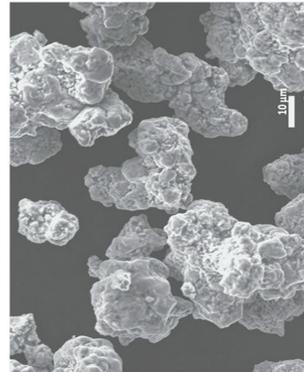


Charakterisierung von Metallpulvern

Bauer, R.; Dreßler, N.; Inkermann, D.

Dieser Artikel gibt einen Überblick über die Charakterisierung von Metallpulvern. Es werden gängige Verfahren zur Pulvercharakterisierung mit zugehörigen Messgeräten vorgestellt. Die Auswirkung von Pulvercharakteristika auf die Eigenschaften von mittels additiver Fertigung hergestellter Werkstoffe werden erläutert und daraus Vor- und Nachteile der verschiedenen Messverfahren abgeleitet und geeignete Anwendungsbereiche zugeordnet.



This article gives an overview of metal powder characterization. A selection of common methods for powder characterization with corresponding measuring equipment is presented. The influence of powder characteristics on the properties of materials produced by additive manufacturing are assessed. With the results, advantages and disadvantages of different measuring methods are derived and suitable use cases will be allocated.

Einleitung

Metallpulver sind Grundstoffe für die Herstellung metallischer Bauteile durch additive Fertigungsverfahren, wie z. B. Selective Laser Melting (SLM), sowie traditionelle Fertigungsverfahren wie Metallpulverspritzgießen oder Sintern. Durch neue Fertigungstechnologien sind innovative und verbesserte Bauteildesigns (z. B. Leichtbau) möglich und es werden branchenübergreifend neue Anwendungsfelder erschlossen z. B. in der Luft- und Raumfahrt, dem Automobilbau, dem Maschinen- und Anlagenbau sowie der Medizintechnik und dem Bauwesen. Die Herstellung pulvermetallurgischer Produkte umfasst drei grundlegende Teilbereiche /1, 2/:

1. Metallpulver: Bereitstellung von Pulvern mit Merkmalen, die für nachfolgende Verarbeitungsmethoden geeignet sind und welche die geforderten Eigenschaften des Werkstückes gewährleisten. Durch Mischen von Metallpulvern können Verbundwerkstoffe hergestellt werden.
2. Verdichtung und Formgebung: Verpressen von Metallpulvern in Matrizen, was mit steigendem Druck zur Kaltverfestigung der Partikel infolge von plastischer Verformung führt. Mit weiterer Zunahme des Drucks brechen die Teilchen, deren Verformungsvermögen erschöpft ist und es treten Kaltverschweißungen auf.

3. Sintern oder Glühen: Der Pulverpressling wird durch Wärmebehandlung in einen gewünschten stabilen Zustand gebracht. Dabei liegt die Sintertemperatur von einphasigem Pulver bei $2/3$ bis $4/5$ der Schmelz- bzw. Solidustemperatur. Pulvermischungen werden in der Nähe oder oberhalb der Solidustemperatur gesintert. Anschließend wird der Pressling weiterverarbeitet, z. B. durch Ur- und Umformverfahren wie Schmieden oder Strangpressen.

Insbesondere durch die zunehmende Verbreitung additiver Fertigungsverfahren steigt dabei der Bedarf an hochqualitativen Metallpulvern /3/. Korngröße und Korngrößenverteilung beeinflussen dabei sowohl die Effizienz des Herstellungsprozesses als auch die Eigenschaften der Bauteile (insbesondere geometrische Genauigkeit, Oberflächengüte, Porosität, Zugfestigkeit und Härte). Die zuverlässige Charakterisierung von Metallpulvern vor und während der Verarbeitung gewinnt damit an Bedeutung.

Grundlegende Problemstellungen der Pulvercharakterisierung

Die Pulvermetallurgie benötigt Pulver mit bestimmten Partikelmerkmalen, um Werkstücke mit den gewünschten Eigenschaften zu fertigen. In der Industrie wird Pulver mit einer optimalen Schüttdichte, Verpressbarkeit und Mischungsgüte benötigt. Die Pulvercharakterisierung kennzeichnet die Feinheit des Pulvers und beschreibt die Größe, Oberfläche und Form der Partikel. Die Form der Teilchen ist meist unregelmäßig ausgeprägt und weicht von einer Kugelform ab, daher wird zur Vereinfachung ein Äquivalentdurchmesser verwendet. Dieser vergleicht den Wert eines Feinheitsmerkmals einer unregelmäßigen Form mit einer Kugel, die unter gleichen physikalischen Bedingungen denselben Wert des Feinheitsmerkmals hat. In Abbildung 1 ist ein Überblick über die gebräuchlichen Äquivalentdurchmesser dargestellt. In Abbildung 1 sind auf der linken Seite unregelmäßig geformte Teilchen und auf der rechten Seite die Kugelgröße bzw. Kreisgrößen abgebildet, die sich durch die Wahl des Verfahrens zur Bestimmung des Äquivalentdurchmesser ergeben. Nach /2/ ist vor jeder Charakterisierung zu bestimmen, welches Feinheitsmerkmal zu untersuchen ist, dementsprechend ist die Durchmesserdefinition an das angestrebte Analyseziel zu wählen.

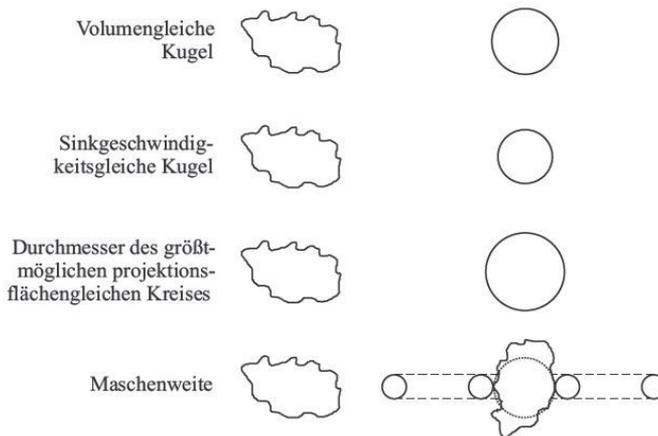


Abbildung 1: Vergleich einiger Äquivalentdurchmesser /2/

Zusammenhang zwischen Pulvercharakteristika und Materialeigenschaften

Die Größe der im Pulver enthaltenen Partikel wirkt sich auf die Packungsdichte pulvermetallurgisch gefertigter Bauteile aus. Feine Pulver führen allgemein zu einer höheren Packungsdichte und damit zu weniger Fehlern im Materialgefüge, was Spannungsspitzen im Bauteil reduziert und die Festigkeit steigert. Weiterhin verbessert sich die Oberflächengüte gefertigter Produkte. Große Partikel erhöhen die Fließfähigkeit des Pulvers, was die Erzeugung homogener Materialien erleichtert, jedoch steigt bei der additiven Fertigung mittels grober Pulver der benötigte Energieeintrag über Laserstrahlen aufgrund der großen Partikeloberflächen. Die besten Ergebnisse hinsichtlich einer hohen Packungsdichte werden durch optimierte Mischungen aus feinen und groben Partikeln erzielt /4/. Weiterhin führt eine geringe Partikelgröße zur Bildung feinerer Körner im Gefüge gesinterter oder additiv gefertigter Metalle. Durch die sogenannte Feinkornhärtung steigt dabei die Festigkeit des Materials gemäß der Hall-Petch-Beziehung nach

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (1)$$

an, wobei σ die Fließgrenze des feinkörnigen und σ_0 die eines sehr grobkörnigen Materials ist, k ist eine materialabhängige Konstante und d die mittlere Korngröße /5/. Eine weitere positive Auswirkung feiner Partikel ist, dass damit produziertes Material im Allgemeinen korrosionsbeständiger ist, als Bauteile aus groben Pulvern /6/.

Weiterhin hat die Partikelform Einfluss auf die Eigenschaften pulvermetallurgisch gefertigter Bauteile. Sind die Partikel möglichst sphärisch bzw. rund geformt, steigen Packungsdichte und Fließfähigkeit, die Oberfläche der Partikel wird minimiert und dadurch der Energieeintrag zum Sintern oder Laserschmelzen gesenkt und gleichmäßiger verteilt, Korngrenzen werden verrundet, was Spannungsspitzen abbaut /4, 6/. Damit führen sphärische Partikel zu einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften und der Oberflächengüte von Bauteilen.

Verfahren zur Pulvercharakterisierung

Für die Prüfung und Charakterisierung von Pulvern existieren zahlreiche Verfahren. Einen Überblick gibt Abbildung 2. Die Verfahren sind nach der Eignung für die Teilchengröße gegliedert. Die untere Zeile beschreibt, wie die benötigte Masse der Probe mit der Teilchengröße zunimmt. Für die Auswahl eines geeigneten Verfahrens zur Charakterisierung eines Pulvers ist prinzipiell der gewählte Äquivalentdurchmesser, wie zuvor beschrieben, entscheidend. Hinzukommen die gewünschten zu untersuchenden Partikeleigenschaften, wie z. B. Größe, Größenverteilung, Form, Oberfläche, Dichte und Porosität, aber auch Aspekte wie Kosten, Aufwand und Zeit sind zu berücksichtigen /1, 2/.

Teilchengröße µm	10 ⁻³	10 ⁻²	10 ⁻¹	10 ⁰	10 ¹	10 ²	10 ³	10 ⁴
Trennverfahren							Trockensiebung	
Siebanalyse						Luftstrahlsiebung		
Sichtanalyse					Nasssiebung			
				BAHCO-Sichter				
Sedimentations- verfahren				Schwerkraftsedimentometer				
			Fliehkraftsedimentometer					
Spektrometer			Laserbeugungsspektrometer					
Zählverfahren					Coulter Counter			
unmittelbare				Streulichtzähler				
				Extinktionszähler				
				Laserscanner				
				Lichtmikroskop				
mittelbare		Elektronenmikroskop				online-Bildanalyse		
Probengröße	0,0001 g		10 g	30 g	100 g	0,5 kg		10 kg

Abbildung 2: Übersicht gängiger Verfahren zur Partikelgrößenanalyse /2/

Grundsätzlich lassen sich die Verfahren auch nach ihren zu untersuchenden Parametern einteilen: *Klassifizierung von Pulvern*, *Partikelgrößenanalyse*, *Partikelformanalyse*, *Partikeloberflächenanalyse*, *Partikelgrößenverteilung* und *Porosität*. Im Folgenden werden zu jeder der genannten Analysemethoden ein Verfahren und kurz ein geeignetes Messgerät vorgestellt. Eine Kombination mehrerer Techniken ist in der Regel möglich, um somit eine umfassende Charakterisierung zu erreichen.

Klassifizierung von Pulvern

Bei der *Klassifizierung von Rohpulvern* werden Partikel durch Siebe unterschiedlicher Maschenweite getrennt. Dabei bezeichnet man die Pulvermasse, welche das Sieb passiert hat, als Durchgang, dieser gehört dann einer Klasse zu. Die Partikel, die in den Maschen des Siebes hängen bleiben, werden als Rückstand bezeichnet /1, 2/. Durch die Klassifizierung erhält man so Aufschluss über die Teilchengröße des Durchgangs. Dies ist ein einfaches und kostengünstiges Verfahren, welches aber begrenzt in der Anwendung ist und nicht für kleine Partikel geeignet ist.

Partikelgrößenanalyse und Partikeloberflächenanalyse

Die *Permeabilitätsmessung*, auch als Luftdurchlässigkeitsmessung bezeichnet, ist eine Methode zur Bestimmung von Partikelgrößen und Porosität. Das Verfahren basiert auf der Annahme, dass aus der Permeabilität einer Teilchenpackung mittels bestimmter Kenngrößen auf die Korngröße oder spezifische Oberfläche geschlossen werden kann. Die Pulverprobe wird durch Verpressen zu einer dichten Pulverpackung verarbeitet, die dem Durchgang eines Gasstromes einen Widerstand entgegensetzt, welcher von der Feinheit des Pulvers abhängt. Auf Grundlage dieser Charakterisierungsmethode arbeitet z. B. das Fisher Subsieve Sizer, welches schematisch in Abbildung 3 dargestellt ist. Es hat seinen Ursprung in den 1940er Jahren und sich somit in der Industrie bewährt. Mit diesem Permeameter werden prozessmäßige Kontrollmessungen mit geringem zeitlichem Aufwand durchgeführt. Das Messgerät arbeitet mit Luft, die in das Permeameter gepumpt und unter konstanten Druck gehalten wird /1/. Die Pulverprobe wird in einem genormten Röhrchen zwischen zwei luftdurchlässigen porösen Stempeln verdichtet. Über eine Höhenmessung der Pulverprobe kann die Porosität bestimmt werden und der erzeugte Druckabfall beim Luftdurchgang wird am Manometer abgelesen. Abschließend wird mit der Gleichung nach Carman-Kozeny die durchschnittliche Korngröße oder die spezifische Oberfläche berechnet. Mit dem Fisher Subsieve Sizer können Partikelgrößen im Bereich von 0,2 – 75 µm bestimmt werden.

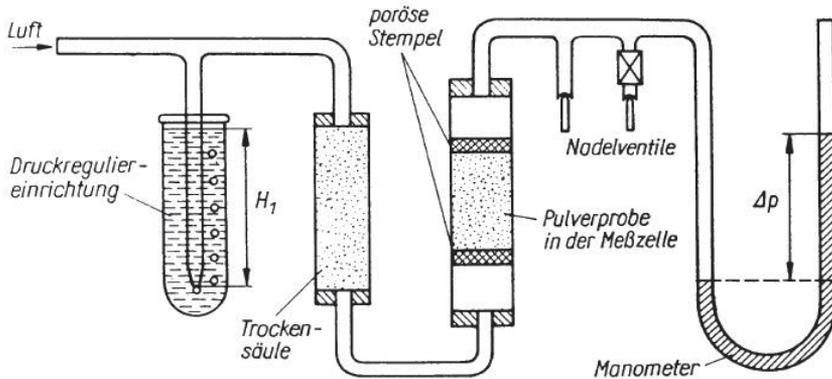


Abbildung 3: Schematischer Aufbau des Fisher Subsize Sizer /1/

Das Micromeritics Subsize AutoSizer II 5800 der Micromeritics GmbH ist ein modernisierter Nachfolger des Fisher Subsize Sizer. Es ermöglicht eine Digitalisierung der Messwerte und vereinfacht die Handhabung durch eine Automatisierung der Messung.



Abbildung 4: Micromeritics Subsize AutoSizer II 5800 von Micromeritics GmbH /1/

Partikelformanalyse

Die Partikelform kann mithilfe von *mikroskopischen Zählverfahren* bestimmt werden. Dazu wird ein Lichtmikroskop oder ein Elektronenmikroskop zur optischen Vergrößerung der Partikel verwendet. Die Partikel werden auf einen Objektträger aufgebracht. Dabei ist es notwendig, dass diese einzeln unterscheidbar sind, was aufwendige Präparierarbeiten erfordert. Die Probe wird entweder direkt durch das

Gerät vermessen oder ein Bild wird mit einer Kamera aufgezeichnet, man erhält einen hoch Auflösenden Einblick in die Partikelstruktur. Dies wird im Anschluss in der Bildanalyse ausgewertet. Dabei wird wie in Abbildung 3 ein Raster über das Bild gelegt und die hellen oder dunklen Felder werden gezählt. Durch Algorithmen werden einzelne und zusammenhängende Strukturen erkannt, sodass sich die Durchmesser der jeweils flächengleichen Kreise ermitteln lassen /2/.

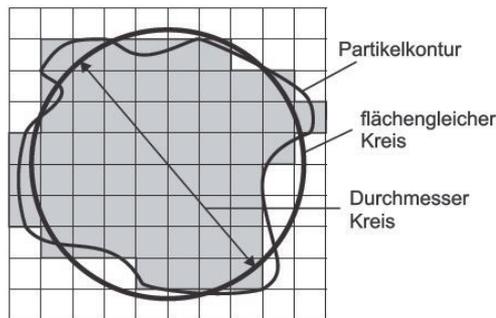


Abbildung 5: Flächengleicher Kreis bei der Bildanalyse /2/

Das Desktop-REM JCM-700 vom Hersteller JEOL GmbH ist ein Rasterelektronenmikroskop und eignet sich zur Prüfung von Partikelformen. Es bietet eine Vergrößerung bis x100.000 und kann vollautomatisierte Aufnahmen von REM-Abbildungen und Elementverteilungsbildern anfertigen. /8/



Abbildung 6: Desktop-REM JCM-700 vom Hersteller JEOL GmbH /8/

Partikelgrößenverteilung

Laserbeugungsspektrometer registrieren mit einem Laserstrahl viele Teilchen gleichzeitig und jedes dieser Teilchen liefert abhängig von seiner Größe und Form eine charakteristische Streulichtverteilung. Überlagern sich Streulichtverteilungen von vielen unterschiedlichen Partikeln, entsteht ein Beugungsmuster. Dieses Muster

kann mit mathematischen Verfahren auf die Partikelgrößenverteilung zurückgerechnet werden. Ein wesentlicher Vorteil von Laserbeugungsspektrometern ist, dass viele Partikel gleichzeitig gemessen werden können und eine Vereinzelnung, wie bei der Mikroskopie, nicht notwendig ist. Dabei kann ein großes Spektrum von sehr kleinen bis sehr großen Partikeln bestimmt werden /2/.

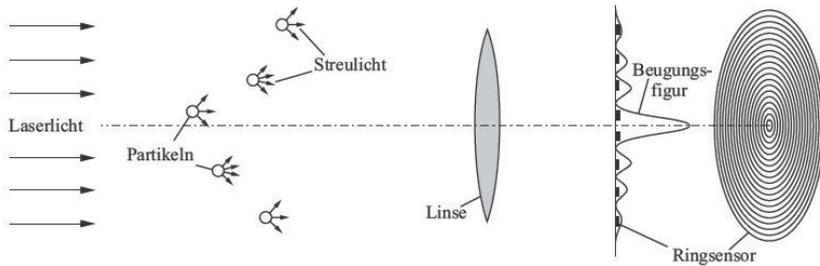


Abbildung 7: Prinzip des Laserbeugungsspektrometers /2/

Das Laserbeugungsspektrometer HELOS des in Clausthal-Zellerfeld im Harz ansässigen Unternehmens Sympatec GmbH ist ein etabliertes Messgerät, welches die Partikelverteilung, aber auch eine Partikelgröße von $< 0,1 \mu\text{m}$ bis $8.750 \mu\text{m}$ bestimmen kann /8/

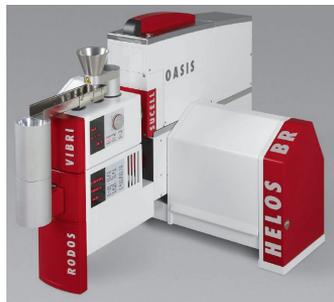


Abbildung 8: Laserbeugungsspektrometer HELOS von Sympatec GmbH mit Dispergierungs-Zusatzgerät OASIS /9/

Porosität

Das *Gasadsorptionsverfahren* erfasst innere und äußere Oberflächen, siehe Abbildung 9. Das zu untersuchende Pulver wird in eine inerte Gasatmosphäre gegeben und im Anschluss auf sehr tiefe Temperaturen heruntergekühlt. Ein Teil der Gasmoleküle wird dabei von der Oberfläche adsorptiv gebunden. Die dadurch resultierende Volumenminderung des Gases senkt den Druck im Behälter. Die

Druckdifferenz wird gemessen und mit Hilfe der allgemeinen Gasgleichung und der Avogadro-Konstante lässt sich die Anzahl der gebundenen Gasmoleküle berechnen. Abschließend wird die Oberfläche aus dem Flächenbedarf ermittelt, welcher aus einer einschichtigen und gleichmäßigen Bedeckung der Oberfläche mit Molekülen entsteht. Die durch das Gasadsorptionsverfahren gemessenen Partikeloberflächen sind in der Regel deutlich größer als mittels Durchströmungsverfahren bestimmte Werte /1, 2/. Aus den Messwerten wird anschließend die Porosität bestimmt.

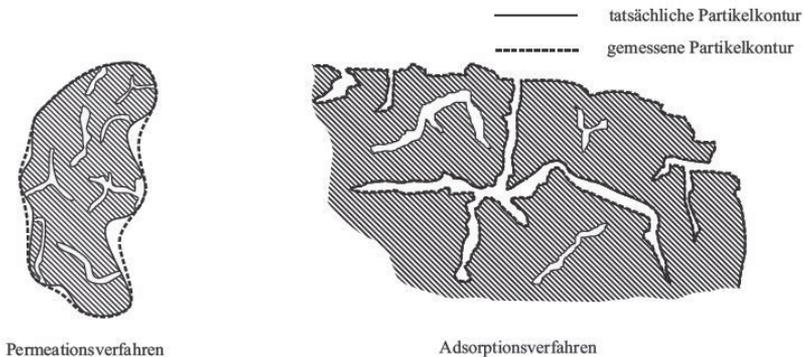


Abbildung 9: Gemessene Oberflächen bei Durchströmungsverfahren (links) und Gasadsorptionsverfahren (rechts) /2/

Das TriStar II Puls der Micromeritics GmbH ist ein Hochdurchsatz-Oberflächen- und Porositätsanalysator. Mit dem Gerät können Oberflächengrößen von bis zu $0,01 \text{ m}^2/\text{g}$ mittels eines Stickstoffsystems gemessen werden. Das Messgerät hat drei Stationen für effiziente Qualitätskontrollanalysen /10/.



Abbildung 10: TriStar II Puls von Micromeritics GmbH /10/

Vor- und Nachteile betrachteter Verfahren

Die zuvor betrachteten Verfahren wurden hinsichtlich ihres Aufwands in der Vorbereitung, des Bedarfs an teuren Messgeräten, der benötigten Zeit zur Vermessung einer Probe und des Umfangs der aus den Messergebnissen ableitbaren Pulvercharakteristika analysiert. Daraus wurden Vor- und Nachteile der einzelnen Verfahren abgeleitet, welche in Tabelle 1 zusammengefasst sind. Einige Verfahren bieten besonders umfangreiche Informationen hinsichtlich der Pulvercharakteristika, wie zum Beispiel die Ermittlung der Größenverteilung mittels Laserbeugung oder mikroskopische Zählverfahren. Aufgrund des hohen Aufwandes in der Durchführung und relativ teurer benötigter Messgeräte sind diese Verfahren eher für vereinzelte Stichproben in der Industrie zwecks genauerer Analysen oder im wissenschaftlichen Bereich geeignet. Zur regelmäßigen Kontrolle von Metallpulvern, z. B. in Fertigungsbetrieben, sind Verfahren mit möglichst hohen Probendurchsatz, kleinem Personalaufwand zur Kostensenkung und weniger umfangreichen Messergebnissen erforderlich. Hier eignet sich z. B. das Permeabilitätsverfahren zur mittleren Partikelgrößenermittlung, um Materialien und Fertigungsprozesse durch einfache aber aussagekräftige Kennwerte zu überprüfen. Sehr simple Verfahren, wie die Klassifizierung von Pulvern, können hingegen nur grobe Aussagen zu einzelnen Pulvercharakteristika treffen, was zur Prozessoptimierung häufig nicht genügt.

Tabelle 1: Vor- und Nachteile der Messverfahren

Verfahren	Vorteile	Nachteile
Klassifizierung (z.B. Siebverfahren)	günstiges Verfahren; einfache Anwendung	sehr grobe Bestimmung Partikelgröße und -verteilung
Partikelgrößenanalyse (z.B. Permeabilitätsverfahren)	schnelles und etabliertes Verfahren	nur Bestimmung mittlerer Partikelgröße + Porosität
Partikelformanalyse (z.B. mikroskopisches Zählverfahren)	Form, Größe und Verteilung der Partikel wird bestimmt	kleine, aufwändig präparierte Proben; langsames Verfahren
Partikelgrößenverteilung (z.B. Laserbeugung)	Größe und Verteilung Partikel wird bestimmt	teures Verfahren; relativ aufwändig
Porositätsermittlung (z.B. Gasadsorption)	Präzise Porositätsbestimmung	Partikelgröße bleibt unbekannt

Zusammenfassung und Ausblick

In der industriellen Fertigung gewinnen Metallpulver zunehmend an Bedeutung, insbesondere durch Fortschritte in der additiven Fertigung mittels Selective Laser Melting oder etablierte Verfahren wie dem Sintern. Dabei haben Pulvercharakteristika wie Partikelgröße und -form, Partikelgrößenverteilung und Porosität

einen großen Einfluss auf die Materialeigenschaften der hergestellten Bauteile. So können unter anderem durch sehr feine Partikel die Festigkeit, Oberflächengüte und Korrosionsbeständigkeit gesteigert werden. Es existieren eine Vielzahl an Verfahren, um die verschiedenen Pulvercharakteristika zu ermitteln, unter anderem das mikroskopische Zählverfahren, die Laserbeugungsspektrometrie oder das Permeabilitätsverfahren. Sie unterscheiden sich bezüglich Kosten und Aufwand in der Durchführung, aber auch hinsichtlich ihres Umfangs an ermittelten Informationen zum untersuchten Metallpulver, wobei keines detaillierte Informationen zu allen Pulvercharakteristika liefert und dazu Pulver durch mehrere Verfahren untersucht werden müssen. Daraus ergeben sich unterschiedliche Vor- und Nachteile der Messverfahren. Abhängig von zu messender Pulvereigenschaft, verfügbarer Zeit je Messung, sowie der zulässigen Kosten ist ein geeignetes Verfahren zu wählen. Während im wissenschaftlichen Bereich Verfahren wie die Laserbeugungsspektrometrie oder optische Zählverfahren wegen des hohen Informationsgehaltes der Ergebnisse Anwendung finden, können in Industrieanwendungen auch Verfahren wie die Permeabilitätsmessung sinnvoll sein. Hier sind Aufwand, benötigte Zeit und damit Kosten deutlich niedriger gegenüber den vorgenannten Verfahren. Der geringere Informationsumfang, wie zum Beispiel eine durchschnittliche Partikelgröße anstelle einer präzisen Partikelgrößenverteilung, kann dennoch genügen, um Fertigungsprozesse zu kontrollieren oder die Materialqualität abzusichern.

In weitergehenden Untersuchungen soll das Permeabilitätsverfahren hinsichtlich seines Ablaufes und seiner Genauigkeit optimiert werden. Bis heute wird in Industriebetrieben der Fisher Subsize Sizer zur Pulververmessung genutzt, obwohl dieses Gerät bereits in den 40er Jahren entwickelt wurde und seitdem kaum verändert worden ist. Zusammen mit Industriepartnern sollen Möglichkeiten zur Automatisierung des Permeabilitätsverfahrens und der Verbesserung seiner Genauigkeit mittels moderner Messtechnik analysiert werden. Durch Versuchsmessungen an einem eigens dazu konstruierten Prüfstand sollen Verbesserungskonzepte überprüft und schließlich im realen Industrieumfeld getestet werden. Daraus resultierende Fortschritte in der Charakterisierung von Pulvern können für die Verbesserung der Materialqualität und der Fertigungsprozesse genutzt werden.

Literatur

- /1/ Schatt, W.; Wieters, K.; Kieback, B.: Pulvermetallurgie: Technologien und Werkstoffe. Springer, Berlin, 2007, ISBN 978-3-54-0236528
- /2/ Müller, W.: Mechanische Verfahrenstechnik und ihre Gesetzmäßigkeiten. De Gruyter Oldenbourg, München, 2014, ISBN 978-3-11-034344-1
- /3/ Wohlers, T.T., Campbell, I., Diegel, O., Huff, R., Kowen, J.: Wohlers Report 2023: 3D Printing and Additive Manufacturing Global State of the Industry. Wohlers Associates, Fort Collins, 2023, ISBN 978-1-6220-4966-0
- /4/ Muthuswamy, P.: Influence of powder characteristics on properties of parts manufactured by metal additive manufacturing. In: Lasers in Manufacturing and Materials Processing. Volume 9, S. 312–337, 2022, <https://doi.org/10.1007/s40516-022-00177-3>
- /5/ Bohn, T.: Gefüge und mechanische Eigenschaften verzweigter Blechstrukturen. Dissertation, Technische Universität Darmstadt, 2010
- /6/ EPMA: Introduction to Metal Injection Moulding. 4th Edition, European Powder Metallurgy Association, 2018
- /7/ Micromeritics: MIC SAS II Micromeritics Sub-Sieve AutoSizer II Air-Permeability Particle Size. Micromeritics Instrument Corporation, 2017
- /8/ <https://www.jeol.de/electronoptics/produktgruppen/elektronen-ionenoptische-systeme/rasterelektronenmikroskope/rem-thermische-kathode/jcm-7000.php> (Stand 05.12.2023)
- /9/ Sympatec: HELOS, RODOS & Co. Sympatec GmbH, 2021
- /10/ Micromeritics: TriStar II Plus Surface Area and Porosity Analyzer. Micromeritics Instrument Corporation, 2020