

ANALYSE VON MIKROSTRUKTUR UND  
EIGENSPANNUNGSZUSTÄNDEN IN MIT  
SELEKTIVEM LASERSTRAHLSCHMELZEN  
GEFERTIGTEN MATERIALIEN MITTELS  
HOCHENERGETISCHER RÖNTGENSTRAHLUNG

Dissertation  
zur Erlangung des Doktorgrades  
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät  
der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel  
vorgelegt von  
MARC-ANDRÉ NIELSEN

Hamburg, 2023

ERSTER GUTACHTER: Prof. Dr. Martin Müller  
ZWEITER GUTACHTER: Prof. Dr. Jozef Keckes

TAG DER MÜNDLICHEN PRÜFUNG: 31.05.2023

# Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	1
2	ADDITIVE FERTIGUNG UND EIGENSPANNUNGEN	3
2.1	Selektives Laserschmelzen	3
2.2	Dehnung und Eigenspannungen	7
2.3	Synchrotronstrahlung	9
2.4	Röntgenstreuung nach Bragg	10
2.5	Diffraktometrische Eigenspannungsanalyse	11
3	EXPERIMENTE UND AUSWERTUNG	15
3.1	Beamline 32-ID-B an der APS	15
3.2	Beamline Po7B am DESY	17
3.3	Bestimmung der Peakposition aus Flächenzählerbildern	18
3.3.1	Aufnahme der Debye-Scherrer Ringe	18
3.3.2	Datenreduktion von 2D auf 1D	20
3.3.3	Bestimmung der Beugungswinkel	22
3.4	Mikrostrukturanalyse	23
4	UNTERSUCHTE WERKSTOFFE	25
4.1	Aluminiumlegierungen	25
4.1.1	Additiv gefertigte Proben aus AlSi10Mg Pulver	25
4.1.2	Die Legierungen AA7050 und AA2198	27
4.2	Austenitischer und ferritischer Stahl	29
4.2.1	316L Stahl	29
4.2.2	E185 AMPO Stahl	30
5	RADIOGRAPHISCHE UNTERSUCHUNG DES SCHMELZBADES BEIM LPBF-VERFAHREN	33
5.1	Motivation und Stand der Wissenschaft	33
5.2	Automatische Detektion des Schmelzbades	34
5.3	Einfluss des LPBF-Verfahrens auf die Mikrostruktur	42
5.4	Ausbildung und Rückbildung des Schmelzbades	44
5.5	Auftretende Eigenspannungen beim LPBF-Verfahren	50
5.6	Zusammenfassung	51
6	EINFLUSS DER GEOMETRIE AUF DIE EIGENSPANNUNGSVERTEILUNG IN LPBF-KÖRPERN	53
6.1	Motivation und Stand der Wissenschaft	53

6.2	Einfache Wände . . . . .	53
6.2.1	Mikrostruktur . . . . .	54
6.2.2	Textur in LPBF-Körpern . . . . .	58
6.2.3	Eigenstressen . . . . .	63
6.2.4	Beziehung zwischen Mikrostruktur und Eigenstressen . . . . .	68
6.3	L-Stücke und T-Stücke . . . . .	70
6.4	Rohre und Waben . . . . .	74
6.5	Zusammenfassung . . . . .	82
7	STRATEGIEN ZUR OPTIMIERUNG DER EIGENSTRESSENZUSTÄNDE IN LPBF-KÖRPERN . . . . .	85
7.1	Motivation und Stand der Wissenschaft . . . . .	85
7.2	Strategien während des LPBF-Verfahrens . . . . .	85
7.2.1	Konturzeichnung . . . . .	85
7.2.2	Laser-Wärmebehandlung . . . . .	88
7.3	Nachbehandlung . . . . .	93
7.3.1	Kugelstrahlen . . . . .	93
7.3.2	Spannungsarm-Glühen . . . . .	97
7.4	Zusammenfassung . . . . .	101
8	EINFLUSS VON NITRIEREN UND AUFKOHLLEN AUF DIE EIGENSTRESSEN IN LPBF-KÖRPERN . . . . .	103
8.1	Motivation und Stand der Wissenschaft . . . . .	103
8.2	Nitrieren von 316L Stahl . . . . .	103
8.3	Aufkohlen von E185 AMPO Stahl . . . . .	105
8.3.1	Einfluss des Aufkohlens auf die Eigenstressen . . . . .	107
8.4	Zusammenfassung . . . . .	112
9	ZUSAMMENFASSUNG . . . . .	113
	LITERATURVERZEICHNIS . . . . .	123

# 1

## Einleitung

Sehr viele heutige innovative Produkte benötigen komplex gestaltete mechanische Bauteile aus Metallen. Für solche Bauteile, die sich nicht oder nur sehr schwierig mittels konventioneller Fertigungsverfahren wie Drehen, Fräsen, Bohren oder Gießen herstellen lassen [1], bietet sich in jüngster Zeit die Additive Fertigung (*engl.* Additive Manufacturing, AM) an, bei der das Werkstück, basierend auf einer dreidimensionalen CAD-Zeichnung, Schicht für Schicht aus einem Metallpulver als Ausgangsstoff aufgebaut wird [2][3][4]. Neben einem hohen Maß an Komplexität der Bauteile wird dabei zusätzlich eine direkte Funktionsintegration sowie eine Reduzierung der benötigten Materialmenge ermöglicht [4][5]. Die Reduktion der Bauteilmasse kann bei Komponenten z.B. für die Luftfahrtindustrie, die Automobiltechnik oder auch für die Schifffahrt eine signifikante Reduzierung des Energieverbrauchs im Betrieb ermöglichen und damit den Ausstoß von Treibhausgasen senken [6][7][8][9][10].

Die Additive Fertigung ist für die Herstellung von Werkstücken eine neue Technik, die bereits vielfach eingesetzt wird, aber noch große Herausforderungen birgt. Bei der Herstellung kann es zu Defekten wie Poren [11] [12] oder Rissen [13] kommen. Insbesondere die Eigenspannungen in den hergestellten Objekten führen zu großen Problemen. Diese bei der Fertigung entstehenden Eigenspannungen können so ausgeprägt sein, dass die Bauteile bereits bei der Herstellung brechen oder die Lebensdauer und Belastbarkeit der Bauteile deutlich herabgesetzt ist [14][15]. Da die Eigenspannungen stark von der Mikrostruktur abhängen, welche wiederum durch thermische Einflüsse geprägt ist, müssen zum Verständnis der Eigenspannungen verschiedene Gesichtspunkte betrachtet werden [16].

Zum einen sind das die Schmelzbaddynamik und die bei der Erstarrung entstehenden Defekte. Diese lassen sich mittels Röntgenradiographie während des Prozesses beobachten. Eine besondere Schwierigkeit stellen dabei Legierungen mit einem geringen Kontrast dar. Für diesen Fall wird eine neue Technik zur Analyse eines *in situ* aufgenommenen Schmelzbades vorgestellt, welche es ermöglicht, die Querschnittsfläche des Schmelzbades in Materialien mit geringem Kontrast zu erfassen. Die dabei entstehende Mikrostruktur und ihre Orientierung werden anschließend genau analysiert.

Ein weiterer Schwerpunkt dieser Arbeit ist die Untersuchung der Verteilung der Eigenspannungen in einem fertigen Werkstück und ihre Abhängigkeit von der Bauteilgeometrie. Bei komplexer werdender Geometrie finden sich in Strukturelementen wiederkehrende Spannungsverteilungen, die charakteristisch sind. So lassen sich auch komplexere Bauteile ohne den Einsatz von Modellierung und Simulation bewerten. Die Eigenspannungen beruhen auf mechanischen Kräften innerhalb von Materialien. Es wird analysiert, welchen Einfluss die Probengeometrie auf diese Kräfte hat.

Es gibt verschiedene Strategien zum Abbau oder gezielten Einbringen von Eigenspannungen nach der Herstellung, die sich auch auf additiv gefertigte Bauteile anwenden lassen. Als traditionelle Nachbearbeitungsverfahren werden in dieser Arbeit sowohl das Spannungsarm-Glügen als auch das Kugelstrahlen getestet. Das Spannungsarm-Glügen wurde dabei selber durchgeführt; zum Test des Kugelstrahlverfahrens erfolgte eine Untersuchung bereits entsprechend nachbehandelter Werkstücke. Darüber hinaus kamen spezielle Verfahren aus der Additiven Fertigung, wie die sogenannte Konturmethode sowie eine Wärmenachbehandlung direkt mit dem Fertigungslaser, zum Einsatz.

In dieser Arbeit werden zunächst die theoretischen Grundlagen für selektives Laserschmelzen, Dehnung, Eigenspannungen, Synchrotronstrahlung, Röntgenstreuung und Eigenspannungsanalyse beschrieben, gefolgt von einer Vorstellung der verwendeten Instrumente. Dabei werden zwei Beamlines der Großforschungseinrichtungen APS (Chicago, IL, USA) und Hereon (am Standort DESY in Hamburg) genauer vorgestellt. Diese wurden genutzt, um radiographische Aufnahmen zu erstellen, beziehungsweise diffraktometrische Eigenspannungsanalysen durchzuführen. Anschließend werden die unterschiedlichen Proben und ihre Besonderheiten charakterisiert. Dabei werden die als Basismaterial für den Druckprozess verwendeten Aluminiumlegierungen AA7050 und AA2198, wie sie in der Luftfahrt verwendet werden, vorgestellt. Als Werkstückmaterial wird das Pulver AlSi10Mg, das für den Druck solcher Bauteile verwendet wird, genau beschrieben. Neben Aluminium wurde auch Pulver des austenitischen Stahls 316L und des ferritischen Stahls E185 genutzt.

In den Ergebnis- und Diskussionskapiteln wird eine genaue Untersuchung des Schmelzbades, welches während des Druckprozesses in der Additiven Fertigung vorhanden ist, beschrieben. Eine besondere Herausforderung ist dabei der bei Aluminium vorliegende geringe Kontrast. Dafür wird eine neuartige Methode benötigt, welche es ermöglicht, große Datenmengen an Radiographien mit geringen Kontrastunterschieden automatisiert auszuwerten. Es wird untersucht, ob mit Hilfe dieser Methode die zeitliche Entwicklung des Schmelzbades analysiert werden kann. Zudem wird der Einfluss des Prozesses auf die im Körper herrschenden, mechanischen Kräfte untersucht und bestimmt, ob in der Additiven Fertigung Eigenspannungen entstehen. Es folgt eine ausführliche Analyse der Mikrostruktur und der Eigenspannungen in additiv gefertigten Aluminiumproben sowie des Einflusses der Bauteilgeometrie auf die Spannungszustände. Dabei werden die Eigenspannungszustände in den unterschiedlichen Werkstücken verglichen und Vorteile bzw. Nachteile der einzelnen Geometrien aufgezeigt. Da diese Eigenspannungszustände die Lebensdauer und Belastbarkeit der Proben beeinflussen, werden anschließend Strategien vorgestellt, die die in den gefertigten Materialien herrschenden Kräfte minimieren oder optimieren können. Daneben wird der Einfluss, der bei der Fertigung entstehenden Mikrostruktur, auf Nachbehandlungsverfahren untersucht, wobei speziell das Nitrieren und Aufkohlen getestet wird. Abschließend erfolgt eine Zusammenfassung der Ergebnisse sowie ein kurzer Ausblick.

## 2

# Additive Fertigung und Eigenspannungen

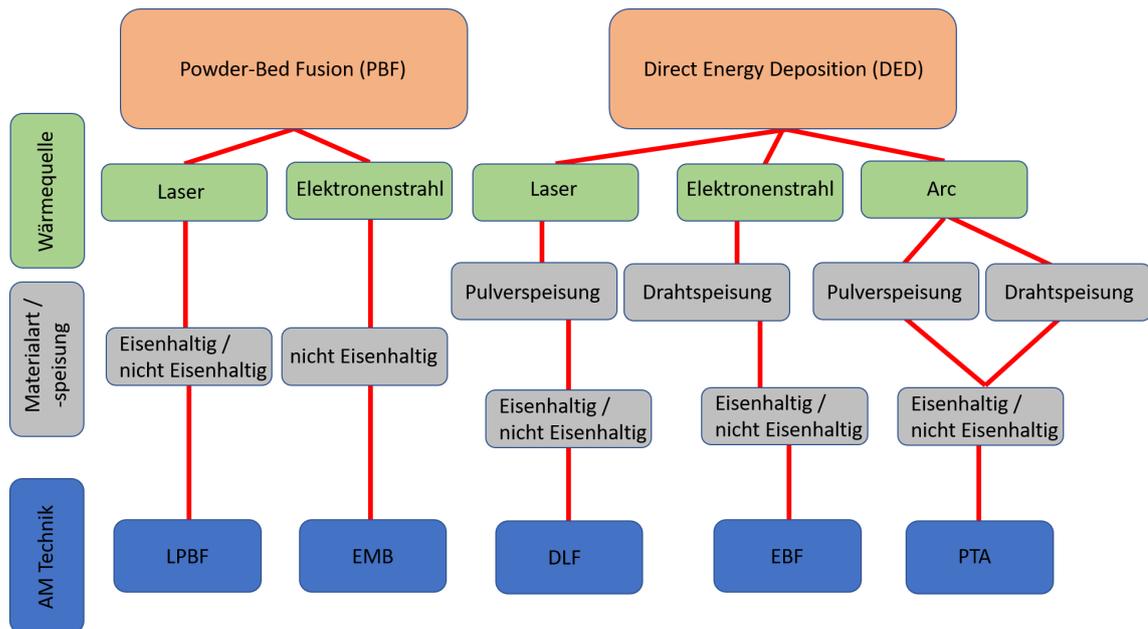
### 2.1 Selektives Laserschmelzen

Das Laser Powder Bed Fusion (LPBF) Verfahren wird auch als selektives Laserschmelzen (*engl.* Selective Laser Melting, SLM) bezeichnet und gehört zur Additiven Fertigung von Metallen. In der Additiven Fertigung gibt es aktuell zwei verschiedene Möglichkeiten, das Material zum Aufbau der Struktur zuzuführen. Zum einen durch ein Pulverbett (*engl.* Powder Bed Fusion, PBF) und zum anderen durch Auftragen des Materials direkt am Ort, an dem gedruckt werden soll (*engl.* Direct Energy Deposition, DED). Das DED-Verfahren eignet sich für den Aufbau großer Strukturen, während das PBF-Verfahren sich besser für die Herstellung kleiner bis mittelgroßer Bauteile eignet, da dort aufgrund der geringeren Schichtdicke und einer kleineren Strahlgröße mit höherer Genauigkeit gearbeitet werden kann und dadurch komplexere Geometrien aufgebaut werden können. Zum Aufschmelzen des neuen Materials kann bei beiden Verfahren entweder ein Laser oder ein Elektronenstrahl als Wärmequelle genutzt werden. Beim DED-Verfahren kann weiter ein Lichtbogen als Wärmequelle dienen. Eine Übersicht der Verfahren ist in [Abbildung 1](#) dargestellt. [1][17][18][19]

Um mittels LPBF ein Bauteil herzustellen, wird zuerst ein 3D-CAD-Modell (CAD = computer-aided design) des fertigen Werkstücks benötigt. Dieses kann dann in eine Druckeinheit hochgeladen werden. Der Drucker benötigt den zu verarbeitenden Werkstoff in Pulverform. Dieses Pulver wird auf eine Grundplatte aufgebracht. Die Pulverschicht hat je nach Anwendung, Druckparameter und Material eine Dicke von  $15\ \mu\text{m}$  bis  $200\ \mu\text{m}$ . Der pulverförmige Werkstoff wird beim LPBF-Verfahren mit Hilfe eines Lasers lokal vollständig geschmolzen und bildet nach der Erstarrung eine feste Materialschicht. Anschließend wird eine neue Pulverschicht mit identischer Dicke aufgetragen und eine weitere Schicht kann geschmolzen werden. Beim Schmelzen des Pulvers wird nicht nur die aktuelle Schicht, sondern auch die darunter liegenden Schichten geschmolzen, um eine Verbindung des Materials zu gewährleisten. Bei jeder neuen Schicht ändert sich die Bewegungsrichtung des Lasers um einen spezifischen Winkel. Diese Winkeländerung des Lasers wird Hatsh-Strategie genannt. Der Prozess wird solange wiederholt, bis das fertige Bauteil vollständig hergestellt ist. Nach dem Drucken muss das Bauteil von der Grundplatte gelöst und vom überschüssigen, nicht geschmolzenen Pulver gereinigt werden.

#### **Stand der Wissenschaft zur Additiven Fertigung**

Das Interesse an der Additiven Fertigung ist in den letzten Jahren drastisch gestiegen. Während es im Jahr 2000 gerade einmal 71 Publikationen zu diesem Thema gab, waren es 2015 bereits

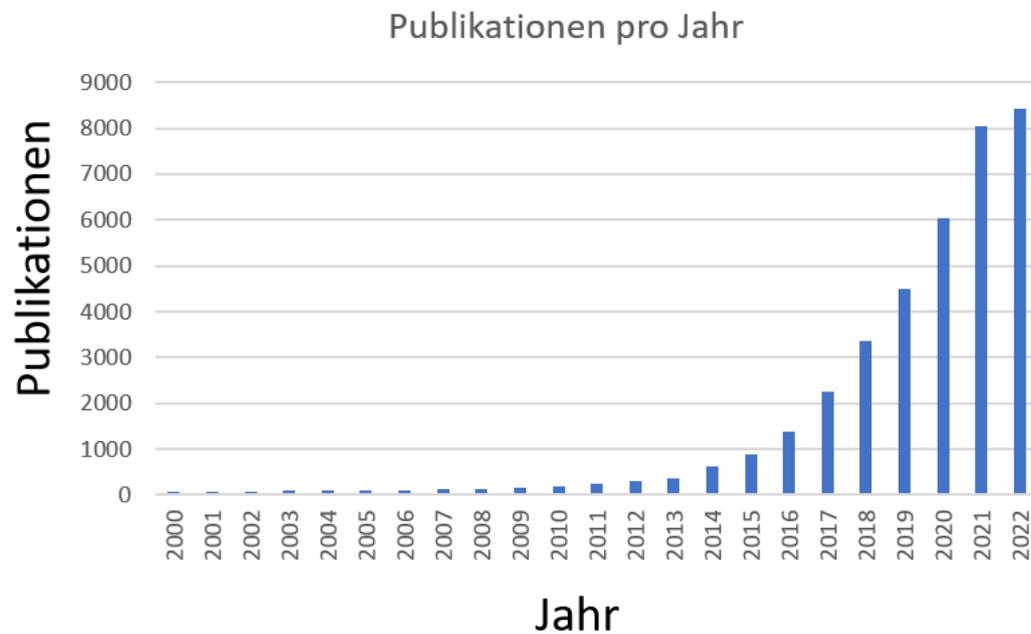


**Abbildung 1:** Gliederung der verschiedenen Techniken in der Additiven Fertigung von Metallen.

898 Publikationen. Im vergangenen Jahr erreichten die Publikationen zum Thema Additive Fertigung einen Höchststand von 8414 [20].

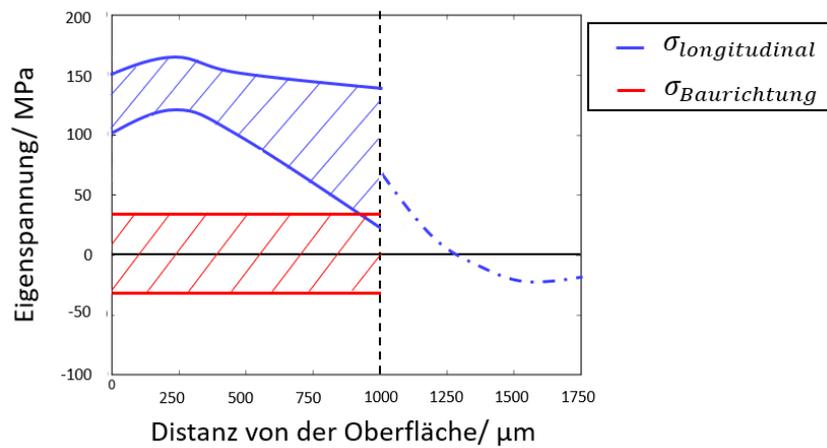
Vor allem Firmen haben großes Interesse an der Weiterentwicklung und verbesserter Nutzbarkeit der Additiven Fertigung. Dabei wurde die Additive Fertigung in den letzten Jahren mehr und mehr auch an den Neutronen- und Röntgenquellen der Zentren untersucht. Dafür werden Kleinwinkelstreuungsexperimente (*engl.* Small-Angle X-ray Scattering, SAXS) und Beugungsversuche (*engl.* X-Ray Diffraction, XRD) durchgeführt, sowie Radiographien erstellt. Es gibt weltweit verschiedene Instrumentierungen, um das Wissen über die Additive Fertigung auszubauen: Diffraktions- und Radiographie-Instrumente am *Argonne National Lab* (APS/ANL) [21], Diffraktions- und SAXS-Instrumente am *Deutschen Elektronen Synchrotron* (DESY/Hereon) [22], einen Radiographie-Aufbau am *Diamond Light Source* [23], Diffraktions- und Radiographie-Instrumentierungen am *Swiss Light Source* (SLS/PSI) [24], sowie Diffraktions- und Radiographie-Versuchsaufbauten am *Stanford Synchrotron Radiation Lightsource* (SSRL) [25] und Radiographie-Instrumente am *European Synchrotron Radiation Facility* (ESRF) [26].

Bei der *in situ* Radiographie des LPBF-Verfahrens, welche auch Teil dieser Arbeit ist, werden vor allem die Dynamik des Pulverflugs [27] und die Größe des Schmelzbades [28] untersucht. Das Schmelzbad wird auf die Größe in Abhängigkeit zur eingebrachten Energie, die geometrische Form, die Größe in Abhängigkeit zum Material und vieles mehr untersucht. Dabei wird das Schmelzbad in vielen Publikationen als konstant angenommen. Die Dynamik des Schmelzbades und die Entstehung im LPBF-Verfahren werden dabei nicht berücksichtigt. [21] [29] [28]



**Abbildung 2:** Darstellung der Anzahl der Publikationen pro Jahr im Bereich der Additiven Fertigung. Erstellt auf Grundlage der erfassten Daten mit dem *topic: Additive Manufacturing* des Portals *Web of Science<sup>TM</sup>*. [20]

Im vergangenen Jahr befassten sich 525 Publikationen mit dem Thema Eigenspannungen im Zusammenhang mit der Additiven Fertigung [20]. Dabei werden vor allem sehr markante Zugspannungsprofile parallel zur Oberfläche von Werkstücken festgestellt. In [Abbildung 3](#) ist eine schematische Darstellung der häufig publizierten Eigenspannungsprofile zu sehen. Der erste Millimeter unterhalb der Oberfläche wurde bereits häufig untersucht und wird links von der gestrichelten Linie in der Abbildung gezeigt. Die ermittelten Eigenspannungsprofile liegen innerhalb der schraffierten Bereiche für Eigenspannungen in Baurichtung und longitudinaler Richtung [30][31][32][33][34][35][36][37][38][39][40]. Untersuchungen, die weiter als 1 mm von der Oberfläche durchgeführt wurden, sind seltener und ein exemplarischer Verlauf ist als eine gestrichelte Linie dargestellt [41]. Die Entstehung dieser Zugspannung wird im Zusammenhang mit den Prozessparametern der Herstellung untersucht [42] und modelliert [43]. Die Lokalisierung der Zugspannung parallel zur Oberfläche konnte durch *in situ* Temperaturanalysen erklärt werden [41]. Neben der Zugspannung in oberflächennahen Bereichen wurde ebenfalls gezeigt, dass im Inneren der Proben spannungsfreie Zustände bis hin zu Druckspannung zu finden sind [44]. Untersuchungen an Aluminium zur Abhängigkeit der Eigenspannungen und der geometrischen Form des Werkstücks beim LPBF-Verfahren gibt es bisher kaum. Es gibt erste Publikationen mit Hilfe der Bohrlochmethode, welche jedoch nur oberflächennahe Untersuchungen zeigen [31]. Da die Komplexität



**Abbildung 3:** Schematische Darstellung der in der additiven Fertigung zu erwartenden Eigenspannungen. Innerhalb der schraffierten Bereiche liegen viele in Publikationen gemessene Eigenspannungsprofile.

der additiv gefertigten Bauteile einer der größten Vorteile dieses Herstellungsverfahrens ist, ist der Einfluss der Geometrie auf die Eigenspannungen ein wichtiger Aspekt.

## 2.2 Dehnung und Eigenspannungen

Eigenspannungen sind die Spannungen, die in einem Körper verbleiben, der stationär ist und sich bei konstanter Temperatur im Gleichgewicht mit seiner Umgebung befindet [45][46]. Diese Eigenspannungen können durch verschiedene Einflüsse erzeugt werden. Zum einen können durch thermische Gradienten bei der Herstellung von Werkstücken und zum anderen durch thermochemische Behandlung des Materials, wie Nitrieren oder Aufkohlen Eigenspannungen erzeugt werden. Des Weiteren können durch mechanische Arbeit, wie Deformation, an den Bauteilen Eigenspannungen in das Material eingebracht werden [16].

Kristalline Materialien bestehen aus Atomen, welche eine dreidimensionale, periodische Anordnung besitzen. Diese Materialien besitzen in der Regel eine Mikrostruktur, welche sich aus kristallinen Einzelbereichen zusammensetzt. Diese Einzelbereiche werden Körner genannt. Aufbau, Größe und Orientierung der Körner sind durch das Material und dessen Herstellung bedingt. Bei der Erstarrung eines Werkstoffs wachsen diese Körner aus der Schmelze. Treffen bei der Erstarrung zwei Körner unterschiedlicher Orientierung oder Phase aufeinander, bildet sich eine Korngrenze aus [47]. Eigenspannungen lassen sich bedingt durch diese Mikrostruktur in drei Typen unterteilen:

### TYP 1

Eigenspannungen des Typs 1 ( $\sigma^I$ ) werden auch als makroskopische Spannung bezeichnet. Sie reichen homogen über eine große Anzahl von Kristalldomänen und über alle Phasen hinweg. Die inneren Kräfte des Materials, bezogen auf die Spannung, gleichen sich über das gesamte Material aus. [48]

### TYP 2

Die Eigenspannungen des Typs 2 ( $\sigma^{II}$ ) zählen zu den mikroskopischen Eigenspannungen. Diese sind homogen innerhalb einer kleinen Kristalldomäne des Materials (ein einzelnes Korn oder Phase). [16]

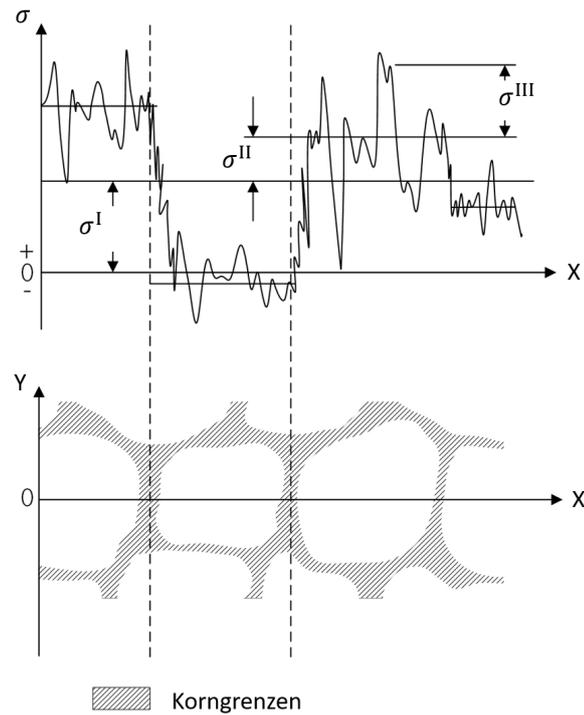
### TYP 3

Wie Typ 2 zählt Typ 3 ( $\sigma^{III}$ ) zu den mikroskopischen Eigenspannungen. Die Spannung vom Typ 3 liegt innerhalb einer Kornstruktur und hat eine Reichweite über wenige atomare Abstände. [16]

Während *Typ 1* zu den makroskopischen Eigenspannungen zählt, zählen *Typ 2* und *Typ 3* zu den mikroskopischen Eigenspannungen [49]. Die Eigenspannungen in realen Materialien sind eine Überlagerung dieser drei Typen [16]. Eine Darstellung der einzelnen Typen der Eigenspannungen in Bezug auf die Mikrostruktur ist in [Abbildung 4](#) dargestellt.

Spannungen werden definiert über die Dehnung eines Materials und dessen Materialkonstanten. Dabei gibt die Dehnung die relative Änderung der Gitterkonstante des *entspannten* Materials an. Die Spannung eines kristallinen Materials lässt sich somit durch folgenden Zusammenhang beschreiben:

$$\sigma_{ij} = E\epsilon_{ij} \quad (1)$$



**Abbildung 4:** Definition der *Typ 1-3* Eigenspannungen. [50]

Dabei steht  $\sigma_{ij}$  für die Eigenspannungen.  $E$  ist das materialspezifische Elastizitätsmodul und  $\epsilon_{ij}$  ist die Dehnung. Die Eigenspannungen und die Dehnung sind Tensoren zweiter Stufe [16], welche voll ausgeschrieben wie folgt aussehen:

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \quad (2)$$

$$\epsilon_{ij} = \begin{pmatrix} \epsilon_{11} & \epsilon_{12} & \epsilon_{13} \\ \epsilon_{21} & \epsilon_{22} & \epsilon_{23} \\ \epsilon_{31} & \epsilon_{32} & \epsilon_{33} \end{pmatrix} \quad (3)$$

Die diagonalen Elemente (11, 22 und 33) entsprechen den Eigenspannungen, beziehungsweise der Dehnung der bestimmten Hauptachsen eines Probensystems. Die anderen Elemente des Tensors zählen zur Scherspannung. Beide Tensoren sind symmetrisch, was bedeutet, dass  $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$  und  $\epsilon_{ij} = \epsilon_{ji}$  gilt. Um die Eigenspannungen bestimmen zu können, muss zuerst die Dehnung bestimmt werden. Diese ist durch folgenden Zusammenhang definiert:

$$\epsilon_{ij} = \frac{d_{ij} - d_0}{d_0} \quad (4)$$

Dabei ist  $d_{ij}$  der tatsächliche Gitterabstand und  $d_0$  der Gitterabstand des spannungsfreien Materials. Wie in [Abschnitt 2.4](#) mit [Gleichung 10](#) gezeigt, kann der Gitterabstand  $d_{ij}$  über den Beugungswinkel  $\theta_{ij}$  bestimmt werden. Damit ergibt sich für die Dehnung folgender Zusammenhang:

$$\epsilon_{ij} = \frac{\sin(\theta_0)}{\sin(\theta_{ij})} - 1 \quad (5)$$

Mit Hilfe des Hookschen Gesetzes können in einem isotropen Zustand die Eigenspannungen folgendermaßen beschrieben werden [\[48\]](#):

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\nu} \epsilon_{ij} - \frac{\nu E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \delta_{ij} \epsilon_{ij} \quad (6)$$

$\delta_{ij}$  ist die Kronecker  $\delta$ -Funktion. Für die Diagonale des Spannungstensors ( $i = j$ ) entspricht  $\delta = 1$ . Für die Scherspannungen ( $i \neq j$ ) ist  $\delta = 0$  gegeben [\[48\]](#).

In der Literatur wird die Berechnung der Eigenspannungen oft mit Hilfe der sogenannten röntgenographischen Elastizitätskonstanten (REK)  $s_1(hkl)$  und  $\frac{1}{2}s_2(hkl)$  beschrieben. Diese fassen das Elastizitätsmodul und die Querkontraktionszahl zusammen. [\[51\]](#)

$$\frac{-\nu}{E} \rightarrow s_1(hkl) \quad (7)$$

$$\frac{1+\nu}{E} \rightarrow \frac{1}{2}s_2(hkl) \quad (8)$$

## 2.3 Synchrotronstrahlung

Kristalline Metalle besitzen eine dreidimensionale, periodische Anordnung von Atomen [\[47\]](#). Trifft Strahlung mit einer Wellenlänge, welche der Größenordnung der atomaren Abstände entspricht, auf ein solches Metall, kommt es zu Beugungseffekten. Zur Untersuchung von atomaren Abständen wird entsprechend kurzwellige Strahlung in der Größenordnung von Ångström benötigt [\[52\]](#). In dieser Arbeit wurden Aluminiumlegierungen mit einer Dicke von 3 mm und Stähle mit einer Dicke von 1 mm untersucht. Um bei einer solchen Probendicke das Material durchdringen und atomare Abstände auflösen zu können, wurde Synchrotronstrahlung im harten Röntgenbereich (87,1 keV) verwendet.

Beim Beschleunigen oder Abbremsen von geladenen Teilchen emittieren diese Energie [\[53\]](#). Bei einem Synchrotron werden Elektronen oder Positronen auf annähernd Lichtgeschwindigkeit beschleunigt und auf eine Kreisbahn gezwungen. Um Synchrotronstrahlung zu erzeugen, werden auf geraden Streckenabschnitten sogenannte *insertion devices* oder Ablenkmagnete eingebracht. Diese *insertion devices* sind Magnetstrukturen, sogenannte Wiggler oder Undulatoren. Die Magnetstruktur besteht aus periodisch umgepolten Magneten, welche die geladenen Teilchen auf eine sinusförmige Trajektorie bringen. Durch diese Richtungsänderung

erfährt das geladene Teilchen jedes Mal eine Beschleunigung, wodurch es elektromagnetische Strahlung emittiert. [54]

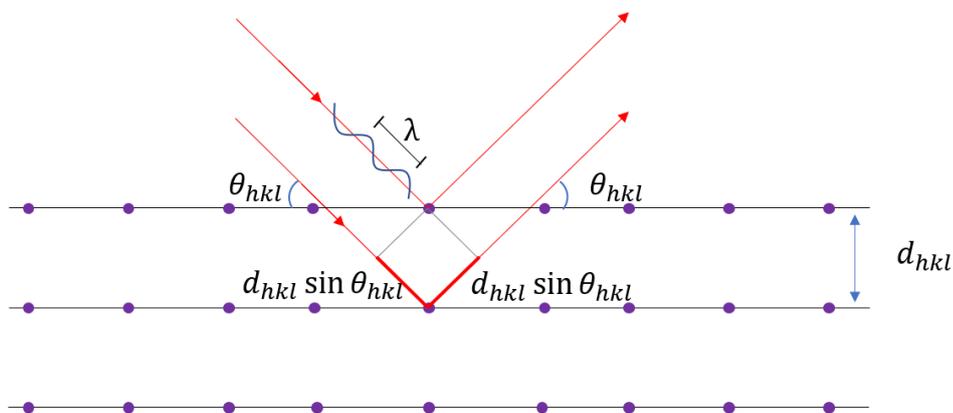
Es gibt viele Synchrotronquellen verteilt über die ganze Welt. Um die vorhandene Qualität der Quelle zu beschreiben, ist die Brillanz von großem Interesse. Die Brillanz setzt sich aus verschiedenen Parametern zusammen. Ein wichtiger Faktor dabei ist der Fluss, welcher die Anzahl der Photonen pro Sekunde angibt. Dieser Fluss wird zur Divergenz, Strahlgröße und spektralen Bandbreite ins Verhältnis gesetzt. Damit lässt sich die Brillanz folgendermaßen beschreiben:

$$\text{Brillanz} = \frac{\text{Photonen/Sekunde}}{\text{mrad}^2 \cdot \text{mm}^2 \cdot 0,1\% \text{Bandbreite}} \quad (9)$$

Der PETRA III Ring am DESY (Deutsches Elektronen Synchrotron) ist eine Synchrotronstrahlungsquelle der dritten Generation und wird mit Positronen betrieben. Er besitzt eine Brillanz von  $8 \cdot 10^{21} \frac{\text{Photonen/s}}{\text{mrad}^2 \text{mm}^2}$ . [55]

## 2.4 Röntgenstreuung nach Bragg

Zur Erklärung der Röntgenstreuung gibt es zwei Theorien. Eine Theorie beschreibt die Streuung im Realraum. Dies ist die Streutheorie nach Bragg, welche von William Henry Bragg und seinem Sohn William Lawrence Bragg im Jahr 1912 veröffentlicht wurde [56] [57]. Eine andere Theorie beschreibt die Streuung im reziproken Raum. Dies ist die Streutheorie nach Laue, welche von Max von Laue 1911 beschrieben wurde [58]. Da beide Theorien äquivalent sind und Teile der Streutheorie nach Bragg essentiell für die Eigenspannungsberechnungen sind, wird in dieser Arbeit die Theorie nach Bragg vorgestellt.



**Abbildung 5:** Schematische Darstellung der Röntgenbeugung nach Bragg an einer Kristallstruktur. Die roten Linien skizzieren die einfallende Strahlung und die lila Punkte stellen Atome dar. Die horizontalen, schwarzen Linien symbolisieren die Gitterebenen.

Die Streutheorie nach Bragg beschreibt die Streuung an parallelen Gitterebenen mit dem Abstand  $d_{hkl}$  unter dem Winkel  $\theta_{hkl}$ . Dabei kommt es zu einer überlagerten Streuung an Atomen.

men in gedachten Ebenen. Eine schematische Darstellung wird in [Abbildung 5](#) gezeigt. Wie in der Abbildung zu sehen ist, beträgt der Gangunterschied zweier an parallelen Kristallebenen mit dem Abstand  $d_{hkl}$  reflektierter Strahlen  $2d_{hkl}\sin\theta_{hkl}$ . Die Strahlen, welche an den gedachten, unterschiedlichen Kristallebenen reflektiert wurden, können sich überlagern. Bei einer solchen Überlagerung kommt es abhängig vom Gangunterschied zu einer konstruktiven oder destruktiven Interferenz. Liegt der Gangunterschied der reflektierten Strahlen bei einem ganzzahligen Vielfachen  $n$  ihrer Wellenlänge  $\lambda$ , kommt es zu konstruktiver Interferenz. Dies wird auch als Bragg-Bedingung bezeichnet:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin(\theta_{hkl}) \quad (10)$$

Dabei steht  $n$  für die Ordnung des Beugungsmaximums. Damit die Bragg-Bedingung erfüllt ist, muss die Wellenlänge  $\lambda$  der gebeugten Strahlung die Bedingung  $\lambda \leq 2d$  erfüllen. [59]

## 2.5 Diffraktometrische Eigenspannungsanalyse

Zur Analyse von Eigenspannungen existieren unterschiedliche Methoden. Diese unterteilen sich in Techniken, welche die Probe zerstören oder beschädigen und in zerstörungsfreie Methoden. Die Bohrlochmethode [60][61] ist ein Beispiel für eine Methode, bei welcher die zu untersuchende Probe beschädigt wird. Bei diesem Verfahren wird eine Dehnungstreifen-Rosette an der Probe befestigt. Anschließend wird ein Loch von wenigen Millimetern Durchmesser in eine Probe gebohrt und die dabei auftretende Rückverformung gemessen. Zu den zerstörungsfreien Untersuchungsmethoden gehören neben Ultraschallmessungen [62] und Laborgeräten die Untersuchung mittels Neutronenbeugung und Beugung von Synchrotronstrahlen.

Da die Eigenspannungen keine direkt messbare Größe sind, dienen diese Beugungsverfahren dazu, die Parameter zu bestimmen, welche für die Berechnung der Dehnung und Eigenspannungen benötigt werden. Die in [Abschnitt 2.2](#) gezeigte [Gleichung 6](#) kann mit Hilfe des ebenen Spannungsansatzes [63] für die in dieser Arbeit untersuchten Eigenspannungen in longitudinaler Richtung (xx) und Baurichtung (zz) folgendermaßen vereinfacht werden:

$$\sigma_{xx} = \frac{E}{1-\nu^2}(\epsilon_{xx} + \nu\epsilon_{zz}) \quad (11)$$

$$\sigma_{zz} = \frac{E}{1-\nu^2}(\epsilon_{zz} + \nu\epsilon_{xx}) \quad (12)$$

Dabei ist  $E$  das Elastizitätsmodul und  $\nu$  die Poissonzahl oder auch Querkontraktionszahl, welche der Literatur entnommen werden können. Weiter wird die Dehnung  $\epsilon_{xx}$  und  $\epsilon_{zz}$  benötigt. Diese lassen sich wie in [Gleichung 5](#) über den Beugungswinkel bestimmen. Die

Bestimmung dieses Parameters wird ausführlich in [Abschnitt 3.3](#) beschrieben. Dabei sollte der Beugungswinkel einer hkl-Ebene gewählt werden, welcher aufgrund einer hohen Multiplizität dieser Ebene eine statistische Zuverlässigkeit der Daten aufweist [64]. Bei Aluminium erfüllt dies der {311}-Reflex mit einer Multiplizität von 24. Die Multiplizität und der in etwa erwartete Beugungswinkel können mit Hilfe der Gitterdaten über das Programm *POWDER-CELL* bestimmt werden [65].

Neben dem gemessenen Beugungswinkel  $\theta_{hkl}$  wird zur Bestimmung der Dehnung der Winkel  $\theta_0$  einer spannungsfreien Probe benötigt, wie in [Gleichung 5](#) zu sehen. Die Bestimmung des spannungsfreien Gitterparameters  $d_0$  beziehungsweise dessen Beugungswinkel  $\theta_0$  hängt vom gewählten Messverfahren ab. Für Laborgeräte wird in der Regel die  $\sin^2(\Psi)$ -Methode verwendet [66]. Bei Beugungsexperimenten in Transmissionsgeometrie eignen sich hingegen andere Verfahren. Eine Möglichkeit besteht darin, dass Bereiche der Probe bekannt sind, welche mit Sicherheit spannungsfrei sind. Diese können dann gemessen und zur Bestimmung von  $\theta_0$  verwendet werden. Eine andere Möglichkeit besteht darin,  $\theta_0$  direkt an der Oberfläche einer Probe zu messen. Senkrecht zur Oberfläche und direkt an der Oberfläche ist das Material spannungsfrei, da sich dort die mechanischen Kräfte abbauen können [67]. Dieses Verfahren birgt die Gefahr, dass der Synchrotronstrahl nicht vollständig in der Probe liegt und sich der Schwerpunkt des Streuvolumens verschiebt. Ein weiteres Problem ist, dass der Röntgenstrahl sehr klein gewählt werden muss, um ausschließlich einen Bereich direkt an der Oberfläche zu messen.

Ein weiteres Verfahren zur Bestimmung von  $\theta_0$  besteht darin, mit einem Linienscan die Probe in voller Länge zu untersuchen. Befindet sich der Körper in Ruhe, muss die auf eine Querschnittsfläche senkrecht wirkende Kraft in ihrer Summe Null ergeben [68]. Mit Hilfe des Linienscans können an jeder Position einer Querschnittsfläche die Eigenspannungen senkrecht zur Querschnittsfläche bestimmt werden. Für die Bestimmung der Eigenspannungen wird durch iterative Verfahren  $\theta_0$  so gewählt, dass das Integral des Spannungsverlaufs Null ergibt. Für die Gültigkeit dieses Verfahrens muss gewährleistet sein, dass in dem Material keine chemischen Gradienten vorhanden sind [69]. In dieser Arbeit wurde dieses letzte Verfahren verwendet und die Proben auf chemische Gradienten, wie in [Abbildung 6.2.3](#) gezeigt, untersucht. Die Äquivalenz der Ergebnisse der in dieser Arbeit verwendeten Methode mit den Resultaten alternativer Verfahren wird in der Fehlerbetrachtung in [Kapitel 6](#) vorgestellt.

### **Fehlerbetrachtung**

Wie im vorherigen Kapitel gezeigt, beruht die Berechnung der Eigenspannungsprofile auf experimentell bestimmten Werten, welche aus diesem Grund fehlerbehaftet sind. Um den Fehler in den Ergebnissen zu bestimmen, wurde eine Fehlerfortpflanzung der gemessenen Werte durchgeführt. Als Ansatz wurde die Gaußsche Fehlerfortpflanzung verwendet:

$$(\Delta y)^2 = \sum_{i=1}^N \left( \frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 \cdot (\Delta x_i)^2 \quad (13)$$

Wird dieser Ansatz auf die [Gleichung 11](#) und [Gleichung 12](#) angewendet, ergibt dies mit Vereinfachungen nach [\[70\]](#) Folgendes:

$$\Delta\sigma_{xx} = \frac{E}{1-\nu^2} \cot(\theta_0) [(1+\nu)^2(\Delta\theta_0)^2 + (\Delta\theta_{xx})^2 + \nu^2(\Delta\theta_{zz})^2]^{\frac{1}{2}} \quad (14)$$

und

$$\Delta\sigma_{zz} = \frac{E}{1-\nu^2} \cot(\theta_0) [(1+\nu)^2(\Delta\theta_0)^2 + (\Delta\theta_{zz})^2 + \nu^2(\Delta\theta_{xx})^2]^{\frac{1}{2}} \quad (15)$$

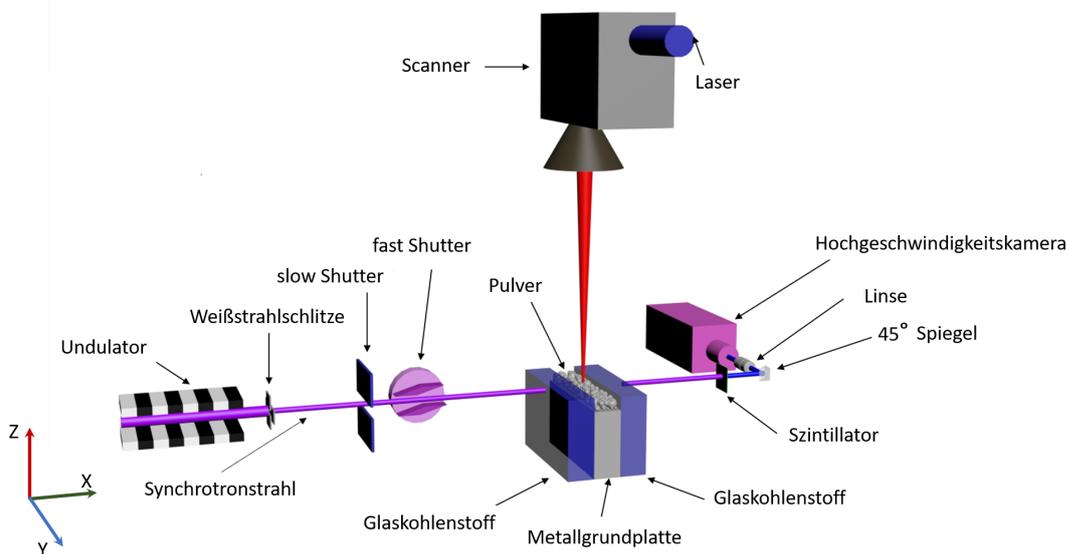
Damit kann der Fehler, der in [Abschnitt 2.5](#) gezeigten Eigenspannungsanalysen, bestimmt werden.



### 3 Experimente und Auswertung

#### 3.1 Beamline 32-ID-B an der APS

Die in Kapitel 5 beschriebenen Radiographieexperimente zur Bestimmung des Schmelzbades wurden an der Beamline 32-ID-B am *Argonne National Laboratory* (APS) bei Chicago vorgenommen. Dort ist es auf eine derzeit noch weltweit einzigartige Weise möglich, *in situ* Aufnahmen des Schmelzprozesses beim LPBF-Verfahren durchzuführen. Die Beamline verfügt über einen pseudo pink Beam mit einer Energie von  $E_1 = 24,3$  bis  $25,4$  keV der ersten Harmonischen [71]. Der Fluss beträgt  $10^{16}$  ph/s/0.1% BW mit einer Strahlquerschnittsfläche von  $2\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ . Ein pink Beam verfügt über einen abstimmbaren Breitbandstrahl mit einem Röntgenfluss, der mehr als 1000-mal so hoch ist wie der eines monochromatischen Strahls. Dies wird erreicht, indem anstelle des Monochromators ein Spiegel im streifenden Einfall verwendet wird, an welchem der Röntgenstrahl reflektiert. Der Spiegel reflektiert nur Energien oberhalb einer bestimmten Wellenlänge, die von der Spiegelbeschichtung und dem Einfallswinkel abhängt. Zusätzlich können röntgenabsorbierende Folien in den Strahl eingebracht werden, um niederenergetische Röntgenstrahlung zu entfernen. [72]



**Abbildung 6:** Schematische Darstellung des LPBF-Experiments an der Beamline 32-ID-B an der APS.

Das an dieser Beamline verwendete LPBF-Experiment ist in [Abbildung 6](#) dargestellt und verfügt über eine Ytterbium-Faserlaserquelle, einen Galvo-Laserscanner, eine Vakuumkammer und fünf Schrittmotoren [71][73]. Die Laserquelle liefert einen Laserstrahl mit einer Wellenlänge von 1070 nm und einer maximalen Energie von  $E_{max} = 560$  W. Der Strahlquerschnitt auf der Probe und die Scangeschwindigkeit des Lasers sind über die Laseroptik und ein Scansystem einstellbar. In den durchgeführten Experimenten wird die Größe des Laserspots auf einen Durchmesser von  $60 \mu\text{m}$  eingestellt und der Laserspot mit einer Geschwindigkeit von  $230 \text{ mm/s}$  entlang der Substrate bewegt. Die Spotgröße entspricht der gleichen Größe der für die Herstellung in [Kapitel 4](#) beschriebenen Aluminium- und Stahlproben. Die Schrittmotoren sind in zwei Gruppen eingeteilt. Der erste Satz besteht aus zwei Hochleistungsschrittmotoren, welche die Kammer und den Laser im Ganzen in horizontaler und vertikaler Richtung auf den Synchrotronstrahl ausrichten. Die anderen drei Schrittmotoren befinden sich unter der Probe und dienen der Ausrichtung der Probe. [71][73]

Die Röntgenbilder werden von einer Hochgeschwindigkeits-CCD-Kamera mit einem Vollbild von  $1024 \times 1024$  Pixeln aufgenommen [74]. Durch die Platzierung einer Objektivlinse vor der Kamera wird eine Auflösung von  $1,97 \mu\text{m} \times 1,97 \mu\text{m}$  erreicht. Die Bildrate für die Röntgenvideoaufnahme kann zwischen  $20 \text{ kHz}$  und  $200 \text{ kHz}$  variiert werden. Die Größe des Sichtfeldes verringert sich mit der Erhöhung der Aufnahmegeschwindigkeit über  $20 \text{ kHz}$  hinaus, während der Bildausschnitt angepasst werden kann. Die folgenden Experimente wurden mit einer Rate von  $100 \text{ kHz}$  in einem Bildausschnitt von  $544 \times 256$  Pixeln aufgenommen. Die Belichtungszeit mittels Synchrotronstrahlung hängt von der Absorption des jeweiligen untersuchten Materials ab. Kommt eine zu hohe Dosis auf die Kamera, kann dies zu Schäden führen. Für die in diesem Experiment verwendete Aluminiumlegierung wurde eine Belichtungszeit von  $2 \mu\text{s}$  gewählt. [71]

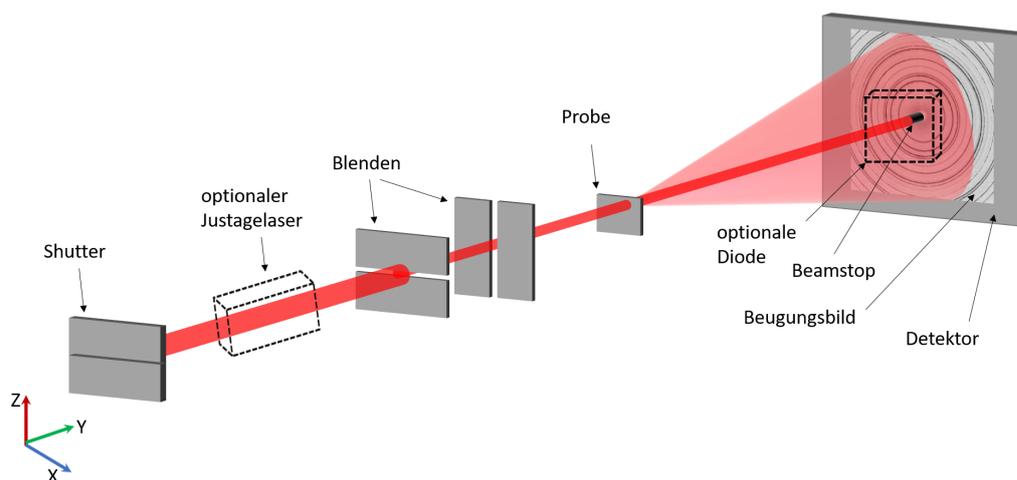
Das Substrat wurde zwischen zwei Glaskohlenstoffplatten eingespannt, die es ermöglichen, eine  $100 \mu\text{m}$  dicke Pulverschicht auf das Substrat aufzutragen. Für jedes LPBF-Experiment wurde eine Folge von 1500 Bildern aufgenommen. Der Laserstrahl bewegte sich dabei entlang einer Linie in Y-Richtung und passierte die feste Messposition. Während dieser Sequenz wurde eine  $0,85$  bis  $2,00 \text{ mm}$  lange Linie mit dem Laser aufgeschmolzen. Die Anzahl der Bilder, die den Schmelzvorgang zeigen, hängt von der Geschwindigkeit des Lasers und der Länge der Linie ab. Bei einer Geschwindigkeit von  $230 \text{ mm/s}$  erfassen 466 Bilder in der Datensequenz den Laserschmelzprozess.[73]

Die Bildsequenzen bei Aluminium liefern einen sehr geringen Kontrast. Aufgrund dieses geringen Kontrasts ist es mit dem menschlichen Auge kaum möglich einen Unterschied zwischen Grundmaterial und Schmelzbad festzustellen, während Bildanalysetools bei dem Versuch fehlschlagen. Eine Auswertung des Schmelzbades in Aluminium stellt damit eine Herausforderung dar. Daher wurde zur Auswertung der mit diesem Experiment aufgenommenen Daten ein Algorithmus entwickelt, welcher in [Abschnitt 5.2](#) beschrieben wird.[73]

### 3.2 Beamline P07B am DESY

Zur Bestimmung der in der Additiven Fertigung auftretenden Eigenspannungen und Textur wurde die vom Hereon betriebene *High Energy Materials Science* (HEMS) Beamline P07 an PETRA III am DESY verwendet. Der Speicherring PETRA III wird im 100 mA-Top-Up-Modus betrieben und besitzt eine Umlaufenergie von 6 GeV. Die Synchrotronstrahlung der HEMS-Beamline wird durch einen 4 m langen In-Vacuum Undulator (IVU21) erzeugt. Im Gegensatz zu herkömmlichen Undulatoren liegt die magnetische Struktur von IVUs innerhalb der Vakuumkammer, anstatt eine flache Vakuumkammer zu haben, um die herum die Undulatormagnete bei Umgebungsdruck liegen. Diese Undulatoren ermöglichen kleinere Abstände und kürzere Periodenlängen auf Kosten der magnetischen Gesamtlänge, da flexible konische Abschnitte erforderlich sind [75]. Die Magnetstruktur des IVU21 verfügt über 185 vollständige Perioden mit einer Periodenlänge  $\lambda_U = 21,2 \text{ mm}$  [76].

Die Beamline verfügt über zwei verschiedene Kristalle, welche als Single Bounce Monochromator (SBM) dienen. Mit Hilfe dieser Monochromatoren kann Synchrotronstrahlung mit zwei verschiedenen Energien an der Beamline zur Verfügung gestellt werden. Mit dem Si(111) Monochromator kann eine Energie von 53,7 keV ( $0,23088 \text{ \AA}$ ) und mit dem Si(220) Monochromator eine Energie von 87,1 keV ( $0,14235 \text{ \AA}$ ) genutzt werden. Je nach benötigter Röntgenenergie kann der entsprechende Monochromator in den Strahl gefahren werden. Dieser Monochromator dient zudem als Strahlteiler für den Synchrotronstrahl. Der Hauptstrahl geht weiter zur Beamline P07A und eine dünne Spektrallinie wird am Monochromator in einem Ablenkwinkel von  $4,25^\circ$  für die Experimentierstation P07B der Beamline P07 abgelenkt. Eine schematische Skizze des Experimentaufbaus der Seitenstation ist in [Abbildung 7](#) dargestellt.



**Abbildung 7:** Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus an der Seitenstation der vom Hereon betriebenen Beamline P07 am DESY.

In der Experimentierhütte an P07B trifft der Synchrotronstrahl hinter dem Monochromator auf einen Shutter, welcher den Strahl von der Messhütte trennt. Dieser Shutter ermöglicht es, gefahrenfrei in der Messhütte an den zu messenden Proben oder dem experimentellen Aufbau zu arbeiten. Hinter dem Shutter befindet sich ein Blendsystem aus zwei Schlitzblenden. Diese Blenden dienen dazu, die Querschnittsfläche des Synchrotronstrahls in horizontaler und vertikaler Richtung auf der Probe einzustellen. Die Strahlgröße kann in beide Richtungen auf  $0\ \mu\text{m}$  bis  $1000\ \mu\text{m}$  mit einer Genauigkeit von  $1\ \mu\text{m}$  eingestellt werden. Zwischen Blende und Detektor befindet sich ein Proben Tisch, welcher über drei Schrittmotoren und einen Rotationstisch verfügt. Die Schrittmotoren dienen zur Positionierung der Probe relativ zum Synchrotronstrahl, und der Rotationstisch ermöglicht die Ausrichtung des Einfallswinkels der Strahlung auf die Probe.

Zur Aufnahme der Röntgendiffraktionsbilder stehen an der Experimentierstation P07B verschiedene 2D-Flächenzählerdetektoren zur Verfügung. In dieser Arbeit wurden ein *Pilatus3 X CdTe 2M* und ein *Perkin Elmer XRD 1621* Detektor verwendet. Der *Pilatus3 X CdTe 2M* besteht aus  $3 \times 8$  Detektormodulen und verfügt insgesamt über eine Matrix von  $1475 \times 1679$  (horizontal  $\times$  vertikal) Pixeln. Dabei entspricht ein Pixel einer Größe von  $172\ \mu\text{m} \times 172\ \mu\text{m}$ . Der maximale Energiebereich liegt bei  $100\ \text{keV}$  mit einer maximalen Bildrate von  $250\ \text{Hz}$ . Die Detektorfläche des *Perkin Elmer XRD 1621* hat eine Matrix von  $2048 \times 2048$  Pixeln. Die Größe eines einzelnen Pixels beträgt  $200\ \mu\text{m} \times 200\ \mu\text{m}$ . Der Detektor verfügt im genutzten Energiebereich von  $50\ \text{keV}$  bis  $100\ \text{keV}$  über eine hohe Nachweiswahrscheinlichkeit und kann mit einer maximalen Bildrate von  $15\ \text{Hz}$  detektieren. Die Detektoren sind auf einem Schlitten montiert, welcher relativ zur Probe um bis zu  $3\ \text{m}$  verfahren werden kann. Zudem werden die Detektoren durch einen Beamstop vor dem direkten Synchrotronstrahl geschützt.

Zur Justage der Proben verfügt die P07B zusätzlich über einen Laser und eine Diode. Der Justagelaser kann optional zwischen dem Shutter und der Blende positioniert werden und ist räumlich deckungsgleich zum Synchrotronstrahl. Er kann genutzt werden, um zu überprüfen, an welcher Stelle der Synchrotronstrahl auf die Probe treffen wird. Die Kalibration wird im folgenden Kapitel genau beschrieben.

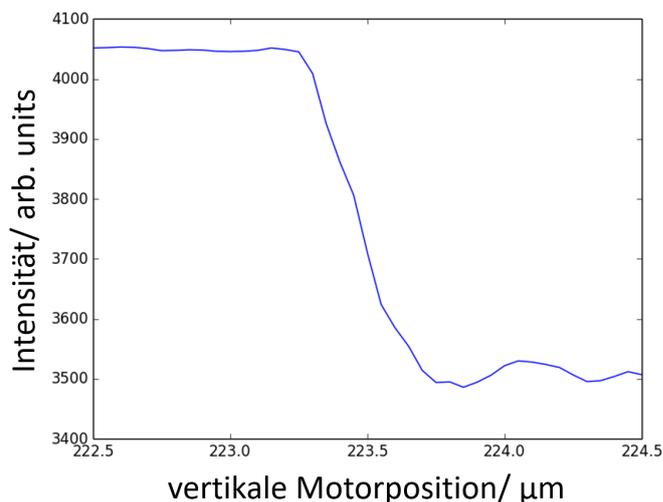
### 3.3 Bestimmung der Peakposition aus Flächenzählerbildern

#### 3.3.1 Aufnahme der Debye-Scherrer Ringe

Zur Durchführung von Versuchen an der Experimentierstation P07B muss zuerst der Detektor relativ zur Probe kalibriert werden. Zur Kalibration wird an Stelle einer Probe ein Lanthanhexaborid ( $\text{LaB}_6$ ) Pulver eingebracht [77]. Dieses wird mit Hilfe des Justagelasers im Strahl positioniert und anschließend ein Beugungsbild des Pulvers aufgenommen. Mit Hilfe dieses Bildes können verschiedene Parameter, wie Probe-Detektor Abstand, Verkippung des Detektors, Rotation des Detektors und weitere Parameter bestimmt werden. Dies wird im folgenden Kapitel ausführlich erklärt.

Um einen senkrechten Einfall des Synchrotronstrahls auf die Probe zu gewährleisten, kann ein Spiegel auf der Probenoberfläche befestigt werden. Mit Hilfe des Rotationstisches kann

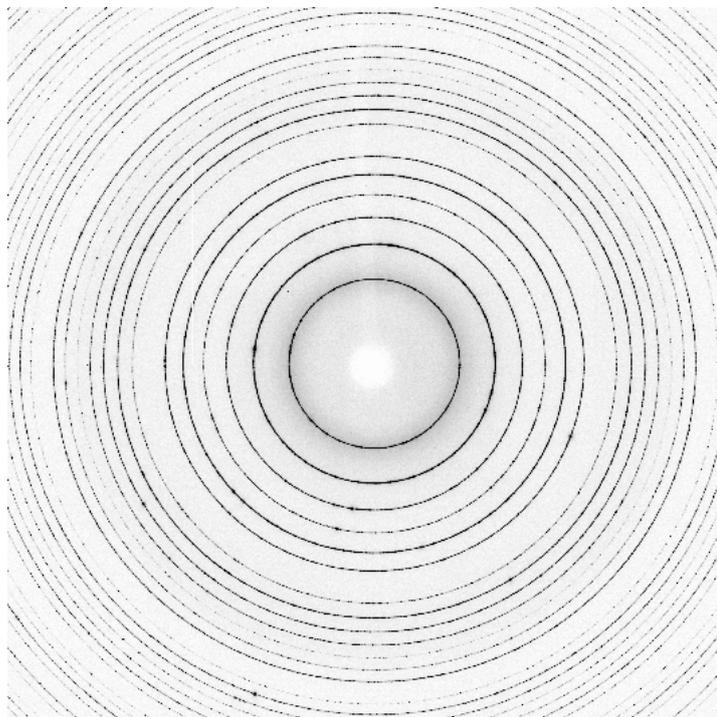
die Probe dann so ausgerichtet werden, dass der Strahl des Justagelasers wieder auf seine Quelle zurückfällt. Deshalb kann im Folgenden davon ausgegangen werden, dass der Synchrotronstrahl senkrecht auf die Probenoberfläche fällt. Nach demselben Prinzip kann auch der Detektor grob ausgerichtet werden.



**Abbildung 8:** Darstellung eines Diodenscans in vertikaler Richtung bei einer Strahlgröße von  $500 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$  und einer Schrittweite von  $0,05 \mu\text{m}$ . Die an der Diode gemessene Intensität wird gegen die Position des Schrittmotors, der die Probe verfährt, dargestellt.

Sobald die zu untersuchende Probe grob mit dem Justagelaser positioniert wurde, kann die Diode zur genauen Kalibration des Synchrotronstrahls relativ zur Probe genutzt werden. Diese Diode kann die Intensität der Synchrotronstrahlung messen. Wird die Probe mit Hilfe der Schrittmotoren in horizontaler Richtung in den Strahl gefahren, wird die an der Diode gemessene Intensität verringert, sobald die Probe in den Strahl fährt. Die gemessene Intensität wird in [Abbildung 8](#) dargestellt. Eine Sigmoid-Funktion kann an den Intensitätsverlauf gefittet werden. An der Wendestelle der Sigmoid-Funktion befindet sich die Motorposition, an welcher die Probenkante im Zentrum des Röntgenstrahls liegt. Dies wird analog für den Schrittmotor, mit welchem die Probe in vertikaler Richtung verfahren werden kann, durchgeführt, um die Motorposition zu bekommen, an welcher der Synchrotronstrahl die Probe trifft. Um die Genauigkeit der relativen Probenpositionen zu verbessern, wird ein asymmetrischer Strahlquerschnitt des Synchrotronstrahls verwendet. Bei einer horizontalen Messung wird ein Strahlquerschnitt von  $20 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$  verwendet. Dabei entspricht die Breite des Strahls in Messrichtung  $20 \mu\text{m}$ . Umgekehrt wird in vertikaler Richtung ein Strahlquerschnitt von  $500 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$  genutzt. Dies ermöglicht eine relative Kalibration zwischen Probe und Synchrotronstrahl auf wenige Mikrometer, wodurch später genau bestimmt werden kann, von welchem Volumenanteil der Probe Beugungsbilder aufgenommen werden.

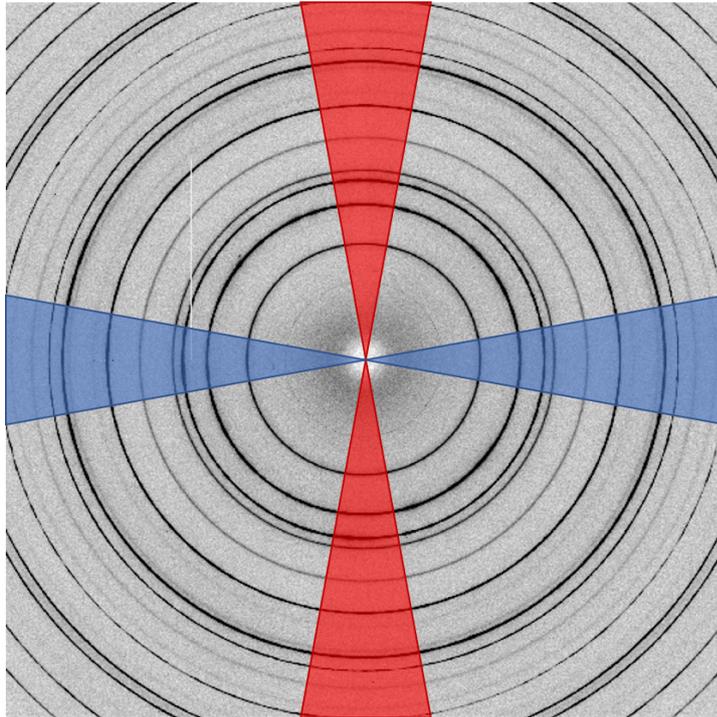
### 3.3.2 Datenreduktion von 2D auf 1D



**Abbildung 9:** Beugungsbild eines  $LaB_6$  Pulvers.

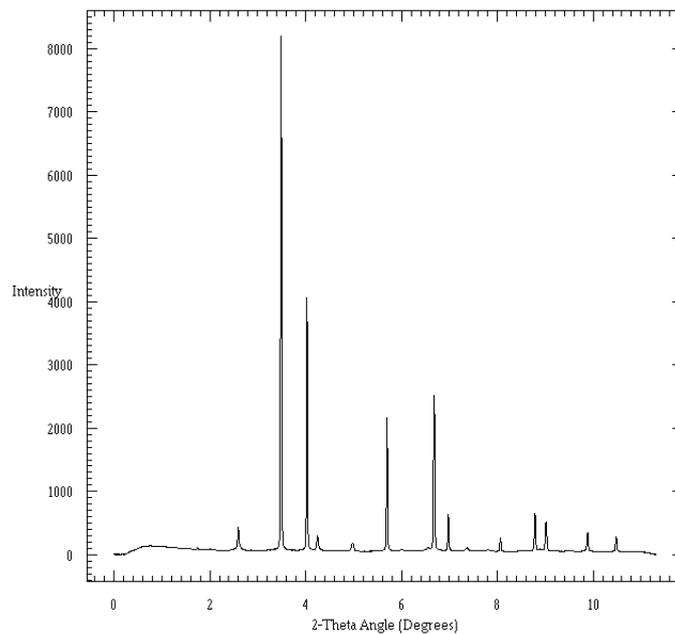
Die Streuung des Strahls am Kalibrationsmaterial  $LaB_6$  im Pulverdiffraktionsexperiment erzeugt in der Detektorebene mehrere konzentrische Debye-Scherrer Ringe. Solche Beugungsringe eines  $LaB_6$  sind in [Abbildung 9](#) zu sehen. Zur Durchführung der Kalibration kann ein solches Beugungsbild in ein Kalibrationsprogramm wie *FIT2D* [78] eingelesen werden. In diesem Programm müssen mehrere Punkte des innersten Beugungsringes markiert werden, damit die Software alle weiteren Beugungsringe automatisch erfassen kann. Die Software kann dann aus der Elliptizität der Beugungsringe die Verkipfung des Detektors und den Rotationswinkel der verkippten Detektorebene berechnen. Zudem verfügt das Programm über Kenntnisse von Gitterparametern und Symmetrie verschiedener Kalibrationsmaterialien. Werden der Software zusätzliche Informationen über die Wellenlänge der Synchrotronstrahlung ( $0,14235 \text{ \AA}$ ) und den ungefähren Abstand zwischen Probe und Detektor gegeben, kann diese mit den bekannten Materialdaten den genauen Proben-Detektor Abstand berechnen. Für folgende Experimente muss der Probe-Detektor-Abstand unverändert sein, die Probendicke in Transmissionsrichtung konstant sein, und auch die Wellenlänge sollte nicht geändert werden. Luftstreuung kann aufgrund der geringen, gemessenen Signalstärke im Vergleich zur Signalstärke der Debye-Scherrer Ringe in diesen Experimenten vernachlässigt werden.

Sind die Werte für den Rotationswinkel des Detektors, den Winkel der Verkipfung des Detektors und den Probe-Detektor-Abstand bekannt, können mit Hilfe dieser Werte, sowie der



**Abbildung 10:** Darstellung der Segmentwahl am Beispiel von AlSi10Mg. In Blau sind die horizontalen und in Rot die vertikalen Segmente der Integrationsbereiche dargestellt.

Wellenlänge der Strahlung und dem Strahlmittelpunkt, alle Beugungsbilder in die Software *FIT2D* eingelesen werden. Mit dieser kann der Beugungswinkel einzelner Reflexe bestimmt werden. Dafür werden Segmente des Beugungsbildes ausgewählt. Die Wahl der Segmente hängt davon ab, in welche Richtung die Eigenspannungen bestimmt werden sollen. In dieser Arbeit sind vor allem die Eigenspannungen in Baurichtung und longitudinaler Richtung von Interesse. Wie in [Abschnitt 2.2](#) gezeigt, muss daher die Dehnung in den entsprechenden Richtungen bestimmt werden. Um diese Dehnungen zu bekommen, müssen somit in horizontaler und vertikaler Richtung Segmente des Beugungsbildes verwendet werden, wie in [Abbildung 10](#) gezeigt. Hierbei ist die Wahl eines möglichst kleinen Segments von Vorteil, weil dadurch der Einfluss von Scherspannungen reduziert werden kann. Das Segment kann jedoch durch die Mindestanzahl der im Strahl liegenden beugenden Körner nur bedingt minimiert werden. Es hat sich gezeigt, dass Segmente mit einem Öffnungswinkel von  $20^\circ$  eine gute Lösung sind. Durch die Aufnahme vollständiger Debye-Scherrer Ringe ergibt sich der Vorteil, dass in den jeweiligen Richtungen immer zwei Segmente vorliegen, über die gemittelt werden kann. Nach der Integration der Reflexe gibt das Programm eine Intensitätsverteilung gegen den Beugungswinkel  $2\theta$  aus. Dies ist in [Abbildung 11](#) dargestellt.



**Abbildung 11:** Diffraktogramm erzeugt mittels Integration in *FIT2D*. Dargestellt ist die Intensitätsverteilung gegen den Beugungswinkel  $2\theta$ .

### 3.3.3 Bestimmung der Beugungswinkel

Abschließend wurde der  $\{311\}$ -Reflex des integrierten azimuthalen Winkels verwendet, um die Peakposition aus dem eindimensionalen Beugungsbild zu ermitteln. Der Aluminium  $\{311\}$ -Reflex wurde als die statistisch zuverlässigste Datenquelle ausgewählt, da dieser die höchste Multiplizität der experimentell beobachteten  $hkl$ -Ebenen aufweist [64]. Zur Bestimmung der Peakposition wurde dieser Reflex mit einer Pseudo-Voigt-Funktion (Linearkombination aus Gauß- und Lorenzprofil) gefittet. Hierbei wurde das Programm *AFIT* verwendet, da dieses mehrere Werte des Fits wie Peakposition, Halbwertbreite, Integral uvm. ausgibt, wie in [Abbildung 12](#) dargestellt. Zudem kann das Programm viele Dateien in einer Sequenz schnell abarbeiten. Wichtig für diese Arbeit sind vor allem die Peakposition, die Halbwertbreite und die dazugehörigen Fehler. Mit diesen Werten können, wie in [Abschnitt 2.2](#) gezeigt, die Eigenspannungen berechnet sowie Eindringtiefe von Gasen und Einflüsse von Wärme auf das Material, wie in den Ergebniskapiteln gezeigt wird, bestimmt werden.

Neben dem hier vorgestellten Verfahren zur Bestimmung der Peakposition und der anschließenden Berechnung der Eigenspannungen gibt es viele weitere Techniken. Ein Vergleich mit einem anderen Verfahren wird in der Fehlerbetrachtung in [Kapitel 6](#) vorgestellt. Die Ergebnisse der verschiedenen Techniken sind für die hier verwendeten Proben identisch.

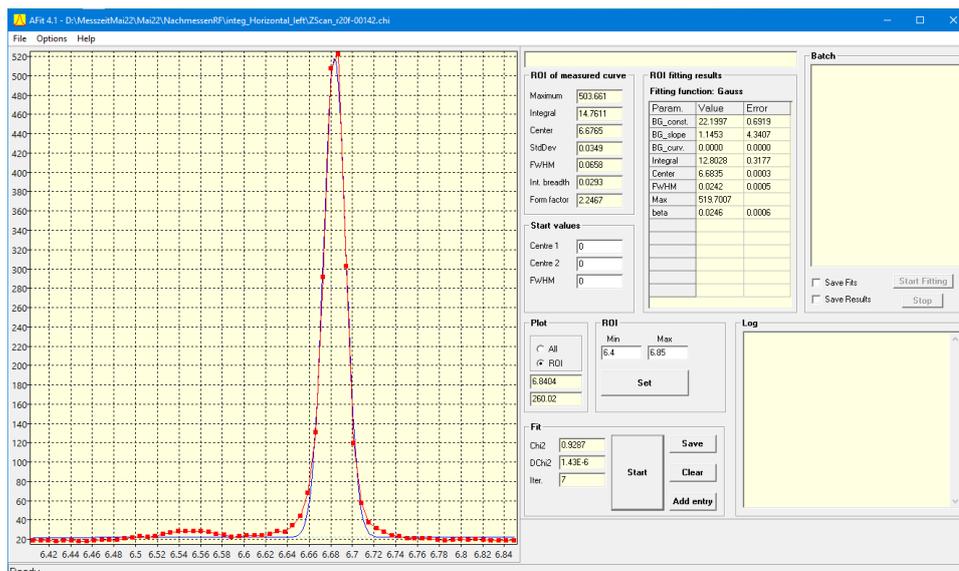


Abbildung 12: Dargestellt ist das Programm AFIT zum Fitten der Beugungswinkel.

### 3.4 Mikrostrukturanalyse

Zur Bestimmung der Mikrostruktur wurden Untersuchungen in der materialwissenschaftlichen Abteilung des Erich Schmid Instituts der Universität Leoben in Österreich durchgeführt. Um Aufnahmen der Mikrostruktur zu machen, muss die Probe zunächst einige Präparationsschritte durchlaufen.

Zu Beginn wird der interessante Bereich des Materials ausgeschnitten. Dieser wird danach von einem Einbettmittel umgossen. Hierfür wurde die Probe in eine Form gelegt und mit dem Heißeinbettmittel *Struers Polyfast* eingebettet. Dieses erreicht eine Temperatur von 180 °C. Anschließend muss die Probe in eine Presse (*Stuers ProntoPress-10*) und dort bei einem Druck von 15 kN für 3 Minuten aushärten.

Nach dem Aushärten des Einbettmittels werden verschiedene Schleif- und Polierschritte durchgeführt, bis die gewünschte Ebene im Material und eine möglichst geringe Oberflächenrauigkeit erreicht sind. Hierfür wurde das Gerät *TegraPol-11* verwendet, welches über ein gewähltes Programm diese Schritte automatisch ausführt. Folgende Schritte wurden absolviert:

1. Es wurde ein Schliff mit 320 P Schleifpapier durchgeführt, bis die Probe eben war.
2. Anschließend wurde 4 min lang mit einer *MD-Largo* Feinschleifscheibe von *Struers* und einer 9  $\mu\text{m}$  *DiaDuo-2* Suspension bei einer Anpresskraft von 15 N geschliffen.
3. Daraufhin wurde 1 min lang mit einer *MD-NAP* Scheibe von *Struers* und einer 1  $\mu\text{m}$  *DiaDuo-2* Suspension bei einer Anpresskraft von 10 N geschliffen.
4. Als vorletzter Schritt wurde 2 min lang mit einem *MD-Chem* Poliertuch von *Struers* und einer 0,04  $\mu\text{m}$  *OP-U NonDry* Suspension bei einer Anpresskraft von 10 N poliert.

5. Im letzten Schritt wurde die Probe auf ein *Buehler-VibroMetz* mit einer *NAP*-Scheibe und einer  $0,04\ \mu\text{m}$  *OP-U* Suspension aufgebracht.

Abschließend kann die präparierte Probe unter einem Lichtmikroskop und im Rasterelektronenmikroskop untersucht werden. Das Lichtmikroskop kann zudem mit einem Polarisationsfilter ausgestattet werden, um gegebenenfalls einige Effekte besser hervorzuheben. Das Mikroskop ist außerdem mit einem Computer verbunden, welcher das Justieren des Mikroskops und das anschließende Speichern der Bilder ermöglicht. Mit dem Rasterelektronenmikroskop wurden Sekundärelektronenmessungen (SE) und Rückstreuelektronenmessungen (BSE) durchgeführt.

## 4

### Untersuchte Werkstoffe

In dieser Arbeit kommen verschiedene Materialien und Typen von Proben zum Einsatz. Zum einen werden additiv gefertigte Proben aus einer Aluminiumlegierung und Stahl untersucht, zum anderen werden kleine Aluminiumstreifen verwendet, welche als Grundmaterial zur Untersuchung des LPBF-Verfahrens genutzt werden.

Die meisten in dieser Arbeit verwendeten additiv gefertigten Proben wurden in enger Zusammenarbeit mit der Firma *Resch GmbH* (Glojach, Österreich) hergestellt. Die Firma *Resch GmbH* verfügt über einen *EOS M290* Drucker, der für die Herstellung der Proben verwendet wurde. Der Drucker ist mit einem  $P = 400\text{ W}$  Ytterbium-Faserlaser ausgestattet, welcher eine Scangeschwindigkeit von  $v = 7,0\text{ m/s}$  erreichen kann. Der Fokussdurchmesser und somit die kleinste mögliche Struktur, die gedruckt werden kann, liegt bei  $100\text{ }\mu\text{m}$ . Das maximale Bauvolumen beträgt  $250\text{ mm} \times 250\text{ mm} \times 325\text{ mm}$ . [79]

#### 4.1 Aluminiumlegierungen

Neben Titanlegierungen, Nickellegierungen und Stahl ist Aluminium ein Standardmaterial für die Additive Fertigung und bereits weit verbreitet in Standardanwendungen [80]. In dieser Arbeit werden neben Proben, die aus AlSi10Mg Pulver hergestellt wurden, auch die Aluminiumlegierungen AA7050 und AA2198 als Grundmaterial zur *in situ* Untersuchung des LPBF-Verfahrens verwendet.

##### 4.1.1 Additiv gefertigte Proben aus AlSi10Mg Pulver

Für additiv gefertigte Al-Si-Mg-Legierungen besteht derzeit eine große Nachfrage für zahlreiche Anwendungen, z. B. im Rennsport, in der Automobilindustrie, in der Luft- und Raumfahrt und für Wärmetauscherprodukte, da diese Legierung hohe mechanische Eigenschaften wie Härte und Festigkeit bei geringem Gewicht aufweisen [6][7]. Zur Fertigung von Aluminiumwerkstücken mittels LPBF gibt es derzeit vier Standardpulver, welche zum Einsatz kommen. Neben AlSi12Mg [81], AlSi7Mg0.6 [82] und AlSi9Cu3 [83] gibt es AlSi10Mg [84]. In dieser Arbeit wurde das AlSi10Mg Pulver zur Herstellung der Proben verwendet. Das Elastizitätsmodul, der aus diesem Pulver gedruckten Legierung, liegt bei  $75\text{ GPa}$  und die Querkontraktionszahl bei  $0,33$  [85]. Die genaue Zusammensetzung des Pulvers ist in [Tabelle 1](#) aufgelistet. Das für den Druck verwendete Pulver hat eine Partikelgröße zwischen  $15\text{ }\mu\text{m}$

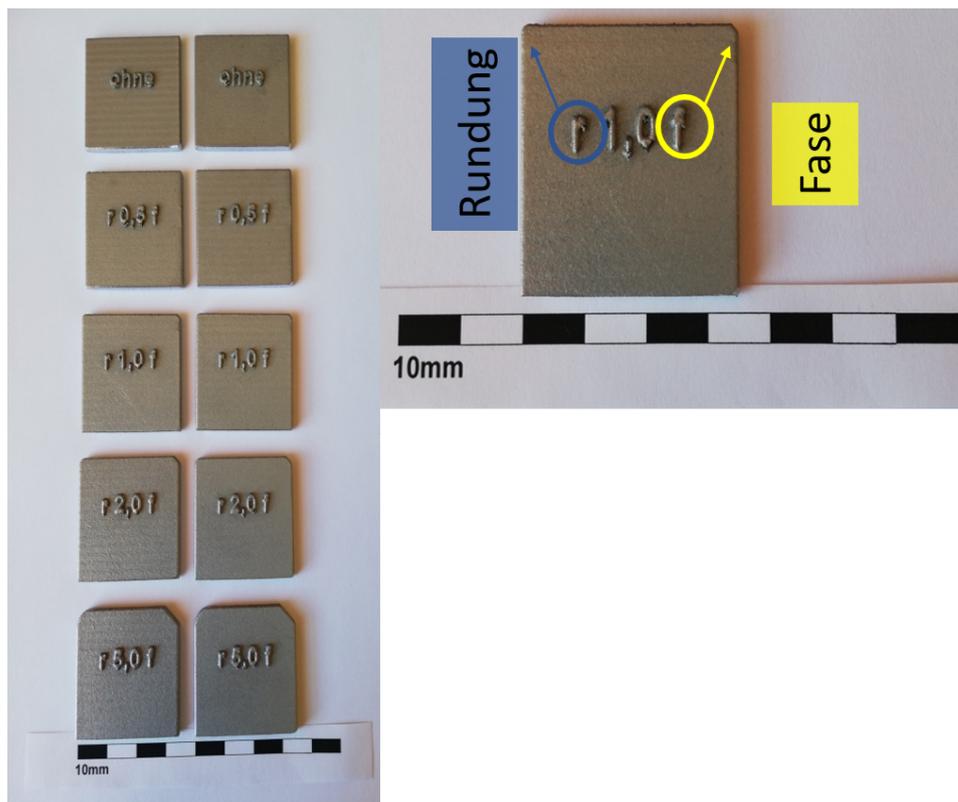
und 45  $\mu\text{m}$ . Diese Partikelgröße wird durch ein Siebverfahren, bei dem unterschiedlich feine Siebe zum Einsatz kommen, sichergestellt.

**Tabelle 1:** Nominelle chemische Zusammensetzung in Gewichtsprozenten von AlSi10Mg Pulver.

Element	Al	Si	Fe	Mg	Cu	Mn	Zn	Ti	Pb	Sn
Masse in %	Rest	9,00 - 11,00	< 0,55	0,20 - 0,45	< 0,05	< 0,05	< 0,10	< 0,15	< 0,05	< 0,05

Unabhängig von den Geometrien wurden die Aluminiumproben mit identischen Parametern hergestellt. Hierfür wurden die EOS/Resch Standardparameter verwendet. Die Probe wurde mit einer Laserleistung von  $P = 370\text{ W}$ , einer Scangeschwindigkeit von  $v = 1300\text{ mm/s}$ , einer Schichtdicke von  $s = 40\ \mu\text{m}$ , einem Hatch Abstand von  $h = 0,19$  und einem Hatch Winkel von  $67^\circ$  hergestellt. Für die Konturen wurde eine Pre-Kontur gewählt, mit einer Scangeschwindigkeit des Lasers von  $v = 230\text{ mm/s}$ . Um eine Wärmekonzentration an den Ecken zu vermeiden, wurden in diesen Bereichen ebenfalls die Parameter auf  $P = 160\text{ W}$  und  $v = 900\text{ mm/s}$  angepasst. Für die abschließende Schicht kann ein *Upskin*-, *Downskin*- oder Konturparametersatz verwendet werden. Welche dieser Parametersätze zum Einsatz kommt, hängen davon ab, wo sich diese äußere Schicht befindet. Ist die Normale dieser Schicht in Baurichtung ausgerichtet, wird der *Upskin*-Parametersatz verwendet. Ist die Normale dieser Schicht entgegen der Baurichtung ausgerichtet, wird der *Downskin*-Parametersatz verwendet [86]. In diesem Fall wurde zwar eine alternierende Variante des *Upskin*- *Downskin*-Parametersatzes eingesetzt, jedoch sind die Parametersätze in diesem Fall identisch. Für die letzte Schicht wurden  $h = 0,12$ ,  $v = 775\text{ mm/s}$  und  $P = 370\text{ W}$  gewählt. Alle Proben eines Druckvorgangs wurden auf einer Substratplatte von  $250\text{ mm} \times 250\text{ mm}$  gefertigt und anschließend von dieser getrennt.

Für diese Arbeit wurden Proben mit unterschiedlicher Geometrie hergestellt. Es wurden einfache Wände mit  $35\text{ mm} \times 35\text{ mm} \times 3\text{ mm}$  genutzt. Zudem wurden einige Wände mit unterschiedlichen Fasen und Rundungen hergestellt, wie in [Abbildung 13](#) gezeigt. Die Radien der Rundung und die Länge der Fase entsprechen den aufgedruckten Probenbeschriftungen in mm. Neben den einfachen Wänden wurden auch komplexere Geometrien untersucht. Hierfür wurden symmetrische und asymmetrische Winkel und T-Stücke hergestellt. Die symmetrischen Bauteile besitzen Flächen von  $35\text{ mm} \times 35\text{ mm}$ , während bei den asymmetrischen Bauteilen eine Seite durch eine Fläche von  $17,5\text{ mm} \times 35\text{ mm}$  ersetzt wurde. Dies ist in [Abbildung 14](#) dargestellt. Abschließend wurden die Geometrien noch komplexer und es wurden runde und eckige Rohre, sowie eine Wabenstruktur untersucht. Diese hatten jeweils eine Höhe von  $35\text{ mm}$  und einen Durchmesser von  $35\text{ mm}$ . Alle Bauteile haben eine Stärke von  $3\text{ mm}$  und wurden auf eine Grundplatte gedruckt, von welcher sie nach dem Drucken gelöst wurden. Die komplexeren Strukturen sind in [Abbildung 15](#) dargestellt.

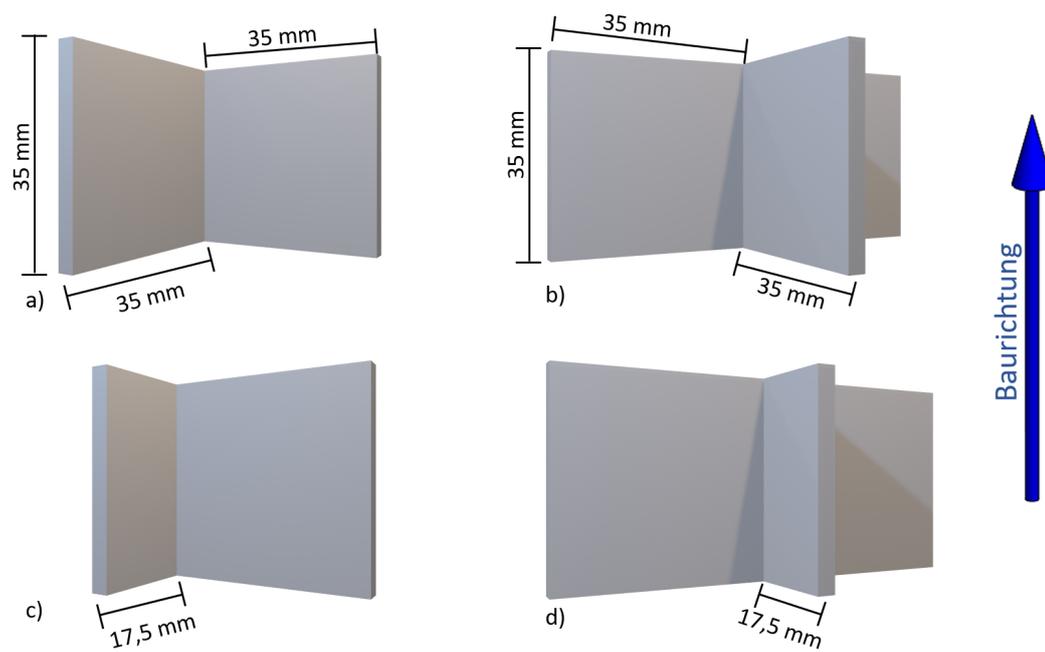


**Abbildung 13:** Fotografie der einfachen Wände aus AlSi10Mg. Die aufgedruckte Bezifferung gibt den Radius der Rundung und die Länge der Fase in mm an. Zudem wurde ein "r" für Rundung und ein "f" für Fase auf der jeweiligen Seite der Geometrie aufgedruckt.

#### 4.1.2 Die Legierungen AA7050 und AA2198

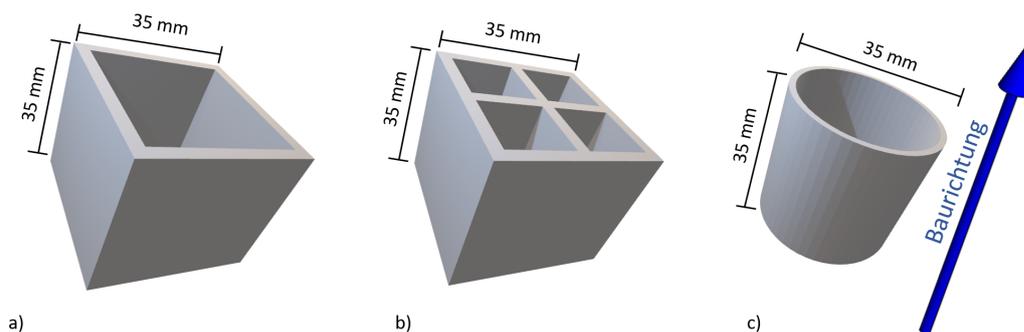
Die Al-Legierungen AA7050 und AA2198 sind von hohem Interesse für die Luftfahrt [8] [9]. Die Legierung AA7050 weist einen guten Kompromiss zwischen Festigkeit und Schadenstoleranz auf [87], wodurch sich diese Legierung hervorragend für die Verkleidung von Tragflächen eignet.[88]. Die Legierung AA2198 hingegen eignet sich aufgrund ihrer mechanischen Eigenschaften bei tiefen Temperaturen, geringem Gewicht und Elastizität hervorragend für das Skelett eines Flugzeugs und soll dieses leichter und stabiler machen. Dadurch kann der Treibstoffverbrauch reduziert werden [8]. Die wichtigsten Bestandteile der Aluminiumlegierung AA7050 sind 6,33 % Zink, 2,46 % Magnesium, 2,2 % Kupfer, 0,11 % Zirkonium, 0,1 % Eisen und 0,08 % Silizium [87]. Bei der Legierung AA2198 sind die wichtigsten Bestandteile 3,1 % Kupfer, 1 % Lithium und 0,3 % Magnesium [89].

Wie in [Unterabschnitt 4.1.1](#) gezeigt, sollen additiv gefertigte Werkstücke auch in der Luftfahrt Anwendung finden. Aus diesem Grund ist es von großem Interesse, ob bestehende Werkstücke aus AA7050 und AA2198 als Basismaterial für das LPBF-Verfahren verwendet werden können. Daher wurden diese beiden Materialien gewählt, um LPBF-Untersuchungen an ihnen durchzuführen, wie in [Kapitel 5](#) gezeigt.



**Abbildung 14:** Darstellung der L- und T-Stücke. a) und b) zeigen die symmetrischen Bauteile, während c) und d) Werkstücke mit jeweils einer um 50% verkürzten Seite abbilden.

Hierfür wurden aus AA7050 und AA2198 Blechen Proben herausgeschnitten und anschließend gefräst, um möglichst glatte Oberflächen zu erhalten. Für das Radiographie-Experiment ([Abschnitt 3.1](#)) mussten die Proben eine Abmessung von  $50,0 \text{ mm} \times 2,9 \text{ mm} \times 1,0 \text{ mm}$  besitzen. [73]



**Abbildung 15:** Darstellung der komplexeren Strukturen. a) zeigt ein eckiges Rohr, b) eine Wabenstruktur und c) ein rundes Rohr.

## 4.2 Austenitischer und ferritischer Stahl

Stahl ist ein extrem weit verbreitetes Material und kann in verschiedenen Phasen vorliegen: Als Ferrit, was einer kubisch raumzentrierten Gitterstruktur (bcc) entspricht, oder als Austenit mit einer kubisch flächenzentrierten Gitterstruktur (fcc). Weiter kann es als Martensit vorliegen, welches durch Abschrecken der Austenitform mit einer so hohen Geschwindigkeit gebildet wird, dass die Kohlenstoffatome nicht in ausreichend großen Mengen aus der Kristallstruktur diffundieren können. Martensit liegt dadurch in der Regel in einer hexagonal dichtesten Packung (hdP) mit kubisch flächenzentrierten Anteilen (fcc) aufgrund des Restaustenits vor. Hinzu kommen noch verschieden harte und spröde Mischgefüge, die sich jedoch von der ferritischen und austenitischen Form stark unterscheiden, wie Zementit oder Perlit. [90]

### 4.2.1 316L Stahl

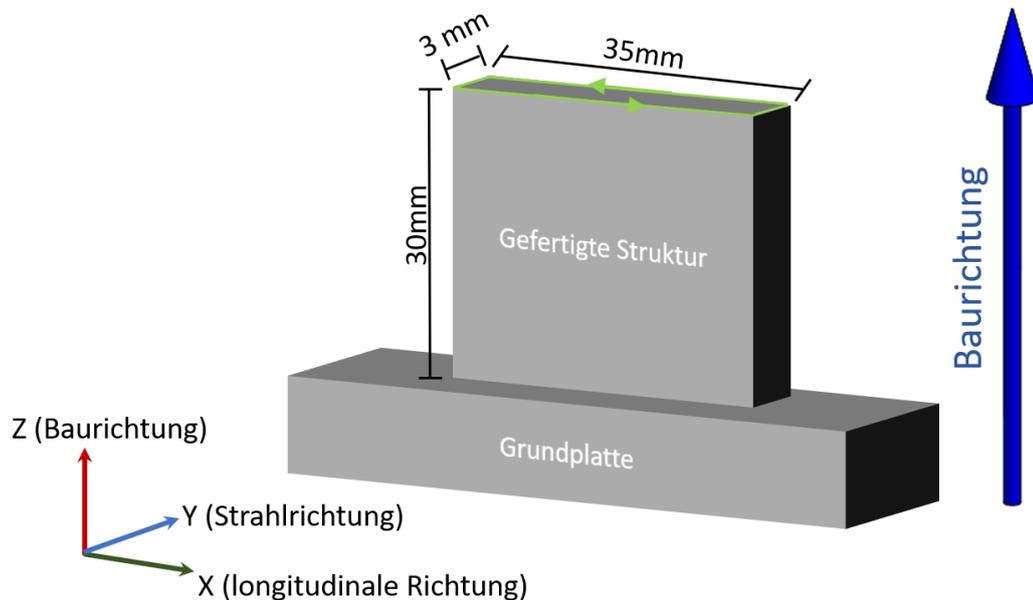
Der rostfreie Stahl 316L zählt zu den austenitischen Stählen und ist ebenfalls ein Standardmaterial in der Additiven Fertigung [91]. Dieser Stahl wird vorwiegend in Industriezweigen verwendet, bei welchen die hervorragenden, rostfreien Eigenschaften dieses Stahls zum Tragen kommen, wie bei Bauwerken in küstennahen Regionen, für Pipelines in der Wasserindustrie [92], in der Schifffahrt [10], für Bioimplantate [93] und vieles mehr. Das Elastizitätsmodul dieser Legierung liegt bei 200 GPa und die Querkontraktionszahl bei 0,30 [94]. Die Zusammensetzung des für die Herstellung verwendeten Pulvers ist in [Tabelle 2](#) gezeigt.

Aus diesem Stahl wurden einfache Wände, wie in [Abbildung 16](#) zu sehen, gedruckt. Dabei wurden die EOS/Resch Standardparameter für 316L Stahl verwendet. Die Probe wurde mit einer Laserleistung von  $P = 285 \text{ W}$ , einer Scangeschwindigkeit von  $v = 960 \text{ mm/s}$ , einer Schichtdicke von  $s = 40 \mu\text{m}$ , einem Hatch Abstand von  $h = 0,11$  und einem Hatch Winkel von  $67^\circ$  hergestellt. Für diese Proben wurden unterschiedliche Parameter für die Konturen gewählt. Es wurden Proben ohne Konturen, mit Pre-Kontur und Post-Kontur gedruckt. Bei den Proben mit einer Kontur, wurde eine Scangeschwindigkeit des Lasers von

$v = 390 \mu\text{m}$ , bei einer Leistung von  $P = 138 \text{ W}$  gewählt. Um eine Wärmekonzentration an den Ecken zu vermeiden, wurden in diesen Bereichen ebenfalls die Parameter auf  $P = 100 \text{ W}$  und  $v = 900 \text{ mm/s}$  angepasst. Für die abschließende Schicht kann ein *Upskin*-, *Downskin*- oder Konturparametersatz verwendet werden. In diesem Fall wurde zwar eine alternierende Variante des *Upskin*- *Downskin*-Parametersatzes verwendet, jedoch sind diese in jenem Fall identisch. Für die letzte Schicht wurden  $h = 0,09$ ,  $v = 600 \text{ mm/s}$  und  $P = 153 \text{ W}$  gewählt. Alle Proben eines Druckvorgangs wurden auf einer Substratplatte von  $250 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$  gefertigt und anschließend von dieser getrennt.

**Tabelle 2:** Nominelle chemische Zusammensetzung in Gewichtsprozenten von 316L Pulver. (Referenz ist die chemische Analyse)

Element	C	Cr	Cu	Fe	Mn	Mo	N	Ni	O	P	S	Si
Masse in %	0,016	17,8	0,03	Rest	0,98	2,33	0,10	12,7	0,02	0,009	0,004	0,69



**Abbildung 16:** Schematische Darstellung einer 316L Stahlwand mit einer angedeuteten Grundplatte. Die grüne Linie skizziert den Laufweg einer Konturlinie für eine einzelne Schicht.

#### 4.2.2 E185 AMPO Stahl

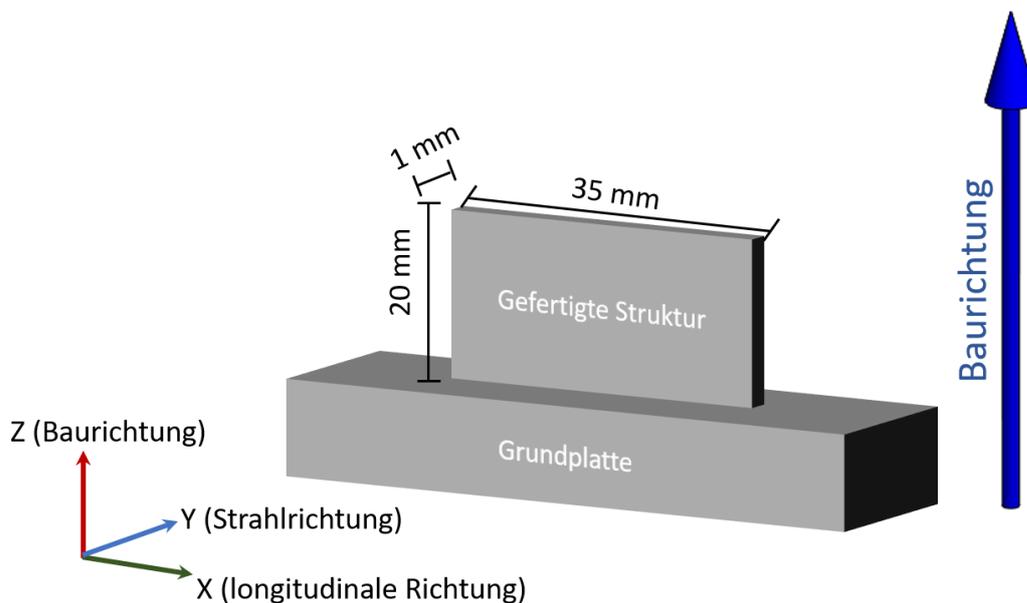
Der Stahl E185 AMPO ist ein sehr neuartiger Stahl und ist ebenfalls für die Additive Fertigung geeignet. Diesen Stahl entwickelt die Firma *Böhler* (Kapfenberg, Österreich). Böhler stellt eigene Pulver für die Additive Fertigung, welche mit der Bezeichnung AMPO (Addi-

tive Manufacturing Powder) im Produktnamen gekennzeichnet werden, her. Zur Zeit der Anfertigung dieser Arbeit befindet sich dieses Pulver und die zugehörigen Druckparameter in der Patentanmeldung. Daher können noch nicht alle Details gezeigt werden. Die Zusammensetzung ist in [Tabelle 3](#) dargestellt.

**Tabelle 3:** Nominelle chemische Zusammensetzung in Gewichtsprozenten von E185 AMPO Stahl.

Element	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V
Masse in %	0,19	0,22	0,30	0,95	1,25	0,20	0,15

Aus diesem Stahl wurden wie beim 316L Stahl und bei den AlSi10Mg Proben einfache Wände auf einer Grundplatte hergestellt, von welcher die Proben nach Fertigstellung getrennt wurden. Die Probenmaße entsprechen bei diesen Proben 35 mm × 20 mm × 1 mm, wie in [Abbildung 17](#) gezeigt.



**Abbildung 17:** Schematische Darstellung einer E185 Stahlwand mit angelegter Grundplatte.

Bei den Proben wurde mit einer Laserleistung von  $P = 300 \text{ W}$ , einer Scangeschwindigkeit von  $v = 740 \text{ mm/s}$ , einer Schichtdicke von  $s = 40 \mu\text{m}$ , einem Hatch Abstand von  $h = 0,125$  und einem Hatch Winkel von  $67^\circ$  gearbeitet. Die Parameter für die Konturen dürfen noch nicht gezeigt werden. Wie später in [Unterabschnitt 7.2.1](#) gezeigt, haben die Konturen bei Stahl keinen messbaren Einfluss auf die mechanischen Kräfte. Aus diesem Grund sind die Druckparameter der Konturen bei den folgenden Messungen für die E185 Proben von keinem großen Interesse.



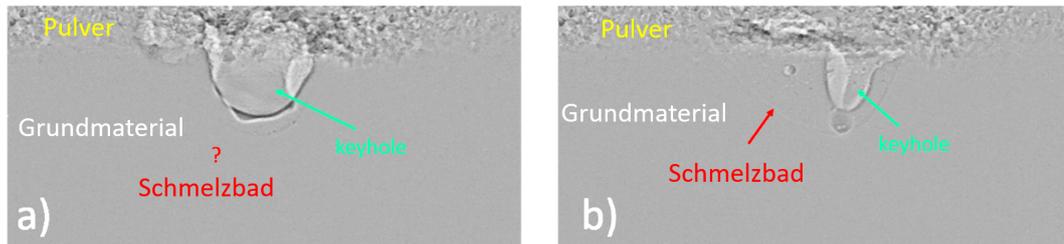
## 5

# Radiographische Untersuchung des Schmelzbades beim LPBF-Verfahren

## 5.1 Motivation und Stand der Wissenschaft

Wie in [Abschnitt 2.1](#) beschrieben, werden beim LPBF-Verfahren das Pulver und das darunter liegende Material geschmolzen. Dadurch werden die neue Schicht und das bereits vorhandene Material miteinander verbunden [95]. Obwohl die Additive Fertigung in den letzten Jahren enorme Fortschritte gemacht hat, gibt es immer noch Fehler, die in den durch LPBF hergestellten Mikrostrukturen auftreten können und die es zu verbessern gilt. In additiv gefertigten Objekten sind häufig Poren [11] [12], Risse [13], Eigenspannungen [14] und Oberflächenrauigkeit vorhanden, die z. B. zu Ermüdungsproblemen führen können [15]. Bis heute wurde eine Vielzahl von experimentellen Untersuchungen der LPBF-Technik mit Röntgenbeugung, Streuung und bildgebenden Verfahren durchgeführt. Die meisten davon sind jedoch *ex situ* Experimente. Um die Details des AM-Prozesses vollständig zu verstehen, ist es notwendig, *in situ* Experimente durchzuführen, die eine Untersuchung des Materials und seiner Veränderungen während der eigentlichen Herstellung ermöglichen. Einige Beispiele für solche Experimente sind in der Literatur zu finden [21] [29] [28]. An der *Advanced Photon Source* (APS) hat die Gruppe von Tao Sun [71] eine *in situ* Experimentierplattform an der Beamline 32-ID-B entwickelt, die hochauflösende Synchrotron-Röntgenaufnahmen mit einer extrem hohen Zeitauflösung ermöglicht. Mit diesem speziellen Versuchsaufbau ist es möglich, die Entstehung und Entwicklung des Schmelzbades beim laserbasierten AM zu beobachten. Dies ist besonders interessant, da das Schmelzbad die Verbindung zwischen dem Energieeintrag des Lasers und der endgültigen Mikrostruktur herstellt. Um den Herstellungsprozess und die Eigenschaften der endgültigen 3D-Struktur zu verstehen, ist eine quantitative Messung der Schmelzbaddynamik in Abhängigkeit von der Zeit erforderlich.

Bei Aluminiumlegierungen besteht in einem Röntgenabsorptionsbild nur ein schwacher Kontrast zwischen der Schmelze und der festen Phase während des AM-Prozesses, so dass es äußerst schwierig ist, diese zu unterscheiden [71]. Während die Schmelzbadgrenze oft mit bloßem Auge erkannt werden kann, ist die Unterscheidung mit computergestützten Merkmalsuchalgorithmen sehr schwierig. In früheren Arbeiten wurden häufig Quotientenmethoden verwendet, um das Schmelzbad sichtbar zu machen [96][97]. Bei diesen Methoden wird ein Bild durch das vorhergehende oder das folgende Bild in einer Folge von Röntgenaufnahmen geteilt. Dies funktioniert gut für einige Einzelbilder einer Sequenz, wie in [Abbildung 18 b](#)) gezeigt. Allerdings kann diese Methode bei vielen Bildern der Serie nicht ausreichen, wie in [Abbildung 18 a](#)) dargestellt wird. Um das Verhalten des Schmelzbades im Laufe der Zeit beobachten zu können, muss das Schmelzbad für Sequenzen mit 1000 oder



**Abbildung 18:** Radiographien auf welche die Quotientenmethode angewendet wurde. Bild a) zeigt ein Beispiel bei welchem der Umriss des Schmelzbad kaum, beziehungsweise nur zum Teil zu erkennen ist. Abbildung b) zeigt ein Beispiel, bei welchem eine Schmelzbadgrenze deutlicher zu erkennen ist.[73]

mehr Bildern zuverlässig erkannt werden. Dies ist extrem mühsam und zeitaufwendig, wenn es nicht sogar unmöglich erscheint, sollte es manuell durchgeführt werden.

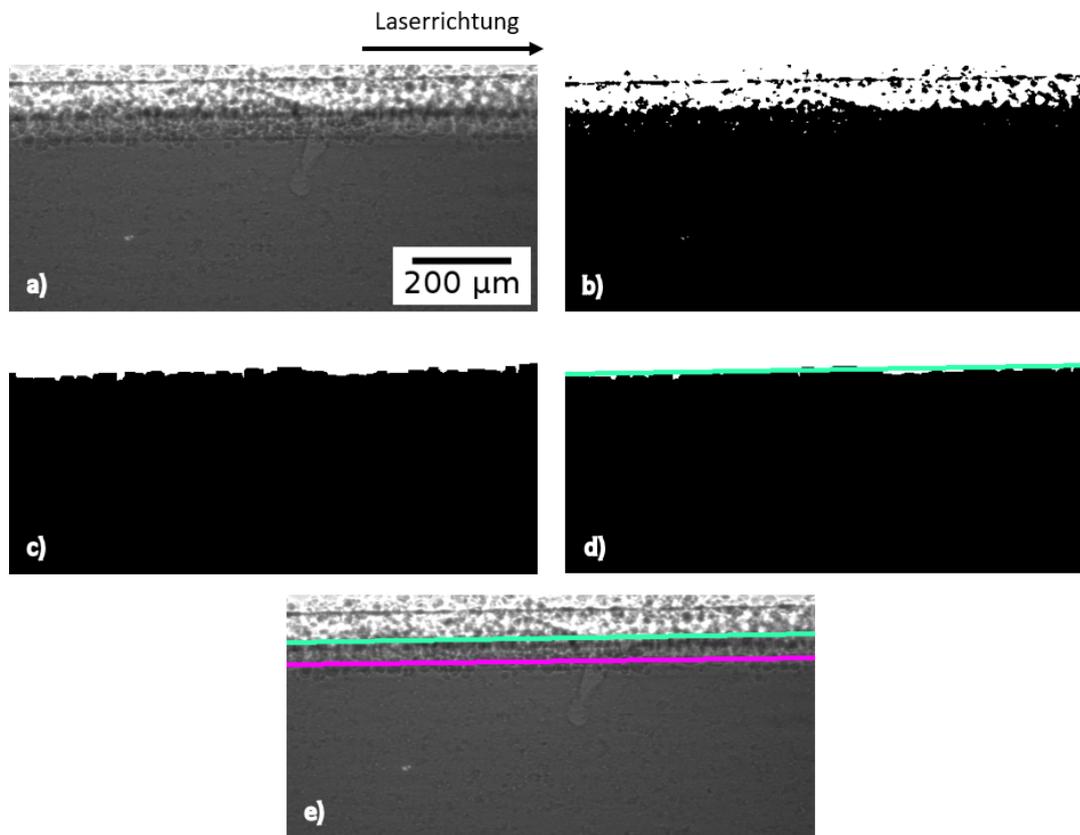
Um dieses Hindernis zu überwinden, wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit ein Algorithmus entwickelt, der die Erkennung der Schmelzbadgrenze ermöglicht und eine ausreichende Zuverlässigkeit für die automatische Analyse großer Bildserien bietet. Der neue Algorithmus beinhaltet eine Abfolge von verschiedenen Operationen, die über die Quotientenalgorithmien hinausgehen. Er umfasst weiterhin Quotienten- und Intensitätsdifferenzberechnungen, wird aber durch eine numerische Formanpassung ergänzt, die zusätzliche Informationen über die zu erwartende Form liefert. Während das menschliche Gehirn in der Lage ist, Schmelzbäder auch bei schwachem Kontrast zu erkennen, sobald wir eine Bildsequenz als Video betrachten, benötigen numerische Algorithmen zusätzliche Informationen über mögliche Veränderungen der Schmelzbadform, um eine ähnliche Effizienz zu erreichen. Die Umsetzung des Algorithmus in Python wurde von Johann Flemming Gloy im Rahmen einer hilfswissenschaftlichen Stelle durchgeführt. Im Folgenden wird der Algorithmus im Detail erläutert und die erfolgreiche Anwendung auf eine Al-Legierung demonstriert.[73]

## 5.2 Automatische Detektion des Schmelzbad

Der in diesem Abschnitt vorgestellte Algorithmus ist bereits mit dem Titel *Automatic melt pool recognition in X-ray radiography images from laser-molten Al alloy* im Journal *Journal of Materials Research and Technology* publiziert [73].

Die mit dem Versuchsaufbau aus [Abschnitt 3.1](#) erstellten Röntgenbilder zeigen eine zweidimensionale Projektion des dreidimensionalen Prozesses des SLM/LPBF-Verfahrens. Bei diesen Experimenten entstehen Bildraten mit bis zu 100 kHz. Die Herausforderung besteht darin, die Projektion des Schmelzbad automatisch in den Radiographien zu finden. Dies ermöglicht, das zeitabhängige Verhalten des Schmelzbad zu ermitteln. Der für diese Arbeit entwickelte Algorithmus ist in zwei Teile gegliedert. Der erste Teil dient dazu, die obere Grenze des Schmelzbad zu identifizieren, welche die Form einer geraden Linie hat (Schritt 1 und 2). Der zweite Teil des Algorithmus ist deutlich komplizierter und besteht darin, die

untere Grenze des Schmelzbades zu identifizieren. Diese hat eine deutlich komplexere Form, kann jedoch als konkav angenommen werden (Schritt 3 bis 8). Die Grenzen sind in [Abbildung 21](#) eingezeichnet.



**Abbildung 19:** Darstellung der einzelnen Schritte zum Detektieren der oberen Grenze. a) zeigt ein Rohbild, während bei b) bereits die Schwellenwertoperation durchgeführt wurde. c) zeigt das Ergebnis der morphologischen Öffnungs- und Schließungsfunktion. In d) ist der lineare Fit an der Oberfläche durchgeführt worden und ist durch eine grüne Linie dargestellt. Die rosa Linie in Abbildung e) zeigt das Ergebnis der vertikalen Korrektur auf der Obergrenze.[73]

**Schritt 1 (Obere Grenze):** Für die Abgrenzung der oberen Grenze wird die Otsu-Methode [98] [99] verwendet. Hierbei wird ein Schwellenwert auf jedes analysierte Bild der Sequenz, wie in [Abbildung 19](#) a), angewendet. Die Probe verfügt über eine deutlich höhere Dichte und somit auch über eine höhere Absorption als der Glaskohlenstoff, das Pulver auf der Probenoberfläche und die Luft. Wird nun der Schwellenwert korrekt gewählt, wird das Probenmaterial schwarz und das Pulver weiß dargestellt, wie in [Abbildung 19](#) b) zu sehen ist. Durch Artefakte der Aufnahmen und Defekte im Material kann es in den jeweiligen Bereichen zu Fehlern kommen, sodass es kleine schwarze Flecken im weißen Bereich gibt, sowie umgekehrt weiße Flecken im schwarzen Bereich, wie in [Abbildung 19](#) b) dargestellt ist. Diese

Artefakte werden dann durch morphologische Öffnungs- und Schließungsoperationen [99] [100] und durch das Auffinden geschlossener Konturen und deren Befüllung mit entsprechender Farbe bereinigt, wie in [Abbildung 19 c](#)) gezeigt ist [99]. Nun ist die obere Hälfte des Bildes vollständig weiß und die untere schwarz mit rauen Kanten an der Probenoberfläche. Da es sich, wie in [Unterabschnitt 4.1.2](#) erklärt, um eine sehr glatte Oberfläche handelt, muss nun sichergestellt werden, dass es sich bei der erkannten Oberfläche um eine gerade Linie handelt. Aus diesem Grund wird am Ende dieses Schritts eine lineare Anpassung vorgenommen, wie in [Abbildung 19 d](#)) gezeigt [101].

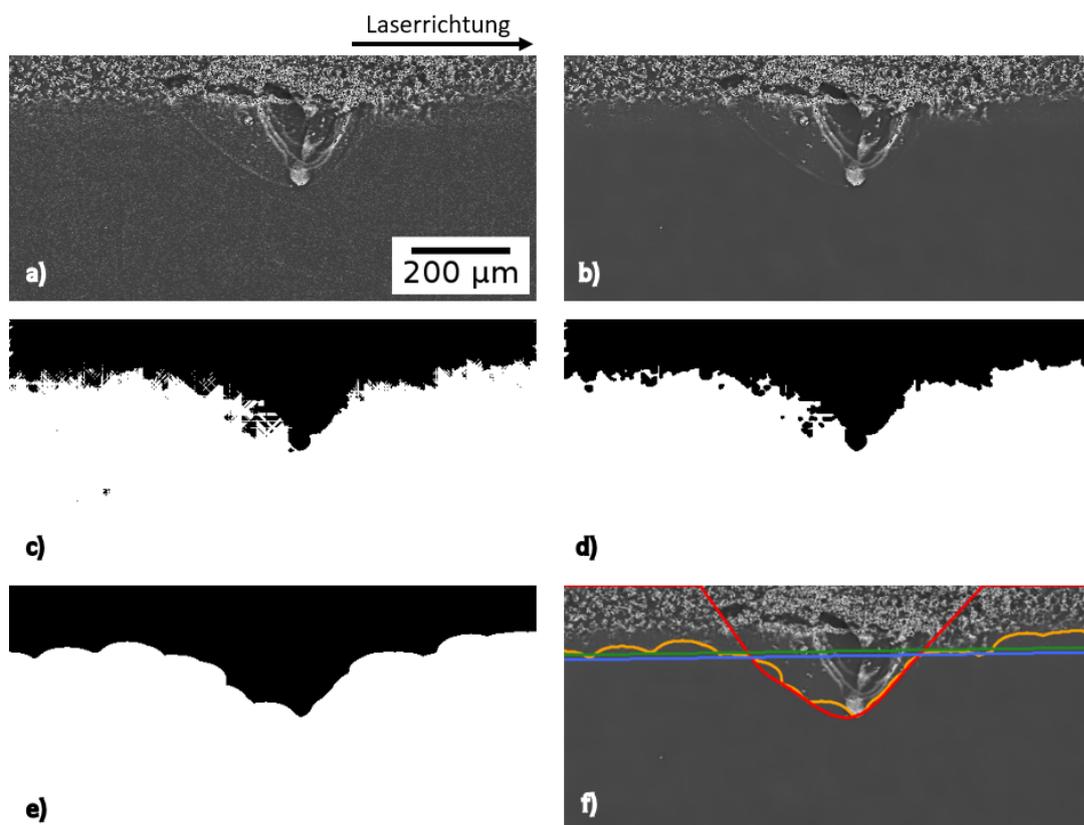
**Schritt 2 (Mittelwertbildung und Offset):** Nachdem Schritt 1 für alle Bilder einer Sequenz durchgeführt wurde, werden die Anpassungsparameter der linearen Anpassung über die ganze Sequenz gemittelt, um Fehler zu minimieren. Dies ist möglich, da die Probe während des Vorgangs nicht verfahren werden kann und sich daher in jedem Bild an der exakt gleichen Position befindet. Während der Winkel der Oberfläche durch die Schritte 1 und 2 sehr präzise bestimmt wird, kann es bei der Otsu-Methode zu geringen Abweichungen bei der Einstellung des Schwellenwerts auf die Oberfläche des Substrats kommen ([Abbildung 19 e](#))), was eine vertikale Verschiebung der Oberflächengrenze zur Folge hat. Aus diesem Grund kann es notwendig sein, eine konstante, vertikale Verschiebung  $s_1$  auf die Linie anzuwenden. Unter Umständen wird aufgrund des Pulvers die Linie zu hoch angesetzt. Die automatische Bestimmung der oberen Grenze bietet im Vergleich zur manuellen Auswertung einen großen Vorteil. Sie ist deutlich schneller und ermöglicht es, jedes Bild, auch von sehr großen Sequenzen, zu verwenden.

**Schritt 3 (Linearkombination und Rauschunterdrückung):** Die Suche der unteren Grenze des Schmelzbad es ist eine große Herausforderung. Vor allem bei einer Legierung wie Aluminium gibt es einen sehr geringen Kontrast zwischen Grundmaterial und Schmelzbad [71]. Dieses Schmelzbad ist selbst mit dem menschlichen Auge nur bei einer Abfolge aufeinanderfolgender Bilder zu erkennen. Aus diesem Grund versucht der Algorithmus den im menschlichen Gehirn ablaufenden Prozess nachzuahmen, indem er mehrere aufeinanderfolgende Bilder kombiniert. Es hat sich dabei herausgestellt, dass eine Linearkombination von den Differenzen und von den Quotienten des Bildes, das zusammen mit vier aufeinanderfolgenden Bildern analysiert wird, am besten geeignet ist, um das Schmelzbad hervorzuheben. Ein so zusammengesetztes Bild ist in [Abbildung 20 a](#)) zu sehen. In diesem Zusammenhang ist das  $n$ -te zusammengesetzte Bild  $l_n$  wie folgt definiert:

$$l_n = d \sum_{i=1}^4 \text{sat}(u_n - u_{n+i}) + \sum_{i=1}^4 \text{sat}\left(q \frac{u_n}{u_{n+i}}\right) \quad (16)$$

mit

$$\text{sat}(x) = \begin{cases} 0 & \text{falls } x < 0 \\ x & \text{falls } 0 \leq x \leq 255 \\ 255 & \text{falls } x > 255 \end{cases} \quad (17)$$



**Abbildung 20:** Darstellung der einzelnen Schritte zur Bestimmung der unteren Grenze. a) zeigt das Ergebnis der in Gleichung 16 ausgeführten Linearkombination von Differenzen und Quotienten. b) zeigt die Radiographie nach dem Durchführen der Rauschunterdrückung und c) das Ergebnis der Anwendung eines Schwellenwerts. d) zeigt die Veränderung nach der morphologischen Schließung und e) das Ergebnis der morphologischen Öffnung.[73]

$u_n$  ist das n-te Rohbild und d und q sind Konstanten. d ist die Gewichtung des Differenzbildes und q ist die Gewichtung des Quotientenbildes. Um diese beiden Parameter zu finden, wurde ein weiteres Programm geschrieben, welches mittels Trial-and-Error-Routine die Parameter variiert und ermittelt, bei welchen das beste Ergebnis erzielt wird. Diese Werte sind für eine bestimmte Legierung gültig und müssen für andere Legierungen geändert werden. Typische Werte für d und q finden sich in Tabelle 4. Die Differenzmethode von aufeinanderfolgenden Bildern wurde bereits von Mitarbeitenden des Beamline Scientists Tao Sun [96] verwendet und in anderen Publikationen ebenfalls eingesetzt [97]. Obwohl das Schmelzbad in vielen Fällen im zusammengesetzten Bild deutlich zu erkennen ist, stellt es sich aufgrund des starken Hintergrundrauschens des resultierenden Bildes immer noch sehr schwierig dar, es automatisch zu finden. Daher verfügt der Algorithmus an dieser Stelle über einen Ent-

rauschalgorithmus [102], welcher das Bild verbessern kann. Somit entsteht eine fast perfekte einheitliche Helligkeit des Substrats, wie in b) dargestellt.

**Schritt 4 (Schmelzbadsuche):** Die in Schritt 3 hergestellte, gleichmäßige Helligkeit des Substrats ermöglicht es, nach Helligkeitsschwankungen zu suchen, welche auf den Rand des Schmelzbades hinweisen. Beginnend am unteren Rand des Bildes wird jedes Pixel mit dem darüberliegenden verglichen und eine Differenz bestimmt, bis ein bestimmter Schwellenwert  $t$  erreicht wird. Jedes weitere Pixel oberhalb der Stelle an der der Schwellenwert erreicht wird, wird als potentielles Schmelzbad oder Pulver betrachtet. Dieser Vorgang wird insgesamt fünfmal durchgeführt. Einmal wird es, wie eben beschrieben, in vertikaler Richtung, beginnend vom unteren Rand des Bildes für jede Spalte durchgeführt. Zweimal wird es in horizontaler Richtung, beginnend vom linken Rand und beginnend vom rechten Rand für jede Zeile und zweimal in diagonaler Richtung ( $45^\circ$ ) beginnend in der Ecke unten links und in der Ecke unten rechts ausgeführt. Jedes Pixel, das zweimal oder öfter den Schwellenwert erreicht, wird daraufhin als Kandidat für das Schmelzbad (oder Pulver an der Oberfläche) zugeordnet. Das Ergebnis ist in [Abbildung 20 c](#)) dargestellt. Die Pixel werden als mögliche Kandidaten des Schmelzbades (oder Pulver an der Oberfläche) in Schwarz dargestellt und der Rest in Weiß. Dabei sind die zu erkennenden horizontalen, vertikalen und diagonalen Strukturen durch die Schwellenwertoperation verursacht.

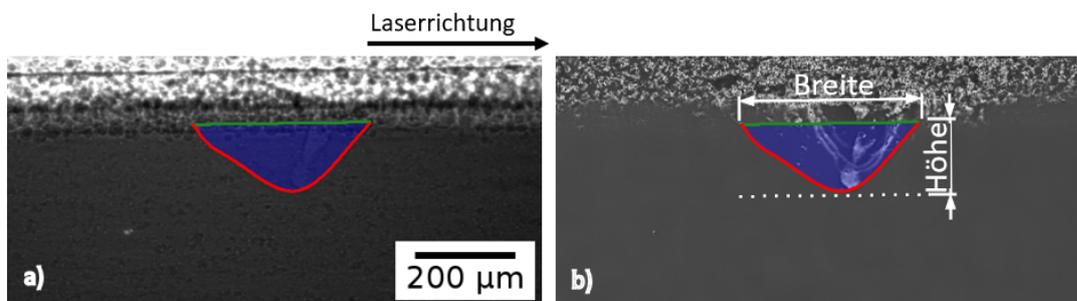
**Schritt 5 (Glätten):** Wie in der [Abbildung 20 c](#)) zu sehen, ist die erkannte untere Grenze des Schmelzbades rau. Eine solche geometrische Form einer Schmelze ergibt physikalisch keinen Sinn und kann damit als Artefakt betrachtet werden. Aus diesem Grund werden nun mehrere Algorithmen zur Glättung der Kurve durchgeführt. Als Erstes werden morphologische Schließungsoperationen und anschließend morphologische Öffnungsoperationen durchgeführt. Bei der morphologischen Schließungsoperation wird ein quadratischer 4 Pixel  $\times$  4 Pixel großer Bereich gewählt, in dessen Innerem schwarze Punkte entfernt werden, welche offensichtlich nicht dort hingehören, wie in [Abbildung 20 d](#)) zu sehen ist. Bei der morphologischen Öffnungsfunktion wird ein großer, elliptischer Bereich mit der Hauptachse  $x$  und  $y$  in Pixeln (siehe [Tabelle 4](#)) verwendet, und sie schließt damit größere, weiße Lücken, wie in [Abbildung 20 e](#)) dargestellt ist. Anschließend wird der Algorithmus, welcher in der Fehlerbetrachtung in diesem Kapitel beschrieben wird, zum Entfernen von Ausreißern dreimal auf den unteren Rand  $r = 0$  und für abnehmende Werte von Abstand  $a$  bei jeder Wiederholung angewendet.

**Schritt 6 (Schnittpunkte mit der Oberfläche):** Die untere Grenze des Schmelzbades wird durch die resultierende Kurve gezeigt. Die linke und rechte Grenze des Schmelzbades werden durch die vorherigen Schritte nur grob markiert, wie in [Abbildung 20 f](#)) mit der orangen Linie gezeigt. Der nächste Schritt besteht darin, den linken und rechten Rand, der das Schmelzbad vom Grundmaterial trennt, genau zu definieren. Dafür müssen die Schnittpunkte des Schmelzbades mit der bereits gefundenen Obergrenze bestimmt werden. Dazu wird die obere Grenze des Schmelzbades um eine Konstante  $s_2$  ([Tabelle 4](#)) vertikal nach unten verschoben, bis es zu zwei Schnittpunkten kommt. Die Verschiebung kann aufgrund der in [Abbildung 20 e](#)) zu sehenden Schwankung zu kleineren Fehlern führen, welche in einem späteren Schritt korrigiert werden.

**Schritt 7 (Konvexes B-Spline-Fitten):** In diesem Schritt wird die konvexe Grenze des Schmelzbades auf die Datenpunkte zwischen den im vorherigen Schritt gefundenen Schnittpunkte angewendet [103][104]. Zudem wird ein B-Spline-Fit auf der Grundlage der in [105][106][107][108] vorgestellten Algorithmen mit SciPy [104] auf die konvexe Hülle angewendet, was zu einer glatten Kurve führt (siehe [Abbildung 20 f](#)), rote Linie). Dies ist aufgrund der physikalisch sinnvollen Annahme, dass sich der Wärmeeintrag des Lasers von seinem Punkt aus gleichmäßig in alle Richtungen ausbreitet, möglich [109].

**Schritt 8 (Erweitern des Fits):** Abschließend müssen die Endpunkte des im vorherigen Schrittes durchgeführten Fits verlängert werden, sodass sich diese nicht nur mit der um  $s_2$  vertikal nach unten verschobenen Obergrenze kreuzen, sondern auch mit der tatsächlichen Obergrenze. Dies wird durch die Berechnung einer linearen Verlängerung auf beiden Seiten realisiert. Daraufhin wird die Obergrenze wieder um  $s_2$  in vertikaler Richtung nach oben verschoben, sodass sie wieder auf der zuvor bestimmten tatsächlichen Position liegt.

Mit der nun bestimmten unteren Grenze des Schmelzbades und der bestimmten oberen Grenze des Schmelzbades, können die maximale Breite, die maximale Höhe, sowie die Fläche des Schmelzbades in Pixeln bestimmt werden, wie in [Abbildung 21](#) gezeigt.



**Abbildung 21:** In Bild a) ist das detektierte Schmelzbad in ein Rohbild eingezeichnet und in Bild b) in ein Bild mit durchgeführter Linearkombination. Die grüne Linie zeigt die obere Grenze des Schmelzbades, während die rote Linie die untere Grenze markiert. Der blaue Bereich entspricht damit der Fläche des Schmelzbades. [73]

### **Fehlerbetrachtung**

Es kann beobachtet werden, dass die Verschiebung der oberen Grenze und die Schwankungen der unteren Grenze des Schmelzbades, wie in [Abbildung 20 e](#)) zu sehen, zu relativ kleinen Fehlern führen. Diese Fehler werden durch das konvexe B-Spline-Fitten und die Rückverschiebung der oberen Grenze minimiert (Schritt 7 und Schritt 8). Aufgrund dieser Schwankungen führt der Algorithmus jedoch nicht bei jedem Bild zu einem zuverlässigen Ergebnis. Infolgedessen kommt es zu Ausreißern in den Messwerten bei Höhe, Breite und Fläche des Schmelzbades. Um diese Ausreißer zu identifizieren und auszusortieren, wurden zwei weitere Schritte entwickelt.

**Schritt 9 (Entfernen von extremen Ausreißern):** In einem ersten Schritt werden alle Werte, welche von den erwarteten Werten sehr weit entfernt liegen, eliminiert. Hierfür wird ein

**Tabelle 4:** Parameter, welche von dem Algorithmus verwendet werden.

Parameter	Probennummer/ID			Einheit	Funktion
	1/4	2/23	-/18		
d; q	4; 167	4; 167	4; 167	Dimensionslos	Gewichtung des Differenz- und Quotientenbildes
h	11	11	11	Dimensionslos	Entrauschungsparameter
t	7	6	7	Dimensionslos	Schwellenwert zwischen Schmelzbad und Grundmaterial
x; y	60; 37	60; 37	60; 37	Pixel	Hauptachsen der morphologischen Öffnungsfunktion
n	20	20	20	Pixel	Anzahl der Datenpunkte des arithmetischen Mittels
$a_1; a_2; a_3$	20; 15; 13	20; 15; 13	20; 15; 13	Pixel	Abstand zur Grenze r
$s_1; s_2$	25; 30	25; 30	25; 30	Pixel	Verschiebung der oberen Grenze

Mittelwert des Datensatzes erstellt und alle Werte, die um p % (Tabelle 5) von diesem Wert abweichen, werden aussortiert und die Lücken linear interpoliert.

**Schritt 10 (Entfernen der verbleibenden Ausreißer):** Der hierfür verwendete Algorithmus wird zweimal für unterschiedliche  $a_1; a_2$  und  $r_1; r_2$  angewendet. Betrachtet wird eine diskrete Funktion  $f : \{a, a + 1, \dots, b - 1, b\} \rightarrow R$  deren Werte einer statistischen Schwankung unterliegen und deren Werte einige große oder sehr große Ausreißer aufweisen. Ziel ist es, diese Ausreißer zu ermitteln. Folgende Schritte werden dafür durchgeführt:

1. Es wird ein gleitendes, arithmetisches Mittel  $m_n(x)$  mit der entsprechenden Standardabweichung  $\sigma_n(x)$  über n (Tabelle 5) Datenpunkte genommen.
2. Entfernt wird jeder Wert von  $f(x)$  mit  $|f(x) - m_n(x)| > r\sigma_n(x) + a$  mit einem konstanten r und a. Diese Werte werden danach durch lineare Interpolation ersetzt.

Dieser Prozess wird mehrfach wiederholt, und die Werte für a und r werden so lange weiter minimiert, bis sinnvolle Ergebnisse erzielt werden. Die jeweiligen Werte für a und r sind in Tabelle 5 aufgelistet. In diesem Zusammenhang wurde für a immer der Wert Null gewählt, was bedeutet, dass die Ausreißer über einem Vielfachen der Standardabweichung liegen. Dieser Algorithmus wurde auch in Schritt 5 zur Glättung der unteren Grenze verwendet. Dabei wird  $r = 0$  gewählt, was bedeutet, dass Ausreißer Werte sind, die über einem konstanten Offset liegen, was in diesem Fall das beste Ergebnis liefert.

Abhängig von der verwendeten Probe, werden zwischen 10% und 18% der Bilder aussortiert, da diese nicht sinnvoll auswertbar sind. Dies beinhaltet die Bilder, bei denen der Algorithmus zu gar keinem Ergebnis kommen konnte und die Bilder, welche als Ausreißer aussortiert wurden. Die Gründe für diese Ausreißer können vielfältig sein. Es kommt unter

**Tabelle 5:** Parameter, welche von dem Algorithmus zur Ausreißereliminierung verwendet werden.

Parameter	Probennummer/ID		
	1/4	2/23	-/18
$p_{Flaeche}; p_{Breite}; p_{Hoeh}$	50; 50; 50	99; 80; 80	1000; 1000; 100
$n$	20	20	20
$r_1; r_2$	2; 1,5	2; 1,5	2; 1,5
$a_1; a_2$	0; 0	0; 0	0; 0

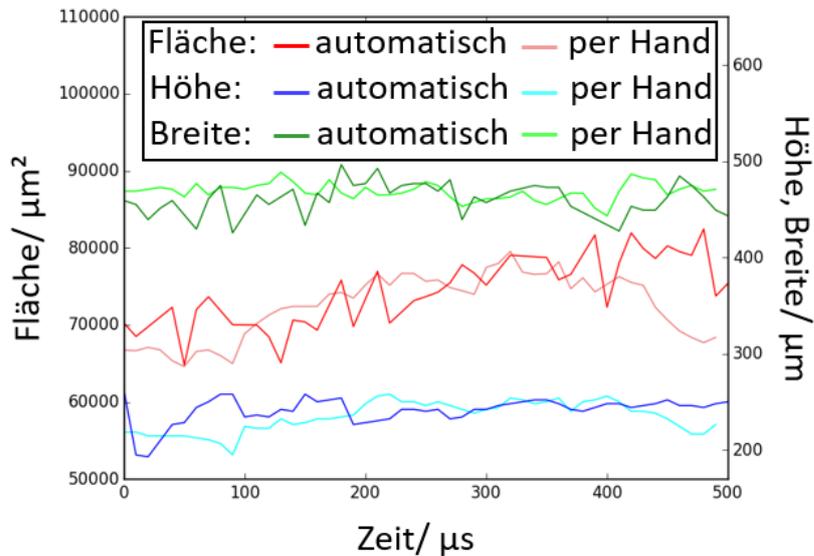
anderem zu Artefakten in Radiographien, Defekten im Substrat und in seltenen Fällen auch zu Konvergenzproblemen im Algorithmus. Dabei werden die Ergebnisse der Höhe, Breite und Fläche des Schmelzbades stets getrennt betrachtet. Das bedeutet, wenn ein Ausreißer in der bestimmten Höhe des Schmelzbades auftritt, ist die Breite nicht zwangsläufig falsch bestimmt worden.

Für jeden Datensatz müssen diverse Parameter angepasst werden, siehe [Tabelle 4](#). Liegen gleiche Materialien mit ähnlichen Prozessparametern vor, müssen nur kleine bis keine Änderungen an den Parametern vorgenommen werden. Unterscheiden sich Materialien und Prozessparameter des Versuchs jedoch deutlich, müssen die Parameter des Algorithmus schrittweise angepasst werden.

Die Implementierung des Algorithmus zur Erkennung von Schmelzbädern und des Algorithmus zur Erkennung von Ausreißern wurde mit Python, der OpenCV-Bibliothek [102], der NumPy-Bibliothek [101], der SciPy-Bibliothek [104] und der Matplotlib-Bibliothek [110] durchgeführt.

### **Händische Überprüfung des Algorithmus**

Um den hier entwickelten Algorithmus zu überprüfen, wurden von Probe 1 die ersten 50 Bilder per Hand ausgewertet. Dabei musste für jedes einzelne Bild mehrere Male der Kontrast geändert werden. Anschließend mussten Quotienten und Differenzen mit folgenden Bildern erstellt und zum Teil Bildabfolgen beobachtet werden, um die einzelnen Pixel zu markieren, welche das Schmelzbad von dem Grundmaterial trennen. Dies hat alleine für die ersten Bilder viele Stunden in Anspruch genommen. Die Ergebnisse sind in [Abbildung 22](#) dargestellt. In den dunkleren Farben sind jeweils die Werte des Algorithmus für Fläche, Höhe und Breite dargestellt und in den helleren Farben die Ergebnisse, die per Hand durchgeführte Auswertung. Zu sehen ist, dass die jeweiligen Werte nur leicht voneinander abweichen. Eine sehr gute Übereinstimmung von automatisch gefundenen Werten und per Hand gesuchten wird deutlich. Damit kann gezeigt werden, dass der Algorithmus bis auf einige Ausreißer, wie im vorherigen Kapitel beschrieben, sehr zuverlässige Ergebnisse liefert. Verglichen mit der manuellen Auswertung, die für die ersten 50 Messpunkte zwischen acht und zehn Stunden gedauert hat, benötigt der Algorithmus für eine vollständige Messreihe mit 1500 Bildern nur etwas weniger als 5 Sekunden auf einem mit Intel Core i5-8350U ausgestatteten Laptop.



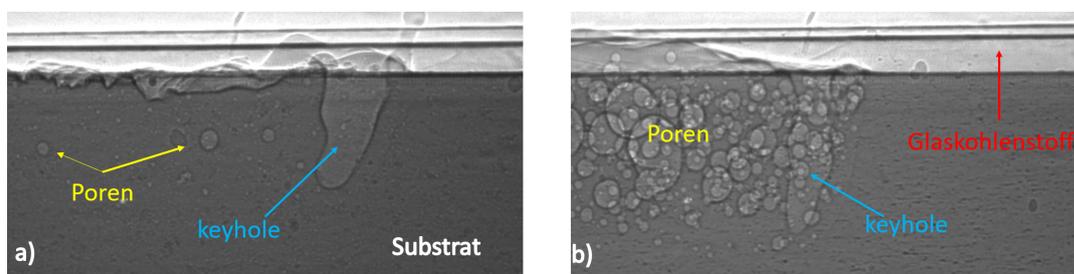
**Abbildung 22:** Darstellung der Ergebnisse der ersten 50 Messbilder der Probe 1. In Rot ist die Fläche dargestellt, in Grün die Breite und in Blau die Höhe des Schmelzbad, wie der Algorithmus sie berechnet. In den jeweiligen helleren Farben sind die Ergebnisse zu sehen, wenn die Radiographie per Hand ausgewertet wird.

### 5.3 Einfluss des LPBF-Verfahrens auf die Mikrostruktur

Auch ohne Anwendung des Algorithmus auf die Radiographien kann aus den Experimenten bereits viel gelernt werden. Die in [Unterabschnitt 4.1.2](#) verwendeten Legierungen AA7050 und AA2198 wurden untersucht. Beide Proben wurden zunächst ohne Pulver an der Oberfläche, welches zum Aufbringen neuer Schichten benötigt wird, aufgeschmolzen. Dies ermöglicht es, das Verhalten des Materials während des LPBF-Verfahren zu beobachten. Wie in [Abbildung 23](#) zu erkennen ist, eignet sich nicht jedes Material für die Additive Fertigung. Aus diesem Grund gibt es derzeit nur wenige Materialien für die Additive Fertigung, wie in [Unterabschnitt 4.1.1](#) beschrieben. In [Abbildung 23 a\)](#) ist die Legierung AA7050 zu sehen, bei der es vereinzelt zu Porenbildung, ansonsten aber zu keinen größeren Auffälligkeiten, kommt. In [Abbildung 23 b\)](#) hingegen ist die Legierung AA2198 zu sehen. Nach dem Aufschmelzen ist das Material im aufgeschmolzenen Bereich völlig von Poren durchsetzt und somit für seinen Anwendungsbereich zum Beispiel in der Luftfahrt völlig unbrauchbar, da die Poren die Belastbarkeit des Materials drastisch verschlechtern. Aus diesem Grund wurden die folgenden Untersuchungen ausschließlich an der Legierung AA7050 durchgeführt.

Neben den Poren ist in der [Abbildung 23](#) ein sogenanntes *keyhole* zu sehen. Dies ist der Bereich, an dem der Laser in das Material eindringt. Zusätzlich lässt sich in einem schwächeren Grauton der Glaskohlenstoff erkennen, in welchem die Proben eingefasst werden, um Pulver auf das Substrat aufbringen zu können, ohne dass es vom Substrat fällt. Das Schmelzbad ist

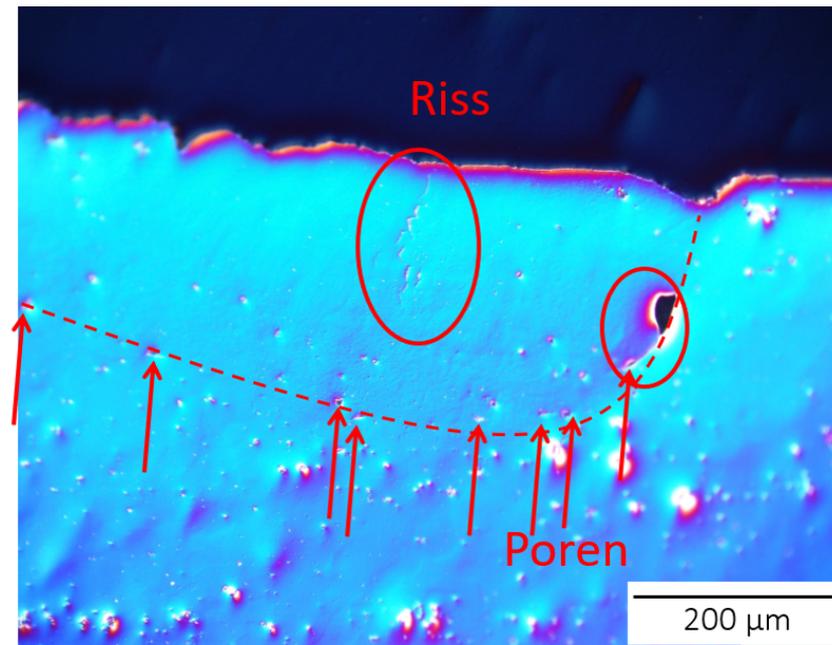
in dieser Abbildung kaum zu erkennen, wird aber im späteren Verlauf mit Hilfe des Algorithmus analysiert. Zudem ist ein deutlicher Unterschied der Probenoberfläche im behandelten und unbehandelten Bereich erkennbar. Dort, wo der Laser das Material bereits geschmolzen hat, ist eine deutlich höhere Oberflächenrauigkeit zu erkennen. Hier kann das Materialniveau vom ursprünglichen Niveau um  $\pm 50 \mu\text{m}$  abweichen. Dies bedeutet, es kann maximale Höhenunterschiede von bis zu  $100 \mu\text{m}$  geben, was der Dicke einer neuen Schicht entspricht.



**Abbildung 23:** Darstellung der Radiographien der Legierungen AA7050 (a) und AA2198 (b). Die Bilder zeigen das Verhalten des Substrats beim Aufschmelzen ohne Pulver.

Die Proben wurden zusätzlich *ex situ* mikroskopisch untersucht, wie in [Abbildung 24](#) abgebildet. Die Aufnahmen wurden mit Polarisationsfiltern durchgeführt, wodurch die in der Abbildung zu sehende Farbgebung zustande kommt. In Blau ist die gefertigte Probe zu erkennen. Der schwarze Bereich zeigt das Einbettmaterial. Die schwarzen Punkte mit rotem Rand zeigen Bereiche ohne Material auf der untersuchten Ebene. Die roten Bereiche zeigen Ausscheidungen in der Grundplatte. Diese Untersuchungen ergeben, dass in den Radiographien nicht alle Effekte sichtbar sind. Neben den großen Poren, welche auch in den Radiographien gut sichtbar sind, kommt es am Übergangsbereich zwischen dem beim Versuch aufgeschmolzenen Bereich und dem nicht aufgeschmolzenen Bereich des Substrats zu einer hohen Anzahl mikroskopisch kleiner Poren, welche ebenfalls einen starken Einfluss auf die spätere Belastbarkeit des Materials haben können. Zudem ist in der Mikroskopie im geschmolzenen Bereich ein Riss zu erkennen, der gleichfalls Einfluss auf die Belastbarkeit des Materials hat. Ebenso lässt sich eine leicht veränderte Struktur im geschmolzenen Bereich, verglichen mit dem unbehandelten Bereich, erkennen. Diese andere Struktur lässt darauf schließen, dass es zur Veränderung der Korngröße gekommen ist.

Diese ersten Erkenntnisse zeigen, dass das LPBF-Verfahren extremen Einfluss auf die Struktur von Materialien hat, und dass vor allem das Schmelzbad zu Rissen, Poren und mikrostrukturellen Veränderungen führt. Aus diesem Grund wird das Verhalten des Schmelzbades im nächsten Kapitel genauer untersucht.



**Abbildung 24:** Mikroskopische Aufnahme einer AA7050 Legierung an welcher eine LPBF-Linie geschmolzen wurde. Die gestrichelte Linie zeigt den Übergang zwischen aufgeschmolzenen und nicht aufgeschmolzenen Gebieten. Die roten Pfeile zeigen auf mikroskopische Poren zwischen diesen Bereichen. Die roten Kreise markieren einen Riss und makroskopische Poren.

#### 5.4 Ausbildung und Rückbildung des Schmelzbades

Im Folgenden wird das Verhalten des Schmelzbades während einer LPBF-Linie untersucht. Dabei wird besonders auf das zeitabhängige Verhalten und die Ausbreitungs- und Rückbildungsgeschwindigkeit geachtet. Um dies zu ermöglichen, wird der in [Abschnitt 5.2](#) vorgestellte Algorithmus verwendet werden. Es werden Ergebnisse von drei verschiedenen Proben vorgestellt. Zum einen werden zwei Proben gezeigt, bei denen eine LPBF-Linie gemessen wurde. Dabei verfügen alle Proben über eine Pulverschicht. Bei Probe 1 und 2 wurde eine Lasergeschwindigkeit von  $v = 230 \text{ mm/s}$  gewählt, was der in [Unterabschnitt 4.1.1](#) vorgestellten Geschwindigkeit an der Oberfläche bei der realen Materialfertigung entspricht. Zudem wurde eine Laserleistung  $P = 370 \text{ W}$  bei Probe 1 genutzt, was ebenso den typischen Herstellungsbedingungen entspricht. Bei Probe 2 wurde die Laserleistung auf  $P = 520 \text{ W}$  erhöht. Abschließend wurde noch eine Probe punktuell für  $t = 3,87 \text{ ms}$  bei einer Laserleistung von  $P = 370 \text{ W}$  geschmolzen. Die Werte sind in [Tabelle 6](#) aufgelistet.

Die Größe des Schmelzbades ist in [Abbildung 25](#) dargestellt. In dieser Abbildung sind die Höhe, Breite und Fläche des Schmelzbades zu sehen. Dabei wird die Querschnittsfläche des Schmelzbades betrachtet. Das Volumen des geschmolzenen Bereichs hat eine annähernd rotationssymmetrische Form. Diese kann aufgrund von Schwankungen des Schmelzbades

**Tabelle 6:** Prozessparameter der am APS untersuchten Proben.

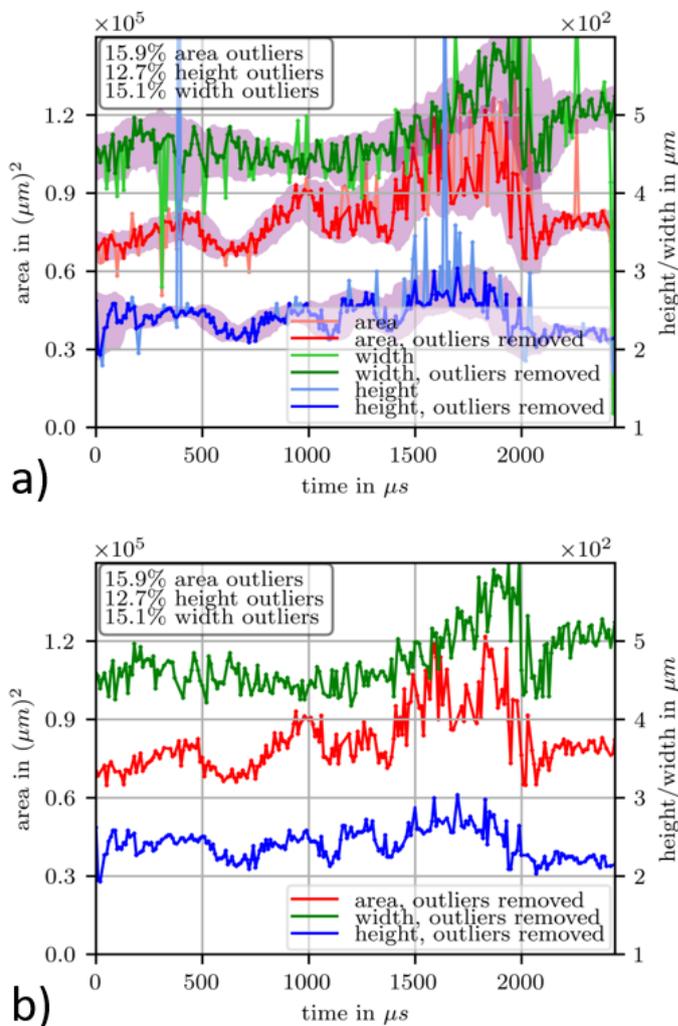
Probennummer	Probe ID	Lasergeschwindigkeit [mm/s]	Laserleistung [W]
1	4	230	370
2	23	230	520
-	18	-	370

jedoch nicht exakt bestimmt werden, weshalb die Querschnittsfläche betrachtet wird. In [Abbildung 25 a\)](#) sind die vom Algorithmus gefundenen Werte dargestellt. Zudem ist in einem schwachen Lilaton ein Fehlerschlauch eingezeichnet, welcher aus der Ausreißeroperation entsteht. Dieser Fehlerschlauch gibt an, in welchem Bereich die Ergebnisse sinnvoll sind. In [Abbildung 25 b\)](#) sind die bereinigten Ergebnisse ohne Ausreißer zu sehen. Der Laser wurde links außerhalb des Messfensters eingeschaltet und erst wieder rechts außerhalb des Messfensters ausgeschaltet. Die Länge der Messlinie wurde so gewählt, dass innerhalb des Messbereichs eine konstante Größe des Schmelzbades vorliegen sollte. In der Grafik ist jedoch zu sehen, dass die Größe des Schmelzbades starken Schwankungen von bis zu 30% unterliegt. Schwankungen des Schmelzbades dieser Größenordnung sind nicht zu unterschätzen, und stellen den in der Motivation vorgestellten Stand der Wissenschaft von einem konstant angenommenen Schmelzbad in Frage.

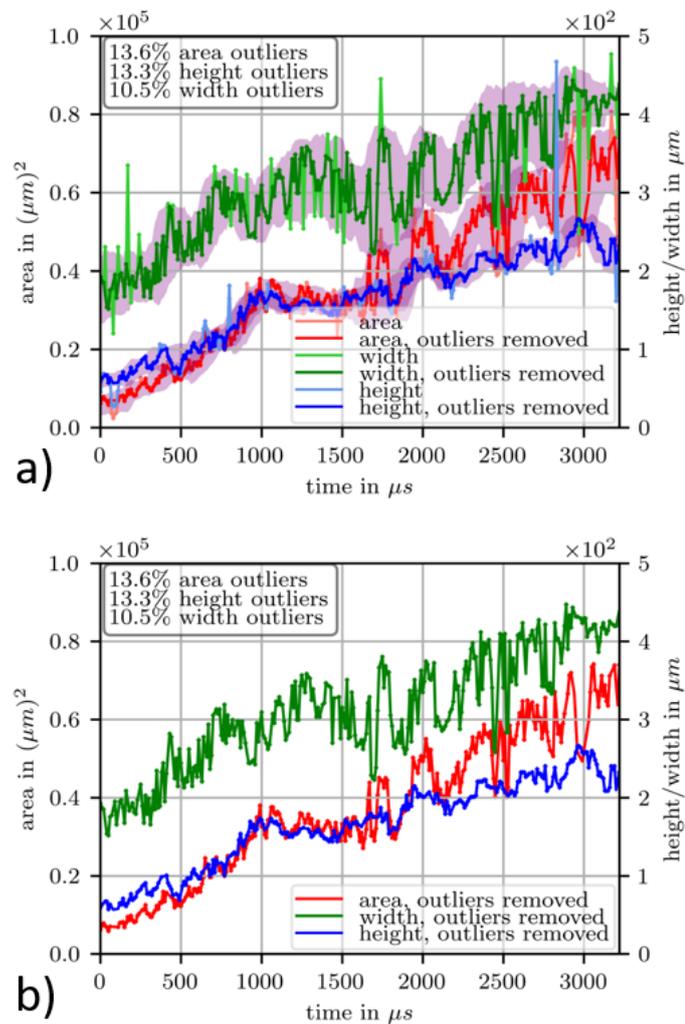
In dieser Arbeit wurde nicht nur untersucht, ob das Schmelzbad Schwankungen unterliegt, sondern auch, wie das Verhalten der Ausbreitung eines Schmelzbades ist. Hierzu wurde der Schmelzvorgang untersucht, wobei diesmal der Beginn der LPBF-Linie innerhalb des Messfensters liegt. [Abbildung 26 a\)](#) zeigt dafür die Ergebnisse und [Abbildung 26 b\)](#) zeigt die von den Ausreißern bereinigten Ergebnisse. Die Grafiken lassen ein kontinuierliches Wachstum des Schmelzbades innerhalb des Messfensters erkennen. Der untersuchte Bereich entspricht einem Zeitfenster von  $3200 \mu\text{s}$  mit einer Geschwindigkeit des Lasers von  $v = 230 \text{ mm/s}$ . Das bedeutet, dass das Schmelzbad auf einer Länge von mindestens  $690 \mu\text{m}$  stetig wächst. Wie in [Kapitel 4](#) gezeigt, können einzelne Elemente mit einer minimalen Stärke von  $100 \mu\text{m}$  gedruckt werden. Bei so geringen Stärken hat, wie gerade gezeigt, das Schmelzbad nicht einmal ansatzweise seinen saturierten Zustand erreicht. Dadurch lassen bisherige Untersuchungen des Schmelzbades und zugehörige Publikationen aufgrund der Tatsache, dass diese das Schmelzbad als konstant annehmen, keinerlei zuverlässige Aussage über den Einfluss auf so kleine Strukturen zu.

Abschließend wurden die Ausbreitung und das Zurückbilden des Schmelzbades an einem Punktschweißversuch untersucht. Im Gegensatz zur Probe 1 und 2 wurde bei diesem Versuch der Laser nicht bewegt. Die Entwicklung des Schmelzbades ist in [Abbildung 27](#) dargestellt. In dieser Abbildung sind in Rot die einzelnen Werte einer jeden Aufnahme dargestellt und in Lila das gleitende Mittel zur Bestimmung der Ausreißer. In einem schwachen Lilaton ist erneut ein Fehlerschlauch eingezeichnet, welcher zur Ausreißeroperation gehört. An die steigende und fallende Flanke der Kurve wurde jeweils ein linearer Fit gesetzt, um die Ausbreitungs- und Rückbildungsgeschwindigkeit zu erhalten. Bei dieser Aufnahme lässt sich sehr gut erkennen, dass es beim Entstehen des Schmelzbades ebenso zu Schwankungen

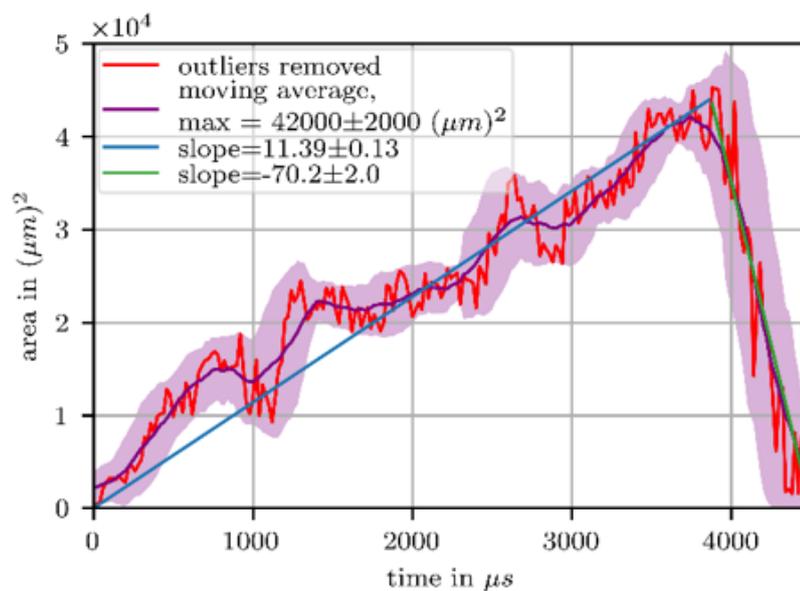
kommt. Da der Laser in diesem Versuch nicht bewegt wird, kann der saturierte Zustand des Schmelzbades nicht untersucht werden, denn ein punktuell Erhitzen kann nicht mit dem Aufschmelzen eines bewegten Lasers verglichen werden. Jedoch ermöglicht dieser letzte Versuch, das Schmelzen und Erstarren des Materials ins Verhältnis zu setzen. Die linearen Fits der steigenden Flanke zeigen eine Ausbreitungsgeschwindigkeit von  $11,39 \pm 0,13 \text{ mm}^2/\text{s}$ . Bei einem Fit der fallenden Flanke kann gezeigt werden, dass das Erstarren mit einer Geschwindigkeit von  $70,2 \pm 2,0 \text{ mm}^2/\text{s}$  vonstatten geht. Damit ist das Erstarren des Materials mehr als sechsmal schneller als der Schmelzvorgang. Wie in [Kapitel 2](#) beschrieben wurde, können thermische Gradienten zu mechanischen Kräften in einem Material führen, was das Entstehen von Eigenspannungen zur Folge hat.



**Abbildung 25:** Darstellung der Höhe (blau), der Breite (grün) und der Fläche (rot) des Schmelzbades von Probe 1 (ID4). Die Abbildung a) zeigt die Ergebnisse des Algorithmus mit den Fehlerschläuchen, welche aus der Ausreißeroperation entstehen. Die Abbildung b) zeigt die von Ausreißern bereinigten Ergebnisse.

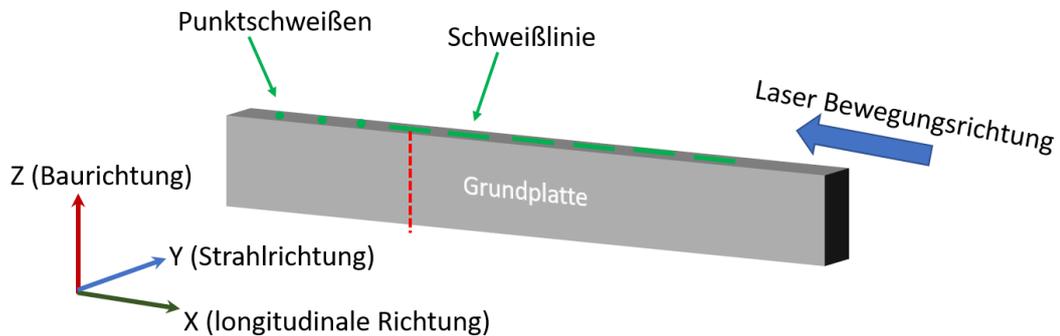


**Abbildung 26:** Darstellung der Höhe (blau), der Breite (grün) und der Fläche (rot) des Schmelzbades von Probe 2 (ID23). Die Abbildung a) zeigt die Ergebnisse des Algorithmus mit den Fehlerschläuchen, welche aus der Ausreißeroperation entstehen. Die Abbildung b) zeigt die von Ausreißern bereinigten Ergebnisse.



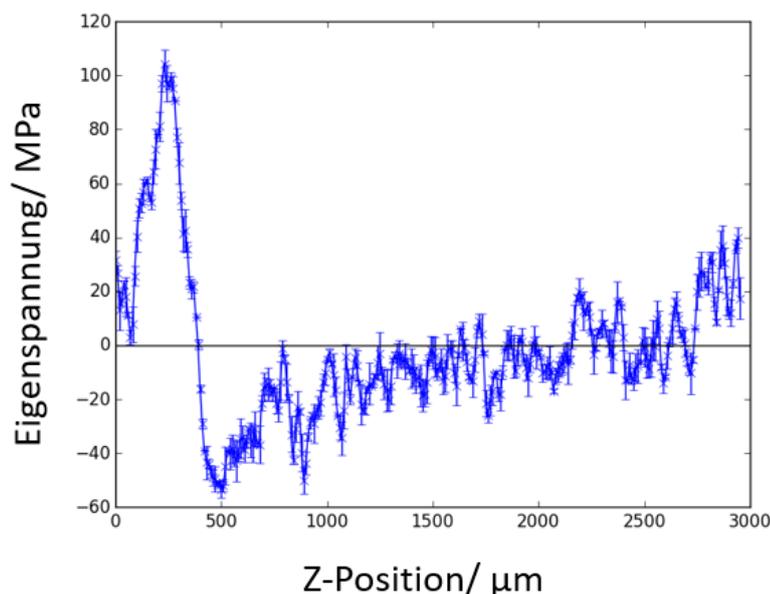
**Abbildung 27:** Darstellung der Fläche des Schmelzbades beim Punktschweißen. Die rote Linie zeigt die Messpunkte und der lila Fehlerschlauch die gleitende Standardabweichung um das gleitende arithmetische Mittel (dunkellila Linie). An der steigenden (blau) und fallenden (grün) Flanke ist jeweils ein linearer Fit eingezeichnet.

## 5.5 Auftretende Eigenspannungen beim LPBF-Verfahren



**Abbildung 28:** Skizze der untersuchten Probe. Die grünen Linien zeigen an, an welcher Stelle die Probe durch eine Schweißnaht oder durch punktuell Schweißen am APS aufgeschmolzen wurde. Der blaue Pfeil demonstriert, in welche Richtung sich der Laser während der Schweißversuche bewegt hat. Die rote, gestrichelte Linie zeigt den auf Eigenspannungen untersuchten Bereich.

Wie im vorherigen Abschnitt gezeigt, lassen sich in den am APS untersuchten Proben Eigenspannungen vermuten. Vor den LPBF-Versuchen waren die verwendeten Proben spannungsfrei. Um zu überprüfen, ob schon eine einzelne LPBF-Linie Einfluss auf die Eigenspannungen hat, wurden diese daraufhin an der vom *Hereon* betriebenen Beamline P07B am *DESY* untersucht. Eine Skizze der verwendeten Probe mit dem markierten Messbereich ist in [Abbildung 28](#) dargestellt. Es wurde beginnend an einer Schweißnaht über die volle Höhe der Probe gemessen. Dafür wurde ein Strahlquerschnitt von  $500\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$  ( $X \times Z$ ) mit einem Abstand zwischen den Messpunkten von  $10\ \mu\text{m}$  verwendet. Die Ergebnisse sind in [Abbildung 29](#) dargestellt. Das Substrat AA7050 ist aushärtbar, wodurch sich  $d_0$  als Funktion der Temperaturhistorie aufgrund von chemischen Gradienten ändert. Die Differenz  $\sigma_{xx} - \sigma_{zz}$  ist unabhängig von  $d_0$ , da sich dieses bei der Berechnung wegekürzt. Wie in [Abbildung 29](#) zu sehen, weist die Probe nach den Schmelzversuchen eine starke Eigenspannungsdifferenz nahe des geschmolzenen Bereichs auf. In [Abbildung 25](#) wurde gezeigt, dass während des Schmelzversuchs das Schmelzbad  $500\ \mu\text{m}$  tief in das Material hereinreicht. Die Spannungszustände sind hingegen im ersten Millimeter unterhalb der Probenoberfläche zu sehen. Dies lässt die Schlussfolgerung zu, dass schon eine einzelne LPBF-Linie starken Einfluss auf die im Material wirkenden mechanischen Kräfte ausübt, welche doppelt so tief reichen, wie die Ausdehnung des Schmelzbades in die Tiefe.



**Abbildung 29:** Diese Darstellung zeigt die gemessene Eigenspannungsdifferenz  $\sigma_{xx} - \sigma_{zz}$  der AA7050 Probe 1 (ID 4) nach den Schmelzexperimenten.

## 5.6 Zusammenfassung

Dieses Kapitel hat sich mit der zeitlichen Dynamik und den Auswirkungen des Schmelzbades während des LPBF-Verfahrens befasst. Es wurde ein Algorithmus vorgestellt, welcher es erstmalig ermöglicht, *in situ* Aufnahmen eines Schmelzbades in Aluminiumlegierungen automatisch zu detektieren und dessen Höhe, Breite und Fläche zu bestimmen. Eine Fehlerbetrachtung des vorgestellten Algorithmus wurde durchgeführt und dessen Funktionalität bestätigt.

Mit Hilfe dieses Algorithmus konnte im vorliegenden Kapitel gezeigt werden, dass die Größe des Schmelzbades Schwankungen von bis zu 30% unterliegt und eine zeitliche Entwicklung aufweist. Diese Entwicklung findet auf größeren Abschnitten statt, als einige Strukturen bei der realen Additiven Fertigung in der heutigen Industrie groß sind. Aus diesem Grund erfordert die bisherige Annahme eines konstanten Schmelzbades, wie es in vielen Publikationen der Fall ist, ein Neudenken. Zudem konnte gezeigt werden, dass das Schmelzbad Auswirkungen auf die Mikrostruktur hat und Poren, Risse und Veränderungen der Kornstruktur zur Folge hat, welche im Folgenden untersucht werden. Abschließend konnte gezeigt werden, dass das LPBF-Verfahren mechanische Kräfte in das Material einbringt, welche nach der Fertigung als Eigenspannungen verbleiben und somit Einfluss auf die Materialeigenschaften haben. In den folgenden Kapiteln werden diese entstandenen Eigenspannungen an verschiedenen Probensystemen genauer untersucht.



## 6

# Einfluss der Geometrie auf die Eigenspannungsverteilung in LPBF-Körpern

## 6.1 Motivation und Stand der Wissenschaft

Wie im vorherigen Kapitel gezeigt, werden durch das Verfahren der Additiven Fertigung Eigenspannungszustände erzeugt. Diese haben Einfluss auf die makroskopischen Eigenschaften von Werkstücken. Hierbei lassen vor allem die Eigenspannungen des *Typs 1* Rückschlüsse auf die Belastbarkeit des Materials zu [111]. Zugspannung nahe der Oberfläche begünstigt das Entstehen und Ausbreiten von Rissen [112]. Dies kann schnell zu Ermüdungserscheinungen führen. Vor allem in der Additiven Fertigung sind die entstehenden Eigenspannungen kaum verstanden. Sie können bei der Fertigung von Bauteilen so stark sein, dass schon während der Fertigung die Bauteile reißen oder gar zerbrechen. Weiter können die Eigenspannungen zu Deformationen führen. Ein Vorteil der Additiven Fertigung ist die Herstellung sehr kleiner und interner Strukturen. Diese können aufgrund von Verformungen ihre Funktionalität verlieren [113]. Aus diesem Grund steigt die Anzahl der Publikationen, welche sich mit Eigenspannungen in additiv gefertigten Materialien beschäftigen in den letzten Jahren stark an, wie in der Einleitung beschrieben.

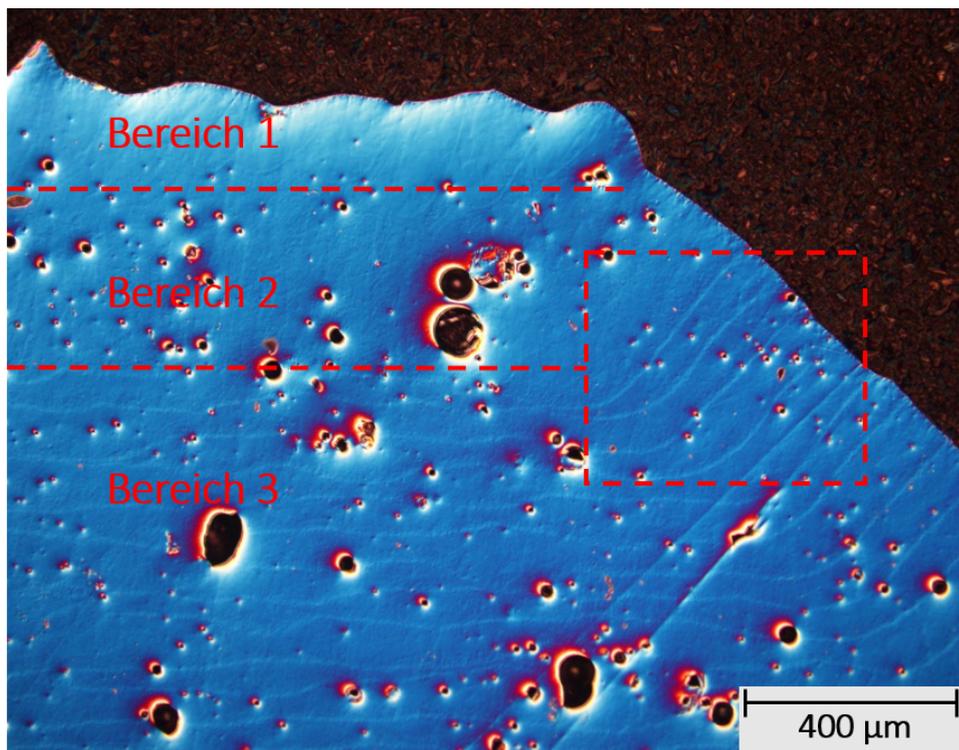
Es wurde bereits gezeigt, dass es parallel zur Oberfläche markante Zugspannungsbereiche gibt, welche durch thermische Gradienten während der Herstellung bedingt sind [41]. Eine weitere Erkenntnis ist, dass im Inneren einer Probe spannungsfreie Zustände bis hin zu Druckspannung zu finden sind [44]. Die Abhängigkeit der Probengeometrie zu diesen Eigenspannungszuständen in Aluminium ist jedoch bisher kaum untersucht. Es gibt erste Untersuchungen an geometrischen Formen mittels Bohrlochmethode, welche erste Eindrücke zu Eigenspannungen nahe der Oberfläche geben [31]. Im folgenden Kapitel wird genauer untersucht, wie das Zusammenwirken zwischen Eigenspannungen und der geometrischen Form der additiv gefertigten Proben ist.

## 6.2 Einfache Wände

Zunächst wird eine geometrisch möglichst einfache Form gewählt. Diese sollte in einer Hauptachsenrichtung dünn sein, damit die auftretenden Eigenspannungen in dieser Richtung vernachlässigbar sind. Die folgenden Experimente wurden in Transmissionsgeometrie durchgeführt, wodurch in Strahlrichtung keine Informationen zu den Eigenspannungen gewonnen werden können. Es hat sich in früheren Arbeiten gezeigt, dass bei Aluminium bei einer Stärke von unter 3 mm nur sehr geringe Eigenspannungen in Dickenrichtung auftreten [64]. Aus diesem Grund wurden einfache Wände mit einer Stärke von 3 mm gewählt.

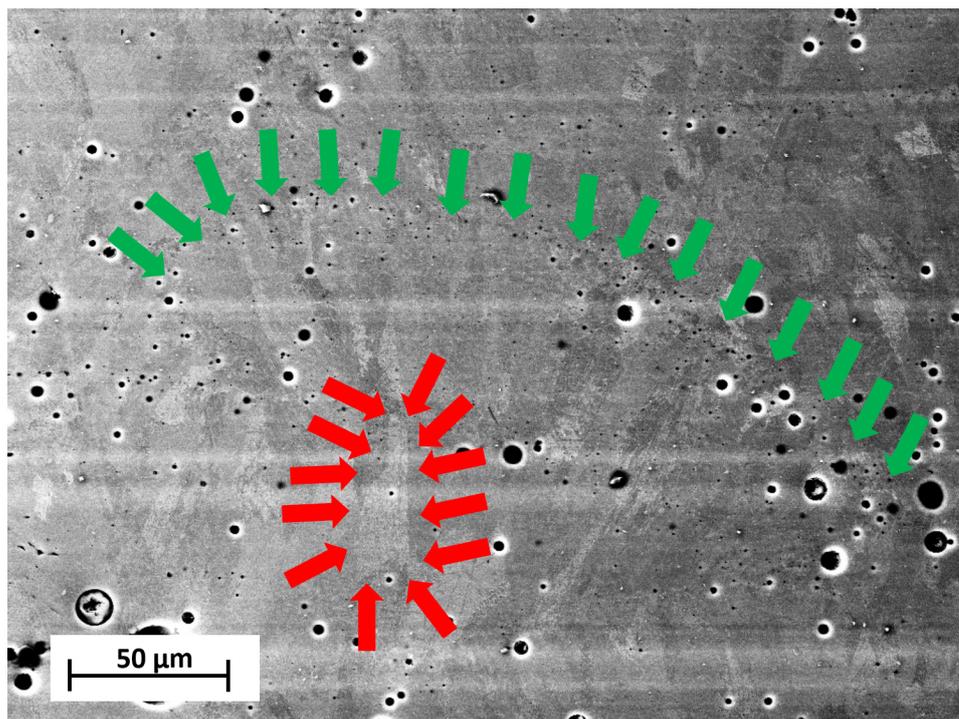
### 6.2.1 Mikrostruktur

Die in diesem Kapitel behandelten AlSi10Mg Bauteile wurden einer Mikrostrukturanalyse unterzogen. Hierbei wurde die Struktur mittels Lichtmikroskopie und im folgenden Unterabschnitt mit Hilfe von Texturmessungen analysiert. Eine Übersicht über die Untersuchungen der Mikrostruktur von den Bauteilen mittels Lichtmikroskopie ist in [Abbildung 30](#) dargestellt. Die Aufnahmen wurden mit ähnlichen Polarisationsfiltern wie in [Abbildung 24](#) durchgeführt, wodurch die in der Abbildung zu sehende Farbgebung zustande kommt. In Blau ist die gefertigte Probe zu erkennen. Der bräunlich/schwarze Bereich zeigt das Einbettmaterial. Die schwarzen Punkte mit rotem Rand zeigen Bereiche ohne Material auf der untersuchten Ebene.



**Abbildung 30:** Mikrostrukturaufnahme einer aus AlSi10Mg Pulver gefertigten Probe mit Faser. In Blau ist die Legierung und in Braun/Schwarz das Einbettmaterial dargestellt. Die schwarzen Bereiche mit rötlichem Rand sind Fehlstellen, während die leicht wellenförmigen Linien im Material die aufeinandertreffenden Schichten zeigen.

Die Aufnahme lässt bereits viele Rückschlüsse über das Produkt zu. Es ist gut zu erkennen, dass die Proben über eine große Anzahl von Defekten in Form von Poren verfügen. Sie sind als schwarze Punkte mit rötlichem Rand zu sehen. Da die Porosität eines Körpers einen starken Einfluss auf das Material haben kann, wurden die Proben unter einem Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht. In [Abbildung 31](#) ist eine Rückstreuungsaufnahme (*engl.* Backscattered electrons, BSE) dargestellt. Die schwarzen Punkte zeigen die Poren. Die

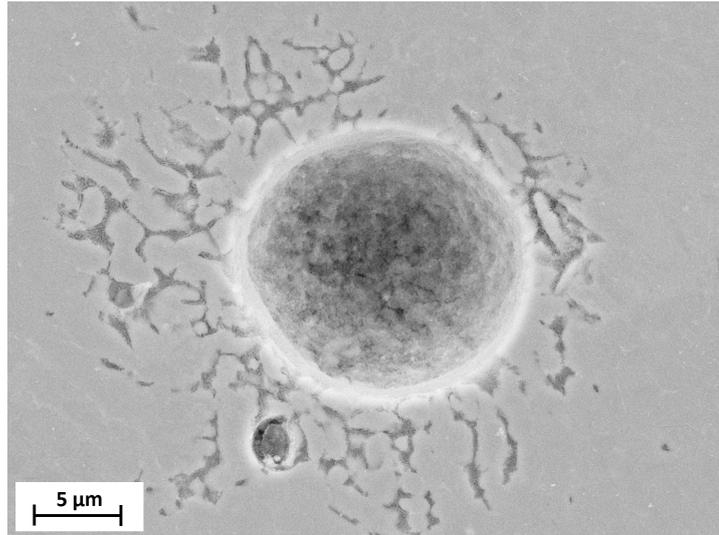


**Abbildung 31:** Darstellung einer BSE Aufnahme von einer AlSi10Mg Probe. Die grünen Pfeile zeigen auf die Grenze einer Schweißraupe. Die roten Pfeile markieren ein Korn. Die schwarzen Punkte sind Poren.

helleren, horizontalen Bereiche zeigen eine Überbelichtung, welche durch größere Poren verursacht wird. In dieser Aufnahme ist zudem der Verlauf einer Schweißraupe zu erkennen. Diese ist mit grünen Pfeilen markiert. An der Grenze der Schweißraupe ist eine starke Konzentration von sehr kleinen Poren vorhanden, während die Poren im restlichen Material deutlich größer sind. Neben den Poren sind in dieser Abbildung die Körner zu erkennen. Ein Korn wurde in dieser Abbildung mit roten Pfeilen markiert. Die Körner zeigen eine längliche Form und sind in Baurichtung orientiert.

Eine genauere Betrachtung einer Pore ist in [Abbildung 32](#) dargestellt. Dies ist ebenfalls eine REM Aufnahme. Diesmal wurde anstatt einer BSE Aufnahme mit Sekundärelektronen (SE) gemessen. Die Aufnahme zeigt eine einzelne Pore. Sie ist nahezu rund und hat einen Durchmesser von  $16,14 \mu\text{m}$ . Um die Pore herum ist eine Veränderung des Materials zu sehen. Diese strukturelle Veränderung senkt die mechanische Belastbarkeit der Probe.

Es ist zu erkennen, dass es Poren gibt, welche unterschiedliche Größen und damit verbunden unterschiedliche Aufenthaltsorte haben. Außerdem konnte die Erkenntnis gewonnen werden, dass einzelne Poren einen Einfluss auf die strukturelle Integrität des Materials haben. Um eine makroskopische Aussage über den Einfluss der Poren auf das Material treffen zu können, wurden 7677 Poren ausgewertet. Dabei stellt sich heraus, dass das Material eine recht hohe Porosität von 1,04 % hat. Die größte gemessene Pore erreicht eine Größe von  $11.782,91 \mu\text{m}^2$ . Aus der Verteilung kann geschlossen werden, dass der größte Anteil der Po-

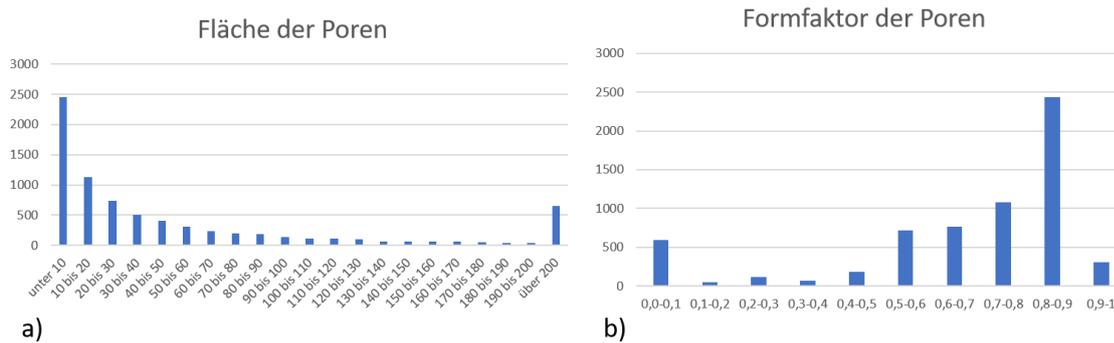


**Abbildung 32:** Darstellung einer einzelnen Pore mit Hilfe einer SE Aufnahme von einer AlSi10Mg Probe.

ren eine Fläche von unter  $10 \mu\text{m}^2$  hat. Die Zahl der Poren nimmt sukzessiv ab, je größer deren Fläche ist, wie in [Abbildung 33 a\)](#) zu sehen. Durch die wenigen Ausreißer von sehr großen Poren liegt die durchschnittliche Größe einer Pore bei  $79,43 \mu\text{m}^2$ . Zudem sind die meisten Poren nahezu rund, wie in [Abbildung 33 b\)](#) erkennbar ist. Der Formfaktor von 1 entspricht einer absolut runden Pore. Je kleiner der Formfaktor wird, um so eliptischer wird die Pore. Die meisten Poren haben einen Formfaktor zwischen 0,8 und 0,9.

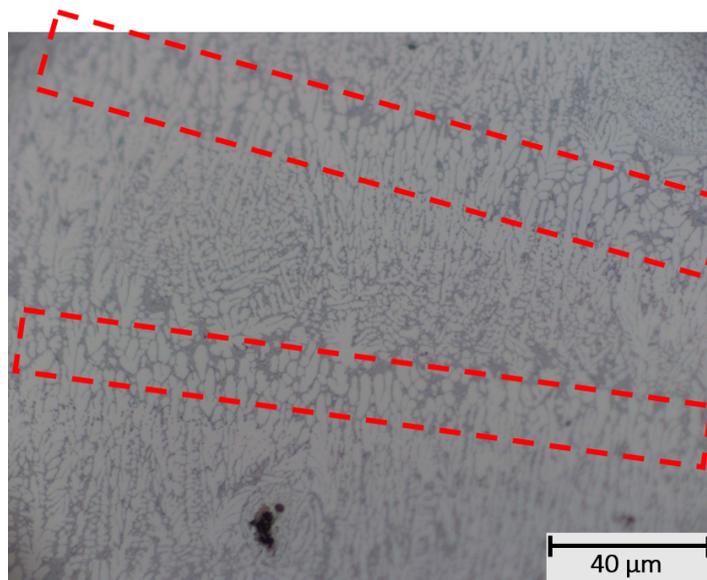
Neben diesen Poren zeigt die Untersuchung mit einem Lichtmikroskop, dass nach der Fertigung weiterhin die Schichtstruktur der einzelnen, gewachsenen Schichten in gewissen Bereichen zu erkennen ist. Dies ist in [Abbildung 30](#) Bereich 3 dargestellt. In der Abbildung in Bereich 3 sind die einzelnen Pulverschichten, welche aufgeschmolzen wurden, sehr gut zu erkennen. Wie bereits in [Abschnitt 5.3](#) gezeigt, sind diese einzelnen Schichten nicht sehr eben. Dadurch, dass die einzelnen Schichten beim Drucken uneben sind, der Drucker jedoch von einem gleichmäßigen Aufwuchs von Material ausgeht, variiert die Pulverschicht bei der darauffolgenden Schicht ebenfalls stark in ihrer Dicke. Dies führt dazu, dass es an einzelnen Stellen zu einer Schichtdicke von nur wenigen Mikrometern kommt, während an anderen Stellen die Schichtdicke bis zu  $160 \mu\text{m}$  stark ist. Dabei wurde beim Druck für jede Schicht eine Schichtdicke von  $40 \mu\text{m}$  eingestellt. Ein weiterer Effekt der Schichten ist an den seitlichen Grenzen der Probe zu erkennen. Die hier verwendete Probe verfügt über eine Fase. Nahe dieser Fase ist zu sehen, dass die einzelnen Schichten sich nach oben beugen, wie im roten Kasten in [Abbildung 30](#) dargestellt.

Neben diesem Schichtsystem in Bereich 3 der [Abbildung 30](#) können zwei weitere Bereiche identifiziert werden. Im Bereich 2 ist ein sehr homogenes Gefüge zu erkennen und keinerlei Schichtstruktur. Dieser Bereich erstreckt sich von  $100 \mu\text{m}$  bis  $600 \mu\text{m}$  unterhalb der letzten gedruckten Schicht. In Bereich 1 hingegen ist wieder sehr schwach eine leichte Struktur



**Abbildung 33:** Darstellung der Verteilung von 7677 Poren auf ihre Fläche in a) und auf ihren Formfaktor in b) einer AlSi10Mg Probe.

zu erkennen, welche sich jedoch von der Schichtstruktur in Bereich 3 unterscheidet. Dieser letzte Bereich 1 befindet sich direkt an der Probenoberfläche auf den letzten 100  $\mu\text{m}$  und entspricht somit den letzten, aufgewachsenen Schichten. Die Unterteilung des Materials in drei unterschiedliche Bereiche ist sehr interessant und wird im folgenden Kapitel noch genauer untersucht.

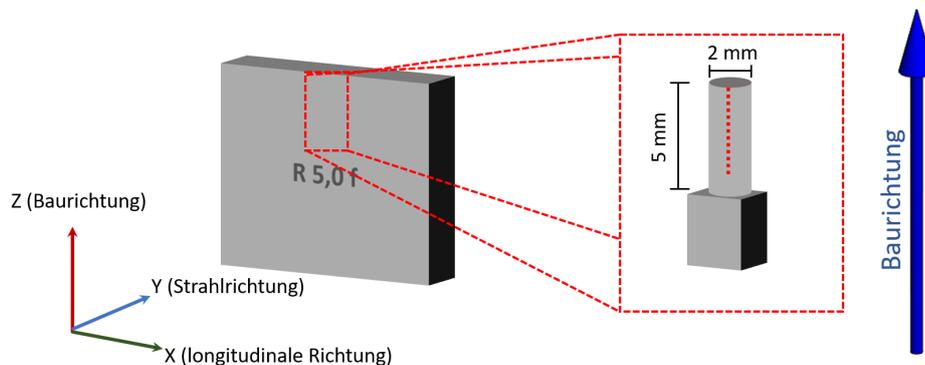


**Abbildung 34:** Vergrößerte Darstellung der Schichten in Bereich 3 (siehe [Abbildung 30](#)). In Rot sind die Gebiete markiert, wo die Schichten aufeinandertreffen.

Bei einer genaueren lichtmikroskopischen Untersuchung der Schichtstruktur in Bereich 3, wie in [Abbildung 34](#) dargestellt, kann gezeigt werden, dass die Korngröße innerhalb einer aufgewachsenen Schicht und an den Stellen, an der zwei Schichten aufeinandertreffen, sich deutlich unterscheiden. In [Abbildung 34](#) wird mit Hilfe eines roten Kastens die Schichtgren-

ze markiert. Hier ist zu erkennen, dass im Bereich dieser Schichtgrenze die Körner deutlich größer sind als in den Bereichen innerhalb einer Schicht. Eine genauere Untersuchung der Eigenspannungen der Bereiche, in der zwei Schichten aufeinandertreffen, ist mit den heutigen Methoden noch nicht möglich. Aufgrund der Unebenheit der Schichten muss für eine genauere Analyse die Probe sehr dünn gewählt werden, um bei Transmissionsexperimenten eine Variation der Schichten in der Tiefe zu vermeiden. Hierfür wurden Proben mit einer Stärke von  $100\ \mu\text{m}$  herausgeschnitten. Zudem wird ein möglichst kleiner Strahlquerschnitt benötigt, um möglichst viele Messpunkte innerhalb einer Schicht zu untersuchen. Dafür wurde an der Hereon betriebenen Beamline P03 am DESY mit einem Strahlquerschnitt von  $400\ \text{nm} \times 400\ \text{nm}$  gemessen. Aufgrund der Korngröße ergeben die Diffraktionsexperimente nur einzelne Reflexe. Mit der daraus resultierenden Statistik ist es jedoch nicht möglich, zuverlässige Aussagen über Eigenspannungen in dieser Größenordnung zu treffen.

## 6.2.2 Textur in LPBF-Körpern



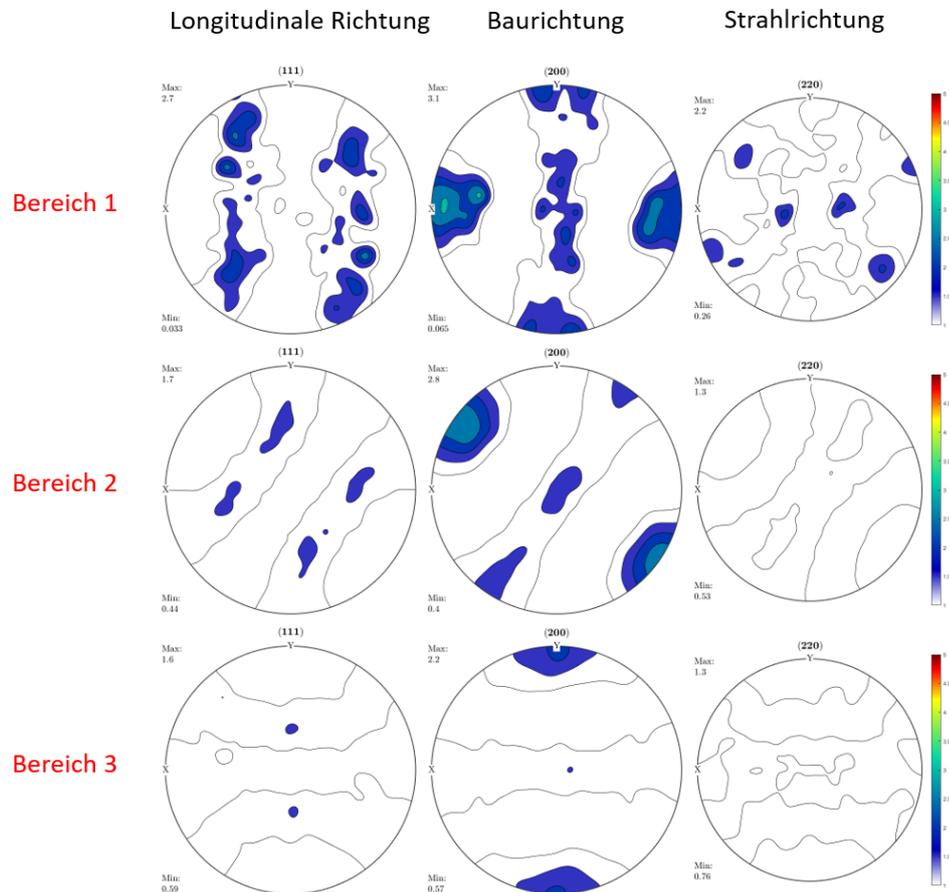
**Abbildung 35:** Darstellung des gemessenen Bereichs einer einfachen Wand. Der linke, rote Kasten zeigt den Bereich, aus welcher die Probe für die Texturmessung herausgeschnitten wurde. Der rechte, rote Kasten zeigt die ausgeschnittene und präparierte Probe, während die rot gestrichelte Linie den gemessenen Bereich zeigt.

Zur weiteren Untersuchung der Unterschiede der drei Bereiche in der Mikrostruktur wurden Texturanalysen durchgeführt. Die Textur zeigt, ob es eine Vorzugsorientierung der Körner gibt und in welche Richtung diese orientiert sind. Bei einer Textur von 1 mrd (multiple of random distribution) herrscht eine Gleichverteilung der Orientierung der Körner. Die Texturintensität wird in Vielfachen dieser zufälligen Verteilung angegeben. Damit gibt diese Untersuchung Aufschluss darüber, ob sich die drei unterschiedlichen Bereiche der Mikrostruktur auch in der Textur widerspiegeln.

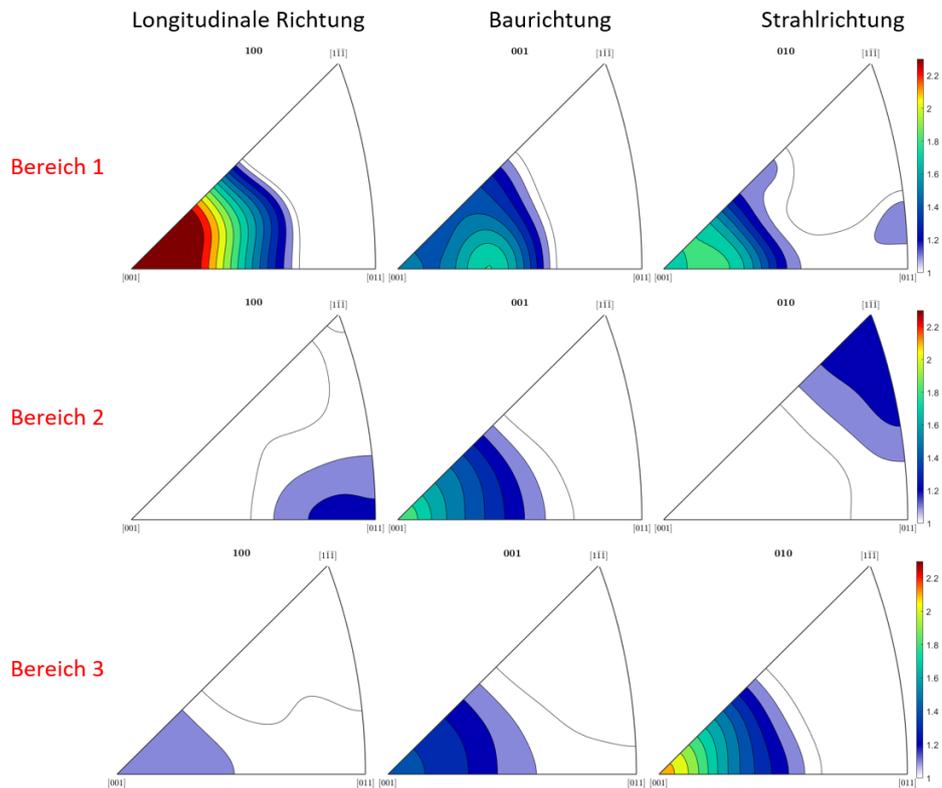
Um die Textur zu bestimmen, wurde sie in den letzten gedruckten  $500\ \mu\text{m}$  einer Probe untersucht. Dafür wird ein dünner Streifen von  $3\ \text{mm} \times 3\ \text{mm} \times 10\ \text{mm}$  ( $X \times Y \times Z$ ) aus der Probe herausgeschnitten. Damit stets eine konstante Absorption durch gleiches Messvolumen ermöglicht wird, muss die Probe anschließend in eine runde Form gebracht werden, da

diese für die Untersuchung im Synchrotronstrahl um die Z-Achse gedreht wird. Der entsprechend untersuchte Bereich ist in [Abbildung 35](#) dargestellt. Der erste Messpunkt liegt direkt unterhalb der Probenoberfläche und wurde mit einem Strahlquerschnitt von  $200\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$  ( $X \times Z$ ) gemessen. Jeder weitere Messpunkt wurde mit einer Schrittweite von  $25\ \mu\text{m}$  tiefer im Material gemessen. Somit wurden 20 Messpunkte in den oberen  $500\ \mu\text{m}$  aufgenommen.

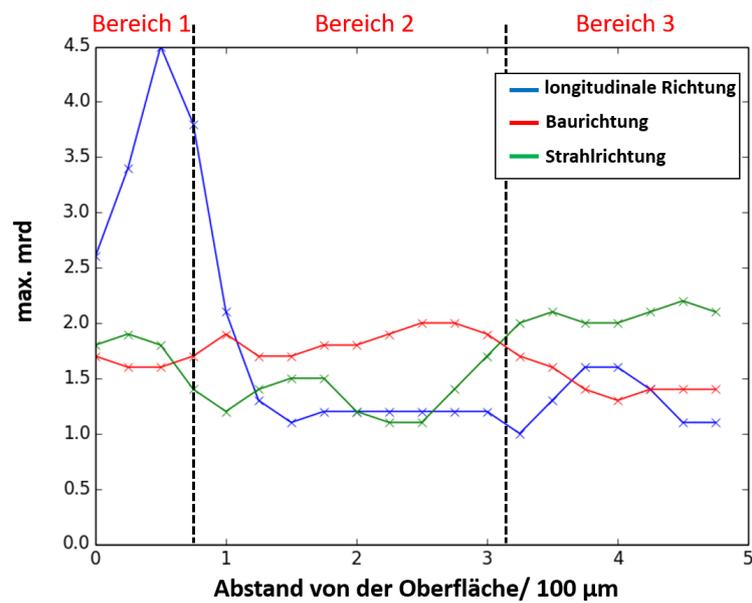
Die Polfiguren für die in der Mikroskopie identifizierten drei Bereiche sind in [Abbildung 36](#) dargestellt. Zudem wurden für die unterschiedlichen drei Bereiche inverse Polfiguren angefertigt, wie in [Abbildung 37](#) zu sehen ist. Die Polfiguren und inversen Polfiguren, sowie die ODF (Orientation Distribution Function) für  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  und  $65^\circ$  für jede der gemessenen Positionen sind im Anhang ([Kapitel 9](#)) beigefügt. Die Ergebnisse zeigen, dass in den drei Bereichen, welche auch in den lichtmikroskopischen Untersuchungen zu erkennen sind, sich drei unterschiedliche Vorzugsorientierungen der Mikrostruktur darstellen. Ein genauer Verlauf der Orientierung der Mikrostruktur ist in [Abbildung 38](#) präsentiert. Die Textur nahe der Oberfläche ist am stärksten ausgeprägt und hat eine Vorzugsorientierung in longitudinaler Richtung. In diesem Bereich erreicht die Textur eine Stärke von bis zu 4,5 mrd. Der Bereich mit einer Vorzugsorientierung in longitudinaler Richtung entspricht dem Bereich 1 in den lichtmikroskopischen Untersuchungen. Eine sehr schwache Textur ist in den Bereichen 2 und 3 zu verzeichnen. Diese zeigt in Bereich 2 eine Ausrichtung in Baurichtung, während in Bereich 3 die Textur in Strahlrichtung orientiert ist. Damit kann gezeigt werden, dass sich die drei in den lichtmikroskopischen Untersuchungen gefundenen Bereiche auch in der Textur des Materials widerspiegeln, die in diesen drei Bereichen ebenfalls komplett unterschiedlich ist. Diese ist bedingt durch das veränderte Aufschmelzen und Erstarren nahe der Oberfläche. Das Fehlen weiterer Schichten verändert das Abkühlverhalten des Körpers.



**Abbildung 36:** Darstellung der Polfiguren für die drei unterschiedlichen Bereiche. In der ersten Spalte sind die Polfiguren in longitudinaler Richtung, in der zweiten Spalte die Polfiguren in Baurichtung und in der dritten Spalte die Polfiguren in Strahlrichtung gezeigt. Die erste Zeile zeigt die Polfiguren, welche in Bereich 1 gemessen wurden, die zweite Zeile beinhaltet die Polfiguren aus Bereich 2 und die letzte Reihe die Polfiguren aus Bereich 3.



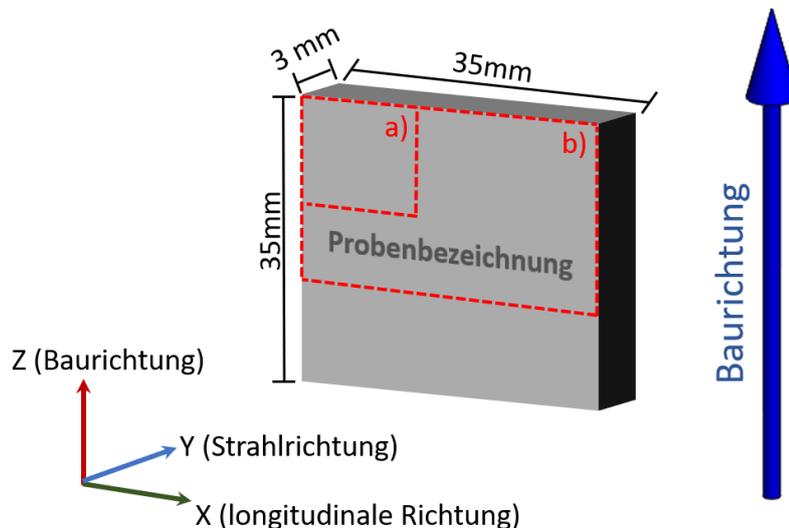
**Abbildung 37:** Darstellung der inversen Polfiguren für die drei unterschiedlichen Bereiche. In der ersten Spalte sind die inversen Polfiguren in longitudinaler Richtung, in der zweiten Spalte die inversen Polfiguren in Baurichtung und in der dritten Spalte die inversen Polfiguren in Strahlrichtung gezeigt. Die erste Zeile beinhaltet die inversen Polfiguren, welche in Bereich 1 gemessen wurden, die zweite Zeile zeigt die inversen Polfiguren aus Bereich 2 und die letzte Reihe die inversen Polfiguren aus Bereich 3.



**Abbildung 38:** Darstellung aller Messpunkte der Texturanalyse. Die Kurven zeigen das maximale Vielfache der Orientierung (mrd) der Körner in longitudinaler Richtung (blau), Baurichtung (rot) und Strahlrichtung (grün).

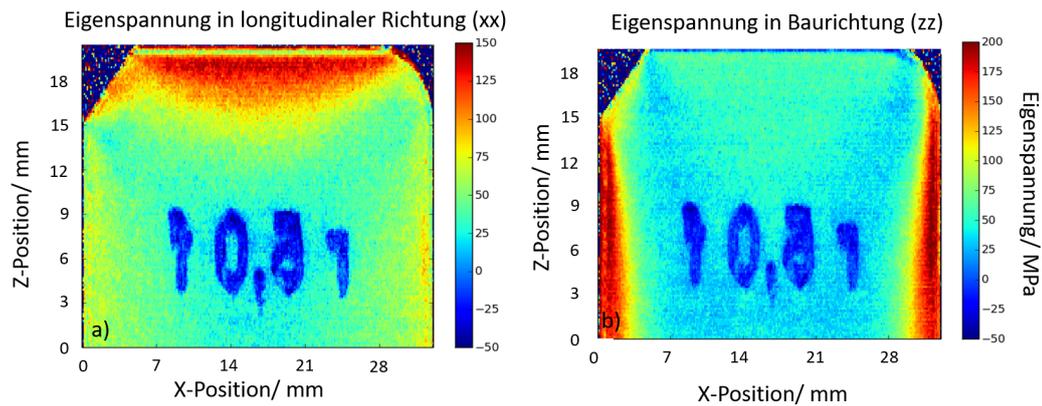
### 6.2.3 Eigenspannungen

In den vorherigen Kapiteln konnte gezeigt werden, dass in der Mikrostrukturuntersuchung und Texturanalyse übereinstimmend drei unterschiedliche Bereiche zu erkennen sind. Zudem wurde festgestellt, dass sich die Mikrostruktur des Bereichs 3 bei einer Fase anders verhält. Im Folgenden werden die auftretenden Eigenspannungen in diesen Werkstücken untersucht.



**Abbildung 39:** Schematische Skizze der einfachen Wände mit eingezeichneten Messbereichen. Der rot gestrichelte Bereich a) zeigt den Messbereich für eine Probe ohne Fase und Rundung, sowie für die Proben mit 0,5 mm und 1,0 mm für eine Fase und Rundung. Der rot markierte Bereich b) zeigt den Messbereich für eine Probe mit 5,0 mm Fase und Rundung.

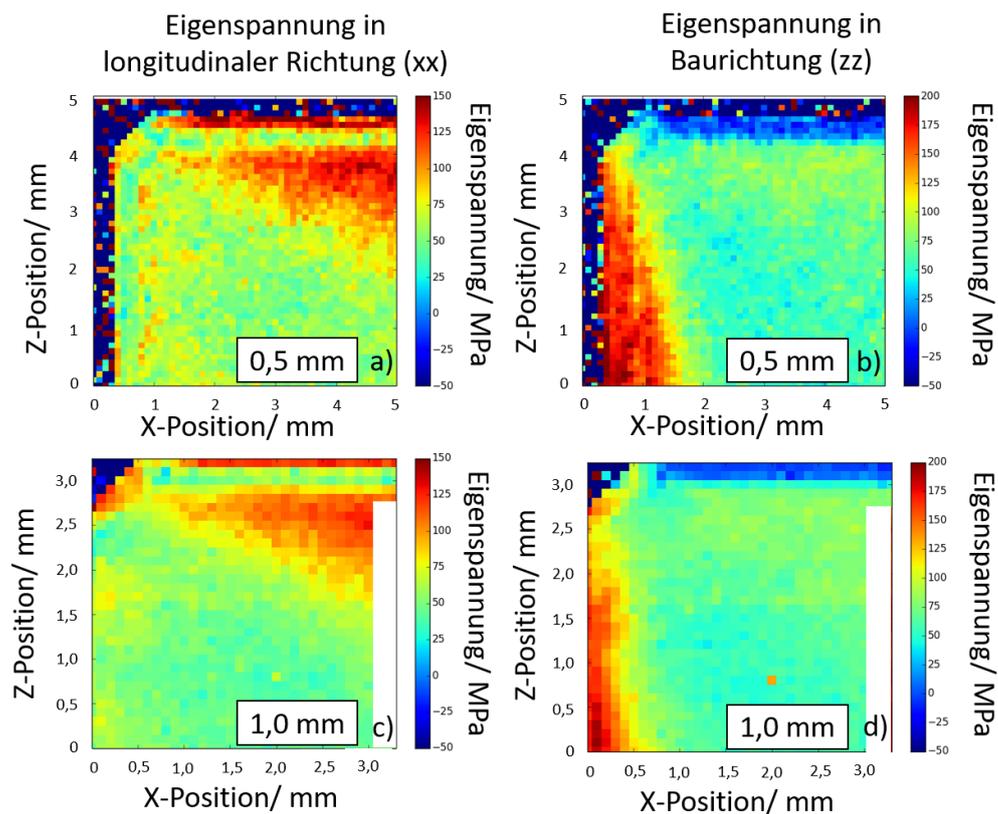
Hierfür wurden 2D-Eigenspannungskarten, die in [Unterabschnitt 4.1.1](#) vorgestellten Proben mit Fase und Rundung, erstellt. Für die Probe mit einer Fase und Rundung von 5 mm wurde mit einem Strahlquerschnitt von  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  gemessen. Die Schrittweite zwischen den einzelnen Messpunkten liegt bei  $150\ \mu\text{m}$ . Der gemessene Bereich ist in [Abbildung 39](#) gezeigt. Eine solche Eigenspannungskarte ist in [Abbildung 40](#) dargestellt. Die Abbildung zeigt in a) die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung und in b) die Eigenspannungen in Baurichtung. Die spiegelverkehrten, blauen Bereiche, welche die Form von Buchstaben und Zahlen annehmen, sind die in [Abbildung 13](#) gezeigten Aufdrucke der Proben und haben hier für die Untersuchung keine Bedeutung. Sie resultieren durch dickere Bereiche der Proben und damit aus der Verschiebung des Streuschwerpunktes relativ zum Detektor. Wie in [Unterabschnitt 3.3.2](#) beschrieben, sollte der Schwerpunkt des Streuvolumens aufgrund der Probendicke nach Kalibration konstant bleiben.



**Abbildung 40:** Darstellung der Eigenspannungen in longitudinaler (a) und in Baurichtung (b) für eine einfache AlSi10Mg Wand mit Fase und Rundung von 5,0 mm.

In den Abbildungen ist zu sehen, dass es bei additiv gefertigten Proben zu einer stark ausgeprägten Zugspannung parallel zu den Außenbereichen kommt. Diese Zugspannung erreicht nahe der Oberfläche in longitudinaler Richtung Werte von bis zu  $\sigma_{xx} = 150$  MPa. Die Zugspannung in longitudinaler Richtung nahe der Oberfläche reicht in der Mitte der Probe bis zu 3,95 mm tief in das Material herein und geht dann in Bereiche mit geringer Tendenz zur Druckspannung über. An den Seiten der Probe ist eine Zugspannung in Baurichtung mit einer Stärke von bis zu  $\sigma_{zz} = 200$  MPa bestimmt worden. Diese Zugspannung in Baurichtung reicht bis zu 3,75 mm weit ins Material herein und geht dann ebenfalls in spannungsfreie Zustände mit einer Tendenz zur Druckspannung über. Diese markante Zugspannung in den Außenbereichen der Probe ist durch eine hohe Abkühlrate des Materials und den daraus resultierenden, mechanischen Kräften gut zu erklären. Eine Gruppe der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) konnte durch *in situ* Wärmemessungen das Entstehen dieser Spannungsbereiche an verschiedenen additiv gefertigten Materialien zeigen. Die Ergebnisse wurden Anfang 2022 publiziert [41].

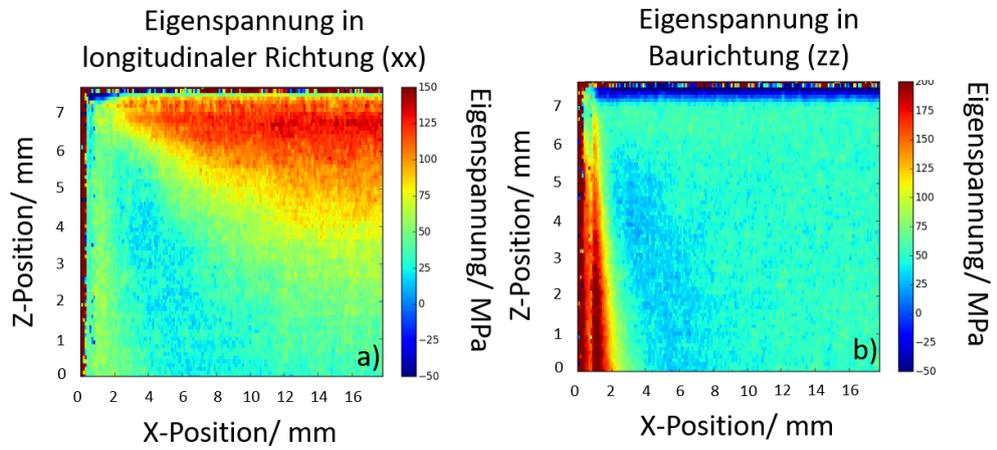
Neben diesen sehr markanten Spannungsfeldern wurde in dieser Arbeit das Verhalten der Eigenspannungen im Zusammenhang mit der Geometrie des gedruckten Körpers untersucht. Hierfür wurden in einem ersten Schritt die Eigenspannungen nahe einer Fase, Rundung und 90° Ecken untersucht. Diese zeigen vor allem bei den Fasen einen interessanten Effekt. Neben den Hauptspannungsbereichen entsteht nahe der Fase ein weiterer Eigenspannungsbereich. Dieser liegt in Form von Zugspannung vor und ist nicht nur bei einer Fase von 5,0 mm zu sehen, sondern auch schon in Ansätzen bei einer Fase von 0,5 mm und 1,0 mm, wie in [Abbildung 41](#) gezeigt. Bei einer 90° Ecke und einer Rundung hingegen konnten keine zusätzlichen Eigenspannungen entdeckt werden, wie in [Unterabschnitt 4.1.1](#) und [Abbildung 42](#) zu sehen, was darauf schließen lässt, dass bei diesen Geometrien geringere, mechanische Kräfte herrschen. Folglich ist bei einem Werkstücken mit Fase, verglichen mit einer 90° Ecke und einer Rundung, durch die zusätzliche Zugspannung eine geringere Belastbarkeit des Materials zu erwarten. Dies steht im direkten Kontrast zur Verwendung einer Fase in der traditionellen



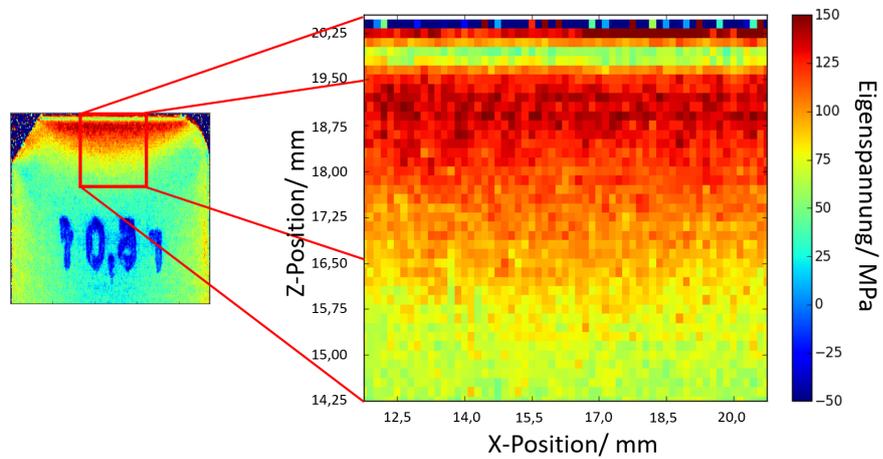
**Abbildung 41:** Darstellung der Eigenspannungen nahe einer Fase von 0,5 mm (a, b) und einer Fase von 1,0 mm (c, d) in AlSi10Mg Proben. Die Bilder (a, c) entsprechen den Eigenspannungen in longitudinaler Richtung und die Bilder (b, d) entsprechen den Eigenspannungen in Baurichtung.

Fertigung von Werkstücken. Sie dienen dort dazu Spannungskonzentrationen zu vermeiden. In der Additiven Fertigung hingegen ist gerade in diesen Bereichen eine Konzentration von Zugspannung zu finden.

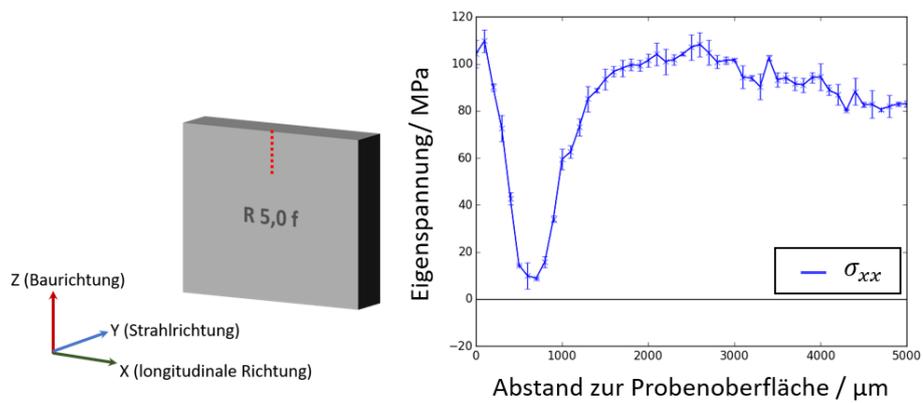
Zusätzlich ist noch ein weiterer Effekt in den Eigenspannungsprofilen zu erkennen. Dieser ist nahe der Oberfläche auf den letzten, entstandenen Schichten zu sehen, wie in [Abbildung 43](#) gezeigt. Hier kommt es zu drei Bereichen: einem Zugspannungsbereich nahe der Oberfläche, einem Bereich mit deutlich schwächerer Zugspannung und angrenzend einem Bereich mit ausgeprägter Zugspannung. Dieser Effekt wurde mit Hilfe einer zusätzlichen Liniemessung genauer untersucht und ist in [Abbildung 44](#) dargestellt. Die Probe wurde mit einem Strahlquerschnitt von  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  gemessen. Die Schrittweite zwischen den einzelnen Messpunkten liegt bei  $100\ \mu\text{m}$ . Der Eigenspannungsverlauf zeigt für die ersten  $200\ \mu\text{m}$  unterhalb der Oberfläche eine Zugspannung von  $\sigma_{xx} = 100\ \text{MPa}$  bis  $\sigma_{xx} = 120\ \text{MPa}$ . In einer Tiefe von  $700\ \mu\text{m}$  sinkt die Zugspannung auf  $\sigma_{xx} = 9\ \text{MPa}$  und steigt anschließend wieder auf die gleiche Intensität wie an der Oberfläche an.



**Abbildung 42:** Darstellung der Eigenspannungen in longitudinaler (a) und in Baurichtung (b) für eine einfache AlSi10Mg Wand ohne Fase und Rundung.



**Abbildung 43:** Vergrößerte Darstellung eines Ausschnitts der [Abbildung 40 a](#)) im Bereich nahe der Oberfläche.



**Abbildung 44:** Eigenspannungen in longitudinaler Richtung aufgetragen gegen den Abstand zur Oberfläche einer AlSi10Mg Probe.

### **Mögliche Fehler durch einen chemischen Gradienten**

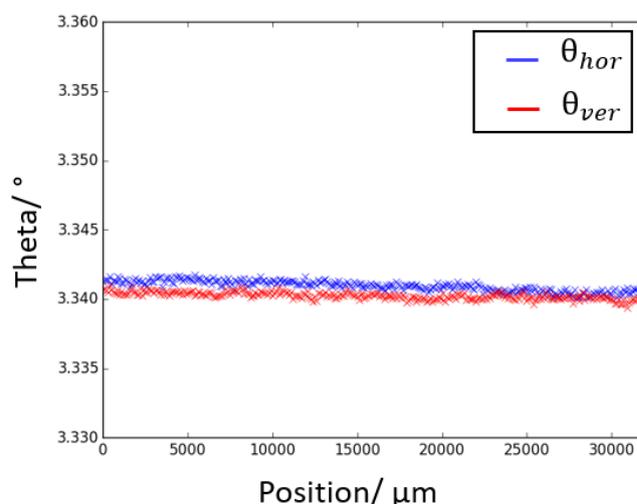
Bei Eigenspannungsuntersuchungen kann es aufgrund von chemischen Gradienten im Material zu Fehlern kommen. Beim LPBF-Verfahren wird schichtweise eine neue Lage Pulver hinzugefügt. Eine mindere Qualität oder eine Fehlproduktion des Pulvers können dazu führen, dass sich die chemische Zusammensetzung des Pulvers bei späteren Schichten im Vergleich zu früheren Schichten unterscheidet. Vor allem durch Oxidation des Pulvers liegen bei Oxiden und nicht oxidierten Partikeln unterschiedliche Schmelzpunkte vor, wodurch es zu Seigerungseffekten während des LPBF-Verfahrens kommen kann. Dies führt zu chemischen Gradienten in der später gefertigten Probe. Die chemische Zusammensetzung hat Einfluss auf die Gitterstruktur und die atomaren Abstände, welche für einen Substitutionsmischkristall durch das Vegardsche Gesetz beschrieben werden [114]. Diese Abweichung der Gitterparameter kann zu einer fehlerhaften Bestimmung von Eigenspannungen führen, da diese, wie in [Abschnitt 2.2](#) beschrieben, über die atomaren Abstände bestimmt werden. Das Resultat kann sein, dass die vorhandenen Eigenspannungen nicht entdeckt werden oder Eigenspannungen zu sehen sind, welche gar nicht existieren. Weiter ist eine Bestimmung des spannungsfreien Gitterparameters  $d_0$ , wie in [Abschnitt 2.5](#) beschrieben, mit chemischen Gradienten nicht möglich.

Um diesen Fehler auszuschließen, wurde eine Probe ausgewählt, in welcher die bereits gezeigten Eigenspannungsprofile zu untersuchen sind. Aus dieser Probe wurde jeweils ein horizontaler und vertikaler dünner Streifen mit einer Breite von 1 mm herausgeschnitten. Bei einer so schmalen Probe können sich die wirkenden, mechanischen Kräfte aufgrund der Nähe zur Oberfläche abbauen und die Probe sollte daraufhin frei von Makrospannung sein. Da nun keine makroskopischen Eigenspannungen (Typ 1) in der Probe vorliegen, kann die Bestimmung der Eigenspannungen in dem 1 mm Streifen durchgeführt werden. Kommt es zu einer Veränderung des Beugungswinkels  $\theta$  liegen in der Probe ortsabhängige  $d_0$ -Werte vor. Sollte dies der Fall sein, würde eine Berechnung der Eigenspannungen, wie in [Abschnitt 2.5](#) beschrieben, zu Fehlern führen und ist somit nicht möglich.

Diese Untersuchung wurde mit den vorliegenden Proben durchgeführt, um einen Fehler aufgrund von chemischen Gradienten auszuschließen. Die Ergebnisse sind in [Abbildung 45](#) dargestellt. In der Probe liegen keine nennenswerten chemischen Gradienten in longitudinaler Richtung oder Baurichtung vor. Somit kann geschlussfolgert werden, dass die gemessenen Eigenspannungen der Probe real und nicht durch chemische Gradienten bedingt sind. Damit kann weiter gezeigt werden, dass der starke Abfall der Zugspannung nahe der Oberfläche, wie in [Abbildung 43](#) und [Abbildung 44](#) zu sehen, ein realer Effekt und nicht durch eine veränderte chemische Zusammensetzung in diesem Bereich zu erklären ist.

#### **6.2.4 Beziehung zwischen Mikrostruktur und Eigenspannungen**

Wie in den vorherigen Kapiteln aufgezeigt, können die letzten Schichten der Additiven Fertigung in unterschiedliche Bereiche eingeteilt werden. Die Mikrostrukturanalyse zeigt drei sehr verschiedene Bereiche. Bei den Texturmessungen konnten drei völlig unterschiedliche Ausrichtungen der Kornstruktur nachgewiesen werden. Bei den Eigenspannungsmessungen



**Abbildung 45:** Darstellung von  $\theta$  in einem 1 mm breiten Streifen AlSi10Mg. Es wurden jeweils ein horizontaler und ein vertikaler Streifen aus einer einfachen Wand entnommen.

kann gezeigt werden, dass es nahe der Oberfläche einen Wechsel zwischen Zugspannung und nahezu spannungsfreien Zuständen kommt. Werden diese drei Ergebnisse verglichen, wird ersichtlich, dass diese unterschiedlichen Bereiche deckungsgleich sind.

Die letzten gedruckten Schichten zeigen eine sehr schwache Mikrostruktur und die Textur ist in longitudinaler Richtung stark ausgeprägt. Bei den Eigenspannungen sind nahe der Oberfläche starke Zugspannungen in longitudinaler Richtung zu erkennen. Bei diesen drei Messungen lässt sich jeweils feststellen, dass sich jener Bereich bei allen Messungen auf  $150 \mu\text{m}$  unterhalb der Oberfläche erstreckt.

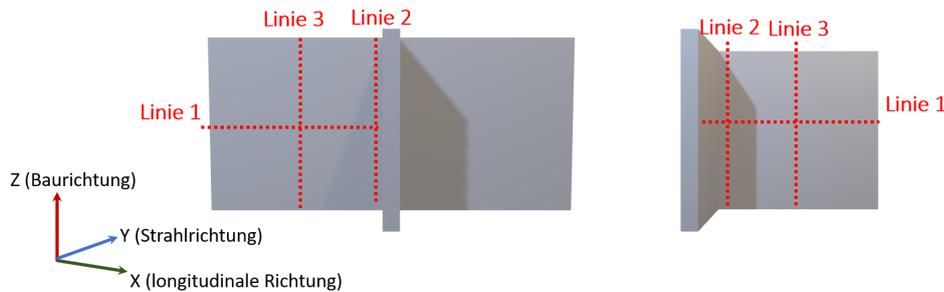
In dem Bereich 2 bei den Mikrostrukturmessungen ist ein sehr homogenes Gefüge zu sehen, während bei den Texturmessungen eine schwache Textur in Baurichtung festgestellt wird. Bei der Untersuchung der Eigenspannungen zeigt sich ein sehr schwacher Spannungsbereich in diesem Gebiet. Auch hier ist dieser Bereich in den drei unterschiedlichen Messmethoden nahezu identisch. In allen Messungen ist dieser Bereich  $250 \mu\text{m}$  bis  $300 \mu\text{m}$  groß und unterhalb des ersten Bereichs zu erkennen.

Der Rest des Materials zeigt in der Mikrostruktur eine schichtartige Struktur und in den Texturmessungen eine schwache Vorzugsorientierung von Körnern in Strahlrichtung. In den Eigenspannungen lassen sich markante Zugspannungen erkennen, welche aufgrund des Kräftegleichgewichts tiefer im Material in leichte Druckspannung übergehen.

Dieser besondere Oberflächeneffekt ist sehr interessant. Die spannungsfreie Zone nahe der Oberfläche, wie in [Abbildung 43](#) und [Abbildung 44](#) gezeigt, erhöht die Belastbarkeit des Materials gegen äußere mechanische Kräfte und senkt Rissbildungen in diesem Gebiet. Eine Publikation dieser Erkenntnisse ist in Arbeit.

### 6.3 L-Stücke und T-Stücke

In der Realität liegen selten einfache Wände vor, sondern komplexere Strukturen. Daher werden im Folgenden die Geometrien der untersuchten Proben etwas komplexer, um sich der Realität zu nähern. In diesem Kapitel wird das Verhalten der Eigenspannungen auf L-Stücke (90°Winkel) und T-Stücke untersucht.



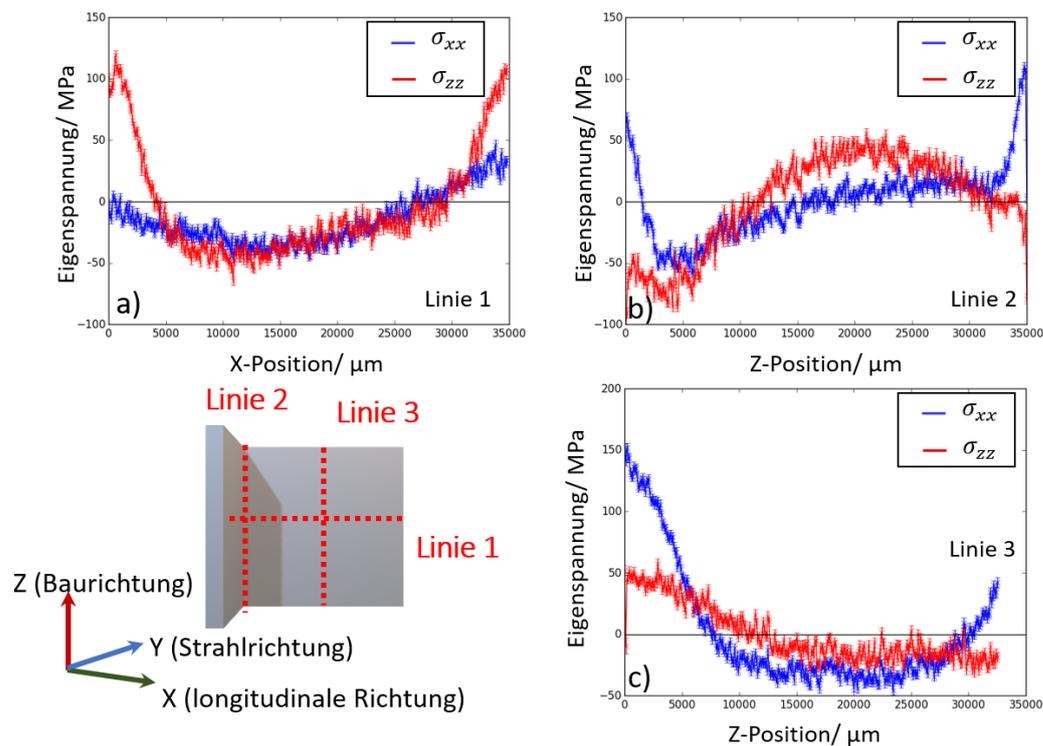
**Abbildung 46:** Skizze der Messbereiche in den T-Stücken und L-Stücken.

Durch die 2D-Eigenspannungskarten der Verteilung der Eigenspannungen ist die zu erwartende Verteilung der Eigenspannungen in Wandstrukturen bekannt. Da 2D-Spannungskarten sehr viel Messzeit erfordern, wurden im weiteren Verlauf zunächst mit Linienmessungen gezielt die interessanten Bereiche untersucht. Hierfür wurden die in [Abbildung 46](#) gezeigten Linienmessungen durchgeführt.

Die Ergebnisse der Linienmessungen für ein L-Stück sind in [Abbildung 47](#) dargestellt. In [Abbildung 47 a\)](#) sind die Ergebnisse der in [Abbildung 46](#) gezeigten Messlinie 1 zu sehen. Dabei sind die zu erwartenden, starken Eigenspannungen von  $\sigma_{zz} = 100$  MPa in Baurichtung ersichtlich, welche nahe der Außenbereiche der Proben auftreten. In longitudinaler Richtung hingegen sind schwache Eigenspannungen von unter  $\sigma_{xx} = 50$  MPa in Druck- bzw. Zugspannung zu beobachten. Dies stimmt sehr gut mit den Ergebnissen von den einfachen Wänden überein, wie in [Abbildung 48](#) zu sehen. Eine Besonderheit stellt hierbei dar, dass die Eigenspannungen im L-Stück nicht vollkommen symmetrisch sind. Es ist eine leichte Verschiebung des Druckspannungsbereiches im Zentrum hin zum Winkel auf der linken Seite zu erkennen.

In [Abbildung 47 b\)](#) sind die Eigenspannungen entlang der Linie 2 aus [Abbildung 46](#) gezeigt. Dabei ist, wie an äquivalenter Stelle bei der einfachen Wand, am oberen und unteren Ende der Probe in longitudinaler Richtung eine starke Zugspannung festzustellen. In Baurichtung ist eine leichte Zugspannung mit bis zu  $\sigma_{zz} = 48$  MPa zu sehen. Diese ist durch den Winkel der beiden Seiten deutlich schwächer als bei der einfachen Wand. Bei der einfachen Wand wurde in diesem Bereich eine Zugspannung mit bis zu  $\sigma_{zz} = 200$  MPa bestimmt. Das zusätzliche Material, durch die im 90° angebrachte zweite Wand, birgt die Möglichkeit, dass sich die im Material wirkenden, mechanischen Kräfte besser verteilen können und führt zu einer Absenkung der Zugspannung.

Die Eigenspannungen entlang der Linie 3 aus [Abbildung 46](#) sind in [Abbildung 47 c\)](#) dargestellt. Diese Ergebnisse zeigen keinen Unterschied zu den Messungen an einer einfachen



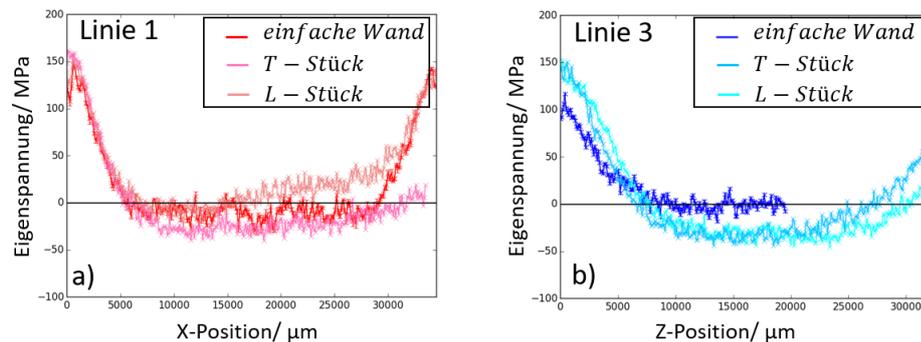
**Abbildung 47:** Darstellung der Eigenspannungsprofile innerhalb eines AlSi10Mg L-Stücks.

Wand. [Abbildung 48](#) veranschaulicht dies. Die Messlinie befindet sich 17,5 mm von dem Winkel der beiden Seiten entfernt. In diesem Abstand hat die zweite Wand keinerlei Einfluss auf die Eigenspannungen.

Als Nächstes ist die geometrische Form noch etwas komplexer gestaltet und T-Stücke wurden untersucht. In [Abbildung 49 a\)](#) sind die Ergebnisse der Messung von Linie 1 aus [Abbildung 46](#) dargestellt. Dabei ist an der Oberfläche wie zu erwarten eine starke Zugspannung vor allem in Baurichtung von  $\sigma_{zz} = 150 \text{ MPa}$  zu erkennen. Dies stimmt gut mit den Ergebnissen aus den einfachen Wänden und den L-Stücken überein, wie in [Abbildung 48](#) dargestellt. In dem Bereich des T-Stücks, in welchem ein  $90^\circ$  Winkel zum Bein des T-Stücks vorliegt, ist entgegen den Erwartungen keine Zugspannung zu sehen. Bereits beim L-Stück konnte in diesem Bereich eine Abnahme der Eigenspannungen verglichen mit einer einfachen Wand erkannt werden. Dies lässt die Schlussfolgerung zu, dass sich die wirkenden Kräfte über den Winkel hinaus erstrecken, da sich hinter dem Bein des T-Stücks das Werkstück, im Unterschied zum L-Stück, fortsetzt. Somit kann davon ausgegangen werden, dass für die Eigenspannungen die beiden Flächen neben dem Bein vom T-Stück zusammenwirken und sich wie eine einzige Platte verhalten.

In [Abbildung 49 b\)](#) sind die Eigenspannungen der in [Abbildung 46](#) gezeigten Linie 2 zu sehen. Diese zeigt verglichen mit dem L-Stück eine schwächere Zugspannung in longitudinaler Richtung nahe der Oberfläche. Zudem liegt in longitudinaler Richtung ein Druckspan-

Eigenspannung in longitudinaler Richtung (zz)    Eigenspannung in Baurichtung (xx)



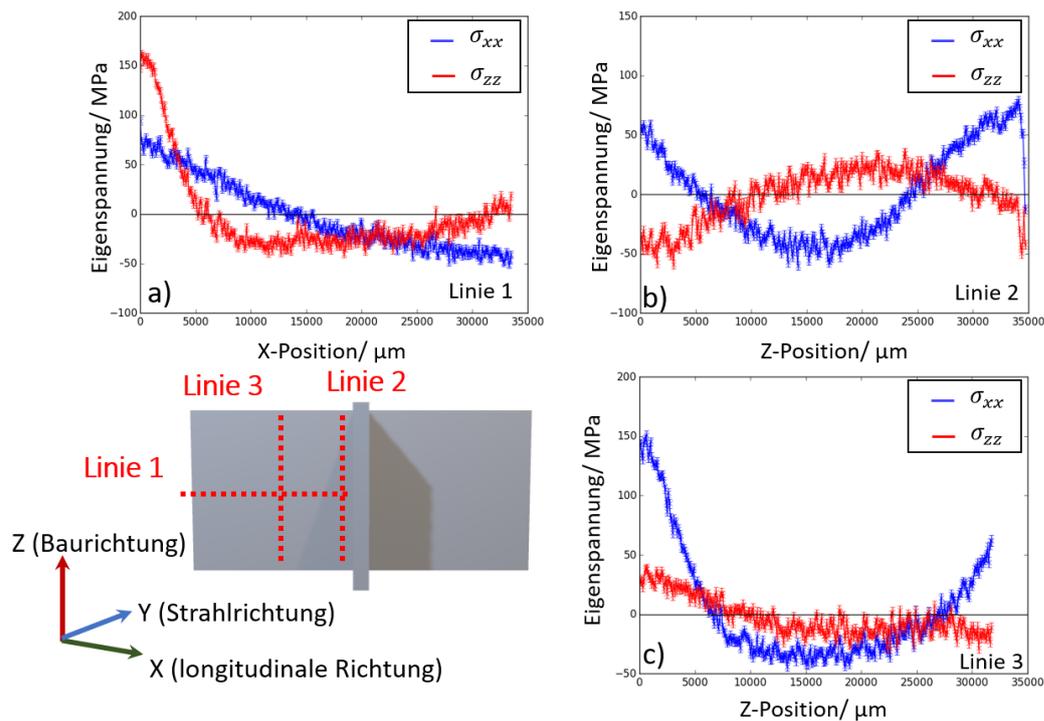
**Abbildung 48:** Darstellung der Eigenspannungsprofile einer einfachen Wand, eines L-Stücks und eines T-Stücks für die Messbereiche Linie 1 und Linie 3.

nungsbereich mit bis zu  $\sigma_{xx} = 50$  MPa im Zentrum des Materials vor. Die Zugspannung in Baurichtung, welche im L-Stück noch leicht vorhanden ist, ist im T-Stück kaum noch existent. Die Verteilung der Eigenspannungen ist identisch mit dem äquivalenten Bereich im L-Stück, erreicht im T-Stück aber nur noch einen Maximalwert von  $\sigma_{zz} = 30$  MPa in Druck- und Zugspannung.

Die Eigenspannungen der Linie 3 aus [Abbildung 46](#) sind in [Abbildung 49 c\)](#) dargestellt. Diese Ergebnisse sind nahezu identisch mit den Messungen des L-Stücks an äquivalenter Stelle, wie in [Abbildung 48](#) zu sehen. Dies bestätigt die Annahme, dass der Einfluss von Geometrien in einer Entfernung von 50 % der Länge der verwendeten L-Stücke keinerlei Einfluss auf die vor Ort wirkenden mechanischen Kräfte hat.

Die T- und L-Stücke zeigen, dass das Erweitern einer einfachen Wand die Zugspannung im Bereich an dem die Seiten aufeinandertreffen deutlich senkt. Zudem ist eine Verschiebung der Eigenspannungen in Richtung der Druckspannung zu erkennen. Dies entspricht vor allem im Winkelbereich zwischen den Seiten einer deutlichen Verbesserung der Belastbarkeit der Werkstücke. Weiter kann beobachtet werden, dass die Winkel nur in einer Reichweite von unter 17,5 mm Einfluss auf die Eigenspannungszustände haben.

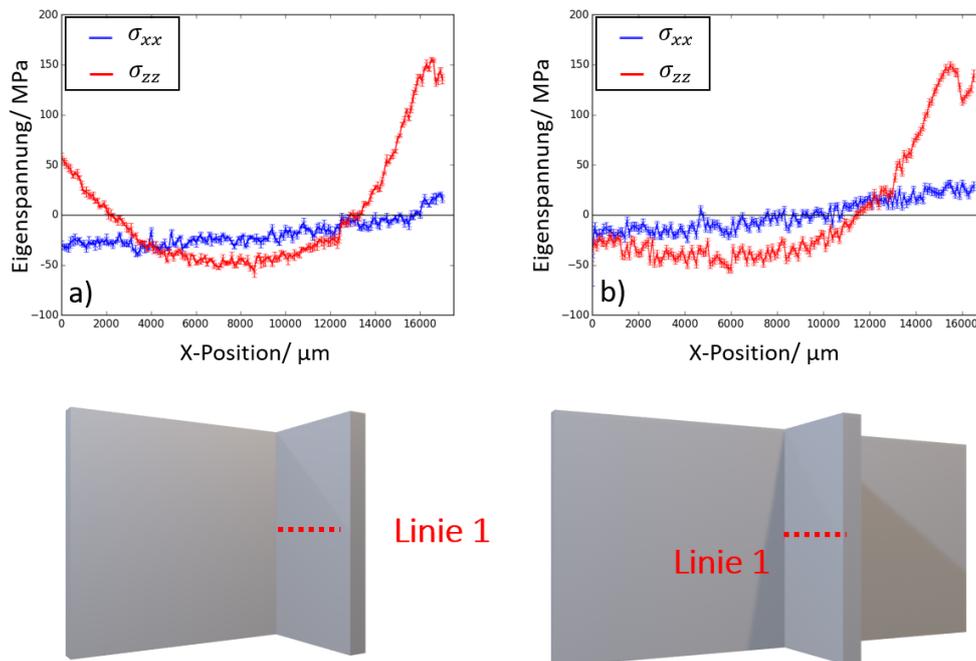
Abschließend wurde der in [Abbildung 46](#) gezeigte Messbereich (Linie 1) für die in [Unterabschnitt 4.1.1](#) vorgestellten kurzen Seiten der asymmetrischen T- und L-Stücke untersucht. Die Eigenspannungsprofile sind in [Abbildung 50](#) dargestellt. Die Eigenspannungen des asymmetrischen L-Stücks zeigen starke Ähnlichkeit mit dem äquivalenten Bereich des symmetrischen L-Stücks. Die Zugspannung in Baurichtung nahe des Winkels der Seiten jedoch ist bei dem asymmetrischen Stück deutlich schwächer ausgeprägt. Bei dem symmetrischen Bauteil entspricht die Zugspannung nahe des Winkels bis zu  $\sigma_{zz} = 110$  MPa, während das asymmetrische Werkstück in diesem Bereich nur  $\sigma_{zz} = 53$  MPa erreicht. Dies lässt sich durch den Einfluss der Druckspannung erklären, welche die Zugspannung des Bauteils zur Luft hin ausgleicht. Daraus kann geschlussfolgert werden, dass die Zugspannung eines Bauteils zur Oberfläche hin und ihre ausgleichende Druckspannung deutlich dominanter sind,



**Abbildung 49:** Darstellung der Eigenspannungsprofile innerhalb eines AlSi10Mg T-Stücks.

als die Zugspannung innerhalb eines Werkstücks. Bei dem T-Stück sind, verglichen mit dem symmetrischen Werkstück, keine Veränderungen der Eigenspannungen zu sehen.

In diesem Abschnitt konnte für T- und L-Stücke gezeigt werden, dass das Erweitern einer einfachen Wand die Zugspannung im Bereich an dem die Seiten aufeinandertreffen deutlich senkt. Zudem ist eine Verschiebung der Eigenspannungen in Richtung Druckspannung zu erkennen. Dies entspricht vor allem im Winkelbereich zwischen den Seiten einer deutlichen Verbesserung der Belastbarkeit der Werkstücke. Des Weiteren kann gezeigt werden, dass die Eigenspannungen in den Außenbereichen eines Bauteils dominanter sind, als in den Innenbereichen eines Werkstücks, wo sich die Eigenspannungen besser verteilen können. Zu beobachten ist außerdem, dass die Winkel nur in einer geringen Reichweite Einfluss auf die Eigenspannungszustände haben. Diese liegt unter 17,5 mm.



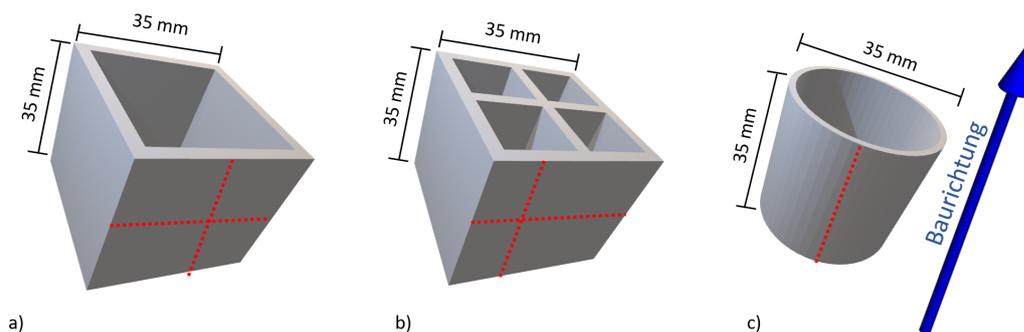
**Abbildung 50:** Darstellung der Eigenspannungsprofile eines asymmetrischen L-Stücks (a) und T-Stücks (b).

#### 6.4 Rohre und Waben

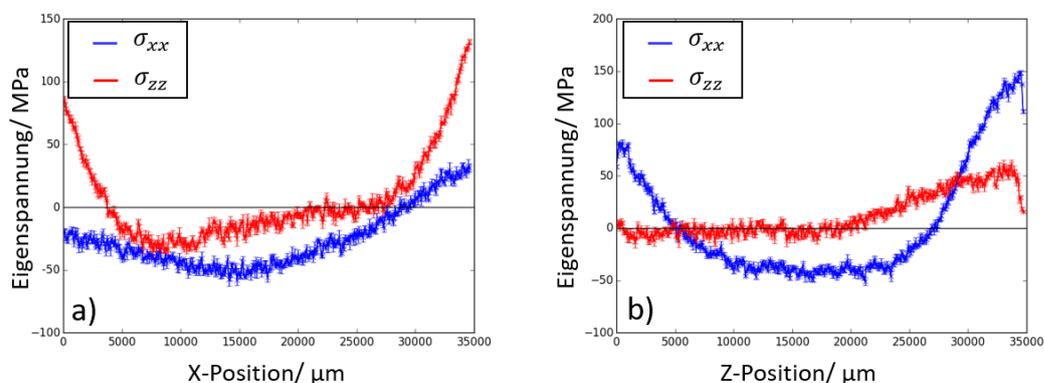
Die Komplexität der geometrischen Form wurde noch etwas erhöht. Eine Untersuchung von verschiedenen Rohren (mit  $90^\circ$  Winkeln und rund) und einer Wabenstruktur, wie in [Abbildung 51](#) gezeigt, wurde durchgeführt. Für die Diffraktionsversuche wurde, wie bei der einfachen Wand, dem L-Stück und dem T-Stück ein Strahlquerschnitt von  $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  verwendet.

Bei dem L- und T-Stück konnte bereits gezeigt werden, dass der Winkelbereich der aufeinandertreffenden Seiten nach 50 % der Seitenfläche keinen Einfluss auf die Eigenspannungen hat. Aus diesem Grund sollte es bei einem eckigen Rohr mit einer Seitenfläche von  $35 \text{ mm} \times 35 \text{ mm}$  keinen Unterschied zu dem Spannungsprofil der Linie 1 beim L-Stück, bzw. an der Oberfläche im T-Stück geben. Die Eigenspannungsprofile des eckigen Rohrs sind in [Abbildung 52](#) zu sehen. In [Abbildung 53](#) ist ein direkter Vergleich der Eigenspannungsprofile des eckigen Rohrs mit denen der L- und T-Stücke dargestellt. Die Spannungsprofile der Linie 1 und Linie 3 des eckigen Rohrs entsprechen den äquivalenten Messbereichen des L- und T-Stücks in Linie 1 und Linie 3.

Das runde Rohr weist eine bisher neue Verteilung der Eigenspannungen auf. Die Messung zeigt, wie bei bisherigen Untersuchungen, einen Zugspannungsbereich in longitudinaler Richtung nahe der Oberfläche. Neu bei dem Rohr ist jedoch ein stark lokalisierter Druckspannungsbereich direkt unterhalb des Zugspannungsbereichs. Bei dem runden Rohr



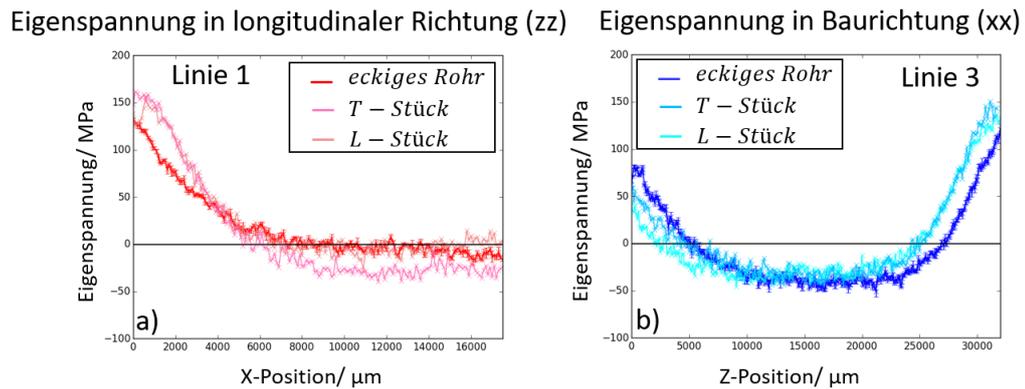
**Abbildung 51:** Darstellung der Messbereiche in einem eckigen Rohr (a), einer Wabenstruktur (b) und einem runden Rohr (c). Die rot gestrichelten Linien zeigen den gemessenen Bereich an.



**Abbildung 52:** Darstellung der Eigenspannungsprofile eines eckigen AlSi10Mg Rohrs. a) zeigt die Eigenspannungen in einer horizontalen Messlinie. b) zeigt die Eigenspannungen in einer vertikalen Messlinie.

erstreckt sich dieser über 1,1 mm während bei den T-, L-Stücken, dem eckigen Rohr und, wie später zu sehen, bei der Wabenstruktur dieser sich über mindestens 2 mm erstreckt. Zudem liegt die maximale Zugspannung in longitudinaler Richtung bei  $\sigma_{xx} = 100$  MPa. Bei Werkstücken mit flachen Wänden erreicht die Zugspannung in longitudinaler Richtung hingegen Werte von über  $\sigma_{xx} = 150$  MPa.

Ein Vergleich der Eigenspannungsprofile des eckigen und runden Rohrs ist in [Abbildung 55](#) dargestellt. Die Eigenspannungen in Baurichtung  $\sigma_{zz}$  sind bei dem eckigen und runden Rohr nahezu identisch. Bei den Eigenspannungen in longitudinaler Richtung  $\sigma_{xx}$  sind signifikante Unterschiede zu erkennen. Ähnlich bei beiden Werkstücken ist ein Zugspannungsbereich in longitudinaler Richtung an den jeweiligen Enden des Rohrs zu erkennen. Unterschiede sind jedoch in der Verteilung von Druckspannungen zu sehen. Während beim eckigen Rohr ein breiter Druckspannungsbereich außerhalb der Randbereiche der Probe zu



**Abbildung 53:** Vergleich der Eigenspannungsprofile eines eckigen Rohrs, L-Stücks und T-Stücks.

sehen ist, ist das runde Rohr weitestgehend spannungsfrei. Das runde Rohr zeigt lediglich direkt oberhalb des Zugspannungsbereichs in den ersten gedruckten Millimetern einen kleinen Druckspannungsbereich. Diese Werkstücke wurden auf der gleichen Grundplatte und im selben Druckvorgang hergestellt. Die unterschiedlichen Spannungsprofile sind durch die Unterschiede in der Geometrie und die dadurch resultierenden Möglichkeiten der Verteilung der mechanischen Kräfte zu erklären.

Die Wabenstruktur ist die komplexeste untersuchte Struktur in dieser Arbeit. Für die horizontale Linienmessung zeigt sie im Bereich der Innenwand in der Mitte der Probe und an den Außenrändern eine stark ausgeprägte Zugspannung in Baurichtung mit bis zu  $\sigma_{zz} = 150$  MPa. Die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung hingegen zeigen einen ähnlichen Spannungsverlauf, wie bei dem eckigen Rohr ohne zusätzlich auftretende Eigenspannungen an der Innenwand. Im Bereich der vertikalen Linienmessung sind die Eigenspannungen nahezu identisch zu dem eckigen Rohr.

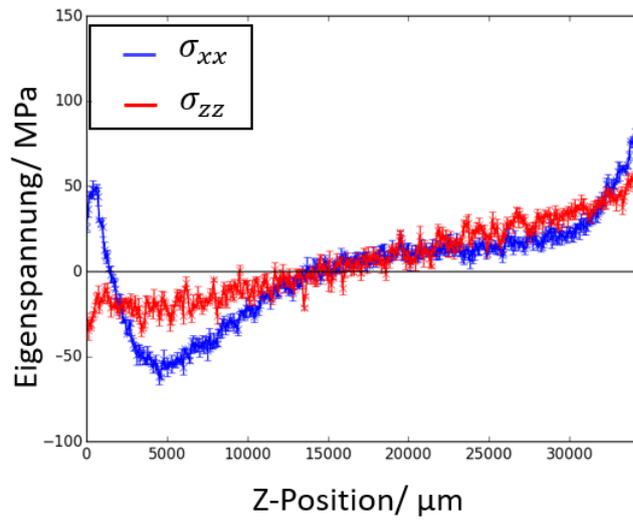


Abbildung 54: Darstellung des Eigenspannungsprofils eines runden AlSi10Mg Rohrs.

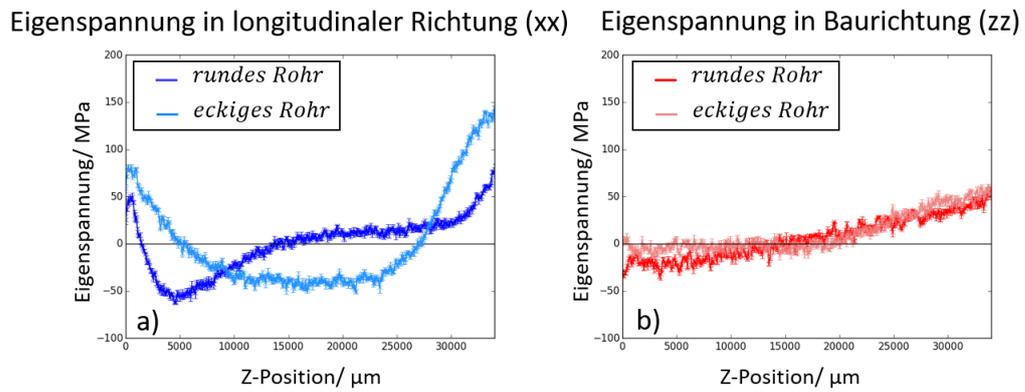
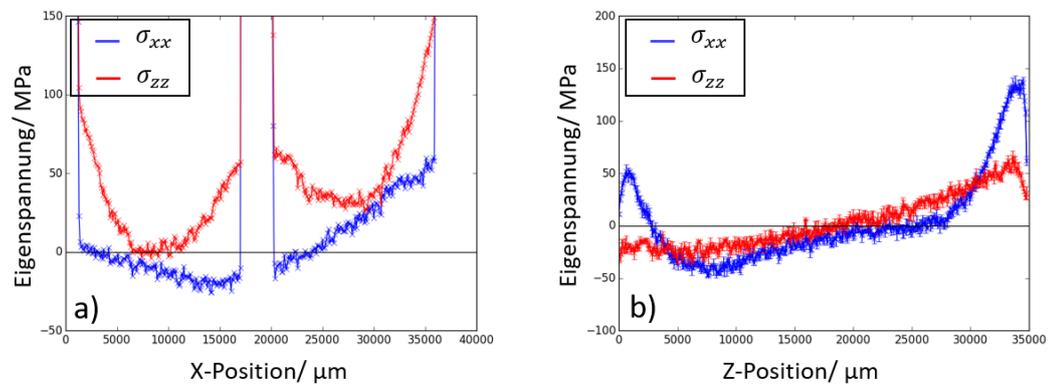


Abbildung 55: Vergleich der Eigenspannungsprofile eines eckigen und runden Rohrs für eine vertikale Linienmessung.



**Abbildung 56:** Darstellung der Eigenspannungsprofile einer AlSi10Mg Wabenstruktur. a) zeigt die Eigenspannungen in einer horizontalen Messlinie. b) zeigt die Eigenspannungen in einer vertikalen Messlinie.

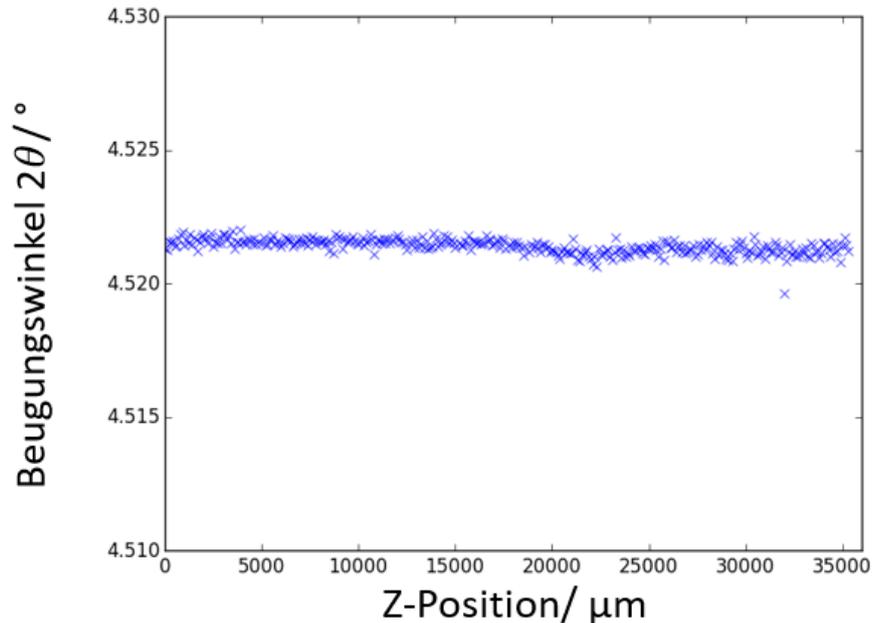
## Fehlerbetrachtung

Bei genauer Betrachtung der [Abbildung 52](#), [Abbildung 54](#), [Abbildung 56](#) und der Eigenspannungsprofile der T- und L-Stücke (Linie 3), scheint es für die gezeigten Eigenspannungen einen linearen Übergang von Druckspannung in Richtung Zugspannung zu geben. Diese Tendenz lässt sich vor allem im Spannungsprofil in Baurichtung erkennen, da dieses Spannungsprofil in den gezeigten Messbereichen keine charakteristische Form hat, anders als dies in longitudinaler Richtung zu sehen ist. Dies kann durchaus den Schluss zulassen, dass die Probe eventuell bei den Messungen eine leichte Neigung weg vom Detektor hatte und somit schief zum Strahl stand. Wie in [Unterabschnitt 3.3.1](#) bereits gezeigt, sollte dies durch den Versuchsaufbau und die Kalibration ausgeschlossen werden können.

Um sicher zu stellen, dass diese lineare Tendenz real ist, wurde die Messung der komplexeren Körper wiederholt. Bei den Wiederholungsmessungen wurde zusätzlich eine gleichmäßig dicke Schicht Kupferpaste auf die Probe aufgetragen. Diese Paste besteht aus elementarem Cu-Pulver in einem *Lithelen Hochvakuum-Fett* der Firma *Leybold Vakuum GmbH*. Bei der Analyse der Debye-Scherrer-Ringe wurde zusätzlich zu den Aluminiumreflexen der {200}-Kupferreflex ausgewählt und Beugungswinkel des Reflexes bestimmt. Da es sich bei der Kupferpaste um ein Kupferpulver in Fett handelt, können in diesem keine Eigenspannungen vorliegen. Wäre die Probe zum Synchrotronstrahl verkippt, würde aufgrund des sich verändernden Abstands zwischen Schwerpunkt des Streuvolumen und Detektor in der Analyse der Lage der Cu-Beugungsringe eine Veränderung des Beugungswinkels sichtbar werden. Wie in [Abbildung 57](#) zu sehen, ändert sich der Beugungswinkel des {200}-Kupferreflexes jedoch nicht. Damit ist gezeigt, dass die gemessenen Aluminiumstrukturen korrekt positioniert sind und es keine Variation des Probe-Detektorabstands gibt.

Es kann geschlussfolgert werden, dass es bei der Additiven Fertigung eine lineare Veränderung der Eigenspannungen in Abhängigkeit von der Bauhöhe der erstellten Probe gibt. Eine chemische Variation konnte durch frühere in dieser Arbeit vorgestellte Messungen ausgeschlossen werden. Damit ist die Variation der Eigenspannungen durch thermisch bedingte mechanische Kräfte zu erklären. Hier sind vielerlei Gründe möglich. Zum einen wird die Grundplatte beheizt und die gewählte Temperatur kann zu gering sein. Zum anderen wurde beim Druck der Proben eine Stützstruktur gewählt. Der dadurch entstehende Abstand zur Grundplatte kann dafür sorgen, dass die Beheizung der Grundplatte nicht ausreicht. Des Weiteren wird das Pulver, welches für den Druck verwendet wird, auf eine bestimmte Temperatur gebracht, welche eventuell noch nicht ideal ist. Abschließend kann auch das Ablösen der Probe von der Grundplatte zu Veränderungen in den Eigenspannungen führen. Die Untersuchung dieser Faktoren sind durchaus interessant und sollten in späteren Arbeiten fortgeführt werden, um das Resultat der Additiven Fertigung zu verbessern.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde zudem das Verfahren zur Bestimmung der Eigenspannungen mit einer alternativen Technik verglichen. Hierfür wurden die verschiedenen Wege für die Berechnung von Eigenspannungen aus gemessenen Peakpositionen verwendet. Ein Weg verwendet die Software von Dr. J. Todt aus der Arbeitsgruppe von Prof. Dr. J. Keckes an der *Montanuniversität Leoben*, der andere nutzt *FIT2D*. Beide Wege führen allerdings zu denselben Ergebnissen, wie im Folgenden gezeigt wird. Die Arbeitsgruppe Keckes verwendet zur



**Abbildung 57:** Darstellung des Beugungsexperiments mit aufgetragener Kupferpaste auf das runde Rohr (Abbildung 54). Dargestellt ist der Beugungswinkel  $2\theta$  gegen die Probentiefe.

Bestimmung der Eigenspannungen 36 Segmente eines Diffraktogramms mit einem jeweiligen Öffnungswinkel von  $10^\circ$ . Damit wird der vollständige Debye-Scherrer Ring erfasst. Anschließend wird die Elliptizität des Beugungsringes bestimmt und danach der vollständige Spannungstensor berechnet. Bei der Berechnung des Tensors werden die Eigenspannungen in Strahlrichtung hierfür auf Null gesetzt.

Um die in dieser Arbeit verwendete Technik mit der Technik der Kollegen der Arbeitsgruppe Keckes zu vergleichen, wurde die in [Unterabschnitt 6.2.3](#) gezeigte Spannungskarte (Abbildung 40) für die Eigenspannungen  $\sigma_{xx}$  in longitudinaler Richtung erneut erstellt: Zum einen mit der in dieser Arbeit vorgestellten Technik und zum anderen mit der Technik und Software der Arbeitsgruppe Keckes. Es wurde eine 2D-Karte der Eigenspannungen einer Probe verwendet, um möglichst viele Effekte zuverlässig abdecken zu können. Diese Spannungsübersicht erfasst über 50.000 Messpunkte. Anschließend wurde eine Differenz der beiden Ergebnisse erstellt. Dieses Differenzbild ist in [Abbildung 58](#) dargestellt.

Das Differenzbild verfügt über die gleiche Skala der Eigenspannungen, wie sie in [Unterabschnitt 6.2.3](#) verwendet wurde. Die Abbildung zeigt klare Unterschiede für die Messpunkte, welche nicht die Probe treffen und nur Luftstreuung zeigen. Auch lassen sich kaum erkennbare Unterschiede beim Probenaufdruck erkennen, welche durch die an dieser Stelle dickere Probe und damit ungenaue Bestimmung des Probe-Detektor-Abstands zu erklären sind. Die



**Abbildung 58:** Darstellung des Differenzbildes einer Probe mit einer Fase und Rundung von 5 mm. Dabei wird das Ergebnis einer in dieser Arbeit vorgestellten Technik verwendet und davon das Ergebnis des von der Arbeitsgruppe Keckes verwendeten Verfahrens abgezogen.

Schlussfolgerung ist, dass die unterschiedlichen Techniken zu identischen Ergebnissen kommen.

## 6.5 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurden unterschiedliche AlSi10Mg Bauteile analysiert. Es wurden einfache Wände mit Fase, Rundung und 90° Winkel untersucht. Außerdem wurden L-, T-Stücke, eckige Rohre, runde Rohre und eine Wabenstruktur betrachtet.

Es wurde gezeigt, dass die Proben eine hohe Porosität von 1,04% aufweisen. Zudem ist ersichtlich, dass der größte Anteil der Poren einen Durchmesser von unter 10  $\mu\text{m}$  hat und diese sich in den Randbereichen der Schweißraupen befinden. Neben den kleinen Poren gibt es Poren mit einer Fläche von bis zu 11.782,91  $\mu\text{m}^2$ , welche sich über das Material verteilen. Die durchschnittliche Größe einer Pore liegt bei 79,43  $\mu\text{m}^2$ , und die Poren sind mit einem Formfaktor zwischen 0,8 und 0,9 überwiegend rund.

Es konnte die Erkenntnis gewonnen werden, dass die Mikrostruktur in den letzten gefertigten Millimetern in der Additiven Fertigung drei unterschiedliche Bereiche aufweist. Diese unterschiedlichen Bereiche spiegeln sich in der gleichen Größenordnung ebenfalls in der Textur wider, in welcher zu sehen ist, dass sich in den drei Bereichen die Körner in unterschiedliche Richtungen orientieren. Es wurde ebenfalls gezeigt, dass die Körner in den Bereichen, in welchen zwei Schichten aufeinandertreffen, deutlich größer sind. Die drei gezeigten Bereiche der Mikrostruktur und Textur spiegeln sich zudem in den Eigenspannungen durch einen Wechsel von Zugspannung zu spannungsfreiem Zustand und erneut zu Zugspannung wider.

Bei der Analyse der Eigenspannungen wurde festgestellt, dass sich Fasen bei der Fertigung von Baustücken nicht eignen, da sie zusätzliche Zugspannungsbereiche erzeugen, welche die Belastbarkeit des Werkstücks mindern. Die Rundungen und ein 90° Winkel hingegen zeigten keine zusätzlichen Eigenspannungen im Bereich der Ecke und sind daher beim Bau von Werkstücken zu bevorzugen.

Bei der Untersuchung der L- und T-Stücke hat sich gezeigt, dass in dem Bereich in dem die Seiten aufeinandertreffen nur verminderte Eigenspannungen auftreten. Vor allem beim T-Stück geht das Material in diesem Gebiet in einen spannungsfreien Zustand über. Eine asymmetrische Größe der Seiten eines L- oder T-Stücks hat keinen Einfluss auf die Eigenspannungen. Der Einfluss der Probenoberfläche hat in einem Abstand von < 17,5 mm keine Auswirkung mehr auf die Eigenspannungen. Es konnte gezeigt werden, dass sich bei der Verwendung von additiv gefertigten Profilen aufgrund des spannungsfreien Zustands im Bereich an dem die Seiten aufeinandertreffen ein T-Stück am besten eignet.

Bei den Rohren wurde festgestellt, dass ein eckiges Rohr sich nicht von einem L- oder T-Stück unterscheidet. Bei einem runden Rohr hingegen gibt es lokalisierte Spannungszustände nahe der Oberfläche und spannungsfreie Zustände innerhalb des Materials. Die Wabenstruktur zeigt identische Eigenspannungsprofile zum eckigen Rohr, bis auf zusätzliche Zugspannung in Baurichtung im inneren Winkelbereich an dem die Seiten aufeinandertreffen.

Bei allen Proben konnte eine leichte lineare Tendenz in Richtung Zugspannung von der ersten Schicht zur letzten Schicht hin gezeigt werden. Dies lässt den Schluss zu, dass die Umgebungstemperatur beim Druck noch Verbesserungspotential bietet.

Abschließend wurde gezeigt, dass die vorliegenden Eigenspannungen auf mechanischen Kräften beruhen, welche temperaturinduziert sind. Chemische Gradienten oder Verschiebungen des Streuschwerpunktes während der Untersuchung konnten ausgeschlossen werden.



## 7

# Strategien zur Optimierung der Eigenspannungszustände in LPBF-Körpern

## 7.1 Motivation und Stand der Wissenschaft

Im vorherigen Kapitel wurde dargestellt, dass bei der Additiven Fertigung signifikante Eigenspannungen auftreten. Diese treten in Form von Zugspannungen nahe der Oberfläche auf und sind parallel zur Oberfläche orientiert. Es konnte weiter gezeigt werden, dass wenige Millimeter entfernt von der Oberfläche sehr geringe bis keine Eigenspannungen vorhanden sind. In diesen Bereich liegt bei der Fertigung eine geringere Abkühlrate vor. Ziel ist es die durch die Abkühlung des Materials temperaturinduzierten Zugspannungen nahe der Oberfläche zu minimieren. Diese Zugspannungen begünstigen das Entstehen und Ausbreiten von Rissen, welche die Belastbarkeit und Lebensdauer des Werkstücks herabsetzen. In diesem Kapitel werden Techniken vorgestellt und untersucht, die diese Zugspannungen minimieren.

## 7.2 Strategien während des LPBF-Verfahrens

Zur Reduzierung der in der Additiven Fertigung auftretenden Eigenspannungen gibt es verschiedene Möglichkeiten. Diese lassen sich in zwei Gruppen unterteilen. Zum einen kann die Herstellung entsprechend optimiert werden, so dass schon bei der Fertigung geringere bis keine Eigenspannungen mehr im Material auftreten. Zum anderen kann die Probe nach der Fertigung weiter behandelt werden, um die vorhandenen Eigenspannungen zu optimieren. Ziel ist es, die Zugspannung möglichst gering zu halten, oder Druckspannung nahe der Oberfläche einzubringen, um das Entstehen und Ausbreiten von Rissen zu verhindern.

### 7.2.1 Konturzeichnung

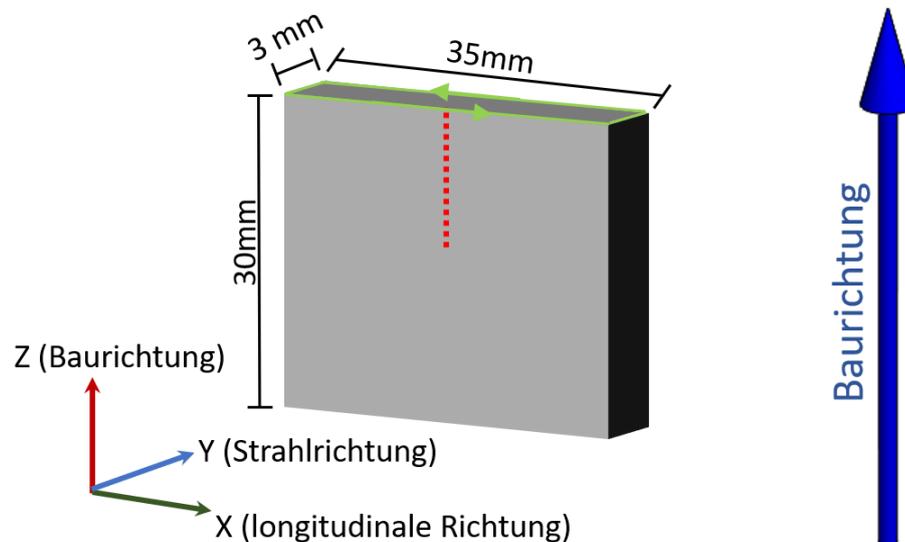
Während der Additiven Fertigung können Konturen beim Druck jeder einzelnen Schicht verwendet werden. Hierbei wird die Oberflächenqualität der Probe verbessert. Es gibt die Möglichkeit ein Werkstück ohne Kontur zu drucken oder drei Möglichkeiten, beim Druck einer Schicht eine Kontur anzuwenden.

**PRE-KONTUR:** Eine Möglichkeit ist es, eine Pre-Kontur zu verwenden. Dabei wird, bevor das Pulver für die neue Schicht geschmolzen wird, die äußere Kontur dieser neuen Schicht mit den Konturparametern erhitzt.

POST-KONTUR: Dabei wird, nachdem die Schicht aufgetragen wurde, nochmals die neue Schicht mit dem Laser und den Konturparametern nachgezeichnet.

PRE-/POST-KONTUR: Es gibt auch die Möglichkeit beide Konturmethoden zu kombinieren und einen Druck mit Pre-/Post-Kontur durchzuführen.

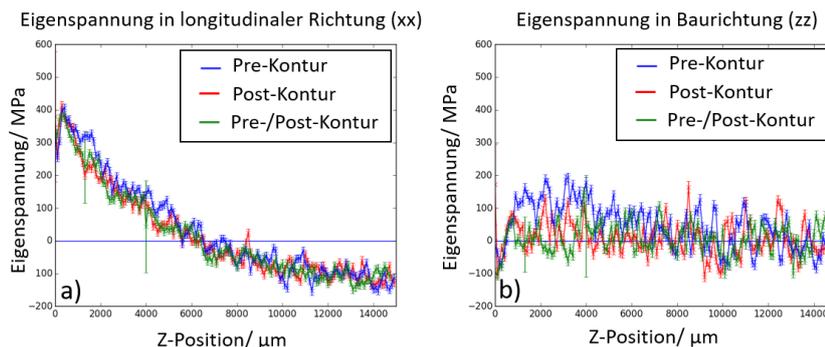
Die Druckparameter für die hier verwendeten Konturen wurden bereits in [Unterabschnitt 4.2.1](#) vorgestellt.



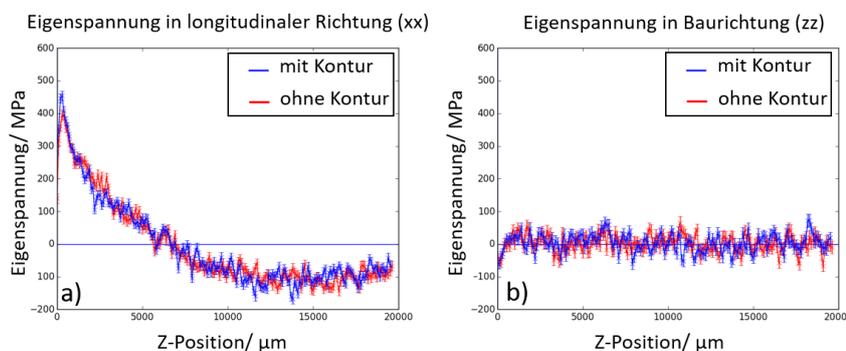
**Abbildung 59:** Darstellung des gemessenen Bereichs in einer einfachen Wand. Die rot gestrichelte Linie zeigt den gemessenen Bereich. Die grünen Linien zeigen exemplarisch für die letzte Schicht, wo der Laser bei einer Kontur entlangfährt.

Im Rahmen der Arbeit wurden für die Untersuchung des Einflusses von Konturen auf die Eigenspannungen einfache Wände aus 316L Stahl verwendet. Der gemessene Bereich ist in [Abbildung 59](#) dargestellt. Bei der Messung wurde ein Strahlquerschnitt von  $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  mit einem Abstand der Messpunkte von  $100 \mu\text{m}$  verwendet.

Bei diesen Untersuchungen wurde zuerst betrachtet, ob sich der Einfluss der verschiedenen Arten von Konturen (Pre-Kontur, Post-Kontur und Pre-/Post-Kontur) auf die Proben unterscheiden. Hierfür wurden Proben mit den unterschiedlichen Konturstrategien untersucht. Dabei stellte sich heraus, dass es keinen Unterschied der Eigenspannungen zwischen Post-, Pre- und Pre-/Post-Kontur gibt. Die Ergebnisse sind in [Abbildung 60](#) dargestellt. Es wurde ebenfalls untersucht, ob das Verwenden irgendeiner Art von Kontur einen Einfluss auf die Eigenspannungen hat. Die Ergebnisse sind in [Abbildung 61](#) dargestellt. In der linken Grafik werden die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung und in der rechten Grafik



**Abbildung 60:** Darstellung der Eigenspannungen von 316L Stahlproben mit unterschiedlichen Konturparametern. Die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung sind in a) und in Baurichtung in b) zu sehen.



**Abbildung 61:** Darstellung der Eigenspannungen zweier 316L Stahlproben, welche mit und ohne Kontur gefertigt wurden. Die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung sind in a) und in Baurichtung in b) zu sehen.

die Eigenspannungen in Baurichtung gezeigt. Jeweils in Blau sind die Eigenspannungen einer Probe mit Kontur und in Rot die Eigenspannungen einer Probe ohne Kontur zu sehen. Die Eigenspannungsprofile zeigen wie erwartet nahe der Oberfläche eine stark ausgeprägte Zugspannung in longitudinaler Richtung und einen nahezu spannungsfreien Verlauf in Baurichtung. Die Zugspannung nahe der Oberfläche ist bei 316L Stahl in longitudinaler Richtung deutlich größer als bei Aluminium und erreicht bis zu  $\sigma_{xx} = 500 \text{ MPa}$ . Wie der Grafik zu entnehmen ist, hat die Konturprozedur keinen Einfluss auf die Eigenspannungen. Somit kann diese Fertigungsprozedur nicht zur Verbesserung der Eigenspannungsprofile verwendet werden.

## 7.2.2 Laser-Wärmebehandlung

Wie gezeigt, hat der Wärmeeintrag der Konturprozedur keinen Einfluss auf die Eigenspannungen einer additiv gefertigten Probe. Im Folgenden werden weitere Untersuchungen vorgestellt, die das Ziel haben, die Zugspannung in longitudinaler Richtung in den letzten gedruckten Schichten zu reduzieren. Dabei wird beim Druckvorgang der obere Bereich der Probe weiter erhitzt, um so für eine Entspannung des Materials zu sorgen.

Bei dieser Prozedur wird eine 316L Stahlprobe mit den regulären Druckparametern gefertigt, wie in [Unterabschnitt 4.2.1](#) vorgestellt. Sobald die letzte Schicht der Probe gedruckt wurde, bekommt der Drucker den Befehl, weitere Schichten zu drucken, jedoch wird keine neue Pulverschicht aufgetragen. Daraus folgt, dass der Laser weiterhin die oberste Schicht aufschmilzt, als ob eine neue Schicht aufgetragen wird, ohne dass dies aufgrund des fehlenden Pulvers geschieht.

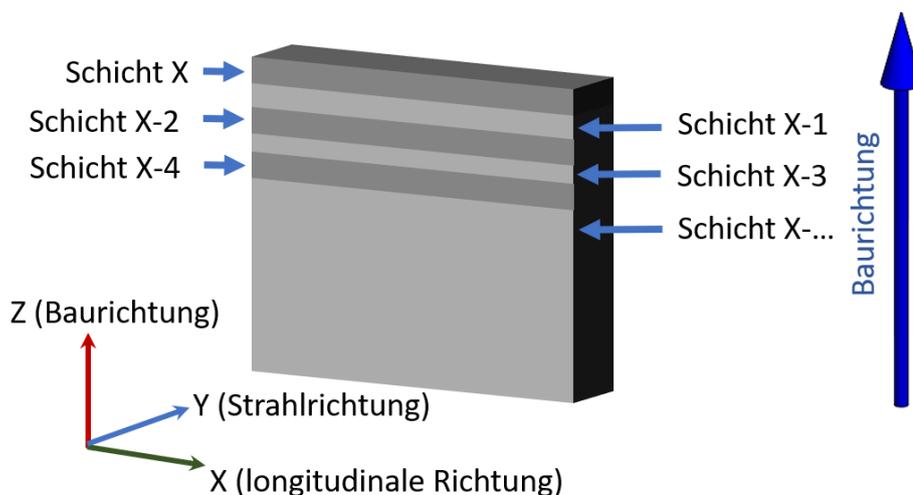
**Tabelle 7:** Laserleistung der durchgeführten Wärmenachbehandlung an 316L Stahlproben.

Es wird gezeigt, wie oft die letzte Schicht aufgeschmolzen wurde und mit wie viel % der Bauleistung von  $P = 285 \text{ W}$ .

Probe Nummer	Probe ID	Anzahl der zusätzlichen Schmelzvorgänge	Laserleistung [%]
1	01 OK	0	0
2	02 OK	100	100
3	03 OK	100	75
4	04 OK	100	50
5	05 OK	100	25
6	6 OK	40	100-0
7	7 OK	80	100-0

Zur Durchführung dieses Verfahrens wurden verschiedene Druckparameter für die letzten pulverfreien Schichten gewählt. Alle Proben wurden ohne Kontur gedruckt, und zum Vergleich wurde eine Probe ohne den zusätzlichen Schmelzvorgang hergestellt. Es wurden vier Proben mit dem Laser 100 mal ohne Pulver mit einer Laserleistung von 100 %, 75 %, 50 % und 25 % erhitzt. Diese Prozentzahlen entsprechen dem Anteil der in [Unterabschnitt 4.2.1](#) vorgestellten Laserleistung von  $P = 285 \text{ W}$  zum Herstellen einer normalen Schicht.

Zudem wurde bei zwei weiteren Proben die Laserleistung bei jeder zweiten pulverfreien Schicht reduziert. Bei Probe 6 wurde die Laserleistung von 100 % schichtweise um 5 % auf 0 % reduziert und bei Probe 7 von 100 % schichtweise um 2,5 % auf 0 % reduziert. Die Idee ist, dass es in Schicht  $X$  einen etwas geringeren Energieeintrag gibt, wenn der Laser im Standard-Bauprozess auf eine Schicht  $X$  eine weitere Schicht  $X + 1$  aufträgt. Wird eine weitere Schicht  $X + 2$  gedruckt, reduziert sich der Energieeintrag auf Schicht  $X$  weiter. Dies wird fortgeführt, bis der Energieeintrag bei 0 % liegt. Das bedeutet, dass eine im Material  $N$  Schichten tiefer liegende Schicht  $X - N$  weniger Energieeintrag erhält, wie in [Abbildung 62](#) veranschaulicht. Bei den Proben 6 und 7 wird dieses Verhalten durch das sukzessive Reduzieren der Laserleistung simuliert. Alle anderen Druckparameter (ausgenommen der Laserleistung) wurden,

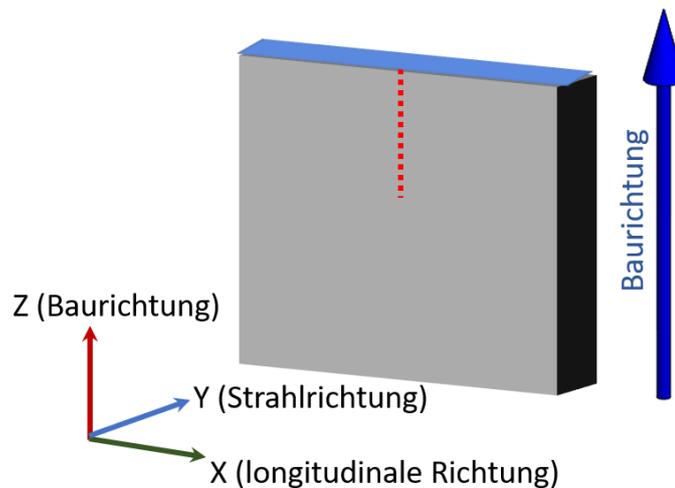


**Abbildung 62:** Schematische Darstellung der Schichttiefe, gezählt von der obersten Schicht aus. Die eingezeichneten Schichten dienen der Veranschaulichung und sind nicht maßstabsgetreu.

wie in [Unterabschnitt 4.2.1](#) beschrieben, verwendet und unverändert gelassen. Eine Übersicht der verwendeten Laserleistungen ist in [Tabelle 7](#) aufgelistet.

Die hergestellten Proben wurden mit einem Strahlquerschnitt von  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  und einer Schrittweite von  $100\ \mu\text{m}$  zwischen den Messpunkten in Transmissionsgeometrie gemessen. Der gemessene Bereich ist in [Abbildung 63](#) dargestellt.

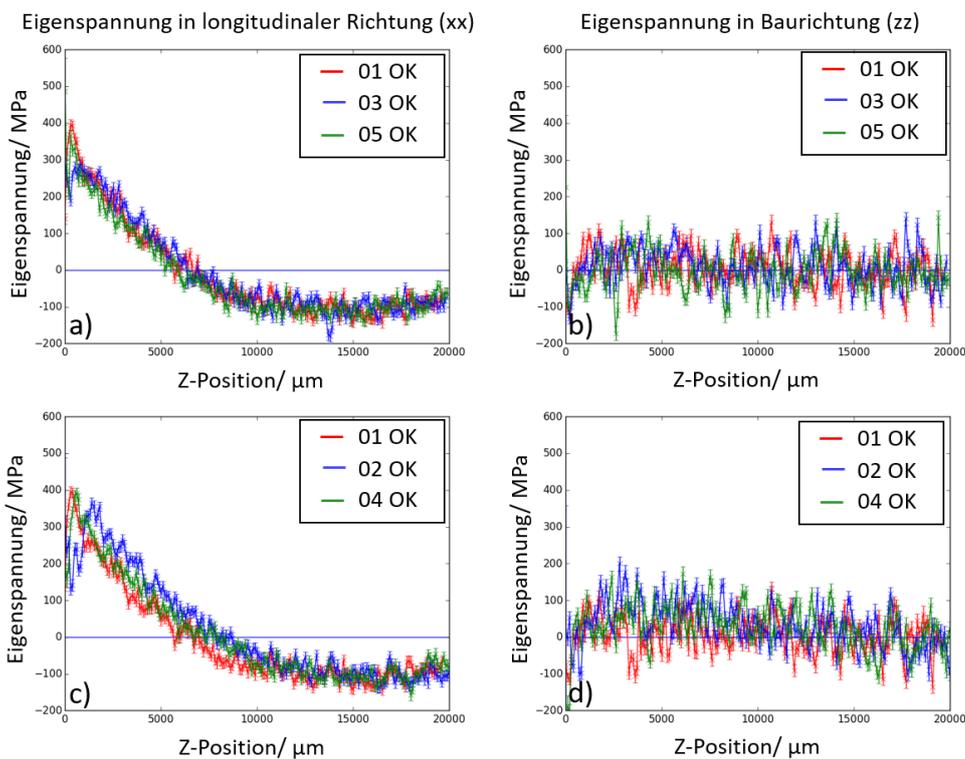
Die Eigenspannungsprofile der unbehandelten Probe 1 und der behandelten Proben 2 bis 5 sind in [Abbildung 64](#) gezeigt. Wie in der Abbildung zu sehen ist, zeigen alle Eigenspannungsprofile eine starke Zugspannung in longitudinaler Richtung nahe der Oberfläche, wie sie auch bei vorherigen Messungen in 316L Stahl und etwas schwächer in den ALSi10Mg Proben zu sehen sind. In Baurichtung hingegen sind für Stahl keine signifikanten Eigenspannungen zu erkennen. Die Eigenspannungsprofile der Proben 2 bis 5 unterscheiden sich nur sehr gering, obwohl diese mit unterschiedlicher Laserleistung behandelt wurden. Lediglich die blauen Profile für die Proben 2 und 3 zeigen einen Abfall der Zugspannung  $800\ \mu\text{m}$  (Probe 2) bzw.  $500\ \mu\text{m}$  (Probe 3) unterhalb der Oberfläche von 40% bis 50% verglichen mit der unbehandelten Probe 1. Die Proben 4 und 5, jeweils in Grün in [Abbildung 64](#) dargestellt, wurden, wie in [Tabelle 7](#) gezeigt, mit einer deutlich geringeren Laserleistung in den pulverfreien Schichten behandelt. Wie in der [Abbildung 64](#) gezeigt, ist keine Veränderung der Eigenspannungen im Vergleich mit einer unbehandelten Probe zu sehen. Die Lasernachbehandlung von 100 weiteren Schichten ohne Pulver mit konstanter Laserleistung bei der Fertigung hat somit nur bei einer Laserleistung von 75% und 100% einen positiven Einfluss auf die Eigenspannungsprofile. Jedoch zeigt sich, dass diese Behandlung zu einer deutlichen Veränderung der Probenoberfläche führt. Dies ist in [Abbildung 67](#) veranschaulicht. Bei einem Vergleich der mit 01 OK und 02 OK beschrifteten Abbildungen, ist zu sehen, dass die



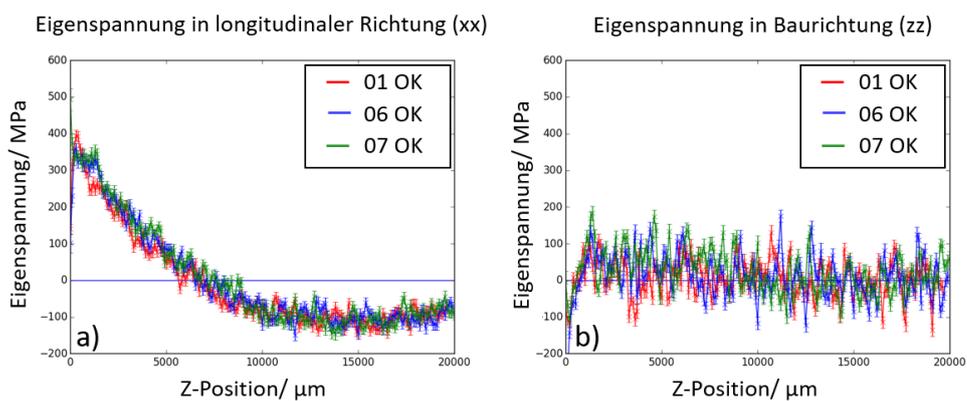
**Abbildung 63:** Darstellung der Probe mit dem gemessenen Bereich. Die blaue Fläche zeigt das am Ende der Additiven Fertigung mehrfach erneut aufgeschmolzene Gebiet. Die rot gestrichelte Linie zeigt den auf Eigenspannungen untersuchten Bereich.

Oberflächen der Proben starke Unterscheide aufweisen. Bei einer Laserleistung von 25 % der Druckparameter ist hingegen kaum eine Veränderung der Probenoberfläche zu sehen, wie in [Abbildung 67](#) 05 OK gezeigt.

Die Eigenspannungsprofile der Proben 1, 6 und 7 sind in [Abbildung 65](#) dargestellt. Bei dieser Untersuchung wurde, wie bereits beschrieben, die Laserleistung schrittweise bei jeder zweiten pulverfreien Schicht reduziert. Wie in der Abbildung zu sehen ist, hat diese sukzessive Reduzierung der Laserleistung keinen erkennbaren Einfluss auf die Eigenspannungen. Auch eine genauere Betrachtung der oberflächennahen Bereiche, wie in [Abbildung 66](#), zeigt im Vergleich zur unbehandelten Probe 1 keine signifikanten Unterschiede. Da diese Behandlung ebenfalls mit einer Laserleistung von 100 % gestartet ist und damit der Laserleistung von Probe 1 entspricht, und somit auch über der Laserleistung von Probe 3 liegt, kann geschlussfolgert werden, dass zur Reduzierung der Eigenspannungen ein einmaliges Aufwärmen des Materials mittels Laser nicht ausreicht. Um die Zugspannung zu reduzieren, benötigt es einen langanhaltenden Wärmeeintrag. Dieser darf nicht zu gering sein, da wie bei Probe 4 und 5 zu sehen, dieses Erwärmen zu keiner Reduzierung der Eigenspannungen führt. Zudem darf der Wärmeeintrag nicht zu hoch liegen, um, wie bei Probe 2 und 3 zu sehen, nicht zu einer Veränderung der Form der Probe zu führen, wie bereits in [Abbildung 67](#) gezeigt. Der in das Material eingebrachte Wärmeeintrag sollte möglichst hoch und konstant sein und zugleich unterhalb der Schmelztemperatur liegen. Das Erwärmen der Werkstücke mit dem Laser des Druckers ist somit keine ideale Lösung.



**Abbildung 64:** Darstellung der Eigenspannungsprofile von konstant wärmebehandelten 316L Stahlproben in longitudinaler Richtung (links) und in Baurichtung (rechts).



**Abbildung 65:** Darstellung der Eigenspannungsprofile von variabel wärmebehandelten 316L Stahlproben in longitudinaler Richtung (a) und in Baurichtung (b).

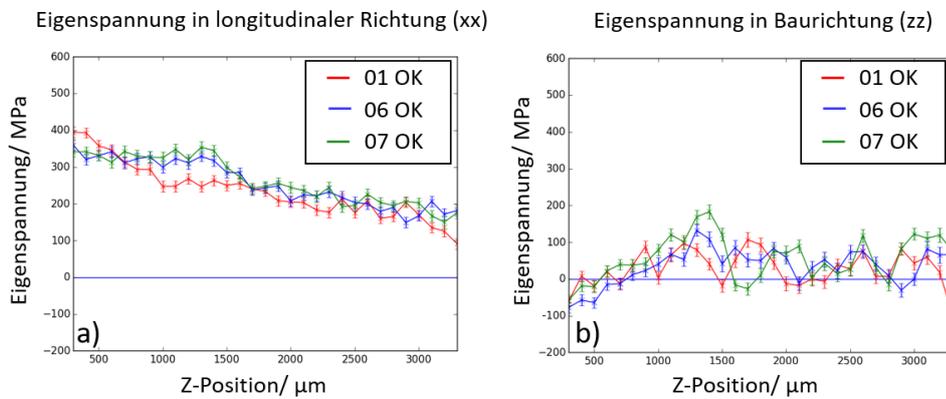


Abbildung 66: Ausschnitt der ersten 3 mm in [Abbildung 65](#) dargestellten Eigenspannungsprofile in longitudinaler Richtung (a) und in Baurichtung (b).

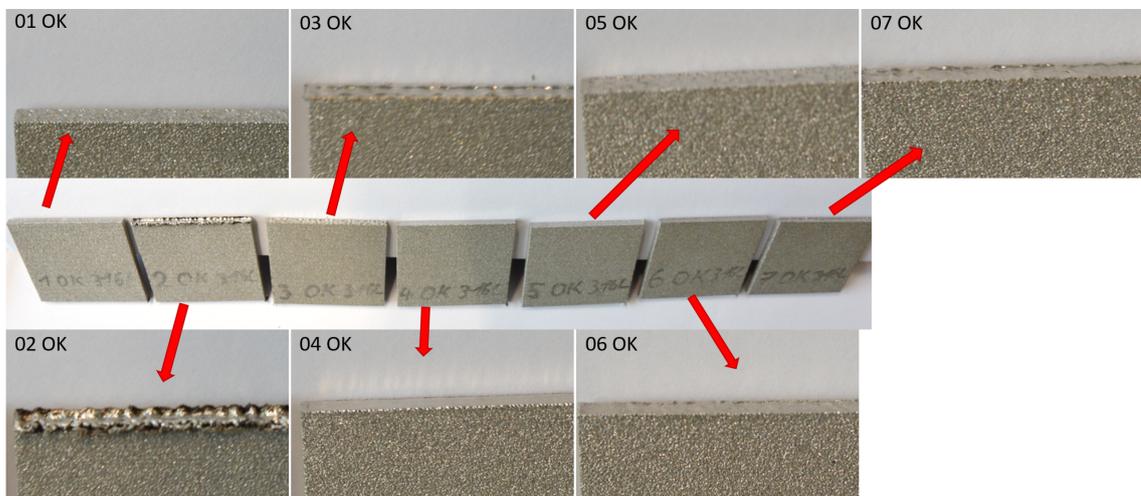
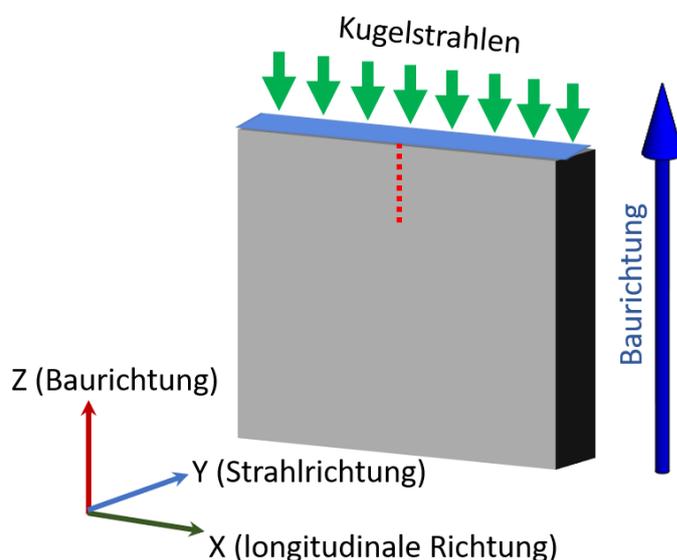


Abbildung 67: Fotografie der mittels Laser wärmebehandelten Proben. Die jeweiligen Nahaufnahmen der Probenoberfläche sind mit den zugehörigen Proben IDs beschriftet.

## 7.3 Nachbehandlung

Im Folgenden werden zwei Techniken vorgestellt, welche bereits Anwendung in der traditionellen Herstellung von Werkstücken finden. Diese sind weit verbreitet und erzielen gute Ergebnisse. Zum einen wurde das Kugelstrahlen und zum anderen das Spannungsarm-Glühen durchgeführt. Das Kugelstrahlen zielt darauf ab, Druckspannung in die Werkstücke einzubringen [115]. Das Spannungsarm-Glühen hingegen ist ein Weg, um die vorhandene Zugspannung oder Druckspannung zu reduzieren, sodass das Bauteil nach Möglichkeit spannungsfrei ist. Im Vergleich zu den vorherigen Verfahren in diesem Kapitel haben diese beiden Verfahren den Nachteil, dass nach der Fertigung des Werkstücks ein weiterer Produktionsschritt durchgeführt werden muss, der zudem energetisch aufwendig ist.

### 7.3.1 Kugelstrahlen

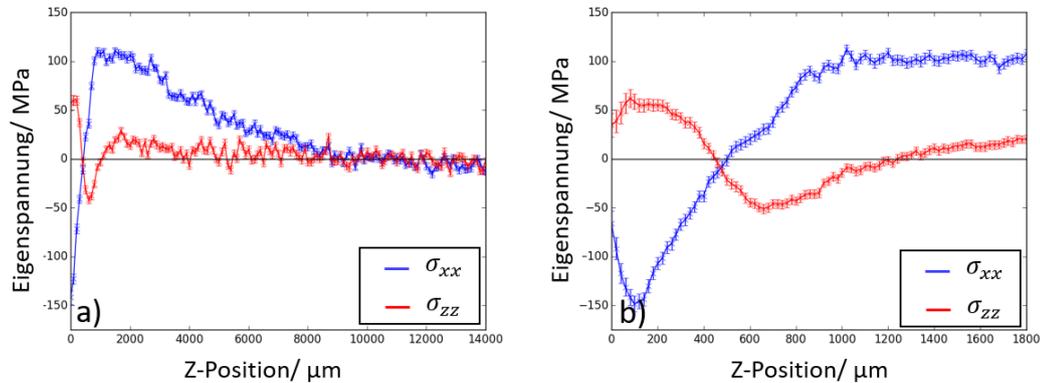


**Abbildung 68:** Darstellung einer mittels Kugelstrahlen behandelten Probe. Die grünen Pfeile zeigen die Richtung des Kugelstrahlens an und die blaue Fläche den behandelten Bereich. Die rote, gestrichelte Linie zeigt den auf Eigenspannungen untersuchten Bereich.

Kugelstrahlen zählt neben dem Hammer Peening [64] und Laserschock Peening [116] zu den Peening Verfahren. Peening Verfahren werden zur Verbesserung der Belastbarkeit von metallischen Werkstücken eingesetzt. Das Einbringen von Druckspannung nahe der Oberfläche wirkt Ermüdungserscheinungen sowie Rissbildungen und deren Ausbreitung entgegen. [112]

Beim Kugelstrahlen werden in der Regel Stahlkugeln meist mit Hilfe von Druckluft auf eine Metalloberfläche geschossen. Der verwendete Druck der Druckluft liegt in der Regel zwischen 2 bar bis 7 bar. Beim Kugelstrahlen werden je nach gewünschtem Effekt identische Ku-

geln oder Kugeln mit unterschiedlicher Größe und Masse verwendet. Das Beschießen der Probe sorgt durch Deformation für eine topologische Veränderung der Oberfläche. Dabei wird Druckspannung in der bestrahlten Region der Probe nahe der Oberfläche eingebracht.[117]

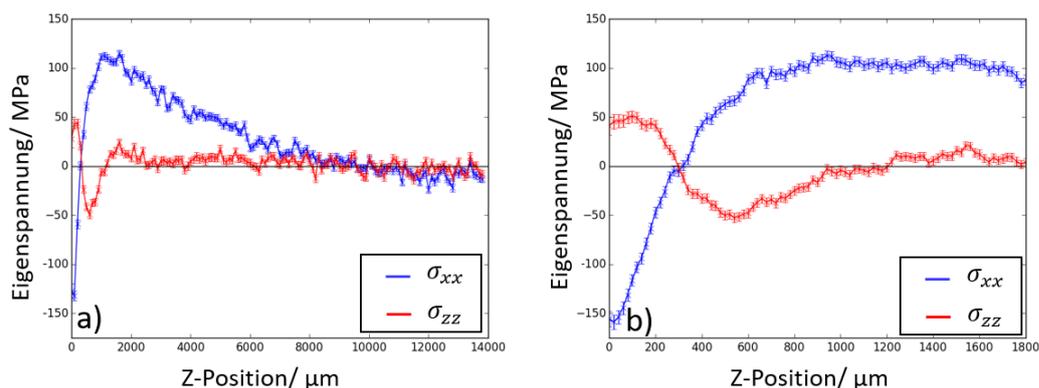


**Abbildung 69:** Darstellung der Eigenspannungen einer mittels Kugelstrahlen behandelten AlSi10Mg Probe mit einer Intensität von 0,25 bis 0,30 mmA. Die Grafik a) zeigt eine Übersicht der Eigenspannungen, während die Grafik b) einen detaillierteren Ausschnitt der Eigenspannungen nahe des behandelten Bereichs zeigt.

Es wurden zwei AlSi10Mg Proben mittels Kugelstrahlen behandelt. Probe 1 wurde mit einer Intensität von 0,25 bis 0,30 mmA bestrahlt. Probe 2 wurde mit einer Intensität von 0,15 bis 0,20 mmA bestrahlt. Zur Untersuchung der Proben wurden unterschiedliche Strahlquerschnitte des Röntgenstrahls verwendet. Zum einen wurde ein Strahlquerschnitt von  $100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  ( $X \times Z$ ) mit einem Abstand der Messpunkte von  $100 \mu\text{m}$  verwendet. Dabei wurde ein Bereich von der Probenoberfläche bis in eine Tiefe von 14 mm in Transmissionsgeometrie untersucht. Zum anderen wurde ein Strahlquerschnitt von  $500 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$  ( $X \times Z$ ) mit einer Schrittweite von  $20 \mu\text{m}$  verwendet. Bei dieser Messung mit einer geringeren Schrittweite wurde die Probe von der Oberfläche bis in eine Tiefe von 1,8 mm in Transmissionsgeometrie analysiert. Der gemessene Bereich ist in [Abbildung 68](#) zu sehen.

Die Eigenspannungsprofile der beiden gemessenen Proben sind für Probe 1 in [Abbildung 69](#) und für Probe 2 in [Abbildung 70](#) dargestellt. In longitudinaler Richtung zeigen beide Proben einen sehr stark ausgeprägten Druckspannungsbereich von bis zu  $\sigma_{xx} = 150 \text{ MPa}$ . Unterhalb dieses Druckspannungsbereichs ist ein ausgedehnter Zugspannungsbereich mit einer maximalen Zugspannung von  $\sigma_{xx} = 100 \text{ MPa}$  zu sehen, welcher abnimmt, je tiefer in die Probe vorgedrungen wird. In Baurichtung hingegen ist direkt an der Oberfläche ein Zugspannungsbereich mit bis zu  $\sigma_{zz} = 50 \text{ MPa}$  zu erkennen, welcher in einen Druckspannungsbereich von ebenfalls  $\sigma_{zz} = 50 \text{ MPa}$  übergeht. Diese beiden Spannungsbereiche kompensieren sich in Baurichtung.

Bei einem Vergleich der Eigenspannungen der bestrahlten Proben mit einer unbehandelten Probe, wie in [Abbildung 71](#) zu sehen, fallen mehrere Veränderungen der Eigenspannungen auf. Der beschriebene Druckspannungsbereich der bestrahlten Proben ist in einer unbe-

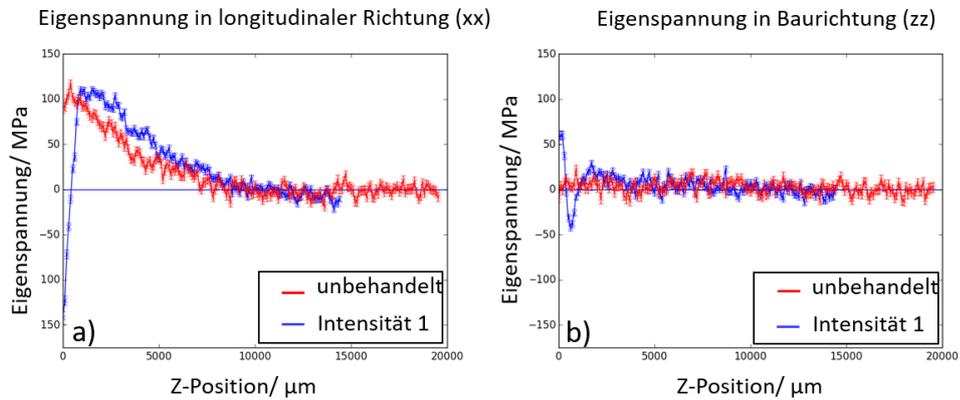


**Abbildung 70:** Darstellung der Eigenspannungen einer mittels Kugelstrahlen behandelten AlSi10Mg Probe mit einer Intensität von 0,15 bis 0,20 mmA. Die Grafik a) zeigt eine Übersicht der Eigenspannungen, während die Grafik b) einen detaillierteren Ausschnitt der Eigenspannungen nahe des behandelten Bereichs zeigt.

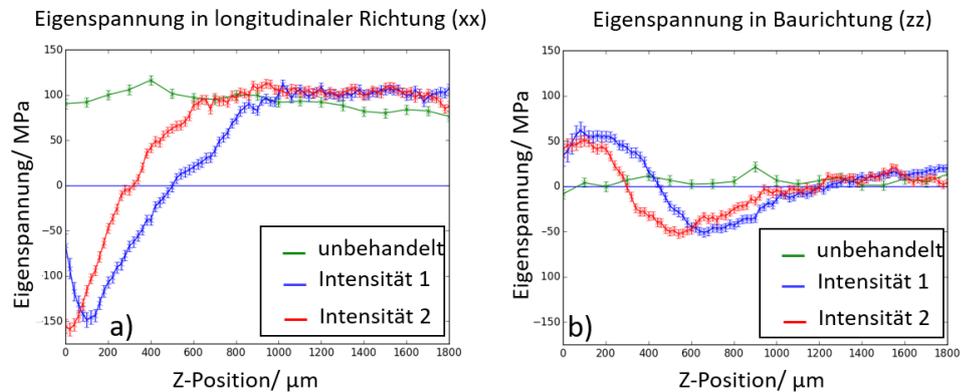
handelten Probe nicht zu finden. Der darunterliegende Zugspannungsbereich hingegen entspricht dem in einer unbehandelten Probe. Dieser neu hinzugekommene Druckspannungsbereich verbessert die Qualität des Werkstücks deutlich. Wie bereits in dieser Arbeit beschrieben, führt Zugspannung nahe einer Oberfläche zur Entstehung von Rissen und begünstigt deren Ausbreitung. Der hier eingebrachte Druckspannungsbereich dient als Barriere gegen das Auftreten von Rissen und erhöht damit die Lebensdauer der hergestellten Objekte. Weiter kann beobachtet werden, dass zusätzliche Zugspannungs- und Druckspannungsbereiche in Baurichtung entstehen. Bei einer unbehandelten Probe sind in diesem Bereich in Baurichtung keine nennenswerten Eigenspannungen zu beobachten.

Bei einem Vergleich der beiden Peeningintensitäten zeigt sich ein interessanter Effekt. Die maximal erzeugte Druckspannung in longitudinaler Richtung bei beiden Proben liegt bei  $\sigma_{xx} = 150$  MPa. Die Breite dieses Eigenspannungsbereichs unterscheidet sich jedoch bei den beiden Proben. Bei der mit 0,15 bis 0,20 mmA bestrahlten Probe reicht der Druckspannungsbereich 495  $\mu\text{m}$  tief ins Material hinein, während bei der mit 0,25 bis 0,30 mmA bestrahlten Probe der Druckspannungsbereich nur 290  $\mu\text{m}$  tief geht. Ein ähnliches Verhalten in der Ausdehnung des Eigenspannungsprofils ist in Baurichtung zu erkennen.

Damit kann gezeigt werden, dass das Bestrahlen der Proben einen Druckspannungsbereich nahe der Oberfläche erzeugt, welcher die Materialeigenschaften des Werkstücks deutlich verbessert. Außerdem ist ersichtlich, dass die Intensität des Kugelstrahlens bei industriüblichen Parametern wenig an der Stärke des Druckspannungsbereichs verändert, hingegen aber einen signifikanten Einfluss auf die Ausdehnung in das Material des erzeugten Eigenspannungsprofils hat.



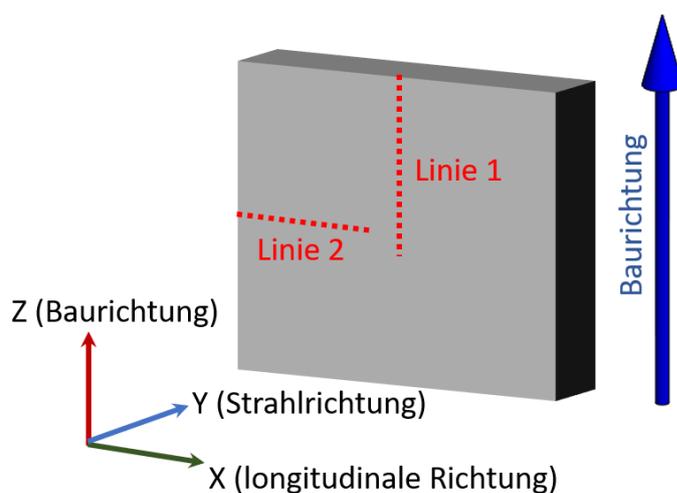
**Abbildung 71:** Darstellung der Eigenspannungen einer mittels Kugelstrahlen behandelten AlSi10Mg Probe mit einer Intensität von 0,15 bis 0,20 mmA (blau) und einer unbehandelten Probe (rot). Die Grafik a) zeigt die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung, während die Grafik b) die Eigenspannungen in Baurichtung zeigt.



**Abbildung 72:** Darstellung der Eigenspannungen einer mittels Kugelstrahlen behandelten AlSi10Mg Probe mit einer Intensität von 0,15 bis 0,20 mmA (blau) und Intensität von 0,25 bis 0,30 mmA (rot). Die Grafik a) zeigt die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung, während die Grafik b) die Eigenspannungen in Baurichtung zeigt.

### 7.3.2 Spannungsarm-Glügen

Das Spannungsarm-Glügen basiert auf den Erkenntnissen aus [Unterabschnitt 7.2.2](#). In diesem Abschnitt konnte gezeigt werden, dass ein konstantes, anhaltendes Erwärmen einer Probe unterhalb der Schmelztemperatur zu einer Reduzierung der Eigenspannungen führt. Zum Spannungsarm-Glügen wurden Proben bei verschiedenen Temperaturen erwärmt. Dafür wurde ein Ofen der Firma *Nabertherm* (Lilienthal, Deutschland) verwendet. Dieser Ofen ist gut isoliert und verfügt über eine Keramikhalterung zur Montage der Probe. Es befinden sich an der Probe und in verschiedenen Bereichen des Ofens Thermoelemente, um eine gleichmäßige Temperatur zu gewährleisten. Der Ofen ist mit einem Computer verbunden, welcher die Einstellung einer Heizkurve ermöglicht und die Temperatursteuerung im Ofen übernimmt.



**Abbildung 73:** Darstellung der gemessenen Bereiche in einer einfachen Wand, welche mittels Spannungsarm-Glügen behandelt wurde. Die roten, gestrichelten Linien zeigen die gemessenen Bereiche.

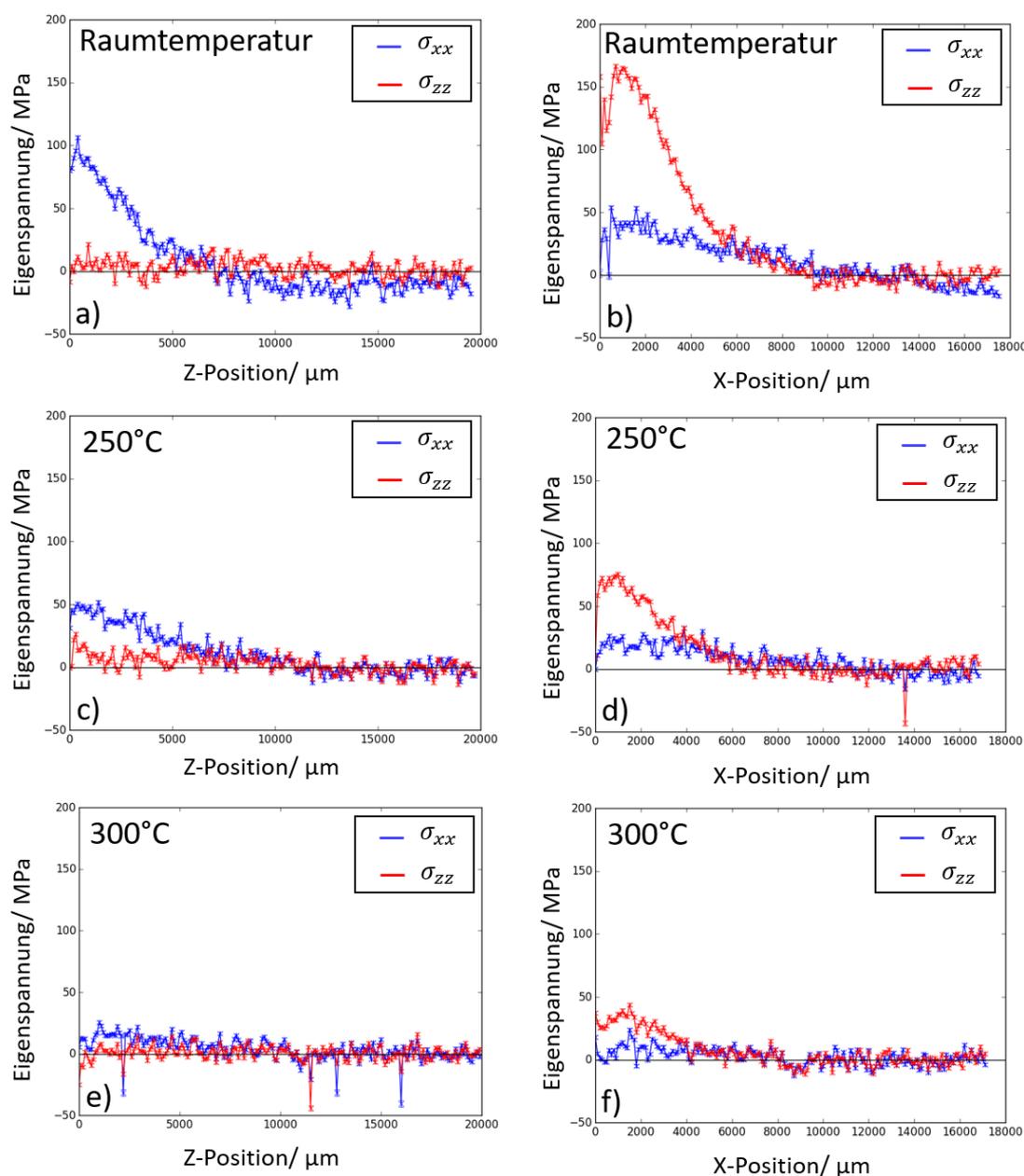
Als Probe wurden drei einfache Wände aus AlSi10Mg verwendet. Eine Probe wurde unbehandelt belassen, eine Probe wurde auf 250 °C und die dritte Probe auf 300 °C erwärmt. Beide Proben wurden in dem Ofen auf einer Stützstruktur montiert, damit die Wärme gleichmäßig von allen Seiten die Probe erreicht. Anschließend wurde die Temperatur linear im Laufe von einer Stunde auf die für die jeweilige Probe maximale Temperatur erhöht. Die Proben wurden anschließend bei ihrer jeweiligen maximalen Temperatur zwei Stunden lang im Ofen geglüht. Abschließend wurde der Ofen ausgeschaltet, und die Proben konnten zusammen mit dem Ofen abkühlen. Aufgrund der Isolierung des Ofens dauerte die Ofenabkühlung 24 Stunden. Dieses langsame, gleichmäßige Abkühlen des Materials im Ofen verhindert Temperaturgradienten, welche, wie in [Abschnitt 2.2](#) beschrieben, zur Ausbildung von Eigenspannungen führen könnten.

Zur Untersuchung der geglühten Proben wurde ein Strahlquerschnitt von  $100\ \mu\text{m} \times 100\ \mu\text{m}$  mit einem Abstand der Messpunkte von  $100\ \mu\text{m}$  verwendet. Dabei wurde ein Bereich von der Probenoberfläche bis in eine Tiefe von 20 mm in Transmissionsgeometrie untersucht. Der gemessene Bereich ist in [Abbildung 73](#) ersichtlich.

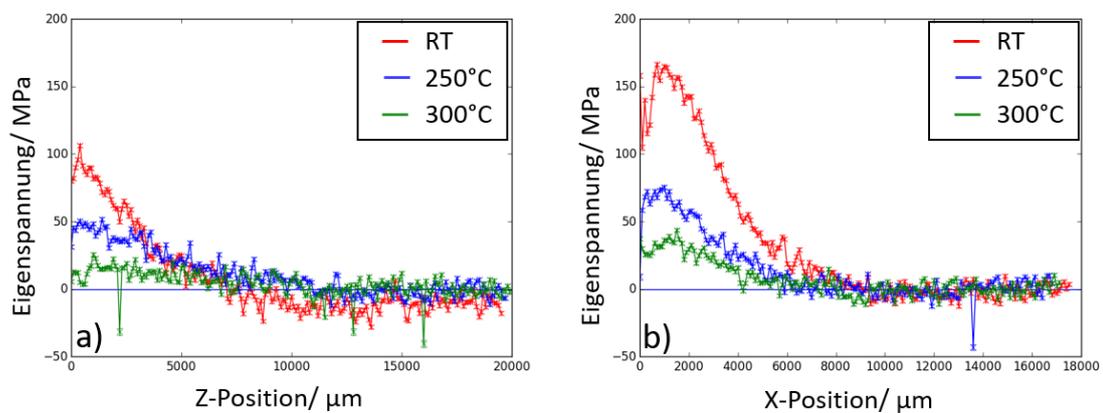
Die Eigenspannungsprofile der drei Proben sind in [Abbildung 74](#) dargestellt. Wie auch bei den vorangegangenen Versuchen ist eine starke Zugspannung parallel zur Probenoberfläche in den Randbereichen der Probe zu erkennen. Das bedeutet, an der oberen Kante herrscht eine starke Zugspannung in longitudinaler Richtung und an der Seite der Probe eine starke Zugspannung in Baurichtung. Bei den geglühten Proben ist eine deutliche Reduzierung dieser Eigenspannungen zu sehen.

In [Abbildung 75](#) werden die für die jeweilige Richtung dominanten Eigenspannungen für die jeweiligen Temperaturen gezeigt. In [Abbildung 75 a\)](#) sind die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung für die gemessene Linie 1 gezeigt und in [Abbildung 75 b\)](#) sind die Eigenspannungen in Baurichtung für die gemessene Linie 2 zu sehen. Hierbei ist die Reduzierung der Eigenspannungen bei steigender Temperatur deutlich sichtbar. Bei  $250\ ^\circ\text{C}$  kommt es zu einem Abbau der Eigenspannungen in longitudinaler Richtung und Baurichtung auf 47%, während es bei  $300\ ^\circ\text{C}$  zu einer Reduzierung auf 26% in Baurichtung und auf bis zu 15% in longitudinaler Richtung kommt.

Das Spannungsarm-Glühen ermöglicht somit dem Material die intern wirkenden mechanischen Kräfte abzubauen und dadurch die Eigenspannungen zu reduzieren. Da an den Außenbereichen der Werkstücke Zugspannung vorliegt, verbessert dieses Verfahren die Belastbarkeit des Materials enorm. Dieses Verfahren eignet sich nur bei Legierungen, die nicht ausscheidungsgehärtet sind. Die Legierung AA7050 ist ausscheidungsgehärtet. Bei einem Spannungsarm-Glühen der AA7050 Legierung würden sich Ausscheidungen vergrößern oder auflösen, was zu einem Verlust von Härte führt.



**Abbildung 74:** Darstellung der Eigenspannungsprofile beim Spannungsarm-Glühen. Die blauen Linien zeigen jeweils die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung und die roten Linien die Eigenspannungen in Baurichtung. a) und b) zeigen die Eigenspannungen einer unbehandelten Probe bei Linie 1 (a) und Linie 2 (b). Die Abbildungen c) und d) zeigen die Eigenspannungen bei einer mit 250 °C geglühten Probe. c) zeigt Linie 1 und d) zeigt Linie 2. In e) und f) werden die Eigenspannungen einer mit 300 °C geglühten Probe gezeigt. e) entspricht dem Messbereich der Linie 1 und f) dem Messbereich der Linie 2.



**Abbildung 75:** Darstellung der Abnahme der Eigenspannungen bei unterschiedlich spannungsarm geblühten AlSi10Mg Proben. In a) sind die Eigenspannungen der gemessenen Linie 1 und in b) die Eigenspannungen der gemessenen Linie 2 zu sehen. In den Abbildungen wird jeweils die dominante Eigenspannung parallel zur Oberfläche gezeigt. In der linken Abbildung werden folglich die Eigenspannungen in longitudinaler Richtung und in der rechten Abbildung die Eigenspannungen in Baurichtung gezeigt.

## 7.4 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurden vier Techniken zur Verbesserung der Eigenspannungszustände in den additiv gefertigten Proben vorgestellt. Diese unterteilen sich in zwei Gruppen. Bei der Ersten handelt es sich um zwei Verfahren zur Reduzierung der Eigenspannungen bei der Herstellung der Probe. Bei der zweiten Gruppe geht es um zwei Verfahren zur Verbesserung der Eigenspannungen bei fertigen Bauteilen.

Da bereits bekannt ist, dass die Eigenspannungen durch thermische Gradienten induziert sind, wurden bei der ersten Gruppe (während der Herstellung der Bauteile) zwei Möglichkeiten untersucht zusätzlich Temperatur in die Proben einzubringen. Bei den Konturen wird die Topologie der Oberfläche verbessert. Es konnte jedoch gezeigt werden, dass weder eine Pre- noch eine Post- oder eine Pre-/Post-Kontur Einfluss auf die Eigenspannungen hat und diese somit nicht verbessert. Bei dem zusätzlichen Erwärmen der Probe durch das Auftragen weiterer Schichten ohne Pulver wurde gezeigt, dass die zusätzliche Erwärmung der Probe die Zugspannung auf den letzten 500  $\mu\text{m}$  bis 800  $\mu\text{m}$  gedruckten Mikrometern um 40 % bis 50 % verbessern kann. Dabei wurde der behandelte Bereich drastisch verändert, was eine Verwendung der gefertigten Probe ausschließt. Die Schlussfolgerung ist, dass ein anhaltender Wärmeeintrag unterhalb der Schmelztemperatur zu einer deutlichen Verbesserung der Zugspannung auf den letzten gedruckten Millimetern führt.

Bei der zweiten Gruppe (Nachbehandlung der fertigen Werkstücke) wurde zum einen die Erkenntnis der Laserbehandlung aus der ersten Gruppe genutzt und zum anderen ein Peening Verfahren verwendet, welches den oberflächennahen Zugspannungsbereich durch eingebrachte Druckspannung abschirmen soll. Bei dem Spannungsarmen-Glühen wurden die Erkenntnisse aus der Laserbehandlung umgesetzt und die Proben unterhalb der Schmelztemperatur für zwei Stunden geglüht und anschließend langsam abgekühlt. Dieses Spannungsarm-Glühen zeigt eine Reduzierung der Zugspannung um bis zu 85 %. Da es vor allem oberflächennahe Zugspannung ist, welche abgebaut wurde, verbessert sich damit der Eigenspannungszustand des Werkstücks und somit die Belastbarkeit enorm. Bei dem Peening-Verfahren konnte gezeigt werden, dass ein zusätzlicher Druckspannungsbereich nahe der Oberfläche eingebracht werden kann, welcher den ansonsten vorherrschenden Zugspannungsbereich abschirmt. Dieser Druckspannungsbereich wirkt als Barriere gegen das Entstehen von Rissen. Zudem konnte belegt werden, dass die Peeningintensität einen deutlich größeren Einfluss auf die Ausdehnung der induzierten Druckspannung hat als auf dessen Stärke. Auch dieses Verfahren eignet sich gut zur Verbesserung der Eigenspannungszustände von Bauteilen.



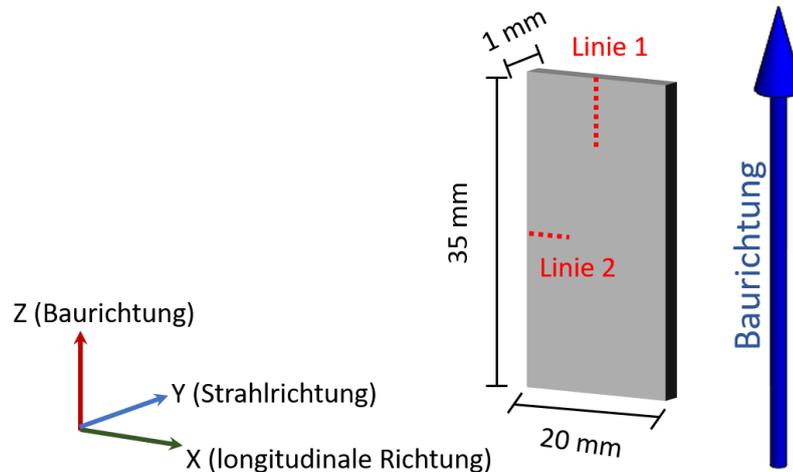
## 8

# Einfluss von Nitrieren und Aufkohlen auf die Eigenspannungen in LPBF-Körpern

## 8.1 Motivation und Stand der Wissenschaft

Für Stahl existieren verschiedene Techniken zur Verbesserung der Materialeigenschaften. Bei einigen dieser Techniken werden Stoffe, wie zum Beispiel Kohlenstoff beim Aufkohlen oder Stickstoff beim Nitrieren, in das Werkstück eingebracht. In [Unterabschnitt 6.2.1](#) konnte gezeigt werden, dass auch nach dem Drucken einer additiv gefertigten Probe die Schichtstruktur der einzelnen Pulverschichten weiterhin in der Mikrostruktur vorhanden ist. Aus diesem Grund soll in diesem Kapitel untersucht werden, ob die genannten Behandlungsverfahren am Stahl unterschiedliche Eindringtiefen in die Probe haben, je nachdem ob senkrecht oder parallel zum Schichtverlauf präpariert wird.

## 8.2 Nitrieren von 316L Stahl

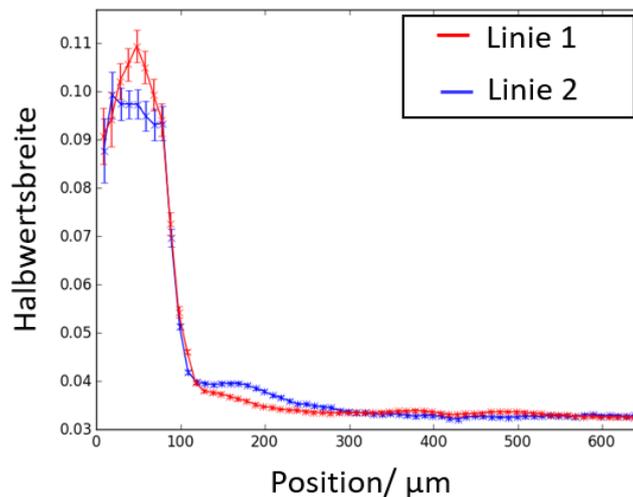


**Abbildung 76:** Darstellung der ausgeschnittenen, nitrierten Probe. Die rot gestrichelten Linien markieren die untersuchten Bereiche.

Nitrieren (chem. Nitridieren) ist ein spezielles Verfahren zum Härten von Stahl. Es sorgt für eine Verbesserung der Bauteilfestigkeit, Verschleißfestigkeit, Gleiteigenschaften, Temperaturbeständigkeit und Biege-wechselfestigkeit, sowie des Korrosionsschutzes [118],[119]. Bei

diesem Verfahren wird Stickstoff im Stahl eingelagert und bildet in den zu härtenden Bereichen Nitridverbindungen aus. Dieser Prozess findet in oberflächennahen Regionen statt und wird bei einer Temperatur zwischen 500 °C und 520 °C durchgeführt. Die Behandlungsdauer des Stahls liegt zwischen 1 bis 160 Stunden und hängt davon ab, wie tief der Stickstoff in das Material eindringen soll. Das Nitrieren unterteilt sich in drei verschiedene Techniken. Diese sind das Plasmanitrieren [120], das Salzbadnitrieren [121] und das Gasnitrieren [122]. Die in dieser Arbeit untersuchten 316L Stahlproben wurden mittels Gasnitrieren behandelt. [118]

Beim Gasnitrieren wird das Stahlobjekt in einer ammoniakhaltigen Atmosphäre erhitzt. Kommt das Ammoniak mit dem heißen Stahl in Kontakt, spaltet es sich in Wasserstoff und Stickstoff auf, wie in Gleichung 18 zu sehen. Der Stickstoff diffundiert anschließend in die Oberfläche des Werkstoffs und bildet eine Nitridschicht. [123]



**Abbildung 77:** Darstellung der Halbwertsbreite des {311}-Beugungsreflexes gegen die Eindringtiefe in einer nitrierten 316L Stahlprobe. In Rot ist der Messbereich der Linie 1 gezeigt und in Blau der Messbereich der Linie 2.

Bei der Herstellung der Probe wurde ein Körper mit den Maßen 35 mm × 20 mm × 35 mm aus 316L Stahl hergestellt. Dieser Körper wurde anschließend nitriert. Aus dem nitrierten Körper wurde aus der Mitte eine 1 mm dünne Scheibe herausgeschnitten, wie in [Abbildung 76](#) zu sehen. Dies stellt sicher, dass über die flächigen Bereiche kein Stickstoff in das Material eingedrungen ist, sondern ausschließlich über die Seitenflächen. Gemessen wurde die Probe mit einem Strahlquerschnitt von 500 µm × 100 µm (X × Z) bei der gemessenen Linie 1 und 10 µm × 500 µm (X × Z) bei der gemessenen Linie 2. Die gemessenen Bereiche sind ebenfalls in [Abbildung 76](#) dargestellt.

Der beim Nitrieren eingelagerte Stickstoff führt zu einer feineren Kornstruktur. Durch die kleineren Körner kommt es, wie durch die Scherrer-Gleichung beschrieben, zu einer Verbreiterung der Beugungsreflexe. Die Scherrer-Gleichung ist in [Gleichung 19](#) mit  $L$  = Korndurchmesser,  $K$  = Scherrer-Formfaktor,  $\lambda$  = Wellenlänge des Röntgenstrahls,  $\Delta(2\theta)$  = Halbwertsbreite und  $\theta_0$  = Bragg-Winkel gezeigt [124]. Damit kann die Eindringtiefe des Stickstoffs durch die Bestimmung der Halbwertsbreite (*engl.* Full Width at Half Maximum)(FWHM) der Beugungsreflexe bestimmt werden. Hierfür wurde der {311}-Beugungsreflex untersucht. Es wurde geprüft, ob sich die Eindringtiefe parallel oder senkrecht zu den gewachsenen Schichten bei der Additiven Fertigung unterscheidet. In [Abbildung 77](#) ist die Halbwertsbreite des {311}-Beugungsreflexes parallel und senkrecht zu den aufgewachsenen Schichten gegen die Eindringtiefe aufgetragen. In den nitrierten Bereichen wird eine Halbwertsbreite von bis zu 0,10 erreicht, während in den nicht nitrierten Bereichen die Halbwertsbreite zwischen 0,03 und 0,04 liegt. Die Untersuchungen zeigen, dass die Eindringtiefe bei den unterschiedlichen Messungen jeweils zwischen 90  $\mu\text{m}$  und 95  $\mu\text{m}$  liegt. Da sich die beiden Eindringtiefen nicht unterscheiden, kann davon ausgegangen werden, dass beim Nitrierverfahren die Baurichtung keinen Einfluss auf die Eindringtiefe des Stickstoffs hat.

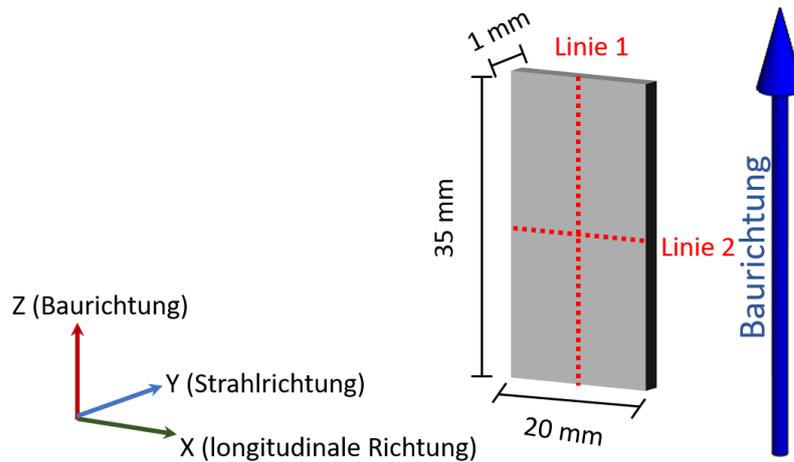
$$L = \frac{K\lambda}{\Delta(2\theta)\cos\theta_0} \quad (19)$$

### 8.3 Aufkohlen von E185 AMPO Stahl

Das Aufkohlen oder Carburieren ist ein weiteres Verfahren zum Härten von Stählen. Beim Aufkohlen wird Kohlenstoff in einen Stahl eingelagert, was zu einer Phasenumwandlung des behandelten Bereichs führt. Das Aufkohlen ist der erste Schritt des Einsatzhärtens von Stählen. Bei diesem Prozess folgt auf das Aufkohlen das Abschrecken und anschließend das Anlassen. In der vorliegenden Arbeit wird der erste Prozessschritt (das Aufkohlen) separat betrachtet. Hierbei wird der Stahl in einer kohlenstoffhaltigen Umgebung auf eine Temperatur zwischen 850 °C und 950 °C erhitzt. [125] [126]

Die Probengeometrie war beim Aufkohlen identisch zur Probe beim Nitrieren. Für diese Versuche wurde der ferritische Stahl E185 verwendet. Es wurde ein Körper mit den Maßen 35 mm  $\times$  20 mm  $\times$  35 mm hergestellt. Dieser Körper wurde anschließend dem Aufkohlen unterzogen. Anschließend wurde aus der Mitte des behandelten Körpers eine 1 mm dünne Scheibe herausgeschnitten, wie in [Abbildung 78](#) zu sehen. Dies stellt sicher, dass über die flächigen Bereiche kein Kohlenstoff in das Material eingedrungen ist, sondern ausschließlich über die Seitenflächen. Gemessen wurde die Probe mit einem Strahlquerschnitt von 100  $\mu\text{m}$   $\times$  100  $\mu\text{m}$  (X  $\times$  Z) für beide in [Abbildung 76](#) gezeigten Messbereiche.

In [Abbildung 79](#) ist die Intensitätsverteilung der Beugungswinkel einer unbehandelten Probe dargestellt. In beiden Messbereichen (Linie 1 und Linie 2) sind ferritische und austenitische Reflexe zu sehen. Dabei sind die Beugungsreflexe der ferritischen Peaks um ein Vielfaches stärker ausgeprägt. Das Integral des ferritischen {211}- und das Integral des austenitischen {200}-Peaks einer unbehandelten Probe im Messbereich Linie 1 sind in [Abbildung 80](#) darge-



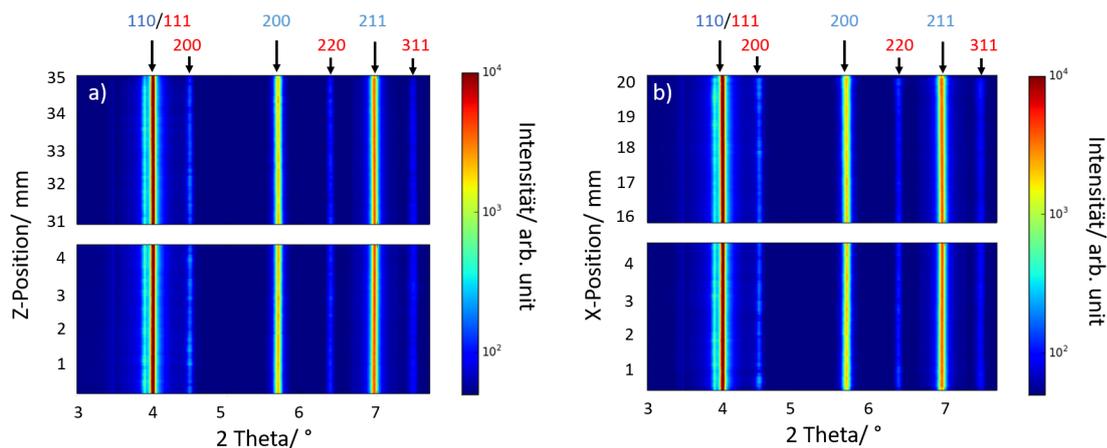
**Abbildung 78:** Darstellung der ausgeschnittenen, aufgekohlten Probe. Die rot gestrichelten Linien markiert die untersuchten Bereiche.

stellt. Es ist gut zu erkennen, dass das Integral des austenitischen Peaks nahezu bei Null liegt, während das Integral des ferritischen Peaks bei 150 bis 200 liegt. Daraus lässt sich schließen, dass der E185 Stahl ein ferritischer Stahl mit kleineren austenitischen Anteilen ist.

In [Abbildung 81](#) ist die Intensitätsverteilung der Beugungswinkel einer aufgekohlten Probe zu sehen. Im Vergleich mit der unbehandelten Probe fällt auf, dass die austenitischen Reflexe nicht mehr durchgehend im ganzen Material vorhanden sind. Einige hundert Mikrometer entfernt von der Oberfläche sind diese Reflexe nahezu verschwunden. Dies kann durch das Erhitzen der Probe beim Aufkohlen erklärt werden. Durch das zusätzliche Erwärmen kommt es zu einer Phasenumwandlung von der austenitischen zu einer ferritischen Form. Weiter ist in der Abbildung zu erkennen, dass die oberflächennahen austenitischen Peaks hingegen bei der behandelten Probe deutlich intensiver sind, als bei der unbehandelten Probe. Dies ist durch das Einlagern von Kohlenstoff naher der Oberfläche und der damit verbundenen Phasenumwandlung von ferritisch zu austenitisch zu erklären.

Bei einer Untersuchung des Integrals einer unbehandelten und einer aufgekohlten Probe für den Messbereich Linie 1 ist dieser Unterschied deutlich zu sehen, wie in [Abbildung 82 a](#)) gezeigt. Das Integral nahe der Probenoberfläche ist für den austenitischen  $\{200\}$ -Reflex um einen Faktor zehn größer im Vergleich zu einer unbehandelten Probe. Bei einem Vergleich des Integrals des austenitischen  $\{200\}$ -Peaks einer aufgekohlten Probe für den Messbereich Linie 1 und Linie 2 ist zu sehen, dass der Kohlenstoff in beide Messbereiche eingedrungen ist.

Um zu vergleichen, wie tief der Kohlenstoff in das Material eingedrungen ist, wurden die Halbwertsbreiten, wie im vorherigen Abschnitt am 316L Stahl, des ferritischen  $\{211\}$ - und des austenitischen  $\{200\}$ -Peaks bei einer aufgekohlten Probe für den Messbereich Linie 1 und Linie 2 untersucht. Die Ergebnisse sind in [Abbildung 83](#) dargestellt. In der [Abbildung 83 a](#)) ist der Verlauf der Halbwertsbreite für den austenitischen  $\{200\}$ -Peak zu sehen. Dabei ist zu

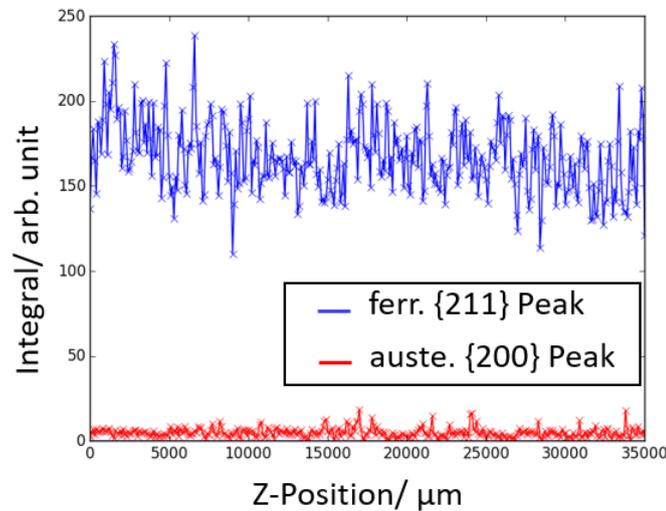


**Abbildung 79:** Darstellung der Intensität der Beugungswinkel  $2\theta$  in den Randbereichen einer unbehandelten E185 Probe. Abbildung a) zeigt den Intensitätsverlauf für den Messbereich Linie 1 und b) zeigt den Intensitätsverlauf für den Messbereich Linie 2. Die blauen Zahlen an den Pfeilen zeigen die Reflexe der ferritischen Phase und die roten Zahlen an den Pfeilen die Reflexe der austenitischen Phase.

erkennen, dass der Peak eine deutlich geringere Halbwertsbreite für den mit Kohlenstoff angereicherten Bereich aufweist. Dies liegt daran, dass sich durch den Kohlenstoff eine deutlich stärker ausgeprägte austenitische Phase ausbilden kann, wie auch das um einen Faktor zehn größere Integral zeigt und in [Abbildung 82 a\)](#) zu sehen. In [Abbildung 83 b\)](#) hingegen ist bei einer Untersuchung des ferritischen  $\{211\}$ -Peaks eine Verbreiterung des Peaks in dem behandelten Bereich zu erkennen. Dies lässt sich durch den geringeren ferritischen Anteil und durch die zusätzlich auftauchenden Mischgefüge von Stahl erklären. Durch die Phasenumwandlung im E185 Stahl lässt sich damit sehr leicht die Eindringtiefe des Kohlenstoffs mit Hilfe der Halbwertsbreite des austenitischen Peaks festlegen. Bei der Untersuchung der Eindringtiefe stellt sich heraus, dass in beiden Messbereichen (Linie 1 und Linie 2) der Kohlenstoff 1,3 mm tief in den Stahl eingedrungen ist. Damit kann auch beim Aufkohlen gezeigt werden, dass es keinen Unterschied bei der Eindringtiefe parallel und senkrecht zu den gewachsenen Schichten gibt.

### 8.3.1 Einfluss des Aufkohlens auf die Eigenspannungen

Das Aufkohlen zählt zu den thermomechanischen Behandlungsmethoden und hat, wie in [Abschnitt 2.2](#) beschrieben, nicht nur Einfluss auf die Phase des Stahls, sondern auch auf die Eigenspannungen im Material. Aus diesem Grund wurden die gezeigten Beugungsreflexe ausgewertet und die Eigenspannungen der Proben bestimmt. In [Abbildung 84](#) und [Abbildung 85](#) sind die Eigenspannungsprofile der beiden gemessenen Bereiche dargestellt. Die linken Abbildungen zeigen die Eigenspannungen in Baurichtung und in longitudinaler Richtung, während in der rechten Abbildung die Eigenspannungsdifferenz dargestellt ist. Die

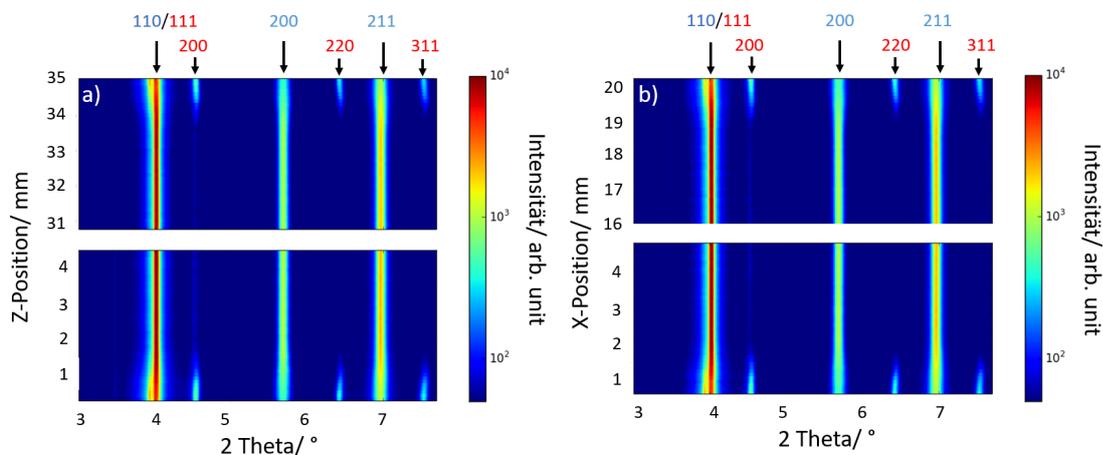


**Abbildung 80:** Darstellung des Integrals des ferritischen {211}- (blau) und des austenitischen {200}- (rot) Peaks einer unbehandelten Probe im Messbereich Linie 1.

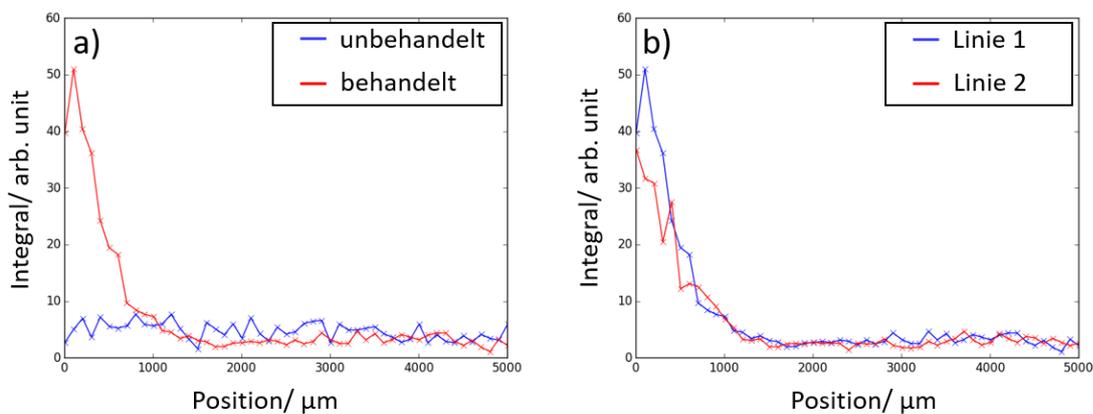
Spannungsdifferenz ist wichtig, da es beim Aufkohlen in dem behandelten Bereich durch Kohlenstoffeinlagerung zu einem chemischen Gradienten kommt. Wie in [Abbildung 6.2.3](#) beschrieben, kommt es damit im behandelten Bereich zu einer Variation des entspannten Gitterabstands  $d_0$ . Die Eigenspannungsdifferenz hingegen ist unabhängig von  $d_0$ , was einen Vergleich der aufgekohlten und unbehandelten Probe ermöglicht.

Die Eigenspannungsprofile des gemessenen Bereichs der Linie 1 zeigen ausgeprägte Zugspannungsbereiche mit bis zu  $\sigma_{xx} = 150$  MPa in longitudinaler Richtung nahe der Oberfläche. Innerhalb der Probe ist ein breiter Druckspannungsbereich in longitudinaler Richtung und Baurichtung zu sehen. Im Messbereich der Linie 2 ist ein starker Zugspannungsbereich mit bis zu  $\sigma_{xx} = 200$  MPa in Baurichtung nahe der Oberfläche zu beobachten, während im Inneren der Probe wie bei dem Messbereich Linie 1 ein leichter Druckspannungsbereich in longitudinaler Richtung und Baurichtung festgestellt werden kann.

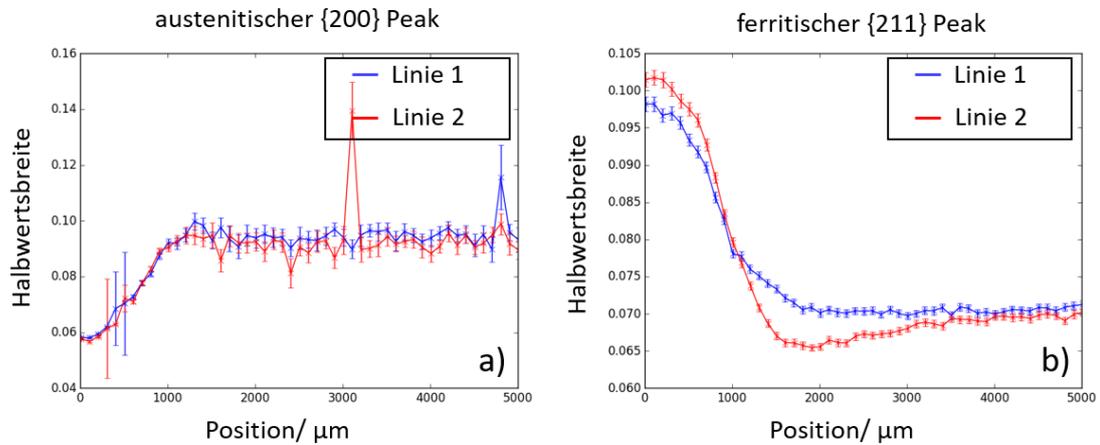
Die Eigenspannungsdifferenzen der aufgekohlten Proben sind in [Abbildung 86](#) dargestellt. Die oberflächennahen Bereiche weisen eine deutliche Veränderung der Eigenspannungsdifferenz im Vergleich zu den unbehandelten Proben auf. Eine ausgeprägte Tendenz zur Druckspannung ist zu erkennen. Im Messbereich Linie 1 reicht diese Differenz bis in den Druckspannungsbereich, während im Messbereich Linie 2 keine Eigenspannungsdifferenz mehr vorhanden ist. Die Wendestelle einer Sigmoidfunktion des veränderten Bereichs wurde mit einer schwarzen, senkrechten Linie in den Abbildungen markiert. Diese Markierung stimmt exakt mit der bereits ermittelten Eindringtiefe des Kohlenstoffs überein. Damit kann gezeigt werden, dass das Aufkohlen neben dem Einfluss auf die im Stahl vorhandenen Phasen auch eine signifikante Veränderung der Eigenspannungszustände bewirkt.



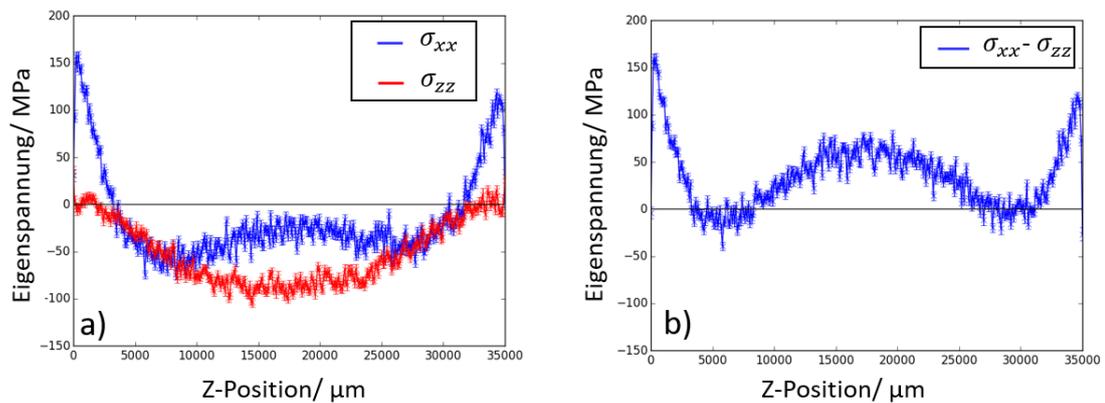
**Abbildung 81:** Darstellung der Intensität der Beugungswinkel  $2\theta$  in den Randbereichen einer aufgekohlten E185 Probe. Abbildung a) zeigt den Intensitätsverlauf für den Messbereich Linie 1 und b) zeigt den Intensitätsverlauf für den Messbereich Linie 2. Die blauen Zahlen an den Pfeilen zeigen die Reflexe der ferritischen Phase und die roten Zahlen an den Pfeilen die Reflexe der austenitischen Phase.



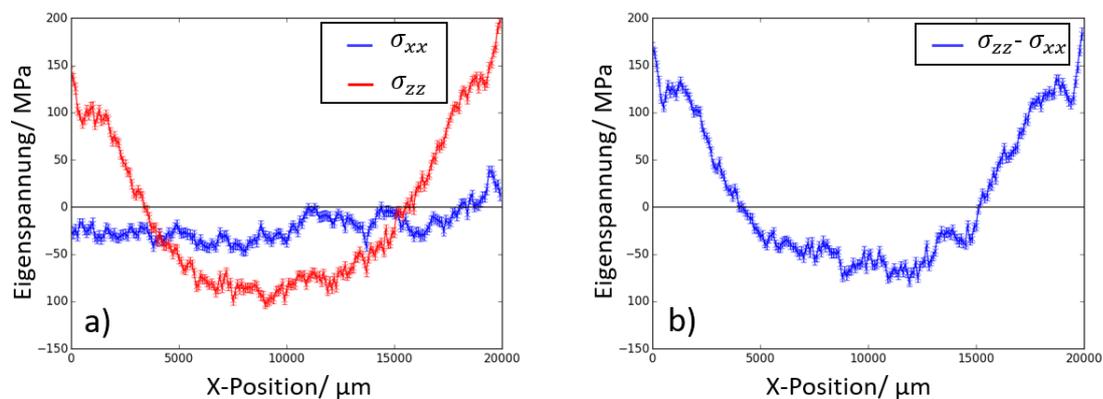
**Abbildung 82:** Darstellung des Integrals des ferritischen  $\{211\}$ -Peaks. Abbildung a) zeigt das Integral einer unbehandelten Probe (blau) und einer aufgekohlten Probe (rot) für den Messbereich Linie 1. Abbildung b) zeigt den Messbereich Linie 1 (blau) und Linie 2 (rot) für eine aufgekohlte Probe.



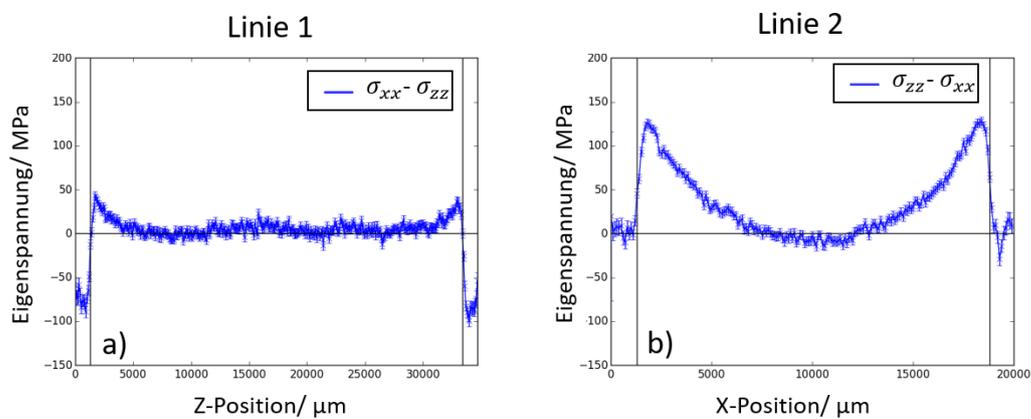
**Abbildung 83:** Darstellung der Halbwertsbreite einer aufgekohlten Probe. Die jeweils blaue Linie zeigt den Messbereich der Linie 1 und der rote Verlauf den Messbereich der Linie 2. In Abbildung a) ist der Verlauf des austenitischen  $\{200\}$ -Peaks zu sehen und in Abbildung b) der Verlauf des ferritischen  $\{211\}$ -Peaks.



**Abbildung 84:** Darstellung der Eigenspannungsprofile und der Eigenspannungsdifferenz einer unbehandelten E185 Probe im Messbereich Linie 1.



**Abbildung 85:** Darstellung der Eigenspannungsprofile und der Eigenspannungsdifferenz einer unbehandelten E185 Probe im Messbereich Linie 2.



**Abbildung 86:** Darstellung der Eigenspannungsdifferenz einer aufgekohlten E185 Probe im Messbereich Linie 1 und 2. Die senkrechten, schwarzen Linien markieren den behandelten Bereich.

## 8.4 Zusammenfassung

In diesem Kapitel wurde die Eindringtiefe von Stoffen parallel und senkrecht zur Baurichtung eines additiv gefertigten Bauteils untersucht. Dabei wurden das Nitrieren von 316L Stahl, sowie das Aufkohlen von E185 Stahl vorgestellt und untersucht. Ziel war es, zu beobachten, ob die beim Drucken entstehende Schichtstruktur, welche in [Unterabschnitt 6.2.1](#) vorgestellt wurde, Einfluss auf die Eindringtiefe von Stoffen hat. Es konnte gezeigt werden, dass die Schichtstruktur keinen Einfluss auf die Eindringtiefe von Stickstoff oder Kohlenstoff aufweist.

Das bedeutet, dass additiv gefertigte Stähle sich in Bezug auf die richtungsabhängige Diffusion beim Nitrieren und Aufkohlen nicht von herkömmlichen Stählen unterscheiden. Infolgedessen müssen die bestehenden Verfahren für die Additive Fertigung nicht neu entwickelt werden.

Weiter konnte gezeigt werden, dass es auch beim neuartigen E185 Stahl beim Aufkohlen, wie bei anderen Stählen dieser Art, zu einer Phasenumwandlung im Material kommt. Der vorhandene austenitische Anteil wurde durch das Erhitzen der Probe in eine ferritische Phase umgewandelt. In den Bereichen, in die Kohlenstoff diffundiert ist, gab es hingegen eine Umwandlung von der ferritischen Phase in die austenitische Phase. Zudem kommt es nahe der Oberfläche zu deutlich schärferen Peaks der austenitischen Phase, während es zu einer Verbreiterung der Peaks der ferritischen Phase kommt.

Es konnte gezeigt werden, dass es durch das thermomechanische Verfahren des Aufkohlens in den oberflächennahen Bereichen zu einer deutlichen Veränderung der Spannungszustände gekommen ist. Die Reichweite dieser Einflüsse entspricht exakt der Eindringtiefe des Kohlenstoffs.

## 9

### Zusammenfassung

In dieser Arbeit wird der Einfluss des LPBF-Verfahrens auf die Mikrostruktur und den Eigenspannungszustand von additiv gefertigten Proben aus AlSi10Mg, 316L Stahl und E185 Stahl untersucht. Dabei wurden ein Lichtmikroskop und ein Rasterelektronenmikroskop (REM) als Laborgeräte verwendet sowie in Großforschungseinrichtungen hochenergetische Röntgenbeugung (HEXRD) an einer vom Hereon betriebenen Beamline am DESY und Radiographie an der APS durchgeführt.

Für die spätere Belastbarkeit von Bauteilen sind Eigenspannungen von essentieller Bedeutung. Diese Eigenspannungen sind bedingt durch die Mikrostruktur, welche wiederum durch den Erstarrungs- und Abkühlungsvorgang des Schmelzbades beim Fertigungsprozess vorgegeben wird. Aus diesem Grund befasst sich die vorliegende Arbeit zu Beginn mit *in situ* Untersuchungen des Schmelzbades während des LPBF-Verfahrens. Dabei wurden für eine einzelne Schweißlinie von 2 mm Länge 1500 Radiographien aufgenommen. Aufgrund des geringen Kontrasts bei Aluminium zwischen dem Schmelzbad und dem Grundmaterial war es bisher nicht möglich, das zeitabhängige Verhalten des Schmelzbades automatisiert zu untersuchen. Bei der großen Anzahl an Messbildern pro Versuch ist eine händische Auswertung nahezu unmöglich. Folglich wurde im Rahmen dieser Arbeit ein neues Analyseverfahren entwickelt, welches es erstmalig ermöglicht, in den Legierungen AA7050 und AA2198 automatisiert große Mengen an Radiographien mit geringem Kontrast auszuwerten. Mit Hilfe dieses Verfahrens ist es möglich, die Fläche, Höhe und Breite des Schmelzbades für jede Radiographie zu bestimmen und damit die dynamische Entwicklung des Schmelzbades innerhalb eines Datensatzes zu demonstrieren. Dabei kann gezeigt werden, dass die Größe des Schmelzbades einer zeitlichen Entwicklung und Schwankungen unterliegt. Diese zeitliche Entwicklung findet bei den verwendeten Legierungen und Parametern auf einer Länge von über  $690\ \mu\text{m}$  statt, was deutlich größer ist, als die von modernen Druckern übliche minimale Strukturgröße von  $100\ \mu\text{m}$ . Die Schwankungen der Querschnittsfläche des saturierten Schmelzbades liegen in der Größenordnung von 30%. Diese Erkenntnisse zeigen, dass vor allem bei kleinen Strukturen in der Größenordnung von  $100\ \mu\text{m}$  das Schmelzbad nicht als konstant angenommen werden kann und die Dynamik genauer betrachtet werden sollte.

Bei der Untersuchung der durch dieses Schmelzbad entstandenen Mikrostruktur von additiv gefertigten Körpern aus AlSi10Mg mittels REM und Lichtmikroskopie konnte gezeigt werden, dass bei der Fertigung eine Vielzahl von Poren auftreten. Die Porosität der untersuchten Proben lag bei über 1%. In diesem Zusammenhang konnte die strukturelle Veränderung im umliegenden Bereich einer Pore nachgewiesen werden. Zudem zeigen die Poren abhängig von ihrer Größe unterschiedliche Aufenthaltsorte. Nahe der gezeigten Schweißraupen konnte eine hohe Konzentration von Poren mit wenigen Mikrometern Durchmesser nachgewiesen

werden, während sich die größeren Poren über das Material verteilen. Neben den Poren konnte die Kornstruktur identifiziert werden. Die Körner zeigen eine in Baurichtung ausgerichtete längliche Form. In Bereichen, in denen zwei Schichten aufeinandertreffen, sind die Körner deutlich größer verglichen mit dem Bereich innerhalb einer Schicht. Abschließend konnten in der Mikrostruktur drei unterschiedliche Bereiche in den letzten gedruckten Schichten nachgewiesen werden. In den letzten gedruckten  $100\ \mu\text{m}$  ist eine leichte Struktur zu erkennen, während in den  $100\ \mu\text{m}$  bis  $600\ \mu\text{m}$  darunter ein homogener Bereich vorliegt. Unterhalb dieser  $600\ \mu\text{m}$  hingegen sind die einzelnen Schichten des LPBF-Verfahrens sehr deutlich zu erkennen.

Alle drei Bereiche lassen sich auch in einer Texturanalyse wiederfinden. Bei der Untersuchung der Textur konnte in dem Bereich 1 direkt an der Oberfläche eine Ausrichtung in longitudinaler Richtung gezeigt werden, während im darunterliegenden homogenen Bereich 2 eine Textur in Baurichtung vorliegt. In dem Bereich 3, in welchem die Schichtstruktur gut zu erkennen ist, liegt eine Textur in Strahlrichtung vor.

Die Eigenspannungsanalyse von simplen Geometrien wie Wänden zeigt beim AlSi10Mg ebenfalls unterschiedliches Verhalten dieser drei Zonen. In Bereich 1 an der Oberfläche ist eine stark ausgeprägte Zugspannung zu finden, während im Bereich 2 ein nahezu spannungsfreier Zustand herrscht. Im Bereich 3 gehen die Eigenspannungen dann wieder in Zugspannungen über.

Die vorliegende Arbeit zeigt, dass in den letzten gedruckten Schichten markante Eigenspannungszustände nahe den Außenbereichen der Probe zu finden sind. Diese Eigenspannungszustände liegen als Zugspannung parallel zu den Probengrenzen vor. Diese Zugspannungsbereiche erreichen eine Stärke von bis zu  $200\ \text{MPa}$  und reichen bis zu  $4\ \text{mm}$  tief ins Material hinein.

Bei der Untersuchung des Einflusses der Bauteilgeometrie auf die Eigenspannungen konnte festgestellt werden, dass abgerundete Ecken oder  $90^\circ$ -Ecken einen positiven Einfluss auf den Eigenspannungszustand haben, während eine Fase zusätzliche Zugspannung erzeugt und daher vermieden werden sollte. Als Profilform wurde die Geometrie etwas komplexer, und es wurden L- und T-Stücke auf ihre Eigenspannungen untersucht. Bei diesen Profilen konnte nachgewiesen werden, dass sich ein T-Profil deutlich besser für eine Anwendung eignet, da dieses durch das zusätzliche Material im Bereich zwischen Bein und Schulter des T-Stücks die Möglichkeit bietet, auftretende mechanische Kräfte besser auszugleichen. Damit ist in diesem Bereich weniger Zugspannung vorzufinden als vergleichsweise bei einem L-Profil. Außerdem konnte gezeigt werden, dass der Einfluss von  $90^\circ$ -Winkeln auf den Eigenspannungszustand innerhalb des Materials auf eine Reichweite von weniger als 50% der Länge der verwendeten L-Stücke begrenzt ist. Da bei realen Bauteilen meist komplexe Geometrien auftreten, wurden zudem runde und eckige Rohre sowie eine Wabenstruktur untersucht. Dabei stellt sich heraus, dass ein eckiges Rohr sich nicht von dem Eigenspannungsprofil eines L-Stücks unterscheidet. Das runde Rohr hingegen zeigt einen nahezu spannungsfreien Zustand. Der Eigenspannungszustand der Wabenstruktur in Baurichtung entspricht für eine einzelne Wabe dem Spannungszustand in einem eckigen Rohr. Das Eigenspannungsprofil in longitudinaler Richtung hingegen entspricht über alle nebeneinander liegenden Waben hinweg dem Spannungszustand eines eckigen Rohrs. Bei allen Profilbau-

teilen ist ein leichter Anstieg der Zugspannung in Baurichtung von der Grundplatte hin bis zu den letzten gedruckten Schichten zu erkennen.

Die bei der Additiven Fertigung thermisch induzierten Eigenspannungen stellen Produzenten vor große Probleme. Da die Eigenspannungen ein Grund dafür sind, dass sogar während der Fertigung die Bauteile brechen können, wurde untersucht, wie die Zugspannungsbereiche nahe der Außenbereiche reduziert werden können. Dabei wurden Techniken während und nach der Fertigung untersucht. Während der Fertigung wurde der Einfluss der beim Drucken verwendeten Kontur und eine Wärmebehandlung mit dem Fertigungslaser bei den letzten Schichten analysiert. Hierbei stellt sich heraus, dass die Kontur keinen Einfluss auf die Eigenspannungen hat, während die Wärmebehandlung mit dem Laser die Eigenspannungen leicht reduzieren kann. Diese Wärmebehandlung führt jedoch zu einer Zerstörung der Oberfläche, wodurch sich dieses Verfahren nicht eignet. Bei der Nachbehandlung wurden Kugelstrahlen und Spannungsarm-Glühen untersucht. Beim Kugelstrahlen konnte gezeigt werden, dass dieses einen Druckspannungsbereich in den behandelten Zonen einbringt, welcher dem Zugspannungsbereich entgegenwirkt und somit die Wahrscheinlichkeit auf eine Rissbildung und Rissausbreitung verringert. Das Spannungsarm-Glühen ist das zeitlich aufwendigste Verfahren. Es ist zu beobachten, dass damit die Zugspannung vollständig aufgelöst werden kann.

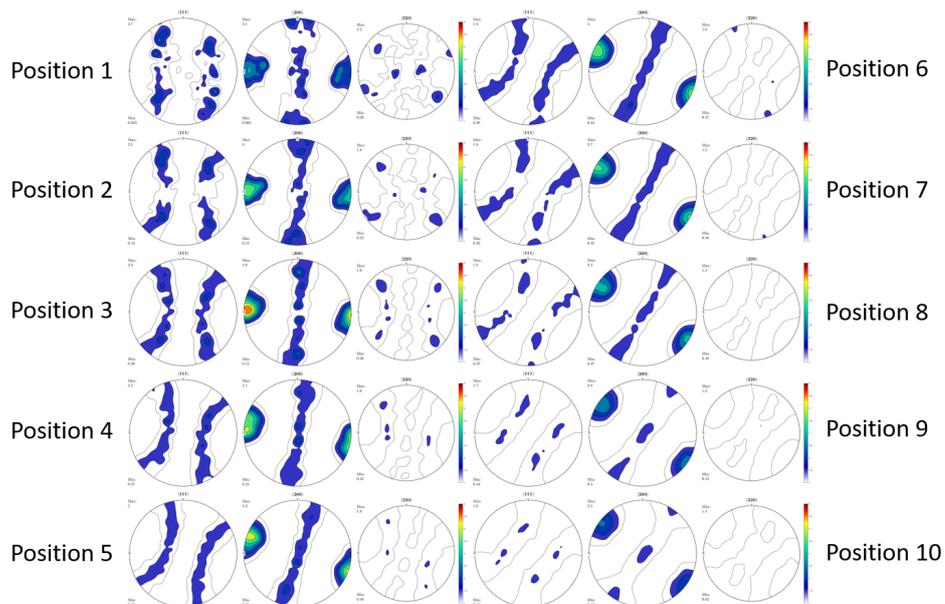
Es wurde untersucht, ob die nach der Fertigung vorhandene Schichtstruktur, welche in der Mikrostrukturanalyse nachgewiesen wurde, Einfluss auf die Weiterverarbeitung von Materialien hat. Dabei wurde das Nitrieren von 316L Stahl und das Aufkohlen von E185 Stahl untersucht. Beide Verfahren sind Techniken zur Oberflächenhärtung von Stählen. Beim Nitrieren wird Stickstoff in den Stahl eingelagert und beim Aufkohlen wird Kohlenstoff eingelagert, welcher zu einer Phasenumwandlung von der ferritischen zur austenitischen Phase führt. Das thermomechanische Verfahren des Aufkohlens zeigt zudem einen starken Einfluss auf die vorhandenen Eigenspannungen in den mit Kohlenstoff angereicherten Bereichen. Eine Veränderung von Zugspannung zur Druckspannung ist zu erkennen. Bei beiden Verfahren kann gezeigt werden, dass die Eindringtiefe bei Stickstoff oder Kohlenstoff keinen Unterschied zeigt, wenn senkrecht oder parallel zum Schichtsystem der Probe behandelt wird.

In dieser Arbeit wurde der gesamte Fertigungsprozess eines additiv gefertigten Bauteils untersucht: Es wurden *in situ* Untersuchungen der Dynamik des Schmelzbades durchgeführt und die dabei entstehende Mikrostruktur und Eigenspannungen untersucht. Die bei der Herstellung resultierenden Eigenspannungen wurden in immer komplexeren Werkstückgeometrien von einer einfachen Wand bis hin zu einer Wabenstruktur analysiert und Nachbehandlungsverfahren erprobt, um die Eigenspannungszustände zu optimieren. Dabei wurden Probleme und Risiken identifiziert, Lösungsmöglichkeiten beschrieben sowie Potential und Verbesserungsmöglichkeiten erarbeitet und die hervorragenden Untersuchungsmöglichkeiten mit hochenergetischer Röntgenstrahlung am Synchrotron gezeigt. Die gewonnenen Informationen können dazu genutzt werden, eine wertvolle Herstellungstechnik zukünftig zu verbessern. Zwei Beispiele für konkrete Anwendungen stellen dabei unter anderem das Vermeiden von Fasen und die Verwendung von Rundungen, sowie das Spannungsarm-Glühen dar. Diese beiden Erkenntnisse sind für produzierende Firmen leicht umzusetzen und ermöglichen eine signifikante Verbesserung der Bauteile.

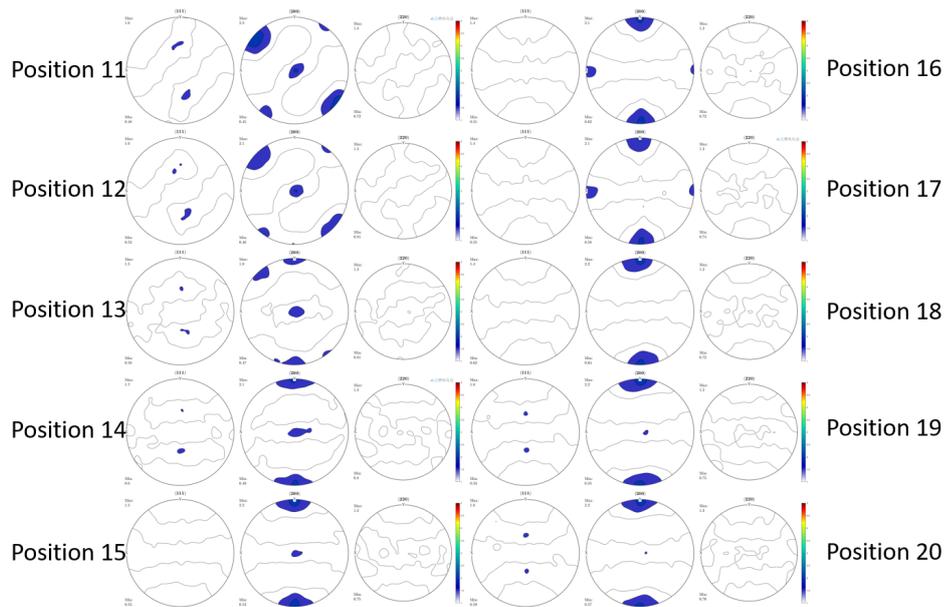


# Anhang

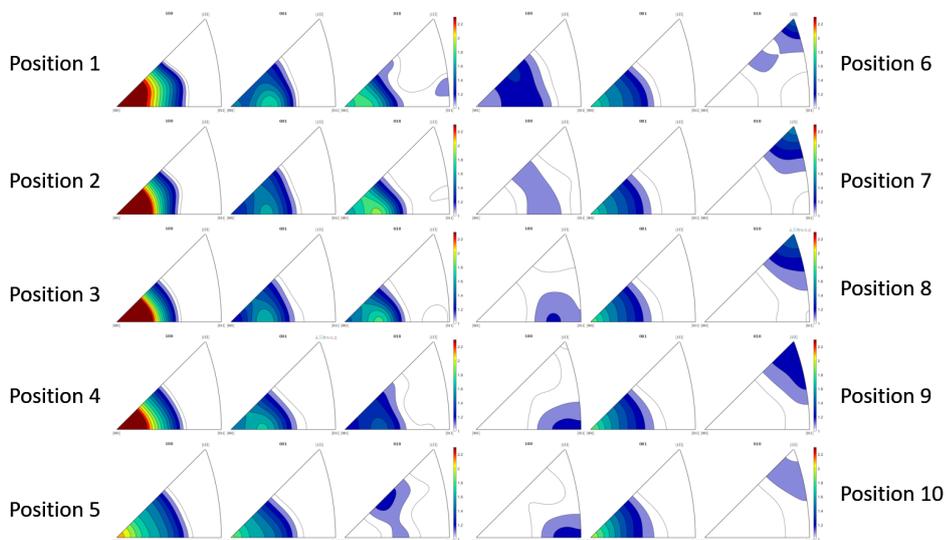
## Vollständiger Satz der Texturuntersuchung



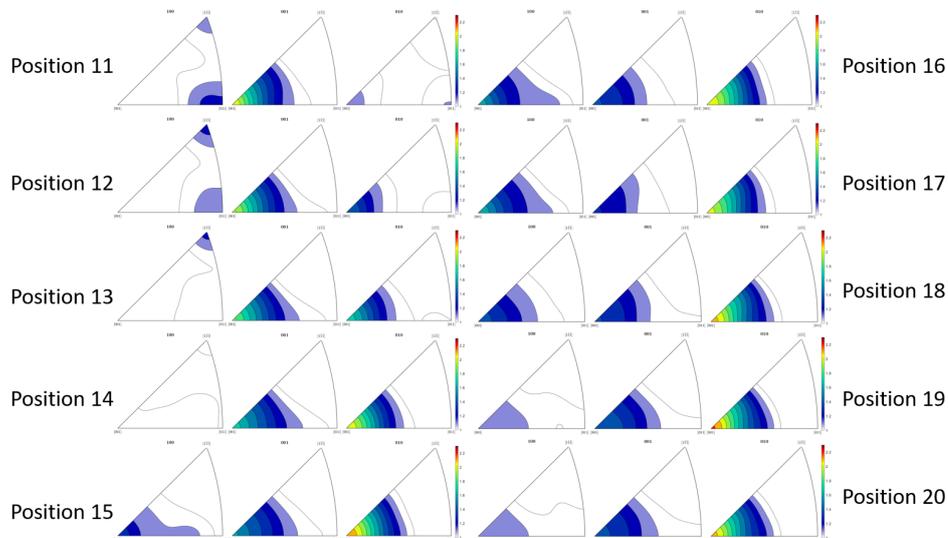
**Abbildung 87:** Darstellung der Polfiguren 1 - 10 der Texturanalyse. Jede Position, an der Polfiguren gemessen wurden, besteht aus drei Abbildungen. Die erste Abbildung zeigt die Polfigur in longitudinaler Richtung, die zweite Abbildung zeigt die Polfigur in Baurichtung und die dritte Abbildung die Polfigur in Strahlrichtung.



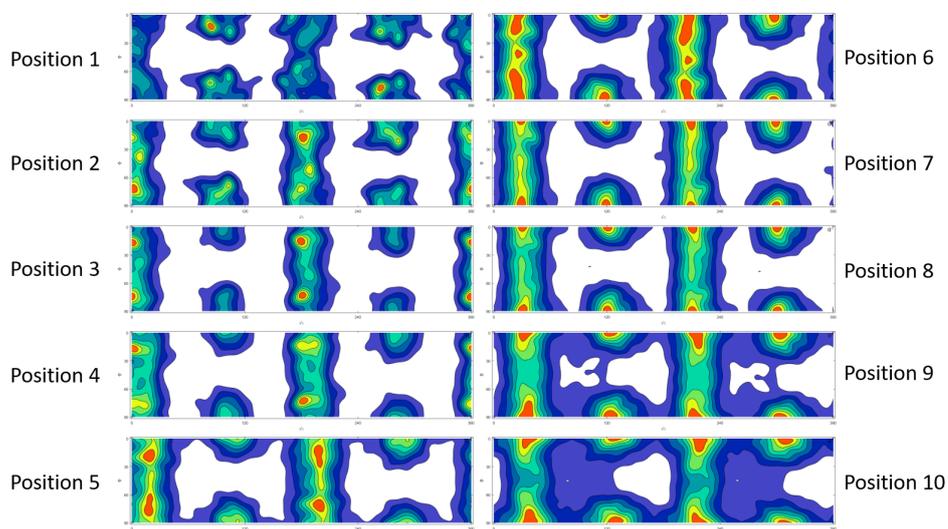
**Abbildung 88:** Darstellung der Polfiguren 11 - 20 der Texturanalyse. Jede Position, an der Polfiguren gemessen wurden, besteht aus drei Abbildungen. Die erste Abbildung zeigt die Polfigur in longitudinaler Richtung, die zweite Abbildung zeigt die Polfigur in Baurichtung und die dritte Abbildung die Polfigur in Strahlrichtung.



**Abbildung 89:** Darstellung der inversen Polfiguren 1 - 10 der Texturanalyse. Jede Position, an der inverse Polfiguren gemessen wurden, besteht aus drei Abbildungen. Die erste Abbildung zeigt die inverse Polfigur in longitudinaler Richtung, die zweite Abbildung zeigt die inverse Polfigur in Baurichtung und die dritte Abbildung die inverse Polfigur in Strahlrichtung.



**Abbildung 90:** Darstellung der inversen Polfiguren 11 - 20 der Texturanalyse. Jede Position, an der inverse Polfiguren gemessen wurden, besteht aus drei Abbildungen. Die erste Abbildung zeigt die inverse Polfigur in longitudinaler Richtung, die zweite Abbildung zeigt die inverse Polfigur in Baurichtung und die dritte Abbildung die inverse Polfigur in Strahlrichtung.



**Abbildung 91:** Darstellung der ODF für  $0^\circ$  für die Positionen 1 - 10.

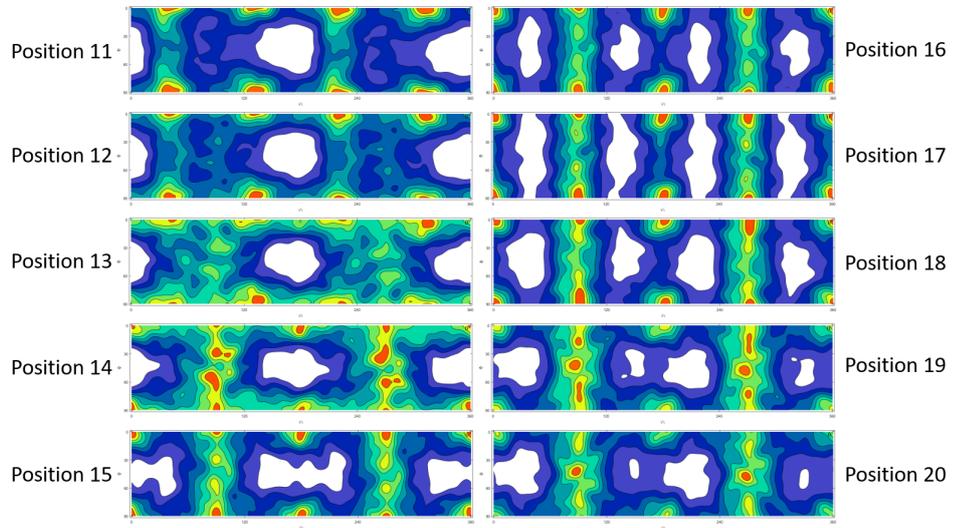


Abbildung 92: Darstellung der ODF für  $0^\circ$  für die Positionen 11 - 20.

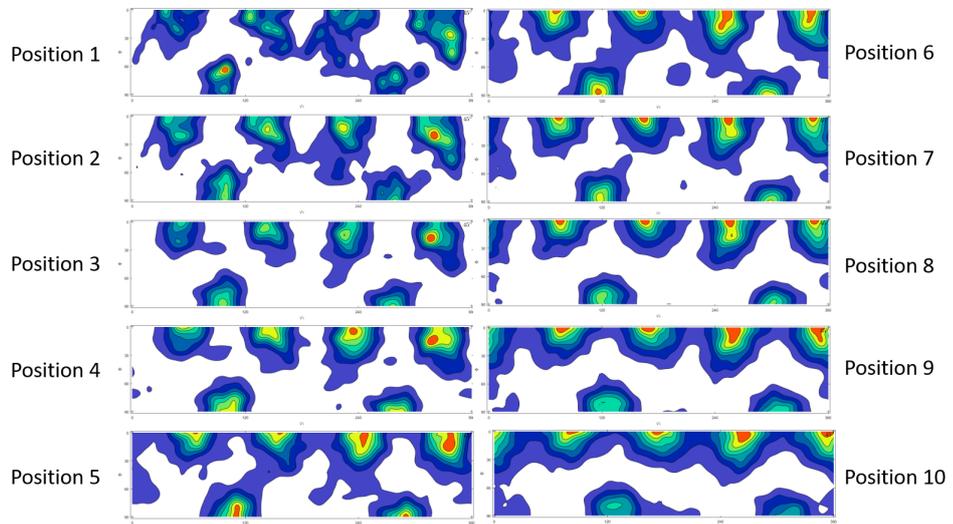
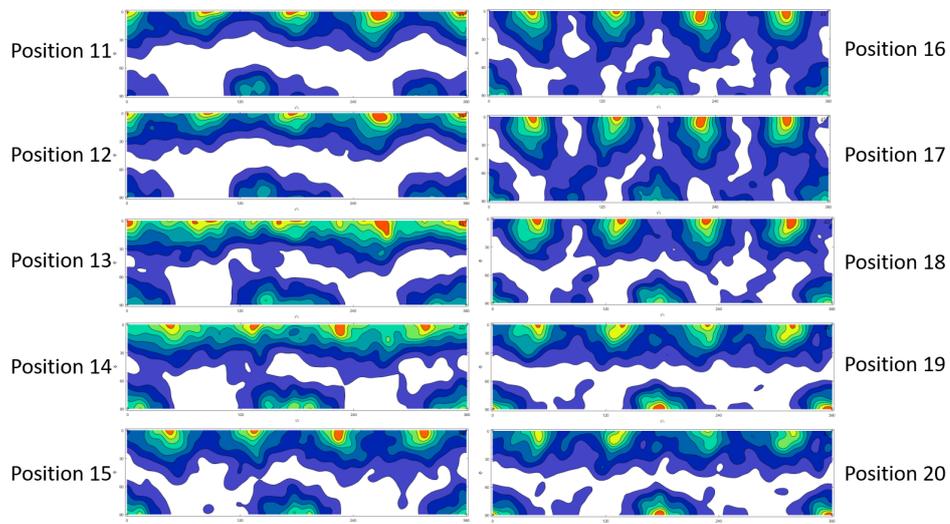
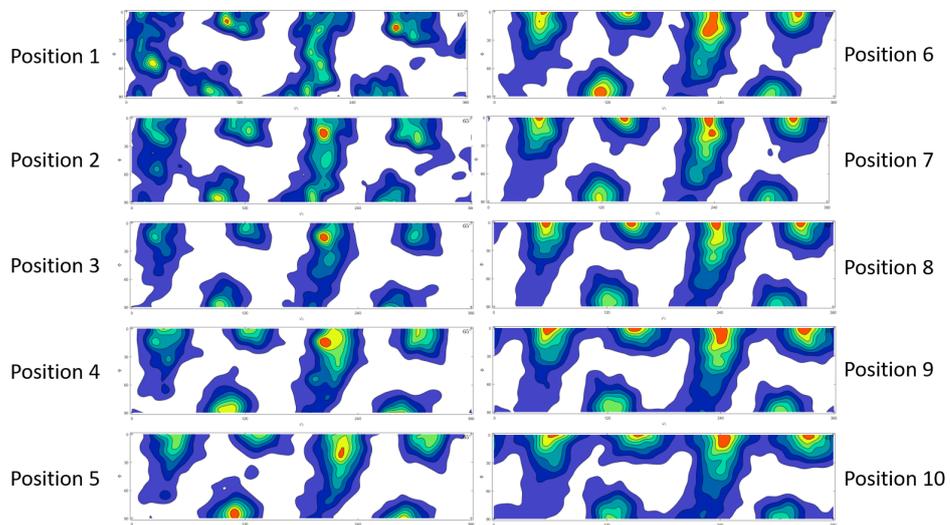


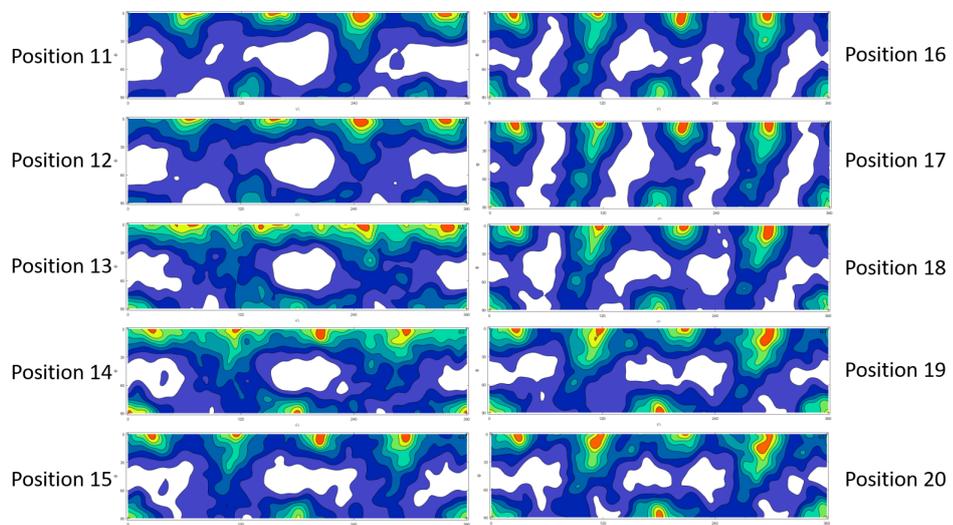
Abbildung 93: Darstellung der ODF für  $45^\circ$  für die Positionen 1 - 10.



**Abbildung 94:** Darstellung der ODF für 45° für die Positionen 11 - 20.



**Abbildung 95:** Darstellung der ODF für 65° für die Positionen 1 - 10.



**Abbildung 96:** Darstellung der ODF für  $65^\circ$  für die Positionen 11 - 20.

## Literaturverzeichnis

- [1] Ian Gibson, David W Rosen, Brent Stucker, Mahyar Khorasani, David Rosen, Brent Stucker, and Mahyar Khorasani. *Additive manufacturing technologies*, volume 17. Springer, 2021.
- [2] Jonathan Edgar and Saxon Tint. Additive manufacturing technologies: 3d printing, rapid prototyping, and direct digital manufacturing. *Johnson Matthey Technology Review*, 59(3):193–198, 2015.
- [3] Tarasankar DebRoy, HL Wei, JS Zuback, Tuhin Mukherjee, JW Elmer, JO Milewski, Allison Michelle Beese, A de Wilson-Heid, Amitava De, and W Zhang. Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties. *Progress in Materials Science*, 92:112–224, 2018.
- [4] C Körner. Additive manufacturing of metallic components by selective electron beam melting—a review. *International Materials Reviews*, 61(5):361–377, 2016.
- [5] Carolin Körner, Matthias Markl, and Johannes A Koepf. Modeling and simulation of microstructure evolution for additive manufacturing of metals: a critical review. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 51(10):4970–4983, 2020.
- [6] Francesco Trevisan, Flaviana Calignano, Massimo Lorusso, Jukka Pakkanen, Alberta Aversa, Elisa Paola Ambrosio, Mariangela Lombardi, Paolo Fino, and Diego Manfredi. On the selective laser melting (slm) of the als10mg alloy: process, microstructure, and mechanical properties. *Materials*, 10(1):76, 2017.
- [7] ND Alexopoulos and Sp G Pantelakis. Quality evaluation of a357 cast aluminum alloy specimens subjected to different artificial aging treatment. *Materials & design*, 25(5):419–430, 2004.
- [8] Jianqiang Chen. *Ductile tearing of AA2198 aluminium-lithium sheets for aeronautic application*. PhD thesis, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011.
- [9] John P Fielding. *Introduction to aircraft design*, volume 11. Cambridge University Press, 2017.
- [10] Artur Capão, Paulo Moreira-Filho, Maurício Garcia, Suleima Bitati, and Luciano Procópio. Marine bacterial community analysis on 316l stainless steel coupons by illumina miseq sequencing. *Biotechnology Letters*, 42(8):1431–1448, 2020.

- [11] Todd M Mower and Michael J Long. Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials. *Materials Science and Engineering: A*, 651:198–213, 2016.
- [12] Erhard Brandl, Ulrike Heckenberger, Vitus Holzinger, and Damien Buchbinder. Additive manufactured alsi10mg samples using selective laser melting (slm): Microstructure, high cycle fatigue, and fracture behavior. *Materials & Design*, 34:159–169, 2012.
- [13] Jyoti Suryawanshi, KG Prashanth, S Scudino, J Eckert, Om Prakash, and U Ramamurty. Simultaneous enhancements of strength and toughness in an al-12si alloy synthesized using selective laser melting. *Acta Materialia*, 115:285–294, 2016.
- [14] Nesma T Aboulkhair, Ian Maskery, Chris Tuck, Ian Ashcroft, and Nicola M Everitt. Improving the fatigue behaviour of a selectively laser melted aluminium alloy: Influence of heat treatment and surface quality. *Materials & Design*, 104:174–182, 2016.
- [15] Naor Elad Uzan, Roni Shneck, Ori Yehekel, and Nachum Frage. Fatigue of alsi10mg specimens fabricated by additive manufacturing selective laser melting (am-slm). *Materials Science and Engineering: A*, 704:229–237, 2017.
- [16] Michael E. Fitzpatrick and Alain Lodini. *Analysis of residual stress by diffraction using neutron and synchrotron radiation*. CRC Press, 2003.
- [17] Dirk Herzog, Vanessa Seyda, Eric Wycisk, and Claus Emmelmann. Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia*, 117:371–392, 2016.
- [18] Brett P Conner, Guha P Manogharan, Ashley N Martof, Lauren M Rodomsky, Caitlyn M Rodomsky, Dakesha C Jordan, and James W Limperos. Making sense of 3-d printing: Creating a map of additive manufacturing products and services. *Additive manufacturing*, 1:64–76, 2014.
- [19] Andreas Gebhardt. Understanding additive manufacturing. 2011.
- [20] <https://www.webofscience.com/wos/woscc/analyze-results/313cd427-ab67-4542-b77e-420dd33dd25c-5dd51738>, 2023.
- [21] Cang Zhao, Kamel Fezzaa, Ross W Cunningham, Haidan Wen, Francesco De Carlo, Lianyi Chen, Anthony D Rollett, and Tao Sun. Real-time monitoring of laser powder bed fusion process using high-speed x-ray imaging and diffraction. *Scientific reports*, 7(1):1–11, 2017.
- [22] Eckart Uhlmann, Erwin Krohmer, Felix Schmeiser, Norbert Schell, and Walter Reimers. A laser powder bed fusion system for in situ x-ray diffraction with high-energy synchrotron radiation. *Review of Scientific Instruments*, 91(7):075104, 2020.
- [23] Chu Lun Alex Leung, Sebastian Marussi, Michael Towrie, Jesus del Val Garcia, Robert C Atwood, Andrew J Bodey, Julian R Jones, Philip J Withers, and Peter D Lee.

- Laser-matter interactions in additive manufacturing of stainless steel ss316l and 13-93 bioactive glass revealed by in situ x-ray imaging. *Additive Manufacturing*, 24:647–657, 2018.
- [24] Samy Hocine, Steven Van Petegem, Ulrich Frommherz, Gemma Tinti, Nicola Casati, Daniel Grolimund, and Helena Van Swygenhoven. A miniaturized selective laser melting device for operando x-ray diffraction studies. *Additive Manufacturing*, 34:101194, 2020.
- [25] Nicholas P Calta, Jenny Wang, Andrew M Kiss, Aiden A Martin, Philip J Depond, Gabriel M Guss, Vivek Thampy, Anthony Y Fong, Johanna Nelson Weker, Kevin H Stone, et al. An instrument for in situ time-resolved x-ray imaging and diffraction of laser powder bed fusion additive manufacturing processes. *Review of Scientific Instruments*, 89(5):055101, 2018.
- [26] Yunhui Chen, Samuel J Clark, Chu Lun Alex Leung, Lorna Sinclair, Sebastian Marussi, Margie P Olbinado, Elodie Boller, Alexander Rack, Iain Todd, and Peter D Lee. In-situ synchrotron imaging of keyhole mode multi-layer laser powder bed fusion additive manufacturing. *Applied Materials Today*, 20:100650, 2020.
- [27] M Hossein Sehhat and Ali Mahdianikhotbesara. Powder spreading in laser-powder bed fusion process. *Granular Matter*, 23(4):1–18, 2021.
- [28] Niranjana D Parab, Cang Zhao, Ross Cunningham, Luis I Escano, Kamel Fezzaa, Wes Everhart, Anthony D Rollett, Lianyi Chen, and Tao Sun. Ultrafast x-ray imaging of laser-metal additive manufacturing processes. *Journal of synchrotron radiation*, 25(5):1467–1477, 2018.
- [29] Qilin Guo, Cang Zhao, Luis I Escano, Zachary Young, Lianghua Xiong, Kamel Fezzaa, Wes Everhart, Ben Brown, Tao Sun, and Lianyi Chen. Transient dynamics of powder spattering in laser powder bed fusion additive manufacturing process revealed by in situ high-speed high-energy x-ray imaging. *Acta Materialia*, 151:169–180, 2018.
- [30] Alessandro Salmi, Eleonora Atzeni, Luca Iuliano, and Manuela Galati. Experimental analysis of residual stresses on als10mg parts produced by means of selective laser melting (slm). *Procedia Cirp*, 62:458–463, 2017.
- [31] Alessandro Salmi, Gabriele Piscopo, Eleonora Atzeni, Paolo Minetola, and Luca Iuliano. On the effect of part orientation on stress distribution in als10mg specimens fabricated by laser powder bed fusion (l-pbf). *Procedia CIRP*, 67:191–196, 2018.
- [32] Gabriele Piscopo, Eleonora Atzeni, Flaviana Calignano, Manuela Galati, Luca Iuliano, Paolo Minetola, and Alessandro Salmi. Machining induced residual stresses in als10mg component produced by laser powder bed fusion (l-pbf). *Procedia Cirp*, 79:101–106, 2019.

- [33] Xiaodong Xing, Xiaoming Duan, Xiaojing Sun, Haijun Gong, Liquan Wang, and Fengchun Jiang. Modification of residual stresses in laser additive manufactured alsi10mg specimens using an ultrasonic peening technique. *Materials*, 12(3):455, 2019.
- [34] Silvia Marola, Silvia Bosia, Alessandro Veltro, Gianluca Fiore, Diego Manfredi, Mariangela Lombardi, Giampiero Amato, Marcello Baricco, and Livio Battezzati. Residual stresses in additively manufactured alsi10mg: Raman spectroscopy and x-ray diffraction analysis. *Materials & Design*, 202:109550, 2021.
- [35] Emilie Beevers, Ana D Brandão, Johannes Gumpinger, Michael Gschweidl, Christoph Seyfert, Peter Hofbauer, Thomas Rohr, and Tommaso Ghidini. Fatigue properties and material characteristics of additively manufactured alsi10mg—effect of the contour parameter on the microstructure, density, residual stress, roughness and mechanical properties. *International Journal of Fatigue*, 117:148–162, 2018.
- [36] Bibhu Kalyan Panda and Seshadev Sahoo. Thermo-mechanical modeling and validation of stress field during laser powder bed fusion of alsi10mg built part. *Results in Physics*, 12:1372–1381, 2019.
- [37] G Madireddy, JF Liu, and MP Sealy. Distortion mitigation in additive manufacturing of alsi10mg by multilayer laser peening. *Procedia CIRP*, 95:133–137, 2020.
- [38] Yujiong Chen, Hua Sun, Zechen Li, Yi Wu, Yakai Xiao, Zhe Chen, Shengyi Zhong, and Haowei Wang. Strategy of residual stress determination on selective laser melted al alloy using xrd. *Materials*, 13(2):451, 2020.
- [39] Quoc-Phu Ma, Jakub Mesicek, Frantisek Fojtik, Jiri Hajnys, Pavel Krpec, Marek Pagac, and Jana Petru. Residual stress build-up in aluminum parts fabricated with slm technology using the bridge curvature method. *Materials*, 15(17):6057, 2022.
- [40] Eugene S Statnik, Fatih Uzun, Svetlana A Lipovskikh, Yuliya V Kan, Sviatoslav I Eleonsky, Vladimir S Pisarev, Pavel A Somov, Alexey I Salimon, Yuliya V Malakhova, Aleksandr G Seferyan, et al. Comparative multi-modal, multi-scale residual stress evaluation in slm 3d-printed al-si-mg alloy (rs-300) parts. *Metals*, 11(12):2064, 2021.
- [41] Maximilian Sprengel, Gunther Mohr, Simon J Altenburg, Alexander Evans, Itziar Serrano-Munoz, Arne Kromm, Thilo Pirling, Giovanni Bruno, and Thomas Kannengiesser. Triaxial residual stress in laser powder bed fused 316l: Effects of interlayer time and scanning velocity. *Advanced Engineering Materials*, page 2101330, 2022.
- [42] Tuhin Mukherjee, W Zhang, and Tarasankar DebRoy. An improved prediction of residual stresses and distortion in additive manufacturing. *Computational Materials Science*, 126:360–372, 2017.
- [43] O Fergani, F Berto, T Welo, and SY Liang. Analytical modelling of residual stress in additive manufacturing. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 40(6): 971–978, 2017.

- [44] Andrzej Nycz, Yousub Lee, Mark Noakes, Deo Ankit, Christopher Masuo, Srdjan Simunovic, Jeff Bunn, Lonnie Love, Victor Oancea, Andrew Payzant, et al. Effective residual stress prediction validated with neutron diffraction method for metal large-scale additive manufacturing. *Materials & Design*, 205:109751, 2021.
- [45] Philip J Withers and HKDH Bhadeshia. Residual stress. part 1—measurement techniques. *Materials science and Technology*, 17(4):355–365, 2001.
- [46] Toshio Mura. *Micromechanics of defects in solids*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [47] Werner Massa. *Kristallstrukturbestimmung*, volume 6. Springer, 2007.
- [48] Peter Staron, Andreas Schreyer, Helmut Clemens, and Svea Mayer. *Neutrons and synchrotron radiation in engineering materials science: From fundamentals to applications*. John Wiley & Sons, 2017.
- [49] Ismail C Noyan and Jerome B Cohen. *Residual stress: measurement by diffraction and interpretation*. Springer, 2013.
- [50] E Macherauch, H Wohlfahrt, and U Wolfstieg. Zur zweckmäßigen definition von eigenspannungen. *HTM Journal of Heat Treatment and Materials*, 28(3):201–211, 1973.
- [51] Lothar Spieß, Gerd Teichert, Robert Schwarzer, Herfried Behnken, and Christoph Genzel. Methoden der röntgenbeugung. In *Moderne Röntgenbeugung*, pages 167–234. Springer, 2019.
- [52] Lothar Spieß, Herfried Behnken, Christoph Genzel, Robert Schwarzer, and Gerd Teichert. *Moderne röntgenbeugung*, volume 2. Springer, 2009.
- [53] John David Jackson. *Classical electrodynamics*, 1999.
- [54] David Attwood and Anne Sakdinawat. *X-rays and extreme ultraviolet radiation: principles and applications*. Cambridge university press, 2017.
- [55] [http://photon-science.desy.de/facilities/petra\\_iii/index\\_eng.html](http://photon-science.desy.de/facilities/petra_iii/index_eng.html), 2022.
- [56] William Lawrence Bragg. The specular reflection of x-rays. *Nature*, 90(2250):410–410, 1912.
- [57] William Henry Bragg. X-rays and crystals. *Nature*, 90(2243):219–219, 1912.
- [58] Max Laue. Zur dynamik der relativitätstheorie. *Annalen der Physik*, 340(8):524–542, 1911.
- [59] Neil W. Ashcroft and David N. Mermin. *Festkörperphysik*. Oldenbourg Verlag, 2012.
- [60] RH Leggatt, DJ Smith, SD Smith, and F Faure. Development and experimental validation of the deep hole method for residual stress measurement. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, 31(3):177–186, 1996.

- [61] D Stefanescu, CE Truman, DJ Smith, and PS Whitehead. Improvements in residual stress measurement by the incremental centre hole drilling technique. *Experimental mechanics*, 46(4):417–427, 2006.
- [62] PJ Noronha, JR Chapman, and JJ Wert. Residual stress measurement and analysis using ultrasonic techniques. *Journal of Testing and Evaluation*, 1(3):209–214, 1973.
- [63] A Pyzalla. Determination of the residual stress state in components using neutron diffraction. *Journal of Neutron Research*, 8(3):187–213, 2000.
- [64] Paul Sandmann, Marc-André Nielsen, Sören Keller, Emad Maawad, Peter Staron, and Benjamin Klusemann. Combined experimental–numerical study on residual stresses induced by a single impact as elementary process of mechanical peening. *Strain*, 56(4): e12338, 2020.
- [65] Werner Kraus and Gert Nolze. Powder cell—a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting x-ray powder patterns. *Journal of applied Crystallography*, 29(3):301–303, 1996.
- [66] A. Haase, M. Klatt, A. Schafmeister, R. Stabenow, and B. Ortner. The generalized  $\sin^2\psi$  method: An advanced solution for x-ray stress analysis in textured materials. *Powder Diffraction*, 29(2):133–136, 2014. doi: 10.1017/S088571561400030X.
- [67] Wolfgang Demtröder. *Mechanik und Wärme*. Springer, 2006.
- [68] Florian Scheck. *Theoretische Physik 1: Mechanik*. Springer-Verlag, 2013.
- [69] Charles Kittel. Einführung in die Festkörperphysik. In *Einführung in die Festkörperphysik*. Oldenbourg Wissenschaftsverlag, 2013.
- [70] A. Pyzalla. Determination of the residual stress state in components using neutron diffraction. *Journal of Neutron Research*, 8(3):187–213, 2000.
- [71] Niranjana D Parab, Cang Zhao, Ross Cunningham, Luis I Escano, Benjamin Gould, Sarah Wolff, Qilin Guo, Lianghua Xiong, Christopher Kantzos, Joseph Pauza, et al. High-speed synchrotron x-ray imaging of laser powder bed fusion process. *Synchrotron Radiation News*, 32(2):4–8, 2019.
- [72] ML Rivers. Synchrotron “pink beam” tomography for the study of dynamic processes. *SPIE Newsroom*, 10(2.1201608):006674, 2016.
- [73] Marc-André Nielsen, Johann Flemming Gloy, Dieter Lott, Tao Sun, Martin Müller, and Peter Staron. Automatic melt pool recognition in x-ray radiography images from laser-molten Al alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.10.121>, 2022.
- [74] <https://de.ids-imaging.com/store/ui-5240cp-rev-2.html>, 2021.

- [75] [https://photon-science.desy.de/research/technical\\_groups/undulators/developments\\_and\\_activities/in\\_vacuum\\_undulators/mvp\\_logo2\\_eng.html](https://photon-science.desy.de/research/technical_groups/undulators/developments_and_activities/in_vacuum_undulators/mvp_logo2_eng.html), 2023.
- [76] [https://photon-science.desy.de/research/technical\\_groups/undulators/undulators\\_at\\_petraiii/index\\_eng.html](https://photon-science.desy.de/research/technical_groups/undulators/undulators_at_petraiii/index_eng.html), 2023.
- [77] David R Black, Donald Windover, Albert Henins, James Filliben, and James P Cline. Certification of standard reference material 660b. *Powder Diffraction*, 26(2):155–158, 2011.
- [78] AP Hammersley. Fit2d: a multi-purpose data reduction, analysis and visualization program. *Journal of Applied Crystallography*, 49(2):646–652, 2016.
- [79] <https://www.eos.info/de/additive-fertigung/3d-druck-metall/eos-metall-systeme/eos-m-290>, 2022.
- [80] Li Yang, Keng Hsu, Brian Baughman, Donald Godfrey, Francisco Medina, Mambalalykalathil Menon, and Soeren Wiener. *Additive manufacturing of metals: the technology, materials, design and production*. Springer, 2017.
- [81] Martin Leary, Maciej Mazur, Joe Elambasseril, Matthew McMillan, Thomas Chirent, Yingying Sun, Ma Qian, Mark Easton, and Milan Brandt. Selective laser melting (slm) of alsi12mg lattice structures. *Materials & Design*, 98:344–357, 2016.
- [82] Arnold Mauduit, Hervé Gransac, Pierre Auguste, and Sébastien Pillot. Study of alsi7mgo. 6 alloy by selective laser melting: Mechanical properties, microstructure, heat treatment. *Journal of Casting & Materials Engineering*, 3(1), 2019.
- [83] J Fiochi, CA Biffi, and A Tuissi. Selective laser melting of high-strength primary alsi9cu3 alloy: Processability, microstructure, and mechanical properties. *Materials & Design*, 191:108581, 2020.
- [84] Karolien Kempen, Lore Thijs, Jan Van Humbeeck, and J-P Kruth. Mechanical properties of alsi10mg produced by selective laser melting. *Physics Procedia*, 39:439–446, 2012.
- [85] L Hitzler, C Janousch, J Schanz, M Merkel, F Mack, and A Öchsner. Non-destructive evaluation of alsi10mg prismatic samples generated by selective laser melting: Influence of manufacturing conditions: Zerstörungsfreie untersuchungen an mittels selektiven laserschmelzens hergestellten prismatischen proben: Auswirkungen und einflüsse der prozessführung. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 47(5-6):564–581, 2016.
- [86] Junjie Jiang, Jianming Chen, Zhihao Ren, Zhongfa Mao, Xiangyu Ma, and David Z. Zhang. The influence of process parameters and scanning strategy on lower surface quality of ta15 parts fabricated by selective laser melting. *Metals*, 10(9), 2020. ISSN 2075-4701. URL <https://www.mdpi.com/2075-4701/10/9/1228>.

- [87] Deschamps Dumont, Alexis Deschamps, and Y Brechet. On the relationship between microstructure, strength and toughness in aa7050 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 356(1-2):326–336, 2003.
- [88] Thomas Henry Gordon Megson. *Aircraft structures for engineering students*. Butterworth-Heinemann, 2021.
- [89] D. Steglich, H. Wafai, and W. Brocks. Anisotropic deformation and damage in aluminium 2198 t8 sheets. *International Journal of Damage Mechanics*, 19(2):131–152, 2010.
- [90] John D Verhoeven. *Stahl-Metallurgie für Einsteiger: komplizierte Zusammenhänge verständlich erklärt*. Wieland, 2018.
- [91] Georgina Miranda, Susana Faria, Flávio Bartolomeu, Elodie Pinto, Sara Madeira, Artur Mateus, Pedro Carreira, N Alves, FS Silva, and O Carvalho. Predictive models for physical and mechanical properties of 316l stainless steel produced by selective laser melting. *Materials Science and Engineering: A*, 657:43–56, 2016.
- [92] CP Cutler. Stainless steels and the water industry: From knowledge to applications.
- [93] Jyotsna Dutta Majumdar, Arun Kumar, Sisa Pityana, and I Manna. Laser surface melting of aisi 316l stainless steel for bio-implant application. *Proceedings of the National Academy of Sciences, India Section A: Physical Sciences*, 88(3):387–403, 2018.
- [94] T Tan, J Meng, N Rahbar, H Li, G Papandreou, CA Maryanoff, and WO Soboyejo. Effects of silane on the interfacial fracture of a parylene film over a stainless steel substrate. *Materials Science and Engineering: C*, 32(3):550–557, 2012.
- [95] Ihar Yadroitsau. *Direct manufacturing of 3D objects by selective laser melting of metal powders*. PhD thesis, Saint-Etienne, 2008.
- [96] Wei-Ying Chen, Xuan Zhang, Meimei Li, Ruqing Xu, Cang Zhao, and Tao Sun. Laser powder bed fusion of inconel 718 on 316 stainless steel. *Additive Manufacturing*, 36: 101500, 2020.
- [97] Qilin Guo, Cang Zhao, Minglei Qu, Lianghua Xiong, S Mohammad H Hojjatzadeh, Luis I Escano, Niranjan D Parab, Kamel Fezzaa, Tao Sun, and Lianyi Chen. In-situ full-field mapping of melt flow dynamics in laser metal additive manufacturing. *Additive manufacturing*, 31:100939, 2020.
- [98] Nobuyuki Otsu. A threshold selection method from gray-level histograms. *IEEE transactions on systems, man, and cybernetics*, 9(1):62–66, 1979.
- [99] Gary Bradski. The opencv library. *Dr. Dobb's Journal: Software Tools for the Professional Programmer*, 25(11):120–123, 2000.
- [100] [https://docs.opencv.org/master/d9/d61/tutorial\\_py\\_morphological\\_ops.html](https://docs.opencv.org/master/d9/d61/tutorial_py_morphological_ops.html), 2021.

- [101] Charles R Harris, K Jarrod Millman, Stéfan J Van Der Walt, Ralf Gommers, Pauli Virtanen, David Cournapeau, Eric Wieser, Julian Taylor, Sebastian Berg, Nathaniel J Smith, et al. Array programming with numpy. *Nature*, 585(7825):357–362, 2020.
- [102] Antoni Buades, Bartomeu Coll, and Jean-Michel Morel. Non-local means denoising. *Image Processing On Line*, 1:208–212, 2011.
- [103] C Bradford Barber, David P Dobkin, and Hannu Huhdanpaa. The quickhull algorithm for convex hulls. *ACM Transactions on Mathematical Software (TOMS)*, 22(4):469–483, 1996.
- [104] Pauli Virtanen, Ralf Gommers, Travis E Oliphant, Matt Haberland, Tyler Reddy, David Cournapeau, Evgeni Burovski, Pearu Peterson, Warren Weckesser, Jonathan Bright, et al. Scipy 1.0: fundamental algorithms for scientific computing in python. *Nature methods*, 17(3):261–272, 2020.
- [105] Paul Dierckx. *Curve and surface fitting with splines*. Oxford University Press, 1995.
- [106] Paul Dierckx. Algorithms for smoothing data with periodic and parametric splines. *Computer Graphics and Image Processing*, 20(2):171–184, 1982.
- [107] Carl De Boor. On calculating with b-splines. *Journal of Approximation theory*, 6(1):50–62, 1972.
- [108] Maurice G Cox. The numerical evaluation of b-splines. *IMA Journal of Applied mathematics*, 10(2):134–149, 1972.
- [109] Qilin Guo, Cang Zhao, Minglei Qu, Lianghua Xiong, Luis I Escano, S Mohammad H Hojjatzadeh, Niranjana D Parab, Kamel Fezzaa, Wes Everhart, Tao Sun, et al. In-situ characterization and quantification of melt pool variation under constant input energy density in laser powder bed fusion additive manufacturing process. *Additive Manufacturing*, 28:600–609, 2019.
- [110] John D Hunter. Matplotlib: A 2d graphics environment. *Computing in science & engineering*, 9(03):90–95, 2007.
- [111] GA Webster and AN Ezeilo. Residual stress distributions and their influence on fatigue lifetimes. *International Journal of Fatigue*, 23:375–383, 2001.
- [112] DV Nelson. Effects of residual stress on fatigue crack propagation. 1982.
- [113] C Li, ZY Liu, XY Fang, and YB Guo. Residual stress in metal additive manufacturing. *Procedia Cirp*, 71:348–353, 2018.
- [114] E-an Zen. Validity of “vegard’s law”, 1956.
- [115] MAS Torres and HJC Voorwald. An evaluation of shot peening, residual stress and stress relaxation on the fatigue life of aisi 4340 steel. *International Journal of Fatigue*, 24(8):877–886, 2002.

- [116] YB Guo. Laser shock peening: modeling, simulations, and applications. In *Numerical Simulations-Applications, Examples and Theory*. InTech, 2011.
- [117] N.R. Tao, M.L. Sui, J. Lu, and K. Lua. Surface nanocrystallization of iron induced by ultrasonic shot peening. *Nanostructured Materials*, 11(4):433–440, 1999.
- [118] Dieter Liedtke, Ulrich Baudis, Joachim Boßlet, Uwe Huchel, Wolfgang Lerche, Heinz-Joachim Spies, and Heinrich Klümper-Westkamp. *Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen II: Nitrieren und Nitrocarburieren*, volume 686. expert verlag, 2018.
- [119] P Kochmański and J Nowacki. Activated gas nitriding of 17-4 ph stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 200(22-23):6558–6562, 2006.
- [120] C Zhao, CX Li, Hanshan Dong, and Thomas Bell. Study on the active screen plasma nitriding and its nitriding mechanism. *Surface and Coatings Technology*, 201(6):2320–2325, 2006.
- [121] K Funatani. Low-temperature salt bath nitriding of steels. *Metal science and heat treatment*, 46(7):277–281, 2004.
- [122] SS Akhtar, AFM Arif, and Bekir Sami Yilbas. Evaluation of gas nitriding process with in-process variation of nitriding potential for aisi h13 tool steel. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 47(5):687–698, 2010.
- [123] Nguyen Duong Nam, Nguyen Anh Xuan, Nguyen Van Bach, Le Thi Nhung, and Le Thi Chieu. Control gas nitriding process: A review. *J. Mech. Eng. Res. Dev*, 42:17–25, 2019.
- [124] AL Patterson. The scherrer formula for x-ray particle size determination. *Physical review*, 56(10):978, 1939.
- [125] Aufl J Falbe and M Regitz. *Römpp lexikon chemie*.
- [126] W Gräfen, F Hoffmann, D Liedke, KH Weissohn, and KM Winter. *Thermochemische Behandlung von Eisenwerkstoffen im Gas*. Renningen, 2014.

## Eigene Publikationen im Rahmen dieser Arbeit

- A Paul Sandmann, Marc-André Nielsen, Sören Keller, Emad Maawad, Peter Staron, and Benjamin Klusemann. Combined experimental–numerical study on residual stresses induced by a single impact as elementary process of mechanical peening. *Strain*, 56(4): e12338, 2020.  
DOI: <https://doi.org/10.1111/str.12338>
- B Marc-André Nielsen, Johann Flemming Gloy, Dieter Lott, Tao Sun, Martin Müller, and Peter Staron. Automatic melt pool recognition in x-ray radiography images from laser-molten al alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022.  
DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.10.121>
- C Marc-André Nielsen, Sabine Bodner, Jozef Keckes, Peter Staron and Martin Müller. Impact of contours in laser powder bed fusion on 316L steel. *proceedings ICRS11, France*, 2022.
- D Jan Platl, Sabine Bodner, Christina Hofer, Andreas Landefeld, Harald Leitner, Christoph Turk, Marc-André Nielsen, Ali Gökhan Demir, Barbara Previtali, Jozef Keckes and Ronald Schnitzer. Cracking mechanism in a laser powder bed fused cold-work tool steel: The role of residual stresses, microstructure and local elemental concentrations. *Acta materialia*, 225:117570, 2022..  
DOI: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117570>
- E Jan Platl, Sabine Bodner, Harald Leitner, Christoph Turk, Marc-André Nielsen, Jozef Keckes, and Ronald Schnitzer. Local microstructural evolution and the role of residual stresses in the phase stability of a laser powder bed fused cold-work tool steel. *Materials Characterization*, 193:112318, 2022.  
DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112318>
- F Sabine C Bodner, Kostyantyn Hlushko, Kevin Kutlesa, Juraj Todt, Oliver Renk, Michael Meindlhumer, Florian Resch, Marc-André Nielsen, Jozef Keckes, and Jürgen Eckert. Influence of hatch strategy on crystallographic texture evolution, mechanical anisotropy of laser beam powder bed fused s316l steel. *Advanced Engineering Materials*, page 2200524, 2022.  
DOI: <https://doi.org/10.1002/adem.202200524>
- G SC Bodner, K Hlushko, LTG van de Vorst, M Meindlhumer, J Todt, MA Nielsen, JW Hooijmans, JJ Saurwalt, S Mirzaei, and J Keckes. Graded inconel-stainless steel multi-

material structure by inter-and intralayer variation of metal alloys. *Journal of Materials Research and Technology*, 21:4846–4859, 2022.

DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.11.064>

## Danksagung

Als erstes möchte ich mich bei Prof. Dr. Martin Müller bedanken, der mich seit meinem Masterstudium begleitet hat. Vielen Dank, dass du mir ermöglicht hast an der Außenstelle des Hereon am DESY stets an spannenden und aufregenden Forschungsthemen teilzunehmen. Dabei hast du mir immer die Möglichkeit gegeben mich wissenschaftlich weiterzuentwickeln und eigene Ideen zu verfolgen, welche ich dann auch umsetzen konnte.

Ein ganz besonderer Dank geht an Dr. Peter Staron, der mich während meiner Arbeit betreut hat. Ohne dich wäre diese Arbeit nicht möglich gewesen. Ich danke dir für die ungezählten fachlichen Diskussionen und Ideen, welche eine großartige Unterstützung waren. Auch wenn dein Terminplan voll war, hattest du immer Zeit dich mit mir über meine Arbeit auszutauschen oder einfach mal eine schöne Unterhaltung zu führen. Danke für alles!

Ein weiterer Dank geht an Dr. Emad Maawad. Vielen Dank, dass du dir während meiner Masterzeit und im ersten Jahr meiner Promotion mit mir die Nächte um die Ohren geschlagen hast, auch wenn es noch so spät wurde. Du hast mir alles über die Arbeit an der Beamline beigebracht und mich mit vielen tollen Ideen unterstützt.

Weiterhin möchte ich mich bei Prof. Dr. Jozef Keckes bedanken. Du hast einen unerschöpflichen Vorrat an interessanten Forschungsideen, welche weltweit noch nicht behandelt wurden. Ich habe mich immer gefreut, euch in Leoben zu besuchen und über neue Möglichkeiten zu sprechen und Ergebnisse zu diskutieren. Ohne die Kooperation unserer Arbeitsgruppen, hätte es diese Promotion nicht gegeben. In diesem Zusammenhang möchte ich mich auch bei Dr. Sabine Bodner bedanken. Wir hatten viel Spaß zusammen und der Austausch über meine Arbeit mit dir war immer sehr produktiv. Zudem hast du den Kontakt zu den Firmen *Resch GmbH - Fertigungstechnik und Prototyping*, *Pankl Racing Systems* und *BÖHLER* hergestellt, bei welchen ich mich für die Herstellung der Proben und den Austausch über Probleme der Industrie in der Additiven Fertigung bedanken möchte.

Bei Dr. Dieter Lott bedanke ich mich für aufregende Reisen und spannende Unterhaltungen über meine Arbeit. Weiter bedanke ich mich bei Dr. Lars Lottermoser für die technische Unterstützung und bei Jens Brehling, für die Unterstützung beim Präparieren und Erstellen von Proben. Auch bei Dr. Sönke Harm möchte ich mich bedanken, der mich seit Beginn meines Studium begleitet und immer mit Rat zur Seite stand. Regina Rossmann möchte ich für die administrative Unterstützung danken und für deine kreativen Lösungen für jedes organisatorische Problem. Bei meinen Bürogefährten möchte ich mich für eine tolle Atmosphäre bedanken. Auch wenn es mal schlecht aussah oder etwas nicht funktionierte, wurde die Stimmung immer wieder schnell gehoben und es gab immer Hilfe bei diversen Problemen. Insbesondere danke ich Hergen Stieglitz, Dr. Silja Flenner, Susanne Henninger und Jan Rosigkeit.

Ein besonderer Dank gilt meiner Mutter, Schwester, Freundin, Patentante und langjährigen Freundin für einen unglaublichen familiären Rückhalt und Unterstützung in jeder erdenklichen Lebenslage. Sie gaben mir die Stärke für diese Arbeit.

## Erklärung

Name: Nielsen  
Vorname: Marc-André  
Matrikelnummer: 7276

### **Erklärung gemäß Paragraph 9 Abs. 2 der Promotionsordnung (Satzung) der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät und Technischen Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel - vom 9. August 2018**

Hiermit versichere ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe - abgesehen von der Beratung durch meine Betreuer - angefertigt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe. Diese Arbeit ist unter Einhaltung der Regeln guter wissenschaftlicher Praxis der Deutschen Forschungsgemeinschaft entstanden. Die Arbeit wurde in der gegenwärtigen oder einer anderen Form nicht an einer anderen Stelle im Rahmen eines Prüfungsverfahrens vorgelegt, veröffentlicht oder zur Veröffentlichung eingereicht. Auch habe ich weder in der Vergangenheit Promotionsanträge gestellt, noch ist dies aktuell an einer anderen Stelle der Fall. Ein akademischer Grad wurde mir nicht entzogen.

Hamburg, den 27 März 2023

Marc-André Nielsen