



Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg  
*Hamburg University of Applied Sciences*

# **Masterarbeit**

Fatih Gözüküçük

## **Sintersimulation und Validierung der sinterbasierten Fused Filament Fabrication Prozessroute**

*Fakultät      Technik      und      Informatik  
Department Maschinenbau und Produktion*

*Faculty of Engineering and Computer Science  
Department of Mechanical Engineering and  
Production Management*



**Fatih Gözüküçük**

**Sintersimulation und Validierung für die  
sinterbasierten Fused Filament  
Fabrication Prozessroute**

Masterarbeit eingereicht im Rahmen der Masterprüfung

im Studiengang Berechnung und Simulation im Maschinenbau  
am Department Maschinenbau und Produktion  
der Fakultät Technik und Informatik  
der Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg

in Zusammenarbeit mit:

ZAL Zentrum für Angewandte Luftfahrtforschung GmbH

Abteilung Advanced Materials



21129 Hamburg

Erstprüfer: Prof. Dr. Jens Telgkamp

Zweitprüfer: Dr. Ing.- Thorsten Scharowsky

Abgabedatum: 23.12.2022



# **Zusammenfassung**

**Fatih Gözüküçük**

## **Thema der Masterthesis**

Sintersimulation und Validierung für die sinterbasierten Fused Filament Fabrication Prozessroute

## **Stichworte**

Additive Fertigung, 3D-Druck, Entbinderung, FFF, Filament, Metal Binder Jetting, Proben, Simulation, Sintern, Schrumpfung, Sintersimulation, Sinterversuch, Validierung

## **Kurzzusammenfassung**

Im Rahmen dieser Masterarbeit werden Randbedingungen und Grenzen der Sintersimulation für die sinterbasierte additive Fertigung untersucht. Hierzu wird die Sintersimulation anhand von Probekörpern und Bauteilen aus dem Material SS316L untersucht und weiterentwickelt. Für die additiv gefertigte Probekörper werden selbstständig Entbinderungs- und Sinterversuche durchgeführt. Untersucht werden die Auswirkungen des Sinterns unter Einfluss ausgewählter Parameter (Sintertemperatur, Haltezeit, Aufheizrate) auf die Eigenschaften der metallischen Bauteile. Zudem wird ein Abgleich der Simulationsergebnisse für das Fused Filament Fabrication mit vergleichbaren Verfahren angestrebt. Damit sollen die Potentiale und Möglichkeiten der Sinter-Simulation als effizientes, prädiktives Tool für die Entwicklung neuer Werkstoffe und Bauteilgeometrien evaluiert werden. Diese Arbeit könnte als Leitfaden und Beispiel für die Formgestaltung und Sinteroptimierung des FFF-Prozesses für industrielle Anwendungen dienen.

# **Summary**

**Fatih Gözüküçük**

## **Topic of the master thesis**

Sintering simulation and validation for the sinter-based fused filament fabrication process route

## **Keywords**

Additive manufacturing, 3D printing, debinding, FFF, filament, metal binder jetting, test specimens, simulation, sintering, shrinkage, sintering simulation, sintering test, validation

## **Abstract**

As part of this master's thesis, boundary conditions and limits of sinter simulation for sinter-based additive manufacturing are examined. For this purpose, the sintering simulation is expanded and further developed using test specimens and components made of the material SS316L. Debinding and sintering tests are carried out independently for the additively manufactured test specimens. The effects of sintering under the influence of various parameters (sintering temperature, holding time, heating rate) on the properties of the metallic components are examined. In addition, a comparison of the simulation results for fused filament fabrication with comparable processes is sought. The aim is to evaluate the potential and possibilities of sinter simulation as an efficient, predictive tool for the development of new materials and component geometries. This work could serve as a guide and example for the shape design and sinter optimization of the FFF process for industrial applications.



# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen Personen, die mich im Laufe meines Studiums unterstützt haben, meinen Dank aussprechen.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. Jens Telgkamp für die Betreuung dieser Arbeit. Das Zustandekommen dieser Arbeit basiert zu großen Teilen auf der organisatorischen Unterstützung und dem Ausräumen der entstandenen Hürden im Vorwege dieser Arbeit. Ebenfalls bedanken möchte ich mich bei Dr. Thorsten Scharowsky für die Übernahme der Zweitprüfung sowie die Unterstützung in der Theorie und Vorgehensweise. Ebenso wichtig war die Unterstützung von Herrn Christopher Tenelsen von der Firma ZAL GmbH insbesondere bei der additiven Fertigung.

Weiterhin möchte ich mich Herrn Markus Raabe und seine Arbeitskollegen bei der Firma Simufact Engineering für die Unterstützung in der Simulation bedanken.

Ein wichtiger Bestandteil bei der Durchführung dieser Arbeit war die Unterstützung bei den Sinterversuchen von Herrn Benjamin Remmers vom Institut für Produktionstechnik.

Zum Schluss möchte ich meinen Eltern für die emotionale Unterstützung von Herzen danken.

*Fatih Gözükcük*



# Aufgabenstellung

## Thema:

Sintersimulation und Validierung für die sinterbasierten Fused Filament Fabrication Prozessroute

Im Rahmen dieser Masterarbeit werden Randbedingungen und Grenzen der Sintersimulation für die sinterbasierte Additive Fertigung untersucht. Hierzu wird die Sintersimulation anhand von Probekörpern und Bauteilen aus dem Material SS316L und ~~TiAl6V4~~ ausgebaut und weiterentwickelt. Das Ergebnis der Untersuchung verschiedener Einflussparameter beim Sintern ist die Auswirkung des Sinterns auf die Eigenschaften der metallischen Bauteile. Zudem wird ein Abgleich der Simulationsergebnisse für das Fused Filament Fabrication mit vergleichbaren Verfahren angestrebt. Damit sollen die Potentiale und Möglichkeiten der Simulation als effizientes, prädiktives Tool für die Entwicklung neuer Werkstoffe und Bauteilgeometrien evaluiert werden.

Im Rahmen dieser Masterarbeit sind daher folgende Teilaufgaben zu bearbeiten:

- Versuchsplanung anhand von statistischer Versuchsplanung (DoE)
- Durchführung der Sintersimulation anhand der DoE
- Herstellung von Grünteilen
- Durchführung von Sinterversuchen
- Charakterisierung von Grünteilen und metallischen Bauteilen
- Validierung und Auswertung der Ergebnisse
- Ausarbeitung der Randbedingungen und Grenzen der Simulation



# Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis .....	III
Tabellenverzeichnis .....	VI
Abkürzungsverzeichnis .....	VII
Symbolverzeichnis .....	VIII
1. Einleitung und Motivation .....	1
1.1 Motivation .....	1
1.2 Ziele der Masterarbeit .....	2
2. Grundlagen Sintern .....	4
2.1 Sinterbasierte Prozessroute von Metallen .....	4
2.1.1 Fused Filament Fabrication Verfahren .....	5
2.1.2 Metal Binder Jetting .....	7
2.1.3 Metal Injection Moulding Verfahren .....	8
2.2 Sintertechnik .....	9
2.2.1 Entbinderungs-Prozess .....	10
2.2.2 Sinter-Prozess .....	13
2.2.3 Physikalische Vorgänge beim Sintern .....	15
3. Praktisches Vorgehen .....	20
3.1 Simulation .....	20
3.1.1 Anleitung Sintersimulation .....	20
3.1.2 Angewandter Ansatz in der Simufact Additive Software .....	21
3.1.3 Durchführung der Simulation .....	27
3.1.4 Rahmenbedingungen der Simulation .....	29
3.1.5 Eingangsgrößen aus dem AM-Prozess .....	30
3.1.6 Identifikation der wichtigsten Einflussgrößen .....	30
3.1.7 Auswahl Probengeometrie und FE-Netz .....	34
3.1.8 Design of Experiments zu Einflussgrößen .....	37
3.1.9 Erweiterte Probengeometrien .....	39
3.1.10 Setterdesign .....	42
3.1.11 FFF-Struktur Simulation .....	43
3.2 Validierung .....	43
3.2.1 Material .....	43
3.2.2 Parameterauswahl .....	45
3.2.3 Probenherstellung AM .....	45
3.2.4 Entbinderung der Proben .....	46
3.2.5 Sintern der Proben .....	47

---

3.2.6 Vermessung .....	50
4. Ergebnisse.....	52
4.1 Ergebnisse der Simulation .....	52
4.1.1 Auswertung Design of Experiments .....	52
4.1.2 Simulationsergebnisse der Proben.....	55
4.1.3 Simulationsergebnisse der FFF-Struktur .....	56
4.2 Experimente .....	59
4.2.1 Probenherstellung AM.....	59
4.2.2 Ergebnisse der Vorversuche .....	62
4.2.3 Ergebnisse der Entbinderungsversuche .....	65
4.2.4 Ergebnisse der Sinterversuchen.....	67
4.3 Messergebnisse .....	69
4.4 Vergleich der Simulation und Versuch.....	74
5. Kritische Diskussion der Forschungsergebnisse .....	81
6. Fazit und Einordnung der Ergebnisse.....	86
7. Ausblick auf weitere experimentelle Forschungsansätze.....	89
Literaturverzeichnis .....	91

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: FEM Model einer Halterung aus SS316L (Borujeni, 2022) .....	2
Abbildung 2: Bilder der sieben Exemplare der Halterung aus SS316L nach dem Sintern (Borujeni, 2022) .....	2
Abbildung 3: Metall AM Market in 2020 (Ramazani, 2021).....	4
Abbildung 4: Schema des Metall-FFF-Prozesses (Wagner, 2022) .....	6
Abbildung 5: Übersicht der Prozessschritte des Metal Binder Jettings (Fraunhofer IFAM, 2022) .....	7
Abbildung 6: Exemplarische Binder Jetting-Bauteile; a) mit Bronze infiltrierte Bauteile; b) links Grünteil, rechts gesintertes Teil; c) Bauteil aus Edelstahl 316L; d) Bauteile aus Edelstahl 420 (Andersen, 2018) .....	8
Abbildung 7: Schematischer Ablauf der vier Prozessschritte beim Metallpulverspritzguss: Herstellen des Feedstocks, Spritzgießen, Entbindern und Sintern (Burkhardt, 2013) .....	9
Abbildung 8: Schematische Darstellung des Entfernens des Binders und der gehaltenen (Krone, 2006).....	10
Abbildung 9: Schematische Darstellung des Entbinderungsprozesses mit zumindest 2-komponentigem Binder (Hauptbinder+Backbone) (Kitzmantel & Wilfinger, 2017) .....	11
Abbildung 10: (a) Chemischerentbinderungsrate für Grünteile bei verschiedenen Temperaturen (75°C, 60°C und 40 °C) und verschiedenen Füllstoffen (316L-Stahl und Strontiumferrit); (b) 17-4PH Sinterteile mit unterschiedlichem Chemischerentbinderungsgrad (Gonzalez-Gutierrez, Godec, Kukla, & Schlauf, 2017) .....	12
Abbildung 11: Über eine FFF Variante für Metallteile hergestelltes Bauteil nach erfolglosem Entbindern durch inhomogene Extraktion des Bindematerials (Kitzmantel & Wilfinger, 2017) .....	13
Abbildung 12: Beispiel thermischer Entbinderungs- und Sinterzyklus für Zugstabproben aus Ti-6Al-4V nach (Jamaludin, 2015) und (Ramazani, 2021).....	15
Abbildung 13: Schematische Darstellung der Sintermechanismen für ein System (Rahaman, 2010).....	17
Abbildung 14: Entgegenwirkende physikalische Effekte und Kreuzeffekte nach (Simufact, 2022).....	22
Abbildung 15: Übergangspunkte für Nickel, Bronze und Edelstahl 316L während des Sinterns nach (Zhang, 2005).....	23
Abbildung 16: Wärmeausdehnungskoeffizient in Abhängigkeit der Temperatur.....	24
Abbildung 17: Kornmikrostruktur von Edelstahl 316L MIM-Bauteil, gesintert für eine Stunde bei 1350°C (Castro & Oviedo, 2003) .....	25
Abbildung 18: Aktivierungsenergie für das Kornwachstum in Abhängigkeit der Temperatur.....	27
Abbildung 19: Simulationsablauf Simufact Additive .....	28
Abbildung 20: Sinterrelevante Materialeingaben in der Software .....	28
Abbildung 21: Sinterzyklus GUI (Graphical User Interface) in der Software .....	29
Abbildung 22: Enddichte Variierung in Abhängigkeit der Temperatur in der Literatur für SS316L .....	33
Abbildung 23: Enddichte Variierung in Abhängigkeit der Temperatur in der Literatur für Ti-6Al-4V .....	34

## Abbildungsverzeichnis

---

Abbildung 24: 3D-Quader-Modell für die Simulation.....	35
Abbildung 25: Relative Dichte Verteilung Schnittansicht in xz-Ebene: links mit 4 mm und rechts mit 1,5 mm Elementgröße.....	35
Abbildung 26: Konvergenzstudie für Anzahl der Schritte .....	36
Abbildung 27: Konvergenz-Monitoren für unterschiedliche Schrittweiten .....	37
Abbildung 28: Darstellung der CFF .....	38
Abbildung 29: Design of Experiments Gesamtübersicht .....	39
Abbildung 30: Prüfkörper Vorderansicht.....	39
Abbildung 31: Hohlquader, 3D-Ansicht .....	41
Abbildung 32: Demonstrationsteil: Seitenansicht, Vorderansicht, und Draufsicht des 3D-Modells .....	41
Abbildung 33: Verzerrungskompensation: links Optimierungsfenster, rechts das original (gelb) und kompensierte Modell (grau) .....	42
Abbildung 34: Ofenstütze aus Keramik: links Handyaufnahme, rechts in die Hälfte geschnittenes Ofenstütze-Modell .....	42
Abbildung 35: Vernetzung der FFF-Struktur .....	43
Abbildung 36: Schaefflerdiagramm (Berns & Teisen, 2008).....	44
Abbildung 37: Proben im Glasgefäß vor dem Vorversuch zum Entbindern, Handyaufnahme.....	46
Abbildung 38: Versuchsaufbau für chemische Entbinderung, Handyaufnahme .....	47
Abbildung 39: Begasungskasten vor dem Sintervorgang, Handyaufnahme .....	48
Abbildung 40: Geplante Sinterzyklus 1 und 2 .....	49
Abbildung 41: Proben im großen Begasungskasten vor dem ersten Sinterversuch, Handyaufnahme.....	50
Abbildung 42: Proben im großen Begasungskasten vor dem zweiten Sinterversuch, Handyaufnahme.....	50
Abbildung 43: Optimierungsergebnis des DoE.....	54
Abbildung 44: Höchste Sinterspannung für Prüfkörper im ersten Sinterzyklus, 3D-Ansicht..	55
Abbildung 45: Höchste Sinterspannung für Hohlquader im ersten Sinterzyklus, Schnittansicht .....	56
Abbildung 46: Höchste Sinterspannung für Demonstrationsteile im ersten Sinterzyklus, links D_01, rechts D_02.....	56
Abbildung 47: Von oben nach unten: maximale Hauptspannung, minimale Hauptspannung, Sinterspannung und Kontakt der FFF-Struktur, Schnittansicht .....	58
Abbildung 48: Proben für Druckparameteroptimierung: links Nummer 10, rechts Nummer 14 .....	60
Abbildung 49: Slicen des Demostrationsteils.....	61
Abbildung 50: Zeit-Temperatur Diagramm des Vorversuches .....	63
Abbildung 51: Begasungskasten direkt nach dem Sintervorgang, Handyaufnahme .....	64
Abbildung 52: 3D-Ansicht der Proben nach dem Sintern, Handyaufnahme .....	64
Abbildung 53: Zwei Quader und ein Langquader nach 9 Stunden bei 44 °C Entbinderung, Handaufnahme.....	65
Abbildung 54: Gewichtsverlust über die Zeit für Quader bei 44 °C Entbinderung .....	66
Abbildung 55: Zeitliche Betrachtung von Hohlquader (H_01) in der chemischen Entbinderung, Handyaufnahme.....	66

## Abbildungsverzeichnis

---

Abbildung 56: Quader nach 5 Stunden bei 44 °C in Aceton: links eine Stunde getempert, rechts nicht getempert, Handyaufnahme.....	67
Abbildung 57: Proben im großen Begasungskasten nach dem ersten Sinterversuch, Handyaufnahme.....	68
Abbildung 58: Proben im großen Begasungskasten nach dem zweiten Sinterversuch, Handyaufnahme.....	68
Abbildung 59: H_04 links und P_10 rechts nach dem zweiten Versuch, Handyaufnahme.....	68
Abbildung 60: Temperaturverläufe des ersten und zweiten Versuches über die Zeit.....	69
Abbildung 61: Vergleich der horizontal gelegenen Spalten des Sinterteil P_06 .....	70
Abbildung 62: Vergleich der Durchmesser der Kreise .....	71
Abbildung 63: Mikroskopaufnahmen Infillmuster: von oben nach unten P_06 - P_10; von links nach rechts 25 %, 50, 75 % Infill .....	72
Abbildung 64: Mikroskopaufnahmen der Kreise, Kugel und ein Teil der horizontalen Spalte: von oben nach unten P_06 - P_10 .....	73
Abbildung 65: Oberflächenabweichung (SOLL / IST Vergleich) zwischen Sinterteil und Simulation a-) Q_18, b-) H_02, c-) D_01, d-) D_02 aus dem ersten Sinterzyklus und e-) H_04, f-) H_05 aus dem zweiten Sinterzyklus.....	75
Abbildung 66: Oberflächenabweichung (SOLL / IST Vergleich) zwischen Sinterteil und Simulation: oben P_06 unten P_07 aus dem ersten Sinterzyklus.....	76
Abbildung 67.: Oberflächenabweichung (SOLL / IST Vergleich) zwischen Sinterteil und Simulation: oben P_08, mittig P_09 und unten P_10 aus dem zweiten Sinterzyklus.....	77
Abbildung 68: Vergleich der Schrumpfung zwischen Versuch und Simulation in Abhängigkeit der Raumrichtung (x, y, z) an den Probekörpern aus dem ersten Sinterzyklus.....	78
Abbildung 69: Vergleich der Schrumpfung zwischen Versuch und Simulation in Abhängigkeit der Raumrichtung (x, y, z) an den Probekörpern aus dem zweiten Sinterzyklus.....	79
Abbildung 70: Vergleich der Enddichte zwischen Versuch und Simulation für Sinterzyklus 1 und 2 .....	80

### Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Untersuchung nach maximale Enddichte .....	30
Tabelle 2: Literaturrecherche zu den Einflussgrößen.....	32
Tabelle 3: Elementgröße-Untersuchung des Quader-Modells .....	35
Tabelle 4: Untersuchung nach Feststellung der Anzahl der Schritte.....	36
Tabelle 5: Features, ihre Ziele, Erwartungen und Messmethoden .....	40
Tabelle 6: Chemische Analyse des Metallpulvers.....	44
Tabelle 7: Materialkennwerte SS316L .....	45
Tabelle 8: In der Simulation verwendete Materialparameter für SS316L.....	45
Tabelle 9: Sinterzyklus für Vorversuch.....	48
Tabelle 10: Design of Experiments Eingaben .....	52
Tabelle 11: Regression Tabelle für Schrumpfung in x,y.....	53
Tabelle 12: Sinterparameter der ursprünglich geplante Sinterzyklen .....	54
Tabelle 13: DoE Vorhersage für Schrumpfung und Enddichte.....	55
Tabelle 14: FFF-Struktur Simulationsergebnisse .....	57
Tabelle 15: Der erste Optimierungsvorgang .....	59
Tabelle 16: Der zweite Optimierungsvorgang.....	60
Tabelle 17: Filament- und Grünteil-Eigenschaften Vergleich .....	60
Tabelle 18: Messergebnisse der Spalten.....	70
Tabelle 19: Messergebnisse der Überhangswinkel, Infill- und Zackenmuster .....	71
Tabelle 20: Messergebnisse der Kreise und Kugel .....	71
Tabelle 21: Versuch- und Simulationsergebnisse der Proben.....	78

## Abkürzungsverzeichnis

AM	Additive Fertigung
A/V-Verhältnis	Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnis
CCF	Central Composite Response Surface Method
CFD	Computational Fluid Dynamics
D	Demonstrationsteil
DMLS	Direct Metall-Lasersintern
DED	Direct Energy Deposition
DoE	Design of Experiments
EAM	Extrusionsbasiertes Additive Manufacturing
FDM	Fused Deposition Modeling
FE	Finite Elemente
FEM	Finite-Elemente-Methode
FFF	Fused Filament Fabrication
FFFm	Fused Filament Fabrication of Metals
GUI	Graphical User Interface
H	Hohlquader
LDPE	Polyethylen niedriger Dichte
LMM	Lithography-based Metal Manufacturing
MBJ	Metal Binder Jetting
MIM	Metallspritzguss
SDV	Solution-dependent state variable
SLM	Selektives Laserschmelzen
SLS	Selektives Lasersintern
STEP	Standard for the Exchange of Product Data
STL	Standard Tessellation Language
P	Prüfkörper
PEG	Polyethylenglykol
PP	Polypropylen
Q	Quader
Ti-6-Al-4V	Titanlegierung mit 6 % Al und 4 % Vanadium
TPE	Thermoplastisches Elastomer
x	waagerechte Achse einer zwei- oder dreidimensionalen Darstellung
y	senkrechte Achse einer zwei- oder dreidimensionalen Darstellung
z	längs zur Blickrichtung gelegene, waagerechte Achse

## Symbolverzeichnis

### Griechische Symbole

$\gamma_{lv}$	$\text{Nm}^{-2}$	Spannung in der Flüssigkeits-Dampf-Grenzfläche
$\gamma_s$	$\text{Jm}^{-2}$	Oberflächenspannungsenergie
$\delta_{ij}$	-	Kronecker-Delta
$\delta_L$	m	Dicke
$\dot{\epsilon}_e$	-	Elastische Dehnung
$\dot{\epsilon}_{th}$	-	Thermische Dehnung
$\dot{\epsilon}_{vp}$	-	Viskoplastische Dehnung
$\eta_0$	-	Präexponentialmaterialkonstante
$\eta$	$\text{m}^2\text{s}^{-1}$	Scheinbare Viskosität
$\eta_b$	$\text{m}^2\text{s}^{-1}$	Volumenviskosität
$\eta_s$	$\text{m}^2\text{s}^{-1}$	Scherviskosität
$\theta$	-	Porosität
$\mu$	-	Gleitreibungskoeffizient
$\rho$	$\text{kgm}^{-3}$	Dichte
$\Sigma_{ij}$	$\text{Nm}^{-2}$	deviatorische Komponenten der makroskopischen Spannung
$\Sigma_m$	$\text{Nm}^{-2}$	hydrostatische Komponenten der makroskopischen Spannung
$\sigma_m$	$\text{Nm}^{-2}$	Mittlere oder hydrostatische Spannung
$\sigma_s$	$\text{Nm}^{-2}$	Sinterspannung
$\sigma'$	$\text{Nm}^{-2}$	Inkrementelle Spannung

### Lateinische Symbole

A	-	Korngrößenkonstante
$C_e$	-	Elastische Nachgiebigkeitsmatrix
$C_0$	-	Konzentration des gelösten Stoffes über einer flachen Oberfläche
$D_L$	-	Diffusionskoeffizient der gelösten Atome in der Flüssigkeit
$\dot{E}_{ij}$	$\text{s}^{-1}$	Makroskopische Dehnungsrate
G	m	Durchschnittliche Korngröße
k	-	die Boltzmann-Konstante
$k_1$	-	Geometrische Faktor
$Q_G$	$\text{Jm}^{-2}$	Aktivierungsenergie für das Kornwachstum
$Q_v$	$\text{Jm}^{-2}$	Aktivierungsenergie
R	$\text{JmolK}^{-1}$	Universelle Gaskonstante
T	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur

# 1. Einleitung und Motivation

Die additive Fertigung (AM) bietet ein großes Potenzial für die einfache und direkte Herstellung komplexer und funktionaler Bauteile aus Polymeren und Metallen. Bauteildesigns, die die Möglichkeiten der AM ausschöpfen, weisen in vielen Fällen eine höhere technische Leistung oder Funktionalität im Vergleich zu Bauteilen auf, die mit herkömmlichen Verfahren hergestellt werden.

## 1.1 Motivation

Fused Filament Fabrication (FFF, FFFm oder Metall-FFF)-Verfahren zählt zu den sinterbasierten additive Fertigungsverfahren, die im Vergleich zu anderen Additive Fertigungsverfahren günstiger und unkomplizierter, und daher in ihrer Anwendung zum Druck zahlreicher Metalle weit verbreitet sind.

Eine dieser hochqualitativen Verarbeitungstechniken ist die sinterbasierte additive Fertigung. Bei der Herstellung von Metallbauteilen mittels der sinterbasierten additiven Fertigung bringt der Sinterprozess die größten Herausforderungen mit sich. Der filamentbasierte Materialextrusionsprozess von Metallen lässt sich auf drei abhängige Prozessschritte zurückführen. Im ersten Schritt werden Bauteile aus üblicherweise Filament-Feedstock gedruckt, das aus dem Metallpulver in einer Polymermatrix besteht und als Grünteil genannt wird. Im zweiten Schritt wird die Polymermatrix des gedruckten Grünteils chemisch und/oder thermisch entbunden. Das entstandene Produkt dieses Prozessschrittes wird als Brauteil genannt. Im letzten Prozessschritt muss das Brauteil gesintert werden. Beim thermischen Entbindern wird dabei sowohl für thermische Entbinderung als auch für Sintern üblicherweise der gleiche Sinterofen verwendet.

Für die erfolgreiche Herstellung eines Bauteils ist es jedoch entscheidend, die Faktoren zu identifizieren, die die einzelnen Prozessschritte beeinflussen. Insbesondere der Sinterprozess hat einen großen Einfluss auf das gefertigte Bauteil, wobei eine Vielzahl von Einflussfaktoren wichtige Rolle spielen. Beim Sintern zählen dazu unter anderem die Materialeigenschaften, Sinterofen-Einstellungen und die auftretende Kräfte wie Schwerkraft und Reibung. Aufgrund der Vielzahl und Komplexität dieser Einflussfaktoren ist es anspruchsvoll, vorherzusagen, wie sich das Bauteil im Sinterprozess verhalten wird.

Doch der Sinterprozess bringt Herausforderungen mit sich, die bei der Simulation betrachtet werden müssen. Vor allem führt der Prozess zur anisotropen Schrumpfung wegen auftretender Effekte wie Gravitation und Reibung. Auch können die Inhomogenitäten und unregelmäßige Massenverteilung insbesondere komplexer Bauteile unterschiedliche lokale Verformungen verursachen. Es können geradezu Risse entstehen. Sowie die allgemein geringe Anzahl von Erfahrungswerten mit der Sinter- Simulation für Metall-FFF sind Gründe, weshalb das Sintern trotz seiner oben genannten Vorzüge bislang selten im Metall-FFF eingesetzt wird.

Experimentell untersucht wurden die Herausforderungen des Sinter-Prozesses beispielsweise von Borujeni et. al (Borujeni, 2022) anhand des FEM (Finite-Elemente-Methode)-Modells eines Halters (siehe Abbildung 1).

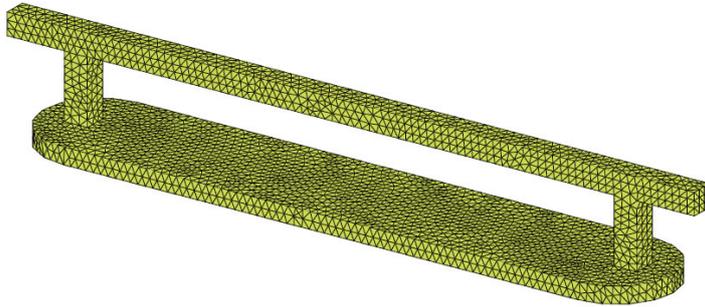


Abbildung 1: FEM Model einer Halterung aus SS316L (Borujeni, 2022)

Die Ergebnisse von Borujeni et. al (Borujeni, 2022) zeigten, dass nicht nur die Geometrie, sondern auch eine inhomogene Dichteverteilung Einfluss auf das Sintern haben kann. Die experimentellen Untersuchungen wurden an insgesamt sieben Proben für die Geometrie durchgeführt, die alle in der gleichen Ausrichtung gebaut wurden, als Maß für die Prozessvariabilität und Wiederholbarkeit. Abbildung 2 zeigt die Bilder der sieben Proben nach dem Sintern für die analysierten Geometrie.



Abbildung 2: Bilder der sieben Exemplare der Halterung aus SS316L nach dem Sintern (Borujeni, 2022)

Der maximale Dimensionsunterschied zwischen den Proben wird im oberen Abschnitt des Quaders beobachtet, wo die Überhangbereiche vorhanden sind. Es ist ersichtlich, dass von den sieben zum Sintern verwendeten Proben des Bracket-Modells vier Proben während des Sinterns durch Rissbildung beschädigt wurden. Der Vergleich der sieben Proben zeigt, wie der gesinterte Teil trotz gleicher Einstellungen unterschiedliche Qualitätsergebnisse durch unvorhergesehene Rissbildung liefern kann.

### 1.2 Ziele der Masterarbeit

Die sinterbasierte additive Fertigung ist ein innovatives und vielversprechendes Verfahren. Eine der größten Herausforderungen stellt dabei das Sintern dar. Hierfür müssen die Bauteile speziell konstruiert und hergestellt werden. Dies erfolgt oft erfahrungsbasiert oder empirisch ermittelt. Um dies zu systematisieren, den Ausschuss zu verringern und den Prozess besser zu

verstehen, ist die Simulation hilfreich. Diese wird gerade erst für das Metal Binder Jetting Verfahren entwickelt. Im Rahmen der Arbeit soll untersucht werden ....

Damit das Sinter-Verfahren flächendeckender eingesetzt werden kann, benötigt es Kontrollstrategien, die es für den Anwender ermöglicht, Verformungen und mechanische Eigenschaften der Bauteile unter den gegebenen Parametern vorherzusagen und somit unerwartete Ergebnisse zu vermeiden. Um die Anzahl kostspieliger Trial-and-Error-Experimente zu reduzieren, bieten dabei vor allem numerische Software-Simulationen eine wertvolle Lösung. Ein Ziel der Masterarbeit ist es, mittels solcher Simulationen Kontrollstrategien für die Parameter Komponentendesign, Orientierung des Bauteils, Stützen/Setter Verwendung und Kompensation zu auffassen, anhand derer die Maße der Verformung des Bauteils bestimmt werden kann.

Zusätzlich zu experimentellen Versuchen wird die bereits existierende Software im verwandten Verfahren benutzt, um mögliche Effekte wie die anisotrope Schrumpfung, Dichteschwankung unter dem Einfluss der Gravitation, Oberflächenreibung, Spannung und Dehnung des Bauteils zu simulieren und somit weitere Daten für die Entwicklung entsprechender Kontrollstrategien zu liefern.

Die Masterarbeit dient also dazu, das fachliche Verständnis des metallischen Sinterprozesses zu vertiefen und die Software für Metall-FFF zu anwenden und die Zusammenhänge und Unterschiede zu beurteilen.

## 2. Grundlagen Sintern

Der Begriff der additiven Fertigung bezieht sich auf den Prozess des Zusammenfügens von Materialien zur Herstellung von Bauteilen mit Hilfe von 3D-Modelldaten. Im Gegensatz zu subtraktiven und formativen Fertigungsverfahren erfolgt die Herstellung somit schichtweise. Durch die AM kann man somit geometrisch komplizierte Bauteile in kurzer Zeit ohne Materialverschwendung herstellen.

### 2.1 Sinterbasierte Prozessroute von Metallen

Metalle sind eines der am häufigsten verwendeten Materialien in der AM. Daher wird die Metall-AM-Technologie schon seit über drei Jahrzehnten untersucht. Pulverbettsschmelzen (einschließlich Laser powder bed fusion (L-PBF), selektives Lasersintern (SLS), Direct Metall-Lasersintern (DMLS)), Direct Energy Deposition (DED) und Binder Jetting sind die am häufigsten verwendeten Metall-AM-Techniken. Diese Technologien sind in Abbildung 3 nach ihrem Materialumsatz dargestellt.

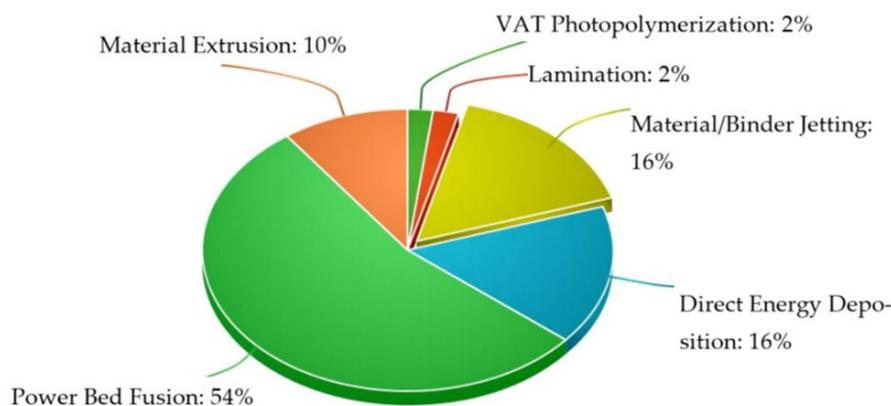


Abbildung 3: Metall AM Market in 2020 (Ramazani, 2021)

L-PBF ist eine etablierte Methode für die Fertigung von Bauteilen für industrielle Anwendungen, jedoch mit einem erheblichen apparativen Aufwand verbunden. Extrusionsbasiertes Additive Manufacturing (EAM), „der Prozess der selektiven Abgabe von Material durch eine Düse oder Öffnung“, stellt daher eine alternative Produktionstechnik dar, die oftmals kostengünstiger und in der Durchführung einfacher ist und es darüber hinaus ermöglicht, komplizierte geometrische Komponenten herzustellen. Thermoplaste, kurze Fasern verstärkte Thermoplaste, Metalle, technische Keramiken, Cermets und Hartmetalle, Hybridmaterialien mit vergleichbaren Schmelztemperaturen und verstärkte Verbundwerkstoffe wie Metall-Polymer-Verbunde können alle durch EAM-Verfahren hergestellt werden. Bei EAM-Prozessen gibt es grundsätzlich keine Verschwendung von Rohstoffen, und eignen sich daher am besten zum Drucken von Materialkombinationen mit homogener Mikrostruktur. Die Herstellung von Teilen mit akzeptablen Eigenschaften, insbesondere von Metallteilen, bleibt jedoch auch bei dieser Technik eine erhebliche Herausforderung (Ramazani, 2021).

Metall-FFF weist in verschiedener Hinsicht zahlreiche Ähnlichkeiten zu Binder Jetting und MIM auf. Daher wird empfohlen, die technischen Daten und Standards von Binder Jetting und MIM für Metall-FFF zu verwenden, wie z.B. Informationen für Bindemittel und Pulver. Dennoch unterscheiden sich die beiden Verfahrenstechniken beispielsweise in der Menge des Binders, die in der Metall-FFF-Technologie höher als in der MIM-Technologie ist, um die Bedruckbarkeit zu verbessern. Darüber hinaus senkt die Herstellung von MIM-Grünteilen unter Verwendung von Metall-FFF- oder Binder Jetting-Techniken die Kosten für die Einzel- und Kleinserienfertigung.

Weiterhin gibt es eine große Zahl an weiteren sinterbasierten Verfahren, die die gleiche Prozessroute teilen, jedoch noch nicht in gleichem Maß etabliert sind. Dazu zählen das Cold Metal Fusion, Mould Jet und Lithography-based Metal Manufacturing (LMM).

### 2.1.1 Fused Filament Fabrication Verfahren

Die additive Fertigung durch Extrusion von Filament oder Granulat, das in einer Polymermatrix oder einem Bindemittel dispergiert ist, birgt ein enormes Potenzial, die Herstellung metallischer Konstruktionen zu revolutionieren.

Metall-FFF ist eine schnell wachsende Technologie, die auf der Extrusion von Ausgangsmaterialien basiert, die aus Metallpulver und einem bzw. mehreren polymeren Bindemittel bestehen. Der Formgebungsschritt ist identisch mit dem weit verbreiteten Fused Filament Fabrication (FFF), auch bekannt als Fused Deposition Modeling (FDM) 3D-Druckverfahren. FDM ist eine geschützte Marke der Firma Stratasys GmbH. Die Nachbearbeitung ist dem etablierten Pulverspritzguss sehr ähnlich. Die Herstellung metallischer und keramischer Teile durch Filamentextrusion wurde Mitte der 90er Jahre von Safari, Danforth und Kollegen an der Rutgers Universität eingeführt. In den letzten Jahren stieg das Interesse von Wissenschaft und Industrie an der Technologie aufgrund von Verbesserungen bei FFF-Druckern und dem Ablauf von Patenten (Wagner, 2022).

FFF-Verfahren bietet viele Freiheiten, die Materialgeometrie und -chemie lokal zu steuern und Material einzusparen, wodurch Kosten und Abfall reduziert und eine große Auswahl an Materialien verwendet werden können. Extrusionsbasierte Ansätze erfordern außerdem oft weniger teure Ausrüstung und minimieren das Risiko einer offenen Pulverhandhabung. Der Metall-FFF-Prozess ist in Abbildung 4 schematisch dargestellt.

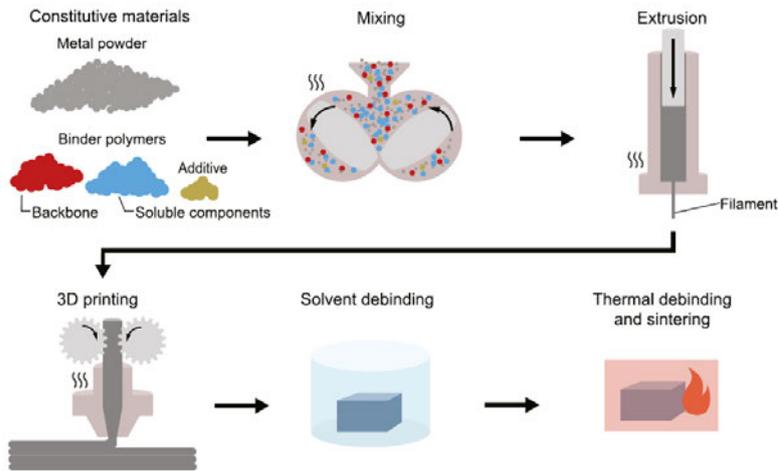


Abbildung 4: Schema des Metall-FFF-Prozesses (Wagner, 2022)

Zunächst wird Metallpulver mit thermoplastischen Binderpolymeren und Additiven zu einem Feedstock vermischt. Aus dem Ausgangsmaterial werden Filamente extrudiert, die für den 3D-Druck auf kommerziellen FFF-Maschinen verwendet werden können. Während des Druckens schmilzt das thermoplastische Bindemittel und ermöglicht die Formgebung der teilchenförmigen Mischung. Anschließend wird der bedruckte Grünkörper einem Entbinderungsverfahren unterzogen. Je nach Bindemittelsystem wird entweder ein einzelner thermischer Entbinderungsprozess oder eine Kombination aus chemischer Entbinderung und thermischer Behandlung angewendet. Bei einem zweistufigen Entbinderungsprozess enthält das Bindemittelsystem eine Hauptkomponente und ein Rückgrat. Ersteres wird durch Auflösung oder durch katalytische Depolymerisation entfernt und letzteres wird in einem Ofen thermisch zersetzt. Die Auflösung basiert darauf, dass die anfängliche Bindemittelentfernung ein Netzwerk offener Poren entstehen lässt. Durch diese Poren können später die gasförmigen thermischen Zersetzungsspezies des Rückgrats entweichen und Defekte können vermieden werden. Während des Sinterns bei hohen Temperaturen verschmelzen die Pulverpartikel aufgrund verschiedener Diffusionsmechanismen miteinander, wodurch die Gesamtoberfläche des Bauteils schrumpft und dichte metallische Strukturen entstehen. Im Allgemeinen sind Pulverbeladungen zwischen 50 und 60 Vol.-% erforderlich, um hohe Sinterdichten zu erreichen (Wagner, 2022).

Das Bindemittelsystem muss sehr sorgfältig erstellt werden, um den vielfältigen Komplikationen vorzubeugen, die beim 3D-Druckprozess mit hochbeladenen Filamenten in den Druck-, chemischen- und thermischen Entbinderungsprozessen von Metall-FFF auftreten können.

Die Herausforderung liegt vor allem in den rheologischen Eigenschaften des Metalls. Durch die hohe Feststoffbeladung steigt die Viskosität um Größenordnungen an und es ist ein Fließspannungsverhalten zu beobachten. Daher müssen große Spannungen auf das Material ausgeübt werden, um einen Fluss durch die Druckerdüse zu induzieren. Dies kann zum Knicken des Filaments unter der hohen Druckbelastung oder zum Abrieb des Filaments an den Kontaktstellen mit den Extruderzahnradern führen. Die durch die Extruderzahnradern eingebrachten Spannungen führen zu einem lokalen Nachgeben des Filaments und des

abzuscherenden Materials. Um derartige Druckfehler also zu verhindern, muss das Bindemittel den Filamenten ausreichende Festigkeit und Steifheit verleihen. Gleichzeitig müssen die Filamente ausreichend flexibel sein, um ein bruchfreies Handhaben und Aufspulen zu ermöglichen. Außerdem muss die Binderviskosität bei der gegebenen Drucktemperatur so hoch sein, dass das Bauteil einem geringen Druck auf das Filament standhält.

### 2.1.2 Metal Binder Jetting

Ein zweites, sinterbasiertes additives Fertigungsverfahren ist das Metal Binder Jetting. Beim Metal Binder Jetting wird das Bauteil aus einem Pulver schichtweise aufgebaut, indem lokal ein flüssiges Medium eingedruckt wird, welches den Zusammenhalt der Pulverpartikel bewirkt. Die Prozessschritte sind in Abbildung 5 zu sehen. Als erstes wird eine Pulverschicht aufgezo-gen, in die ein organischer Binder selektiv mit einem Inkjet-Druckkopf eingespritzt wird. Anschließend wird der Binder durch eine Wärmelampe getrocknet. Die beiden beschriebenen Prozessschritte werden wiederholt, bis die gewünschten Geometrien aufgebaut sind. Nach dem Aushärten des Binders wird das entstandene Grünteil vom losen Metallpulver befreit und anschließend in einem Ofen entbindert, wobei sich der Binder thermisch zersetzt und sintert. Dabei wird das Bauteil verdichtet und schrumpft auf das Endmaß (Fraunhofer IFAM, 2022).

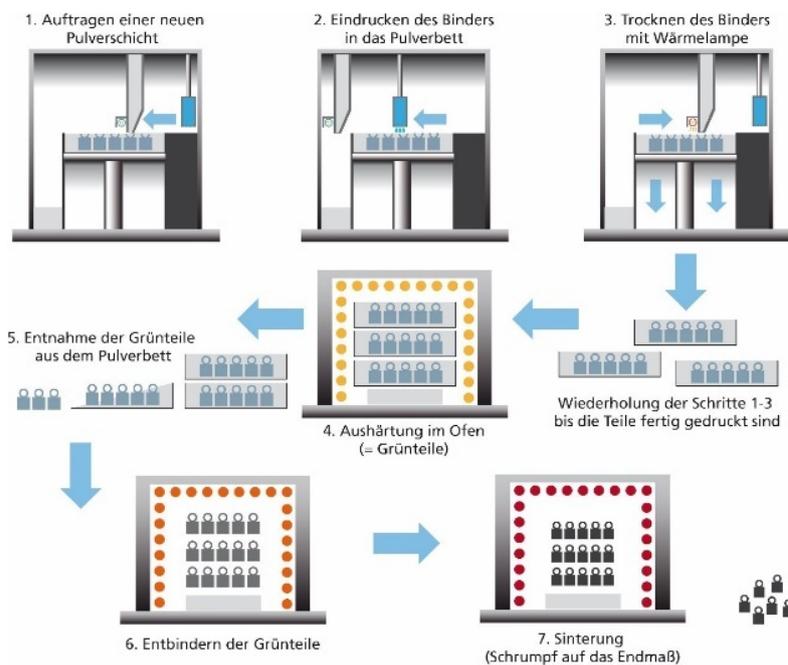


Abbildung 5: Übersicht der Prozessschritte des Metal Binder Jettings (Fraunhofer IFAM, 2022)

Als Pulver können im Metal Binder Jetting nahezu alle sinterfähigen Pulver eingesetzt werden. Typische, auf kommerziellen Anlagen verarbeitbare Werkstoffe sind insbesondere Edelstähle (316L, 420, 17-4 PH) und Titanlegierungen wie Ti-6Al-4V (Titanlegierung mit 6 % Al und 4 % Vanadium). Die eingesetzten Pulver können je nach Prozessroute eher grob (ca.  $< 60 \mu\text{m}$ ) oder etwas feiner (ca.  $< 30 \mu\text{m}$ ) sein. Gröberes Pulver werden eher für Bauteile eingesetzt, die nicht

dicht gesintert werden müssen und ggf. infiltriert werden, wohingegen feinere Pulver für Bauteile genutzt werden, die eine möglichst hohe Dichte nach dem Sintern erreichen sollen. Die Dichte ist bei Edelstahl je nach Hersteller mit mehr als 96 % angegeben. Am Fraunhofer IFAM werden laut eigener Angaben mit Edelstahl 316L mittlerweile sogar relative Dichten von mehr als 99,5 % erreicht (Andersen, 2018). Einige exemplarische Binder Jetting-Bauteile sind in Abbildung 6 zu sehen.

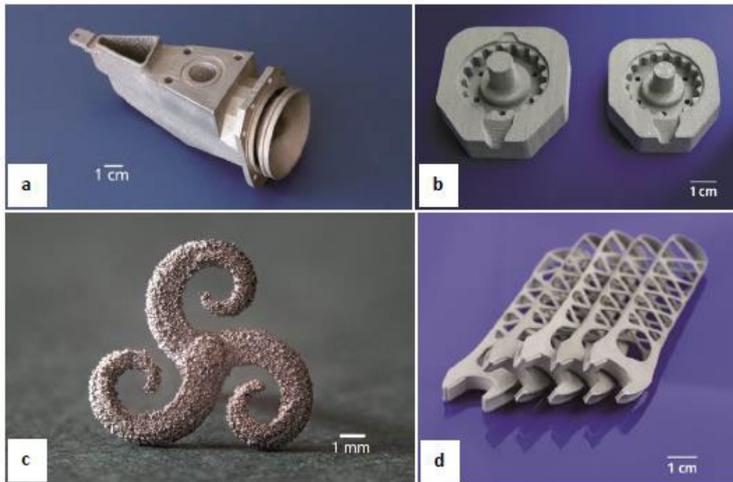


Abbildung 6: Exemplarische Binder Jetting-Bauteile; a) mit Bronze infiltriertes Bauteil; b) links Grünteil, rechts gesintertes Teil; c) Bauteil aus Edelstahl 316L; d) Bauteile aus Edelstahl 420 (Andersen, 2018)

Die darstellbaren Geometrien benötigen im Gegensatz zu FFF-Verfahren keine Stützstrukturen und können zunächst beliebige Aufbauwinkel oder Deckstrukturen enthalten, da bereits das Pulverbett selbst während des Drucks stützend wirkt. Die erzielbaren Genauigkeiten sind richtungsabhängig, da sie in x- (waagerechte Achse einer zwei- oder dreidimensionalen Darstellung) und y (die senkrechte Achse einer zwei- oder dreidimensionalen Darstellung)-Richtung von der Auflösung des Druckkopfes und in z (längs zur Blickrichtung gelegene, horizontale Achse)-Richtung von der einstellbaren Schichtdicke abhängen.

### 2.1.3 Metal Injection Moulding Verfahren

Das MIM Verfahren stellt eine Unterform des Spritzgusses dar. Der Metallpulverspritzguss als ein wirtschaftliches Produktionsverfahren für Großserienprodukte eignet sich besonders zur Herstellung kleinerer bis mittelgroße Bauteile mit einem durchschnittlichen Gewicht von 0,1 g bis circa 150 g. Dabei sind die Anwendungen von MIM-Bauteilen sehr vielseitig und reichen vom Automobilsektor über Medizintechnik, Maschinenbau, Feinmechanik, Elektronik und Schmuckherstellung bis hin zur Luft- und Raumfahrt (Mikroproduktion Ausgabe, 05/18).

Die Idee, die sehr große Gestaltungsfreiheit des Kunststoffspritzgießens auch für keramische und metallische Werkstoffe zu nutzen, welche sich häufig nur schwierig und aufwendig nachbearbeiten lassen, war die Geburtsstunde des Pulverspritzgießens. Mittels des Metallpulverspritzgießens lassen sich komplexe Bauteile in Großserien wirtschaftlich und detailgenau herstellen. Das Verfahren ist ressourcenschonend und eignet sich insbesondere für

eine Werkstoffe, bei denen eine komplexe Bauteilgeometrie und schwere Bearbeitbarkeit aufeinandertreffen.

Der MIM-Prozess von einem feinen Metallpulver über einen spritzgießfähigen Feedstock bis zum dichten, vollständig metallischen Sinterteil besteht aus vier Fertigungsschritten, die in Abbildung 7 dargestellt sind.

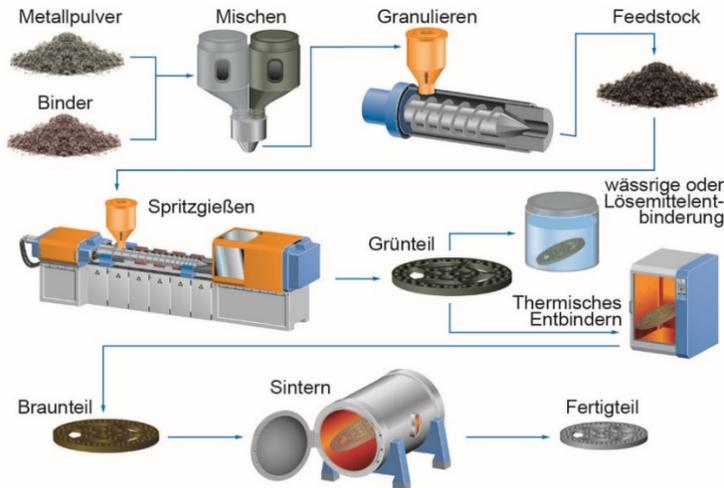


Abbildung 7: Schematischer Ablauf der vier Prozessschritte beim Metallpulverspritzguss: Herstellen des Feedstocks, Spritzgießen, Entbindern und Sintern (Burkhardt, 2013)

Für die Feedstockherstellung wird mit Hilfe von geeigneten Mixern ein feines, metallisches Pulver mit schmelzflüssigen, organischen Binderkomponenten vermischt und die Masse anschließend granuliert. Daraufhin kann dieses Granulat, der sogenannte Feedstock, in herkömmlichen Spritzgussmaschinen verarbeitet werden. Im zweiten Schritt, dem Spritzgießen, wird das Material aufgeschmolzen und unter hohem Druck in eine temperierte Kavität eingespritzt. Im dritten Schritt werden die organischen Binderbestandteile des Bauteils in geeigneten Entbinderungsöfen in einem zweistufigen Prozess (chemisches- und/oder thermisches-Entbindern) vollständig entfernt. Der abschließende Schritt, das Sintern, überführt die filigranen, porösen Bräunlinge in dichte metallische Bauteile. Temperaturen von 60 % bis 80 % der Schmelztemperatur der jeweiligen Legierung führen zu einer Verdichtung der Formkörper, welche durch die freie Oberflächenenergie des porösen Bräunlings getrieben wird. In diesem Schritt schrumpft das Bauteil um bis zu 20 % im Vergleich zum Grünling. Die so im MIM-Verfahren hergestellten Sinterterteile weisen in der Regel eine Dichte von mehr als 96 % auf (Burkhardt, 2013). Daher erreichen sie eine vergleichsweise Enddichte auf, wie es bei Binder Jetting und FFF-Verfahren ist. Der einzige große Unterschied zum FFF-Verfahren ist, dass das Feedstock spritzgegossen wird.

### 2.2 Sintertechnik

Nachdem aus Metallpulver und Bindermittel Bauteile hergestellt werden, müssen die Bauteile entbindert und in den sogenannten Sinteröfen gesintert werden, um eine Endfestigkeit zu

Anwendungen in der Industrie zu schaffen. Dieser Prozess beinhaltet Vorgänge wie Entfernung des Bindermittels, Kornwachstum, Diffusionsprozesse, Kontaktherstellung, Verdichtung und nicht zuletzt Reduzierung äußerer und innerer Oberflächen. Deshalb soll dieser Prozess genau untersucht und die Zusammenhänge geklärt werden.

### 2.2.1 Entbinderungs-Prozess

Vor dem Sintern muss das polymere Bindemittel entfernt werden, ohne dass sich die Partikel relativ zueinander bewegen, das heißt, ohne das Grünteil zu beschädigen, da Kohlenstoffreste den Sinterprozess stören und die Qualität des Endprodukts negativ beeinflussen können. Dieser Prozess wird allgemein als Entbinderung bezeichnet.

Die Entbinderung ist einer der kritischsten Schritte, da durch unzureichendes Entbindern Defekte erzeugt werden können, zu denen beispielsweise Blasenbildung, Oberflächenrisse und große innere Hohlräume gehören. Es gibt drei Hauptentbinderungstechniken: thermische, chemische- und katalytische Methoden (Gonzalez-Gutierrez, Stingari, & Emri, In Some Critical Issues for Injection Molding;, 2012).

Die Entbinderung hängt somit direkt vom Bindersystem ab. Hierbei werden im Regelfall mindestens zwei Komponenten eingesetzt, die nacheinander entfernt werden, sodass die Partikel schlussendlich hauptsächlich durch die Kapillarwirkung und die Partikelreibung in ihrer Form gefestigt und stabilisiert werden und das Risiko auf Transportdefekte gemindert wird. Die Hauptbindemittelkomponente umfasst alle Partikel und das Backbone-Polymer. Typischerweise besteht das Metallfilament aus drei verschiedenen Komponenten: einem Hauptbindemittel z. B. POM, Wachsparaffin, thermoplastisches Elastomer (TPE) oder Polyethylenglykol (PEG), einem Rückgratbindemittel wie Polypropylen (PP), Polyethylen niedriger Dichte (LDPE) oder gefropftes Polyolefin, und in einigen Fällen auch Additive wie Stearinsäure, die am häufigsten verwendet werden (Galantucci et al., 2021).

Während die ersten Komponenten durch Herauslösen entfernt werden und so eine offene Porosität erzeugen, können die übrigen Komponenten, auch „Backbone“-Komponenten genannt, über eine Wärmebehandlung ausgebrannt (ausgedampft) werden (Krone, 2006). Eine schematische Darstellung dafür wird in Abbildung 8 dargestellt.

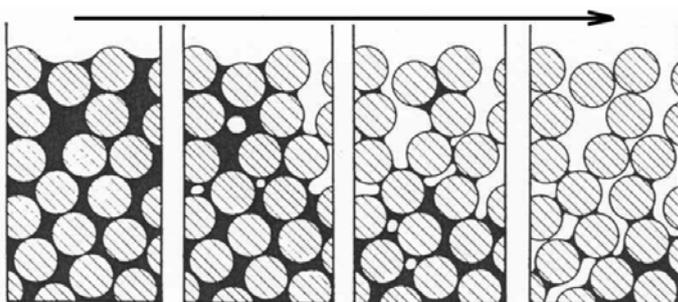


Abbildung 8: Schematische Darstellung des Entfernens des Binders und der gehaltenen (Krone, 2006)

Abbildung 9 zeigt eine schematische Darstellung der Entbinderung bei einem 2-komponentigem Bindersystem.

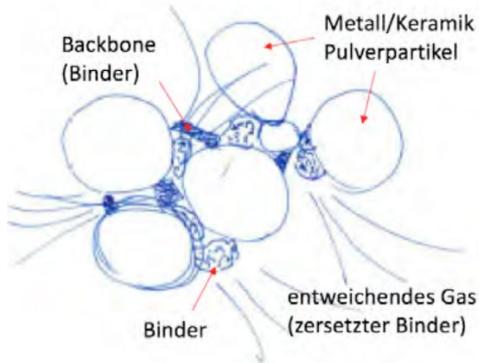


Abbildung 9: Schematische Darstellung des Entbinderungsprozesses mit zumindest 2-komponentigem Binder (Hauptbinder+Backbone) (Kitzmantel & Wilfinger, 2017)

Der gebräuchlichste Weg, den Binder von den gedruckten Teilen zu entfernen, besteht darin, den Binder zu erhitzen, und wird als „thermische Entbinderung“ bezeichnet. Ziel ist es, das Bauteil zu erhitzen, sodass der Binder schmilzt und aus dem fließenden Teil und/oder der Binder abgebaut wird und aus dem geformten Teil diffundiert. Die thermische Entbinderung soll ohne Einbringung von Defekten wie Blasen oder Verunreinigungen durch Restbinderpolymer erfolgen. Die zur thermischen Entbinderung notwendige Temperatur hängt von der Rezeptur des verwendeten Bindemittels ab. Onagoruwa et. al (Onagoruwa, Bose, & Bandyopadhyay, 2001) verwendeten für ihre Untersuchungen ein Bindersystem aus PP / Elastomer / Klebrigmacher / Wachs und sie erhitzen ihre Formteile in einem Beut aus Aluminiumoxidpulver. Bei Temperaturen von unter 200 °C schmolzen einige der Bindemittelkomponenten und wurden durch Kapillarwirkung entfernt. Bei Temperaturen von über 200 °C wurde das restliche Bindemittel schließlich eingedampft und thermisch zersetzt.

Während der thermischen Restentbinderung wird der noch im gedruckten und entbinderten Bauteil befindliche Restbinder pyrolysiert. Die Zersetzung und Schutzgas, im vorliegenden Fall unter Wasserstoff, läuft in mindestens zwei Stufen ab, wobei diese in etwa den sogenannten Plateautemperaturen entsprechen. Bei diesen Temperaturen entweicht ein deutlich größerer Anteil an zersetzten Binderresten als bei den Temperaturen, die zwischen den Plateaus liegen. Um dem Restbinderbruchstücken genügend Zeit zu geben aus dem Bauteil zu permeieren, werden bei den Plateautemperaturen Haltezeiten eingefügt.

Eine andere Möglichkeit, das Bindersystem zu entfernen, besteht darin, zuerst einen chemischen Extraktionsschritt in einer speziellen chemische Entbinderungseinheit durchzuführen. Im Anschluss daran muss ein thermischen Entbinderungsschritt in demselben Ofen, in dem das Sintern stattfindet, erfolgen.

Der Ansatz der chemischen Entbinderung wurde anhand von einem Bindemittel untersucht, das aus einem in Cyclohexan löslichen thermoplastischen Elastomer (TPE) und einem Polyolefin als unlöslicher Komponente bestand (Gonzalez-Gutierrez, Godec, Kukla, & Schlauf, 2017). Die chemische Extraktionsrate ist ein Auflösungs- und Diffusionsprozess. Sie ist daher abhängig von der Temperatur, der Zeit und von den Partikeleigenschaften wie Form und

Größenverteilung der Partikel. Die Auflösung und Diffusion von Stoffen nehmen also mit steigender Temperatur zu. Diese Beobachtung wird in Abbildung 10 veranschaulicht, in der die chemische Entbinderung der Ausgangsmaterial SS316L mit 55 Vol.-% 316L-Stahl bei unterschiedlichen Temperaturen (75 °C, 60 °C und 40 °C) dargestellt ist. Nach 6 Stunden des Erhitzens bei 75 °C waren 90 % der löslichen Bindemittelkomponente entfernt, während bei 40 °C nur 85 % entfernt wurden.

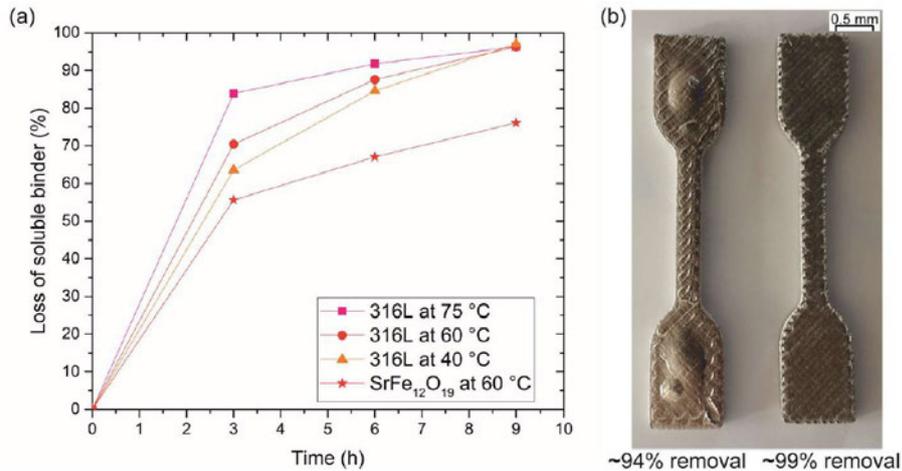


Abbildung 10: (a) Chemischerentbinderungsrate für Grünteile bei verschiedenen Temperaturen (75°C, 60°C und 40 °C) und verschiedenen Füllstoffen (316L-Stahl und Strontiumferrit); (b) 17-4PH Sintererteile mit unterschiedlichem Chemischerentbinderungsgrad (Gonzalez-Gutierrez, Godec, Kukla, & Schlauf, 2017)

Abbildung 10 b zeigt zudem zwei gesinterte Teile, von denen bei einem etwa 94 % des löslichen Binders entfernt wurden und der eine Blasenbildung aufweist (links), bei dem anderen etwa 99 % (rechts).

Der Produktionsschritt der Entbinderung birgt somit einige Herausforderungen:

Bei der Betrachtung von metallischen oder keramischen Komponenten würde eine unvollständige Eliminierung des Bindemittels zu nicht-funktionalen Bauteilen führen. Lagern sich die dichteren Pulver von Metallen und Keramiken ungleichmäßig am Bauteil ab, so könnten Dichtegradienten in der Komponente entstehen. Nach dem Ausdrucken der Teile kann eine solche Trennung von Pulver und Bindemittel während der Entbindungs- und Sinterprozesse eine weitere Schwachstelle darstellen, da eine inhomogene Extraktion des Bindemittels zu einem Bruch des gedruckten Teils oder zu einer ungleichmäßigen Schrumpfung während des Sinterns führen kann (siehe Abbildung 11).



Abbildung 11: Über eine FFF Variante für Metallteile hergestelltes Bauteil nach erfolglosem Entbindern durch inhomogene Extraktion des Bindematerials (Kitzmantel & Wilfinger, 2017)

Die Schaffung einer porösen Struktur durch die Entfernung der löslichen Komponente ist entscheidend für einen thermischen Entbinderungsprozess. Beim Abbau der Polymere in sogenannten bindermittelreichen Bereichen kann Dampf entstehen, wenn die Materialanhäufung während des Prozesses noch nicht gut entbindert ist. In den bindermittelreichen Bereichen kann dieser Dampf nicht leicht entfernt werden, und wenn der Partialdruck des eingeschlossenen Dampfs höher als der atmosphärische Druck ist, treten Blasen auf.

Eine sorgfältige Optimierung der Entbinderungsprozess ist wichtig, um das Vorhandensein von Rückständen des Bindemittels zu vermeiden, die den Sinterprozess und somit die endgültigen Eigenschaften des Werkstücks (meist nachteilig) beeinflussen könnten.

### 2.2.2 Sinter-Prozess

Das Sintern ist der letzte Schritt in der sinterbasierten additiven Fertigung. Sintern beschreibt den thermisch aktivierten Stofftransport zur Verstärkung von Kontakten sich berührender Teilchen oder/und zur Veränderung der Porengeometrie. In diesem Schritt werden die Metallpulverpartikel miteinander verbunden und verdichtet. Ziel dieses Prozesses ist die Erzeugung einer Endfestigkeit des Werkstückes bzw. die Realisierung eines definierten Porenraumes im Werkstück.

Beim Sintern kommt es infolge der Differenz der freien Energie zwischen Ausgangszustand (Grünteil) und Endzustand (Sinterteil) zu einer Reduzierung aller äußeren und inneren Oberflächen. Im ersten Schritt wird das Sinterformteil einer Druck- und Wärmebehandlung unterzogen, bei der das vergleichsweise lose Pulver noch weiter verdichtet wird und eine Reihe physikalischer Vorgänge, z.B. Festkörperreaktionen, dazu beitragen, dass eine mehr oder weniger vollständige Auffüllung des Porenraumes mit Material erfolgt. Dabei werden die Begrenzungsflächen des Presslings und die Wände der von außen zugänglichen Poren und die inneren Oberflächen der Poren und Korngrenzen reduziert. Neben der Verstärkung der Kontakte der Teilchen und den Diffusionsprozessen führt das Sintern zu einer Verdichtung

(Herabsetzung der Porosität). Die Verdichtung macht sich in der Praxis als Schwindung des Formteiles bemerkbar und kann bei Nichtberücksichtigung dessen Maßhaltigkeit beeinflussen. Sie macht bei strengen Toleranzforderungen eine Nachbehandlung durch Kalibrieren erforderlich. Dadurch kann Strukturdefekten und Ungleichgewichtszuständen vorgebeugt werden.

Einflussgrößen auf den Sinterprozess sind

- Sinteratmosphäre (z. B. Normalatmosphäre, oxidierende, reduzierende, inerte Atmosphäre oder Vakuum),
- Sintertemperatur,
- Aufheizrate,
- Haltezeit und
- Pulverwerkstoffart

Durch die Atmosphäre beim Sintern sollen gezielt Prozesse initiiert werden. Bei Metallpulvern können beispielsweise Oxide bzw. oxidische Oberflächenfehler durch Reduktion z.B. mit Wasserstoff beseitigt werden (Risse, 2012). Sinteratmosphäre und Haltezeit stehen in einem gegenseitigen Abhängigkeitsverhältnis (Sinteratmosphäre und Haltezeit haben eine Abhängigkeit miteinander.). Typischerweise werden in der Industrie Sintertemperaturen von Zweidrittel bis Dreiviertel der Schmelztemperatur angewendet (Fritz, 2018).

Mit steigender Sintertemperatur steigen die Zugfestigkeit und die Bruchdehnung bis zu einem oberen Wert an und bleiben danach konstant (Risse, 2012).

Untersuchungen zum Einfluss der Haltezeit haben bei Eisensinterwerkstoffen keine Einflüsse auf Zugfestigkeit und Bruchdehnung ergeben. Mit steigender Haltezeit kommt es aber nach eigenen Erfahrungen zu Verringerungen von oxidischen Einschlüssen (Risse, 2012).

Als ein Beispiel, wird der in Abbildung 12 dargestellte Entbinderungs- und Sinterzyklus für Zugstabproben aus Ti-6Al-4V weist zwei allmähliche Temperaturanstiege auf, wobei die erste Stufe zum thermischen Entbindern und die zweite Stufe zum Sintern diene. Das thermische Entbindern wird gestartet, indem die Temperatur allmählich mit einer Aufheizrate von 0,5 °C/min erhöht wird. Nach Erreichen von 510 °C wird die Temperatur für eine Stunde gehalten. Während dieser Zeit wird das Bindemittel entfernt. Das übrig gebliebene Bindemittel wird gleichzeitig entgast und entfernt.

## 2. Grundlagen Sintern

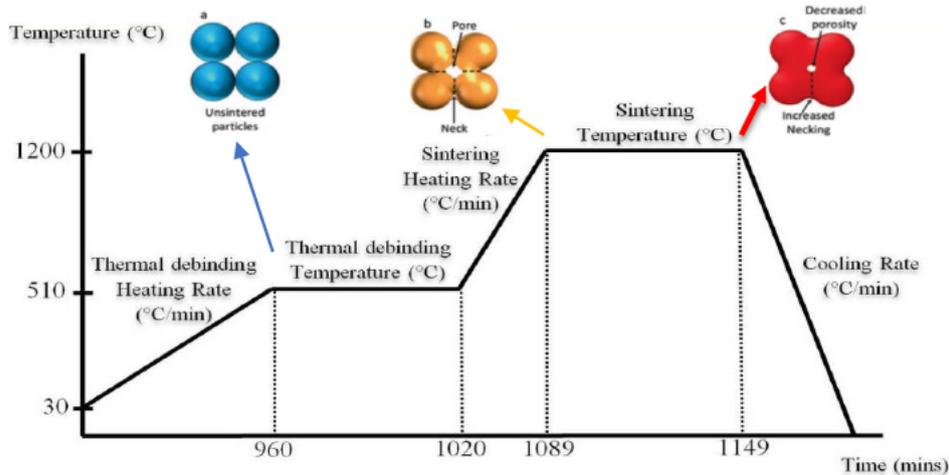


Abbildung 12: Beispiel thermischer Entbinderungs- und Sinterzyklus für Zugstabproben aus Ti-6Al-4V nach (Jamaludin, 2015) und (Ramazani, 2021)

Vor Erreichen der Sintertemperatur entwickeln sich die Metallpartikel und die metallische Struktur auf mikrostruktureller Ebene kaum (Abbildung 12.a). Dann wird die Temperatur mit einer Geschwindigkeit von  $10\text{ °C/min}$  auf  $1200\text{ °C}$  erhöht. Die Aggregation der Partikel und das Verschwinden der Grenzen beginnen, einen Hals in den Kontaktpunkten zwischen den Partikeln zu erzeugen, sobald die Zeit und die Temperatur ansteigen, wie in Grafikabschnitt (Abbildung 12b) zu sehen ist. Die Restspannung an den Kornoberflächen und die Spannung zwischen den Körnern nehmen zu, wenn die Temperaturen zum Abschluss des Sinterzyklus steigen. Korngrenzen werden zwischen benachbarten Partikeln in der Kontaktebene gebildet. Die Partikelzentren sind nur geringfügig näher bei sehr geringer Schrumpfung. Die metallische Mikrostruktur entwickelt sich von der Außenseite des Bauteils nach innen. Mit fortschreitendem Sintern nimmt die Größe des Halses zu und die Dimension der Pore ab (Abbildung 12c) (Ramazani, 2021), (Jamaludin, 2015). Am Ende der Haltezeit und während der Abkühlung wird die Verdichtungsrate langsamer und das Kornwachstum wird deutlicher.

### 2.2.3 Physikalische Vorgänge beim Sintern

Die drei Kategorien des Sinterns sind Flüssigphasensintern, viskoses Sintern und Festkörpersintern. Der Sintervorgang erfolgt also üblicherweise in fester Phase. Nur in den Systemen Kupfer-Zinn und Eisen-Kupfer tritt intermediär eine flüssige Phase auf (Rahaman, 2010).

In den letzten Jahrzehnten wurden Anstrengungen unternommen, um die Sinterprozesssimulation für die drei jeweiligen Phasen zu verbessern. Mehrere Forschungsgruppen haben progressive Beiträge zur Entwicklung konstitutiver Gleichungen für das Sintern bestimmter Pulversysteme formuliert.

#### Flüssigphasensintern

Eine flüssige Phase wird üblicherweise verwendet, um die Verdichtung zu verbessern, die Sintertemperatur zu senken, ein beschleunigtes Kornwachstum zu erreichen oder spezifische

Korngrenzeigenschaften zu erzeugen. Verdichtung durch Kontaktabflachung wurde von Kingery (Kingery, 1959) für ein Modell beschrieben, das aus zwei kugelförmigen Partikeln mit Radius  $a$  besteht, die durch eine Flüssigkeitsschicht der Dicke  $\Delta L$  getrennt sind. Durch die kompressive Kapillarkraft einer benetzenden Flüssigkeit ist das chemische Potential der Atome an den Kontaktstellen zwischen den Partikeln höher als an anderen festen Oberflächen. Dieser Unterschied im chemischen Potential führt zu einem Stofftransport von den Kontaktpunkten weg und zur Bildung einer flachen Kontaktzone. Wenn die Diffusion der geschwindigkeitsbestimmende Schritt im Lösungs-Fällungsprozess ist, wird vorhergesagt, dass die Schrumpfung  $\Delta L/L_0$  als Funktion der Zeit  $t$  in Abhängigkeit von  $k_1, \dots$  ist, wobei  $k_1$  ein geometrischer Faktor,  $D_L$  der Diffusionskoeffizient der gelösten Atome in der Flüssigkeit,  $C_0$  die Konzentration des gelösten Stoffes über einer flachen Oberfläche,  $\Omega$  das Atomvolumen,  $\gamma_{lv}$  die Spannung in der Flüssigkeits-Dampf-Grenzfläche,  $k$  die Boltzmann-Konstante, und  $T$  die absolute Temperatur ist:

$$-\frac{\Delta L}{L_0} = \left( \frac{6k_1 D_L \delta_L C_0 \Omega \gamma_{lv}}{a^4 k T} \right)^{1/3} t^{1/3} \quad (1)$$

Da die Schrumpfung zu einer Verdichtung des Bauteils führt, ist an dieser Stelle hier ein negatives Vorzeichen zu sehen.

Das Modell berücksichtigt das Phänomen der Kornformanpassung. Allerdings zeigen Beobachtungen mit realen Pulversystemen, die normalerweise eine Verteilung der Partikelgrößen aufweisen, dass die Verdichtung mit dem Beginn der Vergrößerung in der Phase der Lösungs-fällung korreliert. Das Modell von Kingery geht jedoch nicht von einem solchen Kornwachstum aus, und kann daher diese beobachtete Vergrößerung nicht berücksichtigen.

### Viskoses Sintern

Die makroskopischen Mengen des viskosen Sinterns werden aus der Analyse der dynamischen Entwicklung von Porenstrukturen auf der mikroskopischen Skala bestimmt, die durch das Prinzip der Strömungsmechanik ermittelt wird. Das Sintern von Glas, amorphem Vorformling, Gel und Polymer muss aufgrund von viskosem Fließen, das bei diesen Stoffen durch aufgebrauchte Spannung und Oberflächenspannung angetrieben wird bei erhöhten Temperaturen stattfinden. Die makroskopische konstitutive Gleichung des viskosen Sinterns für ein isotropes System wird ausgedrückt als (Bordia & Scherer, 1988), (Olevsky, 1998):

$$\dot{E}_{ij} = \frac{\Sigma'_{ij}}{2G} + \delta_{ij} \frac{(\Sigma_m - \Sigma^S)}{3K} \quad (2)$$

$\dot{E}_{ij}$  bezeichnet hierbei die makroskopische Dehnungsrate,  $\Sigma_{ij}$  und  $\Sigma_m$  deviatorische und hydrostatische Komponenten der makroskopischen Spannung,  $\Sigma^S$  die Sinterspannung und  $G$  und  $K$  die Scherviskosität bzw. die Volumenviskosität sind. Diese makroskopischen Größen hängen nicht nur von der relativen Dichte ab, sondern auch von den Strukturen im Partikelmaßstab, z. B. die Form und Struktur von Poren und die Verteilungsfunktion der Porengröße. Dennoch wird die Mikrostrukturentwicklung beim viskosen Sintern dadurch bestimmt, indem die Stokes-Gleichung numerisch gelöst wird, z. B. unter Verwendung der

Finite-Elemente-Methode. Daher wird beim viskosen Sintern der Zusammenhang zwischen den makroskopischen Eigenschaften und den mikroskopischen Strukturen strömungsmechanisch untersucht (Wakai, 2012).

### Festkörpersintern

Das Sintern von kristallinen Materialien kann durch mindestens sechs Mechanismen erfolgen: Dampftransport (Verdampfung/Kondensation), Oberflächendiffusion, Gitterdiffusion (von der Partikeloberfläche), Korngrenzendiffusion, Gitterdiffusion (von der Korngrenze) und plastisches Fließen. zeigt eine schematische Darstellung der Stofftransportwege für zwei Sinterpartikel. Üblicherweise wird zwischen verdichtenden und nicht verdichtenden Mechanismen unterschieden.

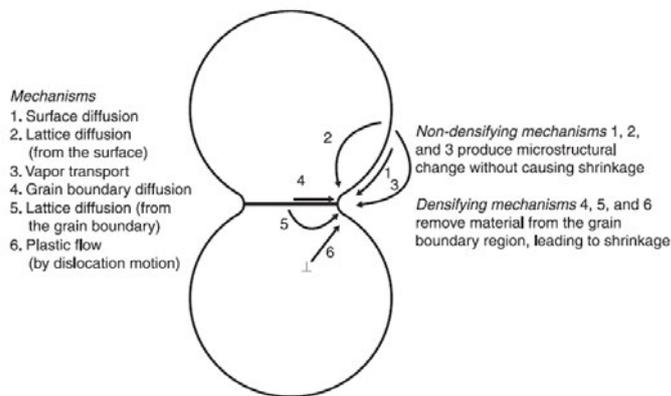


Abbildung 13: Schematische Darstellung der Sintermechanismen für ein System (Rahaman, 2010)

Dampftransport, Oberflächendiffusion und Gitterdiffusion von den Partikeloberflächen zum Hals zählen zu den Mechanismen des Halswachstums und der Vergrößerung der Partikel ohne Verdichtung. Die Verdichtungsmechanismen durch Korngrenzendiffusion, die Gitterdiffusion von der Korngrenze zum Hals und das plastische Fließen verursachen dahingegen Halswachstum sowie Verdichtung (Schrumpfung). Wenn die nicht verdichtenden Mechanismen dominieren, führt die Vergrößerung zu einem porösen Artikel, wohingegen ein dichter Artikel unter solchen Bedingungen entsteht, die die verdichtenden Mechanismen begünstigen.

Korngrenzendiffusion und Gitterdiffusion sind wichtige Verdichtungsmechanismen bei Metallen und Keramiken. Plastisches Fließen durch Versetzungsbewegung als Reaktion auf die Sinterspannung spielt wegen der geringen Versetzungsdichte beim Sintern von Keramik im Wesentlichen keine Rolle. Das Auftreten von plastischem Fließen während des Sinterns von Metallen ist umstritten. Trotzdem sind Versetzungen in der Anfangsphase des Sinterns beteiligt (Rahaman, 2010).

Mehrere Studien haben das Festkörpersintern mit numerischen Methoden modelliert. Es wurden mehrere auf Kontinuumsmechanik basierende Sintermodelle entwickelt, die Korngrenzendiffusion beinhalten. Sie lassen sich direkt auf das Viskoelastizitätsmodell anwenden, das den Korngrenzendiffusionsmechanismus für die Sintersimulation

berücksichtigt. Nachfolgend werden die Grundgleichungen der Kontinuumsmechanik für Sintermodelle eingeführt.

Für das phänomenologische Modell des Sinterns wird die konstitutive Gleichung durch ein nichtlineares, viskoses, inkompressibles Modell dargestellt, das gleichmäßig verteilte Poren aufweist. Die Gesamtdehnung ist die Summe aus elastischer ( $\dot{\varepsilon}_e$ ), thermischer ( $\dot{\varepsilon}_{th}$ ) und viskoplastischer ( $\dot{\varepsilon}_{vp}$ ) Dehnung, und in Gl. 3 zu sehen.

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_e + \dot{\varepsilon}_{th} + \dot{\varepsilon}_{vp} \quad (3)$$

Unter der Annahme linearer und isotroper Bedingungen für die elastische Dehnungsrate kann das Hookesche Gesetz die elastische Dehnungsrate ausgedrückt werden durch

$$\dot{\varepsilon}_e = C_e \dot{\sigma} \quad (4),$$

wobei  $C_e$  die elastische Nachgiebigkeitsmatrix und  $\dot{\sigma}$  die inkrementelle Spannung ist. Die thermische Dehnungsrate wird unter Verwendung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha$  des Materials berechnet, wie in Gl. 5.

$$\dot{\varepsilon}_{th} = \alpha \dot{T} I \quad (5),$$

wobei  $T$  die Temperaturänderung und  $I$  die Identitätstensor der zweiten Stufe ist. Wenn die äußeren Belastungen auf das Teil nicht zu hoch sind, ist der makroskopische viskoplastische Dehnratentensor eine lineare Funktion des Spannungstensors. Wenn das Sintern als frei von äußerer Kraft oder Druck betrachtet wird, kann die viskoplastische Dehnungsrate mit dem Spannungstensor wie in Gl. 6 in Beziehung gesetzt werden.

$$\dot{\varepsilon}_{vp} = \frac{\sigma_{ij}^l}{2\eta_s} + \frac{\sigma_m - \sigma_s}{3\eta_b} \delta_{ij} \quad (6),$$

wobei der Strich den Deviator bezeichnet,  $\sigma_m$  die mittlere oder hydrostatische Spannung ist,  $\sigma_s$  die Sinterspannung ist, die sich aus den Oberflächenspannungskräften der Pore ergibt,  $\delta_{ij}$  das Kronecker-Delta ist,  $\eta_b$  die Volumenviskosität und  $\eta_s$  die Scherviskosität ist (Olevsky, 1998) (Kraft & Riedel, 2004). Der erste Term auf der rechten Seite der Gleichung bestimmt die Verformung während des Sinterns, und der zweite Term, der aus der hydrostatischen Spannung stammt, bestimmt die Volumenschrumpfung während des Sinterns (Kang, Ahn, & Chung, 2019).

Da die viskoplastische Dehnungen um mehrere Größenordnungen höher sind als die elastischen Dehnungen, werden die elastischen Dehnungen zur Reduzierung des Rechenaufwands in der aktuellen Gleichung vernachlässigt.

Die Viskosität repräsentiert den Widerstand des Materials gegen viskoses Fließen. Da die Temperatur während des Sinterns um mehrere Hundert Grad variiert wird, wird erwartet, dass die Materialreaktion variiert. Es ist sinnvoll, die viskose Strömung eines thermisch aktivierten Prozesses zu betrachten und die Arrhenius-Gleichung zu verwenden, d.h.,

$$\eta = \eta_0 \exp\left(\frac{Q_v}{RT}\right) \quad (7),$$

wobei  $\eta_0$  Präexponentialmaterialkonstante,  $Q_v$  die Aktivierungsenergie,  $R$  die universelle Gaskonstante,  $T$  die absolute Temperatur sind. Es wird erwartet, dass die Arrhenius-Temperaturbeziehung genauer wäre, wenn sich das Material eher wie eine Flüssigkeit verhält, so wie z. B. Metalle bei hohen Sintertemperaturen.

Für poröses Material sollten die Parameter in der kontinuierlichen viskoelastische Theorie aufgrund ihrer Porenfläche modifiziert werden, bevor sie verwendet werden können. Die meisten dieser Parameter sind Funktionen der Porosität. Die viskoelastische Theorie kann, wie in Olevskys Modell, verwendet werden, um das Scher- und Volumenviskositätsmodul für Sintermaterialien zu definieren.

$$\eta_s = \eta(1 - \theta)^2 \quad (8)$$

und

$$\eta_b = \eta \frac{4(1-\theta)^3}{3\theta} \quad (9),$$

wobei  $\eta$  die scheinbare Viskosität des Festkörpers,  $Q_v$  Aktivationsenergie der viskosen Strömung,  $\theta$  das Verhältnis von Porenvolumen zu Gesamtvolumen oder Porosität sind (Olevsky, 1998). Die relative Dichte ist definiert als  $(1 - \theta)$ . In einem Sinterprozess verbinden und verschmelzen Partikel miteinander, während sich die Poren zwischen den Partikeln allmählich verkleinern. Makroskopisch schrumpfen die Sinterteile mit der Volumenabnahme und Zunahme der Dichte. Die Aktivierungsenergie, geprägt im Jahr 1889 von Svante Arrhenius, ist eine energetische Barriere, die bei einer chemischen Reaktion von den Reaktionspartnern überwunden werden muss. Es ist eine quantitative Beziehung zwischen Reaktionsgeschwindigkeitskonstante und Temperatur bei chemischen Reaktionen (Bützer & Roth, 2011).

# 3. Praktisches Vorgehen

## 3.1 Simulation

Im Allgemeinen ist das Sintern ein relativ langsamer Prozess, der Stunden dauern kann. Dennoch ist es immer noch zeitabhängig und sollte als quasi-statisches Problem behandelt werden. In der Software wird für die Sintersimulation ein Viskoelastizitätsmodell verwendet.

### 3.1.1 Anleitung Sintersimulation

Die Ziele der Sintersimulation bestehen darin, verallgemeinerte Computermodelle zu entwickeln, die die meisten Komplexitäten realer Sintersituationen berücksichtigen. Unter anderem versucht man die Dimensionsänderungen während des Sinterns von Körpern genau vorherzusagen. Um diese Ziele zu erreichen, sollte das Kontinuumsmodell die signifikanten Antriebsmechanismen wie Kriechverhalten, Diffusion, Kornwachstum und Wärmeausdehnung/-kontraktion berücksichtigen. Die traditionellen Ansätze in der Theorie des Sinterns konzentrierten sich auf die Untersuchung der lokalen Kinetik des Prozesses. Die Hauptprobleme, die Einfluss auf das Sintern nahmen, waren die Pulverpartikel und Poren und ihre Wechselwirkung. Die Ergebnisse der Forschung auf Partikelebene trugen dazu bei, das Verständnis des Kornwachstums zu verbessern (Zhang, 2005).

Es werden drei Hauptansätze bei der Modellierung des Sinterprozesses unterschieden: Der Mikroskopische, der Mesoskopische und der Makroskopische Ansatz.

Der Makroskopische (Mechanische) Ansatz ist eine extreme schnelle mechanische Methode zur Vorhersage der Schrumpfung. Die rein mechanische inhärente Dehnungsmethode wird verwendet. Mit dem makroskopischen Ansatz erhält man binnen Minuten Simulationsergebnisse, die die Tendenz von Spannungen und Verzügen vorhersagen.

Der Mesoskopische (Thermo-mechanische) Ansatz ermöglicht eine makroskopische Analyse der Materialverformung während des Sinterns. Sie liefert bessere Vorhersageergebnisse als mit den rein mechanischen inhärenten Dehnungen. Neben der Schrumpfungsvorhersage wird auch der zeitliche Verlauf von der Korngröße, die relative Dichte und die Sinterspannung als Ergebnis geliefert.

Im Mikroskopischen Ansatz ist eine voll transiente thermo-mechanische Kopplung möglich. Der Ansatz rekonstruiert die Partikelsysteme numerisch und ermöglicht eine mesoskopische Analyse der Entwicklung der Partikel-Partikel-Bindung während des Sinterns. Das Verhalten hängt stark von den inhärent inhomogenen lokalen Eigenschaften des Basismaterials ab. Deshalb sind bei der Anwendung ein sehr hohes Prozessverständnis und materialwissenschaftliche Kenntnisse erforderlich. Mit dem Ansatz können Teile auf ihre Haltbarkeit und Lebensdauer untersucht werden. Zusätzlich erhält man Information über die zugrundeliegende Mikrostruktur. Allerdings benötigt der Ansatz eine hohe Berechnungsdauer

und wird daher nicht für industrielle, sondern wissenschaftliche Anwendungen empfohlen. Bis der Ansatz praktikabel wird, muss noch erhebliche Arbeit geleistet werden, da höhere Rechenleistungen und bessere Kenntnisse über das Materialverhalten beim Sintern notwendig sind.

#### 3.1.2 Angewandter Ansatz in der Simufact Additive Software

In der Software Simufact Additive wird der phänomenologische Ansatz basierend auf Kontinuumsmechanik angewendet. Das Modell von Olevsky wurde als Basis im mesoskopischen Ansatz in die Software implementiert. Trotz der Genauigkeit des Riedel-Modells muss eine beträchtliche Menge an Modellparametern für das Modell experimentell bestimmt werden. Im Gegensatz dazu beschreibt das von Olevsky entwickelte Modell nicht die Physik des Sinterverhaltens durch analytische Beschreibung, sondern basiert auf der physikalischen Beobachtung des Sinterverhaltens und dessen phänomenologischer Erfassung mittels Rheologie. Dadurch wird die Anzahl der erforderlichen Modellparameter reduziert. Dieses Modell ist in der Lage, festphasen Sintern sowie Korngrößenwachstum zu beschreiben.

Der phänomenologische Ansatz von Olevsky et. al zum Sintern kann thermo-elasto-viskoplastische Gleichungen verwenden, um thermische, elastische und Kriechdehnungsraten zu berücksichtigen. Die Verdichtung in einem porösen Festkörper ist der Nettoeffekt lokaler Dehnungen, die sich zu Gesamtkontraktionen kombinieren, während Masse und Impuls erhalten bleiben. Die wesentlichen Eigenschaften des Sinterprozesses, einschließlich Kornwachstum, Verdichtung und Verformung, sollten in den konstitutiven Gleichungen berücksichtigt werden. Um das Prozess-, Diffusions- und Viskositätsverhalten des Pulvermaterials effektiv zu simulieren, müssen die dominanten Mechanismen beim Sintern in den Relationen erfasst werden.

Für die industrielle Anwendung der Sintersimulation sind folgende physikalische Parameter wesentlich (Chung, Company, Kwon, & Cetatech, 2010):

**Sinterspannung:** Sinterspannung,  $\sigma_s$ , auch Sintertriebkraft genannt, ist der äquivalente hydrostatische Druck, der durch lokale Kapillarspannungen in porösen Strukturen verursacht wird. Der resultierende Spannungsgradient liefert eine treibende Kraft für den Massenfluss zu dem zwischen sich berührenden Partikeln gebildeten Hals, so dass sich der Porenbereich mit Material füllt und die Dichte zunimmt. Dies ist die treibende skalare Kraft, die aus der Grenzflächenenergie zwischen Poren und Korngrenzen entsteht. Sie hängt von Dichte, Oberflächenenergie und Korngröße ab.

**Effektive Volumenviskosität:** Dieser Begriff stellt den Widerstand gegen Verdichtung während des Sinterns dar und ist eine Funktion der Materialporosität, Korngröße und Temperatur.

**Effektive Scherviskosität:** Dieser Begriff stellt den Verformungswiderstand während des Sinterns dar und ist die Funktion derselben Parameter wie die effektive Volumenviskosität.

Kornwachstum: Da alle vorherigen Parameter eine Funktion der Korngröße sind, muss ein Kornwachstumsmodell in das Modell implementiert werden, um die Verdichtung und Verzerrung genau vorherzusagen.

Reibung: Reibung wirkt der Schrumpfung entgegen, und je größer die Reibung ist, desto schlechter gelingt die Schrumpfung. Die Reibung-Funktion kann ausgedrückt werden als

$$f = \mu N \quad (10),$$

wobei  $\mu$  der Gleitreibungskoeffizient ist, der mit dem Material und der Rauheit der Kontaktfläche zusammenhängt und  $N$  ist der positive Druck. Wenn  $N$  in vertikaler Richtung liegt, ist es gleich der Schwerkraft.

Die Formverzerrung, die durch die Reibung zwischen dem Bauteil und dem Trägersubstrat, durch Schwerkraft, ungleichmäßige Erwärmung und relative Dichteverteilung (falls verfügbar) verursacht wird, kann vorhergesagt werden. Im Binder Jetting Modul der Software wird eine homogene relative Anfangsdichte angenommen. Außerdem wird aufgrund langsamer Aufheiz- und Abkühlraten von isothermen Bedingungen ausgegangen. In Abbildung 14 werden zum Verständnis die entgegengewirkenden physikalischen Effekte und Kreuzeffekte dargestellt.

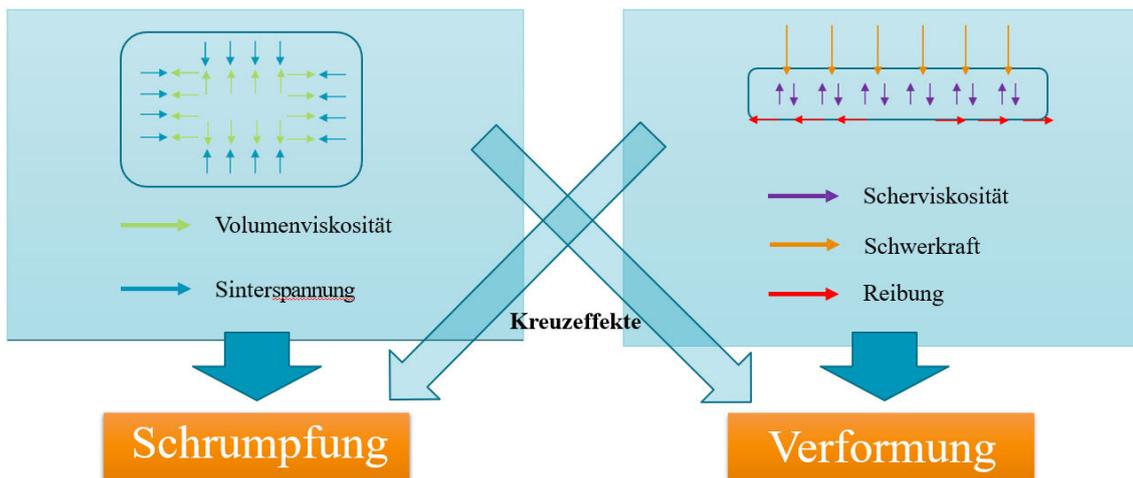


Abbildung 14: Entgegenwirkende physikalische Effekte und Kreuzeffekte nach (Simufact, 2022)

Für die meisten kristallinen Materialien ist die Korngrenzendiffusion einer der dominierenden Massentransportmechanismen in der Zwischenstufe des Festkörpersinterns. Da der Sinterprozess von rostfreiem Stahl 316L von der Korngrenzendiffusion dominiert wird, nutzt die Software die Sinterspannungsbeziehung, die die Oberflächenspannung, die relative Dichte und die durchschnittliche Korngröße beinhaltet. Die Sinterspannung wird durch die folgende Funktion definiert

$$\sigma_s = \frac{6\gamma_s}{G} (1 - \theta)^2 \quad (11)$$

wobei  $\gamma_s$  die Oberflächenspannungsenergie,  $\theta$  die Porosität und  $G$  die durchschnittliche Korngröße ist, die den Einfluss der Korngrenzendiffusion darstellt.

#### Sinterphasen und Übergangstemperatur:

In diesem Abschnitt werden einige transiente Phänomene während des Sinterns vorgestellt. Diese Phänomene sind der Grund, warum eine Übergangstemperatur für die Sinterspannung identifiziert und in das Modell aufgenommen wurde.

Das Sintern beginnt mit schwachen Pulverpartikelformteilen und endet mit Produkten mit nahezu voller Dichte. Der Sinterprozess lässt sich bei einigen Pulversystemen, wie z.B. SS316L, in drei Phasen unterteilen wie in Abb. 12 bereits dargestellt wurde: die Anfangsphase mit Halswachstum und geringer Verdichtung, die Zwischenphase mit Kornwachstum und deutlicher Verdichtung und die Endphase mit geringerer Verdichtung. Aufgrund unterschiedlicher dominierender Mechanismen in diesen Stadien werden verschiedene beschreibende Modelle verwendet, um das Materialverhalten zu charakterisieren. Da in dieser Arbeit die axiale Schrumpfung und relative Dichte die Hauptanliegen sind, lag der Fokus auf der Zwischenstufe, in der eine signifikante Verdichtung auftritt.

Es ist normalerweise schwierig, die Grenze zwischen den Sinterstufen zu definieren. In einigen Fällen ist die Grenze jedoch ziemlich deutlich. Beispielsweise kann gemäß den dilatometrischen Messungen für SS316L, Nickel und Bronze (siehe Abb.15) die Grenze zwischen der Anfangs- und der Zwischenstufe leicht durch den Trend der axialen Schrumpfungskurven gefunden werden: Die Anfangsstufe hat einen negativen Gradienten, während die Zwischenstufe einen positiven Gradienten hat. In dieser Arbeit wird die Grenze als Übergangspunkt und die entsprechende Sintertemperatur als Übergangstemperatur zur Sinterspannung  $T_t$  definiert, über der die Schrumpfungsrates dramatisch ansteigen wird.

Da die Kinetik der Sinterverdichtung so langsam ist, dass sie im Anfangsstadium vernachlässigt werden kann, wird angenommen, dass die Sinterspannung Null ist, bis  $T_t$  erreicht ist. Zudem tritt beim Abkühlen keine Sinterspannung auf. Aus den dilatometrischen Daten der Schrumpfungsrates (siehe Abbildung 15) gegenüber der Temperatur lässt sich bestimmen, dass die Übergangstemperatur für Formteile aus Edelstahl 316L im Bereich von 900 °C bis 1000 °C liegt. Je kleiner die Partikelgröße ist, desto niedriger ist die Übergangstemperatur (Zhang, 2005).

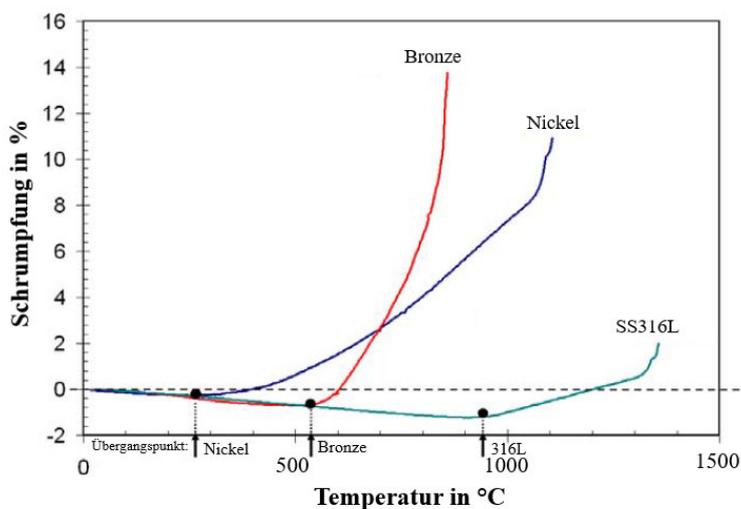


Abbildung 15: Übergangspunkte für Nickel, Bronze und Edelstahl 316L während des Sinterns nach (Zhang, 2005)

Die Oberflächenspannungsenergie  $\gamma_s$  in Abhängigkeit der Temperatur für das Material wird als Sprungfunktion definiert. Für die voreingestellte 5  $\mu\text{m}$  Korngröße beträgt die Oberflächenspannungsenergie bis 900 °C 0 J/m<sup>2</sup> und ab 900 °C 2 J/m<sup>2</sup>.

#### Wärmeausdehnungskoeffizient:

Bei Materialien mit relativ geringer Sinterschrumpfung kann die Wärmeausdehnung einen Teil des Sinterprozesses dominieren. Basierend auf der Annahme, dass vor der Übergangstemperatur ein vernachlässigbares Ausmaß an Sinterschrumpfung auftritt, ist die Wärmeausdehnung der Hauptverformungsmechanismus in der Anfangsphase. Bei SS316L reicht dieser Zeitraum von Raumtemperatur bis etwa 900 °C. In der Software wurde jedoch durch Dilatometrierversuche festgestellt, dass der Wärmeausdehnungskoeffizient eine Funktion der Temperatur ist. Obwohl die Beziehung an einigen lokalen Abschnitten komplexer ist als die Verwendung des linearen Gesetzes, ist die Gesamtbeziehung für die Temperatur von Raumtemperatur bis 800 °C nahezu linear, wie in Abbildung 16 zu sehen ist.

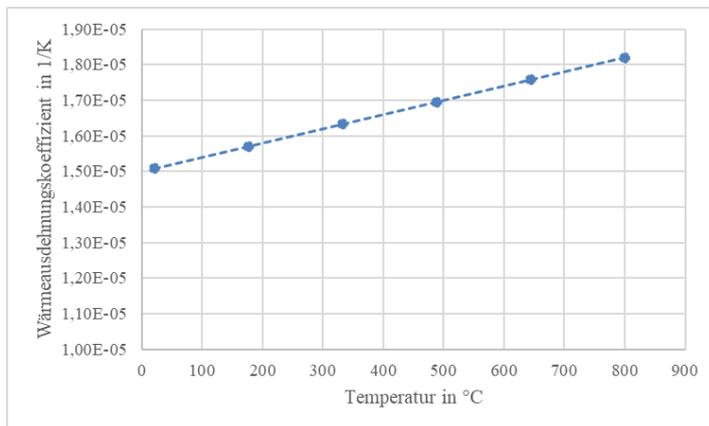


Abbildung 16: Wärmeausdehnungskoeffizient in Abhängigkeit der Temperatur

#### Korngrenzendiffusion:

Die Korngrenzendiffusion ist ein Massenflussmechanismus, der verwendet wird, um das Festkörpersintern vieler Materialien während ihrer Verdichtung zu beschreiben. In Korngrenzendiffusion dominierten Sinterprozessen ist die Sinterspannung proportional zum Kehrwert der Korngröße, wie in Gleichung 10 gezeigt wird. Es ist diese Beziehung, die die Verformung im Makromaßstab mit der Entwicklung der Mikrostruktur des Materials verbindet.

Beim Sintern wird Masse entlang der Korngrenze abgetragen und fließt in die Sinterbindung ein. Im Gegensatz dazu bewegen sich die Leerstände in die entgegengesetzte Richtung. Mit fortschreitendem Sintern führt also der Transport zwischen den Poren über die Korngrenze zu einer Porenvergrößerung. Der Widerstand gegen die Korngrenzendiffusion entsteht durch wachsende Körner und Lücken zwischen Pulverpartikeln. Je größer das Korn wird, desto langsamer wird die Diffusion. Als Ergebnis ist der Korngrenzendiffusionsmechanismus nur in der Zwischenphase des Sinterns dominant.

Der Einfluss der Korngrenzendiffusion auf das Sintern hängt von mehreren Faktoren ab: der Kornform, der Korngröße und der Verteilung. Um die Analyse zu vereinfachen, ist es sinnvoll, das durchschnittliche Verhalten zu verwenden, das diese Faktoren repräsentiert. In der Software wird ein Mittelwert ( $5\ \mu\text{m}$ ) verwendet, um das Gesamtverhalten darzustellen. In Abbildung 17 ist eine Kornmikrostruktur von SS316L MIM-Bauteil zu sehen. Die Körner sind sehr groß und die Korngrenzen sind sehr klar zu sehen.

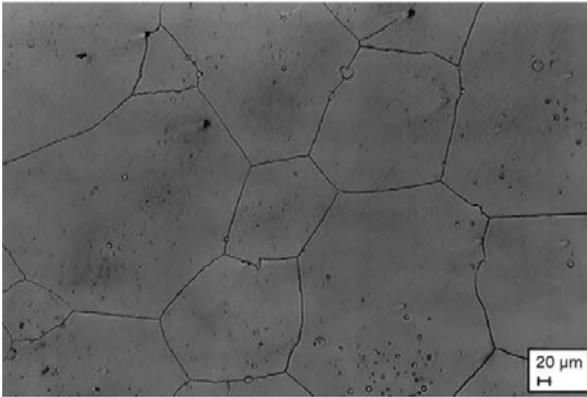


Abbildung 17: Kornmikrostruktur von Edelstahl 316L MIM-Bauteil, gesintert für eine Stunde bei  $1350^\circ\text{C}$  (Castro & Oviedo, 2003)

#### Kornwachstum

Kornwachstum ist der Prozess, bei dem die durchschnittliche Korngröße eines Kristallaggregats zunimmt. Es wird durch die Abnahme der Oberflächenenergie und die Verringerung der gesamten Korngrenzenfläche angetrieben. Das Kornwachstum ist eng mit der Wanderung der Korngrenze verbunden. Für kontinuierliche Materialien wurden in früheren Studien (Choi & Yoon, 2001), (Lee, Hwang, Yoon, & Fenry, 2000) je nach Mikrostrukturcharakter und Wachstumsmuster zwei verschiedene Arten von Kornwachstum beschrieben: abnormales Kornwachstum und normales Kornwachstum. Abnormales Kornwachstum tritt bei Temperaturen unter  $0,7 T_m$  bis  $0,9 T_m$  auf, wobei  $T_m$  der Schmelzpunkt ist. Wenn abnormales Kornwachstum auftritt, wird festgestellt, dass die meisten Korngrenzen facettierte Strukturen aufweisen. Außerdem wachsen einige Körner schnell, während die meisten Körner langsam wachsen. Daher ändert sich der Durchschnitt der Korngrößenverteilung nicht wesentlich. Wenn normales Kornwachstum auftritt, werden facettierte Korngrenzen durch sanft gekrümmte Formen ersetzt und die Kornwachstumsgeschwindigkeit nimmt trotz der anfänglichen Korngröße dramatisch zu. Die Gesamtkorngrößenverteilung kann durch eine logarithmische Normalverteilung beschrieben werden.

Wenn die Aktivierungsenergie für das Kornwachstum hoch ist, kann das Kornwachstum nicht sehr schnell sein und die Sinterverdichtung auch nicht. Es wurde in (Kashyap & Tangri, 1992) berichtet, dass sich die Aktivierungsenergie auf ein anderes Niveau verschieben kann, wenn die Temperatur einen Übergangspunkt erreicht, was eine sofortige Zunahme der Korngröße verursacht. Wenn das Korn größer wird, wird die Wachstumsrate langsamer. Letztendlich können der Widerstand und die treibende Kraft einen Gleichgewichtspunkt erreichen. Gemäß diesen Beobachtungen ist es vernünftig zu schließen, dass eine Übergangstemperatur für das

Kornwachstum von kontinuierlichem Material existiert. Diese Übergangstemperatur definiert die Grenze zwischen abnormalem Kornwachstum und normalem Kornwachstum und auch die Verschiebung zwischen den beiden Aktivierungsenergieniveaus.

In Anbetracht der Tatsache, dass selbst die kleinste Pore in einem Grünling viel größer ist als die Breite einer Korngrenze oder die Größe einer Versetzung, die etwa mehrere Nanometer beträgt, ist anzunehmen, dass das Kornwachstumsverhalten in einem porösen Körper gleich ist wie in einem vollverdichteten Körper. Daher können frühere Ergebnisse aus der Untersuchung des Kornwachstumsverhaltens in einem kontinuierlichen Material auch in dieser Arbeit verwendet werden. Das Verfahren zur Korngrößenmessung sollte jedoch modifiziert werden, um den Effekt des Vorhandenseins von Hohlräumen in porösen Materialien einzubeziehen. Darüber hinaus sind einige Phänomene wie extrem große Körner in abnormalem Kornwachstum aufgrund des Widerstands gegen schnelles Kornwachstum aus den anfänglichen Lücken zwischen Pulverpartikeln in einem Pulverbauteil möglicherweise nicht offensichtlich.

Für das Pulverbauteil aus Edelstahl 316L wurde in der Software beobachtet, dass facettierte Strukturen unterhalb von etwa 1200 °C existieren und Facetten reduziert werden, wenn die Temperatur höher als 1200 °C ist. Die Kornwachstumsrate ist viel höher, nachdem die Temperatur höher als 1200 °C ist. Somit beträgt die Übergangstemperatur zum Kornwachstum 1200 °C.

Für Metallegierungen wie austenitischer rostfreier Stahl wurde aufgrund der Annahme, dass die atomare Diffusion beim Kornwachstum ein einfacher thermisch aktivierter Prozess ist, üblicherweise eine Kornwachstumsgleichung vom Arrhenius-Typ verwendet.

$$\frac{dG}{dt} = \frac{A \exp(-Q_G/RT)}{G} \quad (12),$$

wobei A die Korngrößenkonstante,  $Q_G$  die Aktivierungsenergie für das Kornwachstum, R die universelle Gaskonstante, T die absolute Temperatur und G die momentane Korngröße ist.

Die Aktivierungsenergie für das Kornwachstum verschiebt sich nach Erreichen einer Übergangstemperatur von einem oberen auf einem niedrigeren Niveau. Für SS316L beträgt diese Temperatur etwa 1200 °C. Daher wird in der Software für SS316L die Aktivierungsenergie 315,8 kJ/mol für Temperaturen unter 1200 °C und 21,0 kJ/mol für Temperaturen über 1200 °C verwendet. In Abbildung 18 wird in einem Diagramm die Aktivierungsenergie in Abhängigkeit der Temperatur dargestellt.

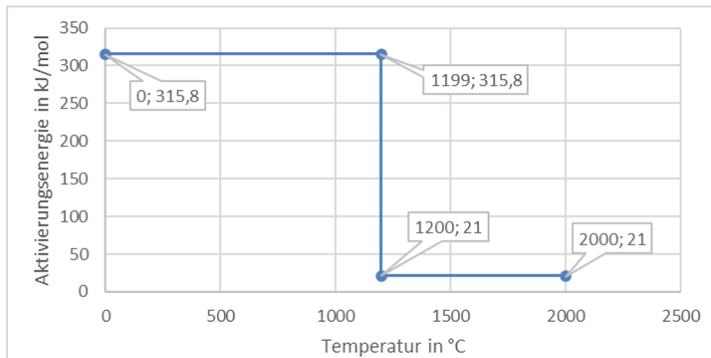


Abbildung 18: Aktivierungsenergie für das Kornwachstum in Abhängigkeit der Temperatur

#### Kriechen:

Kriechen wird in einer Implementation als Hauptquelle für das viskoplastische Verhalten angesehen (Aryanpour, Mashl, & Warke, 2013). Allerdings wird es in dieser Arbeit angewendter Implementation anders formuliert und es ist keine Standardfunktionalität in MARC. Simufact Additive basiert auf MARC Solvetechnologie von MSC Software. Es wird auch nicht die Standard Kriechmodelle verwendet, da diese keine Schrumpfung unterstützen. Man hat also an dieser Stelle einfach nur Formulierungen aus Analogien übernommen.

Die Historienausgabe des Temperaturfeldes, also das Temperaturfeld als Funktion der Zeit, wird in die Simufact-Ergebnisdatei geschrieben und als vorgegebene thermische Bedingungen in die Sinteranalyse übernommen. Anschließend wird eine quasi-statische Analyse mit transienter Antwortverhalten auf zeitabhängiges Materialverhalten durchgeführt.

Sintermodelle sind komplex und es ist vorteilhaft, bestimmte Variablen während der Simulation zu überwachen. Die Software gibt Benutzern die Freiheit, lösungsabhängige Zustandsvariablen (solution-dependent state variables, SDV) in bestimmten Unterroutrinen zu definieren. Beispielsweise wird die Korngröße in einem der SDVs gespeichert, damit sie bei jedem Aufruf des Unterprogramms übergeben werden kann, wodurch der aktuelle Wert aktualisiert wird. Andere Variablen wie Sinterspannung, Viskosität und relative Dichte werden ebenfalls als SDVs gespeichert. Am Ende der Simulation können sie verwendet werden, um das Verhalten des Modells über die Zeit zu analysieren.

#### 3.1.3 Durchführung der Simulation

Die Sintersimulationen wurden mit der Software Simufact Additive 2022 based on MARC 2021.4 durchgeführt. Es wurde eine Intel(R) Core™ i5-8250U CPU @ 1,60Hz mit 4 Kernen benutzt.

Die Simulationskette von Simufact Additive besteht aus 5 Schritten, wie in Abbildung 19 zu sehen ist. Im ersten Schritt wird das Modul und der Ansatz bestimmt. In dieser Masterarbeit

### 3. Praktisches Vorgehen

wird das Modul Metal Binder Jetting und der Mesoskopischer (Thermo-mechanischer) Ansatz angewendet.

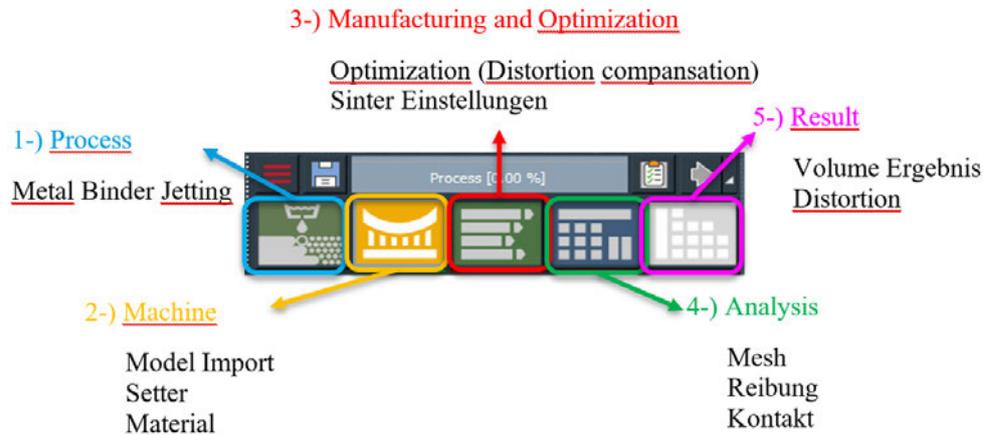


Abbildung 19: Simulationsablauf Simufact Additive

Im nächsten Schritt sind die Maschinen-Einstellungen zu finden. Das 3D-Modell soll als STEP (Standard for the Exchange of Product Data)-Datei importiert werden. Nach dem Importieren wird die Oberfläche auf STL (Standard Tessellation Language) umgewandelt, welche im späteren Verlauf für Exportieren interessant ist. Es gibt die Möglichkeit die Feinheit der dreieckigen STL-Elemente einzustellen, ob es viel oder weniger Elemente auf der Oberfläche erzeugt werden. Andernfalls können an den Abrundungen eine Verfeinerung durchgeführt werden. Als nächstes kann ein Setter-Modell importiert werden. Als wichtiger Eingabe wird das Material aus der Materialbibliothek ausgewählt. Die Sinterereigenschaften: Flächenenergie, Aktivationsenergie für den Kornwachstum, Korngröße und Korngrößenkonstante sind hier einzugeben bzw. zu finden (siehe Abbildung 20).

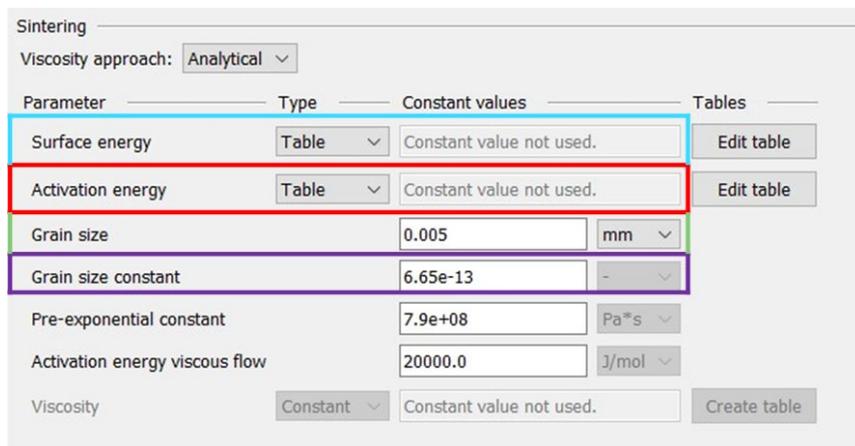


Abbildung 20: Sinterrelevante Materialeingaben in der Software

Im dritten Schritt geht es um Sinter-Einstellungen. Wie in Abbildung 21 zu sehen, wird die relative Anfangsdichte in Prozent eingegeben. Sie ist das Verhältnis der gemessenen Grünteldichte zur theoretischen Dichte. Als Sinterzyklus-Eingaben sind die Aufheizrate, Sinter Temperatur und Haltezeit zu finden. Hiermit wird es sich sagen, dass die Software die Effekte vom Entbinderungsprozess nicht berücksichtigt, da dieses Vorgehen keinen

einflussreichen Unterschied auf das Ergebnis verursacht. Außerdem die Größe und Richtung der Gravitation eingestellt werden.

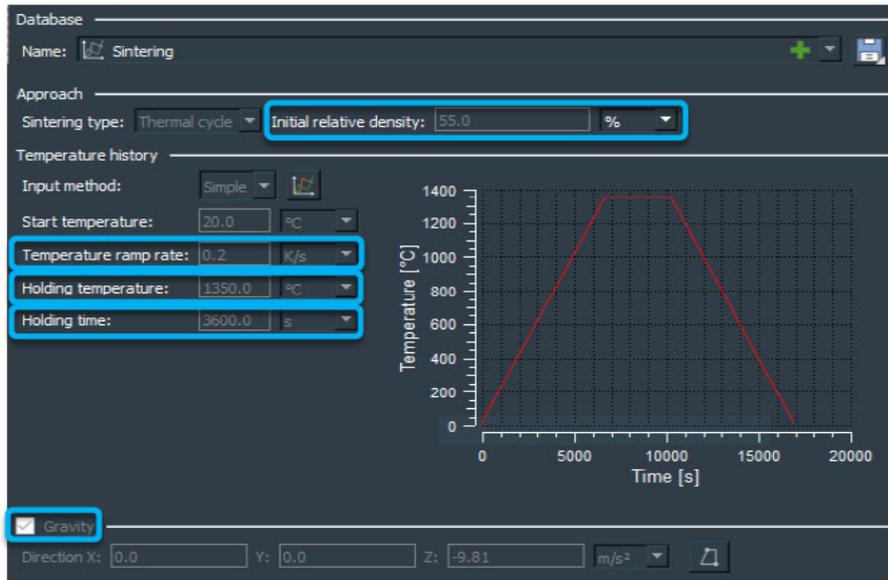


Abbildung 21: Sinterzyklus GUI (Graphical User Interface) in der Software

Die Netze und der Kontakt zwischen Grundplatte und Bauteil befinden sich im Analysis-Schritt. Das Volumennetz wird mit Tetraeder-Elementen mit 4 Knoten pro Element erzeugt. Für die Schrumpfung spielt die Feinheit der Vernetzung eine große Rolle. Es sind mindestens drei Elemente über die Dicke des Bauteils als Faustregel anzuwenden. Der Kontakt wird mechanisch berechnet, da die Erwärmung auf die Sintertemperatur ausreichend langsam und dadurch die Annahme, dass der komplette Körper gleichzeitig aufgeheizt wird, angenommen werden kann. Die Ablösespannung kann entsprechend eingetragen werden.

Im fünften Schritt werden die Ergebnisse unter anderem: Gesamtverschiebung, relative Dichte, Korngröße und Sinterspannung geliefert.

#### 3.1.4 Rahmenbedingungen der Simulation

In der Software wurden bereits welche Materialien darunter auch SS316L mit vordefinierten Materialparameter für Anwendungen angeboten. Auf ein anderes Material einzusteigen werden allerdings metallographische Untersuchungen, dilatometrische Experimente und Viskositätsmessungen benötigt. Die vordefinierte Materialparameter in der Software können beliebig geändert werden. An dieser Stelle sollen relevante Parametereingaben von Veröffentlichungen angenommen und entsprechende Experimente mit dem verwendeten Material durchgeführt werden. Es besteht allerdings die Gefahr, dass die angenommene Änderung bei unterschiedlichen Sinterzyklen Ergebnisse mit hohen Fehler liefern könnte. Daher wurde es empfohlen, soweit es geht, ohne Änderung in den Materialparametern vorzunehmen.

### 3. Praktisches Vorgehen

Die Simulation bietet an die Parameter: relative Dichte, Sintertemperatur, Aufheizrate und Haltezeit ohne beschränkten Bereich einzutragen. Allerdings sollen sinnvolle Werte eingetragen werden, um realitätsnah Ergebnisse zu erhalten.

Eine zu niedrige Sintertemperatur wird auch keine guten Ergebnisse liefern. Unter der Übergangstemperatur 1200 °C wird in der Simulation kein Kornwachstum stattfinden und dementsprechend durch eine ganze Zeit schnelle Diffusionsprozessen werden sehr hohe Schrumpfungsverhalten gesehen, bis die relative Dichte den höchsten Betrag hat. Es wurde durch Änderungen der Sinterparameter untersucht, welche maximale Enddichte in der Simulation erreicht wird. Wie in Tabelle 1 zu sehen, nach der Erreichung der 99 % wird sich die Enddichte nicht mehr erhöhen.

Tabelle 1: Untersuchung nach maximale Enddichte

Relative Anfangsdichte in %	Parameter			Schrumpfung in %		Enddichte in %
	Sintertemperatur in °C	Aufheizrate in K/Min.	Haltezeit in h	x, y	z	
58	1200	2	1	16,50	16,60	99,00
58	1400	2	1	16,60	16,80	99,00
58	1400	2	4	16,70	16,90	99,00
58	1400	1	4	17,65	18,00	99,00

Im Allgemeinen ist der Ansatz in der Software für konventionelle Anwendungen konzipiert, die keine große Schwankungen der Eingabeparameter haben.

#### 3.1.5 Eingangsgrößen aus dem AM-Prozess

Die Einflussvariablen der Sintersimulation können nach Herkunft kategorisiert werden. Die Einflussvariablen, die vom additiven Fertigungsverfahren abhängig sind, sind die Geometrie des Grünteils und die relative Anfangsdichte.

Die Geometrie aus dem AM-Prozess kann sich abhängig von der Druckparameter sehr variieren. In dieser Arbeit verwendete FFF-Verfahren hat zahlreiche Druckparameter. Schichthöhe, Bahnbreite, Druckgeschwindigkeit, Düsentemperatur sind die wichtigste Parameter für die Erzeugung der Geometrie.

Die relative Anfangsdichte wird über Grünteildichte berechnet. Eine hohe Grünteildichte bedeutet, dass die Porenräume des Grünteils wenig sind und viel Material im entsprechenden Volum geschaffen wird. Diese Vorgehensweise wurde genommen.

#### 3.1.6 Identifikation der wichtigsten Einflussgrößen

Die Einflussgrößen, die von Sinterofen-Eigenschaften abhängig sind, sind der Setter-Design und Type und Reibungskoeffizient. Es gibt auch feste Eingaben von der Materialseite wie

Viskosität, Oberflächenenergie und Korngröße. Die Einflussvariablen, die man beim Sintern hauptsächlich variieren kann, sind die Sintertemperatur, Aufheizrate und die Haltezeit.

Der folgende Abschnitt gibt einen Überblick über verwandte Forschungsarbeiten zu additiv gefertigten Bauteilen. Die Hauptziele dieser Literaturen sind unterschiedlich. Die meisten von ihnen konzentrieren sich auf das Erreichen der vollen Dichte und die Kontrolle der Dimensionsänderung. Die Tabelle 2 fasst die überprüfte Literatur und die untersuchten Faktoren zusammen, um einen Ausblick über die wichtige Eingabeparameter und ihre bereits angewendete Stufen beim Sintern zu erhalten.

### 3. Praktisches Vorgehen

Tabelle 2: Literaturrecherche zu den Einflussgrößen

		Borujeni et. al	Wang, 2017	Wagner, 2021	Wagner, 2022	Zhang, 2005	Thompson, 2019	Ait-Mansour, 2020	Camirero, 2020	Camirero, 2022	Damon, 2019	Rosnitschek, 2021
Material	Legierung	SS316L	SS316L	SS316L	SS316L	SS316L	SS316L	SS316L (BASF)				
	Pulvergrößenverteilung in µm	D10	17,2									
		D50	38,1		2,8	2,8	33,4, 52,5 und 72,5	17,7				
	D90	53,4								von 1 bis 20		
3D-Druck Parameter	Schichtdicke in mm	0,05	0,1					0,3		0,2 und 0,25		
	Schichtbreite in mm							0,4		0,35 und 0,53		
	Feed rate in mm/s									30, 40 und 50		
	Düsendurchmesser in mm									0,4 und 0,6		
	Verfahren	BJ	BJ	FFF	FFF		FFF	FFF	FFF	FFF	FFF	FFF
	Orientierung							ZX, XZ, XY	ZX, XZ, XY	ZX, XZ, XY	ZX, XY	
	Druckrichtung										0, 45 und 90°	
	Fülllichte in %							25 - 125				
Grünteildichte in %												
Relative Anfangsdichte in %	60		50	50	82	55	49,95	49,95	49,95	49,95	49,95	
Matrixpolymer		BS004	PE3, PE70, TPE	PE3, PE70, TPE		TPE, Polyolefin						
Entbinderung	Chemisch	Lösungsmittel	organischer Polymerbasis	Cyclohexan C6H12	Cyclohexan C6H12			HNO3	katalytisch, azid	katalytisch, azid	katalytisch, azid	HNO3
		Temp. in °C		60	60			110	120	120	120	110 - 140
	Zeit in Min.		8 x 60	7 x 60								
	Thermisch	Temp. in °C						600				
Zeit in Min.							60					
Sinterzyklus	Sintertemperatur in °C	1385 und 1400	1100 ±90	1360	1200, 1300, 1350, 1360	1350	1330, 1340, 1350 und 1360	1380	1380	1380	1380	1380
	Aufheizrate in °K/Min.	5	4, 12, 20	5	5, (Abkühlrate 8,8 und 88)	10		5	5	5	5	5
	Haltezeit in Min.	180	90 ±30	180	180	60	120	180	180	180	180	180
	Atmosphäre	Wasserstoff		Wasserstoff	Wasserstoff + Argon und nur Wasserstoff	Wasserstoff	Vacuum	Argon				Wasserstoff
Mechanische Eigenschaften	Enddichte in %	97,5		99	96	94	86		98,1 ±0,1	98,1 ±0,1	98,3 - 99,5	
	E-Modul in GPA								151,3 ±7,7	153,7 ±6,7		132 ±65
	Streckgrenze in MPa							104,77 ±6,97	179,9 ±4,2	184,6 ±4,9	155 - 165	
	Zugfestigkeit in MPa				581 ±10			311,81 ±36,96	497,1 ±4,3	495,1 ±5,3	500 - 520	296 ±78
	Bruchdehnung in %				64 ±2			12,48 ±2,81	36,7 ±1,2	35,4 ±1,2	32 - 37	32 ±16

### 3. Praktisches Vorgehen

In einer Veröffentlichung (German, 2020) wurde durch Literaturrecherche 94 relevante Beispiele analysiert und eine statistische Analyse durchgeführt. Statistisch signifikante Faktoren im Hinblick auf die Verdichtung sind eine kleinere Partikelgröße, eine langsamere Aufheizrate und eine höhere Sintertemperatur festgestellt.

Sintertemperatur ist einer der wichtigsten Faktoren, die die Schrumpfrate beeinflusst und wurde von unterschiedlichen Forschern untersucht. Die Temperatur hat aufgrund der sich ständig ändernden Mikrostruktur komplexe Auswirkungen auf den Sinterprozess.

In Abbildung 22 sind einige Literaturwerte von Enddichte in Abhängigkeit der Temperatur für SS316L zu sehen. Wagner und seine Kollegen (Wagner et al., 2022) haben mit feineren Pulver der Größe D50 2,8  $\mu\text{m}$  durch FFF-Verfahren Proben gefertigt und bei den Temperaturen 1200, 1300, 1350 und 1360  $^{\circ}\text{C}$  jeweils für 3 Stunden Haltezeit gesintert. Es hat sich keinen signifikanten Effekt auf relative Dichte von 1200  $^{\circ}\text{C}$  auf 1300  $^{\circ}\text{C}$  ergeben und die relative Dichten lagen bei etwa 87 %, wobei das Sintern bei 1350 und 1360  $^{\circ}\text{C}$  jeweils 96 und 97 % Enddichte resultiert haben. Thompson und seine Mitarbeiter haben mit gröberem Pulver D50 17,7  $\mu\text{m}$  auch durch FFF-Verfahren Proben gedruckt. Die Stufen für Sintertemperatur waren sehr nah liegend, und zwar 1330, 1340, 1350 und 1360  $^{\circ}\text{C}$ . Sie haben festgestellt, dass die relative Dichte über 120 Min. lange Haltezeit sich nicht mehr erhöht, sondern dass die Körner weiterhin wachsen. Es lässt sich sagen, dass die Sintertemperaturen im Bereich von 1200  $^{\circ}\text{C}$  bis zur Schmelztemperatur untersucht wurden. Ein S-förmiger Verlauf der relativen Dichte ist hierbei zu sehen. Es wird erwartet, dass in Sintertemperaturen zwischen 1200  $^{\circ}\text{C}$  und 1300  $^{\circ}\text{C}$  kleinere und bei höheren Temperaturen größere Erhöhungen der relativen Dichte.

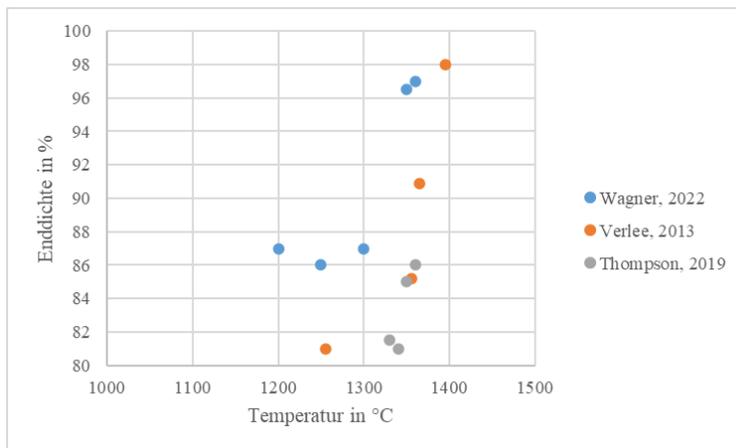


Abbildung 22: Enddichte Variierung in Abhängigkeit der Temperatur in der Literatur für SS316L

In Abbildung 23 wurde eine ähnliche Untersuchung für das Material Ti-6Al-4V durchgeführt.

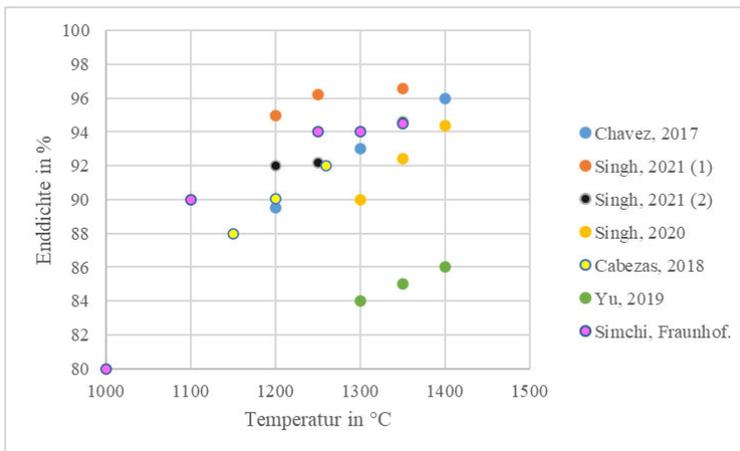


Abbildung 23: Enddichte Variierung in Abhängigkeit der Temperatur in der Literatur für Ti-6Al-4V

Die Aufheizrate ist auch ein veränderbarer Parameter im Sinterzyklus. Es gibt jedoch nur begrenzte Forschung darüber. Johnston et. al fanden heraus, dass das theoretische Modell nur für schnelle Aufheizrate gelten kann. Daher sollte ein Modell basierend auf experimentellen Daten erstellt werden, um die Beziehung zwischen Aufheizrate und Schrumpfungsrage herzustellen. In der gefundenen Literatur wurden eine Aufheizrate von 3 °K/Min. bis 30 °K/Min. untersucht.

Auch Haltezeit ist in der Literaturrecherche zu finden. Es wurde eine Haltezeit von hauptsächlich 1 bis 4 Stunden verwendet.

#### 3.1.7 Auswahl Probengeometrie und FE-Netz

Als eine einfache Probengeometrie wurde ein Quader-Modell ausgewählt. Der Hintergrund dafür ist, dass die physikalische Effekte wie Schrumpfung und Dichte der Proben leicht bemessen werden können. Die Simulationsergebnisse des Quader-Modells wurden auch im Design of Experiments verwendet. Da das Quader-Modell in x und y gleiche Längen hat, schrumpft es in der Simulation gleichmäßig. Deshalb wurden die Schrumpfungen in x und y im Design of Experiments nicht getrennt berücksichtigt. Das Modell und die Abmessungen sind in Abbildung 24 zu sehen.

### 3. Praktisches Vorgehen

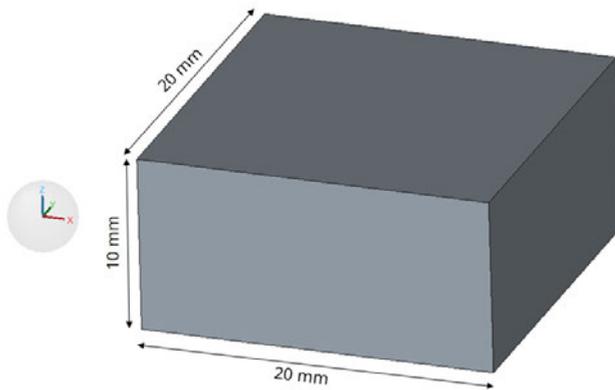


Abbildung 24: 3D-Quader-Modell für die Simulation

Nach Erstellung des 3D-Modells sollte eine Vorgehensweise des FE-Modells festgestellt werden. Für die Elementgröße des Modells wurden für gleiche Sinterzyklen unterschiedliche Elementgrößen untersucht. Die „Elementanzahl“, „Knotenanzahl“, „Dauer der Simulation“ und die betrachtete Ergebnisse „Schrumpfung“ und „Enddichte“ sind in Tabelle 3 zu finden. Es lässt sich sagen, dass die Ergebnisse sich bei sich verkleinerten Elementgrößen überhaupt nicht ändern. Wenn das Netz feiner wird, wird sich die Knotenanzahl erhöhen. Das verursacht eine längere Berechnungsdauer der Simulation.

Tabelle 3: Elementgröße-Untersuchung des Quader-Modells

Parameter			Schrumpfung in %		Enddichte in %	Elementgröße in mm	Elementanzahl	Knotenanzahl	Dauer in Min.	Anzahl der Schritte
St. in °C	Tr. in K/Min.	Hz. in h	x, y	z						
1200	6	2,5	15,45	15,50	94,38	4,00	542	159	1,0	200
1200	6	2,5	15,45	15,50	94,38	3,00	1133	297	1,5	200
1200	6	2,5	15,45	15,50	94,38	2,00	3538	812	2,0	200
1200	6	2,5	15,45	15,50	94,38	1,50	7865	1690	4,0	200
1200	6	2,5	15,45	15,50	94,38	1,00	25756	5111	24,0	200
1200	6	2,5	15,45	15,50	94,38	0,75	56894	10936	60,0	200

Außerdem sollte auch die Verteilung der Ergebnisse im Netz betrachtet werden. In Abbildung 25 werden die Schnittansichten mit 4 mm und 1,5 mm Elementgröße vernetzte Modelle gezeigt. Die relative Dichte Verteilung im feineren Netz ist deutlich besser als größerem Netz. Deshalb wird die Elementgröße von 1,5 mm in den Simulationen vom Quader-Modell verwendet. Bei komplizierten Modellen wurden kleinere Elementgrößen gewählt und kontrolliert, so dass das FE-Netz ausreichend fein wird.

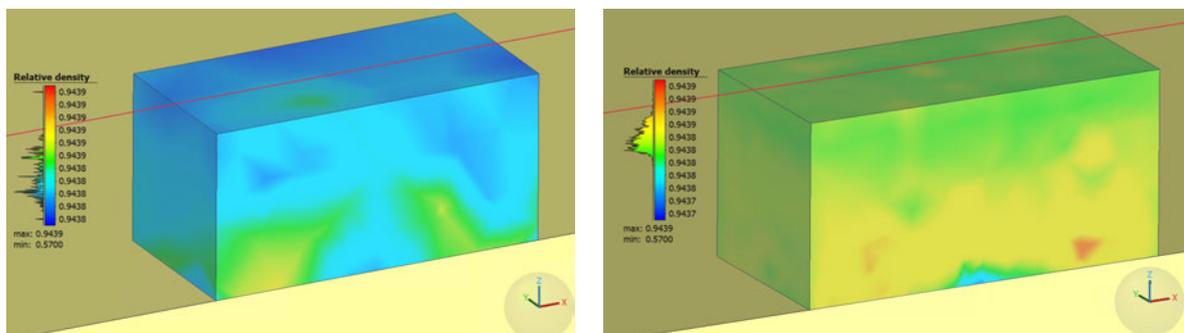


Abbildung 25: Relative Dichte Verteilung Schnittansicht in xz-Ebene: links mit 4 mm und rechts mit 1,5 mm Elementgröße

### 3. Praktisches Vorgehen

Für erweiterte Probengeometrien, die in 3.1.9 dargestellt werden, sind niedrigere Elementgrößen gewählt. Vor allem beim Prüfkörper, zwei Elemente über die Dicke erzeugt.

Ein anderer Aspekt, der festgelegt werden soll, ist die Schrittweite in der Simulation. Die Lösung der Simulation mit Nichtlinearitäten wird im Binder Jetting Modul mit impliziter Lösung erreicht. Dadurch können feste Schrittweiten voreingestellt werden, um konsistente Ergebnisse zu erhalten. In Tabelle 4 werden Sintersimulationen von einem Sinterzyklus mit Schrittweiten 5 bis 500 durchgeführt und die Enddichte-Ergebnisse sind verglichen. Je größer die Anzahl der Schritte ist, desto dauert die Simulation länger. Die Änderung der Enddichte ab einer Anzahl der Schrittweite von 200 beträgt weniger als 0,4 %, welche ausreichend gering beurteilt werden kann.

Tabelle 4: Untersuchung nach Feststellung der Anzahl der Schritte

St. in °C	Tr. in K/Min.	Hz. in h	Dauer in Min.	Anzahl der Schritte	Enddichte in %	Änderung in %
1300	7	2,5	0,2	5	64,5201	-
1300	7	2,5	0,5	25	95,2285	30,7083
1300	7	2,5	1,0	50	93,6739	-1,5546
1300	7	2,5	2,0	100	93,5021	-0,1718
1300	7	2,5	4,0	200	93,9013	0,3992
1300	7	2,5	6,0	300	93,8310	-0,0703
1300	7	2,5	8,5	400	93,7509	-0,0801
1300	7	2,5	10,0	500	93,8640	0,1131

Mit den Werten von der Tabelle 4 wurde eine Konvergenzstudie durchgeführt und in Abbildung 26 dargestellt, um den Verlauf besser zu sehen.

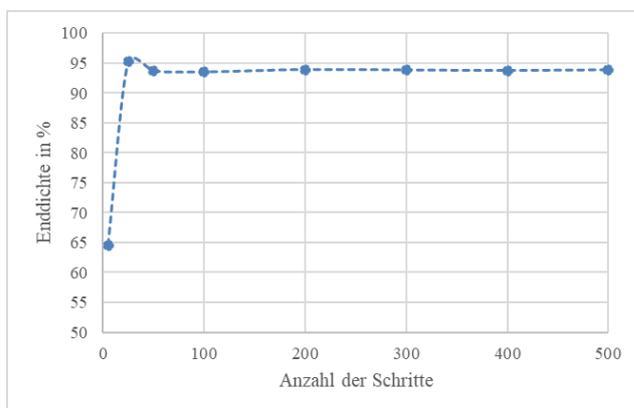
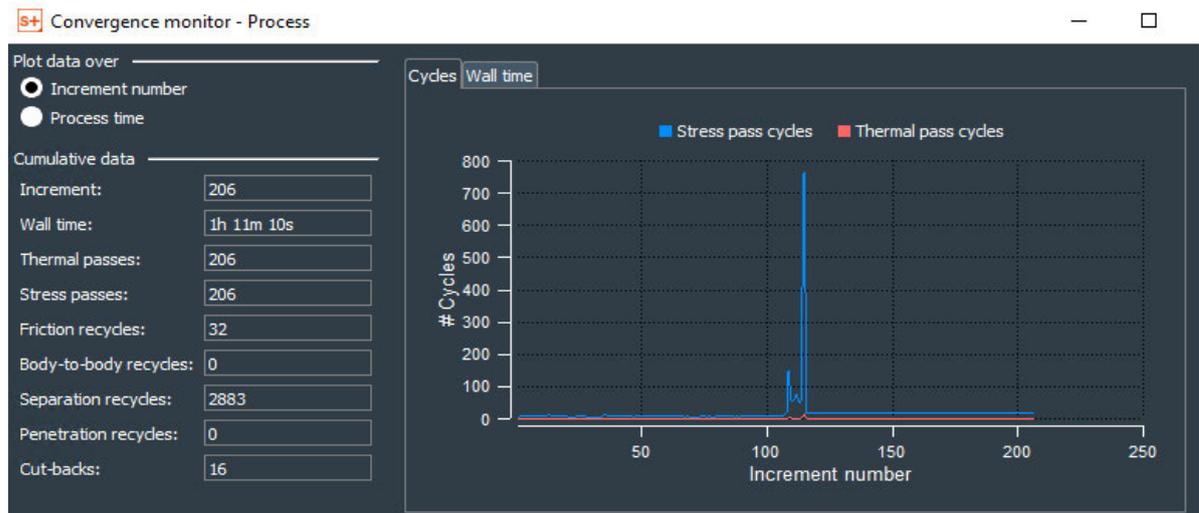


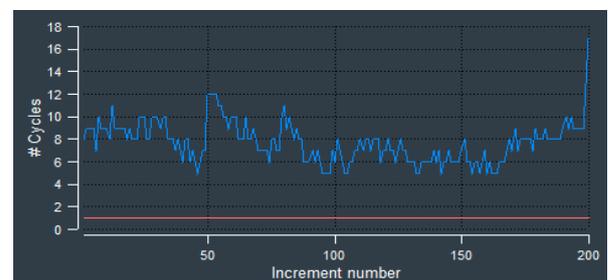
Abbildung 26: Konvergenzstudie für Anzahl der Schritte

In Abbildung 27 werden jeweilige Konvergenz-Monitore der Simulation dargestellt. Die erste Simulation, die nicht konvergiert hat, lieferte ab dem 106. Zeitschritt zu viele Iterationen, dass es keine vernünftigen Ergebnisse liefert. Im späteren Verlauf hat die Simulation die Berechnung abgebrochen und es wurde eine Fehlermeldung angezeigt. Bei sehr kleinen Zeitschritten wird die Konvergenz sehr schlecht. Das liegt daran, dass bei Zeitschritten, die gegen 0 gehen, numerische Fehler überwiegen. Die Simulation mit 100 Schrittweite hat pro Zeitschritt 5 bis 21 Iterationen gebraucht und letztendlich konvergiert. Im Vergleich zu 100 Schrittweite, lieferten höhere Schrittweiten geringfügig niedrigere Anzahl der Iterationen und stabile Berechnungen.

### 3. Praktisches Vorgehen

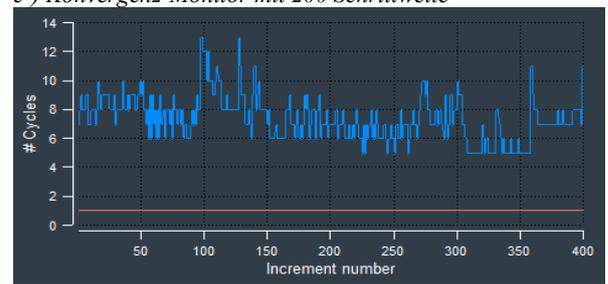
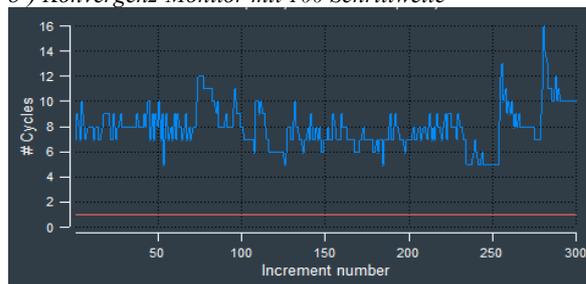


a-) Konvergenz-Monitor ohne Festlegung der Schrittweite



b-) Konvergenz-Monitor mit 100 Schrittweite

c-) Konvergenz-Monitor mit 200 Schrittweite



d-) Konvergenz-Monitor mit 300 Schrittweite

e-) Konvergenz-Monitor mit 400 Schrittweite

Abbildung 27: Konvergenz-Monitoren für unterschiedliche Schrittweiten

#### 3.1.8 Design of Experiments zu Einflussgrößen

Design of Experiments (DoE, Statistische Versuchsplanung) ist eine effiziente Methode, um aus einer Vielzahl von Parametern die relevanten Einflussfaktoren für einen Prozess zu ermitteln. Mit Hilfe eines Versuchsplans werden diese Faktoren weitgehend unabhängig voneinander variiert, um deren Effekte auf die Zielgrößen abzuleiten. An dieser Stelle kann die Design of Experiments (DoE, Statistische Versuchsplanung) Methode verwendet werden, um aus dieser Vielzahl von Parametern die relevanten Einflussfaktoren für den Sinter-Prozess zu ermitteln. Mit Hilfe eines Versuchsplans werden diese Faktoren weitgehend unabhängig voneinander variiert, um deren Effekte auf die Zielgrößen und damit ein Ursache-Wirkungs-Modell abzuleiten.

In dieser Arbeit wurde der „Central Composite Response Surface Method“ (CCF) benutzt, weil es einige Vorteile in diesem Fall hat. Die Punkte können zum Beispiel geometrisch leicht dargestellt werden, wie es in Abbildung 28 zu sehen. Bei CCF mit  $\alpha$  gleich 1 werden keine Punkte außerhalb des Volumens liegen und dadurch wird es nur zwischen festgestellte Stufen interpoliert. Außerdem sind die Anzahl der Berechnungen höher als andere Varianten, welche konsistente Ergebnisse liefern könnte.

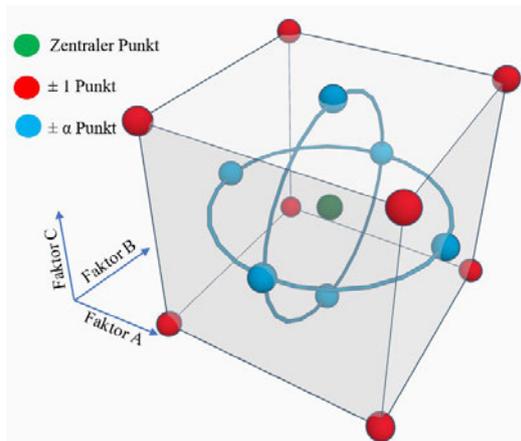


Abbildung 28: Darstellung der CCF

Die Einflussgrößen sollen in einem Bereich definiert werden, der anwendbar ist. Nach langer Literaturrecherche und Betrachtung der Anwendbarkeit wurden Stufen für die drei Einflussgrößen „Sintertemperatur“, „Aufheizrate“ und „Haltezeit“ definiert. Die Stufen sollen möglichst vergleichbare prozentuale Änderung haben, so dass die Sensitivität in den Ergebnissen erhöht wird.

Es wird für die Sintertemperatur ein Bereich von 1200 °C bis 1400 °C gewählt. Das entspricht der Literaturwerte in Tabelle 2. Damit ändert sich die Sintertemperatur von der ersten zur letzten Stufe 16,7 %.

Die Aufheizrate variiert sich im Allgemeinen, wie im Abschnitt 3.1.6 Identifikation der wichtigsten Einflussgrößen genannt wurde. Ein Bereich von 5 bis 7 K/Min. ist an dieser Stelle der Bereich, der eine möglichst geringe Änderung der Aufheizrate benötigt. Damit ändert sich die Aufheizrate 40 % im definierten Bereich.

Die Haltezeit wurde, wie es im Abschnitt 3.1.6 gegeben ist, von 1 bis 4 Stunden gewählt. Eine längere Haltezeit wird allerdings ein sich weiterhin entwickeltes Kornwachstum verursachen. Das sollte sowohl in der Praxis als auch in der Simulation vermieden werden.

Daraus ergibt sich in der Design of Experiments ein zentraler Punkt von 1300 °C, 6 K/Min., 2,5 h.

Als Response wurden zwischen zahlreichen Ergebnissen „Schrumpfung in x,y“, „Schrumpfung in z“ und „Enddichte in Prozent“ genommen. In Abbildung 29 werden Einflussparameter und Response dargestellt.

#### Central Composite Response Surface Method

Response Properties	
Name	Units
Schrumpfung xy	%
Schrumpfung z	%
Enddichte	%

Factor Properties								
Abbreviation	Name	Units	Type	Number of Levels	Level 1 (Low)	Level 2 (High)	Low Alpha	High Alpha
A	Sintertemperatur	°C	Quantitative	2	1200	1400	1200	1400
B	Aufheizrate	°K/Min.	Quantitative	2	5	7	5	7
C	Haltezeit	h	Quantitative	2	1	4	1	4

Abbildung 29: Design of Experiments Gesamtübersicht

### 3.1.9 Erweiterte Probengeometrien

Neben Quader wurden auch welche komplizierte Probengeometrien gebraucht, um das Sinterverhalten von unterschiedlichen Geometrien zu untersuchen. Sowohl in der Praxis als auch in der Simulation wurden die physikalische Größen wie Länge und Gewichte dreimal gemessen und immer die berechnete mittlere Werte sind genommen.

#### Prüfkörper

Um geometrieabhängige Sinterverhältnisse zu verstehen, wird eine komplexe Geometrie mit unterschiedlichen Features gebraucht. Folgende Punkte wurden bei der Erzeugung der Geometrie betrachtet:

- ohne großen Aufwand mittels FFF additiv fertigen,
- im besten Fall keine Stützstrukturen benötigen,
- wegen der Materialeinsparungen soll möglich wenig Volumen haben,
- so viele wie möglich Features enthalten,
- Genügend Abstände zwischen Features haben, um gegenseitige Effekte zu minimieren,
- sowohl liegend als auch stehend sintern zu können.

Anschließend wurde ein Modell mit 7 mm Stärke, wie in Abbildung 30 zu sehen ist, erzeugt.

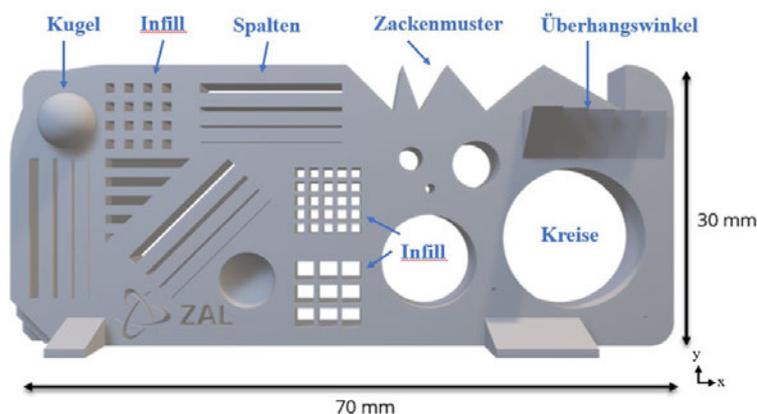


Abbildung 30: Prüfkörper Vorderansicht

### 3. Praktisches Vorgehen

Die sich befindende Features, ihre Maße, die gewünschte Ziele, Erwartungen und Messmethode sind in der Tabelle 5 zu sehen.

Tabelle 5: Features, ihre Ziele, Erwartungen und Messmethoden

Feature			Ziel	Erwartung	Messmethode
<b>Spalten</b>	<b>Einheit</b>	<b>Orientierung</b>			
0,10	mm	horizontal	Ab wann werden	sollte geschlossen sein	Fühlerlehre
0,25	mm	horizontal	Spalten geschlossen?	könnte funktionieren	Fühlerlehre
0,50	mm	horizontal	Orientierung	funktioniert	Fühlerlehre
1,00	mm	horizontal	Formtreue Rechteck	geht sicher	Fühlerlehre
0,10	mm	diagonal	Ab wann werden	sollte geschlossen sein	Fühlerlehre
0,25	mm	diagonal	Spalten geschlossen?	könnte funktionieren	Fühlerlehre
0,50	mm	diagonal	Orientierung	funktioniert	Fühlerlehre
1,00	mm	diagonal	Formtreue Rechteck	geht sicher	Fühlerlehre
0,10	mm	vertikal	Ab wann werden	könnte funktionieren	Fühlerlehre
0,25	mm	vertikal	Spalten geschlossen?	funktioniert	Fühlerlehre
0,50	mm	vertikal	Orientierung	geht sicher	Fühlerlehre
1,00	mm	vertikal	Formtreue Rechteck	geht sicher	Fühlerlehre
<b>Überhangswinkel</b>					Grünteil
10	°	Ab welcher	geht sicher	3D Scan	geht, Treppen Effekt
20	°	Winkel Sagging zu	geht sicher	3D Scan	geht, Treppen Effekt
30	°	sehen? Treppen	geht sicher	3D Scan	geht, Treppen Effekt
40	°	Effekt vom	sollte funktionieren	3D Scan	geht, kein Treppen Effekt
50	°	Grünteil	könnte funktionieren	3D Scan	geht, kein Treppen Effekt
<b>Infill (rechtlinear)</b>					
25	%	Formstabilität	sehr stabil	3D Scan, Mikroskop	sehr stabil
50	%		stabil	3D Scan, Mikroskop	sehr stabil
75	%		nicht stabil	3D Scan, Mikroskop	sehr stabil
<b>Zackenmuster</b>					
30	°	Unterschiedliche	Effekte zu sehen	3D Scan	keine Effekte
70	°	Verzug	keine Effekte zu sehen	3D Scan	keine Effekte
110	°		keine Effekte zu sehen	3D Scan	keine Effekte
<b>Kreise</b>	<b>Einheit</b>				
0,4	mm		Durchmesser	Gleiche Schrumpfung, schlechte Rundheit	Mikroskop
0,5	mm		Rundheit der Kreise	Gleiche Schrumpfung, schlechte Rundheit	Mikroskop
1	mm			Gleiche Schrumpfung, gute Rundheit	Mikroskop
2,5	mm			Gleiche Schrumpfung, gute Rundheit	3D Scan, Mikroskop
5	mm			Gleiche Schrumpfung, gute Rundheit	3D Scan, Mikroskop
10	mm			Untersch. Schrumpfung, schlechte Rundheit	3D Scan
15	mm			Untersch. Schrumpfung, schlechte Rundheit	3D Scan
<b>Kugel</b>					
6	mm	nach außen	Unterschiedliche Verzug	Wenig Verzug	3D Scan
6	mm	nach innen		Viel Verzug	3D Scan, Mikroskop

### Hohlquader

Um den Sagging-Effekt als nicht gewollte Deformation zu untersuchen und gleichzeitig die Maßhaltigkeit mit Quader zu vergleichen, wurde ein Hohlquadermodell erzeugt. Das Modell hat die gleiche Abmessungen wie bei Quader, allerdings mit einem Hohlraum von 15 x 20 x 5 mm (siehe Abbildung 31).

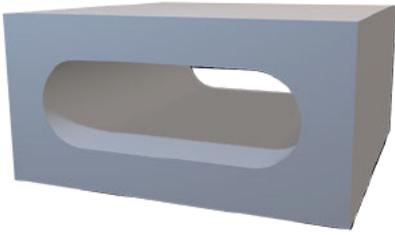


Abbildung 31: Hohlquader, 3D-Ansicht

Die „Oberfläche-zu-Volumen-Verhältnis“ (A/V-Verhältnis) für den Quader beträgt nur 0,44, wobei es für Prüfkörper 0,9557 und Hohlquader 0,8346 ist.

#### Optimierung durch Kompensation

In Simufact kann das gewünschte Modell durch Verwendung des Tools Verzerrungskompensation (Englisch: distortion compansation) optimiert und ein vorgeschlagenes Modell zum Sintern erhalten werden.

Für ein industrierelevante Demonstrationsbauteil wurde eine Verzerrungskompensation durchgeführt. Es hat eine Höhe von 39,84 mm, Breite von 37 mm und Dicke von 27,71 mm (siehe Abbildung 32).

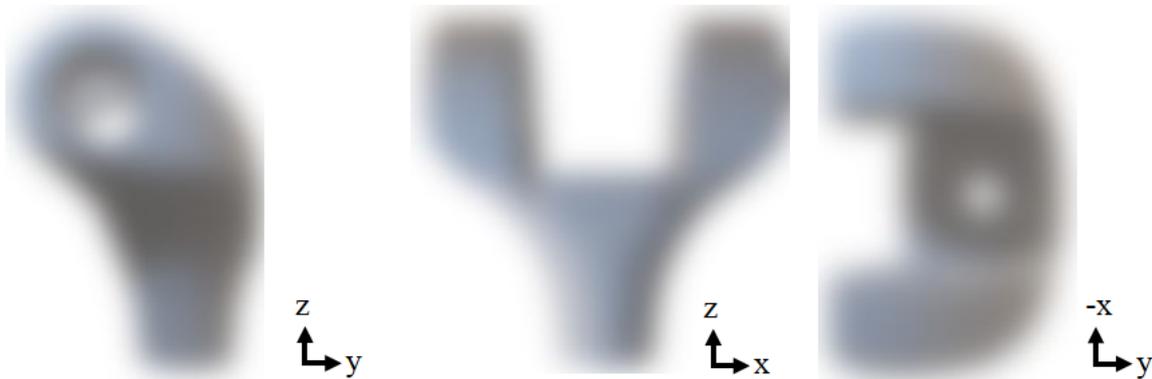


Abbildung 32: Demonstrationsteil: Seitenansicht, Vorderansicht, und Draufsicht des 3D-Modells

In der Simulation wurde der erste Sinterzyklus (siehe 4.2.4) verwendet. Die zulässige Verzerrung wurde auf 0,5 mm eingestellt und die Simulation durfte die Optimierung maximal in 3 Schritten durchführen. Die Simulation schaffte die zulässige Verzerrung bereits in 2 Schritten, wobei die maximale Verzerrung 0,25466 mm betrag, damit benötigte es keinen dritten Schritt. Die Optimierung und der Vergleich der Modelle wurden in Abbildung 33 dargestellt.

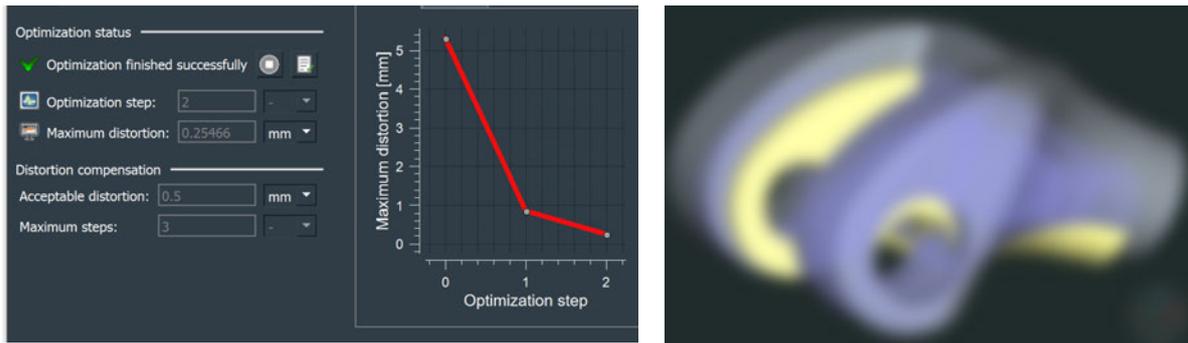


Abbildung 33: Verzerrungskompensation: links Optimierungsfenster, rechts das original (gelb) und kompensierte Modell (grau)

#### 3.1.10 Setterdesign

Setter sind die Supportstrukturen, die nur beim Sintern im Einsatz sind. In der Simulation können zwei Typen von Setter eingesetzt werden, und zwar Live und Keramik. Unter Live Setter versteht man, dass der Setter aus dem gleichen Material wie die Probe ist und zusammen schrumpft. Im Gegenteil wird ein Keramik Setter nicht geschrumpft, so hält er seine Form und kann wieder verwendet werden. Dieser Vorteil der Keramik Setter wird grundsätzlich verwendet, wenn eine hohe Anzahl von gleichen Bauteilen gesintert werden.

Der Prüfkörper, der vertikal gesintert wird, benötigt Unterstützung. Die sich auf der vorderen Seite befindenden Füße werden es nur einseitig unterstützen. Für die Rückseite wurde ein Setter benötigt. Es wurde entschieden, ein Setter aus Keramik zu benutzen, weil ein Setter aus dem gleichen Material zusammenschrumpfen wird und das Schrumpfungsverhalten des Prüfkörpers an den Kontaktstellen beeinflussen könnte. Eine Ofenstütze aus Keramik die Durchmesser von 42,5 mm und 39 mm und eine Höhe von 20 mm hat, wurde verwendet. Die Ofenstütze wurde mit einer Diamanttrennscheibe in die Hälfte geschnitten und auf die Rückseite des Prüfkörpers platziert (siehe Abbildung 34).

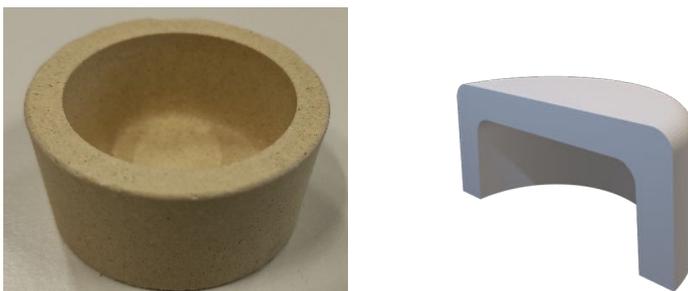


Abbildung 34: Ofenstütze aus Keramik: links Handyaufnahme, rechts in die Hälfte geschnittenes Ofenstütze-Modell

#### 3.1.11 FFF-Struktur Simulation

In der Software wird die Porosität wegen des eingesetzten Binder Jetting-Moduls homogen verteilt. In den bisherigen Simulationen wurde die FFF-Struktur durch die Eingabe der relativen Anfangsdichte angenähert. Das führt zu Abweichungen vom realen Teil, weil die FFF-gedruckten Bauteile keine homogen verteilte Porosität haben. Um diese Abweichung zu beurteilen und die spannungsbezogenen Eigenschaften der Struktur zu untersuchen wurde die Porosität bzw. Bahnen geometrisch erzeugt. Dafür wurde ein 3D-Modell der FFF-Struktur, die eine Schichthöhe von 0,25 mm und eine Bahnbreite von 0,4 mm hat, erzeugt. Das 3D-Modell der FFF-Struktur hat 97,693 % Grünteildichte.

Um konsistente Ergebnisse zu haben, musste es an den Krümmungen fein vernetzt werden. Eine sehr feine Vernetzung mit einer Elementgröße von 0,1 mm und eingestellte Krümmungsverfeinerung resultierte 51620 Knoten (siehe Abbildung 35).

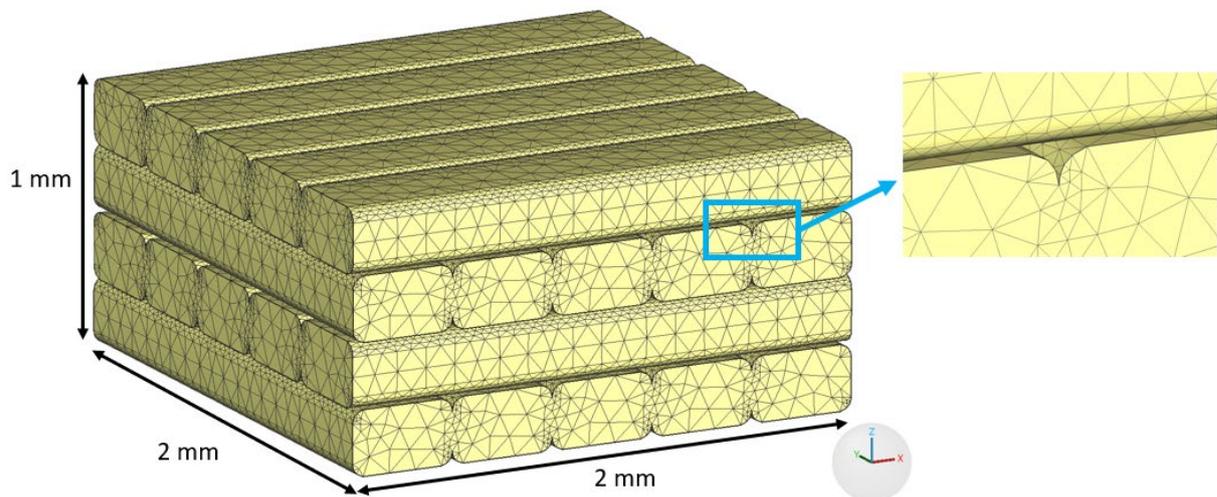


Abbildung 35: Vernetzung der FFF-Struktur

## 3.2 Validierung

### 3.2.1 Material

Bei dem verwendeten Material handelt es sich um das Filament aus SS316L mit feinerem Pulver vom Hersteller PT+A, der im weiteren Verlauf auch Materialhersteller benannt wird. Da es sich bei dem Material um ein Geschäftsgeheimnis handelt, ist die genauere Zusammensetzung des Bindemittels nicht bekannt. Auf Nachfrage wurde mitgeteilt, dass das Filament 93 % Metallpulverinhalt in Wt.-% hat, wodurch eine Dichte von  $5,017 \text{ g/cm}^3$  entsteht. Im Vergleich zu BASF Filament (Ultrafuse-316LX, 2022) beinhaltet es 3 % mehr Metallpulver. Weitere

### 3. Praktisches Vorgehen

Auskünfte bzgl. der Anteile an Additiven und Benetzungsmitteln wurden nicht mitgeteilt. Da das Hauptbindemittel vom PT+A in Aceton entbindert werden können, wurde es bevorzugt zu verwenden.

SS316L, europäisches Äquivalent 1.4404 bzw. X2CrNiMo17-12-2 (Deutsche Edelstahlwerke, 2022), zählt zu den korrosionsbeständigen Stählen. Das bei diesem Stahl vorliegende Gefüge lässt sich mit dem Schaefflerdiagramm, s. Abb. 33, unter der Verwendung der Nickel- und Chrom-Äquivalente, s. Gleichung 13 und Gleichung 14, ermitteln. Für jeden Werkstoff lässt sich ein Punkt im Schaefflerdiagramm einzeichnen. Je nach Lage des Punktes kann man so Rückschlüsse auf Schweißbeignung und vorliegendes Gefüge gewinnen. Es wurde ursprünglich für Schweißgut entwickelt, entspricht also einer raschen Abkühlung aus hoher Temperatur. Die ferrit- und austenitstabilisierenden Legierungselemente sind mit empirischen Gewichtungsfaktoren versehen und zu einem Äquivalent zusammengefasst. Vom Ni- und Cr-Äquivalent hängt ab, ob Martensit, Austenit oder Ferrit in abgeschreckten Stählen vorherrschen (Berns & Teisen, 2008). Zur Ermittlung der entsprechenden Äquivalente wurden die in Tabelle 6 angegebenen Massenanteile genutzt.

$$Ni - \text{Äquivalent} = \%Ni + 30\%C + 0,5\%Mn + 30\%N = 11,310\% \quad (13)$$

$$Cr - \text{Äquivalent} = \%Cr + \%Mo + 1,5\%Si + 0,5\%Nb = 19,685\% \quad (14)$$

Tabelle 6: Chemische Analyse des Metallpulvers

	Bestandteil in Gew.-%										
	Fe	Cr	Ni	Mo	Mn	Si	P	S	C	N	Rest
Min. nach DIN 17440	bal.	16	10	2	0	0	0	0	0	-	-
Gegeben	bal.	16,3	10,5	2,2	1,38	0,79	0,01	0,004	0,018	-	-
Max. nach DIN 17440	-	18	14	3	2	1	0,04	0,03	0,03	-	-

Mit den gegebenen Äquivalenten von Ni-Äquivalent = 11,310 % und Cr-Äquivalent = 19,685 % und unter der Verwendung des Diagramms aus Abbildung 36 kann das Gefüge als ein Austenit mit ca. 10 % Ferrit bestimmt werden.

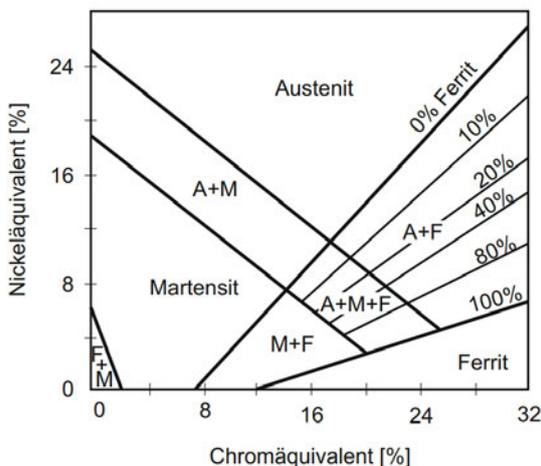


Abbildung 36: Schaefflerdiagramm (Berns & Teisen, 2008)

### 3. Praktisches Vorgehen

Die erhaltene und bemessene Materialkennwerte sind mit der in der Industrie weitverbreiteten BASF Filament vergleichen und sind in Tabelle 7 zu finden. Das Filament vom PT+A haben im Vergleich mehr Metallpulverinhalt in Vol.-%.

Tabelle 7: Materialkennwerte SS316L

		BASF	PT+A
Filament	Legierung	SS316L	SS316L
	Dichte Metallpulver in g/cm <sup>3</sup>	7,990	7,990
	Metallpulverinhalt in Wt.-%	90,000	93,000
	Metallpulverinhalt in Vol.-%	56,197	58,396
	Dichte des Filamentes in g/cm <sup>3</sup>	4,989	5,017
	Dichte des Binder in g/cm <sup>3</sup>	1,139	0,844

#### 3.2.2 Parameterauswahl

Um den Prozess zu simulieren, ist es notwendig, die grundlegenden Eigenschaften des Materials zu spezifizieren, die im größten Teil temperaturabhängig sind. Die meisten Materialparameter für SS316L sind bereits vom Softwarehersteller vordefiniert. Die Eigenschaften für SS316L, die in der Simulation verwendet wurden, sind in Tabelle 8 aufgeführt.

Tabelle 8: In der Simulation verwendete Materialparameter für SS316L

Eigenschaften	Parameter	Wert	Einheit
<b>Allgemein</b>	Erdbeschleunigung	9,81	m/s <sup>2</sup>
	Reibungskoeffizient	0,3	-
	Gaskonstante	8,31	J/(mol.K)
<b>Thermisch</b>	Schmelztemperatur	1399	°C
	Solidustemperatur	1371	°C
	Dichte	7966	kg/m <sup>3</sup>
<b>Mechanisch</b>	Poisson-Zahl	0,3	-
	Bruchdehnung	45	%
	Dehngrenze (R <sub>p0,2</sub> )	547	MPa
	Zugfestigkeit	676	MPa
<b>Sintern</b>	Korngröße	5	µm
	Korngrößenkonstante	6,65e-13	-
	Präexponentialkonstante	7,9e+08	Pa.s
	Aktivierungsenergie viskose Strömung	20	kJ/mol

#### 3.2.3 Probenherstellung AM

Die wichtigsten Druckparameter zu untersuchenden Parameter wurden in zwei Kategorien eingeteilt: fixierte und kontrollierte Faktoren. Fixierte Faktoren, welche die

Umgebungsbedingungen stabilisieren sollen, sind: Bauraumgröße, Temperatur und Windschutz. Die kontrollierten Faktoren, die durch die Untersuchungen eine direkte Änderung erfahren, sind: Düsentemperatur, Betttemperatur, Druckgeschwindigkeit, Schichthöhe, Extrusionsbreite und Flussrate. In der Parameterentwicklung beim Slicen wurde die Software Ultimaker Cura 5.2.1 verwendet.

Da das SS316L Filament einen hohen Metallpulverinhalt in Wt.-% beinhaltet, hat es eine hohe Wärmeleitfähigkeit. Damit es beim Drucken nicht verstopft, mussten erstmal passende Druckparameter gefunden werden. Der erste Optimierungsvorgang wurde mit dem Quader-Modell durchgeführt. Die vorgeschlagene Düsentemperatur vom Hersteller beträgt zwischen 120 °C und 150 °C. Es konnte bei dem Drucker „Raise3D Pro2 Plus“ mit 0,4 mm Düsendurchmesser nicht gedruckt werden. Deshalb wurde erstmal eine Düse mit 0,6 mm Durchmesser benutzt.

#### 3.2.4 Entbinderung der Proben

Entbinderung der Proben wurden Eigeninitiative im ZAL GmbH durchgeführt. Die Versuche wurden nach Materialherstellerangaben durchgeführt.

Laut Materialhersteller werden die Hauptbindemittel zwischen 42 °C und 45 °C in Aceton für 12 bis 15 Stunden chemisch entbindert.

#### Vorversuch zum Entbindern

Für die erste chemische Entbinderung wurden die zwei Quader (Q\_9\_01 und Q\_10\_01) und die zwei Prüfkörper (P\_02 und P\_03) mitgebracht. Das Ziel war die Quader miteinander zu vergleichen, um die Features von Prüfkörper einmal liegend und einmal vertikal zu bewerten. Genug Mühe ist gegeben, damit die Grünteile nicht verloren gehen oder vertauscht werden. Die Proben wurden bei Raumtemperatur (ca. 20 °C) in Aceton gelegt. Dazu sind die Proben in einem flachen Glasgefäß platziert und mit einer ausreichenden Menge Aceton umspült worden. Unter den Grünlingen wurden welche Büroklammern gelegt, damit möglichst wenig Fläche der Proben verdeckt werden (siehe Abbildung 37).

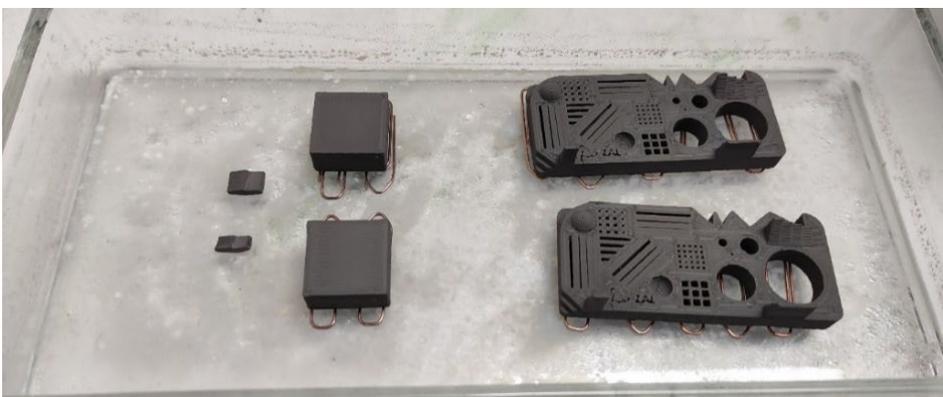


Abbildung 37: Proben im Glasgefäß vor dem Vorversuch zum Entbindern, Handyaufnahme

#### Entbinderungsversuche

Es wurde beim Vorversuch nicht geschafft, dass die Proben ausreichend Gewichtsverluste haben. Es wurde Mühe gegeben, um das Problem zu lösen.

Die Quader, die während der ersten Druckparameteroptimierung gedruckt wurden, wurden bei den Versuchen verwendet. Für sehr lange Zeit bei Raumtemperatur zu entbindern war auch nicht ausreichend. Einmaliger Versuch bei der Raumtemperatur nach 76 Stunden ergibt nur 2,40 % und 2,46 % Gewichtsverlust für die Quader. Es war noch weit entfernt vom gewünschten Bereich (min. 4,650 % und max. 5,348 %). Also die Proben mussten in aufgeheiztem Aceton entbindert werden, damit der Diffusionsprozess beschleunigt wird. Der vorgeschlagene Temperaturbereich zwischen 42 °C und 45 °C konnte mit der kontrollierten Temperatur von  $44 \pm 2$  °C realisiert werden. Es wurde einen Versuchsaufbau im Labor aufgebaut. Dafür wurde auf einem Heizbett ein Glasgefäß gelegt. Die Proben sind dieses Mal auf einem Feindrahtgitter draufgelegt, um möglichst wenig Oberfläche aufgedeckt werden. In Abbildung 38 ist die Versuchsaufbau zu sehen.

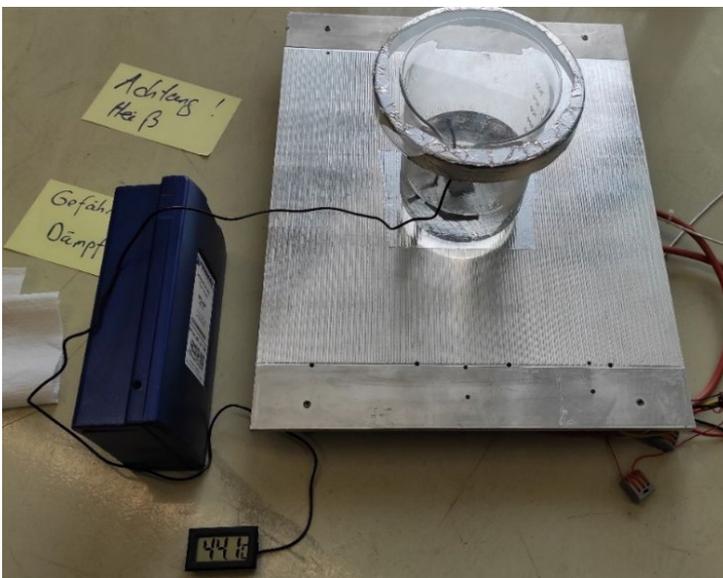


Abbildung 38: Versuchsaufbau für chemische Entbinderung, Handyaufnahme

#### 3.2.5 Sintern der Proben

##### Vorversuch zum Sintern

Der Sinterofen vom Nabertherm GmbH Modell N 11/HR wurde für das Sintern der Proben benutzt. Der Ofen kann eine Leistung von 5,5 kW und maximale Temperatur von 1280 °C leisten. Die vorgeschlagene Sintertertemperatur von 1380 °C vom Materialhersteller konnte nicht realisiert werden.

Für die thermische Entbinderung wurden 4 Plateau-Temperaturen von einer damaligen Studienarbeit übernommen. Das Sinterzyklus 2 wurde dementsprechend in diesem Vorversuch implementiert. Bedingt durch den permanenten Gasfluss kommt es in dem Begasungskasten zu

### 3. Praktisches Vorgehen

einer Kühlwirkung. In damaligen Versuchen mit dem Ofen wurde es erfahren, dass die Temperatur im Begasungskasten 10 bis 15 °C niedriger als die Ofentemperatur lag. Deshalb sind die Temperaturen für den ersten Versuch 10 °C höher als geplant eingestellt. Das eingestellte Sinterzyklus wurde als Programmnummer 9 gespeichert und ist mit Temperaturen, Aufheiz- und Haltezeiten in Tabelle Tabelle 9 zu sehen.

Tabelle 9: Sinterzyklus für Vorversuch

P	A						B						C					
	time 1	T1	time2	time3	T2	time4	time 1	T1	time2	time3	T2	time4	time 1	T1	time2	time3	T2	time4
	hh:mm	°C	hh:mm	hh:mm	°C	hh:mm	hh:mm	°C	hh:mm	hh:mm	°C	hh:mm	hh:mm	°C	hh:mm	hh:mm	°C	hh:mm
9	00:26	260	00:20	00:25	310	01:00	00:50	410	01:00	00:50	510	01:00	01:57	1210	03:00	00:00	0	00:00

Die Bräunlinge sind mit großem Abstand wie möglich auf einer Keramikplatte in dem Begasungskasten gelegt. Der Prüfkörper P\_03 ist vertikal (x-z Ebene) platziert und die zwei Füße sind an den Öffnungen des Körpers reingesteckt. Der Begasungskasten wird anschließend abgedichtet und in den Heizraum des Sinterofens gestellt, damit der Sinterprozess gestartet werden kann (siehe Abbildung 39).

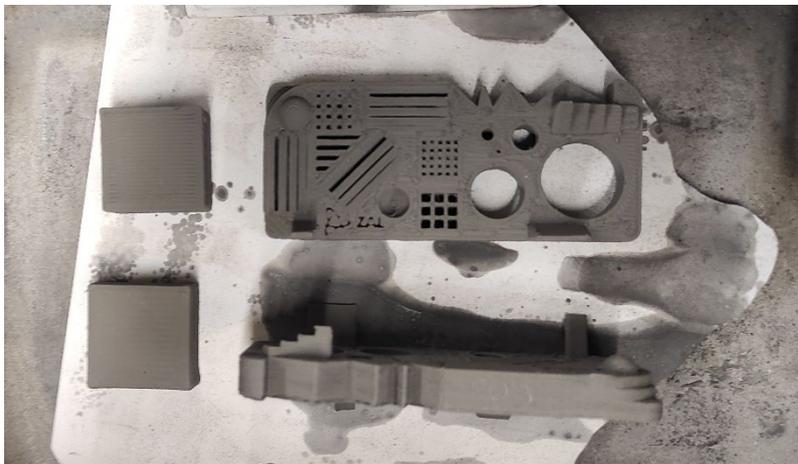


Abbildung 39: Begasungskasten vor dem Sintervorgang, Handyaufnahme

Der Begasungskasten wurde mit ca. 6 l/min Formiergas mit 95 % Stickstoff und 5 % Wasserstoff gespült. Dieses Gas ist nicht optimal, da es durch den hohen Stickstoffanteil in Verbindung mit dem verwendeten Material zu einem Nitrierprozess und damit zu einer Härtung kommt. Optimal wäre an dieser Stelle reiner Wasserstoff, der als technisches Gas eine weite Verbreitung hat und oft als Schutzgas für das Sintern genutzt wird (Schatt, Wieters, & Kieback, 2007). Es wurde auch vom Materialhersteller vorgeschlagen. Zum Zeitpunkt der Versuchsdurchführung stand dieses Gas jedoch nicht zur Verfügung.

Auch der Einsatz von Stickstoff (N<sub>2</sub>) als billiges und explosionsssicheres Schutz- oder Spülgas ist bei Metallen, wie Eisen und Kupfer, die eine geringe Neigung zur Aufstickung zeigen, möglich. Edelgase (Argon, Helium) sind für die Verwendung als technische Schutzgasatmosphären meist zu teuer und nur Sonderfällen, wie z.B. der Wärmebehandlung von rostfreiem Stahl oder Titan, vorbehalten (Schatt, Wieters, & Kieback, 2007).

Die Temperaturen vom Ofen und Begasungskasten sind in 5 Minuten Schritten bemessen. Der Sinterofen hat den Ofen nach Einstellungen aufgeheizt. Die Temperatur im Begasungskasten

war wie erwartet niedriger als die Einstellung. In den Haltetemperaturbereichen von 310 und 410 °C war es etwa 15 °C niedriger. Auch der Druckwert der Gasflasche wurde bei jeder 10 Bar Reduzierung dementsprechend eingetragen.

Bei der Erreichung der Temperaturen 310 und 410 °C wurde am Anfang starke und über die Zeit abnehmende Rauchabzug aus dem Sinterofen gesehen. Es waren vermutlich die Verdampfungstemperaturen der sich befindende Bindermittel in den jeweiligen Temperaturen

#### Sinterversuche

Ursprünglich wurden 3 Sinterversuche geplant, allerdings konnten nur zwei durchgeführt werden. Die zwei Sinterversuche zum Thema Sintern im Labor in Zusammenarbeit mit Herrn Benjamin Remmers vom Institut für Produktionstechnik der HAW Hamburg durchgeführt.

Anders als beim Vorversuch wurden in weiteren Sinterversuchen andere Plateau-Temperaturen für die thermische Entbinderung verwendet, welche vom Materialhersteller auch abgestimmt sind. Es wurden zwei statt drei Plateau-Temperaturen angewendet und bei den Temperaturen wurden für längere Haltezeiten (2 Stunden) thermisch entbindert (siehe Abbildung 40). Dadurch wurde es sichergestellt, dass die Binder komplett entfernt sind.

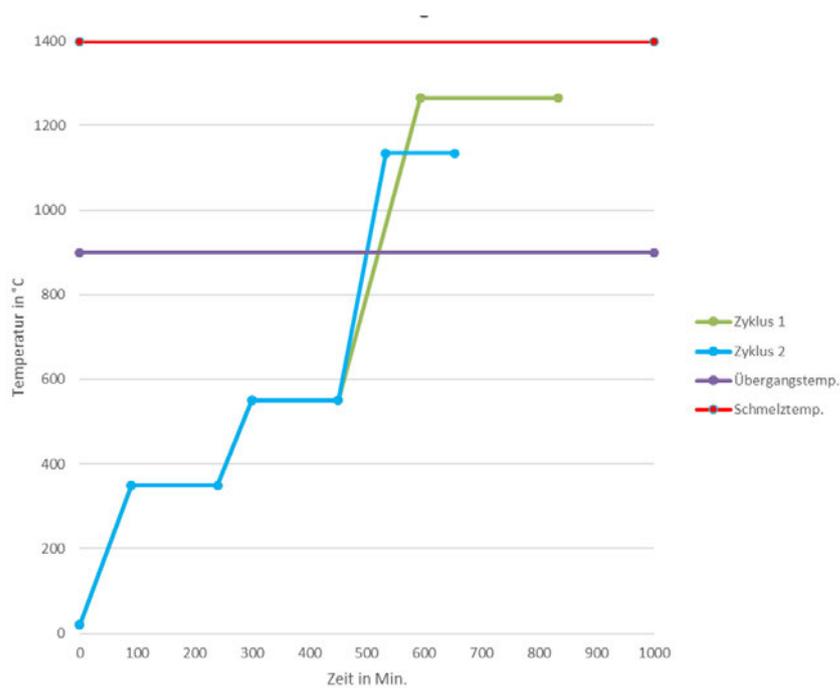


Abbildung 40: Geplante Sinterzyklus 1 und 2

In Abbildung 41 und Abbildung 42 sind die Grünteile im großen Begasungskasten zu sehen.

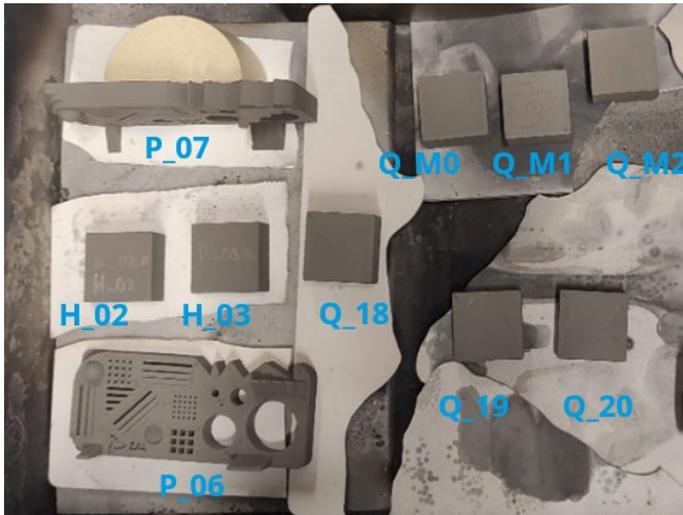


Abbildung 41: Proben im großen Begasungskasten vor dem ersten Sinterversuch, Handyaufnahme

Im zweiten Versuch sind außerdem die Quader Q\_16, Q\_17\_1 und Q\_17\_2, die leichte Risse während der chemischen Entbinderung gehabt haben, sind auch im Begasungskasten gelegt. Es wird geschaut, wie die Risse sich beim Sinterversuch reagieren.

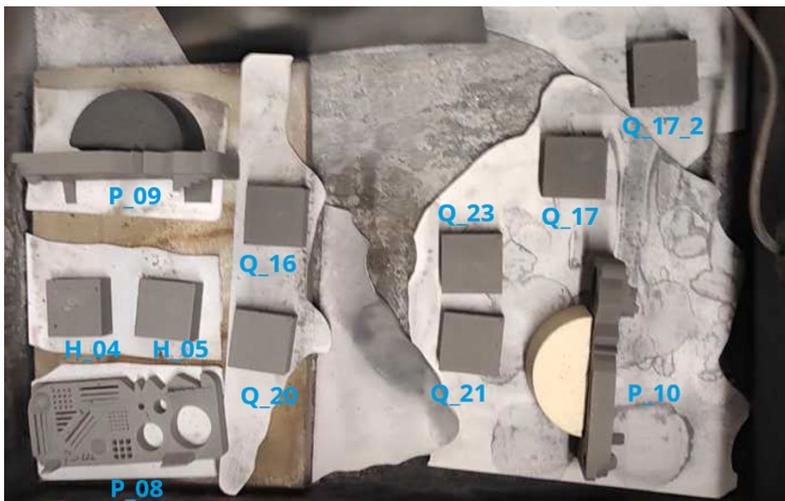


Abbildung 42: Proben im großen Begasungskasten vor dem zweiten Sinterversuch, Handyaufnahme

#### 3.2.6 Vermessung

Die in dieser Arbeit verwendete Geräte sind:

- Die Abmessungen der Proben wurden mit einem Digital-Messscheiber mit zwei Nachkommastellen gemessen. Erst bei den gesinterten Proben wurde ein Messschieber mit drei Nachkommastellen verwendet.

### 3. Praktisches Vorgehen

---

- Die Dichte der Proben wurden nach Auftriebswägung (Archimedesprinzip) bemessen (FSU Jena, 2022).
- Die Gewichte wurden mit einer Waage mit drei Nachkommastellen gemessen.
- Mikroskopaufnahmen wurden mit dem Gerät „RS PRO USB Wifi Microscope mit 1280 x 1024 Pixel genommen.
- Die Proben im grünen und gesinterten Zustand wurden mit dem Scanner „Artec 3D Space Spider“ gescannt.

## 4. Ergebnisse

In diesem Kapitel werden Ergebnisse der Simulation und Versuche dargestellt, und im Anschluss verglichen.

### 4.1 Ergebnisse der Simulation

Die Optimierungsergebnisse des DoE, Sinterspannungsergebnisse (als treibende Kraft der Sintersimulation) der Proben und die Simulationsergebnisse der FFF-Struktur werden in diesem Abschnitt beschrieben.

#### 4.1.1 Auswertung Design of Experiments

##### Regression Analyse

In Tabelle 10 sind die Simulationsergebnisse der Design of Experiments zu finden. Der Zentralpunkt wurde insgesamt 6-mal eingetragen. Die Schrumpfungswerte in z-Richtung sind geringfügig höher als in x- und y-Richtungen. Die hinterlegende Gründe dafür sind, dass die Schwerkraft die Schrumpfung in vertikaler Richtung unterstützt und gleichzeitig die Reibung in horizontaler Richtung die Schrumpfung gegenwirkt.

Tabelle 10: Design of Experiments Eingaben

Nummer	Parameter			Schrumpfung in %		Enddichte in %
	Sintertemperatur in °C	Aufheizrate in K/Min.	Haltezeit in h	x, y	z	
1	1200	6	2,5	15,20	15,27	93,34
2	1400	5	4,0	16,15	16,25	96,58
3	1400	6	2,5	15,55	15,61	94,47
4	1300	7	2,5	15,05	15,09	92,74
5	1200	5	1,0	15,10	15,12	92,86
6	1400	5	1,0	15,40	15,48	94,03
7	1200	7	1,0	13,95	14,00	89,25
8	1300	6	2,5	15,45	15,49	94,07
9	1300	6	2,5	15,45	15,49	94,07
10	1300	6	1,0	14,75	14,77	91,72
11	1300	5	2,5	15,80	15,85	95,27
12	1400	7	1,0	14,60	14,63	91,25
13	1300	6	4,0	15,75	15,85	95,23
14	1300	6	2,5	15,45	15,49	94,07
15	1200	7	4,0	15,30	15,40	93,73
16	1400	7	4,0	15,60	15,69	94,69
17	1300	6	2,5	15,45	15,49	94,07
18	1200	5	4,0	15,95	16,02	95,85
19	1300	6	2,5	15,45	15,49	94,07
20	1300	6	2,5	15,45	15,49	94,07

## 4. Ergebnisse

Um den Einfluss der Sinterparameter auf die „Ausgangsantwort“ herauszufinden, wurde eine Regression-Analyse durchgeführt. Da der P-Wert (die Signifikanzwahrscheinlichkeit) jeder Eingabeantwort (Input response) in Tabelle 6 kleiner als 0,05 (alpha = 0,05) war, waren alle Einflussfaktoren grundsätzlich signifikant. Aufheizrate und Haltezeit sind gegenüber Sintertemperatur signifikanter wegen ihrer sehr niedrigen P-Wert. Zusätzlich wurde der Wert von R-sq verwendet, um die Zuverlässigkeit des Modells zu beurteilen, das durch die Gleichung bestimmt wurde:  $R\text{-sq} = \text{SSR}/\text{SST}$  (SSR: Summe der Quadrate der Regression, SST: Gesamtsumme der Quadrate). Je näher der R-sq-Wert darüber hinaus bei 100 % liegt, desto höher wird die Korrelation von Eingabeantwort (Input response) und Ausgangsantwort (Output response), die durch die Regressionsgleichung abgeleitet wird. Noch wichtiger ist, dass der Wert von R-sq größer als 80 % sein sollte, um die Korrelation von Eingangsantwort und Ausgangsantwort sicherzustellen. Zusätzlich wurde die Verlässlichkeit der analysierten Daten durch Residualanalyse geprüft.

Tabelle 11: Regression Tabelle für Schrumpfung in x,y

Term	Coefficient	Standard Error	Low Confidence	High Confidence	T Value	P Value
Intercept	15.434545	0.012597	15.411715	15.457376	1225.301552	0
A:Sintertemperatur	0.18	0.011587	0.158999	0.201001	15.534489	2.496261E-8
B:Aufheizrate	-0.39	0.011587	-0.411001	-0.368999	-33.65806	1.266820E-11
C:Haltezeit	0.495	0.011587	0.473999	0.516001	42.719845	1.185607E-12
A • B	0.05625	0.012955	0.03277	0.07973	4.342022	0.001462
A • C	-0.05625	0.012955	-0.07973	-0.03277	-4.342022	0.001462
B • C	0.09375	0.012955	0.07027	0.11723	7.236703	2.800000E-5
A • A	-0.036364	0.022096	-0.076411	0.003684	-1.645728	0.130843
B • B	0.013636	0.022096	-0.026411	0.053684	0.617148	0.55093
C • C	-0.161364	0.022096	-0.201411	-0.121316	-7.302919	2.600000E-5

Für die Schrumpfung waren gemäß den Ergebnissen der Regression in Tabelle 11 die P-Werte, die größer als 0,05 sind, weisen darauf hin, dass der Einfluss dieser Parameter vernachlässigt werden konnte. Der Wert von R-sq beträgt 97,85 % und dadurch lässt es sich sagen, dass die Korrelation von Eingangsantwort und Ausgangsantwort sichergestellt ist.

### Optimierung der Antwortergebnisse

Um die optimalen Sinterparameter zu erhalten, sollte die „Response Surface Analysis“ zwischen der „Eingabewerte“ und der „Ausgangswerte“ systematisch untersucht werden. Die Optimierungsergebnisse sind in Abbildung 43 gezeigt, welche auch die Trends der Parameter darstellt. Offensichtlich könnten die optimalen Parameter als 1200 °C, 5,923 K/Min. und 2,958 h bestimmt werden und die entsprechende „Ausgangsantwort“ konnte vorhergesagt werden als: Schrumpfung x,y 15,404 % und Enddichte von 94 %.

## 4. Ergebnisse

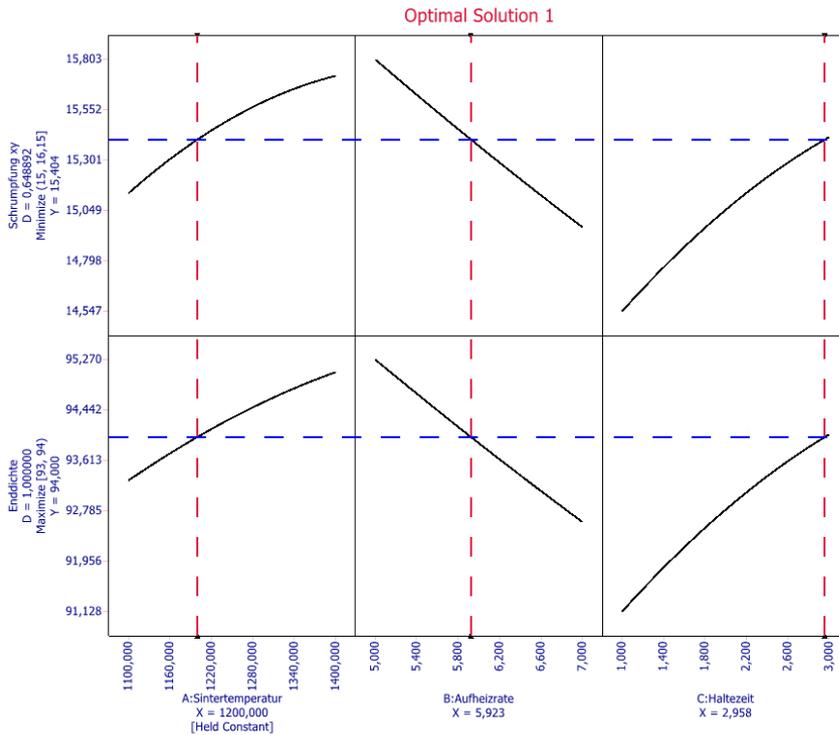


Abbildung 43: Optimierungsergebnis des DoE

Ursprünglich wurden 3 Sinterversuche geplant. Als Ziel wurde große Unterschiede in Schrumpfungs- und Enddichteunterschiede gesetzt, statt nur einen Einflussfaktor zu variieren. Der optimierte Zyklus aus dem DoE wurde als mittlere Zyklus gewählt. Die andere beiden Zyklen wurden an den machbaren Grenzen gewählt. Da die höchste Temperatur des Begasungskastens im Sinterofen 1265 °C ist, wurde es als die Sintertemperatur für das dritte Zyklus beurteilt. Damit wurden eine niedrigere Aufheizrate (5 K/Min.) und eine längere Haltezeit (4 h) definiert. Dadurch werden höhere Schrumpfungen und Enddichte erreicht. Für das erste Zyklus wurde im Gegenteil niedrigere Sintertemperatur (1135 °C), höhere Aufheizrate (7 K/Min.) und kürzere Haltezeit (2 h) gewählt (siehe Tabelle 12).

Tabelle 12: Sinterparameter der ursprünglich geplante Sinterzyklen

Zyklus	Parameter		
	Sintertemperatur in °C	Aufheizrate in K/Min.	Haltezeit in h
Zyklus 1	1135	7	2
Zyklus 2	1200	6	3
Zyklus 3	1265	5	4

In Design of Experiments können die Responses vorhergesagt werden. Es musste allerdings für das zweite Sinterzyklus extrapoliert werden, weil die Sintertemperatur sich außerhalb der definierten Stufen befindet. In

Tabelle 13 sind die Vorhersagen für Schrumpfung und Enddichte der zwei Versuchen dargestellt.

## 4. Ergebnisse

Tabelle 13: DoE Vorhersage für Schrumpfung und Enddichte

Zyklus	Parameter			Schrumpfung x,y in %		Schrumpfung z in %		Enddichte in %	
	Sintertemperatur in °C	Aufheizrate in K/Min.	Haltezeit in h	Mean Predicted	Standard Error	Mean Predicted	Standard Error	Mean Predicted	Standard Error
Zyklus 1	1265	5	4	16,05	0,03	16,12	0,03	96,16	0,08
Zyklus 2	1135	7	2	14,32	0,06	14,42	0,05	90,58	0,16

### 4.1.2 Simulationsergebnisse der Proben

#### Prüfkörper

In Abbildung 44 wurde die höchste erreichte Sinterspannung des stehend gesinterten Prüfkörpers im ersten Sinterzyklus dargestellt. Der Schwerkraft-Effekt lässt sich im oberen Bereich von horizontal orientierten Spalten und an den Kreisen erkennen. Er ist aber nicht kritisch.

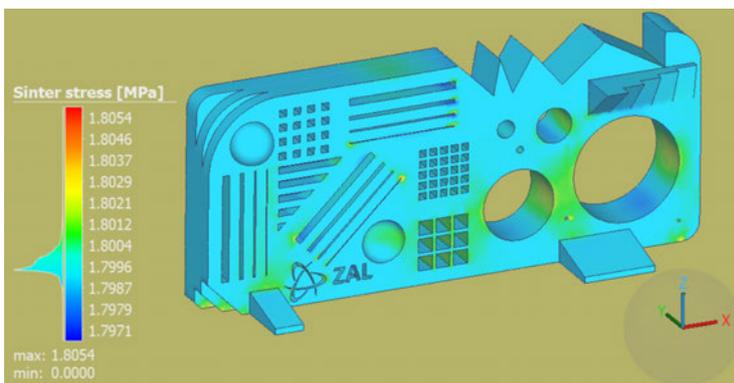


Abbildung 44: Höchste Sinterspannung für Prüfkörper im ersten Sinterzyklus, 3D-Ansicht

#### Hohlquader

In Abbildung 45 wurde die höchste erreichte Sinterspannung in einem Zeitschritt im ersten Sinterzyklus dargestellt. Die höchsten Spannungen sind an der oberen Abrundung des Loches zu sehen. Es ist zu beachten, dass die Verteilung relativ homogen ist, da sich die Spannung erst in der zweiten Nachkommastelle ändert. Deshalb wurde es nicht als kritisch betrachtet. Die Simulation hat nur 0,065 mm Verschiebung in z-Richtung vorausgesagt. Somit sollten laut Simulation keine signifikanten Sagging-Effekte auftreten.

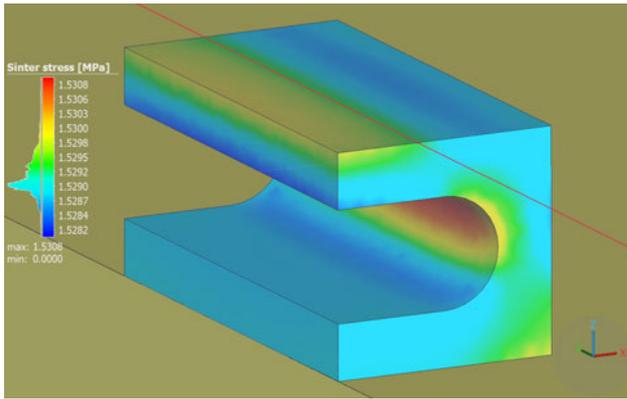


Abbildung 45: Höchste Sinterspannung für Hohlquader im ersten Sinterzyklus, Schnittansicht

### Kompensation

In Abbildung 46 ist die höchste Sinterspannung der Demonstrationsteile dargestellt. Anders als bei Quader und Hohlquader treten im Bereich des Berührungspunktes punktuelle maximale Sinterspannungen auf. Es wird erwartet, dass in den Bereichen höhere Schrumpfungen stattfinden.

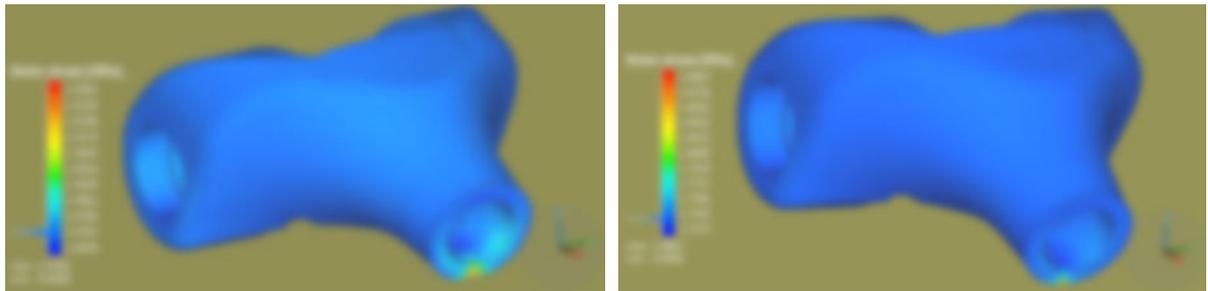


Abbildung 46: Höchste Sinterspannung für Demonstrationsteile im ersten Sinterzyklus, links D\_01, rechts D\_02

### 4.1.3 Simulationsergebnisse der FFF-Struktur

In Tabelle 14 werden die Schrumpfungs- und Enddichteergebnisse der Simulationen gezeigt. In der ersten Simulation wurde das Modell (2 x 2 x 1 mm) mit der homogen verteilten Porosität simuliert, welche die gleiche Schrumpfung in Prozent in x, y und z hat. Dieser Bezug (Binder Jetting) wurde in den Simulationen der Proben in dieser Arbeit verwendet und als FFF-Annäherung genannt. In den zweiten und dritten Simulationen wurde das Modell (2 x 2 x 1 mm) mit der geometrisch erstellten Porosität verwendet. In der zweiten Simulation wurde nur das CAD-Modell geändert. Das Ziel war, um zu sehen, ob die Geometrische Änderung ohne Berücksichtigung der Dichtedifferenz einen Unterschied macht. Dies hat leicht niedrigere Schrumpfungs- und Enddichtewerte gegeben. In der dritten Simulation wurden sowohl das CAD-Modell als auch die relative Anfangsdichte geändert. An dieser Stelle wurde der Wert vom Metallpulverinhalt in Vol.-Prozent als die relative Anfangsdichte in der

## 4. Ergebnisse

Simulation genommen. Es hat einen bemerkbaren Unterschied in den Ergebnissen gezeigt. Die erhöhte Schrumpfung in z für die geometrisch erstellten Poren trifft die Erwartung. Die Enddichte der FFF-Struktur kann unter der Annahme, dass die Poren nicht überproportional schrumpfen, abgeschätzt werden. Das heißt die Enddichte wird mit den Werten „mittlere Enddichte der Bahnen“ und „gleichbleibendes CAD-Volumen in %“ berechnet.

*Tabelle 14: FFF-Struktur Simulationsergebnisse*

Nummer	Bezug	CAD		Relative Anfangsdichte in %	Parameter			Schrumpfung in %		Enddichte in %
		Bauteil Geometrie-Volumen in %	Porosität		Sintertemperatur in °C	Aufheizrate in K/Min.	Haltezeit in h	x, y	z	
1	Binder Jetting	100	Homogen verteilt	56,874	1300	6	2,5	15,75	15,75	95,08
2	-	97,875	Geometrisch erstellt	56,874	1300	6	2,5	15,55	15,60	94,47
3	FFF	97,875	Geometrisch erstellt	58,396	1300	6	2,5	14,95	15,05	93,05

Um die Gründe für das niedrige Schrumpfungsverhalten besser zu verstehen, wurden die Spannungen näher analysiert. In Abbildung 47 werden die Hauptspannungen, höchste Sinterspannung und Kontaktstatus der dritten Simulation gezeigt. An den Porenwänden entstehen niedrige Sinterspannungen. Das könnte der Grund für den leichten Unterschied zwischen ersten und zweiten Simulationen sein.

Die höchste Hauptspannungen entstehen ebenfalls an den Porenwänden. Eine hohe maximale Hauptspannung wirkt der Sinterspannung entgegen. Eine hohe minimale Hauptspannung wirkt unterstützend. Die maximale Hauptspannung wird durch den Kontakt beeinflusst. Da die Porenwände sich asymptotisch nähern, wird ab einem bestimmten Punkt Glue-Kontakt hergestellt. Sie sind im Kontaktstatus als rote Flecke zu sehen. Im Versuch ist ebenfalls zu erwarten, dass an den Poren-Spitzen Sinterspannung herrscht. Es war nicht ganz klar, ob das am Glue-Kontakt liegt oder ein reales Phänomen ist. Um das herauszufinden, wurde eine weitere Simulation mit „Selbstkontakt Entfernung“ durch Hilfe der Softwarehersteller durchgeführt. Im Anschluss wurde es festgestellt, dass es am Glue-Kontakt liegt.

Laut Simulation könnten an den Stellen Risse entstehen bzw. die Risse werden sich in der Richtung, wo die Hauptspannung hoch ist, bilden. Diese Schlussfolgerung kann allerdings nicht genau entschlossen werden.

## 4. Ergebnisse

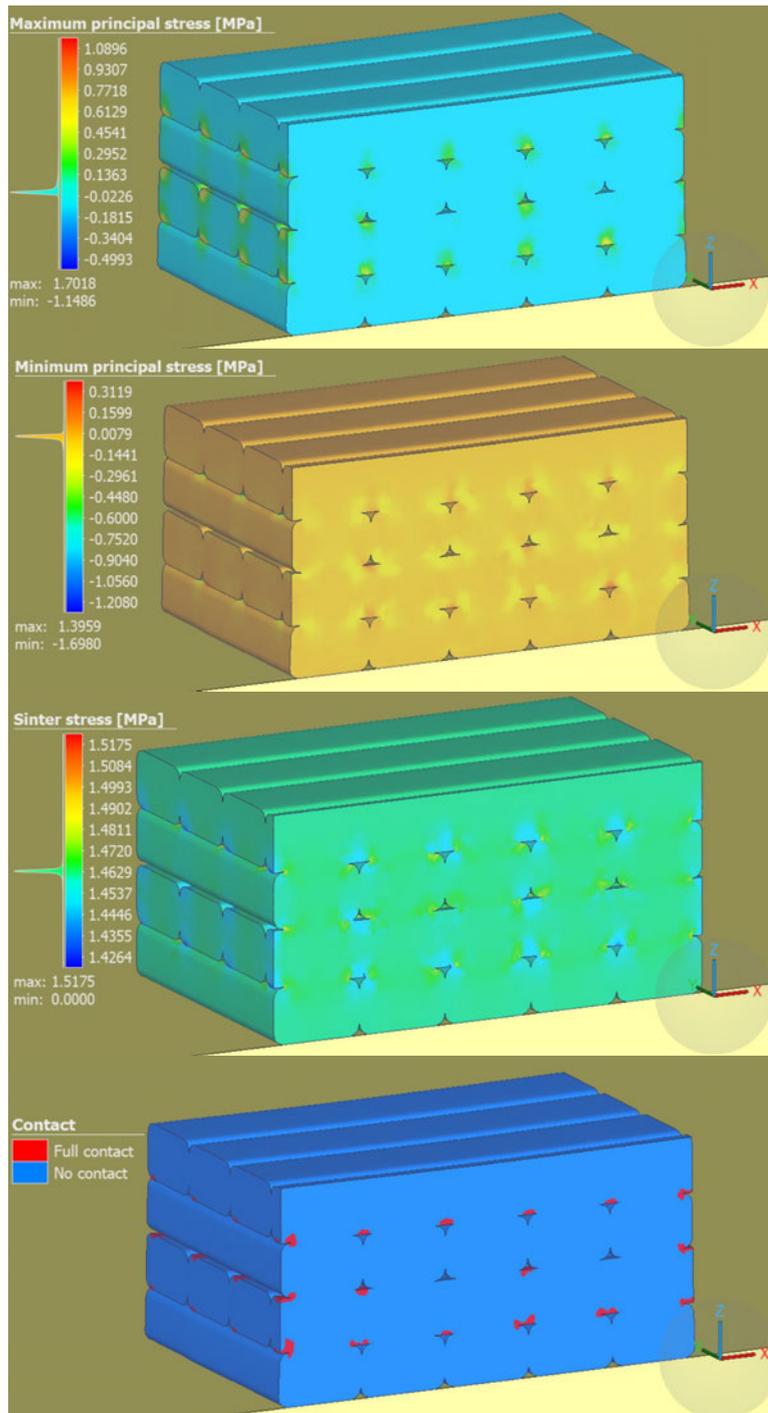


Abbildung 47: Von oben nach unten: maximale Hauptspannung, minimale Hauptspannung, Sinterspannung und Kontakt der FFF-Struktur, Schnittansicht

Die FFF-Struktur-Simulation hat durch die Reduzierung der Schrumpfung und Enddichte interessante Ergebnisse geliefert. Man sollte allerdings die Ergebnisse nicht überbewerten. Es zeigt zumindest die Charakteristik des Sinterverhaltens bei FFF-gedruckten Bauteilen.

## 4.2 Experimente

### 4.2.1 Probenherstellung AM

In Tabelle 15 sind die Druckparameter eingegeben. Die Zellen sind, wenn die Änderung positiv ist mit grün, neutral ist mit gelb und negativ ist mit rot eingefärbt. In den ersten Optimierungen wurde es gesehen, dass der Drucker zu wenig Material extrudiert. Deshalb mussten die Flussrate und gegebenenfalls die Extrusionsbreite erhöht werden. Eine zu schnelle Druckgeschwindigkeit führte eine Unterextrusion und eine zu niedrige Druckgeschwindigkeit eine Überextrusion. Die erste Druckjobs waren nicht erfolgreich wegen des Materialverlust an der unteren Oberfläche beim Abnehmen aus dem Druckbett. Erst bei einer Verwendung eines Klebebandes auf dem Druckbett konnten sie ohne Materialverlust aus dem Druckbett entfernt werden.

Tabelle 15: Der erste Optimierungsvorgang

Nummer	Druckparameter						Bewertung		
	Düsentemperatur in °C	Betttemperatur in °C	Druckgeschwindigkeit mm/s	Schichthöhe in mm	Extrusionsbreite in mm	Flussrate in %	Poren	Bahnablage	Kommentare
1	150	35	35	0,25	0,6	90	sehr viel	schlecht	Materialverlust
2	150	35	35	0,25	0,6	105	viel	gut	Materialverlust
3	150	35	35	0,25	0,6	110	wenig	gut	Materialverlust
4	150	35	35	0,25	0,7	110	wenig	sehr gut	Materialverlust
5	150	60	35	0,25	0,7	110	wenig	sehr gut	Materialverlust
6	150	65	35	0,25	0,7	110	wenig	sehr gut	Materialverlust
7	150	60	70	0,25	0,7	110	normal	gut	Unterextrusion
8	150	60	15	0,25	0,7	110	wenig	gut	Überextrusion
9	150	60	35	0,25	0,7	110	wenig	sehr gut	Fein

Im späteren Verlauf wurde erfahren, dass die 0,7 mm Extrusionsbreite für den Prüfkörper nicht passend war, weil der Prüfkörper anders als Quader-Modell sehr feine Ecken bzw. Features hat. Deshalb wurde auf einen anderen Drucker „Ender 3 Neo“ und 0,4 mm Düsendurchmesser umgestiegen. Außerdem wurde es vom Materialhersteller während der Vorversuche beim chemischen Entbinderung empfohlen, dass eine Düsentemperatur von 130 °C die Bahnen schonen könnte, natürlich abhängig von der Druckgeschwindigkeit.

Um ähnliche Features vom Prüfkörper zu testen und wenig Materialverbrauch zu leisten, wurde ein kleines Optimierungsmodell erzeugt und damit in 8 Schritten die Druckparameter im zweiten Optimierungsvorgang durchgeführt. Dieses Mal wurden einige Features und Effekte mit Punkten von 1 (nicht genügend) bis 4 (sehr gut) in Tabelle 16 bewertet. Als erstes wurde erkannt, dass der Treppeneffekt beim Drucken sehr groß war (siehe Abbildung 48 links). Deshalb wurde die Schichthöhe auf 0,15 mm reduziert. Im Weiteren wurde die Geschwindigkeit reduziert. Es hatte einen positiven Effekt für das Gewicht des Modells und Formgebung der Überhangstruktur. Weiterhin wurde 120 °C Düsentemperatur versucht. Es hatte den Sagging-Effekt leicht reduziert und die Löcher und Spalten haben eine bessere Form erhalten. Allerdings wurde die Düse beim Drucken in der 120 °C Temperatur mehrmals verstopft. Deshalb wurde zurück auf 130 °C gelangen. Eine leicht Erhöhte Flussrate auf 110 % hat die höchste Bewertung für das Optimierungsmodell erhalten. Diese Druckparameter wurden als optimierte gewählt (siehe Abbildung 48 rechts). Zusätzlich wurde für das Quader-Modell die Flussrate auf 120 %

## 4. Ergebnisse

erhöht, um die maximale relative Dichte zu erreichen, obwohl es eine Überextrusion führte. Damit wurden einige Quader mit den Parametern gedruckt.

Tabelle 16: Der zweite Optimierungsvorgang

Nummer	Druckparameter						Messung	Bewertung				
	Düsentemperatur in °C	Betttemperatur in °C	Druckgeschwindigkeit mm/s	Schichthöhe in mm	Extrusionsbreite in mm	Flussrate in %		Gewicht in g	Löcher und Spalten	Sagging	Treppeneffekt	Überhang
10	130	50	30	0,25	0,4	105	5,675	3	2	2	3	16
11	130	50	30	0,15	0,4	105	5,608	3	3	4	3	19
12	130	50	15	0,15	0,4	105	5,67	3	3	4	4	18
13	120	50	15	0,15	0,4	105	5,409	4	4	4	4	21
14	130	50	15	0,15	0,4	110	5,718	4	4	4	4	23
15	130	50	15	0,15	0,4	120	5,879	3	4	4	4	22

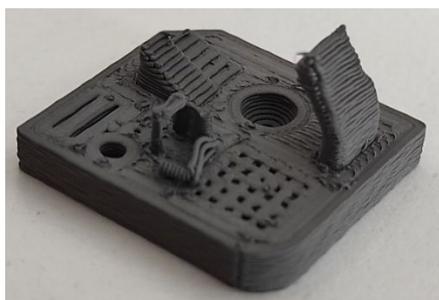


Abbildung 48: Proben für Druckparameteroptimierung: links Nummer 10, rechts Nummer 14

In Tabelle 17 wurden die Filament- und Grünteil-Eigenschaften des Materials von BASF und verwendeten Materials verglichen.

Tabelle 17: Filament- und Grünteil-Eigenschaften Vergleich

		BASF	PT+A
Filament	Legierung	SS316L	SS316L
	Dichte Metallpulver in g/cm <sup>3</sup>	7,990	7,990
	Metallpulverinhalt in Wt.-%	90,000	93,000
	Metallpulverinhalt in Vol.-%	56,197	58,396
	Dichte des Filamentes in g/cm <sup>3</sup>	4,989	5,017
	Dichte des Binders in g/cm <sup>3</sup>	1,139	0,844
Grünteil	Dichte des Grünteils in g/cm <sup>3</sup>	4,454	4,886
	Relative Grünteildichte in %	98,000	97,394
	Relative Anfangsdichte in %	55,073	56,874
	x in mm	20,000	20,000
	y in mm	20,000	20,000
	z in mm	10,000	10,000
	Volumen in cm <sup>3</sup>	4,000	4,000
	Gewicht Metallpulver in gr.	17,601	18,177

### Probenherstellung Quader

Es wurden zahlreiche Quader (Abkürzung Q) während der Parameterentwicklung gedruckt. Von denen wurden die, die mit den Optimierungsnummer 14 und 15 gedruckt wurden, im weiteren Verlauf entbindert und gesintert.

Zusätzlich wurden drei Quader während der Phase der Entbinderung der Proben (siehe Abschnitt 3.2.4) vom Materialhersteller zugeschickt. Diese sind mit den folgenden Druckparametern gedruckt: eine Düsentemperatur von 135 °C, eine Bahnbreite von 0,4 mm,

eine Schichthöhe von 0,05 mm und eine Flussrate von 100 %. Sie sind mit den Abkürzungen Q\_M0, Q\_M1 und Q\_M2 bezeichnet, wobei Q\_M0 bereits chemisch entbindert, und Q\_M1 und Q\_M2 im Grünteilzustand waren. Im Grünteilzustand haben sie eine bis zu 4 g niedrigerer Masse als Quader aus eigener Herstellung. Das bedeutet die erhaltenen Quader haben eine niedrige relative Anfangsdichte.

### Probenherstellung Prüfkörper

Die Prüfkörper sind ohne Stützstrukturen mit dem Druckparameter 14 gedruckt. Die geometrisch erstellte Infillpattern lassen sich gut zu drucken. Normalerweise werden solche Infillpattern erst bei Slicen erzeugt. Allerdings wollte man hierbei eine feste Infill in Prozent behalten, welche mit geometrisch erstellte Infillpattern möglich war.

### Probenherstellung Hohlquader

Hohlquader (Abkürzung H) sind im Bauraum so orientiert, dass sie keine Stützstrukturen benötigen. Davon wurden 5 Stück gedruckt, ein davon (H\_01) wurde bei der chemischen Entbinderung und die anderen im weiteren Verlauf verwendet.

### Probenherstellung Demonstrationsteil

Das Demonstrationsteil (Abkürzung D) wurde wegen seiner runden Form, wie in Abbildung 49 zu sehen ist, mit Stützstrukturen gedruckt. Außerdem wurde eine Brim-Konstruktion zugeführt, damit sich das Demonstrationsteil auf dem Druckbett gut hält. Sowohl die Stützstrukturen als auch der erzeugte Brim konnten sehr leicht entfernt werden. Es wurden ein Stück mit originaler (Soll-Goemetrie, D\_01) und ein Stück mit kompensierter Größe (D\_02) gedruckt.

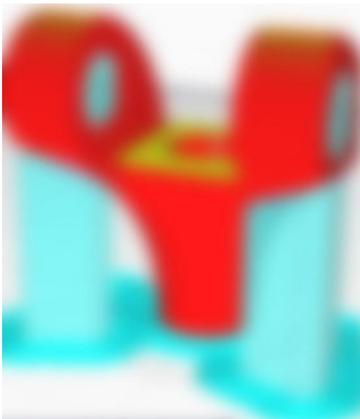


Abbildung 49: Slicen des Demostrationsteils

### 4.2.2 Ergebnisse der Vorversuche

Die Vorversuche zum Entbindern und Sintern wurden in Zusammenarbeit mit Herrn Benjamin Remmers vom Institut für Produktionstechnik der HAW Hamburg durchgeführt.

#### Ergebnisse des Vorversuches zum Entbindern

Der Grad der Entbinderung wird über den prozentualen Gewichtsverlust der Teile bestimmt, welcher laut Filamenthersteller min. 4,650 % und max. 5,348 % liegen soll. Nach der Entbinderung für 17 Stunden in der Raumtemperatur wurden die Proben an der Luft abgelüftet und ihre Gewichte wurden immer wiederkehrend mit einer 2-stelligen Waage gewogen, bis das Gewicht sich nicht mehr ändert. Erst nach 30 Minuten Ablüftung gab es keine Gewichtsänderung beim Wiegen mehr. Die Prüfkörper haben von 1,34 % bis 1,61 % Gewichtsverlust gehabt, wobei die Quader nur 0,82 % bis 0,89 % leichter geworden sind. Der Unterschied liegt daran, dass die Prüfkörper ein höheres Oberflächen/Volumen-Verhältnis und eine geringere Dicke als Quader haben, haben sie einen effektiven Diffusionsprozess bei der chemischen Entbinderung. Mit diesen Werten konnte allerdings der gewünschte prozentuale Gewichtsverlust während der Entbinderung nicht erreicht werden.

Während des Entbinderungsversuches behielten alle Proben ihre Form und es ist keine Rissbildung bei den Proben gekommen.

#### Ergebnisse des Vorversuches zum Sintern

Der Ofen hat sich während des Sinterns dreimal ausgeschaltet. Wegen Ein- und ausschalten hat sich die Temperatur im Begasungskasten im Temperaturbereich von 894 bis 953 °C variiert. Die Aufheizzeit hat sich dementsprechend 30 Minuten verlängert. Als Ursache wurde es angesehen, dass der Ofen wegen Verwendung eines Hakens aus Stahl nicht geerdet war. Eine feste Aufheizrate von 6 K/Min. wurde deshalb für 30 Minuten lang nicht geschafft. Da es noch bei niedrigeren Temperaturen passiert ist, hatte es vermutlich keinen großen Einfluss auf die Verdichtung und Schrumpfung.

Nach der Erreichung der Sintertemperatur wurde die eingestellte Haltezeit automatisch gestartet und 3 Stunden lang geführt.

Die Sintertemperatur während der Haltezeit war am Anfang 1194 °C. Über die Zeit hat es sich auf 1191 °C reduziert. Nach der Beendigung der Haltezeit wurde das eingestellte Programm beendet. Es wurde weiterhin Schutzgas angewendet und bis 920 °C ohne physikalische Änderung der Versuch durchgeführt. Danach wurde die Ofentür durch Benutzung eine Metallplatte von 40 mm Länge aufgehalten, damit die Abkühlung schneller geht. Wenn die Temperatur 600 °C erreicht wurde, wurde die Ofentür komplett aufgelassen. Als die Temperatur 475 °C erreicht wurde, wurde der Begasungskasten aus dem Ofen vorsichtig entnommen und durch Anwendung eine Kühlgebläse eine schnelle Abkühlung geschafft. Bei Erreichung der Temperatur 75 °C wurde der Begasungskasten aufgemacht. Das erstellte Zeit-Temperatur Diagramm in Abbildung 50 zeigt, wie die Temperaturen über Zeit gelaufen sind.

## 4. Ergebnisse

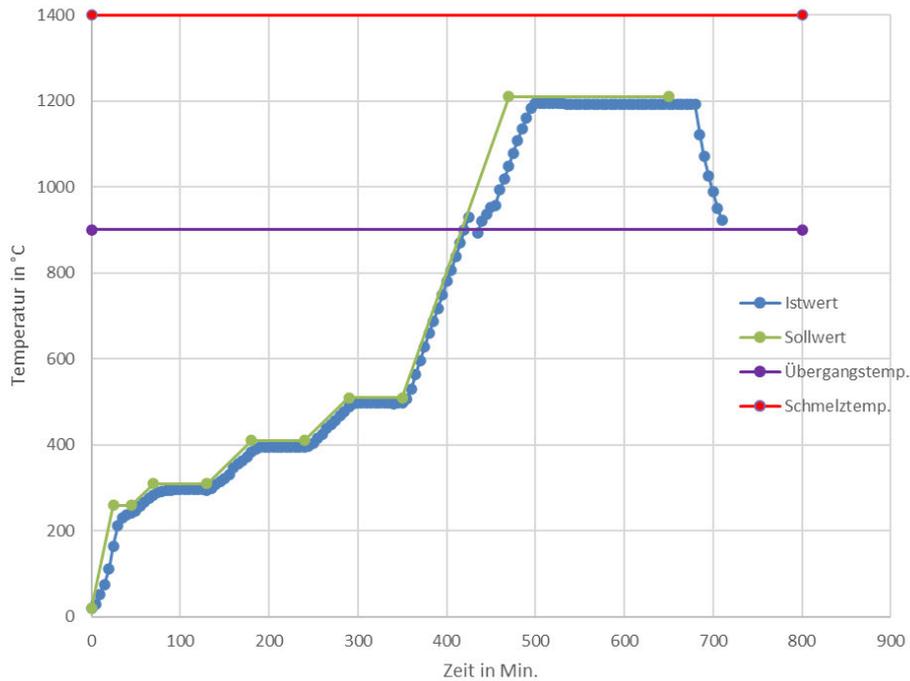


Abbildung 50: Zeit-Temperatur Diagramm des Vorversuches

Es wurde gesehen, dass alle Proben beschädigt worden waren (siehe Abbildung 51). Als Ursache wurde nicht ausreichende chemische Entbinderung festgestellt. Es könnte sein, dass sich zentral noch reichlich befindende Hauptbindemittel durch seinen hohen Partialdruck über Aufreißen der Oberfläche ihre geschlossenen Raum verlassen haben. Dabei haben sie welche Stahlpartikel und Backbone-Polymere mitgenommen. Das resultierte viel Materialfluß aus dem geschlossenen Raum. Die zahlreiche und große Poren auf der Oberfläche des sich verlassenden Material könnte wegen der bei höheren Temperaturen entfernte Hauptbindemittel und Backbone-Polymere entstanden sein. Deshalb können keine Proben in Auswertung berücksichtigt werden. Eine Wiederholung des Versuches mit dem gleichen Zyklus ist zu erledigen.

Dieses Fehlerbild entsteht, wenn während des Sintervorgangs Stoffe im Bauteil vorhanden sind, die zu diesem Zeitpunkt dort nicht mehr vorhanden sein dürfen. Diese Stoffe unterliegen bei entsprechender Temperatur einer thermischen Zersetzung und können durch die dabei entstehenden Gase die Bauteile beschädigen.

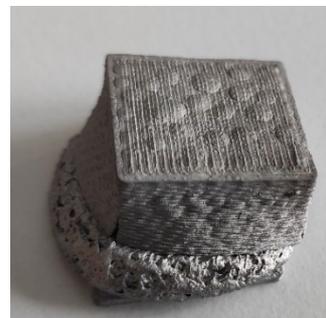


Abbildung 51: Begasungskasten direkt nach dem Sintervorgang, Handyaufnahme

Auf den Quader sind Blasen zu sehen (siehe Abbildung 52 a und b). Ursache dieses Mangels ist der beim Abbau der Polymere entstehende Dampf. In den bindemittelreichen Bereichen kann dieser Dampf nicht leicht evakuiert werden, und wenn der Partialdruck des eingeschlossenen Dampfes höher als der atmosphärische Druck ist, treten Blasen auf. Daher ist die Schaffung einer porösen Struktur durch die Entfernung der löslichen Komponente entscheidend für einen thermischen Entbinderungsprozess (Gonzalez-Gutierrez, Godec, Kukla, & Schlauf, 2017). Da die Prüfkörper im Vergleich zu Quader weniger Bindemittelinhalt und höhere Oberfläche/Volumen-Verhältnis haben, sind solche Blasen bei den Prüfkörpern nicht zu sehen (siehe Abbildung 52 c und d).



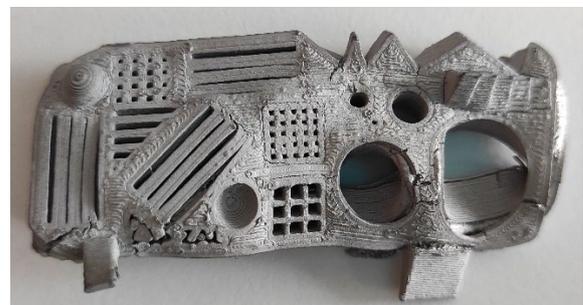
a-) Q\_9\_01



b-) Q\_10\_01



c-) P\_02



d-) P\_03

Abbildung 52: 3D-Ansicht der Proben nach dem Sintern, Handyaufnahme

## 4. Ergebnisse

Nach dem Sintern wurden die Sinterteile gewogen und sie haben etwa 7,1 % Gewichtsverlust im Vergleich zu Grünteilzustand gehabt. Das entspricht die Herstellerangabe von 93 % Metallpulverinhalt in Wt.-%.

### 4.2.3 Ergebnisse der Entbinderungsversuche

Im ersten Entbinderungsversuch nach dem Vorversuch sind alle Quader darunter auch ein langer Quader während der chemischen Entbinderung beschädigt. Innerhalb von 30 bis 60 Minuten wurde es gesehen, dass welche Risse an den Ecken entstanden und im weiteren Verlauf haben sich die Wände leicht abgelöst. Die Beschädigungsbilder sind in Abbildung 53 zu finden. Die Rissbildung innerhalb der Proben sieht wie eine Pyramidalstruktur aus.

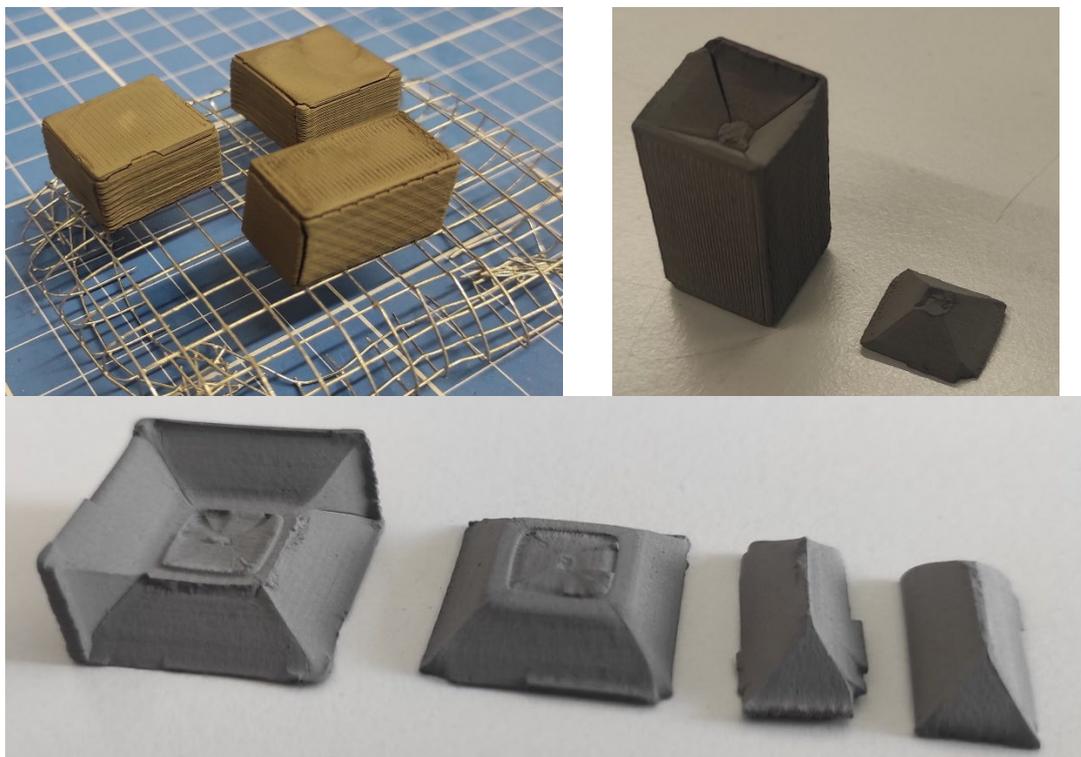


Abbildung 53: Zwei Quader und ein Langquader nach 9 Stunden bei 44 °C Entbinderung, Handaufnahme

Die Aufheizung des Acetons hat ermöglicht den Prozess für Gewichtsverlust zu beschleunigen. Der Gewichtsverlustverlauf ist in Abbildung 54 dargestellt.

## 4. Ergebnisse

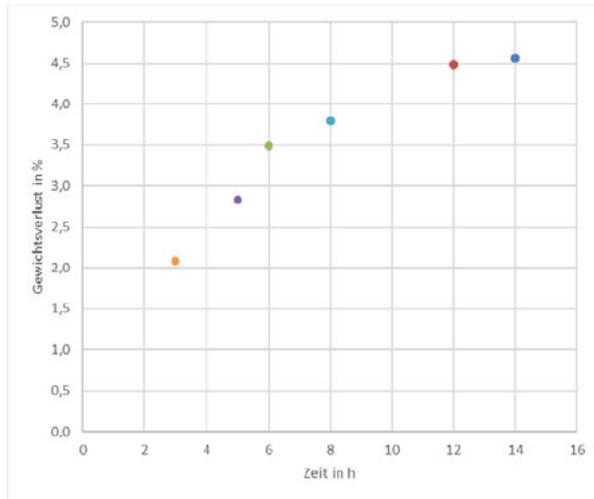


Abbildung 54: Gewichtsverlust über die Zeit für Quader bei 44 °C Entbinderung

Der Materialhersteller hat vorgeschlagen die Düsentemperatur niedrig wie möglich zu halten, um das Material zu schonen. Es wurden weitere Quader mit den im zweiten Optimierungsvorgang entwickelte Druckparameter gedruckt. Da entstand immerhin das gleiche Schadensbild.

Es wurden auch mit Hohlquader chemische Entbinderungsversuche durchgeführt. Da der Hohlquader eine große Oberfläche/Volumen-Verhältnis und eine niedrige Dicke hat, konnte das sich bildende Gas leicht entweichen. Die Blasen sind bereits nach 5 bzw. 15 Minuten an der Innenfläche zu sehen. Dies resultiert im Vergleich zum Quader deutlich niedrigere Risse. Allerdings dürfen die Proben überhaupt keine Risse haben, damit die Sinterdurchgänge erfolgreich durchgeführt werden (siehe Abbildung 55).

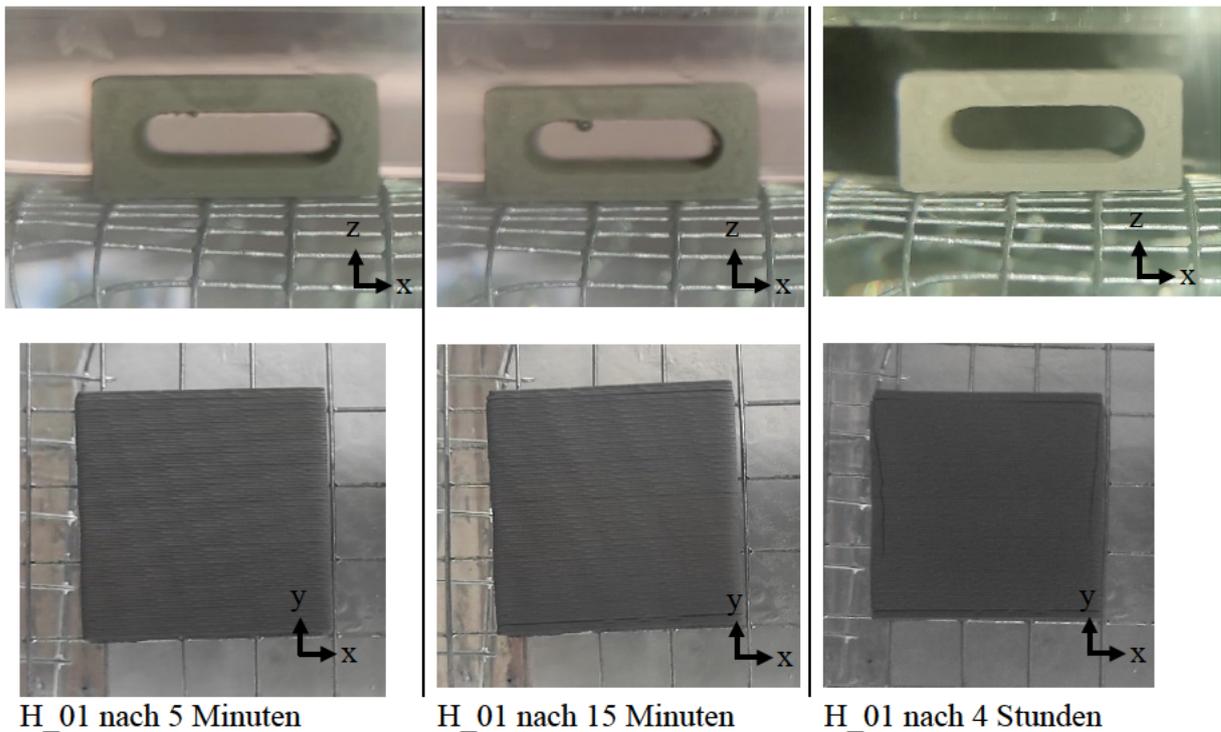


Abbildung 55: Zeitliche Betrachtung von Hohlquader (H\_01) in der chemischen Entbinderung, Handyaufnahme

Das ungewöhnliche Verhalten der Proben konnte von der Materialherstellerseite auch nicht geklärt werden.

Nach diesem Ergebnis wurde das Tempern (Wärmebehandlung) in die Vorgehensweise zugefügt. Tempern beschreibt einen Vorgang, bei dem die Proben einer nachträglichen Wärmebehandlung unterzogen werden. Das Tempern soll zu einem Eigenspannungsabbau und einer Nachkristallisation führen. Somit wird die Wärmeverformungstemperatur (Englisch: heat distortion temperature) erhöht (Knoop & Schöppner, 2015). In der Literatur beim Kunststoffdruck, wurden unterschiedliche Temperaturen und Haltezeiten abhängig von der Kunststoffmaterial angewendet (Knoop & Schöppner, 2015). Die Wärmebehandlung erfolgte bei 85 °C in einem Ofen. Eine Aufheiztemperatur von 1 K/Min. und eine Abkühlung Temperatur von 0,5 K/Min wurden angewendet. Eine Stunde Tempern hat geholfen, da der Quader, der eine Stunde getempert war, wenige Risse als der nicht getemperten Quader erhalten hat. Das Schadensbild bei Quader Q12\_1 war anders als bei 150 °C Düsentemperatur gedruckten Quadern. In Abbildung 56 sind die beiden Quader zu sehen.

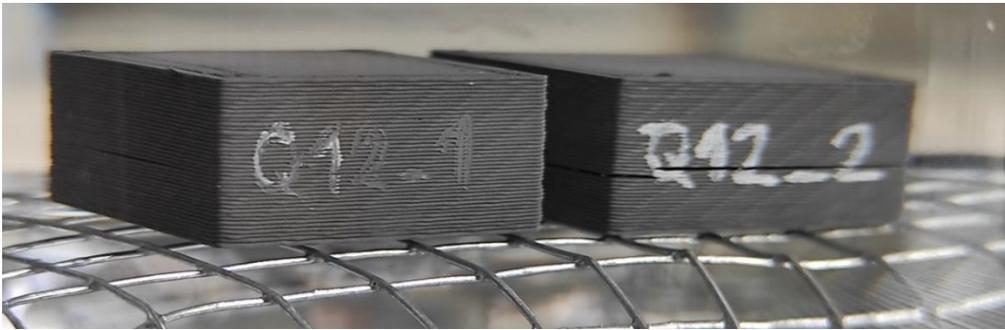


Abbildung 56: Quader nach 5 Stunden bei 44 °C in Aceton: links eine Stunde getempert, rechts nicht getempert, Handyaufnahme

Anschließend wurde die Haltezeit beim Tempern auf mindestens 4 Stunden erhöht. Dadurch konnten die Quader ohne Beschädigung chemisch entbindert werden.

Die erhaltenen Quader vom Materialhersteller im Grünteilzustand (Q\_M1 und Q\_M2) wurden ohne Tempern ohne Beschädigung entbindert.

### 4.2.4 Ergebnisse der Sinterversuchen

Die beide Sinterversuche sind erfolgreich durchgeführt. Nach dem ersten Sinterversuch sind die Proben sehr formstabil geblieben (siehe Abbildung 57). Es sind kein Sagging bei H\_02 und H\_03 aufgetreten und sie haben ihre Form beibehalten (siehe Abbildung 65 b). Das entspricht der Simulation. Allerdings war ein Verzug in Längsrichtung des Prüfkörpers P\_07 zu sehen (siehe Abbildung 66).

## 4. Ergebnisse

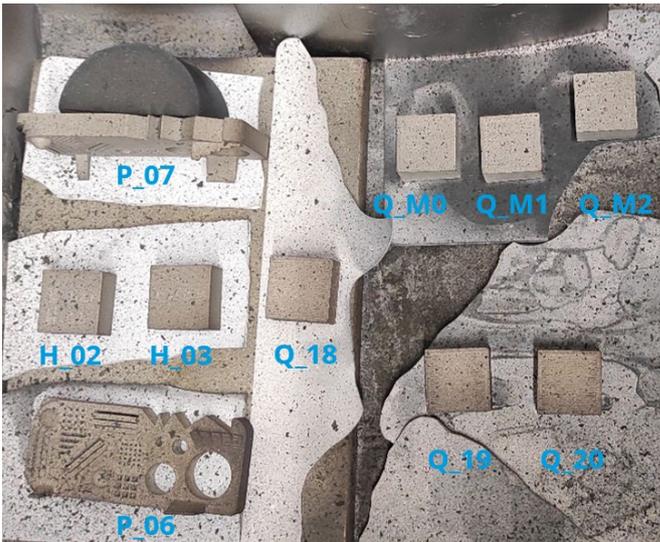


Abbildung 57: Proben im großen Begasungskasten nach dem ersten Sinterversuch, Handyaufnahme

Die Proben nach dem zweiten Sinterversuch sind in Abbildung 58 zu sehen. Es gab nach dem zweiten Versuch bei den H\_04 und H\_05 auch kein Sagging zu sehen, allerdings gab es bei denen Verzug im oberen Bereich (Abbildung 59 links). Außerdem hat sich der Prüfkörper P\_10 an einer Ecke viel verformt und es entstanden ein Riss an dem kleinen Fuß (Abbildung 59 rechts). Während der Auftriebswägung hat sich bei der Probe Rost gebildet.

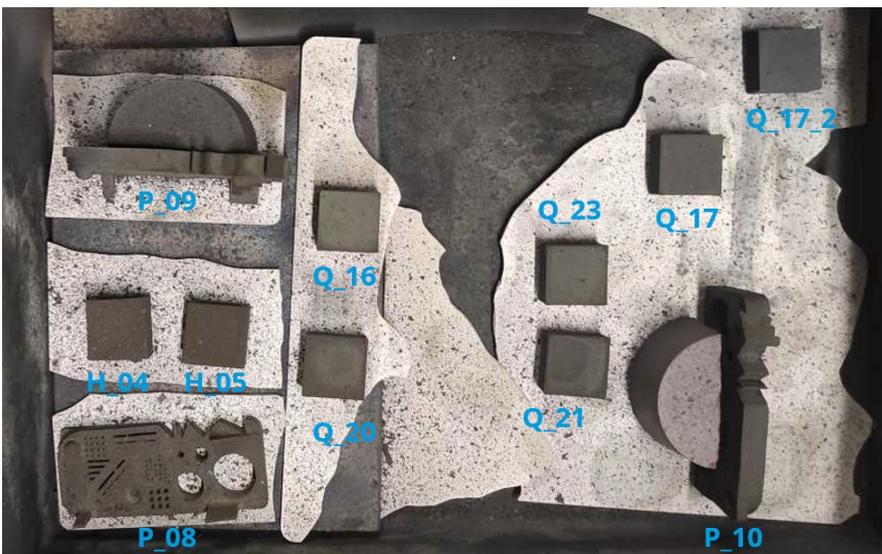


Abbildung 58: Proben im großen Begasungskasten nach dem zweiten Sinterversuch, Handyaufnahme



Abbildung 59: H\_04 links und P\_10 rechts nach dem zweiten Versuch, Handyaufnahme

## 4. Ergebnisse

Die Temperaturverläufe der Versuche sind in Abbildung 60 dargestellt. Der Istwert der Sintertemperatur im ersten Versuch war 5 °C höher als der Sollwert, welcher 1270 °C betrug. Ebenfalls war der Istwert der Sintertemperatur geringfügig höher als der Sollwert und betrug 1137 °C. Die Simulationen sind nach diesen Ergebnissen dementsprechend angepasst.

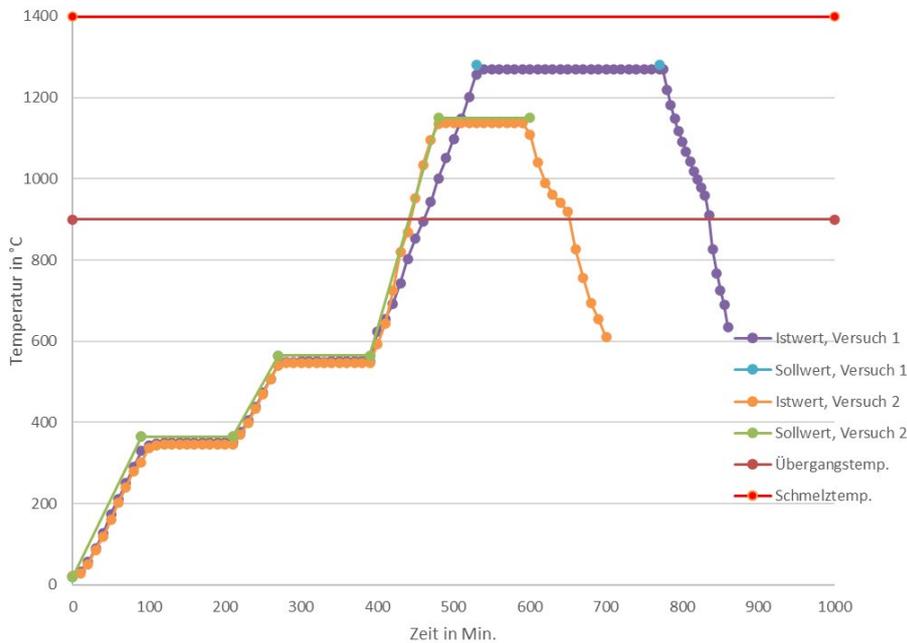


Abbildung 60: Temperaturverläufe des ersten und zweiten Versuches über die Zeit

Überraschendweise sind die kleinen Risse der Quader Q\_16, Q\_17\_1 und Q\_17\_2 nicht gewachsen, sondern sich leicht entschlossen, so dass sie wie fast zuge drückt wurden.

### 4.3 Messergebnisse

Nach den Sinterversuchen wurden die Features der Prüfkörper gemessen und mit den Simulationsergebnissen verglichen.

In Tabelle 18 sind die Messergebnisse der Spalten zu finden. Die Spalten in den Grünteilen sind im Vergleich zum Modell etwa 0,1 mm dünner. Das liegt hauptsächlich an den Druckparametern „Flussrate“, „Druckgeschwindigkeit“ und „Düsentemperatur“. Alle 0,1 mm große Spalten waren bereits in den Grünteilen geschlossen, wobei die Mehrheit der Simulationsergebnisse nicht komplett verschlossen waren.

0,25 mm große Spalten haben hauptsächlich die Fühlerlehre mit einer Dicke von 0,2 mm in den Grünteilen und 0,1 mm in den Sinterteilen vom ersten Sinterversuch durchgelassen, wobei viele Spalten der Sinterteile vom zweiten Sinterversuch überraschendweise zu waren. Hierbei ist ein Schrumpfungsunterschied in der Simulation zu sehen.

0,5 mm groß modellierte Spalten haben je nach Orientierung und Sinterzyklus sehr ähnliche Ergebnisse gegeben. Die Ausnahme ist der Prüfkörper P\_10, weil er an den Stellen sehr anisotropisch geschrumpft ist.

## 4. Ergebnisse

Spalten mit 1 mm Größe haben 0,5 mm Durchgang für die gesinterte Teile vom ersten Versuch und 0,6 mm Durchgang für die gesinterte Teile vom zweiten Versuch. Die Ausnahme ist wiederum der Prüfkörper P\_10.

In der Simulation sind die horizontal gelegenen Spalten etwas kleiner als die diagonal und vertikal gelegenen Spalten. Dieser Unterschied konnte mit der Fühlerlehre nicht gemessen werden.

Tabelle 18: Messergebnisse der Spalten

Spalten	Einheit	Orientierung	Grünteil	Sinterteil P_06		Sinterteil P_07		Sinterteil P_08		Sinterteil P_09		Sinterteil P_10	
				Versuch	Simulation								
0,10	mm	horizontal	0,00	0,00	0,098	0,00	0,000	0,00	0,094	0,00	0,015	0,00	0,015
0,25	mm	horizontal	0,20	0,10	0,210	0,10	0,201	0,00	0,215	0,10	0,215	0,00	0,215
0,50	mm	horizontal	0,40	0,20	0,423	0,15	0,417	0,25	0,431	0,20	0,429	0,10	0,429
1,00	mm	horizontal	0,90	0,50	0,842	0,50	0,828	0,60	0,863	0,60	0,853	0,40	0,853
0,10	mm	diagonal	0,00	0,00	0,093	0,00	0,049	0,00	0,093	0,00	0,051	0,00	0,051
0,25	mm	diagonal	0,15	0,10	0,212	0,10	0,211	0,00	0,216	0,00	0,213	0,00	0,213
0,50	mm	diagonal	0,40	0,20	0,422	0,15	0,408	0,20	0,432	0,20	0,425	0,20	0,425
1,00	mm	diagonal	0,90	0,50	0,850	0,50	0,829	0,50	0,867	0,60	0,857	0,60	0,857
0,10	mm	vertikal	0,00	0,00	0,091	0,00	0,081	0,00	0,090	0,00	0,082	0,00	0,082
0,25	mm	vertikal	0,20	0,10	0,211	0,10	0,212	0,00	0,215	0,05	0,216	0,00	0,216
0,50	mm	vertikal	0,40	0,20	0,422	0,20	0,424	0,25	0,432	0,25	0,434	0,10	0,434
1,00	mm	vertikal	0,90	0,50	0,842	0,50	0,843	0,50	0,863	0,60	0,864	0,30	0,864

Für ein besseres Verständnis wurde die horizontal gelegenen Spalten des Sinterteil P\_06 in Abbildung 61 dargestellt. Oben genannte 0,1 mm Unterschied zwischen den Spalten im Modell und dem Grünteil ist zu erkennen. Eine große Abweichung zwischen Simulation und Versuch ist auch zu erkennen.

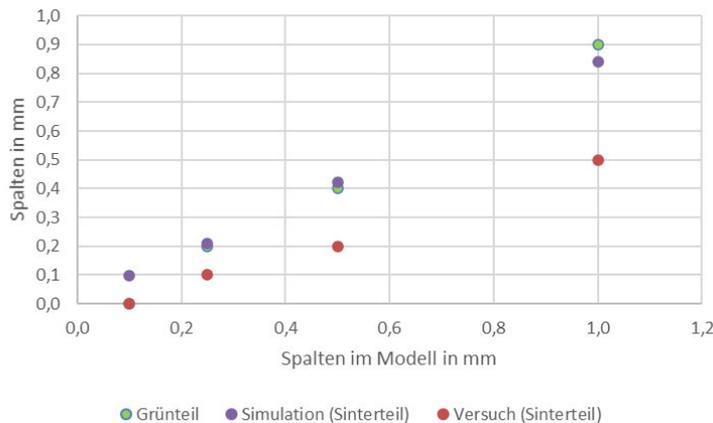


Abbildung 61: Vergleich der horizontal gelegenen Spalten des Sinterteil P\_06

Auch die Überhangswinkel, Infill- und Zackenmuster sind gemessen und in Tabelle 19 dargestellt. Alle Überhangswinkel sind beim Sintern stabil geblieben. Die 10°, 20° und 30° werden vor allem bei der Druckparameteroptimierung für den Treppeneffekt betrachtet. Bei 50 °C hat das Sinterteil P\_10, wie in Abb. zu sehen ist, einen leichten Sagging-Effekt gezeigt. Während des ersten Sinterversuchs sind alle Infillmuster sehr formstabil geblieben. Da die 75 % Infillmuster vom Sinterteil P\_10 sich in der Nähe vom stark verformten Bereich befindet, war es nicht formstabil.

Die Zackenmuster waren, wie die Infillmuster, im ersten Sinterversuch sehr formstabil. Erst bei den Prüfkörpern P\_08 und P\_09 ist ein Verzug in Längsrichtung zu sehen.

## 4. Ergebnisse

Tabelle 19: Messergebnisse der Überhangswinkel, Infill- und Zackenmuster

Überhangswinkel	Einheit	Sinterteil P_06	Sinterteil P_07	Sinterteil P_08	Sinterteil P_09	Sinterteil P_10
10	°	geht	geht	geht	geht	geht
20	°	geht	geht	geht	geht	geht
30	°	geht	geht	geht	geht	geht
40	°	geht	geht	geht	geht	geht
50	°	geht	geht	geht	geht	leichte Sagging
<b>Infill (rectilinear)</b>						
25	%	sehr stabil	sehr stabil	stabil	stabil	geht
50	%	sehr stabil	sehr stabil	stabil	stabil	geht
75	%	sehr stabil	sehr stabil	stabil	geht	nicht stabil
<b>Zackenmuster</b>						
30	°	keine Effekte	keine Effekte	keine Effekte	Verzug	starke Verzug
70	°	keine Effekte	keine Effekte	keine Effekte	Verzug	starke Verzug
110	°	keine Effekte	keine Effekte	keine Effekte	leichte Verzug	Verzug

Die Kreise in Grünteilen haben etwa 0,2 bis 0,3 mm niedrigere Durchmesser als CAD-Modell gehabt. Die Kreise mit 0,4 und 0,5 mm Durchmesser waren bereits in den Grünteilen geschlossen. Die Rundheit wurde mit dem Tool der Software GOM Inspect gemessen. Die Rundheit der Kreise haben sich mit der Erhöhung des Durchmessers verschlechtert.

Auch die 0,2 bis 0,3 mm Abweichung zwischen CAD-Modell und Grünteil bei Kugel zu sehen, wobei der Kugel nach außen eine positive Abweichung wegen Materialextrusion erhalten hat (siehe Tabelle 20).

Tabelle 20: Messergebnisse der Kreise und Kugel

Kreise	Einheit	Grünteil		Sinterteil P_06			Sinterteil P_07			Sinterteil P_08			Sinterteil P_09			Sinterteil P_10		
		Versuch	Rundheit	Versuch	Simulation	Rundheit (Versuch)												
0,4	mm	0,00	-	0,00	0,34	-	0,00	0,34	-	0,00	0,34	-	0,00	0,33	-	0,00	0,33	-
0,5	mm	0,00	-	0,00	0,42	-	0,00	0,42	-	0,00	0,43	-	0,00	0,42	-	0,00	0,42	-
1	mm	0,70	-	0,66	0,84	-	0,74	0,84	-	0,60	0,86	-	0,60	0,83	-	0,60	0,83	-
2,5	mm	2,23	0,10	1,85	2,11	0,12	1,87	2,10	0,11	1,86	2,16	0,16	1,98	2,08	0,09	1,94	2,08	0,10
5	mm	4,77	0,11	3,98	4,21	0,13	4,02	4,20	0,10	4,09	4,31	0,13	4,15	4,16	0,12	4,19	4,16	0,14
10	mm	9,76	0,11	8,29	8,42	0,11	8,34	8,38	0,10	8,42	8,63	0,18	8,45	8,31	0,13	8,60	8,31	0,16
15	mm	14,76	0,12	12,52	12,63	0,13	12,55	12,59	0,14	12,74	12,94	0,18	12,76	12,47	0,15	12,85	12,47	0,12
<b>Kugel</b>																		
6	mm	6,18	-	5,39	5,05	-	5,29	5,05	-	5,47	5,17	-	5,32	4,99	-	5,49	4,99	-
6	mm	5,67	-	4,80	5,05	-	4,82	5,04	-	4,92	5,18	-	4,87	4,99	-	4,96	4,99	-

In Abbildung 62 werden die Messergebnisse der Kreise verglichen. Die Durchmesser der Kreise in den Grünteilen waren sehr nah an den Modellwerten, wobei die Durchmesserwerte der Versuche und Simulation sehr vergleichbar sind.

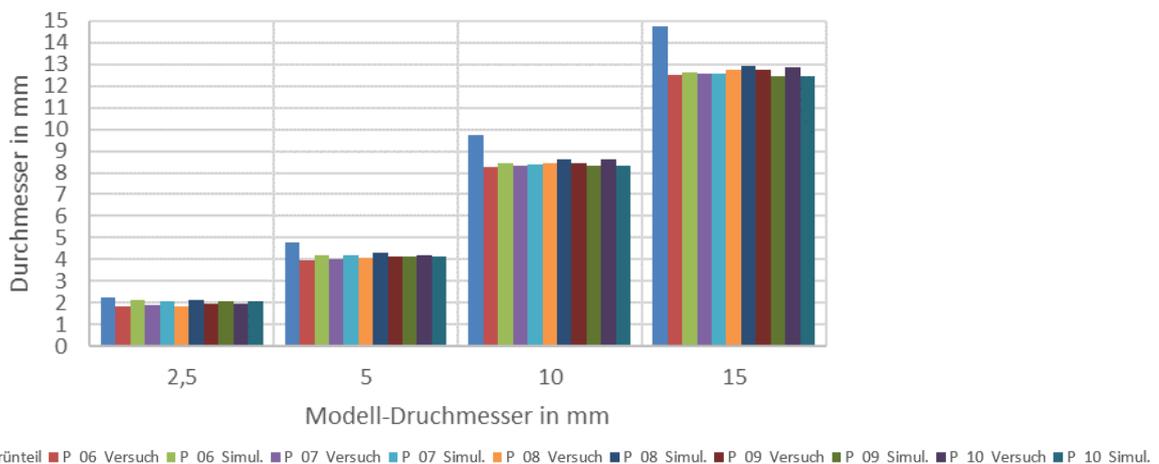


Abbildung 62: Vergleich der Durchmesser der Kreise

## 4. Ergebnisse

Die Infillmuster sind in Abbildung 63 dargestellt. Wie in Tabelle 18 zu sehen, sind alle Infillmuster ihre Form beibehalten außer P\_10, der stark verformt ist.

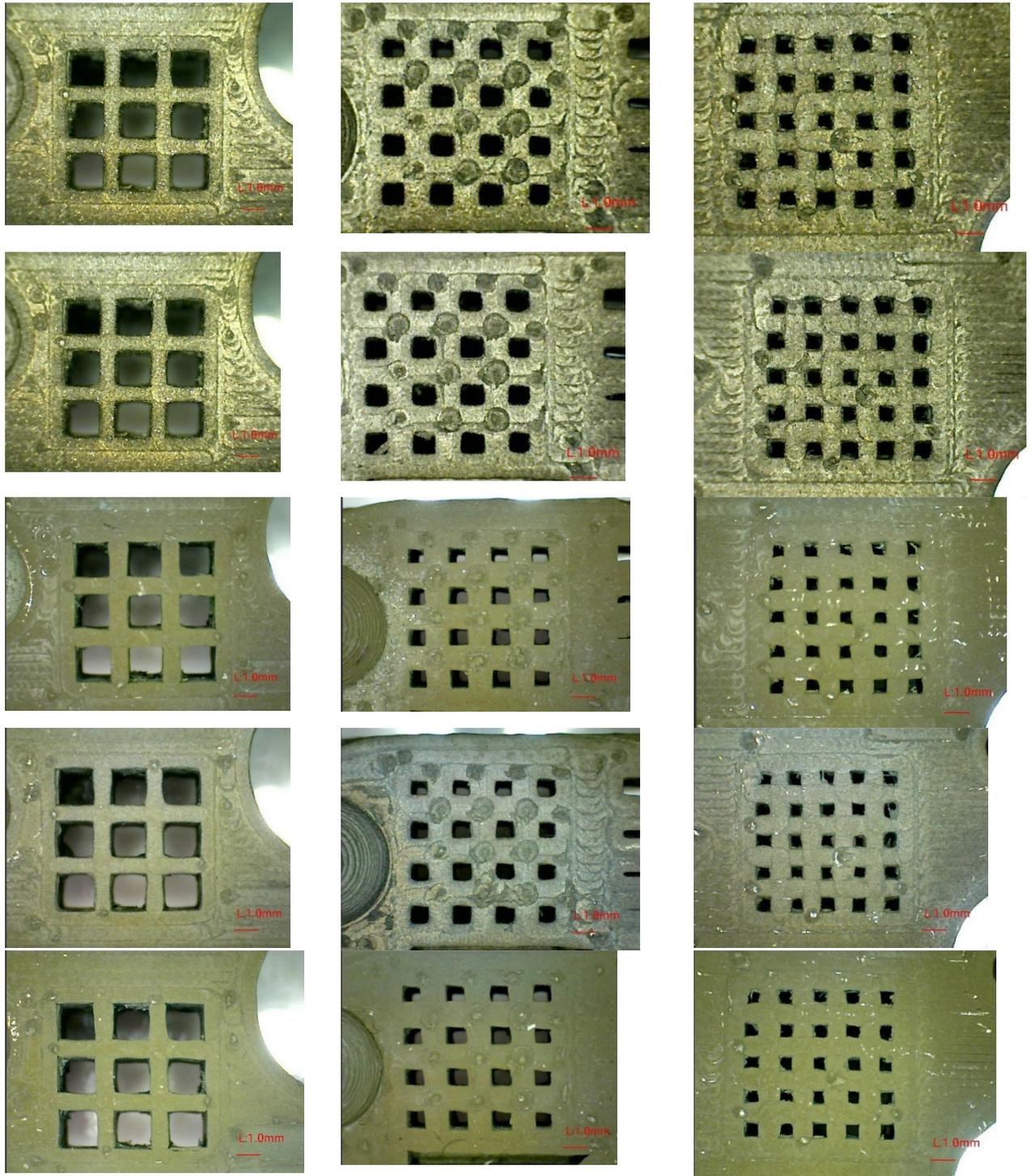


Abbildung 63: Mikroskopische Aufnahmen Infillmuster: von oben nach unten P\_06 - P\_10; von links nach rechts 25 %, 50 %, 75 % Infill

In Abbildung 64 sind die Mikroskopische Aufnahmen der Kreise, Kugel und ein Teil der Spalte zu finden. Ebenfalls ist die wellenartige Formänderung bei P\_10 an den Spalten zu sehen. Die

#### 4. Ergebnisse

Spalten der Prüfkörper P\_08 und P\_09 aus dem zweiten Sinterversuch waren nicht besonders formstabil. Die Features Kreise und Kugel sind lokal stabil geblieben.

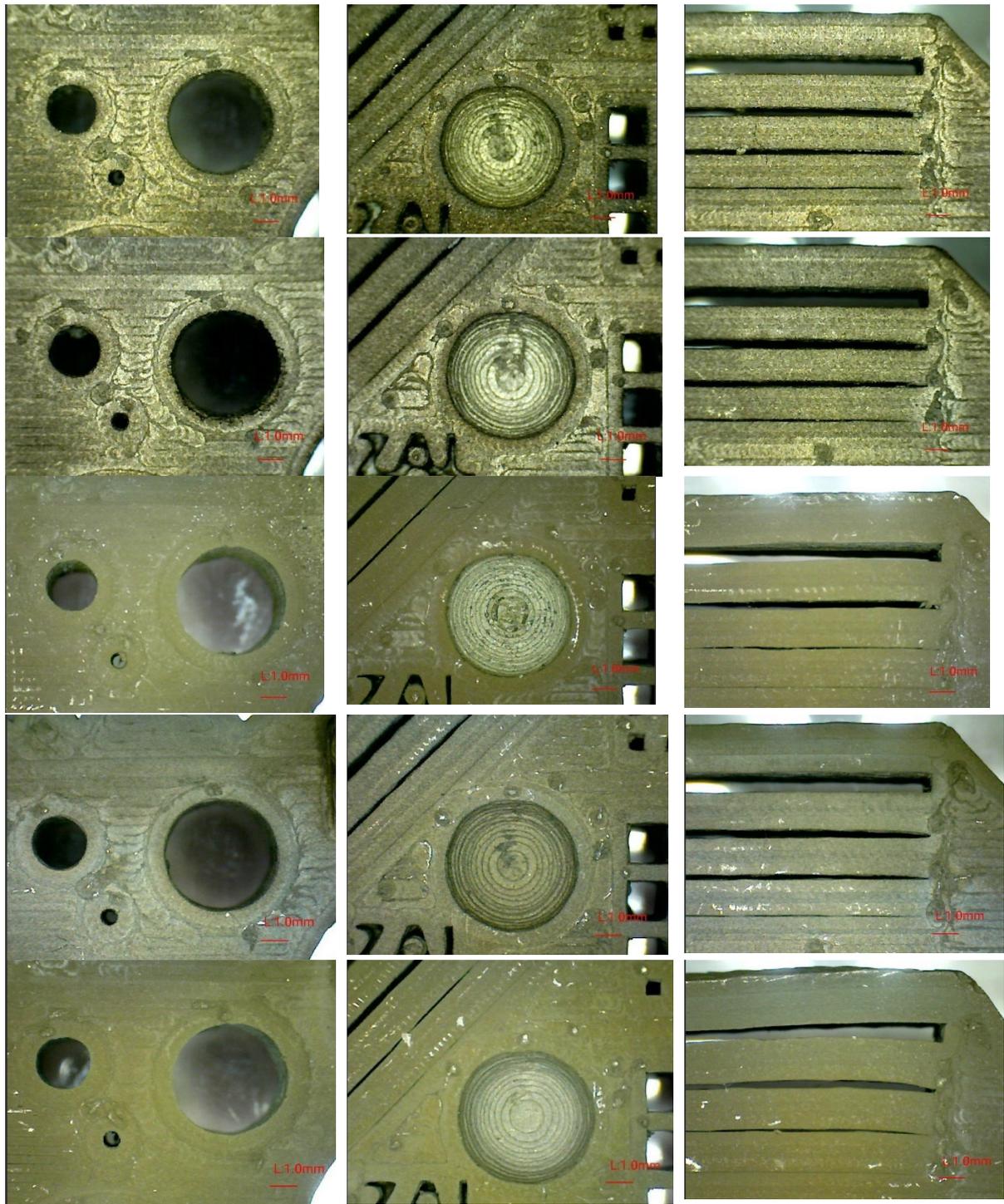


Abbildung 64: Mikroskopaufnahmen der Kreise, Kugel und ein Teil der horizontalen Spalte: von oben nach unten P\_06 - P\_10

### 4.4 Vergleich der Simulation und Versuch

Um die Genauigkeit der vorhergesagten endgültigen Formen zu bewerten, wurden die Simulationsergebnisse mit allen Proben verglichen. Der Vergleich ist eine Darstellung der Reproduzierbarkeit des FFF-Prozesses, da die endgültigen Formen immer mit der vorhergesagten Verformung aus der Simulation verglichen werden.

Die Oberflächenabweichungsmessung erfolgt durch Vergleich der 3D-gescannten Kontur des Sinterteils mit der Grenzfläche des verzerrten Teils aus der numerischen Simulation mit dem Tool GOM Inspect 2018. Oberflächenabweichung ist die Länge des Verschiebungsvektors im Raum. Blau bedeutet man ist unter der Soll-Oberfläche und rot ist über der Soll-Oberfläche. Der Best-Fit-Ansatz wurde verwendet, um die Oberflächenabweichung basierend auf einer anfänglichen 3-Punkt-Anpassung zu bewerten und um die vorhergesagte und die gemessene Oberfläche an der Basis der Modelle auszurichten. Zur Bewertung der Genauigkeit der Vorhersagen wurde eine Toleranz von 1 mm berücksichtigt.

## 4. Ergebnisse

Zwischen Quadern als Beispiel gewählte Q\_18 hat wie in Abbildung 65 zu sehen eine sehr geringe Oberflächenabweichung. Der Hohlquader H\_02 scheint sehr stabil zu sein. Bei H\_04 und H\_05 ist kein Sagging sondern Verzug aufgetreten.

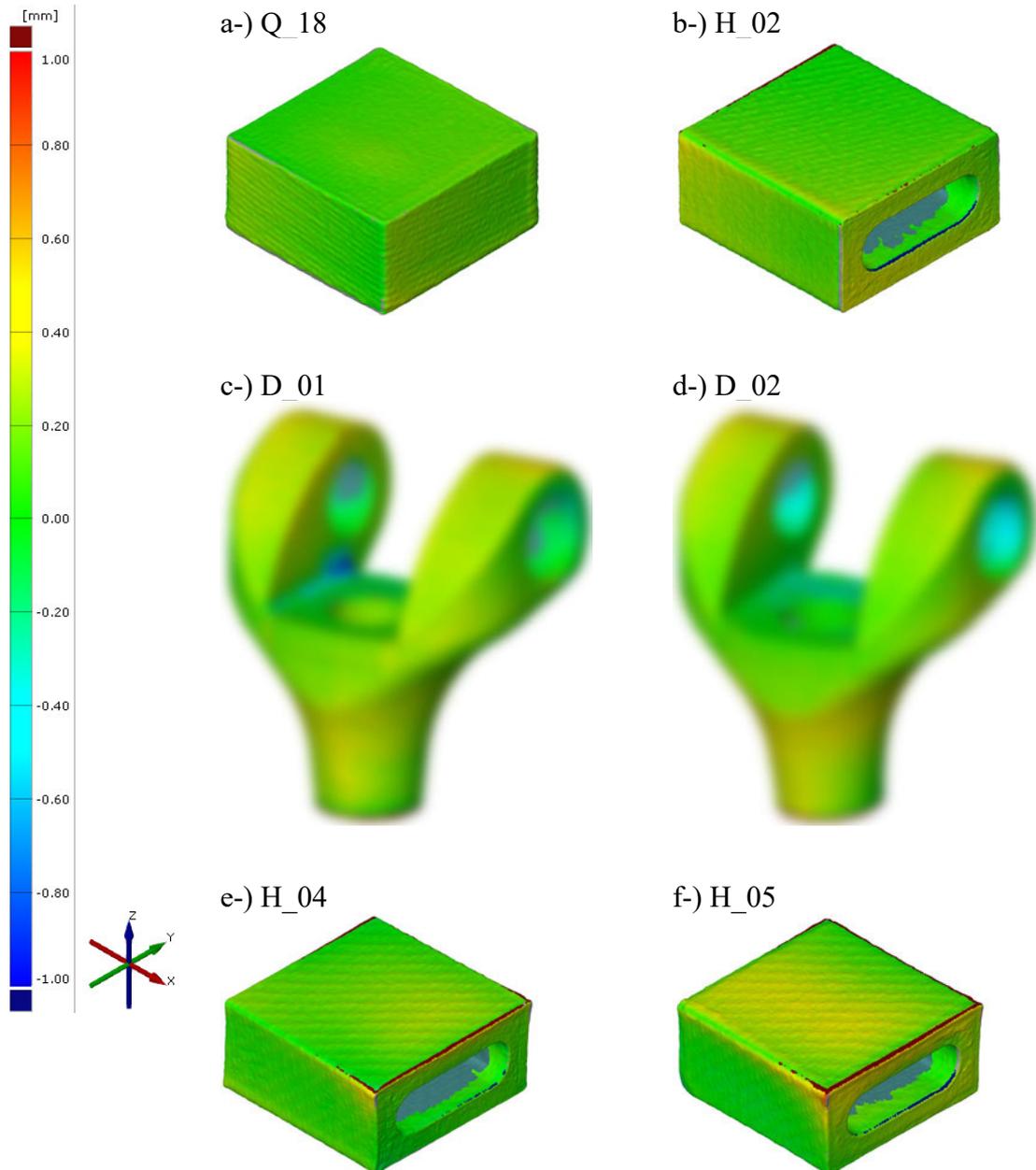


Abbildung 65: Oberflächenabweichung (SOLL / IST Vergleich) zwischen Sinterteil und Simulation a-) Q\_18, b-) H\_02, c-) D\_01, d-) D\_02 aus dem ersten Sinterzyklus und e-) H\_04, f-) H\_05 aus dem zweiten Sinterzyklus

## 4. Ergebnisse

In Abbildung 66 sind Oberflächenabweichung der zwei Prüfkörper aus dem ersten Sinterversuch zu sehen. P\_06 ist formstabil geblieben, wobei P\_07 in Längsrichtung einen Verzug erhalten hat.

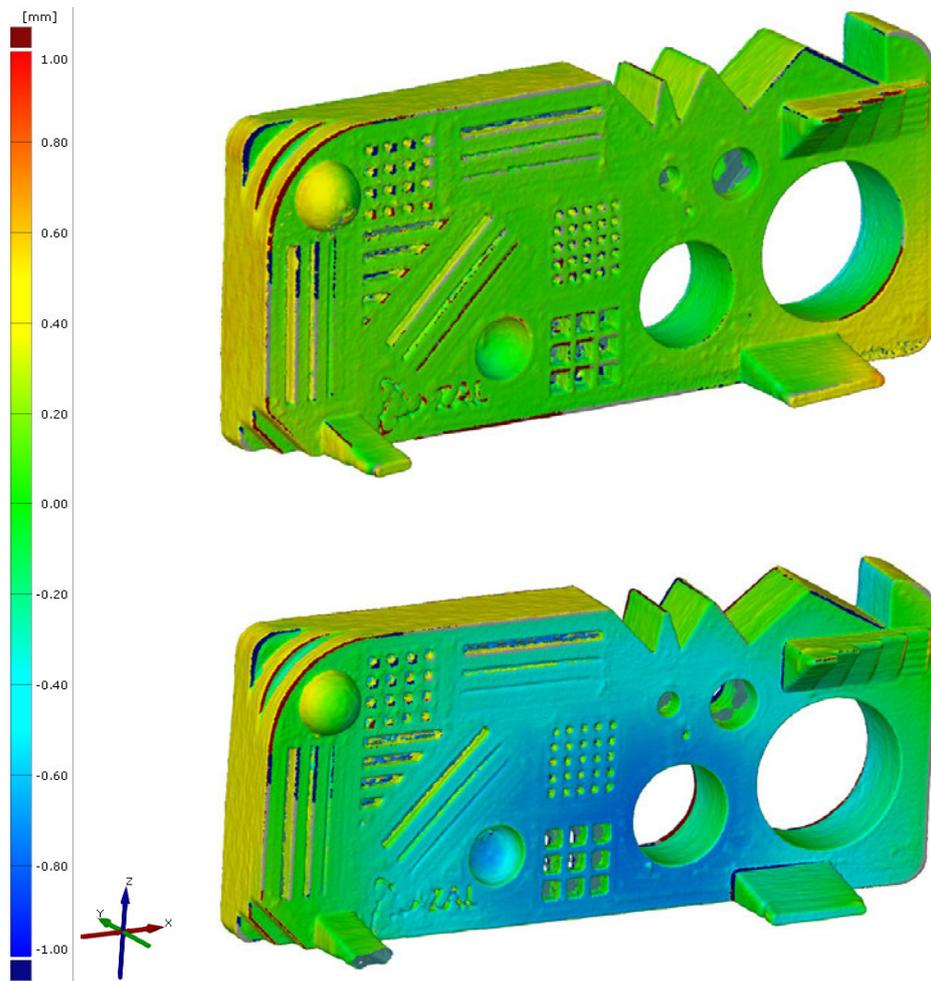


Abbildung 66: Oberflächenabweichung (SOLL / IST Vergleich) zwischen Sinterteil und Simulation; oben P\_06 unten P\_07 aus dem ersten Sinterzyklus

## 4. Ergebnisse

In Abbildung 67 sind Oberflächenabweichung der drei Prüfkörper aus dem zweiten Sinterversuch dargestellt. Der liegend gesinterte P\_08 hatte einen Verzug entgegen zum P\_07 aus dem ersten Sinterversuch.

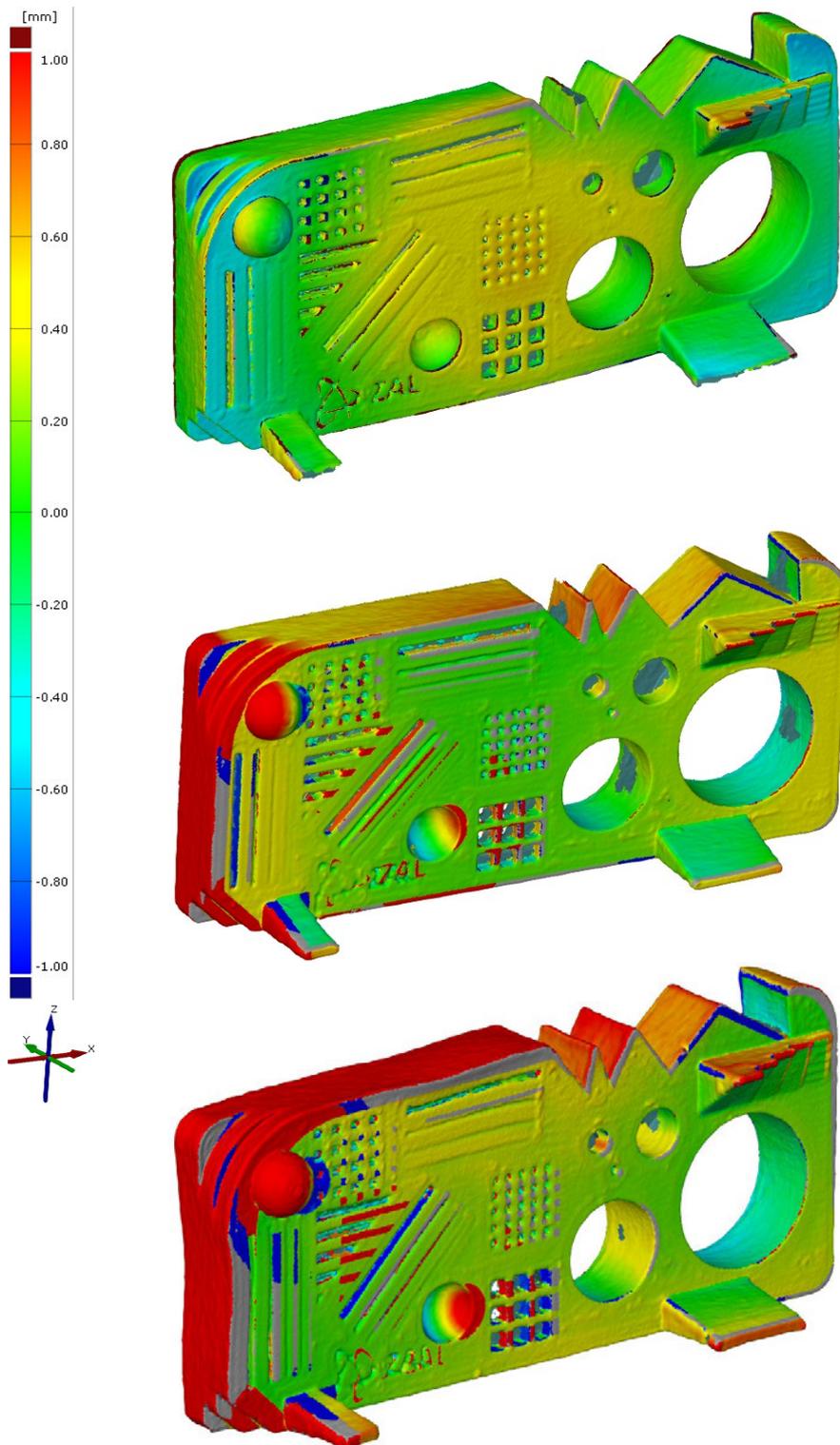


Abbildung 67.: Oberflächenabweichung (SOLL / IST Vergleich) zwischen Sinterteil und Simulation: oben P\_08, mittig P\_09 und unten P\_10 aus dem zweiten Sinterzyklus

## 4. Ergebnisse

Die Versuch- und Simulationsergebnisse der Proben sind zusammengefasst und in Tabelle 21 dargestellt.

Tabelle 21: Versuch- und Simulationsergebnisse der Proben

Name	Enbinderung Gewichtsverlust in %	Sinterversuch				Simulation								Vergleich			
		Schrumpfung in %			Enddichte in %	Parameter				Schrumpfung in %			Enddichte in %	Error Schrumpfung in %			Error Enddichte in %
		x	y	z		Relative Anfangsdichte in %	Sintertemperatur in °C	Aufheizrate in K/Min.	Haltezeit in h	x	y	z		x	y	z	
Q_16	4,591	11,592	11,619	11,707	86,83	57,392	1137	7	2	13,863	13,863	13,923	89,86	2,271	2,244	2,216	3,03
Q_17	4,625	10,950	11,126	11,192	86,08	57,392	1137	7	2	13,863	13,863	13,923	89,86	2,913	2,737	2,732	3,78
Q_17_2	4,625	10,831	10,987	10,625	85,29	57,392	1137	7	2	13,863	13,863	13,923	89,86	3,032	2,876	3,298	4,57
Q_18	4,778	12,685	12,726	12,932	91,27	58,124	1270	5	4	15,502	15,502	15,597	96,44	2,817	2,775	2,665	5,17
Q_19	4,669	12,453	12,481	12,654	91,27	58,124	1270	5	4	15,502	15,502	15,597	96,44	3,048	3,021	2,943	5,17
Q_20	4,616	11,113	11,307	11,075	87,94	58,124	1137	7	2	13,552	13,552	13,617	90,04	2,439	2,245	2,541	2,10
Q_21	4,645	11,126	11,336	11,832	88,09	58,124	1137	7	2	13,552	13,552	13,617	90,04	2,426	2,216	1,785	1,95
Q_22	4,561	12,192	12,182	12,362	91,91	58,124	1270	5	4	15,502	15,502	15,597	96,44	3,310	3,320	3,234	4,53
Q_23	4,646	11,615	11,497	11,108	88,53	58,124	1137	7	2	13,552	13,552	13,617	90,04	1,937	2,054	2,509	1,51
H_02	4,812	12,349	12,555	12,380	92,18	58,161	1270	5	4	15,390	15,423	15,777	96,29	3,041	2,869	3,396	4,11
H_03	4,803	12,312	12,603	12,337	91,72	58,161	1270	5	4	15,390	15,423	15,777	96,29	3,078	2,820	3,440	4,57
H_04	4,880	10,638	10,839	9,866	88,73	58,161	1137	7	2	13,518	13,535	13,770	90,05	2,880	2,696	3,904	1,32
H_05	4,767	11,074	11,118	10,083	89,02	58,161	1137	7	2	13,518	13,535	13,770	90,05	2,444	2,417	3,687	1,03
P_06	4,805	12,350	12,267	12,465	83,60	57,392	1270	5	4	15,824	15,900	15,962	96,39	3,474	3,633	3,497	12,79
P_07	4,845	12,134	12,238	12,399	84,50	57,392	1270	5	4	15,601	16,400	15,943	96,39	3,468	4,162	3,543	11,89
P_08	4,906	11,516	10,005	11,000	82,81	57,392	1137	7	2	13,732	13,703	13,819	89,54	2,216	3,699	2,819	6,73
P_09	4,812	11,471	11,304	11,158	82,12	57,392	1137	7	2	13,631	14,097	13,405	89,54	2,161	2,793	2,247	7,42
P_10	4,810	10,034	9,503	10,095	80,44	57,392	1137	7	2	13,631	14,097	13,405	89,54	3,597	4,593	3,310	9,10
D_01	4,769	-	-	-	91,10	57,798	1270	5	4	-	-	-	95,98	-	-	-	4,88
D_02	4,592	-	-	-	91,26	57,869	1270	5	4	-	-	-	96,49	-	-	-	5,23
Q_M0	4,843	14,571	14,315	15,357	87,78	-	1270	5	4	-	-	-	-	-	-	-	-
Q_M1	4,305	14,450	14,437	15,337	87,88	51,087	1270	5	4	18,885	18,885	18,973	95,82	4,435	4,448	3,637	7,94
Q_M2	4,158	14,196	14,013	14,618	88,64	53,515	1270	5	4	17,810	17,810	17,917	96,52	3,614	3,797	3,299	7,88

Die in Tabelle 21 gezeigte Ergebnisse sind für ein besseres Verständnis in Abbildung 68, Abbildung 69 und Abbildung 70 dargestellt. Hiermit wurde der P\_10 wegen der starken Formänderung nicht berücksichtigt.

Die Quader vom Materialhersteller (Q\_M1 und Q\_M2) sind leicht über 14 % geschrumpft, wobei die Simulation etwa 18 % vorausgesagt hat. Die Abweichungen zwischen Versuch und Simulation bei anderen Proben sind sehr stabil und betragen circa 3 %.

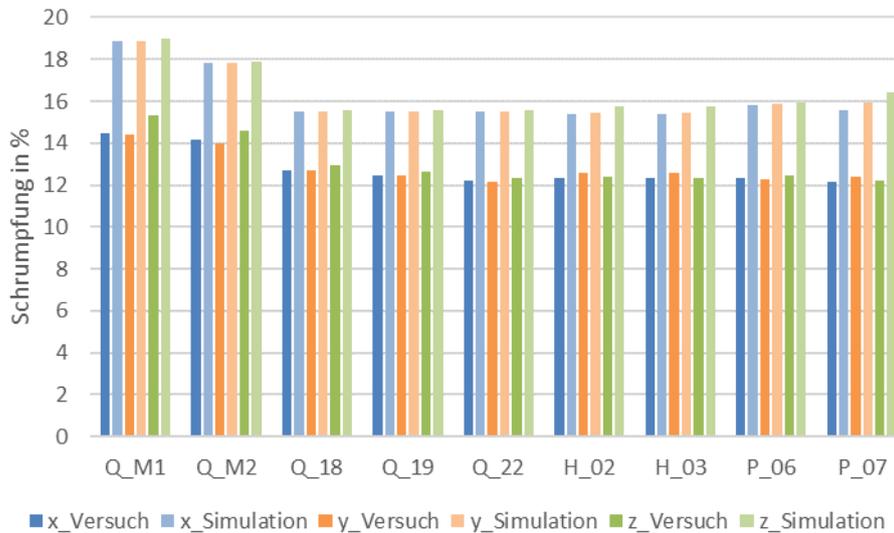


Abbildung 68: Vergleich der Schrumpfung zwischen Versuch und Simulation in Abhängigkeit der Raumrichtung (x, y, z) an den Probekörpern aus dem ersten Sinterzyklus

## 4. Ergebnisse

Im zweiten Sinterzyklus wurden Proben mit sehr ähnlichen relative Anfangsdichte verwendet. Bei Quadern und Hohlquadern ist 2 % Abweichung zwischen Versuch und Simulation zu sehen. Da die Prüfkörper wegen dem Verzug sich verformt haben und unterschiedliche Messgeräte für die Abmessungen verwendet wurde, gibt es große Schwankungen bei den Prüfkörper-Ergebnissen.

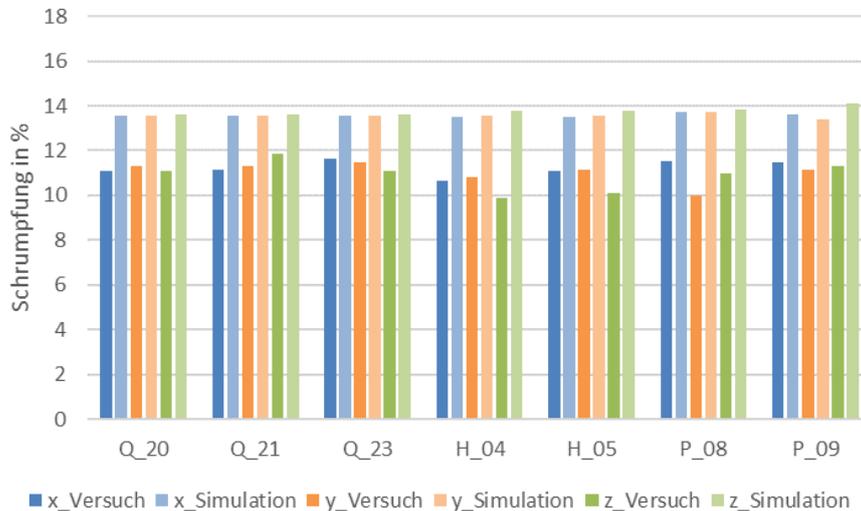


Abbildung 69: Vergleich der Schrumpfung zwischen Versuch und Simulation in Abhängigkeit der Raumrichtung (x, y, z) an den Probekörpern aus dem zweiten Sinterzyklus

Im ersten Sinterzyklus ist die Schwankung der Enddichte bei den Proben sind sehr groß. Der Trend im Experiment spiegelt sich in der Simulation nicht wider. Die Abweichung bei den Quadern vom Materialhersteller (Q\_M1 und Q\_M2) beträgt bis zu 8 %, wobei die andere Quader und Hohlquader eine Abweichung von 5 % haben. Es ist hier zu betonen, dass der Prüfkörper sich wegen seinen Öffnungen nicht gut in Auftriebswägung messen lässt. Seine Standardabweichung (ca. 0,062) ist höher als bei anderen Proben (ca. 0,024). Da der Prüfkörper viele Öffnungen hat, beträgt die Dichtemessung niedriger als in der Realität.

Die Schwankung der Enddichte bei den Proben im zweiten Sinterzyklus ist gering. Etwa 2 % Dichteunterschied ist bei den Quadern und Hohlquadern zu sehen. Wiederum gibt es einen großen Unterschied bei den Prüfkörpern, was an die Ungenauigkeit der Dichtemessung und seine komplizierte Geometrie liegt.

## 4. Ergebnisse

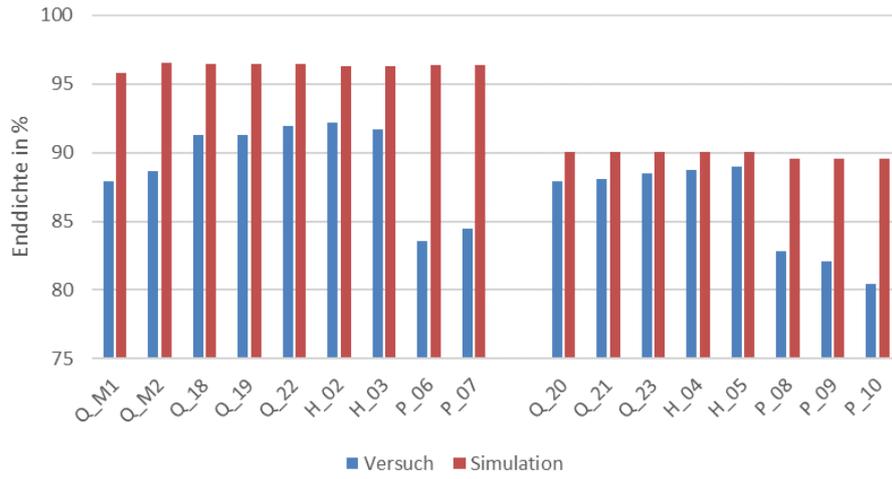


Abbildung 70: Vergleich der Enddichte zwischen Versuch und Simulation für Sinterzyklus 1 und 2

### 5. Kritische Diskussion der Forschungsergebnisse

In Kapitel 4 wurden die simulierten und experimentellen Untersuchungsergebnissen zur Herstellung und Maßhaltigkeit von Probekörpern und Bauteilen aus dem Material SS316L beschrieben. Diese wurden in dem FFF-Verfahren der additiven Fertigung hergestellt und in diesem Zuge Entbinderungs- und Sinterprozessen unter Variabilität der Parameter Sintertemperatur, Haltezeit und Aufheizrate unterzogen. Sintersimulationen wurden für verschiedene Modelle durchgeführt, und die Ergebnisse, insbesondere Schrumpfung und Enddichte, wurden mit den Versuchsdaten verglichen, um die Simulationsergebnisse zu validieren. Basierend darauf lassen sich folgende Schlussfolgerungen ziehen:

#### **Einflussparameter**

Hinsichtlich der Sintertemperatur zeichnete sich eine Tendenz in Richtung höhere Schrumpfung und Verdichtung ab, wie in Abbildung 43 gezeigt wurde.

Untersuchungen unter Einfluss des zweiten Parameters, der Aufheizrate, liegen im Bereich von 5 K/Min und 7 K/Min. Eine höhere Aufheizrate konnte der Sinterofen nicht schaffen und eine niedrigere Aufheizrate war aus zeitlichen Gründen nicht anwendbar.

In Bezug auf die Haltezeit konnte festgestellt werden, dass eine lange Haltezeit die Schrumpfung und Verdichtung von Probekörpern begünstigt. Allerdings wirken eine zu lange Haltezeit wegen Vergrößerung der Körner und bereits reduzierte Porosität der Sinterspannung entgegen (siehe Gl. 11), was bedeutet, dass die Diffusionsprozesse enorm reduziert werden. Zudem ist eine extreme Kornvergrößerung ist nicht empfohlen, da sie schlechte mechanische Eigenschaften verursacht.

#### **DoE**

In Abschnitt 4.1.1 wurde die DoE Vorhersage für Schrumpfung und Enddichte bei den Quadern dargestellt. Sie stimmt allerdings nicht mit den Ergebnissen aus Simulation und Versuch überein. Auf der einen Seite überschätzte das DoE im ersten Sinterzyklus die Schrumpfung in x,y (16,05 %) gegenüber der Simulation (ca. 15,50 %) und dem Versuch (ca. 12,30 %), obwohl die Eingabewerte (Sintertemperatur, Aufheizrate und Haltezeit) sich innerhalb der definierten Stufen befanden. Auf der anderen Seite stimmte die Vorhersage der Enddichte mit der Simulation überein, obwohl die Simulation um etwa 5 % von den Versuchsergebnissen abwich. Auch im zweiten Sinterzyklus lag die Schrumpfungsvorhersage des DoE über den Werten aus Simulation und Versuch. Die Vorhersage des DoE hat allerdings die erreichte Enddichte der Simulation fast genau vorausgesagt, wobei die Simulation etwa 3 % von den Versuchsergebnissen abwich. Dieses Anwendungsbeispiel legt somit nahe, dass das DoE allein nicht ausreichend ist, um gute Voraussagen für Schrumpfung und Enddichte zu treffen.

#### **Entbinderung**

Die bei ersten chemischen Entbinderungsversuchen verursachten Beschädigungen an den Quadern konnten durch das Tempern behoben werden. Allerdings brauchen die Quader vom Materialhersteller, die andere Druckparameter haben, keine Temperaturbehandlung, was an der

niedrigen Dichte der Quadern vom Materialhersteller liegen könnte, dank der sich die Hauptbindemittel leicht vom Quader entfernen lassen.

Die zuvor durchgeführte chemische Entbinderung der Proben hat einen nach Materialherstellerangaben ausreichend großen Gewichtsverlust ergeben, sodass dieser Prozessschritt als Fehlerquelle ausgeschlossen werden kann. Allerdings waren vermutlich die Temperaturführung und Haltezeiten während der thermischen Entbinderung nicht ausreichend. Die Vermutung liegt nahe, dass Binderbestandteile oder Abfallprodukte der Entbinderung während des Sinterprozesses im Bauteil zurückgeblieben sind, die eine solche Formänderung ermöglicht haben. Wie die restliche Hauptbindemittel und Backbone-Polymere in der thermischen Entbinderung entfernt wurden, konnte nicht überwacht werden.

Diese Entfernung während der thermischen Entbinderung könnte Verformungen der Proben verursachen. Eine Vermutung ist, dass die Entfernung eine Auswirkung auf die Verzüge bei den Hohlquadern (H\_04 und H\_05) und Prüfkörpern (P\_07 und P\_08) und auf die wellenförmige Formänderung bei dem Prüfkörper (P\_10) gehabt hat.

Die zweite Vermutung ist, dass die Temperaturgradienten während des Sinterns, bei den Verzügen und der wellenförmigen Formänderung eine Rolle gespielt haben. Die zwei Hohlquader befanden sich auf der Stahlplatte im Begasungskasten. Deshalb haben sie im unteren Bereich höhere Temperaturen als oberen Bereich gehabt. Dadurch sind vermutlich Temperaturgradienten entstanden.

### **Bauteil Qualität**

Die optische Bauteilqualität ist nicht schlechter als von Bauteilen aus reinen Polymeren. Durch Druckparameteroptimierungen wurde eine hohe Dichte erreicht. Beim Slicen werden je nach Lage (wie z.B. Wand, erste und letzte Schichten) unterschiedliche Flussrate eingestellt. Dies allein verursacht Dichteschwankungen innerhalb der Probe. Ohne Gefügeschliffbilder der gesinterten Proben konnte es nicht gezeigt werden, dass die gesinterten Bauteile keine gleichmäßige Dichte aufweisen. Diese Unregelmäßigkeit tritt wahrscheinlich bereits bei der Herstellung der Grünteile auf und wird dort mit der Austragsregelung in Zusammenhang stehen.

Der große Unterschied zwischen Modell- und Grünteilgrößen hat gezeigt, was für ein starker Einfluss die Druckparameter auf die Endergebnisse haben. Eine hohe Flussrate beim 3D-Druck reduziert die Maßhaltigkeit der kleinen Features enorm.

### **Kompensation**

Die vorliegenden Untersuchungsergebnissen (siehe Abbildung 46 und Abbildung 65) zeigen, dass die derzeitige Simulation eine erfolgreiche Verzerrungskompensation für das Demonstrationsbauteil durchführen kann. Hierfür wird jedoch eine hohe Toleranz benötigt. Die im Bereich des Berührungspunktes aufgetretene, punktuelle, maximale Sinterspannung hat in dem Berührungsbereich eine hohe Schrumpfung bzw. Verschiebung verursacht. Dem konnte jedoch durch eine Kompensation mittels Materialfüllung entgegengewirkt werden.

### **FFF-Struktur**

Die FFF-Struktur-Simulation hat gezeigt, dass eine niedrige Sinterspannung an den Porenwänden (siehe Abbildung 47) entsteht. Dies wirkt der Schrumpfung entgegen. Außerdem wird, weil die Bahnen geometrisch dargestellt sind, der Metallpulverinhalt des Filaments in Vol.% direkt in die Simulation als relative Anfangsdichte eingetragen. Dies ist ein höherer Wert als bei der FFF-Annäherung.

Auf der anderen Seite wird in der FFF-Annäherung die Grünteildichte berücksichtigt. Diese Berücksichtigung bzw. Vereinfachung führt zu einem niedrigeren relativen Anfangsdichtewert in der Simulation (siehe Tabelle 14).

Das FFF-Struktur-Modell ist eine Vereinfachung und zeigt die Charakteristik des Sinterverhaltens der FFF-Struktur. FFF-gedruckte Bauteile haben in der Realität eine komplizierte Bahnablag Spur und es entstehen Poren und Lücken durch Bahnüberhänge. Das erstellte FFF-Struktur-Modell ist zu einfach, um Aussagen zu Delaminationen zu treffen. Hierzu bedürfte es eines Mikro-Modells, das auch die Pulverkörner und Binder im Modell darstellt, sowie der Durchführung gezielter CFD- (Computational Fluid Dynamics) Simulationen.

### **Rissbildung**

Beim Sintern kann es aufgrund der hohen Temperatur- oder Spannungsgradienten durch Einwirkung schwacher Kräfte wie Schwerkraft, Reibung und ungleichmäßiger Erwärmung zu Rissbildung in der gesinterten Probe kommen. Die Geometrien der verwendeten Proben sind einfach gehalten, daher lassen sich die Ergebnisse aus dieser Untersuchung nicht auf komplexere Geometrien übertragen.

In dieser Arbeit wurde in den Simulationen und Experimenten außer denen der Prüfkörper P\_10 kein Riss gefunden, was zeigt, dass die Heiz- und Kühlraten der Sinterkurve gut gewählt sind. Der Prüfkörper P\_10 wurde jedoch, anders als die anderen Prüfkörper, vertikal orientiert und war in der Nähe vom Abzug des Begasungskastens. Gerade am Abzug könnte es jedoch sein, dass die Gasströmung während des Sinterversuches dieser Rissbildung verursacht hat. Dennoch kann es, wie in der Halterung in Abbildung 2 beobachtet, bei längeren Aufhängstrukturen ohne Stützstruktur während des Sinterns zu Rissen und Ausfällen kommen. Unter Berücksichtigung des Grads der Reproduzierbarkeit von Metall-FFF können daher probabilistische Schadensmodelle entwickelt werden, um die Möglichkeit von Rissen während des Sinterns abzuschätzen.

Sicherlich ist eine Beurteilung des Verformungs- und Reißverhaltens grundsätzlich schwierig, da sich der Materialzustand (Steifigkeit) ständig verändert. Hinsichtlich des Sinterprozesses unterstreichen Ergebnisse der vorliegenden Forschung nichtsdestotrotz die Relevanz des Ansatzes in der Software, die diese Verformungs- und Risswahrscheinlichkeiten geometrisch erzeugter FFF-Strukturen realitätsnah prognostizieren und simulieren kann.

### **Vergleich Versuch und Simulation**

Gemäß früheren Studien (siehe Tabelle 2) liegt die Enddichte meist zwischen 94 % und 99 %. Solch eine hohe Enddichte wurde in der Simulation und im Versuch wegen niedrigen

Temperaturführungen allerdings nicht erreicht. Wie in Tabelle 21 gezeigt, waren die Schrumpfung und Enddichteverhältnis der gesinterten Probe im ersten Versuch 3 % bzw. 5 % und die Schrumpfung und Enddichteverhältnis der gesinterten Probe im zweiten Versuch 2 % bzw. 3 %. Die Abweichungen der Versuchsergebnisse von den vorhergesagten Werten sind auch in Abbildungen 68, 69 und 70 ersichtlich. Somit stimmten die Versuchsergebnisse nicht sehr gut mit den vorhergesagten Ergebnissen überein, was eine niedrige Zuverlässigkeit der Optimierungsergebnisse bedingt. Insbesondere war die Inkongruenz von Versuch und Simulation im ersten Sinterzyklus bei Quadern mit geringerer relative Anfangsdichte sehr groß.

Im zweiten Sinterzyklus musste die im Materialmodell vordefinierte Sprungfunktion der Aktivierungsenergie für das Kornwachstum wegen sehr niedriger Sintertemperatur (1137 °C) angepasst werden. Dadurch konnten die Körner bereits bei niedrigen Temperaturen (ab 1130 °C) wachsen und niedrigere Schrumpfungen verursachen. Dies hat eine kleine Abweichung zwischen Versuch und Simulation zur Folge gehabt. Außerdem benötigte diese Anpassung des Materialmodells Prozessverständnis.

Zusammenfassend zeigte die Forschung dieser Masterthesis unter einem phänomenologischen Ansatz also immerhin, dass das Sinterverhalten von Bauteilen aus dem Material SS316L mittels FFF gefertigten Bauteilen zumindest in einigen Aspekten bereits jetzt realitätsnah vorausgesagt werden kann. Besonders die 3D-Scans der Proben haben gut funktioniert. Neben Oberflächenabweichung wurden 3D-Scans auch bei der Ermittlung der Durchmesser und Rundheit der Kreise verwendet. Allerdings konnten die Löcher und kleinen Features nicht vollständig gescannt werden. Dies limitiert die Vergleichbarkeit von Versuchs- und Simulationsgeometrien an den entsprechenden Stellen.

### **Einschränkungen**

Dennoch gilt es final, auf einige Einschränkungen und Limitationen hinzuweisen, die bedacht werden müssen:

So sollten zunächst eben jene Grundannahmen klar definiert werden, die zur Vereinfachung der Analyse notwendig waren: Dazu zählen beispielsweise eine gleichmäßige Temperaturverteilung und eine homogene Dichteverteilung.

Die inhomogene Dichteverteilung verursachte große und kleine Diffusionskräfte bei Sinterversuchen je nachdem wie die Struktur da ist. Da außerdem das Modul Binder Jetting in der Software verwendet wurde, wurde die Bahnablage-richtung des FFF-Verfahrens nicht betrachtet. Und dementsprechend auch das Schrumpfungsverhalten in Bahnablage-richtung nicht mit einbezogen.

Die FFF-Struktur-Simulation zeigte, dass die relative Anfangsdichte innerhalb der Bahn höher als bisherige angenommene FFF-Annäherung ist. Deshalb finden langsame Diffusionsprozesse statt. Zudem herrscht an den Porenwänden eine höhere maximale Hauptspannung, welche eine niedrigere Sinterspannung verursacht. Dadurch finden im Versuch niedrige Schrumpfungen statt.

Grundsätzlich ist zu bemerken, dass das Software-Tool für das Material SS316L optimiert ist. Die Materialdaten sind jedoch nicht speziell für das verwendete Material validiert und

kalibriert. Dies ist auch ein Grund, warum es einen Unterschied zwischen Simulation und Versuche gibt. Aus diesem Grund könnte es außerdem sein, dass die Körner des verwendeten Materials größer als in der Simulation (5  $\mu\text{m}$ ) sind, wodurch die Sinterspannung niedriger und daraus folgend die Diffusionsprozesse langsamer waren.

Ermittlung der Materialparameter für andere Metalle sind allerdings sehr aufwendig. Um ein neues Materialmodell zu qualifizieren und zu kalibrieren, müssten zunächst nähere metallographische Untersuchungen, dilatometrische Experimente und Viskositätsmessungen durchgeführt werden. Hinsichtlich der Generalisierbarkeit und Verlässlichkeit der gilt es auch zu bedenken, dass die Sinter-Simulation ein komplexes multiphysikalisches Problem ist.

Wenn es darum geht, zu modellieren, wie Teile und Materialien auf den Einfluss von Schwerkraft und Reibungswiderstand hinsichtlich Schrumpfung, Dichteveränderungen, spannungs-dehnungsbezogene Probleme reagieren. Auch die Form des Prüfkörper-Modells war komplexer als andere Proben. Somit war das vorgeschlagene Bauteil bzw. die Features nicht leicht mit FFF-Verfahren zu drucken, weil die Druckparameter nicht fein genug waren. Mit dem Binder Jetting Verfahren könnte womöglich eine bessere Druckqualität hergestellt werden.

Doch sind die vorliegenden Ergebnisse nach dieser kritischen Abwägung ihrer Validität wohl dennoch eine ausreichend fundierte Argumentationsgrundlage dafür, das Sinterverhalten für geeignete Muster zur Fertigung von Metallbauteilen aus dem Material SS316L im größeren Rahmen zu erklären.

### 6. Fazit und Einordnung der Ergebnisse

Ziel der experimentellen Untersuchungen und damit dieser Forschungsarbeit war es, herauszuarbeiten, inwiefern die Sintersimulation als Instrument für die Entwicklung neuer Werkstoffe und Bauteilgeometrien als Alternative zu etablierten, vergleichbaren Verfahren wie FFF infrage kommt.

Hintergrund dieser Arbeit waren zunächst die Forschungsergebnisse wie von Borujeni et. al aus dem Jahr 2022, dass die Sintersimulation bei den Metal Binder Jetting gefertigten Bauteilen präzise Ergebnisse geliefert hatte. Die daraus gefolgerte Forschungshypothese lautete somit, dass die Sintersimulation, insbesondere für das Fused Filament Fabrication Verfahren, ein mit dem Metal Binder Jetting verwandtes Verfahren, wertvolle neue Möglichkeiten und wirtschaftliche Potenziale bietet, um die Bauteilfertigung für die Industrie zu verbessern. Um die Sintersimulation in der Industrie zu verankern, brauche es allerdings Kontrollstrategien, die es ermöglichen, Verformungen und mechanische Eigenschaften der Bauteile vorherzusagen und somit die Anzahl kostspieliger Trial-and-Error-Experimente zu reduzieren.

Um die oben genannte Hypothese zu überprüfen, wurde untersucht, wie präzise und verlässlich Vorhersagen über die Beschaffenheit und Maßhaltigkeit des in der Sintersimulation durch FFF-Verfahren hergestellten Bauteile unter Einwirkungen der drei exemplarischen Parameter Sintertemperatur, Aufheizrate und Haltezeit sind. Methodisch wurde dazu ein phänomenologischer Ansatz gewählt. Im ersten Schritt wurde daher eine Simulationssoftware angewendet, die das Verhalten und die abschließenden Eigenschaften eines additiv gefertigten Probekörpers aus dem Material SS316L während des bzw. nach dem Sinterprozess simulieren sollte, um im Anschluss deren Ergebnisse am Ende mit den experimentell geschaffenen Metallbauteilen zu vergleichen.

In einem zweiten Schritt lieferten die in dieser Forschungsarbeit durchgeführten Untersuchungen somit gleichzeitig wichtige Daten und Referenzwerte hinsichtlich der Genauigkeit, Verlässlichkeit und Aussagekraft der technischen Sintersimulation durch das Fused Filament Fabrication Verfahren. Das DoE wurde angewandt, um den Trend der Einflussparameter (Sintertemperatur, Aufheizrate und Haltezeit) auf die Responses (Schrumpfung und Enddichte) zeigen. Die Wichtigkeit der Parameter in den definierten Stufen konnte durch die Regression-Analyse untersucht werden.

Allerdings stimmte die DoE Vorhersage für Schrumpfung und Enddichte bei den Quadern nicht mit den Ergebnissen aus Simulation und Versuch überein. Die DoE Vorhersage überschätzte die Schrumpfung gegenüber der Simulation und dem Versuch, wobei es die erreichte Enddichte der Simulation näherungsweise vorausgesagt hat. Die Optimierungstool des DoE konnte das Schrumpfungs- und Verdichtungsverhalten nicht ausreichend voraussagen.

Die bei ersten chemischen Entbinderungsversuchen erforderte Beschädigungen an den Quadern konnte durch das Tempern behoben werden. Auf der anderen Seite brauchen die Quader vom Materialhersteller, die andere Druckparameter haben, keine Temperaturbehandlung. Es könnte daran liegen, dass die Quader vom Materialhersteller wegen seiner niedrigen Dichte die Hauptbindemittel leicht entfernen lassen.

Die chemische Entbinderung wurde nach Materialherstellerangaben durchgeführt. Die hohe erreichte Dichte beim 3D-Druck, niedrige Oberflächen/Volumen-Verhältnis und eine Dicke von 10 mm haben bei den Quadern Schwierigkeiten gegeben. Während der Entbinderung in Aceton sind Beschädigungen der Proben aufgetreten. Das liegt vermutlich an inneren Spannungen und diese wurde durch das Tempern reduziert, wobei die Quader vom Materialhersteller kein Tempern gebraucht haben. Hierbei spielte vermutlich die Druckparameter eine große Rolle.

Weiterhin haben die Proben einen nach Materialherstellerangaben ausreichend großen Gewichtsverlust ergeben. Es könnte nicht überwacht werden, ob die Temperaturführung und Haltezeiten während der thermischen Entbinderung ausreichend waren. Es könnte sein, dass Binderbestandteile oder Abfallprodukte der Entbinderung während des Sinterprozesses im Bauteil zurückgeblieben sind, die Verzüge bei Hohlquader (H\_04 und H\_05) und Prüfkörper (P\_07 und P\_08) und auf die wellenförmige Formänderung bei dem Prüfkörper (P\_10) ermöglicht haben. Es könnte auch daran liegen, dass die Temperaturgradienten während des Sinterns diese nichtgewollten Formänderungen verursacht haben. Komplikationen durch Verzug und Rissbildung beim Prüfkörper (P\_10) sind ein beispielhaftes Indiz dafür, dass der Ansatz der Software nicht vollständig die nicht gewollte Deformationen vorhersagen kann.

Während der Druckparameteroptimierungen wurde das Ziel für eine hohe Dichte geschafft. Die FFF-gedruckte Bauteile haben je nach Lage unterschiedliche Flussrate bei der Bahnablage. Dies allein verursacht Dichteschwankungen in den Bauteilen. Zudem sind die Porengeometrien auch unterschiedlich, abhängig vom Druckparameter und Qualität. Dies hat einen großen Unterschied zwischen Modell und Grünteilgrößen bezüglich der Maßhaltigkeit verursacht. Nicht Berücksichtigung der Druckparameter in der Simulation spielte zufolge eine große Rolle in der Abweichung zwischen Versuch und Simulation.

Bei den Features der Prüfkörper wurde es gesehen, dass die Druckparameter einen großen Einfluss haben. Die Größen der Features im Grünteilzustand waren nicht entsprechend der Modellierung. Dies konnte in der Sintersimulation nicht betrachtet werden. Der starke Einfluss der Druckparameter bei den Features sollte bereits während der Modellierung betrachtet werden, um die Maßhaltigkeit zu verbessern. Immerhin zeigte die Simulation den Trend des Schrumpfungsverhaltens je nach Sinterzyklus und Kreuzeffekte wie Schwerkraft.

FFF-Struktur-Simulation hat die Charakteristik der Sintersimulation von FFF-gedruckten Bauteilen gezeigt. Die Berücksichtigung der Porengeometrie hat wegen seiner niedrigen Sinterspannung an den Porenwänden niedrigerer Schrumpfungs- und Verdichtungsverhalten als FFF-Annäherung gegeben. Dadurch könnte die Simulation bereits bei einer einfachen Vorgehensweise realitätsnähere Ergebnisse bezüglich der Schrumpfung und Enddichte liefern.

Die Kompensation-Tool der Software wurde mit einem Industrierelevanten Bauteil (Demonstrationsbauteil) untersucht. Die Orientierung des Bauteils beim Sintern wurde berücksichtigt. Dies hat mit einer hohen Toleranz in der Oberflächenabweichung gut funktioniert.

In den gesinterten Proben wurden keine Rissbildung außer dem kleinen Fuß des Prüfkörpers P\_10 aufgetreten. Rissbildung findet im Allgemeinen bei längeren Aufhängstrukturen ohne Stützstruktur aufgrund der hohen Temperatur- oder Spannungsgradienten durch Einwirkung

schwacher Kräfte wie Schwerkraft, Reibung und ungleichmäßiger Erwärmung. Die Probengeometrien waren zu einfach dafür. In der Simulationsergebnisse der Proben (siehe 4.1.2) wurde es gesehen, dass die Proben keine kritischen spannungsbezogenen Probleme hatten.

Die in dieser Arbeit verwendete phänomenologischer Ansatz der Software ist noch leicht entfernt von einem präzisen praktischen Einsatz. Das FFF-Verfahren wurde für die vorliegende Arbeit so konzipiert, dass es in der Simulation wie Metal Binder Jetting Verfahren reagiert. Die Vereinfachungen bzw. Annahmen und Randbedingungen in der Software und Unterschiede zwischen Metal Binder Jetting und FFF-Verfahren bezüglich der nicht Betrachtung der Poren und Lücken durch Bahnüberhänge, Dichteschwankungen und Bahnablagerung, könnten als Hauptgründe gesehen werden, warum es bis zu 4 % Abweichung in Schrumpfung und bis zu 8 % Abweichung in der Enddichte im ersten und zweiten Versuch gibt. Wie in Abbildung 68 gezeigt, treten die große Abweichungen bei den Quadern auf, die eine geringere relative Anfangsdichte hatten. Das heißt, dass der phänomenologische Ansatz der Software für hohe relative Anfangsdichten konzipiert ist. Auch die niedrige Temperaturführung beim Sintern war nicht gut geeignet für den Ansatz der Software.

Als wichtiges Ergebnis lässt sich sagen, dass das Software-Tool die Schrumpfung und Enddichte nur näherungsweise voraussagen kann. Vorhersagen über die Beschaffenheit und Maßhaltigkeit der in der Sintersimulation durch FFF-Verfahren hergestellten Bauteile sind nicht ausreichend präzise und verlässlich. Somit kann die Simulation mit den derzeitigen Abweichungen nicht den Versuch an echten Bauteilen ersetzen. Dennoch konnte gezeigt werden, dass sich die Software Simufact Additive im begrenzten Maße auch für den FFF-Prozess eignet. Eine Verbesserung der Simulationsergebnisse lässt sich durch ein noch besseres Prozessverständnis und der Anpassung von Simulationsparameter erzielen. Die erläuterten Aussagen und Ergebnisse sind jedoch repräsentativ für zukünftige Forschungen und Anwendungen. Die Ergebnisse aus dieser Arbeit könnten als Ausgangspunkt für die Weiterentwicklung der Simulation verwendet werden.

## 7. Ausblick auf weitere experimentelle Forschungsansätze

Die Sintersimulation für additiv gefertigte Bauteile befindet sich also noch am Anfang der Entwicklungsphase. Um die aktuelle Simulationsmethodik generischer zu machen und durch Variation der Prozessparameter auch für Sensitivitätsstudien geeignet zu machen sind weitere experimentelle Studien erforderlich.

Zur weiteren wissenschaftlichen Validierung dieser durch die Masterthesis gewonnenen Forschungsergebnisse bedarf es allerdings weiterer Forschungen in diesem Gebiet.

Der in dieser Arbeit angewendete phänomenologische Ansatz der Software ist für hohe Sintertemperatur und relative Anfangsdichten konzipiert. Dieser Ansatz könnte somit entwickelt werden, so dass der auch bei niedrigen Sintertemperaturen und relativen Anfangsdichten gute Ergebnisse liefert.

Um den chemischen Entbinderungsprozess zu beschleunigen, könnte ein Rührer (wie zum Beispiel Magnetrührer) verwendet werden. Es könnte auch andere Bindemittel verwendet werden. Beispielsweise die Verwendung von Nano-Partikel-Binder könnte den Diffusionsprozess beschleunigen und den Entbinderungsprozess vereinfachen. Nano-Partikel-Binder könnten die Schrumpfung reduzieren, was die Maßhaltigkeit verbessern kann und die Toleranzen verringern. Dadurch können größere Sinterterteile mit dem gleichen Maß vom Grünteil gefertigt werden.

Die Messdaten der Features der Prüfkörper haben gezeigt, wie die Druckparameter Maßhaltigkeit der Features beschränkt und wie die Größen der Features sich durch verschiedenen Sinterzyklen ändert. Die Simulation konnte im Zeitpunkt der Arbeit dies nicht genau vorhersagen. Eine strukturierte Untersuchung mit dem Ziel, flexibel anpassbare Konstruktionsrichtlinien zu bestimmen, könnte in weiteren Arbeiten gefolgt werden. Außerdem wurden die Features an den Prüfkörpern nach ihren Größen je nach Sinterzyklus und Orientierung beim Sintern untersucht. Das entwickelte Framework könnte als Basis genommen werden und mit Weiterentwicklung in einer Konstruktionsrichtlinie für sinterbasierte Fertigungsprozesse genutzt werden.

In dieser Arbeit wurde keine Untersuchung der Mikrostruktur durchgeführt. In zukünftigen Arbeiten könnten ebenso wenig Schlibfbilder erstellt werden, die es jedoch braucht, um numerische Gefügekenwerte zu ermitteln.

Die Vermessung der Proben können in weiteren Arbeiten verbessert werden. Die Dichtmessung des Prüfkörpers durch Auftriebswägung hat eine hohe Standartabweichung gegeben. Außerdem war es nicht möglich, dass durch die Simulation vorausgesagte Sagging zu messen. Die verwendete Messwerkzeuge sind dafür nicht ausreichend präzise gewesen.

Zum aktuellen Zeitpunkt wird davon ausgegangen, dass die Bauteilqualität, in Bezug auf Porenbildung und -anzahl, die durch das Fertigungsverfahren entstehen, durch Anpassungen in der Datenaufbereitung verbessert werden kann. Ebenso kann durch besser geeignete Simulationen die Maßhaltigkeit der Bauteile weiter verbessert werden, wenn die prozessbezogene Schrumpfung besser bekannt ist.

Für eine effektive und praktische Beobachtung könnte außerdem der Temperaturverlauf während des Sinterns automatisch erstellt werden. Genaue Temperaturverläufe können auf die Sinterkurve in der Simulation dementsprechend eingegeben werden. Nicht zuletzt könnten die Plateau-Temperaturen der thermischen Entbinderung und dementsprechende Haltezeiten in Zukunft durch die beobachteten Rauchabzüge optimiert werden.

Auch das bereits existierende Binder Jetting Modul der Software könnte für die Sintersimulationen mit FFF-gedruckten Bauteilen konzipiert und erweitert werden. Anknüpfend an diesen Punkt, könnte man jedoch auch untersuchen, ob statt einer Simulation die Verwendung einer künstlichen Intelligenz mit Hilfe einer großen Datenbank, die zahlreichere Probenuntersuchungen beinhaltet, gut funktionieren könnte, um präzisere Voraussagen über das Sinterverhalten von FFF-gedruckten Bauteilen treffen zu können.

Das Reibungsverhalten beim Sintern ist ein weiteres Thema, das weiter untersucht werden sollte. Bei größeren und schwereren Teilen spielt die Reibung eine entscheidende Rolle für die Reproduzierbarkeit von Sinterteilen. Darüber hinaus sollte die Wirkung von Sinterstützen, Settern und künstlichen Versteifungen sorgfältig untersucht werden, um das Design dieser Strukturen auf kostengünstige Weise zu unterstützen.

Trotz allem sind die hier gewonnenen Forschungsergebnisse in ihrer Bedeutung für die sinterbasierte additive Fertigung nicht zu verachten, zeigen sie doch die Möglichkeit der Anwendung von Sintersimulation für mittels FFF-gedruckten Bauteilen.

### Literaturverzeichnis

- Andersen, O. (2018). Neue Entwicklungen auf dem Gebiet der nicht-strahlbasierten additiven Fertigungsverfahren.
- Aryanpour, G., Mashl, S., & Warke, V. (2013). Elastoplastic–viscoplastic modelling of metal powder compaction: Application to hot isostatic. *owder Metall*, (S. 4–23).
- Berns, H., & Teisen, W. (2008). *Eisenwerkstoffe - Stahl und Gusseisen / by Hans Berns; Werner Theisen*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag.
- Bordia, R., & Scherer, G. (1988). On constrained sintering—II. Comparison of constitutive models. *Acta Metallurgica* (S. 2399-2409). Volume 36, Issue 9.
- Borujeni, S. (2022). *Numerical simulation of shrinkage and deformation during sintering in metal binder jetting with experimental validation*.
- Burkhardt, C. (2013). *Metallpulverspritzguss : Fertigung komplexer Bauteile in höchster Präzision*.
- Bützer, P., & Roth, M. (2011). Eine Runaway-Reaktion.
- Castro, L., & Oviedo, S. (December 2003). Mechanical properties and pitting corrosion behaviour of 316L stainless steel parts obtained by a modified metal injection moulding process. *Journal of Materials Processing Technology*.
- Choi, J., & Yoon, D. (2001). The Temperature Dependence of Abnormal Grain Growth and Grain Boundary Faceting in 316L Stainless Steel. *ISIJ International*, S. 41(5):478-483.
- Chung, S., Company, H., Kwon, Y., & Cetatech, I. (2010). Modeling and simulation of press and sinter powder metallurgy. *Metals Process Simulation, Vol. 22B, ASM Handbook*.
- Deutsche Edelstahlwerke*. (10. November 2022). Von [https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/RSH/1.4404\\_de.pdf](https://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/RSH/1.4404_de.pdf) abgerufen
- Fraunhofer IFAM*. (27. 05 2022). Von <https://www.ifam.fraunhofer.de/de/technologien/metal-binder-jetting-vom-prototyp-zur-serienfertigung.html> abgerufen
- Fritz, A. (2018). *Fertigungstechnik*. Berlin.
- FSU Jena*. (September 2022). Von Institut für Materialwissenschaft und Werkstofftechnologie (IMT) : <https://www.osim.uni-jena.de/osimmedia/osim/downloads-studium/praktikum/werkstoffwissenschaft/ww1-dichtemessung.pdf> abgerufen
- German, R. (2020). Titanium sintering science: A review of atomic events during. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*.

- Gonzalez-Gutierrez, J., Godec, D., Kukla, C., & Schlauf, C. (2017). Shaping, Debinding and Sintering of Steel Components via Fused Filament Fabrication. *Proceedings of the 16th International Scientific Conference on Production Engineering*, (S. 99-104). Zadar, Croatia.
- Gonzalez-Gutierrez, J., Stingari, G., & Emri, I. (2012). In Some Critical Issues for Injection Molding;. *Powder Injection Molding of Metal and Ceramic Parts*, S. 65-86.
- Jamaludin. (2015). *Development of porous Ti-6Al-4V Mix with palm stearin binder by metal injection molding technique*.
- Kang, T., Ahn, S., & Chung, S. (2019). Modeling and simulation of metal injection molding (MIM). In *Handbook of Metal Injection Molding*. (S. Volume 2, pp. 219–252.). Sawston, UK.; 2nd ed.; Heaney, D.F., Ed.; Woodhead Publishing.
- Kashyap, B., & Tangri, K. (1992). Grain Growth Behaviour of Type 316L Stainless Steel. : Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing. *Materials Science & Engineering A*, S. A149(2): L13-L16.
- Kingery, W. (1959). Densification during sintering in the presence of a liquid phase, I. Theory. *J Appl Phys*, 30, (S. 301-306).
- Kitzmantel, M., & Wilfinger, T. (2017). Entbindern und Sintern von FFF-Bauteilen. *RHP-EVOJ17*.
- Knoop, F., & Schöppner, V. (2015). Mechanical and Thermal Properties of Fdm Parts Manufactured with Polyamide 12. S. 3.
- Kraft, T., & Riedel, H. (2004). Numerical simulation of solid state sintering; model. *J. Eur. Ceram. Soc.* 24 (2) (S. 345-361). 8th International Conference on Ceramic Processing.
- Krone, L. (13. Januar 2006). Metal-Injection-Moulding (MIM) von NiTi Bauteilen mit Formgedächtniseigenschaften.
- Lee, S., Hwang, N., Yoon, D., & Fenry, M. (2000). Grain Boundary Faceting and Abnormal Grain Growth in Nickel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, S. 31A(3A): 985-994.
- Mikroproduktion Ausgabe. (05/18). *Gestaltungsfreiheit (fast ohne Grenzen)*, S. 18-23.
- Olevsky, E. (1998). *Theory of sintering: from discrete to continuum*. Mater. Sci. Eng.
- Onagoruwa, S., Bose, S., & Bandyopadhyay, A. (2001). Fused Deposition of Ceramics (FDC) and Composites. In *Proceedings of the Solid Freeform Fabrication Symposium*. Austin, TX, USA.
- Rahaman, M. (2010). *Rahaman, M.N. (2010). Kinetics and mechanisms of densification*.
- Ramazani, H. (2021). *Metal FDM, a new extrusion-based additive manufacturing*.
- Risse, A. (2012). *Fertigungsverfahren der Mechatronik, Feinwerk- und Präzisionsgerätetechnik*.

Schatt, W., Wieters, K., & Kieback, B. (2007). Pulvermetallurgie: Technologien und Werkstoffe., (S. 171).

Simufact, E. (24. 05 2022). Simufact Additive Schulung.

*Ultrafuse-316LX.* (08. Oktober 2022). Von BASF:  
[https://www.basf.com/global/de/documents/about-us/Companies/new-business-gmbh/publications/3d-printing/TDS\\_BASF\\_Ultrafuse-316LX.pdf](https://www.basf.com/global/de/documents/about-us/Companies/new-business-gmbh/publications/3d-printing/TDS_BASF_Ultrafuse-316LX.pdf) abgerufen

Wagner, M. (2022). *Fused filament fabrication of stainless steel structures - from binder development to sintered properties.*

Wakai, F. (2012). Mechanics of viscous sintering on the micro- and macro-scale. *Acta Materialia, Volume 61, Issue 1*, (S. 239-247).

Zhang, R. (2005). *Numerical Simulation of Solid State Sintering of Metal Powder Compact Dominated by Grain Boundary Diffusion.*



## Erklärung zur selbstständigen Bearbeitung einer Abschlussarbeit

Gemäß der Allgemeinen Prüfungs- und Studienordnung ist zusammen mit der Abschlussarbeit eine schriftliche Erklärung abzugeben, in der der Studierende bestätigt, dass die Abschlussarbeit „– bei einer Gruppenarbeit die entsprechend gekennzeichneten Teile der Arbeit [(§ 18 Abs. 1 APSO-TI-BM bzw. § 21 Abs. 1 APSO-INGI)] – ohne fremde Hilfe selbstständig verfasst und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt wurden. Wörtlich oder dem Sinn nach aus anderen Werken entnommene Stellen sind unter Angabe der Quellen kenntlich zu machen.“

Quelle: § 16 Abs. 5 APSO-TI-BM bzw. § 15 Abs. 6 APSO-INGI

Dieses Blatt, mit der folgenden Erklärung, ist nach Fertigstellung der Abschlussarbeit durch den Studierenden auszufüllen und jeweils mit Originalunterschrift als letztes Blatt in das Prüfungsexemplar der Abschlussarbeit einzubinden.

Eine unrichtig abgegebene Erklärung kann -auch nachträglich- zur Ungültigkeit des Studienabschlusses führen.

### Erklärung zur selbstständigen Bearbeitung der Arbeit

Hiermit versichere ich,

Name: Gözüküçük

Vorname: Fatih

dass ich die vorliegende Masterarbeit                    bzw. bei einer Gruppenarbeit die entsprechend gekennzeichneten Teile der Arbeit – mit dem Thema:

Sintersimulation und Validierung für die sinterbasierten Fused Filament Fabrication Prozessroute

ohne fremde Hilfe selbstständig verfasst und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe. Wörtlich oder dem Sinn nach aus anderen Werken entnommene Stellen sind unter Angabe der Quellen kenntlich gemacht.

*- die folgende Aussage ist bei Gruppenarbeiten auszufüllen und entfällt bei Einzelarbeiten -*

Die Kennzeichnung der von mir erstellten und verantworteten Teile der -bitte auswählen- ist erfolgt durch:

Hamburg

Ort

23.12.2022

Datum

\_\_\_\_\_  
Unterschrift im Original