

Wissenschaftspreis 2021

Multiskalige Analyse von Additive Gefertigten Gitterstrukturen Mittels Computertomographie und Neutronendiffraktion

Tobias Fritsch¹, Giovanni Bruno¹

¹ Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Unter den Eichen 87, 12205 Berlin, Deutschland

Kontakt: tobias.fritsch@bam.de

Kurzfassung: Das Laserstrahlschmelzen (L-PBF) als Prozess im Bereich der Additiven Fertigung (AM) ermöglicht ein neuartiges Bauteildesign und somit auch die Produktion von komplexen Gitterstrukturen, welche Materialeinsparungen und effizientere Kühlsysteme erlauben und daher für verschiedene industrielle Anwendungen (z. B. Gasturbinen) geeignet sind. Interne Defekte, Eigenspannungen und geometrische Abweichungen von der Soll-Geometrie sind jedoch unvermeidbar.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die strukturelle Integrität von L-PBF-gefertigten Gitterstrukturen zerstörungsfrei auf verschiedenen Größenskalen untersucht. Eine Auswerterroutine für dreidimensionale quantitative Pulvercharakterisierung hinsichtlich der Partikelgröße, der -form, der -porosität, des Interpartikelabstands und der Packungsdichte wurde entwickelt. Synchrotron-Computertomographie (CT) wurde für die Korrelation der Packungsdichte mit der Partikelgröße und -form genutzt. Darüber hinaus konnte festgestellt werden, dass mindestens 50 % der Porosität aus den Pulverpartikeln während der Herstellung der Streben mittels L-PBF gelöst wurde.

Streben sind die Grundbausteine der Gitterstrukturen und wurden mit industrieller Labor-CT untersucht. Dabei lag der Fokus auf dem Einfluss des Bauwinkels, auf die Strebenporosität und -oberflächenqualität. Die Analyse der Oberflächentopographie wurde hinsichtlich einer quantitativen Analyse von sogenannten re-entrant features erweitert. Der Vergleich dieser Auswertung mit konventionellen Oberflächenparametern offenbarte sowohl deren Komplementarität als auch den Bedarf an neuen AM-spezifischen Oberflächenparametern.

In-situ-CT-Versuche mit anschließender digitaler Volumenkorrelation (DVC) erlaubten die Gitterstruktur bezüglich des mechanischen Verhaltens unter Druckspannung zu bewerten. Aufgrund einer schichtweisen Faltung der Einheitszellen konnte dabei das Versagensverhalten als knoten-dominiert identifiziert werden.

Mittels Neutronenbeugung konnten Eigenspannungen in solchen Gitterstrukturen erstmalig experimentell bestimmt werden. Dabei wurden sowohl die Hauptspannungsrichtungen als auch die -beträge in Abhängigkeit von der Anzahl der gemessenen Spannungsrichtungen bestimmt. Während in der Strebe ein signifikanter uni-axialer Spannungszustand nachgewiesen wurde, zeigte der Knotenpunkt einen hydrostatischeren Spannungszustand. Sowohl im Falle der Strebe als auch des Knotenpunkts waren mindestens sieben gemessene Spannungsrichtungen nötig, um die Hauptspannungsrichtungen verlässlich zu ermitteln.

Einleitung

Die additive Fertigung (AM) im Sinne des Laser-Powder Bed Fusion (L-PBF) Prozesses ermöglicht eine noch nie dagewesene Gestaltungsfreiheit. Erste nicht sicherheits-relevante Teile, die mit L-PBF hergestellt werden, sind bereits für Flugzeuge [1] und Gasturbinen [2] im Einsatz. Bei der Herstellung von nicht sicherheitsrelevanten Teilen geht es im Vordergrund um Materialeinsparung und Konstruktionsoptimierung [3]. Die Qualitätssicherung bezüglich interner Defekte und Eigenspannungsscharakterisierung (RS) wird erst bei sicherheitsrelevanten Teilen essenziell. Das Wissen über das Langzeitverhalten ist für die Zertifizierung von sicherheitsrelevanten AM-Bauteilen unerlässlich. Wenn sicherheitsrelevante Bauteile eingesetzt werden sollen, ist das Verständnis von AM-spezifischen Defekten, wie innere Hohlräume, geometrische Ungenauigkeit, Oberflächenrauigkeit und Eigenspannung entscheidend für die Optimierung des Herstellungsprozesses.

Der L-PBF-Prozess wird für die Herstellung von Bauteilen mit hoher Komplexität, [4-6] wie z. B. Gitterstrukturen [7] genutzt.

Ein umfassendes Verständnis einer komplexen Struktur erfordert das Verständnis jedes einzelnen Bestandteils. Hier liegt die Neuheit dieser Arbeit: eine multiskalige Materialcharakterisierung, die

ein Verständnis des L-PBF-Prozesses und eine Qualitätsbewertung ermöglicht. Die Skala reicht von den Pulverpartikeln (10 – 40 µm) bis zu den Gitterstrukturen (4 cm), wie in Abbildung 1 schematisch dargestellt.

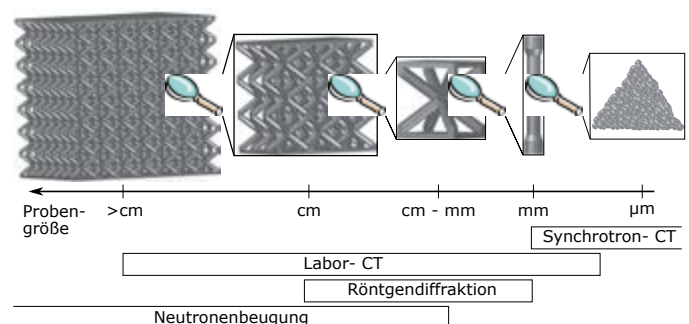


Abb. 1 Multiskaliger Untersuchungsansatz

Pulverpartikel

Das Pulver ist das Ausgangsmaterial für das L-PBF-Verfahren. Um den Prozess zu verstehen und die Qualitätskontrolle von L-PBF zu verbessern, ist der erste Schritt die Charakterisierung des Pulvers.

Ein tiefes Verständnis der Pulvereigenschaften ist unerlässlich, da sie einen erheblichen Einfluss auf eine Vielzahl von Eigenschaften des Endprodukts haben [8].

Für die Charakterisierung der Pulverpartikel wurde Synchrotron-CT verwendet, die an der BAMline am Synchrotron BESSY II (Helmholtz-Zentrum, Berlin, Deutschland) [9] durchgeführt wurde. Die Energie des monochromatischen und parallelen Strahls wurde zwischen 40 keV und 50 keV (je nach Material) variiert, um bei jeder Probe eine Transmission von je mindestens 10% zu erreichen. Eine effektive Pixelgröße von $0,876\text{ }\mu\text{m}$ wurde durch Verwendung eines 5x Mikroskopobjektivs (Olympus, Hamburg, Deutschland) und einer CCD-Kamera (4000×2760 Pixel, PCO, Kelheim, Deutschland) erreicht. Die räumliche Auflösung für eine Radiographie wurde mit einer JIMA RC-02-Auflösungstabelle [10] auf $1\text{ }\mu\text{m}$ bestimmt. Der Abstand zwischen dem Szintillatorschirm und dem Objekt betrug 10 mm. Dreitausend Projektionen wurden über einen Bereich von 180° für jede Messung aufgenommen. Jede Projektion hatte eine Integrationszeit von 3 s. Nach jeweils 100 Projektionen wurden 10 „flat-field“ Bilder aufgenommen, gemittelt und für die Korrektur der 100 folgenden Projektionen verwendet. Vor der Rekonstruktion der Volumendaten aus den Projektionen wurde zunächst „Paganin's Phase Retrieval Algorithmus“ (mit $\beta/\delta = 0,027$) [11] angewendet, um anschließend die gefilterte Rückprojektion für einen Parallelstrahl [12] zu verwenden. Es wurde dafür eine eigens entwickelte Software verwendet.

Der folgende Arbeitsablauf wurde entwickelt, um die Partikelpackungsdichte, den Interpartikelabstand, die Partikelform sowie -größe und die Porosität innerhalb der Pulverpartikel mit einer ausreichenden Partikelstatistik aus einer einzigen Aufnahme zu extrahieren.

Die rekonstruierten Rohdaten sind in Abbildung 2a dargestellt. Die erkennbaren Ringartefakte wurden durch einen in ImageJ [13] implementierten Wavelet-Filter [14] korrigiert, siehe Abbildung 2b. Zur Rauschunterdrückung wurde ein bilateraler Filter (7 Pixel lateral, 50 Grauwerte) verwendet [15], siehe Abbildung 2c. Anschließend wurde eine binäre Maske der Pulverpartikel durch Anwendung der in ImageJ implementierten automatischen Grauwertschwelle erstellt. Der endgültige Schwellenwert wird durch das iterative Verfahren basierend auf dem ISO-Daten-Algorithmus, der erstmals in [16] vorgestellt wurde, bestimmt. Abbildung 2d zeigt das resultierende Binärbild nach der globalen Schwellenwertbildung. Die Hohlräume (d. h. Porosität) innerhalb der Pulverpartikel werden in diesem Schritt des Arbeitsablaufs künstlich verschlossen, da sie die nachfolgende Watershed-Segmentierung sowie die Analyse des Interpartikelabstands verfälschen würden.

Die Porositätsanalyse wird anhand der gefilterten Grauwertverteilung durchgeführt, die in Abbildung 2c dargestellt ist und wird daher nicht durch das Verschließen der inneren Hohlräume nach der Binarisierung beeinflusst.

Die Mehrzahl der Pulverpartikel berühren sich physisch und müssen während der Bildanalyse zur Quantifizierung getrennt werden. Ein weit verbreiteter Ansatz zur Partikelerkennung und -trennung ist der Algorithmus der Watershed-Segmentierung [17]. Ein Watershed-Ansatz für die 3D-Partikelerkennung (implementiertes Plug-in in ImageJ), der Partikelkonkavitäten toleriert, wurde angewendet [17], siehe Abbildung 2e und f.

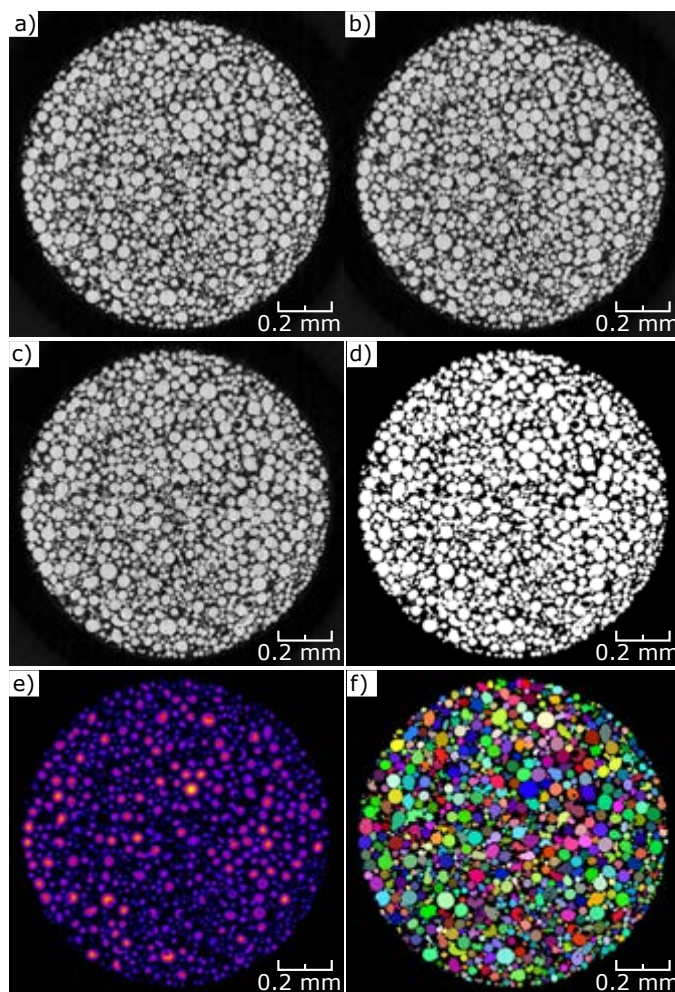


Abb. 2 Darstellung des Arbeitsablaufs der Partikelsegmentierung. Das gleiche Tomogramm wird in aufeinanderfolgenden Schritten der Bildanalyse gezeigt: a) Rohdaten, b) Ringartefaktkorrektur, c) bilateraler Filter, d) binarisierte Pixelmaske, e) 3D-Distanzkarte der Pixelmaske (jedes lokale Maximum stellt einen Seed-Punkt), f) Partikelseparation basierend auf dem Seed-Punkt aus e) ($k = 0,7$). [18]

Die Ergebnisse zeigen, dass die Pulvercharakterisierung mittels Synchrotron-CT reich an Informationen und Statistiken ist. Das untersuchte Volumen umfasst 64000 Pulverteilchen. Dies entspricht einem Materialgewicht von 3 mg unter Annahme der Materialdichte $\rho_{\text{IN625}} = 8,44\text{ g/cm}^3$.

Der vorgestellte Arbeitsablauf ist auch für weitere AM-Pulverchargen anwendbar. Auf diese Weise wird der Vergleich zwischen z. B. gas- und plasmaatomisierten Pulver möglich [18]. Hier werden die Gemeinsamkeiten und Unterschiede von drei Pulverchargen (IN 625, AISI 316L und Ti64) diskutiert. Dabei sind IN 625 und AISI 316L gasatomisiert und Ti64 plasmaatomisiert.

Die Ergebnisse der Formanalyse zeigen, dass der Einfluss der Partikelform auf die Packungsdichte (PD) vernachlässigbar ist. Die PD von 316L und Ti64 ist nahezu gleich, während sich die Form in Bezug auf die Anisotropie deutlich unterscheidet (siehe Tab. 1). IN 625 und AISI 316L weisen eine vergleichbare Anisotropie und Sphärizität auf, unterscheiden sich aber in der PD. Die maximale PD für geordnete monodisperse Kugeln beträgt bekanntermaßen 0,74. Für ungeordnete monodisperse Kugeln wurde eine PD von 0,635 angegeben [19].

Es ist zu erkennen, dass die Pulverpartikel der Ti64 Charge (plasmaatomisiert) am kugelnähnlichsten sind, d. h. kleine Anisotropie und große Sphärität. Dies führt zwar im Allgemeinen zu einer besseren Fließfähigkeit, jedoch hier nicht zu einer höheren Packungsdichte.

In dieser Arbeit wurden polydisperse Partikelgrößenverteilungen diskutiert. Pednekar et al. haben statistisch äquivalente bidisperse Größenverteilungen für lognormale Größenverteilungen vorgestellt [20].

Tab. 1 Ergebnisse für die bidisperse Partikelgrößenverteilung, die Partikelformanalyse und die Packungsdichte

Pulver	IN 625	316L	Ti64
Rel. Anteil Große Partikel	0,19	0,27	0,27
Rel. Anteil Kleine Partikel	0,81	0,73	0,73
Durchmesser Große Partikel (DL) / μm	36,68	37,68	37,95
Durchmesser Kleine Partikel (DS) / μm	14,18	19,53	19,68
DS/DL	0,39	0,52	0,52
Mittelwert der Anisotropie	0,38	0,31	0,18
Mittelwert der Sphärität	0,92	0,92	0,95
Packungsdichte (PD)	0,60	0,576	0,561

Die statistisch äquivalente bidisperse Verteilung wurde für unsere polydispersen Verteilungen nach Pednekar et al. berechnet [20], siehe Tabelle 1. Das Größenverhältnis DS/DL korreliert mit der PD, wobei DS und DL die Durchmesser der kleineren bzw. größeren Partikel der bidispersen Verteilung sind. Das kleinere Radiusverhältnis führt zu einer größeren PD im Pulverbett, da die kleineren Partikel die Hohlräume zwischen den größeren Partikeln füllen. Dies zeigt jedoch, dass das Größenverhältnis für alle drei Pulverchargen nicht klein genug ist, um eine Erhöhung der PD im Vergleich zum Nominalwert des monodispersen Pulvers zu ermöglichen (0,635).

Streben

Die Nenngeometrie einer Strebe ist ein Zylinder. Streben sind die Grundlage der Gitterstrukturen. Ein detailliertes Wissen über Streben ist entscheidend für die Gitterstrukturen sowie für das Verständnis ihrer Leistungsfähigkeit. Die Auflösung eines CT-Scans wird mit abnehmender Bauteilgröße besser. Ein hochauflösender Scan einer einzelnen Strebe enthüllt Informationen, die auf der Ebene der gesamten Gitterstruktur unsichtbar gewesen wären. Daher ist die Kombination solcher multiskaligen Messungen ratsam.

Der Bauwinkel (d. h. der Winkel zwischen Bauplattform und der Oberfläche der hergestellten Struktur) ist von großem Interesse für die Gestaltung von Gitterstrukturen. Ziel ist es, Strukturen mit Hilfe von L-PBF ohne Einschränkung des Bauwinkels herstellen zu können. Derzeit ist die Herstellung von Strukturen mit einem Bauwinkel unter 30° ohne Stützstrukturen nicht möglich [21], da die Struktur auseinanderfallen würde. Ziel dieses Kapitels ist es daher, ein besseres und detailliertes Verständnis dafür zu erlangen, wie die Qualität der Streben (in Bezug auf Porosität und Oberflächentopographie) durch den Bauwinkel beeinflusst wird. Es wird eine Analysestrategie vorgestellt, die einen detaillierten Einblick in die winkelaufgelöste Oberflächentopographie zusammen mit einer detaillierten Porositätsbewertung ermöglicht, da die Porenform mit der Position innerhalb der Strebe korreliert und diese Korrelation vom Bauwinkel abhängt. Sieben Streben aus IN 625 mit einem Bauwinkel α von 30° bis 90° , wie in Abbildung 3 dargestellt,

wurden mittels L-PBF von Siemens Energy AG, Berlin, hergestellt. α ist definiert als der Winkel zwischen der Zylinderachse und der Bauplattform, so bedeutet $\alpha = 90^\circ$, dass die Strebe senkrecht auf der Bauplatte steht. Jede Strebe hatte einen Nenndurchmesser von 1 mm und eine Nennlänge von 6 mm. Ein Bereich von 5 mm wurde entlang der Höhe der Proben analysiert. Eine Markierung, wie in Abbildung 3 dargestellt, wurde am Kopf der Strebe angebracht. Die Lücke im Ring markiert die Oberfläche der Oberseite (US) während der Produktion.

Die CT-Messungen wurden an einem Tomographen (GE v|tome|x 180/300L) mit Transmissionstarget durchgeführt, das mit einer Beschleunigungsspannung von 125 kV und einem Röhrenstrom von 60 μA betrieben wurde. Bei einer Aufnahmezeit von 2 s pro Projektion für 2100 Projektionen ergab sich eine Messzeit von 70 min pro Scan. Für die Rekonstruktion wurde ein Feldkamp-Algorithmus [12] verwendet. Die Voxelgröße betrug $2,1 \mu\text{m}$ und wurde mit zwei im Abstand kalibrierten Rubinkugeln bestimmt. Der nominale Kugelabstand betrug $2,2728 \text{ mm}$, der tatsächliche $2,2709 \text{ mm}$. Eine Auflösung von $4 \mu\text{m}$ für die Projektionen wurde mit Hilfe eines JIMA RC-02-Auflösungsobjekts ermittelt. Jede Strebe wurde in drei verschiedenen Höhen gescannt, jedes Volumen wurde separat rekonstruiert und anschließend zu einem einzigen Volumen zusammengeführt.

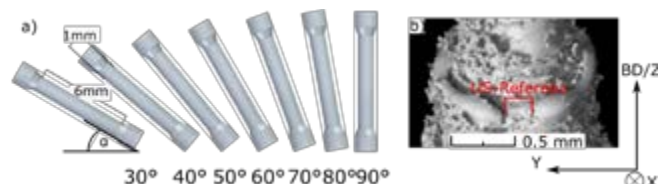


Abb. 3 a) Geometrie der sieben untersuchten Streben und b) 3D-rendering des verwendeten Referenzrings für die Zuordnung von US [22]

Um mehr Informationen über die Oberflächentopographie zu erhalten, wurde ein Workflow als Kombination zwischen der von VG studio MAX 3.2 erweiterten Oberflächenbestimmung und einem selbst geschriebenen Python-Skript erstellt. Die gerenderte Strebenoberfläche wurde in Abbildung 4.a für $\alpha = 30^\circ$ in 3D dargestellt. Die ermittelte Oberfläche wurde vernetzt und in zwei Formaten exportiert: sowohl als Punktwolke (ASCII) als auch als triangulierte Oberfläche (stl). Die Punktwolkendaten waren kleiner, leichter zu handhaben und führten zu kürzeren Berechnungszeiten. Ein Nachteil war der Verlust der Oberflächenausrichtung, wie sie durch den Oberflächennormalenvektor definiert ist. Für die triangulierte Oberfläche sind sowohl die Informationen über den Normalenvektor als auch die Größe für jedes Dreieck zugänglich.

Zur Analyse der Oberflächentopographie wurde zunächst eine Koordinatentransformation der Strebenoberfläche von kartesischen Koordinaten (x, y, z) in zylindrische Koordinaten ($\rho = \sqrt{x^2 + y^2}$, $\theta = \text{atan2}(y/x)$, z) durchgeführt, siehe Abbildung 4a und b. Die Streben wurden anhand der in Abbildung 1b gezeigten Referenzmarkierung (d. h. der Lücke im Kreissegment) in Abbildung 1b so ausgerichtet, dass DS entlang $\theta = 0^\circ$ und US entlang $\theta = 180^\circ$ liegen. Der Referenzmarker ermöglichte eine Ausrichtung mit einer Genauigkeit von 5° in θ .

Anschließend wurden primäre Linienprofile $p(z)$ auf der Oberfläche entlang der Strebenhöhe für jeden Azimutwinkel θ extrahiert. Primär bedeutet hier, dass kein Hoch- oder Tiefpassfilter auf die Linienprofile angewendet wurde, wie es zur Unterscheidung der Oberflächenwelligkeit und Oberflächenrauigkeit gemäß ISO-Norm

[23] vorgeschlagen wird. Für jedes Linienprofil $p(z)$ wurde das arithmetische Mittel $P_a(\theta)$ nach Gleichung 1 und 2 bestimmt, wobei N die Anzahl der Pixel des Linienprofils $p(z)$ beschreibt.

$$P_a(\theta) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |\rho_i^\theta(z) - \rho_{\text{mean}}^\theta| \quad (1)$$

$$\rho_{\text{mean}}^\theta = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \rho_i^\theta(z) \quad (2)$$

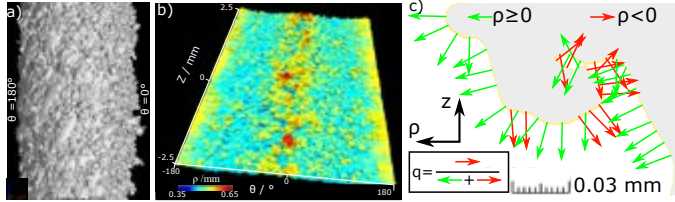


Abb. 4 a) 3D-rendering der rekonstruierten Strebe ($\alpha=30^\circ$), b) die entrollte Oberfläche in Zylinderkoordinaten und c) Definition des relativen Anteils von re-entrant surface features.[22]

Die triangulierte Oberfläche wurde wie folgt analysiert: Ein Zylinder wurde mit Hilfe des ICP-Algorithmus (iterative closest point) an jede Strebe angepasst. Dies ist gleichbedeutend mit der Minimierung der quadratischen Differenz zwischen der tatsächlichen Oberfläche (identifiziert durch XCT) und der Zylinderoberfläche für jeden Punkt der tatsächlichen Oberfläche. Die Zylinderachse wurde dann als Mittelpunkt der Strebe verwendet. Wir konvertierten die Oberfläche von kartesischen in zylindrische Koordinaten gemäß der Transformation ($\rho = \sqrt{x^2 + y^2}$, $\theta = \text{atan2}(y/x)$, z) für jeden Scheitelpunkt der triangulierten Oberfläche. Nacheinander wurden der Massenschwerpunkt (CM) und die Richtung des Normalenvektors für jedes Dreieck bestimmt. Der CM wurde benötigt, um jedes Dreieck eindeutig einem konkreten Linienprofil zuzuordnen. Alle CMs, die innerhalb von $\Delta\theta = 1^\circ$ liegen, wurden einem bestimmten Linienprofil zugewiesen und zusammen mit den Flächen der entsprechenden Dreiecke zugeordnet. Wenn die p - (Radialkomponente, nicht zu verwechseln mit der Rauheit) Komponente des Normalenvektors negativ war, wurde das Dreieck als ein re-entrant feature definiert, siehe Abbildung 4c. Die Fläche dieser Dreiecke wurde entlang eines Linienprofils aufsummiert, was $A_{p<0}^\theta$ ergab. Analog dazu wurde die Fläche aller Dreiecke entlang desselben Linienprofils aufaddiert, was A^θ ergibt. Das Verhältnis der Flächensumme der Dreiecke mit negativer Radialkomponente ($A_{p<0}^\theta$) und der Summe aller Dreiecke (A^θ), die jedem Linienprofil zugeordnet sind, wurde für die Quantifizierung der re-entrant features verwendet. Der relative Anteil der re-entrant features q wurde somit berechnet als

$$q = \frac{A_{p<0}^\theta}{A^\theta} \quad (3)$$

Die Werte für P_a und q sind in Abbildung 5a und b für alle sieben Streben im Polarkoordinatensystem dargestellt.

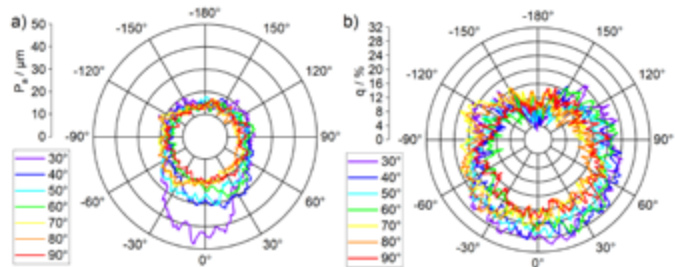


Abb. 5 Polardarstellung der a) Oberflächenrauigkeit P_a nach Gleichung 2 und 3 und b) des relativen Anteils der re-entrant features [22]

In Abbildung 5 ist zu erkennen, dass beide Parameter (P_a und q) bei allen Streben kleinere Werte im US-Bereich ($\theta=180^\circ$) liefern als im DS-Bereich ($\theta=0^\circ$). Dies entspricht einer höheren Oberflächenqualität für US als für DS und bestätigt damit das bisherige Prozessverständnis. Weiterhin zeigen beide Polardiagramme für den Bauwinkel den gleichen qualitativen Verlauf im DS-Bereich: je geneigter gebaut wird desto schlechter wird die Qualität an der DS.

Zusätzlich zu den Gemeinsamkeiten liefern die Analysen ergänzende Information über die Oberflächenqualität. Im DS-Bereich ($\theta=0^\circ$) Verhältnis zwischen der Amplitude bei $\alpha=30^\circ$ und $\alpha=90^\circ$ beträgt in Abbildung 5b nur etwa 1,4, während das gleiche Verhältnis in den Abbildungen 5a etwa 2 beträgt. Das ist darauf zurückzuführen, dass für $\alpha=30^\circ$ deutlich mehr angeschmolzene Pulverpartikel zu erwarten sind als bspw. bei $\alpha=90^\circ$. P_a ist sensibler für anhaftende Partikel als q , da q einen relativen Wert darstellt und sich bei anhaftenden Partikeln nicht nur die re-entrant feature surface vergrößert, sondern auch die absolute Oberfläche. Ein weiterer Unterschied zeigt sich bei $\theta=180^\circ$. Während in Abbildung 5a keine Abhängigkeit von α zu erkennen ist, zeigt Abbildung 5b eine deutliche Abnahme von $\alpha=90^\circ$ auf $\alpha=30^\circ$. Im US-Bereich finden wir für alle Streben kaum angeschmolzene Pulverpartikel, weshalb P_a keine Veränderung zeigt. q reagiert hier jedoch sensibler auf kleine, rissähnliche Öffnungen an der Oberfläche, die in der Tat mit geneigter Fläche abnehmen, wodurch sich somit eine höhere Oberflächenqualität zeigt.

Gitterstrukturen

Die Gitterstruktur wird in Hinblick auf Eigenspannungen charakterisiert, da diese zu Verformungen führen können, die zuvor bewertet wurden. Für die 3D-Spannungsanalyse wurde die Neutronenbeugung (ND) eingesetzt.

Das ND-Experiment wurde an der Stress-Spec-Strahlführung am Neutronen Reaktor FRMII in Garching, München, Deutschland durchgeführt [24]. Die Untersuchung konzentrierte sich auf die einzelne Einheitszelle (UC) und die entsprechende $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur. Beide hatten einen Strebendurchmesser von 1 mm und eine Strebenlänge von 10 mm (siehe Abbildung 6). Die Kantenlänge einer Einheitszelle betrug somit 5,77 mm. Die charakteristische Länge ist der Abstand zwischen den Knoten, d. h. die Hälfte der Kantenlänge der Einheitszelle (2,89 mm).

Das Messvolumen wurde durch einen Primärschlitze von 1 mm x 1 mm und einen oszillierenden Radialkollimator mit FWHM = 0,5 mm vor dem Detektor definiert. Die Wellenlänge des Neutronenstrahls wurde mit einem Monochromator auf 0,142 nm abgestimmt. Auf diese Weise wurde das Beugungssignal der {311}-Gitterebene auf dem 2D-Detektor an der Position von $2\theta = 84^\circ$ ausgewertet. Die {311}-Gitterebene wurde für die Analyse gewählt, da diese nachweislich das makroskopische, mechanische Verhalten von Nickel am besten repräsentiert [175]. Die beugungselastischen Konstanten $E_{h,k,l}^{h,k,l} = 193,5$ GPa und $\nu_{h,k,l}^{h,k,l} = 0,305$ wurden für die Spannungsbeurteilung verwendet [25]. Diese Werte wurden experimentell an L-PBF produziertes IN 625 bestimmt, was den aktuellen Stand der Literatur widerspiegelt.

Elf Messvolumina wurden entlang einer Strebe im einzelnen UC und vier Punkte entlang einer senkrechten Strebe gemessen, um die Symmetrie des UC nachzuweisen. Mindestens drei Dehnungskomponenten wurden bestimmt. Elf Punkte mit drei Dehnungskomponenten entlang einer Strebe wurden für den mittleren UC der $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur gemessen, und zwar in der gleichen Bezie-

hung, wie für die einzelne UC. Drei zusätzliche Richtungen (axiale Komponente der Strebe, radiale Komponente der Strebe und eine zufällige Richtung) wurden an drei Punkten des einfachen UC gemessen. Für die $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur wurden neun Komponenten (siehe Tabelle 2) an zwei Messvolumina gemessen. Die Verteilung der Volumenpositionen ist in Abbildung 6 dargestellt. Die Zählzeit betrug 30 min für jede Komponente. Die für jeden Punkt gewählten (ϕ, ψ) -Winkel sind im Probenkoordinatensystem in Tabelle 2 angegeben.

Tab. 2 Gewählte (ϕ, ψ) -Winkelpaare im Probenkoordinatensystem

	σ_{inWall}	σ_{BD}	σ_{WW}	σ_{ax}	σ_{ran1}	σ_{ran2}	σ_{ran3}	σ_{ran4}	σ_{ran4}
$\phi/^\circ$	0	-90	0	-45	-45	-30	-60	0	-80
$\psi/^\circ$	90	90	0	125	35	20	40	10	75
#	1	2	3	4	5	6	7	8	9

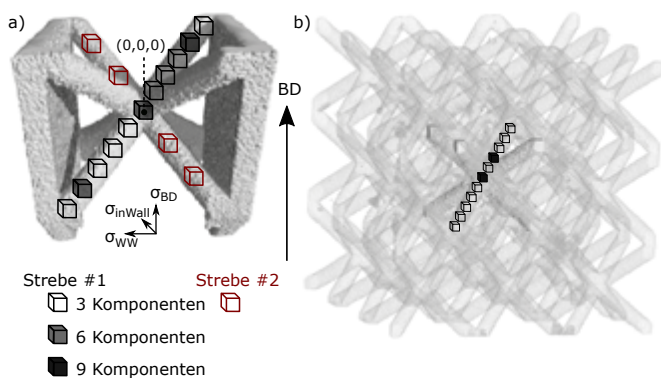


Abb. 6 a) Dargestellt ist das tatsächliche Volumen (CT-Daten) der einzelnen UC. b) Die $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur ist mit einem Faktor von 75% transparent dargestellt, um die zentralen UC hervorzuheben. Die Kompressionsplatten wurden virtuell entfernt, um einen guten Blick auf die Gitterstruktur zu erhalten. Die Gauge-Volumina sind für beide Strukturen in weiß, grau, schwarz und rot skizziert. [26]

Der wichtigste Teil des Experiments war die Ausrichtung innerhalb der Gitterstrukturen, da das Messvolumen die gleiche Größe wie die Streben hatte. Eine Fehlanpassung zwischen dem Zentrum des Eichvolumens und dem Schwerpunkt der Streuung würde zu einer Pseudo-Peak-Verschiebung führen. Daher wurde bei der Durchführung der „Eingangsscans“ äußerster Sorgfalt aufgewendet und die Ausrichtung erfolgte mit der bestmöglichen Genauigkeit des Instruments. Eine Eulersche Wiege (χ -Rotation) wurde auf dem Rotationstisch (ω -Rotation) montiert. Ein zweiter Rotationstisch (ϕ -Rotation) wurde auf der Eulerschen Wiege zusammen mit drei Schrittmotoren montiert, die eine Verschiebung in x-, y- und z-Richtung ermöglichte. Die Ausrichtung des UC auf das Messvolumen begann mit einer optischen Ausrichtung des zentralen Knotens mit Hilfe eines Theodoliten. Anschließend wurde ein Scan in x-, y- und z-Richtung durchgeführt, um das Maximum des gebeugten Signals auf dem 2D-Detektor zu finden. Eine Bewegung entlang der Strebe (d.h. der Raumdiagonale der BCC-Zellenstruktur) wurde unter Verwendung der gleichen Schrittweite entlang aller drei Translationsachsen durchgeführt. Die Verformungsfreiheit der Strebe wurde im Vorfeld durch eine NAC zwischen einem CT-Scan und der CAD-Datei nachgewiesen. Der gleiche Justageablauf wurde verwendet, um die $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur bestmöglich auszurichten. Eventuelle Fehler in der Ausrichtung wurden durch „Spiegel“-Messungen für die beiden Komponenten σ_{inWall} und σ_{BD} korrigiert: Beide wurden mit ϕ und $\phi+180^\circ$ gemessen. Ein möglicher Pseudo-Strain wird mit

dieser Methode gemittelt. [27]. Es wurde jedoch kein signifikanter Unterschied zwischen den beiden Messungen festgestellt. Dies bestätigt, dass die Ausrichtung ausgezeichnet war. Dennoch wurde die gemittelte Spitzenposition für die Dehnungs- und Spannungsanalyse verwendet.

Ein kurzer Abstand zwischen Probe und Primärschlitz war erforderlich, um die Umwandlung von Strahlendivergenzeffekten zu Divergenzeffekten zu vermeiden. Dies führte jedoch zu einer geringeren Flexibilität bei der Rotation. Die ω -Drehung wurde durch die Eulersche Wiege begrenzt. Dies führte zu einem Versatz von $1,5^\circ$, d. h. $\omega = 40,5^\circ$ wurde anstelle von $\omega = 0,5^\circ + 2\theta = 42^\circ$ verwendet. Dieser Versatz führte zu einer Präzession des Streuvektors um die ϕ -Rotationsachse für $\chi \neq 0^\circ$. Der ω -Versatz wurde im Fall von $\chi = 0^\circ$ durch einen Versatz von $\phi_{offset} = 1,5^\circ$ korrigiert. Für alle anderen Richtungen führte dies zu einem kleinen Versatz in der gemessenen Dehnungsrichtung, der als vernachlässigbar angenommen wurde.

Die Ausrichtung sowohl der einzelnen UC als auch der $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur wurde mit Hilfe von CT-Rekonstruktionen nachgewiesen. Eine Ebene wurde an die Druckplatte und ein Zylinder an die untersuchte Strebe angepasst. Der Winkel betrug $35,35^\circ$ für die einfache UC und $35,21^\circ$ für die $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur. Bei dem ND-Versuch wurde die Strebe als perfekte Raumdiagonale angenommen. Die Abweichung zum Nennwinkel von $\arccos(1/\sqrt{3}) = 35,27^\circ$ liegt unter 0,3%. Der Winkel der Strebe erweist sich daher als (im Durchschnitt) unverzerrt. Lokale Verzerrungen könnten das ND-Experiment ebenfalls beeinflussen, aber eine Verzerrung zwischen der gedruckten Verformung, der gedruckten Strebe und dem Nennzylinder ist jedoch bei der Auflösung des CT-Scans (etwa $50 \mu m$) nicht erkennbar. Die Abweichung wird von der Rauheit der Strebe dominiert. Diese Rauheit in P_a beträgt bekanntlich etwa $40 \mu m$ (siehe Streben).

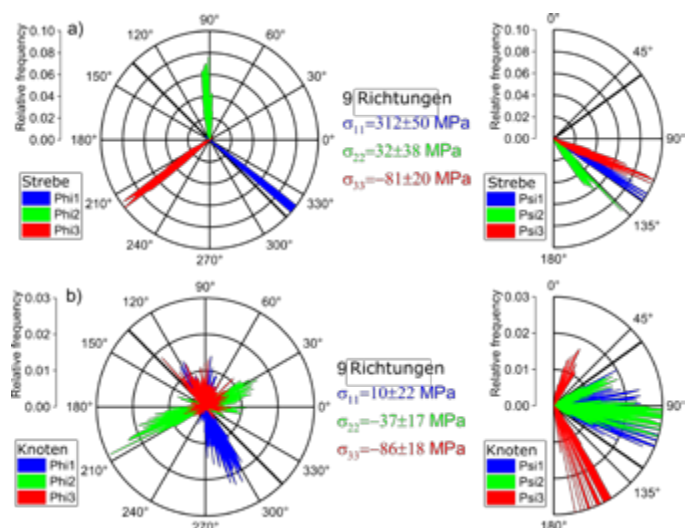


Abb. 7 a) Die Ergebnisse der Bestimmung der Hauptspannungsrichtungen für a) die Strebe und b) den Knoten im zentralen UC der $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur im Probenkoordinatensystem in Bezug auf den Eigenwert σ_{ii} (Mitte) und den azimutalen ϕ_i^s (links) und polaren ψ_i^s (rechts) Winkel des entsprechenden Eigenvektors. Die Lösung wird für alle neun gemessenen Richtungen dargestellt. [26]

Basierend auf den neun Messungen (Tabelle 2), wurden die Hauptspannungsrichtungen berechnet. [26] Alle Ergebnisse stellen die statistische Auswertung von 1000 Iterationen zur Abschätzung eines Fehlerbandes sowohl für die Hauptspannungsrichtungen als auch für die Hauptspannungswerte dar.

Die Ergebnisse der Hauptrichtungsberechnungen unter Verwendung aller neun gemessenen Richtungen, siehe Tabelle 2, werden für die Strebe und den Knoten der zentralen UC der $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur in Abbildung 7 dargestellt. Diese beiden Gauge-Volumina sind als dunkelgraue Würfel in Abbildung 6 zu sehen. Die Ergebnisse werden in Form des azimutalen (ϕ^s , links) und polaren (ψ^s , rechts) Winkels der Eigenvektoren im Probenkoordinatensystem präsentiert. Die entsprechenden Eigenwerte werden in Form der Spannung σ_{ii} angegeben, die zu ϕ_i^s und ψ_i^s korrespondieren. Die Strebe (Abbildung 7a) zeigt eine ausgeprägte Spannung von $\sigma_{11} = 312 \pm 50$ MPa entlang $\phi_1^s = 310^\circ$ und $\psi_1^s = 122^\circ$. Diese Richtung korreliert gut mit der Ausrichtung der Streben im Probenkoordinatensystem ϕ^s strut $= 315^\circ$ und ψ^s strut $= 125,3^\circ$, die in Abbildung 7 als dicke schwarze Linien dargestellt sind. Im Vergleich dazu zeigt der Knoten, wie erwartet, eine deutlich geringere Spannung und auch eine breitere Verteilung für die Hauptspannungsrichtung, siehe Abbildung 7a. Es ist wichtig zu beachten, dass Abbildung 7a eine andere Skala für die relative Häufigkeit im Vergleich zu 7b hat. Die gleiche Skala würde jede Vorhersage der Hauptrichtung täuschen. Durch Reduzierung der Anzahl der gemessenen Richtungen $d_{\phi,\psi}^{311}$ von neun auf sieben Richtungen, um Eigenwerte und Eigenvektoren zu berechnen, ändern sich die Richtungen und absoluten Spannungswerte nicht wesentlich. Der einzige Unterschied besteht darin, dass der Algorithmus die exakt entgegengesetzten Winkel liefert, die ohnehin derselben Spannungsrichtung entsprechen. Wenn wir sieben Richtungen in den Algorithmus eingeben, sind die Ergebnisse für die Hauptspannungsrichtungen unabhängig von der Wahl der sieben Richtungen. Die Hauptspannungswerte werden jedoch beeinflusst. Die Ergebnisse für sechs gemessene Richtungen unterscheiden sich deutlich von den Ergebnissen für neun, acht und sieben Richtungen. Unrealistischerweise sind die berechneten Richtungen deutlich unkorreliert von der Strebenorientierung.

Die gleichen Berechnungen wurden für den Knoten in der Mitte der $3 \times 3 \times 3$ -Gitterstruktur durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 7b dargestellt. Im Vergleich zu den Ergebnissen für die Strebe in Abbildung 7a ist der Spannungswert σ_{11} klein, während σ_{22} und σ_{33} innerhalb des Fehlers gleich sind. Außerdem sind die Verteilungen von ϕ_i^s und ψ_i^s weniger uni-axial. Es kann keine Vorzugsrichtung bestimmt werden. Dies korreliert gut mit der Position des Knotens an der Kreuzung von vier Streben. Es ist zwar trivial, dass das Material am Knoten isotroper als an einer einzelnen Strebe ist. Jedoch kann trivialerweise nicht geschlussfolgert werden, dass die Hauptspannungsrichtungen von der Geometrie dominiert werden.

Zusammenfassende Diskussion

Der Kern dieser Arbeit ist die Entwicklung und Verbesserung von Analysemethoden und Routinen zur Untersuchung von AM-Defekten und Eigenschaften in Gitterstrukturen.

Die Packungsdichte wurde mit der Größe und Form der Pulverpartikel korreliert, um die Qualität des Pulverbettes zu verstehen. Wie in [28] gezeigt, korreliert eine höhere Packungsdichte mit einer höheren Dichte des produzierten Teils. Daher ist die Partikelpackungsdichte des Pulverbettes ein wichtiger Prozessparameter für das L-PBF-Verfahren. Im Pulverkapitel wird erörtert, dass die Partikelgröße mit der Packungsdichte korreliert. Es wird gezeigt, dass die Umwandlung von einem polydispersen zu einer statistisch äquivalenten bidispersen Partikelgrößenverteilung die Korrelation vereinfacht. Das Durchmesser Verhältnis zwischen kleinen und großen Partikeln korreliert gut mit der Partikelpackungsdichte, siehe Ta-

belle 1. Die Korrelation muss an weiteren Pulverchargen verifiziert werden, aber die vorliegenden Ergebnisse scheinen vielversprechend. Sie eröffnen den Weg für eine breitere Anwendung (idealerweise für jede Partikelgrößenverteilung für Additive Manufacturing-Pulver). Eine weitere Schlussfolgerung betrifft den Zusammenhang zwischen der Form der Pulverpartikel und der Technik ihrer Herstellung. Plasma-Zerstäubung fördert Partikel mit geringerer Anisotropie und größerer Sphärizität im Vergleich zur Gas-Zerstäubung. Dieser Unterschied ist bei der Anisotropie deutlicher als bei der Sphärizität. Der Arbeitsablauf in Bezug auf die Analyse der Partikelform ermöglicht das Verständnis, dass die Packungsdichte nur in geringem Maße von der Partikelform beeinflusst wird, und die Partikelgröße den größten Einfluss auf die Partikelpackungsdichte hat.

Ähnlich wie bei der Pulverpartikelanalyse wurde ein Arbeitsablauf zur Quantifizierung der Oberflächentopographie von additiv gefertigten zylindrischen Streben in Gitterstrukturen präsentiert. Die Auswertung ermöglicht ein tieferes Verständnis für den Einfluss des Bauwinkels auf Teile, die durch Laser-Pulver-Bett-Fusion hergestellt wurden.

Damit kann gezeigt werden, dass die Oberflächentopografie nicht durch einen einzigen Parameter beschrieben werden kann. Diese Arbeit zeigt die Redundanz, aber auch die Komplementarität zwischen verschiedenen Oberflächencharakterisierungsmethoden für AM-Oberflächen. Es wird eine Reihe von repräsentativen Parametern benötigt, wie sie für konventionelle Materialien existieren (R_a , R_z , R_q , R_{sk} , S_a , S_q , etc.) [29]. Die neuen Parameter sollten natürlich mit den bestehenden Parametern verknüpft werden, müssen aber auf AM-Merkmale wie re-entrant surface features und anhaftende Pulverpartikel optimiert sein.

Die hier angewandte Bestimmung der Hauptspannungskomponenten ist enorm hilfreich, um solche komplexen Strukturen zu verstehen. Sie ist zerstörungsfrei und für komplexe Geometrien geeignet, da der dreidimensionale Spannungszustand ermittelt wird. Auf der Grundlage der Ergebnisse kann folgende Empfehlung gegeben werden: Es müssen so viele Richtungen wie möglich bestimmt werden, auch wenn theoretisch sechs unabhängige Dehnungsmessungen ausreichen sollten. Die Ergebnisse zeigen im vorliegenden Fall, dass mindestens sieben Richtungen notwendig sind, um die richtigen Hauptrichtungen zu finden. Um den Messfehler für den Hauptspannungswert zu minimieren, sollten auch die drei berechneten Spannungsrichtungen gemessen werden, was insgesamt zehn gemessene Richtungen ergibt: sieben zufällige Richtungen für die Ermittlung der Hauptrichtungen und drei Messungen entlang dieser Hauptrichtungen für einen möglichst genauen Spannungsbetrag.

Alle hier präsentierten Ergebnisse sind detaillierter in [18], [22] und [26] zu finden.

Literatur

- [1] J. Kranz, D. Herzog and C. Emmelmann. "Design for manufacturing approach for laser additive manufactured bionic lightweight structures in TiAl6V4". In: *User's Conference for Rapid Technology*. (Erfurt, Germany). *Rapid. Tech*, May 2014, pp. 1–11. isbn: 978-3-932875-36-6.
- [2] Siemens sets innovation milestone with first 3D-printed parts for industrial steam turbine. Access: 01.09.2019. Apr. 2018. url: <https://www.siemens.com/press/en/feature/2018/powergenerationservices/2018-04-3d-parts.php?content=PS>.
- [3] S. Hyde and A. Okninski. "Additive Manufacturing Design Optimised Bipropellant Injector". In: (Rom, Italy). *Space Propulsion* 2016. May 2016.

- [4] T. Wohlers. *Additive manufacturing and 3D printing state of the industry*. Report. 2013.
- [5] Gausemeier, J.; Echterhoff, N.; Wall, M., *Thinking Ahead the Future of Additive Manufacturing: Innovation Roadmapping of Required Advancements*. DMRC - Direct Manufacturing Research Center 2013.
- [6] Gibson, I.; Rosen, D.; Stucker, B., *Additive Manufacturing Technologies*; Springer, 2015.
- [7] Brodin, H.; Saarimäki, J., *Mechanical Properties of Lattice Truss Structures Made of a Selective Laser Melted Superalloy*. In 13th International Conference on Fracture, Beijing, China, 2013.
- [8] M. J. Heiden et al. "Evolution of 316L stainless steel feedstock due to laser powder bed fusion process". In: *Additive Manufacturing* 25 (2019), pp. 84–103. doi: <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.10.019>.
- [9] A. Rack et al. "High resolution synchrotron-based radiography and tomography using hard X-rays at the BAMline (BESSY II)". In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 586.2 (2008), pp. 327–344. issn: 0168-9002. doi: [10.1016/j.nima.2007.11.020](https://doi.org/10.1016/j.nima.2007.11.020).
- [10] V. Volland et al. *Novel Techniques for High-Resolution Computed Tomography of Optoelectronic Devices*. 2012.
- [11] D. Paganin et al. "Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous object". In: *Journal of Microscopy* Oxford 206 (2002), pp. 33–40. issn: 0022-2720. doi: [10.1046/j.1365-2818.2002.01010.x](https://doi.org/10.1046/j.1365-2818.2002.01010.x). url: [:/WOS:000175227800004](https://www.wos.org/000175227800004).
- [12] L. A. Feldkamp, L. C. Davis and J. W. Kress. "Practical cone-beam algorithm". In: *Journal of the Optical Society of America A* 1.6 (1984), pp. 612–619. doi: [10.1364/JOSAA.1.000612](https://doi.org/10.1364/JOSAA.1.000612).
- [13] J. Schindelin et al. "The ImageJ ecosystem: An open platform for biomedical image analysis". In: *Molecular Reproduction and Development* 82.7-8 (2015), pp. 518–529. issn: 1098-2795. doi: [http://dx.doi.org/10.1002/mrd.22489](https://doi.org/10.1002/mrd.22489).
- [14] B. Münch et al. "Stripe and ring artifact removal with combined wavelet — Fourier filtering". In: *Optics Express* 17.10 (2009), pp. 8567–8591. doi: [10.1364/OE.17.008567](https://doi.org/10.1364/OE.17.008567).
- [15] C. Tomasi and R. Manduchi. "Bilateral filtering for gray and color images". In: *Sixth International Conference on Computer Vision (IEEE Cat. No.98CH36271)*. 1998, pp. 839–846. doi: [10.1109/ICCV.1998.710815](https://doi.org/10.1109/ICCV.1998.710815).
- [16] T. Ridler and S. Calvard. "Picture Thresholding Using an Iterative Selection Method". In: *IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics* 8.8 (1978), pp. 630–632. issn: 0018-9472. doi: [10.1109/TSMC.1978.4310039](https://doi.org/10.1109/TSMC.1978.4310039).
- [17] B. Münch et al. "FIB-Nanotomography of Particulate Systems—Part II: Particle Recognition and Effect of Boundary Truncation". In: *Journal of the American Ceramic Society* 89.8 (2006), pp. 2586–2595. issn: 0002-7820. doi: [10.1111/j.1551-2916.2006.01121.x](https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2006.01121.x).
- [18] T. Thiede et al. "3D Shape Analysis of Powder for Laser Beam Melting by Synchrotron X-ray CT". In: *Quantum Beam Sci.* 3.3 (2019). doi: <https://doi.org/10.3390/qubs3010003>.
- [19] J. E. Ayer and F. E. Soppet. "Vibratory Compaction: I, Compaction of Spherical Shapes". In: *Journal of the American Ceramic Society* 48.4 (1965), pp. 180–183. issn: 0002-7820. doi: [10.1111/j.1151-2916.1965.tb14708.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1965.tb14708.x).
- [20] S. Pednekar, J. Chun and J. F. Morris. "Bidisperse and polydisperse suspension rheology at large solid fraction". In: *Journal of Rheology* 62.2 (2018). doi: <https://doi.org/10.1122/1.5011353>.
- [21] L. Farahbod et al. "Assessment of SLM-Manufactured Single Struts as Major Elements of Complex Lattice Structures". (2018).
- [22] 3D Computed Tomography Quantifies the Dependence of Bulk Porosity, Surface Roughness, and Re-Entrant Features on Build Angle in Additively Manufactured IN625 Lattice Struts *Adv. Eng. Mater.* 2100689. <https://doi.org/10.1002/adem.202100689>
- [23] Geometrical product specifications (GPS) — Surface texture: Areal — Part 6: Classification of methods for measuring surface texture. Standard. 17.040.20. Feb. 2010.
- [24] M. Hofmann et al. "The New Materials Science Diffractometer STRESSPEC at FRM-II". In: *Residual Stresses VII, ECRS7*. Vol. 524. Materials Science Forum. Trans Tech Publications Ltd, Sept. 2006, pp. 211–216. doi: [10.4028/www.scientific.net/MSF.524-525.211](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.524-525.211).
- [25] Z. Wang et al. "Diffraction and single-crystal elastic constants of Inconel 625 at room and elevated temperatures determined by neutron diffraction". In: *Materials Science and Engineering: A* 674 (2016), pp. 406–412. doi: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.08.010>.
- [26] Fritsch, T., Sprengel, M., Evans, A., Farahbod-Sternahl, L., Saliwan-Neumann, R., Hofmann, M. & Bruno, G. (2021). *J. Appl. Cryst.* 54, 228–236. <https://doi.org/10.1107/S1600576720015344>
- [27] T. Holden et al. "Determination and mitigation of the uncertainty of neutron diffraction measurements of residual strain in large-grained polycrystalline material". In: *Journal of Applied Crystallography* 48 (2015). doi: [10.1107/S1600576715002757](https://doi.org/10.1107/S1600576715002757).
- [28] E. O. Olakanmi. "Effect of mixing time on the bed density, and microstructure of selective laser sintered (sls) aluminium powders". In: *Materials Research* 15.2 (2012), pp. 167–176. issn: 1980-5373 1516-1439. doi: [10.1590/s1516-14392012005000031](https://doi.org/10.1590/s1516-14392012005000031).
- [29] Geometrical product specification (GPS). Surface texture. Profile method. Terms, definitions and surface texture parameters. Standard. 17.040.20. Apr. 1997.

Der Autor

Dr. Tobias Fritsch beendete 2016 sein Physikstudium an der Universität Potsdam. Anschließend forschte und promovierte er an der BAM zum Thema additiv gefertigter Gitterstrukturen. Aktuell ist er als wissenschaftlicher Mitarbeiter mit Schwerpunkt auf Computertomographie und quantitativer Bildanalyse an der BAM tätig.

