

LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG & PULVERSPRITZGIESSEN

VERDER
scientific

Partikelcharakterisierung | Elementaranalyse | Wärmebehandlung | Siebung | Gefügeanalyse | Härteprüfung

CARBOLITE
IGEROL 30-3000°C

ELTRA

Retsch

QATM

MICROTRAC
MFB

LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG & PULVERSPRITZGIESSEN

Seit einigen Jahren ist die Additive Fertigung die Schlüsseltechnologie des Rapid Prototyping. Neue Produktiterationen können zeitnah produziert werden und erste funktionale Tests erlauben eine Potentialanalyse auf Basis eines funktionsfähigen Prototypen. Diese Technologie bewegt sich rapide vom reinen Prototyping hin zur Entwicklung und Gestaltung hochintegrierter Bauteile, welche mittels Additiver Fertigung produziert werden. Dadurch wird die Herstellung hochkom-

plexer, z. T. miniaturisierter, leichter Bauteile möglich, die sich nicht mit traditionellen Fertigungsmethoden produzieren lassen, wie z. B. hydraulische Komponenten von Flugzeugmotoren.

Aus Kostengründen ist die Additive Fertigung noch nicht effektiv in der Massenproduktion von Bauteilen. In diesen Fällen sind klassische Fertigungsmethoden wie das Pulverspritzgießen noch überlegen.

Verder Scientific: Ihr Lösungsanbieter für die Additive Fertigung & Pulverspritzgießen

Partikelgrößen- und Partikelformanalyse, Elementaranalyse, Wärmebehandlung, Gefügeanalyse und Härteprüfung: die Verder Scientific Unternehmen bieten innovative, effiziente Lösungen für Ihren additiven Fertigungs- oder Pulverspritzgussprozess in Kombination mit kompetenter Beratung und Support weltweit.

Inhalt

VERDER SCIENTIFIC	Lösungen für die Additive Fertigung & Pulverspritzgießen	02
MICROTRAC MRB	Partikelcharakterisierung von Metallpulvern mit Dynamischer Bildanalyse	04
ELTRA	Elementaranalyse von additiv gefertigten Metallpulvern und Metallteilen	10
CARBOLITE GERO	Wärmebehandlung von pulverspritzgegossenen & additiv gefertigten Bauteilen	16
RETSCH	Siebung und Zerkleinerung von Metallpulvern und -teilen	22
QATM	Materialgraphische Präparation von 3D-gedruckten Proben	24
QATM	Härteprüfung in der Pulvermetallurgie	30

ELECTRON BEAM MELTING

DIRECT METAL DEPOSITION

SELECTIVE LASER SINTERING

SELECTIVE LASER MELTING

GATM

LASER BEAM MELTING

RAPID PROTOTYPING

POWDER BED FUSION

MICROTRAC
by MQB
 PARTICLE CHARACTERIZATION

Partikelgrößen- und Partikelformbestimmung mit Dynamischer Bildanalyse

Maschinen zum Trennen, Einbetten, Polieren und Ätzen für die Oberflächenvorbereitung als Voraussetzung für zuverlässige Gefügeanalysen

CARBOLITE
IGERO
30-3000°C

Öfen zur Wärmebehandlung, Entbinderung und Sinterung unter Luft, Schutzgas, reaktivem Gas und Vakuum

VERDER
 scientific

Siebmaschinen für die Fraktionierung von Metallpulvern, die nach dem 3D-Druckprozess zurückbleiben und wiederverwendet werden

Analysatoren zur Bestimmung des Elementgehaltes (z. B. Sauerstoff) in Metallpulvern, die in der Additiven Fertigung eingesetzt werden

Retsch
 MILLING SIEVING ASSISTING

Härteprüfung von additiv gefertigten Metallkomponenten

ELTRA
 ELEMENTAL ANALYZERS

SOLID FREEFORM FABRICATION

GATM

DIRECT METAL LASER SINTERING

FREEFORM FABRICATION

RAPID MANUFACTURING

LASER METAL DEPOSITION

DIRECT ENERGY DEPOSITION

LASER CLADDING

PARTIKEL CHARAKTERISIERUNG VON METALLPULVERN MIT DYNAMISCHER BILDANALYSE

In diesem Artikel behandeln wir verschiedene Beispiele wie mit dem CAMSIZER X2 mittels Dynamischer Bildanalyse (DIA) die Partikelgröße und -form von gängigen Metallpulvern wie Ti64, Al, Ni, Cr, W sowie von Legierungen bestimmt werden kann. Zu den Vorteilen dieser Methode zählen kurze Analysezeiten, hohe Auflösung und hervorragende Wiederholbarkeit. Zusätzlich erhält der Anwender eine Fülle von Materialdaten, welche ihm ein besseres Verständnis der Pulverqualität ermöglichen.

Bildanalyse: What you see is what you get

Bildgebende Verfahren liefern einen direkten Ansatz bei der Partikelgrößenanalyse. Die Grundidee ist simpel: "What you see is what you get". Automatische Softwarealgorithmen bestimmen Größe und Form basierend auf Aufnahmen individueller Partikel. Informationen zur Partikellänge und -breite sind direkt verfügbar, wie in Abb. 2 dargestellt. DIA bietet große Vielseitigkeit dank der simultanen Messung von Partikelgröße und Partikelform. Eine Auswahl an Formparametern wird in Abb. 3 erklärt.

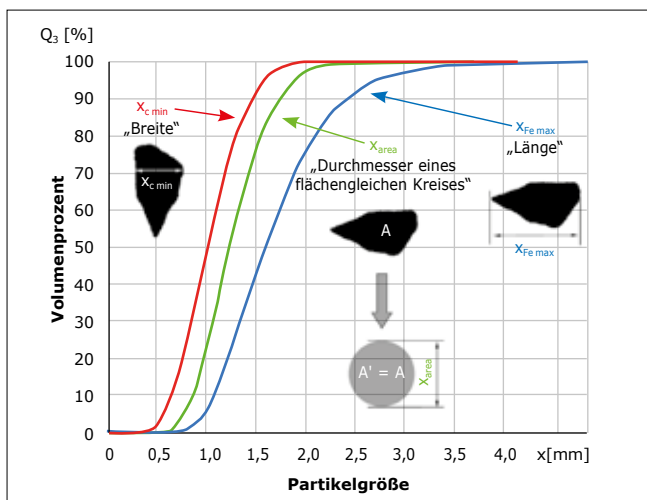


Abb. 2: Verschiedene Größenparameter, die in der Bildanalyse verwendet werden. Die Größenverteilungen basieren auf Breite (rot), Länge (blau) oder Durchmesser eines flächengleichen Kreises (grün).

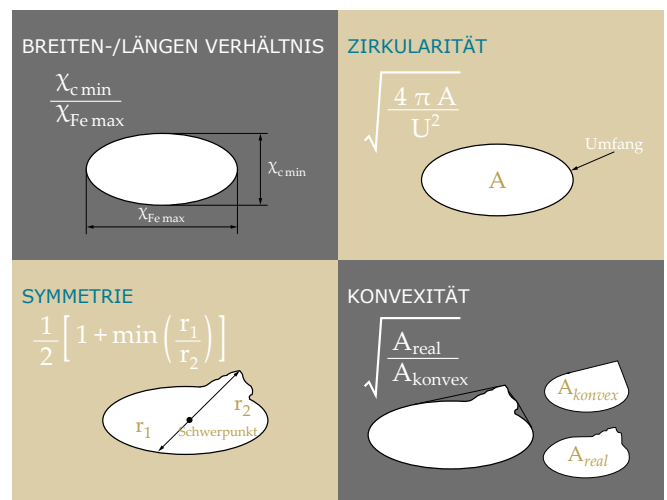


Abb. 3: Verschiedene Formparameter, die in der Bildanalyse verwendet werden.



Bildgebende Verfahren können in **Statische und Dynamische Bildanalyse** unterteilt werden (SIA und DIA, ISO 13322-1 und 2). Die Statische Optische Mikroskopie (SIA) wurde bislang eingesetzt, um einen qualitativen Eindruck der Partikelform zu gewinnen. Die ungenügende Verteilung der Partikel auf dem Objektträger und die kleine Materialmenge verhindern jedoch eine zuverlässige quantitative Analyse. Die gleichen Nachteile gelten für die Rasterelektronenmikroskopie, eine Methode, die zudem noch anspruchsvoller, teurer und zeitaufwändiger ist.

In der Messanordnung der **Dynamischen Bildanalyse** bewegen sich Partikel, die üblicherweise in einem Größenbereich von 0,8 µm bis zu mehreren Millimetern liegen, vor einem Kamerasystem, transportiert durch einen Luftstrom oder in Flüssigkeit. So ist es möglich, Daten **von Hunderttausenden bis zu mehreren Millionen Partikeln** innerhalb weniger Minuten zu erhalten. Die Ergebnisse basieren auf einer repräsentativen Probenmenge und sind daher statistisch abgesichert.

Abb. 4 zeigt den grundsätzlichen Aufbau des optischen Systems für Dynamische Bildanalyse. Die Partikel fallen durch das Messfeld und werden aus einer Richtung von einer Lichtquelle beleuchtet, während eine Kamera von der entgegengesetzten Seite Aufnahmen macht. Eine Software evaluiert die Schattenprojektionen der Partikel, um die Größenverteilung der Probe mit hoher Erfassungsrate zu bestimmen. **Der CAMSIZER X2 von MICROTRAC MRB basiert auf der einzigartigen Dual Camera Technologie:** zwei Kameras mit unterschiedlichen Abbildungsmaßstäben decken einen sehr breiten Messbereich ab. Eine Kamera ist für die Erfassung kleiner Partikel mit höchster Präzision optimiert, die zweite verfügt über ein großes Sichtfeld und analysiert zeitgleich die größeren Partikel mit hoher Nachweiswahrscheinlichkeit. Der CAMSIZER X2 nimmt über 300 Bilder pro Sekunde auf, wobei ein Bild leicht mehrere Hundert Partikel enthalten kann.

DIA ermöglicht die Messung der Partikelgrößenverteilung sowie der quantitativen Partikelform (Prozentanteil runder gegenüber unregelmäßig geformter Partikel, Satelliten, Agglomerate usw.). Geringste Mengen von Überkorn, Unterkorn oder unregelmäßigen Partikeln werden detektiert, selbst wenn der Anteil nur 0,01% beträgt. Die Dynamische Bildanalyse erlaubt dem Anwender ein umfassendes Verständnis von größen- und formbezogenen Probeneigenschaften. DIA ist sowohl für Anwendungen in der Forschung und Entwicklung als auch in der Qualitätskontrolle bestens geeignet, da sie sich neben Präzision und Sensitivität auch durch Robustheit und einfache Bedienung auszeichnet.

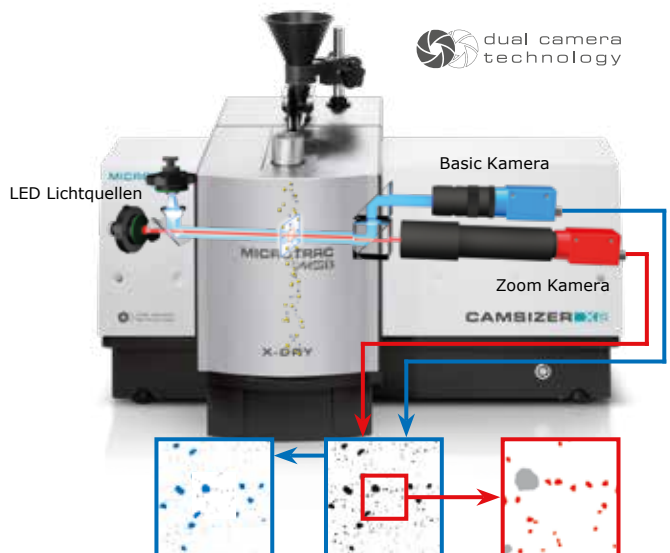


Abb. 4: Einzigartiges Messprinzip des CAMSIZER X2

Die nachfolgende Auswahl an Applikationsbeispielen demonstriert die hervorragende Eignung der Dynamischen Bildanalyse für die umfassende Charakterisierung von Metallpulvern.

Geeignet für eine Vielzahl von Proben, Partikelgrößen und Partikelformen

Abbildung 5 zeigt die Ergebnisse der Größenanalyse von zehn unterschiedlichen Metallpulvern, welche für pulvermetallurgische Prozesse verwendet werden. Ungeachtet der Unterschiede in Zusammensetzung, Dichte, Größe und Form, lassen sich alle Proben mit dem CAMSIZER X2 ohne Geräteanpassungen messen. Eine automatische Förderrinne transportiert die Probe zum Analysator, wo die Partikel von einem Luftstrom erfasst werden. Der Luftdruck kann von 5 kPa bis 460 kPa eingestellt werden. In diesem Beispiel waren 50 kPa ausreichend für eine gründliche Dispergierung, d. h. eine Separierung der einzelnen Partikel.

Die Proben weisen mittlere Partikelgrößen zwischen 10 und 50 µm auf, bei unterschiedlichen Verteilungsbreiten (Abb. 5). In dieser Abbildung ist das Eisenpulver (Fe) das größte, während das Stahlpulver (316) am feinsten ist. Das Titanpulver weist eine sehr enge Größenverteilung auf.

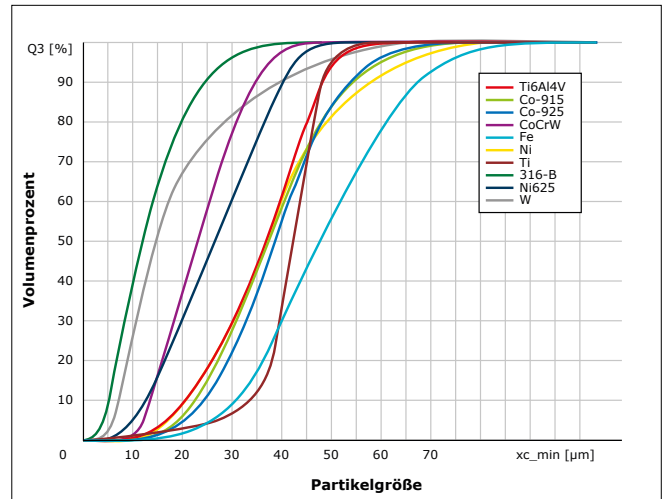


Abb. 5: Partikelgrößenanalyse von 10 unterschiedlichen Metallpulvern mit dem CAMSIZER X2. Die direkte Messung gewährleistet akkurate Ergebnisse.

Die Formgrafik (Abb. 6) lässt erkennen, dass das Eisenpulver das kleinste Aspektverhältnis (Breite/Länge) hat, während das Titanpulver über den größten Anteil an runden Partikeln verfügt.

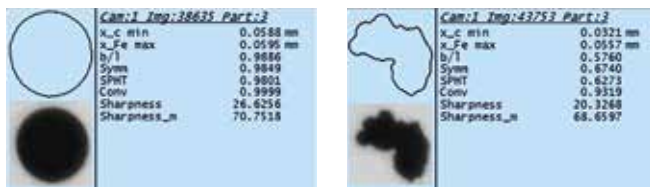
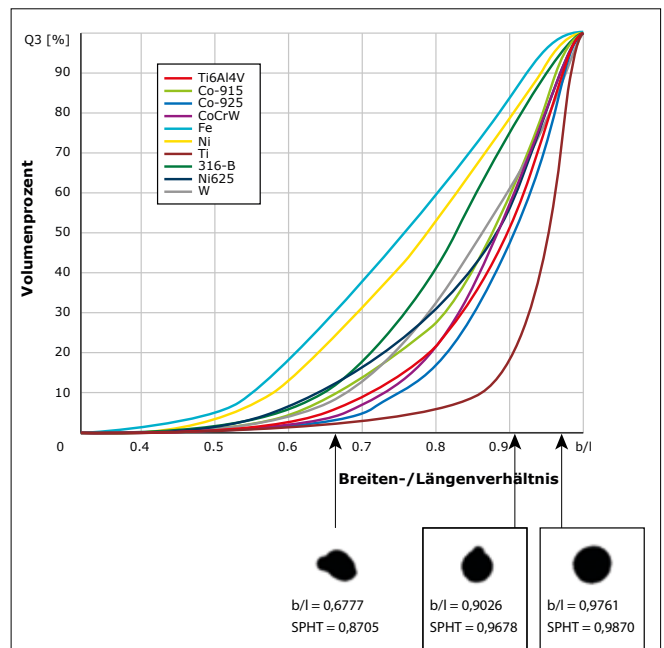


Bild eines runden Metallpulverpartikels

Unregelmäßige Partikel werden zuverlässig detektiert

Abb. 6 (rechts): Partikelformanalyse von 10 unterschiedlichen Metallpulvern mit Dynamischer Bildanalyse (CAMSIZER X2). Neben den quantitativen Ergebnissen liefern die aufgenommenen Bilder auch ein besseres Verständnis von Morphologie und Größenunterschieden. Eher runde Partikel mit größerem Aspektverhältnis befinden sich auf der rechten Seite des Diagramms. Die zuverlässige Detektion kleinster Anteile unregelmäßiger Partikel in einer großen Menge überwiegend runder Partikel ist ein großer Vorteil der Dynamischen Bildanalyse.



Pulvermetallurgische Prozesse erfordern in der Regel eine breite Partikelgrößenverteilung; das Füllen der Form mit dem Pulver funktioniert besser, wenn die Räume zwischen den größeren Partikeln von den kleineren gefüllt werden. Eine unregelmäßige Partikelform kann für den Sinterprozess durchaus vorteilhaft sein, da sich so der Kontakt zwischen den Partikeln erhöht. Die Partikel sollten aber auch nicht zu unregelmäßig sein, weil das die Verdichtung erschwert.

Für die Additive Fertigung wird eine runde Partikelform und eine enge, gleichmäßige Größenverteilung benötigt, um eine glatte,

homogene Pulverschicht zu bilden und so präzises Sintern zu ermöglichen. Die durchschnittliche Partikelgröße liegt üblicherweise zwischen 10 und 50 µm, dementsprechend ist das Titanpulver im Anwendungsbeispiel für die Additive Fertigung geeignet. Übergroße oder sehr unregelmäßige Partikel müssen mit äußerster Genauigkeit erfasst werden, da diese mit hoher Wahrscheinlichkeit Defekte im fertigen Bauteil verursachen. Mit DIA lassen sich zuverlässig auch geringste Mengen dieser unerwünschten Partikel detektieren. Abb. 6 zeigt deutlich, wie einfach sich defekte Partikel identifizieren lassen.

Feine Metallpulver für den Metallspritzguß (MIM)

Für das MIM Spritzgießen werden Metallpulver mit sehr feinen, runden Partikeln benötigt, üblicherweise mit einer mittleren Partikelgröße unter 10 µm. Das Beispiel in Abbildung 7 zeigt die Messergebnisse für zwei unterschiedliche Metallpulver, wie sie für MIM eingesetzt werden. Die Trockenmessungen wurden mit dem CAMSIZER X2 bei einem Dispergierdruck von 50 kPa durchgeführt. Der CAMSIZER X2 erkennt selbst kleinste Unterschiede zwischen den beiden Proben und bestimmt die Verteilungsbreite präzise.

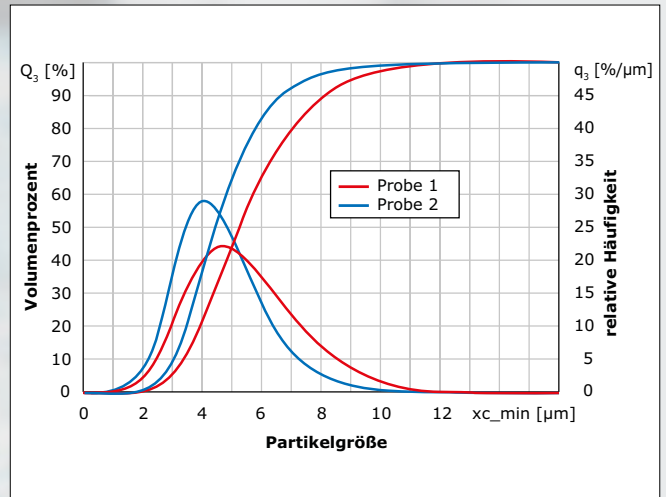


Abb. 7: Zwei Messungen von zwei verschiedenen Metallpulvern mit einer mittleren Partikelgröße (d_{50}) von 4,5 µm und 5,2 µm. Der CAMSIZER X2 erfasst Partikel ab einer Größe von 0,8 µm.

Reproduzierbarkeitsstudie mit Lotpulver

Die Pulvermetallurgie ist ein Hauptanwendungsgebiet für Metallpulver, aber es gibt auch andere, wie zum Beispiel Lotpulver für Platinen. Aufgrund der strengen Produktspezifikationen müssen die Partikelgröße und Partikelform verschiedener Lotpulver präzise analysiert werden (Abb. 8).

Ein Hauptkriterium, um die Zuverlässigkeit eines Messgerätes zu bewerten ist die Reproduzierbarkeit. Einer unserer Kunden ist Produzent von Lotpulver und hat eine Reproduzierbarkeitsstudie durchgeführt: ein und dieselbe Probe Lotpulver wurde mit vier verschiedenen CAMSIZER Geräten an zwei unterschiedlichen Standorten gemessen. Der Test umfasste insgesamt 180 Messungen, die Ergebnisse sind in Abb. 9 dargestellt. Die mittlere Partikelgröße der Probe wurde mit 27,3 µm bestimmt, mit einer Standardabweichung <0,1 µm!

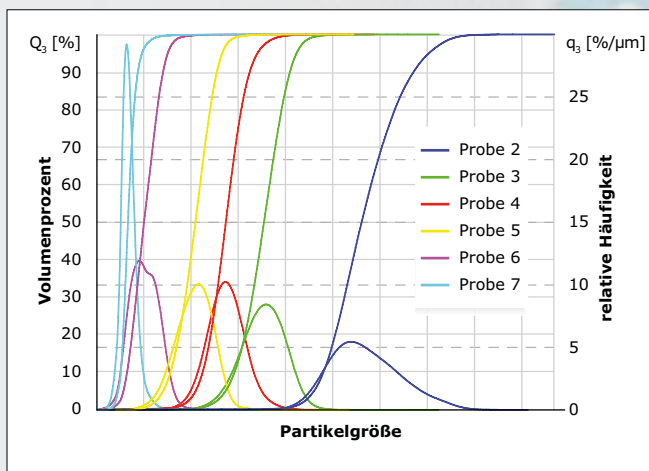


Abb. 8: Messergebnisse von 6 verschiedenen Lotpulvern von unterschiedlichen Herstellern. Dargestellt sind die kumulativen Verteilungen (Q₃, linke y-Achse) und die entsprechenden Häufigkeitsverteilungen (q₃, rechte y-Achse).

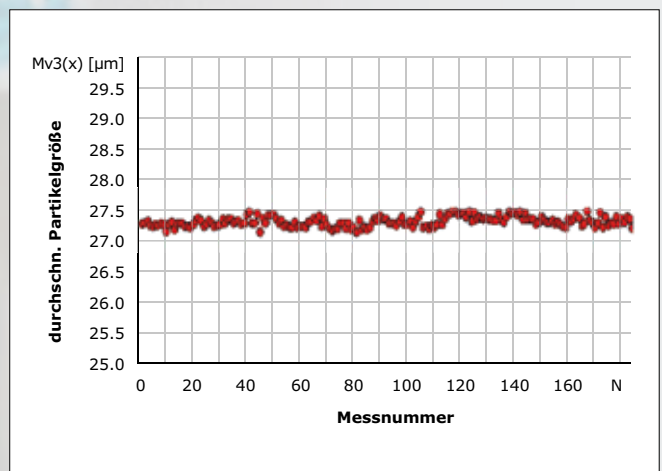
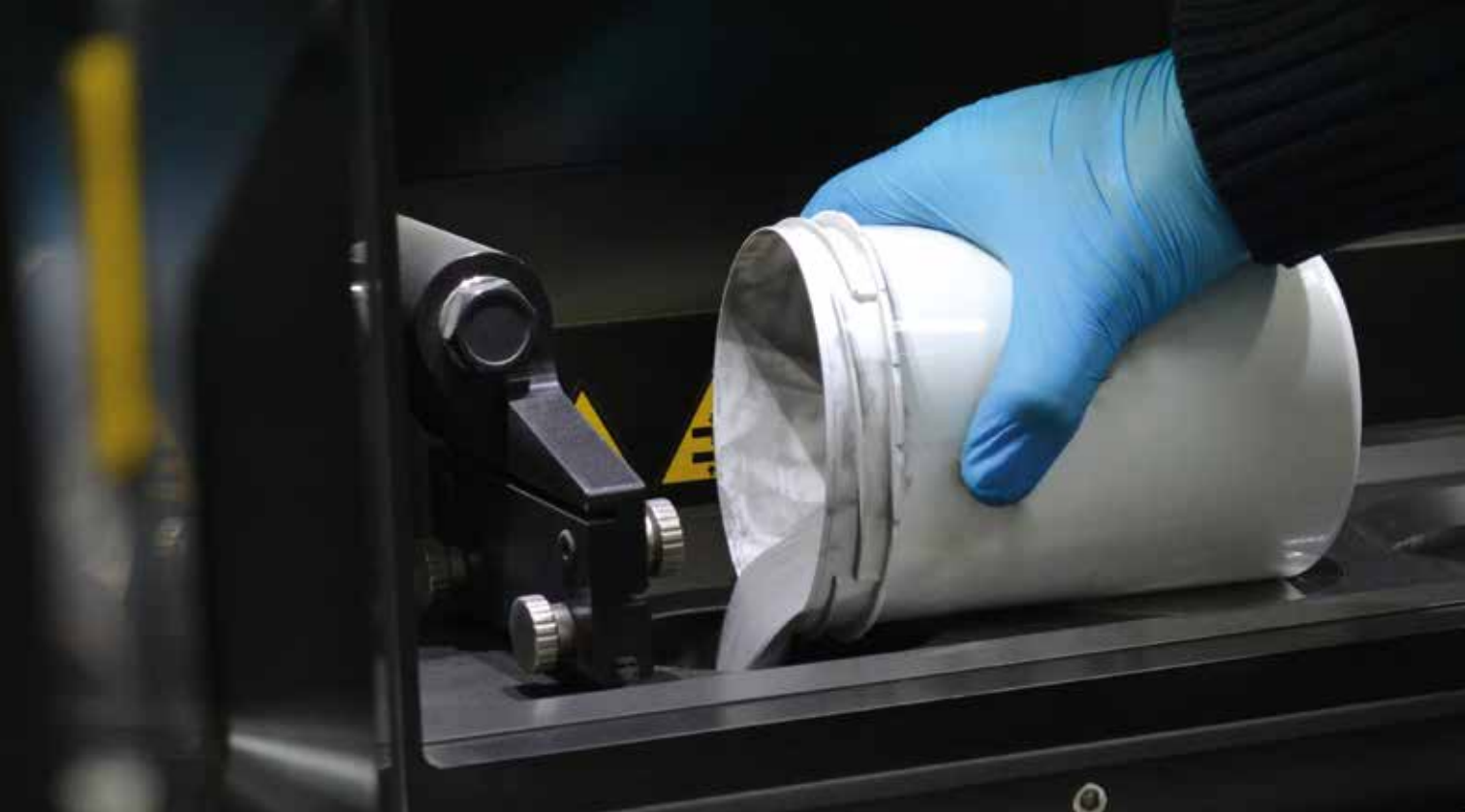


Abb. 9: 180 Messungen desselben Probenotyps mit 4 verschiedenen CAMSIZER Geräten an zwei Standorten. Die x-Achse zeigt die Nummer der Messung, die y-Achse den mittleren Partikeldurchmesser. Die gemessene durchschnittliche Partikelgröße variiert um weniger als +/- 0,1 µm.



Vorteile der DIA gegenüber anderen Messtechniken

Die mechanische Siebanalyse ist immer noch die am weitesten verbreitete Messtechnik zur Partikelgrößenbestimmung von Metallpulvern. Die Normen ISO 4497 und ASTM B214 beschreiben die relevantesten Verfahren.

Die absolute untere Größenbegrenzung für die Siebanalyse wird durch die kleinste praktisch nutzbare Maschenweite von 20 µm definiert (Luftstrahlsiebung), welche immer noch deutlich über der durchschnittlichen Partikelgröße vieler Proben für AM bzw. MIM liegt. Folglich ist die Luftstrahlsiebung nicht für die präzise und zuverlässige Bestimmung der kompletten Größenverteilung feiner Pulver geeignet. Das Verfahren wird häufig angewendet, um die Menge des Überkorns mit nur einem Sieb zu ermitteln, z. B. mit Maschenweite 45 µm oder 63 µm. Ein weiterer Nachteil sind die fehlenden Informationen zur Partikelmorphologie.

Die Laserbeugung ist zur Messung feiner Metallpulver mit Partikelgrößen unter 100 Mikrometern weit verbreitet. Diese Technik nutzt die statische Lichtstreuung wie sie in ISO 13320 beschrieben wird.

Laserbeugungsgeräte lassen sich einfach bedienen und liefern schnelle Ergebnisse. Allerdings wird die Partikelgröße auf Basis des Streuwinkels und der Lichtintensität eines Laserlichtstrahls berechnet, der mit der Probe interagiert, so dass die Messung indirekt erfolgt. Komplexe Softwarealgorithmen sind erforderlich, um die Partikelgrößenverteilung basierend auf Annahmen und Annäherungen zu berechnen. Eine Grundannahme ist zum Beispiel, dass alle Partikel rund sind. Dementsprechend wird keine Information zur Partikelgeometrie geliefert und jede Abweichung der tatsächlichen Partikelform von der „idealen“ Form verursacht Diskrepanzen in der berechneten Partikelgrößenverteilung. Dies führt zu ungenauen Ergebnissen, besonders bei Messung der korrekten Verteilungsbreite. Ein weiterer großer Nachteil ist die sehr geringe Nachweisempfindlichkeit für kleine Mengen von Unterkorn und Überkorn. Der VDI hat vor kurzem eine Richtlinie zur Charakterisierung von Pulvern für die Additive Fertigung herausgegeben (VDI 3405 Teil 2.3). In dieser Richtlinie wird die Dynamische Bildanalyse als die am besten geeignete Methode zur Bestimmung der Partikelgröße und Partikelform von Metallpulvern bezeichnet.

MICROTRAC MRB – PARTIKELCHARAKTERISIERUNG

MICROTRAC MRB entwickelt innovative optische Messsysteme für die Partikelgrößen- und Partikelformanalyse von Pulvern, Granulaten und Suspensionen mit Dynamischer Bildanalyse.

Dynamische Bildanalysatoren

- CAMSIZER P4
- CAMSIZER X2

Messbereich

- CAMSIZER P4: 20 µm – 30 mm
- CAMSIZER X2: 0,8 µm – 8 mm

Mehr Informationen auf www.microtrac.de

Vergleich Siebanalyse, Dynamische Bildanalyse und Laserbeugung

Leistungsmerkmal	CAMSIZER X2 Dynamische Bildanalyse	Siebanalyse	Laserbeugung
Breiter dynamischer Messbereich	+++	++	+++
Reproduzierbarkeit	+++	++	+++
Hohe Auflösung von schmalen Verteilungen	+++	-	-
Partikelformanalyse	+++	-	-
Direktes Messverfahren	+++	+++	-
Messergebnisse kompatibel zu anderen Methoden	++	-	-
Sichere Detektion von Überkorn	++	+++	-
Robuste Hardware, einfach zu bedienen für die tägliche Routineanalyse	+++	+++	+++
Analyse einzelner Partikel	++	-	-
Hohe Messgeschwindigkeit, kurze Messzeiten	+++	-	+++

Fazit

Mit der zunehmenden Verbreitung von Technologien wie Metall-Spritzgießen (MIM) und Additive Fertigung, wächst auch die Nachfrage nach geeigneten Metallpulvern mit sehr spezifischen Eigenschaften. Für die erfolgreiche Nutzung der Pulver spielt nicht nur die chemische Zusammensetzung eine Rolle, sondern auch die Partikelgröße und Partikelform. Je nach Anwendung muss das Pulver unterschiedliche Spezifikationen erfüllen. Die Dynamische Bildanalyse mit dem **CAMSIZER X2 liefert alle relevanten Daten zu Form und Größe**. Im Vergleich zu Laserbeugung oder (Elektronen-, optische) Mikroskopie basieren die Messdaten auf einer großen Anzahl von Partikeln und bieten daher eine höhere statistische Sicherheit und **bessere Reproduzierbarkeit**. Eine Messung dauert nur 1 bis 3 Minuten, was einen **hohen Probendurchsatz** und kontinuierliche Qualitätskontrolle ermöglicht. Der CAMSIZER X2 ist ein präzises und effizientes Instrument zur deutlichen Verbesserung der Qualitätskontrolle von Pulverherstellern und Produzenten von Metallbauteilen.



MICROTRAC MRB LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG



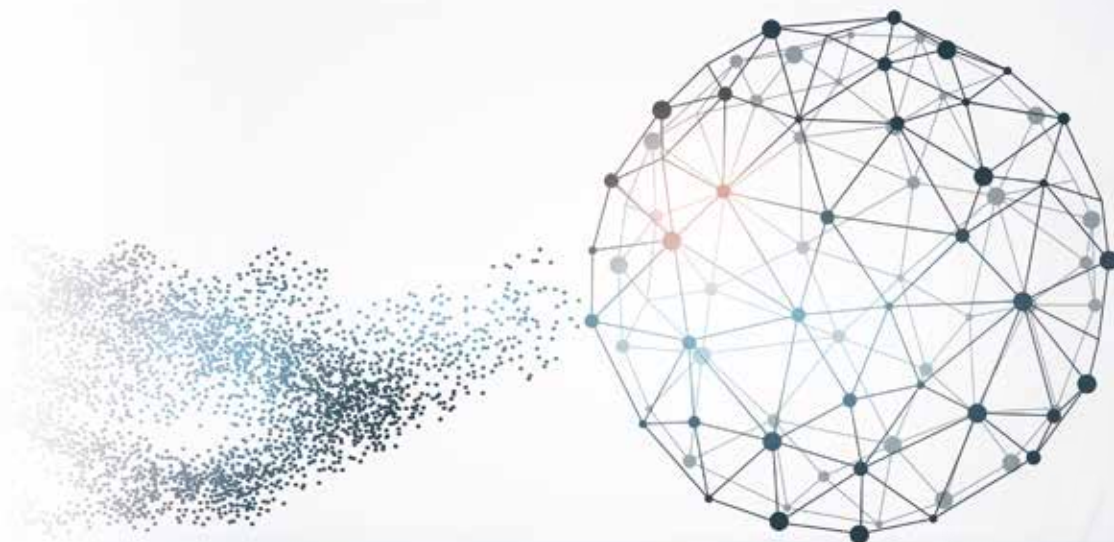
CAMSIZER X2

- Partikelgrößen- und Partikelformanalyse von 0,8 µm bis 8 mm mit Dynamischer Bildanalyse (ISO 13322-2)
- Präzise Analyse breiter Größenverteilungen
- Hervorragende Auflösung schmaler oder multimodaler Größenverteilungen
- Zuverlässige Detektion kleinster Mengen Überkorn und Unterkorn
- Messergebnisse 100 % kompatibel zur Siebanalyse wenn gewünscht

ELEMENTAR ANALYSE VON METALLPULVERN UND METALLTEILEN AUS DER ADDITIVEN FERTIGUNG

Die Additive Fertigung entwickelt sich zu einem etablierten Produktionsverfahren. Da es sich um eine recht neue Technologie handelt, sind die nötigen Prozessschritte noch nicht einheitlich definiert. So fehlen z. B. industrieweite Standards, welche die Qualitätssicherung beschreiben. Eine bekannte Kenngröße ist die Partikelgrößenverteilung des eingesetzten Pulvers. Die Korngröße sollte aber nicht das einzige zur Überprüfung verwendete Qualitätsmerkmal sein.

Zu den im Prozess verwendeten Ausgangsstoffen gehören u. a. unterschiedliche Stahlsorten, Ti64, Al, Ni, Cr, W sowie Legierungen. Um die Reinheit und die Qualität dieser Rohmaterialien zu überprüfen, müssen geeignete Prozesse implementiert werden. Die Qualität dieser Materialien wird durch den Gehalt an verschiedenen „Fremd“-Elementen im Metall bestimmt.¹



¹ Berumen, S.; Bechmann, F.; et al, Quality Control of laser and powder bed-based Additive Manufacturing (AM) technologies, Physics procedia, 5, 617-622, LANE 2010



Welche Elemente haben einen Einfluss auf das Material?

Die Bestimmung der beschriebenen Elemente sollte sowohl vor als auch nach dem Fertigungsprozess durchgeführt werden, um zu gewährleisten, dass sowohl die Ausgangsmaterialien als auch das Endprodukt in der angestrebten Qualität vorliegen.

Stahl

Diverse Elemente beeinflussen die Qualität von Stahl, allen voran der Kohlenstoffgehalt. Je nach Anteil und Art der entsprechenden Einflüsse dieser Legierungselemente (C /Si/Mn/P/S/Cr u.v.m) wird der Stahl in verschiedene Güteklassen und Anwendungsgebiete aufgeteilt. Im Folgenden sind die wichtigsten nicht-metallischen Elemente und ihre Einflüsse beschrieben.

Kohlenstoff [C]: Der Kohlenstoffgehalt hat Einfluss auf mehrere physikalische Parameter. Die Bezeichnung „Stahl“ bezieht sich auf eine Eisenlegierung mit einem C-Gehalt zwischen 0,002 % -2,06%. Umso höher der Kohlenstoffgehalt ist, desto geringer ist der Schmelzpunkt.

Außerdem steigt die Sprödigkeit und die Härte mit höherem Kohlenstoffgehalt.

Schwefel [S]: Ist Schwefel in der Legierung vorhanden, erhöht das die Zerspanbarkeit, d. h. die Eignung des Stahls durch Methoden wie Bohren oder Fräsen bearbeitet zu werden. Umso höher der Schwefelgehalt, umso geringer die Duktilität.

Stickstoff [N]: Der Stickstoffanteil lässt sich in erwünscht und unerwünscht unterteilen. Es gibt einige Spezialanwendungen, welche einen erhöhten Stickstoffanteil erlauben. In den meisten Fällen wird eher von nicht abgebundenem Stickstoff gesprochen. Der ungebundene Stickstoff kann sich an

den Korngrenzen absetzen und Einfluss auf die Zähigkeit nehmen.

Sauerstoff [O]: Sauerstoff zählt zu den sogenannten Stahlschädlingen, da er den Stahl spröde macht und Alterungsprödigkeit verursachen kann.

Wasserstoff [H]: Wasserstoff in Stahl verursacht eine Degradation der mechanischen Stabilität. Die sogenannte Wasserstoffversprödung bedeutet, dass sich Wasserstoffatome (Protonen) im Metallgitter anlagern und damit Risse im Stahl verursachen können.

Titan

Die Qualität von Titan und dessen Legierungen, z. B. Ti-6Al-4V (Grade 5), wird von den folgenden Elementen beeinflusst:

Wasserstoff [H]: Hat in Titan die gleichen Auswirkungen wie in Stahl. In Titanlegierungen kann Wasserstoff die Ausbildung von Mischphasen beeinflussen.

Stickstoff [N]: Stickstoff erhöht die Sprödigkeit von Titan.

Sauerstoff [O]: Schon geringe Mengen Sauerstoff haben einen erheblichen Effekt auf die Zähigkeit bzw. die Härte von Titan. Der Titanschlüssel zeigt, dass schon geringste Unterschiede im Sauerstoffanteil den Unterschied zwischen qualitativ hochwertigem Titan (Grad 1: 0,18% O) und weniger hochwertigem Titan (Grad 3: 0,35% O) ausmachen können. Sauerstoff ändert die mechanischen und physikalischen Eigenschaften erheblich. Titan mit 0,1% O ist etwa 3 Mal so stabil wie Titan mit 0,3% O.

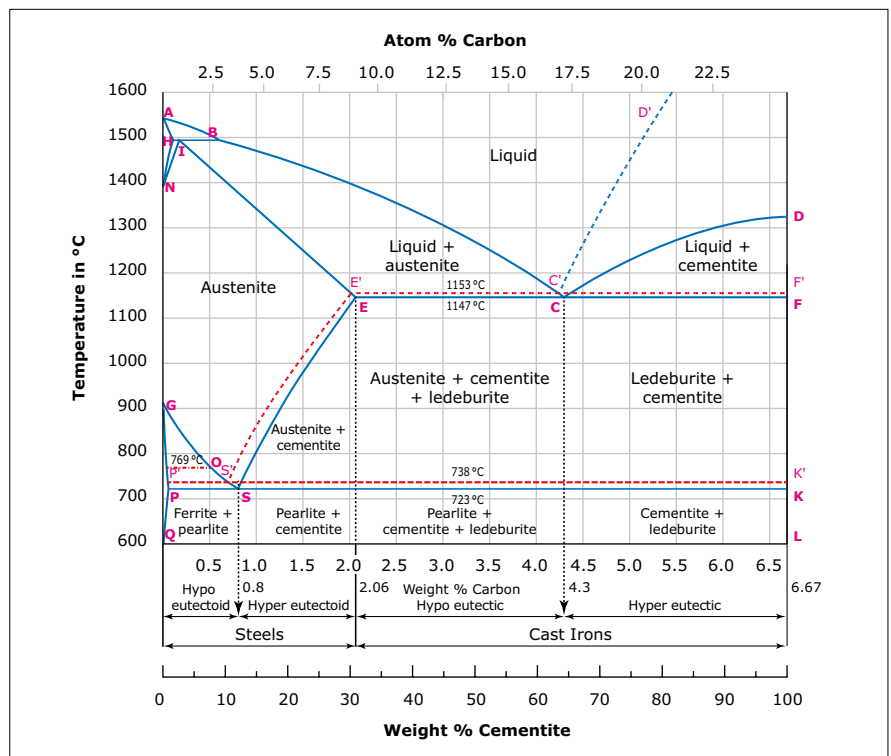


Abb. 1: Eisen-Kohlenstoff-Diagramm

Schwefel [S]/Kohlenstoff [C]:

Diese Elemente haben, sofern vorhanden, nur sehr geringfügige Auswirkungen auf Werkstoff und Härte.

Verbrennungsanalyse

Es gibt verschiedene Wege, die Elementgehalte und Verunreinigungen zu messen. Die meisten verlangen ein Zerstören der Probe um sicherzustellen, dass alle relevanten Anteile in der gemessenen Teilprobe auch freigesetzt wurden.

Die Verbrennungsanalyse bietet einige Vorteile. Proben können in jeder festen Form direkt gemessen werden – ohne Vorbehandlung. Die durchschnittliche Partikelgröße der Metallpulver liegt bei den meisten AM Verfahren zwischen 5 und 150 µm. Diese wird durch eine Partikelgrößenbestim-

mung im Vorfeld überprüft. Anschließend kann das Pulver mittels Elementaranalyse auf Inhaltsstoffe untersucht werden.

Die Bestimmung von H/C/N/O/S kann nicht in einem Schritt vollzogen werden. In einer Messung werden Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff bestimmt und in einer weiteren der Kohlenstoff- und Schwefelgehalt. Dies liegt an den unterschiedlichen physikalischen und chemischen Eigenschaften der Elemente.

O/N/H Analyse

Im Analysator ELEMENTRAC ONH-p fällt die Probe in einen Graphittiegel. Dieser erzeugt durch den Stromfluss eine hohe Temperatur und die Probe schmilzt. Enthaltener Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff werden freigesetzt. Der Sauerstoff wird an der Oberfläche des heißen Graphittiegels in CO umgewandelt. Das inerte Trägergas spült diese Gase aus dem Tiegel.

Mit einem Kupferoxidkatalysator wird das CO zu CO₂ oxidiert und in einer Infrarotmesszelle (Abb. 2) detektiert. Ein Infrarotstrahl mit einer spezifischen Wellenlänge regt die Kohlenstoffdioxid Moleküle zum Schwingen an. Der Verlust der Energie, welche in Bewegungsenergie überführt wurde, ermöglicht die genaue Berechnung des Sauerstoffgehaltes der Probe. Der Stickstoff- und Wasserstoffgehalt werden mittels einer Wärmeleitfähigkeitszelle (Abb. 3) bestimmt.

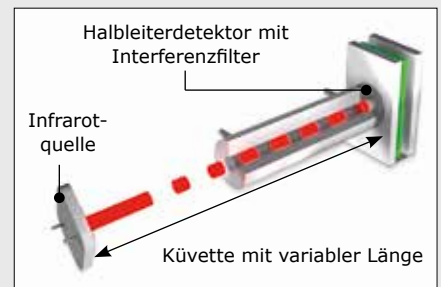


Abb. 2: Infrarotmesszelle

beheizte Kammer, 60°C

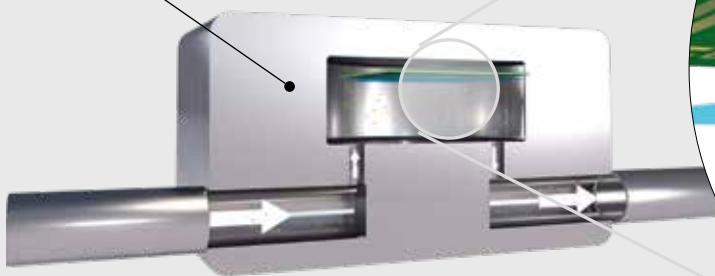
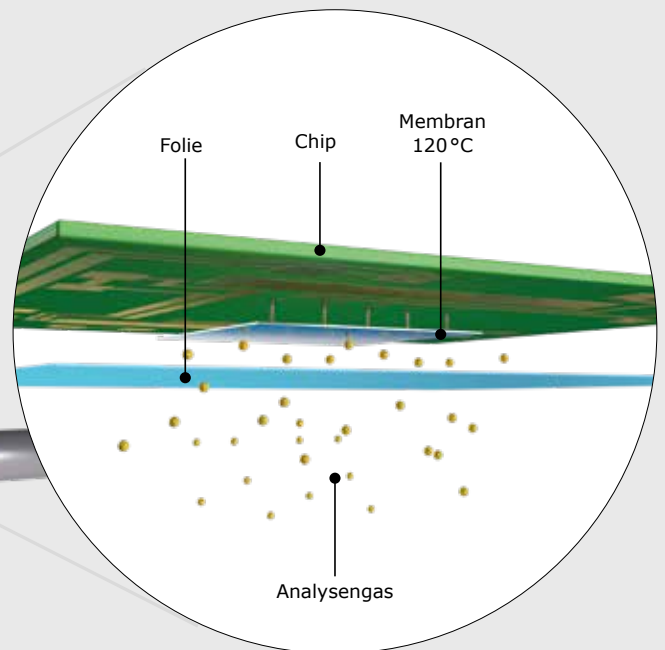


Abb. 3: Wärmeleitfähigkeitszelle



Die Technik der ELEMENTRAC Wärmeleitfähigkeitszelle basiert auf einem mikromechanischen Siliziumchip, der mit einer Membran gekoppelt ist und unabhängig von einem Referenzgasstrom arbeitet. Ändert sich die Wärmeleitfähigkeit des Gases, z. B. durch freigesetzten Stick-

stoff aus der Probe, ändert sich auch die für die Temperierung der Membran notwendige Heizleistung, die als Messsignal ausgegeben werden kann. Dieses Verfahren ist robust, nachweisstark und garantiert stabile Messwerte über einen weiten Konzentrationsbereich.

ELTRA 91205-1003#1116B ¹		
Gewicht [mg]	Sauerstoff [ppm]	Stickstoff [ppm]
102,7	893,2	100,8
103,4	917,2	101,8
102,7	892,0	105,1
101,9	878,9	98,4
103,5	886,7	93,9
103,2	904,5	97,8
102,3	908,8	96,5
103,8	882,9	103,3
103,4	860,7	99,7
103,4	877,8	94,0
Durchschnitt	890,3	99,1
Abweichung / relative Abweichung	16,7 / 1,9 %	3,7 / 3,8 %

¹ zertifizierte Werte: O: 890 ppm ± 50 ppm; N: 99 ppm ± 10 ppm

Tabelle 1 zeigt ein typisches Ergebnis für eine simultane Sauerstoff- und Stickstoffmessung an einer Titanprobe.



C/S Analyse

Im Induktionsofen wird die Probe im reinen Sauerstoffstrom aufgeschmolzen, wobei der enthaltene Schwefel zu Schwefeldioxid (SO₂), der enthaltene Kohlenstoff zu einem Gemisch von Kohlenmonoxid (CO) und Kohlendioxid (CO₂) reagiert. Die Verbrennungsgase werden über einen Staubfilter und einen Feuchtigkeitsabsorber gereinigt. Im Anschluss findet die Detektion des Schwefeldioxids in Infrarotmesszellen statt. Je nach Kundenwunsch können beim CS-i Infrarotmesszellen mit unterschiedlicher Empfindlichkeit (hoch/niedrig) kombi-

niert werden. Nachfolgend zur Schwefelmessung finden die Oxidation von Kohlenmonoxid zu Kohlendioxid und die Oxidation von Schwefeldioxid zu Schwefeltrioxid statt. Das SO₃ Gas wird mit Cellulose entfernt und der Kohlenstoffgehalt wird über individuell konfigurierbare Infrarotmesszellen ermittelt. ELTRA Analysatoren können mit bis zu vier unabhängigen IR-Messzellen ausgestattet werden.

Fazit

Nichtmetallische Elemente wie Kohlenstoff, Schwefel, Wasserstoff, Sauerstoff und Stickstoff beeinflussen die physikalischen Eigenschaften jedes metallischen Werkstoffs. Diese Elemente können bereits in den pulverförmigen Ausgangsmaterialien für die additive Fertigung vorliegen oder im Produktionsprozess eingetragen werden. Deshalb ist es im Sinne der Qualitätssicherung notwendig, die Ausgangsmaterialien und das Endprodukt zu analysieren. Die Elementaranalytik bietet einfache und robuste Lösungen, um Elemente von <1 ppm bis in den Prozentbereich zuverlässig und reproduzierbar zu analysieren.

ELTRA – ELEMENTARANALYSE

ELTRA gehört zu den führenden Herstellern von Verbrennungsanalysatoren zur schnellen, präzisen und flexiblen Bestimmung von CHNOS Konzentrationen im Feststoff. Unsere Geräte liefern zuverlässige Ergebnisse für eine große Bandbreite von Probenmaterialien und Messbereichen.

Elementaranalysatoren

- C|H|S Analysatoren
- O|N|H Analysatoren
- Thermogravimetrische Analysatoren
- Analyse des Ascheschmelzverhaltens
- Referenz- und Verbrauchsmaterial

Mehr Informationen auf www.eltra.com



ELTRA LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG



ELEMENTRAC ONH-p

- Simultane Bestimmung von Sauerstoff/Stickstoff oder Sauerstoff/Wasserstoff durch Trägergasheißextraktion
- Geschlossener Gaskreislauf mit optimierter Gasführung für sensitive ONH Messungen
- Verwendung von günstigem Argon als Trägergas möglich



ELEMENTRAC CS-i

- Simultane Messung von Kohlenstoff und Schwefel ohne aufwändige Probenvorbereitung
- Induktionsofen für Temperaturen über 2000 °C
- Frei wählbare Konfigurationen der einzelnen Messzellen

www.eltra.com

AR 875 (LOT 1216F) ¹		
Gewicht [mg]	Kohlenstoff [%]	Schwefel [%]
1003,4	0,8005	0,0128
1001,9	0,8003	0,0125
1002,6	0,8012	0,0126
1003,2	0,8007	0,0126
1001,8	0,7971	0,0125
1004,2	0,7952	0,0125
1003,6	0,7962	0,0124
1003,1	0,7976	0,0123
1003,2	0,8020	0,0124
1002,9	0,8024	0,0123
Durchschnitt	0,7993	0,0125
Abweichung / relative Abweichung	0,0026 / 0,32%	0,0002 / 1,20%

¹ zertifizierte Werte: C: 0,799% ±0,017, S: 0,0125% ±0,0034

Tabelle 2 zeigt typische Messwerte einer Stahlprobe.



WÄRMEBEHANDLUNG VON BAUTEILEN AUS PULVERSPRITZGUSS & ADDITIVER FERTIGUNG

CARBOLITE GERO bietet passende Öfen für die verschiedenen Prozessschritte im Pulverspritzgussverfahren (PIM) und in der Additiven Fertigung (AM) von Metall- oder Keramikteilen an. Dazu zählen z. B. das thermische oder katalytische Entbindern, das Trocknen von Teilen, z. B. nach der Lösemittelentbinderung, das Spannungsarmglühen sowie das Sintern unter Schutzgas, Wasserstoff oder Vakuum.

Die Additive Fertigung von Metallteilen lässt sich in einen direkten und einen indirekten Prozess unterteilen. CARBOLITE GERO hat sein Produktprogramm mit dem GPCMA für direkte und dem HTK für indirekte AM und PIM Prozesse nach den höchsten Anforderungen entwickelt. Dies sind nur zwei Öfen aus dem umfangreichen Programm für die Additive Fertigung.

Spannungsarmglühen im direkten AM Prozess

Im direkten Prozess wird das Ausgangspulver selektiv geschmolzen und Schicht für Schicht verfestigt bis ein komplexes dreidimensionales Teil entstanden ist.

Wenn Metallpulver durch einen Laserstrahl geschmolzen wird (Selective Laser Melting SLM – Standardbezeichnung: Laser Powder Bed Fusion L-PBF), ist eine nachfolgende Wärmebehandlung der gefertigten Teile erforderlich.

Der SLM Prozess wird digital direkt von den 3D CAD Daten gesteuert. Für jede Bauteilschicht wird eine dünne Schicht feines, gesiebtes Metallpulver (Titanlegierung Ti6Al4V, Kobaltchrom, rostfreier Stahl, Nickellegierungen Inconel 625 und Inconel 718 und Aluminiumlegierung AlSi10Mg) auf einer Bauplattform aufgebracht, bevor die selektierten Bereiche des Pulvers präzise durch den Laser geschmolzen werden. Dieser Prozess wird so lange wiederholt bis das Produkt Schicht für Schicht fertiggestellt ist.

SLM eignet sich für die Herstellung sehr kleiner Teile und Komponenten. Es lassen sich Geometrien reproduzieren, die auf anderem Wege nicht machbar wären, wie zum Beispiel eingeschlossene Räume. Die einzelnen Schichten können bis zu 20 µm dünn sein, die Toleranzen liegen bei ±50 µm.

Momentan sind die Aufbauraten für Teile die mittels SLM gefertigt werden eher niedrig. Die Kosten sind hoch, da das Ausgangsmetallpulver mit Hilfe von Kugelmøhlen produziert wird und anschließend gesiebt und geprüft werden muss, bevor es verwendet werden kann. Die aktuellen SLM Maschinen erfordern eine beträchtliche Investition.

Wenn das zu fertigende Teil Abmessungen bis 250 mm x 250 mm x 350 mm aufweist, könnte der Fertigungsprozess ideal sein für Unternehmen, die Rapid Prototyping oder geringe Mengen komplexer oder „unmöglicher“ Teile benötigen, welche anschließend maschinell gebohrt, gefräst, aufgerieben, pulverbeschichtet, lackiert, poliert oder eloxiert werden.



Abb. 1: GPCMA Großraum-Kammerofen für Schutzgasatmosphäre mit Temperaturen bis zu 1200°C und einem möglichen Sauerstoffgehalt von <30 ppm. Er wird für das Spannungsarmglühen von Teilen eingesetzt, die mittels SLM gefertigt wurden.



Teile, die mittels der direkten additiven Fertigungsmethode SLM hergestellt werden, weisen hohe Eigenspannungen auf, ausgelöst durch den lokal konzentrierten hohen Energieeintrag und die Bildung eines hohen Temperaturgradienten unter dem Schmelzbad.

Die Reduktion der Eigenspannungen erfordert eine nachfolgende Wärmebehandlung mit präziser Temperaturhomogenität. Zu diesem Zweck wird die Komponente für einen definierten Zeitraum bei einer bestimmten Temperatur gehalten. Der Wärmebehandlungsschritt muss präzise überwacht werden, um die mechanischen Eigenschaften der verwendeten Metalllegierung gezielt einzustellen, indem die Eigenspannungen effektiv verringert werden.

Zudem wird die Wärmebehandlung unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt, um sicherzustellen, dass das gesinterte Teil nicht mit Sauerstoffmolekülen kontaminiert wird, welche die chemischen und physikalischen Eigenschaften des Endproduktes verändern könnten.

Mit dem **Großraum-Kammerofen für Schutzgasatmosphäre (GPCMA)** bietet CARBOLITE GERO ein Produkt für das Spannungsarmglühen von additiv gefertigten Bauteilen an, welches die täglichen Betriebskosten reduziert, unerwünschte Oxidation verhindert und hervorragende Temperaturhomogenität garantiert.



Abb. 2: Blick in eine Metallretorte des GPCMA/174 mit additiv gefertigter Probe zum Spannungsarmglühen.

Der Ofen ist in verschiedenen Größen erhältlich (**GPCMA/37, GPCMA/56, GPCMA/117, GPCMA/174, GPCMA/208 & GPCMA/245**) mit Kapazitäten für 1 bis 4 Bauplattformen zur vollen Ausnutzung des Kammervolumens auch bei kleinen Probengrößen. Eine Anpassung an die Anforderungen der AMS2750E Nadcap Klasse 1 für Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt ist durch den Einsatz einer Inconel oder Haynes 230 Retorte möglich.

Die Wärmebehandlung erfolgt unter Schutzgasatmosphäre (üblicherweise Stickstoff und Argon [für Titan]). Der Sauerstoffgehalt lässt sich je nach Anwendung bis auf 30 ppm reduzieren.

Die GPCMA Öfen verfügen über eine Unterbodenheizung in Verbindung mit einer Beheizung von oben und von den Seiten zur Verbesserung der Temperaturhomogenität in der Retorte, wo sich die Thermoelemente befinden. Die Platzierung der Kaskadensteuerung in der Retorte ermöglicht schnellere Aufheizraten, wodurch die Zyklen in der Kundenanwendung deutlich reduziert werden können, wenn die optionale forcierte Kühlung zum Einsatz kommt.

Um die Durchlaufzeiten noch weiter zu verringern, verfügt der GPCMA/174 über eine temperaturverriegelte leichtgängige Drehtür, welche das Be- und Entladen des Ofens erleichtert. Die Tür verfügt über eine wassergekühlte Silikongummidichtung, so dass eine Schutzgasatmosphäre in der Kammer über den gesamten Wärmebehandlungsprozess aufrechterhalten werden kann.



Abb. 3: Vakuumofen HTK mit metallischer Kammer für das Entbindern und Sintern von spritzgegossenen und additiv gefertigten Bauteilen bei bis zu 1450 °C.

Restentbindern und Sintern in PIM und indirekten AM Prozessen

Im indirekten additiven Fertigungsprozess sowie beim Pulverspritzgießen, welches sowohl für Metalle als auch für Keramiken genutzt wird, wird das Ausgangspulver mit einem Bindemittel vermischt. Dieses ist nach dem Formen des Grünlings noch vorhanden und wird in einem nachfolgenden Schritt thermisch, katalytisch oder mithilfe von Lösemitteln entfernt, was zur Schrumpfung des Bauteils führt. Das erhaltene Braunteil wird anschließend gesintert, um dem Fertigteil seine finalen Eigenschaften und die endgültige Form zu verleihen.

Zunächst wird das Hauptbindemittel entfernt, z. B. auf thermischem Weg. Nach diesem Prozessschritt wird das Pulver nur noch durch einen Restbinder zusammengehalten, was das Bauteil sehr empfindlich macht. In einem weiteren Schritt wird der Restbinder thermisch entfernt und das Teil direkt in demselben Ofen gesintert. Die Entbinderungs-schritte im Ofen machen die Entfernung der gasförmigen Abfallprodukte sowie eine präzise Temperaturverteilung erforderlich, um die Materialeigenschaften des gesinterten Teils gezielt anzupassen. Entbindern kann unter Vakuum, Luft oder Schutzgas stattfinden. Letztere werden häufig als Trägergas genutzt, um den Gasfluss

zu verbessern, die gasförmigen Abgangsprodukte „wegzufegen“ und die Entbinderungszeit zu verkürzen. Der Entbinderungs-schritt erfordert Öfen mit spezifischen Atmosphären wie CARBOLITE GERO sie anbietet. Um das Oxidieren der meisten Metalle und Nichtoxidkeramiken zu verhindern, wird das Sintern unter Schutzgas (Ar oder N₂) oder Reduktionsgas (H₂ für Edelstahl) durchgeführt. Für hochreine Anwendungen, wie z. B. das Sintern von Titan, ist sogar ein Hochvakuum erforderlich. Oxid- oder nitridbasierte Keramiken wie Aluminiumoxid, Zirkonoxid und Aluminiumnitrid können an Luft gesintert werden.

Der HTK Ofen eignet sich hervorragend für das Restentbindern und Sintern von additiv gefertigten oder pulverspritzgegossenen Bauteilen. Die hohe Temperaturhomogenität ermöglicht ein präzises Entbindern und Sintern über das gesamte Kammervolumen. Die Möglichkeit, unter Schutz- oder Reaktivgas, Hochvakuum oder sogar Ultrahochvakuum zu arbeiten macht auch das Sintern von sehr empfindlichen Teilen möglich.

Das rechteckige Design mit Fronttür erlaubt einfaches Be- und Entladen der fragilen Bauteile, die nur durch den Restbinder zusammengehalten werden. Die HTK Serie ist in vier Größen erhältlich: 8 Liter, 25 Liter, 80 Liter und 200 Liter.

Die Modelle mit metallischen Kammern aus Wolfram (HTK W) oder Molybdän (HTK MO) ermöglichen eine Schutzgasatmosphäre von höchstmöglicher Reinheit und ein Endvakuumniveau im Hochvakuumbereich (5×10^{-6} mbar). Es kann sogar ein Ultrahochvakuum konfiguriert werden. Typische Gase sind z. B. Stickstoff, Argon (Titan), Wasserstoff (Edelstahl) oder Mischungen.

Die Heizelemente bestehen aus dem gleichen Metall wie die Isolierung. Diese besteht aus mehreren Hitzeschilden aus Wolfram oder Molybdän, je nach ausgewähltem Ofentyp. Mit einer Retorte lässt sich der Gasfluss leiten und die Temperaturhomogenität verbessern. Die Maximaltemperatur des HTK W liegt bei 2200 °C, die des HTK MO Modells bei 1600 °C.

Die gasförmigen Abfallprodukte, die beim Entbindern entstehen, werden durch einen beheizten Gasauslass geleitet und im Nachbrenner verbrannt. Ein umschaltbarer Gasfluss ermöglicht das kontaminationsfreie Sintern von hochempfindlichen Materialien (siehe Abb. 4).

Während des Entbinderns fließt das Gas von oben durch den rechten Einlass hinter die Retorte. Da diese nicht vollständig

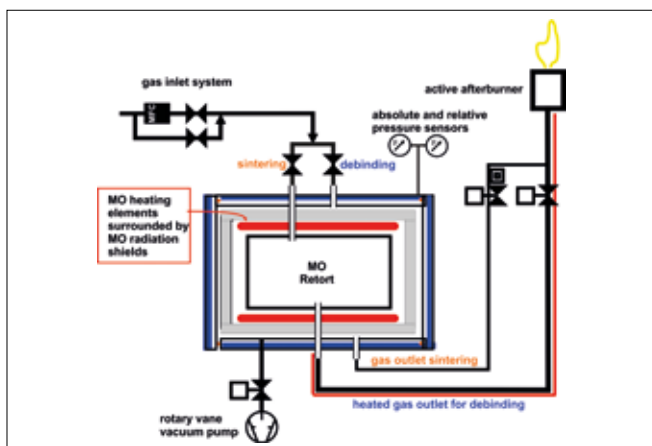


Abb. 4: Gasführung durch die Retorte während des Entbinderns oder Sinterns.

abgedichtet ist und der Druck außerhalb der Retorte etwas höher ist als innerhalb, fließt das Gas in die Retorte hinein. Dabei nimmt das Trägergas den gasförmigen Binder mit in den Gasauslass am Fuß der Retorte. Die Gase werden dann durch den beheizten Auslass zum Nachbrenner geleitet.

Nach dem Entbinderungsschritt lässt sich der Gasfluss ändern, um eine hochreine Atmosphäre in der Retorte zu schaffen. Das Gas fließt jetzt durch den oberen linken Einlass direkt in die Retorte und wieder hinaus, wo es den unteren rechten Gasauslass passiert und in den Nachbrenner gelangt. Da kein gasförmiger Binder mehr enthalten ist, muss der Auslass auch nicht beheizt werden. Dieser veränderte Gasfluss verhindert, dass Rückstände des Binders außerhalb der Retorte während des Sinterns wieder in die Proben gelangen, so dass man am Ende saubere Proben erhält.

In der Kammer befinden sich die Heizelemente am Boden, an der Decke und an der linken und rechten Seite, wodurch eine sehr gute Temperaturhomogenität erzielt wird. Um diese auch bei großen Kammeröfen zu erreichen, sind zusätzlich die Rückwand und die Tür mit Heizelementen ausgestattet. Die HTK Öfen werden von einem doppelwandigen Kessel umschlossen, durch den Kühlwasser fließt. Man spricht daher auch von Kaltwandöfen.

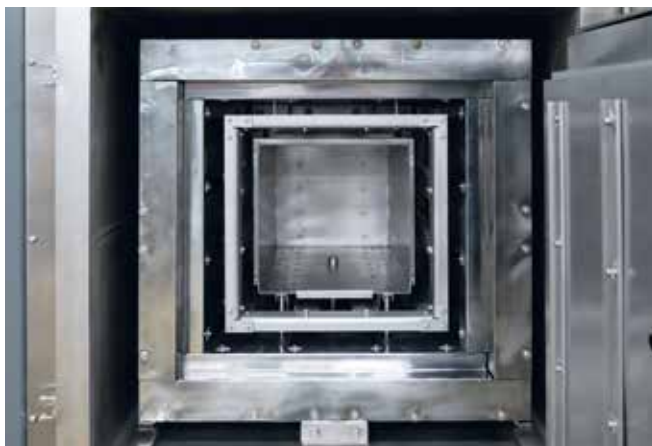


Abb. 5: Molybdän-Retorte des HTK für hochreine Atmosphäre und Vakuum.

CARBOLITE GERO – WÄRMEBEHANDLUNG

CARBOLITE GERO ist ein führender Hersteller von Hochtemperaturöfen von 30 °C bis 3000 °C mit einem besonderen Schwerpunkt im Bereich Vakuum, Schutzgas und reaktiver Atmosphäre. Unsere Geräte, die wir auf Basis jahrzehntelanger Erfahrung in der Hochtemperaturtechnologie entwickeln, werden weltweit erfolgreich in Forschung, Technikum und Fertigung eingesetzt.

- Wärmeschränke
- Kammeröfen
- Rohröfen
- Vakuumöfen
- Anwendungsspezifische Öfen
- Sonderanfertigungen

Mehr Informationen auf www.carbolite-gero.de

Fazit

Mit dem GPCMA bietet CARBOLITE GERO einen Ofen für das Spannungsarmglühen additiv gefertigter Produkte an, der die täglichen Betriebskosten minimiert, unerwünschte Oxidation verhindert und hervorragende Temperaturhomogenität gewährleistet. Vor allem lassen sich die Durchlaufzeiten dank der Rundum-Beheizung, der optionalen forcierten Kühlung und einfachen Be- und Entladung durch die wassergekühlte, mit Silikon abgedichtete Drehtür reduzieren.

Der HTK Ofen eignet sich hervorragend für das Restentbindern und Sintern von pulverspritzgegossenen oder additiv gefertigten Komponenten. Die hohe Temperaturhomogenität erlaubt das präzise Entbindern und Sintern im gesamten Kammervolumen. Die größtmögliche Reinheit der Schutzgasatmosphäre und das Endvakuum im Hochvakuumbereich bis hin zum Ultrahochvakuum erlauben das Sintern hochempfindlicher Materialien wie Titan.

CARBOLITE GERO bietet Kunden auf Anfrage die Möglichkeit, additiv gefertigte Proben testweise wärmezubehandeln, um die bestmögliche Lösung für individuelle Anforderungen zu finden.

Modell	Innenabmessungen Retorte: H x B x T [mm]
GPCMA/37	205 x 337 x 538
GPCMA/56	229 x 400x 610
GPCMA/117	279 x 500 x 840
GPCMA/174	428 x 500 x 815
GPCMA/208	428 x 500 x 970
GPCMA/245	650 x 700 x 1050
HTK 8	190 x 170 x 200
HTK 25	250 x 250 x 400
HTK 80	400 x 400 x 500



CARBOLITE GERO LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG & PULVERSPRITZGUSS



GPCMA Großraum-Kammeröfen für Schutzgasatmosphäre für die Additive Fertigung

- Spannungsarmglühen unter N₂, Ar
- O₂ Gehalt unter 30 ppm möglich
- Präzise Temperaturhomogenität



HTK Vakuumofen mit metallischer Kammer für PIM und Additive Fertigung

- Entbindern und Sintern unter H₂, Ar, N₂
- Umschaltbarer Gasfluss zur Behandlung empfindlicher Materialien
- Vollautomatische Steuerung

www.carbolite-gero.de

SIEBEN UND ZERKLEINERN VON METALLPULVERN UND -TEILEN

Die Wiederverwendung von Rohmaterialien ist ein wichtiger Faktor in pulvermetallurgischen Prozessen. RETSCH hat eine Reihe von Geräten im Angebot, welche zur Siebung von Pulvern und zur Zerkleinerung von Metallteilen geeignet sind, damit diese wieder in den Produktionsprozess zurückgeführt werden können. Die nachfolgenden Beispiele verdeutlichen die Nutzung der RETSCH Siebmaschinen und Backenbrecher für diese Anwendungen.

Trennung von Größenfraktionen durch Siebung zum Recyceln von Metallpulverresten im 3D Druck mit Lasertechnologie

RETSCH Siebmaschinen wie die **Vibrationssiebmaschine AS 200 basic** sind bestens geeignet zur Siebung agglomerierter Metallpulver, die für den 3D Druck verwendet werden, sowie zur Trennung des nach dem Druckvorgang übriggebliebenen Metallpulvers in Fraktionen, um die feinen Partikel wiederzuverwenden. **Concept Laser, ein Hersteller von 3D Druckern für Metallbauteile**, setzt die AS 200 basic für diese Anwendungen ein. Das Basismodell der AS 200 Produktfamilie in bewährter RETSCH Qualität liefert nach kurzer Siebdauer bis zu 17 Größenfraktionen. Das Modell verfügt

über eine digitale Parametereinstellung, Leistungs- und Zeitanzeige, so dass eisenhaltige und eisenfreie Metallpulver wie Wolframcarbid oder Edelmetalle komfortabel gesiebt werden können.

Die am häufigsten für diese Anwendung genutzten **Analysensiebe** sind die RETSCH Siebe mit 200 oder 203 mm Durchmesser und einer Höhe von 25 mm oder 50 mm gemäß ISO 3310-1 oder ASTM E11. Maschenweiten zwischen 32 µm und 150 µm sind am besten geeignet, um nicht-agglomerierende Metallpulver zu sieben. Diese Maschenweiten werden am häufigsten einge-

setzt: 32 µm, 40 µm, 50 µm, 63 µm, 100 µm und 150 µm.

Die bewährten RETSCH Siebe bestehen aus einem sehr stabilen Edelstahl-Siebrahmen, der hohe Zuverlässigkeit der Siebergebnisse garantiert. Das Gewebe der Analysensiebe wird unter Berücksichtigung gewebespezifischer Parameter präzise in den Rahmen eingefügt und anschließend gespannt.

Die individuelle Laser-Gravur jedes RETSCH-Siebs garantiert eine eindeutige Siebkennzeichnung und Rückverfolgbarkeit.

RETSCH – ZERKLEINERN & SIEBEN

RETSCH ist ein weltweit agierendes Unternehmen im Bereich der analysengerechten Probenvorbereitung und der Partikelgrößenanalyse von Feststoffen. Auf Basis von mehr als 100 Jahren Erfahrung entwickelt RETSCH Geräte für die Zerkleinerung und Siebanalyse, die sich durch exzellente Leistung, Bedienkomfort, Sicherheit und eine lange Lebensdauer auszeichnen.

Mühlen und Brecher

- Backenbrecher
- Rotormühlen
- Schneid- und Messermühlen
- Mörsermühle & Scheibenmühlen
- Kugelmühlen

Siebmaschinen & Analysensiebe

- Analysensiebmaschinen
- Analysensiebe (ISO, ASTM)

Mehr Informationen auf www.retsch.de

Recycling von Grünkörpern oder Hartmetallteilen aus Spritzgussverfahren

Der Metallspritzguss (MIM) wird für die Herstellung von Metallteilen mit komplexen Geometrien eingesetzt. Das Ausgangsmaterial ist Metallpulver vermischt mit Binder; dieses wird über eine Spritzgießmaschine in Kunststoffformen gegossen, um im ersten Schritt einen sogenannten Grünkörper zu bilden. Nach dem Entfernen des Binders erhält man die fragilen Braunteile, welche durch den nachfolgenden Sinterprozess zu stabilen Metallteilen mit komplexen Formen werden. Bei jedem Schritt können Zwischenprodukte mit unerwünschten Eigenschaften anfallen. **Diese werden zerkleinert und pulverisiert, um das entstandene Pulver wiederzuverwenden.**

Backenbrecher wie der **BB 500** zerkleinern defekte Grünlinge, Braunteile sowie Hartmetallteile innerhalb weniger Minuten.



Anwendungsbeispiel:

10 kg Grünlinge mit einer Partikelgröße <math>< 100 \text{ mm}</math> wurden in zwei Chargen bei geschlossenem Spalt (d. h. fast direkter Kontakt zwischen dem feststehenden und dem beweglichen Brecharm) im Backenbrecher BB 500 zerkleinert. Jede Charge wies nach nur 1 Minute eine Endfeinheit von 85% <math>< 250 \text{ }\mu\text{m}</math> auf.



RETSCH LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG

Backenbrecher BB 500

- Aufgabegut: mittelhart, hart, spröde, zäh
- Hoher Zerkleinerungsgrad 50:1
- Stufenlose Spaltweitereinstellung



Vibrationsiebmaschine AS 200 basic

- Messbereich*: 20 μm – 25 mm
- Digitale Leistungs- und Zeitanzeige
- Für Trocken- und Nasssiebung

MATERIALOGRAPHISCHE PRÄPARATION VON PROBEN AUS 3D DRUCKVERFAHREN

Das additive Laser-Pulver-Auftragschweißen ist eines der zahlreichen 3D Druckverfahren. Bei dieser Technik werden mittels Laserschweißen pulverförmige Werkstoffe auf ein Bauteil aufgeschmolzen. Die gewünschte Form eines spezifischen Produktes bildet sich durch das Abfahren von vordefinierten Bahnen heraus. Der Laserstrahl schmilzt das Metallpulver kurzzeitig auf und es entsteht eine Schweißraupe. Die angestrebte Geometrie erhält die dreidimensionale Kontur durch das Überlagern der Bahnen bzw. der Schweißraupen. Das additive Laser-Pulver-Auftragschweißen möglichst wirtschaftlich zu betreiben und ein hohes

Maß an Präzision und Qualität zu gewährleisten sind die nächsten Entwicklungsschritte. Auch die Skalierung steht im Fokus: neben der Anwendung im großen Maßstab spielt auch die Implementierung von Mikrostrukturen $<100\ \mu\text{m}$ eine wichtige Rolle.¹

Folgende Materialien werden für das additive Laser-Pulver-Auftragschweißen eingesetzt:

- Leichtmetalle
- Hochdotierte Nickellegierungen
- Stahl
- Intermetallische Werkstoffe
- Harte Materialien (Karbide)

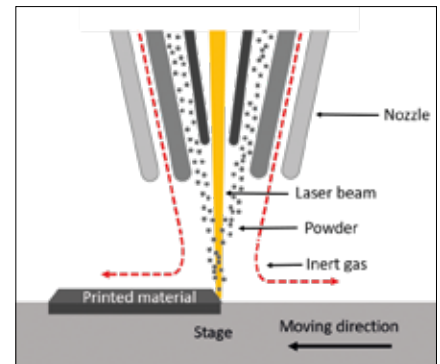


Abb. 1: Prozess des additiven Laser-Pulver-Auftragschweißens.

¹ Fraunhofer IWS, Additive Manufacturing, 2016, www.isam.network



Abb. 2: Trennmaschine Brillant 220

Materialographischer Präparationsprozess

Im Folgenden beschreiben wir den materialographischen Präparationsprozess für eine Probe, die additiv gefertigt wurde.

Eine typische materialographische Probenbehandlung beinhaltet folgende Schritte:

- Trennen – z. B. mit einer Trennschleifmaschine
- Einbetten – vorteilhaft für die weitere Bearbeitung
- Schleifen/Polieren – zur Bearbeitung des Gefüges
- Untersuchung mittels
 - Bildanalyse
 - Härteprüfung

Die Grundlage dieses Artikels bildet die Untersuchung eines Stahlbauteils (X6Cr17, Werkstoffnummer 1.4016), welches durch additives Laser-Pulver Auftragschweißen hergestellt wurde. Im ersten Schritt wurde mithilfe der **QATM Brillant 220 Präzisionstrennmaschine** (Abb. 3) ein kleines Stück herausgetrennt, das repräsentativ für das komplette Bauteil ist. Dabei kam eine CBN (Bornitrid) Trennscheibe mit einer Dicke von 0,65 mm und einem Durchmesser von 153 mm zum Einsatz.

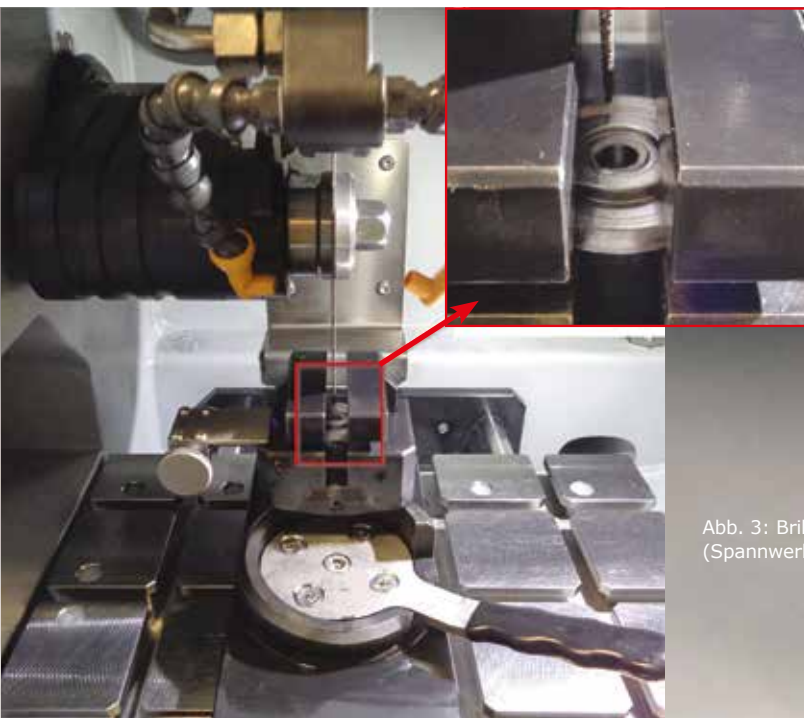


Abb. 3: Brillant 220 Trennmaschine. Detail: fixierte Probe (Spannwerkzeug: Vertikalspanner).

Das Trennen erfolgte durch einen getakteten Fahrschnitt (0,2 mm vor und 0,2 mm zurück) mit einem Vorschub von 1 mm/s und einer Drehzahl von 4500 min⁻¹.

Nach dem Trennen wurde die Probe in der **QATM Opal X-Press Warmeinbettpresse** mit Epo schwarz eingebettet, was die weitere materialographische Bearbeitung erleichtert. Das Einbetten erfolgte für 6 Minuten bei einem Druck von 200 bar und 180 °C, gefolgt von einer 6-minütigen Abkühlung. Ein weiterer Vorteil ist der hohe Grad an Parallelität von 51 µm ± 1 µm der eingebetteten Proben (Toleranzen basieren auf dem Messschieber der zur Messung der Probenhöhe verwendet wurde). Die eingebetteten Proben wurden anschließend geschliffen (Einzelandruck) und mit dem **halbautomatischen Schleif- und Poliergerät Saphir 550** poliert (Einzelandruck). Der Schleifprozess wurde in zwei Schritten durchgeführt. Zunächst Planschleifen mit einem Siliziumkarbid (SiC) Schleifpapier Körnung P240, um alle Deformierungen, die durch den Trennprozess verursacht wurden, zu entfernen. Im zweiten Schritt Schleifen mit einem Siliziumkarbid Schleifpapier Körnung P600, um die Oberfläche für die weiteren Bearbeitungsschritte zu glätten. Danach wurde die Probe mit dem harten **Galaxy BETA Poliertuch** und einer 9 µm polykristallinen Diamantsuspension vorpoliert, gefolgt von einem **mittelharten Seidenpoliertuch GAMMA** mit einer 3 µm polykristallinen Diamantsuspension. Das finale Polieren wurde mit einem **weichen Synthetikpoliertuch OMEGA** und Eposil M durchgeführt. Die genauen Präparationsdaten sind in Tabelle 1 ersichtlich.



Abb. 4: Warmeinbettpresse Opal X-Press



Abb. 5: Automatische Schleif- und Poliermaschine Saphir 550



Tabelle 1: Schleif- und Polierparameter

Schritt	Medium	Schmiermittel/ Suspension	Drehzahl [U/min]	Drehrichtung Probenhalter	Einzelndruck [N]	Zeit [min]
Schleifen	SiC, P240	Wasser	150	im Uhrzeigersinn	30	1:00
Schleifen	SiC P600	Wasser	150	im Uhrzeigersinn	30	1:00
Polieren	BETA	Alkohol, Diamant 9 µm (poly)	150	gegen den Uhr- zeigersinn	35	4:30
Polieren	GAMMA	Alkohol, Diamant 3 µm (poly)	150	gegen den Uhr- zeigersinn	35	4:00
Polieren	OMEGA	Wasser, Eposil M	100	im Uhrzeigersinn	30	1:30



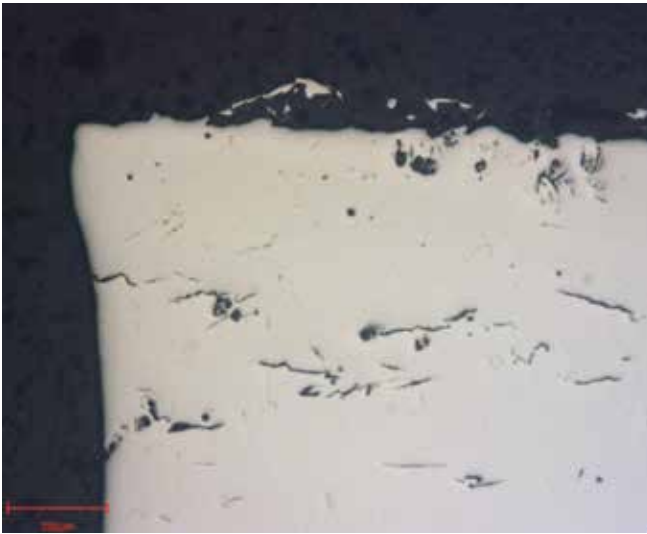


Abb. 6: Bild der bearbeiteten Probenoberfläche. Die polierte Oberfläche reflektiert das Licht fast gleichmäßig, das Gefüge ist nicht erkennbar.



Abb. 7: Probe nach Ätzung mit "V2A Beize" (45 Sek.). Probenrand. Das Gefüge ist deutlich erkennbar.

Das Ergebnis dieser Präparationssequenz war eine feinpolierte Probenoberfläche. Abb. 6 zeigt die Aufnahme eines Auflichtmikroskops mit 100-facher Vergrößerung.

Da das Licht über der gesamten Probenoberfläche sehr gleichmäßig reflektiert wird bleibt die Mikrostruktur unsichtbar. Das menschliche Auge benötigt einen Kontrast von mindestens 10%, um diesen auf einer beliebigen Oberfläche zu erkennen. Dieser Kontrast wird durch Ätzen erzielt. In unserem Beispiel wurde das Ätzmittel „V2A Beize“ zum Beizen verwendet, um durch selektives Ätzen der verschiedenen Phasen der X6Cr17 Stahlprobe den Kontrast zu erhöhen. Das Ätzen erfolgte für 45 Sekunden und in Abbildung 7 lässt sich die Mikrostruktur der Probe sehr gut erkennen.

Ein deutlicher Kontrast im Gefüge lässt sich auch in der Mitte der Probe ausmachen (Abb. 8).

Weitere Untersuchungen, wie zum Beispiel die **Härteprüfung**, erfordern eine plane und glatte Oberfläche, um zuverlässige Ergebnisse zu gewährleisten. Der hier beschriebene materialographische Präparationsprozess stellt sicher, dass die Probe bestmöglich für die Härteprüfung vorbereitet ist. Für diese Anwendung hat QATM den **Carat 930** im Angebot, ein leistungsstarkes Gerät für die Mikrohärtprüfung und optische Evaluierung.

Die polierte Oberfläche in Abb. 6 weist mehrere Risse auf. Die gerade Kante auf der linken Seite wurde durch das Trennen erzielt. Die Kontur der Schweißnaht ist unsichtbar. Für eine genauere Untersuchung wurde der Kontrast

QATM – LÖSUNGEN FÜR DIE MATERIALGRAPHIE

ATM ist führend in der Entwicklung und Fertigung von Maschinen für die Materialographie (Metallographie). Die Geräte werden erfolgreich in Bereichen wie Qualitätskontrolle, Schadensanalyse, Produktionskontrolle sowie in der Forschung & Entwicklung eingesetzt.

- Nasstrennschleifmaschine
- Warmeinbettpressen
- Schleif- und Poliergeräte, Ätzgeräte
- Mikroskope
- Systemlabors
- Verbrauchsmaterial

Mehr Informationen auf www.qatm.de



Abb. 8: Kontrastierte Probe. Die geschweißte Mikrostruktur des Bauteils ist deutlich erkennbar.

durch Ätzen erhöht (siehe Abb. 7). Die Oberfläche hat mehrere Risse, in deren Nähe farbige Flecken auf Reste des Ätzmittels hinweisen. Die Schweißnähte sind deutlich erkennbar. Die Schicht-für-Schicht Auftragstechnik bewirkt eine Wärmebehandlung der unterliegenden Schicht. Eine Wärmeinflusszone wird gebildet, welche eine Veränderung der Mikrostruktur verursacht und Auswirkungen auf die Probeneigenschaften hat. So kann zum Beispiel die Härte verringert werden. Wenn Schichten von unterschiedlicher Härte übereinandergelegt werden, erhöht dies kontinuierlich die mechanische Beanspruchung und kann am Ende zu sogenannten sekundären Rissen führen. Ein Grund für die Bildung primärer Risse sind Abkühlgradienten während des Auftrags. Abbildung 8 zeigt eine Vergrößerung einzelner Schweißraupen und die entsprechenden Wärmeinflusszonen. Eine Härteprüfung macht die Härteunterschiede der aufgetragenen Schichten deutlich.



QATM LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG



Trennmaschine Brillant 220

- Präzisionstrennmaschine
- Großzügiger Trennraum mit großem Maschinentisch
- Seitenöffnungen für durchgehende Teile



Warmeinbettpresse Opal X-Press

- Leicht zu bedienendes Verschlussystem
- Vollautomatisch, elektronisch gesteuert
- Komfortable Bedienung über großes LC Display und optimierte Benutzeroberfläche



Automatische Schleif- und Poliermaschine Saphir 520

- Einspindiges Schleif-/Poliergerät mit Rubin 520
- Einzel- und Zentraldruck
- Variable Drehzahlregelung der Arbeitsscheibe und des Polierkopfes

www.qatm.de

HÄRTEPRÜFUNG IN DER PULVERMETALLURGIE

Die Härteprüfung in der Pulvermetallurgie verlangt komplett andere Parameter und Verfahren als klassische Härteprüfanwendungen. Die Proben müssen für die Härteprüfung entsprechend aufbereitet werden. Zunächst wird das Metallpulver in Harz eingebettet, z. B. mithilfe einer Warmeinbettpresse. Dann wird die materialographische Probe poliert, um eine saubere Oberfläche für die Härteprüfung zu erhalten.

Prüfverfahren

Bei Nichteisenmetallen werden üblicherweise die Prüfverfahren nach Brinell oder Vickers angewendet, je nach Probe und Anwendung mit einer Prüfkraft zwischen 2,5 kg und 1000 kg. Die Anforderungen zur Prüfung von Pulvern weichen hiervon deutlich ab: aufgrund der kleinen Partikelgröße <0,1 mm sind nur eine sehr geringe Prüfkraft und kleine Eindrucksdiagonalen erforderlich, was nur mit der Vickers Methode möglich ist. Für das Aluminium-

pulver in unserem Beispiel ist eine Härte von 25 bis 35 HV zu erwarten, so dass Ergebnisse mit Prüfkraften >15 g (HV0.015) bereits der Vickers DIN EN ISO und ASTM Norm entsprechen können (Standardanforderung: Vickers Eindrucksdiagonale >20 µm). Wenn der Härteprüfer sogar noch geringere Prüfkraften einsetzen kann, ist auch eine Prüfung noch feinerer Partikel möglich, dann jedoch nicht normenkonform.

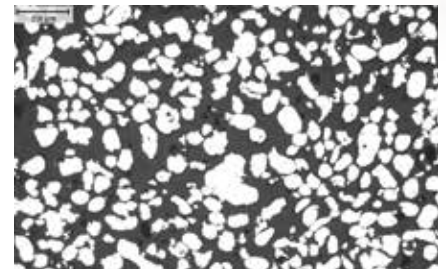


Abb. 1: Eingebettetes Aluminiumpulver / polierte Oberfläche / 4x Mikroskoplinse Pulverpartikel, die auf die Hälfte ihrer Größe poliert wurden oder große Partikel sind am besten für die Härteprüfung mit aussagekräftigen Ergebnissen geeignet.

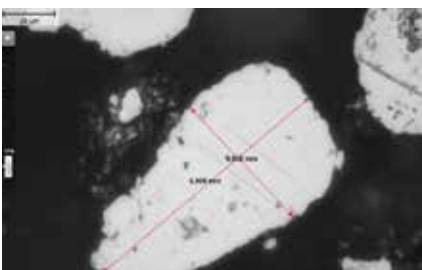


Abb. 2: Größe eines Aluminiumpulverpartikels, gemessen mit der Härteprüfsoftware (40x Linse)

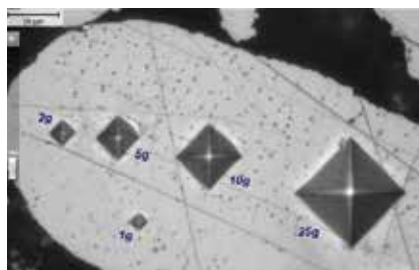


Abb. 3: Vergleich von Vickers Eindrucksgrößen: HV0.001, HV0.002, HV0.005, HV0.01 und HV0.025 – Prüfkraften zwischen 1 g und 25 g.

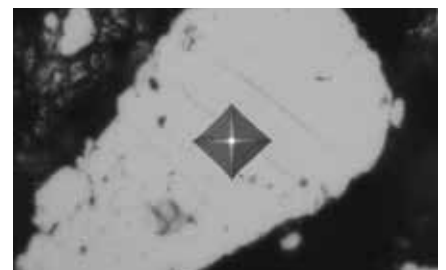


Abb. 4: Härte: 30.3 HV0.005, geprüft in der Mitte des Querschnitts des Aluminiumpartikels

QATM – HÄRTEPRÜFUNG

QATM ist spezialisiert auf die Entwicklung und Herstellung innovativer Produkte für die Härteprüfung. Neben einem breiten Portfolio an standardisierten Geräten bietet QATM außerdem die Planung und Umsetzung kundenspezifischer Sonderlösungen an.

- Mikro Härteprüfer
- Rockwell Härteprüfer
- Universal Härteprüfer
- Spannvorrichtungen
- Kundenspezifische Lösungen
- Vollautomatische Prüfanlagen

Mehr Informationen auf www.qatm.de

QATM LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG



Anforderungen an Härteprüfer in der Pulvermetallurgie

- Geringe Vickers Prüfkraften
- Hohe Präzision des Schlittens und Messrevolvers
- Optisches Messsystem mit hohem Kontrast bei starker Vergrößerung
- Einfache Bedienung
- Strukturierte Ergebnisverwaltung

Fazit

Zur Qualitätskontrolle von Pulvern ist ein leistungsstarker Vickers Mikro Härteprüfer wie der Q10/30/60 von QATM erforderlich. Je nach Menge der zu prüfenden Proben eignen sich entweder die halbautomatische „M“ Version oder die vollautomatischen „A“ oder „A+“ Modelle für diese Anwendung. Bei entsprechender Prüfkraft und Oberflächenbehandlung sind die Prüfer sogar in der Lage, die integrierte automatische Bildauswertung zu nutzen, sowie die automatische Helligkeit und Fokussierung. Das Reporting Tool und die Exportfunktion erlauben das Erstellen von Prüfprotokollen sowie den Datenexport in Datenverarbeitungssysteme.



Mikro Härteprüfer Q10 M



Halbautomatischer Q10 M Vickers Härteprüfer für das effektive manuelle Härteprüfen von Pulvern. Prüfkraften von 0,25 g bis 10 kg.

- Exakte Positionierung und großer Prüfraum
- 6-fach Messrevolver
- Dynamische Höhenanpassung

www.qatm.de

Abonnieren Sie unsere Newsletter!

Sie erhalten gelegentlich exklusive Informationen zu Seminaren/Webinaren, Applikationen und Produktneuheiten.

Jetzt anmelden:



www.verder-scientific.de/newsletter

Hier können Sie auswählen, von welchem Verder Scientific Unternehmen Sie Informationen erhalten möchten.

Eine Abmeldung ist jederzeit möglich.



VERDER
scientific



WÄRMEBEHANDLUNG

Carbolite Gero GmbH & Co. KG
info@carbolite-gero.de
www.carbolite-gero.de



ELEMENTARANALYSE

Eltra GmbH
info@eltra.com
www.eltra.com



HÄRTEPRÜFUNG & MATERIALOGRAPHIE

ATM Qness GmbH
info@qatm.com
www.qatm.de



ZERKLEINERN & SIEBEN

Retsch GmbH
info@retsch.de
www.retsch.de



PARTIKELCHARAKTERISIERUNG

Microtrac Retsch GmbH
info@microtrac.com
www.microtrac.de

www.verder-scientific.com