

UNIVERSITÄT
DUISBURG
ESSEN

Open-Minded

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

POLYLINE

Integrierte Linienanwendung von polymerbasierten AM-Technologien

ERGEBNISBERICHT

Exposé

Dieser Bericht beinhaltet die Zusammenfassung der wichtigsten Ergebnisse zum Teilvorhaben „Qualifizierung und Qualitätssicherung des Materialsystems beim Laser-Sintern als Voraussetzung für die Linienanwendung“. Ziel des Teilvorhabens ist es, die Qualifizierung und die Qualitätssicherung des verwendeten Materialsystems und des Prozesses zu erarbeiten, um somit die Grundlage einer Serienfertigung für reproduzierbare und qualitativ hochwertige Produkte mit bestmöglicher Ressourceneffizienz zu schaffen.

Lars Meyer, M. Sc., Lehrstuhl Fertigungstechnik

Lars.Meyer@uni-due.de

Inhalt

Aufgabenstellung.....	2
Stand der Technik zu Beginn des Vorhabens.....	2
Arbeitsergebnisse.....	4
Arbeitspaket 8 - Pulverhandling	4
Raman-Spektroskopie.....	5
Furier-Transformation-Infrarot-Spektroskope	9
Gel-Permeations-Chromatografie	11
Melt-Volume-Rate	14
Vorhersage der Pulverqualität.....	15
Pulverhandling.....	17
Arbeitspaket 5 - Prozessmonitoring	19
Zusammenfassung und Ausblick	20
Literaturangaben	21

Aufgabenstellung

Der wissenschaftliche Ansatz dieses Teilvorhabens umfasst die Charakterisierung und Einflussuntersuchung verschiedener Mischer-Konzepte (AP 8), um ihre Auswirkungen auf den Laser-Sinter-Prozess zu ermitteln. Es gibt bisher keine unabhängigen Studien zu diesen Mixern und ihren Auswirkungen auf die Pulverqualität. Gemäß den Anforderungen in AP 1 wird ein Technologiescreening für feinkörnige Pulverpartikel durchgeführt.

Das Altern des Pulvers ist ein thermischer Prozess, der von der Verweilzeit im Bauprozess beeinflusst wird [1]. Weitere Einflüsse ergeben sich durch Abkühlbedingungen (AP 6) und das Auspacken der Bauteile (AP 7). Pulverpartikel weiter unten im Bauraum oder in der Nähe eines Bauteils altern mehr als die oberen Schichten. Diese Bereiche müssen identifiziert und bevorzugt für das Recycling verwendet werden. Kennwerte wie Melt-Volume-Rate (MVR), Partikelgrößenverteilung, Hausner-Zahl, Auffrischrate, Bauteilskalierung und Reproduzierbarkeit werden zur Überprüfung der Pulverqualität verwendet. Screening-Versuche helfen, signifikante Parameter zu identifizieren und eine effiziente Versuchsplanung zu erstellen. Dies ermöglicht eine Optimierung mit weniger Versuchen. Die Identifikation und Quantifizierung signifikanter Parameter führt zu einer verbesserten Materialnutzung.

Die Ziele umfassen die Steigerung der Reproduzierbarkeit der Mischpulverqualität, indem der MVR-Wert innerhalb einer definierten Spanne von 5 g/10 min gehalten wird, um Bauteiltoleranzen konstant zu halten. Zusätzlich soll die Durchlaufzeit für eine 300 kg Pulvercharge um 30 % reduziert werden. Dies wird durch eine erhöhte Automatisierung und die Erzielung einer Zielqualität des Mischpulvers erreicht, wodurch die Auffrischrate auf weniger als 50 % Neupulver gesenkt wird.

Das Online-Prozessmonitoring ist für die Qualitätssicherung im Serienteile-Laser-Sinter-Prozess unerlässlich. Eine umfassende Prozessüberwachung, die Fehler auf der Pulverbettoberfläche und innerhalb der Schmelze detektieren kann, ist das Ziel. Unterschiedliche Fehlerarten müssen identifiziert und in die Prozesssteuerung integriert werden, um Ausschussbauteile und Prozessabbrüche zu reduzieren. Dies erfordert spezielle Probekörper mit eingebauten Fehlstellen, um die Detektierbarkeit von Anomalien zu überprüfen, z. B. die Pulverbetttemperatur und deren Verteilung. Die Temperaturgradienten sollten möglichst gering sein und 5 K nicht überschreiten, um Inhomogenitäten auf der Oberfläche zu minimieren [2].

Stand der Technik zu Beginn des Vorhabens

Das Laser-Sintern ist ein additives Fertigungsverfahren zur Herstellung von Kunststoffteilen aus Pulvermaterialien. Ein Laser schmilzt Schichten des Pulvers zusammen, um das Bauteil schichtweise aufzubauen. Trotz seiner wachsenden Bedeutung für die Herstellung komplexer Bauteile erfüllen viele Bauteile oft nicht die erforderlichen Qualitätsstandards [1]. Wie ein Vergleich verschiedener Anlagensysteme im Rahmen der Erarbeitung der VDI Richtlinie 3405 Blatt 1 zeigt, ist die Reproduzierbarkeit der Bauteileigenschaften dabei heute oftmals noch gemäß den Funktions- bzw. Kundenanforderungen ungenügend [1]. Ursachen für

Qualitätsschwankungen sind variierende Qualitäten des Ausgangsmaterials [2], ungenaue Temperaturführung und örtlich ungleichmäßiger Energieeintrag im Prozess [3, 4]. Gleichzeitig beschränken lange Prozessdauern von bis zu mehreren Tagen sowie der hohe Materialverbrauch die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens.

Das Pulver wird knapp unterhalb der Schmelztemperatur aufgeheizt und der Laser schmilzt es zusammen. Während des Prozesses altern die Materialien aufgrund der hohen Temperaturen [5 bis 8] und die Verwendung von recyceltem Pulver führt zu Qualitätsschwankungen bis hin zu Orangenhauteffekten [9 bis 11].

Probleme in der Anlagentechnik, Temperaturunterschiede auf der Pulverbettfläche und unterschiedliche Prozessstrategien der Hersteller beeinträchtigen die Bauteilqualität und Reproduzierbarkeit [3, 11 bis 13]. Lösungsansätze wie optimierte Heizsysteme sind vorhanden, aber Temperaturunterschiede werden nicht vollständig eliminiert.

Das Pulverhandling wird von den Anwendern des Laser-Sinterns größtenteils durch individuelle Lösungen und das Zusammenstellen eines modularen Produktportfolios oder Mischformen davon bewerkstelligt [14 bis 16]. Bisher fehlen wissenschaftliche Untersuchungen zur unabhängigen Bewertung verschiedener Pulveraufbereitungsverfahren und der erzielbaren Pulverqualitäten in Abhängigkeit von der Ausgangsqualität.

Das bearbeitete Vorhaben ergänzt bereits bestehende Forschungs- und Entwicklungsanstrengungen. Insbesondere in der Metallverarbeitung mittels Strahlschmelzen wurden verschiedene Systeme zum Pulverhandling und zur Qualitätssicherung entwickelt. Die Katholische Universität Leuven hat ein erstes Prozessüberwachungssystem für den Strahlschmelzprozess entwickelt. Dieses System verwendet Daten aus einer CMOS-Kamera und einer Photodiode, um Informationen über die Temperatur im Schmelzpool und dessen Größe zu gewinnen [17 bis 19]. Basierend auf diesem System wurden aktive Regelungsmechanismen entwickelt, um die Laserleistung während des Scannens anzupassen insbesondere bei der Herstellung kritischer Überhangstrukturen beim Strahlschmelzen [18 bis 20]. Dieses System wurde mittlerweile von der Firma Concept Laser kommerzialisiert. Arcam hat ein System patentiert, das die Strahlleistung auf der Grundlage von gemessenen Oberflächentemperaturen reguliert [21]. Ähnliche Patente existieren auch für das Laser-Sintern, insbesondere wenn die thermische Abstrahlung in einer anderen Wellenlänge als der Laserwellenlänge erfolgt [22, 23].

Maßgeblich für die Pulverqualität sind jedoch nicht die im Prozess vorherrschenden Temperaturen der Schmelze, sondern die Abkühlbedingungen, welche von dem gesamten Energieeintrag im Bauprozess abhängig sind. Demnach beeinflussen unter anderem die Bauteildichte, die Vorheiztemperatur, die Prozessdauer und die Abkühlbedingungen des Bauraumes maßgeblich die Qualität des aufzufrischenden Altpulvers [13, 24]. Weitreichende Untersuchungen zeigen in diesem Zusammenhang auf, dass die zugeführte Pulverqualität des Altpulver signifikanten Einfluss auf die Gesamtqualität der Pulvermischung aufzeigt [25]. Ein Ziel dieses Teilvorhabens ist es folglich, die Pulverqualität auf einem Zielniveau einzustellen und konstant zu halten, sodass die Qualität der Bauteile möglichst geringen Schwankungen unterliegt.

Arbeitsergebnisse

Die Hauptuntersuchungen der Universität Duisburg-Essen bezogen sich auf die Zielgröße der Qualität des Ausgangsmaterials für den Laser-Sinter-Prozess (AP 8). Zur schnellen Inline-Messung der Pulverqualität sollte die bisher verwendete Melt-Volume-Flow-Rate durch ein geeignetes optisches Messverfahren ersetzt werden. Ein umfassendes Screening potenzieller Verfahren zur Quantifizierung der Pulverqualität wurde umgesetzt, um Optimierungen zur zeitaufwendigen und teilweise schwer reproduzierbar zu haltenden MVR-Messung zu erarbeiten. Dabei zeigen die Ergebnisse der Untersuchungen, dass die Pulverqualität nach aktuellem Stand der Technik nicht anhand von optischen Messverfahren akkurat quantifiziert werden kann. Eine kontinuierliche Überwachung dieser Qualität von den in die Produktionsanlage zugeführten Material konnte daher nicht umgesetzt werden. Die GPC-Analyse wurde als eine alternative Messmethode zur gängigen MVR-Messung aufgezeigt, jedoch als nicht handhabbar in der Praxis eingestuft.

Arbeitspaket 8 - Pulverhandling

Das **AP 8** widmet sich vorrangig dem Pulverhandling und den damit verbundenen Herausforderungen in der Qualitätsbestimmung des Ausgangsmaterials. In diesem Zusammenhang wird die Erforschung innovativer Methoden angestrebt, wobei die Schlüsselanforderungen an diese Methoden in der schnellen Durchführbarkeit, ihrer Integration in den bestehenden Betrieb (In-Line-Fähigkeit) und der ausreichenden Reproduzierbarkeit der erzielten Ergebnisse bestehen. Eine umfassende Untersuchung von verschiedenen Analysetechniken wurde vorgenommen, darunter Raman-Spektroskopie, Fourier-Infrarotspektroskopie (FTIR), Gel-Permeations-Analyse und MVR-Messungen. Auf die Ergebnisse der einzelnen Verfahren wird nachfolgend genauer eingegangen.

Bei der Qualität des Pulvers wird von dem vorherrschenden Molekulargewicht M_w gesprochen. Im neuen Zustand ist das Molekulargewicht eines PA 12 Moleküls deutlich geringer, als es im thermisch gealterten Zustand ist. Dies liegt unter anderem, an dem Molmassenaufbau, wie er im Prozess des Laser-Sinterns vorkommt und in Abbildung 1 dargestellt ist (Bildquelle [14]).

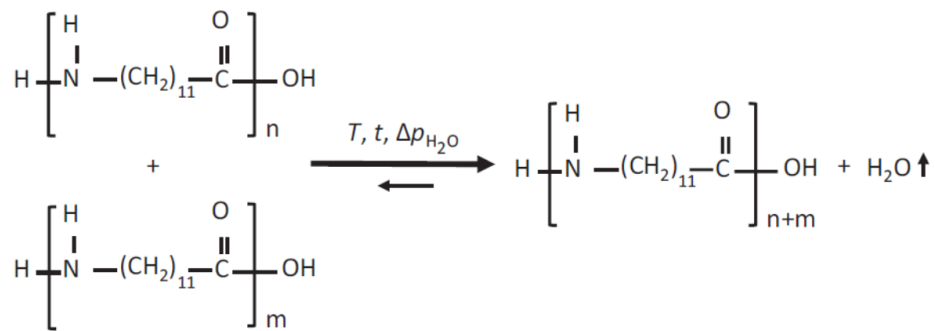


Abbildung 1: Molmassenaufbau von PA12 im LS-Prozess [14]

Unter Abscheidung von Wasser verbinden sich folglich zwei Moleküle mit den Wiederholungszahlen n und m zu einer wesentlich größeren Kette mit der Wiederholungszahl $(n+m)$. Folglich ist das Alter des Materials von der Verteilung der Molekülkettenlängen abhängig und soll zur qualitätsbestimmenden Messung herangezogen werden.

Da sich die Gesamtlänge der Moleküle verändert, lässt sich vermuten, dass diese bei einer Anregung auch unterschiedlich nachschwingen. Aus Vorversuchen ergab sich demnach die Arbeitshypothese, dass sich bei einer Anregung von Polyamid 12 Molekülen die Molekülketten mit einer niedrigen Wiederholungszahl im Antwortverhalten differenziert zu Molekülketten mit hohen Wiederholungszahlen verhalten. Um diese These zu prüfen, wurden optische Messverfahren mit unterschiedlichen Anregungs-Mechanismen erprobt. Eine vielversprechende Analyse ist die Raman-Spektroskopie.

Raman-Spektroskopie

Die Raman-Spektroskopie ist eine leistungsstarke analytische Technik, die es ermöglicht, Informationen über molekulare Schwingungen und Strukturen von Substanzen zu gewinnen. Dabei basiert die Raman-Spektroskopie auf der Wechselwirkung von Licht mit Materie. Die Materie wird mit monochromatischem Licht bestrahlt und die dabei entstehenden Spektren des gestreuten Lichtes weisen in Abhängigkeit der Licht-Masse-Wechselwirkung materialcharakteristische Änderungen auf. Im Gegensatz zur Infrarotspektroskopie, die auf der Absorption von Infrarotlicht durch Moleküle beruht, funktioniert die Raman-Spektroskopie folglich auf dem Prinzip der Lichtstreuung. Diese Technik ermöglicht es, Rückschlüsse auf die molekulare Zusammensetzung, die chemische Bindungsstruktur und sogar die Konformation von Molekülen zu ziehen. Von besonderer Bedeutung ist in dieser Untersuchung die Möglichkeit der quantitativen Analyse von Molekülen in einer Probe. Die Intensität der Raman-Banden korreliert bei dieser Art der Analyse mit der Konzentration der analysierten Substanzen. Anwendungen im Bereich der quantitativen Konzentrationsbestimmung von Dopamin wurden bereits veröffentlicht [26].

Dabei ergänzen sich die Raman-Spektroskopie und die Infrarot- (IR)-Spektroskopie einander, wobei Raman-Banden auftreten, wenn sich die Polarisierbarkeit eines Moleküls während einer Schwingung ändert und IR-Banden erscheinen, wenn sich das Dipolmoment ändert. In vielen Fällen korrespondieren die Beträge der Raman-Frequenzverschiebungen genau mit den IR-Absorptionsfrequenzen. Einige Schwingungsmoden sind jedoch lediglich im IR-Spektrum sichtbar, während andere ausschließlich im Raman-Spektrum erscheinen. Die Unterschiede zwischen den IR- und Raman-Spektren sind größer, je symmetrischer das Molekül ist.

Die IR- und Raman-Spektroskopie ermöglichen die Identifizierung bekannter Verbindungen, die Bestimmung von funktionellen Gruppen in unbekanntem Verbindungen sowie die Vorhersage der möglichen Struktur einer Verbindung. Des Weiteren können Konzentrationsänderungen während chemischer Reaktionen, Bindungseigenschaften und Zustands- bzw. Ordnungsparameter von Phasenumwandlungen bestimmt werden.

Raman-Spektren entstehen, wenn eine Probe mit monofrequenter Strahlung im sichtbaren oder IR-Bereich durch einen starken Laser angeregt wird. Es resultiert gestreute Strahlung, die in drei Arten beobachtet wird (Rayleigh, Stokes und Anti-Stokes). Die Rayleigh-Streuung ist elastisch, ohne Änderung der Frequenz oder Wellenlänge. Im Gegensatz dazu ist die Raman-Streuung unelastisch, wobei die gestreute Strahlung eine abweichende Energie im Vergleich zur einfallenden Strahlung aufweist. Diese Energieunterschiede werden als Stokes- oder Anti-Stokes-Verschiebungen bezeichnet. Raman-Geräte gibt es in zwei Typen: dispersive Geräte und Fourier-Transform-Geräte. Dispersive Geräte zerlegen die gestreute Strahlung mithilfe eines Gitters, während Fourier-Transform-Raman-Spektrometer in vielen Anwendungen eingesetzt werden. Diese Geräte können Fluoreszenz durch Laserquellen im nahen Infrarotbereich anregen und werden häufiger verwendet.

Bei der Messung werden Schwingungsmodi von Molekülen untersucht, um Informationen über deren Struktur und Dynamik zu gewinnen. Die Schwingungsmodi sind spezifische Arten von Vibrationen, die in einem Molekül auftreten können. Diese Moden können in drei Hauptkategorien unterteilt werden: streckende (Stretching), beugende (Bending) und torsionale (Torsional) Schwingungen (vgl. Abb. 2). [27]

1. **Streckende Schwingungen (Stretching):** Dieser Schwingungsmodus beinhaltet Veränderungen in der Abstandsbeziehung zwischen den Atomen im Molekül. Wenn sich die Bindungslängen zwischen den Atomen periodisch ändern, entstehen streckende Schwingungen. Diese Moden sind häufiger und haben höhere Energien als die anderen Schwingungsmodi.
2. **Beugende Schwingungen (Bending):** Bei beugenden Schwingungen handelt es sich um Veränderungen in den Bindungswinkeln zwischen den Atomen. Dieser Modus führt zu periodischen Biegungen der Molekülstruktur. Die Energie dieser Schwingungen ist im Allgemeinen niedriger als die der streckenden Schwingungen.
3. **Torsionale Schwingungen (Torsional):** Torsionale Schwingungen beziehen sich auf die Rotation um die Bindungsachse zwischen Atomen. Diese Moden sind typischerweise von geringerer Energie und treten auf, wenn die Atome um ihre Bindungen rotieren.

Die Anzahl der Schwingungsmodi in einem Molekül wird durch die Anzahl der Freiheitsgrade bestimmt, die das Molekül besitzt. Für ein nichtlineares Molekül mit N-Atomen gibt es $3N$ Freiheitsgrade, wovon 3 Freiheitsgrade für translatorische Bewegungen, 3 für rotatorische Bewegungen und die verbleibenden $3N-6$ für Schwingungsmodi genutzt werden. Bei linearen Molekülen gibt es aufgrund der Einschränkung der Rotationsfreiheitsgrade $3N-5$ Schwingungsmodi. Die nachfolgende Farbpalette richtet sich nach dem CPK-Modell zur Veranschaulichung der Struktur von Molekülen[28].

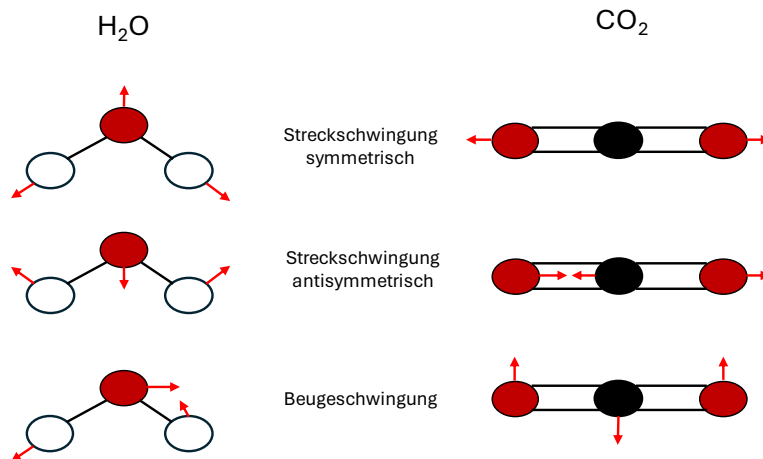


Abbildung 2: Streck- und Beugeschwingungen der Moleküle H_2O und CO_2 nach [27]

Die Raman-Spektroskopie erfasst diese Schwingungsmodi, indem sie die Frequenzänderungen im Licht analysiert, das von den Molekülen gestreut wird. Jeder Schwingungsmodus erzeugt charakteristische Peaks im Raman-Spektrum, was es ermöglicht, Informationen über die Molekülstruktur und -dynamik zu extrahieren.

Nachfolgend zu sehen ist die Raman-Spektroskopie von Neupulver (rot) und Altpulver (schwarz). Die ersten Untersuchungen zeigten deutliche Unterschiede der Spektren von Alt- und Neupulver im Bereich der Bande von 1900 bis 2250 (vgl. Abb. 3). Bei jeder Messung wurden die Rohdaten zunächst nach der Min.- Max.- Methode normalisiert und miteinander verglichen. Da die Spektren mit dieser Vorgehensweise reproduzierbar gemessen werden konnten, ist bei einer Mischung beider vorherrschenden Pulverqualitäten von einer Antwort auszugehen, welche zwischen denen des Neupulvers und des Altpulvers liegt. Die grundlegende Fragestellung dahinter ist, ob diese Spektren zur Qualitätsbestimmung von Mischpulvern herangezogen werden kann.

Die Auswertung der Rohdaten aus der Raman-Spektroskopie erfolgte mittels Algorithmen, welche die Unterschiede zwischen den Qualitätsstufen identifizieren soll und unter Berücksichtigung variierender Normalisierungsmethoden der Daten. Dabei lag ein besonderer Fokus auf der Identifikation von aussagekräftigen Messreihen, welche als reproduzierbar eingestuft werden konnten. Hierzu wurden Messungen an Neupulver sieben Mal durchgeführt, um die Reproduzierbarkeit der Messung einschätzen zu können. Zudem wurden Bereiche identifiziert, die potenziell interessante Banden für die Charakterisierung der Materialqualität aufweisen könnten.

Diese Bereiche wurden anhand von sechs hergestellten Pulvermischungen detailliert untersucht und nach denselben Algorithmen aufbereitet und bewertet.

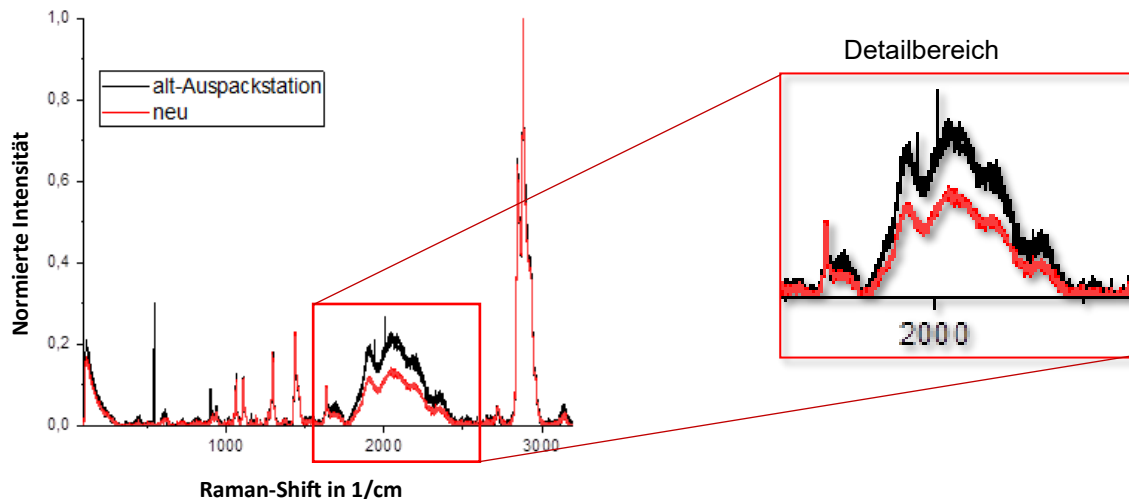


Abbildung 3: Normierte Raman-Spektren von Alt- und Neupulver

Es ergaben sich aus diesen Analysen Herausforderungen in Bezug auf die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse, was die Zuverlässigkeit der Raman-Spektroskopie als Instrument zur Pulverqualitätsbestimmung infrage stellt. Dabei wurden alle Bande, welche bei der Messung von Neu- und Altpulver als potenzieller Marker der Alterung des Polyamides 12 gesehen wurden, als ungeeignet bewertet. Diese Bewertung kam dadurch zustande, dass vereinzelt Messwerte der Mischpulver nicht stetig zwischen den Werten von Neu- und Altpulver lagen.

Um diesem Umstand zu begegnen, wurden Anpassungen am Auswertungsalgorithmus und der Messmethodik vorgenommen. Diese umfassten die Standardisierung der Probenvorbereitung auf eine einheitliche Fokusebene, die Vergrößerung des Messflecks auf das Maximum von 5 mm Durchmesser und die Fokussierung auf potenziell interessante Bereiche im Spektrum. Durch die einheitliche Fokusebene sollten die absoluten Messwerte der Rohdaten möglichst auf einem Level aufgenommen werden. Hieraus versprach sich eine geringere Verzerrung der Intensitäten bei der Normalisierung. Durch die Vergrößerung des Messflecks auf 5 mm im Durchmesser wurde durch Integration der Messdaten über eine größere Oberfläche einer ggf. inhomogenen Mischung des Mischpulvers vorgebeugt. Zusätzlich zu dem Bereich der Bande von 1900 bis 2250 nm^{-1} wurden weitere potenzielle Bande identifiziert und ausgewertet. Die intensiven Bemühungen konnten jedoch keine signifikante Steigerung der Reproduzierbarkeit herbeiführen. Daher muss die Anwendung der Raman-Spektroskopie zur Pulverqualitätsbestimmung vorläufig als unzureichend betrachtet werden.

Furier-Transformation-Infrarot-Spektroskope

Als ergänzendes optisches Verfahren wurde an Proben verschiedener Qualitätsstufen eine Furier Transformation Infrarot Spektroskope (FTIR) durchgeführt. Die verwendeten Mischungen und dazugehörigen MVR-Werte sind der Tabelle 1 zu entnehmen. Analog zur Raman-Spektroskopie wurden die Rohdaten der FTIR-Messungen umfassend aufbereitet und analysiert. Hierbei flossen Erkenntnisse aus der Literatur über erwartete Banden und deren Zusammenhang zur Alterung des Materials mit ein.

Tabelle 1: Neupulveranteile bei der FTIR und zugehörige MVR-Werte

MVR-Wert in g/10 min \ Neupulveranteil in %	100	75	60	55	50	45	40	25	0
Messung 1	99,48	67,46	55,69	51,49	50,17	43,63	42,61	36,83	26,81
Messung 2	98	70,81	54,26	53,65	54,02	42,07	41,56	33,16	24,66
Messung 3	95,4	68,08	55,86	56,19	51,85	45,12	45	33,03	28,26
Mittelwert	97,63	68,78	55,27	53,78	52,01	43,61	43,06	34,34	26,58
Standardabweichung	2,07	1,78	0,88	2,35	1,93	1,53	1,76	2,16	1,81

Bei der Messung mittels FTIR wurden die Rohdaten normiert und nach steigender Differenzierung der Proben zueinander ausgewertet. Hierbei sind mehrere Bereiche von Interesse, wovon nachfolgend einer beispielhaft behandelt wird. Die Spektralanalyse im Bereich der Amide IV zeigt eine Korrelation zwischen der Absorptionsintensität und dem Mischungsverhältnis von Alt- und Neupulver (vgl. Abb. 4). Die Abbildung zeigt die entstandenen Bande der untersuchten Qualitätsstufen. Dabei ist das Neupulver in grün und das Altpulver in rot dargestellt, während alle Mischungen daraus in Abhängigkeit zum jeweiligen Anteil in Abstufungen dargestellt sind. Da die Messungen dreifach ausgeführt wurden, ist es möglich einen Mittelwert mit den dazugehörigen Standardabweichungen aufzutragen.

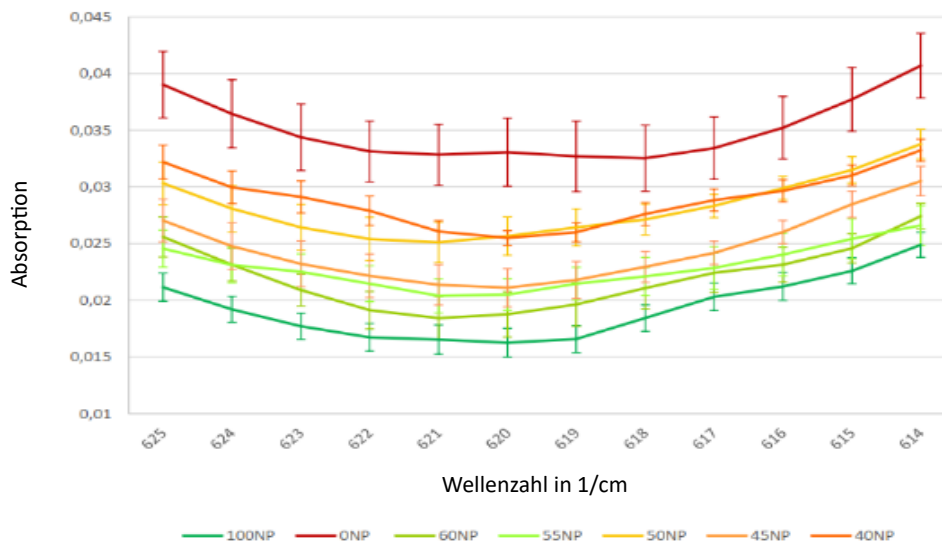


Abbildung 4: FTIR-Messung im Bereich der Amid IV Bande

Eine Differenzierung zwischen Neu-, Misch- und Altpulver ist folglich möglich, lässt aber keine quantifizierbaren Aussagen über die vorliegende Pulverqualität zu. Wie in Abbildung 4 zu sehen ist, verlaufen einzelne Qualitätsstufen wie beispielsweise 50 NP und 45 NP nicht gemäß den Erwartungen. Diese Ergebnisse erstrecken sich auch auf die für die Amidgruppe charakteristischen Gerüstschwingungen. Die beobachteten Bandensplitterungen von Amide II und Amide III weisen ebenfalls einen erkennbaren Zusammenhang in Abhängigkeit zum Neupulveranteil auf. Die Quantifizierung der Pulverqualität anhand des Flächeninhaltes und die nachfolgende Regression mit dem Neupulveranteil bestärken die These, zeigen jedoch im Vergleich mit MVR-Messungen, dass die durchgeführten FTIR-Messungen signifikant ungenauer sind.

Die Abweichung einzelner Messreihen vom erkennbaren Trend könnte auf eine inhomogene Verteilung des Pulvers im Messfleck des Spektrometers zurückzuführen sein. Eine Erhöhung der Größe des Messflecks könnte dazu beitragen, das Spektrum eines größeren Anteils der Probe zu erfassen und somit die Unsicherheit durch die inhomogene Verteilung zu verringern. Trotzdem legt die Relation zwischen der Größe des Messflecks (2 mm x 2 mm) und der Partikelgröße nahe, dass bereits ausreichend Partikel gleichzeitig gemessen wurden.

Zukünftige Untersuchungen sollten einen erweiterten Stichprobenumfang berücksichtigen. Eine mögliche Identifikation von Ausreißern könnte auf dem Überschreiten eines Vielfachen der Standardabweichung basieren. Ein größerer Stichprobenumfang würde zudem zu präziseren Mittelwerten der Spektren führen. Weiterführend wäre eine Optimierung der Messgenauigkeit zielführend. Diese könnte beispielsweise durch eine vordefinierte Probenpräparation erreicht werden. Denkbar wären Ansätze, die auf die Probengeometrie abzielen, wie beispielsweise vordefinierte Presslinge, die eine Einhaltung der Fokusebene und das Handling solcher Proben sicherstellen würden.

Die Ergebnisse zeigen ein erhöhtes Detektionsvermögen in einzelnen Wellenzahlbereichen auf. Hierzu gehört beispielsweise der Wellenzahlbereich von 625 bis 614 nm^{-1} . Es konnte eine Korrelation zwischen den verschiedenen Alterungsstufen und den gemessenen Banden festgestellt werden. Dennoch war die Reproduzierbarkeit der Messungen nicht ausreichend, um als Qualitätssicherungsmaßnahme Verwendung zu finden. Während des Projektes sind Veröffentlichungen erschienen, welche ebenfalls FTIR-Analysen an Pulverproben durchgeführt haben [29, 30]. Auch hier zeigen die Analysen auf, dass nach aktueller Einschätzung aufgrund der Ähnlichkeit der Spektren keine Differenzierung der Qualitätsstufen möglich ist.

Beide betrachteten optischen Verfahren, welche auf Ihre Eignung zur Quantifizierung der Materialqualität untersucht wurden, zeigen das grundlegende Potenzial zur Differenzierung vorliegender Pulverqualitäten auf. Es wurden im Verlauf der Untersuchungen unabhängig von der verwendeten Messmethode mehrere Bereiche innerhalb der aufgenommenen Bande identifiziert, welche diese Differenzierung zulassen. Die Ergebnisse ließen sich jedoch nicht vollumfänglich validieren, was auf verfahrensinhärente Intensitätsschwankungen, die Probenvorbereitungen sowie der Datenaufbereitung zurückzuführen ist. Daher müssen die durchgeführten Versuchsreihen der optischen Messverfahren vorerst als nicht geeignetes Messverfahren zur quantitativen Bestimmung der Pulverqualität eingestuft werden. Zukünftige Untersuchungen müssen sich zwangsläufig mit der Reproduzierbarkeit der Messmethoden auseinandersetzen, um das Potenzial dieser Messmethoden neu einschätzen zu können.

Gel-Permeations-Chromatografie

Als Alternative zu den optischen Messungen wurde die Gel-Permeations-Chromatographie in Betracht gezogen. Für die Untersuchung wurden insgesamt sechs Proben zur Gel-Permeations-Chromatographie (GPC/SEC) in drei verschiedenen Qualitätsstufen mit jeweils 40 %, 50 % und 60 % Neupulveranteil betrachtet. Zur Überprüfung der Reproduzierbarkeit wurden jeweils zwei identische Pulverproben blind gemessen. Die Messungen wurden im Prüflabor der Malvern Panalytical Ltd, Malvern Worcestershire UK durchgeführt und protokolliert. Die Proben wurden bei Raumtemperatur gelagert und für die Messreihen durch Auflösen in einer Lösung, bestehend aus 1,1,1,3,3,3-Hexafluor-2-propanol (HFIP) und 0,02 M Kaliumtrifluoracetat (KTFA), auf eine Konzentration von 3 mg/ml vorbereitet. Im Anschluss erfolgte eine schonende Durchmischung der Proben über Nacht bei 40°C, um eine vollständige Lösungsherstellung und Homogenität zu gewährleisten. Bei visueller Inspektion wurde festgestellt, dass die Proben aufgelöst waren, jedoch wiesen alle Proben eine Trübung auf. Diese "weißen" Lösungen sind höchstwahrscheinlich auf das nicht in HFIP lösliche Titandioxid in den Proben zurückzuführen. Die Klärung der Proben ist für die Messung von Bedeutung, da sie eine Voraussetzung für die SEC-Technik darstellt. Vor der eigentlichen Analyse wurden die Proben mittels einer 0,45 μm PTFE-Membran filtriert, wobei alle Proben nach der Filtration in klarer Lösung vorlagen.

Die Analyse der Proben erfolgte mittels SEC unter Verwendung eines OMNISEC-Systems. Jede Probe wurde isokratisch auf einer Reihe von Malvern Panalytical-Säulen für organische Gel-Permeations-Chromatographie (GPC/SEC) getrennt. Dabei

wurden verschiedene Detektoren, darunter der Brechungsindex (RI), ein UV-Vis-Spektrometer, Rechtslichtstreuung (RALS), Niedrigwinkel-Lichtstreuung (LALS) und ein Viskosimeter eingesetzt, um die Elution der Proben aus den Säulen zu erfassen. Die Daten wurden mithilfe der OMNISECTM V11.36-Software erfasst, wobei die Säulen und Detektoren auf konstante 40°C gehalten wurden. Zur Bestimmung des Molekulargewichts und weiterer quantitativer Parameter der Proben wurde die Berechnungsmethode "OMNISECTM Multi-Detektoren" angewandt. Bei Berechnungen unter Verwendung der Lichtstreuung ist die Kenntnis des Brechungsindexzuwachses (dn/dc) einer Probe unerlässlich. Dieser Wert kann entweder aus der genauen Konzentration einer Probe berechnet oder für bekannte Proben vordefiniert werden. In diesem Fall war der dn/dc -Wert der Proben bekannt und der Wert von 0,22 mL/g für Nylon 12 in HFIP wurde auf alle Proben angewendet.

Tabelle 2 fasst die quantitativen Ergebnisse zusammen, die durch die Verarbeitung der erfassten Daten für die Proben mithilfe der Methode "OMNISECTM Multi-Detektoren" erhalten wurden.

Tabelle 2: Zusammenfassung der GPC-Ergebnisse

Probe (NP/AP)	Messung	(g/mol) M_w	(g/mol) M_n	\bar{D}	Rh (nm)	IV (dL/g)
PA12-1 (40/60)	i	52,200	23,800	2.20	7.42	0.61
	ii	52,100	24,000	2.17	.37	0.59
	Mittelwert	52,200	23,900	2.18	7.40	0.60
PA12-2 (40/60)	i	51,600	23,800	2.17	7.32	0.59
	ii	52,400	24,100	2.17	7.28	0.58
	Mittelwert	52,000	24,000	2.17	7.30	0.59
PA12-3 (50/50)	i	48,100	21,700	2.22	7.04	0.55
	ii	47,900	21,100	2.28	6.99	0.55
	Mittelwert	48,000	21,400	2.25	7.02	0.55
PA12-4 (50/50)	i	47,900	23,500	2.04	6.94	0.54
	ii	47,500	22,600	2.10	6.89	0.54
	Mittelwert	47,700	23,100	2.07	6.92	0.54
PA12-5 (60/40)	i	45,800	20,300	2.26	6.84	0.54
	ii	45,900	21,700	2.12	6.99	0.58
	Mittelwert	45,900	21,000	2.19	6.92	0.56
PA12-6 (60/40)	i	46,300	22,700	2.04	6.85	0.54
	ii	46,300	22,700	2.04	6.90	0.54
	Mittelwert	46,300	22,700	2.04	6.88	0.54

Die Tabelle 2 verdeutlicht, dass der aussagekräftigste Wert bezüglich der Mischpulverqualität, jener der gewichtsmäßigen Molekularmasse (M_w) ist. Die Pulverqualität nimmt bei geringeren M_w -Werten stetig zu. Die Spannweite beträgt dabei 6,3 g/mol und variiert zwischen 45,9 g/mol bei 60 % Neupulveranteil bis zu 52,2 g/mol bei 40 % Neupulveranteil. Andere Kennwerte, wie die zahlenmäßige Molekularmasse M_n lassen ebenfalls Tendenzen erkennen, sind in ihrer Empfindlichkeit jedoch nicht so signifikant wie die gewichtsmäßige Molekularmasse M_w .

Um die Aussagekraft der Ergebnisse beurteilen zu können, wurde ein direkter Vergleich der Messwerte aus der GPC-Analyse und der MVR-Messungen für die identischen Pulverproben durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass sich die

Messungen dahingehend unterscheiden, dass höhere Mw-Werte für eine geringere Pulverqualität, wogegen höhere MVR-Werte auch für eine höhere Pulverqualität stehen. Aus diesem Grund werden in nachfolgender Abbildung die MVR-Werte in umgekehrter Reihenfolge dargestellt. Dabei wird die Spannweite der Achse beider Messverfahren auf 20 Einheiten festgelegt, sodass ein direkter Vergleich der Messempfindlichkeit erfolgen kann (vgl. Abbildung 5). Die Spannweite der MVR-Messungen beträgt dabei 14,66 g/10 min bei einem Minimalwert von 41,441 g/10 min und einem maximalen Wert von 56.097 g/10 min. Die geringen Standardabweichungen von maximal 1,191 g/10 min zeigen auf, dass die Messungen als sehr reproduzierbar anzusehen sind.

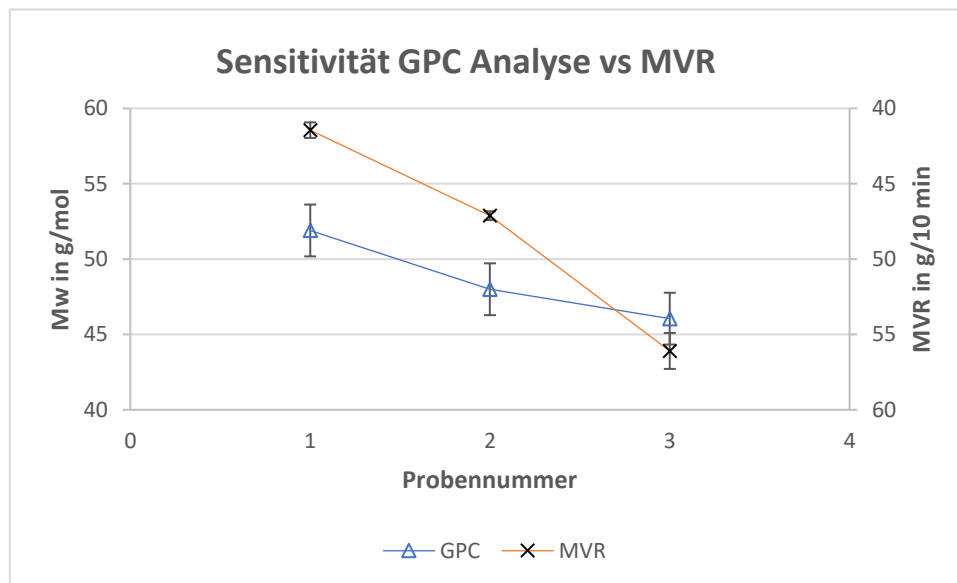


Abbildung 5: Vergleich der GPC- und MVR-Messungen mit identischen Probenmaterial

Der Vergleich zeigt auf, dass die MVR-Messungen sowohl bei der Differenzierung verschiedener Pulverqualitäten als auch bei der Reproduzierbarkeit dieser Vorteile gegenüber allen anderen Messverfahren hat. Infolgedessen zeigt sich, dass die festgelegten Projektziele von allen untersuchten Messmethoden durch die Anwendung der aufwendigen, aber deutlich reproduzierbareren MVR-Messungen erreicht werden können. In enger Kooperation mit dem Unternehmen EOS wurden bereits Erfahrungen und Herausforderungen in Bezug auf diese Messmethode ausgetauscht und eine Vielzahl an Materialproben wurde der Universität Duisburg-Essen zur Verfügung gestellt. Geplant ist die Vermessung identischer Proben sowohl bei EOS als auch an der Universität Duisburg-Essen unter weitestgehend identischen Bedingungen, um die Vergleichbarkeit dezentral durchgeführter Messungen zu überprüfen. Zukünftige Untersuchungen werden darüber hinaus die Mischverhältnisse verschiedener Qualitätsstufen, den Einfluss von Bedienerfaktoren und Umgebungsbedingungen sowie die Homogenisierung der Pulvermischung in den Fokus nehmen. Dieser multidisziplinäre Ansatz verspricht, die Qualitätssicherung bei der Pulverqualitätsbestimmung zu verbessern und die angestrebten Projektziele zu erreichen.

Melt-Volume-Rate

Die Schmelze-Volumenfließrate (engl. melt volumeflow rate, kurz MVR) gibt an, wieviel Volumen einer Schmelze innerhalb von zehn Minuten unter einer definierten Belastung bei festgelegter Temperatur durch eine Düse mit definiertem Durchmesser extrudiert werden kann. Die Einheit des MVR-Wertes ist daher definiert als $[\text{cm}^3/10\text{min}]$ und stellt einen zur Viskosität indirekt proportionalen Wert dar.

Für die in dieser Versuchsreihe durchgeführten Messungen kommt das Schmelzindex-Prüfgerät vom Typ KARG MeltFlow@on zum Einsatz, welches die Ermittlung von MVR-Werten gemäß der DIN EN ISO 1133 ermöglicht. Die Dokumentation und Auswertung der erhaltenen Messdaten erfolgt über die herstellereigene Software K-Base.

Zur Erhöhung der Messgenauigkeit wird jede Probenmenge in Anlehnung an die Messempfehlung des Herstellers EOS und an DIN EN ISO 3405 mit einem Feuchtebestimmer vom Typ Kern DBS 60-3 einem zweistufigen Trocknungsprozess unterzogen. Einer ersten 15-minütigen Trocknungsstufe bei 105 °C folgt eine weitere zweiminütige Stufe bei 150 °C, welche dazu dient, die Wasseraufnahme aus der Umgebungsluft während der Probeneinfüllung in das Messgerät zu reduzieren. Das so getrocknete Pulver wird anschließend in das MVR-Messgerät eingefüllt und über einen Prüfkolben mit dem definierten Prüfgewicht belastet. Eine definierte Vorheizzeit dient zur Sicherstellung einer homogenen Schmelze. Ist diese Vorheizzeit beendet, wird der Düsenausgang über einen Kniehebel geöffnet und die Schmelze beginnt aus der Düse auszutreten. Der dabei zurückgelegte Weg wird über einen Wegaufnehmer erfasst. Die wichtigsten Parameter des Versuches sind in nachfolgender Tabelle aufgeführt.

Tabelle 3: Versuchsparameter MVR-Messung

Kenngröße	Wert	Einheit
Prüfgewicht	5	kg
Zylindertemperatur	235	°C
Messstrecke	30	mm
Messpunkte	50	stk.
Düsendurchmesser	2.095	mm
Düsenlänge	8	mm
Vorheizzeit	300	s
Probengewicht	4.5	g
Trocknungsprogramm	Stufe 1	Stufe 2
	105 °C	150 °C
	15 min	2 min

Im Kontext der additiven Fertigung, explizit beim Laser-Sintern von Polyamid 12, wird bei einem hohen MVR-Wert von einer ausreichenden Pulverqualität ausgegangen, während niedrige MVR-Werte repräsentativ für stark gealterte Pulver sind.

Zur Untersuchung der Pulverqualität wurden die MVR-Messungen zur Datenerfassung herangezogen, nachdem ein sorgfältig ausgearbeitetes Aufbereitungskonzept entwickelt worden war. Die Reproduzierbarkeit der MVR-Messung wurde anhand von zwölf Messungen desselben Pulvers evaluiert. Die Messunsicherheit bei den zwölf Messungen lag mit einer Standardabweichung von 0,944 g/min bei einem Durchschnittswert von 36,393 g/10 min. Die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse wurde durch eine Wiederholung gesamter Messreihen sichergestellt. Es wurden drei Versuchspulver als Mischung hergestellt, welche aus zwei verschiedenen Chargen Neupulver und drei verschiedenen Chargen Altpulver bestehen und miteinander kombiniert wurden. Das Mischungsverhalten wurde in 5 % Schritten ausgehend von Neupulver mit jeweils drei Messungen bestimmt, sodass eine mathematische Modellierung der Versuchspulver erstellt werden konnte.

Vorhersage der Pulverqualität

Auf der Grundlage dieser Ergebnisse wurden iterativ fünf mathematische Modelle entwickelt, die in der Lage sind, die angestrebte Zielwertvorgabe für die Pulverqualität vorherzusagen. Dabei muss im Rahmen der Qualitätssicherung der MVR-Wert des Neupulvers sowie die Qualität des homogenisierten Altpulvers bekannt sein. Ausgehend von diesen Initialwerten ergeben sich gemäß Abbildung 6 unterschiedliche Modelle, welche eine möglichst genaue Vorhersage des gewünschten MVR-Wertes gewährleisten können. Dabei werden auch Sonderfälle von hochwertigem Altpulver als auch Altpulver von sehr geringer Qualität berücksichtigt.

Das erste Modell basiert auf eine Stützstelle Q_c eines Pulvergemisches von 50 % Neupulver und 50 % Altpulver. Mit ausreichender Genauigkeit kann mit dieser Stützstelle eine quadratische Gleichung modelliert werden, die dem Verhalten des MVR-Wertes als Funktion des Neupulveranteils entspricht. Zwar sind die erzeugten MVR-Werte dieses Modells akkurat, die aufwändige Erstellung einer Stützstelle Q_c ist in der Praxis jedoch oft nicht durchführbar oder wird als zu aufwendig angesehen.

Aus diesem Grund verzichtet das Modell 2 auf diese Stützstelle und bedient sich der aufgebauten Datenbasis. Sofern sich die Qualitätsstufen der vorliegenden Neu- und Alt-Pulver innerhalb der Grenzen der Datenbanken liegen, wird der Kurvenverlauf auf die vorliegenden Gleichungen der Datenbanken angepasst. Dies geschieht durch die Transformation der vorliegenden Daten, indem der Kurvenverlauf auf die vorliegenden Pulverqualitäten skaliert wird.

Im dritten Modell wird eine Mischform der Modelle 1 und 2 angewendet, wobei die Stützstelle Q_c mit der Methodik des zweiten Modells ermittelt wird und die Qualitätsgleichung wie zuvor in Modell 1 erstellt wird. Damit kann das Modell 3 als Ergänzung des Modell 2 bei nicht ausreichender Datenmenge betrachtet werden.

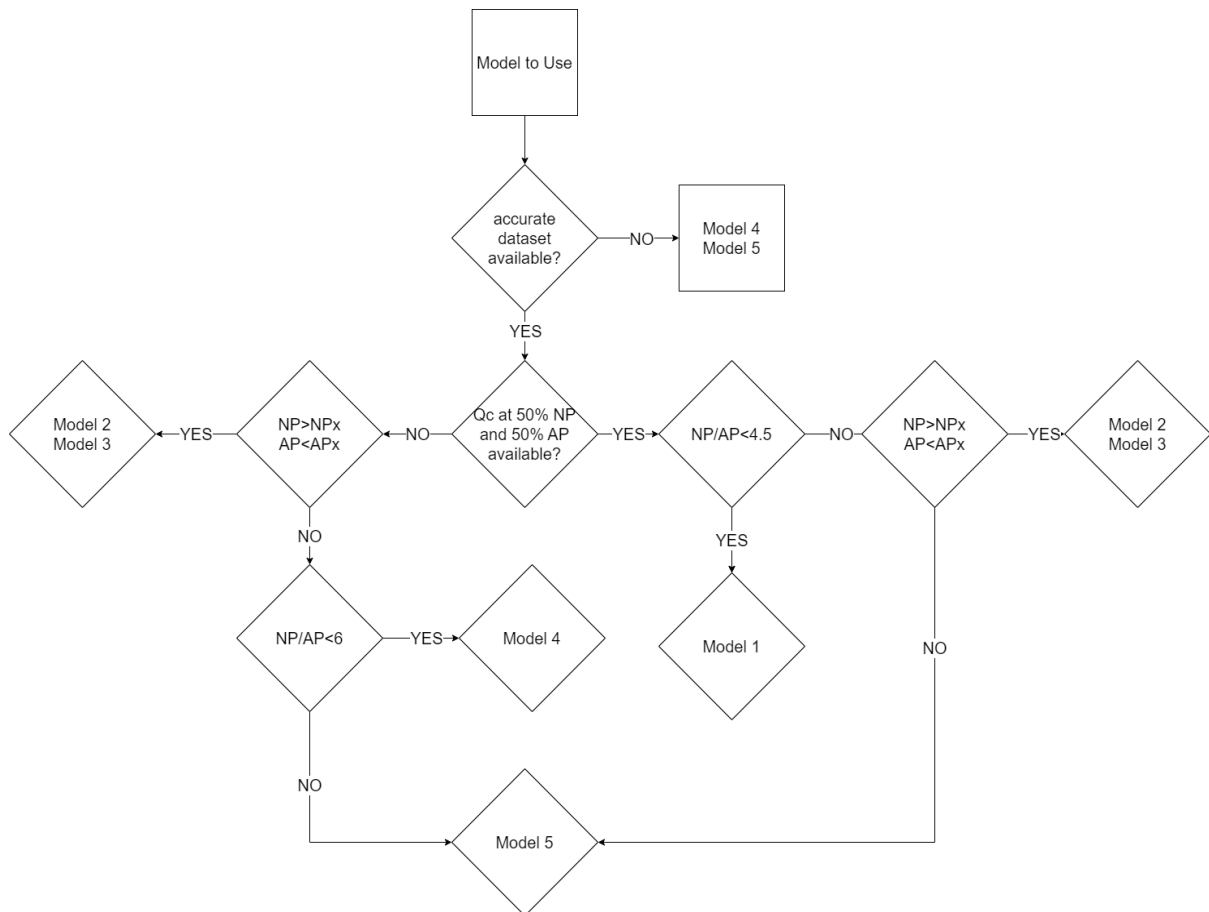


Abbildung 6: Entscheidungsdiagramm bei der Anwendung der MVR-Modelle

Im Verlauf der Versuchsreihen ist der hohe Einfluss der Ausgangsmaterialien auf den Verlauf der Qualität aufgefallen. Das vierte Modell berücksichtigt aus diesem Grund die gegenseitige Wechselwirkung der Ausgangsqualitäten. Während hohe Pulverqualitäten beim AP und beim NP zu flachen Kurvenverläufe der Qualität ergeben, werden diese Verläufe umso gekrümmter je geringer die AP-Qualität ist. Dieser Zusammenhang wird durch das Verhältnis von NP/AP und Q_m/Q_c mit $Q_m = (NP/AP) / 2$ berücksichtigt. Die Validierungsversuche zeigen auf, dass dieses Modell zwar großes Potenzial für einen allgemein geltenden Zusammenhang der resultierenden MVR-Werte aus den jeweils vorliegenden Qualitäten aufweist, jedoch aufgrund der aktuell zu geringen Datenmengen zu Fehlern neigt. Ein Aufbau einer akkuraten Datenbank würde die Ergebnisse und die Vorhersagegenauigkeit voraussichtlich für allgemeingültige Pulverqualitäten signifikant verbessern.

Im fünften Modell wird die Beobachtung aus den Experimenten, dass sich die jeweiligen Pulverqualitäten beeinflussen, mit einem Korrekturfaktor versehen. So ergeben sich akkurate Werte für alle Pulverqualitäten, deren Ausgangsmaterial oberhalb des Verhältnisses von $NP/AP < 6$ ergibt.

Die Ergebnisse der Validierung zeigen, dass die Modelle zuverlässige Vorhersagen von resultierenden MVR-Werten in Korrelation zu den zur Verfügung stehenden Ausgangsqualitäten liefern können. Die Unsicherheit der Modelle liegt zumeist unterhalb der Messunsicherheit der MVR-Messungen und ist damit als ausreichend

genau anzusehen. Zudem wurde das ursprünglich genannte Projektziel einer Vorhersagegenauigkeit der Pulverqualität von 5 g/10 min erfüllt. Durch dieses erarbeitete Wissen ist es zukünftig möglich, eine Zielqualität für laufende Prozesse einzustellen und so die Qualität des Mischpulvers und der Bauteile konstant zu halten und reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen.

Um die Ergebnisse den Anwendern zugänglich zu machen und die Datenbasis kontinuierlich auszubauen, wurde ein Programm geschrieben, welches die Vorhersagen für die optimalen Mischraten erstellt und die Datenbanken mit realen Messwerten ergänzen kann (vgl. Abbildung 7).

The screenshot shows a web application interface for MVR prediction. At the top, there is a purple header bar with the text 'Testbereich - Ersetzen bestehender Werte'. Below this, there are two main sections: a green box on the left for updating database values and a light blue box on the right for instructions. The green box contains two input fields: 'Neupulver Anteil' (set to 0) and 'Gemessener MVR Wert' (set to 0), with a 'Werte eintragen' button. The light blue box contains the heading 'Hinweise' and three bullet points: 'Die bestehenden Werte in der Datenbank werden ersetzt.', 'Der Neupulver Anteil kann nur in "0,001" Schritten eingetragen werden.', and 'Der Neupulver Anteil muss zwischen 0 und 1 liegen.' Below these sections is a blue header bar with the text 'Web Based MVR Prediction Application'. Underneath, there is a dropdown menu for 'Select Sheet from the available List of Sheets in the database' and a text input field for 'active sheet' containing 'NP is 98.655 and AP is 11.093'. There are three green input boxes: 'Enter MVR of New Powder' (0), 'Enter MVR of old Powder' (0), and 'Enter MVR value at 50% NP' (0). Below these are three more green boxes: 'Select New Powder percent increment' (10), 'Enter the Target Quality' (29), and 'Compare Real and Predicted Value' with radio buttons for 'Yes' and 'No'. A 'Run Calculations' button is centered below. At the bottom, there is a green progress bar labeled 'Achieve Target Quality:'.

Abbildung 7: Oberfläche des MVR-Prognose-Programms

Zukünftige Untersuchungen werden sich unter anderem auf die Implementierung eines selbstoptimierenden Vorhersagemodells konzentrieren, um die Qualitätssicherung und den Produktionsprozess weiter zu optimieren. Die kontinuierliche Forschung und Entwicklung in diesem Bereich ist unabdingbar, um die Leistung und Zuverlässigkeit unserer Produktionsprozesse kontinuierlich zu verbessern und den höchsten Qualitätsstandards gerecht zu werden.

Pulverhandling

Im Projekt wurde das Pulverhandling dahingehend untersucht, wie anlagengerechte Mengen mit der jeweils notwendigen Qualität beschickt werden können. Ein vielversprechender Ansatz beinhaltet das Konzept der Verwendung von Pulverpumpen. Dabei handelt es sich um eine modifizierte Membranpumpe, welche in der Lage ist, eine definierte Pulvermenge zu fördern. Der Fokus der Untersuchungen

liegt auf der Konzeptionierung des Pulverhandlings, der reproduzierbaren Fördermenge und den Untersuchungen bezüglich der einstellbaren Pulverqualität.

Zur Verwendung kam eine 1“ Doppelmembranpumpe der WP-ARO GmbH mit angebauter Fluidisiereinheit bestehend aus einem 5/2-Wegeventil. So sind genaue Dosierungen der Pulvermenge realisierbar. Zudem wurden die Versuche mit einer Saugglanze und einem Druckschlauch von 15 m Länge durchgeführt. Zur Prüfung des Pumpvermögens wurde Altpulver aus verschiedenen Gebinden wie Säcke, Fässern und Trichtern gefördert. Die Ergebnisse zeigen auf, dass bei identischen Bedingungen die Fördermengen annähernd konstant bleiben. Dabei beschreibt das automatisierte Fördern einen durchschnittlichen Mengenstrom von 0,087 kg/s bei einer Standardabweichung von 0,002 kg/s. Eine Fördermenge von durchschnittlich über 10 kg in 120 s zeigt auf, dass die Förderleistung der Pumpe für die Beschickung einzelner Anlagen als ausreichend bezeichnet werden kann.

Nachfolgendes Schaubild zeigt die Konzeptionierung des Pulverhandlings, wie es mit einer Pulverpumpe und zwei Verteilersystemen realisiert werden könnte. Das zentrale Element besteht aus der Pulverpumpe und zwei Verteilern mit schaltbaren Ventilen. Diese sind miteinander verbunden und können durch die Schaltung von Ventilen für einen variablen Materialfluss zwischen Neupulver, Altpulver, Mischer, Sieb und Anlagen verwendet werden. Beispielsweise wird in Abbildung 8 gerade Gemischtes Pulver aus dem Mischer in die Anlage 2 transportiert. Durch die Vorversuche konnte eine ausreichende Dosiergenauigkeit aufgezeigt werden, welche es erlaubt jede Anlage einzeln mit der jeweiligen ausreichenden Pulverqualität zu versorgen.

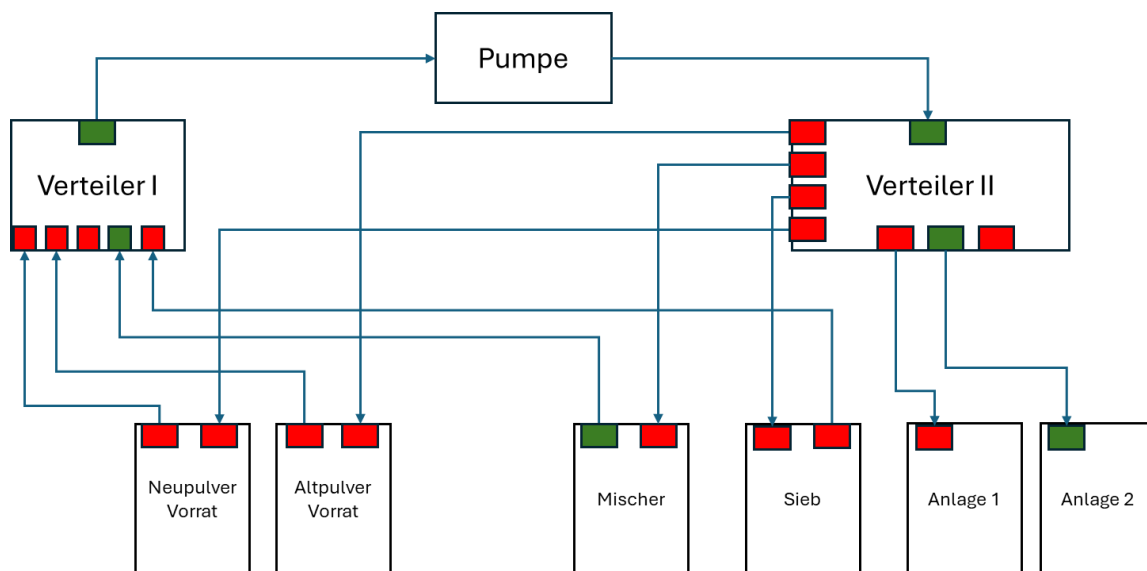


Abbildung 8: Schaubild Konzeptionierung Pulverhandlung

Mit dieser Entwicklung ist eine ganzheitliche Betrachtung des Pulverhandlings möglich, welche sich von der Aufbereitung des Pulvers bis hin zu einem geschlossenen und vollautomatischen Pulverkreislauf erstrecken kann. Der Bediener wird so vor auftretenden Stäuben geschützt und das Material erfährt keine Kontamination durch äußere Einflüsse. Das System befindet sich noch in der Entwicklung und wird voraussichtlich nach dem Projektende erst vollständig aufgebaut und in Betrieb genommen werden. Die Langzeitversuche auf zwei verschiedenen

Anlagentypen zur Validierung des Pulverhandling-Systems und der variablen Auffrischraten des Altpulver werden planmäßig durchgeführt, um die Ergebnisse publizieren zu können.

Arbeitspaket 5 - Prozessmonitoring

Weitere Arbeitsergebnisse wurden im AP 5 erzielt. Die regelmäßige Beteiligung an den virtuellen Treffen des Arbeitskreises wurde in die systematische Analyse der Fehlerbildungen im Produktionsprozess eingebettet. Dabei lag das Hauptaugenmerk auf der detaillierten Ausarbeitung einer umfassenden Klassifikation dieser Fehlerbildungen und ihrer systematischen Kategorisierung in Bezug auf ihre potenzielle Auswirkung auf die Prozessintegrität. Dieser analytische Prozess bildete das Fundament für künftige proaktive Maßnahmen zur Prozessoptimierung (vgl. Abbildung 9).

Parallel dazu wurde eine umfangreiche Betrachtung der verschiedenen Fehlerbildungen durchgeführt, um maßgeschneiderte Gegenmaßnahmen zu identifizieren. Die Ermittlung geeigneter Gegenmaßnahmen erwies sich als anspruchsvolle Aufgabe, die ein tiefgehendes Verständnis der Prozessdynamik und ihrer Schwachstellen erforderte. Die Implementierung dieser Maßnahmen zielt darauf ab, die Produktion von fehlerhaften Bauteilen zu minimieren und Prozessunterbrechungen effektiv zu verhindern. Diese Schritte sind von entscheidender Bedeutung, um die Gesamteffizienz und Qualität des Produktionsablaufs zu steigern und die Produktionsausfälle zu minimieren.

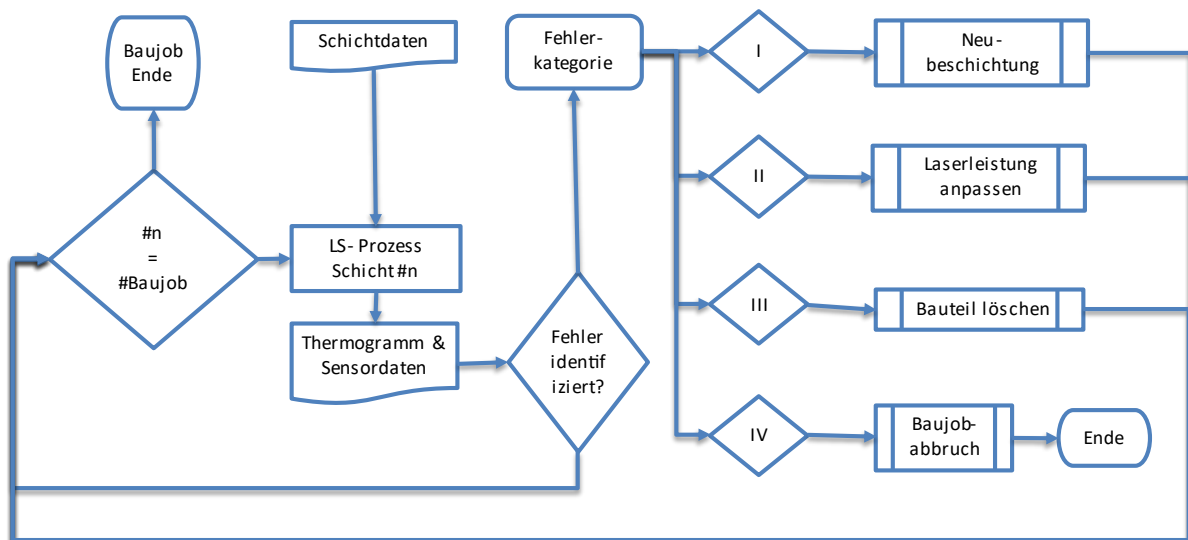


Abbildung 9: Entscheidungsdiagramm zur Prozessführung des Laser-Sinter-Prozesses

Die kontinuierliche Überwachung und Anpassung dieser Maßnahmen in Abstimmung mit den aktuellen prozessualen Anforderungen und Gegebenheiten sind von größter Wichtigkeit. Dies erfordert eine enge interdisziplinäre Zusammenarbeit innerhalb des

Arbeitskreises und die Bereitschaft, auf neu aufkommende Erkenntnisse und technologische Entwicklungen angemessen zu reagieren.

Zusammenfassung und Ausblick

Zusammenfassend wurden umfangreiche Untersuchungen zur Pulverqualität durchgeführt. Aufgrund der gewünschten Anforderung einer Inline-Qualitätskontrolle wurden alternative Messmethoden auf ihre Eignung der Qualitätssicherung erforscht. Hierbei lag der Fokus auf den berührungslosen optischen Messverfahren wie RAMAN- und FTIR-Spektroskopie. Diese konnten zwar durch Anpassungen der Messbedingungen und Probenvorbereitung zur qualitativen Bestimmung des Pulverzustandes qualifiziert werden, erlaubten jedoch keine differenzierte quantitative Aussage der vorherrschenden Pulverqualität. Weiterführende Untersuchungen sollten aufzeigen, ob alternative Messmethoden, wie beispielsweise die GPC-Analyse, signifikant genauere Messdaten als die bewährte MVR-Messung ergeben können. Wenngleich die GPC-Messungen unter der Verwendung mehrerer Detektoren eine Vielzahl an materialspezifischen Kennwerten lieferte, blieb die Sensitivität und Wiederholgenauigkeit der MVR-Messung jedoch denen der GPC überlegen.

Basierend auf wiederholten Messreihen verschiedener Qualitätsstufen von Neu- und Alt-Pulver wurden Datenbanken aufgebaut, welche das Verhalten der Materialgemische mit ausreichender Genauigkeit wiedergeben können. Aufbauend auf diesen Datenbanken konnten mathematische Modelle erstellt und validiert werden, die zum zielgerichteten Anmischen gewünschter Qualitätsstufen verwendet werden können. Um die Ergebnisse dieser Arbeiten zugänglich zu machen und die Datenbanken kontinuierlich auszubauen, wurde eine Applikation entwickelt, die Mischempfehlungen für gewünschte Qualitätsstufen erstellt.

Zukünftige Arbeiten konzentrieren sich darauf, die Genauigkeit des Vorhersagemodell weiter zu verbessern und die notwendigen Qualitätsstufen der jeweiligen Anlagentypen genauer zu bestimmen. Durch diese Vorgehensweise soll ein angepasstes Pulvermanagement eingeführt werden, welches ausschließlich die benötigte Qualität zur Verfügung stellt. Daraus resultierende Reproduzierbarkeitssteigerungen und Einsparungen des Neupulvers werden dokumentiert und können im Anschluss einer Validierung in Lehrinhalte und Veröffentlichungen überführt werden.

Das Projekt PolyLine hat wesentlich zum Verständnis des Pulverhandlings, deren noch bestehenden Herausforderungen sowie potenzielle Lösungsansätze beigetragen. Laufende und zukünftige Arbeiten werden sich mit der Konzeptionierung und Erprobung eines staubfreien Pulverhandlings und der anlagenspezifischen Materialqualität und der zielgenauen Bereitstellung dieser befassen. Ergebnisse zur erzielbaren Wiederholbarkeit sowie der dazu gehörigen Langzeitversuche werden im Rahmen der wissenschaftlichen Tätigkeit ausgearbeitet und publiziert.

Literaturangaben

- [1] VDI 3405 - Blatt 1 Additive Fertigungsverfahren, Rapid Manufacturing – Laser-Sintern von Kunststoffbauteilen, 2012
- [2] Wegner, A., Witt, G. u. Karg, W.: Auffrischstrategien für Polyamid 12-Pulver. Kunststoffe, Bd. 11 (2013), S. 76–78
- [3] Wegner, A. u. Witt, G.: Ursachen für eine mangelnde Reproduzierbarkeit beim Laser-Sintern von Kunststoffbauteilen. Rapidtech 2013. 2013
- [4] Goodridge, R. D., Hague, R. u. Tuck, C. J.: An Empirical Study into Laser Sintering of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene (UHMWPE). In: Journal of Materials Processing Technology, S. 72–80
- [5] Kühnlein, F., Drummer, D., Wudy, K. u. Drexler, M.: Alterungsmechanismen von Kunststoffpulvern bei der Verarbeitung und deren Einfluss auf prozessrelevante Materialeigenschaften. In: Drummer, D. (. (Hrsg.): Industriekolloquium des Sonderforschungsbereichs 814 - Additive Fertigung. 2012, S. 49–66
- [6] Untersuchung der Materialalterung bei pulverbasierten Schichtbauverfahren, Drummer, D., Kühnlein, F., Rietzel, D. u. Hüdler, G., 2012
- [7] Seul, T.: Ansätze zur Werkstoffoptimierung beim Lasersintern durch Charakterisierung und Modifizierung grenzflächenenergetischer Phänomene. Dissertation, RWTH Aachen, 2004
- [8] Mielicki, C., Gronhoff, B. u. Wortberg, J.: Effects of laser sintering processing time and temperature on changes in polyamide 12 powder particle size, shape and distribution. In: AIP Conference Proceedings (2014), S. 728–731
- [9] Wegner, A., Mielicki, C., Grimm, T., Gronhoff, B., Witt, G. u. Wortberg, J.: Determination of robust material qualities and processing conditions for laser sintering of polyamide 12. Polymer Engineering & Science 54 (2013) 7, S. 1540–1554
- [10] Wegner, A. u. Witt, G.: Betrachtung zur Pulvernutzungsdauer beim Laser-Sintern und Einfluss der Prozessführung auf die Entstehung von Ausschussbauteilen. Rapidtech 2012. 2012
- [11] Rösenberg, S., Weiffen, R., Knoop, F. u. Schmid, H.-J., et al.: Controlling the Quality of Laser-Sintered Parts along the Process Chain. In: Bourell, D. (. (Hrsg.): Proceedings of the 23rd International Solid Freeform Fabrication Symposium (SFF 2012). 2012
- [12] Müller-Lohmeier, K. u. Speckle, M.-M.: Licht und Schatten beim industriellen Einsatz des Kunststoff-Lasersinterns
- [13] Josupeit, S., Rösenberg, S. u. Schmid, H.-J.: A Material-based Quality Concept for Polymer Laser Sintering, In: Bourell, D. (. (Hrsg.): Proceedings of the 24th International Solid Freeform Fabrication Symposium (SFF 2013). 2013, S. 44–54
- [14] Schmid, M.: Selektives Lasersintern (SLS) mit Kunststoffen. Technologie Prozesse und Werkstoffe. München: Hanser 2015
- [15] n.n.: Schleiss RPTech GmbH - Produkte. Produktportfolio der Schleiss RPTech GmbH. <http://www.schleiss-rptech.com/de/produkte.html>, abgerufen am: 05.10.2018
- [16] n.n.: Integriertes Werkstoffmanagement für EOS-Polymer-Systeme, 2017
- [17] Kruth, J. P., Mercelis, P., van Vaerenbergh, J. u. Craeghs, T.: Feedback Control of Selective Laser Melting. In: Bartolo, P.J., Jorge, M.A., Batista, F.d.C., et al. (Hrsg.): Virtual and Rapid Manufacturing - Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping. Taylor and Francis 2007, S. 521–527
- [18] Mercelis, P.: Control of Selective Laser Sintering and Selective Laser Melting Processes. Dissertation. 2007

- [19] Berumen, S., Bechmann, F., Lindner, D., Kruth, J.-P. u. Craeghs, T.: Quality Control of Laser- and Powder Bed-Based Additive Manufacturing (AM) Technologies. In: Physics Procedia, S. 617–622
- [20] Craeghs, T., Bechmann, F., Berumen, S. u. Kruth, J.-P.: Feedback Control of Layerwise Laser Melting Using Optical Sensors. In: Physics Procedia, S. 505–514
- [21] DE60108390T2
- [22] US5427733
- [23] US5530221
- [24] Josupeit, S.: On the influence of thermal histories within part cakes on the polymer laser sintering process, Shaker Verlag Dissertation
- [25] Mielicki, C.: Prozessnahes Qualitätsmanagement beim Lasersintern von Polyamid 12, Universität Duisburg-Essen Dissertation 2014
- [26] Choi, Y., Jeon, C. S., Kim, K. B., Kim, H.-J., Pyun, S. H. u. Park, Y. M.: Quantitative detection of dopamine in human serum with surface-enhanced Raman scattering (SERS) of constrained vibrational mode. *Talanta* 260 (2023), Artikelnummer 124590
- [27] Schulte, F.: Raman-Spektroskopie als Werkzeug für die Charakterisierung und Klassifizierung von Pollen. Zugl.: Berlin, Humboldt-Univ., Diss., 2009. BAM-Dissertationsreihe, Bd. 57. Berlin: Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) 2010
- [28] Koltun, W. L.: Precision space-filling atomic models. *Biopolymers* 3 (1965) 6, S. 665–679
- [29] El Magri, A., Bencaid, S. E., Vanaei, H. R. u. Vaudreuil, S.: Effects of Laser Power and Hatch Orientation on Final Properties of PA12 Parts Produced by Selective Laser Sintering. *Polymers* 14 (2022) 17
- [30] Simha Martynková, G., Slíva, A., Kratošová, G., Čech Barabaszová, K., Študentová, S., Klusák, J., Brožová, S., Dokoupil, T. u. Holešová, S.: Polyamide 12 Materials Study of Morpho-Structural Changes during Laser Sintering of 3D Printing. *Polymers* 13 (2021) 5