



**BERGISCHE
UNIVERSITÄT
WUPPERTAL**

**Analyse rezyklierter Schleifabfälle im Hinblick auf
ausgewählte Verfahren der additiven Fertigung und der
Pulvermetallurgie**

Dissertation

zur

Erlangung des Grades

Doktor-Ingenieur

der

Fakultät für Maschinenbau und Sicherheitstechnik

der Bergischen Universität Wuppertal

von

M. Sc. RWTH Sebastian Jäger

aus Schwelm

Wuppertal 2021

Dissertation eingereicht am: 27.10.2021

Tag der mündlichen Prüfung: 25.02.2022

Erster Referent: Prof. Dr.-Ing. habil. Sebastian Weber

Zweiter Referent: Prof. Dr.-Ing. habil. Arne Röttger

Die Dissertation kann wie folgt zitiert werden:

urn:nbn:de:hbz:468-20220419-154241-9

[<http://nbn-resolving.de/urn/resolver.pl?urn=urn%3Anbn%3Ade%3A468-20220419-154241-9>]

DOI: 10.25926/g2dw-p420

[<https://doi.org/10.25926/g2dw-p420>]

Vorwort

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Neue Fertigungstechnologien und Werkstoffe der Fakultät für Maschinenbau und Sicherheitstechnik der Bergischen Universität Wuppertal. Der Aufgabenbereich eines wissenschaftlichen Mitarbeiters ist komplex und umfasst viele unterschiedliche Bereiche. Neben der Bearbeitung von Forschungs- und Industrieprojekten sowie dem Verfassen und Präsentieren von wissenschaftlichen Studien, liegt der Betrieb und die Wartung von Messgeräten, die Organisation von Lehrveranstaltungen sowie die intensive Betreuung studentischer Arbeiten im Verantwortungsbereich eines wissenschaftlichen Mitarbeiters. Als Lehrinheit einer universitären Fakultät ist der Lehrstuhl für Neue Fertigungstechnologien und Werkstoffe dazu verpflichtet, studentische Arbeiten anzubieten und zu betreuen. Diese stellen eine Prüfungsleistung im Studienverlauf der Studierenden dar. Den Studierenden werden durch die Mitarbeiter des Lehrstuhls für Neue Fertigungstechnologien und Werkstoffe thematisch hochwertige Arbeiten angeboten, welche sowohl fachlich als auch didaktisch mit einem hohen Aufwand betreut werden. Aus diesem Grund besteht lediglich die Möglichkeit, einen Teilaspekt der von den wissenschaftlichen Mitarbeitern zu bearbeitenden Forschungsprojekte in Form von studentischen Arbeiten auszuschreiben und gemeinsam mit den Studierenden zu bearbeiten. Die Konzeption der Thematik, der wissenschaftlichen Grundlage und des Forschungsziels einer studentischen Arbeit obliegt darüber hinaus dem wissenschaftlichen Mitarbeiter und ist keine Eigenleistung der Studierenden. Ebenfalls ist der wissenschaftliche Mitarbeiter maßgeblich an der Planung, Durchführung und Auswertung von Untersuchungen sowie bei der schriftlichen Ausgestaltung der Arbeit involviert. Die Verschriftlichung der studentischen Arbeiten beinhaltet wesentliche Beiträge des wissenschaftlichen Mitarbeiters, da sie in der Regel mehrfach gelesen und sowohl inhaltlich als auch formal korrigiert wird. Den Studierenden ist zudem stets bewusst, dass die Ergebnisse in wissenschaftlichen Veröffentlichungen, wie beispielsweise Dissertationen, verwendet werden. Der Beitrag und die Leistung des wissenschaftlichen Mitarbeiters zu einer studentischen Arbeit umfasst große Bereiche dieser Arbeit (über 50 %). Durch die hochschulweite Veröffentlichung der studentischen Arbeit gilt der Studierende allerdings als Urheber seiner Arbeit, was zur Folge hat, dass der zuständige wissenschaftliche Mitarbeiter unter Umständen seine selbst erbrachten Ergebnisse nicht frei verwenden und veröffentlichen kann. Dies schließt das

Verfassen einer Dissertationsschrift ein. Zu dem Zeitpunkt der Verschriftlichung dieser Arbeit sind die rechtlichen Rahmenbedingungen des Urheberrechtes über die Ergebnisse studentischer Arbeiten nicht eindeutig formuliert. Es wird allerdings darauf bestanden, dass der wissenschaftliche Mitarbeiter ein Anrecht darauf hat, die Ergebnisse der von ihm betreuten studentischen Arbeiten im Rahmen seiner Dissertation zu verwenden. Nachfolgend werden alle studentischen Arbeiten genannt, deren Ergebnisse teilweise Einzug in diese Dissertationsschrift gefunden haben:

- Master-Thesis, J. Hankel, „Entwicklung einer Recycling-Strategie fraktionierter Schleifspäne aus metallisch-keramischen Schleifabfällen auf Basis des Supersolidus Liquid Phase Sintering“
- Master-Thesis, O. Pfau, „Charakterisierung mittels FAST/SPS gefertigter Proben aus rezyklierten Schleifspänen“
- Bachelor-Thesis, J. Hann, „Charakterisierung von SLM-Stichversuchen zur additiven Weiterverarbeitung von separierten Schleifspänen und Beurteilung der Eignung des SLM-Prozesses für eine Recyclingroute“
- Bachelor-Thesis, J. Petenati, „Einfluss einer Vorbehandlung und Mischung von rezyklierten Schleifspänen mit gasverdüstertem PM-Pulver auf die mechanischen Eigenschaften und die Weiterverarbeitung“
- Simulations- und Ingenieurprojekt, P. Kronenberg, „Grundlagen der Entwicklung einer Recycling-Strategie für metallisch-keramische Schleifabfälle in wässriger Lösung“
- Simulations- und Ingenieurprojekt, O. Pfau, „Charakterisierung von heißisostatisch gepressten Rezyklatproben aus den metallischen Bestandteilen von Schleifschlamm“
- Simulations- und Ingenieurprojekt, T. Kopruch, „Bewertung der Optimierungsmöglichkeit einer Recyclingroute von metallischen Schleifspänen durch mechanische Zerkleinerung“
- Simulations- und Ingenieurprojekt, J. Hann, „Charakterisierung von heißisostatisch gepressten Proben aus rezyklierten metallischen Schleifspänen und Beurteilung der Eignung des HIP als Recyclingroute“

Danksagung

Diese Arbeit ist neben meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Neue Fertigungstechnologien und Werkstoffe der Bergischen Universität Wuppertal entstanden. Zunächst gilt mein Dank Herrn Prof. Dr.-Ing. Sebastian Weber für die Möglichkeit in einem komplexen und anspruchsvollen Thema zu promovieren. Die Aufbereitung und Weiterverwendung bzw. das Recycling von Schleifschlamm und insbesondere Schleifspänen ist ein äusserst zukunftsrelevanter Bereich, in dem es zu Anfang des Promotionsvorhabens enorme Potenziale gab, die auch nach dem Abschluss des Promotionsvorhabens noch nicht vollends ausgeschöpft sind. Der wissenschaftliche und fachliche Austausch mit Herrn Prof. Dr.-Ing. Weber war dabei äusserst hilfreich und wegweisend. Auch für die Begutachtung der Dissertation und die zielführende Zusammenarbeit möchte ich mich ausdrücklich bedanken. Gleichermassen gilt mein Dank Herrn Prof. Dr.-Ing. Arne Röttger, der es mir nach seiner Übernahme der Leitung des Lehrstuhls für Neue Fertigungstechnologien und Werkstoffe ermöglichte, diese Promotion abzuschließen. Darüber hinaus bedanke ich mich sehr für die Begutachtung sowie die positive und hilfreiche Begleitung meiner Promotion bis hin zur Disputation. Herrn Prof. Dr.-Ing. Manuel Löwer sei hier ausdrücklich für den Vorsitz der Prüfungskommission der Promotion gedankt. Die von ihm durchgeführte gute Organisation und Planung aller notwendigen Aspekte innerhalb der Promotion ermöglichten es mir meinen Fokus auf inhaltlichen und fachlichen Teilbereichen zu belassen. Neben den drei aufgeführten Personen komplettierte Herr Prof. Dr.-Ing. Uwe Janoske die Prüfungskommission durch seinen Beisitz. Für die dafür erübrigte Zeit und den Aufwand bedanke ich mich vielmals. Neben der Prüfungskommission selber gilt mein Dank selbstverständlich auch allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Lehrstuhls für Neue Fertigungstechnologien und Werkstoffe. Sowohl bereits abgewanderte Kolleginnen und Kollegen als auch zum jetzigen Zeitpunkt noch dem Team angehörige Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter haben zum positiven Verlauf des Promotionsvorhabens massgeblich beigetragen. Hier sind zunächst die beiden Herren Dr.-Ing. Frederic van gen Hassend und Dr.-Ing. Robert Fussik zu nennen. Beide haben stets ein offenes Ohr bei komplexeren Fragestellungen gehabt. Der wissenschaftliche Austausch und die gemeinsame Zeit am Lehrstuhl FUW haben mir stark geholfen und werden mir in der Zukunft ebenso fehlen. Daneben gilt mein großer Dank Herrn Dr.-Ing. Michael Blüm für seine fachliche Begleitung und seinen Einsatz. Er hatte

stets ein offenes Ohr bei Schwierigkeiten und hat alles in Bewegung gesetzt mir den Weg zur Einreichung der Dissertation zu ebnen. Zwei weitere Personen denen ich für ihren Einsatz und ihren uneingeschränkten Beistand, gerade vor der Disputation, danken möchte sind Herrn Philipp Kronenberg, M.Sc. und Herrn Jonas Hankel, M.Sc. Die konstruktive Kritik und fachlichen Anmerkungen haben mir enorm geholfen. Natürlich gilt mein Dank auch dem übrigen Team des Lehrstuhls FUW, Frau Norina Schmidtseifer, M.Sc., Herrn Lucas Wieczorek, M.Sc. und Herrn Niklas Disch, M.Sc. Stets konnte man sich auf eine sehr gute Zusammenarbeit und einen kollegialen Zusammenhalt verlassen. Neben den wissenschaftlichen Mitarbeitern gilt auch den studentischen Mitarbeitern des Lehrstuhls mein Dank. Hier sei vor allem Herr Simon Wagner genannt, der mit seinem langjährigen Einsatz zum positiven Abschluss der Promotion beigetragen hat. Auch die Betreuung verschiedener studentischer Arbeiten und der fachliche Austausch mit den Studenten half mir bei der Erstellung der Dissertation sehr. Auch hier ein herzliches Dankeschön. Neben der Bergischen Universität Wuppertal haben auch Firmen durch die Bereitstellung von Material und Kompetenzen zum positiven Abschluss des Promotionsvorhabens geführt. Hier sei zunächst die Firma TKM GmbH und explizit Herr Dr.-Ing. Kai Uwe Paffrath und Herr Dipl.-Ing. Thomas Kästner zu nennen. Darüber hinaus gilt mein Dank der Firma Knoll Maschinenbau GmbH. Hier sind explizit Herr Dipl.-Ing. Tobias Engenhardt und Frau Franziska Schnell, B.Sc. zu erwähnen. Als letztes Unternehmen gilt ebenfalls mein Dank der Heinz Berger Maschinenfabrik GmbH Co. KG. Abschließend möchte ich den letzten Teil meiner Danksagung meiner Frau und meiner Familie widmen. Ich danke euch vielmals für eure Unterstützung sowohl bei der Bearbeitung der Dissertation als auch abseits davon. Eure Unterstützung und euer Einsatz bei allem lässt mich einfach nur sprachlos werden. Ohne euch wäre die Promotion niemals möglich gewesen. Vielen herzlichen Dank.

Kurzfassung

Die spanende Bearbeitung nimmt einen sehr großen Stellenwert in metallverarbeitenden Unternehmen ein. Eine typische spanende Bearbeitung ist das Schleifen. Die Abfallprodukte des Schleifprozesses beinhalten Kühlschmierstoff mit möglichen Additiven, metallische Späne, Abrasivpartikel und Bindermatrix. Diese Mischung an Abfallstoffen wird als Schleifschlamm bezeichnet. Die Schleifschlammgemische werden aufgrund der Versetzung mit Kühlschmierstoff als umweltbedenkliche und überwachungsbedürftige Abfallstoffe eingestuft. Dies bedeutet für den Umgang mit diesen Abfallstoffen ein erhöhtes Umweltisiko sowie eine kostenpflichtige Entsorgung. Die Frage nach der Umsetzung von Ressourceneffizienz und Nachhaltigkeit wird in der Industrie mit wachsendem Nachdruck gestellt. Es ergibt sich aus ökologischer Sicht die Motivation zu einem Umdenken, u.a. durch immer weitreichendere Umweltgesetze, sowie aus wirtschaftlicher Sicht das Interesse der spanenden Industrie, ihre Ressourcen effizient einzusetzen. Für das Abfallprodukt Schleifschlamm gibt es bisher keine anwendbare Re- bzw. Up-cyclingroute. Ein konventionelles Umschmelzen der mit Abrasivpartikeln verunreinigten metallischen Späne kommt aufgrund der starken Veränderung der chemischen Zusammensetzung des Metalls in den meisten Fällen nicht infrage. Darüber hinaus beinhaltet eine effektive Recyclingstrategie auch die Wiederverwertung der Abrasivpartikel, die bei einem Umschmelzprozess vollständig verloren gehen. Eine mögliche Recyclingroute für anfallende Schleifschlämme in der metallverarbeitenden Industrie, mit ausgewählten Fertigungsverfahren zur Weiterverarbeitung der metallischen Späne, birgt ein enormes Potenzial. Hierdurch werden sowohl enorme Einsparungen von Ressourcen in der Fertigung als auch wirtschaftliche Entlastungen durch das Wegfallen der Deponierung der als umweltkritisch einzustufenden Schleifschlämme prognostiziert. In der vorliegenden Arbeit wurde zunächst auf eine Recyclingroute eines Schleifschlammes aus der Kreismesserherstellung eingegangen. Der Schleifschlamm wies dabei eine signifikante Restfeuchte auf, die aus Kühlschmierstoffen und Wasseranteilen bestand. Vor einer weiteren Separierung der Schleifschlammkomponenten musste die Restfeuchte beseitigt werden. Dies geschah mithilfe von Trocknungskammern im Labormaßstab und einer konzeptionierten Trocknungseinheit im industriellen Maßstab. Anschließend wurden die getrockneten Schleifspäne einer Wurfsiebung und einer magnetischen Abscheidung zugeführt. Dies geschah sowohl im Labormaßstab als auch mithilfe einer entwickelten Separierungsanlage. Die separierten Schleifschlammkomponenten (Schleifspäne

und Abrasivpartikel) wurden anhand von Kenngrößen wie der Schüttdichte, der Klopfdichte und der Fließfähigkeit mit konventionellem Metallpulver verglichen. Die separierten und zum Teil aufbereiteten Schleifspäne wurden anschließend mit den Verfahren des Supersolidus Flüssigphasensinterns (SLPS), des Heißisostatischen Pressens (HIP), des Feldunterstützten Sinterns (FAST/SPS) und des selektiven Laserschmelzens (PBF-LB/M) weiterverarbeitet. Dabei variierte die Komplexität der Prozessierung der separierten Späne und Span-Pulver-Gemische je nach eingesetztem Verfahren. So war die Prozessierung mittels SLPS und FAST/SPS ohne weitere Vorkehrung möglich. Das HIP-Verfahren bedarf einer aufwendigeren Verkapselung und gasdichten Verschweißung. Das PBF-LB/M war nur mit den Span-Pulver-Gemischen möglich, da eine nachweisbare Fließfähigkeit für die Verarbeitung mittels dieses Verfahrens notwendig ist. Nach der Definition optimaler Prozessparameter für ein jedes dieser Verfahren mit dem eingesetzten Ausgangsmaterial der separierten Schleifspäne bzw. Span-Pulver-Gemische konnten sowohl unterschiedliche makroskopische, mikroskopische als auch mechanische Eigenschaften dieser Proben analysiert werden. So kann für das Recycling der Schleifspäne eine Verfahrensvariante des FAST/SPS als sehr geeignet angesehen werden. Bei einer Vermischung der Schleifspäne mit sphärischem Pulver können jedoch auch additive Fertigungsverfahren (PBF-LB/M) für eine Weiterverarbeitung angewendet werden. Als abschließende Prüfung wurde eine Rezyklierbarkeit der Schleifspäne hinsichtlich der Energie- sowie auch der Ressourceneffizienz diskutiert. Hierbei ist, trotz der notwendigen Vermischung der separierten Schleifspäne mit energie- und kostenintensivem metallischem Pulver, eine starke Ressourceneffizienzsteigerung zu erkennen. Gerade im Hinblick auf die immer kostenintensivere Entsorgung der als umweltkritisch einzustufenden Schleifschlämme bieten die hier aufgezeigten Wege eine effektive und praktikable Alternative zur Deponierung.

Abstract

Machining plays a very important role in metalworking companies. A typical machining operation is grinding. The waste products of the grinding process include cooling lubricant with possible additives, metallic chips, abrasive particles and binder matrix. This mixture of waste materials is referred to as grinding sludge. The grinding sludge mixtures are classified as environmentally hazardous waste materials due to the addition of cooling lubricant. This implies an increased environmental risk for the handling of these waste materials as well as a costly disposal. The question of implementing resource efficiency and sustainability is being raised with increasing emphasis in industry. From an ecological point of view, there is a motivation to rethink, due to increasingly stringent environmental legislation, and from an economic point of view, there is an interest on the part of the machining industry to use its resources efficiently. So far, there is no practicable recycling route for the produced grinding sludge. Simply remelting the metallic chips contaminated with abrasive particles is not an option in most cases due to the strong change in the chemical composition of the metal. In addition, an effective recycling strategy includes the reuse of the abrasive particles, which would be completely wasted in a remelting process. A possible recycling strategy for grinding sludge, with selected manufacturing processes for further processing of the metallic chips, holds enormous potential. This is expected to result in enormous savings of resources in production as well as in economic benefits due to the fact that the grinding sludge, which is classified as environmentally critical, can no longer be disposed of in landfills. In this thesis, a recycling route of a grinding sludge from circular knife manufacturing was discussed. The grinding sludge had a significant residual moisture content consisting of cooling lubricants and water. Before further separation of the grinding sludge components, the residual moisture had to be removed. This was done with the use of laboratory-scale drying chambers and a designed drying system. The dried grinding chips were then subjected to throw screening and magnetic separation. This was done both on a laboratory scale and with the use of a designed separation system. The separated grinding sludge components (grinding chips and abrasive particles) were compared with conventional metal powder on the basis of parameters such as bulk density, tap density and flowability. The separated and partially processed abrasive chips were then further processed using supersolidus liquid phase sintering (SLPS), hot isostatic pressing (HIP), field assisted sintering (FAST/SPS) and selective laser

melting (PBF-LB/M) processes. The complexity of processing the separated chips and chip-powder mixtures varied depending on the process used. For example, processing by SLPS and FAST/SPS was possible without further preparation. The HIP process requires more complex encapsulation and gas-tight welding. The PBF-LB/M was only possible with the chip-powder mixtures, since a detectable flowability is necessary for processing by this method. After defining optimal process parameters for each of these methods with the used starting material of the separated grinding chips or chip-powder mixtures, it was possible to analyze different macroscopic, microscopic as well as mechanical properties of these samples. Thus, for the recycling of the grinding chips, one process variant of the FAST/SPS can be defined as very effective. However, if the grinding chips are mixed with spherical powder, additive manufacturing processes (PBF-LB/M) can also be classified as suitable. As a final test, a recyclability of the grinding chips was discussed with regard to energy as well as resource efficiency. Here, despite the necessary mixing of the separated grinding chips with energy- and cost-intensive metallic powder, a strong increase in resource efficiency can be seen. Particularly in view of the increasingly cost-intensive disposal of grinding sludge, which is classified as environmentally critical, the methods described here offer an effective and practicable alternative to landfilling.

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|-------------|
| Nomenklatur | XIII |
| 1 Einleitung und Stand der Forschung | 1 |
| 1.1 Motivation | 2 |
| 1.2 Aktuelle Produktion der untersuchten Schleifschlämme | 4 |
| 1.3 Ressourceneffizienz und Nachhaltigkeit in der Produktion | 5 |
| 1.4 Aktueller Stand der Forschung | 9 |
| 1.5 Abgrenzung der wissenschaftlichen Arbeit vom aktuellen Stand der Forschung | 11 |
| 1.6 Ziel und Weg | 12 |
| 2 Grundlagen | 15 |
| 2.1 Schleifen | 15 |
| 2.2 Recycling | 19 |
| 2.3 Werkzeugstähle | 22 |
| 2.3.1 Kaltarbeitsstähle | 23 |
| 2.3.2 Werkstoff 1.2379 | 25 |
| 2.3.3 Werkstoff 1.2380 | 25 |
| 2.3.4 Werkstoff 1.2365 | 26 |
| 2.4 Thermodynamische Berechnungen | 27 |
| 2.5 Wärmebehandlung | 28 |
| 2.6 Pulvermetallurgie | 33 |
| 2.6.1 Herstellung von PM-Pulvern | 34 |
| 2.6.2 Charakterisierung von PM-Pulvern | 35 |
| 2.6.3 Weiterverarbeitung von PM-Pulvern | 35 |
| 2.7 Additive Fertigung | 36 |
| 2.8 Eingesetzte Fertigungsverfahren | 40 |
| 2.8.1 Supersolidus Flüssigphasensintern | 40 |
| 2.8.2 Heißisostatisches Pressen | 43 |
| 2.8.3 Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern | 48 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 2.8.4 | Selektives Laserschmelzen | 50 |
| 3 | Durchführung | 55 |
| 3.1 | Aufbereitung und Charakterisierung des Schleifschlammes | 55 |
| 3.1.1 | Trocknung des Schleifschlammes | 55 |
| 3.1.2 | Siebung und magnetische Separation des Schleifschlammes | 56 |
| 3.1.3 | Präparation | 59 |
| 3.1.4 | Lichtmikroskopie und Bildanalyse | 59 |
| 3.1.5 | Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektrometrie | 60 |
| 3.1.6 | Röntgendiffraktometrie | 61 |
| 3.1.7 | Anwendung charakteristischer Pulveranalyse an metallischen Schleifspänen | 61 |
| 3.1.8 | Verbrennungsanalyse der Späne | 63 |
| 3.1.9 | Differenzthermoanalyse | 64 |
| 3.2 | Eigenschaftsverbesserung metallischer Späne | 64 |
| 3.2.1 | Mechanische Zerkleinerung | 65 |
| 3.2.2 | Mischung mit gasverdüstem Pulver | 65 |
| 3.3 | Thermodynamische Berechnungen | 67 |
| 3.4 | Prozessführung der eingesetzten Fertigungsverfahren | 68 |
| 3.4.1 | Supersolidus Flüssigphasensintern | 68 |
| 3.4.2 | Heißisostatisches Pressen | 69 |
| 3.4.3 | Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern | 70 |
| 3.4.4 | Selektives Laserstrahlschmelzen | 71 |
| 3.5 | Qualitätsanalyse der gefertigten Proben | 71 |
| 3.5.1 | Präparation | 71 |
| 3.5.2 | Lichtmikroskopie und Bildanalyse | 72 |
| 3.5.3 | Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektrometrie | 72 |
| 3.5.4 | Porositätsprüfung | 73 |
| 3.5.5 | Funkenspektrometrie | 74 |
| 3.5.6 | Dilatometrie | 74 |
| 3.5.7 | Wärmebehandlung | 75 |
| 3.5.8 | Härtemessung | 76 |
| 4 | Ergebnisse | 77 |
| 4.1 | Rezyklierungsprozess | 77 |
| 4.1.1 | Ausgangszustand Schleifschlamm | 77 |
| 4.1.2 | Trocknung | 78 |

| | | |
|----------|---|------------|
| 4.1.3 | Separierung (Siebung + magnetische Separierung) | 78 |
| 4.2 | Charakterisierung der Schleifschlammkomponenten | 80 |
| 4.2.1 | Separierte Abrasivpartikel | 80 |
| 4.2.2 | Separierte metallische Schleifspäne | 82 |
| 4.2.3 | Aufbereitung der Schleifspäne | 87 |
| 4.3 | Thermodynamische Berechnungen | 92 |
| 4.3.1 | Schleifspäne | 92 |
| 4.3.2 | Mischungen | 95 |
| 4.4 | Probenanalyse | 98 |
| 4.4.1 | Umschmelzversuche | 98 |
| 4.4.2 | Supersolidus Flüssigphasensintern | 98 |
| 4.4.3 | Heißisostatisches Pressen | 106 |
| 4.4.4 | Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern | 110 |
| 4.4.5 | Selektives Laserschmelzen | 115 |
| 5 | Diskussion | 121 |
| 5.1 | Rezyklierungsprozess des Schleifschlammes | 121 |
| 5.2 | Konzipierung und Umsetzung der Trennungsschritte für den anfallenden Schleifschlamm aus einer Kreismesserherstellung in einer Separierungsanlage | 123 |
| 5.3 | Charakteristische Eigenschaften der rezyklierten Abrasivpartikel und Vergleich zu neuwertigen Abrasiven | 125 |
| 5.4 | Charakteristische Eigenschaften der rezyklierten Schleifspäne und Vergleich zu konventionellen Metallpulvern | 128 |
| 5.4.1 | Separierte Schleifspäne | 128 |
| 5.5 | Maßnahmen zur Angleichung der charakteristischen Eigenschaften von Schleifspänen und konventionellen Metallpulvern | 134 |
| 5.5.1 | Mechanisch aufbereitete Schleifspäne | 134 |
| 5.5.2 | Mischungen von aufbereiteten Schleifspänen mit gasverdüstem Metallpulver | 136 |
| 5.6 | Prozessierung der separierten und aufbereiteten Schleifspäne mittels ausgewählten PM- und AM-Verfahren | 140 |
| 5.6.1 | Umschmelzen | 141 |
| 5.6.2 | Supersolidus Flüssigphasensintern | 142 |
| 5.6.3 | Heißisostatisches Pressen | 144 |
| 5.6.4 | Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern | 146 |
| 5.6.5 | Selektives Laserschmelzen | 147 |

| | | |
|----------|---|------------|
| 5.7 | Mikrostrukturelle Eigenschaften der mittels PM und AM gefertigten Proben | 149 |
| 5.7.1 | Supersolidus Flüssigphasensintern | 149 |
| 5.7.2 | Heißisostatisches Pressen | 153 |
| 5.7.3 | Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern | 155 |
| 5.7.4 | Selektives Laserschmelzen | 156 |
| 5.8 | Mechanische Eigenschaften der mittels PM und AM gefertigten Proben | 160 |
| 5.8.1 | Supersolidus Flüssigphasensintern | 160 |
| 5.8.2 | Heißisostatisches Pressen | 162 |
| 5.8.3 | Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern | 163 |
| 5.8.4 | Selektives Laserschmelzen | 165 |
| 5.9 | Vergleich der eingesetzten Fertigungsverfahren und erzielten Ergebnisse mit der Fachliteratur | 166 |
| 5.10 | Bewertung der Recyclingstrategie für die anfallenden Schleifschlämme | 168 |
| 6 | Zusammenfassung | 175 |
| 7 | Ausblick | 179 |
| | Tabellen | 181 |
| | Abbildungen | 203 |
| | Literaturverzeichnis | 288 |

Nomenklatur

Symbole

| | | |
|----------------|------------------------------|-----------------------------------|
| α | Ferrit | |
| α' | Martensit | |
| α_B | Bainit | |
| a_e | Schleifscheiben-Zustellung | mm |
| γ | Austenit | |
| δ_G | Gibbs-Energie | J |
| δ_H | Änderungsenthalpie | J |
| δ_S | Änderungsentropie | J K ⁻¹ |
| d | Diagonale der Häteeindrücke | µm |
| F | Kraft | N |
| F_N | Normalkraft | N |
| F_t | Tangentialkraft | N |
| H | Hausnerfaktor | |
| λ | Wellenlänge | pm |
| m | Masse | g |
| M_F | Martensitfinishtemperatur | °C |
| M_S | Martensitstarttemperatur | °C |
| n | Stoffmenge | mol |
| p | Druck | Pa |
| P_{eff} | effektive Laserleistung | kW |
| Q'_w | Spezifisches Zeitspanvolumen | cm ³ min ⁻¹ |
| ρ_{Klopf} | Klopfichte | g cm ⁻³ |
| ρ_{Schtt} | Schüttdichte | g cm ⁻³ |
| RT | Raumtemperatur | °C |
| S_m | Mischungsentropie | J K ⁻¹ |
| S_V | Schwingungsentropie | J K ⁻¹ |

| | | |
|--------------|---------------------------------------|-------------------|
| T | Temperatur | °C |
| $t_{8/5}$ | Abkühlzeit zwischen 800 °C und 500 °C | °C |
| T_{Anlass} | Anlasstemperatur | °C |
| T_{Haerte} | Härtetemperatur | °C |
| T_{liq} | Solidustemperatur | °C |
| T_{sol} | Solidustemperatur | °C |
| T_V | Schmelzbadtiefe | nm |
| 2Θ | Braggwinkel | ° |
| U | innere Energie | J |
| V | Volumen | cm ³ |
| v_c | Vorschubgeschwindigkeit Werkzeug | m s ⁻¹ |
| V_{Klopf} | Klopfvolumen | cm ³ |
| V_{Schtt} | Schüttvolumen | cm ³ |
| v_w | Vorschubgeschwindigkeit Werkstück | m s ⁻¹ |

Abkürzungen

| | |
|--------------------------------|--|
| Al | Aluminium |
| Al ₂ O ₃ | Edelkorund / Aluminiumoxid |
| AM | Additive Fertigung |
| ASTM | American Society for Testing and Materials |
| Au | Gold |
| BSE | Rückstreuelektronen (Backscattered Electrons) |
| C | Kohlenstoff |
| CAD | Rechnerunterstütztes Konstruieren (Computer-Aided Design) |
| CALPHAD | Berechnung von Phasendiagrammen (CAL culatation of PHA se DIA grams) |
| CE | Kreislaufwirtschaft (Circular Economy) |
| Cu | Kupfer |
| CO | Kohlenstoffmonoxid |
| CO ₂ | Kohlenstoffdioxid |
| Cr | Chrom |
| CVD | Chemische Gasphasenabscheidung (Chemical Vapour Deposition) |
| DIN | Deutsches Institut für Normung |
| DMLS | Direktes Metall Lasersintern (Direct Metal Laser Sintering) |

| | |
|----------|---|
| DTA | Differenz-Thermo-Analyse |
| EDS | Kondensator Entladungs Schweißen (Electro Discharge Sintering) |
| EDX | Energiedispersive Röntgenspektrometrie (Energy-dispersive X-ray Spectroscopy) |
| EoL | Bewertung der Recyclingroute innerhalb der ESSENZ-Methode |
| FAST/SPS | Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern |
| Fe | Eisen |
| gv. | gasverdüst |
| HHI | Herfindahl-Hirschmann-Index |
| HIP | Heißisostatisches Pressen |
| HV | Vickershärte |
| IMLS | Indirekte Metall Lasersintern (Indirect Metal Laser Sintering) |
| ISO | Internationale Organisation für Normung |
| KAS | Kaltarbeitsstahl |
| kfz | kubisch flächenzentriert |
| krz | kubisch raumzentriert |
| KSS | Kühlschmierstoffe |
| LCA | Lebenszyklusanalyse (Life-Cycle-Assessment) |
| LE | Legierungselemente |
| LS | Lasersintern |
| Ma.-% | Masseprozent |
| MMC | Metall-Matrix-Verbundwerkstoffe (Metall-Matrix-Composite) |
| Mo | Molybdän |
| Ni | Nickel |
| O | Sauerstoff |
| OES | Optische Emissionsspektrometrie (Optical Emission Spectroscopy) |
| PBF-LB/M | Laser-Pulverbett-Schmelzverfahren (Laser Powder Bed Fusion) |
| PDF | Pulver-Diffraktions-Daten (Powder-Diffraction-Files) |
| PM | Pulvermetallurgie |
| REM | Rasterelektronenmikroskop(ie) |
| RZ | Spanraumzahl |
| SE | Sekundärelektronen |
| Si | Silizium |
| SI | Substitutionsindex innerhalb der ESSENZ-Methode |
| SiC | Siliziumkarbid |
| SLPS | Supersolidus Flüssigphasensintern (Supersolidus Liquid Phase Sintering) |

| | |
|---------------|---|
| SLS | Selektives Lasersintern |
| SR | Versorgungsrisikos (Supply Risk) |
| STL | Beschreibung der Oberfläche durch Dreiecke (Standard Transformation Language) |
| TiC | Titankarbid |
| TiN | Titannitrid |
| V | Vanadium |
| VDI | Verein Deutscher Ingenieure |
| Vol.-% | Volumenprozent |
| WAS | Warmarbeitsstahl |
| WB | Wärmebehandlung |
| WGI | World Governance Index als Variabel für die Stabilität eines Landes |
| WIG | Wolfram-Inertgasschweißen |
| XRD | Röntgendiffraktometrie (X-Ray diffraction) |
| ZAF-Korrektur | Korrektur nach Ordnungszahl (Z), Absorption (A) und Fluoreszenz (F) |
| ZTU | Zeit-Temperatur-Umwandlung |

1 Einleitung und Stand der Forschung

Die spanende Bearbeitung nimmt eine große Rolle in metallverarbeitenden Unternehmen ein. Dabei können die spanenden Fertigungsverfahren in zwei Gruppen unterteilt werden. Es gibt zum einen die Verfahren mit einer geometrisch bestimmten Schneide und zum anderen die Verfahren mit einer geometrisch unbestimmten Schneide [1].

In die erste Gruppe gehören unter anderem Verfahren wie das Drehen und das Fräsen. Durch die geometrisch bestimmte Schneide weisen diese Verfahren einen relativ großen und gleichmäßigen Spanabtrag auf [2]. Es gibt innerhalb dieser Gruppe typische Einstellparameter, wie z.B. den Vorschub des Werkzeugs, den Freiwinkel oder den Spanwinkel des Werkzeugs. Anhand dieser Parameter und dem zu spanenden Werkstoff können die Form und die Länge des Spans abgeschätzt werden. Darüber hinaus weisen diese Späne für gleichbleibende Parameter und gleichen Werkstoff innerhalb gewisser Toleranzen eine konstante Größe und Form auf [2].

Die zweite Gruppe beinhaltet die Verfahren mit geometrisch unbestimmter Schneide. Ein typisches Verfahren, welches in diese Gruppe einzuordnen ist, ist das Schleifen. Während es beim Drehen und Fräsen keinen Abtrag des Werkzeugs während der Bearbeitung gibt, definiert sich der Schleifprozess über diesen Abtrag und den einhergehenden Volumenverlust des Werkzeugs. Ein solches Werkzeug ist die Schleifscheibe. Sie setzt sich zusammen aus den Schleifkörnern, den sogenannten Abrasivpartikeln und der Bindematrix [1].

Mit der Schleifscheibe werden Späne vom bearbeiteten Werkstück abgetrennt. Anders jedoch als in der ersten Gruppe, sind die Späne unterschiedlich in ihrer Größe und Form. So gilt zwar immer noch, dass diese beiden Eigenschaften von den Parametern des Vorschubs und des Frei- sowie Spanwinkels abhängen, jedoch sind diese nicht konstant. Die Frei- und Spanwinkel variieren über den gesamten Prozess, da sie durch die im Einsatz befindlichen Abrasivpartikel bestimmt werden. Diese weisen eine sehr große Variation sowohl in ihrer Größe als auch in ihrer Zirkularität, also ihrer Rundheit, auf. Darüber hinaus sind Schleifkörner nur eine gewisse Zeit im Einsatz, sodass sich die Spanform über einen vollständigen Schleifprozess hinweg deutlich verändern kann.

Typische Abrasivpartikel, die in einer Schleifscheibe als Schleifpartikel verwendet werden, sind Aluminiumoxid bzw. Edelkorund und Siliziumkarbid. Beide weisen eine hohe Härte und Schmelztemperatur

auf [1]. Als Bindermatrix werden häufig Phenolharze eingesetzt.

Ein weiterer großer Unterschied zwischen den beiden Gruppen der spanenden Bearbeitung liegt in den jeweiligen Abfallprodukten. Diese bestehen beim Drehen und Fräsen aufgrund der Prozessführung aus sortenreinen metallischen Spänen und dem eingesetzten Kühlschmierstoff. Zwar gibt es auch einen Verschleiß am Spanwerkzeug, dieser ist jedoch sehr gering ausgeprägt und daher zu vernachlässigen. Anders hingegen verhält es sich bei den Spanprozessen mit geometrisch unbestimmter Schneide. Hier fallen neben dem Kühlschmierstoff und den metallischen Spänen auch Bestandteile des Werkzeugs, also der Schleifscheibe, als Abfallstoff an. So beinhaltet der Abfall eines Schleifprozesses Kühlschmierstoffe mit möglichen Additiven, metallische Späne, Abrasivpartikel und Bindermatrix. Diese Mischung an Abfallstoffen wird als Schleifschlamm bezeichnet [1, 2]. Die vorliegenden Schleifschlammzusammensetzungen variieren zwar, beinhalten jedoch alle die genannten Hauptbestandteile in unterschiedlichen Mengengehalten. Dabei werden die Schleifschlammgemische aufgrund der Versetzung mit Kühlschmierstoff als umweltbedenkliche Abfallstoffe eingestuft. Dies bedeutet für den Umgang mit diesen Abfallstoffen ein erhöhtes Risiko, sowie eine kostenpflichtige Entsorgung. Hierbei werden die Schleifschlämme dem aktuellen Stand der Forschung entsprechend entweder kostenpflichtig und umweltschädigend deponiert oder aber zu einem sehr geringen Teil, beispielsweise in der Zementherstellung, eingesetzt. Somit werden hochlegierte Spanabfälle mit erneut anfallenden Kosten aus der Produktion abgeführt. Das hat zur Folge, dass bei großen Zerspanvolumina die Schleifindustrie bis zu 50 Ma.-% des zerspannten Volumen zusätzlich zum Einkauf des Ausgangswerkstoffes kostenpflichtig entsorgen muss. Mit einer Abfallmenge von bis zu 50 Ma.-% des eingesetzten Materials ist die Ressourceneffizienz äußerst gering.

1.1 Motivation

Die Frage nach der Umsetzung von Ressourceneffizienz und Nachhaltigkeit in der Industrie wird mit wachsendem Nachdruck gestellt. Von ökologischer Seite wird dieser Wandel durch immer schärfere Umweltgesetze vorangetrieben, aus wirtschaftlicher Sicht sind die Unternehmen daran interessiert, ihre Ressourcen effizient einzusetzen [3, 4]. Darüber hinaus entwickelt sich die Entsorgung mit den immer kritischer werden Abfallentsorgungsgesetzen in der Zukunft zu einem unkontrollierbaren Wirtschafts- und Nachhaltigkeitsfaktor.

Allein an den beschriebenen Abfallstoffen für die spanenden Bearbeitungsverfahren kann eine deutliche Verschwendung von Roh- bzw. Werkstoffen innerhalb der Fertigung festgestellt werden. Im Hinblick auf einen ressourceneffizienten Umgang mit Werkstoffen ist daher im Bereich der Abfallstoffe von spanenden Fertigungsverfahren ein sehr großes Potential vorhanden. Ein Ansatz zur Umsetzung einer geschlossenen Wertschöpfungskette innerhalb der spanenden Bearbeitung sieht das Recycling der

Abfallprodukte vor [5]. Aufgrund der beschriebenen Unterschiede zwischen den zwei Gruppen der spanenden Bearbeitung beinhaltet das Recycling der Abfallprodukte je nach Gruppe verschiedene technische und werkstoffkundliche Herausforderungen.

Ein Recycling des Schleifschlammes ist im Hinblick auf die möglichen wirtschaftlichen bzw. finanziellen Einsparungen für die Fertigungsindustrie sehr lukrativ. Ein großer Vorteil der Wiederverwendung der Abfallprodukte ist die geringere Zukauftrate für neue Ausgangsprodukte. Hierdurch können bis zu 50 % der Neuware eingespart werden. Ein weiterer Vorteil ist die Einsparung der Entsorgungskosten für die Abfallprodukte. Der Schleifschlamm wird bisher, aufgrund seiner Zusammensetzung, als besonders überwachungsbedürftiger Abfall abgeführt und deponiert [6]. Es ist daher aus wirtschaftlicher Sicht deutlich effizienter, den Schleifschlamm in sortenreine Abfallprodukte zu klassieren und hierfür nicht nur die Entsorgungskosten einzusparen, sondern sogar die rezyklierten Werkstoffe erneut in der Fertigung einsetzen zu können.

Die Abfallprodukte der Dreh- und Fräsprozesse sind metallisch sortenrein und weisen zusammen mit dem Kühlschmierstoff eine eher geringe Komplexität auf. Die metallischen Späne sind gemäß ihrer Größenverteilung und Erscheinungsform definiert und nahezu gleichbleibend. Für eine Recyclingstrategie ist es demnach ausreichend, den Kühlschmierstoff von den metallischen Spänen zu trennen. Danach ist ein Umschmelzen oder ein Weiterverarbeiten der metallischen Späne und eine Rückführung des Kühlschmierstoffes in den Dreh- oder Fräsprozess möglich [7].

Eine weitaus größere Herausforderung stellt das Recycling der Abfallprodukte von Schleifprozessen dar. Hier sind, wie bereits beschrieben, neben den metallischen Spänen und dem Kühlschmierstoff auch Abrasivpartikel und Teile des Binders der Schleifscheiben im Schleifschlamm enthalten [1]. Während die Separierung von Schleifschlamm und Kühlschmierstoff noch ähnlich wie bei den Dreh- und Fräsprozessen durchgeführt werden kann, ist bisher keine anwendbare Recyclingroute für den Schleifschlamm bekannt. Ein einfaches Umschmelzen der mit Abrasivpartikeln verunreinigten metallischen Späne kommt dabei aufgrund der starken Veränderung der chemischen Zusammensetzung des Metalls in den meisten Fällen nicht infrage. Darüber hinaus beinhaltet eine effektive Recyclingstrategie auch die Wiederverwertung der Abrasivpartikel, die bei einem Umschmelzprozess verloren gehen würden. Eine mögliche Recyclingroute für anfallende Schleifschlämme in der Industrie, mit ausgewählten Fertigungsverfahren zur Weiterverarbeitung der metallischen Späne, birgt ein enormes Potenzial. Hierdurch werden sowohl Einsparungen von Ressourcen in der Fertigung als auch wirtschaftliche Entlastungen durch das Wegfallen der Deponierung der umweltkritisch einzustufenden Schleifschlämme prognostiziert [6].

Eine weitere Motivation für die Entwicklung einer funktionierenden und effektiven Recyclingstrategie liegt in der Möglichkeit konventionelle Ausgangsmaterialien durch Abfallstoffe anderer Prozesse zu substituieren. Somit können die kostenintensiven Herstellungsrouten der konventionellen Ausgangs-

materialien entlastet und als kritische Ressourcen eingestufte Materialien effizienter verarbeitet werden. Hierzu gehören die Ausgangswerkstoffe für die Pulvermetallurgie (PM) und die additive Fertigung (AM). Diese werden in einer energie- und kostenintensiven Herstellungsrouten aus Vollmaterial verdüst bzw. mechanisch zerkleinert. Hergestellt werden hierbei zu einem großen Teil hochlegierte Stahlpulver, die oftmals kritische Legierungssysteme beinhalten. Bei einer Verwendung bereits zerkleinertem Ausgangsmaterials, wie beispielsweise die aus dem Schleifprozess vorliegenden und separierten Mikrospäne, könnte bei einer effektiven Nutzung in PM- und AM-Prozessen die Pulverherstellung entfallen. Da die Werkstoffe aus den Schleifspänen in dieser Weise eine höhere Qualität als Ausgangswerkstoff für PM und AM aufweisen, zählt diese Wiederverwendung zu einem Upcyclingprozess.

1.2 Aktuelle Produktion der untersuchten Schleifschlämme

Für die Auffassung und detaillierte Beschreibung des aktuellen Standes der Forschung werden zunächst die technischen Rahmenbedingungen, unter denen die Produktion der hier verwendeten Schleifspäne stattfindet, vorgestellt. Die Schleifspäne fallen innerhalb einer Kreismesserproduktion an. Die gesamte Produktion der Kreismesser umfasst dabei die Wärmebehandlung von Kreismesserhalbzeugen, den sogenannten Rondens, und die schrittweise Zerspannung der Halbzeuge zu fertigen und scharfen Kreismessern. Die Wärmebehandlung führt dazu, dass die Halbzeuge mit einem Sekundärhärtemaximum vorliegen. Das Gefüge der Halbzeuge hat unmittelbaren Einfluss auf die Spanbildungen in den schleifenden Fertigungsprozessen. Die vorherrschende hohe Härte sorgt für eine Sprödigkeit, die die Späne in Mikroschleifspäne zerspannen lassen. Die Produktion von Kreismesserrondens zu scharfen Kreismessern folgt der linearen Produktionsabfolge. Lediglich die Rückführung eines Teils des Kühlschmierstoffes aus den Schleifschlämmen in die Produktion zeigt eine gewisse Kreislaufabfolge.

Dieses lineare Produktionsmodell entspricht einer geringen Ressourcenausnutzung und Nachhaltigkeit. Gerade die Beleuchtung der In- und Outputströme der Fertigung von Kreismessern zeigt die aktuell geringe Ausnutzung des Werkstoffpotenzials. So verlieren die Kreismesserhalbzeuge in der zerspannenden Fertigung ca. 50 Ma.-%. Hinzu kommen die genutzten Schleifpartikel und die Restfeuchtigkeit in den Abfallstoffen in Form von Wasser und KSS-Rückständen. Diese große Abfallmenge liegt im Schleifschlamm vermischt vor. Aufgrund der vorherrschenden linearen Produktionsfolge scheiden große Mengen an Abfallstoffen aus dem Produktionsprozess aus. Weiterhin können die Abfallmengen, wie bereits erwähnt, aufgrund ihrer Umweltkritikalitäts-Einstufung in dieser Form nicht weiterverwendet werden, wie im Vergleich die Abfallmenge der Fertigungsprozesse des Drehens oder FräSENS.

Es ist daher auf dem Weg zu einer Veränderung der Ressourceneffizienz und Nachhaltigkeit in der Kreismesserproduktion signifikant wichtig, dass der aktuell noch lineare Produktionsablauf zu einem Kreislaufprozess umgewandelt wird. Dabei kann die aufzubauende Kreislaufwirtschaft entweder die

anfallenden Prozessabfälle der Kreismesserproduktion direkt in die Kreismesserherstellung vorsehen oder die Abfallmengen der Kreismesserherstellung für andere, außerhalb der Produktion von Kreismessern angesiedelte, Fertigungen nutzen. Die direkte Rezyklierung der Schleifabfälle zeigt dabei einen kleineren Kreislauf, während die Recyclingroute bei der Ausnutzung anderer Fertigungsverfahren die individuellen Eigenschaften der Schleifabfälle gezielt ausnutzen und somit ggf. sogar in eine Upcyclingroute umgewandelt werden kann.

1.3 Ressourceneffizienz und Nachhaltigkeit in der Produktion

Für die korrekte Einordnung der Ressourceneffizienz und Nachhaltigkeit innerhalb der Produktion von Kreismessern ist zunächst eine Begriffsanalyse dieser beiden Themengebiete notwendig. Die Ressourceneffizienz beschreibt in einer ersten Näherung den Quotienten aus der Menge an hergestellten Produkten und den dafür eingesetzten Rohstoffen. Sie ist in einer eigenständigen Norm definiert (VDI 4800) [8–10]. So betrachtet gibt die Ressourceneffizienz im ersten Blick also keine Auskunft über eine Wertsteigerung des Rohstoffes durch seine Weiterverarbeitung zu einem qualitativ hochwertigeren Produkt, sondern zeigt lediglich durch einen Vergleich der produzierten zu den eingesetzten Rohstoffmengen, wie viel Verlustmenge bei der Produktion entstanden ist [8, 9, 11]. Der Begriff der Ressourceneffizienz ist dabei nicht ausschließlich auf die verarbeitende Industrie begrenzt, sondern kann ebenso auf Dienstleistungen angewendet werden [8, 9].

Innerhalb der metallverarbeitenden Industrie ist der Begriff der Ressourceneffizienz vermehrt an die Begriffe der hergestellten Produkte und der eingesetzten Rohstoffe gebunden. Für die Betrachtung der Ressourceneffizienz ist die Zuordnung des Rohstoffverbrauchs zum Primärrohstoffeinsatz essentiell, da diese maßgeblich die Effizienzberechnung beeinflussen und die Berechnung des Quotienten verändern. Aus zahlreichen nationalen und internationalen Studien geht hervor, dass die Bedeutung des Produktionsfaktors Rohstoffe in den letzten Jahren immer weiter gestiegen ist und sich dieser Trend in den nächsten Jahren weiter fortsetzen wird [8–17].

Der Begriff der Nachhaltigkeit wird in vielen Fällen fast synonym zur Ressourceneffizienz genutzt [7]. Dabei beschreibt der Begriff der Nachhaltigkeit im engeren Sinne einen ressourceneffizienten Umgang mit Rohstoffen im Hinblick auf deren Verfügbarkeit. Somit kann der Begriff der Ressourceneffizienz durch den Begriff der Nachhaltigkeit erweitert werden und lässt dafür die Verfügbarkeit und die Regenerationsfähigkeit der Rohstoffe mit in die Bewertung einfließen [8, 9, 11, 17, 18].

Gerade in der metallverarbeitenden Industrie werden die Begriffe der Ressourceneffizienz und der Nachhaltigkeit bzw. der „nachhaltige Umgang mit Ressourcen“ nahezu synonym füreinander gebraucht [5, 19], die Nachhaltigkeit wird jedoch in eigenen Richtlinien definiert (VDI 4605) [20]. Eine Verarbeitung gilt als nachhaltig bzw. ressourceneffizient, wenn diese die Rohstoffe und Ausgangswerkstoffe in

einem hohen Maße ohne große Verlustmenge weiterverarbeitet [8, 9, 20].

Für die Berechnung von Kennzahlen sowohl für die Ressourceneffizienz als auch für die Nachhaltigkeit können verschiedene Modelle angewendet werden [21]. Diese variieren in der verwendeten Methode (bspw. integrierte Methode) und in dem Ausmaß des Bewertungshorizontes (ganzheitlich, Teilaspekte) [22–24]. Allen Methoden liegt Gleichung 1.1 bzw. eine Erweiterung der Gleichung zugrunde [8, 9]. Dabei nimmt die Ressourceneffizienz einen einheitlosen Wert an. Je näher dieser Wert gegen 1 strebt, desto weniger Verlustmenge bezogen auf den Primärrohstoffeinsatz fällt an und desto ressourceneffizienter ist der Prozess einzuordnen. Für eine Ressourceneffizienz von 1 gilt der bewertete Prozess als vollkommen ressourceneffizient und es fällt keinerlei Abfallprodukt an.

$$\text{Ressourceneffizienz} = \frac{\text{Nutzen}}{\text{Ressourcen}} \quad (1.1)$$

Weitere Kennwerte bzw. Methoden hinsichtlich der Ressourceneffizienz und der Nachhaltigkeit sind beispielsweise die Lebenszyklusanalyse (LCA, engl. Life-Cycle-Assessment) und die Ökobilanz [25–27]. Darüber hinaus bietet ein von mehreren Unternehmen und Forschungseinrichtungen neu entwickeltes Modell namens ESSENZ-Methode einen ganzheitlichen Ansatz, in dem die Bewertung der Ressourceneffizienz bzw. der Nachhaltigkeit von Produkten und Prozessen über verschiedene zusätzliche sozio-ökologische und sozio-ökonomische Faktoren ermittelt wird [11].

Die Ökobilanz stellt einen Teil der LCA dar. Die Ökobilanz wird dabei nach einem genormten Ansatz bestimmt [25, 26]. Die LCA geht nach der Aufstellung der Ökobilanz mit den Ergebnissen dieser Bilanz einen Schritt weiter, indem sie eine Wirkungsabschätzung und eine Auswertung beinhaltet. Auch können in einer LCA Stoffstromanalysen zur Bestimmung von weiterem Stoff- und Energieinput sowie -output dienen. Eine LCA umfasst dabei stets den gesamten Lebenszyklus, also den Herstellungs- sowie Nutzungszeitraum des Produktes, jedoch wird zwischen der Anzahl der bilanzierten Produkte unterschieden. Die LCA ist eine systematische Analyse von einem oder mehreren Produkten während des gesamten Lebenszyklus [27–30].

Die ESSENZ-Methode wird in Anlehnung an die Ökobilanz durchgeführt, beinhaltet jedoch neben der eingesetzten Rohstoffmenge auch Faktoren für ein potentielles Versorgungsrisiko (physisch und sozio-ökonomisch), potentielle Umweltauswirkungen und Akzeptanz für die eingesetzten Materialien im Produkt in der Gesellschaft [11]. Diese zusätzlichen Abschätzungen und Faktoren unterteilen sich abermals in viele Variablen und Kennwerte. Durch diese Vielfalt der Abbildungsfähigkeit von verschiedenen Szenarien, sowohl ökologischer als auch ökonomischer Einflussgrößen, bietet die ESSENZ-Methode aktuell die umfangreichste und genaueste Bestimmung der Ressourceneffizienz und der Nachhaltigkeitsbewertung [11]. Darüber hinaus sind auch Prognosen mit dieser Methode möglich, indem Verfügbarkeitsfaktoren einzelner Materialien variiert werden.

Verschiedene Kennzahlen der Kritikalität von einzelnen Legierungselementen können für eine Bewertung der Wichtigkeit einer funktionierenden Recyclingstrategie herangezogen werden [17, 31, 32]. Die Kritikalität wird dabei aufgeteilt in zwei Teilaspekte. Zum einen wird mit der Kritikalität das Versorgungsrisiko ausgedrückt, welches das ökonomische und ökologische Risiko für die sichere Lieferung der Rohstoffe beinhaltet. Zum anderen wird die Vulnerabilität, die ein Kennwert für die Störunganfälligkeit der Lieferung der Rohstoffe darstellt, in die Bewertung mit einbezogen [8, 9, 17, 33].

Wie in Tabelle 1 ersichtlich, werden die verschiedenen Kritikalitäten in sechs Gruppen unterteilt. Dabei erhöht sich die Kritikalität der Elemente von Gruppe I (geringe Kritikalität) bis Gruppe VI (höchste Kritikalität). Eine Bewertung von hochlegierten Stählen, die oftmals einen großen Anteil an Elementen wie Chrom, Nickel, Molybdän und Vanadium aufweisen, zeigt, dass die Kritikalität dieser in die Gruppe IV bzw. V eingeordnet werden muss [8, 9, 17, 31–33].

Für die Bestimmung des Versorgungsrisikos (SR, engl. Supply Risk) und der ökonomischen Rohstoffrelevanz für die EU (EI, engl. Economic Importance), so wie sie auch in der ESSENZ-Methode angewendet werden, stehen neben der Einstufung nach Tabelle 1 auch Gleichungen zur Verfügung. [11, 32, 34–37].

$$SR = \left[(HHI_{WGI,t})_{GS} \frac{IR}{2} + (HHI_{WGI,t})_{EU} \left(1 - \frac{IR}{2} \right) \right] (1 - EoL_{RIR}) SI_{SR} \quad (1.2)$$

Dabei setzt sich das Versorgungsrisiko SR aus dem Herfindahl-Hirschmann-Index (HHI), der einen Kennwert für die Rohstoffkonzentration darstellt, dem World Governance Index (WGI), der eine Aussage über die politische Stabilität eines Landes trifft, der Recyclingroute EoL_{RIR} eines Produktes und einem Substitutionsindex SI zusammen, der eine Aussage über die alternative Verwendung von anderen Rohstoffen für die Anwendung trifft. Es gilt, dass je höher der SR-Wert liegt desto höher auch das Versorgungsrisiko und die Kritikalität des Rohstoffes einzuordnen ist. Ab einer SR-Kennzahl von größer 1,0 zählt der Rohstoff in der EU als kritisch [34–37].

Die ökonomische Rohstoffrelevanz innerhalb der EU wird über die Rohstoffnachfrage A eines Industriesektors s und dem Bruttomehrwert Q dieses Rohstoffes für den Industriesektor s bestimmt. Dabei werden diese beiden Faktoren mit dem Substitutionsindex SI verrechnet. Für die Bestimmung des EI-Kennwertes gilt, dass ein Rohstoff mit einem Wert größer 2,8 von der EU als kritisch eingestuft wird [34–37].

$$EI = \sum_S (A_S Q_S) SI_{EI} \quad (1.3)$$

Im Hinblick auf die allgemeine Lage der Rohstoff-Vorkommnisse und deren Anzahl, die mittels Studien bewiesenermaßen drastisch abnehmen und einen Rohstoff-Abbau sowohl ökologisch als auch ökonomisch immer unattraktiver machen, werden die Begriffe der Ressourceneffizienz und der Nachhaltigkeit in metallverarbeitenden Unternehmen immer wichtiger. So hat sich laut einer Studie der Primärrohstoffeinsatz von metallischen Werkstoffen und Erzen von 1970 bis zum Jahr 2015 mehr als verdoppelt. Dabei bewirkt eine solche Zunahme nicht nur einen Anstieg des Primärrohstoffeinsatzes im Bereich der metallischen Werkstoffe, sondern hat aufgrund der Abbau- und Gewinnungsbedingungen auch einen großen Anteil an den Verbräuchen anderer Primärrohstoffuntergruppen, wie z.B. der fossilen Brennstoffe (Abb. 1) [12–17, 34, 36]. Da auch das Bewusstsein der weltweiten Verknappung der Rohstoffe immer stärker wird, findet ein Umdenken einzelner Branchen hin zur Ressourceneffizienz und Nachhaltigkeit statt (Abb. 2) [11, 12, 15–17].

Die immer rarer werdenden Rohstoffe und die damit einhergehenden Verschärfungen der gesetzlichen Grundlagen und Richtlinien, sowohl für den Umgang mit Abfallstoffen als auch für den Abbau von Rohstoffen, weisen seit geraumer Zeit den Recyclingstrategien und ihrer Umsetzung einen immer höheren Wert zu [3, 34, 35, 37]. Gerade im Bereich der metallverarbeitenden Industrie wird die Umsetzung von Recyclingstrategien aufgrund der steigenden Ressourcenknappheit immer wichtiger [3, 17, 34, 35, 37]. Ein Umdenken der metallverarbeitenden Industrie ist auch an der prozentualen Steigerung des Einsatzes von Sekundärrohstoffen über die letzten Jahre zu erkennen (Abb. 3) [12, 38]. Die enormen Potentiale werden hierfür in Abbildung 4 ersichtlich [12]. Die hier aufgefassten Recyclingstrategien beruhen lediglich auf einer Mengenausnutzung des vorliegenden Materials, jedoch nicht auf einer Ausnutzung der mitunter enormen Qualität des vorliegenden Materials [7, 39, 40]. In der metallverarbeitenden Industrie werden bspw. in einer hohen Menge hochlegierte Stähle als Ausgangswerkstoffe eingesetzt und verarbeitet. Diese sind bereits in ihrer Herstellung energie- und kostenintensiv. Darüber hinaus sind hochlegierte Stähle oftmals mit Legierungselementen angereichert, deren Kritikalität als hoch eingestuft wird. Daher weist eine Ausnutzung der Stähle im Hinblick auf die vorliegende Qualität der Abfallstoffe ein sehr großes Potential auf [41–46].

Während die Ressourceneffizienz und Nachhaltigkeit bei Prozessen wie dem Drehen oder Fräsen bereits über Abfallverwertungsstrategien bzw. Recyclingstrategien verbessert werden können, ist so ein Ansatz aktuell für den Prozess des Schleifens aufgrund der Zusammensetzung der anfallenden Abfallmaterialien noch nicht möglich [6, 41, 42, 44, 47–56]. Bedingt durch diese höhere und nicht durch nachgeschaltete Prozesse zu verringernde Verlustmenge, weist der Schleifprozess aktuell noch eine geringe Ressourceneffizienz auf. Der genaue Kennwert variiert dabei, aufgrund der unterschiedlichen Schleifprozesse und Mengen der Abfallstoffe. Durch die prozesstechnische Variation der abgespannten Materialmenge und dem unterschiedlichen Einsatz von anderen Primärrohstoffen, wie z.B. Kühlschmierstoffen, Schleifmitteln und Energie, sind die zu berechnenden Ressourceneffizienzen

stark unterschiedlich [8–10, 25, 26].

1.4 Aktueller Stand der Forschung

Der aktuelle Stand der Forschung von Recyclingstrategien und der Wiederverwertungen der Abfallmenge von Zerspanungsprozessen zeigt eine Vielzahl an Forschungsarbeiten und -themen auf. Hierbei fokussieren sich viele dieser Arbeiten auf die Rückgewinnung und den Wiedereinsatz von metallischen Spänen aus der Fertigung mit geometrisch bestimmter Schneide.

In den letzten Jahren sind verschiedene Recyclingstrategien, die sich mit metallischen Abfallprodukten aus verschiedenen Bearbeitungsprozessen beschäftigen, vorgestellt worden. Diese sind im nachfolgenden in einer Literaturübersicht aufgezeigt.

ALWAEI schlägt eine Downcycling-Strategie für Stahlspäne und Zunder als Ersatz für Sand bei der Betonherstellung mit vielversprechenden Ergebnissen vor. Der mit Stahlspänen und Zunder gemischte Beton weist bei einer Mischung von 25 Vol.-% Stahlspänen und Zunder eine erhöhte Druckfestigkeit auf. Es gibt keine Angaben zur Materialart oder zu den Legierungselementen in den Stahlspänen [57]. Eine andere aktuelle Studie untersucht die Verwendung von metallischen Abfällen von Legierungen mit karbidbildenden Elementen wie Schnellarbeitsstahl (HS6-5-2) oder Kaltarbeitsstahl (X210Cr12) als verschleißbeständige Beschichtung im Unterpulverschweißverfahren, wobei die Verschleißbeständigkeit die von handelsüblichen Legierungen um etwa das Doppelte übertrifft [58]. MOHR ET AL. nutzen das Electro Discharge Sintering (EDS), um recycelte Proben aus legierten Spänen mit Titankarbid-Hartphasen herzustellen. Die erzielte mechanische Härte ist vergleichbar mit der Härte des industriell gefertigten Materials [59]. KARADAG ET AL. berichten über einen effizienten Weg zur Wiederverwendung von Metallspänen und Fräsgut durch Kaltpressen und Sintern von Verbundwerkstoffen. Die Verbundwerkstoffe aus Messing (CuZn30) und Stahl (S355JR) zeigen vergleichbare mechanische Eigenschaften wie neuwertige Produkte [60]. RANE UND DATE verwenden eine Kombination aus Kompaktierung und Sintern für Abfälle, die aus Schmiedeschrott und Schleifschlämmen bestehen. Vor dem Sintern wird der Schleifschlamm getrocknet und mechanisch durch Kugelmahlen behandelt, wodurch ein Pulver von etwa 5 bis 10 µm Größe entsteht. Zusätzlich wird Graphit als Kohlenstoffquelle für die carbothermische Reduktion von Oxiden vorgeschlagen [61]. Eine andere Arbeit beschäftigt sich mit Stahlspänen aus rostfreiem Duplexstahl (UNS S31803) in Kombination mit Vanadiumkarbiden. Diese werden mittels pulvermetallurgischer (PM) Verfahren recycelt und weisen eine Sinterporosität von 15 Vol.-% und eine Härte von 232 HV auf. Die Späne werden durch spanende Bearbeitung ohne Schmiermittel erzeugt, unter Argon-Atmosphäre kugelförmig gefräst und bei 1050 °C für 30 min spannungsarmgeglüht. Die Prozessierung erfolgt anschließend mittels Sinterung [62]. Die Arbeit von

RUFFINO UND ZANETTI beschäftigt sich mit einer Kostenanalyse für die Entsorgung der anfallenden Abfallstoffe beim Hochleistungsschleifen. Innerhalb des Forschungsvorhabens werden die Schleifschlämme detailliert charakterisiert und mit verschiedenen Prozessen so aufbereitet, dass sie wiederverwertet werden können. Diese Aufbereitungsschritte werden abschließend wirtschaftlich im Vergleich zu den Deponierungskosten der Schleifschlämme diskutiert [63]. Eine weitere wissenschaftliche Arbeit in diesem Forschungskontext fokussiert sich auf die anfallenden Schleifschlämme hochlegierter Stähle und ihrer Möglichkeit für den Einsatz in der Metallpulverspritzguss-Technik. Darüber hinaus wird analysiert, inwieweit die Schleifschlämme in der Stahlschaumerzeugung als Ausgangsmaterial berücksichtigt werden können und welche Eigenschaften die so produzierten Produkte aufweisen [64]. Die Arbeit von PUNMATHARITH ET AL. befasst sich mit der Substituierungsmöglichkeit von Zementmehl in der Zementherstellung und den so erzielbaren Eigenschaften der Produkte [65].

Darüber hinaus sind weitere Forschungsschwerpunkte im Bereich der Weiterverarbeitung von Schleifschlämmen bzw. insbesondere der metallischen Komponente aus der Literatur bekannt [42, 48, 66–68]. Diese Fachliteratur ist verhältnismäßig alt, da sich sowohl davor als auch danach die Recyclingidee für Schleifschlämme bzw. Schleifspäne, trotz vielversprechender Ergebnisse, nicht weiterentwickelt hat. Auch diese Forschungsschwerpunkte werden für eine detaillierte und klare fachliche Abtrennung dieser Forschungsarbeit hier in einer kurzen Literaturübersicht vorgestellt.

Ältere Forschungsarbeiten befassen sich mit der Wiederverwertung von Schleifspänen über einen Sinterweg, insbesondere für Schleifspäne aus HS 6-5-2 (Schnellarbeitsstahl) mit einer Verunreinigung von Schleifmitteln in Sinterproben [52]. Weitere Arbeiten untersuchen den Einsatz von HS 6-5-2 Schleifspänen für plasmagespritzte Schichten [44] und thermisch gespritzte Schichten [41]. Bei diesen Konzepten werden die Schleifspäne mit einem hohen Anteil an Schleifmitteln für weitere Prozesse verwendet [54]. Eine Trennung der Schleifspäne von den Schleifmitteln findet nicht statt, da das Ziel dieser Arbeiten darin besteht, die Schleifspäne mit Schleifmitteln zu vermischen, um eine Mikrostruktur zu erreichen, die der Mikrostruktur von Metallmatrix-Verbundwerkstoffen (MMC) ähnelt. Nur wenige dieser Arbeiten verwenden metallische Abfälle aus Schleifprozessen, da die Zusammensetzung des Schleifschlammes sehr komplex ist [6, 49, 56].

Die Analyse dieser wissenschaftlichen Artikel hat gezeigt, dass es verschiedene Methoden und Technologien gibt, um metallische Abfallprodukte aus industriellen Bearbeitungsprozessen wieder zu verwerten und somit Ressourcen an kritischen Elementen und Materialien zu sparen [50, 51, 55, 69]. In vielen dieser Artikel wurden Verfahren aus der PM verwendet, um die metallischen Abfälle in neue Fertigungsprodukte umzuwandeln [53]. Ein Vergleich mit konventionell verwendeten Pulvern wurde nicht durchgeführt. Ein Zusammenhang zwischen den porösen Sinterergebnissen, der Mikrostruktur und der Partikelform der Schleifspäne wurde somit nicht hergestellt. Über die Rückgewinnung und Wiederverwendung der metallischen Späne aus Schleifschlämmen wird darüber hinaus aufgrund ihrer komplexen

Zusammensetzung selten berichtet [47]. Außerdem bieten die Forschungen keine weiteren Einblicke in die Mikrostruktur, Form und Größe der recycelten Schleifspäne, obwohl diese Informationen für die Etablierung einer effizienteren Recyclingstrategie genutzt werden könnten.

1.5 Abgrenzung der wissenschaftlichen Arbeit vom aktuellen Stand der Forschung

Die Literaturrecherche im Hinblick auf die Recyclingrouten und Wiederverwendungen von Schleifschlamm aus der metallverarbeitenden Industrie macht deutlich, dass in diesen Bereichen erheblicher Forschungsbedarf vorliegt. Diese bestehen vor allem in der detaillierten Charakterisierung und gezielten Weiterverarbeitung speziell anfallender Schleifschlämme. Die bisherigen Arbeiten erfassen dabei nur unzureichend die Morphologie, Größe und Form der Schleifspäne vor der Prozessierung in einer Fertigungsroute. Auch eine spezielle Recyclingroute in Form einer Aufbereitung der Schleifspäne findet nur in ausgewählten wissenschaftlichen Arbeiten statt. Des Weiteren wird in der Literatur zwar die Weiterverarbeitung vorliegender Schleifspäne vermischt mit Abrasivpartikeln durch Fertigungsprozesse aus der Pulvermetallurgie durchgeführt, die Prozessierung sortenrein getrennter Schleifschlammkomponenten mit pulvermetallurgischen Prozessen ist hingegen noch nicht durchgeführt worden. Dabei ist ein Vergleich der Ausgangswerkstoffe der separierten Schleifspäne zu konventionellen Pulvermaterialien der PM ebenfalls nur unzureichend untersucht worden. Eine Gegenüberstellung der Ergebnisse und gefertigten Proben mehrerer verschiedener PM-Prozesse mit einem Alternativwerkstoff, wie den separierten Schleifspänen, kann ebenfalls nicht in der Literatur wiedergefunden werden. Hinzu kommt eine fehlende Prozessierung der separierten Schleifspäne in generativen Fertigungsverfahren, wie beispielsweise dem PBF-LB/M.

Somit ergibt sich eine Abgrenzung dieser wissenschaftlichen Arbeit aufgrund der in der bisherigen Literatur auszumachenden Forschungslücken im Bezug auf die Rezyklierung, Charakterisierung und Prozessierung von anfallenden Schleifschlämmen bzw. separierten Schleifspänen in der Metallindustrie. Die offenen wissenschaftlichen Fragestellungen, die sich aus der Identifizierung der Forschungslücken unmittelbar ergeben, sollen durch die Erkenntnisse aus dieser Arbeit beantwortet werden. Dabei nehmen die folgenden wissenschaftlichen Fragestellungen eine zentrale Rolle in dieser Arbeit ein:

- Wie ist der anfallende Schleifschlamm in einer effektiven und funktionierenden Recyclingroute möglichst sortenrein aufzutrennen und wie sehen die möglichen technischen und wirtschaftlichen Reinheiten der separierten Schleifschlammkomponenten aus?

- Gibt es die Möglichkeit einer Implementierung dieser Recyclingroute in der Praxis anhand einer Separierungsanlage, die unmittelbar nach einem Schleifprozess angeordnet für sortenreine Abfallströme (Abrasivpartikel und Schleifspäne) sorgen kann?
- Mit welchen Analyseverfahren lassen sich die separierten Abrasivpartikel und Schleifspäne untersuchen, welche charakteristischen Eigenschaften weisen diese auf und welche Unterschiede ergeben sich im Vergleich zu herkömmlichen Metallpulvern aus der PM und AM?
- Wie kann eine Verbesserung der charakteristischen Eigenschaften zur Angleichung der Eigenschaftsergebnisse zu Metallpulvern ermöglicht werden?
- Wie verhalten sich sowohl die separierten als auch die aufbereiteten Schleifspäne bei Prozessierung mit verschiedenen pulvermetallurgischen und additiven Fertigungsverfahren?
- Welche mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften weisen die mittels PM und AM gefertigten Proben im Vergleich zu denen aus herkömmlichem Metallpulver hergestellten Proben auf?
- Welche der hier verwendeten Verfahren der PM und AM sind für eine funktionierende Recyclingroute im Kontext mit dem anfallenden Schleifschlamm aus der Maschinenmesserindustrie am effektivsten?
- Ist eine vollständige oder teilweise Substituierung von energie- und kostenintensiven Metallpulvern durch den Einsatz von Schleifspänen in der PM und AM möglich?

Für die Schließung dieser Forschungslücke und die Beantwortung dieser Forschungsfragen ergibt sich für die vorliegende Arbeit ein strukturierter Arbeitsplan, der im nächsten Unterkapitel detaillierter vorgestellt wird.

1.6 Ziel und Weg

Das übergeordnete Ziel dieser wissenschaftlichen Arbeit ist der erfolgreiche Nachweis des Einsatzes von rezyklierten metallischen Spänen sowohl für ausgewählte PM- als auch für AM-Verfahren. Der Fokus liegt dabei auf den metallischen Spänen, wobei die Rezyklieereigenschaften der Abrasivpartikel ebenfalls anhand von charakteristischen Eigenschaften analysiert und diskutiert werden.

Für die Erreichung des Zieles werden die rezyklierten metallischen Späne in einem ausreichend sortenreinen Zustand separiert. Darüber hinaus liegt der Fokus dieser wissenschaftlichen Arbeit auf den metallischen Späne aus dem Kaltarbeitsstahl (KAS) 1.2379. Dieser wird unter anderem in der Kreismesserindustrie verwendet und führt dort im Zuge des Schleifprozesses zu einem enormen Ressourcenverlust, da er zu den hochlegierten Stahlsorten gezählt wird. Der Ressourcenverlust

innerhalb der Kreismesserherstellung liegt bei etwa 40 bis 50 Vol.-% des Ausgangswerkstoffes.

Zunächst soll nachgewiesen werden mit welchen Verfahren eine mögliche Auftrennung und Separierung der Schleifschlämme möglich ist. Hieran werden im Labormaßstab Trenn- und Separierungsverfahren erläutert. Darauf aufbauend werden in der Praxis, in Form einer Separierungsanlage, die im Labormaßstab gewonnenen Erkenntnisse nutzbar gemacht.

Vor einer Beurteilung der Weiterverarbeitung der rezyklierten metallischen Späne soll zunächst eine detaillierte Analyse durchgeführt werden. Die Analyse bezieht sich dabei auf typische Größen der Pulverwerkstoffe, die für eine Beurteilung einer Weiterverarbeitung dieser Späne sowohl in ausgewählten additiven als auch pulvermetallurgischen Fertigungsverfahren herangezogen werden. Hierfür werden unterschiedliche physikalische und mechanische Eigenschaften, wie Schüttdichte, Fließfähigkeit und Gefügeuntersuchungen mit herkömmlichen Ausgangswerkstoffen für PM- und AM-Verfahren verglichen. Des Weiteren wird mithilfe einer Analyse der Größenverteilung der Schleifschlammkomponenten im Vergleich zu herkömmlichen Metallpulvern die Einsatzmöglichkeit der Schleifspäne ermittelt. Die Fertigungsverfahren der PM und AM werden als geeignete Fertigungsverfahren bestimmt, da der konventionell genutzte Ausgangswerkstoff eine ähnliche Größenverteilung wie die der Schleifspäne aufweist. Es gilt daher zu überprüfen, ob die metallischen Späne, die beim Schleifen in kleinen Fraktionen anfallen, den mechanischen und metallurgischen Eigenschaften von Pulvern ähneln bzw. ob und welche signifikanten Unterschiede die Prozessierung dieser Schleifspäne erschweren. Darüber hinaus werden mögliche Prozesse erforscht, um diese Eigenschaften der metallischen Späne denen des Pulvers noch weiter anzugleichen und somit auch die Verarbeitung der metallischen Späne zu verbessern.

Nach der Analyse der Späne werden die ausgewählten Fertigungsverfahren mit rezyklierten metallischen Spänen als Ausgangswerkstoff durchgeführt. Die so gefertigten Proben werden mit Produkten aus Pulverwerkstoff verglichen. Es werden hierfür sowohl mikroskopische Analysen, als auch makroskopische mechanische Eigenschaften herangezogen.

Diese wissenschaftliche Arbeit gliedert sich somit in vier Phasen. In der ersten Phase wird im Labormaßstab eine Recyclingroute definiert und erprobt, wobei die Ergebnisse anschließend in die Konzipierung einer Separierungsanlage fließen. Die daraufhin eintretende zweite Phase sieht eine vollumfängliche Charakterisierung der einzelnen Schleifschlammkomponenten (Schleifspäne und Abarasivpartikel) vor. Hierbei werden ebenfalls mögliche Prozesse zur Verbesserung der Eigenschaften dieser Späne erprobt und kritisch diskutiert. In einer dritten Phase wird die Eignung des metallischen Rezyklats als Ausgangswerkstoff für PM- und AM-Verfahren in der Praxis getestet und mit herkömmlichen PM-Pulvern verglichen. Als vierte und letzte Phase ergibt sich dann eine Beurteilung der Weiterverarbeitung durch ausgewählte PM- und AM-Verfahren.

2 Grundlagen

2.1 Schleifen

Das Schleifen stellt ein spanendes Fertigungsverfahren mit geometrisch unbestimmten Schneiden dar [70]. Anders als bei Fertigungsverfahren mit geometrisch bestimmten Schneiden, wie z.B. dem Drehen oder dem Fräsen [2], befinden sich beim Schleifen mehrere Schneiden gleichzeitig im Einsatz [71]. Darüber hinaus sind die verschiedenen Geometrien wie Freiwinkel, Keilwinkel oder Spanwinkel [72] bei einem Schleifprozess nicht konstant und daher der Abtrag des zu zerspanenden Materials für einzelne Schneiden ebenfalls nicht gleichbleibend [73]. Für einen allgemeinen Schleifprozess nimmt der Spanwinkel meist negative Werte an [74]. Eine grundsätzliche Skizze über das Fertigungsverfahren Schleifen ist in Abbildung 5 gegeben.

Schematischer Ablauf eines Schleifvorgangs

Der eigentliche Abtrag durch die einzelnen Schleifkörner findet über die Zustellkraft der Schleifscheibe auf das zu bearbeitende Werkstück und über die gewählte Drehzahl der Schleifscheibe bzw. des Werkstückes statt [73, 75]. Hierbei kann man den Prozess in drei Phasen unterteilen.

In der ersten Phase findet ein Gleiten des Schleifkorns über das Werkstück statt. Das Werkstück gibt dabei elastisch nach, sodass die Abrasivkörner der Schleifscheibe während des Gleitens nicht in das Werkstück eindringen. Es findet demnach kein Abtrag des Materials statt. Erst bei weiterer Annäherung des Abrasivkorns an das Werkstück werden die elastischen Eigenschaften des Werkstücks überschritten und das Abrasivkorn dringt in das Werkstück ein. Dies bildet den Anfang der zweiten Phase. Hierbei handelt es sich um das sogenannte Pflügen. Diese Phase ist gekennzeichnet durch das plastische Fließen des Werkstücks entlang des Korns. Bei pflügendem Einsatz von mehreren Abrasivkörnern kann es bereits in dieser zweiten Phase zu einem Abtrag des Werkstücks kommen. Sobald die Abrasivkörner der Schleifscheibe noch weiter in den Werkstoff eindringen kommt es zur dritten Phase, der eigentlichen Spanbildung. Innerhalb dieser Phase liegen sowohl elastische als auch plastische Verformungen innerhalb des Werkstücks vor. Der Abtransport der Wärme über die Späne findet ausschließlich in dieser dritten Phase statt. Erst beim Austritt des Abrasivkorns aus dem Werkstück

enden zunächst die plastischen und schließlich auch die elastischen Verformungen. [1, 71, 74–76]. Diese drei Phasen der Zerspanung durch das Schleifen ähneln denen eines herkömmlichen Fertigungsverfahrens, wie z.B. dem Drehen oder dem Fräsen [2, 74]. Der Hauptunterschied liegt jedoch im dreiachsigen Spannungszustand an den Abrasivkörnern beim Schleifen (Abb. 5) [75, 77].

Spanform

Durch den Schleifprozess und die variierenden Prozessparameter werden verschiedene Spanformen erzeugt [78]. Die unterschiedlichen Spanformen sind in Abbildung 6 dargestellt. Es ist festzuhalten, dass auch während des Zerspanens mit geometrisch unbestimmten Schneiden bei einer speziellen Kombination von Kraft, Drehzahl und Werkstoffzusammensetzung alle bekannten Spanformen auftreten können. Diese Spanformen lassen sich aufteilen in Bandspäne, Wirrspäne, Wendelspäne, Spiralspäne und Spanbruchstücke. Eine effektive Klassierung dieser verschiedenen Spanformen kann über die Spanraumzahl erfolgen. Diese gibt an, wieviel Raum ein Span oder eine Schüttung von Spänen einer besonderen Form einnimmt. Eine Spanraumzahl, die sich dem Wert 1 annähert, lässt also auf eine hohe Schüttdichte der Späne schließen (Abb. 6). Innerhalb des Schleifprozesses treten üblicherweise Spanbruchstücke und Spiralspäne auf [1, 2, 73, 74, 78].

Neben den prozessbedingten Einflüssen, wie beispielsweise Vorschubgeschwindigkeit und Schnittgeschwindigkeit [73–75], hat die chemische Zusammensetzung, die Wärmebehandlung und die daraus resultierende Gefügeausbildung des zu zerspanenden Werkstoffs einen großen Einfluss auf die allgemeine Zerspanbarkeit und die sich ausbildende Spanform des Abtrags [1].

So weisen ferritische Gefüge eine gute Zerspanbarkeit auf, neigen jedoch durch ihre hohe Bruchdehnung und damit einhergehend einem hohen Maß an Verformungsvermögen zur Bildung von Band- und Wirrspänen [1, 79].

Die Zerspanbarkeit wird durch die chemische Zusammensetzung bzw. das Auftreten verschiedener Begleit- und Legierungselemente mitunter stark beeinflusst. Die Beeinflussung der Zerspanbarkeit durch die beigefügten Elemente beruht auf drei Mechanismen. Zum einen haben die beigefügten Elemente Einfluss auf die Bildung der metallischen Gefüge selber. Die anderen beiden Mechanismen beruhen auf der Bildung von Verbindungen, die entweder eine schmierende Wirkung aufweisen und somit die Zerspankräfte herabsetzen, oder aufgrund ihrer hohen Härte einen deutlichen Anstieg des abrasiven Verschleißes bewirken. Ein Beispiel für die Bildung von Verbindungen, die eine schmierende Wirkung aufweisen, sind Mangansulfide. Im Gegensatz dazu sind beispielsweise Karbide innerhalb der metallischen Matrix dafür verantwortlich, dass der abrasive Verschleiß erhöht wird [1].

Typische Legierungselemente, wie Chrom, Molybdän und Wolfram, zählen zu Elementen, die bei höheren Kohlenstoffgehalten harte und nicht zerspanbare Karbide bilden [79]. Es handelt sich vielmehr

um ein Ausbrechen dieser Bestandteile aus der metallischen Matrix, was bei einem Zerspanprozess zum Spanbruch führen kann.

Prozessparameter beim Schleifen

Eine weitere Charakterisierung von Schleifprozessen erfolgt über die unterschiedlichen dynamischen Prozessparameter. Diese Parameter bestimmen unter anderem die Geschwindigkeit des Schleifkörpers bzw. der Schleifscheibe. Bei Erhöhung der Umfangsgeschwindigkeit nimmt die gebildete Spangröße des Werkstückmaterials ab [1, 75, 80]. Mit zunehmender Umfangsgeschwindigkeit reduziert sich auch die an den einzelnen Schleifkörnern angreifende Kraft. Damit einhergehend erhöht sich die Standzeit der einzelnen im Eingriff befindlichen Schleifkörner und somit des gesamten Schleifkörpers [75, 77]. Sobald die Umfangsgeschwindigkeit einen kritischen Wert überschreitet und sich die Spangröße einem Minimalwert annähert, besteht die Gefahr des Schleifbrandes. Dieser entsteht durch die erhöhte Reibung und die damit einhergehende Erhöhung der Temperatur, sodass eine Veränderung der Werkstückeigenschaften auftritt. [81–83]. Bei einer geringeren Umfangsgeschwindigkeit vergrößert sich die Spangröße, die Schleifkräfte pro Abrasivkorn wachsen und führen zu einem früheren Ausbrechen des Schleifkorns [1, 71, 73, 75, 80]. Durch das Ausbrechen des Schleifkorns kommen neue, scharfe Schleifkörner zum Einsatz. Es besteht eine deutlich verringerte Gefahr des Schleifbrandes bei einem deutlich erhöhten Schleifkörperverbrauch [73, 77].

Ein weiterer dynamischer Prozessparameter ist die Werkstückgeschwindigkeit bzw. Vorschubgeschwindigkeit v_w . Diese kennzeichnet die Geschwindigkeit, mit der das Werkstück verfahren wird [1, 71, 74, 75]. Sinkt die Werkstückgeschwindigkeit, verringert sich auch die Spangröße [1, 75, 80]. Unter diesen Umständen verringern sich die Schleifkräfte pro Korn und lassen die einzelnen Körner länger im Eingriff, ohne dass sie ausbrechen. Die Standzeit und somit die Gefahr des Schleifbrandes aufgrund der verringerten Scharfkantigkeit der Abrasivkörner im Eingriff nimmt zu [75, 77, 78, 81, 83].

Die Zustellung a_e ist ebenfalls ein dynamischer Prozessparameter. Dieser beschreibt die Eindringtiefe des Schleifkorns in das Werkstück. Je größer die Eindringtiefe des Schleifkorns ist, desto größer ist auch der Schleifspan (Abb. 7) [1, 73–75].

Weitere typische Kenngrößen, die den Schleifprozess charakterisieren, sind die spezifische Zerspanleistung Q'_w , bzw. das Zeitspanvolumen, welches ein Quotient aus zerspantem Volumen durch Kubikmillimeter Werkstück ist [1, 74, 75], und der Standzeit G-Faktor, der den Zeitraum darstellt, in dem die gesamte Schleifscheibe abgenutzt ist [1, 71, 75].

Schleifscheibenaufbau

Ein großer Unterschied gegenüber einer Zerspanung mit geometrisch bestimmten Schneiden ist die Zusammensetzung der Schleifscheiben. Eine herkömmliche Schleifscheibe besteht in den meisten Fällen aus drei Komponenten. Hierzu gehören die Abrasive, aufgeteilt in Primär- und Sekundärkorn, der Binder und die Poren [1, 71, 73–78, 80, 84–86].

Der Binder ist in erster Linie dafür verantwortlich, die Abrasivpartikel, unabhängig ob Primär- oder Sekundärkorn, aneinander zu binden und so eine gewisse Steifigkeit innerhalb der Schleifscheibe zu ermöglichen [1, 73, 74]. Bei der Verwendung der Bindermaterialien gibt es eine große Spannweite zwischen flexibel bzw. weich zu unflexibel bzw. hart [1, 75]. Dabei ist die Härte einer Schleifscheibe definiert als der Widerstand, den der Binder und der Bindungstyp gegen das Ausreißen der Abrasivpartikel entgegensetzt. Die gängigen Bezeichnungen für die Härte der Schleifscheiben reichen von A (sehr weich) bis Z (sehr hart) (Tab. 2) [1, 73, 75, 78]. Darüber hinaus ist die einstellbare Härte eines Schleifkörpers von der verwendeten Menge der Bindung in einem Schleifkörper abhängig. So gilt, dass ein Schleifkörper mit wenig Binder ein weicherer Verhalten aufweist als ein Schleifkörper mit einem größeren Anteil an gleichartigem Binder [1, 75]. Die gängigsten Bindermaterialien sind die keramischen Bindungen, die Kunstharzbindungen und die metallischen Bindungen [1, 73–76].

Neben dem Binder bzw. der Bindungsart wird die Schleifscheibe maßgeblich von den verwendeten Abrasivkörnern charakterisiert. Hierfür existiert eine Klassifizierung in verschiedene Körnungsgrößen. Dabei gilt, je größer der Wert der Körnung ist, desto feiner sind die verwendeten Abrasivkörner. Eine P12 Körnung entspricht einer sehr groben Körnung, eine P2500 hingegen einer sehr feinen Körnung (Tab. 3) [1, 71, 73–78, 80, 84–86]. Es gilt, dass die groben Körner für Schruppprozesse und die feineren Körnungen für Schlichtprozesse verwendet werden [75, 81–83].

Die Poren innerhalb der Schleifscheiben sind bedingt durch die Parameter der Abrasivpartikel und des verwendeten Binders bzw. der Bindungsart (Abb. 8). Die so definierte Porengröße bzw. Porendichte ermöglicht dem Kühlschmierstoff den Prozess effektiver zu kühlen und den Verschleiß der Schleifscheibe durch eine Schmierung zu verringern. Darüber hinaus wird durch die eingestellte Porosität der Schleifkörper ein Abtransport der Späne durch den Porenraum ermöglicht [1, 71, 73–75, 84].

Kräfte auf Abrasivkörner

Abrasivkörner weisen aufgrund ihrer Beanspruchung und den auf sie wirkenden Kräfte verschiedene Ausbruchverhalten auf. Es wird dabei zwischen dem totalen Ausbruch von Körnern, dem Makroausbruch und dem Mikroausbruch unterschieden (Abb. 9) [1, 71, 73–75].

Bei totalem Ausbruch eines Schleifkorns bricht das gesamte abgenutzte und verschlissene Schleifkorn mitsamt Binder aus. Es bricht dabei entweder aufgrund von zu hohen Prozesskräften zu früh aus oder

ist vollständig abgenutzt und bricht gewollt aus dem Schleifkörper, um den Selbstschärfungsprozess des Schleifkörpers auszunutzen [1, 71, 74, 84].

Der Mikro- sowie der Makroausbruch sind Ausbruchmechanismen, bei denen keine ganzen Abrasivkörner ausbrechen, sondern aufgrund von Splitterung der Abrasivkörner kleinere, abgenutzte und verschlissene Teile ausbrechen und somit neue scharfe Bereiche am Abrasivkorn bilden [1, 71, 73, 74, 76, 77, 85]. Es findet also auch hier ein Selbstschärfungseffekt von Schleifkörpern statt [1, 84].

Abfallstoffe des Schleifprozesses

Aufgrund der beschriebenen unterschiedlichen Prozessparameter und -mechanismen gegenüber Prozessen mit geometrisch bestimmter Schneide, weist der Schleifprozess gemischt vorliegende Abfallstoffe auf. Die Abfallstoffe bestehen unabhängig vom speziellen Schleifprozess aus allen Bestandteilen der Schleifscheibe und den zerspannten metallischen Schleifspänen. Bei Schleifprozessen, bei denen der Einsatz von Kühlschmierstoffen vorgesehen ist, wird das Gemisch an Abfallstoffen zusätzlich um die Komponenten des Kühlschmierstoffes erweitert [6, 41, 42, 44, 47–56]. Dieser gemischte Abfallstoff wird als Schleifschlamm bezeichnet und ist in seiner prozentualen Massenverteilung abhängig vom Schleifprozess [6, 41, 42, 44, 47–56]. So verschleifen die Schleifscheiben in einem Hochgeschwindigkeitsschleifprozess mehr und sorgen damit für einen höheren Masseanteil an Abrasivpartikeln im Schleifschlamm als in einem herkömmlichen Schleifprozess. Eine grobe Übersicht über die anfallenden Schleifschlammkomponenten und deren Masseverteilung zeigt Tabelle 4. Anhand dieser Werte ist zu erkennen, dass aufgrund des Bestandteils Kühlschmierstoff der Schleifschlamm in einem feuchten bis nassen Zustand vorliegen muss [6].

Laut Abfallgesetz der Bundesrepublik Deutschland ist eine solche Art von Abfall als umweltgefährdend einzustufen und unter Berücksichtigung vorherrschender Bestimmungen kostenpflichtig zu entsorgen. Im Hinblick auf die immer weitreichenderen Beschlüsse und Gesetze in der Umwelttechnik ist die Entsorgung dieser Schleifschlämme auch in Zukunft als kritisch anzusehen. Damit steigt das Entsorgungsrisiko für Schleifschlämme in den nächsten Jahren weiter an. Die immer kritischer werdende Rohstoffversorgungssituation und die wachsende finanzielle Belastung der Industrie zur legalen Entsorgung der Abfallstoffe zeigen das große Potential der Entwicklung einer funktionierenden und praxisnahen Recycling- bzw. Upcyclingroute für Schleifschlämme. [87, 88].

2.2 Recycling

Im Bereich des Life-Cycle-Managements und der Recyclingstrategien gibt es eine Vielzahl von Studien und Arbeiten, die diese Thematik aufgreifen und untersuchen. Dabei bildet das Recycling in seiner

Form ein Prinzip der Circular Economy (CE) [21]. Diese gliedert sich in der Literatur in zehn verschiedene Prinzipien (10 R). Das klassische Recycling steht auf einer der unteren Stufen des 10R-Plans (Abb. 10). Dabei gilt, je höher das Verfahren innerhalb des 10 R-Plans eingestuft wird, desto näher befindet sich der Prozess an einer vollständigen CE [21, 89].

Unterteilung verschiedener Strategien anhand der Qualität

Für das Life-Cycle-Management und die unterschiedlichen Strategien kann das Recycling in übergeordnete Methodenfelder eingeteilt und zwischen Upcycling-, Recycling- und Downcyclingstrategien unterschieden werden [21, 89–95].

Dabei bezeichnet die Upcyclingstrategie die qualitative Aufwertung eines ehemaligen Abfallstoffes hin zu einem Ausgangswerkstoff. Die qualitative Aufwertung besteht darin, dass die Abfallkomponenten bereits in einer Form und einem Zustand vorliegen, wofür ein anderer Werkstoff speziell aufbereitet bzw. hergestellt werden müsste. Es entfällt also eine energetisch und ökonomisch aufwändige Aufbereitung, wenn hierfür der Upcyclingwerkstoff eingesetzt wird. Ein Beispiel ist eine Verwendung von Abfallwerkstoffen der Schleifprozesse für einen pulvermetallurgischen Prozess. Dabei nutzt man die kleine Spangröße aus, die der Größe eines verdüsten metallischen Pulverkorns ähnelt, ohne dabei den energetisch aufwändigen Prozess einer Inertgas- oder Wasserversprödung vorschalten zu müssen [45, 46, 90–92, 94, 95].

Bei einer reinen Recyclingstrategie wird von einer solchen Aufwertung des Abfallwerkstoffes abgesehen. Hier verbleibt der Recyclingwerkstoff im gleichen qualitativen Bereich, aus dem dieser auch entstanden ist. Beispielsweise wäre hier ein nachgeschalteter Umschmelzvorgang für anfallende Späne beim Drehen oder Fräsen zu nennen. Diese liegen sortenrein vor und können durch den Umschmelzprozess erneut zu Werkstücken gefertigt werden, die nachfolgend einem spanenden Fertigungsverfahren zugeführt werden [21, 89, 90].

Der letzte Strategieansatz des Downcyclings sieht vor, dass die Qualität des Recyclingwerkstoffes abnimmt. Ein Beispiel hierfür ist ein Einsatz von Schleifschlamm in der Zement- oder bei der Stahlherstellung. In diesen Fällen ist sowohl die Sortenreinheit als auch die vorliegende Werkstoffsorte unerheblich. Der Einsatz, beispielsweise bei der Stahlherstellung, dient lediglich zur Beruhigung der Stahlschmelze [21, 89, 90].

Die gewählte Recyclingstrategie hängt mit der Qualität des vorliegenden Abfallwerkstoffes zusammen. Für einen Upcyclingprozess wird ein hohes Maß an Sortenreinheit verlangt. So gilt, je unreiner die Komponenten vorliegen, desto schwieriger ist ein Einsatz als Ausgangswerkstoff für einen Nachfolgeprozess [21, 42–46, 89, 90]. Während bei den Recyclingstrategien noch ein gewisse Sortenreinheit vorausgesetzt werden muss, kann diese bei Downcyclingstrategien meist vernachlässigt werden [21,

89, 90].

Recyclingansätze speziell für Schleifschlämme

Im Folgenden soll aufgrund des Fokuses dieser Arbeit näher auf bereits etablierte bzw. entwickelte Recyclingansätze für Schleifschlamm eingegangen werden.

Da der Schleifprozess in den meisten Anwendungsfällen mit einem Einsatz von großen Mengen an Kühlschmierstoffen einhergeht, ist der direkt nach dem Schleifprozess vorliegende Schleifschlamm feucht und weist eine hohe Masse auf. Um die abzuführende Menge zu reduzieren und den Kühlschmierstoff erneut in einem weiteren Schleifprozess einsetzen zu können, hat sich die Filterung des Schleifschlammes in der metallverarbeitenden Industrie bereits etabliert. Für die Filterung werden oftmals Bandfilter eingesetzt. Der ausgefilterte Kühlschmierstoff kann aufbereitet und erneut dem Schleifprozess zugeführt werden [6, 56, 96, 97]. Die Gesamtmasse des so gefilterten Schleifschlammes ist im Vergleich zum Ausgangszustand deutlich verringert. Der Schleifschlamm weist jedoch weiterhin eine hohe Restfeuchte auf. Eine Möglichkeit, diese Restfeuchte weiter zu reduzieren und weiteren Kühlschmierstoff aus dem Schleifschlamm zurückzuführen, ist die Brikettierung des Schleifschlammes. Dabei wird der Schleifschlamm in einer Pressmatrize zusammengespresst und verliert aufgrund der Pressung weitere Anteile an Kühlschmierstoff (Wasser + Additive). Dabei entsteht durch die Verpressung bei geringen Pressdrücken eine feste Geometrie, das sogenannte Brikett [56, 98, 99]. Die Brikettierung reduziert dabei den prozentualen KSS-Anteil im Schleifschlamm bzw. im Brikett. Innerhalb des Briketts liegen weiterhin Schleifspäne vermengt mit Abrasivpartikeln und Restkuschmierstoffen vor. Daraus folgt, dass diese Form des Schleifabfalls weiterhin als umweltgefährdend eingestuft wird und kostenpflichtig entsorgt werden muss [87, 88, 97, 100, 101]. Weitere dem Schleifprozess nachgeschaltete Aufbereitungsmethoden der Schleifschlämme sind in der Industrie nicht etabliert [7, 102].

Aus der Literatur sind andere Aufbereitungsmethoden und sogar komplette Recyclingrouten aus Forschungsvorhaben bekannt [7, 41, 42, 44–56, 59, 61]. Auch diese Aufbereitungsmethoden beinhalten eine Rückgewinnung des KSS. Hierfür gibt es mechanische Verfahren, extraktive Verfahren und thermische Verfahren [7, 56]. Zu den mechanischen Verfahren gehören Press- und Zentrifugierverfahren und somit auch das oben beschriebene Brikettier-Verfahren. Die extraktiven Verfahren sind chemische Reinigungen des Schleifschlammes, zu denen auch die Reinigung mit überkritischem CO₂ gehört. Zu den thermischen Reinigungsverfahren zählen die Vakuumdestillation bzw. das Vakuum-Thermische-Recycling. Es gilt jedoch, dass bis auf die Brikettierung von Schleifschlamm kein vorgestelltes Verfahren in der Praxis eingesetzt wird. Hierfür sind die hohen Investitionskosten, die unausgereifte Prozessführung und der prozentual geringe monetäre und ökologische Nutzen zu sehen.

Für die Weiterverarbeitung des so getrockneten und gesäuberten Schleifschlammes finden sich in der Literatur sowohl Downcycling-Strategien, die eine Verwendung in der Stahl- oder in der Zementherstellung vorsehen, als auch Upcyclingstrategien, die Ansätze verfolgen, den gesamten Schleifschlamm, also Schleifspäne und Schleifabrasive, mit pulvermetallurgischen Verfahren weiterzuverarbeiten. Während die Downcycling-Strategien für eine geringfügige Wiederverwendung des Schleifschlammes in der Industrie Einzug gehalten haben, sind die Upcycling-Strategien bisher lediglich in wissenschaftlichen Forschungsarbeiten untersucht worden [41, 44, 57, 65]. Hierzu gehört neben dem klassischen Sinterverfahren auch das thermische Spritzen. Alle untersuchten Methoden wiesen jedoch aufgrund der mitunter sehr hohen Anteile an Schleifpartikeln schlechte mechanische Eigenschaften auf [7, 41, 42, 44–56, 59, 61]. Eine weitere Auftrennung des Schleifschlammes in einzelne Komponenten, um andere Recycling- oder Upcyclingstrategien zu etablieren, sind aus der Literatur nicht bekannt.

2.3 Werkzeugstähle

Die Zuordnung von Stahlsorten zur Gruppe der Werkzeugstähle beruht auf dem Einsatzgebiet dieser Stähle. Sie werden für die Verarbeitung metallischer und nichtmetallischer Werkstoffe genutzt. Werkzeugstähle weisen für diese Anforderungen hohe Werkstoffhärten und eine hohe Verschleißbeständigkeit sowie hohe Zähigkeiten auf [79, 103–108].

Dabei wird die erreichbare Härte durch das Gefüge des Werkstoffs beeinflusst. Hierfür sind die Gefügebestandteile an Martensit und Ausscheidungen maßgeblich 2.5 zu entnehmen [79, 105, 107, 109, 110].

Unterteilung der Werkzeugstähle

Die Gruppe der Werkzeugstähle unterteilt sich in die unlegierten Werkzeugstähle, mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,5 Ma.-% - 1,5 Ma.-%, und die legierten Werkzeugstähle. In den Werkzeugstählen sind Elemente, wie Chrom, Vanadium, Molybdän und auch geringe Anteile an Wolfram enthalten. Durch die geringe Temperaturbeständigkeit von bis zu 200 °C können die unlegierten Werkzeugstähle zu den Kaltarbeitsstählen gezählt werden. Dies ist eine weitere Einteilung der legierten Werkzeugstähle. Hierzu gehören die Kaltarbeitsstähle, die Warmarbeitsstähle und die Schnellarbeitsstähle. Die Kaltarbeitsstähle weisen eine Temperaturbeständigkeit bis 250 °C auf. Die Warmarbeitsstähle sind hingegen für einen Einsatz bei Temperaturen ab 200 °C vorgesehen. Die Temperaturen für die Untergruppe der Schnellarbeitsstähle weist dabei die höchste Temperaturbeständigkeit auf und kann bei Betriebstemperaturen von bis zu 600 °C eingesetzt werden (Abb. 11) [79, 103–112].

2.3.1 Kaltarbeitsstähle

Die Kaltarbeitsstähle (KAS) sind eine Untergruppe der Werkzeugstähle. Das Betriebstemperaturintervall liegt bei RT bis 200 °C [103]. In einzelnen Fällen wird diese Temperatur überstiegen und kann bis zu einer Betriebstemperatur von 250 °C ausgedehnt werden [79, 113]. Der Kaltarbeitsstahl wird meist für Schneidprozesse unterschiedlichster Werkstoffe eingesetzt. Um eine hohe Schmitthaltigkeit der Werkzeuge im Schneidprozess zu gewährleisten, muss der KAS eine hohe Härte aufweisen. Diese wird durch eine martensitische Umwandlung und die Ausscheidung von Karbiden und anderen Hartphasen gewährleistet. Für die Ausbildung von Karbiden und anderen Hartphasen ist daher die chemische Zusammensetzung von großer Bedeutung [79, 113, 114]. Um die Gefüge und die sich bildende Menge an Karbiden näher abschätzen zu können, gibt es eine weitere Unterteilung der Kaltarbeitsstähle in die Gruppen KAS I bis KAS III [79, 104].

Kaltarbeitsstähle KAS Gruppe I

Die KAS I sind untereutektoiden Stähle mit einem Kohlenstoffgehalt von maximal 0,5 Ma.-%. Dabei liegt der Kohlenstoffgehalt unter der maximalen Löslichkeitsgrenze von 0,8 Ma.-% im Austenit (γ -Mischkristall). Bei der Erstarrung des KAS I aus der Schmelze entsteht bei einer raschen Abkühlung ein martensitisches Gefüge, in dem der Kohlenstoff zwangsgelöst ist und daher die Gitterstruktur tetragonal verzerrt. Bei einer langsamen Abkühlung hingegen liegt das Gefüge in einer ferritischen bzw. perlitischen Form vor. Der Kohlenstoff ist aufgrund der geringen Gehalte fast vollständig in der metallischen perlitischen Matrix gelöst. Der Werkstoff ist daher nahezu karbidfrei. Bei Wärmebehandlungen bzw. Härte- und Anlassprozessen bis zu einer maximalen Temperatur von 200 °C, kann der Kaltarbeitsstahl als angelassener Martensit Härtewerte von 50 bis 55 HRC erreichen. Darüber hinaus ist diese Gruppe der KAS durch eine hohe Zähigkeit charakterisiert. Bedingt durch die Zähigkeit bei einer hohen Härte werden die Kaltarbeitsstähle der KAS I typischerweise für Werkzeuge mit einer schlagenden Beanspruchung genutzt [79, 104, 113, 114].

Kaltarbeitsstähle KAS Gruppe II

Die KAS II zeichnen sich durch Kohlenstoffgehalte von 0,5 Ma.-% - 1 Ma.-% aus. Sie zählen daher zu den übereutektoiden Stählen, die bei einer langsamen Abkühlung aus der Schmelze ein perlitisches Gefüge mit Ausscheidungen aufweisen. Bei einer raschen Abkühlung besitzen sie, bedingt durch den höheren Kohlenstoffgehalt, ein nahezu vollständiges martensitische Gefüge mit Ausbildung von kleineren Karbiden. Dabei liegt der Karbidanteil dieser Kaltarbeitsstähle bei bis zu 5 Vol.-%. Es werden bedingt durch die martensitische Umwandlung des Gefüges und die Ausscheidungen in Form von Mischkarbiden (M_3C), sehr hohe Härten erreicht. Beim Einsatz von Legierungselementen wie Chrom,

Wolfram, Molybdän oder Vanadium wird eine deutlich höhere Härte erreicht. Durch die erzielbaren hohen Härten bei gleichzeitig geringeren Zähigkeitswerten als bei KAS I, werden die Werkstoffe der KAS II für Werkzeuge in nicht-schlagenden Prozessen verwendet, bei denen beispielsweise eine hohe Schneidhaltigkeit der Werkzeuge gewährleistet sein muss [79, 104, 113, 114].

Kaltarbeitsstähle KAS Gruppe III

Die KAS III weisen eine sehr hohe Verschleißbeständigkeit auf. Sie besitzen eine übereutektoiden bzw. untereutektischen chemischen Zusammensetzung. Dies führt zu einem Gefüge aus einem ledeburitischen Phasengemisch. Diese ledeburitischen Phasengemische lassen sich in Ledeburit I und Ledeburit II einteilen. Bei höheren Temperaturen existiert der Ledeburit I, der aus Austenit und Karbidausscheidungen besteht. Bei Raumtemperatur liegt jedoch das Gefüge als Ledeburit II vor. Dieses beinhaltet die Phasen Perlit sowie Ausscheidungen in Form von Mischkarbiden. Durch die Wärmebehandlung dieses ledeburitischen Gefüges sind deutliche Härtesteigerungen aufgrund des sich einstellenden martensitischen Gefüges mit Ausscheidungen in Form von Mischkarbiden möglich. Dabei wird innerhalb der KAS III ein minimaler Karbidgehalt von 15 Vol.-% angestrebt. Ein Überschreiten dieses Karbidgehalts beeinträchtigt jedoch die Warmumformbarkeit des Kaltarbeitsstahls und ist daher pulvermetallurgischen Prozessen vorbehalten. Die Verschleißbeständigkeit, sowohl im abrasiven als auch im adhäsiven Bereich, erhöht sich mit steigendem Karbidgehalt deutlich, wohingegen die Zähigkeit des Kaltarbeitsstahls mit steigendem Karbidgehalt sinkt [79, 104, 113, 114].

Dabei umschließen die Karbide die Austenitkörner und weisen ein starres Schalengerüst auf. Der erforderliche Kohlenstoffgehalt für die Bildung von Ledeburit liegt bei 2,06 Ma.-%, wird jedoch durch die Zugabe des Legierungselements Chrom deutlich herabgesetzt. So reduziert sich der kritische Kohlenstoffgehalt auf ca. 0,8 Ma.-% für die Bildung von Ledeburit [113, 115]. Darüber hinaus bewirkt das Legierungselement Chrom die bevorzugte Bildung von M_7C_3 . Diese Karbide weisen mit 1500 HV eine um 50 % höhere Härte auf als M_3C . Darüber hinaus ist die Warmumformbarkeit von Karbiden mit der Stöchiometrie M_7C_3 deutlich besser, da sie nicht in einem starren Schalengerüst vorliegen, sondern als Einzelteilchen ausgeschieden und innerhalb der metallischen Matrix eingebettet sind. Ein weiterer Einfluss des Elementes Chrom ist die Verbesserung der Härtebarkeit des Kaltarbeitsstahls. Typische Chromgehalte für Kaltarbeitsstähle der KAS III liegen bei 12 Ma.-%. Weitere eingesetzte Legierungselemente sind Wolfram, Molybdän und Vanadium. Diese drei Elemente bilden nochmals deutlich härtere Karbide als Chrom und führen innerhalb der Kaltarbeitsstähle zu einem ausgeprägten Sekundärhärte-Maximum, bei dem durch Anlasstemperaturen von 500 °C bis 600 °C fein dispers verteilte Anlasskarbide vorliegen [79, 104, 113, 114].

2.3.2 Werkstoff 1.2379

Der ledeburitische Kaltarbeitsstahl X153CrMoV12 (Werkstoff-Nr.: 1.2379) gehört der Gruppe KAS III an. Dieses Legierungssystem weist einen Kohlenstoffgehalt von 1,45 bis 1,60 Ma.-% und eine Zulegierung von 11,00 bis 13,00 Ma.-% Chrom auf [116]. Darüber hinaus enthält das Legierungssystem Anteile von Vanadium und Molybdän in Höhe von 0,70 bis 1,00 Ma.-% sowie Silizium und Mangan in Höhe von 0,10 bis 0,60 Ma.-% bzw. 0,20 bis 0,60 Ma.-% (Tab. 5). Somit zählt dieses Legierungssystem zu den hochlegierten Stählen. [111, 117]

Der Kaltarbeitsstahl X153CrMoV12 besteht aus dem eutektischen Phasengemenge Ledeburit II. Das Legierungssystem hat für einen Kohlenstoffgehalt von 1,55 Ma.-% nach Berechnung mit der Software *ThermoCalc* eine Liquidustemperatur T_{liq} von 1392 °C. Die Solidustemperatur T_{sol} hingegen liegt bei 1259 °C. Es ergibt sich zwischen T_{liq} und T_{sol} eine Temperaturspanne von 133 °C, in der das System in einem Zweiphasengebiet aus Schmelze (flüssig) und Feststoff (fest) vorliegt. Bei Raumtemperatur beinhaltet das Gefüge des Kaltarbeitsstahls die eutektischen Ausscheidungen des Typs $M_{23}C_6$, M_7C_3 und M_3C_2 . Dabei sind die Karbide des Typs $M_{23}C_6$ und M_7C_3 stark an Chrom angereichert, während hingegen die Karbide des Typs M_3C_2 meist einen höheren Anteil an Molybdän besitzen. Der hohe Chromgehalt des Legierungssystems hat darüber hinaus zur Folge, dass eine gute Härbarkeit des Werkstoffs vorliegt. Hierfür verantwortlich ist der gelöste Chromanteil in der Matrix. Die Anteile an Karbiden im Werkstoff bewirken eine erhöhte Verschleißbeständigkeit des Werkstoffs. Die Martensitstarttemperatur des Werkstoffs liegt nach Berechnung mit der Formel von BARBIER [118] und einer chemischen Zusammensetzung des Austenits bei 1050 °C bei 225 °C. Somit verbleibt beim Härten und der anschließenden raschen Abkühlung bis auf Raumtemperatur ein Anteil an Restaustenit im Gefüge. Dieser kann mithilfe von Cryobehandlungen des Werkstoffes und mehrfachen Anlassvorgängen beseitigt werden. Dabei bilden sich aufgrund der chemischen Zusammensetzung während der Anlassprozesse bei hohen Temperaturen Sonderkarbide. Diese bewirken ein Sekundärhärtemaximum des Legierungssystems bei einer Anlasstemperatur von ca. 450 °C bis 500 °C. Sie bestehen dabei aus Molybdän- und Vanadium-angereicherten Karbiden. [79, 111, 117]

Das Legierungssystem besitzt, je nach gewählter Wärmebehandlung des Werkstoffs, eine hohe Verschleißbeständigkeit sowie eine hohe Maßhaltigkeit und Zähigkeit. [117]

2.3.3 Werkstoff 1.2380

Der Kaltarbeitsstahl X220CrVMo13-4 (Werkstoff-Nr.: 1.2380) gehört der Gruppe KAS III an. Der Werkstoff zählt zu den hochlegierten Stählen und weist einen Kohlenstoffgehalt von 2,10 bis 2,30 Ma.-% auf [116]. Im Gegensatz zum X153CrMoV12 besitzt dieser Kaltarbeitsstahl einen leicht höheren Anteil an Chrom (12,50 bis 13,50 Ma.-%) und einen deutlich höheren Massenanteil an Vanadium (3,70

bis 4,00 Ma.-%) auf. Die Massengehalte der übrigen Legierungselemente variieren im Vergleich zum Kaltarbeitsstahl X153CrMoV12 nicht signifikant (Tab. 6) [119].

Die Liquidustemperatur T_{liq} des Werkstoffs liegt bei 1341 °C. Die Solidustemperatur T_{sol} liegt hingegen bei 1213 °C. Das Schmelzintervall des Werkstoffs 220CrVMo13-4 beträgt somit 128 °C. Darüber hinaus bewirkt die chemische Zusammensetzung des Werkstoffs die Ausscheidung eutektischer, chromhaltiger M_7C_3 Karbide. Hinzu kommen Karbide der Stöchiometrie MC, die einen hohen Anteil an Vanadium aufweisen. Die anteilige Verteilung zwischen Karbiden und metallischer Matrix bewirkt eine hohe Verschleißbeständigkeit bei einer gleichzeitig guten Härbarkeit. Bei einer Austenitisierung von 1050 °C ergibt sich eine M_S -Temperatur nach BARBIER von 255 °C [118]. Diese M_S -Temperatur ist gegenüber der des Werkstoffs X153CrMoV12 erhöht. Bei einer Härtung des Werkstoffs und einem Abkühlen auf Raumtemperatur liegt ein großer Anteil an Restaustenit im Gefüge vor. Durch mehrfaches Anlassen kann der Restaustenitgehalt jedoch effektiv reduziert werden. Die mehrfache Wärmebehandlung des Werkstoffs führt zu Ausscheidungen von Sekundärkarbiden der Stöchiometrie M_6C und MC. Diese sind sowohl mit Molybdän als auch mit Vanadium angereichert und sorgen für ein Sekundärhärtemaximum des Werkstoffs. Dieses liegt im Falle der ausreichend langen Austenitisierung des Werkstoffes bei 1050 °C bei ca. 520 °C [79, 119].

2.3.4 Werkstoff 1.2365

Das Legierungssystem 32CrMoV12-28 (Werkstoff-Nr.: 1.2365) gehört zu den Warmarbeitsstählen und unterscheidet sich daher signifikant von der chemischen Zusammensetzung der beiden Kaltarbeitsstähle der KAS III. Es ergibt sich ein Kohlenstoffgehalt von 0,28 bis 0,35 Ma.-% und im geringen Maße zulegierte Elemente wie Chrom, Molybdän und Vanadium (Tab. 7) [116]. Dabei zeichnet sich der Stahl 32CrMoV12-28 durch eine sehr gute Warmfestigkeit und Anlassbeständigkeit sowie eine hohe Zähigkeit und Verschleißbeständigkeit aus. Das typische Anwendungsgebiet des Werkstoffes liegt in thermisch- und mechanisch-hochbeanspruchten Werkzeugen [120].

Der Werkstoff wird zu den untereutektoiden Stählen gezählt. Dabei lassen sich seine Eigenschaften mittels Wärmebehandlung gezielt einstellen. Im weichgeglühten Zustand liegt der Warmarbeitsstahl nach Berechnungen mit der Software *ThermoCalc* in einer ferritischen Matrix mit sphärischen Ausscheidung der Stöchiometrien $M_{23}C_6$, M_7C_3 und MC vor. Dabei sind die Karbide $M_{23}C_6$, M_7C_3 stark mit Chrom angereichert. Bei Härtung des Werkstoffes werden die Karbide je nach gewählter Austenitisierungstemperatur aufgelöst und führen bei der Abkühlung zu einer martensitischen Härtung. Anschließend kann mithilfe von mehrfachen Anlassverfahren ein Sekundärhärtemaximum für Anlasstemperaturen von 550 bis 600 °C aufgrund der Ausscheidung von Sonderkarbiden eingestellt werden. Diese Sonderkarbide bestehen hauptsächlich aus molybdänreichen Monokarbiden des Typs MC. Darüber hinaus

beträgt die M_S -Temperatur für eine Austenitisierungstemperatur von 1050°C nach BARBIER 334°C [118]. Damit liegt diese M_S -Temperatur bei einem deutlich höheren Wert als vergleichsweise bei dem Kaltarbeitsstahl X153CrMoV12. Dies hat zur Folge, dass auch die M_F -Temperatur oberhalb der Raumtemperatur bereits erreicht wird und somit eine vollständig martensitische Härtung des Werkstoffs ohne das Vorliegen von Restaustenit im Gefüge stattfindet [79, 120].

2.4 Thermodynamische Berechnungen

Thermodynamische Berechnungen werden innerhalb der Werkstoffkunde genutzt, um die Eigenschaftsänderungen und gezielte Eigenschaftseinstellungen von Werkstoffen vorherzusagen bzw. abzuschätzen. Während experimentelle Bestimmungen der Phasendiagramme für binäre bzw. ternäre Legierungssysteme noch durchführbar sind, steigt der Aufwand für die Bestimmung von Phasendiagrammen von komplexen Legierungssystemen stark an. Hierfür bieten die thermodynamischen Berechnungen mit dem Bezug auf die CALPHAD-Methode (CALculation of PHase Diagrams) eine vereinfachte Lösung [121–126].

Da die Gefügeentwicklung von Werkstoffen den thermodynamischen Gesetzmäßigkeiten folgt, können auf Grundlage des zweiten Hauptsatzes der Thermodynamik Gleichgewichte errechnet werden. Diese können nachfolgend beispielsweise zu Phasendiagrammen zusammengefasst werden. Dabei erlaubt es der zweite thermodynamische Hauptsatz, eine Aussage über die Ablaufrichtung von Prozessen und ihrer Reversibilität zu treffen. Hierfür verantwortlich ist die Änderung der freien Enthalpie bzw. die Änderung der Gibbs-Energie. Die Gibbs-Energie zählt zu den extensiven Größen. Die Berechnung der Änderung der Gibbs-Energie erfolgt unter Berücksichtigung eines konstanten Druckes nach folgender Formel, siehe Gl. 2.1 [121, 122].

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (2.1)$$

Für freiwillig ablaufende Prozesse ist die Gibbs-Energie dabei stets negativ. Wie in der Gl. 2.1 zu erkennen, hat sowohl die Änderung der Enthalpie ΔH , die Temperatur T als auch die Änderung der Entropie ΔS einen Einfluss auf die Änderung der Gibbs-Energie ΔG .

Die Enthalpie H ist ebenfalls eine extensive Zustandsgröße und wird über die innere Energie U sowie den Druck p und das Volumen V berechnet, siehe Gl. 2.2 [121, 122].

$$H = U - pV \quad (2.2)$$

Auch die Entropie S ist eine extensive Zustandsgröße, die mit steigender Temperatur T eine immer

stärkere Gewichtung bekommt. Sie summiert sich aus den Summanden S_m und S_v , siehe Gl. 2.3 [121, 122].

$$S = S_v + S_m \quad (2.3)$$

Hierbei steht S_v für die Schwingungsentropie. Diese Schwingungsentropie ist bei reinen Elementen ausschlaggebend, verliert jedoch bei Multikomponenten-Legierungssystemen an Bedeutung. Bei diesen komplexen Legierungssystemen hat die Mischungsentropie S_m einen deutlich größeren Einfluss auf die Gesamtentropie S . Sie ergibt sich aus der Anordnungsvielfalt der unterschiedlichen Legierungsatome, die sich mit steigender Anzahl der Legierungselemente erhöht [121, 122].

Die CALPHAD-Methode beruht auf der Errechnung einer Gibbs-Energie-Funktion für jede Phase. Dabei ist die Phase mit einer niedrigeren Gibbs-Energie bei gegebener Temperatur thermodynamisch stabiler, sodass die Berechnung von komplexen Phasendiagrammen auf die Minimierung der Gibbs-Energie für die verschiedenen Phasen innerhalb eines Multikomponenten-Legierungssystems heruntergebrochen werden kann. Für die Berechnung eines Phasendiagramms im thermodynamischen Gleichgewicht werden für festgelegte Temperaturen jeweils die Phasen mit der geringsten Gibbs-Energie identifiziert und als stabil festgelegt. Anders als bei rein experimentell bestimmten Phasendiagrammen, reichen also bei Verwendung der CALPHAD-Methode die experimentell bestimmten thermodynamischen Eigenschaften der auftretenden Phasen aus, um daraus Phasendiagramme berechnen zu können. Diese Methode weist für komplexe Legierungssysteme eine Reduzierung der notwendigen Versuche für den Aufbau eines Phasendiagramms und somit eine erhebliche Vereinfachung auf [121–126].

Bei der Verwendung der CALPHAD-Methode ist zu berücksichtigen, dass es sich um thermodynamische Gleichgewichtsberechnungen handelt bzw. innerhalb der Legierungselemente nur Gleichgewichtszustände erfasst werden. In der Realität hingegen befinden sich die Legierungssysteme meist in einem gleichgewichtsfernen Zustand. Gerade im Hinblick auf Wärmebehandlungen und verwendete Haltezeiten weist dies eine große Einschränkung der CALPHAD-Methode in der industrie- und anwendungsnahen Forschung auf.

2.5 Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung eines Legierungssystems aus der Werkstoffgruppe der Kaltarbeitsstähle wird anhand des KAS III X153CrMoV12 [79, 103] näher erörtert.

Der Wärmebehandlung eines Werkstoffs geht in der Produktionen von metallverarbeitenden Unternehmen ein Ausgangszustand voraus. Dieser Ausgangszustand weist bereits eine Wärmebehandlungshistorie auf. In diesem Ausgangszustand liegt der Werkstoff meist in einem weichgeglühten bzw. weichge-

glüht und mechanisch vorbehandelten Zustand, wie beispielsweise dem Walzzustand, vor. Die geringe Härte des Werkstoffs nach dem Weichglühprozess von Kaltarbeitsstählen ist auf das mikrostrukturelle Gefüge des Werkstoffs zurückzuführen. Während des Weichglühens werden sowohl Spannungen innerhalb des Werkstoffs abgebaut als auch Defekte im Werkstoff ausgeheilt. Darüber hinaus werden die im Gefüge des Werkstoffs vorliegenden lamellaren Mischkarbide zu kugelförmigen, sphärischen Ausscheidungen eingeformt. Dies verringert die Härte und verbessert die Zähigkeit des Werkstoffs signifikant. Gerade bei Kaltarbeitsstählen der KAS III mit einem hohen Kohlenstoffgehalt bewirkt das Weichglühen eine deutliche Verbesserung der Bearbeitbarkeit [79, 105, 107, 109, 110, 127, 128].

Anwendungsspezifisch werden nun nachträglich die Eigenschaften des Werkstoffs, wie Härte und Zähigkeit, durch die gewählte Wärmebehandlung eingestellt. Ein typischer Wärmebehandlungsprozess und die zugrunde liegende Temperaturregelung ist Abbildung 12 zu entnehmen.

Härten

Zunächst erfolgt das Härten des Werkstoffs. Dafür wird der Werkstoff bei einer ausreichend hohen Temperatur für das jeweilige Legierungssystem austenitisiert. Es findet ein Gitterstrukturwechsel von einem kubischraumzentrierten (α) zu einem kubischflächenzentrierten (γ) Gitter statt, bei der auch Ausscheidungen in Form von Karbiden in Lösung gehen. Je nach Haltezeit und Austenitisierungstemperatur bildet sich ein austenitisches Gefüge aus. Hoch-kohlenstoffreiche Legierungssysteme weisen auch nach langer Haltezeit der Austenitisierungstemperatur weiterhin Karbide auf, da diese eine höhere Solvustemperatur als die Austenitisierungstemperatur besitzen. Dieses Gefüge weist eine kubischflächenzentrierte (kfz) Gitterstruktur auf, was mit einem Anstieg der Kohlenstofflöslichkeit von max. 0,02 Ma.-% im kubisch raumzentrierten (krz) Gitter des Ferrits zu max. 2,06 Ma.-% im kubisch flächenzentrierten (kfz) Gitter einhergeht.

Sowohl die Austenitisierungstemperatur als auch die Haltezeit werden durch die chemische Zusammensetzung des Werkstoffs beeinflusst. Um diese beiden Faktoren abschätzen zu können, werden für Multikomponenten-Legierungssysteme thermodynamisch berechnete Phasendiagramme herangezogen [79, 105, 107, 109, 110, 113, 127–131].

Nach dem Halten der Austenitisierungstemperatur wird der Werkstoff mit einer hohen Abkühlgeschwindigkeit abgeschreckt. Mithilfe des ZTU-Diagramms des Werkstoffs kann ermittelt werden, welche kritische Abkühlgeschwindigkeit benötigt wird, um eine martensitische Umwandlung des Gefüges zu erreichen. Dabei wird zwischen unterer kritischer Abkühlgeschwindigkeit, bei der neben den Phasen und Phasengemischen Ferrit, Perlit und Bainit erste Anteile an Martensit entstehen, und der oberen kritischen Abkühlgeschwindigkeit, bei der nur Martensit entsteht, unterschieden. Der Martensit entsteht bei der raschen Abkühlung des Werkstoffes schlagartig mit nahezu Schallgeschwindigkeit.

Hierdurch wird der Kohlenstoff beim Umklappen der kfz Gitterstruktur in eine krz Gitterstruktur zwangsgelöst, da aufgrund der hohen Abkühlgeschwindigkeit keine diffusionsgesteuerte Wanderung des Kohlenstoffs aus der Gitterstruktur stattfinden kann. Die maximale Löslichkeit von Kohlenstoff im krz-Gitter (0,02 Ma.-%) wird überschritten, sodass der Kohlenstoff innerhalb des krz-Gitters zwangsgelöst vorliegt. Die Gitterstruktur verzerrt sich tetragonal. Diese tetragonal-raumzentrierte Gitterstruktur bildet das martensitische Gefüge. Dabei nimmt diese Verzerrung mit steigendem Kohlenstoffgehalt weiter zu. So findet eine Anhäufung an Versetzungen im Mischkristall statt, die einen Härteanstieg hervorruft.

Die Martensitbildung findet erst ab einer Unterschreitung der Martensitstarttemperatur M_S , also aus einem unterkühlten Austenit statt. Diese ist ebenfalls entweder dem ZTU-Diagramm des Werkstoffs zu entnehmen oder durch experimentelle Dilatometerversuche zu identifizieren bzw. über experimentell bestimmte Formeln abzuschätzen. Das Umklappen der Gitterstruktur geht mit einer Scherbewegung einher. Dabei wachsen die sich formenden Martensitplatten zu Beginn durch das ganze Korn. Um die so entstandenen Mittelrippen der Martensitplatten wachsen mit fortschreitender Zeit, meist senkrecht, weitere Martensitplatten. Das so entstandene martensitische Gefüge weist je nach chemischer Zusammensetzung unterschiedliche Formen auf. Bei Kohlenstoffgehalten von $<0,40$ Ma.-% bildet sich Lanzettenmartensit. Da jedoch die KAS III einen höheren Kohlenstoffgehalt aufweisen, ist mit einem martensitischen Gefüge in Form von Lanzetten- und Plattenmartensit zu rechnen. Die Entstehung beider Martensitformen ist für Kohlenstoffgehalte zwischen $0,40$ Ma.-% - $0,80$ Ma.-% typisch. Ab Kohlenstoffgehalten $>0,80$ Ma.-% entsteht ausschließlich Plattenmartensit. Hierbei entwickeln sich senkrecht oder in bestimmten Winkeln von der Mittelrippe der Martensitplatten, der invarianten Habitusebene, weitere Martensitplatten. Zwischen diesen Martensitplatten verbleibt Restaustenit, der aufgrund der Volumenzunahmen beim Entstehen der Martensitplatten durch Druckspannung sogar noch stabilisiert wird. Dies hat zur Folge, dass in den Restwickeln die Umwandlung des Austenits (γ -Gitterstruktur) bei der Unterkühlung in eine α' -Gitterstruktur unvollständig abläuft, sodass Restaustenit im Gefüge verbleibt. Darüber hinaus sind bei hohen Kohlenstoffgehalten $>1,00$ Ma.-% im Gefüge des Werkstoffs auch Karbide enthalten, die sich meist bei der Austenitisierungstemperatur nicht aufgelöst haben. Es gibt auch Karbide, die sich während einer langsameren Abkühlung unterhalb der M_S erst ausscheiden und zu einer Härteabnahme führen. Bekannt ist dieses Phänomen unter dem Begriff des Selbstanlassens [79, 105, 107, 109, 110, 113, 127–131].

Die diffusionslose Bildung des Martensits findet solange statt, wie die Abkühlung des Werkstoffs unter der Martensitstarttemperatur M_S und über der Martensitfinishtemperatur M_F abläuft. Bei einer weiteren Abkühlung unter M_F vergrößert sich der Martensitanteil im Gefüge nicht weiter. Je nach chemischer Zusammensetzung des Legierungssystems, und so auch bei KAS III, weist M_F eine Temperatur unterhalb von RT auf. Um diese Temperatur zu erreichen, ist ein Tiefkühlen der Probe notwendig.

Durch das Tiefkühlen des Werkstoffs wird eine weitere Martensitumwandlung ermöglicht und der Restaustenitanteil in der Probe reduziert.

Mit der Bildung des Martensits und dem Martensitgehalt verändert sich die Härte des Werkstoffs. Der weichen Phase des Austenits folgt durch das Umklappen und Zwangslösen von Kohlenstoff im krz-Gitter ein hoher Anstieg der Härtewerte des Werkstoffs, die sogenannte Ansprunghärte. Mit der Erhöhung der Härte des Werkstoffs erfolgt gleichzeitig eine Abnahme der Zähigkeit. Eine Härte-Anlasskurve für den in dieser wissenschaftlichen Arbeit näher untersuchten Werkstoff X153CrMoV12 ist der Abbildung 13 zu entnehmen [79, 105, 107, 109, 110, 112, 113, 117, 127–131].

Anlassen

Dem Härten folgt aufgrund der vorliegenden geringen Zähigkeit und somit hohen Sprödigkeit des Werkstoffes das Anlassen. Dabei unterscheidet man zwischen unterschiedlichen Anlasstemperaturen, -zeiten und -durchgängen. Der Werkstoff X153CrMoV12 wird bis zu dreimal angelassen. Die Anlasstemperatur wird dabei bis 550 °C gewählt. Ausschlaggebend für die Festlegung der Anlasstemperatur ist, dass die Umwandlungstemperatur des Legierungssystems nicht überschritten wird. Die Anlasstemperatur und -dauer sind konvertibel, sodass eine geringe Anlasstemperatur bei langer Anlassdauer zu vergleichbaren mechanischen Eigenschaften der Härte und Zähigkeit führt, wie eine hohe Anlasstemperatur für kurze Dauer. Dieser Effekt wird durch den Hollomon-Jaffe-Parameter beschrieben [79, 105, 107, 109, 110, 117, 127, 128].

Der Mechanismus, der hinter einer Abnahme der Härte und Steigerung der Zähigkeit steht, ist diffusionsgesteuert. Während die Diffusionsgeschwindigkeit von Atomen erst in höheren Temperaturbereichen zunimmt, diffundieren die interstitiell gelösten Atome bereits bei geringeren Temperaturen mit einer hohen Geschwindigkeit. Durch die Erwärmung des Werkstoffs auf Anlasstemperatur für eine vordefinierte Haltezeit, wird dem innerhalb des tetragonal raumzentrierten, verzerrten Gitters zwangsgelösten Kohlenstoff ermöglicht, aus dem Gitter zu diffundieren. Darüber hinaus kommt es zu der Umwandlung von Restaustenit in angelassenen Martensit. Der für den angelassenen Martensit überschüssige Kohlenstoffgehalt wird in der Regel in Karbiden abgebunden. Es werden beim Anlassen von Legierungssystemen grundsätzlich vier verschiedene Anlassstufen unterschieden. Diese sind über ihre Temperaturbereiche definiert [79, 105, 107, 109, 110, 127, 128].

Der erste Temperaturbereich beschränkt sich dabei auf Temperaturen zwischen 80 bis 200 °C. Innerhalb dieses Temperaturbereichs bilden sich hexagonale ϵ -Karbide. Diese weisen eine veränderte Stöchiometrie auf. Die Bildung dieser Karbide hat zur Folge, dass die Menge an zwangsgelöstem Kohlenstoff im Martensit verringert wird und der versetzungsreiche martensitische Mischkristall ausheilt. Hierbei entsteht der sogenannte kubische Martensit, der metallurgisch gesehen eine geringere

Verzerrung als der Abschreckmartensit aufweist. Auch schon vor Erreichung der ersten Anlassstufe mit einer Temperatur von 80 °C erfolgt die diffusionsgesteuerte Wanderung von interstitiell zwangsgelösten Kohlenstoffatomen aus der tetragonalraumzentrierten Gitterstruktur hin zu Gitterfehlern. Dieser Schritt stellt somit einen Ausgangspunkt für die spätere Bildung von Karbiden dar. Innerhalb dieser Anlassstufe kann es durch die Bildung von ϵ -Karbiden somit zu einer Teilchenverfestigung kommen, solange die Auflösung der Verzerrung der tetragonalraumzentrierten Gitterstruktur dem nicht im gleichen oder höheren Maße entgegenwirkt [79, 105, 107, 109, 110, 127, 128].

Danach folgt die zweite Anlassstufe. Diese variiert zwischen 200 bis 320 °C. Bei diesen Anlassstemperaturen zerfällt der innerhalb des Werkstückes und insbesondere zwischen den Martensitplatten enthaltene Restaustenit in angelassenen Martensit (α -Mischkristall). Der überschüssige Kohlenstoff wird in Karbiden abgebunden [79, 105, 107, 109, 110, 127, 128].

Die dritte Anlassstufe wird für den Temperaturbereich 320 bis 520 °C definiert. In diesem Temperaturfenster diffundiert der zwangsgelöste Kohlenstoff vollständig aus der tetragonal verzerrten Gitterstruktur, sodass sich nicht der kubische Martensit sondern ein α -Mischkristall mit einer kubischraumzentrierten (krz) Gitterstruktur bildet. Der überschüssige Kohlenstoff wird innerhalb dieses Temperaturbereichs in Karbiden abgebunden. Durch eine beginnende Ostwald-Reifung können die gebildeten Karbide nachfolgend vergrößern und die Sprödigkeit des Werkstoffs steigern. Darüber hinaus ist durch Erholungs- und Rekristallisationsvorgänge ein Kornwachstum möglich, das den erneuten Anstieg der Sprödigkeit ebenfalls verstärkt. Die Umwandlung in den weichen α -Mischkristall hat jedoch eine starke Reduzierung der Härte zur Folge. Diese Reduzierung der Härte bewirkt einen signifikanten Anstieg der Zähigkeit des Werkstoffs [79, 105, 107, 109, 110, 127, 128].

In der vierten und letzten Anlassstufe wird der Temperaturbereich zwischen 450 bis 550 °C angestrebt. Innerhalb dieser Anlassstufe bilden sich sekundär ausgeschiedene Sonderkarbide. Dabei werden sekundäre Anlasskarbide aus den Legierungselementen Chrom, Wolfram, Vanadium und Molybdän bzw. Mischkarbide aus diesen Legierungselementen mit dem aus den tetragonalraumzentrierten Gitter diffundierenden Kohlenstoff gebildet. Die sekundären Anlasskarbide weisen dabei unterschiedliche Stöchiometrien auf. Vanadium wird üblicherweise in Karbiden vom Typ MC abgebunden, Chrom in Karbiden vom Typ M_7C_3 bzw. $M_{23}C_6$. Diese Sonderkarbide weisen eine hohe Härte auf, da sie zunächst zu einer Erhöhung der Matrixhärte und anschließend einer Ausscheidungshärtung führen. Durch die geringere Verzerrung der Gitterstruktur ergibt sich gleichzeitig eine höhere Zähigkeit als bei der Ansprunghärte. Die Bildung der Sonderkarbide bewirkt eine Härte, die den Wert der Ansprunghärte übersteigen kann. Man spricht bei diesem Härtewert auch vom Sekundärhärtemaximum des Werkstoffs [79, 105, 107, 109, 110, 127, 128].

Neben der Anlassstemperatur und der -dauer hat auch die Anzahl der Anlassstufen einen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften wie Härte und Zähigkeit. Typischerweise wird der Schritt des

Anlassens bis zu dreimal wiederholt [79, 105, 107, 109, 110, 127, 128].

Bei einem Abkühlen des Werkstoffs von der Anlasstemperatur ist die Abkühlgeschwindigkeit entscheidend. Diese beeinflusst die Härte und Sprödigkeit des Werkstoffs. Bei einer zu hoch gewählten Abkühlgeschwindigkeit werden allerdings Eigenspannungen in das Bauteil eingebracht. Für die Versprödung gibt es zwei verschiedene Mechanismen, die hier kurz erläutert werden sollen [79, 105, 107, 109, 110, 127, 128].

Zum einen gibt es die 300 °C-Versprödung bzw. Blauversprödung. Diese findet bei Temperaturen von 200 bis 400 °C statt. Sie hat zur Folge, dass es bei Legierungssystemen mit erhöhtem C-Gehalt zu Alterungserscheinungen kommt und die Zähigkeit sowie Kaltverformbarkeit abnimmt [79].

Zum anderen gibt es die 500 °C-Versprödung bzw. Anlassversprödung, die zwischen Temperaturen von 450 bis 530 °C auftritt. Dieser Effekt liegt in der vermehrten Ausscheidung von Karbiden an den Austenitkorngrenzen. Dies hat eine Verringerung der Zähigkeit und damit einhergehend einer Erhöhung der Sprödigkeit zur Folge [79].

Beide Mechanismen der Anlassversprödung können mithilfe gezielter Abkühlgeschwindigkeiten oder aber durch das Zulegieren von Legierungselementen vermieden werden, sodass keine unerwünschte Versprödung des Werkstoffs eintritt.

2.6 Pulvermetallurgie

Die Pulvermetallurgie ist der übergeordnete Rahmenbegriff für die Herstellung, Charakterisierung und Weiterverarbeitung von metallischen Pulvern [132]. Dabei sieht die Verarbeitung mittels PM vor, endkonturnahe Halbzeuge oder Fertigteile durch meist mechanisches Pressen und anschließendem Glühen unterhalb der Solidustemperatur T_{Sol} herzustellen. Aus diesem Grund eignet sich die Pulvermetallurgie ausgezeichnet für die Massenproduktion von kleineren, simpleren Bauteilgeometrien. Komplexere Bauteilgeometrien, die beispielsweise Hinterschneidungen aufweisen, sind durch Verfahren der Pulvermetallurgie schwierig zu fertigen [71, 128, 132–136].

In der PM ergibt sich eine Werkstoffausnutzung, die bei nahezu 100 % liegt. Anschnitte, Speise oder Grate, die bei konventionell gefertigten Bauteilen stets eine Nachbearbeitung nach sich ziehen, entfallen bei der Pulvermetallurgie. Die Erzeugung von Verbundwerkstoffen und nicht legierbaren Pseudolegierungen (aus Metallen und Nichtmetallen) sind ebenfalls mithilfe der Pulvermetallurgie realisierbar. Für die Verarbeitung mit herkömmlichen PM-Verfahren ist dabei auf ein verunreinigungsfreies Pulver zu achten [71, 128, 132–137].

2.6.1 Herstellung von PM-Pulvern

Für die Verarbeitung mittels PM ist zunächst eine Herstellung des Ausgangswerkstoffs notwendig. Hierfür kommen Verdüungsverfahren und mechanische Zerkleinerungsverfahren zum Einsatz. Diese führen in der Regel zu kugeligen bzw. sphärischen oder spratzigen Pulvergeometrie (Abb. 14) [71, 128, 132–136, 138–143].

Für die Pulvermetallurgie kommen sowohl Reinmetalle als auch komplexe Legierungssysteme als Ausgangswerkstoff in Frage. Ein Vorteil von PM-Pulvern ist dabei die Möglichkeit einer homogenen Durchmischung der Pulver. Die späteren Proben weisen keine Makroseigerungen und somit ein homogenes Gefüge auf. Darüber hinaus ermöglicht die sorgfältige Mischung der Pulver eine Erzeugung von Legierungssystemen, die aufgrund einer Mischungslücke im flüssigen Zustand nicht herstellbar sind [71, 128, 133, 135, 136, 143].

Für die Herstellung dieser Pulver gibt es eine Vielzahl an unterschiedlichen Verfahren. Neben den rein mechanischen Verfahren, den Reduktionsverfahren und den elektrolytischen Verfahren existieren unterschiedliche Verdüungsverfahren. In der industriellen Herstellung der PM-Pulver werden sowohl die mechanischen Verfahren als auch die Verdüungsverfahren eingesetzt, wobei die Anwendung der Verdüungsverfahren überwiegt. Dabei unterscheiden sich diese Verfahren hinsichtlich der wirkenden Mechanismen grundlegend [133, 135, 138–143].

Mechanische Verfahren

Die mechanischen Verfahren beruhen darauf, durch mechanisches Zerkleinern bzw. Aufbrechen von Bulkmaterial ein verarbeitbares PM-Pulver herzustellen. Hierfür werden Maschinen wie Kugelmühlen, Attritoren oder Brecher eingesetzt. Die gängigste Methode für die Pulverherstellung mittels mechanischer Verfahren beruht auf einer Kombination aus Zerkleinerung und Phasenumwandlung. Es wird demnach durch Erwärmung eine Schmelze des Werkstoffs gebildet, die anschließend durch mechanisch bewegte Festkörper oder durch Ultraschall zu Tröpfchen dispergiert wird [133, 135, 143].

Verdüungsverfahren

Anders als die mechanischen Verfahren sind die Verdüungsverfahren überwiegend thermisch gesteuert. Man unterscheidet hierbei die Zerstäubung durch Plasma und eine Gas- bzw. Wasser- oder Luftverdüsung. Für die Zerstäubung mit Plasma muss der Ausgangswerkstoff in Form von Draht, dem sogenannten Feedstock, vorliegen. Dieser Draht wird einer Reaktionskammer zugeführt, in der der Metaldraht durch ein Plasma aufgeschmolzen und zerstäubt wird. Die nach diesem Prozess in der Reaktionskammer absinkenden Metallpartikel weisen eine Pulverform auf. Nach dem Prozess sind diese der unteren Reaktionskammer zu entnehmen [133, 135, 141–143].

Für die Zerstäubung mittels der Gas- bzw. Wasser- oder Luftverdüsung wird zunächst Bulkmaterial des Ausgangswerkstoffes aufgeschmolzen und in einen flüssigen Zustand gebracht. Anschließend wird dieser flüssige Werkstoff unter Hochdruck in einer Reaktionskammer verdüst und dort mit einem Inertgasstrahl aus Argon oder durch einen Wasser- bzw. Luftstrahl in Tropfen zerteilt. Durch den zugeleiteten Strom aus Inertgas bzw. Wasser erstarrt der flüssige Werkstoff wieder und es bilden sich Metallpulverpartikel. Während die Wasser- bzw. Luftverdüsung industriell verstärkt Anwendung findet, wird die Inertgasverdüsung für oxidationsempfindliche Werkstoffe verwendet. Eine Wasserverdüsung erzeugt spratziges Pulver, die Inertgasverdüsung sphärische Ausgangsmaterialien. [133, 135, 141–143].

Es gilt, dass die Herstellungsrouten von PM-Material durch die energieintensive Verdüsung bzw. mechanische Aufbereitung der Pulver als kostenintensiv angesehen wird [133, 135, 141–143].

Die verwendete Herstellungsrouten der PM-Pulver bzw. die gewählten Prozessparameter haben unmittelbaren Einfluss auf die zur Verfügung stehenden und anwendbaren PM-Verfahren. Hierfür gibt es eine Vielzahl von Eigenschaftskennwerten, die für verschiedene PM-Prozesse innerhalb von vorgegebenen Toleranzen liegen müssen.

2.6.2 Charakterisierung von PM-Pulvern

Für die Weiterverarbeitung von PM-Pulvern ist ein verunreinigungsfreier Zustand zu gewährleisten, sodass ein fehlerfreies Gefüge hergestellt werden kann [137].

Darüber hinaus gibt es eine Vielzahl von Eigenschaftskennwerten, die eine Charakterisierung der verschiedenen PM-Pulver ermöglicht und eine Zuordnung der Eignung der Metallpulver zu den spezifischen PM-Prozessen zulässt. Hierunter sind sowohl die Größenverteilung (DIN EN ISO 4497), die Schütt- und Klopfdichte (DIN EN ISO 3923-1 und DIN EN ISO 3953) und die Fließfähigkeit (DIN EN ISO 4490) der metallischen Pulver als auch die Bestimmung der Presskörperfestigkeit (DIN ISO 3995), die Bestimmung der Verpressbarkeit (DIN EN ISO 3252) und die Ermittlung der Maßänderung beim Pressen und Sintern von Metallpulvern (DIN ISO 4492) zu zählen. Diese Werkstoffeigenschaften werden dabei durch genormte experimentelle Untersuchungen ermittelt [144–148].

2.6.3 Weiterverarbeitung von PM-Pulvern

Die Weiterverarbeitung innerhalb der PM umfasst die Schritte der Befüllung eines Probenkörpers, dem, meist mechanischen, Kompaktieren des Metallpulvers, und einem anschließenden thermischen Glühen unterhalb von T_{liq} sowie die Entnahme oder Entkapselung des so gefertigten Probenkörpers (Abb. 15) [71, 128, 132–136].

Mechanische Kompaktierung

Die mechanische Pressung des Pulvers erfolgt nicht nur zur Kompaktierung und Verdichtung des Pulvers sondern ebenso zur Formgebung. Es hat zur Folge, dass die Dichte gegenüber der Metallpulver-Schüttung deutlich erhöht wird und sich der Porenanteil innerhalb der Metallpulver-Schüttung signifikant reduziert. Durch die näher aneinanderliegenden Metallpulverkörner hat dieser Prozessschritt auch unmittelbaren Einfluss auf die Schwindung in den meist angeschlossenen thermischen Sinterprozessen. Bei einem herkömmlichen Weiterverarbeitungsschritt in der PM, wie beispielsweise das konventionelle Sintern, ist eine Kompaktierung der Metallpulver-Schüttung für eine dichte Probe mit einer minimalen Porendichte daher unabdingbar. Darüber hinaus ergibt sich durch die Kompaktierung des Pulvers eine Verbesserung der Wärmeleitfähigkeit im Grünling [43, 45, 46, 79, 105, 133–137, 143, 149–161].

Thermische Behandlung

Dem Kompaktierungsprozess schließt sich der eigentliche Sinterprozess an. Dieser erfolgt in der Regel bei einer Temperatur unterhalb von T_{Sol} des Werkstoffs. Im Falle von Festkörpersintern für Metallpulver aus komplexen Legierungssystemen hochlegierter Stähle, dessen Komponenten unterschiedliche Schmelztemperaturen aufweisen, liegt die maximale Prozesstemperatur unterhalb der Schmelztemperatur T_{Sol} der am höchsten schmelzenden Komponente. Infolgedessen beruht, je nach gewählter PM-Weiterverarbeitungsrouten, der Prozess auf Mechanismen des Festkörpersinterns. Durch die so gewählten geringen Verarbeitungstemperaturen ist die Schwindung infolge der Bauteilabkühlung nach dem Sintern moderat und der Formverlust überschaubar [43, 45, 46, 79, 105, 133–137, 143, 149–161]. Auf spezifische PM-Weiterverarbeitungsprozesse und die speziell wirkenden Verdichtungsmechanismen in den Prozessen, die in dieser wissenschaftlichen Arbeit Verwendung finden, wird im Kapitel 2.8 näher eingegangen.

2.7 Additive Fertigung

Die additive Fertigung (engl. Additive Manufacturing, hier kurz AM) wird in Deutschland auch als generative Fertigung bezeichnet. Sie wird als Überbegriff für die Verarbeitung von metallischen Pulvern innerhalb eines materialzuführenden Prozesses verstanden. Somit ähnelt sie bezogen auf das Ausgangsmaterial für gewisse Prozesse der herkömmlichen Pulvermetallurgie. Dabei sind die AM-Prozesse jedoch, anders als die PM-Prozesse, dadurch gekennzeichnet, dass das Material in den Prozess zugeführt wird und nicht in einer ruhenden Position oder in einem vorkompaktierten Zustand

(Grünling) vorliegt. Bei der Materialzufuhr innerhalb des Prozesses werden die Bauteile schichtweise durch die Zugabe von Ausgangsmaterial, in Form von Pulver oder Bulkmaterial, und zeitgleich ablaufender Behandlung des Ausgangsmaterials mittels thermischer Quelle, z.B. Laser, gefertigt. Der AM-Prozess unterscheidet sich darüber hinaus durch komplexere realisierbare Bauteilgeometrien. Die endkonturnah gefertigten Bauteile müssen, ähnlich wie in der PM-Verarbeitung, nur geringfügigen mechanischen Nachbearbeitungen unterzogen werden. Hierzu gehört beispielsweise das Trennen von Stützstrukturen vom Bauteil [133, 136, 162–172].

Die AM bedient sich dabei einer direkten Nutzung und Weiterverarbeitung von CAD-Daten. In diesen sind die Informationen über das 3D-Bauteil genauestens definiert. Somit verringert sich bei einem AM-Prozess die Fertigungs- und Bearbeitungshistorie des Bauteils auf einen Schritt. Neben einer besseren Planungsmöglichkeit ergeben sich hierdurch enorme Potentiale bei der Kosten- und Materialeinsparung im Werkzeug- und Formenbau, da auf diese nahezu vollständig verzichtet werden kann. Eine Fertigung von Bauteilen direkt an dem Ort des Bedarfs ist mithilfe der Reduktion der Arbeitsschritte ebenfalls praktikabel, was wiederum die Logistikkosten in Form von Transport und Lagerkosten verringert. Die stringente Verfügbarkeit der Informationen während der Fertigung des Bauteils in digitaler Form macht die AM-Verfahren zu Schlüsseltechnologien auf dem Weg zu einer funktionsfähigen und anwendbaren Industrie 4.0. Industriebereiche, die bereits die Vorteile der AM ausnutzen, sind beispielsweise der Werkzeugbau sowie die Luft- und Raumfahrttechnik [136, 162–165, 167–178].

Dabei wird die generative bzw. additive Fertigung meist nicht in Serien- oder Massenproduktionen eingesetzt, sondern für die Erzeugung von Prototypen und Modellen bzw. Kleinstserien angewendet. Bei diesen Anwendungen ist eine große Dynamik und Änderungsrate an Bauteilgeometrien und Bauteileigenschaften zu gewährleisten. Auf diese Anforderungen kann mit den Verfahren der AM gut reagiert werden. Aus diesem Grund ist der Begriff der Rapid Technology sehr stark mit den Verfahren des AM verbunden. Dabei bezieht sich der Begriff „Rapid“ auf die Gesamtzeit des Bauteils von der Produktentwicklung bis zum fertigen Produkt. Darüber hinaus korreliert der Begriff der Rapid Technology mit dem hohen Veränderungspotential der AM-Verfahren in kurzer Zeit. Eine Änderung von Bauteilgeometrien oder Größen kann durch eine einfache Veränderung des CAD-Modells sofort in der Fertigung realisiert werden. Die Herstellung der Bauteile ist dabei unabhängig von der Komplexität der Bauteilgeometrie und Form. Mittels AM gefertigte Werkstücke besitzen keinen Skaleneffekt des Preises, sodass der Stückpreis pro gefertigtem Werkstück nicht über die gefertigte Menge an Werkstücken reduziert werden kann, sondern stets über die verwendete Materialmenge pro Werkstück festgelegt ist. Darüber hinaus weisen geforderte hohe Oberflächengüten von Bauteilen eine weitere große Herausforderung der AM auf. Durch den schichtweisen Aufbau ist die Bauteiloberfläche von AM-gefertigten Bauteilen meist rauer [136, 163, 166, 170–172, 174, 177].

Ausgangswerkstoffe der AM

Die Bereitstellung und die Vorbereitung der Ausgangswerkstoffe stellt einen hohen ökologischen und ökonomischen Aufwand dar. Zur Bereitstellung der meist verarbeiteten Metallpulver bedarf es einer energieintensiven Verdüsung oder mechanischen Aufbereitung von Bulkmaterial. Außerdem ist für die Weiterverarbeitung mittels der meisten AM eine ausreichend hohe Fließfähigkeit bzw. Förderbarkeit der Metallpulver zu gewährleisten, sodass der Ausgangswerkstoff dem Prozess zugeführt werden kann. Des Weiteren muss das Metallpulver für eine Verarbeitung der Proben zu einer maximalen Dichte im Prozess eine geeignete Schüttdichte aufweisen. Üblicherweise werden für AM-Prozesse Metallpulver mit einer Korngröße zwischen 20 bis 50 μm genutzt. Die Metallpulverkörner sollten für eine hohe Weiterverarbeitungsgüte und Fließfähigkeit eine kugelige bzw. sphärische Form, wie sie beispielsweise bei der Inertgasverdüsung von Bulkmaterial entsteht, aufweisen [133, 136, 144, 145, 147, 148, 165, 172, 176, 179–182].

Aufgrund der signifikanten Vorteile der AM kommt ihr auch in der Industrie in den letzten Jahren eine immer größere Bedeutung zu. Die Bedeutung von AM für die Industriebranchen zeigt der Wohlers-Report der letzten Jahre auf. Dieser beschreibt über die letzten fünf Jahre einen signifikanten Zuwachs des Einsatzes von AM in der metallverarbeitenden Branche [183–187].

Die eigentliche Prozessroute innerhalb der Verfahren der additiven Fertigung (AM) wird in drei Grundprozesse eingeteilt (Abb. 16) [136, 163, 172]. Diese drei Grundprozesse sind das Pre-Processing, das In-Processing und das Post-Processing, sie werden nachfolgend detailliert umrissen.

Pre-Processing

Das Pre-Processing im Bereich der additiven Fertigung umfasst, bis auf die eigentliche Ausgangsmaterial-Fertigung, alle vorbereitenden Prozessschritte. Hierunter wird die Erstellung der CAD-Datensätze, der daraus abzuleitende Einsatz von Stützstrukturen, die Platzierung des Bauteils im Bauraum der PBF-LB/M-Anlage sowie die Verwendungen und Definition der Größe der Bauteilgrundplatte als auch die Definition der Schichtdatengenerierung der einzelnen Layer des Bauteils gezählt. Für die Erstellung der CAD-Datensätze wird das Bauteil in einem 3D-Modell abgebildet und anschließend in eine STL-Datei transformiert (Standard Triangulation Language). Die Triangulation bei der Umformung des CAD-Modells in eine STL-Datei beruht auf der Approximation der Bauteiloberfläche mit unterschiedlich großen Dreiecken. So sind in einer STL-Datei die notwendigen geometrischen Datensätze des Bauteils trianguliert abgespeichert und stehen für die Fertigung der

Bauteile in der AM-Anlage direkt zur Verfügung. Aufbauend auf diesen triangulierten Datensätzen wird die erforderliche Größe der Bauteilgrundplatte gewählt. Unter Berücksichtigung von etwaig geforderten Hinterschneidungen oder Überhängen des Bauteils werden anschließend die zu verwendenden Stützstrukturen angepasst. Dabei sorgen die Stützstrukturen neben der Verarbeitungsfestigkeit des Bauteils auf der Bauteilgrundplatte auch für eine Begrenzung des Wärmeabtransports vom Bauteil in die Bauteilgrundplatte. Somit kann durch die Definition der Abmaße und Lage der Stützstrukturen indirekt Einfluss auf eingebrachte thermische Spannungen in das Bauteil und somit dem Verzug genommen werden. Auch für die Positionsdefinition bzw. dem Aufbau des Bauteils innerhalb der Probenkammer der AM-Systems werden die triangulierten STL-Dateien als Grundlage herangezogen [136, 162–164, 170–172, 176].

Nach dieser Definition werden auf Basis der triangulierten STL-Dateien computergestützt die Bauteile in einzelne Schichten (Slices) aufgeteilt. Diese Schichten haben einen zweidimensionalen, flächigen Aufbau senkrecht zur Aufbaurichtung des Bauteils. Erst durch eine Aufsummierung der einzelnen Schichten ergibt sich das dreidimensionale Bauteil. Neben der Unterteilung des 3D-Bauteils in 2D-Schichten mit vordefinierter Schichtdicke erfolgt eine weitere computergestützte Untergliederung in zweidimensionale Vektoren (x-y-Koordinaten), die den Verfahrensweg des AM-Werkzeuges zur Fertigung der Schichten klar definieren. Für die Fertigungsrichtung der Linien, die sich zu einer Schicht zusammenfügen, gibt es je nach AM-Verfahren unterschiedliche Verfahrensreihenfolgen. Für eine Beschreibung der zweidimensional verlaufenden Linien nach dem Rasterprinzip werden die einzelnen Linien als Hatches bezeichnet. Da diese Hatches einen definierten Abstand zueinander einhalten, spricht man hier auch vom sogenannten Hatchabstand [136, 162–164, 170–172, 176].

In-Processing

Das In-Processing beschreibt den eigentlichen Aufbau des Bauteils mit allen im Pre-Processing vordefinierten Informationen. Zunächst wird die Bauteilgrundplatte gefertigt. Dies geschieht durch das Aufbringen des Materials, z.B. des Metallpulvers, über eine Materialzuführung und einem nachgeschalteten energieeinleitenden Bearbeitungsschritt. In diesem Bearbeitungsschritt wird das zuvor aufgebraute und zugeführte Material mit der vorher definierten Energiequelle verfestigt. Hierzu gehört für einen herkömmlichen AM-Fertigungsprozess wie dem PBF-LB/M beispielsweise eine Laserquelle. Anschließend wird die Bodenplatte um eine vordefinierte Schichtdicke abgesenkt und die Fertigung der einzelnen Hatches zu Slices direkt aus der STL-Datei weitergeführt. Nach der Fertigung eines Slices erfolgt eine erneute Absenkung der Bodenplatte und die Fertigung des darüber liegenden Slices findet statt. Dieser Vorgang wird solange wiederholt, bis alle vordefinierten Slices auf die Bauteilgrundplatte aufgebracht und verfestigt sind und somit das vollständige 3D-Bauteil gefertigt ist [136, 162, 163, 165,

167, 170, 172, 174].

Post-Processing

Ein in der AM notwendiger Bearbeitungsschritt sieht nach der Fertigung der Bauteile die Ablösung des Bauteils von der Grundplatte und die Ablösung etwaiger Stützstrukturen vom Bauteil vor. Neben diesem erforderlichen Prozess gehören zum Post-Processing auch thermische und mechanische Nachbearbeitungen des Werkstücks. Diese sehen beispielsweise eine Optimierung der Oberflächentopographie durch mechanische Bearbeitung wie Schleifen, Polieren oder aber auch Sandstrahlen vor. Anders als die mechanischen Bearbeitungsschritte dient die thermische Nachbehandlung (Wärmebehandlung) bzw. die Kombination aus mechanischen und thermischen Nachbehandlungen (beispielsweise dem Heißisostatischen Pressen) der Optimierung von mechanischen Eigenschaften, wie beispielsweise der Härte oder Zähigkeit des Werkstoffs [136, 163, 165, 170, 172].

2.8 Eingesetzte Fertigungsverfahren

2.8.1 Supersolidus Flüssigphasensintern

Das Sintern ist ein Verfahren der Pulvermetallurgie (PM), welches die zuvor hergestellten Pulver mithilfe einer Wärmebehandlung zu einem nahezu porenfreien Werkstück verdichtet [149]. Die Sinterverfahren teilen sich in die Gruppen des Festkörpersinterns und des Flüssigphasensinterns auf [137]. Für das Verfahren des Supersolidus Flüssigphasensinterns muss entweder bis oberhalb der Liquidustemperatur (T_{liq}) oder aber zwischen der Liquidustemperatur (T_{liq}) und der Solidustemperatur (T_{sol}) eines vorlegierten Werkstoffs erwärmt werden, um das System in den teilflüssigen Zustand zu überführen [149]. Im ersten Fall kann sowohl ein Schmelzpunkt als auch ein Schmelzintervall vorliegen, während im zweiten Fall nur ein Schmelzintervall vorherrschen kann [137].

Das Verfahren, bei dem ein vorlegiertes Pulver zwischen T_{liq} und T_{sol} in ein Schmelzintervall erwärmt wird, kann als Supersolidus Flüssigphasensintern (engl. Supersolidus Liquid Phase Sintering) (SLPS) bezeichnet werden [150]. Ein großes Intervall zwischen T_{liq} und T_{sol} ist dabei für die Einstellung einer präzisen Menge an flüssiger Phase von großer Bedeutung. Es gilt, dass sich die chemische Zusammensetzung der Legierung auf die Größe des Schmelzintervalls auswirkt [151]. Ein hoher Legierungsgehalt führt demnach in vielen Fällen zu einem größeren Schmelzintervall [137] (Abb. 17). Das Diagramm zeigt dabei einen Gleichgewichtszustand für ein binäres System, in dem beide Komponenten vollständig ineinander löslich sind. Die Herstellungsrouten für vorlegierte Pulver finden durch eine Gas- oder Wasserverdüsung aus der Schmelze statt, was zu einer hohen Abkühlgeschwindigkeit führt. Daher erstarrt das vorlegierte Pulver nicht im Gleichgewichtszustand, sodass Gleichgewichts-

Phasendiagramme nur bedingt für die Ermittlung der Sintertemperatur herangezogen werden können [188].

Den positiven Eigenschaften von hohen Legierungsgehalten für das SLPS steht eine möglicherweise schlechtere Benetzung gegenüber, da Phasen mit stark unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen in vielen Fällen eine schlechtere gegenseitige Benetzbarkeit aufweisen. Da für einen SLPS-Prozess diese Benetzbarkeit jedoch gewährleistet sein muss, ist darauf zu achten, dass ein guter Kompromiss zwischen guter Benetzbarkeit und der Größe des Schmelzintervalls gewählt wird, um ein stabiles SLPS durchführen zu können [137].

Die Einstellung einer bestimmten Menge an flüssiger Phase hat somit einen großen Einfluss auf die Stabilität des Sintervorgangs. Darüber hinaus ist die Stabilität des Sintervorgangs abhängig von der gleichmäßigen Ausbildung des Flüssigphasenanteils bezogen auf die Temperatur [153], jedoch ist die Zunahme innerhalb des Sinterfensters als nicht-linear anzusehen [149]. Ein Flüssigphasenanteil von 20 bis 40 Vol.-%, welcher das Arbeitsfenster für das SLPS kennzeichnet, ist für eine Verdichtung von Werkzeugstählen anzustreben. Unter diesen Umständen ist eine geringfügige Restporosität der SLPS-Probe gegeben [188].

Ausgangswerkstoffe

Bei dem Supersolidus Flüssigphasensintern dient, anders als bei reinem Flüssigphasensintern, ein vorlegiertes Pulver als Ausgangswerkstoff [153]. Für die Herstellung des Ausgangswerkstoffs wird eine Verdüsung des Werkstoffs durchgeführt. Eine Wasserverdüsung wird angewendet, wenn es sich um einen vorlegierten Werkstoff handelt, welcher geringe Anteile an sauerstoffaffinen Legierungselementen aufweist (-1 Ma.-%) bzw. der O-Gehalt nicht weiter berücksichtigt wird. Die Oxidation des Pulvers durch den Sauerstoff ist, für Werkstoffe mit geringem Anteil an oxidationsfördernden Legierungselementen, als unkritisch anzusehen. Sollte die deutlich kostengünstigere Wasserverdüsung bei hochlegierten Legierungssystemen eingesetzt werden, bieten Reduktionsglühungen eine entsprechende Alternative, die Oxidation zu verringern. Ein weiteres Merkmal der Wasserverdüsung ist die spratzige Form des entstehenden Pulvers. Wenn das vorlegierte Pulver jedoch einen höheren Anteil an sauerstoffaffinen Elementen aufweist, wie unter anderem hochlegierte Werkzeugstähle, wird eine Gasverdüsung mit Inertgas oder Stickstoff bevorzugt. So kann man einer zu starken Oxidation des vorlegierten Pulvers entgegenwirken und eine einwandfreie Verarbeitbarkeit gewährleisten. Darüber hinaus bilden sich bei der Gasverdüsung sphärische Pulver, die für einige PM-Prozesse als Ausgangswerkstoffe bevorzugt werden [133, 143, 149].

Verdichtungsprozess

Das Supersolidus Flüssigphasensintern unterscheidet sich nicht nur durch die Anwesenheit eines möglichst großen Schmelzintervalls (Bereich zwischen T_{liq} und T_{sol}) vom herkömmlichen Flüssigphasensintern, sondern auch durch den Verdichtungsprozess selbst. Dieser wird nachfolgend detailliert beschrieben.

Im Ausgangszustand liegt ein Pulverhaufwerk mit größeren Hohlräumen vor [189]. Durch die Erwärmung des Pulvers mit einer bestimmten Aufheizrate wird der Prozess des Festkörpersinterns aktiviert. Diese Aktivierung findet bei einer Temperatur von circa $0,5 \cdot T_{\text{sol}}$ statt und bewirkt eine eher geringe Verdichtungsrate [137, 154]. Diese liegt in der geringen Diffusionsgeschwindigkeit bei festen Körpern gegenüber flüssigen Phasen begründet [155]. Für eine typische Bildung von Sinterhälsen und weiterem Verdichten innerhalb eines Festkörpersinterprozesses (Abb. 18). Zunächst ist eine Bildung der Sinterhäse unter Verringerung des mittleren Abstandes zwischen zwei Partikeln zu erkennen (Abbildung 18 a) - c)). Danach bildet sich aus den beiden einzelnen Pulverpartikeln durch weiteres Verringern des Abstandes ein neues Pulverkorn, welches einen größeren Radius aufweist als die beiden einzelnen Ausgangspulverpartikel (Abbildung 18 d) - e)).

Bei der weiteren Erwärmung und einem Anstieg über die Solidustemperatur kommt es zum Aufschmelzen des Pulvers. Während beim Flüssigphasensintern ganze Pulverkomponenten des zuvor gemischten Pulvers aufschmelzen und eine flüssige Phase bilden, werden beim SLPS die flüssigen Phasen innerhalb der vorlegierten Pulverkörner gebildet. Daher ist das Gefüge der Pulverkörner eine maßgebliche Einflussgröße beim SLPS und ausschlaggebend für das Sinterverhalten. Außerdem kann ein erheblicher Anstieg der Verdichtungsrate beim Überschreiten von T_{sol} beobachtet werden. Dieser Anstieg wird in vielen Fällen mit einer Stufenfunktion beschrieben [137, 151, 189].

Eine typische Bildung der flüssigen Phase findet innerhalb der Pulverkörner entlang der niedrigschmelzenden Bereiche statt. Hinzu kommt die Ausbildung der flüssigen Phasen zwischen den Pulverkörnern entlang der Sinterhäse, die durch das Festkörpersintern des Pulvers entstehen [151, 188].

Die flüssige Phase benetzt dabei die festen Gefügebestandteile und ist bestrebt, die Oberflächenenergie zu minimieren. Die Mechanismen, die zur Minimierung der Oberflächenenergie und somit zur Verdichtung des Pulvers führen, sind Umordnungsvorgänge. Diese lassen sich aufteilen in viskoses Fließen und das Schließen von Poren (Abb. 19). Diese Umordnungsvorgänge finden sowohl beim Flüssigphasensintern als auch beim Supersolidus Flüssigphasensintern statt [149]. Einen zusätzlich positiven Einfluss auf die Verdichtung haben die Kapillarkräfte, die aufgrund der Benetzung der festen Gefügebestandteile mit der flüssigen Phase aufgebaut werden und auf die Flüssigphasenbrücken zwischen den Partikeln wirken. Sie drücken die Flüssigphasenbrücken in Richtung der Hohlräume und bewirken so eine Annäherung der Partikel. Dieser Vorgang ist als Schwindung bekannt [152, 156].

Einflussfaktoren auf den SLPS-Prozess

Da beim SLPS die flüssige Phase innerhalb der Pulverkörner entsteht und andere Gefügebestandteile innerhalb der Pulverkörner benetzen muss, liegt ein erheblicher Einfluss auf das Sinterverhalten bei der Größe der Gefügebestandteile jedes Pulverkorns und nicht bei der Pulverkorngröße selbst. Dies hat die positive Auswirkung, dass auch größere Pulverkörner, anders als beim Flüssigphasensintern, zu einem dichten Material gesintert werden können [137, 156]. Neben der Größe der Gefügebestandteile haben, wie bereits erwähnt, die Gefüge selber ebenfalls Auswirkungen auf das Sinterverhalten und die Eignung für SLPS. Es ist zum Beispiel bekannt, dass Systeme, die zum Teil eutektisch erstarrt sind, aufgrund des raschen Aufschmelzens und einer schnellen Verdichtung gut für das SLPS geeignet sind. Hingegen neigen Systeme, die dendritisch erstarrt sind, oftmals dazu, mit der interdendritisch gebildeten Flüssigphase separierte Schmelzenbereiche zu bilden, die das SLPS-Verfahren erschweren und daher in den meisten Fällen nicht für ein SLPS-Verfahren verwendet werden [137, 188].

Zusammenfassend sind für das SLPS drei maßgebliche Einflussgrößen zu nennen. Dies sind die Begebenheit der Gefügebestandteile, die Größe der Gefügebestandteile und der Anteil der flüssigen Phase. Darüber hinaus gibt es weitere metallurgische und prozessführende Zusammenhänge, die für eine stabile Durchführung eines SLPS-Verfahrens beachtet werden müssen. Hierzu gehört ein ausreichend großes Intervall zwischen der Temperatur bei der 20 Vol.-% Flüssigphase entstehen und der Temperatur bei der 40 Vol.-% Flüssigphase vorhanden sind. Bei einem großen Intervall ist der Sinterprozess gegenüber Temperaturschwankungen unabhängiger und somit auch stabiler. Darüber hinaus haben die Prozessparameter der Temperaturführung einen großen Einfluss auf das SLPS. Sie beinhalten die Aufheizrate, die isotherme Haltezeit und die Abkühlrate [137, 188]. Diese unterscheiden sich je nach Anwendungsfall bzw. verwendetem vorlegierten Werkstoff. Die Aufheizrate trägt dabei in Kombination mit der isothermen Haltezeit zur Ausbildung ausreichend entwickelter Flüssigphasennetzwerke und somit zum Verdichtungsprozess innerhalb der Pulverschüttung bei. Die Abkühlrate hingegen bestimmt die Gefügebildung der Sinterprobe maßgeblich.

2.8.2 Heißisostatisches Pressen

Das Heißisostatische Pressen (engl.: hot isostatic pressing, HIP) ist ein Urformverfahren in der Pulvermetallurgie (PM). Der HIP-Prozess kann dabei in die typischen drei Verfahrensschritte (Pre-Processing, In-Processing, Post-Processing) eines PM-Prozesses eingeordnet werden (Abb. 20) [135, 158, 159, 190–193].

Ausgangswerkstoffe

Zunächst wird der Ausgangswerkstoff hergestellt und für den HIP-Prozess vorbereitet. Für das HIP-Verfahren wird dabei, wie bei allen pulvermetallurgischen und vielen additiven Fertigungsverfahren, ein Pulver als Ausgangswerkstoff verwendet. Für die Herstellung dieser Pulver stehen verschiedene chemische, mechanische und physikalische Verfahren zur Verfügung. Hierzu gehören beispielsweise die Gas- und Wasserverdüsung bzw. die mechanische Zerkleinerung von Bulkmaterial zu Pulver.

Kapselfüllung und Vorbehandlung

Die weitere Vorbereitung besteht aus einer Verfüllung des Pulverwerkstoffs in Kapseln. Um einer unerwünschten Formveränderung der Kapseln während des HIP-Prozesses entgegenzuwirken, sind bei der Verfüllung Füllfaktoren von größer 60 % anzustreben. Die Kapseln sind meist aus einem Baustahl oder einem austenitischen Stahl gefertigt. Nach Verfüllung des Pulvers in die Kapsel wird diese mithilfe einer Schweißung (bspw. WIG) geschlossen. Für die Weiterverarbeitung innerhalb des HIP-Prozesses ist die Kapsel dafür entweder zuvor evakuiert worden oder wird durch eine Verschweißung eines Deckels an die Kapsel nach der Verschweißung mittels WIG-Schweißen evakuiert. Die Evakuierung findet dabei je nach Prozess bei Raumtemperatur oder einer erhöhten Temperatur statt. Durch die Evakuierung sollen Verunreinigungen im gefertigten Bauteil weitestgehend ausgeschlossen werden [133, 135, 136, 145, 147, 148, 158, 159, 180, 182, 191–193].

HIP-Prozess

Im zweiten Schritt der HIP-Weiterverarbeitung findet der eigentliche HIP-Prozess statt. Hierbei sind die einzustellenden HIP-Prozessparameter die Temperatur (programmierte Temperaturrampen, Aufheizrate, Haltezeiten der Prozesstemperatur) und der Pressdruck. In herkömmlichen HIP-Prozessen beträgt die Temperatur meist bis zu ca. 80 % der Solidustemperatur des Werkstoffs. Damit ist die Temperatur innerhalb des HIP-Prozesses deutlich geringer als bei herkömmlichen Sintervorgängen. In herkömmlichen HIP-Anlagen wird der Probenraum über Heizelemente erwärmt. Der typische Pressdruck liegt bei bis zu 300 bar. Das Prozessgas ist meist ein Inertgas, wie beispielsweise Argon, sodass es zu keiner Reaktion des Gases mit dem Werkstoff innerhalb des HIP-Prozesses kommt. Hierbei werden die Parameter der Aufheiz- bzw. Abkühlrate bestimmt. Dabei können einige HIP-Anlagen eine sehr hohe Abkühlrate realisieren, wodurch die Kapsel und das Probenmaterial rasch abkühlt und so eine nachfolgende Wärmebehandlung des Probenmaterials ggf. entfallen kann [133, 135, 136, 158, 159, 191–195].

Entkapselung

Der dritte und abschließende Schritt der HIP-Weiterverarbeitung sieht eine Entkapselung des Probenmaterials vor. Hierfür gibt es sowohl chemische als auch mechanische Verfahren. Während bei den chemischen Verfahren eine gezielte Ätzung lediglich das Kapselmaterial entfernt, wird bei den mechanischen Verfahren beispielsweise durch ein Abdrehen des Kapselmaterials das Probenmaterial vollständig freigelegt. Anschließend können durch verschiedene Wärmebehandlungsprozesse die gewünschten Werkstoffeigenschaften des Bauteils eingestellt werden [133, 135, 136].

Die Vorteile eines HIP-Prozesses sind die Fertigung von poren- und seigerungsfreien Bauteilen, mit isotropen Bauteileigenschaften, die Fertigung von Bauteilen mit theoretischer Werkstoffdichte und unabhängige Werkstoffkennwerte der gefertigten Bauteile von der Werkstückgröße. Diese Vorteile des HIP-Prozesses liegen in der Prozessführung und den vorherrschenden Verdichtungsmechanismen begründet [71, 133, 135, 136, 143, 158, 159, 191–193].

Ablaufende HIP-Mechanismen

Der herrschende effektive Pressdruck während eines HIP-Vorgangs stellt die größte Triebkraft für die Verdichtung dar. Dieser ist als mittlere Kontaktkraft, bezogen auf die durchschnittliche Berührungsfläche der Teilchen, definiert. Thermisch aktivierbare diffusionsgesteuerte Prozesse sind für die Verdichtung meist eher von geringerer Bedeutung. Auch die Teilchenabgleitung und das Zerbrechen einzelner Teilchen in kleinere Partikel trägt nur in einem geringen Maße zur Verdichtung des Probenmaterials bei. In Anlehnung an diese vorherrschenden Triebkräfte können drei unterschiedliche Verdichtungsmechanismen innerhalb eines HIP-Prozesses charakterisiert werden [71, 133, 135, 136, 158, 159, 191–193].

Der erste Mechanismus ist dabei dadurch gekennzeichnet, dass der Pressdruck während des HIP-Prozesses über der Fließgrenze des Pulverwerkstoffs liegt. Er ist am Anfang eines HIP-Prozesses von großer Bedeutung und bildet in dieser Phase die Verdichtung des Pulverwerkstoffs. Es findet währenddessen eine plastische Deformation der Pulverteilchen statt. Hierbei verformen sich die Berührungspunkte der Pulverteilchen und platten ab. Die plastische Verformung beruht dabei auf dem Versetzungsgleiten, also auf der Wanderung der Versetzungen innerhalb des Werkstoffgefüges auf den Gleitebenen. Der Prozess des Versetzungsgleitens verdichtet solange das Probenmaterial bis der effektive Pressdruck innerhalb des HIP-Prozesses unter die Fließgrenze des Pulverwerkstoffs fällt. Zu diesem Zeitpunkt findet kein Versetzungsgleiten mehr statt und die Wanderung der Versetzungen stoppt. Demzufolge stoppt auch die Verdichtung des Pulverwerkstoffs [71, 133, 135, 136, 158, 159, 191–193].

Der zweite Mechanismus in einem HIP-Vorgang beruht auf dem Prinzip des Versetzungskriechens

und ist ein thermisch aktivierter Prozess. Er tritt ein, sobald die Versetzungen die Hindernisse nicht mehr auf konservative Weise überschreiten können, sondern auf diffusionsgesteuertes Klettern für die Umgehung der Hindernisse angewiesen sind. Dabei lagern sich Leerstellen aufgrund von Diffusion vor den Hindernissen an und ermöglichen so das Klettern der Versetzungen und das Weiterwandern. Die Vorgänge sind aufgrund der thermisch bedingten, diffusionsgesteuerten Mechanismen zeitabhängig. Üblicherweise tritt diese Art von Verdichtungsmechanismus während des HIP-Vorgangs bei hohen effektiven Pressdrücken auf [71, 133, 135, 136, 158, 159, 191–193].

Als dritter Verdichtungsmechanismus gilt der Diffusionsmechanismus. Die Diffusionsvorgänge laufen dabei ähnlich wie beim drucklosen Sintern ab. Die Atome wandern von den druckbelasteten Korngrenzen in den sich typischerweise zwischen zwei Pulverteilchen ausbildenden Sinterhals. Sie wandern dabei sowohl durch das Kornvolumen als auch entlang der Korngrenzen. Die vorherrschenden Diffusionsvorgänge sind dabei die Kristallgitterdiffusion sowie die Korngrenzdiffusion. Ausschlaggebend dafür, dass der Diffusionsmechanismus zur Verdichtung des Pulverkörpers beiträgt, ist die Anwesenheit von Leerstellen entlang der Korngrenzen. Sollten diese aufgrund der erhöhten Temperatur und damit einhergehendem Kornwachstum nicht mehr an den Korngrenzen liegen, trägt die Diffusion auch nicht unmittelbar zur Verdichtung des Pulverkörpers bei. Der Diffusionsmechanismus ist bei geringem effektiven Druck dominierend. Da jedoch die Diffusionsvorgänge temperaturgesteuert und abhängig von der Diffusionslänge sind, ist die Pulverteilchengröße sowie die Prozesstemperatur für diesen Mechanismus von großer Bedeutung [71, 133, 135, 136, 158, 159, 191–193].

Verdichtungsmechanismen

Für die Übersicht der ablaufenden Verdichtung in Pulverwerkstoffen können unabhängig von dem dazu führenden Verdichtungsmechanismus zwei Betrachtungsmöglichkeiten herangezogen werden. Diese unterscheiden sich in ihrem Anwendungsbereich und stellen zwei Grenzfälle dar, da sich die Geometrie des Porenraums in einem Pulverkörper und die Wechselwirkungen der einzelnen Pulverteilchen mit fortschreitender Verdichtung des Pulverwerkstoffs signifikant ändern (Abb. 21) [191].

So ist das erste Modell für eine Verdichtung bis zu einer relativen Dichte von 90% des Pulverkörpers anwendbar. Dabei sind innerhalb dieses Modells die Pulverteilchen noch einzeln voneinander differenzierbar. Es liegen Poren innerhalb des Pulverkörpers vor, die aufgrund von Netzwerken aus Pulverteilchen voneinander getrennt sind. Der effektive Pressdruck in den einzelnen Kontaktflächen der Pulverteilchen ist in diesem Modell im Ausgangszustand hoch, da sich bei sphärischem Pulver die Kontaktflächen auf Kontaktpunkte reduzieren. Der anfangs hohe effektive Pressdruck flacht schnell ab, da sich die Kontaktflächen zwischen den Pulverteilchen vergrößern und sich aufgrund der Verdichtung des Pulverwerkstoffs die Porengröße reduziert und somit mehr Pulverteilchen in Kontakt stehen. Mit

fortschreitender Verdichtung des Pulverkörpers schwindet die Komprimierbarkeit aufgrund der ablaufenden geometrischen Veränderungen der Pulverteilchen und kommt schließlich zum Erliegen [191]. Das zweite Modell beschreibt die Pulverwerkstoffe als ein homogenes Kontinuum. Diese weisen einen einheitlichen Zusammenhalt auf. Im Inneren sind Poren im Pulverwerkstoff enthalten. Der effektive Pressdruck auf die Pulverteilchen ist dabei als konstant anzusehen und wird über den außen anliegenden Pressdruck und den in den Poren vorherrschenden, dazu entgegengesetzten, Poreninnendruck bestimmt [191].

Mechanische Eigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften von HIP-Bauteilen sind, anders als bei Bauteilen anderer Urformverfahren, nicht ausschließlich von der erzielten Enddichte, sondern auch vom Verdichtungsmechanismus abhängig. Dies hängt neben der Verbindung der einzelnen Pulverteilchen bei unterschiedlichen Verdichtungsmechanismen auch mit der Bildung geometrisch ausgebildeter Restporen während der einzelnen Verdichtungsmechanismen zusammen. So führt beispielsweise die Verdichtung des Werkstoffs mittels Diffusionsvorgängen zu einer deutlicheren Steigerung der Verbindung zwischen den Pulverteilchen als die Versetzungsmechanismen, bei denen die Pulverteilchen lediglich durch eine plastische Verformung verdichten. Die Bildung unterschiedlicher Restporen beruht ebenfalls auf den unterschiedlichen Verdichtungsmechanismen. Während Diffusionsvorgänge durch die Ausbildung der Sinterhalse zu einer Abrundung der Poren führen, bewirken die Versetzungsmechanismen während der Verdichtung des Pulverkörpers eine Ausbildung von scharfkantigen Porenkonturen, deren Kanten bei einer ungenügenden Verdichtung des gesamten Pulverkörpers als Risskeime wirken können [133, 135, 136, 158, 159, 191–193].

Einflussfaktoren auf den HIP-Prozess

Welcher Verformungsmechanismus bei welchen HIP-Prozessparametern abläuft ist abhängig von den Pulver- und Werkstoffeigenschaften. Diese setzen sich üblicherweise aus der Pulverteilchengröße, den Diffusionskonstanten und den Kriechparametern des Pulvers zusammen. So hat beispielsweise die Pulverteilchengröße nur einen geringen Einfluss auf die Versetzungsmechanismen, aufgrund des unmittelbaren Einflusses auf die Diffusionslänge jedoch eine große Bedeutung bei der Verdichtung durch die Diffusion. Feine Pulver sind daher bevorzugt für die Verdichtung mittels Diffusionsmechanismus, gröbere Pulver hingegen, aufgrund der Vergrößerung der Diffusionslängen, bevorzugt für die Verdichtung durch Versetzungsmechanismen zu wählen. [133, 135, 136, 158, 159, 191–193].

2.8.3 Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern

Das Feldunterstützte Sintern (englisch: Field Assisted Sintering Process, FAST) oder auch Spark Plasma Sintering (SPS) wird als eine gesonderte Variante des Heißpressens angesehen. Die beiden Definitionen werden dabei in der Literatur synonym verwendet. Aufgrund der ablaufenden Prozessmechanismen und der weitestgehend ausbleibenden Plasma- bzw. Funkenbildung ist die Definition des Verfahrens als feldunterstütztes Sintern (FAST) wissenschaftlich korrekter. Dabei liegt der größte Unterschied zu bisherigen Heißpress-Verfahren in der Pulvermetallurgie bei der zusätzlichen Einspeisung von gepulster Gleichspannung über die Pressstempel des Presswerkzeugs in das zu verarbeitende Pulver (Abb. 23) [196–199].

Prozessparameter FAST / SPS

Die Pulsdauer eines herkömmlichen FAST / SPS-Prozesses beträgt einige Millisekunden. Bei elektrisch leitenden Pulvern ergibt sich so ein Stromfluss durch das Probenmaterial. Die eingeleitete gepulste Gleichspannung führt über die Freisetzung von Joulescher Wärme an den Kontaktpunkten der Pulverteilchen zu einer Erwärmung des Probenmaterials. Die Weiterleitung der Jouleschen Wärme in das Innere der Pulverteilchen beruht auf Diffusionsprozessen. Dabei wird die Menge der Jouleschen Wärme bei einer definierten eingeleiteten Stromstärke vom Widerstand des Werkzeugs bzw. bei elektrisch leitfähigem Pulver von Werkzeug und metallischem Pulver bestimmt. Anders als bei anderen Sinterverfahren, die durch ein Heißpressen von Pulver charakterisiert sind, erfolgt die Erwärmung nicht nur über eine indirekte Heizung in der Heißpress-Anlage, sondern direkt durch den Flächenkontakt des Ober- bzw. Unterstempels. Hierdurch ist eine deutlich schnellere Aufheizung des Materials auf die Sintertemperatur gewährleistet. Die kürzere Prozesszeit ist dabei abhängig von der Geometrie des Probenkörpers. Die Erwärmung des Sintergutes auf Sintertemperatur ist umso schneller, je größer das Durchmesser-Höhe-Verhältnis der zu fertigenden Probe ist [196–202].

Schematisches Prinzip des FAST / SPS

Als elektrisches Ersatzsystem für den FAST- bzw. SPS-Prozess bildet sich eine Reihenschaltung aus, die als einzelne Widerstandskomponenten den Pressstempel und das metallische Pulver aufweist. Bei der Verwendung einer elektrisch leitfähigen Matrize ergibt sich darüber hinaus noch eine Parallelschaltung zwischen Pulver und Matrize (Abb. 24). Die elektrische Schaltung innerhalb der Pulverschüttung weist dabei eine Verkettung mehrerer Reihen- und Parallelschaltungen auf, da jeder Teilchenkontakt einen einzelnen elektrischen Widerstand darstellt. Der innere Bereich eines Pulverteilchens kann als Kurzschluss zwischen den Kontaktbereichen mit anderen Pulverteilchen verstanden werden. Die elektrische Ersatzschaltung für den Prozess wird somit durch die Kontaktpunkte bzw.

-flächen zwischen den einzelnen Pulverteilchen definiert und verändert sich fortwährend innerhalb des ablaufenden Prozesses (Abb. 24) [197].

Das FAST- bzw. SPS-Verfahren ist auch für elektrisch nichtleitende Pulver durch die Wahl elektrisch leitfähiger Presswerkzeuge, die meist aus dem Werkstoff Graphit bestehen, anwendbar. Hierbei vereinfacht sich die elektrische Ersatzschaltung innerhalb des FAST- bzw. SPS-Prozesses erheblich [199–202].

Einflussfaktoren auf das FAST / SPS

Der elektrische Widerstand innerhalb eines unverdichteten, elektrisch leitfähigen, metallischen Pulvers kann auf die geometrischen Verhältnisse des Pulvers und dem vorherrschenden Oberflächenzustand auf den metallischen Pulvern zurückgeführt werden. Eine Erhöhung des elektrischen Widerstandes innerhalb einer Pulverschüttung kann entweder auf die Reduzierung des Abstandes der Pulverteilchen zueinander und somit auf die Vergrößerung der Kontaktpunkt bzw. -flächen oder aber auf die Ausbildung der Oxidschichten auf den Pulverteilchen zurückgeführt werden. Die Änderung des Abstandes der Pulverteilchen zueinander innerhalb einer unverdichteten Pulverschüttung hängt stark von der Teilchenmorphologie des Pulvers ab. Die Ausbildung der Oxidschichten auf den Pulverteilchen ist hingegen von der Herstellung und der Weiterverarbeitung des Pulvers abhängig. Die Oxidschichten behindern den Kontakt der Pulverteilchen. Erst ein Aufbringen des Drucks und ein Vorverdichten des Pulvers über die Pressstempel innerhalb des FAST bzw. SPS führt zu einem Aufbrechen der Oxidschichten. Dabei bilden sich kleinere Risse in der Oxidschicht und es entstehen sogenannte Mikrokontakte zwischen den Pulverteilchen, die einen elektrischen Stromfluss ermöglichen [196–198].

Verdichtungsmechanismen des FAST / SPS

Durch den aufgebrauchten Pressdruck wird darüber hinaus auch die Kontaktfläche der Pulverteilchen untereinander vergrößert. Dabei formen sich bei fortschreitender Verdichtung des Pulvers mit der Oberfläche verbundene zylindrische Porenkanäle, die bei einer Probendichte von 90 bis 95 % geschlossene Poren innerhalb des Gefüges bilden. Anders als bei drucklosen Sinterprozessen, in denen die Verdichtung weitestgehend durch die Diffusionsprozesse beschrieben werden kann, tritt durch den Pressvorgang die plastische Verformung und das quasiviskose Verhalten des Pulvers, durch das diffusionsviskose Fließen, anstelle des Sintervorgangs bzw. der Diffusionsprozesse auf. Bei einem drucklosen Sintern ist primär die Teilchengröße des Pulvers entscheidend, da durch eine abnehmende Teilchengröße die Leerstellenkonzentration zunimmt und die Diffusionswege abnehmen. Bei einem Verfahren unter Druck wird mit den Pressdrücken die Fließspannung des Materials überschritten,

sodass plastische Verformung stattfindet. Bei der plastischen Verformung entstehen Versetzungen, die das Material verfestigen bzw. die Fließgrenze erhöhen. Diesem Effekt der Verfestigung wird mithilfe der eingeleiteten gepulsten Gleichspannung und der Freisetzung der Jouleschen Wärme in den Kontaktpunkten der Pulverteilchen entgegengewirkt. Dabei findet der Eintrag der gepulsten Gleichspannung herkömmlicherweise durch kurze Strompulse mit einer hohen Stromstärke statt, sodass es eine lokale Überhitzung der Kontaktbereiche der Pulverteilchen gibt. Diese führt wiederum zu einer höheren Verdichtung. Bei der Wahl eines längeren Strompulses bzw. einer geringeren Stromstärke würde die lokale Erwärmung aufgrund der sich vergrößernden Sinterhalse zwischen Pulverteilchen in den Kontaktzonen zu einer Verringerung der lokalen Erwärmung führen. Durch die Wahl der geeigneten Parameter findet eine Ausheilung der Versetzung statt und das Material kann weiter verformt werden. Dieser Mechanismus läuft dabei deutlich schneller ab als ein reiner diffusionsgesteuerter Sintervorgang während des drucklosen Sinterns. Durch die Aufbringung des Pressdrucks beim SPS erfolgt darüber hinaus auch eine schnellere Ausheilung der zylindrischen Poren innerhalb des Gefüges [196–202].

Die Vorteile von FAST bzw. SPS gegenüber drucklosen Sinterverfahren aber auch gegenüber anderen Heißpressverfahren, sind sowohl eine schnelle Verdichtung als auch ein feineres Gefüge. Dabei ist die schnelle Verdichtung auf die Druckzufuhr und die Überschreitung der plastischen Fließgrenze des Materials innerhalb des Prozesses zurückzuführen. Ebenso ist die Ausbildung eines feineren Gefüges indirekt auf die Druckzufuhr und die damit geringere notwendige Prozesstemperatur und das somit geringere Kornwachstum zu erklären. Ein weiterer Vorteil des FAST- bzw. SPS-Prozesses ist die effektive Ausheilung von größeren Poren, die von unterschiedlichen Pulvergrößen, -formen und generellen Inhomogenitäten der Pulverschüttung und damit einhergehend in unterschiedlichen Verdichtungsgraden in einzelnen Teilbereichen, herrühren [199–202].

2.8.4 Selektives Laserschmelzen

Das selektive Laserschmelzen (engl.: Powder Bed Fusion - Laser Beam/metal bzw. PBF-LB/M) gehört zu den additiven Fertigungsverfahren (engl.: Additive Manufacturing bzw. AM). Es ähnelt dem Laser-auftragsschweißen bzw. dem Lasersintern (LS) und selektivem Lasersintern (SLS). Die Verfahren des LS und des SLS werden weiter differenziert in das indirekte Metall Lasersintern (engl.: Indirect Metal Laser Sintering bzw. IMLS) und das direkte Metall Lasersintern (engl.: Direct Metal Laser Sintering bzw. DMLS). Die grundsätzliche Abgrenzung des PBF-LB/M-Prozesses zu den anderen laserbasierten Verfahren erfolgt unter anderem über die eingesetzten Pulver, die keinen Binder-Zusatz aufweisen [136, 162, 164, 167, 203–208].

Das Verfahren wird daher auch zu den Pulverbett-Verfahren gezählt. Wie bereits in Kapitel 2.8 näher

beschrieben, wächst der Marktanteil der additiven Fertigungsverfahren in den letzten Jahren immer weiter an. Das PBF-LB/M-Verfahren nimmt darüber hinaus einen immer größeren Teil der AM ein. So werden in vielen Industriezweigen PBF-LB/M-Verfahren für die Herstellung von Produkten herangezogen, die durch hohe Individualität bei geringer Stückzahl gekennzeichnet sind (Medizintechnik, Luft- und Raumfahrt, Werkzeugbau, etc.). Ein typischer PBF-LB/M-Prozess und die ablaufenden Teilprozesse sind in Abbildung 25 schematisch aufgeführt [136, 162, 164, 167, 172, 174, 178, 203, 209].

Ausgangsmaterial eines PBF-LB/M-Prozesses

Das Ausgangsmaterial beim PBF-LB/M-Prozess bildet sphärisches Pulver. Dabei reichen die konventionellen Pulver von Einkomponenten-Pulvern hin zu Mehrkomponenten-Pulvern komplexer Legierungssysteme. Die Pulver liegen meist ohne Zusätze vor.

Für die Pulverherstellung werden meist Verdünnungen unter Inertgas herangezogen, die durch die Prozessführung zu einer sphärischen Form des Pulvers bei einer geringen Streuung innerhalb der Größenverteilung führen. Ausschlaggebend für die Verarbeitbarkeit der Pulver im PBF-LB/M-Prozess ist die Fließfähigkeit bzw. Förderbarkeit der Pulver. Eine ausreichende Förderbarkeit ermöglicht die Aufbringung des notwendigen Pulverbettes in den einzelnen Prozessschritten. Des Weiteren ist für die Verarbeitung der Pulver zu dichten porenfreien Probenkörpern die Schütt- bzw. Klopfdichte des Ausgangsmaterials, wie sie in Kapitel 2.7 definiert wird, von großer Bedeutung. Auch der in Kapitel 2.7 beschriebene Hausner-Faktor wird bei der Charakterisierung eines metallischen Pulvers für die PBF-LB/M-Weiterverarbeitung herangezogen [136, 144, 145, 147, 148, 162, 164, 167, 180–182, 203, 210].

Verfahrensschritte eines PBF-LB/M-Prozesses

Das PBF-LB/M-Verfahren ist ein additives bzw. generatives Fertigungsverfahren, sodass die einzelnen Prozessschritte denen eines AM-Prozesses gleich sind (Abb. 16). Dazu gehört das Pre-Processing sowie das In-Processing. Dabei handelt es sich sowohl um die Pulveraufbringung, die Belichtung des Pulverbettes durch einen Laser als auch um das schrittweise Verfahren der Grundplatte in z-Richtung um eine definierte Schichtdicke. Danach können im Post-Processing etwaige Nachbehandlungen des gefertigten Bauteils durchgeführt werden. Die Schritte des In-Processing unterscheiden sich, gerade in der Aufbringung und der temperaturgesteuerten schmelzmetallurgischen Verbindung des Probenmaterials, zwischen den einzelnen AM-Verfahren. Daher sind im Folgenden die speziellen Verfahrensschritte im In-Processing eines PBF-LB/M-Prozesses näher erläutert (Abb. 26) [136, 162, 165, 167, 203–205, 207, 208, 210–215].

Zunächst wird das pulverförmige Ausgangsmaterial auf einer Grundplatte im Bauraum der PBF-

LB/M-Anlage in einer ersten gleichmäßigen Schicht aufgebracht. Die geometrischen Informationen, die für die Aufbringung des Pulvers zu einem Pulverbett herangezogen werden, sind in den STL-Datensätzen für jede einzelne Schicht hinterlegt. Nach der Aufbringung der ersten Pulverschicht wird das Pulver mithilfe eines Lasers in der x-y-Ebene vollständig aufgeschmolzen [136, 163, 172, 205, 216–219].

Der Laser erzeugt dabei eine elektromagnetische Welle, die als Energiequelle genutzt wird. Die Energie wird in der additiven Fertigung bzw. im PBF-LB/M-Prozess in Form von Wärme genutzt, um den Werkstoff lokal aufzuschmelzen. Die Wärme wird durch die Dissipation der absorbierten elektromagnetischen Energie des Laserstrahls freigesetzt. Somit kann die eingebrachte Wärme bei ausreichend hoher Intensität des Laserstrahls den Werkstoff lokal über die Schmelztemperatur erhitzen. Dabei muss die Laserleistung durch die Prozessparameter so eingestellt werden, dass sich ein vollständiges zusammenhängendes Schmelzbad ausbilden kann, das bei der Wiedererstarrung zu einem dichten und porenfreien Bauteil führt. Die Absorption und Reflexion eines metallischen Bauteils hängt dabei neben der Wellenlänge des Lasers, dem Einfallswinkel und der Polarisation der Laserstrahlung auch von den Materialeigenschaften, der Oberflächenbeschaffenheit und der Geometrie des vorliegenden Ausgangsmaterials ab. Die Transmission kann bei metallischen Werkstoffen vernachlässigt werden. Die Pulvereigenschaften, wie die Morphologie oder die Fraktion des Pulvers sowie die Schütt- und Klopfdichte haben neben den Werkstoffeigenschaften einen großen Einfluss auf die Absorption und Reflexion einer Pulverschüttung (Abb. 27) [136, 167, 204, 210, 220–233].

Bedingt durch die Pulverschüttung innerhalb des Pulverbettes kommt es, neben der diffusen Reflexion der Strahlung in die Umgebung auch zu Mehrfachreflexion der Strahlung in tiefere Bereiche der Pulverschüttung. Dabei gilt, je tiefer die Strahlung in das Pulverbett reflektiert wird, desto geringer wird die Intensität der Strahlung und desto mehr wird durch die Dissipation der elektromagnetischen Energie in Wärme umgewandelt. Durch diesen Effekt der Mehrfachreflexion bzw. der Strahlfalle und der damit einhergehenden Intensitätsabnahme weisen Pulverschüttungen hohe Absorptionsgrade auf [204, 222–225, 228–232].

Die Dissipation der Laserstrahlung wird innerhalb einer Pulverschüttung in drei Phasen eingeteilt. In der ersten Phase findet bedingt durch die Absorption der Laserstrahlung die Dissipation in thermische Energie bzw. Wärme, wie oben beschrieben, statt. Die Wärme wird in einer zweiten Phase in der Pulverschüttung unter den Pulvern weitergeleitet. Es findet somit eine Wärmeleitung aufgrund eines Temperaturgradienten zwischen den Pulverkörnern statt. Darüber hinaus wird in einer dritten Phase die Wärme durch Wärmeleitung-, strahlung und -konvektion weiter in das Pulver geleitet [167, 208, 216, 217, 222, 224, 227, 228, 230].

Bezogen auf den PBF-LB/M-Prozess findet der Wärmetransport in der erzeugten Schmelze, im übrigen Pulverbett, in den bereits erstarrten Schichten und an den Oberflächen statt. Die Laserstrahlung

wird nach den beschriebenen Mechanismen in der Schmelze und im Pulverbett absorbiert. Die Temperatur der Schmelze steigt an der Oberfläche an und es bildet sich ein steiler Temperaturgradient. Innerhalb des PBF-LB/M-Prozesses bildet sich eine konvektive Schmelzbadbewegung aus [167, 172, 207, 234].

Die Prozessführung beim Aufschmelzen erfolgt durch ein linienförmiges Abrastern der Ebene durch den Laserstrahl. Der Laser wird bei der Belichtung des Pulverbettes in definierten Scanstrategien über die x-y-Ebene geführt. Er verfährt linienförmig entlang sogenannter Hatches. Alle herkömmlichen Scanstrategien sehen eine bidirektionale Belichtung in Rasterform vor. Es wird also zwischen zwei Schichten (Slices) die Verfahrrichtung des Lasers zwischen x- und y-Richtung geändert. Auch diese Informationen sind in den einzelnen STL-Datensätzen für jede Schicht (Slice) enthalten. Es gibt verschiedenen Scanstrategien, wie beispielsweise eine alternierende Scanstrategie pro Schicht (Slice), eine Streifen-Scanstrategie oder eine Schachbrett-Scanstrategie, die die x-y-Ebene in quadratische Felder (Streifen und Reiheneinteilung der Ebene) aufteilt und die Belichtung dieser Felder in zwei Zyklen durchführt (Abb. 28) [162, 165, 167, 172, 203, 208, 215, 235].

Darüber hinaus müssen für den PBF-LB/M-Prozess weitere Prozessparameter definiert werden, die nicht aus dem STL-Datensatz herausgelesen werden können. Hierzu gehören unter anderem die Laserleistung sowie die Vorschubgeschwindigkeit. Ebenso muss die Atmosphäre innerhalb der PBF-LB/M-Anlage definiert werden. Dabei werden die PBF-LB/M-Prozesse zur Vermeidung von Oxidation oftmals mit einem Inertgas durchgeführt [208, 215, 216].

Durch die gewählte Scanstrategie in Zusammenhang mit der Vorschubgeschwindigkeit und der Laserleistung werden das Pulverbett bzw. die einzelnen Hatches vollständig aufgeschmolzen. Bei der Belichtung der Hatches erfolgt auch ein Anschmelzen der benachbarten bereits erstarrten Hatches, sodass schmelzmetallurgische Verbindungen entstehen. Nach dem Aufschmelzen und Erstarren der gesamten Pulverbettschicht wird die Grundplatte um eine definierte Schichtdicke abgesenkt. Anschließend wird eine weitere Pulverschicht (Slice) mit der in den jeweiligen STL-Datensätzen hinterlegten gewünschten Geometrien aufgebracht und mit der definierten Scanstrategie sowie der gewählten Laserleistung und Vorschubgeschwindigkeit belichtet. Hierbei kommt es durch den Energieeintrag des Lasers erneut zum Aufschmelzen der aufgebrachten Pulverschicht sowie zum Anschmelzen der benachbarten Hatches. Der Energieeintrag sorgt ebenfalls für das Anschmelzen der zuletzt belichteten, darunterliegenden Schicht, sodass auch in z-Richtung des Bauteils eine schmelzmetallurgische Verbindung entsteht. Dieses Vorgehen wird wiederholt, bis das vollständige 3D-Bauteil im Bauraum der PBF-LB/M-Anlage gefertigt wurde [136, 167, 172, 208, 215, 232].

Typische Fehler des PBF-LB/M-Prozesses

Innerhalb der Verfahrensdurchführung eines PBF-LB/M-Prozesses gibt es eine Vielzahl an Herausforderungen, die für ein dichtes Gefüge bewältigt werden müssen. Hierzu gehören neben dem sogenannten Treppenstufeneffekt, der Balling-Effekt und die Spritzerbildung (Abb. 29) [236–241].

Als Treppenstufeneffekt wird bei einem PBF-LB/M-Prozess ein Fehler eines additiv gefertigten Bauteils an der Bauteiloberfläche bezeichnet, durch den die Scharfkantigkeit des Bauteils verloren geht [172].

Der Balling-Effekt ist ein Fehler, bei dem die belichteten Hatches zu einzelnen Teilbereichen erstarren und somit keine geschlossene Linienführung im Bauteil gegeben ist. Die erstarrten Bereiche weisen eine kugelige Form auf. Zurückzuführen ist dieser Effekt auf eine unzureichende Verbindung zwischen mittels Laser generiertem Schmelzbad und angeschmolzener, zuvor erstarrter Schicht bzw. Teilbereich des Hatches [172, 236, 239, 240].

Der letzte typische Fehler innerhalb eines PBF-LB/M-Prozesses bildet die sogenannte Spritzerbildung. Es treten entlang des Hatches unregelmäßig verteilte Spritzer auf, die auf einen zu hohen Energieeintrag durch den Laser in Verbindung mit einer hohen Vorschubgeschwindigkeit schließen lassen. Innerhalb des Pulvers eingeschlossene Gaseinschlüsse werden bei der hohen Temperatur der überhitzten Schmelze aus dieser ausgetrieben. Da die Schmelze aufgrund der hohen Temperaturen eine geringe Viskosität aufweist, entstehen beim Austreiben der Gaseinschlüsse Spritzer entlang des Hatches [172, 238]

3 Durchführung

3.1 Aufbereitung und Charakterisierung des Schleifschlammes

Diese Arbeit fokussiert sich auf die Rezyklierung bzw. die Aufbereitung und Weiterverarbeitung von Schleifschlamm aus dem Industriezweig der Kreismesserherstellung aus X153CrMoV12. Im Bezug auf den metallischen Werkstoff können die Schleifschlämme als sortenrein bezeichnet werden, da keine anderen Legierungssysteme enthalten sind. Neben den metallischen Schleifspänen befinden sich verschiedene Abrasivpartikel der Schleifscheibe, Bindermaterial der Schleifscheibe sowie Kühlschmierstoff in dem Schleifschlamm. Diese Mischung erschwert die Charakterisierung und Analyse der einzelnen Komponenten signifikant. Daher wurde der Schleifschlamm zunächst einer Trocknung und Separierung in Form von einer Trockensiebung sowie einer magnetischen Abscheidung unterzogen, bevor eine spezifische Charakterisierung der einzelnen Komponenten und ihre Weiterverarbeitung folgte.

3.1.1 Trocknung des Schleifschlammes

Wie in Kapitel 2.1 bereits beschrieben, besitzt ein nach dem Schleifprozess und nachgeschalteter Filtrierung entnommener Schleifschlamm eine hohe Restfeuchte. Daher wurden die Schleifschlämme für weitere Verfahrensschritte einer Trocknung zugeführt. Diese erfolgte sowohl im Labormaßstab als auch mit einer eigens konzipierten Trocknungsanlage. Die Trocknungsanlage war in eine Gesamtanlage zur Aufbereitung und Separierung von Schleifschlamm integriert.

Trocknung des Schleifschlammes im Labormaßstab

Die Trocknung des Schleifschlammes im Labormaßstab erfolgte mittels eines Trocknungsschranks der Firma *Venti-Line*. Der Schleifschlamm wurde bei 150 °C für 48 h getrocknet, um so ein vollständiges Abdampfen des restlichen Wasseranteils aus dem Schleifschlamm zu gewährleisten. Hierfür wurde der Schleifschlamm in Kristallisierschalen umgefüllt und abgewogen, siehe Abbildung 30.

Der Trocknungsvorgang verbesserte sich dabei durch mehrfache Umwälzung des Schleifschlammes. Das Auslassventil des Trocknungsschranks wurde vollständig geöffnet, damit der abgedampfte Wasseranteil aus dem Prozess herausgeleitet werden konnte. Nach der Trocknungsphase fand eine erneute

Wägung des Schleifschlammes statt, sodass auf Grundlage des Masseverlustes innerhalb des Trocknungsprozesses auf den abgedampften Wasseranteil geschlossen werden konnte.

Trocknung des Schleifschlammes durch Trocknungsanlage

Die Trocknungsanlage, die eigens für das Gesamtanlagenkonzept konzipiert wurde, trocknete den Schleifschlamm über einen Schneckenförderer mit einem Warmluftgebläse. Das externe Heißluftaggregat hatte dabei eine Wärmeleistung von 3 kW und eine Luftmenge von 350 L min^{-1} , siehe Abbildung 31.

Der Schleifschlamm wurde von oben auf den Schneckenförderer aufgegeben. Dieser förderte eine konstante Schleifschlammmenge von $2,5 \text{ kg h}^{-1}$ durch die Trocknungsanlage. Dabei wurde die warme Luft konstant über den Schleifschlamm geleitet. Nach diesem ersten Trocknungsschritt fiel der Schleifschlamm auf einen darunter liegenden Schneckenförderer. Auch hier erfolgte eine Förderung des Schleifschlammes und eine Trocknung durch die eingeleitete erwärmte Luft. Die Schneckenförderer brachten eine relative Bewegung innerhalb des Schleifschlammes ein. Diese relative Bewegung sollte neben der Auflockerung des Schleifschlammes und einer somit besseren Trocknungsleistung auch zu einer Reduzierung der Agglomeratanzahl innerhalb des Schleifschlammes führen bzw. bestehende Agglomerate aufspalten. Mit den einzustellenden Prozessparametern der Fördergeschwindigkeit und der Temperatur der verwendeten Warmluft, war es möglich auf verschiedene Feuchtigkeitsgrade des Schleifschlammes zu reagieren, um so eine vollständige Trocknung gewährleisten zu können. Für die weitere Prozessierung wurden die Prozessparameter auf eine Fördergeschwindigkeit von $0,003 \text{ m s}^{-1}$ und eine Temperatur von 300 °C definiert.

3.1.2 Siebung und magnetische Separation des Schleifschlammes

Der Schleifschlamm bestand nach der Trocknung aus einem Gemisch von metallischen Schleifspänen, Schleifabrasiven (Korund und Siliziumkarbid) sowie Resten von Schleifscheibenbinder und Restölbestandteilen.

Für die Siebung und Separierung wurden zwei Verfahren angewendet. Ein Verfahren erfolgte im Labormaßstab und galt dabei als Referenz- bzw. Ausgangszustand. Ein zweites Verfahren sah eine Siebung und Separierung des Schleifschlammes direkt in der Produktion, mithilfe einer konzipierten Gesamtanlage zur Aufbereitung und Separierung von Schleifschlämmen, vor.

Siebung und magnetische Separation im Labormaßstab

Der trockene Schleifschlamm wurde im Labormaßstab einer Trockensiebung zur Separierung und Fraktionierung unterzogen. Dies geschah in Form einer trockenen Wurfsiebung nach DIN 66 165. Für die

Siebung mit mehreren Prüfsieben unterschiedlicher Maschenweiten übereinander, besagt die Norm, dass eine definierte Menge an Aufgabegut auf dem obersten Sieb für aussagekräftige Siebungsanalysen nicht überschritten werden darf [146, 242–247]. Die hier aufgeführte Ausgangsmenge des Schleifschlammes, die für einen Siebungsdurchgang auf das oberste Sieb aufgebracht wurde, betrug daher 150 g. Durchgeführt wurde die Wurfsiebung im Labormaßstab an einem Siebturm *AS200* der Firma *Retsch*. Sechs Siebe der Maschenweite 1000 µm, 500 µm, 250 µm, 125 µm, 63 µm und 45 µm kamen hierfür übereinander im Siebturm angeordnet zum Einsatz und vibrierten mit einer konstanten Beschleunigung von $14,715 \text{ ms}^{-2}$. Die Vibration des Schleifschlammes fand dabei lediglich in vertikaler Richtung, also in eine definierte z-Richtung, statt. Als Dauer der Siebung wurde eine Zeit von 10 min definiert.

Die Menge jeder der sieben Fraktionen des aufgeteilten Schleifschlammes wurde erneut gewogen, um so eine Größenverteilung des vorliegenden Schleifschlammes abzubilden.

Anschließend wurden die einzelnen Fraktionen (<45 µm, 45 bis 63 µm, 63 bis 125 µm, 125 bis 250 µm, 250 bis 500 µm, 500 bis 1000 µm, >1000 µm) durch eine magnetische Abscheidung zwischen metallischen Spänen und Schleifabrasiven separiert. Hierfür erfolgte im Labormaßstab zunächst für jede Fraktion eine Ausbreitung auf einer paraferromagnetischen Unterlage. Anschließend wurden dann, mittels Permanentmagneten mit einer Remanenz von 450 mT, die Schleifspäne von den Schleifabrasiven getrennt. Innerhalb des Verfahrens fand eine Anziehung der ferro-magnetischen Schleifspäne an den Permanentmagneten statt, während die para-magnetischen Schleifabrasive auf dem Untergrund zurückblieben, siehe Abbildung 32.

Für eine einfachere Trennung der durch das magnetische Feld angezogenen Schleifspäne vom Permanentmagneten, wurde dieser oberhalb eines Uhrglases platziert. Somit fand die Anziehung der Späne an die Unterseite des Uhrglases aufgrund des herrschenden magnetischen Feldes statt. Eine Vergrößerung des Abstandes des Permanentmagneten zum Uhrglas reduzierte die magnetische Anziehung des Magneten und der Schleifspäne und ermöglichte die definierte Sortierung. Es erfolgte eine viermalige Wiederholung des gesamten Vorganges der magnetischen Abscheidung.

Siebung und magnetische Separation durch Separationsanlage

Die Siebung des innerhalb der Gesamtanlage zur Aufbereitung und Separierung von Schleifschlämmen getrockneten Schleifschlammes erfolgte durch eine Trockensiebung. Auch diese wurde in Form einer Wurfsiebung realisiert, jedoch aufgrund des Anlagenkonzeptes nicht mittels eines Siebturms durchgeführt, sondern über einzelne Siebe umgesetzt [146, 242–247]. Das Anlagenkonzept sah dabei vor, dass eine Förderung des getrockneten Schleifschlammes durch den Schneckenförderer der Trocknungsanlage auf eine Rüttelrinne stattfand. Die Rüttelrinne wiederum wurde mithilfe von Pressluft in Vibration

gesetzt. Dabei betrug der Druck der eingeleiteten Pressluft 100 000 Pa, was wiederum einer Vibration von 220 Hz entsprach. Die Variation des Drucks beeinflusste und bestimmte somit die Geschwindigkeit der Förderung des Schleifschlammes. Innerhalb der Rüttelrinne waren Siebeinlässe für Siebe verschiedener Maschenweiten vorhanden. Über die Vibration der Rüttelrinne erfolgte eine Förderung des Schleifschlammes über die jeweiligen Siebe. Die eingeleitete Pressluft wurde somit ebenso für die Trockensiebung nach dem Wurfsiebverfahren verwendet. Der eingestellte Pressluftdruck definierte dementsprechend neben der Fördergeschwindigkeit auch die Siebfrequenz. Nach diesem Siebungsvorgang wurden die Komponenten des Schleifschlammes, die größere Abmaße als die Siebmaschengröße besaßen und somit nicht ausgesiebt wurden, durch die Rüttelrinne zu einer Magnetwalze gefördert. Diese war in einem Abstand von 2 cm zur Rüttelrinne montiert und beinhaltete einen Permanentmagneten vom Typ Neodym-Eisen-Bor ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) mit einer Remanenz von 1,3 T. Durch das auf den Schleifschlamm wirkende magnetische Feld erfolgte eine Anziehung der ferro-magnetischen Schleifspäne, die an der Magnetwalze anhafteten. Die nicht-magnetischen Abrasivpartikel fielen direkt nach der Rüttelrinne definiert in einen Auffangbehälter. Die Abstreifung der angezogenen und an der Magnetwalze anhaftenden Schleifspäne erfolgte ebenfalls über einem Auffangbehälter. Der Anteil des Schleifschlammes, der durch den Siebeinlass der ersten Rüttelrinne fiel, wurde direkt auf eine weitere Rüttelrinne mit einem weiteren Siebeinsatz geführt. Der beschriebene Rüttelrinnenprozess fand so mit einer variierten Siebgröße erneut statt. Auch die hierbei durch das Sieb gefallenen Anteile des Schleifschlammes wurden auf eine dritte Rüttelrinne geführt. Diese sah keine weitere Siebung des Schleifschlammes, sondern eine direkte magnetische Abscheidung mittels Magnetwalze vor, siehe Abbildung 33.

Dabei blieb der Abstand der Magnetwalzen zu den Rüttelrinnen in den drei beschriebenen Phasen gleich. Auch die Fördergeschwindigkeit der Rüttelrinne bzw. die Siebung war für alle drei Phasen durch die eingespeiste Druckluft konstant. Lediglich die Siebmaschenweiten für die Siebeinsätze variierten für die ersten beiden Rüttelrinnen. Nach verschiedenen Vorversuchen erzielten die Siebmaschenweiten mit 630 μm und 400 μm die prozesssichersten und konstantesten Ergebnisse. Die Siebeinsätze der Rüttelrinnen sahen darüber hinaus Einsätze von Sieben mit größeren Grundmaßen als bei der Siebung im Labormaßstab vor, sodass sich die maximal erlaubten Mengen an aufgegebenem Siebgut an die DIN 66 165 anlehnten. Eine zu große Aufgabemenge auf den Sieben wurde durch die Anpassung des Drucks der Pressluft vermieden.

Je nach Weiterverarbeitung und Vergleichbarkeit mit der Separierung im Labormaßstab, erfolgte in nachfolgenden Schritten eine weitere Siebung mit dem Siebturm *AS200* der Firma *Retsch*. Hierfür kam das Wurfsiebverfahren nach DIN 66 165 zum Einsatz. Auch in diesem Fall fand eine Wägung der verschiedenen Fraktionen für eine Bestimmung der Größenverteilung der Schleifspäne statt.

3.1.3 Präparation

Die Probenpräparation sah die Vorbereitung der metallischen Späne für weitere Analysen vor. Hierfür wurden die metallischen Späne mit der Einbettpresse *Mecapress 3* der Firma *Presi* elektrisch leitend und warm eingebettet. Der Zusatz von Graphit im Einbettmittel ermöglichte die elektrische Leitfähigkeit der präparierten Probe, sodass eine Analyse mittels Rasterelektronenmikroskopie ohne weitere Vorbehandlungen der Proben durchführbar war.

Die so gefertigten Proben wurden anschließend auf dem Polierautomaten *Mecatech234* der Firma *Presi* mit verschiedenen Körnungen geschliffen und durch Diamantsuspension verschiedener Körnung kratzerfrei poliert.

Für die weitere metallographische Analyse wurden einige der präparierten Proben mittels V2A-Beize geätzt. Diese Beize bestand dabei aus destilliertem Wasser, konzentrierter Salzsäure, konzentrierter Salpetersäure und Vogels Sparbeize (Mischungsverhältnis von 47,5 dest. Wasser : 47,5 HCl : 4,75 HNO₃ : 0,14 Vogels Sparbeize).

Darüber hinaus wurde als Referenz gasverdüstes PM-Pulver elektrisch leitfähig warm eingebettet. Auch hier kam die Einbettpresse *Mecapress 3* der Firma *Presi* zum Einsatz. Die weitere Probenpräparation fand anschließend an dem Polierautomaten *Mecatech 234* der Firma *Presi* statt, in dem die Proben bis auf 1 µm kratzerfrei poliert wurden. Eine Ätzung dieses Referenzpulvers mithilfe von 3-prozentiger Nital ermöglichte eine optische Gefügeanalyse. Die Ätzlösung der 3-prozentigen Nital bestand dabei aus Ethanol und konzentrierter Salpetersäure (Mischungsverhältnis von 97 : 3).

3.1.4 Lichtmikroskopie und Bildanalyse

Die präparierten Proben wurden mittels Lichtmikroskopie und einer nachgeschalteten Bildanalyse makroskopisch sowie mikroskopisch untersucht. Hierfür kam zum einen das Stereomikroskop *S6D* (SteMi) der Firma *Leica* für geringere Vergrößerungen bei einer guten Tiefenschärfe und zum anderen ein Auflichtmikroskop *2700M* (LiMi) der Firma *Leica* für höhere Vergrößerungen, bis zu 1000x, zum Einsatz. Die Analysen beschränkten sich dabei nicht nur auf präparierte Proben, sondern erfolgten zum Teil auch an unpräparierten Proben für die Aufnahme des Ausgangszustandes des Schleifschlamm und seiner Bestandteile.

Neben den präparierten und unpräparierten Proben wurden gasverdüstete Pulver, wie sie in herkömmlichen PM-Prozessen als Rohmaterial eingesetzt werden, ebenfalls mithilfe der Auflichtmikroskopie untersucht. Für die Analyse der mikroskopischen Aufnahmen kam die Software *ImageJ* zum Einsatz. Zunächst erfolgte eine Beurteilung der Verunreinigungen im makroskopischen Bereich. Hierfür wurden die SteMi-Aufnahmen in binäre Bilder umgewandelt und mithilfe eines *GaussianBlur*-Filters weich gezeichnet. Somit war eine klare Unterscheidung zwischen den dunkel gefärbten metallischen

Spänen und den helleren bzw. farbigen Abrasivpartikeln möglich. Darüber hinaus fand eine Analyse der fraktionierten und separierten metallischen Späne und der Abrasivpartikel in ihrer Form und Fläche mithilfe des Bildanalyseprogramms statt. Für die Abrasivpartikel wurde darauf aufbauend die Zirkularität bestimmt, um eine Aussage über die verbliebene Scharfkantigkeit der rezyklierten Abrasivpartikel treffen zu können. Auch diese Bildanalysen erfolgten an binarisierten mikroskopischen Aufnahmen und einer anschließenden Bestimmung und Ausgabe der Zirkularität und Fläche über die Software *ImageJ*. Für die Bildanalysen wurden jeweils zehn Abbildungen untersucht.

3.1.5 Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektrometrie

Die präparierten und geätzten Proben sowie die geätzten Referenzproben des gasverdünnten PM-Pulvers wurden mithilfe der Rasterelektronenmikroskopie hinsichtlich ihrer Mikrostruktur analysiert. Die Untersuchungen erfolgten alle im Rasterelektronenmikroskop Typ *Vega 3 SBH* der Firma *TESCAN* bei unterschiedlichen Vergrößerungen mit variierenden Hochspannungen und Strahlintensitäten. Als geeignete Vergrößerungen wurde hierfür der Bereich zwischen 100x und 20 000x festgelegt. Die Bildgebung fand bei Hochspannungen von 15 bis 20 kV und einem Arbeitsabstand von 8 bis 15 mm sowohl durch den Sekundärelektronenkontrast (SE) als auch durch den Rückstreuелеktronenkontrast (BSE) statt. Für die Analyse der lokalen chemischen Zusammensetzung der Proben wurden sowohl Punkt-, Flächen- als auch Linescans bei verschiedenen Vergrößerungen mittels Energiedispersiver Röntgenspektrometrie (EDX) durchgeführt. Der benutzte EDX-Detektor war vom Typ *XFlash 5030* der Firma *Bruker*. Hierbei variierten die Vergrößerungen zwischen 100x und 10 000x. Der Arbeitsabstand blieb konstant bei 15 mm. Der Primärelektronenstrahldurchmesser änderte sich dabei je nach verwendeter Hochspannung zwischen 89 bis 120 nm. Bei allen Auswertungen kam eine ZAF-Korrektur der Signalstreuung zum Einsatz. Eine Quantifizierung der Elemente Kohlenstoff und Sauerstoff erfolgte nicht. Für diese Elemente fand lediglich eine Berücksichtigung der Entfaltungen der gemessenen Signale statt. Zur Beurteilung der Reinheit der einzelnen Siebfraktionen separierter Schleifspäne und der mittels Separierungsanlage aufbereiteten Schleifspäne kamen bei einer geringen Vergrößerung EDX-Flächenscans von unpräparierten Schleifspänen zum Einsatz. Hierfür wurden Schleifspäne zusammen mit den Verunreinigungen an Abrasivpartikeln direkt auf Kohletabs geklebt und unmittelbar in die Probenkammer des REM eingeführt. Die Beklebung sah dabei vor, eine repräsentative Pulverschüttung der zu untersuchenden Schleifspänefraktion bzw. -proben auf den Kohletabs aufzubringen. Die Auswertung der EDX-Flächenscans erfolgte dann mit den Elementen des Werkstoffs X153CrMoV12 und den Elementen der Abrasivpartikel SiC und Al₂O₃. Da die Elemente des Siliziumkarbids (SiC) ebenfalls im Späne-Werkstoff sowie in den Restölbestandteilen vorlagen, ließ sich eine Reinheitsbeurteilung über die Elemente Si und C nicht realisieren. Die verwendeten Abrasivpartikel aus Korund beinhalteten

die Elemente Al und O, sodass eine Reinheitsbeurteilung anhand des Gesamt-Aluminium-Gehalts in Ma.-% erfolgen konnte.

3.1.6 Röntgendiffraktometrie

Für die Bestimmung einzelner Phasen und Kristallgitterstrukturen bzw. Gitterparameter wurden Diffraktogramme mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) [248–250] sowohl des unseparierten Schleifschlammes nach der Trocknung als auch der separierten Schleifspäne und Abrasivpartikel einzeln aufgezeichnet. Hierfür kam das Röntgendiffraktometer *D2 Phaser* der Firma *Bruker* zum Einsatz. Das XRD-Tischgerät war nach einer Bragg-Brentano-Geometrie (Θ - Θ -Anordnung) aufgebaut und beinhaltete einen Lynx-Eye-Siliziumstreifendetektor. Die Röntgenstrahlung wurde mit einer Cu-Röhre erzeugt. Diese erzeugte die CuK_{α} -Strahlung der Wellenlängen $\lambda_{\text{CuK}_{\alpha_1}} = 154,0596$ pm und $\lambda_{\text{CuK}_{\alpha_2}} = 154,4493$ pm. Die Ni-Filter filterten die ebenfalls austretende CuK_{β} -Strahlung heraus. Die Cu-Röhre wurde für die Strahlung mit einer Stromstärke von 20 mA und einer zugehörigen Spannung von 30 kV beaufschlagt. Zudem kam sowohl eine Luftstreuablende, mit einer Spaltbreite von 2 mm an der Probe, als auch eine Divergenzablende, mit einer Spaltbreite von 1 mm an der Röntgenquelle, zum Einsatz. Das untersuchte Material wurde auf einem Probenhalter aus Polypropylen für die Analyse vorbereitet. Der eingestellte Messbereich des Beugungswinkels für die Untersuchungen beschränkte sich von 0 - 120 °2 Θ . Die definierte Schrittweite innerhalb dieses Beugungswinkelbereichs sah Schritte von 0,02 °2 Θ und eine Scanzeit 4 s pro Schritt vor. Der Probenhalter rotierte während der Analyse mit 0,16 Hz. Für die Auswertung des aufgenommenen Diffraktogramms wurde die Software *Diffrac.EVA* der Firma *Bruker* verwendet. Die Software beruhte auf einem Vergleich der aufgenommenen Diffraktogramme mit Referenzdiffraktogrammen einer Datenbank. Die verwendete Datenbank beruhte auf Pulver-Diffraktions-Daten (ICDD-Datenbank PDF-02-2016). Die einzelnen verwendeten PDF-Daten zur vollständigen Abgleichung der Diffraktogramme der Schleifspäne und Abrasivpartikel sind in Tabelle 10 aufgeführt.

3.1.7 Anwendung charakteristischer Pulveranalyse an metallischen Schleifspänen

Für die Charakterisierung von Pulvern gibt es, wie bereits in Kapitel 2.6 erwähnt, eine Vielzahl möglicher Verfahren und Kennzahlen. Diese Analysen wurden für die Charakterisierung der Schleifspäne nachfolgend ebenfalls angewendet bzw. angepasst.

Schüttdichte

Die Schüttdichte oder auch Füllsdichte wird für fließfähige oder eingeschränkt fließfähige metallische Pulver innerhalb der PM durch Trichterverfahren ermittelt [144, 145, 180]. Die eingesetzten Trichter variieren, je nach Fließfähigkeit der Pulver, zwischen *Hall-Trichter* (Auslassdurchmesser 2,5 mm und Winkel von 60°), *Gustavson-Trichter* (Auslassdurchmesser 2,5 mm und Winkel von 30°) und *Carney-Trichter* (Auslassdurchmesser 5 mm und Winkel von 60°). Das Testpulver wird dabei in den jeweiligen Trichter gefüllt, um es anschließend in einen Probenbecher ausfließen zu lassen. Dieser Probenbecher hat eine zylindrische Form mit einem Innendurchmesser von $28,0 \pm 0,5$ mm und einem Gesamtvolumen von $25,0 \pm 0,3$ cm³. Der Trichter wird mittig über dem Probenbecher befestigt. Nachdem das Pulver in den Probenbecher geflossen bzw. der gesamte Probenbecher gefüllt ist, wird das überschüssige Pulver mit einem nichtmagnetischen Spatel abgestrichen. Die Probenmenge des Pulvers wird gewogen und ins Verhältnis zum Probenbechervolumen gesetzt.

Für die Ermittlung der Schüttdichte der Schleifspäne mussten aufgrund einer stark eingeschränkten Fließfähigkeit Trichter mit größeren Auslaufdurchmessern herangezogen werden. Somit wurde die Ermittlung der Schüttdichte der Schleifspäne lediglich an der Norm-Bestimmung angelehnt, wies jedoch zur Norm einen deutlich größeren Auslauf des verwendeten Trichters auf. Der eingesetzte Trichter für die Ermittlung der Schüttdichte besaß einen Konuswinkel von 60° und einen Auslaufdurchmesser von 10,00 mm. Der Probenbecher wiederum war nach Norm gefertigt und hatte die vorgeschriebene Geometrie, siehe Abbildung 34.

Nach dem Befüllen des Probenbeckers erfolgte das Abstreichen der überschüssigen Schleifspäne mit einem Holzspatel. Anschließend fand die Gewichtsermittlung des Probenmaterials im Probenbecher mittels Feinwaage des Typs *ABJ 220-4NM* der Firma *KERN + SOHN GmbH* statt. Das ermittelte Gewicht wurde anschließend in Bezug auf das Volumen ausgegeben, siehe Gl. 3.1

$$\rho_{Schuett} = \frac{m}{V_{Schtt}} \quad (3.1)$$

Klopfsdichte

Die Klopfsdichte, die eine Pulverschüttung aufweist, ist die Dichte, die erzielt wird, wenn die Pulverschüttung unter definierten Bedingungen verdichtet bzw. geklopft wurde [144, 147]. Die Ermittlung sieht dabei vor, dass eine definierte Menge an Pulver in ein Messzylinder gefüllt und mittels Klopfautomaten verdichtet wird. Dieser Vorgang erfolgt, bis keine Volumenabnahme im Messzylinder mittels Klopfvorgang mehr erzielt werden kann. Anschließend wird die eingesetzte Probenmenge in Bezug auf das veränderte Volumen ausgegeben [144, 147].

Die hier verwendete Ermittlung der Klopfsdichte der Schleifspäne wich leicht von der Norm ab. So wur-

de statt eines Klopfautomaten eine Vibrationsmaschine, die eine definierte Hubbewegung in z-Richtung ausführt, genutzt. Die Hubbewegung erfolgte dabei durch eine definierte, konstante Beschleunigung der Vibrationsmaschine von $14,715 \text{ m s}^{-2}$. Der Vibrationsvorgang wurde so lange durchgeführt bis keine Abnahme des Volumens mehr am Messzylinder auftrat. Die Masse der Schleifspäne blieb dabei konstant. Das Volumen hingegen nahm über die Klopfvorgänge ab. Die Berechnung erfolgte nach der folgenden Gleichung (Gl. 3.2).

$$\rho_{Klopf} = \frac{m}{V_{Klopf}} \quad (3.2)$$

Fließfähigkeit

Die Fließfähigkeit bzw. die Bestimmung der Durchflussrate ist eine Charakterisierung in der PM für frei fließfähige Pulver [144, 148]. Dieser Kennwert gibt dabei unmittelbaren Aufschluss über die Weiterverarbeitung, gerade in den AM-Prozessen. Bei diesen muss der Ausgangswerkstoff aufgrund der Prozessführung eine Fließfähigkeit bzw. eine Förderbarkeit aufweisen. Die genormte Ermittlung der Durchflussrate sieht dabei vor, dass eine definierte Menge an Pulver durch einen Trichter in einen Probenbecher fließt. Der Versuchsaufbau ist identisch zu dem der Schüttdichte, siehe Abbildung 34. Dabei wird die Zeit des Auslaufens des Pulvers in den Probenbecher gemessen. Die verwendbaren Trichter sind dabei vom Typ *Hall*, *Gustavson* oder *Carney* (siehe Kapitel 3.1.7).

Die hier angewendete Bestimmung der Fließfähigkeit war an die Norm angelehnt. Da die Schleifspäne jedoch eine schlechte Fließfähigkeit aufwiesen, ist für einen Vergleich der Fließfähigkeiten bzw. Durchflussraten ein Trichter mit größerem Auslass verwendet worden. Der Trichter hatte dabei einen Konuswinkel von 60° und einen Auslaufdurchmesser von 10 mm. Die Definition der Aufgabemenge beruhte dabei auf dem normierten Wert von 50 g. Die Aufnahme der Ausflusszeit erfolgte mithilfe einer Stoppuhr. Nachdem die Aufgabemenge in den Trichter gefüllt war, wurde durch die Öffnung des Auslasses des Trichters die Zeitnahme gestartet und nachdem die letzten Späne aus dem Trichter herausgeflossen waren gestoppt. Die so ermittelte Zeit wurde zur Fließgeschwindigkeit umgerechnet. Es wurden für jede Spanfraktion sowie für jedes hergestellte Span-Pulver-Gemisch zehn Messungen durchgeführt.

3.1.8 Verbrennungsanalyse der Späne

Die Verbrennungsanalyse der separierten metallischen Späne für die exakte quantitative Bestimmung des enthaltenen Kohlenstoffanteils sah eine Kohlenstoff/Schwefel-Analyse vor. Zur Anwendung kam hierbei das Gerät *Leco CS 744*, welches nach der DIN EN ISO 10036 arbeitete [251, 252]. Dabei wurden etwa 0,3 g der verschiedenen separierten Fraktionen der metallischen Späne mit einem Induktionsofen

in einem reinen Sauerstoffstrom aufgeschmolzen. Der in der Fraktion der metallischen Späne enthaltene Kohlenstoff konnte auf diese Weise freigesetzt werden und reagierte zu Kohlenmonoxid (CO) bzw. Kohlendioxid (CO₂). Die Bestimmung des Kohlenstoffgehalts erfolgte anschließend anhand des gasförmigen CO und CO₂ in Infrarotmesszellen. In diesen wurde das zu analysierende Gasgemisch eingeführt und von einer Seite mit Wellenlängen aus dem infraroten Spektrum beleuchtet. Ein Detektor auf der anderen Seite der Messzelle ermittelte die Menge der absorbierten Wellenlängen. Gleichzeitig fand eine Analyse eines Referenzgases auf gleiche Weise statt, sodass in einem Vergleich der beiden Proben Rückschlüsse auf die Konzentration des im Probengasgemisch vorliegenden Kohlenstoffgehalts gezogen wurde.

3.1.9 Differenzthermoanalyse

Die Differenzthermoanalyse diente zur experimentellen Bestimmung des Aufschmelzverhaltens der separierten metallischen Späne und erfolgte normgerecht durch die Detektion der Phasenübergänge innerhalb der Fraktion der metallischen Späne [253, 254] mit einem Gerät *TA 2920* der Firma *TA-instruments*. Hierzu wurde die zu analysierende Spänefraktion in einen Tiegel gefüllt und bis zu einer Temperatur von 1455 °C mit einer Aufheizrate von 20 K min⁻¹ erwärmt. Dabei kam es zu einer exothermen Energieumsetzung innerhalb der Fraktion der metallischen Späne, die auf eine Phasenumwandlung im Werkstoff der metallischen Späne schließen ließ. Diese exotherme Energieumsetzung wiederum bewirkte eine direkte Veränderung der Temperatur am Probeniegel. Für die Auswertung fand anschließend eine Gegenüberstellung der Temperaturen des Probeniegels mit einer Referenzprobe statt, anhand derer eine Visualisierung der Differenzspannung der beiden Thermoelemente der Proben in einer Kurve über die Temperatur stattfand. Dabei wies die Referenzprobe in einem Temperaturbereich bis 1455 °C keine Phasenübergänge auf. Darüber hinaus wurde die Fläche unterhalb des DTA-Signals eines Phasenübergangs linear proportional zum schmelzflüssigen Anteil der metallischen Späne angenommen. Die Differenzthermoanalyse kam so für das Aufschmelzverhalten, wie beispielsweise die experimentelle Bestimmung eines Flüssigphasenanteils von 20 bis 40 Vol.-%, für die Weiterverarbeitung der metallischen Späne mittels SLPS zum Einsatz.

3.2 Eigenschaftsverbesserung metallischer Späne

Die separierten metallischen Späne mussten aufgrund ihrer Form und Neigung zur Agglomeratbildung sowie durch ihre Verunreinigung mit Abrasivpartikeln und Restbestandteilen des KSS für die weitere Verarbeitung aufbereitet und in ihren charakteristischen Eigenschaften verbessert werden. Hierfür kamen innerhalb dieser Arbeit zwei verschiedene Verfahren zur Anwendung. Zum einen wurde analysiert,

ob mit einer mechanischen Zerkleinerung die Form und Größe der Späne verändert bzw. die sich bildenden Agglomerate der metallischen Späne aufgebrochen werden können. Zum anderen fanden durch eine Vermischung der separierten metallischen Späne mit gasverdüstem PM-Pulver Versuche statt, um eine Verbesserung der charakteristischen Eigenschaftskennwerte, wie beispielsweise der Schütt- und Klopfdichte sowie der Fließfähigkeit, zu erzielen.

3.2.1 Mechanische Zerkleinerung

Die mechanische Zerkleinerung der separierten metallischen Späne erfolgte durch die Verwendung einer Kugelmühle des Typs *PM 100* der Firma *Retsch*. Die innerhalb des Prozesses eingeleitete Energie, in Form einer definierten Rotationsbewegung des Mahlbeckers innerhalb der Kugelmühle, bewirkte eine Relativbewegung zwischen den metallischen Spänen und den Mahlkugeln. Durch diese Relativbewegung kam es zu einem Mahlvorgang. Dabei galt, bei gleichem Werkstoff der Mahlkugeln, je größer die Mahlkugeln sind, desto größer ist ihre träge Masse. Dies hatte einen unmittelbaren Einfluss auf ihre Funktion als Mahlgut [255]. Für den Prozess wurden die verschiedenen Fraktionen der metallischen Schleifspäne in Mahlbecher aus dem Werkstoff X46Cr13 der Größe 125 ml gefüllt und mit Mahlkugeln desselben Werkstoffs mit definierter Größe (2 mm, 12 mm und 15 mm) aufgefüllt. Dabei musste darauf geachtet werden, dass das Mahlgut und die Mahlkugeln ein maximales Volumen von 2/3 des Mahlbechervolumens einnahmen, um eine ausreichende Bewegungsfähigkeit innerhalb des Mahlbeckers während des Mahlvorgangs zu gewährleisten. Die verwendeten Rotationsgeschwindigkeiten variierten von 100 bis 650 min^{-1} und die Mahldauer wurde zwischen 2 bis 15 min gewählt. Darüber hinaus führten Mahlversuche mit periodischen Wechseln der Rotationsrichtung zu einer weiteren Variation der Prozessparameter.

Nach dem Mahlprozess erfolgte die Analyse der charakteristischen Kenngrößen, wie sie in Kapitel 3.1 bereits beschrieben wurden, erneut. Die so gewonnenen Erkenntnisse wurden den Ausgangsergebnissen gegenübergestellt und ermöglichten so eine Beurteilung der Weiterverarbeitungsverbesserung der mechanisch aufbereiteten Späne.

3.2.2 Mischung mit gasverdüstem Pulver

Die Mischungen verschiedener Fraktionen separierter metallischer Späne wurde mit konventionellem PM-Pulver durchgeführt. Die verwendeten PM-Pulver bestanden dabei zum einen aus einem Kaltarbeitsstahl X220CrVMo13-4 und zum anderen aus einem Warmarbeitsstahl 32CrMoV12-28. Die eingesetzten PM-Pulver wurden beide in einer Inertgasverdüsung mit Argon hergestellt. Für die Charakterisierung der Ausgangswerkstoffe der PM-Pulver konnten die PM-Kenngrößen der Schütt- und Klopfdichte bestimmt, der Hausner-Faktor ermittelt und die Fließfähigkeit aufgenommen werden. Die-

se Tests erfolgten in Anlehnung an die Methoden in Kapitel 3.1.7.

Kaltarbeitsstahl-Pulver mit der Werkstoff-Nr. 1.2380

Das für die Vermischung verwendete Kaltarbeitsstahl-Pulver des Werkstoffs X220CrVMo13-4 lag in einem inertgasverdünsten (Stickstoff) Zustand vor. Für die Mischung des Kaltarbeitsstahl-Pulvers mit den separierten Schleifspänen erfolgte eine Vermengung mit unterschiedlichen Anteilen an Kaltarbeitsstahlpulver. Hierbei kamen in einem ersten Schritt Gemische im Verhältnis von 30 Vol.-% : 70 Vol.-%, 50 Vol.-% : 50 Vol.-% und 70 Vol.-% : 30 Vol.-% (Metallspäne : PM-Pulver) zum Einsatz, an denen die Bestimmung der charakteristischen PM-Kenngrößen erfolgte. Die Späne definierter Menge wurden in ein Becherglas gegeben und im gewünschten Mischungsverhältnis mit dem PM-Werkstoff durch eine kontinuierliche Bewegung der Pulver- bzw. Spanmischung mit einem Holzspatel vermengt.

Danach fanden auf Grundlage der Ergebnisse weitere Mischungen in enger-tolerierten Mischungsverhältnissen statt. Auf diese Weise ergab sich ein ideales Mischungsverhältnis des PM-Pulvers mit den verschiedenen Fraktionen der separierten metallischen Späne im Hinblick auf die Optimierung der Schütt- und Klopfdichte bzw. der Fließfähigkeit durch eine Parameterstudie.

Warmarbeitsstahl-Pulver mit der Werkstoff-Nr. 1.2365

Das für die Vermischung verwendete Warmarbeitsstahl-Pulver des Werkstoffs 32CrMoV12-28 wurde ebenfalls in einer Inertgasverdüsung (Stickstoff) hergestellt. Das hier genutzte Metallpulver stellte dabei jedoch ein Abfallprodukt der Gasverdüsung dar, da es sich um kleine kommerziell nicht genutzte Fraktionsgrößen des Warmarbeitsstahl-Pulvers handelte. Die Beimischung des PM-Pulvers des Warmarbeitsstahls erfolgte in verschiedenen Mischungsverhältnissen. Auch hier wurden zunächst Mischungen im Verhältnis von 30 Vol.-% : 70 Vol.-%, 50 Vol.-% : 50 Vol.-% und 70 Vol.-% : 30 Vol.-% (Metallspäne : PM-Pulver) hergestellt und nachfolgend die charakteristischen PM-Kenngrößen analysiert. Hierfür konnten die Späne definierter Menge in ein Becherglas geschüttet und mit der Menge an PM-Werkstoff durch eine kontinuierliche Bewegung der Schüttung mit einem Holzspatel vermischt werden.

Anschließend erfolgte eine Optimierung des Mischungsverhältnisses auf Grundlage der ersten Mischungsergebnisse bzw. der Ergebnisse der gemessenen PM-Kenngrößen. Hierbei lag das Hauptaugenmerk auf einer Optimierung der Schütt- und Klopfdichte bzw. der Fließfähigkeit bei maximaler Einsatzmenge der Schleifspäne.

Bestimmung der Mischungsgüte

Für die Bewertung der verschiedenen Spangemische wurde die Mischungsgüte ermittelt. Dabei fand diese an mikroskopischen Aufnahmen statt [133]. Die Mischungsgüte war ein Maß für die Ausbildung von Entmischungen einzelner Komponenten innerhalb einer Pulverschüttung. Für eine Weiterverarbeitung der Pulver zu Proben mit homogenen mechanischen und chemischen Eigenschaften war daher auf eine disperse Verteilung der Pulver und der metallischen Späne, bzw. einer Vermeidung von Entmischungen zu achten. Ein hier verwendetes Verfahren zur Bestimmung der Mischungsgüte im Mikrobereich stellte die Bildanalyse anhand stereomikroskopischer Aufnahmen einer Pulverschüttung dar. Für die Bildanalyse wurde die Software *ImageJ* verwendet. Innerhalb des aufgenommenen Bildausschnittes konnten die sphärischen Pulverteilchen der gasverdünnten PM-Pulver gut von den metallischen Schleifspänen unterschieden werden, sodass eine Zuordnung innerhalb einer Bildanalyse und darauf aufbauend ein Rückschluss auf die Mischungsgüte der Gemische ohne weitere Anpassungen durchführbar war. Der Bildausschnitt wurde dafür in zwölf gleich große Quadrate geteilt. Danach erfolgte eine Gegenüberstellung der absoluten Anzahl der PM-Pulverteilchen und der metallischen Späne [133], siehe Abbildung 35.

Die Bestimmung der Mischungsgüte beruhte dabei auf fünf verschiedenen Bildausschnitten einer Pulverschüttung.

3.3 Thermodynamische Berechnungen

Die thermodynamischen Berechnungen wurden mithilfe der Software *Thermo-Calc* der Versionen 2020a und 2020b durchgeführt. Bei den verwendeten Datenbanken handelte es sich sowohl um die Datenbank TCFE9.1 als auch um die Datenbank TCFE10.1 [123, 256]. Die thermodynamischen Berechnungen konnten innerhalb dieser Arbeit größtenteils für die Bestimmung der Prozesstemperaturen und -drücke der einzelnen Weiterverarbeitungsmöglichkeiten der metallischen Späne in Form von Punktgleichgewichten sowie für die Bestimmung der Phasen- und Phasenmengenschaubilder herangezogen werden. Diese Berechnungen erfolgten anhand der chemischen Zusammensetzung sowohl der separierten Schleifspäne als auch der verschieden hergestellten Spangemische. Dabei fanden die Berechnungen sowohl mit den experimentellen chemischen Zusammensetzungen (EDX, Verbrennungsanalyse, OES) als auch mit den theoretischen chemischen Zusammensetzungen (berechnete Werte auf Grundlage des Mischungsverhältnisses) statt. Die verwendeten chemischen Zusammensetzungen sind sowohl dem Kapitel 2.3 als auch dem Kapitel 4.2.2 zu entnehmen. Die Phasenschaubilder bzw. Phasenmengenschaubilder wurden mit einer Variation der Temperatur zwischen 25 bis 1500 °C berechnet und anschließend mit einem Fokus auf das Intervall zwischen Solidus- und Liquidustemperatur ausgegeben. Die verwendete Stoffmenge für die Berechnungen sah für alle Berechnungen einen konstanten Wert von $n = 1$ vor. Die Be-

rechnungen erfolgten je nach Weiterverarbeitungsmethode mit einem Umgebungsdruck von 101 325 Pa, einem Prozessdruck von 100 000 000 Pa, wie er beispielsweise beim HIP-Prozess vorherrschte, oder einer Vakuumatmosphäre von 5 Pa, wie sie innerhalb eines Vakuumrohrofens eingestellt wurde. Um den Einfluss des Kohlenstoffgehaltes auf die Phasengleichgewichte zu analysieren, konnten darüber hinaus isotherme Phasenmengenschaubilder mit einem variierenden Kohlenstoffgehalt berechnet werden.

3.4 Prozessführung der eingesetzten Fertigungsverfahren

3.4.1 Supersolidus Flüssigphasensintern

Die Weiterverarbeitung der verschiedenen Fraktionen der separierten metallischen Schleifspäne und der hergestellten Spangemische wurde innerhalb eines Vakuumrohrofens des Typs *ROF 7/75* der Firma *HERAEUS* durchgeführt. Hierfür erfolgte die Befüllung von Keramikschieffchen (Al_2O_3) mit dem rieselfähigen Ausgangswerkstoff. Die Ermittlung der Menge des verfüllten Ausgangswerkstoffs fand dabei mittels einer Feinwaage des Typs *ABJ 220-4NM* der Firma *KERN + SOHN GmbH* statt. Nach der Befüllung wurden die Keramikschieffchen in die heiße Zone des Vakuumrohrofens geführt und der Vakuumrohrofen aufgeheizt. Dies erfolgte durch um das Rohr angeordnete Heizspiralen, die eine maximale Temperatur des Ofens von 1300 °C ermöglichten. Es fand eine Echtzeit-Temperaturüberwachung durch ein Mantelthermoelement vom Typ *S* statt, welches direkt an das Ofenrohr angelegt wurde. Das Vakuumofenrohr wurde nach Einführung des Keramikschieffchens gasdicht verschlossen. Danach erfolgte, je nach definierter Atmosphäre für den Prozess, entweder eine Evakuierung des Ofenrohrs auf einen Prozessdruck von 5 Pa mit einer Drehschiebervakuumpumpe *RV8* der Firma *Edwards* oder eine Zuleitung von Prozessgasen mit einem definierten Prozessdruck. Als Prozessgase standen hierfür sowohl Stickstoff als auch Argon zur Verfügung. Der Prozessdruck innerhalb des Rohres variierte in diesen Fällen zwischen 60 000 bis 80 000 Pa. Die Überwachung und Aufzeichnung der herrschenden Prozessdrücke in Echtzeit fand dabei mit einer Druckmesszelle und einer digitalen Anzeige statt. Nach der Einführung des Keramikschieffchens und der Einstellung der vorherrschenden Atmosphäre im Ofenrohr, wurde dieses aufgeheizt. Dabei erfolgte zunächst eine Erwärmung der Proben auf eine Temperatur von 300 °C mit einer Haltezeit von 2 h. Diese Haltestufe diente zur weiteren Abdampfung von Restölbestandteilen und zur Verbesserung des Sinterergebnisses. Innerhalb von Vorversuchen ergab sich durch Variationen der Haltezeit bei 300 °C zwischen 1 h und 2,5 h bereits eine optimale Dauer der Haltetemperatur. Für den eigentlichen SLPS-Prozess wurden anschließend mittels thermodynamischer Berechnungen definierte Sintertemperaturen eingestellt. Hierbei musste darauf geachtet werden, dass die Sintertemperatur innerhalb des Sinterfensters von 20 bis 40 Vol.-% Flüssigphase lag. Somit variierten die gewählten Sintertemperaturen zwischen 1100 bis 1300 °C. Die Haltezeit der Sintertemperatur für alle Sinterprozesse wurde zwischen 1 bis 2 h definiert. Ein exemplarischer Temperaturverlauf einer

SLPS-Probe ist der Abbildung 36 zu entnehmen.

Danach erfolgte die Abkühlung der Probe. Diese Abkühlung konnte durch zwei unterschiedliche Prozessführungen erzielt werden. Zum einen fand für einen Teil der Proben innerhalb des Ofenrohrs in einer Vakuum- oder Schutzgasatmosphäre eine langsame Abkühlung statt, um so eine Oberflächenoxidation der Probe zu vermeiden. Dieser Vorgang ist ebenfalls in Abbildung 36 dargestellt. Zum anderen wurde ein Teil der gefertigten Proben einer rascheren Abkühlung an Luft zugeführt. Hierfür musste das Ofenrohr mit Stickstoff geflutet und anschließend das Keramikschißchen aus der heißen Zone des Ofenrohrs entnommen werden. Aufgrund der Flutung des Ofenrohrs und der händischen Entnahme fand die Abkühlung der Probe an der Umgebungsatmosphäre leicht verzögert statt, sodass die durchschnittliche Abkühlgeschwindigkeit der gefertigten Proben leicht unterhalb der Abkühlgeschwindigkeit an Luft lag. Nach der Abkühlung erfolgte eine Entformung der Proben aus den Keramikschißchen und eine abschließende Massenbestimmung, um so Rückschlüsse auf die abgedampften Bestandteile während der Haltephase bei 300 °C ziehen zu können.

3.4.2 Heißisostatisches Pressen

Das heißisostatische Pressen der verschiedenen fraktionierten Schleifspäne und hergestellten Spangemische sah zunächst eine Verfüllung des Probenmaterials in HIP-Kapseln vor. Diese bestanden aus dem Werkstoff C60, einem Kohlenstoffstahl mit 0,6 Ma.-% Kohlenstoff. Die Wandstärke der HIP-Kapseln war auf 1 mm definiert. Die Abmaße der HIP-Kapseln konnten dabei auf 15 cm Höhe und einen Innendurchmesser von 1 cm definiert werden. Der untere Teil des Rohres wurde mechanisch zusammengedrückt, sodass das Rohr einseitig verschlossen wurde. Auf die gedrückte Nahtstelle erfolgte anschließend die Aufbringung einer Schweißnaht mittels WIG-Verfahren, um die Nahtstelle gasdicht zu verschließen. Die Befüllung dieser Kapseln mit dem Probenmaterial erfolgte anschließend über einen Trichter. Das Probenmaterial in ausgewählten HIP-Kapseln wurde nach einer ersten Befüllung mit einer definierten Presskraft von 100 N vorverdichtet und darauf folgend mit weiterem Probenmaterial aufgefüllt, siehe Abbildung 37. Im Gegensatz zu den Versuchen mit unverpresstem Pulver ergab sich eine deutlich größere Menge an Material bei gleicher Füllhöhe der Kapsel.

Die Füllhöhen der HIP-Kapseln waren bei allen Proben konstant. Die eingefüllte Probenmenge innerhalb der HIP-Kapseln variierte jedoch zwischen den genutzten Fraktionen und Mischungen der metallischen Späne und der Vorverdichtung. Nach den unterschiedlichen Befüllungen wurden alle HIP-Kapseln am oberen Rand mechanisch zusammengedrückt. Die gasdichte Verschließung der Nahtstelle erfolgte anschließend wiederum mittels WIG-Schweißverfahren. Für den eigentlichen HIP-Prozess kam dann ein Autoklav des Typs *QIH9* der Firma *Avure* zum Einsatz. Die HIP-Prozessparameter waren dabei für alle Versuche identisch. So wurde der isostatische Pressdruck innerhalb des Autoklav mit

dem Inertgas Argon auf 150 MPa eingestellt. Anschließend erfolgte die Erwärmung des gesamten Systems auf eine HIP-Temperatur von 1150 °C. Die Aufheizrate innerhalb des Autoklav betrug dabei 15 K min⁻¹. Nach Erreichen der HIP-Temperatur wurde diese bei konstanten 150 MPa isostatischem Pressdruck für 4 h gehalten, ehe die Abkühlung der Probe erfolgte. Diese sah zunächst eine rasche Reduzierung des isostatischen Pressdrucks auf Umgebungsdruck vor, nachdem die eigentliche Abkühlung der Probe stattfand. Die Abkühlung erfolgte dabei innerhalb des Autoklav mit einer mittleren Abkühlgeschwindigkeit von 150 K min⁻¹ rasch. Eine Übersicht über die verwendeten fraktionierten Schleifspäne und deren Mischungen mit PM-Pulver sowie die unterschiedliche Vorbehandlung bzw. Vorverpressung der einzelnen HIP-Proben ist Tabelle 11 zu entnehmen. Anschließend konnten die HIP-Kapseln aus dem Autoklav entnommen werden. Auf eine Entkapselung der Proben wurde aufgrund der Probengeometrie vollständig verzichtet. Die weiteren Untersuchungen an den HIP-Proben fanden somit zusammen mit dem Kapselmaterial statt.

3.4.3 Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern

Das feldunterstützte Sintern bzw. Spark Plasma Sintering ist eine weitere Form des Heißpressens. Anders als beim HIP-Prozess wurden die fraktionierten Schleifspäne und Gemische jedoch nicht zuvor in Kapseln gefüllt und ggf. mit einer Kaltverpressung vorverdichtet, sondern direkt in eine Pressmatrize eingefüllt. Diese Pressmatrize bestand aus einem elektrisch leitenden Graphit-Werkstoff mit einem Durchmesser von 20 mm. Die Prozessführung sah dabei eine Wägung des Probenmaterials und eine Befüllung dieses Probenmaterials in das Presswerkzeug vor. Anschließend wurde das gesamte Presswerkzeug in die FAST/SPS-Anlage eingesetzt. Als FAST/SPS-Anlage kam die Anlage *HP-D 5* der Firma *FCT Systeme GmbH* am Forschungszentrum Jülich bei der Forschungsgruppe von Prof. Dr.-Ing. Bram zum Einsatz. Die Anlage wurde nach dem Einsetzen des Presswerkzeugs zunächst evakuiert, sodass die Versuche in einer Vakuumatmosphäre durchgeführt werden konnten. Die Vakuumatmosphäre stellte sich dabei bei einem Druck von 5 Pa ein. Anschließend konnten die Prozessparameter Pressdruck, Temperatur und Stromstärke variiert werden, um so eine optimale Sinterdichte für die Weiterverarbeitung der Schleifspäne zu erzielen. Hierfür wurde die Aufheizrate für alle Versuche konstant bei 100 K min⁻¹ gehalten. Die Prozesstemperatur hingegen wurde von 950 °C bis 1150 °C schrittweise erhöht. Der Pressdruck variierte hingegen zwischen 50 MPa und 120 MPa. Der gepulst eingeleitete elektrische Strom lag bei einer maximalen Stromstärke von 5500 A und die Spannung bei maximal 7,2 V. Dies hatte zur Folge, dass die Anlage mit einer maximalen Heizleistung von 45 kW betrieben werden konnte. Die Pulszeit betrug 5 ms. Nach dem Sinterprozess fand eine Abkühlung der Proben innerhalb der Pressmatrize statt. Anschließend erfolgte die Entformung, um mikrostrukturelle und mechanische Untersuchungen durchführen zu können. Eine Übersicht über die verwendeten

fraktionierten Schleifspäne und deren Mischungen mit PM-Pulver sowie die verwendeten variierten Prozessparameter innerhalb des FAST/SPS-Prozesses ist Tabelle 12 zu entnehmen.

3.4.4 Selektives Laserstrahlschmelzen

Für die Weiterverarbeitung mittels selektivem Laserstrahlschmelzen kamen aufgrund der stark eingeschränkten Fließfähigkeit lediglich hergestellte Spangemische in Frage. Dabei wurden verschiedene Mischungsverhältnisse, die alle eine messbare Fließfähigkeit nach der Untersuchungsmethode des Kapitels 3.1.7 aufwiesen, als Probenmaterial verwendet. Die genutzte PBF-LB/M-Anlage war vom Typ *SLM 100 A* der Firma *ReaLizer GmbH*. Als Atmosphäre kam eine Inertgasatmosphäre mit Stickstoff bei einem Druck von 100 Pa zum Einsatz. Die mittels PBF-LB/M gefertigte Bauteilgeometrie sah in einem ersten Schritt eine simple Quader-Form vor. Die Abmaße der Quader waren 5 mm x 5 mm x 2,5 mm (L x B x H). Die gewählte Slice-Dicke betrug 120 μm . Der Hatchabstand wurde für die Weiterverarbeitung ebenfalls auf 120 μm definiert. Darüber hinaus mussten Stützstrukturen von 0,6 mm Dicke an der Unterseite des gefertigten Quaders definiert werden, die ebenfalls mitgefertigt wurden. Die Laserleistung war für die Versuche konstant bei einer Sollleistung von 100 W bzw. einer effektiven Leistung von $P_{\text{eff}} = 73,5 \text{ W}$. Der Laservorschub hingegen variierte. Hierfür wurde der Punktabstand des Lasers konstant auf 30 μm definiert, jedoch die Belichtungszeit verändert. Diese variierte zwischen 90 μs und 200 ms pro Belichtungspunkt. Auf eine Vorwärmung der Grundplatte der PBF-LB/M-Anlage wurde innerhalb dieser Versuchsreihen verzichtet. Nach der Fertigung des Quaders erfolgte die Entnahme des fertigen Bauteils von der Grundplatte und die Zuführung zu weiteren Analyseprozessen. Eine Übersicht über die verwendeten, hergestellten Spangemische sowie die verwendeten PBF-LB/M-Prozessparameter ist Tabelle 13 zu entnehmen.

3.5 Qualitätsanalyse der gefertigten Proben

Im folgenden Unterkapitel wird auf die durchgeführten mikrostrukturellen sowie mechanischen Analysen der gefertigten Proben eingegangen. Dabei soll an dieser Stelle darauf hingewiesen werden, dass nicht jedes Analyseverfahren für alle gefertigten Proben angewendet wurde.

3.5.1 Präparation

Die Analyse der gefertigten Proben fand für die mikrostrukturellen Analysen sowohl im Quer- als auch im Längsschliff statt. Hierfür wurden die Proben zunächst in der notwendigen Geometrie in einer Präzisionstrennmaschine des Typs *Mecatome T210* der Firma *Presi* getrennt. Anschließend konnten die getrennten Probenstücke mittels Einbettpresse *Mecapress 3* der Firma *Presi* elektrisch leitend warm

eingebettet werden. Danach wurden die eingebetteten Proben mit dem Polierautomaten *Mecatech 234* der Firma *Presi* mit verschiedenen Körnungen geschliffen und durch Diamantsuspensionen verschiedener Körnung kratzerfrei poliert. Für die weitere metallographische Analyse fand eine Ätzung der Proben mit V2A-Beize bzw. 3-prozentiger Nital statt. Die Beize bestand aus destilliertem Wasser, konzentrierter Salzsäure, konzentrierter Salpetersäure und Vogels Sparbeize (Mischungsverhältnis von 47,5 dest. Wasser : 47,5 HCl : 4,75 HNO₃ : 0,14 Vogels Sparbeize). Die hier verwendete Nital-Lösung besaß eine chemische Zusammensetzung aus Ethanol und konzentrierter Salpetersäure (Mischungsverhältnis von 97 : 3).

3.5.2 Lichtmikroskopie und Bildanalyse

Die präparierten Proben wurden durch die Auflichtmikroskopie in Form eines Stereomikroskops des Types *S6D* und eines Auflichtmikroskops *2700M* der Firma *Leica* analysiert. Die mikroskopischen Aufnahmen konnten durch eine Bildanalyse weiter untersucht werden. Für die Bildanalyse stand dafür die Software *ImageJ* zur Verfügung. Die Stereomikroskopie kam für Aufnahmen der gefertigten Proben bei einer geringeren Vergrößerung und einer guten Tiefenschärfe zum Einsatz, die Auflichtmikroskopie hingegen für die Analyse der Sinterdichte und des vorliegenden Gefüges der Proben. Für die Sinterdichte wurden Aufnahmen bei 200x Vergrößerung im Hellfeld aufgenommen und der Bildanalyse-Software zugeführt. Innerhalb der *ImageJ* Software konnten die Mikroskopie-Aufnahmen zunächst auf eine definierte Größe zugeschnitten werden. Anschließend erfolgte eine Binarisierung der Aufnahmen und eine Auswertung von ausgegebenen Histogrammen, die eine genaue Zuordnung der Pixelanzahl zu den Weiß- und Schwarz-Werten vornahm. Es gab demnach eine genaue Anzahl an Bildpunkten, die als Pore (Anzahl der schwarzen Pixel) und als dichtes Material (Anzahl der weißen Pixel), gewertet wurden. Durch die Wahl eines definierten Color-Treshholds, vor der Binarisierung der Aufnahme und der Auswertung mittels Histogramm, konnten im Gefüge enthaltene Abrasivpartikel mit ihrer dunkelgrauen Farbe entweder zum dichten Material oder zu den Poren gezählt werden. Für die Analyse der Gefüge standen Aufnahmen bis zu einer 1000x Vergrößerung zur Verfügung. Dabei fanden die Analysen sowohl im Hell- als auch im Dunkelfeld-Kontrast statt.

3.5.3 Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenspektrometrie

Die Analyse mittels Rasterelektronenmikroskopie wurde an den präparierten und geätzten Proben durchgeführt. Hierfür kam das Rasterelektronenmikroskop *Vega 3 SBH* der Firma *TESCAN* zum Einsatz. Für die Analysen konnten sowohl die Vergrößerungen von 100x bis 20 000x als auch die Arbeitsabstände von 8 bis 15 mm variiert werden. Dabei fand die Bildgebung bei Hochspannungen von 15 bis 20 kV sowohl durch den Sekundärelektronenkontrast (SE) als auch durch den Rückstreuelektronen-

kontrast (BSE) statt. Die im Gefüge enthaltenen Abrasivpartikel sorgten dabei für eine „Aufladung“ der Probe und eine Verschlechterung der Bildgebung. Gerade bei hohen Vergrößerungen gab es bedingt durch die Abrasivpartikel einen „Drift“ der Probe. Diesem Effekt konnte mittels vorherigem Sputtervorgang entgegengewirkt werden. Dabei wurden die Proben sowohl in einem Carboncoater des Typs *108 auto* der Firma *Cressington* mit einer dünnen Graphitschicht als auch im Sputtercoater des Typs *108/A/SE* der Firma *Cressington* mit einer dünnen Goldschicht besputtert. Die Besputterung innerhalb des Carboncoater erfolgte mit einer Spannung von 4 V für eine Prozesszeit von 42 s. Die Besputterung mit einer Goldschicht fand mit einer Stromstärke von 30 mA bei einer Prozesszeit von 60 s in einer Argon-Schutzgasatmosphäre statt. Auf diese Weise konnten die Drifteffekte der Proben deutlich verringert werden.

Für die Analyse der lokalen chemischen Zusammensetzung der gefertigten Proben wurden sowohl Punkt-, Flächen- als auch Linescans bei verschiedenen Vergrößerungen mittels energiedispersiver Röntgenspektrometrie (EDX) durchgeführt. Dabei fanden die Untersuchungen sowohl an der metallischen Matrix, den Ausscheidungen innerhalb der metallischen Matrix als auch an den Korngrenzen sowie den Abrasivpartikeln innerhalb des Gefüges statt. Die Detektion erfolgte mit einem EDX-Detektor vom Typ *XFlash 5030* der Firma *Bruker*. Der Arbeitsabstand war dabei konstant auf einen Wert von 15 mm definiert. Der Durchmesser des Primärelektronenstrahls variierte zwischen 89 nm und 120 nm. Innerhalb der Auswertung der EDX-Scans erfolgte mittels ZAF-Korrektur eine Korrigierung der Signalstreuung. Des Weiteren wurde für die Elemente Kohlenstoff und Sauerstoff auf eine Quantifizierung verzichtet und die detektierten Werte lediglich in ihrer Entfaltung berücksichtigt.

Darüber hinaus fanden EDX-Mappings mit einer Scanzeit von 2 h bei einer 2500x Vergrößerung statt, um so die Probe auf mögliche Seigerungen zu analysieren.

3.5.4 Porositätsprüfung

Die Porosität wurde neben der Bildanalyse durch das Archimedische Prinzip analysiert [257, 258]. Hierfür erfolgte eine Auftriebsmessung mit einer Präzisionsfeinwaage des Typs *ABJ 220-4NM* der Firma *KERN + SOHN GmbH*. Nach dem archimedischen Prinzip fand zunächst die Bestimmung der Masse eines festen Körpers an Luft und anschließend eine Messung des Gewichts des in Wasser eingetauchten Körpers statt. Dabei sah die Messmethode nach Archimedes vor der Messung ein Abtupfen des Probenkörpers mit einem nassen Schwamm vor, um so die offene Porosität der Probe bereits mit Wasser zu füllen und die Ermittlung der Probendichte zu präzisieren. Die Differenz zwischen den beiden Wägungen an Luft und im Wasser entsprach dem auf den Körper ausgeübten Auftrieb und gleichzeitig dem Gewicht des verdrängten Wassers. Da die Dichte des Wassers $1,0 \text{ g cm}^{-3}$ betrug, konnte das Volumen des verdrängten Wassers und des Körpers bestimmt werden. Daraufhin erfolgte

durch die Gl. 3.3 die Berechnung der Probedichte und die Bestimmung der Porosität. Die Messungen wurden an mehreren Proben der gleichen Spezifikation durchgeführt.

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (3.3)$$

3.5.5 Funkenspektrometrie

Die Analyse der globalen chemischen Zusammensetzung der gefertigten Proben fand mithilfe der Funkenspektrometrie (OES) statt [259]. Hierfür wurden die gefertigten Proben mit einem groben Schleifpapier der Körnung P80 angeraut und anschließend mit der OES des Typs *ARL 3460B* der Firma *Thermo ARL* untersucht. Dabei musste für eine präzise Messung eine ausreichend hohe Probedichte vorliegen, damit der gebildete Analysefunke der OES die Elemente an der Bauteiloberfläche effektiv verdampfte und nicht auf Poren traf, die eine Detektion der chemischen Elemente stark erschwerten. Darüber hinaus musste die Bauteiloberfläche eben sein und ausreichend große Abmaße für die Positionierung des Brennflecks aufweisen. Der Brennfleck hatte dabei einen Durchmesser von ca. 1 cm. Es wurde dabei innerhalb der OES-Analyse ein vordefinierter Chrom-Eisen-Datensatz (CrFe) in Form eines Analyseprogramms gewählt. Für eine präzise Detektion des OES-Systems fand zunächst eine Aufwärmung des Systems mit fünf Messungen statt. Danach erfolgte eine dreimalige Messung einer Referenzprobe. Die gewählte Referenzprobe war dabei vom Typ ZRM 288 – 1 mit einem Kohlenstoffanteil von 2,08 Ma.-% und einem Chromgehalt von 12,0 Ma.-%. Die genaue chemische Zusammensetzung des Werkstoffs ist der Tabelle 14 zu entnehmen. Anschließend wurden die gefertigten angerauten Proben durch fünf Messungen analysiert. Dabei musste darauf geachtet werden, die Brennflecke der OES-Analyse nicht übereinander zu positionieren. Aus den fünf Einzelmessungen bildete sich so ein Mittelwert, der aussagekräftige Rückschlüsse und Vergleiche der globalen chemischen Zusammensetzung der Proben zuließ.

3.5.6 Dilatometrie

Für die Bestimmung der exakten Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubilder und der experimentellen Ermittlung der Martensitstarttemperatur wurden Dilatometer-Versuche am Abschreck- und Umformdilatometer des Typs *DIL805* der Firma *TA Instruments* durchgeführt. Hierfür fand die Fertigung von genormten Dilatometer-Proben mit einer definierten Probengeometrie aus den SLPS-Proben statt. Als Ausgangsmaterialien kamen sowohl separierte Späne als auch Span-Pulver-Gemische mit einer Mischung der separierten Späne mit dem KAS X220CrVMo13-4 von 50 : 50 zum Einsatz. Dabei sah die Geometrie eine zylindrische Vollprobe mit einem Durchmesser von 4 mm und einer Länge von 10 mm vor. Die Proben wurden anschließend mit einem Schleifpapier der Körnung P1200 angeraut. Daraufhin

konnten Thermolemente des Typs K an die vorbereiteten Proben angeschweißt werden. Danach erfolgte der Einbau der Dilatometer-Proben zwischen die Schubstangen des Dilatometers. Dabei kam das Quench-Modul des Dilatometers zum Einsatz. Bevor der eigentliche Dilatometer-Versuch erfolgte, wurde die eingepresste Probe in der Heizspule positioniert und das angeschweißte Thermolement für die Temperaturüberwachung während des Versuchs mit dem System verbunden. Das verwendete Versuchsprogramm sah für die Temperaturführung eine schnelle Erwärmung der Probe mit einer Aufheizrate von 100 °C s^{-1} auf eine Austenitisierungstemperatur von 1050 °C vor. Dabei musste darauf geachtet werden, die Solidustemperatur des Werkstoffs in keinem Fall zu überschreiten. Nach Erreichen der Austenitisierungstemperatur wurde diese für eine Zeit von 5 min gehalten. Anschließend konnten die Proben mit unterschiedlicher Abkühlgeschwindigkeit abgekühlt werden. Dabei wurde die im Versuchsprogramm definierte Abkühlgeschwindigkeit durch die $t_{8/5}$ -Zeit definiert. Diese variierten innerhalb von 12-Versuchen von einer $t_{8/5}$ -Zeit von 5 s bis 240 min. Die genauen Abstufungen der verwendeten $t_{8/5}$ -Zeiten sind Tabelle 15 zu entnehmen. Die durchlaufenen Phasenumwandlungen konnten mithilfe einer Längenänderung der Probe detektiert werden. Die einzelnen Messungen wurden mehrfach wiederholt und anschließend in einem Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild (ZTU-Diagramm) graphisch dargestellt. Anhand der Messungen mit einer geringen $t_{8/5}$ -Zeit, bzw. mithilfe des erstellten ZTU-Diagramms, ergaben sich Rückschlüsse über die experimentell bestimmte Martensit-Starttemperatur. Die Dilatometerproben mussten nach der Versuchsdurchführung für weitere mikrostrukturelle Untersuchungen, wie in Kapitel 3.5.1 beschrieben, präpariert und mittels Rasterelektronenmikroskopie (Kapitel 3.5.3) sowie der Härtemessverfahren (Kapitel 3.5.8) analysiert werden.

3.5.7 Wärmebehandlung

Für die Wärmebehandlung der gefertigten Proben kamen sowohl ein Muffelofen des Typs *LM-312.27* der Firma *LINN HIGH THERM* als auch ein Umluftofen des Typs *KU 15/06/A* der Firma *THERMO-CONCEPT* zum Einsatz. Dabei wurde die Wärmebehandlung gestuft mit einem Härtevorgang und dreimaligem Anlassen durchgeführt [260–262]. Die einzelnen Verfahren und gewählten Temperaturen variierten mit dem Bezug auf die in der Praxis durchgeführten Wärmebehandlung bei der Kreismesserherstellung. Für das Verfahren des Härtens wurde der Muffelofen genutzt. Die Härtung der Proben erfolgte bei einer Temperatur von 950 °C bis 1100 °C . Die Haltezeit betrug dabei 30 min. Danach erfolgte ein Abschrecken der gehärteten Proben. Hierfür wurde das Abkühlmedium Öl verwendet, was eine durchschnittliche Abkühlgeschwindigkeit von etwa 200 °C min^{-1} gewährleistete. Nach der Abkühlung der Probe und einer Beseitigung der Restölbestandteile sah die Wärmebehandlung der Proben bis zu drei Anlassvorgänge bei einer Temperatur von 520 °C für eine Haltezeit von jeweils 2 h vor. Die Abkühlung nach jeder Anlassstufe erfolgte an Luft, was zu einer durchschnittlichen Abkühlge-

schwindigkeit von 5 °C min^{-1} führte. Die Analyse der gefertigten und wärmebehandelten Proben fand nach einer Probenpräparation (Kapitel 3.5.1) durch eine mikrostrukturelle Gefügeanalyse und einer Härtemessung (Kapitel 3.5.3 und 3.5.8) statt.

Darüber hinaus sind gestufte Wärme-Anlass-Versuche der gefertigten Proben durchgeführt worden. Hierfür wurden von jedem Fertigungsverfahren Proben bei einer Härtetemperatur von 1050 °C gehärtet. Anschließend konnten diese gehärteten Proben von 200 °C bis 600 °C gestuft angelassen werden. Für die Analyse wurden an den wärmebehandelten Proben sowohl Härtemessungen als auch metallgraphische Präparationen des Gefüges durchgeführt.

3.5.8 Härtemessung

Die Härtemessungen an den gefertigten und zum Teil wärmebehandelten Proben erfolgte nach dem Verfahren von Vickers. Für die Vickers-Härteprüfung kam das Prüfgerät des Typs *Carat 930* der Firma *ATM* zum Einsatz. Das Prüfverfahren wurde für die Ermittlung der Mikro-, Kleinlast- und Makrohärte genutzt. Es konnten somit auch lokale Härtewerte einzelner Ausscheidungen bzw. Abrasivpartikel bestimmt werden. Der Prüfkörper war eine gleichseitige Diamantpyramide mit einem Öffnungswinkel von 136° . Die Prüflast F variierte je nach geprüfter Härte zwischen $0,049\text{ N}$ für die Mikrohärtigkeit HV0,05 bis zu einer Prüflast von $294,2\text{ N}$ für die Makrohärte HV30 und wurde jeweils für 10 s gehalten. Nach der Entlastung wurden die zurückgebliebenen Diagonalen d des Härteeindrucks gemessen und mittels Gl. 3.4 in den jeweiligen HV-Wert umgerechnet [263–266].

$$HV = 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (3.4)$$

4 Ergebnisse

Im nachfolgenden Kapitel wird zunächst der Rezyklierungs- bzw. Separierungsprozess für den innerhalb dieser Arbeit verwendeten Schleifschlamm eines KAS X153CrMoV12 beschrieben und mithilfe verschiedener Kennwerte analysiert. Danach erfolgt eine detaillierte Charakterisierung der Schleifschlammkomponenten. Hierbei wird insbesondere auf die Charakterisierung der metallischen Schleifschlammkomponenten und mögliche Aufbereitungen dieser eingegangen. Aufbauend auf die Charakterisierung werden die thermophysikalischen Eigenschaften der metallischen Komponenten bestimmt und explizit für verschiedene Weiterverarbeitungsverfahren berechnet. Die gefertigten Proben werden anschließend anhand verschiedener Analysen miteinander verglichen und bewertet.

4.1 Rezyklierungsprozess

4.1.1 Ausgangszustand Schleifschlamm

Der Schleifschlamm innerhalb dieser Arbeit fällt bei der Herstellung von Kreismessern aus einem Kaltarbeitsstahl der Gruppe III an. Hierbei handelt es sich um den ledeburitischen KAS X153CrMoV12 in einem gehärteten und angelassenen Zustand. Hinzu kommt die Vermengung der Schleifspäne mit Abrasivpartikeln aus dem Schleifprozess. Typischerweise eingesetzte Abrasivpartikel sind sowohl Edelmetallkorund (Al_2O_3) als auch Siliziumkarbid (SiC). Der hier analysierte Schleifschlamm wurde einem Absetzcontainer entnommen, in dem sowohl Schrapp- als auch Schlichtschleifabfälle erfasst wurden. Innerhalb des Absetzcontainers wurde dabei ausschließlich das Legierungssystem X153CrMoV12 gesammelt, was zu einer Sortenreinheit bezogen auf die metallische Komponente innerhalb des Schleifschlammes führte. Der im Schleifprozess verwendete KSS wurde zu einem Großteil durch vorgeschaltete Bandfilter-Anlagen den jeweiligen Schleifprozessen nach einer Aufbereitung erneut zugeführt. Somit liegt der Schleifschlamm innerhalb des Absetzcontainers in einem trockeneren Zustand als unmittelbar nach dem Schleifprozess vor. Dennoch weist der Ausgangszustand des Schleifschlammes noch hohe Mengen an Restfeuchte bzw. Reste an KSS auf. Dies hat zur Folge, dass der Schleifschlamm in einer schlammigen bzw. breiigen Konsistenz für die weiteren Separierungsschritte vorliegt (Abb. 38). Um den Schleifschlamm anderen Separierungsschritten zuführen zu können, folgt daher zunächst ein

Trocknungsschritt.

4.1.2 Trocknung

Labormaßstab

Die Trocknung des feuchten Schleifschlammes wird aufgrund der Vergrößerung der Probenoberfläche in Kristallisierschalen mit einem Durchmesser von 230 mm durchgeführt. Dies hat zur Folge, dass nach der Durchführung, wie sie in Kapitel 3.1.1 beschrieben wird, der Schleifschlamm bzw. die metallischen Komponenten eine deutlich dunklere Verfärbung annehmen (Abb. 39). Nach der Trocknung des Schleifschlammes im Labormaßstab kann darüber hinaus eine Verhärtung in der gesamten Schleifschlammenschüttung festgestellt werden. Dies führt zu größeren Schleifschlammbrocken, die als Agglomerate aus einer Vielzahl von kleineren verhakten Mikroschleifspänen und Abrasivpartikeln bestehen. Darüber hinaus bewirkt eine Trocknung bei normalem Umgebungsdruck bei einer Temperatur von 150 °C eine Abdampfung des restlichen Wassers in der Probe. Die Temperatur liegt jedoch weit unterhalb der Siedetemperatur der eingesetzten vermischten Schmieröle bzw. Additive innerhalb der Kühlschmierstoff-Systeme.

Demonstratoranlage

Bei der Trocknung der Schleifschlämme durch die konzipierte Demonstratoranlage wird neben der reinen Trocknung mittels Schneckenförderer eine Relativbewegung in den Schleifschlamm eingebracht. Dies hat zur Folge, dass weniger große Agglomerate vorhanden sind als im Labormaßstab. Die Wahl der Fördergeschwindigkeit und der Trocknungstemperatur kann individuell auf die Feuchtigkeit des Schleifschlammes eingegangen werden. Das Ergebnis einer Gewichtsmessung des Schleifschlammes vor und nach der Trocknung ist Abbildung 40 zu entnehmen. Hier ist deutlich zu erkennen, dass durch die Wahl der Trocknungsparameter das Gewicht des Schleifschlammes um bis zu 1/3 reduziert werden kann. Durch die Anpassungsmöglichkeit und Wahl geeigneter Trocknungsparameter sowohl im Labormaßstab als auch bei der Trocknung innerhalb der Separationsanlage sind die erzielten Gewichtsreduzierungen in beiden Fällen identisch (ca. 33 Ma.-%).

4.1.3 Separierung (Siebung + magnetische Separierung)

Innerhalb des Rezyklierungs- bzw. Separierungsprozesses sahen sowohl die Verarbeitung im Labormaßstab als auch die Verarbeitung durch die konzipierte Separierungsanlage eine Fraktionierung mithilfe einer Siebung und eine Separierung auf Grundlage der unterschiedlichen magnetischen Eigenschaften der Schleifschlammkomponenten vor.

Labormaßstab

Die trockene Wurfsiebung innerhalb des Labormaßstabes zeigt eine gleichmäßige Größenverteilung der Späne in die verschiedenen Siebfractionen (Abb. 41). Ausnahmen stellen die Siebfractionen 63 bis 125 μm und 125 bis 250 μm mit einer erhöhten Menge an Schleifspänen in diesen Siebfractionen (21 Ma.-% bzw. 23 Ma.-%) und die Siebfraction 500 bis 100 μm mit einer geringeren Menge in dieser Siebfraction (5,5 Ma.-%) dar. Die anderen Siebfractionen beinhalten alle zwischen 12 Ma.-% bis 15 Ma.-% des Siebgutes. Des Weiteren zeigen die einzelnen gemittelten Gewichtsfractionen eine hohe Standardabweichung von bis zu 12 Ma.-%.

Die Ergebnisse der Separierung der Schleifspäne anhand der unterschiedlichen magnetischen Eigenschaften der Schleifschlammkomponenten (Schleifspäne und Abrasive) zeigt Abbildung 42. Für die Analyse sind hier die Späne der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ wie in Kapitel 3.1.2 beschrieben separiert worden. Die Abbildung 42 zeigt die Entwicklung der Reinheit über der Anzahl der durchgeführten Wiederholungen der magnetischen Separation. Zu erkennen ist die zunächst starke Abnahme der Aluminiumgehalte bei den durchgeführten EDX-Flächenscans an den Spanschüttungen. Die Reduzierung der messbaren Aluminiumgehalte flacht in mehreren Wiederholungen ab. Nach einer viermaligen Wiederholung ist keine weitere signifikante Reduzierung des Aluminiumgehaltes in der Fraktion der $<45 \mu\text{m}$ Späne detektierbar. Ausgehend von diesen Ergebnissen wird die viermalige händische magnetische Abscheidung als Optimum für die technisch bzw. wirtschaftlich erreichbare Reduzierung der Restabrasive in den Spänen bestimmt.

Die Reinheitsbeurteilung der Abrasivpartikel hingegen wird über EDX-Flächenscans an Abrasivpartikelschüttungen vorgenommen (Abb. 43). Hierbei zeigt sich ebenfalls eine starke Reduzierung des detektierten Fe-Anteils in der Abrasivpartikelschüttung bei einer gleichzeitig vorliegenden hohen Standardabweichung innerhalb der Messungen. Ein Optimum zwischen wirtschaftlichem bzw. technischem Aufwand und Nutzen wurde auch hier auf eine viermalige magnetische Abscheidung gelegt.

Demonstratoranlage

Die verschiedenen Durchläufe der Separationsanlage sind für die Vergleichbarkeit der Ergebnisse erneut über den Wurfsiebturm im Labor gesiebt worden. Hierbei hat sich eine veränderte Massenverteilung für die einzelnen Durchläufe gezeigt (Abb. 44). Es ist zu erkennen, dass die gemittelten Gewichtsfractionen sehr hohe Standardabweichungen aufzeigen. Die einzelnen gemessenen Werte streuen somit sehr stark. Es ist außerdem erkennbar, dass die Größenverteilung sich auf die mittleren Siebfractionen fokussiert. Bei den Siebfractionen oberhalb von 250 bis 500 μm sind nur noch sehr geringe Mengen an Siebgut zu detektieren. Das gleiche gilt für die Siebfraction $<45 \mu\text{m}$. Hier ist kein Siebgut identifizierbar.

Bei einer Reinheitsbeurteilung der mittels Separierungsanlage aufgeteilten Schleifschlammkomponenten stellt sich bei EDX-Flächenscans der metallischen Komponenten (Siebfraktionen 125 bis 250 μm) ein Al-Gehalt von 2,3 bis 3,3 Ma.-% ein (Abb. 45a). Dieser liegt somit knapp über dem Wert der händischen viermaligen magnetischen Separierung der Siebfraktion $<45 \mu\text{m}$ im Labormaßstab. Auch hier sind die Standardabweichungen der einzelnen gemessenen Al-Gehalte hoch. Da die Separationsanlage über die Variation bzw. die Einstellungsmöglichkeiten der Prozessparameter unterschiedliche Durchsätze an Schleifschlamm in der gleichen Zeit ermöglicht, ist eine Reinheitsbeurteilung bei unterschiedlichen Aufgabemengen ebenfalls analysiert worden (Abb. 45b)). Hierbei zeigte sich ein deutlicher Einfluss der Aufgabemenge auf die detektierbaren Al-Gehalte in den Spanschüttungen. Diese variieren bei ansonsten identischen Prozessparametern von einem Al-Gehalt von 1,6 Ma.-% bei einer Aufgabemenge von 200 g, bis zu einem Al-Gehalt von 3 Ma.-% bei einer Aufgabemenge von 2,5 kg. Der Einfluss der Aufgabemenge auf die Reinheit der Spänefraktion ist dabei nahezu linear.

Darüber hinaus ist die Reinheitsbeurteilung der Schleifschlammkomponente der Abrasivpartikel durch EDX-Flächenscans an Abrasivpartikelschüttungen nach den einzelnen Magnetwalzsystemen durchgeführt worden. Hierbei ist eine deutliche Verschlechterung der Reinheit bei abnehmender Siebgut-Größe zu erkennen (Abb. 46). Die Ergebnisse der Reinheitskontrolle nach der ersten Rüttelrinne zeigten ähnliche Resultate, wie die der einfach händischen magnetischen Abscheidung der Abrasivpartikel. Die Reinheit der Abrasivpartikel nimmt dabei über jeden weiteren Separationsschritt in der Demonstratoranlage zu bzw. der detektierte Fe-Anteil nimmt ab.

4.2 Charakterisierung der Schleifschlammkomponenten

Die durchgeführten Separierungsschritte führen zu einem trockenen und innerhalb definierter Grenzen reinen Zustand der Schleifschlammkomponenten, die im Nachfolgenden näher charakterisiert werden. Hierfür werden die beiden Hauptkomponenten der Abrasivpartikel und der metallischen Schleifspäne getrennt voneinander betrachtet und analysiert.

4.2.1 Separierte Abrasivpartikel

Die separierten Abrasivpartikel befinden sich verstärkt in den Siebfraktionen 125 bis 250 μm und 250 bis 500 μm . Die Charakterisierung konzentriert sich auf die im Labormaßstab mittels vierfacher magnetischer Abscheidung separierten Abrasivpartikel.

Stereomikroskopie

Die genutzten Abrasivpartikel der Größe 125 bis 250 μm weisen bei der Separation und der magnetischen Abscheidung mit herausgetragene Schleifspäne auf (Abb. 47). Diese Späne liegen meist nicht vereinzelt vor, sondern sind zu Agglomeraten verhakt. Dies steigert das Volumen der Späne, sodass sie bereits bei diesen Fraktionen mit ausgetragen werden. In Abbildung 47 sind zum Teil vormals zu Agglomeraten verbundene einzelne Schleifspäne zu erkennen. Diese sind in Folge der Probenentnahme bereits aufgebrochen. Dieses Größen- und Verteilungsbild lässt sich ebenfalls auf die Fraktion 250 bis 500 μm übertragen (Abb. 48). In beiden Abbildungen werden jedoch auch die Formen und Größen der Abrasive identifizierbar. So kann mittels einer Bildanalyse bestimmt werden, dass die genutzten Abrasivpartikel einen Flächeninhalt von $0,167 \pm 0,070\text{mm}^3$ aufweisen (Tab. 16). Bei einem Vergleich der Größen der gebrauchten separierten Abrasivpartikel mit neuwertigen Abrasivpartikeln des Typs blauer und weißer Edelkorund wird deutlich, dass die Form und Größe der neuwertigen Abrasivpartikel in einem identischen Größenbereich liegen (Abb. 49). Der bestimmte Flächeninhalt für neuwertigen blauen Edelkorund liegt bei $0,458 \pm 0,120\text{mm}^3$ bzw. für weißen Edelkorund bei $0,192 \pm 0,044\text{mm}^3$. Neben dem Flächeninhalt, der ein Kennwert für die Größe der Abrasivpartikel vor und nach dem Gebrauch darstellen soll, wird bei der Bildanalyse auch die Zirkularität der vereinzelt Abrasivpartikel analysiert (Tab. 16). Es zeigen sich für die genutzten Abrasive Zirkularitätsgrößen von $0,772 \pm 0,108$. Dabei gilt, dass ideal runde Partikel eine Zirkularität von 1 aufweisen. Im Vergleich hierzu liegen die Zirkularitätswerte des blauen Edelkorunds bei $0,748 \pm 0,099$ bzw. des weißen Edelkorunds bei $0,585 \pm 0,170$. Es zeigt sich, dass die Zirkularität zwar zunimmt, die Abrasivpartikel dementsprechend verrunden, dieser Effekt jedoch nur sehr geringfügig ausfällt. Bei einem direkten Vergleich von rezyklierten und neuwertigen Abrasivpartikeln können bei den rezyklierten Abrasivpartikeln dunklere Stellen identifiziert werden. Diese dunkleren Bereiche auf den Partikeln sind im neuwertigen Zustand nicht vorhanden.

Eine detailliertere Analyse der Abrasive bei einer höheren Vergrößerung bedarf aufgrund elektrischer Aufladungseffekte am Rasterelektronenmikroskop vorbereitende Maßnahmen.

Rasterelektronenmikroskopie / energiedispersive Röntgenspektrometrie

Abbildung 50a) zeigt eine Übersichtsaufnahme der Abrasivpartikelschüttung. Hierbei können bereits vereinzelt stärker durch den Primärelektronenstrahl aufgeladene Abrasivpartikel erkannt werden. Diesem Effekt der Aufladung wird mithilfe einer Sputteraufragung von Graphit- (C) (Abbildung 50b)) bzw. Goldschichten (Au) (Abbildungen 50c-d)) entgegengewirkt. Es wird deutlich, dass auf den gebrauchten Abrasivpartikeln Rückstände des Bindersystems bzw. des KSS vorhanden sind. Bei einer EDX-Punktanalyse lassen sich diese Rückstände nicht eindeutig zuordnen, da es sich sowohl beim

Binder als auch bei den KSS-Rückständen um kohlenstoffreiche Verbindungen handelt, die eine quantitative Analyse und Bewertung mittels EDX stark erschweren. Es lassen sich ebenfalls einzelne Abrasivplatten, die eine hohe Abrasivität der Partikel gewährleisten sollen, erkennen. Darüber hinaus weisen diese Abrasivplatten stark kantige Formen auf, die zu einer Zirkularitätsabnahme und demzufolge zu einer Steigerung der Abrasivität führen. Für die Bestimmung des Typs der Abrasivpartikel sind EDX-Punktmessungen durchgeführt worden. Diese zeigen sowohl starke Anreicherungen an Al an einem Teil der Abrasive, was für einen Edelkorund (Al_2O_3) spricht. Andere Partikel hingegen sind stark an Si angereichert, was ein Indiz für Siliziumkarbid (SiC) ist (Tab. 17). Dabei können die Abrasivpartikel aufgrund der enthaltenen Elemente Sauerstoff (O) und Kohlenstoff (C) nicht quantitativ bewertet werden. Hierfür wird im Nachfolgenden auf eine XRD-Analyse der separierten Abrasivpartikel zurückgegriffen.

Röntgendiffraktometrie

Die exakte Zuweisung der Abrasivpartikel zu den Typen Edelkorund (Al_2O_3) und Siliziumkarbid (SiC) zeigt das Diffraktogramm in Abbildung 51. Es sind neben diesen zugewiesenen Reflexen ebenfalls Reflexe enthaltener Oxide, wie beispielsweise vom Typ Fe_2O_3 , mithilfe der pdf-Datensätze identifizierbar. Darüber hinaus sind Reflexe mit einer sehr geringen Intensität im Diffraktogramm enthalten. Diese lassen sich zu den restlichen Schleifspänen zählen.

4.2.2 Separierte metallische Schleifspäne

Die Charakterisierung der separierten metallischen Schleifspäne und deren Vergleich mit gasverdünstem Pulver wird im nachfolgenden Unterkapitel aufgezeigt. Dabei werden neben den mikroskopischen Analysen auch detailliertere PM-Kenngrößen ermittelt und untereinander verglichen, da diese eine unmittelbare Auswirkung auf die Weiterverarbeitbarkeit der Schleifspäne haben.

Makroskopische Analyse

Nach der Separierung und magnetischen Abscheidung der metallischen Schleifspäne ergeben sich verschiedene Spänefraktionen (Abb. 41). Die Spanfraktion 45 bis $63\ \mu\text{m}$ weist überwiegend einzeln vorliegende Späne und leicht verhakte Späne auf (Abb. 52a-b)). Neben diesen einzelnen Spänen sind in dieser kleinen Fraktion geringe Mengen an Abrasivpartikeln enthalten. Eine andere Erscheinungsform haben die separierten Späne der Fraktion 500 bis $1000\ \mu\text{m}$ (Abbildung 52c-d)) und der Fraktion $>1000\ \mu\text{m}$ (Abbildung 52e-f)). Hier sind nur vereinzelt Mikrospäne bzw. Bröckelspäne erkennbar. Der Hauptteil der Schleifspäne liegt in Agglomeraten verhakt vor. Dies wiederum erhöht das Volumen der Späne

signifikant und verursacht eine Ausdehnung der Späne in diesen großen Siebfractionen. Die Agglomeratgröße bzw. das Agglomeratvolumen ist bei der Siebfraction $>1000\ \mu\text{m}$ sogar nochmals vergrößert. In beiden Fractionen lässt sich jedoch die Einförmigkeit der Agglomerate hin zu einer sphärischen Form identifizieren. Innerhalb dieser Agglomerate sind vereinzelt Abrasivpartikel in den Abbildungen zu erkennen, die so abgeschirmt von den agglomerierenden Spänen bei der magnetischen Abscheidung zu der Fraction der Späne sortiert werden. Dies wiederum hat eine Verunreinigung der Fraction der Späne mit Abrasivpartikeln zur Folge.

Mikroskopische Analyse

Die Späne der Siebfraction $<45\ \mu\text{m}$ sind in Abbildung 53 eingebettet im Hellfeld des Auflichtmikroskops zu sehen. Zu erkennen sind zwei verschiedene Arten von Spanformen. Hierzu gehören die hakenförmigen Schleifspäne, die mitunter an kleinere Abschnitte von Flachwendelspänen bzw. zylindrischen Wendelspänen erinnern, und zum anderen die Bröckelspäne, die durch eine hohe plastische Verformung und ein sprödes Werkstoffverhalten entstehen. Neben den metallischen Komponenten in Form von Schleifspänen sind auch hier kleinere Abrasivpartikel zu erkennen.

Bei einer detaillierteren Analyse der Späne im Rasterelektronenmikroskop sowohl von losen Spanschüttungen als auch von eingebetteten und präparierten Schleifspänen lässt sich diese Bewertung bestätigen. In den losen Spanschüttungen im SE-Kontrast neigen die Späne zu Agglomeratbildungen (Abb. 54a-b)). Auch hier können grundlegend zwei unterschiedliche Spanformen erkannt werden (Abb. 54c-d)). Diese sind die hakenförmig angeordneten Späne, die an kürzere Abschnitte von Flachwendelspänen bzw. zylindrischen Wendelspänen erinnern, und die aufgrund der spröden Werkstoffeigenschaften und der Prozessführung des Schleifens mit einem unterbrochenem Schnitt anfallenden Bröckelspäne.

Darüber hinaus sind die Restabrasive innerhalb der Pulverschüttungen im REM durch die Aufladungseffekte gut zu erkennen (Abb. 54b)+d)). Bei EDX-Punktanalysen können mithilfe von detektierten Anreicherungen von Al und Si die verwendeten Abrasivpartikel als Al_2O_3 und SiC identifiziert werden. Bei EDX-Punktanalysen an den Schleifspänen ist darüber hinaus die in Tabelle 18 erkennbare chemische Zusammensetzung analysiert worden. Hierbei ist aufgrund der geringen Ordnungszahl von Kohlenstoff dieser nicht quantifiziert, sondern lediglich in seiner Entfaltung in der Signalgebung berücksichtigt. Zu erkennen ist eine signifikante Erhöhung des Si-Gehaltes von 0,77 Ma.-% gegenüber einer nominalen Sollzusammensetzung des X153CrMoV12. Die Mo- bzw. V-Gehalte sind hingegen mit 0,53 Ma.-% bzw. 0,40 Ma.-% in den Schleifspänen leicht reduziert. Eine quantitative Analyse des Kohlenstoffgehaltes mithilfe einer Verbrennungsanalyse schließt die chemische Analyse der separierten Schleifspäne ab. Dabei lässt sich erkennen, dass der C-Gehalt gegenüber der nominalen Zusammensetzung des X153CrMoV12 erhöht ist (Tab. 18). Für die separierten Späne liegt dieser bei 2,74 Ma.-%.

Nach einer vakuumthermischen Reinigung der Späne kann dieser auf einen Gehalt von 1,72 Ma.-% reduziert und somit dem C-Gehalt des Ausgangswerkstoffs X153CrMoV12 angenähert werden.

Bei einem Vergleich der Mikrostruktur wärmebehandelter Kreismesserronden und separierter Schleifspäne im Hellfeld des Auflichtmikroskops lassen sich die identischen Gefügeausbildungen erkennen (Abb. 55 und 56). In Abbildung 55 ist eine Karbidzeiligkeit innerhalb der wärmebehandelten Ronden sichtbar. Es zeigt sich die Karbidzeiligkeit in Form der in einer Vorzugsrichtung geformten, blockigen Ausscheidungen. Darüber hinaus sind sphärische kleinere Ausscheidungen in der Matrix der Kreismesserronde eingebettet. Bei einem direkten Vergleich mit der in Abbildung 56 gebildeten Gefügestruktur der Späne können auch hier Zeiligkeiten der blockigen Ausscheidungen erkannt werden. Die sphärischen Ausscheidungen innerhalb der Matrix sind hingegen dispers verteilt und weisen keine Vorzugsrichtung auf.

Bei einer Bildanalyse der Phasenmengengehalte der unterschiedlichen Ausscheidungen (blockige Ausscheidungen und sphärische, kleinere Ausscheidungen) innerhalb der Kreismesserronden im Vergleich zu der Analyse in den metallischen Spänen lassen sich gleiche Phasenmengengehalte für die blockigen Ausscheidungen und für die sphärischen Ausscheidungen bestimmen (Tab. 19).

Auch im SE-Kontrast ist die Karbidzeiligkeit bzw. Vorzugsrichtung der Ausscheidungen innerhalb des Gefüges sichtbar (Abb. 57). Die Matrix besteht aus einer nadeligen Struktur. Eine EDX-Punktanalyse zeigt, durch eine qualitative Bewertung des C-Gehaltes in den blockigen und in den sphärischen Ausscheidungen, dass es sich um Mischkarbide handelt. Innerhalb der blockigen Karbide ist eine deutliche Anreicherung an Cr, V und Mo zu detektieren, während hingegen die kleineren sphärischen Karbide zwar Anreicherungen an diesen karbidbildenden LE hat, jedoch die messbaren Anreicherungen mittels EDX-Punktanalyse deutlich geringer ausfallen.

In Abbildung 58 sind Pulverschüttungen im SE-Kontrast abgebildet. Es ist zu erkennen, dass die Gefügeausbildungen innerhalb der Späne identisch zu dem Gefüge der gehärteten und angelassenen Kreismesserronde sind. Die blockigen Ausscheidungen sind aufgrund der Energieeinträge beim Schleifprozess sowie durch elastische und plastische Verformungen innerhalb des Zerspanungsprozesses mitunter gebrochen. Neben diesen beiden Formen der Ausscheidungen ist eine nadelige Struktur der Matrix zu erkennen. Die Spanbildung kann nicht auf eine Bruchform zurückgeführt werden. So sind die Kanten der Späne sowohl durch den Matrixwerkstoff entlang von Ausscheidungskanten als auch durch Ausscheidungen hindurch erkennbar. EDX-Punktanalysen der einzelnen Bestandteile des Gefüges verdeutlichen die identische Zuordnung zu den gehärteten und angelassenen Kreismesserronden. Neben diesen identischen Bestandteilen zeigen sich in den Randbereichen der Späne jedoch auch Unterschiede. In Abbildung 58 sind Einfärbungen bzw. Randschichten erkennbar. Diese sind an den Außenkanten der einzelnen Späne zu identifizieren.

Für die genaue Bestimmung der mikrostrukturellen Ausprägung der Späne, bzw. der vorherrschenden

metallographischen Phasen innerhalb der separierten Späne, ist in Abbildung 59 eine Analyse mittels XRD aufgezeigt. Es ist zu erkennen, dass die mittels EDX-Punktanalyse bestimmten Ausscheidungen zu den typischen Mischkarbiden der Typen M_7C_3 und $M_{23}C_6$ gezählt werden können. Darüber hinaus ist in den metallischen separierten Spänen eine klare Zuordnung der nadeligen Struktur zu den pdf-Karten des Martensits möglich. Die detektierten Reflexe des Diffraktogramms zeigen eine geringe Menge an Restaustenit (Abb. 59). Darüber hinaus sind Oxide detektierbar. Diese können zum einen den Schichten an den Randbereichen der Späne zugeordnet werden, zum anderen sind Reflexe der Abrasivpartikel (Al_2O_3 und SiC) sowie Reflexe anderer Oxide und KSS-Rückstände auf diesen Abrasivpartikeln im Diffraktogramm identifizierbar. Eine detaillierte Zuordnung ist hier aufgrund der Vielzahl kleinerer Reflexe nicht eindeutig möglich.

Darüber hinaus zeigt die Analyse der gehärteten und angelassenen Kreismesserronden eine Härte von 726 HV10, die der separierten Schleifspäne in einem eingebetteten und plangeschliffenen Zustand einen Härtewert von 710 HV0,1. Dabei ist aufgrund der Einhaltung der DIN für die Bestimmung der Härte auf eine geringere Prüfkraft gewechselt worden. So sind die Abstände der 2,5-fachen Eindruckdiagonale zu den Randbereichen der Späne einhaltbar.

Pulvermetallurgische Analysen

Neben den mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften lassen sich die separierten Schleifspäne und die verschiedenen Spänefraktionen hinsichtlich der Verarbeitbarkeit in Form der Kenngrößen für die PM charakterisieren.

Schüttdichte Eine für die Einschätzung der Verarbeitbarkeit herangezogene Kenngröße in der PM ist die Schüttdichte. Diese lässt sich nach Kapitel 3.1.7 bestimmen. Hierbei wird erneut auf die unterschiedlichen Recycling- bzw. Separierungsrouten der Schleifspäne eingegangen. In Abbildung 60 sind die verschiedenen Schüttdichten der im Labormaßstab separierten und fraktionierten Schleifspäne zu erkennen. Dabei werden hier lediglich die Siebfraktionen aufgeführt, die nahezu vollständig agglomeratfrei vorliegen und nicht mit ausgesiebten Abrasivpartikeln bestückt sind. Die detektierbaren Schüttdichten vergrößern sich dabei stetig hin zu den kleineren Siebfraktionen. Somit weist die Siebfraktion $<45\ \mu m$ die höchste gemessene Schüttdichte der separierten Schleifspäne auf. Diese liegt mit $0,76 \pm 0,12\ g\ cm^{-3}$ deutlich höher als die nächstgeringere Schüttdichte mit $0,61 \pm 0,04\ g\ cm^{-3}$ bei der Siebfraktion 45 bis $63\ \mu m$. Ein Einfluss der Spangröße auf die Schüttdichte ist somit eindeutig zu identifizieren. Die gemittelten Schüttdichten weisen dabei allesamt eine hohe Standardabweichung auf.

In Abbildung 61 werden die gemittelten Schüttdichten in Bezug auf die durchgeführten Separatio-

nen bei unterschiedlichen Prozessparametern der Separationsanlage aufgeführt. Hierbei ist eindeutig die höchste Schüttdichte bei der verwendeten Prozesskonfiguration mit einer Vorsiebung der Schleifschlämme mit einer Maschenweite von 600 μm und gewählten Siebmaschenweiten innerhalb der Separationsanlage von 400 μm und 200 μm mit der jeweiligen magnetischen Abscheidung über Magnetwalzen (mit einem Abstand von 2,5 cm) zu erkennen. Diese Prozesskonfiguration führt für die kleinste magnetisch abgeschiedene Siebfraction zu Schüttdichten von $0,82 \pm 0,30 \text{g cm}^{-3}$. Diese Schüttdichte liegt $0,18 \text{g cm}^{-3}$ höher als die der nächsten Prozesskonfiguration. Auffällig sind die deutlich geringeren Standardabweichungen bei den Ermittlungen der Schüttdichten im Vergleich zum Labormaßstab.

Klopf-dichte Die Bestimmung der Klopf-dichte findet wie in Kapitel 3.1.7 beschrieben statt. Die Abbildung 62 zeigt die Klopf-dichte der separierten Schleifspäne im Labormaßstab gegliedert nach den Siebfractionen. Hierbei liegt der Fokus, genau wie bei der Ermittlung der Schüttdichte, auf den Siebfractionen, die nahezu agglomeratfrei vorliegen. Die Klopf- wie auch die Schüttdichte ist größenabhängig. Je kleiner die Siebfractionen und somit die Spangröße wird, desto höher fällt die ermittelte Klopf-dichte aus. Die Standardabweichungen sind dabei allesamt sehr groß.

In Abbildung 63 sind die Klopf-dichten der mittels Separationsanlage getrennten Schleifspäne nach den Prozesskonfigurationen aufgeteilt dargestellt. Auch hier zeigt die Prozesskonfiguration mit einer Vorsiebung bei 600 μm und den verwendeten Siebmaschenweiten von 400 μm und 200 μm mit jeweils nachgeschalteten Magnetwalzen die besten Werte auf. Diese Prozesskonfiguration weist eine Klopf-dichte von $1,26 \text{g cm}^{-3}$ auf. Die Standardabweichungen der gemittelten Klopf-dichten weisen, anders als die Werte bei der Schüttdichte-Ermittlung, deutlich höhere Werte auf als bei der Analyse im Labormaßstab.

Carrfaktor / Hausnerfaktor Auf Grundlage der Schütt- und Klopf-dichte wird der Carr-Index der separierten Schleifspäne der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ auf 37,5 und der Hausnerfaktor auf 1,6 bestimmt. Beide Werte sind unmittelbar aus der Schütt- und Klopf-dichte ableitbar und ebenfalls abhängig von der Spangröße.

Fließfähigkeit Für die Messung werden eigens genormte Versuche zur Fließfähigkeitsbestimmung bzw. Bestimmung der Fließgeschwindigkeit durchgeführt. Die separierten Schleifspäne weisen jedoch unabhängig von der Separationsroute (Labormaßstab oder Separationsanlage) in keiner vorliegenden Fraktion eine Fließfähigkeit auf. Auch bei einer Anpassung der an die jeweilige DIN angelehnten Bestimmungsverfahren der Fließfähigkeit durch die Wahl größerer Auslauftrichter an den Hall-Flow-Metern war keine Fließfähigkeit ermittelbar.

4.2.3 Aufbereitung der Schleifspäne

Die analysierten separierten Schleifspäne sind nach der Charakterisierung der Kenngrößen und der mikrostrukturellen Eigenschaften hinsichtlich der Verbesserung dieser Eigenschaften und Kenngrößen auf zwei unterschiedliche Weisen aufbereitet worden. Hierzu zählen die mechanische Aufbereitung der separierten Schleifspäne und die Mischung der separierten Schleifspäne mit unterschiedlichem gasverdüstertem Pulver.

Mechanische Aufbereitung

Die Aufbereitung der metallischen Schleifspäne wird zunächst an unfraktionierten Schleifspänen durchgeführt, um so die Auswirkung der mechanischen Zerkleinerung auf die Größenverteilung besser analysieren zu können. Die Durchführung erfolgt nach den in Kapitel 3.2.1 beschriebenen Prozessparametern. Anschließend wird mittels trockener Wurfsiebung die Größenverteilung analysiert (Abb. 64). Es ist zu erkennen, dass die Größenverteilung der mechanisch zerkleinerten Schleifspäne zu einer größeren Menge der Schleifspäne in niedrigeren Fraktionen führt. Gerade innerhalb der Siebfraktionen von 500 bis 1000 μm und $>1000 \mu\text{m}$ liegen nach der Aufbereitung unabhängig von den verwendeten Prozessparametern keine Späne mehr vor. Gerade in diesen Fraktionen konnten vormals die Ausbildungen von Späneagglomeraten identifiziert werden (Abb. 52c-f)). Es ist somit ein geeigneter Prozessparametersatz zu erkennen. Dieser liegt bei einer Drehzahl der Kugelmühle von 450 min^{-1} und einem verwendeten Kugeldurchmesser von 15 mm für eine Mahldauer von 15 min. Mit diesen Parametern liegen bis zu 64 Ma.-% der separierten Schleifspäne in der Siebfraktion $<45 \mu\text{m}$ vor (Abb. 64). Es ist ebenfalls zu erkennen, dass mit einer steigenden Mahlkugelgröße die Mahlergebnisse verbessert werden (Abb. 64). Für die Drehzahl der Kugelmühle hingegen ist bei den verwendeten Kugelgrößen ein mittlerer Drehzahlbereich der Kugelmühle am effektivsten.

Bei einer mikroskopischen Analyse der mittels definierter Kugelmühlparameter vorbehandelten Schleifspäne (450 min^{-1} , 15 mm, 15 min) im Stereomikroskop liegen die Schleifspäne nahezu alle einzeln vor (Abb. 65). In den mittleren Siebfraktionen von 63 bis 125 μm sind weiterhin Agglomeratbildungen zu erkennen (Abb. 65). Des Weiteren weisen die abgebildeten Fraktionen allesamt neben den Schleifspänen auch Verunreinigungen durch Abrasivpartikel bzw. kleinere Abrasivpartikelfragmente auf.

Die Auswirkungen der durch die mechanische Zerkleinerung eingebrachten zusätzliche Energie auf die Spanform wiederum wird anhand der Schleifspäne der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ in einem eingebetteten und präparierten Zustand analysiert. Die Abschnitte der vorher zu erkennenden Flachwendelspäne bzw. Wendelspanstücke sind zu Gunsten von blockigeren Späneformen gewichen (Abb. 53 und 66). Daneben sind die bereits in Abbildung 53 zu erkennenden Bröckelspäne nicht betroffen, diese sind auch weiterhin zu erkennen (Abb. 66). Eine Einformung länglicherer Abschnitte von Flachwendelspänen in

sphärischere Formen ist darüber hinaus nicht zu identifizieren.

Während die Bewertung der mechanischen Zerkleinerung bei mittleren Drehzahlen der Kugelmühle anhand der mikroskopischen Aufnahmen im Hellfeld des Auflichtmikroskops durchgeführt wird, kann der Nachweis des Einflusses der Variation der Drehzahl der Kugelmühle ebenfalls über bildanalytische Hilfsmittel bestimmt werden. Eine deutliche Vergrößerung der Zirkularität und somit eine Einformung der Späne in eine sphärischere Form anhand der unterschiedlichen Drehzahlen ist nicht zu erkennen (Abb. 67). Die Zirkularität der Späne bleibt über die verschiedenen Drehzahlen konstant auf einem Wert von ca. $0,72 \pm 0,04$.

Der Einfluss der Drehzahl der Kugelmühle auf die eigentliche Spanzerkleinerung ist in Abbildung 68 aufgezeigt. Hier ist zu erkennen, dass die Spangröße der Späne der Siebfraction $<45 \mu\text{m}$ mit steigender Drehzahl kontinuierlich abnimmt. Bei einer hohen Drehzahl der Kugelmühle von 600 min^{-1} wird so ein Wert von $13,5 \mu\text{m}^2$ erreicht. Dem Trend der Reduzierung der Spangröße des Siebgutes der kleinsten Siebfraction $<45 \mu\text{m}$ steht jedoch die beschriebene geringere Menge an Siebgut in der Siebfraction $<45 \mu\text{m}$ gegenüber (Abb. 64). Somit ist je nach Anwendungsfall ein Kompromiss zwischen diesen beiden Trends einzustellen.

Pulvermetallurgie-Analyse Die mechanische Aufbereitung der separierten Schleifspäne zeigt einen signifikanten Einfluss der verwendeten Kugelgrößen auf die Größenverteilung, die mittels Siebanalyse beurteilt werden kann (Abb. 64). Auf dieser Grundlage ändern sich die für die separierten Schleifspäne bewerteten Kenngrößen der PM.

In Abbildung 69 ist die Entwicklung der gemittelten Schüttdichte der separierten Schleifspäne nach einer mechanischen Zerkleinerung bei einer Drehzahl von 450 min^{-1} für eine Mahldauer von 15 min und variierenden Kugeldurchmessern zu sehen. Die Verwendung der kleinsten Mahlkugeln (2 mm) bewirkt bereits eine signifikante Steigerung der Schüttdichte der Schleifspäne der Siebfraction $<45 \mu\text{m}$ auf $1,09 \pm 0,03 \text{ g cm}^{-3}$. Eine Vergrößerung der Mahlkugeln bis zu einem Mahlkugeldurchmesser von 15 mm bewirkt eine weitere Steigerung der Schüttdichte auf $1,22 \pm 0,17 \text{ g cm}^{-3}$. Dieser Wert liegt bereits deutlich über der erreichten Klopfdichte der im Labormaßstab separierten Schleifspäne der Siebfraction $<45 \mu\text{m}$ von $1,05 \text{ g cm}^{-3}$ (Abb. 62).

Die Ergebnisse der Bestimmung der gemittelten Klopfdichte der separierten Schleifspäne nach einer mechanischen Zerkleinerung bei einer Drehzahl der Kugelmühle von 450 min^{-1} für eine Mahldauer von 15 min bei variierenden Mahlkugeldurchmessern, sind in Abbildung 70 dargestellt. Es zeigt sich auch hier der Trend der kontinuierlichen Steigerung der Klopfdichte bei der Vergrößerung der verwendeten Mahlkugeln. Bereits die mechanische Zerkleinerung der Schleifspäne mit den kleinsten verwendeten Mahlkugeldurchmessern (2 mm) zeigt einen deutlichen Anstieg in der Klopfdichte der Schleifspäne der Siebfraction $<45 \mu\text{m}$ auf $1,86 \pm 0,11 \text{ g cm}^{-3}$. Dieser Wert liegt bereits signifikant höher als der Ver-

gleichswert der Klopfdichte der im Labormaßstab separierten Schleifspäne der Siebfraction $<45\ \mu\text{m}$ ohne eine mechanische Vorbehandlung (Abb. 62). Die maximal eingesetzte Mahlgröße von 15 mm führt zu einer Klopfdichte von $2,05 \pm 0,03\ \text{g cm}^{-3}$.

Die verwendeten unterschiedlichen Mahlkugeln führen zu keiner signifikanten Veränderung des Carr-Indexes bzw. des Hausner-Faktors (Tab. 20). Die mechanische Zerkleinerung der Schleifspäne hat keinen Einfluss auf die Fließfähigkeit der Späne. Die separierten und mechanisch aufbereiteten Späne erweisen sich als weiterhin nicht fließfähig. Für eine weitere Verbesserung der Schütt- bzw. Klopfdichte und eine Erzielung der Fließfähigkeit wird daher auf eine Mischung mit gasverdünsten Ausgangsmaterialien zurückgegriffen.

Mischung mit gasverdünstem Pulver

Die Aufbereitung und Eigenschaftsverbesserung der Schleifspäne wird für die Mischung mit gasverdünstem PM-Pulver auf die Spangröße $<45\ \mu\text{m}$ fokussiert, da die Eigenschaften der separierten Späne in dieser Spanfraktion die besten Prozessierungen versprechen. Für die Mischung stehen dabei die gasverdünsten Ausgangswerkstoffe X220CrVMo13-4 und 32CrMoV12-28 zur Verfügung.

Charakterisierung gasverdünster PM-Pulver Abbildung 71 zeigt die Größenverteilung des gasverdünsten PM-Pulvers aus X220CrVMo13-4. Die Größenverteilung zeigt einen überwiegenden Gewichtsanteil des Pulvers in kleineren Fraktionen. So liegt das PM-Pulver nur in Mengen von weniger als $<1\ \text{Ma.}\%$ in den Siebfractionen 500 bis $1000\ \mu\text{m}$ und $>1000\ \mu\text{m}$ vor. Ein Hauptbestandteil der PM-Pulver liegt in den mittleren Siebfractionen von 125 bis $500\ \mu\text{m}$ und 63 bis $125\ \mu\text{m}$ vor. Darüber hinaus sind gemittelte Gewichtsanteile von $34,5\ \text{Ma.}\%$ in der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ vorhanden. Anders als bei der Ermittlung der Gewichtsverteilung der separierten Späne (Abb. 41), ist die Standardabweichung bei allen ermittelten Siebfractionen gering.

Bei einer mikroskopischen Analyse des gasverdünsten Pulvers sind Anhäufungen der losen Pulverschüttungen zu sehen (Abb. 72). Es liegt keine disperse Verteilung der Pulver auf dem Probenträger vor. Es bilden sich vielmehr Pulvernetzwerke aus, zwischen denen der Probenträger klar zu erkennen ist. Dieser Anziehung und Anhäufung der Pulverteilchen zu Pulvernetzwerken wird bei der Pulveraufbringung auf Probenhalter für flächige Analysen mithilfe von selbstklebenden Kohlepadts entgegengewirkt. Eine Pulverschüttung des gasverdünsten PM-Pulvers ist im SE-Kontrast in Abbildung 73 dargestellt. Es zeigen sich sphärische Formen der Pulverpartikel unabhängig von der Größe der einzelnen Pulver (Abb. 71). Die Größe variiert zwischen mittleren und sehr feinen sphärischen Pulverteilchen. Neben den ideal sphärischen Pulverpartikeln gibt es vereinzelt Defekte der Pulverpartikel, die aufgrund der Handhabung und der Aufbringung der Partikel in der Pulverschüttung entstehen. Neben diesen

Defekten sind jedoch in Abbildung 73 auch Satellitenbildungen auf den sphärischen PM-Pulvern zu erkennen.

Die mikrostrukturelle Analyse des gasverdüsteten PM-Pulvers wird anhand der SE-Aufnahmen in Abbildung 74 durchgeführt. Es zeigt sich eine dendritisch erstarrte Phase und ein Eutektikum. In den interdendritischen Zwischenräumen lässt sich Eutektikum nachweisen. Das Gefüge des Pulvers ergibt sich somit zu primär erstarrter Matrix mit vielen Dendriten und Eutektikum. Diese Gefügebestandteile liegen homogen verteilt und fein strukturiert vor. Bei einer EDX-Analyse in Form von Punktanalysen und Linienscans kann eine Cr- und V-Anreicherung in den eutektischen Bereichen detektiert werden. Innerhalb der metallischen Matrix wird eine Verarmung an Cr und V nachgewiesen (Tab. 21). Eine quantitative C-Analyse kann durch die EDX-Analyse nicht durchgeführt werden. Darüber hinaus wird eine Phasenanalyse am gasverdüsteten PM-Pulver aus X220CrVMo13-4 mithilfe einer XRD-Messung durchgeführt. Es werden sowohl eine martensitische Gitterstruktur mit Restaustenit als auch M_7C_3 -Karbide und MC-Karbide nachgewiesen. Somit stimmen die erfassten EDX-Analysen mit denen der XRD überein und bestätigen die Gefügebildung des gasverdüsteten X220CrVMo13-4.

Das ebenfalls verwendete gasverdüstete PM-Pulver aus dem Legierungssystem 32CrMoV12-28 zählt zu den Warmarbeitsstählen. Da das verwendete Pulver jedoch einen Reststoff aus der Gasverdüstung darstellt, sind die Pulverpartikel für eine Beurteilung der Größenverteilung mittels trockener Wurfsiebung nicht geeignet. Ein Test zeigt, dass sich alle Pulverpartikel in der Siebfraction $<45 \mu\text{m}$ befinden.

Eine mikrostrukturelle Analyse an einer losen Schüttung des PM-Pulvers (Abb. 75) weist dieselben Anhäufungen und Ausbildungen eines Pulvernetzwerkes auf, wie sie beim gasverdüsteten PM-Pulver aus X220CrVMo13-4 zu identifizieren sind (Abb. 72). Die lose Pulverschüttung des PM-Pulvers ist in Abbildung 76 im SE-Kontrast dargestellt. Hierbei wird die sphärische Form des Pulvers deutlich. Die ideal sphärischen Pulverpartikel weisen zum Großteil keine Defekte oder Fehler wie beispielsweise Satelliten auf. Es lassen sich an einigen Pulverpartikeln kleinere Defekte in Form von Dellen und Wölbungen erkennen. Bei einer Analyse der Mikrostruktur anhand der SE-Aufnahmen des mittels Gasverdüstung hergestellten PM-Pulvers (Abb. 77) lässt sich bei den Pulverpartikeln die Ausbildung eines feinen Gefüges erkennen. Dieses feine Gefüge ist mit feindendritischen, zellularen bzw. netzwerkartigen Strukturen durchzogen. Innerhalb der Kornbereiche bilden sich darüber hinaus feine nadelige Strukturen, die von schmalen und hellen Säumen bzw. Zellwänden umgeben sind.

Mischung der gasverdüsteten Pulver mit separierten Schleifspänen Die beiden gasverdüsteten PM-Pulver wurden, wie in Kapitel 3.2.2 beschrieben, mit den separierten Schleifspänen der Fraktion

<45 µm gemischt. Dabei sind die hergestellten Gemische aus separierten Spänen und gasverdüstem Pulver hinsichtlich ihrer Mischungsgüte und der Schütt- bzw. Klopfdichte analysiert worden.

Die Abbildungen 78 und 79 zeigen die Grundlage für die Bewertung der Mischungsgüte nach Kapitel 3.2.2.

Abbildung 78 zeigt je nach Mischungsverhältnis der separierten Schleifspäne mit X220CrVMo13-4 eine deutliche Veränderung der Anzahl an hellen zu dunklen Bereichen. Darüber hinaus lassen sich keine Anhäufungen von Metallpulver bzw. Seigerungen der hellen Bereiche in der losen Pulverschüttung erkennen. Diese Erkenntnis wird mithilfe der Analyse der Mischungsgüte untermauert. Diese weist einen gemittelten Häufigkeitskoeffizienten von 1,02 auf. Die Standardabweichung dieses Mischungswertes beträgt 0,03.

Abbildung 79 zeigt ebenfalls deutliche Unterschiede, die in helle Phasen und dunkle Phasen zu sehen sind. Die stereomikroskopischen Aufnahmen zeigen, dass unabhängig vom Mischungsverhältnis die hellen bzw. dunklen Bereiche dispers über den Abbildungsbereich verteilt sind. Es zeigen sich keine Anhäufungen der hellen Bereiche. Dieser Trend wird mit dem Häufigkeitskoeffizienten von 1,03 nachgewiesen. Die Standardabweichung für diesen Mischungswert ist mit 0,04 gering. Somit kann die Bildanalyse der Mischungsgüte als stabil und aussagekräftig angesehen werden.

Die in Kapitel 2.6.2 vorgestellten Kenngrößen für die PM werden auch mit den hergestellten Gemischen aus separierten Schleifspänen und unterschiedlichen gasverdüsten Pulvern bei variierenden Mischungsverhältnissen bestimmt.

Als Referenzen sind hier sowohl die Schüttdichte der separierten Späne der Siebfraction <45 µm als auch die Schüttdichten der reinen gasverdüsten PM-Pulver aus X220CrVMo14-4 und 32CrMoV12-28 aufgeführt (Abb. 80). Die reinen PM-Pulver weisen eine Schüttdichte von $4,80 \pm 0,05 \text{ g cm}^{-3}$ bzw. $4,23 \pm 0,03 \text{ g cm}^{-3}$ auf, die separierten Späne der Siebfraction <45 µm hingegen eine Schüttdichte von $0,76 \pm 0,12 \text{ g cm}^{-3}$. Somit liegen die Gemische aus separierten Schleifspänen der Fraction <45 µm und der gasverdüsten Pulver je nach Mischungsverhältnis zwischen diesen Schüttdichten.

Die Auswertung der Klopfdichte weist den gleichen Trend auf (Abb. 81). Somit sind die Klopfdichten der Gemische je nach Mischungsverhältnis zwischen den Werten der reinen gasverdüsten Pulver und der separierten Schleifspäne angeordnet.

Abbildung 82 zeigt den berechneten Hausner-Faktor für die reinen Pulver und die hergestellten Gemische. Dabei weist das reine PM-Pulver aus X220CrVMo13-4 mit 1,08 den geringsten Hausner-Faktor auf. Gleiches gilt für den aufgezeigten Carr-Index (Abb. 83). Dieser ist ebenfalls bei dem reinen PM-Pulver aus X220CrVMo13-4 mit 7,69 am geringsten und verspricht für die Weiterverarbeitung somit die besten Ergebnisse.

Die Fließfähigkeit ist für die Spanfraction <45 µm nicht messbar, da es zu keinem Fließverhalten der separierten Schleifspäne kommt (Tab. 22). Die Fließfähigkeit der gasverdüsten Pulver liegt bei

$0,53 \pm 0,09$ s für das Legierungssystem X220CrVMo13-4 und bei $0,71 \pm 0,13$ s für das Legierungssystem 32CrMoV12-28. So können Fließfähigkeiten der Gemische aus separierten Schleifspänen und gasverdüstem Pulver erzielt werden. Diese liegen bei Gemischen mit Mischungsverhältnissen aus 50 Ma.-% separierten Spänen und 50 Ma.-% gasverdüstem Pulver mit X220CrVMo13-4 bei $0,86 \pm 0,09$ s und mit 32CrMoV12-28 bei $1,42 \pm 0,39$ s.

Für die weitere Analyse der Mischungen sind die in Tabelle 23 aufgeführten chemischen Zusammensetzungen verwendet worden. Dabei beziehen sich die theoretisch berechneten Werte auf die nominale Zusammensetzung.

4.3 Thermodynamische Berechnungen

Die thermodynamischen Berechnungen werden nach der CalPhad-Methode, wie sie auch in Kapitel 3.3 beschrieben sind, durchgeführt. Dabei erfolgten die Berechnungen sowohl mit experimentell bestimmten als auch berechneten Mengengehalten der einzelnen LE. Zunächst wird dabei auf den Ausgangswerkstoff der Schleifspäne X153CrMoV12 und die davon abweichende experimentell bestimmte chemische Zusammensetzung der separierten Schleifspäne eingegangen (Tab. 18). Anschließend wird der Fokus auf die Analyse der hergestellten Gemische aus separierten Schleifspänen und gasverdüsten PM-Pulvern gelegt. Die dafür benötigten chemischen Zusammensetzungen sind Tabelle 23 zu entnehmen. Hierfür werden in einem vorgelagerten Schritt auch die reinen gasverdüsten PM-Pulver mit ihrer nominellen chemischen Zusammensetzung betrachtet.

4.3.1 Schleifspäne

Abbildung 84 zeigt die Berechnung von Phasendiagrammen in einem thermodynamisch stabilen Zustand. In Abbildung 84a) lassen sich hierfür bei nomineller chemischer Zusammensetzung des Legierungssystems X153CrMoV12 die einzelnen Phasenmengen bestimmen. Bei einer Temperatur von 802 °C ist der Übergang des ferritischen Gefüges in eine kubisch flächenzentrierte Gitterstruktur des Austenits erkennbar. Ebenfalls bei diesen Temperaturen im Gefüge enthalten sind die M_7C_3 -Karbide. Diese weisen einen Phasenmengengehalt von 18,98 Vol.-% auf (Tab. 24). Bei den typischen Prozesstemperaturen der PM und AM kann somit mit den Phasendiagrammen abgeschätzt werden, welche Gefügebestandteile in welchen Anteilen vorhanden sind. Bei der nominellen chemischen Zusammensetzung von X153CrMoV12 mit einem C-Gehalt von 1,55 Ma.-% lässt sich erkennen, dass neben den Karbiden des Typs M_7C_3 und Austenit keine weiteren Phasen enthalten sind (Abb. 84a)). Die vorliegenden M_7C_3 -Karbide sind mit Cr und V angereichert.

Bei einer vergrößerten Betrachtung des Aufschmelzintervalls des X153CrMoV12 zeigt sich, dass bei einer Temperatur von 1258 °C die Bildung der Flüssigphase einsetzt (Abb. 85b)). Bei dieser Temperatur besitzt der Austenit einen C-Gehalt von 1,08 Ma.-% mit einem Restphasengehalt von 6,52 Vol.-% an M_7C_3 -Karbiden (Tab. 25). Der Flüssigphasenanteil von 100 Vol.-% wird bei einer Temperatur von 1392 °C erreicht. Da jedoch die separierten Späne eine stark abweichende chemische Zusammensetzung haben, werden die thermodynamischen Berechnungen der Phasendiagramme mit dieser abweichenden chemischen Zusammensetzung wiederholt. Hierfür ist die chemische Zusammensetzung in Tabelle 18 genutzt worden. Abbildung 84c) zeigt für diesen stark erhöhten C-Gehalt das Phasendiagramm. Der höhere C-Gehalt bewirkt einen deutlich größeren Volumenanteil an M_7C_3 -Karbiden sowohl beim Start der Umwandlung in austenitisches Gefüge bei einer Temperatur von 758 °C (32,41 Vol.-%) als auch bei der Solidustemperatur von 1215 °C (17,41 Vol.-%) (Tab. 26). Beim Start der Austenitisierung des Gefüges ist die Phase der M_7C_3 -Karbide deutlich mit Cr (33,77 Ma.-%), V (2,32 Ma.-%) und Mo (2,18 Ma.-%) angereichert (Tab. 27). Bei der Solidustemperatur (Abb. 85d)) weist der Austenit dabei einen C-Gehalt von 1,49 Ma.-% und eine Verarmung an Cr (5,89 Ma.-%), Mo (0,53 Ma.-%) und V (0,19 Ma.-%) auf, die verstärkt in den M_7C_3 -Karbiden vorliegen (Cr (36,66 Ma.-%), V (3,42 Ma.-%) und Mo (1,68 Ma.-%) (Tab. 27). Ein vollständiger Übergang aller Bestandteile in die Flüssigphase ist ab einer Temperatur von 1311 °C zu erkennen.

Eine der Separierung nachgeschaltete thermische Reinigung der Schleifspäne führt zu einer Verringerung des Kohlenstoffanteils. Daher weisen die Späne einer Verbrennungsanalyse zufolge nach der thermischen Reinigung einen C-Gehalt von 1,72 Ma.-% auf (Tab. 18). Somit verändern sich die thermodynamisch berechneten Phasen und Phasenmengenanteile (Abb. 84e)). Die bei niedrigen Temperaturen vorliegenden Phasen beschränken sich auf M_7C_3 , MC und Ferrit. Darüber hinaus ergeben sich Volumenanteile an M_7C_3 -Karbiden bei einer Liquidustemperatur von 1248 °C (9,25 Vol.-%) (Tab. 28). Beim Start der Austenitisierung des Gefüges ist die Phase der M_7C_3 -Karbide deutlich mit Cr (36,13 Ma.-%), V (3,29 Ma.-%) und Mo (2,71 Ma.-%) angereichert (Tab. 29). Bei der Solidustemperatur (Abb. 85f)) weist der Austenit einen C-Gehalt von 1,19 Ma.-% und eine Verarmung an Cr (8,61 Ma.-%), Mo (0,63 Ma.-%) und V (0,42 Ma.-%) auf, die verstärkt in den M_7C_3 -Karbiden vorliegen (Cr (40,44 Ma.-%), V (3,53 Ma.-%) und Mo (1,40 Ma.-%) (Tab. 27). Der Werkstoff schmilzt dann bei einer Temperatur von 1370 °C vollständig auf.

Da die durchgeführten PM- und AM-Prozesse je nach Prozesssteuerung bei speziellen Prozessdrücken bzw. in Vakuumatmosphären durchgeführt werden, ist für eine Abschätzung der Flüssigphasenmenge der Einfluss des Drucks analysiert worden (Abb. 85). Hier wird wiederum zwischen nomineller chemischer Zusammensetzung des 155CrVMo12-1 mit einem C-Anteil von 1,55 Ma.-% sowie einer veränderten chemischen Zusammensetzung der separierten Späne (2,69 Ma.-%) und der thermisch gereinigten Späne (1,72 Ma.-%) unterschieden. Es lässt sich jeweils zwischen der Vakuumatmosphäre

von 5 Pa und einem Normaldruck von 100 kPa keine Veränderung in der Solidustemperatur noch im Verlauf dieser Phasen über die Temperatur erkennen. Erst ein Druck von 150 MPa, wie er beispielsweise in der Autoklave beim HIP-Prozess eingestellt wird, zeigt eine Veränderung der Solidustemperatur. Diese verschiebt sich in diesem Fall um 5 K hin zu höheren Temperaturen. Der Verlauf der Phase bleibt gleich. Darüber hinaus ist bei einem Vergleich der Flüssigphasen zwischen nomineller chemischer Zusammensetzung und der separierter Späne bzw. der thermisch gereinigten Späne ein deutlich steilerer Anstieg des Flüssigphasenmengenanteils zu erkennen. So flacht der Anstieg des Flüssigphasenanteils der separierten Schleifspäne erst ab einem Gehalt von 62 Vol.-% signifikant ab.

Die in Abbildung 86 ersichtliche DTA bestätigt den thermodynamisch berechneten Verlauf der Flüssigphasenbildung bei den separierten Schleifspänen. An dieser DTA-Messung lässt sich ein Aufschmelzen der Späne ab einer Temperatur von 1224 °C identifizieren. Dieser experimentell bestimmte Wert liegt in einem ähnlichen Temperaturbereich wie der der thermodynamischen Berechnung. Somit kann davon ausgegangen werden, dass die thermodynamischen Berechnungen die Realität in einer aussagekräftigen Weise beschreiben.

Neben den Bestimmungen der Prozesstemperaturen für die PM-Prozesse im Hinblick auf die dort vorherrschenden Gefügebestandteile, kann auch die Wärmebehandlung auf Grundlage der thermodynamischen Berechnungen abgeschätzt werden. Hierfür sind in Abbildung 87 die pseudobinären Phasendiagramme des Legierungssystems X153CrMoV12, der separierten Schleifspäne und der thermisch gereinigten Schleifspäne aufgezeigt. Bei einem C-Gehalt von 1,55 Ma.-% offenbart sich, dass bei einer Härtetemperatur von $T_{\text{Härte}}=1055\text{ °C}$ das Gefüge in einem Zweiphasengebiet aus Austenit und M_7C_3 -Karbiden liegt. Hierbei nehmen die M_7C_3 -Karbide einen Phasengehalt von 12,9 Vol.-% ein (Tab. 30). Es zeigt sich, dass die austenitische Phase mit einem C-Gehalt von 0,57 Ma.-% und einem Cr-Gehalt von 6,72 Ma.-% leicht an diesen LE verarmt ist. Die innerhalb des Zweiphasengebiets ebenfalls vorhandenen M_7C_3 -Karbide weisen eine deutliche Anreicherung an Cr (48,97 Ma.-%) und eine etwas abgeschwächtere Anreicherung an Mo (2,07 Ma.-%) und V (5,32 Ma.-%) auf. Bei einer Anlasstemperatur $T_{\text{Anlass}}=520\text{ °C}$ sind nach Phasendiagramm (Abbildung 87) vier Gefügebestandteile vorhanden. Diese setzen sich zusammen aus einer ferritischen Matrix (80,1 Vol.-%), M_7C_3 -Karbiden (15,6 Vol.-%) sowie den Sekundärkarbiden des Typs $M_{23}C_6$ (3,5 Vol.-%) und MC (0,9 Vol.-%) (Tab. 31). Es wird deutlich, dass die ferritische Matrix stark an Cr, Mo und V verarmt ist. Aus diesen thermodynamischen Gleichgewichten geht hervor, dass die M_7C_3 -Karbide eine sehr starke Anreicherung an Cr und nur geringe Mengen an Mo und V aufweisen. Die $M_{23}C_6$ -Karbide hingegen sind sowohl stark an Cr als auch an Mo angereichert, während die MC-Karbide verstärkt aus vanadiumreichen Karbiden bestehen.

Die separierten Späne weisen mit einem deutlich höheren C-Gehalt (2,69 Ma.-%) ein verändertes

Phasendiagramm und somit veränderte WB-Eigenschaften auf (Abb. 87). Bei der Härtetemperatur $T_{\text{Härte}}=1055\text{ °C}$ befindet sich das Legierungssystem in einem Zweiphasengebiet aus Austenit und M_7C_3 -Karbiden. Dabei nehmen die M_7C_3 -Karbide einen Phasenvolumenanteil von 22,57 Vol.-% ein (Tab. 32). Auch hier ist die austenitische Matrix an Cr verarmt, während die M_7C_3 -Karbide stark an Cr (36,49 Ma.-%) angereichert sind. Darüber hinaus ist eine Anreicherung an Mo (2,12 Ma.-%) und V (3,13 Ma.-%) in diesen Karbiden zu erkennen. Bei einer Anlasstemperatur von $T_{\text{Anlass}}=520\text{ °C}$ besteht das Gefüge laut Phasendiagramm aus drei Bestandteilen. Diese setzen sich zusammen aus einer ferritischen Matrix (68,14 Vol.-%), M_7C_3 -Karbiden (30,65 Vol.-%) sowie den Sekundärkarbiden des Typs MC (1,21 Vol.-%) (Tab. 33). Die ferritische Matrix weist ausgeprägte Verarmungen an Cr (0,14 Ma.-%), Mo (unter 0,01 Ma.-%) und V (unter 0,01 Ma.-%) auf. Aus dem thermodynamischen Gleichgewicht geht hervor, dass die M_7C_3 -Karbide eine sehr starke Anreicherung an Cr (36,62 Ma.-%) und Mo (2,42 Ma.-%) sowie eine geringere Anreicherung an V (0,9 Ma.-%) beinhalten, während hingegen die MC-Karbide verstärkt aus vanadiumreichen Karbiden (46,71 Ma.-%) bestehen.

Die thermisch gereinigten Späne weisen mit einem C-Gehalt von 1,72 Ma.-% ein Phasendiagramm wie in Abbildung 87 dargestellt auf. Die Härtetemperatur $T_{\text{Härte}}=1055\text{ °C}$ bewirkt die Ausbildung eines Zweiphasengebietes aus Austenit und M_7C_3 -Karbiden (15,8 Vol.-%). Die chemische Zusammensetzung der beiden vorliegenden Phasen ist in Tabelle 34 beschrieben. Der Austenit ist an Cr verarmt, wohingegen die M_7C_3 -Karbide an Cr (41,55 Ma.-%) angereichert sind. Es ist ebenfalls eine Anreicherung an Mo (2,01 Ma.-%) und V (4,32 Ma.-%) in diesen Karbiden erkennbar. Bei einer Anlasstemperatur von $T_{\text{Anlass}}=520\text{ °C}$ bildet sich ein Gefüge aus ferritischer Matrix (74,10 Vol.-%), M_7C_3 -Karbiden (21,22 Vol.-%) sowie Karbiden des Typs $M_{23}C_6$ (3,57 Vol.-%) und des Typs MC (1,11 Vol.-%) (Tab. 35).

4.3.2 Mischungen

Für die Bestimmung und genaue Definition der Prozessierungsparameter der PM-Pulver bzw. der Gemische aus separierten Spänen und den gasverdünsten PM-Pulvern bei unterschiedlichen Mischungsverhältnissen wurden ebenfalls thermodynamische Berechnungen durchgeführt. Die thermodynamischen Berechnungen beruhen auf den Gleichgewichtszuständen, wohingegen die Prozessierung der Gemische als gleichgewichtsferne Zustände verstanden werden können.

In Abbildung 88 sind die beiden PM-Pulver mit den berechneten Phasendiagrammen dargestellt. Das Phasendiagramm des WAS 32CrMoV12-28 zeigt bei der Starttemperatur der Austenitisierung von ca. 770 °C neben den Bestandteilen Ferrit (94,40 Vol.-%) und $M_{23}C_6$ (3,4 Vol.-%) auch Karbide des Typs M_6C (1,29 Vol.-%) und MC (0,87 Vol.-%) (Tab. 36). Die chemische Zusammensetzung der Phasen ist

Tabelle 37 zu entnehmen. Im Arbeits-Temperaturbereich der PM-Verfahren weist dieses metallische Pulver nahezu vollständig ein einphasiges Gefüge aus Austenit auf. Die Solidustemperatur liegt bei 1429 °C.

Ein dem KAS X153CrMoV12 (Abbildung 84) ähnelndes Phasenmengendiagramm ergibt sich für das metallische Pulver des KAS X220CrVMo13-4 (Abb. 88). Es liegen bei der Starttemperatur der Austenitisierung (820 °C) die Bestandteile Ferrit (74,14 Vol.-%), M_7C_3 (21,75 Vol.-%) und MC (4,11 Vol.-%) vor (Tab. 38). Die chemische Zusammensetzung der Phasen ist Tabelle 39 zu entnehmen. Innerhalb des Temperaturintervalls der Prozessführung der PM-Verfahren besteht das Legierungssystem sowohl aus austenitischer Matrix als auch aus M_7C_3 - und MC-Karbiden. Eine nähere Analyse des Aufschmelzverhaltens des KAS X220CrVMo13-4 zeigt die Starttemperatur der Bildung von Flüssigphase bei 1229 °C. Bei einer Temperatur von 1332 °C weist das System eine durchgehende Flüssigphase auf.

Für die Prozessierung innerhalb dieser Arbeit von großer Bedeutung sind die Gemische der separierten Späne mit den gasverdüsteten PM-Pulvern. Hierfür werden die Gemische mit gasverdüstem KAS-Pulver und gasverdüstem WAS-Pulver getrennt voneinander für das Mischungsverhältnis 50 Ma.-% : 50 Ma.-% analysiert. Da es sich um Pulverpartikel handelt ist die thermodynamische Berechnung der Legierung mit einer homogenen, globalen chemischen Zusammensetzung nur eine Abschätzung. Diese Pseudo-Legierung weist keine Homogenität der chemischen Zusammensetzung auf. Diese Voraussetzung würde erst für eine umgeschmolzene bzw. abgegossene Legierung aus den verschiedenen Pulverpartikeln vorliegen. Da es sich hier jedoch explizit um die Berechnung der Zustände und Bestandteile vor der Liquidustemperatur handelt, kann die thermodynamische Berechnung mit der bestimmten chemischen Zusammensetzung der Gemische lediglich als Abschätzung des Verhaltens der Pulvermischungen gelten. Darüber hinaus sind die Mischungen verstärkt mit den thermisch gereinigten Schleifspänen durchgeführt worden, sodass die hier aufgeführten thermodynamischen Berechnungen diese Mischungen abbilden.

Nach der thermischen Reinigung weisen die separierten Schleifspäne nur noch einen C-Gehalt von 1,70 Ma.-% auf. Dementsprechend verändern sich die berechneten Phasenmengengehalte und Phasendiagramme der Gemische mit dem KAS X220CrVMo13-4 (Abb. 89).

Für das Mischungsverhältnis 50 Ma.-% : 50 Ma.-% stellt sich eine Bildung von Austenit bei 790 °C ein. Das Gefüge besteht bei dieser Temperatur aus Ferrit (75,97 Vol.-%), M_7C_3 (22,86 Vol.-%) und MC (1,17 Vol.-%) (Tab. 40). Die Solidustemperatur liegt bei 1236 °C mit den Gefügebestandteilen Austenit (86,24 Vol.-%) und Karbiden des Typs M_7C_3 (13,76 Vol.-%) (Tab. 40). Die sich bei den Temperaturen bildenden Phasen weisen die chemische Zusammensetzung nach Tabelle 41 auf. Die

Liquidustemperatur liegt bei 1352 °C.

Bei allen Mischungsverhältnissen lässt sich eine geringe Druckabhängigkeit der Flüssigphasenbildung feststellen. Diese liegt bei 5 K (Abb. 90).

Für die Einstellung und Analyse der WB der einzelnen Gemische aus separierten und thermisch gereinigten Spänen und gasverdüstem KAS X220CrVMo13-4 PM-Pulver in den verschiedenen Mischungsverhältnissen wird in Abbildung 91 auf die verschiedenen ausgeprägten, pseudobinären Phasendiagramme eingegangen. Hierbei erkenntlich ist, dass unabhängig vom Mischungsverhältnis sowohl bei der Härtetemperatur $T_{\text{Härte}}=1055\text{ °C}$ als auch bei der Anlasstemperatur $T_{\text{Anlass}}=520\text{ °C}$ identische Gefügebestandteile vorliegen. So befindet sich die Probe bei der Härtetemperatur $T_{\text{Härte}}=1055\text{ °C}$ in einem Zweiphasengebiet (Austenit und M_7C_3). Beim Anlassen mit einer Temperatur von $T_{\text{Anlass}}=520\text{ °C}$ hingegen besteht das Gebiet im Phasendiagramm aus Ferrit, M_7C_3 , $M_{23}C_6$ und MC. Tabelle 42 fasst die sich ausbildenden Phasenmengen der einzelnen Mischungsverhältnisse und die Prozesse des Härtens und Anlassens zusammen. Die chemische Zusammensetzung der einzelnen Phasen ist in Tabelle 43 aufgeführt.

Für die Mischung mit dem WAS-Pulver 32CrMoV12-28 werden verstärkt die thermisch gereinigten Schleifspäne genutzt. Daher werden die thermodynamischen Berechnungen der Mischung auch für diese Span-Pulver-Mischungen beschrieben. Nach der thermischen Reinigung weisen die separierten Schleifspäne nur noch einen C-Gehalt von 1,72 Ma.-% auf. Dementsprechend verändern sich auch für die Vermischung mit dem WAS-Pulver aus 32CrMoV12-28 die berechneten Phasenmengenanteile und Phasendiagramme der Gemische (Abb. 92). Die Gemische mit dem gasverdüstem WAS-Pulver führen zu einer Absenkung der C-Gehalte der separierten Schleifspäne verglichen zum Ausgangswerkstoff X153CrMoV12. Die Bestandteile der Gefüge bei unterschiedlichen Mischungsverhältnissen sind identisch, die Mengengehalte unterscheiden sich jedoch. Das Gemisch mit einem Mischungsverhältnis von 50 Ma.-% : 50 Ma.-% weist einen Beginn der Flüssigphasenbildung bei 1273 °C auf. Hierbei ist lediglich Austenit nachweisbar (Tab. 44). Die chemische Zusammensetzung der Phasen geht aus der Tabelle 45 hervor. Ein vollständiges Aufschmelzen erfolgt bei einer Temperatur von 1434 °C.

Die Druckabhängigkeit der Flüssigphasenbildung der Gemische ist in Abbildung 93 dargestellt und liegt, wie bei den Schleifspänen, bei 5 K.

Die WB der einzelnen Gemische aus separierten Spänen und gasverdüstem WAS 32CrMoV12-28 PM-Pulver wird in den verschiedenen Mischungsverhältnissen durch die vorherige Bestimmung der Phasenanteile und Phasenzusammensetzungen in den pseudobinären Phasendiagrammen in Abbildung 94 definiert. Die Probe befindet sich bei der Härtetemperatur $T_{\text{Härte}}=1055\text{ °C}$ in einem Zweiphasenge-

biet aus Austenit und M_7C_3 . Beim Anlassen mit einer Temperatur von $T_{\text{Anlass}}=520^\circ\text{C}$ besteht das Gebiet im Phasendiagramm aus Ferrit, M_7C_3 , $M_{23}C_6$ und MC. Tabelle 46 fasst die Phasenmengen der einzelnen Mischungsverhältnisse sowie der Prozesse des Härtens und Anlassens auf und gibt einen Vergleich über die Entwicklung der Phasenmengen bei unterschiedlichen Mischungsverhältnissen. Die chemische Zusammensetzung der Phasen zeigt Tabelle 47.

4.4 Probenanalyse

Die Probenanalyse beinhaltet die Analyse der Weiterverarbeitungsvarianten, wie sie in Kapitel 3.4 durchgeführt wird. Die Weiterverarbeitungsmöglichkeit (Schwindung, Konturtreue, Entformung) sowie die erzielten mikrostrukturellen und mechanischen Gefügeeigenschaften der gefertigten Proben werden analysiert und untereinander bewertet. Die Ergebnisse werden hinsichtlich einer potentiellen Kreislaufwirtschaft und gesamtheitlichen Recyclingsansätzen beurteilt.

4.4.1 Umschmelzversuche

Die Umschmelzversuche an den rezyklierten Schleifspänen erweisen sich als sehr komplex. So weist das Pulvermaterial aufgrund der sphärischen Form im Gegensatz zu Bulkmaterial viele kleinere Kontaktstellen auf. Nur durch diese Kontaktstellen findet eine elektrische Leitung bzw. eine Erwärmung statt. Dies ergibt eine große Herausforderung bei der induktiven Aufschmelzung für sehr feine Pulver und Spangrößen. Eine mögliche Abhilfe hierfür ergibt sich durch die Beigabe von Kohlenstoff in Form von Graphit. Aufgrund der ohnehin sehr hohen Kohlenstoffgehalte wird von dieser Möglichkeit Abstand genommen. Eine andere Variante ist die Vorsinterung der Späne zu einem Bulkmaterial. Dieses kann in einem darauffolgenden Schritt eingeschmolzen und mit weiterem Spanmaterial angereichert werden. In diesem Zusammenhang wird die große Oberfläche der Schleifspäne zunächst durch Sinterprozesse, die allesamt unter der Liquidustemperatur ablaufen, verringert. Aufgrund der unzureichenden Weiterverarbeitbarkeit der Schleifspäne mittels dieses Verfahrens wird im Folgenden auf die nähere Charakterisierung verzichtet. Neue Kreismesserronden dienen als Referenzmaterial für die mittels PM- und AM-Verfahren gefertigten Proben.

4.4.2 Supersolidus Flüssigphasensintern

Makroskopische Probenanalyse

Bei der Durchführung der SLPS-Verarbeitung an den verschiedenen separierten Schleifspänen bzw. Span-Pulver-Gemischen sind erhebliche Unterschiede hinsichtlich der Schwindung und Konturtreue der gefertigten Proben feststellbar. Bei einer Verarbeitung der separierten Schleifspäne innerhalb

einer ersten Versuchsreihe bei einer gewählten Sintertemperatur von 1270 °C für 30 min mit einer vorgeschalteten Haltestufe von 300 °C für ebenfalls 30 min, zeigt sich ein großer Formverlust gegenüber der Ausgangsschüttung (Abb. 95). Die Konturtreue ist nahezu vollkommen aufgehoben und die Proben weisen eine willkürliche Form auf. Bereits im makroskopischem Zustand wird deutlich, dass die Oberfläche der Probe sehr offen-porös und brüchig erscheint. An der porösen Oberfläche sind zudem nicht fest verbundene Bereiche zu erkennen, die bei der Entnahme aus dem Keramikschiffchen bereits von der Probe gelöst vorliegen. Diese Partikel ähneln den separierten Schleifspänen in Größe und Form. Die Probenfarbe ist matt und dunkel. Die losen Partikel können als nicht angesinterte Schleifspanpartikel identifiziert werden (Abb. 96). Es zeigen sich klare dunklere Verfärbungen. Die Randbereiche weisen Partikel auf, die ausschließlich durch Verhakungen anhaften. Eine stoffschlüssige Verbindung ist im mittleren Bereich der Probe zu erkennen. Hier erscheint die Probe deutlich heller und weniger matt.

Eine Abänderung der Fertigung mit einer Anpassung und Erweiterung der Haltestufe auf 350 °C für 120 min und einer Erhöhung der Sintertemperatur auf 1300 °C für 60 min, führt zu einer deutlich höheren Konturtreue (Abb. 97). Es zeigt sich nach wie vor eine starke Schwindung innerhalb des Keramikschiffchens. Die Probe erscheint deutlich heller und zeigt stoffschlüssige Verbindungen an den Außenkonturen (Abb. 98). Lose Partikel, die an nicht angesinterte Schleifspanpartikel erinnern, sind an dieser Probenreihe nicht zu erkennen. Es lässt sich jedoch eine weiterhin matte Oberfläche identifizieren.

Wie bereits in Kapitel 4.2.3 aufgezeigt, hat die mechanische Aufbereitung einen positiven Einfluss auf die Spangröße bzw. auf die PM-Kenngrößen. Die Weiterverarbeitung der mechanisch aufbereiteten Schleifspäne der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ führen zu einer geringeren Schwindung (Abb. 99). Gleichzeitig ist die Konturtreue der Probe gesteigert. Die Probe weist keine losen, nicht angesinterten Spanpartikel auf. Außerdem ist sie metallisch glänzend und hat keinen matten Farbton.

Eine weitere Maßnahme, die bereits in Kapitel 4.2.3 zu erheblichen Verbesserungen der PM-Kenngrößen der Schütt- und Klopfdichten führt, ist die Beimischung von gasverdüstem metallischem Pulver zu den separierten Spänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$. Die in Abbildung 100 dargestellte Probe zeigt ein verarbeitetes Gemisch des KAS mit dem Mischungsverhältnis 50 Ma.-% : 50 Ma.-%. Es zeigt sich eine deutliche Abnahme der Probenschwindung und Verbesserung der Konturtreue. Im Stereomikroskop zeigen sich sowohl eine helle metallisch glänzende Farbe als auch kleinere dunklere Verfärbungen (Abb. 101). Es bildet sich hierbei eine weniger offenporöse Probe. Darüber hinaus sind keine dunkel verfärbten, losen Spanpartikel auf den Proben identifizierbar. Die SLPS-Proben des Gemisches sind daher auf makroskopischer Bewertungsebene als beste Sinterergebnisse einzustufen.

Eine weitere makroskopische Analyse der Proben findet anhand der Dichtemessung bzw. der Bestimmung der Porosität statt. Hierfür sind in Tabelle 48 sowohl die Dichtemessung nach Archimedes als auch eine Porositätsanalyse durch eine Bildanalyse gegenübergestellt. Die geringste Probendichte wird dabei durch die SLPS-Proben aus der Spänefraktion $<45\ \mu\text{m}$ erreicht. Bei einer Aufbereitung und mechanischen Vorbehandlung der separierten Schleifspäne erhöhen sich die erreichbaren Probendichten. Die besten Probendichten für die SLPS-Proben werden für die verarbeiteten Span-Pulver-Gemische mit dem KAS X220CrVMo13-4 erzielt. Es ergibt sich eine Annäherung der Probendichten an die Literaturwerte für das SLPS-Verfahren.

Mikroskopische Probenanalyse

Bei der Verarbeitung der separierten Späne der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ mittels SLPS wird innerhalb des definierten Sinterfensters, welches auf thermodynamischen Berechnungen beruhte und in Kapitel 4.3 aufgezeigt wurde, die Sintertemperatur variiert. Die Sinterfenster der separierten Schleifspäne weisen zwischen $1228\ ^\circ\text{C}$ und $1239\ ^\circ\text{C}$ die angestrebte Flüssigphasenmenge auf. Die thermisch gereinigten Späne erreichen diese Flüssigphasenmenge bei Temperaturen zwischen $1255\ ^\circ\text{C}$ und $1290\ ^\circ\text{C}$. Eine mittels SLPS gefertigte Probe an der unteren Grenze des definierten Sinterfensters wird mit einer Sintertemperatur von $1270\ ^\circ\text{C}$ für 30 min und einem vorgeschalteten Reinigungsschritt von 30 min bei $300\ ^\circ\text{C}$ gefertigt (Abb. 102a-b)). Die Anzahl der Poren ist sehr groß (Tab. 48). Es bilden sich sowohl sphärische Poren als auch Risse (Abb. 102c-d). Die eingebetteten Restabrasivpartikel weisen einen leicht helleren Farbton auf. Darüber hinaus sind sie aufgrund ihrer deutlich geringeren Zirkularität und größeren Scharfkantigkeit im Gefüge auszumachen.

Im SE-Kontrast zeigt sich das ausgebildete Gefüge deutlicher (Abb. 103). Die Probe wurde innerhalb des verwendeten Vakuumrohrofens abgekühlt. Ersichtlich sind hier die größeren Porenbereiche und Porennetzwerke. Innerhalb der festen Bereiche weist die Probe nach der Ätzung verschiedene Strukturen auf. Am Rand der sich bildenden Körner sind Ausscheidungen in Form von Korngrenzausscheidungen zu erkennen. Diese werden umgeben von dunklen angeätzten Bereichen, die zum Korninneren hin in eine nadelige Struktur übergehen. Im SE-Kontrast wird an der Probe deutlich, dass es neben den Porennetzwerken auch eine starke Verunreinigung durch restliche Abrasivpartikel gibt (Abb. 104a)). Mit EDX-Punktanalysen kann eine starke Anreicherung an Al nachgewiesen werden. Darüber hinaus kann ein qualitativer Nachweis von Sauerstoff durch die EDX-Punktanalyse geführt werden (Tab. 49). Die ebenfalls im Gefüge enthaltenen Sphärolite weisen eine starke Si-Anreicherung bei gleichzeitig messbarem C-Gehalt auf. Die nadeligen Ausscheidungen aus Abbildung 103 erscheinen in den SE-Aufnahmen als lamellare Ausscheidungen in den mittleren Bereichen der Körner (Abb. 104b)). Bei einer Punktanalyse dieser lamellaren Ausscheidungen weisen diese eine starke Anreicherung an

Cr, Mo und V auf. Die in den Abbildungen 103 und 104 erkennbaren Korngrenzausscheidungen sind als Cr- und V-reiche Ausscheidungen in den Punktanalysen der Tabelle 49 zu erkennen. Neben diesen Korngrenzausscheidungen wurden die in Abbildung 103a-c) erkennbaren, dunkler angeätzten Bereiche auch in den SE-Aufnahmen bestimmbar (Abb. 104d)). Diese bildeten einen Randbereich um die blockigen und größeren Korngrenzausscheidungen. Bei einer Analyse der chemischen Zusammensetzung dieser Bereiche zeigt sich eine starke Verarmung an Cr, Mo und V. Darüber hinaus können in den Körnern, wie sie in Abbildung 104d) identifizierbar sind, auch kleinere Ausscheidungen erkannt werden. Aufgrund der sehr feinen Struktur sind diese Bereiche nicht mittels EDX-Punktanalyse eindeutig auf ihre lokale chemische Zusammensetzung analysierbar. Eine Identifikation wird durch die Messung der Ausscheidungen mithilfe von Linescans durchgeführt. Diese Linescans zeigen eine geringere Anreicherung an Cr, Mo und V (Tab. 49).

Die gefertigten SLPS-Proben nach einer Anpassung der Prozesskonfiguration wurden für 120 min bei 350 °C gehalten und anschließend bei 1300 °C für 60 min versintert. Es ergibt sich eine Abnahme der Porenanzahl. Diese Abnahme lässt sich anhand der gemessenen Dichtewerte der Proben (Tab. 48) bestätigen.

Für die mikrostrukturelle Analyse der Proben bei diesen Prozessparametern wird sowohl eine rasche Abkühlung an Luft als auch eine langsamere Abkühlung im Ofen analysiert (Abb. 105). Das Gefüge weist große Poren und Porennetzwerke auf, sowie deutlich größere Sinterbereiche, die durch die Erweiterung der Haltezeit und der Erhöhung der Sintertemperatur entstehen. Das Probengefüge bildet sich dabei in Körnern bzw. als globular erstarrte Matrix aus. Innerhalb der Körner bildet sich zum Teil eine nadelige Struktur. Daneben sind die globularen Körner mit Korngrenzausscheidungen belegt. Hinzu kommen blockige Ausscheidungsnetzwerke, sowie die Defekte durch die Porenbildung und eingebettete Restabrasive. In Abbildung 106 zeigen sich die gleichen Bestandteile des ausgebildeten Gefüges. Die ausgebildeten globularen Körner beinhalten neben den Poren und Restabrasiven, die mit Al angereichert sind, sphärische Ausscheidungen im Korninneren. Die EDX-Analysen zeigen, dass die globulare Matrix an Cr, Mo und V verarmt ist (Tab. 50). Neben den sphärischen Ausscheidungen sind innerhalb der Körner Orientierungswechsel und Wechsel der Ausscheidungsform zu identifizieren. So gibt es in Teilen mancher Körner ebenfalls lamellare Ausscheidungen, die im Lichtmikroskop als nadelige Ausscheidungen erscheinen. Die im Lichtmikroskop glatt erscheinende Matrix besteht aus den feinen sphärischen Ausscheidungen, die nach EDX-Analyse mit Cr, Mo und V angereichert sind. An den Korngrenzen sind in beiden Fällen Korngrenzausscheidungen zu erkennen (Abb. 105 und 106). Um diese Korngrenzausscheidungen herum bilden sich Übergangsbereiche, die eine Verarmung an Cr, Mo und V aufweisen. Zur Überprüfung des Einflusses der Abkühlgeschwindigkeit zeigt Abbildung

107 eine bis auf die Abkühlung gleich prozessierten Probe. Die Abkühlung der Probe erfolgt jedoch hierbei rasch an Luft. Es bilden sich ebenfalls globular erstarrte Körner, die nahezu ausscheidungsfrei sind. Innerhalb der Körner bildet sich daher eine sehr feine Struktur. Diese weist eine Verarmung an den LE Cr, Mo und V auf (Tab. 51). Die globulare Matrix wird in den meisten Bereichen von dendritischen Bereichen umhüllt. In diesen Bereichen bilden sich feine Dendritenarme aus, die an Cr und Mo angereichert sind (Tab. 51). Darüber hinaus sind große, blockige Ausscheidungen im Gefüge enthalten. Die sich im Gefüge befindenden Sphärolite weisen einen hohen Si-Gehalt und C auf.

Der Verbesserung der PM-Kenngrößen in Kapitel 4.2.3 folgend, separierte Schleifspäne der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ nach einer mechanischen Aufbereitung verarbeitet worden. Die durchschnittliche Porengröße und -anzahl ist im Vergleich zu den vorherigen SLPS-Versuchen deutlich kleiner (Tab. 48). Diese Proben wiesen in der Analyse der Mikrostruktur identische Phasenbestandteile und Gefügestrukturen wie in Abbildung 105 und 106 auf (Abb. 108 bzw. 109) und Tab. 51 bzw. (Tab. 52).

Die Verarbeitung eines Gemisches aus separierten Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und einem gasverdünsten KAS X220CrVMo13-4 mit einem Mischungsverhältnis von 50 Ma.-% : 50 Ma.-% ist in Abbildung 110 zu sehen. Es ergibt sich eine deutliche Steigerung der Probendichte und Abnahme der Porengröße gegenüber den unvermischten und mechanisch vorbehandelten SLPS-Proben. Dies wird durch den Wert der Bildanalyse bestätigt (Tab. 48). Die Poren sind über die Probe dispers verteilt angeordnet und zeigen keine spezielle Ausrichtung. Die Poren liegen ausschließlich in sphärischer Form vor (Abb. 110 c-d)). Größere, länglichere Poren und Porenetzwerke sind über den Probenquerschnitt nicht zu erkennen. Somit bilden sich deutlich größere Bereiche aus poren- und verunreinigungs-freien Gefügen aus. Die Anzahl der Verunreinigungen durch Abrasive ist aufgrund der Vermischung mit reinem gasverdünsten Pulver von der prozentualen Anzahl bzw. Menge innerhalb der Probe im Vergleich zu den unvermischten Proben verringert.

Abbildung 111 der Probe aus diesem Gemisch zeigt neben den Poren und Abrasiven auch größere Sphärolite. Neben diesen Effekten bildet sich eine feinkörnige Matrix aus, die von breiteren Korngrenzausscheidungen umhüllt ist. Neben den Korngrenzausscheidungen bilden sich nadelige Gefügebestandteile aus, die in kleinere sphärolitische Ausscheidungen im Korninneren übergehen (Abb. 112). Es sind ebenfalls Poren und Restabrasive zu sehen. Die Restabrasive können dabei mittels EDX-Analyse als Al angereichertere Partikel bestimmt werden (Tab. 53). Die kleineren Sphärolite hingegen sind, wie in Abbildung 112a)+d) zu erkennen, sehr stark an Kohlenstoff angereichert. Die blockigen bzw. dendritischen Ausscheidungen im SE-Kontrast können den Korngrenzausscheidungen aus den lichtmikroskopischen Aufnahmen zugerechnet werden. Diese weisen eine Anreicherung von

Cr, Mo und V auf.

Die Probe eines ebenfalls prozessierten Gemisches aus den separierten Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und einem gasverdünnten WAS 32CrMoV12-28 mit einem Mischungsverhältnis von 50 Ma.-% : 50 Ma.-% wurde mit einer Haltestufe bei $350\ ^\circ\text{C}$ für 120 min und einer Sinterung bei $1300\ ^\circ\text{C}$ für 60 min verarbeitet. Bei einer Bildanalyse wurde eine hohe Porendichte und geringe Probendichte bestätigt (Tab. 48). Im ausgebildeten Gefüge der versinterten Bereiche zeigen sich größere blockige Ausscheidungen (Abb. 113). Hinzu kommen kleinere sphärische Ausscheidungen, die ebenfalls im Gefüge enthalten sind (Abb. 114). Tabelle 54 zeigt die sich ausbildenden Gefügebestandteile.

Chemische Zusammensetzung

Die aus separierten Schleifspänen gefertigten SLPS-Proben weisen einen stark erhöhten Kohlenstoffgehalt auf (Tab. 55). Neben dem Kohlenstoffgehalt ist auch das LE Si stark angereichert. Aufgrund der Restbestandteile an Abrasivpartikeln kann ebenfalls Aluminium in nachweisbaren Mengen detektiert werden.

Neben den Proben aus separierten Spänen kann die Effektivität der nachgeschalteten thermischen Reinigung auch anhand der gefertigten Proben aus diesen Schleifspänen gezeigt werden. Der Kohlenstoffgehalt weist einen ähnlichen Gehalt wie bei der Verbrennungsanalyse der thermisch gereinigten Späne auf. Der erhöhte Si- sowie C-Gehalt kann auf die aufgeschmolzenen SiC-Partikel zurückgeführt werden. Neben diesen Anreicherungen können auch Gehalte an Aluminium detektiert werden, die auf weitere Restabrasive aus Edelmetall schließen lassen.

Die verarbeiteten Span-Pulver-Gemische weisen für das verwendete KAS-Pulver die theoretisch berechneten chemischen Zusammensetzungen auf. Die ebenfalls in diesen Gemischen enthaltenen Abrasivpartikel aus Korund sind über den Al-Gehalt nachweisbar. Diese detektierbaren Al-Gehalte haben einen geringeren Anteil in den gefertigten Proben mit gasverdünntem Pulver. Aufgrund der Vermischung werden somit geringere Anzahlen an Restabrasiven nachweisbar und die Vermischung führt unmittelbar zu einer weiteren Reinheitssteigerung bezogen auf die enthaltenen Restabrasive.

Die angefertigten EDX-Flächenscans an den gefertigten Proben mit verschiedenen Ausgangswerkstoffen bestätigen die durch die Funkenspektrometrie gemessenen chemischen Zusammensetzungen (Tab. 56). Da jedoch der Kohlenstoffgehalt mittels EDX-Analyse nicht quantifizierbar ist, kann dies lediglich anhand der übrigen LE-Elemente bestätigt werden.

Neben den Flächenscans wurden EDX-Mappings an den SLPS-Proben durchgeführt. Die Verteilungen der LE sind, bis auf die LE des Edelmetalls (Al und O), homogen im Gefüge verteilt. Ein Nachweis

von aufgelösten SiC-Partikeln kann nach der SLPS-Verarbeitung aufgrund der Anreicherungen von Si und C in Bereichen des Gefüges getroffen werden. Darüber hinaus ist auch der globale C- und Si-Gehalt gesteigert.

Dilatometrie

Die Dilatometrie, ist aufgrund der stark abweichenden chemischen Zusammensetzungen der Proben und somit fehlenden Literaturwerte notwendig. Dabei werden die gefertigten Dilatometrie-Proben aus den SLPS-Proben hergestellt.

Das aufgenommene Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild dieses speziellen Werkstoffs der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ der separierten Schleifspäne zeigt Abbildung 115. Das ZTU-Diagramm wurde dabei mit einer Austenitisierungstemperatur von $1050\ ^\circ\text{C}$ aufgenommen. Auch eine Verschiebung der beiden Phasen Bainit und Perlit zu höheren Temperaturen im Vergleich zum ZTU-Diagramms eines X153CrMoV12 ist in Abbildung 115 ersichtlich. Die Martensitstarttemperatur liegt für die separierten Schleifspäne bei $M_S=220\ ^\circ\text{C}$. Für die Verifizierung des aufgenommenen ZTU-Diagramms wurden die jeweiligen Dilatometrie-Proben metallographisch untersucht. Hierbei konnten die drei unterschiedlichen Phasengebiete innerhalb der gefertigten Proben identifiziert werden. In Abbildung 116 sind die umgewandelten Phasen bei unterschiedlichen Temperaturen zu erkennen. Den jeweiligen Phasen sind die Härtewerte der einzelnen Dilatometrie-Proben in Tabelle 57 zuzuordnen.

Neben der Dilatometrie der separierten Schleifspäne wurde auch das mittels SLPS-Verfahren prozessierte Gemisch aus separierten Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und des KAS X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50 Ma.-% : 50 Ma.-% hinsichtlich des Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubilds untersucht (Abb. 117). Die Austenitisierung erfolgte bei $1050\ ^\circ\text{C}$. Auch hier liegen die drei Phasen (Martensit, Bainit und Perlit) in anderer Anordnung vor, als beim X153CrMoV12 und auch der separierten Schleifspäne der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$. Die Martensitstarttemperatur erhöht sich durch die Beimischung auf $M_S=290\ ^\circ\text{C}$. Die präparierten Querschliffe der Dilatometer-Proben zeigen in Abbildung 118 die ausgebildeten Phasen. Darüber hinaus sind die gemessenen Härtewerte bzw. Härteanstiege den ausgebildeten Phasen zuzuordnen (Tab. 58).

Wärmebehandlung

Die auf Grundlage der makroskopischen und mikroskopischen Analysen bewerteten Proben der einzelnen eingesetzten Fertigungsverfahren werden für die mechanische Probencharakterisierung in Form einer Härteprüfung mit den in der Literatur bekannten Wärmebehandlungsparametern des

X153CrMoV12 gehärtet und angelassen. Für den X153CrMoV12 ergeben sich so die WB-Parameter aus Tabelle 59. Für eine Zuordnung der Phasen zu den aufgenommenen Härtewerten werden SE-Aufnahmen nach den verschiedenen Härte- und Anlassprozessen den Härtewerten gegenübergestellt. Darüber hinaus ist ein Vergleich mit konventionell gefertigten und in der Praxis eingesetzten wärmebehandelten Ausschnitten aus Kreismesserronden für die Bewertung der erzielten Härtewerte aus den gefertigten Proben der verschiedenen Fertigungsverfahren sinnvoll. In Tabelle 60 sind hierfür die Härtewerte einer wärmebehandelten Kreismesserronde als Referenz aufgeführt.

Für das Härte-Anlass-Verhalten der SLPS-Proben wird das Verhalten der Kreismesserronden charakterisiert. Zunächst werden die wärmebehandelten Gefüge des SLPS-Verfahrens für die separierten Schleifspäne der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ analysiert (Abb. 119). Nach dem Härtevorgang lassen sich innerhalb der Proben fein-nadelige Strukturen im Gefüge identifizieren. Darüber hinaus können sowohl sphärische, kleinere Ausscheidungen als auch Korngrenzausscheidungen identifiziert werden. Nach einem dreimaligen Anlassen ergeben sich neben den Korngrenzen und faserigeren Gefügestrukturen sphärische kleinere Ausscheidungen. Die dazu gehörenden Härtewerte sind in Tabelle 61 aufgeführt. Sie untermauern die Ausbildung der einzelnen Gefügebestandteile bzw. die der kleineren Ausscheidungen. Die Werte zeigen deutlich, dass nach dem dreimaligen Anlassen ein Sekundärhärtemaximum erreicht wird.

Nach makroskopischen Analysen und der Analyse der Probendichte weist das Gemisch aus separierten Schleifspänen und dem KAS-Pulver vielversprechende Eigenschaften auf. Abbildung 120 zeigt diese SLPS-Probe in den verschiedenen WB-Zuständen. Im gehärteten Zustand weist das Gefüge zwischen den blockigen Ausscheidungen fein-nadelige Strukturen auf. Diese Strukturen sind im dreimalig angelassenen Zustand zu faserigen Gefügestrukturen entlang von Korngrenzausscheidungen und kleinen, sphärischen Ausscheidungen umgewandelt worden. Die Härtewerte der gefertigten und gehärtet sowie angelassenen Probe sind Tabelle 62 zu entnehmen. Es zeigt sich, dass nach dreimaligem Anlassen die Probe in einem Sekundärhärtemaximum vorliegt, das an die Härtewerte der Ansprunghärte heranreicht.

Zunächst zeigen die wärmebehandelten Kreismesserronden eine Ansprunghärte von ca. 460 HV1 bei einer Härtetemperatur von $1050\ ^\circ\text{C}$ (Abb. 121). Bei einem anschließenden gestuften Härte-Anlass-Prozess ergibt sich ein typischer Verlauf für einen Kaltarbeitsstahl. Dieser ist geprägt von einem Abfall der Härte nach der Ansprunghärte bei geringeren Anlasstemperaturen, gefolgt von einem Anstieg der Härte bis zu einer Anlasstemperatur von $550\ ^\circ\text{C}$. Dieser Härtewert kann als Sekundärhärtemaximum der Kreismesserronden angesehen werden. Nachdem das Sekundärhärtemaximum

erreicht wird, fällt der Härtewert bei weiterer Steigerung der Anlasstemperatur erneut ab. Der Verlauf und die Härtewerte können als Referenzmessung für die weiteren gefertigten Proben aus den rezyklierten Spänen und den Span-Pulver-Gemischen angesehen werden. Dabei zeigt die analysierte Kreismesserronde keine Abrasivpartikel, die die Messung verändern und ist dazu vollständig dicht. Die gemessenen Härtewerte können mit einem Härtewert HV5 gemessen und dennoch der laut Norm geforderte Abstand zwischen den Härteeindrücken eingehalten werden.

Einen ähnlichen Verlauf der Härte zeigen die analysierten SLPS-Proben bei einer ebenso gewählten Härtetemperatur (1050 °C) und einem gestuften Anlassprozess (Abb. 122). Zu erkennen sind die gegenüber der Kreismesserronde erhöhten Härtewerte. Der Härteverlauf unterliegt deutlich stärkeren Schwankungen als der der wärmebehandelten Kreismesserronde. Auch die Standardabweichungen sind deutlich größer. Die Härtewerte sind mit HV 1 bestimmt worden. Danach zeigen die Härteeindrücke einen laut Norm ausreichend großen Abstand zu Poren oder anderen Härteeindrücken. Es lässt sich jedoch auch bei dem Verlauf der Härte-Anlass-Kurve für die SLPS-Proben ein Sekundärhärtemaximum identifizieren. Dieses wird ebenso wie bei den Kreismesserronden bei einer Anlasstemperatur von 550 °C erreicht.

4.4.3 Heißisostatisches Pressen

Makroskopische Probenanalyse

Neben den SLPS-Verarbeitungen wurden mit den separierten Spänen bzw. den Gemischen aus separierten Spänen und gasverdüstern KAS X220CrVMo13-4 auch HIP-Versuche durchgeführt. Sie zeigen eine signifikante Schwindung des Kapselvolumens (Abb. 123). Die Kapsel ist sehr stark eingedrückt und verformt. Damit geht ein Verlust der Konturtreue einher. Die Entkapselung der stark deformierten HIP-Kapsel ist mit mechanischen Fertigungsverfahren, wie beispielsweise dem Drehen, nicht möglich. Bei einer Entkapselung würde der sehr dünne Probenquerschnitt mit zerspanen.

Eine nachweisliche Abnahme der Schwindung der Kapsel wurde durch die Vorverpressung des Ausgangswerkstoffes in der HIP-Kapsel erzielt (Abb. 124). Diese verformt sich stark und wird durch den HIP-Prozess in eine flache Probenform überführt. Anders als bei der nicht vorverdichteten Probe sind keine Verdrehungen der HIP-Kapsel zu identifizieren. Eine Entkapselung ist auch bei dieser Probe auf mechanischem Wege sehr aufwendig.

Bei einer Prozessierung des Gemischs aus separierten Schleifspänen der Fraktion <45 µm und dem KAS X220CrVMo13-4 nach einer Vorverpressung des Ausgangsmaterials werden hingegen geringere Schwindungen der HIP-Kapseln erzielt (Abb. 125). Hierbei ist eine deutliche Steigerung der Konturtreue zu erkennen. Eine Entkapselung der Probe durch mechanische Fertigungsverfahren ist

bei dieser HIP-Kapselgeometrie möglich.

Die ermittelten Probendichten und Porositäten mittels Bildanalyse und Archimedischem Prinzip ergeben eine im Gegensatz zum SLPS-Prozess erhöhte Dichte (Tab. 48). Diese variiert stark zwischen den verarbeiteten Probenmaterialien. So wird die geringste Probendichte bei einem Spanmaterial von $<45\ \mu\text{m}$ erzielt. Die besten Sinterdichten hingegen waren, ähnlich wie bei den SLPS-Versuchen, mit Span-Pulver-Gemischen aus der Spänefraktion $<45\ \mu\text{m}$ und dem KAS-Pulver X220CrVMo13-4 erreicht. Es zeigen sich darüber hinaus positive Einflüsse einer mechanischen Pressung auf die erzielbare Probendichte während des Weiterverarbeitungsprozesses. So kommt es beim HIP-Verfahren zu höheren Probendichten als bei der Versinterung loser Spanschüttungen im teilflüssigen Bereich im Rahmen des SLPS-Verfahrens. Dabei sind diese Effekte zwar aus der Literatur bekannt, allerdings werden sie durch die speziellen Formen sowie Schütt- und Klopfdichten bei der Verarbeitung der separierten Schleifspäne und den Span-Pulver-Gemischen noch verstärkt. Eine Veränderung der Kapselbefüllung ermöglicht nochmals eine Sinterdichtensteigerung. So hat eine Vorverpressung des Pulvermaterials bei der Befüllung der HIP-Kapsel einen dichtesteigernden Effekt.

Mikroskopische Probenanalyse

Bei der Prozessierung der separierten Schleifspäne der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und deren Gemische mit gasverdüstertem KAS X220CrVMo13-4 mit dem Weiterverarbeitungsverfahren des HIP sind die bereits beschriebenen Prozessparameter aus Kapitel 3.4.2 angewendet worden. In Abbildung 126 zeigt sich bei einer Probe aus separierten Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ eine hohe Anzahl an Poren und eingebetteten Abrasivpartikeln. Dabei können die eingebetteten Abrasivpartikel gegenüber den Poren aufgrund ihres helleren Farbtons identifiziert werden. An den äußeren Rändern der Abbildung 126a-b) befindet sich die HIP-Kapsel. Diese ist für die Analyse aufgrund der stark deformierten Form (Abb. 123) und der damit einhergehenden komplexen Entkapselung der Probe, nicht entfernt worden. An den Querschliffen der Probe zeigt sich, dass die Poren sowohl kleine sphärische als auch länglichere Formen ausbilden (Abb. 126c-d)). Neben den ebenfalls in der Probe enthaltenen dispers verteilten Abrasivpartikeln, die eine sehr kleine scharfkantige Form aufweisen, sind zum Teil porenfreie Bereiche zu erkennen. Diese sind meist sphärisch eingeformt und weisen keine Verunreinigungen auf.

In Abbildung 127 sind kleinere, dunkle Sphärolite auf den Korngrenzen zu erkennen. Die Korngrenzen sind von sehr feiner Struktur. Innerhalb dieser Körner bilden sich sowohl glatte Bereiche als auch nadelige Strukturen aus. Die Poren und Restabrasive lassen sich innerhalb des SE-Kontrasts deutlich aufgrund der Form und Tiefe bzw. der durch den Primärelektronenstrahl aufgeladenen Erscheinung detektieren (Abb. 128). Eine EDX-Analyse an den Restabrasiven zeigt eine deutliche Anreicherung

an Al in den Partikeln (Tab. 63). Die kleineren, meist an den Korngrenzen angeordneten, Sphärolite weisen eine dunklere Form auf. Die EDX-Punktanalyse an diesen Sphäroliten zeigen einen erheblichen Anstieg des C-Gehalts. Eine genaue Quantifizierung des Kohlenstoffgehalts wird mit der EDX nicht durchgeführt. Die nadeligen Ausscheidungen und Strukturen innerhalb der Matrix weisen deutliche Unterschiede in der lokalen chemischen Zusammensetzung von Nadeln und Zwischenräumen auf. Hierbei ergeben sich Anreicherungen von Cr, Mo und V in den Nadeln und Verarmungen dieser LE in den Zwischenräumen. Darüber hinaus sind sphärische Ausscheidungen in der Matrix zu sehen. Diese weisen ebenfalls Anreicherungen von Cr und Mo auf. Zwischen diesen Ausscheidungen ist die Matrix an diesen LE verarmt.

Ein verbessertes Sinterergebnis wurde durch die Vorverdichtung der Pulverschüttung in der HIP-Kapsel vor der Prozessierung in der Autoklave erreicht. Hierbei ergibt sich eine ähnlich ausgeprägte Probe mit den gleichen Bestandteilen wie in Abbildung 126. Neben den Restabrasiven und Poren weist das Gefüge nadelige Strukturen und sphärische Ausscheidungen neben der globularen Matrix auf (Abb. 129). Während die nadeligen und sphärischen Ausscheidungen Anreicherungen an Cr, Mo und V aufweisen, ist die Matrix an diesen LE verarmt (Tabelle 64).

Als weitere Verbesserung der Prozessierung der separierten Schleifspäne mit dem HIP-Prozess wurde das Ausgangsmaterial durch eine Mischung modifiziert. So ist das Gemisch aus separierten Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstem KAS X220CrVMo13-4 Metallpulver im Mischungsverhältnis 50 Ma.-% : 50 Ma.-% weiterverarbeitet worden. Zu erkennen ist eine deutlich bessere Verdichtung während des HIP-Prozesses bei einem Vergleich mit den Werten der Bildanalyse (Tab. 48). Die vorhandenen Poren weisen eine sehr kleine und kugelige Form auf. An porenfreien Bereichen zeigen sich zudem kleinere angelagerte Abrasivpartikel (130). Daneben sind weitere, größere Restabrasive als eingebettete Partikel in der Probe deutlich zu erkennen (Tab. 65).

In Abbildung 130 ist ebenfalls ein deutlich dichteres Probengefüge zu erkennen. Die Abrasivpartikelanzahl innerhalb des Gefüges nimmt aufgrund der Vermischung mit gasverdüstem KAS-Pulver ab. Das Gefüge bildet sich in kleineren globularen Körnern aus. Innerhalb dieser Matrix sind nadelige Ausscheidungen bzw. Strukturen ersichtlich. Neben diesen nadeligen Strukturen bilden sich sphärische Ausscheidungen an den Korngrenzen. Diese weisen eine starke Anreicherung von Cr, Mo und V auf. Die globulare Matrix ist an diesen LE verarmt (Tab. 65). Neben den beschriebenen Ausscheidungen bilden sich auf den Korngrenzen dunklere Sphärolite. Diese wiederum weisen eine starke Anreicherung an C sowie Si auf (Tab. 65).

Darüber hinaus sind bei allen Proben durch EDX-Mappings keine SiC-Partikel mehr identifizierbar.

Die Mappings zeigen jedoch Inhomogenitäten der C-Gehalte. Während das Si aus den aufgelösten SiC-Partikeln nahezu homogen verteilt in der gefertigten Probe vorliegt, bilden sich an einigen Stellen starke Anreicherungen von Kohlenstoff. Für die übrigen LE lassen sich keine weiteren Inhomogenitäten innerhalb des metallischen Gefüges erkennen. Die EDX-Mappings zeigen jedoch auch hier deutlich die Anreicherung der Ausscheidungen mit Cr, Mo und V.

Chemische Zusammensetzung

Die Funkenspektrometrie ist aufgrund der vorliegenden Probengeometrie der HIP-Proben nicht anwendbar. Es zeigt sich, dass die Brennflecken der OES bei der Messung eine Größe aufweisen, bei der ebenfalls Kapselmaterial mitgemessen werden würde. Die Ergebnisse sind nicht repräsentativ, da das HIP-Kapselmaterial aus einem Kohlenstoffstahl (C45) besteht und die globulare chemische Zusammensetzung des Ergebnisses beeinflusst.

Die globulare chemische Zusammensetzung wird, bis auf die Quantifizierung von Kohlenstoff, über EDX-Flächenscans bei geringerer Vergrößerung durchgeführt (Tab. 56). Hierbei zeigt sich eine signifikante Erhöhung des Si-Gehaltes. Aufgrund der Restbestandteile an Abrasivpartikeln kann ebenfalls Aluminium in nachweisbaren Mengen detektiert werden.

Die verarbeiteten Span-Pulver-Gemische weisen für das verwendete KAS-Pulver die theoretisch berechneten chemischen Zusammensetzungen auf. Die ebenfalls in diesen Gemischen enthaltenen Abrasivpartikel aus Korund sind über den Al-Gehalt nachzuweisen, jedoch von dem prozentualen Anteil aufgrund der Vermischung geringer.

Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung der mittels HIP gefertigten Proben beschränkt sich auf die der separierten Schleifspäne im vorverpressten Zustand und das Gemisch aus separierten Schleifspänen mit KAS-Pulver. Abbildung 131 zeigt die wärmebehandelte Probe der separierten Schleifspäne, die mittels HIP-Prozess gefertigt wurden. Im gehärteten Zustand zeigen sich neben den Poren und den Restabrasiven nadelige Strukturen im Gefüge. Daneben sind kleinere, sphärische Ausscheidungen identifizierbar. Nach einem dreimaligen Anlassen ergeben sich neben den Verunreinigungen und Abrasivpartikeln im Gefüge kleinere, dispers verteilte Ausscheidungen. Die Zuordnung der Härtewerte für die unterschiedlichen WB-Zustände zeigt, dass die HIP-Probe nach dreimaligem Anlassen kurz vor dem Sekundärhärtemaximum lag (Tab. 66).

Makroskopisch und mikroskopisch weisen die HIP-Proben mit dem Gemisch aus KAS-Pulver eine deutliche Verbesserung der Probendichte auf. In Abbildung 132 ist die Probe in den verschiedenen wärmebehandelten Zuständen gezeigt. Im gehärteten Zustand sind neben den blockigen Ausscheidun-

gen und den Poren im Gefüge nadelige Strukturen erkennbar. Die nadeligen Ausscheidungen haben sich nach dem dreimaligen Anlassen des Gefüges in feine sphärische Ausscheidungen umgewandelt. Die Zuordnung der Härtewerte aus Tabelle 67 zeigt, dass sich das Gefüge im Sekundärhärtemaximum befindet.

Bei den HIP-Proben zeigt sich für einen gestuften Härte-Anlass-Prozess ein typischer Verlauf der Härtewerte eines Kaltarbeitsstahls (Abb. 133). Anders als bei den Kreismesserronden (Abb. 121) sind die Schwankungen der Härtewerte über die Anlasstemperaturen und die jeweiligen Standardabweichungen bei den Anlasstemperaturen deutlich erhöht. Auch das Sekundärhärtemaximum der HIP-Proben zeigt sich anders als bei den Verläufen der Kreismesserronden und SLSP-Proben bei einer Anlasstemperatur von 500 °C.

4.4.4 Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern

Makroskopische Probenanalyse

Für die FAST/SPS-Proben wurde zunächst, ähnlich wie bei den SLPS-Proben, eine Parameterstudie für die Ermittlung eines geeigneten Prozessparametersatzes bei der Prozessierung der separierten Schleifspäne der Fraktion <45 µm durchgeführt. Hierfür wurde der Prozess bei einer Temperatur von 950 °C und einem Prozessdruck von 50 MPa durchgeführt (Abb. 134). Die Proben weisen eine Schwindung in der Dicke auf. Die Konturtreue jedoch, im Gegensatz zu den SLPS- und HIP-Proben, sehr hoch. Die Entnahme aus der Pressmatrize erfolgt nach der Abkühlphase händisch. Die Probe hat nach der Entnahme eine charakteristische, metallisch glänzende Oberfläche. Für die experimentelle Abgrenzung des Prozesstemperaturfensters ist die Prozessierung bei einer Temperatur von 1150 °C mit einem Prozessdruck von 50 MPa verarbeitet worden (Abb. 135). Diese Probe weist sowohl eine hohe Schwindung als auch eine geringe Konturtreue auf, sodass diese Temperatur als obere Temperatur des Prozesstemperaturfensters bestimmt werden konnte. Die Probe konnte lediglich zerstörend aus der Graphitmatrize entnommen werden und zeigte eine sehr dünne und an den Oberflächen raue Kontur. Bei einer näheren Untersuchung zeigte die Probe Absplitterungen an den Probenoberflächen. Die deformierte Probe weist ebenfalls eine typische metallische Färbung auf.

Nachdem das Prozesstemperaturfenster definiert war, konnte durch die detailliertere Variation der Prozesstemperatur ein geeignetes Temperaturfenster ermittelt werden. Dies liegt bei einem Temperaturparameter von 1050 °C und einem Druck von 120 MPa. Die Probe zeigt auf den makroskopischen Aufnahmen leichtere Schwindungen, jedoch auch eine hohe Konturtreue (Abb. 136). Erst bei der Entnahme aus der Graphit-Matrize ist die Kontur der Probe an der Oberfläche leicht deformiert worden. Die Entnahme aus der Graphit-Matrize kann jedoch zerstörungsfrei erfolgen.

Nach der Definition eines Prozessparametersatzes für die separierten Schleifspäne sind mit den selben Prozessparametern sowohl Gemische aus gasverdünstem KAS-Pulver (X220CrVMo13-4) als auch Gemische aus gasverdünstem WAS-Pulver (32CrMoV12-28) mit separierten Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ weiterverarbeitet worden (Abb. 137 bzw. Abb. 138). In beiden Fällen ist die Schwindung der Proben auf ein sehr geringes Maß reduziert. Die Proben weisen darüber hinaus beide eine gute Konturtreue auf.

Es ist zu erkennen, dass bei einer Gegenüberstellung der ermittelten Probendichte nach Archimedes und der mittels Bildanalyse beurteilten Porosität, meist eine gute Übereinstimmung erzielt wird. Die Probendichten der FAST/SPS-Proben mit separierten Schleifspänen bei der Wahl einer Prozesstemperatur von $1050\ \text{°C}$, sind am höchsten von den in dieser Arbeit untersuchten PM- und AM-Verfahren. Bei einer Aufbereitung und mechanischen Vorbehandlung der separierten Schleifspäne erhöhen sich die erreichbaren Probendichten und nähern sich unabhängig vom Fertigungsverfahren an. Es zeigen sich positive Einflüsse einer mechanischen Pressung während des Weiterverarbeitungsprozesses auf die erzielbare Probendichte. So kommt es beim FAST/SPS, genau wie beim HIP-Verfahren, zu höheren Probendichten als bei der Versinterung loser Spanschüttungen im teilflüssigen Bereich im Rahmen des SLPS-Verfahrens. Dabei sind diese Effekte zwar aus der Literatur bekannt, jedoch werden sie durch die speziellen Formen der Späne sowie Schütt- und Klopfdichten bei der Verarbeitung der separierten Schleifspäne und den Span-Pulver-Gemischen noch verstärkt.

Mikroskopische Probenanalyse

Die FAST / SPS-Probe, die bei Parametern an der unteren definierten Grenze des Prozessfensters ($950\ \text{°C}$, $50\ \text{MPa}$) gefertigt wurden zeigen, dass sich sowohl eine Vielzahl an Poren als auch Abrasivpartikeln dispers über die Probe verteilen (Abb. 139). Die Abrasivpartikel können aufgrund der helleren Farbe klar von den Poren in der Probe unterschieden werden. Es zeigen sich die eingebetteten Abrasivpartikel in einer typischen scharfkantigen Form. Die Poren hingegen sind sowohl in kleineren sphärischen als auch in kleineren länglichen Formen in der Probe enthalten. Größere Poren oder Porennetzwerke sind im gesamten Querschliff nicht zu erkennen. Neben diesen beiden Bestandteilen der Probe ergeben sich poren- und verunreinigungs freie Bereiche. An den Rändern dieser Bereiche kommt es zu Ansammlungen von Abrasivpartikeln und kleineren Poren entlang vermuteter Korngrenzen.

Dies zeigt Abbildung 139. Die Proben weisen kleinere Ausscheidungen innerhalb der ausgebildeten Matrix auf. Eine klare Kornstruktur ist in diesen Proben nicht zu erkennen. Für eine höhere Vergrößerung wird die Probe in Abbildung 140 im SE-Kontrast dargestellt. In Abbildung 140a-b) sind große Sphärolite zu identifizieren. Diese weisen mit einer EDX-Analyse deutliche Anreicherungen

an Si auf. Darüber hinaus kann C innerhalb der Sphärolite nachgewiesen werden. Es bildet sich eine globulare Matrix aus, neben der sphärische und blockige Ausscheidungen vorhanden sind. Diese weisen beide unterschiedlich starke Anreicherungen an Cr und Mo auf (Tab. 68). Die blockigen Ausscheidungen sind mit V angereichert. Die sich ausbildende Matrix ist an diesen LE verarmt.

Die Parameter an der oberen Grenze des gewählten Prozesstemperaturfensters für den FAST/SPS-Prozess mit separierten Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ zeigen große Porenbereiche und durchgehende Porennetzwerke auf (Abb. 141). Die definierte Prozesstemperatur liegt bei $1150\ ^\circ\text{C}$ mit einem eingestellten Prozessdruck von $50\ \text{MPa}$. Die starke Abnahme der Probendichte lässt sich auch an den Werten der Bildanalyse aus Tabelle 48 bestätigen.

Bei einer Untersuchung der Mikrostruktur sind glatte und helle Strukturen nachweisbar (Abb. 141). Neben diesen hellen Körnern bilden sich Sphärolite an den Korngrenzen. Hier zeigen sich die größeren Poren und Porennetzwerke neben den aufgeladenen Restabrasiven (Abb. 142). Die bereits im Lichtmikroskop erkenntlichen, dunkel erscheinenden Sphärolite sind auch im SE-Kontrast zu erkennen. Bei einer EDX-Analyse dieser Partikel zeigt sich eine C-Anreicherung, während alle anderen LE verarmt vorliegen (Tab. 69). Die sich ausbildenden Körner weisen an den Korngrenzen feine Ausscheidungen auf. Diese sind laut EDX-Analyse mit Cr, Mo und V angereichert. Die größeren, helleren Bereiche im Korninneren sind an diesen LE verarmt. Eine Struktur ist in diesen Bereichen nicht zu identifizieren.

Die Probe aus Schleifspänen bei einer Prozesstemperatur von ($1050\ ^\circ\text{C}$) zeigt Abbildung 143. Es ist zu erkennen, dass es sich um eine deutlich verringerte Porenanzahl in der Probe handelt. Dieses Erkenntnis wird mit dem Wert der Bildanalyse aus Tabelle 48 bestätigt.

Diese Proben werden hinsichtlich ihrer Mikrostruktur in den Abbildungen 144 und 145 dargestellt. Auch hier zeigen sich die gleichen Bestandteile wie bei einer Prozesstemperatur von $950\ ^\circ\text{C}$. Diese Gefügebestandteile weisen die gleichen Anreicherungen und Verarmungen an LE auf, wie bei einer Prozesstemperatur von $950\ ^\circ\text{C}$ (Tab. 70).

Um die erreichten Sinterdichten der Proben nochmals zu steigern, werden die Schleifspäne in Gemischen mit KAS-Pulver weiterverarbeitet. Innerhalb des SE-Kontrastes kann erkannt werden, dass sich die Poren sphärisch einformen (Abb. 147). Daneben ergibt sich bei der Analyse im SE-Kontrast eine typische feinkörnige Struktur des Gefüges, die zwischen den feinen Körnern größere Ausscheidungen im Gefüge aufzeigen. Bei einer EDX-Punktanalyse ergeben sich sowohl für die Restabrasivpartikel Anreicherungen von Al, als auch für die blockigen Ausscheidungen an den Kongrenzen Anreicherungen an Cr, V, und V (Tab. 71).

Anders sieht es bei einer Verarbeitung des Gemisches mit dem gasverdüstem WAS-Pulver aus. Wie in Tabelle 48 zu erkennen, sind die Porenbereiche an Anzahl und Größe deutlich reduziert bzw. die Probendichte deutlich gesteigert. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen der gefertigten Proben aus dem Span-Pulver-Gemisch mit WAS-Pulver zeigen kleinere sphärische Poren und eingebettete Restabrasive (Abb. 148 und Abb. 149). Daneben bildet sich in den Proben eine typische feinkörnige Struktur des Gefüges, die zwischen den feinen Körnern größere Ausscheidungen im Gefüge aufweisen. Die Analyse der blockigen Ausscheidungen zeigen Anreicherungen an Cr, Mo, und V (Tab. 72).

Innerhalb der FAST/SPS-Proben wurden EDX-Mappings zur Untersuchung von Inhomogenitäten der LE durchgeführt. Hierbei zeigten sich neben den im Gefüge ausgebildeten Ausscheidungen, aufgrund der Abkühlgeschwindigkeit der Probe und des sich ausbildenden Gefüges, auch eingebettete Restabrasive und stark an Kohlenstoff angereicherte Bereiche. Um diese mit Kohlenstoff angereicherten Bereiche herum kann anhand der EDX-Mappings ein leicht erhöhter Si-Gehalt gemessen werden. Mithilfe der Mappings sind aufgrund der kurzen Haltezeit auch verbleibende SiC-Partikel detektierbar, die sich noch nicht aufgelöst haben.

Chemische Zusammensetzung

Die mittels FAST/SPS-Verfahren weiterverarbeiteten Schleifspäne weisen in ihrer zu Proben gefertigten Form einen stark erhöhten Kohlenstoffgehalt auf (Tab. 55). Dabei konnte aufgrund der großen Probenoberfläche der FAST/SPS-Proben die globulare chemische Zusammensetzung mittels Funkenspektrometrie (OES) bestimmt werden. Hierbei zeigte sich neben dem Kohlenstoffgehalt auch der Si-Gehalt stark erhöht. In der OES-Analyse ebenfalls erkennbar waren die im Gefüge vorhandenen Restbestandteile an Abrasivpartikeln. Dies führte zu einem detektierbaren Gehalt an Al.

Die verarbeiteten Span-Pulver-Gemische weisen sowohl für das verwendete KAS- als auch für das verwendete WAS-Pulver die theoretisch berechneten chemischen Zusammensetzungen auf. Die in diesen Gemischen enthaltenen Abrasivpartikel aus Korund zeigen einen geringeren Anteil in den gefertigten Proben mit gasverdüstem Pulver.

Die angefertigten EDX-Flächenscans an den gefertigten Proben, mit verschiedenen Ausgangswerkstoffen und mittels variierender Fertigungsverfahren, bestätigen die durch die Funkenspektrometrie analysierten chemischen Zusammensetzungen (Tab. 56).

Wärmebehandlung

Für die Weiterverarbeitung der separierten Schleifspäne mit dem PM-Verfahren FAST/SPS ergeben sich bei der makroskopischen Analyse die höchsten erzielbaren Probendichten. Eine Wärmebehandlung der gefertigten Proben in Form einer Härtung durch Austenitisierung und rasche Abkühlung und einem mehrmaligen Anlassen bei hohen Temperaturen ist in Anlehnung an die in der Praxis gängigen Vorgehen durchgeführt worden. Es zeigen sich anhand der erzielten Härtewerte in Tabelle 73, dass die Proben sehr hohe Ansprunghärten aufweisen. Darüber hinaus kann ebenfalls erkannt werden, dass die Proben sich nach mehrmaligem Anlassen bei höherer Temperatur bei vergleichbaren Härtewerten wie bei der Ansprunghärte befinden. Der Vergleich der gehärteten und angelassenen Proben im präparierten Querschliff lässt im gehärteten Zustand nadelige Strukturen zwischen den ebenfalls detektierbaren größeren und an den Korngrenzen der globularen Körner ausgebildeten Ausscheidungen erkennen (Abb. 150). Beim Vergleich der ausgebildeten Struktur sind diese nadeligen Strukturen nach mehrmaligem Anlassen bei hoher Temperatur nicht mehr detektierbar. Hierfür haben sich viele kleinere, lamellar erscheinende Ausscheidungen gebildet. Bei einer Analyse dieser Ausscheidungen können sie als stark Cr, V und Mo angereichert charakterisiert werden. Sowohl bei den gehärteten als auch bei den mehrmalig angelassenen Proben lässt sich eine große Anzahl an Restabrasiven im Gefüge erkennen.

Im Zuge der weiteren Probendichtesteigerung sind Span-Pulver-Gemische mit KAS-Pulver und WAS-Pulver innerhalb des FAST/SPS prozessiert worden. Für beide Span-Pulver-Gemische mit einem Mischungsverhältnis von 50:50 wurden Wärmebehandlungen durchgeführt. Dabei sind bei den Span-Pulver-Gemischen aus KAS-Pulver ebenfalls sehr hohe Härten sowohl nach dem Härteprozess als auch nach dem Anlassen, detektierbar gewesen (Tab. 74). Die Ansprunghärte lag dabei leicht unterhalb der Proben aus unvermischten, separierten Schleifspänen. Die Anlasshärte überstieg die der Proben aus unvermischten, separierten Schleifspänen. Mit sehr großen Standardabweichungen wiesen beide Härtewerte (sowohl Ansprunghärte als auch Anlasshärte) große Schwankungen auf. Nach dem Härteprozess zeigt die ausgebildete Gefügestruktur nadelige Anordnungen (Abb. 151). Die größeren blockigen Ausscheidungen, die bereits nach dem FAST/SPS-Prozess im Gefüge an den Korngrenzflächen ausgebildet wurden, waren auch nach dem Härteprozess weiter sichtbar. Nach dem Anlassprozess sind die nadeligen Strukturen in der metallischen Matrix zu sehr vielen kleineren Ausscheidungen umgeformt worden. Diese Ausscheidungen sind stark an Cr, V und Mo angereichert.

Die gefertigten Proben aus WAS-Pulver weisen laut Tabelle 75 zwar ebenfalls hohe Ansprunghärten auf, die vergleichbar mit denen der anderen beiden FAST-Proben sind, jedoch ist die Anlasshärte nach dem mehrmaligen Anlassen bei hoher Temperatur deutlich geringer. Bei einem Vergleich

der mikrostrukturellen Gefügeausbildungen nach dem Härteprozess und dem Anlassprozess der verschiedenen gefertigten FAST/SPS-Proben zeigt sich, dass in den gehärteten Proben ebenfalls die nadelige Struktur zu erkennen ist, was die vergleichbare Ansprunghärte der Proben erklärt (Abb. 152). Anders als die anderen angelassenen Proben des FAST-Prozesses weisen diese Strukturen nur wenige, kleinere Ausscheidungen auf. Darüber hinaus sind nadelige Strukturen zu erkennen, die eine unzureichende Temperatur für die Umwandlung dieser Strukturen aufzeigen. Die globale Härte im angelassenen Zustand ist daher am geringsten.

Die FAST/SPS-Proben weisen für einen gestuften Härte-Anlass-Prozess bei einer Härtetemperatur von 1050 °C die höchsten Ansprunghärten auf (Abb. 153). Diese liegen bei ca. 780 HV1. Danach erfolgt ein Abfall der Härte bei geringer Anlasstemperatur und ein anschließender Anstieg der Härtewerte bis zu einer Anlasstemperatur von 450 °C. Diese Temperatur stellt für die analysierten wärmebehandelten FAST/SPS-Proben das Sekundärhärtemaximum dar. Damit ist das Sekundärhärtemaximum bei einer etwa 100 K niedrigeren Temperatur, als bei den Kreismesserronden oder den SLPS-Proben. Danach erfolgt ein leichter Abfall der Härtewerte bei höheren Anlasstemperaturen, bis die Härte der FAST/SPS-Proben bei einer Temperatur von 600 °C stark absinkt. Die einzelnen Härtewerte zeigen große Standardabweichungen. Die gemessenen Härtewerte sind anders als bei den Kreismesserronden (Abb. 121) mit einer Last von bei einem Wert 9,81 N (HV 1) gemessen.

4.4.5 Selektives Laserschmelzen

Makroskopische Probenanalyse

Bei der Verarbeitung der separierten Späne mittels additiver Fertigung in PBF-LB/M-Versuchen kann aufgrund einer notwendigen Fließfähigkeit des zu verarbeitenden Ausgangswerkstoffs lediglich auf die Prozessierung der Gemische aus separierten Schleifspänen und Metallpulver zurückgegriffen werden. Hierfür ist das Gemisch der separierten Späne der Fraktion <45 µm mit dem WAS 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis von 30 Ma.-%:70 Ma.-% genutzt worden. Dabei wird die Belichtungszeit schrittweise erhöht. Somit steigt auch die in die Probe eingebrachte Energie. In Abbildung 154 ist eine gefertigte Probe mit einer Belichtungszeit von 90 µs pro Punkt dargestellt. Es sind bei der Draufsicht die Formen der aufgetragenen Linien sowie die Scanstrategie zu erkennen. Darüber hinaus sind bereits im makroskopischen Zustand Probendefekte zu identifizieren. In der Seitenansicht zeigt sich die Stützstruktur der Probe. Bei einer Steigerung der Belichtungszeit auf 150 µs pro Punkt verändert sich die Draufsicht der Probe in makroskopischen Aufnahmen (Abb. 155). Daneben sind die Linien und Scanstrategien erkennbar. Es sind auch Defekte und Anbindungsfehler in der Probe enthalten. Die Seitenansicht der Probe zeigt, im Vergleich zu der Probe mit einer Belichtungszeit von 90 µs

keine Veränderung. Bei einer in der Versuchsreihe maximalen Belichtungszeit von 200 μs zeigen sich in der Draufsicht die Linienstruktur sowie die Scanstrategie nur noch in sehr schwach ausgebildeter Form (Abb. 156). Die Steigerung der Belichtungszeit auf 200 μs ermöglicht es, eine nahezu defektfreie Probenoberfläche zu fertigen. In der Seitenansicht sind neben der Stützstruktur an der Unterseite der Proben auch gleichmäßig dichte Schichten der Probe zu erkennen.

Die Probendichten der mittels PBF-LB/M gefertigten Proben weisen verglichen mit denen der anderen Weiterverarbeitungsverfahren ähnliche Werte auf. Diese wurden sowohl mittels Bildanalyse als auch mithilfe des Archimedischen Prinzips bestimmt. Die ermittelte Porosität kann auf ein unzureichendes Aufschmelzverhalten sowie auf Rissbildungen während des Prozesses zurückgeführt werden. Darüber hinaus sind die Restabrasivpartikel lediglich mechanisch in das metallische Gefüge eingebunden und bilden so Startpunkte für weitere Störstellen bzw. Gefügedefekte.

Mikroskopische Probenanalyse

Abbildung 157 zeigt die gefertigten Proben bei einer Belichtungszeit von 90 μs in einer Drauf- und Seitenansicht. Deutlich zu erkennen sind die einzelnen Linien und die Schichtausbildung in Form von dunkleren Punkten. Bei einer vergrößerten Aufnahme in der Drauf- und Seitenansicht lässt sich neben eingebetteten Abrasivpartikeln auch die Porenform identifizieren. Einige Poren sind in einer sphärischen Form ausgebildet, andere stellen mit einer länglicheren Form eher die Form eines Risses dar. Neben diesen Verunreinigungen und Poren sind auch große porenfreie Bereiche erkennbar. Die Probendichte ist dabei in Tabelle 48 sowohl nach dem Archimedischen Prinzip als auch nach der Bildanalyse aufgeführt.

Erkennbar sind fehlerhafte Umsetzungen der Scanstrategie in der Wechselwirkung des Lasers mit der Probe (Abb. 158). Es sind Poren und deutliche Balling-Effekte sichtbar. In den Seitenansichten können die aufgefüllten Schichten klar erkannt werden und weisen stark unterschiedliche Ausbildungen der Schweißraupen auf. Die Außenkonturen der PBF-LB/M-Proben sind eindeutig vom Probeninneren zu unterscheiden. Außerdem sind Restabrasive im Gefüge eingebettet (Abb. 159), Rissbildungen im Gefüge erkennbar und es ergeben sich feine zelluläre sowie lamellare Strukturen. Sowohl in der Draufsicht als auch in der Seitenansicht können Wachstumswechsel bzw. Wechsel der Wachstumsorientierung der zellulären und lamellaren Struktur erkannt werden. Die EDX-Analysen an den zellulären und lamellaren Strukturen zeigen leichtere Veränderungen in der chemischen Zusammensetzung (Tab. 76).

Für die Verbesserung der Probendichte aufgrund eines stärkeren Energieeintrags durch den Laser,

der einen besseren Schicht- und Linienverbund verspricht, ist die Belichtungszeit erhöht worden. Als Belichtungszeit wurden $150\ \mu\text{s}$ pro Belichtungspunkt gewählt. Die Verbesserung der Probendichte lässt sich anhand der Tabelle 48 bestätigen. Der Energieeintrag reicht somit für eine ausreichende Anbindung der Schichten aus, ist jedoch für eine Anbindung der einzelnen Linien allerdings nicht vollständig ausreichend. Daher wurde in einem Folgeschritt die Belichtungszeit nochmals erhöht.

Neben einer geringen Anbindung der Außenkonturen zu den inneren Strukturen zeigen sich Balling-Effekte und fehlerhafte Anbindungen (Abb. 160). In der Seitenansicht sind die einzelnen Schichtaufbringungen zu erkennen. Die gezeigten Schweißraupen zeigen gleichbleibendere Raupentiefen. Es sind sowohl Restabrasive als auch Poren und Risse im Gefüge identifizierbar (Abb. 161). Ebenfalls zu erkennen sind die lamellaren und zellularen Strukturen in unterschiedlich feinen Orientierungen. Zwischen den lamellaren und zellularen Strukturen bilden sich Übergangszonen, in denen der Wechsel der Wachstumsorientierung identifizierbar ist. Bei einer EDX-Analyse der zellularen und lamellaren Strukturen zeigen sich Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung der einzelnen Phasen (Tab. 77).

Das obere Ende des Prozessparameterfensters beim PBF-LB/M-Verfahren wurde mit einer Belichtungszeit von $200\ \mu\text{s}$ abgebildet. Die Proben erscheinen homogen und es lassen sich weder in der Draufsicht, noch in der Seitenansicht die einzelnen Schichten oder aufgetragenen Linien in Form von dunkleren Bereichen erkennen (Abb. 162). Diese Beobachtung wird durch Tabelle 48 bestätigt. So weist diese Probe die höchste Probendichte sowohl mittels Archimedischem Prinzip als auch mittels Bildanalyse auf. Es bildet sich ein nahezu vollständig dichtes Gefüge. Dieses wird lediglich von eingebetteten Abrasivpartikeln aus den separierten Schleifspänen und kleineren Poren bzw. kleineren Feinrissen durchzogen. Diese werden erst bei einer Ätzung der Proben und einer Analyse am REM im SE-Kontrast bei deutlich höheren Vergrößerungen sichtbar.

An den Außenkonturen im Übergang zu den inneren Strukturen bilden sich aber weiter fehlerhafte Probenausbildungen (Abb. 163 und 164). Darüber hinaus sind Risse in der Probe ersichtlich. In der Seitenansicht ist die einzelne Schichtaufbringung noch schwach zu erkennen. Die Schmelzraupen sind ebenfalls zu erkennen. Sie weisen eine gleichmäßige Schweißraupentiefe auf. Die eigentliche Struktur des Gefüges und die Wachstumsorientierung wechseln zwischen feinen und gröberen zellularen sowie lamellaren Strukturen. Durch eine EDX-Analyse der einzelnen Phasen lassen sich Unterschiede der chemischen Zusammensetzung nachweisen (Tab. 78).

Die EDX-Mappings an den gefertigten PBF-LB/M-Proben zeigen keine Inhomogenitäten innerhalb

des Gefüges. So führen die nicht detektierbaren SiC-Partikel, die sich in Kombination mit Fe auflösen, nicht zu Si oder C Seigerungen, sondern verteilen sich homogen im Gefüge. An den EDX-Mappings zu erkennen ist die charakteristische Ausbildung des PBF-LB/M-Gefüges. Auch die eingebetteten Edelkorundpartikel sind in den EDX-Mappings anhand eines hohen Anteils an O und Al gut zu identifizieren.

Chemische Zusammensetzung

Die globulare chemische Zusammensetzung der mittels PBF-LB/M-Verfahren verarbeiteten Proben zeigt die zuvor über das Mischungsverhältnis berechneten Gehalte der LE (Tab. 55). Aufgrund der dichten Proben kann das Verfahren der Funkenspektrometrie für die Ermittlung der globalen chemischen Zusammensetzung herangezogen werden. Die OES-Messungen wiederum können, bis auf die C- und O-Gehalte, auch durch EDX-Flächenscans bei geringeren Vergrößerungen bestätigt werden (Tab. 56).

Wärmebehandlung

Die Proben sind mit einer hohen Menge an WAS-Pulver und einem geringeren Gehalt an Schleifspänen gefertigt. Daher ergibt sich eine veränderte chemische Zusammensetzung. Es lässt sich ein ähnlicher Härteverlauf, wie bei den aus der Literatur bekannten WAS-Pulvern, vermuten. Tabelle 79 zeigt, dass sowohl die Ansprung- als auch die Anlasshärte nur minimal von der Härte im Ausgangszustand abweichen. Durch die schnelle Abkühlung innerhalb des PBF-LB/M-Verfahren kommt es zu einer Bildung von zellularen und dendritischen Strukturen. Dabei weisen die dunkleren Bereiche Anreicherungen der Elemente Cr, V und Mo auf. Bei einem Vergleich dieser Gefügeausbildung mit dem Gefüge nach dem Härten der Probe ergeben sich im Härtegefüge nun nadelige Strukturen, die zuvor nicht erkennbar waren (Abb. 165). Durch die Austenitisierung bei der gewählten Temperatur hat sich die zellulare Form wieder aufgelöst und bildet nun bei der raschen Abkühlung eine nadelige Struktur im Bereich der metallischen Matrix. Die größeren Ausscheidungen sind davon nicht betroffen und verbleiben in allen aufgenommenen Zuständen unverändert.

Die PBF-LB/M-Proben weisen für einen gestuften Härte-Anlass-Prozess bei einer Härtetemperatur von 1050 °C die niedrigsten Ansprunghärten auf (Abb. 166). Danach erfolgt ein stetiger Abfall der Härte bei steigender Anlasstemperatur bis hin zu einer Temperatur von 600 °C. Der Härte-Anlass-Verlauf der PBF-LB/M-Proben variiert zu dem Verlauf der wärmebehandelten Kreismesserronden. Es zeigt sich, dass die Wärmebehandlung der PBF-LB/M-Proben keinen Anstieg der Härtewerte in das Sekundärhärtemaximum hervorruft. Die Härtewerte nehmen mit steigender Anlasstemperatur ab und es zeigen sich für die Proben bei der Härte-Anlass-Charakterisierung die größten Streuungen der

Werte auf, was in der Standardabweichung zu sehen ist.

Die gewonnenen Erkenntnisse und Ergebnisse des gesamten Kapitels ermöglichen es im Folgenden die aufgestellten wissenschaftlichen Fragestellungen zu beantworten und die ausgemachte Forschungslücke zu schließen. Hierfür werden die einzelnen wissenschaftlichen Fragestellungen nacheinander beantwortet und die verwendeten Ergebnisse kritisch im Hinblick auf die Fachliteratur diskutiert.

5 Diskussion

Dieses Kapitel behandelt den Rezyklierungsprozess des vorliegenden Schleifschlammes. Davon ausgehend werden die separierten Hauptkomponenten der Abrasivpartikel und der metallischen Schleifspäne mit neuwertigen Ausgangsstoffen verglichen. Die metallischen Komponenten werden darüber hinaus mit den in dieser Arbeit vorgestellten vier Fertigungsverfahren aus der Pulvermetallurgie bzw. der additiven Fertigung (SLPS, HIP, FAST/SPS, PBF-LB/M) weiterverarbeitet. Die gefertigten Proben werden hinsichtlich der makroskopischen, mikroskopischen und mechanischen Eigenschaften miteinander verglichen. Die gewonnenen Erkenntnisse fließen abschließend in eine Bewertung der vorgestellten pulvermetallurgischen und additiven Fertigungsverfahren in der Recyclingtechnologie von metallischen Schleifspänen ein.

5.1 Rezyklierungsprozess des Schleifschlammes

Zunächst wird sich der wissenschaftlichen Frage gewidmet, inwieweit effektive und funktionierende Recyclingrouten für Schleifschlämme durchgeführt werden können. Hierbei entscheidend ist die Frage nach der sortenreinen Auftrennung der Abfallkomponenten und die technisch und wirtschaftlich realisierbaren Reinheiten einer solchen. Diese Erkenntnis wird zunächst auf den anfallenden Schleifschlamm in der Kreismesserherstellung bezogen und anschließend auf das gesamte Schleifschlammaufkommen skaliert.

Die vorliegenden Schleifschlämme der Kreismesserherstellung weisen im Vergleich zu dem abgetragenen metallischen Material (35 Ma.-%) einen hohen Anteil von Abrasivpartikeln (30 Ma.-%) auf. Das kann ein Indiz für eine unzureichende Anbindung der Abrasivpartikel innerhalb der Schleifscheibe sein (Kap. 4.1.1). Bei einem Hochleistungsschleifprozess muss die hohe Abrasivität der Schleifpartikel gewährleistet sein, sodass durch die schnellen Ausbrüche der Abrasivpartikel ein effektiver Selbstschärfungsprozess der Schleifscheibe vorliegt [73, 75, 267]. Bei einer Analyse anderer Schleifschlämme lässt sich erkennen, dass der Anteil an Abrasivpartikeln (30 Ma.-%) an der oberen Grenze der typischen Schleifschlammzusammensetzungen liegt (Tab. 4). Dies lässt den Schluss zu, dass die Massenverteilungen von anderen Schleifschlämmen zu metallischen Komponenten verschoben sind.

Der anfallende Schleifschlamm in einer Kreismesserherstellung liegt in einem Zustand mit hoher Restfeuchte vor. Hinsichtlich einer nachhaltigeren Produktion werden die eingesetzten Kühlschmierstoffe bereits zu einem großen Teil über Bandfilteranlagen oder weiterführende Trennungsprozesse, wie beispielsweise Brikettierungsanlagen, von den Feststoff-Komponenten des Schleifschlammes separiert [6, 47, 56, 268]. Die abgetrennten Kühlschmierstoffe können nach angepassten Aufbereitungsprozessen direkt in der Produktion wieder eingesetzt werden. Die untersuchten Schleifschlämme weisen auch nach einer ersten Abfilterung der KSS nach den Schleifprozessen eine hohe Restfeuchte auf. Diese erhöht das Gewicht des Abfallstoffs signifikant. Eine Trocknung des Schleifschlammes bestätigt die hohe Restfeuchte aufgrund des Wasserverlusts mit einem Masseverlust von bis zu 33 Ma.-%. Das höhere Gewicht des Schleifschlammes erhöht die Kosten für die Deponierung (Kap. 4.1.2).

Der getrocknete Schleifschlamm besitzt eine starke Neigung zur Agglomeratbildung und Verhakung der festen Komponenten. Dabei wird eine minimale, technisch realisierbare Restfeuchte des Schleifschlammes eingestellt (Abb. 40) [45, 269]. Die dunkleren Verfärbungen der Spanschüttung, die durch die Trocknung hervorgerufen werden, sind ein Indiz für eine Oxidation der Spanschüttung. Dabei weisen die an der Oberfläche der Spanschüttung liegenden Späne eine größere Kontaktfläche mit der Atmosphäre auf (Abb. 39). Somit sind an diesen Spänen die Oberflächenreaktionen der Oxidation deutlich ausgeprägter. Bei einem Vergleich der Trocknung von Pulverschüttungen aus Metallpulvern in der Literatur lässt sich das Phänomen der Oxidation ebenfalls erkennen [270–273]. Eine Minimierung der Oxidation kann bei einer Verwendung von Inertgasatmosphären erreicht werden. Hierbei werden die Trocknungen in einer eingestellten Argon- oder Stickstoffatmosphäre durchgeführt. Die Späne und Pulver oxidieren aufgrund der fehlenden Restfeuchte in der Atmosphäre nicht [270–273]. Die anschließenden Separierungsprozesse finden durch Siebungen und magnetische Abscheidungen statt (Kap. 4.1.3). Durch eine Siebung des Schleifschlammes wird eine erste Separierung von metallischen Schleifschlammkomponenten und Abrasivpartikeln erreicht (Abb. 41). Darüber hinaus zeigen sich durch die Siebungsergebnisse und die Einteilung in Fraktionen, dass die Schleifspäne eine geringe Größe bzw. ein geringes Volumen einnehmen. Aufgrund ihrer Form weisen sie eine Neigung zur Agglomeratbildung auf. Die Agglomerate zeigen ein größeres Volumen auf, welches einen Verbleib in größeren Siebfraktionen begründet (Abb. 52) [45, 46, 274, 275]. Es kommt durch die Siebung auch zu einer Agglomerataufspaltung. Hilfreich hierbei sind die Vibrationsbewegungen der Siebplatte. Der Siebungsprozess verbessert demnach die Agglomerataufspaltung (Abb. 52) [276–279].

Ein weiterer Separierungsprozess wird durch die magnetische Abscheidung der Abrasivpartikel von den ferromagnetischen Schleifspänen ermöglicht. Dabei weisen die Abrasivpartikel einen paramagnetischen Charakter auf [280], sodass sie von dem während der Separierung aufgebrauchten Magnetfeld nur sehr schwach beeinflusst werden (Abb. 32) (Kap. 3.1.2). Es zeigt sich, dass durch die Kombination aus magnetischer Separation und verwendetem Schleifschlamm eine sehr hohe Reinheit erzielt werden

kann. (Abb. 42).

Bei einer Anwendung dieser Separierungsschritte bei anders zusammengesetzten Schleifschlämmen kann es zu starken Abweichungen der Reinheitsergebnisse kommen. Je nach zerspantem Werkstoff weisen die Späne keine ferromagnetischen Eigenschaften auf und sind mithilfe von magnetischen Separierungsschritten nicht von den Abrasivpartikeln zu trennen. Durch die Zerspanungseigenschaften der zu verarbeitenden Werkstoffe ergeben sich große Unterschiede. Schleifschlämme können verschiedene Arten von Spanformen und -größen beinhalten, die wiederum unmittelbaren Einfluss auf die Trennungsschritte haben. Die variierten Spanformen haben unterschiedliche Agglomeratneigungen. Diese sind für eine effektive Siebung und magnetische Abscheidung jedoch ausschlaggebend, da innerhalb gebildeter Agglomerate Verunreinigungen bzw. Abrasivpartikel falschen Fraktionen zugeordnet werden können.

Somit gelten die hier beschriebenen Separierungsschritte von mechanischen Klassifizierungsverfahren in Bezug auf die erzielten Reinheiten nur für Schleifschlämme der Kreismesserherstellung. Eine Adaption dieser Klassifizierungsverfahren für andere Schleifschlämme ist anhand der Eigenschaften auszulegen. Dabei sind die mechanischen Eigenschaften, die Größenverteilung und die ausgebildete Form der Komponenten ausschlaggebend. Durch die Veränderung der Schleifschlämme müssen Anpassungen an den einzelnen Klassifizierschritten vorgenommen werden, um eine ähnliche Reinheit zu erzielen. Die definierten Verfahren für die Schleifschlammkomponenten aus der Kreismesserproduktion sind in einer Separierungsanlage konzipiert und vereint worden. Hierbei erweisen sich die Schleifschlammengen aus der Kreismesserproduktion für die Konzeptionierung und Umsetzung einer Recyclingroute in einer Separierungsanlage als technisch und auch wirtschaftlich sinnvoll.

5.2 Konzipierung und Umsetzung der Trennungsschritte für den anfallenden Schleifschlamm aus einer Kreismesserherstellung in einer Separierungsanlage

Die Restfeuchte innerhalb des Schleifschlammgemischs wird durch eine Trocknung innerhalb der Separierungsanlage eingestellt. Es ergibt sich, wie bei der Trocknung im Labormaßstab, eine Gewichtsreduktion von bis zu 33 Ma.-% (Kap. 4.1.2). Da auch bei einer deutlich längeren Trocknungszeit keine weitere Gewichtsreduktion bzw. Abdampfung von Wasseranteilen mehr stattfindet, stellt dieser Zustand den maximalen Trocknungsgrad in diesem System dar.

Die Separierung mittels Siebungsschritt zeigt unabhängig von den Prozessparametern der Separierungsanlage die Schleifspäne angereichert in den mittleren Siebfractionen der Größen 125 µm bis

500 μm . Die kleineren Siebfractionen zeigen nur geringe Gewichtsverteilungen auf. Auch die größeren Siebfractionen weisen geringe Mengen auf, sodass die Späne verstärkt in den mittleren Siebfractionen vorliegen. Die Prozessführung der Separierungsanlage trägt zur Auflösung der Agglomerate bei. Für die Förderung des Schleifschlammes sind die Vibrationsbewegungen der Rüttelrinne hilfreich. Der Effekt ist aus den Laborversuchen bereits bekannt (Kap. 4.1.3). Die geringere Menge an Schleifspänen in den kleineren Siebfractionen kann durch eine mangelnde Erdung der Separierungsanlage und somit einer triboelektrischen Aufladung der Mikrospäne begründet werden [276–279]. Die Mikrospäne agglomerieren nach einer solchen triboelektrischen Aufladung erneut und verhindern eine weitere Unterteilung in kleinere Siebfractionen. Die Agglomeratbildung, die durch die triboelektrische Aufladung verstärkt wird, führt aufgrund der geringen Prozesszeit in der Separierungsanlage nicht zu großen Agglomeraten wie sie im Anlieferungszustand nach der Trocknung des Schleifschlammes vorliegen und bei der Siebung des Schleifschlammes im Labormaßstabs nachzuweisen sind (Abb. 52). Eine magnetische Abscheidung innerhalb der Separierungsanlage weist eine Variation der erzielten Reinheit der Schleifspäne hinsichtlich der verwendeten Prozessparameter auf. Die erzielten Reinheiten lassen den Schluss zu, dass die Implementierung der einzelnen Separierungsschritte in der Anlage erfolgreich ist. Die separierten Fractionen weisen gleiche Verunreinigungs- bzw. Reinheitsgrade wie im Labormaßstab auf (Abb. 42 und 45). Der eigentliche Vorteil einer konzipierten Separierungsanlage soll darin liegen, größere Mengen an Schleifschlamm automatisiert in Abrasivpartikel und metallische Späne trennen zu können. Es zeigt sich jedoch eine eindeutige Abhängigkeit der Reinheit der Schleifspäne zur Aufgabemenge an Schleifschlamm (Abb. 45). Dabei bewirkt eine höhere Aufgabemenge eine Abnahme der Reinheit der Fractionen. Eine Begründung hierfür ist die Zusetzung und nicht normgerechte Aufbringung des Siebgutes auf das Sieb. Die Siebe werden überlastet und dies kann zu einer Förderung des Siebgutes über zugesetzte Siebmaschen führen, die nicht mehr effektiv zur Siebung beitragen können. Eine mögliche Lösung zur Verarbeitung größerer Mengen an Siebgut kann demnach eine Vergrößerung der Siebfläche darstellen [242, 243]. Einer größeren Siebgutmenge folgt eine hohe Fördermenge an Schleifschlamm an die erste Magnetwalze, was zu einer Verschlechterung der magnetischen Abscheidung führt (Abb. 45). Aufgrund der höheren Aufgabemenge und der größeren Spanschüttung wird erneut die Agglomeratbildung begünstigt. Das führt zur magnetischen Abscheidung von Abrasivpartikeln in der Fraction der Schleifspäne. Die Reinheit wird somit von der Aufgabemenge des Schleifschlammes bzw. der eingestellten Durchsatzmenge der Separierungsanlage beeinflusst bzw. herabgesetzt (Abb. 45) [281, 282]. Der Einsatz einer Separierungsanlage für Schleifschlämme nach einer Bandfilterung innerhalb der Produktionsroute für Kreismesser birgt daher große Herausforderungen. Mithilfe von konzeptionellen Anpassungen der Separierungsschritte bzw. der Größe der Anlagenkomponenten wird eine gleichbleibende Reinheit der separierten Fractionen in einer Separierungsanlage erwartet.

Da die Separierungsanlage speziell für den Schleifschlamm der Kreismesserherstellung konzipiert und gefertigt wurde, bieten sich bei diesen Schleifschlämmen die effektivsten Auftrennungsergebnisse. Die Anpassung an andere Schleifschlämme ist, solange diese aus magnetischen und nichtmagnetischen Werkstoffen bestehen, prinzipiell möglich. Bei einer maximalen Reinheit von ca. 1,6 Ma.-% Al-Gehalt für den Schleifschlamm aus der Kreismesserherstellung zeigt sich jedoch, dass auch bei Schleifschlämmen, die aus der Verarbeitung magnetischer Werkstoffe stammen, die Auftrennung technisch und wirtschaftlich limitiert ist (Abb. 42 und 45). So lassen sich bei Schleifschlämmen mit sehr geringen Abrasivpartikelanteilen nur geringe Reinheitssteigerungen in Bezug auf die Aufgabemenge des Schleifschlammes vermuten.

Ein großer Nachteil der konzipierten Separierungsanlage ist die Limitierung des Durchsatzes aufgrund der Trocknungseinheit. Eine ausreichende Trocknung kann jedoch nur bei einer entsprechend hohen Verweilzeit des Schleifschlammes in der Trocknungsanlage gewährleistet werden. Dies hat zur Folge, dass für eine betriebliche Umsetzung der Separierungsanlage für den gesamten anfallenden Schleifschlamm einer Kreismesserproduktion die Trocknungsanlage deutlich größer konzipiert werden müsste.

Kritisch zu hinterfragen ist zudem bei einem Langzeitbetrieb der Anlage die Zusetzung der verschiedenen Siebeinlässe. Bei einer in den Produktionsprozess integrierten Separierungsanlage muss diese Zusetzung auf ein Minimum reduziert werden, sodass die anfallende Schleifschlammmenge fortlaufend verarbeitet und aufgetrennt werden kann.

Die im Demonstrator-Maßstab konzipierte und gefertigte Separierungsanlage zeigt allerdings, dass die Auftrennung von vermischten Schleifschlämmen und die Nutzbarmachung der einzelnen Schleifschlammkomponenten für Weiterverarbeitungsprozesse prinzipiell in einem industriellen Maßstab möglich ist. Um die Verarbeitungseigenschaften der Schleifschlammkomponenten einschätzen zu können, wird im Nachfolgenden die wissenschaftliche Fragestellung nach geeigneten Charakterisierungen und Eigenschaftskenngrößen auf Grundlage der durchgeführten Analysen beantwortet.

5.3 Charakteristische Eigenschaften der rezyklierten Abrasivpartikel und Vergleich zu neuwertigen Abrasiven

Die separierten nicht-metallischen Komponenten des Schleifschlammes wurden für eine Weiterverarbeitung zunächst einer Charakterisierung unterzogen. Dabei hat eine makroskopische Voruntersuchung der mechanischen Separierung in Form einer Trockensiebung gezeigt, dass die meisten gebrauchten Abrasivpartikel eine Größe zwischen 250 µm und 500 µm haben. Bei einem Vergleich dieser Größenverteilung mit neuwertigen Abrasivpartikeln wird deutlich, dass das Volumen durch den Gebrauch

der Abrasivpartikel, gerade im Vergleich zum weißen Edelkorund, nur geringfügig abnimmt (13,20 %) (Kap. 4.2.1). Dies bedeutet, dass die Abrasivpartikel nur eine kurze Zeit im Einsatz sind, bevor sie herausbrechen. Die vergleichbare Größe mit den neuwertigen Abrasiven lässt darauf schließen, dass die Abrasivpartikel im Ganzen ausbrechen. Diese Schlussfolgerung ist damit zu begründen, dass bei einem vorherrschenden Versagensverhalten durch Mikrobrüche oder Absplitterungen kleinerer Abrasivpartikel bzw. ein höherer Größenverlust zwischen den neuwertigen und den gebrauchten Abrasivpartikeln messbar wäre. Da nur eine geringfügige Änderung der Abrasivpartikelfläche bzw. des -volumens nachweisbar ist, spricht dieses Indiz für ein Ausbrechen des gesamten Abrasivkorns [1, 71, 74, 84]. Aufgrund der hohen Zerspanvolumina in einem Hochleistungs-Schleifprozess wirken hohe Kräfte auf die Schleifscheibe und die eingebundenen Körner. Für eine solche Belastung scheinen die verwendeten Schleifscheiben aufgrund des Ausbruchverhaltens nicht optimal eingestellt zu sein. Daher wird die Einbindungskraft der Abrasivpartikel in der Schleifscheibe, die maßgeblich durch den verwendeten Binder und die Sekundärkörner in einer Schleifscheibe eingestellt wird [1, 75], überschritten. Die Abrasivpartikel werden im Ganzen ausgerissen und verändern ihre Form nicht. Bei einem großen Zerspanvolumen kommt es so zu einem hohen Schleifscheibenverschleiß. Dieser zeigt sich in Form der gemessenen Zusammensetzung des Schleifschlammes und liegt bei 30 Ma.-% Abrasivpartikeln (Tab. 4). Die Abrasivpartikel haben durch das rasche Ausreißen aus der Schleifscheibe nur eine geringe Zeit, das zu bearbeitende Material zu zerspannen und selber zu verschleifen. Dies wird an der Zirkularität der genutzten Abrasivpartikel deutlich. Diese nimmt zwar ab, liegt mit einem Wert von $0,748 \pm 0,099$ aber in einem Wertebereich nahe der neuwertigen Abrasivpartikel ($0,772 \pm 0,108$). Daran lässt sich ableiten, dass die Abrasivpartikel für den Aufbau einer höheren Zirkularität, also einer weiteren Verrundung, nicht lange genug im Einsatz waren. Die gemessenen Werte müssen in einem weiterführenden Schritt hinsichtlich ihrer Wirtschaftlichkeit bei der Herstellung von Kreismessern bzw. dem Einsatz der Schleifscheiben kritisch hinterfragt werden, stellen jedoch für eine Wiederverwendung und Rezyklierung der genutzten Abrasivpartikel eine gute Voraussetzung dar. Die Verarbeitung wird auf Grundlage dieser Analysen als gleichwertig zu neuen Abrasivpartikeln eingeschätzt [73–75].

Neben der Form und Größe der Abrasivpartikel ausschlaggebend für ein funktionierendes Recycling und einen Wiedereinsatz in Schleifscheiben sind die mikroskopischen Beschaffenheiten wie die Mikrostruktur und die chemische Zusammensetzung bzw. die veränderte globale Zusammensetzung durch Verunreinigungen. Die Abrasivpartikel weisen nach einer Bespatterung mit einer Au-Schicht bzw. C-Schicht von wenigen Nanometern (3 nm bis 20 nm) auf den glatten Flächen Reste vom KSS und dem Bindersystem auf. Da das Bindersystem ebenfalls aus einer C-haltigen Zusammensetzung besteht, kann eine differenzierte Bestimmung mittels EDX nicht vorgenommen werden. Eine nachgeschaltete vakuum-thermische Reinigung der Abrasivpartikel zeigt, dass sich die Rückstände von

den Abrasivpartikeln lösen. Durch die im Prozess permanent laufende Vakuumpumpe können so die abdampfenden Restbestandteile abgesaugt werden. Dieser Effekt der Vakuum-Thermischen-Reinigung wird in der Literatur oftmals für KSS angewendet [6, 56]. Dabei wird diese Technik meist für die Säuberung von Spänen bzw. Werkstücken verwendet, jedoch nicht für rezyklierte Abrasivpartikel. Die EDX- und XRD-Analysen bestätigen des Weiteren, dass es sich um Korundpartikel (Al_2O_3) sowie um SiC-Abrasivpartikel handelt (Tab. 17 und Abbildung 51). Dies stimmt mit den aus der Prozessführung stammenden Daten der Schleifscheibenzusammensetzung überein. Es wurde dabei auf verschiedene Edelkorund- und SiC-Abrasivpartikel zurückgegriffen.

Aufgrund der vorgeschalteten Tests und Analysen der Abrasivpartikel kann von einer guten Eignung der rezyklierten Abrasivpartikel als Schleifscheibenkorn ausgegangen werden. Die durchgeführten Tests an den gefertigten Schleifpellets, aus rezyklierten Abrasiven, zeigten die gute Verarbeitbarkeit der gebrauchten Abrasivpartikel. Die Prozessierung dieser kann identisch zu neuwertigen Abrasivpartikeln durchgeführt werden. Die eigentlichen Verschleiß- bzw. Zerspantests am Tribometer hingegen führten aufgrund der Geometrie der Pellets und des Gegenmaterials nicht zu den gewünschten Ergebnissen. Die Zerspanung des Materials konnte auf diese Weise nicht stattfinden, weil sich die Schleifpellets bzw. die Poren unabhängig von der Zusammensetzung aus gebrauchten und neuwertigen Abrasivpartikeln, zu schnell zusetzten und zudem der aufgebrachte Schleifdruck nicht ausreichte, damit die Abrasivpartikel in den Werkstoff eindringen konnten [71, 74, 75]. Die Probleme traten während der Tribometertests für alle Abrasivpellets auf, wodurch diese durch die Prozessführung des Tribometertests bzw. der vorliegenden Schleifpellet-Geometrie bedingt sind und keine weiteren Rückschlüsse auf die Eignung der gebrauchten Abrasivpartikel zulassen. Eine verbesserte Messung und Analyse der Eigenschaften der rezyklierten Abrasivpartikel unter Praxisbedingungen wird daher für größere Rezyklatschleifscheiben vermutet. Hierfür wird die gefertigte Rezyklatschleifscheibe auf die gleichen Schleifzentren in der Herstellung von Kreismessern montiert und mit neuen herkömmlichen Schleifscheiben verglichen.

Die entwickelte Rezyklierung der Abrasivpartikel aus einem Schleifschlamm der Kreismesserherstellung kann auch für andere Schleifschlämme angewendet werden. Je nach Schleifschlamm sind deutlich geringere Massegehalte an Abrasivpartikeln im Schleifschlamm enthalten (Tab. 4). In diesen Fällen wird mehr Schleifschlamm für die Separierung der gleichen Menge an Abrasiven benötigt. Für die Rezyklierung ausschlaggebend sind dabei die Abrasivgrößen und -formen. Während die Abrasivgröße nach der Rezyklierung beeinflusst, welche Art von Schleifscheibenkörnung hergestellt werden kann, lässt sich über die Abrasivform die prinzipielle Einsatzmöglichkeit als Primärkorn in einer Schleifscheibe abschätzen. Wenn die Abrasive lange und ohne Nachschärfungseffekt im Einsatz sind verrunden sie und weisen eine geringere Abrasivität auf. Eine Möglichkeit die rezyklierten Schleifpartikel als Sekundärkorn und somit als Stützkorn in die Schleifscheiben zu integrieren, besteht

auch bei einer starken Verrundung und Abrasivitätsabnahme der Partikel.

In welchem Bereich eine Rezyklierung der Abrasivpartikel stattfinden kann, hängt auch von der Schleifkornart ab. Es gibt Schleifkörner, die durch ihre Sprödigkeit zu Mikrobrüchen neigen. Diese Arten von Schleifkörnern zeigen bei richtiger Beanspruchung der Schleifscheibe einen Größenverlust und lassen daher auf eine schlechte Eignung für die Rezyklierung als Primärkorn schließen.

5.4 Charakteristische Eigenschaften der rezyklierten Schleifspäne und Vergleich zu konventionellen Metallpulvern

Die separierten Schleifspäne müssen für eine Weiterverarbeitung zunächst einer vollständigen Charakterisierung unterzogen werden. Hierfür werden die analysierten und gemessenen Werte denen herkömmlicher und kommerziell genutzter Ausgangsmaterialien in der PM und AM gegenübergestellt.

5.4.1 Separierte Schleifspäne

Die separierten Späne der Kreismesserherstellung weisen eine ähnliche Größe wie Metallpulver auf (Abb. 41 und 71). Eine Einteilung der Schleifspäne erfolgt über die Separierung innerhalb unterschiedlicher Siebfraktionen. Die Neigung der Späne zur Ausbildung von Agglomeraten bewirkt eine Verzerrung der wahren Spangröße (Abb. 52, 53 und 54). Die Späne bilden kleinere Verhakungen, an denen sich immer mehr Schleifspäne anreichern und mechanisch anhaften, bis sie durch die Wurf-siebung der nächstgrößeren Siebfraktion zugeordnet werden. Es verhaken sich neben den Schleifspänen auch Abrasivpartikel. Diese werden zum Teil vollkommen durch verhakte Schleifspäne abgeschirmt und für eine Separierung auf Grundlage der unterschiedlichen magnetischen Eigenschaften zu den ferromagnetischen Schleifspänen isoliert [274].

Begründet liegt das in der Hakenform der Schleifspäne. Diese entsteht aufgrund der eingebrachten Eigenspannungen und der plastischen Verformung bei der Spanbildung. Die Späne sind den Mikrospänen zuzuordnen. Sie weisen die Form von Bröckelspänen bzw. kleinen Wirbelspanstücken, mit einer hohen Spanformklasse (5-8) und geringen Spanraumzahlen (3-25) auf. Es ergeben sich bei einem Vergleich mit gasverdüsteten Metallpulvern Unterschiede in ihrer Form und Größe (Abb. 53, 54 und 6) [73].

Das Ausgangsmaterial von PM bzw. AM-Prozessen besteht unter anderem aus gasverdüsteten Pulvern. Diese besitzen bei kommerzieller Nutzung meist einen deutlich höheren Anteil an Pulverpartikeln in einer Größe $<45\ \mu\text{m}$ als die separierten Schleifspäne. Dieser Trend kann auch an dem analysierten Metallpulver aus X220CrVMo13-4 erkannt werden ($<45\ \mu\text{m}$ mit 34,20 Ma.-%). Es ist zu erkennen,

dass keine Pulverpartikel in den Fraktionen $>500\ \mu\text{m}$ vorhanden sind. Die Schleifspäne liegen durch die Agglomeratbildung innerhalb dieser größeren Siebfraktionen deutlich häufiger vor. Die Pulverpartikel zeigen eine nahezu ideale sphärische Form. Die zum Teil erkennbare Satellitenausbildung der Pulver bewirkt keine Agglomeratbildung. Jedoch können auch bei Schüttungen der Pulver in gewissen Bereichen Anreicherungen detektiert werden, bei denen die Pulverpartikel lose aneinander liegen (Abb. 72 und 75). Dies kann durch die elektrostatische Anziehung der Partikel untereinander begründet werden und ist nicht wie bei den Spänen auf eine Agglomeratbildung zurückzuführen [278, 279]. Bei der Analyse der Span- bzw. Pulverschüttungen können darüber hinaus die stark unterschiedlichen Formen durch Werte der Zirkularität verglichen werden. Während die sphärische Form der Metallpulver durch einen Wert von $0,91 \pm 0,08$ aufzeigt, dass die Form nahe einer idealen Kugelform mit dem Wert 1 liegt, sind die Späne durch längliche Hakenformen bis hin zu Spänebrocken charakterisiert. Die Zirkularitätswerte der Späne liegen bei $0,698 \pm 0,300$ und variieren stark. Die stark unterschiedlichen Formen deuten auf einen Einfluss auf die Prozessierung bzw. die Kompaktierung der Späne hin. Eine Möglichkeit der Analyse zur Abschätzung dieser Prozessierungseigenschaften bietet die Messung der Schütt- bzw. Klopfdichte.

Der große Unterschied in den Schütt- und Klopfdichten lässt sich anhand der hohen Zirkularität der Metallpulver und der damit einhergehenden höheren theoretischen Packungsdichte des Pulvers begründen (siehe Kap. 4.2.2 bzw. 4.2.3) [283–285]. Die Schütt- und Klopfdichte der Schleifspäne wird durch die Agglomeratbildung deutlich herabgesetzt. Die sich bei einer Schüttung bildenden Zwischenräume der Späne bewirken aufgrund der Verhakungen und Agglomerate bei einer Verklopfung der Spanschüttung, eine Steigerung der Dichte um bis zu 39,68 % (4.2.2). Die eingebrachten Eigenspannungen bei der Bildung der Späne begründen neben der Form auch eine Dichtesteigerung bei einer Verklopfung. Sie bedingen eine Rückfederung der verdichteten Späne. Bei sphärischen Pulvern mit einer hohen Schüttdichte sind geringere Verbesserungen der Dichte mit Hilfe der Klopfung erzielbar (7,69 %) (4.2.3). Das zeigt sich in den geringeren Hausner-Faktoren bzw. den höheren Carr-Indizes bei Metallpulvern im Vergleich zu den separierten Schleifspänen. Die mangelnde Fließfähigkeit der separierten Schleifspäne lässt sich ebenfalls auf die Form bzw. die Neigung zur Agglomeratbildung und die erhöhten Reibungskräfte der separierten Schleifspäne zurückführen [134, 286]. Die sphärische Form der Metallpulver ist für eine Fließfähigkeit nach DIN EN ISO 4490 gut geeignet [148, 286] (4.2.3). Für eine Verarbeitung der Späne bzw. der Pulver in Fertigungsprozessen mit einer generativen Aufbringung des Ausgangsmaterials, lassen sich so Unterschiede in der Eignung als Ausgangsmaterial ableiten. Während die sphärischen Metallpulver für eine generative Verarbeitung des Werkstoffs geeignet sind, ist die Verarbeitung der separierten Späne in solchen Fertigungsverfahren aufgrund der mangelnden Fließfähigkeit nicht möglich.

Es ergibt sich durch die erhöhten Hausnerfaktoren bzw. Carr-Indizes der Schleifspäne auch eine verän-

derte Prozessierung in der PM. Innerhalb dieser werden in Weiterverarbeitungsverfahren Pressungen des Sinterguts durchgeführt. Die Pressung der Schleifspäne bedingt eine höhere Rückfederung bei der Entlastung der Pressstempel aufgrund der eingebrachten Eigenspannungen und der elastischen sowie plastischen Verformung bei der Spanbildung.

Diese charakteristischen Eigenschaften gelten für die Schleifspäne aus der Kreismesserherstellung. Sie sind abhängig von der Spangröße bzw. -form und somit wiederum von Spanbildung sowie zerspanendem Material. Es wird für einen Werkstoff, der eine hohe Sprödigkeit und eine geringere Duktilität hat, eine geringe Spangröße und somit eine höhere Spanraumzahl vermutet. Daraus ergibt sich eine Verkleinerung des Hausner-Faktors und des Carr-Indexes, die einen unmittelbaren Einfluss auf das Rückfederverhalten der Späne haben.

Für die Weiterverarbeitung in den einzelnen Fertigungsverfahren ist das mikrostrukturelle Gefüge der einzelnen Werkstoffe ausschlaggebend. Bei einem Vergleich des quergewalzten, gehärteten und angelassenen Werkstoffs der zu zerspanenden Kreismesserronden (Abbildung 55 und 57) mit den von diesen Kreismesserronden abgetragenen Schleifspänen (Abbildung 56 und 58), zeigt sich eine identische Mikrostruktur (Tab. 19). Durch die Zerspanung kommt es, nur bedingt durch die im Gefüge herrschenden Kräfte und den Eintritt der einzelnen Abrasivkörner, zu Rissbildungen der spröden und harten Karbide [287–290]. Die eigentliche Abtrennung der Schleifspäne ist unabhängig von den einzelnen Karbidtypen bzw. den Karbidgrenzflächen. Die Spanbildung erfolgt sowohl entlang der Karbidgrenzen als auch in der ausgebildeten metallischen Matrix. Sie ist abhängig von der Eindringung der Abrasivpartikel und weniger von der vorliegenden Mikrostruktur. Hinzu kommt eine Einbringung von Eigenspannungen in die Späne bei der Spanbildung [71, 73–75, 267].

Eine vergleichbare Weiterverarbeitung der Späne und der gasverdüsten Metallpulver kann aufgrund der Mikrostruktur nicht erwartet werden. Neben einer nadeligen, martensitischen Matrix liegen eutektische Karbide des Typs M_7C_3 und Anlasskarbide in Form von Sekundärkarbiden des Typs $M_{23}C_6$ in den Spänen vor (Tab. 18 und 19). Im Gegensatz dazu sind die mikrostrukturellen Gefüge des gasverdüsten KAS-Pulvers X220CrVMo13-4 und auch des WAS-Pulvers 32CrMoV12-28 stark abweichend. Das KAS-Pulver weist neben einer metallischen, dendritisch erstarrten Matrix eutektisch erstarrte Karbide auf (Abb. 74). Aus den Karbiden des Typs M_7C_3 bilden sich Karbidnetzwerke aus, die die gesamte metallische Matrix durchsetzen [134, 142, 143]. Auch bei den WAS-Pulvern lassen sich ganze Karbidnetzwerke erkennen. Diese feindendritischen Ausscheidungen, die zu Netzwerken angeordnet sind, sind über die gesamte metallische Matrix verteilt (Abb. 77). Sie können mittels EDX- bzw. XRD-Analysen den Karbidtypen $M_{23}C_6$ zugeordnet werden [134, 142, 143]. Es ergibt sich ein unterschiedliches Aufschmelzverhalten der Späne und der metallischen Pulver. Beim Erwärmen eines gasverdüsten Pulvers formen sich die ausgebildeten Karbidlamellen ein. So wandelt sich das eutektische Netz noch vor Erreichen der Sintertemperatur in eingeformte Karbidlamellen um. Die

M_7C_3 -Karbide lösen sich zuerst auf und bilden Flüssigphasen. Sie sorgen für einen raschen Verdichtungsprozess [153]. Aufgrund der raschen Abkühlung entstehen diese Eutektika nicht nach einem stabilen System. Der Aufschmelzpunkt dieser Eutektika liegt daher unter der eigentlichen Solidustemperatur [149, 150, 152, 210]. Während die dendritische Mikrostruktur der metallischen Pulver bei einer Erhöhung der Temperatur ab einem gewissen Punkt dafür sorgt, dass die eutektischen Karbide aufgelöst werden und sich statt der Karbidnetzwerke Flüssigphasennetzwerke um die metallische Matrix bilden (Abb. 74 bzw. 77), lösen sich bei den metallischen Spänen zwar ebenfalls die Karbide in Flüssigphase auf, bilden jedoch aufgrund ihrer Anordnung in sich isolierte Flüssigphasenteiche (Abb. 58). So haben sich vor der Sintertemperatur bereits die Sekundärkarbide des Typs $M_{23}C_6$ in der Matrix aufgelöst. Wenn die Sintertemperatur erreicht wird, schmelzen die M_7C_3 -Karbide auf und bilden eine Flüssigphase. Diese haben beispielsweise bei der Weiterverarbeitung mittels SLPS keinen Anteil am Verdichtungsprozess [45, 134, 154]. Bei diesem Verfahren führen lediglich die Karbide am Rand der Späne zu einer Kompaktierung und Verdichtung. Bei einer Abschätzung der Aufschmelzverhalten über thermodynamische Berechnungen zeigt sich, dass bei dem Werkstoff X153CrMoV12 der Phasenmengenanteil der Karbide bei Sintertemperatur nur knapp über 20 Vol.-% liegt (Abb. 84). Somit müsste für einen stabilen SLPS-Prozess, der einen Flüssigphasenanteil von 20 Vol.-% bis 40 Vol.-% voraussetzt, ein gewisser Teil der metallischen, eutektikumsnahen Matrix der Späne aufgeschmolzen werden, um eine ausreichend hohe Flüssigphasenmenge für den SLPS-Prozess bereitzustellen [45, 46, 152]. Dieser Trend ist bei einem erhöhten Kohlenstoffgehalt geringer. Die separierten Schleifspäne weisen, ähnlich wie das KAS-Pulver aus X220CrVMo13-4, aufgrund ihres höheren C-Gehaltes auch höhere Anteile an Eutektikum auf. Daher ist die Bildung einer ausreichenden Flüssigphase allein aus der Karbidauflösung in Schmelze bei diesen Werkstoffen gegeben. Hierbei erschweren die beschriebenen Flüssigphasenteiche innerhalb der separierten Schleifspäne die Kompaktierung. Diese beteiligen sich nicht an dem teils durch die Kapillarkräfte wirkenden, viskosen Fließen der Pulverteilchen [45, 46, 152]. Es wird somit von einer deutlich geringeren Kompaktierung der Späne im Vergleich zum Ausgangswerkstoff innerhalb der teilflüssigen Sinterverfahren ausgegangen. Festzuhalten ist, dass die mikrostrukturellen Voraussetzungen der Schleifspäne für die PM durch das Urformverfahren und die Wärmebehandlung des zerspanenden Materials eingestellt werden können. Eine ähnliche Mikrostruktur wie gasverdüstes Pulver ist dabei schwierig zu erreichen, jedoch kann beispielsweise durch die gezielte Ausbildung von Karbiden an den Korngrenzen innerhalb der Urformverfahren und der WB eine verbesserte Kompaktierung im späteren Recycling eingestellt werden. Kritisch ist, dass somit die WB sowohl an das mögliche Anwendungsgebiet als auch an eine Verbesserung der Recyclingeigenschaften angepasst werden muss.

Die Separierung der Späne zeigt durch die nicht vollständige Sortenreinheit eine Veränderung der chemischen Zusammensetzung. Diese weist eine Erhöhung des Silizium- und Kohlenstoffgehalts auf

(Tab. 18). In den Fraktionen der Schleifspäne lassen sich SiC-Abrasivpartikel identifizieren (Abb. 54 und 59). Dies erklärt die stark erhöhten Si- und C-Gehalte. Durch eine thermische Reinigung der separierten Schleifspäne wurde unter Vakuumatmosphäre mit permanenter Absaugung der abgasenden Bestandteile eine Reduzierung des C-Gehalts erreicht (1,72 Ma.-%) (Tab. 18). Somit können die erhöhten C-Gehalte neben den SiC-Partikeln auch auf die Rückstände von Bindermaterial und Kühlschmierstoff auf den Schleifspänen zurückgeführt werden [47, 71, 75]. Die Bestandteile des KSS weisen laut Literatur innerhalb einer Vakuumatmosphäre eine abgesunkene Verdampfungs- bzw. Sublimierungstemperatur auf. Diese liegt für die KSS bei $<300\text{ °C}$ [6, 56]. Es reicht eine vakuumthermische Behandlung der Späne bei einer Haltestufe von 300 °C unter einer kontinuierlichen Absaugung aus, um die Schleifspäne von Restbestandteilen an KSS und Bindermaterial zu separieren (Tab. 18) [45, 291–293]. Der vakuumthermische Reinigungsprozess sorgt allerdings nur bei geeigneten KSS-Rückständen und Bindermaterial zu einer Abdampfung bzw. Reinheitssteigerung. Dabei müssen die Sublimationstemperaturen der Rückstände und Bindermaterialien unter der Temperatur der definierten Haltestufe liegen.

Eine andere Einschränkung bei der Weiterverarbeitung der Schleifspäne bilden die detektierbaren Oxidschichten. Diese stellen aufgrund der hohen Schmelztemperaturen der Oxidschichten und der negativen Beeinflussung des Benetzungsverhaltens der Flüssigphase sowie des Stofftransports durch die Oxidschichten eine Herausforderung bei der Prozessierung dar. Bei den gasverdünsten Pulvern wird beispielsweise gezielt eine Passivierungsschicht aus Mischoxiden durch sauerstoffaffine Elemente, wie beispielsweise Cr, auf die Pulverpartikel ausgebildet. Diese verhindert die weitere Oxidation der Pulverpartikel, wie beispielsweise beim KAS-Pulver X220CrVMo13-4 [133, 149, 188, 270, 271, 273, 294]. Auch bekannt ist, dass die Oxidschichten bei einer Prozessierung zunächst aufgebrochen bzw. aufgelöst werden müssen. Oxidschichten, die mittels XRD-Analyse auf den Schleifspänen nachgewiesen werden können, haben die Zusammensetzung von Fe_2O_3 , M_2O_3 und M_3O_4 (Abb. 59). Eine Passivierungsschicht aus Chromoxiden kann sich aufgrund der chemischen Zusammensetzung der Späne nicht vollständig geschlossen auf der Oberfläche ausbilden. Da die Späne innerhalb der metallischen Matrix einen verringerten Cr-Gehalt von unter 10 Ma.-% aufweisen, gilt der X153CrMoV12 nicht als korrosionsbeständiger Stahl. Der restliche Cr-Gehalt ist zu großen Teilen in den ausgebildeten Karbiden abgebunden. Der geringere Cr-Gehalt sorgt dafür, dass sich weitere Oxidschichten auf den Spänen ausbilden können und die Weiterverarbeitung stark erschweren. Der Nachweis dieser Oxidschichten mittels XRD-Analysen (Abb. 59) erklärt die dunklere Verfärbung der Schleifspäne nach der Trocknung, da das Fe_2O_3 eine charakteristisch rotbraune Färbung aufweist (Abb. 39). Bei einer Weiterverarbeitung der Schleifspäne mit auf den Spänen ausgebildeten Oxidschichten werden Sinterprozesse verzögert. Bevor es zu einer Sinterung des Werkstoffs kommt, werden bei der Sintertemperatur unter Vakuumatmosphäre und Anwesenheit von C, Kohlenstoffmonoxide

gebildet. Durch die kontinuierlich laufende Vakuumpumpe werden diese Monoxide abgepumpt. Der Ablauf der Reaktion der Oxidschichten mit Kohlenstoff erfolgt nach folgender Reaktionsgleichung: $\text{Fe}_x\text{O}_y + \text{C} = \text{Fe}_x\text{O}_{y-1} + \text{CO}$. Bei der Verwendung des Kohlenstoffs aus dem Werkstoff für diese carbothermische Reaktion kommt es zu einem bekannten Entkohlungseffekt des Legierungssystems. Neben dem Kohlenstoff aus dem Werkstoff können hier auch die organischen Stoffrückstände auf den Spänen als Reaktionspartner der Oxide dienen [295–297]. Eine Trocknung und Separierung der Schleifspäne unter Berücksichtigung der eingeschränkten Korrosionsbeständigkeit, könnte die Bildung der Oxidschichten verringern. Möglich wäre eine Trocknung der Schleifspäne innerhalb einer Inertgasatmosphäre. Hieraus ergeben sich jedoch größere Herausforderungen für die Prozessierung bzw. die Durchführung des Trocknungsprozesses. Es handelt es sich bei den Schleifspänen, anders als bei den Metallpulvern, um keine gezielt aufgebrachte Oxidschicht. Die chemische Zusammensetzung der Schleifspäne ist für diesen Mechanismus ausschlaggebend, sodass bei anderen Werkstoffen auch andere Oxidschichten bzw. veränderte Oxidschichtdicken vermutet werden können. Die Behinderung der Sinterprozesse durch die Oxidschichten kann ebenfalls durch die chemische Zusammensetzung beeinflusst werden.

Auf Grundlage der chemischen Zusammensetzungen der separierten Schleifspäne lassen sich die Weiterverarbeitungseignungen durch die PM bzw. AM mittels thermodynamischer Berechnungen abschätzen. Auch eine Prozessplanung der Wärmebehandlung der gefertigten Proben kann durchgeführt werden. Während die separierten Schleifspäne mit einem C-Gehalt von 2,69 Ma.-% einen steilen Anstieg des Flüssigphasenanteils aufweisen, ist der Anstieg der thermisch gereinigten Schleifspäne (C-Gehalt von 1,72 Ma.-%) deutlich geringer (Tab. 18). Dies vereinfacht unter anderem die SLPS-Verarbeitung, bei der ein Flüssigphasenanteil von 20 Vol.-% bis 40 Vol.-% für die thermisch gereinigten Späne prozesssicherer einzustellen ist. [45, 46, 152, 188] Für die separierten Schleifspäne ergibt sich ein Temperaturfenster von 15 K (Abb. 84). Dieses Fenster reicht laut Literatur für eine gezielte und definierte Verarbeitung nicht aus. Die thermisch gereinigten Schleifspäne hingegen zeigen ein Temperaturfenster von 40 K, welches während der Prozessierung deutlich präziser angesteuert werden kann (siehe Kap. 4.3). Für die Prozessierung ist ein geringerer C-Gehalt anzustreben, da dieser eine Aufweitung des Sinterfensters bedeutet (Abb. 84). Es ist bekannt, dass ein geringerer C-Gehalt die Liquidustemperatur erhöht und eine Verarbeitung im Labormaßstab ab einem gewissen Punkt erschwert. Dabei ist jedoch anzumerken, dass der Aufschmelzprozess und die Bildung der Flüssigphase ein Multivarianten-System darstellt, in dem nicht nur der C-Gehalt, sondern die Kombination aus allen LE, Einfluss auf die Flüssigphasenbildung hat.

5.5 Maßnahmen zur Angleichung der charakteristischen Eigenschaften von Schleifspänen und konventionellen Metallpulvern

Für die effektive Rezyklierung und Weiterverarbeitung der Schleifspäne innerhalb der Pulvermetallurgie und der additiven Fertigung sind Anpassungen der PM-Eigenschaften notwendig. Gerade die stark eingeschränkte Fließfähigkeit verhindert die generative Fertigung der Schleifspäne. Hierfür werden zwei mögliche Aufbereitungsvarianten der Schleifspäne - die mechanische Aufbereitung und die Mischung mit gasverdünsten Pulvern - untersucht.

5.5.1 Mechanisch aufbereitete Schleifspäne

Eine mechanische Aufbereitung der separierten Schleifspäne aus dem Schleifschlamm der Kreismesserherstellung führt zu einer Zerkleinerung. Dabei haben die gewählten Prozessparameter der mechanischen Aufbereitung einen hohen Einfluss auf die Zerkleinerung (siehe Kap. 4.2.3). Aufgrund der Tendenz einer Verschlechterung der mechanischen Zerkleinerung für kleinere Mahlkugeln bei höheren Drehzahlen wird davon ausgegangen, dass die Zentrifugalkraft bei kleineren Mahlkugeln aufgrund des geringeren Gewichts dazu führt, dass die Mahlkugeln an den Rand des Mahlbechers gepresst werden und nicht mehr aktiv am Zerkleinerungsprozess teilnehmen können [298, 299]. Dieser Trend ist bei größeren Mahlkugeln mit höherem Eigengewicht bei höherer Drehzahl nicht zu erkennen. Somit kann davon ausgegangen werden, dass die Drehzahl nicht ausreicht, um die größeren und schwereren Mahlkugeln gegen den Mahlbecher zu pressen, sodass diese weiterhin am Zerkleinerungsprozess im Mahlbecher teilnehmen [298, 299]. Die Effekte sind weitestgehend unabhängig vom Mahlgut und daher auch von den zu zerkleinernden Schleifspänen.

Die Prozessierung der vorliegenden Späne der Kreismesserherstellung führt bei einem geeigneten Parametersatz des Kugelmahlprozesses zu einer deutlichen Zerkleinerung der Siebfractionen über 250 μm (Abb. 64) (siehe Kapitel 4.2.3). In den Siebfractionen über 500 μm liegen keine Späne bzw. Agglomerate vor. Die Zerkleinerung verschiebt die Größenverteilung der Schleifspäne hin zu kleineren Siebfractionen. Es lassen sich in der Siebfraction <45 μm nun >50 Ma.-% der Schleifspäne detektieren. Bei einer Bildanalyse zeigt sich eine weitere Zerkleinerung auf eine Größe von <15 μm^2 und eine leichte Zirkularitätserhöhung mit einem Wert von $0,72 \pm 0,14$. Da die Spänefraction <45 μm in den vorherigen Kapiteln als geeignetste Fraction für die Weiterverarbeitung identifiziert wurde, wird durch eine Erhöhung des Masseanteils dieser Fraction eine effektivere bzw. verbesserte Rezyklierung erwartet (Abb. 65 und 66). Die zerkleinernde Wirkung der Mahlung auf die Schleifspäne ist nicht nur von den Prozessparametern sondern auch von dem Mahlgut abhängig. Da es sich um gehärtetes und angelassenes Material handelt, liegt ein sprödes Materialverhalten vor. Dieses bewirkt einen stärkeren Zerkleinerungseffekt und eine stärkere kugelige Einfomung der Schleifspäne durch die Ku-

gelmahlung als beispielsweise bei einem Spanmaterial von höherer Duktilität. Eine Größenabnahme und Einrundung von Schleifspänen durch Kugelmahlungen ist aufgrund der hier gezeigten Ergebnisse zu erwarten.

Die Verbesserung der Prozessierbarkeit der vorliegenden Schleifspäne zeigt sich in der Steigerung der Schütt- und Klopfdichte ($1,22 \text{ g cm}^{-3}$ und $2,05 \text{ g cm}^{-3}$) im Vergleich zu den separierten Schleifspänen ($0,76 \text{ g cm}^{-3}$ und $1,02 \text{ g cm}^{-3}$). Der Reinigungszustand der separierten Schleifspäne ist für den Anstieg der PM-Kennwerte unerheblich [135, 145, 147, 180]. Die gesteigerten Werte der Schütt- und Klopfdichte sind dabei auf die Verrundung der Schleifspäne bzw. den höheren Zirkularitätswert und die Zerkleinerung der Schleifspäne innerhalb der Fraktion $<45 \mu\text{m}$, die mit einer Bildanalyse bestätigt werden kann, zurückzuführen (siehe Kapitel 4.2.3). Für die gasverdünsten sphärischen KAS-Pulver des Werkstoffs X220CrVMo13-4 liegen die Schütt- und Klopfdichten bei $4,80 \text{ g cm}^{-3}$ bzw. $5,20 \text{ g cm}^{-3}$. Die sphärische Form führt dabei innerhalb der Pulverschüttung durch die Fließfähigkeit zu einer dichten Pulverschüttung [233, 284, 286, 300].

Die Fließfähigkeit, die für eine generative Fertigung, wie die des selektiven Laserschmelzens, unabdingbar ist, kann durch eine mechanische Zerkleinerung der Späne nicht eingestellt werden (siehe Kap. 4.2.3). Hierfür bewirkt der Mahlprozess keine ausreichend hohe Verrundung. Weiterhin erhöhen in der Spanschüttung und auf den Spänen befindliche Verunreinigungen in Form von Bindermaterial und KSS-Rückständen die Reibungskräfte, die einer Fließfähigkeit entgegenwirken. Da die thermisch gereinigten und von KSS-Rückständen sowie Bindermaterial befreiten Schleifspäne nach der Mahlung ebenfalls keine Fließfähigkeit aufweisen, kann die unzureichende Verrundung und zu geringe Zirkularität der Späne als Hauptursache angesehen werden. Die Verarbeitung der mechanisch aufbereiteten Schleifspäne ist mittels vieler generativer Fertigungsrouen nicht möglich.

Neben den positiven Auswirkungen auf die Schütt- und Klopfdichte sowie die Aufspaltung von Agglomeraten und Verhakungen, haben die mechanischen Aufbereitungen mittels Kugelmahlen einen positiven Einfluss auf die Reinheit der Späne größerer Fraktionen. Da die in diesen Fraktionen vorherrschenden Agglomerate durch eine mechanische Zerkleinerung aufgespalten werden und danach in kleinen Mikroschleifspänen vorliegen, ist eine Abschirmung von Abrasiven in Agglomeraten nach einer mechanischen Zerkleinerung und Aufspaltung der Verhakungen deutlich unwahrscheinlicher (Kap. 4.2.3).

Es bleibt kritisch zu hinterfragen, ob es sich bei der weiteren energetisch intensiven Aufbereitung der Schleifspäne um eine erhebliche Energieeinsparung hinsichtlich der Gasverdüsung von Metallpulvern handelt [301–303]. Da die vorhandenen Restabrasive, die eine Verarbeitung der Schleifspäne aufgrund der Veränderung der chemischen Zusammensetzung und der thermischen bzw. mechanischen Eigenschaften deutlich erschweren, ist die Verdüsung eines reinen Legierungssystems ohne Verunreinigungen oftmals sinnvoller. Auch nach einer mechanischen Zerkleinerung und Verrundung

bzw. Erhöhung der Zirkularität der Schleifspäne bleibt die generative Fertigung mittels PBF-LB/M, die eine Fließfähigkeit des Ausgangswerkstoffs voraussetzt, diesen Metallpulvern vorbehalten [133, 172, 283]. Mit pulvermetallurgischen Fertigungsverfahren kann eine Verarbeitung von mechanisch vorbehandelten Schleifspänen erfolgen. Hierbei wird eine erhöhte Probendichte erzielt (Tab. 48). Für die Weiterverarbeitung hinsichtlich der additiven Fertigung sind weitere Vorbehandlungen bzw. Vorbereitungen der Schleifspäne notwendig. Diese werden im nachfolgenden Kapitel näher diskutiert.

5.5.2 Mischungen von aufbereiteten Schleifspänen mit gasverdüstem Metallpulver

X220CrVMo13-4

Um auch die generativen bzw. additiven Fertigungsverfahren für die Verarbeitung von separierten Schleifspänen zu nutzen, werden weitere Aufbereitungsverfahren der Schleifspäne untersucht. Eine solche Vorbehandlung sieht eine Mischung der separierten Schleifspäne mit gasverdüstem Metallpulver vor. Neben einer Erhöhung der Schütt- und Fließfähigkeit kann ein direkter Einfluss auf die chemische Zusammensetzung des Span-Pulver-Gemisches genommen werden (siehe Kap. 4.2.3). Um die Verarbeitung der Schmelztemperaturen und Wärmebehandlungsprozesse vergleichbar zu halten, werden Gemische aus separierten Schleifspänen und gasverdüstem KAS-Pulver aus dem Werkstoff X220CrVMo13-4 verwendet. Für die Prozessierung ausschlaggebend ist dabei eine Homogenität der einzelnen Mischungskomponenten (siehe Kap. 4.2.3). Die Vermischungen bei unterschiedlichen Mischungsverhältnissen steigert die Schütt- bzw. Klopfdichte zu den separierten Schleifspänen (siehe Kap. 4.2.3 und 4.2.3). Eine Verarbeitung mittels pulvermetallurgischer Fertigungsprozesse ermöglicht eine dichtere und kompaktere Verarbeitung. Die berechneten Hausner-Faktoren und die Carr-Indizes zeigen große Abweichungen zu den gasverdüsten Pulvern. Dies liegt an der gesteigerten Klopfdichte im Vergleich zur Schüttdichte der Span-Pulver-Gemische (Abb. 80 und 81). Aus der Literatur sind die guten Übereinstimmungen von Fließfähigkeit und Hausnerfaktoren nahe 1 bzw. Carr-Indizes nahe 100 bekannt. Die Eignung der Span-Pulver-Gemische für die generative Fertigung bei geringen Anteilen an Metallpulver lässt sich als kritisch ansehen. Die pulvermetallurgischen Verfahren, wie beispielsweise SLPS, lassen durch die erhöhte Schüttdichte bereits durch die Verwendung von Span-Pulver-Gemischen mit kleineren Anteilen an Metallpulver verbesserte Sinterergebnisse erwarten. Bei Verfahren, die ohnehin eine mechanische Kompaktierung in Form einer uni-axialen oder isostatischen Pressung vorsehen, sind die Span-Pulver-Gemische aufgrund ihrer stark erhöhten Klopfdichte gegenüber den separierten Spänen gut geeignet, um dichte Proben herzustellen. Die Probendichten werden beeinflusst durch die Mischungsverhältnisse der Span-Pulver-Gemische. Dies liegt zum einen in der Packungsdichte begründet, die sphärische Pulver innerhalb der Spangemische

erzielen können, und zum anderen in der Schüttdichte der sphärischen Pulver [133, 135]. So können die sphärischen Pulver bei einer losen Spanschüttung in entstehende Zwischenräume eindringen und so die Probendichte stark erhöhen [210, 284, 286]. Eine große Menge an metallischem Pulver vermischt mit geringen Mengen an Schleifspänen zeigt eine hohe Schüttdichte. Diese liegt aufgrund der großen Mengen an Metallpulver in der Schüttung nahe den charakteristischen PM-Kenngrößen der Metallpulver (siehe Kap. 4.2.3 und 4.2.2). Für eine Erhöhung der Schütt- und Klopfdicke ist neben der Form und Größe der Schleifspäne auch die Größe der gasverdünsten Pulver ausschlaggebend. Bei feinen Pulvern lassen sich weitere Steigerungen der Schütt- und Klopfdicke vermuten, da die Packungsdichte bzw. die Platzierung von kleineren sphärischen Partikeln in den Zwischenräumen der Pulverschüttungen verstärkt stattfinden kann.

Die Fließfähigkeit und die Möglichkeit zur generativen Fertigung durch die schichtweise Pulveraufbringung wird durch eine Vermischung mit dem metallischen Pulver ab einem Mischungsverhältnis von 50 : 50 ermöglicht. Es ergibt sich eine Verbesserung der Fließfähigkeit bei einer Erhöhung des Mischungsverhältnisses mit gasverdüstem Metallpulver (Tab. 22). Dies liegt unter anderem an der Füllung der Zwischenräume durch die Beimischung der gasverdünsten Pulver. Ab einem kritischen Mischungsverhältnis ist das sphärische Metallpulver als Hauptkomponente anzusehen. Somit bestimmen die Eigenschaften dieser Hauptkomponente die Fließfähigkeit. Dies kann beispielsweise durch die Abschirmung von Spanpartikeln durch die sphärischen Pulver entstehen. Die maximal erzielbare Fließfähigkeit wird dabei durch das reine gasverdüστε Metallpulver vorgegeben (siehe Kap. 4.2.2). Die Metallpulver weisen einen Widerstand gegenüber der Schubspannung innerhalb einer Pulverschüttungen auf, bis diese einen maximalen Wert überschreiten und die Pulverschüttung bzw. das Gemisch anfängt zu fließen. Der Widerstand gegenüber der Schubspannung wird durch die Reibungs- und Kohäsionskräfte zwischen den Pulverpartikeln bzw. den Span-Pulver-Gemischen hervorgerufen [133, 135, 304]. Die auf den Spanpartikeln anhaftenden Verunreinigungen aus KSS-Rückständen und Bindermaterial der Schleifscheibe erweisen sich ebenfalls als Widerstände gegenüber der Schubspannung. Die gasverdünsten Pulver zählen aufgrund ihrer Größenverteilung nicht als ideal plastisches Schüttgutt, da sie keine Kompressibilität aufweisen. Das kann ebenso an den erzielten Hausner-Faktoren bzw. den Carr-Indizes festgemacht werden (Abb. 82 und 83). Bei einer Inkompressibilität wären hier Hausner-Faktoren von 1 bzw. Carr-Indizes von 100 gegeben. Dies würde wiederum in einer schlechteren Fließfähigkeit resultieren [304]. Neben der erzielbaren Fließfähigkeit kann durch eine Vermischung mit gasverdüstem Pulver die chemische Zusammensetzung gezielt verändert werden (siehe Kap. 4.2.3). Der KAS X220CrVMo13-4 ist mit einem C-Gehalt von 2,2 Ma.-% für die Vermischung mit den separierten Schleifspänen (C-Gehalt von 2,71 Ma.-%) geeignet, um so den globalen C-Gehalt abzusenken, führt jedoch bei einer Vermischung mit den thermisch gereinigten Schleifspänen (C-Gehalt von 1,72 Ma.-%) zu einer Erhöhung des C-Gehaltes (Tab. 18). Die Vermi-

schung der separierten bzw. thermisch gereinigten Schleifspäne mit dem KAS-Pulver bewirkt eine Erhöhung des V-Gehaltes. Dies lässt bei der Weiterverarbeitung eine Erhöhung der Phasenmenge an stark V angereicherten Monokarbid (MC) vermuten. Der erhöhte V-Anteil hat ebenfalls einen Einfluss auf die Prozessierung und das Aufschmelzverhalten der Legierung [305, 306].

Für die Verarbeitbarkeit im definierten teilflüssigen Bereich von 20 Vol.-% bis 40 Vol.-% (SLPS-Prozess) zeigen sich deutlich schmalere Sintertemperatur-Fenster. Auch bei der Verarbeitung mittels anderer PM-Fertigungsrouten wirkt sich die abgeänderte chemische Zusammensetzung auf die Prozessführung aus. Bei einer Vermischung mit dem KAS-Pulver kann die Flüssigphasenbildung aufgrund des C-Gehaltes so weit absinken, dass die Temperatur innerhalb des Prozesses angepasst werden muss [306]. Eine gleiche Prozesstemperatur kann zu einem lokalen Aufschmelzen des Werkstoffs führen und die Prozessierung sowie nachgeschaltete Entnahme der Proben erschweren. Ein Beispiel hierfür ist der FAST/SPS-Prozess, bei dem ein lokales Aufschmelzen des Werkstoffs eine zerstörungsfreie Entnahme der Probe aus dem Presswerkzeug verhindert (Abb. 135). Der hohe C-Gehalt führt zu einem steileren Anstieg der Bildung der Flüssigphase und daher zu einer Eingrenzung des Sinterfensters auf ca. 10 K, als auch zu einer allgemeinen Absenkung der Solidustemperatur der Span-Pulver-Gemische (Abb. 89) (siehe Kap. 4.3). Es ist bekannt, dass diese bei steigendem C-Gehalt sinkt. Die innerhalb der verschiedenen Prozesse herrschenden Atmosphärendrücke haben einen geringen Einfluss auf die Solidustemperatur. So reduziert eine Prozessdrucksteigerung auf 150 MPa, wie sie bei einem HIP-Prozess durchgeführt wird, die Solidustemperatur um ca. 5 K (Abb. 90) (siehe Kap. 4.3).

Die aufgezeigte Vermischung von zwei pulverförmigen bzw. span- und pulverförmigen Werkstoffen erzielt keine globale chemische Zusammensetzung. Die Pulverpartikel der einzelnen Legierungen haben weiterhin ihr eigenes Schmelzintervall mit bestimmbarer Solidustemperatur. Erst bei einer kompletten Aufschmelzung beider Partikel und einer Erstarrung ergeben sich globale chemische Zusammensetzungen. Diese wiederum können je nach Erstarrung ebenfalls stark veränderte lokale chemische Zusammensetzungen aufweisen. Eine Pulverschüttung aus zwei verschiedenen Pulvern bzw. Span-Pulver-Gemischen kann daher wie ein Legierungssystem mit starken Seigerungen an LE in den verschiedenen Pulverpartikeln angesehen werden. Diese Annahme ermöglicht es, die thermodynamischen Berechnungen durchzuführen und gibt die Realität ausreichend genau wider.

32CrMoV12-28

Für eine Angleichung der chemischen Zusammensetzung der Späne an den Ausgangswerkstoff X153CrMoV12 wird eine Vermischung mit einem kohlenstoffärmeren Legierungssystem durchgeführt. Die Vermischungen weisen gegenüber dem Span-Pulver-Gemisch aus X220CrVMo13-4 geringfügig

schlechtere Homogenitäten und größere Mischungsfehler auf. Aufgrund der händischen Vermischung und der deutlich geringeren Pulvergröße kommt es zu Anhäufungen des Pulverwerkstoffs im Span-Pulver-Gemisch (siehe Kap. 4.2.3) [133, 134]. Eine Fließfähigkeit ist ab einem Mischungsverhältnis von 50 : 50 messbar. Ein großer Unterschied liegt bei der anfallenden Größenverteilung des gasverdünsten Pulvers. Es handelt sich hierbei um Restprodukte der Gasverdüsung eines WAS-Pulvers des Werkstoffs 32CrMoV12-28. Der Abfallstoff dieser Gasverdüsung weist eine Größe von $<45\ \mu\text{m}$ auf. Eine Vermischung dieses Pulvers mit den separierten Schleifspänen führt zu einer Auffüllung der durch die Verhakungen und Agglomeratbildungen der Späne gebildeten Zwischenräume [210, 284, 286]. Hier zeigen die Pulver und Span-Pulver-Gemische ein Verhalten von kohäsiven Schüttgütern auf. Das heißt, dass ab einer gewissen Schubspannung die Schüttgüter eine Fließfähigkeit aufweisen. Die Höhe der notwendigen Schubspannung für eine erzielbare Fließfähigkeit ergibt sich aus den Kohäsionskräften zwischen den Spänen bzw. den Pulverpartikeln und den Reibungskräften. Aufgrund der geringen Spannweite der Größenverteilung bzw. der nahe beieinander liegenden Größen des gasverdünsten Pulvers, weist dieses eine hohe Inkompressibilität auf sowie Eigenschaften, die angenähert an einem idealen plastischen Schüttgut liegen. Diese Pulver besitzen im reinen Zustand hohe Kohäsionskräfte und eine geringere Fließfähigkeit als das gasverdünste KAS-Pulver mit einer breiteren Größenverteilung (Abb. 71) [304]. Dieser Trend ist anhand des Hausnerfaktors bzw. des Carr-Indexes zu erkennen (Abb. 82 und 83). Hierbei zeigt sich, dass das Restpulver der Gasverdüsung des WAS einen geringen Hausner-Faktor und einen hohen Carr-Index aufweist (Kapitel 2.6.2).

Neben der Erzielung einer Fließfähigkeit kann die Vermischung mit diesem kohlenstoffärmeren Legierungssystem dazu führen, die chemische Zusammensetzung gezielt anzupassen. Dabei werden die C-Gehalte durch die Verwendung des WAS 32CrMoV12-28 je nach Mischungsverhältnis stark herabgesenkt. Da es sich jedoch um die Vermischung von zwei Pulverwerkstoffen handelt, ist eine globale chemische Zusammensetzung vor einer Umschmelzung nicht zu erreichen. Es ergeben sich Pseudo-Legierungen, die eine globale chemische Zusammensetzung haben, welche für die weiteren Berechnungen und Abschätzungen herangezogen werden. Die chemischen Zusammensetzungen, insbesondere der C-Gehalt, führen dazu, dass das Aufschmelzverhalten der Span-Pulver-Gemische hin zu hohen Temperaturen verschoben wird (Abb. 92) [306]. Diese Verschiebung ermöglicht es je nach Mischungsverhältnis nicht mehr, die Legierungssysteme im Labormaßstab im teilflüssigen Bereich zu verarbeiten, da die maximale Prozesstemperatur der Laboröfen überschritten wird. Das Sinterfenster des SLPS-Prozesses mit einem Flüssigphasengehalt von 20 Vol.-% bis 40 Vol.-% bei einem Mischungsverhältnis von 50 : 50 liegt bei $1340\ ^\circ\text{C}$ bis $1380\ ^\circ\text{C}$ und somit höher als die Verarbeitungsgrenze. Bei einer Verarbeitung ergibt sich eine unzureichende Verdichtung, da es nicht zu einem viskosen Fließen des Werkstoffs aufgrund der vorliegenden ausreichend großen Mengen an teilflüssigen Phasen bzw. der Ausbildung von Flüssigphasennetzwerken kommt [152, 188, 294]. Andere eingesetzte PM-Verfahren

sind von dieser Vermischung und den sich ausbildenden Phasen nicht in dem Ausmaß betroffen. Somit lassen sich beispielsweise mit dem FAST/SPS-Prozess bereits nach der Charakterisierung der Vermischung dichte Proben vermuten [198, 200, 201]. Die berechneten Aufschmelzverhalten der Span-Pulver-Gemische spielen für die generative Fertigung eine untergeordnete Rolle, da durch den eingesetzten Laser eine so hohe Energieeinspeisung stattfindet, dass der Werkstoff deutlich über der Liquidustemperatur temperiert und prozessiert wird [167, 210, 220, 221].

Im Hinblick auf eine Kreislaufwirtschaft und eine möglichst energie- und ressourceneffiziente Produktion weist die Verwendung eines weiteren Abfallstoffs als Sekundärrohstoff eine große Bedeutung auf. Somit werden nicht nur die Schleifspäne für eine generative Fertigung nutzbar gemacht (Upcycling), sondern auch die energie- und kostenintensive Gasverdüsung weist eine höhere Ressourcenausnutzung auf [133, 177, 187]. Indem die Restpulverbestandteile, die konventionell einer Wiedereinschmelzung zugeführt werden, in der bestehenden Form weiterverwendet werden können, wird also ein weiterer zweiter Stoffkreislauf geschlossen [143, 307]. Es bildet sich hierdurch ein Synergieeffekt aus der Verwertung von zwei unterschiedlichen Abfallprodukten zu einem neuen Upcyclingrohstoff, der Einsparungspotenziale und Substituierungsmöglichkeiten von herkömmlichem und konventionellem Metallpulver aufweist. Die Verwendung des gasverdüsterten KAS-Pulvers weist in einem geringeren Maße auch diese Vorteile auf. Dabei reduziert sich die eingesetzte Ressourcenmenge bei einer Mischung von 50 : 50 bei einem KAS-Pulver auf ca. 50 Ma.-%.

5.6 Prozessierung der separierten und aufbereiteten Schleifspäne mittels ausgewählten PM- und AM-Verfahren

Für die Prozessierung der analysierten Schleifspäne und Gemische wird neben den PM- und AM-Verfahren auch auf Umschmelzverfahren eingegangen. Die Eigenschaften der gefertigten Proben sind neben den Verfahren auch von den Prozessparametern und eingesetzten Mischungsverhältnissen der Span-Pulver-Gemische abhängig. Es findet daher ein Vergleich der Prozessierungseigenschaften der Schleifspäne und Span-Pulver-Gemische, sowie ein Vergleich der Eigenschaften gefertigter Proben mit aus der Literatur bekannten Eigenschaften aus gasverdüsterten Pulvern statt. Für eine detaillierte Analyse sind die Vor- und Nachteile der einzelnen Verfahren graphisch dargestellt (Abb. 167). Es wird auf die Kriterien der Bauteilkomplexität, der Prozessierung, der Probendichte, der Feinkörnigkeit der Gefüge, der Werkstoffausnutzung, des Energieaufwands, des notwendigen Postprocessings, und der erwarteten Bauteilqualität eingegangen und qualitativ bewertet. Die Umschmelzverfahren weisen die höchsten Probendichten und geringsten Anforderungen an die Prozessierung auf. Weiterhin kann durch die Verfahren eine hohe Werkstoffausnutzung erzielt werden. Das Fertigungsverfahren des SLPS

bietet eine einfache Prozessierung des Startmaterials und eine hohe Werkstoffausnutzung. Der Energieaufwand ist aufgrund der Erwärmung des Materials in einen teilflüssigen Bereich als geringfügig niedriger als beim Umschmelzen anzusehen. Die HIP-Weiterverarbeitung ermöglicht hohe Probendichten bei einer, im Vergleich zu den anderen Fertigungsverfahren, komplexeren Prozessierung. Die Ein- und Entkapselung des Startmaterials stellt für das notwendige Postprocessing eine Herausforderung dar. Das FAST/SPS weist mit der geringen Prozesszeit einen geringen Energieaufwand auf. Darüber hinaus ergibt sich eine geringfügig niedrigere Probendichte. Das generative Fertigungsverfahren des PBF-LB/M ermöglicht die Fertigung komplexer Bauteilgeometrien bei einer hohen Bauteilqualität. Die Erzeugung eines Schmelzbades mithilfe eines Lasers bewirkt jedoch einen hohen Energieaufwand bei feinkörnigem Gefüge.

5.6.1 Umschmelzen

Aus der Prozessierung der separierten Schleifspäne mittels Umschmelzverfahren ergeben sich große Herausforderungen (Kap. 4.4.1). Die stark vergrößerte Oberfläche der Schleifspäne bzw. die hohe Anzahl an Schleifspanpartikeln erschwert die induktive Aufschmelzung. Dies liegt in der Einbringung der Temperaturerhöhung in die Spanschüttung begründet. Innerhalb eines Induktionsofens wird eine Spule mit Wechselstrom beaufschlagt, was die Entstehung eines wechselnden Magnetfelds bewirkt. Dieses Magnetfeld erzeugt Wirbelströme im elektrisch leitenden aufzuschmelzenden Material [308]. Durch den spezifischen elektrischen Widerstand werden diese Wirbelströme in Wärme überführt. Da die Spanpartikel viele kleinere Kontaktstellen aufweisen ist die elektrische Leitfähigkeit einer Pulver- bzw. Spanschüttung eingeschränkt. Weiterhin weisen die Schleifspäne Oxidschichten auf (Abb. 59), die ebenfalls als Passivierungsschichten innerhalb der elektrischen Leitfähigkeit verstanden werden können [133, 271]. Eine mögliche Alternative für die Aufschmelzung ist die Verbesserung der elektrischen Leitfähigkeit mit Graphitpulver. Das Graphit reduziert die Oxidschichten auf den Schleifspänen und bewirkt auf diese Weise eine Verbesserung der elektrischen Leitfähigkeit und eine Abnahme des elektrischen Widerstandes. Somit können oftmals nicht induktiv erwärmbare Pulverschüttungen durch einen Zusatz von Graphitpulver erwärmt und umgeschmolzen werden [295–297]. Da die Schleifspäne in diesem Fall aufgrund der KSS-Rückstände und der Restabrasive des Typs SiC bereits eine hohe Anreicherung an Kohlenstoff haben, wird von der Zugabe einer weiteren C-Quelle in Form von Graphitpulver abgesehen. Eine andere Alternative für die umschmelzende Verarbeitung der Schleifspäne ist eine Vorsinterung der Späne zu einem Bulkmaterial. Dieses kann anschließend als Grundkörper dienen, der induktiv erschmolzen wird. So wird die elektrische Leitfähigkeit stark erhöht und die Oxide werden bereits bei der Sinterung aufgebrochen, sodass sie nicht als Passivierung innerhalb des Umschmelzprozesses vorliegen. Weitere lose Schleifspäne können daraufhin in die Schmelze eingeführt werden. Eine

Umschmelzung der Späne kann über zunächst aufschmelzende Bulkmaterialien aus X153CrMoV12 und einer anschließenden Chargierung der Späne in die Schmelze durchgeführt werden. Beide Verfahren bedienen sich dabei einer Aufschmelzung von Bulkmaterial als Grundkörper und Quelle einer Grundschieme. Die Umschmelzversuche werden jedoch für die direkte Rezyklierung der Schleifspäne nicht weiter verfolgt.

Die resultierenden Herausforderungen bei der Verarbeitung von Schleifspänen mittels Umschmelzversuchen verändern sich mit der Variation der verwendeten Schleifschlämme. Hierbei entscheidend sind die geometrischen Eigenschaften (Form und Größe), die chemische Zusammensetzung und die elektrische Leitfähigkeit bzw. Magnetisierbarkeit der Späne. Daher kann eine pauschale Aussage über die Verarbeitung von Schleifspänen mittels Umschmelzverfahren nicht getroffen werden. Für die vorliegenden Schleifspäne aus einem stark kohlenstoffangereicherten X153CrMoV12 kann von einer Einsatzmöglichkeit dieses Verfahrens jedoch Abstand genommen werden.

5.6.2 Supersolidus Flüssigphasensintern

Das Supersolidus Flüssigphasensintern wird oftmals für Sinter-Cladding-Prozesse und Beschichtungsprozesse mit einem bereits bestehenden Grundkörper genutzt (siehe Kap. 2.8.1). Eine andere Verwendung des Verfahrens stellt die hier verwendete Herstellung vollständiger Probenkörper dar. Diese Verwendung beruht auf einer losen bzw. leicht verdichteten Werkstoffschüttung. Somit ist für eine Prozessierung mit dem Verfahren des SLPS unter anderem die Schüttdichte des Werkstoffs ausschlaggebend. Darüber hinaus ist eine Verarbeitung des Werkstoffs in einem Bereich von 20 Vol.-% bis 40 Vol.-% an Flüssigphase für ein viskoses Fließen und für eine optimale Kompaktierung der Werkstoffschüttung zu einer dichten Probe obligatorisch [151, 152, 188, 294]. Die separierten Schleifspäne weisen sowohl eine geringe Schüttdichte als auch ein kleines Sintertemperaturfenster bei einer Flüssigphasenmenge von 20 Vol.-% bis 40 Vol.-% auf (Abb. 84). Die geringe Schüttdichte und die prozentuale Dichtesteigerung bei der Klopfdichte, die sich in dem Hausnerfaktor widerspiegelt (Abb. 82), begründen die hohen Schwindungen während des SLPS-Prozesses bei den prozessierten Schleifspänen (Abb. 95 und 97). Die aufbereiteten Schleifspäne und Span-Pulver-Gemische mit einer höheren Schüttdichte bzw. einem geringeren Hausner-Faktor zeigen deutlich geringere Schwindungen. Bei der Verarbeitung dieser Werkstoffe und Ausgangsmaterialien ist neben der geringeren Schwindung auch eine deutlich höhere Formtreue zu erkennen. Diese liegt in der geringeren unkontrolliert ablaufenden Schwindung begründet. Bei einer starken Schwindung folgt somit auch ein höherer Verlust an Formtreue [210, 233, 284, 286]. Bei einem Vergleich der Schwindung und Formtreue mit konventionellem Ausgangswerkstoff in Form von gasverdüstem Pulver, unabhängig der Eingruppierung des Werkstoffs in KAS oder WAS, liegt diese bei geringeren Werten. Es finden bei der Verarbeitung der KAS-Pulver nur minimale

Schwindungen und Formverluste hinsichtlich der gefertigten Probe statt. Dies kann ebenfalls durch die ohnehin hohen Schüttdichten und im geringen Hausnerfaktor begründet werden (siehe Kap. 4.2.3). Die Verarbeitung der WAS-Pulver mit den technisch realisierbaren Prozesstemperaturen führt zu einer geringfügigen stofflichen Anbindung und Ausbildung eines Probengefüges, da die erforderlichen Flüssigphasenmengen nicht erreicht werden.

Die Entformbarkeit stellt aufgrund der losen Werkstoffschüttung in Keramikschieffchen für diese Art von PM-Prozessführung keine Herausforderung dar. Die Keramikschieffchen gehen bei den verwendeten Prozesstemperaturen, aufgrund der deutlich höheren Schmelztemperaturen (2072 °C) der Aluminiumoxid-Keramik, keine stofflichen Verbindungen mit dem Werkstoff ein und behindern die Entformung der gefertigten Proben nicht [309, 310].

Es ergeben sich starke Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung der Proben bzw. Ausgangsmaterialien. Die separierten Schleifspäne zeigen mit einem stark erhöhten C-Gehalt eine Verringerung der benötigten Sintertemperatur für eine angestrebte Flüssigphasenmenge von 20 Vol.-% bis 40 Vol.-% und eine deutliche Reduzierung des Temperaturfensters, welches nach thermodynamischen Berechnungen zu einer Bildung dieser Flüssigphasenmengen führt (Abb. 84). Die steileren Flüssigphasenanstiege und daher kleineren Temperaturfenster führen zu einer unsicheren Prozessierung [137, 189, 294]. Bei einem Sinterfenster von 10 K ergeben sich mögliche Faktoren, wie ein Offset der Temperaturregelung oder Schwankungen in der Temperaturregelung des Sinterofens, zu einer Unter- bzw. Überschreitung dieses Sinterfensters. Daher ist ein minimales Sinterfenster von ca. 30 K für eine definierte Prozessführung anzustreben [153]. Eine davon abgeleitete Herausforderung besteht in der unzureichenden Aufschmelzung und Bildung einer zu geringen Menge an Flüssigphase [152, 188, 294]. Durch eine zu geringe Menge an flüssiger Phase können sich keine Flüssigphasennetzwerke ausbilden und die Verdichtung aufgrund des viskosen Fließens fällt deutlich geringer aus [152, 153, 188]. Eine hohe Flüssigphase führt zu einer Kornvergrößerung und zu einer Ostwald-Reifung des Gefüges. Dies hat zur Folge, dass sich für den SLPS-Prozess eine zu hohe Phasenmenge an Flüssigphase bildet, die eine veränderte Kompaktierung der Werkstoffschüttung bewirkt. Die Veränderung der chemischen Zusammensetzung bei einer thermischen Reinigung der Späne führt neben veränderter Gefügeausbildungen sowohl zu einer Verschiebung des Sinterfensters zu höheren Temperaturen als auch zu einer Verbreiterung des Sinterfensters. Eine Prozessierung dieser Werkstoffe innerhalb des Flüssigphasenmengengehalts von 20 Vol.-% bis 40 Vol.-% ist daher auch bei Einflüssen auf die Temperatursteuerung der Laboröfen deutlich definierter. Es kann für die Verarbeitung mittels SLPS festgehalten werden, dass ein geringerer C-Gehalt zu einer Verbesserung bzw. präziseren Verarbeitung durch eine Verbreiterung des Sinterfensters führt. Die Verarbeitung im Labormaßstab ist jedoch an einen minimalen C-Gehalt geknüpft. Es ergeben sich bei den Mischungen mit dem WAS-Pulver Sinterfenster, die über den zu regelnden Temperaturen in den verwendeten Sinteröfen liegen. Bei einer Verarbeitung der Span-Pulver-Gemische

ergeben sich aufgrund der unzureichenden Ausbildung von Flüssigphase und ausbleibenden Kompaktierung keine vollständig dichten Proben. Dies liegt im besonderen Maße an der Verschiebung des Sinterfensters zu höheren Temperaturen, die in der Prozessierung im Labormaßstab nicht mehr abgebildet werden können (Abb. 92) (siehe Kap. 4.3.2) [79, 305, 306].

Diese Probendichten fallen aufgrund der einwirkenden geringeren Schüttdichte der Schleifspäne im Vergleich zu konventionellen gasverdüsterten Pulvern, niedriger aus (Tab. 48). Bei einer Steigerung der Schüttdichte durch Aufbereitungen der separierten Pulver können auch die Sinterdichten gesteigert werden (Tab. 48). Diese liegen je nach Aufbereitung der Schleifspäne nur geringfügig unter denen der Prozessierung von konventionellen Metallpulvern [189, 294]. Hierbei sei auf die Herausforderung bei der Messung der Probendichte nach Archimedes bei offen-porösen Proben hingewiesen. Auch nach einer geeigneten Probenvorbereitung, wie sie aus der Literatur bekannt ist und bereits im Kapitel 3.5.4 beschrieben wurde, zeigen sich große Schwankungen der einzelnen Messungen (Tab. 48). Es zeigt sich bei den Span-Pulver-Gemischen aus separierten Schleifspänen und KAS-Pulver, dass Steigerungen der Sinterdichten erzielt werden könnten. Hierbei ausschlaggebend ist die Erhöhung der Schüttdichte durch die Vermischung mit KAS-Pulver. Der Einfluss einer zu hohen Sintertemperatur bzw. einer Ausbildung von mehr Flüssigphase als die in der Literatur beschriebenen 40 Vol.-% hat nur einen sehr geringen Einfluss auf die Probendichte. Dieser Wert ist experimentell bestimmt und kann für spezielle SLPS-Verfahren überstiegen werden. Nachteilig bei einem hohen Gehalt an Flüssigphase ist die Ostwald-Reifung und die Vergrößerung des Gefüges [79, 127]. Der Prozess ähnelt einem Flüssigphasensintern mit hohem Anteil an Flüssigphase [152, 153, 188]. Es ist bei den mikroskopischen und mechanischen Eigenschaften eine deutliche Veränderung dieser Proben zu erwarten, obwohl sie eine Probendichte ähnlich der einer gefertigten Probe aus reinem gasverdüstetem Pulver aufweisen (Tab. 48) [152, 210, 233]. Abhängig vom Einsatzgebiet haben die gefertigten Proben aus Schleifspänen bzw. Span-Pulver-Gemischen nach einer makroskopischen Eigenschaftsanalyse das Potenzial, gefertigte Proben aus konventionellem Pulver zu ersetzen. Diese Bewertung muss jedoch durch detaillierte mikroskopische und mechanische Eigenschaftsuntersuchungen bestätigt werden, die im späteren Verlauf dieses Kapitels betrachtet werden.

5.6.3 Heißisostatisches Pressen

Der HIP-Prozess der Schleifspäne und Span-Pulver-Gemische verursacht große Formverluste der HIP-Kapseln. Die Prozessierung gasverdüsteter Pulver weist nur geringfügige Formverluste auf (Abb. 123) [133, 135, 158]. Die Schwindung kann auf die erheblich geringere Schüttdichte der separierten Schleifspäne zurückgeführt werden. Die geringe Schüttdichte in Kombination mit einem hohen Hausner-Faktor bewirkt eine hohe Schwindung sowie einen Formverlust bei dem aufgebracht isostatischen

Pressdruck während des HIP-Prozesses. Dieser Einfluss der Schüttdichte bzw. des Hausner-Faktors auf die Schwindung der gefertigten Proben und auf die Formtreue der HIP-Kapsel lässt sich auch an den Span-Pulver-Gemischen deutlich erkennen. Diese weisen eine erhöhte Schüttdichte und einen reduzierten Hausner-Faktor im Vergleich zu den separierten Schleifspänen auf (Abb. 80 und 82). Dabei liegen die erzielten Werte immer noch weit unter denen gasverdünster Pulver [158, 159, 192]. Der Schwindung und dem Formverlust kann durch die Vorverpressung der Späne bei der Befüllung der HIP-Kapsel entgegengewirkt werden (Abb. 123 bzw. 124). Es zeigen sich geringere Schwindungen und eine höhere Formtreue zur Ausgangsform der HIP-Kapseln aufgrund einer höheren Startdichte und einer kompakteren Kapselfüllung vor der Einwirkung einer weiteren Verdichtung durch den isostatischen Pressdruck. Das Material weist bereits im Vorhinein ein geringeres Kompaktierungspotenzial auf.

Einen direkten Einfluss haben Schwindung und Formtreue auf die Entformbarkeit der Proben aus den HIP-Kapseln. Durch die nicht einheitliche Schwindung verformen sich die HIP-Kapseln während des Prozesses nicht gleichmäßig (Abb. 123 und 124). Eine mechanische Entkapselung durch beispielsweise eine Zerspanung ist daher sehr komplex. Neben der mechanischen Entkapselung, ist auch eine chemische Entkapselung durch eine gezielte Auflösung des HIP-Kapselmaterials nicht geeignet, da ein gezieltes Auflösen durch Ätzvorgänge auch die gefertigte HIP-Probe angreifen würde. Die Eignung des HIP-Prozesses für die Fertigung gesamter Bauteile aus separierten Schleifspänen bedarf einer umfangreichen Nachbearbeitung.

Die stark unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen der verarbeiteten separierten Schleifspäne und Span-Pulver-Gemische führen zu weniger Komplikationen als beispielsweise beim SLPS-Prozess. Das Material wird erhitzt, die eingestellte Temperatur liegt allerdings unterhalb der Solidustemperatur. Der durch den erhöhten C-Gehalt eingestellte steilere Anstieg der Flüssigphasenmenge hat keinen Einfluss auf den Verarbeitungsprozess. Die Prozesstemperaturen sind bei einem HIP-Prozess mit 1050 °C weit von der Solidustemperatur des X153CrMoV12 entfernt (Abb. 84) (siehe Kap. 4.3). Auch eine Erhöhung des C-Gehaltes bewirkt keine Absenkung der Solidustemperatur unterhalb von 1050 °C (Abb. 84) (siehe Kap. 4.3.1). Somit tritt bei der Prozesstemperatur des HIP-Prozesses keine Flüssigphase auf (siehe Kap. 2.8.2). Für die stark unterschiedliche chemische Zusammensetzung der separierten Schleifspäne und Span-Pulver-Gemische eignet sich als Upcyclingroute aufgrund seiner Prozesstemperatur der HIP-Prozess. Große Herausforderungen ergeben sich allerdings bei der Befüllung der HIP-Kapseln bzw. der Entkapselung der gefertigten Proben aufgrund der hohen Schwindung und des Formverlusts.

Die aus der Literatur bekannten mit gasverdünsten Pulvern erzielbaren Probendichten liegen beim HIP-Prozess bei nahezu 100 % (siehe Kapitel 2.8.2). Dabei werden zumeist sphärische Metallpulver eingesetzt. Diese haben eine hohe Schüttdichte. Bei einer Span-Schüttung mit geringerer Schüttdichte

in der HIP-Kapsel kommt es zu einer mechanischen Verdichtung aufgrund des isostatischen Pressdrucks bzw. der Überschreitung der Fließgrenze des Werkstoffs. Bedingt durch die geringere Schüttdichte ergibt sich eine geringere Anzahl an Kontaktpunkten der Spanpartikel untereinander [158, 192, 193]. Die Bereiche, in denen eine mechanische Verdichtung infolge einer Überschreitung der Fließgrenze eintreten kann, sind zunächst kleiner. Aufgrund der langen Haltezeiten während des HIP-Prozesses gleicht sich diese veränderte Prozessführung aus und bewirkt eine geringfügige Änderung bzw. Herabsetzung der Probendichte. Ein Vergleich der erreichbaren Probendichten auf Basis der Bildanalyse zeigt, dass eine höhere Restporosität in den Proben aus separierten Schleifspänen bzw. Span-Pulver-Gemischen vorhanden ist (Tab. 48). Eine mögliche Erklärung ist die schlechte Anbindung der Restabrasivpartikel an die metallische Matrix [309, 311, 312]. Dies führt zu einer geringeren Verdichtung bzw. zur Bildung von kleineren Poren in der Nähe der Restabrasivpartikel (Abb. 126). Der Vergleich mit gefertigten SLPS-Proben zeigt eine Steigerung der Probendichte. Die mikroskopischen und mechanischen Eigenschaften, die aufgrund der eingebundenen Restabrasive deutlich verändert gegenüber reinem gasverdüstem Pulver ausfallen, müssen für eine Bewertung der Eignung des HIP-Prozesses als Upcyclingroute für die Vewertung von separierten Schleifspänen noch analysiert werden.

5.6.4 Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern

Die Weiterverarbeitung der separierten Schleifspäne und Span-Pulver-Gemische mittels Feldunterstütztem Sintern bzw. Spark Plasma Sintern ist eine vielversprechende Methode für eine mögliche Upcyclingroute. Der Vergleich der Schwindung und Formtreue bei der Fertigung von runden Proben aus einer Pressmatrize zeigt, dass aufgrund der geringeren Schütt- und Klopfdichte der Schleifspäne gegenüber gasverdüstem Pulver eine höhere Schwindung zu detektieren ist. Die Prozessführung des FAST/SPS führt trotz dieser Schwindung zu einer formtreuen Probe. Die Schwindung ist in der Dicke festzustellen (Abb. 134 und 136). Die verwendeten Pressmatrizen haben einen geringen Durchmesser. Bei größeren Pressmatrizen kann von größeren Schwindungen ausgegangen werden [135, 136]. Neben den Schwindungen kann es beim Prozess zu einer Aufschmelzung des Werkstoffs aufgrund lokal höherer Temperaturen in der Spanschüttung kommen. Daraus resultiert eine stärkere Abnahme der Probendicke. Bei der Verwendung von Span-Pulver-Gemischen, die eine höhere Schütt- und Klopfdichte aufweisen, kann diese Art der Schwindung reduziert werden.

Die Wahl der Prozesstemperatur sowie lokal zwischen Pulverpartikeln auftretenden erhöhten Temperaturen, die nicht vollständig in-situ messbar sind, können zu einer erschwerten Entformung der Probe aus der Pressmatrize führen. Es kommt durch die Mischung der separierten Schleifspäne und gasverdüstem Pulver aus KAS und WAS zu unterschiedlichen globalen chemischen Zusammensetzungen, die das Aufschmelzverhalten der Span-Pulver-Gemische verändern (Abb. 89 und 94). Es kann zu einer

lokalen Aufschmelzung der Span-Pulver-Gemische in den Kontaktpunkten kommen. (4.3.1) [196–198]. Bei einer Aufschmelzung des Werkstoffs wird die flüssige Phase aufgrund des erhöhten Pressdrucks in die Kontaktflächen der Pressmatrize gedrückt. Bei der Wiedererstarrung des Werkstoffs kommt es zu einer stoffschlüssigen Verbindung zwischen Ober- und Unterteil der Pressmatrize. Die Öffnung und Entformung der Pressmatrize wird verhindert. Erst mithilfe von Trennverfahren können diese Proben entnommen werden. Dabei wird die Pressmatrize zerstört. Aus diesem Grund ist eine gezielte und reproduzierbare Reinheit und chemische Zusammensetzung der separierten Schleifspäne eine Grundvoraussetzung für eine stabile und prozesssichere Durchführung des FAST/SPS-Prozesses.

Die Probendichten sind im Vergleich zu gasverdünsten Pulvern leicht herabgesetzt (Tab. 48). Diese Ergebnisse sind ebenfalls, wie beim HIP-Prozess, auf kleinere sphärische Poren im Gefüge zurückzuführen, welche verstärkt in der Nähe von mechanisch eingebundenen Restabrasiven auftreten (Abb. 143). Die Porenbildung kann auf die komplexere Einbindung und das Anbindungsverhalten der Abrasivpartikel aus Edelmetall in der Matrix zurückgeführt werden. Die Probendichte wird bei der Prozessierung von Span-Pulver-Gemischen gesteigert, kann jedoch auch hier den Wert der reinen gasverdünsten Pulver aus der Literatur nicht erreichen [196].

Es lässt sich festhalten, dass das FAST/SPS-Verfahren ein hohes Potenzial für eine Upcyclingroute der Schleifspäne aufweist. Hierfür erforderlich sind gezielte und reproduzierbare Eigenschaften der separierten Schleifspäne. Bei diesen Grundvoraussetzungen weist das FAST/SPS-Verfahren einen erheblichen Mehrwert gegenüber dem HIP-Verfahren auf. Es können ähnliche Probendichten bei geringeren Prozesszeiten erzielt werden. Die Energieeffizienz eines FAST/SPS-Verfahrens gegenüber dem HIP-Verfahren kann stark ausgenutzt und für eine Weiterverarbeitung der separierten Schleifspäne angewendet werden [196, 199, 200, 202].

5.6.5 Selektives Laserschmelzen

Die additive Verarbeitung der separierten Schleifspäne erfolgt über eine Aufbringung der Pulverschüttung. Es ist eine Fließfähigkeit des aufzubringenden Werkstoffs notwendig. Dieser lässt sich über die bestimmten Hausner-Faktoren abschätzen und über die genormten Fließfähigkeitsbestimmungen ermitteln [313]. Dabei gilt, je kleiner der Faktor desto besser sind die Werkstoffe additiv verarbeitbar [304]. Die separierten Schleifspäne weisen, wie in Kapitel 4.2.2 bereits gezeigt, keine messbaren Fließfähigkeiten auf (Tab. 22). Für eine messbare Fließfähigkeit ist eine Vermischung mit gasverdünstem Pulver notwendig. Erst ab einem Mischungsverhältnis von 50:50 ist eine Fließfähigkeit erzielbar (Tab. 22). Bei der Prozessierung dieses Mischungsverhältnisses zeigen sich Herausforderungen aufgrund einer nicht gleichmäßigen und unterbrochenen Aufbringung der Pulverschichten. Ab einem Mischungsverhältnis von 30:70 ergibt sich die eingeschränkte Schichtausbildung nicht mehr. Die Prozessierung dieses

Gemisches in der PBF-LB/M-Anlage ist dabei identisch zu der von gasverdüsterten Pulvern. Es lassen sich keine Schwierigkeiten bei der Pulveraufbringung detektieren. Auch die geringere Schüttdichte des Pulvergemischs zeigt bei der Prozessierung das gleiche Verhalten wie gasverdüstertes Pulver. Anhand der Prozessierung ist die Verarbeitbarkeit von Span-Pulver-Gemischen, also dem Upcycling von einer gewissen Menge an separierten Schleifspänen innerhalb der additiven Fertigung und die anteilige Substituierung von gasverdüstertem Pulver in der additiven Fertigung, als sehr praktikabel anzusehen.

Die unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen innerhalb der separierten Schleifspäne bzw. der Span-Pulver-Gemische führen, anders als beim Verfahren des SLPS, zu keinen Schwierigkeiten, da die Belichtung der Span-Pulver-Schüttung mit dem Laser für eine vollständige lokale Aufschmelzung des Werkstoffs und zu der Bildung eines Schmelzbades führt [206, 210, 213]. Ausschlaggebend ist hier eine ausreichend hohe Energieeinbringung durch den Laser, welche durch die Belichtungszeit des Lasers gesteuert werden kann [214, 215]. Diese führt zur Aufschmelzung der Pulverschüttung sowie zur Aufschmelzung nebenstehender und darunter liegender erstarrter Linienstrukturen. Ein Unterschied in der Prozessierung zwischen Span-Pulver-Gemischen und einem gasverdüsterten Pulver stellen die im Gemisch enthaltenen Restabrasivpartikel dar. Während SiC-Partikel in einem vorliegenden Schmelzbad ebenfalls in Lösung gehen und die messbaren Gehalte an LE von Si und C in der gesamten Probe erhöhen, verbleiben die Korund-Partikel aufgrund der deutlich höheren Schmelztemperatur der Partikel als Feststoffpartikel im Schmelzbad [309, 311, 312]. Die gewählte Belichtungszeit führt zu unterschiedlich schnellen Wiedererstattungen der Schmelze. Bei einer geringen Belichtungszeit haben die Korundpartikel nicht genügend Zeit, um im Schmelzbad aufzuschwimmen und bleiben an ihren ursprünglichen Orten, an denen sie bei der Wiedererstarrung in die metallische Matrix eingebunden werden (Abb. 157 und 162). Dabei ist die Anbindung der Korund-Partikel zu der metallischen Matrix deutlich verschlechtert [309, 311, 312]. Diese Partikel führen zu Poren- und Rissbildungen im Gefüge. Bei ausreichend hohen Belichtungszeiten können die Abrasivpartikel aus Korund ihren Platz im Schmelzbad verändern und bei einer hohen Belichtungszeit auf dem Schmelzbad aufschwimmen. Bei der Wiedererstarrung könnte sich somit eine reine metallische Matrix ohne nachweisbare Abrasivpartikel aus Korund und eine Schlackeschicht im oberen Bereich der Probe, in der die nicht aufgelösten Restabrasive aus Korund enthalten sind, ergeben [314]. Eine Belichtungszeit von 200 μs reicht für einen solchen Prozess nicht aus (Abb. 162). Daher sind die gemessenen Probendichten aufgrund der Porenbildung an eingebetteten Korundpartikeln im Vergleich zu gefertigten Proben aus reinem gasverdüstertem Pulver geringer (Tab. 48).

Dennoch kann das PBF-LB/M-Verfahren bei der Wahl von ausreichend langen Belichtungszeiten, zu reinen gefertigten Proben führen. Die Substituierungsmöglichkeit von gasverdüstertem Pulver mit separierten Schleifspänen ist bei einer anteiligen Substituierung anhand von makroskopischen Analysen gegeben. Die Eignung muss durch mikroskopische und mechanische Eigenschaftsanalysen für eine aus-

sagekräftige Bewertung bestätigt werden. Gerade die Neigung zu Rissbildungen bei hoch C-haltigen Werkstoffen muss in der mikroskopischen Analyse weiter untersucht werden.

5.7 Mikrostrukturelle Eigenschaften der mittels PM und AM gefertigten Proben

Die mittels unterschiedlicher Fertigungsverfahren hergestellten Proben aus separierten Schleifspänen und Span-Pulver-Gemischen wurden anhand ihrer mikroskopischen Eigenschaften bzw. Gefügeausbildungen analysiert. Die Ergebnisse werden mit den in der Literatur bekannten Werten von Proben aus gasverdüstem Pulver kritisch diskutiert. Auf Grundlage dieser Analysen soll eine Eignung der Fertigungsverfahren für die Recyclingroute abgeleitet werden.

5.7.1 Supersolidus Flüssigphasensintern

Die SLPS-Proben zeigen deutliche Unterschiede zwischen den genutzten Prozessparametern und den eingesetzten Ausgangswerkstoffen, wie separierten Schleifspänen oder Span-Pulver-Gemischen. Die Gefügeausbildung bei separierten Schleifspänen ist abhängig von der Abkühlung der Probe. Die Proben der verarbeiteten Schleifspäne, die eine Ofenabkühlung erfahren haben, weisen dabei ähnliche Gefügebestandteile auf. Die Korngrenzausscheidungen lassen sich in diesen Fällen den Karbiden des Typs M_7C_3 zuordnen. Durch die Analyse können in diesen Karbidtypen starke Anreicherungen an Cr festgestellt werden, was ebenfalls aufgrund von Literaturwerten auf den Typ M_7C_3 schließen lässt, da sich Cr verstärkt in dem Karbid dieser Stöchiometrie anordnet [79, 116, 306]. Die Übergangs- und Randbereiche direkt angrenzend an die Korngrenzkarbide, zeigen in beiden Fällen Verarmungen an den Gehalten karbidbildender Legierungselemente auf. Diese sind Cr, V, Mo. Die nadelige Struktur der Proben weist auf einen oberen Bainit hin. Die Aufnahme eines ZTU-Schaubilds für den Werkstoff der separierten Schleifspäne mit einem zum KAS X153CrMoV12 stark veränderten chemischen Zusammensetzung (siehe Tabelle 18) bestätigt diese Annahme (Abb. 115, 116, 117 und 118). [315] Dieses Bainit-Gefüge ist in Restaustenit eingelagert. Darüber hinaus bildet sich bei den Proben durch die langsame Abkühlungszeit von $t_{8/5}=9840$ s in der Ofenatmosphäre ein perlitisches Gefüge aus, welches in den lichtmikroskopischen Aufnahmen beider Prozesstemperaturen dunkel erscheint (Abb. 103 und 105). Dieses ist nach Bhadeshia durch eine Temperatur unterhalb der Bainit-Starttemperatur möglich, bei der sich Austenit in eine perlitische Struktur aus Ferrit und M_7C_3 -Karbiden zersetzt, wenn die Haltezeit lang genug ist. Aufgrund der langsamen Abkühlzeit ist diese Voraussetzung gegeben [316]. Das perlitische Gefüge weist sowohl lamellare als auch sphärische Ausscheidungen auf. Diese sind durch eine EDX-Analyse zu den Mischkarbiden des Typs M_7C_3 mit starken Cr-Anreicherungen sowie

Anreicherungen von V und Mo zu zählen (Tab. 49 und 50). Diese Legierungselemente reichern sich verstärkt in dem Typ M_7C_3 an. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen der Probe nach $1300\text{ }^\circ\text{C}$ lassen vermuten, dass sich hier größere Bereiche an RA bilden (Abb. 105). Daraus lässt sich schlussfolgern, dass sich durch die hohe Sintertemperatur die Löslichkeit des Austenitstabilisators Kohlenstoff im Austenit stark erhöht. Durch die Ätzung und Präparation werden sekundärausgeschiedene Karbide ausgetragen, die kleinere Fehlstellen im Gefüge hinterlassen haben (Abb. 103, 105 und 106) [316–318]. Die Probenausbildung zeigt, dass der im System enthaltene Kohlenstoffgehalt aus organischen Reststoffen auf den Spänen und Siliziumkarbid ausreicht, um die Oxidschichten auf den separierten Schleifspänen zu reduzieren und einen Sinterprozess zu ermöglichen. Neben den organischen Reststoffen des KSS, die als Kohlenstoff-Spender für die Oxidreduktionsprozesse unter Vakuumatmosphäre angesehen werden können ([133]), ergibt sich aus dem Gefügebild der separierten Schleifspäne ein weiterer Kohlenstoff-Spender. Die im Spangefüge vorliegenden $M_{23}C_6$ -Anlasskarbide lösen sich bei einer Temperaturerhöhung auf und erhöhen somit durch die Diffusion von Kohlenstoff in die Matrix den Kohlenstoffgehalt. Die Erhöhung des C-Anteils führt dazu, dass die carbothermische Reaktion der Oxidreduktion einen höheren C-Anteil zur Verfügung hat. Bevorzugt werden die KSS-Rückstände als Kohlenstoff-Spender für die Oxidreduktion genutzt, da der Kohlenstoff in der Matrix der Festphase gebunden ist. Hierdurch kommt es zu keiner Entkohlung der Matrix in den Randbereichen der Späne wie sie aus der Literatur bekannt ist. Dies wird durch die OES-Messung an einer umgeschmolzenen Probe aus separierten Spänen bestätigt, bei der ein erhöhter Kohlenstoffgehalt gemessen werden kann (Tab. 18) (siehe Kap. 4.4.2). Diese Erhöhung weist eine Aufkohlung der Probe durch die nach der Oxidreduktion überschüssig vorliegenden Kohlenstoffgehalte der separierten Schleifspäne auf [79].

Aus der Literatur ist bekannt, dass ein optimales SLPS-Sintergefüge aus vielen kleinen und dispers verteilten Karbiden besteht, welche in der metallischen Matrix eingebunden sind [137]. Es zeigt sich, dass die separierten Schleifspäne ein deutlich anderes Gefüge aufweisen als gasverdünnte Metallpulver. Anstelle einer dispersen Verteilung der ausgeschiedenen Karbide weisen die SLPS-Proben aus separierten Schleifspänen Korngrenzkarbide und größere, blockige Karbide auf. Die Matrix besteht aus globular und lamellar eingeformtem Perlit in der Nähe der Korngrenzausscheidungen sowie Karbiden mit M_7C_3 -Ausscheidungen, eingebunden in Restaustenit und oberem Bainit (Abb. 104) [79, 108, 112]. Die Gefüge der Proben weisen außerdem eingebettete Restabrasivpartikel auf. Diese können mithilfe von EDX-Punktanalysen aufgrund der starken Anreicherung an Aluminium als Rückstände der im Schleifprozess verwendeten Korund-Partikel (Al_2O_3) identifiziert werden (Tab. 49 und 50). Die Korundpartikel weisen einen so hohen Schmelzpunkt auf, dass sie während des Sinterprozesses nicht aufgelöst werden [309]. Es findet eine Gefügeausbildung um diese Abrasivpartikel statt. Aus der Literatur ist eine schlechtere Anbindung der Abrasivpartikel mit dem metallischen Gefüge bekannt [311, 312]. Es kommt an den Abrasivpartikeln verstärkt zu Anbindungsfehlern, wie Poren- und Rissbildung

(Abb. 103, 105 und 106) (siehe Kap. 4.4.2). Die ebenfalls im Schleifprozess verwendeten Siliziumkarbide sind innerhalb der Gefüge als Feststoffe nicht zu verorten. Es lassen sich größere Sphärolite innerhalb der metallischen Gefüge detektieren. Innerhalb dieser Sphärolite kommt es zu einer Anhäufung der Gehalte von Si und C. Dies lässt auf die Aufschmelzung der ehemals in der Pulverschüttung vorhandenen Siliziumkarbide (SiC) schließen. Die Schmelztemperatur von SiC weist mit 2730 °C einen hohen und deutlich von der Sintertemperatur entfernten Wert auf. Es ist aus der Literatur bekannt, dass SiC-Partikel in Verbindung mit Fe-Legierungen ein deutlich verändertes Aufschmelzverhalten aufweisen. Bei den Vergleichen der Sphärolite mit den aus der Literatur bekannten Bereichen der SiC-Auflösung kann eine identische Ausprägung identifiziert werden [319–323]. Die EDX-Analysen zeigen, dass der homogene Ausgleich der LE-Elemente in den Bereichen der aufgeschmolzenen SiC-Partikel nicht vollständig stattgefunden hat (Tab. 49 und 50).

Eine Aufbereitung der Schleifspäne mittels Kugelmahlen führt im analysierbaren Gefüge zu den identischen Gefügebestandteilen wie in den Proben mit separierten Schleifspänen. Hinzu kommen kleinere schwarze Bestandteile, die mit EDX-Punktanalysen als stark mit Kohlenstoff angereichert und somit als Graphitausscheidungen identifiziert werden können (Abb. 108, 109 und Tab. 52) [319–323]. Neben diesen Bereichen lassen sich in den Proben aus kugelmahlenen Schleifspänen größere Gebiete mit lamellaren und sphärischen Ausscheidungen aus M_7C_3 mit Cr, V und Mo identifizieren.

Bei einer Vermischung der separierten Schleifspäne mit gasverdüstetem Metallpulver eines KAS aus X220CVMo13-4 für eine Dichtesteigerung der Proben kommt es zu einer Aufschmelzung des Werkstoffs. Dies wird aufgrund der veränderten chemischen Zusammensetzung durch die Vermischung mit dem stark kohlenstoffangereicherten KAS-Pulver ermöglicht (Abb. 89 und 89) (siehe Kap. 4.3.2). Dadurch senkt sich die ideale Sintertemperatur, bei der sich eine Flüssigphase von bis zu 40 Vol.-% bildet, deutlich herab und es kommt bei einer Verarbeitung bei 1300 °C zu einer Aufschmelzung des Werkstoffs. Diese Annahme wird auch anhand der thermodynamischen Berechnung der Span-Pulvermischung mit einem Mischungsverhältnis von 50:50 bestätigt. Diese Berechnungen zeigen, dass statt 40 Vol.-% über 60 Vol.-% an Flüssigphase im Werkstoff enthalten ist (Abb. 89 und 89). Da der beschriebene Grenzwert von 40 Vol.-% Flüssigphase experimentell bestimmt ist, kann es bei speziellen SLPS-Verfahren zu einer vollständigen Kompaktierung bei höheren Flüssigphasenmengen kommen. Eine Herausforderung bei höheren Flüssigphasengehalten bildet jedoch die Ostwald-Reifung und die Vergrößerung der im Gefüge enthaltenen Körner [79, 127]. Der höhere Anteil an Flüssigphase führt darüber hinaus zu einer Ausbildung einer globularen Matrix, die von Eutektikum umgeben ist. Das Eutektikum kann mithilfe von EDX-Punktanalysen zu Mischkarbiden des Typs M_7C_3 , mit Anreicherungen von Cr, V und Mo, bestimmt werden (Tab. 53) [79, 287, 289]. In der globularen Matrix sind weitere kleinere Ausscheidungen enthalten, die einem perlitischen Gefüge zugeordnet werden können. Dabei bildet sich aufgrund der veränderten chemischen Zusammensetzung der Proben ein martensitisches

Gefüge aus, Dieses kann in Anlehnung an das gemessene ZTU-Diagramm bestätigt werden (Abb. 117). Die Anzahl der detektierbaren Restabrasive nimmt aufgrund der Vermischung mit reinem KAS-Pulver anteilig ab. Die charakterisierbaren Restabrasive lassen sich eindeutig den Korundpartikeln (Al_2O_3) zuordnen. Da in den Mischungen durch die Zugabe von separierten Schleifspänen Restpartikel der verwendeten SiC-Partikel Einzug erhalten, können die kohlenstoffangereicherten schwarzen Ausscheidungen als Graphit charakterisiert werden. Dabei bilden sich diese Graphit-Ausscheidungen aufgrund der Auflösung von SiC-Partikeln in Verbindung mit Fe-Legierungen. Die Graphit-Ausscheidungen können zu Kugelgraphit gezählt werden (Abb. 111 und 112) [319–323].

Die gefertigten Proben mit dem WAS-Pulver lassen sich aufgrund der thermodynamischen Berechnungen nicht mit dem SLPS-Verfahren im Labormaßstab verarbeiten. Da die Flüssigphasenbildung bei einem Mischungsverhältnis von separierten Schleifspänen zu WAS-Pulver von 50:50 bei einer Temperatur von $1300\text{ }^\circ\text{C}$ lediglich einem Flüssigphasenmengengehalt von 5 Vol.-% entspricht, finden die Kompaktierungs- und Verdichtungsprozesse innerhalb des SLPS-Prozesses nur unzureichend statt (Abb. 113 und 114) [152, 153, 188, 294]. Die ausgebildeten Gefüge weisen, neben großen, blockigen und kleineren Mischkarbiden des Typs M_7C_3 , große Porennetzwerke auf. Chemische Inhomogenitäten aufgrund der Verarbeitung unterschiedlicher Werkstoffgruppen (KAS-Späne und WAS-Pulver) können mittels EDX-Analysen nicht ausgemacht werden. Die stark unterschiedlichen Aufschmelzverhalten und die deutlich höhere Liquidustemperatur des WAS-Pulvers führen nicht zu einer Seigerungs- ausbildung der einzelnen Werkstoffe. Es lassen sich in allen SLPS-Gefügen Restabrasive aus Korund identifizieren, während die in dem Werkstoff enthaltenen SiC-Partikel in Verbindung mit den Fe-Legierungen in Lösungen gehen [309, 319–323]. Somit verändern die SiC-Partikel die lokale und globale chemische Zusammensetzung der gefertigten Proben. Die Korundpartikel innerhalb der metallischen Gefüge sind als Störstellen anzusehen. Von diesen Störstellen ausgehend starten die Poren- und Rissausbildungen. Die Abrasivpartikel weisen eine mechanische Verklammerung, ohne eine stoffliche Anbindung im Gefüge auf [309, 311, 312]. Die Abrasivpartikel brechen schnell aus und hinterlassen größere Defekte. Für eine bessere Anbindung gibt es in der Literatur die Möglichkeit die Hartpartikel zu beschichten und stoffliche Verbindungen zu schaffen [311, 312]. Die Hartpartikel werden beispielsweise in CVD-Prozessen beschichtet. Als Beschichtungsmaterial kommen TiN oder TiC zum Einsatz. Eine Möglichkeit wäre durch eine bessere An- und Einbindung der Hartpartikel in der metallischen Matrix, verschleißbeständige MMC zu bilden. Die Korundpartikel weisen hierfür hohe Schmelztemperaturen und Härten auf [309]. Für die Durchführung eines Beschichtungsverfahrens sollte die Auswirkung der Beschichtung der restlichen Schleifspäne mit TiN bzw. TiC-Schichten berücksichtigt werden, da eine Separierung und einzelne Beschichtung der Hartpartikel aus Korund nicht möglich ist.

5.7.2 Heißisostatisches Pressen

Das geHIPte Gefüge weist neben dem HIP-Kapselmaterial, welches aufgrund der ausgelassenen Entkapselung komplett um die eigentliche Probe angeordnet ist, in den Randbereichen der Probe nadelige Strukturen auf (Abb. 127 und 128). Diese können aufgrund einer raschen Abkühlung als Martensitstruktur charakterisiert werden [104, 108, 112, 118]. Die rasche Abkühlung führt in dem HIP-Kapselmaterial, welches aus dem Werkstoff C60 (Werkstoffnummer: 1.0601) gefertigt ist, zu einer martensitischen Gefügestruktur mit nadeligen Ausprägungen. Darüber hinaus sind Sphärolite innerhalb der nadeligen Struktur ausgebildet. Bei eine EDX-Analyse können diese als kugelige Graphitausscheidungen charakterisiert werden (Abb. 127 und 128) [79, 105, 128, 324]. Weiter im Probeninneren bilden sich sphärische Karbide des Typs M_7C_3 und globulare kleinere Körner. Innerhalb dieser Körner bildet sich sowohl ein ferritisches Gefüge als auch weitere nadelige Strukturen, die als Martensitnadeln in umgebendem Restaustenit identifiziert werden können (Abb. 127 und 128) [104, 108, 112, 118]. Die nadelige Struktur bildet sich aufgrund der raschen Abkühlung innerhalb des HIP-Prozesses. Der umgebende Restaustenit ergibt sich aufgrund der unzureichenden vollständigen Martensitbildung. Die M_f liegt dabei zu niedrig für die vollständige martensitische Umwandlung des Gefüges, sodass Restaustenit zwischen den Martensitnadeln verbleibt [104, 108, 112, 118]. Die Körner mit einem ferritischen Gefüge sind hingegen nach einer geringeren Abkühlgeschwindigkeit gebildet und finden sich im Inneren der HIP-Probe. Auch bei einer raschen Abkühlgeschwindigkeit gibt es einen Gradienten der Abkühlzeit über den Probenquerschnitt. Die Abkühlzeit am Randbereich der Probe ist hoch und führt zu martensitischen Gefügestrukturen. Der Probenkern weist längere Abkühlzeiten auf und bildet ein ferritisches Gefüge innerhalb kleinerer Körner, umgeben von sphärischen M_7C_3 -Karbiden, aus. Neben diesen Gefügebestandteilen sind über die gesamte Probe hinweg sphärisch angeordnete Poren und Abrasivpartikel zu erkennen (Abb. 128). Die Abrasivpartikel können mithilfe der EDX-Analyse eindeutig als Korundpartikel (Al_2O_3) identifiziert werden. Diese weisen mit ihrer hohen Schmelztemperatur keine Interaktionen mit den umgebenden metallischen Spänen bzw. dem metallischem Gefüge auf. Sie sind in das metallische Gefüge mechanisch eingebunden, zeigen jedoch keine stoffliche Anbindung. Die Schleifpartikel aus SiC hingegen sind durch die Verbindung mit Fe-Legierungen vollständig aufgeschmolzen [319–323]. Durch die lange Haltezeit von 4 h haben die Kohlenstoff- und Siliziumanteile die notwendige Zeit, sich homogen in der Probe zu verteilen. Somit erhöhen sich die globularen Gehalte als Si und C innerhalb der gesamten Probe (Tab. 63). Es bilden sich kugelige Graphitausbildungen (Abb. 129). Dies ist aus der Literatur bei der Verwendung von SiC-Partikel in Fe-Legierungen ebenfalls bekannt [324].

Die Restabrasivpartikel sind verstärkt als Quelle der ausgebildeten Poren zu erkennen. Die sphärischen Poren weisen eine stärkere Anhäufung in der Nähe der eingebetteten Abrasivpartikel auf. Darüber hin-

aus sind die Poren auf die geringen Schütt- und Klopfdichten der Schleifspäne zurückzuführen. Diese bewirken eine lockere Pulverschüttung in den HIP-Kapseln, die wiederum durch den isostatischen Druck zunächst kompaktiert werden muss. Die deutlich höheren Probendichten der gefertigten Proben aus gasverdüsterten Pulvern aus der Literatur sind zu einem gewissen Teil auf die bereits vorhandene hohe Pulverschüttdichten in der HIP-Kapsel zurückzuführen. Der Vergleich der Gefügebestandteile der gefertigten Proben mit aus der Literatur bekannten Gefügeausbildungen von Kaltarbeitsstählen, die mittels des HIP-Verfahrens verarbeitet werden, zeigt grundlegende Übereinstimmungen. Neben der ausbleibenden Porenausbildung und der deutlich höheren Probendichte, bestehen die Gefüge bei gasverdüsterten Pulvern aus kleinen Körnern mit dazwischen ausgebildeten sphärischen Ausscheidungen. Die globularen Körner weisen dabei überwiegend eine nadelige Struktur auf. Die ausgebildeten HIP-Gefüge sind bei separierten Schleifspänen mit denen der Proben aus gasverdüstertem Pulver vergleichbar. Die identifizierbaren Herausforderungen sind die im Gefüge eingebetteten Restabrasive sowie die ausgebildeten Poren.

Die Vorverpressung bei der Befüllung der HIP-Proben hat neben dem positiven Einfluss der Steigerung der Probendichte und der geringeren Anzahl und Größe der ausgebildeten Poren keinen weiteren Einfluss auf die Gefügeausbildung während des HIP-Prozesses (Abb. 129) (Tab. 48) (siehe Kap. 4.4.3). Bei einer Mischung der Schleifspäne mit gasverdüstertem KAS-Pulver aus X220CrVMo13-4 zeigen sich die gleichen Gefügebestandteile wie bei den separierten Schleifspänen. Die Vermischung mit dem gasverdüsterten Pulver in einem Mischungsverhältnis 50:50 führt zu einer Abnahme der Anzahl an Restabrasiven. Mit dieser Tatsache und der durch die Vermischung erhöhten Schütt- und Klopfdichte weisen die Gefüge geringere Anzahlen und Größen an Poren auf. Mit der Abnahme der eingebetteten Restabrasive, die mittels EDX-Analyse ebenfalls als Korundpartikel charakterisiert werden können, folgt eine Abnahme der Anzahl an ausgebildeten kugeligen Graphitausscheidungen. Die feinkörnigen Gefügeausbildungen, wie sie auch bei Proben aus reinem gasverdüstertem Pulver zu identifizieren sind, zeigen innerhalb der ausgebildeten Körner nadelige Martensitstrukturen. Dafür sind die Abkühlgeschwindigkeiten innerhalb des HIP-Prozesses verantwortlich. Es zeigt sich, dass die Martensitgefüge auch in den Körnern im Probeninneren zu finden sind.

Bei der Verwendung des HIP-Prozesses führen die eingeschränkten Schütt- und Klopfdichten bzw. die in den Spanschüttungen enthaltenen Abrasivpartikel ebenfalls zu größeren Herausforderungen. Diese zeigen sich sowohl in den Ausbildungen von größeren Poren im Gefüge als auch anhand von schlecht an- und eingebundenen Abrasivpartikeln aus Korund. Die Anbindung der Abrasivpartikel kann durch mögliche Beschichtungsverfahren der Hartpartikel aus Korund deutlich verbessert werden [311, 312]. Dabei werden TiN bzw. TiC-Schichten auf die Korundpartikel mithilfe des CVD-Prozesses aufgetragen, um so eine höhere Verschleißbeständigkeit mithilfe der Einbindung dieser Hartpartikel in dem Gefüge zu erzielen. Für eine Durchführung dieses Optimierungsschrittes und einer Weiterverarbeitung

mittels HIP werden die Beschichtungsverfahren bei den gesamten separierten Schleifspänen angewendet. Die Auswirkungen dieser Aufweitung der Beschichtungsverfahren über die Hartpartikel hinaus auf die gesamten Span-Abrasiv-Mischung müssen zunächst erprobt werden.

5.7.3 Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern

Dem FAST/SPS-Prozess wird aufgrund der Prozessführung und der erzielbaren Ergebnisse, bezogen auf die Dichte und Verarbeitbarkeit von gasverdünsten Pulvern, eine hohe Energie- und Ressourceneffizienz bei gleichzeitig sehr guten mikrostrukturellen und mechanischen Eigenschaften zugeschrieben [196–200, 202]. Diese Ergebnisse gilt es mit dem veränderten Ausgangswerkstoff der separierten Schleifspäne und den Span-Pulver-Gemischen aus beigemischtem KAS- und WAS-Pulver im gasverdünsten Zustand zu bestätigen.

Es bilden sich innerhalb der kurzen Prozesszeit Gefüge ähnlich dem eines HIP-Gefüges aus. Die metallische Matrix formt sich globular ein und es sind sphärische ($M_{23}C_6$) sowie teils größere blockige (M_7C_3) Karbide eingebettet. Die metallische Matrix weist ein ferritisches Gefüge auf. Die blockigen und sphärischen Karbide binden dabei so viel Kohlenstoff ab, dass das Ferritgefüge ohne weitere Ausscheidungen in der metallischen Matrix vorliegt. Neben den identifizierbaren Korundpartikeln, die in dem Gefüge eingebettet sind, lassen Sphärolite innerhalb der metallischen Matrix darauf schließen, dass in diesen Bereichen SiC-Partikel in Lösung gegangen sind. Die geringe Haltezeit der Prozesstemperatur verhindert eine Homogenisierung der LE Si und C, sodass diese Bereiche stark davon angereichert sind. Die ausgebildeten Poren sind ebenfalls deutlich in der Probe zu erkennen. Dabei sind die Poren meist sphärisch eingeformt und bilden keine größeren Netzwerke. Die Anzahl und Größe ist bei den verwendeten Prozesstemperaturvariationen am geringsten, was mit den messbaren Probendichten korreliert.

Die Prozessparameter werden auch für die Mischungen mit gasverdünstem KAS- bzw. WAS-Pulver in einem Mischungsverhältnis von 50:50 angewendet. Hier bilden sich während der kurzen Haltezeit auf Prozesstemperatur Gefüge ähnlich dem eines HIP-Gefüges aus (Abb. 146, 148, 147 und 149).

Um die eingebundenen Korundpartikel zeigen sich an den lichtmikroskopischen Aufnahmen Säume, die als stark angeätzte Bereiche in Kombination von Restabrasiven mit der metallischen umgebenden Matrix aufgefasst werden können (Abb. 146, 148, 147 und 149). Darüber hinaus zeigen sich durch das Ätzmittel auf den Abrasivpartikeln aus Korund unterschiedliche Strukturausbildungen.

Die ausgebildeten Poren sind meist sphärisch eingeformt, was aufgrund des herrschenden Pressdrucks begründet werden kann. Sie bilden keine größeren Netzwerke. Die Porenanzahl ist bei den vermischten Proben nochmals deutlich verringert (8 Vol.-%), was auf eine erhöhte Probendichte (97,32 Vol.-%)

schließen lässt. Dies liegt in der erhöhten Schütt- und Klopfdichte der Gemische begründet. Chemische Inhomogenitäten des ausgebildeten Gefüges sind für die Prozessierung der Span-Pulver-Gemische mit WAS-Pulver mittels EDX-Analysen nicht festgestellt worden. Es können auch bei den geringen Prozesszeiten keine Ausbildungen von Seigerungen der einzelnen Werkstoffe innerhalb des Gefüges ausgemacht werden.

Die Weiterverarbeitung der separierten Schleifspäne und Span-Pulver-Gemische mit dem FAST/SPS-Verfahren weist im Vergleich mit der Verarbeitung konventioneller gasverdünster Pulver große Herausforderungen durch die beinhalteten Restabrasive auf. Darüber hinaus bieten auch die Form und Größenverteilung, sowie die im Vergleich zu gasverdünsten PM-Pulvern deutlich geringeren Schütt- und Klopfdichten, erhebliche Risiken bei der Prozessierung des Werkstoffs zu dichten Proben. Prinzipiell können die separierten Schleifspäne mit einer gewissen Restporosität prozessiert werden. Die mechanischen Eigenschaften dieser Proben müssen in einem nachfolgenden Schritt charakterisiert werden. Eine Möglichkeit zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften der Verschleißbeständigkeit bieten beispielsweise CVD-Prozesse, in denen die Restabrasive beschichtet werden, sodass die Restabrasive eine gesteigerte Anbindung an das metallische Gefüge aufweisen und die signifikant höheren Härten der Restabrasive als Hartpartikel die Verschleißbeständigkeit der Proben verbessern.

5.7.4 Selektives Laserschmelzen

Bei einer Belichtungszeit von 90 μs zeigen die lichtmikroskopischen Aufnahmen der Probe deutliche Ausbildungen von Prozessierungsfehlern (Abb. 158 und 159). Neben den Balling-Effekten ergeben sich fehlerhafte Anbindungen einzelner Schichten und eine fehlerhafte Anbindung der Außen- an die Innenkontur (Abb. 157). Die Balling-Effekte lassen dabei auf eine unzureichende Aufschmelzung der darunterliegenden aufgebrachtten Schichten schließen. Durch die zu geringe Energieeinbringung, die in diesem Fall über die Belichtungszeit des Lasers variiert wird, kommt es zu einer Aufteilung des ausgebildeten Schmelzbades in mehrere Segmente. Die Segmente erstarren unterschiedlich schnell und voneinander losgelöst. Sie bilden aufgrund der maximalen Reduzierung der Oberflächenspannung kugelige Formen aus. Die identifizierbaren fehlerhaften Anbindungen einzelner Schichten untereinander können sowohl durch den unzureichenden Energieeintrag aufgrund der geringen Belichtungszeit des Lasers als auch durch eine inhomogene Pulverschichtaufbringung erklärt werden. Hinzu kommt die Behinderung der Schichtenanbindung durch die auf den Schleifspänen nachgewiesenen Oxidschichten (Kap. 4.2.2) [172, 271, 325, 326]. Die Anwesenheit der Oxidschichten auf den Schleifspänen führt zu einer sinkenden Benetzbarkeit des Schmelzbades und daraufhin zu Anbindungsfehlern [325, 327]. Es bilden sich aufgrund unzureichender Anbindung der einzelnen Schichten sogenannte Anbindungsfehler sowie

eine Vielzahl an Poren aus. Die gefertigte Außenkontur weist zum generativ ausgebildeten Probeninneren Anbindungsfehler auf. Diese entstehen aufgrund des Wechsels der Schichtaufbringung bzw. der Scanstrategie und können ebenso bei konventionellen PM-Werkstoffen festgestellt werden. Weiterhin verhindern Anbindungsfehler den Pulverauftrag in der nächsten Schicht, da sie eine rauere Oberfläche aufweisen. Daher ziehen sich die Anbindungsfehler meist über mehrere Schichten bzw. das ganze Bauteil [325, 326]. Ein weiterer detektierbarer Fehler ergibt sich bei einer Analyse der Seitenansichten. Es sind unterschiedliche Schmelzbadtiefen ((T_V)) bzw. variierende Ausbildungen von Schmelzraupen zu erkennen (Abb. 158). Auch dies ist ein Indiz für einen unzureichenden Energieeintrag durch die Belichtungszeit des Lasers und eine instabile Ausbildung des Schmelzbads [166, 209, 213]. Neben den detektierbaren Fehlern in der Probe weist sie für einen geringen Energieeintrag verglichen mit konventionellen gasverdünsten PM-Pulvern auch Bereiche auf, die auf eine gute Anbindung der Schichten und auf eine geringe Ausbildung von Gefügedefekten schließen lassen (Abb. 158 und 159). Außerdem sind in der gefertigten Probe Restabrasive zu ermitteln. Nach einer EDX-Analyse können diese Restabrasive eindeutig als Edelmetalle identifiziert werden, worauf die starken Anreicherungen dieser Partikel mit Al hinweisen [309, 311, 312]. Neben den Poren sind auch Mikrorisse zu erkennen (Abb. 159). Diese lassen sich aufgrund des erhöhten Kohlenstoffgehalts im Material erklären [236, 237, 239, 241]. Durch die erhöhten Gehalte an C im Material ergibt sich eine Absenkung der Martensitstarttemperatur. Diese führt zu einer späteren Martensitbildung bei der Prozessierung. Bei einer höheren Martensitstarttemperatur ergibt sich eine herabgesenkte Duktilität. Die Rissbildung während des Prozesses kann daher auf Kaltbrüche zurückgeführt werden [237, 238, 241]. Ein weiterer Rissmechanismus ist die Heißrissbildung. Da die Verarbeitung innerhalb einer Schutzgasatmosphäre von Argon stattfindet, wird die Heißrissbildung verringert. Es gibt zudem die Möglichkeit, die Substratplatte bzw. Grundplatte vorzuheizen, um so einen geringeren Temperaturgradienten innerhalb des Prozesses zu bilden, sodass geringere Eigenspannungen im Gefüge entstehen. Die Verarbeitbarkeit mittels selektivem Laserschmelzens kann, in Anlehnung an die Verschweißbarkeit durch das Kohlenstoffäquivalent bzw. das Schäfflerdiagramm, beschrieben werden [79, 306, 328]. Dabei ergibt sich im Vergleich zur Bewertung der Verschweißbarkeit eines Werkstoffs eine leichte Verschiebung der Kohlenstoffgehalte. Stähle mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,6 Ma.-% gelten in der Literatur für das selektive Laserschmelzen als weiterhin verarbeitbar. Die in dem Prozess vorliegenden Kohlenstoffgehalte liegen jedoch weit über diesen Werten. Daher wird auch mit dem Kohlenstoffäquivalent die Rissbildung innerhalb dieser Proben begründet [79, 328]. Darüber hinaus ergeben sich in der gefertigten Probe dendritische sowie zelluläre Strukturen (Abb. 159). Diese sind in Baurichtung angeordnet. Sie bilden sich aufgrund der hohen Erstarrungsrate bzw. des hohen Temperaturgradienten und bestehen durch die chemische Zusammensetzung aus den Gefügebestandteilen Martensit, Restaustenit sowie an den Dendritengrenzen durch Mikroseggregation aus Karbiden [204, 210, 213, 216]. Bedingt durch den hohen Temperatur-

gradienten ergibt sich in den zellularen und dendritischen Strukturen eine martensitische Matrix. In den interdendritischen Bereichen, die im SE-Kontrast als helle Stellen zu erkennen sind, kann der Restaustenit mit einer Anreicherung der schwereren LE wie Cr, Mo, V sowie C identifiziert werden. Aus der Literatur sind zwei verschiedene Ansätze zur Bildung dieser typischen PBF-LB/M-Gefüge bei einem höher kohlenstoffhaltigen Werkstoff bekannt. Es ist anzunehmen, dass beide Bildungsmechanismen zeitgleich stattfinden und das charakteristische Gefüge bilden [329–331]. Die Diffusions-Theorie beruht darauf, dass sich aufgrund der hohen Temperaturgradienten ein martensitisches Gefüge mit gleichzeitig vorhandenem Restaustenit bei einer gleichen chemischen Zusammensetzung bildet und anschließend bei geringeren Temperaturunterschieden eine Umverteilung des Kohlenstoffgehalts durch Diffusionsvorgänge stattfindet. Diese Umverteilung findet durch die Diffusion von Kohlenstoff aus dem übersättigten Martensit in Restaustenit statt. Dabei entsteht ein kohlenstoffarmer Martensit und ein stabilisierter Restaustenit. Die Seigerungs-Theorie beschreibt die Gefügeausbildung aufgrund der Ausbildungen von Seigerungen im Erstarrungsprozess des Gefüges und damit einhergehend einer Stabilisierung des Restaustenits. Dabei ist die Ausbildung von Seigerungen bedingt durch die Diffusionsprozesse von LE in der Schmelze. Die Liquidustemperatur senkt sich aufgrund der Anreicherung der LE vor der Erstarrungsfront der Schmelze an. Es kommt zu einer zellularen bzw. dendritischen Ausbildung der Gefüge [167, 326, 330–334]. Chemische Inhomogenitäten innerhalb des Gefüges sind nicht nachzuweisen. Die Prozessierung der Mischung aus KAS-Spänen und WAS-Pulver mittels lasererzeugtem Schmelzbad ermöglicht es, dass die unterschiedlichen Werkstoffgruppen aufschmelzen und eine homogene Gefügebildung stattfindet.

Auch bei einer Belichtungszeit von 150 μs zeigen sich im gefertigten und ausgebildeten Gefüge eine Vielzahl von Fehlstellen und Prozessierungsfehlern (Abb. 155 und 161). Dazu zählen die identifizierbaren Balling-Effekte, die auf einen unzureichenden Energieeintrag und dementsprechend einer unterbrochenen Schmelzbadausbildung schließen lassen. Des Weiteren können die Poren zu den Defekten und Fehlstellen der Probe hinzugezählt werden. Im Gegensatz zu den Proben mit der Belichtungszeit von 90 μs weisen diese jedoch gleichbleibendere Schmelzbadtiefen bzw. Schmelzraupen in der Seitenansicht auf (Abb. 160 und 161). Bei einer Analyse der mikroskopischen Gefüge zeigen sich die gleichen Ausbildungen, wie sie auch bei der Probe mit einer Belichtungszeit von 90 μs zu identifizieren sind. Eine Veränderung der Größe und Anordnung der zellularen bzw. dendritischen Strukturen ist im Vergleich nicht zu erkennen (Abb. 155 und 161).

Die Proben mit einer erneuten Erhöhung der Belichtungszeit auf 200 μs weisen bei einer Analyse der lichtmikroskopischen Aufnahmen eine deutliche Homogenisierung der Probe auf. Die eingesetzte Scanstrategie kann anhand der präparierten Querschliffe der Proben nicht mehr erkannt werden (Abb. 163 und 164). Die Proben zeigen zudem keine nachweisbaren Balling-Effekte. Dies wiederum spricht für einen deutlich höheren Energieeintrag und eine bessere Schicht- und Linienanbindung des aufgebracht

Werkstoffs [326, 330, 331]. Bei einer Analyse der Seitenansicht sind die Schichtenbindungen verbessert und es lassen sich keine Rückschlüsse auf Schmelzbadtiefen (T_V) und Schmelzraupen ziehen (Abb. 163 und 164). Weiterhin als Defekte der Probe zu erkennen sind Porenbildungen und eingebettete Restabrasive (Abb. 163 und 164). Die Restabrasive können mithilfe einer EDX-Analyse als Korundpartikel identifiziert werden (Tab. 78). Neben den Korundpartikeln müssen aufgrund des Schleifprozesses und der eingesetzten Schleifscheibenzusammensetzung auch Restpartikel aus SiC der Probe enthalten sein. Aufgrund der Reaktivität von SiC-Partikeln in Verbindung mit Fe-Legierungen kann davon ausgegangen werden, dass diese sich vollständig aufgelöst haben und die chemische Zusammensetzung in den Gehalten Si und C deutlich erhöhen. Ebenfalls im Gefüge sichtbar sind Poren und Mikrorisse. Die Mikrorisse lassen sich ebenfalls, wie bei der Probe mit einer geringeren Belichtungszeit von 90 μs , durch die Anwesenheit eines erhöhten Kohlenstoffgehalts begründen. Für eine Probe mit einem erhöhten C-Gehalt und einer nicht verwendeten Vortemperierung der Grundplatte ist die detektierbare Anzahl der Mikrorisse geringer. Dies liegt an den geringen C-Gehalten aufgrund der Vermischung mit dem kohlenstoffarmen WAS-Pulver. Es gibt daher eine Verschiebung des Chrom-Nickel-Äquivalents und eine verbesserte Schweißignung aufgrund der Verringerung des C-Gehalts des Gemischs. Es gilt, dass für die generative Fertigung der C-Gehalt nicht über 0,6 Ma.-% liegen darf. Bei einer Vorwärmung der Grundplatte kann so davon ausgegangen werden, dass die Mikrorisse für dieses Span-Pulver-Gemisch grundsätzlich vermieden werden können. Ein praktischer Nachweis steht hierfür jedoch noch aus. Die dendritischen bzw. zellularen Gefügestrukturen bilden sich aufgrund der hohen Temperaturgradienten aus und beinhalten Martensit, Restaustenit und Karbide an den Dendritengrenzen. Hierbei ist zu erkennen, dass es innerhalb des Gefüges zu Orientierungswechseln und unterschiedlichen Größen dieser Strukturen kommt (Abb. 163 und 164). Die Orientierungswechsel sind an den Grenzflächen aufeinanderstoßender Körner zu erkennen. Die unterschiedlichen Größen können auf die unterschiedlichen Abkühlzeiten einzelner Körner im Gefüge zurückgeführt werden. Die ausgebildeten Gefügebestandteile bestehen aus Martensit, Restaustenit sowie kleinen Karbiden an den interdendritischen Grenzflächen. Die chemische Homogenität der Proben bezogen auf die Ausgangswerkstoffe ist bereits bei Belichtungszeiten von 90 μs zu erkennen. Die längeren Belichtungszeiten führen zu einer lokal längeren Aufrechterhaltung des Schmelzbads. Dies hat zur Folge, dass auch die Proben eine chemische Homogenität bezogen auf die Ausgangswerkstoffe der KAS-Späne und des WAS-Pulvers aufweisen. Die Detektierung einer Anhäufung beispielsweise der V-haltigen WAS-Pulverpartikel ist nach der Probenfertigung mittels PBF-LB/M nicht mehr möglich.

Das PBF-LB/M-Verfahren kann als eine effektive Weiterverarbeitungsmöglichkeit der Schleifspäne angesehen werden. Für eine sichere Prozessierung sind die separierten Schleifspäne in einen fließfähigen und verarbeitbaren Zustand zu bringen. Dies erfolgt über die Vermischung mit einem WAS-Pulver. Die eigentliche Prozessierung wird bei einem Mischungsverhältnis von 50:50 aufgrund des

Pulverauftrags noch beeinflusst, ist jedoch bei einem Mischungsverhältnis von 30:70 nicht mehr nachzuweisen. Die ausgebildeten Gefüge weisen durch die Verunreinigungen mit Restabrasive geringere Dichten und geringere mechanischen Eigenschaften auf als vergleichbare Proben, die aus konventionellem gasverdüstem Pulver gefertigt wurden [326, 330, 331]. Weiterhin sind durch die eingebrachten Mikrorisse verschlechterte mechanische Eigenschaften der Proben zu erwarten. Diese Mikrorisse sind prozessspezifisch und nicht abhängig von dem Ausgangswerkstoff der separierten Schleifspäne oder der Verunreinigung durch Restabrasive. Vielmehr ergeben sich diese Arten der Rissbildungen durch die Anwesenheit eines erhöhten Kohlenstoffgehalts. Der Rissbildung kann durch eine geeignete und ausreichend hohe Vortemperierung der Substrat- bzw. Grundplatte effektiv entgegengewirkt werden. Es kann abschließend eine teilweise Substituierungsmöglichkeit von Metallpulver durch den Einsatz separierter Schleifspäne positiv eingeschätzt werden. Für eine aussagekräftige Bewertung müssen die mechanischen Eigenschaften der gefertigten Proben im Nachgang analysiert und ausgewertet werden. Der Vergleich der Mikrostrukturen vergleichbarer, mittels PBF-LB/M prozessierter, Werkstoffe lässt jedoch eine gute Einsatzmöglichkeit dieser Proben erwarten.

5.8 Mechanische Eigenschaften der mittels PM und AM gefertigten Proben

Für den Vergleich der mechanischen Eigenschaften werden die gefertigten Proben zunächst einer praxisnahen Wärmebehandlung unterzogen. Die gewählten Temperaturen der Austenitisierung und der Anlasstemperatur wurden durch die thermodynamischen Berechnungen aus Kapitel 4.3 bestimmt. Innerhalb dieses Kapitels werden sowohl die Ansprunghärten als auch die Härtewerte nach einem dreimaligen Anlassen bei hoher Temperatur verglichen. Die Durchführung der Wärmebehandlung und der Vergleich der unterschiedlichen Härteverläufe werden für die jeweils dichtesten Proben eines jeden Fertigungsverfahrens angewendet. Die ausgewerteten Härteverläufe der wärmebehandelten Proben werden abschließend den Härteverläufen konventioneller Ronden gegenübergestellt und kritisch diskutiert. Außerdem werden gestufte Härte-Anlass-Kurven für die gefertigten Proben aufgenommen, um so die veränderten Wärmebehandlungsparameter und die Ausbildung bzw. Verschiebung der Sekundärhärtemaxima zu zeigen.

5.8.1 Supersolidus Flüssigphasensintern

Die Aufnahme der mechanischen Eigenschaften der Härte der SLPS-Probe aus separierten Schleifspänen führte aufgrund der ausgeprägten Porennetzwerke bzw. Anzahl und Größe der Poren sowie der eingebetteten Restabrasivpartikel, nicht zu einer Messung von ausschließlich metallischem Gefüge.

Daher sind die Härtewerte aus Tabelle 61 mit großen Standardabweichungen versehen, die auf die Mitmessung der Fehlstellen hinweisen. Die Härtewerte liegen weit entfernt von den als Referenz gemessenen Härtewerten bei einer wärmebehandelten Kreismesserronde. Sie unterscheiden sich sowohl im gehärteten Zustand als auch im dreimalig angelassenen Zustand. Die SLPS-Proben aus separierten Schleifspänen befinden sich nach einem dreimaligen Anlassen zwar in einem als Sekundärhärtemaximum definierbaren Zustand, weisen aber im Vergleich zu den Kreismesserronden einen deutlich niedrigeren Härtewert auf (Tab. 61). Die Ausbildung des Sekundärhärtemaximums kann mithilfe der Härte-Anlass-Kurven bestätigt werden (Abb. 122). Begründet liegt dies in den im Gefüge enthaltenen Abrasivpartikeln und großen Porennetzwerken. Bei einer Messung dieser Bestandteile der Probe ergeben sich deutlich geringere Härtewerte. Daher ist auch die große Standardabweichung auf genau diesen Effekt zurückzuführen. Bei einer Analyse der vorliegenden Gefüge nach dem Härten und dreimaligen Anlassen der SLPS-Probe mit separierten Schleifspänen, entwickeln sich nadelige Strukturen in Form eines martensitischen Gefüges nach dem Härteprozess. Dieses martensitische Gefüge bildet sich verstärkt zwischen Karbidausscheidungen des Typs M_7C_3 und um diese Ausscheidungen herum. Zwischen den Martensitnadeln bildet sich Restaustenit. Die größeren Ausscheidungen werden bei der Austenitisierung des Werkstoffs nicht aufgelöst und verbleiben im Gefüge. Der Martensit bzw. der Restaustenit bildet sich demnach um diese bereits ausgeschieden vorliegenden Karbide herum. Auch an den Korngrenzen sind Karbidausscheidungen des Typs M_7C_3 zu identifizieren, um die sich die martensitische Struktur entwickelt. Die großen Unterschiede zu den durch die Kreismesserronden erreichbaren Härtewerte, können durch die Messung von eingebundenen bzw. mechanisch verklammerten Abrasivpartikeln im Gefüge und Porennetzwerke erklärt werden. Darüber hinaus ist durch die geänderte chemische Zusammensetzung der Schleifspäne auch ein anderes Verhalten der gefertigten Proben hinsichtlich ihrer Härtebarkeit und Ansprunghärte zu erwarten. Durch das dreimalige Anlassen zerfällt, wie in Kapitel 2.5, beschrieben der Restaustenit. Das martensitische Gefüge wandelt sich um. Der überschüssige Kohlenstoff wird in kleineren Sekundär- bzw. Anlasskarbiden abgebunden. Diese weisen eine Anreicherung von den LE Cr, V und Mo auf. Da zwar die Härte des Martensits bzw. die Härte beim Umwandeln des Martensits in Ferrit verloren geht, jedoch durch die Ausscheidungen von Sekundärkarbiden bzw. Sonderkarbiden des Typs $M_{23}C_6$ wieder deutlich ansteigt, ergibt sich in der makroskopischen Härtemessung ein ähnlicher Härtewert wie bei der Ansprunghärte der Probe. Dieses Phänomen ist auch bei den SLPS-Proben zu erkennen. Das Sekundärhärtemaximum weist einen deutlich geringeren Wert im Vergleich zu wärmebehandelten Kreismesserronden auf. Dabei sind die Porennetzwerke und mechanisch eingebundenen Restabrasive im Gefüge ausschlaggebend. Die veränderte chemische Zusammensetzung der Probe bewirkt ebenfalls die Absenkung der Härtewerte im Sekundärhärtemaximum (Abb. 122) [79, 131, 306].

Aufgrund der deutlich geringeren Härte dieser SLPS-Probe gegenüber den Referenzhärtewerten aus

der wärmebehandelten Ronde, sind schlechtere tribologische Eigenschaften zu erwarten. Es kann von geringeren tribologischen Verschleißigenschaften ausgegangen werden, als bei den wärmebehandelten Kreismesserronden. Die Einbindung der harten Abrasivpartikel aus Korund kann diesem Effekt, aufgrund ihrer schlechten Anbindungseigenschaften an das metallische Gefüge, nicht entgegenwirken. Daher ist für eine Verwendung der separierten Schleifspäne in Anwendungsfällen mit einer geforderten guten tribologischen Eigenschaft, der Ansatz mit einer Verbesserung der An- und Einbindungen der Abrasivpartikel zu verfolgen. Hierbei werden beispielsweise über Beschichtungsverfahren die Anbindungseigenschaften der Abrasivpartikel im metallischen Gefüge verbessert. Es ergeben sich auch deutlich verbesserte Verschleißigenschaften, die nicht an den Härtewerten festgemacht werden können. Die Zerspanbarkeit der gefertigten Proben ist aufgrund der im Gefüge vorliegenden großen Anzahlen an Poren und Porennetzwerken sowie der schlecht angebundenen Korundpartikel als gering einzuschätzen. Bei einer zerspanenden Verarbeitung der Proben käme es so zu undefinierbaren Ausbrüchen aus der metallischen Matrix und zu geringen Oberflächengüten.

Bei einer Steigerung der Probendichte durch die Verarbeitung eines Span-Pulver-Gemischs mit dem SLPS-Verfahren, lassen sich deutlich höhere Härtewerte im gehärteten und auch im dreimalig angelassenen Zustand erzielen. Diese Werte sind nur geringfügig niedriger als die Härtewerte der wärmebehandelten Kreismesserronde. Die gemessenen Werte weisen keine hohen Standardabweichungen auf, da sowohl die Porenanzahl als auch die Restabrasivanzahl bei einer Vermischung mit gasverdüstertem Pulver absinkt. Die deutlich höhere Probendichte führt zu einem Anstieg sowohl der Ansprunghärte als auch der Anlasshärte der Probe. Dabei erweist sich die Vermischung der separierten Schleifspäne und des KAS-Pulvers als effektiv, da die beiden Legierungssysteme dem Kaltarbeitsstahl der Gruppe III angehören. Der ähnliche Kohlenstoffgehalt beider Legierungen ist bei der Wärmebehandlung von Bedeutung. Es ergeben sich vergleichbare Wärmebehandlungseigenschaften und Härtewerte. Die reduziert vorliegenden Fehlstellen und Poren im Gefüge bieten in den SLPS-Proben weiterhin große Herausforderungen bei vergleichbaren Verschleißigenschaften.

5.8.2 Heißisostatisches Pressen

Die Verarbeitung der separierten Schleifspäne bzw. der Span-Pulver-Gemische führt, wie auch in der Literatur für den HIP-Prozess bekannt, zu dichten Proben mit guten mechanischen Eigenschaften [158, 191].

Für die gehärteten HIP-Proben ergeben sich leicht niedrigere Härtewerte als bei der Referenzhärte der wärmebehandelten Kreismesserronde. Diese liegt um ca. 80 HV10 unter diesem Wert. Der Trend eines ca. 80 HV10 niedrigeren Härtewerts findet sich auch bei den dreimalig angelassenen Proben wieder. Die Standardabweichung der Härtewerte ist dabei höher als bei den Referenzmessungen an

wärmebehandelten Kreismesserronden. Das Härtegefüge weist neben den nadeligen martensitischen Strukturen, die sich verstärkt um die Karbidausscheidungen an den Korngrenzen und an Korngrenzflächen ausbilden, und zwischen den Martensitnadeln enthaltenen Restaustenit, Restabrasiven und Poren auf (Tab. 66 und Abb. 133). Auch die dreimalig angelassenen Proben weisen neben den Resten des ausgebildeten Martensits und des ferritischen Gefüges sowohl kleinere Sekundär- bzw. Anlasskarbide als auch Restabrasive und kleinere sphärische Poren auf. Bei einer Messung der Makrohärte kann es bei der Analyse zur Teilmessung dieser Gefügedefekte kommen, was zu größeren Schwankungen in den gemessenen Härtewerten und auch zu größeren Standardabweichungen führt. Für die Steigerung der Probendichte, wie sie in Kapitel 4.2.3 behandelt wurde, sind die separierten Schleifspäne mit dem gasverdünsten KAS-Pulver aus X220CrVMo13-4 und einer Vorverpressung mittels HIP-Verfahren prozessiert worden. Die so gesteigerte Probendichte hat eine positive Auswirkung auf die Härtewerte der wärmebehandelten HIP-Probe. So führt die Härtesteigerung zu vergleichbaren Härtewerten wie bei der Referenzprobe des wärmebehandelten Kreismessers. Die gemessenen Werte weisen eine geringere Standardabweichung auf, was über die geringere Porenanzahl und die höhere Probendichte erklärt werden kann. Die Ausbildung der einzelnen Gefügebestandteile ist identisch zu den HIP-Proben aus separierten Schleifspänen. Die Anzahl der Restabrasive ist aufgrund der Vermischung mit dem KAS-Pulver deutlich niedriger als bei der Probe aus separierten Schleifspänen. Die vergleichbaren Härtewerte der HIP-Probe aus Span-Pulver-Gemisch lassen auf weitere vergleichbare mechanische Eigenschaften schließen. Zwar weisen die Span-Pulver-Gemische eine geringere Anzahl an eingebetteten Restabrasiven auf, was sich auch in einem erhöhten erzielbaren Härtewert widerspiegelt, jedoch sind die vorhandenen Restabrasive Hartpartikel aus Korund, die eine schlechte bzw. keine Anbindung an das umgebende metallische Gefüge aufweisen. Es sind bereits im Vorfeld schlechtere mechanische Eigenschaften, wie beispielsweise eingeschränkte Verschleißigenschaften der HIP-Proben sowohl aus separierten Schleifspänen als auch aus Span-Pulver-Gemischen zu erwarten. Aus der Literatur ist bekannt, dass das Anbindungsverhalten von Hartpartikeln über spezielle Beschichtungsverfahren verbessert werden kann. Diese Art der Weiterverarbeitung und Verbesserung der mechanischen Eigenschaften kann perspektivisch gesehen die schlechteren mechanischen Eigenschaften der Proben aus separierten Schleifspänen bzw. der Span-Pulver-Gemische aufwerten.

5.8.3 Feldunterstütztes Sintern / Spark Plasma Sintern

Die Weiterverarbeitung der separierten Schleifspäne und der erstellten Span-Pulver-Gemische mit dem FAST/SPS-Prozess führt zu dichten Proben. Diese Erkenntnis kann auch anhand der Literatur für den Prozess der PM bestätigt werden [196, 198, 201]. Die so gefertigten Proben werden bei

einer maximalen Probendichte der separierten Schleifspäne sowie der Span-Pulver-Gemische mit den beiden unterschiedlichen gasverdüsterten Pulvern einer Wärmebehandlung unterzogen.

Die Wärmebehandlung an der Probe aus separierten Schleifspänen führt nach dem Härteprozess zu nadeligen Martensitstrukturen, die aufgrund der hohen Abkühlgeschwindigkeit zwischen den nadeligen Strukturen, Restaustenit aufweisen. Die nach dem FAST/SPS-Prozess vorliegende feinkörnige Struktur mit einer globularen Matrix aus ferritischem bzw. perlitischem Phasengemenge hat sich durch die Austenitisierung und rasche Abkühlung umgewandelt. Die Ausscheidungen der sphärischen Karbide sind bei der Austenitisierung nicht in Lösung gegangen und ebenfalls im gehärteten Gefüge vorhanden. Nach dem dreimaligen Anlassen ist der Restaustenit vollständig zu Sekundär- bzw. Anlasskarbiden mit LE wie Cr, V und Mo zerfallen. Die Härte ist dabei aufgrund der Bildung dieser Anlasskarbide zwar gegenüber der Ansprunghärte herabgesetzt, allerdings immer noch höher als bei der Referenzprobe des wärmebehandelten Kreismessers. Die deutlich höheren Standardabweichungen und Schwankungen bei der Analyse der Härtewerte können durch die Anwesenheit der Poren und der Restabrasive im Gefüge begründet werden. Die höheren Härtewerte sind aufgrund der Gefügeausbildung beim FAST/SPS-Prozess zu erklären. Hierbei kommt es aufgrund des hohen Pressdrucks, bei gleichzeitig kurzer Prozesszeit und einer erhöhten Temperatur, zu einer Ausbildung von globularen feinen Körnern und ebenso globular eingeformten Karbiden. Diese bleiben sowohl im gehärteten als auch im angelassenen Zustand bestehen und erhöhen die Härte nachweislich [196, 198, 201]. Die im Vergleich dazu in der Kreismesserronde enthaltenen Karbide, die unabhängig von der Wärmebehandlung im Gefüge enthalten sind, haben durch die vorgeschaltete Warmumformung in Form einer Querwalzung eine blockige größere Form. Bei einer Messung der Makrohärte kann der Rückschluss gezogen werden, dass die kleineren sphärischen Sonderkarbide eine größere Härtesteigerung der Proben bewirken als die blockigen Karbidausscheidungen mit einer sichtbaren Vorzugsrichtung im wärmebehandelten Rondenausschnitt. Hier kann der Einfluss des Urformverfahrens auf die später erreichbare Härte bzw. Sekundhärte deutlich erkannt werden.

Die FAST/SPS-Proben aus Span-Pulver-Gemisch mit einem gasverdüsterten KAS-Pulver weisen eine erhöhte Probendichte gegenüber den Proben aus separierten Schleifspänen auf. Eine Steigerung der globalen Härte ist gegenüber den FAST/SPS-Proben aus separierten Schleifspänen nicht zu erkennen. Dies kann dadurch begründet werden, dass die genutzten Härte- und Anlasstemperaturen bei der Probe aus dem Span-Pulver-Gemisch aus KAS-Pulver bei zu hohen Temperaturen definiert wurden. Die Beimischung des KAS-Pulvers mit einem Mischungsverhältnis von 50:50 führt zu einer Veränderung der chemischen Zusammensetzung und auch zu einer unterschiedlichen Ausbildung der Phasen des gemischten Span-Pulver-Werkstoffs. Die Härtewerte liegen sowohl im gehärteten Zustand als auch im angelassenen Zustand über denen der wärmebehandelten Referenzprobe des Kreismessers. Dies kann, wie bei den Proben aus separierten Schleifspänen, auf die Ausbildung und Anordnung

bzw. auf die Größe der Karbide zurückgeführt werden [196, 198, 201].

Neben den KAS-Pulvern werden die separierten Schleifspäne mit dem WAS-Pulver in einem Mischungsverhältnis von 50:50 vermengt und prozessiert. Es zeigt sich, dass die Ansprunghärte über dem Wert der wärmebehandelten Kreismesser liegt und das dreimalige Anlassen der Probe zu einer deutlichen Absenkung der globalen Härte führt. Der Härtewert der angelassenen Probe liegt weit unter dem des angelassenen Kreismessers. Bei der Untersuchung der Härte-Anlass-Kurve ergibt sich die Begründung für den Härteverlust bei einem dreimaligen Anlassen. Die gefertigte Probe hat aufgrund ihrer deutlich veränderten chemischen Zusammensetzung bei einer Härtetemperatur von 1050 °C das Sekundärhärtemaximum bereits um mehr als 100 °C überstiegen. Eine geeignete Anlasshärte für die mittels FAST/SPS gefertigten Proben ergibt sich demnach bei ca. 450 °C (Abb. 153).

Die wärmebehandelten Proben des FAST/SPS-Prozesses weisen nach einer Wärmebehandlung im gehärteten Zustand eine höhere Härte als die Kreismesser auf. Auch die angelassenen Proben sind zum Teil härter als die angelassenen Kreismesserausschnitte. Die erzielten Härtewerte geben nur einen geringen Aufschluss über die anderen erzielbaren Eigenschaften. So weisen die Proben aus separierten Schleifspänen bzw. Span-Pulver-Gemischen Restabrasive innerhalb des Gefüges auf, die beispielsweise durch eine tribologische Beanspruchung der Probe, mit ihrer schlechten Anbindung an das metallische Gefüge, zu einer deutlichen Herabsetzung der Verschleißbeständigkeit der Probe führen werden. Eine mögliche Verbesserung der Anordnung kann durch in der Literatur bereits bekannte und diskutierte Verfahren ermöglicht werden [311, 312].

5.8.4 Selektives Laserschmelzen

Bei der Weiterverarbeitung der separierten Schleifspäne bzw. der Span-Pulver-Gemische mittels PBF-LB/M gibt es Anwendungsfälle und Prozessierungen der Proben, die eine Wärmebehandlung und eine damit einhergehende Veränderung der mechanischen Eigenschaften berücksichtigen.

Nach der Prozessierung des Span-Pulver-Gemischs bei einer Belichtungszeit von 200 µs ergeben sich Härtewerte, die deutlich unterhalb der Härtewerte der Kreismesserausschnitte liegen. Trotz der Martensit- und Karbidbildung innerhalb des additiven Fertigungsprozesses ergibt sich ein niedrigerer Kohlenstoffgehalt als bei dem für die Kreismesserausschnitte genutzten KAS X153CrMoV12. Dies liegt an der Vermischung der separierten Schleifspäne, die einen erhöhten Kohlenstoffgehalt aufweisen, mit den WAS-Pulvern, die relativ niedrige Kohlenstoffgehalte aufweisen. Da aus der Literatur bekannt ist, dass mit einem höheren Kohlenstoffgehalt auch die Härtebarkeit und erzielbaren Härtewerte eines Werkstoffs steigen, ist der niedrigere Härtewerte des Span-Pulver-Gemischs hierin begründet [79, 306].

Das Härten führt zu einer Auflösung der in der Probe enthaltenen martensitischen Gefüge, mit Restaustenitanteilen und einer Wiedererstarrung in einer martensitischen Struktur, mit ebenfalls ausgebildetem Restaustenit zwischen den Martensitnadeln (Abb. 165 und 166). Die bereits nach der Prozessierung des Span-Pulver-Gemisches im Gefüge vorhandenen, feinen Karbide lösen sich bei dem Härtevorgang und der Temperaturerhöhung auf Austenitisierungstemperatur nicht auf. Sie sind auch im erneut rasch erstarrten Gefüge enthalten. Die Härtewerte nach der Erstarrung des Gefüges, nach dem FAST/SPS-Prozess und nach der erneuten Härtung sind ebenfalls vergleichbar. Dies lässt sich mit der Ausbildung einer gleichen Gefügestruktur begründen. Es kann eine starke Anisotropie der Härtewerte bei den gefertigten PBF-LB/M-Proben festgestellt werden. Diese lässt sich mit der alternierenden Aufbaustruktur und Belichtungsstrategie während der PBF-LB/M-Prozesses und einer unterschiedlichen Schmelzbadausbildung begründen [330, 334].

Die im Wärmebehandlungsprozess vorgesehene dreimalige Anlassstufe führt zu einer Reduzierung des Härtewertes. Die Probe befindet sich nach diesem Anlassen nicht in einem optimalen Sekundärhärtefenster. Dieses Verhalten ist mit der veränderten chemischen Zusammensetzung des Span-Pulver-Gemisches gegenüber dem Kreismesserwerkstoff X153CrMoV12 zu erklären. Der verringerte Kohlenstoffgehalt im Span-Pulver-Gemisch bzw. in der mittels PBF-LB/M-Verfahren prozessierten Proben, führt zu einer Verschiebung der Phasengebiete (Kapitel 4.3.2 bzw. Abbildung 94). Dies lässt sich auch in den thermodynamischen Berechnungen des Phasendiagramms sehen. Eine zu geringe Anlassstemperatur kann dazu führen, dass der Zerfall des Restaustenits in Sekundär- bzw. Anlasskarbide nicht vollständig stattfinden kann. Die Temperatur fördert die Diffusion des Kohlenstoffs aus dem verzerrten Kristallgitter des Martensits, sodass es zu einer Absenkung des Härtewertes kommt. Dieser Trend ist auch in den Härte-Anlassen-Kurven der mittels PBF-LB/M gefertigten Proben zu erkennen. Hier zeigt sich, dass nach der Ansprunghärte die Härtewerte kontinuierlich bis zu einer Temperatur vor 600 °C sinken, da aufgrund der veränderten chemischen Zusammensetzung eine Anlassstemperatur für eine Vergütung in das Sekundärhärtemaximum anders gewählt werden müsste. In der Literatur

5.9 Vergleich der eingesetzten Fertigungsverfahren und erzielten

Ergebnisse mit der Fachliteratur

Hinsichtlich anderer bereits durchgeführter Forschungsarbeiten zu einem effizienteren Umgang mit dem Abfallstoff des Schleifens wird im Vergleich zu dieser Arbeit eine Weiterentwicklung deutlich. In den Forschungsvorhaben werden keine Aufbereitungen und gezielten Separierungen des Schleifschlammes bzw. der einzelnen Schleifschlammkomponenten durchgeführt. Vorliegende Schleifschlämme

sind getrocknet und in dieser Form weiterverarbeitet worden [41–43]. Das stellt einen großen Unterschied zu den hier verwendeten Schleifschlämmen bzw. Schleifspänen dar, welche durch den gezielten Aufbau von Separierungsschritten möglichst sortenrein getrennt werden. Die Konzeptionierung und Umsetzung einer Demonstratoranlage ermöglicht darüber hinaus die Separierung im Industriemaßstab. Darüber hinaus ist die Wiederverwertung der Schleifabrasive zu Rezyklatschleifscheiben und ein Wiedereinsatz im Schleifprozess eine Neuheit. Die bisherigen Forschungsarbeiten ziehen aufgrund der Verwendung des gesamten Schleifschlammes mit all seinen Komponenten, die Herstellung von Schleifscheiben nicht in Betracht (siehe Kap. 1.4).

Die verwendeten pulvermetallurgischen Verfahren innerhalb der bisherigen Forschungsarbeiten beruhen neben dem klassischen Sinterverfahren, was aus einem Verpressen und anschließenden Sintern bei Sintertemperatur besteht, auf dem thermischen Spritzen in Form von Plasmaspritzen und dem Metallpulverspritzguss. Mit dem Verfahren des thermischen Spritzens wird ein Beschichtungsverfahren gezeigt, welches die Schleifschlämme als Ausgangswerkstoffe auf Substratwerkstoffe aufbringt. Dies ermöglicht allerdings nicht die Herstellung vollständiger Proben, wie sie innerhalb dieser Arbeit gefertigt wurden. Das Matrizenpressen in Kombination mit dem Sinterprozess sowie das Metallpulverspritzgießen hingegen bilden Verfahren ab, die vollständige Proben erzeugen. Eine Verarbeitung im Bereich der additiven Fertigung, wie es in dieser Arbeit durch das PBF-LB/M-Verfahren durchgeführt wird, stellt ebenfalls eine vollkommene Neuheit dar (siehe Kap. 1.4) [41–44].

Die Problematik bezüglich der Fließfähigkeit der Schleifschlämme ist aus den vorherigen Forschungsarbeiten bereits bekannt. Hier wurden mechanische Aufbereitungsverfahren eingesetzt, um die Form der Schleifschlammkomponenten einzurunden und so eine Fließfähigkeit zu erreichen. Eine Vermischung mit gasverdüstem Pulver wurde dabei nicht durchgeführt. Wie die Ergebnisse aus den vorherigen Forschungsarbeiten und auch dieser Arbeit zeigen, ist durch mechanische Vorbehandlungen nur eine unzureichende Fließfähigkeit erzielbar. Hierfür bedarf es der Vermischung mit gasverdüstem Pulver. Da in den bisherigen Forschungsvorhaben durch das thermische Spritzen gezielte Beschichtungen aufgebracht werden, schränkt diese Eigenschaft die Einsatzmöglichkeiten stark ein. Bei den in dieser Arbeit verwendeten Verfahren kommt es zu keiner Schichtaufbringung sondern zur Herstellung ganzheitlicher Probenkörper. Die schwankende Materialaufbringung der Schleifspäne bewirkt keine inhomogenen Schichtdicken, sondern Schwindungen und unterschiedlich stark ausgeprägte Konturverluste bei der Weiterverarbeitung. Dabei sind jedoch die Formverluste durch weitere Vorbereitungsschritte, wie beispielsweise das Vorverpressen bei der HIP-Verarbeitung gezielt reduziert worden, um diesen Schwindungen und Konturverlusten entgegenzuwirken (siehe Kap. 1.4) [41–44, 66].

Die gefertigten Produkte aus den pulvermetallurgischen Verfahren der bisherigen Forschungsvorhaben wurden darüber hinaus hinsichtlich ihrer Zerspanbarkeit und Verschleißbeständigkeit überprüft. Durch

die hohe Menge an Restabrasivpartikeln in den gefertigten Arbeiten kommt es zu eingeschränkteren Zerspanbarkeiten und durch das Herausreißen von mechanisch eingebundenen Abrasivpartikeln zu geringeren Verschleißbeständigkeiten. Im Gegensatz dazu wird in dieser Arbeit, durch die gezielte Separierung und die Einstellung eines minimalen Verunreinigungsgrads durch die Abrasivpartikel, eine bessere Zerspanbarkeit und eine verbesserte Verschleißbeständigkeit erwartet. Weiterhin kommt es durch die Fertigung von neuartigen Bauteilen zu einer Verschiebung des Anwendungsfelds. So können durch die pulvermetallurgisch und additiv gefertigten Bauteile andere Anwendungsfelder erschlossen werden, in denen sowohl die Verschleißbeständigkeit als auch die Zerspanbarkeit der Proben eine untergeordnetere Rolle spielen. Diese Verschiebung des Anwendungsfelds ist ebenfalls eine neue Herangehensweise an die Wiederverwertung der Schleifschlämme bzw. Schleifspäne hinsichtlich der bisherigen Forschungsarbeiten. Die Verschleißbeständigkeiten und die Zerspanbarkeit der hergestellten Proben werden bei den bisherigen Arbeiten lediglich gegeneinander geprüft und nicht mit einem neuwertigen Produkt verglichen (siehe Kap. 1.4) [41–43].

Ein ebenfalls großer Unterschied liegt in den Ausgangswerkstoffen bzw. verwendeten Schleifschlämmen. Während in den bisherigen Forschungsvorhaben meist von normalen Schleifprozessen mit herkömmlichen Abtragsraten sowohl vom Material als auch vom Abrieb der Schleifscheibe ausgegangen wird, wird in dieser Arbeit der Schleifschlamm eines Hochleistungsschleifprozesses bzw. eines Schleifprozesses mit einem hohen Durchsatz an Abrasivpartikeln betrachtet, welcher aufgrund der Prozessführung eine stark unterschiedliche Zusammensetzung im Schleifschlamm besitzt. Die Anteile der Schleifabrasive sind hierbei deutlich höher (siehe Kap. 1.4) [48, 51, 54, 55, 66, 68].

5.10 Bewertung der Recyclingstrategie für die anfallenden

Schleifschlämme

Die Eignung der Recycling- bzw. Upcyclingrouten der separierten Schleifspäne aus Kaltarbeitsstahl X153CrMoV12 kann über die verschiedenen Analyseschritte für die vorgestellten PM- und AM-Prozesse bewertet werden. Die einzelnen Analyseschritte auf der Prozessierungsebene sowie der makroskopischen, mikroskopischen und mechanischen Ebene der gefertigten Proben, werden in Abbildung 168 gegenübergestellt. Die Matrix zeigt, dass je nach Blick auf die verschiedenen Untersuchungsebenen ein anderes Fertigungsverfahren für die Weiterverarbeitung gewählt werden sollte. An dieser Stelle sei explizit erwähnt, dass sich die Bewertung lediglich für die Schleifspäne aus Kaltarbeitsstahl X153CrMoV12, wie sie in Kapitel 4.1 bzw. 4.2 beschrieben vorliegen, eignet. Eine andere Zusammensetzung der separierten Schleifspäne bzw. eine andere Reinheit kann die Verarbeitbarkeit der separierten Schleifspäne mit den in dieser Arbeit fokussierten Verfahren grundlegend

ändern. Darüber hinaus ändert sich die Bewertung der Eignung der einzelnen Verfahren, bei der Hinzunahme eines speziellen Anwendungsfalls. So sind beispielsweise Produkte, bei denen filigrane Konturen gefertigt werden müssen, mit einem HIP-Verfahren schwierig zu realisieren und würden die Eignungsbewertung dieses Verfahrens stark herabstufen. Daher muss die Bewertung, die in der Matrix in Abbildung 168 vorgenommen wurde, bei einem speziellen Anwendungsfall angepasst werden und kann in dieser Konstellation lediglich für eine Aussage über die Rezyklierbarkeit bzw. die prinzipielle Verarbeitung der separiert vorliegenden Schleifspäne und Span-Gemische herangezogen werden. Für die reine Rezyklierbarkeit der separierten Schleifspäne weist das PBF-LB/M-Verfahren die geringste Eignung auf, da für das Verfahren eine Fließfähigkeit des Ausgangswerkstoffes erforderlich ist, welche die separierten Schleifspäne nicht aufweisen. Dieses Verfahren ist bereits vor der Prozessierung als ungeeignet für die separierten Schleifspäne eingeschätzt worden.

Eine ebenfalls geringe Eignung für die Rezyklierung der separierten Schleifspäne hat das SLPS-Verfahren. Hierbei zeigt sich die größte Porosität und die geringste Probendichte von allen durchführbaren Verfahren. Auch die mechanischen Eigenschaften der Härte bei den SLPS-Proben aus separierten Schleifspänen weisen die geringsten Werte auf. Des Weiteren weist das Verfahren ein enges Prozessierungsfenster im Bezug auf die Temperatur auf, welches aufgrund der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffes, bestimmt werden kann. Der Recyclingprozess für den Schleifschlamm hin zu separierten und verarbeitbaren Schleifspänen kann reproduzierbar durchgeführt werden. Aufgrund der unterschiedlichen analysierten Einflussfaktoren, wie beispielsweise dem Schleifprozess selbst, können die Eigenschaften der Schleifspäne, unter anderem die chemische Zusammensetzung, in gewissen Bereichen schwanken. Dies macht eine sichere Prozessierung der separierten Schleifspäne aufgrund des geringen Sinter- bzw. Temperaturfensters äußerst kompliziert.

Das HIP-Verfahren ist nach der Analyse der einzelnen Ebenen das am zweitbesten geeignete Verfahren der hier untersuchten PM- und AM-Prozesse. Das Verfahren führt bei der Prozessierung der separierten Schleifspäne zu hohen Probendichten. Mithilfe einer nachgeschalteten Wärmebehandlung werden zudem vergleichbare Härtewerte wie die einer Referenzprobe eines wärmebehandelten Kreismesserausschnitts erzielt. Einem Einsatz des HIP-Verfahrens für das Recycling- bzw. Upcyclingverfahren von separierten Schleifspänen stehen jedoch sowohl die Verkapselung der Ausgangswerkstoffe als auch die aufgrund des hohen Formverlustes komplexe Entformbarkeit bzw. Entkapselung der gefertigten Proben hinderlich gegenüber.

Die ähnlichen Verdichtungsmechanismen beim FAST/SPS-Prozess und beim HIP-Prozess führen bei der Bewertung der Eignung für die Rezyklierung bzw. die Upcyclingroute von separierten Schleifspänen zu hohen Probendichten. Die erzielbaren Härtewerte nach einer vorgeschalteten Wärmebehandlung der Proben übertreffen die Härtewerte der Referenzprobe des wärmebehandelten Kreismesserausschnitts. Dies liegt in den verschiedenen Gefügeausbildungen der unterschiedlichen

Urformverfahren begründet. Neben den gleichen bzw. etwas verbesserten makroskopischen, mikroskopischen und mechanischen Eigenschaften der FAST/SPS-Proben weist die Prozessierung der separierten Schleifspäne mit diesem Verfahren nur geringe Herausforderungen auf. Bei der Wahl geeigneter Prozessparameter ist eine Entformung aus der Pressmatrize problemlos möglich. Bei gleichen Verdichtungsmechanismen wie beim HIP-Prozess werden mithilfe des Verfahrens des FAST/SPS-Prozesses die komplexe Verkapselung des Ausgangswerkstoffs und die Entkapselung der gefertigten Probe umgangen.

Bei der Prozessierung rein separierter Schleifspäne ist somit der FAST/SPS-Prozess als beste Wahl für die Rezyklierung ohne Berücksichtigung spezieller anwendungsspezifischer Anforderungen zu wählen.

Für die Wahl aufbereiteter separierter Schleifspäne mithilfe einer mechanischen Vorbehandlung bzw. einer Vermischung mit anderen gasverdüsterten Pulverwerkstoffen ist die in Abbildung 169 gezeigte Einstufung der Eignung der einzelnen Weiterverarbeitungsverfahren nicht anwendbar. So werden durch die Aufbereitung der Späne mithilfe einer Vermischung die separierten Schleifspäne ab einem spezifischen Mischungsverhältnis fließfähig und somit auch mittels PBF-LB/M-Verfahren verarbeitbar. Die aufbereiteten Schleifspäne sind einer neuen Bewertung zu unterziehen, siehe Abbildung 169. Auch bei dieser Bewertung ist der Bezug zu einem speziellen Anwendungsfall nicht mit in der Bewertung eingepflegt. Es handelt sich um die allgemeine Eignungsbewertung der Weiterverarbeitungsverfahren für die Rezyklierung bzw. dem Upcycling von separierten Schleifspänen.

Bei einer erneuten Bewertung der in dieser Arbeit fokussierten PM- und AM-Prozesse zeigt sich, dass bei der Prozessierung aufbereiteter separierter Schleifspäne die Verfahren anders begutachtet werden müssen. Die Verfahren des PBF-LB/M-Prozesses werden zwar weiterhin als nicht effektiv für die Rezyklierung angesehen, können bei einem Mischungsverhältnis von 50:50 bzw. 30:70 Span-Pulver-Gemisch jedoch prozessiert werden. Hierbei entstehen abhängig von der Belichtungszeit dichte Proben, die jedoch aufgrund der Beimischung im Vergleich zur Referenzprobe, deutlich geringere mechanische Eigenschaften in Form der erzielbaren Makrohärtewerte aufzeigen.

Der untersuchte HIP-Prozess weist für die Gemische der separierten Schleifspäne mit gasverdüstetem Pulver eine gute Prozessierung auf. Dabei erhöht sich die Probendichte durch die Beimischung von gasverdüstetem Pulver, während die Entformbarkeit bzw. Entkapselung aufgrund der besseren Schütt- und Klopfdichte und damit einhergehend einer höheren Formtreue der HIP-Kapsel, ebenfalls verbessert wird. Durch die weiterhin erschwerte Prozessierung des Span-Pulver-Gemischs durch eine dem Prozess vorangeschaltete notwendige Kapselbefüllung, ist das Verfahren trotz hoher Probendichten in der Bewertung für die Eignung des Recycling bzw. Upcycling von separierten Schleifspänen bei

Zumischung von gasverdüstem Pulver als weniger geeignet einzustufen.

Als weiteres Verfahren wird das SLPS-Verfahren für die Prozessierung der Span-Pulver-Gemische herangezogen. Die Verarbeitung der Gemische mit WAS-Pulver ist zwar aufgrund der zu hohen notwendigen Sintertemperaturen im Labormaßstab nicht möglich, die Verarbeitung der Span-Pulver-Gemische aus KAS-Pulver führen hingegen zu einer deutlichen Verbesserung der Probedichte. Durch die bessere Vorbehandlung der separierten Schleifspäne kommt es zu einer Absenkung des vorliegenden Kohlenstoffgehalts und zu einer Verbreiterung des Sintertemperatur-Fensters. Somit ist der Prozess sicherer zu reproduzieren. Die ebenfalls einfachere Prozessierung des Span-Pulver-Gemischs als einfache Schüttung und eine sehr unkomplexe Entformbarkeit der Probe nach dem SLPS-Prozess führt zu einer erhöhten Eignungseinschätzung für die Rezyklierung bzw. Upcycling-Strategie der separierten Schleifspäne mit gasverdüstem Pulver.

Auch bei der Vermischung der separierten Schleifspäne mit gasverdüstem Pulver zeigt das FAST/SPS-Verfahren vielversprechende Ergebnisse. Hierbei lassen sich sowohl Vermischungen mit WAS-Pulver als auch mit KAS-Pulver unproblematisch verarbeiten. Die einfache Pressmatrizen-Befüllung wird durch die gesteigerte Schütt- und Klopfdichte der Span-Pulver-Gemische noch gesteigert und führt zu dichten Proben. Bei optimierten Prozessparametern kommt es nach dem FAST/SPS-Prozess darüber hinaus zu einer unkomplizierten Probenentnahme. Die erzielbaren globalen Härtewerte bei einer Vermischung mit gasverdüstem KAS-Pulver weisen die höchsten Härtewerte aller Weiterverarbeitungsverfahren auf. Die Weiterverarbeitung der Vermischung mit WAS-Pulvern weist hingegen aufgrund der chemischen Zusammensetzung des verwendeten WAS-Pulvers geringere globale Härtewerte auf, die unabhängig von der Probedichte und Prozessierung des Pulvers zu sehen sind.

Die Rezyklierung der separierten Schleifspäne weist, gerade im Hinblick auf die sich weiterentwickelnde Abfallwirtschaft und gesetzliche Regelungen der Abfallbehandlung in der metallverarbeitenden Industrie, ein hohes Potenzial für die Energie- und Ressourceneffizienz auf und ist auch aus wirtschaftlicher Sicht in der Metallindustrie von großer Bedeutung. [63] Die große Bedeutung einer funktionierenden Recyclingstrategie für spanende Verarbeitungsschritte zeigt sich bei einer Analyse der potenziellen Energie- und Ressourcenströme in der Kreismesserherstellung. Es ergeben sich bei einer definierten Produktionsmenge von 100 000 Kreismessern Abfallmengen von bis zu 600 t hochlegierten Stahl (X153CrMoV12) und 600-700 t Abrasivpartikel. Der Materialeinsatz bei der Kreismesserherstellung liegt für die hochlegierten Stähle bei 1200 t. Die Ressourceneffizienz ergibt sich nach der Gleichung 1.1 zu einem Wert von 0,5. Da die abgetrennten Schleifspäne innerhalb einer Kreismesserherstellung bisher nicht weiter genutzt werden, werden somit 50 % des Rohstoffeinsatzes kostenpflichtig deponiert und dem Materialkreislauf entzogen. Der Wert von 0,5 entspricht einer sehr geringen Ressourceneffi-

zienz. Er sollte sich für eine ressourceneffiziente Bewertung dem Wert 1 annähern.

Die Ressourceneffizienz kann durch die aufgezeigten Recyclingrouten stark verbessert werden. Die innerhalb dieser Arbeit verwendeten Schleifspäne fokussierten sich auf die Siebfraction $<45\ \mu\text{m}$. Diese lagen direkt nach einer Trocknung bei 14,96 Ma.-%. Dies entspricht bei einem Bezug auf das Jahres-Produktionsvolumen von 100 000 Kreismessern einem Anstieg der Ressourceneffizienz auf 0,5748. Der Wert der Ressourceneffizienz kann zudem durch eine mechanische Aufbereitung der Schleifspäne nochmals gesteigert und hierdurch die Mengenverteilung auf 64 Ma.-% für die Spangrößen $<45\ \mu\text{m}$ erhöht werden. Es ergibt sich eine Steigerung der Ressourceneffizienz auf einen Wert von 0,82. Für eine Vermischung der rezyklierten Schleifspäne mit gasverdüstem Pulver verändert sich die berechnete Ressourceneffizienz aufgrund der Nutzung der Späne mit einer Größe $<45\ \mu\text{m}$ nicht. Zu beachten ist jedoch, dass durch eine Vermischung mit kommerziell nur unzureichend genutzten Metallpulvern (Kap. 5.5.2) die Ressourceneffizienz für das Metallpulver ebenfalls gesteigert werden kann. Hierbei ergibt sich eine vollständige Nutzung der gasverdüsten Metallpulver. Bei einer Aufweitung der Bilanzgrenze ergibt sich so eine kombinierte Ressourceneffizienz von 0,92 bezogen auf die Kreismesserherstellung und die Gasverdüsung vom Metallpulver 32CrMoV12-28. Anhand der berechneten Ressourceneffizienzen zeigt sich die große Herausforderung bei einer Nachhaltigkeitsbewertung innerhalb der Praxis. Die Bilanzgrenzen müssen für einen Vergleich zweier Werte der Ressourceneffizienz exakt gleich gesetzt werden, andernfalls ergibt sich durch die Verschiebung der Bilanzgrenze eine deutliche Veränderung des berechneten Wertes für die Ressourceneffizienz.

Die Analyse der Ressourceneffizienz für die Abrasivpartikel ergibt aufgrund der möglichen Verwendung dieser als Sekundärkorn einen Wert von 1. Dabei dienen die rezyklierten Abrasivpartikel als Sekundärkorn in einer Schleifscheibe nur als Stützstruktur und nehmen nur indirekt am Schleifprozess teil. Daher sind die Eigenschaften der Abrasivpartikel für diese Art von Einsatz nicht ausschlaggebend. Da die innerhalb der Kreismesserherstellung im Schleifschlamm anfallenden Abrasivpartikel jedoch weiterhin eine hohe Abrasivität und ein vergleichbares Volumen zu denen neuwertiger Abrasivpartikel aufweisen (Kap. 5.3), ist ein vollständiger Einsatz als Sekundärkorn nicht erstrebenswert. Vielmehr wäre ein Einsatz als erneutes Primärkorn, welches im direkten Schleifeinsatz ist, deutlich effektiver. Da das Mischungsverhältnis von rezyklierten Abrasiven und neuen Schleifpartikeln nicht weiter beleuchtet wurde, kann die Ressourceneffizienz nicht exakt berechnet werden. Diese Analyse zeigt eine weitere große Herausforderung bei der Berechnung der Ressourceneffizienz. Der spätere Einsatz der rezyklierten und wiederverwendeten Werkstoffe und Materialien wird nur unzureichend im Wert der Ressourceneffizienz aufgefasst. Es ist nicht ersichtlich, ob es sich bei einem Wiedereinsatz um einen Down-, Re- oder Upcyclingprozess handelt.

Bei der Verwendung von PM- und AM-Prozessen für die mögliche Rezyklierung kommt den Schleifspänen als neuer Ausgangswerkstoff eine höhere Werkstoffqualität zu. Daher ist in Verbindung mit der

Substituierung von gasverdüsterten Pulvern durch separierte Schleifspäne von einem Upcycling zu sprechen. Neben der Wiederverwendung der anfallenden Schleifspäne wird durch das Upcycling das große Potenzial deutlich, die energie- und somit kostenintensive Herstellung von gasverdüstertem Ausgangsmaterial für PM- und AM-Prozesse in der Herstellmenge zu reduzieren. Die in dieser Forschungsarbeit durchgeführten Analysen lassen für diese Substituierung den Schluss zu, dass die separierten Schleifspäne zwar prinzipiell innerhalb der PM verarbeitet werden können, es jedoch starke Unterschiede in den Probeneigenschaften gibt. So müssen die separierten Schleifspäne über weitere Reinigungs- und Aufbereitungsverfahren vorbereitet werden. Innerhalb einer technisch und wirtschaftlich sinnvollen Reinigung und Aufbereitung, können die separierten Schleifspäne nicht vollständig von Verunreinigungen aus Restabrasiven getrennt werden. Daher weisen die gefertigten Proben mitunter erheblich reduzierte mechanische Eigenschaften auf. Dies kann exemplarisch an den erzielbaren Härtewerten der gefertigten Proben festgemacht werden. Für eine Weiterverarbeitung mittels AM weisen die separierten Schleifspäne in unvermischter Form sogar zu geringe pulvermetallurgische Eigenschaften wie die Fließfähigkeit auf. Daher wird für eine Weiterverarbeitung mittels AM, aber auch für die Verbesserung der gefertigten Proben mittels PM, auf eine Vermischung der separierten Schleifspäne mit gasverdüstertem Pulver zurückgegriffen. Eine vollständige Substituierung der gasverdüsterten Pulver durch separierte Schleifspäne kann daher nicht abgebildet werden. Durch die Maximierung des Mischungsverhältnisses in Bezug auf die Verwendung der separierten Schleifspäne kommt es jedoch so unter Umständen zu einer Teilsubstituierung. Dies führt zu einer Wiederverwendung der separierten Schleifspäne und gleichzeitig zu einer Einsparung an verwendeten gasverdüsterten Pulvern. Auch hier sind die mechanischen Eigenschaften denen von reinen gasverdüsterten Pulvern leicht unterlegen, sodass neben den analysierten globalen Härtewerten noch weitere Analyseverfahren wie beispielsweise die Messung der Verschleißbeständigkeit durchgeführt werden. Auch ist hier kritisch zu hinterfragen, inwieweit die energiereiche Aufbereitung der Schleifspäne, die für eine Nutzbarmachung der Schleifspäne unabdingbar ist, eine Wiederverwendung der separierten Schleifspäne aus der Sicht der Energieeffizienz sinnvoll macht. Aus der Sicht der Ressourceneffizienz und des Umweltaspekts ist diese Nutzbarmachung der Schleifspäne von äußerst großem Potenzial und Wert. Ein weiteres großes Potenzial, welches in dieser Arbeit aufgefasst wird, zeigt eine Vermischung der separierten vorliegenden Schleifspäne mit einem gasverdüstertem WAS-Pulver. Dieses fällt bei der Herstellung von kommerziell genutzten WAS-Pulvern an. Die geringe Größe des Pulvers macht eine kommerzielle und konventionelle Nutzung schwierig, sodass die Pulver in der Praxis erneut eingeschmolzen und der Verdüsung erneut zugeführt werden müssen. Dies entspricht einem hohen Energie- und Ressourcenverbrauch. Innerhalb dieser Arbeit wird dieses als Abfallstoff vorliegende Pulver mit dem Abfallstoff der separierten Schleifspäne gemischt. Es entstehen so Span-Pulver-Gemische, die sowohl fließfähig als auch mittels PBF-LB/M verarbeitbar sind. Somit bildet sich eine Art Synergieeffekt bei der Nutzung zweier Abfallstoffe zu einem höher-

wertigen Werkstoff, der in Form des Upcyclings mittels additiver Fertigung weiterverarbeitet werden kann.

6 Zusammenfassung

Die übergeordnete wissenschaftliche Fragestellung nach der Wiederverwertbarkeit der Schleifschlämme bzw. Schleifspäne aus einer Kreismesserherstellung konnte innerhalb dieser Arbeit detailliert betrachtet werden. Hierfür wurde zunächst auf die Recyclingroute des Schleifschlammes eingegangen. Der in dieser Arbeit verwendete Schleifschlamm fiel in der Kreismesserherstellung an. Dieser feuchte Schleifschlamm wurde einer möglichen Recyclingroute zugeführt. Der vorliegende Schleifschlamm wies eine signifikante Restfeuchte auf, die aus den Kühlschmierstoffen und Wasseranteilen bestand. Vor einer weiteren Separierung der Schleifschlammkomponenten musste diese Restfeuchte beseitigt werden. Dies geschah mithilfe von Trocknungskammern im Labormaßstab und eines eigens konzipierten Trocknungsaggregats für eine Trocknung unmittelbar nach dem Schleifprozess. Mithilfe dieser Trocknung gelang es, die Schleifschlämme vollständig zu trocknen und so einer weiteren Separierung zugänglich zu machen. Bei der Separierung und den jeweiligen Separierungsergebnissen musste zwischen dem Labormaßstab und der konzipierten Separierungsanlage unterschieden werden. Innerhalb des Labormaßstabs wurden die getrockneten Schleifspäne einer Wurfsiebung und einer händisch betriebenen, magnetischen Abscheidung zugeführt. Die Größenverteilung nach der Wurfsiebung sah einen Spananteil von 14,98 Ma.-% in der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ vor. Es konnten starke Anreicherungen an Abrasivpartikeln in den Fraktionen 125 bis $250\ \mu\text{m}$ sowie 250 bis $500\ \mu\text{m}$ festgestellt werden. Somit konnte bereits mit der Siebung eine Separierung von Schleifspänen und Abrasivpartikeln erreicht werden. In größeren Siebfraktionen lassen sich Agglomerate erkennen, die einen Nachweis für die starke Neigung der Schleifspäne aufgrund ihrer hakenförmigen Wendelspanstücke darstellt. Die weitere Separierung mithilfe der händischen magnetischen Abscheidung führte nach mehrmaliger Wiederholung zu einer reinen Fraktion von separierten Schleifspänen, die einen Mengenanteil von 1,58 Ma.-% an Al aufwies. Es wurde eine Reinheitssteigerung von ca. 25 Ma.-% im Vergleich zum Ausgangszustand erreicht. Die Detektion des Reinheitsgrades konnte dabei mittels EDX-Analysen über die für den Schleifprozess verwendeten Edelmetallpartikel durchgeführt werden. Die Aufbereitung und Separierung der anfallenden Schleifschlämme innerhalb einer konzipierten Separierungsanlage sorgte für eine elektrostatische Aufladung der einzelnen Schleifspäne, die die Neigung der Schleifspäne zur Agglomeratbildung verstärkt. Es zeigt sich in den Siebungsergebnissen einer

trockenen Wurfsiebung, der mittels Anlage separierten Schleifspäne, eine verstärkte Anreicherung der Schleifspäne in den Fraktionen von 125 bis 250 μm und 250 bis 500 μm . Die ebenfalls in der Separierungsanlage integrierte magnetische Abscheidung mittels eingesetzter Magnetwalzen führte zu einer Reinheit der Schleifspänen mit einem minimal detektierbaren Al-Gehalt von 2,30 Ma.-%. Dies entspricht einem gegenüber der Labor-Separierung um ca. 0,7 Ma.-% variierenden Reinheitsgrad. Somit kann die Separierungsanlage eine ähnliche Reinheit wie die Separierung im Labormaßstab gewährleisten. Zudem zeigt die Separierungsanlage reproduzierbare Separierungsergebnisse.

Die so fraktionierten Schleifschlammkomponenten (Schleifspäne und Abrasivpartikel) wurden mithilfe von Kenngrößen wie der Schüttdichte, der Klopfdichte und der Fließfähigkeit mit konventionellen metallischen Pulverwerkstoffen verglichen. Dabei konnte gezeigt werden, dass die erreichten Schütt- und Klopfdichten deutlich unter denen gasverdünster Metallpulver lagen. Damit einhergehend besaßen die separierten Schleifspäne im Gegensatz zu den gasverdünsten Metallpulvern keine messbare Fließfähigkeit.

Eine Verbesserung der Eigenschaften der separierten Schleifspäne ist durch die mechanische Aufbereitung mittels mechanischer Zerkleinerung durch eine Kugelmühle und durch die Vermischung mit konventionellem gasverdünstem Pulver möglich. Während durch die mechanische Zerkleinerung zwar eine signifikante Verbesserung der Schütt- und Klopfdichte erzielt werden kann, ergibt sich keine messbare Fließfähigkeit. Diese wird erst mit einer Vermischung mit einem sphärischen Metallpulver erreicht. Da diese Fließfähigkeit jedoch für die meisten generativen Fertigungsverfahren, so auch für den PBF-LB/M-Prozess, eine Grundvoraussetzung ist, machte der Mangel der nachweisbaren Fließfähigkeit der separierten Späne eine Verarbeitung dieser mittels PBF-LB/M nicht möglich. Erst die Aufbereitung und Vermischung mit sphärischem Metallpulver führte zu einer Nutzbarmachung der Schleifspäne als Ausgangswerkstoff in diesem generativen Verfahren.

Die separierten und zum Teil aufbereiteten Schleifspäne wurden anschließend mit den Verfahren des Supersolidus Flüssigphasensinterns (SLPS), des Heißisostatischen Pressens (HIP), des Feldunterstützten Sinterns (FAST/SPS) und des selektiven Laserschmelzens (PBF-LB/M) weiterverarbeitet. Dabei variierte die Komplexität der Prozessierung der separierten Späne und Span-Pulver-Gemische je nach eingesetztem Verfahren. So war die Prozessierung mittels Supersolidus Flüssigphasensintern und Feldunterstütztem Sintern ohne weitere Vorkehrung möglich. Das HIP-Verfahren bedarf einer aufwendigeren Verkapselung und gasdichten Verschweißung des Probenmaterials. Das PBF-LB/M hingegen war nur mit den Span-Pulver-Gemischen möglich, da eine nachweisbare Fließfähigkeit für die Verarbeitung mittels dieses Verfahrens notwendig ist.

Nach der experimentellen Definition optimaler Prozessparameter für ein jedes dieser Verfahren wurden unterschiedliche makroskopische, mikroskopische sowie mechanische Eigenschaften dieser Proben analysiert. Anhand der Analyse der mit den PM- und AM-Verfahren gefertigten Proben

lässt sich so ermitteln, welche Verfahren für die Rezyklierung von separierten Schleifspänen aus einem Hochleistungsschleifprozess von Kaltarbeitsstahl X153CrMoV12 im Hinblick auf die Ressourceneffizienz und der metallographischen Eigenschaften am effektivsten ist. Diese Begutachtung ist lediglich auf die Recyclingroute bezogen und beinhaltet keine anwendungsspezifischen Aspekte. So kann für das Recycling der Schleifspäne eine Verfahrensvariante des FAST/SPS als effektiv bewertet werden. Bei einer Vermischung der Schleifspäne mit sphärischem Pulver können jedoch auch additive Fertigungsverfahren, wie das PBF-LB/M, als mögliche Verarbeitungsalternative in Betracht gezogen werden. Dabei weist das PBF-LB/M aufgrund der erforderlichen Zumischung von Pulvermaterial zwar eine geringe Ressourceneffizienz auf, jedoch führt die wachsende Bedeutung der additiven Fertigungsverfahren innerhalb der metallverarbeitenden Industrie und die ressourcen- und kostenintensive Bereitstellung von konventionellem Ausgangsmaterial zu einer dennoch positiven Bewertung des PBF-LB/M als Upcyclingroute für Schleifspäne.

Als abschließende Prüfung wurde eine Rezyklierbarkeit der Schleifspäne hinsichtlich der Energie- als auch Ressourceneffizienz diskutiert. Hierbei ist, trotz der notwendigen Vermischung der separierten Schleifspäne mit energie- und kostenintensivem metallischem Pulver, eine starke Ressourceneffizienzsteigerung und verbesserte Nachhaltigkeit zu erkennen. Gerade mit Hinblick auf die immer kostenintensivere Entsorgung der als umweltkritisch einzustufenden Schleifschlämme, bieten die hier aufgezeigten Wege eine effektive und praktikable Alternative zur Deponierung.

Die hier gewählte Recyclingstrategie kann unter Berücksichtigung der Charakterisierung der Schleifspäne für das Legierungssystem des Kaltarbeitsstahls X153CrMoV12 als nachhaltig angesehen werden. Den zuvor postulierten wissenschaftlichen Fragestellungen wurden daher im Kontext dieser Arbeit nachgegangen und eine Lösungsvariante für die großen anfallenden Mengen an Schleifschlamm geliefert. Die Einsatzmöglichkeit der gefertigten Proben wurde nicht durch Feldversuche nachgewiesen, sodass sich das Themengebiet einer Feldstudie mit anwendungsnahen Proben aus separierten Schleifspänen und Span-Pulver-Gemischen dieser Arbeit anschließen sollte.

7 Ausblick

Die in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnisse und Möglichkeiten zur Rezyklierung und Wiederverwendung der im Schleifschlamm enthaltenen Komponenten, ist eine vielversprechende Alternative zur derzeit in Großteilen der metallverarbeitenden Industrie praktizierten, kostenpflichtigen Entsorgung und Deponierung dieses qualitativ hochwertigen Abfallstoffs. Die erzielten Ergebnisse sind dabei gerade auf ihre mechanischen Eigenschaften hin detaillierter und anwendungsspezifisch zu analysieren und zu hinterfragen. Da sich diese Arbeit auf die Prozessierung des Recyclings bzw. Upcyclings von Schleifschlämmen konzentriert ist dies nicht Teil dieser Arbeit, jedoch für einen letztendlichen Einsatz der gefertigten Produkte aus separierten Schleifspänen bzw. Span-Pulver-Gemischen unerlässlich. Zu einem möglichen Anwendungsgebiet gehören beispielsweise Verschleißschutzschichten. Die in den Proben enthaltenen Abrasivpartikel weisen eine hohe Härte auf. Darüber hinaus ist aus der Literatur bekannt, dass Abrasivpartikel über gute Verschleißbeständigkeiten verfügen. Die mechanischen Analysen der Proben zeigen jedoch, dass sie eine geringe Anbindung zu den metallischen Gefügen aufweisen und die Einbindung einer mechanischen Verklammerung gleicht. Somit können die guten Verschleißigenschaften der Abrasivpartikel nicht auf die gesamte Probe übertragen werden. Ein möglicher Ansatz ist es, dieses Anbindungsverhalten von Abrasivpartikeln in metallischen Gefügen durch eine spezielle Vorbehandlung der Abrasivpartikel signifikant zu erhöhen und so die hohe Verschleißbeständigkeit der Abrasivpartikel für das gesamte metallische Gefüge nutzbar zu machen. Falls diese Anbindung gelingt, weist dieses Verfahren ein enormes Potenzial für die Entwicklung etwaiger Schutzschichten bzw. Verschleißschichten auf. Innerhalb dieser Überlegung ist zu diskutieren, ob die Reinheit der Schleifspäne und die Verunreinigung der Fraktion der Schleifspäne mit Aluminiumoxid sogar bis zu einem mit der Separierungsanlage technisch realisierbaren Minimum abgesenkt werden muss, oder ob es vielmehr einen optimalen „Verunreinigungswert“ mit Abrasivpartikeln aus Aluminiumoxid gibt, der die Verschleißigenschaften der Proben und ausgebildeten Schichten sogar noch erhöht. Darüber hinaus wird mit der Verwendung von einem definierten Wert der Abrasivpartikel die Sauerstofflöslichkeit der metallischen Matrix angepasst.

Ein anderer Anwendungsfall ist die Verarbeitung der Späne in einem möglichst sortenreinen Zustand. Dieser Versuch ist auch in dieser Arbeit verfolgt worden. Es zeigt sich jedoch, dass für viele Anwen-

dungen die stark eingeschränkte Einbindung der Abrasivpartikel in das metallische Gefüge mögliche Bruchstellen und Rissstartpunkte bildet. Für eine flächendeckende Substituierung von möglichen PM- und AM-Pulverwerkstoffen müssen daher die erzielten Reinheiten, auch wenn diese mittels Separierungsanlage bereits in einem sehr niedrigen und zudem reproduzierbaren Bereich liegen, weiter erhöht werden. Hierfür können Prozessparameter der Separierungsanlage weiter angepasst und möglicherweise andere Anlagenkomponenten ausgetauscht werden. Ein Beispiel für eine solche Komponente ist die magnetische Separierungseinheit der Anlage, die mittels Magnetwalzen den Schleifschlamm klassifiziert. Erst nach verschiedenen Feldtests mit der bestehenden Separierungsanlage kann bestätigt werden, dass es sich bei den verwendeten Varianten und Modellen der Magnetwalzen um die für eine großtechnische Separierung geeignete Variante handelt.

Eine weitere Verbesserung der „Reinheit“ von gefertigten Proben ist durch die Wahl einer anderen Schleifscheibenzusammensetzung realisierbar. So ist aus der Literatur bekannt, dass beispielsweise cBN-Schleifscheibenteilchen sich bei der Prozessierung in Umfeld von Fe vollständig auflösen. Dies würde, ähnlich wie bei den aufgelösten SiC-Partikeln in den jetzigen Schleifschlämmen zwar dazu führen, dass sich die chemische Zusammensetzung der Probe im Vergleich zum Ausgangswerkstoff ändert, jedoch sind die ungewünschten mechanisch eingebundene Verunreinigungen durch Korundpartikel auf diese Weise zu vermeiden. Darüber hinaus kann bei einer festgelegten und definierten Schleifscheibenzusammensetzung die veränderte chemische Zusammensetzung der Probe theoretisch ermittelt und mithilfe der Beimischung von geeigneten Ferro-Legierungen in Pulverform ausgeglichen werden (in Anlehnung an die Verwendung des 32CrMoV12-28 in dieser Arbeit).

Ein weiterer Punkt ist, die bei Verfahren wie dem PBF-LB/M noch nicht optimierten Prozessparameter. Durch eine optimale Wahl des Mischungsverhältnisses des Span-Pulver-Gemischs und eine Veränderung im Prozess selber, wie beispielsweise eine Vorwärmung der Grundplatte oder Abänderung des Punktabstandes, kann für die erzielten Resultate nochmals eine signifikante Verbesserung erwartet werden. Somit zeigen die in dieser Arbeit durchgeführten Verfahren zwar eine gute Alternative in der Recyclingroute für Schleifschlamm im Vergleich zur herkömmlichen Entsorgung des Schleifschlammes auf und erhöhen die Ressourceneffizienz, die gefertigten Proben entsprechen jedoch nicht dem Optimum im Bezug auf mechanische und anwendungsspezifische Eigenschaften.

Tabellen

Tabelle 1: Indikatoren für das Kritikalitäts-Screening ([335]).

| Vulnerabilität | Zeitliche Relevanz | Gew. | Versorgungsrisiko | Zeitliche Relevanz | Gew. |
|--|-------------------------|-------|--|-------------------------|-------|
| Mengenrelevanz | | | Länderrisiko | | |
| Anteil Deutschland am Weltverbrauch | kurzfristig | 25 % | Länderrisiko für die Importe Deutschlands (2008) | kurzfristig | 10 % |
| Änderung des Anteils Deutschlands am Weltverbrauch (2004-2008) | kurzfristig | 10 % | Länderrisiko für die globale Produktion (2008) | kurzfristig | 10 % |
| Änderung der Importe Deutschlands (2004-2008) | kurzfristig | 10 % | Länderkonzentration der globalen Reserven (2008) | mittel- bis langfristig | 10 % |
| Strategische Relevanz | | | Marktrisiko | | |
| Sensitivität der Wertschöpfungskette in Deutschland | mittel- bis langfristig | 25 % | Unternehmenskonzentration der globalen Produktion (2008) | kurzfristig | 25 % |
| Globaler Nachfrageimpuls durch Zukunftstechnologien (2030) | mittel- bis langfristig | 20 % | Verhältnis von globalen Reserven zu globaler Produktion (2008) | mittel- bis langfristig | 25 % |
| Substituierbarkeit | mittel- bis langfristig | 10 % | Strukturrisiko | | |
| | | | Anteil der globalen Haupt- und Nebenproduktion (2008) | mittel- bis langfristig | 10 % |
| | | | Recyclingfähigkeit | mittel- bis langfristig | 10 % |
| Summe | | 100 % | Summe | | 100 % |

Tabelle 2: Unterteilung der Härtegrade von Schleifscheiben ([75]).

| Härtegrad der Schleifscheibe | Kennzeichnung der Schleifscheibe |
|------------------------------|----------------------------------|
| extrem weich | A bis D |
| sehr weich | E bis G |
| weich | H bis K |
| mittel | L bis O |
| hart | P bis S |
| extrem hart | T bis Z |

Tabelle 3: Unterteilung der Körnungsgrade von Schleifscheiben ([75]).

| Beschreibung der Körnung der Schleifscheibe | Kennzeichnung der Schleifscheibe |
|---|----------------------------------|
| grobe Körnung | P12 bis P80 |
| mittlere Körnung | P100 bis P280 |
| feine Körnung | P320 bis P600 |
| sehr feine Körnung | P800 bis P2500 |

Tabelle 4: Übersicht über die prozentuale Masseverteilung der Schleifschlammkomponenten (in Anlehnung an [44]).

| Schleifschlammkomponenten | Prozentuale Masseverteilung in Ma.-% |
|--|--------------------------------------|
| Metallische Schleifspäne | 50 bis 80 Ma.-% |
| Abrasivpartikel (SiC, Al ₂ O ₃ , etc.) | 4 bis 40 Ma.-% |
| Öl | 0 bis 30 Ma.-% |
| Wasser | 0 bis 30 Ma.-% |

Tabelle 5: Chemische Zusammensetzung des X153CrMoV12 (Werkstoff-Nr. 1.2379) laut Datenblatt ([117]).

| Legierungselement | C | Cr | Si | Mn | V | Mo | P | S |
|-------------------|------|-------|------|------|------|------|-------|-------|
| | 1,45 | 11,00 | 0,10 | 0,20 | 0,70 | 0,70 | | |
| Ma.-% | - | - | - | - | - | - | max. | max |
| | 1,60 | 13,00 | 0,60 | 0,60 | 1,00 | 1,00 | 0,030 | 0,030 |

Tabelle 6: Chemische Zusammensetzung des X220CrVMo13-4 (Werkstoff-Nr. 1.2380) laut Datenblatt ([119]).

| Legierungselement | C | Cr | Si | Mn | V | Mo | P | S |
|-------------------|------|-------|------|------|------|------|-------|-------|
| | 2,20 | 12,50 | 0,15 | 0,25 | 3,70 | 0,80 | | |
| Ma.-% | - | - | - | - | - | - | max. | max |
| | 2,30 | 13,50 | 0,30 | 0,40 | 4,00 | 1,10 | 0,030 | 0,020 |

Tabelle 7: Chemische Zusammensetzung des 32CrMoV12-28 (Werkstoff-Nr. 1.2365) laut Datenblatt ([120]).

| Legierungselement | C | Cr | Si | Mn | V | Mo | P | S |
|-------------------|------|------|------|------|------|------|-------|-------|
| | 0,28 | 2,70 | 0,10 | 0,15 | 0,40 | 2,50 | | |
| Ma.-% | - | - | - | - | - | - | max. | max |
| | 0,35 | 3,20 | 0,40 | 0,45 | 0,70 | 3,00 | 0,030 | 0,020 |

Tabelle 8: Verfahren zur Teilchengrößenanalyse und die zugehörigen gültigen Wertebereiche der Verfahren.

| Analyseverfahren | Gültiger Wertebereich |
|---------------------------------------|----------------------------|
| Laserbeugung (ISO 13320) | 0,1 μm bis 3 mm |
| Lichtstreuung (ISO 22412) | 1 nm bis 0,1 mm |
| Bildanalyse statisch (ISO 13322 – 1) | $\geq 5 \mu\text{m}$ |
| Bildanalyse dynamisch (ISO 13322 – 2) | $\geq 5 \mu\text{m}$ |
| Siebung (ISO 2591 – 1 / ISO 4497) | $\geq 45 \mu\text{m}$ |

Tabelle 9: Verfahren zur Fließfähigkeitsbestimmung von Metallpulvern mit variierenden Probenmaterialeigenschaften und Probenmengen.

| Analyseverfahren | Aufgabemenge | geforderte Probenmaterialeigenschaften |
|---|-------------------|--|
| Hallo-Flow-Meter (ISO 4490) | 50 g \pm 0,1 g | frei fließfähiges Pulver |
| Carney-Flow-Meter (ASTM B964) | 150 g \pm 0,1 g | nicht frei fließfähiges Pulver |
| Gustavsson-Flow-Meter (ISO 13517) | 50 g \pm 0,1 g | frei fließfähiges Pulver |
| Bestimmung des Schüttwinkels (ISO 4324) | 100 g \pm 0,1 g | nicht frei fließfähiges Pulver |

Tabelle 10: Verwendete PDF-Karten für die Auswertung der durchgeführten XRD-Analysen.

| Phase | Kristallstruktur | Gitterparameter | PDF-Karte |
|---|------------------------------------|--|-------------|
| Al ₂ O ₃ | orthorhombisch (R $\bar{3}_c$) | a = 4,759 Å; c = 12,992 Å | 00-042-1468 |
| SiC | hcp (P63 _{mc}) | a = 3,076 Å; c = 15,070 Å | 00-003-1146 |
| Fe ₂ O ₃ | orthorhombisch (C _{mcm}) | a = 2,639 Å; b = 8,544 Å; c = 6,386 Å | 00-056-1302 |
| (FeCr) ₂ O ₄ | | a = 9,283 Å; b = 7,817 Å; c = 4,755 Å | |
| M ₇ C ₃ | orthorhombisch (P _{mcm}) | a = 7,015 Å; b = 12,153 Å; c = 4,532 Å | 00-006-0687 |
| Austenit (γ) | kfz (Fm $\bar{3}_m$) | a = 3,598 Å | 00-047-1417 |
| M ₂₃ C ₆ | kfz (Fm $\bar{3}_m$) | a = 10,660 Å | 00-035-0783 |
| Ferrit (α) / Martensit (α') | krz (Im $\bar{3}_m$) | a = 2,866 Å | 00-035-0783 |
| MC | kfz (Fm $\bar{3}_m$) | a = 4,130 Å | 01-089-5055 |
| Graphit | orthorhombisch (P _{ban}) | a = 4,048 Å; b = 4,885 Å; c = 6,495 Å | 01-089-8491 |

Tabelle 11: Versuchsübersicht des HIP-Verfahrens mit Bezug auf die verwendeten Prozessparameter.

| Verwendete Schleifspäne | Vorverdichtung | HIP-Prozessdruck | Aufheizrate | HIP-Temperatur | Haltezeit | Schnellabkühlung |
|--|----------------|------------------|--------------|----------------|-----------|------------------|
| 45 µm (Labor) | - | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| 45 - 63 µm (Labor) | - | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| 63 - 125 µm (Labor) | - | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| 125 - 250 µm (Labor) | - | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| Schleifspäne unsepariert (Labor) | - | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| 45 µm (Labor) | 100 N | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| 45 - 63 µm (Labor) | 100 N | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| 63 - 125 µm (Labor) | 100 N | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| 125 - 250 µm (Labor) | 100 N | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| Schleifspäne (Separationsanlage) | - | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| Schleifspäne (Separationsanlage) | 100 N | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| 45 µm + PM 1.2380 | - | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| 45 - 63 µm + PM 1.2380 | - | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| Schleifspäne + PM 1.2380 (Separationsanlage) | - | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |
| Schleifspäne + PM 1.2380 (Separationsanlage) | 100 N | 150 MPa | 15 °C / min. | 1150 °C | 4 h | ja |

Tabelle 12: Versuchsübersicht des FAST/SPS-Verfahrens mit Bezug auf verwendeten Prozessparameter.

| Verwendete Schleifspäne | Prozessdruck | Aufheizrate | Prozesstemperatur | Haltezeit |
|-------------------------------|--------------|---------------|-------------------|-----------|
| 45 µm (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 950 °C | 5 min. |
| 45 µm (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 1050 °C | 5 min. |
| 45 µm (Labor) | 120 MPa | 100 °C / min. | 1050 °C | 5 min. |
| 45 µm (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 1080 °C | 5 min. |
| 45 µm (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 1100 °C | 5 min. |
| 45 µm (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 1150 °C | 5 min. |
| 45 - 63 µm (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 1050 °C | 5 min. |
| 63 - 125 µm (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 1050 °C | 5 min. |
| 125 - 250 µm (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 1050 °C | 5 min. |
| 45 µm + Pulver 1.2380 (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 1050 °C | 5 min. |
| 45 µm + Pulver 1.2365 (Labor) | 50 MPa | 100 °C / min. | 1050 °C | 5 min. |

Tabelle 13: Versuchsübersicht des PBF-LB/M-Verfahrens mit Bezug auf die verwendeten Prozessparameter.

| Verwendete Schleifspäne | Bauteil | Laserleistung | <Laservorschubgeschwindigkeit (Punktabstand und Belichtungszeit) |
|-----------------------------------|---------|---------------|---|
| 45 µm + PM 1.2365 (Labor) (30:70) | Quader | 73,5 W | 30 µm / 90 µs |
| 45 µm + PM 1.2365 (Labor) (30:70) | Quader | 73,5 W | 30 µm / 110 µs |
| 45 µm + PM 1.2365 (Labor) (30:70) | Quader | 73,5 W | 30 µm / 130 µs |
| 45 µm + PM 1.2365 (Labor) (30:70) | Quader | 73,5 W | 30 µm / 150 µs |
| 45 µm + PM 1.2365 (Labor) (30:70) | Quader | 73,5 W | 30 µm / 175 µs |
| 45 µm + PM 1.2365 (Labor) (30:70) | Quader | 73,5 W | 30 µm / 200 µs |

Tabelle 14: Chemische Zusammensetzung des zertifizierten Referenzmaterials X208Cr12 (ZRM 288 – 1).

| Legierungselement | C | Cr | Si | Mn | V | Mo | P | Ni |
|-------------------|------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Ma.-% | 2,08 | 12,00 | 0,26 | 0,292 | 0,055 | 0,103 | 0,024 | 0,298 |

Tabelle 15: Definierte Prozessparameter Dilatometer.

| Austenitisierungstemperatur | Haltezeit | Abkühlzeit (t8/5) | Stickstoff |
|-----------------------------|-----------|-------------------|------------|
| 1050 °C | 5 min. | 5 sek. | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 10 sek. | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 1 min. | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 2 min. | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 4 min. | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 8 min. | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 10 min. | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 15 min. | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 30 min. | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 1 h | Stickstoff |
| 1050 °C | 5 min. | 2 h | Stickstoff |

Tabelle 16: Bestimmung der Flächeninhalte und der Zirkularität von neuen Korundpartikeln und genutzten Abrasivpartikeln im Vergleich. Basiert auf der Bildanalyse der stereomikroskopischen Aufnahmen.

| Partikel | Flächeninhalt [mm ²] | Zirkularität [0-1] |
|----------------------------|----------------------------------|--------------------|
| Korund Blau | 0,458 ± 0,120 | 0,748 ± 0,099 |
| Korund Weiß | 0,192 ± 0,044 | 0,585 ± 0,170 |
| gebrauchte Abrasivpartikel | 0,167 ± 0,070 | 0,772 ± 0,108 |

Tabelle 17: EDX-Punktanalyse der verschiedenen Partikel mit der Zuordnung der Literaturwerte für Al₂O₃ und SiC in Ma.-%.

| | Al | O | Si | C |
|--|--------------|-------|-------|-------|
| Al ₂ O ₃ (Literatur) | 52,93 | 47,07 | - | - |
| SiC (Literatur) | - | - | 70,05 | 29,95 |
| Partikel A | 45,62 ± 1,51 | - | - | - |
| Partikel B | - | - | 77,63 | - |

Tabelle 18: Chemische Zusammensetzung der Schleifspäne im Vergleich zur Sollzusammensetzung von X153CrMoV12 mit EDX-Punktanalyse und Verbrennungsanalyse in Ma.-%.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|---|-------------|-------------|-----------|--------------|-------------|-----------|
| Sollzusammensetzung X153CrMoV12 | 1,55 | 0,4 | 0,3 | 11,8 | 0,75 | 0,82 |
| EDX an Schleifspänen | - | 0,77 ± 0,30 | 1,2 ± 0,1 | 10,83 ± 0,40 | 0,53 ± 0,20 | 0,4 ± 0,1 |
| Verbrennungsanalyse im Ausgangszustand | 2,69 ± 0,50 | - | - | - | - | - |
| Verbrennungsanalyse nach therm. Reinigung | 1,72 ± 0,20 | - | - | - | - | - |

Tabelle 19: Phasenmengengehalt der Gefügebestandteile in der wärmebehandelten Kreismesserronde und den separierten Schleifspänen ermittelt durch Bildanalyse an SE-Aufnahmen in Vol.-%.

| | Matrix | Blockige Ausscheidungen | Sphärische Ausscheidungen |
|-------------------------|--------|-------------------------|---------------------------|
| Kreismesserronde | 79 | 7 | 4 |
| Separierte Schleifspäne | 77 | 8,5 | 4,5 |

Tabelle 20: Bestimmung des Hausner-Faktors und des Carr-Indexes anhand der gemessenen und gemittelten Schütt- und Klopfdichten nach einer mechanischen Zerkleinerung in der Kugelmühle. Hierfür wurden die Kugelmühlparameter von 450 min⁻¹ bei einer Mahldauer von 15 min und variierenden Mahlkugelgrößen genutzt.

| | Carr-Index | Hausner-Faktor |
|--------------------------|------------|----------------|
| Spanfraktion <45 µm | 37,540 | 1,601 |
| Mahlung mit 2 mm Kugeln | 40,98 | 1,694 |
| Mahlung mit 12 mm Kugeln | 42,33 | 1,734 |
| Mahlung mit 15 mm Kugeln | 41,35 | 1,705 |

Tabelle 21: Verteilung der Legierungselemente in der Matrix und dem Eutektikum in Ma.-% eines gasverdüsterten Partikels aus X220CrVMo13-4 in Ma.-%.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|------------|---|------|------|-------|------|------|
| Matrix | - | 0,55 | 0,25 | 9,26 | 0,58 | 1,8 |
| Eutektikum | - | 0,52 | 0,38 | 18,28 | 0,69 | 5,88 |

Tabelle 22: Gemessene Fließfähigkeit an separierten Spänen und Spangemischen mit separierten Schleifspänen und gasverdüstern PM-Pulver (32CrMoV12-28 und X220CrVMo13-4).

| Probe | Gemittelte Fließfähigkeit in Sekunden | Standardabweichung |
|---|---------------------------------------|--------------------|
| Separierte Schleifspäne Fraktion <45 µm | - | - |
| 32CrMoV12-28 | 0,71 | 0,13 |
| 32CrMoV12-28 : rez. Späne (50 : 50) | 1,42 | 0,39 |
| X220CrVMo13-4 | 0,53 | 0,09 |
| X220CrVMo13-4 : rez. Späne (50:50) | 0,86 | 0,11 |

Tabelle 23: Chemische Zusammensetzung der Spangemische mit separierten Schleifspänen der Fraktion <45 µm und thermisch gereinigten Schleifspänen mit gasverdüstern PM-Pulver (32CrMoV12-28 und X220CrVMo13-4) in den Mischungsverhältnissen 70:30, 50:50 und 30:70 in Ma.-%. Genutzt wurde die experimentell bestimmte chemische Zusammensetzung der Späne und der therm. gereinigten Späne sowie die nominelle Zusammensetzung der PM-Pulver.

| Probe | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|--|-------|-------|-------|--------|-------|-------|
| Separierte Schleifspäne : X220CrVMo13-4 (70 : 30) | 2,517 | 0,677 | 0,237 | 11,06 | 0,876 | 1,725 |
| Separierte Schleifspäne : X220CrVMo13-4 (50 : 50) | 2,455 | 0,655 | 0,255 | 11,475 | 0,94 | 2,375 |
| Separierte Schleifspäne : X220CrVMo13-4 (30 : 70) | 2,393 | 0,633 | 0,273 | 11,885 | 1,004 | 3,025 |
| Separierte Schleifspäne : 32CrMoV12-28 (70 : 30) | 1,932 | 0,617 | 0,282 | 8,275 | 1,446 | 0,735 |
| Separierte Schleifspäne : 32CrMoV12-28 (50 : 50) | 1,48 | 0,555 | 0,33 | 6,825 | 1,89 | 0,725 |
| Separierte Schleifspäne : 32CrMoV12-28 (30 : 70) | 1,028 | 0,493 | 0,378 | 5,375 | 2,334 | 0,715 |
| therm. gereinigte Schleifspäne : X220CrVMo13-4 (70 : 30) | 1,894 | 0,719 | 0,93 | 11,331 | 0,701 | 1,48 |
| therm. gereinigte Schleifspäne : X220CrVMo13-4 (50 : 50) | 2,02 | 0,685 | 0,75 | 11,665 | 0,815 | 2,2 |
| therm. gereinigte Schleifspäne : X220CrVMo13-4 (30 : 70) | 2,126 | 0,651 | 0,57 | 11,999 | 0,929 | 2,92 |
| therm. gereinigte Schleifspäne : 32CrMoV12-28 (70 : 30) | 1,3 | 0,539 | 0,84 | 8,481 | 1,211 | 0,43 |
| therm. gereinigte Schleifspäne : 32CrMoV12-28 (50 : 50) | 1,02 | 0,385 | 0,6 | 6,915 | 1,665 | 0,45 |
| therm. gereinigte Schleifspäne : 32CrMoV12-28 (30 : 70) | 0,74 | 0,231 | 0,36 | 5,349 | 2,119 | 0,47 |

Tabelle 24: Phasenmengengehalte des X153CrMoV12 bei der Starttemperatur der Austenitisierung und der Solidustemperatur in Vol.-%.

| X153CrMoV12 | Temperatur | Ferrit | Austenit | M ₇ C ₃ |
|-------------------|------------|--------|----------|-------------------------------|
| α -> γ | 802 | 81,02 | - | 18,98 |
| γ -> Flüssigphase | 1258 | - | 93,48 | 6,52 |

Tabelle 25: Chemische Zusammensetzung im Werkstoff X153CrMoV12 des Austenits und M_7C_3 bei Solidustemperatur und des Ferrits und M_7C_3 bei der Starttemperatur der Austenitisierung in Ma.-%.

| X153CrMoV12 | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|-------------------|-------|------|------|-------|------|-------|
| Austenit (1258°C) | 1,08 | 0,43 | 0,31 | 9,55 | 0,71 | 0,47 |
| M_7C_3 (1258°C) | 8,73 | - | 0,21 | 46,30 | 1,36 | 6,1 |
| Ferrit (802 °C) | 0,009 | 0,48 | 0,26 | 2,92 | 0,31 | 0,004 |
| M_7C_3 (802 °C) | 8,71 | - | 0,46 | 53,04 | 2,79 | 4,45 |

Tabelle 26: Phasenmengengehalte der separierten Schleifspäne bei der Starttemperatur der Austenitisierung und der Solidustemperatur in Vol.-%.

| X153CrMoV12 | Temperatur | Ferrit | Austenit | M_7C_3 |
|-----------------------------------|------------|--------|----------|----------|
| $\alpha \rightarrow \gamma$ | 758 | 67,59 | - | 32,41 |
| $\gamma \rightarrow$ Flüssigphase | 1215 | - | 82,59 | 17,41 |

Tabelle 27: Chemische Zusammensetzung im Werkstoff der separierten Schleifspäne des Austenits und M_7C_3 bei Solidustemperatur und des Ferrits und M_7C_3 bei der Starttemperatur der Austenitisierung in Ma.-%.

| X153CrMoV12 | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|--------------------|--------|------|------|-------|------|-------|
| Austenit (1215 °C) | 1,49 | 0,94 | 0,54 | 5,89 | 0,53 | 0,19 |
| M_7C_3 (1215 °C) | 8,64 | - | 0,50 | 36,66 | 1,68 | 3,42 |
| Ferrit (758 °C) | 0,0016 | 1,13 | 0,25 | 0,76 | 0,06 | 0,008 |
| M_7C_3 (758 °C) | 8,59 | - | 1,15 | 33,78 | 2,18 | 2,32 |

Tabelle 28: Phasenmengengehalte der separierten, thermisch gereinigten Schleifspäne bei der Starttemperatur der Austenitisierung und der Solidustemperatur in Vol.-%.

| X153CrMoV12 | Temperatur | Ferrit | Austenit | M_7C_3 |
|-----------------------------------|------------|--------|----------|----------|
| $\alpha \rightarrow \gamma$ | 772 | 76,34 | - | 23,66 |
| $\gamma \rightarrow$ Flüssigphase | 1248 | - | 90,75 | 9,25 |

Tabelle 29: Chemische Zusammensetzung im Werkstoff der separierten, thermisch gereinigten Schleifspäne des Austenits und M_7C_3 bei Solidustemperatur und des Ferrits und M_7C_3 bei der Starttemperatur der Austenitisierung in Ma.-%.

| X153CrMoV12 | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|--------------------|--------|------|------|-------|------|-------|
| Austenit (1248 °C) | 1,19 | 0,47 | 0,37 | 8,61 | 0,63 | 0,42 |
| M_7C_3 (1248 °C) | 8,70 | - | 0,31 | 40,44 | 1,40 | 3,53 |
| Ferrit (772 °C) | 0,0011 | 0,53 | 0,22 | 2,63 | 0,28 | 0,005 |
| M_7C_3 (772 °C) | 8,73 | - | 0,72 | 36,13 | 2,71 | 3,29 |

Tabelle 30: Verteilung der Legierungselemente im X153CrMoV12 mit nominaler chemischer Zusammensetzung in Ma.-% in den Phasen im thermodyn. GG bei $T_{\text{Härte}} = 1055\text{ }^{\circ}\text{C}$.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|----------|------|------|------|-------|------|------|
| Austenit | 0,57 | 0,45 | 0,31 | 6,72 | 0,57 | 0,20 |
| M_7C_3 | 8,72 | - | 0,23 | 48,97 | 2,07 | 5,32 |

Tabelle 31: Verteilung der Legierungselemente im X153CrMoV12 mit nominaler chemischer Zusammensetzung in Ma.-% in den Phasen im thermodyn. GG bei $T_{\text{Anlass}} = 520\text{ }^{\circ}\text{C}$.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|-------------|-------|------|------|-------|-------|-------|
| Ferrit | - | 0,49 | 0,15 | 0,70 | 0,02 | 0,01 |
| M_7C_3 | 8,86 | - | 1,18 | 67,56 | 0,80 | 2,76 |
| $M_{23}C_6$ | 5,10 | - | 0,21 | 43,65 | 17,45 | 0,05 |
| MC | 16,73 | - | 0,02 | 5,12 | 0,51 | 67,00 |

Tabelle 32: Verteilung der Legierungselemente in den separierten Schleifspänen mit stark erhöhtem C-Gehalt in Ma.-% in den Phasen im thermodyn. GG bei $T_{\text{Härte}} = 1055\text{ }^{\circ}\text{C}$.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|----------|------|------|------|-------|------|------|
| Austenit | 1,05 | 0,99 | 0,53 | 4,05 | 0,33 | 0,70 |
| M_7C_3 | 8,62 | - | 0,54 | 36,49 | 2,13 | 3,13 |

Tabelle 33: Verteilung der Legierungselemente in den separierten Schleifspänen mit stark erhöhtem C-Gehalt in Ma.-% in den Phasen im thermodyn. GG bei $T_{\text{Anlass}} = 520\text{ }^{\circ}\text{C}$.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|----------|-------|------|-------|-------|-------|-------|
| Ferrit | - | 1,12 | 0,05 | 0,14 | 0,006 | - |
| M_7C_3 | 8,59 | - | 1,68 | 36,62 | 2,43 | 0,99 |
| MC | 17,01 | - | 0,006 | 18,21 | 0,22 | 46,71 |

Tabelle 34: Verteilung der Legierungselemente in den separierten, thermisch gereinigten Schleifspänen mit stark erhöhtem C-Gehalt in Ma.-% in den Phasen im thermodyn. GG bei $T_{\text{Härte}} = 1055\text{ }^{\circ}\text{C}$.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|----------|------|------|------|-------|------|------|
| Austenit | 0,63 | 0,49 | 0,34 | 6,05 | 0,51 | 0,22 |
| M_7C_3 | 8,59 | - | 0,29 | 41,55 | 2,01 | 4,32 |

Tabelle 35: Verteilung der Legierungselemente in den separierten, thermisch gereinigten Schleifspänen mit stark erhöhtem C-Gehalt in Ma.-% in den Phasen im thermodyn. GG bei $T_{\text{Anlass}} = 520\text{ }^{\circ}\text{C}$.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|-------------|-------|------|------|-------|-------|-------|
| Ferrit | - | 0,54 | 0,14 | 6,63 | 0,02 | 0,02 |
| M_7C_3 | 8,81 | - | 0,53 | 49,95 | 1,07 | 3,51 |
| $M_{23}C_6$ | 5,5 | - | 0,22 | 47,42 | 13,22 | 0,01 |
| MC | 16,99 | - | 0,01 | 7,89 | 0,24 | 52,07 |

Tabelle 36: Phasenmengenanteile des reinen 32CrMoV12-28 bei der Starttemperatur der Austenitisierung und der Solidustemperatur in Vol.-%.

| 32CrMoV12-28 gasverdüst | Temperatur | Ferrit | Austenit | M ₂₃ C ₆ | M ₆ C | MC |
|-----------------------------------|------------|--------|----------|--------------------------------|------------------|------|
| $\alpha \rightarrow \gamma$ | 770 | 94,40 | - | 3,44 | 1,29 | 0,87 |
| $\gamma \rightarrow$ Flüssigphase | 1429 | - | 100 | - | - | - |

Tabelle 37: Chemische Zusammensetzung der ausgebildeten Phasen im Werkstoff 32CrMoV12-28 bei Solidustemperatur und der Starttemperatur der Austenitisierung in Ma.-%.

| 32CrMoV12-28 gasverdüst | C | Cr | Mo | V |
|---|-------|-------|-------|-------|
| Austenit (1429 °C) | 0,32 | 3,0 | 2,8 | 0,5 |
| Ferrit (770 °C) | - | 1,88 | 1,20 | 0,008 |
| M ₂₃ C ₆ (770 °C) | 5,06 | 33,64 | 17,40 | 0,22 |
| M ₆ C (770 °C) | 2,57 | 3,37 | 62,63 | 1,19 |
| MC (770 °C) | 15,08 | 2,82 | 19,59 | 58,19 |

Tabelle 38: Phasenmengenanteile des reinen X220CrVMo14-3 bei der Starttemperatur der Austenitisierung und der Solidustemperatur in Vol.-%.

| X220CrVMo14-3 gasverdüst | Temperatur | Ferrit | Austenit | M ₇ C ₃ | MC |
|-----------------------------------|------------|--------|----------|-------------------------------|------|
| $\alpha \rightarrow \gamma$ | 820 | 74,15 | - | 21,75 | 4,11 |
| $\gamma \rightarrow$ Flüssigphase | 1229 | - | 81,87 | 16,57 | 1,56 |

Tabelle 39: Chemische Zusammensetzung der ausgebildeten Phasen im Werkstoff X220CrVMo13-4 bei Solidustemperatur und der Starttemperatur der Austenitisierung in Ma.-%.

| X220CrVMo13-4 gasverdüst | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|---|-------|------|-------|-------|------|-------|
| Austenit (1229 °C) | 0,91 | 0,72 | 0,33 | 7,43 | 0,91 | 1,36 |
| M ₇ C ₃ (1229 °C) | 8,74 | - | 0,17 | 40,00 | 1,69 | 1,34 |
| MC (1229 °C) | 15,56 | - | 0,03 | 8,88 | 6,79 | 65,62 |
| Ferrit (820 °C) | 0,01 | 0,79 | 0,30 | 3,07 | 0,43 | 0,14 |
| M ₇ C ₃ (820 °C) | 8,71 | - | 0,36 | 48,45 | 3,00 | 8,94 |
| MC (820 °C) | 16,09 | - | 0,003 | 7,27 | 5,12 | 65,28 |

Anlassen (520) 73,04 - 17,70

Tabelle 40: Phasenmengenanteile des Gemischs der separierten und thermisch gereinigten Schleifspäne mit gasverdüstem Pulver aus X220CrVMo14-3 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei der Starttemperatur der Austenitisierung und der Solidustemperatur in Vol.-%.

| | Temperatur | Ferrit | Austenit | M ₇ C ₃ | MC |
|-----------------------------------|------------|--------|----------|-------------------------------|------|
| $\alpha \rightarrow \gamma$ | 790 | 75,97 | - | 22,86 | 1,17 |
| $\gamma \rightarrow$ Flüssigphase | 1236 | - | 86,24 | 13,76 | - |

Tabelle 41: Chemische Zusammensetzung der ausgebildeten Phasen im Gemisch der separierten und thermisch gereinigten Schleifspäne mit gasverdüstem Pulver aus X220CrVMo14-3 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei Solidustemperatur und der Starttemperatur der Austenitisierung in Ma.-%.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|---|-------|------|-------|-------|------|-------|
| Austenit (1236 °C) | 1,03 | 0,79 | 0,79 | 7,41 | 0,72 | 0,94 |
| M ₇ C ₃ (1236 °C) | 8,73 | - | 0,46 | 40,42 | 1,46 | 10,71 |
| Ferrit (790 °C) | - | 0,88 | 0,66 | 2,13 | 0,25 | 0,007 |
| M ₇ C ₃ (790 °C) | 8,69 | - | 1,11 | 46,22 | 1,73 | 7,37 |
| MC (790 °C) | 16,25 | - | 0,009 | 8,49 | 3,93 | 62,96 |

Tabelle 42: Berechnete Phasengleichgewichte für die Gemische der separierten und thermisch gereinigten Schleifspäne mit dem gasverdüsteten Pulver aus X220CrVMo13-4 in den verschiedenen Mischungsverhältnissen bei der Härtetemperatur und der Anlasstemperatur in Vol.-%.

| Gemische mit separierten Schleifspänen und X220CrVMo13-4 | Temperatur | Ferrit | Austenit | M ₇ C ₃ | M ₂₃ C ₆ | MC |
|--|----------------|--------|----------|-------------------------------|--------------------------------|------|
| Mischungsverhältnis 50:50 | Härten (1055) | - | 81,10 | 18,90 | - | - |
| | Anlassen (520) | 76,16 | - | 16,55 | 3,54 | 3,75 |

Tabelle 43: Berechnete chemische Zusammensetzung der Phasen für die Gemische der separierten und thermisch gereinigten Schleifspäne mit dem gasverdüsteten Pulver aus X220CrVMo13-4 in den verschiedenen Mischungsverhältnissen bei der Härtetemperatur und der Anlasstemperatur in Ma.-%.

| Mischungsverhältnis | Temperatur | Phase | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|---------------------|----------------|--------------------------------|-------|------|-------|-------|-------|-------|
| 50 : 50 | Härte (1055) | Austenit | 0,59 | 0,83 | 0,80 | 5,31 | 0,54 | 0,39 |
| | | M ₇ C ₃ | 8,71 | - | 0,48 | 41,43 | 2,10 | 10,68 |
| | | MC | - | - | - | - | - | - |
| | Anlassen (520) | Ferrit | - | 0,88 | 0,29 | 0,53 | 0,012 | 0,003 |
| | | M ₇ C ₃ | 8,82 | - | 3,23 | 62,61 | 0,99 | 2,79 |
| | | M ₂₃ C ₆ | 5,07 | - | 0,58 | 38,66 | 17,70 | 0,013 |
| | | MC | 16,83 | - | 0,079 | 7,76 | 0,38 | 62,13 |

Tabelle 44: Phasenmengengehalte des Gemisches der separierten und thermisch gereinigten Schleifspäne mit gasverdüstem Pulver aus 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei der Starttemperatur der Austenitisierung und der Solidustemperatur in Vol.-%.

| | Temperatur | Ferrit | Austenit | M ₇ C ₃ | M ₂₃ C ₆ |
|-----------------------------------|------------|--------|----------|-------------------------------|--------------------------------|
| $\alpha \rightarrow \gamma$ | 782 | 86,28 | - | 10,69 | 3,09 |
| $\gamma \rightarrow$ Flüssigphase | 1273 | - | 100,00 | - | - |

Tabelle 45: Chemische Zusammensetzung der ausgebildeten Phasen im Gemisch der separierten und thermisch gereinigten Schleifspäne mit gasverdünstem Pulver aus 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei Solidustemperatur und der Starttemperatur der Austenitisierung in Ma.-%.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|---|------|------|------|-------|-------|-------|
| Austenit (1273 °C) | 1,02 | 0,39 | 0,60 | 6,92 | 1,67 | 0,45 |
| Ferrit (782 °C) | - | 0,44 | 0,52 | 1,81 | 0,55 | 0,030 |
| M ₇ C ₃ (782 °C) | 8,48 | - | 1,27 | 43,82 | 7,52 | 4,18 |
| M ₂₃ C ₆ (782 °C) | 5,12 | - | 0,55 | 30,31 | 14,17 | 0,10 |

Tabelle 46: Berechnete Phasengleichgewichte für die Gemische der separierten und thermisch gereinigten Schleifspäne mit dem gasverdünsten Pulver aus 32CrMoV12-28 in den verschiedenen Mischungsverhältnissen bei der Härtetemperatur und der Anlasstemperatur in Vol.-%.

| Gemische mit separierten Schleifspänen und 32CrMoV12-28 | Temperatur | Ferrit | Austenit | M ₇ C ₃ | M ₂₃ C ₆ | MC |
|---|----------------|--------|----------|-------------------------------|--------------------------------|------|
| Mischungsverhältnis 50:50 | Härten (1055) | - | 95,51 | 4,49 | - | - |
| | Anlassen (520) | 84,40 | - | 5,92 | 9,01 | 0,68 |
| Mischungsverhältnis 30:70 | Härten (1055) | - | 98,80 | 1,20 | - | - |
| | Anlassen (520) | 86,88 | - | 0,092 | 12,04 | 0,99 |

Tabelle 47: Berechnete chemische Zusammensetzung der Phasen für die Gemische der separierten und thermisch gereinigten Schleifspäne mit dem gasverdünsten Pulver aus 32CrMoV12-28 in den verschiedenen Mischungsverhältnissen bei der Härtetemperatur und der Anlasstemperatur in Ma.-%.

| Mischungsverhältnis | Temperatur | Phase | C | Si | Mn | Cr | Mo | V |
|---------------------|----------------|--------------------------------|-------|------|-------|-------|-------|--------|
| 50 : 50 | Härte (1055) | Austenit | 0,69 | 0,40 | 0,61 | 5,40 | 1,46 | 0,20 |
| | | M ₇ C ₃ | 8,53 | - | 0,47 | 41,49 | 6,29 | 6,10 |
| | | Ferrit | - | 0,45 | 0,33 | 0,43 | 0,013 | 0,002 |
| | Anlassen (520) | M ₇ C ₃ | 8,79 | - | 4,51 | 59,11 | 1,18 | 2,57 |
| | | M ₂₃ C ₆ | 5,07 | - | 0,79 | 36,57 | 17,52 | 0,009 |
| | | MC | 16,83 | - | 0,11 | 8,16 | 0,40 | 61,04 |
| 30 : 70 | Härten (1055) | Austenit | 0,65 | 0,23 | 0,36 | 4,97 | 2,05 | 0,38 |
| | | M ₇ C ₃ | 8,47 | - | 0,25 | 38,85 | 7,99 | 8,58 |
| | | MC | - | - | - | - | - | - |
| | Anlassen (520) | Ferrit | - | 0,27 | 0,31 | 0,52 | 0,013 | 0,0003 |
| | | M ₇ C ₃ | 8,84 | - | 3,56 | 63,82 | 0,88 | 2,90 |
| | | M ₂₃ C ₆ | 5,08 | - | 0,69 | 39,89 | 17,53 | 0,002 |
| | | MC | 16,81 | - | 0,083 | 7,00 | 0,37 | 63,37 |

Tabelle 48: Bestimmte Probedichte nach Archimedes und mittels Bildanalyse an lichtmikroskopischen Aufnahmen für alle gefertigten Proben aller Verfahren mit Berücksichtigung der einzelnen Prozessparameter.

| Fertigungsverfahren | Probenwerkstoff | Vorbehandlung | Prozessparameter | Dichte nach Archimedes | Dichte nach Bildanalyse |
|---------------------|-------------------------------|---------------------------------|------------------------------------|------------------------|-------------------------|
| SLPS | <45µm | - | 300 °C, 30 min.; 1270 °C, 30 min. | 6,84 | 76,1 |
| | <45µm | - | 350 °C, 120 min.; 1300 °C, 60 min. | 6,98 | 86,02 |
| | <45µm | Kugelmahlung: 450 U/min., 15 mm | 350 °C, 120 min.; 1300 °C, 60 min. | 7,10 | 92,41 |
| | <45µm + X220CrVMo12-1 (50:50) | - | 350 °C, 120 min.; 1300 °C, 60 min. | 7,33 | 94,84 |
| | <45µm + 32CrMoV12-28 (50:50) | - | 350 °C, 120 min.; 1300 °C, 60 min. | 5,98 | 70,57 |
| HIP | <45µm | - | 1150 °C, 4 h, 150 MPa | - | 87,947 |
| | <45µm | Vorverpressung: 100 N | 1150 °C, 4 h, 150 MPa | - | 91,63 |
| | <45µm + X220CrVMo12-1 (50:50) | Vorverpressung: 100 N | 1150 °C, 4 h, 150 MP | - | 96,54 |
| FAST / SPS | <45µm | - | 950 °C, 5 min., 50 MPa | 6,89 | 87,42 |
| | <45µm | - | 1150 °C, 5 min., 50 MPa | - | 69,43 |
| | <45µm | - | 1050 °C, 5 min., 120 MPa | 7,03 | 88,78 |
| | <45µm + X220CrVMo12-1 (50:50) | - | 1050 °C, 5 min., 120 MPa | 6,93 | - |
| PBF-LB/M | <45µm + 32CrMoV12-28 (50:50) | - | 1050 °C, 5 min., 120 MPa | 7,56 | - |
| | <45µm + 32CrMoV12-28 (30:70) | - | 30 µm, 90 µs | 7,4943 | 97,46 +- 1,04 |
| | <45µm + 32CrMoV12-28 (30:70) | - | 30 µm, 150 µs | 7,5873 | 99,45 +- 0,25 |
| | <45µm + 32CrMoV12-28 (30:70) | - | 30 µm, 200 µs | 7,6264 | 99,65 +- 0,07 |

Tabelle 49: EDX-Punktanalyse an dem Gefüge der SLPS-Probe der ersten Versuchsreihe bei einer unzureichenden Verdichtung der Probe (Abb. 104). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|--------------------------------|-------|-------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 2,37 | 3,52 | 10,04 | 0,55 | 5,02 | 31,45 | 21,89 |
| Sphärolite | 52,04 | 12,45 | 0,42 | 0,33 | 2,13 | 0,26 | 0,74 | - |
| Kleinere Ausscheidungen | 14,22 | - | - | 40,72 | 1,02 | 5,19 | - | - |
| Blockige Ausscheidungen | 21,63 | - | 0,27 | 29,65 | 0,4 | 2,16 | - | - |
| Korngrenzausscheidungen | 19,53 | - | 0,59 | 36,14 | 0,82 | 3,40 | - | - |
| Randbereiche um Ausscheidungen | - | 1,06 | 0,87 | 5,38 | 0,88 | 0,19 | - | - |

Tabelle 50: EDX-Punktanalyse an dem Gefüge der SLPS-Probe mit maximaler Probendichte der separierten Schleifspäne bei der Ofenabkühlung der Probe (Abb. 106). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|-------------------------|-------|-------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 1,17 | 1,77 | 4,13 | 0,33 | 1,26 | 39,87 | 51,80 |
| Sphärolite | 62,22 | 19,43 | 0,44 | 2,11 | - | 0,51 | - | - |
| Kleinere Ausscheidungen | 13,55 | - | - | 40,72 | 1,19 | 4,83 | - | - |
| Blockige Ausscheidungen | 22,12 | - | - | 30,17 | 0,42 | 2,00 | - | - |
| Korngrenzausscheidungen | 18,33 | - | 0,64 | 33,14 | 0,89 | 3,81 | - | - |
| Übergangsbereich | - | 1,01 | 0,79 | 6,03 | 0,61 | 0,19 | - | - |

Tabelle 51: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der SLPS-Probe mit maximaler Probendichte der separierten Schleifspäne bei der Luftabkühlung der Probe (Abb. 107). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|--------------------------------|-------|-------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 0,56 | 0,97 | 3,18 | 0,83 | 1,02 | 42,96 | 51,31 |
| Sphärolite | 67,34 | 14,55 | 0,24 | 0,98 | 0,42 | 0,61 | - | - |
| Korngrenzausscheidungen | 17,13 | - | 0,51 | 37,81 | 1,52 | 4,13 | - | - |
| Dendritische Ausscheidungen | 15,48 | - | 0,61 | 37,50 | 1,22 | 3,93 | - | - |
| Blockige Ausscheidungen | 20,65 | 0,60 | - | 31,33 | 1,42 | 3,39 | - | - |
| Globulare, strukturlose Matrix | - | 1,00 | 0,69 | 9,37 | 1,03 | 0,38 | - | - |

Tabelle 52: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der SLPS-Probe der separierten und mittels Kugelmühle gemahlene Schleifspäne bei einer Ofenabkühlung der Probe (Abb. 109). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung. Darüber hinaus sind die lamellaren und sphärischen Ausscheidungen in ihrer Größe zu gering, um eine exakte EDX-Punktanalyse auf den Ausscheidungen durchführen zu können.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|-------|------|------|-------|------|------|------|------|
| Sphärolite | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |
| Sphärische Ausscheidungen | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |
| Lamellare Ausscheidungen | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |
| Blockige Ausscheidungen | 55,51 | 0,02 | 0,15 | 17,57 | 0,13 | 1,31 | - | - |
| Übergangsbereich | - | 1,02 | 0,88 | 4,92 | 0,77 | 0,15 | - | - |

Tabelle 53: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der SLPS-Probe der separierten Schleifspäne mit gasverdüstertem Pulver aus X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei einer Ofenabkühlung der Probe (Abb. 112). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung. Darüber hinaus sind die kleinen Ausscheidungen in ihrer Größe zu gering, um eine exakte EDX-Punktanalyse auf den Ausscheidungen durchführen zu können.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|-----------------------------|-------|------|------|-------|------|-------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 0,82 | 1,42 | 4,92 | 1,01 | 1,67 | 41,55 | 49,62 |
| Sphärolite | 83,44 | 4,12 | 0,33 | 1,89 | 0,54 | 0,99 | - | - |
| Dendritische Ausscheidungen | 28,52 | - | 0,79 | 26,39 | 1,36 | 9,86 | - | - |
| Kleine Ausscheidungen | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |
| Blockige Ausscheidungen | 29,65 | - | 0,15 | 29,43 | 2,23 | 11,43 | - | - |
| Korngrenzausscheidungen | 28,82 | - | 0,44 | 25,71 | 1,53 | 9,56 | - | - |

Tabelle 54: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der SLPS-Probe der separierten Schleifspäne mit gasverdüstertem Pulver aus 32CrMoV12-28-4 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei einer Ofenabkühlung der Probe (Abb. 114). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung. Darüber hinaus sind die kleinen Ausscheidungen in ihrer Größe zu gering, um eine exakte EDX-Punktanalyse auf den Ausscheidungen durchführen zu können.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|-------|-------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 0,74 | 1,22 | 3,52 | 0,46 | 1,11 | 44,14 | 51,86 |
| Sphärolite | 82,34 | 16,43 | - | - | - | - | - | - |
| Sphärische Ausscheidungen | 26,22 | - | 0,41 | 25,43 | 1,63 | 4,44 | - | - |
| Kleine Ausscheidungen | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |
| Blockige Ausscheidungen | 30,11 | - | 0,25 | 27,91 | 1,95 | 5,22 | - | - |

Tabelle 55: Analyse der chemischen Zusammensetzungen der gefertigten Proben bei verschiedenen Startwerkstoffen bzw. Werkstoffgemischen mittels Funkenspektrometrie (OES).

| OES an gefertigten Proben | Verwendetes Ausgangsmaterial | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|--|-------|-------|--------|-------|-------|-------|--------|------|
| SLPS | separierte Schleifspäne | 2,71 | 0,74 | 0,32 | 13,09 | 0,687 | 1,946 | 0,5451 | - |
| | therm. gereinigte Schleifspäne | 1,739 | 0,377 | 0,1222 | 11,37 | 0,744 | 0,782 | 0,5878 | - |
| | Gemisch mit X220CrVMo13-4 Mischungsverhältnis 50 : 50 | 2,493 | 0,687 | 0,1799 | 12,18 | 1,025 | 2,34 | 0,2225 | - |
| | Gemisch mit X31CrMoV12-28 Mischungsverhältnis 50 : 50 | 1,885 | 4,477 | 0,5973 | 18,87 | 1,267 | 2,069 | 0,5127 | - |
| HIP | separierte Schleifspäne | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |
| | separierte Schleifspäne | 1,83 | 1,17 | 0,23 | 12,33 | 0,83 | 0,75 | 4,00 | - |
| FAST | Gemisch mit X220CrVMo13-4 Mischungsverhältnis 50 : 50 | 2,33 | 0,71 | 0,21 | 12,69 | 0,93 | 2,42 | 0,31 | - |
| | Gemisch mit 32CrMoV12-28 Mischungsverhältnis 50 : 50 | 1,79 | 2,98 | 0,44 | 9,55 | 1,05 | 2,32 | 0,43 | - |
| | Gemisch mit 32CrMoV12-28 | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |
| | Mischungsverhältnis 50 : 50 | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |

Tabelle 56: Analyse der chemischen Zusammensetzungen der gefertigten Proben bei verschiedenen Startwerkstoffen bzw. Werkstoffgemischen mittels energiedispersiver Röntgenspektrometrie.

| EDX-Flächenscans an gefertigten Proben | Verwendetes Ausgangsmaterial | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|--|------------------------------|---|------|------|-------|------|------|------|---|
| HIP | separierte Schleifspäne | - | 1,34 | 0,25 | 10,85 | 0,80 | 0,69 | 7,83 | - |
| | Gemisch mit 32CrMoV12-28 | - | 0,21 | 0,26 | 3,96 | 2,84 | 0,68 | 0,02 | - |
| PBF-LB/M | Mischungsverhältnis 50 : 50 | - | 0,21 | 0,26 | 3,96 | 2,84 | 0,68 | 0,02 | - |

Tabelle 57: Härtewerte der mittels SLPS-gefertigten und durch das Dilatometer analysierte Proben der separierten Schleifspäne im Hinblick auf die sich bildenden Phasen.

| | Härtewert in HV 10 | Standardabweichung |
|----------------------------|--------------------|--------------------|
| Martensitisches Gefüge | 496 | 32 |
| Bainitisches Phasengemisch | 583 | 47 |
| Perlitische Phasengemisch | 273 | 29 |

Tabelle 58: Härtewerte der mittels SLPS-gefertigten und durch das Dilatometer analysierten Proben des Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstem Pulver aus X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50 : 50 im Hinblick auf die sich bildenden Phasen.

| | Härtewert in HV 10 | Standardabweichung |
|----------------------------|--------------------|--------------------|
| Martensitisches Gefüge | 817 | 28 |
| Bainitisches Phasengemisch | 595 | 17 |
| Perlitische Phasengemisch | 281 | 13 |

Tabelle 59: Konventionelle Wärmebehandlungsparameter für den Werkstoff X153CrMoV12, wie sie auch in der industriellen Praxis zum Einsatz kommen.

| | Temperatur | Haltezeit | Abschreckmedium |
|-------------------------|------------|-----------|-----------------|
| Härten | 1055 | 0,5 | Quette / Wasser |
| Anlassen (1. Durchgang) | 520 | 4 | Luft |
| Anlassen (2. Durchgang) | 520 | 4 | Luft |
| Anlassen (3. Durchgang) | 520 | 4 | Luft |

Tabelle 60: Härtewerte der konventionell wärmebehandelten Ausschnitte einer Kreismesserronde aus X153CrMoV12 bei konventioneller WB ($T_{\text{Härte}} = 1055\text{ °C}$ und $T_{\text{Anlass}} = 520\text{ °C}$).

| | Härtewert in HV 10 | Standardabweichung |
|---------------|--------------------|--------------------|
| Gehärtet | 800 | 9 |
| 3x angelassen | 726 | 4 |

Tabelle 61: Härtewerte der mittels SLPS-gefertigten Proben aus separierten Schleifspänen bei konventioneller WB ($T_{\text{Härte}} = 1055\text{ °C}$ und $T_{\text{Anlass}} = 520\text{ °C}$).

| | Härtewert in HV 10 | Standardabweichung |
|---------------|--------------------|--------------------|
| Gehärtet | 301 | 80 |
| 3x angelassen | 325 | 120 |

Tabelle 62: Härtewerte der mittels SLPS-gefertigten Proben des Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstem Pulver aus X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei konventioneller WB ($T_{\text{Härte}} = 1055\text{ °C}$ und $T_{\text{Anlass}} = 520\text{ °C}$).

| | Härtewert in HV10 | Standardabweichung |
|---------------|-------------------|--------------------|
| Gehärtet | 722 | 19 |
| 3x angelassen | 657 | 36 |

Tabelle 63: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der HIP-Probe der separierten Schleifspäne bei einer raschen Abkühlung der Probe in der Autoklave (Abb. 128). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung. Darüber hinaus sind die nadeligen Ausscheidungen mittels EDX-Punktanalyse nicht aussagekräftig messbar.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|-------|-------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 0,55 | 0,97 | 2,33 | 0,37 | 0,40 | 43,13 | 49,87 |
| Sphärolite | 80,11 | 11,89 | 0,41 | 1,23 | 0,54 | 0,33 | - | - |
| Nadelige Ausscheidungen | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | - | - |
| sphärische Ausscheidungen | 35,37 | 0,17 | 0,12 | 23,04 | 0,23 | 1,61 | - | - |
| globulare Matrix | - | 1,55 | 0,29 | 6,04 | 0,39 | 0,55 | - | - |

Tabelle 64: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der HIP-Probe der separierten Schleifspäne nach einer Vorverpressung der HIP-Kapseln mit 100 N bei einer raschen Abkühlung der Probe in der Autoklave (Abb. 129). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung. Darüber hinaus sind die nadeligen Ausscheidungen mittels EDX-Punktanalyse nicht aussagekräftig messbar.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|-------|------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 0,77 | 0,61 | 3,55 | 0,49 | 1,23 | 43,13 | 48,87 |
| Sphärolite | 80,36 | 9,55 | 0,41 | 1,99 | 0,86 | 0,56 | - | - |
| Nadelige Ausscheidungen | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | - | - |
| sphärische Ausscheidungen | 35,58 | 0,04 | 0,13 | 24,22 | 0,23 | 1,57 | - | - |
| globulare Matrix | - | 1,59 | 0,54 | 6,37 | 0,39 | 0,28 | - | - |

Tabelle 65: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der HIP-Probe des Gemischs separierter Schleifspäne mit gasverdüstem X220CrMoV13-4 im Mischungsverhältnis 50 : 50 nach einer Vorverpressung der HIP-Kapseln mit 100 N bei einer raschen Abkühlung der Probe in der Autoklave (Abb. 130). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung. Darüber hinaus sind die nadeligen Ausscheidungen mittels EDX-Punktanalyse nicht aussagekräftig messbar.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|-------|-------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 0,61 | 0,68 | 2,44 | 0,37 | 0,82 | 41,58 | 50,42 |
| Sphärolite | 69,11 | 19,31 | - | - | - | - | - | - |
| Nadelige Ausscheidungen | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | - | - |
| Sphärische Ausscheidungen | 16,64 | - | 0,23 | 29,90 | 1,51 | 7,77 | - | - |
| globulare Matrix | - | 1,66 | 0,55 | 6,16 | 0,42 | 0,26 | - | - |

Tabelle 66: Härtewerte der mittels HIP-gefertigten Proben aus separierten Schleifspänen bei konventioneller WB ($T_{\text{Härte}} = 1055\text{ °C}$ und $T_{\text{Anlass}} = 520\text{ °C}$).

| | Härtewert in HV10 | Standardabweichung |
|---------------|-------------------|--------------------|
| Gehärtet | 726 | 19 |
| 3x angelassen | 653 | 13 |

Tabelle 67: Härtewerte der mittels HIP-gefertigten Proben des Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstern Pulver aus X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei konventioneller WB ($T_{\text{Härte}} = 1055\text{ °C}$ und $T_{\text{Anlass}} = 520\text{ °C}$).

| | Härtewert in HV10 | Standardabweichung |
|---------------|-------------------|--------------------|
| Gehärtet | 782 | 13 |
| 3x angelassen | 678 | 12 |

Tabelle 68: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der FAST-Probe der separierten Schleifspäne bei 950 Grad und 50 MPa (Abb. 140). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|-------|------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | - | - | - | - | - | 51,57 | 48,43 |
| Sphärolite | 85,27 | 4,49 | 0,55 | 1,09 | 0,51 | 0,34 | - | - |
| Blockige Ausscheidungen | 27,44 | - | 0,42 | 31,55 | 3,10 | 9,47 | - | - |
| Sphärische Ausscheidungen | 19,30 | - | 0,29 | 31,41 | 2,14 | 6,76 | - | - |
| globulare Matrix | - | 1,91 | 0,88 | 7,64 | 0,35 | 0,31 | - | - |

Tabelle 69: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der FAST-Probe der separierten Schleifspäne bei 1150 Grad und 50 MPa (Abb. 142). Die Quantifizierung des C- und O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|-------------------------|-------|------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | - | - | - | - | - | 50,79 | 49,21 |
| Sphärolite | 90,97 | 9,03 | - | - | - | - | - | - |
| Ausscheidungen | 25,41 | - | 0,39 | 32,22 | 3,61 | 8,84 | - | - |
| Korngrenzausscheidungen | 22,43 | - | 0,42 | 29,77 | 2,94 | 7,46 | - | - |

Tabelle 70: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der FAST-Probe der separierten Schleifspäne bei 1050 Grad und 120 MPa (Abb. 145). Die Quantifizierung des C- und des O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|-------|-------|------|-------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | - | - | - | - | - | 47,69 | 52,31 |
| Sphärolite | 84,52 | 15,48 | - | - | - | - | - | - |
| Blockige Ausscheidungen | 23,87 | - | 0,61 | 27,68 | 3,44 | 6,33 | - | - |
| Sphärische Ausscheidungen | 19,85 | - | 0,87 | 21,03 | 2,87 | 8,85 | - | - |

Tabelle 71: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der FAST-Probe des Span-Pulver-Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstern KAS-Pulver im Mischungsverhältnis 50:50 (Abb. 147). Die Quantifizierung des C- und des O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|-------|------|------|-------|------|-------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 1,49 | 0,97 | 4,02 | 0,39 | 0,49 | 41,22 | 50,23 |
| Sphärolite | 84,22 | 4,51 | 0,26 | 3,78 | 0,81 | 0,77 | - | - |
| Blockige Ausscheidungen | 23,22 | - | 0,44 | 22,10 | 4,09 | 8,71 | - | - |
| Sphärische Ausscheidungen | 20,99 | - | 0,57 | 19,78 | 2,35 | 10,02 | - | - |

Tabelle 72: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der FAST-Probe des Span-Pulver-Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstern WAS-Pulver im Mischungsverhältnis 50:50 (Abb. 149). Die Quantifizierung des C- und des O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------------------|-------|------|------|------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | 0,79 | 0,36 | 1,55 | 0,67 | 0,49 | 43,44 | 49,36 |
| Sphärolite | 90,03 | 4,57 | 0,42 | 0,99 | 0,35 | 0,64 | - | - |
| Blockige Ausscheidungen | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |
| Sphärische Ausscheidungen | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. | n.m. |

Tabelle 73: Härtewerte der mittels FAST/SPS-gefertigten Proben der separierten Schleifspänen bei konventioneller WB ($T_{\text{Härte}} = 1055 \text{ }^\circ\text{C}$ und $T_{\text{Anlass}} = 520 \text{ }^\circ\text{C}$).

| | Härtewert in HV10 | Standardabweichung |
|---------------|-------------------|--------------------|
| Gehärtet | 906 | 54 |
| 3x angelassen | 844 | 15 |

Tabelle 74: Härtewerte der mittels FAST / SPS-gefertigten Proben des Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstern Pulver aus X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei konventioneller WB ($T_{\text{Härte}} = 1055 \text{ }^\circ\text{C}$ und $T_{\text{Anlass}} = 520 \text{ }^\circ\text{C}$).

| | Härtewert in HV10 | Standardabweichung |
|---------------|-------------------|--------------------|
| Gehärtet | 865 | 38 |
| 3x angelassen | 871 | 24 |

Tabelle 75: Härtewerte der mittels FAST / SPS-gefertigten Proben des Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstern Pulver aus 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis 50 : 50 bei konventioneller WB ($T_{\text{Härte}} = 1055 \text{ }^\circ\text{C}$ und $T_{\text{Anlass}} = 520 \text{ }^\circ\text{C}$).

| | Härtewert in HV10 | Standardabweichung |
|---------------|-------------------|--------------------|
| Gehärtet | 855 | 35 |
| 3x angelassen | 517 | 121 |

Tabelle 76: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der PBF-LB/M-Probe des verarbeiteten Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstern Pulver aus 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis 30 : 70 mit einem Punktabstand von $30 \text{ } \mu\text{m}$ und einer Belichtungszeit von $90 \text{ } \mu\text{s}$ (Abb. 159). Die Quantifizierung des C- und des O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------|---|------|------|------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | - | - | - | - | - | 45,19 | 50,81 |
| helle Phasen | - | 0,21 | 0,19 | 4,24 | 3,31 | 0,72 | - | - |
| dunkle Phasen | - | 0,34 | 0,14 | 3,67 | 2,79 | 0,58 | - | - |

Tabelle 77: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der PBF-LB/M-Probe des verarbeiteten Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstem Pulver aus 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis 30 : 70 mit einem Punktabstand von 30 μm und einer Belichtungszeit von 150 μs (Abb. 161). Die Quantifizierung des C- und des O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------|---|------|------|------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | - | - | - | - | - | 46,96 | 53,04 |
| helle Phasen | - | 0,45 | 0,22 | 3,98 | 2,85 | 0,63 | - | - |
| dunkle Phasen | - | 0,65 | 0,26 | 3,81 | 2,92 | 0,56 | - | - |

Tabelle 78: EDX-Punktanalyse an den einzeln aufgeführten Phasen im Gefüge der PBF-LB/M-Probe des verarbeiteten Gemischs aus separierten Schleifspänen und gasverdüstem Pulver aus 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis 30 : 70 mit einem Punktabstand von 30 μm und einer Belichtungszeit von 200 μs (Abb. 164). Die Quantifizierung des C- und des O-Gehalts ist dabei nicht repräsentativ und dient lediglich der qualitativen Zuordnung.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Al | O |
|---------------|---|------|------|------|------|------|-------|-------|
| Restabrasive | - | - | - | - | - | - | 43,59 | 51,41 |
| helle Phasen | - | 0,28 | 0,15 | 3,96 | 3,01 | 0,6 | - | - |
| dunkle Phasen | - | 0,26 | 0,21 | 3,82 | 2,92 | 0,56 | - | - |

Tabelle 79: Härtewerte der mittels PBF-LB/M gefertigten Proben der Span-Pulver-Gemische mit einem Warmarbeitsstahlpulver aus 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis bei konventioneller WB ($T_{\text{Härte}} = 1055\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $T_{\text{Anlass}} = 520\text{ }^{\circ}\text{C}$).

| | Härtewert in HV10 | Standardabweichung |
|-----------------|-------------------|--------------------|
| Ausgangszustand | 554 | 11 |
| Gehärtet | 452 | 21 |
| 3x angelassen | 538 | 20 |

Abbildungen

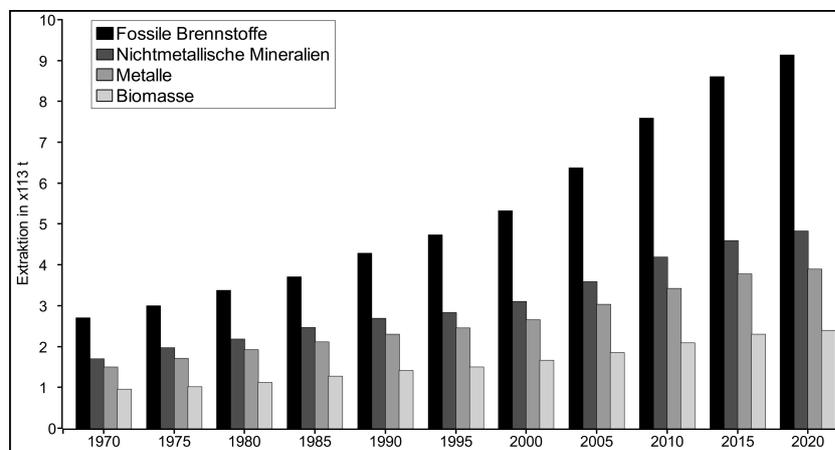


Abbildung 1: Anstieg des Primärrohstoffeinsatzes von 1970 bis 2015 ([12]).

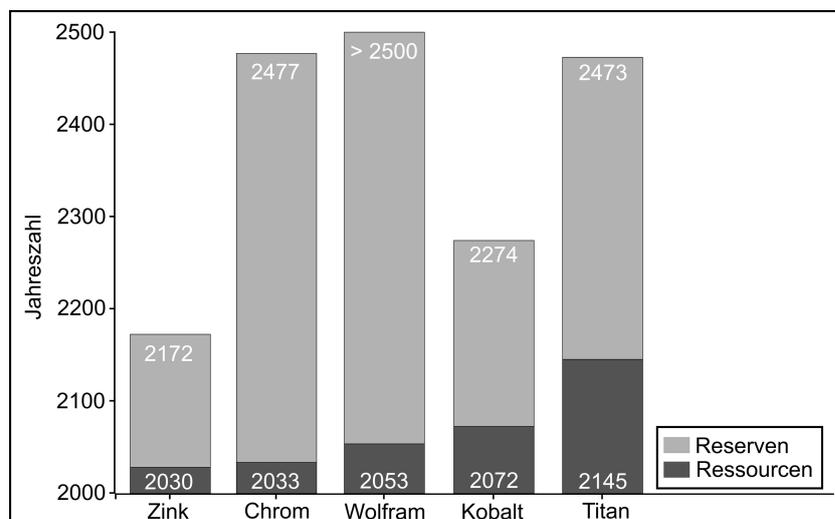


Abbildung 2: Prognostizierte Restverfügbarkeit von ausgewählten Elementen ([12]).

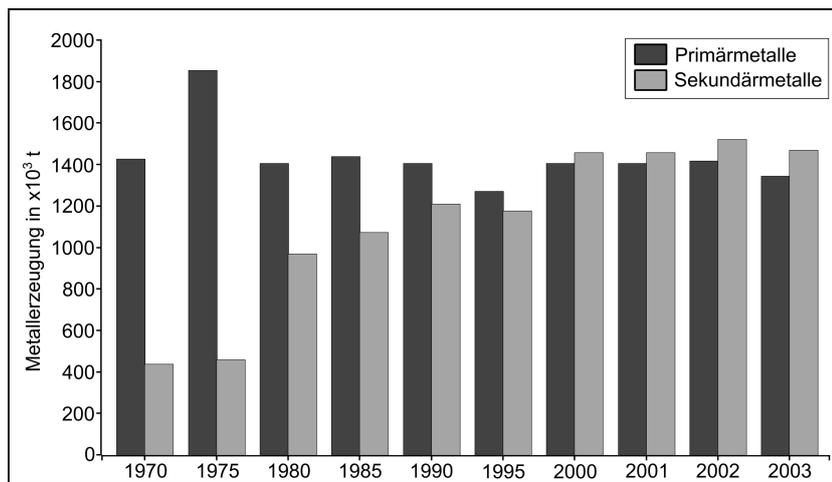


Abbildung 3: Einsatz von Primär- bzw. Sekundärrohstoffen für die Metallerzeugung von 1970 bis 2003 ([12]).

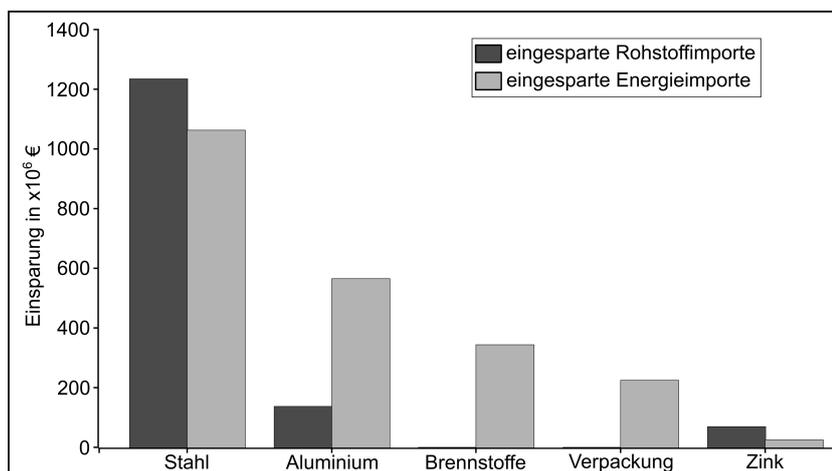


Abbildung 4: Einsparungspotentiale verschiedener Stoffklassen im Bezug auf Rohstoff- und Energieimporte im Jahr 2003 ([12]).

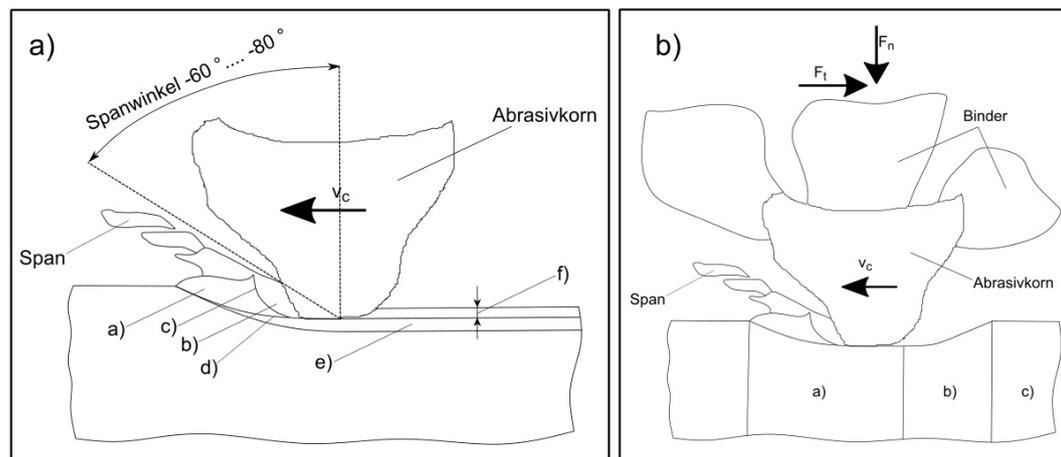


Abbildung 5: Schematische Übersicht über den Fertigungsprozess Schleifen nach [1]. In a) sind die verschiedenen Spanbereiche bei der Spanbildung aufgezeigt. Dabei gliedern sich diese in a) Vorlaufende Werkstoffstauchung, b) Abwandernder Werkstoffkeil, c) Werkstofftrennung in der Scherebene, d) Zunehmende Werkstoffverfestigung, e) Verfestigte Werkstoffschicht und f) Elastische rückgefederte Schicht. Daneben sind in b) die verschiedenen Zonen der nach elastischer und plastischer Zone eingeteilt. a) Gleiten, b) Furchen / Pflügen und c) Spanbildung.

| | | Spanraumzahl RZ | Spanformklasse |
|---------------------------------|--|-----------------|----------------|
| Bandspäne | | ≥ 90 | 1 |
| Wirrspäne | | ≥ 90 | 2 |
| Flachwendelspäne | | ≥ 50 | 3 |
| lange, zylindrische Wendelspäne | | ≥ 50 | 4 |
| Wendelspanstücke | | ≥ 25 | 5 |
| Spiralspäne | | ≥ 8 | 6 |
| Spiralspanstücke | | ≥ 8 | 7 |
| Bröckelspäne | | ≥ 3 | 8 |

Abbildung 6: Übersicht über die unterschiedlichen Spanformen und die zugehörigen Spanraumzahlen nach [73].

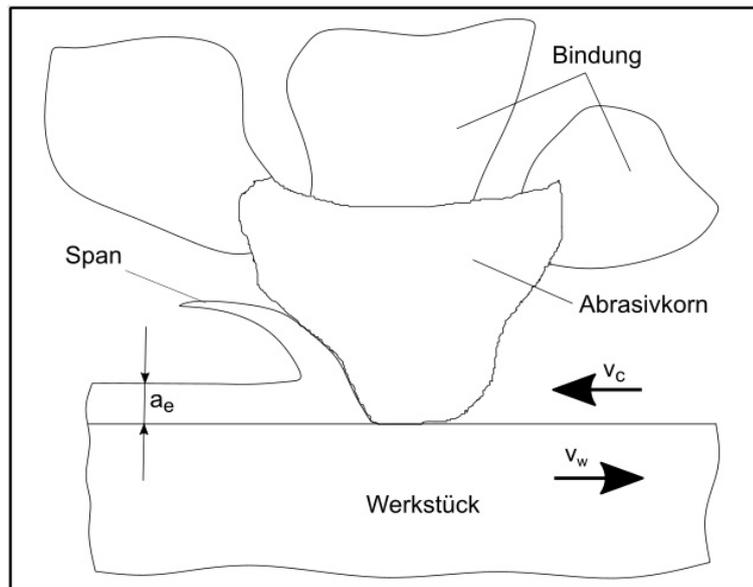


Abbildung 7: Zustellung a_e der Schleifscheibe nach [1].

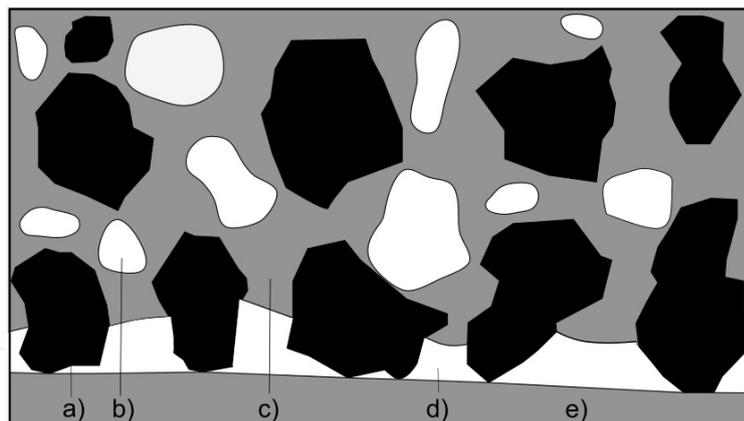


Abbildung 8: Schematischer Aufbau einer Schleifscheibe. a) Abraskörner, b) Poren, c) Bindung, d) Spanraum und e) Werkstück.

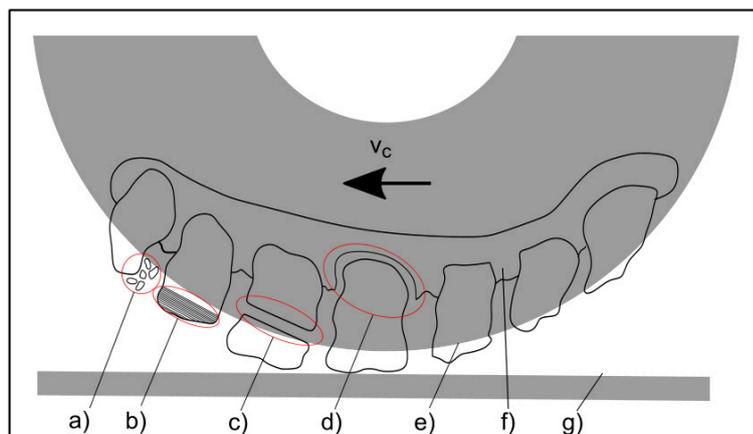


Abbildung 9: Die verschiedenen Ausbruchverhalten der Schleifkörner in einer Schleifscheibe. a)+b) Mikroverschleiß. Dabei zeigt a) Mikroabspaltungen und b) Schichtweise Verschleißschichtbildung. c)+d) Makroverschleiß. Dabei zeigt c) teilweisen Kornausbruch und d) kompletten Kornausbruch. e) Abraskorn, f) Bindung und g) Werkstück.

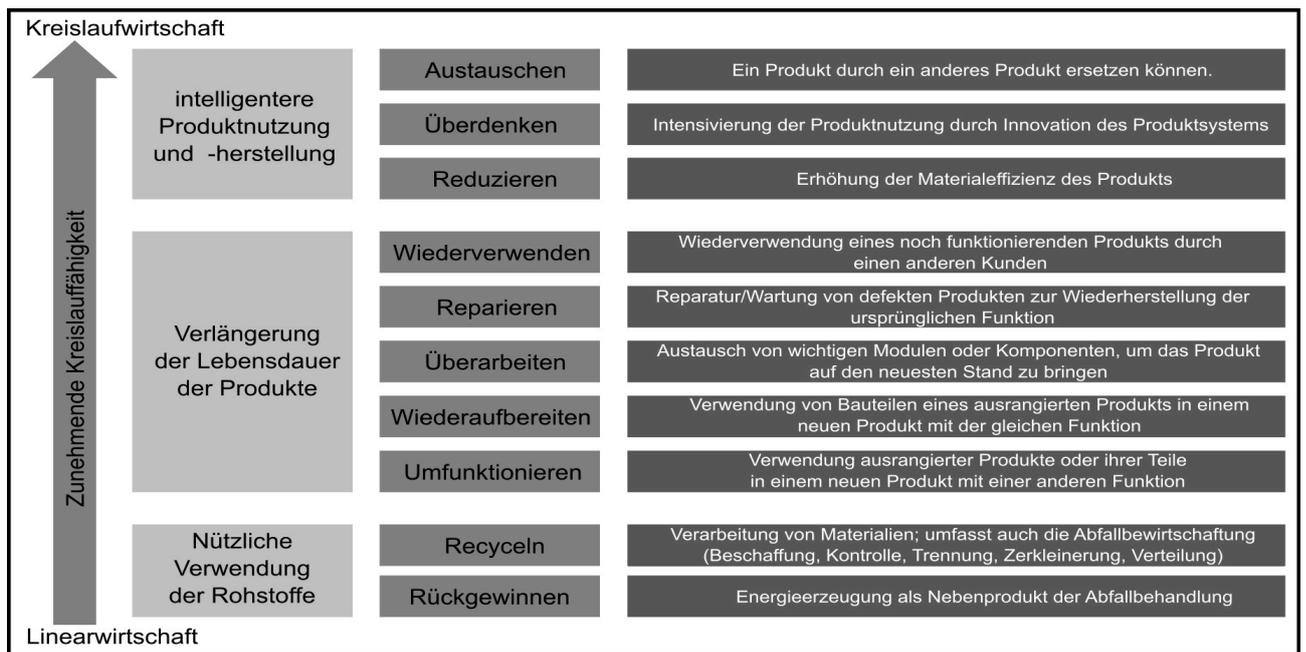


Abbildung 10: 10 R's in der Circular Economy ([21, 89]).

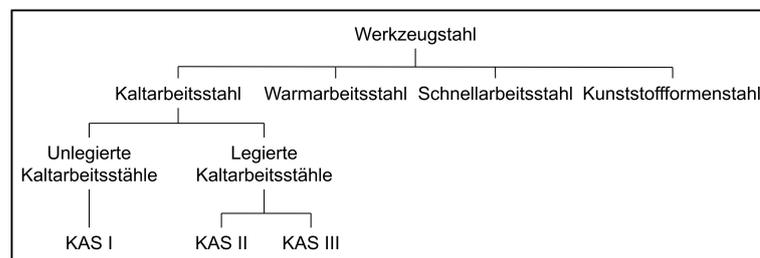


Abbildung 11: Unterteilung innerhalb der Klasse der Werkzeugstähle [103].

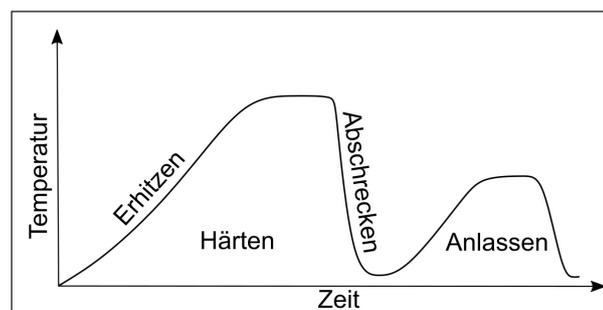


Abbildung 12: Beispielhafter Wärmebehandlungsprozess mit einfacher Anlassenstufe.

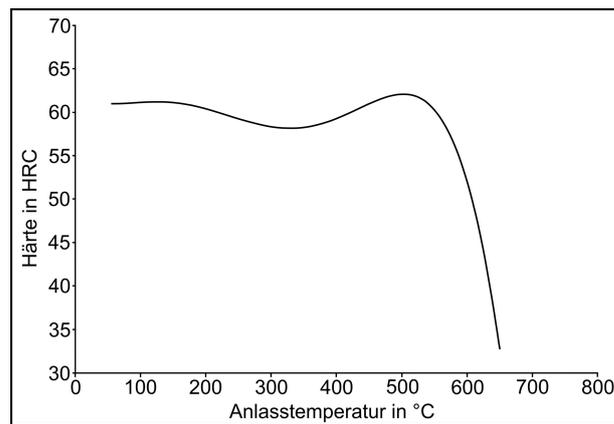


Abbildung 13: Anlasshärteverlauf des Werkstoffs 1.2379 ([117]).

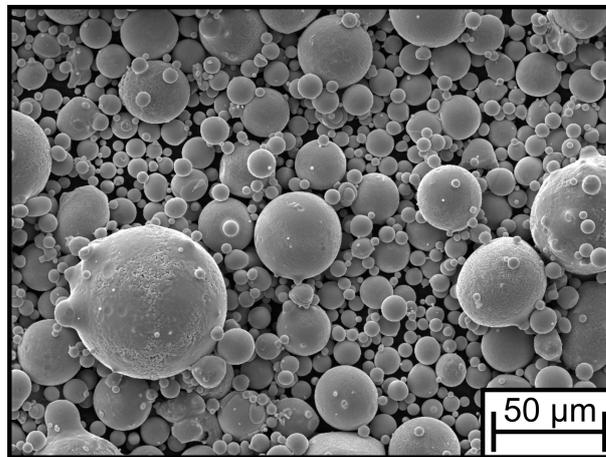


Abbildung 14: SE-Bild von gasverdüstern PM-Pulver aus X220CrVMo13-4.

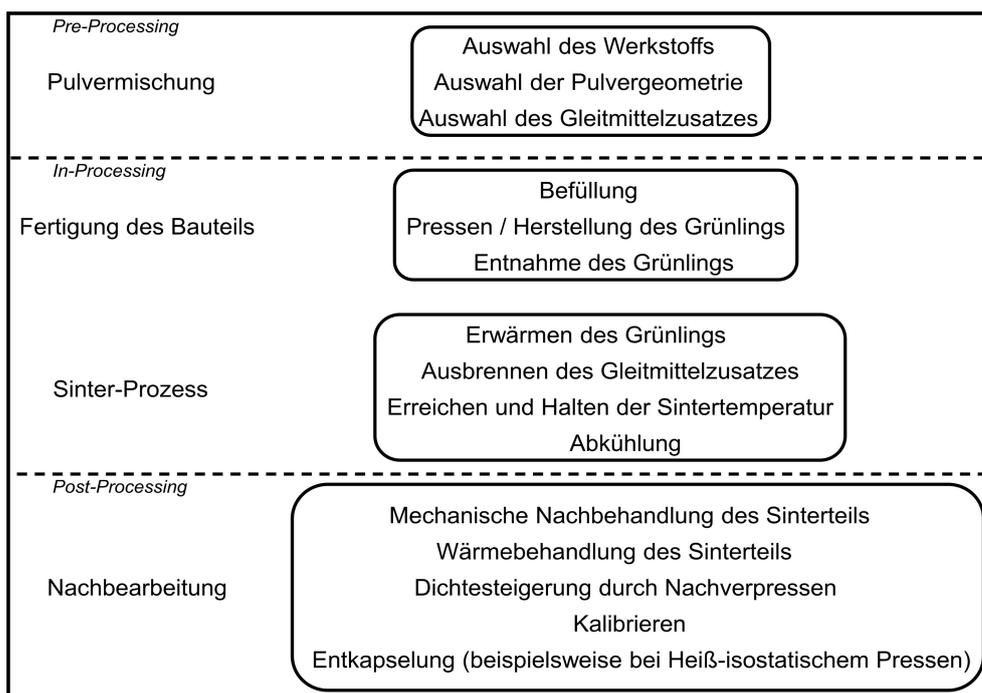


Abbildung 15: Schematischer Ablauf einer PM-Weiterverarbeitung.

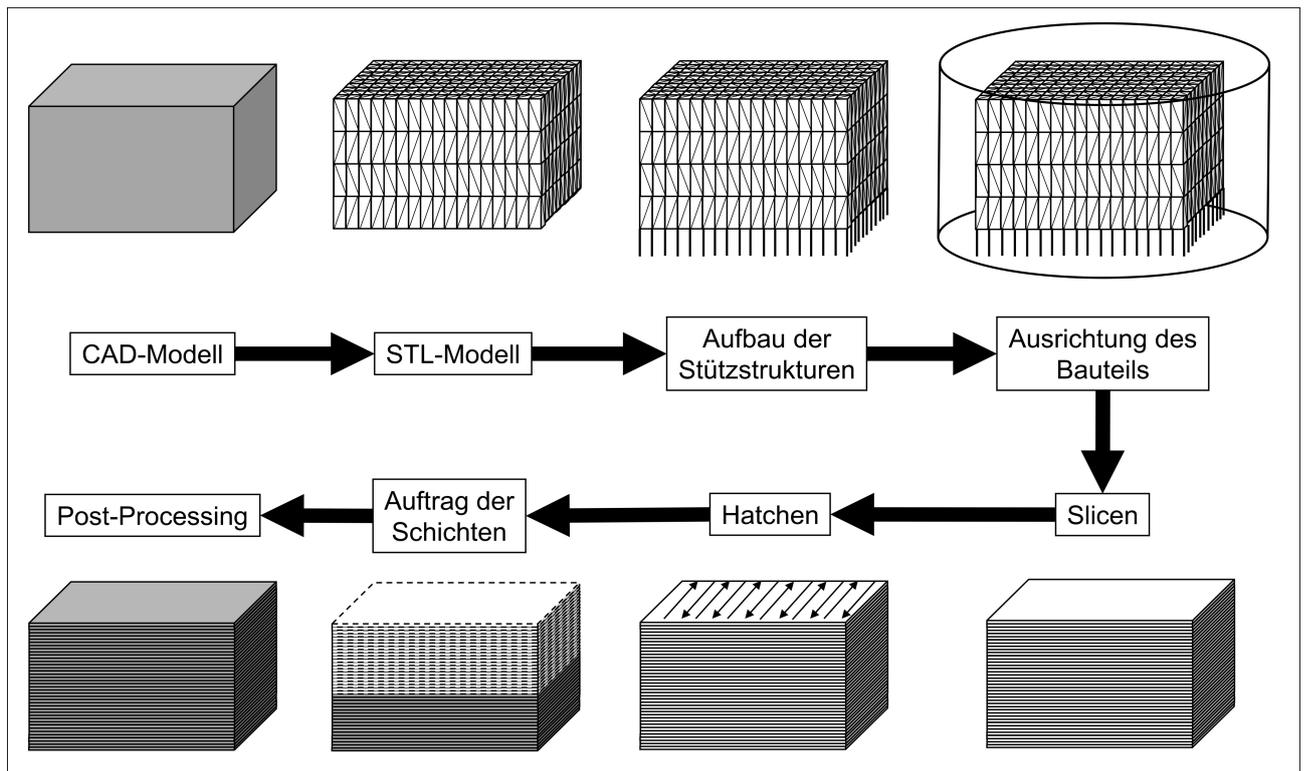


Abbildung 16: Schematischer Ablauf einer additiven Fertigung [162].

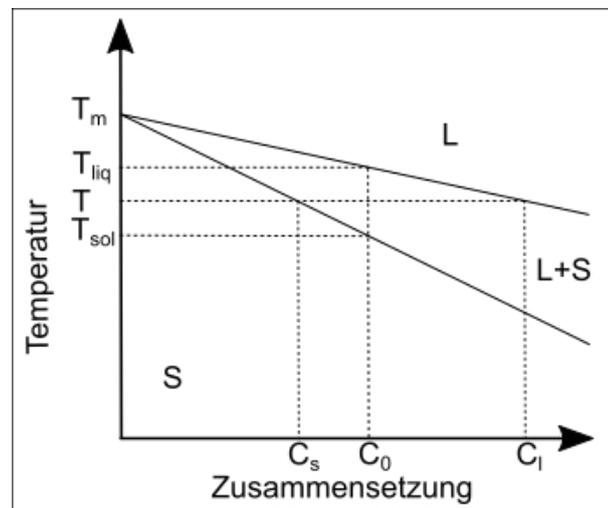


Abbildung 17: Binäres Phasendiagramm für eine Erwärmung T in ein Schmelzintervall zwischen Solidus- und Liquidustemperatur [152].

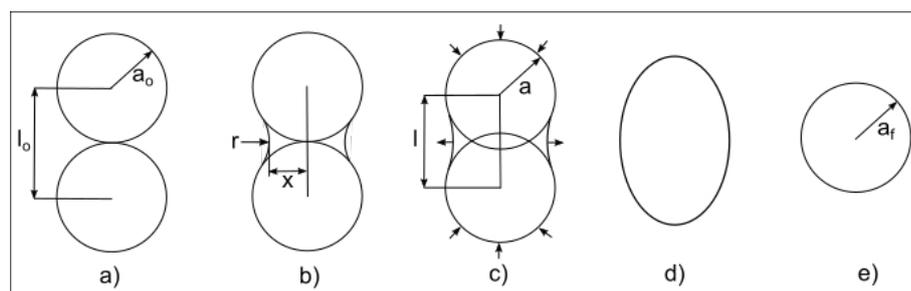


Abbildung 18: Vorgänge beim Festkörpersintern zweier Pulverkörner [149].

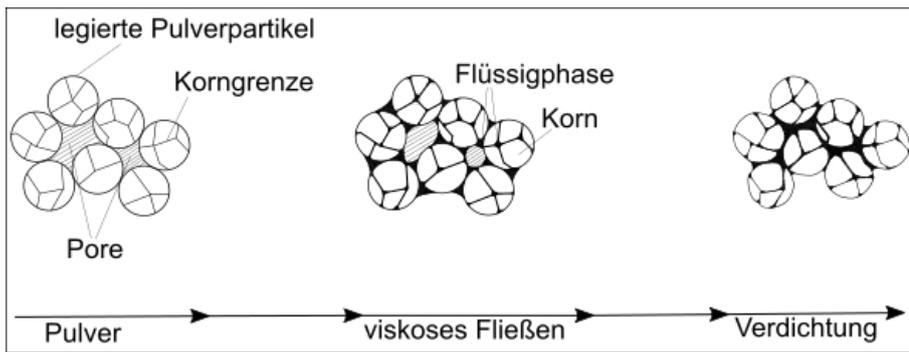


Abbildung 19: Verdichtungsprozesse beim Supersolidus Flüssigphasensintern [149].

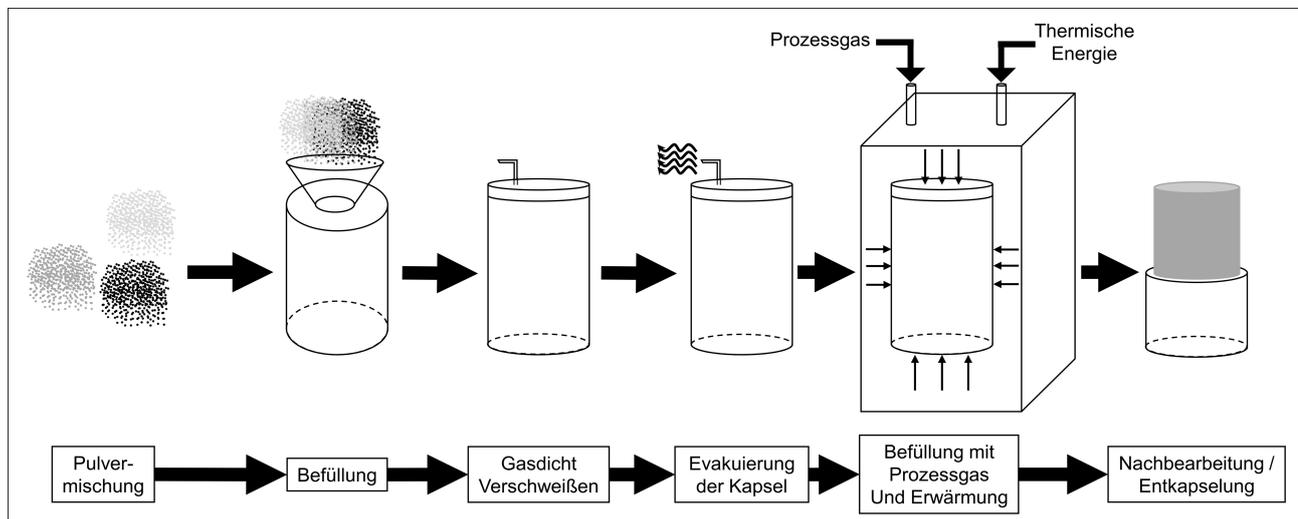


Abbildung 20: Schematischer Ablauf beim HIP-Prozess.

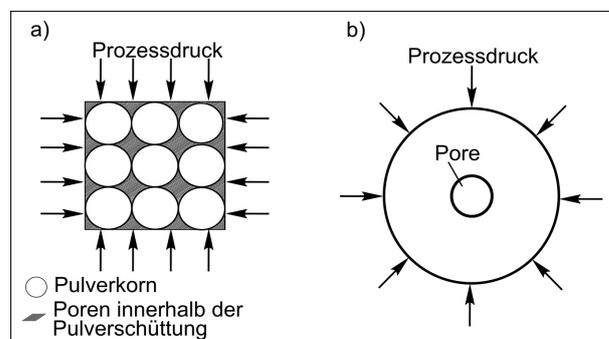


Abbildung 21: Mechanismen der Porenreduzierung a) bis zu einer Probendichte von 90% und b) größer 90% ([191]).

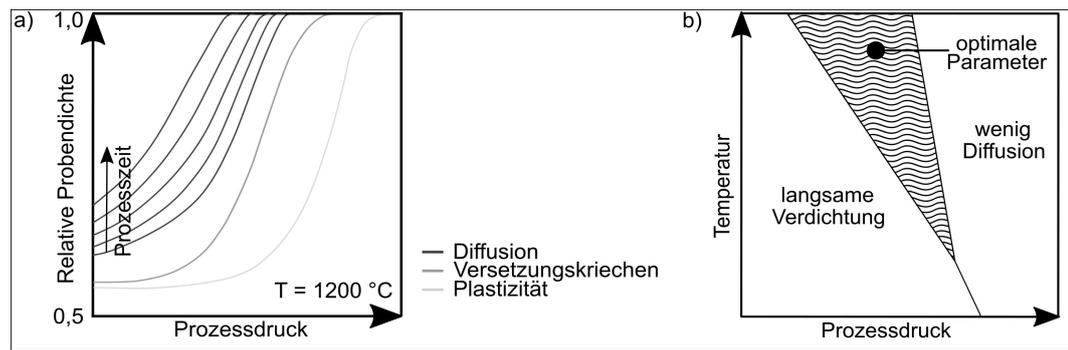


Abbildung 22: a) Diagramm zum vorherrschenden Verdichtungsmechanismus bis zu einer Probendichte von 100% und b) Diagramm für Prozessoptimierung beim HIP-Prozess ([191]).

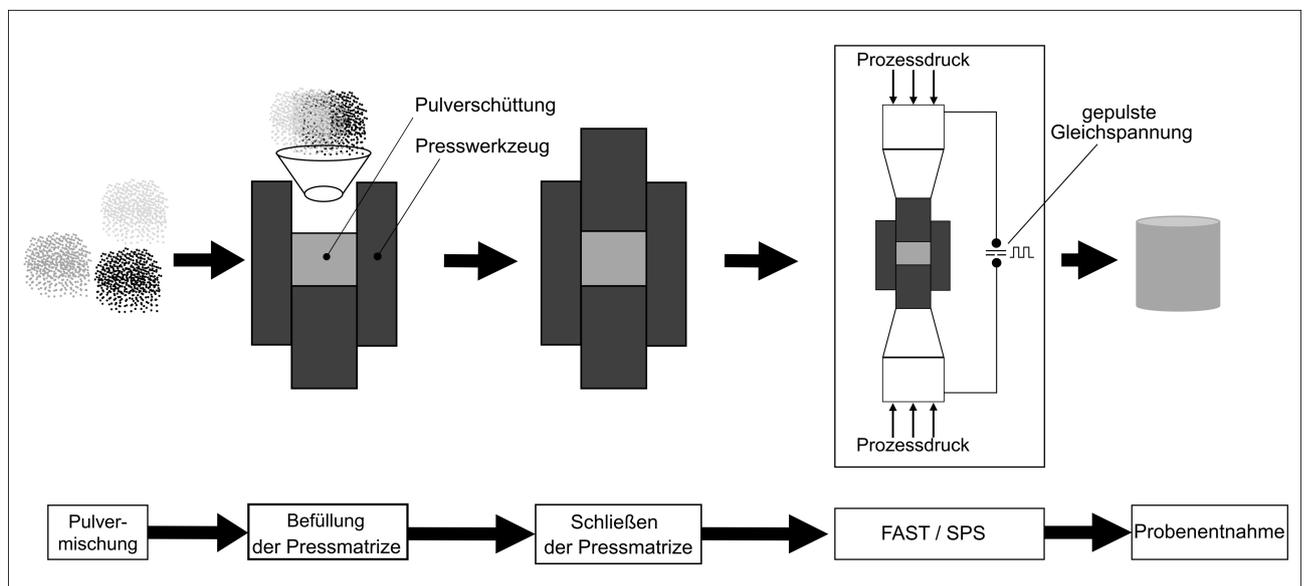


Abbildung 23: Schematischer Ablauf des FAST / SPS Prozesses [196].

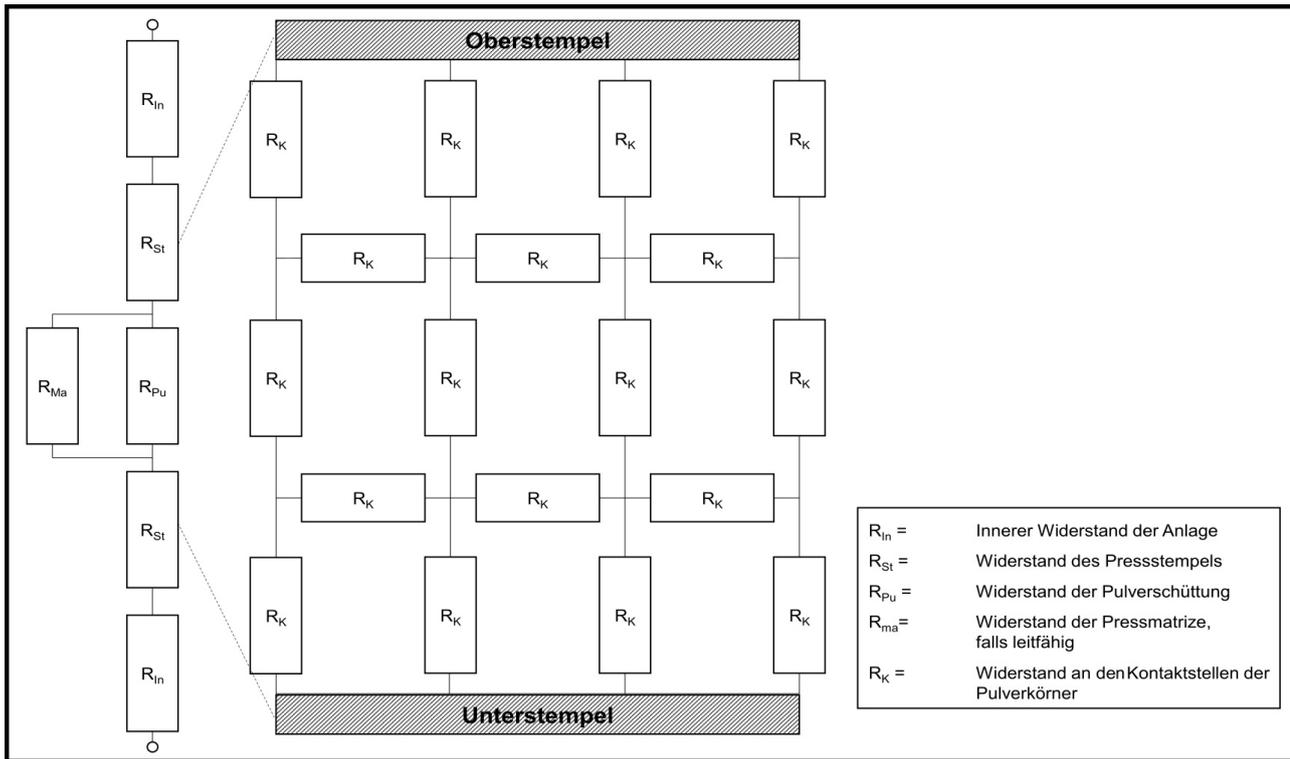


Abbildung 24: Elektrisches Ersatzschaubild für den FAST / SPS Prozess bzw. die Pulverschüttung ([197]).

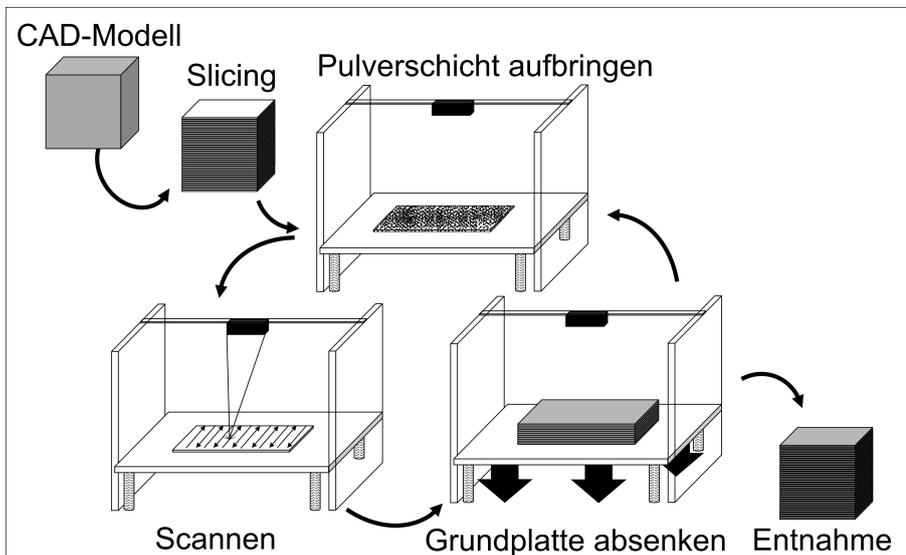


Abbildung 25: Schematischer Ablauf eines PBF-LB/M-Prozesses [336].

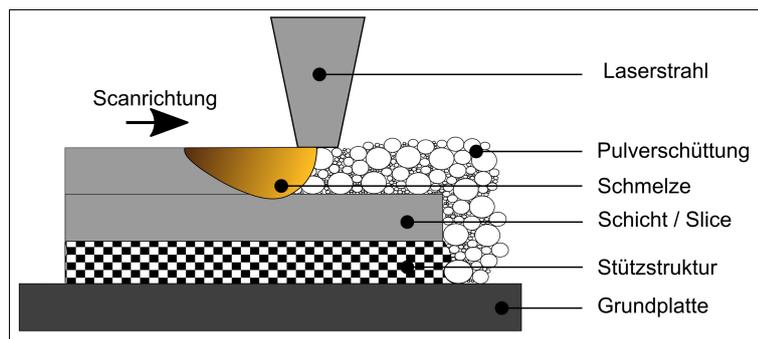


Abbildung 26: Mechanismus im Pulverbett während des PBF-LB/M-Prozesses ([163]).

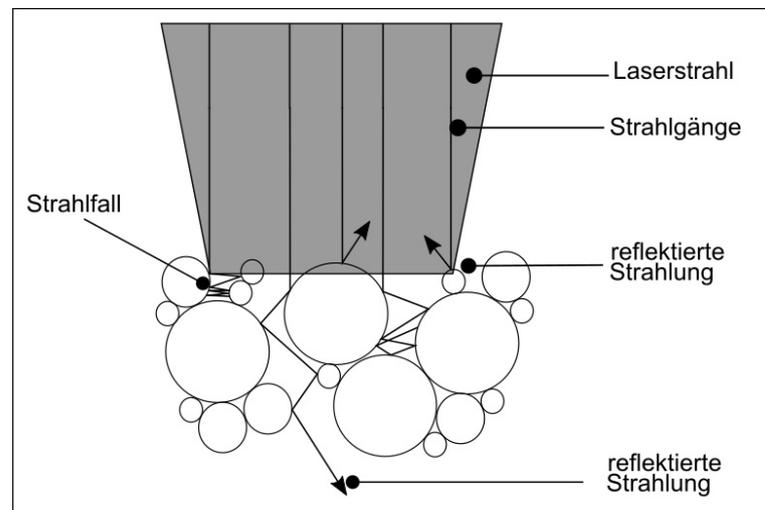


Abbildung 27: Mehrfachreflexion innerhalb einer Pulverschüttung ([336]).

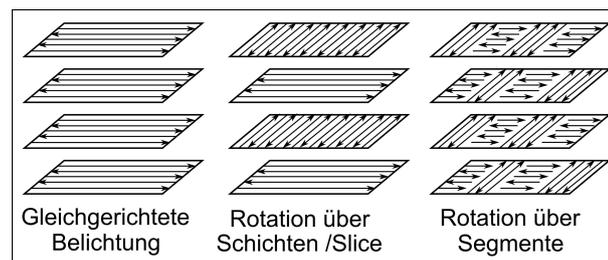


Abbildung 28: Unterschiedliche Scanstrategien des Lasers beim PBF-LB/M-Prozess ([326]).

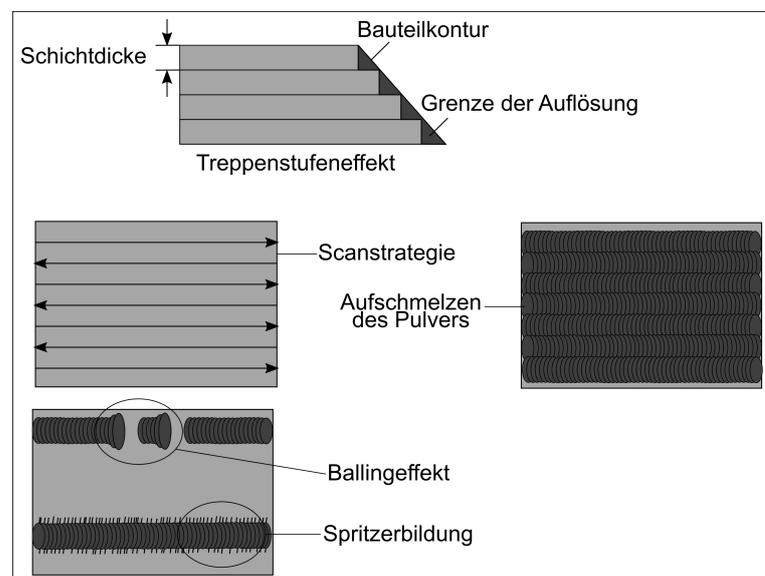


Abbildung 29: Typische Prozessfehler beim PBF-LB/M-Verfahren ([214]).



Abbildung 30: Schleifschlamm im Anlieferungszustand vor der Trocknung.

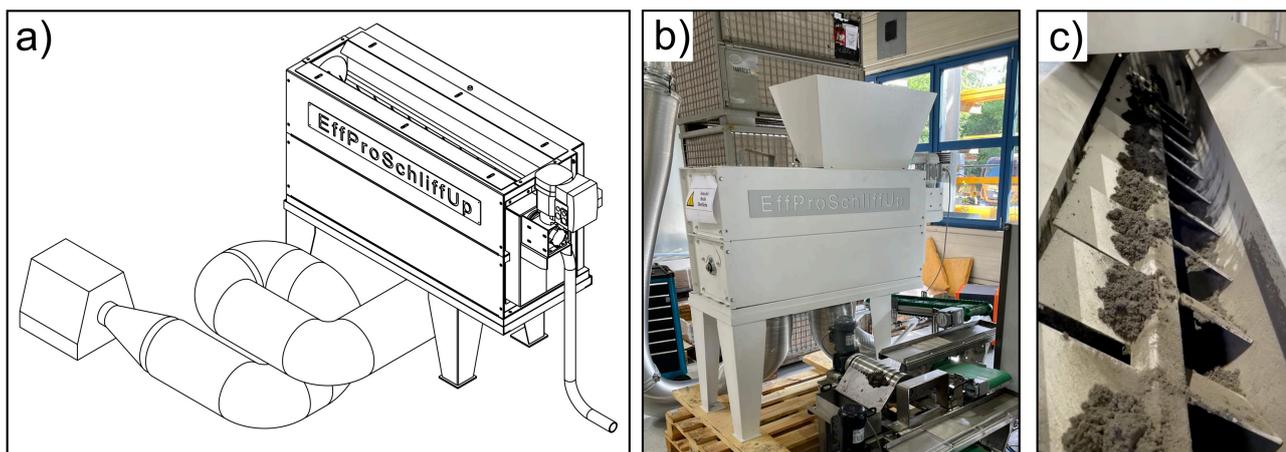


Abbildung 31: Konzipierte Trocknungsanlage als Teil der Gesamtanlage zur Trocknung und Separation von Schleifschlamm.

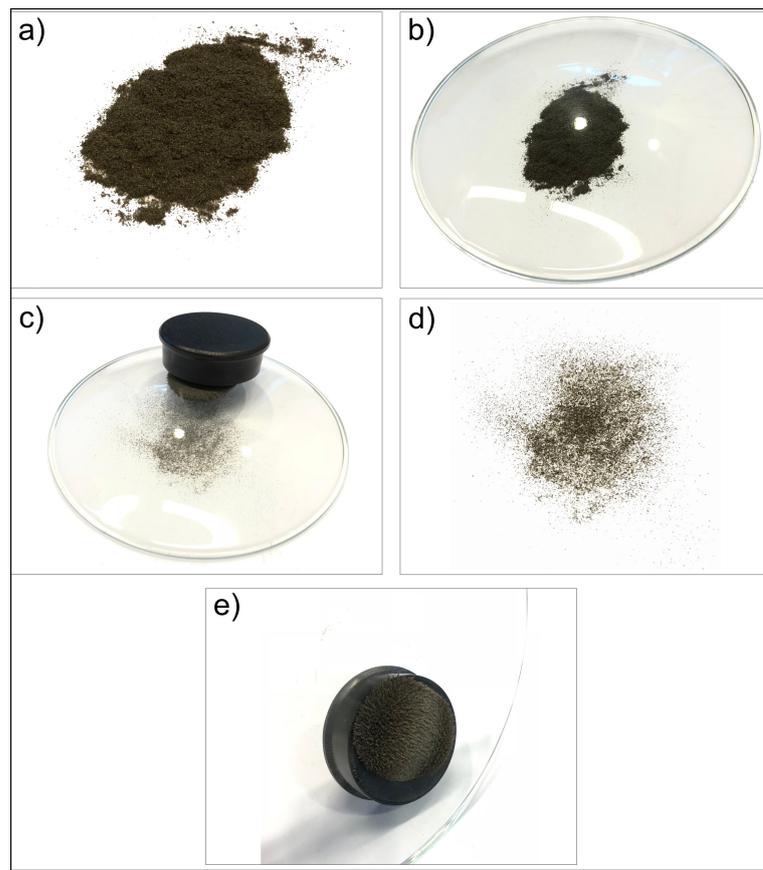


Abbildung 32: Magnetische Separation im Labormaßstab. a) Spanschüttung im Ausgangszustand; b) verwendetes Uhrglas für die magnetische Separation; c) Positionierung des Permanentmagneten oberhalb des Uhrglases; d) Abrasivpartikel, die auf dem anti-ferromagnetischen Untergrund verbleiben; e) Mithilfe des Permanentmagneten angezogene metallische Schleifspäne.

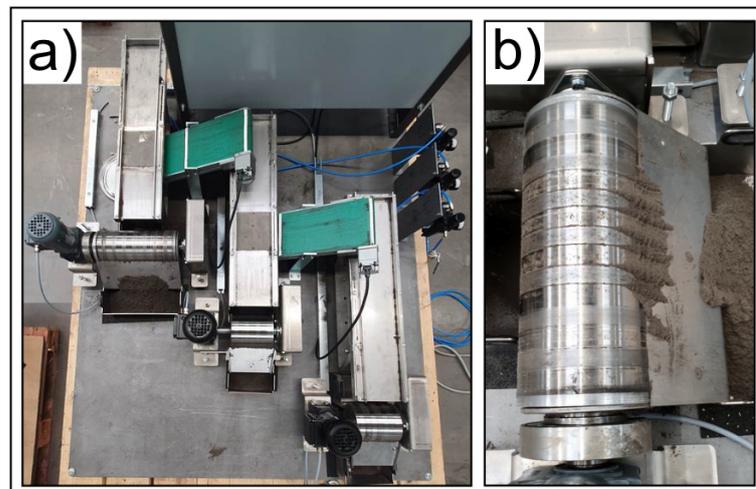


Abbildung 33: a) Separationsanlage mit dreifacher Separation und zweifachem Siebeinlass. b) Vergrößerung der eingesetzten Magnetwalze mit Neodym-Magneten und Abstreifer für die angezogenen metallischen Späne.

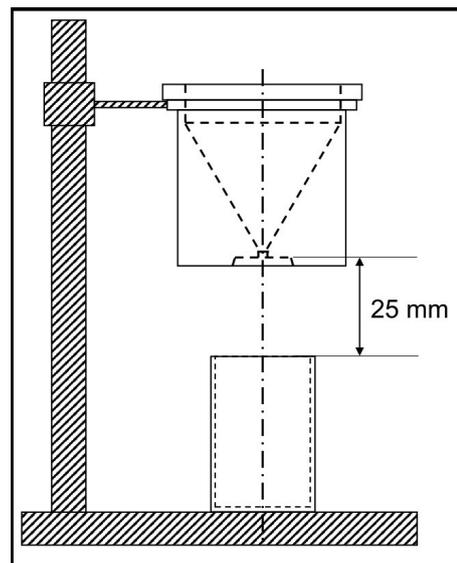


Abbildung 34: Versuchsaufbau zur Ermittlung der Schüttdichte. Gleiche Positionierung des Trichters und des Probenbehälters bei der Ermittlung der Fließfähigkeit.

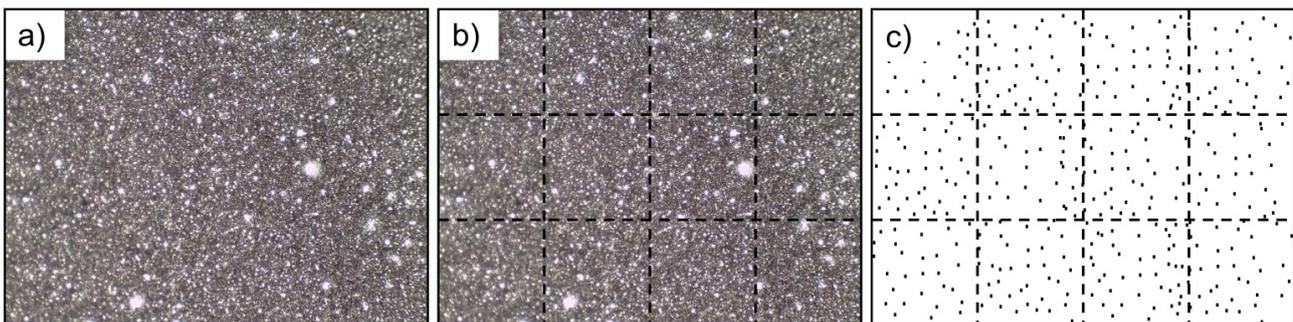


Abbildung 35: Schematischer Ablauf der Bestimmung der Mischungsgüte bei den Spangemischen aus Schleifspanfraktionen und PM-Pulver anhand von stereomikroskopischen Aufnahmen.

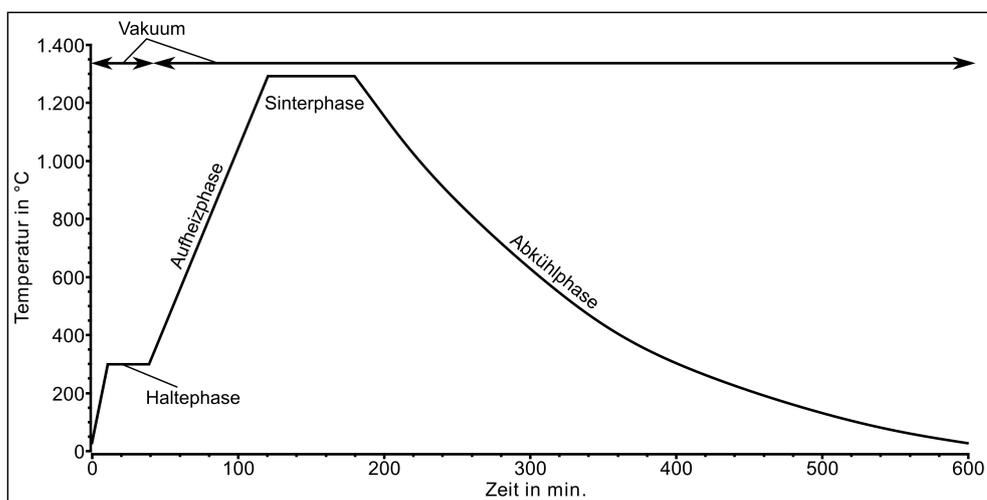


Abbildung 36: Temperatursteuerung während des Supersolidus Flüssigphasen Sinterns mit einer anschließenden langsamen Abkühlung der Probe im Ofenrohr bei Vakuumatmosphäre.

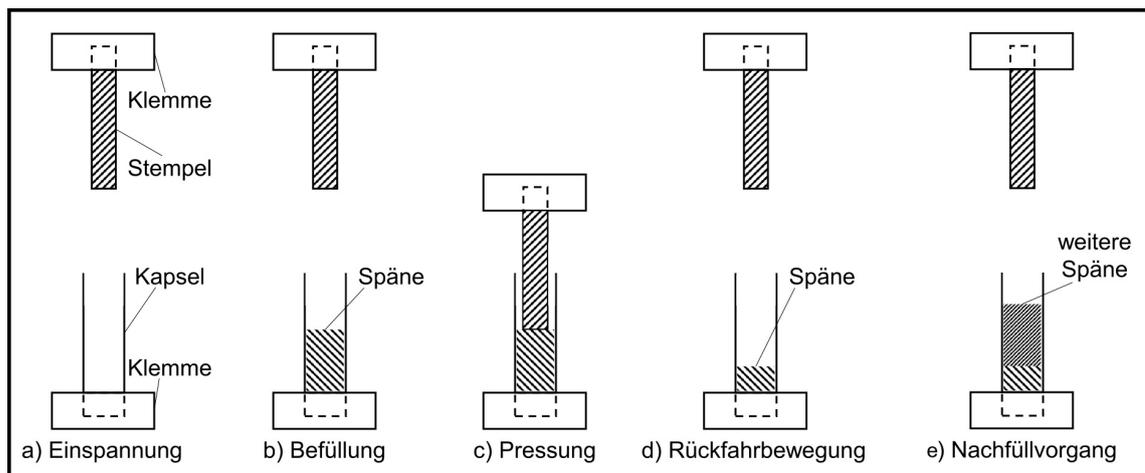


Abbildung 37: Schematischer Ablauf des Vorverdichtungsprozesses der HIP-Kapseln. Zunächst erfolgt die Einspannung der Kapsel (a). Anschließend werden die Kapseln mit den Schleifspänen befüllt (b) und mit dem Pressstempel verdichtet (c). Danach verfährt der Pressstempel wieder in die obere Endlage (d) und es werden erneut Späne in die Kapsel eingefüllt (e).

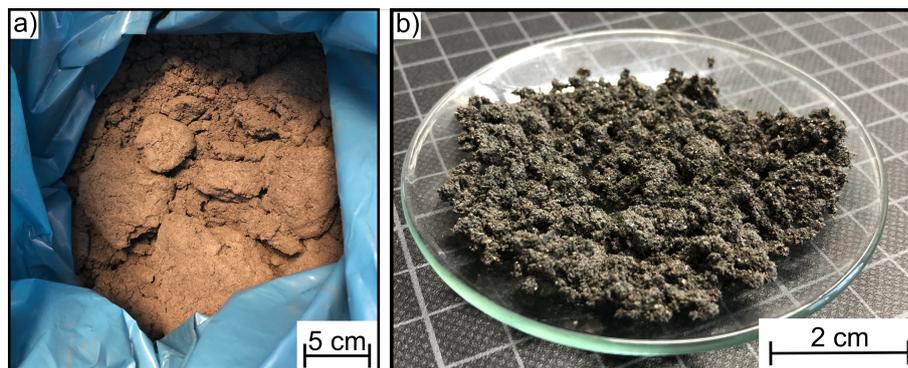


Abbildung 38: Ausgangszustand vor dem Rezyklierungsprozess. Anlieferung des Schleifschlammes nach dem Schleifprozess und durchgeführter KSS-Filterung. Im angelieferten Zustand (a) und auf eine kleine Menge auf einem Uhrglas verteilt (b).

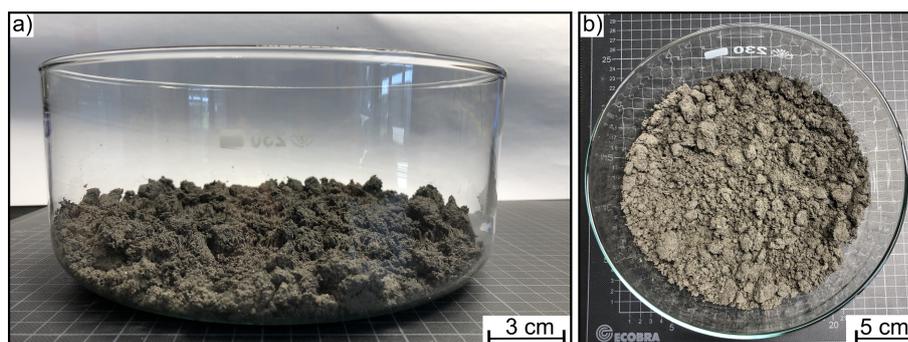


Abbildung 39: Übersichtsbild des Schleifschlammes vor der Trocknung.

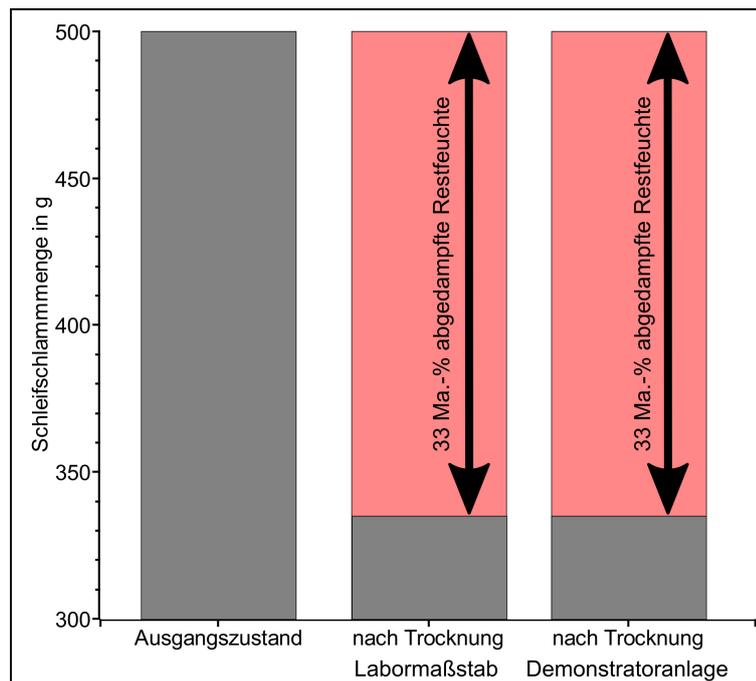


Abbildung 40: Masseverlust der Schleifschlammmenge während des Trocknungsprozesses sowohl bei der Trocknung im Labormaßstab als auch in der Trocknungseinheit der Separierungsanlage.

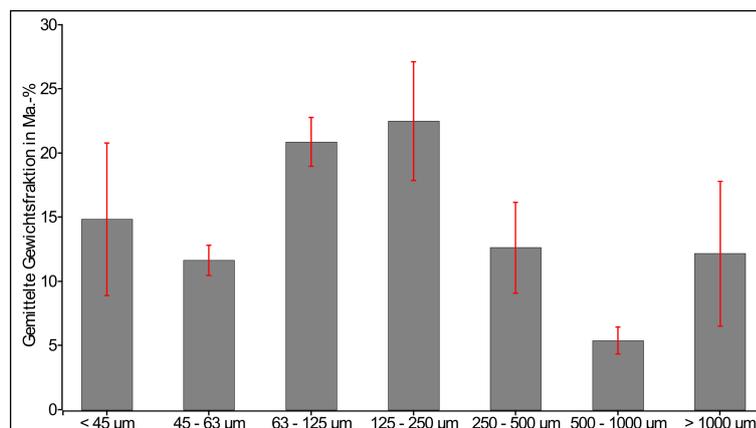


Abbildung 41: Größenverteilung des gesiebten Schleifschlammes, separiert im Labormaßstab.

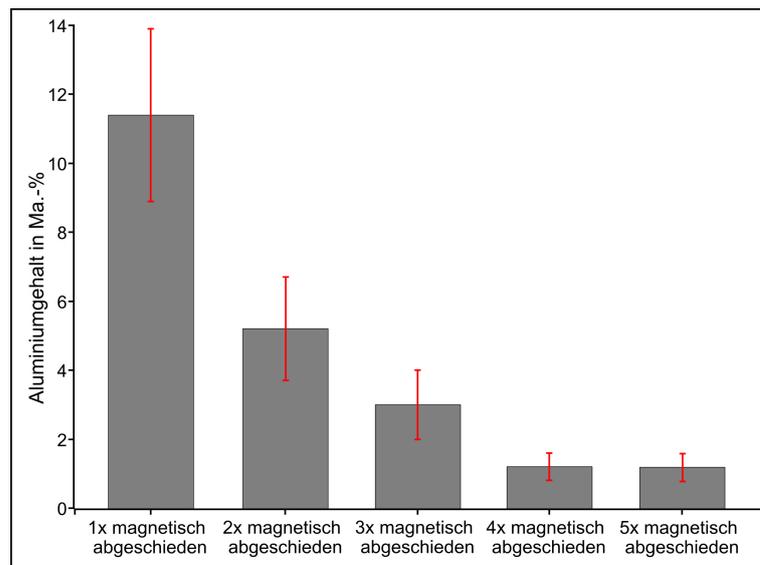


Abbildung 42: Reinheitsbeurteilung der Schleifspäne, separiert im Labormaßstab, mittels EDX-Flächenscans von Pulverschüttungen mit der quantitativen Auswertung des Al-Gehalts.

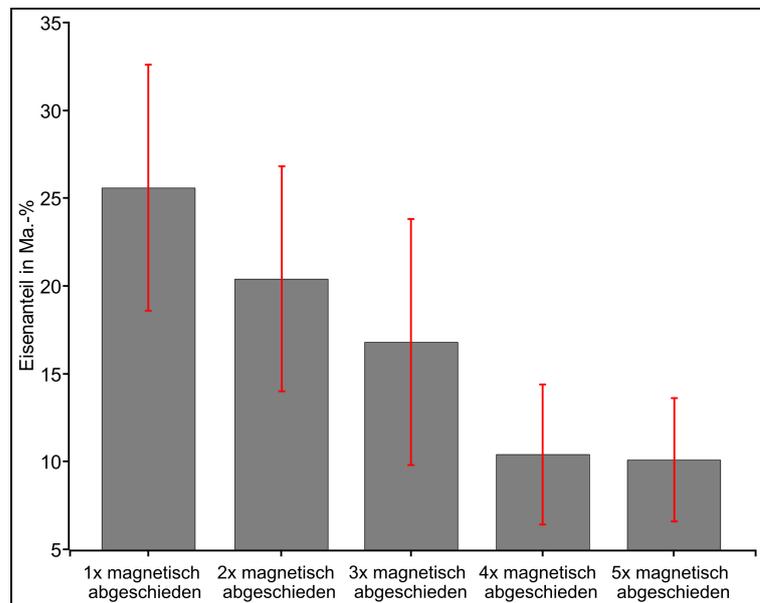


Abbildung 43: Reinheitsbeurteilung der Abrasive, separiert im Labormaßstab, mittels EDX-Flächenscans von Pulverschüttungen mit der quantitativen Auswertung des Fe-Gehalts.

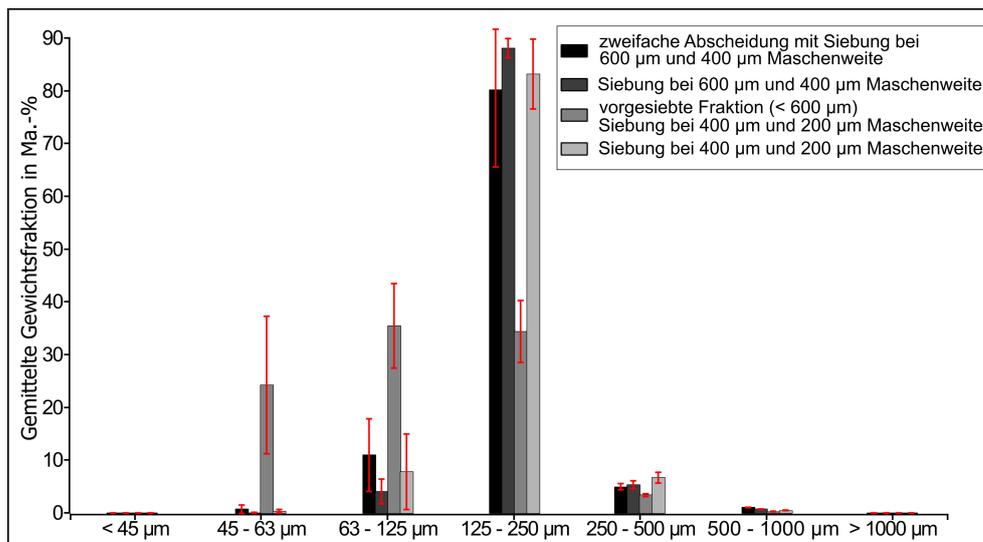


Abbildung 44: Größenverteilung des gesiebten Schleifschlammes aus der Separierungsanlage bei unterschiedlichen, im Diagramm aufgeführten Prozessparameter der Demonstrator-Anlage.

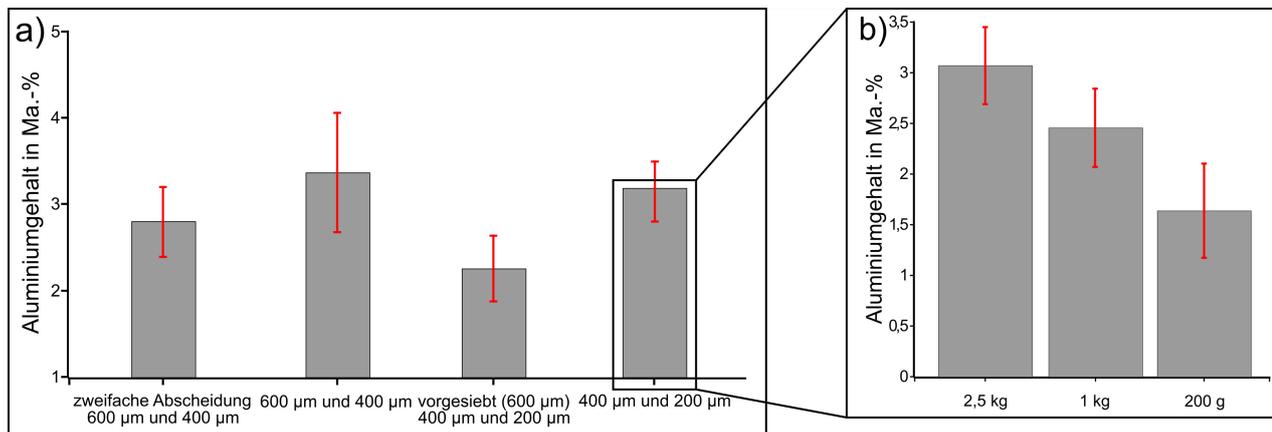


Abbildung 45: Reinheitsbeurteilung der Fraktion der Schleifspäne anhand von EDX-Flächenscans von Pulverschüttungen mit der quantitativen Auswertung des Al-Gehalts als Referenz für die Reinheit der Schleifspäne. Hierbei wurden für die gemessenen Pulverschüttungen sowohl verschiedene Prozessparameter der Demo-Anlage (a) als auch verschiedene Aufgabemengen gewählt (b).

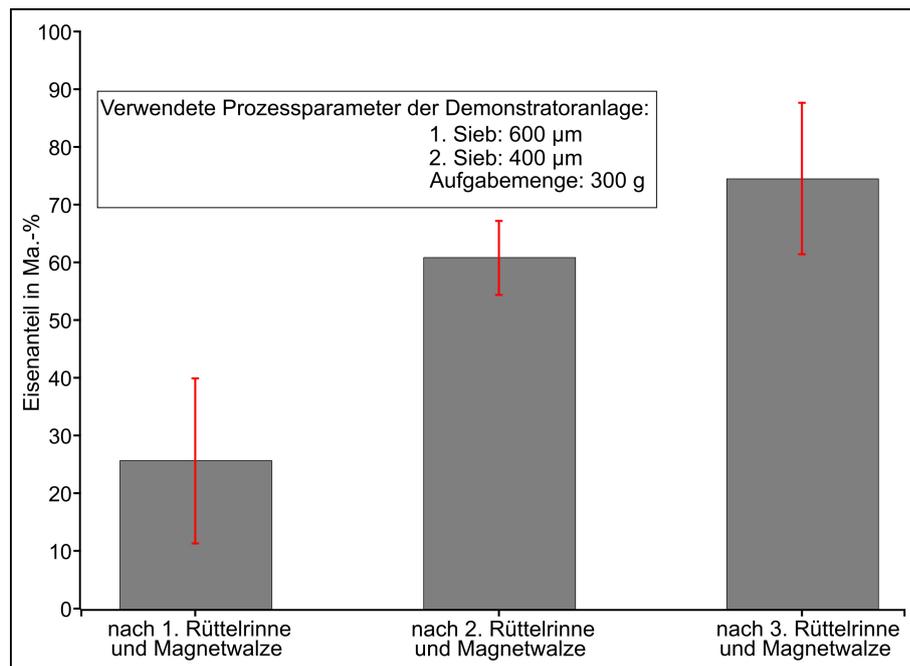


Abbildung 46: Reinheitsbeurteilung der Fraktion der Abrasivpartikel anhand von EDX-Flächenscans von Pulverschüttungen mit der quantitativen Auswertung des Fe-Gehalts als Referenz für die Reinheit der Schleifspäne.

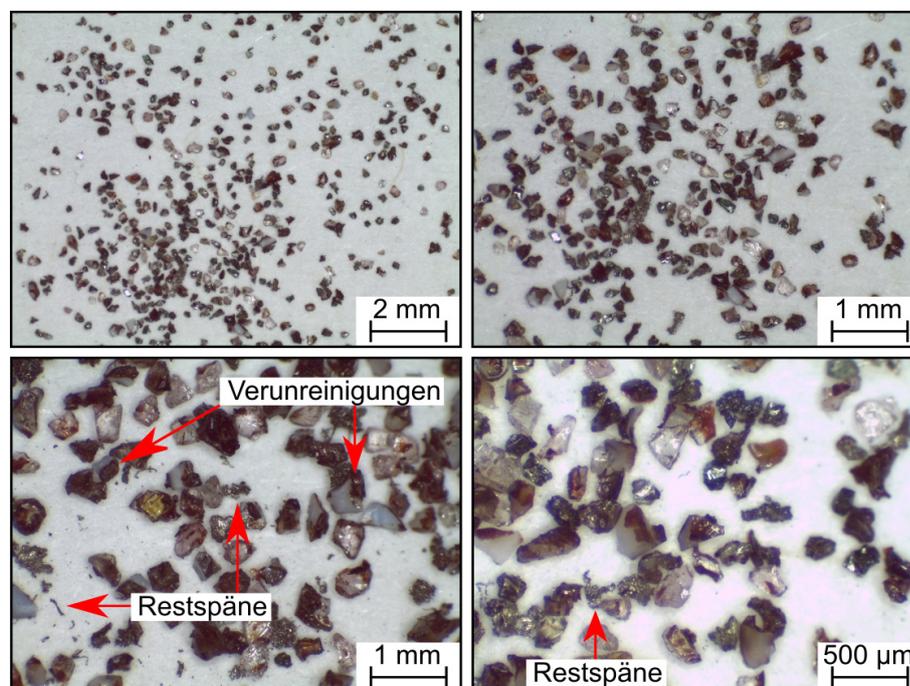


Abbildung 47: Separierte Abrasivpartikel, fraktioniert durch trockene Wurfsiebung und viermaligem magnetischem Abscheiden (Fraktion 125 - 250 µm). a) 6,3fache Vergrößerung; b-c) 10fache Vergrößerung; d) 16fache Vergrößerung.

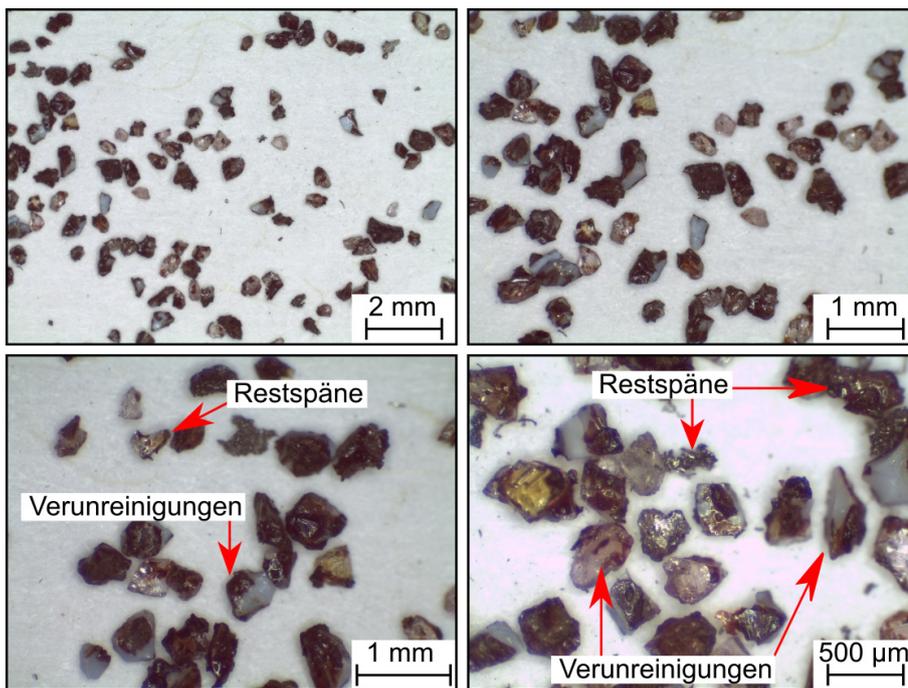


Abbildung 48: Separierte Abrasivpartikel, fraktioniert durch trockene Wurfsiebung und viermaligem magnetischem Abscheiden (Fraktion 250 - 500 μm). a) 6,3fache Vergrößerung; b-c) 10fache Vergrößerung; d) 16fache Vergrößerung.

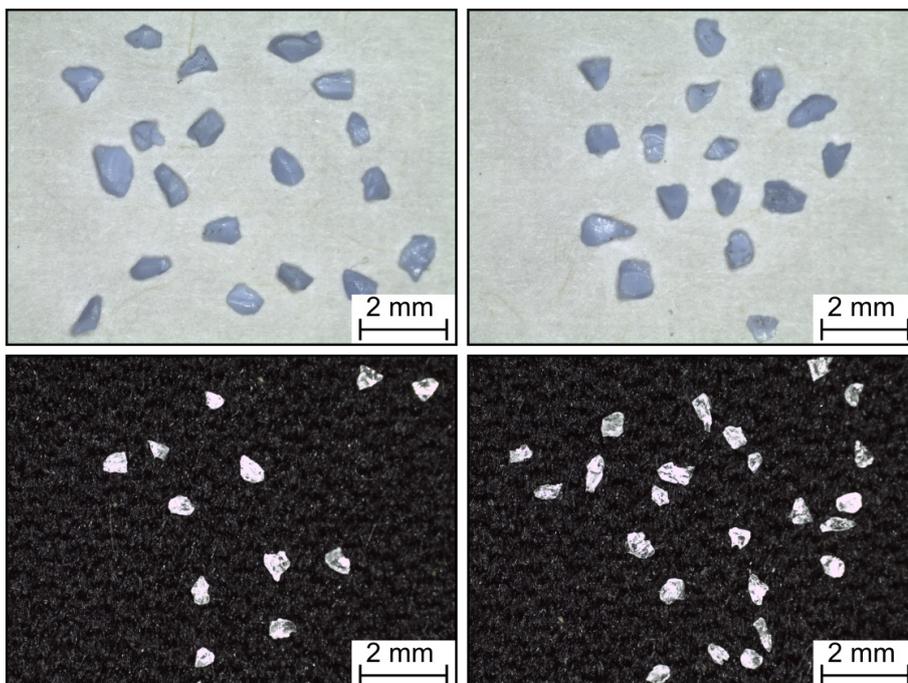


Abbildung 49: Neue Abrasivpartikel, aufgenommen mit dem Stereomikroskop. a-b) Edelkorund blau; c-d) Edelkorund weiß.

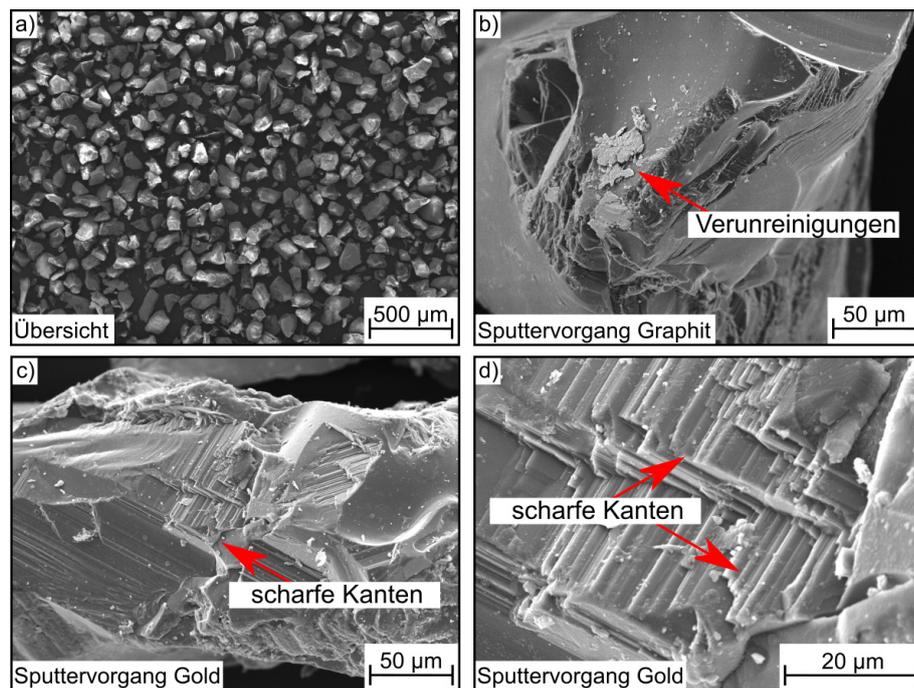


Abbildung 50: Durchgeführte EDX-Punktanalyse (Fraktion 125 - 250 µm) lassen auf die Abrasivpartikel aus SiC und Al_2O_3 schließen. a) Übersichtsbild der Abrasivpartikel; b) mit Kohlenstoff besputterter Korundpartikel nach dem Einsatz; c-d) mit Gold besputterter Korundpartikel nach dem Einsatz bei verschiedenen Vergrößerungen.

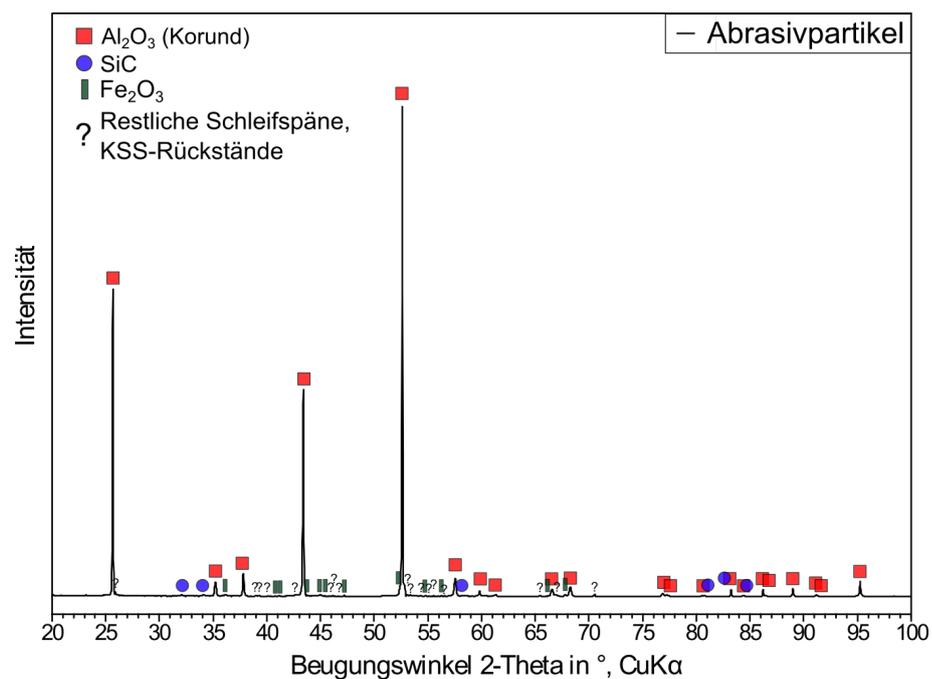


Abbildung 51: Diffraktogramm von separierten Schleifabrasiven.

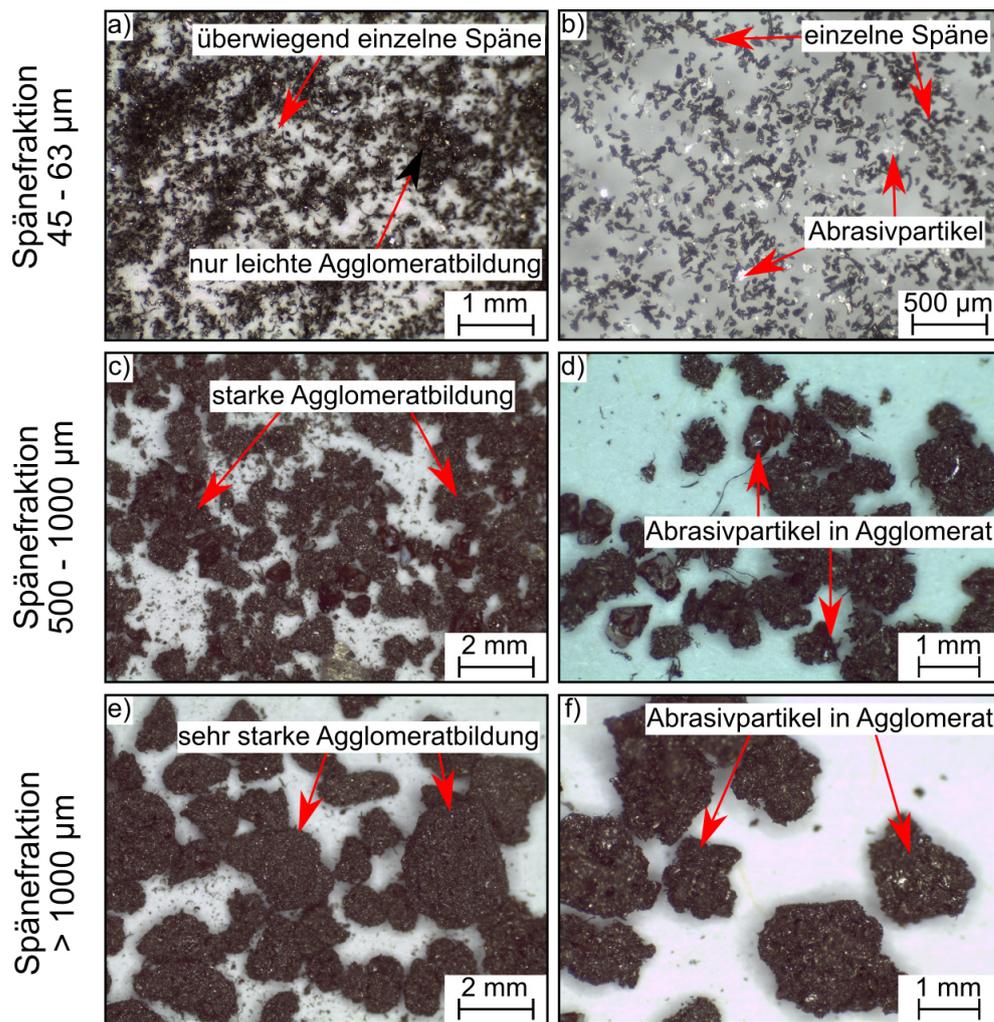


Abbildung 52: Stereomikroskopische Aufnahmen der Fraktionen a-b) 45-63 µm, c-d) 500-1000 µm und e-f) >1000 µm.

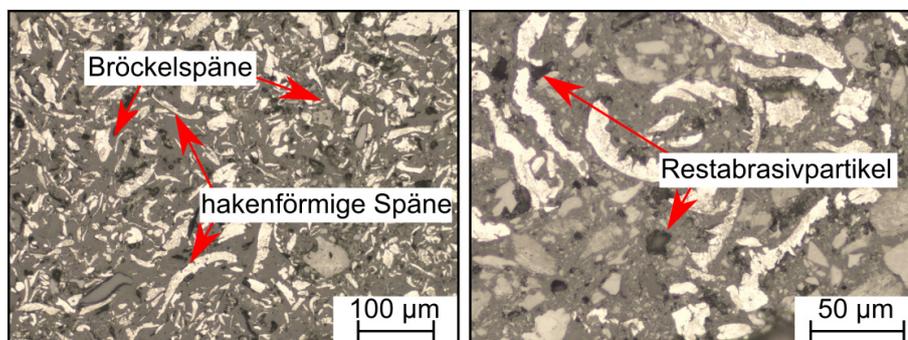


Abbildung 53: Eingebettete Schleifspäne der Fraktion 45-63 µm bei einer 200fachen und 500fachen Vergrößerung.

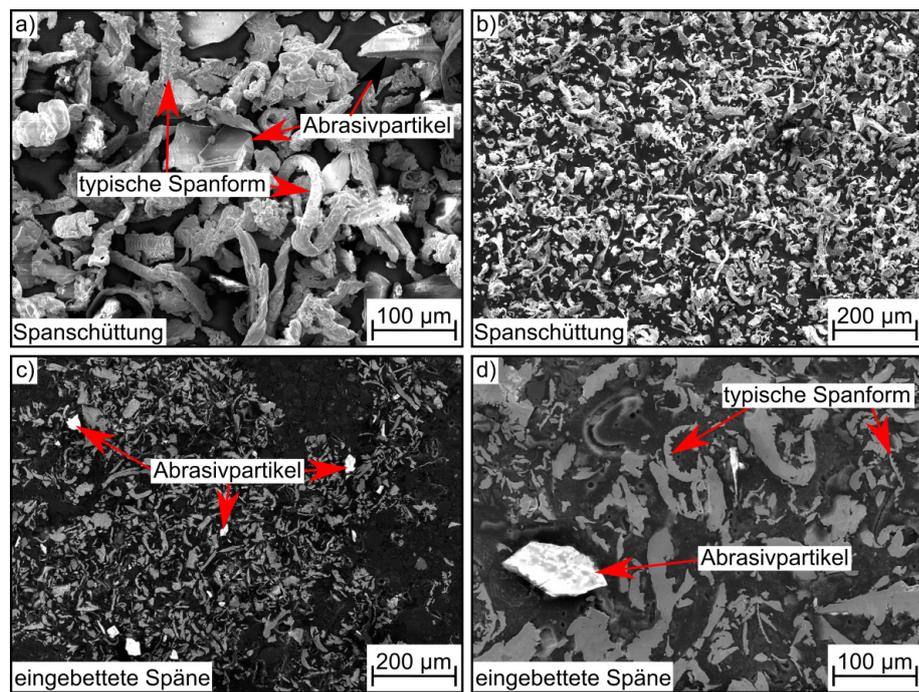


Abbildung 54: SE-Aufnahmen a-b) loser Schleifspanschüttungen bei einer 200fachen und 500fachen Vergrößerung und c-d) eingebetteter Schleifspäne bei einer 200fachen und 500fachen Vergrößerung.

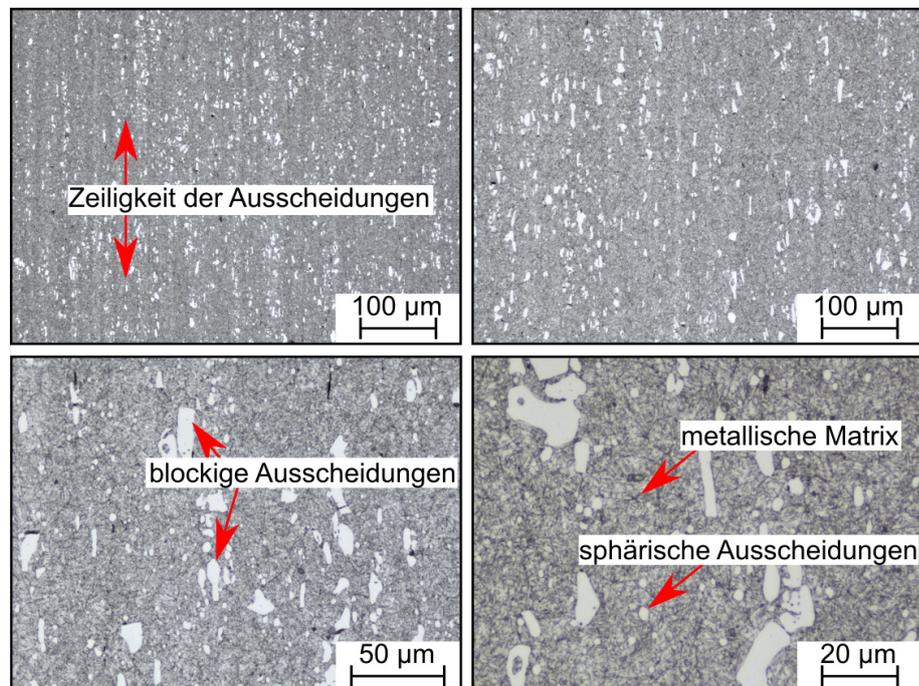


Abbildung 55: Präparierte und mit V2A-Beize geätzte Kreismesserronden bei einer 200fachen, 500fachen und 1000fachen Vergrößerung.

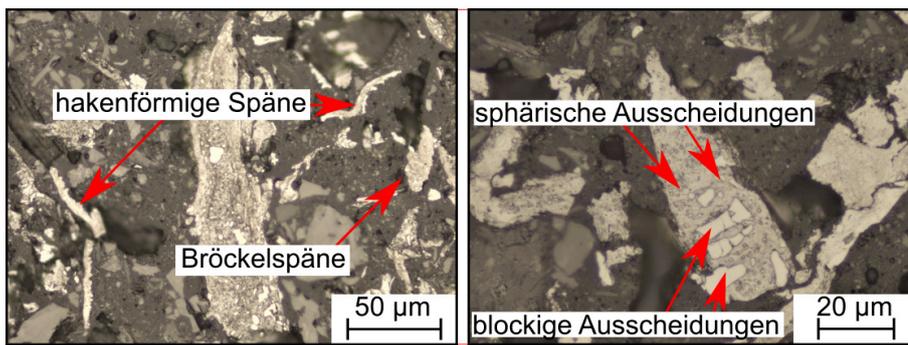


Abbildung 56: Präparierte, mit V2A-Beize geätzte Schleifspäne bei einer 500fachen und 1000fachen Vergrößerung.

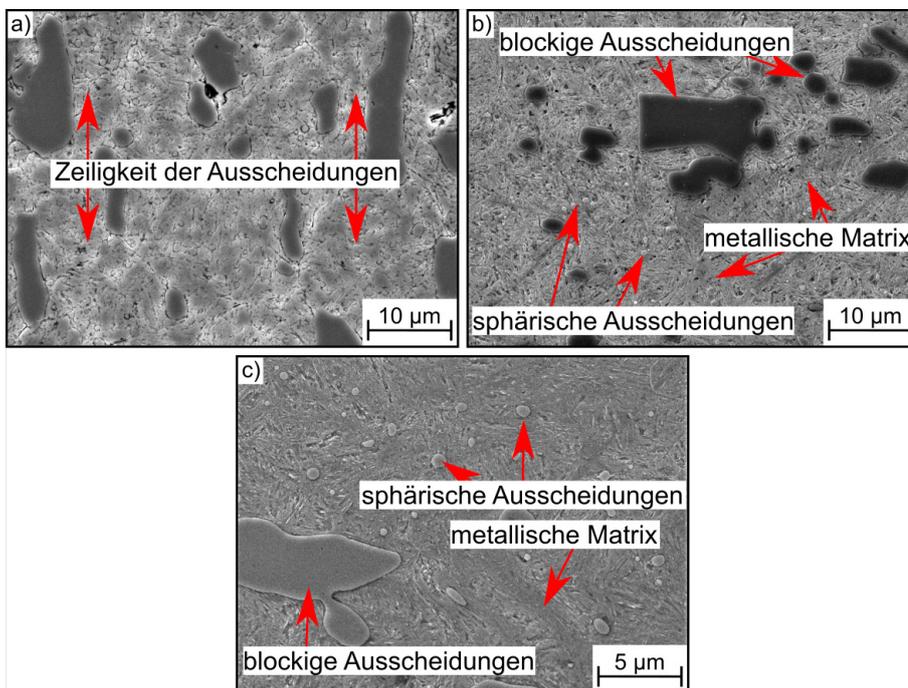


Abbildung 57: SE-Aufnahmen eingebetteter und mit V2A-Beize geätzter Kreismesserronden. a-b) bei einer 5000fachen Vergrößerung und c) bei einer 10000fachen Vergrößerung.

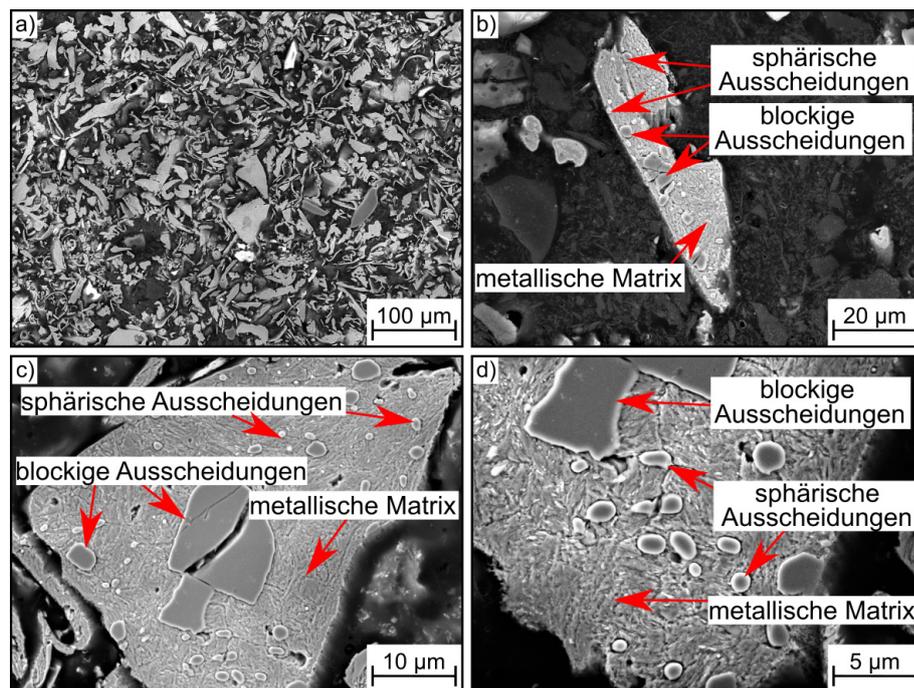


Abbildung 58: SE-Aufnahmen eingebetteter und mit V2A-Beize geätzter Schleifspäne. a) bei 500fachen Vergrößerung, b) bei 2500fachen Vergrößerung, c) bei 5000fachen Vergrößerung und d) bei 10000fachen Vergrößerung.

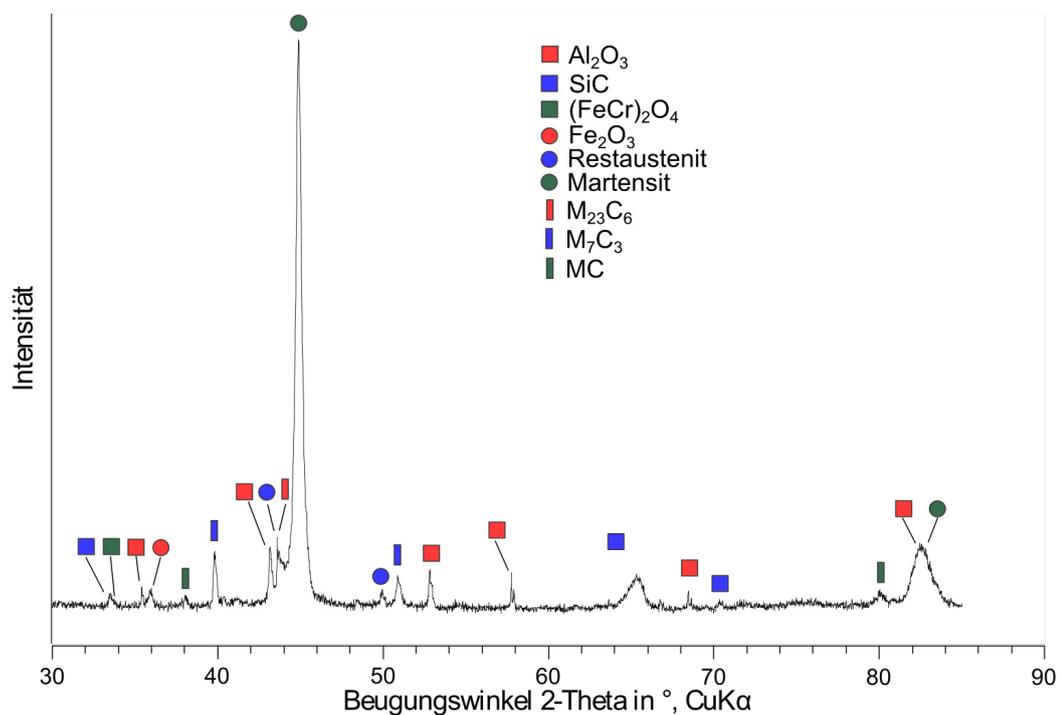


Abbildung 59: Diffraktogramm der separierten Schleifspäne.

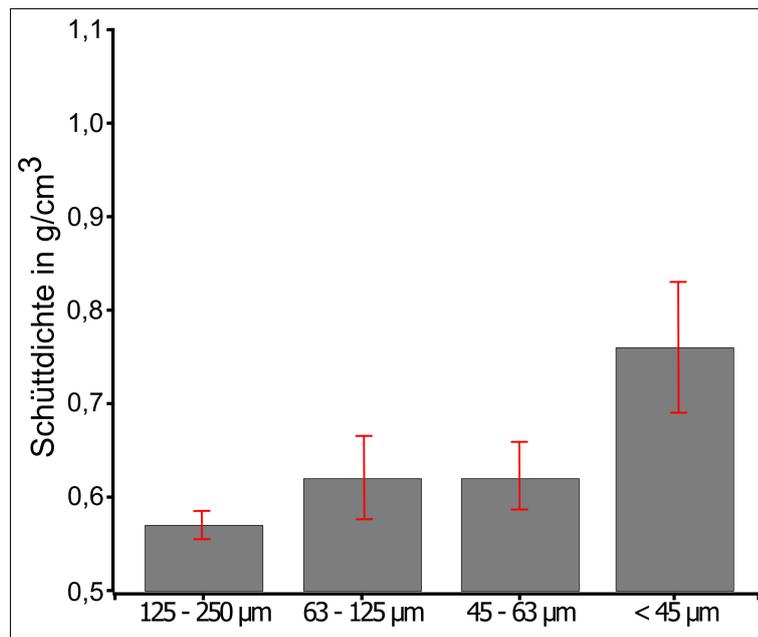


Abbildung 60: Schüttdichte der im Labormaßstab separierten und fraktionierten Schleifspäne.

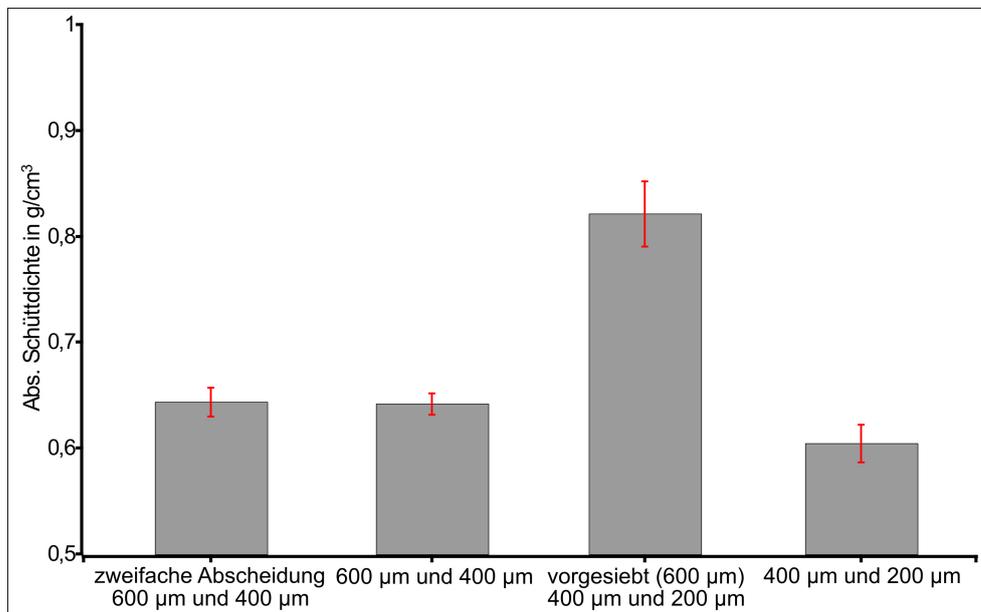


Abbildung 61: Schüttdichte der mittels Separierungsanlage getrennter Schleifspäne bei unterschiedlichen Prozessparametern.

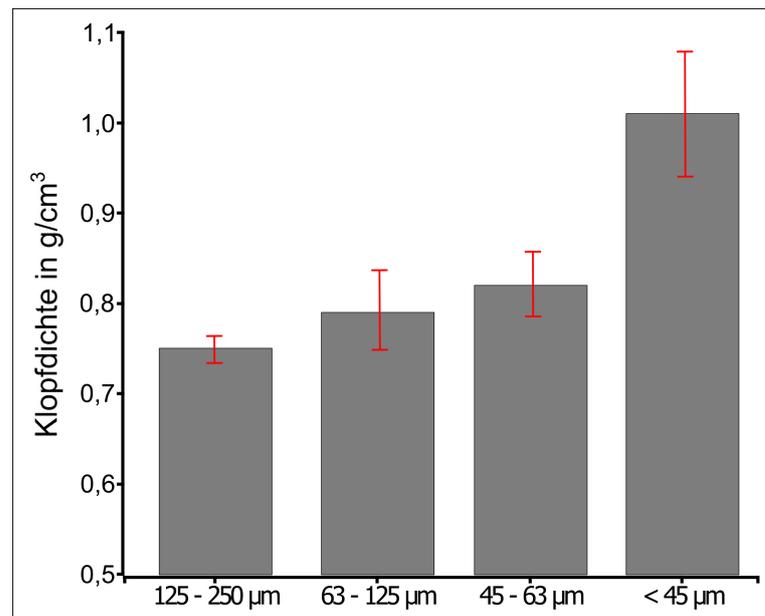


Abbildung 62: Klopfichte der im Labormaßstab separierten und fraktionierten Schleifspäne.

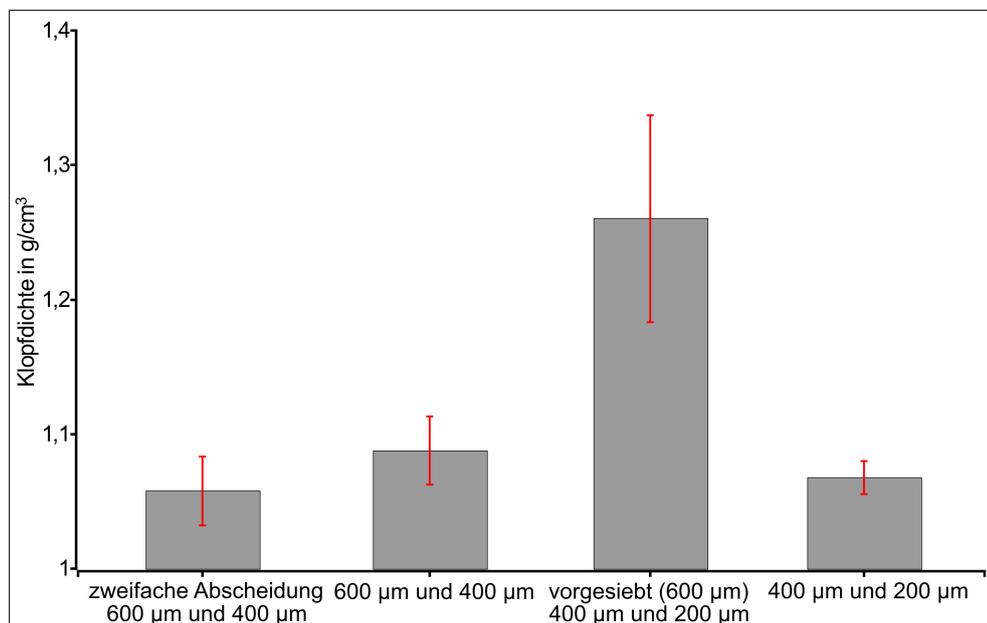


Abbildung 63: Klopfichte der mittels Separierungsanlage getrennter Schleifspäne bei unterschiedlichen Prozessparametern.

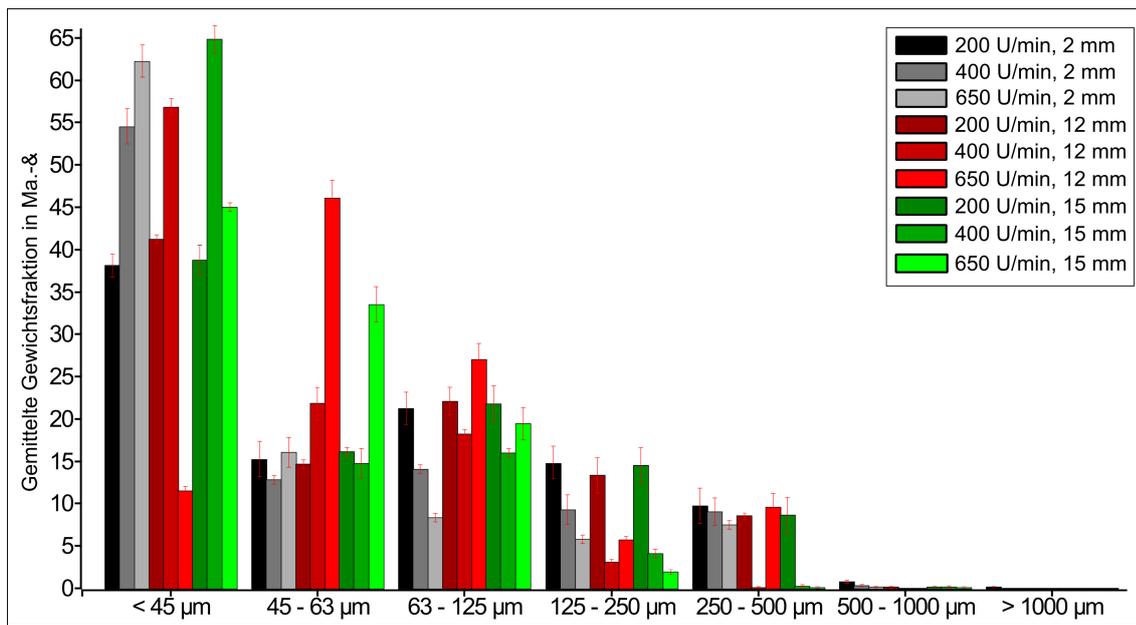


Abbildung 64: Größenverteilung der kugelgemahlene Schleifspäne nach verschiedenen Kugelmahlvorgängen.

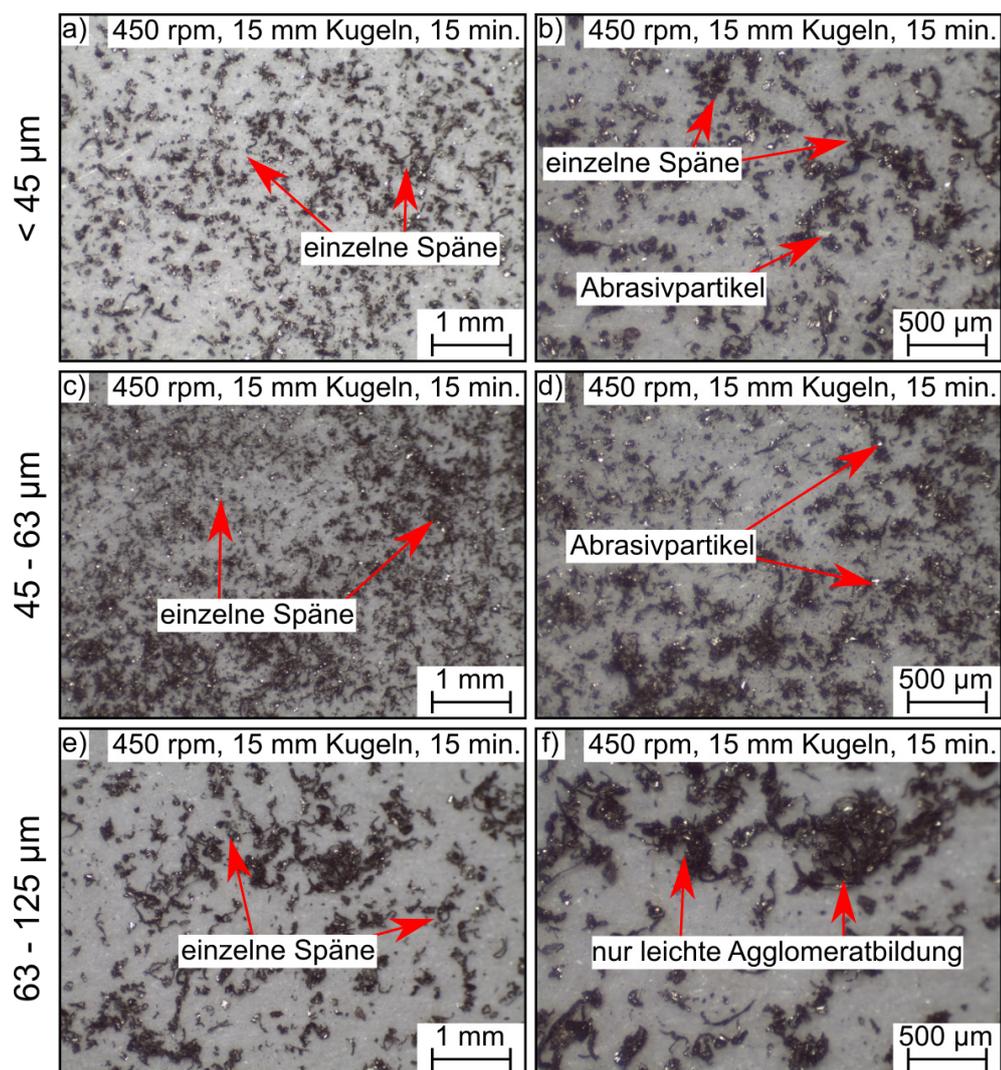


Abbildung 65: Stereomikroskopische Aufnahme der Schleifspäne nach einem Kugelmahlprozess. a-b) Spänefraktion $< 45 \mu\text{m}$ bei 20- bzw. 40facher Vergrößerung, c-d) Spänefraktion $45\text{-}63 \mu\text{m}$ bei 20- bzw. 40facher Vergrößerung, e-f) Spänefraktion $63\text{-}125 \mu\text{m}$ bei 20- bzw. 40facher Vergrößerung.

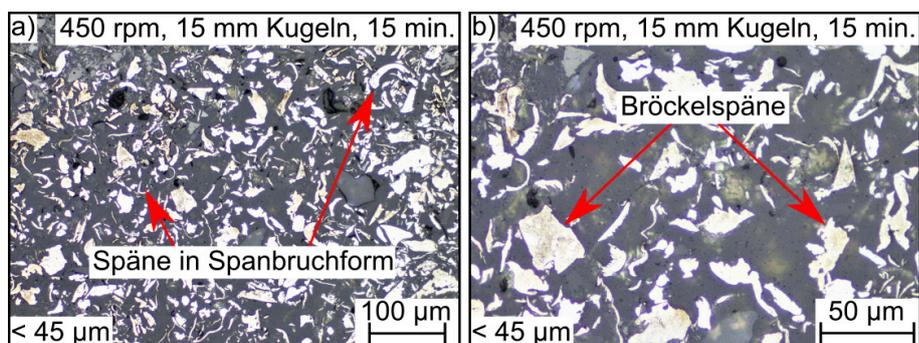


Abbildung 66: Eingebettete Schleifspäne der Fraktion $< 45 \mu\text{m}$ bei einer 200fachen und 500fachen Vergrößerung.

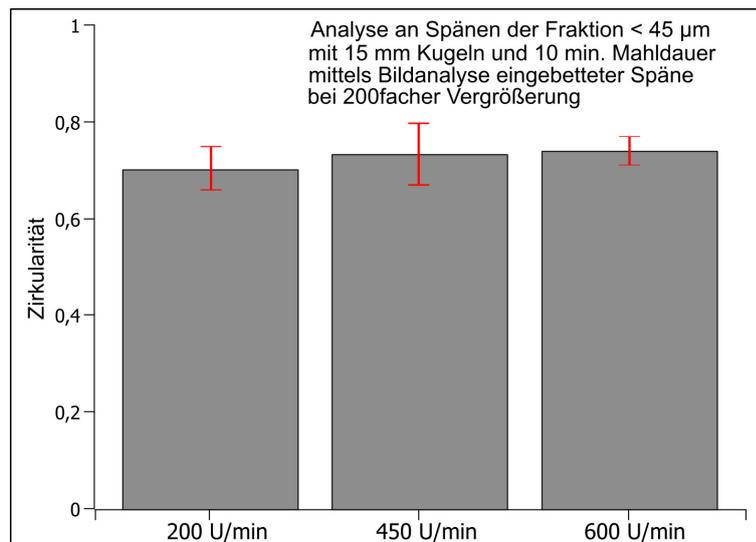


Abbildung 67: Berechnete Zirkularität der Schleifspäne bei unterschiedlichen Kugelmahlparametern. Je mehr der Zirkularitätswert dem Wert 1 angenähert wird, desto sphärischer ist die Form.

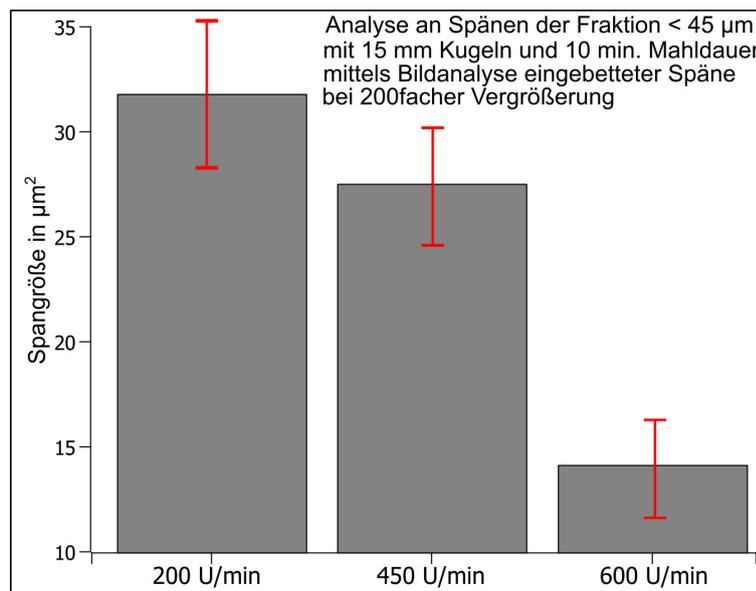


Abbildung 68: Spangröße anhand bildanalytisch ausgewerteter lichtmikroskopischer Aufnahmen.

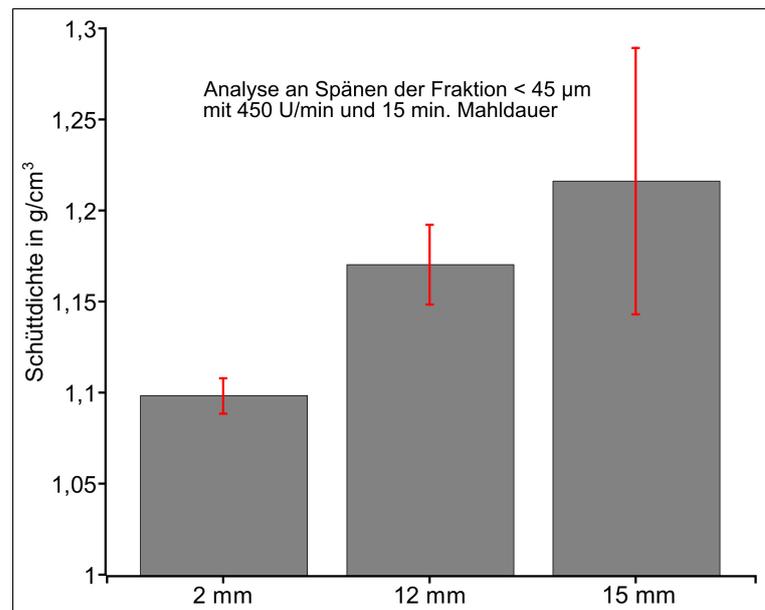


Abbildung 69: Schüttdichte der bei unterschiedlichen Kugelmahlparametern behandelten Schleifspäne der Fraktion $< 45 \mu\text{m}$.

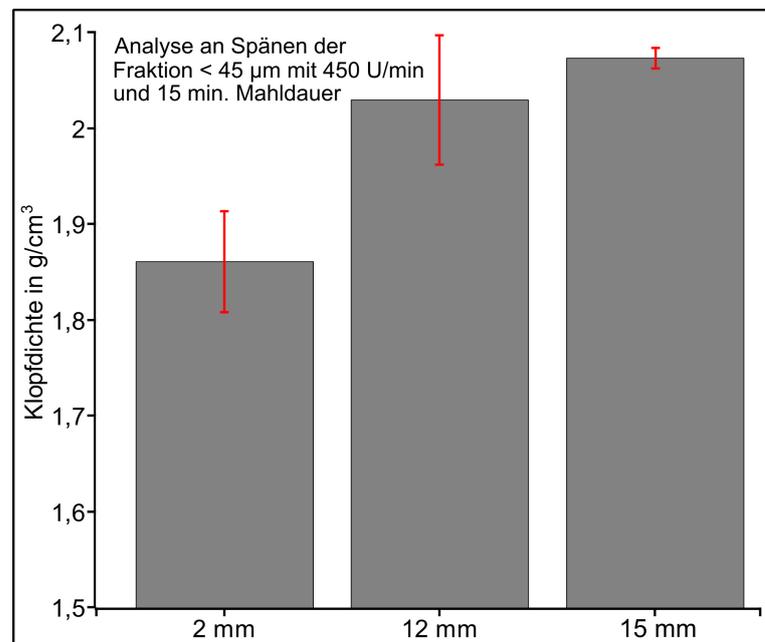


Abbildung 70: Klopfichte der bei unterschiedlichen Kugelmahlparametern behandelten Schleifspäne der Fraktion $< 45 \mu\text{m}$.

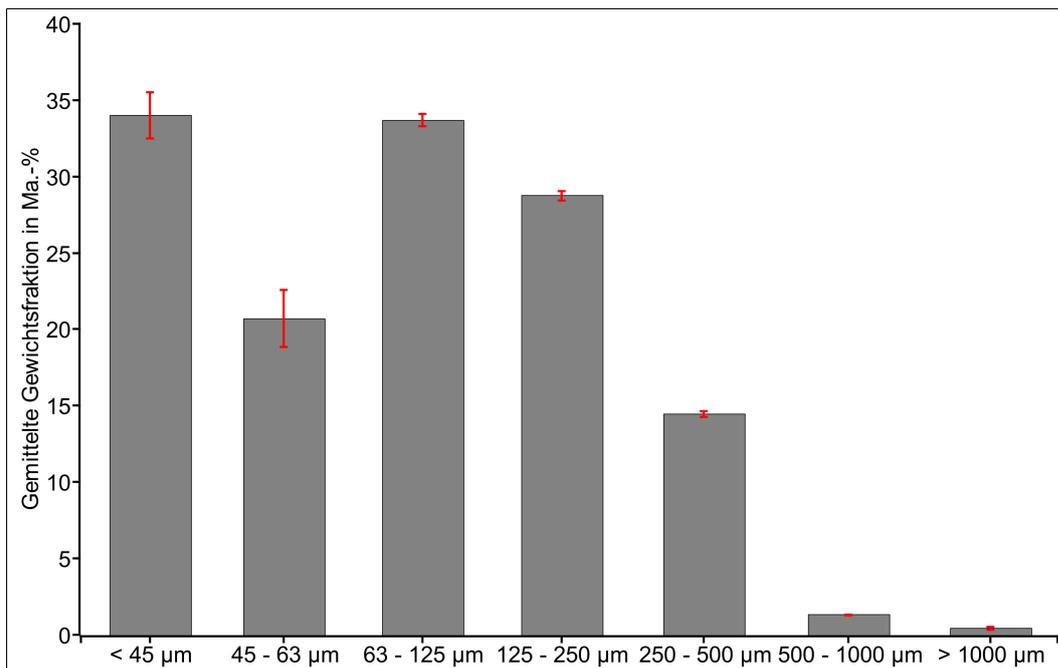


Abbildung 71: Größenverteilung des gasverdüsteten Werkstoffs aus dem KAS X220CrVMo13-4 ermittelt durch eine trockene Wurfsiebung.

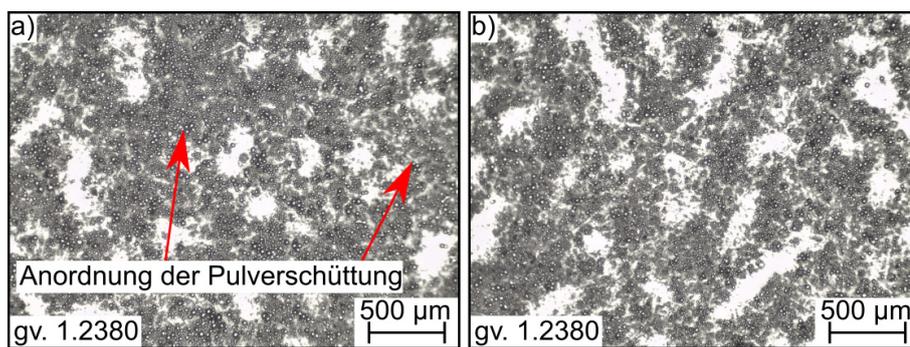


Abbildung 72: Stereomikroskopische Aufnahmen des reinen gasverdüsteten Werkstoffs aus KAS X220CrVMo13-4 bei 40facher Vergrößerung. Dabei zeigen a) und b) verschiedene Bereiche der Pulverschüttung.

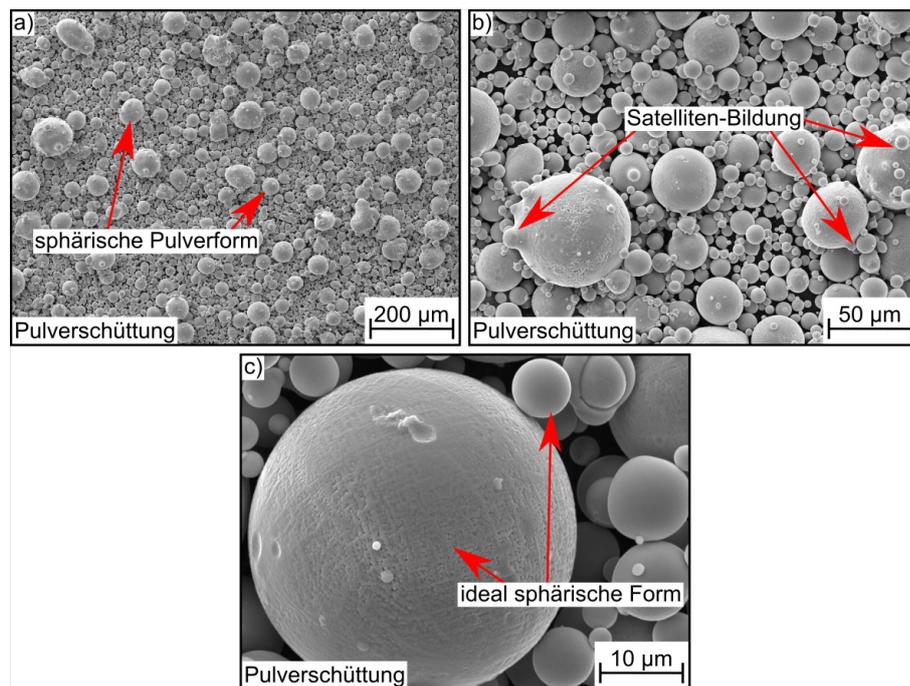


Abbildung 73: SE-Aufnahmen der Pulverschüttung aus gasverdüstern KAS X220CrVMo13-4 bei a) 250facher Vergrößerung, b) 1000facher Vergrößerung und c) 5000facher Vergrößerung.

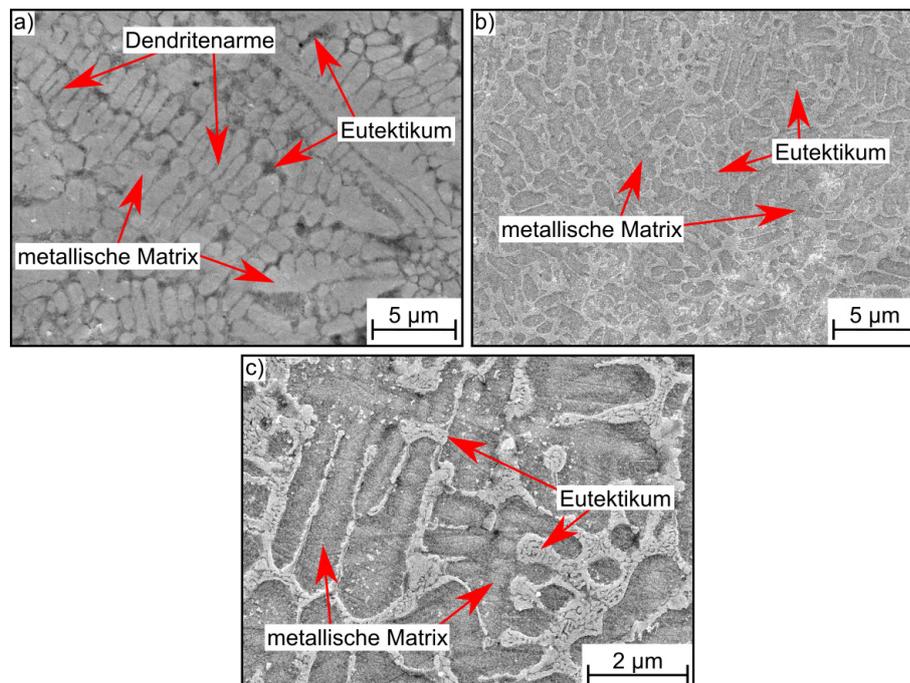


Abbildung 74: SE-Aufnahme mit V2A-Beize geätzter gasverdüstern Pulverpartikel aus dem KAS X220CrVMo13-4 bei a-b) 10000facher Vergrößerung und c) 30000facher Vergrößerung.

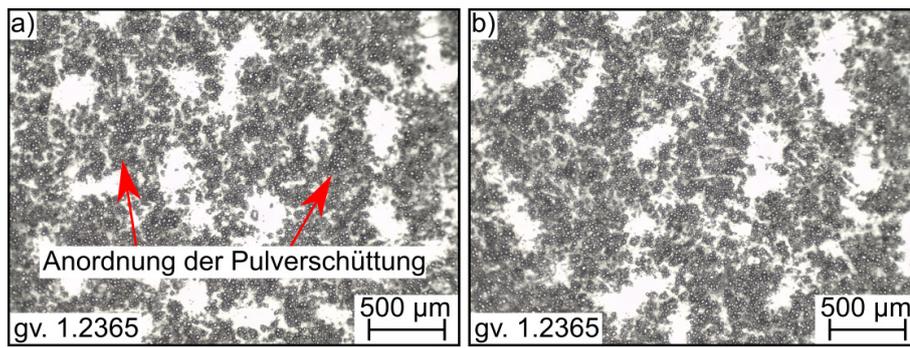


Abbildung 75: Stereomikroskopische Aufnahmen des reinen gasverdüsterten Werkstoffs aus WAS 32CrMoV12-28 bei 40facher Vergrößerung. Dabei zeigen a) und b) verschiedene Bereiche der Pulverschüttung.

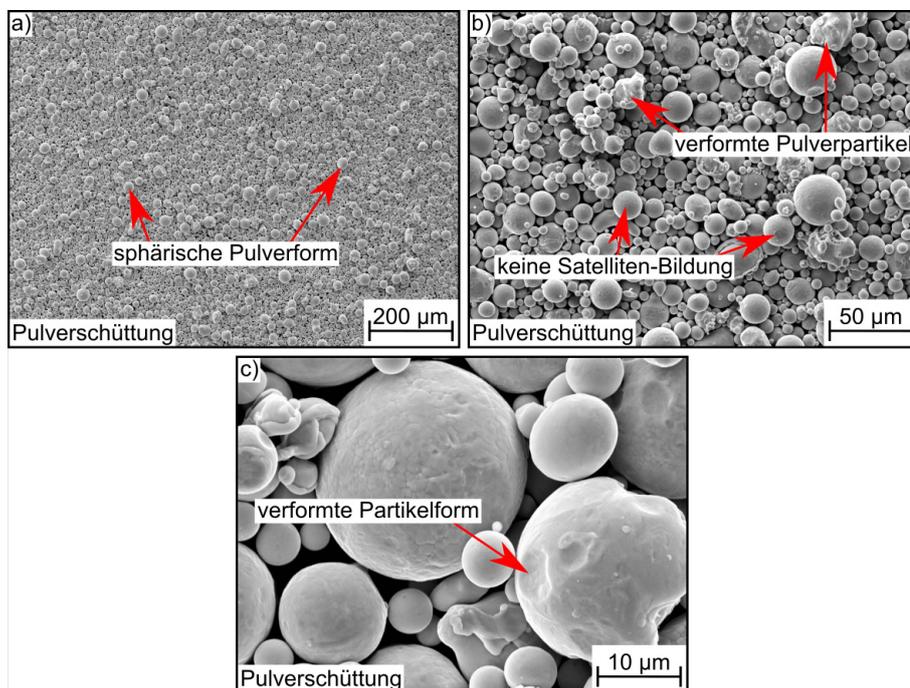


Abbildung 76: SE-Aufnahmen der Pulverschüttung aus WAS 32CrMoV12-28 bei a) 250facher Vergrößerung, b) 1000facher Vergrößerung und c) 5000facher Vergrößerung.

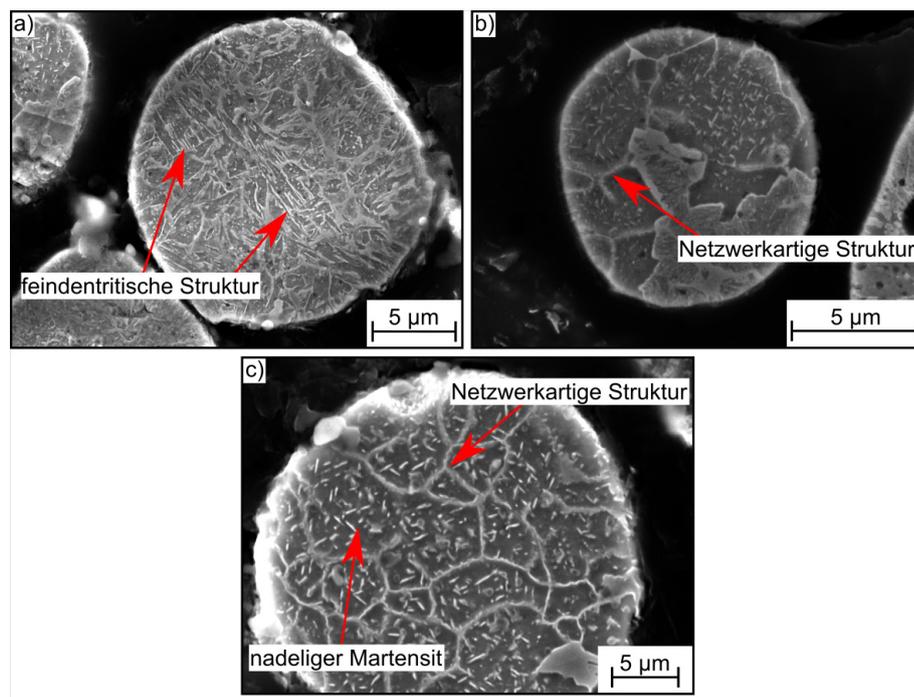


Abbildung 77: SE-Aufnahme mit V2A-Beize geätzter gasverduster Pulverpartikel aus WAS 32CrMoV12-28 bei a) 10000facher Vergrößerung, b) 15000facher Vergrößerung und c) 20000facher Vergrößerung.

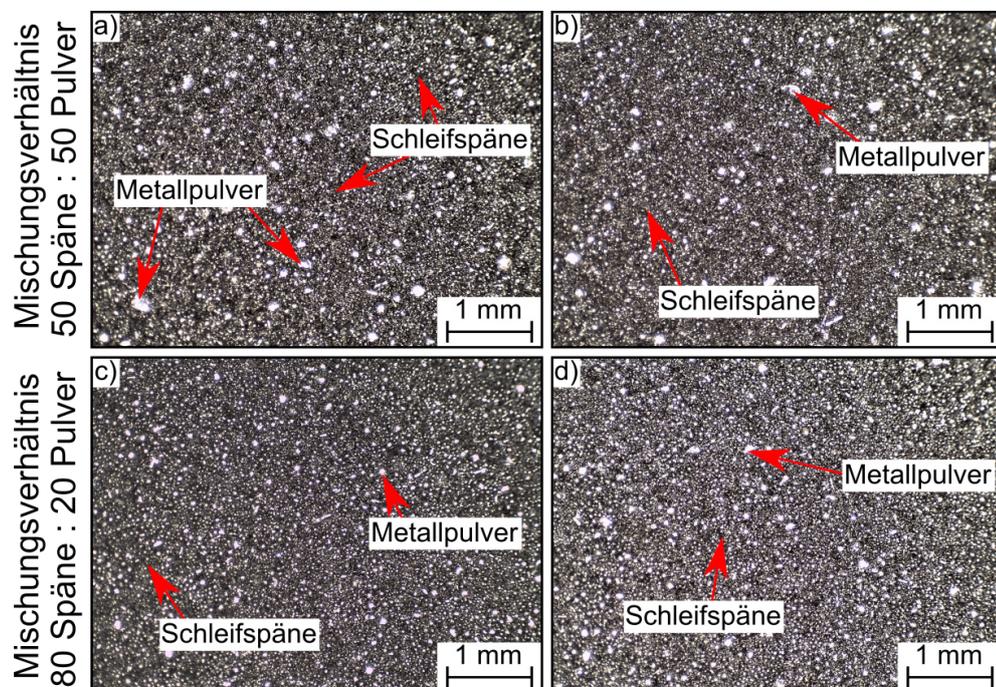


Abbildung 78: Stereomikroskopische Aufnahmen der Mischung von Schleifspänen der Fraktion <math><45\ \mu\text{m}</math> und gasverdustem Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 mit a-b) einem Mischungsverhältnis von 50:50 bei 20facher Vergrößerung und c-d) einem Mischungsverhältnis von 80:20 bei 20facher Vergrößerung.

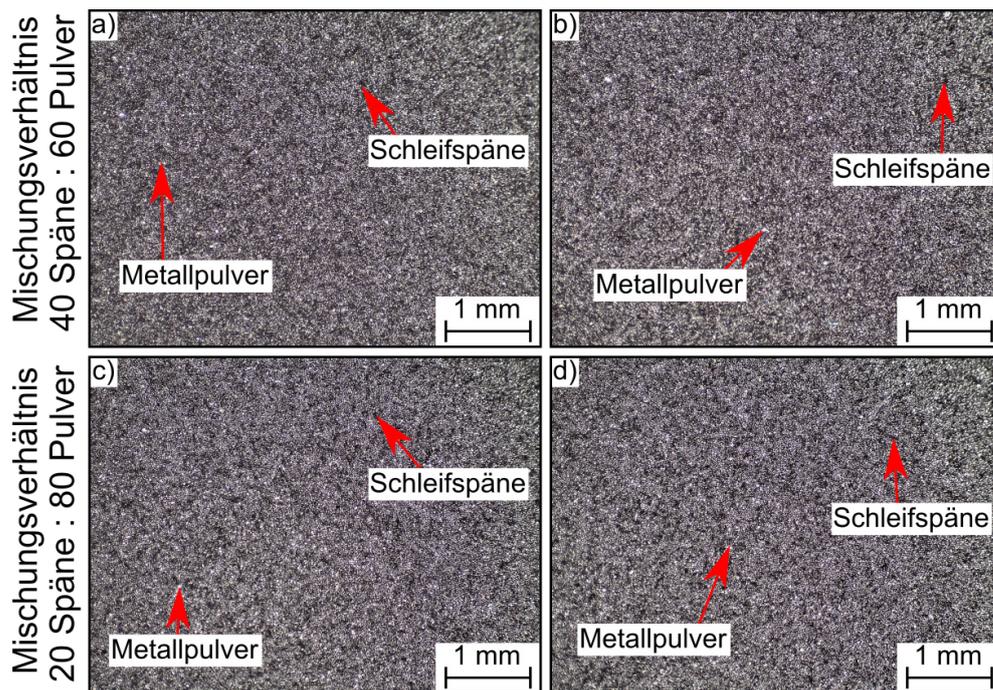


Abbildung 79: Stereomikroskopische Aufnahmen der Mischung von Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 mit a-b) einem Mischungsverhältnis von 40:60 bei 20facher Vergrößerung und c-d) einem Mischungsverhältnis von 20:80 bei 20facher Vergrößerung.

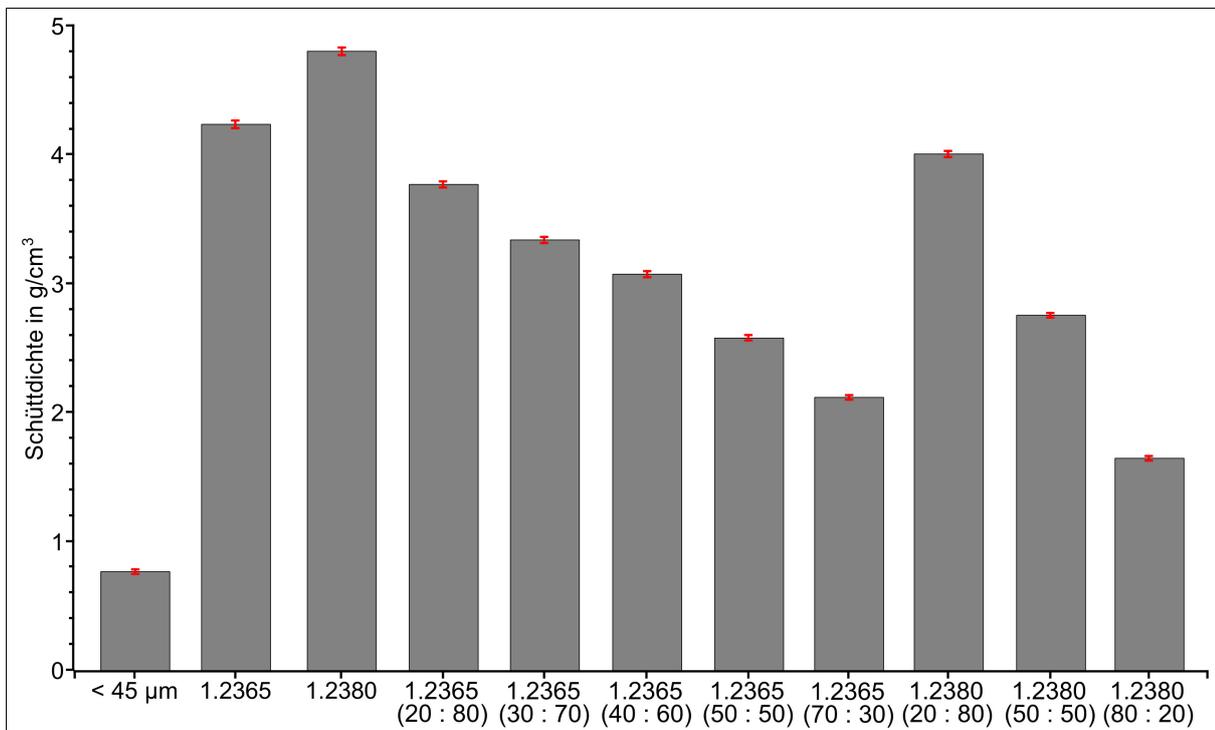


Abbildung 80: Schüttdichte der reinen gasverdüsterten Metallpulver aus KAS 220CrVMo13-4 und WAS 32CrMoV12-28 sowie der Span-Pulver-Gemische in verschiedenen Mischungsverhältnissen.

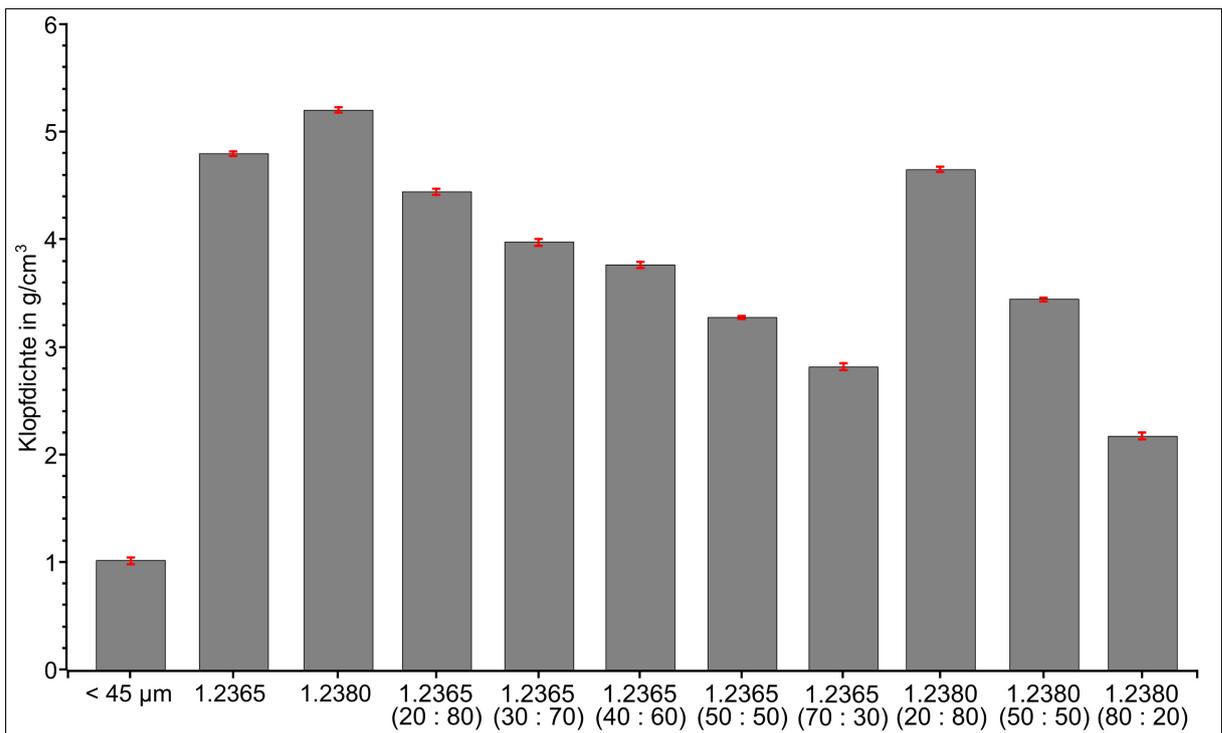


Abbildung 81: Klopfichte der reinen gasverdüsteten Metallpulver aus KAS 220CrVMo13-4 und WAS 32CrMoV12-28 sowie der Span-Pulver-Gemische in verschiedenen Mischungsverhältnissen.

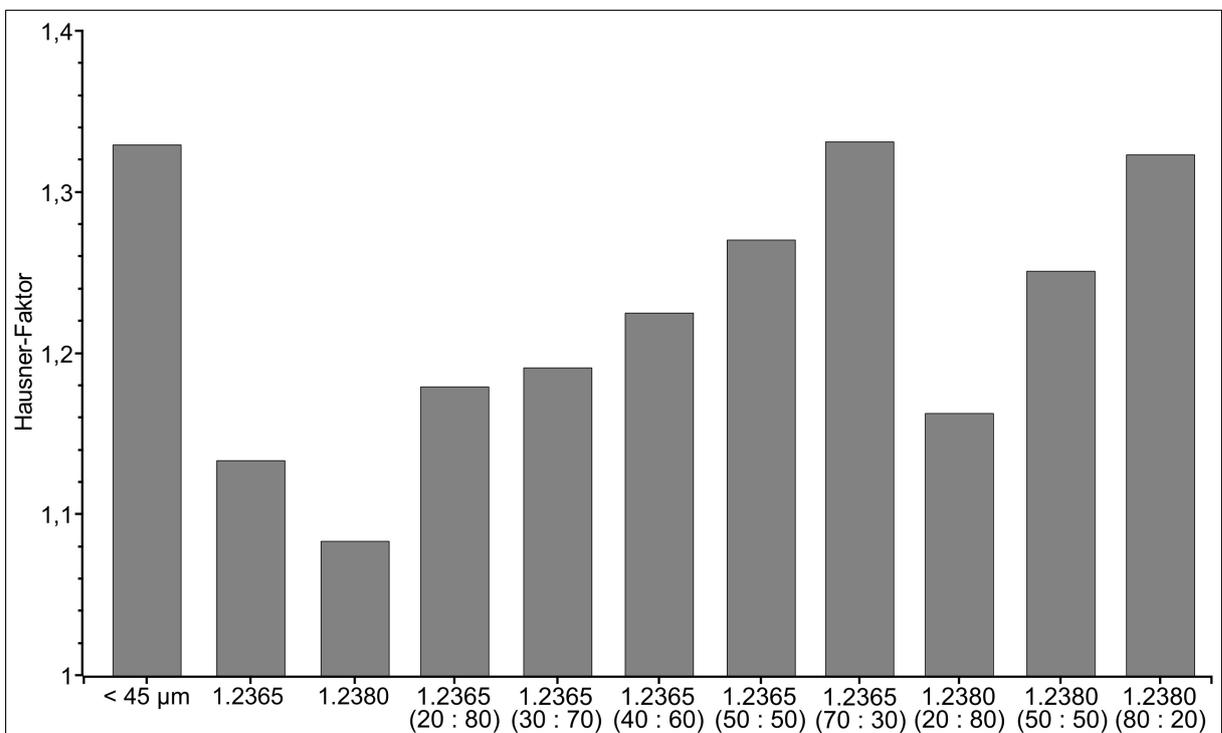


Abbildung 82: Hausner-Faktor der reinen gasverdüsteten Metallpulver aus KAS 220CrVMo13-4 und WAS 32CrMoV12-28 sowie der Span-Pulver-Gemische in verschiedenen Mischungsverhältnissen.

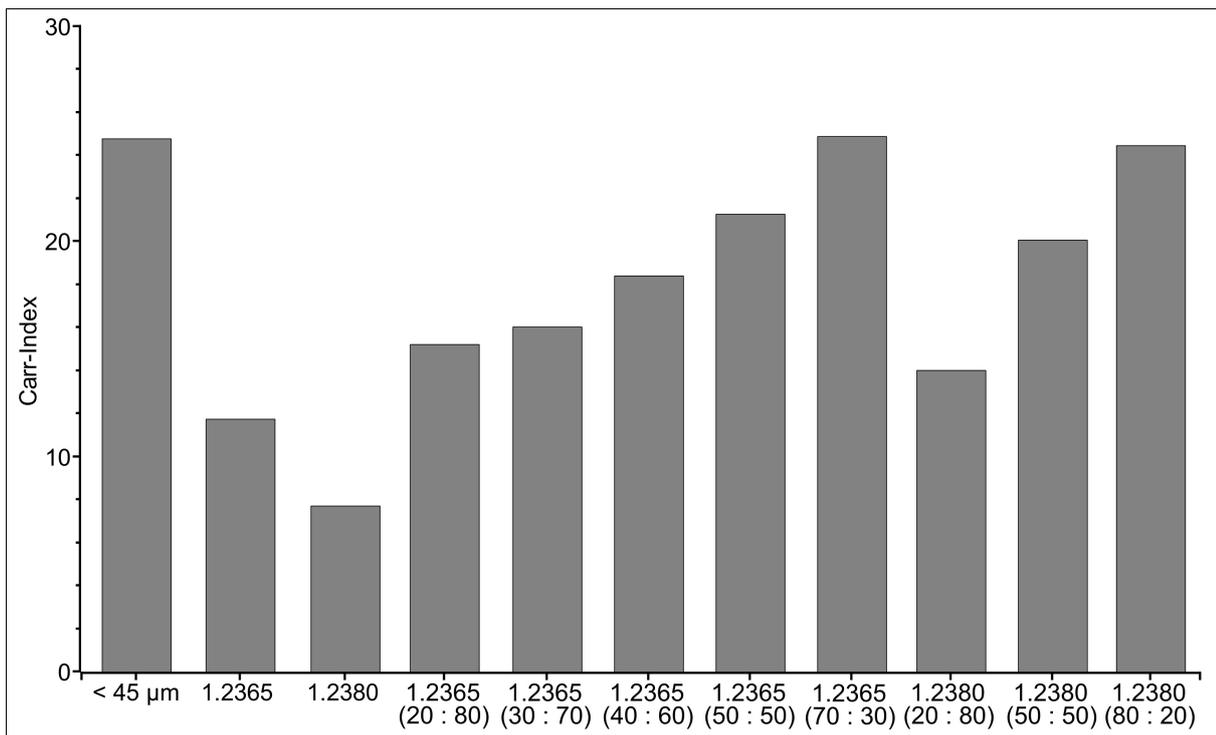


Abbildung 83: Carr-Index der reinen gasverdünsten Metallpulver aus KAS 220CrVMo13-4 und WAS 32CrMoV12-28 sowie der Span-Pulver-Gemische in verschiedenen Mischungsverhältnissen.

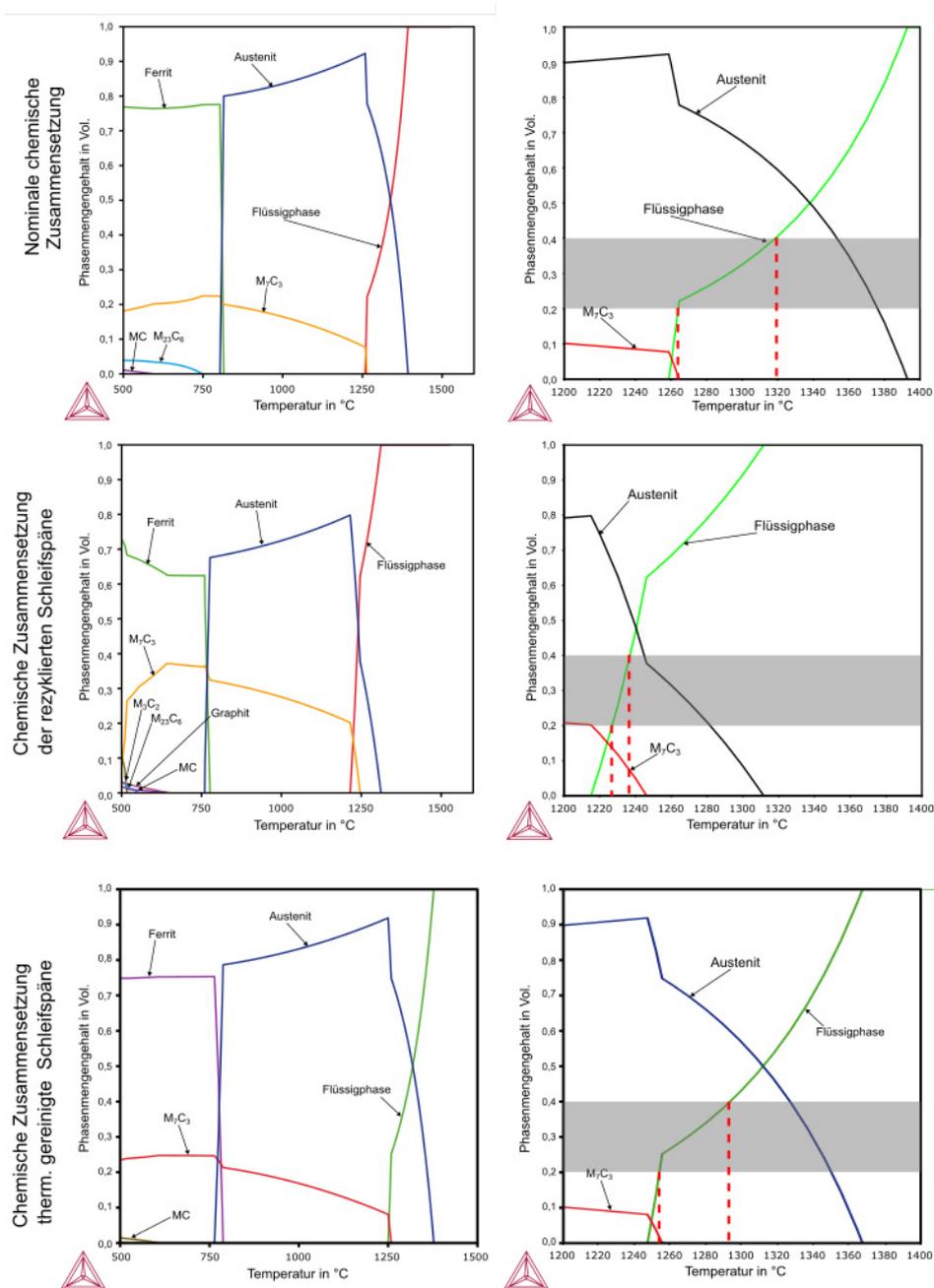


Abbildung 84: Thermodynamische Berechnung der vorliegenden Phasenmengen von a-b) der nominalen chemischen Zusammensetzung des KAS X153CrMoV12, c-d) der chemischen Zusammensetzung der separierten Schleifspäne und e-f) der chemischen Zusammensetzung der thermisch gereinigten Schleifspäne.

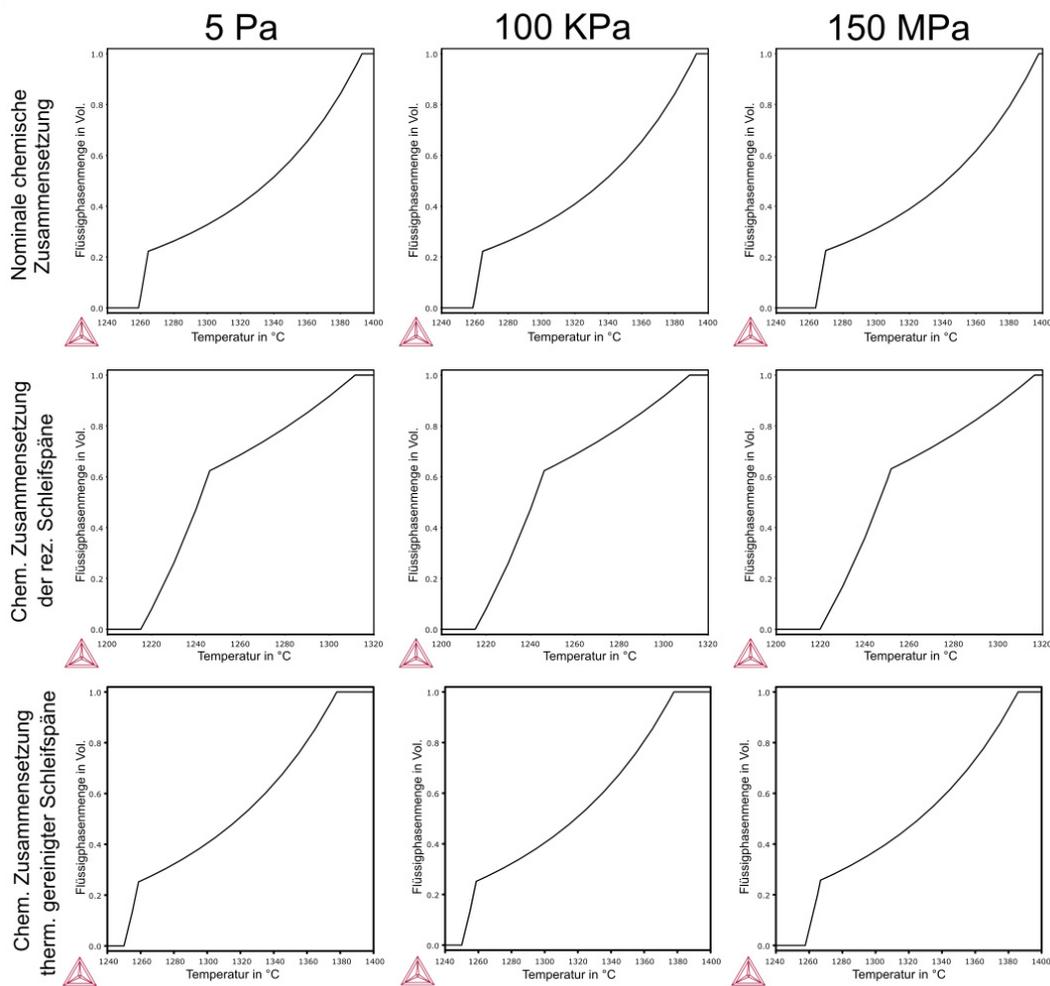


Abbildung 85: Thermodynamische Berechnung des Flüssigphasenmengenanteils über der Temperatur bei 4 Pa, 100 kPa und 150 MPa für a-c) der nominalen chemischen Zusammensetzung des KAS X153CrMoV12, d-f) der chemischen Zusammensetzung der separierten Schleifspäne und g-i) der chemischen Zusammensetzung der thermisch gereinigten Schleifspäne.

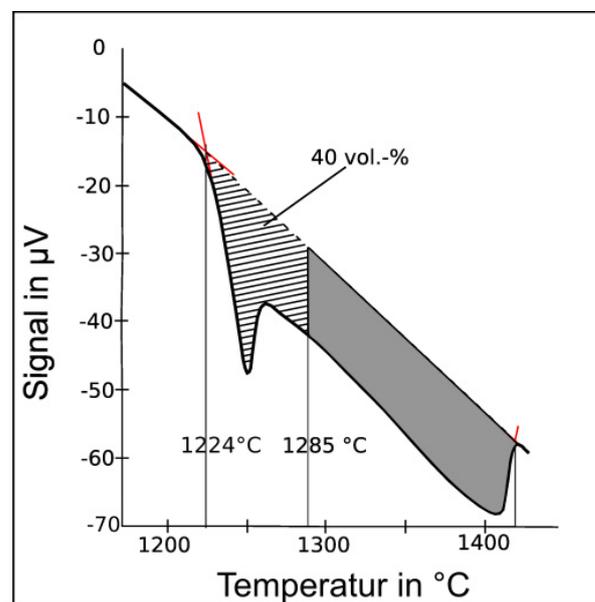


Abbildung 86: Differenzthermoanalyse der separierten Schleifspäne der Fraktion <math><45 \mu\text{m}</math>.

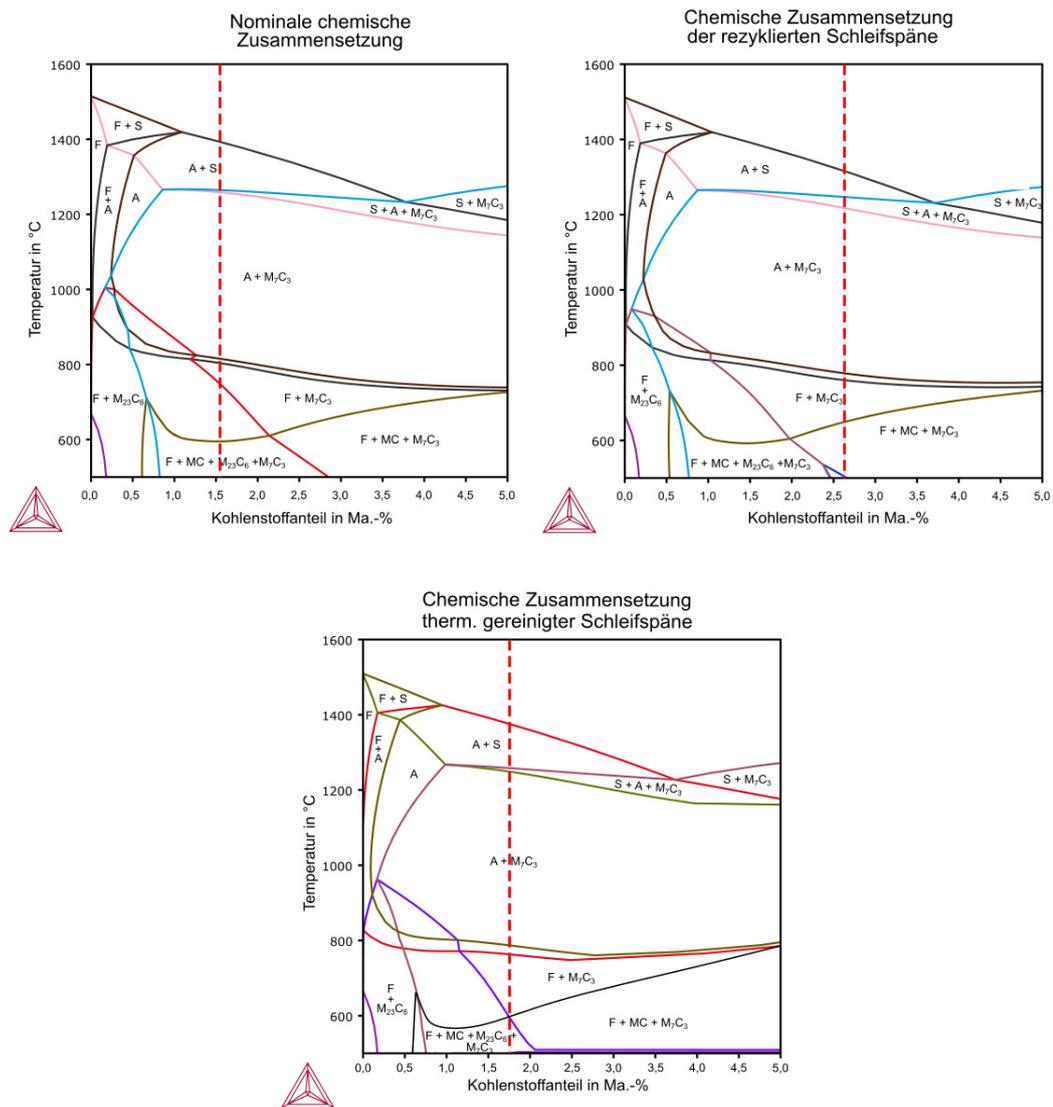


Abbildung 87: Pseudobinare Phasendiagramme a) der nominalen chemischen Zusammensetzung des KAS X153CrMoV12, b) der separierten Schleifspäne und c) der thermisch gereinigten Schleifspäne.

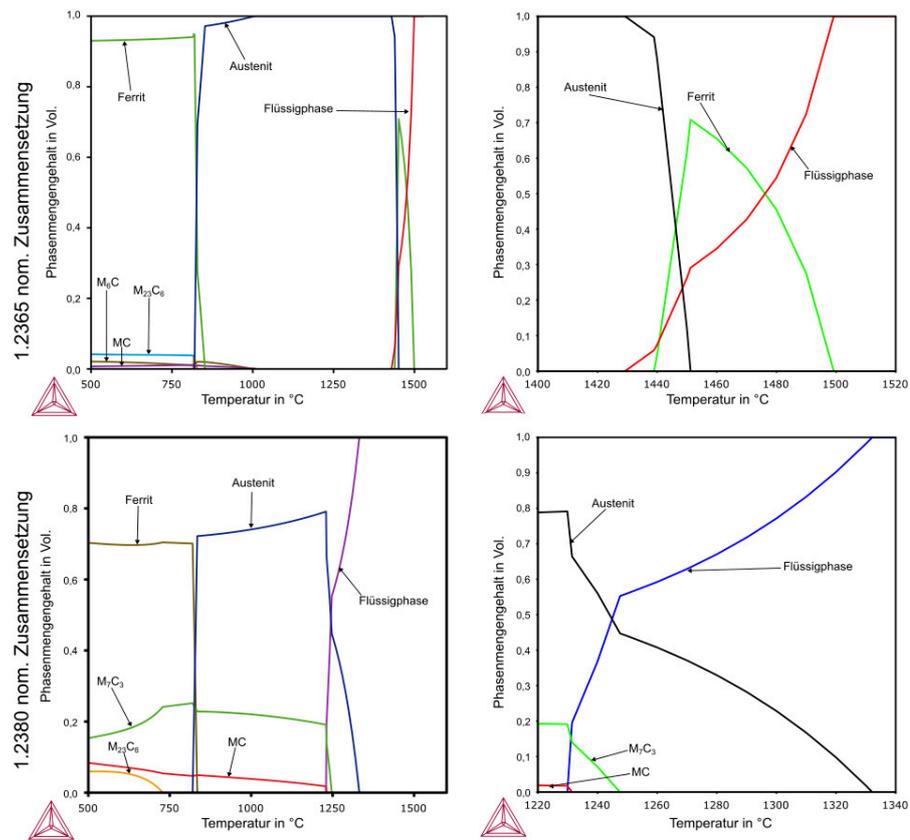


Abbildung 88: Thermodynamische Berechnung der vorliegenden Phasenmengen von a-b) der nominalen chemischen Zusammensetzung des KAS 32CrMoV12-28 und c-d) der nominalen chemischen Zusammensetzung des KAS X220CrVMo13-4.

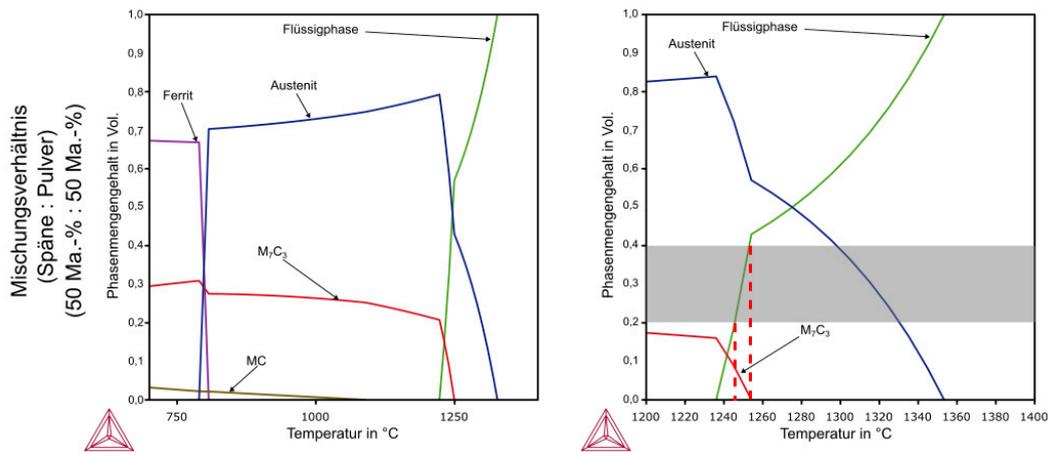


Abbildung 89: Thermodynamische Berechnung der vorliegenden Phasenmengen der Span-Pulver-Gemische aus thermisch gereinigten Schleifspänen und dem gasverdüstern Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 mit einem Mischungsverhältnis von 50:50.

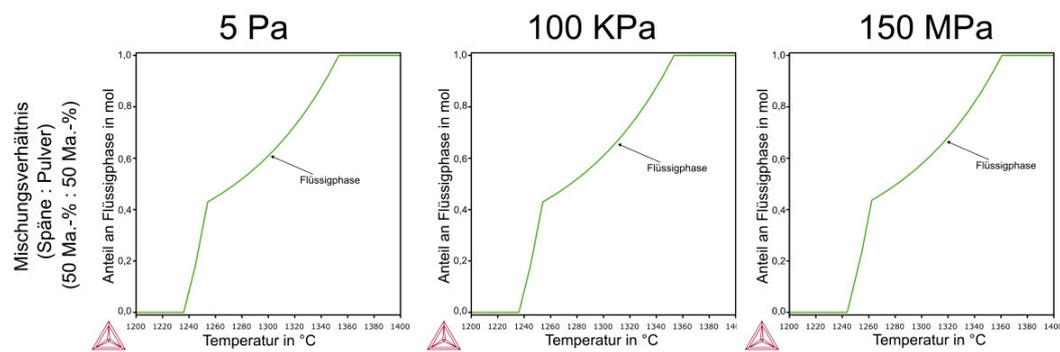


Abbildung 90: Thermodynamische Berechnung des Flüssigphasenmengenanteils über der Temperatur bei 4 Pa, 100 kPa und 150 MPa für das Span-Pulver-Gemisch aus thermisch gereinigten Schleifspänen und dem gasverdünnten Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 bei einem Mischungsverhältnis von 50:50.

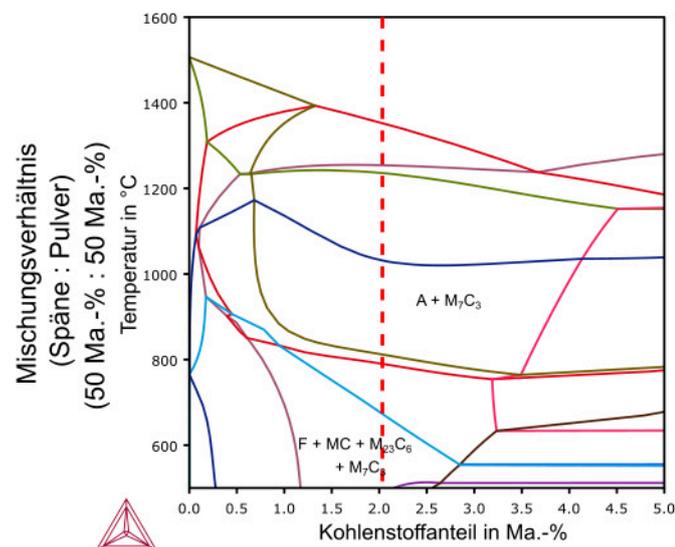


Abbildung 91: Pseudobinäres Phasendiagramm der Span-Pulver-Gemische aus thermisch gereinigten Schleifspänen und dem gasverdünnten Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 bei einem Mischungsverhältnis von 50:50.

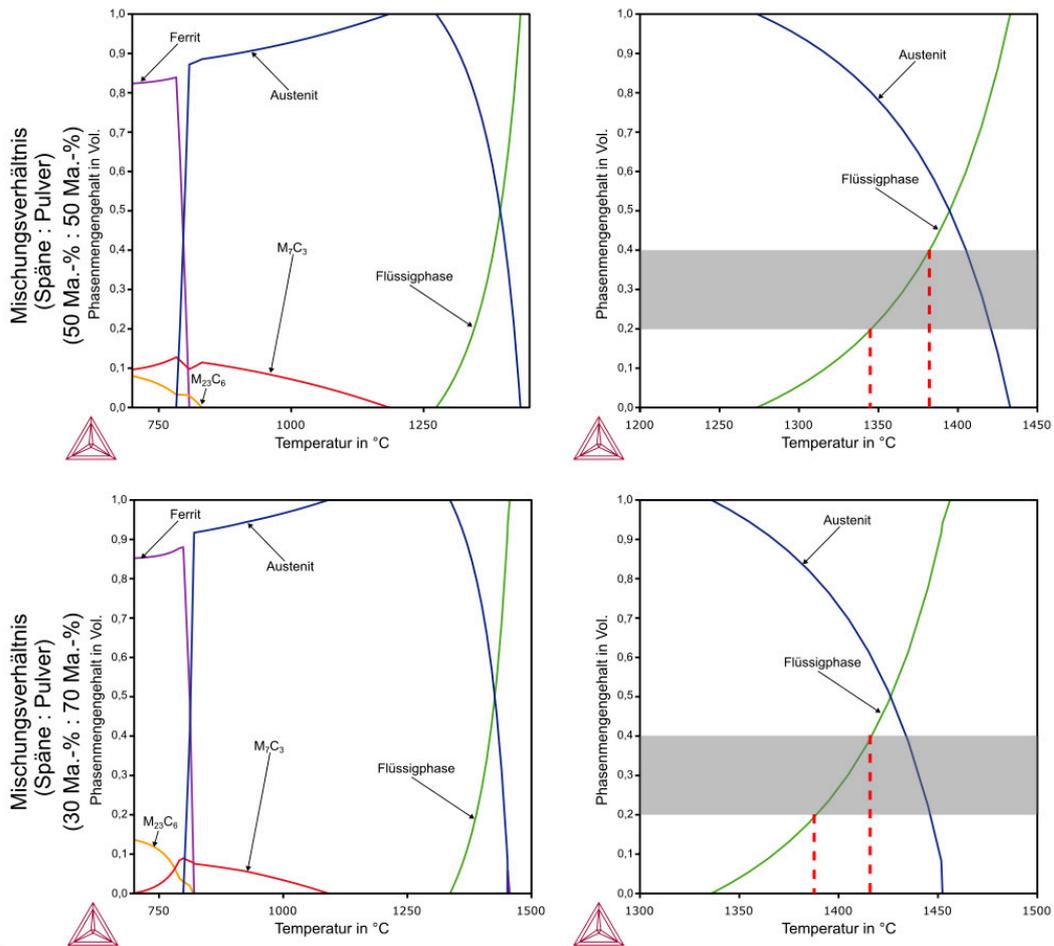


Abbildung 92: Thermodynamische Berechnung der vorliegenden Phasenmengen der Span-Pulver-Gemische aus thermisch gereinigten Schleifspänen und dem gasverdüstern Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 mit a-b) einem Mischungsverhältnis von 50:50 und einem c-d) einem Mischungsverhältnis von 30:70.

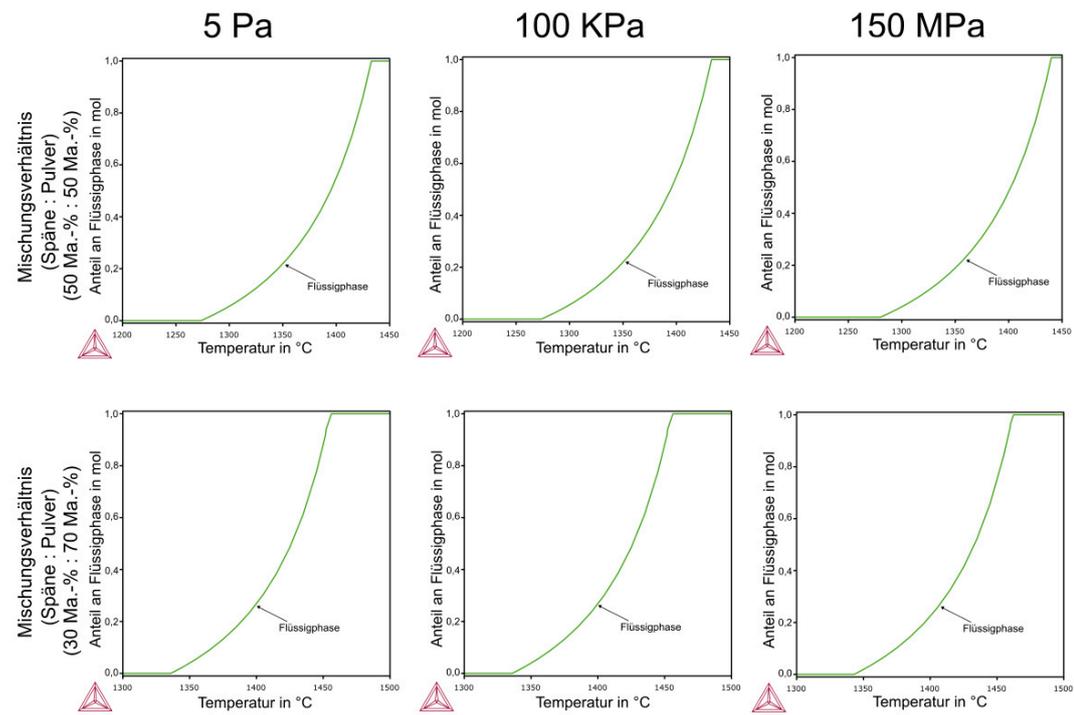


Abbildung 93: Thermodynamische Berechnung des Flüssigphasenmengenanteils über der Temperatur bei 4 Pa, 100 kPa und 150 MPa für das Span-Pulver-Gemisch aus thermisch gereinigten Schleifspänen und dem gasverdünnten Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 bei a-c) einem Mischungsverhältnis von 50:50 und d-f) einem Mischungsverhältnis von 30:70.

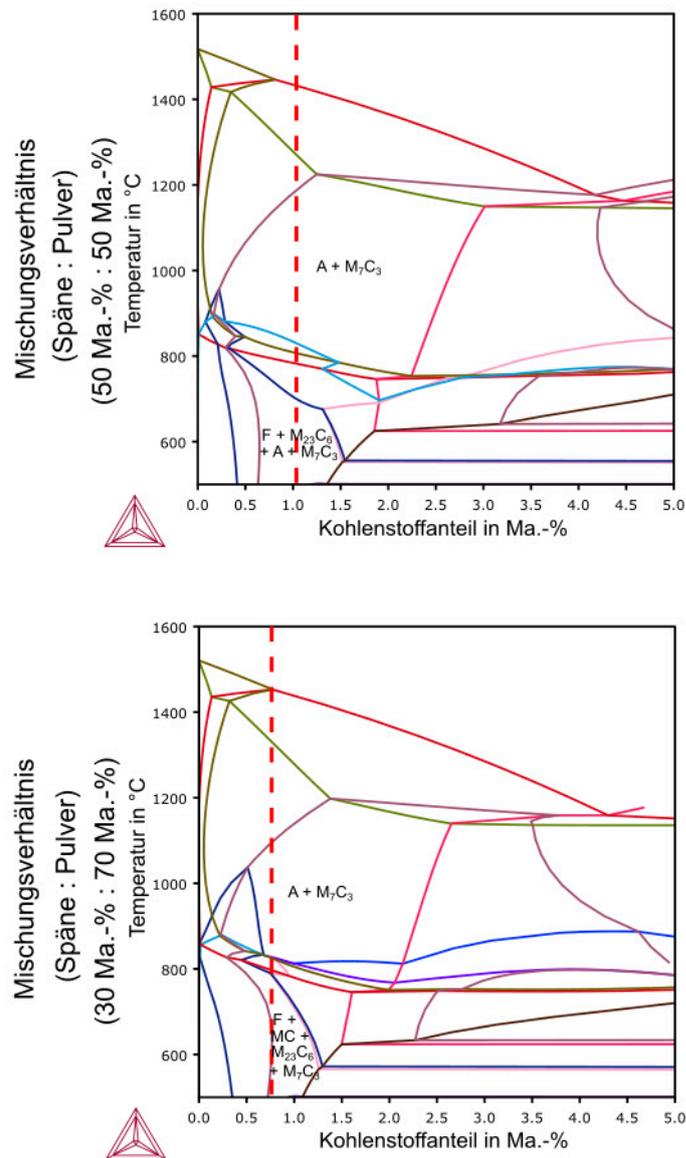


Abbildung 94: Pseudobinare Phasendiagramme der Span-Pulver-Gemische aus thermisch gereinigten Schleifspänen und dem gasverdüsterten Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 bei a) einem Mischungsverhältnis von 70:30, b) einem Mischungsverhältnis von 50:50 und c) einem Mischungsverhältnis von 30:70.

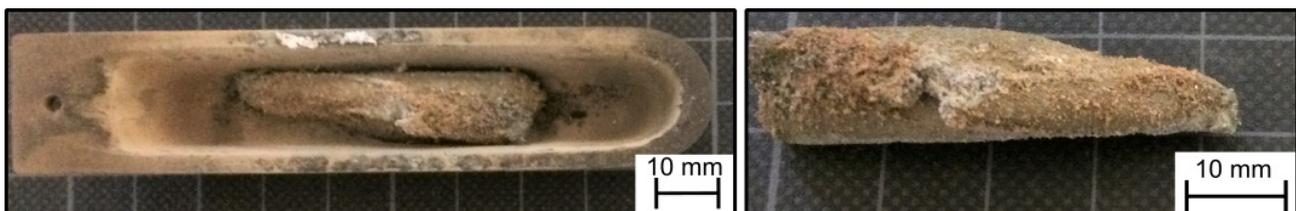


Abbildung 95: Makroskopische Aufnahme einer SLPS-Probe gefertigt bei einer Temperatur von 1270 °C und einer Sinterzeit von 30 min sowie einer Haltestufe von 300 °C für eine Haltezeit von 30 min.

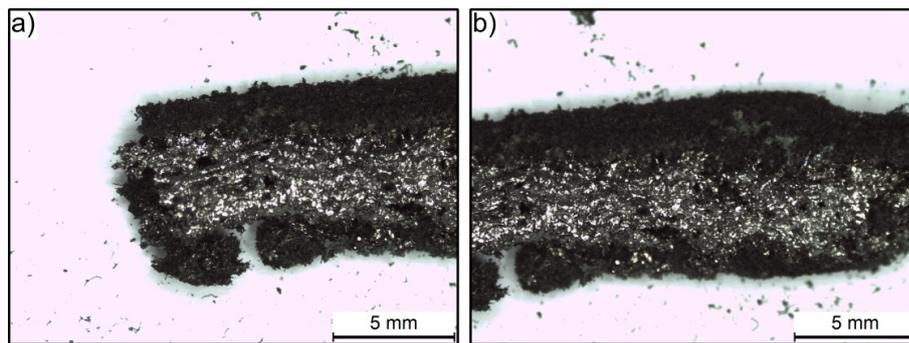


Abbildung 96: Stereomikroskopische Aufnahmen einer SLPS-Probe gefertigt bei einer Temperatur von 1270 °C und einer Sinterzeit von 30 min sowie einer Haltestufe von 300 °C für eine Haltezeit von 30 min. a) zeigt den Randbereich der Probe, b) einen Bereich aus der Mitte der Probe.

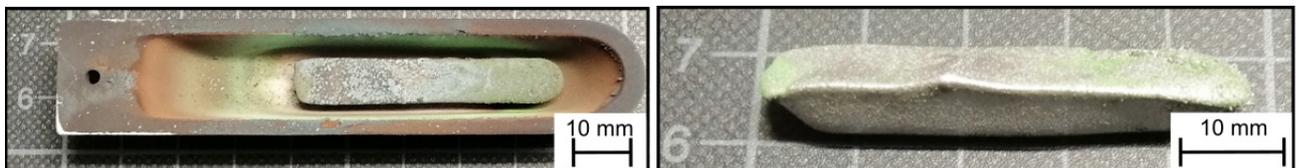


Abbildung 97: Makroskopische Aufnahme einer SLPS-Probe gefertigt bei einer Temperatur von 1300 °C und einer Sinterzeit von 60 min sowie einer Haltestufe von 350 °C für eine Haltezeit von 120 min.

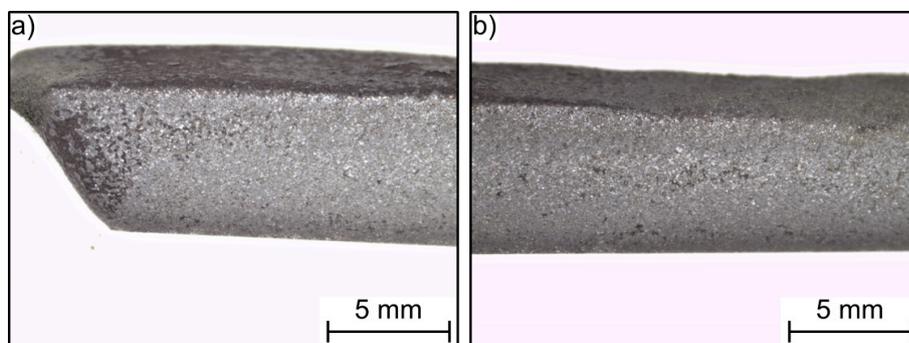


Abbildung 98: Stereomikroskopische Aufnahme einer SLPS-Probe gefertigt bei einer Temperatur von 1300 °C und einer Sinterzeit von 60 min sowie einer Haltestufe von 350 °C für eine Haltezeit von 120 min. a) zeigt den Randbereich der Probe, b) einen Bereich aus der Mitte der Probe.



Abbildung 99: Makroskopische Aufnahme einer aus kugelmahlenden Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}</math> gefertigten SLPS-Probe, prozessiert bei einer Temperatur von 1300 °C und einer Sinterzeit von 60 min sowie einer Haltestufe von 350 °C für eine Haltezeit von 120 min.$

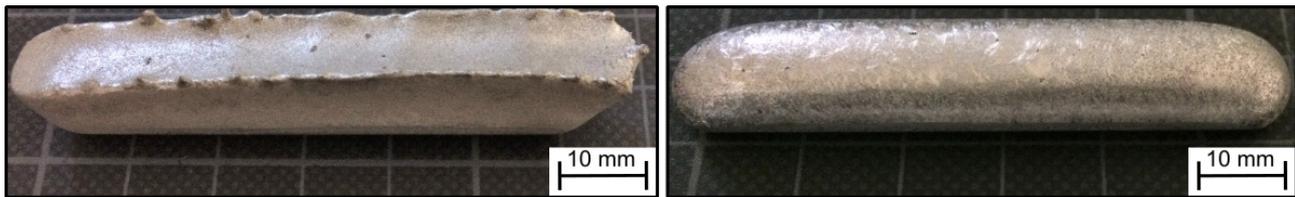


Abbildung 100: Makroskopische Aufnahme einer SLPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit thermisch gereinigten Schleifspänen ($<45\ \mu\text{m}$) und gasverdüstem KAS X220CrVMo13-4 (Mischungsverhältnis 50:50). Prozessiert wurde die Probe bei einer Temperatur von $1300\ ^\circ\text{C}$ und einer Sinterzeit von 60 min sowie einer Haltestufe von $350\ ^\circ\text{C}$ für eine Haltezeit von 120 min.

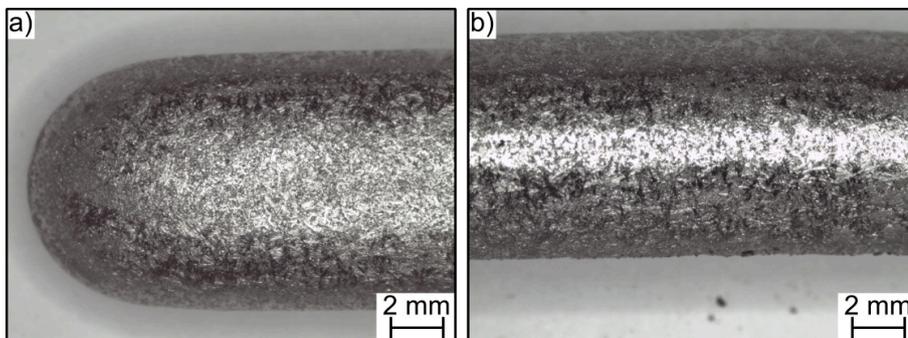


Abbildung 101: Stereomikroskopische Aufnahme einer SLPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit thermisch gereinigten Schleifspänen ($<45\ \mu\text{m}$) und gasverdüstem KAS X220CrVMo13-4 (Mischungsverhältnis 50:50). Die Probe wurde bei einer Temperatur von $1300\ ^\circ\text{C}$ und einer Sinterzeit von 60 min sowie einer Haltestufe von $350\ ^\circ\text{C}$ für eine Haltezeit von 120 min prozessiert. a) zeigt den Randbereich der Probe, b) einen Bereich aus der Mitte der Probe.

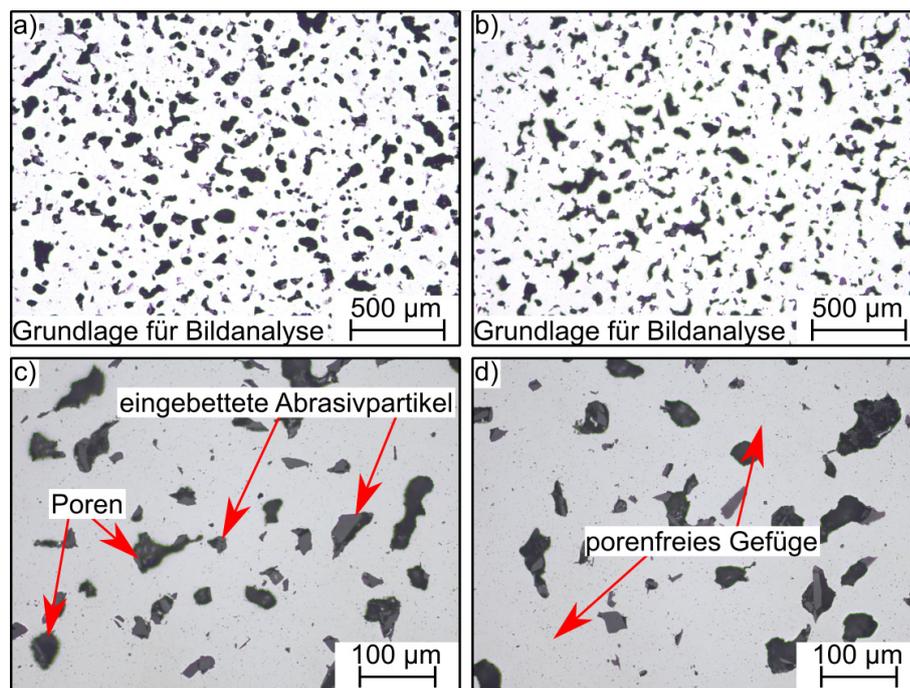


Abbildung 102: Querschliffe der Proben aus Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ mittels SLPS. SLPS-Prozessparameter: $1270\ ^\circ\text{C}$, 30 min Sinterzeit und eine Haltestufe von 30 min bei $350\ ^\circ\text{C}$. a-b) zeigen die Grundlage für die Bildanalyse der Probenreinheit bzw. -dichte mittels LiMi-Aufnahmen. c-d) zeigen typische Poren sowie eingebettete Abrasivpartikel bei einer höheren Vergrößerung.

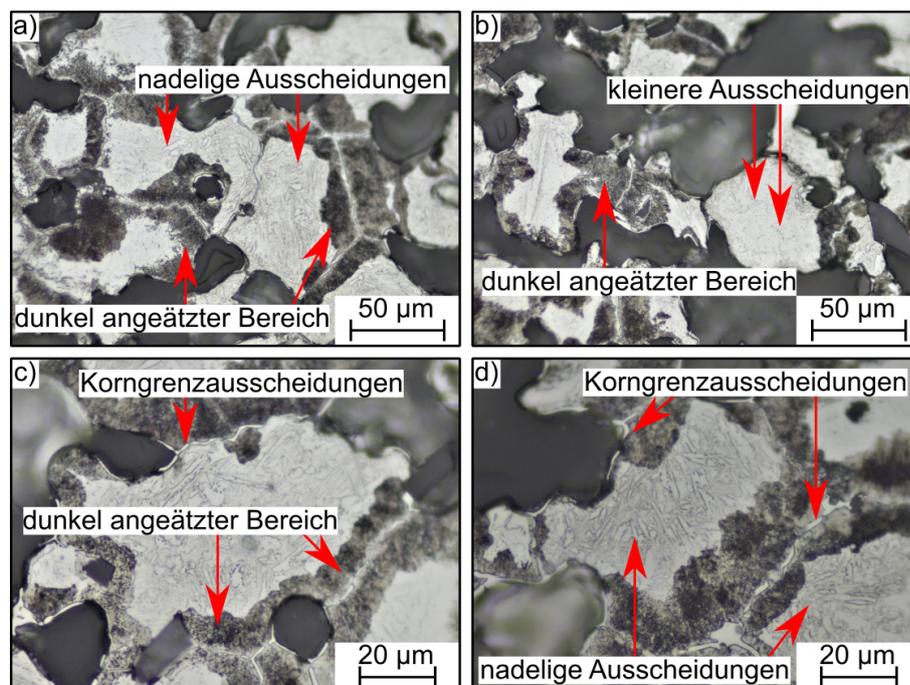


Abbildung 103: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der SLPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$. SLPS-Prozessparameter: $1270\ ^\circ\text{C}$, 30 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 30 min bei $300\ ^\circ\text{C}$. a-b) 500fache Vergrößerung, c-d) 1000fache Vergrößerung.

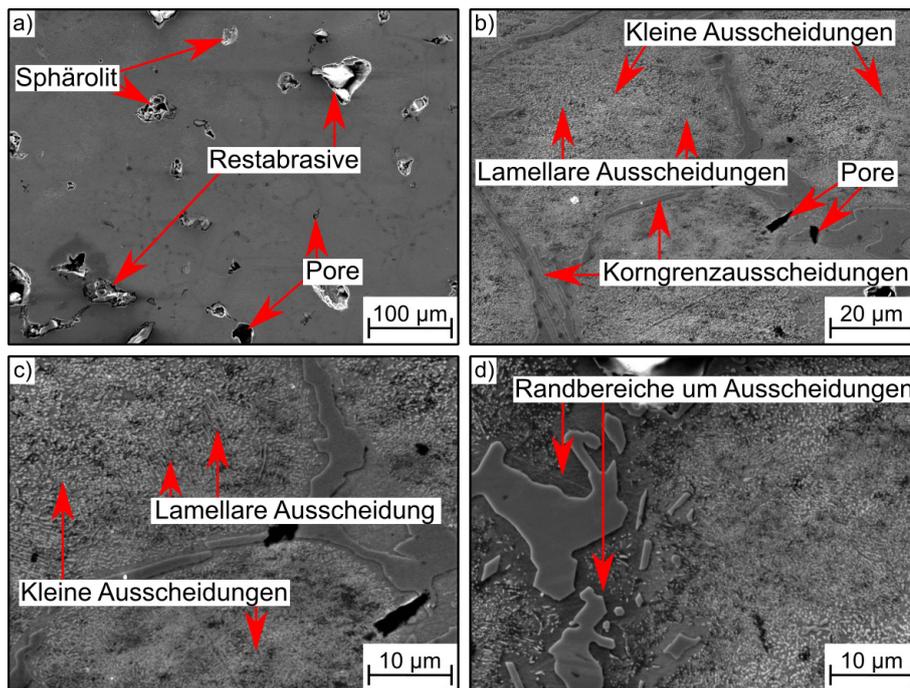


Abbildung 104: SE-Aufnahme einer SLPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$. SLPS-Prozessparameter: 1270°C , 30 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 30 min bei 300°C . a) 500fache Vergrößerung, b) 2500fache Vergrößerung und c-d) 5000fache Vergrößerung.

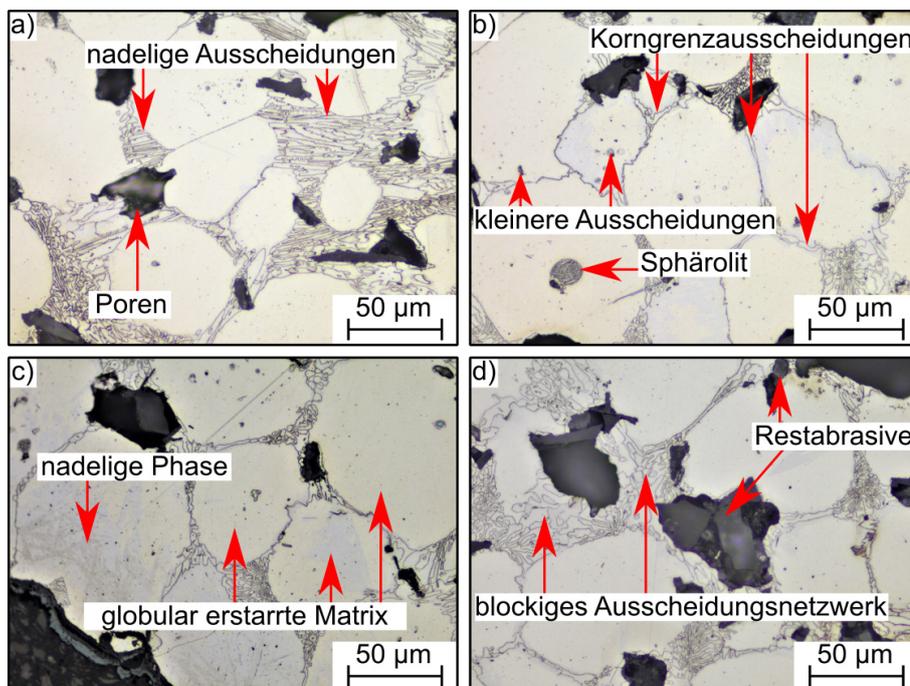


Abbildung 105: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der SLPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$. SLPS-Prozessparameter: 1300°C , 60 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 120 min bei 350°C . a-d) 500fache Vergrößerung.

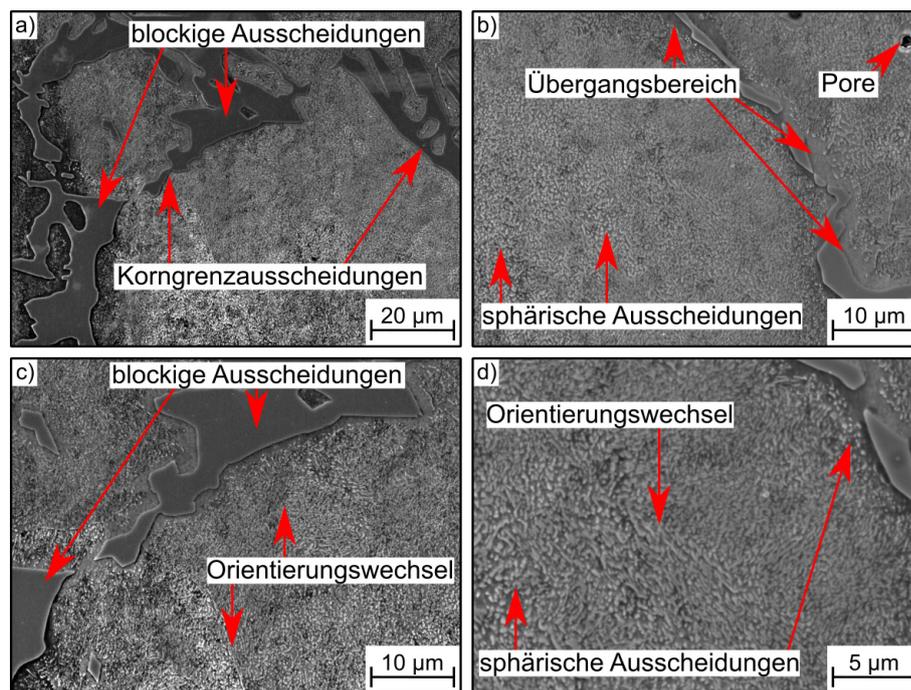


Abbildung 106: SE-Aufnahme einer SLPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$. SLPS-Prozessparameter: 1300°C , 60 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 120 min bei 350°C und einer Ofenabkühlung der Probe. a) 2500fache Vergrößerung, b-c) 5000fache Vergrößerung und d) 10000fache Vergrößerung.

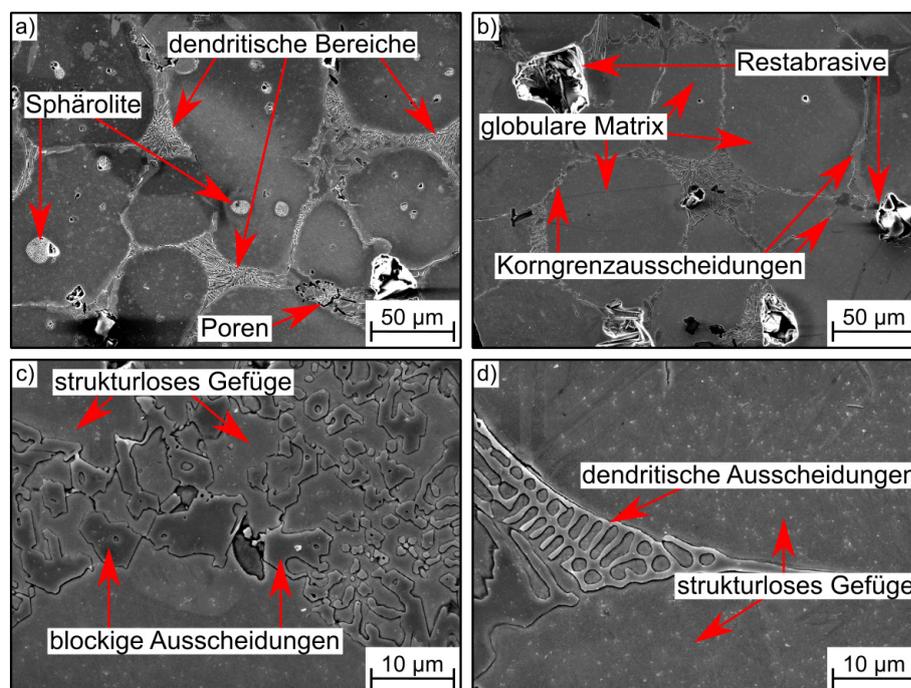


Abbildung 107: SE-Aufnahme einer SLPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$. SLPS-Prozessparameter: 1300°C , 60 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 120 min bei 350°C und einer Luftabkühlung der Probe bei einer Abkühltemperatur von 25°C . a-b) 1000fache Vergrößerung und c-d) 5000fache Vergrößerung.

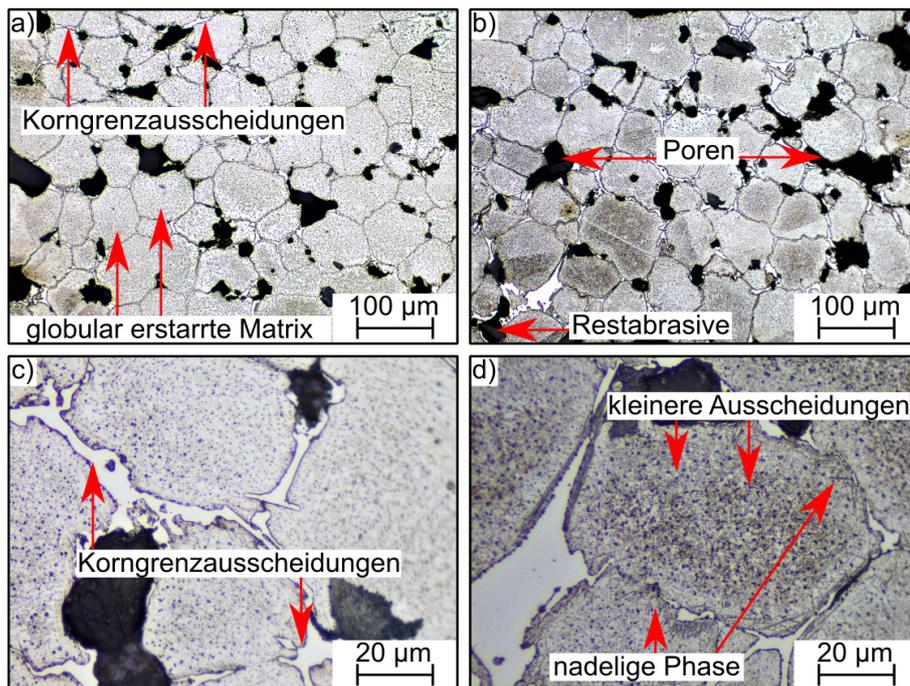


Abbildung 108: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der SLPS-Probe aus kugelmahlenden Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$. SLPS-Prozessparameter: $1300\ ^\circ\text{C}$, 60 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 120 min bei $350\ ^\circ\text{C}$. a-b) 200fache Vergrößerung, c-d) 1000fache Vergrößerung.

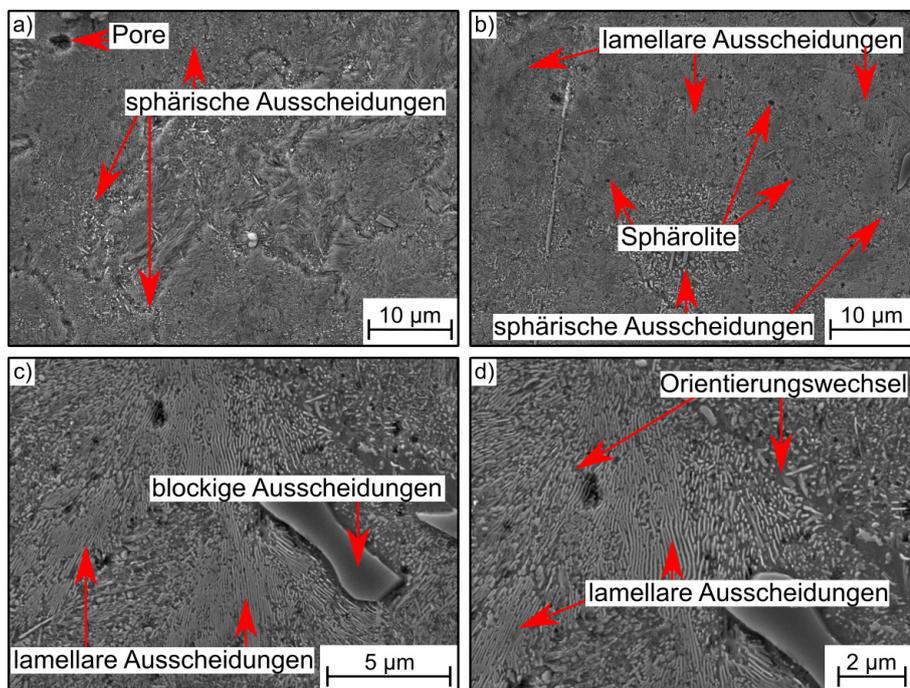


Abbildung 109: SE-Aufnahme einer SLPS-Probe aus kugelmahlenden Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$. SLPS-Prozessparameter: $1300\ ^\circ\text{C}$, 60 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 120 min bei $350\ ^\circ\text{C}$. a-b) 5000fache Vergrößerung, c) 10000fache Vergrößerung und d) 20000fache Vergrößerung.

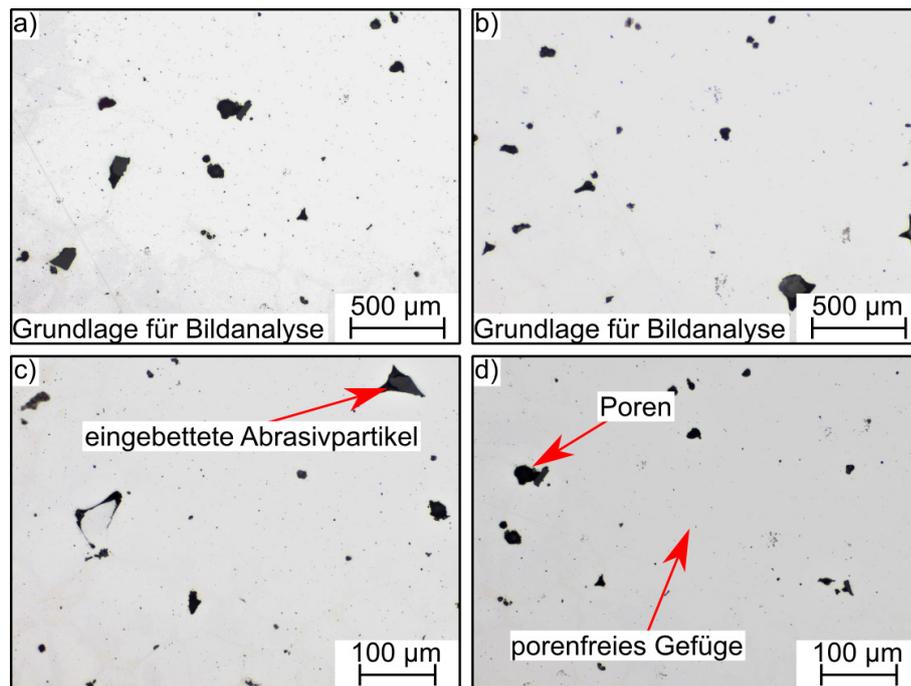


Abbildung 110: Querschliffe einer Probe, die mittels SLPS gefertigt wurde und aus einem Gemisch aus Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 besteht. Das Mischungsverhältnis liegt bei 50 : 50. SLPS-Prozessparameter: $1300\ ^\circ\text{C}$, 60 min Sinterzeit und eine Haltestufe von 120 min bei $350\ ^\circ\text{C}$. a-b) zeigen die Grundlage für die Bildanalyse der Probenreinheit bzw. -dichte mittels LiMi-Aufnahmen. c-d) zeigen typische Poren sowie eingebettete Abrasivpartikel.

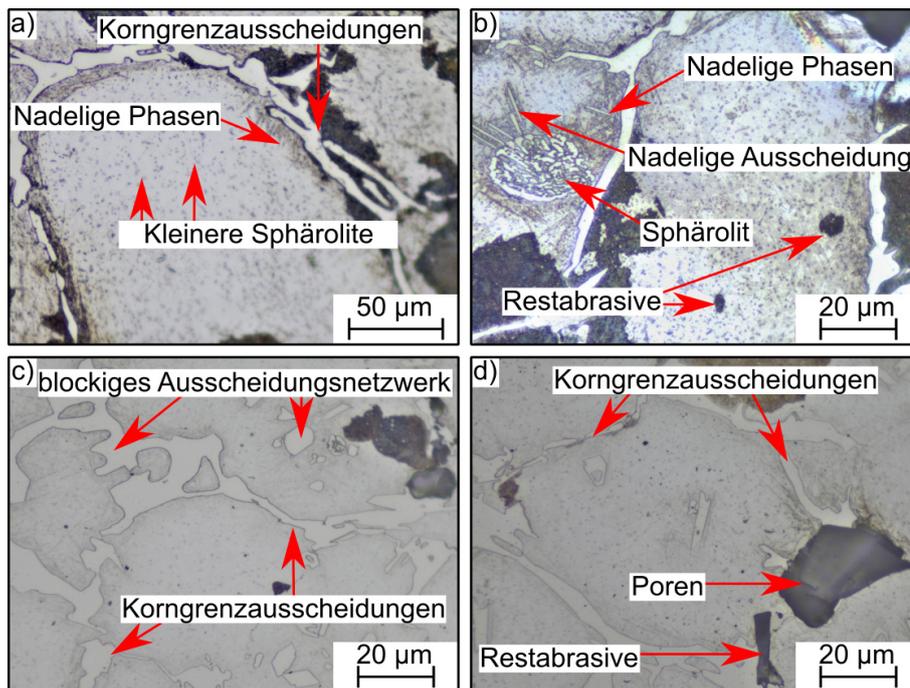


Abbildung 111: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der SLPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 in einem Mischungsverhältnis von 50:50. SLPS-Prozessparameter: $1300\ ^\circ\text{C}$, 60 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 120 min bei $350\ ^\circ\text{C}$. a) 500fache Vergrößerung, b-d) 1000fache Vergrößerung.

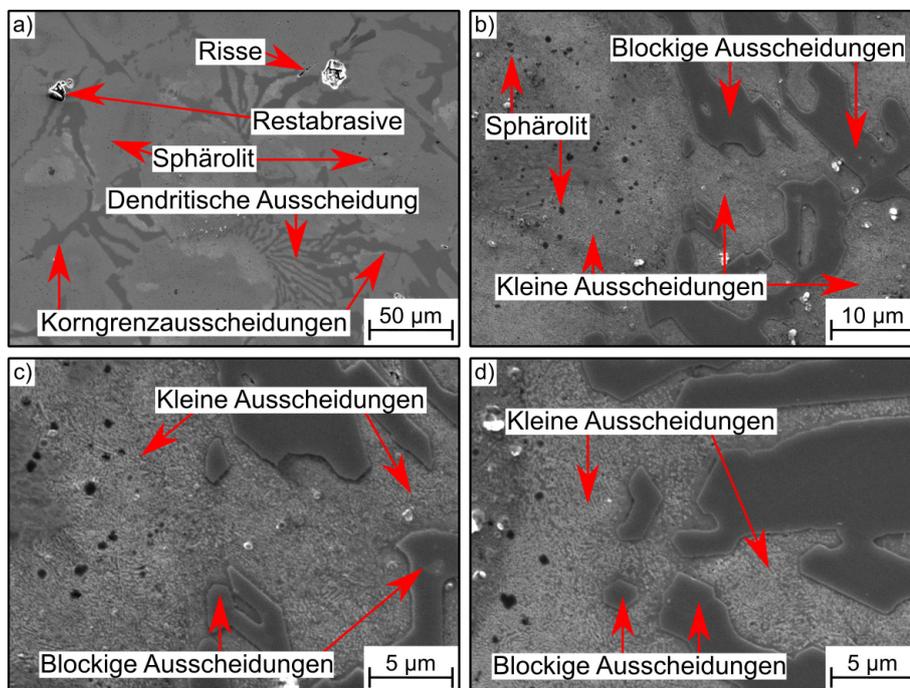


Abbildung 112: SE-Aufnahme einer SLPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis von 50:50. SLPS-Prozessparameter: $1300\ ^\circ\text{C}$, 60 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 120 min bei $350\ ^\circ\text{C}$. a) 1000fache Vergrößerung, b) 5000fache Vergrößerung und c-d) 10000fache Vergrößerung.

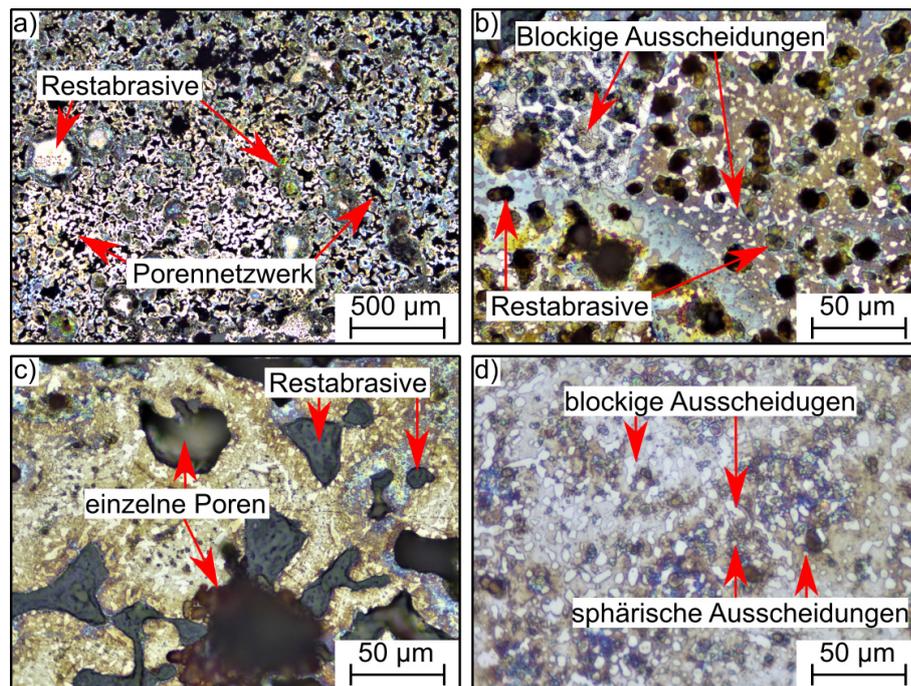


Abbildung 113: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der SLPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstern Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 in einem Mischungsverhältnis von 50:50. SLPS-Prozessparameter: $1300\ ^\circ\text{C}$, 60 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 120 min bei $350\ ^\circ\text{C}$. a) 50fache Vergrößerung, b-d) 500fache Vergrößerung.

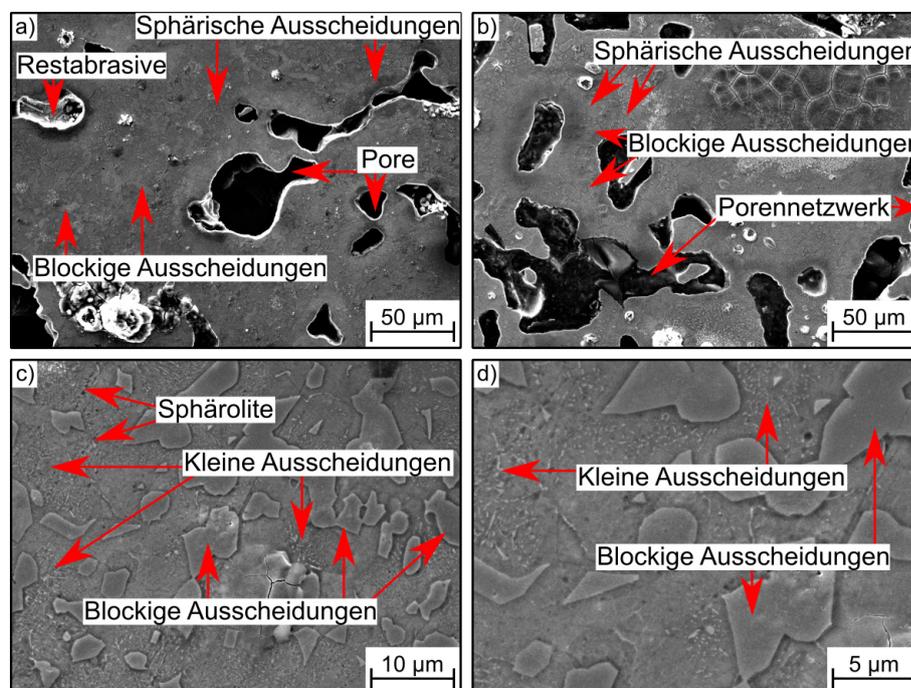


Abbildung 114: SE-Aufnahme einer SLPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstern Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis von 50:50. SLPS-Prozessparameter: $1300\ ^\circ\text{C}$, 60 min Sinterzeit und einer Haltestufe von 120 min bei $350\ ^\circ\text{C}$. a-b) 1000fache Vergrößerung, c) 5000fache Vergrößerung und d) 10000fache Vergrößerung.

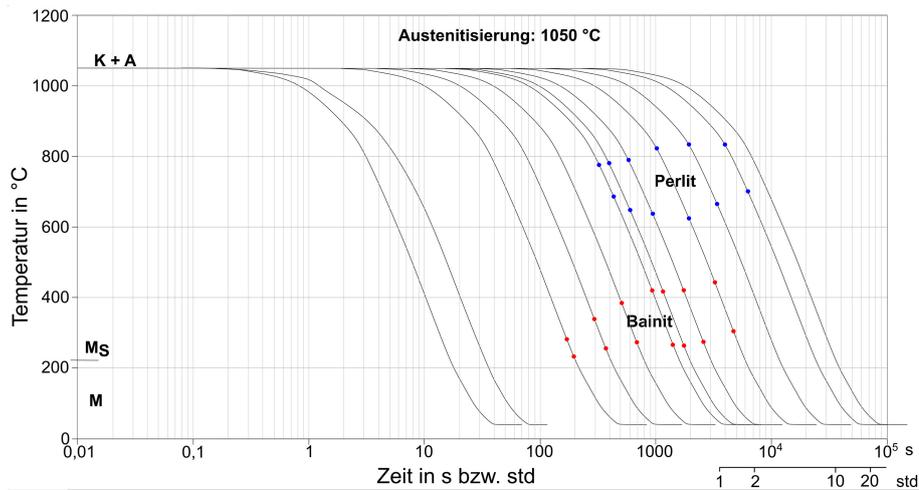


Abbildung 115: ZTU-Schaubild des Werkstoffs der separierten Schleifspäne mit erhöhtem Kohlenstoff- und Siliziumgehalt im Vergleich zum KAS X153CrMoV12. Austenitisierung der Proben bei 1050 °C, die Abkühlung variierte über verschiedene $t_{8/5}$ -Zeiten.

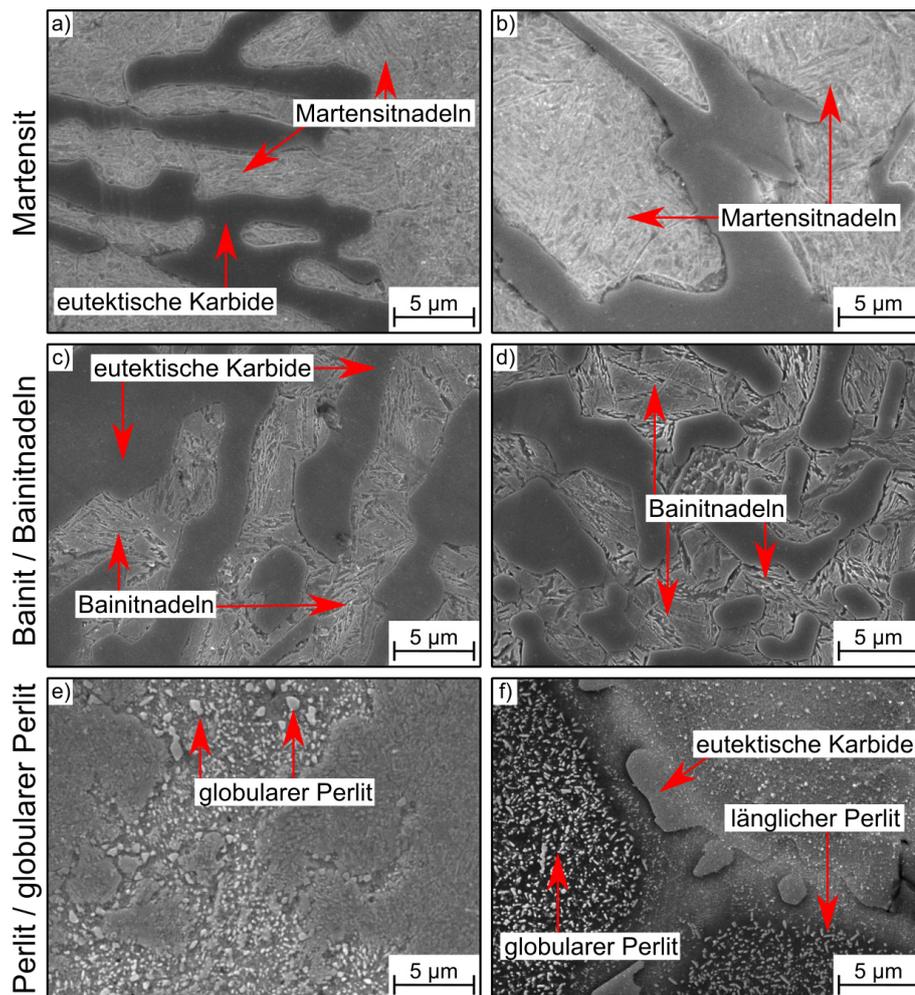


Abbildung 116: a-b) martensitisches Gefüge bei einer 10000fachen Vergrößerung, c-d) bainitisches Gefüge bei einer 10000fachen Vergrößerung, e-f) perlitisches Gefüge bei einer 10000fachen Vergrößerung.

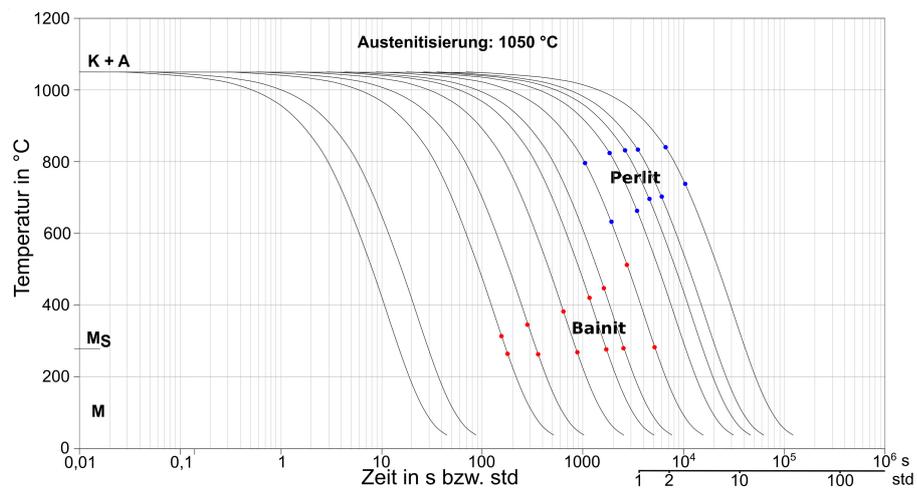


Abbildung 117: ZTU-Schaubild des Werkstoffs des Span-Pulver-Gemischs aus Schleifspänen und gasverdüstem Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50:50. Austenitisierung der Proben bei 1050 °C, die Abkühlung variierte über verschiedene $t_{8/5}$ -Zeiten.

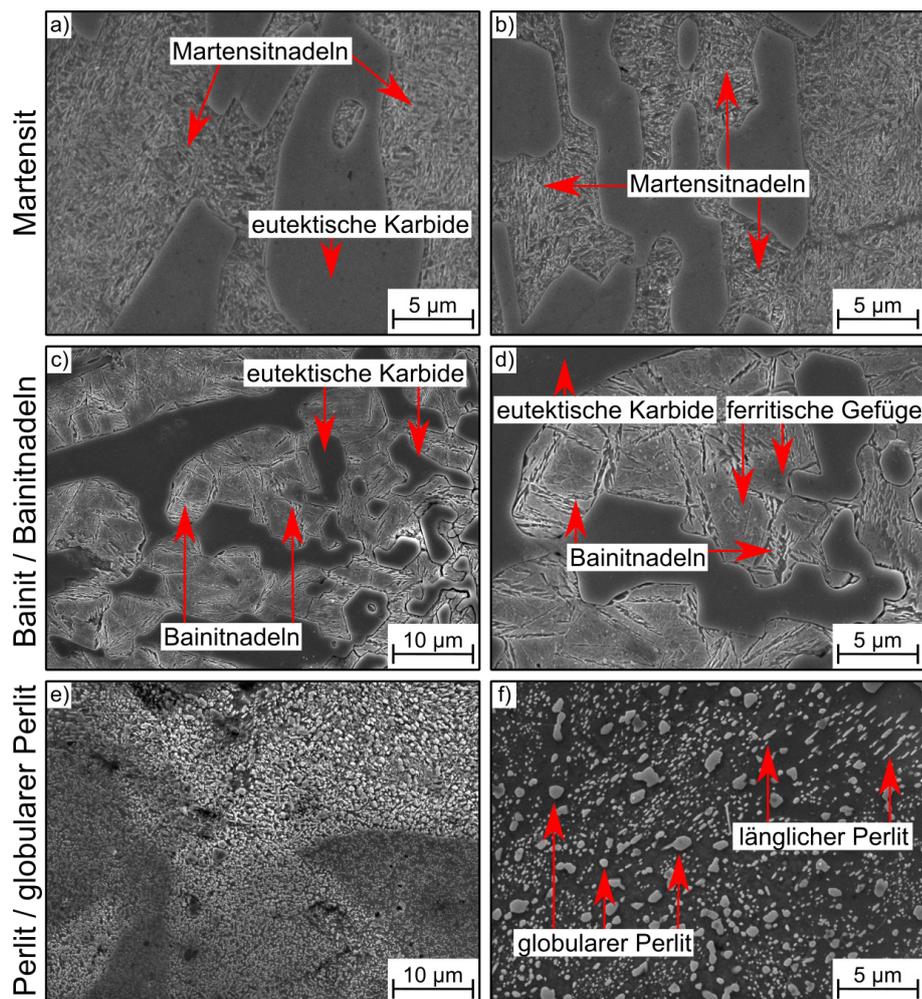


Abbildung 118: a-b) martensitisches Gefüge bei einer 10000fachen Vergrößerung, c-d) bainitisches Gefüge bei einer 5000fachen- bzw. 10000fachen Vergrößerung, e-f) perlitisches Gefüge bei einer 5000fachen bzw. 10000fachen Vergrößerung.

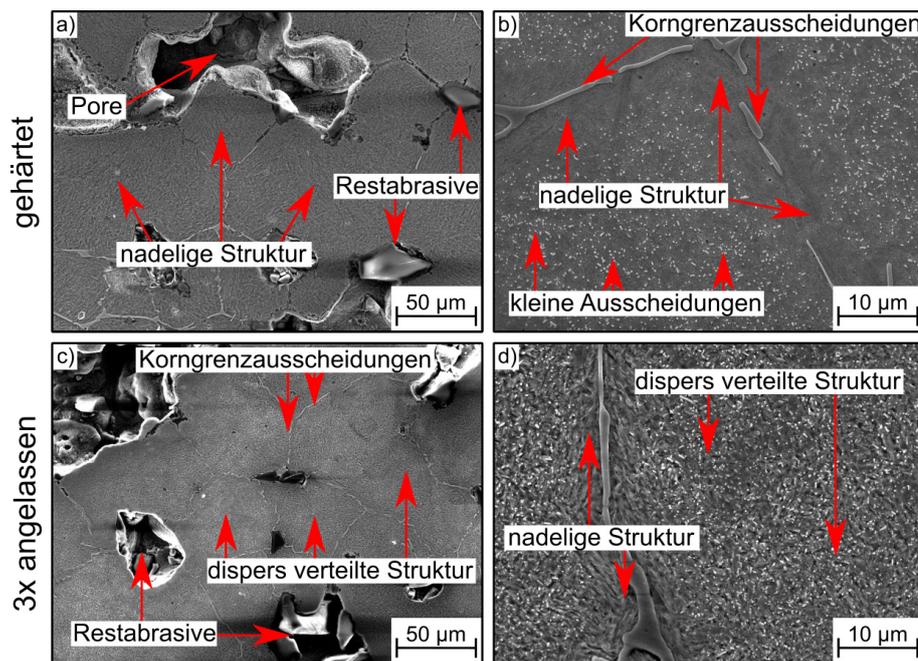


Abbildung 119: a-b) gehärtete (1050 °C, 30 min) SLPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion <45 µm bei einer 5000fachen Vergrößerung, c-d) dreifach angelassene (520 °C, 4 h) SLPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion <45 µm bei einer 1000fachen bzw. 5000fachen Vergrößerung.

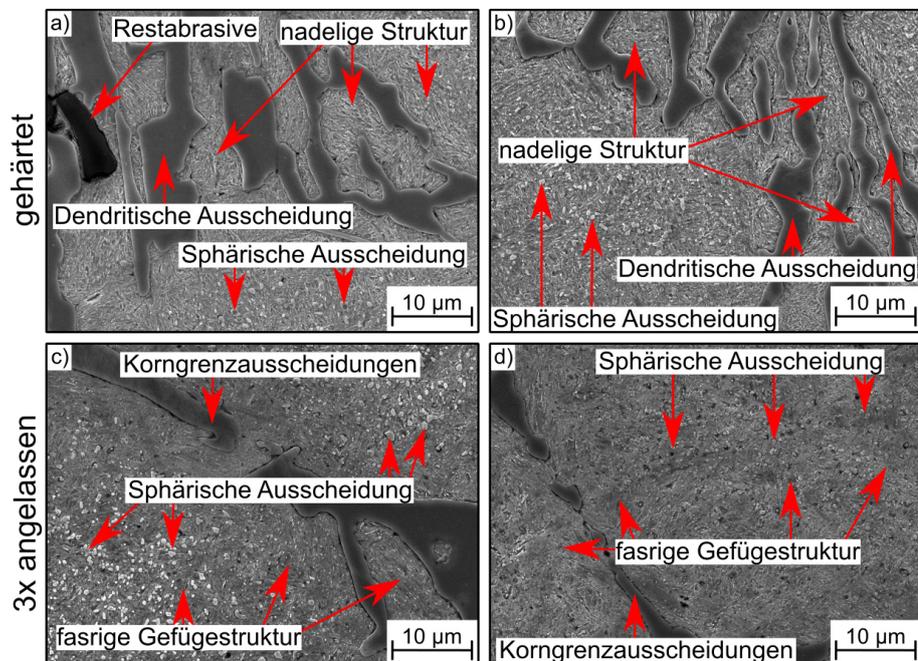


Abbildung 120: a-b) gehärtete (1050 °C, 30 min) SLPS-Probe aus dem Span-Pulver-Gemisch aus Schleifspänen der Fraktion <45 µm und gasverdüstetem Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 bei einer 5000fachen Vergrößerung, c-d) dreifach angelassener Zustand (520 °C, 4 h) bei einer 5000fachen Vergrößerung.

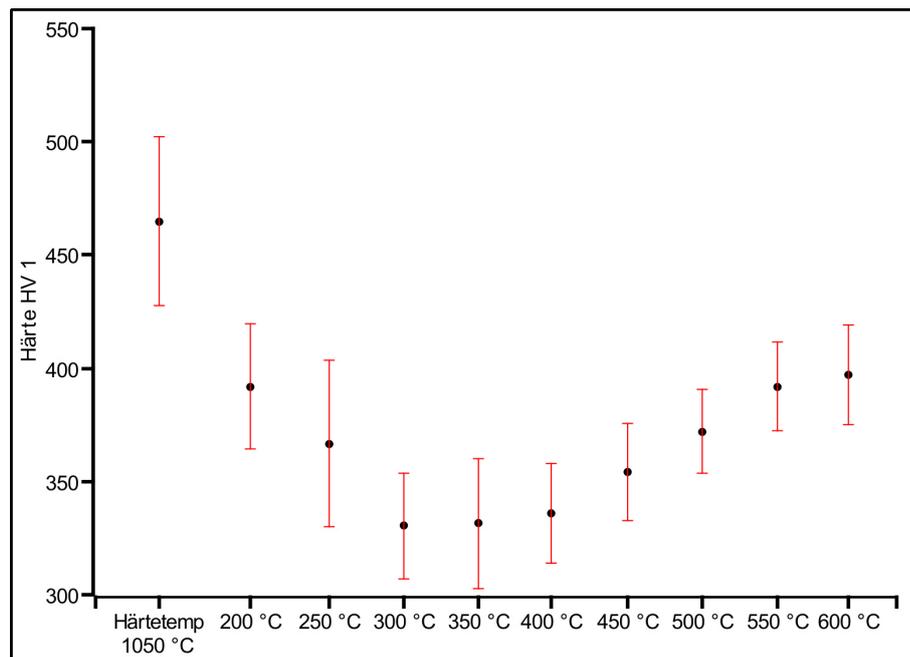


Abbildung 121: Härte-Anlasskurve eines Kreismesserronden-Ausschnittes für eine Härtetemperatur von 1050 °C und Anlasstemperaturen von 200 °C bis 600 °C.

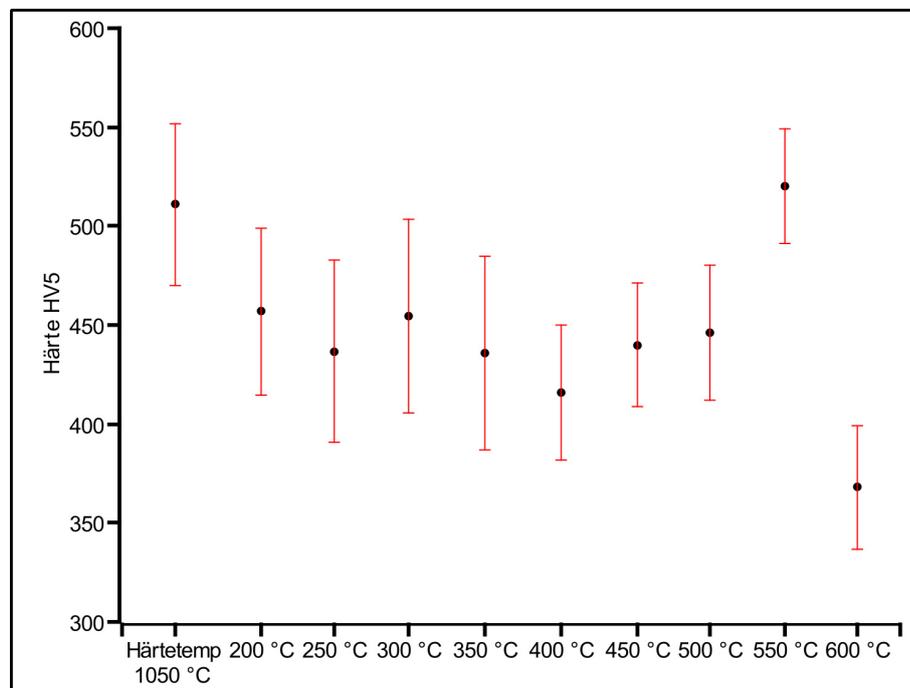


Abbildung 122: Härte-Anlasskurve einer SLPS-Probe für eine Härtetemperatur von 1050 °C und Anlasstemperaturen von 200 °C bis 600 °C.

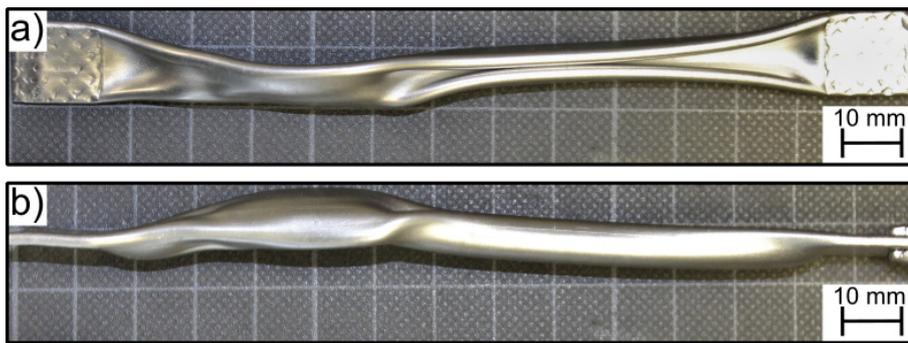


Abbildung 123: Makroskopische Aufnahme einer HIP-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $< 45 \mu\text{m}$. a) zeigt die Draufsicht auf die HIP-Kapsel, b) die Seitenansicht der HIP-Kapsel.

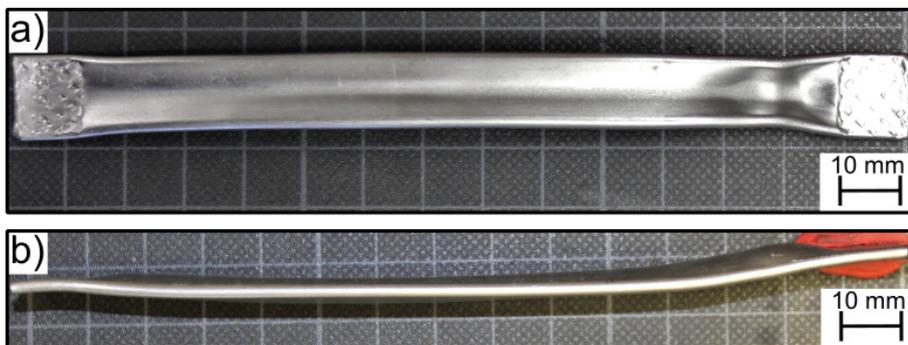


Abbildung 124: Makroskopische Aufnahme einer HIP-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $< 45 \mu\text{m}$ mit einer Vorverdichtung der Kapselbefüllung mit einem axialen Pressdruck von 100 N. a) zeigt die Draufsicht auf die HIP-Kapsel, b) die Seitenansicht der HIP-Kapsel.

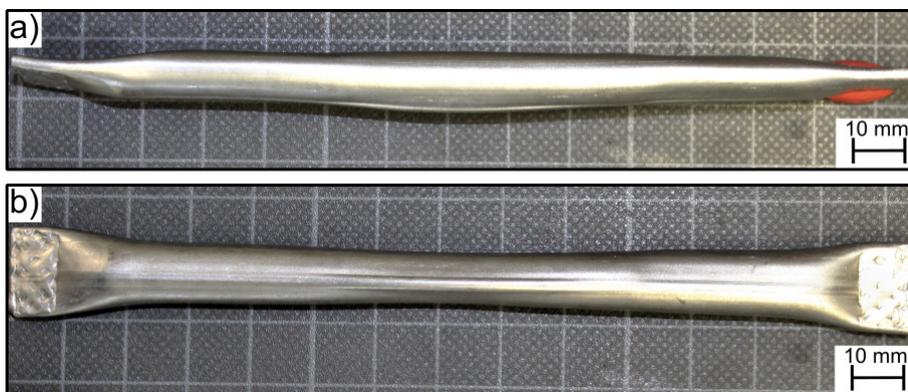


Abbildung 125: Makroskopische Aufnahme einer HIP-Probe aus einem Span-Pulver-Gemisch aus separierten Schleifspänen der Fraktion $< 45 \mu\text{m}$ und dem gasverdüsterten Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 in einem Mischungsverhältnis von 50:50. a) zeigt die Draufsicht auf die HIP-Kapsel, b) die Seitenansicht der HIP-Kapsel.

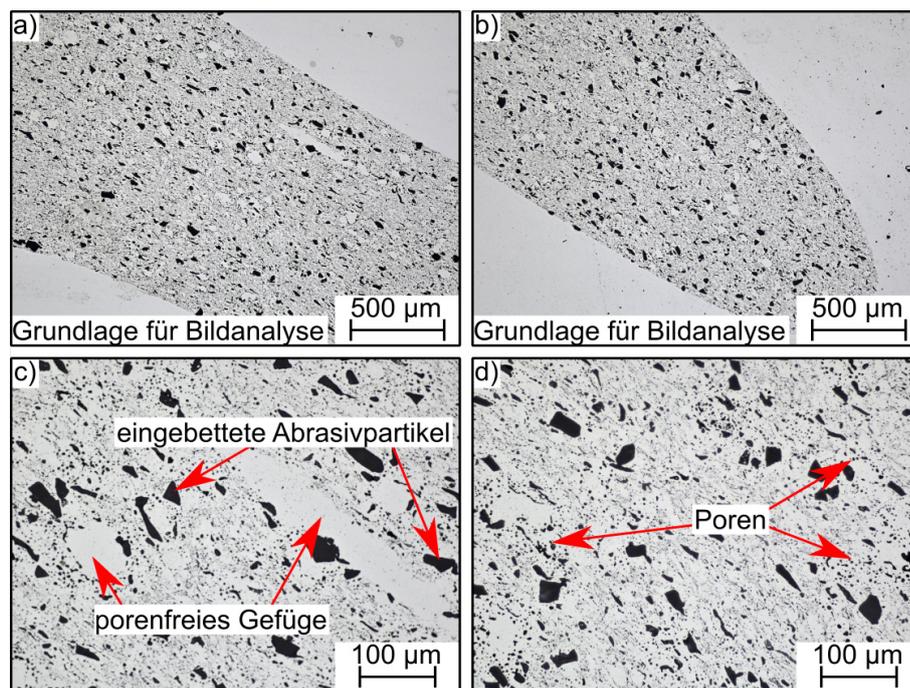


Abbildung 126: Querschliffe von HIP-Proben aus separierten Spänen unter 45 µm. Die HIP-Prozessparameter waren dabei: 1150 °C, Aufheizrate, 15 °C min⁻¹ bei konstanten 150 MPa isostatischem Pressdruck für 4 h. a-b) zeigen Übersichtsaufnahmen, die bei einer geringen Vergrößerung aufgenommen und für die Bildanalyse herangezogen wurden. c-d) zeigen die ungeätzten HIP-Proben im Querschliff bei einer höheren Vergrößerung.

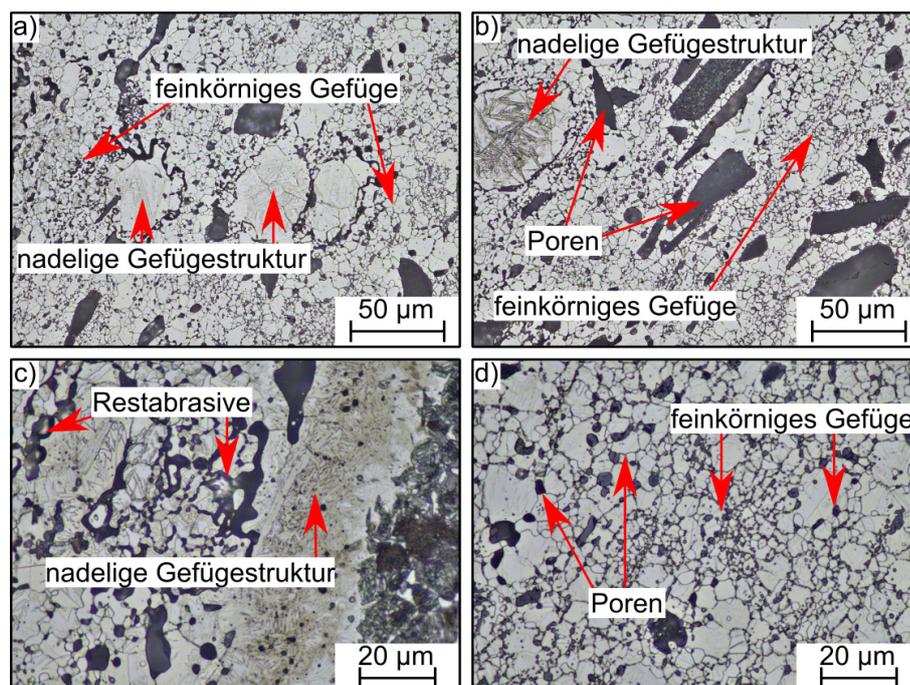


Abbildung 127: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der HIP-Probe aus Schleifspänen der Fraktion <45 µm. a-b) 500fache Vergrößerung, c-d) 1000fache Vergrößerung.

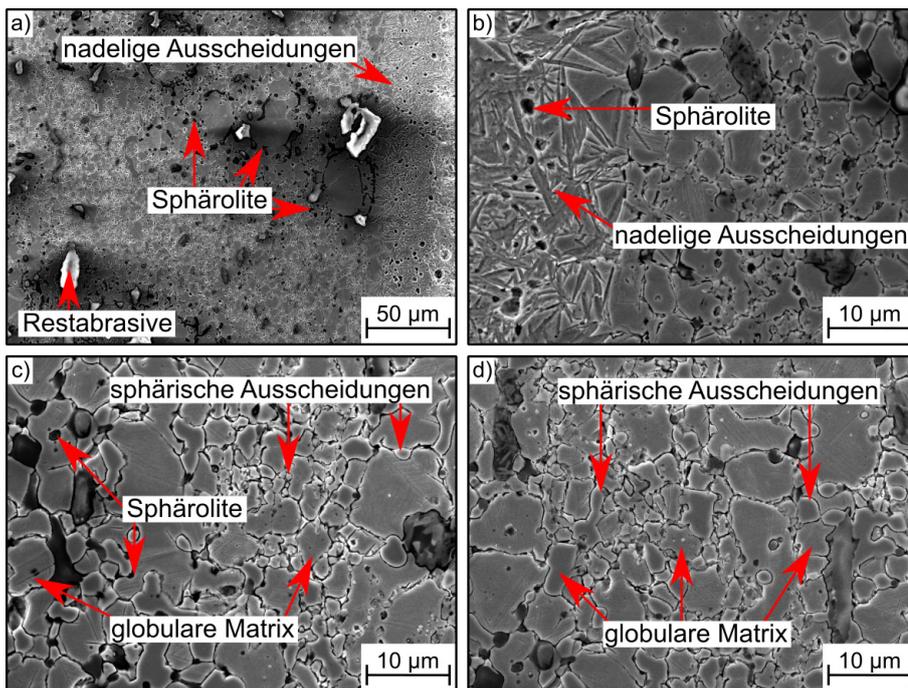


Abbildung 128: SE-Aufnahme einer HIP-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$. a) 1000fache Vergrößerung und b-d) 5000fache Vergrößerung.

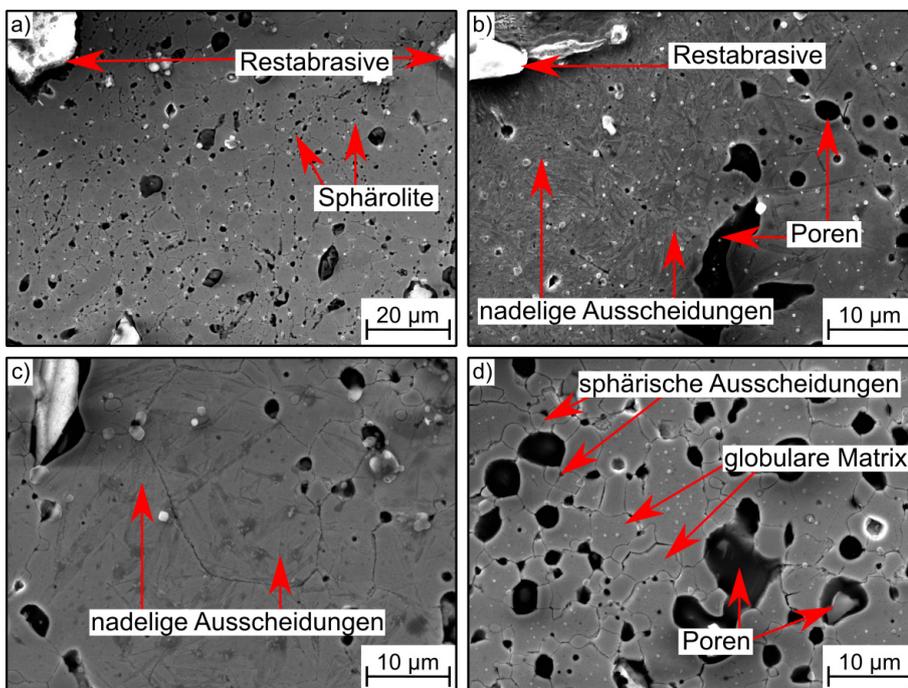


Abbildung 129: SE-Aufnahme einer HIP-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ nach einer mechanischen Vorverpressung während der Kapselbefüllung. a) 2500fache Vergrößerung und b-d) 5000fache Vergrößerung.

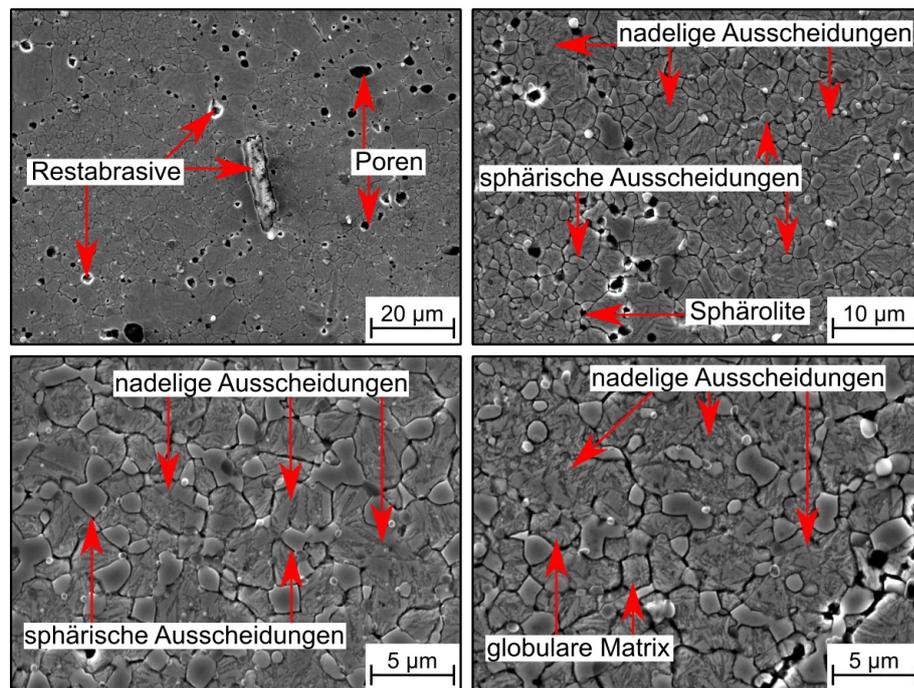


Abbildung 130: SE-Aufnahme einer HIP-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus KAS X22CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50:50. a) 2500fache Vergrößerung, b) 5000fache Vergrößerung und c-d) 10000fache Vergrößerung.

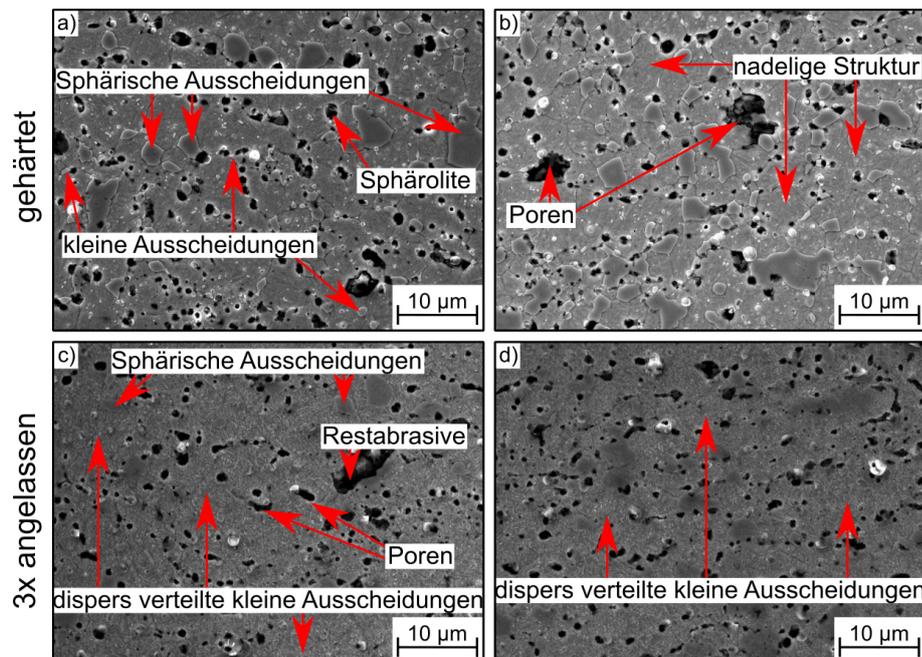


Abbildung 131: a-b) gehärtete (1050 °C, 30 min) HIP-Proben aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ bei einer 5000fachen Vergrößerung, c-d) dreifach angelassener Zustand (520 °C, 4 h) bei einer 5000fachen Vergrößerung.

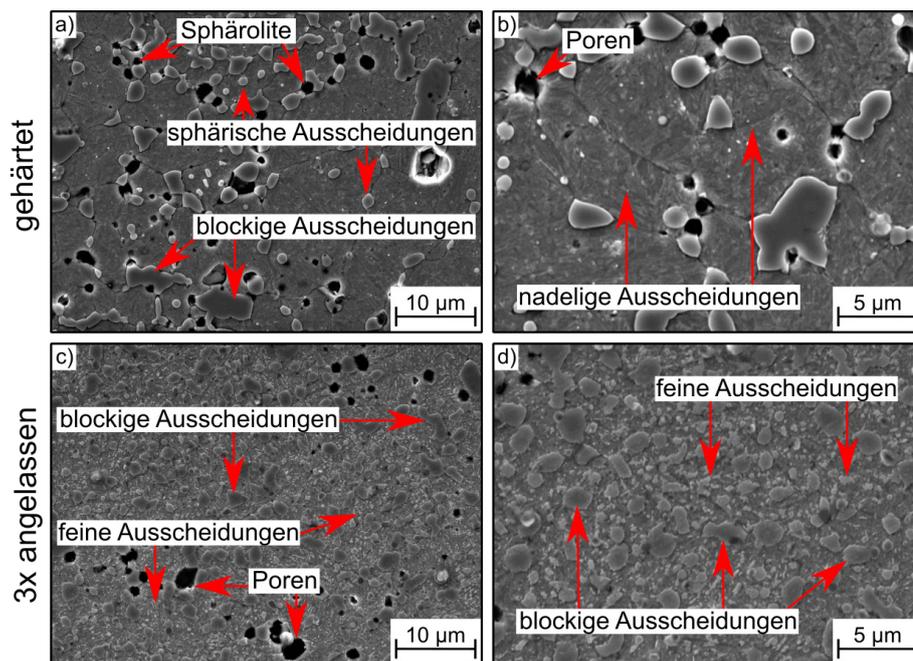


Abbildung 132: a-b) gehärtete (1050 °C, 30 min) HIP-Proben aus Span-Pulver-Gemisch aus Schleifspänen der Fraktion <math>< 45 \mu\text{m}</math> und gasverdüstern Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50:50 nach einer Vorverpressung während der Befüllung der HIP-Kapsel bei einer 5000fachen Vergrößerung, c-d) dreifach angelassener Zustand (520 °C, 4 h) bei einer 5000fachen Vergrößerung.

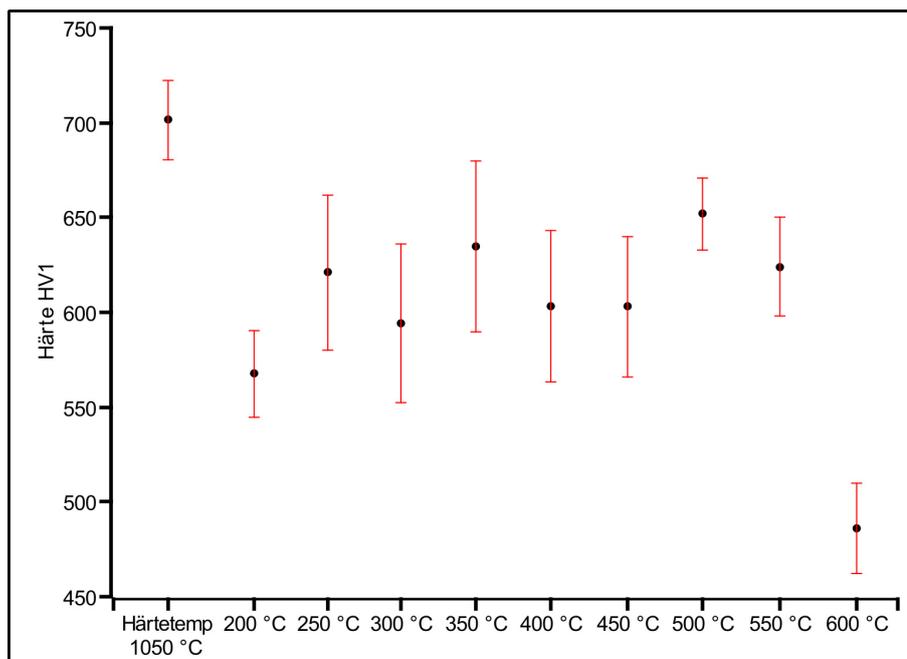


Abbildung 133: Härte-Anlasskurve einer HIP-Probe für eine Härtetemperatur von 1050 °C und Anlasstemperaturen von 200 °C bis 600 °C.

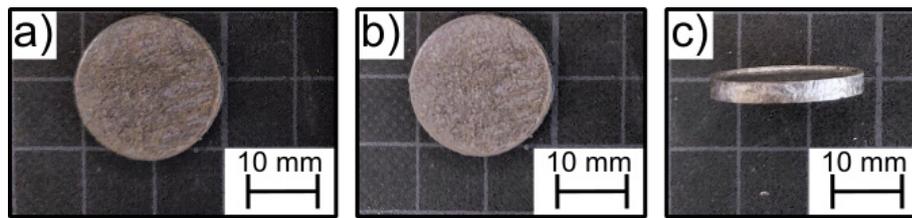


Abbildung 134: Makroskopische Aufnahmen der FAST/SPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $< 45 \mu\text{m}$ gefertigt bei $950 \text{ }^\circ\text{C}$ für 5 min bei einem konstanten Druck von 50 MPa. a)-b) zeigen die Draufsicht auf die FAST-Proben, c) die Seitenansicht.

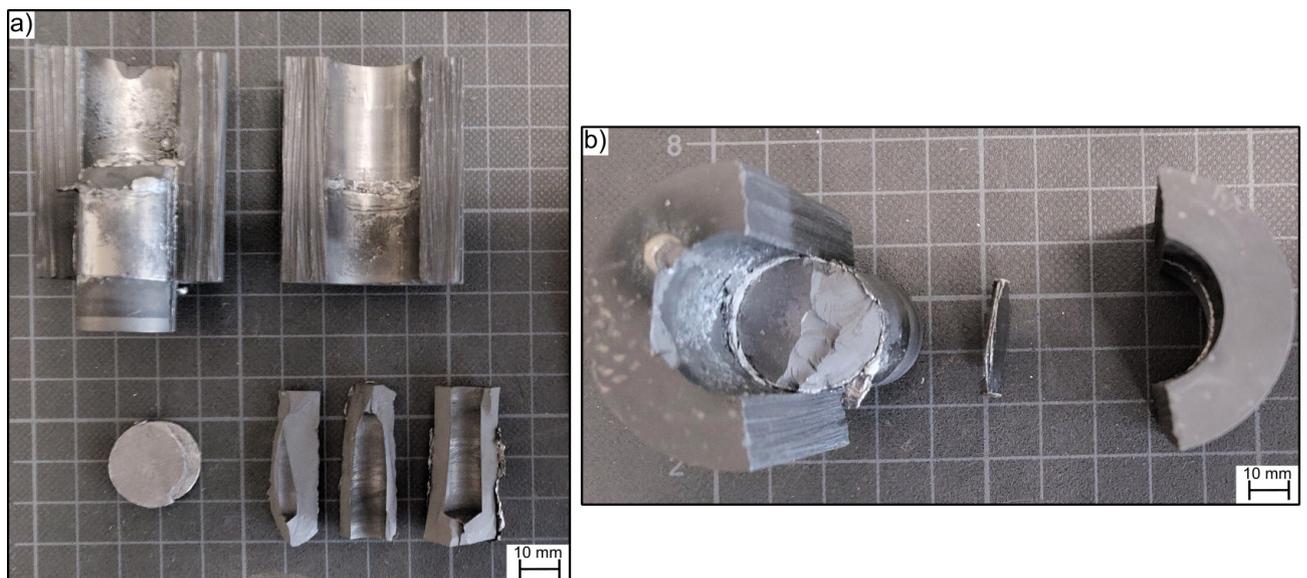


Abbildung 135: Makroskopische Aufnahmen der FAST/SPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $< 45 \mu\text{m}$ gefertigt bei $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ für 5 min bei einem konstanten Druck von 50 MPa. a) zeigt die aufgeschnittene Graphitmatrize sowie die gefertigte Probe, b) zeigt die Draufsicht auf die getrennte Pressmatrize mit gefertigter FAST/SPS-Probe.

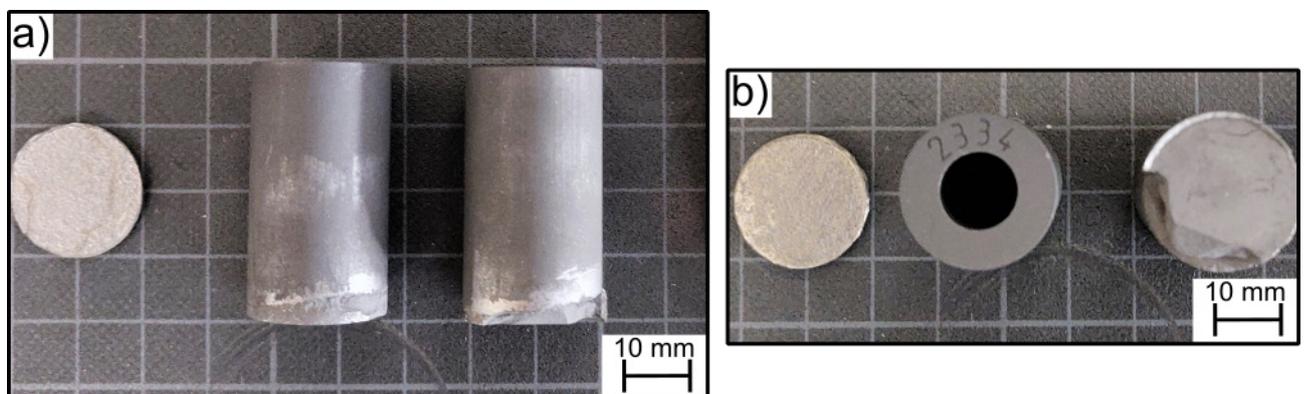


Abbildung 136: Makroskopische Aufnahmen der FAST/SPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $< 45 \mu\text{m}$ gefertigt bei $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ für 5 min bei einem konstanten Druck von 150 MPa. a) zeigt die aufgeschnittene Graphitmatrize sowie die gefertigte Probe, b) zeigt die Draufsicht auf die getrennte Pressmatrize mit gefertigter FAST/SPS-Probe.

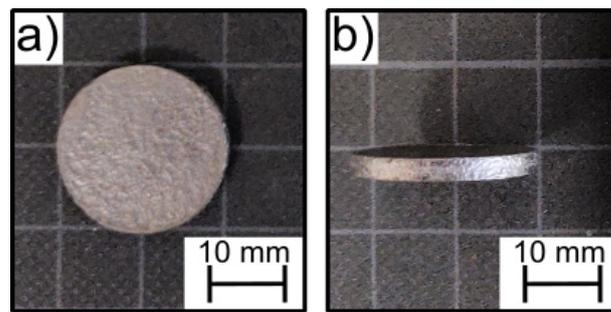


Abbildung 137: Makroskopische Aufnahmen der FAST/SPS-Probe eines Span-Pulver-Gemischs aus Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und dem gasverdüsteten KAS X220CrVMo13-4 in einem Mischungsverhältnis von 50:50 gefertigt bei $950\ \text{°C}$ für 5 min bei einem konstanten Druck von 50 MPa. a) Draufsicht auf die gefertigte FAST/SPS-Probe, b) Seitenansicht der gefertigten FAST/SPS-Probe.

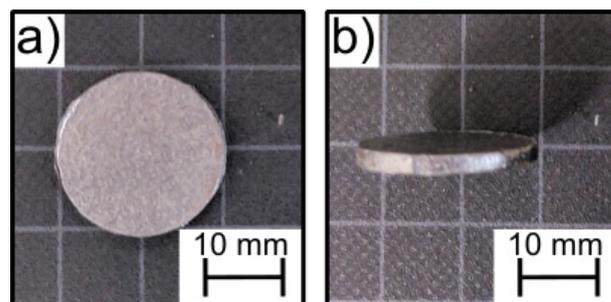


Abbildung 138: Makroskopische Aufnahmen der FAST/SPS-Probe eines Span-Pulver-Gemischs aus Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und dem gasverdüsteten WAS 32CrMoV12-28 in einem Mischungsverhältnis von 50:50 gefertigt bei $950\ \text{°C}$ für 5 min bei einem konstanten Druck von 50 MPa. a) Draufsicht auf die gefertigte FAST/SPS-Probe, b) Seitenansicht der gefertigten FAST/SPS-Probe.

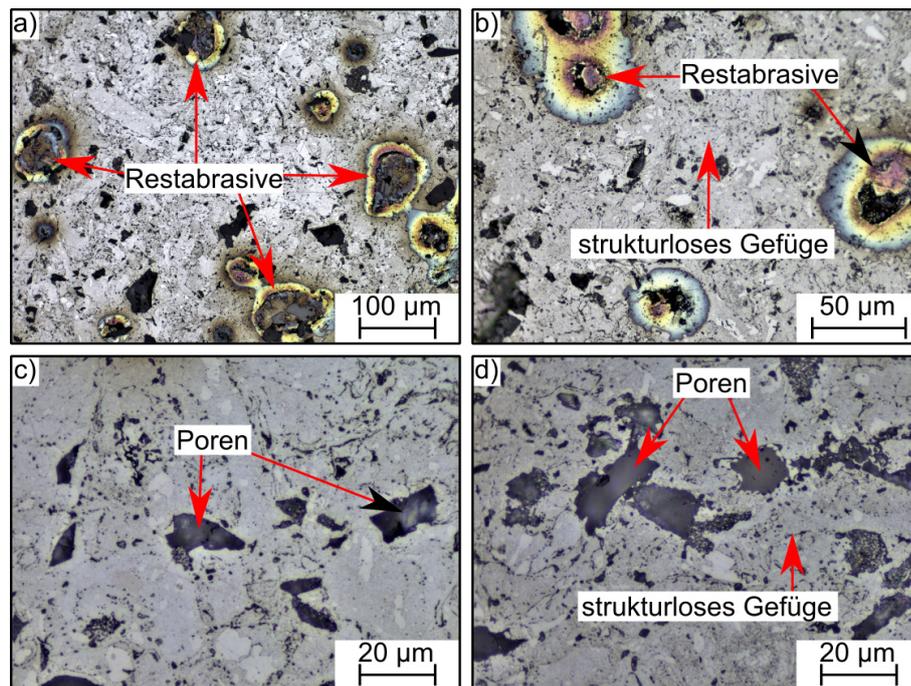


Abbildung 139: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der FAST/SPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion <math><45\ \mu\text{m}</math>. FAST/SPS-Prozessparameter: $950\ ^\circ\text{C}$, 5 min und 50 MPa. a) 200fache Vergrößerung, b) 500fache Vergrößerung und c-d) 1000fache Vergrößerung.

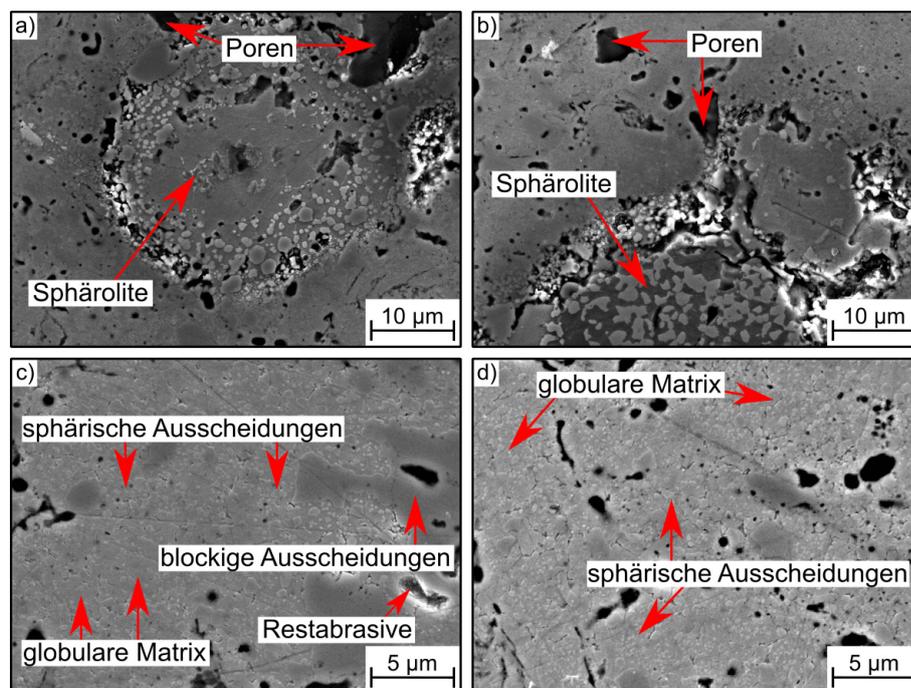


Abbildung 140: SE-Aufnahme einer FAST/SPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion <math><45\ \mu\text{m}</math>. FAST/SPS-Prozessparameter: $950\ ^\circ\text{C}$, 5 min und 50 MPa. a-b) 5000fache Vergrößerung und c-d) 10000fache Vergrößerung.

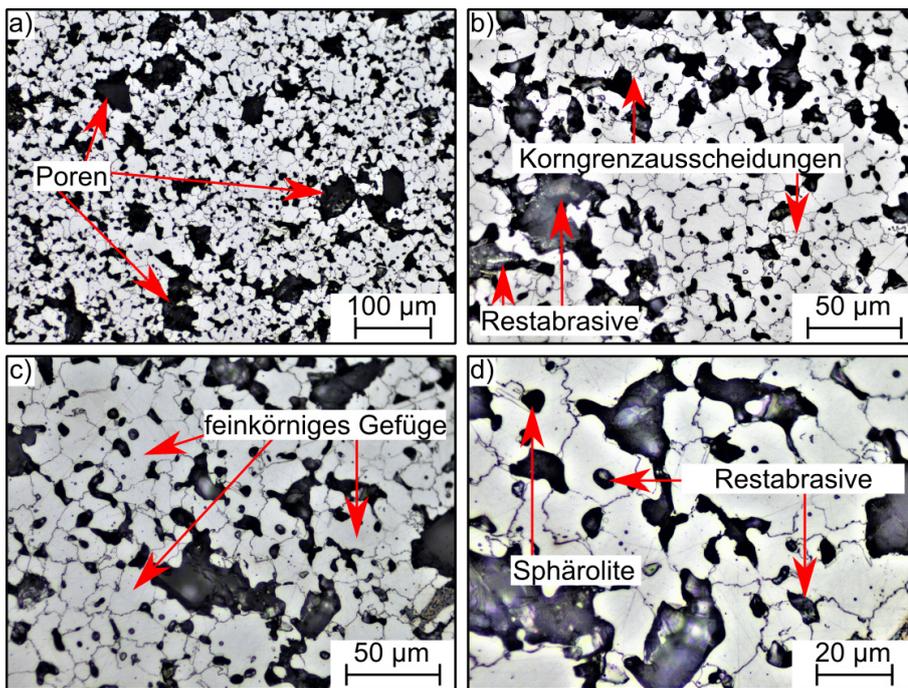


Abbildung 141: Mit V2A-Beize gätzte Querschliffe der FAST/SPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion <45 µm. FAST/SPS-Prozessparameter: 1150 °C, 5 min und 50 MPa. a) 200fache Vergrößerung, b-c) 500fache Vergrößerung und d) 1000fache Vergrößerung.

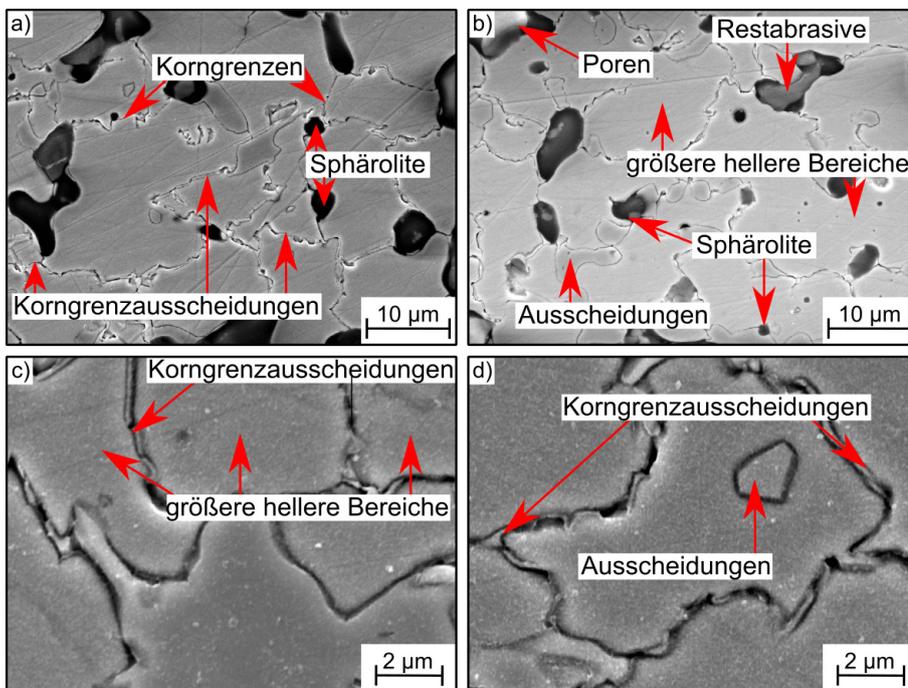


Abbildung 142: SE-Aufnahme einer FAST/SPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion <45 µm. FAST/SPS-Prozessparameter: 1150 °C, 5 min und 50 MPa. a-b) 5000fache Vergrößerung und c-d) 20000fache Vergrößerung.

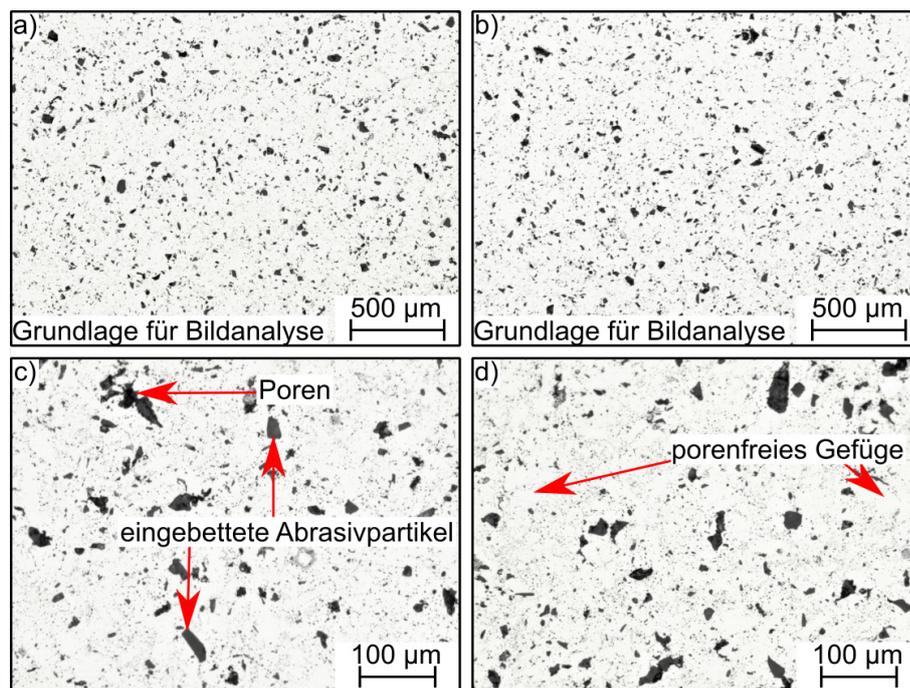


Abbildung 143: Querschliffe einer Probe, gefertigt durch FAST/SPS bei 1050 °C und bei konstanten 150 MPa isostatischem Pressdruck für 5 min. a-b) zeigen Übersichtsaufnahmen, die bei einer geringen Vergrößerung aufgenommen wurden, c-d) zeigen die ungeätzten FAST-Proben im Querschliff bei einer höheren Vergrößerung.

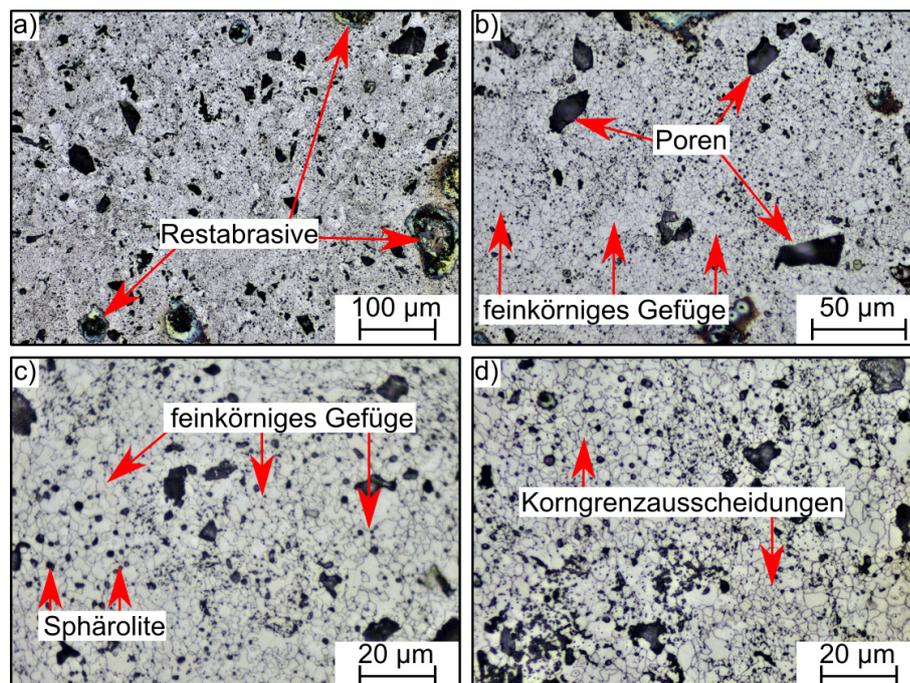


Abbildung 144: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der FAST/SPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion <45 μm. FAST/SPS-Prozessparameter: 1050 °C, 5 min und 150 MPa. a) 200fache Vergrößerung, b) 500fache Vergrößerung und c-d) 1000fache Vergrößerung.

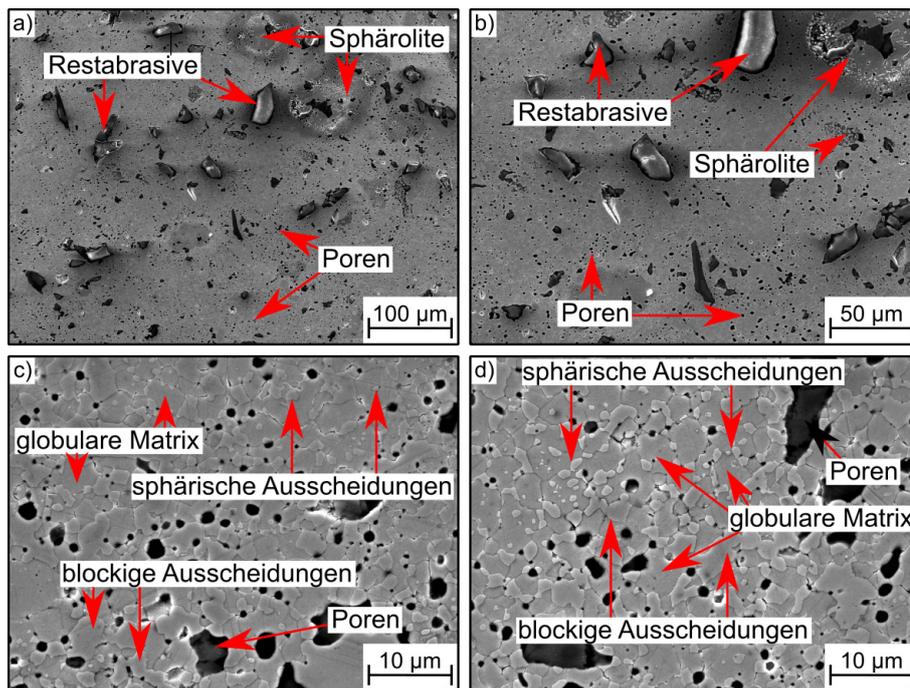


Abbildung 145: SE-Aufnahme einer FAST/SPS-Probe aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$. FAST/SPS-Prozessparameter: 1050°C , 5 min und 150 MPa. a) 500fache Vergrößerung, b) 1000fache Vergrößerung und c-d) 5000fache Vergrößerung.

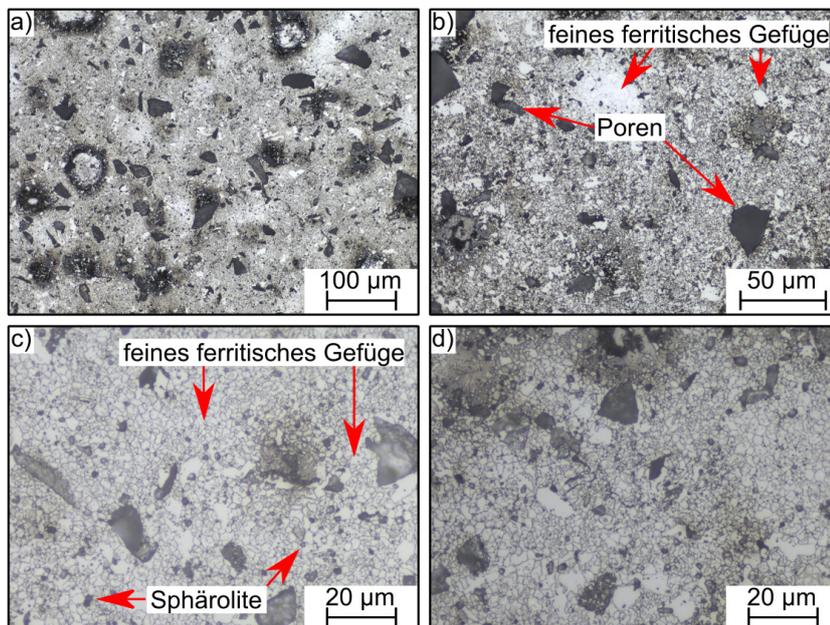


Abbildung 146: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der FAST/SPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstem Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 in einem Mischungsverhältnis von 50:50. FAST/SPS-Prozessparameter: 1050°C , 5 min und 50 MPa. a) 200fache Vergrößerung, b) 500fache Vergrößerung und c-d) 1000fache Vergrößerung.

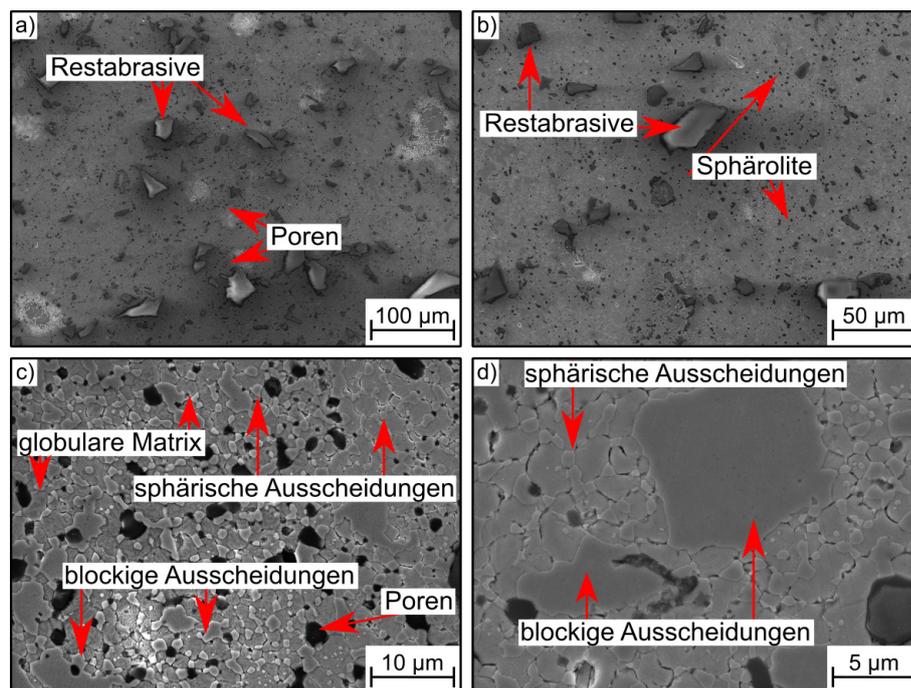


Abbildung 147: SE-Aufnahme einer FAST/SPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50:50. FAST/SPS-Prozessparameter: $1050\ ^\circ\text{C}$, 5 min und 50 MPa. a) 500fache Vergrößerung, b) 1000fache Vergrößerung, c) 5000fache Vergrößerung und d) 10000fache Vergrößerung.

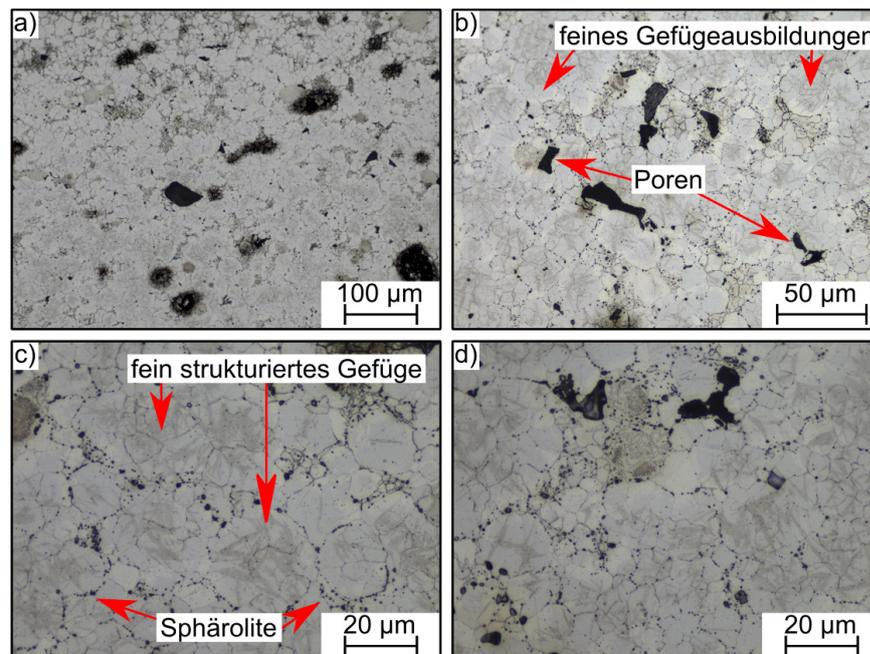


Abbildung 148: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der FAST/SPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 in einem Mischungsverhältnis von 50:50. FAST/SPS-Prozessparameter: $1050\ ^\circ\text{C}$, 5 min und 50 MPa. a) 200fache Vergrößerung, b) 500fache Vergrößerung und c-d) 1000fache Vergrößerung.

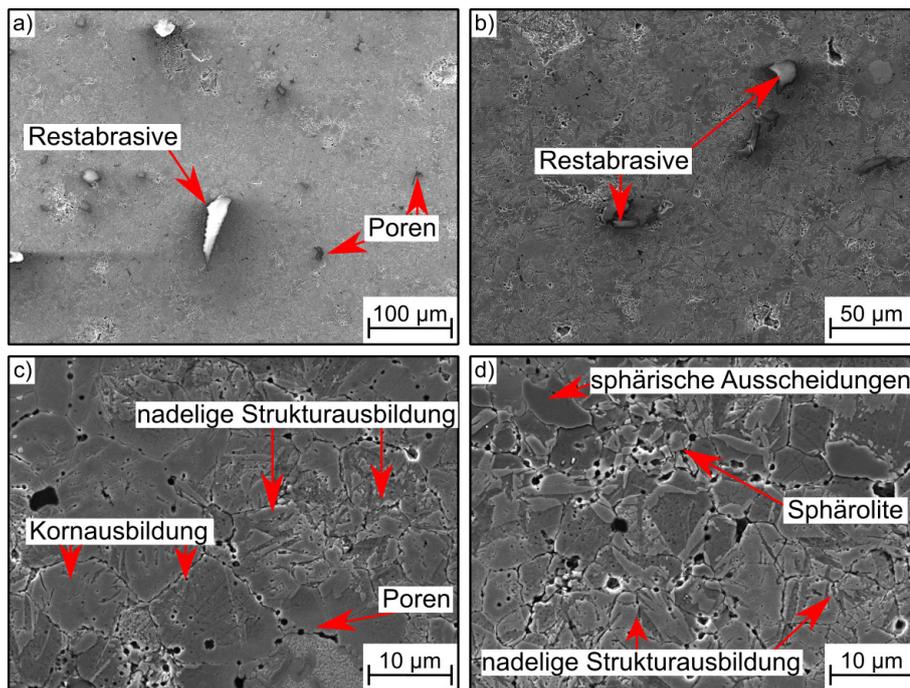


Abbildung 149: SE-Aufnahme einer FAST/SPS-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstem Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis 50:50. FAST/SPS-Prozessparameter: 1050 °C, 5 min und 50 MPa. a) 500fache Vergrößerung, b) 1000fache Vergrößerung und c-d) 10000fache Vergrößerung.

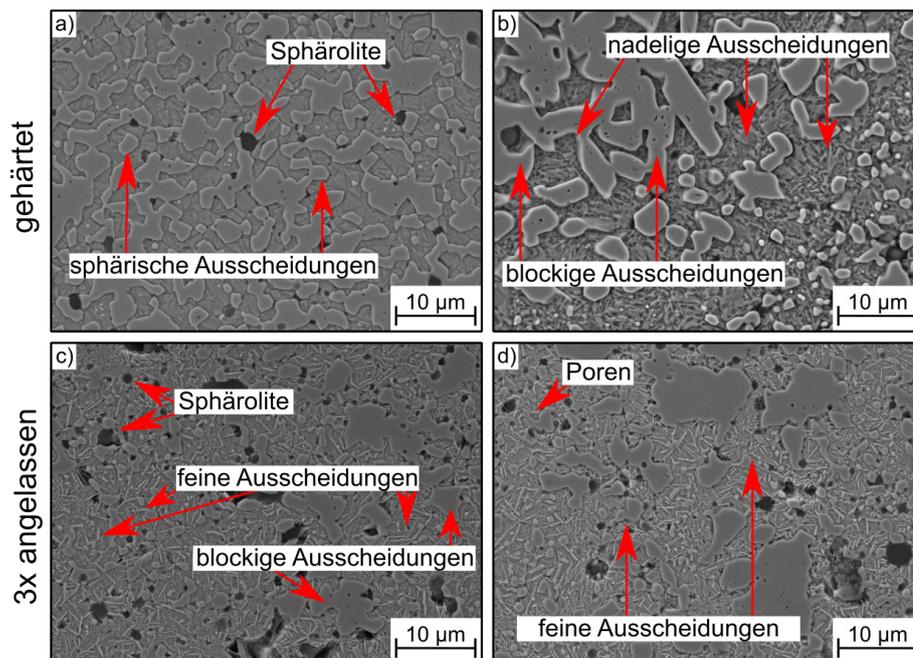


Abbildung 150: a-b) gehärtete FAST-Proben aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$, c-d) dreifach angelassener Zustand bei einer 5000fachen Vergrößerung.

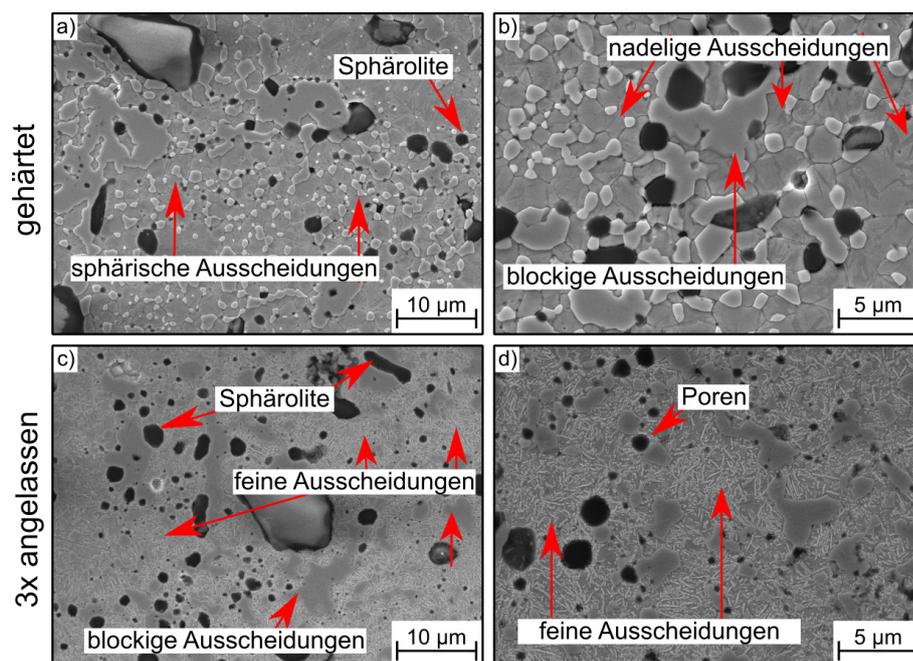


Abbildung 151: a-b) gehärtete FAST-Proben aus einem Span-Pulver-Gemisch aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstem Pulver aus KAS X220CrVMo13-4 im Mischungsverhältnis 50:50 bei 5000fachen bzw 10000fachen Vergrößerung, c-d) dreifach angelassener Zustand bei 5000fachen bzw 10000fachen Vergrößerung.

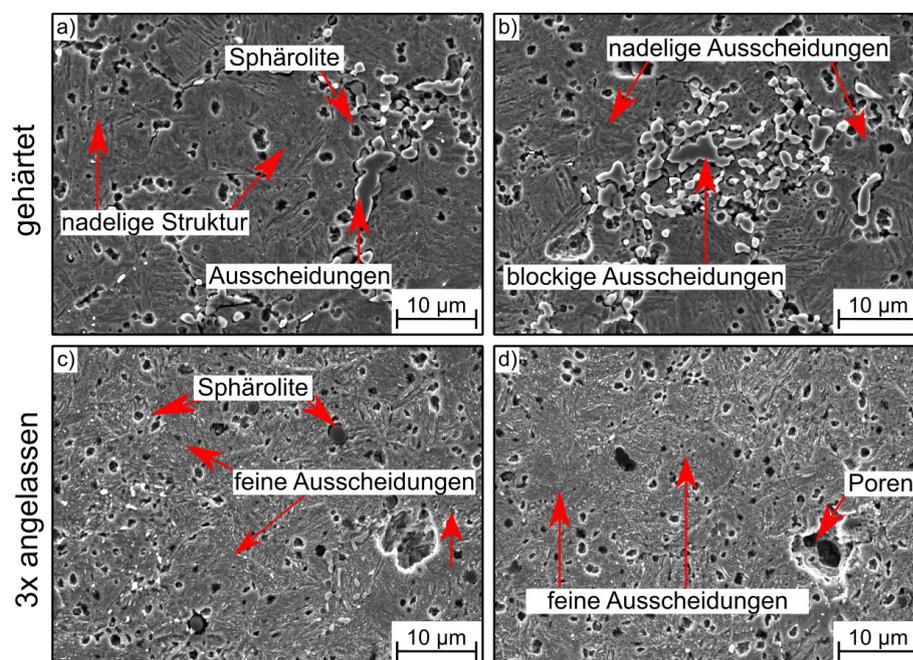


Abbildung 152: a-b) gehärtete FAST-Proben aus einem Span-Pulver-Gemisch aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstem WAS-Pulver aus 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis 50:50 bei einer 5000fachen Vergrößerung, c-d) dreifach angelassene FAST-Probe bei einer 5000fachen Vergrößerung.

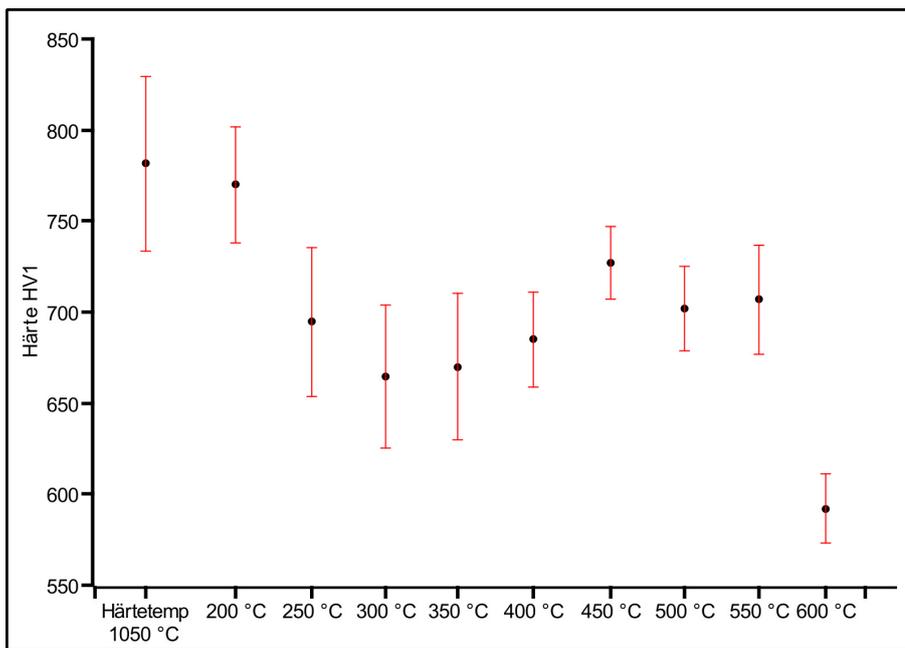


Abbildung 153: Härte-Anlasskurve einer FAST/SPS-Probe für eine Härtetemperatur von 1050 °C und Anlasstemperaturen von 200 °C bis 600 °C.

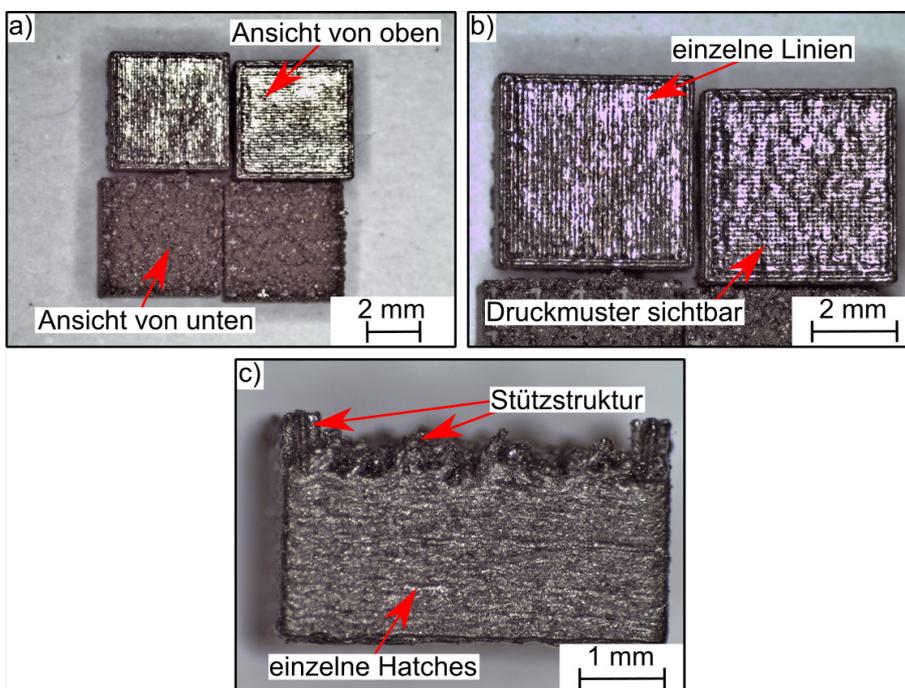


Abbildung 154: Stereomikroskopische Aufnahmen der PBF-LB/M-Probe eines Span-Pulver-Gemischs aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und dem WAS 32CrMoV12-28 in einem Mischungsverhältnis von 30:70 gefertigt mit einer Belichtungszeit von 90 μs . a) zeigt die gefertigten Proben bei einer geringen Vergrößerung, b) die Draufsicht bei einer höheren Vergrößerung und c) die Seitenansicht.

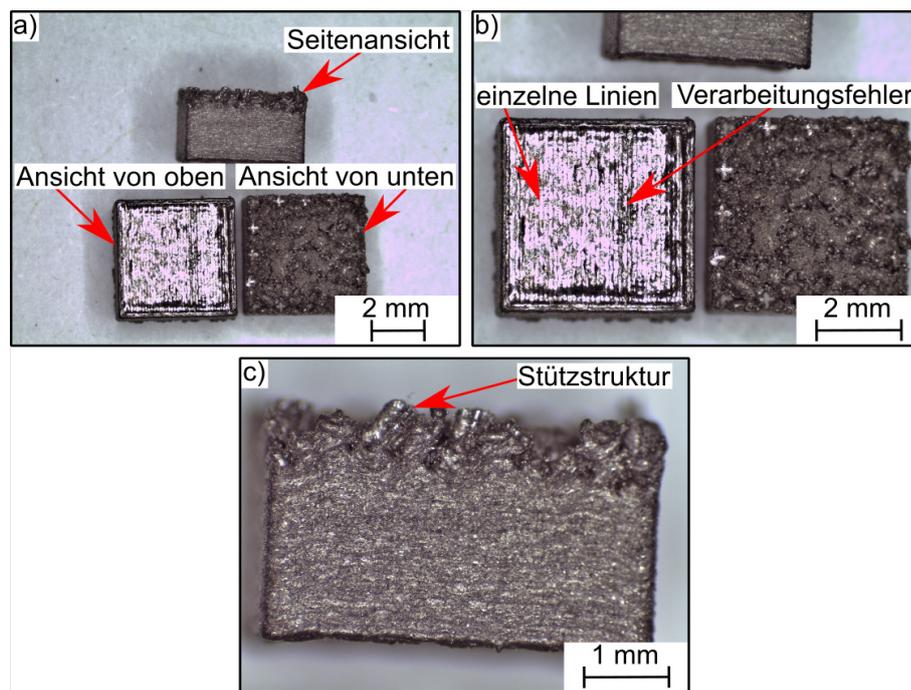


Abbildung 155: Stereomikroskopische Aufnahmen der PBF-LB/M-Probe eines Span-Pulver-Gemischs aus Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und dem WAS 32CrMoV12-28 in einem Mischungsverhältnis von 30:70 gefertigt mit einer Belichtungszeit von $150\ \mu\text{s}$. a) zeigt die gefertigten Proben bei einer geringen Vergrößerung, b) die Draufsicht bei einer höheren Vergrößerung und c) die Seitenansicht.

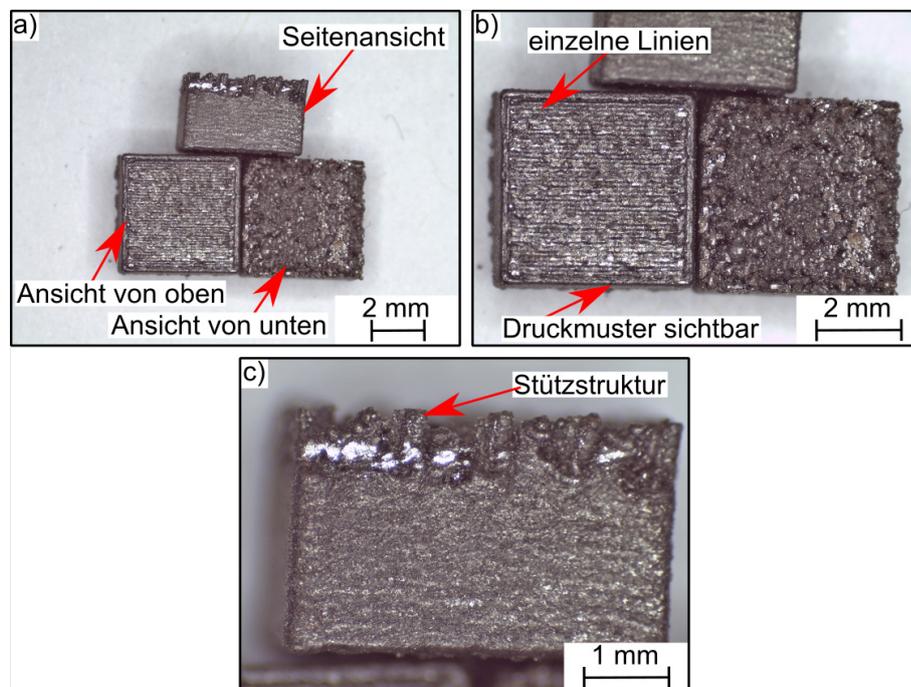


Abbildung 156: Stereomikroskopische Aufnahmen der PBF-LB/M-Probe eines Span-Pulver-Gemischs aus Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und dem WAS 32CrMoV12-28 in einem Mischungsverhältnis von 30:70 gefertigt mit einer Belichtungszeit von $200\ \mu\text{s}$. a) zeigt die gefertigten Proben bei einer geringen Vergrößerung, b) die Draufsicht bei einer höheren Vergrößerung und c) die Seitenansicht.

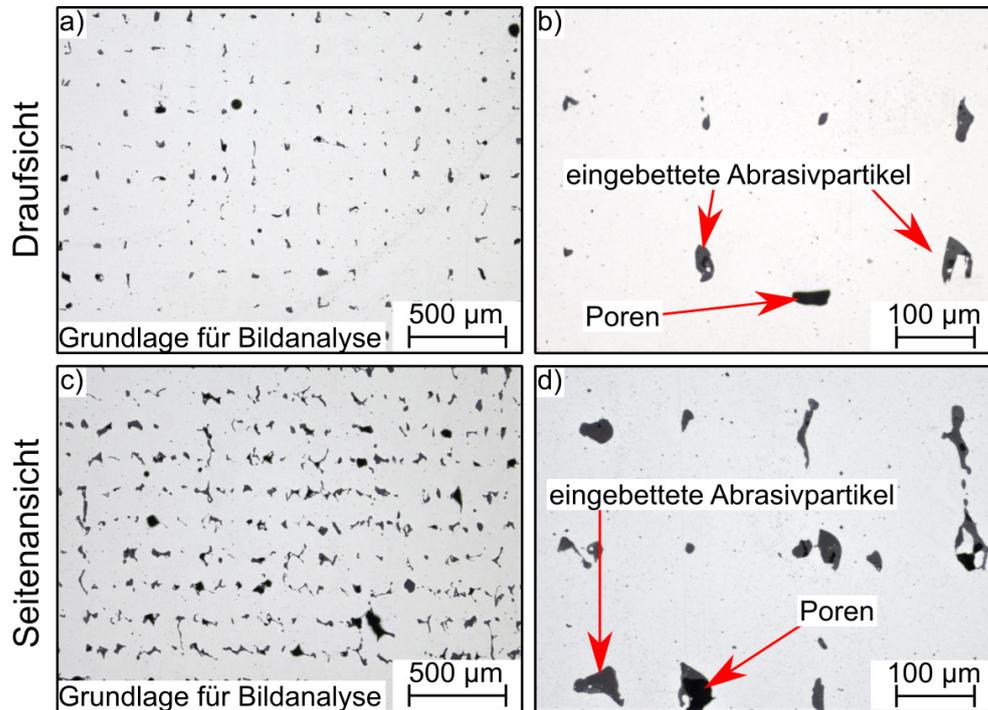


Abbildung 157: Querschliffe der PBF-LB/M-Proben eines Gemischs aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus WAS 32CrMoV12-28. Das Mischungsverhältnis betrug 30:70, die Belichtungszeit $90 \mu\text{s}$. a-b) zeigen dabei die Draufsicht, c-d) die Seitenansicht.

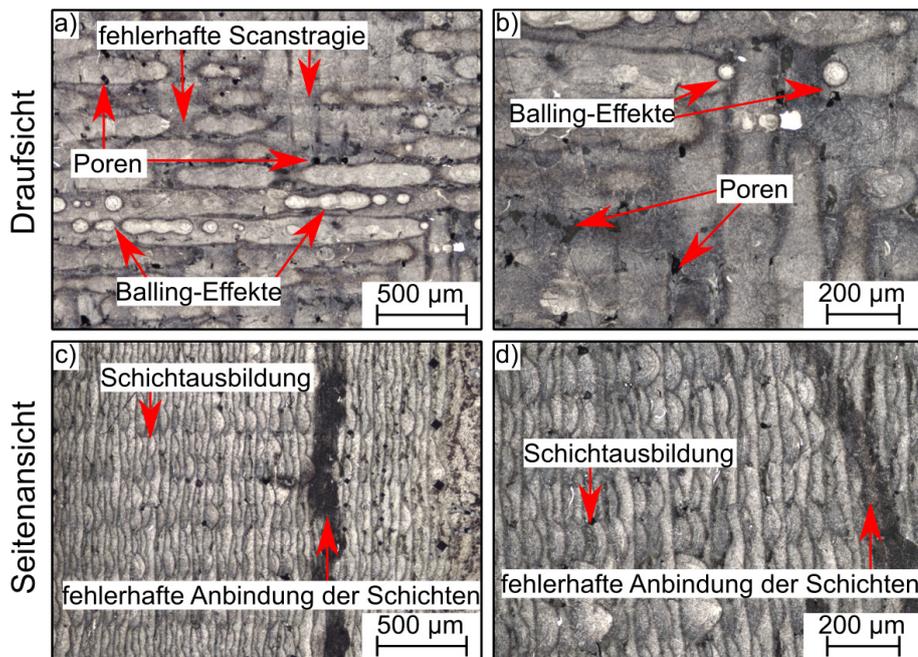


Abbildung 158: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der LPBF-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 in einem Mischungsverhältnis von 30:70 bei einer Belichtungszeit von $90 \mu\text{s}$. a-b) Draufsicht der Probe, c-d) Seitenansicht.

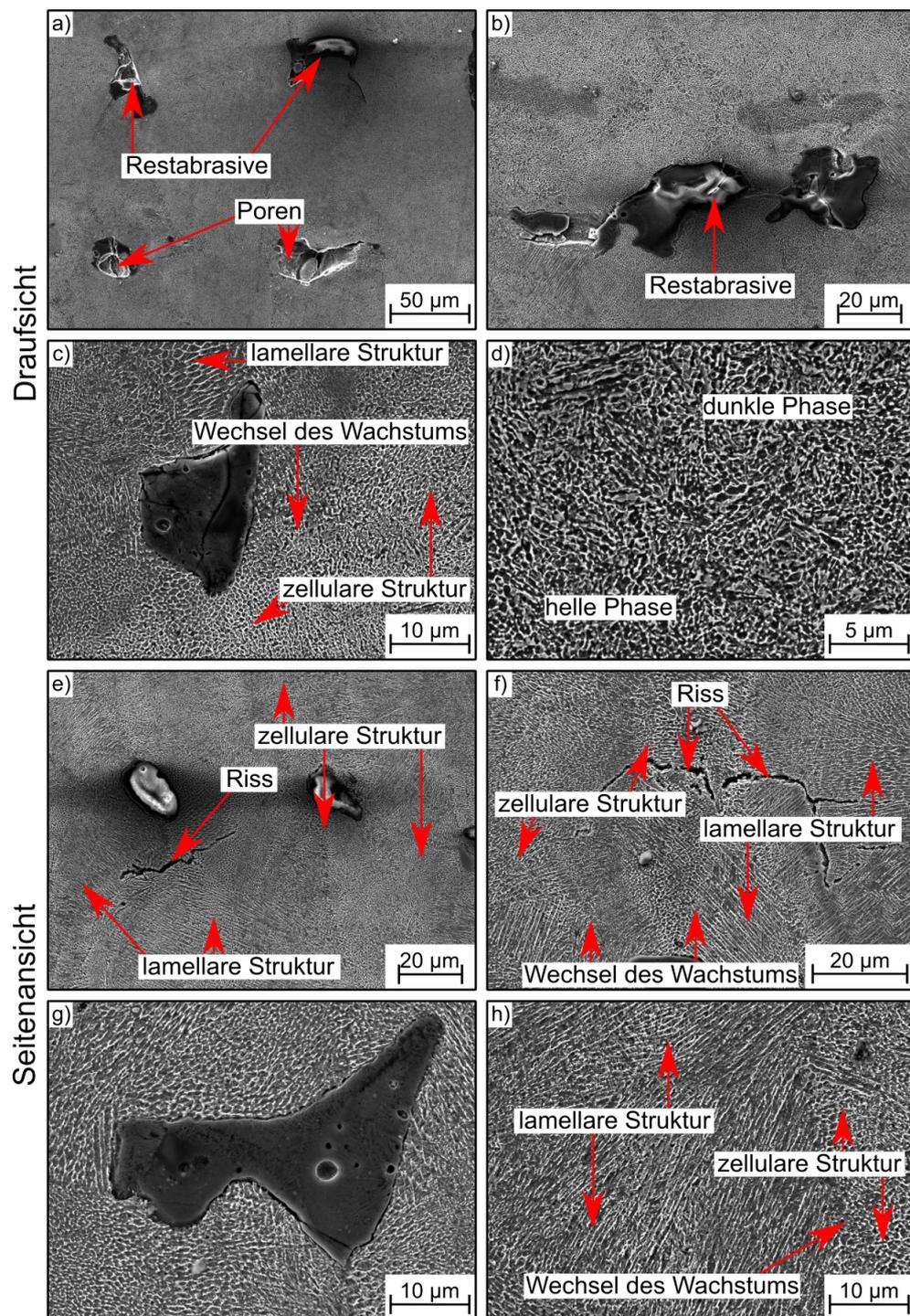


Abbildung 159: SE-Aufnahme einer LPBF-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus WAS 32CrMo12-28 im Mischungsverhältnis 30:70 bei einer Belichtungszeit von 90 μs . a-d) Draufsicht der Probe und e-h) Seitenansicht der Probe.

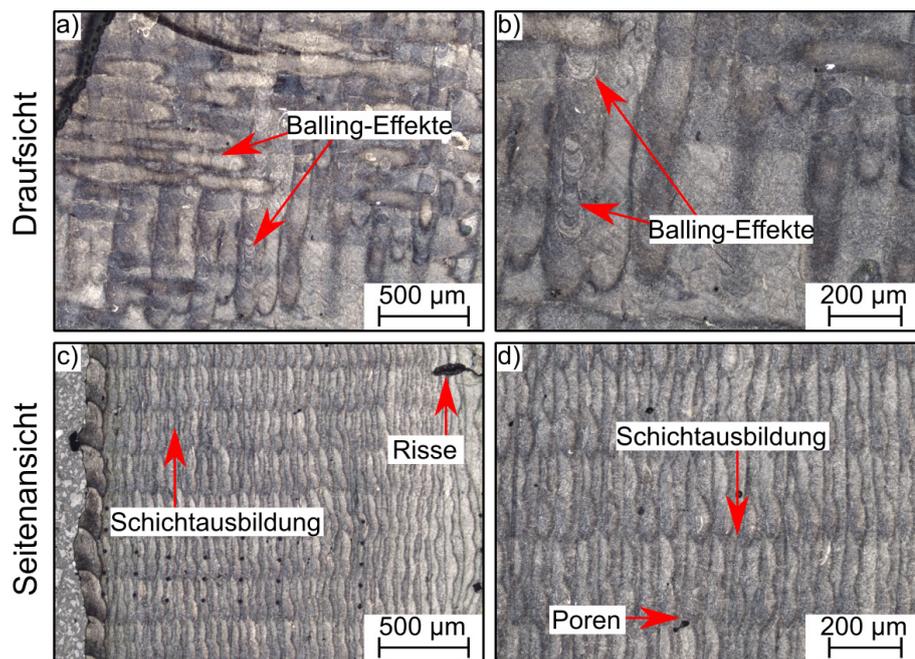


Abbildung 160: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der LPBF-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstem Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 in einem Mischungsverhältnis von 30:70 bei einer Belichtungszeit von $150\ \mu\text{s}$. a-b) Draufsicht der Probe, c-d) Seitenansicht.

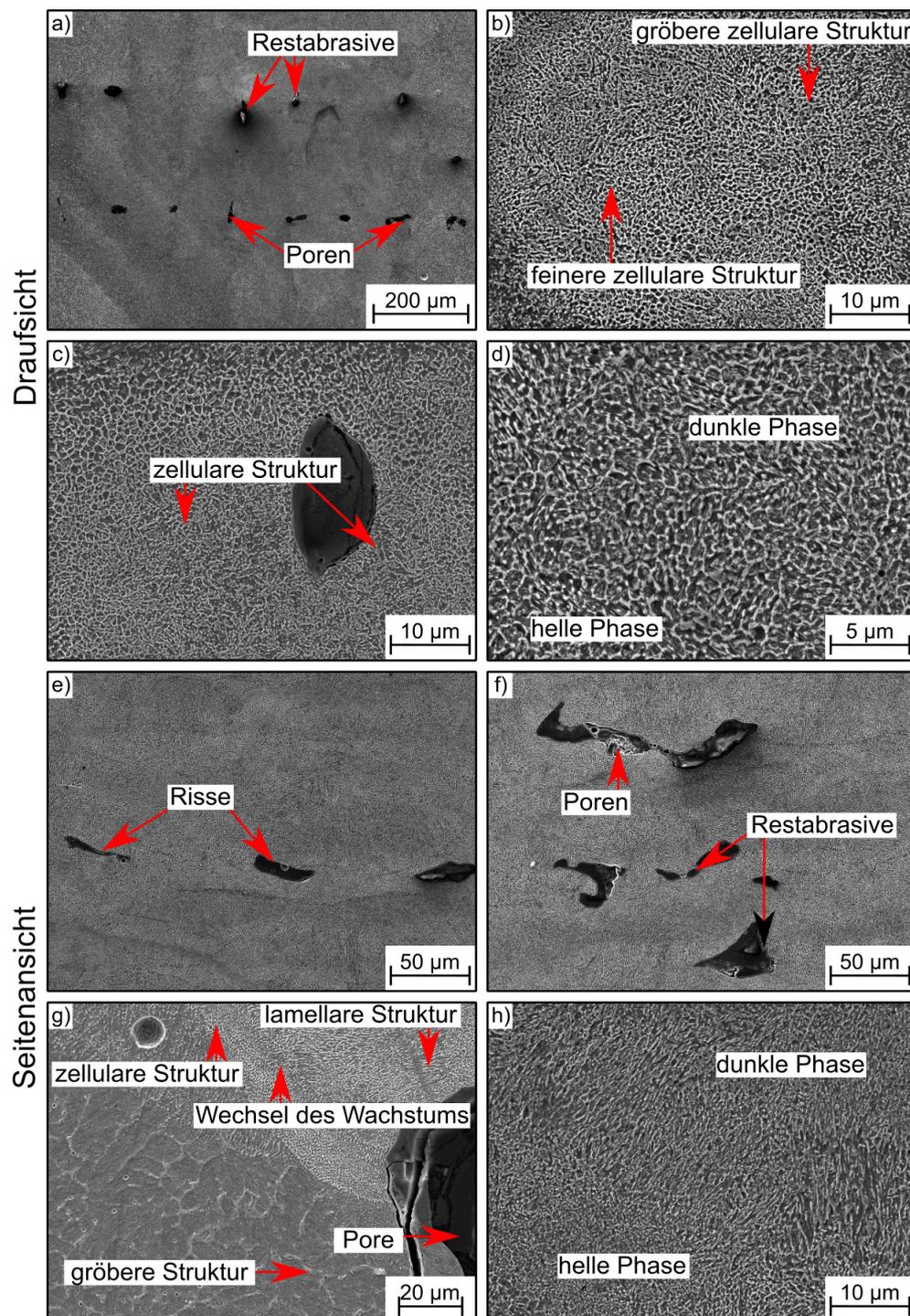


Abbildung 161: SE-Aufnahme einer LPBF-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstern Pulver aus WAS 32CrMo12-28 im Mischungsverhältnis 30:70 bei einer Belichtungszeit von $150 \mu\text{s}$. a-d) Draufsicht der Probe und e-h) Seitenansicht der Probe.

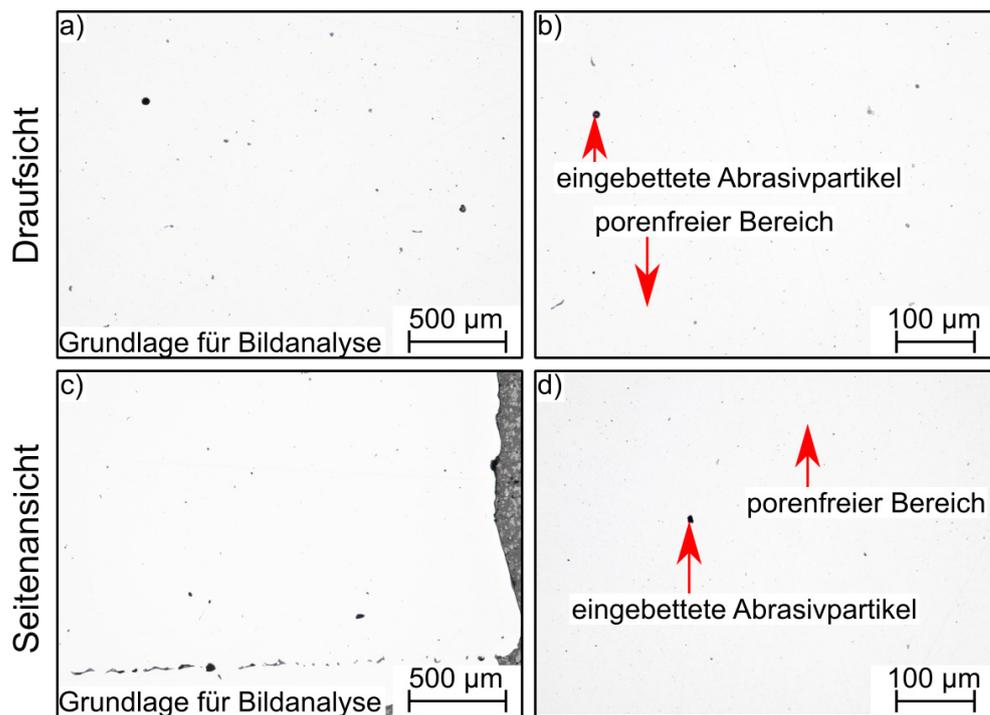


Abbildung 162: Querschliffe der LPBF-Proben eines Gemischs aus Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus WAS 32CrMoV12-28. Das Mischungsverhältnis betrug 30:70, die Belichtungszeit $200\ \mu\text{s}$. a-b) zeigen dabei die Draufsicht, c-d) die Seitenansicht der gefertigten Proben.

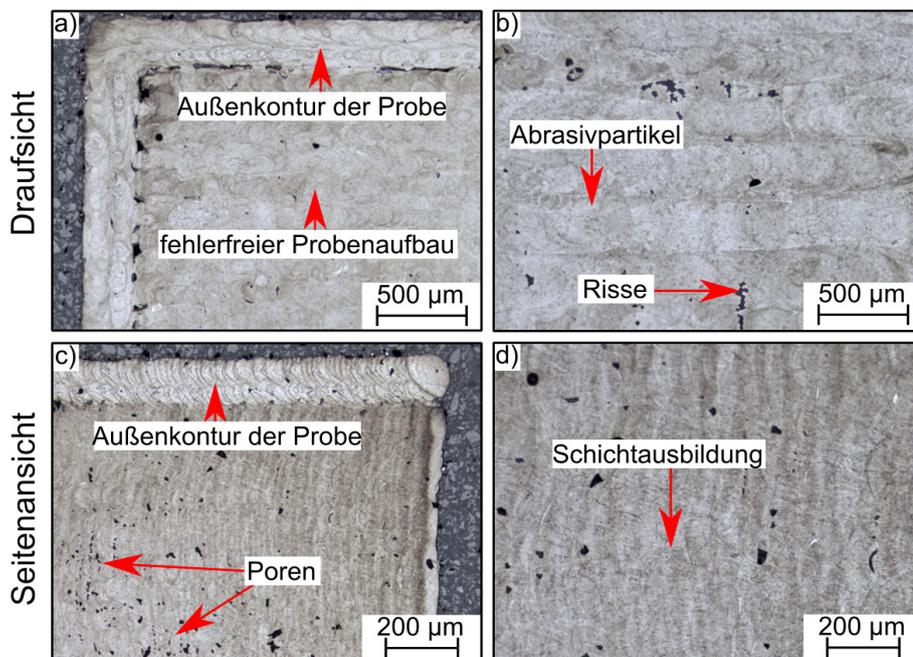


Abbildung 163: Mit V2A-Beize geätzte Querschliffe der LPBF-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45\ \mu\text{m}$ und gasverdüstertem Pulver aus WAS 32CrMoV12-28 in einem Mischungsverhältnis von 30:70 bei einer Belichtungszeit von $200\ \mu\text{s}$. a-b) Draufsicht der Probe, c-d) Seitenansicht.

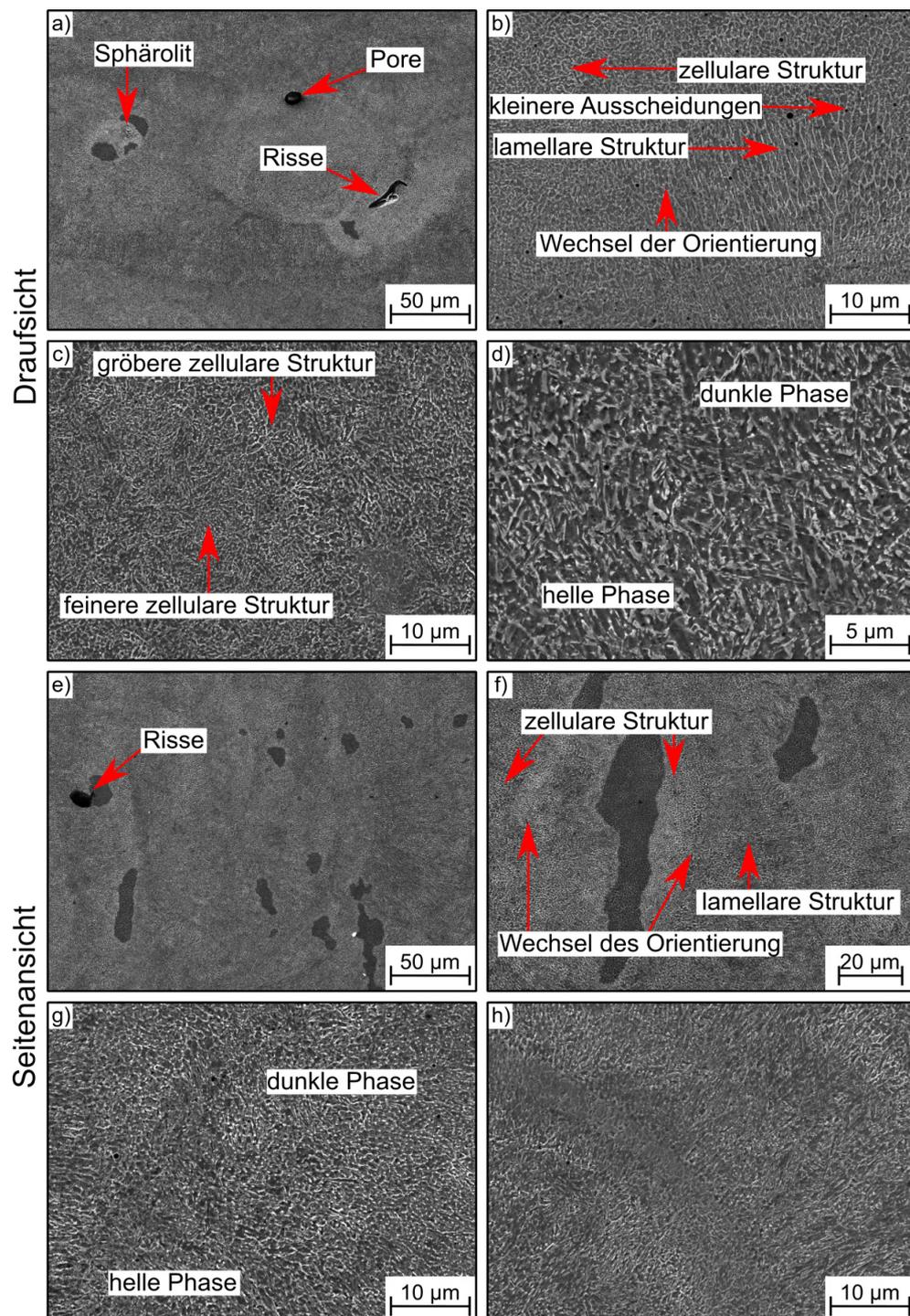


Abbildung 164: SE-Aufnahme einer LPBF-Probe aus Span-Pulver-Gemisch mit Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdüstern Pulver aus WAS 32CrMo12-28 im Mischungsverhältnis 30:70 bei einer Belichtungszeit von $200 \mu\text{s}$. a-d) Draufsicht der Probe und e-h) Seitenansicht der Probe.

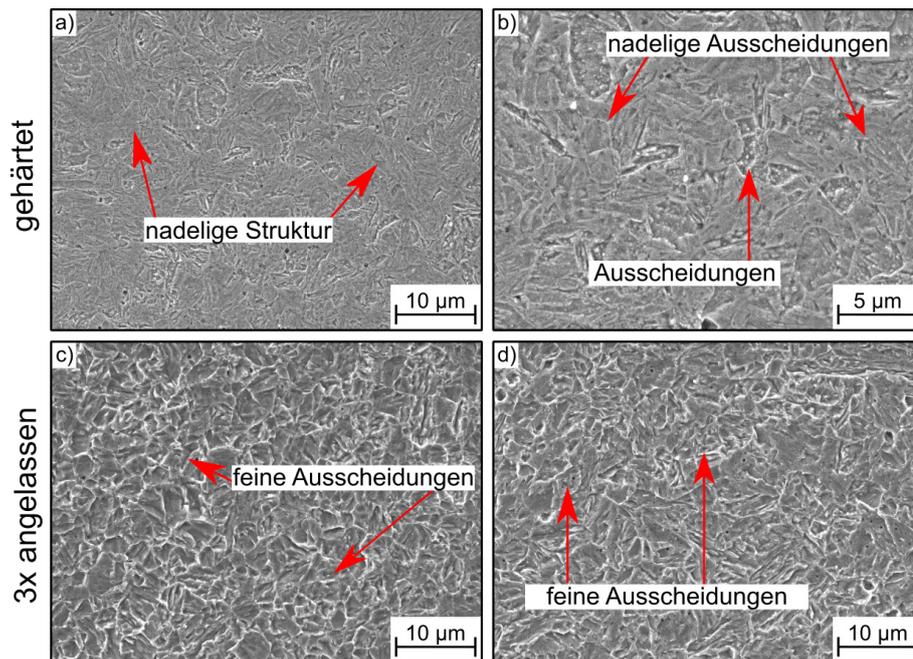


Abbildung 165: a-b) gehärtete PBF-LB/M-Proben aus einem Span-Pulver-Gemisch aus Schleifspänen der Fraktion $<45 \mu\text{m}$ und gasverdünstem WAS-Pulver aus 32CrMoV12-28 im Mischungsverhältnis 30:70 bei einer 5000fachen Vergrößerung, c-d) dreifach angelassene PBF-LB/M-Probe bei einer 5000fachen Vergrößerung.

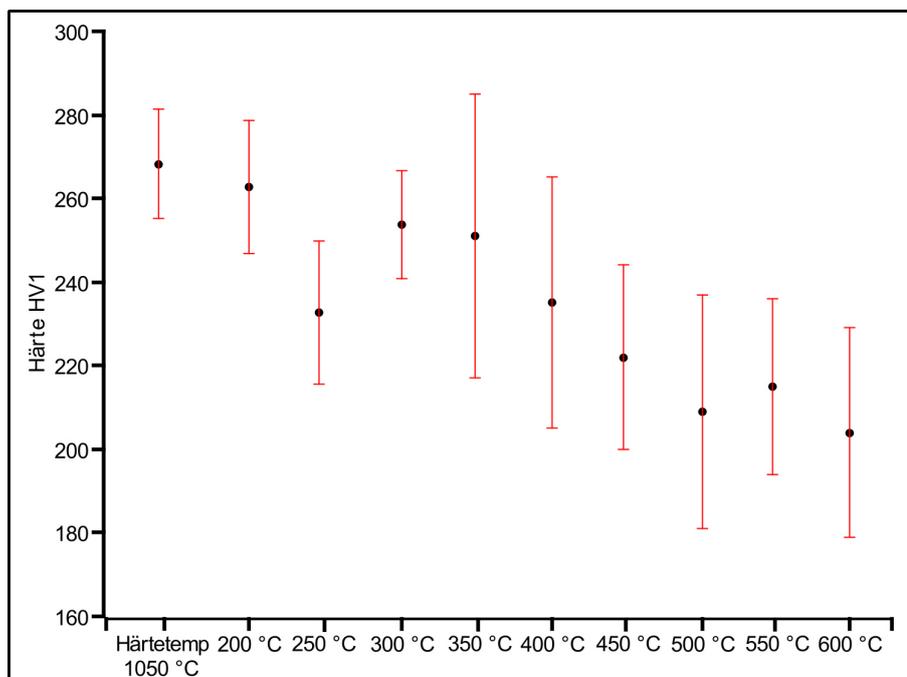


Abbildung 166: Härte-Anlasskurve einer PBF-LB/M-Probe für eine Härtetemperatur von $1050 \text{ }^\circ\text{C}$ und Anlass-temperaturen von $200 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $600 \text{ }^\circ\text{C}$.

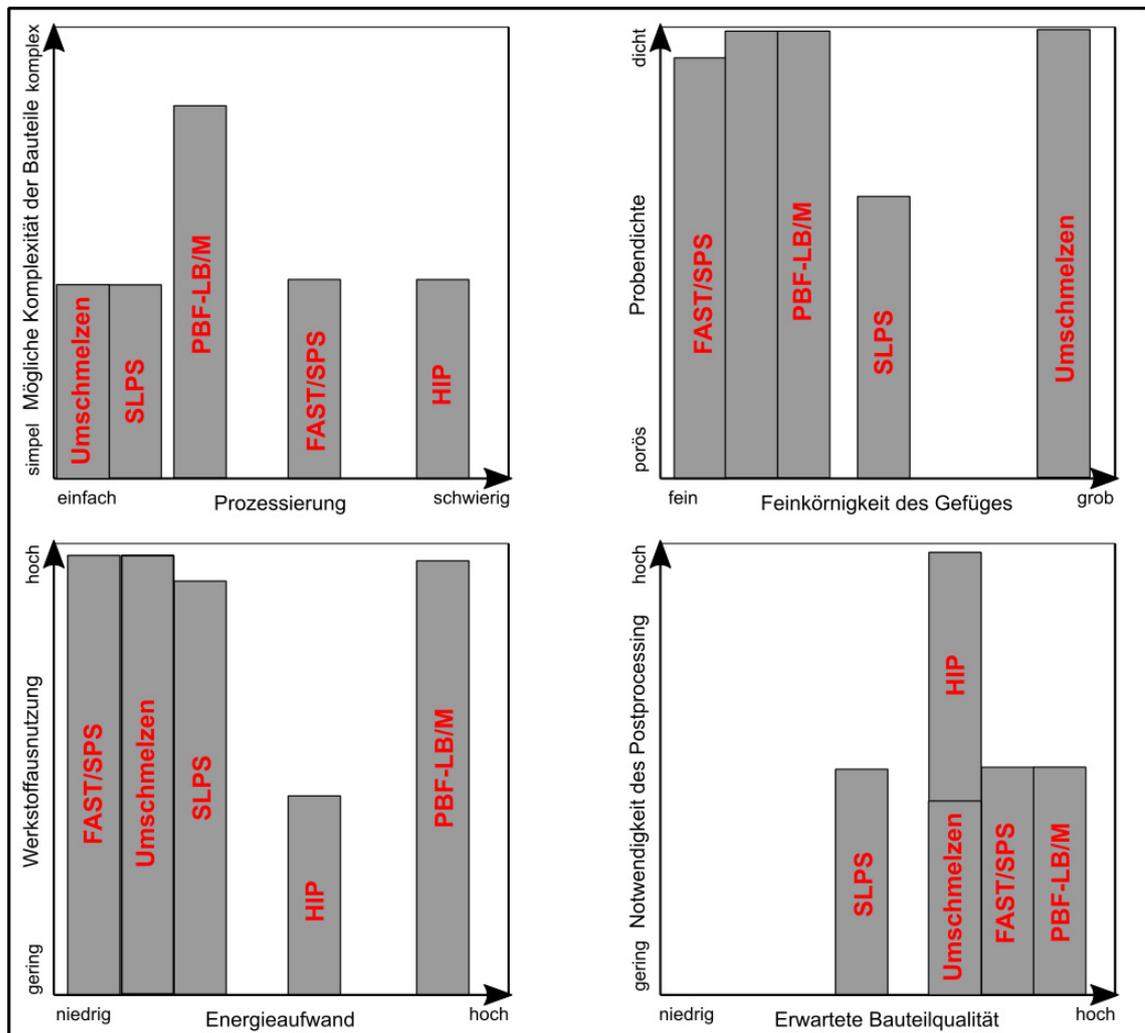


Abbildung 167: Qualitative Bewertung der Vor- und Nachteile der eingesetzten Verfahren SLPS, HIP, FAST/SPS und PBF-LB/M im Hinblick auf die Kriterien der Bauteilkomplexität, der Prozessierung, der Probedichte, der Feinkörnigkeit der Gefüge, der Werkstoffausnutzung, des Energieaufwands, des notwendigen Postprocessings und der erwarteten Bauteilqualität.

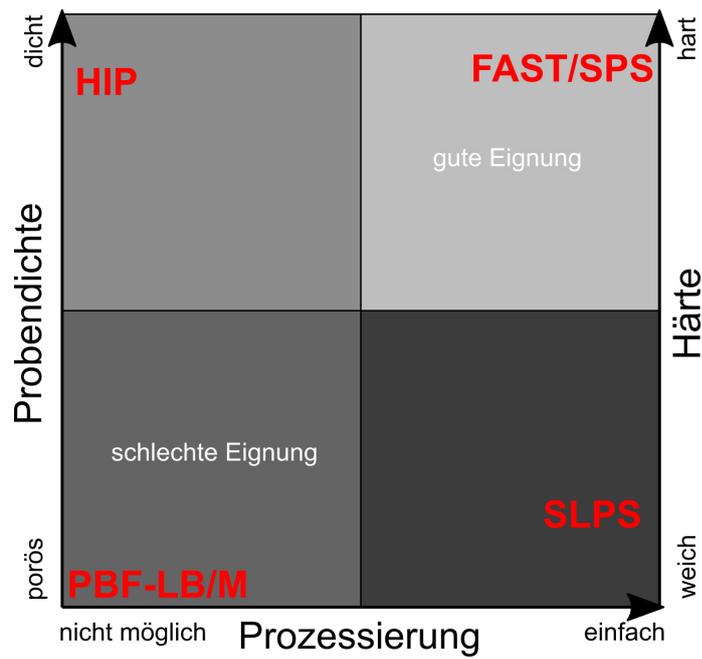


Abbildung 168: Bewertungsmatrix für die Eignung der separierten und thermisch gereinigten Schleifspäne in den untersuchten Verfahren SLPS, HIP, FAST/SPS und PBF-LB/M.

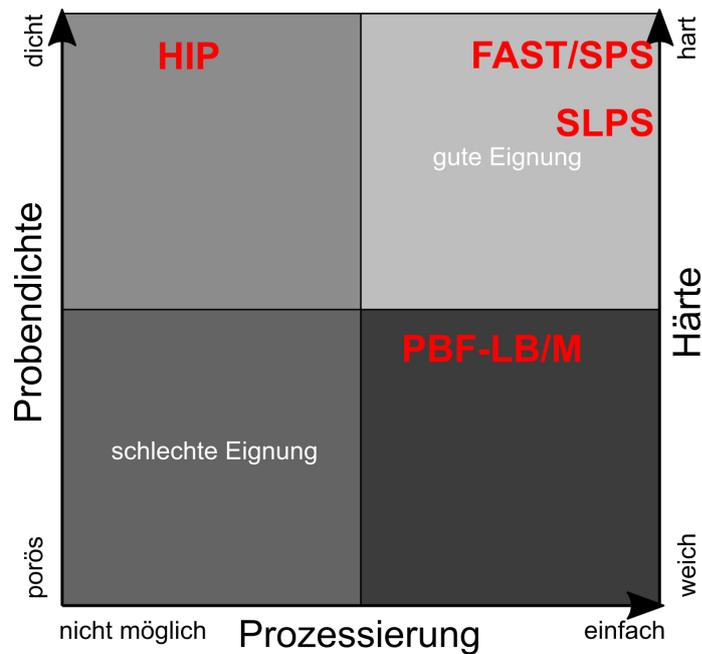


Abbildung 169: Bewertungsmatrix für die Eignung der Span-Pulver-Gemische aus Schleifspänen und gasverdüstertem Pulver in den untersuchten Verfahren SLPS, HIP, FAST/SPS und PBF-LB/M.

Literaturverzeichnis

- [1] KLOCKE, F.: *Fertigungsverfahren 2: Zerspanung mit geometrisch unbestimmter Schneide*, 6. Auflage, VDI-Buch, Berlin: Springer Vieweg, 2018
- [2] KLOCKE, F.: *Fertigungsverfahren 1 - Zerspanung mit geometrisch bestimmter Schneide*, 9. Auflage, Bd. / Fritz Klocke; Wilfried König ; 1, VDI-Buch, Berlin: Springer Vieweg, 2018
- [3] FLAPPER, S. D. P., NUNEN, J. A. und WASSENHOVE, L. N.: *Managing Closed-Loop Supply Chains*, 1. Aufl., s.l.: Springer-Verlag, 2005
- [4] COSTA, M. F., SMEKTALA, A. und STEIDLE, D.: „Waste becomes Raw Material: Recycling of Metal-containing Sludge, Powder and Dust“, in: *Recycling und Sekundärrohstoffe* (13) (2020), S. 412–422
- [5] HEINEMANN, T., HERRMANN, C. und THIEDE, S.: „Ganzheitliche Ansätze zur Erhöhung der Energie- und Ressourceneffizienz in der Produktion“, in: *Proceedings of the 10. Karlsruher Arbeitsgespräche Produktionsforschung* (2010), S. 94–101
- [6] LIEDTKE, S.: „Schleifschlammmentölung und Qualitätskontrollen der zurückgewonnenen Kühlschmierstoffe“, PhD Thesis, University of Carolo-Wilhelmina
- [7] MARTENS, H. und GOLDMANN, D.: *Recyclingtechnik*, Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2016
- [8] VDI: *VDI-Richtlinie 4800 Blatt 1: Ressourceneffizienz: Methodische Grundlagen, Prinzipien und Strategien*, Berlin, 2016
- [9] VDI: *VDI-Richtlinie 4800 Blatt 2: Ressourceneffizienz Bewertung des Rohstoffaufwands*, Berlin, 2018
- [10] VDI: *VDI-Richtlinie 4801: Ressourceneffizienz in kleinen und mittleren Unternehmen (KMU) Strategien und Vorgehensweisen zum effizienten Einsatz natürlicher Ressourcen*, Berlin, 2018
- [11] VOLKHAUSEN, W. u. a.: *Messung von Ressourceneffizienz mit der ESSENZ-Methode: Integrierte Methode zur ganzheitlichen Bewertung*, s.l.: Springer, 2016
- [12] PANEL, I. R.: *Global Resources Outlook 2019 - Natural Resources For the Future We Want*, 2019

- [13] BLEISCHWITZ, R. u. a.: *International resource politics: New challenges demanding new governance approaches for a green economy*, Bd. 26, Publication series on ecology, Berlin: Heinrich-Böll-Stiftung, 2012
- [14] INNOVATIONSFORSCHUNG, F.-I. F. S.-U. u. a.: *Rohstoffe für Zukunftstechnologien 2016: Auftragsstudie*, Bd. 28, DERA Rohstoffinformationen, Hannover: DERA, 2016
- [15] BÄUERLE, L., BEHR, M. und HÜTZ-ADAMS, F.: *Im Boden der Tatsachen: Metallische Rohstoffe und ihre Nebenwirkungen*, Siegburg: Südwind e.V, 2011
- [16] BUNDESMINISTERIUM FÜR WIRTSCHAFT UND ENERGIE: *Rohstoffstrategie der Bundesregierung: Sicherung einer nachhaltigen Rohstoffversorgung Deutschlands mit nichtenergetischen mineralischen Rohstoffen*, hrsg. von BUNDESMINISTERIUM FÜR WIRTSCHAFT UND ENERGIE, 2019
- [17] ASHBY, M. F., BALAS FERRER, D. und CORAL SEGALAS, J.: *Materials and sustainable development*, Amsterdam u. a.: Elsevier, 2016
- [18] HERRMANN, C.: *Ganzheitliches Life Cycle Management: Nachhaltigkeit und Lebenszyklusorientierung in Unternehmen*, VDI-Buch, Berlin: Springer, 2010
- [19] HERRMANN, C., HEINEMANN, T. und THIEDE, S.: „Steigerung der Energie- und Ressourceneffizienz in der Produktion“, in: *Giesserei* 102 (2) (2015), S. 90–97
- [20] VDI: *VDI-Richtlinie 4605: Nachhaltigkeitsbewertung*, Berlin, 2017
- [21] KIRCHHERR, J., REIKE, D. und HEKKERT, M.: „Conceptualizing the circular economy: An analysis of 114 definitions“, in: *Resources, Conservation and Recycling* 127 (3) (2017), S. 221–232
- [22] THONEMANN, N. und SCHUMANN, M.: „Ressourceneffizienz in der Ökobilanz“, in: *uwf UmweltWirtschaftsForum* 24 (1) (2016), S. 69–74
- [23] GILJUM, S. u. a.: „A comprehensive set of resource use indicators from the micro to the macro level“, in: *Resources, Conservation and Recycling* 55 (3) (2011), S. 300–308
- [24] HUYSMAN, S. u. a.: „Toward a systematized framework for resource efficiency indicators“, in: *Resources, Conservation and Recycling* 95 (5) (2015), S. 68–76
- [25] *DIN EN ISO 14040:2009-11, Umweltmanagement- Ökobilanz- Grundsätze und Rahmenbedingungen (ISO_14040:2006); Deutsche und Englische Fassung EN_ISO-14040:2006*, Berlin
- [26] *DIN EN ISO 14044:2018-05, Umweltmanagement- Ökobilanz- Anforderungen und Anleitungen (ISO_14044:2006_+ Amd.1:2017); Deutsche Fassung EN_ISO_14044:2006_+ A1:2018*, Berlin

- [27] CRAIGHILL, A. L. und POWELL, J. C.: „Lifecycle assessment and economic evaluation of recycling: A case study“, in: *Resources, Conservation and Recycling* 17 (2) (1996), S. 75–96
- [28] GRAEDEL, T. E. u. a.: „Methodology of metal criticality determination“, in: *Environmental science & technology* 46 (2) (2012), S. 1063–1070
- [29] LEHMANN, A. u. a.: „Social aspects for sustainability assessment of technologies—challenges for social life cycle assessment (SLCA)“, in: *The International Journal of Life Cycle Assessment* 18 (8) (2013), S. 1581–1592
- [30] FINKBEINER, M.: „Product environmental footprint—breakthrough or breakdown for policy implementation of life cycle assessment?“, in: *The International Journal of Life Cycle Assessment* 19 (2) (2014), S. 266–271
- [31] BUIJS, B., SIEVERS, H. und TERCERO ESPINOZA, L. A.: „Limits to the critical raw materials approach“, in: *Proceedings of the Institution of Civil Engineers - Waste and Resource Management* 165 (4) (2012), S. 201–208
- [32] BLENGINI, G. A. u. a.: „EU methodology for critical raw materials assessment: Policy needs and proposed solutions for incremental improvements“, in: *Resources Policy* 53 (2017), S. 12–19
- [33] *DERA-Rohstoffliste*, Bd. 40, DERA-Rohstoffinformationen, Berlin: Deutsche Rohstoffagentur (DERA) in der Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe (BGR), 2019
- [34] MITTEILUNG DER KOMMISSION AN DAS EUROPÄISCHE PARLAMENT, DEN RAT, DEN EUROPÄISCHEN WIRTSCHAFTS- UND SOZIALAUSSCHUSS UND DEN AUSSCHUSS DER REGIONEN: *Fahrplan für ein ressourcenschonendes Europa: KOM/2011/0571* engültig, 20.09.2011
- [35] BARANZELLI, C. u. a.: *Methodology for establishing the EU list of critical raw materials: Guidelines*, Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2017
- [36] MITTEILUNG DER KOMMISSION AN DAS EUROPÄISCHE PARLAMENT, DEN RAT, DEN EUROPÄISCHEN WIRTSCHAFTS- UND SOZIALAUSSCHUSS UND DEN AUSSCHUSS DER REGIONEN: *2017 list of Critical Raw Materials: KOM/2017/0490 final*, 13.09.2017
- [37] *Raw materials scoreboard 2018*, Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2018
- [38] KRONENBERG, P. u. a.: „Intelligentes Nesting in der Kreislaufwirtschaft zur Steigerung der Ressourceneffizienz“, in: *Entwerfen Entwickeln Erleben in Produktentwicklung und Design 2021*, hrsg. von STELZER, R. H. und KRZYWINSKI, J., Dresden: TUDpress, 2021, S. 673–680
- [39] POSCH, A.: *Zwischenbetriebliche Rückstandsverwertung*, 1. Aufl., Bd. v.346, neue betriebswirtschaftliche forschung (nbf), s.l.: DUV Deutscher Universitäts-Verlag, 2006
- [40] GUO, J., BAO, Y. und WANG, M.: „Steel slag in China: Treatment, recycling, and management“, in: *Waste management (New York, N.Y.)* 78 (2018), S. 318–330

- [41] SCHULZ, A. u. a.: „Wiederverwertung aufbereiteter Schleifschlämme durch thermisches Spritzen“, in: *United Thermal Spray Conference*, hrsg. von LUGSCHEIDER, E., Düsseldorf: Verl. für Schweißen und Verwandte Verfahren DVS-Verl., 1999, S. 111–116
- [42] BRINKSMEIER, E. und ECKEBRECHT, J.: „Reprocessing and Reusing the Wastes from Grinding Process“, in: *Recycling'94*, hrsg. von FELDMANN, K., 1994, S. 210–223
- [43] EIFERT, H. u. a.: „Pulvermetallurgie von Schleifschlämmen: Schleifschlamm als mögliche neue Quelle für Metallpulver“, in: *Umwelttechnik* 50 (5) (1996), S. 388–390
- [44] BRINKSMEIER, E. und ECKEBRECHT, J.: „Angepasste Verwertung von Schleifabfällen“, in: *Härtereitechnische Mitteilung HTM* 52 (4) (1997), S. 247–252
- [45] HANKEL, J., JÄGER, S. und WEBER, S.: „Development of a recycling strategy for grinding sludge using supersolidus liquid phase sintering“, in: *Journal of Cleaner Production* 263 (2) (2020), S. 121501
- [46] JÄGER, S. und WEBER, S.: „Upcycling strategy of grinding swarf by supersolidus liquid phase sintering“, in: *Procedia CIRP* 90 (1) (2020), S. 546–551
- [47] SCHEPERS, A.: *Einsatzmöglichkeiten wiedergewonnener Kühlschmierstoffe und Feststoffe aus Schleifschlämmen: Zugl.: Bremen, Univ., Diss., 2004*, Bd. 25, Forschungsberichte aus der Stiftung Institut für Werkstofftechnik Bremen, Aachen: Shaker, 2004
- [48] ECKEBRECHT, J. und BRINKSMEIER, E.: „Energie- und ressourcenschonende Fertigungsprozesse in der Metallbearbeitung“, in: *Härtereitechnische Mitteilung HTM* 56 (2) (2001), S. 126–133
- [49] BRINKSMEIER, E. und ECKEBRECHT, J.: „Energy- and Resource-saving machining processes“, in: *Production engineering* (2001), S. 21–24
- [50] BRINKSMEIER, E. und ECKEBRECHT, J.: „Fertigungsprozesse umweltverträglich gestalten“, in: *ZWF Zeitschrift für wirtschaftlichen Fabrikbetrieb* 100 (7-8) (2005), S. 397–400
- [51] BRINKSMEIER, E. und ECKEBRECHT, J.: „Forschungsansätze zur Weiterentwicklung der Schleiftechnik“, in: *Schleiftechnik tagungsband* 18 (2000), S. 1–4
- [52] BRINKSMEIER, E., ECKEBRECHT, J. und BUHR, H.: „Improving ecological aspects of the grinding process by effective waste management“, in: *Journal of Materials Processing Technology* 44 (3-4) (1994), S. 171–178
- [53] RICKEL, J., VELTL, G. und PETZOLDT, F.: „Metallographische und analytische Bewertung aufbereiteter Schleifschlamm“, in: *Fortschritte in der Metallographie*, hrsg. von KOPP, W.-U., Sonderbände der praktischen Metallographie, Frankfurt: DGM Informationsges, 1997, S. 203–210

- [54] BRINKSMEIER, E. und ECKEBRECHT, J.: „Possibilities for the Disposal of Grinding Swarf“, in: *Annals of the CIRP* 43 (2) (1994), S. 593–597
- [55] ECKEBRECHT, J.: *Umweltverträgliche Gestaltung von spanenden Fertigungsprozessen: Forschungsansätze und Wissenstransfer: Zugl.: Bremen, Univ., Diss., 2000*, Bd. 3, Forschungsberichte aus der Stiftung Institut für Werkstofftechnik Bremen, Aachen: Shaker, 2000
- [56] SCHÖN, J. u. a.: *EMSIC - ein pfiffiges Verfahren zur Entölung von Metall- und Glas-Schleifschlämmen*, 2003
- [57] ALWAEELI, M.: „The implementation of scale and steel chips waste as a replacement for raw sand in concrete manufacturing“, in: *Journal of Cleaner Production* 137 (2016), S. 1038–1044
- [58] BENDIKIENE, R., CIUPLYS, A. und KAVALIAUSKIENE, L.: „Circular economy practice: From industrial metal waste to production of high wear resistant coatings“, in: *Journal of Cleaner Production* 229 (2019), S. 1225–1232
- [59] MOHR, A. u. a.: „Rezyklieren von metallischen Spänen mittels Electro-Discharge Sintering“, in: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 45 (6) (2014), S. 552–560
- [60] KARADAG, H. B., BAHTLI, T. und KARA, M.: „The Recycling of Steel and Brass Chips to Produce Composite Materials via Cold Pressing and Sintering“, in: *The International Journal Of Engineering And Science* 5 (5) (2016), S. 1–6
- [61] RANE, K. K. und DATE, P. P.: „Sustainable Recycling of Ferrous Metallic Scrap Using Powder Metallurgy Process“, in: *Journal of Sustainable Metallurgy* 3 (2) (2017), S. 251–264
- [62] CLAUDINEY, M. u. a.: „A New Method to Recycle Stainless-Steel Duplex UNS S31803 Chips“, in: *Metals* 8 (7) (2018), S. 546
- [63] RUFFINO, B. und ZANETTI, M. C.: „Recycling of steel from grinding scraps: Reclamation plant design and cost analysis“, in: *Resources, Conservation and Recycling* 52 (11) (2008), S. 1315–1321
- [64] SHIMIZU, T. u. a.: „Recycling of Stainless Steel Grinding Sludge“, in: *Materials Science Forum* 534-536 (2007), S. 997–1000
- [65] PUNMATHARI, T. u. a.: „Co-processing of Grinding Sludge as Alternative Raw Material in Portland Cement Clinker Production“, in: *Journal of Applied Sciences* 10 (15) (2010), S. 1525–1535
- [66] INASAKI, I., TÖNSHOFF, H. K. und HOWES, T. D.: „Abrasive Machining in the Future“, in: *CIRP Annals* 42 (2) (1993), S. 723–732
- [67] BYRNE, G. und SCHOLTA, E.: „Environmentally Clean Machining Processes — A Strategic Approach“, in: *CIRP Annals* 42 (1) (1993), S. 471–474

- [68] BRINKSMIEIER, E. u. a.: „Schleifprozesse verbessern: Optimierter Einsatz von Kühlschmierstoffen“, in: *ZWF Zeitschrift für wirtschaftlichen Fabrikbetrieb* 96 (9) (2001), S. 453–457
- [69] WALTER, A.: „Wege zur ressourcenschonenden Metallbearbeitung“, in: *Mineralöltechnik* (2008), S. 3–15
- [70] *DIN 8589-0:2003-09, Fertigungsverfahren Spanen- Teil_0: Allgemeines; Einordnung, Unterteilung, Begriffe*, Berlin
- [71] FRITZ, A. H., Hrsg.: *Fertigungstechnik*, 12., neubearbeitete und ergänzte Auflage, Springer-Lehrbuch, Berlin: Springer Vieweg, 2018
- [72] *DIN 6581:1985-10, Begriffe der Zerspantechnik; Bezugssysteme und Winkel am Schneidteil des Werkzeuges*, Berlin
- [73] DIETRICH, J.: *Praxis der Zerspantechnik: Verfahren, Werkzeuge, Berechnung*, 12th ed., Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2016
- [74] DENKENA, B. und NSHOFF, H. K. T.: *Spanen: Grundlagen*, VDI-Buch, Wiesbaden: Springer Fachmedien, 2011
- [75] NAXOS-DISKUS SCHLEIFMITTELWERKE GMBH: *Schleiftechnische Grundlagen*, hrsg. von NAXOS-DISKUS SCHLEIFMITTELWERKE GMBH, Butzbach
- [76] RISSE, A.: *Fertigungsverfahren der Mechatronik, Feinwerk- und Präzisionsgerätetechnik*, Wiesbaden: Imprint Vieweg+Teubner Verlag, 2012
- [77] GIWERZEW, A.: *Spanbildungsmechanismen und tribologisches Prozeßverhalten beim Schleifen mit niedrigen Schnittgeschwindigkeiten: Zugl.: Bremen, Univ., Diss., 2003*, Bd. 19, Forschungsberichte aus der Stiftung Institut für Werkstofftechnik Bremen, Aachen: Shaker, 2003
- [78] HEISEL, U.: *Handbuch Spanen*, 2., vollst. neu bearb. Aufl., Ed. Handbuch der Fertigungstechnik, München: Hanser, 2014
- [79] BERNS, H. und THEISEN, W.: *Eisenwerkstoffe: Stahl und Gusseisen*, 4. Aufl., s.l.: Springer-Verlag, 2008
- [80] BÖGE, A.: *Das Techniker Handbuch: Ausgabe für Österreich Band 2*, 6., überarbeitete und erweiterte Auflage, Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag, 1995
- [81] THIEMANN, P., DOLLINGER, C. und GOCH, G.: „Untersuchungen zum Phänomen Schleifbrand“, in: *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* 69 (3) (2014), S. 173–181
- [82] THIEMANN, P. und STRÖBEL, G.: „Mikromagnetische und photothermische Charakterisierung thermo-mechanischer Schädigungen“, in: *tm - Technisches Messen* 80 (6) (2013), S. 206–212

- [83] SEIDEL, M. W., ZÖSCH, A. und HÄRTEL, K.: „Grinding burn inspection“, in: *Forschung im Ingenieurwesen* 82 (3) (2018), S. 253–259
- [84] KALWEIT, A., PAUL, C. und PETERS, S.: *Handbuch für Technisches Produktdesign*, VDI-Buch, Dordrecht: Springer, 2012
- [85] KOETHER, R. und SAUER, A.: *Fertigungstechnik für Wirtschaftsingenieure: Mit 406 Bildern und 41 Tabellen sowie 30 Übungsaufgaben und 53 Kontrollfragen*, 5., überarbeitete und erweiterte Auflage unter Mitarbeit von Dirk Odening, München: Hanser, 2017
- [86] BOUABID, A.: *Herstellung metallisch gebundener Schleifscheiben für das Schleifen von Riblets*, BestMasters, Wiesbaden Germany: Springer Vieweg, 2015
- [87] VERBRAUCHERSCHUTZ: *Gesetz zur Förderung der Kreislaufwirtschaft und Sicherung der umweltverträglichen Bewirtschaftung von Abfällen: Kreislaufwirtschaftsgesetz - KrWG*, 24.02.2012
- [88] BUNDESGESETZBLATT: *Gesetz über die Vermeidung und Entsorgung von Abfällen: Abfallgesetz - AbfG*, 30.08.1986
- [89] POTTING, J. u. a.: „Circular Economy: Measuring Innovation In The Product Chain“, in: *PBL Netherlands Environmental Assessment Agency* (January 2017)
- [90] MCDONOUGH, W., BRAUNGART, M. und CLINTON, B.: *The upcycle: Beyond sustainability - designing for abundance*, First edition, New York, NY und New York: Melcher Media und North Point Press, 2013
- [91] SUNG, K.: „A Review on Upcycling: Current Body of Literature, Knowledge Gaps and a Way Forward“, in: *International Conference on Environmental, Cultural, Economic and Social Sustainability*, 2015, S. 28–40
- [92] BAUMGART, M.: „Upcycle to eliminate waste“, in: *Nature* 494 (7436) (2013), S. 174–175
- [93] SHERRATT, A.: „Cradle to Cradle“, in: *Encyclopedia of Corporate Social Responsibility*, hrsg. von IDOWU, S. O. u. a., Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2013, S. 630–638
- [94] LASARIDI, K. und STENTIFORD, E.: „'Upcycling' organic waste in a world of thinly distributed resources“, in: *Waste management & research : the journal of the International Solid Wastes and Public Cleansing Association, ISWA* 29 (11) (2011), S. 1115–1116
- [95] GOMEZ, M.: „The art of upcycling: Welding trash into treasure“, in: *Welding Journal* 93 (3) (2014), S. 86–89
- [96] BRECHER, C. und WECK, M.: *Werkzeugmaschinen, Fertigungssysteme*, 9. Auflage, VDI-Buch, Berlin und Heidelberg: Springer Vieweg, 2017

- [97] LANDESANSTALT FÜR UMWELTSCHUTZ BADEN-WÜRTTEMBERG: *Handbuch Abfall 1: Beratungsprogramm zur Reststoffvermeidung und -verwertung in Baden-Württemberg - Untersuchung von Betrieben der spanenden Metallbearbeitung*, 1996
- [98] CHOW, C. und ROSEMAN, B.: „Kompakte Vorteile : Das Brikettieren zur Aufbereitung von Schleifschlämmen schont Kosten, Ressourcen und Umwelt“, in: *ReSource* 30 (2) (2017), S. 25–29
- [99] COMBOWSKIE, Z. und ORESKOVIC, E. WURSTER, B.: *Leistungsstarke, abfallfreie Feinstfiltration mit integrierter Schlammbrickettierung*, Abschlussbericht Entwicklungsprojekt, Az.: 20702, gefördert von Deutscher Bundesstiftung Umwelt (DBU), 2004
- [100] VDI: *VDI 3925 Blatt 1: Methoden zur Bewertung von Abfallbehandlungsverfahren*, Berlin, 2016
- [101] VDI: *VDI 3925 Blatt 2: Methoden zur Bewertung von Abfallbehandlungsverfahren - Beispielmrechnungen*, Berlin, 2018
- [102] GARA, S. und SCHRIMPF, S.: *Behandlung von Reststoffen und Abfällen in der Eisen- und Stahlindustrie*, Monographien / Umweltbundesamt, Bundesministerium für Umwelt, Jugend und Familie, Wien: Umweltbundesamt, 1998
- [103] *DIN EN ISO 4957:2018-11, Werkzeugstähle (ISO_4957:2018); Deutsche Fassung EN_ISO_4957:2018*, Berlin
- [104] BERNS, H.: *Stahlkunde für Ingenieure: Gefüge, Eigenschaften, Anwendungen*, Berlin, Heidelberg und s.l.: Springer Berlin Heidelberg, 1991
- [105] BARGEL, H.-J. und SCHULZE, G., Hrsg.: *Werkstoffkunde*, 12., bearbeitete Auflage, korrigierter Nachdruck, Springer-Lehrbuch, Berlin: Springer Vieweg, 2018
- [106] ZUBER, M. J.: „Werkzeugstähle mit höchster Festigkeit und Zähigkeit“, Dissertation, Leoben: Montanuniversität Leoben, Februar 2010
- [107] GOBRECHT, J.: *Werkstofftechnik - Metalle*, Oldenbourg Wissenschaftsverlag, 2009
- [108] KULMBURG, A.: „Das Gefüge der Werkzeugstähle - Ein Überblick für den Praktiker - Teil 1: Einteilung, Systematik und Wärmebehandlung der Werkzeugstähle“, in: *Praktische Metallographie* 35 (4) (1998), S. 180–202
- [109] ILSCHNER, B. und SINGER, R. F.: *Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik: Eigenschaften, Vorgänge, Technologien*, 6., überarbeitete Auflage, Berlin: Springer Vieweg, 2016
- [110] ROOS, E., MAILE, K. und SEIDENFUSS, M.: *Werkstoffkunde für Ingenieure: Grundlagen, Anwendung, Prüfung*, 6., ergänzte und bearbeitete Auflage, Lehrbuch, Berlin: Springer Vieweg, 2017

- [111] BERNIS, H. u. a.: „Gefüge und abrasiver Verschleiß von Kaltarbeitsstählen mit 12 % Cr.“, in: *Archiv für das Eisenhüttenwesen* 6 (1984), S. 267–270
- [112] BERNIS, H., GÜMPEL, P. und TROJAHN, W.: „Gefüge und Verschleiß ledeburitischer Werkzeugstähle“, in: *Thyssen Edelstahl Technische Berichte* 11 (2) (1985)
- [113] KULMBURG, A.: „Kaltarbeitsstähle“, in: *VDI-Berichte* 432 (1982), S. 31–42
- [114] BERNIS, H.: „Kaltarbeitsstähle für Schneidwerkzeuge“, in: *Werkstoffkunde der gebräuchlichen Stähle* 2 (1977), S. 205–2013
- [115] BUNGARDT, K., KUNZE, E. und HORN, E.: „Untersuchungen über den Aufbau des Systems Eisen-Chrom-Kohlenstoff“, in: *Archiv für das Eisenhüttenwesen* 29 (3) (1958), S. 193–203
- [116] WEGST, C. W. und WEGST, M.: *Stahlschlüssel: Nachschlagewerk = Key to steel = La clé des aciers*, 25. Auflage, Marbach am Neckar: Stahlschlüssel, 2019
- [117] STAUBER GMBH: *Data sheet 1.2379 (AISI D2)*, hrsg. von STAUBER GMBH, 2020
- [118] BARBIER, D.: „Extension of the Martensite Transformation Temperature Relation to Larger Alloying Elements and Contents“, in: *Advanced Engineering Materials* 16 (1) (2014), S. 122–127
- [119] BÖHLER EDELSTAHL GMBH: *Data sheet 1.2380: K190; X230CrVMo13-4*, hrsg. von BÖHLER EDELSTAHL GMBH, 2004
- [120] DÖRRENBURG EDELSTAHL GMBH: *Data sheet 1.2365: 32CrMoV12-28*, hrsg. von DÖRRENBURG EDELSTAHL GMBH, 2016
- [121] CZICHOS, H., SAITO, T. und SMITH, L.: *Springer handbook of materials measurement methods*, Springer handbooks, Berlin: Springer, 2006
- [122] SAUNDERS, N. und MIODOWNIK, A. P.: *CALPHAD (calculation of phase diagrams): A comprehensive guide*, Bd. v. 1, Pergamon materials series, Oxford und New York: Pergamon, 1998
- [123] ANDERSSON, J.-O. u. a.: „Thermo-Calc & DICTRA, computational tools for materials science“, in: *Calphad* 26 (2) (2002), S. 273–312
- [124] LUKAS, H. L., SUNDMAN, B. und FRIES, S. G.: *Computational thermodynamics: The CALPHAD method*, Cambridge: Cambridge University Press, 2007
- [125] KROUPA, A.: „Modelling of phase diagrams and thermodynamic properties using Calphad method – Development of thermodynamic databases“, in: *Computational Materials Science* 66 (May) (2013), S. 3–13
- [126] STEINBACH, I. u. a.: „CALPHAD and Phase-Field Modeling: A Successful Liaison“, in: *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 28 (1) (2007), S. 101–106

- [127] HORNBOGEN, E., EGGELER, G. und WERNER, E.: *Werkstoffe: Aufbau und Eigenschaften von Keramik-, Metall-, Polymer- und Verbundwerkstoffen*, 12., aktualisierte Auflage, Berlin: Springer Vieweg, 2019
- [128] WEISSBACH, W., DAHMS, M. und JAROSCHEK, C.: *Werkstoffe und ihre Anwendungen: Metalle, Kunststoffe und mehr*, 20., überarbeitete Auflage, SpringerLink Bücher, Wiesbaden: Springer Vieweg, 2018
- [129] ORTMANN, R.: „Wärmebehandlung und Eigenschaften eines Kaltarbeitsstahles mit 12 % Cr“, in: *Thyssen Edelstahl Technische Berichte* 3 (2) (1977), S. 140–144
- [130] HABERLING, E.: „Härtbarkeit und mechanische Eigenschaften von einigen Kaltarbeitsstählen“, in: *Thyssen Edelstahl Technische Berichte* 3 (2) (1977), S. 135–139
- [131] BERNS, H. und TROJAHN, W.: „Einfluß der Wärmebehandlung auf Restaustenitgehalt, Verschleißwiderstand und mechanische Eigenschaften ledeburitischer Chromstähle“, in: *Journal of Heat Treatment and Materials* 40 (2) (1985), S. 65–72
- [132] *DIN EN ISO 3252:2018-04, Pulvermetallurgie- Begriffe (ISO/DIS_3252:2018); Deutsche und Englische Fassung prEN_ISO_3252:2018*, Berlin
- [133] SCHATT, W., WIETERS, K.-P. und KIEBACK, B.: *Pulvermetallurgie: Technologien und Werkstoffe*, 1. Aufl., VDI-Buch, s.l.: Springer-Verlag, 2007
- [134] GERMAN, R. M.: *Powder metallurgy and particulate materials processing: The processes, materials, products, properties, and applications*, Princeton, NJ: Metal Powder Industries Fed, 2005
- [135] BEISS, P.: *Pulvermetallurgische Fertigungstechnik*, 2. Aufl., s.l.: Springer-Verlag, 2013
- [136] KLOCKE, F.: *Fertigungsverfahren 5 - Gießen und Pulvermetallurgie: Technologien und Werkstoffe*, 5. Auflage, Bd. / Fritz Klocke ; 5, VDI Buch, Berlin: Springer Vieweg, 2018
- [137] WEBER, S.: *Gezielte Ausnutzung des Stofftransportes zur Herstellung neuartiger PM-Hartverbundwerkstoffe auf Eisenbasis: Zugl.: Bochum, Univ., Diss., 2006*, Als Ms. gedr, Bd. 720, Fortschritt-Berichte VDI Reihe 5, Grund- und Werkstoffe, Kunststoffe, Düsseldorf: VDI-Verl., 2006
- [138] FISCHMEISTER, H.: „Modern Techniques For Powder Metallurgical Fabrication of Low-Alloy and Tool Steels“, in: *Annual Review of Material Science* (1975), S. 151–175
- [139] ROBERTS, P. und FERGUSON, B.: „Extrusion of metal powders“, in: *International Materials Review* 36 (2) (1991), S. 62–79
- [140] WILMES, S.: „Pulvermetallurgische Werkzeugstähle – Herstellung, Eigenschaften und Anwendung“, in: *Stahl und Eisen* 1 (1990)

- [141] GERKIN, L.: „Powder from metal and ceramic melts by laminar gas streams at supersonic speeds“, in: *Powder Metallurgy Internation* 25 (2) (1993)
- [142] LAWLEY, A.: *Atomization: The production of metal powders*, Bd. 1, Monographs in P/M series, Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation, 1992
- [143] CAPUS, J. M.: *Metal powders: A global survey of production, applications, and markets, 1992-2001*, 2nd ed., Oxford, UK: Elsevier Advanced Technology, 1996
- [144] *DIN EN ISO/ASTM 52907:2020-05, Additive Fertigung- Ausgangswerkstoffe- Verfahren zur Charakterisierung von Metallpulvern (ISO/ASTM 52907:2019); Deutsche Fassung EN-ISO/ASTM 52907:2019*, Berlin
- [145] *DIN EN ISO 3923-1:2018-10, Metallpulver- Ermittlung der Füllsdichte- Teil.1: Trichterverfahren (ISO-3923-1:2018); Deutsche Fassung EN-ISO-3923-1:2018*, Berlin
- [146] *DIN EN ISO 4497:2020-10, Metallpulver- Bestimmung der Teilchengröße durch Trockensiebung (ISO-4497:2020); Deutsche Fassung EN-ISO-4497:2020*, Berlin
- [147] *DIN EN ISO 3953:2011-05, Metallpulver- Bestimmung der Klopfdichte (ISO-3953:2011); Deutsche Fassung EN-ISO-3953:2011*, Berlin
- [148] *DIN EN ISO 4490:2018-08, Metallpulver- Bestimmung der Durchflussrate mit Hilfe eines kalibrierten Trichters (Hall flowmeter) (ISO-4490:2018); Deutsche Fassung EN-ISO-4490:2018*, Berlin
- [149] SCHATT, W.: *Sintervorgänge: Grundlagen*, Düsseldorf: VDI-Verl., 1992
- [150] BOLLINA, R.: *In situ evaluation of supersolidus liquid phase sintering phenomena of stainless steel 316L: Densification and distortion*, 2005
- [151] GERMAN, R. M.: „Supersolidus Liquid-Phase Sintering of Prealloyed Powders“, in: *Metallurgical And Materials Transactions A* 28 (7) (1997), S. 1553–1567
- [152] GERMAN, R. M.: „Supersolidus Liquid Phase Sintering Part II: Densification Theory“, in: *International Journal of Powder Metallurgy* 26 (1) (1990), S. 35–43
- [153] WEBER, S. und THEISEN, W.: „Grundlagen, Herstellung und Anwendungsaspekte des Supersolidus Flüssigphasensinterns von hochlegierten Werkzeugstählen und Metall-Matrix-Verbundwerkstoffen“, in: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 38 (6) (2007), S. 442–452
- [154] GERMAN, R. M.: *Liquid Phase Sintering*, Boston, MA und s.l.: Springer US, 1985
- [155] MEHRER, H.: *Diffusion in Solids: Fundamentals, Methods, Materials, Diffusion-Controlled Processes*, Bd. 155, Springer Series in Solid-State Sciences, Berlin Heidelberg: Springer-Verlag GmbH, 2007

- [156] LEFOR, K.: *Gezielte Nutzung der Gas-Festkörperinteraktion während des Sinterns hochlegierter Stähle unter Stickstoff*, 1. Auflage, Bochum: Ruhr Universität Bochum - Lehrstuhl Werkstofftechnik, 2015
- [157] GERMAN, R. M.: „The Use of Phase Diagrams in Predicting Sintering Behavior“, Diss., Troy: Rensselaer, 1986
- [158] BOUSACK, H.: *Das heißisostatische Pressen (HIP) - Technik, Anwendungsmöglichkeiten und Wirtschaftlichkeit*, hrsg. von SPEZIELLE BERICHTE DER KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH, Jülich, 1985
- [159] IGLESIAS FIGUEREDO, E. C. J.: „HIP-Prozess für offen porösen Stahl X20Cr13“, Dissertation, Aachen: Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 2006
- [160] FRENKEL, J. J.: „Viscous flow of crystalline bodies under the action of surface tension“, in: *Journal of Physics* 9 (1945), S. 385
- [161] SCHATT, W.: „Sintervorgänge Grundlagen“, in: *Materials and Corrosion* 44 (1) (1994), S. 39
- [162] VDI: *VDI-Richtlinie 3405: Additive Fertigungsverfahren - Grundlagen, Begriffe, Verfahrensbeschreibung*, Berlin, 2014
- [163] GIBSON, I., ROSEN, D. und STUCKER, B.: *Additive manufacturing technologies: 3D printing, rapid prototyping and direct digital manufacturing*, Second Edition, New York u. a.: Springer, 2015
- [164] *DIN EN ISO/ASTM 52900:2018-06, Additive Fertigung- Grundlagen- Terminologie (ISO/ASTM DIS_52900:2018); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO/ASTM 52900:2018*, Berlin
- [165] KADDAR, W.: „Die generative Fertigung mittels Laser-Sintern: Scanstrategien, Einflüsse verschiedener Prozessparameter auf die mechanischen und optischen Eigenschaften beim LS von Thermoplasten und deren Nachbearbeitungsmöglichkeiten“, Dissertation, Duisburg-Essen: Universität Duisburg-Essen, 2010
- [166] SPIERINGS, A. und LEVY, G. N.: „Rapid Manufacturing - auch mit SLM“, in: *RT eJournal - Fachforum für Rapid Technologie* 6 (2009)
- [167] POPRAWA, R.: *Lasertechnik für die Fertigung: Grundlagen, Perspektiven und Beispiele für den innovativen Ingenieur ; mit 26 Tabellen*, VDI-Buch, Berlin: Springer, 2005
- [168] BALDINGER, M.: „3D-Drucker revolutionieren die Supply Chain“, in: *GS1 Network* 2 (2014), S. 21-24

- [169] ABELE, E. und KNIEKAMP, M.: „Einordnung und Ausblick von Additiven Fertigungsverfahren aus produktionstechnischer Sicht“, in: *3D-Additive Manufacturing - Herstellungstechnologie der Zukunft*, 2014
- [170] BERGER, U., HARTMANN, A. und SCHMID, D.: *Additive Fertigungsverfahren: Rapid prototyping, rapid tooling, rapid manufacturing ; mit Bilder-CD*, 1. Aufl., Bibliothek des technischen Wissens, Haan-Gruiten: Verl. Europa Lehrmittel, 2013
- [171] FASTERMANN, P.: *3D-Druck/Rapid Prototyping: Eine Zukunftstechnologie - kompakt erklärt*, X.media.press, Berlin, Heidelberg: Springer, 2012
- [172] GEBHARDT, A.: *Generative Fertigungsverfahren: Additive Manufacturing und 3D Drucken für Prototyping ; Tooling ; Produktion*, 1. Aufl., s.l.: Carl Hanser Fachbuchverlag, 2013
- [173] POPRAWE, R. u. a.: „Direct, Mold-Less Production Systems“, in: *Integrative Production Technology*, hrsg. von BRECHER, C. und ÖZDEMİR, D., Bd. 364, Cham: Springer International Publishing, 2017, S. 23–111
- [174] LEVY, G. N., SCHINDEL, R. und KRUTH, J. P.: „RAPID MANUFACTURING AND RAPID TOOLING WITH LAYER MANUFACTURING (LM) TECHNOLOGIES, STATE OF THE ART AND FUTURE PERSPECTIVES“, in: *CIRP Annals* 52 (2) (2003), S. 589–609
- [175] BALDINGER, M.: „Ansätze zum Management der Additive Manufacturing Supply Chain“, in: *RT eJournal - Fachforum für Rapid Technologie* (2015)
- [176] KELLNER, I. N.: *Materialsysteme für das pulverbettbasierte 3D-Drucken: Zugl.: München, Techn. Univ., Diss., 2012*, Bd. 266, Forschungsberichte IWB, München: Utz, 2013
- [177] WEGENER, M.: „Ressourceneffiziente Gestaltung von Prozessketten mit additiven Fertigungsverfahren“, Dissertation, Aachen: RWTH Aachen, 2016
- [178] VDI: *Statusreport - Additive Fertigungsverfahren*, 2014
- [179] OTT, M.: *Multimaterialverarbeitung bei der additiven strahl- und pulverbettbasierten Fertigung: Zugl.: München, Techn. Univ., Diss., 2012*, Bd. 264, Forschungsberichte IWB, München: Utz, 2012
- [180] *DIN EN ISO 3923-2:1987-08, Metallpulver- Ermittlung der Füllichte; Scott-Volumeter-Verfahren*, Berlin, 1987
- [181] VDI: *VDI 3405 Blatt 2.3: Additive Fertigungsverfahren - Strahlschmelzen metallischer Bauteile - Charakterisierung von Pulverwerkstoffen*, Berlin, 2018
- [182] *DIN EN ISO 13517:2013-08, Metallpulver- Ermittlung der Durchflussrate mit Hilfe eines kalibrierten Trichters (Gustavsson flowmeter) (ISO_13517:2013); Deutsche Fassung EN_ISO_13517:2013*, Berlin

- [183] WOHLERS, T. und CAMPBELL, R. I.: *Wohlers report 2016: 3D printing and additive manufacturing state of the industry : annual worldwide progress report*, Fort Collins (Colo.): Wohlers Associates, 2016
- [184] WOHLERS, T. und CAMPBELL, R. I.: *Wohlers report 2017: 3D printing and additive manufacturing state of the industry : annual worldwide progress report*, Fort Collins, Colo.: Wohlers Associates, Inc, 2017
- [185] WOHLERS, T. T. und CAMPBELL, R. I.: *WOHLERS REPORT 2018: 3d printing and additive manufacturing state of the industry*, FORT COLLINS: Wohlers Associates, 2018
- [186] WOHLERS, T. T. und CAMPBELL, R. I.: *Wohlers report 2019: 3D printing and additive manufacturing state of the industry*, Fort Collins, Colorado: Wohlers Associates, 2019
- [187] WOHLERS, T. u. a.: *Wohlers report 2020: 3D printing and additive manufacturing state of the industry*, Fort Collins Colo: Wohlers Associates, 2020
- [188] GERMAN, R. M.: „Supersolidus Liquid Phase Sintering Part I: Process Review“, in: *International Journal of Powder Metallurgy* 26 (1990), S. 23–34
- [189] BLÜM, M.: „Neuartige Schichtverbundwerkstoffe zur Standzeiterhöhung verschleißbeanspruchter Werkzeuge für die Mineralverarbeitung“, Dissertation, Ruhr-Universität
- [190] *DIN 8580:2003-09, Fertigungsverfahren_- Begriffe, Einteilung*, Berlin
- [191] ARZT, E.: „Optimierung der HIP-Parameter unter Berücksichtigung der Verdichtungsmechanismen“, in: *Keramische Zeitschrift* 37 (7) (1985), S. 350–353
- [192] ROTTSTEGGE, A. K.: „Strukturbildungsprozesse von Eisenbasislegierungen beim heißisostatischen Pressen“, Dissertation, Bochum: Ruhr-Universität Bochum, 2017
- [193] SWINKELS, F. B. u. a.: „Mechanisms of hot-isostatic pressing“, in: *Acta Metallurgica* 31 (11) (1983), S. 1829–1840
- [194] PACKEISEN, A., THEISEN, W. und WEBER, S.: „New Cold Work Tool Steel Powders for Hardening in HIP Units“, in: *Proceedings of the International Conference on Hot Isostatic Pressing*, 2005
- [195] WEDDELING, A. und THEISEN, W.: „Energy and time saving processing: A combination of hot isostatic pressing and heat treatment“, in: *Metal Powder Report* 72 (5) (2017), S. 345–348
- [196] ORRÙ, R. u. a.: „Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering“, in: *Materials Science and Engineering: R: Reports* 63 (4-6) (2009), S. 127–287

- [197] KIEBACK, B. und TRAPP, J.: „Grundlegende Prozesse beim Spark Plasma Sintern“, in: *Sintern - der zentrale Prozess der Pulvermetallurgie*, hrsg. von KOLASKA, H., Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis, Rheine: Heimdall, 2011, S. 47–75
- [198] GARAY, J. E.: „Current-Activated, Pressure-Assisted Densification of Materials“, in: *Annual Review of Materials Research* 40 (1) (2010), S. 445–468
- [199] GRASSO, S., SAKKA, Y. und MAIZZA, G.: „Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906-2008“, in: *Science and technology of advanced materials* 10 (5) (2009), S. 053001
- [200] MUNIR, Z. A., ANSEMI-TAMBURINI, U. und OHYANAGI, M.: „The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method“, in: *Journal of Materials Science* 41 (3) (2006), S. 763–777
- [201] MUNIR, Z. A., QUACH, D. V. und OHYANAGI, M.: „Electric Current Activation of Sintering: A Review of the Pulsed Electric Current Sintering Process“, in: *Journal of the American Ceramic Society* 94 (1) (2011), S. 1–19
- [202] GUILLON, O. u. a.: „Field-Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering: Mechanisms, Materials, and Technology Developments“, in: *Advanced Engineering Materials* 16 (7) (2014), S. 830–849
- [203] VDI: *VDI-Richtlinie 3405 Blatt 2: Additive Fertigungsverfahren - Strahlschmelzen metallischer Bauteile - Qualifizierung, Qualitätssicherung und Nachbearbeitung*, Berlin, 2013
- [204] KRUTH, J.-P. u. a.: „Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting“, in: *Rapid Prototyping Journal* 11 (1) (2005), S. 26–36
- [205] RICHARD, H. A., SCHRAMM, B. und ZIPSNER, T., Hrsg.: *Additive Fertigung von Bauteilen und Strukturen*, Wiesbaden: Springer Vieweg, 2017
- [206] WAGNER, C.: *Untersuchungen zum selektiven Lasersintern von Metallen: Zugl.: Aachen, Techn. Hochsch., Diss., 2002*, Bd. 2003,11, Berichte aus der Produktionstechnik, Aachen: Shaker, 2003
- [207] SONG, Y.-A.: *Selektives Lasersintern metallischer Prototypen: Zugl.: Aachen, Techn. Hochsch., Diss., 1995*, Als Ms. gedr, Bd. 96,2, Berichte aus der Produktionstechnik, Aachen: Shaker, 1996
- [208] MEINERS, W.: „Direktes selektives Laser Sintern einkomponentiger metallischer Werkstoffe“, Dissertation, Aachen: Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 1999
- [209] GEBHARDT, A. u. a.: „Additive Manufacturing by selective laser melting the realizer desktop machine and its application for the dental industry“, in: *Physics Procedia* 5 (2010), S. 543–549
- [210] LI, R. u. a.: „Densification behavior of gas and water atomized 316L stainless steel powder during selective laser melting“, in: *Applied Surface Science* 256 (13) (2010), S. 4350–4356

- [211] KRUTH, J.-P. u. a.: „Consolidation phenomena in laser and powder-bed based layered manufacturing“, in: *CIRP Annals* 56 (2) (2007), S. 730–759
- [212] YADROITSEV, I. und SMUROV, I.: „Selective laser melting technology: From the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape“, in: *Physics Procedia* 5 (4) (2010), S. 551–560
- [213] KRUTH, J. P. u. a.: „Selective laser melting of iron-based powder“, in: *Journal of Materials Processing Technology* 149 (1-3) (2004), S. 616–622
- [214] YADROITSEV, I., BERTRAND, P. und SMUROV, I.: „Parametric analysis of the selective laser melting process“, in: *Applied Surface Science* 253 (19) (2007), S. 8064–8069
- [215] EISEN, M. A.: *Optimierte Parameterfindung und prozessorientiertes Qualitätsmanagement für das Selective-Laser-Melting-Verfahren: Zugl.: Duisburg-Essen, Univ., Diss., 2009*, Berichte aus der Fertigungstechnik, Aachen: Shaker-Verl., 2010
- [216] OVER, C.: *Generative Fertigung von Bauteilen aus Werkzeugstahl X38CrMoV5-1 und Titan TiAl6V4 mit Selective Laser Melting: Zugl.: Aachen, Techn. Hochsch., Diss., 2003*, Berichte aus der Lasertechnik, Aachen: Shaker, 2003
- [217] BECKER, D.: *Selektives Laserschmelzen von Kupfer und Kupferlegierungen: Zugl.: Aachen, Techn. Hochsch., Diss., 2014*, 1. Aufl., Ergebnisse aus der Lasertechnik, Aachen: Apprimus-Verl., 2014
- [218] ERAGUBI, M.: „Slicing 3D CAD Model in STL Format and Laser Path Generation“, in: *International Journal of Innovation, Management and Technology* (2013)
- [219] KAI, C. und JACOB, G, MEI, T.: „Interface Between CAD and Rapid Prototyping Systems. Part 1: A Study of Existing Interfaces“, in: *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* (1997), S. 566–570
- [220] KONRAD, C., ZHANG, Y. und SHI, Y.: „Melting and resolidification of a subcooled metal powder particle subjected to nanosecond laser heating“, in: *International Journal of Heat and Mass Transfer* 50 (11-12) (2007), S. 2236–2245
- [221] KRUTH, J. P. u. a.: „Lasers and materials in selective laser sintering“, in: *Assembly Automation* 23 (4) (2003), S. 357–371
- [222] STREEK, A., REGENFUSS, P. und EXNER, H.: „Fundamentals of Energy Conversion and Dissipation in Powder Layers during Laser Micro Sintering“, in: *Physics Procedia* 41 (2013), S. 858–869

- [223] GUSAROV, A. V. und KRUTH, J.-P.: „Modelling of radiation transfer in metallic powders at laser treatment“, in: *International Journal of Heat and Mass Transfer* 48 (16) (2005), S. 3423–3434
- [224] TOLOCHKO, N. K. u. a.: „Absorptance of powder materials suitable for laser sintering“, in: *Rapid Prototyping Journal* 6 (3) (2000), S. 155–161
- [225] BEYER, E.: *Schweißen mit Laser: Grundlagen*, Laser in Technik und Forschung, Berlin und Heidelberg: Springer, 1995
- [226] PEDROTTI, F. L. u. a.: *Optik für Ingenieure: Grundlagen*, 4., bearb. Aufl., Berlin: Springer, 2008
- [227] TOLOCHKO, N. K. u. a.: „Mechanisms of selective laser sintering and heat transfer in Ti powder“, in: *Rapid Prototyping Journal* 9 (5) (2003), S. 314–326
- [228] STEPHAN, P. u. a.: *Thermodynamik: Grundlagen und technische Anwendungen Band 1: Einstoffsysteme*, 19., ergänzte Aufl. 2013, Springer-Lehrbuch, Berlin, Heidelberg und s.l.: Springer Berlin Heidelberg, 2013
- [229] HÜGEL, H. und GRAF, T.: *Laser in der Fertigung: Grundlagen der Strahlquellen, Systeme, Fertigungsverfahren*, 3., überarb. und erw. Aufl., Lehrbuch, Wiesbaden: Springer Vieweg, 2014
- [230] GUSAROV, A. V. u. a.: „Model of Radiation and Heat Transfer in Laser-Powder Interaction Zone at Selective Laser Melting“, in: *Journal of Materials Processing Technology* 131 (7) (2009), S. 1459
- [231] GUSAROV, A. V. u. a.: „Heat transfer modelling and stability analysis of selective laser melting“, in: *Applied Surface Science* 254 (4) (2007), S. 975–979
- [232] GASCH, M.: *Ein Modell des Lasersintermechanismus von metallischen Pulvern*, hrsg. von INSTITUT FÜR MASCHINENWESEN DER TECHNISCHEN UNIVERSITÄT CLAUSTHAL, Clausthal, 2013
- [233] SPIERINGS, A. und LEVY, G.: „Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with selective laser melting using different powder grades“, in: *Solid freeform fabrication proceedings*, hrsg. von BOURELL, D. L. u. a., Austin: University of Texas at Austin, 2009, S. 342–353
- [234] GLÄSER, T.: *Untersuchungen zum Lasersintern von Wolframkarbid-Kobalt: Zugl.: Aachen, Techn. Hochsch., Diss., 2010*, 1. Aufl., Bd. 2010,21, Ergebnisse aus der Produktionstechnik Technologie der Fertigungsverfahren, Aachen: Apprimus-Verl., 2010

- [235] MEINDL, M.: *Beitrag zur Entwicklung generativer Fertigungsverfahren für das Rapid Manufacturing: Zugl.: München, Techn. Univ., Diss., 2004*, Bd. 187, Forschungsberichte / IWB, München: Utz, 2005
- [236] TOLOCHKO, N. K. u. a.: „Balling processes during selective laser treatment of powders“, in: *Rapid Prototyping Journal* 10 (2) (2004), S. 78–87
- [237] CHIVEL, Y.: „Ablation phenomena and instabilities under laser melting of powder layers“, in: *Proceedings of the 8th International Conference on Photonic Technologies*, 2014
- [238] LIU, Y. u. a.: „Investigation into spatter behavior during selective laser melting of AISI 316L stainless steel powder“, in: *Materials & Design* 87 (9–12) (2015), S. 797–806
- [239] GU, D. und SHEN, Y.: „Balling phenomena in direct laser sintering of stainless steel powder: Metallurgical mechanisms and control methods“, in: *Materials & Design* 30 (8) (2009), S. 2903–2910
- [240] LI, R. u. a.: „Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process“, in: *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 59 (9-12) (2012), S. 1025–1035
- [241] MERCELIS, P. und KRUTH, J.-P.: „Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting“, in: *Rapid Prototyping Journal* 12 (5) (2006), S. 254–265
- [242] *DIN 66165-1:2016-08, Partikelgrößenanalyse- Siebanalyse- Teil.1: Grundlagen*, Berlin
- [243] *DIN 66165-2:2016-08, Partikelgrößenanalyse- Siebanalyse- Teil.2: Durchführung*, Berlin
- [244] *DIN ISO 6106:2015-11, Schleifmittel- Überprüfung der Korngrößen von Diamant oder kubischem Bornitrid (ISO_6106:2013)*, Berlin
- [245] *DIN ISO 6344-1:2000-04, Schleifmittel auf Unterlagen- Korngrößenanalyse- Teil.1: Prüfung der Korngrößenverteilung (ISO_6344-1:1998)*, Berlin
- [246] *DIN ISO 6344-2:2000-04, Schleifmittel auf Unterlagen- Korngrößenanalyse- Teil.2: Bestimmung der Korngrößenverteilung der Makrokörnungen_P.12 bis_P.220 (ISO_6344-2:1998)*, Berlin
- [247] *DIN ISO 6344-3:2000-04, Schleifmittel auf Unterlagen- Korngrößenanalyse- Teil.3: Bestimmung der Korngrößenverteilung der Makrokörnungen_P.240 bis_P.2500*, Berlin, 2000
- [248] *DIN EN 13925-1:2003-07, Zerstörungsfreie Prüfung- Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien- Teil.1: Allgemeine Grundlagen; Deutsche Fassung EN_13925-1:2003*, Berlin

- [249] *DIN EN 13925-2:2003-07, Zerstörungsfreie Prüfung.- Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien.- Teil_2: Verfahrensabläufe; Deutsche Fassung EN_13925-2:2003*, Berlin
- [250] *DIN EN 13925-3:2005-07, Zerstörungsfreie Prüfung.- Röntgendiffraktometrie von polykristallinen und amorphen Materialien.- Teil_3: Geräte; Deutsche Fassung EN_13925-3:2005*, Berlin
- [251] *DIN EN ISO 9556:2002-04, Stahl und Eisen.- Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts.- Verfahren mit Infrarotabsorption nach Verbrennung im Induktionsofen (ISO_9556:1989); Deutsche Fassung EN_ISO_9556:2001*, Berlin
- [252] *DIN EN 10036:1990-04, Chemische Analyse von Eisen- und Stahlwerkstoffen; Ermittlung des Gesamtkohlenstoffgehalts von Stahl und Roheisen; Gewichtsanalytische Ermittlung nach Verbrennung im Sauerstoffstrom; Deutsche Fassung EN_10036:1989*, Berlin
- [253] *DIN 51007:2019-04, Thermische Analyse_(TA)- Differenz-Thermoanalyse_(DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie_(DSC)- Allgemeine Grundlagen*, Berlin
- [254] *DIN 51007-2:2020-11, Thermische Analyse_(TA)- Differenz-Thermoanalyse_(DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie_(DSC)- Teil_2: Schnelle Dynamische Differenzkalorimetrie (f-DSC); Chip Kalorimetrie*, Berlin
- [255] SCHUBERT, H.: *Handbuch der Mechanischen Verfahrenstechnik*, Hoboken: John Wiley & Sons, 2012
- [256] THERMO-CALC: *TCTe9: TCS Steel and Fe-alloys Database: Extended Information*, ThermoCalc
- [257] *DIN 66137-1:2019-03, Bestimmung der Dichte fester Stoffe.- Teil_1: Grundlagen*, Berlin
- [258] *DIN 66137-3:2019-03, Bestimmung der Dichte fester Stoffe.- Teil_3: Gasauftriebsverfahren*, Berlin
- [259] *DIN 51008-1:2004-05, Optische Emissionsspektrometrie (OES)- Teil_1: Begriffe für Systeme mit Funken und Niederdruckentladungen*, Berlin
- [260] *DIN 17021-1:1976-02, Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen; Werkstoffauswahl, Stahlauswahl aufgrund der Härbarkeit*, Berlin
- [261] *DIN 17022-1:1994-10, Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen.- Verfahren der Wärmebehandlung.- Teil_1: Härten, Bainitisieren, Anlassen und Vergüten von Bauteilen*, Berlin
- [262] *DIN 17022-2:1986-06, Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen; Verfahren der Wärmebehandlung; Härten und Anlassen von Werkzeugen*, Berlin

- [263] *DIN EN ISO 6507-1:2018-07, Metallische Werkstoffe- Härteprüfung nach Vickers- Teil.1: Prüfverfahren (ISO_6507-1:2018); Deutsche Fassung EN_ISO_6507-1:2018*, Berlin
- [264] *DIN EN ISO 6507-2:2018-07, Metallische Werkstoffe- Härteprüfung nach Vickers- Teil.2: Überprüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinen (ISO_6507-2:2018); Deutsche Fassung EN_ISO_6507-2:2018*, Berlin
- [265] *DIN EN ISO 6507-3:2018-07, Metallische Werkstoffe- Härteprüfung nach Vickers- Teil.3: Kalibrierung von Härtevergleichsplatten (ISO_6507-3:2018); Deutsche Fassung EN_ISO_6507-3:2018*, Berlin
- [266] *DIN EN ISO 6507-4:2018-07, Metallische Werkstoffe- Härteprüfung nach Vickers- Teil.4: Tabellen zur Bestimmung der Härtewerte (ISO_6507-4:2018); Deutsche Fassung EN_ISO_6507-4:2018*, Berlin
- [267] HOFFMEISTER, H.-W. und DENKENA, B.: *Jahrbuch Schleifen, Honen, Läppen und Polieren: Verfahren und Maschinen*, 69. Auflage, Essen: Vulkan-Verlag GmbH, 2020
- [268] RAHÄUSER, R.: „Energieeffizienter Betrieb von Kühlschmierstoff-Reinigungsanlagen mit Anschwemmfiltern“, Dissertation, Stuttgart: Universität Stuttgart
- [269] REZNIK, G., KLENK, U. und SCHMIDT, E.: „Untersuchungen zur Staubungsneigung von Braunkohle unterschiedlicher Feuchte“, in: *Chemie Ingenieur Technik* 78 (12) (2006), S. 1885–1889
- [270] GREEFF, A. P., LOUW, C. W. und SWART, H. C.: „The oxidation of industrial FeCrMo steel“, in: *Corrosion Science* 42 (10) (2000), S. 1725–1740
- [271] LEUNG, C. L. A. u. a.: „The effect of powder oxidation on defect formation in laser additive manufacturing“, in: *Acta Materialia* 166 (2019), S. 294–305
- [272] LU, Y. F. u. a.: „Mechanism of and method to avoid discoloration of stainless steel surfaces in laser cleaning“, in: *Applied Physics A: Materials Science & Processing* 64 (6) (1997), S. 573–578
- [273] CUI, C. Y. u. a.: „Surface oxidation phenomenon and mechanism of AISI 304 stainless steel induced by Nd:YAG pulsed laser“, in: *Applied Surface Science* 305 (2014), S. 817–824
- [274] XIONG, Y. und PRATSINIS, S. E.: „Formation of agglomerate particles by coagulation and sintering—Part I. A two-dimensional solution of the population balance equation“, in: *Journal of Aerosol Science* 24 (3) (1993), S. 283–300
- [275] MIRZABABAEI, S., PAUL, B. K. und PASEBANI, S.: „Metal Powder Recyclability in Binder Jet Additive Manufacturing“, in: *JOM* 72 (9) (2020), S. 3070–3079
- [276] BAILEY, A. G.: „Electrostatic phenomena during powder handling“, in: *Powder Technology* 37 (1) (1984), S. 71–85

- [277] BAILEY, A. G.: „Charging of Solids and Powders“, in: *Journal of Electrostatics* 30 (1993), S. 167–180
- [278] MATSUSAKA, S. u. a.: „Triboelectric charging of powders: A review“, in: *Chemical Engineering Science* 65 (22) (2010), S. 5781–5807
- [279] RESCAGLIO, A. u. a.: „How tribo-electric charges modify powder flowability“, in: *ANNUAL TRANSACTIONS OF THE NORDIC RHEOLOGY SOCIETY* (25) (2017), S. 17–21
- [280] ELLEN IVERS-TIFFÉE und WALDEMAR VON MÜNCH: *Werkstoffe der Elektrotechnik*, 10.,
„bearbeitete und erweiterte Auflage, SpringerLink Bücher, Wiesbaden: Teubner, 2007
- [281] GERTH, J. u. a.: *Produktionswirtschaftliche Beschreibungs- und Optimierungsmodelle für die Wertstoffsartierung: @Ilmenau, Techn. Univ., Diss., 2013*, Ilmenau: Univ.-Bibliothek und Univ.-Verl. Ilmenau, 2014
- [282] CLEANER PRODUCTION: *Sortierhandbuch*, 2004
- [283] SLOTWINSKI, J. A. und GARBOCZI, E. J.: „Metrology Needs for Metal Additive Manufacturing Powders“, in: *JOM* 67 (3) (2015), S. 538–543
- [284] ZHENG, J., CARLSON, W. B. und REED, J. S.: „The packing density of binary powder mixtures“, in: *Journal of the European Ceramic Society* 15 (5) (1995), S. 479–483
- [285] CUMBERLAND, D. J. und CRAWFORD, R. J.: *The Packing of Particles: Handbook of Powder Technology*, 6. Aufl., Elsevier, 1987
- [286] SANTOMASO, A., LAZZARO, P. und CANU, P.: „Powder flowability and density ratios: the impact of granules packing“, in: *Chemical Engineering Science* 58 (13) (2003), S. 2857–2874
- [287] BUYTOZ, S.: „Microstructural properties of M7C3 eutectic carbides in a Fe–Cr–C alloy“, in: *Materials Letters* 60 (5) (2006), S. 605–608
- [288] WIENGMON, A.: „Carbides in High Chromium Cast Irons: 1, 6, NARESUAN UNIVERSITY ENGINEERING JOURNAL / 1, 6, NARESUAN UNIVERSITY ENGINEERING JOURNAL“, in: (2011)
- [289] WIECZERZAK, K. u. a.: „The effect of temperature on the evolution of eutectic carbides and M 7 C 3 → M 23 C 6 carbides reaction in the rapidly solidified Fe-Cr-C alloy“, in: *Journal of Alloys and Compounds* 698 (2017), S. 673–684
- [290] RASIM, M., MATTFELD, P. und KLOCKE, F.: „Analysis of the grain shape influence on the chip formation in grinding“, in: *Journal of Materials Processing Technology* 226 (Part B) (2015), S. 60–68

- [291] TRIPATHI, M. u. a.: „Cleaning graphene: Comparing heat treatments in air and in vacuum“, in: *physica status solidi (RRL) - Rapid Research Letters* 11 (8) (2017), S. 1700124
- [292] TAKEDA, K.: „Dry cleaning of metal surfaces by a vacuum arc“, in: *Surface and Coatings Technology* 131 (1-3) (2000), S. 234–238
- [293] BELKIND, A., ZARRABIAN, S. und ENGLE, F.: „Plasma cleaning of metals: Lubricant oil removal“, in: *Metal Finishing* 94 (7) (1996), S. 19–22
- [294] GERMAN, R. M.: „An Update on the Theory of Supersolidus Liquid Phase Sintering“, in: (2003)
- [295] KOHL, H. K. und MARINČEK, B.: „Über die Kinetik der Reduktion der Eisenoxyde mit Graphit“, in: *Archiv für das Eisenhüttenwesen* 36 (12) (1965), S. 851–859
- [296] MORI, T., YANG, J. und KUWABARA, M.: „Mechanism of Carbothermic Reduction of Chromium Oxide“, in: *ISIJ International* 47 (10) (2007), S. 1387–1393
- [297] MITCHELL, S. C. und CIAS, A.: „Carbothermic reduction of oxides during nitrogen sintering of manganese and chromium steels“, in: *Powder Metallurgy Progress* (4) (2004), S. 132–142
- [298] KHO, H. X. u. a.: „Planetary Ball Mill Process in Aspect of Milling Energy“, in: *Journal of Korean Powder Metallurgy Institute* 21 (2) (2014), S. 155–164
- [299] BOR, A. u. a.: „Analysis of grinding force of a planetary ball mill by discrete element method (DEM) simulation and its application on the morphology change behavior of copper powder during grinding process“, in: *Applied Science Letters* (1) (2015), S. 2–7
- [300] SPIERINGS, A. B., HERRES, N. und LEVY, G.: „Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts“, in: *Rapid Prototyping Journal* 17 (3) (2011), S. 195–202
- [301] AZEVEDO, J. M., CABRERASERRENHO, A. und ALLWOOD, J. M.: „Energy and material efficiency of steel powder metallurgy“, in: *Powder Technology* 328 (39) (2018), S. 329–336
- [302] KRUZHANOV, V. und ARNHOLD, V.: „Energy consumption in powder metallurgical manufacturing“, in: *Powder Metallurgy* 55 (1) (2012), S. 14–21
- [303] CACACE, S. u. a.: „Using recycled material to produce gas-atomized metal powders for additive manufacturing processes“, in: *Journal of Cleaner Production* 268 (23) (2020), S. 122218
- [304] SCHULZE, D.: *Pulver und Schüttgüter*, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2019
- [305] HAAKE, H. und HEINRICH, E.: *Die Werkzeugstähle*, Bd. 50, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1964

- [306] BLECK, W. und MOELLER, E., Hrsg.: *Handbuch Stahl: Auswahl, Verarbeitung, Anwendung*, München: Hanser, 2017
- [307] SANTECCHIA, E., SPIGARELLI, S. und CABIBBO, M.: „Material Reuse in Laser Powder Bed Fusion: Side Effects of the Laser—Metal Powder Interaction“, in: *Metals* 10 (3) (2020), S. 341
- [308] DÖTSCH, E.: *Induktives Schmelzen und Warmhalten: Grundlagen - Anlagenaufbau - Verfahrenstechnik*, Essen: Vulkan Verlag, 2011
- [309] ARNOLD, B.: *Von Rubinen und Implantaten: Aluminiumoxid und Seine Vielfältige Welt*, Technik Im Fokus Ser, Berlin, Heidelberg: Springer, 2018
- [310] CZICHOS, H., SKROTZKI, B. und SIMON, F.-G.: *Das Ingenieurwissen: Werkstoffe*, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2014
- [311] BRUST, S.: „Entwicklung abrasionsbeständiger Metallmatrix-Verbundwerkstoffe auf Eisenbasis mit ionisch-kovalenten Hartstoffen unter Betrachtung der Metall-Keramik-Interaktion“, Diss., Bochum: Ruhr-Universität Bochum, 2017
- [312] BRUST, S., RÖTTGER, A. und THEISEN, W.: „CVD Coating of Oxide Particles for the Production of Novel Particle-Reinforced Iron-Based Metal Matrix Composites“, in: *Open Journal of Applied Sciences* 06 (04) (2016), S. 260–269
- [313] SEYDA, V.: *Werkstoff- und Prozessverhalten von Metallpulvern in der laseradditiven Fertigung*, Light Engineering für die Praxis, Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2018
- [314] MATTHES, K.-J. und SCHNEIDER, W., Hrsg.: *Schweißtechnik: Schweißen von metallischen Konstruktionswerkstoffen*, 6., aktualisierte Auflage, München: Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag, 2016
- [315] BHADESHIA, H. und HONEYCOMB, R.: *Steels: Microstructure and Properties*, s.l.: Butterworth-Heinemann, 2017
- [316] ROGAL, L. und DUTKIEWICZ, J.: „Heat Treatment of Thixo-Formed Hypereutectic X210CrW12 Tool Steel“, in: *Metallurgical and Materials Transactions A* 43 (13) (2012), S. 5009–5018
- [317] R. HAUBNER, S. STROBL und A.-M. HENKEL: „An Investigation into Porosity in Medical Drills Caused by Broken Carbides“, in: *Practical Metallography* 49 (4) (2012), S. 221–232
- [318] UHLENHAUT, D. u. a.: „Structure and properties of a hypoeutectic chromium steel processed in the semi-solid state“, in: *Acta Materialia* 54 (10) (2006), S. 2727–2734
- [319] TANG, W. M. u. a.: „A study of the solid state reaction between silicon carbide and iron“, in: *Materials Chemistry and Physics* 74 (3) (2002), S. 258–264
- [320] SCHIEPERS, R. C.: *The interaction of SiC with Fe, Ni and their alloys*, 1991

- [321] PELLEG, J.: „Reactions in the matrix and interface of the Fe–SiC metal matrix composite system“, in: *Materials Science and Engineering: A* 269 (1-2) (1999), S. 225–241
- [322] WU, C. L. u. a.: „Effects of SiC content on phase evolution and corrosion behavior of SiC-reinforced 316L stainless steel matrix composites by laser melting deposition“, in: *Optics & Laser Technology* 115 (2019), S. 134–139
- [323] ARAYA, N. u. a.: „Study of silicon carbide dissociation into Fe and Fe C matrixes produced by die pressing and sintering“, in: *Materials Chemistry and Physics* 253 (2020), S. 123442
- [324] WEISS, P.: „Metallurgical optimization of solid solution strengthened ductile iron“, Diss., RWTH Aachen University, 2019
- [325] KHAIRALLAH, S. A. u. a.: „Laser powder-bed fusion additive manufacturing: Physics of complex melt flow and formation mechanisms of pores, spatter, and denudation zones“, in: *Acta Materialia* 108 (16) (2016), S. 36–45
- [326] SANDERS, J.: „Selektives Laserschmelzen hochfester Werkzeugstähle“, Diss., Dresden: Technische Universität Dresden, 2018
- [327] ZHANG, B., LI, Y. und BAI, Q.: „Defect Formation Mechanisms in Selective Laser Melting: A Review“, in: *Chinese Journal of Mechanical Engineering* 30 (3) (2017), S. 515–527
- [328] FOLKHARD, E. u. a.: *Metallurgie der Schweißung nichtrostender Stähle*, Vienna und s.l.: Springer Vienna, 1984
- [329] NARVAN, M., AL-RUBAIE, K. S. und ELBESTAWI, M.: „Process-Structure-Property Relationships of AISI H13 Tool Steel Processed with Selective Laser Melting“, in: *Materials* 12 (14) (2019), S. 2284
- [330] GEENEN, K.: „Werkstofftechnische Charakterisierung austenitischer und martensitischer Stähle nach dem selektiven Laserschmelzen – Bildung der Mikrostruktur und Eigenschaften“, Diss., Bochum: Ruhr-Universität Bochum, 2018
- [331] HOLZWEISSIG, M. J. u. a.: „Microstructural Characterization and Mechanical Performance of Hot Work Tool Steel Processed by Selective Laser Melting“, in: *Metallurgical and Materials Transactions B* 46 (2) (2015), S. 545–549
- [332] SPEER, J. u. a.: „Carbon partitioning into austenite after martensite transformation“, in: *Acta Materialia* 51 (9) (2003), S. 2611–2622
- [333] EDMONDS, D. V. u. a.: „Quenching and partitioning martensite—A novel steel heat treatment“, in: *Materials Science and Engineering: A* 438-440 (2006), S. 25–34

-
- [334] KRELL, J. u. a.: „General investigations on processing tool steel X40CrMoV5-1 with selective laser melting“, in: *Journal of Materials Processing Technology* 255 (April (2)) (2018), S. 679–688
- [335] ERDMANN, L. und BEHRENDT, S.: „Kritische Rohstoffe aus Sicht deutscher Unternehmen“, in: *Recycling und Rohstoffe* Band 5 (2012), S. 323–335
- [336] LÖBER, L.: „Selektives Laserstrahlschmelzen von Titanaluminiden und Stahl“, Dissertation, Dresden: Technische Universität Dresden, 2014

Lebenslauf

Der Lebenslauf ist in der Online-Version aus Gründen des Datenschutzes nicht enthalten.

Publikationen

Hankel, J., Jäger, S. und Weber, S.: Development of a recycling strategy for grinding sludge using supersolidus liquid phase sintering, in: Journal of Cleaner Production 263 (2) (2020)

Jäger, S. und Weber, S.: Upcycling strategy of grinding swarf by supersolidus liquid phase sintering, in: Procedia CIRP 90 (1) (2020), S. 546 551

Jäger, S., Weber, S. und Röttger, A.: Potential of the Recycling of Grinding Sludge by various Powder Metallurgical Processes, in Procedia CIRP (2021)

