



FORTSCHRITT ERMÖGLICHEN IN DER

# ADDITIVEN FERTIGUNG

# LÖSUNGEN FÜR 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 hochkomplexer, 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 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

#### 02 VERDER SCIENTIFIC

LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE  
FERTIGUNG & PULVERSPRITZGIESSEN

#### 04 MICROTRAC

PARTIKELCHARAKTERISIERUNG VON  
METALLPULVERN MIT DYNAMISCHER  
BILDANALYSE

#### 14 ELTRA

ELEMENTARANALYSE VON ADDITIV  
GEFERTIGTEN METALLPULVERN UND  
METALLTEILEN

#### 20 CARBOLITE GERO

WÄRMEBEHANDLUNG VON  
PULVERSPRITZGEGOSSENEN & ADDITIV  
GEFERTIGTEN BAUTEILEN

#### 26 RETSCH

SIEBUNG UND ZERKLEINERUNG VON  
METALLPULVERN UND -TEILEN

#### 28 QATM

MATERIALOGRAPHISCHE PRÄPARATION  
VON 3D-GEDRUCKTEN PROBEN

#### 34 QATM

HÄRTEPRÜFUNG IN DER  
PULVERMETALLURGIE



Diese Broschüre wurde mit EU-zertifiziertem Recyclingpapier, minimierten CO<sub>2</sub>-Emissionen und 100% Ökostrom aus erneuerbaren Quellen hergestellt.

ELECTRON BEAM  
MELTING

DIRECT METAL  
DEPOSITION

SELECTIVE LASER  
MELTING

SELECTIVE LASER SINTERING

LASER BEAM  
MELTING

RAPID  
PROTOTYPING

POWDER BED  
FUSION

**GATM**

**CARBOLITE  
IGERO<sup>30-3000°C</sup>**

**MICROTRAC**

Partikelgrößen- und  
Partikelformbestimmung  
mit Laserbeugung und  
Dynamischer  
Bildanalyse

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

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**

Härteprüfung von  
additiv gefertigten  
Metallkomponenten

**ELTRA**

SOLID FREEFORM  
FABRICATION

DIRECT METAL LASER  
SINTERING

FREEFORM  
FABRICATION

RAPID MANUFACTURING

**GATM**

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. 1 dargestellt. DIA bietet große Vielseitigkeit dank der simultanen Messung von Partikelgröße und Partikelform. Eine Auswahl an Formparametern wird in Abb. 2 erklärt.

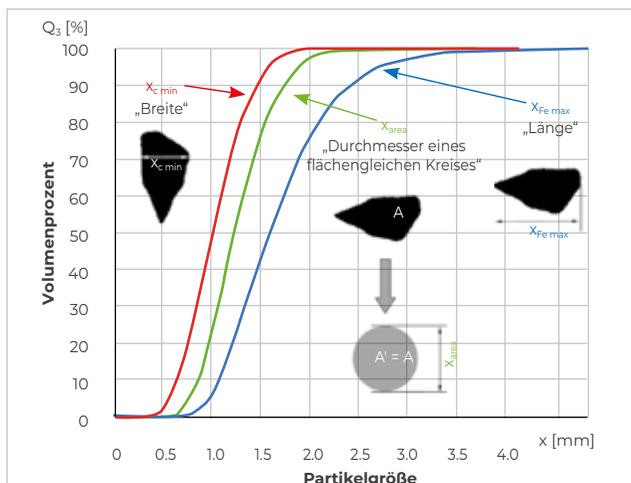


Abb. 1: Verschiedene Größenparameter, die in der Bildanalyse verwendet werden. Die Größenverteilungen basieren auf Breite (rot), Länge (blau) oder Durchmesser eines flächengleichen Kreises (grün).

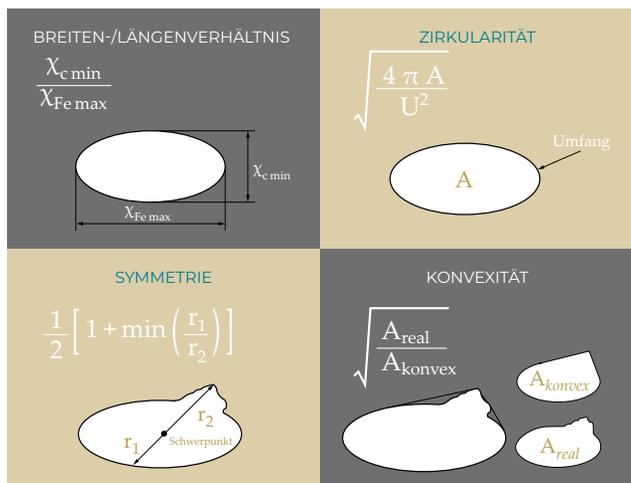


Abb. 2: Verschiedene Formparameter, die in der Bildanalyse verwendet werden.



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. 3 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 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.

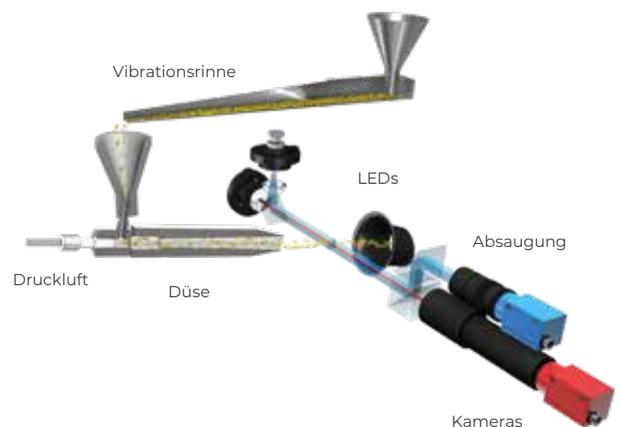


Abb. 3: Einzigartiges Messprinzip des CAMSIZER X2

## GEEIGNET FÜR EINE VIELZAHL VON PROBEN, PARTIKELGRÖSSEN UND PARTIKELFORMEN

Abb. 4 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.

Die Formgrafik (Abb. 5) lässt erkennen, dass das Eisenpulver das kleinste Aspektverhältnis (Breite/Länge) hat, während das Titanpulver über den größten Anteil an runden Partikeln verfügt.

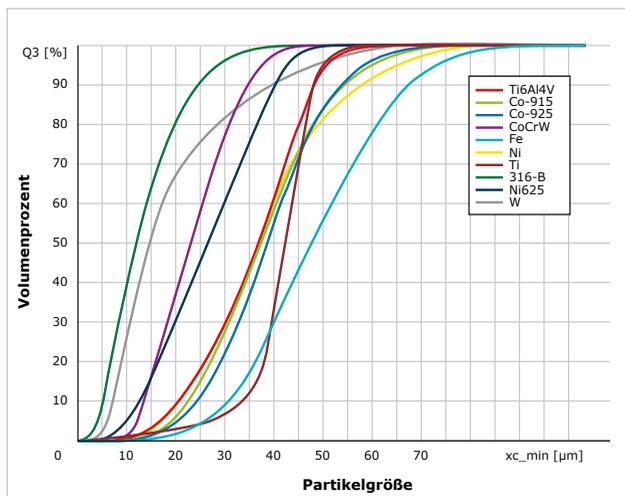


Abb. 4: Partikelgrößenanalyse von 10 unterschiedlichen Metallpulvern mit dem CAMSIZER X2. Die direkte Messung gewährleistet akkurate Ergebnisse.

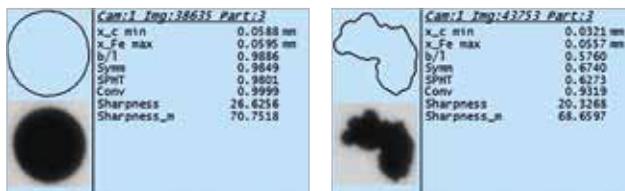
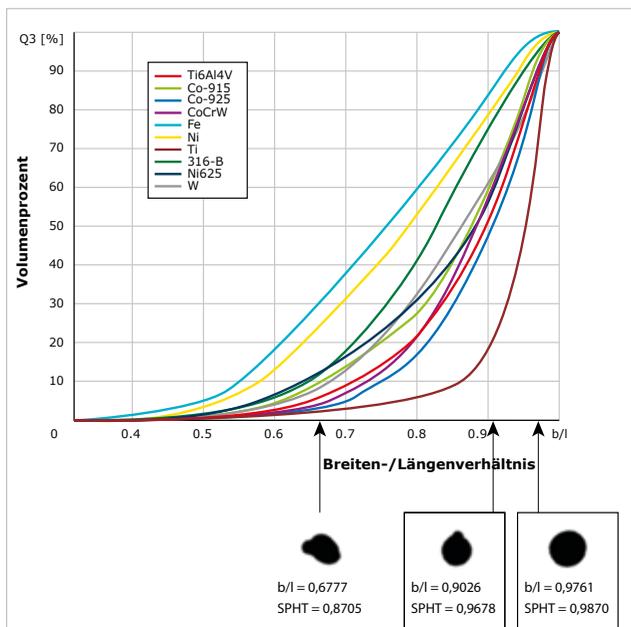


Bild eines runden Metallpulverpartikels | Unregelmäßige Partikel werden zuverlässig detektiert

Abb. 5 (links): 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.

## SYNC: DIA UND LASERBEUGUNG (LD) IN EINEM GERÄT

Der neuartige SYNC-Analysator ist ein revolutionäres Hybridgerät, das Laserbeugung und Dynamische Bildanalyse in einem Gerät kombiniert und dieselbe Probe in derselben Probenzelle mit beiden Methoden misst. Die Laserbeugung wird in der seit Jahrzehnten als De-facto-Standard für die Messung von Größenverteilungen bei der Qualitätskontrolle von Metallpulvern eingesetzt.

Die optische Bank des SYNC ist in Abb. 6 dargestellt. Drei Laser, die in blau oder rot erhältlich sind, ermöglichen in Kombination mit zwei linear angeordneten Detektorarrays die Erfassung des Streulichts der Partikel in einem Bereich von 163 Grad. Kleinere Partikel streuen das Licht in größeren Winkeln und mit geringerer Intensität als größere Partikel.

Der SYNC-Algorithmus für Laserbeugung berechnet die Partikelgrößenverteilung aus dem gemessenen Streulicht, wahlweise nach Mie-Theorie oder mittels Fraunhofer-Näherung.

Gleichzeitig beleuchtet eine schnelle LED-Stroboskoplichtquelle die Partikel, und eine Optik fokussiert das übertragene Licht für eine Digitalkamera, die eine vollständige Videodatei der Partikelbilder aufnimmt, wie dies auch beim CAMSIZER X2 der Fall ist, mit dem Unterschied, dass der SYNC nur eine Kamera verwendet.

Abb. 7 zeigt den Bericht der mit Laserbeugung gemessenen Größenverteilung wie er von der Metallpulverindustrie genutzt wird.

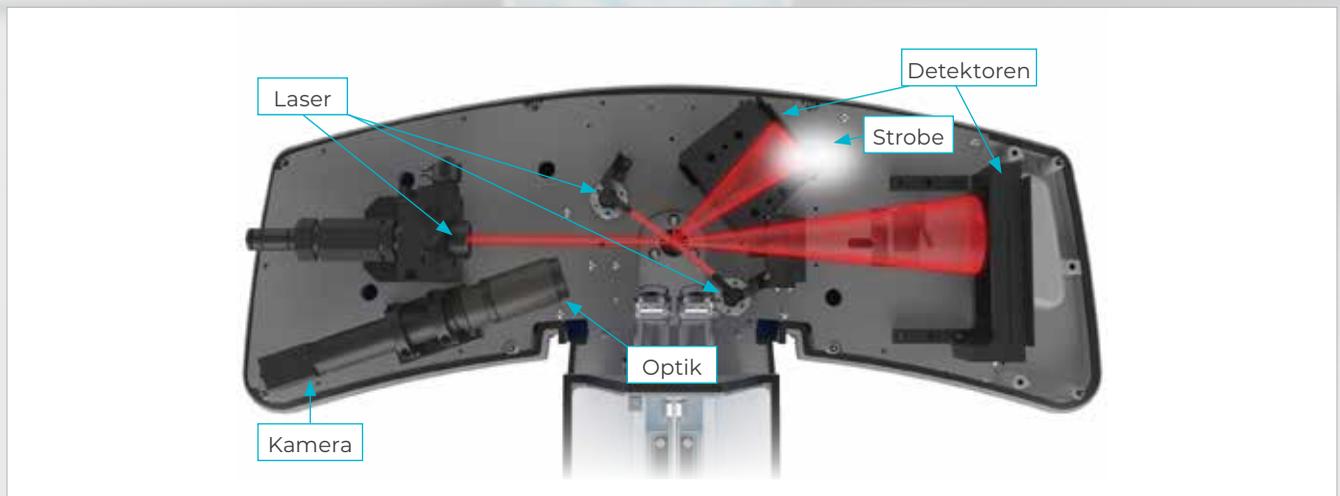


Abb. 6: Aufbau der optischen Bank des SYNC, kombinierte LD- und DIA-Komponenten

Die DIA-Software verfügt über eine Particle Viewer-Funktion (GUI) und eine Streudiagramm-Anzeige. Diese können verwendet werden, um den Prozentsatz der Agglomerate in der Metallpulvercharge zu identifizieren und zu quantifizieren. Dies ermöglicht Metallpulverlieferanten, eine schlechte Charge (zu viele Agglomerate) vor dem Versand an den Kunden zu recyclen; Teilehersteller können eine minderwertige Charge ablehnen und so die Zeit und das Geld für deren Verarbeitung sparen.

Sowohl mit dem CAMSIZER X2 als auch mit dem SYNC lassen sich die Agglomerate in einer Metallpulverprobe anhand von mehreren Formparametern quantifizieren. Die Partikelgröße allein ist dafür nicht geeignet, da diese Agglomerate in der gesamten Größenverteilung vorhanden sind. Die beiden Formparameter beschreiben beispielsweise das Seitenverhältnis bzw. die Konvexität der äußeren Begrenzung des Partikels.

Nachfolgend wird ein Beispiel für eine Messung mit dem SYNC erläutert. Die verwendeten Parameter sind das Verhältnis von Breite zu Länge (W/L Aspect Ratio) und die Solidität. Ein Partikel mit einer Solidität von 1 ist ein Partikel mit einer vollständig konvexen äußeren Begrenzung ohne konkave Einbuchtungen. Ein Partikel mit einem W/L-Verhältnis von 1 wäre

eine perfekte Kugel. Im CAMSIZER X2 sind die Parameter Konvexität (Conv) und Aspektverhältnis durch Länge (b/l) erfasst.

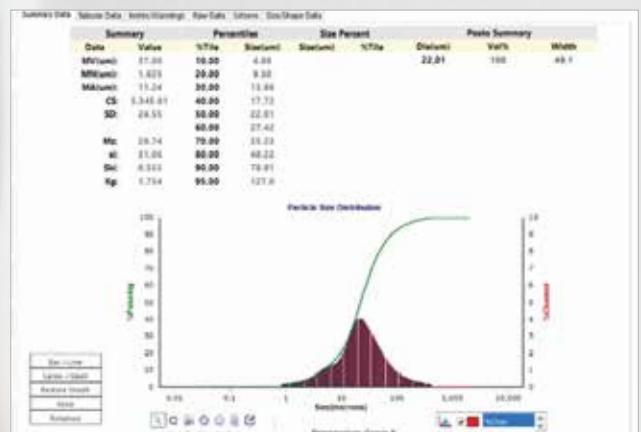


Abb. 7: Partikelgrößenbericht Laserbeugung mit dem SYNC, einschließlich Perzentile, zusammenfassende statistische Daten und Häufigkeits-/Kumulativverteilungsdiagramme

Die Suchfunktion der SYNC-Software wurde verwendet, um die Agglomerate zu isolieren und zu quantifizieren, zu denen alle Partikel gehören, die nicht innerhalb des roten Rechtecks in Abb. 8 liegen. Es wurde festgestellt, dass die Agglomerate 23 % des Volumens und 12 % der Anzahl der Partikel in der Gesamtprobe ausmachen. Dies ist eine wichtige Information für die Qualitätskontrolle von Metallpulvern.

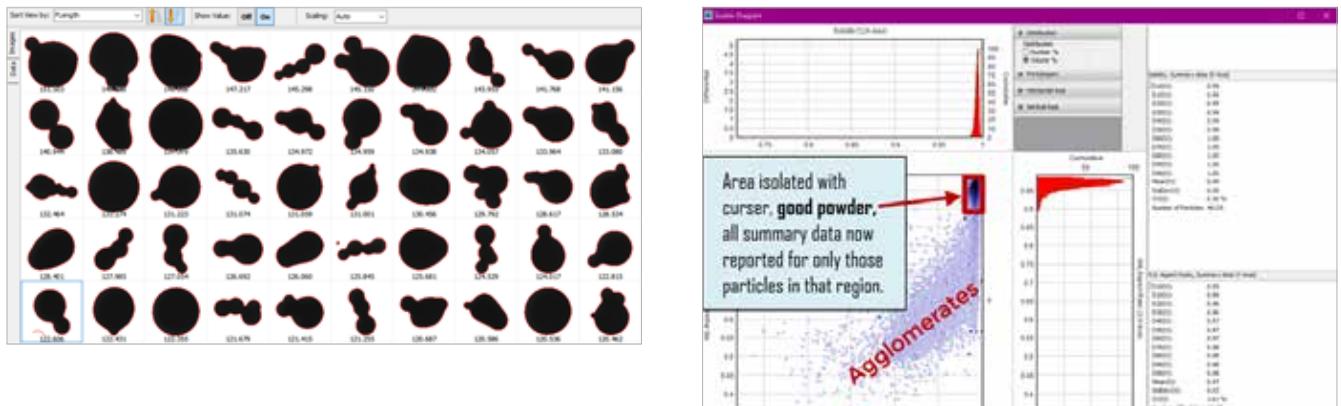


Abb. 8: Beispiel für die dynamische Bildanalyse einer Metallpulverprobe mit dem SYNC. Partikel mit bestimmten Eigenschaften oder Eigenschaftskombinationen können visualisiert (links) und mit Hilfe von Streudiagrammen oder Verteilungskurven (rechts) entsprechend quantifiziert werden. Allerdings ist die Anzahl der aufgenommenen Bilder und Partikel geringer als mit dem mit dem CAMSIZER X2.

## VORTEILE VON DIA UND LD GEGENÜBER ANDEREN MESSTECHNIKEN

Nach wie vor gibt es Anwender, die zur Bestimmung der Partikelgröße von Metallpulvern die mechanische Siebanalyse einsetzen. Die absolute untere Größengrenze für die Siebanalyse ist durch die kleinste praktisch nutzbare Maschenweite von 20 µm (Luftstrahlsiebung) definiert, die weit über der durchschnittlichen Partikelgröße vieler Proben für AM oder MIM liegt. Daher eignet sich die Luftstrahlsiebung nicht für die präzise und zuverlässige Analyse der gesamten Größenverteilung von feinen Pulvern. Sie wird häufig dazu verwendet, den Anteil übergroßer Partikel mit nur einem Sieb, z. B. mit 45 µm oder 63 µm Maschenweite, zu ermitteln. Ein weiterer Nachteil ist, dass die Siebanalyse keine Informationen über die Morphologie der Partikel liefert.

## VERGLEICH & FAZIT

Mit der zunehmenden Verbreitung von Metallspritzguss und additiver Fertigung steigt auch die Nachfrage nach speziell entwickelten Metallpulvern mit spezifischen Eigenschaften. Nicht nur die chemische Zusammensetzung, sondern auch Partikelgröße und -form sind von entscheidender Bedeutung für die Verarbeitbarkeit von Pulvern. Je nach Anwendung muss das Pulver eine Vielzahl von Spezifikationen erfüllen. Die Laserbeugungs-Größenanalyse für Metallpulver ist in diesen Branchen fest etabliert und wird es voraussichtlich auch bleiben. Laserbeugung (LD) plus Dynamische Bildanalyse (DIA) mit dem SYNC und DIA mit dem CAMSIZER X2 liefern alle relevanten Daten zur Partikelgröße und -form von Metallpulvern. DIA misst im Vergleich zur (Elektronen-/Optik-)Mikroskopie eine viel größere Anzahl von Partikeln und ist daher statistisch relevanter und bietet eine bessere Reproduzierbarkeit. Eine Messung dauert nur 1 bis 3 Minuten, was einen hohen Probendurchsatz und eine kontinuierliche Qualitätskontrolle ermöglicht. Sowohl für Pulverproduzenten als auch für Hersteller von Metallteilen sind der SYNC und der CAMSIZER X2 präzise und effiziente Systeme, die den Qualitätskontrollprozess erheblich verbessern.

In den 1970er Jahren begann die Metallpulverindustrie, Siebung durch Laserbeugung zu ersetzen. Seitdem ist diese Methode in der Branche weit verbreitet und es ist davon auszugehen, dass sie die Standardmethode für die Zertifizierung und Überprüfung von Partikelgrößenverteilungen bleibt. Laserbeugungsanalysatoren sind einfach zu bedienen und liefern schnelle, belastbare Ergebnisse; zudem ist die Technologie gut bekannt.

Die Dynamische Bildanalyse hingegen wird in zunehmendem Maße für die morphologische Analyse verwendet, um Qualitätssicherungsspezifikationen für Formen festzulegen und Eigenschaften zu kontrollieren, die durch die Größenanalyse allein nicht ermittelt werden können.

Leistungsmerkmal	DIA (CAMSIZER X2 & SYNC)	Laserbeugung	Siebanalyse
Großer dynamischer Bereich	++	+++	++
Reproduzierbarkeit	+++	+++	++
Hohe Auflösung von engen Verteilungen	+++	++	-
Partikelformanalyse	+++	-	-
Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit anderen Techniken	+++	++	-
Zuverlässige Erfassung von Überkorn	+++	++	+++
Robuste, einfache Bedienung	+++	+++	-
Messgeschwindigkeit, Probendurchsatz	++	+++	-
Analyse einzelner Partikel	+++	-	++



## CHARAKTERISIERUNG VON METALLPULVERN UND DEN DARAUS GEFERTIGTEN PRODUKTEN – DICHTe, OBERFLÄCHE UND POROSITÄT

### DICHTEMESSUNG VON FEINTEILIGEM METALLPULVER UND PORÖSER METALLKÖRPER MIT EINEM GASPYNOMETER (ISO 12154)

Die Kenntnis der Dichte, insbesondere der wahren Dichte, ist von grundlegender Bedeutung für die Charakterisierung aller Materialien. Die Dichte als Quotient aus Masse und Volumen wird in der Regel durch die getrennte Bestimmung dieser beiden Größen ermittelt, wobei das Wiegen der Messung relativ einfach ist. Bei metallischen Werkstoffen wird das Volumen häufig an einem speziell angefertigten quaderförmigen Probekörper gemessen oder nach dem archimedischen Prinzip durch Verdrängung einer Flüssigkeit bestimmt.

Dies ist bei pulverförmigen Metallen nicht möglich. Deshalb wird hier die Gaspyknometrie mit einem inerten Messgas wie Helium empfohlen. In einer Messkammer mit bekanntem Volumen wird die durch eine eingeführte Probe verursachte Gasverdrängung durch Messung des veränderten Drucks bestimmt. Das vollautomatische Helium-Multivolumen-Gas-Pyknometer BELPYCNO L ist das Messgerät zur Bestimmung des Volumens und der Dichte von Pulvern, Granulaten und porösen Feststoffen, sowie Pasten und Flüssigkeiten. Durch eine integrierte Temperaturregelung (Peltier-Elemente) ist es möglich, im Bereich von 14 °C bis 40 °C  $\pm$  0,01 °C (bei 20 °C) ohne Einfluss der Raumtemperatur zu messen. So reicht bei gegebener Temperatur und Probengefäßgröße eine einzige Kalibrierung aus, um dauerhaft mit einer Genauigkeit und Reproduzierbarkeit von 0,01% zu messen. Durch die enorme Zeitersparnis bei der Kalibrierung kann der effektive Probendurchsatz deutlich erhöht werden.

Das Multivolumenkonzept ermöglicht die bestmögliche Charakterisierung der zu untersuchenden Materialien durch die optimale Kombination von Probengefäßgrößen und drei korrelierenden Referenzkammern. Der Einsatz eines hochpräzisen Absolutdrucksensors ( $\pm$  0,002 kPa) ermöglicht die permanente Korrektur von atmosphärischen Druckschwankungen während einer Messung.



Die Druckentlastung des Prüfgases aus dem Referenzraum in den Probenraum (DIN 66137) verhindert zuverlässig die Kontamination des Referenzraums durch feine Metallpulver.

Ein Bajonettverschluss sorgt für reproduzierbares und einfaches Verschließen des Probenraums. Die komfortable Bedienung erfolgt über eine Computersteuerung oder als Stand-Alone-System über eine alphanumerische Tastatur und ein Display. Mit diesen Eigenschaften ist das BELPYCNO L auch für sehr raue Umgebungen bestens geeignet.

Ein integrierter Mikroprozessor steuert die gesamte Messung und führt die Berechnung der Ergebnisse durch. Schnittstellen ermöglichen den Anschluss eines PCs, einer Waage sowie eines Druckers. Das BELPYCNO L kann mit einer Vakuumpumpe und optional mit einem Feuchtigkeitssensor ausgestattet werden.

Die optionale Trennung von Messkammer und Steuereinheit ermöglicht den Einsatz des Gerätes in einer Glovebox, z.B. für Anwendungen in der

Kerntechnik oder für sauerstofffreies Handling in Reinmetallanwendungen. Darüber hinaus wird der aktuelle Druck angezeigt und aufgezeichnet, ein wesentlicher Punkt zur Ermittlung adäquater Druckgleichgewichtszeiten für die Volumenbestimmung sehr feinporiger Materialien. Vollständige Messprotokolle werden ebenfalls gespeichert.

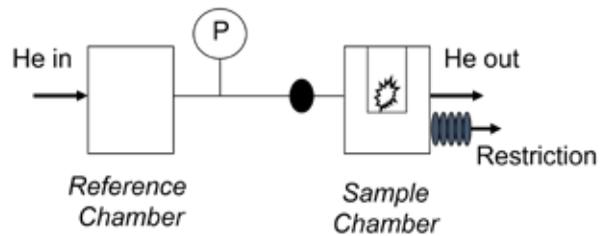


Abb. 1 Prinzip des temperaturgesteuerten Helium-Pyknometers BELPYCNO L (DIN 66137), mit Absolutdrucksensor P.

## BELSORP MINI X – SCHNELLE, GENAUE UND WIRTSCHAFTLICHE BESTIMMUNG DER BET-OBERFLÄCHE VON METALLPULVERN (ISO 15901-2, ISO 9277)

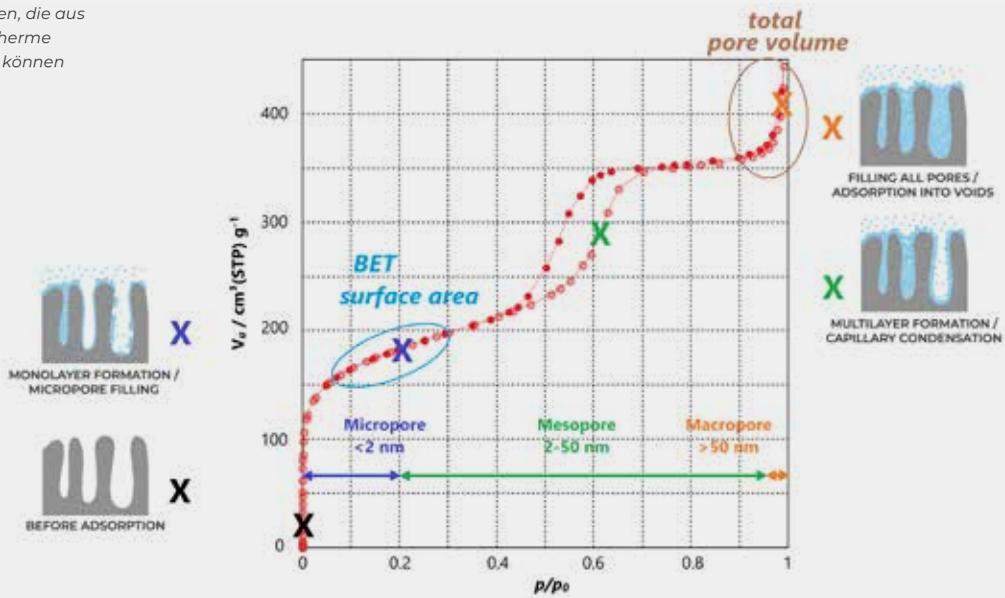
Die auf die Masse bezogene spezifische Oberfläche ( $m^2/g$ ) ist ein wichtiger Parameter bei der Charakterisierung und Bewertung von Metallpulvern und anderen Materialien. Sie ist z.B. relevant für die erzielbare Wirkung bei Katalysatoren, Trägermaterialien (Pharmazie, Elektronik) und Filtern. Ein weiterer Aspekt ist der optimale Auftrag von Beschichtungen oder, im Falle von Metallpulvern, als Qualitätsmerkmal für die Verarbeitbarkeit. Es werden Sorptionsverfahren eingesetzt, bei denen ein inertes Messgas bei konstanter Temperatur nahe dem Kondensationspunkt an der Partikeloberfläche adsorbiert wird. Mit zunehmender Konzentration oder zunehmendem Relativdruck nimmt die Dicke dieser adsorbierten Schicht zu.

Es gibt verschiedene Methoden, um die Anzahl der adsorbierten Moleküle in einer monomolekularen Schicht aus einem solchen Experiment zu berechnen, die bekannteste ist die BET-Methode. Wenn man die Oberfläche eines einzelnen Moleküls kennt, ist es einfach, die Oberfläche der gesamten Probe zu berechnen. Darüber hinaus kann bei porösen Materialien die Porengröße aus der Messkurve (Isotherme) im Bereich der Kapillarkondensation oder Porenfüllung mit verschiedenen Modellen (z. B. BJH, NLDFT) bestimmt werden. Für Sorptionsmessungen wird in der Regel Stickstoff als Messgas bei einer Temperatur von 77K (flüssiger Stickstoff) verwendet. Alternativ sind auch Messungen mit Argongas bei 87 K möglich.

Das BELSORP Mini X ist ein Sorptionsmessgerät, das nach dem statisch-volumetrischen Prinzip arbeitet. Dazu wird das Probengefäß bei Flüssiggastemperatur zunächst mit einer Vakuumpumpe evakuiert, dann wird das Probengas sukzessive eingedrungen und der daraus resultierende Druckanstieg gemessen.



Abb. 2 Informationen, die aus einer Sorptionsisotherme gewonnen werden können



Die adsorbierten Moleküle erzeugen eine Druckdifferenz zum erwarteten theoretischen Druck nach dem idealen Gasgesetz. Daraus wird die adsorbierte Menge und damit die Adsorptionsisotherme bestimmt. Nach Erreichen eines bestimmten End- oder Sättigungsdrucks kann dann sukzessive wieder evakuiert und so die Desorptionskurve bestimmt werden. Präzise Sorptionsmessungen erfordern eine sehr genaue Temperaturmessung und -regelung sowie präzise Druckmessungen, wie sie im BELSORP Mini X technisch umgesetzt sind.

Mittels einer Steuer- und Auswertesoftware kann das BELSORP Mini X von einem PC aus bedient werden, um Messergebnisse zu speichern und zu analysieren.

Neben der Porengrößenbestimmung, die typischerweise mehrere Stunden dauert, ist die rein schnelle Bestimmung von BET-Oberflächen mit bis zu 12 BET-Analysen pro Stunde auf dem 3-Port-Gerät möglich - perfekt für die Qualitätskontrolle von feinen Pulvern mit hohem Probendurchsatz.

Die Summe dieser Eigenschaften ergibt ein Sorptionsgerät, das mit seiner Genauigkeit und seinem hohen Probendurchsatz den heutigen Anforderungen der Qualitätskontrolle vollständig entspricht, aber auch in der Forschung eingesetzt werden kann.

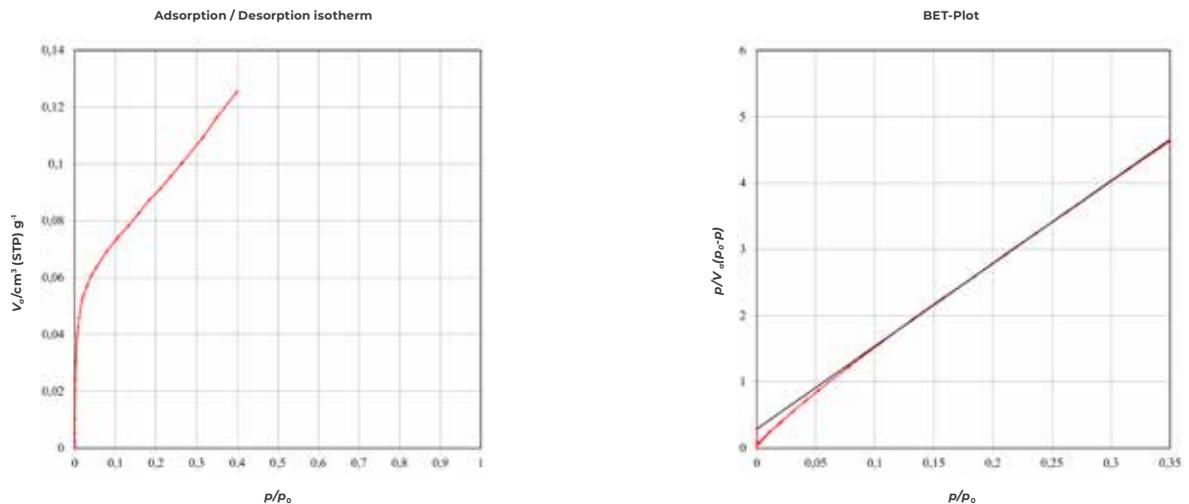


Abb. 3 BET-spezifische Oberfläche (SSA) von Metallpulver - Lithium-Nickel-Mangan-Kobalt-Oxid mit 0,34m²/g

## BESTIMMUNG DER PORENGRÖSSE VON PORÖSEN METALLEN MIT EINEM QUECKSILBER-POROSIMETER (ISO 15901-1)

Zu den porösen Materialien gehören z. B. Baumaterialien, Keramik, aber auch Metallsiebe und Metallschäume, die aus Metallpulvern durch Additive Fertigung hergestellt werden. Poröse Metalle sind zum Filtern von Partikeln (Dieselruß), als Katalysatorträger oder Wärmetauscher einsetzbar. Andererseits können poröse Metalle als Bauteile mit geringerer Dichte und wegen ihrer möglichen Gewichtseinsparung interessant sein.

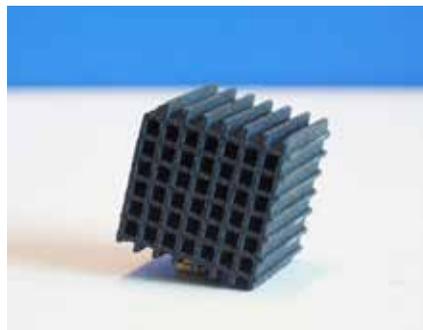
Die Kenntnis der Porosität, der Porengrößen und des Porenvolumens ist von grundlegender Bedeutung für die Charakterisierung poröser Materialien. Eine weit verbreitete Technik ist die Quecksilberporosimetrie, bei der das nicht benetzende Quecksilber bei Raumtemperatur mit einem Druck von bis zu 414 MPa in die Poren gepresst wird. Jede unerwünschte Reaktion des porösen Metalls mit Quecksilber kann durch Passivierung, z. B. durch Oxidation, verhindert werden. Das Porenvolumen entspricht der Menge des eingebrachten Quecksilbers. Nach der Washburn-Gleichung ist die Porengröße (Radius, Durchmesser) umgekehrt proportional zum aufgetragenen Druck.

$$r = \frac{2\gamma \cos \theta}{p}$$

Mit Porenradius  $r$  [m], Oberflächenspannung von Quecksilber  $\gamma = 0,48 \text{ N/m}$ , Intrusionsdruck  $p$  [Pa]

Mit einem Kontaktwinkel  $\theta = 143,3^\circ$  erhält man eine einfache Schätzung für den Porenradius  $r \approx 0,7500/p$

Die BELPORE Quecksilberporosimeter messen Porendurchmesser von 3,6 Nanometern bis 1 Millimeter. Sie arbeiten nach dem P.A.S.C.A.L.-Prinzip, das nicht nur eine Druckeinheit ist. Im BELPORE Porosimeter bedeutet es die gleichgewichtsgesteuerte und optimierte Regelung des Druckaufbaus durch "Pressurization by Automatic Speed-up and Continuous Adjustment Logic".



# MICROTRAC – PARTIKELCHARAKTERISIERUNG

Microtrac ist ein Technologieführer mit klarem Fokus auf Innovation. Microtrac verfügt über ein umfangreiches globales Netzwerk sowie ein enorm breites Produktportfolio für die Partikelcharakterisierung.

### GASADSORPTIONSMESSUNG

- | Oberfläche und Porengrößenverteilung
- | Gas- & Dampfsorption
- | Katalysatorevaluierung
- | Dichtemessung
- | Messung der Durchbruchkurve
- | Hochdruck-Gasadsorption
- | Quecksilberporosimetrie

### PARTIKELGRÖSSE & PARTIKELFORM

- | Dynamische Bildanalyse (DIA)
- | Laserbeugung (LD)

### ANALYSE DER STABILITÄT & DISPERSITÄT

- | Dynamische Lichtstreuung (DLS)
- | Statische Mehrlichtstreuung (SMLS)
- | Zeta-Potential (ZP) - Ladungstitration

# LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG

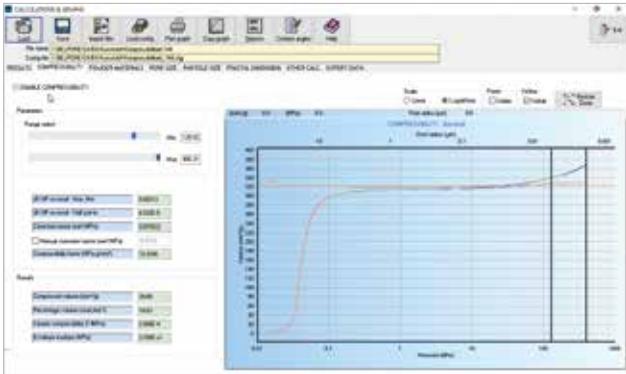


Abb. 4 Ergebnisse der Porengrößenverteilung

Diese automatische Regelung wird durch das reale Porensystem gesteuert und ermöglicht kürzere Messzeiten bei garantierten Gleichgewichtsbedingungen und die Erfassung aller Poren innerhalb der Spezifikation, bis zu 20.000 Messpunkte pro Analyse. Drucktabellen sind somit überflüssig. Da nur zwei Typen von Dilatometern (Probengefäße für Pulver oder Feststoffe) für alle Messaufgaben ausreichen und zudem keine Gase oder flüssiger Stickstoff benötigt werden, können die Betriebskosten niedrig gehalten werden.

Weitere Neuerungen sind die vereinfachte Bedienung des Niederdruckporosimeters BELPORE LP sowie ein erweiterter Messbereich bis zu Porengrößen von 1 Millimeter! Die vertikale Entgasung und Befüllung mit Quecksilber am BELPORE LP ermöglicht die Einstellung des Entgasungsdrucks und damit die Messung feuchter Proben ohne Veränderung der Materialfeuchte. Die 3D-Auswertesoftware PoreXpert ist optional erhältlich. Mit dieser Software können aus den Porosimetrie-daten z.B. Tortuosität, Diffusion, Perkolation und vieles mehr abgeleitet werden.

BELPORE Porosimeter sind in Druckbereichen von 0,01 kPa bis 450 kPa (mit Quecksilberfüllung), 0,1 MPa bis 228 MPa oder bis 414 MPa erhältlich.



## CAMSIZER X2

- | Partikelgrößen- und Partikelformanalyse von 0,8 µm bis 8 mm mit dynamischer Bildanalyse (ISO 13322-2)
- | Präzise Messung von breiten Größenverteilungen
- | Exzellente Auflösung von engen oder multimodalen Größenverteilungen
- | Zuverlässige Erkennung kleinster Mengen Unter- und Überkorn
- | Die Messergebnisse sind bei Bedarf zu 100 % kompatibel zur Siebanalyse



## BELSORP MINI X

- | Gleichzeitige Messung von bis zu 4 Proben mit hoher Präzision bei 1,5-fachem Durchsatz
- | Dediziertes Auslassventil und verbesserte Software reduzieren die Messzeit erheblich
- | Schnelle Messung mit optimaler Gasdosierung (GDO) basierend auf den Daten der Adsorptionsisotherme aus der vorherigen Probenmessung

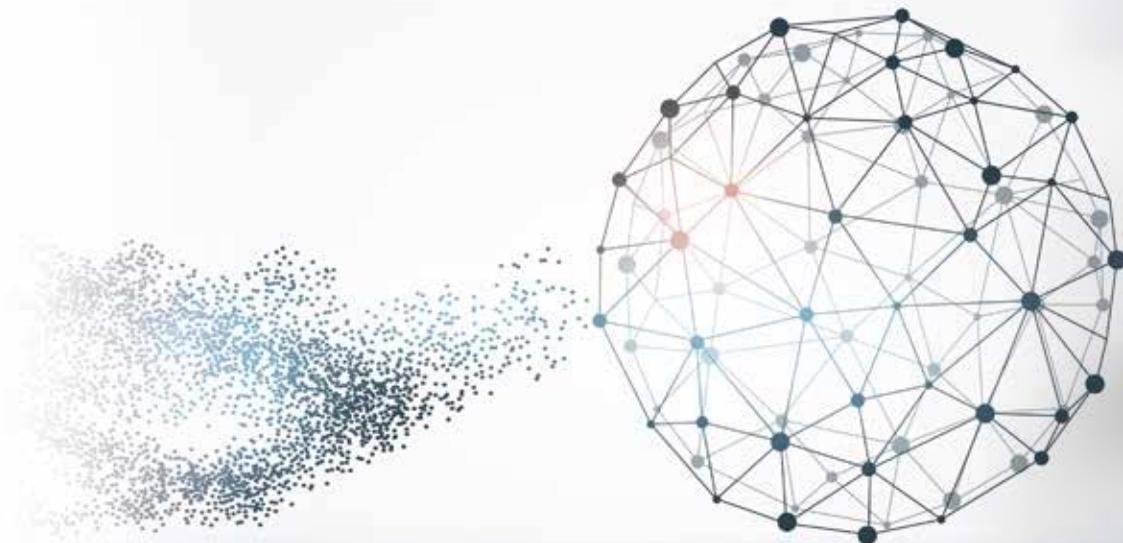


Erfahren Sie mehr auf [www.microtrac.de](http://www.microtrac.de)

# ELEMENTARANALYSE VON METALLPULVERN UND METALLTEILEN AUS DER ADDITIVEN FERTIGUNG

Die Additive Fertigung (AM) bietet den großen Vorteil, dass komplexe Strukturen in einem einzigen Produktionsschritt erzeugt werden können. Die DIN EN ISO/ASTM 52900:2018 Norm (Additive Fertigung – Allgemeine Definitionen) definiert die Additive Fertigung als Überbegriff für solche Techniken, die auf Basis einer geometrischen Darstellung physikalische Objekte durch sukzessives Auftragen von Material erzeugen

Auch wenn diese Produktionstechnik deutlich jünger ist als das Schweißen oder Gießen, muss auch hier ein standardisiertes Qualitätskontrollverfahren angewendet werden. Ein wichtiger Teil der Qualitätskontrolle von Metallpulvern als Ausgangsmaterial und gefertigten Werkstücken oder Komponenten ist die Bestimmung des Kohlenstoff-/Schwefel- sowie des Sauerstoff-/Stickstoff-/Wasserstoff-Gehalts, da die Konzentration dieser Elemente wichtige mechanische Parameter wie Härte, Duktilität, Korrosion und Sprödigkeit beeinflusst.





VERBA VAC-ONLINE

ELTRA

VERBA

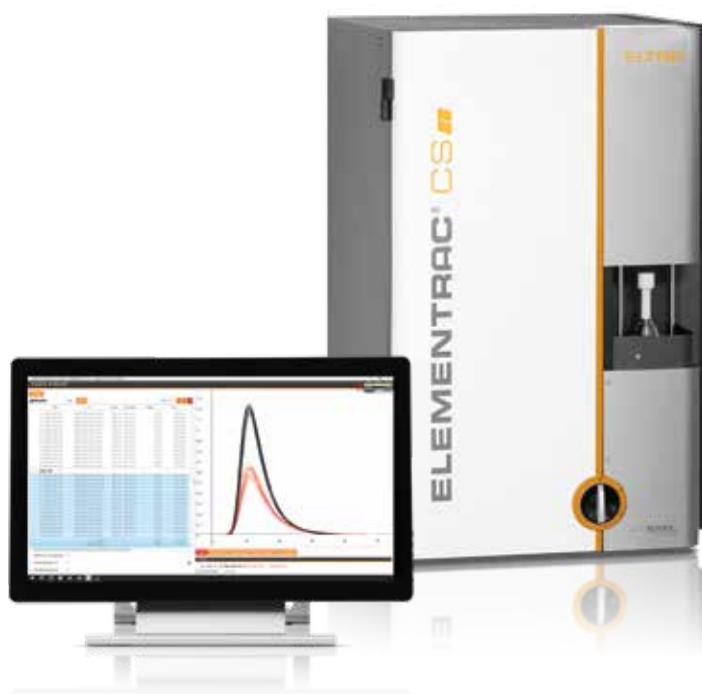
## EINFÜHRUNG C/S UND O/N/H ANALYSE

Um den gesamten Bereich der C/S- und O/N/H-Analytik abzudecken, werden zwei verschiedene Arten von Elementaranalysatoren benötigt, die z. B. in der ASTM E 1019 oder E 1447 beschrieben sind.

Die für die Additive Fertigung relevante Norm DIN EN ISO/ASTM 52907 (Additive Fertigung – Verfahren zur Charakterisierung von Metallpulvern) verweist auf die oben genannten sowie auf weitere Normen zur Qualitätskontrolle.

Verbrennungsanalytoren für die Metallanalyse unterscheiden sich durch die Art des integrierten Ofens (Induktions- oder Elektrodenofen), das Trägergas und den Probenträger (Tiegel). Das gemeinsame Prinzip ist das Schmelzen der Probe in einem Gasstrom und die Messung der freigesetzten Gase in Infrarot- (IR) oder Wärmeleitfähigkeitszellen (TCD). Die Tabelle veranschaulicht einige grundlegende Merkmale von C/S- und O/N/H-Verbrennungsanalytoren.

Elemente	Verfahren	Trägergas	Probenträger	Probengewicht (mg)	Geeigneter Analysator (ELTRA)
C/S	Verbrennung im Induktionsofen	Sauerstoff	Keramiktiegel	50 - 1000	ELEMENTARC CS-i
O/N/H	Trägergasheißeextraktion im Elektrodenofen	Helium / Stickstoff / (Argon)	Graphittiegel	50 - 3000	ELEMENTRAC ONH-p 2



Der mit Probe und Zuschlägen gefüllte Tiegel wird auf den Probenständer des ELEMENTRAC CS-i gestellt

## MESSUNG DES C/S-GEHALTS IN METALL ODER METALLPULVER

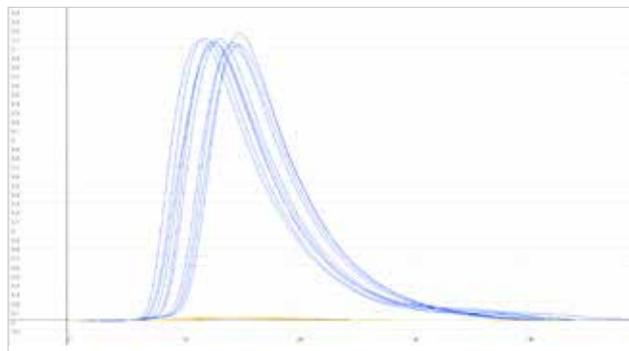
Mit einem Verbrennungsanalysator wie dem ELEMENTRAC CS-i lässt sich die Kohlenstoff- und Schwefelanalyse schnell und einfach durchführen. Nach dem Einwiegen der Probe in einen Keramiktiegel muss ein Zuschlagstoff (z. B. 1,5 g Wolfram) zugegeben werden, der eine reibungslose und komplette Verbrennung der Probe und damit die vollständige Freisetzung des eingebetteten Kohlenstoffs und Schwefels als CO<sub>2</sub> und SO<sub>2</sub> gewährleistet.

Durch die vollständige Verbrennung der Probe können Metallpulver und Metallteile in gleicher Weise verarbeitet werden, da die Probenform für eine korrekte Analyse nicht relevant ist. Die IR-Detektion des freigesetzten CO<sub>2</sub> und SO<sub>2</sub> ermöglicht eine sichere und zuverlässige Messung über

einen weiten Konzentrationsbereich. Ein typischer Arbeitsbereich eines C/S-Analysators wie dem ELEMENTRAC CS-i liegt bei etwa 1 ppm bis zu 7 % für ein Nominalgewicht von 1000 mg. Die Dauer eines Analysezyklus liegt in der Regel unter 120 Sekunden; optional lässt sich der Prozess mit einem Probengeber mit 36 oder 130 Positionen automatisieren.

Neben Nickel können auch viele andere Metalle oder Legierungen auf ihren Kohlenstoff- oder Schwefelgehalt analysiert werden. Zu den typischen Proben gehören Stahl, Eisen, Kupfer, Titan und natürlich alle Legierungen. Wie bei Nickel können die Proben in Form von Pulver, Spänen, Granulat oder in fester Form eingesetzt werden.

Nickelpulver ASTM AMPM 2010		
Gewicht [mg]	Kohlenstoff [ppm]	Schwefel [ppm]
499,4	250,1	11,2
499,8	250,9	10,4
499,5	248,8	9,1
500,1	250,9	12,5
500,6	248,3	11,8
500,8	242,9	9,9
500,8	248,5	9,9
500,5	246,9	9,0
499,4	250,8	11,8
500,9	250,3	11,1
<b>Durchschnitt</b>	<b>248,8</b>	<b>10,7</b>
<b>Abweichung / rel. Abweichung [%]</b>	<b>2,5 / 1,0</b>	<b>1,2 / 11,2</b>



### C/S ANALYSE VON METALLPULVER

<b>Analyse</b>	Kohlenstoff und Schwefel mit ELEMENTRAC CS-i
<b>Probe</b>	Nickelpulver von ASTM Cycle AMPM 2010
<b>Probenvorbereitung</b>	Keine
<b>Einstellungen</b>	Zuschlag 1,7 g Wolfram Zykluszeit : 90 Sekunden pro Analyse

## MESSUNG DES O/N/H-GEHALTES IN METALL ODER METALLPULVER

Für eine schnelle, zuverlässige und normenkonforme Bestimmung von Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff müssen verschiedene Details berücksichtigt werden. Die Form der Probe, deren chemische Zusammensetzung und das zu analysierende Element beeinflussen die Messparameter am ELEMENTRAC ONH-p 2 ebenso wie das eingesetzte Flussmittel oder das Probengewicht. ELTRA stellt für eine sichere Analyse für den ELEMENTRAC ONH-p 2 verschiedene Anwendungsvorschriften bereit, um die Analyse so zuverlässig und wiederholbar wie möglich zu gestalten.

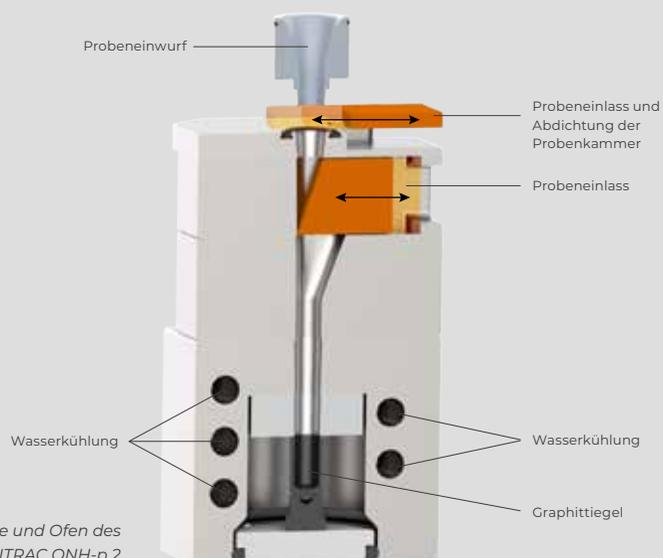
Nach dem Einbringen der Probe in den Ofen wird die Probenkammer mit Inertgas gespült, um atmosphärische Gase zu entfernen. Anschließend

fällt die Probe in einen heißen Graphittiegel, wo Wasserstoff und Stickstoff in ihrer elementaren Form freigesetzt werden, während Sauerstoff mit dem Graphittiegel reagiert und CO bildet. Dieses CO wird durch einen Katalysator oxidiert und als CO₂ in IR-Zellen gemessen, während der Wasserstoff- und Stickstoffgehalt mit einer Wärmeleitzelle bestimmt werden. Diese Anordnung ermöglicht eine sichere Analyse von Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff vom unteren ppm- bis in den hohen Prozentbereich.

Genau wie der ELEMENTRAC CS-i kann der ELEMENTRAC ONH-p 2 mit einem Autoloader für die automatisierte Analyse von bis zu 32 Proben ausgestattet werden.

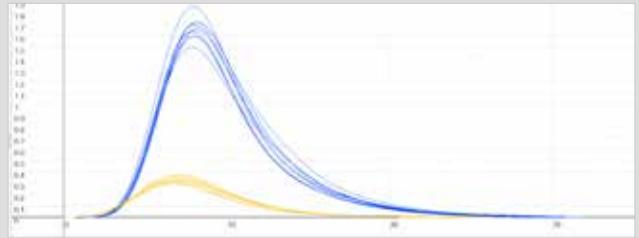


ELEMENTRAC ONH-p 2 mit optionalem Autocleaner



Probenschleuse und Ofen des ELEMENTRAC ONH-p 2

Nickelpulver ASTM AMPM 2010		
Gewicht [mg]	Sauerstoff [ppm]	Stickstoff [ppm]
260	198	11,2
250	199	10,4
225	202	9,1
243	199	12,5
227	203	11,8
287	202	9,9
233	203	9,9
291	203	9,0
270	202	11,8
255	199	11,1
<b>Durchschnitt</b>	<b>201</b>	<b>107</b>
Abweichung / rel. Abweichung [%]	2,0 / 1,0	1,7 / 1,6

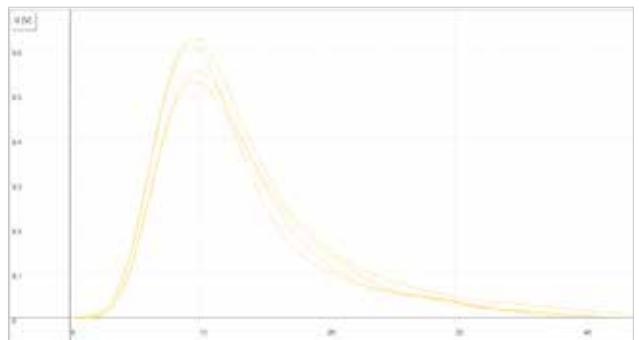


### O/N ANALYSE VON NICKELPULVER

<b>Analyse</b>	Sauerstoff und Stickstoff mit ELEMENTRAC ONH-p 2
<b>Probe</b>	Nickelpulver von ASTM Cycle AMPM 2010
<b>Probenvorbereitung</b>	Probe in Nickelkapsel füllen
<b>Einstellungen</b>	Standard-Stahlanalyse mit 4500 W; 2,5 -3 min. Messzeit je Probe

## ZUVERLÄSSIGE WASSERSTOFFANALYSE

Fe/Ni-Pulver (Kundenprobe)	
Gewicht [mg]	Wasserstoff [ppm]
399	11,8
400	11,9
402	13,5
399	11,78
<b>Durchschnitt</b>	<b>12,28</b>
Abweichung / rel. Abweichung [%]	0,83 / 6,8



### H-ANALYSE VON EISEN-/NICKELPULVER

<b>Analyse</b>	Wasserstoffanalyse mit ELEMENTRAC ONH-p 2
<b>Probe</b>	Eisen/ Nickel (Kundenprobe)
<b>Probenvorbereitung</b>	Probe in Nickelkapsel füllen
<b>Einstellungen</b>	Standard H Stahlanalyse mit 3500 W; 2,5-3 min Messzeit je Probe

Der ELEMENTRAC ONH-p 2 nutzt eine Wärmeleitfähigkeitszelle (WLD) mit einem empfindlichen und einem robusten Messkanal um präzise Messung vom niedrigen ppm- bis in den hohen Prozentbereich mit hervorragender Reproduzierbarkeit zu ermöglichen.

# ELTRA – ELEMENTARANALYSE

ELTRA gehört zu den führenden Herstellern von Verbrennungsanalytoren zur schnellen, präzisen und flexiblen Bestimmung von C/S & O/N/H Konzentrationen in Feststoffen. Unsere Geräte liefern zuverlässige Ergebnisse für eine große Bandbreite von Probenmaterialien und Messbereichen.

## ELEMENTARANALYSATOREN

- | C|H|S Analytoren
- | O|N|H Analytoren
- | Thermogravimetrische Analytoren
- | Referenz- und Verbrauchsmaterial



## LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG



### ELEMENTRAC ONH-p 2

- | Elementaranalysator zur Messung von Sauerstoff-, Stickstoff- und Wasserstoffkonzentrationen in anorganischen Proben
- | Einfache Applikation von Pins, Pulvern und Granulaten
- | Optionaler Autocleaner



### ELEMENTRAC CS-i

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

Erfahren Sie mehr auf [www.eltra.com](http://www.eltra.com)

### ZUSAMMENFASSUNG

Die C/S- und O/N/H-Analyse mittels Verbrennungs- oder Inertgas-Schmelzanalyse sind weltweit etablierte, normgerechte Verfahren, die sich sowohl für die Metallpulver- als auch für die Feststoffanalytik eignen.

Die Bedienung ist einfach und ELTRA bietet eine Reihe von Applikationsberichten für eine Vielzahl von Probenmaterialien. Bei spezifischeren Fragestellungen steht das ELTRA-Applikationslabor in Haan bereit, um Ihre Probe zu bearbeiten und zuverlässige Verfahren für eine präzise Messung bereitzustellen.



# WÄRMEBEHANDLUNG PULVERSPRITZGUSSTEILE UND ADDITIV GEFERTIGTE BAUTEILE

Carbolite Gero bietet eine Reihe von Öfen an, die für verschiedene Phasen des Pulverspritzgusses und der Additiven Fertigungsprozesse für Metall- und Keramikteile geeignet sind. Diese Öfen können für Prozesse wie thermisches oder katalytisches Entbindern, Trocknen von Teilen (z. B. nach der Lösungsmittelentbinderung), Spannungsarmglühen und Sintern unter Schutzgas, Wasserstoff, Vakuum oder Partialdruck verwendet werden.

Die Additive Fertigung mit Metallen kann in direkte und indirekte Prozesse eingeteilt werden. Carbolite Gero hat seine Produktlinien, darunter GPCMA und V-L für die direkte sowie EBO, GLO und HTK für die indirekte additive 3D-Fertigung und Pulverspritzguss, so konzipiert, dass sie den höchsten Standards entsprechen. Diese Produkte sind nur ein kleiner Teil des von Carbolite Gero angebotenen Portfolios an Öfen und Wärmeschränken für die Additive Fertigung.

## SPANNUNGSARMGLÜHEN BEI DIREKTEN AM-PROZESSEN

Beim direkten Verfahren wird das Ausgangspulver Schicht für Schicht selektiv geschmolzen und verfestigt, um direkt ein komplexes dreidimensionales Teil zu erzeugen.

Beim Schmelzen von Metallpulvern mittels Laser (selektives Laserschmelzen SLM – Standardbezeichnung: Laser Powder Bed Fusion L-PBF) ist eine anschließende Wärmebehandlung der gefertigten Teile erforderlich.

Der SLM-Prozess wird digital gesteuert, direkt aus 3D-CAD-Daten. Für jede CAD-Datenscheibe wird eine dünne, gleichmäßige Schicht aus fein gesiebttem Metallpulver (Titanlegierung

Ti6Al4V, Kobaltchrom, Edelstahl, Nickellegierungen Inconel 625 und Inconel 718 sowie Aluminiumlegierung AlSi<sub>10</sub>Mg) auf der Bauplatte abgeschieden, bevor die ausgewählten Bereiche des Pulvers präzise geschmolzen werden. Dieser Präzisionsprozess wird Schicht für Schicht wiederholt, bis das Bauteil fertig ist.

Mit SLM ist es möglich, sehr kleine Teile und Details herzustellen, einschließlich Geometrien, die nicht bearbeitet werden können, wie z. B. geschlossene Räume.

Mit Schichten von bis zu 20 Mikrometern und Toleranzen von bis zu ±50 Mikrometern bei

kleinen Details ist SLM eine hochpräzise Fertigungsmethode. Derzeit sind die Bauraten für Teile, die einen SLM-Prozess verwenden, relativ langsam. Auch die Kosten sind hoch, da Rohmetallpulver mit einer Kugelmühle/Mühle hergestellt und dann vor der Verwendung gesiebt und getestet werden müssen. Aktuelle SLM-Maschinen erfordern eine erhebliche Investition.

Dennoch kann das Verfahren für Unternehmen ideal sein, die Rapid Prototyping oder kleine Mengen komplexer oder sonst „unmöglicher“ Teile anstreben, die später maschinell gebohrt, geschlitzt, gefräst, gerieben, pulverbeschichtet, lackiert, poliert oder eloxiert werden können,



Abb. 1: V-L-Ofen für Vakuum- und Hochvakuumanwendungen bis zu 10<sup>-6</sup> mbar und Sauerstoffgehalten unter 10 ppm

Abb. 2: GPCMA-Öfen mit modifizierter Atmosphäre zum Spannungsarmglühen von SLM hergestellten Teilen bei Temperaturen bis zu 1150 °C und einem Sauerstoffgehalt unter 30 ppm

wenn das benötigte Teil Abmessungen von bis zu 250mm hat. Bauteile, die im direkten Additiven Fertigungsverfahren SLM hergestellt werden, weisen aufgrund des lokal konzentrierten hohen Energieeintrags und der Ausbildung eines hohen Temperaturgradienten unterhalb des Schmelzbades hohe Eigenspannungen auf.

Der Abbau der Eigenspannungen erfordert eine anschließende Wärmebehandlung mit präziser Temperaturgleichmäßigkeit. Hierzu wird das Bauteil über einen festgelegten Zeitraum auf einer bestimmten Temperatur gehalten. Der Wärmebehandlungsschritt muss genau

gesteuert werden, um die mechanischen Parameter der ausgewählten Metalllegierung gezielt einzustellen und die Eigenspannungen wirksam abzubauen.

Darüber hinaus wird die Wärmebehandlung in einer inerten Atmosphäre durchgeführt, um sicherzustellen, dass das Sinterteil nicht durch Sauerstoffmoleküle verunreinigt wird, die die chemischen und physikalischen Eigenschaften des Endteils verändern können.

Mit dem **Allzweck-Kammerofen mit modifizierter Atmosphäre (GPCMA) und dem Vakuumofen (V-L)** bietet CARBOLITE GERO

Produkte zum Spannungsarmglühen von additiv gefertigten Bauteilen an, die die täglichen Betriebskosten minimieren, unerwünschte Oxidation vermeiden und eine erstklassige Temperaturgleichmäßigkeit gewährleisten.

Es stehen verschiedene Größen zur Verfügung (GPCMA/37, GPCMA/56, GPCMA/117, GPCMA/174, GPCMA/208 und GPCMA/245) mit Kapazitäten für 1 bis 4 Bauplatten, um das Kammervolumen auch bei kleinen Proben voll auszunutzen. Die V-L-Ofenserie ist in 2 Größen erhältlich: 180 Ø x 300 mm Höhe und 450 Ø x 600 mm Höhe.

Die GPCMA-Reihe kann optional für die Einhaltung von AMS2750G oder Nadcap für Luft- und Raumfahrtanwendungen spezifiziert werden, wenn sie mit einer Inconel- oder Haynes 230-Retorte verwendet wird (Abb. 3).

Die Wärmebehandlung erfolgt üblicherweise in einer inerten Atmosphäre (typischerweise Stickstoff oder Argon).

Der Sauerstoffgehalt kann je nach Anwendung und Material auf 30 ppm reduziert werden. Für hochempfindliche Materialien wie Titan und seine Legierungen bietet der Vakuumofen V-L Sauerstoffwerte unter 10 ppm. Diese Ofenserien verfügen über eine 360°-Heizung, um die Temperaturgleichmäßigkeit im Inneren der Retorte zu verbessern, in der sich Thermoelemente befinden.

Die Positionierung der Kaskadensteuerung innerhalb der Retorte ermöglicht genaue Temperaturen an der Probe und schnellere Aufheizzeiten, was in Verbindung mit der optionalen Zwangskühlung die Zykluszeiten für den Kunden erheblich verkürzen kann. Die Öfen verfügen über eine temperaturverriegelte Doppelschwenktür, die einen schnellen, sicheren und einfachen Zugang zum Be- und Entladen ermöglicht. Mit einer wassergekühlten Silikonkautschuk- oder Viton®-Dichtung kann während des gesamten Wärmebehandlungsprozesses eine modifizierte Atmosphäre oder ein Vakuum in der Kammer aufrecht erhalten werden.

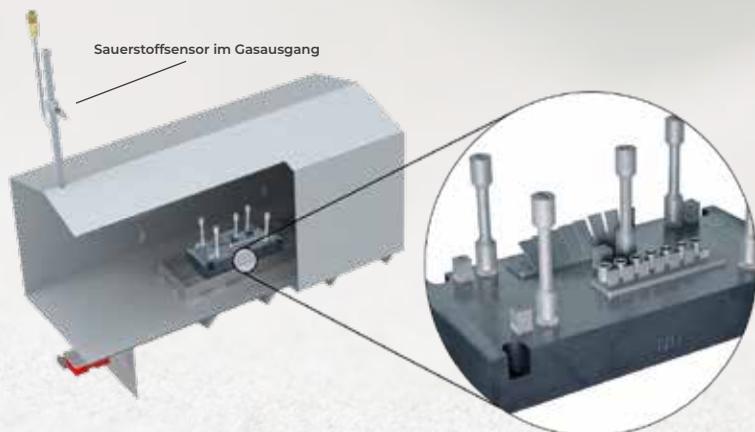


Abb. 3: Retorte eines GPCMA mit SLM-Bauteil. Der Gasauslass der Retorte ist mit einem Sauerstoffsensor ausgestattet, um den Sauerstoffgehalt online zu überwachen. Dies gewährleistet eine hervorragende Teilequalität mit sehr geringer Verformung

## KATALYTISCHE UND THERMISCHE ENTBINDERUNG IN INDIRECTEN AM-PROZESSEN

Binder Jetting, Cold Metal Fusion und Fused Deposition Modeling haben sich gut etabliert und weitere auf dem Vormarsch befindliche AM-Technologien bieten höchste Flexibilität und Vielseitigkeit für 3D-gedruckte Teile.

Bei der Herstellung metallischer, keramischer oder gläserner AM-Bauteile werden organische Zusatzstoffe eingesetzt, um die Formgebung zu erleichtern und dem gedruckten oder gepressten Grünkörper eine gewisse Festigkeit zu verleihen. Vor dem Sintern muss der Binder vom Grünteil entfernt werden. Die bei dieser thermischen Entbinderung entstehenden gasförmigen Reaktionsprodukte können unter Umständen, etwa bei großen Bauteilen oder schnellen Aufheizraten, nicht schnell genug abgeführt werden. Dadurch entsteht in den noch porösen Bauteilen ein Überdruck, der diese zerstören kann.

Definierte Temperaturprofile, eine hervorragende Temperaturverteilung und eine gezielte Gasführung sind Schlüsselemente für ein optimales Ergebnis beim Übergang vom Grün- zum Braunteil. Seit über 30 Jahren bietet Carbolite Gero hochwertige Wärmebehandlungslösungen für alle Fragestellungen im Bereich der Additiven Fertigung.

Der EBO (Abb. 4) wurde speziell für die strengen Anforderungen der katalytischen Entbinderung von POM-haltigen MIM-/AM-Teilen entwickelt. Dieser Ofen ist eine ideale Lösung zum Entbindern von Grünteilen aus Catamold® – hergestellt von BASF-feedstock – bei niedrigen Temperaturen.

Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>) wird bei 120°C verdampft und mit dem Trägergas Stickstoff in den Ofen eingeleitet, wo ein Umwälzgebläse die Grünteile

mit dem Säure-Gasgemisch umspült. Die Salpetersäure spaltet den Binder und setzt dabei Formaldehyd (CH<sub>2</sub>O) frei, das im Konzentrationsbereich von 7 % - 73 % gasförmig und explosiv ist.

Der Gasstrom leitet das Formaldehyd zum Ofengasauslass, wo es dann mithilfe einer aktiven Nachverbrennung sicher verbrannt wird. Bei AM-Technologien mit unterschiedlichen Bindemittelmaterialien soll der thermische Entbinderungsprozess die Zersetzung des Bindemittels, die sichere Entfernung flüchtiger Substanzen und den Schutz des Metallpulvers vor Oxidation gewährleisten. Alle Anforderungen können von unseren GLO-Öfen (Abb. 5) erfüllt werden. Jeder Ofen ist mit einer gasdichten Retorte ausgestattet und ein kontinuierlicher Gasstrom leitet die flüchtigen Stoffe zum Abgassystem. Es gelangt kein Sauerstoff in den Ofen, wodurch die Probe geschützt ist, nicht oxidiert und keine gefährliche Atmosphäre entsteht.

Die Hauptentbinderung erfolgt unterhalb von 600°C. Diese Öfen sind jedoch so konzipiert, dass sie eine kontrollierte Atmosphäre bis 1100°C ermöglichen, sodass auch der Vorsinterprozess stattfinden kann. Neben Inertgas, Wasserstoff und Vakuum ist jede beliebige Atmosphäre für den Entbinderungsprozess möglich, beispielsweise die Partialdruckentbinderung unter Stickstoff.

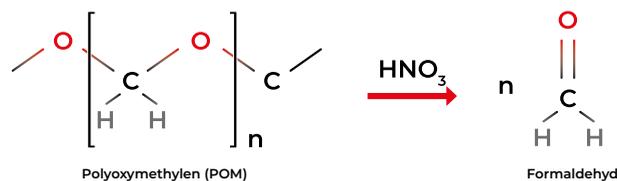




Abb. 4: EBO-Ofen zur katalytischen Entbinderung mit Salpetersäure  $\text{HNO}_3$  und eingebautem Sicherheitssystem



Abb. 5: GLO-Ofen zur thermischen Entbinderung unter Inertgas, Wasserstoff oder Partialdruck mit voll ausgestattetem Sicherheitssystem

## RESTENTBINDERUNG UND SINTERN IN PIM- UND INDIREKT-AM-VERFAHREN

Bei der indirekten Additiven Fertigung und dem Pulverspritzgussverfahren, das für Metalle und Keramik geeignet ist, wird das Ausgangspulver mit einem Bindemittel vermischt. Der nach der Umformung des Grünteils noch vorhandene Binder wird in einem nächsten Schritt thermisch, katalytisch oder mit Lösungsmitteln entfernt, was zu einer Schrumpfung des Teils führt. Das resultierende Brauteil kann dann gesintert werden, wodurch es seine endgültige Form und Eigenschaften erhält.

Zunächst wird der Hauptbinder entfernt, z. B. thermisch. Nach diesem Prozessschritt wird das Pulver nur noch durch einen Gerüstbinder (s. Abb. 9) zusammengehalten, was das Teil sehr empfindlich macht. In einem weiteren Schritt wird der Grundbinder thermisch entfernt und das Bauteil direkt im selben Ofen gesintert. Die Entbinderungsschritte erfordern die Entfernung der flüchtigen Produkte und eine genaue Temperaturverteilung, um die Materialeigenschaften des Sinterteils gezielt anzupassen.

Die Entbinderung kann unter Vakuum, Luft, Inertgas, Wasserstoff oder Partialdruck erfolgen. Letztere werden häufig als Trägergase eingesetzt, um den Gasfluss zu verbessern, die Bindemittel zu entfernen und die Entbinderungszeit zu verkürzen. Für den Sinterschritt sind Öfen mit spezifischen Atmosphären erforderlich, die im CARBOLITE GERO-Produktportfolio verfügbar sind. Um eine Oxidation der meisten Metalle und Nichtoxidkeramiken zu vermeiden, wird der Sinterschritt unter Inertgas (Ar oder  $\text{N}_2$ ) oder reduzierendem Gas ( $\text{H}_2$  für Edelstahl) durchgeführt. Keramiken auf Oxid- oder Nitridbasis, wie z. B. Aluminiumoxid, Zirkonoxid und Aluminiumnitrid, können an Luft gesintert werden. Der HTK von CARBOLITE GERO eignet sich perfekt für die Restentbinderung und das Sintern additiv gefertigter oder pulverspritzgegossener Teile.

Die hohe Temperaturgleichmäßigkeit ermöglicht eine präzise Entbinderung und Sinterung über das gesamte Kammervolumen. Die Möglichkeit, unter inerten oder reaktiven Gasen, Hochvakuum oder sogar Ultrahochvakuum zu arbeiten, ermöglicht das Sintern sehr empfindlicher Materialien.



Abb. 6: HTK-Metallkammerofen zum Entbindern und Sintern von Spritzguss- und additiv gefertigten Teilen bis 1450 °C

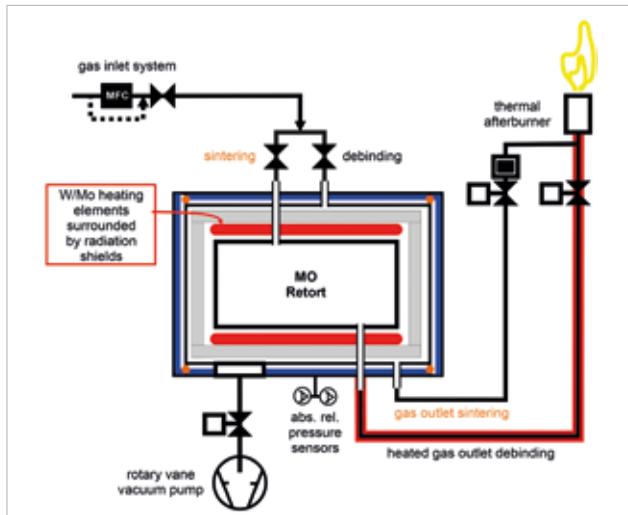


Abb. 7: Schematische Darstellung von HTK-Molybdän mit Gasführung für Entbinderungs- oder Sintermodus

Das rechteckige Design mit einer Vordertür ermöglicht ein einfaches Be- und Entladen der zerbrechlichen Teile, die auf einem Gestell mit Platten platziert sind. Die HTK-Reihe ist in verschiedenen Größen zwischen 8 und 320 Litern erhältlich.

Die metallischen HTK-Öfen aus Wolfram (HTK W) oder Molybdän (HTK MO) stellen größtmögliche Reinheit der Inertatmosphäre und Vakuumniveaus im Hochvakuumbereich ( $5 \times 10^{-6}$  mbar) sicher. Sogar ein Ultrahochvakuum kann angefragt werden. Zu den üblicherweise verwendeten Gasen gehören: Stickstoff, Argon (Titan), Wasserstoff (Edelstahl) oder deren Mischungen. Die Heizelemente bestehen aus dem gleichen metallischen Material wie die Isolierung. Die Ofenisolierung besteht je nach gewähltem Ofentyp aus mehreren Strahlungsschirmen aus Wolfram oder Molybdän. Mit einer Retorte kann der Gasstrom geführt und die Temperaturgleichmäßigkeit verbessert werden. Die maximale Temperatur beträgt beim HTK W 2200°C und 1600°C beim HTK MO.

Die bei der Entbinderung entstehenden gasförmigen Abfallprodukte werden durch einen beheizten Gasauslass geleitet und in der gasbeheizten Nachverbrennung umgewandelt. CARBOLITE GERO ermöglicht durch einen umschaltbaren Gasfluss das kontaminationsfreie Sintern hochempfindlicher Materialien. Dies ist in Abb. 7 dargestellt.

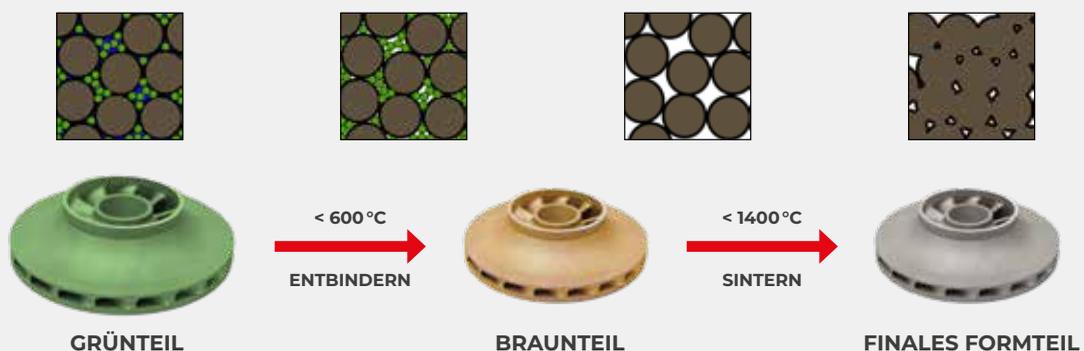


Abb. 8: Querschnitt eines HTK-Molybdän Ofens für höchstmögliche Reinheit der Atmosphäre und sehr niedrige Vakuumniveaus

Beim Entbindern strömt das Gas von oben durch den rechten Einlass (Entbinderung) über die Retorte. Da die Retorte nicht vollständig abgedichtet ist und der Druck außen etwas höher ist als im Inneren der Retorte, strömt das Gas in die Retorte. Beim Durchströmen der Retorte nimmt das Trägergas das gasförmige Bindemittel mit in den Gasauslass am Boden der Retorte. Diese Gase werden dann durch den beheizten Auslass zum thermischen Nachbrenner geleitet.

Nach dem Entbinderungsschritt kann der Gasfluss geändert werden, um den Teilen eine möglichst reine Atmosphäre zu bieten. Das Gas strömt durch den oberen linken Einlass (Sinterung) direkt in die Retorte und von dort nach außen aus der Retorte, wo es durch den unteren rechten Gasauslass in die Nachverbrennung gelangt. Da kein Bindemittel mehr vorhanden ist, muss der Auslass nicht mehr beheizt werden. Der verbesserte Gasfluss verhindert, dass Bindemittelrückstände, die sich möglicherweise außerhalb der Retorte befinden, während des Sinterns wieder auf die Proben gelangen, was zu saubereren Proben und höherer Qualität führt.

Die Heizelemente sind 360° um die Retorte herum positioniert und sorgen so für eine verbesserte Temperaturgleichmäßigkeit. Für größere Arbeitsvolumina sind die Rückwand und die Vordertür der Öfen zusätzlich mit Heizelementen ausgestattet, um eine hervorragende Temperaturgleichmäßigkeit zu gewährleisten.



# LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG & PULVERSPRITZGUSS

SICHERHEIT ist einer der wichtigsten Aspekte in unserem täglichen Leben. CARBOLITE GERO schützt nicht nur seine Öfen, sondern auch die Beladung und Anwendung unserer Kunden.

Viele Öfen sind mit einem sogenannten Sicherheitssystem ausgestattet, bei dem der Ofen vor jedem Betrieb seine Funktionsfähigkeit und seine Gasdichtheit überprüft, um das gewählte Programm sicher durchzuführen. Dies ist ein großer Vorteil gegenüber anderen Produkten, sodass Ausfälle minimiert, Schäden an der Beladung verhindert und langfristig Geld gespart werden. Unsere intelligenten Öfen sind mit einer SPS ausgestattet, die jeden Schritt im Prozess überwacht.

Bei Verwendung von Wasserstoff erreichen wir die SIL<sub>2</sub>-Konformität. Unser Sicherheitssystem ist TÜV-zertifiziert und unsere Produkte werden vor der Freigabe und Auslieferung wochenlangen strengen Tests unterzogen, um konsistente, qualitativ hochwertige Ergebnisse zu gewährleisten.

Als Ihr zuverlässiger Partner in der WÄRMEBEHANDLUNG bieten wir jetzt und in Zukunft Lösungen für die gesamte Materialpalette im AM- und MIM-Bereich.



## HTK-Metallkammerofen für Pulverspritzguss und Additive Fertigung

- I Entbindern und Sintern unter H<sub>2</sub>, Ar, N<sub>2</sub>, Partialdruck
- I Umschaltbarer Gasfluss zur Verarbeitung empfindlicher Materialien
- I Vollautomatisches Steuerungssystem
- I Geringer Energieverbrauch

Erfahren Sie mehr auf [www.carbolite-gero.de](http://www.carbolite-gero.de)

Modell	Abmessungen: Innenretorte H x B x T [mm]	Atmosphäre**
<b>Spannungsarmglühen bis 1150 °C unter Schutzgas</b>		
GPCMA/37	205 x 337 x 538	
GPCMA/56	229 x 400 x 610	
GPCMA/117	279 x 500 x 840	Stickstoff, Argon, Formiergas
GPCMA/174	428 x 500 x 815	
GPCMA/208	428 x 500 x 970	
GPCMA/245	650 x 700 x 1050	
<b>Spannungsarmglühen bis 1150 °C unter Vakuum</b>		
V-L 180-300	300 X 125 x 125	Hochvakuum, Stickstoff, Argon, Formiergas
V-L 450-600	600 X 315 x 315	
<b>Thermisches Entbindern und Vorsintern bis 1100 °C</b>		
GLO 8	125 x 125 x 300 (1300°Cversion!)	
GLO 40	200 x 200 x 600	Vakuum, Stickstoff, Argon, Formiergas, Wasserstoff, Partialdruck
GLO 120	300 x 300 x 700	
GLO 260*	400 x 400 x 800	
<b>Katalytische Entbinderung bis 130 °C</b>		
EBO 120	380 x 400 x 770	Stickstoff, Salpetersäure
EBO 250	500 x 500 x 1000	
<b>Restentbinderung und Sintern bis 1600 °C</b>		
HTK 8	170 x 190 x 190	
HTK 25	250 x 250 x 410	Vakuum, Stickstoff, Argon, Formiergas, Wasserstoff, Partialdruck
HTK 80	400 x 420 x 520	
HTK 120*	400 x 420 x 790	

\*Größere Volumina auf Anfrage. \*\*Andere Gasatmosphären auf Anfrage

Abb. 9: Sobald die bindemittelhaltigen Teile 3D-gedruckt sind, müssen sie entweder mit Salpetersäure, Inertgas, Wasserstoff oder Vakuummitteln entbindert werden, um das organische Material aus der Probe zu extrahieren. Dieser Vorgang führt zu einer Schrumpfung des Teils. Dennoch stabilisiert der Gerüstbinder weiterhin die Struktur des Braunteils, bis dieser zum Endprodukt gesintert wird. Die Schrumpfung kann mind. 20% betragen und eine genaue Vorhersage dieser Transformation ist entscheidend um Teile mit präzisen Abmessungen und hoher Qualität zu erreichen

# 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 RECYCLEN VON METALLPULVERRESTEN IM 3D DRUCK MIT LASERTECHNOLOGIE

RETSCH Siebmaschinen wie die **Vibrations-siebmaschine 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 und eine 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 nichtagglomerierende Metallpulver zu sieben. Diese Maschenweiten werden am

häufigsten eingesetzt: 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.

### LABORMÜHLEN UND BRECHER

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

### SIEBMASCHINEN & ANALYSENSIEBE

- | Analysensiebmaschinen
- | Analysensiebe (ISO, ASTM)



## RECYCLING VON GRÜNKÖRPERN ODER HARTMETALLTEILEN AUS SPRITZ- GUSSVERFAHREN

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 Aufgabegröße <100 mm 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 % <250 µm auf.



## LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG

### Backenbrecher BB 500

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



### Vibrationssiebmaschine AS 200 basic

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

Erfahren Sie mehr auf [www.retsch.de](http://www.retsch.de)

# 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 µm eine wichtige Rolle.<sup>1</sup>

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

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

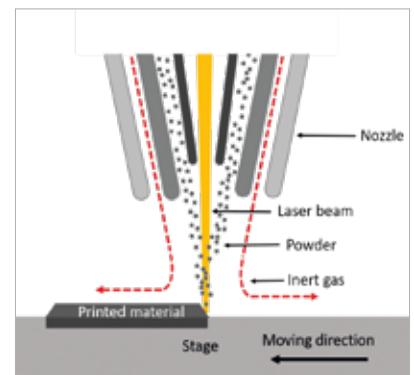
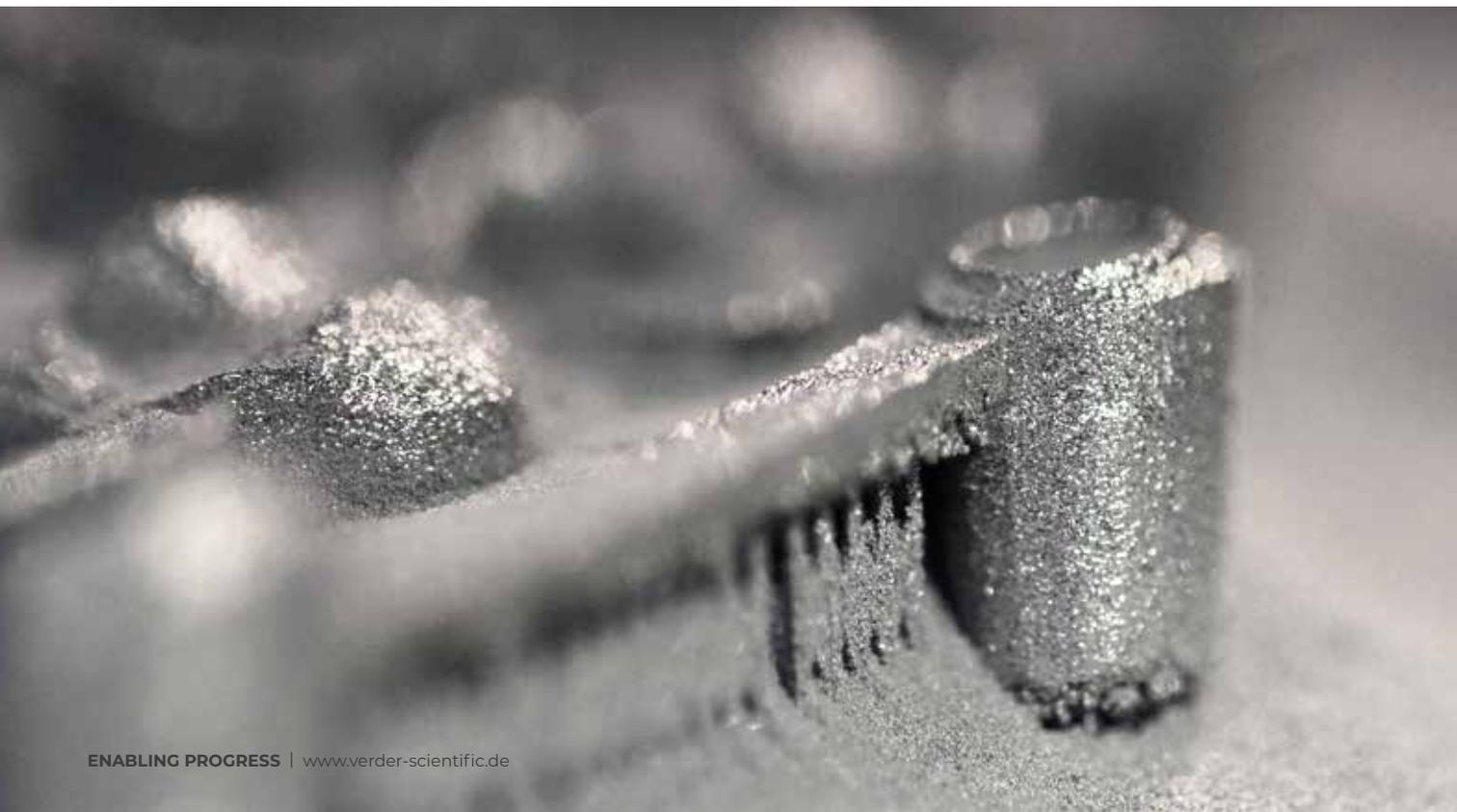


Abb. 1: Prozess des additiven Laser-Pulver-Auftragschweißens.

<sup>1</sup> Fraunhofer IWS, Additive Manufacturing, 2016, [www.isam.network](http://www.isam.network)



## MATERIALOGRAPHISCHER PRÄPARATIONSPROZESS

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

### Eine typische materialographische Probenbehandlung beinhaltet folgende Schritte:

- I Trennen – z. B. mit einer Trennschleifmaschine
- I Einbetten – vorteilhaft für die weitere Bearbeitung
- I Schleifen/Polieren – zur Bearbeitung des Gefüges
- I 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 Qcut 200 A 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. 2: Trennmaschine Qcut 200 A

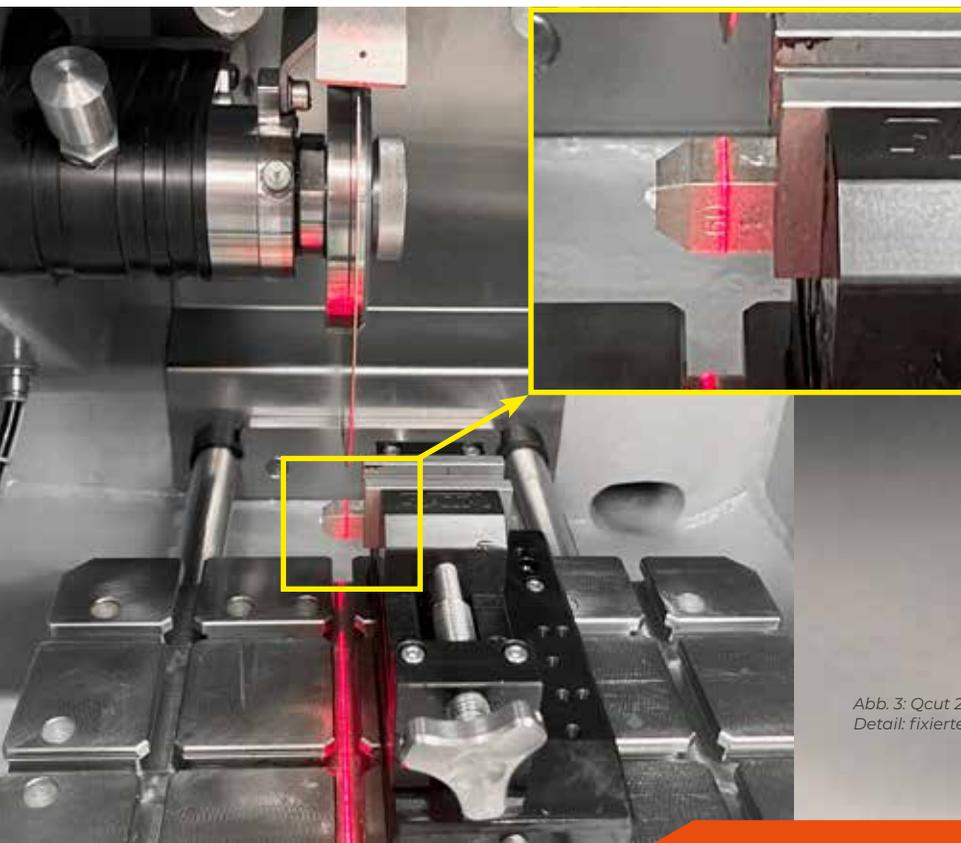


Abb. 3: Qcut 200 A Trennmaschine.  
Detail: fixierte Probe (Spannwerkzeug: Qtool 40 S)

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<sup>-1</sup>.

Nach dem Trennen wurde die Probe in der **QATM Qpress 50 Warmeinbettpresse** mit Qprep EPO BLACK 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 **Schleif- und Poliergerät Qpol 300 AI ECO+** poliert (Einzelandruck). Der Schleifprozess wurde in zwei Schritten durchgeführt. Zunächst Planschleifen mit einem Siliziumkarbid (SiC) Schleifpapier Körnung P240, um alle Deformationen, die durch den Trenprozess 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 Qpress 50



Abb. 5: Automatische Schleif- und Poliermaschine Qpol 300 AI ECO+



**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 Uhrzeigersinn	35	4:30
Polieren	GAMMA	Alkohol, Diamant 3 µm (poly)	150	gegen den Uhrzeigersinn	35	4:00
Polieren	OMEGA	Wasser, Eposil M	100	im Uhrzeigersinn	30	1:30



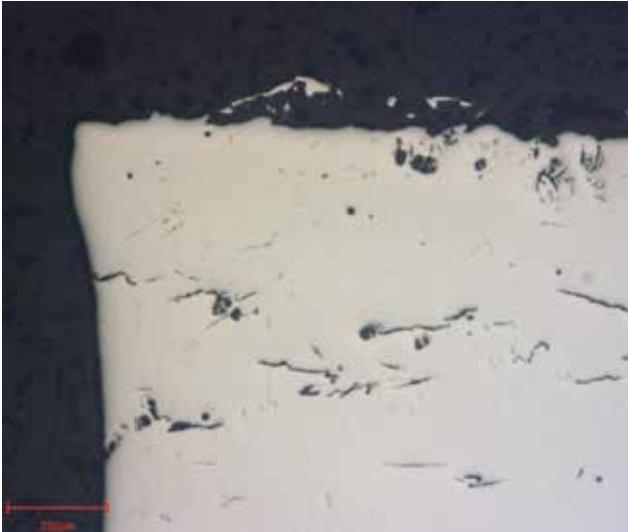


Abb. 6: Bild der bearbeiteten Probenoberfläche. Die polierte Oberfläche reflektiert das Licht fast gleichmäßig, das Gefüge ist nicht erkennbar.

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).



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

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 **Qness 60 M EVO** 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 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 Wärmeeinflusszone wird gebildet, welche eine

## QATM – LÖSUNGEN FÜR DIE MATERIALOGRAPHIE

QATM 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
- | Systemlabore
- | Verbrauchsmaterialien



## LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG



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

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 Auftragens.

Abbildung 8 zeigt eine Vergrößerung einzelner Schweißraupen und die entsprechenden Wärmeeinflusszonen. Eine Härteprüfung macht die Härteunterschiede der aufgetragenen Schichten deutlich.



### Trennmaschine Qcut 200 A

- I Präzisionstrennmaschine
- I Hocheffizientes Kühlsystem
- I Vollautomatische Präzisionsachsen

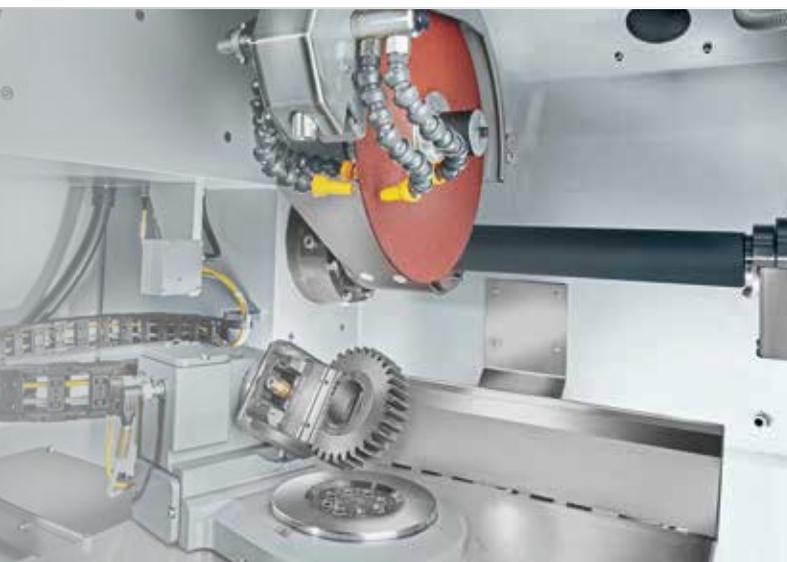
### Warmeinbettpresse Qpress 50



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

### Automatische Schleif- und Poliermaschine Qpol 300 A1 ECO+

- I Einspindliges Schleif-/Poliergerät
- I Einzel- und Zentraldruck
- I Variable Drehzahlregelung der Arbeitsscheibe und des Polierkopfes



Erfahren Sie mehr auf [www.qatm.de](http://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.

## SELEKTIVES LASERSCHMELZEN (SLM)

Aluminiumlegierungen werden durch selektives Laserschmelzen hergestellt und weisen eine weitaus höhere Festigkeit auf als das Reinmetall selbst. Beim SLM wird pulverisiertes Aluminium in einer dünnen Schicht (normalerweise zwischen 15 und 500 µm) auf einer Grundplatte angebracht und anschließend geschmolzen.

Die so gefertigten Bauteile weisen eine Härte von 115 bis 130 HV auf, was in weiterer Folge Prüfkräfte >100 g bedingt. Für das Aluminiumpulver in unserem Beispiel ist eine Härte von 125 bis 130 HV zu erwarten, so dass Ergebnisse mit Prüfkräften >100g (HV0.1) bereits der Vickers DIN EN ISO und ASTM-Norm entsprechen können (Standardanforderung: Vickers Eindruckdiagonale >20 µm). Wenn am Härteprüfgerät geringere Prüfkräfte eingesetzt werden, ist auch eine Prüfung von feineren Partikeln möglich, dann jedoch nicht normkonform.

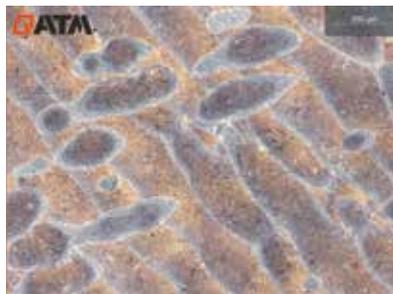


Abb. 1: Das Gefüge der additiv gefertigten Aluminiumlegierung - 5x

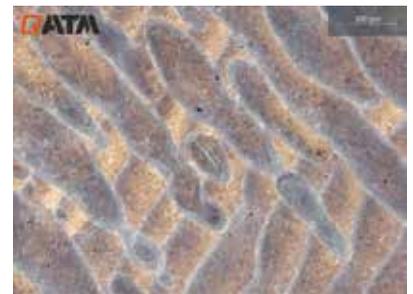


Abb. 2: Dicke einer additiv gefertigten Lage, gemessen mit der Härteprüfsoftware - 5x

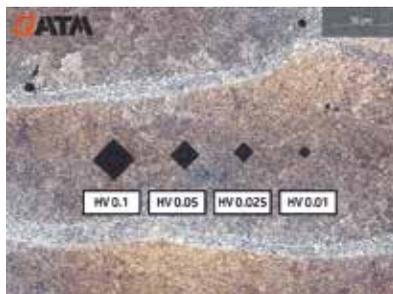


Abb. 3: Vergleich von Vickers Eindrucksgrößen - 20x

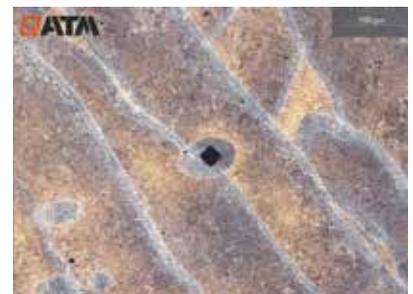


Abb. 4: Härte: 129 HV0.1, geprüft in der Mitte des Querschnitts - 10x

## 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

# LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG

## ANFORDERUNGEN AN HÄRTEPRÜFER IN DER PULVERMETALLURGIE

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

## FAZIT

Zur Qualitätskontrolle von Pulvern ist ein leistungsstarker Vickers Mikro Härteprüfer wie der Qness 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 Qness 60 M EVO



Die Vickers / Knoop / Brinell Härteprüfer Serie Qness 60 EVO-Serie hebt Mikro- und Kleinlasthärteprüfung auf ein bislang unerreichtes Niveau.

- I Großer Prüfkraftbereich (0,25 g – 62,5 kg)
- I ASTM+DAkkS zertifizierter Vickers Prüfkörper serienmäßig
- I Dynamischer Revolver mit 8 Werkzeugpositionen

Erfahren Sie mehr auf [www.qatm.de](http://www.qatm.de)



# LÖSUNGEN FÜR DIE ADDITIVE FERTIGUNG AUF EINEN BLICK!

Egal, ob Sie Ingenieur, Forscher oder in der Qualitätskontrolle tätig sind, unsere Website ist vollgepackt mit wertvollen Informationen rund um die Additive Fertigung.

**MEHR ERFAHREN!**



[www.verder-scientific.de/am](http://www.verder-scientific.de/am)



**WÄRMEBEHANDLUNG**  
[www.carbolite-gero.de](http://www.carbolite-gero.de)

**ELEMENTARANALYSE**  
[www.eltra.com](http://www.eltra.com)

**MATERIALOGRAPHIE & HÄRTEPRÜFUNG**  
[www.qatm.de](http://www.qatm.de)

**ZERKLEINERN & SIEBEN**  
[www.retsch.de](http://www.retsch.de)

**PARTIKELCHARAKTERISIERUNG**  
[www.microtrac.de](http://www.microtrac.de)

**PHARMAZEUTISCHE PRÜFMETHODEN**  
[www.erweka.com](http://www.erweka.com)

[www.verder-scientific.de](http://www.verder-scientific.de)

