



Unterscheidung verschiedener charakteristischer Defekte in mittels selektivem Laserschmelzen hergestelltem Ti-6Al-4V durch Röntgen-Refraktionsradiographie

René LAQUAI¹, Bernd R. MÜLLER¹, Galina KASPEROVICH²,
Guillermo REQUENA², Giovanni BRUNO¹

¹ Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), Berlin

² DLR - Institut für Werkstoff-Forschung, Köln

Kontakt E-Mail: rene.laquai@bam.de

Kurzfassung. Das selektive Laserschmelzen (SLM) ist eine pulverbasierte, additive Fertigungsmethode, welche die Herstellung von komplex und individuell geformten Bauteilen ermöglicht. Im Laufe der vergangenen Jahre haben verschiedene Branchen, unter anderem die Luft- und Raumfahrt Industrie, begonnen diese Technologie intensiv zu erforschen. Insbesondere die Titanlegierung Ti-6Al-V4, welche aufgrund ihrer Kombination von mechanischen Eigenschaften, geringer Dichte und Korrosionsbeständigkeit häufig in der Luft- und Raumfahrt eingesetzt wird, eignet sich für die Herstellung mittels SLM. Allerdings können durch nicht optimal gewählte Prozessparameter, welche für gewöhnlich in einer Energiedichte zusammengefasst werden, Defekte in den Bauteilen entstehen.

In dieser Studie wurde untersucht, in wie weit Röntgen-Refraktionsradiographie geeignet ist diese Defekte zu detektieren und zu charakterisieren. Bei der Röntgen-Refraktionsradiographie wird die Röntgenstrahlung, nachdem sie die Probe transmittiert hat, über einen Analysatorkristall gemäß der Bragg-Bedingung in den 2D-Detektor reflektiert und dabei nach ihrer Ausbreitungsrichtung gefiltert. Dadurch wird neben der Schwächung auch die Ablenkung der Röntgenstrahlung durch Refraktion im inneren der Probe zur Bildgebung ausgenutzt. Aus den aufgenommenen Refraktionsradiogrammen kann der Refraktionswert berechnet werden. Dieser ist ein Maß für die Menge an inneren Oberflächen in der Probe.

Zum einen konnte gezeigt werden, dass die Röntgen-Refraktionsradiographie Defekte detektieren kann, die kleiner sind als die Ortsauflösung des verwendeten 2D-Detektors. Zum anderen können zwei verschiedene Typen von Defekten unterschieden werden. Bei dem ersten Typ handelt es sich um runde Poren mit geringer innerer Oberfläche. Diese, sogenannten „keyhole pores“ sind charakteristisch für eine zu hohe Energiedichte während des SLM Prozesses. Bei dem zweiten Typ handelt es sich um nicht komplett aufgeschmolzenes Pulver. Diese Defekte zeichnen sich durch eine hohe innere Oberfläche aus und sind charakteristisch für eine zu geringe Energiedichte. Vergleichende Messungen mit hochauflösender Synchrotron CT und optischer Mikroskopie bestätigen die charakteristischen Formen der verschiedenen Defekte.



1 Einführung

Die pulverbasierte, additive Fertigungsmethode des selektiven Laserschmelzens (SLM) stellt ein vielversprechendes Verfahren zur Herstellung von endkonturnahen, leichtgewichtigen Bauteilen dar [1, 2]. Da keine Gussformen oder bauteilspezifische Werkzeuge benötigt werden, ermöglicht die additive Fertigung die Produktion von individuell und komplex geformten Bauteilen direkt von CAD-Modellen [3]. Aufgrund dieser Vorteile haben viele Branchen, unter anderem die Luft- und Raumfahrtindustrie, in den vergangenen Jahren begonnen diese Technologie intensiv zu erforschen. Titanlegierungen sind dabei gut für die Fertigung mittels SLM geeignet [4]. Insbesondere die Legierung Ti-6Al-4V (kurz Ti64) wird in der Luft- und Raumfahrt eingesetzt, aufgrund der ausgewogenen Materialeigenschaften, die mechanische Stabilität mit geringer Dichte und Korrosionsbeständigkeit kombinieren. Die schnelle Abkühlung und nicht optimal gewählte Prozessparameter können Instabilitäten entstehen, welche zur Entstehung von inneren Defekten (Bindefehler, Poren, „balling“ bis hin zu Rissbildung durch thermische Eigenspannungen) führen [5, 6].

Bisher haben sich mehrere Studien mit der Optimierung der Prozessparameter oder Nachbehandlung der Bauteile befasst (z.B. [2, 6, 7]), wodurch die Materialeigenschaften verbessert werden konnten [6, 8, 9]. In einer vorrangegangenen Untersuchung wurde die Optimierung der Dichte von Ti64 Probekörpern durch Anpassung der SLM Parameter berichtet [10]. Dabei wurden zur Charakterisierung archimedisches Wiegen, optische Mikroskopie und Röntgen-Computertomographie (XCT) eingesetzt. Ein Nachteil dieser Studie folgt aus den Beschränkungen der verwendeten Methoden, in Bezug auf die Detektion und Identifizierung von sehr kleinen Hohlräumen oder dünnen Rissen. Das archimedische Wiegen kann einen Hinweis auf solche Defekte liefern, obwohl offene Porosität und Veränderungen in der Zusammensetzung nicht berücksichtigt werden. Dagegen gelingt es weder mit optischer Mikroskopie noch mit hochauflösender Synchrotron CT (Auflösung ca. $0,5 - 1 \mu\text{m}^3$) Defekte $< 1 \mu\text{m}$ zuverlässig zu identifizieren, besonders in größeren Bauteilen.

Röntgen-Refraktions-Methoden [11, 12] könnten hingegen in der Lage sein diese Defekte zu Charakterisieren. Bei diesen Methoden wird an Stelle der Schwächung der Röntgenstrahlung ihre Ablenkung von der ursprünglichen Ausbreitungsrichtung durch Refraktionseffekte ausgenutzt. Die Refraktion tritt auf, wenn Röntgenstrahlung auf Grenzflächen, z.B. zwischen Metall und Luft, treffen, wie im Falle von Poren oder Rissen. Diese Ablenkung wird bestimmt durch den Einfallswinkel der Strahlung und der Differenz des Brechungsindex an der Grenzfläche, nicht jedoch durch die Größe des Hohlraumes. Daher ist es möglich Defekte zu detektieren, die kleiner sind als die vorhandene Ortsauflösung, obwohl eine bildliche Darstellung nicht möglich ist. Wie bereits in [13] berichtet, wird gezeigt, dass Röntgen-Refraktions-Methoden kleine Defekte sowie deren Orientierung in additiv gefertigten Materialien detektieren können und dass sie eine Ergänzung zu Röntgen-CT und optischer Mikroskopie darstellen.

2 Experimentelles Vorgehen

Die Proben wurden aus Ti64 ELI Pulver von Advanced Powders & Coatings (AP&C, Canada) hergestellt. Dieses wurde mittels Plasmaatomisierung hergestellt und besteht aus sphärischen Teilchen mit einer Größenverteilung von $31 \mu\text{m}$ (D10), $42 \mu\text{m}$ (D50) und $53 \mu\text{m}$ (D90). Unter Argonatmosphäre wurden Würfel mit einer Kantenlänge von 10 mm in einer SLM-280 HL (SLM Solutions) Maschine (400 W Laser mit einer Wellenlänge von 1070 nm) hergestellt. Die Bauplatte wurde auf $200 \text{ }^\circ\text{C}$ geheizt.

Die SLM Parameter werden in der Regel in einer Energiedichte zusammengefasst, welche das Verhältnis aus Laserleistung, Scangeschwindigkeit, Hatch-Abstand und Schichtdicke beschreibt [10]. Die Energiedichte wurde zwischen 50 und 300 J/mm³ verändert, indem die Scangeschwindigkeit des Lasers von 200 mm/s bis 1100 mm/s variiert wurde, während die Laserleistung bei 175 W, der Hatch-Abstand bei 0.1 mm und die Schichtdicke bei 30 µm konstant blieben.

Für alle Testkörper wurde die Porosität zunächst mittel archimedischem Wiegen ($\rho_n = 4,43 \text{ g/cm}^3$) bestimmt. Anschließend wurden jeweils 3 Zylinder mit einem Durchmesser von 0,8 mm für die Untersuchung mittels XCT an der ID19 Beamline des ESRF in Grenoble herauspräpariert. Für die Untersuchung mittels Röntgen-Refraktions-Radiographie (SXRR) wurden aus zwei Proben (53 /mm³ und 195 J/mm³) dünne Plättchen mit einer Dicke von 0,35 mm senkrecht zur Baurichtung aus der Mitte der Würfel ausgeschnitten und poliert. Außerdem wurden jeweils mehrere metallografische Schliffe mit optischer Mikroskopie untersucht. Genauere Informationen zu XCT, Mikroskopie und archimedischem Wiegen können [10] entnommen werden.

Die Röntgen-Refraktions-Radiographie wurde an der BAMline [14, 15] von BESSY II (Helmholz-Zentrum Berlin) durchgeführt. Dort kommt die Röntgen-Refraktions-Methode des analyzer-based imaging (ABI) zu Einsatz. Der verwendete 2D Detektor hat eine nominelle Pixelgröße von $3,6 \times 3,6 \text{ µm}^2$ bei einem Sichtfeld von $7 \times 5 \text{ mm}^2$. Bei der ABI wird die Probe von einem parallelen monochromatischen Röntgenstrahl ($E = 30 \text{ keV}$; $\Delta E/E = 2 \cdot 10^{-3}$) transmittiert und anschließend von einem Analysekrystall gemäß der Bragg'schen Beugungsbedingung in das Detektorsystem gespiegelt. Dabei wird die Röntgenstrahlung gemäß ihrer Ausbreitungsrichtung gefiltert. Durch Rotation des Analysekrystalls um den Braggwinkel wird das Winkelspektrum der Röntgenstrahlung aufgenommen, die so genannte rocking curve. Für diese Untersuchung wurde die rocking curve in einem Bereich von $\pm 0,006^\circ$ um den Braggwinkel in 61 Schritten aufgenommen.

Aus den gemessenen Daten werden mittels eines peak fits das Maximum sowie das Integral der rocking curve in jedem Pixel bestimmt. Aus diesen Werten lässt sich der Refraktionswert C [16] bestimmen, welcher proportional zur (lokalen) spezifischen Oberfläche der Probe ist. Wird C als zusätzlicher Streufaktor im Lambert-Beer'schen Schwächungsgesetz betrachtet kann er mit folgender Gleichung berechnet werden [17]:

$$C \cdot d = 1 - \frac{I_{max} \cdot I_{int,0}}{I_{max,0} \cdot I_{int}}$$

Durch eine Kalibrierung kann die relative Größe C in eine absolute umgerechnet werden. Hierzu wurde die spezifische Oberfläche des reinen Ti64 Pulvers mittels BET Gasadsorption bestimmt ($\zeta = 139,5 \text{ /mm}$) und aus einer SXRR Messung des gleichen Pulvers der Proportionalitätsfaktor bestimmt.

Zusätzlich wurde eine vergleichende Messung mit Röntgen-Transmissions-Radiographie mit identischer Ortsauflösung durchgeführt. Aus diesen Radiographien wurde der lineare Schwächungskoeffizient μ bestimmt und mit Hilfe eines nominalen linearen Schwächungskoeffizienten μ_0 die lokale Porosität bestimmt. μ_0 wurde von einem defektfreien Bereich der jeweiligen Probe bestimmt, in welchem das Material als Dicht angenommen werden konnte.

3 Ergebnisse und Diskussion

Der Einfluss der Energiedichte auf die Porosität des Materials ist in Abb. 1 dargestellt. Die Porosität aus der XCT Untersuchung ist ähnlich der Ergebnisse aus der mikroskopischen Untersuchung. Lediglich bei niedrigen Energiedichten gibt es eine Abweichung. Beide

Methoden zeigen ein Minimum der Porosität bei $\sim 120 \text{ J/mm}^3$ ($< 0,05 \text{ vol\%}$). Im Gegensatz dazu zeigt das archimedische Wiegen nur geringe Veränderungen der Porosität.

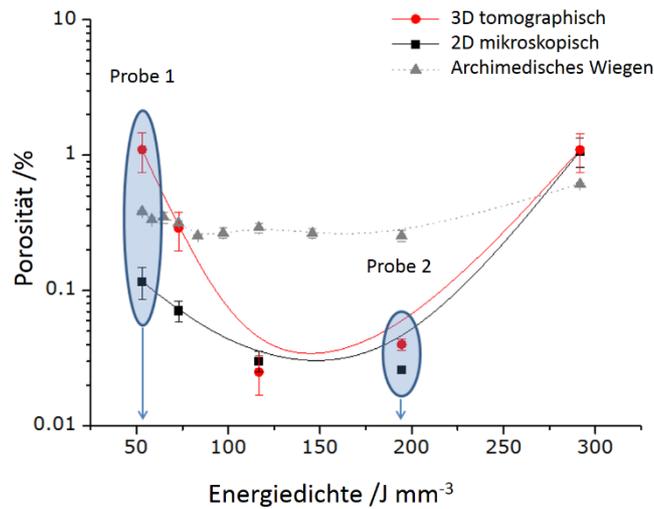


Abb. 1 Porosität in Abhängigkeit der Energiedichte während des SLM Prozesses bestimmt mit Tomographie (3D), Mikroskopie (2D) und archimedischem Wiegen. „Probe 1“ und „Probe 2“ heben die Proben zur Untersuchung mit SXRR hervor

Auf beiden Seiten des Bereichs der optimalen Energiedichte (53 J/mm^3 bis 195 J/mm^3) dominieren unterschiedliche Defektypen, die sich in ihrer Morphologie unterscheiden. Wie z.B. bereits in [3, 7, 10] berichtet wurde sind bei kleineren Energiedichten Bindefehler und „balling“ vorherrschend, während sich bei höheren Energiedichten vermehrt Poren bilden (siehe Abb. 2). Die Länge von „balling“ und Bindefehlern ist größer als $100 \mu\text{m}$ und die Form ist Rissähnlich. Poren haben Durchmesser von bis zu $50 \mu\text{m}$.

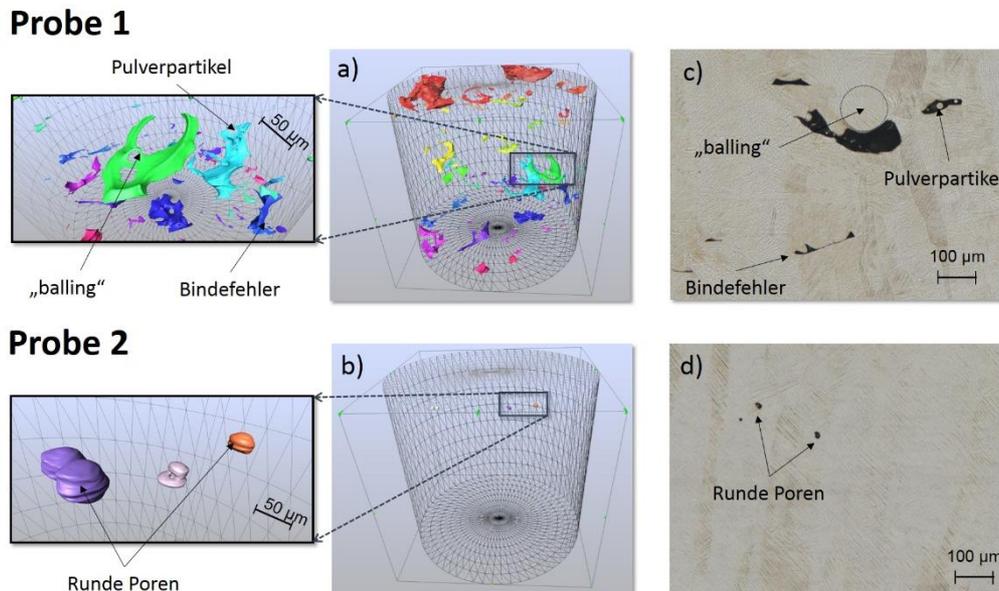


Abb. 2 Tomographische (3D) (a,b) und mikroskopische (2D) (c,d) Darstellung der beobachteten Defekte in Ti64 Bauteilen produziert mit SLM für Probe 1 (a,c) und Probe 2 (b,d). Der Durchmesser der Zylinder beträgt $800 \mu\text{m}$ und die Höhe $700 \mu\text{m}$, das Ti64 ist transparent

Wie bereits in [13] berichtet wurde, ist die Unterscheidung der verschiedenen Defektypen ist auch in den SXRR Bildern möglich (Abb. 3), obwohl das Auflösungsvermögen dieser Methode im Vergleich zu XCT und Mikroskopie deutlich

schlechter ist. Die Detailvergrößerung von Abb. 3(a) zeigt ein SXRR Bild typisch für Bundefehler oder „balling“. Die hohe spezifische Oberfläche, die sich über den gesamten Bereich des Defekts verteilt, deutet auf eine innere Struktur (z.B. nicht aufgeschmolzenes Pulver) oder eine komplexe Morphologie hin deren Details unterhalb der Ortsauflösung liegen. Typische SXRR Bilder von Poren sind in der Detailvergrößerung von Abb. 3(b) gezeigt. Diese zeichnen sich durch paarweise auftretende halbmondförmige Strukturen aus. Diese sind die durch Refraktion hervorgehobenen oberen und unteren Kanten der (näherungsweise kugelförmigen) Poren. Zwischen den beiden Halbmonden ist die spezifische Oberfläche niedrig, weshalb diese Poren offensichtlich leer sind. Die Tatsache, dass nur die oberen und unteren Kanten der Poren sichtbar sind ergibt sich aus der Empfindlichkeit von SXRR bezüglich der Grenzflächenorientierung.

Außerdem werden in den SXRR Aufnahmen mehr Defekte detektiert als in den jeweiligen vergleichenden Transmissions-Radiographien. In Probe 1 werden mittels SXRR 247 Defekte identifiziert, in der Transmissions-Radiographie lediglich 85. Ähnliches gilt für Probe 2 mit 119 Defekten mittels SXRR und 96 mittels Transmissions-Radiographie. Da beide Messungen mit gleicher Ortsauflösung durchgeführt wurden, kann aus diesen Zahlen darauf geschlossen werden, dass die mittels SXRR zusätzlich detektierten Defekte kleiner als die Ortsauflösung sind.

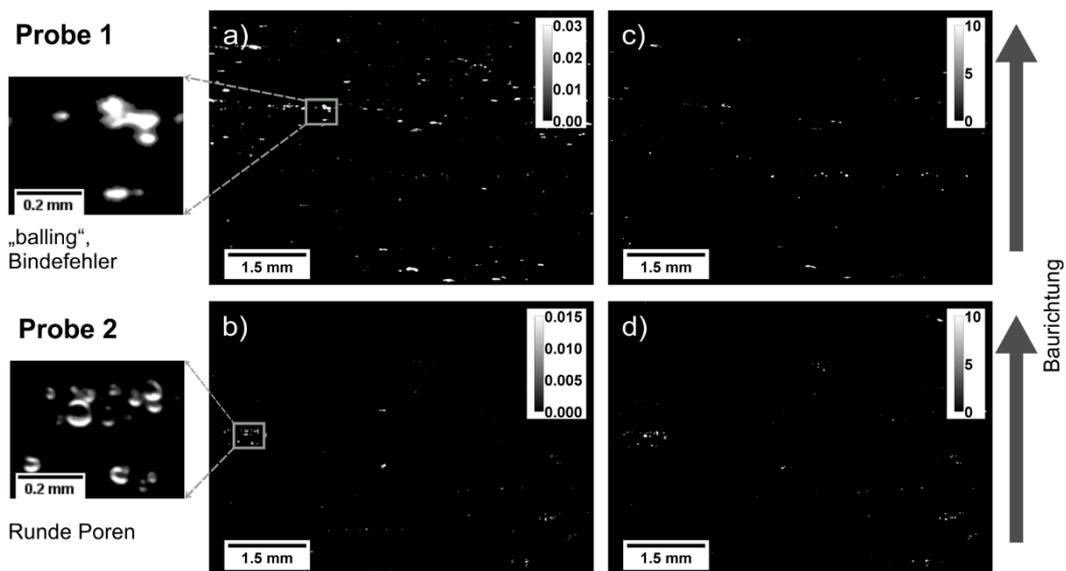


Abb. 3 (links) 2D Verteilung der spezifischen Oberfläche in 1/mm von Probe 1 (a) und Probe 2 (b) aus SXRR Messung; (rechts) 2D Verteilung der lokalen Porosität in % von Probe 1 (c) und Probe 2 (d) aus Transmissions-Radiographie

Aufgrund dieser Beobachtungen bietet sich SXRR als komplementäre Methode zur Porositätsanalyse in additiv gefertigten Bauteilen an. Die Unterscheidung der beiden Defekttypen ist zwar mit XCT und optischer Mikroskopie möglich, allerdings ist das untersuchte Materialvolumen bei SXRR größer. Die mittels XCT untersuchten Zylinder haben ein Volumen von $0,35 \text{ mm}^3$, während der mittels SXRR untersuchte Bereich ein Volumen von $12,25 \text{ mm}^3$ aufweist und optische Mikroskopie untersucht lediglich eine zweidimensionale Fläche. Wie in den SXRR Bildern zu erkennen ist sind Defekte in den Proben nicht homogen verteilt, weshalb bei der Untersuchung mit XCT und Mikroskopie mehrere Proben untersucht werden um statistisch signifikante Ergebnisse zu erhalten. Daher bietet SXRR die Möglichkeit mit relativ geringem experimentellen Aufwand die Anzahl, Art und örtliche Verteilung der Defekte in additiv gefertigten Legierungen zu analysieren.

4 Zusammenfassung

Es konnte gezeigt werden, dass SXRR die Detektion von Defekten unterhalb der Ortsauflösung erlaubt, da der ausgenutzte Refraktionseffekt nicht von der Defektgröße abhängt. Die detektierten Defekte sind möglicherweise sogar kleiner als die Ortsauflösung von hochauflösenden Methoden wie XCT oder optische Mikroskopie. SXRR erlaubt die Untersuchung von größeren Probenvolumen als XCT (Faktor $\times 35$) und somit leichteren Zugang zu statistisch signifikanten Ergebnissen. Trotz der größeren Proben und der damit verbundenen geringeren Ortsauflösung ist es möglich die verschiedenen Defekttypen (Bindefehler, „balling“ auf der einen und Poren auf der anderen Seite) in additiv gefertigten Materialien ortsgenau zu unterscheiden.

Referenzen

- [1] C. Y. Yap *et al.*, "Review of selective laser melting: Materials and applications," *Appl Phys Rev*, vol. 2, no. 4, p. 041101, 2015.
- [2] L. Thijs, F. Verhaeghe, T. Craeghs, J. V. Humbeeck, and J.-P. Kruth, "A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V," *Acta Mater*, vol. 58, no. 9, pp. 3303-3312, 2010.
- [3] B. Vrancken, L. Thijs, J.-P. Kruth, and J. Van Humbeeck, "Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties," *J Alloys Compd*, vol. 541, pp. 177-185, 2012.
- [4] M. Peters, J. Kumpfert, C. H. Ward, and C. Leyens, "Titanium Alloys for Aerospace Applications," *Adv Eng Mater*, vol. 5, no. 6, pp. 419-427, 2003.
- [5] T. Vilaro, C. Colin, and J. D. Bartout, "As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting," *Metall Mater Trans A*, vol. 42, no. 10, pp. 3190-3199, 2011.
- [6] G. Kasperovich and J. Hausmann, "Improvement of fatigue resistance and ductility of TiAl6V4 processed by selective laser melting," *J Mater Process Tech*, vol. 220, pp. 202-214, 2015.
- [7] H. Gong, K. Rafi, H. Gu, G. D. Janaki Ram, T. Starr, and B. Stucker, "Influence of defects on mechanical properties of Ti-6Al-4V components produced by selective laser melting and electron beam melting," *Mater Des*, vol. 86, pp. 545-554, 2015.
- [8] S. Leuders *et al.*, "On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance," *Int J Fatigue*, vol. 48, pp. 300-307, 2013.
- [9] J. Günther *et al.*, "Fatigue life of additively manufactured Ti-6Al-4V in the very high cycle fatigue regime," *Int J Fatigue*, vol. 94, pp. 236-245, 2017.
- [10] G. Kasperovich, J. Haubrich, J. Gussone, and G. Requena, "Correlation between porosity and processing parameters in TiAl6V4 produced by selective laser melting," *Mater Des*, vol. 105, pp. 160-170, 2016.
- [11] M. P. Hentschel, R. Hosemann, A. Lange, B. Uther, and R. Brückner, "Small-Angle X-Ray Refraction in Metal Wires, Glass-Fibers and Hard Elastic Polylenes," (in German), *Acta Crystallogr A*, vol. 43, pp. 506-513, 1987.
- [12] B. R. Müller and M. P. Hentschel, "Micro-diagnostics: X-ray and synchrotron techniques," in *Handbook of technical diagnostics - Fundamentals and application to structures and systems*, H. Czichos, Ed. no. Chapter 14) Berlin (Germany): Springer, 2013, pp. 287-300.
- [13] R. Laquai, B. R. Müller, G. Kasperovich, J. Haubrich, G. Requena, and G. Bruno, "X-ray refraction distinguishes unprocessed powder from empty pores in selective laser melting Ti-6Al-4V," *Mater Res Lett*, vol. 6, no. 2, pp. 130-135, 2018.
- [14] W. Görner *et al.*, "BAMline: the first hard X-ray beamline at BESSY II," *Nuc Instrum Methods Phys Res Sect A*, vol. 467-468, pp. 703-706, 2001.
- [15] A. Rack *et al.*, "High resolution synchrotron-based radiography and tomography using hard X-rays at the BAMline (BESSY II)," (in English), *Nuc Instrum Methods Phys Res Sect A*, vol. 586, no. 2, pp. 327-344, 2008.
- [16] F. E. Fensch-Kleemann, K.-W. Harbich, and M. P. Hentschel, "Microstructural characterisation of porous ceramics by X-ray refraction topography," *Ceram Forum Int*, vol. 79, no. 11, pp. E35-E38, 2002.

- [17] J. Nellesen *et al.*, "In situ analysis of damage evolution in an Al/Al₂O₃ MMC under tensile load by synchrotron X-ray refraction imaging," *J Mater Sci*, vol. 53, no. 8, pp. 6021-2461, 2018.