der Einfluss der Zwischenlagerung ist abhängig von dessen Dauer und von der anschließenden Warmauslagerungstemperatur. In den Untersuchungen von Tsukuda et al. konnte bei anschließender Warmauslagerung bei 140 °C ein signifikanter Einfluss der Kaltauslagerung beobachtet werden. Wird die Warmauslagerungstemperatur erhöht, nimmt der Einfluss der Kaltauslagerung ab, sodass bei 180 °C kein nennenswerter Unterschied zwischen unterschiedlich lange kaltausgelagerten Proben zu verzeichnen ist [166–168]. Des Weiteren spielt die chemische Zusammensetzung des Werkstoffes eine wesentliche Rolle. In Legierungen mit höheren Magnesiumgehalten ist der Effekt der Kaltauslagerung größer. Dagegen können Begleitelemente wie Indium, Zink, Cadmium oder Kupfer die Auswirkung der Kaltauslagerung verringern [166, 169].

4.3 Festgelegte Parameter für angepasste Wärmebehandlungen

In einem ersten Ansatz soll der Wärmebehandlungsschritt des Lösungsglühens angepasst werden. Hier zeigen die Ergebnisse, dass kürzere Lösungsglühdauern bei 525 °C vergleichbare Härtewerte liefern wie bei der standardmäßigen Lösungsglühdauer von 360 min. Mikrostrukturuntersuchungen mittels Lichtmikroskopie zeigen des Weiteren nadelförmige Ausscheidungen ab einer Lösungsglühdauer von 1 h, die sich laut Literatur negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirken können [142, 155, 156]. Ebenfalls während des Lösungsglühens werden die im wie gebauten Zustand feinen Siliziumpartikel massiv eingeförmmt. Aus den genannten Gründen wird die Lösungsglühdauer auf 20 min reduziert. Das Abschrecken bzw. die Auslagerung erfolgen mit den gleichen Parametern wie bei der Standardwärmebehandlung in Wasser bei 80 °C bzw. bei 165 °C, 420 min.

Im zweiten Ansatz werden das Lösungsglühen und Abschrecken nicht durchgeführt, sondern das wie gebaute LBM-Material wird direktausgelagert. Der wie gebaute LBM-Zustand weist eine sehr hohe Übersättigung auf, die ein großes Potenzial an Direktauslagerung bietet. Aus dem Auslagerungsdiagramm in Abbildung 60 ergeben sich dafür folgende Wärmebehandlungsparameter: 150 °C, 600 min mit einem ausgeprägten Härtplateau.

Die in diesem Kapitel zusammengefassten Parameter für angepasste Wärmebehandlungen für laserstrahlgeschmolzene Bauteile werden in den nachfolgenden Kapiteln anhand der mechanischen Eigenschaften der LBM 90°-Richtung im Vergleich zum konventionell hergestellten Werkstoff AISi10Mg sowie Normwerten untersucht.

4.4 Zustand nach angepasster Wärmebehandlung

4.4.1 Metallografie

In Abbildung 61 sind die metallografischen Schritte von AISi10Mg im Ausgangszustand, nach Standardwärmebehandlung sowie nach angepasster Wärmebehandlung zusammenfassend dargestellt. Im direkten Vergleich der verschiedenen Wärmebehandlungszustände für das konventionelle und das LBM-Material ergeben sich z. T. deutliche Unterschiede.

Die Morphologie der zunächst feinverteilten Siliziumpartikel wird während der Standardlösungsglühung bei 525 °C für 360 min stark vergrößert. Die Siliziumpartikel in konventionellem und LBM-Material sind nun etwa gleich groß, die Mikroschweißbahnen sind nicht mehr erkennbar. Die Verkürzung der Lösungsglühdauer bei 525 °C auf 20 min führt auch zur Vergrößerung der Siliziumpartikel. Jedoch ist der Grad der Vergrößerung wesentlich kleiner und die Schmelzbahnen noch schemenhaft zu erkennen. In der dargestellten Vergrößerung sind nach der Direktauslagerung für 600 min bei 150 °C weder für das konventionelle noch für das LBM-Material wesentliche mikrostrukturelle Veränderungen zu beobachten. Für eine weitergehende Diskussion der Mikrostruktur bedarf es ergänzender REM-/TEM-Untersuchungen.

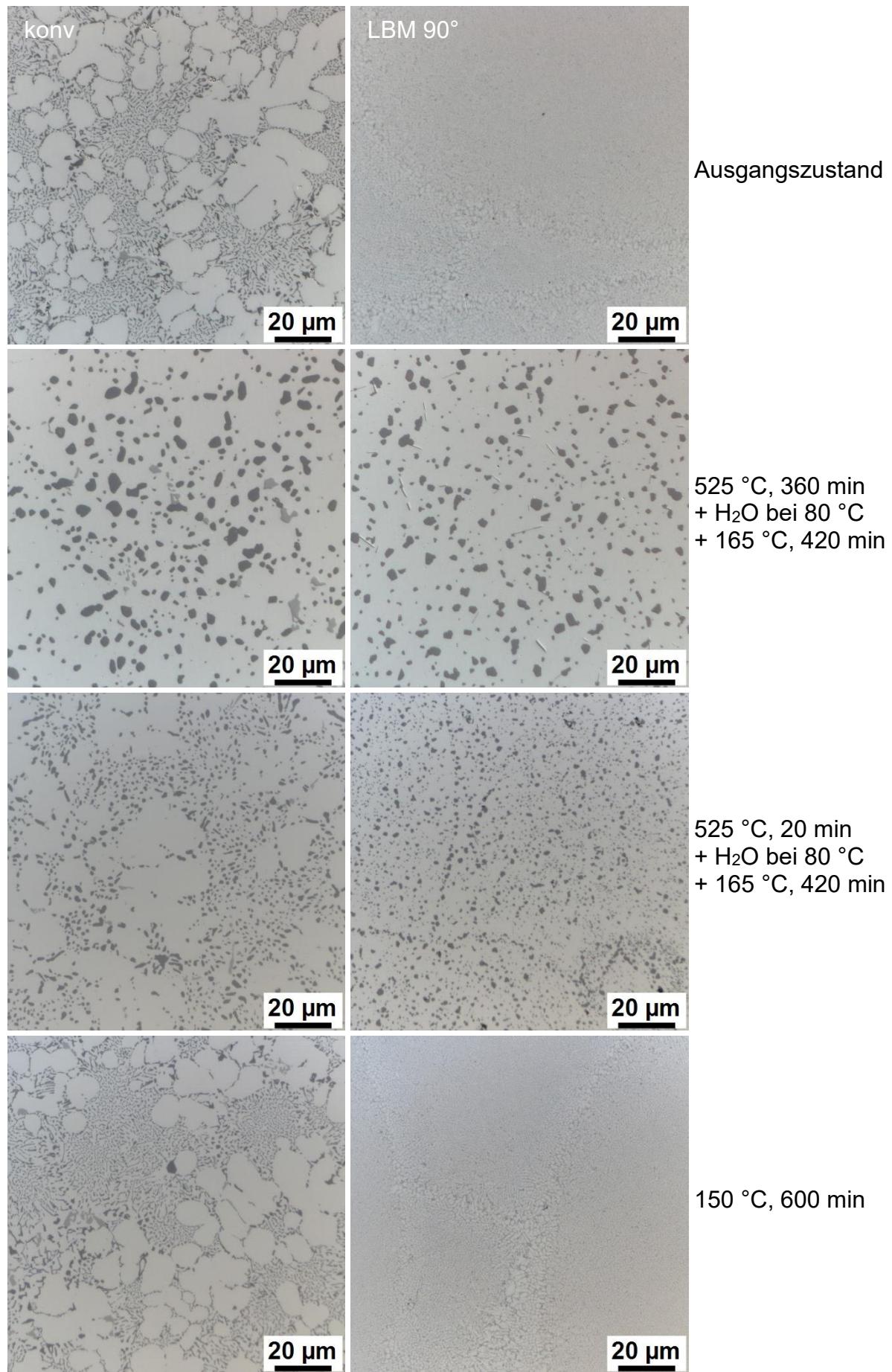


Abbildung 61: Schliffbilder von AlSi10Mg nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung

4.4.2 Härteprüfung

In Abbildung 62 sind die Härtewerte für AlSi10Mg im Ausgangszustand, nach Standardwärmebehandlung sowie nach angepasster Wärmebehandlung grafisch dargestellt. Bei dem Vergleich der beiden angepassten Wärmebehandlungen zeigt sich für das LBM-Material, dass eine Verkürzung der Lösungsglühdauer auf 20 min bei 525 °C ebenso zu einer signifikanten Abnahme des Härtewertes um ca. 30 HV1 auf 100 HV1 führt wie Lösungsglühen für 360 min. Anhand der Härtewerte kann infolge der verkürzten Lösungsglühdauer (in Kombination mit der unterkritischen Abschreckung) im Vergleich zum wie gebauten Zustand kein positiver Einfluss beobachtet werden. Für das konventionelle Material ist sowohl mit der verkürzten als auch mit der langen Lösungsglühdauer ein ähnliches Ergebnis erzielt worden, wobei die Härte im wie gegossenen Zustand bei ca. 95 HV1 liegt und nach Wärmebehandlung bei 105 HV1. Das direkte Auslagern der wie gebauten LBM 90°-Proben bei einer Temperatur von 150 °C für 600 min bewirkt eine Zunahme der Härte um etwa 5 HV1 von 130 HV1 auf 135 HV1. Auch beim konventionellen Material ist nach Direktauslagerung eine Härtesteigerung von 5 HV1 auf 100 HV1 zu beobachten.

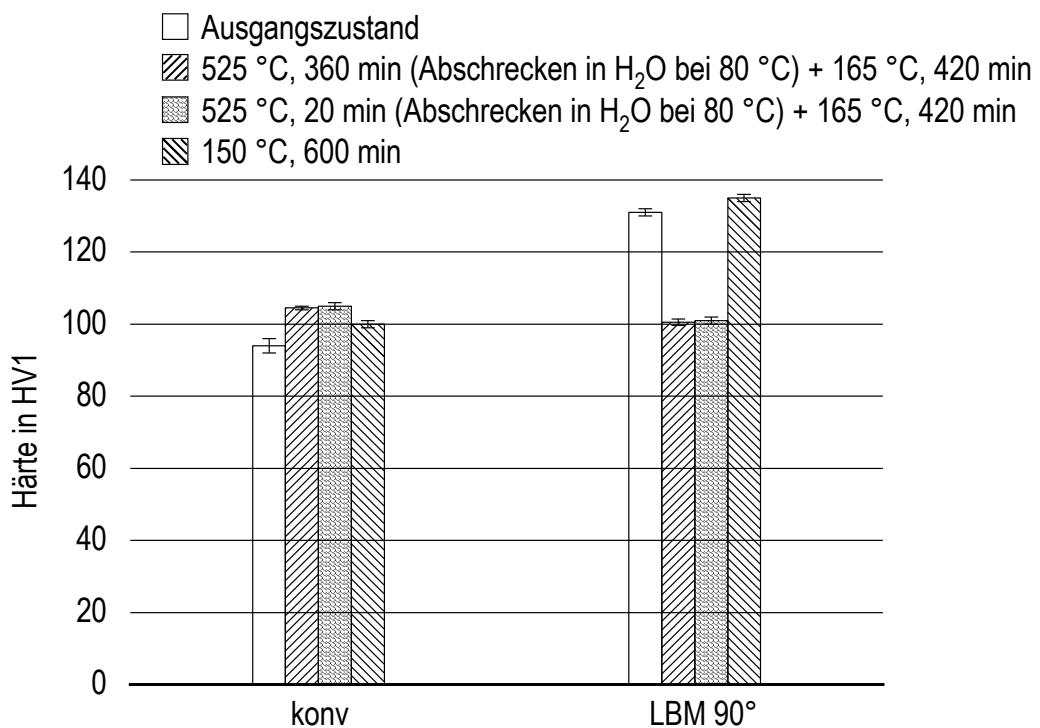


Abbildung 62: Härtewerte für AlSi10Mg nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung

4.4.3 Zugversuch

In Abbildung 63 sind die mechanischen Kennwerte aus dem Zugversuch für AlSi10Mg im Ausgangszustand, nach Standardwärmebehandlung sowie nach angepasster Wärmebehandlung zu sehen. Als Anhaltspunkt für die ermittelten Werte sind die Kennzahlen für Kokillenguss im T6-Zustand nach DIN EN 1706 als waagerechte, gestrichelte Linien eingetragen. Für das konventionelle sowie das LBM-Material ergeben sich nach verkürzter Lösungsglühdauer von 20 min bei 525 °C vergleichbare Festigkeiten, die etwas geringer sind als nach 360-minütiger Lösungsglühung. Die Bruchdehnungen für das LBM-Material sind nach beiden Lösungsglühvarianten mit ca. 12 % um ein Vielfaches höher als im wie gebauten Zustand bzw. allen Zuständen des konventionellen Materials. Auch mit verkürzter Lösungsglühdauer ist im Vergleich zum wie gebauten Zustand eine Entfestigung zu beobachten. Das Direktauslagern bei 150 °C für 600 min bewirkt im Falle des LBM-Materials keine weitere Steigerung der Festigkeiten. Diese verbleibt jedoch auf dem vergleichsweise sehr hohen Niveau des wie gebauten Zustandes. Für die Bruchdehnung ergibt sich jedoch eine deutliche Steigerung von etwa 3 % im wie gebauten Zustand auf ungefähr 6 % nach Direktauslagerung.

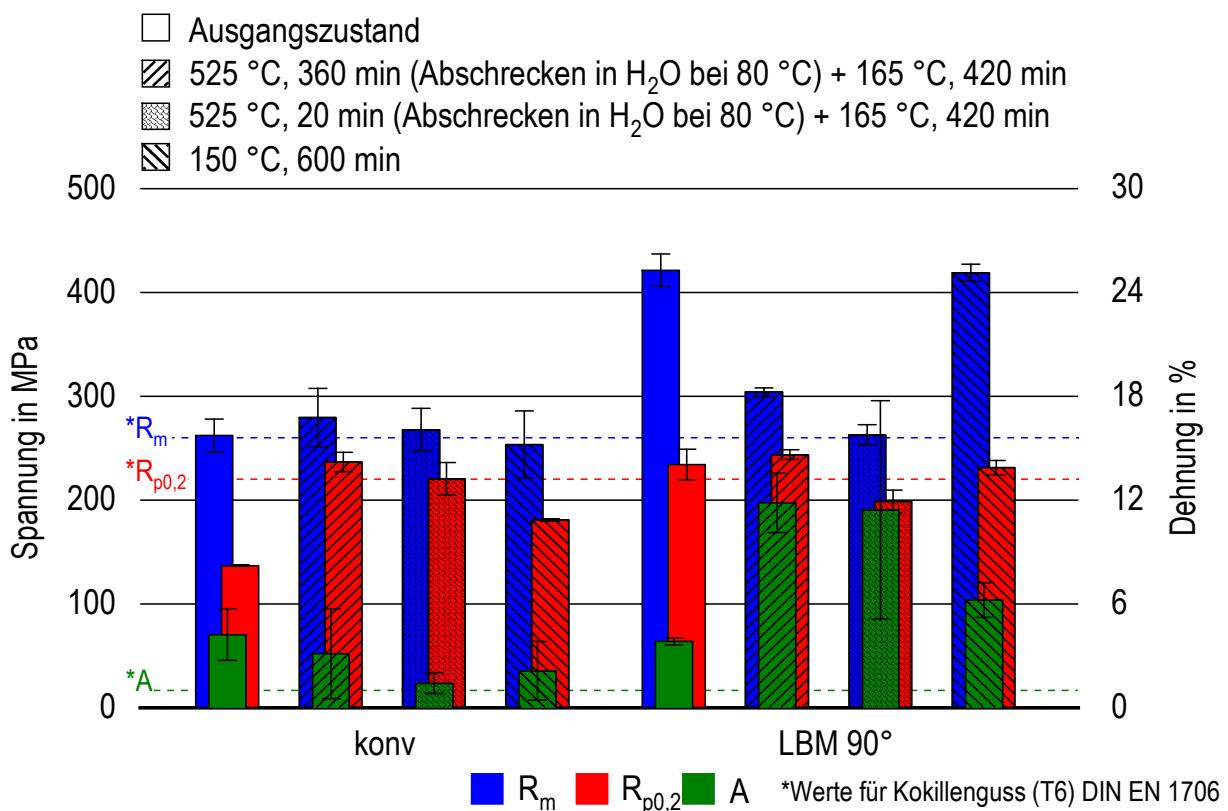


Abbildung 63: Mechanische Kennwerte aus dem Zugversuch für AlSi10Mg nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung

4.4.4 Schlussfolgerungen

Laserstrahlgeschmolzene Bauteile aus der Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg verfügen im wie gebauten Zustand bereits über sehr gute mechanische Eigenschaften infolge der raschen Erstarrung und der integrierten Warmauslagerung während des Bauprozesses. Ein Lösungsglühen bewirkt eine Verringerung der erreichbaren Festigkeiten und ist diesem Fall als kontraproduktiv anzusehen. Für einen Anwendungsfall, der höhere Bruchdehnungen erfordert, kann ein Kompromiss zwischen sinkenden Festigkeiten und steigenden Bruchdehnungen sinnvoll sein. Die in-situ Analyse der Phasenumwandlungen deutet auf eine geringfügig höhere Abschreckempfindlichkeit der LBM-Bauteile hin. Die Gründe dafür sind in der erhöhten Keimstellendichte sowie im etwas höheren Magnesiumgehalt zu sehen.

Das Direktauslagern ohne vorheriges Lösungsglühen und Abschrecken ist eine sinnvolle Option, um die mechanischen Eigenschaften des wie gebauten Zustands zu verbessern. Dabei konnte eine erhöhte Duktilität bei gleichbleibenden Festigkeiten beobachtet werden. Das sogenannte Spannungsarmglühen vor dem Abtrennen der Bauteile von der Bauplattform sollte berücksichtigt werden, insofern als dass höhere Glühtemperaturen zu einer raschen Überalterung und einer deutlichen Verminderung der Festigkeitseigenschaften führen können.

5 Ergebnisdarstellung und Diskussion zu X5CrNiCuNb16-4

5.1 Zustand wie gebaut und nach Standardwärmbehandlung

5.1.1 Metallografie

Die metallografischen Schliffbilder des Stahls X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand sind in Abbildung 64 und Abbildung 65 dargestellt. Das konventionelle, warm gewalzte Material (lösungsgeglüht und abgeschreckt) weist eine homogene, martensitische Struktur auf. Im Gegensatz dazu zeigt das LBM-Material im wie gebauten Zustand eine signifikante Anisotropie in den drei untersuchten Baurichtungen, siehe Abbildung 65 a), b) und c). Die Ätzung nach Fry zeigt neben den für den LBM-Prozess typischen Schmelzbahnen epitaxiales Kornwachstum über z. T. mehrere Schmelzbahnen hinweg. Die Körner sind hier stark gerichtet, entlang des thermischen Gradienten, gewachsen. Exemplarisch dafür steht der vergrößerte Bildausschnitt längs der 90°-Richtung des LBM-Materials in Abbildung 65 d). Epitaxiales Kornwachstum konnte neben dem Stahl X5CrNiCuNb16-4 [106] auch in anderen im LBM-Verfahren verarbeiteten Werkstoffen (316L [16, 170], Inconel718 [171, 172], Ti6Al4V [13, 173]) beobachtet werden. Nach Farbätzung mit Lichtenegger-Bloech II ist an den ehemaligen Austenitkorngrenzen deutlich eine zweite Phase in Abbildung 65 e) zu erkennen. Dabei handelt es sich wahrscheinlich um eine ferritische Struktur. Vermehrte Anteile an Ferrit im Gefüge von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 konnten auch in [27, 174–176] beobachtet werden. Im Gefüge des LBM-Materials sind Baufehler in Form von Poren (dunkle Punkte) zu erkennen.

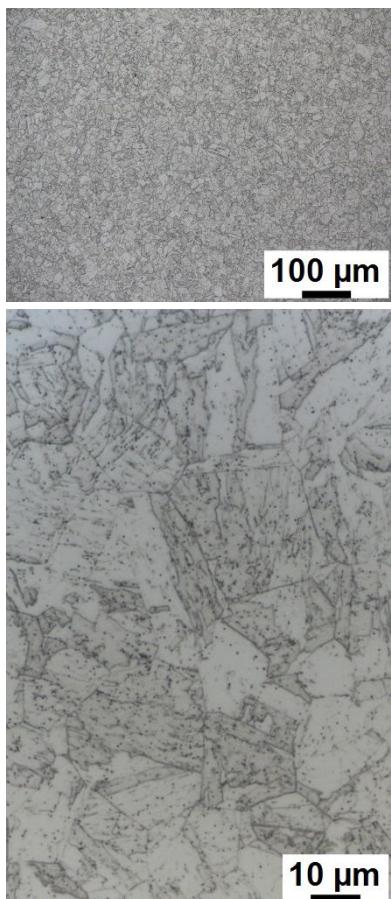


Abbildung 64: Schliffbilder von X5CrNiCuNb16-4 im warm gewalzt, lösungsgeglüht und abgeschreckten Zustand

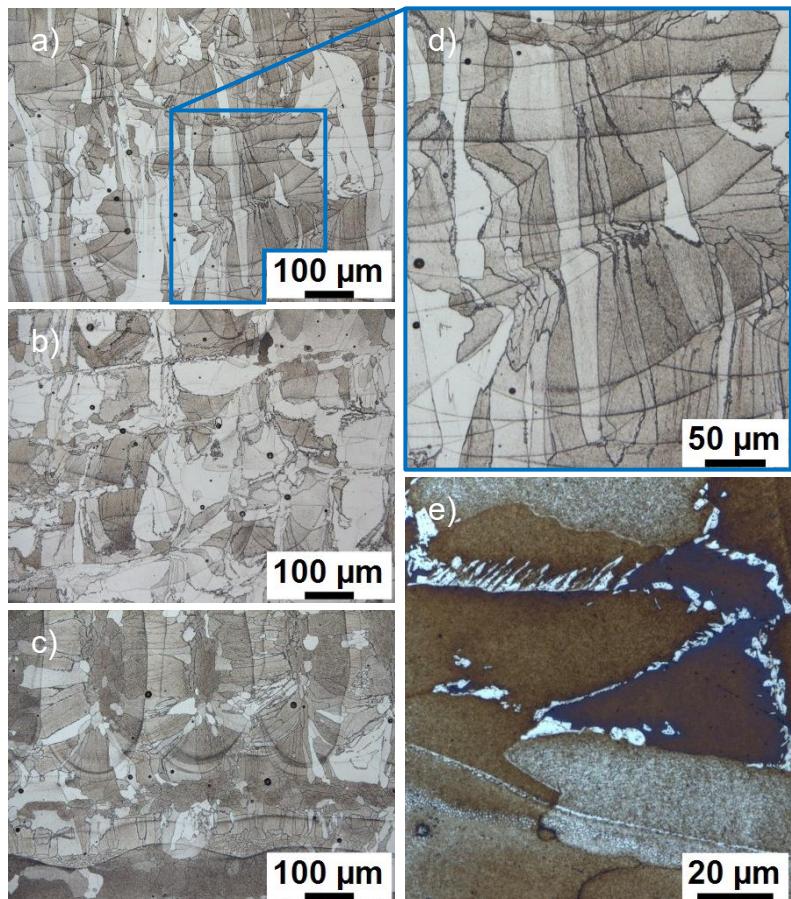


Abbildung 65: Schliffbilder von X5CrNiCuNb16-4 im wie gebauten Zustand a) LBM 0°, b) LBM 45°, c) LBM 90°, d) Epitaxiales Kornwachstum, e) Ferrit in Martensitmatrix

Die Mikrostruktur von X5CrNiCuNb16-4 nach durchgeföhrter Standardwärmebehandlung (1040 °C, 30 min / Hochdruckgasabschreckung mit Stickstoff 3 bar + 480 °C, 60 min) ist in Abbildung 66 zu sehen. Für das konventionelle Material ist bei der zu betrachtenden Vergrößerung keine Veränderung zum lösungsgeglüht und abgeschreckten Ausgangszustand zu erkennen. Das Gefüge ist martensitisch mit submikroskopischen, festigkeitssteigernden, kupferreichen Ausscheidungen mit Teilchengrößen von wenigen Nanometern [54, 55, 59–64]. Beim LBM-Material sind nach Wärmebehandlung nur geringfügige Unterschiede im martensitischen Gefüge der drei untersuchten Baurichtungen zu beobachten. In Aufbaurichtung sind einige langgestreckte Körner erkennbar, wobei in 45°- und 90°-Richtung eine weitgehend homogene Struktur zu sehen ist. Die im wie gebauten Zustand gut sichtbaren Schmelzbahnen sind nicht mehr erkennbar.

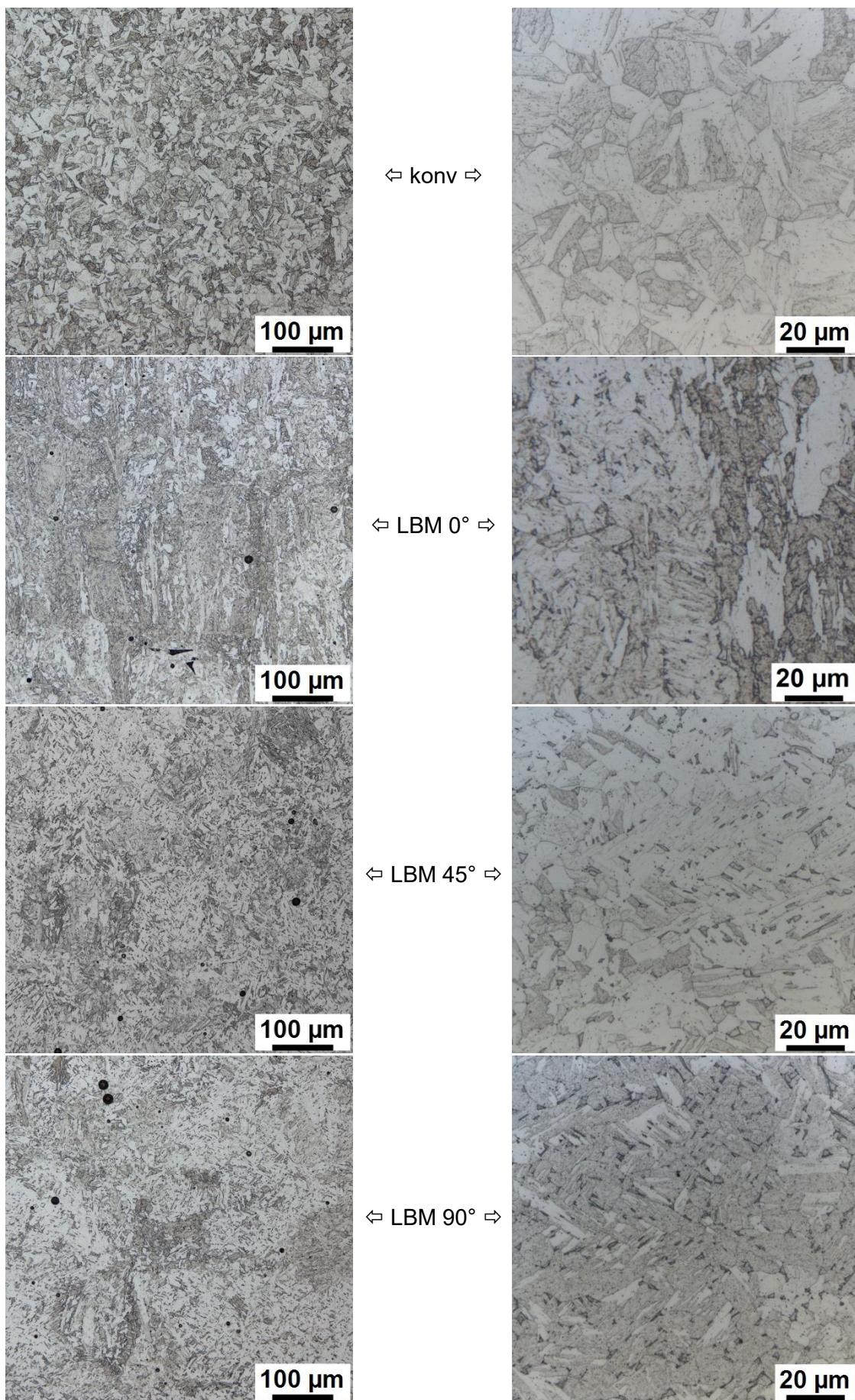


Abbildung 66: Schliffbilder von X5CrNiCuNb16-4 nach Standardwärmbehandlung

5.1.2 Härteprüfung

In Abbildung 67 sind die Härtewerte von X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand sowie im Zustand nach Standardwärmebehandlung grafisch dargestellt. Im Ausgangszustand verfügen das konventionelle und das LBM-Material über vergleichbare Härtewerte von ca. 300-340 HV1. Für das LBM-Material ist auffällig, dass die Härte in 45°-Richtung mit 340 HV1 ca. 40 HV1 höher ist als bei den liegend oder stehend aufgebauten Proben. Eine mögliche Erklärung für die höhere Härte liegt in der unterschiedlichen thermischen Geschichte der drei untersuchten Baurichtungen. Für die 45°-Richtung ist eine, im Verhältnis zu den beiden anderen Richtungen, größere Stützstruktur nötig, um den Bauprozess zu realisieren, vgl. Abbildung 16. Denkbar ist, dass diese Probe dadurch längere Zeit erhöhter Temperatur ausgesetzt ist und es somit möglicherweise zu anfänglichen Ausscheidungsvorgängen kommen konnte, die geringfügig festigkeitssteigernd wirken.

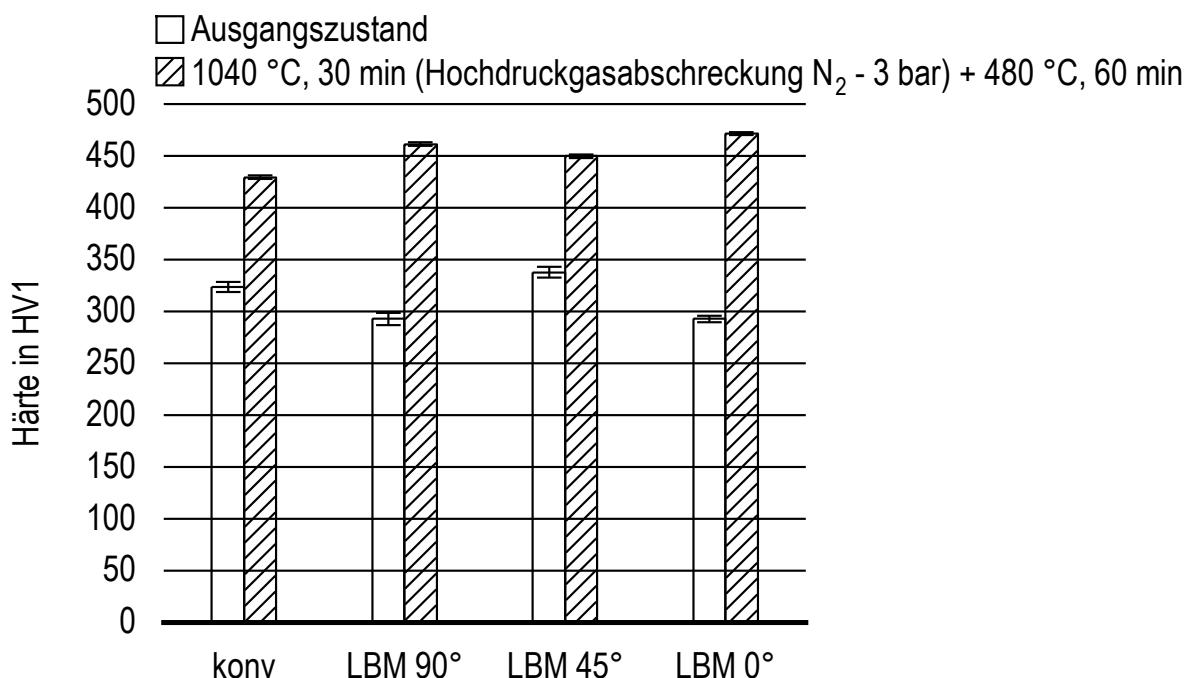


Abbildung 67: Härtewerte für X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand und nach Standardwärmebehandlung

Nach durchgeführter Standardwärmebehandlung ist bei allen Werkstoffen eine signifikante Härtesteigerung um bis zu 50 % zu beobachten. Die drei untersuchten Baurichtungen weisen dabei ähnliche Härtewerte im Bereich von 450-470 HV1 auf. Die Härte des konventionellen Materials liegt in diesem Zustand etwa 30 HV1 unterhalb der des LBM-Materials. Die Ursache der geringeren Härte des konventionellen Materials im vollständig warmausgelagerten Zustand ist in der chemischen Zusammensetzung zu

finden. Das LBM-Material hat mit 4,15 Ma.-% einen höheren Kupfergehalt als das konventionelle Material mit 3 Ma.-%.

Um einen Eindruck über die Härteverteilung innerhalb einer der LBM-Proben zu bekommen, wurden an einem Längsschliff einer stehend aufgebauten, 65 mm hohen Probe systematisch Härteprüfungen vorgenommen. Damit sollte untersucht werden, inwiefern die Entfernung zur Bauplattform einen Einfluss auf die sich einstellende Härte hat. Je nach Probenhöhe sind dabei durchaus Unterschiede denkbar. Zum Beispiel werden prinzipbedingt untenliegende Materialschichten öfter wiedererwärm und abgekühlt als Materialschichten am oberen Ende einer Probe. In Abbildung 68 ist die Entwicklung der Härtewerte in Abhängigkeit von der Probenhöhe dargestellt. Die Härtewerte liegen im Bereich um 280 HV1. Die ermittelten Werte weisen bis auf die erhöhte Härte bei $z = 65$ mm keinen erkennbaren Trend auf.

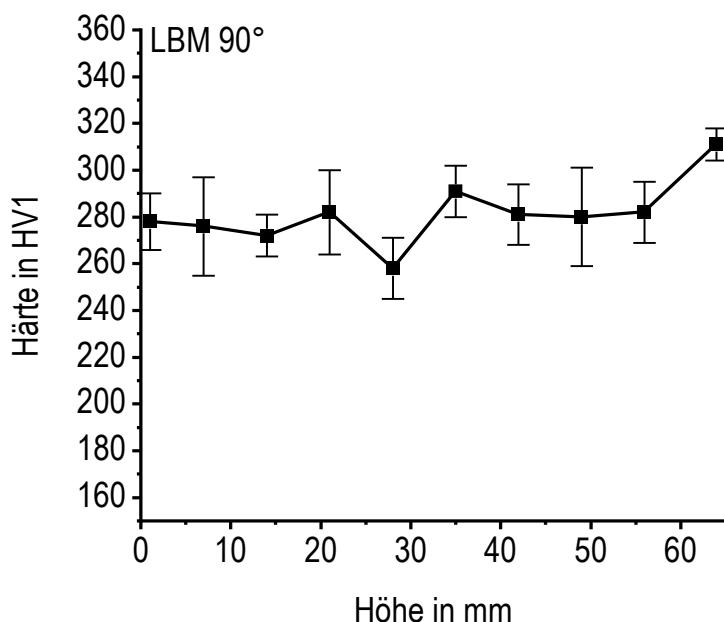


Abbildung 68: Härte in Abhängigkeit von der Höhe einer stehend aufgebauten Probe aus X5CrNiCuNb16-4 im wie gebauten Zustand

5.1.3 Zugversuch

Die Ergebnisse der Zugversuche von X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand und nach Standardwärmbehandlung sind in Abbildung 69 dargestellt. Als Referenz sind im Diagramm die Kennwerte aus ASTM A564 für den konventionell hergestellten Stahl im Zustand H900 gestrichelt eingetragen.

Die Festigkeitswerte der LBM-Proben sind im wie gebauten Zustand etwa 20 % geringer als die des konventionell hergestellten Materials. Die Zugfestigkeit der drei untersuchten Baurichtungen liegt im Bereich von 770-840 MPa, die Werte der Dehngrenze zwischen

650-780 MPa. Die Bruchdehnungswerte betragen 13-19 % für LBM und sind damit höher als bei dem konventionellen Material (ca. 11 %) im lösungsgeglühten und abgeschreckten Zustand. Bezuglich der beschriebenen Eigenschaften liegt eine geringe Anisotropie zwischen den Baurichtungen vor. Die 45°-Baurichtung verfügt über etwas höhere Festigkeiten als die liegend oder stehend aufgebauten Probekörper, analog zu den höheren Härtewerten aus Abbildung 67. Darüber hinaus ist die Bruchdehnung der liegend gebauten Proben höher als bei den stehend aufgebauten Proben.

Nach Standardwärmebehandlung ist für die LBM-Proben infolge der Ausscheidungshärtung mit kupferreichen Phasen ein signifikanter Anstieg der Festigkeiten um fast 500 MPa zu beobachten. LBM und konventioneller Werkstoff besitzen nun vergleichbare Festigkeitswerte, die den Mindestwerten für den ausscheidungsgehärteten Zustand H900 aus ASTM A564 entsprechen. Lediglich die 90°-Richtung erreicht den Richtwert für die Zugfestigkeit nicht. Für die Bruchdehnung ist ein deutlicher Rückgang auf 1-4 % zu erkennen. Der Mindestwert laut ASTM A564 im Zustand H900 liegt bei 10 %, welchen das konventionelle Material mit rund 12 % erreicht. In der Literatur sind ähnlich niedrige Bruchdehnungen für LBM-Material beobachtet worden [105, 108, 109, 112, 113]. Im Bereich der Duktilität ist also eine Notwendigkeit zur Anpassung der Wärmebehandlung für LBM-Bauteile festzustellen.

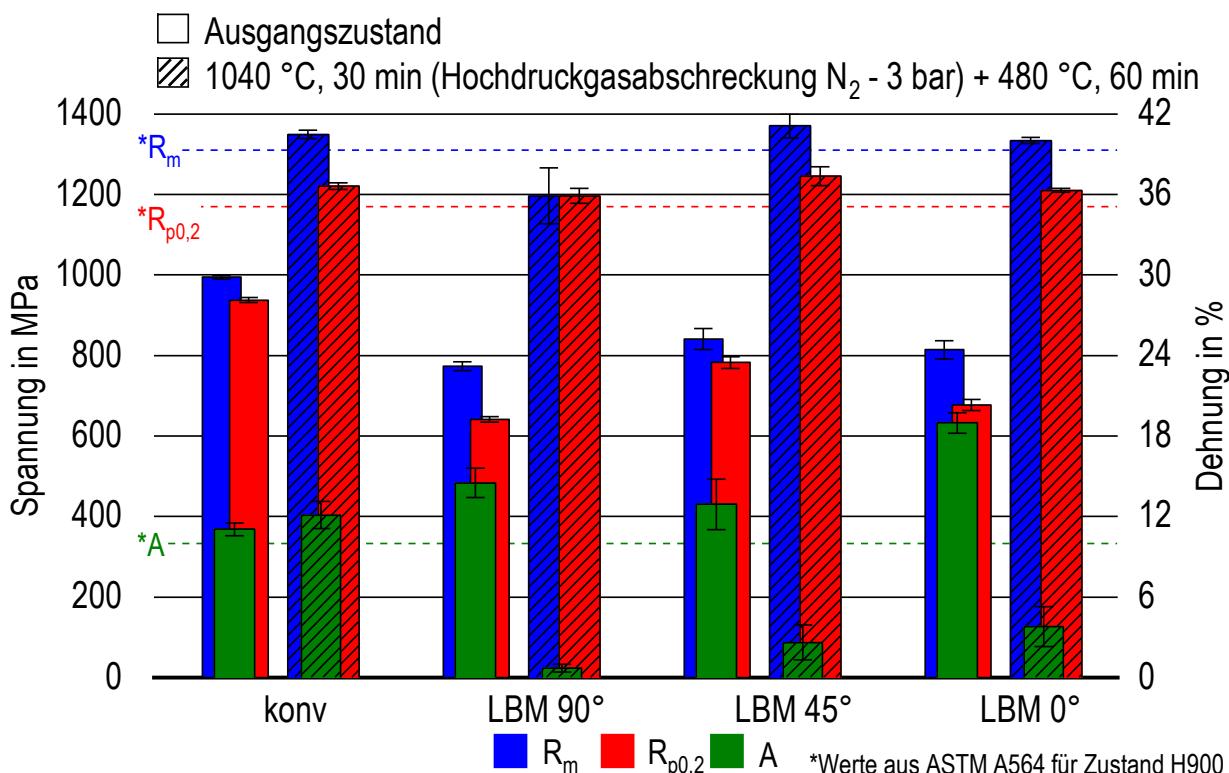


Abbildung 69: Mechanische Kennwerte aus dem Zugversuch für X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand und nach Standardwärmebehandlung

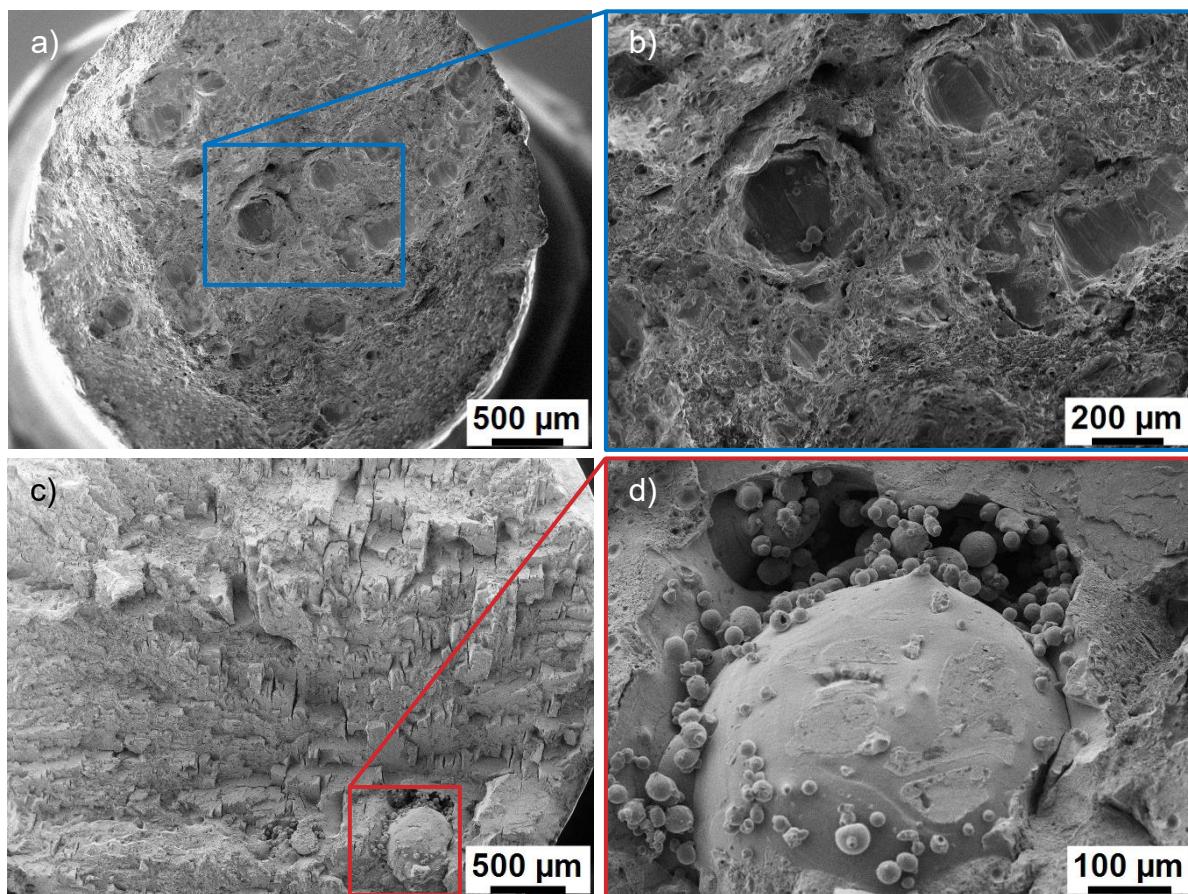


Abbildung 70: a), b) REM-Aufnahme einer Bruchfläche von X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° im wie gebauten Zustand mit Bindefehler c), d) REM-Aufnahme einer Bruchfläche von X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Standardwärmbehandlung mit nicht aufgeschmolzenem Pulver

Eine mögliche Ursache für die unterschiedlich hohen Bruchdehnungswerte der drei untersuchten Baurichtungen im wie gebauten Zustand sowie für die schlechten Bruchdehnungswerte nach Standardwärmbehandlung sind Fehler, die beim LBM-Prozess im Material entstehen können. Neben Poren sind hier insbesondere Bindefehler und nicht aufgeschmolzenes Pulver zu nennen. Von solchen Baufehlern wird unter anderem in [18, 108, 109, 113] berichtet. In Abbildung 70 sind REM-Aufnahmen ausgewählter Bruchflächen senkrecht aufgebauter Zugstäbe (90°-Richtung) dargestellt. In Abbildung 70 a) sind mehrere hundert Mikrometer große Baufehler in der Bruchfläche einer wie gebauten Probe zu finden, in Teil b) der Abbildung ist die Vergrößerung einiger Bindefehler dargestellt. Die glatten Flächen sprechen dafür, dass keine korrekte Anbindung mit der darüber liegenden Schicht erfolgte.

In Abbildung 70 c) und d) ist neben kleineren Partikeln (\varnothing 10-45 μm) ein vergleichsweise großes, sphärisches Partikel mit einem Durchmesser von etwa 500 μm in der Bruchfläche einer stehend aufgebauten Zugprobe (90°-Richtung) nach Standardwärmbehandlung zu sehen. Bei den kleineren Partikeln handelt es sich

wahrscheinlich um nicht aufgeschmolzenes Pulver, welches im Anlieferzustand einen Partikeldurchmesser von durchschnittlich 29 µm aufwies (vgl. Kapitel 3.1.2). Das große, sphärische Partikel könnte während des Bauprozesses entstanden sein. Es ist ein Fehler, der auftritt, wenn sich z. B. an einer Stelle Pulver ansammelt und die Laserleistung nicht ausreicht, um eine vollständige Aufschmelzung und Anbindung an das bereits erstarrte Material der vorhergehenden Lage zu erzeugen [177, 178].

Vermutet wird, dass die Baufehler sich besonders nach der Wärmebehandlung auswirken, da hier ein spröderes Material erzeugt wird und dies die negative Wirkung der Baufehler verstärken könnte.

5.1.4 Kerbschlagbiegeversuch

In Abbildung 71 sind die Werte aus dem Kerbschlagbiegeversuch von X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand sowie nach Standardwärmebehandlung grafisch dargestellt. Der Fehlerbalken zeigt dabei den jeweils größten bzw. kleinsten gemessenen Wert aus drei Versuchen. Hinzuweisen ist auf das verwendete Nennarbeitsvermögen von 450 J sowie Untermaßproben mit einer Breite von 5 mm nach DIN EN ISO 148-1. In den relevanten Normen ASTM A564 und DIN EN 10088-3 sind für die betrachteten Zustände keine Kerbschlagwerte vermerkt. Als ungefährer Anhaltspunkt für die Größenordnung der Kerbschlagwerte können nach ASTM A564 der Zustand H925 mit 6,8 J für höhere Festigkeiten und H1150 mit 41 J für niedrigere Festigkeiten dienen.

Der konventionelle Werkstoff zeigt im Vergleich zum LBM-Material sowohl vor als auch nach Wärmebehandlung die höheren Kerbschlagarbeiten. Im Ausgangszustand verfügt das konventionelle Material im Gegensatz zum wie gebauten LBM-Material über eine etwa viermal so hohe Kerbschlagarbeit von ca. 80 J. In den drei untersuchten Baurichtungen des LBM-Materials ergeben sich nur geringe Unterschiede mit Werten zwischen 20-25 J. Nach Durchführung der Standardwärmebehandlung sinkt die ermittelte Kerbschlagarbeit für das konventionelle Material auf etwa ein Viertel (ca. 20 J) des Ausgangszustandes. Für das LBM-Material ist bereits im Zugversuch eine deutlich verringerte Duktilität mit Bruchdehnungen von 1-4 % zu erkennen. Ähnlich ist die beobachtete Zähigkeitsabnahme im Kerbschlagbiegeversuch. Die ermittelte Kerbschlagarbeit liegt mit Mittelwerten um 1,5 J kaum höher als ein Leerschlag und deutet auf ein sehr sprödes Werkstoffverhalten hin.

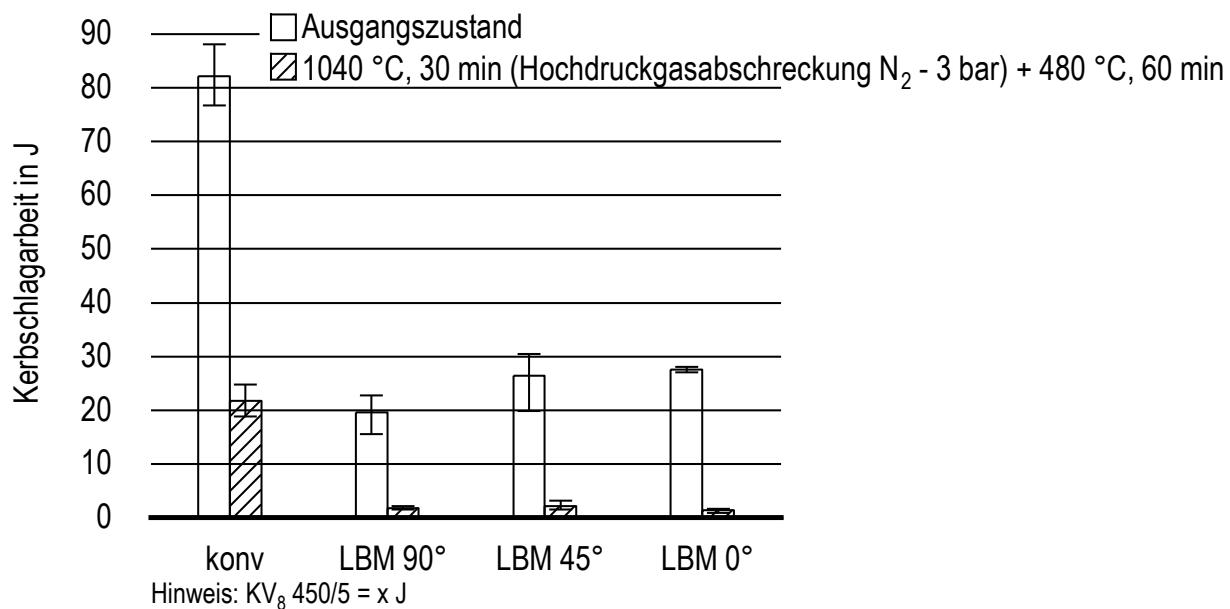


Abbildung 71: Kerbschlagarbeiten für X5CrNiCuNb16-4 Ausgangszustand und nach Standardwärmebehandlung

5.2 In-situ Analyse von Phasenumwandlungen

5.2.1 Erwärmversuche

Der martensitische, ausscheidungshärtende Stahl X5CrNiCuNb16-4 wurde sowohl dilatometrisch als auch kalorimetrisch untersucht. In Abbildung 72 sind beide Methoden am Beispiel des konventionell hergestellten Stahls X5CrNiCuNb16-4 für eine Erwärmrate von 0,1 K/s vergleichend dargestellt. Signale oberhalb der gestrichelten Linie bedeuten endotherme Auflösungsreaktionen bzw. eine relative Verlängerung der Probe, Signale unterhalb der gestrichelten Linie exotherme Ausscheidungsreaktionen bzw. eine relative Verkürzung der Probe. Allgemein zeigt sich eine gute Übereinstimmung im Vergleich der dilatometrischen und kalorimetrischen Kurve. In Abbildung 72 sind fünf charakteristische Reaktionen mit nummerierten, vertikalen Linien gekennzeichnet, welche im Folgenden diskutiert werden.

Im Temperaturbereich zwischen 300-400 °C ist im DSC der Peak (1) einer endothermen Reaktion zu sehen, wobei in der Dilatometerkurve kein zugehöriges Signal zu beobachten ist. Diese endotherme Reaktion könnte das Auflösen feiner, kupferhaltiger Teilchen sein, die während des unterkritischen Abkühlens der vorherigen Wärmebehandlung ausgeschieden wurden. Offensichtlich ruft diese Reaktion kein signifikantes Volumen- bzw. Längenänderungssignal hervor. Weiteres Erwärmen führt zu einer exothermen Reaktion (2), welche der Ausscheidung kupferreicher Phasen

zwischen 400-525 °C zuzuordnen ist [54, 60–64]. In der Dilatometerkurve ist im entsprechenden Temperaturbereich eine relative Verkürzung der Probe zu erkennen.

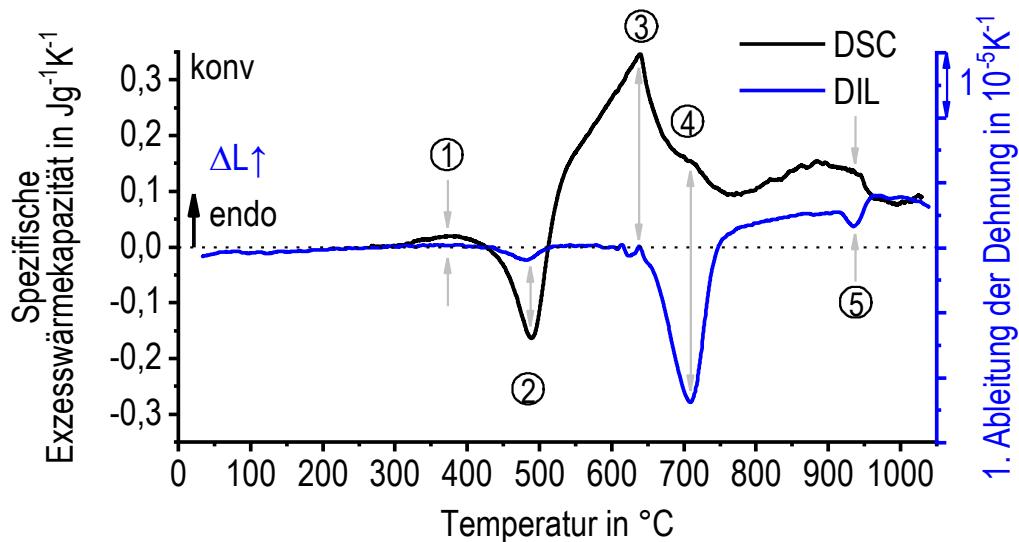


Abbildung 72: Gegenüberstellung einer kalorimetrischen und einer dilatometrischen Kurve für eine Erwärmrate von 0,1 K/s für X5CrNiCuNb16-4 konv

Das nächste charakteristische Signal in der DSC-Kurve ist ein scharfer exothermer Peak (3) bei etwa 630 °C. Eine signifikante Längenänderung an diesem Punkt ist nicht zu verzeichnen, jedoch ist in der Dilatometerkurve an dieser Stelle eine erhöhte Streuung erkennbar. Das ist mit der sprunghaften Änderung der magnetischen Eigenschaften (Curie-Punkt, ferromagnetisch zu paramagnetisch) erklärbar. Da das Erwärmen im Dilatometer induktiv erfolgt, bewirkt der magnetische Übergang eine kurzzeitige Störung der Temperaturregelung, sodass an diesem Punkt die Heizleistung plötzlich ansteigt, siehe Abbildung 73 [80]. Das Phänomen des magnetischen Übergangs tritt unabhängig von der gewählten Erwärmrate bei derselben Temperatur auf. Dabei fällt die relative magnetische Permeabilität des Werkstoffes auf den Wert 1, was eine schlagartige Zunahme der Stromeindringtiefe von ungefähr einer Zehnerpotenz bedingt und die kurzzeitige Störung zur Folge hat [73, 179–182].

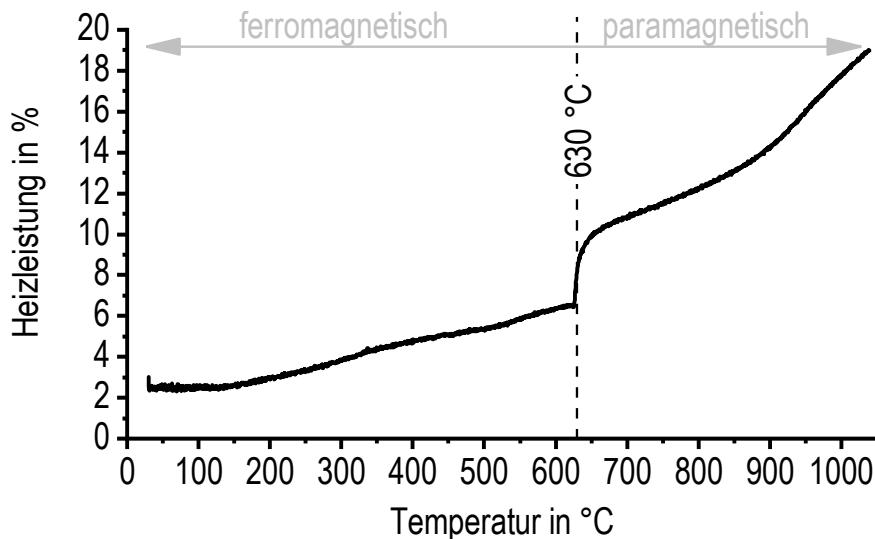


Abbildung 73: Sprunghafte Änderung der Heizleistung bei Erreichen der Curie-Temperatur für eine Erwärmrate von 0,1 K/s am Beispiel von X5CrNiCuNb16-4 konv

Direkt nach dem Peak (3) fällt das DSC-Signal scharf ab, bis zu einer Schulter bei ca. 700 °C. Ein Vergleich von dilatometrischem und kalorimetrischem Signal bei dieser Temperatur zeigt, dass die Schulter im DSC-Signal mit dem Peak (4) der Dilatometerkurve zusammenfällt. Diese Volumenverkleinerung ist typischerweise verbunden mit der Umwandlung des martensitischen in ein austenitisches Gefüge, welche bei etwa 750 °C abgeschlossen ist.

Für den ausscheidungshärtenden Stahl X5CrNiCuNb16-4 ist es notwendig, die zuvor beim Erwärmen im Martensit ausgeschiedenen, kupferreichen Phasen im Austenit wieder vollständig zu lösen. Weiteres Erwärmen führt zunächst zu einem lokalen Minimum im endothermen Bereich der DSC-Kurve bei rund 750 °C, ehe der Verlauf wieder bis zu einem Peak bei etwa 900 °C ansteigt. Das Ende dieses Peaks fällt mit einer relativen Verkürzung der Probe bei ca. 950 °C (Peak 5) zusammen. Diese Reaktion stammt vermutlich von der Auflösung von Kupfer in der austenitischen Matrix. Eine andere Möglichkeit ist die Auflösung von Carbiden oder ein zweiter Schritt der Umwandlung von Martensit in Austenit. Ein solcher zweiter Schritt konnte von Kapoor et al. [81, 183] für den martensitaushärtbaren Stahl M350 (Fe-18Ni-Co-Mo-Ti) und für den ausscheidungshärtenden Stahl 13-8 PH (X3CrNiMoAl13-8-2) beobachtet werden.

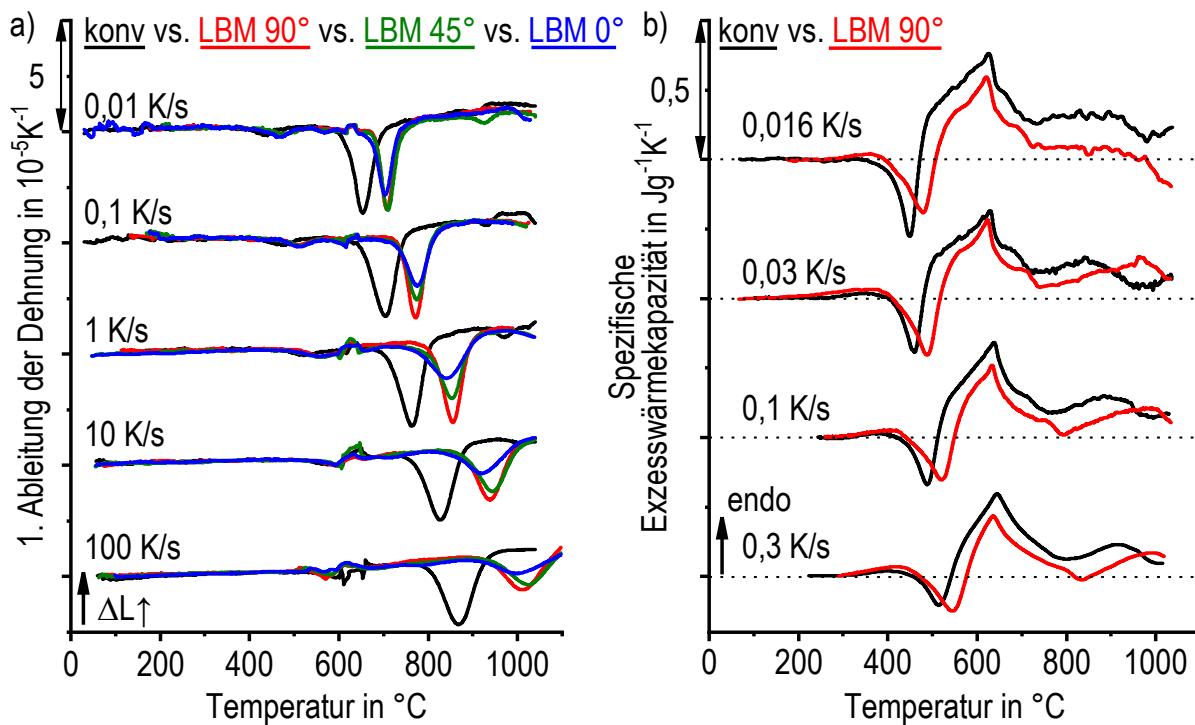


Abbildung 74: X5CrNiCuNb16-4 a) ausgewählte Dilatometer-Erwärmekurven in Form der 1. Ableitung der Dehnung von konventionellem und LBM-Material, b) Vergleich der DSC-Erwärmekurven von konventionellem und LBM-Material

In Abbildung 74 sind ausgewählte Erwärmekurven für X5CrNiCuNb16-4 konventionell sowie LBM aus dem Dilatometer a) sowie aus dem Kalorimeter b) in einem Diagramm zusammengefasst. Die Kurven sind zur Veranschaulichung, beginnend mit der langsamsten Erwärmrate von oben hin zu schnellen Erwärmraten nach unten, verschoben. Bezüglich der drei untersuchten Baurichtungen sind keine signifikanten Unterschiede im Umwandlungsverhalten festzustellen, siehe Abbildung 74 a). Lediglich die Höhe jeweiliger Peaks weicht geringfügig voneinander ab. Aufgrund der unwesentlichen Unterschiede in den untersuchten Baurichtungen wird das LBM-Material im Folgenden am Beispiel der 90°-Richtung diskutiert. Bei dem Vergleich von konventionellem und LBM-Material ergeben sich deutliche Unterschiede im Umwandlungsverhalten. Alle charakteristischen Reaktionen finden im LBM-Werkstoff bei höheren Temperaturen statt. Dabei nimmt die Temperaturdifferenz zwischen den beiden Ausgangszuständen mit steigender Erwärmrate zu. Dies ist insbesondere an der Austenitumwandlung zu erkennen, vgl. Abbildung 74 a). Lediglich die Curie-Temperatur ist für beide Werkstoffe nahezu identisch und über die gesamte Bandbreite an Erwärmraten unveränderlich bei rund 630 °C. Die Verschiebung von Reaktionen zu höheren Temperaturen im Falle des LBM-Werkstoffes lässt vermuten, dass auch die Auflösung der kupferreichen Phasen im Austenit zu höheren Temperaturen verschoben ist.

Um das Auflösen der kupferreichen Phasen im Austenit genauer zu untersuchen, wurden zusätzliche Versuche am Beispiel des konventionell hergestellten Materials unternommen. Dabei wurden DSC-Proben zunächst gezielt im Dilatometer wärmebehandelt. Sämtliche für diesen Versuch verwendete Proben wurden zunächst in denselben definierten, thermischen Zustand gebracht: Erwärmen mit 1 K/s, Austenitisieren bei 1040 °C für 30 min, Abschrecken mit 100 K/s. Anschließend wurden die lösungsgeglüht und abgeschreckten DSC-Proben im Dilatometer mit einer Erwärmrate von 0,1 K/s auf eine bestimmte, charakteristische Temperatur erwärmt und unmittelbar mit 100 K/s abgeschreckt. Dieser Schritt wird als erstes Erwärmen bezeichnet. Beginnend bei 700 °C wurde die Maximaltemperatur beim ersten Erwärmen in 50 K-Schritten systematisch bis 1100 °C erhöht. Diese DSC-Proben wurden anschließend im Setaram Labsys Evo mit 0,1 K/s wiedererwärmten (zweites Erwärmen). Eine schematische Darstellung dieser Methodik ist in Abbildung 75 zu sehen, in Abbildung 75 b) ist die Variation der Maximaltemperatur beim ersten Erwärmen anhand einer DSC-Erwärmkurve veranschaulicht.

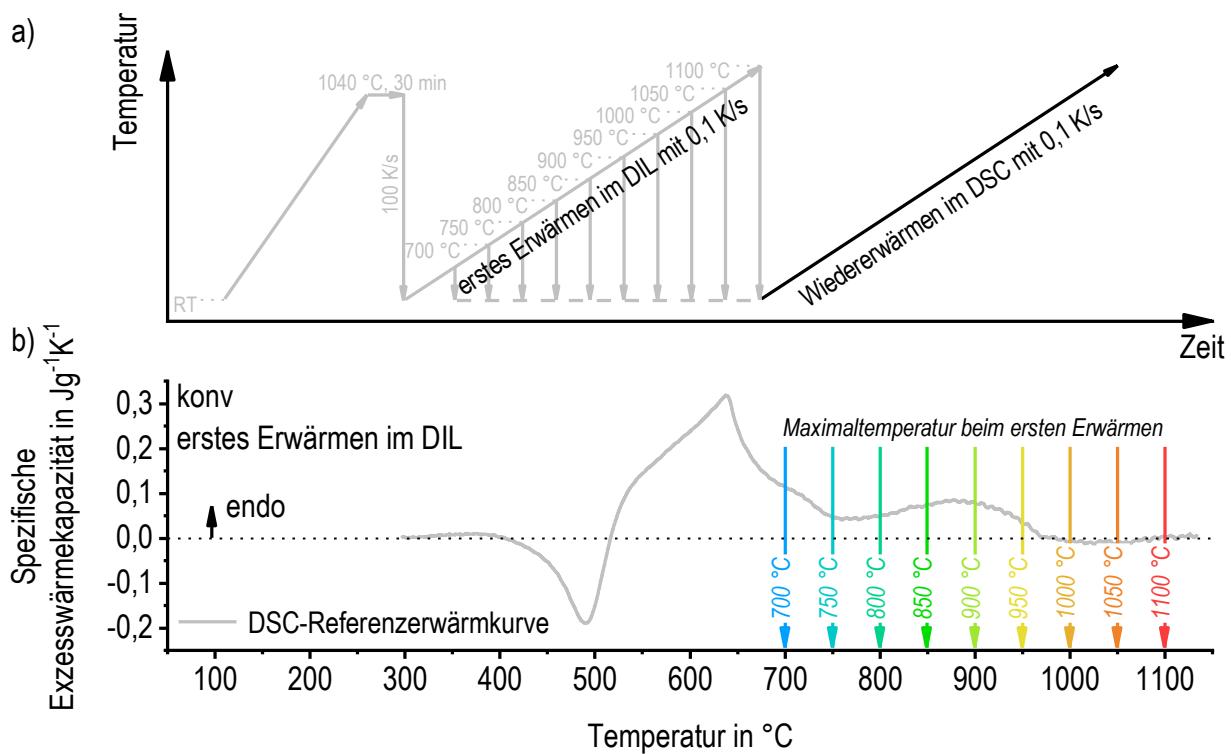


Abbildung 75: Schematische Darstellung der thermischen Behandlung zur Untersuchung des endothermen Peaks bei 900 °C in X5CrNiCuNb16-4 konv, a) Variation der Maximaltemperatur beim ersten Erwärmen im Dilatometer und anschließende Wiedererwärmung im DSC, b) Veranschaulichung des Vorgehens anhand einer DSC-Referenzerwärmkurve

Die aufgenommenen Wiedererwärmkurven aus dem DSC sind in Abbildung 76 in einem Diagramm zusammengefasst, dabei wurden für jede charakteristische Temperatur zwei Proben gemessen und gemittelt. Das Hauptaugenmerk bei der Auswertung der Wiedererwärmkurven liegt auf dem exothermen Peak zwischen 400-525 °C, bei dem die Ausscheidung der kupferreichen Phasen erfolgt. Es ist deutlich zu erkennen, dass mit steigender Maximaltemperatur des ersten Erwärmens der Ausscheidungspeak an Größe bzw. Intensität zunimmt. Eine sprunghafte Zunahme des Ausscheidungspeaks ist beim Übergang von der 850 °C-Wiedererwärmkurve zur 900 °C-Wiedererwärmkurve zu verzeichnen. Hier ist gerade ein lokales Maximum im endothermen Bereich der DSC-Kurve des ersten Erwärmens durchlaufen worden, vgl. Abbildung 75 b). Bis 950 °C bzw. 1000 °C sind nur noch geringere Zunahmen in der Größe des Ausscheidungspeaks zu erkennen. Es ist anzunehmen, dass ab etwa 975 °C eine vollständige Auflösung der zuvor ausgeschiedenen kupferreichen Phasen im Austenit erreicht wird. Für den konventionellen Werkstoff bedeutet dies, dass eine Austenitisiertemperatur von 1040 °C ausreichend hoch ist. Für das LBM-Material konnte zuvor jedoch gezeigt werden, dass sich die Umwandlungstemperaturen charakteristischer Reaktionen zu höheren Temperaturen verschieben und somit eine geeignete Austenitisiertemperatur höher als 1040 °C liegen könnte.

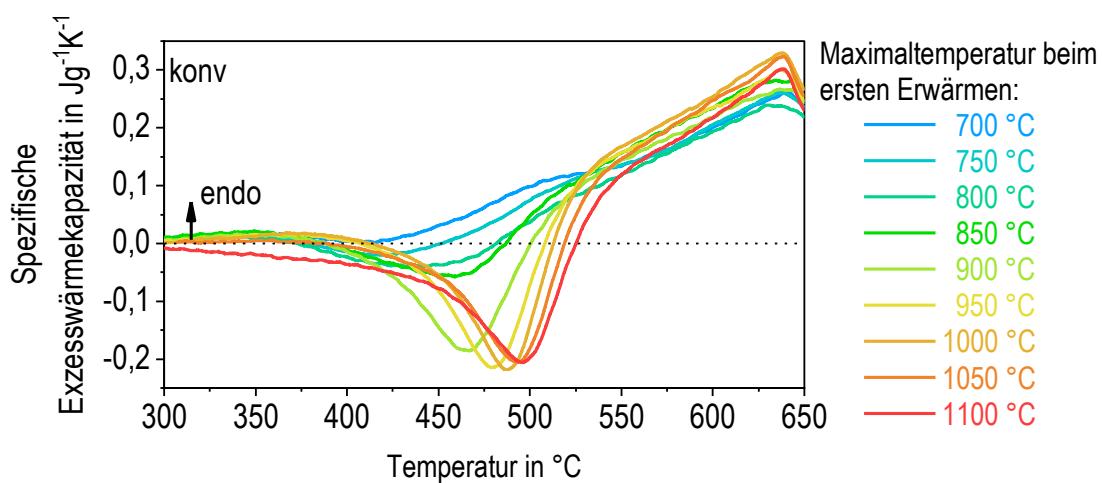


Abbildung 76: Resultierende DSC-Wiedererwärmkurven am Beispiel von X5CrNiCuNb16-4 konv

Unter Kenntnis dieses Zusammenhangs zwischen DSC-Signal und der Auflösung der kupferreichen Phasen ist in Abbildung 77 der Vergleich der DSC-Erwärmkurven von konventionellem und LBM-Material mit 0,1 K/s bis 1200 °C dargestellt. Anhand des Kurvenverlaufes wird deutlich, dass der endotherme Peak im vergrößerten Bildausschnitt beim LBM-Material bei 1040 °C noch nicht auf der Nulllinie verläuft. Während die Kurve beim konventionellen Material bereits ab rund 975 °C weitgehend parallel zur Nulllinie

verläuft, ist dies beim LBM-Material erst ab ca. 1060 °C der Fall. Das bedeutet, dass ein Austenitisieren bei 1040 °C nicht alle zuvor im Martensit ausgeschiedenen, kupferreichen Phasen im Austenit lösen kann. Aus diesem Grund werden in Kapitel 5.2.2 Abkühlversuche exemplarisch mit einer Abkühlrate von 0,03 K/s von verschiedenen Austenitisiertemperaturen bei 1040 °C (Variante 1), 1060 °C (2), 1080 °C (3), 1100 °C (4) sowie 1200 °C (5) durchgeführt, um eine für das LBM-Material geeignete Austenitisiertemperatur zu finden.

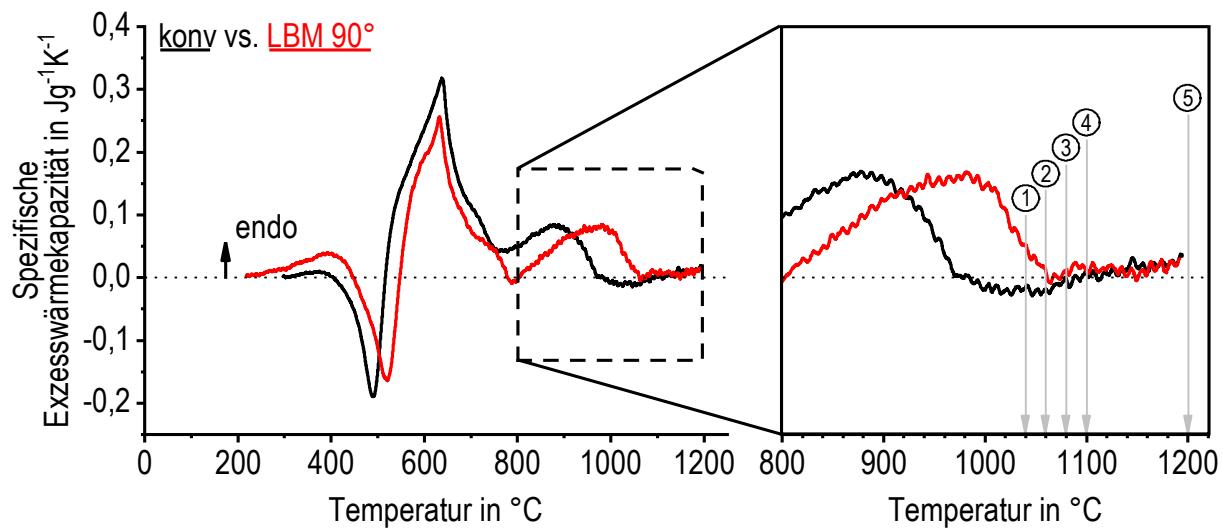


Abbildung 77: DSC-Erwärmekurve mit 0,1 K/s auf 1200 °C von X5CrNiCuNb16-4 konv und LBM 90° im Vergleich; markante Temperaturen zur Austenitisierung für anschließende Abkühlversuche an X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nummeriert

Nach den in den Erwärmversuchen mittels Dilatometrie sowie Kalorimetrie gesammelten Erkenntnissen können für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 kontinuierliche Zeit-Temperatur-Austenitisierdiagramme aufgestellt werden, siehe Abbildung 78, für das konventionelle a) sowie das LBM-Material b). Der Beginn und das Ende der Ausscheidung kupferreicher Phasen im Martensit sowie die Austenitumwandlung sind in der Literatur bereits bekannt (siehe Abbildung 10) [81], diese Zeit-Temperatur-Austenitisier-Diagramme sind jedoch unvollständig. Für das Auflösen von Cu-Clustern im Martensit sowie der kupferreichen Phasen im Austenit gibt es bislang keine Angaben in der Literatur. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird dies erstmals berücksichtigt. Als Beginn der Auflösung der kupferreichen Phasen wird das lokale Minimum bei 750 °C für X5CrNiCuNb16-4 konv herangezogen. In Abbildung 76 ist bei dieser Temperatur erstmal ein endothermer Peak in der Wiedererwärmekurve zu beobachten. Diese Ergebnisse sind über die Wärmebehandlung von LBM-Bauteilen hinaus von grundsätzlicher Bedeutung für martensitische, aushärtende Stähle. Mithilfe der DSC-Methodik kann demzufolge auch für weitere Stähle des Fe-Cu-Legierungssystems eine Erweiterung bestehender, kontinuierlicher Zeit-Temperatur-Austenitisierdiagramme erfolgen.

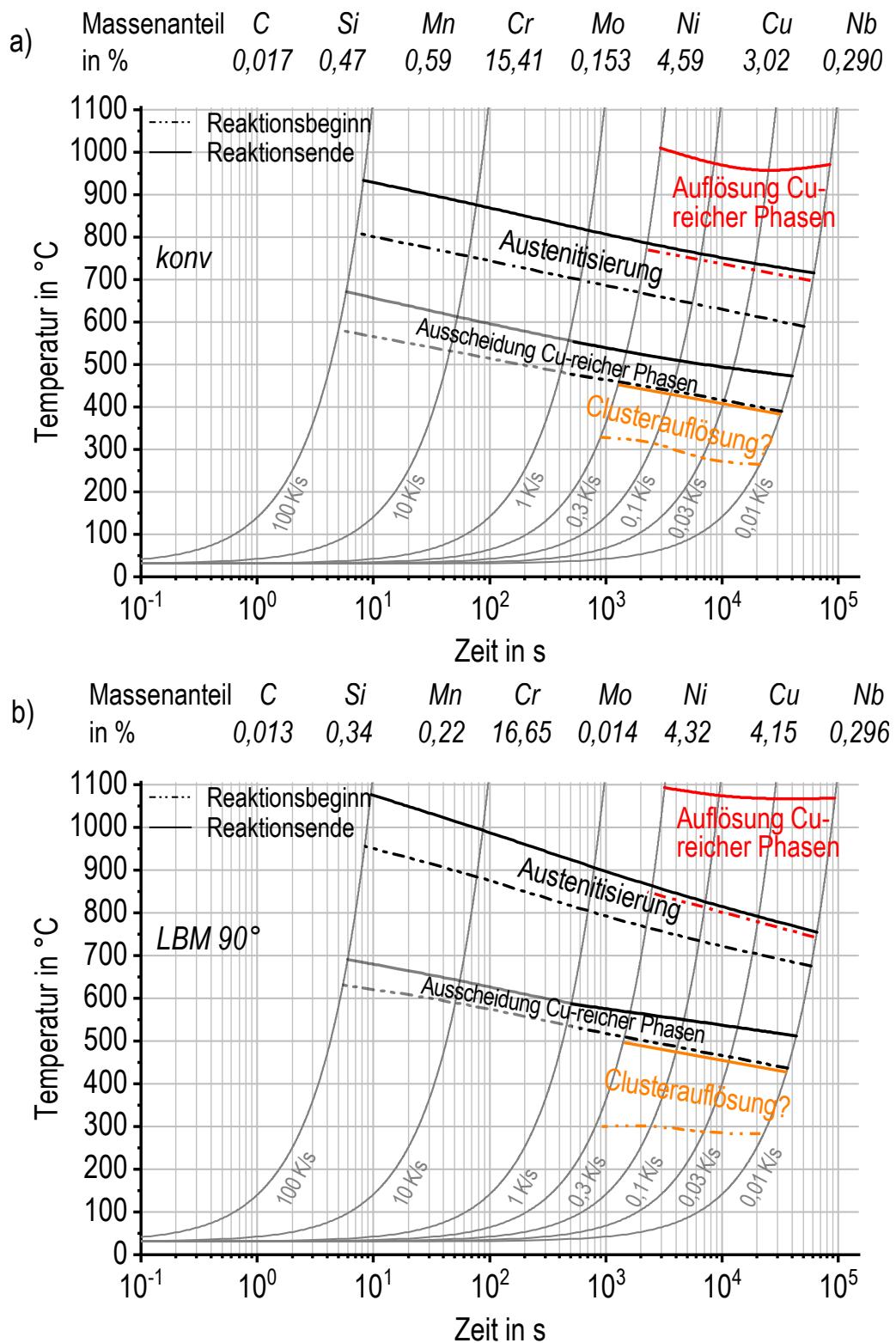


Abbildung 78: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Austenitisierdiagramm für X5CrNiCuNb16-4
 a) konv - Erwärmen aus dem austenitisiert (1038 °C, 60 min) und an bewegter Luft abgeschreckten Zustand, b) LBM 90° - Erwärmen aus dem wie gebauten Zustand

Abbildung 79 zeigt den Einfluss unterschiedlicher Ausgangszustände von X5CrNiCuNb16-4 konv auf die zugehörigen Erwärmekurven. Dabei werden vier verschiedene Zustände anhand einer Erwärmrate von 0,1 K/s diskutiert. Verglichen werden zwei austenitisiert und abgeschreckte (abgekühlt mit 0,01 K/s und 100 K/s) sowie zwei zusätzlich ausgelagerte Zustände (abgekühlt mit 100 K/s + 480 °C, 60 min und abgekühlt mit 100 K/s + 480 °C, 1800 min). Die beiden austenitisierten und abgeschreckten Zustände weisen zwischen 400-500 °C eine deutliche exotherme Reaktion auf. Infolge einer Abkühlung mit 0,01 K/s ist die Peakfläche im Vergleich zur überkritischen Abschreckung mit 100 K/s reduziert, wobei dennoch eine signifikante Übersättigung festzustellen ist. Auch eine Verschiebung zu etwas geringeren Temperaturen (Onset- sowie Peaktemperatur) ist zu beobachten. Im Vergleich zu den zusätzlich ausgelagerten Zuständen ist hier keine exotherme Reaktion zu sehen. Für den Zustand mit Auslagerung bei 480 °C für 60 min mit höchster, Härte ist die sich anschließende endotherme Reaktion deutlicher ausgeprägt und zu geringeren Temperaturen verschoben. Bei 530 °C weist die endotherme Reaktion nun eine Schulter auf. Bei verlängerter Auslagerung bei 480 °C für 1800 min, was einem stark überalterten Zustand entspricht, verschiebt sich die Schulter um ca. 40 K zu höheren Temperaturen und die Fläche unterhalb der endothermen Reaktion wird größer. Diese zusätzliche endotherme Reaktion hängt folglich mit der Auflösung kupferreicher Phasen zusammen, welche sich beim Auslagern gebildet haben. Das bedeutet, die Auflösung kupferreicher Phasen kann durchaus schon in der martensitischen Matrix beginnen, bevor die Austenitisierung einsetzt.

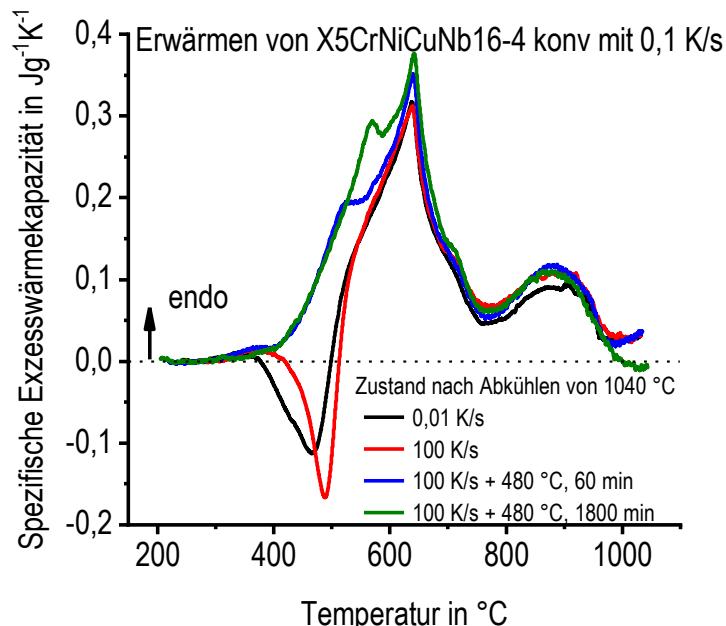


Abbildung 79: Vergleich unterschiedlicher Ausgangszustände von X5CrNiCuNb16-4 konv auf das Erwärmen: abgekühlt mit 0,01 K/s, abgekühlt mit 100 K/s, abgekühlt mit 100 K/s + 480 °C, 60 min und abgekühlt mit 100 K/s + 480 °C, 1800 min

5.2.2 Abkühlversuche

Dilatometrie und Kalorimetrie

Der Stahl X5CrNiCuNb16-4 wird in der Literatur als abschreckunempfindlich beschrieben [58, 179, 184, 185]. Diese Aussage ist darauf bezogen, dass sich weitgehend unabhängig von der gewählten Abkühlrate bei Raumtemperatur ein martensitisches Gefüge einstellt, siehe Abbildung 11. Allerdings vernachlässigt diese Aussage die abschreckinduzierte Ausscheidung der an der Ausscheidungshärtung beteiligten Legierungselemente. Im Folgenden wird vielmehr gezeigt, dass die Beschreibung von X5CrNiCuNb16-4 als abschreckunempfindlich nicht zutreffend ist.

Wie auch für das Erwärmen soll zunächst die Gegenüberstellung einer kalorimetrischen und einer dilatometrischen Kurve für das Abkühlen erfolgen. In Abbildung 80 sind beide Methoden am Beispiel des konventionell hergestellten Stahls X5CrNiCuNb16-4 für eine Kühlrate von 0,1 K/s vergleichend dargestellt. Signale oberhalb der gestrichelten Linie bedeuten endotherme Auflösungsreaktionen bzw. eine relative Verlängerung der Probe, Signale unterhalb der gestrichelten Linie exotherme Ausscheidungsreaktionen bzw. eine relative Verkürzung der Probe. In Abbildung 80 sind zwei charakteristische Reaktionen mit nummerierten, vertikalen, gestrichelten Linien gekennzeichnet, welche im Folgenden diskutiert werden. Im Abkühlverlauf, von Austenitisiertemperatur beginnend, ist eine mit (1) gekennzeichnete exotherme Reaktion zwischen 800-500 °C zu beobachten. Der Peak dieser Reaktion tritt bei 650 °C auf. Dieses Signal ist lediglich kalorimetrisch zu detektieren, im Dilatometer konnte kein entsprechendes Signal festgestellt werden. Dieser Peak wird wahrscheinlich durch die vorzeitige Ausscheidung Cu-haltiger Teilchen beim unterkritischen Abkühlen hervorgerufen. Mit fortschreitender Abkühlung ist, sowohl im DSC- als auch im Dilatometersignal, eine weitere Reaktion (2) im Bereich von rund 170-40 °C zu finden. Im Dilatometersignal ist an dieser Stelle eine deutliche Längen- bzw. Volumenzunahme zu sehen, während sich im selben Temperaturbereich eine exotherme Reaktion im DSC zeigt. Hierbei handelt es sich um die Martensitbildung.

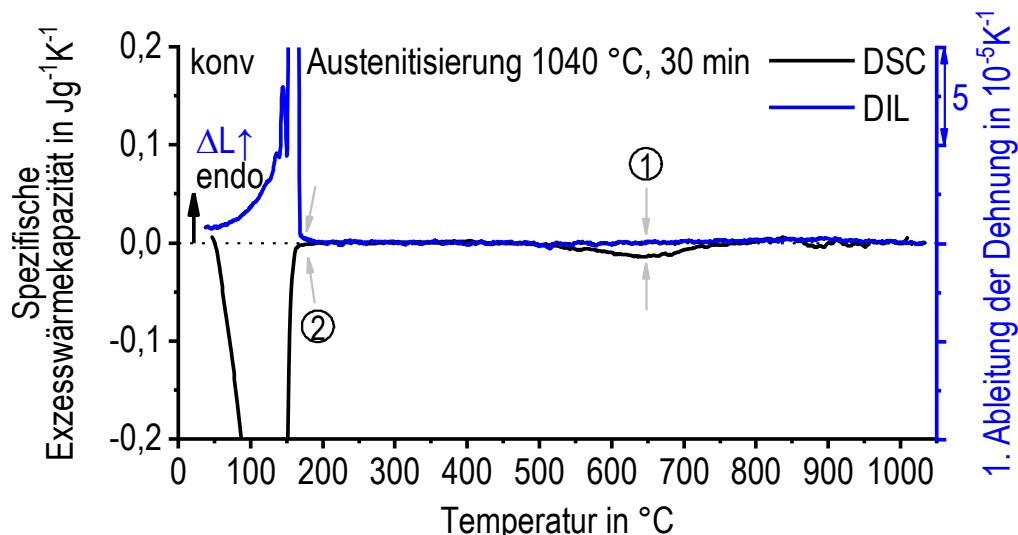


Abbildung 80: Gegenüberstellung einer kalorimetrischen und einer dilatometrischen Kurve für eine Kühlrate von 0,1 K/s für X5CrNiCuNb16-4 konv

In Abbildung 81 sind ausgewählte Abkühlkurven aus Dilatometerversuchen an X5CrNiCuNb16-4 konv und LBM 90° nach Austenitisierung bei 1040 °C für 30 min zu sehen. Abbildung 81 a) zeigt die Dehnung, Abbildung 81 b) die daraus berechneten Kurven der 1. Ableitung nach der Temperatur. Für beide Werkstoffe ist ab einer Temperatur von rund 220 °C eine deutliche Längenänderung in positiver Richtung zu erkennen. Hier beginnt die Umwandlung des austenitischen in ein martensitisches Gefüge. Die Martensitstarttemperatur des LBM-Materials liegt etwa 25-40 K oberhalb der des konventionellen Materials. Ähnlich verhält es sich bei der Martensitfinishtemperatur. Die Martensitfinishtemperatur ist bei allen untersuchten Abkühlraten jeweils oberhalb der Raumtemperatur zu finden. Das bedeutet, es ist davon auszugehen, dass sich das Gefüge bei Raumtemperatur annähernd komplett in ein martensitisches Gefüge umwandelt. Untersuchungen mittels Röntgendiffraktometrie (Mo-K α -Strahlung, Wellenlänge 0,07093 nm, Winkelbereich 21-40°, Winkelschrittweite 0,05°, Messdauer pro Winkelschritt 40 s) an einer Probe der langsamsten im Dilatometer untersuchten Abkühlrate von 0,01 K/s bestätigen diese Annahme. Das zugehörige Röntgenbeugungsdiagramm ist in Abbildung 82 zu sehen.

Mit steigender Abkühlrate verschieben sich die Martensitstart- sowie die Martensitfinishtemperatur zu geringeren Temperaturen. Neben der Martensitumwandlung sind in den Dilatometerversuchen keine weiteren Reaktionen zu erkennen. Die Ausscheidung von Carbiden oder kupferreichen Phasen konnte im Dilatometer nicht nachgewiesen werden, auch in der 1. Ableitung der Dehnung sind für alle untersuchten Kühlraten keine relevanten Reaktionen zu erkennen, vgl. Abbildung 81 b).

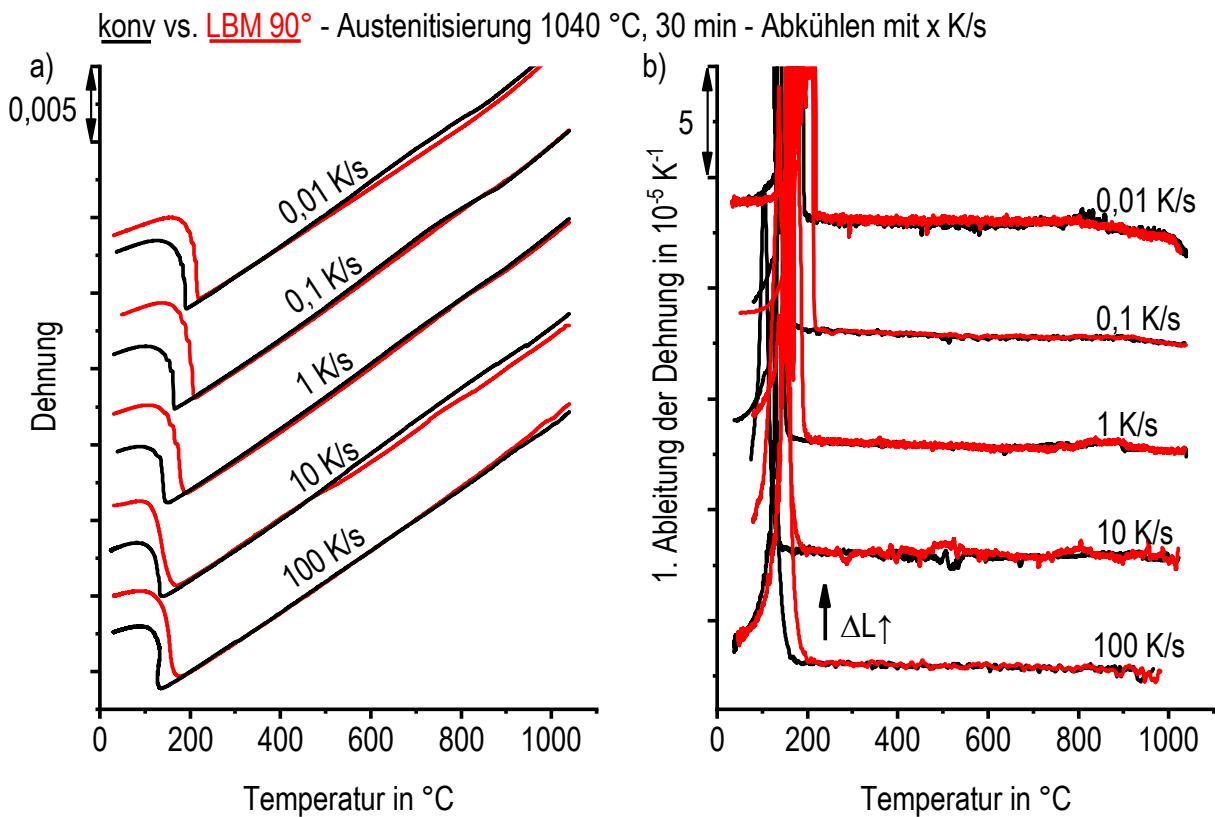


Abbildung 81: Ausgewählte Dilatometer-Abkühlkurven von X5CrNiCuNb16-4 nach Austenitisierung bei 1040 °C, 30 min a) Dehnung, b) 1. Ableitung der Dehnung

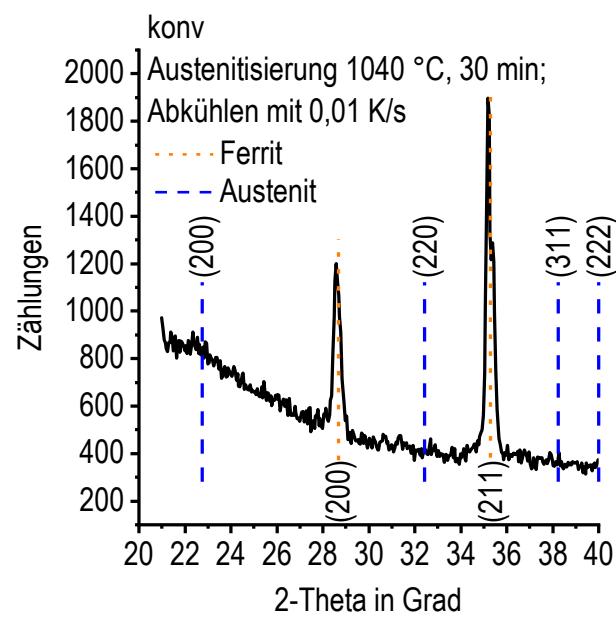


Abbildung 82: Röntgenbeugungsdiagramm des Stahls X5CrNiCuNb16-4 konv nach Austenitisierung bei 1040 °C, 30 min und Abkühlen auf Raumtemperatur mit 0,01 K/s

Ausgewählte Abkühlkurven von DSC-Versuchen für X5CrNiCuNb16-4 konv und LBM 90° nach Austenitisierung bei 1040 °C für 30 min sind in Abbildung 83 a) dargestellt. Während des Abkühlvorganges sind zwei exotherme Reaktionen zu beobachten, eine Hoch- und eine Niedertemperaturreaktion. Die Hochtemperaturreaktion findet für den konventionellen Werkstoff im Bereich von 800-600 °C statt. Die Reaktion verschiebt sich mit steigender Kühlrate zu tieferen Temperaturen. Darüber hinaus wird die Reaktion zunehmend unterdrückt. Ein Maß für den ausgeschiedenen Volumenanteil im Rahmen der Hochtemperaturreaktion ist die spezifische Ausscheidungswärme. Im Bereich der Kühlraten, die im DSC untersucht wurden, konnte diese bestimmt werden. Der Verlauf für schnelleres bzw. langsameres Abkühlen wurde nachfolgend aus Härteprüfungen abgeschätzt und mit gestrichelten Linien in Abbildung 83 b) eingetragen.

Nach dem Fe-Cu-Diagramm nimmt die Löslichkeit von Kupfer im Eisen, ausgehend von der Austenitisiertemperatur, mit sinkender Temperatur signifikant ab [57, 186]. Bei der Hochtemperaturreaktion handelt es sich wahrscheinlich um die Ausscheidung kupferreicher Phasen in der austenitischen Matrix. Die Niedertemperaturreaktion im Bereich von 220-50 °C charakterisiert die Umwandlung des austenitischen Gefüges in ein martensitisches Gefüge, vgl. Abbildung 81 a) und b). Mit steigender Abkühlrate verschiebt sich der Beginn der martensitischen Umwandlung von ca. 220 °C (0,01 K/s) zu geringeren Temperaturen von ca. 130 °C (0,3 K/s). Dabei ist ein Zusammenhang mit der Hochtemperaturreaktion denkbar. Nach Irvine ist Kupfer ein Austenit-stabilisierendes Element [55]. Wird Kupfer bei geringen Abkühlraten aus dem austenitischen Gefüge ausgeschieden, verschiebt sich somit der Umwandlungsbeginn in das martensitische Gefüge zu höheren Temperaturen, da der Austenit weniger stabil ist. Ein weiteres Indiz für die Ausscheidung kupferreicher Phasen in der Hochtemperaturreaktion liefert der Härteverlauf in Abbildung 83 b) nach unterschiedlich schneller Abkühlrate mit anschließender Auslagerung. Die Härteprüfung für die Abkühlgeschwindigkeit von 10^{-3} & 10^{-4} K/s erfolgte nach definierter Abkühlung in einem Laborofen und anschließender Auslagerung. Für die Abkühlung mit 10^{-4} K/s wurden die Proben zusätzlich in evakuierte und mit Argon gespülte Quarzglasrohre eingeschweißt. Mit steigender Abkühlrate steigt die resultierende Härte von 365 HV1 (0,001 K/s) bis zu einem Plateau bei ca. 440 HV1 an. Ab einer Abkühlrate von rund 1 K/s ist für den konventionellen Werkstoff keine weitere Härtesteigerung zu beobachten. Die abschreckinduzierten Ausscheidungen sind hier vollständig unterdrückt und die spezifische Ausscheidungswärme erreicht den Wert null. Diese Rate kann als kritische Abschreckrate des konventionellen Werkstoffs bezeichnet werden.

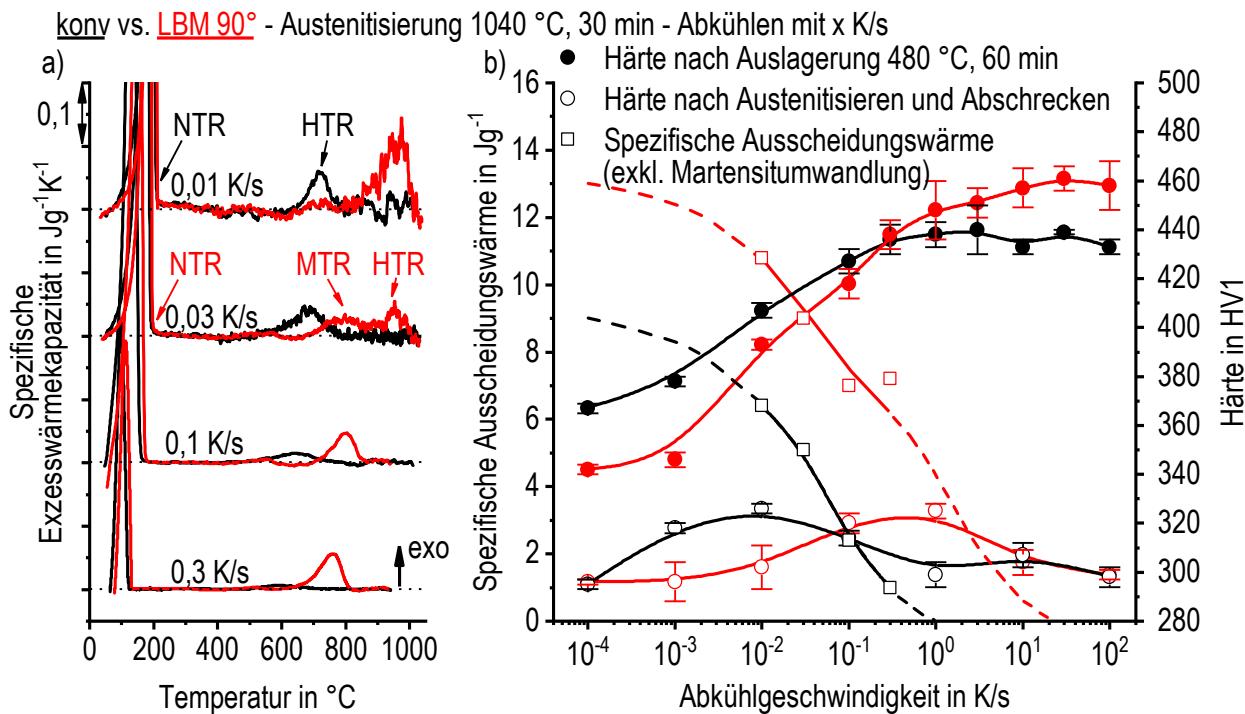


Abbildung 83: X5CrNiCuNb16-4 a) ausgewählte DSC-Abkühlkurven nach Austenitisierung bei 1040 °C, 30 min, b) Härteverlauf in Abhängigkeit von der Abkühlrate im austenitisiert und abgeschreckten sowie ausgelagerten Zustand

Im direkten Vergleich von LBM und konventionell gefertigten Proben zeigen sich in den DSC-Abkühlkurven signifikante Unterschiede. Neben der Hoch- und Niedertemperaturreaktion ist für das LBM-Material bei Kühlraten von 0,01 K/s sowie 0,03 K/s jeweils eine Mitteltemperaturreaktion im Bereich von 850-650 °C zu erkennen. Diese Mitteltemperaturreaktion schließt sich direkt an die Hochtemperaturreaktion an, beide Reaktionen überlagern einander. Die Hochtemperaturreaktion im LBM-Werkstoff beginnt etwa 200 K früher und setzt bei einer Kühlrate von 0,01 K/s unmittelbar mit Beginn des Abkühlvorgangs ein. Dies ist ein Anzeichen dafür, dass nicht alle Legierungselemente im Austenit gelöst werden konnten und die gewählte Austenitisiertemperatur ggf. nicht ausreichend hoch ist vgl. Kapitel 5.2.1. Damit ist für die abschreckinduzierte Ausscheidung keine neue Keimbildung nötig, da sich Legierungselemente an vorhandene Partikel anlagern können. Über den gesamten Bereich der untersuchten Abkühlraten ist die Hochtemperaturreaktion für das LBM-Material ausgeprägter als für den konventionellen Werkstoff, vgl. den Verlauf der spezifischen Ausscheidungswärme in Abbildung 83 b). Dies könnte aus einem größeren Anteil an Kupfer im LBM-Werkstoff resultieren, vgl. Tabelle 7. Ein denkbarer Ansatz für die Aufteilung der Hochtemperaturreaktionen in zwei separate Reaktionspeaks ist, dass bei sehr hohen Temperaturen die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase erfolgt, während bei etwas geringeren Temperaturen (850-650 °C) Vorstufen dieser Phase

ausgeschieden werden. In der Literatur ist eine unterschiedliche Morphologie bzw. Ausscheidungssequenz der kupferreichen Phasen in X5CrNiCuNb16-4 bzw. Fe-Cu-Legierungen zumindest während des Auslagerns bekannt [54, 64, 65, 69, 78, 79, 187]. Ab einer Kühlrate von 0,1 K/s ist die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase im LBM-Werkstoff eventuell unterdrückt und es wird lediglich die spezifische Ausscheidungswärme der Vorstufenphase registriert. Für den konventionellen Werkstoff ist die langsamste untersuchte Kühlrate von 0,01 K/s wahrscheinlich bereits zu schnell, um die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase beobachten zu können [50]. Die Niedertemperaturreaktion, also die Martensitumwandlung, setzt beim LBM-Material etwa 10 K früher ein, wofür ebenfalls ein höherer Kupferanteil verantwortlich sein könnte. Bei dem Vergleich von konventionellem und LBM-Werkstoff wird zudem deutlich, dass bei der schnellsten im DSC untersuchten Kühlrate, die abschreckinduzierte Ausscheidungsreaktion im LBM-Material bedeutend größer ist. Der Härteverlauf in Abhängigkeit von der Abkühlrate zeigt einen dazu passenden Verlauf, die kritische Abkühlrate liegt etwa eine Zehnerpotenz höher als bei dem konventionellen Werkstoff und die höchsten erreichten Härtewerte nach Auslagerung bei 480 °C, 60 min sind ca. 20 HV1 höher. X5CrNiCuNb16-4 LBM muss auf Basis der vorliegenden Ergebnisse mit einer kritischen Abschreckrate von ca. 10-20 K/s als abschreckempfindlich eingeordnet werden. Die abschreckinduzierten Ausscheidungen sind hier vollständig unterdrückt und die spezifische Ausscheidungswärme erreicht den Wert null.

Der Verlauf der Härtewerte im lösungsgeglüht und abgeschreckten Zustand zeigt eine ähnliche Tendenz. Die Härtewerte beider Werkstoffe liegen in einem Bereich von 300-320 HV1. Hierbei werden beim konventionellen Werkstoff bei einer Abkühlrate von 0,01 K/s die höchsten Härtewerte erreicht. Für den LBM-Werkstoff ist das gleiche Verhalten, um eine Zehnerpotenz zu höheren Abkühlraten verschoben, im Bereich von 0,1-1 K/s zu beobachten. Dass abschreckinduzierte Teilchen in einem bestimmten, kritischen Verhältnis von Größe und Anzahl eine gewisse Festigkeitssteigerung hervorrufen können, wurde in der Literatur sowohl anhand von Fe-Cu-Legierungen als auch an Aluminiumlegierungen und Nickelbasislegierungen nachgewiesen [159, 161, 188–190]. Demnach können abschreckinduzierte Teilchen bei einer bestimmten Kühlrate bzw. Kühlratengrenze festigkeitssteigernde Teilchen hervorbringen. Langsameres und schnelleres Abkühlen führt zu groben Teilchen bzw. unterdrückt die Ausscheidung.

Der Nachweis, dass sich während der Abkühlung von Austenitisiertemperatur kupferreiche Phasen in der austenitischen Matrix von X5CrNiCuNb16-4 bilden, ist mithilfe von Mikrostrukturaufnahmen erfolgt. In Abbildung 84 sind entsprechende REM-Aufnahmen des Stahls X5CrNiCuNb16-4 nach Abkühlung von 1040 °C mit 0,001 K/s zu sehen. Sowohl im konventionellen als auch im LBM-Material sind Partikel mit unbestimmter Form und einer Größe von bis zu 2 µm zu finden. Während für das konventionelle Material (Abbildung 84 a)) vorwiegend wenige und größere Partikel beobachtet werden, sind für das LBM-Material (Abbildung 84 c)) wesentlich mehr Partikel mit unterschiedlicher Größenverteilung vorhanden. Im Zusammenhang mit der chemischen Zusammensetzung und den DSC-Ergebnissen von Abkühlversuchen lässt sich diese Beobachtung begründen. Im LBM-Material ist der Kupferanteil mit 4 Ma.-% etwa 1 Ma.-% höher als im konventionellen Material, zudem sind im DSC-Signal beim Abkühlen des LBM-Materials zwei Ausscheidungsreaktionen aufgetreten, vgl. Abbildung 83 a). Daher bilden sich erheblich mehr kupferhaltige Partikel mit unterschiedlicher Partikelgrößenverteilung. Eine EDX-Analyse der aufgenommenen Partikel lässt eine ungefähre Abschätzung der chemischen Zusammensetzung zu. Dabei ist eine signifikante Anhäufung von Kupfer in diesen Partikeln detektiert worden, siehe Abbildung 84 b).

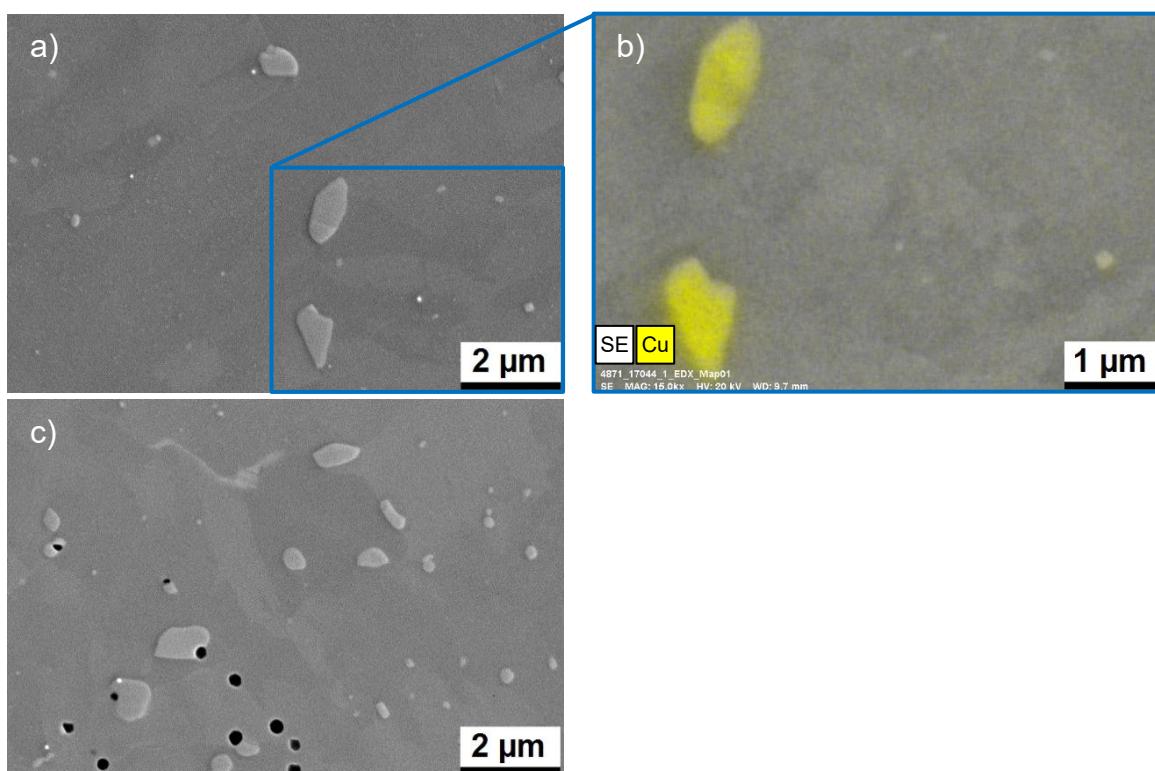


Abbildung 84: REM-Aufnahmen von X5CrNiCuNb16-4 nach Abkühlung von 1040 °C mit 0,001 K/s a) konv, b) konv + EDX, c) LBM 90°

Nach den in den Abkühlversuchen mittels Dilatometrie sowie Kalorimetrie gesammelten Erkenntnissen können für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 kontinuierliche Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramme aufgestellt werden, siehe Abbildung 85, a) für konventionell und b) für LBM. Dabei werden neben Martensitstart- und Martensitfinishtemperatur erstmals auch Start und Ende der Ausscheidung kupferreicher Phasen während des Abkühlens in einem kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm berücksichtigt. Dadurch gewinnen die Diagramme auch über die Wärmebehandlung von LBM-Bauteilen hinaus an Bedeutung. Da die möglichen Abkühlraten im DSC auf einen bestimmten Bereich begrenzt sind, ist die kritische Abkühlrate für die abschreckinduzierten Ausscheidungen anhand der Härteverläufe abgeschätzt und der weitere Verlauf des Ausscheidungsbereiches in das ZTU-Diagramm gestrichelt eingetragen worden. Die höhere kritische Abkühlrate des LBM-Werkstoffs (ca. 10 K/s) gegenüber dem konventionellen Werkstoff (ca. 1 K/s) wird nochmals deutlich. Eine weitere Folge des begrenzten Kühlratenbereiches im verwendeten Hochtemperatur-DSC ist, dass bei noch langsamerem Abkühlen für den konventionellen Werkstoff ebenfalls eine Zweiteilung der Reaktionspeaks der abschreckinduzierten Ausscheidung kupferreicher Phasen zu erwarten ist. Die langsamste untersuchte Kühlrate von 0,01 K/s ist vermutlich bereits zu schnell, um die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase hervorzurufen. Die Reaktion, welche hier anhand des konventionellen Werkstoffes ermittelt wurde, stellt sehr wahrscheinlich die Ausscheidung von Vorstufenphasen dar.

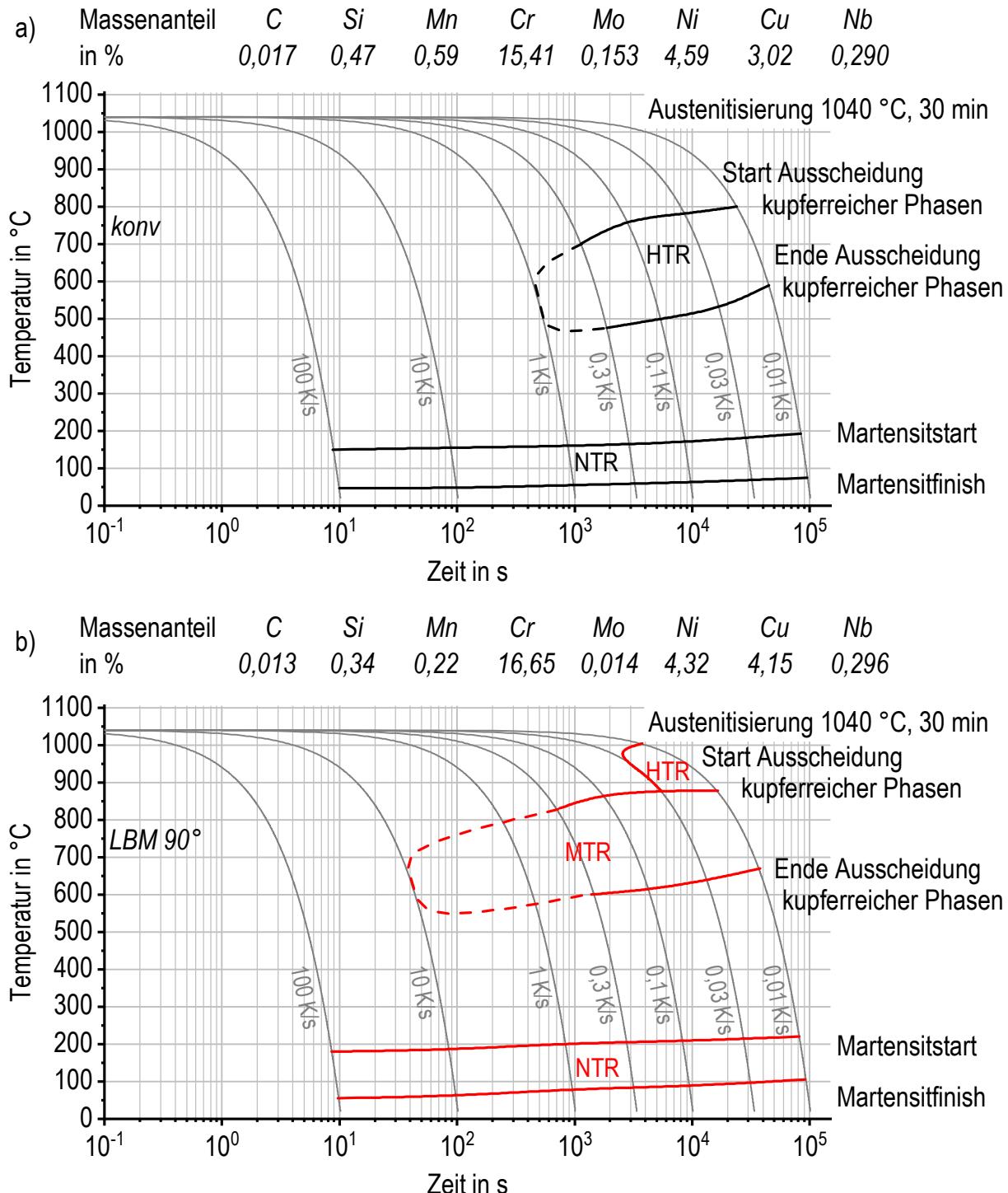


Abbildung 85: Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm für X5CrNiCuNb16-4
a) konv, b) LBM 90°

In Bezug auf Kapitel 5.2.1 sind für X5CrNiCuNb16-4 LBM DSC-Abkühlversuche von höheren als den üblichen Austenitisiertemperaturen durchgeführt worden. In Abbildung 86 sind exemplarisch die Abkühlkurven von 1040 °C, 1060 °C, 1080 °C, 1100 °C sowie 1200 °C mit einer Abkühlrate von 0,03 K/s dargestellt. Relevant für die folgenden Betrachtungen sind die beiden exothermen Reaktionen (Hoch- und Mitteltemperaturreaktion) im Temperaturbereich zwischen 1100-700 °C. Während die Hochtemperaturreaktion für eine Austenitisiertemperatur von 1040 °C fast mit Beginn des Abkühlens einsetzt, ist ab einer Austenitisiertemperatur von 1060 °C ein reaktionsfreier Bereich zu sehen, welcher mit steigender Austenitisiertemperatur größer wird. Ein zweiter Effekt ist, dass die Mitteltemperaturreaktion zunehmend dominiert. Die Hochtemperaturreaktion wird zunehmend unterdrückt und die Mitteltemperaturreaktion nimmt bis zu einer Austenitisiertemperatur von 1200 °C stetig zu. Hier ist die Hochtemperaturreaktion nahezu komplett unterdrückt. Davon ausgehend, dass in diesen Reaktionen kupferreiche Phasen ausgeschieden werden, ist anzunehmen, dass mit höheren Austenitisiertemperaturen mehr Kupfer im Austenit gelöst werden kann. Ein weiterer Aspekt ist die Ausscheidung von Carbiden, die sich beim Abkühlen ebenfalls im relevanten Temperaturbereich bilden können. In X5CrNiCuNb16-4 ist unter anderem Niob enthalten, welches in Verbindung mit Kohlenstoff Carbide bildet. Aus der Literatur ist bekannt, dass die Löslichkeit dieser Carbide im Austenit mit steigender Austenitisiertemperatur stark zunimmt. Lösen sich diese Carbide auf, kann es zu Kornwachstum und schlechteren mechanischen Eigenschaften kommen [82, 184, 191]. Aufgrund dieser Tatsache und der Ergebnisse der Erwärmversuche in Kapitel 4.2.1, insbesondere bezüglich Abbildung 77, werden die nachfolgenden Abkühlexperimente mit einer Austenitisiertemperatur von 1100 °C durchgeführt

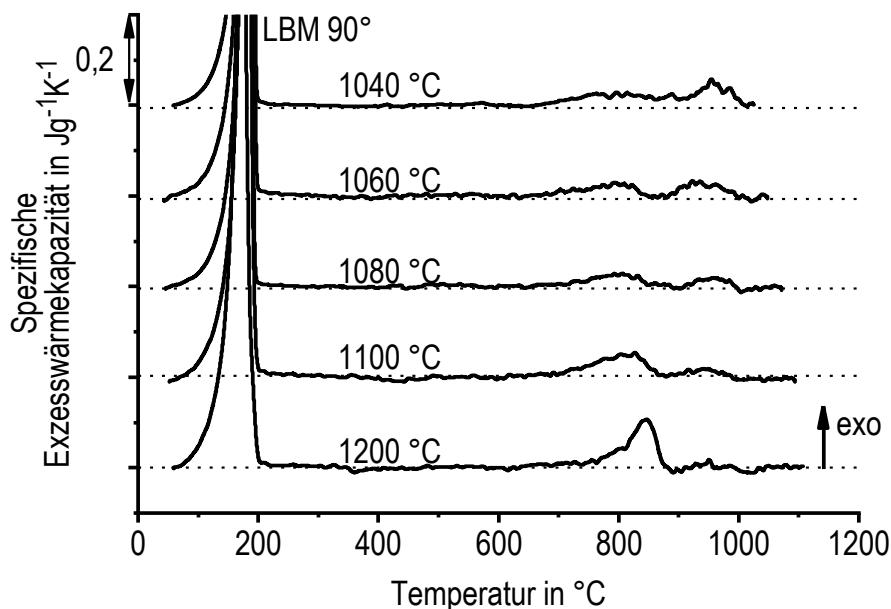


Abbildung 86: Einfluss der Austenitisiertemperatur von 1040 °C bis 1200 °C auf die DSC-Abkühlkurve von X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° am Beispiel einer Kühlrate von 0,03 K/s

Die Ergebnisse der DSC-Abkühlversuche an X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° von 1100 °C im Vergleich zu 1040 °C sind in Abbildung 87 in gleicher Art und Weise wie in Abbildung 83 zusammengefasst. Während des Abkühlvorganges sind für beide Austenitisiertemperaturen grundsätzlich die gleichen Reaktionen zu sehen. Auffällig ist jedoch, dass die Reaktionen im Hochtemperaturbereich deutlich ausgeprägter sind. Das spricht dafür, dass mit der erhöhten Austenitisiertemperatur mehr Legierungselemente im Austenit gelöst werden konnten und bestätigt die in Kapitel 5.2.1 getroffene Annahme. Während die Reaktionen bei einer Austenitisiertemperatur von 1040 °C sofort mit Beginn des Abkühlvorgangs einsetzen, ist während der Abkühlung von 1100 °C eine gewisse Unterkühlung zu erkennen, ehe die Hochtemperaturreaktionen beginnen. Ein weiterer Punkt, der diese Annahme unterstützt, ist der Härteverlauf in Abhängigkeit von der gewählten Abkühlrate nach Auslagerung, siehe Abbildung 87 b). Die Härteprüfung für die Abkühlgeschwindigkeit von 10^{-3} & 10^{-4} K/s erfolgte nach definierter Abkühlung in einem Laborofen und anschließender Auslagerung. Für die Abkühlung mit 10^{-4} K/s wurden die Proben zusätzlich in evakuierte und mit Argon gespülte Quarzglasrohre eingeschweißt. Die Proben wurden mit 10^{-4} K/s bis 720 °C, anschließend an ruhender Luft bis auf Raumtemperatur abgekühlt. Die relevanten Bereiche der abschreckinduzierten Ausscheidung von Teilchen sollten nach Betrachtung der DSC-Ergebnisse bis 720 °C bereits durchlaufen worden sein. Der prinzipielle Härteverlauf für beide Austenitisiertemperaturen ist ähnlich, für eine Austenitisiertemperatur von 1100 °C

werden jedoch nahezu über den gesamten untersuchten Abkühlbereich höhere Härtewerte erreicht. Der höchste hier erzielte Härtewert bei einer Abkühlrate von 100 K/s liegt mit ca. 490 HV1 etwa 30 HV1 höher als das Maximum nach Austenitisierung bei 1040 °C und anschließender Auslagerung. Auch der Härteverlauf im lösungsgeglüht und abgeschreckten Zustand weist für die erhöhte Austenitisiertemperatur höhere Härten auf. Die kritischen Abkühlraten von ca. 10-20 K/s zur Vermeidung der abschreckinduzierten Ausscheidung sowie die Peakhärte im lösungsgeglüht und abgeschreckten Zustand bei 1 K/s sind für beide Austenitisiertemperaturen vergleichbar.

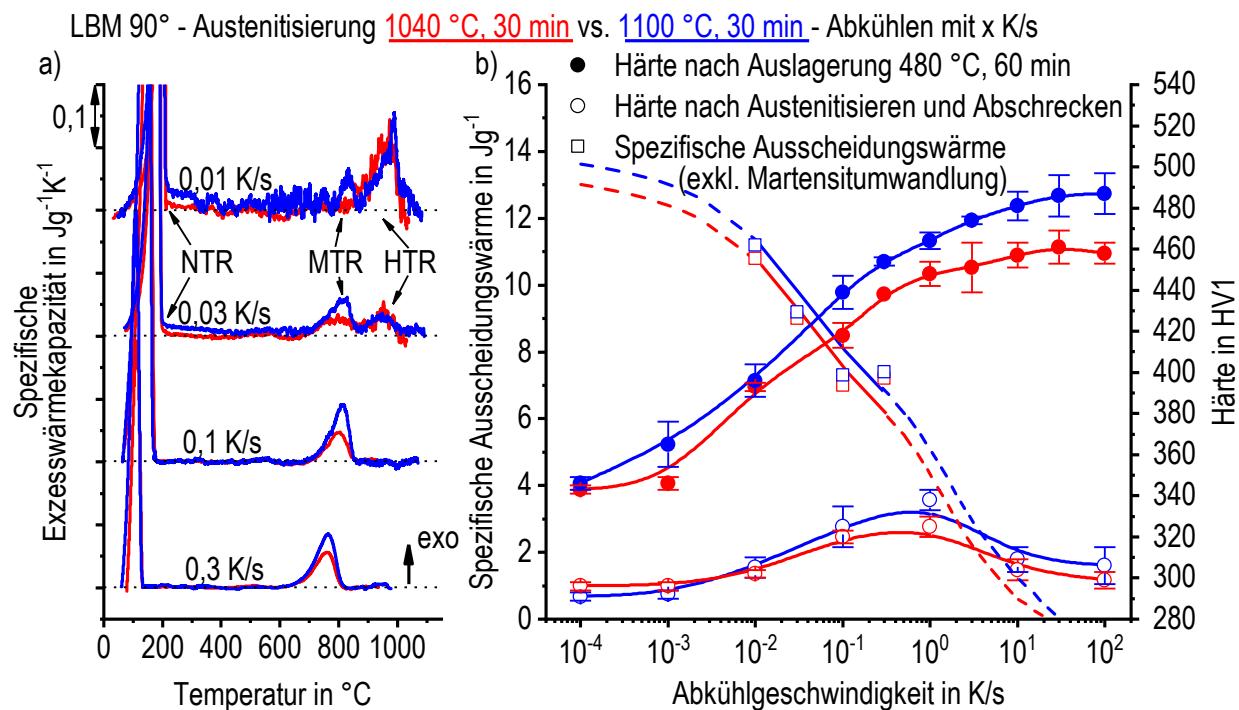


Abbildung 87: X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° a) ausgewählte DSC-Abkühlkurven nach Austenitisierung bei 1040 °C, 30 min im Vergleich zu 1100 °C, 30 min, b) Härteverlauf in Abhängigkeit von der Abkühlrate im austenitisiert und abgeschreckten sowie ausgelagerten Zustand

Thermomechanische Analyse - Stauchversuch

Abbildung 88 zeigt die Ergebnisse der thermomechanischen Untersuchungen an X5CrNiCuNb16-4 LBM 45° in ähnlicher Darstellung wie die Härteverlaufskurven in Abbildung 87 b) nach Austenitisierung bei 1100 °C für 30 min und Abschreckung, aber ohne Auslagerung. Im Gegensatz zur Härteprüfung bei Raumtemperatur erfolgte die Durchführung des Stauchversuches gerätebedingt auf erhöhter Temperatur bei 400 °C, um sicherzustellen, dass die verwendeten Keramikstempel (max. Kraft bis 12 kN) nicht beschädigt werden. Dargestellt sind jeweils die ermittelten Werte der wahren Spannung für eine plastische Dehnung von 0,1 % bzw. 0,2 %. Die Fehlerbalken zeigen die Abweichung des größten bzw. des kleinsten Wertes vom Mittelwert aus drei Einzelversuchen. Bei dem Vergleich der Kurven aus dem Stauchversuch mit der Härteverlaufskurve im austenitisiert und abgeschreckten Zustand (Abbildung 87) zeigt sich eine gute Übereinstimmung. Die abschreckinduzierte Ausscheidung von Teilchen während des Abkühlens führt im Stauchversuch zu einer Dehngrenzenzunahme. Bei einer Kühlrate von 0,1 K/s wurde eine maximale Dehngrenze von rund 190 MPa ermittelt. Das Maximum der Härte im lösungsgeglüht und abgeschreckten Zustand liegt bei einer Kühlrate von 1 K/s. Damit ist die Auswirkung auf die Dehngrenze bzw. Härte bei beiden Untersuchungsmethoden vergleichbar. Allerdings ist die Peakhärte um eine Zehnerpotenz in Richtung höherer Kühlraten verschoben als der Peak der Dehngrenze. Dies lässt sich dadurch erklären, dass die Dehngrenze sensibler auf kleine, festigkeitssteigernde Teilchen reagiert, als die Härte.

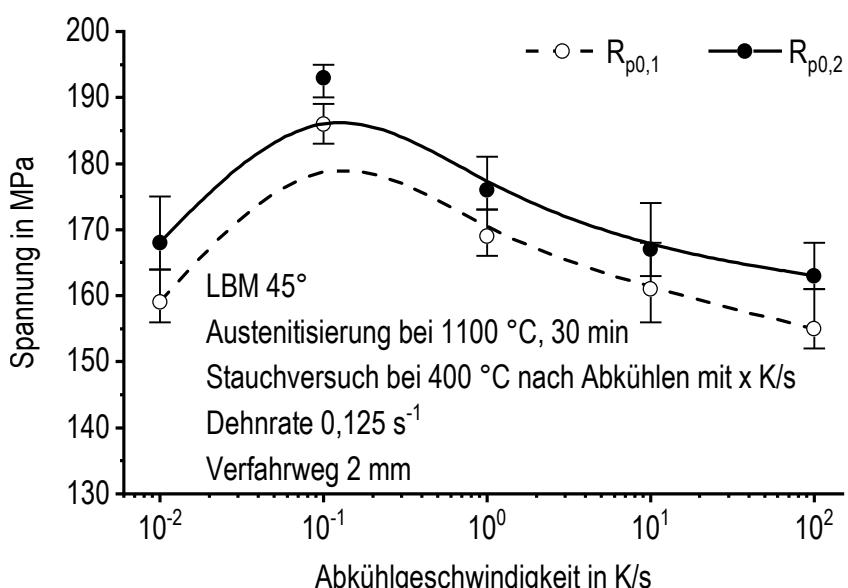


Abbildung 88: Mechanische Kennwerte aus Stauchversuchen bei 400 °C in Abhängigkeit von der Abkühlgeschwindigkeit von 1100 °C für X5CrNiCuNb16-4 LBM 45°

Warmauslagerungsversuche nach Austenitisieren und Abschrecken

Infolge der erhöhten Austenitisiertemperatur wurde ein Auslagerungsdiagramm aufgenommen, um den Einfluss auf die resultierenden Härtewerte zu untersuchen, siehe Abbildung 89. Dabei wurde neben verschiedenen Auslagerungsparametern auch die Dauer auf Austenitisiertemperatur betrachtet. Die Proben wurden definiert im Dilatometer erwärmt, austenisiert bei 1100 °C für 6 min bzw. 30 min und mit 100 K/s überkritisch abgeschreckt. Die anschließende Auslagerung erfolgte im Laborofen bei Temperaturen von 480 °C sowie 540 °C für eine Zeitdauer von 0,1 h bis 100 h. Als Ausgangspunkt und zur Einordnung der gemessenen Härtewerte ist die Härte nach Standardwärmebehandlung sowie im wie gebauten Zustand als waagerechter grauer Balken eingetragen. Die Balkenhöhe entspricht dabei dem Mittelwert inklusive Standardabweichung.

Der Härteverlauf weist für die beiden untersuchten Austenitisierdauern keine signifikanten Unterschiede auf. Für die untersuchten Auslagerungstemperaturen ergeben sich jedoch deutlich verschiedene Härteverläufe. Für die Auslagerungstemperatur von 480 °C steigt die Härte zunächst an. Das Härtemaximum liegt bei ca. 500 HV1 zwischen 3 h und 30 h. Eine Abnahme der Härtewerte ist bis zu einer Auslagerungsdauer von 100 h nicht zu beobachten. Für eine Auslagerungstemperatur von 540 °C ist der Härteanstieg zu Beginn des Warmauslagerns steiler als für 480 °C, erreicht aber bereits nach 0,1 h bis 0,3 h sein Maximum bei etwa 470 HV1. Weiteres Auslagern führt zur Überalterung auf einen Wert von ca. 380 HV1 nach 100 h.

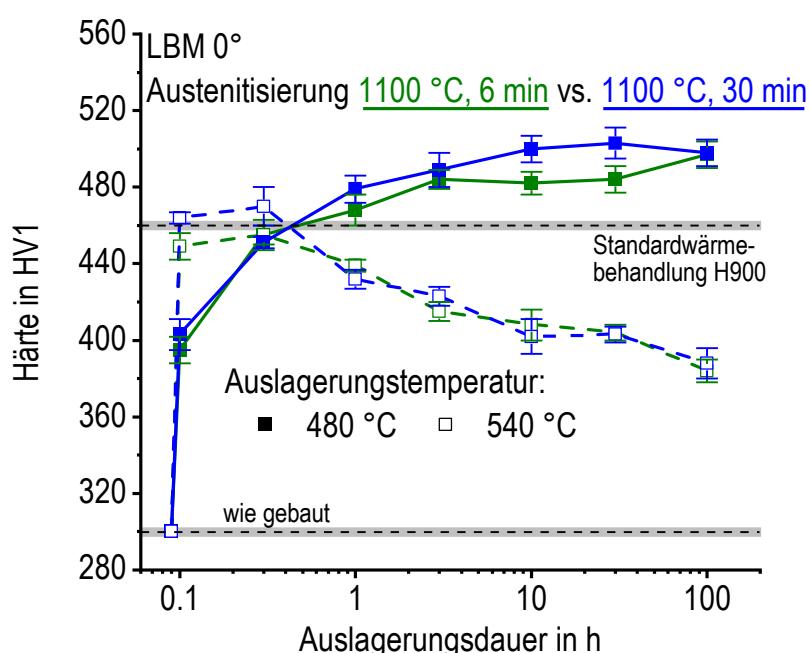


Abbildung 89: Einfluss der Warmauslagerung auf die Härte nach Austenitisierung bei 1100 °C für 6 min und 30 min für X5CrNiCuNb16-4 LBM 0°

5.2.3 Mikrostrukturuntersuchungen

Metallografische Untersuchungen - Lichtmikroskopie

Eine genauere Analyse der beim Abkühlen entstehenden Ausscheidungen wird im Folgenden anhand des LBM-Materials nach Austenitisierung bei 1100 °C für 30 min vorgenommen. Untersucht werden prinzipiell die lösungsgeglüht und abgeschreckten Proben. Abbildung 90 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen (polierter Zustand) nach variierender Abkühlgeschwindigkeit von 0,0001 K/s bis 0,1 K/s in jeweils zwei verschiedenen Vergrößerungen. Allen der dargestellten Schliffbilder sind die dunklen, runden Poren gemein, die in der folgenden Diskussion nicht weiter betrachtet werden sollen.

Für die langsamste Kühlrate mit 0,0001 K/s sind in der Matrix eine Reihe von Teilchen (dunkelgraue und kupferfarbene) zu beobachten. Im Schliffbild mit der kleineren Vergrößerung sind dunkelgraue, scharfkantige Teilchen mit unterschiedlicher Form vorhanden. Im Zentrum der Aufnahme befindet sich ein dreieckiges Teilchen, während im oberen, rechten Bildausschnitt ein langgestrecktes Teilchen zu sehen ist. Die kompakteren dieser Teilchen sind einige μm breit und bis zu 5 μm lang. Das langgestreckte Teilchen dagegen ist nur rund 600 nm breit, bei einer Länge von bis zu 10 μm . Die dunkelgrauen, scharfkantigen Teilchen sind bis zu einer Kühlrate von 0,001 K/s im Material zu finden. Während sie hier bereits weniger zahlreich und in kleineren Abmessungen vorliegen, ist die Ausscheidung dieser Teilchen bei schnellerer Abkühlung soweit unterdrückt, dass sie im Lichtmikroskop nicht mehr sichtbar sind.

Die zweite Gruppe von Partikeln sind kupferfarben und weisen eher abgerundete Kanten/Ecken auf. Dabei sind sowohl Partikel im Bereich mehrerer Mikrometer Größe zu sehen, als auch kleinere Partikel im Bereich einiger hundert Nanometer entstanden. Besonders deutlich sind beide Partikelgrößen für eine Abkühlung mit 0,0001 K/s zu erkennen. Die größeren Partikel haben eine unbestimmte Form und liegen in verhältnismäßig kleiner Anzahl vor, die kleineren Partikel sind i. d. R. rundlich und in größerer Anzahl vorhanden. Ab einer Kühlrate von 0,001 K/s sind auch die größeren Partikel kaum größer als 1 μm . Mit weiter steigender Kühlrate werden weniger und kleinere, kupferfarbene Teilchen ausgeschieden. Für eine Kühlrate von 0,01 K/s sind die Ausscheidungen noch gut erkennbar, bei 0,1 K/s sind die Partikel so klein, dass sie im Lichtmikroskop praktisch nicht mehr sichtbar sind.

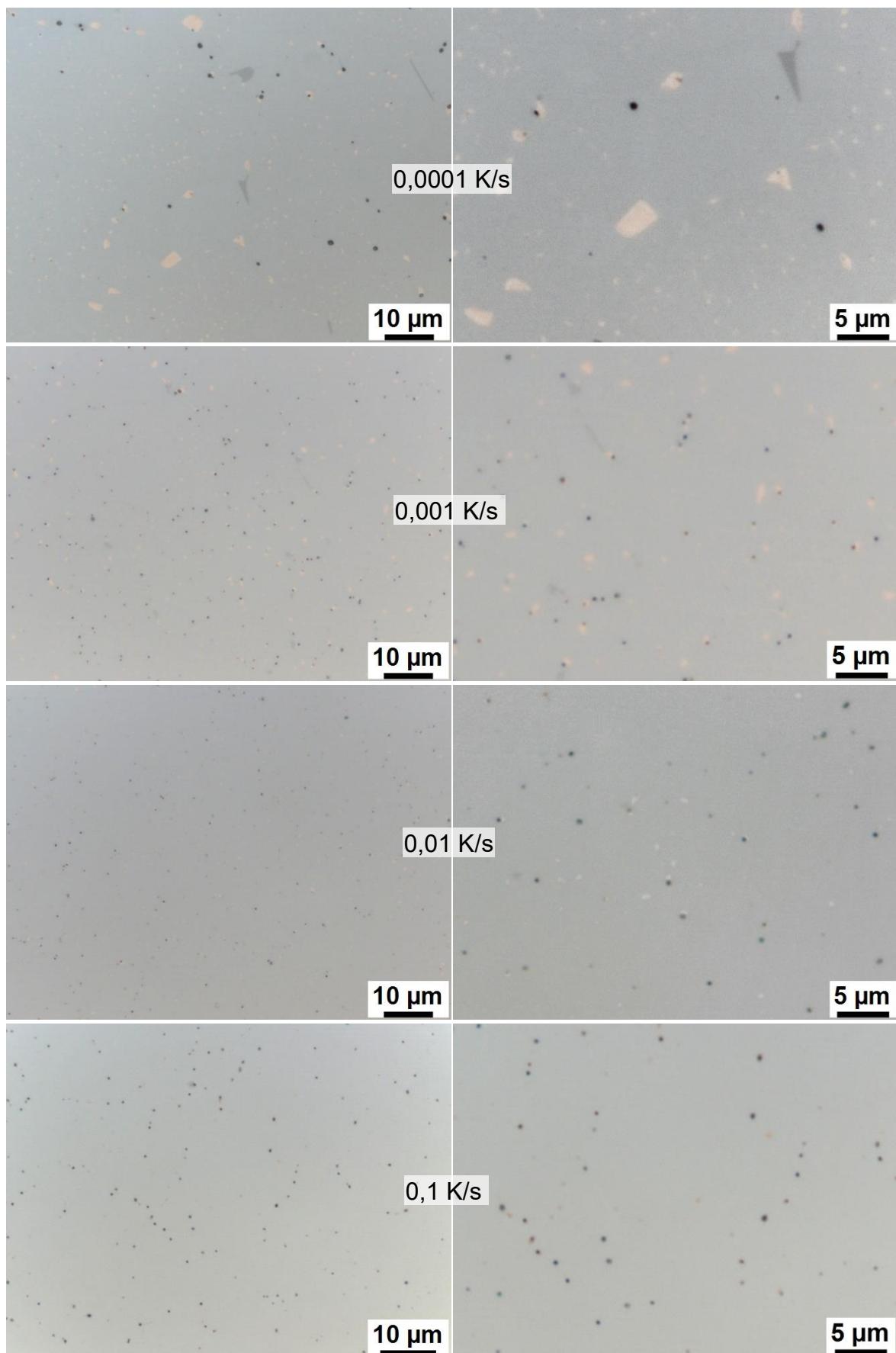


Abbildung 90: Entwicklung der Ausscheidungen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach variierender Abkühlgeschwindigkeit im Lichtmikroskop

Metallografische Untersuchungen - Rasterelektronenmikroskopie

Abbildung 91 veranschaulicht anhand einer Bilderreihe aus dem REM die Entwicklung der Ausscheidungen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach variierender Abkühlgeschwindigkeit. Im REM wurden dieselben lösungsgeglüht und abgeschreckten Proben untersucht, die auch schon für die Härtewerte und die lichtmikroskopischen Aufnahmen herangezogen wurden. Für die Bilderserie lag das Hauptaugenmerk auf den im lichtmikroskopischen Schliff kupferfarben erscheinenden Ausscheidungen. Poren (dunkel) sollen auch hier nicht weiter diskutiert werden.

Für eine Kühlrate von 0,0001 K/s sind die beschriebenen Ausscheidungen deutlich zu sehen. Mit steigender Kühlrate nehmen Größe sowie Anzahl der ausgeschiedenen Teilchen kontinuierlich ab. Während im Lichtmikroskop bereits ab 0,1 K/s keine Ausscheidungen mehr zu sehen sind, können im REM bis zu einer Kühlrate von 10 K/s Ausscheidungen in der Matrix gefunden werden. Diese sind mit weißen Kreisen in den Aufnahmen kenntlich gemacht. Bei einer Kühlrate von 100 K/s sind keine abschreckinduzierten Teilchen mehr im REM zu erkennen.

Abbildung 92 und Abbildung 93 zeigen jeweils eine EDX-Flächenanalyse einer mit 0,0001 K/s abgekühlten Probe aus dem REM. Dabei werden in Abbildung 92 Teilchen mit unbestimmter Form untersucht, in Abbildung 93 vordergründig ein stäbchenförmiges Teilchen. Die relevanten chemischen Elemente für die Analyse sind jeweils Kupfer, Niob, Chrom sowie Eisen.

Aus den beiden Abbildungen wird deutlich, dass sowohl die flächigen Teilchen mit unbestimmter Form als auch die stäbchenförmigen Teilchen in erster Linie aus Kupfer bestehen. Neben den kupferreichen Teilchen weisen einige kleinere Teilchen einen signifikanten Anteil an Niob auf. Zu beobachten ist, dass sich insbesondere die größeren der kupferreichen Teilchen an Grenzen von Gebieten mit unterschiedlichen Chromanteilen befinden. Der Eisen- und Chromanteil in den kupferreichen Ausscheidungen ist deutlich geringer als in der umgebenden Matrix.

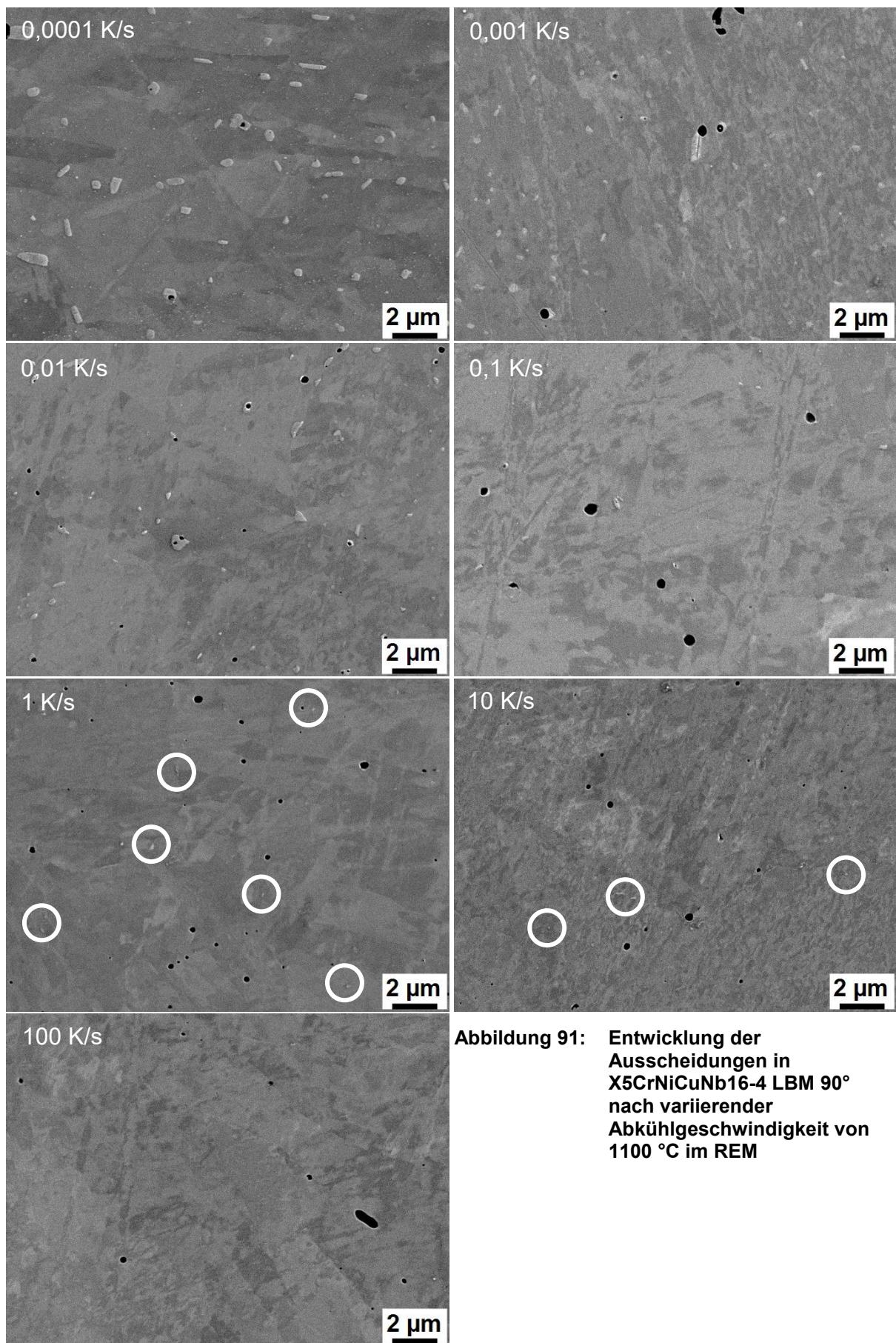


Abbildung 91: Entwicklung der Ausscheidungen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach variierender Abkühlgeschwindigkeit von 1100 °C im REM

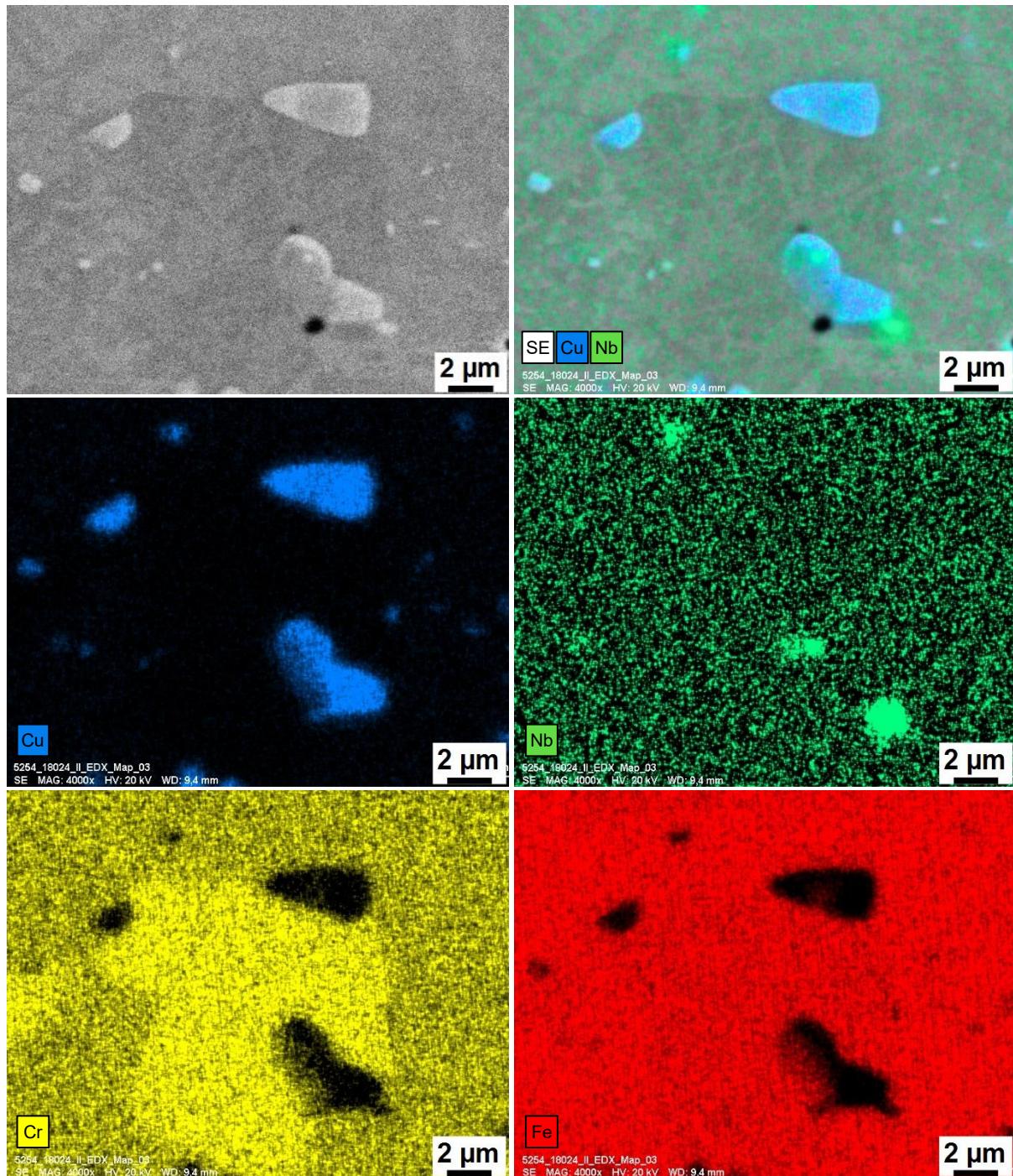


Abbildung 92: EDX-Analyse von kupferreichen, flächigen Ausscheidungen und einer Reihe kupfer- und niobreicher Teilchen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Abkühlung von 1100 °C mit 0,0001 K/s

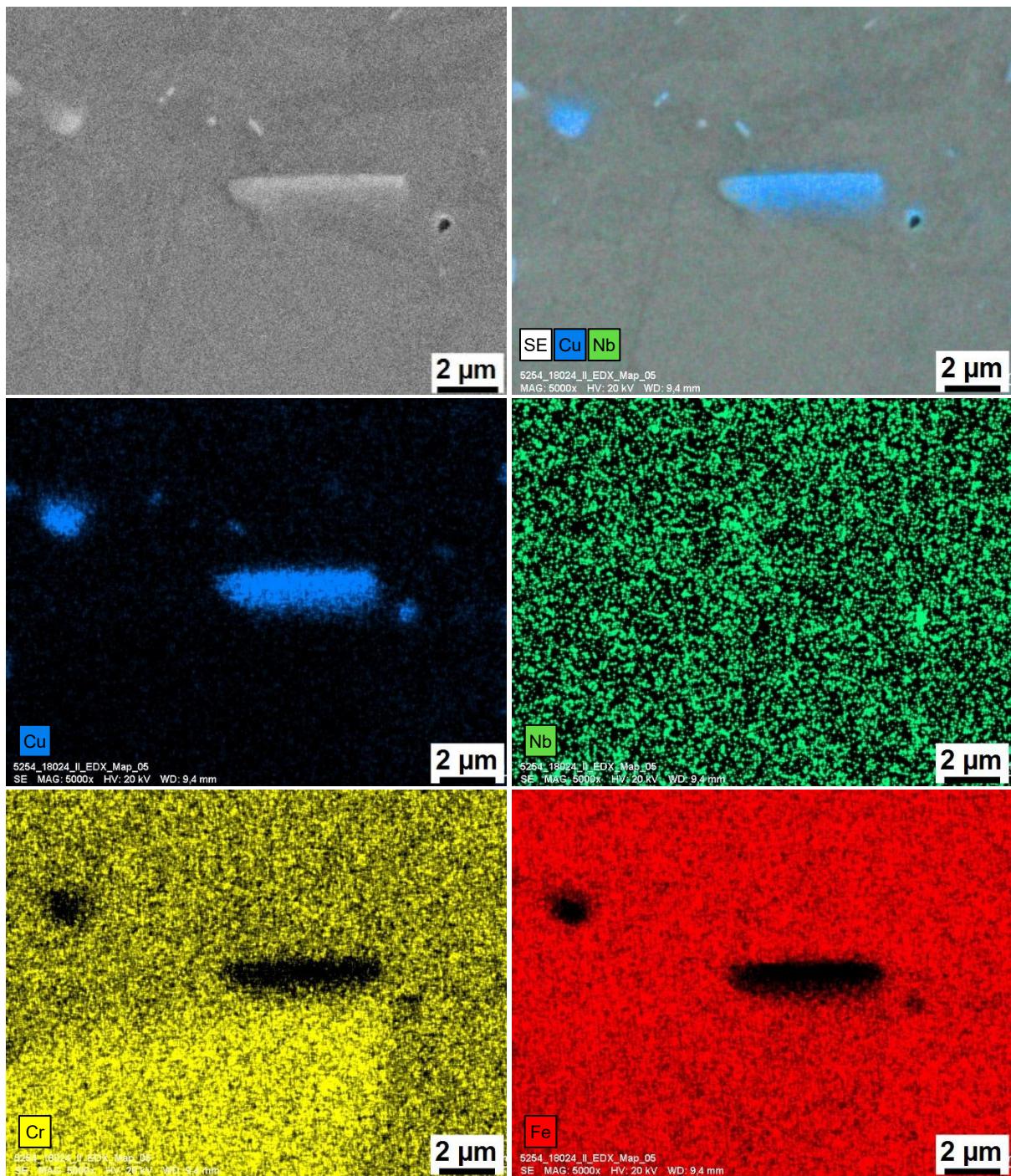


Abbildung 93: EDX-Analyse eines stäbchenförmigen sowie von runden kupferreichen Ausscheidungen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Abkühlung von 1100 °C mit 0,0001 K/s

Abbildung 94 und Abbildung 95 zeigen ebenfalls EDX-Flächenanalysen aus dem REM einer mit 0,0001 K/s abgekühlten Probe. Dabei werden in Abbildung 94 in erster Linie nadelförmige Teilchen untersucht, in Abbildung 95 vordergründig ein scharfkantiges, dreieckiges Teilchen. Die relevanten chemischen Elemente für die Analyse sind dabei jeweils Kupfer, Niob, Chrom sowie Eisen.

Die Ergebnisse der EDX-Untersuchungen zeigen, dass die nadelförmigen Ausscheidungen im Bereich mehrerer Mikrometer Größe vorwiegend aus Niob bestehen. Dabei handelt es sich wahrscheinlich um niobreiche Carbide oder Carbonitride. Diese niobreichen Ausscheidungen sind vermutlich ebenso wie die kupferreichen Phasen, die in den Aufnahmen ebenfalls zahlreich zu beobachten sind, im Rahmen der Hochtemperaturreaktionen während des Abkühlvorganges von Austenitisiertemperatur entstanden. Die niobreichen Ausscheidungen sind im Bereich von erhöhten Chromgehalten zu finden. Die beiden stäbchenförmigen Ausscheidungen in Abbildung 94 weisen mit einer Breite von 0,6-0,8 µm und einer Länge von 9-12 µm ein hohes Aspektverhältnis auf. Der Eisengehalt in den Ausscheidungen ist signifikant kleiner als in der umgebenden Matrix. Die niobreiche, flächige Ausscheidung in Abbildung 95 weist eine Länge von rund 10 µm auf. Im Gegensatz zu den als Stäbchen erscheinenden Ausscheidungen in Abbildung 94 ist diese Ausscheidung mit etwa 3 µm deutlich breiter, mit einem geringeren Aspektverhältnis.

Neben den größeren, niobreichen Ausscheidungen sind auch in diesen Aufnahmen zahlreiche kupferreiche Phasen detektiert worden. Die verhältnismäßig kleinen, kupferreichen Partikel liegen überwiegend in runder Form vor. Bemerkenswert ist, dass die kupferreichen Teilchen nicht in Bereichen mit erhöhtem Chromanteil zu finden sind.

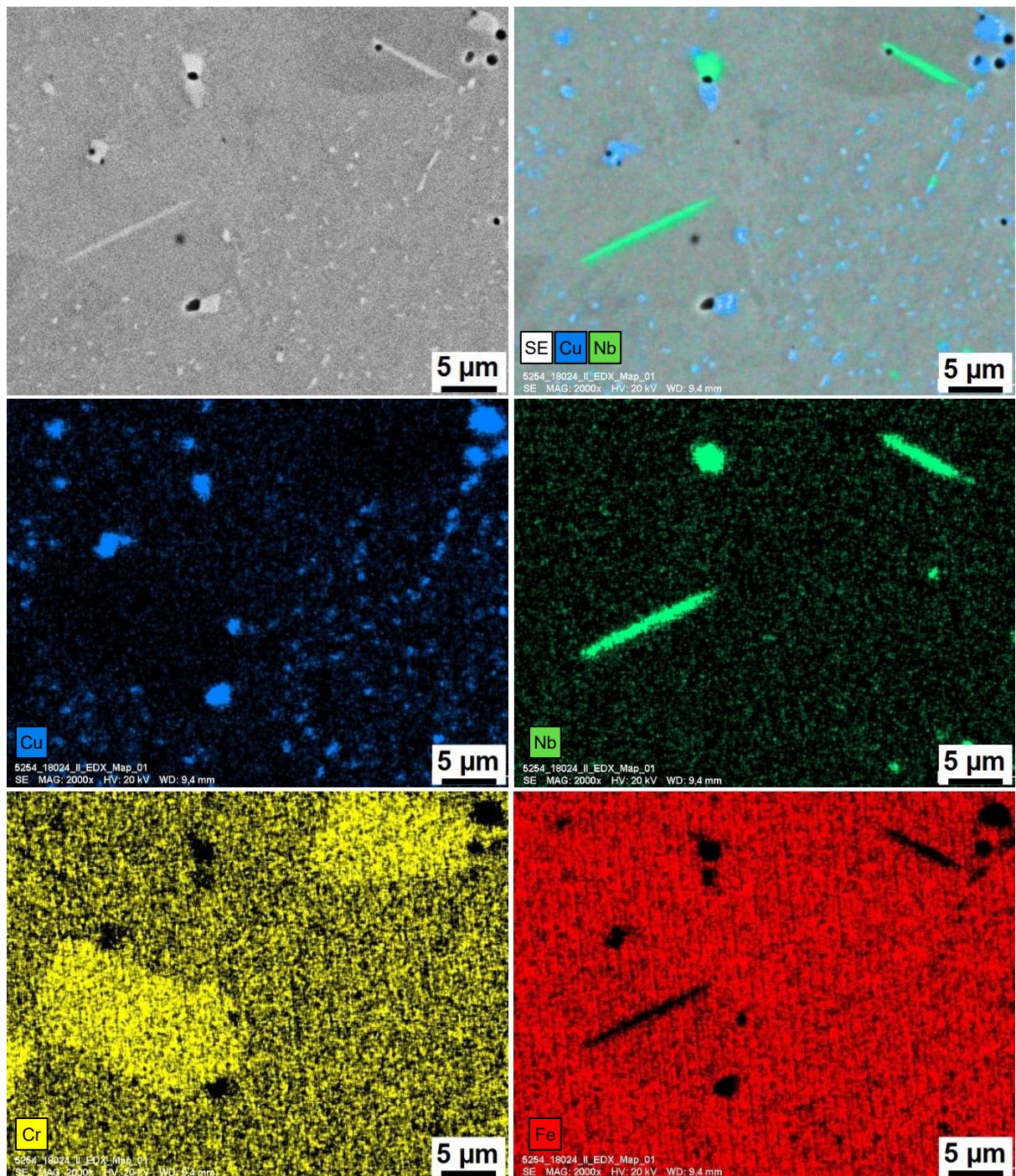


Abbildung 94: EDX-Analyse von stäbchenförmigen sowie runden niobreichen Ausscheidungen und einer Reihe von kupferreichen Teilchen X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Abkühlung von 1100 °C mit 0,0001 K/s

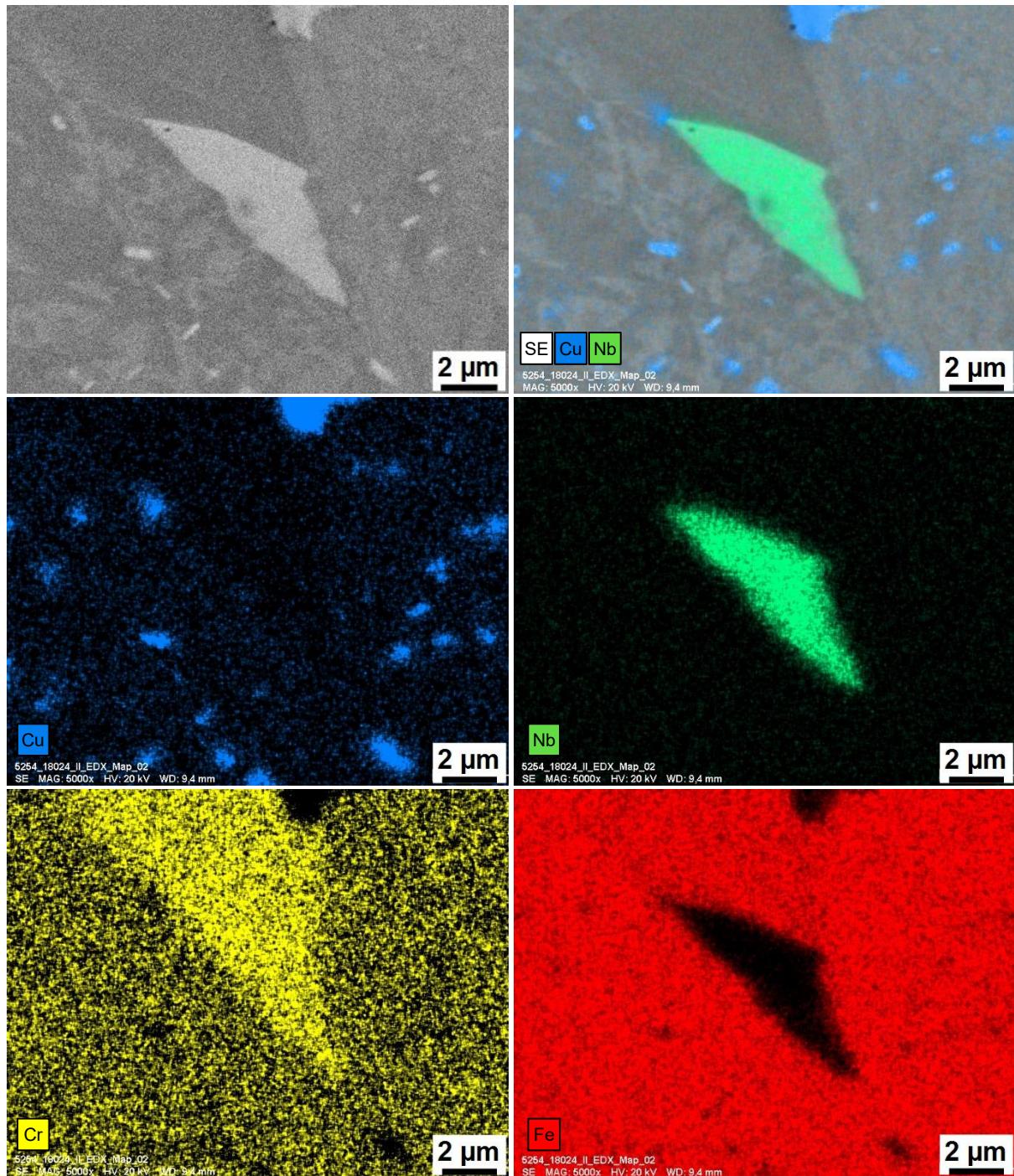
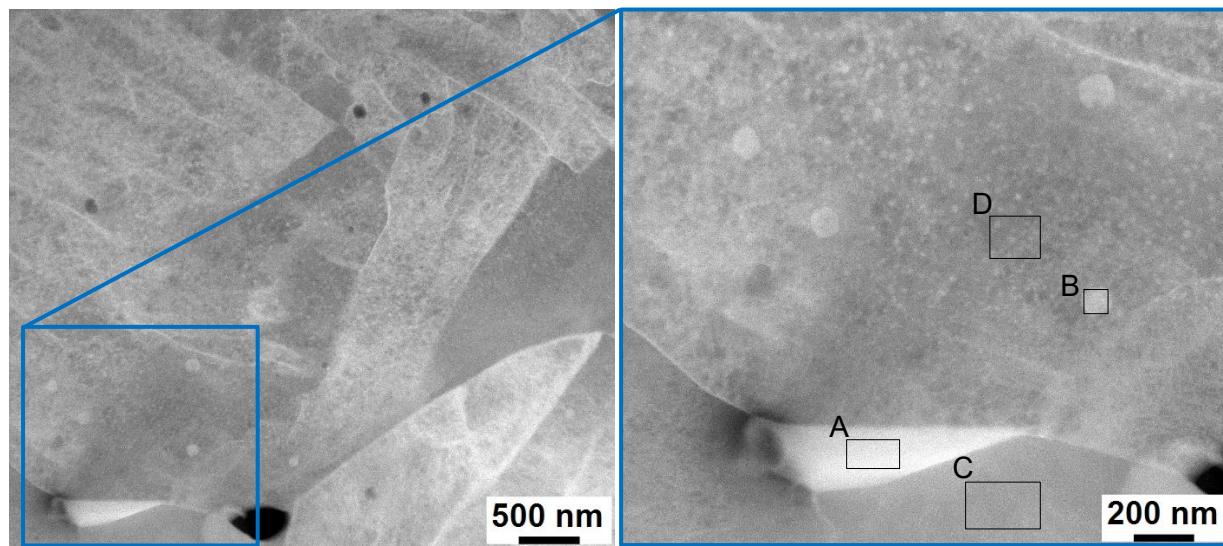


Abbildung 95: EDX-Analyse einer niobreichen, flächigen Ausscheidung und einer Reihe von kupferreichen Teilchen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Abkühlung von 1100 °C mit 0,0001 K/s

Metallografische Untersuchungen - Transmissionselektronenmikroskopie

In Abbildung 96 sind HAADF-Aufnahmen aus dem TEM dargestellt. Zu sehen ist die Mikrostruktur einer bei 1100 °C, 30 min austenitisierten und mit 0,03 K/s auf Raumtemperatur abgekühlten X5CrNiCuNb16-4 LBM-Probe. Im linken Teil der Abbildung ist eine Übersichtsaufnahme dargestellt, während rechts ein vergrößerter Bildausschnitt gezeigt wird. Im unteren Drittel des vergrößerten Bildausschnittes ist ein helles Teilchen zu sehen, welches mit einem „A“ gekennzeichnet ist. In den oberen zwei Dritteln der TEM-Aufnahme sind eine Vielzahl kleinerer und vier etwas größere, runde Partikel zu beobachten. Eines dieser etwas größeren Partikel ist mit einem „B“ markiert. Der schwarze Rahmen neben den Buchstaben verdeutlicht den Bereich, in dem jeweils mittels EDX eine Analyse zur Abschätzung einzelner Legierungselementbestandteile durchgeführt wurde.



Quantitative Analyse Bereich A

Element	Si	Cr	Fe	Ni	Cu	Nb	Element	Si	Cr	Fe	Ni	Cu	Nb
Ma.-%	0,1	6,8	25,7	1,3	1,0	65,0	Ma.-%	0,4	14,1	59,0	3,6	22,2	0,1

Quantitative Analyse Bereich B

Element	Si	Cr	Fe	Ni	Cu	Nb	Element	Si	Cr	Fe	Ni	Cu	Nb
Ma.-%	0,1	6,8	25,7	1,3	1,0	65,0	Ma.-%	0,4	14,1	59,0	3,6	22,2	0,1

Abbildung 96: TEM-Aufnahmen im HAADF-Modus nach Austenitisieren bei 1100 °C, 30 min und Abkühlen mit 0,03 K/s auf Raumtemperatur, Bereich A und Bereich B kennzeichnen ausgewählte Ausscheidungen für eine EDX-Analyse, Bereich C und D markieren jeweils einen Ausschnitt ohne Ausscheidungen bzw. mit einer hohen Dichte an Ausscheidungen

Bei dem Teilchen in Bereich A mit einer Länge von ca. 900 nm und einer Breite von ungefähr 200 nm handelt es sich demnach um eine niobreiche Ausscheidung mit rund 65 Ma.-%.

Bei den vier größeren, rundlichen Partikeln (eines gekennzeichnet als Bereich B) mit Größen zwischen 80-110 nm handelt es sich um kupferreiche Phasen. Sie weisen laut EDX-Analyse an der mit „B“ gekennzeichneten Ausscheidung einen mit rund 22 Ma.-% erhöhten Kupferanteil auf. Neben Kupfer konnten weitere Legierungselemente wie Eisen, Chrom und Nickel detektiert werden. Diese Legierungselemente sind vermutlich z. T. in der Ausscheidung vorhanden, z. T. aber auch in der umgebenden Matrix, die bei der Analyse ebenso angeregt wurde. Dass auch die zahlreichen kleineren Partikel mit Größen zwischen 10-30 nm kupferreiche Phasen darstellen, legt die Flächenanalyse des Bereiches D im Vergleich zu dem Korn ohne Ausscheidungen (Bereich C) nahe.

Die kupferreichen Teilchen mit einer Größe von ca. 100 nm entsprechen denen aus Abbildung 91 mit einer Abkühlrate von 0,01-0,1 K/s. Für die beiden Kühlraten 0,01 K/s sowie 0,03 K/s konnten im DSC zwei Reaktionen bestimmt werden, im Rahmen derer wahrscheinlich die Ausscheidung der kupferreichen Phasen während der Abkühlung stattfindet. Es ist denkbar, dass die größeren, kupferreichen Ausscheidungen mit einer Größe von ca. 100 nm der Hochtemperaturreaktion und die kleineren Ausscheidungen mit 10-30 nm der Mitteltemperaturreaktion zugeordnet werden können, vgl. Abbildung 87.

5.2.4 Versuche zur Direktauslagerung

Auf Basis der Erwärmversuche, der mechanischen Untersuchungen im Ausgangszustand sowie im Zustand nach Standardwärmebehandlung sind Direktauslagerungsversuche mit dem LBM-Material der 90°-Orientierung von X5CrNiCuNb16-4 durchgeführt worden. Die Erwärmversuche haben gezeigt, dass im LBM-Material eine vergleichbare Übersättigung wie im lösungsgeglüht und abgeschreckten Zustand des konventionell hergestellten Materials vorliegt. Die mechanischen Untersuchungen im Ausgangszustand und im Zustand nach Standardwärmebehandlung haben gezeigt, dass die Orientierung der untersuchten Baurichtungen keinen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat. Die Auslagerungsversuche sind ohne zusätzliches Lösungsglühen/Austenitisieren mit wie gebauten Proben in einem Laborofen ausgeführt worden. Beginnend mit 0,1 h wurden bei den verschiedenen Auslagerungstemperaturen pro Dekade zwei Zeiten bis zu einer maximalen Auslagerungsdauer von 100 h bzw. 1000 h für Härteprüfungen festgelegt. Die Auslagerungstemperaturen wurden auf Basis der Auslagerungstemperatur bei der Standardwärmebehandlung von 480 °C ausgewählt. Um den Einfluss verschiedener Temperaturen zu untersuchen, wurde eine 30 K niedrigere Temperatur bestimmt, sowie drei in 30 K-Schritten höhere Temperaturen.

In Abbildung 97 ist das Auslagerungsdiagramm für X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° ohne vorheriges Lösungsglühen/Austenitisieren zu sehen. Zur besseren Einordnung der erzielten Härtewerte ist die Härte im wie gebauten Zustand (ca. 300 HV1) sowie nach Standardwärmebehandlung (ca. 460 HV1) als waagerechte, graue Balken eingetragen. Die Balkenhöhen entsprechen dabei dem Mittelwert inklusive Standardabweichung der einzelnen Härtewerte.

Anhand des Diagrammes ist zu erkennen, dass sich die Härtemaxima mit steigender Auslagerungstemperatur zu kürzeren Auslagerungsdauern verschieben. Für die Auslagerungstemperatur von 450 °C steigen die Härtewerte mit der Auslagerungsdauer. Dabei wird der maximale Härtegrade von 500 HV1 bei der längsten untersuchten Auslagerungsdauer von 1000 h erreicht. Für die Auslagerungstemperaturen 480 °C und 510 °C sind schnellere Anstiege der Härtewerte zu beobachten. Für eine Auslagerungstemperatur von 480 °C ist das Härtemaximum (ca. 505 HV1) bei einer Auslagerungszeit von 1000 h zu finden. Für 510 °C sind die höchsten Härtegrade ab 30 h mit 465 HV1 erreicht. Bis zu einer Auslagerungszeit von 1000 h verändert sich die Härte unwesentlich. Die Verläufe für die beiden höchsten untersuchten

Auslagerungstemperaturen weisen typische Zeichen für Überalterung auf. Nach einem zunächst steilen Anstieg der Härte bis zu einem Maximum sinkt die Härte mit zunehmender Auslagerungsdauer kontinuierlich ab. Für 540 °C ist das Härtmaximum bei 440 HV1 nach 1 h erreicht, für 570 °C bei 420 HV1 bereits nach 0,3 h. Anschließend sinken die Werte nach 100 h Auslagerung auf 380 HV1 bzw. 350 HV1 ab.

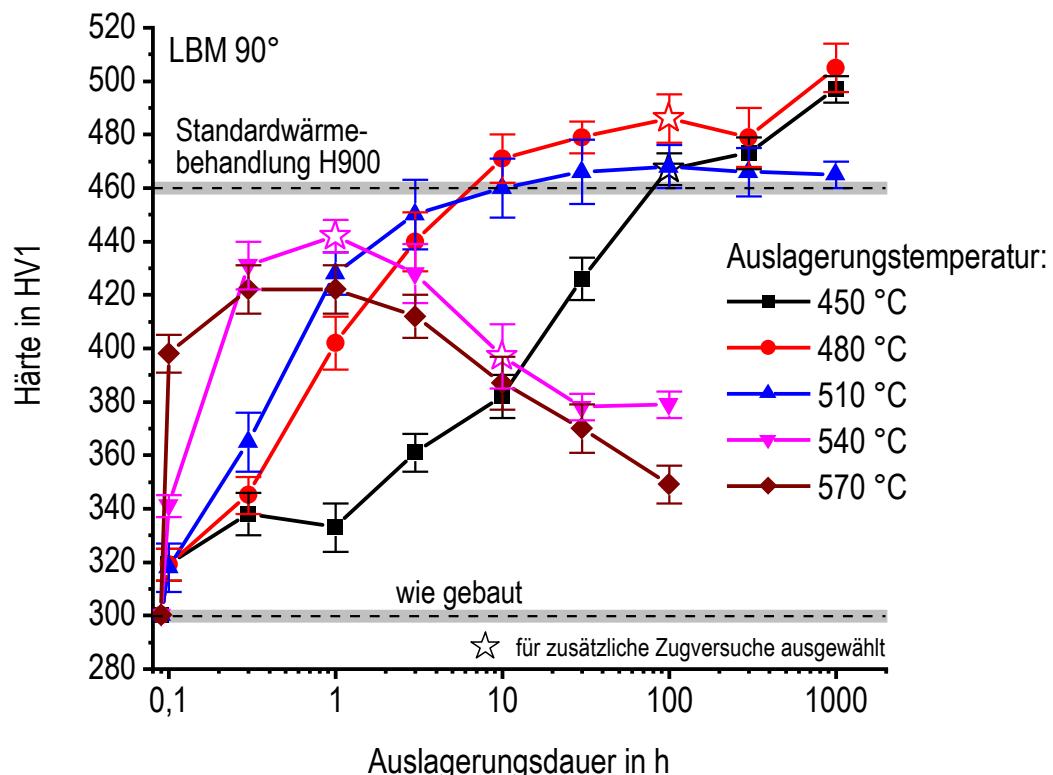


Abbildung 97: Auslagerungsdiagramm für X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° ohne vorheriges Lösungsglühen/Austenitisieren für unterschiedliche Auslagerungstemperaturen und -zeiten

Für vier ausgewählte Kombinationen aus Auslagerungstemperatur und -zeit wurden zusätzliche Zugversuche an Proben der 0°-Richtung des LBM-Materials durchgeführt. Die Zugproben wurden dafür in einem Laborofen bei 450 °C für 100 h, bei 480 °C für 100 h und bei 540 °C für 1 h sowie 10 h ausgelagert. In Abbildung 98 sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven aus den jeweiligen Zugversuchen zu sehen. Die dargestellte Kurve entspricht dem Mittelwert aus zwei Zugversuchen. Nach 100 h Auslagerung bei 450 °C bzw. 480 °C zeigen die Proben praktisch keinerlei plastische Verformung, sodass keine Dehngrenze ermittelt werden kann, vgl. Abbildung 98 a).

Für eine Auslagerungstemperatur von 540 °C für 1 h ist im Auslagerungsdiagramm das Härtmaximum von 440 HV1 erreicht. Für diese Parameter zeigt sich eine signifikante Steigerung der Festigkeit (Zugfestigkeit ca. 1150 MPa, Dehngrenze ca. 850 MPa) bei ausreichend hoher Bruchdehnung von etwa 20 %. Weiteres Auslagern führt nach 10 h

zu einer Abnahme der Härte auf 400 HV1, dementsprechend sinken die im Zugversuch ermittelten Festigkeiten. Die Bruchdehnung ist nach 10 h Auslagerung mit ca. 11 % etwa halb so hoch.

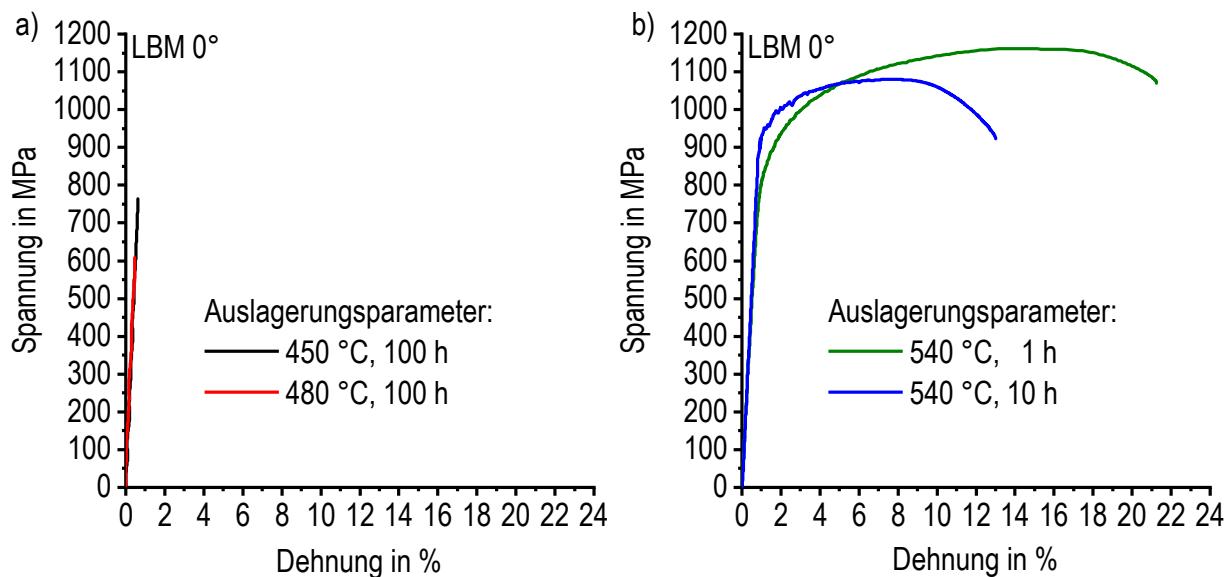


Abbildung 98: Spannungs-Dehnungs-Kurven aus dem Zugversuch ausgewählter Zustände nach Direktauslagerung für X5CrNiCuNb16-4 LBM 0° a) 450 °C, 100 h und 480 °C, 100 h; b) 540 °C, 1 h und 540 °C, 10 h

Abbildung 99 zeigt REM-Aufnahmen von Bruchflächen ausgewählter Zustände nach Direktauslagerung für X5CrNiCuNb16-4 LBM 0°. In Abbildung 99 a) und b) sind die Bruchflächen der Zugproben für eine Auslagerungsdauer von 100 h bei 450 °C bzw. 480 °C zu sehen. Die glatten Bruchflächen lassen keine Deformation erkennen und deuten auf ein Sprödbruchverhalten hin. Im Vergleich dazu zeigen die Bruchflächen in Abbildung 99 c) und d) mit Haltezeiten von 1 h bzw. 10 h bei 540 °C eine plastische Deformation. Daneben sind anhand der Bruchflächen einzelne Aufbaulagen im Material erkennbar, die während des LBM-Prozesses, der in diesem Fall liegend gebauten Zugproben (0°-Richtung), entstehen. In Abbildung 99 c) sind beispielhaft einige Schichten mit blauen Linien hervorgehoben.

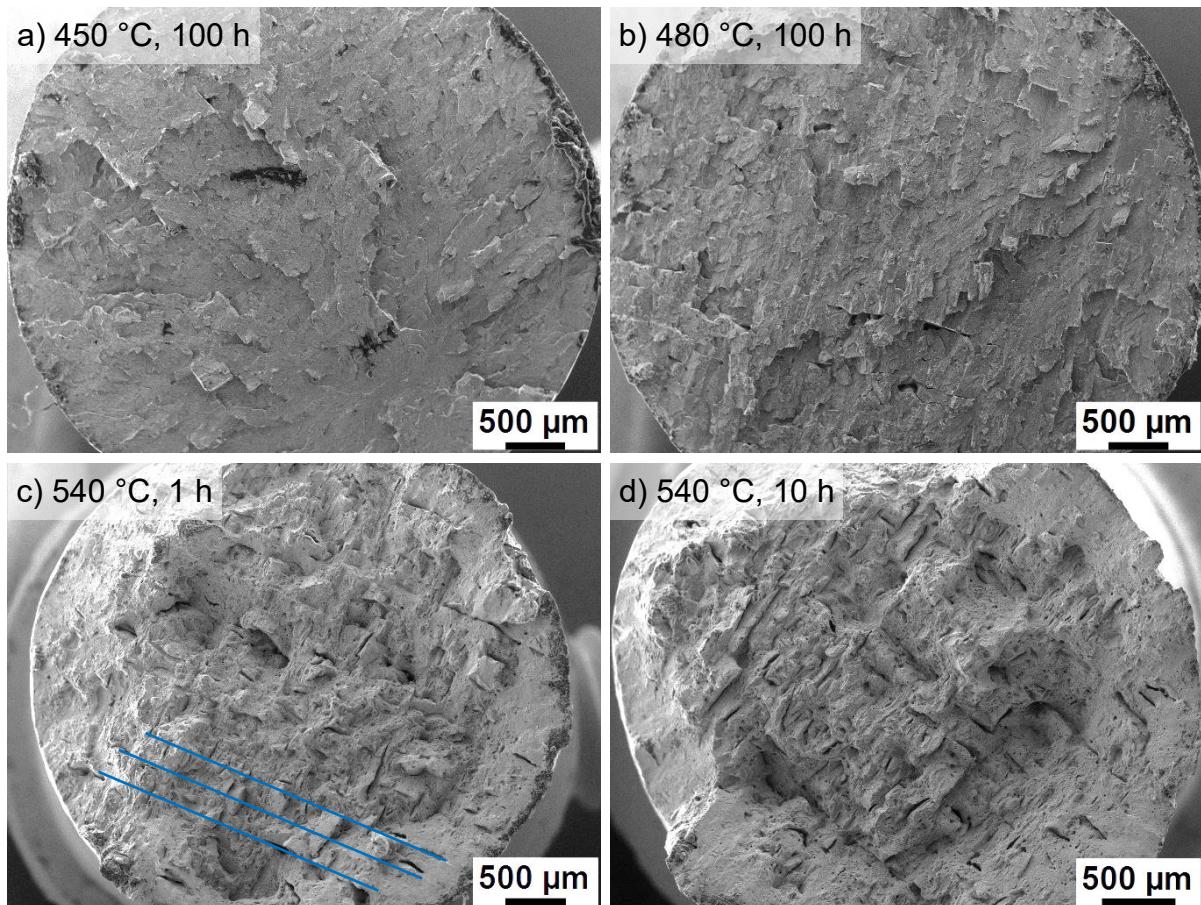


Abbildung 99: REM-Aufnahmen von Bruchflächen ausgewählter Zustände nach Direktauslagerung für X5CrNiCuNb16-4 LBM 0° a) 450 °C, 100 h; b) 480 °C, 100 h; c) 540 °C, 1 h; d) 540 °C, 10 h⁹

5.3 Festgelegte Parameter für angepasste Wärmebehandlungen

In einem ersten Ansatz soll der Wärmebehandlungsschritt des Austenitisierens angepasst werden. Hier zeigen die Ergebnisse, dass beim LBM-Werkstoff eine Austenitisiertemperatur von 1040 °C nicht ausreicht, um das im Material enthaltene Kupfer vollständig im Austenit zu lösen. Die Austenitisiertemperatur wird demzufolge um 60 K auf 1100 °C erhöht. Des Weiteren ist bei der Standardwärmebehandlung mit einer Hochdruckgasabschreckung mit 3 bar Stickstoff die kritische Abkühlrate des LBM-Werkstoffs von ca. 10 K/s nicht erreicht worden, weshalb in diesem Ansatz der angepassten Wärmebehandlung die Abschreckung mit 18 bar Helium erfolgt. Die

⁹ Die REM-Aufnahmen der Bruchflächen wurden von Hr. Schmitt am Fraunhofer IGC in Augsburg durchgeführt. Der Verfasser der Dissertation war für die Auswahl und Herstellung der Werkstoffzustände sowie für die Diskussion der Ergebnisse verantwortlich.

Auslagerung erfolgt mit den gleichen Parametern wie für die Standardwärmebehandlung bei 480 °C, 60 min.

Im zweiten Ansatz fällt das Austenitisieren und Abschrecken weg, das wie gebaute LBM-Material wird direktausgelagert. Der wie gebaute LBM-Zustand weist eine hohe Übersättigung auf, die ein großes Potenzial an Festigkeitssteigerung durch Direktauslagerung bietet. Aus dem in Abbildung 97 diskutierten Auslagerungsdiagramm sowie den entsprechenden Zugversuchen in Abbildung 98 wurden dafür folgende Parameter festgelegt: 540 °C, 60 min.

Die in diesem Kapitel zusammengefassten Parameter für angepasste Wärmebehandlungen für laserstrahlgeschmolzene Bauteile werden in den nachfolgenden Kapiteln anhand der mechanischen Eigenschaften der LBM 90°-Richtung im Vergleich zum konventionell hergestellten Material des martensitaushärtbaren Stahls X5CrNiCuNb16-4 sowie Normwerten untersucht.

5.4 Zustand nach angepasster Wärmebehandlung

5.4.1 Metallografie

Die metallografischen Schliffbilder des Stahls X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand, nach Standardwärmebehandlung sowie nach angepasster Wärmebehandlung sind in Abbildung 100 dargestellt. Bei dem Vergleich der untersuchten Wärmebehandlungszustände ergeben sich z. T. erhebliche Unterschiede. Für das konventionelle Material sind im Lichtmikroskop nur geringe Unterschiede erkennbar. Da der konventionelle Werkstoff im Ausgangszustand bereits lösungsgeglüht und abgeschreckt war, verändert sich die grundsätzliche Struktur nach Austenitisieren, Abschrecken und Auslagern nicht signifikant. Bei der erhöhten Austenitisiertemperatur von 1100 °C ist für den konventionellen Werkstoff in kleinem Maße Kornwachstum zu erkennen. Im LBM-Material sind im wie gebauten Zustand stark gerichtete Körner zu sehen, insbesondere innerhalb einzelner Schmelzbahnen, aber auch über mehrere Schmelzbahnen hinweg. Nach Austenitisierung bei 1040 °C bzw. 1100 °C sind keine gerichteten Körner mehr erkennbar, auch einzelne Schmelzbahnen sind nicht mehr sichtbar. Nach Austenitisierung bei 1100 °C weist das LBM-Material eine sehr ähnliche homogene, martensitische Struktur wie das konventionelle Material auf. Nach Direktauslagerung bei 540 °C sind zwar die Schmelzbahnen noch zu sehen, aber die in Richtung des thermischen Gradienten erstarrten Körner sind nicht mehr zu beobachten.

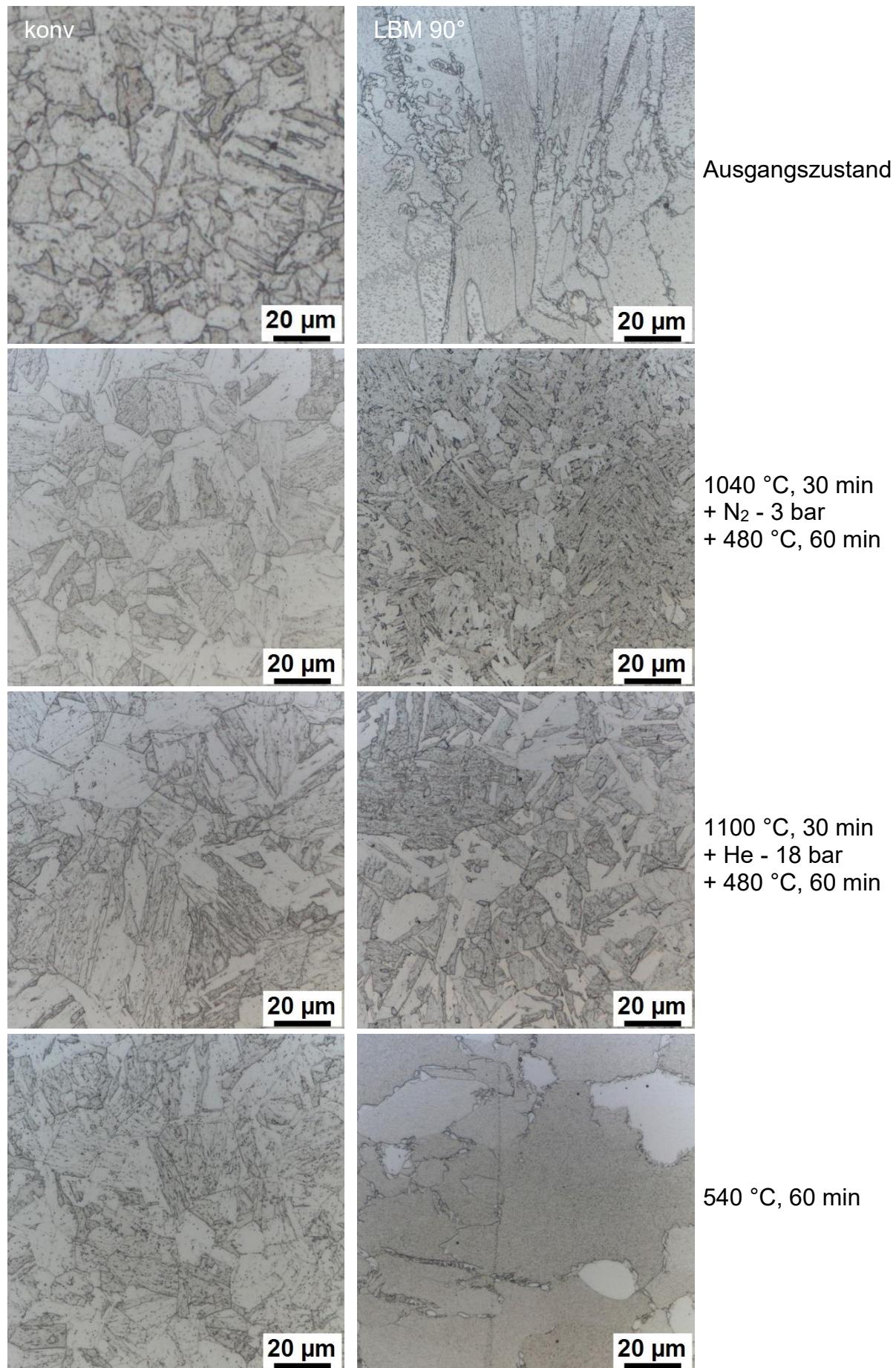


Abbildung 100: Schliffbilder von X5CrNiCuNb16-4 nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung

5.4.2 Härteprüfung

In Abbildung 101 sind die Härtewerte für X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand, nach Standardwärmebehandlung sowie nach angepasster Wärmebehandlung grafisch dargestellt. Bei dem Vergleich der verschiedenen Wärmebehandlungen zeigt sich ein deutlicher Härteanstieg zum jeweiligen Ausgangszustand, sowohl beim konventionellen als auch beim LBM-Material. Die Erhöhung der Austenitisiertemperatur von 1040 °C auf 1100 °C sowie die raschere Abschreckung führt bei beiden Materialien zu einem Härtezuwachs von ca. 30 HV1. Der Spitzenwert für das LBM-Material liegt hier bei etwa 490 HV1 und damit etwa 190 HV1 höher als im wie gebauten Zustand. Das direkte Auslagern der wie gebauten Proben bei 540 °C für 60 min führt zu einer Härte von 440 HV1 und liegt auf einem vergleichbaren Niveau wie beim konventionellen Material. Im Vergleich zum wie gebauten Zustand ist infolge der Direktauslagerung damit eine Härtesteigerung von ca. 50 % erreicht worden.

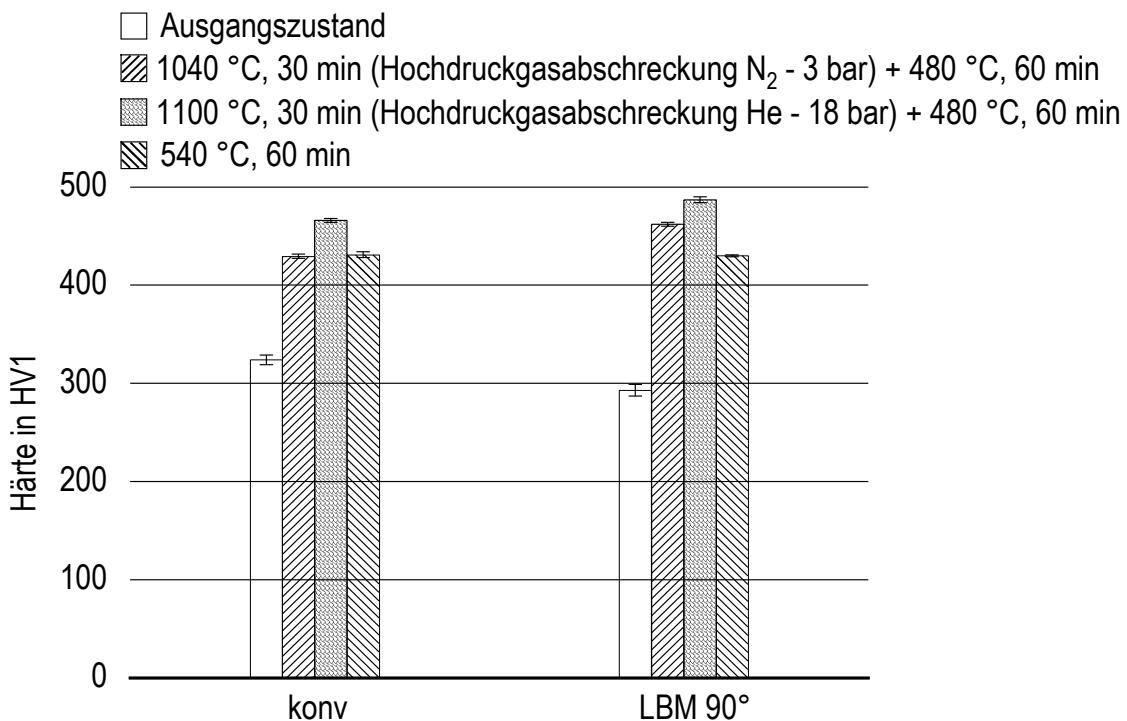


Abbildung 101: Härtewerte von X5CrNiCuNb16-4 nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung

5.4.3 Zugversuch

In Abbildung 102 sind die mechanischen Kennwerte aus dem Zugversuch für X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand, nach Standardwärmebehandlung sowie nach angepasster Wärmebehandlung zu sehen. Als Referenz sind im Diagramm die Kennwerte aus ASTM A564 für den konventionell hergestellten Stahl für den Zustand H900 gestrichelt eingetragen.

Sowohl das konventionelle als auch das LBM-Material zeigen nach Standardwärmebehandlung mit Austenitisierung bei 1040 °C sowie nach angepasster Wärmebehandlung mit Austenitisierung bei 1100 °C vergleichbare mechanische Eigenschaften. Das konventionelle Material erfüllt mit beiden angesprochenen Wärmebehandlungen die Vorgaben der Norm ASTM A564 für den Zustand H900 mit maximaler Festigkeit, wobei mit erhöhter Austenitisiertemperatur geringfügig bessere Kennwerte zu beobachten sind. Eine mögliche Erklärung dafür ist, dass gleichzeitig die Abkühlrate im relevanten Temperaturbereich aufgrund der Abschreckung mit 18 bar Helium höher ist als mit 3 bar Stickstoff. Für das LBM-Material bewirkt die erhöhte Austenitisiertemperatur zwar, dass die Festigkeiten nahezu der Norm entsprechen, jedoch ist die Bruchdehnung mit ca. 1 % weiterhin deutlich zu niedrig und somit nicht normgerecht.

Für den konventionell hergestellten Werkstoff ergeben sich nach Auslagerung bei 540 °C für 60 min vergleichbare Festigkeiten sowie eine deutlich höhere Bruchdehnung als nach Standardwärmebehandlung. Infolge der Direktauslagerung bei 540 °C für 60 min ist im LBM-Material neben einem merklichen Festigkeitsanstieg eine gleichbleibend hohe Bruchdehnung zu verzeichnen. Die Zugfestigkeit (ca. 1100 MPa) sowie die Dehngrenze (ca. 800 MPa) liegen rund 300 MPa bzw. 200 MPa höher als im wie gebauten Zustand. In Abbildung 101 konnte infolge der Direktauslagerung für das konventionelle sowie das LBM-Material die gleiche Härte ermittelt werden. Die Betrachtung der Festigkeiten im direktausgelagerten Zustand in Abbildung 102 zeigt jedoch eine deutlich geringere Zugfestigkeit ($\Delta = 200$ MPa) und Dehngrenze ($\Delta = 400$ MPa) im LBM-Material. Möglicherweise sorgen Baufehler im LBM-Material für die schlechteren mechanischen Kennwerte im Vergleich zum konventionell hergestellten Material.

Ein Vergleich des direktausgelagerten Zustands mit den Normwerten für höchste Festigkeiten (H900) ist insofern nur bedingt möglich, als dass bewusst nicht die Auslagerungsparameter mit den höchsten zu erwartenden Festigkeiten gewählt wurden, vgl. Abbildung 98. Der Werkstoff mit höchster Festigkeit zeigt hier ein sehr sprödes Werkstoffverhalten. Die mechanischen Kennwerte für das LBM-Material nach

Direktauslagerung bei 540 °C für 60 min entsprechen laut ASTM A564 eher den Zuständen H1075/H1100 mit mittleren Festigkeitswerten und leicht erhöhter Bruchdehnung.

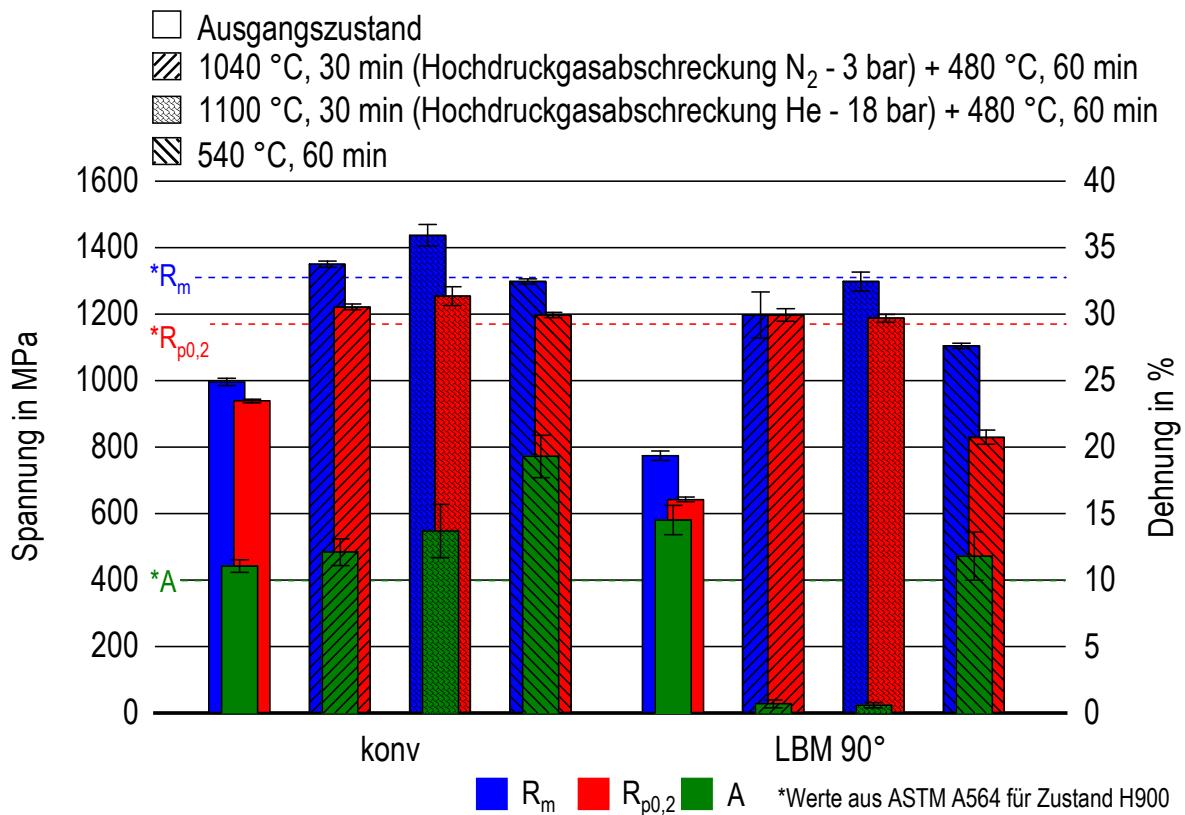


Abbildung 102: Mechanische Kennwerte aus dem Zugversuch für X5CrNiCuNb16-4 nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung

Bei dem Vergleich der direktausgelagerten LBM 90°-Proben (Abbildung 102) und den direktausgelagerten LBM 0°-Proben (Abbildung 98) ist ein erheblicher Unterschied in den Bruchdehnungen festzustellen. Die Festigkeitswerte beider Baurichtungen sind dagegen vergleichbar. Die LBM 0°-Proben erreichen Bruchdehnungen von ca. 20 %, während die LBM 90°-Proben Bruchdehnungen von ca. 12 % aufweisen. In Abbildung 103 sind die Bruchflächen zweier ausgewählter Zugproben nach der Direktauslagerung bei 540 °C für 60 min zu sehen. In Abbildung 103 a) ist die Bruchfläche einer LBM 0°-Probe zu sehen, während in b) eine LBM 90°-Probe abgebildet ist. In der LBM 0°-Probe sind keine Defekte oder Anbindungsfehler zu erkennen. Dagegen sind in der Bruchfläche der LBM 90°-Probe Baufehler (blaue und rote Markierungen in Abbildung 103 b)) zu sehen. Diese Stellen legen eine reduzierte Anbindung zwischen den Baulagen nahe. Da im Zugversuch der LBM 90°-Proben die Baulagen auseinandergezogen werden, ist die Auswirkung von Anbindungsfehlern zwischen den Baulagen größer als bei den LBM 0°-

Proben. Dies könnte ein Grund für die reduzierten Bruchdehnungen der LBM 90°-Proben sein.

In Abbildung 103 c) und d) ist die Bruchfläche der LBM 90°-Probe in zwei Detailaufnahmen zu sehen. In den Detailaufnahmen sind die Schmelzspuren aus dem LBM-Prozess zu erkennen. Außerdem wird anhand der glatten Oberfläche deutlich, dass eine Verbindung zu der darüber liegenden Schicht nicht oder nur ungenügend erfolgte.

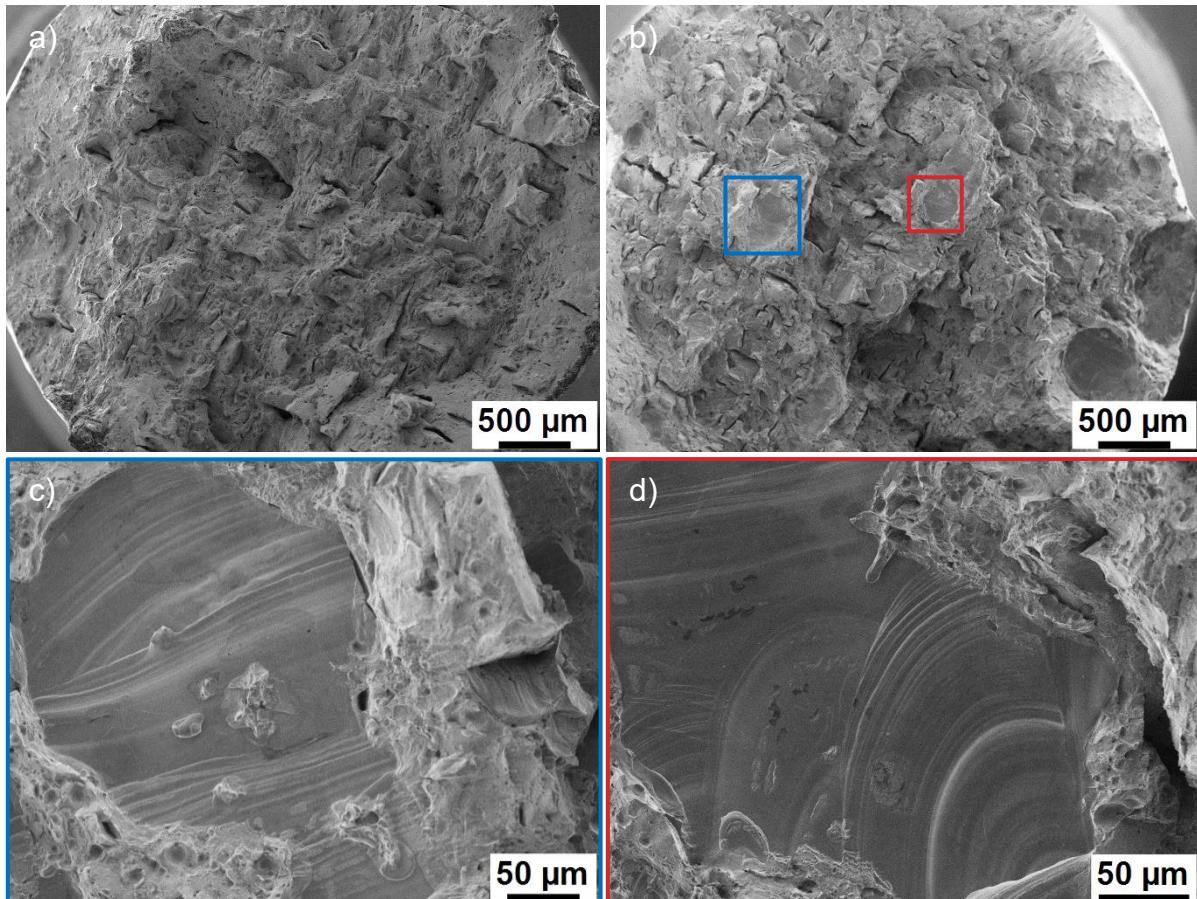


Abbildung 103: a) REM-Aufnahme einer Bruchfläche von X5CrNiCuNb16-4 LBM 0°
 b), c), d) REM-Aufnahme einer Bruchfläche von X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° mit
 Bindefehlern¹⁰

¹⁰ Die REM-Aufnahmen der Bruchflächen wurden von Hr. Schmitt am Fraunhofer IGCV in Augsburg durchgeführt. Der Verfasser der Dissertation war für die Auswahl und Herstellung der Werkstoffzustände sowie für die Diskussion der Ergebnisse verantwortlich.

5.4.4 Kerbschlagbiegeversuch

In Abbildung 104 sind die Werte aus dem Kerbschlagbiegeversuch von X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand, nach Standardwärmebehandlung sowie nach angepasster Wärmebehandlung grafisch dargestellt. Der Fehlerbalken zeigt dabei den jeweils größten bzw. kleinsten gemessenen Wert aus drei Versuchen. Hinzuweisen ist auf das verwendete Nennarbeitsvermögen von 450 J sowie Untermäßproben mit einer Breite von 5 mm nach DIN EN ISO 148-1. In den relevanten Normen ASTM A564 und DIN EN 10088-3 sind für die betrachteten Zustände keine Kerbschlagwerte vermerkt. Als ungefährer Anhaltspunkt für die Größenordnung der Kerbschlagwerte können nach ASTM A564 der Zustand H925 mit 6,8 J für höhere Festigkeiten und H1150 mit 41 J für niedrigere Festigkeiten dienen. Da die im Zugversuch ermittelten Eigenschaften des LBM-Materials im direktausgelagerten Zustand eher den Zuständen H1075 (27 J) bzw. H1100 (34 J) entsprechen, werden hier die Kerbschlagwerte dieser beiden Zustände als Vergleich herangezogen.

In den jeweiligen untersuchten Wärmebehandlungszuständen zeigt das konventionelle Material im Vergleich zum LBM-Material die besseren Zähigkeitseigenschaften. Der lösungsgeglüht und abgeschreckte konventionelle Werkstoff verfügt mit ca. 80 J verglichen mit dem wie gebauten LBM-Werkstoff über eine viermal so hohe Kerbschlagarbeit. Nach Wärmebehandlung sinkt die Kerbschlagarbeit für alle weiteren Zustände. Das Austenitisieren, Abschrecken und Auslagern führt für das LBM-Material unabhängig von der Austenitisiertemperatur zu einer sehr geringen Zähigkeit, ähnlich wie bereits in Abbildung 102 für die Duktilität im Zugversuch beschrieben. Die Kerbschlagwerte fallen auf 1-2 J, was kaum höher als ein Leerschlag ist und auf ein äußerst sprödes Werkstoffverhalten hinweist. Für den konventionellen Werkstoff sinkt die beobachtete Kerbschlagarbeit von ca. 80 J im Ausgangszustand auf rund 20 J für eine Austenitisiertemperatur von 1040 °C mit anschließender Auslagerung bzw. auf rund 5 J für die erhöhte Austenitisiertemperatur von 1100 °C mit anschließender Auslagerung. Das Direktauslagern bei 540 °C für 60 min bewirkt für das konventionelle Material mit etwa 30 J eine ca. 50 % höhere Kerbschlagarbeit als nach Standardwärmebehandlung. Die Duktilität für das direktausgelagerte LBM-Material zeigt im quasistatischen Zugversuch ein anderes Verhalten als die Zähigkeit im dynamischen Kerbschlagbiegeversuch. Während im Zugversuch Bruchdehnungen von über 10 % erreicht werden, beträgt die ermittelte Kerbschlagarbeit lediglich 1-2 J. D. h. unter dynamischer Belastung ist das LBM-Material im direktausgelagerten Zustand als eher

spröde einzuordnen. Die ermittelte Kerbschlagarbeit liegt signifikant unterhalb der in der Norm ASTM A564 vermerkten Mindestwerte für die Zustände H1075/H1100.

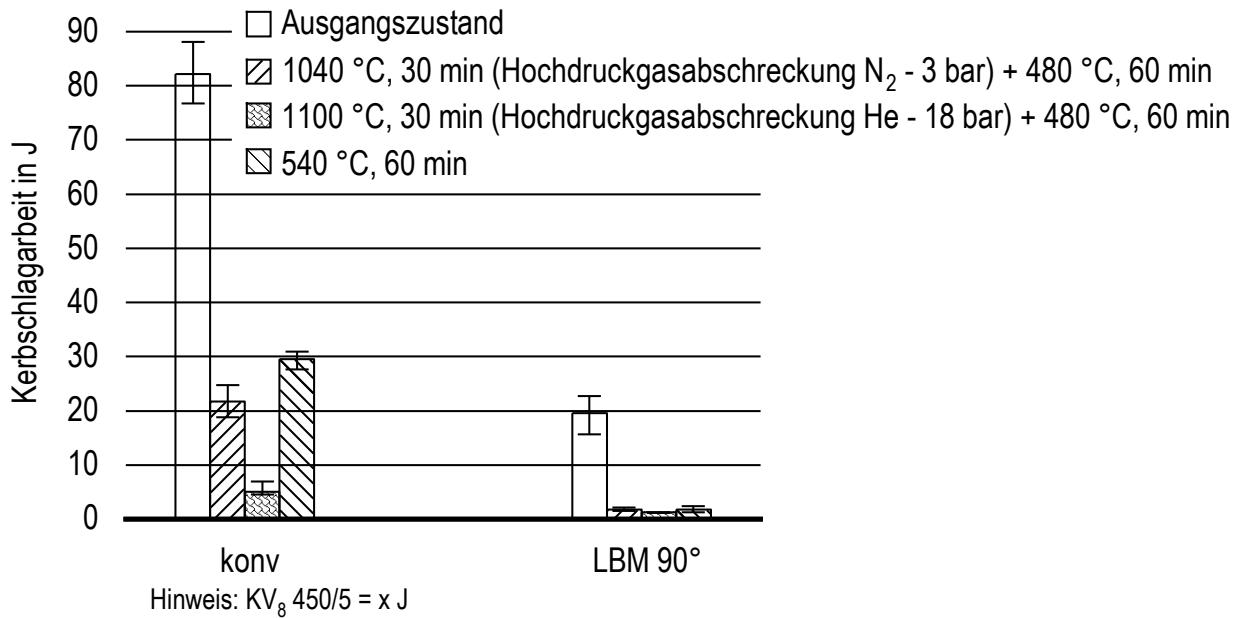


Abbildung 104: Kerbschlagwerte für X5CrNiCuNb16-4 nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung

5.4.5 Schlussfolgerungen

Die laserstrahlgeschmolzenen Bauteile aus dem ausscheidungshärtenden Stahl X5CrNiCuNb16-4 bedürfen einer Wärmebehandlung, um den Ansprüchen höchster Festigkeiten bei ausreichender Duktilität zu genügen. Ein Austenitisieren, Abschrecken und nachfolgendes Auslagern führte bei X5CrNiCuNb16-4 LBM zu starker Versprödung. Dieses Verhalten konnte auch in der Literatur beobachtet werden [18, 105, 109, 112].

Über die in-situ Analyse von Phasenumwandlungen mittels Dilatometrie und Kalorimetrie ist es erstmals gelungen, komplette ZTA- und ZTU-Diagramme für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 konventionell und LBM aufzunehmen. Diese beinhalten nun auch die Temperaturbereiche für die Auflösung der kupferreichen Phasen beim Erwärmen sowie die abschreckinduzierte Ausscheidung der kupferreichen Phasen beim Abkühlen. Anders als bislang angenommen, ist der Stahl X5CrNiCuNb16-4 als abschreckempfindlich einzuordnen. Aus den ZTA- und ZTU-Diagrammen resultieren höhere Austenisiertemperaturen sowie eine höhere Abschreckempfindlichkeit für X5CrNiCuNb16-4 LBM.

Ein Direktauslagern ohne vorheriges Austenitisieren und Abschrecken ist aufgrund der hohen Übersättigung eine vielversprechende Möglichkeit, um die mechanischen Eigenschaften an den Anwendungsfall anzupassen.

5.5 Vergleich unterschiedlicher Chargen und Baujobs

Aufgrund der geringen Duktilität und Zähigkeit im wärmebehandelten LBM-Material der bisher beschriebenen Charge von X5CrNiCuNb16-4 soll in diesem Kapitel untersucht werden, ob die Ursachen dafür eher im Bauprozess oder in der Wärmebehandlung liegen. Dafür werden in einem Ringversuch Proben auf Anlagen unterschiedlicher Hersteller nach dem aktuellen Stand der Technik gebaut. Die Ergebnisse der einzelnen Chargen werden im Folgenden als Varianten 1-4 bezeichnet.

Die Variante 1 repräsentiert die Charge, die bisher im Rahmen der Arbeit diskutiert wurde. Die Variante 2 wird auf derselben Anlage mit demselben Pulver und denselben Fertigungsparametern wiederholt. Der Unterschied zu Variante 1 besteht darin, dass ein neuer Scanner zur Strahlumlenkung verwendet wird. Für die beiden Varianten 3 und 4 werden jeweils andere Pulverzusammensetzungen und anlagenspezifische Bauparameter verwendet.

Je Variante werden 20 Zugprobenrohlinge (90° - stehend) mit den Maßen Ø 10 x 75 mm generiert, aus denen spanend Zugproben der Form B 5 x 25 nach DIN 50125 gedreht werden. Die Zugprobenrohlinge werden in vier unterschiedlichen thermischen Zuständen untersucht:

- wie gebaut
- nach Standardwärmebehandlung 1040 °C, 30 min + 480 °C, 60 min
- nach angepasster Wärmebehandlung 1100 °C, 30 min + 480 °C, 60 min
- nach angepasster Wärmebehandlung 540 °C, 60 min.

Anzumerken ist, dass das Abschrecken der Proben von der Austenitisiertemperatur 1040 °C bei allen Proben mit 3 bar Stickstoff erfolgt. Bei der Austenitisiertemperatur von 1100 °C wird bei Variante 1 Helium bei 18 bar verwendet, bei den übrigen drei Chargen 10 bar Stickstoff.

In jedem Zustand werden neben Zugversuchen metallografische Schliffe angefertigt sowie Härteprüfungen vorgenommen. Zusätzlich werden aus je einem Zugprobenrohling aus dem wie gebauten Zustand DSC-Proben entnommen, um Unterschiede im Umwandlungsverhalten während des Erwärmens mit 0,016 K/s und 0,1 K/s sowie Abkühlung nach Austenitisierung bei 1100 °C für 30 min mit 0,1 K/s zu analysieren.

Die Partikelgrößenverteilungen der unterschiedlichen Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 sind in Tabelle 11 zusammengefasst. Mit einem durchschnittlichen

Partikeldurchmesser von 29 μm ist das Pulver von Variante 1 und 2 geringfügig feiner als für Variante 3 ($d\varnothing = 33 \mu\text{m}$) bzw. Variante 4 ($d\varnothing = 40 \mu\text{m}$). Die Pulver von Variante 1, 2 und 3 wurden unter Argon verdüst, das Pulver für Variante 4 wurde unter Stickstoff verdüst. Daher ist zu vermuten, dass zumindest das Pulver für Variante 4 zu größeren Anteilen ein austenitisches Gefüge aufweist, während es für die anderen Pulver überwiegend martensitisch ist [110].

Tabelle 11: Partikelgrößenverteilungen unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4

Charge	$d\varnothing$ in μm	d_{10} in μm	d_{50} in μm	d_{90} in μm
Variante 1	29	17	28	44
Variante 2				
Variante 3	33	21	31	46
Variante 4	40	24	38	61

Die Fertigungsparameter der unterschiedlichen Pulverchargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 und die daraus resultierenden Volumenenergiedichten sowie Aufbauraten sind in Tabelle 12 dargestellt. Während für die Herstellung der Zugprobenrohlinge für Variante 1 und 2 keine Vorwärmung der Bauplattform vorgenommen wurde, ist diese bei der Generierung der Rohlinge auf den Laserstrahlschmelzanlagen für die Varianten 3 und 4 auf 80 °C bzw. 100 °C gesetzt worden. Aufgrund der variierenden Prozessparameter ändern sich auch die berechneten Energievolumendichten (59-80 J/mm³) nach Gleichung 2.1 sowie die theoretischen Aufbauraten (3,1-5,0 mm³/s) nach Gleichung 2.2. Alle Zugprobenrohlinge wurden unter Argonschutzgasatmosphäre aufgebaut. Die Massenanteile der Legierungselemente der unterschiedlichen Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 sind in Tabelle 13 zu sehen und weitgehend vergleichbar.

Tabelle 12: Fertigungsparameter unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 und daraus resultierende Volumenenergiedichten sowie Aufbauraten

Charge	P _L in W	v _s in mm/s	h _s in µm	l _z in µm	T _{VH} in °C	E _v in J/mm ³	⋮ in mm ³ /s
Variante 1	370	950	105	50	-	74	5,0
Variante 2							
Variante 3	250	950	110	30	80	80	3,1
Variante 4	250	850	100	50	100	59	4,3

Tabelle 13: Massenanteile der Legierungselemente unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 nach DIN EN 10088-3 und durchgeführter OES

Massenanteil in %	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Cu	Nb
DIN EN 10088-3	< 0,07	< 0,7	< 1,5	15,0- 17,0	< 0,60	3,0- 5,0	3,0- 5,0	5 x C- 0,45
Variante 1	0,013	0,34	0,22	16,65	0,014	4,32	4,15	0,296
Variante 2								
Variante 3	0,030	0,31	0,38	16,65	0,015	4,24	4,09	0,229
Variante 4	0,037	0,60	0,56	16,24	0,120	4,32	4,07	0,205

5.5.1 In-situ Charakterisierung von Phasenumwandlungen

Zur Analyse der Ausgangszustände der jeweiligen Varianten von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 wurden mit den Scanraten 0,016 K/s sowie 0,1 K/s jeweils zwei Erwärmversuche durchgeführt. Die zugehörigen DSC-Kurven sind in Abbildung 105 zu sehen. Grundsätzlich sind für die beiden untersuchten Erwärmraten ähnliche Kurvenverläufe zu beobachten. Gemein ist allen untersuchten Varianten die Curie-Temperatur, welche am endothermen Peak bei 630 °C zu erkennen ist.

Unter den beiden Varianten 1 und 2 gibt es erwartungsgemäß nur geringfügige Unterschiede, die im Bereich der Messungenauigkeit des DSC-Gerätes liegen. Das Metallpulver und der Fertigungsprozess beider Chargen sind bis auf einen neuen Scanner zur Strahlumlenkung beim Probenaufbau für Variante 2 gleich.

Die Proben von Variante 3 zeigen beim Erwärmen zunächst eine endotherme Reaktion (250-450 °C), ehe mit steigender Temperatur im Bereich von 450-550 °C eine exotherme Reaktion zu beobachten ist. Diese ist schwächer ausgeprägt als bei den Varianten 1 und 2. Das zeigt sich sowohl bei der langsameren Erwärmrate von 0,016 K/s als auch bei der schnelleren Erwärmrate von 0,1 K/s, wobei der Unterschied in der Ausscheidungsreaktion bei 0,1 K/s deutlich größer ist. Das deutet darauf hin, dass die Übersättigung an Legierungselementen im wie gebauten Zustand der Variante 3 geringer ist als für die Varianten 1 und 2. Bei weiterer Erhöhung bis zur Austenitisiertemperatur sind nur unwesentliche Abweichungen innerhalb der drei diskutierten Kurven erkennbar.

Für Variante 4 tritt im Gegensatz zu den anderen drei untersuchten Varianten keine endotherme Reaktion im Bereich von 250-450 °C auf. Stattdessen beginnt die exotherme Reaktion rund 50 K früher, wobei sowohl die Start- als auch die Endtemperatur der Reaktion zu geringeren Temperaturen verschoben sind. Darüber hinaus ist die Übersättigung, ablesbar aus der Fläche unterhalb des Peaks, im wie gebauten Zustand geringer als für Variante 1 und 2, aber vergleichbar mit der Übersättigung der Proben aus Variante 3. Mit steigender Temperatur verläuft die Kurve von Variante 4 ähnlich wie die der anderen Chargen. Für 0,016 K/s ist der Peak, welcher die Curie-Temperatur bei 630 °C charakterisiert, schwächer ausgeprägt. Im Rauschen und der Verkrümmung ergeben sich bis zur Austenitisiertemperatur keine weiteren signifikanten Abweichungen der Erwärmkurven untereinander.

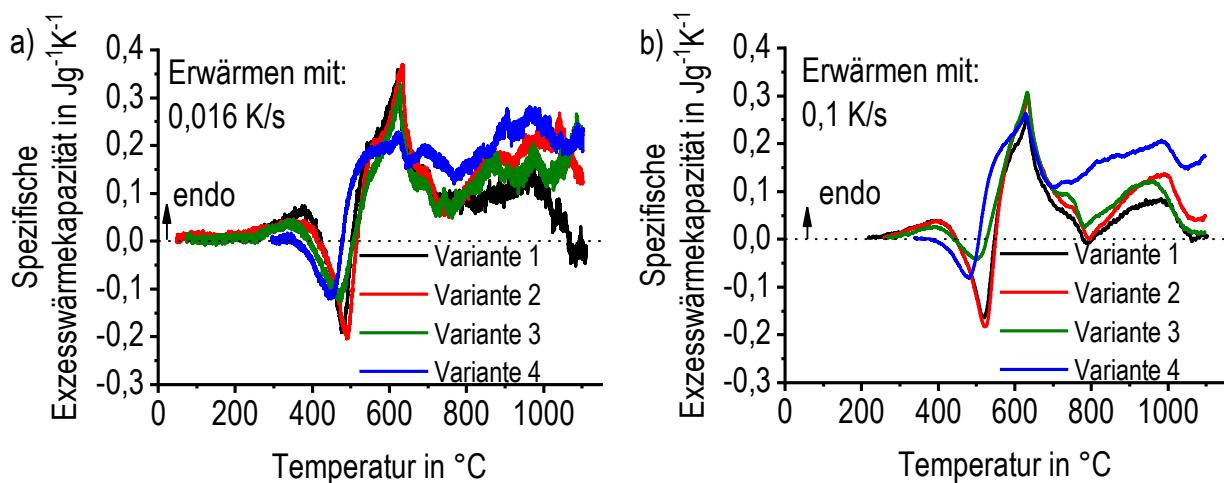


Abbildung 105: DSC-Erwärmekurven unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 aus dem wie gebauten Zustand a) 0,016 K/s, b) 0,1 K/s

Neben den Erwärmversuchen wurden für jede Variante zwei Abkühlversuche nach Austenitisierung bei 1100 °C, 30 min mit einer Scanrate von 0,1 K/s durchgeführt. Die DSC-Abkühlkurven sind in Abbildung 106 dargestellt. Wie auch für das Erwärmen zeigen sich beim Abkühlen grundsätzlich vergleichbare Kurvenverläufe. Insbesondere die Varianten 1 und 2 sowie 3 weisen ein nahezu identisches Umwandlungsverhalten auf. Im Hochtemperaturbereich sind lediglich unwesentliche Unterschiede in der Peakfläche/temperatur sowie zum Ausscheidungsbeginn festzustellen. Die Martensitumwandlung (Niedertemperaturreaktion) beginnt bei den drei genannten Chargen im Temperaturbereich von 180-190 °C. Abgeschlossen ist die Martensitumwandlung stets oberhalb Raumtemperatur bei 65-90 °C.

Bei dem Vergleich der drei zunächst betrachteten Varianten ergeben sich signifikante Unterschiede zu Variante 4. Im Hochtemperaturbereich sind hier eindeutig zwei Reaktionen erkennbar. Eine Erklärung dafür könnte in günstigeren Keimbildungsbedingungen zur Bildung der Ausscheidungen zu finden sein. Die Hochtemperaturreaktion beginnt hier bereits bei etwa 1000 °C und endet bei ca. 860 °C. Weiteres Abkühlen führt zur zweiten Reaktion im Hochtemperaturbereich, die unmittelbar nach Ende der ersten Reaktion beginnt. Diese zweite Reaktion ist mit ihrer Start- und Endtemperatur vergleichbar mit der Hochtemperaturreaktion in den Varianten 1 und 2 sowie 3. Die Fläche unterhalb des Peaks bei Variante 4 ist etwa halb so groß, da vermutlich bereits bei der zuvor abgelaufenen Reaktion Legierungselemente ausgeschieden wurden und an dieser Stelle fehlen. Die Niedertemperaturreaktion bzw. Martensitumwandlung ist wie bei den anderen drei Chargen oberhalb Raumtemperatur abgeschlossen. Allerdings liegt die Martensitstarttemperatur mit etwa 110 °C um 70-80 K

niedriger. Das korrespondiert damit, dass im Hochtemperaturbereich unterschiedliche Reaktionen ablaufen, welche die Martensitstarttemperatur in erheblichem Maße beeinflussen.

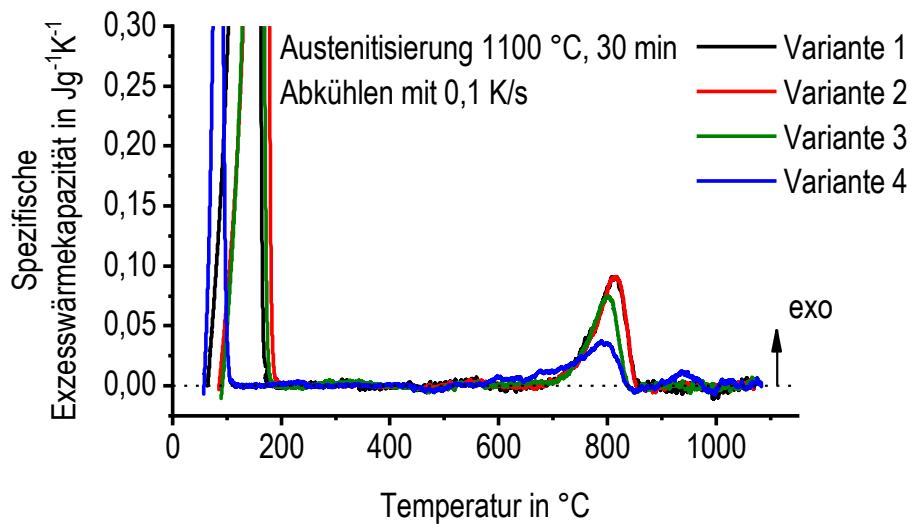


Abbildung 106: DSC-Abkühlkurven unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 nach Austenitisierung bei 1100 $^{\circ}\text{C}$, 30 min

5.5.2 Metallografie

Die metallografischen Schritte unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° im wie gebauten Zustand sind in Abbildung 107 in drei verschiedenen Vergrößerungen zu sehen. Die Schritte sind von links nach rechts mit steigender Vergrößerung angeordnet sowie von oben nach unten in der jeweiligen Variante unterteilt. Im Schrittebild von Variante 1 sind deutliche Schmelzbahnen aus dem Bauprozess erkennbar. Bei geringerer Vergrößerung können vereinzelt Poren sowie langgestreckte Körner beobachtet werden. An den Korngrenzen zeigt sich bei höheren Vergrößerungen eine feinere Struktur, bei der es sich vermutlich um Deltaferrit handelt. Die Schrittebilder für Variante 2 unterscheiden sich nur geringfügig von denen der Variante 1. Die Körner erscheinen lediglich weniger langgestreckt. Noch gleichachsiger sind die Körner im wie gebauten Zustand von Variante 3. Hier sind keine Schmelzbahnen und keine langgestreckten Körner zu erkennen. Die Körner wirken vielmehr rundlich mit einem größeren Anteil von wahrscheinlich Deltaferrit an den Korngrenzen. Die einzelnen Ferritkörner sind dabei signifikant größer als bei den Varianten 1 und 2. In den dargestellten Schrittebildern von Variante 3 sind darüber hinaus keine Poren erkennbar, was auf eine hohe Bauteildichte schließen lässt. Die Schrittebilder von Variante 4 zeigen ebenso keine Poren oder langgestreckten Körner. Die Schmelzbahnen aus dem Laserstrahlschmelzprozess dagegen sind gut erkennbar. Bei dem Vergleich der vier untersuchten Chargen, weist Variante 4 wesentlich kleinere Körner auf. Ein weiterer signifikanter Unterschied ist, dass selbst bei der größten zu betrachtenden Vergrößerung im Lichtmikroskop keine Deltaferritsäume an den Korngrenzen erkennbar sind.

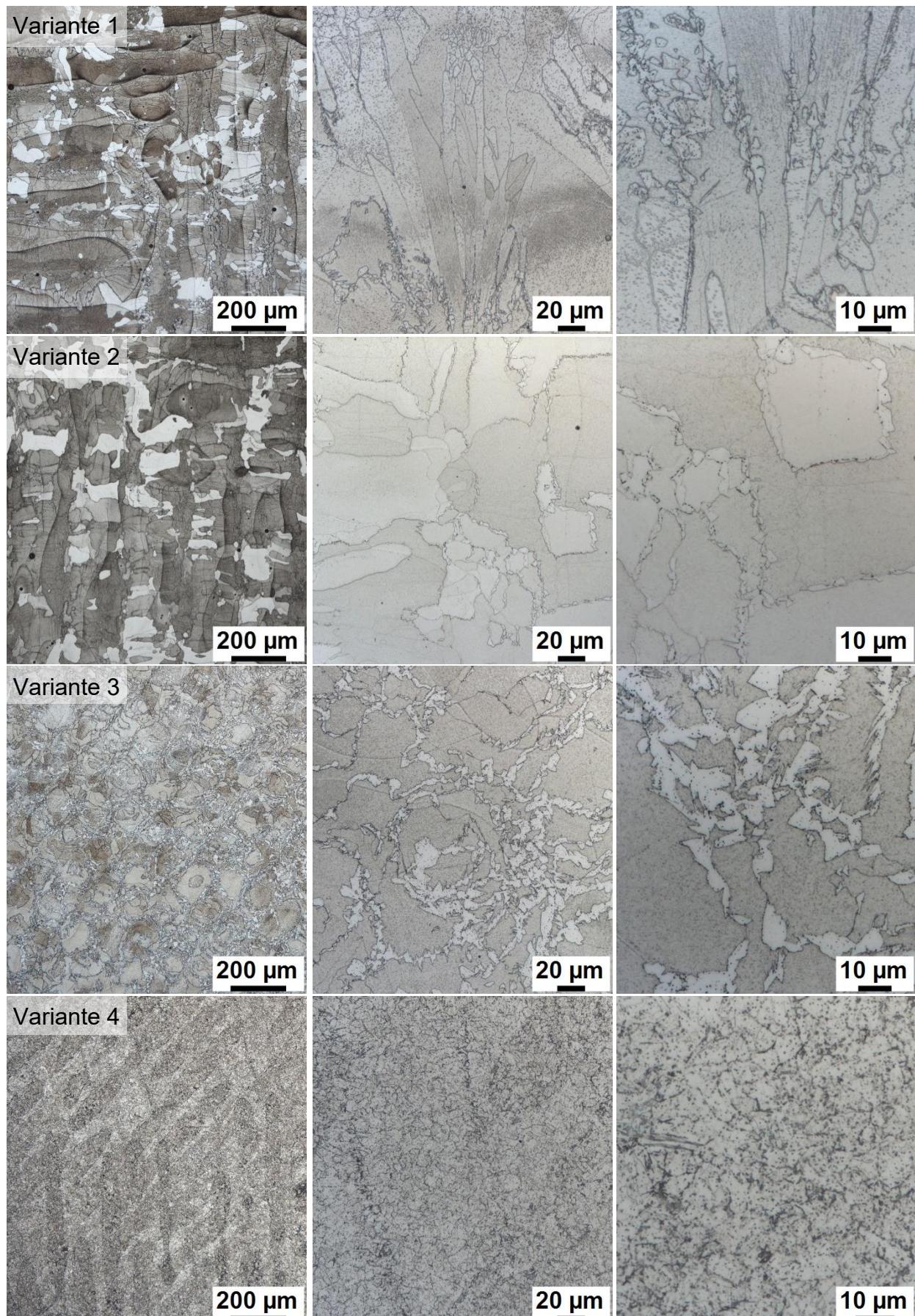


Abbildung 107: Schliffbilder unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 im wie gebauten Zustand der LBM 90°-Richtung von links nach rechts mit steigender Vergrößerung

Die metallografischen Schritte verschiedener Varianten von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach unterschiedlicher Wärmebehandlung sind in Abbildung 108 zu sehen. Die Schliffbilder sind von links nach rechts der entsprechenden Wärmebehandlung zugeordnet sowie von oben nach unten in der jeweiligen Variante unterteilt. Anzumerken ist, dass das Abschrecken der Proben von der Austenitisiertemperatur 1040 °C bei allen Proben mit 3 bar Stickstoff erfolgt. Bei der Austenitisiertemperatur von 1100 °C wird bei Variante 1 Helium bei 18 bar verwendet, bei den übrigen drei Varianten 10 bar Stickstoff.

Die beiden Wärmebehandlungen mit Austenitisierung bewirken signifikante Veränderungen im Gefüge des Werkstoffes, das Gefüge wird größer und die vorher gut sichtbaren Schweißbahnen sind nicht mehr ersichtlich. Im Vergleich der Varianten 1-3 untereinander ist anzumerken, dass unter dem Lichtmikroskop keine nennenswerten Unterschiede nach Austenitisieren, Abschrecken und Auslagern zu erkennen sind. Im Vergleich mit Variante 4 zeigt sich, dass hier auch nach der Wärmebehandlung deutlich feinere Körner zu sehen sind.

Für die Direktauslagerung bei 540 °C, 60 min gibt es im Hinblick auf die lichtmikroskopischen Aufnahmen keine sichtbaren Unterschiede im Vergleich zum wie gebauten Zustand. Die bei der Auslagerung entstandenen kupferreichen Phasen bewegen sich mit einigen nm in einem Bereich, der lediglich mit einem TEM abzubilden ist.

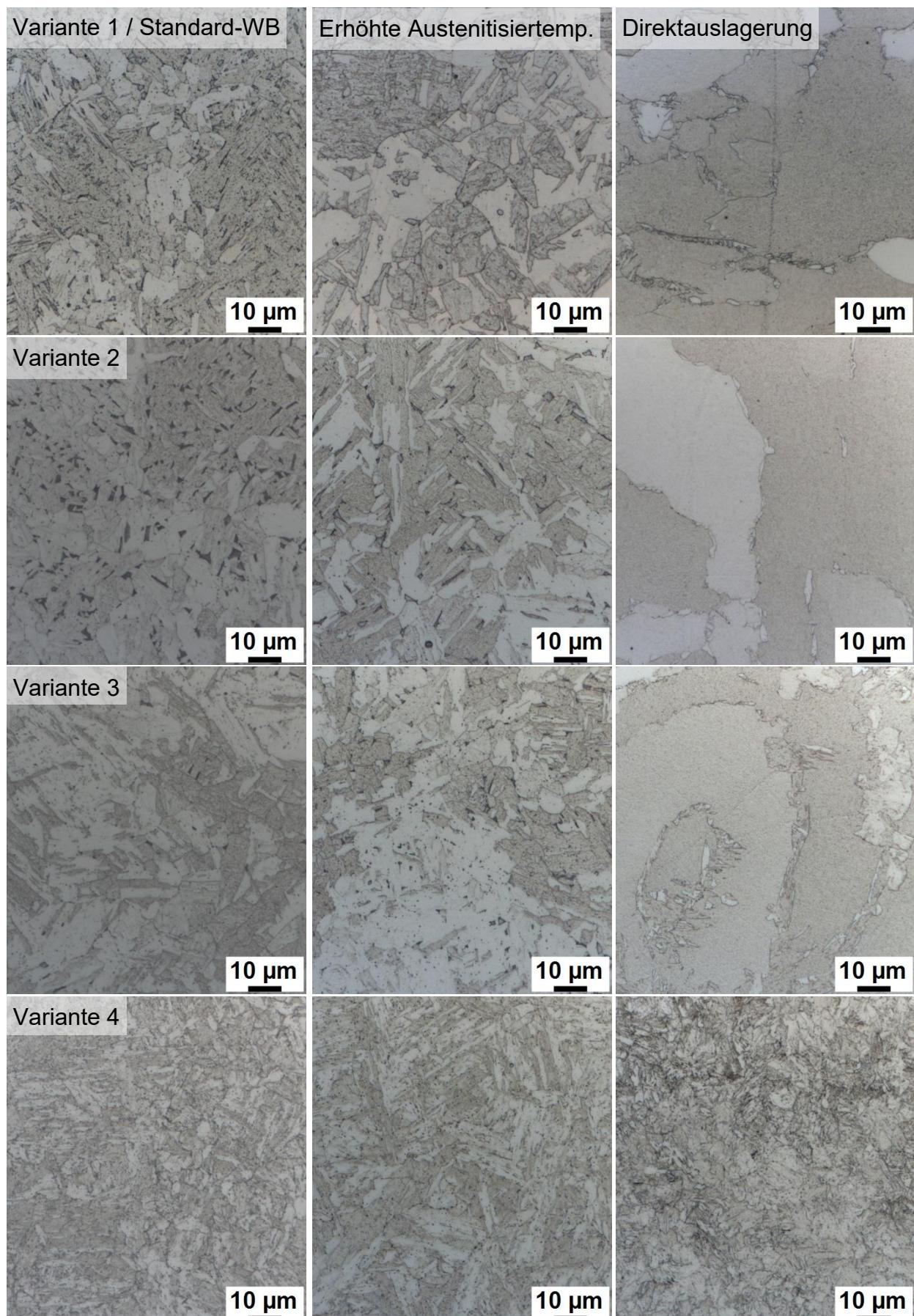


Abbildung 108: Schliffbilder unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 der LBM 90°-Richtung;
Links – 1040 °C, 30 min + N₂ – 3 bar + 480 °C, 60 min; Mitte - 1100 °C, 30 min + He/N₂ – 18/10 bar + 480 °C, 60 min; Rechts - 540 °C, 60 min

5.5.3 Härteprüfung

Die Härtewerte verschiedener Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° in den Werkstoffzuständen nach unterschiedlicher Wärmebehandlung sind in Abbildung 109 zusammengefasst. Bei dem Vergleich der vier untersuchten Chargen weist Variante 4 mit 360 HV1 im wie gebauten Zustand die höchste Härte auf, gefolgt von den Varianten 2 und 3 mit rund 330 HV1 sowie Variante 1 mit dem geringsten Härtewert von rund 290 HV1.

Infolge der Austenitisierung bei 1040 °C bzw. 1100 °C sowie Abschrecken und Auslagern ist bei allen untersuchten Varianten ein signifikanter Anstieg der Härtewerte zu beobachten. Für alle Chargen liegen die Härtewerte bei minimal 440 HV1 und maximal 485 HV1. Die Minimalwerte sind dabei überwiegend nach der Austenitisierung bei 1040 °C zu verzeichnen, während die Austenitisierung bei 1100 °C eine weitere Steigerung der Härte von rund 30 HV1 bewirkt. Lediglich bei dem Material aus Variante 3 sinkt die Härte nach Steigerung der Austenitisiertemperatur geringfügig ab.

Einen ebenfalls signifikanten, wenn auch etwas geringer ausfallenden, Härteanstieg erzeugt die Direktauslagerung der Proben bei 540 °C für 60 min - mit Ausnahme von Variante 4. Für dieses Material ist im Gegenteil gar eine Abnahme des Härtewertes von rund 20 HV1 zu sehen. Diese Variante wies die höchste Bauplattformtemperatur und die höchste Härte im wie gebauten Zustand auf. Unter Umständen tritt in dem gewählten Temperaturbereich und für die Dauer der Auslagerung bereits Überalterung auf. Für die drei übrigen Chargen ist ein deutlicher Effekt der Auslagerung mit einem Härteanstieg von bis zu 100 HV1 zu beobachten.

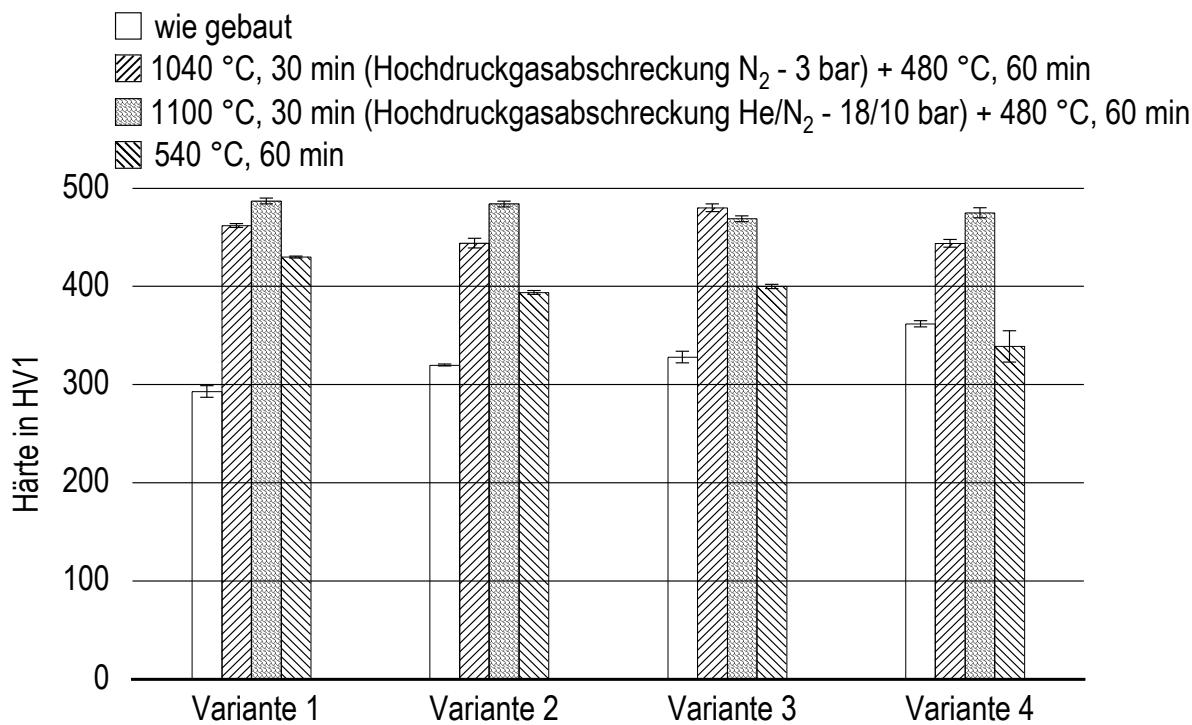


Abbildung 109: Härtewerte unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 in den untersuchten Werkstoffzuständen

5.5.4 Zugversuch

Die mechanischen Kennwerte aus dem Zugversuch verschiedener Varianten von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° in den Werkstoffzuständen nach unterschiedlicher Wärmebehandlung sind in Abbildung 110 dargestellt. Anzumerken ist, dass das Abschrecken der Proben von der Austenitisiertemperatur 1040 °C bei allen Proben mit 3 bar Stickstoff erfolgt. Bei der Austenitisiertemperatur von 1100 °C wird bei Variante 1 Helium bei 18 bar verwendet, bei den übrigen drei Varianten 10 bar Stickstoff.

Im wie gebauten Zustand zeigt Variante 2 mit einer Zugfestigkeit von 800 MPa, einer Dehngrenze von 650 MPa und einer leicht erhöhten Bruchdehnung von 18 % vergleichbare Eigenschaften zu Variante 1. Variante 3 weist im Vergleich zu den Varianten 1 und 2 deutlich bessere mechanische Eigenschaften auf. Hier sind eine rund 200 MPa höhere Zugfestigkeit und Dehngrenze sowie mit 23 % gleichzeitig eine signifikant höhere Bruchdehnung zu beobachten. Variante 4 hat mit etwa 1200 MPa im wie gebauten Zustand die höchste zu verzeichnende Zugfestigkeit, im Verhältnis dazu eine allerdings geringe Dehngrenze von 650 MPa und im Vergleich zu den übrigen drei Varianten eine mittlere Bruchdehnung von 18 %.

Nach Wärmebehandlung bei 1040 °C, 30 min + N₂ – 3 bar + 480 °C, 60 min erweist sich Variante 2 als sehr spröde, ähnlich wie bereits Variante 1. Es ist nahezu keine plastische

Dehnung vorhanden, weshalb keine Ermittlung der Dehngrenze sowie der Bruchdehnung möglich ist, sondern lediglich die Angabe der Zugfestigkeit mit rund 1050 MPa. Für Variante 3 werden normgerechte mechanischen Eigenschaften gemäß Zustand H900 erreicht, sowohl bei den ermittelten Festigkeiten als auch der Bruchdehnung. Hier sind die höchsten Festigkeiten mit einer Zugfestigkeit von 1500 MPa und einer Dehngrenze von 1400 MPa zu verzeichnen. Variante 4 liegt mit ihrer Zugfestigkeit und Bruchdehnung im Normbereich, lediglich die Dehngrenze verfehlt die Vorgaben um rund 50 MPa.

Nach Wärmebehandlung bei 1100 °C, 30 min /Abschreckung + 480 °C, 60 min liefert Variante 2 auswertbare Verfestigungskurven, allerdings ebenfalls mit sehr geringen Bruchdehnungen. Die erzielten Werte für die Festigkeiten sowie die Bruchdehnung sind vergleichbar mit denen von Variante 1. Die Zugproben aus Variante 3 erreichen nach der Wärmebehandlung mit erhöhter Austenitisiertemperatur normgerechte mechanischen Eigenschaften, jedoch mit etwas reduzierten Festigkeiten im Vergleich zur Austenitisierung bei 1040 °C, dafür mit geringfügig höheren Bruchdehnungen. Variante 4 zeigt ebenfalls normgerechte mechanischen Eigenschaften, die Erhöhung der Austenitisiertemperatur auf 1100 °C bewirkt eine Festigkeitssteigerung, die geringfügig oberhalb der in der Norm festgelegten Minimalwerte liegt, bei akzeptablen Werten für die Bruchdehnung.

Das Direktauslagern ohne vorherige Austenitisierung bei 540 °C, 60 min bewirkt bei Variante 2 ähnlich wie bei Austenitisierung bei 1040 °C extrem sprödes Werkstoffverhalten, weshalb auch hier lediglich die Zugfestigkeit mit 850 MPa angegeben werden kann. Für Variante 3 sind die Festigkeitswerte mit 1150 MPa für die Zugfestigkeit und 1050 MPa für die Dehngrenze infolge der Direktauslagerung erhöht, allerdings nicht auf dem Niveau, welches in der Norm zum Zustand H900 vorgegeben wird. Die Bruchdehnung ist im Vergleich zum wie gebauten Zustand zwar deutlich reduziert, aber dennoch oberhalb des Normwertes von 10 %. Bei Variante 4 ist ein Anstieg der Festigkeiten um etwa 200 MPa im Vergleich zum wie gebauten Zustand zu beobachten, jedoch liegen die Werte unterhalb der Normwerte für den Zustand H900. Gleichzeitig ist ein Anstieg der Bruchdehnung um etwa 5 % auf 23 % zu sehen.

Die Zugproben der LBM-Varianten 1 und 2 zeigen ein sehr sprödes Werkstoffverhalten. Insbesondere nach einer Wärmebehandlung, die eine Festigkeitssteigerung hervorruft, ist dieses Verhalten zu beobachten. Die Ergebnisse aus den Zugversuchen an Proben der LBM-Varianten 3 und 4 zeigen sehr gute Festigkeiten und Duktilitäten mit dem Potential, diese noch zu verbessern, wenn die Wärmebehandlungsparameter gezielt an

deren jeweilige Ausgangszustände angepasst werden. Damit konnten erstmals normgerechte mechanischen Eigenschaften sowohl in Bezug auf die Festigkeiten als auch auf die Bruchdehnung an senkrecht aufgebauten Proben erzielt werden.

Die Ergebnisse dieses Ringversuchs deuten darauf hin, dass das LBM des Stahls X5CrNiCuNb16-4 noch nicht in allen Fällen vollständig beherrscht wird. In einigen Fällen traten Baufehler, wie z. B. Bindefehler oder nicht komplett aufgeschmolzene Pulverpartikel auf, die zu einer Versprödung führten. Ursachen solcher Baufehler können im verwendeten Pulver sowie in den Bauparametern liegen. Die Untersuchung der Ursachen war nicht Gegenstand dieser Arbeit. Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass durch die Kombination fehlerarmer LBM-Bauteile und eine an laserstrahlgeschmolzene Bauteile angepasste Wärmebehandlung anwendungs- sowie normgerechte mechanische Eigenschaften eingestellt werden können.

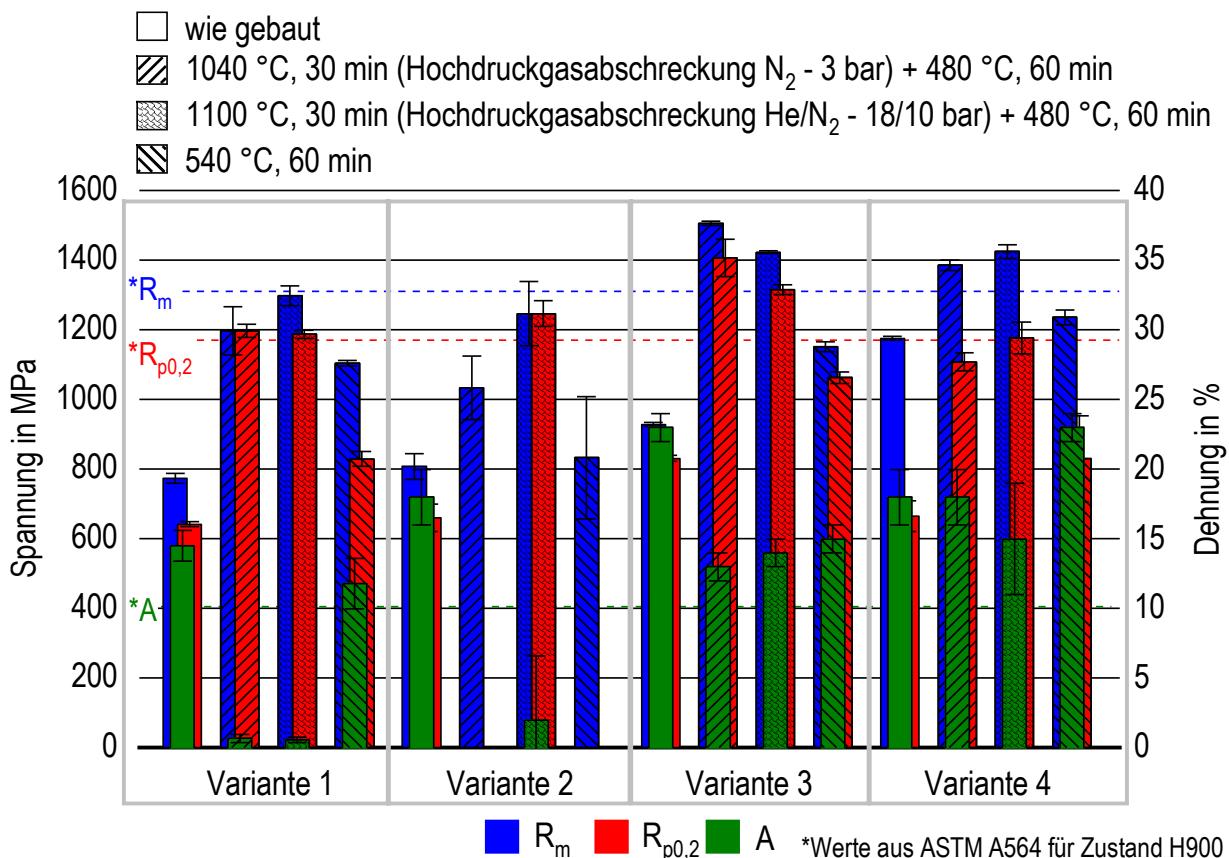


Abbildung 110: Mechanische Kennwerte unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 in den untersuchten Werkstoffzuständen aus dem Zugversuch

6 Zusammenfassung

Das Laserstrahlschmelzen als additives Urformverfahren bietet im Vergleich zu konventionellen Herstellungsverfahren einzigartige Möglichkeiten der Formgebungs freiheit. Der schichtweise Aufbau des Materials gestattet die Herstellung sehr komplexer, dreidimensionaler Bauteile in einem Fertigungsschritt, was beispielsweise für die wirtschaftliche Fertigung funktionsintegrativer Leichtbauteile besonders relevant ist. Die aktuelle Herausforderung besteht in der Vorhersagbarkeit und Reproduzierbarkeit der Werkstoffeigenschaften. Bislang gibt es keine auf die besondere Mikrostruktur laserstrahlgeschmolzener, metallischer Bauteile zugeschnittene Wärmebehandlung. Aus diesem Grund werden standardisierte Wärmebehandlungen angewendet, welche ursprünglich für konventionell hergestellte, metallische Bauteile entwickelt wurden. Dies führt z. T. nicht zu den gewünschten Werkstoffeigenschaften. Das Laserstrahlschmelzen zeichnet sich durch sehr hohe Erstarrungsraten während des Bauprozesses aus. Die hohen Erstarrungsraten resultieren in sehr feinen Werkstoffgefügen, welche eine andere Wärmebehandlung erfordern als beispielsweise gegossene Werkstoffe, da die anzuwendende Wärmebehandlung ganz entscheidend vom jeweiligen Ausgangszustand bestimmt wird.

Es wurden zwei ausscheidungshärtende, metallische Werkstoffe untersucht: die Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg und der ausscheidungshärtende Stahl X5CrNiCuNb16-4. Beide Werkstoffe zeichnen sich durch ein großes Potential auf dem Feld der additiven Fertigung aus. Das Einstellen mechanischer Eigenschaften erfolgt für die beiden ausgewählten Werkstoffe über das Wärmebehandlungsverfahren des Ausscheidungshärtens, welches sich aus den folgenden drei Teilschritten: Lösungsglühen, Abschrecken und Auslagern zusammensetzt.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit bestand in der Verbesserung der mechanischen Eigenschaften sowie der Steigerung der Reproduzierbarkeit und Homogenität der Werkstoff- und Bauteileigenschaften additiv gefertigter, metallischer Bauteile. Als Maßstab für die Bewertung der Ergebnisse wurden jeweils normative Vorgaben für höchste Festigkeiten herangezogen. Zu diesem Zweck wurden umfangreiche in-situ Analysen der Phasenumwandlungen beim Erwärmen auf Lösungsglühtemperatur sowie beim Abkühlen von der Lösungsglühtemperatur mittels Dilatometrie und Kalorimetrie durchgeführt. Diese Analysen wurden ergänzt um Mikrostrukturuntersuchungen und um die Ermittlung der mechanischen Eigenschaften sowohl im Ausgangszustand als auch nach erfolgter Wärmebehandlung.

Für die Aluminiumgusslegierung AlSi10Mg sind bereits im Ausgangszustand (wie gebaut) hervorragende mechanische Eigenschaften zu beobachten. Die ermittelten Kennwerte für die Festigkeiten und Bruchdehnungen sind signifikant besser als bei wärmebehandelten, gegossenen Bauteilen und vergleichbar mit Werten für laserstrahlgeschmolzene Bauteile aus der Richtlinie VDI 3405 Blatt 2.1. Ein Erklärungsansatz für die hervorragenden mechanischen Eigenschaften im wie gebauten Zustand liegt in der raschen Erstarrung und der integrierten Warmauslagerung während des Bauprozesses. In den drei untersuchten Baurichtungen (liegend, stehend und 45°-geneigt) sind geringfügige Unterschiede zu beobachten. Lediglich in der Bruchdehnung ist auffällig, dass die senkrecht aufgebauten Proben schlechter abschneiden. Der erste Ansatz, ein nochmaliges Lösungsglühen führt in der Regel zu sinkenden Festigkeiten. Das sehr feine Gefüge infolge der hohen Erstarrungsraten erfordert eine deutlich kürzere Zeit für das Lösungsglühen. Im ersten Ansatz kann das Lösungsglühen drastisch verkürzt werden – von bisher mehreren Stunden auf wenige Minuten – wobei vergleichbare mechanische Eigenschaften erreicht werden. Daraus ergeben sich gleichzeitig Energie- und Kosteneinsparungen. Je nach Anwendungsfall kann mit Hilfe von längeren Lösungsglühdauern ein Kompromiss zwischen sinkenden Festigkeiten und gleichzeitig steigenden Bruchdehnungen sinnvoll sein. Die zweite Alternative stellt ein Direktauslagern ohne vorheriges Lösungsglühen und Abschrecken dar. Dabei wird nicht nur die besondere Werkstoffstruktur des wie gebauten Zustandes erhalten, sondern es können auch die mechanischen Eigenschaften weiter verbessert werden, so kann eine erhöhte Duktilität bei gleichbleibenden Festigkeiten beobachtet werden.

Die ermittelten mechanischen Eigenschaften für den ausscheidungshärtenden Stahl X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand (wie gebaut) zeigen, dass eine gesonderte Wärmebehandlung notwendig ist, um die normativen Vorgaben mit höchsten Festigkeiten bei gleichzeitig ausreichend hoher Duktilität zu erfüllen. Innerhalb der drei untersuchten Baurichtungen (liegend, stehend und 45°-geneigt) sind geringfügige Unterschiede festzustellen, auffällig ist jedoch, dass die Bruchdehnung senkrecht aufgebauter Proben signifikant schlechter ist. Ein Austenitisieren, Abschrecken und anschließendes Auslagern führte in ersten Experimenten für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 im Rahmen dieser Arbeit zu einer starken Versprödung. Dies verdeutlicht, dass eine Optimierung der Bauparameter für den Laserstrahlschmelzprozess und somit eine Verringerung von kritischen Baufehlern erforderlich ist. Ein potentieller Verbesserungsansatz ist das Direktauslagern ohne vorheriges Austenitisieren und Abschrecken. Dabei kann die hohe Übersättigung an Legierungselementen infolge der raschen Erstarrung im Laserstrahlschmelzprozess genutzt werden, um die Festigkeiten zu erhöhen. Dies eröffnet die Möglichkeit, die mechanischen Eigenschaften anwendungsspezifisch einzustellen.

Ein Vergleich unterschiedlicher Chargen von laserstrahlgeschmolzenem X5CrNiCuNb16-4, gebaut auf unterschiedlichen Anlagen, zeigt, dass normgerechte mechanische Eigenschaften für den Zustand mit höchster Festigkeit und gleichzeitig ausreichend hoher Bruchdehnung möglich sind. Dies konnte hier erstmals auch für senkrecht aufgebaute Proben nachgewiesen werden. Es konnte beobachtet werden, dass mögliche, aus dem Aufbauprozess resultierende Werkstofffehler laserstrahlgeschmolzener Bauteile, z. B. Bindefehler, nicht aufgeschmolzenes Pulver oder Poren, einen wesentlichen Einfluss auf die finalen mechanischen Eigenschaften haben. Daraus ergibt sich, dass eine tiefgreifende Prozessüberwachung und iterative Parameteroptimierung entscheidend sind. Eine möglichst gute Prozesskontrolle bestimmt somit auch den Erfolg einer nachgelagerten Wärmebehandlung.

Mit der Vervollständigung bestehender Zeit-Temperatur-Ausscheidungs- und Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramme für ausscheidungshärtende Stähle, wie den untersuchten X5CrNiCuNb16-4, konnte ein wertvoller Erkenntnisgewinn erzielt werden. Mit Hilfe von Zeit-Temperatur-Austenitisier-Diagrammen konnte gezeigt werden, dass eine geeignete Austenitisiertemperatur z. T. höher liegt, als bislang angenommen. Je nach Legierungszusammensetzung, reicht die standardmäßig gewählte Austenitisiertemperatur nicht aus, um alle Legierungselemente im Mischkristall zu lösen.

Als weiterer Meilenstein erfolgte ein erstmaliger Nachweis einer kritischen Abkühlgeschwindigkeit für ausscheidungshärtende Stähle und die Integration der abschreckinduzierten Ausscheidung kupferreicher Phasen in Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramme.

Zusammenfassend können zwei wesentliche Strategien zur Verbesserung der Werkstoffeigenschaften laserstrahlgeschmolzener Bauteile aus AlSi10Mg bzw. X5CrNiCuNb16-4 abgeleitet werden: die Anpassung der Lösungsglühparameter und die Direktauslagerung.

Selbständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Dissertation selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und die den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Christian Rowolt

Rostock, den 20.05.2020

Literaturverzeichnis

- [1] Berger, R. *Additive manufacturing. A game changer for the manufacturing industry?* Roland Berger Strategy Consultants GmbH. München, November 2013.
- [2] Wang, F. Mechanical property study on rapid additive layer manufacture Hastelloy (R) X alloy by selective laser melting technology. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2012, **58** (5-8), 545-551.
- [3] Palm, M. *Prozessieren innovativer intermetallischer Fe-Al Legierungen mit additiven Fertigungsverfahren. BMBF-Technologiegespräch „Materialinnovationen für die industrielle additive Fertigung“*. Bonn, 2015.
- [4] Sander, J.; Hufenbach, J.; Giebel, L.; Wendrock, H.; Kühn, U. und Eckert, J. Microstructure and properties of FeCrMoVC tool steel produced by selective laser melting. *Materials and Design*. 2016, **89**, 335-341.
- [5] Niendorf, T.; Brenne, F.; Hoyer, K.-P.; Schwarze, D.; Schaper, M.; Grothe, R.; Wiesener, M.; Grundmeier, G. und Maier, H. J. Processing of New Materials by Additive Manufacturing: Iron-Based Alloys Containing Silver for Biomedical Applications. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 2015, **46** (7), 2829-2833.
- [6] Wohlers, T. und Caffrey, T. *Wohlers Report 2015: 3D Printing and Additive Manufacturing State of the Industry - Annual Worldwide Progress Report*. Fort Collins, Col.: Wohlers Associates, 2015.
- [7] Kamps, T. *3D-Druck von Zahnrädern und resultierende Potenziale*. Bayern Innovativ - Gesellschaft für Innovation und Wissenstransfer mbH, Nürnberg; Bayerisches Staatsministerium für Wirtschaft und Medien, Energie und Technologie, München: Effizienz im Antriebsstrang - Trends und Herausforderungen: Symposium mit Fachaustellung, 12. November 2014, Regensburg.
- [8] Meixsperger, M.; Töpker, J. und Skrynecki, N. Qualitätssichernde In-Prozessprotokollierung im Strahlschmelzverfahren. *Rapid.Tech.* 2010.
- [9] Tang, M.; Pistorius, P. C.; Narra, S. und Beuth, J. L. Rapid Solidification: Selective Laser Melting of AlSi10Mg. *JOM*. 2016, **68** (3), 960-966.
- [10] Over, C. *Generative Fertigung von Bauteilen aus Werkzeugstahl X38CrMoV5-1 und Titan TiAl6V4 mit "Selective Laser Melting"*. Aachen: Shaker, 2003. Berichte aus der Lasertechnik.
- [11] Buchbinder, D.; Schleifenbaum, H.; Heidrich, S.; Meiners, W. und Bültmann, J. High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts. *Physics Procedia*. 2011, **12**, 271-278.
- [12] Li, Y. und Gu, D. D. Parametric analysis of thermal behavior during selective laser melting additive manufacturing of aluminum alloy powder. *Materials & Design*. 2014, **63**, 856-867.
- [13] Vilardo, T.; Colin, C. und Bartout, J. D. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 2011, **42A** (10), 3190-3199.
- [14] Tradowsky, U.; White, J.; Ward, R.M.; Read, N.; Reimers, W. und Attallah, M. M. Selective laser melting of AlSi10Mg: Influence of post-processing on the microstructural and tensile properties development. *Materials & Design*. 2016, 212-222.
- [15] Tolosa, I.; Garciandia, F.; Zubiri, F.; Zapirain, F. und Esnaola, A. Study of mechanical properties of AISI 316 stainless steel processed by "selective laser melting", following different manufacturing strategies. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2010, **51** (5-8), 639-647.
- [16] Hitzler, L.; Hirsch, J.; Heine, B.; Merkel, M.; Hall, W. und Öchsner, A. On the Anisotropic Mechanical Properties of Selective Laser-Melted Stainless Steel. *Materials*. 2017, **10** (10).
- [17] Kempen, K.; Thijs, L.; van Humbeeck, J. und Kruth, J. P. Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting. *Physics Procedia*. 2012, **39**, 439-446.
- [18] Yadollahi, A.; Shamsaei, N.; Thompson, S. M.; Elwany, A. und Bian, L. Effects of building orientation and heat treatment on fatigue behavior of selective laser melted 17-4 PH stainless steel. *International Journal of Fatigue*. 2017, **94**, 218-235.
- [19] Holzweissig, M. J.; Taube, A.; Brenne, F.; Schaper, M. und Niendorf, T. Microstructural Characterization and Mechanical Performance of Hot Work Tool Steel Processed by Selective Laser Melting. *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*. 2015, **46** (2), 545-549.

- [20] VDI-Fachausschuss 105 Rapid Prototyping / Rapid Manufacturing: Auswertung Ringversuch zur Kennwertermittlung laserstrahlgeschmolzener Zugproben, Arbeitspapier zur Richtlinienerstellung (3405 Teil 2).
- [21] Takata, N.; Kodaira, H.; Sekizawa, K.; Suzuki, A. und Kobashi, M. Change in microstructure of selectively laser melted AlSi10Mg alloy with heat treatments. *Materials Science and Engineering: A*. 2017, **704**, 218-228.
- [22] Grund, M. *Implementierung von schichtadditiven Fertigungsverfahren. Mit Fallbeispielen aus der Luftfahrtindustrie und Medizintechnik*. Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg, 2015. Light Engineering für die Praxis.
- [23] Meiners, W. *Direktes selektives Laser Sintern einkomponentiger metallischer Werkstoffe*. Techn. Hochsch., Diss.-Aachen, 1999. Als Ms. gedr. Aachen: Shaker, 1999. Berichte aus der Lasertechnik.
- [24] Chlebus, E.; Kuźnicka, B.; Kurzynowski, T. und Dybała, B. Microstructure and mechanical behaviour of Ti-6Al-7Nb alloy produced by selective laser melting. *Materials Characterization*. 2011, **62** (5), 488-495.
- [25] Tillmann, W.; Schaak, C.; Nellesen, J.; Schaper, M.; Aydinöz, M. E. und Hoyer, K.-P. Hot isostatic pressing of IN718 components manufactured by selective laser melting. *Additive Manufacturing*. 2017, **13**, 93-102.
- [26] Aboulkhair, N. T.; Maskery, I.; Tuck, C.; Ashcroft, I. A. und 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*. 2016, **667**, 139-146.
- [27] Irrinki, H. *Mechanical properties and microstructure evolution of 17-4 PH stainless steel processed by laser-powered bed fusion*. Electronic Theses and Dissertations. University of Louisville: ThinkIR: The University of Louisville's Institutional Repository, 2016.
- [28] Gebhardt, A. *Additive Fertigungsverfahren*. München: Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2016.
- [29] Kruth, J. P.; Levy, G.; Klocke, F. und Childs, T. H. C. Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*. 2007, **56** (2), 730-759.
- [30] Buchmayr, B. und Panzl, G. Eine SWOT-Analyse zum Einsatz der Additiven Fertigung für metallische Bauteile. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*. 2015, **160** (1), 15-20.
- [31] Ploshikhin, V.; Jürgens, J.-P.; Schlasche, J. und Logvinov, R. *Introduction: Material and Part Quality Assurance as a Key-factor for Additive Manufacturing*. 2nd International Symposium Materials Science and Technology of Additive Manufacturing MSTAM 2016, Bremen, 17th.-18th. Feb. 2016.
- [32] Kamps, T. *Leichtbau von Stirnzahnrädern aus Einsatzstahl mittels Laserstrahlschmelzen*, 2018. Dissertation, Lehrstuhl für Betriebswissenschaften und Montagetechnik, TU München.
- [33] Ostermann, F. *Anwendungstechnologie Aluminium*. 3. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2014. VDI-Buch.
- [34] Apelian, D.; Shivkumar, S. und Sigworth, G. Fundamental aspects of heat treatment of cast Al-Si-Mg alloys. *Transactions of the American Foundrymen's Society*. 1989, **97**, 727-742.
- [35] Ogris, E. *Development of Al-Si-Mg alloys for semi-solid processing and silicon spheroidization treatment (SST) for Al-Si- cast alloys*. Zugl.: Zürich, Diss., Technische Wissenschaften ETH Zürich, Nr. 14803, 2002. Zürich, 2002.
- [36] Sjölander, E. und Seifeddine, S. The heat treatment of Al-Si-Cu-Mg casting alloys. *Journal of Materials Processing Technology*. 2010, **210** (10), 1249-1259.
- [37] Rometsch, P. A.; Arnberg, L. und Zhang, D. L. Modelling dissolution of Mg₂Si and homogenisation in Al-Si-Mg casting alloys. *International Journal of Cast Metals Research*. 1999, **12** (1), 1-8.
- [38] Sjölander, E. und Seifeddine, S. Optimisation of solution treatment of cast Al-Si-Cu alloys. *Materials & Design*. 2010, **31**, 544-549.
- [39] Sjölander, E. und Seifeddine, S. Optimization of Solution Treatment of Cast Al-7Si-0.3Mg and Al-8Si-3Cu-0.5Mg Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 2014, **45** (4), 1916-1927.

IV Literaturverzeichnis

- [40] Closset, B.; Drew, R. A. L. und Gruzleski, J. E. Eutectic silicon shape control by in situ measurement of resistivity. *Transactions of the American Foundrymen's Society*. 1986, **94**, 9-16.
- [41] Shivkumar, S.; Ricci, S.; Keller, C. und Apelian, D. Effect of solution treatment parameters on tensile properties of cast aluminum alloys. *Journal of Heat Treating*. 1990, **8** (1), 63-70.
- [42] Zhang, D. L.; Zheng, L. H. und St John, D. H. Effect of a short solution treatment time on microstructure and mechanical properties of modified Al-7wt.%Si-0.3wt.%Mg alloy. *Journal of Light Metals*. 2002, **2** (1), 27-36.
- [43] Lados, D. A.; Apelian, D. und Wang, L. Solution treatment effects on microstructure and mechanical properties of Al-(1 to 13 pct)Si-Mg cast alloys. *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*. 2011, **42** (1), 171-180.
- [44] Li, H. J.; Shivkumar, S.; Luo, X. J. und Apelian, D. Influence of Modification on the Solution Heat-treatment Response of Cast Al-Si-Mg Alloys. *Cast Metals*. 1988, **1** (4), 227-234.
- [45] Ogris, E.; Wahlen, A.; Lüchinger, H. und Uggowitzer, P. J. On the silicon spheroidization in Al-Si alloys. *Journal of Light Metals*. 2002, **2** (4), 263-269.
- [46] Zhu, P. Y.; Liu, Q. Y. und Hou, T. X. Spheroidization of eutectic silicon in Al-Si alloys. *Transactions of the American Foundrymen's Society*. 1985, **93**, 609-614.
- [47] Osten, J.; Milkereit, B.; Schick, C. und Kessler, O. Dissolution and Precipitation Behaviour during Continuous Heating of Al-Mg-Si Alloys in a Wide Range of Heating Rates. *Materials*. 2015, **8** (5), 2830-2848.
- [48] Fröck, H.; Graser, M.; Milkereit, B.; Reich, M.; Lechner, M.; Merklein, M. und Kessler, O. Precipitation behaviour and mechanical properties during short-term heat treatment for tailor heat treated profiles (THTP) of aluminium alloy 6060 T4. *Materials Science Forum*, 2017, pp. 400-406.
- [49] Wiechmann, P.; Panwitt, H.; Heyer, H.; Reich, M.; Sander, M. und Kessler, O. Combined Calorimetry, Thermo-Mechanical Analysis and Tensile Test on Welded EN AW-6082 Joints. *Materials*. 2018, **11** (8).
- [50] Milkereit, B.; Kessler, O. und Schick, C. Recording of continuous cooling precipitation diagrams of aluminium alloys. *Thermochimica Acta*. 2009, **492** (1-2), 73-78.
- [51] Milkereit, B.; Fröck, H.; Schick, C. und Kessler, O. Continuous cooling precipitation diagram of cast aluminium alloy Al-7Si-0.3Mg. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2014, **24** (7), 2025-2033.
- [52] Milkereit, B.; Wanderka, N.; Schick, C. und Kessler, O. Continuous cooling precipitation diagrams of Al-Mg-Si alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2012, **550**, 87-96.
- [53] Zhang, Y.; Milkereit, B.; Kessler, O.; Schick, C. und Rometsch, P. A. Development of continuous cooling precipitation diagrams for aluminium alloys AA7150 and AA7020. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014, **584**, 581-589.
- [54] Rack, H. J. und Kalish, D. The strength, fracture toughness, and low cycle fatigue behavior of 17-4 PH stainless steel. *Metallurgical Transactions*. 1974, **5** (7), 1595-1605.
- [55] Irvine, K. J.; Llewellyn, D. T. und Pickering, F. B. Controlled-transformation stainless steels. *Journal of the Iron and Steel Institute*. 1959, **192** (7), 218-238.
- [56] Irvine, K. J.; Crowe, D. J. und Pickering, F. B. The physical metallurgy of 12% chromium steels. *Journal of the Iron and Steel Institute*. 1960, **195**, 386-405.
- [57] Wriedt, H. A. und Darken, L. S. The Solubility of Copper in Ferrite. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*. 1960, **218** (1), 30-36.
- [58] Kulmburg, A.; Korntheuer, F.; Koren, M.; Gründler O. und Hutterer, K. Umwandlungs- und Ausscheidungsverhalten von weichmartensitischen und hochfesten korrosionsbeständigen Stählen. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*. 1981, **126** (3), 104-108.
- [59] Hornbogen, E. und Glenn, R. C. A Metallographic Study of Precipitation of Copper from Alpha Iron. *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*. 1960, **218** (6), 1064-1070.
- [60] Hsiao, C. N.; Chiou, C. S. und Yang, J. R. Aging reactions in a 17-4 PH stainless steel. *Materials Chemistry and Physics*. 2002, **74** (2), 134-142.

-
- [61] Murayama, M.; Katayama, Y. und Hono, K. Microstructural evolution in a 17-4 PH stainless steel after aging at 400 °C. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 1999, **30** (2), 345-353.
 - [62] Goller, G. N. und Clarke, W. C. New Precipitation-Hardening Stainless Steel. *Iron Age*. 1950, **165**, 79-83 & 86-89.
 - [63] Antony, K. C. Aging reactions in precipitation hardenable stainless steel. *Journal of Metals*. 1963, **15**, 922-927.
 - [64] Viswanathan, U. K.; Banerjee, S. und Krishnan, R. Effects of aging on the microstructure of 17-4 PH stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*. 1988, **104**, 181-189.
 - [65] Hornbogen, E. The role of strain energy during precipitation of copper and gold from alpha iron. *Acta Metallurgica*. 1962, **10** (5), 525-533.
 - [66] Speich, G. R. und Oriani, R. A. The Rate of Coarsening of Copper Precipitate in an Alpha-Iron Matrix. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*. 1965, **233** (4), 623-631.
 - [67] Pizzini, S.; Roberts, K. J.; Phythian, W. J.; English, C. A. und Greaves, G. N. A fluorescence EXAFS study of the structure of copper rich precipitates in Fe-Cu and Fe-Cu-Ni alloys. *Philosophical Magazine Letters*. 1990, **61** (4), 223-229.
 - [68] Phythian, W. J.; Foreman, A. J.; English, C. A.; Buswell, J. T.; Hetherington, M. G.; Roberts, K. J. und Pizzini, S. Structure and hardening mechanism of copper precipitation in thermally aged or irradiated Fe-Cu and Fe-Cu-Ni model alloys. *ASTM Special Technical Publication*, 1992, pp. 131-150.
 - [69] Goodman, S. R.; Brenner, S. S. und Low, J. R. An FIM-Atom Probe Study of the Precipitation of Copper from Iron-1.4 At. Pct Copper. Part II: Atom Probe Analyses. *Metallurgical Transactions*. 1973, **4** (10), 2371-2378.
 - [70] Deschamps, A.; Militzer, M. und Poole, W. J. Precipitation Kinetics and Strengthening of a Fe-0.8wt%Cu Alloy. *ISIJ international*. 2001, **41** (2), 196-205.
 - [71] Worrall, G. M.; Buswell, J. T.; English, C. A.; Hetherington, M. G. und Smith, G. D. W. A study of the precipitation of copper particles in a ferrite matrix. *Journal of Nuclear Materials*. 1987, **148** (1), 107-114.
 - [72] Youle, A. und Ralph, B. A Study of the Precipitation of Copper from α -Iron in the Pre-Peak to Peak Hardness Range of Ageing. *Metal Science Journal*. 1972, **6**, 149-152.
 - [73] Maruyama, N.; Sugiyama, M.; Hara, T. und Tamehiro, H. Precipitation and phase transformation of copper particles in low alloy ferritic and martensitic steels. *Materials Transactions, JIM*. 1999, **40** (4), 268-277.
 - [74] Osamura, K.; Okuda, H.; Ochiai, S.; Takashima, M.; Asano, K.; Furusaka, M.; Kishida, K. und Kurokawa, F. Precipitation hardening in Fe-Cu binary and Quaternary alloys. *ISIJ international*. 1994, **34** (4), 359-365.
 - [75] Kolli, P. R. und Seidman, D. N. The temporal evolution of the decomposition of a concentrated multicomponent Fe-Cu-based steel. *Acta Materialia*. 2008, **56** (9), 2073-2088.
 - [76] Isheim, D.; Gagliano, M. S.; Fine, M. E. und Seidman, D. N. Interfacial segregation at Cu-rich precipitates in a high-strength low-carbon steel studied on a sub-nanometer scale. *Acta Materialia*. 2006, **54** (3), 841-849.
 - [77] Buswell, J. T.; English, C. A.; Hetherington, M. G.; Phythian, W. J.; Smith, G. D. W. und Worrall, G. M. An Analysis of Small Clusters Formed in Thermally Aged and Irradiated FeCu and FeCuNi Model Alloys. *Proc. 14th Int. Symp. on the Effects of Radiation on Materials, Andover, Massachusetts*. 1988, **2** (ASTM STP), 127.
 - [78] Othen, P. J.; Jenkins, M. L.; Smith, G. D. W. und Phythian, W. J. Transmission electron microscope investigations of the structure of copper precipitates in thermally-aged Fe-Cu and Fe-Cu-Ni. *Philosophical Magazine Letters*. 1991, **64** (6), 383-391.
 - [79] Othen, P. J.; Jenkins, M. L. und Smith, G. D. W. High-resolution electron microscopy studies of the structure of Cu precipitates in α -Fe. *Philosophical Magazine A: Physics of Condensed Matter, Structure, Defects and Mechanical Properties*. 1994, **70** (1), 1-24.

- [80] Vyazovkin, S.; Koga, N. und Schick, C. *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry. Recent Advances, Techniques and Applications*. Volume 6, Second Edition. New York: Elsevier Ltd.; Elsevier Science, 2018.
- [81] Kapoor, R. und Batra, I. S. On the α' to γ transformation in maraging (grade 350), PH 13-8 Mo and 17-4 PH steels. *Materials Science and Engineering: A*. 2004, **371** (1-2), 324-334.
- [82] Brezina, P. und Sonderegger, B. Wärmebehandlung, Gefüge und Eigenschaften des korrosionsträgen, martensitaushärtbaren Stahles X5CrNiMoCuNb14-5 (14-5 PH). *Escher Wyss Mitteilungen*. 1978, **1**, 38-48.
- [83] Brandl, E.; Heckenberger, U.; Holzinger, V. und Buchbinder, D. Additive manufactured AlSi10Mg samples using Selective Laser Melting (SLM): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. *Materials & Design*. 2012, **34**, 159-169.
- [84] Kimura, T. und Nakamoto, T. Microstructures and mechanical properties of A356 (AlSi7Mg0.3) aluminum alloy fabricated by selective laser melting. *Materials and Design*. 2016, **89**, 1294-1301.
- [85] Li, W.; Li, S.; Liu, J.; Zhang, A.; Zhou, Y.; Wei, Q.; Yan, C. und Shi, Y. Effect of heat treatment on AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting: Microstructure evolution, mechanical properties and fracture mechanism. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, **663**, 116-125.
- [86] Girelli, L.; Tocci, M.; Montesano, L.; Gelfi, M. und Pola, A. Optimization of heat treatment parameters for additive manufacturing and gravity casting AlSi10Mg alloy. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2017, **264**, 1-8.
- [87] Asgari, H.; Baxter, C.; Hosseinkhani, K. und Mohammadi, M. On microstructure and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg_200C using recycled powder. *Materials Science and Engineering: A*. 2017, **707**, 148-158.
- [88] Maskery, I.; Aboulkhair, N. T.; Tuck, C.; Wildman, R. D.; Ashcroft, I. A. und Everitt, N. M. Fatigue performance enhancement of selectively laser melted aluminium alloy by heat treatment. *Proceedings of the 26th International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas, Austin, 2015, pp. 1017-1025.
- [89] Zhou, L.; Mehta, A.; Schulz, E.; McWilliams, B.; Cho, K.; Sohn, Y.; Le Zhou; Mehta, Abhishek; Schulz, Esin; McWilliams, Brandon; Cho, Kyu und Sohn, Yongho. Microstructure, precipitates and hardness of selectively laser melted AlSi10Mg alloy before and after heat treatment. *Materials Characterization*. 2018, **143**, 5-17.
- [90] Hitzler, L.; Charles, A. und Öchsner, A. The Influence of Post-Heat-Treatments on the Tensile Strength and Surface Hardness of Selective Laser Melted AlSi10Mg. *Defect and Diffusion Forum*. 2017, **370**, 171-176.
- [91] Hitzler, L.; Janousch, C.; Schanz, J.; Merkel, M.; Heine, B.; Mack, F.; Hall, W. und Öchsner, A. Direction and location dependency of selective laser melted AlSi10Mg specimens. *Journal of Materials Processing Technology*. 2017, 48-61.
- [92] Aboulkhair, N. T.; Tuck, C.; Ashcroft, I. A.; Maskery, I. und Everitt, N. M. On the Precipitation Hardening of Selective Laser Melted AlSi10Mg. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 2015, **46** (8), 3337-3341.
- [93] Buchbinder, D.; Meiners, W.; Wissenbach, K. und Poprawe, R. Selective laser melting of aluminum die-cast alloy - Correlations between process parameters, solidification conditions, and resulting mechanical properties. *Journal of Laser Applications*. 2015, **27** (S2).
- [94] Kempen, K.; Thijs, L.; van Humbeeck, J. und Kruth, J. P. Processing AlSi10Mg by selective laser melting. Parameter optimisation and material characterisation. *Materials Science and Technology*. 2015, **31** (8), 917-923.
- [95] Rao, J. H.; Zhang, Y.; Fang, X.; Chen, Y.; Wu, X. und Davies, C. H. J. The origins for tensile properties of selective laser melted aluminium alloy A357. *Additive Manufacturing*. 2017, **17**, 113-122.
- [96] Palm, F. *Material quality in laser powderbed melting has to be manufactured directly - and not assured by NDI*. AEROMAT2016 - Conference & Exposition Meydenbauer Conference Center, Bellevue, WA, USA 23-25 May 2016.
- [97] Read, N.; Wang, W.; Essa, K. und Attallah, M. M. Selective laser melting of AlSi10Mg alloy. Process optimisation and mechanical properties development. *Materials & Design*. 2014, **65**, 417-424.

- [98] Thijs, L.; Kempen, K.; Kruth, J. P. und van Humbeeck, J. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder. *Acta Materialia*. 2013, **61** (5), 1809-1819.
- [99] Prashanth, K. G.; Scudino, S.; Klauss, H. J.; Surreddi, K. B.; Löber, L.; Wang, Z.; Chaubey, A. K.; Kühn, U. und Eckert, J. Microstructure and mechanical properties of Al-12Si produced by selective laser melting: Effect of heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*. 2014, **590**, 153-160.
- [100] Ma, P.; Prashanth, K. G.; Scudino, S.; Yandong, J.; Hongwei, W.; Chunming, Z.; Zunjie, W. und Eckert, J. Influence of Annealing on Mechanical Properties of Al-20Si Processed by Selective Laser Melting. *Metals*. 2014, **4** (1), 28-36.
- [101] Tang, M. und Pistorius, P. C. Anisotropic Mechanical Behavior of AlSi10Mg Parts Produced by Selective Laser Melting. *JOM*. 2017, 1-7.
- [102] Iturrioz, A.; Gil, E.; Petite, M. M.; Garciandia, F.; Mancisidor, A. M. und San Sebastian, M. Selective laser melting of AlSi10Mg alloy: influence of heat treatment condition on mechanical properties and microstructure. *Welding in the World*. 2018, **62** (4), 885-892.
- [103] DIN Deutsches Institut für Normung e. V. DIN EN ISO 4885:2018, *Eisenwerkstoffe - Wärmebehandlung - Begriffe*, Beuth Verlag GmbH, Berlin.
- [104] Hu, Z.; Zhu, H.; Zhang, H. und Zeng, H. Experimental investigation on selective laser melting of 17-4PH stainless steel. *Optics & Laser Technology*. 2017, **87**, 17-25.
- [105] LeBrun, T.; Nakamoto, T.; Horikawa, K. und Kobayashi, H. Effect of retained austenite on subsequent thermal processing and resultant mechanical properties of selective laser melted 17-4 PH stainless steel. *Materials & Design*. 2015, **81**, 44-53.
- [106] Rafi, H. K.; Pal, D.; Patil, N.; Starr, T. L. und Stucker, B. E. Microstructure and Mechanical Behavior of 17-4 Precipitation Hardenable Steel Processed by Selective Laser Melting. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2014, **23** (12), 4421-4428.
- [107] Starr, T. L.; Rafi, H. K.; Stucker, B. E. und Scherzer, C. M. Controlling phase composition in selective laser melted stainless steels. *Proceedings of the 22nd International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas, Austin, 2012, pp. 439-446.
- [108] Yadollahi, A.; Shamsaei, N.; Thompson, S. M.; Elwany, A. und Bian, L. Mechanical and microstructural properties of selective laser melted 17-4 PH stainless steel. *Proceedings of the ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition - 2015. Presented at ASME 2015 International Mechanical Engineering Congress and Exposition, November 13-19, 2015, Houston, Texas, USA*. New York, N.Y.: The American Society of Mechanical Engineers, 2016.
- [109] Mahmoudi, M.; Elwany, A.; Yadollahi, A.; Thompson, S. M.; Bian, L. und Shamsaei, N. Mechanical properties and microstructural characterization of selective laser melted 17-4 PH stainless steel. *Rapid Prototyping Journal*. 2017, **23** (2), 280-294.
- [110] Murr, L. E.; Martinez, E.; Hernandez, J.; Collins, S.; Amato, K. N.; Gaytan, S. M. und Shindo, P. W. Microstructures and Properties of 17-4 PH Stainless Steel Fabricated by Selective Laser Melting. *Journal of Materials Research and Technology*. 2012, **1** (3), 167-177.
- [111] Facchini, L.; Vicente, N.; Lonardelli, I.; Magalini, E.; Robotti, P. und Molinari, A. Metastable Austenite in 17-4 Precipitation-Hardening Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting. *Advanced Engineering Materials*. 2010, **12** (3), 184-188.
- [112] Pasebani, S.; Ghayoor, M.; Badwe, S.; Irrinki, H. und Atre, Sundar V. Effects of atomizing media and post processing on mechanical properties of 17-4 PH stainless steel manufactured via selective laser melting. *Additive Manufacturing*. 2018, **22**, 127-137.
- [113] Yadollahi, A.; Shamsaei, N.; Thompson, S. M.; Elwany, A.; Bian, L. und Mahmoudi, M. Fatigue behavior of selective laser melted 17-4 PH stainless steel. *Proceedings of the 26th International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas, Austin, 2015, pp. 721-731.
- [114] Lass, E. A.; Stoudt, M. R. und Williams, M. E. Additively Manufactured Nitrogen-Atomized 17-4 PH Stainless Steel with Mechanical Properties Comparable to Wrought. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 2019, **50** (4), 1619-1624.
- [115] DeLong, W. T. A Modified Phase Diagram for Stainless Steel Weld Metals. *Metal Progress*. 1960, **77**, 98-100-B.

VIII Literaturverzeichnis

- [116] Schaeffler, A. L. Constitution diagram for stainless steel weld metal. *Metal Progress*. 1949, **56** (11), 680-680B.
- [117] Buchbinder, D.; Schilling, G.; Meiners, W.; Pirch, N. und Wissenbach, K. Untersuchung zur Reduzierung des Verzugs durch Vorwärmung bei der Herstellung von Aluminiumbauteilen mittels SLM. *RTejournal-Forum für Rapid Technologie*. 2011, **8** (1).
- [118] Höhne, G. W. H.; Hemminger, W. F. und Flammersheim, H.-J. *Differential Scanning Calorimetry*. 2nd revised and enlarged edition. Berlin, Heidelberg: Springer, 2003.
- [119] Milkereit, B.; Beck, M.; Reich, M.; Kessler, O. und Schick, C. Precipitation kinetics of an aluminium alloy during Newtonian cooling simulated in a differential scanning calorimeter. *Thermochimica Acta*. 2011, **522** (1-2), 86-95.
- [120] Calvet, E.; Prat, H. und Skinner, H., eds. *Recent progress in microcalorimetry*. Oxford, London, New York, Paris: Pergamon Press, 1963.
- [121] Merkwitz, M. *Oberflächen- und Grenzflächenspannung in binären metallischen Entmischungssystemen*. Dissertation, 1997. Fakultät für Naturwissenschaften der technischen Universität Chemnitz.
- [122] Katalog Hochtemperaturkeramikwerkstoffe - Mechanisch bearbeitbare Keramikhalbzeuge Polytec PT GmbH Polymere Technologien.
- [123] Materialdatenblatt Böhler N700 - Nicht rostender Stahl 17-4 PH - Böhler Edelstahl GmbH & Co. KG. 2010.
- [124] Materialdatenblatt Deutsche Edelstahlwerke - Acidur 4301 X5CrNi18-10 - Deutsche Edelstahlwerke GmbH. 2015.
- [125] Milkereit, B.; Burgschat, L.; Kemsies, R. H.; Springer, A.; Schick, C. und Kessler, O. In situ differential scanning calorimetry analysis of dissolution and precipitation kinetics in Mg-Y-RE alloy WE43. *Metals*. 2019, **7** (1), 1-14.
- [126] Tajima, M. und Umeyama, Y. Latent heats of phase transformations in iron and steels. *High Temperatures - High Pressures*. 2002, **34** (1), 91-97.
- [127] Reich, M.; Milkereit, B.; Bader, M.; Oehmigen, H. G. und Kessler, O. Calorimetric and Dilatometric Study of Tempering Behavior in the Heat Affected Zone of T24 Welding Seams. *HTM - Journal of Heat Treatment and Materials*. 2013, **68** (6), 274-282.
- [128] Verein Deutscher Eisenhüttenleute. Stahl-Eisen-Prüfblatt 1681:1993, *Richtlinien für Vorbereitung, Durchführung und Auswertung dilatometrischer Umwandlungsuntersuchungen an Eisenlegierungen, Stahleisen m.b.H.*, Düsseldorf.
- [129] Schumacher, P.; Reich, M.; Kessler, O.; Klett, J. und Hassel, T. Beitrag zur Finite-Elemente-Modellierung des nassen Unterwasserschweißens. *18. RoundTable Simulating Manufacturing: Tagungsband: 30. Mai-1. Juni 2017, Congresszentrum Marburg*. Hamburg: Simufact Engineering GmbH, 2017, 225–239, ISBN: 978-3-9813814-6-7.
- [130] Weck, E. und Leistner, E. *Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren Teil III: Nichteisenmetalle, Hartmetalle und Eisenwerkstoffe, Nickel-Basis- und Kobalt-Basis-Legierungen*. Düsseldorf: Deutscher Verlag für Schweißtechnik, 1986. Fachbuchreihe Schweißtechnik. 77/3.
- [131] ASM INTERNATIONAL. *Metals Handbook Volume 9 - Metallography and Microstructures*. Metals Park, Ohio: ASM International, 1992. ASM Handbook. / prepared under the direction of the ASM International Handbook Committee; Vol. 9.
- [132] Weck, E. und Leistner, E. *Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren Teil II: Farbätzmittel nach Beraha und ihre Abwandlungen*. Düsseldorf: Deutscher Verlag für Schweißtechnik, 1983. Fachbuchreihe Schweißtechnik. 77/2.
- [133] Matyja, H.; Giessen, B. C. und Grant, N. J. Effect of Cooling Rate on Dendrite Spacing in Splat-Cooled Aluminium Alloys. *Journal of the Institute of Metals*. 1968, **96**, 30–32.
- [134] Flemings, M. C. Solidification Processing. *Metallurgical Transactions*. 1974, **5** (10), 2121-2134.
- [135] Zhang, L. Y.; Jiang, Y. H.; Ma, Z.; Shan, S. F.; Jia, Y. Z.; Fan, C. Z. und Wang, W. K. Effect of cooling rate on solidified microstructure and mechanical properties of aluminium-A356 alloy. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008, **207** (1), 107-111.

-
- [136] Sigworth, G. K. Fundamentals of solidification in aluminum castings. *International Journal of Metalcasting*. 2014, **8** (1), 7-20.
 - [137] Das, S.; Yegneswaran, A. H. und Rohatgi, P. K. Characterization of rapidly solidified aluminium-silicon alloy. *Journal of Materials Science*. 1987, **22**, 3173-3177.
 - [138] Oswalt, K. J. und Misra, M. S. Dendrite Arm Spacing (DAS): A Nondestructive Test to Evaluate Tensile Properties of Premium-Quality Aluminum Alloy (Al-Si-Mg) Castings. *Transactions of the American Foundrymen's Society*. 1980, **88**, 845-862.
 - [139] Hetke, A. und Gundlach, R. B. Aluminum casting quality in alloy 356 engine components. *Transactions of the American Foundrymen's Society*. 1994, **102**, 367-380.
 - [140] Bundesverband der deutschen Giesserei-Industrie (BDG), *BDG-Richtlinie (VDG-Merkblatt) P 220 Bestimmung des Dendritenarmabstandes für Gussstücke aus Aluminium-Gusslegierungen*. 07/2011.
 - [141] Miki, I.; Kosuge, H. und Nagahama, K. Supersaturation and decomposition of Al-Fe alloys during solidification. *Journal of the Japan Institute of Light Metals*. 1975, **25** (1), 1-9.
 - [142] Taylor, J. A. Iron-Containing Intermetallic Phases in Al-Si Based Casting Alloys. *Procedia Materials Science*. 2012, 19-33.
 - [143] Taylor, J. A. The Effect of Iron in Al-Si Casting Alloys. *35th Australian Foundry Institute National Conference. Australian Foundry Institute (AFI)*. 2004, 148-157.
 - [144] Taylor, J. A.; St John, D. H.; Barresi, J. und Couper, M. J. Influence of Mg content on the microstructure and solid solution chemistry of Al-7%Si-Mg casting alloys during solution treatment. *Materials Science Forum*. 2000, 277-282.
 - [145] Mertens, A.; Dedry, O.; Reuter, D.; Rigo, O. und Lecomte-Beckers, J. Thermal Treatments Of AlSi10Mg Processed By Laser Beam Melting. *Proceedings of the 26th International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas, Austin, 2015, pp. 1007-1016.
 - [146] Rometsch, P. A. und Schaffer, G. B. Quench modelling of Al-7Si-Mg casting alloys. *International Journal of Cast Metals Research*. 2000, **12** (6), 431-439.
 - [147] Zhang, D. L. und Zheng, L. The quench sensitivity of cast Al-7 Wt Pct Si-0.4 Wt pct Mg alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 1996, **27** (12), 3983-3991.
 - [148] Wang, G.; Yan, L.; Ren, G. und Zhao, Z. Analyzing as-cast age hardening of 356 cast alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2011, **20** (3), 399-404.
 - [149] Murray, J. L. und McAlister, A. J. The Al-Si (Aluminum-Silicon) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*. 1984, **5** (1), 74-84.
 - [150] Mondolfo, L. F. *Aluminum alloys. Structure and properties*. London: Butterworths, 1976.
 - [151] Murayama, M. und Hono, K. Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*. 1999, **47** (5), 1537-1548.
 - [152] Bose, S. K. und Kumar, R. Structure of rapidly solidified aluminium-silicon alloys. *Journal of Materials Science*. 1973, **8**, 1795-1799.
 - [153] Bendijk, A.; Delhez, R.; Katgerman, L.; de Keijser, T. H.; Mittemeijer, E. J. und Van Der Pers, N. M. Characterization of Al-Si-alloys rapidly quenched from the melt. *Journal of Materials Science*. 1980, **15** (11), 2803-2810.
 - [154] Itagaki, M.; Giessen, B. C. und Grant, N. J. Supersaturation in Rapidly Quenched Al-Rich Al-Si Alloys. *American Society for Metals Transactions Quarterly*. 1968, **61** (2), 330-335.
 - [155] Gustafsson, G.; Thorvaldssons, T. und Dunlop, G. L. The influence of Fe and Cr on the microstructure of cast Al-Si-Mg alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 1986, **17 A** (1), 45-52.
 - [156] Closset, B. und Gruzleski, J. E. Structure and properties of hypoeutectic Al-Si-Mg alloys modified with pure strontium. *Metallurgical Transactions A*. 1982, **13** (6), 945-951.
 - [157] Sinfield, R. und Harris, D. A. Effects of Magnesium and Iron Contents and of Heat Treatment Variables on the Mechanical Properties of Sodium-Modified 7% Si-0.35 % Mg Alloy. *Journal of the Australasian Institute of Metals*. 1975, **20** (1), 44-48.

- [158] Zolotorevski, V.; Belov, N. A. und Glazoff, M. V. *Casting aluminum alloys*. Oxford: Elsevier, 2007.
- [159] Schumacher, P.; Pogatscher, S.; Starink, M. J.; Schick, C.; Mohles, V. und Milkereit, B. Quench-induced precipitates in Al–Si alloys: Calorimetric determination of solute content and characterisation of microstructure. *Thermochimica Acta*. 2015, **602**, 63-73.
- [160] Milkereit, B. und Starink, M. J. Quench sensitivity of Al-Mg-Si alloys: A model for linear cooling and strengthening. *Materials and Design*. 2015, **76**, 117-129.
- [161] Schumacher, P.; Reich, M.; Mohles, V.; Pogatscher, S.; Uggowitzer, P. J. und Milkereit, B. Correlation between supersaturation of solid solution and mechanical behaviour of two binary Al-Si-Alloys. *Materials Science Forum*. 2014, **794/796**, 508-514.
- [162] Starink, M. J.; Milkereit, B.; Zhang, Y. und Rometsch, P. A. Predicting the quench sensitivity of Al-Zn-Mg-Cu alloys: A model for linear cooling and strengthening. *Materials and Design*. 2015, **88**, 958-971.
- [163] Yang, B.; Milkereit, B.; Zhang, Y.; Rometsch, P. A.; Kessler, O. und Schick, C. Continuous cooling precipitation diagram of aluminium alloy AA7150 based on a new fast scanning calorimetry and interrupted quenching method. *Materials Characterization*. 2016, **120**, 30-37.
- [164] Shivkumar, S.; Keller, C. und Apelian, D. Aging behavior in cast Al-Si-Mg alloys. *Transactions of the American Foundrymen's Society*. 1990, **98**, 905-911.
- [165] Hernández-Paz, J. F.; Paray, F.; Gruzleski, J. E. und Emadi, D. Natural Aging and Heat Treatment of A356 Aluminum Alloy. *Transactions of the American Foundrymen's Society*. 2004, **112**, 155-164.
- [166] Tsukuda, M.; Koike, S. und Asano, K. Effect of pre-aging at room temperature on mechanical properties of Al-7%Si-Mg casting alloy. *Journal of Japan Institute of Light Metals*. 1978, **28** (11), 531-540.
- [167] Fujiki, S.; Tsukuda, M.; Koike, S. und Fukui, I. Effect of storage at low temperatures before artificial aging on mechanical properties of Al-7%Si-Mg casting alloys. *Journal of Japan Institute of Light Metals*. 1982, **32** (6), 277-283.
- [168] Fujiki, S.; Tsukuda, M.; Koike, S. und Fukui, I. Effect of two-step aging on mechanical properties of Al-7%Si-Mg casting alloys. *Journal of Japan Institute of Light Metals*. 1983, **33** (12), 712-718.
- [169] Ghate, G. P.; Murthy, K. S. S. und Raman, K. S. Effect of Trace Elements on the Delayed Aging of Al-7% Si-0.3% Mg Alloy. *Aluminium*. 1984, **60** (1), 19-20.
- [170] Niendorf, T.; Leuders, S.; Riemer, A.; Richard, H. A.; Tröster, T. und Schwarze, D. Highly anisotropic steel processed by selective laser melting. *Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science*. 2013, **44** (4), 794-796.
- [171] Amato, K. N.; Gaytan, S. M.; Murr, L. E.; Martinez, E.; Shindo, P. W.; Hernandez, J.; Collins, S. und Medina, F. Microstructures and mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by selective laser melting. *Acta Materialia*. 2012, **60** (5), 2229-2239.
- [172] Aydinöz, M. E.; Brenne, F.; Schaper, M.; Schaak, C.; Tillmann, W.; Nellesen, J. und Niendorf, T. On the microstructural and mechanical properties of post-treated additively manufactured Inconel 718 superalloy under quasi-static and cyclic loading. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, **669**, 246-258.
- [173] Thijs, L.; Verhaeghe, F.; Craeghs, T.; van Humbeeck, J. und Kruth, J. P. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V. *Acta Materialia*. 2010, **58** (9), 3303-3312.
- [174] Gülsöy, H. Ö. und Salman, S. Microstructures and mechanical properties of injection molded 17-4PH stainless steel powder with nickel boride additions. *Journal of Materials Science*. 2005, **40** (13), 3415-3421.
- [175] Slaby, S. A.; Kraft, O. und Eberl, C. Fatigue properties of conventionally manufactured and micro-powder-injection-moulded 17-4PH micro-components. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*. 2016, **39** (6), 780-789.
- [176] Slaby, S. A. *Charakterisierung und Bewertung der Zug- und Ermüdungseigenschaften von Mikrobauteilen aus 17-4PH Edelstahl - Ein Vergleich von mikropulverspritzgegossenem und konventionell hergestelltem Material*. Schriftenreihe des Instituts für Angewandte Materialien, Karlsruher Institut für Technologie; 57, 2017.

-
- [177] Ladewig, A.; Schlick, G.; Fisser, M.; Schulze, V. und Glatzel, U. Influence of the shielding gas flow on the removal of process by-products in the selective laser melting process. *Additive Manufacturing*. 2016, **10**, 1-9.
 - [178] Schaak, C.; Tillmann, W.; Schaper, M. und Aydinöz, M. E. Process Gas Infiltration in Inconel 718 Samples during SLM Processing. *RTejournal-Forum für Rapid Technologie*. 2016, **13** (1).
 - [179] Christien, F.; Telling, M. T. F. und Knight, K. S. A comparison of dilatometry and in-situ neutron diffraction in tracking bulk phase transformations in a martensitic stainless steel. *Materials Characterization*. 2013, 50-57.
 - [180] Christien, F.; Saïndrenan, G.; Le Gall, R. und Boursier, J. M. Some aspects of interfacial segregation in martensitic stainless steel 17-4 PH. *EDEM 99: International Conference on Environmental Degradation of Engineering Materials*. 1999, 99-104.
 - [181] Orlich, J.; Rose, A. und Wiest, P., eds. *Atlas zur Wärmebehandlung der Stähle*. Düsseldorf: Verl. Stahleisen, 1973.
 - [182] Ulferts, A. und Andrä, F. Innovation durch adaptive Frequenzvariation im Induktionshärteten. *elektrowärme international*. 2010, (3), 1-4.
 - [183] Kapoor, R.; Kumar, L. und Batra, I. S. Dilatometric study of the continuous heating transformations in 18wt.% Ni maraging steel of grade 350. *Materials Science and Engineering: A*. 2003, **352** (1-2), 318-324.
 - [184] Brezina, P. Martensitische CrNi-Stähle mit tiefem Kohlenstoffgehalt. *Escher Wyss Mitteilungen*. 1980, **53** (1-2), 218-236.
 - [185] Koren, M. und Diebold, A. Verbesserung der Güteeigenschaften von martensitaushärtbaren chemisch beständigen Stählen. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*. 1976, **121** (7), 269-274.
 - [186] Salje, G. und Feller-Kniepmeier, M. The diffusion and solubility of copper in iron. *Journal of Applied Physics*. 1977, **48** (5), 1833-1839.
 - [187] Habibi Bajguirani, H. R. und Jenkins, M. L. High-resolution electron microscopy analysis of the structure of copper precipitates in a martensitic stainless steel of type PH 15-5. *Philosophical Magazine Letters*. 1996, **73** (4), 155-162.
 - [188] Zhang, Y.; Weyland, M.; Milkereit, B.; Reich, M. und Rometsch, P. A. Precipitation of a new platelet phase during the quenching of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Scientific Reports*. 2016, **6** (1), 414.
 - [189] Kimura, Y. und Takaki, S. Phase transformation mechanism of Fe-Cu alloys. *ISIJ international*. 1997, **37** (3), 290-295.
 - [190] Rowolt, C.; Milkereit, B.; Andreazza, P. und Kessler, O. Quantitative high temperature calorimetry on precipitation in steel and nickel alloys. *Thermochimica Acta*. 2019, **677**, 169-179.
 - [191] Schatt, W.; Simmchen, E. und Zouhar, G., eds. *Konstruktionswerkstoffe des Maschinen- und Anlagenbaues*: Wiley VCH, 2009.

Anhang

A. Abkürzungsverzeichnis

DIL	Dilatometrie
DSC	Differential Scanning Calorimetry
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
HAADF	High Angle Annular Dark-Field
konv	konventionell
LBM	Laser Beam Melting
REM	Rasterelektronenmikroskop(-ie)
TEM	Transmissionselektronenmikroskop(-ie)

B. Symbolverzeichnis

Lateinische Buchstaben

<i>A</i>	Bruchdehnung
c_p	spezifische Wärmekapazität
C_p	Absolute Wärmekapazität
$c_{pexzess}$	spezifische Exzesswärmekapazität
<i>DAS</i>	Dendritenarmabstand
d_x	durchschnittliche Korngröße
<i>E</i>	Elastizitätsmodul
E_v	Volumenenergiedichte
<i>F</i>	Kraft
h_s	Spurabstand
<i>L</i>	Länge
L_0	Ausgangslänge
l_z	Schichtstärke
<i>m</i>	Masse

n	Anzahl an Dendritenarmen
P_L	Laserleistung
\dot{Q}_x	Wärmestrom
r	Radius
R_m	Zugfestigkeit
$R_{p0,1}$	0,1 %-Dehngrenze
$R_{p0,2}$	0,2 %-Dehngrenze
S_0	Anfangsquerschnitt
v_s	Scangeschwindigkeit
\dot{v}	Aufbaurate
x	Länge eines Dendritenstammes

Griechische Buchstaben

β	Scanrate
ε	Dehnung
ε'	1. Ableitung der Dehnung
ε_t	technische Dehnung
ε_w	wahre Dehnung
$\Delta\varepsilon'$	Differenz in der 1. Ableitung der Dehnung
ΔL	Längenänderung
$\Delta \dot{Q}$	Wärmestromdifferenz
Δ_T	Temperaturdifferenz
σ_t	technische Spannung
σ_w	wahre Spannung

Sonstige Symbole

\emptyset	Durchmesser; Durchschnittswert
-------------	--------------------------------

C. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Weltweite Werkzeugmaschinenproduktion ohne Teile und Zubehör [1]	2
Abbildung 2:	Beispiel zur Funktionsintegration in einem 3D-gedruckten Zahnrad, a) konturnahe Kühlung, b) Integrierte Kühlsmierstoffzufuhr [7].....	3
Abbildung 3:	a) Gussgefüge der Aluminiumlegierung AlSi10Mg [21], b) laserstrahlgeschmolzenes Gefüge der Aluminiumlegierung AlSi10Mg [21], c) Ergebnisse zum VDI-Ringversuch anhand laserstrahlgeschmolzenem und gehärtetem Stahl X3NiCoMoTi18-9-5 (1.2709) in Abhängigkeit von der Baurichtung nach [20].....	5
Abbildung 4:	Grundprinzip der additiven Fertigung [22, 23]	8
Abbildung 5:	Schematische Darstellung des LBM-Prozesses nach Kamps [7]	9
Abbildung 6:	Schematische Darstellung der Wechselwirkungszone von Laserstrahl und Pulvermaterial bzw. bereits verfestigtem Material im LBM-Prozess nach Kamps [32]	10
Abbildung 7:	Aluminiumreiche Seite des Al-Si-Zustandsdiagrammes nach Ostermann [33].....	12
Abbildung 8:	Entwicklung der Magnesiumkonzentration in einem Dendriten von AlSi7Mg0,3 mit unterschiedlichen DAS während des Lösungsglühens bei 530 °C a) 10 µm, b) 28 µm, c) 51 µm [39]	14
Abbildung 9:	a) eisenreiche Seite des Fe-Cu-Zustandsdiagrammes nach Wriedt et al. [57], b) schematische Darstellung der Teilschritte des Ausscheidungshärtens von Fe-Cu-Legierungen	17
Abbildung 10:	Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Austenitisierdiagramm für den Stahl X5CrNiCuNb16-4 [81]	20
Abbildung 11:	Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm für den Stahl X5CrNiMoCuNb14-5 (auch 14-5 PH) [82]	21
Abbildung 12:	Einfluss der Glühtemperatur (150-350 °C) auf die mechanischen Eigenschaften von laserstrahlgeschmolzenem AlSi7Mg nach einer Zeit von 5 h im Vergleich zum wie gebauten Zustand (25 °C) nach Kimura et al. [84]	24
Abbildung 13:	Einfluss der Glühtemperatur (450-550 °C) auf die mechanischen Eigenschaften von laserstrahlgeschmolzenem AlSi10Mg nach einer Zeit von 2 h und anschließender Wasserabschreckung im Vergleich zum wie gebauten Zustand (25 °C) nach Li et al. [85].....	25
Abbildung 14:	Einfluss der Glühdauer (0,25-150 h) auf die mechanischen Eigenschaften von laserstrahlgeschmolzenem AlSi10Mg bei 535 °C und anschließender Wasserabschreckung nach Rao et al. [95]	26
Abbildung 15:	Lage des Werkstoffes X5CrNiCuNb16-4 im Schaefflerdiagramm; A - Austenit, F - Ferrit, F (δ) - Deltaferrit, M - Martensit [116]	33

Abbildung 16:	Orientierung der additiv gefertigten Testkörper im Bauraum und Darstellung notwendiger Stützstrukturen im Bauprozess; 90° - stehend, 45° - geneigt, 0° - liegend	34
Abbildung 17:	Belichtungs- bzw. Scanstrategie des Laserstrahlschmelzprozesses für AlSi10Mg a) schematisch, b) Gefügestruktur des finalen Bauteils	35
Abbildung 18:	Vorbereitung der Probenfertigung von X5CrNiCuNb16-4 in Form von zwei Baujobs mit der 3D-Drucksoftware Materialise Magics	37
Abbildung 19:	Belichtungs- bzw. Scanstrategie des Laserstrahlschmelzprozesses für X5CrNiCuNb16-4 a) schematisch, b) Gefügestruktur des finalen Bauteils	38
Abbildung 20:	Schematischer Aufbau eines Wärmestromkalorimeters; S - Probe, R - Referenz 1 - Tiegel, 2 - Thermoelemente, 3 - Ofen, 4 - Deckel, ΔT - Temperaturdifferenz zwischen Proben- und Referenzseite [118]	41
Abbildung 21:	Schematischer Aufbau eines Leistungskompensationskalorimeters; S - Probenofen mit Probenmaterial, R - Referenzofen mit Referenzmaterial, 1 - Heizdraht, 2 - Widerstandsthermometer [118].....	41
Abbildung 22:	Vorgehensweise bei der Auswertung der DSC-Rohmessdaten am Beispiel einer Erwärmrate von 0,1 K/s im Setaram 121 DSC an konventionellem AlSi10Mg a) Probenmessung (AlSi10Mg vs. Al5N5) und Basislinienmessung (Al5N5 vs. Al5N5), b) Ergebnis der Subtraktion des Wärmestroms der Basislinienmessung von der Probenmessung, c) auf Scanrate und Probenmasse normierte Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität, d) vertikal verschobene Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität.....	43
Abbildung 23:	Vorgehensweise bei der Auswertung der DSC-Rohmessdaten am Beispiel einer Kühlrate von 0,1 K/s im Setaram 121 DSC an konventionellem AlSi10Mg a) Probenmessung (AlSi10Mg vs. Al5N5) und Basislinienmessung (Al5N5 vs. Al5N5), b) Ergebnis der Subtraktion des Wärmestroms der Basislinienmessung von der Probenmessung, c) auf Scanrate und Probenmasse normierte Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität, d) vertikal verschobene Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität.....	43
Abbildung 24:	Schematische Darstellung eines 3D- c_p -Rods mit Anordnung der verwendeten Tiegel, der Deckel und des Versuchsmaterials.....	45
Abbildung 25:	Vorgehensweise bei der Auswertung der DSC-Rohmessdaten am Beispiel einer Erwärmrate mit 0,1 K/s in der Setaram Labsys Evo an konventionellem X5CrNiCuNb16-4 a) Probenmessung (X5CrNiCuNb16-4 vs. Rescor960) und Basislinienmessung (Rescor960 vs. Rescor960), b) Ergebnis der Subtraktion des Wärmestroms der Basislinienmessung von der Probenmessung, c) auf Scanrate und Probenmasse normierte Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität, d) vertikal verschobene Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität	47

Abbildung 26:	Vorgehensweise bei der Auswertung der DSC-Rohmessdaten am Beispiel einer Kühlrate mit 0,1 K/s in der Setaram Labsys Evo an X5CrNiCuNb16-4 LBM a) Probenmessung (X5CrNiCuNb16-4 vs. <i>Rescor960</i>) und Basislinienmessung (<i>Rescor960</i> vs. <i>Rescor960</i>), b) Ergebnis der Subtraktion des Wärmestroms der Basislinienmessung von der Probenmessung, c) auf Scanrate und Probenmasse normierte Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität und Polynom dritter Ordnung, d) Ergebnis der Subtraktion des Polynoms von der normierten Kurve der spezifischen Exzesswärmekapazität	47
Abbildung 27:	a) Vergleich der spezifischen Wärmekapazitäten von <i>Rescor960</i> , X5CrNiCuNb16-4 und X5CrNi18-10, b) Vergleich der absoluten Wärmekapazitäten bezogen auf die Massen des verwendeten Proben- und Referenzmaterials	49
Abbildung 28:	Rohmessdaten von DSC-Erwärm- bzw. Abkühlkurven (Scanrate jeweils 0,1 K/s) des Stahls X5CrNiCuNb16-4 konv unter Verwendung unterschiedlicher Referenzmaterialien a) und b) <i>Rescor960</i> mit angepasster Masse des Probenmaterials c) und d) X5CrNi18-10, e) und f) X2CrNiMo18-14-3, g) und h) X6CrNiTi18-10	52
Abbildung 29:	Ausgewertete DSC-Kurven (Scanrate 0,1 K/s) des Stahls X5CrNiCuNb16-4 konv unter Verwendung dreier voll austenitischer Stähle als Referenzmaterial im Vergleich zu <i>Rescor960</i> a) Erwärmen, b) Abkühlen	53
Abbildung 30:	DSC-Erwärmkurven des Stahls X5CrNiCuNb16-4 konv mit einer Scanrate von 0,1 K/s und <i>Rescor960</i> als Referenzmaterial a) Auswertung von 25 Einzelmessungen, b) resultierende Mittelwertkurve (schwarz) und zugehörige Standardabweichung (grau)	54
Abbildung 31:	a) Schematische Darstellung eines Abschreckdilatometers nach Schumacher et al. [129], b) reales Bild einer Probe innerhalb der Induktionsspule	55
Abbildung 32:	Auswertung von Dilatometerversuchen für eine Erwärmrate von 1 K/s am Beispiel von X5CrNiCuNb16-4 konv, oben - Dehnung über der Temperatur, unten – 1. Ableitung der Dehnung über der Temperatur	57
Abbildung 33:	Schematische Darstellung eines Umformdilatometers nach Schumacher et al. [129]	58
Abbildung 34:	Temperatur-Zeit-Verlauf für die thermomechanischen Analysen nach unterschiedlich schneller Abkühlung (0,01 - 100 K/s) von Austenitisiertemperatur an X5CrNiCuNb16-4 LBM 45°	59
Abbildung 35:	a) Wahre Spannungs-Dehnungskurve aus dem Stauchversuch an X5CrNiCuNb16-4 LBM 45° nach 1100 °C, 30 min und Abkühlung mit 0,1 K/s auf 400 °C, b) vergrößerter Bildausschnitt der wahren Spannungs-Dehnungskurve mit den ausgewerteten Kenngrößen ...	60
Abbildung 36:	Schlifflage in Abhängigkeit von der Baurichtung, die Pfeile deuten die jeweilige Schleifebene und den lagenweisen Aufbau des LBM-Materials an	61

Abbildung 37:	Zugversuch a) Kraftfluss in Relation des schematisch angedeuteten LBM-Lagenaufbaus, b) Zugprobe AlSi10Mg Form A 5 x 25, c) X5CrNiCuNb16-4 Form B 5 x 25.....	64
Abbildung 38:	Kerbschlagbiegeversuch a) Krafteinleitung in Relation des schematisch angedeuteten LBM-Lagenaufbaus, b) Kerbschlagbiegeprobe	65
Abbildung 39:	Schliffbilder von AlSi10Mg im wie gegossenen Zustand	68
Abbildung 40:	Schliffbilder von AlSi10Mg im wie gebauten Zustand a) LBM 0°, b) LBM 45°, c) LBM 90°, d), e) Vergrößerung einer Schweißbahn senkrecht zur Aufbaurichtung.....	68
Abbildung 41:	Messung des DAS am Beispiel von druckgegossenem AlSi10Mg....	69
Abbildung 42:	Zusammenhang von Dendritenarmabstand und Kühlrate in AlSi10Mg nach Matyja et al. [133] sowie Einordnung der Zustände wie gegossen und wie gebaut.....	70
Abbildung 43:	Schliffbilder von AlSi10Mg nach Standardwärmbehandlung im polierten Zustand	71
Abbildung 44:	Härtewerte für AlSi10Mg im Ausgangszustand und nach Standardwärmbehandlung	72
Abbildung 45:	Härte in Abhängigkeit von der Höhe einer stehend aufgebauten Probe aus AlSi10Mg im wie gebauten Zustand.....	73
Abbildung 46:	Mechanische Kennwerte aus dem Zugversuch für AlSi10Mg im Ausgangszustand und nach Standardwärmbehandlung	75
Abbildung 47:	AlSi10Mg a) ausgewählte DSC-Erwärmkurven der untersuchten Baurichtungen des LBM-Materials, b) Vergleich der DSC-Erwärmkurven von konventionellem und LBM-Material	77
Abbildung 48:	Kennzeichnung einzelner Reaktionsbereiche anhand einer DSC-Erwärmkurve von AlSi10Mg konv mit einer Erwärmrate von 0,1 K/s	78
Abbildung 49:	Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Auflösungsdiagramm für AlSi10Mg a) konv, b) LBM 90°	80
Abbildung 50:	a) DSC-Erwärmkurven von AlSi10Mg konv und LBM mit einer Scanrate von 0,1 K/s aus dem Ausgangszustand sowie nach Lösungsglühung (525 °C, 360 min) und anschließender Abschreckung in Wasser bei Raumtemperatur, b) vergrößerter Bildausschnitt bis zu einer Temperatur von 225 °C.....	81
Abbildung 51:	Schematische Darstellung der thermischen Probenpräparation für nachfolgende metallografische Untersuchungen und Härteprüfungen unter Variation der Lösungsglühdauer von AlSi10Mg bei 525 °C von 0,1 h bis 30 h.....	83
Abbildung 52:	Einfluss der Lösungsglühdauer bei 525 °C auf die Mikrostruktur von AlSi10Mg, Vergleich von konventionellem Druckguss (links) mit LBM-Material (rechts).....	85
Abbildung 53:	Bildausschnitt mit nadelförmigen β -Al ₅ FeSi in AlSi10Mg LBM 90° nach Lösungsglühen für 1 h bei 525 °C und abschrecken	86

Abbildung 54:	Schnitt durch das Zustandsdiagramm Al-Si-Mg bei 7 % Si mit 0,2 % Fe [158]	87
Abbildung 55:	Einfluss der Lösungsglühdauer auf die Härte von AlSi10Mg konv und LBM 90° im lösungsgeglüht und abgeschreckten sowie im lösungsgeglüht, abgeschreckt und ausgelagerten Zustand.....	88
Abbildung 56:	AlSi10Mg a) ausgewählte DSC-Abkühlkurven nach Lösungsglühen bei 525 °C, 360 min, b) Härteverlauf nach Auslagerung und spezifische Ausscheidungswärme in Abhängigkeit von der Abkühlrate	89
Abbildung 57:	Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm für AlSi10Mg a) konv , b) LBM 90°	93
Abbildung 58:	AlSi10Mg LBM 90° a) ausgewählte DSC-Abkühlkurven nach Lösungsglühen bei 525 °C für 360 min bzw. 20 min, b) Härteverlauf nach Auslagerung und spezifische Ausscheidungswärme in Abhängigkeit von der Abkühlrate.....	94
Abbildung 59:	Mittlere Abschreckgeschwindigkeit im kritischen Temperaturbereich von Aluminiumlegierungen zwischen 400 °C und 290 °C in Abhängigkeit von der Materialdicke bei Verwendung von verschiedener Abkühlmedien [33]	95
Abbildung 60:	Auslagerungsdiagramm für AlSi10Mg LBM 90° ohne vorheriges Lösungsglühen für unterschiedliche Auslagerungstemperaturen und /-zeiten.....	97
Abbildung 61:	Schliffbilder von AlSi10Mg nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung	100
Abbildung 62:	Härtewerte für AlSi10Mg nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung	101
Abbildung 63:	Mechanische Kennwerte aus dem Zugversuch für AlSi10Mg nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung	102
Abbildung 64:	Schliffbilder von X5CrNiCuNb16-4 im warm gewalzt, lösungsgeglüht und abgeschreckten Zustand	106
Abbildung 65:	Schliffbilder von X5CrNiCuNb16-4 im wie gebauten Zustand a) LBM 0°, b) LBM 45°, c) LBM 90°, d) Epitaxiales Kornwachstum, e) Ferrit in Martensitmatrix.....	106
Abbildung 66:	Schliffbilder von X5CrNiCuNb16-4 nach Standardwärmebehandlung	107
Abbildung 67:	Härtewerte für X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand und nach Standardwärmebehandlung	108
Abbildung 68:	Härte in Abhängigkeit von der Höhe einer stehend aufgebauten Probe aus X5CrNiCuNb16-4 im wie gebauten Zustand	109
Abbildung 69:	Mechanische Kennwerte aus dem Zugversuch für X5CrNiCuNb16-4 im Ausgangszustand und nach Standardwärmebehandlung	110

Abbildung 70:	a), b) REM-Aufnahme einer Bruchfläche von X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° im wie gebauten Zustand mit Bindefehler c), d) REM-Aufnahme einer Bruchfläche von X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Standardwärmbehandlung mit nicht aufgeschmolzenem Pulver	111
Abbildung 71:	Kerbschlagarbeiten für X5CrNiCuNb16-4 Ausgangszustand und nach Standardwärmbehandlung	113
Abbildung 72:	Gegenüberstellung einer kalorimetrischen und einer dilatometrischen Kurve für eine Erwärmrate von 0,1 K/s für X5CrNiCuNb16-4 konv.....	114
Abbildung 73:	Sprunghafte Änderung der Heizleistung bei Erreichen der Curie-Temperatur für eine Erwärmrate von 0,1 K/s am Beispiel von X5CrNiCuNb16-4 konv.....	115
Abbildung 74:	X5CrNiCuNb16-4 a) ausgewählte Dilatometer-Erwärmkurven in Form der 1. Ableitung der Dehnung von konventionellem und LBM-Material, b) Vergleich der DSC-Erwärmkurven von konventionellem und LBM-Material.....	116
Abbildung 75:	Schematische Darstellung der thermischen Behandlung zur Untersuchung des endothermen Peaks bei 900 °C in X5CrNiCuNb16-4 konv, a) Variation der Maximaltemperatur beim ersten Erwärmen im Dilatometer und anschließende Wiedererwärmung im DSC, b) Veranschaulichung des Vorgehens anhand einer DSC-Referenzerwärmkurve	117
Abbildung 76:	Resultierende DSC-Wiedererwärmkurven am Beispiel von X5CrNiCuNb16-4 konv.....	118
Abbildung 77:	DSC-Erwärmkurve mit 0,1 K/s auf 1200 °C von X5CrNiCuNb16-4 konv und LBM 90° im Vergleich; markante Temperaturen zur Austenitisierung für anschließende Abkühlversuche an X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nummeriert	119
Abbildung 78:	Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Austenitisierdiagramm für X5CrNiCuNb16-4 a) konv - Erwärmen aus dem austenitisiert (1038 °C, 60 min) und an bewegter Luft abgeschreckten Zustand, b) LBM 90° - Erwärmen aus dem wie gebauten Zustand	120
Abbildung 79:	Vergleich unterschiedlicher Ausgangszustände von X5CrNiCuNb16-4 konv auf das Erwärmen: abgekühlt mit 0,01 K/s, abgekühlt mit 100 K/s, abgekühlt mit 100 K/s + 480 °C, 60 min und abgekühlt mit 100 K/s + 480 °C, 1800 min	121
Abbildung 80:	Gegenüberstellung einer kalorimetrischen und einer dilatometrischen Kurve für eine Kühlrate von 0,1 K/s für X5CrNiCuNb16-4 konv.....	123
Abbildung 81:	Ausgewählte Dilatometer-Abkühlkurven von X5CrNiCuNb16-4 nach Austenitisierung bei 1040 °C, 30 min a) Dehnung, b) 1. Ableitung der Dehnung	124
Abbildung 82:	Röntgenbeugungsdiagramm des Stahls X5CrNiCuNb16-4 konv nach Austenitisierung bei 1040 °C, 30 min und Abkühlen auf Raumtemperatur mit 0,01 K/s	124

Abbildung 83:	X5CrNiCuNb16-4 a) ausgewählte DSC-Abkühlkurven nach Austenitisierung bei 1040 °C, 30 min, b) Härteverlauf in Abhängigkeit von der Abkühlrate im austenisiert und abgeschreckten sowie ausgelagerten Zustand	126
Abbildung 84:	REM-Aufnahmen von X5CrNiCuNb16-4 nach Abkühlung von 1040 °C mit 0,001 K/s a) konv, b) konv + EDX, c) LBM 90°	128
Abbildung 85:	Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm für X5CrNiCuNb16-4 a) konv , b) LBM 90°	130
Abbildung 86:	Einfluss der Austenitisierungszeit von 1040 °C bis 1200 °C auf die DSC-Abkühlkurve von X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° am Beispiel einer Kühlrate von 0,03 K/s	132
Abbildung 87:	X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° a) ausgewählte DSC-Abkühlkurven nach Austenitisierung bei 1040 °C, 30 min im Vergleich zu 1100 °C, 30 min, b) Härteverlauf in Abhängigkeit von der Abkühlrate im austenisiert und abgeschreckten sowie ausgelagerten Zustand	133
Abbildung 88:	Mechanische Kennwerte aus Stauchversuchen bei 400 °C in Abhängigkeit von der Abkühlgeschwindigkeit von 1100 °C für X5CrNiCuNb16-4 LBM 45°	134
Abbildung 89:	Einfluss der Warmauslagerung auf die Härte nach Austenitisierung bei 1100 °C für 6 min und 30 min für X5CrNiCuNb16-4 LBM 0°	135
Abbildung 90:	Entwicklung der Ausscheidungen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach variierender Abkühlgeschwindigkeit im Lichtmikroskop	137
Abbildung 91:	Entwicklung der Ausscheidungen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach variierender Abkühlgeschwindigkeit von 1100 °C im REM	139
Abbildung 92:	EDX-Analyse von kupferreichen, flächigen Ausscheidungen und einer Reihe kupfer- und niobreicher Teilchen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Abkühlung von 1100 °C mit 0,0001 K/s	140
Abbildung 93:	EDX-Analyse eines stäbchenförmigen sowie von runden kupferreichen Ausscheidungen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Abkühlung von 1100 °C mit 0,0001 K/s	141
Abbildung 94:	EDX-Analyse von stäbchenförmigen sowie runden niobreichen Ausscheidungen und einer Reihe von kupferreichen Teilchen X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Abkühlung von 1100 °C mit 0,0001 K/s	143
Abbildung 95:	EDX-Analyse einer niobreichen, flächigen Ausscheidung und einer Reihe von kupferreichen Teilchen in X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° nach Abkühlung von 1100 °C mit 0,0001 K/s	144
Abbildung 96:	TEM-Aufnahmen im HAADF-Modus nach Austenitisieren bei 1100 °C, 30 min und Abkühlen mit 0,03 K/s auf Raumtemperatur, Bereich A und Bereich B kennzeichnen ausgewählte Ausscheidungen für eine EDX-Analyse, Bereich C und D markieren jeweils einen Ausschnitt ohne Ausscheidungen bzw. mit einer hohen Dichte an Ausscheidungen	145

Abbildung 97:	Auslagerungsdiagramm für X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° ohne vorheriges Lösungsglühen/Austenitisieren für unterschiedliche Auslagerungstemperaturen und /-zeiten	148
Abbildung 98:	Spannungs-Dehnungs-Kurven aus dem Zugversuch ausgewählter Zustände nach Direktauslagerung für X5CrNiCuNb16-4 LBM 0° a) 450 °C, 100 h und 480 °C, 100 h; b) 540 °C, 1 h und 540 °C, 10 h	149
Abbildung 99:	REM-Aufnahmen von Bruchflächen ausgewählter Zustände nach Direktauslagerung für X5CrNiCuNb16-4 LBM 0° a) 450 °C, 100 h; b) 480 °C, 100 h; c) 540 °C, 1 h; d) 540 °C, 10 h	150
Abbildung 100:	Schliffbilder von X5CrNiCuNb16-4 nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung	152
Abbildung 101:	Härtewerte von X5CrNiCuNb16-4 nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung	153
Abbildung 102:	Mechanische Kennwerte aus dem Zugversuch für X5CrNiCuNb16-4 nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung	155
Abbildung 103:	a) REM-Aufnahme einer Bruchfläche von X5CrNiCuNb16-4 LBM 0° b), c), d) REM-Aufnahme einer Bruchfläche von X5CrNiCuNb16-4 LBM 90° mit Bindefehlern	156
Abbildung 104:	Kerbschlagwerte für X5CrNiCuNb16-4 nach angepasster Wärmebehandlung im Vergleich zum wie gebauten Zustand und nach Standardwärmebehandlung	158
Abbildung 105:	DSC-Erwärmkurven unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 aus dem wie gebauten Zustand a) 0,016 K/s, b) 0,1 K/s	163
Abbildung 106:	DSC-Abkühlkurven unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 nach Austenitisierung bei 1100 °C, 30 min	164
Abbildung 107:	Schliffbilder unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 im wie gebauten Zustand der LBM 90°-Richtung von links nach rechts mit steigender Vergrößerung	166
Abbildung 108:	Schliffbilder unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 der LBM 90°-Richtung; Links – 1040 °C, 30 min + N ₂ – 3 bar + 480 °C, 60 min; Mitte - 1100 °C, 30 min + He/N ₂ – 18/10 bar + 480 °C, 60 min; Rechts - 540 °C, 60 min	168
Abbildung 109:	Härtewerte unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 in den untersuchten Werkstoffzuständen	170
Abbildung 110:	Mechanische Kennwerte unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 in den untersuchten Werkstoffzuständen aus dem Zugversuch	172

D. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Normative Grenzen der Massenanteile der Legierungselemente in AlSi10Mg nach DIN EN 1706	11
Tabelle 2:	Normative Grenzen der Massenanteile der Legierungselemente in X5CrNiCuNb16-4 nach DIN EN 10088-3	16
Tabelle 3:	Typische Auslagerungsparameter für X5CrNiCuNb16-4 nach ASTM A564	18
Tabelle 4:	Mechanische Kennwerte aus einem Ringversuch für laserstrahlgeschmolzene Bauteile aus AlSi10Mg nach VDI 3405 Blatt 2.1 im Zustand wie gebaut und nach Wärmebehandlung in Abhängigkeit von der Baurichtung	22
Tabelle 5:	Mechanische Eigenschaften für laserstrahlgeschmolzene Bauteile aus X5CrNiCuNb16-4 nach Wärmebehandlung in der Literatur (grün \triangleq normgerecht, gelb \triangleq nicht normgerecht - geringfügige Abweichung zur Norm, rot \triangleq nicht normgerecht - große Abweichung zur Norm)	28
Tabelle 6:	Ermittelte Massenanteile der Legierungselemente in AlSi10Mg.....	31
Tabelle 7:	Ermittelte Massenanteile der Legierungselemente in X5CrNiCuNb16-4	32
Tabelle 8:	Fertigungsparameter von laserstrahlgeschmolzenem AlSi10Mg.....	36
Tabelle 9:	Fertigungsparameter von laserstrahlgeschmolzenem X5CrNiCuNb16-4	38
Tabelle 10:	Massenanteile der Legierungselemente in X5CrNi18-10, X2CrNiMo18-14-3 und X6CrNiTi18-10 nach DIN EN 10088-3	51
Tabelle 11:	Partikelgrößenverteilungen unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4	160
Tabelle 12:	Fertigungsparameter unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 und daraus resultierende Volumenenergiedichten sowie Aufbauraten	161
Tabelle 13:	Massenanteile der Legierungselemente unterschiedlicher Chargen von additiv gefertigtem X5CrNiCuNb16-4 nach DIN EN 10088-3 und durchgeföhrter OES.....	161

E. Betreute studentische Arbeiten im Rahmen der Promotion

Jacky Diemann „*Untersuchungen zum Auslagerungsverhalten additiv gefertigter Bauteile aus den Werkstoffen AISi10Mg und X5CrNiCuNb16-4*“ Studienarbeit, Universität Rostock, 2017

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstofftechnik der Universität Rostock. Der überwiegende Teil der Arbeit wurde über das von der AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages unterstützten Vorhabens „Untersuchungen zur thermischen Nachbehandlung generativ gefertigter Bauteile“ der Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren e.V. des DVS angefertigt.

Mein größter Dank richtet sich an Prof. Dr. Ing.-habil. Olaf Keßler, Lehrstuhlinhaber des Lehrstuhls für Werkstofftechnik, für die Möglichkeit, meine Forschungsarbeit an seinem Lehrstuhl durchführen zu dürfen. Nur dank seiner fachlichen und persönlichen Betreuung konnte ich das Thema so umfassend bearbeiten. Insbesondere seine Fähigkeit, objektive und zugleich zielführende Entscheidungen zu treffen, haben mich für mein Leben geprägt.

Zu großem Dank bin ich auch Dr. Benjamin Milkereit, Laborleiter Kompetenzzentrum °CALOR des Departments LL&M, für die persönliche Betreuung als Projektleiter des Forschungsvorhabens verpflichtet. In unzähligen Diskussionen hat er mit seinen hervorragenden Ideen und unermüdlichem Antrieb den Grundstein für den Erfolg dieser Arbeit gelegt und die Motivation kritisch auf die wissenschaftlichen Details zu achten, hoch zu halten.

Ich danke allen aktuellen und ehemaligen Kollegen für die stets angenehme Arbeitsatmosphäre und die vielseitigen Diskussionen, sowohl berufliche wie auch private Konversationen. In hohem Maße hat die fachliche Kompetenz am Lehrstuhl für Werkstofftechnik zum Gelingen der praktischen Experimente beigetragen, aber auch bei der Interpretation der Ergebnisse geholfen.

Bedanken möchte ich mich auch bei unseren Projektpartnern Mathias Gebauer und Dr. Bernhard Müller vom Fraunhofer IWU, Dresden sowie M.Sc. Matthias Schmitt, Dr. Tobias Kamps, Dr. Georg Schlick und Prof. Dr.-Ing. Christian Seidel vom Fraunhofer IGCV, Augsburg für die produktive Zusammenarbeit während des gemeinsam bearbeiteten Forschungsprojektes. Daneben gilt mein Dank allen Beteiligten am projektbegleitenden Ausschuss sowie dem Fachausschuss DVS FA13, die mit ihren Ideen und hilfreichen Anregungen zum Erfolg des Projektes beigetragen haben.

Darüber hinaus geht mein Dank an PD Dr. Marcus Frank und Dr. Armin Springer vom Elektronenmikroskopischen Zentrum, Rostock für die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen sowie an Dr. Carsten Kreyenschulte vom Leibniz Institut für Katalyse, Rostock für die Aufnahmen am Transmissionselektronenmikroskop.

In hohem Maße möchte ich Frau Carola Ladewig für Ihre Zeit und Mühe bei der Erstellung von jederzeit qualitativ hochwertigen, metallografischen Aufnahmen sowie für die bestmögliche Probenpräparation für die weiterführende Werkstoffanalytik danken.

Den Mitarbeitern der Werkstatt, insbesondere Herrn Torsten Danckwardt, danke ich für die Fertigung unzähliger, stets maßhaltiger, Proben.

Schließlich danke ich meiner Familie, insbesondere meinen Eltern, Freunden und ehemaligen Kommilitonen für die Unterstützung auf meinem bisherigen Lebensweg, im Studium sowie während der gesamten Promotionszeit. Ein großer Dank gilt zuletzt meiner Frau Josephine Walda für ihre Geduld und ihr Verständnis, mit dem sie mich in den letzten Jahren bedingungslos begleitet hat.

Rostock, Oktober 2020

Christian Rowolt

Akademischer Lebenslauf

Persönliche Daten

Name: Christian Rowolt
 Geburtsdatum: 20.10.1988
 Geburtsort: Rostock



Schulbildung/Grundwehrdienst

10/2008 – 03/2009	Fernmeldedienst 1./Lazarettregiment 31 Obergefreiter, Kaserne Hottengrund, Berlin
07/2008 – 09/2008	Sanitätsdienst 4./Lazarettregiment 11 Gefreiter, Stapelholmer Kaserne, Seeth
07/2008 – 03/2009	Grundwehrdienst
07/2008	Abitur mit den Leistungskursen Mathematik und Physik
08/1999 – 07/2008	Innerstädtisches Gymnasium Rostock

Studium

07/2015	Lehrgang – Qualitätsmanagementbeauftragter
04/2015	Abschluss des Masterstudiengangs Maschinenbau mit der Gesamtnote 1,3
11/2014 – 04/2015	Masterarbeit am Lehrstuhl für Fertigungstechnik und bei der Schweißtechnischen Lehr- und Versuchsanstalt M-V GmbH Rostock mit dem Thema: „Laser- und Laser-Hybrid-Schweißen dickwandiger Aluminiumstrukturen für den Schiff- und Fassadenbau“ Note: 1,3

XXVIII Akademischer Lebenslauf

04/2014 – 04/2015	Praktikum bei der Schweißtechnischen Lehr- und Versuchsanstalt M-V GmbH, Rostock
04/2014 – 08/2014	Studienarbeit am Lehrstuhl für Fertigungstechnik und bei der Schweißtechnischen Lehr- und Versuchsanstalt M-V GmbH Rostock mit dem Thema: „Entwicklung einer Fertigungstechnologie zur Herstellung lasergeschweißter Aluminiumstrukturen für den Schiff- und Fassadenbau“ Note: 1,3
09/2013 – 02/2014	Lehrgang – Internationaler Schweißfachingenieur
09/2012 – 10/2013	Wissenschaftliche Hilfskraft am Fraunhofer AGP Rostock
09/2012	Abschluss des Bachelorstudiengangs Maschinenbau mit der Gesamtnote 2,4
05/2012 – 09/2012	Bachelorarbeit am Lehrstuhl für Fertigungstechnik und am Fraunhofer AGP Rostock mit dem Thema: „Bau und Inbetriebnahme eines Dilatometerprüfstandes“ Note: 1,5
11/2011 – 09/2012	Studentische Hilfskraft am Fraunhofer AGP Rostock
08/2011 – 10/2011	Fachpraktikum bei der IMG Ingenieurtechnik und Maschinenbau GmbH, Rostock
10/2009 – 04/2015	Maschinenbaustudium an der Universität Rostock
05/2009 – 07/2009	Grundpraktikum bei der Rostocker Sondermaschinen- und Anlagenbau GmbH

Berufserfahrung

ab 10/2015	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstofftechnik der Universität Rostock und Bearbeitung des Promotionsvorhabens
08/2015 – 09/2015	Wissenschaftlicher Mitarbeiter bei Funktionale Materialien Rostock e.V.