

# Wasserstoffversprödung von additiv gefertigtem AISI 316L

---

---

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN (Dr.-Ing.)

von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des  
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)  
angenommene

DISSERTATION

von

---

M.Sc. Philipp Klose

Tag der mündlichen Prüfung: 26. November 2025  
Hauptreferentin: Prof. Dr. Astrid Pundt  
Korreferent: Prof. Dr. Rainer Kirchheim



# Kurzfassung

Der Klimawandel und das menschliche Bestreben, ihm entgegenzuwirken, erfordern geeignete und speicherfähige Energieträger für erneuerbare Energien. Eine vielversprechende Lösung ist Wasserstoff, der durch elektrolytische Spaltung von Wasser mithilfe erneuerbarer Energien hergestellt wird – sogenannter „grüner Wasserstoff“. Wasserstoff kann jedoch in kritischer Weise mit Werkstoffen interagieren – etwa in Pipelines oder in den Rohrleitungen von Elektrolyseuren –, was unter anderem zur unerwünschten Wasserstoffversprödung und infolgedessen vorzeitiges Materialversagen verursachen kann.

Die additive Fertigung, insbesondere das pulverbettbasierte Laserstrahlschmelzen, eröffnet neue Möglichkeiten zur Herstellung hochkomplexer Bauteile und führt zu einzigartigen Gefügestrukturen. In dieser Arbeit wird dies für die Herstellung von Bauteilen und Prüfkörpern aus der Edelstahllegierung 316L verwendet. Aufgrund des Fertigungsprozesses entstehen Poren unterschiedlicher Form und Größe im Material, zudem bilden sich Schmelzbadgrenzen, die die einzeln gefertigten Lagen verbinden. Durch die extrem hohen Abkühlraten im Material entsteht ein zellartiges Versetzungsnetzwerk, das besonders hohe mechanische Festigkeiten des Stahls ermöglicht. So weist die untersuchte Legierung im additiv gefertigten Zustand eine bis zu 75 % höhere Streckgrenze auf als das konventionell hergestellte Material. Der Einfluss von Wasserstoff auf diese Eigenschaften ist für 316L wie für die meisten anderen Stähle jedoch bislang weitgehend unerforscht.

In dieser Arbeit wird AISI 316L durch ein pulverbettbasierten Verfahrens mit Laserlicht lokal aufgeschmolzen (PBF-LM), um Bauteile bzw. Prüfkörper herzustellen. 316L zählt zu den meistverwendeten Werkstoffen in der chemischen Industrie und der Lebensmittelbranche und wird insbesondere in korrosiven Umgebungen, sowie in Wasserstoffanwendungen eingesetzt.

Im Rahmen einer umfassenden Parameterstudie, die auch das Ausgangsmaterial in Pulverform untersucht, wird das eigens additiv gefertigte Material, 316L-AM genannt, analysiert. Dabei bildet sich ein für dieses Verfahren typisches Gefüge aus. Die Körner erstrecken sich entlang der Aufbaurichtung mit einer Länge von bis zu  $750\mu\text{m}$  und sind in der Aufbauebene mit  $50\mu\text{m}$  deutlich kleiner. Zudem weist das Material eine leicht ausgeprägte (100)-Erstarrungstextur auf. Die Schmelzbäder erreichen eine Breite von bis zu  $100\mu\text{m}$ . Das Versetzungsnetzwerk formt nahezu nadelförmige Zellen.

Der Ausgangszustand des Materials nach der Fertigung wird durch quasistatische Zugversuche bei Dehnraten von  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}/s$  und  $5 \cdot 10^{-5}/s$ , sowie Ermüdungsstudien charakterisiert. Dabei werden der Einfluss der rauen, gedruckten Oberfläche sowie der darunterliegenden Poren herausgearbeitet. Um den Einfluss der Oberfläche und der randnahen Poren auszuschließen, werden auch nachbearbeitete Proben untersucht. Ebenso fließt die Probenorientierung zur Aufbaurichtung in die Analyse ein. Der Verformungsmechanismus unter quasistatischer Belastung wird detailliert untersucht: Es wird gezeigt, dass die plastische Verformung des additiv gefertigten Materials hauptsächlich über Zwillingsbildung erfolgt, während im Bereich der Einschnürung das Versetzungsgleiten dominiert. Besonders in diesem Bereich bildet sich  $\alpha'$ -Martensit als Defektaggregat. Im Allgemeinen gilt diese Phase als besonders anfällig für Wasserstoffversprödung, es wird diskutiert, warum dies im Rahmen der gezeigten Arbeit nicht der Fall ist. Durch die lokale Messung des  $\alpha'$ -Martensitgehalts mithilfe eines Feritscopes kann der Bruchort sowohl im quasistatischen als auch im zyklischen Belastungsfall vorhergesagt werden. Da die Bildung von  $\alpha'$ -Martensit als Defektaggregat in Anwesenheit von Wasserstoff unverändert bleibt, ist anzunehmen, dass dieser nicht an der Versprödung beteiligt ist.

Die Wasserstoffdiffusion im additiv gefertigten Material wird quantifiziert, und Prüfkörper für Zugversuche, sowie Ermüdungsstudien werden entsprechend dieser Erkenntnisse mit Wasserstoff beladen. Durch thermische Desorptionsstudien des Wasserstoffs aus dem 316L-AM wird nachgewiesen, dass sich der Wasserstoff diffusibel im zellulären Versetzungsnetzwerk befindet. Die beladenen Proben enthalten etwa 22 wppm gelösten Wasserstoff. Es wurde ein Diffusionskoeffizient von  $D_H = 7 \cdot 10^{-12} m^2/s$  ermittelt, der zwei bis drei Größenordnungen größer ist als in konventionellem Material. Diese beschleunigte Diffusion von Wasserstoff wird im Rahmen der weiteren Arbeit als kritisch für die Wasserstoffversprödung von additiv gefertigtem 316L bewertet.

Die mechanischen Tests an beladenen additiv gefertigten Proben zeigen, dass unter quasistatischer Belastung nur leichte Versprödungseffekte im Bereich der Einschnürung auftreten. Die Bildung des  $\alpha'$ -Martensit ist durch den interstitiellen Wasserstoff unbeeinflusst. Da die plastische Verformung von 316L in der Einschnürung hauptsächlich über Versetzungsgleiten abläuft, ist anzunehmen, dass der Versprödungsmechanismus auf der Versetzungsdynamik basiert. Hierzu käme beispielsweise HELP in Frage.

Bei erhöhter Dehnrate wird gefunden, dass sogar eine Mischkristallverfestigung durch Wasserstoff im 316L-AM auftritt.

Die Ermüdungsstudien hingegen zeigen einen deutlich negativen Einfluss von Wasserstoff auf die Lebensdauer der gedruckten Prüfkörper. Die leichten morphologischen Veränderungen auf den Bruchflächen lassen sich ebenfalls durch den HELP-Mechanismus erklären.



# Danksagung

Wischhafen, im Juli 2025

*Philipp Klose*

Die hier vorliegende Arbeit ist maßgeblich während meiner Zeit als Mitarbeiter des Instituts für Angewandte Materialien (IAM-WK) am Karlsruher Insitut für Technologie (KIT) entstanden und wäre ohne den Austausch und die Hilfe der Kolleginnen und Kollegen nicht möglich gewesen. Aus diesem Grund gilt allen Mitarbeitern des Instituts mein ausdrücklicher Dank.

Mein besonderer Dank gilt Prof. Dr. rer. nat. Astrid Pundt, die mir als Institutsleiterin und Betreuerin die sehr eigenständige Bearbeitung dieses Themas ermöglicht hat. Ebenso danke ich ihr für das mir entgegengebrachte Vertrauen im Rahmen des Umzugs und Wiederaufbaus ihrer Laboratorien. Ebenso danke ich Dr. rer. nat. Stefan Wagner für die fachliche Leitung innerhalb der Abteilung, sowie für wertvolle Impulse im Verlauf der Arbeit. Den Kolleginnen und Kollegen der Abteilung danke ich für die stets sehr angenehme Zusammenarbeit. Besonders hervorheben möchte ich Dr. rer. nat. Sabine Schlach und Dr. rer. nat. Dorothe Vinga Szabó für ihre Unterstützung bei der Arbeit mit REM, FIB und TEM. An Dieser Stelle auch vielen Dank an die KNMFi für die Bereitstellung der Geräte. Für die Hilfe bei der Durchführung der Wasserstoffgehaltsmessungen danke ich Dr.-Ing. Camelia Schulz. Ein großer Dank gilt auch den Technikern und Mitarbeitenden des IAM-WK und der zugehörigen Werkstatt, allen voran Fabian Fink und Marc Brecht, für ihre zuverlässige und kompetente Unterstützung bei allen praktischen Belangen. Von Seiten des Instituts möchte ich besonders Florian Lang und Nicola Simon für den intensiven fachlichen Austausch danken. Den zeitgleichen Nutzern des verwendeten Druckers aus der Abteilung Fertigung und Bauteilverhalten (FuB) danke ich für den fachlichen Austausch und die gute Zusammenarbeit rund um das Gerät. Für die erfolgreiche Zusammenarbeit im Rahmen der Thermischen Desorptionsspektroskopie bedanke ich mich herzlich bei Mario Huber und Fabien Ebling vom Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik (IWM) in Freiburg. Meinem Arbeitgeber, Maximilian Graf von Wedel, danke ich für seine verständnisvolle und unterstützende Begleitung in der Abschlussphase der Dissertation. Abschließend danke ich meiner Familie von Herzen – insbesondere meiner Frau und unserem Sohn Fiete – für ihre Geduld, ihr Verständnis, ihren Verzicht und ihre Liebe. Erst durch euch konnte diese Arbeit zu dem werden, was sie heute ist.



# Inhaltsverzeichnis

<b>Kurzfassung</b> . . . . .	<b>i</b>
<b>Danksagung</b> . . . . .	<b>iii</b>
<b>1 Einleitung</b> . . . . .	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen</b> . . . . .	<b>6</b>
2.1 Additive Fertigung . . . . .	6
2.1.1 Besonderheiten additiv gefertigten Materials . . . . .	8
2.1.2 Mechanische Eigenschaften . . . . .	11
2.2 Austenitischer Stahl . . . . .	12
2.2.1 Plastische Verformung austenitischer Stähle . . . . .	15
2.2.2 Materialermüdung austenitischer Stähle . . . . .	18
2.3 Wasserstoff in kubisch flächenzentrierten (kfz) Metallen . . . . .	20
2.3.1 Wasserstoff-induzierte Schädigung . . . . .	27
2.3.2 Versprödungsmechanismen . . . . .	29
HIC . . . . .	29
HELP . . . . .	31
HEDE . . . . .	32
AIDE . . . . .	34
<b>3 Versuchsmethodik</b> . . . . .	<b>36</b>
3.1 Additive Fertigung mit dem Orlas Creator: PBF-LM . . . . .	36
3.1.1 Selektives Laserschmelzen . . . . .	37
3.2 Wasserstoffbeladung der Proben . . . . .	42
3.3 Einachsiger Zugversuch orientiert gedruckter Proben aus additiv gefertigtem 316L . . . . .	47
3.4 Materialermüdungsstudien im 4-Punkt-Wechselbiegeversuch . . . . .	49

3.5	Parameterstudien . . . . .	52
3.5.1	Dichte bzw. Porosität . . . . .	52
3.5.2	Materialografische Untersuchungen: Lichtmikroskopie und Raster - Elektronenmi- kroskopie . . . . .	54
3.5.3	Computertomografie . . . . .	55
3.6	Bestimmung des Martensitgehalts . . . . .	56
3.6.1	in-situ Martensitgehaltsbestimmung im Zugversuch . . . . .	56
3.7	Vorversuche: Wasserstoffpermeation . . . . .	57
3.8	Thermische Desorptionsspektroskopie . . . . .	60
3.9	Heißgasextraktion . . . . .	60
3.10	Konfokalmikroskopie . . . . .	61
3.11	Charakterisierungsmethoden des Ausgangspulvers . . . . .	62
<b>4</b>	<b>Untersuchungsergebnisse . . . . .</b>	<b>64</b>
4.1	Charakterisierung des Ausgangspulvers . . . . .	64
4.2	Vom Pulver zum additiv gefertigten Material . . . . .	67
4.2.1	Parameterstudien . . . . .	68
4.2.2	Chemische Analyse des gedruckten Materials . . . . .	72
4.2.3	Rauheit der gedruckten und nachbearbeiteten Oberflächen . . . . .	73
4.2.4	Gefüge des additiv gefertigten 316L . . . . .	74
	Seitenfläche . . . . .	75
	Bauebene . . . . .	77
4.2.5	Zusammenfassung der Gefügeuntersuchungen . . . . .	78
4.3	Additiv gefertigtes Material auf dem Prüfstand . . . . .	79
4.3.1	Einachsige Zugversuche . . . . .	79
	Plastische Verformung durch Zwillingsbildung . . . . .	82
	Bruchflächenanalyse . . . . .	84
	Geringe Dehnrate: SSRT & Dynamische Reckalterung . . . . .	92
	Martensitbildung beim Zugversuch . . . . .	95
	Diskussion der Zugversuche . . . . .	98
4.3.2	Materialermüdung: konventioneller und additiv gefertigter 316L . . . . .	100
	Fortschritt der plastischen Verformung im Wechselbiegeversuch . . . . .	102
	Bruchflächen der Ermüdungsproben . . . . .	103

Zusammenfassung der Ermüdungsstudien . . . . .	104
4.4 Wasserstoffgehalte und Diffusion . . . . .	105
4.4.1 Wasserstoffdiffusion . . . . .	106
4.4.2 Bindungsenergien von Wasserstoff: thermische Desorptionsspektroskopie . . . . .	108
4.4.3 Absolute Wasserstoffgehalte . . . . .	110
4.4.4 Diskussion der Wasserstoffanalytik . . . . .	111
4.5 Wasserstoffeinfluss auf mechanische Eigenschaften . . . . .	112
4.5.1 SSRT - Zugversuche (SSRT) mit Wasserstoffeinfluss . . . . .	112
Einfluss von Wasserstoff auf die Martensitbildung beim Zugversuch . . . . .	121
Diskussion Wasserstoffeffekt im Zugversuch . . . . .	124
4.5.2 Wasserstoffeinfluss auf die Materialermüdung . . . . .	125
Wasserstoffeinfluss auf das Bruchverhalten und die Bruchflächenmorphologie der Ermüdungsproben . . . . .	127
Diskussion des Wasserstoffeinflusses auf die Materialermüdung des 316L-AM . . . . .	129
<b>5 Zusammenfassende Diskussion . . . . .</b>	<b>131</b>
5.1 Ausgangspulver und Chemie des 316L-AM . . . . .	131
5.2 Gefüge der additiv gefertigten Legierung . . . . .	132
5.3 Mechanisches Materialverhalten des additiv gefertigten 316L . . . . .	134
5.3.1 Plastische Verformung im Zugversuch . . . . .	134
5.3.2 Ermüdung . . . . .	137
5.4 Einfluss von Wasserstoff auf das Materialverhalten . . . . .	139
5.4.1 Zugversuch . . . . .	140
5.4.2 Ermüdung . . . . .	144
<b>6 Zusammenfassung . . . . .</b>	<b>148</b>
<b>7 Ausblick . . . . .</b>	<b>152</b>
<b>Literaturverzeichnis . . . . .</b>	<b>155</b>
<b>Abbildungsverzeichnis . . . . .</b>	<b>188</b>
<b>Tabellenverzeichnis . . . . .</b>	<b>192</b>
<b>Formelverzeichnis . . . . .</b>	<b>192</b>

<b>Abkürzungs- und Symbolverzeichnis</b>	<b>195</b>
<b>A Berechnungen</b>	<b>200</b>
A.1 Fehlerrechnung: Zugversuche	200
A.1.1 Zugfestigkeit und Streckgrenze	201
A.1.2 Spannungsdelta im Vergleich zweier Proben	201
A.1.3 Elastizitätsmodul	202
A.1.4 Dehnung	202
A.2 Volumenanteil Zellwand	203
<b>B Sonstiger Anhang</b>	<b>204</b>
B.1 Schleifrezept	204
B.2 Streuung Zugversuche	204
B.3 Druckparametervariationen	205
B.4 TDS-Verläufe	206
B.5 Auswertung der Ermüdungstudien nach DIN 50100	207
<b>C Liste eigener Vorveröffentlichungen</b>	<b>211</b>

# 1 Einleitung

Der anthropogene, also menschengemachte Klimawandel wird eine der größten Herausforderungen der Zukunft darstellen [1, 2]. Der Ausstoß von  $\text{CO}_2$  ist durch den Treibhauseffekt einer der stärksten Treiber des Klimawandels, was als nahezu direkter Zusammenhang in Abb. 1.1A erkennbar ist. Die Abbildung zeigt den  $\text{CO}_2$ -Gehalt der Atmosphäre als schwarze Linie und die **Änderung der mittleren Temperatur** als annähernd parallel verlaufende rote Linie an.

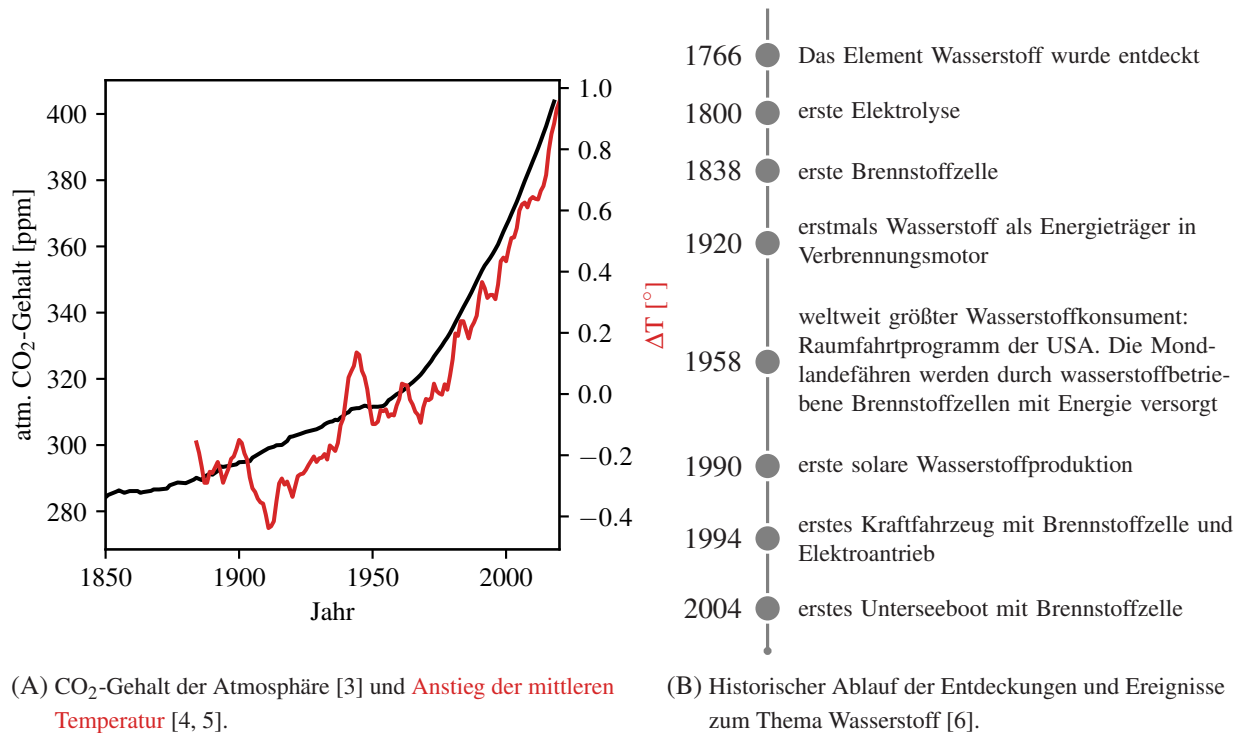


Abbildung 1.1: Zeitliche Korrelationen zur Erderwärmung und Historie zum Thema Wasserstoff.

Zur Bekämpfung des Klimawandels bedarf es eines erneuerbaren Energieträgers, bei dessen Umsetzung keine klimaschädlichen Stoffe entstehen. Hierzu bietet sich Wasserstoff an, wie in dem in Abb. 1.1B dargestellten Zeitstrahl (Auszug aus [6]) nachzuvollziehen ist. Die Betrachtung des historischen Ablaufs macht deutlich, dass Wasserstoff bereits seit mehreren Jahrhunderten im Bewusstsein von Wissenschaft und Ingenieurwesen verankert ist. Vor mehr als 180 Jahren wurde das erste Mal elektrischer Strom in

einer Brennstoffzelle gewonnen [6, 7] und vor mehr als 100 Jahren wurde bereits das erste Mal Wasserstoff als Energieträger in einem Verbrennungsmotor eingesetzt [6, 8]. Die Anstrengungen im Rahmen des Raumfahrtprogramm der USA (NASA) zur Nutzung von Wasserstoff als Raketentreibstoff und als Energieträger zur Erzeugung von Elektrizität durch Brennstoffzellen in den Weltraumfahrzeugen haben seit den 1950-er Jahren bedeutsame Fortschritte erzielt und die Brennstoffzellen-Technologie vorangetrieben [6, 9].

Der große Vorteil von Wasserstoff als Energieträger ist, dass unabhängig von der Art der Umsetzung des Wasserstoffs keine Schadstoffe emittiert werden und dass kein zusätzlicher negativer Effekt auf das Klima entsteht [10]. Alternative Energieträger weisen teilweise erhebliche Nachteile auf. Batterien zur Speicherung elektrischen Stroms benötigen große Mengen an teilweise seltenen Rohstoffen und sind aktuell noch schwer zu recyceln. Chemische Energieträger, die aus grünem Wasserstoff gewonnen werden, wie synthetisches Methan, Methanol oder Ammoniak, sind teilweise gefährlich eingestufte Chemikalien oder haben selbst deutliche Auswirkungen auf das Klima im Falle unabsichtlicher Verluste. Darüber hinaus führt jeder weitere chemische Schritt neben der Elektrolyse zu zusätzlichen energetischen Verlusten, sodass der Gesamtwirkungsgrad weiter sinkt. Mithilfe des Wasserstoffzyklus kann ein in sich geschlossener und vor allem nachhaltiger Energiekreislauf ohne den zusätzlichen Ausstoß von Kohlenstoffdioxid, welches das wichtigste Treibhausgas ist, realisiert werden [10].

Wasserstoff kommt bei einer technischen Nutzung mit Materialien in Kontakt, tritt in diese ein und wechselwirkt mit den Defekten [11–13]. Dies kann zu einer Versprödung der Werkstoffe führen, man spricht hier von der Wasserstoffversprödung [11–13]. Moderne, additiv gefertigte Bauteile sind aufgrund der Fertigungsprozesse in der Regel sehr defektreich, die Wechselwirkung zwischen Wasserstoff und diesen modernen Materialien ist zum Großteil noch unbekannt. Daher gilt es, diese Effekte genauer zu untersuchen, um ein besseres Verständnis für mögliche Wasserstoff-induzierte Schädigungsmechanismen zu gewinnen. Ziel ist es, die Integrität und Langzeitstabilität additiv gefertigter Bauteile unter realen Einsatzbedingungen zuverlässig bewerten zu können und gegebenenfalls geeignete Abhilfen aufzuzeigen.

Eine moderne Methode, welche seit Mitte der 1980er Jahre Fortschritte erzielt, ist die additive Fertigung von Werkstoffen. Grundbausteine wie die Stereolithografie [14–18] und komplexere computergestützte Steuerungssysteme [16] (eng.: computer numerical control: CNC) für mehrachsige Maschinen wurden stetig verbessert. Fortschritte in der Lasertechnik erlaubten seit Ende der 1990-er Jahre [19] die Entwicklung des pulverbettbasierten Laserstrahl-schmelzens [16], im Nachfolgenden PBF-LM<sup>1</sup> genannt. Hier

---

1 englische Abkürzung für "powder bed fusion laser melting"



wird ein Metallpulver schichtweise selektiv aufgeschmolzen, um dreidimensionale Bauteile zu erzeugen. Durch das einzigartige Verfahren mit sehr hohen und stark lokalisierten Energieeinträgen entsteht ein außergewöhnliches Gefüge, das in den meisten genutzten Legierungen für deutliche Steigerungen der mechanischen Festigkeitswerte verantwortlich ist [20–22]. Bei den erstellbaren Geometrien gibt es nahezu keine Limitierungen, was bedeutende Optimierungen des Bauteilgewichts ermöglicht [23].

Eine Überschneidung zwischen der energetischen Nutzung von Wasserstoff und der additiven Fertigung metallischer Bauteile ergibt sich beispielsweise bei der Entwicklung von additiv gefertigten Wärmetauschern zur Kühlung von komprimiertem Wasserstoff [24]. Bei der Verdichtung auf die Betriebsdrücke der Tanksysteme von wasserstoffbetriebenen PKW und LKW von 35 MPa bzw. perspektivisch 70 MPa [25–28] kommt es aufgrund des positiven Joule-Thomson-Koeffizienten von Wasserstoff zu einer starken Erwärmung [25, 29]. Durch additive Fertigung ist es möglich, einen hochkomplexen Wärmetauscher mit besonders großer Wärmeübergangsfläche für kleinste Bauräume zu fertigen [30–32].

Die additive Fertigung dient aktuell hauptsächlich dem Erstellen von Prototypen, wobei hier besonders aufgrund des beschleunigten Fertigungsablaufs schneller iteriert werden kann, man spricht vom rapid prototyping. Erste Serienfertigungen additiv gefertigter hochkomplexer Bauteile sind im Bereich der Luft- und Raumfahrt anzusiedeln [16, 33]. Die maximalen Abmessungen der Bauteile sind begrenzt durch die Größe des Bauraums, derzeit sind die größten kommerziell erhältlichen Maschinen mit Bauräumen von 0,5 m x 0,5 m x 0,4 m ausgestattet [34]. In der jüngsten Vergangenheit stieg das Interesse der Allgemeinheit an der Nutzung von erneuerbar generiertem Wasserstoff als Energieträger, unter anderem aufgrund der geopolitischen Situation erneut stark an [35–37]. Um diesem gestiegenen Interesse Folge zu leisten, ist die Weiterentwicklung einer Reihe von Schlüsseltechnologien erforderlich. Im Rahmen der nötigen Entwicklungsarbeit könnten erste Prototypen oder Vorserien additiv gefertigter Bauteile Wasserstoffatmosphären oder anderen korrosiven Umgebungen ausgesetzt werden. Bei der Prototypentwicklung könnten bereits wasserstoffinduzierte Ausfälle auftreten, wenn Pulver nicht ordnungsgemäß gehandhabt wird. Weingarten et al. berichten, dass leicht feuchtes Pulver bereits zur Anreicherung von Wasserstoff in porösem, additiv gefertigtem Aluminium führt [38].

Ein Konstrukteur könnte sich bei komplexen hochbelasteten Bauteilen aufgrund der gesteigerten Festigkeiten bewusst für die additive Fertigung entscheiden [20]. In diesen Fällen muss der Effekt des besonderen Gefüges additiv gefertigter Bauteile auf die Wasserstoffresistenz berücksichtigt werden, zumal dieser bisher nur in sehr wenigen Fällen quantifiziert bekannt ist. Daher ist es entscheidend, die Eignung der additiv gefertigten Bauteile für die Einsatzzwecke, besonders wie im Fall des genannten Wärmetauschers für hohe Drücke [24] oder sicherheitsrelevante Ventile an Druckbehältern [39] eingehend zu prüfen.

Im Rahmen dieser Arbeit soll der Einfluss von Wasserstoff auf das mechanische Verhalten eines additiv

gefertigten Werkstoffs am Beispiel des in korrosiven Umgebungen häufig genutzten 316L bzw. 1.4404 untersucht werden. Die vorliegende Arbeit soll einen ersten Einblick in die potenzielle Wasserstoffversprödung von additiv gefertigtem austenitischen Edelstahl geben. Es soll untersucht werden, wie sich das additiv gefertigte Material unter zyklischer und quasistatischer Materialbeanspruchung im Vergleich zum konventionell hergestellten Material im Detail verhält. Auf dieser Grundlage wird der Einfluss von zugeführtem Wasserstoff auf das Materialverhalten näher betrachtet.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, den Einfluss von gelöstem Wasserstoff auf das Materialverhalten unter quasistatischer und schwingender Belastung am Beispiel von additiv gefertigtem 316L zu quantifizieren. Hierzu wird zum Vergleich auch der Grundzustand des additiv gefertigten Materials betrachtet und der Einfluss der gedruckten Oberfläche und der Orientierung der Prüfkörper mit einbezogen.

Die vorliegende Arbeit gliedert sich in sechs Kapitel. Zunächst werden die theoretischen Grundlagen zur additiven Fertigung (Kap. 2.1), des verwendeten Materialsystems (Kap. 2.2) und der Thematik von Wasserstoff in Materialien (Kap. 2.3) erläutert. Anschließend wird das experimentelle Vorgehen (siehe Kap. 3) dargelegt, bevor die Ergebnisse der Studien in den Kapiteln 4.1 bis 4.5 vorgestellt und diskutiert werden. Abschließend wird die Arbeit in Abschnitt 5 zusammengefasst diskutiert und ein kurzer Ausblick (Kap. 7) auf mögliche zukünftige Arbeiten geboten.

Für die Untersuchungen wurde ursprünglich die Legierung 1.4404 vorgesehen. Da die chemischen Parameter des erworbenen Pulvers jedoch nur die Qualität von 316L erfüllen, wird die gedruckte Legierung in dieser Arbeit entsprechend ausschließlich als 316L bezeichnet. Die Wasserstoffversprödung wird anhand von quasistatischen Zugversuchen (siehe Kapitel 4.5.1) und zyklischen Belastungen zur Analyse des Ermüdungsverhaltens (siehe Kapitel 4.5.2) untersucht und quantifiziert. Es wird eine elektrolytische Wasserstoffbeladung gewählt, da nach den Arbeiten von Lin et al. [40] bei diesen Bedingungen besonders hohe Diffusionsgeschwindigkeiten erwartet werden. Dieser Sachverhalt wird im Rahmen dieser Arbeit überprüft, siehe hierzu Kapitel 4.4.1. Um die Wasserstoffaufnahme zu erleichtern, empfiehlt sich eine Oberflächenbeschichtung mit Palladium zur Erleichterung der dissoziativen Chemisorption des Wasserstoffs. [41, 42]. Um Alle Probenkörper gleichmäßig mit Palladium beschichten zu könnten, müssen die Probenkörper in die hierfür vorgesehene Anlage passen und vorzugsweise eine Flachgeometrie aufweisen, um alle Seiten gleichmäßig beschichten zu können, siehe hierzu Kapitel 3.2.

Die eigenständig durchgeführte additive Fertigung erlaubt eine genaue und zuverlässige Kontrolle der Parameter wie Laserleistung, Schraffurabstand, Scangeschwindigkeit und Lagenhöhe sowie der daraus resultierenden Bauteil- und Probenkörperqualität. Dies erfordert umfangreiche Parameterstudien (siehe Kap. 4.2) ebenso wie eine stetige Prozesskontrolle. Das erhaltene Gefüge wird umfassend charakterisiert

(siehe. Kap. 4.2.4) und im Kontext mit den in der Literatur vorgestellten Strukturen diskutiert. Es werden umfassende Studien der mechanischen Eigenschaften des erhaltenen Materials durchgeführt und vor dem Hintergrund der Literatur eingeordnet (siehe Kap. 4.3). Hierauf aufbauend werden die Effekte des zugeführten Wasserstoffs auf die plastische Verformung anhand von Zugversuchen (siehe Kapitel 4.5.1) und Materialermüdungsstudien (siehe Kapitel 4.5.2) gezeigt.

## 2 Grundlagen

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen für die vorliegende Arbeit gelegt. Zunächst wird in Kap. 2.1 eine umfassende Darstellung der Technologie der additiven Fertigung präsentiert. Anschließend werden in Kap. 2.2 die speziellen Eigenschaften und das Verformungsverhalten der verwendeten Legierung erläutert. Das anschließende Kapitel 2.3 behandelt das Verhalten von Wasserstoff in Metallen, die Diffusion und mögliche Schädigungsmechanismen.

### 2.1 Additive Fertigung

Die additive Fertigung (engl.: "additive manufacturing", AM) umfasst alle Fertigungsverfahren, bei denen ohne die Verwendung von weiteren Maschinen oder konventionellen, subtraktiven Herstellungsverfahren<sup>1</sup> Bauteile aufgebaut werden können [16, 23, 46–48]. Hierbei erstellt eine computergesteuerte Maschine auf Basis einer digitalen Fertigungsanweisung aus einem Rohstoff bzw. Rohstoffen direkt ein dreidimensionales Bauteil [16, 23, 47, 48]. Es lassen sich Keramiken, Kunst- und Verbundwerkstoffe, sowie Metalle auf verschiedenen Prozessrouten additiv fertigen [16, 23, 49]. Aufgrund der Vielzahl der Fertigungsverfahren wird im Folgenden gezielter auf die gängigsten Verfahren zur Fertigung von Körpern aus Metall eingegangen. Für die additive Fertigung von Metallbauteilen liegt das Ausgangsmaterial in der Regel als Metallpulver vor, seltener sind auch drahtbasierte Prozesse vertreten [16, 23, 49]. Das Metallpulver wird lokal an der Stelle, an der ein Bauteil entstehen soll, selektiv durch Energieeintrag gesintert oder sogar aufgeschmolzen [23, 47, 49]. In Sonderformen der additiven Fertigung wird das Metallpulver durch einen Schutzgasstrom befördert und durch eine Düse gerichtet auf das Bauteil gebracht [23, 47], diese Prozesse sind dem Auftragsschweißen zuzuordnen. Die nötige Energie zum Fügen des Bauteils kann durch die kinetische Energie des Pulverpartikels (Kaltgasspritzen) oder durch einen gebündelten Laserstrahl (engl.: directed energy deposition DED) bereitgestellt werden. Dieses Verfahren

---

<sup>1</sup> Die subtraktive bzw. konventionelle Fertigung, auch Zerspanung oder CNC-Bearbeitung genannt, ist ein Fertigungsverfahren, bei dem Material aus einem festen Körper entfernt wird, um ein Teil zu formen. Hierbei wird durch Fräsen, Bohren, Schleifen, Schneiden oder andere Verfahren Material abgetragen, bis das gewünschte Teil entstanden ist [43–45].

eignet sich unter anderem besonders auch für Reparaturen von bestehenden Bauteilen [50, 51].

Zur additiven Fertigung von metallischen Bauteilen wird häufig ein pulverbettbasiertes Verfahren verwendet. Hierzu wird das Metallpulver schichtweise auf eine Bauplattform aufgetragen und das Bauteil durch Energieeintrag lokal gefügt [46, 48, 49]. Der Energieeintrag erfolgt durch einen Elektronen- oder Laserstrahl, welcher in Bahnen auf die Pulverbettoberfläche gelenkt wird [46, 48, 49]. Bei geeigneter dreidimensionaler Überlappung der Bahnen in den individuellen Schichten wird ein makroskopisches Bauteil aus vollständig aufgeschmolzenen mikroskopischen Pulverpartikeln erstellt. Das Schmelzbad unter dem Strahl im Pulverbett reicht bis in das darunterliegende Bauteil oder die Unterlage. Um gute Bauteileigenschaften zu erreichen, werden die Richtungen der Bahnen in den aufeinander folgenden Pulverlagen rotiert [52, 53]. Ungestützte Bereiche eines Bauteils müssen durch geeignete Stützstrukturen stabilisiert werden, da andernfalls Bereiche des Bauteils von der gewünschten Geometrie abweichen [16, 46]. Durch fehlende Stützstrukturen würde die Schmelze in ungestützten Teilvolumina tiefer in das Pulverbett einsmelzen als gewünscht, unter anderem auch weil die Schmelze langsamer abkühlt, da das umliegende Pulverbett thermisch isolierend wirkt. Stützstrukturen können Wärme aus der Schmelze aufnehmen und in Richtung der Bauplattform ableiten. Ohne Stützstruktur würde das Bauteil lokal entgegen der Aufbaurichtung von der gewünschten Geometrie abweichen. Zudem wäre die nächste Pulverlage an diesen Positionen etwas dicker, durch unzureichenden Überlapp der Schmelzbäder käme es zu erhöhter Porosität.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Verfahren des selektiven Laserschmelzens (PBF-LM<sup>2</sup>) eingesetzt. Die anderen möglichen Sonderformen der additiven Fertigung werden hier nicht genauer beleuchtet [23, 54–56].

Die ins Material eingetragene Energie  $\Psi$  lässt sich nach Simchi et al. gemäß

$$\Psi = \frac{P_L}{s \cdot v \cdot h} \quad (2.1)$$

abschätzen [57]. Hier beschreibt  $P_L$  die Laserleistung,  $s$  den Schraffurabstand,  $v$  die Scangeschwindigkeit und  $h$  die Lagenhöhe. Die genannten Kenngrößen sind in der Abb. 2.1 verdeutlicht.

---

2 Powder Bed Fusion - Laser Melting; Andere Handelsnamen wie SLM oder LMF werden hier nicht genutzt

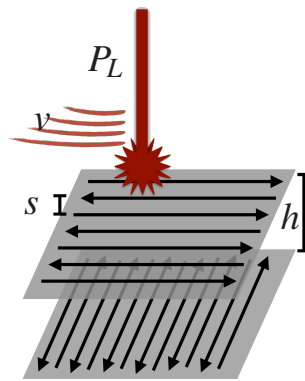


Abbildung 2.1: Skizze zur Verdeutlichung der in Gl. 2.1 enthaltenen Größen. Die ins Material eingetragene Energie  $\Psi$  lässt sich näherungsweise durch Division der Laserleistung  $P_L$  durch das pro Zeit überstrichene Volumen berechnen. Letzteres berechnet sich aus dem Produkt der Lagenhöhe  $h$ , der Scangeschwindigkeit  $v$  mit dem Schraffurabstand  $s$  [57].

Der Laser beleuchtet mit einer gegebenen Leistung  $P_L$  mit einer Vorschubgeschwindigkeit des Laserspots<sup>3</sup>  $v$  die Bahnen im Abstand  $s$ . Die Lagenhöhe  $h$  spannt das Einheitsvolumen in die dritte Dimension auf. Diese Formel dient allein einer ersten groben Näherung und eignet sich lediglich bedingt zur Auswahl von geeigneten Druckparametern auf Basis der Argumentation, dass bei identischem Energieeintrag pro Volumen vergleichbare Porositäten und Bauteilqualitäten erreicht werden können [58]. Bertoli et al. argumentieren [58], dass der rein thermodynamische Energieeintrag komplexe physikalische Phänomene und kinetische Prozesse im Schmelzbad, wie die hohen resultierenden thermischen Gradienten (siehe Kap. 2.1.1) nicht erfassen kann. Die Höhe des Energieeintrags ist entscheidend dafür, ob und welchem Maße das initial pulverförmige Material und das umliegende Volumen aufgeschmolzen werden. Dies beeinflusst letztlich die mechanischen und anderen Eigenschaften des gedruckten Materials beziehungsweise Bauteils.

### 2.1.1 Besonderheiten additiv gefertigten Materials

Bei der additiven Fertigung kommt es aufgrund der sehr kleinen geschmolzenen Volumina, gekoppelt mit den hohen Vorschubgeschwindigkeiten des Laserspots ( $> 1 \text{ m/s}$ ) und der Selbstabschreckung durch das umliegende Material zu sehr hohen lokalen Abkühlraten zwischen  $10^3 \text{ K/s}$  und  $10^8 \text{ K/s}$  [59–63]. Wang et al. [64] argumentieren, dass die hohen Abkühlraten maßgeblich zur Ausbildung der einzigartigen Mikrostruktur beitragen. Aufgrund der vielfältigen thermischen Gradienten im Schmelzbad kommt es zu

<sup>3</sup> Laserspots: idealerweise kreisförmige durch den Laser beleuchtete Fläche

einer komplexen thermo-mechanischen Belastung während der Erstarrung des Materials [65]. Im Folgenden werden mikrostrukturelle Besonderheiten vorgestellt und die daraus folgenden mechanischen Eigenschaften charakterisiert. Die Größe von additiv gefertigten monolithischen Bauteilen ist lediglich durch das Bauraumvolumen des verwendeten additiven Fertigungssystems begrenzt. Im Fall des genutzten Systems (Orlas Creator) ist der Bauraum zylindrisch und erlaubt, Bauteile in einem Durchmesser von 105 mm bis zu einer Bauteilhöhe von etwa 80 mm herzustellen.

Mikrostrukturell gibt es aufgrund der physikalischen Herstellungsbedingungen bei additiv gefertigten Materialien einige Besonderheiten im Vergleich zu konventionellem Material, diese werden im Folgenden sortiert nach absteigender Größenskala vorgestellt. Abbildung 2.2 zeigt exemplarische Ergebnisse dieser Arbeit, an denen sich die Mikrostruktur des additiv gefertigten Materials erkennen lässt.

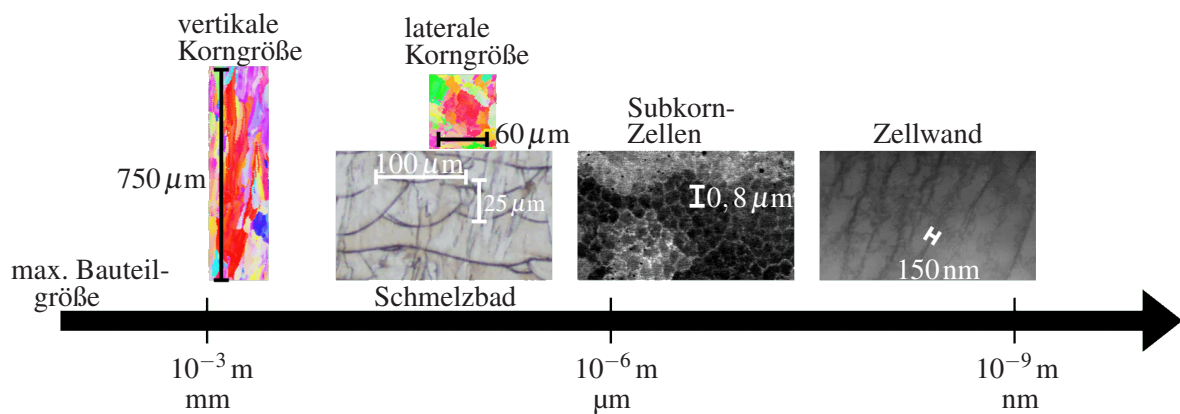


Abbildung 2.2: Mikrostrukturelle Eigenheiten additiv gefertigten Materials, sortiert nach absteigender Größe. Alle gezeigten Abbildungen sind Auszüge eigener Ergebnisse und werden in der Arbeit in vollem Umfang gezeigt und diskutiert. Ausschnitte angepasst nach [20].

Begonnen bei der größten mikrostrukturellen Abmessung, sind die Körner mit bis zu einem Millimeter Länge entlang der Baurichtung zu nennen. Wenn man bedenkt, dass eine gedruckte Lage typischerweise nur zwischen  $25\text{ }\mu\text{m}$  und  $50\text{ }\mu\text{m}$  dick ist, erscheint die Korngröße entlang der Baurichtung groß. Nach Dehoff et al. und Ishimoto et al. rührt die große Korngröße daher, dass die erstarrende Schmelze epitaktisch zum vorliegenden erstarrten Material wächst und sich die Kornorientierungen so fortsetzen können [22, 66–69].

Als nächstkleinere charakteristische Größe ist das Schmelzbad selbst zu nennen. Die typische laterale Abmessung liegt im Bereich von  $100\text{ }\mu\text{m}$ . Hier ist zu erwähnen, dass es bei Schlifffbildern durch schräge Schnitte zur verzerrten Darstellung der Schmelzbadgrenzen kommen kann. Die Schmelzbadgrenze bezeichnet den Rand eines Aufschmelzvorgangs. Die genaue Struktur der Schmelzbadgrenze ist

bisher nicht genauer untersucht. Verschiedene Untersuchungen, unter anderem die von Spratt et al. haben gezeigt, dass die Netzwerke aus Schmelzbadgrenzen zu einem anisotropen Materialverhalten führen [70–72]. Die Schmelzbadgrenze wird in der Literatur als Senke für Defekte und möglicher struktureller Schwachpunkt diskutiert [70, 73, 74]. Dieser Diskussionspunkt wird durch den stärkeren Angriff durch Säuren bei der Schlifferstellung in diesen Bereichen gestützt. Die typische laterale Abmessung liegt im Bereich von  $100\,\mu\text{m}$ . Als nächstkleinere Struktureinheit sind die in der Literatur Subkorn-Zellen genannten Versetzungsstrukturen zu nennen, siehe hierzu Abb. 2.2, Mitte. Diese Subkorn-Zellen können einen Durchmesser im Bereich von etwa  $0,2\,\mu\text{m} - 1\,\mu\text{m}$  haben. Die Größe dieser Zellen hängt stark von den Druckparametern und den damit verbundenen Abkühlbedingungen ab, so kann auch die lokale Bauteilgeometrie die Form und die Abmessungen der Zellen beeinflussen [75, 76]. Die Zellwände haben eine Breite im Bereich von  $\approx 150\text{nm}$ . Benachbarte Zellen des gleichen Korn haben in der Regel eine kristallografische Verkipfung untereinander, die weniger als  $1^\circ$  beträgt [77]. Die Zellwände bestehen aus Versetzungen, der Kern ist weitgehend ungestörtes Material [78, 79]. Die Zellbildung wird in der Literatur auf die thermomechanische Materialbeanspruchung durch die extremen Abkühlbedingungen, also den extrem großen thermischen Gradienten, die schnelle Abkühlrate und die daraus resultierend schnelle gerichtete Erstarrung des Materials zurückgeführt [75, 78, 80, 81]. Dieses zelluläre Versetzungsnetzwerk führt dazu, dass in additiv gefertigten Materialien inhomogene Versetzungsdichten von bis zu  $10^{15}\text{m}^{-2}$  vorliegen [82–84]. Je nach Reinheit und Legierungszusammensetzung kann es in Abhängigkeit von den Druckparametern zudem zur Bildung von oxidischen Ausscheidungen und Segregationen kommen. Diese sind in den Zellwänden oder Schmelzbadgrenzen zu finden und zwischen  $10\text{nm}$  und  $150\text{nm}$  groß [20]. Zusammenfassend weisen per PBF-LM additiv gefertigte Metalle ein multiskaliges bzw. hierarchisches Gefüge auf, dessen Eigenschaften sich über bis zu sechs Größenordnungen erstreckt [20, 85, 86].

**Porosität** Durch nicht ideale Druckbedingungen können im Material während des Druckprozesses Poren verschiedener Größen und verschiedenen Ursprungs entstehen. Bei zu hohem Energieeintrag, beispielsweise bei verlangsamer Laseroptik, können sogenannte Schlüsselloch-Poren (eng.: Keyhole-Poren) entstehen. Die Laserstrahlung verdampft Teile des Materials, eine Dampfkapillare entsteht. Diese Kapillare kann bis in tieferliegende Materialschichten vordringen. Da der Laserstrahl mehrfach an der Grenzfläche zwischen Kapillare und Schmelze reflektiert, wird die Energie nicht hauptsächlich an der Oberfläche des Pulverbetts aufgenommen, sondern dringt in tieferliegende Schichten. Es entsteht eine besonders ungleichmäßige Verteilung der Temperatur und im darunterliegenden Material wird eine Dampfblase von bis zu  $100\,\mu\text{m}$  Größe eingeschlossen, welche als Pore zurückbleibt [87–89].



Reguläre Gasporen entstehen hingegen durch turbulente Strömungen an der Oberfläche des Schmelzbads, die umgebende Schutzgasatmosphäre wird in bis zu  $100\,\mu\text{m}$  großen sphärischen Poren gefangen. Bei unsachgemäßer Prozessführung und Pulver-Lagerung kann es zu erhöhten Wassergehalten im Pulver kommen. Das Wasser kann mit der Schmelze reagieren und führt dann zu wasserstoffhaltigen Poren [38]. Bei ungünstiger Parameterwahl, wie beispielsweise durch unzureichenden Überlapp der Schmelzbahnen oder zu geringem Energieeintrag kann es zu Bindefehlern (engl.: lack-of-fusion), also mangelhafter Verschmelzung der Bahnen kommen. Diese Poren können auch mehrere Lagen bzw. Bahnen überbrücken und somit bis zu  $100\,\mu\text{m}$  groß und größer werden [90]. Besonders Keyhole-Poren und Lack-of-Fusion Poren können große Effekte auf die mechanischen Eigenschaften haben, da sie den effektiven Materialquerschnitt reduzieren und zur Spannungslokalisierung beitragen.

### 2.1.2 Mechanische Eigenschaften

Additiv gefertigte Materialien überzeugen im Vergleich zu konventionell hergestellten Varianten mit ihren besonderen mechanischen Eigenschaften, was mehrere Veröffentlichungen auf die einzigartige Zellstruktur zurückführen [20, 60, 77, 91–96]. Die sehr kleinen, durch Versetzungsanhäufungen getrennten Zellen behindern die Versetzungsbewegung analog zum Hall-Petch-Verhalten für grobkörnigere Materialien [20].

Im Fall von additiv gefertigtem 316L Edelstahl werden nahezu porenfreie Probenkörper mit Porositäten von deutlich unter einem Prozent mit gegenüber konventionellem Material verdoppelter Streckgrenze erzielt [20, 82, 97, 98]. Alle diese Studien zeigen zudem, dass die Bruchdehnung verglichen mit konventionellem Material nicht deutlich reduziert ist, dass also im Gegensatz zur Kaltverfestigung von konventionellem austenitischem Stahl kein so deutliches Abwägen zwischen Bruchdehnung oder Festigkeit erfolgen muss. Der sogenannte "strength-ductility trade-off" entfällt nahezu. Wang et al. und Wei et al. führen ein solches Materialverhalten auf das stark heterogene hierarchische Gefüge zurück, siehe hierzu auch Abb. 2.2 [20, 99].

Durch die vergleichsweise raue Oberfläche von in Endkontur gefertigten Probenkörpern sind die Ermüdungseigenschaften leicht verschlechtert [82, 100]. Porosität im additiv gefertigten Material kann durch lokale Spannungserhöhung ebenfalls negative Effekte auf die Ermüdungseigenschaften haben [82].

## 2.2 Austenitischer Stahl

Bei 316L (S31603 nach ASTM A249 [101]) handelt es sich um einen nichtrostenden austenitischen Chrom-Nickel-Stahl mit niedrigem Kohlenstoffgehalt. Ein vergleichbarer Werkstoff nach deutscher Norm [102] wäre 1.4404 bzw. (X2CrNiMo17-12-2), für die chemischen Zusammensetzungen nach Norm siehe Tab. 2.1. In dieser Arbeit wird 316L additiv gefertigt, daher wird die Bezeichnung im Rahmen dieser Arbeit auf 316L-AM (AM für das englische additive manufacturing) konkretisiert.

Norm	w%	Cr	Ni	Mo	Mn	C	N	Si	P	S
1.4404 [102]	min.	16,5	10	2						
	max.	18,5	13	2,5	2	0,03	0,01	1	0,045	0,015
316L [101]	min.	16	10	2						
	max.	18	14	3	2	0,03	0,01	1	0,045	0,03

Tabelle 2.1: Tabellarische Übersicht der chemischen Zusammensetzungen der Legierungen 1.4404 und S31603 nach [101, 102].

Austenitische Chrom-Nickel-Stähle weisen im Grundzustand für einen Stahlwerkstoff vergleichsweise niedrige Streckgrenzen von 205 MPa bis 275 MPa und Zugfestigkeiten zwischen 520 MPa und 760 MPa bei Bruchdehnungen zwischen 40 % und 80 % auf. In der Abbildung 2.3 sind die Verfestigungskurven von konventionell hergestellten Proben aus den Legierungen 304 und 316L dargestellt.

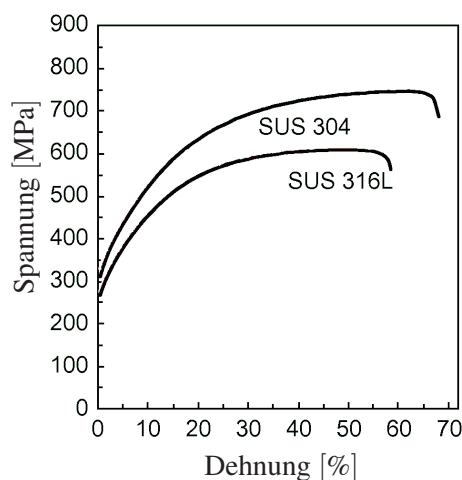


Abbildung 2.3: Beispielhafte Verfestigungskurven der austenitischen Chrom-Nickel-Stähle 304 und 316L (Verändert mit Genehmigung von Elsevier [103])

Diese mechanischen Kennwerte lassen sich durch Kaltverformung steigern [104, 105]. Wird ein Chromgehalt von nur 12 % überschritten, bildet sich auf dem Werkstoff eine Passivschicht aus Chromoxiden aus, welche für die besondere Korrosionsresistenz und die chemische Beständigkeit in sauren und basischen Umgebungen verantwortlich ist. Das enthaltene Nickel hat ähnliche Eigenschaften und trägt somit zur Korrosionsresistenz bei. Durch den Zusatz von Molybdän kommt es zu einer verbesserten Lochfraßkorrosionsbeständigkeit in chlorhaltigen Medien [105]. Der besonders niedrige Kohlenstoffgehalt verbessert die

Schweißbeugung durch Reduktion der Heißrissneigung, was gerade im Fall der additiven Fertigung entscheidend ist [105]. Durch die für den Fügeprozess notwendige Wärme können sich je nach Material Ausscheidungen bilden, welche eine Spannungsüberhöhung erzeugen und durch die thermomechanische Belastung zur Rissbildung führen. Dieses Phänomen wird unter dem Begriff der Heißrissbildung zusammengefasst [75, 106]. Bei erhöhtem Kohlenstoffgehalt können sich beim Schweißen oder anderen Prozessen mit hohem Energieeintrag Karbide bilden, an denen Heißrisse entstehen.

Um eine grundlegende Resistenz gegen wasserstoffinduzierte Schäden zu erreichen, ist es besonders wichtig, nichtmetallische Einschlüsse wie zum Beispiel Karbide zu vermeiden [105, 107]. Diese Einschlüsse sind in der Regel nicht kohärent mit der metallischen Matrix verbunden und führen daher bei mechanischer Belastung zur lokalen Spannungsüberhöhung. Im Zusammenspiel mit Wasserstoff im Material sorgt diese Spannungsüberhöhung für eine erleichterte und lokalisierte plastische Verformung nahe dem ohnehin durch die Anwesenheit der Ausscheidung reduzierten Querschnitt [13, 107]. Die genaueren Details zu Wasserstoff in kfz-Metallen und Versprödungsmechanismen werden im Abschnitt 2.3 näher erläutert. Da insbesondere Schwefel und Phosphor diese nichtmetallischen Einschlüsse mit der Matrix bilden, gilt es, diese Gehalte besonders gering zu halten.

Die diskutierte Legierung findet Anwendung im Bereich der chemischen und textilen Industrie ebenso wie in der Lebensmittelbranche [108]. Zudem werden Bauteile für Hochvakuumanlagen aus diesem Werkstoff gefertigt [109]. In Tabelle 2.1 ist die chemische Soll-Zusammensetzung nach den Normen für 1.4404 [102] und 316L (S31603) [101] dargestellt. Hier fällt auf, dass sich beide Werkstoffe nur durch geringe Abweichungen im Gehalt von Chrom, Molybdän und der Obergrenze für Schwefel unterscheiden.

Das in Abb. 2.4 dargestellte Schaeffler-Diagramm dient der Abschätzung der Stabilität der entstehenden Phasen anhand der chemischen Zusammensetzung durch die Nickel- und Chrom-Äquivalente [106, 110]. Die Chrom- und Nickeläquivalente  $Cr_{eq}$  und  $Ni_{eq}$  berechnen sich wie folgt aus den Gehalten (in Massenprozent) der Legierungselemente [106]:

$$\begin{aligned} Cr_{eq} &= Cr + Mo + 1,5 Si + 0,5 Nb + 2 Ti \quad , \\ Ni_{eq} &= Ni + 30 C + 0,5 Mn + 30 N \quad . \end{aligned} \tag{2.2}$$

Durch rote Rahmen wurde der mögliche Bereich der beiden für diese Arbeit relevanten Legierungen 316L und 1.4404 dargestellt. Im s-förmigen weißen Bereich treten Phänomene wie Heiß- und Kaltrisse, Versprödung durch die  $\sigma$ -Phase und Kornwachstum nicht auf [106, 110].

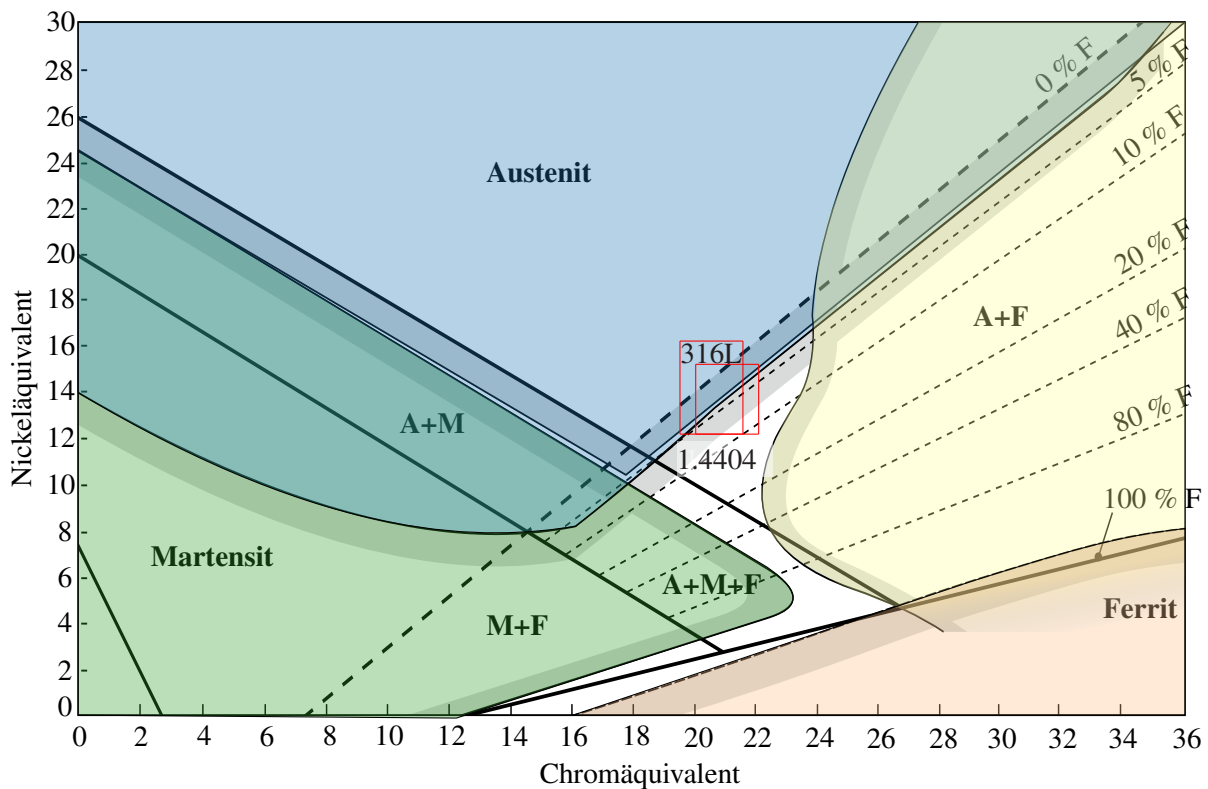


Abbildung 2.4: Schaeffler Diagramm [106, 110]: Die verschieden eingefärbten Regionen repräsentieren die vorliegenden Phasen nach Erstarrung je nach chemischer Zusammensetzung des hochlegierten Schweißguts.

Die  $\sigma$ -Phase ist eine eisen- und chromreiche Phase mit abweichender tetragonal dicht gepackter Gitterstruktur, die sich aus der austenitischen Phase ab Temperaturen von 550 °C ausscheidet [111–114].

Dichte in $\text{g}/\text{cm}^3$	Literatur
7,9	[115–119]
7,95	[120–122]
7,98	[123]
7,99	[124]
8,0	[104, 108, 125–127]
8,027	[128]

Tabelle 2.2: In der Literatur angegebene Dichten für 316L bei  $T = 20^\circ\text{C}$ . Es wurde eine Referenzdichte von  $8,0 \text{ g}/\text{cm}^3$  gewählt.

**Referenzdichte** Additiv gefertigte Bauteile sollten für anspruchsvolle Anwendungsfälle mit hohen angelegten Spannungen keine Porosität aufweisen [129, 130]. Da die globale Dichte  $\rho$  eines Bauteils mithilfe einer Waage und dem Archimedeschen Auftriebsprinzip leicht bestimmt werden kann (siehe auch Abschnitt 3.5.1), ist die Kenntnis einer Referenzdichte von entscheidender Wichtigkeit. Die Tabelle 2.2 stellt die in der Literatur genannten Dichten für konventionellen 316L bei  $T = 20^\circ\text{C}$  mit den jeweiligen Referenzen dar. Zusätzlich zu Literaturwerten für konventionelles Material sind durch Pulverhersteller diskutierte erreichbare Werte für die Dichte enthalten. In der Literatur wird die in

der Tabelle dargestellte Varianz der experimentellen Ergebnisse diskutiert [119, 124], teilweise führen Autoren das Problem auf die große Variabilität der chemischen Zusammensetzungen der gleichen Legierung zurück. Für alle im Folgenden gezeigten Berechnungen wurde eine Referenzdichte von  $8,0 \text{ g/cm}^3$  gewählt.

### 2.2.1 Plastische Verformung austenitischer Stähle

Im folgenden Abschnitt wird erläutert, wie plastische Verformung bei Raumtemperatur in austenitischen Stählen abläuft und welche mikrostrukturellen Defekte das verformte Gefüge aufbauen. In kubisch flächenzentrierten Materialien ist vor allem die Stapelfehlerenergie entscheidend dafür, welcher Verformungsmechanismus bei mechanischer Beanspruchung aktiv ist [131, 132]. Bei den meisten austenitischen Stählen, auch bei der untersuchten Legierung 316L, handelt es sich um eine Legierung mit niedriger Stapelfehlerenergie (SFE) [133]. In der Literatur werden je nach Legierungszusammensetzung und je nach genutztem Berechnungsmodell Werte für die Stapelfehlerenergie zwischen  $40 \text{ mJ/m}^2$  und  $64 \text{ mJ/m}^2$  für 316L angegeben [134–136].

In der Literatur wird durch simulative Studien [137] und experimentelle Befunde [138, 139] diskutiert, dass die Stapelfehlerenergie durch interstitiellen Wasserstoff reduziert wird [137–139]. Es besteht kein Konsens über den hierfür zugrundeliegenden Mechanismus.

**Deformation durch Zwillingsbildung** Die Plastische Verformung kubisch flächenzentrierter Materialien verläuft allgemein über Versetzungsgleiten. Die Stapelfehlerenergie entscheidet darüber, welche weiteren Verformungsmechanismen und Defektaggregate bei der plastischen Verformung entstehen können. Niedrige Stapelfehlerenergien begünstigen Zwillingsbildung gegenüber dem Quergleiten von Versetzungen [140]. Frommeyer et al. geben als untere Grenze der Zwillingsbildung eine Stapelfehlerenergie von  $25 \text{ mJ/m}^2$  an [141], Allain et al. berechneten eine untere SFE für die Zwillingsbildung von  $12 \text{ mJ/m}^2$  [142], dies steht im guten Einklang mit den Beobachtungen durch Ojima et al. [143]. Daher kommt es in kubisch flächenzentrierten Materialien bei starker Verformung vornehmlich zur Zwillingsbildung im  $\langle 110 \rangle \{111\}$ -System. [117, 133, 134, 140, 144, 145]. Bei noch geringeren Stapelfehlerenergien würde bei plastischer Verformung  $\epsilon$ -Martensit als intermediäres Defektaggregat gebildet [141, 146]. Bei erhöhten Stapelfehlerenergien ab  $50 \text{ mJ/m}^2$  dominiert hingegen das Versetzungsgleiten als Deformationsmechanismus [146–149]. Der in dieser Arbeit untersuchte 316L kann daher hauptsächlich über den Mechanismus der Zwillingsbildung und über Versetzungsgleiten plastisch verformen.

Wenn man in dichtest gepackten  $\{111\}$ -Ebenen der Stapelfolge "[...]ABCABCABC[...]" eine kohärente Zwillingskorngrenze einführt, bildet sich eine Stapelfolge von "[...]ABCAB $\check{C}$ BACBAC[...]" [133]. Diese Art der Grenzfläche entsteht durch den sukzessiven Einbau von Translationszwillingen mit einer unvollständigen Translation von  $\frac{1}{6}\langle 11\bar{2} \rangle$  durch eine Shockley-Partialversetzung auf benachbarten  $\{111\}$ -Ebenen [117, 132, 133, 150–152]. Die Aufspaltung zu den Shockley-Partialversetzungen unterdrückt das Quergleiten der Versetzung an sich. Translationszwillinge werden auch als intrinsische Stapelfehler bezeichnet, hierbei liegt eine Stapelfolge von "[...]ABCABC|BCABCA[...]" vor [133, 153]. Die Zwillingsbildung kann als Ausführung einer Drehung um  $180^\circ$  um die Ebenennormale einer der  $\{111\}$ -Ebenen betrachtet werden. Da die Drehung dieser  $\{111\}$ -Ebenen um die Normale eine dreizählige Symmetrie besitzt, kann diese Drehung auf eine  $60^\circ$ -Drehung reduziert werden. Die Körner, die durch eine Zwillingsgrenze getrennt sind, sind somit durch eine  $60^\circ$ -Drehung voneinander unterschieden, man spricht von einer  $\Sigma_3$ -Zwillingsgrenze [133, 154]. Die Zwillingsbildung in dem vorliegenden System ist orientierungsabhängig, das heißt, dass nicht alle vor der Verformung vorliegenden kristallografischen Ebenen durch die mechanische Zwillingsbildung plastisch verformen. Die Menge der Orientierungen, die innerhalb des grün markierten Bereichs der inversen Polfigur in Abb. 2.5 liegen, würden Zwillinge bilden, die übrigen Orientierungen könnten theoretisch durch Versetzungsgleiten verformen.

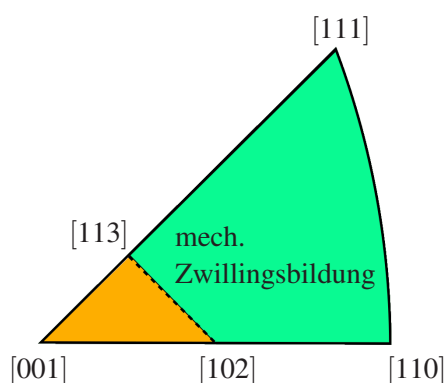


Abbildung 2.5: Inverse Polfigur zur Verdeutlichung der Orientierungsabhängigkeit der mechanischen Zwillingsbildung im  $\langle 110 \rangle \{111\}$ -System [133, 155–158]. Bei plastischer Verformung von 316L würden alle Orientierungen im grünen Bereich der Darstellung durch Zwillingsbildung verformen.

Dieser Sachverhalt begründet sich aus der Orientierungsabhängigkeit des Schmid-Faktors für den uniaxialen Zug [133, 158]. Der Schmid-Faktor beschreibt das Verhältnis zwischen angelegter äußerer Spannung und auf das aktive Gleitsystem wirkender Spannung. So kann bei ungünstiger Lage eines Korns im Material das Gleitsystem weniger stark oder gar nicht aktiv werden. Die Abbildung 2.5 dient lediglich als Übersichtsdarstellung verschiedener Beobachtungen aus der Literatur, welche ebenfalls bestätigt, dass innerhalb der orange hervorgehobenen Zone keine Zwillingsbildung stattfindet [133, 155–158]. Mit zunehmender Verformung findet eine  $\langle 111 \rangle$ -Fasertexturierung statt, also steigt der relative Anteil an  $\{001\}$ - und besonders  $\{111\}$ -orientierten Körnern. Dieser Sachverhalt ist bei kubisch flächenzentrierten Materialien zu erwarten [159–161]. Körner einer  $\{110\}$ -ähnlichen Orientierung drehen im Verlauf der plastischen Verformung zunächst auf die

$\{001\}$ - $\{111\}$ -Linie und orientieren sich dann stärker zu  $\{100\}$  beziehungsweise vorwiegend zur  $\{111\}$ -Orientierung [159–161]. Siehe hierzu auch Abb. 2.5 .

**Verformungsmartensit** Zusätzlich zur Zwillingsbildung kommt es bei hohen Umformgraden zur Bildung von  $\alpha'$ -Verformungsmartensit als Defektaggregat. Dies geschieht vorwiegend, wenn lokal viele Stapelfehler als Scherbänder mit anderen Defekten überlappen. Als zweiter Defekt zur Martensitbildung werden in der Literatur vor allem Tripelpunkte und Korngrenzen genannt [132]. An diesen lokal überlappenden Defekten bildet sich eine kubisch raumzentrierte Struktur [132]. Bei Stapelfehlerenergien unter  $20 \text{ mJ/m}^2$  würde sich als intermediäre Vorläufer-Phase der hexagonale  $\epsilon$ -Martensit vor der Bildung von  $\alpha'$ -Verformungsmartensit bilden [141, 146]. Aufgrund der Bildung von  $\alpha'$ -Verformungsmartensit spricht man bei 1.4404 und 316L auch von einem metastabilen austenitischen Edelstahl.

### Dynamische Reckalterung

Bei langsamer Dehnung im Zugversuch lassen sich unterhalb einer kritischen Dehnung  $\varepsilon_I$  zackige Kraft- bzw. Spannungsverläufe beobachten. Dieser Zusammenhang ist in der Abb. 2.6 verdeutlicht, der gezeigte Ausschnitt eines Verfestigungsverlaufs ist ein Teilergebnis dieser Arbeit. Den gezeigten Effekt fasst man unter dem Begriff der dynamischen Reckalterung zusammen, teilweise wird dieser auch nach den Entdeckern Portevin-Le Chatelier-Effekt (abgekürzt auch PLC-Effekt) genannt [162]. Die dynamische Reckalterung beruht auf der elastischen Wechselwirkung von gleitenden Versetzungen mit Interstitutionsatomen wie Wasserstoff, Kohlenstoff, Stickstoff oder Sauerstoff.

Dies ist besonders ausgeprägt, wenn die Diffusionsgeschwindigkeit der Interstitutionsatome nahe der Geschwindigkeit der gleitenden Versetzungen ist. Macherauch leitet eine Proportionalität zwischen der äußerlich angelegten Dehnrates  $\dot{\varepsilon}$  und dem Produkt aus der Dichte der Gleitversetzungen  $\rho_{disl}$  und dem Diffusionskoeffizienten der mobilen Spezies  $D$  her:  $\dot{\varepsilon} \propto \rho_{disl} \cdot D$  [162]. Durch die spannungsgetriebene Diffusion der Interstitutionsatome kommt es zu einer Erhöhung der Konzentration dieser Atome im Zugspannungsfeld der Stufenversetzungen gegenüber dem restlichen ungestörten Gitter. Die Zacken im

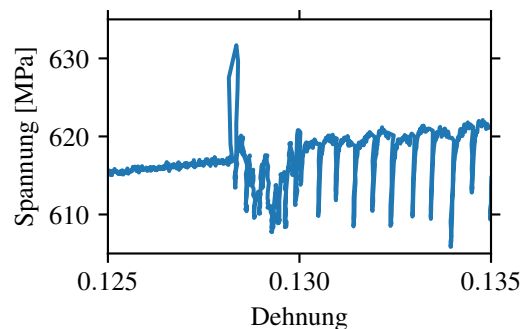


Abbildung 2.6: Ausschnitt eines Spannungs-Dehnungsdiagramms mit für den Portevin-Le Chatelier-Effekt typischem gezacktem Verfestigungsverlauf



Spannungs-Dehnungsverlauf entstehen dann durch die zeitweise Verankerung der Stufenversetzungsanteile der gleitenden Versetzungen an diesen "Konzentrationswolken" [162]. Diese Konzentrationswolken sind nicht zu verwechseln mit den Cottrellwolken, wie sie beispielsweise in ausgelagerten  $\alpha$ -Eisen-Einkristallen mit besonders niedrigem Kohlenstoffgehalt auftreten. Im genannten Fall stabilisiert Kohlenstoff Versetzungskerne energetisch in den sogenannten Cottrellwolken [163]. Im Zugversuch werden diese Versetzungen nur verzögert mobil, dies lässt sich durch eine ausgeprägte Streckgrenze beobachten, wie sie sonst nur im Fall von höher legiertem Eisen auftritt [163]. Der PLC-Effekt unterscheidet sich hiervon durch den dynamischen Prozess und die wiederholt auftretende Verankerung der Versetzung an mobilen interstitiellen Atomen, wohingegen die Cottrellwolke phänomenologisch hauptsächlich zu Beginn der plastischen Verformung in Erscheinung tritt [162, 163].

### 2.2.2 Materialermüdung austenitischer Stähle

Unter dem Phänomen der Materialermüdung versteht man das Materialversagen unter zyklischer Belastung, welche teilweise deutlich unterhalb der Streckgrenze  $R_p$  oder Zugfestigkeit  $R_m$  eines Materials auftritt [162, 164, 165]. Im Rahmen dieser Arbeit soll der Einfluss von Wasserstoff auf die Materialermüdung der untersuchten Legierung 316L-AM untersucht werden. Ein repräsentatives Schaubild der Materialermüdung ist die Spannungs-Wöhler-Kurve, in der die Amplitude der Spannung  $\sigma_a$  oder  $\sigma_{max}$  gegen die Anzahl der Lastwechsel zum Bruch als Streudiagramm aufgetragen wird [162, 164–166]. Üblicherweise werden die Lastwechsel logarithmisch dargestellt, auch doppellogarithmische Darstellungen mit ebenfalls logarithmisch dargestellter Spannungsamplitude sind möglich. Abbildung 2.7 stellt eine solche doppellogarithmische Wöhlerkurve dar.

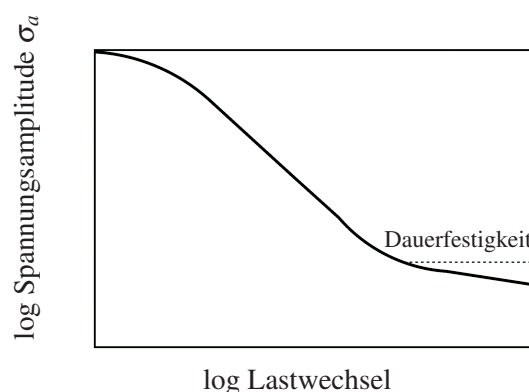


Abbildung 2.7: Wöhlerdiagramm zur Darstellung des Materialverhaltens bei periodischer Belastung. Die eingezeichnete Linie stellt das zu erwartende Verhalten einer kubisch flächenzentrierten Legierung dar. Die gestrichelte Linie verdeutlicht die Dauerfestigkeit von kubisch raumzentrierten Legierungen, Abbildung nachempfunden aus: [165].



Die eingezeichnete Linie repräsentiert das statistische Mittel, bei dem eine Probe bricht. Im Folgenden wird das Ermüdungsverhalten von konventionellem 316L erläutert. Bei kubisch flächenzentrierten Materialien, wie dem 316L, wird keine Dauerfestigkeit beobachtet [164]. Aufgrund der plastischen Verformung durch Zwillingsbildung kommt es aus mechanisch-elastischen Gründen zu lokalen Spannungsüberhöhungen im Umfeld der Zwillingsgrenzen. Hier kann es zur Ermüdungsbruchinitiierung kommen [167–169]. Das heißt, dass sogar bei sehr kleinen Spannungsamplituden bei sehr großen Lastspielzahlen ( $z_B > 10^7$ ) Brüche auftreten.

Wöhlerversuche unterliegen teils einer sehr großen Streuung, daher sind viele Versuche bzw. eine gute Versuchsplanung und statistische Auswertung obligatorisch [162]. Teile der Auswertung der Ermüdungsversuche wurden nach der DIN 50100 durchgeführt, die Erläuterungen zu dem Vorgehen sind unter Anhang B.5 zu finden.

Allgemein hängt das Ermüdungsverhalten von Materialien von sehr vielen Faktoren ab, unter anderem von der Probengröße, vom angelegten Spannungszustand, etwaigen Wärme- und Oberflächenbehandlungen, den Eigenspannungen, der Rauheit und etwaigen Temperatur- und Korrosionseinflüssen [165]. Lo et al. diskutieren, dass das Ermüdungsverhalten austenitischer nichtrostender Stähle besonders stark von Umgebungsvariablen wie Temperatur, Belastungsbedingungen und chemischer Zusammensetzung der Legierung abhängt [132]. Der Einfluss des Verformungsmartensit auf die Materialermüdung in metastabilen austenitischen Stählen wird in der Literatur kontrovers diskutiert. Einige Autoren geben an, dass Verformungsmartensit der Rissausbreitung entgegenwirkt und somit die Lebensdauer erhöht [170–172]. Andere zeigen, dass der spröde Martensit die Rissausbreitung vereinfacht und somit die Lebensdauer verringert [173]. Da der ferromagnetische Martensit in der paramagnetischen Austenit-Matrix vorliegt, eignet sich eine Vielzahl an magnetischen Untersuchungsmethoden zur Untersuchung der Ausbreitung des Martensits. So wurde mithilfe magnetischer Kraftmikroskopie (MFM, eng.: magnetic force microscopy) die Ausbreitung von Martensit lokal an Rissspitzen beobachtet [174]. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Martensitgehalt in einem unterbrochenen Schwingversuch mit einem Feritscope detektiert, siehe hierzu Kap. 4.3.2 und 3.6.

## 2.3 Wasserstoff in kubisch flächenzentrierten (kfz) Metallen

Im Folgenden werden die Grundlagen zu Wasserstoff in kubisch flächenzentrierten Metallen dargestellt, zunächst werden die Positionen im ungestörten Gitter erläutert, auf denen sich der Wasserstoff im metallischen Gitter aufhält. Anschließend wird die Diffusion von Wasserstoff auf diesen Positionen und die Löslichkeit, also der erreichbare Wasserstoffgehalt für  $\gamma$ -Eisen dargestellt, da die hier behandelte Legierung ein austenitischer Stahl ist. Abschließend werden einige Schadensphänomene und schließlich Versprödungsmechanismen definiert.

**Positionen** Wasserstoff liegt im ungestörten metallischen Wirtsgitter generell atomar vor und hält sich vorwiegend auf Zwischengitterplätzen auf. Diese Zwischengitterplätze, auch Interstitutionsgitterplätze genannt, können in kubischen Materialien oktaedrisch oder tetraedrisch zu den Wirtsgitteratomen koordiniert sein. In Abb. 2.8 sind beide Arten in der kubisch flächenzentrierten Einheitszelle skizziert.

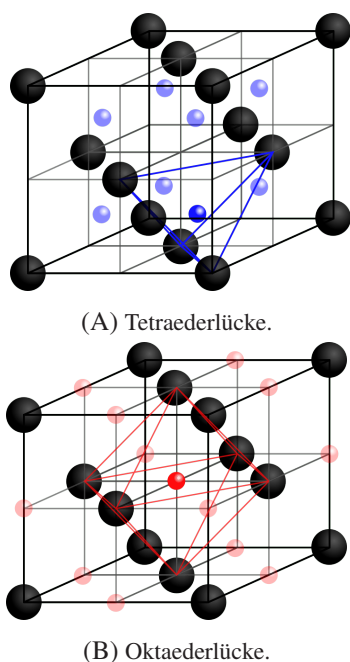


Abbildung 2.8: Gitterlücken im kubisch flächenzentrierten Gitter, nach [163].

Zur Übersicht wurden die symmetrisch äquivalenten Plätze leicht transparent dargestellt. Zusätzlich wurden zur Verdeutlichung die Oktaeder und Tetraeder eingezeichnet. Die Größe der Lücken  $r_{tet}$  und  $r_{okt}$  ist geometrisch an den Atomradius  $r_M$  des umgebenden Metalls gekoppelt. So ergibt sich für die Oktaederlücke ein Radius von  $r_{okt} = 2(\sqrt{2} - 1) r_M \approx 0,414 r_M$  [163, 175, 176], für die Tetraederlücke von  $r_{tet} = \sqrt{3/2} - 1 r_M \approx 0,224 r_M$  [175, 177]. Im Fall der Oktaederlücken ergibt sich ein Abstand von  $d_{okt} = 2 r_M$  und für die Tetraederlücken  $d_{tet} = \sqrt{2} r_M$ .

In kubisch flächenzentrierten Materialien, wie beim vorliegenden Beispiel des austenitischen  $\gamma$ -Eisen, hält sich der Wasserstoff aufgrund der Größe der Lücke vorwiegend in den Oktaederlücken auf [178–181]. Mit einem Gitterparameter von  $3,591 \text{ \AA}$  [182] lässt sich der Abstand der Oktaederlücken zu  $2,54 \text{ \AA}$  berechnen. Dieser Wert ist deutlich größer als das Switendick-Kriterium, wonach Protonen aufgrund der kurzreichweitigen repulsiven Wechselwirkung einander im Gitter nicht näher kommen können als  $2,1 \text{ \AA}$  [183]. Wären die Gitterlücken

in kleinerem Abstand angeordnet als das Kriterium beschreibt, wäre die Löslichkeit von Wasserstoff auf den Interstitutionsplätzen geometrisch eingeschränkt [183]. Die Löslichkeit ist jedoch nicht nur geometrisch beschränkt, auch die chemische Zusammensetzung, die Permeabilität und Diffusivität, sowie



ist es energetisch günstiger, dass das Molekül dissoziiert. Dieses energetische Verhältnis ist auch dafür verantwortlich, dass effundierender atomarer Wasserstoff an der Oberfläche nicht rekombiniert. Der Energiebetrag, der zur Dissoziation eines Wasserstoffmoleküls im Vakuum nötig ist, ist ebenfalls als  $E_{\text{diss}}$  eingezeichnet. Zusätzlich ist der notwendige Energiebetrag  $E_{\text{diff}}$  zur Diffusion von Wasserstoff im Gitter markiert. Wasserstoffatome werden an oder in Defekten getrappt, dies ist durch die Beiträge  $E_{\text{trap}}$  und  $E_{\text{ss}}$  an den entsprechenden Senken im Energieverlauf dargestellt. Die Lösungswärme  $E_{\text{sol}}$  beschreibt die Energiedifferenz zwischen einem freien Wasserstoffatom fern von der Oberfläche des Metalls und dem Zustand eines in einem ungestörten Interstitutionsplatz gelösten Wasserstoffatoms. Der Energiebetrag  $E_{\text{H}_2}$  beschreibt die Enthalpie zur Adsorption eines Wasserstoffmoleküls an die Oberfläche. Die Barriere zur Wasserstoffaufnahme ist durch den Energiebeitrag  $E_{\text{hydr}}$  gegeben.

**Defekte** Die relevanten mechanischen Eigenschaften von Konstruktionswerkstoffen entstehen erst durch die enthaltenen Defekten [163], da jeder Defekt ein mechanisches Spannungsfeld erzeugt, über welches die Defekte untereinander wechselwirken. Die plastische Verformung von Metallen beruht auf der Bildung und Bewegung von Versetzungen, welche wiederum untereinander und mit den Defekten des Grundmaterials wechselwirken [188].

Interstitiell vorliegender Wasserstoff führt zu einer Dehnung des Wirtsgitters [181, 185] mit einhergehendem Spannungsfeld. Auch Gitterdefekte mit offenem Volumen erzeugen Spannungsfelder, daher interagiert Wasserstoff unter anderem zur Reduzierung der elastischen Energie des Gitters mit den vorhandenen Defekten. Hierbei kommt es in der Regel zu einer Bindung des Wasserstoffs an bzw. in Defekten, dem sogenannten Trapping. Durch das Trapping wird die freie Enthalpie des Gesamtsystems reduziert, es ist also energetisch günstig, dass der Wasserstoff in Defekten vorliegt. Im Umkehrschluss wird es nach dem Defectant-Konzept energetisch günstiger, neue Defekte zu bilden, wenn Wasserstoff im Überschuss angeboten wird [12, 189]. Man kann die Menge des eingelagerten Wasserstoffs in einen getrappten und diffusiblen Anteil trennen. Je stärker ein Wasserstoffatom in seinem Defekt getrappt ist, desto unwahrscheinlicher ist es, dass es durch Diffusion in Volumina höherer mechanischer Spannung diffundiert und dort lokal an der Versprödung teilnimmt [190]. Nachfolgend sind die makroskopischen Materialfehler und Gitterdefekte, sortiert nach absteigender Bindungsstärke (sofern für  $\gamma$ -Fe in der Literatur veröffentlicht) für Wasserstoff in Eisen in Tab. 2.3 dargestellt [13].

Diese Defekte und deren Bindungsstärken sind besonders relevant für die vorliegende Arbeit, da es besonders in diesem frühen Entwicklungsstadium der additiven Fertigung durch nicht-ideale Bedingungen und mangelnde Prozesskontrolle während des Druckvorgangs zur Bildung von Hohlräumen und Poren kommen kann.

Defekt	Bindungsenergie in		Literatur
	eV	kJ/mol	
Hohlräume, Lunker & interne Risse, Poren	$0,41 \pm 0,08$	$39,6 \pm 7,7$	[191]
Grenzflächen um Einschlüsse			
Ausscheidungsgrenzen und deren Gitterdehnungsfelder			
Korngrenzen	0,37	35,7	[192]
Versetzungskern	0,26	25,1	[192]
Verzerrungsfelder von Versetzungen	0,09–0,15	8,7–14,5	[193–195]
Leerstellen und Leerstellen-Cluster			
freie Oberflächen und subsurface-sites			
Dehnungsfeld um Lösungsatome			

Tabelle 2.3: Bindungsenergien von Wasserstoff an Gitterdefekten tabellarisch nach absteigender Bindungsstärke nach Ref. [13] dargestellt. Nicht für jeden Defekt werden Energien in der Literatur diskutiert, diese sind nach den Erläuterungen von Lynch hier einsortiert [13].

In diesen Hohlräumen kann es zur Rekombination von Wasserstoffatomen zu Molekülen kommen und somit zur Ausbildung von hydrostatischen Drücken [107]. Die besonders ausgeprägte Versetzungsbildung und deren Anordnung in einem zellulären Versetzungsnetzwerk ist ein Kern-Bestandteil der laserbasierten additiven Fertigung und ermöglicht erst über das einzigartige Gefüge die verbesserten mechanischen Eigenschaften, wie in Abschnitt 2.1.2 dargestellt. Stufenversetzungen und Wasserstoffatome wechselwirken in der Art, dass Wasserstoff mit etwa 0,26 eV stark an das Zugspannungsfeld einer Stufenversetzung gebunden ist [192, 196]. Diese Wechselwirkung bedeutet im Umkehrschluss auch, dass die Versetzungen stärker im Gitter verankert sind, häufig spricht man hier von Pinning [197]. Atrens et al. führen diese Beobachtung auf eine elastische Wechselwirkung und/oder auf den Suzuki Effekt, also die elastische bzw. energetische Wechselwirkung zwischen einem Stapelfehler und dem Fremdatom zurück [197]. Lagert sich Wasserstoff an Defekten an, wird die Gesamtenergie des Systems gegenüber dem Fall, dass der Wasserstoff interstitiell im ungestörten Gitter vorliegt, reduziert. Dies verringert die Bildungsenergie für neue Defekte und erleichtert gleichzeitig auch die Wanderung von Defekten. Dieser Sachverhalt lässt sich thermodynamisch durch das Defactant-Konzept erklären [12]. Durch eine verringerte Defektbildungsenergie ist zu erwarten, dass sich in Anwesenheit von Wasserstoff bei gleichem Belastungsszenario mehr Defekte bilden. Aufgrund der in Abschnitt 2.1.1 vorgestellten Zellstruktur des additiv gefertigten Materials und der daraus folgenden sehr hohen Versetzungsdichte ist auch eine signifikante Wechselwirkung des Wasserstoffs mit den Versetzungen im additiv gefertigten Material zu erwarten.

**Wasserstoffdiffusion** Die Wasserstoffdiffusion ist einer der entscheidenden Faktoren der Wasserstoffversprödung. Nahezu alle Versprödungsmechanismen basieren darauf, dass Wasserstoffatome zu Defekten oder entlang von Spannungsfeldern diffundieren. Im Fall von kubisch flächenzentriertem Eisen diffundiert Wasserstoff über einen Zwischenschritt einer Tetraederlücke. Für den direkten Sprung von einer zur nächsten Oktaederlücke müsste eine hohe Energiebarriere von etwa 1,1 eV überwunden werden [181], wohingegen bei einem Hopping-Mechanismus über eine Tetraederlücke nur etwa 0,56 eV vonnöten sind [198]. Wasserstoff diffundiert durch das Material, um Gradienten des chemischen Potenzials, welches durch die vorhandene Wasserstoffkonzentration, Temperatur oder Spannungsfelder beeinflusst wird, zu folgen [13, 163, 199]. Lynch [13] argumentiert, dass Spannungsfelder mit den stärksten Einfluss für Wasserstoffversprödung haben. Dies begründet sich daraus, dass der diffundierende Wasserstoff bevorzugt in die mechanisch stark zugbeanspruchten Teilvolumina des Bauteils diffundiert und dort lokal die Versetzungsbildung und -Bewegung beeinflusst.

Für herkömmlichen 316L-Edelstahl werden Diffusionskonstanten bei 300 K im Bereich von  $1,7 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$  [200] bis  $1,4 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$  [40] nachgewiesen. Lin et al. haben die Wasserstoffdiffusion in 316L-AM durch elektrochemische Permeationsversuche untersucht. Sie fanden einen Diffusionskoeffizienten, der mit  $5 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  um zwei bis drei Größenordnungen höher ist als bei konventionellem Material [40]. Die Autoren führen diese Beobachtung auf eine Diffusion durch die Zellwände der AM-Mikrostruktur zurück. Dieser Sachverhalt ähnelt der Diffusion nach Harrison Typ C [201, 202] mit der Besonderheit, dass hier nicht Korngrenzen die schnellen Diffusionspfade stellen, sondern die Zellwände aus Versetzungen.

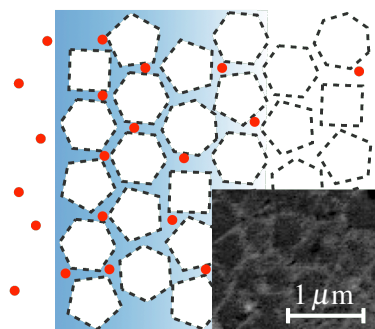


Abbildung 2.10: Die Zellwände in additiv gefertigtem Material bilden schnelle Diffusionspfade für Wasserstoff [40].

Abbildung 2.10 verdeutlicht diesen Zusammenhang. Der Volumenanteil der Zellwände wurde mit ungefähr  $\frac{1}{4}$  abgeschätzt, siehe hierzu Anhang A.2. Eine in Versetzungen beschleunigte Diffusion wurde bereits durch Love diskutiert [203]. Ähnliche Diffusivitätssteigerungen wurden auch in anderen Materialsystemen beobachtet [204, 205]. In nanokristallinem  $\alpha$ -Palladium wurde eine Abhängigkeit der Diffusionsgeschwindigkeit von der Wasserstoffkonzentration festgestellt. Mütschele et al. führen dies darauf zurück, dass der Wasserstoff das energetische Spektrum

der Gitterfehler von den tiefsten Traps her auffüllt [206].

Im Rahmen dieser Arbeit soll die Beobachtung ausgenutzt werden, dass bei niedrigem Beladungsstrom deutlich erhöhte Diffusionskoeffizienten auftreten. Falls diese Beobachtung sich am selbst gefertigten

Material bestätigt, kann mit geringerem Zeitaufwand eine Probe durchgreifend mit Wasserstoff beladen werden [207].

**Löslichkeit von Wasserstoff in Austenit** Bei Zimmertemperatur lösen sich bei konstantem Druck im Vergleich zu höheren Temperaturen nur geringe Mengen Wasserstoff in Eisenlegierungen, viel weniger als geometrisch möglich (vgl. 2.8 und Abschnitt 2.3). Dieses Verhalten ist vergleichbar mit anderen interstitiell gelösten Spezies wie beispielsweise Kohlenstoff. Die austenitische ( $\gamma$ -Fe) Phase löst die größte Menge Wasserstoff aller festen Phasen des Eisens. Abbildung 2.11 zeigt diesen Zusammenhang anhand mehrerer Wasserstoffgehalts-Isobaren in Abhängigkeit von der Temperatur für reines Eisen [208, 209].

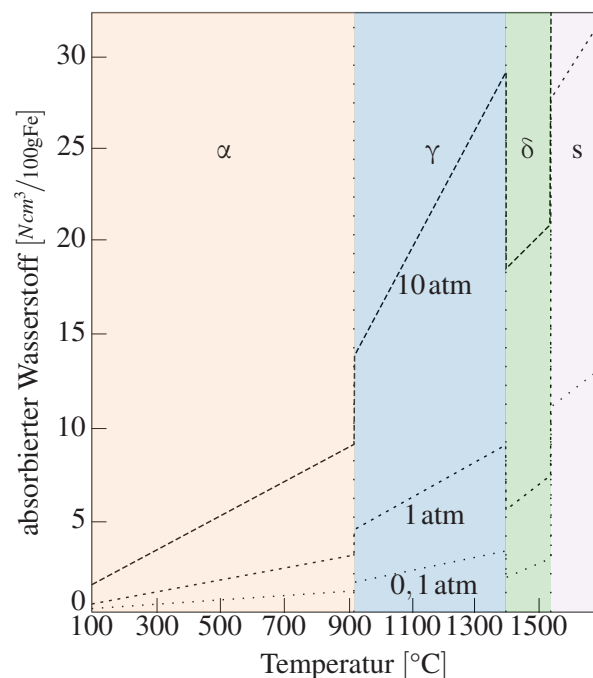


Abbildung 2.11: Wasserstofflöslichkeits-Isobaren für reines Eisen in Abhängigkeit von der Temperatur. Wasserstoff hat in  $\gamma$ -Fe eine bedeutend höhere Löslichkeit als in den anderen Phasen des Eisens. Im Fall der untersuchten Legierung erstreckt sich das  $\gamma$ -Gebiet bis zur Raumtemperatur [208, 209]

Die folgenden Erläuterungen zur Löslichkeit von Wasserstoff basieren auf [176, 184, 210–212]. Das Sievert'sche Gesetz beschreibt die Abhängigkeit der im Metall enthaltenen Wasserstoffkonzentration  $c_H$  von der Löslichkeit  $K$  und dem angelegten Wasserstoffdruck  $p$  :

$$c_H = K \cdot \sqrt{p} \quad . \quad (2.3)$$



Die hierin enthaltene Löslichkeit  $K$  ist thermisch aktiviert nach:

$$K = K_0 \cdot \exp\left(\frac{-H_S}{R \cdot T}\right) \quad ,$$

wobei  $H_S$  die freie Lösungsenthalpie und  $K_0$  die Löslichkeitskonstante beschreibt. Für 316L beträgt nach den Beobachtungen von Xiukui et al.  $K_0 = 814 \text{ molH}_2/\text{m}^3\sqrt{\text{MPa}}$  und  $H_S = 12,5 \text{ kJ/mol}$  [213].

Mine et al. erreichten Gleichgewichts-Wasserstoffgehalte von 22 wppm und 88 wppm bei einer Temperatur von 270 °C und Drücken von 10 MPa und 96 MPa. Die gewählten Expositionsdauern und Probengeometrien der diskutierten Experimente sollen eine nahezu vollständig gleichmäßige Wasserstoffbeladung gewährleisten. Die Bedingungen entsprächen bei einer Normaltemperatur von 300 K etwa 20 MPa und 140 MPa [136]. Die Autoren argumentieren zusätzlich, dass durch die Herstellung bereits zwischen 1 wppm und 5 wppm Wasserstoff in den kommerziellen austenitischen Stählen enthalten sein kann.

Durch elektrolytische Wasserstoffbeladung wurde durch Brass et al. [200] an konventionellem 316L ein Gehalt von bis zu 135 wppm nachgewiesen, da sich durch die elektrolytische Beladung sehr hohe chemische Potenziale einstellen lassen.

In Stählen kann bereits durch den Herstellungsprozess, siehe hierzu auch Abb. 2.11, Wasserstoff gelöst sein. Zusätzlich zu diesen Gehalten gibt es in der industriellen Anwendung eine Vielzahl an möglichen Quellen für gelösten Wasserstoff, die zu einer Versprödung führen können. Der Wasserstoff kann aufgrund von Beizprozessen oder durch kathodische Korrosionsreaktionen ins Material gelangen. Im Falle von niedriglegierten Eisenlegierungen (Gusswerkstoffe) mit niedrigen Zugfestigkeiten kann es bei der Erstarrung aus der Schmelze oder durch Schweißvorgänge mit Wasserstoffgehalten der Größenordnung 100 wppm zur Ausbildung von Wasserstoffporen kommen. Dies ist begründet durch die starke Reduktion der Wasserstofflöslichkeit beim Erstarren der Schmelze bzw. bei der Festphasenumwandlung zum Ferrit, wodurch der Wasserstoff aus der Lösung ausfällt und Blasen bildet. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 2.11 verdeutlicht. Zusätzlich kann Wasserstoff durch Reinigungsprozesse mit Säuren oder durch elektrolytische Behandlungen, wie das galvanische Beschichten, ins Material gelangen. Andere Quellen sind fehlerhafte Wärmebehandlungen in wasserstoffhaltiger Atmosphäre, Schweißen in Anwesenheit von Wasser oder schadhafte Korrosionsschutzschichten [13, 190].



### 2.3.1 Wasserstoff-induzierte Schädigung

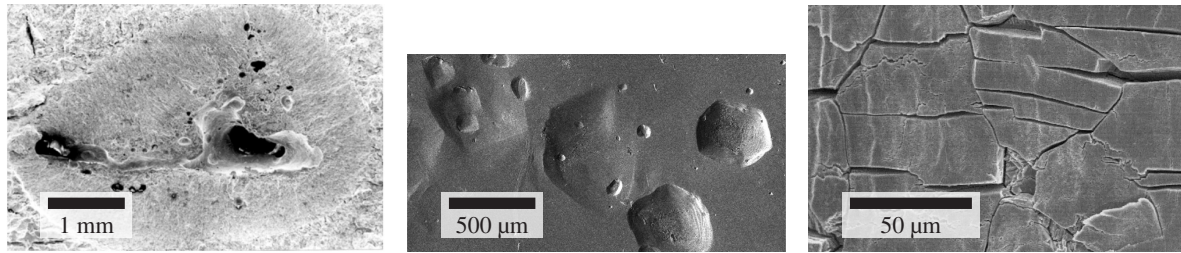
Im Rahmen dieser Arbeit wird die Wasserstoffversprödung anhand von Proben untersucht, die vor der mechanischen Prüfung elektrolytisch mit Wasserstoff beladen wurden. So steht nur der vor den mechanischen Prüfungen hinzugefügte Wasserstoff für Versprödungsphänomene zur Verfügung, es wird kein weiterer Wasserstoff zugeführt. Die daraus resultierende Versprödung bezeichnet man auch als interne Wasserstoffversprödung IHE (eng.: Internal Hydrogen Embrittlement). Würde man den Wasserstoff während der mechanischen Werkstoffprüfung zuführen, spräche man von Wasserstoffversprödung in Wasserstoffatmosphäre, HEE (eng.: Hydrogen environment embrittlement). Diese trennscharfe Unterscheidung des Wasserstoffangebots ist von zentraler Bedeutung für die spätere Einordnung der Ergebnisse dieser Arbeit. Ob die IHE oder die HEE in Einzelfallbetrachtungen stärkere Effekte erzeugen kann, hängt stark vom Gefüge und der Probengeometrie und kinetischen Randbedingungen ab. Eine sorgfältig ausgeführte IHE sollte vor Beginn der mechanischen Prüfung eine probendurchgreifend gleichmäßige Wasserstoffverteilung erzielt haben [13]. Durch eine Vorbeladung der Proben und Prüfung in Wasserstoff oder wasserstoffhaltiger Atmosphäre kann man maximale Effekte erreichen, da man IHE und HEE kombiniert. Im Umkehrschluss sind die gezeigten Ergebnisse gegebenenfalls in einem realen Anwendungsfall nicht in voller Intensität erreichbar, abhängig von der Art, Intensität und Wirkdauer des Wasserstoffangebots im Anwendungsfall. Die später gezeigten Ergebnisse stellen Grenzfälle dar.

Im Zusammenhang mit Wasserstoff können in metallischen Werkstoffen verschiedene makroskopische Schädigungen auftreten. Allgemein gilt, je höher die Zugfestigkeit  $R_m$  des Materials, desto niedriger ist die notwendige Wasserstoffkonzentration, um die Schädigung auszulösen, dieser Zusammenhang ist in der Abb. 2.12 zusammengefasst [11, 13, 190].

Wasserstoffkonzentration $c_H$		Zugfestigkeit $R_m$
1 ppm	Verzögerte Rissbildung (HIC); Kathodische Spannungsrisskorrosion	>1000 MPa
	Flocken & Fischaugen	> 800 MPa
10 ppm	Blasen- & Porenbildung, Blistering; Methanreaktion;	> 300 MPa
100 ppm	Fischaugen bzw. Poren	

Abbildung 2.12: Wirkungen, die Wasserstoff in Stählen entfalten kann. Je höher die Zugfestigkeit  $R_m$  eines Materials ist, desto niedriger kann die Wasserstoffkonzentration  $c_H$  sein, um die Versprödungsphänomene auszulösen. (Auszug angepasst aus [13, 190])

Einige der bekanntesten Beispiele makroskopischer Werkstoffschädigung, die optisch charakteristisch erkennbar sind, sind in Abbildungen 2.12 und 2.13 dargestellt.



- (A) Fischauge, außen duktiler Dimpelbruch, innen spröder Spaltbruch und schwarzer Einschluss aus Schlacke in einer Wasserstoffpore. Das Fischauge erstreckt sich über nahezu 5 mm, also nahezu die vollständige Bildbreite. (Mit Genehmigung von Elsevier aus [214]).
- (B) Blistering & Methanreaktion, hier Wasserstoff-Blister in reinem Eisen (Mit Genehmigung von Elsevier aus [215]).
- (C) Spröder Spaltbruch und Sekundärrissbildung, hier am Beispiel von wasserstoffbeladenem konventionellem 316L (Mit Genehmigung von Elsevier aus [216]).

Abbildung 2.13: Beispiele makroskopischer Werkstoffschädigung durch Wasserstoff.

Flocken beziehungsweise Fischaugen, wie in Abb. 2.13A gezeigt, stellen ein häufig auftretendes Phänomen der makroskopischen Werkstoffschädigung durch Wasserstoff dar. Hierbei handelt es sich um Erscheinungen auf der Bruchfläche eines Bauteils. Im Zentrum eines Fischauges ist in der Regel eine (Wasserstoff-) Gaspore zu finden, um diese Pore herum ist ein transkristalliner Bruch zu erkennen [11, 190, 214]. Am Rand des Fischauges geht dieser Spaltbruch in der Regel in einen duktilen Bruch - wie in ungestörtem Material über. Tritt dieses Bild ohne Pore auf, redet man von einer Flocke [11, 190]. Das Blistering beschreibt die entstehenden Oberflächenmodifikationen, die auftreten, wenn Wasserstoff in freiem Volumen des Werkstoffs rekombiniert und durch die resultierenden hohen hydrostatischen Drücke Oberflächenverwerfungen verursacht, wie in Abb. 2.13B dargestellt [215]. Unter diesen Blistern liegt ein Riss vor, durch den eindiffundierenden Wasserstoff entsteht hydrostatischer Druck, der das Material an der Oberfläche aufwirft [107, 215, 217].

Morphologisch ähnlich kann sich eine Methanreaktion ergeben, bei der der diffundierende Wasserstoff mit interstitiellem Kohlenstoff zu gasförmigem Methan reagiert [13, 218, 219]. Das gleiche Phänomen ist auch unter den Namen des Wasserstoffangriffs oder der Wasserstoffreaktionsversprödung bekannt [11, 13]. Für hochfeste Stähle liegt der kritische mittlere Wasserstoffgehalt um zwei Größenordnungen niedriger, als für weniger feste Stähle [220, 221]. Hier kann der Wasserstoff in hochbelastete Bereiche diffundieren und lokal das Material zum Beispiel über den im Folgenden diskutieren HEDE-Mechanismus verspröden [222]. So kommt es bei Gehalten um 1 ppm in Materialien mit Zugfestigkeiten oberhalb von  $R_m > 800 \text{ MPa}$  zu Ausfällen durch die verzögerte Rissbildung. Hierbei diffundiert der

Wasserstoff nach der Herstellung in mechanisch höher belastete Volumina des Bauteils und kann zeitverzögert zur Herstellung zum Bruch führen. Teilweise reichen die im Material vorliegenden Eigenspannungen zur verzögerten Rissbildung aus [11, 190]. In korrosiven Umgebungen kann es zur kathodischen Spannungsrisskorrosion kommen. Die unter diesem Sammelbegriff zusammengefassten Phänomene haben gemeinsam, dass an einer Rissoberfläche atomarer Wasserstoff ins Material eindringt und dort lokal im Dilatationsfeld der Rissspitze das Risswachstum fördert.

Pohl argumentiert, dass Materialien mit Zugfestigkeiten zwischen 300 MPa und 800 MPa keine makroskopischen Wasserstoffschädigungen aufweisen, da ihre Festigkeit eine Materialverdrängung durch den resultierenden Wasserstoffdruck infolge einer Rekombination in einem Hohlraum verhindert.

Andererseits ist die Festigkeit nicht ausreichend, um durch die interstitielle Einlagerung von Wasserstoff hohe Spannungen zu erzeugen, welche dann zur verzögerten Rissbildung führen können [190]. Lynch gibt hingegen an, dass zwischen 300 MPa und 800 MPa Zugfestigkeit Versprödungsphänomene bei Wasserstoffkonzentrationen um 10 wppm auftreten [13]. In Anwesenheit von Wasserstoff können bei zyklischer Belastung spröde Spaltbrüche auftreten, deren Bruchflächen Risswachstumsrastlinien aufweisen können [13, 223]. Zusätzlich können sekundäre Risse bzw. Sekundärriss-Netzwerke auftreten. Sekundäre Brüche sind in mechanisch hoch beanspruchten Volumina nahe dem primären Bruch zu erwarten. Teilweise setzen sich diese Risse auch bis zur Oberfläche fort [224–226].

### 2.3.2 Versprödungsmechanismen

Aufgrund der historisch gewachsenen Anzahl unterschiedlicher Legierungen und Anwendungsfälle in korrosiver oder wasserstoffhaltiger Umgebung wird eine Vielzahl an Versprödungsphänomenen beschrieben, wie im vorigen Abschnitt auszugsweise dargestellt. Aus den Forschungsarbeiten zu diesen vielfältigen Beobachtungen wurden einige grundlegende Versprödungsmechanismen herausgearbeitet, von denen die relevantesten im Folgenden vorgestellt werden.

#### HIC

steht für das englische Hydrogen Induced Cracking, also Wasserstoff-induziertes Risswachstum. Dieser Mechanismus beschreibt wasserstoffbasierte Rissausbreitungsphänomene, bei denen in Anwesenheit von Wasserstoff das Risswachstum schneller ist als in Abwesenheit von Wasserstoff. HIC wird auch verzögerte Rissbildung genannt. Verzögert bedeutet in diesem Fall, dass das Schadensereignis teilweise deutlich verzögert nach der Fertigung von hochfesten Bauteilen eintritt, teilweise im unbelasteten

Zustand. In der überdauernden Zeitspanne diffundiert der fertigungsbedingt vorhandene oder zusätzlich aufgenommene Wasserstoff in mechanisch hoch beanspruchte Volumina und vereinfacht hier die Rissbildung. Nach Pohl et al. tritt HIC besonders bei höherfesten Stählen ( $R_m > 800 \text{ MPa}$ ) auf [11, 190]. Unter diesem Begriff können die Phänomene der Fischaugen- und Blisterbildung und die kathodische Spannungsrisskorrosion subsumiert werden, vgl. Abb. 2.12 und Abb. 2.13. Die optisch und morphologisch doch recht unterschiedlichen Effekte können mit dem gleichen zugrundeliegenden Mechanismus erklärt werden, siehe Abb. 2.14.

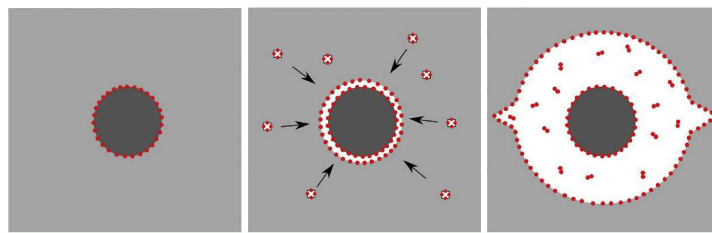


Abbildung 2.14: Schemadarstellung des HIC-Mechanismus (eng.:hydrogen induced cracking), der wasserstoffbasierten Rissausbreitung. **Wasserstoff** diffundiert an die Grenzfläche zu einer Ausscheidung (dunkelgrau), Leerstellen (weiße Kreise) wandern an diese Grenzfläche, Wasserstoff rekombiniert dort und bildet offenes Volumen, woraus ein Riss wachsen kann [217] (Reproduziert mit Genehmigung von Elsevier).

Abb. 2.14 illustriert den Mechanismus der wasserstoffbasierten Rissausbreitung in drei Schritten [217]: (1) Wasserstoff diffundiert an die Grenzfläche einer Ausscheidung oder eines Einschlusses. (2) Leerstellen diffundieren an die gleiche Grenzfläche, es kommt zur Bildung von freiem Volumen, in dem der Wasserstoff rekombiniert und einen hydrostatischen Druck auf das Material ausübt. (3) Ein Riss initiiert sich an dem freien Volumen und wächst.

**Wasserstoff-Drucktheorie** Die Wasserstoff-Drucktheorie ist unter dem HIC-Mechanismus einzuordnen, da die Rekombination und Bildung eines hydrostatischen Drucks grundlegende Bestandteile der HIC-Phänomene sind. Nach der Wasserstoff-Drucktheorie [214, 227, 228] kommt es in Hohlräumen wie Poren zur Rekombination der Wasserstoffatome zu Molekülen und somit zur Bildung eines teilweise beträchtlich hohen Gasdrucks. Tiegel beschreibt in ihrer Dissertation diesen Effekt und hat Drücke im Bereich von 50 MPa errechnet [107]. Das Material wurde bei extrem hohen chemischen Potenzialen unter Nutzung eines Rekombinationsgifts beladen. Diese sehr hohen hydrostatischen Drücke tragen nach Tiegel zu einer Riss- und Blisterbildung bei [214, 227, 228].

## HELP

Das HELP-Modell (eng.: Hydrogen enhanced localized plasticity, durch Wasserstoff verstärkte lokalisierte Plastizität) beschreibt eine erhöhte Mobilität von Versetzungen, was auf den ersten Blick dem Pinning von Versetzungen durch Wasserstoff (vgl. Abschnitt 2.3) widerspricht. Eine durch Wasserstoff erhöhte Versetzungsmobilität wurde durch Rozenak für austenitische Stähle bereits an 316L nachgewiesen [229]. Beachem [230] postuliert einen vierstufigen Prozess, welcher durch Birnbaum et al. weiter entwickelt wurde [231–234]: (1) Der Wasserstoff trifft an der Rissspitze auf das Material, dissoziiert an den nicht-oxidierten Flächen der Rissspitze zu atomarem Wasserstoff (2) und diffundiert von dort aus zu den Gebieten mit maximalen Zugspannungen (3). Dort sorgt der Wasserstoff dann für eine erleichterte weitere Verformung der Matrix durch Versetzungsbildung (4). Die Schritte (3) und (4) sind in der Schemabbildung 2.15 dargestellt.

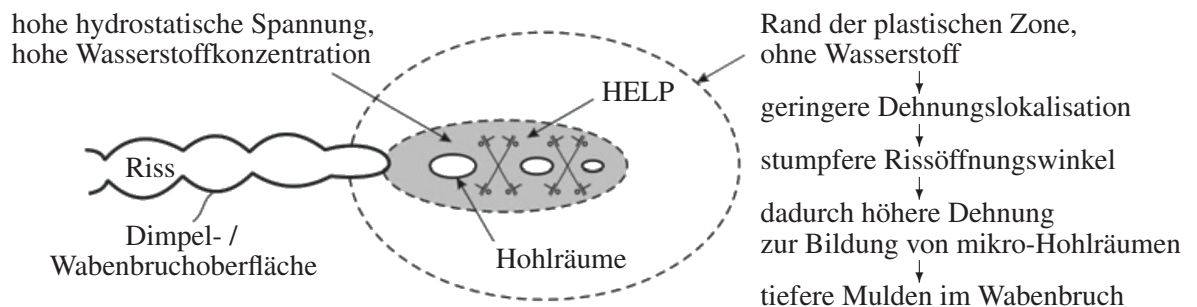


Abbildung 2.15: Schemadarstellung des HELP - Mechanismus (eng.: Hydrogen enhanced localized plasticity). Wasserstoff erleichtert die Versetzungsbildung und -Bewegung in der plastischen Zone direkt vor einer Rissspitze (graue Ellipse), hier kommt es zum Risswachstum unterhalb der kritischen Spannung mit morphologisch kleineren Hohlräumen, welche den Wabenbruch bilden. Darstellung angepasst mit Genehmigung von Elsevier [13].

Abb. 2.15 stellt den grundlegenden Mechanismus von HELP dar. Wasserstoff diffundiert zu Gebieten hoher Spannung vor Rissspitzen, eine lokal erhöhte Wasserstoffkonzentration liegt vor (siehe graue Ellipse). Der Mechanismus ist so allgemein auf intern vorliegenden (IHE) und Wasserstoff aus der Umgebung (HEE) anwendbar. In diesem Gebiet lokal erhöhter Konzentration wird die Versetzungsbildung in der plastischen Zone und das Risswachstum durch Verschmelzen von mikro-Hohlräumen dann unterhalb der kritischen Spannung möglich. Außerhalb dieser lokal erhöhten Konzentration (graue Ellipse) erfolgt etwas gröberes, reguläres Risswachstum, auf Bruchflächen müssten sehr kleine feine Wabenbruchstrukturen aus der HELP-Zone und reguläre tiefere Mulden außerhalb dieser Zone zu erkennen sein.

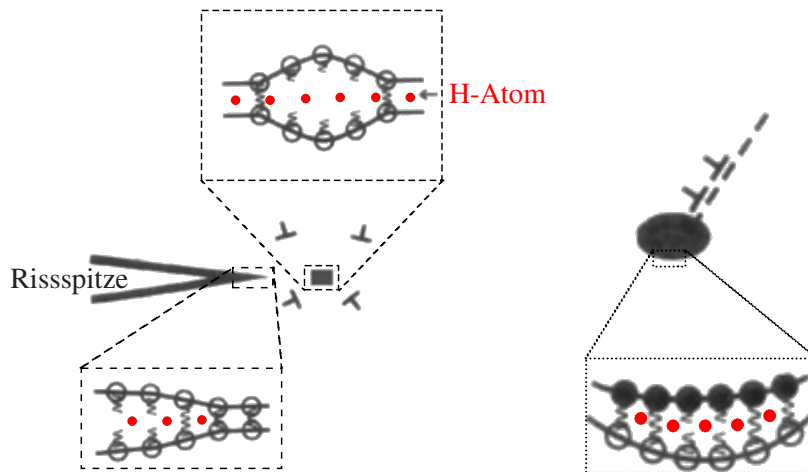
Sirois et al. [235] konkretisieren das Modell darauf, dass im vierten Schritt die Spannungsfelder von

Versetzungen linear superponieren und der Wasserstoff zwischen den Versetzungen je nach Intensität des Spannungsfelds wandert. Je geringer der Abstand zwischen den Versetzungen wird, desto höher ist die Wasserstoff-Austauschrate. Im Gegenzug hierzu wird die repulsive Wechselwirkung der Versetzungen reduziert, was die notwendige Spannung zur Versetzungsbewegung und den möglichen Abstand der Versetzungen verringert. Diese Verringerung des Abstandes zwischen den Versetzungen führt in der Folge zu einer stärkeren gegenseitigen Behinderung der Versetzungen untereinander und damit zu einer reduzierten Ausdehnung der plastischen Zone. HELP ist also ein komplexer Prozess, der sich nur auf eine durch H erhöhte Mobilität von Versetzungen bezieht. Bei hohen Wasserstoffkonzentrationen und dichtem Versetzungsaufstau (Pile-Up) kommt es zusätzlich erleichtert zur Rissbildung durch eine große lokale Spannungsüberhöhung. [181, 235]. Dieser Effekt ist laut Sirois et al. unabhängig von der Art der Versetzungen [235]. Birnbaum et al. stützen ihre Erklärungen unter anderem auf deutlich kleinere und flachere Mulden auf den Bruchflächen bei Anwesenheit von Wasserstoff an duktil gebrochenem Probenmaterial [231, 233, 234]. Dieses Phänomen erklären die Autoren durch eine starke Lokalisierung der plastischen Zone.

## **HEDE**

steht für das englische "Hydrogen enhanced decohesion embrittlement" und beschreibt die Reduktion der Bindungsstärke durch die Anwesenheit von Wasserstoff, hauptsächlich für Eisenbasiswerkstoffe. [13, 236, 237]. Durch Zugbelastung kann es zur Trennung von atomaren Ebenen auf Spaltebenen kommen, bevor die sonst notwendige kritische Schubspannung aufgebracht wurde. Pfeil postulierte, dass aufgrund von Wasserstoff die Bindungsstärke herabgesetzt wird [236], was 1959 durch Troiano [237] derart konkretisiert wurde, dass das freie Elektron des Wasserstoffs das 3d-Niveau der elektronischen Zustandsdichte des Eisengitters auffüllt. Das würde scherende atomare Bewegungen zur Rissöffnung eines Spaltbruchs begünstigen, was den beobachteten Versprödungseffekt begründen soll. Ein durch atomaren Wasserstoff zugeführtes Elektron im d-Band des Metalls steigert die repulsiven interatomaren Kräfte, schwächt also die metallische Bindung. HEDE tritt selten nachweisbar isoliert auf, da an Rissspitzen in der plastischen Zone immer Versetzungen vorliegen und diese hauptsächlich dem HELP-Mechanismus unterliegen [13].

Abb. 2.16 verdeutlicht den HEDE-Mechanismus an Rissspitzen und Grenzflächen zu Einschlüssen [13].



- (A) Nach dem HEDE-Mechanismus schwächt **Wasserstoff** die atomaren Bindungen direkt an Rissspitzen und im Kern des Materials. (B) Nach dem HEDE-Mechanismus schwächt **Wasserstoff** die atomaren Bindungen an Partikel-Matrix Grenzfläche.

Abbildung 2.16: Schemadarstellung des HEDE-Mechanismus (eng.: Hydrogen enhanced Decohesion) an Rissen oder Grenzflächen. Wasserstoff füllt das 3d-Band des Eisens auf, schwächt somit die Bindung und vereinfacht einen Spaltbruch. Angepasste Darstellung mit Genehmigung von Elsevier [13].

Eine vereinfachte Spaltung zwischen atomaren Ebenen ist besonders kritisch zu bewerten an folgenden Positionen im Material [13]:

1. Rissspitzen, da hier durch Adsorption die lokale Wasserstoffkonzentration erhöht ist [13],
2. Spannungsfelder mit Versetzungen vor Rissspitzen in Kombination mit der erhöhten Wasserstoffkonzentration,
3. Grenzflächen von Einschlüssen,
4. Korngrenzen.

Martínez-Pañeda et al. postulieren auf Grundlage ihrer Simulationen an niedriglegiertem Stahl wegen der lokalen Zugspannungsspitzen eine um das 2,5-fache erhöhte Wasserstoffkonzentration vor Rissspitzen [238], verglichen mit der Grundkonzentration. Lufrano et al. erreichen simulativ sogar eine Konzentrationssteigerung um das Dreifache im Spannungsfeld vor der Rissspitze [239].

Kirchheim et al. geben zur HEDE-Theorie eine detaillierte thermodynamische Analyse im Rahmen des Defactant-Konzepts [12, 189, 240]. Wasserstoff senkt demnach die Grenzflächenenergie herab. Bei hohen chemischen Potenzialen reicht die Absenkung sogar so weit, dass die Energie einer mit Wasserstoff besetzten freien Oberfläche unterschritten wird. Ab diesem Punkt ist es energetisch günstiger, die Grenzfläche aufzuspalten in eine mit Wasserstoff besetzte Oberfläche. Dies führt zur Dekohäsion, beispielsweise zwischen Matrix und Einschluss.



Die HEDE-Theorie wird experimentell durch eine erleichterte Feldverdampfung von Eisenatomen bei der Verwendung von Wasserstoff als Bildgas in der Atomsondentomografie gestützt [241].

## AIDE

steht für die englisch benannte "adsorption induced dislocation emission". Die AIDE-Theorie wurde 1976 von Lynch postuliert und in den folgenden Jahren weiter entwickelt [13, 242–245]. Die Theorie stützt sich hauptsächlich auf Mechanismen, die an der Rissspitze ablaufen, siehe hierzu Abb. 2.17.

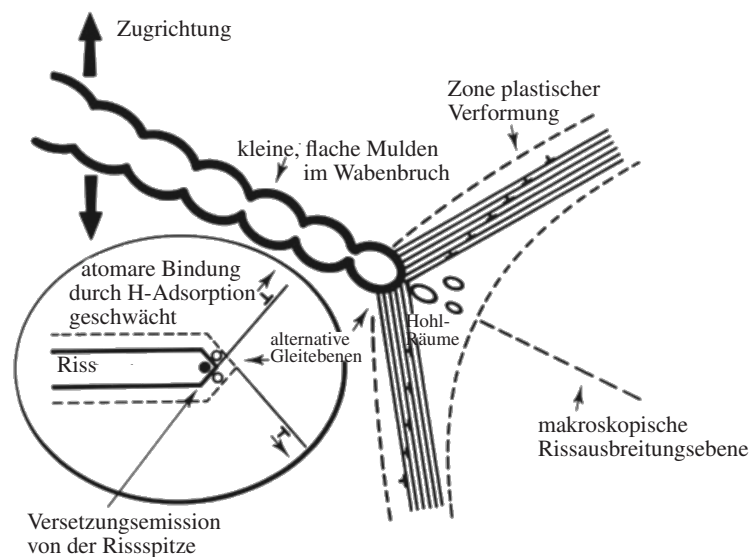


Abbildung 2.17: Schemadarstellung des AIDE-Mechanismus (eng.: Adsorption induced dislocation emission). Aufgrund der durch Wasserstoff geschwächten atomaren Bindungen vor der Rissspitze werden auch hier Versetzungen generiert, welche sich dann ins Material bewegen. Ohne Wasserstoff werden Versetzungen hauptsächlich in der plastischen Zone deutlich vor der Rissspitze erzeugt. Durch Nebenreaktionen mit atmosphärischem Luftsauerstoff werden Bindungen an der Rissspitze gestärkt, es bilden sich stumpfere Risswinkel. Vor der Rissspitze bilden sich im Material durch Agglomeration von Versetzungen Mikro-Poren. Angepasste Darstellung mit Genehmigung von Elsevier [13]

An der Rissspitze werden durch die erhöhten Spannungen getrieben, Versetzungen generiert, welche sich ins Material bewegen. Dieser Prozess wird im Rahmen der Theorie als Versetzungs-Emission bezeichnet. Der Theorie nach ist die Nukleation der Versetzungen nahe der Rissspitze durch die Anwesenheit von Wasserstoff vereinfacht, was zu einer erhöhten Versetzungsbildungsrate führt, welche einen deutlich schnelleren Rissfortschritt bewirkt. Im Fall der normalen duktilen Rissausbreitung ohne Wasserstoff nukleieren die Versetzungen hauptsächlich in der plastischen Zone vor der Rissspitze. Lynch et al. führen dies auf die verglichen mit der umgebenden Matrix durch die Nebenreaktion mit Luftsauerstoff gestärkten atomaren Bindungen an der Rissspitze zurück. Die in der plastischen Zone gebildeten Versetzungen



führen mutmaßlich aufgrund der gestärkten Bindungen an der Rissspitze zu stumpferen Rissöffnungswinkeln.

In Anwesenheit von Wasserstoff bilden sich, zusätzlich zur vereinfachten Versetzungs-Emission, vor den Rissspitzen Mikro-Poren aus agglomerierenden Versetzungskernen, die im Verlauf der ansteigenden Beanspruchung wachsen. Setzt sich der Riss nun in diese Hohlräume fort, ist die resultierende Rissspitze deutlich spitzer als zuvor, die Rissöffnungswinkel werden kleiner. Folglich werden die mechanischen Spannungen vor der Rissspitze größer.

Die AIDE-Theorie umfasst somit trans- sowie intergranulare Brüche, je nachdem wo, und wie die Versetzungsemission und die Bildung von Hohlräumen vereinfacht ist [13, 242–245].

### 3 Versuchsmethodik

Im folgenden Abschnitt wird die praktische Versuchsmethodik behandelt. Zunächst wird das zur Probenfertigung verwendete Fertigungsverfahren, das selektive Laserstrahlschmelzen detailliert erläutert. Die eigenständige Probenfertigung ermöglicht eine maximale und gleichbleibende Probenqualität und perspektivisch eine gezielte Einflussnahme auf das erzeugte Gefüge. Anschließend wird die Methode zur Wasserstoffbeladung beschrieben. Die hierzu notwendige katalytische Oberflächenbeschichtung mit Palladium und das zur korrekten Auftragung gewählte Vorgehen wird aufgezeigt. Die verschiedenen Methoden zur mechanischen Werkstoffcharakterisierung durch Zug- und Ermüdungsversuche werden dargelegt. Ein eigener Unterabschnitt beschreibt das Vorgehen bei den notwendigen Parameterstudien. Zudem werden die Geräte und Aufbauten zur Analyse der Martensitgehalte sowie zur Bestimmung des Wasserstoffgehaltes und der Wasserstoffdiffusion in Materialien ausführlich behandelt. Abschließend werden die Methoden zu den Vorabuntersuchungen am verwendeten Metallpulver präsentiert.

#### 3.1 Additive Fertigung mit dem Orlas Creator: PBF-LM

Im Folgenden werden einige Aspekte des Fertigungsablaufs im Detail genauer beleuchtet. Da die gezeigten Probenkörper dieser Arbeit keine besondere Komplexität aufweisen, wird die Konstruktion nicht genauer beleuchtet. Die Probengeometrien werden direkt bei den zugehörigen Methoden gezeigt. Der grundlegende Fertigungsablauf des PBF-LM ist schematisch in Abb. 3.1 dargestellt.



Abbildung 3.1: Additiver Fertigungsablauf, vereinfacht nach [16, 46, 246] und VDI 3405 Blatt 5.1. Das gewünschte Bauteil muss zunächst mittels Computer Aided Design konstruiert werden, anschließend im separaten Softwarepaket für den Druckprozess verarbeitet und in den maschinenlesbaren G-Code übersetzt werden.

Zunächst muss das gewünschte Bauteil mithilfe einer CAD-Software dreidimensional konstruiert werden. Das Bauteil wird anschließend als Körper exportiert. Dies geschieht in der Regel in Form einer STL-Datei<sup>1</sup>. Diese Datei besteht aus den Koordinaten eines Dreieck-Netzes, welches den Bauteilkörper aufspannt. Diese Datei wird in einer separaten Software in den maschinenlesbaren Befehltext (Geometrie-Code, G-Code) übersetzt. Diesen Vorgang nennt man slicen (eng.: schneiden). Das Bauteil wird in Schichten aufgeschnitten, welche dann sukzessive beim Druck aufeinander aufgebaut werden, wie im folgenden Abschnitt beschrieben.

### 3.1.1 Selektives Laserschmelzen

#### Geometrie

Das virtuelle Bauteil wird zunächst durch die meist maschinenspezifische Slicer-Software in Schichten aufgeteilt. Die Anzahl und Position der Schichten eines Bauteils folgt immer aus der gewünschten Schichthöhe und der Position und Höhe des Bauteils über dem Druckbett. Die Schichthöhe muss im Rahmen der Parameterstudie mit optimiert werden, ist jedoch in der Regel in der Größenordnung des Medians der Korngröße ( $d_{50}$ ) des verwendeten Pulvers. In Abb. 3.2A sind schematisch einige der resultierenden zu druckenden Schichten eingezeichnet. Eine solche Schicht besteht aus dem Perimeter, also der außen umlaufenden Laserbahn, in diesem Fall orange in Abb. 3.2B dargestellt.

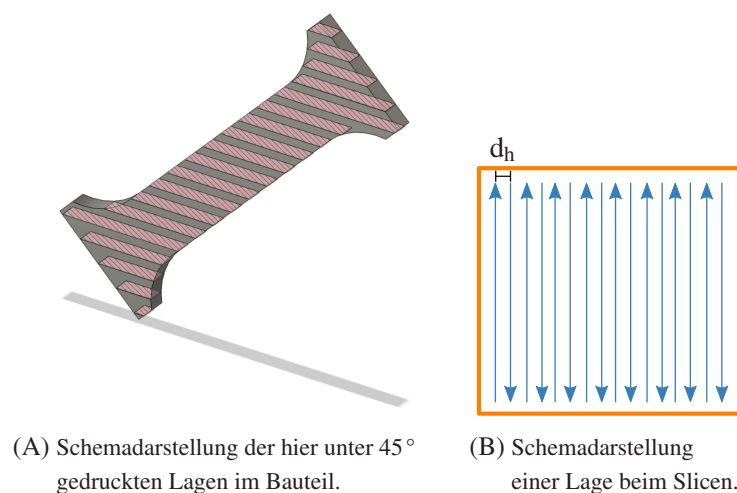


Abbildung 3.2: Darstellungen der Lagen in einem Bauteil und der Laserbahnen in einer Lage eines additiv gefertigten Bauteils.

<sup>1</sup> STL ist die englische Abkürzung für "Standard Tessellation Language"

Der Perimeter umfasst das sogenannte Hatching, also der Schraffur des Kerns des Bauteils, wie in Abbildung 3.2B durch die **blauen** Pfeile verdeutlicht. Das Hatching wird in der Regel in bidirektionalen Pfaden (siehe Abb. 3.2B) ausgeführt. Unidirektionale Pfade wären ebenfalls denkbar. Die Laserbahnabstände ("Hatch- Spacing") sollten so ausgelegt werden, dass die geschmolzenen Volumina jeder einzelnen Trajektorie in den Lagen sich über die volle Schichthöhe überlappen, um Porosität zu vermeiden. In der Regel ist das Hatch-Spacing in der Größenordnung der Pulverkörnung und der Laserspotgröße (etwa  $40\mu\text{m}$ ). Die nachfolgende Schicht wird mit einer um  $67^\circ$  gedrehten Schraffur gedruckt. Die daraus folgende projizierte verzernte Form der Schmelzbäder ist in Abb. 3.3 dargestellt.

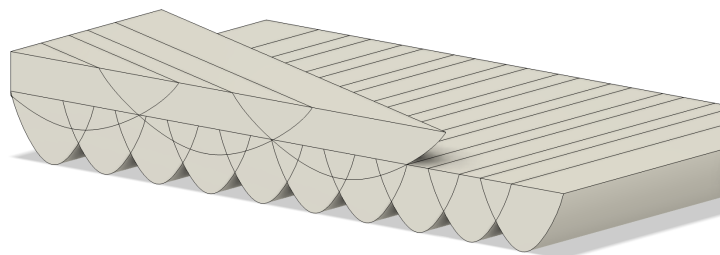


Abbildung 3.3: Darstellung der resultierenden Schmelzbadgrenzen in einem additiv gefertigten Bauteil.

Die Rotation um  $67^\circ$  hat den Vorteil, dass erst nach 17 Schichten eine Schraffur mit einer Verdrehung der Schraffurrichtungen von weniger als  $10^\circ$  zur ersten Schicht erfolgt [247]. Dieser Zusammenhang folgt aus der Tatsache, dass die Zahl 67 eine Primzahl und kein ganzzahliger

Teiler von 360 ist. Die Rotation der Schraffurrichtungen hat zudem einen entscheidenden Einfluss auf die resultierende Textur, ohne Rotation lassen sich Texturen mit sehr starker Vorzugsorientierung erzeugen [21, 67, 248, 249]. Benachbarte Schmelzbahnen und Schichten des Bauteils beeinflussen einander thermisch und mechanisch aufgrund der thermischen Dehnung, da Bereiche auch mehrfach aufgeschmolzen werden. Bei 17 nötigen Schichten vor einer näherungsweisen Wiederholung der Schraffur und einer hypothetischen Schichthöhe von  $25\mu\text{m}$ , folgt eine Höhe von  $17 \cdot 25\mu\text{m} = 425\mu\text{m}$ , bevor Laserbahnen nahezu parallel verlaufen. Bei diesem großen Abstand lässt sich annehmen, dass der Einfluss der in die oberste Lage eingetragenen Wärme auf die Ausgangslage gering bis vernachlässigbar ist. Der fehlenden Wiederholung wird zugeschrieben, die Oberflächenqualität zu verbessern, Anisotropie der Materialeigenschaften und den Materialverzug zu minimieren [53]. Der Drehwinkel der Schraffur kann über die kristallografische Textur des Bauteils einen Einfluss auf die Eigenschaften des Materials haben [21, 67, 248]. Für 304-Edelstahl wurde von Guan et al. gezeigt, dass ein Drehwinkel von  $105^\circ$  die besten mechanischen Kennwerte liefert [52]. Robinson berichtet, dass Drehwinkel von  $67^\circ$  die geringsten Verzüge und Abweichungen von der gewünschten Kontur erzielen [53]. Aus diesem Grund wurde der Winkel von  $67^\circ$  für alle Studien dieser Arbeit gewählt. Abbildung 3.3 zeigt die aus der  $67^\circ$ -Drehung resultierenden Formen der Schmelzbadgrenzen, wie sie in Schliffbildern zu erwarten wären.

## Druckvorgang

In Abbildung 3.4 ist schematisch der Prozessablauf der additiven Fertigung nach PBF-LM dargestellt [250, 251].

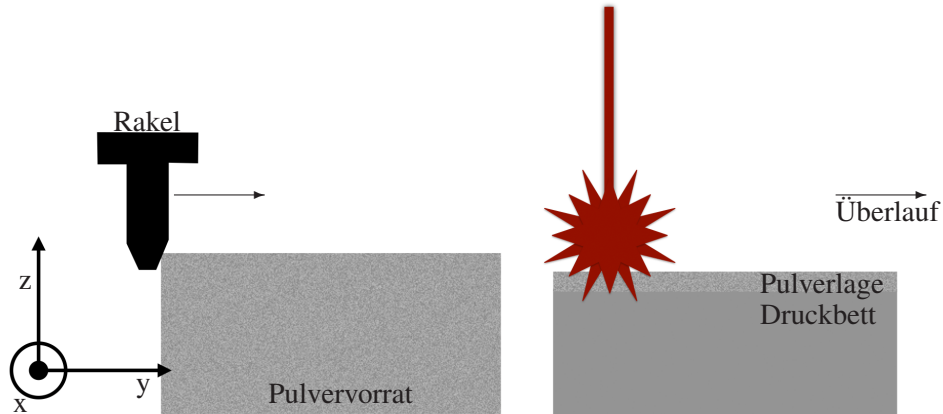


Abbildung 3.4: Schemadarstellung des PBF-LM Prozesses. Ein Rakel verteilt Pulver über dem Druckbett und der Überschuss mit einem Teil der Schmauchreste aus der vorigen Lage wird in den Überlauf transportiert. Der Laser schmilzt das Pulver selektiv auf, bevor sich der Prozess wiederholt [250, 251].

Die Abbildung 3.5 zeigt die Umsetzung des Konzepts in radialer Symmetrie am Beispiel des genutzten Druckers Orlas Creator.

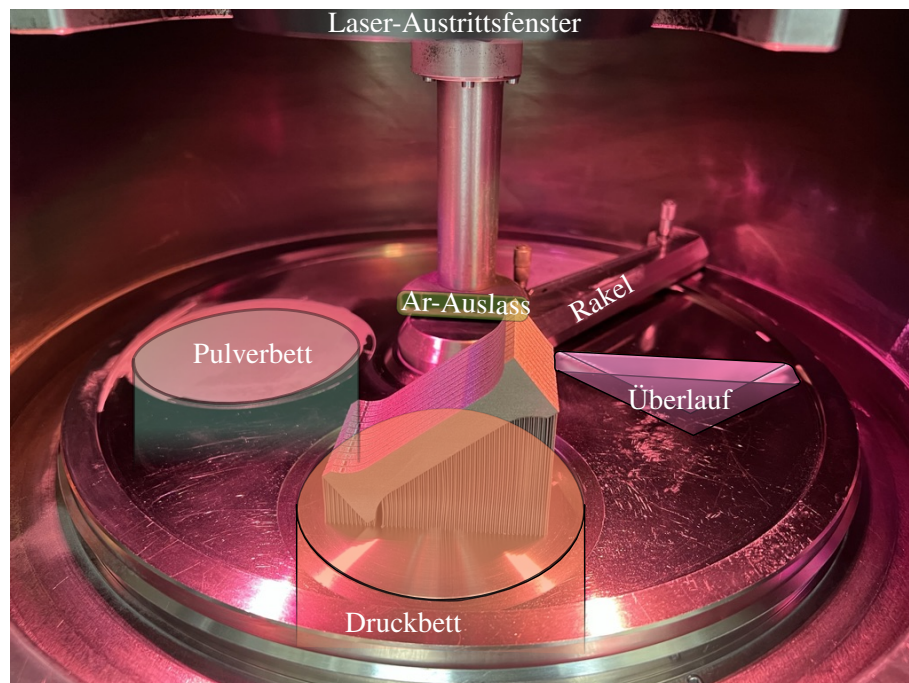


Abbildung 3.5: Bauraum der genutzten PBF-LM-Anlage Orlas Creator. In diesem Fall ist der Prozess in einer radialen Symmetrie angeordnet, die Rakel kann sich nur gegen den Uhrzeigersinn bewegen. Zusätzlich ist der Auslass des Argonstroms dargestellt.

Zu Beginn des Druckvorgangs wird das Volumen mit Argon gefüllt, bis ein Sauerstoffgehalt von 0,05 % unterschritten wird. Dieser Sauerstoffgehalt muss unterschritten sein, damit es beim Druckprozess nicht am Schmelzbad zur Oxidation kommt. Zunächst überstreicht das Pulverraker den Pulvervorrat und das Druckbett bis über den Überlauf. Hierbei wird eine definierte Pulverlage auf dem Druckbett erzeugt und alle ungewünschten Staub- und Schmauchpartikel aus den eventuellen vorhergehenden Lagen in den Überlauf transportiert. Sobald die Raker das Druckbett nicht mehr überdeckt, beginnt der Belichtungsvorgang durch den Laser mit der zugehörigen Optik. Ein Argon-Gasstrom soll verhindern, dass der entstehende Schweißrauch mit dem enthaltenen Ruß [252] sich auf dem sauberen Druckbett niederschlägt. Gleichzeitig verhindert dieser Gasstrom, dass das Laser-Austrittsfenster mit Ruß bedeckt wird. Der Argongasstrom wird über einen Filter geleitet und dem umlaufenden Gaszyklus wieder zugeführt. Der G-Code (siehe Abb. 3.1) wird auf den Steuerungscomputer übertragen und auf die Maschine selbst transferiert. Sobald der Druck gestartet ist, kann an der Steuerung selbst noch unter anderem der Gasfluss reguliert werden. Sollten hier noch Einstellungen wie die Laserleistung oder Fokusgröße geändert werden, überschreiben diese permanent die Einstellungen im G-Code.

Nachfolgend wird vorgestellt, was man im Prozess des Slicens und der Druckplanung beachten muss, um qualitativ akzeptable Druckergebnisse zu erzielen und die Oberflächenzustände zu produzieren, die im Rahmen dieser Arbeit gewünscht sind.

### **Slicing und Druckplanung**

Beim Slicing werden zu Beginn die gewünschten Probengeometrien oder Bauteile, als STL-Datei aus der CAD-Software exportiert, in die Slicing-Software importiert und anschließend wie gewünscht auf dem Druckbett angeordnet. Dann wird die Stützstruktur generiert und abschließend die Druckparameter wie Laser-Leistung und -Geschwindigkeit eingestellt, um den G-Code zu generieren. Das Erstellen des G-Codes bezeichnet man als slicen.

### **Anordnung der Geometrien**

Bei der Anordnung der Geometrien ist zu beachten, dass Bauteile einen Abstand von mindestens 5 mm zum Rand des Druckbetts einhalten sollten. Dies dient dem Schutz der Zylinderinnenwand am Druckbett, da so ausreichend Pulver zwischen heißem Bauteil und empfindlicher Zylinderwand ist<sup>2</sup>. Außerdem

---

2 Die Zylinderinnenwand dichtet mit einer PTFE-Dichtung das Bauraumvolumen von der Außenatmosphäre ab. Hier wäre ein Pulveraustritt für den Bediener der Anlage von Nachteil, genau wie ein (Luft-)Sauerstoffeintritt direkt am Bauteil. In der genutzten Anlage befindet sich der Sauerstoffsensor an der oberen "Decke" des Bauraumvolumens, daher würde ein möglicher Lufteintritt spät bemerkt.

sollte man überhängende Teile der Geometrie so anordnen, dass sie nicht ins Pulverraket stechen können. Da die in dieser Arbeit verwendete Maschine eine radiale Rakelgeometrie nutzt, empfiehlt sich also, die Überhanggeometrien entweder parallel zum Radius dieses Rakels auszurichten oder so, dass der Überhang von der Rakelrichtung weg weist.

Die Stützstrukturen zur Verbindung der Bauteile mit dem Druckbett können automatisiert mit angelegt werden. Hierbei gibt es eine Vielzahl an Parametern zur Anpassung der Stützgeometrie an die Situation. An dieser Stelle wäre die gewünschte Flächendichte in % der Stützstruktur unter dem Bauteil, der Überhangwinkel, der Durchmesser der Stützdrähte zu nennen. Zudem gibt es die Option, in der Nähe zum Bauteil die Stützdrähte konisch zu verjüngen. Dies vereinfacht die Nacharbeiten nach dem Druckvorgang stark. Die Stützstrukturen werden als eigene Geometrien mit im Druckprojekt angelegt.

### **Reihenfolge und Druckparameter**

Bevor der G-Code zur Maschinensteuerung erzeugt werden kann, müssen die Druckparameter den Geometrien zugeordnet werden. Bei diesem Schritt ist zu beachten, in welcher Reihenfolge die Geometrien auf dem Druckbett gedruckt werden sollen. Durch den Laser wird im frischen Pulverbett auf dem Druckbett das Pulver aufgeschmolzen. Hierbei kommt es, wie zuvor in 3.1.1 beschrieben, je nach eingetragener Energie zur Bildung von schwarzem Schweißrauch mit Rußanteil und vor allem zur Bildung von Schweißspritzern. Beides schlägt sich zum Teil auf der näheren Umgebung um das Bauteil auf dem Pulver nieder. Der Argon-Strom trägt die Rauchwolke und teilweise auch die Schweißspritzer mit sich, daher kommt es zu einer bevorzugten Deposition dieser ungewünschten Unreinheiten zur strömungsgewandten Seite vom Schmelzbereich. Hieraus folgt, dass es sich empfiehlt, die Druckreihenfolge so zu wählen, dass das Bauteil, das am weitesten von der Ausströmdüse entfernt ist, als erstes gedruckt wird. Nachfolgend sollten die Bauteile nach Abstand zur Düse gefertigt werden.

Die Druckparameter können für jede einzelne Bauteilgeometrie separat gesetzt werden. Diese beinhalten geometrische Parameter, also Abstände und Positionen von Laserbahnen, wie unter anderem den Laserbahnabstand im Bauteilkern. Für die Perimeter-Bahn lässt sich getrennt vom Hatching die Laserleistung, die Geschwindigkeit und die Fokusgröße einstellen. Um die Qualität der Oberflächen zu beeinflussen, lässt sich auch die Reihenfolge Perimeter / Hatching umkehren oder eine Doppelbelichtung einrichten. Der Volumenschwund zwischen Metallpulver und gedrucktem Material wird im G-Code nicht berücksichtigt. Die Pulverzufuhr wird am Maschinenbedienpanel händisch in Form eines Vorschubfaktors in Abhängigkeit von der gedruckten Lagenhöhe festgelegt. Im Falle aller hier gedruckten Bauteile wurden



zwischen 200 % für Druckaufträge mit wenigen schmalen Körpern und 275 % für großvolumige Drucke genutzt.

Aufgrund der thermisch bedingten Defokussierung durch die ungekühlte optische Bank im Aufbau der Anlage empfiehlt es sich nicht zu viele großvolumige Bauteile auf dem Druckbett zu platzieren, um der Optik zwischen den Belichtungen der Bauteile etwas Zeit zum Abkühlen zu geben.

## 3.2 Wasserstoffbeladung der Proben

Eine Wasserstoffbeladung metallischer Werkstoffe kann entweder elektrolytisch oder aus der Gasphase erfolgen. Im vorliegenden Fall wurde aufgrund der erwarteten höheren Diffusivität [40] und auch der besonders sicheren Prozessführung bei gleichzeitig hohem erreichbarem Wasserstoffgehalt die elektrolytische Wasserstoffbeladung gewählt. Lin et al. beobachteten eine um zwei bis drei Größenordnungen schnellere Wasserstoffdiffusion für eine elektrochemische Wasserstoffbeladung mit niedrigen Stromdichten von  $5 \text{ mA/cm}^2$  im Vergleich zur Beladung aus der Gasphase [40].

Das Vorliegen dieser hohen Diffusivität soll für das im Rahmen dieser Arbeit gefertigte Material geprüft werden, siehe hierzu Abschnitt 3.7 und 4.4.1. Der gesamte Probenpräparationsablauf zur Wasserstoffbeladung ist in Abbildung 3.6 dargestellt.

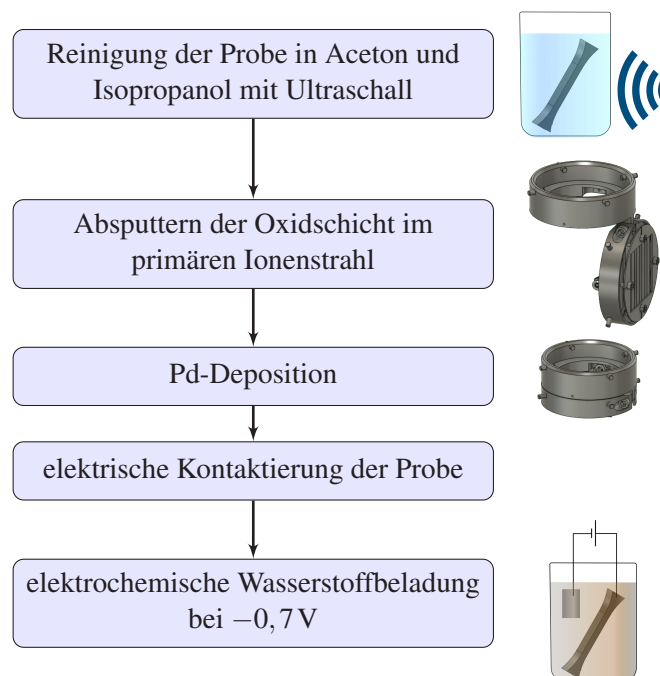


Abbildung 3.6: Probenpräparationsablauf zur elektrochemischen Wasserstoffbeladung.



Um die Aufnahme von atomarem Wasserstoff zu vereinfachen, wurden alle Proben mit Palladium beschichtet. Diese Beschichtung dient als Katalysator für die Absorption des Wasserstoffs und als Inhibitor zur Verhinderung der Oxidation der Probenoberflächen.

Abb. 3.7 verdeutlicht die an der Oberfläche eines Festkörpers ablaufenden Reaktionen, die zur der kathodischen Wasserstoffbeladung beitragen. Vereinfacht dargestellt scheidet sich an der Oberfläche des Festkörpers ein Hydronium-ion ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ) ab, nimmt ein Elektron auf (I) und spaltet ein Wasserstoffatom ab (II). Das Palladium verhindert in diesem Reaktionszwischen-schritt eine Rekombination der Wasserstoffatome, da es die dissoziierten Wasserstoffatome katalytisch chemisorbiert [185, 199]. Das Wasserstoffatom wird an der Festkörperoberfläche entladen (III) und kann als Atom in das Metallgitter eindiffundieren (IV). Das Element Nickel ist

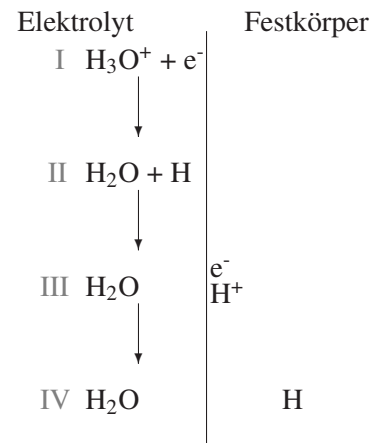


Abbildung 3.7: Schemadarstellung der zur Wasserstoffbeladung an der Probenoberfläche ablaufenden chemischen Teilreaktionen.

ebenfalls in der Lage, die dissoziative Wasserstoffsorption katalytisch zu unterstützen [37, 253, 254]. Da aber das vorliegende Material in der Regel von einer Chromoxidschicht bedeckt sein wird, wird in dieser Arbeit diese Oxidschicht durch Sputtern in einer Ultrahochvakuum (UHV)-Anlage entfernt und direkt im Anschluss, ohne die Ultrahochvakuum-Bedingungen zu unterbrechen, in der gleichen UHV-Kammer metallisches Palladium aufgetragen. In der Literatur wird dieses Vorgehen positiv für eine vereinfachte Wasserstoffaufnahme diskutiert [255–257]. Die elektrochemische Wasserstoffbeladung erfolgte bei konstantem elektrischem Potenzial. Im Folgenden wird die Probenvorbereitung und die elektrochemische Beladung erläutert.

### Kathodenstrahlspattern

Als Beschichtungsprozess wurde das Ultrahochvakuum- Kathodenstrahlspattern gewählt. In der genutzten Anlage des IAM-WK werden Elektronen zwischen einer stabförmigen Kathode und der zylindrisch um die Kathode liegenden Anode beschleunigt, zur Reduktion der Austrittsarbeit der Elektronen ist ein RF-Schwingkreis an die Elektroden angelegt. Diese Anordnung befindet sich im Kern einer Spule, wodurch die Elektronen im homogenen Magnetfeld auf Kreisbahnen gezwungen werden. Diese Elektronen ionisieren die eingeleiteten Argonatome, welche dann aufgrund ihrer Ladung zur Kathode und

den entgegengesetzt polarisierten Extraktionsgittern der Sputterquelle beschleunigt und zum Strahl gebündelt werden. Dieser Argonionenstrahl ist auf das Targetmaterial gerichtet. Aufgrund des Impuls- und Energieübertrags werden die Atome des Targets in Stoßkaskaden herausgelöst. Im Vakuum und bei geeigneter Positionierung können diese herausgelösten Atome dann auf Oberflächen wieder eine Schicht bilden. Details zu der verwendeten UHV-Sputteranlage können in den Dissertationen von Burlaka oder Nörthemann nachgelesen werden [258, 259].

Um die Oxide an der Probenoberfläche zu entfernen (Erosion), werden die Proben auf einem speziellen Kipphalter (siehe Abb. 3.8) direkt in den primären Argonionenstrahl gehalten.

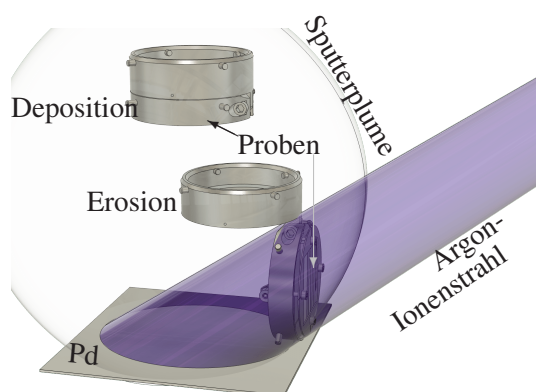


Abbildung 3.8: Vereinfachte Ansicht der Sputtergeometrie mit den Positionen des Probenhalters bei der Oberflächenerosion und Palladium-Deposition

Das erhöht einerseits die Haftung des im darauffolgenden Schritt deponierten Palladiums, andererseits ist so zwischen Palladium und dem 316L keine Oxidschicht. Diese könnte als Sperrschicht wirken und die Wasserstoffaufnahme be- oder sogar verhindern. Andernfalls wäre auch denkbar, dass der eindiffundierende Wasserstoff mit dem Sauerstoff rekombiniert, Wasser bildet und die Schicht ablösen lässt, analog zur Wasserstoffkrankheit des Kupfers [11, 260].

Die Probenoberfläche muss für den Sputterprozess absolut sauber sein, um die verwendete UHV-Anlage möglichst wenig zu verschmutzen. Hierfür wurden die Proben zunächst in einem Ultraschallbad in Aceton (Dimethylketon) und abschließend in Isopropanol (Propan-2-ol) gereinigt. Die verwendete UHV-Anlage arbeitet mit einem Basisdruck von  $10^{-8}$  Pa, gesputtert wird bei einem Argondruck von  $2 \cdot 10^{-2}$  Pa, das verwendete Gas hat eine Reinheit von 99,9999 %. Der besonders niedrige Basisdruck ist von Vorteil, da ein umso niedrigerer Partialdruck für Sauerstoff vorliegen muss, was besonders reine Beschichtungsvorgänge ermöglicht.

Die Proben wurden in den primären Argonionenstrahl gebracht. Hier wird zunächst die Oberfläche der

Probe abgetragen, dies ist in Abbildung 3.8 mit "Erosion" markiert dargestellt. Durch den schwachen Ionenstrahl und die kurze Expositionsdauer von 20 Minuten kommt es hierbei zu keiner makroskopischen Beschädigung der Probe, lediglich zu einem leichten Wärmeeintrag. Anschließend wird der Kipphalter geschlossen und mittig über das Palladiumtarget (99,95 % Reinheit) verfahren. Hier wird nun das Palladium auf die Probenoberfläche deponiert, wie durch "Deposition" markiert in der Abbildung 3.8 zu sehen.

Nach dem Sputtervorgang wird die Probe noch elektrisch kontaktiert, hierzu wurden isolierte Drahtlitzen mit einem leitfähigen Silberlack (schnelltrocknendes Leitsilber von Plano GmbH) am Rand der Probe angeklebt. Die erhaltene Verbindung wurde mit einem Polymerlack abgedeckt, um die Verbindung vor dem Elektrolyt zu schützen. Dieser Lack wurde auch verwendet, um Bereiche abzuschirmen, die nicht beladen werden sollten, ebenso wie nicht besputterte Bereiche, um einen Kurzschluss beziehungsweise die Bildung eines Galvanischen Elements auf diesen Flächen zu verhindern. So soll sichergestellt sein, dass ausschließlich kontrolliert über die beschichteten Bereiche die Proben beladen werden.

### **Elektrochemische Wasserstoffbeladung**

Zur elektrochemischen Wasserstoffbeladung wurde ein Elektrolyt aus 85 %-iger Phosphorsäure mit 85 %-igem Glycerin, vermischt im Verhältnis von 1:2, verwendet. Legt man ein negatives elektrisches Potenzial zwischen Probe und einer inerten Gegenelektrode (in diesem Fall wurde Platin verwendet) an, so scheiden sich an der Probenoberfläche Hydronium-Ionen ( $\text{H}_3\text{O}^+$ ) ab. Unter der Abgabe von Wasser bilden sich hier dann Protonen, welche an der Oberfläche entladen werden und in das Material eindiffundieren können, bevor die Protonen an der Oberfläche wieder zu molekularem Wasserstoff  $\text{H}_2$  rekombinieren, siehe hierzu auch Abschnitt 3.2. Durch das konstant anliegende Potenzial von  $-0,7\text{V}$  fungiert die Palladiumschicht als Wasserstoffreservoir, das stetig voll beladen mit Wasserstoff ist, da das Palladium unter diesen Bedingungen zunächst ein Hydrid bildet.

So ist die Probe stetig von außen mit einem füllenden Reservoir an atomarem Wasserstoff umgeben. Abbildung 3.9 zeigt einen typischen Aufbau einer Beladeapparatur zur elektrochemischen Wasserstoffbeladung. Es wurde ein doppelwandiges Becherglas verwendet, dessen Wassermantel auf  $50^\circ\text{C}$  erwärmt wurde. Die Erwärmung dient dazu, dass alle Proben im Becherglas homogen und auf Dauer einer konstanten Temperatur unterliegen. Zudem ist die Temperatur von  $50^\circ\text{C}$  noch unter dem Glasübergangspunkt des Polymerlacks, sodass ein mögliches Ablösen verhindert wird. Der Elektrolyt wurde vor Benutzung mit Argon gespült, um jeglichen vor Beginn der Beladung im Elektrolyt gelösten Sauerstoff zu entfernen.

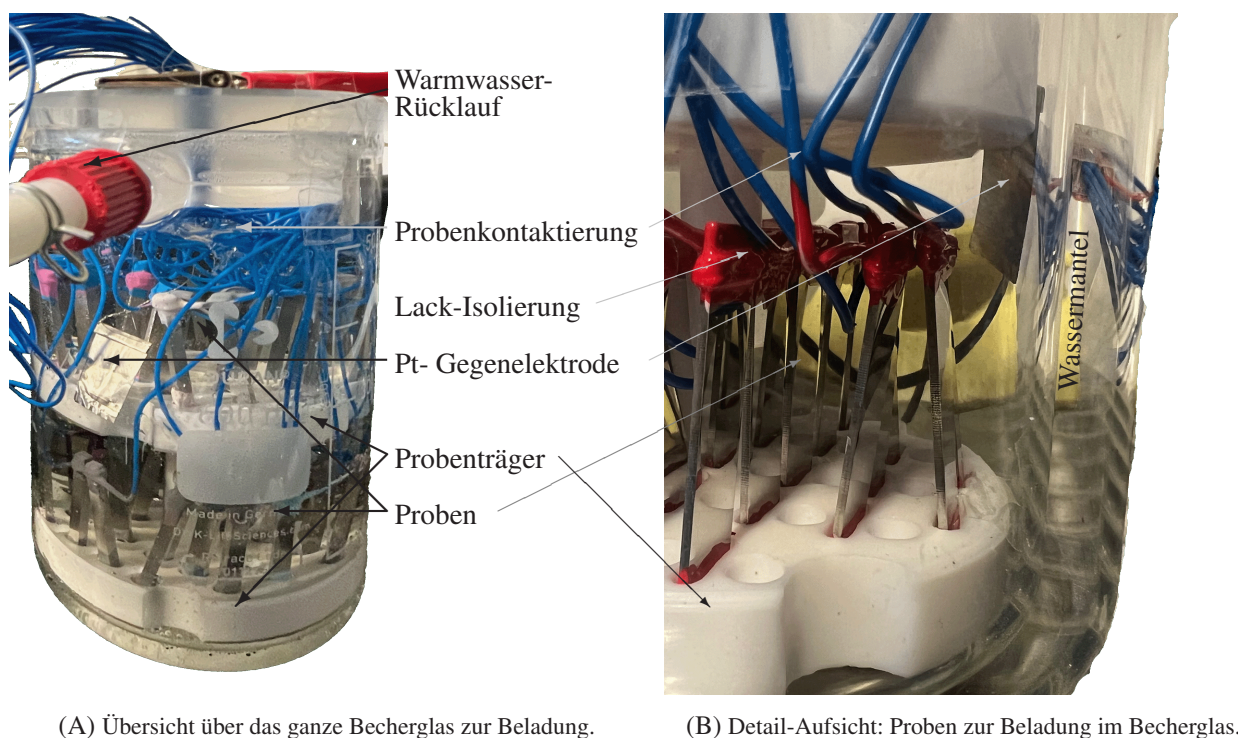


Abbildung 3.9: Fotografien des Aufbaus zur Wasserstoffbeladung von Proben im temperierten Becherglas. Die Probenkörper weisen eine Länge von 35 mm auf. Aufgrund der perspektivischen Verzerrung der Fotografie ist kein Maßstab eingeblendet.

Verbleibender Sauerstoff würde mit dem gebildeten Wasserstoff reagieren und würde die Ausbeute an eindiffundierendem Wasserstoff schmälern, was unerwünscht ist.

Auch das befüllte Becherglas wurde nach dem Beladungsstart noch einige Stunden mit Argon gespült, um Sauerstoff aus dem Elektrolyten zu entfernen und so die unerwünschte Oxidation des Wasserstoffs mit Sauerstoff zu vermeiden.

Im Rahmen dieser Arbeit wird – nach experimenteller Bestätigung, wie bereits in Abschnitt 2.3 erläutert – zur Wasserstoffbeladung der Probenkörper der Effekt genutzt, dass bei elektrochemischer Wasserstoffbeladung mit sehr niedrigen Stromdichten ( $< 5 \text{ mA/cm}^2$ ) bei massiven Proben erhöhte Diffusionskoeffizienten beobachtet werden [40]. Die Beladungen liefen immer für mindestens 90 Tage, so ist sogar bei einer leichten Abweichung zu langsameren Diffusionskoeffizienten gewährleistet, dass der Wasserstoff homogen in der Probe verteilt vorliegt. Dieser Zusammenhang wurde im Rahmen der Masterarbeit von Herrn Kai Lagemann näher untersucht [207]. Er berechnete, dass bereits nach 10 Tagen elektrochemischer Beladung eine 2 mm dicke Probe durchgreifend homogen beladen ist, wenn der Diffusionskoeffizient  $4,6 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  beträgt. Demnach ist die Konzentration des Wasserstoffs am Rand der Probe bis in den Kern vorgedrungen. Bei einer Beladung von konventionellem Material mit einem Diffusionskoeffizienten von  $1,5 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$  würde nur eine Eindringtiefe von  $\approx 0,1 \text{ mm}$  erreicht [207]. Lin et al.

berichteten für additiv gefertigten 316L einen Diffusionskoeffizienten von  $D \approx 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ . Da durch die eingetragene Wärmemenge und die eingestellte Lasergeschwindigkeit bei der additiven Fertigung die charakteristischen Größen und Formen des zellulären Subkorngefüges drastisch ändern können, ist gerade beim Vergleich zu einer unbekannten [40] PBF-LM-Anlage eine Abweichung des Gefüges und somit des Diffusionskoeffizienten zu erwarten. Aus diesem Grund wurde der Diffusionskoeffizient in dieser Arbeit separat bestimmt.

### Probenlagerung

Die Proben wurden zwischen der elektrolytischen Wasserstoffbeladung und den mechanischen Materialtests und den nachfolgenden Analysen stets in flüssigem Stickstoff in einem geeigneten Kryo-Gefäß gelagert. Dies wurde getan, um einerseits die Diffusionsgeschwindigkeit so niedrig wie sinnvoll im Labormaßstab realisierbar zu halten und andererseits um durch die inerte Umgebung die Reaktion mit Sauerstoff an der Probenoberfläche zu unterbinden und damit keinen Konzentrationsgradienten zu erzeugen.

## 3.3 Einachsiger Zugversuch orientiert gedruckter Proben aus additiv gefertigtem 316L

Im Rahmen dieser Arbeit wurden verschiedene Zugversuche zur Bestimmung der mechanischen Kennwerte und des Verfestigungsverhaltens unbeladener und beladener Proben aus additiv gefertigtem 316L durchgeführt. Für alle Zugversuche wurde eine Zugprüfmaschine von Zwick-Roell mit einer maximalen Last von 200kN am IAM-WK genutzt. Für die Zugproben mit geringem Querschnitt wurde zusätzlich eine 20kN Kraftmessdose des gleichen Herstellers genutzt, um die Auflösung des gemessenen Kraftsignals zu erhöhen. Zur gezielten Lasteinleitung wurden formschlüssige Halterungen benutzt. Vor jedem Zugversuch wurden drei Setzzyklen bis zu einem Drittel der Streckgrenze  $R_{p1}$  durchgeführt, um einen guten Sitz des Probenkörpers in der Fassung zu gewährleisten. Die Zugversuche wurden dehnungskontrolliert bei Dehnraten von  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}/\text{s}$  oder  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-5}/\text{s}$  durchgeführt. Murr et al. berichten unterhalb einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}/\text{s}$ , dass 316L keine Dehnratenabhängigkeit der Streckgrenze mehr zeigt [261, 262]. Die sehr niedrige Dehnrates von  $5 \cdot 10^{-5}/\text{s}$  ist gemäß der ASTM-Norm G142-98 zur Untersuchung der Wasserstoffanfälligkeit gewählt worden [263]. Diese Charakterisierung mit besonders niedriger Dehnrates wird in der Literatur auch häufig SSRT nach der englischen Bezeichnung des slow strain rate test benannt. Die Probengeometrie für die Zugversuche ist in Abb. 3.10A dargestellt.

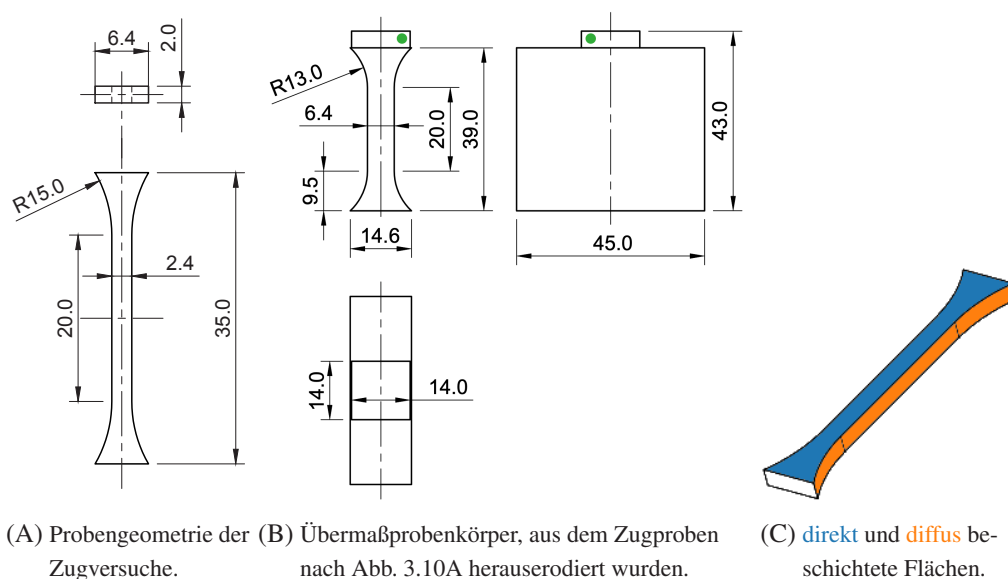


Abbildung 3.10: Zeichnungen der Zugprobegeometrie und des Rohlings, aus dem Proben herausgerodiert wurden, sowie Verdeutlichung zur Beschichtung.

Da einige dieser Proben auch mit Wasserstoff beladen wurden, ist die Gesamtlänge der Proben aufgrund der Halterung in der Sputteranlage (siehe Abschn. 3.2) auf 35 mm begrenzt. Eine flache Probengeometrie ist zu bevorzugen, da so eine gleichmäßige Beschichtung aller Flächen mit Palladium möglich ist, wie in Abb. 3.10C verdeutlicht. Die Palladiumbeschichtung wurde auf beide **flachen Seiten** aufgebracht, aufgrund der **frei liegenden Seitenflächen** wird angenommen, dass durch die sehr homogene und diffuse Sputterplume, auch diese Flächen beschichtet wurden. Die Messstrecke der Probe muss mindestens 18 mm lang sein, damit die Arme des Ansatzdehnungsaufnehmers der genutzten Zugprüfmaschine noch bei eingebauter Probe zwischen die Probenfassungen passen. Da es sich hierbei um eine sehr empfindliche Messeinrichtung handelt, wurde die Messlänge zum Schutz um 2 mm verlängert. Die Dehnungsaufnahme erfolgte bis zum Bruch der Probe.

Es wurden sowohl Proben in Endkontur als auch Proben im deutlichen Übermaß gedruckt. Im Folgenden wird erläutert, wie die Proben aus den Übermaßkörpern hergestellt wurden. Durch Reduktion der Laserleistung und -Geschwindigkeit im Bereich der Messstrecke der Probenkörper wurden einige gezielt poröse Proben gefertigt.

**Untersuchung des Einflusses verschiedener Oberflächen und Orientierungen** In der Abbildung 3.10B ist ein Probenkörper in deutlichem Übermaß dargestellt. Aus diesem Körper wurden durch die mechanische Werkstatt des IAM-WK Zugproben mittels Drahterosion in der Kontur nach Abb. 3.10A herausgetrennt. Durch das deutliche Übermaß ist gewährleistet, dass die gesamte gedruckte Oberfläche entfernt wurde. Der aufgesetzte Quader (mit **grünem Punkt** in Abb. 3.10B



markiert) dient zur zentrierten Halterung des Körpers bei der Bearbeitung in der Erodiermaschine und wurde in Absprache mit der mechanischen Werkstatt des IAM-WK an die Probe konstruiert. Es wurden fünf Orientierungen aller Probenkörper untersucht, wie in Abb. 3.11 dargestellt. Es wurden drei Winkel zwischen Belastungsrichtung der Probe und Aufbau- richtung, der Druckebennormalen, gewählt:  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  und  $90^\circ$ . Zwei zusätzliche Probentypen entstehen durch eine zusätzliche Rotation um die eigene Mittelachse. Dadurch ist bei jedem Probentyp jede Fläche der Messstrecke der Probengeometrie in jedem möglichen Winkel zur Aufbaurichtung orientiert.

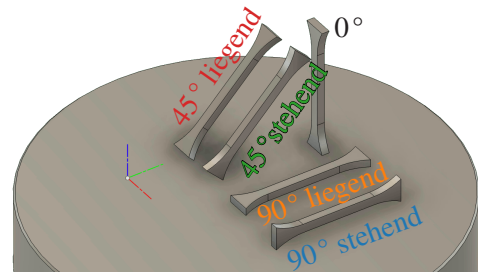


Abbildung 3.11: Orientierungen der Zugproben auf dem Druckbett. Die einzelnen Orientierungen sind beschriftet und gefärbt wie in Abb. 4.23.

### Zugversuche an mit Wasserstoff beladenen Proben

Um die interne Wasserstoffversprödung (IHE), also den Effekt durch Wasserstoff, der bereits im Material vorliegt, aufzuzeigen, wurden Zugversuche an beladenen Proben durchgeführt. Die Proben wurden wie in Abschnitt 3.2 beschrieben elektrolytisch mit Wasserstoff beladen. Die Zugversuche wurden mit Proben in der bereits in Abbildung 3.10A vorgestellten Geometrie durchgeführt. Die Probenkörper haben eine parallele Messlänge von 20 mm, der Querschnitt ist 2,4 mm breit und die gesamte Probe ist 2 mm dick. Als Probenfassung dienen Flächen mit einem 15 mm-Radius.

Die beladenen Proben wurden gemäß der ASTM G142 - 98 [264] nur mit einer Dehnrage von  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-5}/s$  belastet. Damit soll erreicht werden, dass der in der Probe vorhandene Wasserstoff genügend Zeit hat, an die durch die plastische Verformung neu entstandenen Defekte zu diffundieren und so seine maximale Wirkung zu entfalten.

Zur Messung des Martensitgehalts während des Zugversuchs wurde eine deutlich größere Probengeometrie gewählt. Die Details zur Durchführung des Zugversuchs mit Bestimmung des Martensitgehalts siehe Abschnitt 3.6.1

## 3.4 Materialermüdungsstudien im 4-Punkt-Wechselbiegeversuch

Die Untersuchung der internen Wasserstoffversprödung (IHE) bei schwingender Belastung stellt den zentralen Anteil der durchgeführten Studien dar. Da verschiedene Probenzustände auch mit Wasserstoffbeladung verglichen werden sollen, wurde für alle Ermüdungsversuche eine Flachprobengeometrie gewählt.

Nur eine flache Geometrie gewährleistet eine zuverlässige Beschichtung aller Oberflächen einer Probe mit dem erforderlichen Katalysator, siehe hierzu auch Abschnitt 3.2. In anderen Arbeiten traten Probleme mit der Haftung der Beschichtung auf Rundproben auf, dies sollte hier durch die Flachprobengeometrie vermieden werden [265]. Für die Ermüdungsstudien bietet sich besonders die Vierpunkt-Biegung an, da sie eine gleichmäßigere Krafteinleitung zwischen den inneren Stempeln ermöglicht und plastische Verformungen an den Einleitungsstellen minimiert. Gleichzeitig entsteht ein über einen breiten Bereich homogener, linearer Spannungsgradient, wodurch sich – bei vergleichbaren Probenabmaßen – ein größeres beprobtes Volumen ergibt als bei der Dreipunkt-Biegung. Die maximale Probenlänge ist durch den Probenhalter der Sputteranlage auf 35 mm beschränkt, siehe dazu auch Abb. 3.8. In Zusammenarbeit mit Marc Brecht wurde auf Basis dieser vorliegenden Einschränkungen eine passende Vierpunktbiege-Einrichtung konzipiert, wie in Abb. 3.12 dargestellt.

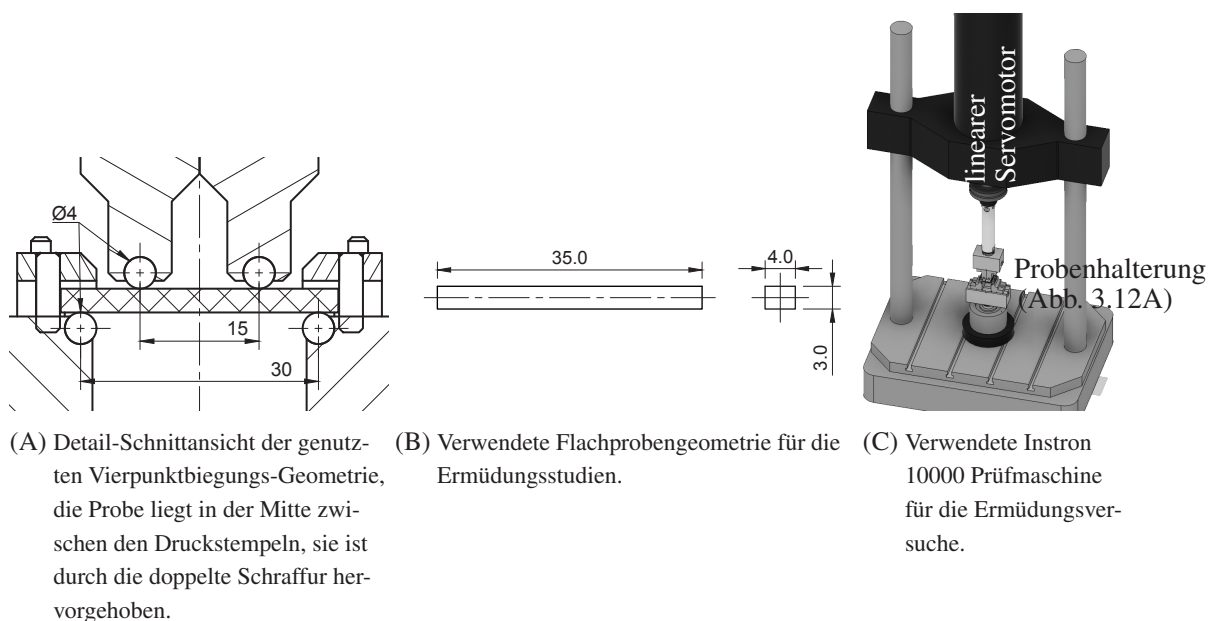


Abbildung 3.12: Für die Ermüdungsstudien verwendeter Vierpunktbiege-Aufbau mit Probengeometrie.

Die Proben-Auflager aus 4 mm dicken Zylinderstiften sind in einem Abstand von 30 mm angeordnet, die Probenstempel in einem Abstand von 15 mm. Die Probe ist in Abbildung 3.12A doppelt schraffiert dargestellt. Um zu verhindern, dass die Probe während der Prüfung verrutscht, ist diese seitlich in alle Richtungen mechanisch durch Passstifte geführt. Zur Sicherung des Aufbaus wurde die Probe nicht bis zum vollständigen Restgewaltbruch belastet, da die Gefahr einer Verkeilung zwischen Auflagern und Stempeln bestand. Die Prüfung wurde daher lediglich bis zum Abbruchkriterium durchgeführt, diese ist so definiert, dass die Druckstempel nicht tiefer als 3 mm in den Auflagerspalt eindringen dürfen. Die gewählte Vierpunktbiegegeometrie hat den Vorteil, dass ein großer Anteil der Probe während



der Prüfung einem sehr homogenen und linearen Spannungsgradienten unterliegt, im Falle der gewählten Geometrie liegt dieser Bereich zwischen den Druckstempeln und erstreckt sich über etwa 14 mm. Um dies zu zeigen wurde eigens ein zweidimensionaler Schnitt in Comsol Multiphysics (Version 5.6 Hersteller: Comsol Multiphysics GmbH) unter statischer Belastung untersucht.

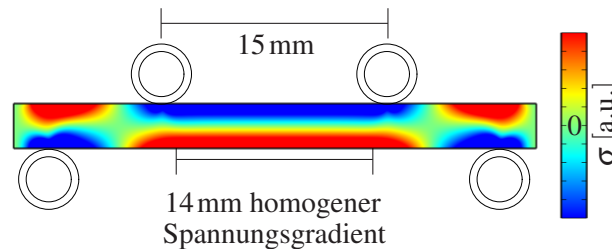


Abbildung 3.13: simulierter Spannungsverlauf in der Ermüdungsprobe im zweidimensionalen Schnitt unter statischer Belastung, unter Nutzung von Comsol Multiphysics, Version 5.6.

Die Ergebnisse dieser Simulation sind in Abb. 3.13 dargestellt. Der simulierte Verlauf der Längskomponente des Hauptspannungstensors ( $\sigma_{xx}$ ) ist hier dargestellt. Dabei zeigt sich, dass auf der Seite der Druckstempel Druckspannungen (blau) und auf der Seite der Auflager Zugspannungen (rot) anliegen. In der Mitte der Probe ist durch die grüne Färbung die Neutalfaser zu erkennen. Als Referenz dienen Proben aus kommerziellem Material, also herausgetrennte und flachgeschliffene Proben aus einem gezogenem Rundstahl (1.4404). Außerdem wurden Proben aus gedruckten Quadern (siehe Abb. 3.14) durch Drahterosion herausgetrennt und maschinell durch das Personal der feinmechanischen Werkstatt des IAM-WK flachgeschliffen<sup>3</sup>. Dies hat den Vorteil, dass die Probenkörper identische Maße und Oberflächengüten aufweisen. Besonders die Oberflächenrauheit hat bei Ermüdungsprüfungen einen nennenswerten Einfluss auf die Lebensdauer der Proben [266, 267]. Die Quadergeometrie des gedruckten Rohmaterials ist in Abb. 3.14 dargestellt, der angesetzte kleine Quader wurde als Halter und Referenzgeometrie ausgeführt. Zusätzlich zu den geschliffenen Proben wurden Proben in finaler Kontur mit Stützstrukturen gedruckt. Alle additiv gefertigten Proben wurden senkrecht zur Aufbaurichtung gefertigt.

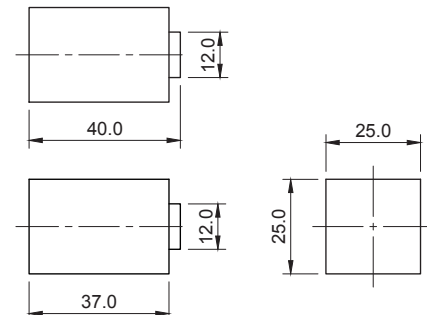


Abbildung 3.14: Abmaße des gedruckten Roh-Quaders für geschliffene Ermüdungsproben

Von allen gedruckten Probentypen wurden Proben, wie zuvor in Abschnitt 3.2 beschrieben, mit Wasserstoff beladen.

<sup>3</sup> Die Proben wurden durch die mechanische Werkstatt des IAM-WK auf einer Planschleifmaschine HF50R vom Hersteller K. Jung flachgeschliffen. Es wurde ein Korund-Schleifstein der Körnung 46 von Tyrolit verwendet.

Für die Vierpunkt-Biegewechselversuche wurde eine Instron 10000 Prüfmaschine genutzt, verbaut war eine dynamische 10kN Kraftmessdose des gleichen Herstellers Instron GmbH. Bei dieser Prüfmaschine handelt es sich um ein elektromechanisches Ermüdungsprüfsystem mit einem elektrischen Linear-Servomotor. Diese Besonderheit ermöglicht eine besonders schnelle und präzise Regelung der aufgetragenen Last. Die zyklische Belastung wurde kraftgeregelt bei 25Hz beaufschlagt. Die PID<sup>4</sup>-Regelkennwerte wurden vor der Prüfung an separaten Proben bestimmt. Um Spannungs-Wöhlerkurven zu erstellen, wurden Messreihen verschiedener Maximalspannungsniveaus durchgeführt. Das Lastverhältnis wurde als  $R = 0,1$  festgelegt. So ist die Probe in stetigem Kontakt mit dem Auflager und den Druckstempeln und es kommt nicht zu schlagartigen Krafteinleitungen in die Probe. Außerdem hat die Probe so keine Gelegenheit, im Lastzyklus in der Halterung zu verrutschen und es wird im gesamten Prüfverlauf das gleiche Probenvolumen belastet. Die Probenmaße wurden als Mittelwert aus drei Einzelmessungen der Abmaße bestimmt und dieser Wert für die Kraftberechnungen benutzt. Als Grenzlastspielzahl wurden  $2 \cdot 10^6$  Lastspiele gewählt. Eine Ermüdungsprüfung ohne Bruch würde etwa 23 Stunden dauern. In dieser Zeit wird eine Ausdiffusion von Wasserstoff in Kauf gekommen. Im Verlauf der Prüfung erwärmt sich die Probe aufgrund der starken Lüftung des Labors nicht, was der Ausdiffusion entgegenwirkt.

## 3.5 Parameterstudien

Der anschließende Abschnitt stellt die Untersuchungsmethoden vor, die für die Parameterstudien genutzt wurden. Die Parameterstudien sind essenziell, um die Probenkörper zuverlässig in hoher Qualität fertigen zu können. Zunächst wird die Dichte und ihre Messmethodik thematisiert, anschließend die materialografische Untersuchung und die dafür notwendige Präparation, bevor abschließend der verwendete Computertomograf vorgestellt wird.

### 3.5.1 Dichte bzw. Porosität

Im Rahmen der erfolgten Parameterstudien wurden die Proben auf ihre gravimetrische Dichte untersucht. Hierzu wurde eine Analysenwaage<sup>5</sup> des Herstellers Mettler-Toledo GmbH mit einem passenden

---

4 PID: proportional, integral und derivativ gesteuerte Regelelektronik

5 Analysenwaage ME204T/00; Dichtekit: ME-DNY-43; Tensid: Pervitro 75%

Zubehörsatz zur Dichtebestimmung (Dichtekit) verwendet. Mit dieser Waage kann nach dem archimedischen Prinzip die Dichte eines Festkörpers durch Wägen in zwei bekannten Fluiden ermittelt werden. Im vorliegenden Fall wurden die Proben einmal an Luft und einmal in destilliertem, durch Hinzugabe eines speziellen Tensids oberflächenentspanntem Wasser gewogen. Mithilfe der an Luft gewogenen Trockenmasse  $m_{Luft}$  und der eingetauchten Masse  $m_{H_2O}$ , lässt sich die Dichte wie folgt berechnen:

$$\rho_{Archimedes} = \frac{m_{Luft}}{V_{Probe}} = \frac{m_{Luft}}{\frac{(m_{Luft} - m_{H_2O})}{\rho_{H_2O}}} \quad (3.1)$$

Hierbei sind die Reinheit des Wassers und besonders die Temperatur aller beteiligten Bestandteile Waage, Wasser und Probe zu beachten. Diese Berechnung erfolgt im Fall des verwendeten Systems direkt in der Waage. Zusätzlich wird der Beitrag des Aufbaus automatisch mit korrigiert.

Die Porosität einer Probe  $\Phi$  kann mit der nun bestimmten Dichte der Probe  $\rho_{Probe}$  und einer zum Material gehörigen Referenzdichte  $\rho_{Referenz}$  wie folgt berechnet werden:

$$\Phi = 1 - \frac{\rho_{Probe}}{\rho_{Referenz}} \quad (3.2)$$

In der Literatur wird keine genaue Obergrenze der Porosität für ein akzeptables Bauteil diskutiert [129, 130], da vor allem die Form beziehungsweise Art der Poren entscheidend ist. Innere kugelförmige Gasporen haben einen geringeren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften eines gedruckten Bauteils als scharfkantige, durch unvollständige Verschmelzung der Bahnen entstandene Poren. Für mehr Details zu Poren siehe Abschnitt 2.1.1. Die Qualität der gedruckten Proben wird in Kap. 4.2 und 4.3 weiter untersucht. Für alle Parameterstudien wurden Probenkörper, wie in Abb 3.15 gezeigt, verwendet.

Ein solcher Probenkörper wiegt porenfrei etwa 14g. Diese Körper wurden mit variierenden Druckparametern gefertigt. Die Geometrie

beinhaltet große und massive Bereiche in der unteren Hälfte des Bauteils. Die obere Hälfte enthält zusätzlich Einschnitte und Schrägen. Dadurch entstehen sehr schmale Bereiche, an denen der Scanner nahezu unabhängig von der Laserbahnausrichtung in der Lage gezwungen ist, häufig zu beschleunigen und abzubremesen. Das würde bei nicht idealen Druckparametern zusätzlich Poren provozieren. Die Druckparameter sind so zu wählen, dass auch in solchen Bereichen keine zusätzliche Porosität entsteht. Die

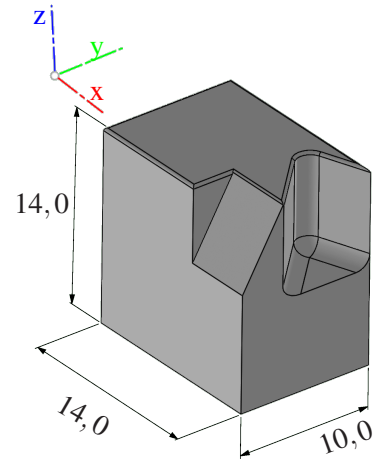


Abbildung 3.15: Verwendete Probenkörpergeometrie für Parameterstudien.

Rundungen und Fasen am Bauteil wurden wie in Abb. 3.15 gezeigt so konstruiert, um eine Anhaftung von Luftblasen im Wasser bei der Dichtemessung zu verringern, indem spitze Innenwinkel vermieden werden.

### **3.5.2 Materialografische Untersuchungen: Lichtmikroskopie und Raster - Elektronenmikroskopie**

Zusätzlich zur Feststellung der Art der Porosität wurden ausgewählte vielversprechende Proben mit niedriger Porosität materialografisch untersucht. Entscheidendes Kriterium für die Probenauswahl war hier die zuvor bestimmte gravimetrische Dichte, Proben mit einer Porosität von  $\Sigma < 1\%$  wurden näher untersucht. Die untersuchten Parametersätze wurden als Gruppen von aufsteigenden Lasergeschwindigkeiten angelegt. Wenn nun also bereits durch die Dichteuntersuchung eine Tendenz der Porosität in Abhängigkeit der Lasergeschwindigkeit zu erahnen ist, ist der Aufwand zur Präparation aller Parametersätze einer Gruppe, die sich nur in der Lasergeschwindigkeit unterscheidet, nicht gerechtfertigt. So wurden je Laserleistung und Lagenhöhe zwischen einem und drei Schliffe erstellt. Es wurden Quer- und Längsschliffe erstellt.

#### **Schlifferstellung zur Materialografischen Untersuchung**

Die Proben wurden mithilfe einer Accutom Präzisionstrennmaschine (Struers GmbH) unter Wasserkühlung getrennt.

Die erhaltenen Probenteile wurden in Varikem 200 Kalteinbettmittel (Schmitz Metallographie GmbH) eingebettet. Die erhaltenen Schliffkörper wurden nach dem vollständigen Aushärten auf Siliziumkarbid-Schleifpapier geschliffen und anschließend auf verschiedenen Poliertüchern mit Diamantsuspension (Körnungen von  $6\mu\text{m}$ ,  $3\mu\text{m}$ ,  $1\mu\text{m}$ ) und Schmiermittel auf Wasserbasis poliert. Die Endpolitur erfolgte mit einer kolloidalen Siliziumoxid-Poliersuspension (OP-S NonDry von Struers GmbH). Das gesamte verwendete Präparationsrezept mit den vollständigen Handelsnamen der verwendeten Produkte befindet sich im Anhang unter Abschnitt B.1.

Für Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop folgte ein zusätzlicher Endpolierschritt auf einer Vibromet 2 Vibropoliermaschine (Bühler) für zehn Stunden mit der genannten kolloidalen Poliersuspension.

Für lichtmikroskopische Untersuchungen wurden polierte und geätzte Schliffe betrachtet. Als Ätzlösung

wurde auf 50 °C erwärmte V2A-Beize verwendet. Hierin wurden die Schliffe manuell zwei Minuten lang bewegt. Nach dem Ätzzvorgang wurde gründlich mit Ethanol gespült.

### **Raster - Elektronenmikroskopische Untersuchungen**

Die Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop wurden in Zusammenarbeit mit Dr. Sabine Schlabach durchgeführt. Verwendet wurde eine Zeiss Auriga60 (Zeiss industrielle Messtechnik GmbH) mit Feldemissionselektronenquelle. Der verwendete EBSD-Detektor – EBSD ist eine englische Abkürzung und steht für electron backscatter diffraction, also Elektronenrückstreubeugung – ist ein System des Typs EDAX-TSL (Edax Inc.) . Die erhaltenen Daten wurden eigens mithilfe des Software-Pakets MTEX [268] in der Matlab-Umgebung 2019a (Hersteller: MathWorks Inc.) ausgewertet. Hiermit wurden Polfiguren, inverse Polfiguren und Orientierungskartierungen der EBSD-Untersuchungen erstellt. Details zur Methode können der Fachliteratur [268–273] entnommen werden.

### **Lichtmikroskopie**

Die Proben wurden mithilfe eines Zeiss Axiovert 200 MAT Invers-Lichtmikroskops (Herstellers Zeiss industrielle Messtechnik GmbH) untersucht. Es wurden Aufnahmen mit verschiedenen Vergrößerungen und Kontrasten erstellt.

Zur Hervorhebung unterschiedlich stark durch Säure angegriffener Körner wurde der Differentialinterferenzkontrast genutzt. Das Abbildungsprinzip der Differenzialinterferenz basiert auf der Interferenz von zwei orthogonal zueinander polarisierten Teilstrahlen. Einer dieser Teilstrahlen reflektiert auf der Probenoberfläche und wird vor der Abbildung mit dem unbeeinflussten anderen Teilstrahl überlagert. Aufgrund der unterschiedlichen optischen Pfadlänge kommt es zur Interferenz, welche besonders Änderungen der Oberflächenmorphologien hervorhebt. Für diesen Abbildungsmodus müssen zwei Polarisationsfilter und zwei Prismen am verwendeten Mikroskop in den Strahlengang eingebracht werden. Durch den orientierungsabhängigen Angriff der Säure auf das Gefüge kommt es zur Hervorhebung verschieden orientierter Körner durch unterschiedliche Oberflächenmorphologie.

### **3.5.3 Computertomografie**

Zur Abbildung und Lokalisation von Poren wurden computertomografische Untersuchungen durchgeführt. Diese wurden an einem  $\mu$ -CT Precision System des Herstellers YXLON International GmbH des IAM-WK durchgeführt. Genutzt wurde eine Röntgenquelle in Reflektionsgeometrie mit maximal 200 W

Strahlungsleistung (Comet Group AG). Als Detektor diente ein Y.XRD1620 (PerkinElmer Inc.) mit einer Auflösung von  $2048\text{px} \times 2048\text{px}$  bei einer Kantenlänge von 409,6 mm und einer Pixelgröße von  $200\text{ }\mu\text{m}$ . Vor jeder Untersuchung wurde der Detektor durch eine vollflächige Beleuchtung kalibriert.

Die Röntgenröhre wurde bei Beschleunigungsspannungen zwischen 130 kV und 200 kV und Strömen zwischen 0,1 mA und 0,3 mA betrieben, belichtet wurde immer für 1000 ms.

Zur Rekonstruktion der erstellten Projektionen wurde die Software VGSTUDIO MAX 3.4 (Volume Graphics GmbH) genutzt. Details zur Methode können der Fachliteratur [274–278] entnommen werden.

## 3.6 Bestimmung des Martensitgehalts

Für die Martensitgehaltsmessung wurde ein FMP30 Feritscope (Helmut Fischer GmbH) mit der Sonde FGAB1.3 benutzt. Dieses Gerät erlaubt die zerstörungsfreie Bestimmung des Gehalts an Ferrit bzw. Martensit einer Probe aus Stahl anhand einer magnetinduktiven Messung, für weitere Details zur Methode siehe Ref. [279, 280]. Wie bereits in Kap. 2.2.1 beschrieben, kommt es in 316L bei höheren plastischen Dehnungen zur Bildung von  $\alpha'$ -Verformungsmartensit als Defektaggregat. Hierzu müssen lokal viele Stapelfehler als Scherbänder mit anderen Defekten überlappen. Hier bildet sich lokal eine kubisch raumzentrierte Struktur [132], welche durch ihre ferromagnetische Eigenschaft leicht detektierbar ist. Durch eine Spule in der Mess-Sonde wird ein magnetisches Wechselfeld erzeugt, welches durch den Gehalt an Ferrit bzw. Martensit im Probenmaterial verstärkt wird. Dieses erzeugte Feld wird in der Sonde detektiert. Mithilfe von Standards, bei denen der Gehalt an Ferrit bekannt ist, lässt sich dann im Umkehrschluss der Gehalt einer unbekannten Probe bestimmen. Vor jeder Messung wurde das Feritscope mit den zertifizierten Standards mit 100 Vol%, 0,67 Vol%, 1,83 Vol% und 11,6 Vol% kalibriert. Die Proben, an denen mit dem Feritscope Messungen durchgeführt werden, sollen laut Betriebsanleitung mindestens 2 mm dick sein und gleichzeitig sollen die Messpunkte 2 mm vom Rand des Bauteils entfernt sein. Dies wurde durch die besondere Probengeometrie (siehe Kap. 3.6.1) ermöglicht.

### 3.6.1 in-situ Martensitgehaltsbestimmung im Zugversuch

Mithilfe des Feritscopes wurden die Martensitgehalte während des Zugversuchs an ausgewählten Proben bestimmt [281–283]. Das Feritscope wurde vor der Messung mithilfe der mitgelieferten, nach DIN 55350 Teil 18 zertifizierten Kalibrierstandards kalibriert. Da dieses Gerät mindestens 5 mm breite und 2 mm

dicke Proben benötigt, um verlässliche Werte zu liefern, wurde eine, verglichen mit den sonstigen Probenkörpern für Zugversuche in Abb. 3.10A, große Probengeometrie gewählt. Der Zugversuch wurde bei einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}/s$  durchgeführt. Die genutzte Probengeometrie ist in Abb. 3.16 dargestellt.

Um den Einfluss des Gefüges auf die Martensitbildungsrate im Zugversuch aufzuzeigen, wurden Versuche an konventionellem Material aus einer rundgeknetzten Welle und gedrucktem Material durchgeführt. Zusätzlich wurde eine der gedruckten Proben getestet, nachdem diese durch Fabien Ebling (Fraunhofer Institut IWM, Freiburg) bei 160 bar =  $1,6 \cdot 10^7$  Pa Wasserstoff-Überdruck und 250 °C für 4 Tage beladen wurde. Diese Probe ist zu groß, um in der verwendeten UHV-Anlage mit Palladium beschichtet zu werden, daher wurde abwei-

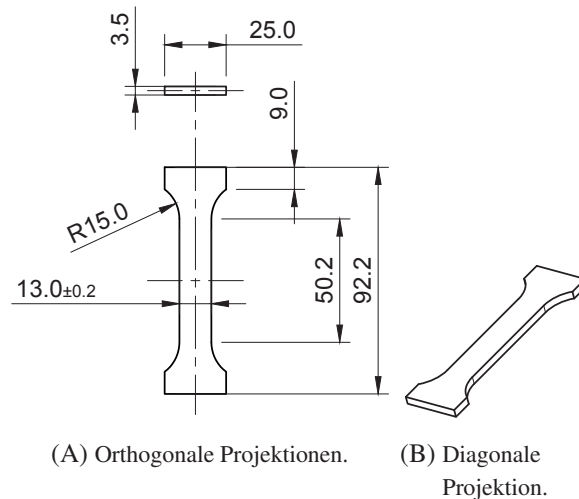


Abbildung 3.16: Projektionen der Probengeometrie für die Zugversuche, bei denen in situ die Martensitbildung beobachtet wurde.

chend zu allen anderen Proben eine Druckgasbeladung durchgeführt. Die erhöhte Temperatur erlaubt eine schnellere Diffusion und ermöglicht so die homogene Beladung der dickeren Probe. Nach den Beobachtungen von Löber et al. [284] ist eine deutlich quantifizierbare Änderung des Gefüges des additiv gefertigten 316L bei dieser Temperatur nicht zu erwarten. Der Beginn der Agglomeration von Leerstellen [210, 285] wird in diesem Fall in Kauf genommen.

### 3.7 Vorversuche: Wasserstoffpermeation

Zur Untersuchung des Diffusionskoeffizienten von Wasserstoff im additiv gefertigten Material wurde die Methode der Wasserstoffpermeationsmessung in einer elektrochemischen Doppelzelle gewählt. Das Ziel ist die Überprüfung des von Lin et al. [40] beobachteten erhöhten Diffusionskoeffizienten von Wasserstoff in additiv gefertigtem 316L. Die Halbzellen der elektrochemischen Doppelzelle sind durch ein möglichst dünnes, planparalleles Blech des gedruckten Materials getrennt. Dem Probenmaterial wird von einer Seite aus durch Anlegen eines elektrischen Stroms bzw. einer Spannung Wasserstoff angeboten. Dieser wird absorbiert und diffundiert ins Material. Sobald der Wasserstoff auf der Mess-Seite



ankommt, erhöht sich das elektrochemische Potenzial auf der Rückseite. Das chemische Potenzial wurde in Referenz zu einer Silber-Silberchlorid-Elektrode als elektrische Spannung gemessen. Man spricht hierbei von der elektromotorischen Kraft (EMF). Die Zeit vom Beladungsstart bis zu diesem Anstieg des Signals bezeichnet man als Durchbruchzeit  $t_D$ . Diese Durchbruchzeit ist bestimmt durch den Schnittpunkt der Ausgleichsgeraden des Start-Plateaus und des beobachteten Anstiegs des Signals. Durch eine beidseitige Beschichtung mit Palladium wird die Wahrscheinlichkeit minimiert, dass sich auf der Probenoberfläche durch Rekombination der Protonen Wasserstoffblasen bilden. Auf der Mess-Seite ergibt sich durch die Beschichtung ein bekanntes elektrochemisches Verhalten. So ist bei einer initial wasserstofffreien Palladiumschicht ein Potenzial von ungefähr  $-200\text{ mV}$  in Referenz zu der verwendeten gesättigten Ag/AgCl-Elektrode zu erwarten [199]. Aufgrund der geringen Randlöslichkeit von Wasserstoff in der  $\alpha$ -Palladium-Phase ist bereits für sehr geringe Mengen Wasserstoff ein deutlich messbarer Anstieg des Potenzials zu erwarten, da die Palladiumschicht im Vergleich zum Probenvolumen sehr dünn ist, so dass sich sehr schnell gesättigtes Palladium-Hydrid bildet [286]. Der genutzte Aufbau ist in Abbildung 3.17 dargestellt.

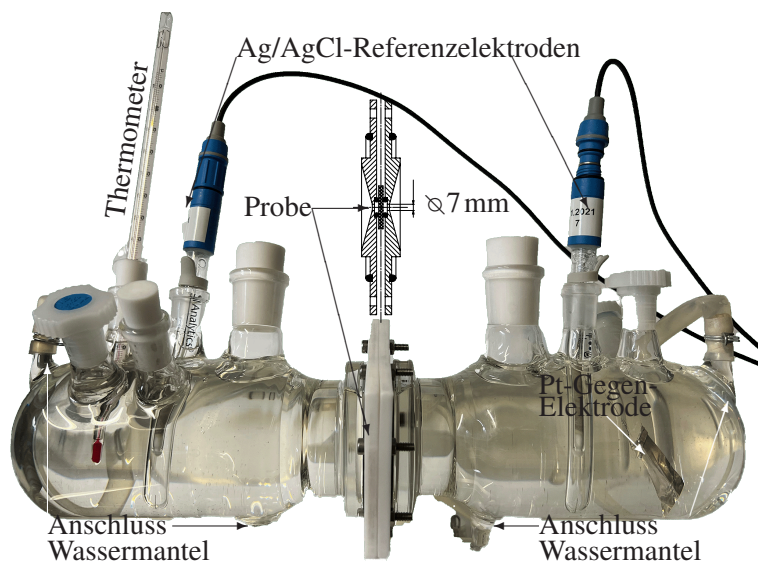


Abbildung 3.17: Beschriftete Fotografie der elektrochemischen Doppelzelle und überlagerte Schnittzeichnung des Probenhalters.

Der genutzte Glaskörper ist mit einem Wassermantel ausgestattet, welcher zur genauen Temperierung genutzt wurde. An diesen wurde ein Wasserbad mit Pumpe (DC3 vom Hersteller Haake) angeschlossen. Das Wasserbad wurde so eingestellt, dass der Elektrolyt in der Doppelzelle eine Temperatur von  $50^\circ\text{C}$  konstant hält. Diese Temperatur wurde gewählt, um mit der Wasserstoffbeladung der anderen Proben vergleichbare Bedingungen zu schaffen. In diesem Aufbau wurde der Diffusionskoeffizient bestimmt,



um auch die durch das besondere Gefüge gesteigerte Diffusionsgeschwindigkeit zu prüfen.

Als Referenzelektroden wurden zwei Silber-/Silberchlorid-Elektroden (ScienceLine™ Einzelelektrode) von SI Analytics™ verwendet, diese sind in der Abbildung als die Glaskörper mit blauen Endkappen und schwarzem Kabel zu erkennen. Als kombinierte Strom- und Spannungsquelle wurde ein Keithley 2280S 32-6 Präzisionsnetzteil des Herstellers Tektronix Instruments Ltd. eingesetzt. Zur gepulsten Strom- bzw. Spannungsabgabe wurde ein programmierbares Arduino™-Relais benutzt. Zur Datenaufnahme wurde ein analog-digital Messkonverter Personal Daq 55 von Measurement Computing Corp. verwendet. Mit einer Frequenz von 1 Hz wurden die Potenziale der beiden Probenseiten gegen die Referenzelektroden aufgezeichnet. Als Proben wurden plangeschliffene Bleche von etwa 200 µm Dicke aus additiv gefertigtem 316L genutzt. Diese Bleche wurden auf 4000er Körnung geschliffen und beidseitig, wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, mit etwa 20 nm Palladium beschichtet.

Es wurden Beladungspulse bei einer Spannung von  $U_{bel} = -0,7 \text{ V}$  für 30 s Dauer in einem Intervall von 30 min abgegeben. Mit dem zweiten Fick'schen Gesetz (Gleichung 3.3) und den Randbedingungen einer konzentrationsunabhängigen Diffusionskonstante (Gleichung 3.4), einer konstanten und homogen verteilten Anfangskonzentration zu Beginn des Experiments (Gleichung 3.5) und einem durch einen Strompuls induzierten Teilchenfluss (Gleichung 3.6):

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \cdot \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (3.3)$$

$$D \left( \frac{\partial c}{\partial x} \right)_{x=d} = 0 \quad (3.4)$$

$$c(x, t = 0) = c_0 \quad (3.5)$$

$$D \left( \frac{\partial c}{\partial x} \right)_{x=0} = - \frac{I(t)}{F \cdot A} \quad , \quad (3.6)$$

folgt nach einer umfangreichen Herleitung folgender Ausdruck für den Diffusionskoeffizienten  $D$  [287]:

$$D = \frac{d^2}{19,8 \cdot t_D} \quad . \quad (3.7)$$

Hierbei beschreibt  $d$  die Dicke der Probe für die Permeationsmessung und  $t_D$  die Durchbruchzeit. Die Durchbruchzeit ist die Zeit, die der Wasserstoff benötigt, um auf der Mess-Seite anzukommen.

### 3.8 Thermische Desorptionsspektroskopie

Um die Verteilung des Wasserstoffs in den Defekten des Materials zu untersuchen, wurden am Fraunhofer IWM in Freiburg durch Mario Huber thermische Desorptionsspektren (TDS) aufgenommen. Details zur Methode finden sich in [288–290].

Es wurden additiv gefertigte Blechproben mit den Abmessungen 10 mm x 35 mm x 1 mm aus der Gasphase (bei 250 °C und 160 bar =  $1,6 \cdot 10^7$  Pa für 120 h) mit Wasserstoff beladen. Die beladenen Proben werden in einem Ofen kontrolliert erhitzt und der heraus diffundierende Wasserstoff wird mithilfe eines Infrarot-Wärmeleitfähigkeitsdetektors und eines Quadrupolmassenspektrometers quantifiziert. Das verwendete thermische Desorptionsspektroskop ist das G4 Phoenix DH IR/TF von Bruker Elemental GmbH mit einem nachgeschalteten Quadrupol-Massenspektrometer ESD 100 der IPI InProcess Instruments Gesellschaft für Prozessanalytik mbH. Es wurden Desorptionsspektren bei Aufheizraten von 6 K/min, 10 K/min, 15 K/min und 20 K/min aufgezeichnet. Die thermodynamische Auswertung erfolgt nach dem Ansatz von Lee et al. [289, 290]. Hierzu werden die Positionen der Desorptionspeaks durch einen Fit bestimmt. Das verwendete Modell beruht auf der Annahme, dass die Lösungsenthalpie  $E_T$  zur Desorption von Wasserstoff aus einer Senke durch mehrfache Messung bei verschiedenen Aufheizraten  $\beta$  bestimmbar ist:

$$\frac{\partial \{ \ln(\beta/T_p^2) \}}{\partial (1/T_p)} = -\frac{E_T}{R} \quad (3.8)$$

Trägt man die Temperaturen der Desorptionspeaks  $T_p$  im doppellogarithmischen Plot von  $\ln(\beta/T_p^2)$  gegen  $\ln(1/T_p)$  auf, ergibt sich die Lösungsenthalpie  $E_{Trap}$  aus der Steigung der Ausgleichsgeraden:  $-E_{Trap}/R$ . Die präsentierte Methode eignet sich zur Bestimmung der Bindungsenergien und um Aussagen zu treffen, in welchen Defekten der absorbierte Wasserstoff gebunden vorliegt. Diffusion und daraus resultierende Effekte werden nicht berücksichtigt. Wasserstoff, der beim Erwärmen aus einem Defekt desorbiert, kann in anderen tieferen Traps erneut absorbieren. Daher lässt sich anhand der integralen Peakflächen keine Konzentration des Wasserstoffs den einzelnen Defekten zuordnen [290].

### 3.9 Heißgasextraktion

Zur Untersuchung des insgesamt in einer Probe enthaltenen Wasserstoffs wurde die Heißgasextraktion gewählt. Details zur Methode werden in Ref. [291–293] beschrieben. Die Untersuchungen wurden in Zusammenarbeit mit Dr.-Ing. Camelia Schulz (KIT, ITEP) an einem Elementrac ONH-p 2 Analysator von der Elementra GmbH durchgeführt. Das Gerät hat eine untere Nachweisgrenze für Wasserstoff von

0,08 ppm.

Da das Messprinzip auf der Messung der thermischen Leitfähigkeit des abgegebenen Gases des aufgeschmolzenen Probenkörpers basiert, wurden einige Leermessungen durchgeführt, um das gesamte System auf eine stabile Temperatur zu bringen. Zudem wurde die Dichtigkeit des Gesamtsystems geprüft. Die Leermessungen, besonders kurz vor Beginn einer Messreihe, müssen zuverlässig einen Gehalt von  $0,0 \pm 0,0$  wppm ergeben, ansonsten muss eine Leer-Kalibrierung wiederholt werden. Das verwendete Messsystem wird mithilfe verschiedener Standards kalibriert, hier ist darauf zu achten, dass die Kalibrierung etwa dem erwarteten Wasserstoffgehalt der Probe entspricht. Alle verwendeten Standards sind vom Hersteller der Anlage, Eltra GmbH.

Zur Messung werden Probenstücke in einem doppelwandigen Graphit-Tiegel aufgeschmolzen. Der innenliegende Tiegel wird nach jeder Messung erneuert, der äußere nach drei Messungen. Das beim Aufschmelzen der Probe abgegebene Gas wird über eine Messzelle für die thermische Leitfähigkeit geleitet. Das Integral der erhaltenen Messkurve korreliert mit dem Wasserstoffgehalt. Die Auswertung der Messkurven erfolgt vollautomatisch durch die Software des Anlagenherstellers, der Wasserstoffgehalt wird mit dem zuvor eingegebenen Probengewicht tabellarisch erfasst.

### 3.10 Konfokalmikroskopie

Die Rauheit der gefertigten Probengeometrien und Bauteile wurde durch Auswertung konfokalmikroskopischer Weißlichtaufnahmen bestimmt. Zur Aufnahme der dreidimensionalen Bilder wurde ein  $\mu$ surf des Herstellers nanofocus AG benutzt. Mit diesem Gerät werden konfokalmikroskopische Aufnahmen erstellt. Für Details zur Methode siehe Referenzen [294–296]. Das verwendete System mit zehnfacher Vergrößerung hat aufgrund der Konfokalgeometrie des Strahlengangs eine sehr definierte Fokustiefe. Eine Computergestützte Steuerung erfasst die scharf aufgelösten Bereiche des Bildes. Dank eines zusätzlichen Antriebs der bildgebenden Einheit kann in definierten Schritten von  $\Delta_z = 0,2 \mu\text{m}$  ein Höhenprofil des untersuchten Objekts erfasst werden. Jedes dreidimensionale Bild erfasst einen etwa  $1,5 \text{ mm} \times 1,5 \text{ mm}$  großen Bereich der Probe bei 100-facher Vergrößerung. Für größere Bereiche können einzelne Datensätze digital zusammengefügt werden.

Die erstellten Bilder wurden mithilfe der Software  $\mu$ soft analysis extended (Version 7.2.7568) des Herstellers nanofocus AG ausgewertet. In der Software können unerwünschte Probenkrümmungen und die Schiefelage der Probe korrigiert werden. Anhand der höhenaufgelösten Abbildung wird dann beispielsweise ein Rauheitswert wie die mittlere Rautiefe  $R_z$  nach DIN EN ISO 4287 berechnet [297].

## 3.11 Charakterisierungsmethoden des Ausgangspulvers

Die Eigenschaften des verwendeten Pulvers sind entscheidend für das spätere gedruckte Bauteil [298, 299], daher werden in diesem Abschnitt die zur Charakterisierung des gekauften Pulvers angewandten Methoden vorgestellt. Um Aussagen über Größe und Rundheit zu erlangen, wurden rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen erstellt. Das Innere des Pulvers wurde durch Computertomografie untersucht, die vorliegenden Phasen werden durch Röntgenbeugungsmethoden quantifiziert. Die chemische Zusammensetzung wurde durch spektroskopische Methoden erfasst.

### Raster-Elektronenmikroskopische Untersuchung

Vom erhaltenen Pulver wurden in Zusammenarbeit mit Dr. rer. nat. Sabine Schlabach von einer zufälligen Stichprobe rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Pulverpartikel erstellt, diese sind in Abbildung 4.1 dargestellt. Zur Untersuchung wurde eine kleine Menge des Pulvers mit einem Spatel auf ein elektrisch leitendes doppelseitiges Kohlenstoffklebepad gegeben. Überschüssiges, nicht anhaftendes Pulver wurde vom Probenträger abgeschüttelt und mithilfe eines Luftstoßes aus einer Sprühdose entfernt. Verwendet wurde eine Zeiss Auriga60 (Zeiss industrielle Messtechnik GmbH) mit Feldemissionselektronenquelle, für weitere Details zu Methode und Gerät siehe Abschnitt 3.5.2.

Die erhaltenen Aufnahmen werden mithilfe der Bildanalysesoftware FIJI<sup>6</sup> [300] automatisiert ausgewertet. Durch das Anpassen eines Ellipsoids an jeden einzelnen Pulverpartikel können unter anderem Aussagen über Rundheit und Partikelgröße getroffen werden. Die Rundheit wird mittels Division der Längen der Nebenachse durch die Länge der Hauptachse der angepassten Ellipsoide berechnet. Je näher das Ergebnis an 1 ist, desto kreisähnlicher ist die angepasste Fläche.

### Computertomografische Untersuchung

Zur Untersuchung auf innere Defekte wurde eine kleine Menge des Pulvers auf einem aufgerollten Klebestreifen mit dem Computertomografen des IAM-WK, siehe hierzu Abschnitt 3.5.3, untersucht.

### Röntgenbeugung zur Phasenanalyse

Es wurde ein Röntgenbeugungsexperiment an dem erhaltenen Pulver durchgeführt, um das Ausgangsmaterial auf die enthaltenen Phasen zu analysieren. Hierzu wurde das Bruker Phaser D2 (Hersteller: Bruker AXS GmbH) des IAM-WK mit einer Kupfer-Röhre und eindimensionalem, energiediskriminierendem

---

6 open-source [300]

LynxEye-Detektor verwendet. Die Röntgenröhre wurde bei 30kV und 10mA betrieben, primärseitig wurde eine 1 mm-Blende verwendet. Die obere und untere Diskriminatorspannung des Detektors wurden zu 0,18 V und 0,25 V angepasst, um die Effekte durch die Lumineszenz des Eisens bei der Bestrahlung durch Cu-K $\alpha$ -Strahlung zu minimieren. Es wurde eine Beugungswinkelschrittweite von  $\Delta\theta = 0,01^\circ$  bei einer Belichtungszeit von 1 s gewählt, was aufgrund der Überstreichung von 192 Detektorstreifen einer wahren Belichtungszeit von 192 s entspricht. Das Diffraktogramm (siehe Abb. 4.4) wurde mithilfe der Software Powdercell [301] (Version 2.4) ausgewertet.

### **Chemische Analyse**

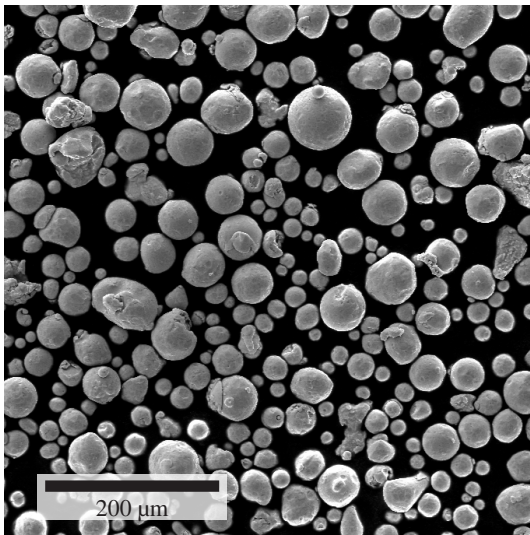
Das Pulver wurde am IAM-AWP durch Dr. Bergfeldt mithilfe einer ICP-OES chemisch analysiert. Die Kohlenstoff-, Stickstoff- und Sauerstoffgehalte wurden durch Heißgasextraktion mithilfe zweier Apparaturen separat bestimmt.

## 4 Untersuchungsergebnisse

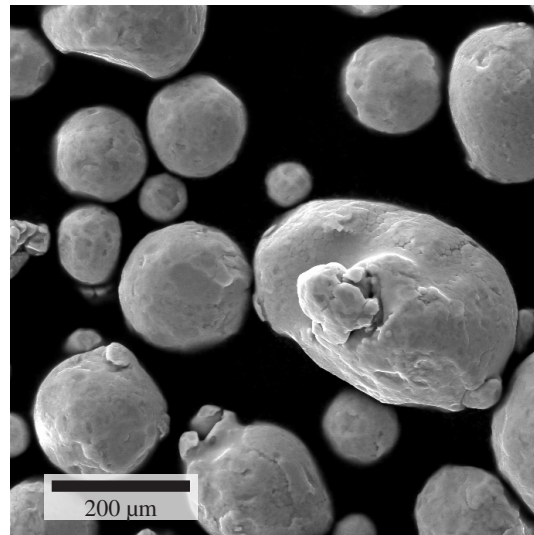
Im folgenden Abschnitt wird das Ausgangspulver charakterisiert, anschließend werden ideale Druckparameter zur Fertigung möglichst dichter Bauteile mithilfe von Parameterstudien bestimmt. Darauf aufbauend wird das gedruckte Material im unveränderten Zustand mechanisch durch Zugversuche und Ermüdungsstudien charakterisiert. Die Wasserstoffaufnahme und -diffusion wird untersucht, bevor der Wasserstoffeinfluss auf die zuvor beschriebenen mechanischen Charakteristika analysiert wird.

### 4.1 Charakterisierung des Ausgangspulvers

Vom erhaltenen Pulver wurden in Zusammenarbeit mit Dr. rer. nat. Sabine Schlabach von einer zufälligen Stichprobe rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Pulverpartikel erstellt, diese sind in Abbildung 4.1 dargestellt.



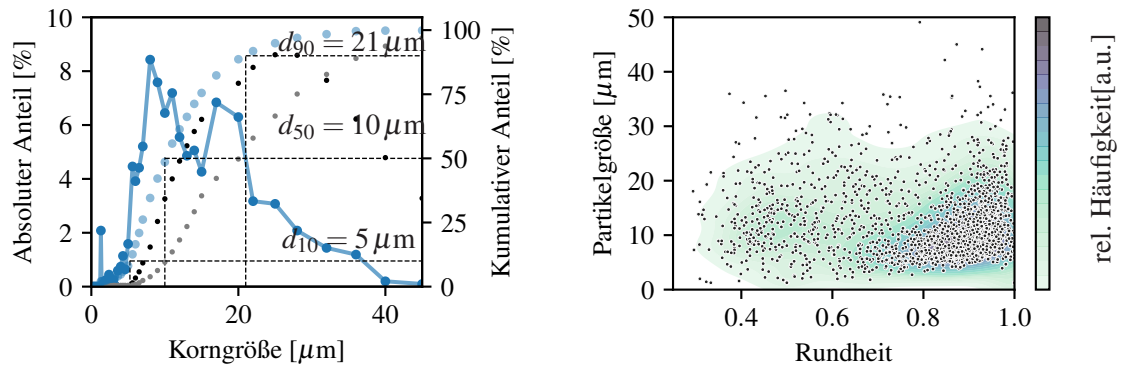
(A) Elektronenmikroskopische Aufnahme in 250-facher Vergrößerung der Pulverpartikel. Es sind bereits eine kleine und eine größere Pulverfraktion erkennbar, es sind sehr runde ebenso wie ungleichmäßig geformte Partikel vorhanden.



(B) Elektronenmikroskopische Aufnahme in 1000-facher Vergrößerung, ein ungleichmäßig geformter Pulverpartikel und einige sphärischere Pulverpartikel.

Abbildung 4.1: Elektronenmikroskopische Aufnahmen der Pulverpartikel.

Aufnahmen mit 250-facher Vergrößerung wurden mit der Bildanalysesoftware FIJI<sup>1</sup> [300] automatisiert ausgewertet. Die Rundheit der Pulverpartikel als Teilergebnis dieser Auswertung ist in den Abbildungen 4.2 zusammengefasst.



(A) Pulverkorngrößenverteilung, die **blauen** Datenpunkte wurden aus der Abb. 4.1 durch Anpassen eines Ellipsoids bestimmt. Die Datenpunkte in Graustufen sind die Herstellerangabe. (B) Häufigkeitskartierung der beobachteten Partikelgrößen in Abhängigkeit von deren Rundheit.

Abbildung 4.2: Untersuchung der Rundheit und Größenverteilung der Partikel im verwendeten Metallpulver. Eine bimodale Größenverteilung ist zu erkennen, das Pulver ist etwas feiner als vom Hersteller angegeben.

Abb. 4.2A stellt die Pulverkorngrößenverteilung als Histogramm im direkten Vergleich zu den Herstellerangaben dar. Die Messwerte der Herstellerangabe sind mit den schwarzen und grauen Datenpunkten gezeigt, die Messergebnisse dieser Untersuchung in Blautönen. Der kumulative Anteil ist jeweils durch die hellere Schattierung dargestellt. Hier fällt auf, dass das erhaltene Pulver deutlich höhere Anteile kleinerer Pulverpartikel enthält. Alle charakteristischen Größenanteile sind etwa um einen Faktor 2 kleiner als die Herstellerangaben. Der Hersteller gibt ein  $d_{90}$  von  $36,78 \mu\text{m}$ , ein  $d_{50}$  von  $20,75 \mu\text{m}$  und ein  $d_{10}$  von  $10,07 \mu\text{m}$  an. Zusätzlich fällt auf, dass eine bimodale Größenverteilung vorliegt. Dies lässt sich sogar mit bloßem Auge auf Abb. 4.1A bestätigen.

Die Abbildung 4.2B stellt eine Häufigkeitskartierung der Partikelgröße und der Rundheit des Partikels dar. Ein perfekt runder Partikel hätte eine Rundheit von 1,0. Die Datenpunkte wurden zusätzlich mit einer an die relative Häufigkeit gekoppelten Färbung unterlegt. Diese Abbildung verdeutlicht, dass besonders bei kleineren Partikeln deutlich häufiger auch unrunde Partikel auftreten.

<sup>1</sup> open-source [300]



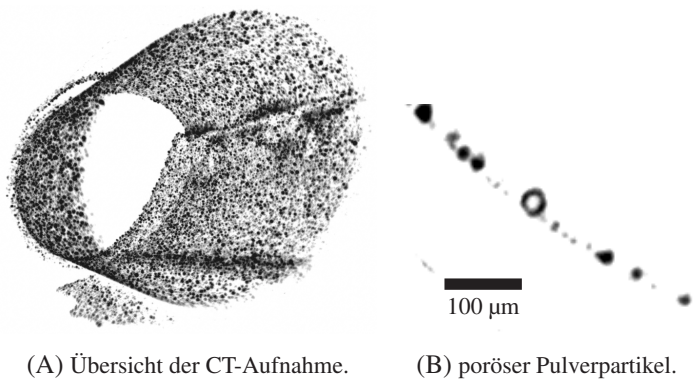


Abbildung 4.3: Computertomografische Untersuchungen des erhaltenen Pulvers, es sind hohle Pulverpartikel enthalten.

Zur Untersuchung auf innere Defekte wurde eine kleine Menge des Pulvers auf einem aufgerollten Klebestreifen mit dem Computertomografen untersucht. In Abbildung 4.3 sind kontrastverstärkte Darstellungen dieser Untersuchungen abgebildet. Abb. 4.3A zeigt eine Projektion des untersuchten Volumens, in der die Probengeometrie erkennbar ist. In Abb. 4.3B ist zu erken-

nen, dass auch hohle, gasgefüllte Pulverpartikel im Pulver enthalten sind. In der Literatur wird diskutiert, dass diese Gaseinschlüsse nicht durch das Aufschmelzen im PBF-LM-Prozess entfernt werden [302–306]. Im untersuchten Pulvervolumen wurden vier hohle Partikel wie in Abb. 4.3B dargestellt, gefunden. In der genutzten Konfiguration des Computertomografen ließ sich die kleinste Pulverfraktion nicht dezidiert darstellen, ein Voxel dieser Aufnahme ist  $2,2\mu\text{m}$  groß. Die Konzentration der hohlen Pulverpartikel wird mit deutlich unter  $1/1000$  abgeschätzt.

Es wurde ein Röntgenbeugungsexperiment an dem erhaltenen Pulver durchgeführt um das Ausgangsmaterial auf die enthaltenen Phasen zu analysieren. Das Diffraktogramm (siehe Abb. 4.4) wurde mithilfe der Software Powdercell [301] (Version 2.4) ausgewertet.

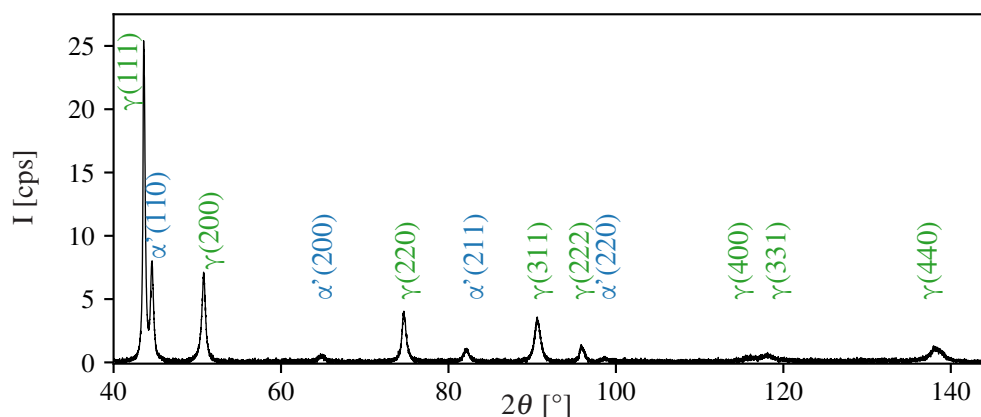


Abbildung 4.4: Röntgen-Diffraktogramm des Pulvers, die gefundenen Peaks wurden indiziert und eindeutig  $\alpha'$ -Martensit und  $\gamma$ -Austenit zugeordnet. Die Auswertung mittels Powdercell ergab einen Phasenanteil von etwa 33 %  $\alpha'$ -Martensit im genutzten Pulver.



Es sind demnach etwa 33 % Martensit (blaue Indizierung im Diffraktogramm) und 67 % Austenit (grüne Indizierung) im Pulver enthalten.

Das Pulver wurde am IAM-AWP durch Dr. Bergfeldt mithilfe einer ICP-OES chemisch analysiert. Die Kohlenstoff-, Stickstoff- und Sauerstoffgehalte wurden durch Heißgasextraktion mithilfe zweier Apparaturen separat bestimmt. Tabelle 4.1 stellt die chemischen Zusammensetzungen nach den Normen für 316L und 1.4404 [101, 102] der chemischen Zusammensetzung des Pulvers gegenüber. Der Werkstoff mit der Kennnummer 1.4404 muss nach Norm [102] mindestens 16,5 w% Chrom und darf maximal 0,01 w% Stickstoff enthalten. Das Pulver enthält mit 0,06 w% Stickstoff das sechsfache des oberen Grenzwerts für den Werkstoff 1.4404. Außerdem enthält das Pulver lediglich 16,4 w% Chrom und erfüllt somit nur die Norm nach ASTM A249 für den Werkstoff S31603 beziehungsweise 316L [101]. Die Norm für 1.4404 wird nicht mehr erfüllt. Die Gehalte der Elemente Nickel und Molybdän liegen nahe der minimalen Gehalte für die normgerechten Legierungszusammensetzungen. Mit 0,786 w% liegt der Mangananteil unter der Hälfte des Maximalgehalts von 2 w% nach den Normen.

	Norm 316L [101]		Norm 1.4404 [102]		chemische Zusammensetzung des Pulvers
	min	max	min	max	
Cr	16,0	18,0	16,5	18,5	16,4
Ni	10,0	14,0	10,0	13,0	10,79
Mo	2,0	3,0	2,0	2,5	2,159
Mn		2,0		2,0	0,786
C		0,03		0,03	0,016
N				0,01	0,06
Si		1,0		1,0	0,647
P		0,045		0,045	0,01
S		0,03		0,015	0,008
O					0,056
Al					0,004
Ti					< 0,0002
V					0,025
Cu					0,018
Fe					68,3

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung des Ausgangspulvers, für den Werkstoff 1.4404 ist zu wenig Chrom und zu viel Stickstoff enthalten [102]. Das Pulver erfüllt die Norm für 316L [101]

## 4.2 Vom Pulver zum additiv gefertigten Material

Im Folgenden wird die Grundlage für die nachfolgend gezeigten, hauptsächlich mechanischen Materialuntersuchungen durch Druckparameterstudien und chemische Untersuchungen geschaffen. Im Rahmen der Parameterstudien wurden die einstellbaren Parameter der additiven Fertigung variiert und iterativ anhand der Untersuchungsergebnisse des Gefüges optimiert. Anhand der gefundenen idealen Parameter wird das resultierende Gefüge des additiv gefertigten Materials gezeigt. Die Ergebnisse der chemischen

Analyse des Pulvers werden nachfolgend im Abschnitt 4.2.2 zusammen mit den Ergebnissen des gedruckten Materials dargestellt.

### 4.2.1 Parameterstudien

Im Folgenden werden die Parameterstudien vorgestellt. Diese Studien zielen hauptsächlich darauf ab, verlässlich Bauteile von niedriger Porosität fertigen zu können. Der Hersteller des verwendeten Druckers stellte einen bereits vorgeprüften Parametersatz für 316L-AM zur Verfügung, es wurden hauptsächlich die Parameter der Schraffur variiert. Die Schraffur stellt für die meisten Bauteilgeometrien den größten Volumenanteil dar, daher hat eine Änderung der Parameter der Schraffur den größten Einfluss auf Gefüge und Porosität. Die variierten Parameter sind der Schraffurabstand  $s$ , die Scangeschwindigkeit  $v$  und die Laserleistung  $P_L$ , siehe hierzu auch Abb. 2.1. Zusätzlich wurde der Einfluss der Lagenhöhe  $h$  der gedruckten Schichten auf die Porosität der Probenkörper untersucht. Das Ziel dieser Studien ist zuverlässig eine Porosität von deutlich unter 1 Vol% zu erreichen [129, 130]. Es wurden Probenkörper wie in Abb. 3.15 dargestellt, mit unterschiedlichen Parametern gedruckt.

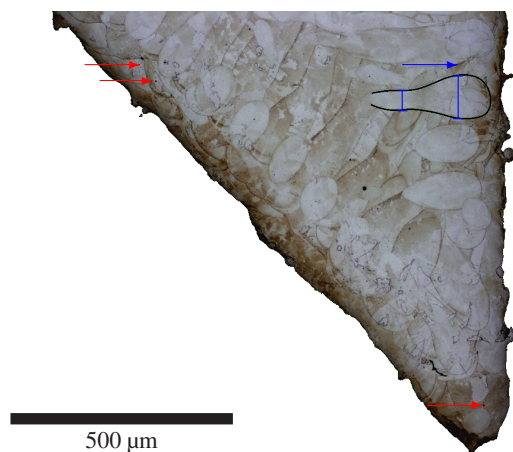


Abbildung 4.5: Ausweitung der Schmelzbadgrenzen und Porosität durch Beschleunigen und Abbremsen der Scanneroptik

Die obere Hälfte der Probenkörper enthält Einschnitte und Schrägen, welche provozieren, dass die Scanneroptik häufig beschleunigen und abbremsen muss. Abb. 4.5 zeigt diesen Zusammenhang durch die sich deutlich **ausbreitenden Schmelzbadgrenzen** in der Nähe der Außenkontur des Bauteils wie durch den Pfeil und die Maßstriche verdeutlicht. Einige **Poren** in diesem Bereich sind durch rote Pfeile hervorgehoben. Diese Beobachtung lässt darauf schließen, dass an diesem randnahen Bereich höhere Energieeinträge ins Material vorliegen, als im Kern eines Bauteils. Dies kann zu erhöhter Porosität führen [58]. Die Druckparameter sind so zu wählen, dass auch in solchen Bereichen keine zusätzliche Porosität entsteht, wie am Beispiel in Abb. 4.5 gezeigt.

Mit den gewählten Parametersätzen wurden die Laserleistung, die Geschwindigkeit des Hatchings und die Schichthöhe variiert. Die Parametersätze wurden in Anlehnung an den empfohlenen Parametersatz des Herstellers der PBF-LM-Anlage (Orlas GmbH) entwickelt. Einige der Parametersätze wurden auch

iterativ auf der Basis von Zwischenergebnissen nach minimaler Porosität gewählt. Für jede Probe wurde die Dichte, bzw. die Porosität, wie in Abschnitt 3.5.1 beschrieben, einzeln gemessen.

In der Abbildung 4.6 sind die Porositäten der einzelnen Probenkörper als Farbschattierung der Datenpunkte dargestellt.

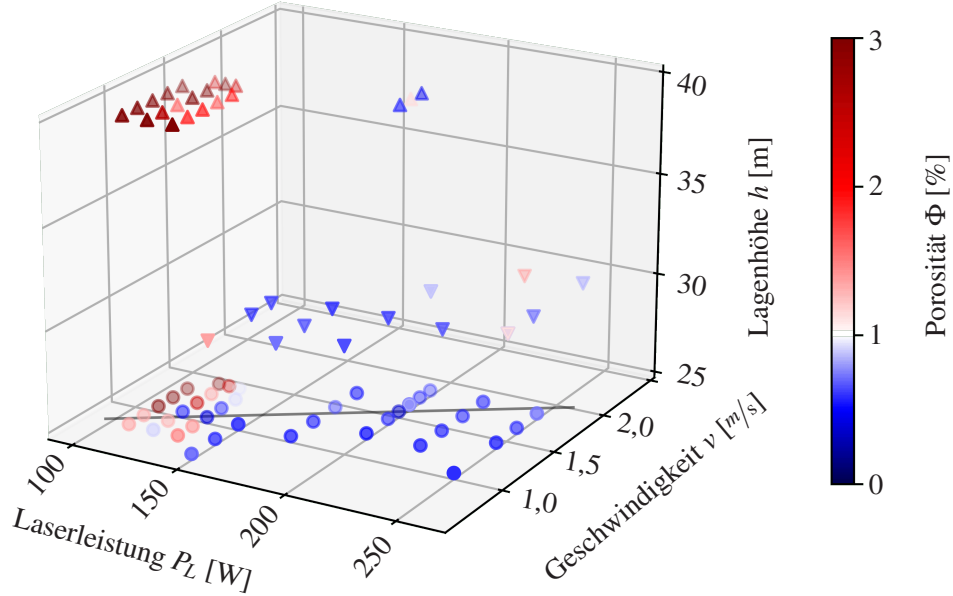


Abbildung 4.6: Probenkörper-Porositäten in Abhängigkeit der Lagenhöhe, Lasergeschwindigkeit und Laserleistung. Akzeptable Porositäten sind bei höheren Laserleistungen ( $P_L > 150$  W) und Schichthöhen von  $25 \mu\text{m}$  zu erwarten.

Die Farbschattierung wurde so gewählt, dass blaue Färbungen akzeptablen definierten Porositäten entsprechen ( $\Phi < 1\%$ ) und rote Datenpunkte inakzeptabel porös sind. Bauteile bzw. Probenkörper sollten idealerweise Porositäten von deutlich unter einem Volumenprozent enthalten, wie bereits in Abschnitt 2.2 angemerkt.

Um die verschiedenen Schichthöhen noch besser voneinander unterscheiden zu können, sind die Datenpunkte durch unterschiedliche Formen unterschieden. Kreise zeigen die Porosität der Proben mit  $25 \mu\text{m}$  Lagenhöhe. Die nach unten zeigenden Dreiecke zeigen die Porositäten der Proben mit  $30 \mu\text{m}$  Lagenhöhe, die übrigen nach oben zeigenden Dreiecke repräsentieren die Proben mit  $40 \mu\text{m}$  Lagenhöhen.

Zusätzlich zu den dargestellten Datenpunkten wurde eine Gerade auf der  $25 \mu\text{m}$ -Lagenhöhe-Ebene eingezeichnet. Diese Gerade stellt nach der Gleichung 2.1 (siehe Abschnitt 2.1) die Menge der Parametersätze mit gleichem Energieeintrag [57] nach:

$$\Psi = \frac{P_L}{h \cdot v \cdot s} \Big|_{h=25 \mu\text{m}} = \text{const.} \quad ,$$

dar. Hier beschreibt  $P_L$  die Laserleistung und  $v$  die Vorschubgeschwindigkeit des Laserspots. Zudem ist  $h$  die Lagenhöhe und  $s$  der Schraffurabstand (Hatch-spacing).

In Abb. 4.6 wird deutlich, dass die geringsten Porositäten mit  $25\,\mu\text{m}$  Lagenhöhe und hohen Laserleistungen und -Geschwindigkeiten erreicht werden können. Die gegebenen Druckparameter des Herstellers und die aus den Parameterstudien hervorgegangenen besten Druckparameter sind in Tabelle 4.2 dokumentiert.

Parameter	Vorgabe	Ergebnis
Laserleistung $P_L$	123 W	200 W
Lagenhöhe $h$	$25\,\mu\text{m}$	$25\,\mu\text{m}$
Scangeschwindigkeit $v$	1 ms	$1,5\,\text{m/s}$
Schraffurabstand $s$	$55\,\mu\text{m}$	$55\,\mu\text{m}$
Porosität $\Phi$	0,55 %	0,35 %
Energieeintrag $\Psi$	$8,95 \cdot 10^{10}\,\text{J/m}^3$	$9,7 \cdot 10^{10}\,\text{J/m}^3$

Tabelle 4.2: Herstellervorgegebene Druckparameter der Schraffur für 316L und bestes Ergebnis der Parameterstudien.

Hier fällt auf, dass die abgegebene Energiemenge pro Druckvolumen  $\Psi$  nicht besonders stark vom Energieeintrag nach Herstellervorgabe abweicht, die Porosität  $\Phi$  der Probe jedoch mit einer Reduktion von 0,55 % auf 0,35 % noch einmal deutlich geringer ist. Dieser Parametersatz wurde für alle folgenden gedruckten Geometrien gewählt, weil die umliegenden Parametersätze, wie in Abb. 4.6 zu sehen ist, ebenfalls sehr niedrige Porositäten erzielt haben.

Für die wiederholbare Untersuchung von Porosität im gedruckten Material wurde ein Parametersatz zur Provokation von Porosität gewählt. Für die Proben mit gezielt porösem Volumen in der Messstrecke wurde die Laserleistung auf  $P_L = 125\,\text{W}$  und die Geschwindigkeit auf  $1\,\text{m/s}$  reduziert.

Bei einem großvolumigen Druck kann es in der genutzten Anlage dazu kommen, dass sich ein Anteil des Schweiß-Schmauchs in der Druckkammer sammelt und es daher zu einer teilweisen Abschattung des Laserstrahls kommt, siehe hierzu Abschnitt 2.1 und 3.1. Zudem ist eine leichte Erwärmung der Komponenten der ungekühlten optischen Bank zu erwarten, durch solche Effekte entstehen weitere Abweichungen vom Idealparameter. Viele der diesen Punkt in Abb. 4.6 umgebenden Parametersätze, besonders mit geringeren Laserleistungen oder höheren Pulverschichtdicken haben Porositäten von  $< 1\,\%$  erzielt. Das ist besonders am Übergang zwischen Stützstruktur und Bauteil von Vorteil, da hier aufgrund der lückigen Stützung einer überhängenden Lage die folgenden Pulverlagen dicker ausfallen können als die gewünschten  $25\,\mu\text{m}$ . Die Perimeter-Bahn, also die außen umlaufende Laserbahn, wurde immer mit dem

gleichen Parametersatz von  $P_L = 107 \text{ W}$  und einer Lasergeschwindigkeit von  $v = 0,8 \text{ m/s}$  vor der Schraffur ausgeführt. Die außen liegende Laserbahn (Perimeterbahn) wird in der Regel mit einem geringeren Energieeintrag ausgeführt, um starkes Spritzen zu vermeiden und somit maßhaltige Bauteile fertigen zu können. So wird auch hier vorgegangen.

In experimentellen Druckvorgängen wurde ebenfalls die Variation der Druckreihenfolge von Schraffur und Perimeter untersucht. Dies wurde für die später genutzten Druckparameter wieder verworfen, da der Wechsel der Druckreihenfolge von Perimeter und Schraffur deutlich höhere Porenkonzentrationen erzeugt hat. Abbildung 4.7 zeigt diesen Zusammenhang.

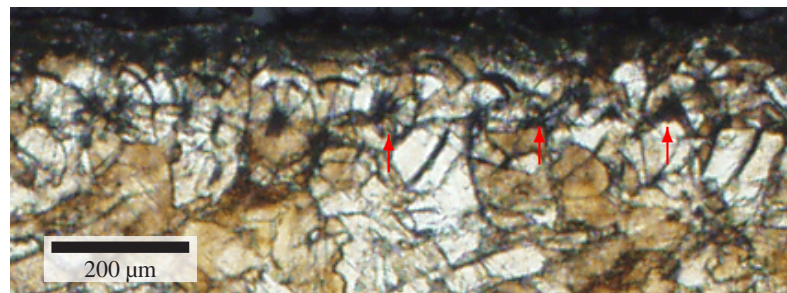


Abbildung 4.7: Porensaum zwischen Perimeter und Schraffur.

Direkt an der Grenzfläche zwischen Schraffur und Perimeter entsteht ein Porensaum, wie durch die roten Pfeile verdeutlicht. Auch der Schraffurabstand wurde gegenüber dem zuvor gefundenen Idealparametersatz (siehe Tab. 4.2) variiert. Hier wurde deutlich, dass die Porosität nicht weiter minimiert werden konnte. Demgegenüber erhöht eine weitere Verringerung des Schraffurabstands deutlich die Druckzeit. Zusätzlich wurde eine Doppelbelichtung an einigen Probenkörpern durchgeführt. Dies wurde im Laufe der Arbeit ebenfalls als zusätzlicher Arbeitsschritt verworfen, da dies extrem verlängerte Druckzeiten bedingt, die Porosität hat sich hierdurch nicht signifikant geändert. Die hiermit verbundene Verlängerung der Druckzeit macht den Parametersatz für einen späteren Einsatz wenig wirtschaftlich und ist damit nicht mehr anwendungsnah. Diese und zusätzliche Druckparametervariationen, die nicht zu einer signifikanten Verbesserung des Druckergebnisses beitrugen, sind mit den Beobachtungen in Anhang B.3 in der Tabelle B.1 aufgeführt.

Ähnliche Beobachtungen wie die bisher vorgestellten Ergebnisse wurden an der gleichen Anlage durch Kollegen der Abteilung Fertigung und Bauteilverhalten auch für andere Legierungen berichtet [88, 307–310].

## 4.2.2 Chemische Analyse des gedruckten Materials

Die chemische Zusammensetzung eines Chrom-Nickel-Stahls hat deutliche Auswirkungen u. A. auf die mechanischen Eigenschaften des Bauteils oder die Stapelfehlerenergie, was das Verhalten bei plastischer Verformung maßgeblich beeinflusst, siehe hierzu Kapitel 2.2.1. Da es durch die Pulverherstellung und durch den Druckprozess selbst zu Verlusten an verschiedenen Legierungselementen kommen kann, wurde sowohl das Ausgangspulver als auch das gedruckte Material chemisch analysiert. Die Zusammensetzung des Pulvers ist im Kap. 4.1 und Tabelle 4.1 bereits gezeigt worden. Der genaue Anteil der Legierungselemente des Pulvers und des gedruckten Materials ist in Tabelle 4.3 zusammengefasst.

	Norm 316L [101]		Norm 1.4404 [102]		ICP-OES & TGHE & CS	
	min	max	min	max	Pulver	gedruckt
Cr	16,0	18,0	16,5	18,5	16,4	16,2
Ni	10,0	14,0	10,0	13,0	10,79	10,84
Mo	2,0	3,0	2,0	2,5	2,159	2,207
Mn		2,0		2,0	0,786	0,709
C		0,03		0,03	0,016	0,012
N				0,01	0,06	0,056
O					0,056	0,051
Si		1,0		1,0	0,647	0,641
P		0,045		0,045	0,01	0,01
S		0,03		0,015	0,008	0,008
Al					0,004	0,004
Ti					<0,0002	<0,0002
V					0,025	0,025
Cu					0,018	0,041
Fe					68,3	68,3

Tabelle 4.3: Chemische Zusammensetzung des Ausgangspulvers und des gedruckten Materials in Massenprozent (w%). Der schon im Ausgangspulver für 1.4404 zu niedrige Chromgehalt reduziert sich durch den Druckprozess weiter.

Hervorzuheben sind besonders die rot markierten Gehalte an **Chrom**, welche schon im angelieferten Pulver mit 16,4 w% unter dem minimalen Chromgehalt von 1.4404 mit 16,5 w% [102] liegen, wie bereits in Abschnitt 4.1 erläutert. Zudem ist auch im Pulver schon der maximale **Stickstoffgehalt** von 0,01 w% überschritten. Es lässt sich erkennen, dass durch den Druckvorgang der Gehalt an **Chrom**, **Mangan und Kohlenstoff** im Material weiter sinkt. Dies liegt möglicherweise an der kurzzeitigen lokalen Überschreitung der Verdampfungstemperatur [311] der Legierungselemente ( $T_{M,Cr} = 2755 \text{ K}$   $T_{M,Mn} = 2373 \text{ K}$  [312] ) oder der Bildung flüchtiger Oxide.

Ansari et al. berechnen Schmelzbadtemperaturen für 316L im Bereich von 3000 K. Auch wenn diese Temperatur nicht erreicht wurde, ist es in der flüssigen Phase wahrscheinlich,

dass einige Elemente allein wegen des hohen Dampfdrucks zumindest teilweise verdampfen, wie besonders für das Mangan zu erwarten ist [313, 314]. Die durch die differenzielle Verdampfung erzeugte Abweichung der Legierungselementkonzentration ist ein in der Literatur häufig diskutiertes Phänomen der additiven Fertigung [311, 313, 315, 316]. Die chemische Analyse hat gezeigt, dass bereits das Pulver



die Norm des Werkstoffs 1.4404 [102] nicht erfüllt, da zu wenig Chrom enthalten ist. Dies gilt demnach auch für das gedruckte Material. Die Legierungszusammensetzung nach der Norm ASTM A959-19 für den Werkstoff S31603 beziehungsweise 316L wird jedoch durch das Pulver und das gedruckte Bauteil erfüllt. Daher wird das Material in der ganzen Arbeit "316L" genannt. Im Speziellen wird der additiv gefertigte Werkstoff als 316L-AM, nach der englischen Bezeichnung additive manufacturing für additive Fertigung, konkretisiert.

### 4.2.3 Rauheit der gedruckten und nachbearbeiteten Oberflächen

Da im Rahmen dieser Arbeit verschiedene Oberflächen erzeugt und nachbearbeitet werden, einige davon auch in den mechanischen Charakterisierungen eine teils entscheidende Rolle spielen, werden im Folgenden die verschiedenen Rauheiten und Oberflächenqualitäten vorgestellt.

**as-printed Zustand** Zunächst werden die Oberflächengüten der Proben im Zustand nach dem Druck vorgestellt. Die Proben wurden, wie in Kapitel 3.1 beschrieben, gedruckt und anschließend mit einer Metall-Bügelsäge mit Bimetallblatt vom Druckbett getrennt. Jede Probe wurde einzeln behutsam mit einer Feile nachbearbeitet, um die größten Reste der Stützstrukturen zu entfernen. Abb. 4.8 zeigt die typischerweise an einem grob nachbearbeiteten Probenkörper auftretenden Oberflächenqualitäten anhand der durch Konfokalmikroskopie aufgenommenen Topografien.

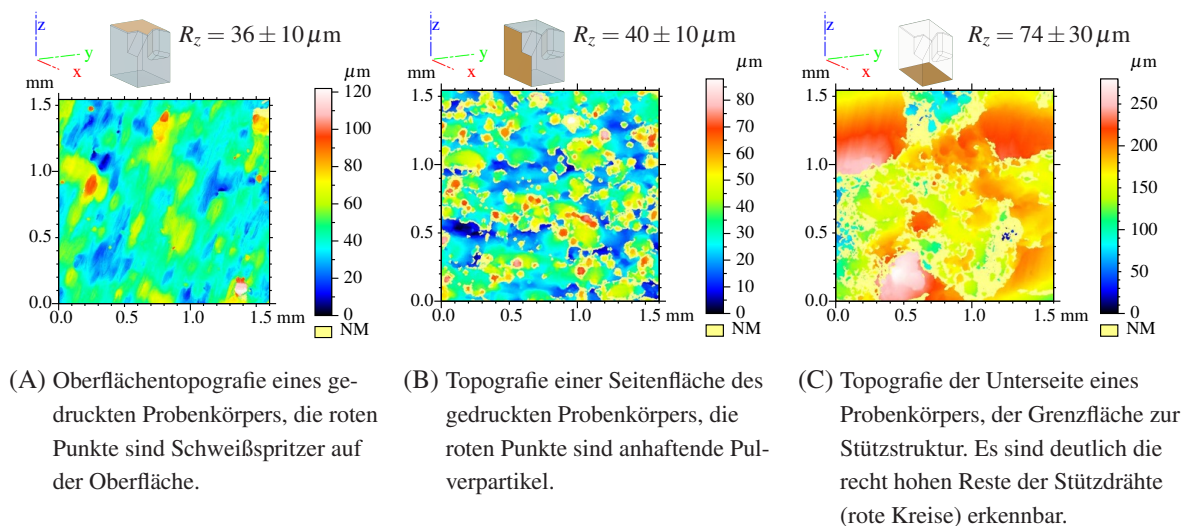


Abbildung 4.8: Topografien der auftretenden Flächen eines gedruckten und nur grob nachbearbeiteten Probenkörpers. Es treten mit  $R_z = 74 \pm 30 \mu\text{m}$  an der Unterseite die höchsten Rauheiten auf.

Für Details zur Methode siehe Abschnitt 3.10, die Rautiefen  $R_z$  wurden nach DIN EN ISO 4287 berechnet [297]. Die Oberfläche der Druckebene hat trotz der Schweißspritzer mit  $R_z = 36 \pm 10 \mu\text{m}$  die geringste Rautiefe, die Grenzfläche zur Stützstruktur mit  $R_z = 74 \pm 30 \mu\text{m}$  die höchste Rautiefe. Im Folgenden wird die Rauheit dann immer mit der höchsten gemessenen Rauheit angegeben, also die  $R_z = 74 \pm 30 \mu\text{m}$ .

**Bearbeitete Oberflächen** Um den Einfluss der Oberfläche und des häufig direkt darunter zu findenden Porensaums auszuschließen, wurden Probenkörper aus Übermaßkörpern herauserodiert. Die bearbeiteten Zugprobenkörper wurden lediglich erodiert und der oberflächlich anhaftende Abbrand des Messingdrahts durch einen zehn Sekunden kurzen Ätzzvorgang in V2A-Beize auch für den Sputtervorgang entfernt. Für Details zu den Zugversuchen und den Probenkörpern siehe Kap. 3.3 und Abbildungen 3.10 und insbesondere 3.10B.

Die Probenkörper der Ermüdungsstudien wurden nach dem Erodiervorgang mit einer Flachsleifmaschine planparallel geschliffen, siehe hierzu Kap. 3.4 und die Abbildungen 3.14 und 3.12. Abb. 4.9 zeigt Topografien der Oberflächen nachbearbeiteter Probenkörper.

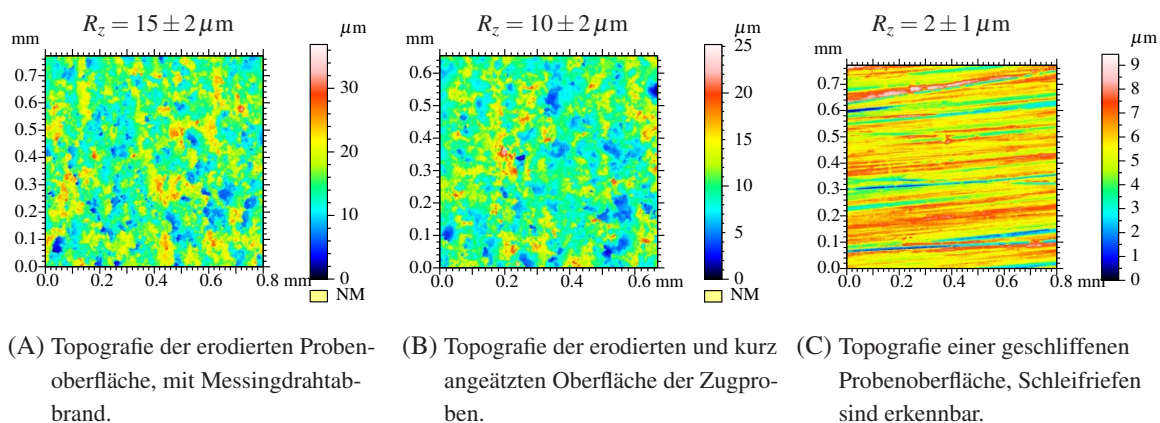


Abbildung 4.9: Topografien der Flächen gedruckter und nachbearbeiteter Probenkörper. Es treten mit  $R_z = 15 \pm 1 \mu\text{m}$  bei den erodierten Probenkörpern die höchsten Rauheiten auf.

Die erodierte Oberfläche hat eine Rautiefe von  $R_z = 15 \pm 2 \mu\text{m}$ , durch den Ätzzvorgang verringert sich die Rautiefe auf  $R_z = 10 \pm 2 \mu\text{m}$ . Die geschliffenen Probenkörper der Ermüdungsstudien haben mit einer Rautiefe von  $R_z = 2 \pm 1 \mu\text{m}$  die geringste Rauheit.

#### 4.2.4 Gefüge des additiv gefertigten 316L

Im Folgenden werden die Untersuchungen des Gefüges des additiv gefertigten Materials vorgestellt. Die hier gezeigten Schiffe sind Schnitte aus einem Probenkörper nach Abb. 3.15. Die Probe wurde, wie in den Parameterstudien aus Abschnitt 4.2.1 gefunden, mit dem Parametersatz aus Tabelle 4.2 gefertigt.



Die Probenpräparation erfolgte wie in Abschnitt 3.5.2 bzw. Anhang B.1 dargestellt. Die anschließenden Untersuchungen wurden nach der Ausrichtung des Schliffs unterteilt. Zunächst werden die Seitenflächen analysiert, abschließend die Bauebene, also die Normalebene zur Aufbaurichtung, des gedruckten Materials. Die Seitenfläche ist rechtwinklig zur Querschnittsfläche und enthält die Aufbaurichtung.

### Seitenfläche

Abb. 4.10 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen einer angeätzten Seitenfläche, die linke Abbildung 4.10A zeigt das zugehörige Hellfeldbild.

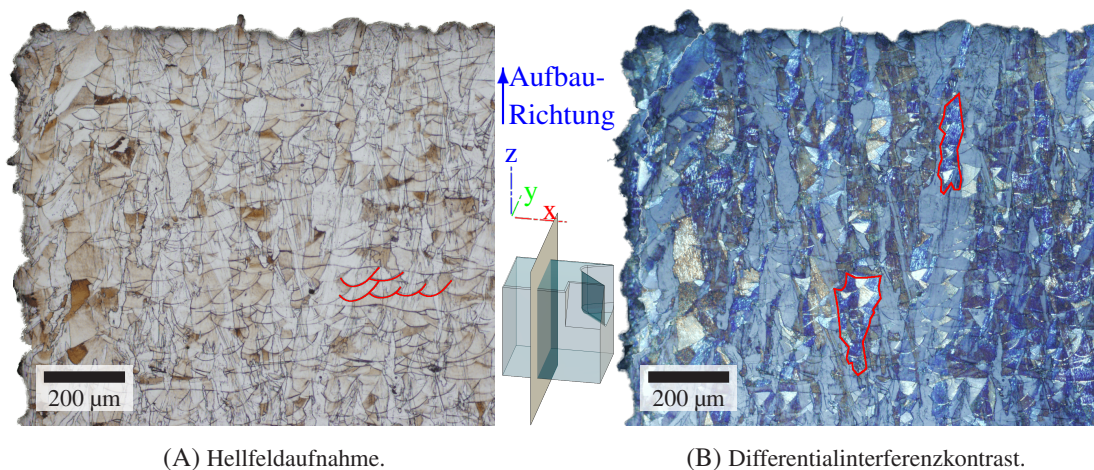


Abbildung 4.10: Lichtmikroskopische Untersuchungen einer Seitenfläche des additiv gefertigten Gefüges bei 100-facher Vergrößerung. Erkennbar sind hauptsächlich die Schmelzbadgrenzen und die Korngrenzen sowie an der linken Außenkante anhaftende Pulverpartikel.

Durch die Ätzung mit V2A-Beize werden besonders die Korngrenzen und Schmelzbadgrenzen hervorgehoben, in Abb. 4.10A mit roten Linien markiert. Die Schmelzbadgrenzen sind die nach oben geöffneten parabelförmigen Linien, etwa wie in Abb. 3.3 aus Abschnitt 2.1.1 dargestellt.

Die Abbildung 4.10B zeigt den gleichen geätzten Schliff wie die nebenstehende Abbildung im Differenzial-Interferenz-Kontrast. Dieser hebt besonders variierende Oberflächenmorphologien hervor. In der Abbildung 4.10B lassen sich Bereiche konstanter Färbung einzelnen Körnern zuordnen, wie durch die roten Linien in Abb. 4.10B hervorgehoben wurde. Man kann bereits erahnen, dass diese Bereiche entlang der Aufbaurichtung, welche in diesem Fall nach oben zeigt, stark ausgedehnt sind. Einige der Körner in diesem Bildausschnitt sind in Aufbaurichtung etwa  $700\text{ }\mu\text{m}$  lang und sind damit deutlich über der Dicke einer einzelnen gedruckten Schicht von  $25\text{ }\mu\text{m}$ . Die zur Aufbaurichtung vertikale Ausdehnung beträgt maximal etwa  $50\text{ }\mu\text{m}$ . Es sind jedoch auch deutlich kleinere Körner zu erkennen.

Abbildung 4.11 zeigt eine Orientierungskartierung, welche mithilfe der Elektronenrückstreubeugung am Rasterelektronenmikroskop aufgenommen wurde, für Details zur Methode siehe Abschnitt 3.5.2.

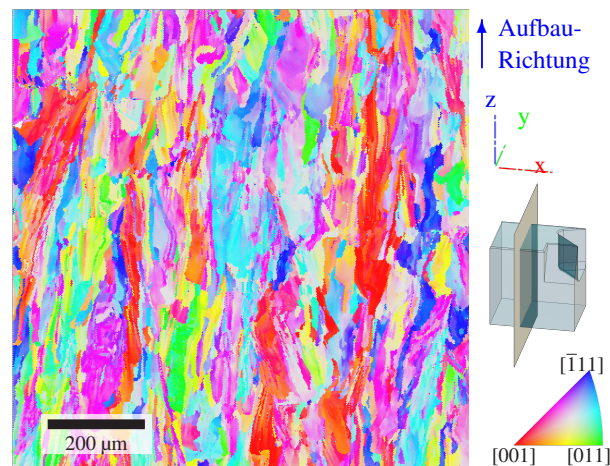
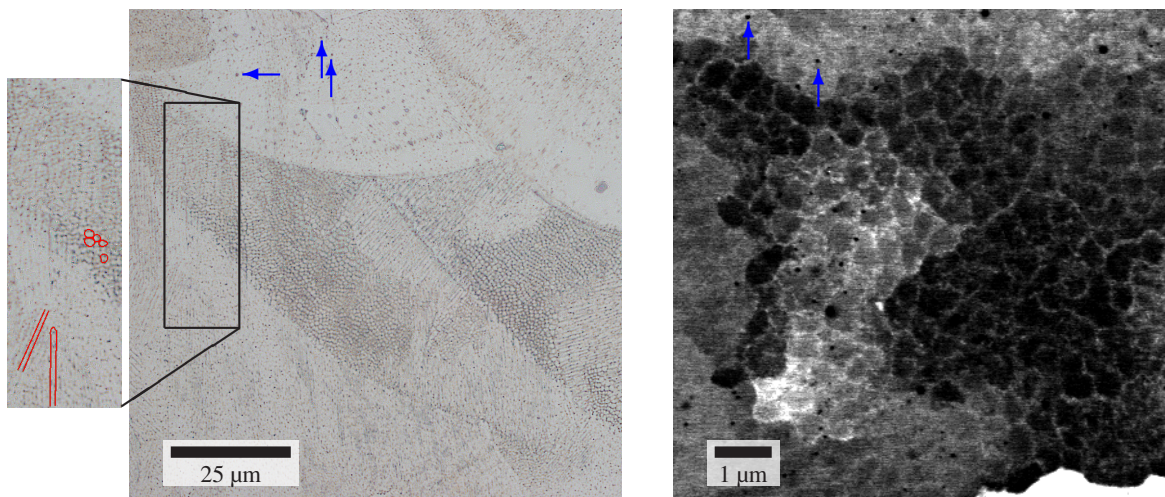


Abbildung 4.11: Orientierungskartierung eines Schliffs parallel zur Seitenfläche eines additiv gefertigten Probenkörpers. Eine entlang der Aufbaurichtung längliche Kornform ist erkennbar.

In dieser Abbildung bestätigt sich die Beobachtung deutlich parallel der Aufbaurichtung ausgedehnter Körner. Bereiche gleicher Einfärbung setzen sich über viele gedruckte Lagen fort. Abbildung 4.12 zeigt in stärkeren Vergrößerungen die zelluläre Subkornstruktur. Sogar mit 1000-facher Vergrößerung im Lichtmikroskop, siehe Abb. 4.12A, lässt sich diese Struktur an geätzten Schliffen erkennen. In der Abbildung sind zusätzlich zu den parabelförmigen Schmelzbadgrenzen etwa  $1\text{ }\mu\text{m}$  kleine Zellen erkennen.



(A) Lichtmikroskopische Hellfeldaufnahme eines angeätzten Schliffs, 1000fach vergrößert. Die zelluläre Substruktur ist anhand der markierten länglich (axial geschnitten) und kreisförmigen Strukturen erkennbar.

(B) Rasterelektronenmikroskopisches Rückstreuungsbild. Das zelluläre Versetzungsnetzwerk, sowie Gasporen sind erkennbar.

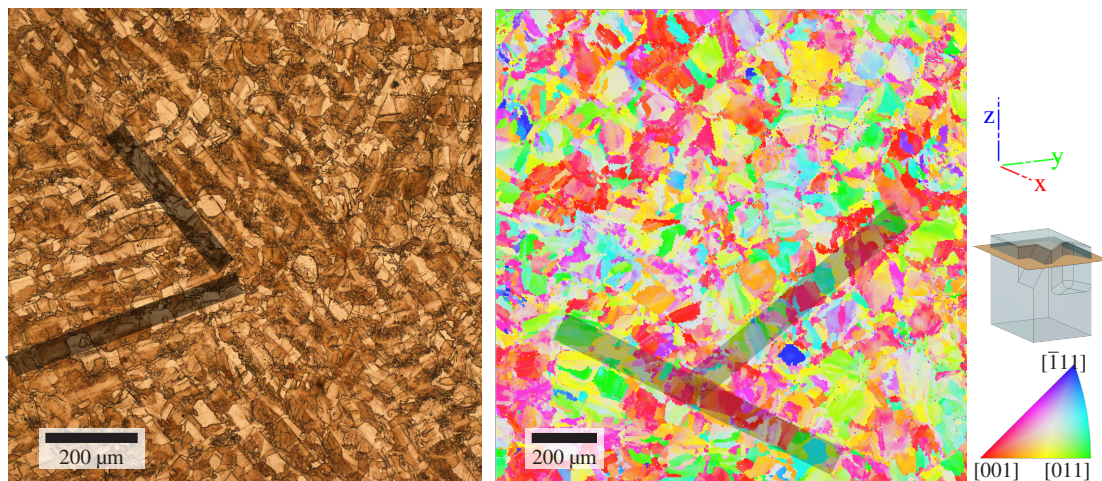
Abbildung 4.12: Zelluläre Versetzungsnetzwerkstruktur im lichtmikroskopischen und elektronenmikroskopischen Bild.



In Abb. 4.12A wurde dies durch rote Kreise und längliche Rechtecke im vergrößerten Bildausschnitt verdeutlicht. Aufgrund der unregelmäßigen Orientierung zur Bildebene, lässt sich annnehmen, dass die Zellstrukturen teilweise als längliche Zylinder vorliegen. Je nach Orientierung der Schliffebene zur Zelle lassen sich daher runde oder längliche Strukturen erkennen. Betrachtet man diese Strukturen im Rasterelektronenmikroskop unter Rückstreukontrast<sup>2</sup>, erkennt man sie noch deutlicher, siehe Abb. 4.12B. Besonders in den dunklen Bereichen heben sich die Versetzungsnetzwerke durch hellen Kontrast heraus. Zusätzlich sind bei dieser Vergrößerung besonders in den helleren Bereichen des Bildes kleine Poren als schwarze runde Flecken erkennbar, siehe hierzu die blauen Pfeile in Abb. 4.12. Hierbei handelt es sich sehr wahrscheinlich um Gasporen [168, 308, 309]. Diese Gasporen sind sowohl im lichtmikroskopischen Bild als auch im rasterelektronischen Bild zu erkennen. Alle beobachteten Gasporen in den untersuchten Bereichen waren deutlich kleiner als  $\frac{1}{4}\mu\text{m}$  und sind somit nicht mehr mit dem verwendeten Computertomografen auflösbar.

### Bauebene

Die bisher gezeigten Untersuchungen des Gefüges von 316L-AM waren Aufnahmen der Seitenflächen eines Probenkörpers. Im Folgenden werden Schliffe aus der Aufbauebene gezeigt, also zeigt die Aufbaurichtung aus der Bildebene heraus, wie in Abb. 4.13 mit der Schnittfläche am Probenkörper dargestellt.



(A) Lichtmikroskopische Aufnahme eines angeätzten Schliffs senkrecht zur Aufbaurichtung mit hervorgehobenen Laserpfaden.

(B) Orientierungskartierung senkrecht zur Aufbaurichtung mit hervorgehobenen Laserpfaden.

Abbildung 4.13: Gefüge-Untersuchungen des Schliffes aus der Bauebene, die Aufbaurichtung zeigt aus der Bildebene heraus.

2 BSE-Detektor, ECCI-Kontrast

Abbildung 4.13 zeigt folglich die Ergebnisse von Untersuchungen eines Schliffs senkrecht zur Aufbaurichtung. Die linke Abbildung 4.13A zeigt ein lichtmikroskopisches Hellfeldbild eines angeätzten Schliffs, hier erkennt man deutlich die Ausrichtung der Laserbahnen mit der charakteristischen Drehung um  $67^\circ$ . Der Drehwinkel ist durch graue Schattierungen in der Abb. 4.13 hervorgehoben. Außerdem ist zu erkennen, dass die Körner in dieser Ebene keine besonders hohen Aspektverhältnisse aufweisen und eine unregelmäßige Außenkontur besitzen. Die Körner haben in dieser Darstellung und Ebene einen Durchmesser von im Mittel etwa  $60\text{ }\mu\text{m}$ . Zusammen mit den zuvor gezeigten Abbildungen 4.10 und 4.11 lässt sich schlussfolgern, dass sich eine stark kolumnare Kornstruktur gebildet hat. Die Abbildung 4.13B zeigt eine Orientierungskartierung.

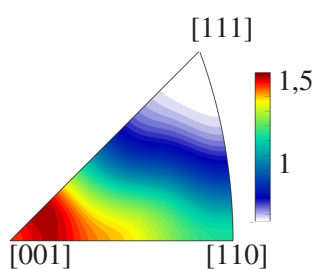


Abbildung 4.14: Inverse Polfigur zu Abb. 4.13B,  $\langle 100 \rangle$ -Fasertextur in Aufbaurichtung.

Hierin sind die Körner durch ihre unterschiedlichen Orientierungen noch deutlicher abgrenzbar, es ist eine laterale Korngröße von etwa  $60\text{ }\mu\text{m}$  zu erkennen. In einigen Fällen sind nahezu quadratische Querschnitte erkennbar. Die Abbildung 4.14 zeigt die inverse Polfigur zur Abb. 4.13B. Es ist deutlich eine  $(001)$ -Vorzugsorientierung (rote Färbung) parallel zur Aufbaurichtung zu erkennen. Der Texturüberhöhungskoeffizient ist mit 1,5 jedoch sehr klein, daher ist die Textur nicht sehr stark ausgeprägt. Die beobachtete Textur ist eine für ein kubisch flächenzentriertes Metall typische Erstarrungstextur [317].

#### 4.2.5 Zusammenfassung der Gefügeuntersuchungen

Die Untersuchungen haben gezeigt, dass das erhaltene Pulver sich mithilfe eines durch die Parameterstudien angepassten Parametersatzes gut in nahezu porenfreie Bauteile und Geometrien fertigen lässt. Die relativen Legierungsanteile von Chrom und Mangan des Pulvers, welches bereits die Anforderungen für 1.4404 nicht erfüllt [102], haben sich durch die additive Fertigung und den lokal intensiven Energieeintrag weiter reduziert. Diese Beobachtung wird in der Literatur auch häufiger diskutiert [311, 313, 315, 316]. Das Gefüge des additiv gefertigten Materials weist eine deutlich kolumnare Kornstruktur mit Korngrößen von etwa  $700\text{ }\mu\text{m}$  entlang der Aufbaurichtung, quer hierzu von etwa  $60\text{ }\mu\text{m}$  auf. Die zellulären Subkornstrukturen liegen in einer zylindrischen Form vor, die Zellen sind etwa  $15\text{ }\mu\text{m}$  lang und haben einen Durchmesser von etwa  $1\text{ }\mu\text{m}$ . Eine Ausrichtung der Subkörner ist nicht zu erkennen, teilweise liegen die Subkörner jedoch auch ungünstig zur Beobachtungsebene, sodass eine valide Aussage hierzu schwer zu treffen ist. Es bildet sich eine leichte  $(100)$ -Erstarrungstextur, außerdem wurden

sehr kleine Poren  $< 200\text{ nm}$  beobachtet. Gemäß der Literatur sind dies gasgefüllte Poren, wie sie regulär in additiv gefertigten Materialien vorkommen, siehe hierzu auch den Abschnitt 2.1.1 [168, 308, 309].

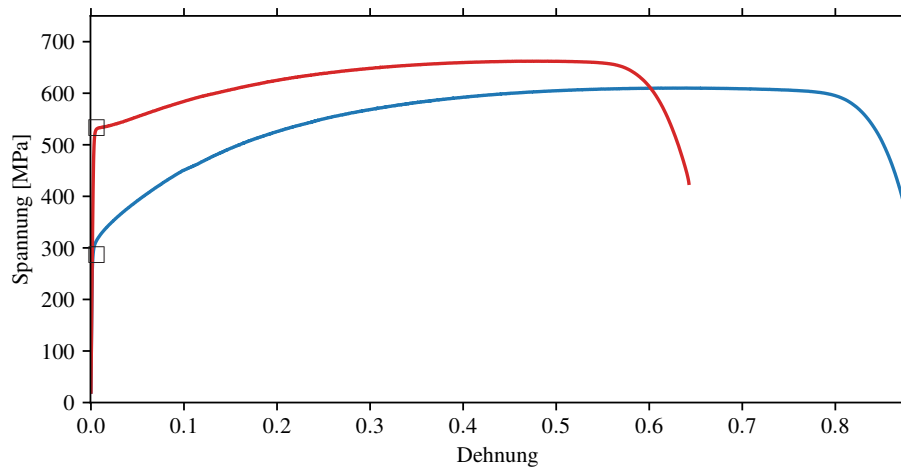
Die gezeigten Gefügeanalysen stehen in gutem Einklang mit den Beobachtungen in der Literatur: Die Schmelzbadgrenzen (Abb. 4.10A) werden in einer Reihe von Veröffentlichungen gezeigt, siehe zum Beispiel [20, 80, 318–321]. Die allgemeine Kornform und Korngrößen, wie in den Abbildungen 4.10 und 4.13 gezeigt, sind in ähnlicher Weise auch mehrfach durch andere Autoren beobachtet worden [20, 321, 322]. Die aus thermomechanischen Prozessen resultierende zelluläre Versetzungssubstruktur aus Abb. 4.12 wird ebenfalls häufig diskutiert [20, 78, 80, 319, 321, 323, 324]. Die in Abb. 4.11 und 4.14 beobachtete Textur wird ebenfalls in der Literatur diskutiert [20, 65, 317, 325]. Die deutliche Übereinstimmung der präsentierten Gefüge mit den in der Literatur diskutierten Strukturen legt nahe, dass die selbst hergestellten Proben auf dem dargestellten Herstellungsweg sämtlichen Anforderungen an additiv gefertigten 316L entsprechen.

## 4.3 Additiv gefertigtes Material auf dem Prüfstand

### 4.3.1 Einachsige Zugversuche

Um einen umfassenden Überblick über die erreichbaren mechanischen Kennwerte und die Einflüsse durch Oberflächen, Mikrostruktur und Porosität zu erarbeiten, wurden an den 316L-AM-Proben zahlreiche Zugversuche durchgeführt. Ein Teil dieser Versuche wurde in Zusammenarbeit mit D. Braun im Rahmen seiner Masterarbeit [326] durchgeführt, die Daten wurden mit Genehmigung neu ausgewertet. Im Folgenden wird zu jedem Thema bzw. zu jedem Einfluss auf den Verlauf der Verfestigung nur ein repräsentatives Beispiel gezeigt. Im Anhang unter B.2 ist die Streuung der Zugversuche untereinander thematisiert. Im nachfolgenden Abschnitt werden die besonderen mechanischen Eigenschaften des 316L-AM im Vergleich zum konventionellen Material vorgestellt. Hierzu wurden zusätzlich zu den additiv gefertigten Proben zum Vergleich auch Proben aus konventionellem Material Zugversuchen unterzogen, wie im Abschnitt 3.3 erwähnt.

**Verfestigung gedruckter Proben** Die Abbildung 4.15 mit begleitender Tabelle zeigt die Spannungs-Dehnungs-Verläufe einer kommerziellen und einer additiv gefertigten Zugprobe.



(A) Exemplarische Spannungs-Dehnungs-Verläufe von 316L und 316L-AM im einachsigen Zugversuch.

Probentyp	Farbe	$E$ in GPa	$R_M$ in MPa	$R_{P_{0,2}}$ in MPa	$A$	$A_{GM}$
316L-AM	rot	$181 \pm 1$	$662 \pm 3$	$525 \pm 2$	$0,642 \pm 0,001$	$0,474 \pm 0,001$
konv.	blau	$170 \pm 1$	$610 \pm 3$	$303 \pm 1$	$0,877 \pm 0,001$	$0,638 \pm 0,001$

(B) die resultierenden mechanische Kennwerte.

Abbildung 4.15: Einfluss des Gefüges auf das Verfestigungsverhalten im Zugversuch, Daten aus [326], neu ausgewertet.

Der typische Spannungs-Dehnungs-Verlauf einer Zugprobe aus konventionellem Material ist in **blau**, der typische Verlauf einer additiv gefertigten Probe in **rot** dargestellt. Bei der additiv gefertigten Probe handelt es sich um eine aus einem Übermaßkörper erodierte Probe, siehe hierzu Abschnitt 3.3. Der zugehörige Probenkörper wurde mit einem Winkel von  $45^\circ$  zur Aufbaurichtung gefertigt, die zuvor beschriebenen länglichen Körner liegen jetzt in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Zugrichtung. Durch die additive Fertigung ändert sich der Verlauf des Spannungs-Dehnungs-Diagramms gegenüber dem Verlauf der konventionellen Probe erheblich. Bei der konventionellen Probe ist keine ausgeprägte Streckgrenze (markiert mit  $\square$  in Abb. 4.15) sichtbar, im Gegensatz zur additiv gefertigten Probe. Hier ist auch der größte Unterschied in den Kennwerten zu erkennen, es wird eine Steigerung der Streckgrenze  $R_{P_{0,2}}$  von  $303 \pm 1$  MPa auf  $525 \pm 2$  MPa beobachtet. Eine Steigerung der Zugfestigkeit  $R_M$  von  $610 \pm 2$  MPa auf  $662 \pm 2$  MPa wird ebenfalls verzeichnet. Die gemessenen Elastizitätsmoduln liegen mit  $170 \pm 0,5$  GPa (konv.) und  $181 \pm 0,4$  GPa (316L-AM) nahe der erwarteten 200 GPa nach der Norm für den Werkstoff 1.4404 [102]. Die zu den angegebenen Fehlern durchgeführten Fehlerrechnungen und -Diskussionen sind im Anhang A.1 dargestellt. Hierzu wurden die fehlerbehafteten Größen der gemessenen Kraft  $F$ , der gemessenen Probenverlängerung  $\Delta_L$  und alle Probenabmessungen herangezogen.

Die dargestellte Spannungs-Dehnungskurve des konventionellen Materials stimmt mit den in der Literatur diskutierten Verläufen überein [327], siehe auch Abb. 2.3.

In der Abbildung 4.16 ist der Kaltverfestigungsverlauf der zuvor in Abbildung 4.15 gezeigten Proben aufgetragen.

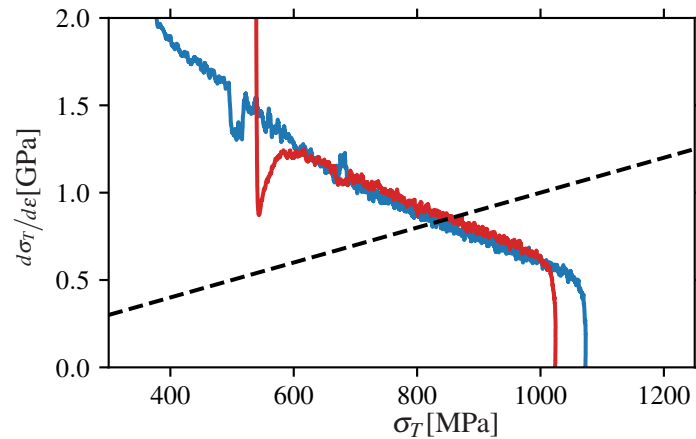


Abbildung 4.16: Kaltverfestigungsverlauf einer **additiv gefertigten** und einer **konventionellen** Probe, typische Verläufe für die Verformung über den Mechanismus der Zwillingsbildung.

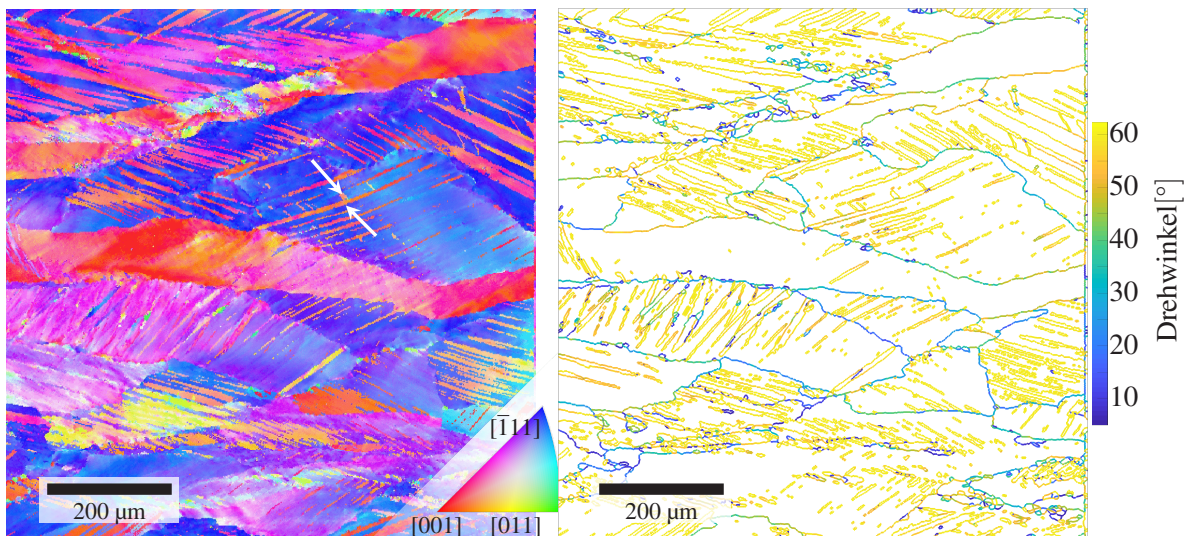
Für diese Auftragung wird die wahre Spannung benötigt, die aus der technischen Spannung abgeschätzt werden muss. Die wahre Spannung berechnet sich unter Annahme der Volumenerhaltung der Probe aus den Rohdaten des Zugversuchs, der gemessenen Kraft und Längenänderung der Probe. Der so ermittelte Wert entspricht nur im Bereich der Gleichmaßdehnung der physikalisch relevanten Spannung. Dies ist insofern eine annehmbare Einschränkung, da der Verlauf der so erzeugten Kurve ohnehin nur bis zum Ende der Gleichmaßdehnung interessant ist. In der Darstellung wird die Steigung der wahren beziehungsweise der physikalischen Spannung über die wahre Spannung  $\sigma_T$  aufgetragen. Ein solcher Kaltverfestigungsverlauf erlaubt Rückschlüsse über den ablaufenden Verformungsmechanismus und generell die Verformungsstabilität. Das Considère Kriterium wurde als gestrichelte Gerade aufgetragen, für dieses gilt:  $d\sigma_T/d\varepsilon = \sigma_T$ . Bei höheren wahren Spannungen unterschreitet die Messkurve das Kriterium und ab diesem Punkt findet die Einschnürung und damit die geometrische Entfestigung der Probe statt: Anhand des Kaltverfestigungsverlaufs kann aufgrund der lokal inhomogenen plastischen Verformung dann keine zuverlässige Aussage mehr über die Verfestigungsmechanismen getroffen werden. Die erhaltenen Diagramme erlauben Aussagen über das Verformungsverhalten. Im dargestellten Diagramm ist der Verlauf der **additiv gefertigten** Probe in rot, der des **kommerziellen Materials** in blau dargestellt. In dieser Darstellung ist zu erkennen, dass die beiden Verläufe im Bereich zwischen  $\sigma_T \approx 600$  MPa und  $\sigma_T \approx 1000$  MPa parallel verlaufen. Damit unterscheiden sich die dominanten Verformungsmechanismen



zwischen dem konventionellen und dem additiv gefertigten 316L in diesem Bereich nicht. Dieser stetig gleichförmig abnehmende Verlauf ist typisch für die Zwillingsbildung [96, 158, 159, 328]. Die Zwillingsbildung tritt somit als dominanter Verformungsmechanismus in beiden Materialien auf. Geissler et al. berichten für konventionellen austenitischen Stahl mit niedriger Stapelfehlerenergie, dass bei niedrigen Dehnungen zusätzlich zur Zwillingsbildung noch Versetzungsgleiten stattfinden kann, bevor die Zwillingsbildung die effektive Korngröße reduziert [159]. Anzeichen hierfür wären der leicht steilere Verlauf des Kaltverfestigungsverlaufs bei wahren Spannungen von  $\sigma_T > 600 \text{ MPa}$ . Um dies genauer zu prüfen, könnte man unterbrochene Zugversuche an konventionellem und additiv gefertigten 316L durchführen und die resultierenden Gefüge untersuchen. Im et al. haben qualitativ sehr ähnliche mechanische Kennwerte in ihrer Veröffentlichung [329] gezeigt.

### Plastische Verformung durch Zwillingsbildung

Um den genauen Verformungsmechanismus des in dieser Arbeit additiv gefertigten 316L zu untersuchen, wurden Schiffe erstellt und unter anderem im Rasterelektronenmikroskop mit der Rückstreuungselektronenbeugung (EBSD) untersucht. In Abbildung 4.17A ist eine Orientierungskartierung einer additiv gefertigten, bis zum Bruch plastisch verformten Probe dargestellt.



(A) EBSD-Orientierungskarte, es sind hauptsächlich [001]- und  $\bar{1}\bar{1}1$  Orientierungen in Zugrichtung in nadelförmig alternierender Anordnung zu erkennen. Dies ist charakteristisch für primäre und sekundäre Verformungszwillinge.

(B) Aus der nebenstehenden Abb. 4.17A berechnete Drehwinkel zwischen benachbarten Körnern. Die Korngrenzen sind farbskaliert gemäß des kristallografischen Drehwinkels der benachbarten Körner eingezeichnet. Die vorwiegende Misorientierung von 60° ist charakteristisch für eine  $\Sigma_3$ -Zwillingsgrenze [133, 135].

Abbildung 4.17: Darstellungen aus EBSD-Untersuchungen, eine verzwillingte Mikrostruktur des Materials nach dem Zugversuch ist zu erkennen. Die Probe wurde in einem Winkel von 45° zur Aufbaurichtung gefertigt.



Der gezeigte Bildausschnitt liegt im gleichmäßig gedehnten Bereich der Messstrecke. Auf dem ersten Blick fallen vorwiegend rote, blaue und violette Farbtöne auf. Dies entspricht Orientierungen (siehe Legende in der unteren rechten Bildecke) zwischen  $[001]$  und  $[111]$ . In den blauen, also  $[111]$ -orientierten Bereichen lassen sich primäre und sekundäre Verformungszwillinge durch die nadelförmigen Magenta gefärbten Bereiche erkennen. Dieses Merkmal ist in der Darstellung auch durch die weißen Pfeile hervorgehoben. Die Abbildung 4.17B stellt für den gleichen dargestellten Kartenausschnitt die kristallografische Misorientierung zwischen den einzelnen Körnern dar, dies erlaubt unter anderem die Untersuchung der Probe auf lokalisierte Verformung oder das Vorhandensein von Korngrenzen. Die kristallografische Misorientierung beschreibt die relative Orientierung zwischen zwei Kristalliten und wird in diesem Fall durch die Auswertungssoftware (MTEX) berechnet. Der besonders hohe Anteil an Korngrenzen gelber Einfärbung, also Korngrenzen, an denen die Körner um  $60^\circ$  gegeneinander gedreht sind, ist besonders charakteristisch für  $\Sigma_3$ -Zwillingsgrenzen [133, 135]. Wie bereits in 2.2.1 erläutert, kann die Zwillingsbildung als Ausführung einer Drehung um  $180^\circ$  um die Ebenennormale einer der  $\{111\}$ -Ebenen betrachtet werden. Da diese Ebenen eine dreizählige Symmetrie besitzen, kann diese Drehung auf eine  $60^\circ$ -Drehung reduziert werden. Die Körner, die durch eine Zwillingsgrenze getrennt sind, sind somit durch eine  $60^\circ$ -Drehung voneinander unterschieden [133, 154], siehe hierzu auch Kap. 2.2.1. In diesem Bereich sind kaum Spuren von Versetzungsbewegung erkennbar.

Abbildung 4.18 verdeutlicht die Orientierungsveränderung der Normalkomponente durch die plastische Verformung mittels Zwillingsbildung. Die linke Abbildung 4.18A stellt die Ausgangstextur in einer inversen Polfigur dar.

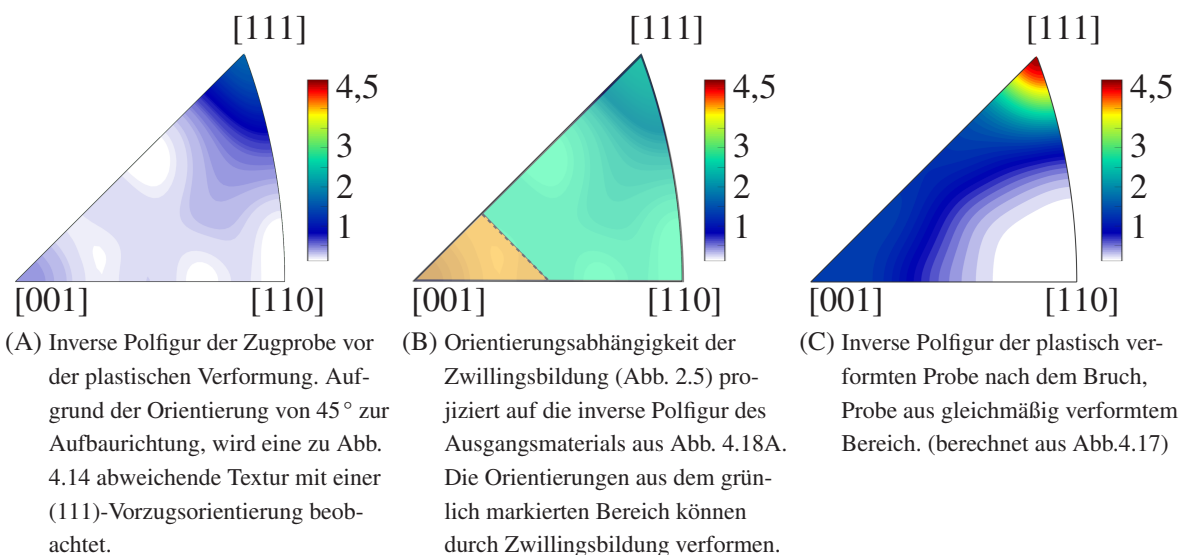


Abbildung 4.18: Orientierungsentwicklung beim Zugversuch durch Zwillingsbildung. Die vor dem Zugversuch vorliegende  $(111)$ -Vorzugsorientierung wird durch die plastische Verformung durch Zwillingsbildung ausgeprägter.

Diese Darstellung wurde für Abb. 4.18B mit der im Kapitel 2.2.1 gezeigten Orientierungsabhängigkeit aus Abb. 2.5 überlagert. Die rechte Abbildung 4.18C zeigt die tatsächliche Textur einer gebrochenen Zugprobe aus dem gleichmäßig gedehnten Bereich. Hier ist deutlich eine Vorzugsorientierung der  $\{111\}$ -Ebenen zur Zugachse erkennbar, es bildet sich also eine  $\langle 111 \rangle$ -Fasertextur. Der Texturüberhöhungsfaktor ist mit 4,5 deutlich gegenüber dem Ausgangsmaterial mit einem Texturüberhöhungsfaktor von 1,5 (siehe Abbildung 4.18A) gesteigert.

Abb. 4.19 zeigt einen elektronenmikroskopischen Ausschnitt im Bereich der Einschnürlänge der Probe, hier sind die lamellenartigen Zwillinge kaum noch zu erkennen. Dies wird so gedeutet, dass die Zwillingslamellen durch Versetzungsdynamik und lokale Martensitbildung zerstört sind. Das bedeutet, dass bis zur Einschnürung die plastische Verformung der AM-Proben hauptsächlich über die Zwillingsbildung verläuft, danach nur noch lokal in der Einschnürlänge und über Versetzungsgleiten.

Es ist zu beachten, dass beide vorgestellten Untersuchungen nur mikroskopische Aufnahmen eines Teilmolumens der Probe sind und nicht zwangsläufig repräsentativ für das gesamte Material stehen müssen. Im Bereich der Einschnürung der Probe findet eine deutlich stärkere plastische Verformung statt.

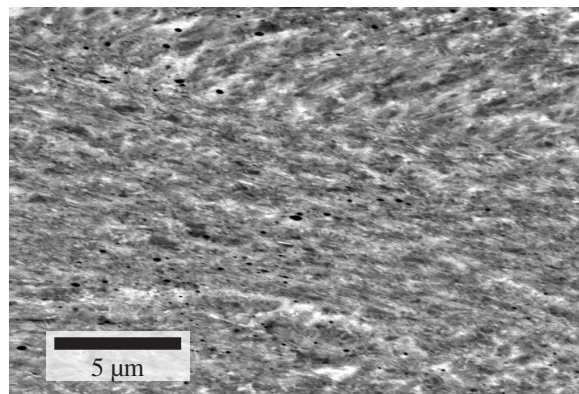


Abbildung 4.19: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme aus der Einschnürlänge der zuvor gezeigten Zugprobe. Im Bereich der Einschnürdehnung ist die typische Zwillings-Lamellenstruktur nicht mehr erkennbar, hier hat eine sehr intensive Versetzungsdynamik die plastische Verformung im Anschluss an die in Abb. 4.17 gezeigte Zwillingsbildung dominiert.

Die gezeigte Texturentwicklung entspricht dem erwarteten Verformungsverhalten. Kauffmann zeigte eine qualitativ vergleichbare Texturierung für Kupfer [133]. Pham et al. und Jaskari et al. haben ein sehr ähnliches Verformungsverhalten an additiv gefertigtem 316L-AM beobachtet [135, 324]. Der Texturierungsmechanismus ist in Kap. 2.2.1 erläutert.

### Bruchflächenanalyse

In Abbildung 4.20 ist die Bruchfläche einer additiv gefertigten Zugprobe zu sehen.

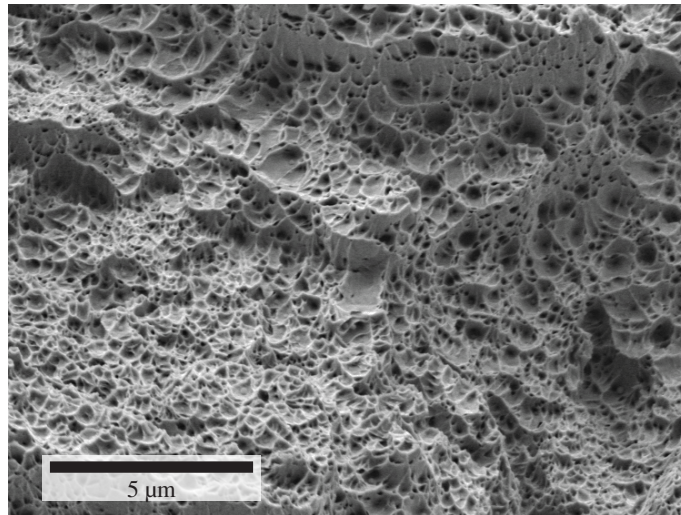


Abbildung 4.20: Bruchfläche einer additiv gefertigten Probe nach dem Zugversuch.

Diese Struktur mit vielen hellen scharfen Spitzen und Spitzen-Kämmen zwischen rundlichen Vertiefungen bezeichnet man als Dimpel-Struktur eines Wabenbruchs. Zusätzlich zu den Dimpeln sind einige sphärische Vertiefungen zu erkennen. Dieses Bruchbild ist typisch für einen duktilen Bruch, daher spricht man auch von einem "duktilen Dimpel-Bruch" [330, 331]. Der zugrunde liegende Bruchmechanismus wird im Folgenden, nach der Beschreibung in [330, 331], erläutert. Nach der uniformen plastischen Verformung des Probenkörpers kommt es zu lokalisierter plastischer Verformung, also der Einschnürung. In diesem Teilvolumen des Probenkörpers entsteht ein dreiachsiger Spannungszustand, welcher den angelegten Spannungszustand im Teilvolumen noch verstärkt [331], es bildet sich eine zusätzliche, schärfer definierte Einschnürung. In diesem noch kleineren Teilvolumen kommt es nun durch Spannungslokalisierung an Fremdphasenpartikeln oder Einschlüssen zur Nukleation von kleinen Hohlräumen. Diese Hohlräume sind die im Bruchbild erkennbaren sphärischen Vertiefungen. Die Nukleation kann durch Dekohäsion an Phasengrenzflächen oder durch Versetzungsaufstau erfolgen. Im Verlauf der Zugprüfung wachsen diese Hohlräume. Auch vorliegende Gasporen können in dieser Phase der Rissausbreitung durch plastische Verformung wachsen. Bei weiterem Rissfortschritt kann es durch Vereinigung der Hohlräume zur Bildung von Kavitäten kommen. Der finale Bruch erfolgt durch Scherung, erkennbar an Teil-Bruchflächen, welche im Winkel von  $45^\circ$  zur Dimpelbruchfläche stehen. Die Größe des Hohlraum-Nukleus ist später in der Bruchfläche an der Größe der Dimpel erkennbar [331]. Im vorliegenden Fall sind Dimpel mit diversen Größen erkennbar, einige Dimpel sind etwa so groß wie die ( $\approx 1 \mu\text{m}$ ) zelluläre Substruktur, einige andere Dimpel sind um etwa eine Größenordnung größer. Hieraus lässt sich schließen, dass die Dimpelbildung auch durch einen Versetzungsaufstau an der Substruktur geprägt ist. Die Dimpel sind sehr rund, es ist keine deutliche Vorzugsorientierung zu erkennen.

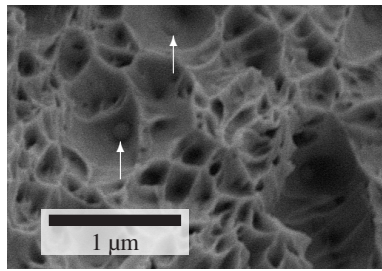


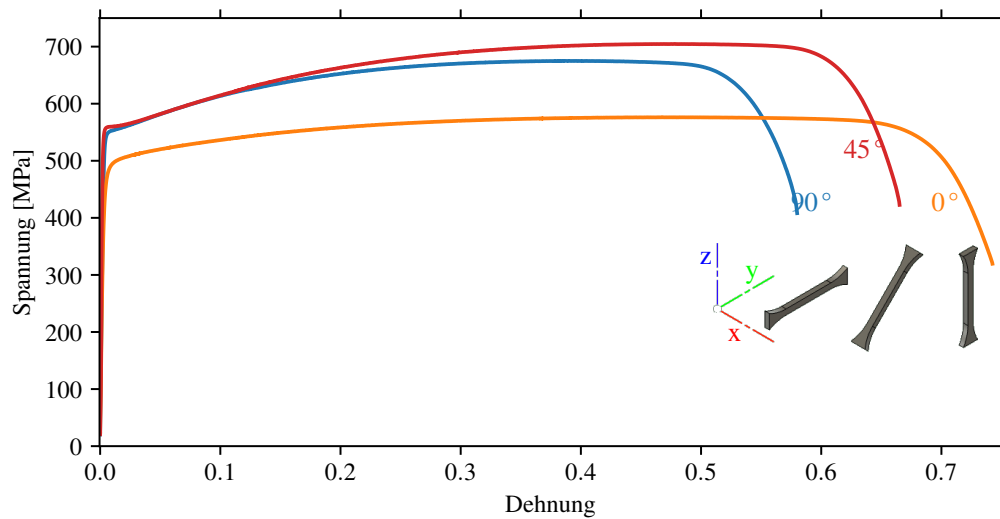
Abbildung 4.21: Detaildarstellung einer rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme: Dimpelbruchfläche mit sphärischen Einschlüssen (markiert)

Abb. 4.21 zeigt nahezu sphärische Einschlüsse in den Dimpeln der Bruchfläche nach dem Zugversuch. Dies ist in guter Übereinstimmung mit dem Mechanismus, der für die Dimpelbildung verantwortlich ist, wie oben erläutert. Diese Einschlüsse sind ein bekanntes Phänomen bei der additiven Fertigung, in der Regel handelt es sich um oxidische Einschlüsse, die während des Druckvorgangs entstehen [78]. Wo diese Einschlüsse in Relation zu den Zellwänden stehen, ist an dieser Stelle nicht endgültig abzuschätzen.

316L-AM zeigt somit als primären Verformungsmechanismus die stapelfehlerbasierte Zwillingsbildung [133, 158, 159]. Die Bruchflächen weisen die für einen duktilen Dimpel-Bruch bzw. Wabenbruch typischen Merkmale auf [64, 320, 324, 330, 331]. Sowohl Einschlüsse als auch die zelluläre Substruktur beeinflussen mutmaßlich die Bruchmorphologie. Bei den mechanischen Kennwerten werden deutliche Steigerungen gegenüber konventionellem Material verzeichnet, sowohl die Streckgrenze als auch die Zugfestigkeit sind gegenüber konventionellem Material erhöht. Dies wird ebenfalls in der Literatur berichtet [20, 324].

**Einfluss Orientierung** Um den Einfluss der Orientierung der gedruckten Probenstruktur zur Aufbaurichtung auf die mechanischen Eigenschaften zu zeigen, wurden 5 unterschiedliche Orientierungen untersucht, siehe hierzu Kap. 3.3 und Abb. 3.11. Im Folgenden werden Zugversuche dreier exemplarischer Proben vorgestellt. In Abbildung 4.22 sind die typischen Spannungs-Dehnungs-Verläufe verschiedener Orientierungen der Proben zum Druckbett anhand typischer Verläufe dargestellt.

Aus der Abweichung der Kurven voneinander lässt sich eine Anisotropie der mechanischen Kennwerte des gedruckten Materials erkennen. Besonders ausgeprägt ist der Unterschied bei den Proben, die parallel zur Aufbaurichtung ( $0^\circ$ ) aufgebaut wurden, erkennbar an der **orange** Linie in der Abbildung 4.22. Im Vergleich zu den anderen Orientierungen ist keine ausgeprägte Streckgrenze erkennbar, zudem ist die Zugfestigkeit  $R_M$  mit 576 MPa etwa 130 MPa geringer als der beobachtete Maximalwert der  $45^\circ$ -Orientierung mit einer Zugfestigkeit von 705 MPa. Im Gegenzug zur eingeschränkten mechanischen Festigkeit wird bei stehender Probe ( $0^\circ$ ) die höchste Bruchdehnung von 0,74 erreicht.



(A) Spannungs-Dehnungs-Diagramm drei unterschiedlicher Proben-Orientierungen.

Probentyp	Farbe	$E$ in GPa	$R_M$ in MPa	$R_{P_{0.2}}$ in MPa	$A$	$A_{GM}$
90°	Blau	$169,9 \pm 1$	$675 \pm 3$	$542 \pm 2$	$0,580 \pm 0,001$	$0,390 \pm 0,001$
45°	Rot	$214,7 \pm 1$	$705 \pm 3$	$557 \pm 2$	$0,665 \pm 0,001$	$0,477 \pm 0,001$
0°	Orange	$153,7 \pm 1$	$576 \pm 2$	$459 \pm 2$	$0,742 \pm 0,001$	$0,468 \pm 0,001$

(B) Erreichte mechanische Kennwerte im Zugversuch der verschiedenen Orientierungen, drei exemplarische Verläufe.

Abbildung 4.22: Einfluss der Orientierung der Zugprobe zum Druckbett auf das Verformungsverhalten im Zugversuch, Daten aus [326], neu ausgewertet.

Bis zu diesem Punkt wurden erst drei der fünf untersuchten Orientierungen gezeigt. Die fehlenden beiden Orientierungen entstehen aus einer nachgeschalteten Drehung um die Zugrichtung von 90°. Bei den stehend gedruckten Proben (0° in Abb. 4.22) bringt dies keinen geometrischen Unterschied mehr mit sich. In der Abbildung 4.23 sind Spannungsdehnungsdiagramme zum Vergleich verschiedener Proben-drehungen dargestellt.

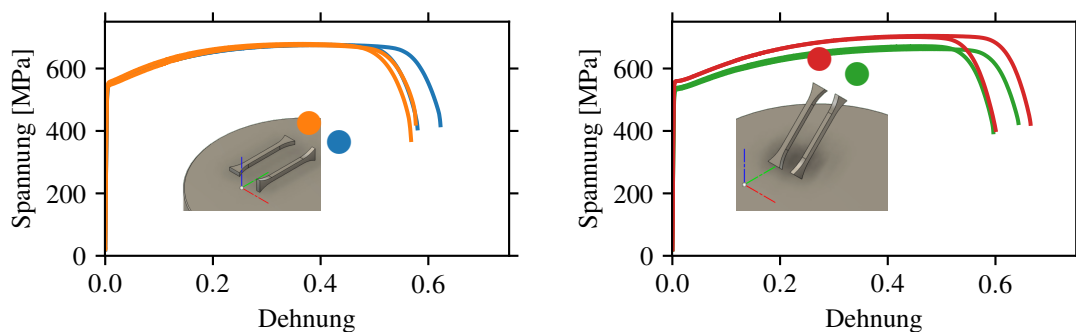


Abbildung 4.23: Spannungs-Dehnungs-Diagramme vier unterschiedlicher Proben-Orientierungen. Einfluss der Drehung der Zugprobe zum Druckbett auf das Verformungsverhalten im Zugversuch, Daten aus [326], neu ausgewertet.

Tab. 4.4 enthält die mechanischen Kennwerte zu den Spannungsdehnungskurven in Abb. 4.23.





Probentyp	Farbe	$E$ in GPa	$R_M$ in MPa	$R_{P_{0,2}}$ in MPa	$A$	$A_{GM}$
90°liegend		$231,8 \pm 1$	$679 \pm 3$	$545 \pm 2$	$0,568 \pm 0,001$	$0,376 \pm 0,001$
		$160,3 \pm 1$	$675 \pm 3$	$540 \pm 2$	$0,576 \pm 0,001$	$0,367 \pm 0,001$
90°stehend		$171,5 \pm 1$	$676 \pm 3$	$542 \pm 2$	$0,622 \pm 0,001$	$0,417 \pm 0,001$
		$169,9 \pm 1$	$675 \pm 3$	$542 \pm 2$	$0,579 \pm 0,001$	$0,390 \pm 0,001$
45°stehend		$186 \pm 1$	$672 \pm 3$	$532 \pm 2$	$0,596 \pm 0,001$	$0,458 \pm 0,001$
		$181 \pm 1$	$662 \pm 3$	$526 \pm 2$	$0,642 \pm 0,001$	$0,474 \pm 0,001$
45°liegend		$215 \pm 1$	$705 \pm 3$	$556 \pm 2$	$0,665 \pm 0,001$	$0,477 \pm 0,001$
		$190 \pm 1$	$701 \pm 3$	$556 \pm 2$	$0,600 \pm 0,001$	$0,446 \pm 0,001$

Tabelle 4.4: Erreichte mechanische Kennwerte im Zugversuch (Abb. 4.23) der verschiedenen Orientierungen, für die Berechnung der Fehler siehe Anhang A.1. Einfluss der Drehung der Zugprobe zum Druckbett auf das Verformungsverhalten im Zugversuch, Daten aus [326], neu ausgewertet.

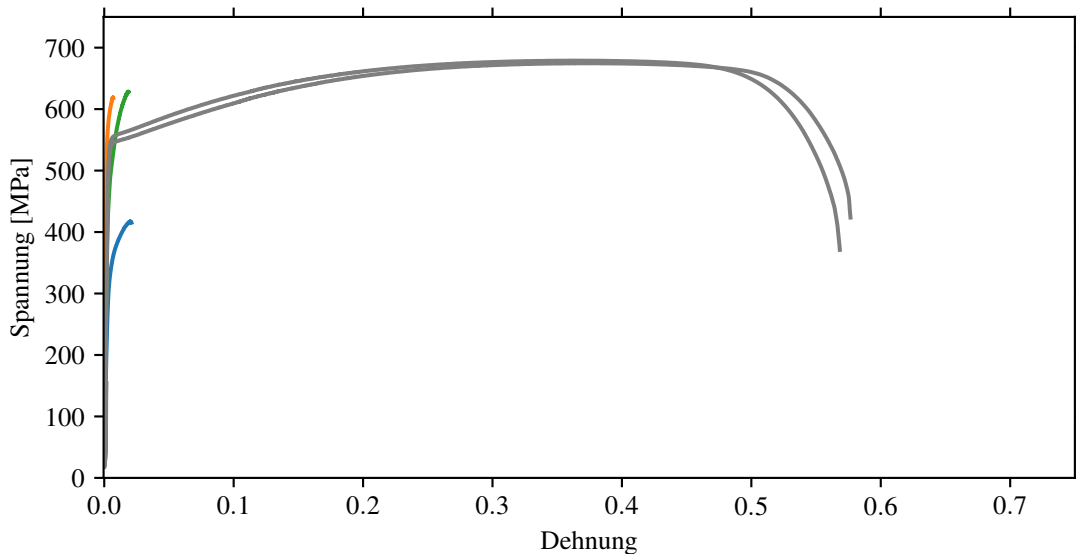
Es wurde unterschieden zwischen liegenden und stehenden Proben. Liegend bedeutet in dem Fall, dass die flache Seite der Probe dem Druckbett zugewandt ist, bei stehender Probe ist es die Fläche mit den Rundungen, siehe hierzu auch die Abbildung 3.11 und Abschnitt 3.3. An diesen Zugkurven ist qualitativ erkennbar, dass kein signifikanter Unterschied der verschiedenen Probendrehungen vorliegt. Die Tabelle der mechanischen Kennwerte 4.4 zeigt die erreichten mechanischen Kennwerte der dargestellten Zugkurven. Die teilweise hohe Streuung der Elastizitätsmoduln der Proben untereinander kann einem leichten Rutschen der Probe in der Fassung geschuldet sein. Im Fall der Proben, die in 45°-Orientierung zum Druckbett gefertigt wurden, bestehen kleine Unterschiede in der Streckgrenze und in der Zugfestigkeit, die liegenden Probenkörper haben höhere Werte erzielt.

Die beobachteten Abweichungen zwischen parallel (0°) und senkrecht (90°) zur Aufbaurichtung gedruckten Proben wurden qualitativ bereits mehrfach in der Literatur diskutiert [329, 332–335]. Der Grund für diese Abweichungen ist wahrscheinlich eine Überlagerung mehrerer Effekte. Einerseits sind die Körner, wie in Abschnitt 4.2.4 diskutiert entlang der Aufbaurichtung deutlich länger als in der Ebene. Zusätzlich liegt eine leichte Vorzugsorientierung entlang der (100)-Richtung (siehe hierzu Abb. 4.14) entlang der Aufbaurichtung vor. Letzteres beeinflusst nicht nur das elastische Materialverhalten, sondern zusätzlich auch das Verhalten bei plastischer Verformung. Charmi et al. konnten die beobachtete Anisotropie der mechanischen Kennwerte auf die kristallografische Textur zurückführen [336]. Zudem ist die Rolle der Schmelzbadgrenzen in Belastungsrichtung noch nicht vollständig klar, es wird postuliert, dass sie zu einer Reduktion des mittleren Elastizitätsmoduls beitragen [337]. Je nach Ausrichtung der kristallografischen Textur zur Zugrichtung liegen mehr oder weniger Gitterebenen günstig zur plastischen



Verformung durch Zwillingsbildung, wie bereits in Abschnitt 2.2.1 und Abb. 4.18 durch den Schmid-Faktor beschrieben.

**Einfluss Porosität** Bei der additiven Fertigung nach Kap 3.1 kann es während des Druckprozesses durch nicht-ideale Parameter oder den Prozess an sich zu hohen Bauteilporositäten kommen, zum Beispiel bei verstärkter Schweißrauchbildung, welche die eintreffende Laserintensität schwächt. Die Abbildung 4.24 mit begleitender Tabelle zeigt hier exemplarisch einige Spannungs-Dehnungsdiagramme gezielt porös gedruckter Proben.



(A) Einfluss der Porosität auf die Spannungs-Dehnungskurven eines Zugversuchs.

Probentyp	Farbe	$R_M$ in MPa	$R_{P_{0,2}}$ in MPa	$A$	$A_{GM}$	$\Phi$ in %
erodiert, $R_z = 15 \pm 2 \mu\text{m}$		$674 \pm 3$	$548 \pm 2$	$0,576 \pm 0,001$	$0,367 \pm 0,001$	0,7
		$679 \pm 3$	$556 \pm 2$	$0,568 \pm 0,001$	$0,368 \pm 0,001$	0,9
porös $R_z = 74 \pm 30 \mu\text{m}$		$417 \pm 3$	$338 \pm 2$	$0,021 \pm 0,001$		1,6
		$618 \pm 3$	$549 \pm 2$	$0,007 \pm 0,001$		2,6
		$678 \pm 2$	$487 \pm 2$	$0,018 \pm 0,001$		1,9

(B) Mechanische Kennwerte der porösen Proben mit  $\Phi > 1\%$ .

Abbildung 4.24: Verfestigungskurven von provoziert porösen Proben ( $\Phi > 1,6\%$ ) im Vergleich zu Proben mit sehr niedriger Porosität ( $\Phi < 0,9\%$ ). Daten aus [326], neu ausgewertet.

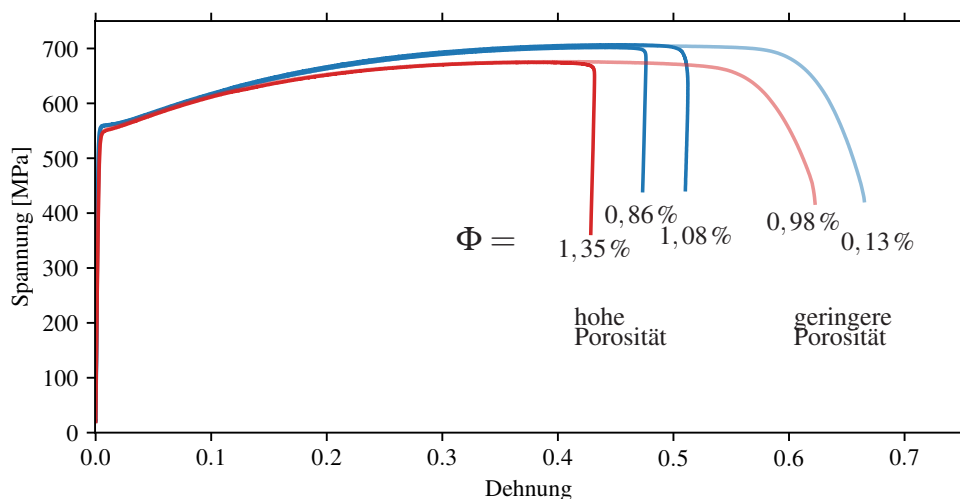
Die Außenkontur der verwendeten Zugproben gleicht den zuvor vorgestellten Proben. In der Messstrecke wurde die Probe jedoch mit deutlich reduzierter Laserleistung und -Geschwindigkeit gedruckt. Die genauen Parameter sind im Abschnitt 4.2.1 vorgestellt. Es ist zu beachten, dass die dargestellte Porosität  $\Phi$  die globale Porosität der Probe darstellt und die wahre Porosität in der Messstrecke der Probe deutlich höher liegen muss. Aus diesem Grund ist auch kein Elastizitätsmodul bestimmt worden, da aufgrund des Porenvolumens der Querschnitt der Probe nicht ausreichend genau bestimmt werden kann. Als Referenz

wurden einige Zugkurven von weniger porösen, erodierten Proben in grau dargestellt. Bei den Verläufen der Zugkurven fällt auf, dass vor allem die Bruchdehnung stark reduziert ist. Es wurden Bruchdehnungen von unter 3 % erreicht, die Proben versagen nahezu spröde. Die Zugfestigkeiten und Streckgrenzen weichen ebenfalls stark von den erwarteten Werten zu niedrigeren Festigkeitskennwerten ab.

Die beobachteten Reduktionen der Kennwerte lassen sich auf die reduzierten Probenquerschnitte um die Poren in der Messstrecke zurückführen. Zusätzlich kann es durch die Poren zu lokalen Spannungsüberhöhungen kommen, wodurch die Rissbildung vereinfacht wird [321, 338, 339].

Das beobachtete quasistatische Verhalten ist generell als höchst kritisch zu bewerten, da der Bruch deutlich verfrüht und nahezu ohne plastische Verformung eintritt. Zusätzlich ist kritisch, dass keine Einschnürung zu erkennen ist und dass ein spröder Bruch vorliegt.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit sind auch unerwartete poreninduzierte Sprödbüche aufgetreten. Die porositätsinduzierten Sprödbüche traten sowohl durch homogen verteilte feine Gasporen auf, als auch durch einzeln auftretende größere Poren. In Abbildung 4.25 sind exemplarische Spannungs-Dehnungs-Verläufe für die Porosität im gedruckten Probenmaterial dargestellt.



(A) Verfestigungsverlauf mit unerwünschtem porositätsinduziertem Bruchverhalten.

Probentyp	Farbe	$\Phi$ in %	$R_M$ in MPa	$R_{P0,2}$ in MPa	$A$	$A_{GM}$
45°erodiert	blau	0,13	$705 \pm 3$	$557 \pm 2$	$0,665 \pm 0,001$	$0,477 \pm 0,001$
		1,08	$702 \pm 3$	$555 \pm 2$	$0,476 \pm 0,001$	
		0,86	$707 \pm 3$	$557 \pm 2$	$0,512 \pm 0,001$	
90°erodiert	rot	0,98	$676 \pm 3$	$542 \pm 2$	$0,622 \pm 0,001$	$0,417 \pm 0,001$
		1,35	$675 \pm 3$	$541 \pm 2$	$0,432 \pm 0,001$	

(B) Mechanische Kennwerte der porösen Proben mit  $\Phi > 1\%$  im Vergleich zu den Kennwerten von Proben mit akzeptabler Porosität  $\Phi < 1\%$ .

Abbildung 4.25: Effekt unerwünschter Porosität auf den Verfestigungsverlauf im Vergleich zu erwartetem Materialverhalten im Zugversuch. Alle Proben mit einer Rautiefe von  $R_z = 15 \pm 2 \mu\text{m}$ . Daten aus [326], neu ausgewertet.



Alle gezeigten Spannungs-Dehnungs-Kurven entsprechen erodierten Proben, also Zugproben, die aus einem Übermaßkörper nach Abbildung 3.10B herausgetrennt wurden. Diese Proben weisen mit einer mittleren Rautiefe von  $R_z = 15 \pm 2 \mu\text{m}$  eine glattere Oberfläche als die as-built Proben auf. Die helleren Farbschattierungen in Abb. 4.25 zeigen jeweils die erwarteten und von anderen Proben der gleichen Serie erreichten Zugkurven und Kennwerte. Die helleren Verfestigungskurven zeigen das Verfestigungsverhalten von zuvor gezeigten Probenkörpern als Referenz. Die **blauen** Verfestigungskurven wurden an Proben gemessen, die in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Aufbaurichtung gefertigt wurden. Die **roten** Verfestigungskurven wurden an Proben gemessen, die senkrecht zur Aufbaurichtung ( $90^\circ$ ) gefertigt wurden, also ist die Zugrichtung rechtwinklig zur Aufbaurichtung. Die porösen Proben aus Abb. 4.25 brechen bei unerwartet niedrigen Dehnungen spröde, bei nahezu keiner Einschnürung der Probenkörper. Die erreichten Zugfestigkeiten und Streckgrenzen weichen hingegen nicht wesentlich vom erwarteten Verhalten ab. Für Proben mit geringerer Porosität wurde Duktilität vor dem Bruch beobachtet.

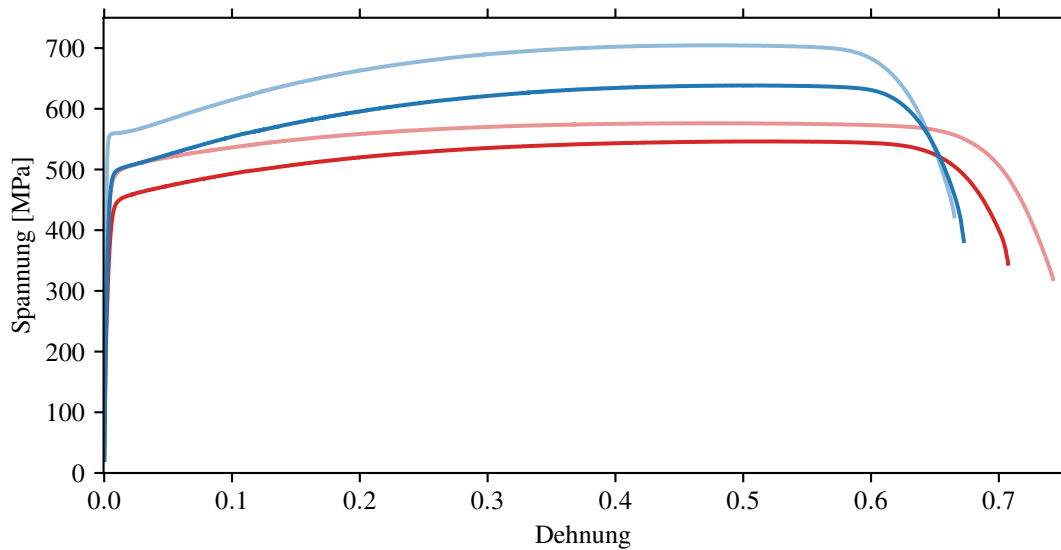
**Einfluss as-built Oberfläche** Um den Einfluss der rauen as-built Oberfläche mit dem Volumen des Perimeters auf das Verhalten des additiv gefertigten Materials im Zugversuch zu untersuchen, wurden Zugversuche an endkonturnah gedruckten Zugproben durchgeführt. Die per Konfokalmikroskopie bestimmte Oberflächenrauheit (siehe auch Abschnitt 3.10) der as-built Proben beträgt  $R_z = 40 \pm 10 \mu\text{m}$ , die Grenzfläche zur Stützstruktur ist mit  $R_z = 74 \pm 30 \mu\text{m}$  noch deutlich rauer.

In Abb. 4.26 mit begleitender Tabelle sind exemplarisch Zugversuche zweier Probenpaare gegenübergestellt. Die heller dargestellten Spannungs-Dehnungsverläufe zeigen die aus Übermaßkörpern herausgerodierten Proben, die intensiven Farben die entsprechenden endkonturnah gedruckten Proben mit der as-built Oberfläche und dem Volumen des Perimeter.

Die dargestellten Verläufe zeigen deutlich, dass mit der rauen as-built Oberfläche um bis zu 100 MPa niedrigere Kennwerte erreicht werden, wobei die Kurven sehr parallel verlaufen. Die zuvor gezeigten Einflüsse durch die Orientierung (siehe Abschnitt 4.3.1) der Proben zum Druckbett bleiben erhalten.

Die beobachtete Abweichung lässt sich einerseits durch die überschätzten äußeren Abmessungen der Proben mit der as-built Oberfläche begründen. Durch die anhaftenden Pulverpartikel lässt sich der Probenkörper nicht direkt am tragenden Probenquerschnitt vermessen. Siehe hierzu auch Abbildung 4.10A, 4.8B und 4.5, in den Abbildungen sind anhaftende Pulverpartikel erkennbar. Durch die anhaftenden und

während des Zugversuchs nicht mechanisch belasteten Pulverpartikel liegen die Messflächen der verwendeten Mikrometerschraube nur auf den höchsten Punkten der Partikel auf<sup>3</sup>.



(A) Spannungs-Dehnungsverlauf von Proben mit rauer as-built Oberfläche im Vergleich mit erodierten Zugproben.

Probentyp	$R_z$ in $\mu\text{m}$	Farbe	$E$ in [GPa]	$R_M$ in MPa	$R_{p0.2}$ in MPa	$A$	$A_{GM}$
erodiert $45^\circ$	$15 \pm 2$	hellblau	$215 \pm 0,5$	$705 \pm 3$	$557 \pm 2$	$0,665 \pm 0,001$	$0,477 \pm 0,001$
as-built $45^\circ$	$74 \pm 30$	dunkelblau	$160 \pm 0,7$	$638 \pm 3$	$455 \pm 2$	$0,672 \pm 0,001$	$0,515 \pm 0,001$
erodiert $0^\circ$	$15 \pm 2$	hellrot	$154 \pm 0,6$	$576 \pm 2$	$459 \pm 2$	$0,742 \pm 0,001$	$0,468 \pm 0,001$
as-built $0^\circ$	$74 \pm 30$	dunkelrot	$119 \pm 1,2$	$546 \pm 2$	$392 \pm 2$	$0,707 \pm 0,001$	$0,468 \pm 0,001$

(B) Einfluss der Oberfläche auf die mechanischen Kennwerte.

Abbildung 4.26: Einfluss der Oberfläche auf mechanische Kennwerte und Verfestigungskurve. Die Kurven der rauen as-built-Oberflächen ( $R_z$  bis zu  $74 \pm 30 \mu\text{m}$ ) sind in hell dargestellt, die mit glatter erodierter Oberfläche ( $R_z = 15 \pm 2 \mu\text{m}$ ) in dunkler Tönung. Die in rot dargestellten Kurven sind von in  $0^\circ$ -, die in blau dargestellten von in  $45^\circ$ -Richtung gedruckten Proben. Daten aus [326], neu ausgewertet. Die as-built Oberfläche und anhaftende Pulverpartikel führen zu einer Überschätzung des Probenquerschnitts und somit zu verringerten berechneten Spannungen.

### Geringe Dehnrate: SSRT & Dynamische Reckalterung

Zur Untersuchung des Einflusses von interstitiellem Wasserstoff auf das Verfestigungsverhalten von additiv gefertigtem 316L sollen Zugversuche mit einer sehr niedrigen Dehnraten von  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-5}/\text{s}$  durchgeführt werden, welche im folgenden Abschnitt gezeigt werden. Wie bereits im Abschnitt 3.3 erläutert,

3 Bei nur peripher anhaftenden Pulverpartikeln mit einem Durchmesser von  $45 \mu\text{m}$  (größte Pulverfraktion laut Hersteller) und einer Kantenlänge der Probe von 2 mm ergibt dies bereits einen Fehler in der Einzelmessung von 4,5 %. Berechnet man den Fehler der Fläche, weicht die Querschnittsfläche um 8,1 % ab.

dient die sehr niedrige Dehnrates dazu, dem im Gitter gelösten Wasserstoff genügend Zeit einzuräumen, zu den durch die plastische Verformung entstehenden Defekte zu diffundieren und somit seine maximale Wirkung zu entfalten.

Zum Vergleich wurde zu jeder Proben-Serie auch beladenes Material einem SSRT-Zugversuch unterzogen. Im Folgenden wird zunächst das Verfestigungsverhalten des additiv gefertigten Materials im SSRT-Zugversuch ohne zusätzlich zugeführten Wasserstoff gezeigt.

Die durchgeführten Zugversuche mit extrem geringer Dehnrates zeigten für das additiv gefertigte und konventionelle Material sehr konsistent einen oberhalb einer kritischen plastischen Dehnung unregelmäßigen gezackten Verlauf der Verfestigungskurve. Abbildung 4.27 zeigt den Verfestigungsverlauf einer additiv gefertigten Probe im Zugversuch mit besonders niedriger Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-5}/s$  ohne vorherige Wasserstoffbeladung. Oberhalb einer kritischen Dehnung von etwa  $\epsilon_I \approx 0,128$  kommt es zu dem zackigen Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve bei 20°C. Dieses Verhalten ist ein Phänomen der dynamischen Reckalterung, welches als Portevin-Le Chatelier-Effekt (PLC-Effekt) bezeichnet wird [162, 340, 341].

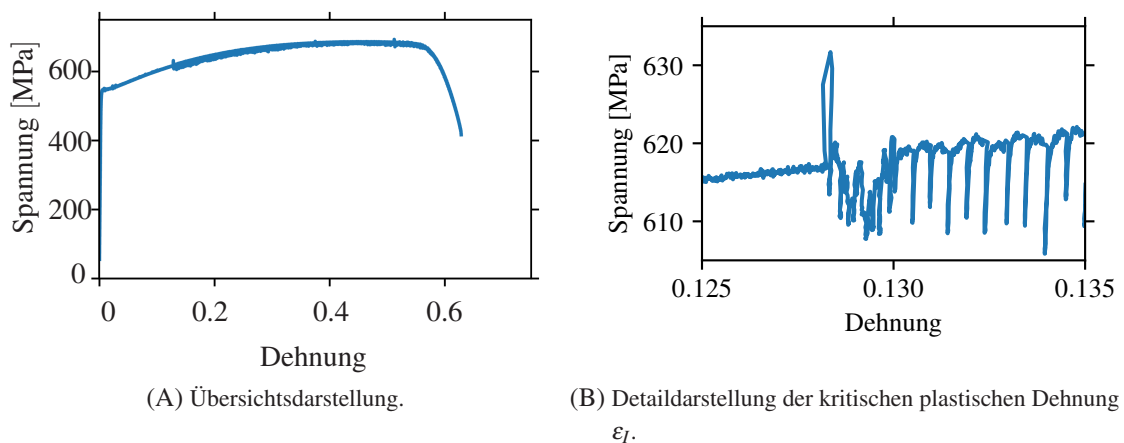


Abbildung 4.27: Verfestigungsverlauf einer additiv gefertigten Probe im Zugversuch mit besonders niedriger Dehnrates  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-5}/s$ . Der gezeigte zackige Verlauf wird durch den PLC-Effekt ausgelöst.

Oberhalb einer kritischen Dehnung von etwa  $\epsilon_I \approx 0,128$  kommt es zu dem zackigen Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Kurve bei 20°C. Dieses Verhalten ist ein Phänomen der dynamischen Reckalterung, welches als Portevin-Le Chatelier-Effekt (PLC-Effekt) bezeichnet wird [162, 340, 341]. Dieser Effekt beruht auf der elastischen Wechselwirkung zwischen Interstitutionsatomen und gleitenden Versetzungen, siehe hierzu auch Abschnitt 2.2.1.

Im gezeigten Fall von 316L-AM liegen sowohl Wasserstoff, als auch Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff als Interstitutionsatome im Gitter vor, siehe hierzu auch Abschnitt 4.2.2 und Tabelle 4.3.

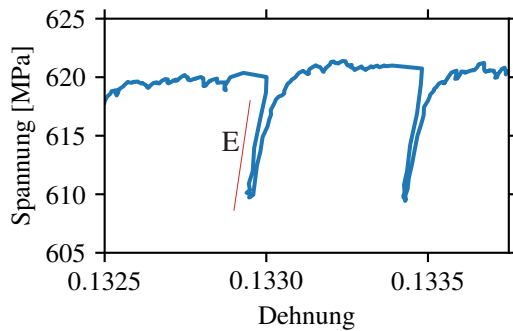


Abbildung 4.28: Detail des gezackten Verfestigungsverlaufs der in Abb. 4.27 gezeigten Probe, Zugversuch mit besonders niedriger Dehnrate  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Der gezeigte zackige Verlauf wird durch den PLC-Effekt ausgelöst. Die Steigung der roten Linie ist das Elastizitätsmodul, der Abfall des gezackten Verlaufs ist somit annähernd parallel hierzu.

Die unbeladenen Proben enthalten im unbeladenen as-built Zustand etwa 3 wppm Wasserstoff, 163 wppm bzw. 0,0163 w% Kohlenstoff, 596 wppm bzw. 0,0596 w% Stickstoff und 511 wppm bzw. 0,0511 w% Sauerstoff. Alle Gehalte wurden an unbeladenem Material in mehrfachen Heißgasextraktionsmessungen an verschiedenen Geräten bestimmt, siehe hierzu Abschnitt 4.2.2. Durch eine lokale Anreicherung der Interstitutionsatome im Dilatationsfeld der Versetzungen kommt es beim Portevin-le Chatelier-Effekt zu einer temporären Verankerung der Versetzungen [162, 342–344]. Abbildung 4.28 zeigt noch deutlicher den genauen Verlauf der genannten Zacken der Verfestigungskurve. Es ist zu beobachten,

dass es wiederholt zu einer spontanen Reduktion der Spannung um etwa 8 MPa kommt. Die Steigung des Spannungsabfalls verläuft annähernd parallel zum durch die rote Linie dargestellten Elastizitätsmodul. Da in diesem Abfall der Spannung nur wenige Datenpunkte aufgenommen wurden, ist eine Auswertung des Elastizitätsmoduls nicht sinnvoll möglich. Der Verlauf dieser zackigen Verfestigungskurven ist ein sehr gut passendes Beispiel für den Typ-C-Verlauf der dynamischen Reckalterung [345, 346]. Die beobachteten Zacken entsprechen abwechselnd dem Losreißen einer durch Interstitutionsatome verankerte Versetzung und nachfolgend einem "Einfangprozess". Alle im langsamen Zugversuch untersuchten Proben zeigten einen qualitativ gleichen Verlauf der Zacken. Ein Python-Skript wurde geschrieben, um die Amplitude auszuwerten, in allen Fällen wurde eine mittlere Amplitude im Bereich zwischen  $5 \pm 2 \text{ MPa}$  und  $10 \pm 2 \text{ MPa}$  beobachtet. Die kritische Dehnung für das Einsetzen der dynamischen Reckalterung  $\epsilon_f$  wurde ebenfalls für alle Proben untersucht und lag immer zwischen 0,09 und 0,13. Die Zeitintervalle dieser Zacken betragen zwischen 4 s und 7 s.

Die vorgestellten Verfestigungsverläufe zeigen eindeutige Charakteristika des PLC-Effekts. Dass dieser Effekt beim vorgestellten Material auftritt, ist durchaus zu erwarten, es sind einige interstitielle Spezies in der Legierung vorhanden, die diesen Effekt hervorrufen könnten. Als interstitielle Spezies kommen, wie oben bereits motiviert, Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff in Frage. In der Literatur wurde der Effekt im gleichen Legierungssystem ebenfalls beobachtet [342–344]. Um genauer zu untersuchen, um welche maßgeblich beeinflussende Atomspezies es sich handelt, könnte man umfassende Versuche mit variierenden Dehnraten und verschiedenen Temperaturen durchführen [162, 347]. Eine künstliche Zufuhr

oder Entnahme der verschiedenen Interstitutionsatome könnte auch genaueren Aufschluss darüber geben, welche Spezies den PLC-Effekt im Material maßgeblich verursacht. Dies wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht gemacht. Der Einfluss von zugeführtem Wasserstoff auf den beobachteten PLC-Effekt wird im Abschnitt über die durchgeführten einachsigen Zugversuche an mit Wasserstoff beladenen Proben diskutiert.

### Martensitbildung beim Zugversuch

Der konventionelle und der additiv gefertigte 316L weist als Verformungsmechanismus präferenziell die Zwillingsbildung auf, wie bereits in Abschnitt 4.3.1 gezeigt. Bei der Überlagerung von Scherbändern mit anderen Zwillingen oder Scherbändern kann es im Material zu lokaler Bildung von Verformungsmartensit als Defektaggregat kommen, siehe hierzu auch Abschnitt 2.2.1. Durch Messungen des Martensitgehalts mit dem Feritscope (Beschreibung der Methode siehe Abschnitt 3.6) während des Zugversuchs kann der Einfluss des Gefüges auf den Verformungsmechanismus und die Martensitbildung untersucht werden. Hierzu wurden große Zugprobenkörper erstellt (für die technische Zeichnung der Geometrie siehe Abb. 3.16), auf denen sogar kurz vor dem Bruch noch zuverlässig mit dem Feritscope Martensitgehalte gemessen werden können. Die Zugversuche wurden, wie in Abschnitt 3.6.1 erläutert, bei einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}/s$  durchgeführt.

In Abbildung 4.29 ist der Verfestigungsverlauf einer Zugprobe aus konventionellem 1.4404 dargestellt. Zusätzlich als Datenpunkte ist der mit dem Feritscope gemessene Martensitgehalt aufgetragen.

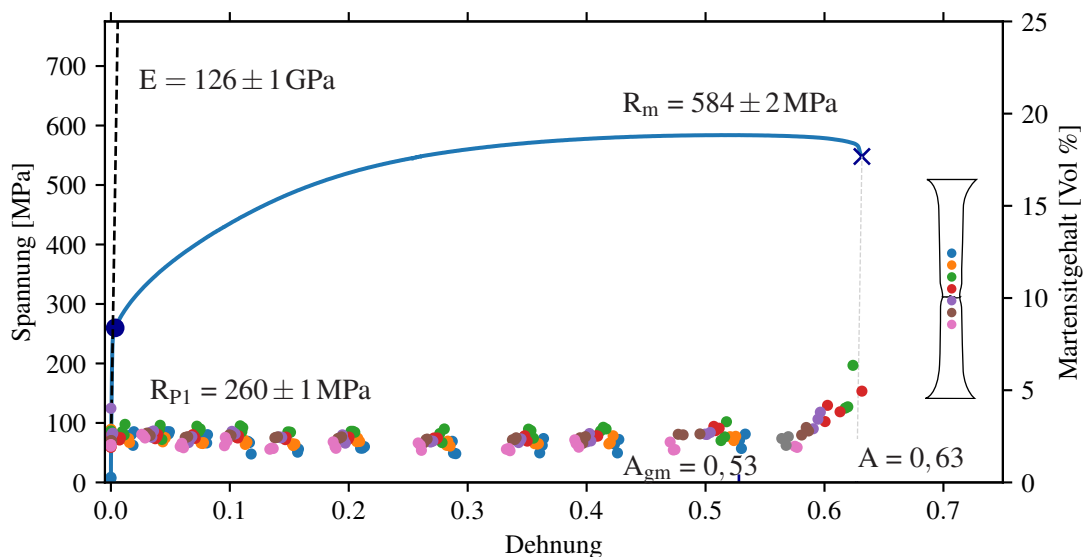


Abbildung 4.29: Martensitbildung im Zugversuch, gemessen an einer Zugprobe aus konventionellem Material. Die blaue Linie zeigt den Spannungs-Dehnungsverlauf, die Punkte zeigen den Martensitgehalt in Vol%. Der Umriss der Probe mit Bruchstelle verdeutlicht die Positionen der Messpunkte.

Der Martensitgehalt wurde an 7 Positionen in der Messlänge der Probe bestimmt. Diese Positionen waren zu Beginn des Versuchs in einem Abstand von 5 mm, die jeweils analysierten Volumina sind besonders zu Beginn der Messung möglicherweise überlappend. Die Messpositionen des Prüfkörpers sind farblich in der Abbildung verdeutlicht.

Zunächst fällt in Abb. 4.29 auf, dass bereits vor Beginn des Zugversuchs etwa 4 Vol% Martensit im Material enthalten sind. Dieser Martensitgehalt ist wahrscheinlich auf den Fertigungsprozess der rundgekneteten Welle, aus der der Probenkörper gefertigt wurde, zurückzuführen. Der Gehalt verändert sich im Lauf der mechanischen Prüfung an allen sieben Positionen bis zu einer Dehnung von etwa 0,55 nicht. Der Martensitgehalt ändert sich erst mit der Einschnürung der Probe. Dort steigt der Martensitgehalt auf bis zu 7 Vol%. An den jeweils rot und grün markierten Positionen wurde der Gehalt bis kurz vor dem Bruch gemessen, hier steigt der Gehalt von 4 Vol% auf 7 Vol% nahezu linear an. Der Bruch erfolgt dann leicht unterhalb dieser Positionen.

Bei dieser Probe ist es zu einem nahezu spröden Bruchereignis gekommen, ohne die erwartete Einschnürung über einen Dehnungsbereich von über 0,2, siehe hierzu zum Vergleich Abbildung 4.39. Dies ist an der geringen Spannungsdifferenz zwischen der Zugfestigkeit und Bruch (mit dem Kreuz in Abb. 4.29 markiert) zu erkennen. Ohne diesen spröden Bruch wäre zu erwarten, dass sich der Verlauf der Kurve noch etwa über eine Dehnung von 0,2 fortsetzt und dass noch mehr als 100 MPa abgebaut würden.

Abbildung 4.30 stellt die Verfestigungskurve für additiv gefertigtes Material sowie den dabei entstehenden Martensitanteil der Probe dar.

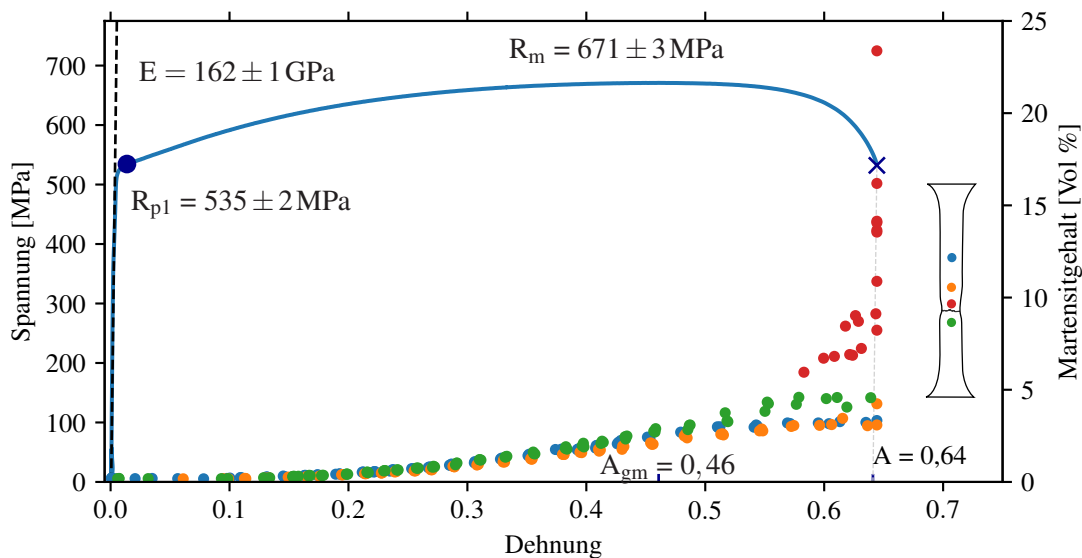


Abbildung 4.30: Martensitbildung im Zugversuch, gemessen an additiv gefertigtem 316L-AM.

Die Probe wurde in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Aufbaurichtung gefertigt, eine Oberflächenbehandlung nach dem Druck hat nicht stattgefunden, daher sind mittlere Rautiefen von bis zu  $R_z = 74 \pm 30 \mu\text{m}$  an der Grenzfläche zur Stützstruktur zu erwarten. Der Martensitgehalt wurde zunächst an drei und später an vier verschiedenen Positionen auf der Probe mit dem Feritscope gemessen. Die Probe war direkt nach der Fertigung nahezu Martensit-frei, das Feritscope hat bei sehr vielen Einzelmessungen keinen Gehalt feststellen können, in wenigen Einzelmessungen wurden Gehalte um 0,2 Vol% detektiert. Die Positionen zur Messung des Martensitgehalts waren vor Versuchsbeginn in einem Abstand von 10 mm. An Abb. 4.30 lässt sich beobachten, dass die Martensitbildung im Verlauf der Verfestigung an allen Positionen nur Werte von etwa 4 Vol% erreicht, mit Ausnahme des Bereichs der Einschnürung. Im Lauf des Versuchs wurde, bereits vor Beginn der Einschnürung, eine zusätzliche Position zwischen der **grünen** und **orangen** Position gewählt, da hier lokal die gemessenen Martensitgehalte leicht erhöht waren. Die Martensitgehalte an der **roten** Position nahe der Einschnürung erreichen bereits ab der Zugfestigkeit höhere Werte als der Rest der Positionen. Der Bruch erfolgt bei einem Martensitgehalt von etwa 24 Vol%, wobei die Änderung des Martensitgehalts nur als Begleiterscheinung der plastischen Verformung zu werten ist. Der Martensitgehalt kann als relatives Maß für den lokalen Fortschritt der plastischen Verformung gesehen werden, da Martensit als Defektaggregat durch Überlappen von Scherbändern mit Zwillingen oder anderen Scherbändern entsteht, siehe hierzu auch Kap. 2.2.1.

Die beobachteten mechanischen Kennwerte liegen im Rahmen des Erwartbaren, vgl. Abb. 4.22 und 4.26. Da es sich um eine as-built Probe handelt, könnte man sich nun fragen, warum die mechanischen Kennwerte nicht deutlich niedriger sind als die Werte einer Probe, die aus dem Übermaßkörper erodiert wurde, wie sie in Abb. 4.23 mit den grünen Linien dargestellt sind. Im Fall von Probenkörpern identischer Geometrie wurde dieser Effekt in Abb. 4.26 beobachtet. Der Grund dafür liegt darin, dass der relative Volumenanteil des Perimeters und der Querschnittsmessfehler durch anhaftende Pulverpartikel am Gesamtvolumen der großen Prüfkörper, die für die Bestimmung des Martensitgehalts im Zugversuch verwendet wurden, deutlich geringer ist als bei den Proben der Abbildung 4.26. Daher ist auch eine geringere Reduktion der mechanischen Kennwerte vom erwarteten Maximum aus Abbildung 4.22 zu erwarten. Die Martensitbildung im Zugversuch einer mit Wasserstoff beladenen Probe wird gemeinsam mit den Ergebnissen der wasserstoffbeladenen Proben in Abschnitt 4.5 präsentiert.



## Diskussion der Zugversuche

Die Zugversuche haben gezeigt, dass additiv gefertigter 316L-AM gegenüber dem konventionellen Material erhöhte Zugfestigkeiten  $R_m$  und Streckgrenzen  $R_{P0,2}$  erreicht. Dies entspricht den in der Literatur berichteten und diskutierten Ergebnissen [20, 73, 78, 86, 329]. Die plastische Verformung erfolgt bis zur Einschnürdehnung hauptsächlich über den Mechanismus der Zwillingsbildung, wie durch Gefügeuntersuchungen und Kaltverfestigungskurven in Abschnitt 4.3.1 gezeigt wurde. Dies wurde bereits für andere kubisch flächenzentrierte Materialsysteme beobachtet [133, 158]. Im Bereich der Einschnürung findet hauptsächlich Versetzungsgleiten statt, wie in Abb. 4.19 und durch die Wabenbruchfläche in Abb. 4.20 zu erkennen ist, die durch komplexe Versetzungsdynamik entstehen. Die Beobachtungen an additiv gefertigtem 316L-AM durch Pham et al. und Jaskari et al. ähneln den hier gezeigten Ergebnissen, obwohl ein leicht abweichendes Ausgangsgefüge aufgrund anderer Fertigungsbedingungen vorlag [135, 324]. Im Verlauf des Zugversuchs wurde in dieser Arbeit die Bildung von ferromagnetischem  $\alpha'$ -Martensit beobachtet. Jaskari et al. zeigen in transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen, dass sich konträr zu dem im Rahmen dieser Arbeit gefundenen  $\alpha'$ -Martensit, der hexagonale,  $\epsilon$ -Martensit bildet [324].  $\epsilon$ -Martensit ist nicht ferromagnetisch und ist somit auch nicht mit dem Feritscope nachweisbar. Die Beobachtung durch Jaskari et al. kann nur durch den hohen Stickstoffgehalt des untersuchten Materials begründet sein, was die Stapelfehlerenergie herabsetzt und somit die Bildung dieses Defektaggregats erst ermöglicht [159, 348]. Aufgrund der Zusammensetzung des in dieser Arbeit untersuchten 316L-AM ist eine mittlere Stapelfehlerenergie zu erwarten, wodurch die Bildung des  $\epsilon$ -Martensits nicht zu erwarten ist.

Anhand des lokal erhöhten  $\alpha'$ -Martensitgehalts konnte in dieser Arbeit im Zugversuch der Ort der Einschnürung und des Bruchs interessanterweise deutlich im Voraus lokalisiert werden, siehe hierzu Abb. 4.30. Die Bruchflächen, siehe Abschnitt 4.3.1 und Abb. 4.20, sowie Abb. 4.19 weisen alle Merkmale eines duktilen Dimpelbruchs bzw. Wabenbruchs auf. Dies deutet auf Versetzungsdynamik im Bereich der Einschnürung hin. Dies wird bei ähnlichen Proben in der Literatur diskutiert [64, 320, 324, 330, 331].

Die Orientierung der additiv gefertigten Probe im Bauraum des Orlas Creator hat einen Einfluss auf den Verlauf der Verfestigungskurve. Die höchsten Bruchdehnungen von  $A = 0,74$  werden von parallel zur Aufbaurichtung gefertigten Zugproben erreicht. Diese Proben haben jedoch mit  $R_m = 576 \text{ MPa}$  und  $R_{P0,2} = 459 \text{ MPa}$  die niedrigsten Streckgrenzen und Zugfestigkeiten. Die Proben, die im  $45^\circ$ -Winkel zur Aufbaurichtung gefertigt wurden, erreichen mit  $R_m = 705 \text{ MPa}$  und  $R_{P0,2} = 557 \text{ MPa}$  höhere Zugfestigkeiten und Streckgrenzen, brechen dafür bei Bruchdehnungen von  $A = 0,67$ . Qualitativ vergleichbare Ergebnisse werden ebenso in der Literatur diskutiert [329, 332–335]. Die beobachteten Effekte weisen

auf eine Anisotropie des gedruckten Materials hin. Diese ist auf die enthaltenen Schmelzbadgrenzen, die entlang der Aufbaurichtung gestreckte Kornform und die leichte kristallografische Vorzugsorientierung zurückzuführen (siehe 4.14). Aus letzterer resultiert auch eine deutliche Richtungsabhängigkeit des E-Moduls. Eine erhöhte Porosität der Probenkörper hat teilweise unvorhergesehene frühe Bruchereignisse in den Zugversuchen provoziert. Das wird hier auf eine geometrisch bedingte Spannungsüberhöhung im reduzierten Querschnitt der Probe zurückgeführt. Durch die raue as-built Oberfläche mit anhaftenden Pulverpartikeln wird der reell tragende Querschnitt der Probe reduziert, im Fall der gewählten Probengeometrie wurde zu Abb. 4.26 ein relativer Fehler in der Bestimmung der Querschnittsfläche der Proben von  $\Delta_A = 7,2\%$  berechnet. Der Querschnitt der Probe wird so überschätzt und die Spannungsverläufe liegen zwischen 40 MPa und 80 MPa unter denen der nachbearbeiteten Proben. Durch eine Korrektur der Spannungen gemäß

$$\sigma_{corr,A} = \sigma \cdot \frac{1}{1 - \Delta_A} = \sigma \cdot \frac{1}{1 - 0,072} \approx \sigma \cdot 1,088 \quad ,$$

können die Spannungsverläufe der Proben mit und ohne Nachbearbeitung weitgehend angeglichen werden.

Es wurden porositätsinduzierte Sprödbüche beobachtet, dieses Verhalten ist für die materialwissenschaftliche / werkstoffkundliche Materialcharakterisierung hinderlich, jedoch im Fall des genutzten Orlas-Creators des IAM-WKs nicht zu vermeiden. Durch eine ungekühlte optische Bank kommt es durch längere Belichtungszeiten zur Erwärmung der enthaltenen optischen Bauteile. Dies führt zu einer Defokussierung des Laserspots und somit zu niedrigeren Energieeinträgen, als erwartet. Dies führt zu erhöhten Porositäten, schlimmstenfalls zu einer mangelhaften Verschmelzung zwischen den Lagen (eng.: lack of fusion), was eine Unvorhersagbarkeit des mechanischen Verhalten des Werkstoffs provozieren kann, siehe hierzu auch Abb. 4.24 und 4.25 und die allgemeinen Anmerkungen zur Porosität in Kapitel 2.1.1. Für die ingenieurtechnische Auslegung von Bauteilen ist das Verhalten in Abbildung 4.25 nicht relevant, da hier in der Regel lediglich die Streckgrenze und die Zugfestigkeit als Kennwerte herangezogen werden. Bei höheren Porositäten kommt es jedoch zur Verringerung dieser Kennwerte, wie in Abbildung 4.24 dargestellt. Das beobachtete spröde Bruchverhalten mit extrem reduzierten Kennwerten und nicht reproduzierbaren Ergebnissen ist als kritisch zu betrachten.

Um den Einfluss des Wasserstoffs auf das Materialverhalten sichtbar machen zu können, muss die Probenporosität somit möglichst gering ( $\Phi < 1\%$ ) gehalten werden.

Um die Porosität so gering wie möglich zu halten sollten am Orlas Creator nicht zu viele massive Bauteile in einem Druckvorgang gefertigt werden, da so die Belichtungszeiten der einzelnen Lagen kurz bleiben und die optische Bank beim Auftrag des neuen Pulvers zur nächsten Lage mehr Zeit hat, um

abzukühlen. Alternativ könnte man eine aktive Kühlung nachrüsten und zusätzlich den Argonstrom über dem Druckbett optimieren, dass Ruß und Schweißspritzer besser vom Druckbett entfernt werden.

In Zugversuchen mit niedriger Dehnrage (SSRT) wurde der PLC-Effekt beobachtet, in der Literatur wird dieser Effekt für 316L nur für höhere Temperaturen diskutiert [340]. Der Effekt wird durch Interstitutionsatome ausgelöst, es kommen intrinsischer Wasserstoff, Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff in Frage. Im Rahmen der SSRT-Tests an mit Wasserstoff beladenen Proben in Kap. 4.5.1 wird weiter untersucht, ob Wasserstoff der Auslöser sein kann.

### 4.3.2 Materialermüdung: konventioneller und additiv gefertigter 316L

Da reale Bauteile selten ausschließlich statisch belastet werden, sondern zusätzlich schwingenden Belastungen ausgesetzt sind, wurden umfassende Ermüdungsstudien an einem Vierpunktbiegeprüfstand durchgeführt, siehe hierzu Kap. 3.4. Die Probengeometrie folgt wieder aus der Probenlängen-Beschränkung des verwendeten Sputtersystems zur Beschichtung (siehe hierzu Kap. 3.2), es wurde ein Quader von  $3\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 35\text{ mm}$  als Probengeometrie gewählt. Alle Probenkörper wurden senkrecht zur Aufbaurichtung gefertigt. Im Folgenden wird das Materialermüdungsverhalten von additiv gefertigtem 316L in Relation zu konventionellem Material gestellt. Außerdem wird der Effekt der rauen "as-built"-Oberfläche auf die Materialermüdung untersucht. Abb. 4.31 zeigt die Wöhlerkurven von additiv gefertigtem und konventionellem Material.

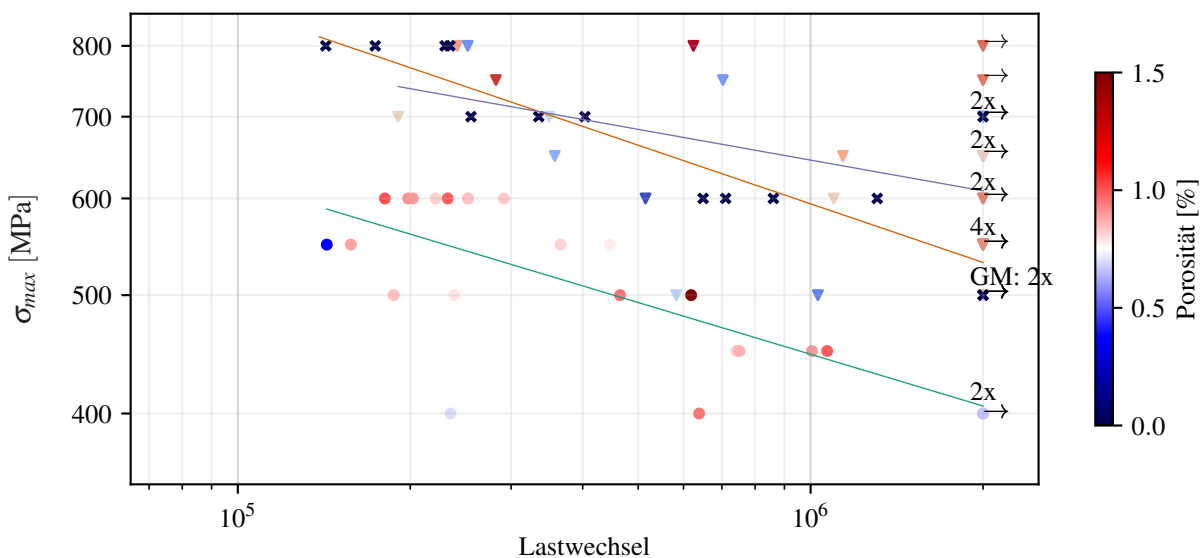


Abbildung 4.31: Wöhlerkurven mit Bruchlastspielzahlen von additiv gefertigtem 316L mit rauer as-built Oberfläche (●), mit geschliffener glatter Oberfläche (▼), sowie konventionellem 316L mit geschliffener glatter Oberfläche (✕). Die Färbung der Datenpunkte zeigt die Porosität der Probenkörper. Alle AM-Proben wurden rechtwinklig zur Aufbaurichtung gefertigt.

In der Abbildung sind die Datenpunkte der Proben mit rauer as-built Oberfläche als gefüllte Kreise ● dargestellt. Zusätzlich wurden Proben aus einem gedruckten Übermaßkörper herausgerodiert und anschließend plangeschliffen, die zugehörigen Datenpunkte sind als stehende Dreiecke ▼ aufgetragen. Alle Proben wurden senkrecht zur Aufbaurichtung gefertigt. Das konventionelle Material wurde zum Vergleich als Kreuze ✕ aufgetragen. Die Färbung der Datenpunkte ist entsprechend der Porosität des Probenkörpers. Die dargestellten Geraden im doppelt logarithmischen Diagramm sind die Ergebnisse von Näherungen der Form  $\sigma_{max} \propto a \cdot x^b$  [349].

Die Rauheit der Probenkörper wurde mithilfe eines Konfokalmikroskops untersucht, die geschliffenen Probenkörper aus Abb. 4.31 haben eine gemittelte Rautiefe  $R_z$  von  $2 \pm 1 \mu\text{m}$ . Die as-built Probenkörper aus Abb. 4.31 weisen eine mittlere Rautiefe von  $R_z = 74 \pm 20 \mu\text{m}$  an der Unterseite, also an der Grenzfläche zum Supportmaterial, auf. Die Seitenflächen und Oberflächen sind mit einem  $R_z$  von  $40 \pm 10 \mu\text{m}$  weniger rau, für mehr Details siehe Abschnitt 4.2.3. Das Wöhlerdiagramm zeigt, dass Proben mit der geschliffenen Oberfläche aus konventionellem Material bei  $\sigma_{max} = 500 \text{ MPa}$  bereits der Grenzlastspielzahl von  $2 \cdot 10^6$  ohne Bruchereignis widerstehen. Bei der höchsten aufgebrachten Last dieser Probenart werden noch etwa  $2 \cdot 10^5$  Lastspiele erreicht. Additiv gefertigte Proben mit der rauen, unbearbeiteten Oberfläche überstehen  $2 \cdot 10^6$  Lastspiele nur bei  $\sigma_{max} = 400 \text{ MPa}$ . Sie liegen damit um  $100 \text{ MPa}$  niedriger als beim konventionellen Material. Bei der höchsten aufgebrachten Maximallast von  $\sigma_{max} = 600 \text{ MPa}$  wurden noch Bruchlastspielzahlen der rauen Proben im Bereich von  $2 \cdot 10^5$  erreicht. Dieses Lastniveau wurde für diesen Probentyp als höchste Last gewählt, um in einem vergleichbaren Bereich der erreichten Lastspielzahlen zu bleiben.

Das additiv gefertigte und geschliffene Material hat deutlich höhere Lastspielzahlen bei höheren Maximalspannungen  $\sigma_{max}$  erreicht, bei  $\sigma_{max} = 550 \text{ MPa}$  werden keine Bruchereignisse verzeichnet. Bei  $\sigma_{max} = 800 \text{ MPa}$  werden Lastspielzahlen zwischen  $2,5 \cdot 10^5$  und  $6,3 \cdot 10^5$  erreicht, eine Probe bricht auch nach 2 Millionen Zyklen nicht. Diese Beobachtung stimmt gut mit der in Abschnitt 4.3.1 beobachteten Trend der Steigerung der Streckgrenze überein.

Auch in der Literatur sind Beispiele geschildert, in denen additiv gefertigte Proben mit bearbeiteter Oberfläche ein besseres Ermüdungsverhalten zeigen als Proben mit der rauen as-built-Oberfläche [55, 350, 351]. Dies ist in gutem Einklang mit den Beobachtungen aus Abb. 4.31.

Hadhdadi et al. haben ebenfalls gezeigt, dass sich das additiv gefertigte Gefüge positiv auf das Ermüdungsverhalten einer 304-L Legierung auswirkt im Vergleich zu lösungsgeglühtem herkömmlichen Material [352]. Ähnliche Effekte in 316L wurden von Yu et al. vorgestellt [322]. Diese Beobachtungen stehen in gutem Einklang mit den in 4.3.1 beobachteten Steigerungen der Lastspielzahlen.

Parallel zu den rein mikrostrukturell begründeten Beobachtungen lässt sich in Abb. 4.31 erkennen, dass

auf jedem Lasthorizont die Proben mit höherer Porosität höhere Lastspielzahlen erreichen. Wie es zu dieser Beobachtung kommt, ist bisher noch unklar, gegebenenfalls lässt sich diese Beobachtung auf von der Abb. 3.13 abweichende Spannungsfelder zurückführen.

### Fortschritt der plastischen Verformung im Wechselbiegeversuch

Zur genaueren Untersuchung des Fortschritts der plastischen Verformung im Wechselbiegeversuch wurde ein wiederholt unterbrochener Ermüdungsversuch durchgeführt. Hierzu wurde in einem Abstand von 5 mm auf der Unter- und Oberseite der Biegungsprobe mithilfe des Feritscopes der Martensitgehalt der Probe gemessen. Hierbei ist zu beachten, dass dies nur qualitative Aussagen über den Fortschritt der plastischen Verformung erlaubt, da das Messvolumen größer sein sollte als der Querschnitt der Proben zulässt. Abb. 4.32 zeigt den Verlauf des mit dem Feritscope gemessenen Martensitgehalts in einer Ermüdungsprobe.

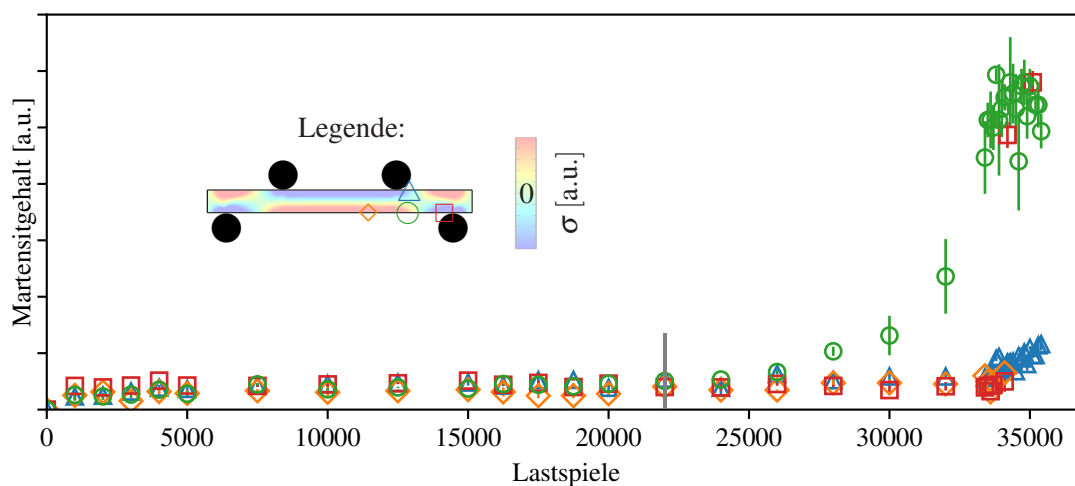


Abbildung 4.32: Entwicklung des Martensitgehalts im Verlauf eines Ermüdungsversuchs mit Legende der aufgetragenen Messpunkte. Zusätzlich ist der simulierte Verlauf der Spannungen, wie bereits in Abb. 3.13 gezeigt, in einer Überlagerung dargestellt.

Zur Wahrung der Übersichtlichkeit wurden nur vier der gemessenen Positionen aufgetragen, die übrigen Positionen zeigten keine Änderung im Verlauf der Prüfung, hier ist demnach keine extreme plastische Verformung aufgetreten. Da die Prüfkörper unter dieser Art der Belastung nur an einer Stelle brechen ist es durchaus zu erwarten, dass die plastische Verformung sich nur an einer Position lokalisiert. Zusätzlich wurde in die Legende der gemessenen Position der durch Simulation ermittelte Spannungsverlauf in der Ermüdungsprobe dargestellt. Ab etwa 22000 Lastwechseln (in Abb. 4.32 mit der grauen Linie

markiert) steigt der gemessene Martensitanteil an der Position des grünen Kreises  $\circ$  an, dieser Bereich der Auftragung ist in Abbildung 4.33 genauer dargestellt.

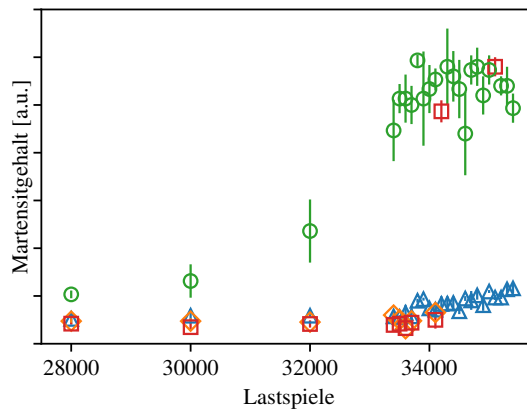


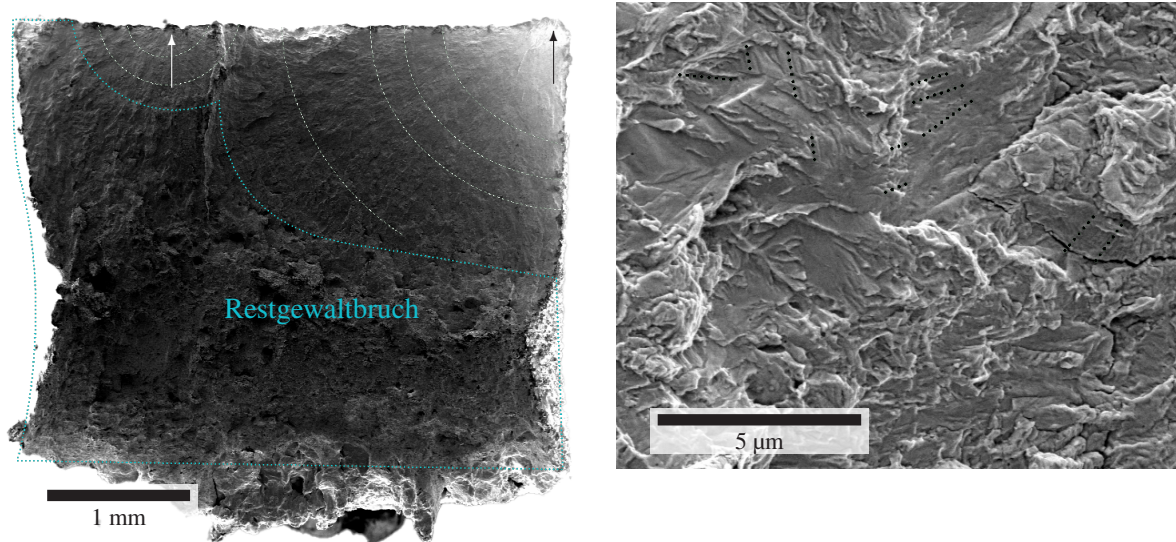
Abbildung 4.33: Martensitbildung während der Materialermüdung kurz vor dem Bruch, Detaildarstellung von Abb. 4.32.

Am Verlauf des Martensitgehalts an den anderen Positionen ist ab etwa 33000 Lastspielen ein Anstieg erkennbar, im Fall der roten Position  $\square$  von 34100 Lastspielen zu 34200 Lastspielen sprunghaft. Auch an der blauen Position  $\triangle$  ist ein Anstieg bei ungefähr 32000 Lastspielen bis zum Bruchereignis erkennbar. Der Bruch erfolgte von der Auflagerseite nahe der grünen Position  $\circ$ . Die simulierten Spannungsverläufe zeigen, dass diese Position nahe des Umkehrpunkts aus dem Zug- ins Druckspannungsgebiet ist. Die gezeigten Ergebnisse verdeutlichen, dass anhand des Martensitgehalts deutlich vor dem Bruchereignis eine Lokalisierung der Schädigung und zudem eine Abschätzung über den Zustand des Bauteils beziehungsweise des Probenkörpers erfolgen kann.

### Bruchflächen der Ermüdungsproben

Abbildung 4.34 zeigt die Bruchfläche einer Ermüdungsprobe, welche in der Endkontur gedruckt wurde. In der Übersichtsdarstellung 4.34A sind zwei Anrisspunkte erkennbar. Der Riss ist im dargestellten Fall an zwei Stellen nahe der Oberfläche initiiert worden, wie durch die beiden Pfeile hervorgehoben wurde. Der Riss hat sich nahezu kreisförmig von den Initiierungsstellen ausgebreitet. Die höher vergrößerte Abbildung zeigt typische Eigenheiten eines transgranularen Bruchs mit Schwingstreifen, wie bereits mehrfach in der Literatur diskutiert [353–355]. Die Rastlinien (eng.: striations) sind nur schwach ausgeprägt und nicht klar vorzugsorientiert zu erkennen.





(A) Übersicht der Bruchfläche einer Ermüdungsprobe.

(B) Detailaufnahme der Bruchfläche mit durch Linien hervorgehobenen Raststreifen.

Abbildung 4.34: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Bruchfläche einer Ermüdungsprobe.

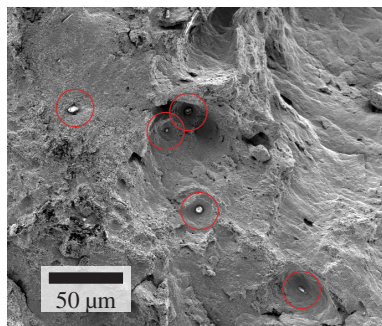


Abbildung 4.35: oxidische Einschlüsse (hell, mit roten Kreisen markiert) am Übergang zwischen transgranularem Bruch und Restgewaltbruch

Abb. 4.35 zeigt sphärische, oxidische Einschlüsse, welche am Übergang zwischen Ermüdungsbruch und Restgewaltbruch auftraten. Dieser Bereich liegt sehr nahe der neutralen Faser des Biegebalkens, siehe hierzu die grüne Färbung in Abb. 3.13 oder in der Überlagerung der Legende in Abb. 4.32. In diesem Bereich der Probe beträgt die Mittelspannung ungefähr null, daher sollten diese Einschlüsse auch nicht signifikant durch lokale Spannungsüberhöhung zur Rissinitiierung beitragen.

### Zusammenfassung der Ermüdungsstudien

Die Additive Fertigung führt hauptsächlich aufgrund des besonderen Gefüges zu einer deutlichen Steigerung der Lebensdauer von Bauteilen bei gleicher Lastspielzahl. Bei einem Lasthorizont von  $\sigma_{max} = 800 \text{ MPa}$  werden statt etwa  $2 \cdot 10^5$  für konventionelles Material bis zu  $10^6$  Lastspiele durch additiv gefertigtes Material erreicht. Durch die Änderung des Gefüges lassen sich bei gleicher Lastspielzahl zum Bruch etwa 100 MPa höhere Maximalspannungen erreichen.

Der Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften durch die leicht voneinander abweichenden chemischen Zusammensetzungen der Legierungen ist an dieser Stelle nicht genauer bekannt. Eine voneinander abweichende chemische Zusammensetzung könnte Stapelfehlerenergien und dadurch



marginal unterschiedliche Verhalten bei plastischer Verformung provozieren. Dieser Einfluss dürfte gegenüber dem Einfluss durch das AM-Gefüge und der damit verbundenen Steigerung der Streckgrenze jedoch vernachlässigbar sein. Kritisch zu bewerten sind randnahe Poren und Einschlüsse zwischen der umlaufenden Laserbahn, dem Perimeter und der Schraffur, sowie die allgemein sehr raue Oberfläche von nicht nachbearbeiteten Bauteilen [356, 357]. Dies kann die Rissbildung begünstigen. Für unbearbeitetes additiv gefertigtes Material mit rauer as-built-Oberfläche werden etwa 150MPa weniger als beim konventionellen Material erreicht. Dies ist einerseits auf die vereinfachte Rissinitiierung durch die Rauheit aufgrund der Kerbwirkung an der Oberfläche zurückzuführen. Zusätzlich kommt es durch anhaftende Pulverpartikel und die Rauheit zu einer Überschätzung der Probenabmessungen, wodurch höhere Lasten errechnet und aufgebracht werden als bei einem ideal planparallelen Probenkörper [358], wie dies ebenfalls schon beim Probenkörper im Zugversuch beobachtet wurde, siehe hierzu Abb. 4.26.

Additiv gefertigte Proben mit der rauen Oberfläche verzeichnen eine Reduktion von etwa 100MPa bei gleicher Lebensdauer gegenüber geschliffenem konventionellen Material. Im Vergleich zum additiv gefertigten und geschliffenen Material, ohne randnahe Poren, sind es sogar 250MPa weniger bei näherungsweise gleicher Lebensdauer. Auffällig ist zudem, dass additiv gefertigte Probenkörper mit leicht erhöhter Porosität im Vierpunktbiegeversuch höhere Grenzlastergebnisse erreichen, unabhängig von der Oberflächenbeschaffenheit. Dieser Effekt ist vermutlich auf veränderte Spannungsgradienten in der Probe zurückzuführen.

Durch die Beobachtung des während des Schwingversuchs gebildeten Martensitanteils lässt sich der Ort des späteren Bruchs deutlich früher als durch rein optische Mittel eingrenzen. Im gezeigten Fall ließ sich etwa 13400 Zyklen (von 35400 Lastspielen bis zum Bruch  $\approx 1/3$ ) vor dem Bruch der Probe bereits über den lokal erhöhten Martensitgehalt der Ort der späteren Rissausbreitung vorhersagen.

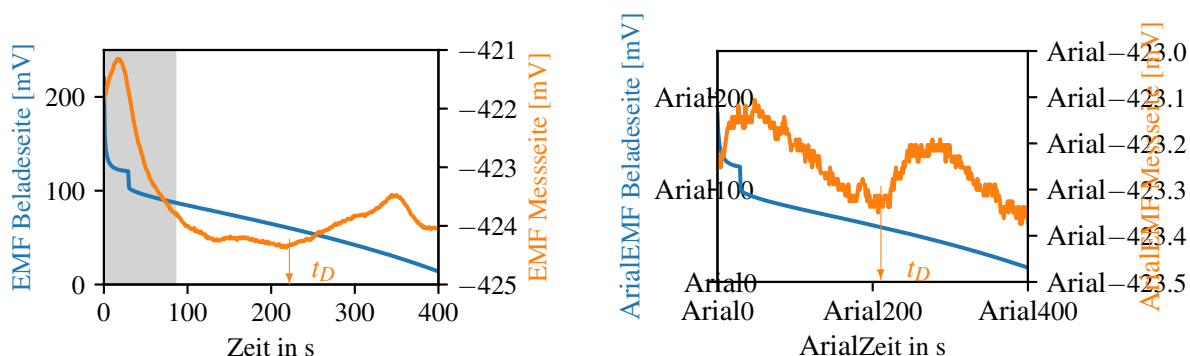
## 4.4 Wasserstoffgehalte und Diffusion

Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der Wasserstoffbeladung bzw. der Wasserstoffdiffusionsuntersuchungen durch elektrochemische Permeationsversuche gezeigt. Außerdem wurden, um den Gesamtgehalt und die Menge des an Defekten gebundenen Wasserstoffs mit den zugehörigen Bindungsenergien zu untersuchen, Schmelzextraktions- und thermische Desorptionsexperimente (TDS) durchgeführt. Im Anschluss folgt der Abschnitt 4.5 zu mechanischen Untersuchungen durch einachsige Zugversuche und Schwingversuche an mit Wasserstoff beladenen Probenkörpern.

#### 4.4.1 Wasserstoffdiffusion

Zur Untersuchung der Wasserstoffdiffusion in dem additiv gefertigten 316L wurden Permeationsversuche durchgeführt, vgl. Abschnitt 3.7. Die Probe wurde beidseitig bis zur Körnung 4000 geschliffen und anschließend wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, beidseitig in der UHV-Anlage im Argonplasma erodiert und anschließend nach zweiminütiger Umpositionierung des Probenhalters ohne Brechen der UHV-Bedingungen mit Palladium beschichtet. Die Probe war vor der Erosion  $174\,\mu\text{m}$  dick, eine Kontrollmessung der Probendicke nach erfolgtem Diffusionsexperiment konnte keine Dickenänderung durch die Probenpräparation nachweisen. Bei dem genutzten Blech handelte es sich um Abschnitte aus Übermaßkörpern wie in Abb. 3.14.

Die Probe wurde mit kurzen Pulsen konstanter Spannung von  $-0,7\,\text{V}$  beaufschlagt. Der maximale Beladestrom wurde auf  $I < 5\,\text{mA}/\text{cm}^2$  begrenzt, um ähnliche Bedingungen wie bei Lin et al. [40] einzustellen und das beobachtete Phänomen der hohen Diffusionsgeschwindigkeit bei niedrigen Strömen zu überprüfen. Aufgrund der potentiostaten Beladungspulse können keine Konzentrationsangaben nach dem Faradayschen Gesetz getroffen werden. Die Abbildung 4.36 zeigt die ersten beiden Beladungspulse und das Signal auf der Mess-Seite der Probe.



(A) erster Beladungspuls, durch mangelhafte Abschirmung ist der Beladungspuls auch auf der Messeite detektiert worden, der betroffene Bereich ist grau hinterlegt. Es wird eine Durchbruchzeit  $t_D$  von 218 s beobachtet.

(B) zweiter Beladungspuls, Es wird eine Durchbruchzeit  $t_D$  von 207 s beobachtet.

Abbildung 4.36: Verlauf der elektromotorischen Kraft (EMF) der ersten beiden Beladungspulse zur Bestimmung der Durchbruchzeit  $t_D$  im Rahmen der Untersuchung der Diffusionsgeschwindigkeit von Wasserstoff in dem additiv gefertigten Material.

Sobald der durch den Beladungspuls freigesetzte Wasserstoff durch die Probe diffundiert ist, steigt das chemische Potenzial auf der Mess-Seite, was über die elektromotorische Kraft (EMF) messbar ist.

Der beobachtete Peak zu Beginn der Messung im grau schattierten Bereich ( $t < 80\,\text{s}$ ) in Abb. 4.36A folgt aus der mangelhaften Abschirmung des Messaufbaus, welche bis zum zweiten Messvorgang durch eine

zusätzliche Abschirmung mittels geerdeter Aluminiumfolie um Kabel und zwischen elektrochemischer Doppelzelle und Elektronik verbessert wurde. Der EMF-Anstieg ist vergleichsweise gering und liegt bei unter 1 mV. Die erhaltenen Durchbruchzeiten  $t_D$  sind in Tabelle 4.5 aufgeführt. Der resultierende Diffusionskoeffizient  $D$  wurde wie in Abschnitt 3.7 beschrieben nach Gleichung 3.7:

$$D = \frac{d^2}{19,8 \cdot t_D} \quad ,$$

errechnet. Hierbei beschreibt  $d$  die Probendicke. Diese Messungen ergaben Diffusionskoeffizienten von etwa  $7 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ .

Für konventionellen 316L-Edelstahl werden Diffusionskonstanten im Bereich von  $1,7 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$  [200] bis  $1,4 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$  [40] nachgewiesen, wie bereits im Abschnitt 2.3 erläutert. Lin et al. zeigten Diffusionskoeffizienten bei elektrochemischer Wasserstoffbeladung bei niedrigen Strömen ( $<5 \text{ mA}/\text{cm}^2$ ) von etwa  $5 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  [40] für additiv gefertigtes Material und begründen die deutlich höhere Diffusivität mit der besonderen Mikrostruktur. Der Wasserstoff würde, analog zur Korngrenzdiffusion nach Harrison's Regime C, mit hoher Diffusionsgeschwindigkeit durch die Zellwände diffundieren. Die durchgeführten Messungen und errechneten Diffusionskoeffizienten bestätigen qualitativ die durch Lin et al. [40] beobachteten Phänomene. Leichte Abweichungen der resultierenden Diffusionskonstanten sind zu erwarten, da die Zellstruktur mit den charakteristischen Größen voneinander stark abweichen kann<sup>4</sup>. Insgesamt ist die Diffusion von Wasserstoff in 316L-AM mit  $D_H = 7 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  für kubisch flächenzentrierten austenitischen Stahl sehr schnell. Eine homogene Verteilung in einer Zugprobe nach Abb. 3.10A mit einem Querschnitt von  $2 \text{ mm} \times 2,4 \text{ mm}$  kann bei dieser Diffusionskonstante nach etwa zehn Tagen erwartet werden [207].

Probendicke in $10^{-6} \text{ m}$	$t_D$ in s	$D$ in $10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$
174	218	7,0
174	207	7,4

Tabelle 4.5: Durchbruchzeiten und resultierender Diffusionskoeffizient des Permeationsversuchs.

<sup>4</sup> Lin et al. geben für die untersuchte Struktur eine Zellgröße von 480 nm an. Die gezeigten Strukturen dieser Arbeit, siehe auch Abb. 4.12, zeigen etwas größere zelluläre Strukturen im Bereich bis zu 700 nm. Dies kann bei vergleichbarer Zellwand-Dicke ein geringeres Zellwandvolumen mit sich bringen, siehe hierzu auch den Anhang A.2. Dies könnte ein Grund für die beobachtete Abweichung in der Diffusionskonstante sein.

#### 4.4.2 Bindungsenergien von Wasserstoff: thermische Desorptionsspektroskopie

Zur Untersuchung der Bindungsstärke des absorbierten Wasserstoffs in den Defekten des additiv gefertigten Materials wurden Desorptionsspektren an den in dieser Arbeit hergestellten Proben bei Aufheizraten von  $6\text{ K/s}$ ,  $10\text{ K/s}$ ,  $15\text{ K/s}$  und  $20\text{ K/s}$  gemessen. Die Spektren wurden von Mario Huber (Fraunhofer IWM in Freiburg) aufgezeichnet. Für Details zur Methode siehe Abschnitt 3.8 oder Referenzen [288–290]. Ein beispielhafter Verlauf der Messdaten eines Experiments mit einer Aufheizrate von  $10\text{ K/min}$  ist in Abbildung 4.37 dargestellt. Hier ist der Ionenstrom gegen die Probentemperatur aufgetragen. Der Verlauf zeigt zwei deutlich getrennte Peaks. Der erste kleinere Peak (1) kann dem diffusiblen Anteil des Wasserstoffs [359] zugeschrieben werden, welcher mit einer Bindungsstärke von  $E_{diff} \approx 7\text{ kJ/mol}$  [360, 361] nur schwach gebunden vorliegt.

Diese Beobachtung, kombiniert mit der erhöhten Diffusionsgeschwindigkeit des Wasserstoffs durch das zelluläre Versetzungsnetzwerk des AM-Materials lässt den Schluss zu, dass diffusibler Wasserstoff in den Zellwänden vorliegt. Wie bereits in 3.8 erläutert, lässt sich hieraus leider keine Aussage über die Konzentration des Wasserstoffs in den Zellwänden ableiten.

Der größere Peak ab  $200^\circ\text{C}$  ist verschieden starken Bindungszuständen des Wasserstoffs an Defekte im Material zuzuordnen [205]. Er lässt sich nicht hinreichend genau durch einen einzelnen mathematischen Peak beschreiben, sodass zwei Gaussfunktionen angepasst wurden (2 und 3). Die Spektren der anderen Aufheizraten sind im Anhang unter Abschnitt B.4 in der Abbildung B.2 dargestellt, sie ähneln qualitativ dem Verlauf in Abbildung 4.37.

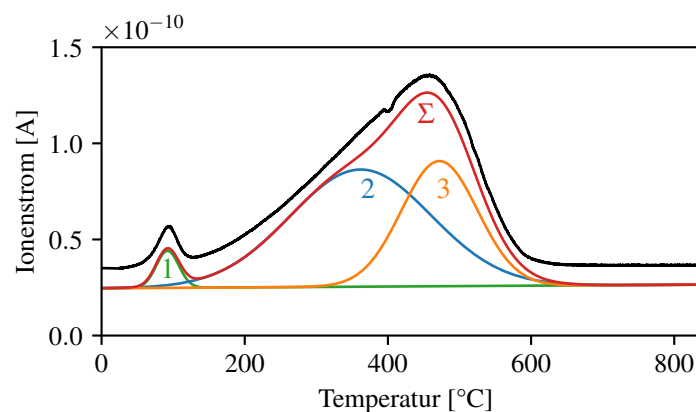


Abbildung 4.37: Verlauf der Desorptionsrate mit drei angefitzten Gauss-Peaks (Darstellung mittels Python, Fitting mittels OriginLab OriginPro2022) und der Summenkurve eines TDS-Experiments mit einer Aufheizrate von  $10\text{ K/min}$ , die Fits wurden für eine verbesserte Übersichtlichkeit mit einem Strom-Versatz von  $10^{-11}\text{ A}$  aufgetragen. 1: diffusibler Anteil des absorbierten Wasserstoffs, 2 und 3 an Versetzungen gebundener Wasserstoff.

An alle Verläufe wurden je 3 Gauss-Peaks angepasst. Die Peakpositionen wurden weiter genutzt, um die Bindungsenergien des Wasserstoffs an die Defekte des Materials zu bestimmen, wie in [187, 362] beschrieben. In Abbildung 4.38 ist die Auswertung der Peakpositionen der vier Aufheizraten zur Bestimmung der Defekt-Bindungs-Energie  $E_T$  der beteiligten Defekte nach der Methode von Lee et al. [289, 290] dargestellt, für Details zur Auswertemethode siehe Kap. 3.8. Die Defekte für beide ange-

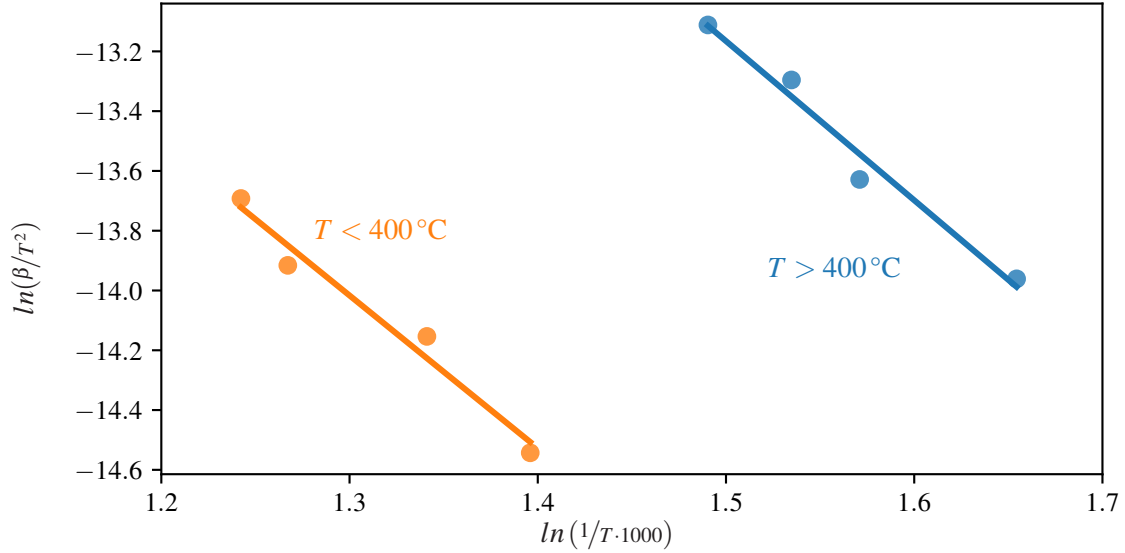


Abbildung 4.38: Doppellogarithmische Auftragung zur Bestimmung der Bindungsenergien von Wasserstoff in den Defekten des additiv gefertigten 316L [289, 290]. Die **blauen Datenpunkte** entsprechen den Positionen der angepassten Peaks (2) bei  $T < 400^\circ\text{C}$ , die **orangenen Datenpunkte** (3) bei  $T > 400^\circ\text{C}$

passten Peaks haben jeweils eine Energie zur Freisetzung des Wasserstoffs  $E_T$  von  $E_T = 42 \pm 5 \text{ kJ/mol}$  und  $E_T = 44 \pm 5 \text{ kJ/mol}$ <sup>5</sup>. Die Bindungsenergie des Wasserstoffs an den jeweiligen Defekt  $E_B$  folgt nun aus:  $E_T = E_B + E_{Diff}$ , mit der Energie für die reguläre interstitielle Diffusion  $E_{diff}$  von etwa  $7 \text{ kJ/mol}$  [360, 361]. Die Bindungsenergien betragen somit  $E_B = 35 \pm 5 \text{ kJ/mol}$  und  $E_B = 37 \pm 5 \text{ kJ/mol}$ .

Die TDS-Untersuchungen haben gezeigt, dass in dem in dieser Arbeit additiv gefertigte und beladene 316L-AM der Wasserstoff sowohl diffusibel, sichtbar am ersten Peak bei  $100^\circ\text{C}$  in Abb. 4.37, als auch gebunden in Defekten, sichtbar am großen Peak ab  $200^\circ\text{C}$ , vorliegt. Entsprechende Peakpositionen wurden von Escobar et al., Wilson et al. und Oudriss et al. für konventionelle Materialien bestätigt [205, 359, 363].

Der an und in den Defekten gefangene Anteil des Wasserstoffs lässt sich anhand der gemessenen Energien sowohl Stufenversetzungen als auch Korngrenzen zuordnen [192, 196]. Dieser Beitrag ist vom

<sup>5</sup> Fehler folgt direkt aus dem Fit.

zellulären Netzwerk, welches die hohen Diffusionskoeffizienten ermöglicht hat, zu differenzieren. Wasserstoff kann an Versetzungen, auch im Zell-Netzwerk getrappt werden, diffundiert aber zum Teil auch hindurch. Silverstein et al. haben für konventionellen 316L Bindungsenergien von  $E_{Tdisl} = 32 \pm 2 \text{ kJ/mol}$  für Versetzungen und  $E_{TGB} = 43 \pm 0,5 \text{ kJ/mol}$  für Korngrenzen gefunden [192, 196].

Metalnikov et al. [364] berichten für 316L-AM Bindungsenergien von  $28 \pm 4 \text{ kJ/mol}$ , welche sie auf elastische Spannungsfelder oder Versetzungskerne zurückführen. Die zweite von Metalnikov et al. beobachtete Bindungsenergie beträgt  $62 \pm 5 \text{ kJ/mol}$ . Diese hohe Bindungsenergie führen sie auf das Versetzungsnetzwerk des 316L-AM zurück. Dies widerspricht zum Teil den Beobachtungen dieser Arbeit und auch den berichteten Werten in der Literatur, siehe hierzu auch Tab. 2.3. Eine derart starke Bindung würde auch dem beobachteten erhöhten Diffusionskoeffizienten widersprechen. Aus Sicht der vorliegenden Arbeit handelt es sich bei diesen tiefen Fallen möglicherweise um Poren, wobei auch die hierfür in Tabelle 2.3 diskutierten Energien noch zu niedrig erscheinen.

Aufgrund der erwarteten Versetzungsdichten ( $10^{15} \text{ m}^{-2}$  [82–84]) für additiv gefertigtes Material, ist anzunehmen, dass Versetzungen einen Teil des hier desorbierten Wasserstoffs bereitstellen. Silverstein et al. argumentieren auch, dass aufgrund der variierenden chemischen Zusammensetzung der Legierungen deutliche Abweichungen der Bindungsenergien zu erwarten sind.

#### 4.4.3 Absolute Wasserstoffgehalte

Um den absoluten Wasserstoffgehalt im elektrochemisch beladenen Probenmaterial festzustellen, wurden einige Proben mithilfe der Heißgasextraktion untersucht, vgl. Abschnitt 3.9. Hierzu wurden Probenfragmente nach dem durchgeführten Ermüdungs- oder Zugversuch analysiert. Die Probenfragmente wurden zuvor bis zu zwei Wochen, wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, in direktem Kontakt mit flüssigem Stickstoff gelagert, um die Effusion so gering wie sinnvoll realisierbar zu halten. Die Probenbruchstücke wurden mithilfe eines großen Seitenschneiders kurz vor der Analyse in passende Stücke zerteilt. Das unbeladene, additiv gefertigte Material enthielt im Mittel  $3 \pm 1 \text{ wppm}$  Wasserstoff. Im Mittel wurde im beladenen Material ein Wasserstoffgehalt von  $22 \pm 15 \text{ wppm}$  gefunden. Da das verwendete Gerät Elementrac ONH-p 2 erst kurz vor Ende der durchgeführten Untersuchungen zur Verfügung stand, wurden an 316L-AM nur 24 Einzelmessungen durchgeführt. Die recht hohe Standardabweichung von  $\pm 15 \text{ wppm}$  begründet sich aus der großen Schwankungsbreite zwischen den Einzelproben, welche sich teilweise erheblich in ihrer Form unterschieden. Außerdem variiert die Lagerdauer der Proben untereinander. Hier

wurde an den vorhandenen Proben kein direkter Zusammenhang beobachtet. Dies gilt es in nachfolgenden Studien eingehender zu untersuchen. Zusätzlich zum additiv gefertigten Material wurde auch beladenes konventionelles Material auf den absoluten Wasserstoffgehalt untersucht. Es wurde eine ebenfalls beladene, konventionelle Probe in drei Einzelmessungen analysiert, demnach enthielt sie  $18 \pm 5$  wppm Wasserstoff. Diese Probe wurde wie in Abschnitt 3.2 beschrieben für mindestens 90 Tage beladen.

Die durchgeführten Untersuchungen durch Heißgasextraktion haben gezeigt, dass in unbeladenem Material etwa  $3 \pm 1$  wppm Wasserstoff enthalten sind. An einzelnen Proben wurden beispielsweise Gehalte von  $19 \pm 10$  wppm und  $34 \pm 16$  wppm nachgewiesen, während andere kaum erhöhte Werte von  $12 \pm 1$  wppm aufwiesen. Da der Wasserstoffgehalt nicht für alle im Folgenden gezeigten Proben bestimmt wurde, wird in den jeweiligen Tabellen der Gehalt nur dann spezifisch angegeben, wenn eine Messung vorliegt. Für die übrigen Proben wird der gemittelte Wasserstoffgehalt von  $22 \pm 15$  wppm angenommen.

#### 4.4.4 Diskussion der Wasserstoffanalytik

Im Rahmen der Untersuchungen zur Wasserstoffanalytik wurde beobachtet, dass Wasserstoff in additiv gefertigtem 316L-AM deutlich schneller diffundieren kann als in konventionellem Material [200]. Dies wurde auch von Lin et al. [40] gefunden. Zudem wurde durch thermische Desorptionsspektroskopie gezeigt, dass der Wasserstoff sowohl diffusibel in den Zellwänden, als auch in den Defekten gebunden vorliegt. Die Gesamtgehaltsuntersuchungen durch Heißgasextraktion zeigten einen mittleren Wasserstoffgehalt für das additiv gefertigte Material von  $22 \pm 15$  wppm nach der Wasserstoffbeladung bei konstantem Potenzial. Die hohe stochastische Streuung rührt mutmaßlich von einer ungleichmäßigen Verteilung des Wasserstoffs im Probenmaterial her. Dies kann durch eine ungleichmäßige Porenverteilung begründet sein. Außerdem kann aufgrund der stark variierenden Probenformen der Wasserstoff während der Lagerung im flüssigen Stickstoff ungleichmäßig aus dem Probenmaterial heraus diffundiert sein. Die Messstrecken der Zugproben sind nach der Prüfung lange, dünne Stäbe, wohingegen die Enden der Zugproben weniger verformt sind. Hieraus ergeben sich teilweise deutlich unterschiedlich lange Diffusionswege. Zwischen der mechanischen Prüfung und der nachfolgenden Wasserstoffgehaltsmessung wurden die Probenfragmente bis zu zwei Wochen in flüssigem Stickstoff gelagert.



## 4.5 Wasserstoffeinfluss auf mechanische Eigenschaften

Um den Einfluss von Wasserstoff auf das mechanische Verhalten des additiv gefertigten 316L zu untersuchen, werden im Folgenden Zugversuche und Ermüdungsstudien an mit Wasserstoff beladenem Material vorgestellt. Die Wasserstoffbeladung wurde wie im Abschnitt 3.2 beschrieben durchgeführt. Die Ergebnisse sind jeweils in Bezug auf unbeladenes Material dargestellt. Im Fall der additiv gefertigten Proben wurden je Orientierung vier Proben, wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, mit Wasserstoff beladen. Im Fall der konventionellen Proben waren es je Orientierung drei aus dem Stab entnommene Proben. Zu jeder Orientierung sind ebenfalls Verfestigungskurven unbelasteter Proben dargestellt, um den Effekt durch den zugeführten Wasserstoff deutlicher herauszustellen. Im Folgenden werden alle Verfestigungskurven der beladenen Proben gezeigt.

### 4.5.1 SSRT - Zugversuche (SSRT) mit Wasserstoffeinfluss

Im Folgenden werden die Zugversuche an wasserstoffbeladenen Proben gezeigt. Zunächst an Proben aus konventionellem 316L und anschließend aus gedrucktem 316L-AM. Im Fall der additiv gefertigten Proben werden alle aufgenommenen Spannungs-Dehnungsverläufe gezeigt, eine Vorauswahl findet nicht statt. In Abbildung 4.39 sind Zugversuche an konventionellem Material dargestellt.

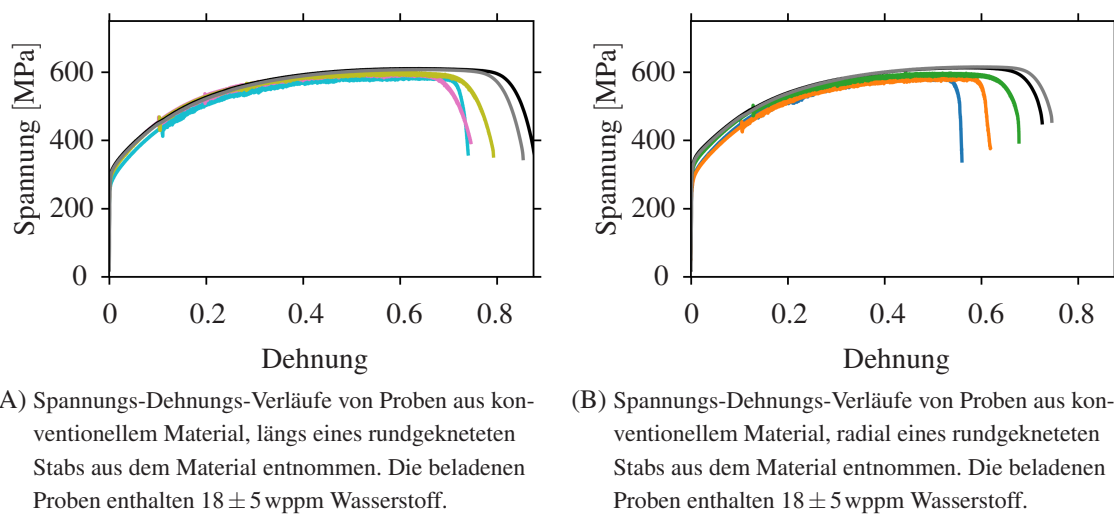


Abbildung 4.39: Wasserstoffeinfluss auf das Verformungsverhalten von konventionellem Material im SSRT-Zugversuch. Die Wasserstoffbeladung erfolgte elektrolytisch bei  $T = 50^\circ\text{C}$  für mehr als 90 Tage. Die beladenen Proben enthalten  $18 \pm 5$  wppm Wasserstoff.

Tab. 4.6 zeigt die mechanischen Kennwerte der Spannungs-Dehnungs-Verläufe aus Abb. 4.39.











Probentyp & Orientierung		Farbe	H-Gehalt in wppm	$R_M$ in MPa	$R_{R0,2}$ in MPa	$A$	$A_{GM}$	$A - A_{GM}$	$\sigma_{duct}$ in MPa
ohne H	longitudinal			610 ± 3	304 ± 2	0,877 ± 0,001	0,638 ± 0,001	0,238	255
				607 ± 3	300 ± 2	0,854 ± 0,001	0,626 ± 0,001	0,227	261
		18 ± 5	597 ± 2	300 ± 2	0,746 ± 0,001	0,576 ± 0,001	0,170	203	
mit H			18 ± 5	590 ± 2	273 ± 2	0,741 ± 0,001	0,610 ± 0,001	0,170	229
			18 ± 5	599 ± 2	273 ± 2	0,793 ± 0,001	0,570 ± 0,001	0,135	245
ohne H	radial			613 ± 3	326 ± 2	0,725 ± 0,001	0,564 ± 0,001	0,162	161
				615 ± 3	320 ± 2	0,745 ± 0,001	0,596 ± 0,001	0,149	159
mit H			18 ± 5	586 ± 3	280 ± 2	0,560 ± 0,001	0,501 ± 0,001	0,059	246
				587 ± 2	278 ± 2	0,618 ± 0,001	0,534 ± 0,001	0,084	208
				599 ± 2	312 ± 2	0,677 ± 0,001	0,443 ± 0,001	0,234	204

Tabelle 4.6: Wasserstoffeinfluss auf die mechanischen Kennwerte von konventionellem Material im SSRT-Zugversuch. Die Wasserstoffbeladung erfolgte elektrolytisch bei  $T = 50^\circ\text{C}$  für mehr als 90 Tage. Die beladenen Proben enthalten  $18 \pm 5$  wppm Wasserstoff.

Die Graustufen repräsentieren wieder Zugversuche an unbeladenem Material, die farbigen Verfestigungsverläufe sind von wasserstoffbeladenen Proben, diese enthalten im Mittel  $18 \pm 5$  wppm Wasserstoff. Da die Prüfkörper längs der Richtung eines Stabs und quer hierzu entnommen wurden, wird in der Abbildung zwischen longitudinal und radial unterschieden.

Es werden leicht reduzierte Bruchdehnungen und eine reduzierte Duktilität in der Einschnürung beobachtet. Es sind jedoch in der untersuchten Probenmenge keine spröden Brüche eingetreten. In longitudinaler Probenorientierung werden global die höheren Bruchdehnungen erreicht, ohne Wasserstoffbeladung brechen die Proben ab  $\varepsilon > 0,8$ , mit Wasserstoffbeladung um  $\varepsilon \approx 0,7$ . Im Fall der radialen Proben liegen beide Werte etwa  $\Delta\varepsilon = 0,1$  niedriger. Die Verfestigungskurven der wasserstoffbeladenen Proben verlaufen bis zur Einschnürung sehr ähnlich wie die der nicht beladenen Proben. In Abbildung 4.40 und Tabelle 4.7 sind die Verfestigungsverläufe von senkrecht zur Aufbaurichtung additiv gefertigtem Material dargestellt. Die schwarze und graue Kurve zeigen das Verhalten von unbeladenem (Wasserstoffgehalt:  $3 \pm 1$  wppm) Material, die farbigen Verläufe sind Spannungs-Dehnungskurven von Proben, die wie in Abschnitt 3.2 beschrieben mit Wasserstoff beladen wurden. Die beladenen Proben enthalten im Mittel  $22 \pm 15$  wppm Wasserstoff.

Bei den gezeigten Verfestigungsverläufen fällt besonders das Einsetzen der dynamischen Reckalterung auf, bei dem es zu einem Abfall der Spannung um etwa ein Drittel der Streckgrenze kommt. Der eingerahmte Bereich der Verfestigungskurve wurde in der eingesetzten Teildarstellung der Verfestigungskurve noch einmal vergrößert dargestellt. Bei der grau dargestellten Verfestigungskurve handelt es sich um eine nicht mit Wasserstoff beladene Probe.

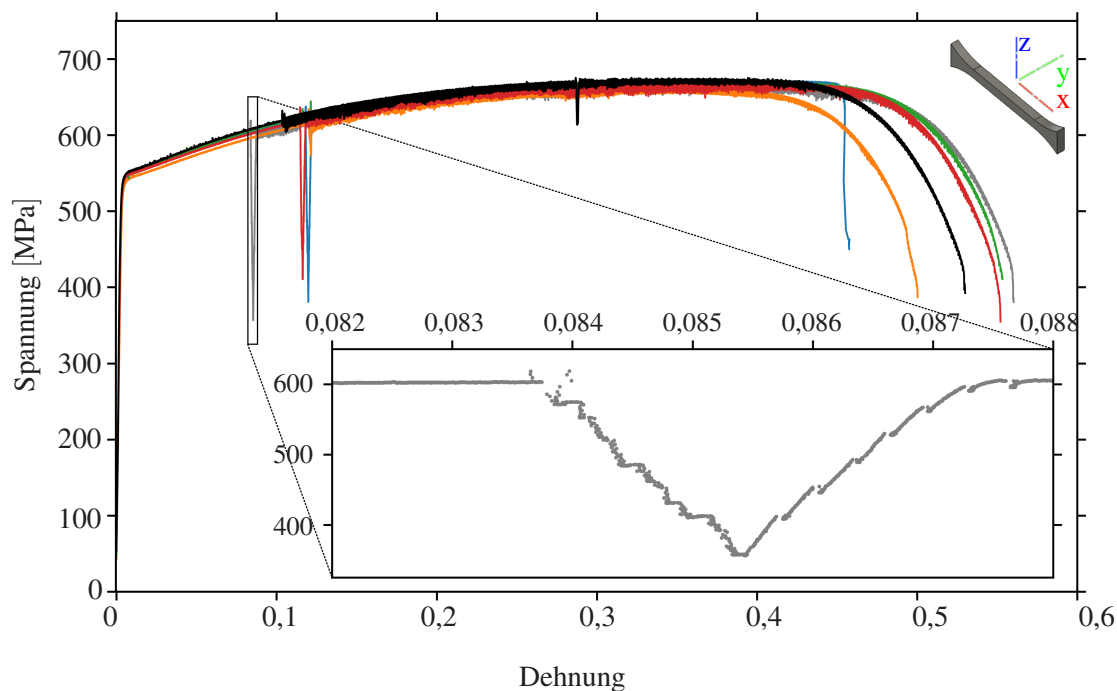


Abbildung 4.40: Verfestigungsverläufe der SSRT-Zugversuche von Proben aus additiv gefertigtem Material, das senkrecht zur Aufbaurichtung gedruckt wurde, siehe hierzu auch die Lageabbildung. Der Beginn des PLC-Effekts ist für eine der Proben vergrößert dargestellt. Der Wasserstoffgehalt einiger der Proben dieser Orientierung wurde bestimmt, für die Gehalte siehe Tabelle 4.7. Im Mittel über alle untersuchten wasserstoffbeladenen Proben wurde ein Wasserstoffgehalt von  $22 \pm 15$  wppm festgestellt. Die Wasserstoffbeladung erfolgte elektrolytisch bei  $T = 50^\circ\text{C}$  für mehr als 90 Tage. Die beladenen Proben enthalten im Mittel  $22 \pm 15$  wppm Wasserstoff.

Das beobachtete Phänomen lässt sich durch eine nahezu gleichzeitige Lösung vieler Versetzungen in verschiedenen Gleitsystemen von den Interstitutionsatomen erklären, die hierbei zu erwartenden Stufen im fallenden Ast des Spannungsverlaufs sind zu erkennen. Als Interstitutionsatome kommen sowohl Kohlenstoff, als auch Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff in Frage. Die Detailedarstellung in der Abb. 4.40 zeigt, dass sich einzelne Stufen in diesem Event erkennen lassen. Der PLC-Effekt scheint unabhängig von der Wasserstoffkonzentration einzutreten, da er auch bei unbeladenem Material (gezeigter grauer Verlauf) auftritt. Im detaillierten Vergleich des zackigen Spannungs-Dehnungsverlaufs lässt sich kein Unterschied zwischen beladenen und unbeladenen Proben erkennen.

Allgemein weichen die Verfestigungsverläufe dieser Orientierung nicht stark voneinander ab. Lediglich die plastische Verformung der Einschnürung erscheint bei den beladenen Proben in einem geringfügig kleineren Dehnungsintervall abzulaufen. Dieser Sachverhalt lässt sich besonders der Tabelle 4.7 anhand






Probentyp	Farbe	H-Gehalt in wppm	$R_M$ in MPa	$R_{P_{0,2}}$ in MPa	A	$A_{GM}$	$A - A_{GM}$	$\sigma_{duct}$ in MPa
ohne H		$3 \pm 1$	$675 \pm 3$	$547 \pm 2$	$0,530 \pm 0,001$	$0,321 \pm 0,001$	0,209	283
			$671 \pm 3$	$539 \pm 2$	$0,560 \pm 0,001$	$0,271 \pm 0,001$	0,289	291
mit H		$40 \pm 23$	$672 \pm 3$	$542 \pm 2$	$0,457 \pm 0,001$	$0,406 \pm 0,001$	0,051	212
		$17 \pm 3$	$661 \pm 3$	$535 \pm 2$	$0,500 \pm 0,001$	$0,339 \pm 0,001$	0,161	274
		$22 \pm 15$	$673 \pm 3$	$540 \pm 2$	$0,553 \pm 0,001$	$0,349 \pm 0,001$	0,204	262
			$669 \pm 3$	$541 \pm 2$	$0,552 \pm 0,001$	$0,377 \pm 0,001$	0,175	314

Tabelle 4.7: Erreichte mechanische Kennwerte im SSRT-Zugversuch von additiv gefertigtem Material, das senkrecht zur Aufbaurichtung gedruckt wurde. Die schwarz geschriebenen Wasserstoffgehalte wurden für die jeweiligen Proben bestimmt. Bei den übrigen Proben wird der errechnete Mittelwert des Wasserstoffgehalts dieses Probentyps in grau dargestellt.

des Parameters  $A - A_{GM}$  entnehmen. Dieser Parameter ist ein Maß für die Duktilität während der Einschnürung kurz vor dem Bruch. Zusätzlich wurde die Spannungsabnahme dieses Teilverlaufs der Verfestigungskurve in dem Parameter  $\sigma_{duct}$  ausgewertet. Hier fällt auf, dass im Fall der beladenen Proben geringere Einschnürdehnungen erreicht werden und vor dem Bruch weniger Spannungen abgebaut werden. Da der PLC-Effekt durch eine Erhöhung der Wasserstoffkonzentration, wie in Abb. 4.40 dargestellt, nicht verstärkt wird, ist davon auszugehen, dass hauptsächlich die anderen interstitiell gelösten Spezies die Versetzungen verankern, wie zum Beispiel Kohlenstoff oder Stickstoff.

In Abb. 4.41 sind die Verfestigungsverläufe von additiv gefertigtem 316L-AM dargestellt, welches in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Aufbaurichtung gedruckt wurde.

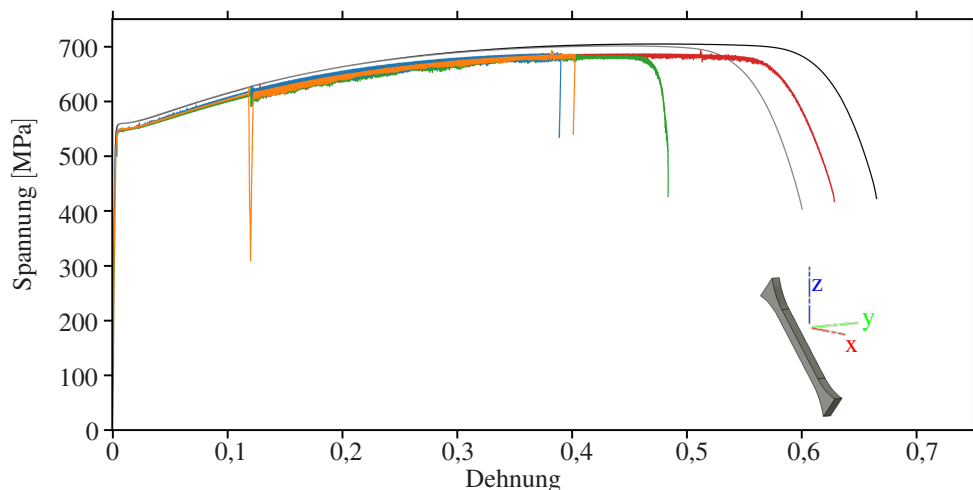


Abbildung 4.41: Verfestigungsverläufe der SSRT-Zugversuche von additiv gefertigten Proben mit einer Orientierung von  $45^\circ$  zur Aufbaurichtung. Der Wasserstoffgehalt (vgl. Tabelle 4.8) beträgt im Mittel  $22 \pm 15$  wppm. Die Beladung erfolgte elektrolytisch bei  $50^\circ\text{C}$  über mehr als 90 Tage. Der PLC-Effekt trat erneut auf, zwei der vier beladenen Proben versagten spröde nahe der Zugfestigkeit des unbeladenen Materials.






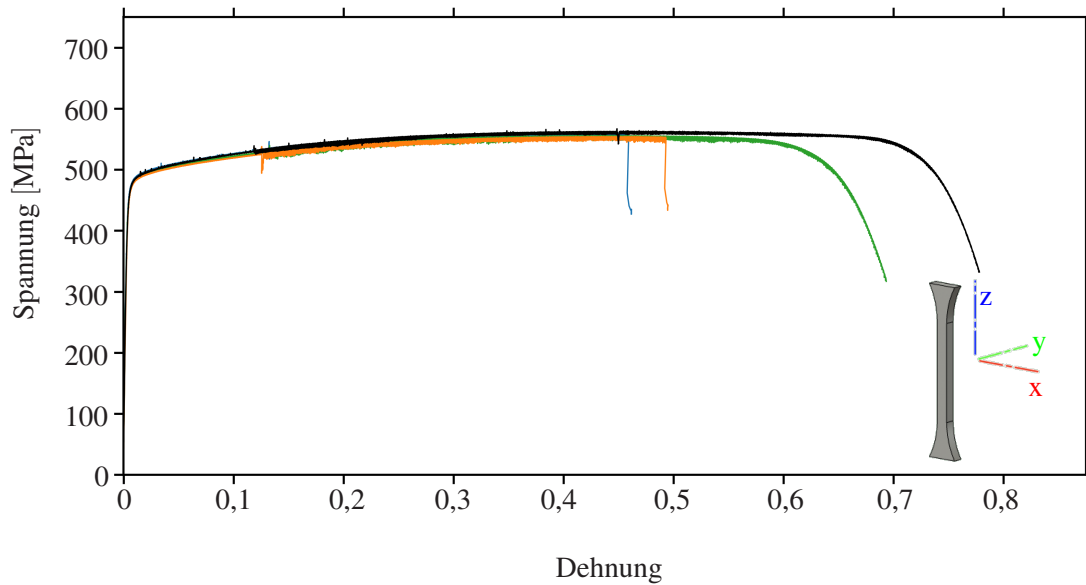
Probentyp	Farbe	H-Gehalt in wppm	$R_M$ in MPa	$R_{P_{0,2}}$ in MPa	$A$	$A_{GM}$	$A - A_{GM}$	$\sigma_{duct}$ in MPa
ohne H		$3 \pm 1$	$705 \pm 3$	$557 \pm 2$	$0,665 \pm 0,001$	$0,477 \pm 0,001$	0,188	282
			$701 \pm 3$	$556 \pm 2$	$0,600 \pm 0,001$	$0,446 \pm 0,001$	0,154	298
mit H		$22 \pm 15$	$689 \pm 3$	$542 \pm 2$	$0,390 \pm 0,001$	spröder Bruch		
			$693 \pm 3$	$545 \pm 2$	$0,402 \pm 0,001$			
		$13 \pm 1$	$693 \pm 3$	$544 \pm 2$	$0,628 \pm 0,001$	$0,512 \pm 0,001$	0,116	276
		$22 \pm 15$	$686 \pm 3$	$543 \pm 2$	$0,483 \pm 0,001$	$0,403 \pm 0,001$	0,080	221





Tabelle 4.8: Wasserstoffeinfluss auf die mechanischen Kennwerte des Zugversuchs von Proben, die in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Aufbaurichtung gefertigt wurden. Die Wasserstoffbeladung erfolgte elektrolytisch bei  $T = 50^\circ\text{C}$  für mehr als 90 Tage.

Die zuvor beschriebene Beobachtung der reduzierten Duktilität im Bereich der Einschnürdehnung wiederholt sich bei diesen Proben. Dies zeigt sich durch die stärkere Krümmung des Verlaufs der Kurven bei der Einschnürdehnung und den reduzierten Werten der Einschnürdehnung  $A - A_{GM}$  und des Spannungsunterschieds  $\sigma_{duct}$  in Tabelle 4.8. Vergleicht man die gezeigten Kennwerte mit denen aus Tabelle 4.7, fällt auf, dass das Bruchereignis noch ein klein wenig rascher zu verlaufen scheint, da die Einschnürdehnung der beladenen Proben in Tabelle 4.8  $A - A_{GM}$  noch kleiner ist. Dies lässt sich durch einen optischen Vergleich der Verfestigungskurven aus Abb. 4.40 und 4.41 leicht bestätigen. Die Anisotropie des Materials, wie sie über die Parameter der Zugfestigkeit  $R_M$  und der Streckgrenze  $R_{P_{0,2}}$  im Vergleich beider Tabellen auffällt, wird hier nicht genauer genannt, das Phänomen wurde bereits in Abschnitt 4.3.1 mit Abb. 4.22 und Abb. 4.23 vorgestellt. Zudem sind zwei der vier beladenen Proben spröde gebrochen. Die bereits erwähnte Ähnlichkeit der Verfestigungsverläufe zwischen beladenen und unbeladenen Proben bis zur Einschnürung trifft auch für diese Orientierung zu.

Abb. 4.42 zeigt die Spannungs-Dehnungsverläufe von additiv gefertigten Proben, welche parallel zur Aufbaurichtung gefertigt wurden.



(A) Verfestigungsverläufe der SSRT-Zugversuche von Proben aus additiv gefertigtem Material, das parallel zur Aufbaurichtung gedruckt wurde. Der Wasserstoffgehalt einiger der Proben dieser Orientierung wurde bestimmt, für die Gehalte siehe Tabelle 4.42B. Im Mittel über alle untersuchten wasserstoffbeladenen Proben wurde ein Wasserstoffgehalt von  $22 \pm 15$  wppm festgestellt.

Probentyp	Farbe	H-Gehalt in wppm	$R_M$ in MPa	$R_{P0,2}$ in MPa	$A$	$A_{GM}$	$A - A_{GM}$	$\sigma_{duct}$ in MPa
ohne H		$3 \pm 1$	$567 \pm 2$	$453 \pm 2$	$0,778 \pm 0,001$	$0,448 \pm 0,001$	0,330	235
mit H		$22 \pm 15$	$560 \pm 2$	$455 \pm 2$	$0,461 \pm 0,001$	spröder Bruch		
		$19 \pm 10$	$554 \pm 2$	$453 \pm 2$	$0,494 \pm 0,001$			
		$22 \pm 15$	$556 \pm 2$	$450 \pm 2$	$0,693 \pm 0,001$	$0,365 \pm 0,001$	0,328	239

(B) Erreichte mechanische Kennwerte im SSRT-Zugversuch von additiv gefertigtem Material, das parallel zur Aufbaurichtung gedruckt wurde. Die schwarz geschriebenen Wasserstoffgehalte wurden für die jeweiligen Proben bestimmt. Bei den übrigen Proben wird der errechnete Mittelwert des Wasserstoffgehalts dieses Probentyps in grau dargestellt.

Abbildung 4.42: Wasserstoffeinfluss auf Verformungsverhalten von Proben, die parallel zur Aufbaurichtung gedruckt wurden. Die Wasserstoffbeladung erfolgte elektrolytisch bei  $T = 50^\circ\text{C}$  für mehr als 90 Tage. Auch an diesen Spannungs-Dehnungskurven ist der PLC-Effekt zu beobachten, zwei der drei mit Wasserstoff beladenen Proben brechen spröde bei Spannungen in Höhe von etwa der Zugfestigkeit des unbeladenen Materials. Die duktil gebrochene Probe, die mit Wasserstoff beladen wurde, weist bei gleicher Orientierung eine um 0,085 geringere Dehnung bis zum Bruch auf als das unbeladene Material.

Zwei der mit Wasserstoff beladenen Proben brachen spröde bei Spannungen nahe der Zugfestigkeit der unbeladenen Probe bei Dehnungen von 0,46 beziehungsweise 0,49. Im Fall der duktil gebrochenen Probe ist eine Reduktion der Bruch- und Gleichmaßdehnung um 0,09 bzw. 0,08 zu beobachten. Der Spannungs-Dehnungs-Verlauf der schwarzen, unbeladenen Probe und der grünen, beladenen Probe verläuft jedoch sehr ähnlich.

**Bruchflächen der additiv gefertigten Proben nach dem Zugversuch** Im Folgenden werden einige Beobachtungen anhand exemplarischer Bruchflächen von additiv gefertigten Proben diskutiert.

Im Regelfall liegt die Bruchfläche rechtwinklig zur Zugrichtung, in einigen Fällen kann man bei den mit Wasserstoff beladenen Proben sekundäre kleine Risse an der Oberfläche im Bereich der Einschnürung beobachten. Abbildung 4.43 vergleicht die Form der Dimpel zweier Bruchflächen additiv gefertigter Proben.

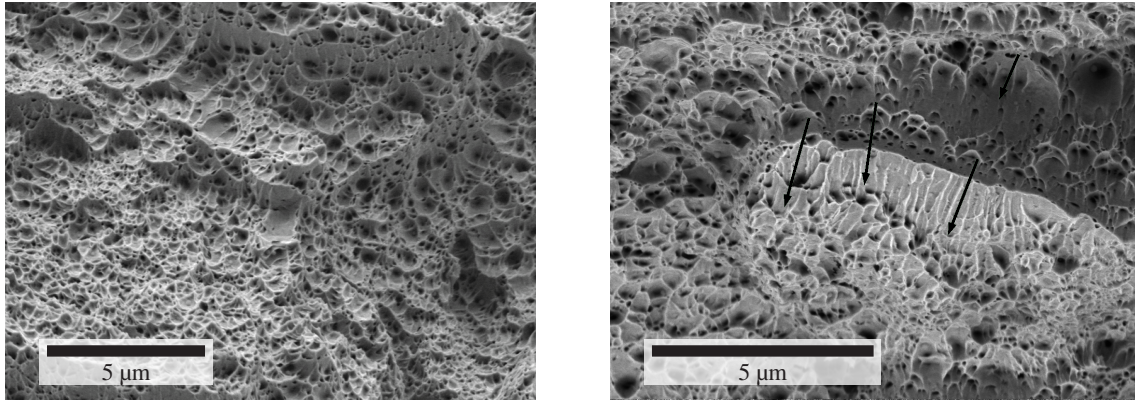


Abbildung 4.43: Änderung der Form der Dimpel an den Bruchflächen additiv gefertigter Proben durch Wasserstoff. In der linken Teilabb. sind die nahezu kreisrunden Dimpel einer unbeladenen Probe gezeigt (Abb. 4.20), in der rechten die teilweise länglichen Dimpel (mit Pfeilen markiert) einer mit Wasserstoff beladenen Probe (orange Kurve in Abb. 4.41). Bei unbeladenen Proben wurden keine länglichen Dimpel beobachtet.

In der linken Hälfte der Abbildung 4.43 sind die nahezu kreisförmigen Dimpel einer additiv gefertigten, unbeladenen Probe zu erkennen. In der rechten Hälfte der Abbildung 4.43 sind teilweise längliche Dimpel zu erkennen, diese Probe (orange Kurve in Abb. 4.41) wurde mit Wasserstoff beladen. Diese Änderung der Form der Dimpel bei wasserstoffbeladenen austenitischen Stählen wird in der Literatur für konventionelles Material ebenfalls diskutiert [365–368]. Marchi et al. [365, 368] argumentieren, dass interstitieller Wasserstoff im Rissausbreitungsprozess die Nukleation von Hohlräumen an zusätzlichen Defekten ermöglicht und dies die Ursache für die leicht veränderte Rissausbreitung ist. Die Autoren [366–368] argumentieren, dass die längliche Form der Dimpel daher rührt, dass sich die Hohlräume, die später die Dimpel bilden, auch an Scherbändern und nicht, wie im unbeladenen Fall, hauptsächlich an Einschlüssen bilden.

Abbildung 4.44 zeigt die Bruchfläche einer additiv gefertigten Probe, welche nicht mit Wasserstoff beladen wurde, nach dem Zugversuch.



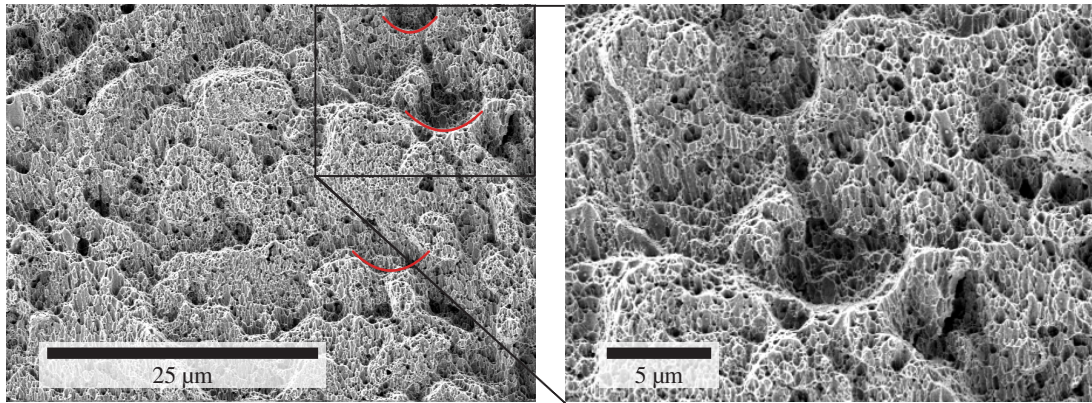


Abbildung 4.44: typische Dimpelbruchoberfläche einer additiv gefertigten Probe, welche nicht mit Wasserstoff beladen wurde, nach dem Zugversuch. Man erkennt ausschließlich halbrunde Vertiefungen mit Dimpeln.

Diese Bruchfläche zeigt mit Dimpeln belegte halbrunde Vertiefungen von etwa  $5\,\mu\text{m}$  bis  $10\,\mu\text{m}$  Größe, welche ebenfalls mit Dimpeln belegt sind, siehe hierzu auch die Vergrößerung in der rechten Bildhälfte der Abb. 4.44. Diese größeren Vertiefungen sind in Abb. 4.44 durch rote Linien verdeutlicht. Die Literatur erklärt deren Entstehung durch das Zusammenwachsen mehrerer kleiner Hohlräume (eng.: microvoids), wie bereits in Abschnitt 4.3.1 erläutert. Die kleinen Hohlräume entstehen durch Spannungslokalisierung an Fremdphasenpartikeln oder Einschlüssen. Eine Bildung am Martensit in der verzwilligten austenitischen Matrix wäre ebenfalls denkbar. Interstitieller Wasserstoff kann die Nukleation der Hohlräume durch Intensivierung der lokalisierten plastischen Deformation an weiteren Defekten ermöglichen [365–368]. Die Schmelzbadgrenzen sind deutlich größer, daher sind diese als Grund für diese Vertiefungen eher auszuschließen. Die kleinen Vertiefungen bzw. Dimpel in der Bruchoberfläche sind von der Größenordnung vergleichbar mit der zellulären Substruktur, daher ist anzunehmen dass die Substruktur sich während der plastischen Verformung mit verformt. Die Zellen werden entlang der Zugrichtung in die Länge gezogen, was den Durchmesser reduziert. Das heißt auch, dass während der plastischen Verformung in der Einschnürlänge die Versetzungsnetzwerke maßgeblich den Versetzungsaufbau und damit die Morphologie der Bruchoberfläche beeinflussen.

Abb. 4.45 zeigt die Bruchfläche einer additiv gefertigten Probe, welche vor der mechanischen Prüfung mit Wasserstoff beladen wurde. Im gezeigten Ausschnitt der Bruchfläche sind etwa  $10\,\mu\text{m}$  große Risse, sogenannte Sekundärrisse (durch Pfeile hervorgehoben) erkennbar.

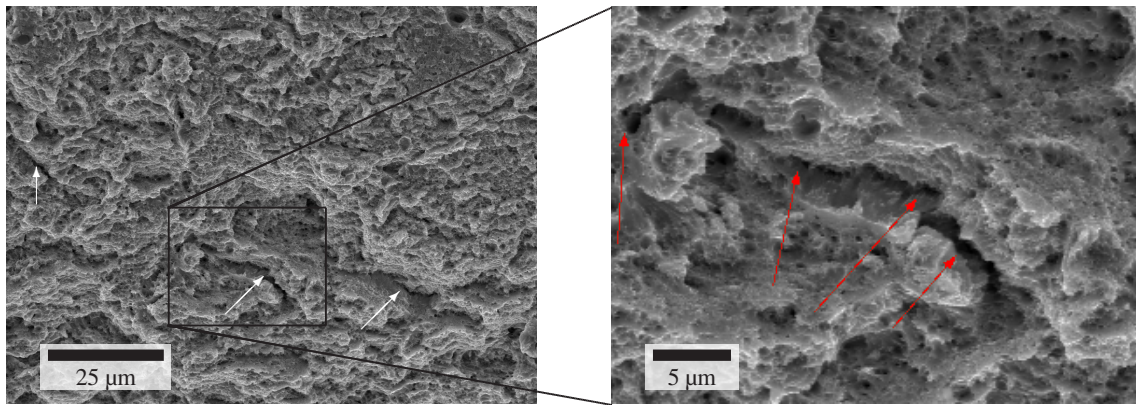


Abbildung 4.45: Bruchfläche einer additiv gefertigten und wasserstoffbeladenen Probe mit Sekundärrissen und unregelmäßig geformten Dimpeln, mit vergrößerter Ansicht eines der Sekundärrisse. An der scharf gezackten Kante und im Grund des Risses sind weitere Hohlräume der Dimpelbildung erkennbar.

Diese Risse entstehen ebenfalls durch das Zusammenwachsen von sehr kleinen Hohlräumen, was an den scharf gezackten Kanten dieser Risse erkennbar ist. In der Literatur führen mehrere Autoren das Verhalten ebenfalls auf das Zusammenwachsen der Hohlräume an lokal erhöhter Dehnung durch sich überschneidende Scherbänder zurück [365, 369, 370]. Der in Abb. 4.45 gezeigte Sekundärriss hat eine Kontur, die einer Kreisbogenkette gleich kommt. Im Innern des Risses sind schwarze Hohlräume zu erkennen, wie durch den roten Pfeil hervorgehoben. Daher ist in diesem Fall von zusammengewachsenen Hohlräumen als Mechanismus zur Bildung dieses Sekundärrisses auszugehen.

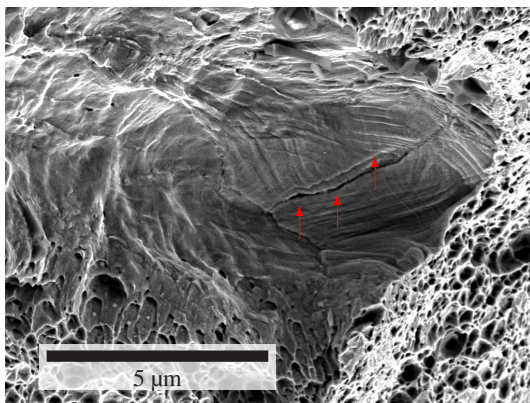


Abbildung 4.46: Bruchfläche mit flachen, facettenartigen Strukturen, intergranularer Bruch mit oberflächlichen Verwerfungen durch Scherbänder oder Zwillinge [200, 371]. Rot: Sekundärriss

Abbildung 4.46 zeigt ein Merkmal, welches in dieser Art ausschließlich auf Bruchflächen von wasserstoffbeladenen Proben beobachtet wurde. Auf den Bruchflächen lassen sich zwischen den Dimpeln größere Bereiche beobachten, in denen ebenere Strukturen als die Dimpel zu erkennen sind. Auf diesen Flächen sind stufenartige Strukturen erkennbar. An einigen Stellen kann man wie

in Abb. 4.46 eine Anordnung der Stufen im  $60^\circ$ -Winkel erahnen. Dieser Winkel kann, wie bereits in Abschnitt 2.2.1 ausformuliert, auf Zwillinge hinweisen. In der Literatur werden ähnliche Beobachtungen

einem intergranularen Bruch zugeordnet [200, 372]. Ob es sich hier um einen Spaltbruch an einer Zwillingsgrenzfläche handeln könnte, lässt sich anhand dieser Datenlage nicht endgültig bewerten. Die wäre durch EBSD-Untersuchungen zu zeigen, falls diese an dieser rauen Oberfläche möglich sind. Die Präparation einer TEM-Lamelle und Studie der gefundenen Orientierungen wäre auch denkbar. Teile dieser Stufen auf der glatten Oberfläche könnten ebenfalls auf Verwerfungen durch Scherbänder zurückzuführen sein, wie Bertsch et al. sie ebenfalls in Querschnitten aufzeigen [371], dies würde lokal zu einem Sprödbbruch führen. Der ebenfalls erkennbare Sekundärriss auf dieser Oberfläche hat eine deutlich von Abb. 4.45 abweichende Kontur und Form. Sein Verlauf könnte entlang einer Zwillingslamellen (siehe auch Abb. 4.17) entstanden sein, durch weitere überlappende Zwillinge wird der Riss wiederholt umgelenkt [372]. Ein Beitrag durch den durch lokale Überlappung von Zwillingen und Scherbändern gebildeten Martensit wäre ebenfalls denkbar [372].

### Einfluss von Wasserstoff auf die Martensitbildung beim Zugversuch

Bei zunehmender Konzentration interstitiellen Wasserstoffs reduziert sich die Stapelfehlerenergie in austenitischen Stählen (siehe hierzu Abschnitt 2.2.1 [137–139]). Die Stapelfehlerenergie entscheidet maßgeblich über den Verformungsmechanismus, daher wurde die Martensitbildung an einer wasserstoffbeladenen Probe untersucht, siehe Abb. 4.47.

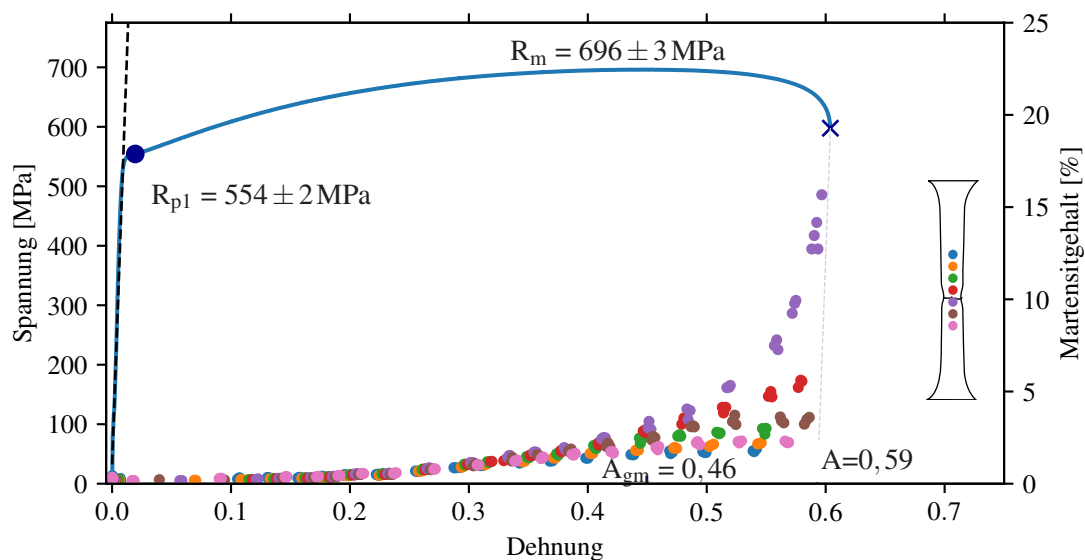


Abbildung 4.47: Martensitbildung im Zugversuch einer aus der Gasphase bei  $250^\circ\text{C}$  und  $160 \text{ bar} = 1,6 \cdot 10^7 \text{ Pa}$  für 4 Tage mit Wasserstoff beladenen Zugprobe. Zu Beginn enthält die Probe keinen nachweisbaren Martensit, mit zunehmender Dehnung steigen die Martensitgehalte an allen Positionen der Probe. An einigen Positionen steigt der Martensitgehalt stärker als an anderen. Bereits vor Beginn der Einschnürung lässt sich anhand des höchsten Martensitgehalts an der violetten Position erkennen, wo die Probe brechen wird.

Bei sich stark ändernder Stapelfehlerenergie wäre beispielsweise ein früherer und intensiverer Anstieg des Martensitgehalts zu erwarten [137–139].

Hierzu wurde ein Experiment wie das aus der vorher gezeigten Abbildung 4.30 mit einer aus der Gasphase ( $250^\circ\text{C}$ ,  $160\text{ bar} = 1,6 \cdot 10^7\text{ Pa}$  für 4 Tage) mit Wasserstoff beladenen größeren Zugprobe bei einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}/\text{s}$  durchgeführt, siehe auch Kap. 3.6.1. Diese Probe enthielt  $26 \pm 4\text{ wppm}$  Wasserstoff. Abbildung 4.47 zeigt den entsprechenden Verfestigungsverlauf und die lokalen Martensitgehalte. An dieser Probe wurde an vielen Positionen (farblich unterschieden) der Martensitgehalt bestimmt. Hier wird der Martensitgehalt experimentell über seinen Ferromagnetismus in der paramagnetischen Matrix nachgewiesen, für Details siehe Abschnitt 3.6.

Zu Beginn des Zugversuchs ist der Martensitgehalt an allen Positionen nahezu 0. Ab  $\epsilon = 0,1$  steigt der Martensitgehalt an allen Messpositionen linear an. Das bedeutet, dass die plastische Verformung in der Probe homogen verläuft. Ab  $\epsilon = 0,35$  lässt sich bereits erkennen, dass der Martensitgehalt nicht mehr gleichmäßig ansteigt, die violett gefärbte Position zeigt deutlich das stärkste Wachstum. Das Phänomen der nur in der Einschnürung lokal verstärkten Martensitbildung, das zuvor in Abbildung 4.30 erkennbar war, ist somit auch hier zu sehen. Zusätzlich ist bereits deutlich vor der Zugfestigkeit klar zu erkennen, dass der Martensitgehalt an der Stelle des späteren Bruchs lokal erhöht ist, zum Vergleich siehe Abb. 4.30 und 4.47. Der Martensitgehalt in der Einschnürlänge ist geringer als in der Vergleichsprobe ohne Wasserstoff. Das bedeutet, dass in der Einschnürung eine geringere Gesamtdeformation stattgefunden hat. Die mechanischen Kennwerte  $R_{p1}$  und  $R_m$  des additiv gefertigten 316L sind gegenüber der unbeladenen Probe leicht erhöht. Zusätzlich ist die Einschnürung und die Duktilität kurz vor dem Bruch ein wenig reduziert. Die Streckgrenze  $R_{p1}$  erhöhte sich um  $19\text{ MPa}$  von  $535 \pm 2\text{ MPa}$  auf  $554 \pm 2\text{ MPa}$ . Die Zugfestigkeit  $R_m$  ist um  $25\text{ MPa}$  von  $671 \pm 3\text{ MPa}$  auf  $696 \pm 3\text{ MPa}$  gesteigert. Dieser Effekt könnte aufgrund einer Mischkristallhärtung durch den zugeführten Wasserstoff entstanden sein.

Die Duktilität der Einschnürung ist erneut reduziert, bei der Probe ohne Wasserstoff betrug die Einschnürungsdehnung  $A - A_{gm}$   $0,18$ , im Fall der wasserstoffbeladenen Probe ist diese Einschnürungsdehnung auf  $0,13$  reduziert.

Die Betrachtung der Spannungen kurz vor dem Bruchereignis zeigt, dass im Fall der Probe ohne Wasserstoff die technische Spannung von der Zugfestigkeit noch um  $\sigma_{duct} = 139\text{ MPa}$  sinkt. Im Fall der wasserstoffbeladenen Probe ist diese Spannungsabnahme auf  $\sigma_{duct} = 98\text{ MPa}$  reduziert. Aus diesen Beobachtungen kann man schlussfolgern, dass die Duktilität durch den interstitiellen Wasserstoff leicht reduziert wird.

Vergleicht man die Martensitgehalte bei gleicher Dehnung, fällt kein signifikanter Unterschied auf: Bei einer Dehnung von  $\epsilon = 0,4$  wird in der unbeladenen Probe ein Martensitgehalt zwischen  $1,8\text{ Vol\%}$  und



2,2 Vol% detektiert. In der mit Wasserstoff beladenen Probe sind es bei der gleichen Dehnung zwischen 1,4 Vol% und 2,1 Vol%. Bei einer Dehnung von  $\varepsilon = 0,5$  ergibt sich eine signifikante Spreizung der Werte, in der unbeladenen Probe werden zwischen 3,0 Vol% und 3,1 Vol% gemessen, während es in der beladenen Probe zwischen 1,7 Vol% und 5,3 Vol% sind. Diese Spreizung ist zum Teil auch der Tatsache geschuldet, dass die beladene Probe bei einer Dehnung von 0,5 bereits einschnürt und somit keine homogene plastische Verformung in der Messlänge der Probe mehr stattfindet. Um den Effekt des Wasserstoffs auf den Verformungsmechanismus und damit die Martensitbildung zu untersuchen, wurden in den Abbildungen 4.48 und 4.49 eine Gegenüberstellung der Verläufe der Martensitbildung entwickelt.

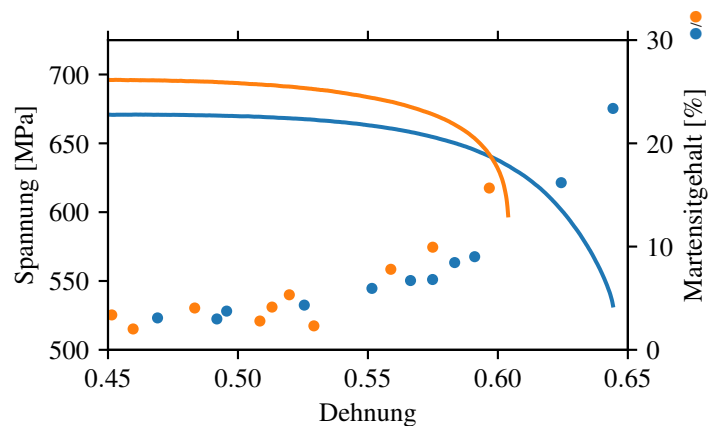


Abbildung 4.48: Übersicht über die Spannungs-Dehnungsverläufe und die Martensitbildung einer unbeladenen und einer mit Wasserstoff beladenen additiv gefertigten Zugprobe. Es ist zu erahnen, dass durch die Präsenz von interstitiellem Wasserstoff nicht mehr Martensit gebildet wird. Aufgrund von größeren Dehnungen in der Einschnürung, siehe blaue Kurve, bildet sich mehr Martensit.

Die Abb. 4.48 zeigt gesondert den Verfestigungsverlauf ab Beginn der Einschnürung der beladenen und der unbeladenen Probe<sup>6</sup> mit den jeweiligen Martensitgehalten, dargestellt durch Datenpunkte.

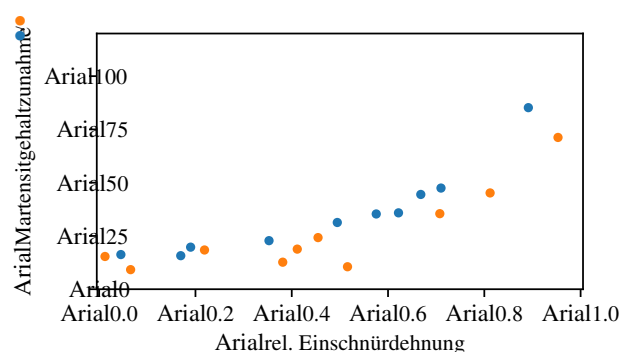


Abbildung 4.49: Relative Martensitgehaltszunahme des 316L-AM, bezogen auf die relative Einschnürdehnung. Hier ist zu erkennen, dass die Anwesenheit des interstitiellen Wasserstoffs nicht signifikant die Martensitbildungsrate im Bereich der Einschnürung beeinflusst.

<sup>6</sup> Verfestigungsverlauf siehe Abb. 4.30

Die Abb. 4.49 stellt die in Abb. 4.48 in angepasster Normierung dar. Die Dehnungsachsen wurden auf 1 normiert zwischen dem Beginn der Einschnürung und dem Bruch. Es wird die relative Steigerung des Martensitgehalts aufgetragen. Die gezeigte Abbildung verdeutlicht durch die nahezu parallelen Verläufe, dass im Verlauf der Einschnürung der Anstieg des Martensitgehalts keine deutliche Änderung durch die Anwesenheit von Wasserstoff zeigt. Das heisst, dass in der verkürzten Einschnürdehnung der mit Wasserstoff beladenen Probe trotzdem etwa die gleiche Art der plastischen Verformung stattfindet wie im Fall der unbeladenen Probe. Dies entspräche einer Erhöhung der Plastizität durch den interstitiellen Wasserstoff. Daher ist anzunehmen, dass der gebildete Martensit nicht der Auslöser der Versprödung des 316L-AM ist. Hong et al bestätigen dies in ihren Studien [372]. Zudem scheint der Effekt durch den interstitiellen Wasserstoff auf die Stapelfehlerenergie so gering zu sein, dass der grundlegende Verformungsmechanismus erhalten bleibt.

### **Diskussion Wasserstoffeffekt im Zugversuch**

Die Zugversuche der mit Wasserstoff beladenen additiv gefertigten Proben zeigen nur kleine Unterschiede im Vergleich zum unbeladenen, additiv gefertigten Ausgangsmaterial. Es wurden leicht reduzierte Duktilitäten im Bereich der Einschnürung, wie in Abb. 4.40, 4.41 und 4.39 am Parameter  $A - A_{GM}$  verdeutlicht, beobachtet. Dieser Sachverhalt lässt sich ebenfalls mit bloßem Auge daran erkennen, dass die Verfestigungskurven ab Beginn der Einschnürung etwas stärker gekrümmt sind als im Fall von nicht mit Wasserstoff beladenen Proben. Dies ist Teil der Versprödung durch den interstitiellen Wasserstoff. In seiner Anwesenheit kommt es zur Nukleation von deutlich mehr Sekundärrissen und offenem Volumen im Bereich der Einschnürung (siehe 4.45 und 4.46). Dadurch werden Spannungen abgebaut, was sich durch einen stärkeren Abfall der Kurve äußert. Diese Beobachtung ist auch in der Literatur bereits durch Bertsch et al. diskutiert [371]. Die beobachtete leichte Veränderung der Bruchflächenmorphologie durch zusätzliche längliche Dimpel könnte darauf zurückzuführen sein, dass interstitielle Wasserstoffatome die Nukleation von Hohlräumen an anderen Positionen als im unbeladenen Fall ermöglichen, wie in einigen Publikationen diskutiert wird [365–368]. Dieses Phänomen lässt sich gut unter dem HELP-Mechanismus subsumieren.

Im Fall der größeren Proben, an denen in situ zum Zugversuch der Martensitgehalt bestimmt wurde, lässt sich zusätzlich durch einen Wasserstoffgehalt von  $26 \pm 4$  wppm eine Steigerung der Streckgrenze  $R_{P1}$  um 19 MPa und eine Steigerung der Zugfestigkeit  $R_M$  von 25 MPa beobachten. Bertsch et al. haben selbst bei extrem hohen Wasserstoffgehalten im Bereich von 120 wppm lediglich geringfügig stärkere Effekte festgestellt, jedoch gleichartige Erhöhungen der Kennwerte beobachtet [371].

### 4.5.2 Wasserstoffeinfluss auf die Materialermüdung

Im folgenden Abschnitt wird der Effekt der internen Wasserstoffversprödung auf das Materialermüdungsverhalten durch Ermüdungsversuche an mit Wasserstoff vorbeladenen Proben untersucht. Hierzu wurden 4-Punkt Wechselbiegeversuche an quaderförmigen Proben, wie in Abschnitt 3.4 beschrieben, durchgeführt. Abb. 4.50 zeigt die Wöhlerkurven von additiv gefertigten und plangeschliffenen Proben.

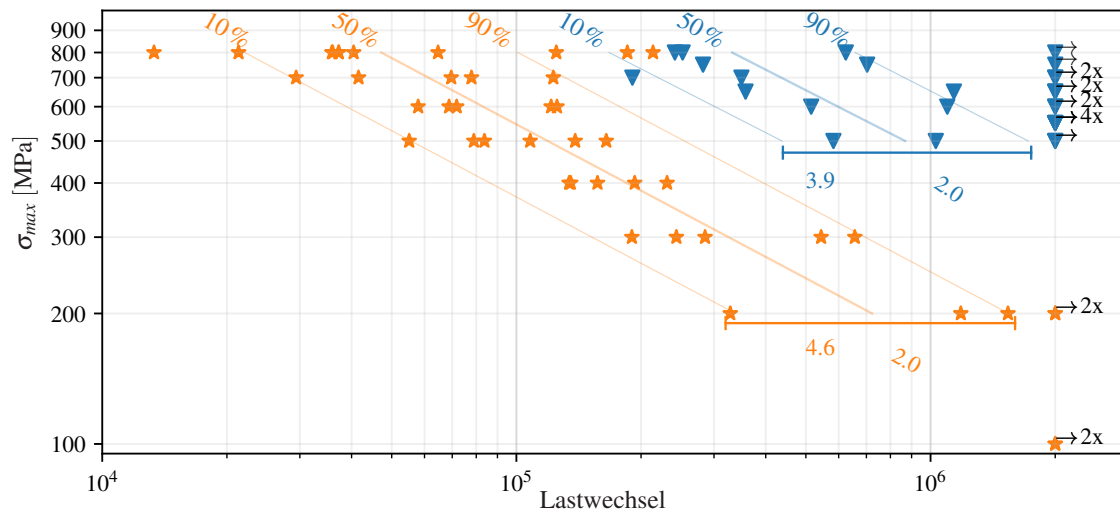


Abbildung 4.50: Wöhlerkurven von additiv gefertigtem und plangeschliffenem 316L. Die blauen stehenden Dreiecke ▼ beschreiben das unbeladene Ausgangsmaterial, die orangenen Sterne ★ sind die Datenpunkte des mit Wasserstoff beladenen Materials. Auswertung nach DIN50100 [166].

Die auf der Spitze stehenden blauen Dreiecke sind die Datenpunkte von unbeladenem Material, wie bereits in Abb. 4.31 dargestellt. Die andere Datengruppe beschreibt das Materialermüdungsverhalten gleich hergestellter, jedoch zusätzlich, wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, mit Palladium beschichteter und mit Wasserstoff beladener Proben. Es wurde eine Auswertung der Datenpunkte nach der DIN 50100 [166] durchgeführt. Für Details zur Auswertemethode siehe Anhang B.5 und Referenz [166]. Hieraus folgen die Streubreitenintervalle zwischen 10 % und 90 % Auftretenswahrscheinlichkeit. Die zugehörigen Wahrscheinlichkeitsgrenzen von 10 %, 50 % und 90 % sind ebenfalls aufgetragen.

Die Heißgasextraktionsuntersuchungen haben einen Wasserstoffgehalt von  $22 \pm 15$  wppm in den Proben festgestellt. Abbildung 4.50 zeigt eine deutliche Reduzierung der Lebensdauer des additiv gefertigten Materials durch den künstlich zugeführten Wasserstoff. Bei gleichem Spannungshorizont wird nur noch etwa ein Zehntel der Lastspiele erreicht. Dies lässt sich gut an den Datenpunkten des  $\sigma_{max} = 500$  MPa-Lasthorizont beobachten: das unbeladene Material erreicht zwischen  $10^6$  und  $2 \cdot 10^6$  (Durchläufer) Bruchlastspielen und das beladene Material bricht bereits nach etwa  $10^5$  Lastspielen. Die eingezeichneten 50%-Wöhlerlinien schneiden den Horizont bei  $9 \cdot 10^5$  Lastspielen für das unbeladene Material und bei



$10^5$  für das beladene Material. Um gleiche Bruchlastspielzahlen zu erreichen, müssen um etwa 400 MPa niedrigere Maximalspannungen angelegt werden. Die Auswertung der Ermüdungsversuche nach DIN 50100 [166] ergibt gleiche Neigungen für die Wöhlerlinie. Die einheitenlose Streuspanne ist für die wasserstoffbeladenen Proben mit 4,6 gegenüber dem Ausgangsmaterial 3,9 leicht erhöht. Die beladenen Proben überdauern die Grenzlasterlastspielzahl von  $2 \cdot 10^6$  Lastwechseln bei Maximalspannungen von  $\sigma_{max} = 200$  MPa. Das additiv gefertigte Ausgangsmaterial ohne Wasserstoff überdauert die Ermüdungsprüfung bei Maximalspannungen  $\sigma_{max}$  von 500 MPa.

**Einfluss von Oberfläche und interstitiellem Wasserstoff auf das Materialermüdungsverhalten** In Abb. 4.51 sind die Wöhlerkurven für additiv gefertigte Proben mit der rauen as-built Oberfläche dargestellt. Die Datenpunkte, die durch blaue Kreise ● markiert sind, repräsentieren die bereits in Abb. 4.31 durch die Kreise dargestellten unbeladenen Probenkörper.

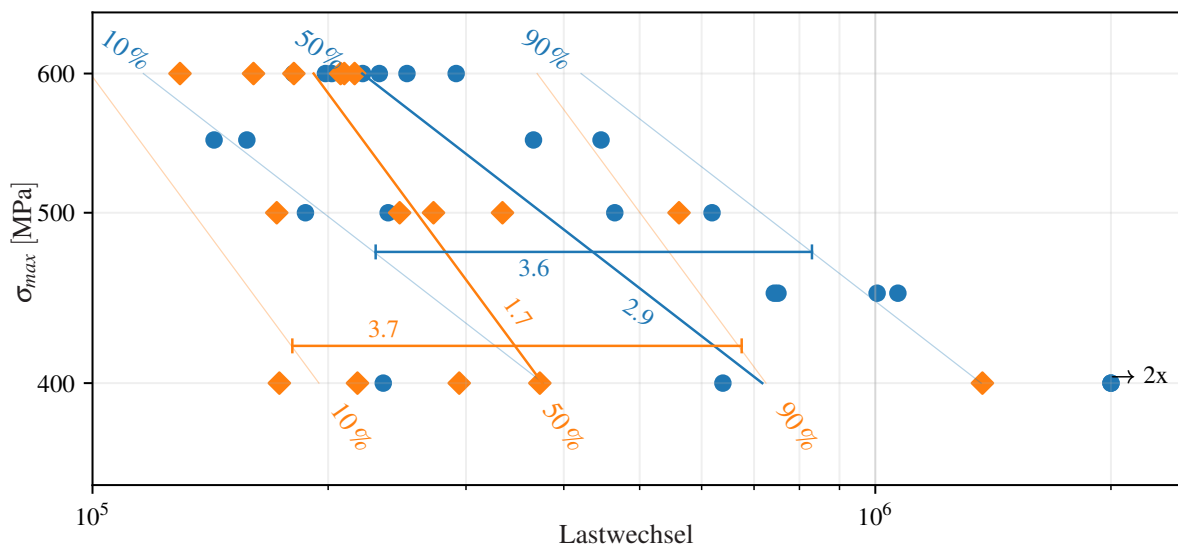


Abbildung 4.51: Wöhlerkurven von additiv gefertigten Ermüdungsproben in Endkontur mit rauer Oberfläche (siehe Abb. 3.12). Die blauen Kreise ● beschreiben das unbeladene Ausgangsmaterial, die orangefarbene Rauten ◆ sind die Datenpunkte des mit Wasserstoff beladenen Materials. Auswertung nach DIN50100 [166]

In dieser Abbildung dienen sie als Referenz, um den Effekt durch interstitiellen Wasserstoff deutlich zu machen. Die orangefarbene Rauten ◆ repräsentieren die, wie in Abschnitt 3.2 erläutert, mit Wasserstoff beladenen Probenkörper mit rauer Oberfläche. Die mittlere Rautiefe der Unterseite beträgt  $R_z = 74 \pm 20 \mu\text{m}$ , die Seiten- und Oberfläche ist mit  $R_z = 40 \pm 10 \mu\text{m}$  weniger rau (siehe Kap. 4.3.2). Zusätzlich zu den Datenpunkten sind wie in Abb. 4.50 die Anpassungen nach DIN50100 [166] mit den Streubreite-Intervallen von 10 %, 50 % und 90 % dargestellt. Für Details zur Auswertemethode siehe B.5 und [166].

In der Abbildung ist zu erkennen, dass das nicht nachbearbeitete und mit Wasserstoff beladene Material im Mittel geringfügig weniger Lastspiele bis zum Bruch überdauert als vergleichbare unbeladene Proben. Zum Beispiel werden bei  $\sigma_{max} = 400 \text{ MPa}$  im Mittel (siehe 50%-Wöhlerlinien) noch etwa  $3,5 \cdot 10^5$  Zyklen bei wasserstoffbeladenen Proben überdauert, im Vergleich zu etwa  $7 \cdot 10^5$  Lastspielen. Die einheitenlose logarithmische Streubreite bleibt mit 3,6 bzw. 3,7 nahezu unverändert, während sich die Krümmung der Zeitfestigkeitskurve von 2,9 zu 1,7 reduziert. Das bedeutet, dass bei gleichem Lastniveau deutlich weniger Lastspiele bis zum Bruch erreicht werden. In diesem Fall überlagert der Effekt durch den interstitiellen Wasserstoff und die dadurch verursachte Versprödung (vergleiche Abb. 4.50) mit dem Einfluss durch sehr raue und unbearbeitete Oberflächen, diese Überlagerung sorgt für die größere Streubreite.

### Wasserstoffeinfluss auf das Bruchverhalten und die Bruchflächenmorphologie der Ermüdungsproben

Im Folgenden wird das Bruchverhalten der wasserstoffbeladenen Ermüdungsproben erläutert, es wird sich hauptsächlich auf die nachbearbeiteten Proben beschränkt, da hier keine Überlagerung des Versprödungseffekts mit einem Beitrag durch eine raue Oberfläche überlagert.

Auf der makroskopischen Längenskala ist besonders aufgefallen, dass bei einem Großteil der mit Wasserstoff beladenen Proben Sekundärbrüche aufgetreten sind, siehe hierzu Abb. 4.52.

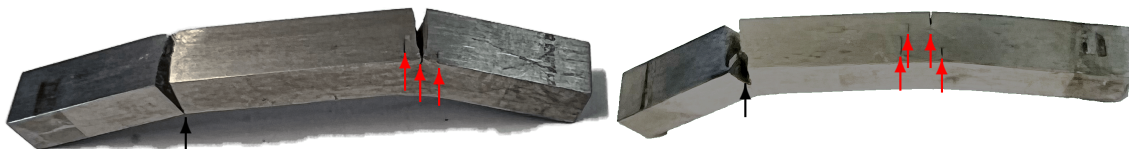
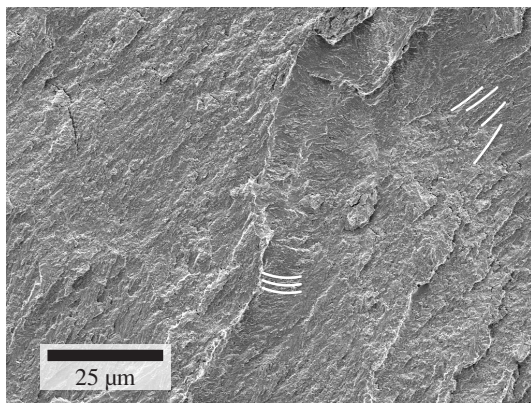


Abbildung 4.52: Bei den mit Wasserstoff beladenen Ermüdungsproben kommt es zur Bildung von Sekundärbrüchen. Beispielhafte Fotografien zweier Proben, bei denen die Sekundärbrüche besonders gut sichtbar sind. Der primäre Riss ist jeweils mit dem schwarzen Pfeil markiert, die sekundären Brüche mit roten Pfeilen. Hierbei handelt es sich um Proben aus nachbehandeltem additiv gefertigtem Material. Die Perspektiven der Fotografien lassen keine genaue bzw. zuverlässige Maßstabsangabe zu. Die Probenkörper sind 35 mm lang. Die Bildung von Sekundärbrüchen in Anwesenheit von Wasserstoff ist ein klares Indiz für Wasserstoffversprödung, in der Regel durch HEDE.

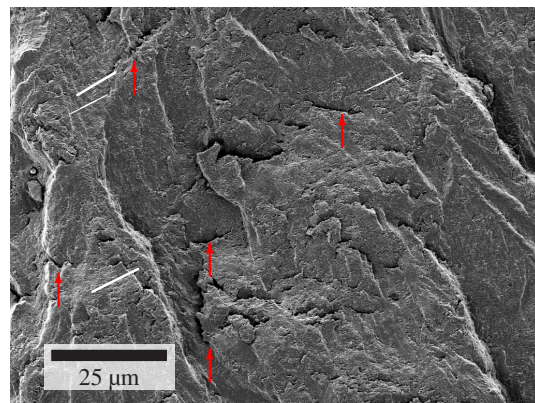
In der Abbildung sind die weniger offensichtlichen Sekundärbrüche durch rote Pfeile gekennzeichnet. Diese Sekundärbrüche sind teilweise nur oberflächliche Anrisse, welche jedoch in den nicht beladenen Proben nicht aufgetreten sind. In den Fällen, in denen die Orientierung der Sekundärrisse zur Oberfläche

einfach nachzuvollziehen war, wurde diese Orientierung bestimmt. In allen Fällen verlaufen die Risse nahezu rechtwinklig von den Oberflächen den Probenkörpers ins Material. Die Sekundärrisse treten gleichermaßen in den glatten, nachbearbeiteten Proben auf, wie in den rauen as-built-Proben.

Die nachfolgend gezeigten Bruchflächen sind exemplarisch gewählt und gehören zu zwei Ermüdungsproben. Die unbeladene Probe war einer maximalen Spannung von  $\sigma_m = 500 \text{ MPa}$  ausgesetzt. Die mit Wasserstoff beladene Probe wurde mit einer Spannungsamplitude von  $\sigma_m = 400 \text{ MPa}$  geprüft. Wie bereits im Abschnitt 4.3.2 dargestellt, sind im Fall der Ermüdungsbrüche einer unbeladenen Probe nur wenig ausgeprägte und nur leicht geordnete Rastlinien wie in Abb. 4.53A dargestellt und durch rote Linien hervorgehoben, erkennbar. Im Fall der wasserstoffbeladenen Probe, deren Bruchfläche in 4.53B abgebildet ist, ist bereits bei dieser Vergrößerung eine deutliche Ausrichtung der Rastlinien erkennbar. Diese Ausrichtung ist in beiden Bildern durch die weißen Linien verdeutlicht.



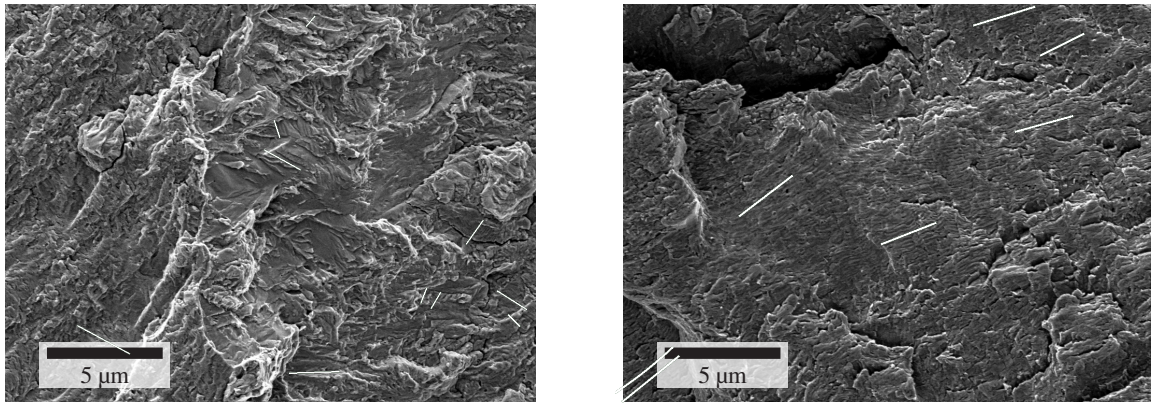
(A) Bruchfläche einer unbeladenen Ermüdungsprobe, kaum Rastlinien erkennbar, eine Vorzugsorientierung ist nicht zu erkennen.



(B) Bruchfläche einer mit Wasserstoff beladenen Ermüdungsprobe, deutliche Vorzugsorientierung der Rastlinien. Es treten sehr viele Sekundärrisse auf, einige sind mit roten Pfeilen hervorgehoben.)

Abbildung 4.53: Bruchflächen einer unbeladenen und einer beladenen 316L-AM-Probe: in Anwesenheit von Wasserstoff werden die Rastlinien (einige weiß hervorgehoben) deutlicher sichtbar und sind gleichmäßiger ausgerichtet.

Die Abbildung 4.54 zeigt die gleichen Bruchflächen der Proben aus Abb. 4.53 bei erhöhter Vergrößerung. In der linken Teilabbildung 4.54A ist die Bruchfläche der unbeladenen Probe erkennbar, erneut sind die Rastlinien nicht deutlich ausgeprägt, ebenso fehlt eine Vorzugsorientierung. Im Fall der mit Wasserstoff beladenen Probe in Abb. 4.54B ist eine deutliche Ausprägung und Vorzugsorientierung der Rastlinien erkennbar.



(A) kaum sichtbare und unregelmäßig orientierte Rastlinien auf der Bruchfläche einer unbeladenen 316L-AM-Probe. (B) Rastlinien mit deutlicher Vorzugsorientierung auf der Bruchfläche einer wasserstoffbeladenen Probe.

Abbildung 4.54: Vergrößerungen der Bruchflächen aus Abb. 4.53. In Anwesenheit von Wasserstoff werden die Rastlinien, die durch die periodische Rissausbreitung entstehen, deutlicher sichtbar und sind stärker ausgerichtet.

### Diskussion des Wasserstoffeinflusses auf die Materialermüdung des 316L-AM

Die Ermüdungsstudien an unbelastetem Material hatten bereits eine vereinfachte Rissbildung für die rauen, nicht nachbehandelten Probenkörper gezeigt, siehe hierfür Abb. 4.31 und Abschnitt 4.3.2. Anhand der Abbildung 4.51 ist erkennbar, dass Wasserstoff nur einen geringfügigen Effekt auf die Anzahl der Lastspiele zum Bruch der unbearbeiteten Proben hat. Die ohnehin schon einfache Rissbildung an randnahen Poren sowie insbesondere die Kerbwirkung der mit einer Rautiefe von bis zu  $R_z = 74 \pm 20 \mu\text{m}$  sehr rauen Oberfläche wird durch den zugeführten Wasserstoff die Rissbildung nur minimal verstärkt. Dies lässt sich insbesondere in Abb. 4.51 am nur leichten Wasserstoffeffekt des  $\sigma_{max} = 600 \text{ MPa}$ -Lasthorizont erkennen.

Im Kontrast hierzu stehen die Beobachtungen an nachbearbeitetem, additiv gefertigten Material. Diese Proben wurden aus dem Kern eines Übermaßkörpers gefertigt, alle randnahen Poren wurden entfernt und die Oberfläche ist mit einer mittleren Rautiefe von  $R_z = 2,1 \pm 0,7 \mu\text{m}$  sehr glatt. Die gezeigten Wöhlerkurven aus Abb. 4.50 zeigen eine um bis zu zwei Größenordnungen in der Bruchlastspielzahl bei gleicher Last reduzierte Lebensdauer der Proben durch die Wasserstoffbeladung. Bei den geschliffenen Probenkörpern haben unbeladene Proben bei gleicher Bruchlastspielzahl Maximalspannungen überdauert, die etwa 400 MPa höher waren als bei den beladenen Proben. Die stark unterschiedliche Intensität der beobachteten Effekte von glatten Proben mit den rauen nicht nachbearbeiteten Proben (vgl. Abbildungen 4.50 und 4.51) spricht für eine durch den interstitiellen Wasserstoff deutlich vereinfachte Rissinitiierung im Fall der geschliffenen Proben. Eine mögliche Ursache könnte in der Rekombination von Wasserstoff in randnahen Poren oder an der Grenzfläche von Einschlüssen liegen, was zu einem zusätzlichen Spannungsbeitrag durch den hydrostatischen Druck führt [107]. Die beobachtete Sekundärrissbildung weist



auf eine Dekohäsion nach der Rissinitiierung hin, daher liegt die Vermutung nahe, dass hieran HEDE beteiligt ist.

Das gezeigte Verhalten der durch Wasserstoff deutlich verstärkten Ausprägung der Rastlinien gegenüber dem unbeladenen Material wurde bei allen untersuchten Bruchflächen der additiv gefertigten Proben beobachtet. In der Literatur werden an konventionellem Material noch deutlichere Effekte der Bruchflächenmorphologie beobachtet [373, 374]. Dass im Fall der vorgestellten Arbeit bestenfalls nur leichte Effekte auf den Bruchflächen zu verzeichnen sind, kann folgende Gründe haben: Der durchschnittliche, durch Heißgasextraktion bestimmte Wasserstoffgehalt der in dieser Arbeit untersuchten Proben beträgt  $22 \pm 15$  wppm und ist damit im Vergleich mit den in der Literatur berichteten Wasserstoffgehalten nicht besonders hoch. In der Literatur werden häufiger Gehalte von mehr als 100 wppm angegeben. Zudem ist die gewählte Versuchs- und Probengeometrie der Vierpunktbiegung schonender für die Proben (siehe hierzu Abschnitt 3.4 und Abb. 3.13), als beispielsweise ein Ermüdungsversuch, bei dem jedes belastete Teilvolumen der Probe zyklisch Zug- und Druckspannungen erfährt. Dies wäre bei der Umlaufbiegung oder zyklischen Zug-Druckversuchen der Fall. In der Literatur werden häufig die Ergebnisse von Zug-Druck-Versuchen an konventionellem Material diskutiert [373, 375, 376].

Die Ausbildung von Sekundärbrüchen trat ausschließlich bei Proben mit vorhergehender Wasserstoffbeladung auf. Das Auftreten von Sekundärbrüchen wird ebenfalls häufig in der Literatur berichtet [216, 373, 377]. Nygren et al. haben in ihren Studien beobachtet, dass die Einwirktiefe der plastischen Verformung durch Wasserstoff nahe einer Rissspitze im Ermüdungsversuch deutlich tiefer ins Volumen der Probe hinein reicht [378]. Die vorliegenden Beobachtungen an additiv gefertigtem Material stimmen mit den in der wissenschaftlichen Fachliteratur diskutierten Ergebnissen von konventionellem Material gut überein. Baek et al., Mine et al. und Murakami et al. berichten ebenfalls bedeutende Reduktionen der Lebensdauer von Proben im Ermüdungsversuch in Anwesenheit von Wasserstoff oder nach einer Vorbelastung [375, 376, 379]. Bei deutlich höheren Wasserstoffgehalten von 83 wppm bzw. 109 wppm werden aber auch gegenteilige Beobachtungen berichtet [375, 376]. So beobachten Mine et al. bei diesen hohen Gehalten ein deutlich verringertes Rissöffnungsverhalten der Proben im Ermüdungsversuch. Auch Murakami et al. berichten, dass durch erhöhte Wasserstoffgehalte ab 109 wppm das Ermüdungsverhalten verbessert wurde [375, 376]. Hierfür machen Murakami et al. die ab einer kritischen Wasserstoffkonzentration erhöhte Streckgrenze vor einem sich öffnenden Riss verantwortlich, dieses Phänomen ist theoretisch auch auf additiv gefertigte Materialien übertragbar.

## 5 Zusammenfassende Diskussion

Die vorliegende Arbeit hat das Ziel, den Einfluss von Wasserstoff auf das Materialverhalten von additiv gefertigtem 316L zu untersuchen und einige der zugrunde liegenden Mechanismen zu ermitteln. Um dies hinreichend zu untersuchen, wurden Proben aus kommerziell erhältlichem Pulver an einer im Institut vorhandenen Anlage eigenständig gedruckt. Dieses Vorgehen erlaubt eine deutlich bessere Kontrolle über die Qualität der erhaltenen Proben, als dies bei einer Auftragsfertigung mit unbekannten und gegebenenfalls variierenden Ausgangsmaterialien und Druckparametern der Fall sein kann. Im Folgenden werden die Ergebnisse übergreifend diskutiert.

### 5.1 Ausgangspulver und Chemie des 316L-AM

Das Ausgangspulver ist von entscheidender Bedeutung über spätere Eigenschaften des gedruckten Materials [298, 299], daher wird im Folgenden kurz das Ergebnis der Pulvercharakterisierung diskutiert. Das erhaltene Pulver zeigt eine deutlich bimodale Korngrößenverteilung, die Partikelgrößen weichen zu deutlich kleineren Werten ab, als nach der Herstellerangabe erwartet, vgl. Abb. 4.2A. Einige wenige Pulverpartikel liegen als hohle Kugeln (siehe Abb. 4.3) vor, was später Porositäten in Bauteilen provozieren kann [302, 303]. Eine chemische Analyse (siehe Tab. 4.1) hat gezeigt, dass das Pulver die Norm des Werkstoffs 1.4404 [102] nicht erfüllt, da zu wenig Chrom enthalten ist. Daher wurde das Material in der ganzen Arbeit gemäß der ASTM-Norm A 249 [101] "316L" genannt. Bei additiv gefertigtem 316L wurde auf "316L-AM" konkretisiert.

Während der additiven Fertigung verringern sich die Legierungselementanteile des Chrom, Nickel und Mangan zusätzlich, siehe hierzu Tab. 4.3. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass der lokal sehr intensive Energieeintrag ( $10^{10} \text{ J/m}^3$ , siehe Tab. 4.2) ausreicht, um kurzzeitig deutlich höhere Temperaturen (Ansari et al. [380]: 3000 K) als die genannte Siedetemperatur von 316L zu erreichen [313, 381]. Auch unterhalb der Siedetemperatur haben Chrom, Nickel und Mangan in der flüssigen Phase einen sehr

hohen Partialdruck<sup>1</sup>, was zum Verlust durch Verdampfen beiträgt. Dies wird auch in der Literatur in [311, 383] gefunden. Eine Doppelbelichtung wurde getestet, jedoch aufgrund der deutlich verlängerten Fertigungszeit und der weiter erhöhten Verluste der zuvor genannten Elemente als unwirtschaftlich erachtet und verworfen.

## 5.2 Gefüge der additiv gefertigten Legierung

Die hier durchgeführten Parameterstudien zeigen, dass das Pulver die Fertigung von Probenkörpern mit sehr niedrigen Porositäten von unter 0,4 % ermöglicht (siehe Abb. 4.6). In der Literatur werden Porositäten von vergleichbarem Volumenanteil berichtet [384], mit circa 0,8 % werden auch leicht erhöhte Porositäten diskutiert [385, 386]. Die Gefügeanalyse zeigt ein für die additive Fertigung nach dem PBF-LM-Verfahren typisches Gefüge mit entlang der Aufbaurichtung des Bauteils länglichen Körnern, siehe hier Kap. 4.2.4 und Abb. 4.10. Die Abmessungen betragen bis zu etwa  $700\,\mu\text{m}$  parallel zur Aufbaurichtung und maximal  $60\,\mu\text{m}$  lateraler Ausdehnung (siehe Abb. 4.13B), daher entsteht eine längliche Kornmorphologie mit einem Aspektverhältnis von etwa 14 : 1. Die Kornausdehnung beträgt in der Aufbaurichtung bis zu dem etwa 28-fachen der Höhe einer einzelnen Pulverlage, ein epitaktisches Kornwachstum liegt somit vor. In der Aufbauebene entspricht die Korngröße etwa dem Schraffurabstand der Laserbahnen. Die Prozessführung durch Laserbahnen rotierender Ausrichtung in mehreren Lagen bedingt die Ausbildung von Schmelzbadgrenzen, welche sich in geätzten Schliffen sichtbar machen lassen, siehe hierzu Abb. 4.10A. Die genutzten Laserbahnabstände und Winkel der Rotation der Laserbahnausrichtung zwischen den Schichten lassen sich im Gefügebild eindeutig nachvollziehen. Am Rand der Schraffur ließ sich durch auslaufende Schmelzbereiche nachvollziehen, dass durch den abbremsenden Laser hier erhöhte Energiedichten ins Material eingebracht wurden, siehe hierzu Abb. 4.5. Die Rotation der Laserbahnausrichtungen in jeder Lage dürfte auch Ursache für die Korngröße in der Aufbauebene sein, da sich in jeder Lage die Erstarrungsrichtung des Schmelzbads ändert. Die bisher berichteten Eigenheiten des erzeugten Gefüges stimmen mit den in der Literatur gefundenen Strukturen gut überein [20, 80, 317–321].

---

<sup>1</sup> Partialdrücke der Elemente in einer 316-Schmelze nach [382] bei  $T = 1800\text{K}$ . Chrom 1,5 Pa, Nickel 0,1 Pa, Mn 0,1 Pa [382]



Bei höherer Vergrößerung lässt sich in den Körnern eine zelluläre Subkornstruktur aus Versetzungsnetzwerken beobachten, wie in den lichtmikroskopischen und rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen in Abb. 4.12A und 4.12B dargestellt. Die Subkornstrukturen liegen in einer zylindrischen Form vor, die Zellen sind bis zu etwa  $15\mu\text{m}$  lang und haben einen Durchmesser von etwa  $1\mu\text{m}$ . Die Zellwände bestehen aus Versetzungsnetzwerken, die Stärke der Zellwände lässt sich anhand der Abb. 4.12B nur mit etwa  $100\text{nm}$  abschätzen.

Diese Strukturen sind maßgeblich für die besonderen Materialeigenschaften von additiv gefertigten Bauteilen verantwortlich, Details hierzu werden im nachfolgenden Abschnitt erläutert.

Es bildet sich eine typische, jedoch mit einem Texturüberhöhungsfaktor von etwa 1,5 recht schwache Erstarrungstextur von  $[001]$  entlang der Aufbaurichtung aus, wie in den Orientierungskartierungen der Abbildungen 4.11, Abb.4.13B und der inversen Polfigur aus Abbildung 4.14 zu erkennen ist. In der Literatur werden qualitativ und quantitativ sehr ähnliche kristallografische Texturen berichtet [80, 317, 387]. Niendorf et al. zeigten, dass mit steigender Energiedichte aber auch eine intensivere  $[001]$ -Texturierung möglich ist [388]. Das Auftreten dieser für die additive Fertigung und Gusslegierungen typischer Textur ("Würfellage") resultiert unter anderem aus der raschen Erstarrung der Schmelze. Die Atome können sich in der recht rauen  $(100)$ -Ebene an deutlich mehr und tieferen Mulden anordnen [389, 390]. Bei langsameren Erstarrungsmodi, wie dem Sputtern dünner Schichten, haben die Atome genügend Zeit auf der dichtest gepackten und weniger rauen  $(111)$ -Ebene an der Oberfläche zu den Potentialmulden zu gelangen.

Im Rahmen der Untersuchungen an einigen Bruchflächen wurden kleinere Einschlüsse gefunden, siehe hierzu Abb. 4.21 und Abb. 4.35. Die beobachteten Einschlüsse sind zwischen  $0,5\mu\text{m}$  und  $5\mu\text{m}$  groß. Diese Einschlüsse könnten teilweise oxidische Schweißrückstände sein, welche beim Druckprozess nicht durch den Gasstrom oder die Pulverrakel entfernt wurden und im nächsten Druckvorgang im Bauteil eingeschmolzen wurden.

Porosität unterschiedlicher Ursache und Ausprägung wurde ebenfalls beobachtet. Gasporen mit einer Größe unter  $0,25\mu\text{m}$  lassen sich im gedruckten 316L-AM an Bauteilen anwendungsrelevanter Größe ( $<2\text{mm}$ ) nicht mehr mit konventioneller CT-Technologie auflösen.

### 5.3 Mechanisches Materialverhalten des additiv gefertigten 316L

Durch die additive Fertigung entsteht das oben beschriebene besondere Gefüge mit einer zellulären Subkornstruktur aus Versetzungsnetzwerken. Aufgrund dieser Zellwand - Struktur ist die Versetzungsbewegung deutlich eingeschränkt, daher ist ein abweichendes Verhalten des Materials bei mechanischer Belastung als im konventionellen Fall zu erwarten. Bei konventionellem Material ist die Versetzungsbewegung bei niedrigen plastischen Dehnungen zusätzlich zur Zwillingsbildung noch möglich, im additiv gefertigten Material wird die Versetzungsbewegung stark behindert. Dieser Zusammenhang lässt sich in Abb. 4.15 sowie im gesamten Kapitel 4.3 beobachten. Im Nachfolgenden wird im Detail auf das Verhalten im Zugversuch und bei der Materialermüdung eingegangen.

#### 5.3.1 Plastische Verformung im Zugversuch

Das Elastizitätsmodul als Steigung der Hookschen Gerade bei geringen Dehnungen zeigt eine Anisotropie, welche sich durch die Kornformverteilung (siehe Abb. 4.11 und Abb. 4.13B), kristallografische Textur (siehe Abb. 4.14) und die Anwesenheit der Schmelzbadgrenzen (siehe Abb. 4.10A) erklären lässt. Parallel zur Aufbaurichtung gefertigte Proben haben mit etwa 150 GPa den niedrigsten E-Modul und weisen die in Abb. 4.14 gezeigte  $\langle 100 \rangle$ -Fasertextur auf. Bei diesen Proben liegt die  $\langle 100 \rangle$ -Fasertextur parallel zur Zugrichtung vor, zudem sind die Körner sehr lang. Außerdem sind die Schmelzbadgrenzen rechtwinklig zur Zugrichtung angeordnet. Diese Faktoren tragen zu dem niedrigen Elastizitätsmodul bei. Für eine gleichverteilte (100)-Fasertextur wäre für den Austenit ein Elastizitätsmodul von etwa 130 MPa zu erwarten. Die hier beobachtete geringe Diskrepanz zwischen dem beobachteten und dem erwarteten Wert ist für den verwendeten Aufbau, der nicht auf eine präzise Bestimmung des E-Moduls abzielt, bemerkenswert. Für definitive Aussagen zum Elastizitätsmodul und seinen Einflussfaktoren sind zusätzlich zu den Zugversuchen Untersuchungen mittels Ultraschallphasenspektroskopie erforderlich. Diese dienen der experimentellen Präzisierung des Moduls. Des Weiteren sollte das elastische Modul unter Berücksichtigung der Kornform anhand der Orientierungsverteilungsfunktion aus EBSD-Daten berechnet werden.

Additiv gefertigte Proben erreichen gegenüber konventionellem Material deutlich erhöhte Streckgrenzen und Zugfestigkeiten (vgl. Abb. 4.15 und Kap. 4.3) aufgrund des zellulären Subkorngefüges, siehe auch Abb. 4.12. Versetzungen werden durch diese Struktur gepinnt, weshalb Versetzungsgleiten bei niedrigen plastischen Dehnungen nicht mehr stattfinden kann [78]. Der additiv gefertigte 316L kann daher nahezu ausschließlich über den Mechanismus der Zwillingsbildung plastisch verformen, was durch den Verlauf

der Kaltverfestigungskurve bestätigt wird, siehe hierzu Abb. 4.16. Verglichen mit kaltverfestigten austenitischen Stählen ist nur eine geringe Einbuße in der Duktilität des Materials zu verzeichnen, es werden Bruchdehnungen von bis zu 65 % erreicht, siehe hierzu Tab. 4.15B. Für das konventionelle Material zeigen Abb. 4.15 und 4.16 zunächst bei niedrigen Dehnungen vornehmlich Versetzungsbewegung, bevor bei höheren Dehnungen die Zwillingsbildung dominiert. Der Verlauf der Verfestigungskurven und die Gefügeuntersuchungen an additiv gefertigtem Material haben gezeigt, dass es bei der plastischen Verformung von 316L-AM bei geringen Dehnungen zu Versetzungsbewegung und Zwillingsbildung, bei höheren Dehnungen bis zur Einschnürdehnung zur Zwillingsbildung kommt, vgl. Abb. 4.16 und Abb. 4.17A. Die Bruchflächen der additiv gefertigten Zugproben zeigen einen für kubisch flächenzentrierte Materialien typischen Dimpelbruch, siehe. Kap. 4.3.1 und Abb. 4.20. Die Dimpel sind etwa  $1\text{ }\mu\text{m}$  groß, was nah der charakteristischen Größe des Versetzungsnetzwerks (siehe Abb. 4.12B) liegt, hier ist aufgrund der postulierten Behinderung der Versetzungsbewegung [20, 78] ein Zusammenhang zu vermuten. Aufgrund dieser Beobachtung liegt es nahe, dass im Bereich der Einschnürung die Versetzungsbewegung den vornehmlichen Anteil der plastischen Verformung ausmacht, wie auch an Abb. 4.19 zu erkennen ist. Die Dimpelstruktur zeichnet sich durch sphärische Vertiefungen mit scharfen Spitzen-Kämmen aus, die Dimpel haben eine Größe von ungefähr  $1\text{ }\mu\text{m}$ , siehe auch Abb. 4.21. Da die Dimpel und die Zellgröße des Versetzungsnetzwerks etwa die gleiche Größe aufweisen, liegt ein direkter Zusammenhang zur eingeschränkten Versetzungsbeweglichkeit nahe. Abbildung 4.21 zeigt zusätzlich oxidische Einschlüsse in den sphärischen Vertiefungen der Dimpelstruktur, woran die Hohlraumbildung des Rissmodus begonnen haben kann.

Im Rahmen der Zugversuche wurden Einflüsse durch die Orientierung der Proben zur Aufbaurichtung, Porosität und durch die gedruckte Oberfläche untersucht. Die Orientierung der Proben beeinflusst maßgeblich den Verlauf der Verfestigungskurven, siehe Abb. 4.22A. Besonders auffällig ist, dass die parallel zur Aufbaurichtung belasteten additiv gefertigten Probenkörper mit etwa 0,752 die höchsten Bruchdehnungen erreichen, jedoch leicht reduzierte Zugfestigkeiten aufweisen. Diese Beobachtungen lassen sich auf mehrere Effekte zurückführen. Die Körner sind, wie bereits oben diskutiert, entlang der Aufbaurichtung um ein Vielfaches länger als in der Bauebene. Darüber hinaus bildet sich eine leichte  $\langle 100 \rangle$ -Fasertextur parallel zur Aufbaurichtung aus. Diese Anisotropie lässt sich auch an Abb. 4.22 und Abb. 4.23 anhand der Elastizitätsmoduln beobachten. Die kristallografische Textur führt zu einer mechanischen Anisotropie, die durch die Kornformverteilung und den Einfluss der Schmelzbadgrenzen überlagert wird. Dies wird ebenso in der Literatur diskutiert [329, 332–336]. Die Anisotropie der Kennwerte der plastischen Verformung  $R_M$  und  $R_{p0,2}$  (vgl. Abb. 4.22) lässt sich anhand der in Abb. 2.5 gezeigten Orientierungsabhängigkeit des vorherrschenden Verformungsmechanismus erklären. Da in den parallel

zur Aufbaurichtung gefertigten Proben die für die Zwillingsbildung aktiven kristallografischen Ebenen zu einem geringeren Anteil günstig zur Zugrichtung orientiert sind, erfolgt in diesen Proben ein größerer Anteil der plastischen Verformung über Versetzungsgleiten. Im Fall der im  $45^\circ$  - Winkel zur Aufbaurichtung gefertigten Proben werden mit  $R_{p,0.2} = 557 \text{ MPa}$  die höchsten Streckgrenzen und mit  $R_m = 705 \text{ MPa}$  die höchsten Zugfestigkeiten unter allen untersuchten Orientierungen erreicht.

Ungünstige Lage und Form von Poren können das Bauteilverhalten unter mechanischer Belastung negativ beeinflussen. Bei ungünstiger Porenposition oder bei allgemein zu hoher Porosität ( $\Phi > 1\%$ ) kann es zu sehr sprödem Bruchverhalten kommen. Durch eine nicht ausreichende Überlappung der Schraffur des Bauteilkerns mit der Außenbahn kann ein Porensaum zwischen beiden Volumina entstehen. Dieser kann eine Kerbwirkung verursachen und dadurch nachteilige Effekte auf das mechanische Materialverhalten haben. Auch Gasporen im Kern des Materials können durch geometrisch bedingte Spannungsüberhöhungen die Probe schwächen. Dementsprechend wurde im Rahmen dieser Arbeit an gezielt porös gefertigten Proben sprödes Bruchverhalten beobachtet, siehe Abb. 4.24A. Unabsichtlich auftretende Porosität wurde auch beobachtet (Abb. 4.25). Einige Proben brechen porositätsinduziert spröde.

Der Einfluss der gedruckten Oberfläche wurde ebenfalls untersucht, siehe hierzu Abb. 4.26. Aufgrund der angehafteten Pulverpartikel wird der tatsächlich tragende Probenquerschnitt überschätzt und es resultieren um etwa 50 MPa geringere technische Spannungen. Erste Abschätzungen des Fehlers des Probenquerschnitts von 7,2 % erklären beispielsweise die Reduktion der scheinbaren Zugfestigkeit von 576 MPa auf 546 MPa im Vergleich zweier additiv gefertigter Proben, die sich nur durch die Oberfläche unterscheiden (siehe hierzu Kap. 4.3.1). Daher ist der beobachtete Effekt nicht real und nur auf die anhaftenden Pulverpartikel zurückzuführen. Die anhaftenden Partikel erzeugen keine Kerbwirkung, das Probenbruchverhalten ist identisch.

Bei extrem geringer Dehnrates ( $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ) lässt sich der Portevin-le-Chatelier (PLC)-Effekt beobachten. Es werden zackige Zugkurven in den Abbildungen 4.27 bis 4.28 beobachtet. Dieser Effekt ist auf Wechselwirkungsphänomene zwischen Interstitutionsatomen und mobilen Versetzungen zurückzuführen. Da der Effekt sich durch die Zugabe von Wasserstoff nicht verändert (siehe Abb. 4.40), kann dieser als die zu dem Effekt führende Interstitutionsatomspezies ausgeschlossen werden. Als mögliche Spezies für die Interstitutionsatome bleiben Kohlenstoff ( $\approx 0,012 \text{ w\%}$ , siehe Tab. 4.3) und Stickstoff ( $\approx 0,056 \text{ w\%}$ , siehe Tab. 4.3). Die Diffusionskoeffizienten bei Raumtemperatur betragen jeweils  $D_{C,RT} = 6,21 \cdot 10^{-29} \text{ m}^2/\text{s}$  [391] und  $D_{N,RT} = 1,03 \cdot 10^{-26} \text{ m}^2/\text{s}$  [392]. Ehrnström et al. zeigten eine Intensivierung des PLC-Effekts in 316L bei niedrigen Temperaturen durch eine Steigerung des Stickstoffgehalts. Aufgrund des hohen Stickstoffgehalts im 316L-AM dieser Arbeit und der höheren Mobilität des Stickstoffs, kann davon ausgegangen werden, dass Stickstoff den beobachteten PLC-Effekt auslöst.

Wie bereits in Kap. 2.2.1 beschrieben, kommt es in 316L bei höheren plastischen Dehnungen zur Bildung von  $\alpha'$ -Verformungsmartensit als Defektaggregat. Hierzu müssen lokal viele Stapelfehler als Scherbänder mit anderen Defekten überlappen. Hier bildet sich lokal eine kubisch raumzentrierte Struktur [132], welche durch ihre ferromagnetische Eigenschaft leicht detektierbar ist. Die Martensitbildung durch die plastische Verformung wurde mithilfe eines Feritscopes quantifiziert, vgl. Kapitel 4.3.1. Im Fall des untersuchten konventionellem Materials liegt bereits vor dem Zugversuch ein Martensitgehalt von 4 % vor, was aufgrund des Herstellungsprozesses des rundgeknetzten Rundstabs zu erwarten ist [393–395], siehe hierzu Abb. 4.29. Im Verlauf des Zugversuchs steigt der Martensitgehalt erst ab dem Maximum der Verfestigungskurve im Bereich der Einschnürung, siehe hierzu Abb. 4.29. Im Fall additiv gefertigter Proben liegt vor dem Versuch ein nahezu nicht messbarer Martensitgehalt vor, der im Verlauf der Verfestigung im plastisch verformten Bereich kontinuierlich mit der Dehnung ansteigt. Anhand des gemessenen Martensitgehaltes lässt sich bereits deutlich vor der Zugfestigkeit vermuten, in welchem Bereich der Messlänge der Probe es zur Einschnürung kommen könnte. Möglicherweise wird hier der Bereich der lokal intensivsten Verformung und damit der ausgeprägten Bildung des spannungsinduzierten Martensits detektiert [372]. Ab dem Beginn der Einschnürung steigt der Martensitgehalt nur noch im Bereich der Einschnürung, dafür sehr stark. Die plastische Verformung findet nach der Einschnürung somit nahezu ausschließlich lokal begrenzt im Bereich der Einschnürung statt. Hieran erkennt man auch, dass die Bildung von Martensit starke plastische Verformung benötigt.

### 5.3.2 Ermüdung

Die Materialermüdung stellt einen besonders wichtigen Anteil der durchgeführten Untersuchungen dar, weil reale Bauteile in der Regel zumindest zum Teil schwingenden Belastungen ausgesetzt sind. Verglichen mit plangeschliffenen Probenkörpern aus konventionellem Material brechen unbearbeitete, additiv gefertigte Proben bei gleicher Last bei etwa einer Größenordnung weniger Lastspielen, siehe Abb. 4.31. Gedruckte und nachbearbeitete Probenkörper tolerieren deutlich mehr Lastspiele bis zum Bruch, als die Proben aus konventionellem Material. Vergleicht man die Maximalspannungsniveaus bei konstanter Lastspielzahl zum Bruch, überdauern konventionelle Proben etwa 100 MPa und unbearbeitete gedruckte Proben etwa 250 MPa weniger als die additiv gefertigten und nachbearbeiteten Proben, siehe hierzu Kap. 4.3.2 und Abb. 4.31. Durch die Nachbearbeitung werden mögliche randnahe Poren (vgl. Abb. 4.7) entfernt. Insbesondere diese Poren begünstigen durch ihre Kerbwirkung eine randnahe Rissinitiierung durch lokale Spannungsüberhöhungen.

Mögliche Gründe für das in Abb. 4.31 beobachtete Verhalten der deutlich reduzierten Lastspielanzahl

bis zum Bruch sind analog zum Zugversuch die aus der Rauheit und den angehaftenden Pulverpartikeln resultierenden Messfehler, wodurch die Probenkörperquerschnitte überschätzt werden. Dies wurde bereits in der Literatur diskutiert [267, 396, 397].

Die dargestellte Reduktion in der Lebensdauer der additiv gefertigten Proben mit der rauen as-built Oberfläche und den randnahen Poren gegenüber nachbearbeitetem, additiv gefertigtem und konventionellem Material wird ebenfalls in der Literatur berichtet [100, 398–402].

An nicht mit Wasserstoff beladenen Proben wurde beobachtet, dass poröse Proben teilweise deutlich höhere Lastspielzahlen zum Bruch erreichen, als Proben mit geringerer Porosität, siehe hierzu Abb. 4.31. Der genaue Ursprung dieses Phänomens ist nicht klar, könnte jedoch auf die genaue Lokalisation der Poren in den einzelnen Proben zurückzuführen sein. So wäre eine Pore im Kern der Probe nahe der neutralen Faser als weniger kritisch zu bewerten als eine scharfkantige randnahe Pore im Zugspannungsbereich der Probe.

Mithilfe des Feritscopes wurden auch in einem unterbrochenen Schwingversuch Martensitgehalte gemessen, vgl. Kap. 4.3.2. Der nahezu nicht nachweisbare Grundgehalt steigt nur kurz vor dem Bruch lokal an, vgl. Abb. 4.32. Die lokalen Martensitgehalte lassen im gezeigten Beispiel etwa 10000 Lastspiele vor dem Bruch wieder Rückschlüsse auf den Ort des Bruchs zu, wie bereits im Kap. 4.3.2 und Kap. 5.3.1 diskutiert, siehe hierzu auch Abb. 4.32.

Die Bruchflächen zeigen einen transgranularen Bruch mit nur leicht ausgeprägten und wenig orientierten Schwingstreifen. Da die aufgebrachte Last nur indirekt auf die Spannung im Material schließen lässt (siehe hierzu Kap 3.4 und Abb. 3.13), lassen sich die aufgetragenen Maximalspannungsniveaus  $\sigma_{max}$  nicht direkt mit den Spannungshorizonten der Literatur vergleichen. Eine Umrechnung der Spannungsniveaus ist nur begrenzt sinnvoll, da im Schwingversuch jede Faser des Biegebalkens ein anderes Spannungsniveau erfährt (siehe Färbung in Abb. 3.13) und damit auch keine Vergleichbarkeit zu Ergebnissen aus Umlaufbiegungs- oder axialen Zug-Druck- bzw. Zugschwell-Versuchen gegeben ist. Die qualitativen Unterschiede und Tendenzen lassen sich jedoch sehr wohl mit den in der Literatur publizierten Ergebnissen vergleichen. Die in der Abb 4.31 beobachtete Steigerung der Bruchlastspielzahl zum Bruch durch das additiv gefertigte Gefüge im Vergleich zum konventionellen Material stellt eine bislang in der Literatur nicht in diesem Ausmaß dokumentierte Steigerung der Bruchlastspielzahl für 316L dar. Allgemein führt eine Steigerung der Streckgrenze (siehe Abb. 4.15) auch zu verbessertem Ermüdungsverhalten [403]. Die beobachteten Rastlinien auf den Bruchflächen ähneln den in der Literatur diskutierten Strukturen [400, 404, 405]. Die Rissinitiierung erfolgt auch in der Literatur häufig an Einschlüssen oder Fertigungsfehlern nahe der Oberfläche [400, 404–406].



## 5.4 Einfluss von Wasserstoff auf das Materialverhalten

Zur Untersuchung des Einflusses von Wasserstoff auf das Verhalten des additiv gefertigten 316L wurden die Probenkörper elektrochemisch mit Wasserstoff beladen, für Details zur Methode siehe Abschnitt 3.2. Durch Heißgasextraktion, vgl. Abschnitt 4.4.3 wurden in Probenfragmenten von zuvor beladenen und geprüften Ermüdungs- und Zugversuchsproben Wasserstoffgehalte im Bereich von  $22 \pm 15$  wppm nachgewiesen, siehe hierzu Abschnitt 4.4.3. Dieser Wert ist im Vergleich zu den in der Literatur diskutierten erreichbaren Wasserstoffgehalte etwas geringer. Dies kann den mit 0,7 V relativ niedrigen angelegten Potenzialen geschuldet sein, aber auch der teilweise recht langen Lagerung der Proben zwischen Beladung und mechanischem Test und nachfolgender Wasserstoffgehaltsbestimmung durch Heißgasextraktion. In unbeladenem Material wurden lediglich  $3 \pm 1$  wppm Wasserstoff nachgewiesen. Die gewählte Prozessführung der elektrochemischen Wasserstoffbeladung erwies sich damit als robuste Methode zur Beladung der Probenkörper mit Wasserstoff. Wasserstoffpermeationsversuche, wie methodisch in Abschnitt 3.7 vorgestellt, haben die in der Literatur bereits diskutierten erhöhten Diffusionskoeffizienten von Wasserstoff in additiv gefertigtem 316L von  $D_H = 7 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  bestätigt, siehe hierzu Abschnitt 4.4.1 [40]. Die beobachteten geringen Abweichungen zwischen dieser Arbeit und dem Literaturwert von  $D_{H,Lit} = 4,6 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  könnten mikrostrukturell begründet sein, da der diffusible Wasserstoffanteil nach Lin et al. hauptsächlich im zellulären Versetzungsnetzwerk vorliegt. Die hierfür relevanten Abmessungen sind stark von den Fertigungsbedingungen abhängig. Der beobachtete Diffusionskoeffizient von Wasserstoff ist für einen austenitischen Edelstahl um zwei bis vier Größenordnungen höher als für konventionell hergestelltes Material [40, 200]. Diese außergewöhnlich schnelle Diffusion des Wasserstoffs ist als kritisch zu bewerten, da in derselben Zeit deutlich größere Querschnitte vom Wasserstoff durchdrungen werden als nach den Werten des Diffusionskoeffizienten für konventionelles Material ursprünglich erwartet. Besonders bei schwingender mechanischer Belastung dieser Bereiche kann es dann deutlich früher als erwartet zu unerwartetem katastrophalem Versagen kommen.

Der künstlich zugeführte Wasserstoff kann an Defekte gebunden, häufig getrappt genannt, oder diffusibel in interstitiellen Gitterplätzen oder im Versetzungsnetzwerk vorliegen. Untersuchungen durch thermische Desorptionsspektroskopie, siehe Abschnitt 4.4.2 sowie Abb. 4.37 und Abb. 4.38 zeigten, dass der Wasserstoff hauptsächlich an Versetzungen und somit auch in den Zellwänden gebunden vorliegt. Ein diffusibler Anteil der Wasserstoffmenge, wurde ebenfalls nachgewiesen. Aufgrund der Beobachtungen des Permeationsversuchs mit dem nachgewiesenen hohen Diffusionskoeffizienten des Wasserstoffs im 316L ist anzunehmen, dass der Wasserstoff im zellulären Subkorn-Netzwerk teilweise schwach gebunden und teilweise diffusibel vorliegt.



### 5.4.1 Zugversuch

Die Verfestigungsverläufe der wasserstoffbeladenen additiv gefertigten Proben unterscheiden sich qualitativ nicht signifikant von denen der nicht beladenen Proben, siehe hierzu Kap. 4.5.1 und Abb. 4.39 bis Abb. 4.42. Es wurden jedoch leicht reduzierte Duktilitäten besonders nach Beginn der Einschnürung beobachtet, siehe hierzu  $A - A_{GM}$  in den Tab. 4.7, Tab. 4.8 und Tab. 4.42B.

**Mischkristallhärtung** Im Fall der besonders großen Zugproben (für die Erläuterungen zur Methode siehe Kap. 3.6.1 und Kap. 3.6, für die genannten Ergebnisse siehe Abb. 4.30 und Abb. 4.47), wurde durch Wasserstoffbeladung eine Steigerung der Streckgrenze und Zugfestigkeit im Vergleich zum nicht mit Wasserstoff beladenen Probenkörper beobachtet. Diese Beobachtungen wurden im Rahmen von Zugversuchen zur Untersuchung der Martensitbildung gewonnen. Diese Versuche wurden bei einer Dehnrates  $\dot{\epsilon}$  von  $10^{-3}/s$  durchgeführt, wie in Kap. 3.6.1 beschrieben. Alle anderen Zugversuche an wasserstoffbeladenen Proben wurden bei einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-5}/s$ , gemäß der ASTM G142-98 [263] durchgeführt. Die hier verglichenen Proben sind in einem Winkel von  $45^\circ$  zur Aufbaurichtung gefertigt. Die genannten Zugversuche mit höherer Dehnrates und der Messung des Martensitgehalts wurden nur an dieser Probenorientierung durchgeführt.

Zur besseren Übersicht wurden die Spannungs-Dehnungsverläufe in der Abb. 5.1 zusammengefasst.

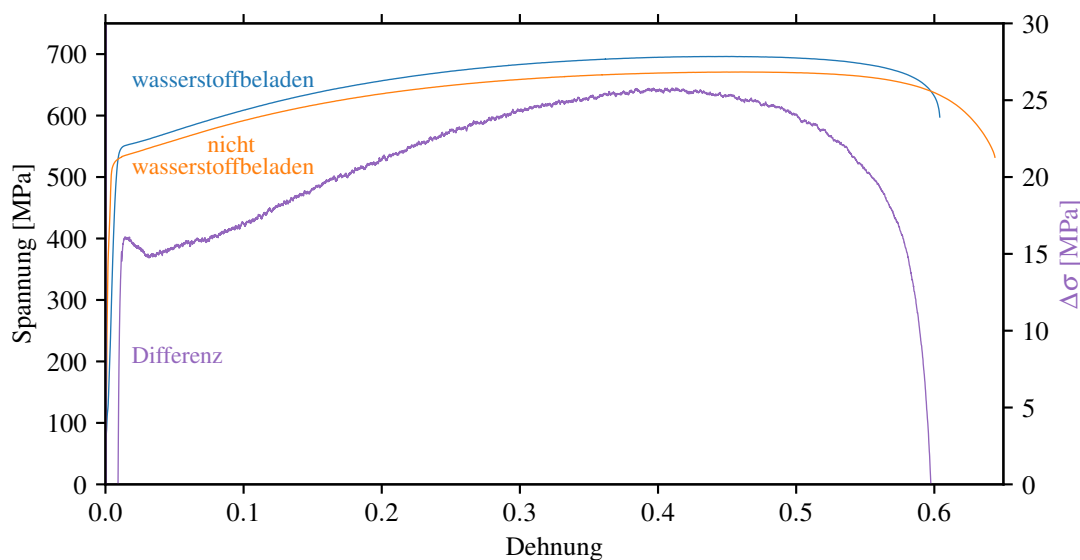


Abbildung 5.1: Mischkristallhärtung durch interstitiellen Wasserstoff, Spannungs-Dehnungskurven aus Abb. 4.30 und Abb. 4.47. Die Differenz zeigt näherungsweise den Spannungsbeitrag der wasserstoffinduzierten Mischkristallhärtung. Bei der wasserstoffbeladenen Probe ist die Streckgrenze deutlicher ausgeprägt.

Hierin wurde zusätzlich die Differenz zwischen beiden Kurven aufgetragen. Die Steigerung beträgt für die Streckgrenze  $\Delta_{R_{p1,H}} = 19,9 \pm 0,1 \text{ MPa}$  und für die Zugfestigkeit  $\Delta_{R_{m,H}} = 25 \text{ MPa}$ . Die Differenz beider Kurven, bzw. die Stärke der Mischkristallhärtung, zeigt eine von etwa 15 MPa leicht ansteigende Tendenz bis zu  $25,2 \pm 0,1 \text{ MPa}$  bei der Zugfestigkeit der wasserstoffbeladenen Probe. Für die Berechnung des Fehlers siehe Anhang A.1. Zusätzlich zu den leicht erhöhten Spannungen ist eine deutlichere Ausprägung der Streckgrenze für die wasserstoffbeladene Probe zu erkennen. Der Spannungsabfall im Bereich der Einschnürdehnung ist bei der wasserstoffbeladenen Probe deutlich stärker gekrümmt, als bei der unbeladenen Probe. Hier werden ebenfalls geringere technische Spannungen abgebaut.

Die Duktilität im Bereich der Einschnürung des mit Wasserstoff beladenen Probenkörpers ist leicht eingeschränkt, die Einschnürdehnung ist um 0,05 reduziert, was einer Reduktion um etwa 70 % entspricht. Das heißt, die wasserstoffbeladene Probe bricht viel spröder als die nicht beladene. Im genannten Dehnungsintervall baut die unbeladene Probe noch Spannungen von 139 MPa ab, während die wasserstoffbeladene Probe mit 99 MPa deutlich geringere Spannungen vor dem Bruch abbaut. Bertsch et al. und Alvarez et al. [371, 407] berichten ebenfalls Steigerungen der Streckgrenzen und Zugfestigkeiten durch Wasserstoffbeladung in additiv gefertigtem 316L. Ähnliches berichten Sezgin et al. und San Marchi et al. für konventionellen 316L [370, 408, 409]. Dieser Effekt könnte auf Mischkristallhärtung durch den interstitiell gelösten Wasserstoff zurückzuführen sein [370, 410]. Dass dieser Effekt in dieser Arbeit nur an dieser einen Probe beobachtet wurde, kann an einer Dehnratenabhängigkeit der Mischkristallhärtung liegen [411].

Spröde Bruchereignisse konnten nicht zweifelsfrei auf den zugeführten Wasserstoff zurückgeführt werden, da sie ebenfalls durch die teilweise unabsichtlich vorhandene Porosität hervorgerufen werden konnten. Der in Abschnitt 4.5.1 beobachtete Anteil an spröden Bruchereignissen in den beladenen Proben entspricht dem Anteil, der auch in unbeladenem Material beobachtet wurde.

Im Fall des konventionellen Materials konnte durch zugeführten Wasserstoff (also IHE) eine leichte Reduktion der mechanischen Kennwerte Streckgrenze und Zugfestigkeit sowie der Duktilität beobachtet werden, siehe hierzu 4.39. In der Literatur werden ähnliche Effekte berichtet [412].

Die Betrachtung der Bruchflächen der 316L-AM Proben zeigt nach der Wasserstoffbeladung nur leichte Veränderungen, die Dimpel sind nicht mehr nahezu kreisrund, sondern in Bereichen auch leicht länglich (siehe Abb. 4.44). Dies deutet auf ein geändertes Verhalten von gleitenden Versetzungen hin, gegebenenfalls ist die Gleitung entlang einiger Richtungen lokal gehindert. Besonders auffällig ist die Beobachtung von sekundären Rissen in den Bruchflächen, siehe hierzu Abb. 4.45 und Abb. 4.46. Sekundärrisse sind

klare Indikatoren für Wasserstoffversprödung. Zusätzlich treten an einigen Seitenflächen der mit Wasserstoff beladenen Zugversuchsproben Sekundärbrüche auf.

Durch die Beladung mit Wasserstoff ist der mit dem Feritscope messbare Martensitgehalt der Proben nicht verändert. Metalnikov et al. berichten über eine Bildung von Martensit in 316L-AM allein aufgrund der Beladung mit Wasserstoff in schwefelsaurem Elektrolyt bei einer verglichen mit dieser Arbeit sehr hohen Stromdichte von  $50 \text{ mA/cm}^2$  [364]. Dieses Phänomen lies sich im Rahmen dieser Arbeit nicht nachweisen und war auch nicht erwartet. Die Entwicklung des Martensitgehalts im Verlauf der Verfestigungskurve unterscheidet sich qualitativ nicht signifikant vom Verlauf im Fall der unbeladenen Probe, wenn die relevante Einschnürung betrachtet wird (siehe Kap. 4.5.1). Dies ist besonders überraschend, da Wasserstoff die Stapelfehlerenergie zwar reduziert, anscheinend jedoch nicht so stark, dass der Verfestigungsmechanismus im Rahmen der Messgenauigkeit anders verlaufen würde (siehe hierzu auch Abschnitt 2.2.1 [137–139]). Aus diesem Grund ist die Martensitbildung nicht an der Wasserstoffversprödung beteiligt. Dies wird ebenfalls in der Literatur diskutiert [372]. Die Autoren zeigen eine reduzierte Martensitkonzentration an den Bruchflächen von 316L-AM. Aus Sicht dieser Arbeit ist die Reduktion der Totaldehnung von Hong et al. nicht ausschließlich auf den Effekt von IHE zurückzuführen. Die Spannungs-Dehnungs-Verläufe zeigen einen kurvenförmigen Verlauf im Bereich der Hookschen Gerade und das Elastizitätsmodul lässt sich durch Ablesen grob zu 18 GPa abschätzen. Dies lässt vermuten, dass die Proben im Laufe des Zugversuchs möglicherweise rutschen oder die Probenköpfe sich plastisch in der Fassung verformen. Es ist anzunehmen, dass die Dehnung in den gezeigten Spannungs-Dehnungskurven überschätzt wurde. Bereits die gezeigten unbeladenen Proben brechen spröde und bei unerwartet niedrigen Dehnungen, die bei Überschätzung wahrscheinlich noch geringer sein müssten, eine Begründung für dieses unerwartete Versagen und die Abweichung vom erwarteten Spannungs-Dehnungsverlauf wird nicht diskutiert. Gegebenenfalls führt IHE hier zu einer weiteren Reduktion der Bruchdehnung zusätzlich zu einem Beitrag durch Porosität.

Bromley zeigt zu den Ergebnissen dieser Arbeit qualitativ ähnliche Ergebnisse der Martensitgehaltsveränderung durch interstitiellen Wasserstoff an konventionellem 316L im Zugversuch [413].

Abb. 5.2 fasst die Verformungsmechanismen und die Martensitbildung in einer Übersicht zusammen. Durch den zugeführten Wasserstoff (IHE) findet in der Einschnürung eine intensivere lokalisierte plastische Verformung statt. Die beobachteten Effekte durch zugeführten Wasserstoff auf das Verhalten im Zugversuch lassen den Schluss zu, dass Wasserstoff einen Einfluss auf das mechanische Materialverhalten hat. Die Untersuchung mit dem Feritscope hat gezeigt, dass die plastische Verformung nahezu gleich in beladener oder unbeladener Probe verläuft.

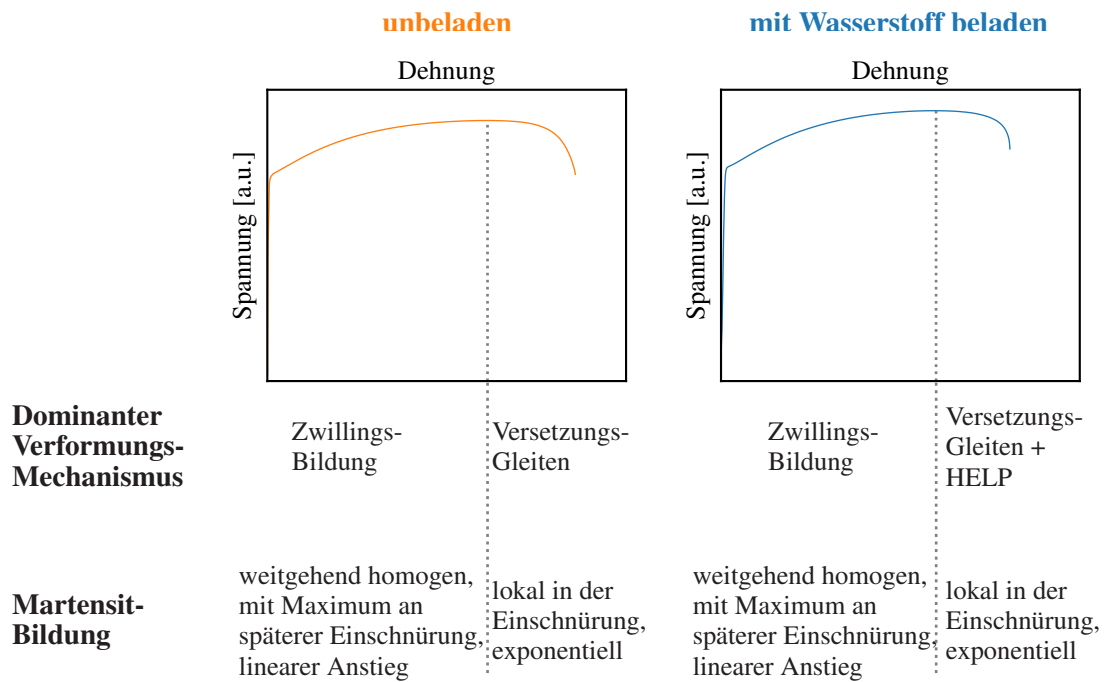


Abbildung 5.2: Übersicht über Verformungsmechanismen und Martensitbildung im Zugversuch **wasserstoffbeladener** und **unbeladener** Proben. Durch interstitiellen Wasserstoff (IHE) findet nur im Bereich der Einschnürung eine intensivere plastische Verformung statt, vermutlich ist HELP der zugrundeliegende Mechanismus.

In beiden Fällen kann der Ort der höchsten plastischen Verformung deutlich vor Beginn der Einschnürung anhand des erhöhten Martensitgehalts mit dem Feritscope detektiert werden. Die Spannungs-Dehnungsverläufe und der Anstieg des Martensitgehalts verlaufen im Verlauf des gesamten Zugversuchs weitgehend gleich. Der einzige Unterschied im Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Verläufe aus den Abbildungen 4.39 bis 4.42B ist die reduzierte Duktilität im Bereich der Einschnürung. In der Einschnürung dominiert die Versetzungsbewegung den Verformungsmechanismus, siehe hierzu Abb. 4.19. Da die Spannungs-Dehnungsverläufe durch Wasserstoff einen spröderen Charakter haben, liegt nahe dass sich die Versetzungen gegenseitig mehr in der Bewegung behindern. Dies kann so interpretiert werden, dass durch den HELP-Mechanismus deutlich mehr Versetzungen gebildet werden, welche sich dann im Verlauf der Verformung gegenseitig behindern und die Ausdehnung der plastischen Zone verhindern. Einen Effekt auf die Hohlraumbildung im Bruchmechanismus scheint die erhöhte Versetzungsdichte nicht zu haben, da die Bruchflächen der Proben keine deutliche Änderung in der Oberflächenmorphologie aufweisen. Die gefundenen Dimpelstrukturen eines Wabenbruchs sind mit Größen von unter einem Mikrometer sehr fein. Die Tiefe der Dimpel ist unverändert in Anwesenheit von Wasserstoff. Die feine Struktur der Dimpel ist sehr wahrscheinlich dem starken Einfluss durch die zelluläre Subkornstruktur und deren Effekt auf die Versetzungsmobilität geschuldet. Im hier betrachteten Sonderfall des additiv gefertigten 316L mit dem sehr feinen Zellnetzwerk stellt sich nun die Frage, ob diese Dimpelstruktur

durch Wasserstoff sich noch flacher ausbilden könnte.

Die Martensitbildung kann als Indikator für den Fortschritt der lokalen plastischen Verformung sowohl bei unbeladenem als auch bei beladenem Material betrachtet werden. Lokal erhöhte Martensitgehalte ermöglichen Vorhersagen über potenzielle Rissinitiierungsorte. Diese Beobachtung ist bemerkenswert und von erheblicher Relevanz für den Einsatz additiv gefertigter Bauteile sowie für die Zustandsbeurteilung eines Bauteils, gegebenenfalls sogar während der Nutzung.

## 5.4.2 Ermüdung

Zur Zusammenfassung der Kernergebnisse der Materialermüdungsstudien heben in der Abb. 5.3 Punktdichteabschätzungen die Datenpunkte der Wöhlerkurven beladener und unbelasteter Probenkörper (aus Abb. 4.50) hervor. Zusätzlich sind die typischen Bruchbilder dargestellt, unbeladen brechen die Probenkörper isoliert an einer Stelle, mit Wasserstoffbeladung findet Sekundärrissbildung statt, siehe hierzu Abb. 4.52. Sekundärrissbildung ist in diesem Fall ein sicherer Indikator für Wasserstoffversprödung des Materials.

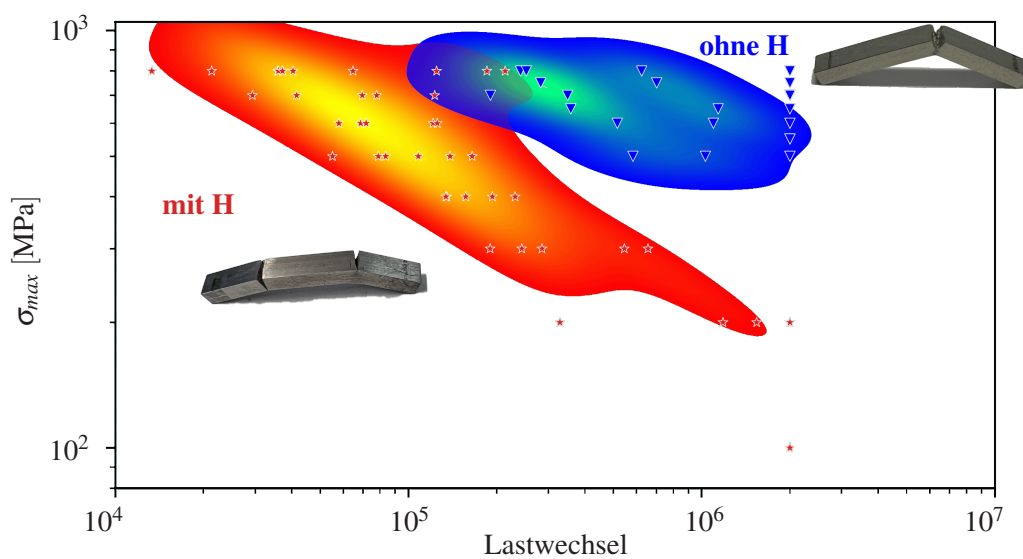


Abbildung 5.3: Wöhlerkurven des additiv gefertigten Materials aus Abb. 4.50 mit Punktdichteabschätzung um die Wahrnehmung der nahezu vollständig isolierten Datenpunktwolken zu unterstützen. Je heller die Fläche eingefärbt ist, desto höher ist die Dichte der Datenpunkte in diesem Bereich. Die Schwerpunkte der Flächen liegen deutlich auseinander. Zusätzlich jeweils repräsentative makroskopische Brucherscheinungen, vgl. Abb. 4.52. Die roten Sterne mit roter Schattierung der Punktdichteabschätzung repräsentieren die mit Wasserstoff beladenen und geschliffenen Probenkörper, die mehrfach gebrochene Probe zeigt die auftretenden Sekundärrisse. Die blaue Datenpunktwolke mit Dreiecken zeigt die nicht beladenen geschliffenen Probenkörper, der typische Bruch findet isoliert an einer Stelle statt.

Zugeführter Wasserstoff (IHE) bewirkt in beiden Probenkörpertypen eine Reduktion der Lastspiele bis zum Bruch. Im Fall der nicht nachbearbeiteten Proben mit rauer Oberfläche wird noch etwa die Hälfte der Lastspiele erreicht, während plangeschliffene Probenkörper etwa eine Größenordnung weniger Lastspiele bis zum Bruch überdauern, siehe hierzu Kap. 4.5.2. Um gleiche Lastspielzahlen zu erhalten, können im Fall der mit Wasserstoff beladenen Proben plangeschliffenen Proben nur etwa 400 MPa geringere Maximalspannungen angelegt werden.

Aufgrund der Intensität des beobachteten Effektes ist anzunehmen, dass der zugeführte Wasserstoff hauptsächlich die Rissinitiiierung, aber auch die Rissausbreitung beschleunigt. Die in Abb. 5.3 oder Abb. 4.52 dargestellte Sekundärrissbildung ist ein klarer Indikator für wasserstoffinduzierte Versprödung. Der hierfür potenziell relevante Mechanismus ist die Hydrogen-Enhanced-Decohesion (HEDE), siehe hierfür auch Kap. 2.3.1.

Sollte es zu einer Rekombination von Wasserstoff in randnahen Poren oder an der Grenzfläche von Einschlüssen gekommen sein, ist aufgrund der eher sanften Wasserstoffbeladungsbedingungen ein geringer zusätzlicher Spannungsbeitrag durch den hydrostatischen Druck zu erwarten, zusätzlich zur geometrisch bedingten Spannungsüberhöhung [107]. Dies würde eine Rissinitiiierung begünstigen. Auch ohne eine Rekombination des Wasserstoffs an Grenzflächen wäre eine verstärkte lokalisierte plastische Verformung nahe der Spannungsüberhöhung beispielsweise durch den HELP-Mechanismus denkbar. Nach dem HELP-Mechanismus stauen sich Versetzungen im Material auf und Wasserstoff diffundiert bevorzugt in die zugehörigen Zugspannungsfelder. Wie unter anderem von Sirois et al., Yang et al. sowie Kirchheim und Huang beschrieben wurde [12, 235, 414, 415], wird die gegenseitige Abstoßung zwischen Versetzungen durch die lokale Wasserstoffkonzentration reduziert, da der Wasserstoff die Gitterverzerrungen teilweise kompensiert. Dadurch können sich Versetzungen dichter anlagern, was zu lokal erhöhten Versetzungsdichten führt. Der Wasserstoff diffundiert dabei bevorzugt zu Orten maximaler mechanischer Spannung und plastischer Verformung. In diesen Bereichen kann es – insbesondere bei extremem Versetzungsaufbau – zur Initiiierung von Mikrorissen kommen. Ein solcher Mikroriss kann sich aufgrund der lokal erhöhten Wasserstoffkonzentration rasch fortpflanzen, da die Spannungsüberhöhung an der Rissspitze die Wasserstoffanreicherung weiter begünstigt. Die Plastizität wird dadurch in Bereichen der höchsten Spannung zusätzlich lokalisiert, und die Rissinitiiierung sowie das Wachstum erfolgen beschleunigt. Die durch Matsuoka et al. [416] gezeigte, um den Faktor 30 erhöhte Rissausbreitungsgeschwindigkeit in wasserstoffbeladenem, konventionell hergestelltem 316L, stützt diese Interpretation. Die auf den Bruchflächen der wasserstoffbeladenen 316L-AM-Ermüdungsproben beobachteten Sekundärrisse deuten in Kombination mit der beschleunigten Rissausbreitung ebenfalls auf einen ausgeprägten Versprödungseffekt durch den diffundierten Wasserstoff hin. Die Ausbildung sekundärer Bruchflächen

(siehe Abb. 4.52) konnte, wie bereits bei den Zugversuchen, ausschließlich an wasserstoffbeladenen Proben nachgewiesen werden. Die Verzweigung der Risse und das Auftreten von sekundären Brüchen, teils weit entfernt vom Hauptbruchpfad, lassen sich nur durch eine durch Wasserstoff herabgesetzte Rissinitiierungsarbeit erklären. Dies deutet zusätzlich auf die Beteiligung des HEDE-Mechanismus hin. Neben der Mikrostruktur spielt dabei die Wasserstoffmobilität eine zentrale Rolle. In additiv gefertigtem 316L erfolgt die Wasserstoffdiffusion schneller als in konventionellem Material. Dies führt dazu, dass innerhalb gleicher Belastungszeiten eine größere Menge Wasserstoff in plastisch deformierte Bereiche diffundieren kann, wodurch dort eine lokal verstärkte Versprödung ausgelöst wird. Es ist daher anzunehmen, dass IHE bei 316L-AM stärker ausgeprägt ist als bei konventionell verarbeitetem 316L – eine Annahme, die auch in der Literatur gestützt wird [375]. Aufgrund der deutlich schnelleren Wasserstoffdiffusion in dem additiv gefertigten 316L kann in gleicher Zeit zusätzlich eine größere Wasserstoffmenge durch Diffusion zu den Bereichen maximaler plastischer Verformung diffundieren und dort eine Versprödung begünstigen. So ist anzunehmen, dass IHE im Fall von 316L-AM deutlich stärker ausfällt als bei konventionellem 316L, begründet durch die erhöhte Wasserstoffmobilität im Wasserstoff und die damit verbundene beschleunigte Umverteilung des versprödenden Wasserstoffs. Dies wird ebenfalls so in der Literatur diskutiert [375].

In der Literatur werden hauptsächlich Ermüdungsstudien mit wasserstoffbeladenem konventionellem Material diskutiert. Matsuoka et al., Murakami et al. und Angelova et al. zeigen durch Wasserstoff deutlich erhöhte Risswachstumsgeschwindigkeiten und frühere Rissinitiierung [375, 416, 417]. Murakami und Angelova zeigen zudem, dass durch Reduktion der Prüffrequenz bis zu  $10^{-3}$  Hz die Rissausbreitung maximiert werden kann [375, 417]. Mit dieser sehr niedrigen Prüffrequenz gibt man dem Wasserstoff deutlich mehr Zeit um an die kritischen Orte zu diffundieren, was die Stoffmenge vergrößert, die an der Versprödung teilnehmen kann. Diese Verringerung der Prüffrequenz ist ein Vorgehen zur Maximierung des Wasserstoffeffekts vergleichbar zu der Verringerung der Dehnrate im Zugversuch durch sehr langsame Dehnraten, wie nach ASTM G142-98 [263] (vgl. Abschnitt 3.3). Nguyen et al. zeigen in zyklischen Zug-Druckversuchen mit einem Lastverhältnis von  $-1$  eine deutliche Reduktion der Lebensdauer von mit  $35 \pm 2$  wppm Wasserstoff beladenem konventionellem 316L [373].

Die Bruchflächen der mit Wasserstoff beladenen additiv gefertigten Ermüdungsproben (siehe Abb. 4.53 und Abb. 4.54) zeigen etwas stärker ausgerichtete Rastlinien als die Bruchflächen der nicht beladenen 316L-AM-Proben (Abb. 4.53A) mit unverändertem Abstand der Rastlinien. Der Effekt der stärkeren Ausrichtung der Rastlinien ist durch eine schnellere Rissausbreitung zu begründen, wie in der Literatur von Kanezaki et al. [418] diskutiert. Aufgrund des interstitiellen Wasserstoffs bilden sich auf der Bruchfläche keine grundlegend anderen Strukturen, siehe hierzu auch Abb. 4.53 und Abb. 4.54. Die



Veränderung der Morphologie der additiv gefertigten Proben ist nicht so deutlich, wie sie teilweise in der Literatur für konventionelles Material gezeigt wird [373, 374, 419]. Dies kann einerseits an den in dieser Arbeit eher niedrigeren Wasserstoffgehalten liegen, andererseits eventuell auch an den eher kleinen Probenquerschnitten und der eher ungewöhnlichen Versuchsführung. Herkömmlicherweise werden Zug-Druck-Versuche oder Umlaufbiege-Testreihen an teilweise deutlich größeren zylindrischen Probengeometrien durchgeführt. Dies war im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich, da die Wasserstoffbeladung die Probenabmaße, wie in Abschnitt 3.2 beschrieben, auf 35 mm Länge beschränkt.

## 6 Zusammenfassung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war, den Einfluss von gelöstem Wasserstoff auf das Materialverhalten unter quasistatischer und schwingender Belastung am Beispiel von additiv gefertigtem 316L festzustellen. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde gezeigt, dass 316L eine vergleichsweise einfach additiv zu fertigende Legierung ist. Der Einfluss von Bauteil- bzw. Probenkörperorientierung und gedruckter Oberfläche wurde mit herausgearbeitet.

Hierzu wurden Proben und Testgeometrien eigenständig gedruckt und die Druckparameter zur zuverlässigen Fertigung von porenarmen Bauteilen optimiert (siehe Abschnitte 3.5 und 4.2 sowie die Parameter in Tabelle 4.2). Das gekaufte 1.4404-Pulver unterschritt bereits im vom Hersteller erhaltenen Zustand den für den Werkstoff notwendigen Chrom-Gehalt [102] von 16,5 w% um 0,1 w%, auch der Stickstoffgehalt war nicht normgerecht. Die Werkstoffnorm für 316L wird erfüllt [101], daher wird das Material im Verlauf der gesamten Arbeit als 316L beziehungsweise 316L-AM für den additiv gefertigten Werkstoff bezeichnet. Das im Rahmen dieser Arbeit erzeugte Gefüge weist eine skalenübergreifende Defektstruktur auf, die durch den additiven Fertigungsprozess charakteristisch geprägt ist. Es bildete sich eine ausgeprägte kolumnare Kornstruktur entlang der Aufbaurichtung aus, mit Korngrößen von bis zu  $700\text{ }\mu\text{m}$  in z-Richtung und etwa  $60\text{ }\mu\text{m}$  in der Aufbauebene. Zudem zeigten sich in allen analysierten Orientierungen (parallel, senkrecht und unter  $45^\circ$  zur Aufbaurichtung) mit relativen Dichten von über 99 % nahezu vollständig dichte Probenkörper. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen offenbarten im Inneren der Körner eine feine zelluläre Subkornstruktur, bestehend aus Versetzungsnetzwerken (siehe Abb. 4.12A und Abb. 4.12B). Ebenso konnten typische Schmelzbadgrenzen eindeutig identifiziert werden (vgl. Abb. 4.10A und Abb. 4.13A). Eine Analyse der kristallografischen Textur ergab eine vergleichsweise schwache ausgeprägte Erstarrung entlang der [001]-Richtung (siehe Abb. 4.14).

Diese beobachteten Merkmale stehen im Einklang mit mehrfach berichteten Charakteristika additiv gefertigter austenitischer Gefüge in der Literatur. Die Ausbildung kolumnarer Körner, die ausgeprägte [001]-Textur sowie die Präsenz zellulärer Substrukturen und Schmelzbadgrenzen sind typische Erscheinungen, die in verschiedenen Studien für laserbasierte Verfahren wie das PBF-LM beschrieben wurden [20, 80, 317–321, 387].

Das additiv gefertigte Material enthält im unbeladenen Zustand etwa  $3 \pm 1$  wppm Wasserstoff, die aus dem initialen Wassergehalt des Pulvers resultieren können. Die gefertigten Prüfkörper wurden elektrochemisch mit Wasserstoff beladen, woraus Wasserstoffgehalte von  $22 \pm 15$  wppm resultierten. Im Wasserstoffpermeationsversuch wurde die Diffusionsgeschwindigkeit des Wasserstoffs in 316L-AM untersucht und ein Diffusionskoeffizient von etwa  $D_H = 7 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  bestimmt, in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen von  $4,6 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$  von Lin et al. [40]. Die beobachteten Abweichungen könnten mikrostrukturell begründet sein, da der diffusible Wasserstoffanteil nach Lin et al. hauptsächlich im zellulären Versetzungsnetzwerk vorliegt. Die hierfür relevanten Abmessungen sind stark von den Fertigungsbedingungen abhängig. Für konventionellen 316L-Edelstahl werden Diffusionskonstanten im Bereich von  $1,7 \cdot 10^{-14} \text{ m}^2/\text{s}$  [200] bis  $1,4 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$  [40] nachgewiesen. Die deutlich erhöhte Diffusivität von Wasserstoff im additiv gefertigten 316L ist bereits kritisch zu beurteilen, da so in viel kürzeren Intervallen der Wasserstoff an mechanisch hoch belastete Bereiche diffundieren kann und dort die plastische Verformung beeinflussen kann.

Als zentrale Prüfverfahren des mechanischen Materialverhaltens, welche im Zusammenhang mit interstitiellem Wasserstoff möglicherweise Effekte zeigen, wurden der Zugversuch und Studien der Materialermüdung im Vierpunktbiegeversuch gewählt. 316L-AM zeigt im Zugversuch aufgrund des für die additive Fertigung im Pulverbettverfahren typischen Gefüges deutlich erhöhte mechanische Kennwerte der Streckgrenze  $R_P$  und Zugfestigkeit  $R_M$  im Vergleich zum konventionellen Werkstoff (siehe Abb. 4.15 und Abschnitt 4.3) [329, 332–336]. Dies lässt sich auf eine durch die Versetzungsnetzwerke reduzierte Mobilität der Versetzungen und den dadurch leicht veränderten Mechanismus der plastischen Verformung zurückführen. Konventionelles Material verformt bei niedrigen Dehnungen zum Teil noch durch Versetzungsgleiten, was bei 316L-AM unterdrückt ist. Das additiv gefertigte Material zeigt auch bei niedrigen Dehnungen schon die Zwillingsbildung als primären Verformungsmechanismus, wie im Abschnitt 2.2.1 eingeführt und als Ergebnis in Abschnitt 4.3.1 erläutert. Im weiteren Verlauf der plastischen Verformung ist die Bildung von  $\alpha'$ -Martensit beobachtet worden, besonders signifikant bei stärkerer plastischer Deformation. Das additiv gefertigte Material enthält im gedruckten Zustand einen vernachlässigbar geringen Anteil Martensit, das betrachtete konventionelle Referenzmaterial, ein rundgekneter Vollstab, enthielt etwa 4 %. Der Anstieg des Martensitgehalts wurde während des Zugversuchs mithilfe eines Feritscopes gemessen, der Verlauf sowie der Absolutgehalt des Martensit bietet einen ersten Überblick über den lokalen Verformungszustand des 316L-AM. Anhand des lokal höchsten gemessenen Martensitgehalts lässt sich bereits vor Beginn der Einschnürung ermitteln, an welcher Stelle der Probe der Bruch auftreten könnte. Das konventionelle Material hingegen zeigte den Anstieg des gemessenen

Martensitgehaltes erst mit Beginn der Einschnürung. Da die Intensität der Martensitbildung sich in Proben mit zugeführtem Wasserstoff nicht ändert, ist davon auszugehen, dass der Martensit nicht an der Wasserstoffversprödung des 316L beteiligt ist. Trotzdem ist der lokale Martensitgehalt ein nützlicher Sensor für den Fortschritt der plastischen Verformung und das Versagen der Probe.

Der Bruchmodus des 316L-AM im Zugversuch wurde untersucht, die Bruchflächen der Zugversuchsproben weisen alle Merkmale eines Dimpelbruchs auf. Im Zugversuch wurde ein sehr leichter Effekt der Wasserstoffversprödung beobachtet. Eine leichte Reduktion der Duktilität in der Einschnürung wurde in nahezu allen betrachteten Fällen beobachtet. Bis zum Beginn der Einschnürung verlaufen die betrachteten Verfestigungsverläufe nicht-beladener und mit Wasserstoff beladener Proben parallel, siehe hierzu Kap. 4.5.1. Mikrostrukturelle Beobachtungen sowie die Dimpelbruchfläche eines Wabenbruchs lassen auf einen durch Versetzungen dominierten Verformungsmechanismus in der Einschnürung schließen. Da in diesem Bereich der Verspödungseffekt beobachtet wurde, ist davon auszugehen, dass der zugeführte Wasserstoff möglicherweise über den HELP-Mechanismus die Versetzungsbildung erleichtert. Die höhere Anzahl der gebildeten Versetzungen behindern sich gegenseitig mehr als im unbeladenen Fall und das Material reagiert spröder.

In einem bei höheren Dehnraten untersuchten Einzelfall wurde an einer wasserstoffbeladenen Zugprobe eine Steigerung der mechanischen Kennwerte beobachtet, dies wird in dieser Arbeit auf Mischkristallhärtung zurückgeführt. Die mechanischen Kennwerte der Zugfestigkeit  $R_m$  und der Streckgrenze  $R_p$  sind jeweils etwa 20 MPa erhöht. Dass dieser Effekt nur im Einzelfall aufgetreten ist, wird auf die erhöhte Dehnrates zurückgeführt.

Die Ermüdungsstudien zeigten durch die zyklische Belastung im Vierpunktbiegeversuch, dass das additiv gefertigte Material bei gleicher Last höhere Bruchlastspielzahlen als konventioneller 316L erreichen kann. Die teilweise sehr raue as-built Oberfläche mit potenziellem Porensaum kann die Lebensdauer hingegen reduzieren. Auch in den Ermüdungsstudien lässt sich anhand eines lokal erhöhten Martensitgehalts der Ort des Bruchs bereits deutlich vor dem Versagen des Bauteils eingrenzen, ebenso wie der Fortschritt der plastischen Verformung verfolgen.

Interstitieller Wasserstoff bewirkt eine Reduktion der Lebensdauer der Probenkörper um etwa eine Größenordnung in der Bruchlastspielzahl. Um vergleichbare Bruchlastspielzahlen zu erreichen, muss die Maximalspannung 400 MPa reduziert werden. Die Bruchflächen von unbeladenem Material weisen alle Merkmale für einen typischen transgranularen Bruch mit Schwingstreifen auf. Die Bruchflächen der zusätzlich mit Wasserstoff beladenen Proben zeigen den gleichen Bruchmechanismus jedoch mit stärker ausgerichteten Rastlinien bei gleicher Dichte, was für eine stärker gerichtete Rissausbreitung spricht.

Abschließend lässt sich sagen, dass der Effekt durch interstitiellen Wasserstoff auf die Belastbarkeit des

Bauteils nach den Beobachtungen dieser Arbeit global betrachtet bei schwingender Belastung deutlich kritischer einzuordnen ist als bei statischer Belastung. Zusätzlich birgt die schnelle Diffusion durch das zelluläre Netzwerk das Risiko einer raschen, unbemerkten durchgreifenden Verteilung von Wasserstoff in der Anwendung.

Die lokal aufgelöste Erfassung des Verformungsgrades bzw. des Bauteilzustands – unabhängig davon, ob die Beanspruchung quasistatisch oder schwingend erfolgt – stellt insbesondere für die Zustandsüberwachung mechanisch belasteter Bauteile im realen Betrieb einen erheblichen Vorteil dar. Die hier durchgeführten Untersuchungen zeigen, dass hierfür lediglich eine wiederholte Rastermessung des  $\alpha'$ -Martensitgehalts mithilfe eines Feritscopes erforderlich ist<sup>1</sup>. Der Bereich mit der lokal höchsten Martensitkonzentration korreliert mit der am stärksten fortgeschrittenen plastischen Verformung und erlaubt somit eine gezielte Prognose potenzieller Bruchstellen.

---

1 Die Auswahl einer geeigneten Messsonde in Abhängigkeit von Bauteildicke und Anwendungsfall ist dabei zu beachten.

## 7 Ausblick

Mit dem Blick auf die vorgestellten Erkenntnisse dieser Dissertation eröffnet sich ein erster Einblick in die Aufnahme von Wasserstoff in additiv gefertigten 316L und die daraus folgenden Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften des Materials. Die gewonnenen Einsichten haben nicht nur dazu beigetragen, einen Einblick ins Wasserstoffversprödungsverhalten von additiv gefertigtem 316L bei quasistatischer und schwingender Belastung zu erlangen, sondern auch neue Fragestellungen zu erfassen. Um ein detailliertes Gesamtbild zu erlangen, sollten aus Sicht des Autors die folgenden Untersuchungen und Studien angestellt werden. Allgemein sollte eine deutlich lückenlosere Untersuchung des Wasserstoffgehalts aller Probenkörper erfolgen. Leider war dies im Rahmen der vorliegenden Arbeit aufgrund beschränkten und erst im Lauf der Arbeit erlangten Zugangs zu einem Wasserstoffanalysator nicht möglich. Eine genaue Kenntnis über den genauen Wasserstoffgehalt jeder Probe hätte eine qualitativ noch bessere Einsicht in die Korrelation zwischen Wasserstoffgehalt und Intensität der dadurch verursachten Versprödung ermöglichen können. Die Lagerung der Proben direkt im flüssigen Stickstoff hingegen hat sich bewährt, um viele Proben gleichzeitig zu beladen und dann konsekutiv mechanisch zu prüfen. Diese Methode sollte jedoch auch nur für kurzzeitige Überbrückungen genutzt werden. Ein möglicher Wasserstoffverlust durch diese Lagerungsmethode ist zu prüfen.

Es wäre sehr interessant, den in den Zugversuchen an großen Proben bei einer Dehnrates von  $\dot{\epsilon} = 10^{-3}$  beobachtete Härtungseffekt genauer zu untersuchen. Hierzu würden sich weitere Zugversuche mit verschiedenen Dehnraten eignen. Ebenso wäre die Untersuchung des Einflusses verschiedener Wasserstoffgehalte auf diesen Effekt interessant. Zur Aufklärung der genauen Bruchmechanismen und zur Identifikation des genauen Versprödungsmechanismus wären detaillierte TEM-Untersuchungen und weitere mikrostrukturelle Studien notwendig.

Die vorliegende Arbeit zielte darauf ab, dass jede Probe bei der mechanischen Prüfung einen homogenen Wasserstoffgehalt aufweist. Eine Variation des Wasserstoffgehalts wäre interessant, um zu prüfen, ob beispielsweise bei höheren Gehalten noch stärkere Effekte auftreten. Zusätzlich wäre zu prüfen, ob auch eine inhomogene Wasserstoffverteilung qualitativ vergleichbare Effekte wie die gezeigten Ergebnisse provozieren kann. Dies wäre durch Prüfungen in Wasserstoffumgebung oder durch kurzzeitig beladene

Proben zu untersuchen. Die in der Literatur vorgestellten Methoden zur Wasserstoffbeladung von austenitischen Stählen wären auf die erzeugten Gehalte und provozierten Effekte zu prüfen.

Die Wasserstoffaufnahme oder -Permeation aus der Gasphase könnte möglicherweise auch in einer (für die Permeation modifizierten) Sieverts-Apparatur in verschiedenen Druckniveaus untersucht werden, auch um den von Lin et al. [40] postulierten Mechanismus weiter zu untersuchen und dahingehend zu prüfen, ob aus der Gasphase auch hohe Diffusionskoeffizienten erreicht werden können. Die elektrochemische Diffusionsmessung könnte durch die Nutzung eines Ladungszählers dahingehend optimiert werden, dass auch Aussagen über abgegebene Stoffmengen und damit eingestellte Konzentrationen getroffen werden könnten.

Die Auswirkung von verschiedenen Druckparametern auf das Gefüge und darüber hinaus auf die Diffusionseigenschaften wären ebenfalls interessant zu untersuchen, um perspektivisch die erlangten Ergebnisse auch auf 316L-AM aus anderen Anlagen zu übertragen. Industriell genutzte Anlagen haben teilweise deutlich höhere Laserleistungen und Spotgrößen, woraus sich ein abweichendes Gefüge resultiert. Hier wäre interessant, ob die Größenskala des zellulären Versetzungsnetzwerks einen Effekt auf die im Zugversuch einstellende Dimpelgröße hat.

Zur genaueren Zielsetzung von porenfreiem Material wäre die Berechnung der theoretisch erreichbaren Dichten anhand der chemischen Zusammensetzung zu jeder Legierung individuell sinnvoll.

Um die additive Fertigung von zuverlässig einsetzbaren Bauteilen zu ermöglichen, wäre es zu prüfen, welchen Einfluss der Wassergehalt in der Atmosphäre des Bauraums auf den Wasserstoffgehalt des gefertigten Materials hat. Eine Studie an offen gelagertem oder feuchtem Pulver wäre in diesem Hinblick ebenfalls interessant.

Die im Rahmen der Zugversuche gezeigte Reduktion der Duktilität im Bereich der Einschnürung wäre durch Untersuchungen der Einschnürvolumina und der Querschnittsreduktion noch detaillierter zu gestalten. Hierzu wären gegebenenfalls Untersuchungen mithilfe eines Computertomografen, alternativ taktile Messmethoden zur Volumenrekonstruktion sinnvoll. Hieraus könnte man Aussagen über die Stärke der Lokalisierung der plastischen Verformung treffen. Zudem wären detaillierte hochauflösende mikrostrukturelle Analysen auf der Nanoskala interessant, um den Deformationsmechanismus von beladenen und unbeladenen Proben tiefer zu ergründen. Letztere Analyse wäre auch interessant an porösen, spröde gebrochenen Proben durchzuführen, um auch hier den Bruchmechanismus einschätzen zu können. Die Ursache zur Ausbildung der Sekundärrisse könnte durch detaillierte TEM-Untersuchungen genauer ergründet werden.

Die Anisotropie des Elastizitätsmoduls könnte zuverlässiger und detaillierter durch Ultraschallphasenspektroskopie untersucht werden [420]. Zusätzlich könnte das Elastizitätsmodul der experimentellen



Befunde durch Ultraschallphasenspektroskopie oder Zugversuch mit berechneten orientierungsabhängigen Moduli aus EBSD-Daten verglichen werden.

Um die Diffusion entlang der Versetzungsnetzwerke zu verhindern und den für austenitischen Stahl typischen Diffusionskoeffizienten wiederherzustellen, wäre eine Wärmebehandlung eine mögliche Lösung. Beim Glühen bis 1095 °C [284, 321] oder durch heißisostatisches Pressen (HIP) würde das Versetzungsnetzwerk im 316L-AM vollständig entfernt. Eine niedrigere Temperatur ist aufgrund der Bildung von Chromkarbiden und der damit verbunden interkristallinen Korrosion nicht sinnvoll [106]. Die Wirksamkeit dieses Vorgehens gegen die Wasserstoffdiffusion wäre zu prüfen, ebenso wie detaillierte Gefügeuntersuchungen zur Charakterisierung der erzeugten Mikrostruktur.

## Literaturverzeichnis

- [1] A. K. Misra, "Climate change and challenges of water and food security," *International Journal of Sustainable Built Environment*, vol. 3, no. 1, pp. 153–165, 2014.
- [2] U. Cubasch, G. Meehl, G. Boer, R. Stouffer, M. Dix, A. Noda, C. Senior, S. Raper, and K. Yap, "Projections of future climate change," in *Climate Change 2001: The scientific basis. Contribution of WG1 to the Third Assessment Report of the IPCC (TAR)*. Cambridge University Press, 2001, pp. 525–582.
- [3] B. Bereiter, S. Eggleston, J. Schmitt, C. Nehrbass-Ahles, T. F. Stocker, H. Fischer, S. Kipfstuhl, and J. Chappellaz, "Revision of the EPICA Dome C CO<sub>2</sub> record from 800 to 600 thousand years before present," *Geophysical Research Letters*, vol. 42, no. 2, pp. 542–549, 2015.
- [4] G. Team *et al.*, "Giss surface temperature analysis (GISTEMP)," *NASA Goddard Institute for Space Studies. Dataset accessed*, vol. 8, 2016.
- [5] N. N. C. for Environmental information, "Climate at a glance: Global time series, published november 2021," retrieved on December 12, 2021 from <https://www.ncdc.noaa.gov/cag/>.
- [6] H. Idriss, M. Scott, and V. Subramani, "Introduction to hydrogen and its properties," in *Compendium of Hydrogen Energy*. Elsevier, 2015, pp. 3–19.
- [7] B. Cook, "Introduction to fuel cells and hydrogen technology," *Engineering Science & Education Journal*, vol. 11, no. 6, pp. 205–216, 2002.
- [8] K. Wróbel, J. Wróbel, W. Tokarz, J. Lach, K. Podsadni, and A. Czerwiński, "Hydrogen internal combustion engine vehicles: a review," *Energies*, vol. 15, no. 23, p. 8937, 2022.
- [9] J. H. Scott, "The development of fuel cell technology for electric power generation: From NASA's manned space program to the "hydrogen economy"," *Proceedings of the IEEE*, vol. 94, no. 10, pp. 1815–1825, 2006.
- [10] A. Züttel, A. Remhof, A. Borgschulte, and O. Friedrichs, "Hydrogen: the future energy carrier," *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 368, no. 1923, pp. 3329–3342, 2010.
- [11] M. Pohl, "Der kleine Unhold: Wasserstoff in Metallen," *Prakt. Metallogr., Sonderbd*, vol. 41, pp. 13–20, 2009.

- [12] R. Kirchheim, B. Somerday, and P. Sofronis, “Chemomechanical effects on the separation of interfaces occurring during fracture with emphasis on the hydrogen-iron and hydrogen-nickel system,” *Acta Materialia*, vol. 99, pp. 87–98, 2015.
- [13] S. Lynch, “Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms,” *Corrosion reviews*, vol. 30, no. 3-4, pp. 105–123, 2012.
- [14] C. W. Hull, “Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography,” *United States Patent, Appl., No. 638905, Filed*, 1984.
- [15] H. Lipson and M. Kurman, *Fabricated: The new world of 3D printing*. John Wiley & Sons, 2013.
- [16] R. Lachmayer and R. B. Lippert, *Entwicklungsmethodik für die Additive Fertigung*. Springer, 2020.
- [17] F. P. Melchels, “Celebrating three decades of stereolithography,” pp. 173–175, 2012.
- [18] M. Whitaker, “The history of 3D printing in healthcare,” *The Bulletin of the Royal College of Surgeons of England*, vol. 96, no. 7, pp. 228–229, 2014.
- [19] W. Meiners, K. Wissenbach, and R. Poprawe, “Direct generation of metal parts and tools by selective laser powder remelting (slpr),” in *International Congress on Applications of Lasers & Electro-Optics*, vol. 1998, no. 1. Laser Institute of America, 1998, pp. E31–E37.
- [20] Y. M. Wang, T. Voisin, J. T. McKeown, J. Ye, N. P. Calta, Z. Li, Z. Zeng, Y. Zhang, W. Chen, T. T. Roehling *et al.*, “Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility,” *Nature materials*, vol. 17, no. 1, pp. 63–71, 2018.
- [21] K. Hagihara, T. Nakano, M. Suzuki, T. Ishimoto, S.-H. Sun *et al.*, “Successful additive manufacturing of MoSi<sub>2</sub> including crystallographic texture and shape control,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 696, pp. 67–72, 2017.
- [22] M. Gäumann, S. Henry, F. Cleton, J.-D. Wagniere, and W. Kurz, “Epitaxial laser metal forming: analysis of microstructure formation,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 271, no. 1-2, pp. 232–241, 1999.
- [23] W. E. Frazier, “Metal additive manufacturing: a review,” *Journal of Materials Engineering and performance*, vol. 23, no. 6, pp. 1917–1928, 2014.
- [24] Adekwat – adadditiv gefertigter hochdruck-wärmeübertrager für die effiziente betankung an wasserstofftankstellen. [Online]. Available: <https://www.wasserstoff-niedersachsen.de/adekwat-additiv-gefertigter-hochdruck-waermeuebertrager-fuer-die-effiziente-betankung-an-wasserstofftankstellen/>

- [25] M. Heitsch, D. Baraldi, and P. Moretto, "Numerical investigations on the fast filling of hydrogen tanks," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 36, no. 3, pp. 2606–2612, 2011.
- [26] N. de Miguel, B. Acosta, D. Baraldi, R. Melideo, R. O. Cebolla, and P. Moretto, "The role of initial tank temperature on refuelling of on-board hydrogen tanks," *international journal of hydrogen energy*, vol. 41, no. 20, pp. 8606–8615, 2016.
- [27] S. Maus, J. Hapke, C. N. Ranong, E. Wüchner, G. Friedlmeier, and D. Wenger, "Filling procedure for vehicles with compressed hydrogen tanks," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 33, no. 17, pp. 4612–4621, 2008.
- [28] A. R. Abele, "Advanced hydrogen fuel systems for fuel cell vehicles," in *International Conference on Fuel Cell Science, Engineering and Technology*, vol. 36681, 2003, pp. 83–87.
- [29] J.-Q. Li, Y. Chen, Y. B. Ma, J.-T. Kwon, H. Xu, and J.-C. Li, "A study on the joule-thomson effect of during filling hydrogen in high pressure tank," *Case Studies in Thermal Engineering*, vol. 41, p. 102678, 2023.
- [30] I. Kaur and P. Singh, "State-of-the-art in heat exchanger additive manufacturing," *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 178, p. 121600, 2021.
- [31] A. S. Sabau, A. Bejan, D. Brownell, K. Gluesenkamp, B. Murphy, F. List III, K. Carver, C. R. Schaich, and J. W. Klett, "Design, additive manufacturing, and performance of heat exchanger with a novel flow-path architecture," *Applied Thermal Engineering*, vol. 180, p. 115775, 2020.
- [32] U. Scheithauer, R. Kordaß, K. Noack, M. F. Eichenauer, M. Hartmann, J. Abel, G. Ganzer, and D. Lordick, "Potentials and challenges of additive manufacturing technologies for heat exchanger," in *Advances in heat exchangers*. IntechOpen, 2018, p. 61.
- [33] E. Rauch, M. Unterhofer, and P. Dallasega, "Industry sector analysis for the application of additive manufacturing in smart and distributed manufacturing systems," *Manufacturing Letters*, vol. 15, pp. 126–131, 2018.
- [34] unknown, "Concept Laser M Line," letzter Zugriff: 12.8.2023 auf <https://www.ge.com/additive/additive-manufacturing/machines/dmlm-machines/mline>.
- [35] M. D. Scovell, "Explaining hydrogen energy technology acceptance: A critical review," *International Journal of Hydrogen Energy*, 2022.
- [36] N. Sazali, "Emerging technologies by hydrogen: A review," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 45, no. 38, pp. 18 753–18 771, 2020.
- [37] M. Yue, H. Lambert, E. Pahon, R. Roche, S. Jemei, and D. Hissel, "Hydrogen energy systems: A critical review of technologies, applications, trends and challenges," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 146, p. 111180, 2021.

- [38] C. Weingarten, D. Buchbinder, N. Pirch, W. Meiners, K. Wissenbach, and R. Poprawe, “Formation and reduction of hydrogen porosity during selective laser melting of AlSi10Mg,” *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 221, pp. 112–120, 2015. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0924013615000564>
- [39] S. H. Kang, J. Suh, S. Y. Lim, S. Jung, Y. W. Jang, and I. S. Jun, “Additive manufacture of 3 inch nuclear safety class 1 valve by laser directed energy deposition,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 547, p. 152812, 2021.
- [40] J. Lin, F. Chen, F. Liu, D. Xu, J. Gao, and X. Tang, “Hydrogen permeation behavior and hydrogen-induced defects in 316L stainless steels manufactured by additive manufacturing,” *Materials Chemistry and Physics*, vol. 250, p. 123038, 2020.
- [41] A. Turnbull and R. Hutchings, “Analysis of hydrogen atom transport in a two-phase alloy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 177, no. 1-2, pp. 161–171, 1994.
- [42] K. Verbeken, “Analysing hydrogen in metals: bulk thermal desorption spectroscopy (TDS) methods,” in *Gaseous hydrogen embrittlement of materials in energy technologies*. Elsevier, 2012, pp. 27–55.
- [43] W. König, *Fertigungsverfahren 1: Drehen, Fräsen, Bohren*. Springer-Verlag, 2008.
- [44] G. Spur, *Handbuch Spanen*. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG, 2014, vol. 3.
- [45] H. Tschätsch, *Praxis der Zerspantechnik: Verfahren, Werkzeuge, Berechnung*. Springer-Verlag, 2013.
- [46] R. Lachmayer, K. Rettschlag, and S. Kaierle, *Konstruktion für die Additive Fertigung 2020*. Springer, 2021.
- [47] K. V. Wong and A. Hernandez, “A review of additive manufacturing,” *International scholarly research notices*, vol. 2012, 2012.
- [48] T. DebRoy, H. Wei, J. Zuback, T. Mukherjee, J. Elmer, J. Milewski, A. M. Beese, A. d. Wilson-Heid, A. De, and W. Zhang, “Additive manufacturing of metallic components—process, structure and properties,” *Progress in Materials Science*, vol. 92, pp. 112–224, 2018.
- [49] T. D. Ngo, A. Kashani, G. Imbalzano, K. T. Nguyen, and D. Hui, “Additive manufacturing (3d printing): A review of materials, methods, applications and challenges,” *Composites Part B: Engineering*, vol. 143, pp. 172–196, 2018.
- [50] S. Linnenbrink, M. Alkhayat, N. Pirch, A. Gasser, and H. Schleifenbaum, “Ded for repair and manufacture of turbomachinery components,” *3D Printing for Energy Applications*, pp. 307–326, 2021.

- 
- [51] W. J. Oh, W. J. Lee, M. S. Kim, J. B. Jeon, and D. S. Shim, "Repairing additive-manufactured 316L stainless steel using direct energy deposition," *Optics & Laser Technology*, vol. 117, pp. 6–17, 2019.
- [52] K. Guan, Z. Wang, M. Gao, X. Li, and X. Zeng, "Effects of processing parameters on tensile properties of selective laser melted 304 stainless steel," *Materials & Design*, vol. 50, pp. 581–586, 2013.
- [53] J. H. Robinson, I. R. T. Ashton, E. Jones, P. Fox, and C. Sutcliffe, "The effect of hatch angle rotation on parts manufactured using selective laser melting," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 25, no. 2, pp. 289–298, 2018.
- [54] M. Möhrle, *Gestaltung von Fabrikstrukturen für die additive Fertigung*. Springer, 2018.
- [55] J. J. Lewandowski and M. Seifi, "Metal additive manufacturing: a review of mechanical properties," *Annual review of materials research*, vol. 46, pp. 151–186, 2016.
- [56] W. J. Sames, F. List, S. Pannala, R. R. Dehoff, and S. S. Babu, "The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing," *International materials reviews*, vol. 61, no. 5, pp. 315–360, 2016.
- [57] A. Simchi, "Direct laser sintering of metal powders: Mechanism, kinetics and microstructural features," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 428, no. 1-2, pp. 148–158, 2006.
- [58] U. S. Bertoli, A. J. Wolfer, M. J. Matthews, J.-P. R. Delplanque, and J. M. Schoenung, "On the limitations of volumetric energy density as a design parameter for selective laser melting," *Materials & Design*, vol. 113, pp. 331–340, 2017.
- [59] U. S. Bertoli, G. Guss, S. Wu, M. J. Matthews, and J. M. Schoenung, "In-situ characterization of laser-powder interaction and cooling rates through high-speed imaging of powder bed fusion additive manufacturing," *Materials & Design*, vol. 135, pp. 385–396, 2017.
- [60] F. Bartolomeu, M. Buciumeanu, E. Pinto, N. Alves, O. Carvalho, F. Silva, and G. Miranda, "316L stainless steel mechanical and tribological behavior—A comparison between selective laser melting, hot pressing and conventional casting," *Additive Manufacturing*, vol. 16, pp. 81–89, 2017.
- [61] J. Elmer, S. Allen, and T. Eagar, "Microstructural development during solidification of stainless steel alloys," *Metallurgical transactions A*, vol. 20, no. 10, pp. 2117–2131, 1989.
- [62] B. Song, X. Zhao, S. Li, C. Han, Q. Wei, S. Wen, J. Liu, and Y. Shi, "Differences in microstructure and properties between selective laser melting and traditional manufacturing for fabrication of metal parts: A review," *Frontiers of Mechanical Engineering*, vol. 10, no. 2, pp. 111–125, 2015.

- [63] L.-E. Loh, C.-K. Chua, W.-Y. Yeong, J. Song, M. Mapar, S.-L. Sing, Z.-H. Liu, and D.-Q. Zhang, “Numerical investigation and an effective modelling on the Selective Laser Melting (SLM) process with aluminium alloy 6061,” *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 80, pp. 288–300, 2015.
- [64] D. Wang, C. Song, Y. Yang, and Y. Bai, “Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts,” *Materials & Design*, vol. 100, pp. 291–299, 2016.
- [65] T. Babinský, I. Šulák, I. Kuběna, J. Man, A. Weiser, E. Švábenská, L. Englert, and S. Guth, “Thermomechanical fatigue of additively manufactured 316l stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 869, p. 144831, 2023.
- [66] R. R. Dehoff, M. Kirka, W. Sames, H. Bilheux, A. Tremsin, L. Lowe, and S. Babu, “Site specific control of crystallographic grain orientation through electron beam additive manufacturing,” *Materials Science and Technology*, vol. 31, no. 8, pp. 931–938, 2015.
- [67] T. Ishimoto, K. Hagihara, K. Hisamoto, S.-H. Sun, and T. Nakano, “Crystallographic texture control of beta-type Ti–15Mo–5Zr–3Al alloy by selective laser melting for the development of novel implants with a biocompatible low young’s modulus,” *Scr. Mater*, vol. 132, pp. 34–38, 2017.
- [68] Y. Kok, X. P. Tan, P. Wang, M. Nai, N. H. Loh, E. Liu, and S. B. Tor, “Anisotropy and heterogeneity of microstructure and mechanical properties in metal additive manufacturing: A critical review,” *Materials & Design*, vol. 139, pp. 565–586, 2018.
- [69] A. Basak and S. Das, “Epitaxy and microstructure evolution in metal additive manufacturing,” *Annual Review of Materials Research*, vol. 46, pp. 125–149, 2016.
- [70] M. Spratt, J. W. Newkirk, O. Fashanu, and K. Chandrashekhara, “Effect of the melt pool boundary network on the anisotropic mechanical properties of selective laser melted 304L,” *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, vol. 5, no. 4, p. 110, 2021.
- [71] Z. Xiong, S. Liu, S. Li, Y. Shi, Y. Yang, and R. Misra, “Role of melt pool boundary condition in determining the mechanical properties of selective laser melting alsi10mg alloy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 740, pp. 148–156, 2019.
- [72] H. Chen, S. Patel, M. Vlasea, and Y. Zou, “Enhanced tensile ductility of an additively manufactured alsi10mg alloy by reducing the density of melt pool boundaries,” *Scripta Materialia*, vol. 221, p. 114954, 2022.
- [73] Y. Zhong, “Sub-grain structure in additive manufactured stainless steel 316L,” Ph.D. dissertation, Department of Materials and Environmental Chemistry, Stockholm University, 2017.



- [74] J. Liu, H. Yang, L. Meng, D. Liu, T. Xu, D. Xu, X. Shao, C. Shao, S. Li, P. Zhang *et al.*, “Significance of melt pool structure on the hydrogen embrittlement behavior of a selective laser-melted 316L austenitic stainless steel,” *Materials*, vol. 16, no. 4, p. 1741, 2023.
- [75] J. C. Lippold, *Welding metallurgy and weldability*. John Wiley & Sons, 2014.
- [76] T. Pinomaa, M. Lindroos, M. Walbrühl, N. Provatas, and A. Laukkanen, “The significance of spatial length scales and solute segregation in strengthening rapid solidification microstructures of 316L stainless steel,” *Acta Materialia*, vol. 184, pp. 1–16, 2020.
- [77] X. Wang, J. A. Muñoz-Lerma, M. A. Shandiz, O. Sanchez-Mata, and M. Brochu, “Crystallographic-orientation-dependent tensile behaviours of stainless steel 316L fabricated by laser powder bed fusion,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 766, p. 138395, 2019.
- [78] Y. Zhong, L. Liu, S. Wikman, D. Cui, and Z. Shen, “Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 470, pp. 170–178, 2016.
- [79] Y. Hong, C. Zhou, Y. Zheng, L. Zhang, and J. Zheng, “The cellular boundary with high density of dislocations governed the strengthening mechanism in selective laser melted 316L stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 799, p. 140279, 2021.
- [80] J. Suryawanshi, K. Prashanth, and U. Ramamurty, “Mechanical behavior of selective laser melted 316L stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 696, pp. 113–121, 2017.
- [81] M. Shahmardani, R. Logvinov, T. Babinský, S. Guth, S. Paul, A. Biswas, N. Vajragupta, and A. Hartmaier, “Experimental assessment and micromechanical modeling of additively manufactured austenitic steels under cyclic loading,” *Advanced Engineering Materials*, vol. 25, no. 15, p. 2300103, 2023.
- [82] S. Gorsse, C. Hutchinson, M. Gouné, and R. Banerjee, “Additive manufacturing of metals: a brief review of the characteristic microstructures and properties of steels, Ti-6Al-4V and high-entropy alloys,” *Science and Technology of advanced Materials*, vol. 18, no. 1, pp. 584–610, 2017.
- [83] Y. Yin, J. Sun, J. Guo, X. Kan, and D. Yang, “Mechanism of high yield strength and yield ratio of 316 L stainless steel by additive manufacturing,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 744, pp. 773–777, 2019.
- [84] J. Gubicza, M. El-Tahawy, Y. Huang, H. Choi, H. Choe, J. L. Lábár, and T. G. Langdon, “Microstructure, phase composition and hardness evolution in 316L stainless steel processed by high-pressure torsion,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 657, pp. 215–223, 2016.
- [85] P. Bajaj, A. Hariharan, A. Kini, P. Kürnsteiner, D. Raabe, and E. A. Jägle, “Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 772, p. 138633, 2020.

- [86] Y. Zhong, L.-E. Rännar, L. Liu, A. Koptug, S. Wikman, J. Olsen, D. Cui, and Z. Shen, “Additive manufacturing of 316L stainless steel by electron beam melting for nuclear fusion applications,” *Journal of nuclear materials*, vol. 486, pp. 234–245, 2017.
- [87] M. Xia, D. Gu, G. Yu, D. Dai, H. Chen, and Q. Shi, “Porosity evolution and its thermodynamic mechanism of randomly packed powder-bed during selective laser melting of inconel 718 alloy,” *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 116, pp. 96–106, 2017.
- [88] S. Czink, “Untersuchung gradiert materialieigenschaften bei der additiven fertigung von bauteilen aus alsi10mg,” Ph.D. dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2024.
- [89] J. Metelkova, Y. Kinds, K. Kempen, C. de Formanoir, A. Witvrouw, and B. Van Hooreweder, “On the influence of laser defocusing in selective laser melting of 316L,” *Additive Manufacturing*, vol. 23, pp. 161–169, 2018.
- [90] M. Laleh, A. E. Hughes, S. Yang, J. Li, W. Xu, I. Gibson, and M. Y. Tan, “Two and three-dimensional characterisation of localised corrosion affected by lack-of-fusion pores in 316L stainless steel produced by selective laser melting,” *Corrosion Science*, vol. 165, p. 108394, 2020.
- [91] Z. Sun, X. Tan, S. B. Tor, and C. K. Chua, “Simultaneously enhanced strength and ductility for 3D-printed stainless steel 316L by selective laser melting,” *NPG Asia Materials*, vol. 10, no. 4, pp. 127–136, 2018.
- [92] H. D. Carlton, A. Haboub, G. F. Gallegos, D. Y. Parkinson, and A. A. MacDowell, “Damage evolution and failure mechanisms in additively manufactured stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 651, pp. 406–414, 2016.
- [93] M. Montero Sistiaga, S. Nardone, C. Hautfenne, and J. Van Humbeeck, “Effect of heat treatment of 316L stainless steel produced by selective laser melting (SLM),” in *Proceedings of the 27th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium-An Additive Manufacturing Conference*. Solid Freeform Fabrication, 2016, pp. 558–565.
- [94] E. Yasa, J. Deckers, J.-P. Kruth, M. Rombouts, and J. Luyten, “Charpy impact testing of metallic selective laser melting parts,” *Virtual and physical prototyping*, vol. 5, no. 2, pp. 89–98, 2010.
- [95] L. Liu, Q. Ding, Y. Zhong, J. Zou, J. Wu, Y.-L. Chiu, J. Li, Z. Zhang, Q. Yu, and Z. Shen, “Dislocation network in additive manufactured steel breaks strength–ductility trade-off,” *Materials Today*, vol. 21, no. 4, pp. 354–361, 2018.
- [96] M. Shamsujjoha, S. R. Agnew, J. M. Fitz-Gerald, W. R. Moore, and T. A. Newman, “High strength and ductility of additively manufactured 316L stainless steel explained,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, no. 7, pp. 3011–3027, 2018.
- [97] G. B. Bang, W. R. Kim, H. K. Kim, H.-K. Park, G. H. Kim, S.-K. Hyun, O. Kwon, and H. G. Kim, “Effect of process parameters for selective laser melting with SUS316L on mechanical and

- microstructural properties with variation in chemical composition,” *Materials & Design*, vol. 197, p. 109221, 2021.
- [98] M. Ziętała, T. Durejko, M. Polański, I. Kunc, T. Płociński, W. Zieliński, M. Łazińska, W. Stępniewski, T. Czujko, K. J. Kurzydłowski *et al.*, “The microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of 316 L stainless steel fabricated using laser engineered net shaping,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 677, pp. 1–10, 2016.
- [99] Y. Wei, Y. Li, L. Zhu, Y. Liu, X. Lei, G. Wang, Y. Wu, Z. Mi, J. Liu, H. Wang *et al.*, “Evading the strength–ductility trade-off dilemma in steel through gradient hierarchical nanotwins,” *Nature communications*, vol. 5, no. 1, p. 3580, 2014.
- [100] A. B. Spierings, T. L. Starr, and K. Wegener, “Fatigue performance of additive manufactured metallic parts,” *Rapid prototyping journal*, vol. 19, no. 2, pp. 88–94, 2013.
- [101] unbekannt, “Standard Guide for Specifying Harmonized Standard Grade Compositions for Wrought Stainless Steels,” American Society for Testing and Materials (ASTM), Norm, 2019.
- [102] unbekannt, “DIN EN 10088-1 Nichtrostende Stähle - Teil 1,” Deutsches Institut für Normung, Norm, 2014.
- [103] M. Hatano, M. Fujinami, K. Arai, H. Fujii, and M. Nagumo, “Hydrogen embrittlement of austenitic stainless steels revealed by deformation microstructures and strain-induced creation of vacancies,” *Acta materialia*, vol. 67, pp. 342–353, 2014.
- [104] M. Handbook, “Desk edition second,” *JR Davis, and Davis & Associate, ASM international*, p. 1405, 1998.
- [105] W. Bleck and E. Moeller, *Handbuch Stahl: Auswahl, Verarbeitung, Anwendung*. Carl Hanser Verlag GmbH Co KG, 2017.
- [106] H.-J. Bargel and G. Schulze, *Werkstoffkunde*. Springer-Verlag, 2008.
- [107] M. C. Tiegel, “Zur Wasserstoff-induzierten Riss-und Blisterbildung in Eisen,” Ph.D. dissertation, Dissertation, Göttingen, Georg-August Universität, 2016.
- [108] C. Wegst, “Key to steel,” *Stahlschlüssel Wegst*, 1998.
- [109] P. V. GmbH, “The Vacuum Technology Book Volume II,” 2013.
- [110] A. L. Schaeffler, “Constitution diagram for stainless steel weld metal,” *Metal progress*, vol. 56, no. 11, p. 680, 1949.
- [111] A. Lescur, E. Stergar, J. Lim, S. Hertelé, and R. Petrov, “Microstructural investigation and identification of intermetallic  $\sigma$ -phase in solution annealed 316L-type austenitic stainless steel,” *Materials Characterization*, vol. 182, p. 111524, 2021.

- [112] E. Hall and S. Algie, “The sigma phase,” *Metallurgical reviews*, vol. 11, no. 1, pp. 61–88, 1966.
- [113] B. Hattersley, “Constitution of certain austenitic steels,” *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 204, no. 7, pp. 683–701, 1966.
- [114] C.-C. Hsieh and W. Wu, “Overview of intermetallic sigma phase precipitation in stainless steels,” *International Scholarly Research Notices*, vol. 2012, 2012.
- [115] A. Specialty Handbook, “Stainless steels,” 1994.
- [116] R. Lula, “Manganese stainless steels,” *The Manganese Centre*, p. 83, 1986.
- [117] Q. Xue, E. Cerreta, and G. Gray III, “Microstructural characteristics of post-shear localization in cold-rolled 316L stainless steel,” *Acta materialia*, vol. 55, no. 2, pp. 691–704, 2007.
- [118] unbekannt, “Specification Sheet: Alloy 316/316L (UNS S31600, S31603) W. Nr. 1.4401, 1.4404,” Sandmeyer Steel Company, specification sheet, 2014.
- [119] unbekannt, “Material Data Sheet Fe-Alloy 316L (1.4404),” EOS GmbH, specification sheet, 2020.
- [120] unbekannt, “Böhler edelstahl handbuch,” unbekannt, Tech. Rep., 1985.
- [121] Y. Touloukian, “Thermophysical Properties of High Temperature Solid Materials. Volume 3: Ferrous Alloys,” Thermophysical and Electronic Properties Information Analysis Center Lafayette, Tech. Rep., 1966.
- [122] K. C. Mills, *Recommended values of thermophysical properties for selected commercial alloys*. Woodhead Publishing, 2002.
- [123] unbekannt, “EOS Stainless Steel 316L Material Data Sheet,” EOS GmbH, specification sheet, 2022.
- [124] N. Lavery, J. Cherry, S. Mehmood, H. Davies, B. Girling, E. Sackett, S. Brown, and J. Sienz, “Effects of hot isostatic pressing on the elastic modulus and tensile properties of 316L parts made by powder bed laser fusion,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 693, pp. 186–213, 2017.
- [125] F. Hardesty, “Metals handbook ninth edition, volume 1. properties and selection Irons and steels,” 1980.
- [126] unbekannt, “Stainless Steel 1.4404 Material Data Sheet,” Thyssenkrupp Materials (UK) Ltd, specification sheet, 2017.
- [127] B. Verlee, T. Dormal, and J. Lecomte-Beckers, “Density and porosity control of sintered 316L stainless steel parts produced by additive manufacturing,” *Powder Metallurgy*, vol. 55, no. 4, pp. 260–267, 2012.

- [128] H. M. Cobb, *Steel products manual: stainless steels*. unbekannter Verlag, 1999.
- [129] J. A. Slotwinski, E. J. Garboczi, and K. M. Hebenstreit, “Porosity measurements and analysis for metal additive manufacturing process control,” *Journal of research of the National Institute of Standards and Technology*, vol. 119, p. 494, 2014.
- [130] A. Sola and A. Nouri, “Microstructural porosity in additive manufacturing: The formation and detection of pores in metal parts fabricated by powder bed fusion,” *Journal of Advanced Manufacturing and Processing*, vol. 1, no. 3, p. e10021, 2019.
- [131] L. Remy and A. Pineau, “Twinning and strain-induced fcc - hcp transformation on the mechanical properties of Co-Ni-Cr-Mo alloys,” *Materials Science and Engineering*, vol. 26, no. 1, pp. 123–132, 1976.
- [132] K. H. Lo, C. H. Shek, and J. Lai, “Recent developments in stainless steels,” *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 65, no. 4-6, pp. 39–104, 2009.
- [133] A. Kauffmann, “Gefügeverfeinerung durch mechanische Zwillingsbildung in Kupfer und Kupfermischkristalllegierungen,” Ph.D. dissertation, Technische Universität Dresden, Fakultät Maschinenwesen, 2014.
- [134] S. G. Chowdhury, S. Das, and P. De, “Cold rolling behaviour and textural evolution in AISI 316L austenitic stainless steel,” *Acta Materialia*, vol. 53, no. 14, pp. 3951–3959, 2005.
- [135] M. Pham, B. Dovggy, and P. Hooper, “Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 704, pp. 102–111, 2017.
- [136] Y. Mine and T. Kimoto, “Hydrogen uptake in austenitic stainless steels by exposure to gaseous hydrogen and its effect on tensile deformation,” *Corrosion Science*, vol. 53, no. 8, pp. 2619–2629, 2011.
- [137] X. Zhou, C. Nowak, R. Skelton, M. Foster, J. Ronevich, C. San Marchi, and R. Sills, “An Fe–Ni–Cr–H interatomic potential and predictions of hydrogen-affected stacking fault energies in austenitic stainless steels,” *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 47, no. 1, pp. 651–665, 2022.
- [138] P. Ferreira, I. M. Robertson, and H. Birnbaum, “Influence of hydrogen on the stacking-fault energy of an austenitic stainless steel,” in *Materials Science Forum*, vol. 207, 1996.
- [139] P. J. Gibbs, P. D. Hough, K. Thürmer, B. P. Somerday, C. San Marchi, and J. A. Zimmerman, “Stacking fault energy based alloy screening for hydrogen compatibility,” *JOM*, vol. 72, no. 5, pp. 1982–1992, 2020.

- [140] I. Karaman, H. Sehitoglu, Y. Chumlyakov, and H. Maier, "The deformation of low-stacking-fault-energy austenitic steels," *Jom*, vol. 54, no. 7, pp. 31–37, 2002.
- [141] G. Frommeyer, U. Brück, and P. Neumann, "Supra-ductile and high-strength Manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes," *ISIJ international*, vol. 43, no. 3, pp. 438–446, 2003.
- [142] S. Allain, J.-P. Chateau, O. Bouaziz, S. Migot, and N. Guelton, "Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 387, pp. 158–162, 2004.
- [143] M. Ojima, Y. Adachi, Y. Tomota, Y. Katada, Y. Kaneko, K. Kuroda, and H. Saka, "Weak beam tem study on stacking fault energy of high nitrogen steels," *steel research international*, vol. 80, no. 7, pp. 477–481, 2009.
- [144] P. Müllner, C. Solenthaler, and M. Speidel, "Second order twinning in austenitic steel," *Acta metallurgica et materialia*, vol. 42, no. 5, pp. 1727–1732, 1994.
- [145] P. Müllner, "Disclination models for deformation twinning," in *Solid State Phenomena*, vol. 87. Trans Tech Publ, 2002, pp. 227–238.
- [146] A. Saeed-Akbari, L. Mosecker, A. Schwedt, and W. Bleck, "Characterization and prediction of flow behavior in high-manganese twinning induced plasticity steels: Part i. mechanism maps and work-hardening behavior," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, pp. 1688–1704, 2012.
- [147] B. Zhao, P. Huang, L. Zhang, S. Li, Z. Zhang, and Q. Yu, "Temperature effect on stacking fault energy and deformation mechanisms in titanium and titanium-aluminium alloy," *Scientific Reports*, vol. 10, no. 1, p. 3086, 2020.
- [148] P. Haasen, "Plastic deformation of nickel single crystals at low temperatures," *Philosophical Magazine*, vol. 3, no. 28, pp. 384–418, 1958.
- [149] W. Bleck, "Stahl – ab initio quantenmechanisch geführtes design neuer eisenbasis-werkstoffe."
- [150] O. Bouaziz, S. Allain, C. Scott, P. Cugy, and D. Barbier, "High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships," *Current opinion in solid state and materials science*, vol. 15, no. 4, pp. 141–168, 2011.
- [151] P. L. Mangonon and G. Thomas, "The martensite phases in 304 stainless steel," *Metallurgical transactions*, vol. 1, no. 6, pp. 1577–1586, 1970.
- [152] J. Li, Y. Cao, B. Gao, Y. Li, and Y. Zhu, "Superior strength and ductility of 316L stainless steel with heterogeneous lamella structure," *Journal of Materials Science*, vol. 53, no. 14, pp. 10 442–10 456, 2018.



- [153] F. Frank, “Lxxxiii. Crystal dislocations.—elementary concepts and definitions,” *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, vol. 42, no. 331, pp. 809–819, 1951.
- [154] B.-O. Walther and S. Heidrun, *Kristallographie*. Springer, 2013.
- [155] T. Blewitt, R. Coltman, and J. Redman, “Low-temperature deformation of copper single crystals,” *Journal of Applied Physics*, vol. 28, no. 6, pp. 651–660, 1957.
- [156] T. Mitchell and P. Thornton, “The work-hardening characteristics of Cu and  $\alpha$ -brass single crystals between 4•2 and 500° k,” *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 8, no. 91, pp. 1127–1159, 1963.
- [157] D. Weiner, “Mechanical twinning in Cu single crystals,” *Acta Metallurgica*, vol. 20, no. 10, pp. 1235–1239, 1972.
- [158] A. S. Tirunilai, “Cryogenic deformation of CoCrFeMnNi with a focus on serrated plastic deformation,” Ph.D. dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2021.
- [159] D. Geissler, J. Freudenberger, A. Kauffmann, M. Krautz, H. Klauss, A. Voss, J. Eickemeyer, and L. Schultz, “Appearance of dislocation-mediated and twinning-induced plasticity in an engineering-grade FeMnNiCr alloy,” *Acta materialia*, vol. 59, no. 20, pp. 7711–7723, 2011.
- [160] J. Chen, W. Yan, C. Liu, R. Ding, and X. Fan, “Dependence of texture evolution on initial orientation in drawn single crystal copper,” *Materials characterization*, vol. 62, no. 2, pp. 237–242, 2011.
- [161] A. Srinivasan Tirunilai, “Cryogenic deformation of cocrfemnni with a focus on serrated plastic deformation,” Ph.D. dissertation, Dissertation, Karlsruhe, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2021, 2021.
- [162] E. Macherauch and H.-W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffkunde: 100 ausführliche Versuche aus wichtigen Gebieten der Werkstofftechnik*. Springer-Verlag, 2019.
- [163] P. Haasen, *Physikalische Metallkunde*. Springer-verlag, 2013.
- [164] V. Läßle, “Werkstoffermüdung und schwingfestigkeit,” *Einführung in die Festigkeitslehre: Lehr-und Übungsbuch*, pp. 245–311, 2006.
- [165] D. Radaj and M. Vormwald, *Ermüdungsfestigkeit*. Springer, 2007.
- [166] unknown, “DIN 50100 Schwingfestigkeitsversuch –Durchführung und Auswertung von zyklischen Versuchen mit konstanter Lastamplitude für metallische Werkstoffproben und Bauteile,” Deutsches Institut für Normung, Norm, 2016.



- [167] L. Li, P. Zhang, Z. Zhang, H. Zhou, S. Qu, J. Yang, and Z. Zhang, "Strain localization and fatigue cracking behaviors of cu bicrystal with an inclined twin boundary," *Acta materialia*, vol. 73, pp. 167–176, 2014.
- [168] J. W. Pegues, M. D. Roach, and N. Shamsaei, "Additive manufacturing of fatigue resistant austenitic stainless steels by understanding process-structure-property relationships," *Materials Research Letters*, vol. 8, no. 1, pp. 8–15, 2020.
- [169] A. Heinz and P. Neumann, "Crack initiation during high cycle fatigue of an austenitic steel," *Acta metallurgica et materialia*, vol. 38, no. 10, pp. 1933–1940, 1990.
- [170] P. Chiu, K. Weng, S.-H. Wang, J. Yang, Y. Huang, and J. Fang, "Low-cycle fatigue-induced martensitic transformation in SAF 2205 duplex stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 398, no. 1-2, pp. 349–359, 2005.
- [171] K. Rajanna, B. Pathiraj, and B. Kolster, "X-ray fractography studies on austenitic stainless steels," *Engineering fracture mechanics*, vol. 54, no. 1, pp. 155–166, 1996.
- [172] Z. Mei and J. Morris, "Influence of deformation-induced martensite on fatigue crack propagation in 304-type steels," *Metallurgical transactions A*, vol. 21, no. 12, pp. 3137–3152, 1990.
- [173] S. Mocarski, "Total approach to reliability of case-hardened parts," *METAL PROGR*, vol. 98, no. 3, pp. 96–98, 1970.
- [174] A. Miller, Y. Estrin, and X. Z. Hu, "Magnetic force microscopy of fatigue crack tip region in a 316L austenitic stainless steel," *Scripta materialia*, vol. 47, no. 7, pp. 441–446, 2002.
- [175] A. Pundt, *Nanoskalige Metall-Wasserstoff-Systeme*. Universitätsverlag Göttingen, 2005.
- [176] Y. Fukai, *The metal-hydrogen system: basic bulk properties*. Springer Science & Business Media, 2006, vol. 21.
- [177] C. E. Mortimer and U. Müller, *Chemie: Das Basiswissen der Chemie*. Georg Thieme Verlag, 2007.
- [178] S. Myers, W. Wampler, and F. Besenbacher, "Trapping and surface recombination of ion-implanted deuterium in stainless steel," *Journal of applied physics*, vol. 56, no. 6, pp. 1561–1571, 1984.
- [179] E. Ligeon, R. Danielou, J. Fontenille, and R. Eymery, "Deuterium location and migration in metals: Comparison of implantation and solid solution," *Journal of applied physics*, vol. 59, no. 1, pp. 108–119, 1986.
- [180] S. Picraux, "Defect trapping of gas atoms in metals," *Nuclear Instruments and Methods*, vol. 182, pp. 413–437, 1981.

- [181] V. Gavriljuk, *Hydrogen in Engineering Metallic Materials: From Atomic-Level Interactions to Mechanical Properties*. Springer Nature, 2022.
- [182] M. Kawasaki, J.-K. Han, X. Liu, Y. Onuki, Y. O. Kuzminova, S. A. Evlashin, A. M. Pesin, A. P. Zhilyaev, and K.-D. Liss, “In situ heating neutron and x-ray diffraction analyses for revealing structural evolution during postprinting treatments of additive-manufactured 316l stainless steel,” *Advanced Engineering Materials*, vol. 24, no. 4, p. 2100968, 2022.
- [183] A. Switendick, “Band structure calculations for metal hydrogen systems,” *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, vol. 117, no. 117, pp. 89–112, 1979.
- [184] C. Izawa, “Extended tof-sims analysis on low-nickel austenitic stainless steels: The influence of oxide layers on hydrogen embrittlement,” 2016.
- [185] A. Pundt and R. Kirchheim, “Hydrogen in metals: microstructural aspects,” *Annu. Rev. Mater. Res.*, vol. 36, pp. 555–608, 2006.
- [186] R. Behm, V. Penka, M.-G. Cattania, K. Christmann, and G. Ertl, “Evidence for “subsurface”hydrogen on Pd (110): An intermediate between chemisorbed and dissolved species,” *The Journal of Chemical Physics*, vol. 78, no. 12, pp. 7486–7490, 1983.
- [187] I. Maroef, D. Olson, M. Eberhart, and G. Edwards, “Hydrogen trapping in ferritic steel weld metal,” *International Materials Reviews*, vol. 47, no. 4, pp. 191–223, 2002.
- [188] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer-Verlag, 2007.
- [189] R. Kirchheim, “On the solute-defect interaction in the framework of a defectant concept,” *International journal of materials research*, vol. 100, no. 4, pp. 483–487, 2009.
- [190] M. Pohl, “Hydrogen in metals: a systematic overview,” *Practical Metallography*, vol. 51, no. 4, pp. 291–305, 2014.
- [191] K. Wilson and A. Pontau, “The temperature dependence of deuterium trapping in fusion reactor materials,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 85, pp. 989–993, 1979.
- [192] R. Silverstein and D. Eliezer, “Mechanisms of hydrogen trapping in austenitic, duplex, and super martensitic stainless steels,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 720, pp. 451–459, 2017.
- [193] M. Louthan Jr, D. Rawl Jr, and R. Huntoon, “Autoradiographic analysis of microsegregation of hydrogen in metals,” *Corrosion*, vol. 28, no. 5, pp. 172–176, 1972.
- [194] G. Thomas, I. Bernstein, and A. Thompson, “Hydrogen effects in metals,” in *Proceedings of the Third International Conference on Effect of Hydrogen on Behavior of Materials (Moran WY, 1980), IM Bernstein and AW Thompson, editors. New York: The Metallurgical Society of AIME, 1981, p. 77.*

- [195] Y. A. Du, L. Ismer, J. Rogal, T. Hickel, J. Neugebauer, and R. Drautz, "First-principles study on the interaction of H interstitials with grain boundaries in  $\alpha$ - and  $\gamma$ -Fe," *Physical Review B*, vol. 84, no. 14, p. 144121, 2011.
- [196] R. Silverstein, D. Eliezer, and E. Tal-Gutelmacher, "Hydrogen trapping in alloys studied by thermal desorption spectrometry," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 747, pp. 511–522, 2018.
- [197] A. Atrens, N. Fiore, and K. Miura, "Dislocation damping and hydrogen pinning in austenitic stainless steels," *Journal of Applied Physics*, vol. 48, no. 10, pp. 4247–4251, 1977.
- [198] P. Tison, "Influence de l'hydrogene sur le comportement des métaux," *Rapport CEA R-5240, Service de documentation du CEA, Saclay (Eds.)*, 1984.
- [199] S. Wagner, "Dünne Palladium-Wasserstoff-Schichten als Modellsystem: Thermodynamik struktureller Phasenübergänge unter elastischen und mikrostrukturellen Zwangsbedingungen," Ph.D. dissertation, Georg-August Universität Göttingen, 2014.
- [200] A.-M. Brass and J. Chêne, "Hydrogen uptake in 316L stainless steel: Consequences on the tensile properties," *Corrosion science*, vol. 48, no. 10, pp. 3222–3242, 2006.
- [201] L. Harrison, "Influence of dislocations on diffusion kinetics in solids with particular reference to the alkali halides," *Transactions of the Faraday Society*, vol. 57, pp. 1191–1199, 1961.
- [202] I. Belova, T. Fiedler, N. Kulkarni, and G. Murch, "The Harrison diffusion kinetics regimes in solute grain boundary diffusion," *Philosophical Magazine*, vol. 92, no. 14, pp. 1748–1763, 2012.
- [203] G. Love, "Dislocation pipe diffusion," *Acta Metallurgica*, vol. 12, no. 6, pp. 731–737, 1964.
- [204] J. Tien, A. W. Thompson, I. Bernstein, and R. J. Richards, "Hydrogen transport by dislocations," *Metallurgical Transactions A*, vol. 7, no. 6, pp. 821–829, 1976.
- [205] A. Oudriss, J. Creus, J. Bouhattate, E. Conforto, C. Berziou, C. Savall, and X. Feaugas, "Grain size and grain-boundary effects on diffusion and trapping of hydrogen in pure nickel," *Acta Materialia*, vol. 60, no. 19, pp. 6814–6828, 2012. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645412006106>
- [206] T. Mütschele and R. Kirchheim, "Segregation and diffusion of hydrogen in grain boundaries of palladium," *Scripta metallurgica*, vol. 21, no. 2, pp. 135–140, 1987.
- [207] K. Lagemann, "Charakterisierung und verbesserung der wasserstoff-versprödungseigenschaften von AM316L," Master's thesis, KIT, Engelbert-Arnold-Straße 4, Karlsruhe, 2023.
- [208] J. Woodtli and R. Kieselbach, "Damage due to hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking," *Engineering failure analysis*, vol. 7, no. 6, pp. 427–450, 2000.

- [209] Y. Adda and J. Philibert, "La diffusion dans les solides, ed. by institut national de sciences et techniques nucléaires," *Saclay, France*, vol. 2, p. 718, 1966.
- [210] H. Mehrer, *Diffusion in solids: fundamentals, methods, materials, diffusion-controlled processes*. Springer Science & Business Media, 2007, vol. 155.
- [211] J. Gorman and W. Nardella, "Hydrogen permeation through metals," *Vacuum*, vol. 12, no. 1, pp. 19–24, 1962.
- [212] C. San Marchi, B. P. Somerday, and S. L. Robinson, "Permeability, solubility and diffusivity of hydrogen isotopes in stainless steels at high gas pressures," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 32, no. 1, pp. 100–116, 2007.
- [213] S. Xiukui, X. Jian, and L. Yiyi, "Hydrogen permeation behaviour in austenitic stainless steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 114, pp. 179–187, 1989.
- [214] M. Möser and V. Schmidt, "Fractography and mechanism of hydrogen cracking-the fisheye concept," in *Fracture 84*. Elsevier, 1984, pp. 2459–2466.
- [215] M. C. Tiegel, M. L. Martin, A. K. Lehmberg, M. Deutges, C. Borchers, and R. Kirchheim, "Crack and blister initiation and growth in purified iron due to hydrogen loading," *Acta Materialia*, vol. 115, pp. 24–34, 2016.
- [216] E. Herms, J. Olive, and M. Puiggali, "Hydrogen embrittlement of 316L type stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 272, no. 2, pp. 279–283, 1999.
- [217] M. L. Martin and P. Sofronis, "Hydrogen-induced cracking and blistering in steels: A review," *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, vol. 101, p. 104547, 2022.
- [218] R. P. Jewett, R. Walter, W. Chandler, and R. Frohberg, "Hydrogen environment embrittlement of metals," Rockwell International Corp. Canoga Park, United States, Tech. Rep., 1973.
- [219] H.-M. Shih and H. Johnson, "A model calculation of the nelson curves for hydrogen attack," in *Perspectives in Hydrogen in Metals*. Elsevier, 1986, pp. 163–171.
- [220] G. Lange, *Systematische Beurteilung technischer Schadensfälle*. John Wiley & Sons, 2001.
- [221] E. Wendler-Kalsch, "Grundlagen und Mechanismen der Wasserstoff-induzierten Korrosion metallischer Werkstoffe," *Wasserstoff und Korrosion*, vol. 2, pp. 7–53, 2000.
- [222] S. Kühn, F. Unterumsberger, T. Suter, and M. Pohl, "Neue Methoden zur Analyse von diffusilem Wasserstoff in hochfesten Stählen," *Materials Testing*, vol. 55, no. 9, pp. 648–652, 2013.
- [223] T. Hajilou, Y. Deng, B. R. Rogne, N. Kheradmand, and A. Barnoush, "In situ electrochemical microcantilever bending test: A new insight into hydrogen enhanced cracking," *Scripta Materialia*, vol. 132, pp. 17–21, 2017.

- [224] A. Laureys, T. Depover, R. Petrov, and K. Verbeken, "Influence of sample geometry and microstructure on the hydrogen induced cracking characteristics under uniaxial load," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 690, pp. 88–95, 2017.
- [225] N. Eliaz, A. Shachar, B. Tal, and D. Eliezer, "Characteristics of hydrogen embrittlement, stress corrosion cracking and tempered martensite embrittlement in high-strength steels," *Engineering failure analysis*, vol. 9, no. 2, pp. 167–184, 2002.
- [226] M. Sofia Hazarabedian, A. Viereckl, Z. Quadir, G. Leadbeater, V. Golovanevskiy, S. Erdal, P. Georgeson, and M. Iannuzzi, "Hydrogen-induced stress cracking of swaged super duplex stainless steel subsea components," *Corrosion*, vol. 75, no. 7, pp. 824–838, 2019.
- [227] A. Tetelman and W. Robertson, "The mechanism of hydrogen embrittlement observed in iron-silicon single crystals," YALE UNIV NEW HAVEN CT HAMMOND LAB, Tech. Rep., 1961.
- [228] X. Ren, Q. Zhou, W. Chu, J. Li, Y. Su, and L. Qiao, "The mechanism of nucleation of hydrogen blister in metals," *Chinese Science Bulletin*, vol. 52, no. 14, pp. 2000–2005, 2007.
- [229] P. Rozenak, I. Robertson, and H. Birnbaum, "Hvem studies of the effects of hydrogen on the deformation and fracture of AISI type 316 austenitic stainless steel," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 38, no. 11, pp. 2031–2040, 1990.
- [230] C. D. Beachem, "A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen "embrittlement")," *Metallurgical and Materials Transactions B*, vol. 3, no. 2, pp. 441–455, 1972.
- [231] H. K. Birnbaum and P. Sofronis, "Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 176, no. 1-2, pp. 191–202, 1994.
- [232] H. Birnbaum, I. Robertson, and P. Sofronis, "Hydrogen effects on plasticity," *Multiscale Phenomena in Plasticity: From Experiments to Phenomenology, Modelling and Materials Engineering*, pp. 367–381, 2000.
- [233] H. Birnbaum, I. Robertson, P. Sofronis, and D. Teter, "Mechanisms of hydrogen related fracture—a review," in *Second International Conference on Corrosion-Deformation Interactions. CDI'96*, 1996, pp. 172–195.
- [234] H. K. Birnbaum, "Mechanisms of hydrogen related fracture of metals," ILLINOIS UNIV AT URBANA DEPT OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING, Tech. Rep., 1989.
- [235] E. Sirois and H. Birnbaum, "Effects of Hydrogen and Carbon on Thermally Activated Deformation in Nickel," ILLINOIS UNIV AT URBANA DEPT OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING, Tech. Rep., 1991.

- [236] L. B. Pfeil, “The effect of occluded hydrogen on the tensile strength of iron,” *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, vol. 112, no. 760, pp. 182–195, 1926.
- [237] A. R. Troiano, “The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals,” *trans. ASM*, vol. 52, pp. 54–80, 1960.
- [238] E. Martínez-Pañeda, A. Díaz, L. Wright, and A. Turnbull, “Generalised boundary conditions for hydrogen transport at crack tips,” *Corrosion Science*, vol. 173, p. 108698, 2020.
- [239] J. Lufrano and P. Sofronis, “Enhanced hydrogen concentrations ahead of rounded notches and cracks—competition between plastic strain and hydrostatic stress,” *Acta materialia*, vol. 46, no. 5, pp. 1519–1526, 1998.
- [240] R. Kirchheim, “Reducing grain boundary, dislocation line and vacancy formation energies by solute segregation. I. Theoretical background,” *Acta Materialia*, vol. 55, no. 15, pp. 5129–5138, 2007. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645407003655>
- [241] M. Wada, N. Akaiwa, and T. Mori, “Field evaporation of iron in neon and in hydrogen and its rate-controlling processes,” *Philosophical Magazine A*, vol. 55, no. 3, pp. 389–403, 1987.
- [242] S. Lynch, “Comments on “A unified model of environment-assisted cracking”,” *Scripta Materialia*, vol. 61, no. 3, pp. 331–334, 2009.
- [243] S. Lynch, “Metallographic contributions to understanding mechanisms of environmentally assisted cracking,” *Metallography*, vol. 23, no. 2, pp. 147–171, 1989.
- [244] S. Lynch, “Environmentally assisted cracking: overview of evidence for an adsorption-induced localised-slip process,” *Acta Metallurgica*, vol. 36, no. 10, pp. 2639–2661, 1988.
- [245] S. Lynch, “Mechanisms of hydrogen assisted cracking-a review,” *Hydrogen effects on material behaviour and corrosion deformation interactions*, pp. 449–466, 2003.
- [246] T. Ehlers, R. Lachmayer, S. Vajna, and T. Halle, “Producibility,” in *Integrated Design Engineering*. Springer, 2020, pp. 287–323.
- [247] M. Dimter, R. Mayer, L. Hümmeler, R. Salzberger, J. Kotila, and T. Syvänen, “Method and device for manufacturing a three-dimensional object,” Oct. 11 2011, uS Patent 8,034,279.
- [248] S.-H. Sun, K. Hagihara, and T. Nakano, “Effect of scanning strategy on texture formation in Ni-25 at.% Mo alloys fabricated by selective laser melting,” *Materials & Design*, vol. 140, pp. 307–316, 2018.



- [249] T. Ishimoto, S. Wu, Y. Ito, S.-H. Sun, H. Amano, and T. Nakano, “Crystallographic orientation control of 316L austenitic stainless steel via selective laser melting,” *ISIJ International*, vol. 60, no. 8, pp. 1758–1764, 2020.
- [250] I. Gibson, D. Rosen, B. Stucker, M. Khorasani, D. Rosen, B. Stucker, and M. Khorasani, *Additive manufacturing technologies*. Springer, 2021, vol. 17.
- [251] R. Lachmayer *et al.*, “Verfahrensübersicht (in anlehnung an vdi 3405),” *Konstruktion für die Additive Fertigung 2018*, p. 335, 2018.
- [252] F. Wirth, A. Frauchiger, K. Gutknecht, and M. Cloots, “Influence of the inert gas flow on the laser powder bed fusion (lpbf) process,” in *Industrializing Additive Manufacturing: Proceedings of AMPA2020*. Springer, 2021, pp. 192–204.
- [253] W. Palczewska, “Catalytic reactivity of hydrogen on palladium and nickel hydride phases,” in *Advances in Catalysis*. Elsevier, 1975, vol. 24, pp. 245–291.
- [254] C. H. Bartholomew, “Hydrogen adsorption on supported cobalt, iron, and nickel,” *Catalysis Letters*, vol. 7, no. 1, pp. 27–51, 1990.
- [255] P. Manolatos and M. Jerome, “A thin palladium coating on iron for hydrogen permeation studies,” *Electrochimica Acta*, vol. 41, no. 3, pp. 359–365, 1996.
- [256] M. Devanathan and M. Selvaratnam, “Mechanism of the hydrogen-evolution reaction on nickel in alkaline solutions by the determination of the degree of coverage,” *Transactions of the Faraday Society*, vol. 56, pp. 1820–1831, 1960.
- [257] E. Dafft, K. Bohnenkamp, and H. Engell, “Investigations of the hydrogen evolution kinetics and hydrogen absorption by iron electrodes during cathodic polarization,” *Corrosion Science*, vol. 19, no. 9, pp. 591–612, 1979.
- [258] V. Burlaka, “Critical thicknesses in nb-h thin films: coherent and incoherent phase transitions, change of precipitation and growth modes and ultrahigh mechanical stress,” Ph.D. dissertation, Georg-August-Universität Göttingen, 2015.
- [259] K. Nörthemann, “Wasserstoffabsorption in epitaktischen niobschichten: eine stm-studie,” Ph.D. dissertation, Georg-August-Universität Göttingen, 2007.
- [260] E. Kauczor, “Wasserstoffkrankheit des Kupfers,” in *Angewandte Metallographie*. Springer, 1962, pp. 43–46.
- [261] L. Murr, “Metallurgical effects of shock and high-strain-rate loading,” *Materials at high strain rates*, Elsevier, Essex (England), pp. 1–46, 1987.
- [262] Y. Haddad, “Mechanical Behavior of Engineering Materials, Volume 2: Dynamic Loading and Intelligent Material Systems,” *Applied Mechanics Reviews*, vol. 55, no. 6, pp. B107–B108, 2002.



- [263] unbekannt, “Standard Test Method for Determination of Susceptibility of Metals to Embrittlement in Hydrogen Containing Environments at High Pressure, High Temperature, or Both,” American Society for Testing and Materials (ASTM), Norm, 2016.
- [264] ASTM, “ASTM G142-98 Standard Test Method for Determination of Susceptibility of Metals to Embrittlement in Hydrogen Containing Environments at High Pressure, High Temperature, or Both,” 2016.
- [265] J. Wild, “Einfluss von elektrolytischer Wasserstoffbeladung auf die Umlaufbiegewechselfestigkeit des vergüteten Stahls 100Cr6,” Master’s thesis, KIT, Engelbert-Arnold-Straße 4, Karlsruhe, 2022.
- [266] Y. Murakami, *Chapter 16. Effect of Surface Roughness on Fatigue Strength*, 12 2002.
- [267] P. Maiya and D. Busch, “Effect of surface roughness on low-cycle fatigue behavior of type 304 stainless steel,” *Metallurgical Transactions A*, vol. 6, pp. 1761–1766, 1975.
- [268] F. Bachmann, R. Hielscher, and H. Schaeben, “Grain detection from 2D and 3D EBSD data—Specification of the MTEX algorithm,” *Ultramicroscopy*, vol. 111, no. 12, pp. 1720–1733, 2011.
- [269] Mtex documentation. [Online]. Available: <https://mtex-toolbox.github.io/Documentation>
- [270] A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, and D. P. Field, *Electron backscatter diffraction in materials science*. Springer, 2009, vol. 2.
- [271] F. Humphreys, “Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (ebbsd),” *Scripta materialia*, vol. 51, no. 8, pp. 771–776, 2004.
- [272] D. J. Dingley and V. Randle, “Microtexture determination by electron back-scatter diffraction,” *Journal of materials science*, vol. 27, pp. 4545–4566, 1992.
- [273] V. Randle, “Applications of electron backscatter diffraction to materials science: status in 2009,” *Journal of materials science*, vol. 44, no. 16, pp. 4211–4218, 2009.
- [274] J. Baruchel, J.-Y. Buffiere, and E. Maire, “X-ray tomography in material science,” 2000.
- [275] J. Als-Nielsen and D. McMorrow, *Elements of modern X-ray physics*. John Wiley & Sons, 2011.
- [276] G. T. Herman, *Fundamentals of computerized tomography: image reconstruction from projections*. Springer Science & Business Media, 2009.
- [277] E. Maire and P. J. Withers, “Quantitative x-ray tomography,” *International materials reviews*, vol. 59, no. 1, pp. 1–43, 2014.
- [278] S. R. Stock, *Microcomputed tomography: methodology and applications*. CRC press, 2019.

- [279] “Magnetinduktives messverfahren,” letzter Zugriff: 31.12.2024 auf <https://www.helmut-fischer.com/de/anwendungen/messverfahren/magnetinduktives-messverfahren>.
- [280] C. Gerthsen, *Gerthsen Physik*. Springer-Verlag, 2010.
- [281] D. O’sullivan, M. Cotterell, and I. Meszaros, “The characterisation of work-hardened austenitic stainless steel by NDT micro-magnetic techniques,” *NDT & E International*, vol. 37, no. 4, pp. 265–269, 2004.
- [282] S. S. M. Tavares, J. Neto, M. Da Silva, I. F. d. Vasconcelos, and H. de Abreu, “Magnetic properties and  $\alpha'$  martensite quantification in an AISI 301LN stainless steel deformed by cold rolling,” *Materials characterization*, vol. 59, no. 7, pp. 901–904, 2008.
- [283] M. Shirdel, H. Mirzadeh, and M. Parsa, “Estimation of the kinetics of martensitic transformation in austenitic stainless steels by conventional and novel approaches,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 624, pp. 256–260, 2015.
- [284] L. Löber, T. Gustmann, K. U., and G. S., “Einfluss der Wärmebehandlung auf die Ermüdungseigenschaften von additiv hergestellten Komponenten aus 1.4404,” Konferenzbeitrag.
- [285] D. A. Porter and K. E. Easterling, *Phase transformations in metals and alloys (revised reprint)*. CRC press, 2009.
- [286] F. Manchester, A. San-Martin, and J. Pitre, “The H-Pd (hydrogen-palladium) system,” *Journal of phase equilibria*, vol. 15, no. 1, pp. 62–83, 1994.
- [287] O. Ritzel, “Elektrochemische Messung der Wasserstoff-Aktivität und der -Diffusionskonstanten in Palladium,” Master’s thesis, Georg-August-Universität Göttingen, Institut für Metallphysik, 1996.
- [288] F. Von Zeppelin, M. Haluška, and M. Hirscher, “Thermal desorption spectroscopy as a quantitative tool to determine the hydrogen content in solids,” *Thermochimica acta*, vol. 404, no. 1-2, pp. 251–258, 2003.
- [289] S.-M. Lee and J.-Y. Lee, “The trapping and transport phenomena of hydrogen in nickel,” *Metallurgical Transactions A*, vol. 17, no. 2, pp. 181–187, 1986.
- [290] A. Turnbull, R. Hutchings, and D. Ferriss, “Modelling of thermal desorption of hydrogen from metals,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 238, no. 2, pp. 317–328, 1997.
- [291] M. Rhode, T. Mente, and T. Kannengießer, “Parameters and challenges for reliable hydrogen determination in welded joints by carrier gas hot extraction,” *The Paton Welding Journal*, vol. 4, pp. 3–10, 2024.
- [292] “DIN EN 50969-2:2013-04 Vermeidung fertigungsbedingter wasserstoffinduzierter Sprödbrüche bei hochfesten Bauteilen aus Stahl - Teil 2: Prüfungen,” Tech. Rep.

- [293] M. Rhode, T. Schaupp, C. Muenster, T. Mente, T. Boellinghaus, and T. Kannengiesser, "Hydrogen determination in welded specimens by carrier gas hot extraction—a review on the main parameters and their effects on hydrogen measurement," *Welding in the World*, vol. 63, pp. 511–526, 2019.
- [294] D. Semwogerere and E. R. Weeks, "Confocal microscopy," *Encyclopedia of biomaterials and biomedical engineering*, vol. 23, pp. 1–10, 2005.
- [295] A. Nwaneshiudu, C. Kuschal, F. H. Sakamoto, R. R. Anderson, K. Schwarzenberger, and R. C. Young, "Introduction to confocal microscopy," *Journal of Investigative Dermatology*, vol. 132, no. 12, pp. 1–5, 2012.
- [296] S. W. Paddock, T. Fellers, and M. Davidson, *Confocal microscopy*. Springer, 2014.
- [297] E. DIN, "4287: Geometrische produktspezifikation (gps)—oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren—benennungen, definitionen und kenngrößen der oberflächenbeschaffenheit," *Beuth: Berlin, Germany*, 2010.
- [298] S. Vock, B. Klöden, A. Kirchner, T. Weißgärber, and B. Kieback, "Powders for powder bed fusion: a review," *Progress in Additive Manufacturing*, vol. 4, pp. 383–397, 2019.
- [299] R. Shanthar, K. Chen, and C. Abeykoon, "Powder-based additive manufacturing: A critical review of materials, methods, opportunities, and challenges," *Advanced Engineering Materials*, vol. 25, no. 19, p. 2300375, 2023.
- [300] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid *et al.*, "Fiji: an open-source platform for biological-image analysis," *Nature methods*, vol. 9, no. 7, pp. 676–682, 2012.
- [301] W. Kraus and G. Nolze, "POWDER CELL—a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns," *Journal of applied Crystallography*, vol. 29, no. 3, pp. 301–303, 1996.
- [302] L. Yuan, S. Ding, and C. Wen, "Additive manufacturing technology for porous metal implant applications and triple minimal surface structures: A review," *Bioactive materials*, vol. 4, pp. 56–70, 2019.
- [303] S. Dobson, S. Vunnam, D. Frankel, C. Sudbrack, and T. Starr, "Powder variation and mechanical properties for SLM 17-4 ph stainless steel," in *2019 International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas at Austin, 2019.
- [304] R. Cunningham, A. Nicolas, J. Madsen, E. Fodran, E. Anagnostou, M. D. Sangid, and A. D. Rollett, "Analyzing the effects of powder and post-processing on porosity and properties of electron beam melted Ti-6Al-4V," *Materials Research Letters*, vol. 5, no. 7, pp. 516–525, 2017.

- [305] B. M. Morrow, T. J. Lienert, C. M. Knapp, J. O. Sutton, M. J. Brand, R. M. Pacheco, V. Livescu, J. S. Carpenter, and G. T. Gray, "Impact of defects in powder feedstock materials on microstructure of 304L and 316L stainless steel produced by additive manufacturing," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 49, no. 8, pp. 3637–3650, 2018.
- [306] H. Choo, K.-L. Sham, J. Bohling, A. Ngo, X. Xiao, Y. Ren, P. J. Depond, M. J. Matthews, and E. Garlea, "Effect of laser power on defect, texture, and microstructure of a laser powder bed fusion processed 316L stainless steel," *Materials & Design*, vol. 164, p. 107534, 2019.
- [307] C. Shi, S. Dietrich, and V. Schulze, "Parameter optimization and mechanical properties of 42crmo4 manufactured by laser powder bed fusion," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 121, no. 3-4, pp. 1899–1913, 2022.
- [308] L. Englert, S. Czink, S. Dietrich, and V. Schulze, "How defects depend on geometry and scanning strategy in additively manufactured alsil0mg," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 299, p. 117331, 2022.
- [309] S. Czink, J. Holoch, R. Renz, V. Schulze, A. Albers, and S. Dietrich, "Process-specific topology optimization method based on laser-based additive manufacturing of alsil0mg components: Material characterization and evaluation," *Processes*, vol. 11, no. 3, p. 648, 2023.
- [310] L. Englert, "Charakterisierung prozess- und geometrieabhängiger eigenschaften additiv gefertigter bauteile aus alsil0mg mittels  $\mu$ ct," Ph.D. dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2024.
- [311] F. Ahsan and L. Ladani, "Temperature profile, bead geometry, and elemental evaporation in laser powder bed fusion additive manufacturing process," *Jom*, vol. 72, no. 1, pp. 429–439, 2020.
- [312] Y. Zhang, J. R. Evans, and S. Yang, "Corrected values for boiling points and enthalpies of vaporization of elements in handbooks," *Journal of Chemical & Engineering Data*, vol. 56, no. 2, pp. 328–337, 2011.
- [313] V. Klapczynski, M. Courtois, R. Meillour, E. Bertrand, D. Le Maux, M. Carin, T. Pierre, P. Le Masson, and P. Paillard, "Temperature and time dependence of manganese evaporation in liquid steels. multiphysics modelling and experimental confrontation," *Scripta Materialia*, vol. 221, p. 114944, 2022.
- [314] P. Khan and T. Debroy, "Alloying element vaporization and weld pool temperature during laser welding of alsil 202 stainless steel," *Metallurgical Transactions B*, vol. 15, pp. 641–644, 1984.
- [315] A. Mauduit, S. Pillot, H. Gransac *et al.*, "Study of the suitability of aluminum alloys for additive manufacturing by laser powder bed fusion," *UPB Sci. Bull. Ser. B Chem. Mater. Sci*, vol. 79, pp. 219–238, 2017.

- [316] L. Johnson, M. Mahmoudi, B. Zhang, R. Seede, X. Huang, J. T. Maier, H. J. Maier, I. Karaman, A. Elwany, and R. Arróyave, “Assessing printability maps in additive manufacturing of metal alloys,” *Acta Materialia*, vol. 176, pp. 199–210, 2019.
- [317] P. Krakhmalev, G. Fredriksson, K. Svensson, I. Yadroitsev, I. Yadroitsava, M. Thuvander, and R. Peng, “Microstructure, solidification texture, and thermal stability of 316 L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion,” *Metals*, vol. 8, no. 8, p. 643, 2018.
- [318] G. Bansal, A. Chandan, V. Srivastava, K. G. Krishna, G. Das, S. Rajkumar, S. Ghosh Chowdhury, and S. Tarafder, “Studies on tensile behaviour of selective laser melted 316L stainless steel using SEM straining stage,” *Transactions of the Indian National Academy of Engineering*, vol. 6, no. 4, pp. 1005–1015, 2021.
- [319] A. B. Kale, J. Singh, B.-K. Kim, D.-I. Kim, and S.-H. Choi, “Effect of initial microstructure on the deformation heterogeneities of 316L stainless steels fabricated by selective laser melting processing,” *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 9, no. 4, pp. 8867–8883, 2020.
- [320] L. F. Starck, K. D. Zilnyk, A. L. Senra, R. S. Namur, M. T. Izumi, M. de Castro, M. Y. Maeda, V. A. Righetti, A. J. Ramirez, and O. M. Cintho, “In Situ X-Ray Diffraction Study of the Deformation of an AISI 316L Stainless Steel Produced by Laser Powder Bed Fusion,” *Journal of Materials Engineering and Performance*, pp. 1–14, 2022.
- [321] T. Ronneberg, C. M. Davies, and P. A. Hooper, “Revealing relationships between porosity, microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion 316L stainless steel through heat treatment,” *Materials & Design*, vol. 189, p. 108481, 2020.
- [322] C.-H. Yu, A. Leicht, R. L. Peng, and J. Moverare, “Low cycle fatigue of additively manufactured thin-walled stainless steel 316L,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 821, p. 141598, 2021.
- [323] K. Prashanth and J. Eckert, “Formation of metastable cellular microstructures in selective laser melted alloys,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 707, pp. 27–34, 2017.
- [324] M. Jaskari, S. Ghosh, I. Miettunen, P. Karjalainen, and A. Järvenpää, “Tensile properties and deformation of AISI 316L additively manufactured with various energy densities,” *Materials*, vol. 14, no. 19, p. 5809, 2021.
- [325] S. Takajo, D. W. Brown, B. Clausen, G. Gray, C. M. Knapp, D. T. Martinez, C. P. Trujillo, and S. C. Vogel, “Spatially resolved texture and microstructure evolution of additively manufactured and gas gun deformed 304L stainless steel investigated by neutron diffraction and electron backscatter diffraction,” *Powder Diffraction*, vol. 33, no. 2, pp. 141–146, 2018.
- [326] D. Braun, “Einfluss von Oberflächengüte, Porosität und Wasserstoffbeladung auf die mechanischen Kennwerte von additiv (PBF-LM) gefertigtem 316L,” Master’s thesis, KIT, Engelbert-Arnold-Straße 4, Karlsruhe, 2022.

- [327] F. Khodabakhshi, M. Farshidianfar, A. Gerlich, M. Nosko, V. Trembošová, and A. Khajepour, “Effects of laser additive manufacturing on microstructure and crystallographic texture of austenitic and martensitic stainless steels,” *Additive Manufacturing*, vol. 31, p. 100915, 2020.
- [328] A. S. Tirunilai, J. Sas, K.-P. Weiss, H. Chen, D. V. Szabó, S. Schlabach, S. Haas, D. Geissler, J. Freudenberger, M. Heilmaier *et al.*, “Peculiarities of deformation of CoCrFeMnNi at cryogenic temperatures,” *Journal of Materials Research*, vol. 33, no. 19, pp. 3287–3300, 2018.
- [329] Y.-D. Im, K.-H. Kim, K.-H. Jung, Y.-K. Lee, and K.-H. Song, “Anisotropic mechanical behavior of additive manufactured AISI 316L steel,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 50, no. 4, pp. 2014–2021, 2019.
- [330] A. ASM, “Handbook Volume 12: Fractography,” *USA: The Materials Information Company*, 1992.
- [331] J. L. González-Velázquez, “Brittle and ductile fractures,” in *Fractography and Failure Analysis*. Springer, 2018, pp. 49–69.
- [332] H. H. Alsalla, C. Smith, and L. Hao, “Effect of build orientation on the surface quality, microstructure and mechanical properties of selective laser melting 316L stainless steel,” *Rapid prototyping journal*, 2018.
- [333] M. Güden, H. Yavaş, A. A. Tanrikulu, A. Taşdemirci, B. Akin, S. Enser, A. Karakuş, and B. A. Hamat, “Orientation dependent tensile properties of a selective-laser-melt 316L stainless steel,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 824, p. 141808, 2021.
- [334] X. Yang, W.-j. Ma, Y.-j. Ren, S.-f. Liu, Y. Wang, W.-l. Wang, and H.-p. Tang, “Subgrain microstructures and tensile properties of 316L stainless steel manufactured by selective laser melting,” *Journal of Iron and Steel Research International*, vol. 28, no. 9, pp. 1159–1167, 2021.
- [335] S. Bahl, S. Mishra, K. Yazar, I. R. Kola, K. Chatterjee, and S. Suwas, “Non-equilibrium microstructure, crystallographic texture and morphological texture synergistically result in unusual mechanical properties of 3D printed 316L stainless steel,” *Additive Manufacturing*, vol. 28, pp. 65–77, 2019.
- [336] A. Charmi, R. Falkenberg, L. Ávila, G. Mohr, K. Sommer, A. Ulbricht, M. Sprengel, R. S. Neumann, B. Skrotzki, and A. Evans, “Mechanical anisotropy of additively manufactured stainless steel 316L: An experimental and numerical study,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 799, p. 140154, 2021.
- [337] M. Tang and P. C. Pistorius, “Anisotropic mechanical behavior of AlSi10Mg parts produced by selective laser melting,” *Jom*, vol. 69, no. 3, pp. 516–522, 2017.



- [338] A. Du Plessis, I. Yadroitsava, and I. Yadroitsev, “Effects of defects on mechanical properties in metal additive manufacturing: A review focusing on X-ray tomography insights,” *Materials & Design*, vol. 187, p. 108385, 2020.
- [339] A. Wilson-Heid, T. Novak, and A. M. Beese, “Characterization of the effects of internal pores on tensile properties of additively manufactured austenitic stainless steel 316L,” *Experimental Mechanics*, vol. 59, no. 6, pp. 793–804, 2019.
- [340] B. Diepold, S. Neumeier, A. Meermeier, H. W. Höppel, T. Sebold, and M. Göken, “Temperature-Dependent Dynamic Strain Aging in Selective Laser Melted 316L,” *Advanced Engineering Materials*, vol. 23, no. 10, p. 2001501, 2021.
- [341] B. Choudhary, “Influence of strain rate and temperature on tensile deformation and fracture behavior of type 316L (N) austenitic stainless steel,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 45, no. 1, pp. 302–316, 2014.
- [342] P. Zavattieri, V. Savic, L. Hector Jr, J. Fekete, W. Tong, and Y. Xuan, “Spatio-temporal characteristics of the Portevin–Le Châtelier effect in austenitic steel with twinning induced plasticity,” *International Journal of Plasticity*, vol. 25, no. 12, pp. 2298–2330, 2009.
- [343] J. Min, J. Lin, and B. Sun, “Effect of strain rate on spatio-temporal behavior of portevin–le châtelier bands in a twinning induced plasticity steel,” *Mechanics of Materials*, vol. 68, pp. 164–175, 2014.
- [344] A. Abduluyahed, K. Rozniatowski, and K. Kurzydłowski, “The effect of test environment on tensile properties of 316L austenitic stainless steel. part 1: Serrated flow characteristics,” *Scripta metallurgica et materialia*, vol. 33, no. 9, 1995.
- [345] P. Rodriguez, “Serrated plastic flow,” *Bulletin of Materials Science*, vol. 6, no. 4, pp. 653–663, 1984.
- [346] E. Pink and A. Grinberg, “Serrated flow in a ferritic stainless steel,” *Materials Science and Engineering*, vol. 51, no. 1, pp. 1–8, 1981.
- [347] G. A. Muhamed, S. Gündüz, M. A. Erden, and D. Taştumur, “Dynamic strain aging behaviour in aisi 316l austenitic stainless steel under as-received and as-welded conditions,” *Metals*, vol. 7, no. 9, p. 362, 2017.
- [348] M. Mathew, K. Laha, and V. Ganesan, “Improving creep strength of 316l stainless steel by alloying with nitrogen,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 535, pp. 76–83, 2012.
- [349] B. OH, “The exponential law of endurance tests,” pp. 625–630, 1910.
- [350] B. Voloskov, S. Evlashin, S. Dagesyan, S. Abaimov, I. Akhatov, and I. Sergeichev, “Very high cycle fatigue behavior of additively manufactured 316L stainless steel,” *Materials*, vol. 13, no. 15, p. 3293, 2020.



- [351] E. Charkaluk and V. Chastand, "Fatigue of additive manufacturing specimens: a comparison with casting processes," *Multidisciplinary Digital Publishing Institute Proceedings*, vol. 2, no. 8, p. 474, 2018.
- [352] N. Haghdadi, M. Laleh, M. Moyle, and S. Primig, "Additive manufacturing of steels: a review of achievements and challenges," *Journal of Materials Science*, vol. 56, no. 1, pp. 64–107, 2021.
- [353] M. Topic, R. Tait, and C. Allen, "The fatigue behaviour of metastable (AISI-304) austenitic stainless steel wires," *International journal of fatigue*, vol. 29, no. 4, pp. 656–665, 2007.
- [354] S.-G. Hong, K.-O. Lee, and S.-B. Lee, "Dynamic strain aging effect on the fatigue resistance of type 316L stainless steel," *International Journal of Fatigue*, vol. 27, no. 10-12, pp. 1420–1424, 2005.
- [355] S.-G. Hong and S.-B. Lee, "Mechanism of dynamic strain aging and characterization of its effect on the low-cycle fatigue behavior in type 316L stainless steel," *Journal of Nuclear Materials*, vol. 340, no. 2-3, pp. 307–314, 2005.
- [356] H. Masuo, Y. Tanaka, S. Morokoshi, H. Yagura, T. Uchida, Y. Yamamoto, and Y. Murakami, "Influence of defects, surface roughness and HIP on the fatigue strength of Ti-6Al-4V manufactured by additive manufacturing," *International Journal of Fatigue*, vol. 117, pp. 163–179, 2018.
- [357] J. Elambasseril, J. Rogers, C. Wallbrink, D. Munk, M. Leary, and M. Qian, "Laser powder bed fusion additive manufacturing (LPBF-AM): the influence of design features and LPBF variables on surface topography and effect on fatigue properties," *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, pp. 1–37, 2022.
- [358] K. S. Chan, M. Koike, R. L. Mason, and T. Okabe, "Fatigue life of titanium alloys fabricated by additive layer manufacturing techniques for dental implants," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, no. 2, pp. 1010–1022, 2013.
- [359] D. P. Escobar, K. Verbeken, L. Duprez, and M. Verhaege, "Evaluation of hydrogen trapping in high strength steels by thermal desorption spectroscopy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 551, pp. 50–58, 2012.
- [360] G. Pressouyre and I. Bernstein, "An example of the effect of hydrogen trapping on hydrogen embrittlement," *Metallurgical Transactions A*, vol. 12, no. 5, pp. 835–844, 1981.
- [361] R. Oriani, "Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys.(retroactive coverage)," *Noyes Publications, Mill Rd, Park Ridge, New Jersey 07656, USA*, 1985. 886, 1985.
- [362] K. Verbeken, "2 - Analysing hydrogen in metals: bulk thermal desorption spectroscopy (TDS) methods," in *Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies*, ser.

- Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering, R. P. Gangloff and B. P. Somerday, Eds. Woodhead Publishing, 2012, vol. 1, pp. 27–55. [Online]. Available: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/B9780857095367500027>
- [363] K. Wilson and M. Baskes, “Deuterium trapping in irradiated 316 stainless steel,” *Journal of Nuclear Materials*, vol. 76, pp. 291–297, 1978.
- [364] P. Metalnikov, G. Ben-Hamu, and D. Eliezer, “Hydrogen trapping in laser powder bed fusion 316L stainless steel,” *Metals*, vol. 12, no. 10, p. 1748, 2022.
- [365] C. San Marchi, “Hydrogen embrittlement of stainless steels and their welds,” *Gaseous hydrogen embrittlement of materials in energy technologies*, pp. 592–623, 2012.
- [366] N. Moody, S. Robinson, and W. Garrison Jr, “Hydrogen effects on the properties and fracture modes of iron-based alloys,” *Res Mech.*, vol. 30, no. 2, pp. 143–206, 1990.
- [367] K. Nibur, B. Somerday, D. Balch, and C. San Marchi, “The role of localized deformation in hydrogen-assisted crack propagation in 21Cr–6Ni–9Mn stainless steel,” *Acta Materialia*, vol. 57, no. 13, pp. 3795–3809, 2009.
- [368] C. San Marchi, K. Nibur, D. Balch, B. Somerday, X. Tang, G. Schiroky, and T. Michler, “Hydrogen-assisted fracture of austenitic stainless steels,” in *Proc. of the 2008 International Hydrogen Conferences*, ASM, 2009, pp. 88–96.
- [369] R. V. Stone, T. Cox, J. Low, and J. Psioda, “Microstructural aspects of fracture by dimpled rupture,” *International Metals Reviews*, vol. 30, no. 1, pp. 157–180, 1985.
- [370] C. San Marchi, B. Somerday, X. Tang, and G. Schiroky, “Effects of alloy composition and strain hardening on tensile fracture of hydrogen-precharged type 316 stainless steels,” *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 33, no. 2, pp. 889–904, 2008.
- [371] K. Bertsch, A. Nagao, B. Rankouhi, B. Kuehl, and D. Thoma, “Hydrogen embrittlement of additively manufactured austenitic stainless steel 316 L,” *Corrosion Science*, vol. 192, p. 109790, 2021.
- [372] Y. Hong, C. Zhou, S. Wagner, S. Schlabach, A. Pundt, L. Zhang, and J. Zheng, “Strain-induced twins and martensite: Effects on hydrogen embrittlement of selective laser melted (slm) 316 L stainless steel,” *Corrosion Science*, vol. 208, p. 110669, 2022.
- [373] T. T. Nguyen, J. Park, S. H. Nahm, N. Tak, and U. B. Baek, “Ductility and fatigue properties of low nickel content type 316L austenitic stainless steel after gaseous thermal pre-charging with hydrogen,” *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 44, no. 51, pp. 28 031–28 043, 2019.
- [374] L. Tsay, J. Chen, and J. Huang, “Hydrogen-assisted fatigue crack growth of AISI 316L stainless steel weld,” *Corrosion science*, vol. 50, no. 11, pp. 2973–2980, 2008.

- [375] Y. Murakami, T. Kanezaki, and Y. Mine, "Hydrogen effect against hydrogen embrittlement," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 41, pp. 2548–2562, 2010.
- [376] Y. Mine, A. Orita, K. Murakami, and J.-M. Olive, "Fatigue crack growth behaviour in austenitic stainless steels subjected to superficial and entire hydrogenation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 548, pp. 118–125, 2012.
- [377] B. Panda, M. Sujata, M. Madan, and S. Bhaumik, "Stress corrosion cracking in 316L stainless steel bellows of a pressure safety valve," *Engineering Failure Analysis*, vol. 36, pp. 379–389, 2014.
- [378] K. Nygren, A. Nagao, S. Wang, P. Sofronis, and I. Robertson, "Influence of internal hydrogen content on the evolved microstructure beneath fatigue striations in 316L austenitic stainless steel," *Acta Materialia*, vol. 213, p. 116957, 2021.
- [379] U. B. Baek, T. T. Nguyen, S. H. Nahm, and K. S. Ryu, "Ductility and fatigue strength loss of a hydrogen-charged 316L austenitic stainless steel," in *Pressure Vessels and Piping Conference*, vol. 58981. American Society of Mechanical Engineers, 2019, p. V06BT06A024.
- [380] P. Ansari, A. U. Rehman, F. Pitir, S. Veziroglu, Y. K. Mishra, O. C. Aktas, and M. U. Salamci, "Selective laser melting of 316L austenitic stainless steel: Detailed process understanding using multiphysics simulation and experimentation," *Metals*, vol. 11, no. 7, p. 1076, 2021.
- [381] F. Vecchiato, H. De Winton, P. Hooper, and M. Wenman, "Melt pool microstructure and morphology from single exposures in laser powder bed fusion of 316L stainless steel," *Additive Manufacturing*, vol. 36, p. 101401, 2020.
- [382] V. Venugopal, S. Kulkarni, C. Subbanna, and D. Sood, "Determination of chemical activities of Fe, Cr, Ni and Mn in stainless steel 316 by Knudsen effusion cell mass spectrometry," *Journal of alloys and compounds*, vol. 218, no. 1, pp. 95–100, 1995.
- [383] M. Gasik, *Handbook of ferroalloys: theory and technology*. Butterworth-Heinemann, 2013.
- [384] J. Cherry, H. Davies, S. Mehmood, N. Lavery, S. Brown, and J. Sienz, "Investigation into the effect of process parameters on microstructural and physical properties of 316L stainless steel parts by selective laser melting," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 76, pp. 869–879, 2015.
- [385] A. AlFaify, J. Hughes, and K. Ridgway, "Controlling the porosity of 316L stainless steel parts manufactured via the powder bed fusion process," *Rapid Prototyping Journal*, vol. 25, no. 1, pp. 162–175, 2019.
- [386] S. Mohd Yusuf, Y. Chen, R. Boardman, S. Yang, and N. Gao, "Investigation on porosity and microhardness of 316L stainless steel fabricated by selective laser melting," *Metals*, vol. 7, no. 2, p. 64, 2017.

- [387] S. Kou, "Welding metallurgy," *New Jersey, USA*, vol. 431, no. 446, pp. 223–225, 2003.
- [388] T. Niendorf, S. Leuders, A. Riemer, H. A. Richard, T. Tröster, and D. Schwarze, "Highly anisotropic steel processed by selective laser melting," *Metallurgical and materials transactions B*, vol. 44, no. 4, pp. 794–796, 2013.
- [389] H. Men, "A molecular dynamics study of growth anisotropy in al melt," *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, vol. 24, no. 1, p. 015008, 2015.
- [390] O. Andreau, I. Koutiri, P. Peyre, J.-D. Penot, N. Saintier, E. Pessard, T. De Terris, C. Dupuy, and T. Baudin, "Texture control of 316L parts by modulation of the melt pool morphology in selective laser melting," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 264, pp. 21–31, 2019.
- [391] P. Thibaux, A. Métenier, and C. Xhoffer, "Carbon diffusion measurement in austenite in the temperature range 500 c to 900 c," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 38, pp. 1169–1176, 2007.
- [392] T. Moskaliovienė, A. Galdikas, J. P. Rivière, and L. Pichon, "Modeling of nitrogen penetration in polycrystalline aisi 316l austenitic stainless steel during plasma nitriding," *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, no. 10, pp. 3301–3306, 2011.
- [393] M. Ruch, J. FAVA, C. SPINOSA, M. Landau, G. Cosarinsky, A. Savin, F. Novy, V. Turchenko, and M. Craus, "Characterization of cold rolling-induced martensite in austenitic stainless steels," in *Proceedings of the 19th World Conference on Non-Destructive Testing 2016*, 2016, pp. 13–17.
- [394] T. Michler, "Formation of martensite in 304 grade stainless steels and their welds," *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Entwicklung, Fertigung, Prüfung, Eigenschaften und Anwendungen technischer Werkstoffe*, vol. 38, no. 1, pp. 32–35, 2007.
- [395] N. Solomon and I. Solomon, "Deformation induced martensite in aisi 316 stainless steel," *Revista de metalurgia*, vol. 46, no. 2, p. 121, 2010.
- [396] A. Yadollahi, M. Mahtabi, A. Khalili, H. Doude, and J. Newman Jr, "Fatigue life prediction of additively manufactured material: Effects of surface roughness, defect size, and shape," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 41, no. 7, pp. 1602–1614, 2018.
- [397] D. Greitemeier, C. Dalle Donne, F. Syassen, J. Eufinger, and T. Melz, "Effect of surface roughness on fatigue performance of additive manufactured ti–6al–4v," *Materials Science and Technology*, vol. 32, no. 7, pp. 629–634, 2016.
- [398] A. Avanzini, "Fatigue behavior of additively manufactured stainless steel 316l," *Materials*, vol. 16, no. 1, p. 65, 2022.
- [399] E. Uhlmann, C. Fleck, G. Gerlitzky, and F. Faltin, "Dynamical fatigue behavior of additive manufactured products for a fundamental life cycle approach," *Procedia CIRP*, vol. 61, pp. 588–593, 2017.

- [400] S. Hatami, T. Ma, T. Vuoristo, J. Bertilsson, and O. Lyckfeldt, “Fatigue strength of 316 l stainless steel manufactured by selective laser melting,” *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 29, no. 5, pp. 3183–3194, 2020.
- [401] R. Shrestha, J. Simsiriwong, N. Shamsaei, S. M. Thompson, and L. Bian, “Effect of build orientation on the fatigue behavior of stainless steel 316l manufactured via a laser-powder bed fusion process,” in *2016 International Solid Freeform Fabrication Symposium*. University of Texas at Austin, 2016.
- [402] M. Braun, E. Mayer, I. Kryukov, C. Wolf, S. Böhm, A. Taghipour, R. E. Wu, S. Ehlers, and S. Sheikhi, “Fatigue strength of pbf-lb/m and wrought 316l stainless steel: effect of post-treatment and cyclic mean stress,” *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 44, no. 11, pp. 3077–3093, 2021.
- [403] G. E. Dieter and D. Bacon, *Mechanical metallurgy*. McGraw-hill New York, 1976, vol. 3.
- [404] C. Elangeswaran, A. Cutolo, G. K. Muralidharan, C. de Formanoir, F. Berto, K. Vanmeensel, and B. Van Hooreweder, “Effect of post-treatments on the fatigue behaviour of 316l stainless steel manufactured by laser powder bed fusion,” *International Journal of Fatigue*, vol. 123, pp. 31–39, 2019.
- [405] B. Blinn, M. Klein, C. Gläßner, M. Smaga, J. C. Aurich, and T. Beck, “An investigation of the microstructure and fatigue behavior of additively manufactured aisi 316l stainless steel with regard to the influence of heat treatment,” *Metals*, vol. 8, no. 4, p. 220, 2018.
- [406] T. M. Mower and M. J. Long, “Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 651, pp. 198–213, 2016.
- [407] G. Álvarez, Z. Harris, K. Wada, C. Rodríguez, and E. Martínez-Pañeda, “Hydrogen embrittlement susceptibility of additively manufactured 316l stainless steel: Influence of post-processing, printing direction, temperature and pre-straining,” *Additive Manufacturing*, vol. 78, p. 103834, 2023.
- [408] J.-g. Sezgin, O. Takakuwa, H. Matsunaga, and J. Yamabe, “Assessment of the contribution of internal pressure to the structural damage in a hydrogen-charged type 316l austenitic stainless steel during slow strain rate tensile test,” *Procedia Structural Integrity*, vol. 13, pp. 1615–1619, 2018.
- [409] C. San Marchi, T. Michler, K. Nibur, and B. Somerday, “On the physical differences between tensile testing of type 304 and 316 austenitic stainless steels with internal hydrogen and in external hydrogen,” *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 35, no. 18, pp. 9736–9745, 2010.

- [410] Y. Ogawa, O. Takakuwa, and K. Tsuzaki, "Solid-solution hardening by hydrogen in fe–cr–ni-based austenitic steel: Temperature and strain rate effects," *Materials Science and Engineering: A*, p. 145281, 2023.
- [411] A. Sato and M. Meshii, "Solid solution softening and solid solution hardening," *Acta Metallurgica*, vol. 21, no. 6, pp. 753–768, 1973.
- [412] T. T. Nguyen, J. Park, S. H. Nahm, and U. B. Baek, "Effect of hydrogen on tensile flow and failure mechanism of low nickel-type 316l austenitic stainless steel," *Journal of Mechanical Science and Technology*, vol. 33, no. 12, pp. 5843–5849, 2019.
- [413] D. M. Bromley, "Hydrogen embrittlement testing of austenitic stainless steels sus 316 and 316l," Ph.D. dissertation, University of British Columbia, 2008.
- [414] D. Yang, M. Seif, G. He, K. Song, A. Morez, B. de Jager, D. Nykypanchuk, R. J. Harder, W. Cha, E. Tarleton *et al.*, "Direct imaging of hydrogen-driven dislocation and strain field evolution in a stainless steel grain," *arXiv preprint arXiv:2501.12364*, 2025.
- [415] L. Huang, D. Chen, D. Xie, S. Li, Y. Zhang, T. Zhu, D. Raabe, E. Ma, J. Li, and Z. Shan, "Quantitative tests revealing hydrogen-enhanced dislocation motion in  $\alpha$ -iron," *Nature Materials*, vol. 22, no. 6, pp. 710–716, 2023.
- [416] S. Matsuoka, H. Tanaka, N. Homma, and Y. Murakami, "Influence of hydrogen and frequency on fatigue crack growth behavior of cr-mo steel," *International Journal of Fracture*, vol. 168, no. 1, pp. 101–112, 2011.
- [417] D. Angelova, R. Yordanova, T. Lazarova *et al.*, "On factors influencing fatigue process in steel 316l used in hydrogen energy technologies," *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, vol. 49, no. 1, pp. 29–34, 2014.
- [418] T. Kanezaki, C. Narazaki, Y. Mine, S. Matsuoka, and Y. Murakami, "Effects of hydrogen on fatigue crack growth behavior of austenitic stainless steels," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 33, no. 10, pp. 2604–2619, 2008.
- [419] T. Michler, J. Naumann, and E. Sattler, "Influence of high pressure gaseous hydrogen on s–n fatigue in two austenitic stainless steels," *international Journal of Fatigue*, vol. 51, pp. 1–7, 2013.
- [420] S. Czink, S. Dietrich, and V. Schulze, "Ultrasonic evaluation of elastic properties in laser powder bed fusion manufactured alsi10mg components," *NDT & E International*, vol. 132, p. 102729, 2022.
- [421] I. N. Bronstein, J. Hromkovic, B. Luderer, H.-R. Schwarz, J. Blath, A. Schied, S. Dempe, G. Wanka, and S. Gottwald, *Taschenbuch der mathematik*. Springer-Verlag, 2012, vol. 1.



# Abbildungsverzeichnis

1.1	Zeitliche Korrelationen zur Erderwärmung und Historie zum Thema Wasserstoff. . . . .	1
2.1	Skizze zu geometrischen Kenngrößen der additiven Fertigung . . . . .	8
2.2	Besonderes Gefüge des additiv gefertigten Materials . . . . .	9
2.3	Verfestigungskurven der austenitischen Chrom-Nickel-Stähle 304 und 316L . . . . .	12
2.4	Schaeffler Diagramm [106, 110] . . . . .	14
2.5	Inverse Polfigur zur Verdeutlichung der Orientierungsabhängigkeit der mechanischen Zwillingsbildung im $\langle 110 \rangle$ {111}-System . . . . .	16
2.6	Spannungs-Dehnungsdiagramm mit Portevin-Le Chatelier-Effekt . . . . .	17
2.7	Schematisches Wöhlerdiagramm eines kubisch flächenzentrierten Metalls . . . . .	18
2.8	Gitterlücken im kubisch flächenzentriertem Gitter . . . . .	20
2.9	Potenzielle Energie eines Wasserstoffatoms in molekularer Konfiguration beziehungsweise eines einzelnen Wasserstoffatoms an einer Palladiumoberfläche, Schemadarstellung . . . . .	21
2.10	Die Zellwände in additiv gefertigtem Material bilden schnelle Diffusionspfade für Wasserstoff	24
2.11	Wasserstofflöslichkeits-Isobaren für reines Eisen in Abhängigkeit von der Temperatur . . .	25
2.12	Zugfestigkeitsabhängigkeit verschiedener Versprödungsphänomene, nach Pohl et al. [13, 190] . . . . .	27
2.13	Beispiele makroskopischer Werkstoffschädigung durch Wasserstoff. . . . .	28
2.14	Schemadarstellung des HIC-Mechanismus (eng.:hydrogen induced cracking), der wasserstoffbasierten Rissausbreitung . . . . .	30
2.15	Schemadarstellung des HELP-Mechanismus . . . . .	31
2.16	Schemadarstellung des HEDE-Mechanismus . . . . .	33
2.17	Schemadarstellung des AIDE-Mechanismus . . . . .	34
3.1	Vereinfachter Ablauf der additiven Fertigung . . . . .	36
3.2	Darstellungen der Lagen in einem Bauteil und der Laserbahnen in einer Lage eines additiv gefertigten Bauteils. . . . .	37
3.3	Darstellung der resultierenden Schmelzbadgrenzen in einem additiv gefertigten Bauteil. . .	38
3.4	Schemadarstellung des PBF-LM-Verfahrens . . . . .	39
3.5	Bauraum der genutzten Anlage: Orlas Creator . . . . .	39
3.6	Probenpräparationsablauf zur elektrochemischen Wasserstoffbeladung. . . . .	42
3.7	Schemadarstellung der zur Wasserstoffbeladung an der Probenoberfläche ablaufenden chemischen Teilreaktionen. . . . .	43
3.8	Darstellung der Sputterdeposition: Erosion und Deposition . . . . .	44
3.9	Aufbau der Wasserstoffbeladung . . . . .	46
3.10	Zeichnungen der Zugprobegeometrie und des Rohlings, aus dem Proben herausgerodiert wurden, sowie Verdeutlichung zur Beschichtung. . . . .	48



3.11	Orientierungen der Zugproben auf dem Druckbett . . . . .	49
3.12	Für die Ermüdungsstudien verwendeter Vierpunktbiegungs-Aufbau mit Probengeometrie. . . . .	50
3.13	simulierter Spannungsverlauf in der Ermüdungsprobe . . . . .	51
3.14	Zeichnung des Roh-Quaders, aus dem Ermüdungsproben gefertigt wurden . . . . .	51
3.15	Verwendete Probenkörpergeometrie für Parameterstudien. . . . .	53
3.16	Projektionen der Probengeometrie für die Zugversuche, bei denen in situ die Martensitbildung beobachtet wurde. . . . .	57
3.17	Beschriftete Fotografie der elektrochemischen Doppelzelle und überlagerte Schnittzeichnung des Probenhalters. . . . .	58
4.1	Elektronenmikroskopische Aufnahmen der Pulverpartikel. . . . .	64
4.2	Untersuchung der Rundheit und Größenverteilung der Partikel im verwendeten Metallpulver. Eine bimodale Größenverteilung ist zu erkennen, das Pulver ist etwas feiner als vom Hersteller angegeben. . . . .	65
4.3	Computertomografische Untersuchungen des erhaltenen Pulvers, es sind hohle Pulverpartikel enthalten. . . . .	66
4.4	Röntgen-Diffraktogramm des Pulvers . . . . .	66
4.5	Ausweitung der Schmelzbadgrenzen und Porosität durch Beschleunigen und Abbremsen der Scanneroptik . . . . .	68
4.6	Übersicht über erreichbare Porositäten bei Variation der Lagenhöhe, Lasergeschwindigkeit und Laserleistung . . . . .	69
4.7	Porensaum zwischen Perimeter und Schraffur. . . . .	71
4.8	Topografie gedruckter, grob nachbearbeiteter Probenkörper . . . . .	73
4.9	Topografien der Flächen gedruckter und nachbearbeiteter Probenkörper . . . . .	74
4.10	Lichtmikroskopische Untersuchungen einer Seitenfläche des additiv gefertigten Gefüges bei 100-facher Vergrößerung . . . . .	75
4.11	Orientierungskartierung eines Schlicfs parallel zur Seitenfläche eines additiv gefertigten Probenkörpers . . . . .	76
4.12	Zelluläre Versetzungsnetzwerkstruktur im lichtmikroskopischen und elektronenmikroskopischen Bild. . . . .	76
4.13	Gefüge senkrecht zur Aufbaurichtung . . . . .	77
4.14	Inverse Polfigur zu Abb. 4.13B, $\langle 100 \rangle$ -Fasertextur in Aufbaurichtung. . . . .	78
4.15	Einfluss des Gefüges auf das Verfestigungsverhalten im Zugversuch . . . . .	80
4.16	Kaltverfestigungsverlauf einer additiv gefertigten und einer konventionellen Probe . . . . .	81
4.17	Mikrostruktur nach dem Zugversuch: Darstellungen aus EBSD-Untersuchungen . . . . .	82
4.18	Orientierungsentwicklung beim Zugversuch durch Zwillingsbildung. . . . .	83
4.19	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme aus der Einschnürlänge einer Zugprobe . . . . .	84
4.20	Bruchfläche einer additiv gefertigten Probe nach dem Zugversuch. . . . .	85
4.21	Detaildarstellung zu 4.20 . . . . .	86
4.22	Einfluss der Orientierung der Zugprobe zum Druckbett auf das Verformungsverhalten im Zugversuch . . . . .	87
4.23	Einfluss der Drehung der Zugprobe zum Druckbett auf das Verformungsverhalten im Zugversuch . . . . .	87
4.24	Verfestigungskurven von provoziert porösen Proben im Vergleich zu Proben mit niedriger Porosität . . . . .	89

4.25	Effekt von unerwünschter Porosität auf den Verfestigungsverlauf . . . . .	90
4.26	Einfluss der Oberfläche auf mechanische Kennwerte und Verfestigungskurve . . . . .	92
4.27	Verfestigungsverlauf mit PLC-Effekt . . . . .	93
4.28	Detaildarstellung aus Abb. 4.27 . . . . .	94
4.29	Martensitbildung im Zugversuch, gemessen an einer Zugprobe aus konventionellem Material	95
4.30	Martensitbildung im Zugversuch, gemessen an additiv gefertigtem 316L-AM. . . . .	96
4.31	Wöhlerkurven von unbeladenem 316L, konventionelles Material und additiv gefertigt . . .	100
4.32	Entwicklung des Martensitgehalts im Verlauf eines Ermüdungsversuchs . . . . .	102
4.33	Martensitbildung während der Materialermüdung kurz vor dem Bruch, Detaildarstellung von Abb. 4.32 . . . . .	103
4.34	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Bruchfläche einer Ermüdungsprobe. . . .	104
4.35	oxidische Einschlüsse am Übergang zwischen transgranularem Bruch und Restgewaltbruch	104
4.36	EMF-Verläufe zur Bestimmung der Diffusionsgeschwindigkeit von Wasserstoff in additiv gefertigtem 316L . . . . .	106
4.37	Thermisches Desorptionsspektrum bei 10 K pro Minute . . . . .	108
4.38	Auftragung zur Bestimmung der Wasserstoff-Bindungsenergien . . . . .	109
4.39	Wasserstoffeinfluss auf das Verformungsverhalten von konventionellem Material im SSRT-Zugversuch . . . . .	112
4.40	Verfestigungsverläufe im SSRT-Zugversuch von senkrecht zur Aufbaurichtung gefertigtem 316L-AM . . . . .	114
4.41	Wasserstoffeinfluss auf das Verformungsverhalten im SSRT-Zugversuch von Proben, die in einem Winkel von 45° zur Aufbaurichtung gefertigt wurden . . . . .	115
4.42	Wasserstoffeinfluss auf Verformungsverhalten von Proben, die parallel zur Aufbaurichtung gedruckt wurden . . . . .	117
4.43	Wasserstoffeinfluss auf die Bruchflächenmorphologie einer Zugversuchsprobe . . . . .	118
4.44	Dimpelbruchoberfläche einer unbeladenen Probe nach dem Zugversuch . . . . .	119
4.45	Bruchfläche einer wasserstoffbeladenen, additiv gefertigten Zugprobe . . . . .	120
4.46	Bruchfläche mit flachen, facettenartigen Strukturen einer beladenen 316L-AM-Probe . . . .	120
4.47	Martensitbildung im Zugversuch einer mit Wasserstoff beladenen Probe . . . . .	121
4.48	Übersicht über die Spannungs-Dehnungsverläufe und die Martensitbildung zum Vergleich von beladenem mit unbeladenem Material . . . . .	123
4.49	normierte Darstellung der Abb. 4.48 . . . . .	123
4.50	Wöhlerkurven von wasserstoffbeladen Proben aus additiv gefertigtem und plangeschliffenem Material . . . . .	125
4.51	Wöhlerkurven von wasserstoffbeladen Proben aus additiv gefertigtem Material mit as-built Oberfläche . . . . .	126
4.52	Sekundärbruchbildung an additiv gefertigten, wasserstoffbeladenen Ermüdungsproben . . .	127
4.53	Bruchflächen einer unbeladenen und einer beladenen 316L-AM-Probe . . . . .	128
4.54	Ausrichtung der Rastlinien auf Ermüdungsbruchflächen durch Wasserstoff . . . . .	129
5.1	Mischkristallhärtung durch interstitiellen Wasserstoff, Spannungs-Dehnungskurven aus Abb. 4.30 und Abb. 4.47. . . . .	140
5.2	Übersicht über Verformungsmechanismen und Martensitbildung im Zugversuch wasserstoffbeladener und unbeladener Proben . . . . .	143
5.3	Wöhlerkurven mit Punktdichteabschätzung geschliffener Proben und Bruchbilder . . . . .	144

B.1	Streuung der Zugversuche . . . . .	205
B.2	Verlauf der Desorptionsraten mit angefitteten Gauss-Peaks und der Summenkurve eines TDS-Experiments . . . . .	206

## Tabellenverzeichnis

2.1	Tabellarische Übersicht der chemischen Zusammensetzungen der Legierungen 1.4404 und S31603 nach [101, 102]. . . . .	12
2.2	Gravimetrische Dichten für 316L . . . . .	14
2.3	Bindungsenergien von Wasserstoff an Materialfehlern und Gitterdefekten . . . . .	23
4.1	Chemische Zusammensetzung des Ausgangspulvers . . . . .	67
4.2	Herstellervorgegebene Druckparameter der Schraffur für 316L und bestes Ergebnis der Parameterstudien. . . . .	70
4.3	Chemische Zusammensetzung des Ausgangspulvers und des gedruckten Materials . . . . .	72
4.4	Einfluss der Drehung der Zugprobe zum Druckbett auf die mechanischen Kennwerte im Zugversuch . . . . .	88
4.5	Durchbruchzeiten und resultierender Diffusionskoeffizient des Permeationsversuchs. . . . .	107
4.6	Wasserstoffeinfluss auf die mechanischen Kennwerte von konventionellem Material im SSRT-Zugversuch . . . . .	113
4.7	Erreichte mechanische Kennwerte im SSRT-Zugversuch von additiv gefertigtem Material, das senkrecht zur Aufbaurichtung gedruckt wurde. Die schwarz geschriebenen Wasserstoffgehalte wurden für die jeweiligen Proben bestimmt. Bei den übrigen Proben wird der errechnete Mittelwert des Wasserstoffgehalts dieses Probenotyps in grau dargestellt. . . . .	115
4.8	Wasserstoffeinfluss auf das Verformungsverhalten im SSRT-Zugversuch von Proben, die in einem Winkel von 45° zur Aufbaurichtung gefertigt wurden . . . . .	116
B.1	Druckparametervariationen und Beobachtungen der Resultate . . . . .	205

## Formelverzeichnis

2.1:	vereinfachter Energieeintrag der additiven Fertigung [57] . . . . .	7
2.2:	Berechnung der Chrom- und Nickeläquivalente [106] . . . . .	13
2.3:	Sievertsches Gesetz [176] . . . . .	26
2.3:	Berechnung der Löslichkeit [176] . . . . .	26
3.1:	Dichtebestimmung nach dem Archimedeschen Prinzip . . . . .	53

3.2:	Berechnung der Porosität anhand der Proben- und Referenzdichte . . . . .	53
3.3:	zweites Ficksches Gesetz . . . . .	59
3.7:	Bestimmung des Diffusionskoeffizienten im Permeationsexperiment [287] . . . . .	59



# Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

## Formelzeichen

$\beta$	Aufheizrate zur thermischen Desorption von Wasserstoff, üblicherweise in K/s angegeben.
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrage
$\varepsilon_I$	kritische Dehnung, oberhalb: Dynamische Reckalterung
$\Phi$	Porosität
$\Psi$	Energieeintrag durch den Laser während der additiven Fertigung
$\rho$	Dichte
$\sigma$	mechanische Spannung
$\sigma_T$	wahre Spannung
$\sigma_{duct}$	Spannungsabfall zwischen Zugfestigkeit und Bruch der Probe
$\sigma_{max}$	Maximalspannung bei der zyklischen Belastung im Ermüdungsversuch
$A$	Bruchdehnung
$A_{GM}$	Gleichmaßdehnung
$d_{50}$	Maschengröße, durch die 50 % der Partikel eines Pulvers passieren, analog werden häufig Fraktionen von 10 % und 90 % genannt
$E$	Elastizitätsmodul
$h$	Lagenhöhe
$m_{H_2O}$	Im Wasser gemessene Masse eines Probenkörpers
$m_{Luft}$	An Luft gemessene Masse eines Probenkörpers
$P_L$	Laserleistung
$R$	Lastverhältnis im Ermüdungsversuch
$R_m$	Zugfestigkeit eines Materials
$r_M$	Atomradius eines Metallions im Gitter
$R_P$	Streckgrenze eines Materials
$R_z$	mittlere Rautiefe, ein Maß der Rauheit einer Oberfläche



$r_{okt}$	Radius der Oktaederlücke
$r_{tet}$	Radius der Tetraederlücke
$s$	Schraffurabstand
$T$	Temperatur
$t_D$	Durchbruchzeit, also Zeit, die Wasserstoff braucht, um durch eine Probe zu diffundieren
$v$	Scangeschwindigkeit
$D$	Diffusionskoeffizient
$d$	Dicke
$E_{diff}$	Betrag der Energiebarriere für die Wasserstoffdiffusion, siehe Kap. 2.3
$E_{diss}$	Dissoziationsenergie, der nötige Energiebetrag zur Dissoziation eines Wasserstoffmoleküls zu zwei Wasserstoffatomen, siehe Kap. 2.3
$E_{H_2}$	Energie eines Wasserstoffmoleküls, z. B. an der Oberfläche eines Festkörpers, siehe Kap. 2.3
$E_{hydr}$	Enthalpie zur Adsorption eines Wasserstoffatoms an die Oberfläche, siehe Kap. 2.3
$E_H$	Energie eines Wasserstoffatoms, z. B. in einer Gitterlücke eines Festkörpers, siehe 2.3
$E_{sol}$	Energiebetrag der durch das interstitielle Einlagern bzw. Lösen eines Wasserstoffatoms frei wird, siehe Kap. 2.3
$E_{ss}$	Bindungsenergie des Wasserstoffs an oberflächennahe Zwischengitterplätze, siehe Kap. 2.3
$E_{trap}$	Bindungsenergie des Wasserstoffs an einen Defekt im Gitter, siehe Kap. 2.3

**Konstanten**

$R$	Gaskonstante: 8,314 J/mol·K
-----	-----------------------------

**Abkürzungen**

1.4404	Legierungsbezeichnung für einen austenitischen Chrom-Nickel Stahl [102], Zusammensetzung siehe Tab. 2.1
316L	Legierungsbezeichnung für einen austenitischen Chrom-Nickel-Stahl nach ASTM A 429 [101], Zusammensetzung siehe Tab. 2.1

$\gamma$ -Fe	Phasenbezeichnung für die austenitische, kubisch flächenzentrierte Phase des Eisens
AIDE	eng.: Adsorption induced dislocation emission; Wasserstoffadsorptions-induzierte Versetzungsemission; Versprödungsmechanismus, siehe 2.3.2
AISI	<u>A</u> merican <u>I</u> ron and <u>S</u> teel <u>I</u> nstitute, ein nordamerikanischer Verband der Eisen- und Stahlindustrie, der unter anderem Standards für Stahlsorten und deren Bezeichnungen veröffentlicht
AM	eng.: <u>A</u> dditive <u>M</u> anufacturing, also additive Fertigung
ASTM	ASTM International (früher: American Society for Testing and Materials), eine weltweit anerkannte Organisation, die technische Standards für Materialien, Produkte, Systeme und Dienstleistungen entwickelt und veröffentlicht.
BSE	eng.: <u>b</u> ack <u>s</u> catter <u>e</u> lectron, also ein rückgestreutes Elektron
CAD	eng.: Computer Aided Design, rechnerunterstütztes Konstruieren
CAM	eng.: Computer Aided Manufacturing, rechnerunterstützte Fertigung
CNC	eng.: computer numerical control: CNC; computergestützte Steuerung für Maschinen
CT	Computertomografie, siehe 3.5.3
DED	engl.: directed energy deposition, ein Verfahren der additiven Fertigung, ein Pulverstrahl wird durch Laser lokal am Bauteil aufgeschmolzen
DeFacTant	eng.: Defect acting agent; Thermodynamisches Konzept zur Erklärung der Dekohäsion von Grenzflächen [12]
DIN	Deutsches Institut für Normung, nationale Normungsorganisation Deutschlands, die verbindliche Standards für Technik, Produkte und Verfahren entwickelt und veröffentlicht.
EBSD	eng.: electron backscatter diffraction, Elektronenrückstreubeugung
ECCI	eng.: Electron Channeling Contrast Imaging: Kontrastmethode im Rasterelektronenmikroskop um orientierungsabhängige Kontrastunterschiede sichtbar zu machen. ECCI eignet sich besonders zur Darstellung von Versetzungen, Kristallorientierungen und lokalen Spannungen in kristallinen Materialien.
EMF	engl.: electromotoric force; Elektromotorische Kraft, gemessen in Relation zu Referenzelektroden
FIB	eng.: <u>F</u> ocused <u>I</u> on <u>B</u> eam, ein Verfahren, bei dem ein fokussierter Ionenstrahl zur Materialbearbeitung oder Analyse auf mikroskopischer Ebene eingesetzt wird.

HEDE	eng.: Hydrogen Enhanced Decohesion; Herabsetzung der Kohäsion durch Wasserstoff; Versprödungsmechanismus, siehe 2.3.2
HEE	eng.: Hydrogen environment embrittlement; Also Wasserstoffversprödung in Wasserstoffumgebung
HELP	eng.: Hydrogen enhanced localized plasticity; Versprödungsmechanismus: Durch Wasserstoff verstärkte lokalisierte Plastizität; Versprödungsmechanismus, siehe 2.3.2
HIC	eng.: Hydrogen Induced Cracking; Wasserstoff induziertes Risswachstum
HIP	heißisostatisches Pressen, eine Wärmebehandlung in Überdruck-Argonatmosphäre
IAM	Institut für Angewandte Materialien
IAM-WK	Institut für Angewandte Materialien - Werkstoffkunde
ICP-OES	eng.: <u>I</u> nductively <u>C</u> oupled <u>P</u> lasma <u>O</u> ptical <u>E</u> mission <u>S</u> pectroscopy – ein analytisches Verfahren zur Bestimmung der Elementzusammensetzung mittels Emissionsspektren aus einem induktiv gekoppelten Plasma.
IHE	eng.: internal hydrogen embrittlement, also Wasserstoffversprödung durch vorhandenen Wasserstoff
ITEP	Institut für Technische Physik
IWM	Das Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik
kfz	kubisch flächenzentrierte Gitterstruktur
KIT	Karlsruher Institut für Technologie
Laserspot	Idealerweise kreisförmige, durch den Laser beleuchtete Fläche
MFM	eng.: magnetic force microscopy; magnetische Kraftmikroskopie, eine Methode, die zum Beispiel an Rasterkraftmikroskopen eingesetzt werden kann, um ferromagnetische Phasen wie Martensit in einer paramagnetischen Matrix wie Austenit lokal aufgelöst zu detektieren
NSAS	National Aeronautics and Space Administration – die US-amerikanische Raumfahrtbehörde, zuständig für zivile Raumfahrt und Luftfahrtforschung.
PBF-LM	eng.: Powder Bed Fusion - Laser Melting; Pulverbettbasiertes Fertigungsverfahren, Material wird durch Laser-Energie aufgeschmolzen
PID	<u>p</u> roportional, <u>i</u> ntegral und <u>d</u> erivativ gesteuerte Regelelektronik
PLC-Effekt	Portevin-Le Chatelier-Effekt, siehe 2.2.1
PTFE	Polytetrafluorethylen, ein chemisch sehr beständiger Kunststoff, bekannt unter dem Markennamen Teflon, mit hervorragenden Antihaf- und Gleiteigenschaften

REM	Rasterelektronenmikroskop
RF	Radiofrequenz, also elektromagnetische Schwingungen zwischen 3 kHz und 300 GHz
SFE	Stapelfehlerenergie
SSRT	Slow Strain Rate Test, ein Zugversuch mit besonders niedriger Dehnrage, siehe hierzu 3.3
STL-Datei	gängiges Dateiformat für dreidimensionale Körper, Menge an Koordinaten eines Dreieck-Netztes, welches den Körper genähert aufspannt. STL steht für Standard Tessellation Language
TDS	thermische Desorptionsspektroskopie
TEM	Transmissionselektronenmikroskop: ein Verfahren, bei dem Elektronen ein dünnes Präparat durchdringen, um hochauflösende Bilder der inneren Struktur zu erzeugen.
TGHE	Thermogravimetrische Heißgasextraktion, Verfahren zur Bestimmung von Gasgehalten in Stählen
UHV	<u>U</u> ltra <u>H</u> och <u>V</u> akuum, Drücke zwischen $10^{-7}$ mbar und $10^{-12}$ mbar [109] erlauben die Deposition von hochreinen dünnen Schichten

# A Berechnungen

## A.1 Fehlerrechnung: Zugversuche

In diesem Abschnitt wird die Fehlerbehaftung und Fehlerfortpflanzung der im Zugversuch bestimmten mechanischen Kenngrößen der Zugfestigkeit  $R_m$ , der Streckgrenze  $R_p$  und des Elastizitätsmoduls  $E$  diskutiert. Der Fehler eines Zusammenhangs  $f$  lässt sich nach der Gaußschen Fehlerfortpflanzung aus den Fehlern  $\Delta_i$  der Messgrößen  $k_i$  berechnen:

$$\Delta_{allgemein} = \sqrt{\sum_i \left( \Delta_i \frac{\partial f}{\partial k_i} \right)^2} . \quad (\text{A.1})$$

Im Zugversuch treten folgende fehlerbehaftete Messgrößen auf:

- Die durch die Kraftmessdose XForce bestimmte Kraft  $F$ , hier gibt der Hersteller der Kraftmessdose eine Genauigkeit von  $\Delta = 0,4 \text{ N}$  an.
- Die durch den Ansatzdehnungsaufnehmer multiXtens bestimmte Dehnung ist fehlerbehaftet, hierfür wird ein maximaler Fehler  $\Delta$  von  $\pm 1 \mu\text{m}$  angegeben.
- Die Abmessungen des rechteckigen Probenquerschnitts, dieser wurde im Fall der nachbearbeiteten Proben mit einer Mikrometerschraube des Herstellers Mitutoyo bestimmt. Hierfür gibt der Hersteller einen Fehler von  $\pm 2 \mu\text{m}$  an. Im Fall der Proben mit der as-built Oberfläche wurde ein Tastarm-Außenmessgerät mit einem Fehler von  $\pm 5 \mu\text{m}$  verwendet. Dies hat den Vorteil, dass man mit den Messspitzen der Tastarme auf der rauen Oberfläche realistischere Messergebnisse erhält. Die planparallelen Messflächen der Mikrometerschraube würden lediglich die maximale Abmessung bestimmen, siehe zu diesem Thema auch Abschnitt 4.3.1 und Abbildung 4.10A und 4.5, in beiden Abbildungen sind anhaftende Pulverpartikel erkennbar, welche die Abmessungen verfälschen würden.

Folgend wird die Fehlerrechnung für die Kenngrößen Zugfestigkeit und Streckgrenze, sowie für das Elastizitätsmodul vorgestellt.

### A.1.1 Zugfestigkeit und Streckgrenze

Die Zugfestigkeit werden als Wert aus der Menge der Messwertpaare bestimmt und nach der Formel:

$$\sigma_{techn.} = \frac{F}{A_{\text{Beginn}}} \quad , \quad (\text{A.2})$$

berechnet. Hierbei beschreibt  $\sigma_{techn.}$  stellvertretend die Kenngrößen der Zugfestigkeit oder der Streckgrenze,  $F$  beschreibt die gemessene Kraft und  $A_{\text{Beginn}}$  die Querschnittsfläche zu Beginn der Prüfung. Die Querschnittsfläche wird durch Multiplikation der Einzelabmessungen  $x$  und  $y$  bestimmt. Die Fehlerfortpflanzung folgt aus Gleichung A.1 zu:

$$\Delta\sigma_{techn.} = \sigma_{techn.} \sqrt{\left(\frac{\Delta F}{F}\right)^2 + \left(-\frac{\Delta x}{x}\right)^2 + \left(-\frac{\Delta y}{y}\right)^2} \quad . \quad (\text{A.3})$$

Die relativen Fehler ergeben sich hierin als:

- $\frac{\Delta F}{F} = \frac{0,04\text{N}}{2500\text{N}} = 1,6 \cdot 10^{-4} \propto 0,016 \%$
- $\frac{\Delta x}{x} = \frac{0,005\text{mm}}{2\text{mm}} = 2,5 \cdot 10^{-3} \propto 0,25 \%$
- $\frac{\Delta y}{y} = \frac{0,005\text{mm}}{2,4\text{mm}} \approx 2,1 \cdot 10^{-3} \propto 0,21 \%$

Aus diesen Berechnungen folgt für den Fehler der mechanischen Spannungen  $\Delta\sigma_{techn.}$ :

$$\Delta\sigma_{techn.} \approx \sigma_{techn.} \cdot 3,3 \cdot 10^{-3} \propto \sigma_{techn.} \cdot 0,33 \% \quad . \quad (\text{A.4})$$

### A.1.2 Spannungsdelta im Vergleich zweier Proben

Die Differenz, beziehungsweise das Delta, zwischen den Spannungswerten zweier Proben wird aus den Messwertpaaren bestimmt und nach folgender Formel berechnet:

$$\Delta\sigma = \sigma_1 - \sigma_2 \quad . \quad (\text{A.5})$$

Hierbei beschreibt üblicherweise  $\sigma_1$  den höheren Spannungswert, im Kontext der Abb. 5.1 den der wasserstoffbeladenen Probe,  $\sigma_2$  den kleineren Spannungswert, hier den der nicht beladenen Probe. Jeder

Spannungswert ist, wie in Abschnitt A.1.1 beschrieben, mit  $\propto 0,33\%$  fehlerbehaftet. Der Fehler der Differenz ergibt sich nach der Fehlerfortpflanzung aus Gleichung A.1 zu:

$$\begin{aligned}\Delta_{\Delta\sigma} &= \Delta\sigma \sqrt{\left(\frac{\Delta\sigma_1}{\sigma_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta\sigma_2}{\sigma_2}\right)^2} \\ &= \Delta\sigma \sqrt{(3,3 \cdot 10^{-3})^2 + (3,3 \cdot 10^{-3})^2} \\ &= \Delta\sigma \cdot 4,6 \cdot 10^{-4} \\ &\propto \Delta\sigma \cdot 0,46\% \quad .\end{aligned}\tag{A.6}$$

### A.1.3 Elastizitätsmodul

Der Fehler des Elastizitätsmoduls lässt sich auf Basis der fehlerbehafteten Datenpunkte nicht durch eine Fehlerfortpflanzung mathematisch bestimmen. Daher wird der Fehler durch den Fit mittels Python-numpy berechnet und ausgegeben. Mathematisch betrachtet handelt es sich bei dem Ergebnis um die statistische Standardabweichung. Die beobachtete Standardabweichung beträgt 0,5 GPa für die mit einer Dehnrates  $\dot{\varepsilon}$  von  $10^{-3}$  durchgeführten Zugversuche. Bei den SSRT-Zugversuchen, welche mit einer Dehnrates von  $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-5}$  durchgeführt wurden, beträgt die Standardabweichung des Elastizitätsmoduls 0,25 GPa. Die Reduktion der Standardabweichung begründet sich hauptsächlich durch die deutlich höhere Anzahl an Datenpunkten. Alle in dieser Arbeit angegebenen Fehler für das Elastizitätsmodul wurden direkt durch den Fit bestimmt.

### A.1.4 Dehnung

Der relevanten Dehnungen Gleichmaßdehnung  $A_{GM}$  und Bruchdehnung  $A$  werden als Wert aus der Menge der Messwertpaare bestimmt. Die Berechnung der Dehnung  $\varepsilon$  erfolgt nach der Formel:

$$\varepsilon = \frac{\Delta_L}{L_0} \quad ,\tag{A.7}$$

wobei  $\Delta_L$  die Längenänderung der Probe und  $L_0$  die Ausgangsmesslänge beschreiben. Da der Fehler beider Größen durch den Ansatzdehnungsaufnehmer verursacht wird, wird er im Folgenden einheitlich als  $\Delta_{ADA}$  angegeben. Die Fehlerfortpflanzung folgt aus Gleichung A.1 zu:

$$\Delta_\varepsilon = \varepsilon \sqrt{\left(\frac{\Delta_{ADA}}{\Delta_L}\right)^2 + \left(-\frac{\Delta_{ADA}}{L_0}\right)^2}\tag{A.8}$$



Die relativen Fehler hierin ergeben sich als:

- $\frac{\Delta_{ADA}}{\Delta_L} = \frac{0,001 \text{ mm}}{1 \text{ mm}} = 10^{-3} \propto 0,1 \%$
- $\frac{\Delta_{ADA}}{L_0} = \frac{0,001 \text{ mm}}{11,4 \text{ mm}} \approx 10^{-4} \propto 0,01 \%$

Aus diesen Berechnungen folgt für den Fehler einer Dehnung  $\Delta_\varepsilon$ :

$$\Delta_\varepsilon \approx \varepsilon \cdot 1,1 \cdot 10^{-3} \propto \varepsilon \cdot 0,11 \% \quad . \quad (\text{A.9})$$

Diese Berechnung verdeutlicht, wie präzise die Dehnungsmessungen sind. Im Umkehrschluss wird auch klar, wie essenziell es ist, das Verrutschen der Messarme auf der Probenoberfläche in jedem Fall zu verhindern.

## A.2 Volumenanteil Zellwand

Der relative Volumenanteil der Zellwände lässt sich abschätzen, indem man das Volumen der Zellwand als Kugelschale mit der Dicke der halben Zellwand durch das Volumen der Zelle mit halber Zellwand teilt [421]. Im Folgenden wurden Dimensionen der Zelle mit einem Radius von  $r_{\text{Zelle}} = 500 \text{ nm}$  und einer Zellwanddicke von  $d_{\text{Zellwand}} = 100 \text{ nm}$  betrachtet. Unabhängig von der gewählten Geometrie kürzt sich aufgrund der Symmetrie des Problems alles bis auf den folgenden Ausdruck:

$$\Delta V = \frac{V_{\text{Kugelschale}}}{V_{\text{Kugel}}} = \frac{4\pi/3 (r_a^3 - r_i^3)}{4\pi/3 r_i^3} = \frac{(r_{\text{Zelle}} + d_{\text{Zellwand}}/2)^3 - r_{\text{Zelle}}^3}{(r_{\text{Zelle}} + d_{\text{Zellwand}}/2)^3} \approx 0,25 \quad . \quad (\text{A.10})$$

## B Sonstiger Anhang

### B.1 Schleifrezept

**Schleifen** Die erhaltenen Schliffkörper wurden auf SiC-Papier mit aufsteigender Körnung ab 320 bis 2000 halbautomatisch im Gegenlauf unter Wasserspülung für zwei Minuten geschliffen. Die Proben wurden mit 25 N auf den Schleifteller gedrückt.

**Polieren** Als Polierschritte wurde mit  $6\mu\text{m}$  Diamantsuspension und Schmiermittel auf Wasserbasis auf MD Rondo von Struers GmbH im Gleichlauf poliert. Für die  $3\mu\text{m}$  und  $1\mu\text{m}$  Suspension wurden die Poliertücher MD Mol von Struers GmbH und VelTex Nap von Bühler verwendet. Der Endpolierschritt wurde mit einer kolloidalen Oxidpoliersuspension (OPS NonDry von Struers GmbH) auf einem OMEGA-Tuch (Hersteller: QATM GmbH) durchgeführt. Bei 25 N und Gleichlauf wurden die Proben 6 Minuten lang halbautomatisch endpoliert. Im Anschluss an den Endpolierschritt wurden die Proben auf dem Tuch noch eine Minute mit destilliertem Wasser gespült um alle Reste der Suspension zu entfernen.

### B.2 Streuung Zugversuche

Abb. B.1 zeigt exemplarisch anhand Reihe an parallel zur Aufbaurichtung gedruckten Probenkörpern, wie wenig die gemessenen Spannungs-Dehnungskurven in der Realität streuen. Die gewählten Proben wurden über die Dauer eines Jahres nach längeren Pausen gedruckt und getestet. Die übrig gebliebene Streuung ist zum Teil auch auf die menschliche Messungsgenauigkeit der Probendimensionen zurückzuführen.

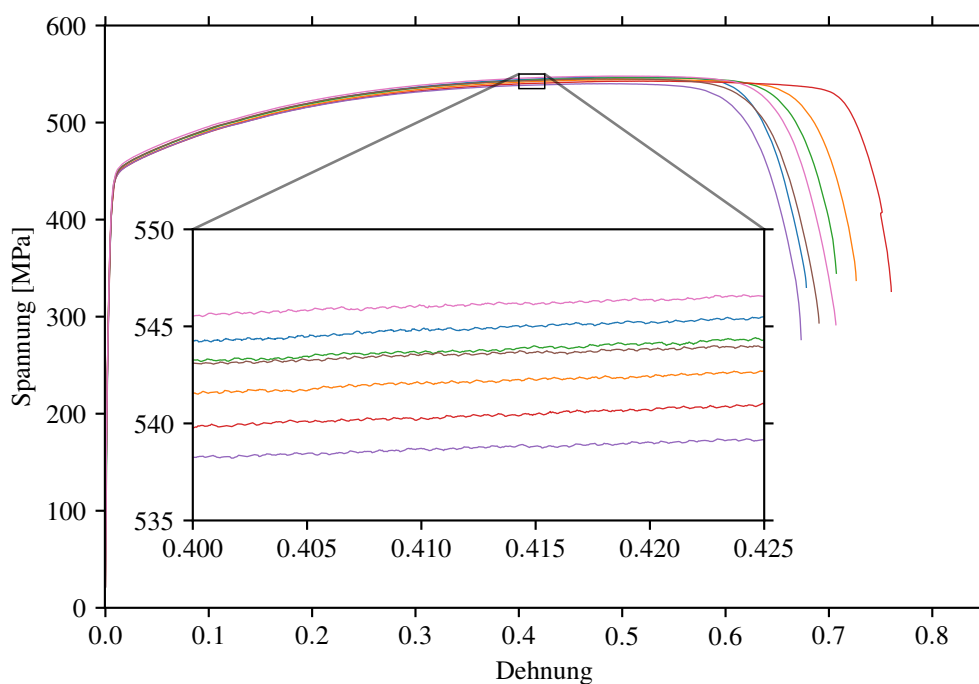


Abbildung B.1: Spannungs-Dehnungsverläufe von sieben parallel zum Druckbett gefertigten Zugproben. Auch wenn die absoluten Bruchdehnungen um etwa 0,1 variieren, so variieren die Spannungen nur um etwa 8/MPa

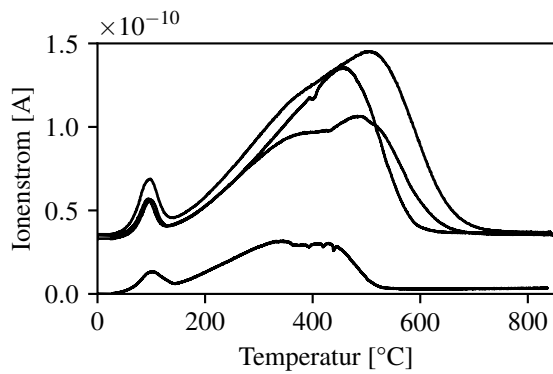
## B.3 Druckparametervariationen

In der folgenden tabellarischen Übersicht werden die wichtigsten Beobachtungen an experimentellen Parametervariationen aufgelistet.

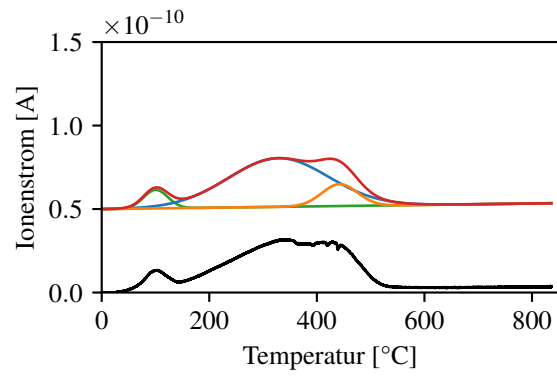
Variation / Parametersatz	Beobachtung / Hinweis
<b>Doppelbelichtung Idealparametersatz</b>	Probe wurde nur optisch begutachtet, bessere Oberflächen, kein Oxidschimmer auf der Druckoberfläche. Wurde wegen der immensen Druckzeitverlängerung verworfen.
<b>Erhöhung Laserspotsize von ursprünglich BED 40 auf BED 60</b>	defokussierter Strahl sorgt für extrem viel Schweißspritzer, Porositäten $\Phi > 5\%$ , extrem unregelmäßige Oberflächen, 36/36 Proben eines Druckbetts betroffen, Änderung des BED gänzlich verworfen.
<b>Nutzung finishing pass</b>	glänzendere Oberfläche, ggf. interessant für optisch relevante Bauteile oder zur Oberflächenmodifikation, keinen messbaren Einfluss auf Porosität. Verworfen, da die x-y-Oberfläche in dieser Arbeit keine entscheidende Rolle spielt.
<b>Druckraum mit vielen großvolumigen Bauteilen eng verschachtelt maximal ausgenutzt</b>	Überhitzungsproblem von Optik <u>und</u> Mechanik des Druckbetts, Porosität der großvolumigen Bauteile teilweise $\Phi > 2\%$ . Verworfen und größere Bauteile oder Übermaßkörper einzeln gedruckt.
<b>Druck von Probenkörpern auf stützstrukturen oder massiv auf dem Druckbett</b>	Porositäten sind bei gleichen Parametersätzen nicht zwangsweise vergleichbar, Wärmeabfuhr unterschiedlich.

Tabelle B.1: Druckparametervariationen und Beobachtungen der Resultate

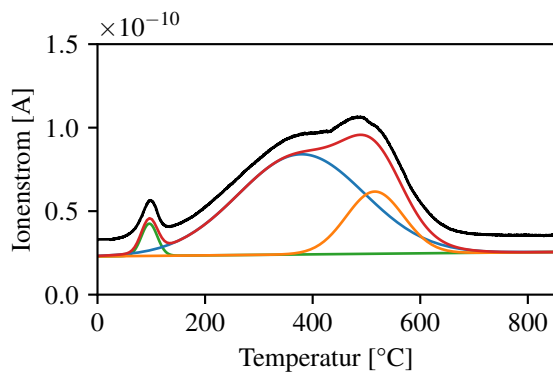
## B.4 TDS-Verläufe



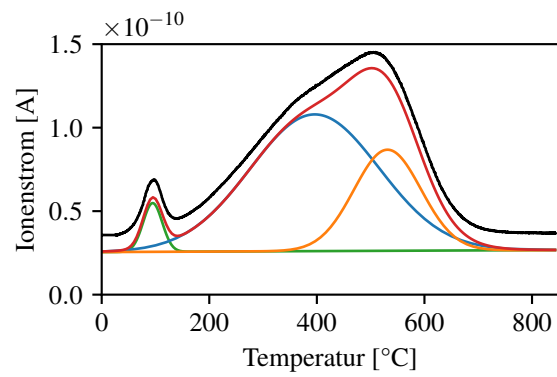
(A) Übersicht über alle zur Auswertung der Bindungsenergien genutzten Desorptionsspektren



(B) Aufheizrate 6 K/min



(C) Aufheizrate 15 K/min



(D) Aufheizrate 20 K/min

Abbildung B.2: Verlauf der Desorptionsraten mit angefitzten Gauss-Peaks und der Summenkurve eines TDS-Experiments

## B.5 Auswertung der Ermüdungsstudien nach DIN 50100

Zur Auswertung der Ermüdungsstudien und deren erzeugten Datenpunkte im Wöhlerdiagramm wurde ein python-script zur Auswertung gemäß der DIN 50100 [166] geschrieben und eingesetzt.

Die Auswertung erfolgt nach dem Perlenschnurverfahren in Abschnitt 9.2.2, da Datenpunkte auf mehr als nur zwei Horizonten (Bedingung für das Horizonteverfahren) für alle Ermüdungsstudien vorliegen. Der Text und die Formeln der folgenden vier Seiten enthalten eine nahezu wörtliche Wiedergabe der relevanten Inhalte aus der DIN 50100 [166]. Der anschließende Quelltext wurde selbstständig erarbeitet. Hierzu wird Basquins Ansatz für die mathematische Beschreibung der Zeitfestigkeit:

$$N = C \cdot L_a^{-k},$$

wobei  $L_a$  die Höhe der Lastamplitude,  $k$  die Krümmung des angenommenen Kurvenverlaufs und  $C$  der Achsenabschnitt die Schwingenspielzahl  $N$  ergeben [166, 349]. Logarithmiert man diesen Ansatz erhält man den folgenden Ausdruck:

$$\log N = \log C - k \cdot \log L_a \quad .$$

Substituiert man diesen durch eine Geradengleichung der Form:

$$y = a_0 + a_1 \cdot x \quad , \text{ wobei:}$$

$$y = \log N \quad ,$$

$$a_0 = \log C \quad ,$$

$$a_1 = -k \quad ,$$

$$x = \log L_a \quad ,$$

beschreiben, lassen sich die weiteren Parameter der Zeitfestigkeitsgeraden nach folgenden Ausdrücken direkt anhand der Lastniveaus und Lastspielen bis zum Bruch bestimmen:

$$a_1 = \frac{n \cdot \sum(x \cdot y) - \sum x \cdot \sum y}{n \cdot \sum(x^2) - \sum(x)^2} = -k \quad ,$$

$$a_0 = \frac{1}{n} (\sum y - a_1 \cdot \sum x) \quad ,$$

$$C = 10^{a_0} \quad ,$$

worin  $n$  die Anzahl der betrachteten Proben bezeichnet. Hierbei ist zu beachten, dass Durchläufer (Proben welche die Grenzlasterzahl ohne Bruch überstehen), nicht für diese Rechnungen berücksichtigt

werden. Diese Rechnung unterliegt der Annahme, dass die Standardabweichung der Lastspielzahlen auf allen Lasthorizonten  $i$  gleich ist. Aufgrund dieser Annahme, lassen sich alle Lastspielzahlen  $L_a$  der jeweiligen Lastniveaus  $i$  anhand der nachfolgenden Gleichung parallel zur Wöhlerlinie (in doppellogarithmischer Darstellung) auf ein gemeinsames fiktives Lastniveau  $L_{a,fiktiv}$  verschieben bzw. projizieren:

$$N_{i,fiktiv} = N_i \cdot \left( \frac{L_{a,fiktiv}}{L_{a,i}} \right)^{-k},$$

wobei  $N_i$  die Anzahl der experimentell beobachteten Lastspiele beschreibt und  $N_{i,fiktiv}$  die Anzahl der fiktiven Lastspiele auf dem fiktiven Lastniveau.

Projiziert man nun auf diese Weise alle Datenpunkte auf ein beliebiges fiktives Lastniveau, lässt sich über:

$$\log N_{50\%,fiktiv} = \frac{1}{n} \sum \log N_{i,fiktiv} \longrightarrow N_{50\%,fiktiv} = 10^{\log N_{50\%,fiktiv}},$$

der statistische Mittelwert der Lastspielzahl  $N_{50\%,fiktiv}$  auf dem fiktiven Lasthorizont berechnen. Um die Standardabweichung  $S_{\log N}$  abzuschätzen, wird folgender Ausdruck aufgestellt:

$$S_{\log N} = \sqrt{\frac{\sum (\log N_{i,fiktiv} - \log N_{50\%,fiktiv})^2}{n - 2}}. \quad (\text{B.1})$$

Hierin ist berücksichtigt, dass zwei Freiheitsgrade bereits durch die geschätzte Lage und die geschätzte Neigung verloren sind. Für große Stichproben  $n > 25$  lassen sich die fiktiven Lastspielzahlen bei 10 % und 90 % Ausfallwahrscheinlichkeit statistisch wie folgt abschätzen:

$$N_{10\%,fiktiv} = 10^{\log N_{50\%,fiktiv} - 1,282 \cdot S_{\log N}} \quad N_{90\%,fiktiv} = 10^{\log N_{50\%,fiktiv} + 1,282 \cdot S_{\log N}}.$$

Schließlich folgt für die Streuspanne  $T_N$  für große Stichproben:

$$T_N = \frac{N_{90\%,fiktiv}}{N_{10\%,fiktiv}} = 10^{2,564 \cdot S_{\log N}}.$$

Die einheitenlose, logarithmische Streuspanne beschreibt die Anzahl der Zyklen im Streuintervall auf dem fiktiven Lasthorizont.

Diese Berechnungen wurden in Python automatisiert durchgeführt, und die Darstellungen geplottet. Für den Ausschnitt des Quelltexts zur Auswertung nach DIN50100, siehe B.1

Listing B.1: Quelltext zur automatisieren Auswertung nach DIN50100

```
1 import matplotlib.pyplot as plt
```

```

2  from matplotlib.patches import ConnectionPatch
3  import pandas as pd
4  from lmfit.models import ExpressionModel
5  import numpy as np
6  import lmfit
7  [...]
8  rohdaten = pd.DataFrame()
9  [...]
10 rohdaten['y'] = np.log10(rohdaten.LW)
11 rohdaten['x'] = np.log10(rohdaten.Smax)
12 rohdaten['xy'] = rohdaten.y.mul(rohdaten.x)
13 rohdaten['x2'] = rohdaten.x.mul(rohdaten.x)
14 [...]
15 def fitdin50100 (dfin):
16     adf = dfin[dfin.LW<1999999]      #Durchlaeufer ignorieren fuer fit
17     adfn = len(adf.LW)                #Anzahl Datenpunkte "n"
18     adfa1 = ((adfn*(adf.xy.sum())-(adf.x.sum()*adf.y.sum()))/((adfn*adf.x2.sum()
19         )-(adf.x.sum()*adf.x.sum()))
20     adfa0 =(adf.y.sum()-(adfa1*adf.x.sum()))/adfn
21     #adf['Smaxfiktiv'] = adf.Smax.unique().mean() #Auswahl fiktiver Horizont
22     adf['Smaxfiktiv'] = 700           #fiktiver Horizont
23     adf['lwfiktivlog'] = np.log10(adf.LW * (adf.Smaxfiktiv/adf.Smax)**(adfa1))
24     adf['lwfiktiv'] = 10**adf.lwfiktivlog
25     adfn50fiktivlog = (adf.lwfiktivlog.sum())/adfn
26     adfn50 = (10**adfn50fiktivlog).round(decimals=0)
27     adfslogn = (((adf.lwfiktivlog - adfn50fiktivlog)**2).sum())/(adfn-2))**0.5
28     #adfslognkorr = adfslogn * ((len(adf.LW)-1.74)/(len(adf.LW)-2))
29     #Korrektur nur bei n<10
30     adfn90 = 10**((adfn50fiktivlog+(1.282*adfslogn)).round(decimals=0))      #90%
31     Ausfallwahrsch.
32     adfn10 = 10**((adfn50fiktivlog-(1.282*adfslogn)).round(decimals=0))      #10%
33     Ausfallwahrsch.
34     adftn = 10**((adfn50fiktivlog+(1.282*adfslogn))/10**((adfn50fiktivlog-(1.282*
35         adfslogn))
36         #Streubreite Tn
37     adfsmaxmin = adf.Smax.min()
38     adfsmaxmax = adf.Smax.max()
39     adfreturndf = pd.DataFrame()
40     #adfreturndf['Smax'] = np.linspace(adfsmaxmin,adfsmaxmax, num=100)
41     #adfreturndf['LW50'] = 10**((adfa0 + (adfa1*np.log10(adfreturndf.Smax)))

```



```
37      #adfn10 = 10**(((np.log10(adf.LW * (adf.Smaxfiktiv/adf.Smax)**(adfa1))).sum
      (/adfn)-1.282*adfslogn)).round(decimals=0)
38      adfreturndf['Smax'] = [adfsmaxmax, adfsmaxmin]
39      adfn50max = (10 ** (((np.log10(adf.LW * (adfsmaxmax / adf.Smax) ** (adfa1))).
      sum() / adfn)).round(decimals=0)
40      adfn50min = (10 ** (((np.log10(adf.LW * (adfsmaxmin / adf.Smax) ** (adfa1))).
      sum() / adfn)).round(decimals=0)
41      adfn10max = (10 ** (((np.log10(adf.LW * (adfsmaxmax / adf.Smax) ** (adfa1)))
      .sum() / adfn)-(1.282*adfslogn))).round(decimals=0)
42      adfn10min = (10 ** (((np.log10(adf.LW * (adfsmaxmin / adf.Smax) ** (adfa1)))
      .sum() / adfn)-(1.282*adfslogn))).round(decimals=0)
43      adfn90max = (10 ** (((np.log10(adf.LW * (adfsmaxmax / adf.Smax) ** (adfa1)))
      .sum() / adfn)+(1.282*adfslogn))).round(decimals=0)
44      adfn90min = (10 ** (((np.log10(adf.LW * (adfsmaxmin / adf.Smax) ** (adfa1)))
      .sum() / adfn)+(1.282*adfslogn))).round(decimals=0)
45      adfreturndf['LW10'] = [adfn10max, adfn10min]
46      adfreturndf['LW50'] = [adfn50max, adfn50min]
47      adfreturndf['LW90'] = [adfn90max, adfn90min]
48      adfreturndf['TN'] = adftn
49      adfreturndf['k'] = adfa1
50  return adfreturndf, adf
```

Dieser Quelltext setzt Rohdaten mit den Informationen zu Probennummer, Maximalspannungshorizont SMax, erreichter Lastspielzahl LW voraus und gibt alle zuvor erläuterten Parameter in separaten Dataframes wieder aus.

## C Liste eigener Vorveröffentlichungen

1. P. Klose, V. Roddatis, A. Pundt, "Tuning the stress state in Nb-thin films by lateral size confinement." *Acta Materialia*, vol. 222, p.117454, 2022.
2. S.Wagner, P.Klose et al., "Structural phase transitions in niobium hydrogen thin films: Mechanical stress, phase equilibria and critical temperatures." *ChemPhysChem*, vol. 20.14, pp. 1890-1904, 2019.
3. P. Klose, V.Roddatis, A.Pundt, "Influence of steel on the mechanical stress development during hydrogen-loading of ultrathin Nb-films." *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 42.35, pp. 22583-22588, 2017.