

Mikrostrukturelle Ausscheidungen bei Sc- und Zr- modifizierten AlMg-Legierungen prozessiert mit SLM

Other Conference Item

Author(s):

Spierings, Adriaan B.

Publication date:

2016

Permanent link:

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-010803911>

Rights / license:

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#)

Mikrostrukturelle Ausscheidungen bei Sc- und Zr-modifizierten AlMg-Legierungen prozessiert mit SLM

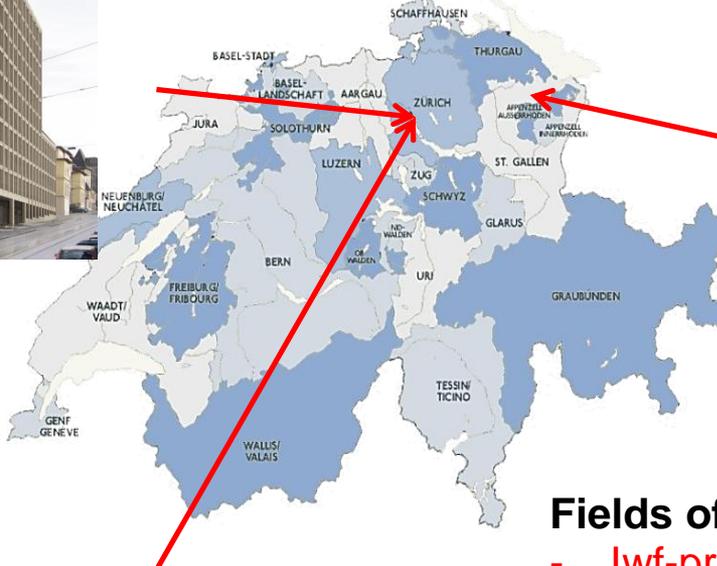
Adriaan B. Spierings¹

¹ Innovation Centre for Additive Manufacturing, INSPIRE, Switzerland

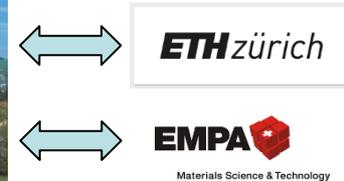
Who is inspire?



ETH Zurich



St.Gallen, icams



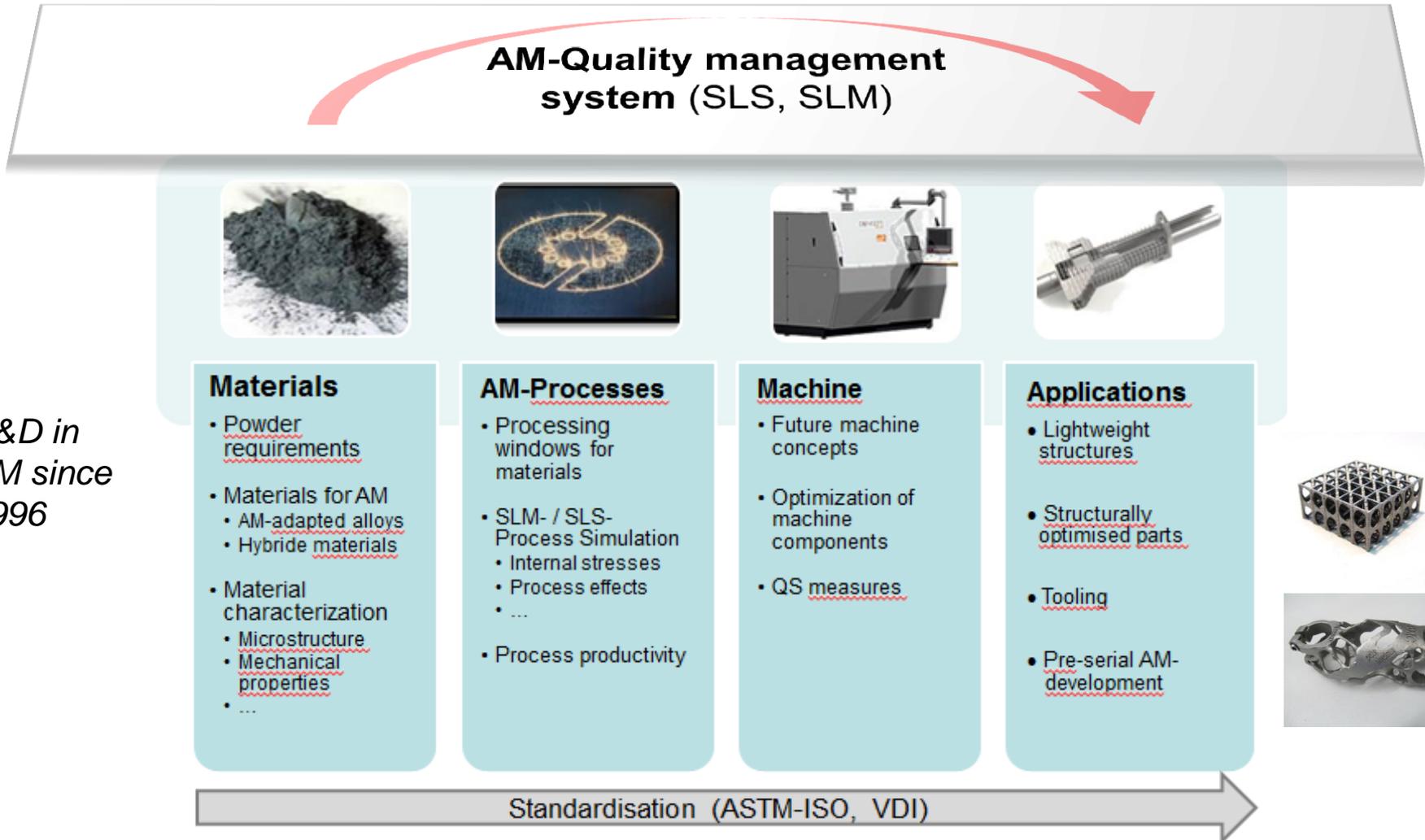
Technopark Zurich, Headquarters

Fields of activity / institutes

- **lwf-processes:** Grinding, Cutting, EDM, ...
- **lwf-machines:** Machine Tools, Simulation, Analysis, Improvements
- **lwf-micromachining:** Laser- & mikrofabrication
- **icams:** Additive Manufacturing (SLS, SLM)
- **lpdz:** Construction & Design
- **lcs:** Composite-Structures
- **lcmi:** Material integrity
- **lfa:** Automation, Optimisation, Mechatronic
- **lvp:** Virtual production / Forming technology

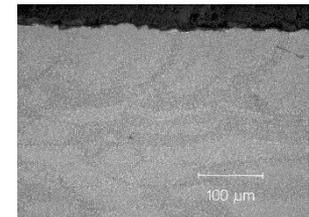
- Inspire – innovation centre for additive manufacturing (icams)

R&D in AM since 1996



Agenda

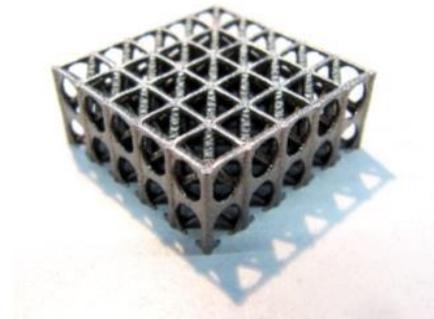
- Einleitung
 - *Stand der Technik in SLM von Aluminium*
 - *Sc-modifizierte Aluminium Legierungen*
- Methoden & Materialien
- Resultate
 - Mikrostruktur
 - Ausscheidungen
- Diskussion und Ausblick



Einleitung

■ Struktur-Anwendungen mit Aluminium

- Für Leichtbau-Anwendungen im Fahrzeugbau, Flugzeuge / Raumfahrtbereich werden hochfeste Aluminium-Legierungen verwendet.
 - 5xxx: naturhart
 - 6xxx: aushärtbar, hochfest
 - 7xxx: ``
- **Additive Fertigung** vergrössert das Leichtbau-Potential
 - Bionic design
 - Gitter-Strukturen
 - Topologie Optimierung



Aircraft body segment Boeing 787,
source: wikipedia



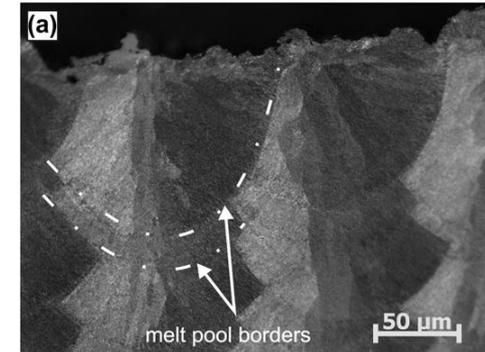
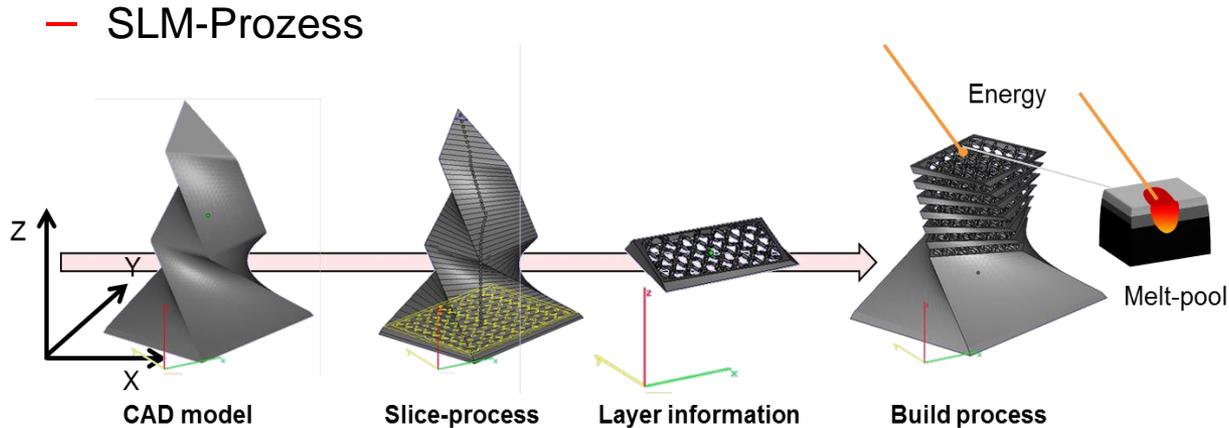
Aluminium space frame Audi A2



SLM-manufactured aluminium frame,
source: APworks / Airbus

Einleitung

■ Selective Laser Melting

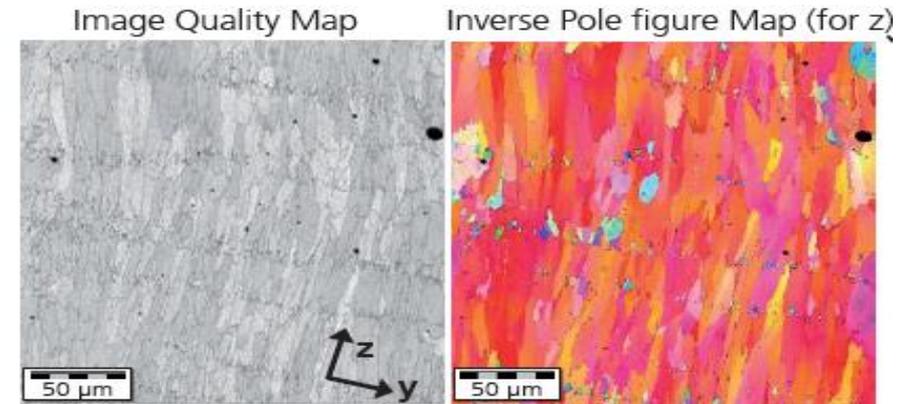


AISi10Mg, Source: Thijs (2013)

— Typische Mikrostruktur

Sehr rasche Abkühlung der Schmelze

- Feinkörnige Mikrostruktur, aber
- Columnare Körner in $\langle 100 \rangle$ Aufbau-Richtung
50µm – 100µm lang → **Anisotropie**
- Heat affected zone



AISi10Mg, Source: Buchbinder (2014)

Einleitung

■ Stand der Technik in SLM von Aluminium

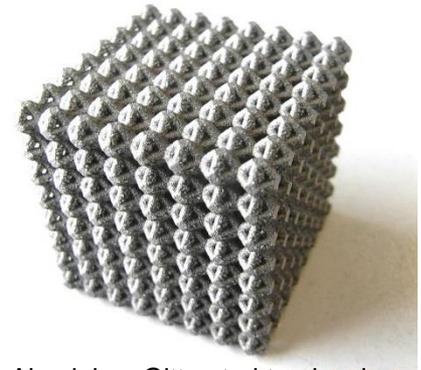
- State of the art: I.R. nah-eutektische 4xxx Legierungen

- Beispiele:
 - AlSi12
 - AlSi10Mg
 - AlSi7Mg

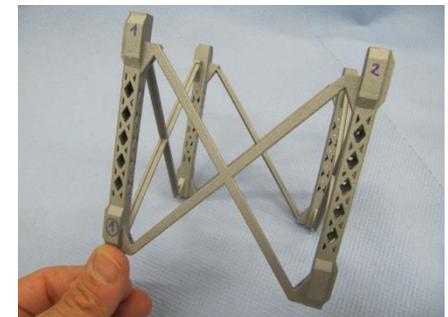
AlSi10Mg	$\sigma_{0.2}$ (Mpa)	σ_{UTS} (Mpa)	A (%)
Vertikal	250	350	2.5
Horizontal	235	275	1.1

Anisotropie typisch / \approx 5 - 15%

- Hochfeste Legierungen (z.B. 7xxx Legierungen) sind aufgrund der Heiss-Riss Problematik schwierig mit SLM verarbeitbar.



Aluminium Gitterstruktur: inspire

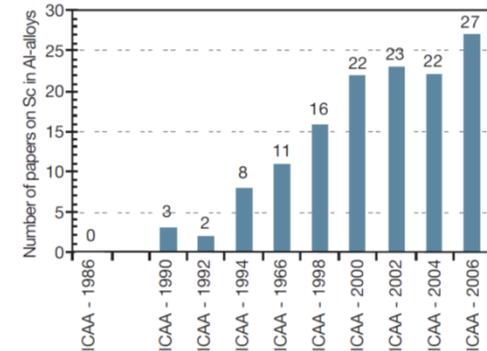


Aluminium Space-Teile, source: inspire

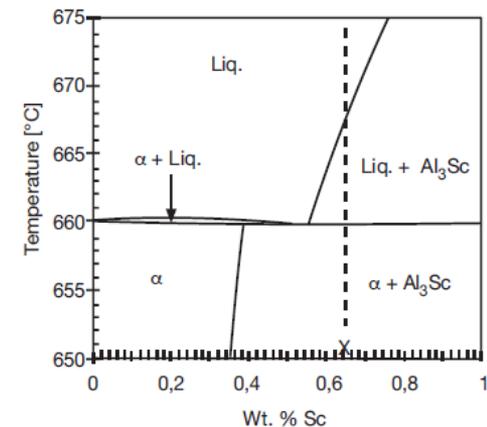
Motivation

■ Alternative Al-Legierungen mit Ausscheidungs-Bildnern Scandium und Zirkonium

- Al-Sc alloys wurden in den 1970'ern durch US- und Russische Wissenschaftler entwickelt.
- Vorteile von Sc-modifizierte Al-Legierungen
 - Al-Sc bildet fein dispergierte intermetallische Al_3Sc Phasen
 - **Steigerung der Festigkeit**
 - Bei über-eutektischen Legierungen: Primäre Al_3Sc Phasen wirken als Kristallisationskeime
 - **Feine Mikrostruktur**
 - Al_3Sc Ausscheidungen bilden sich bei höheren Temperaturen, und sind thermisch sehr stabil.
 - **Resistenz gegen Kornwachstum**
- Für SLM existiert die Legierung «*Scalmalloy*[®]»
 - *Airbus Innovation Group*



Increasing interest in Sc for Al-alloys.
Royset (2007)



Phase diagram of Al-Sc at the Al-rich corner

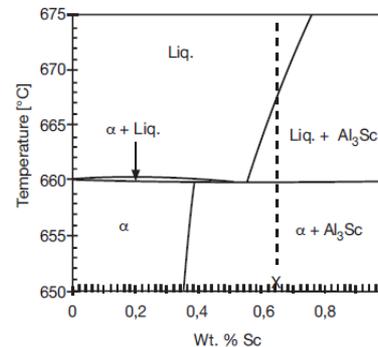
Methoden & Materialien

■ Legierung

- Al-Mg-Sc-Zr alloy composition (wt%)

Mg	Sc	Zr	Mn	Fe	others
4.6	0.66	0.42	0.49	≈0.07	≈0.05

- Über-eutektische Zusammensetzung
 → **Primäre Ausscheidungen**



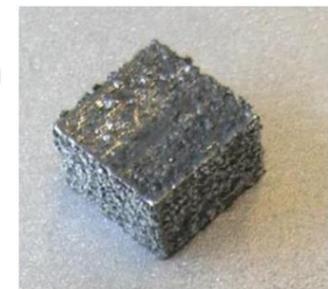
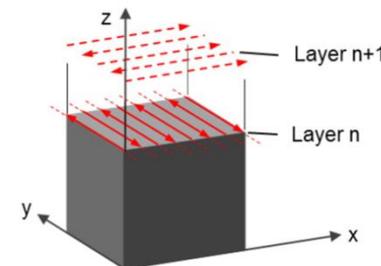
Scalmalloy powder



Concept Laser M2 machine

■ SLM Anlage «M2»

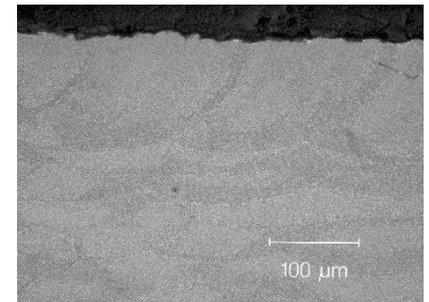
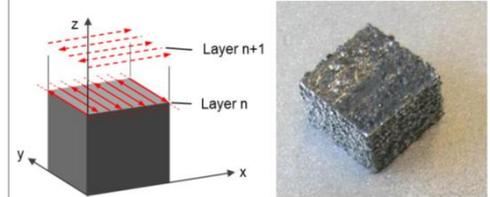
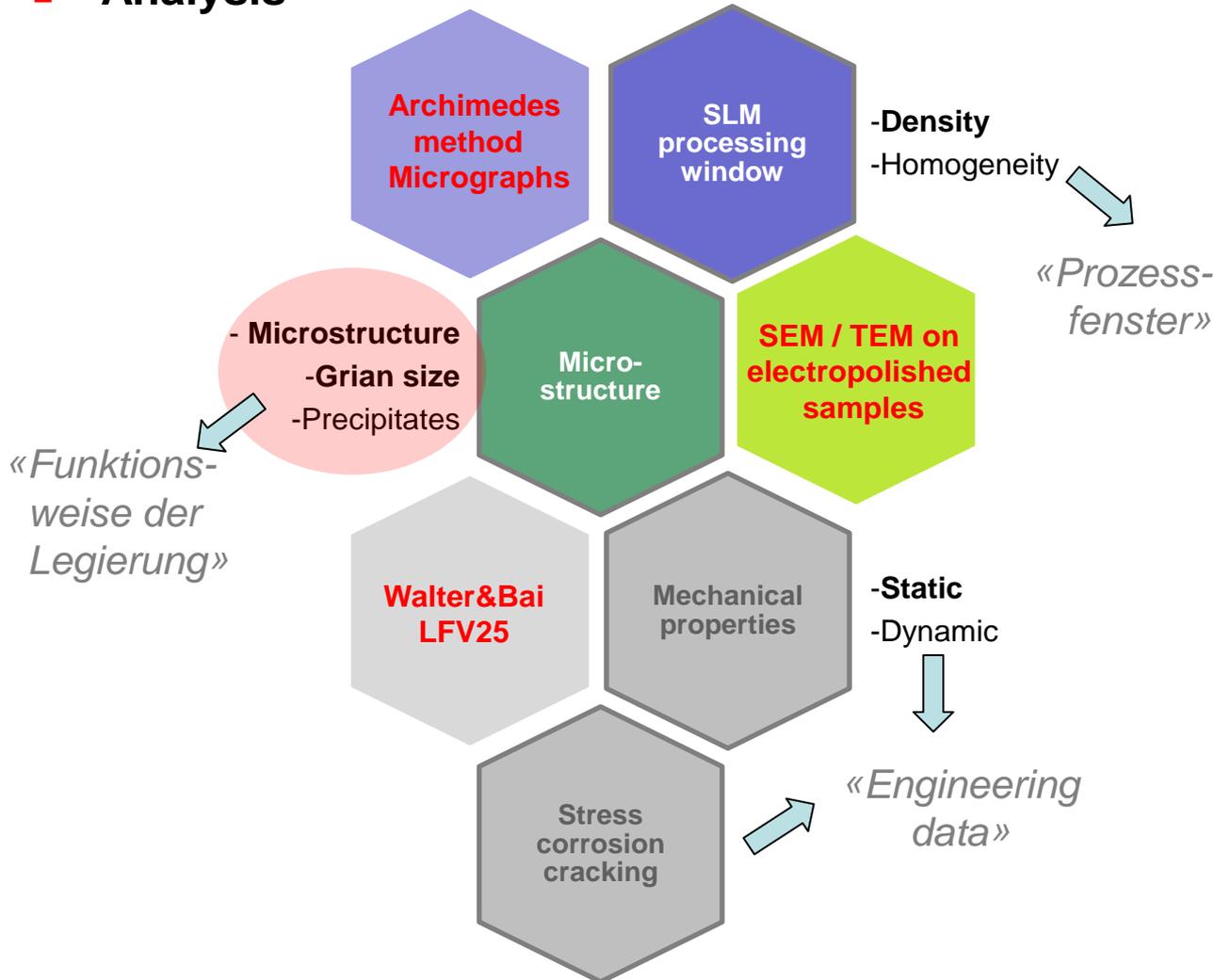
- Probekörper für Mikrostruktur-Analyse 10x10x10 mm³
- Laser power 200 W
- Layer thickness 30 μm
- Bereich Energiedichte 120 – 238 J/mm³
- Scan strategie 90° Rotation der Scanrichtung
- *Probendichte* ≈ 99.5%



Spierings, A.B., et al., CIRP Ann. Manuf. Technol. (2016), 65(1): p. 213-6.

Methoden & Materialien

■ Analysis



Microstructure

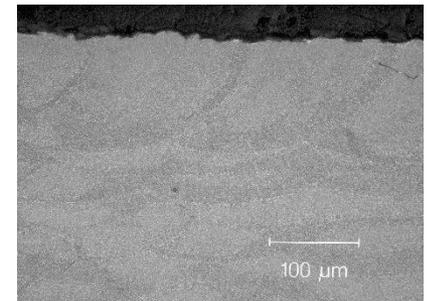
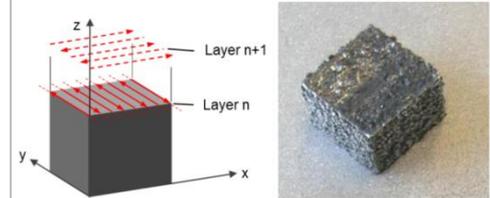


FEI Helios dual beam FIB with EDAX-EBSD

Methoden & Materialien

■ Analysis

- **Mikrostruktur:** FEI Helios dual beam FIB mit
 - Electron backscatter diffraction (EBSD)
 - ➔ Image quality maps
 - Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS)
- **Ausscheidungen**
 - TEM on electropolished foils
 - JEOL 2100 FC microscope
 - ➔ STEM-Analysen im BF- & DF- modus
 - Für hochauflösende EDS Analysen: FEI TALOS F200A



Microstructure

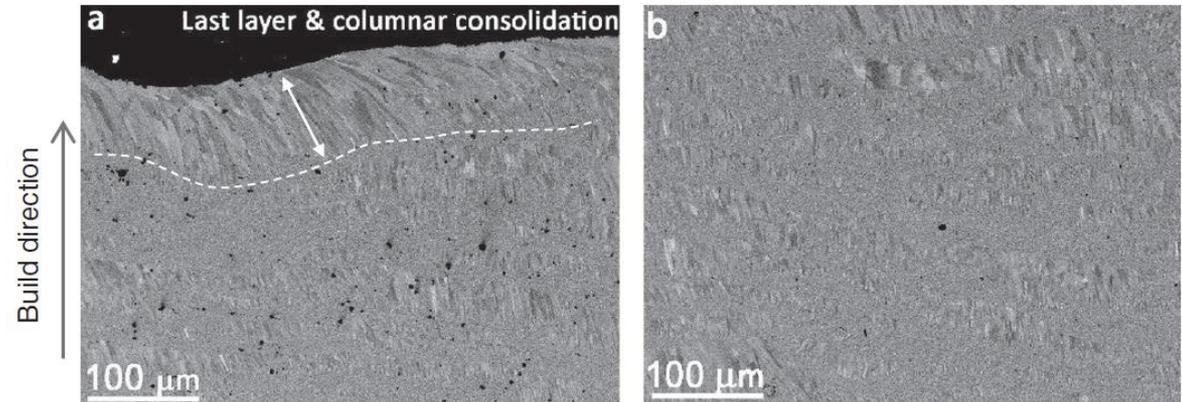


FEI Helios dual beam FIB
with EDAX-EBSD

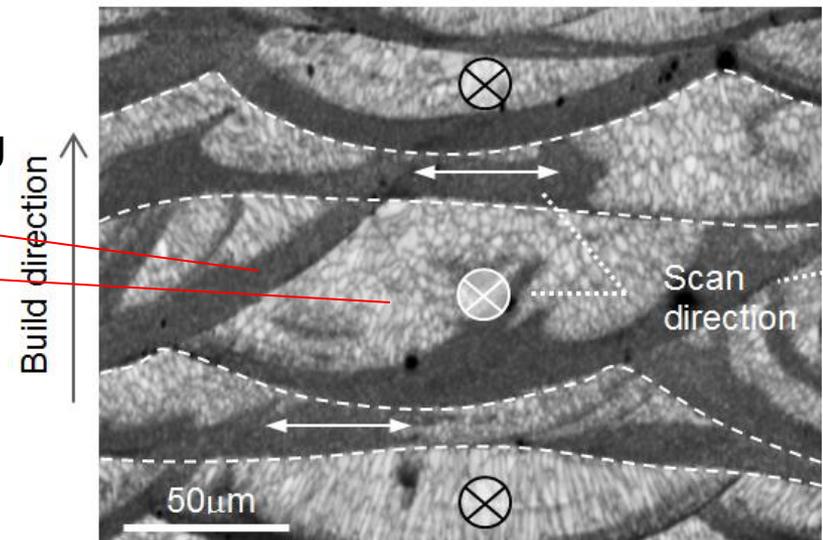
Resultate

■ Mikrostruktur

- Top-Layer konsolidiert in stängel-artigen Körnern.



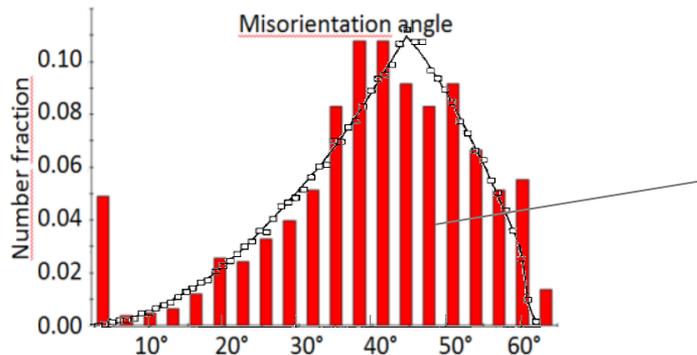
- Die Mikrostruktur des Schweiß-Bades zeigt eine bi-modale Korngrößen-Verteilung
 - «Feinkorn-» Struktur (FG)
 - «Grobkorn-» Struktur (CG)



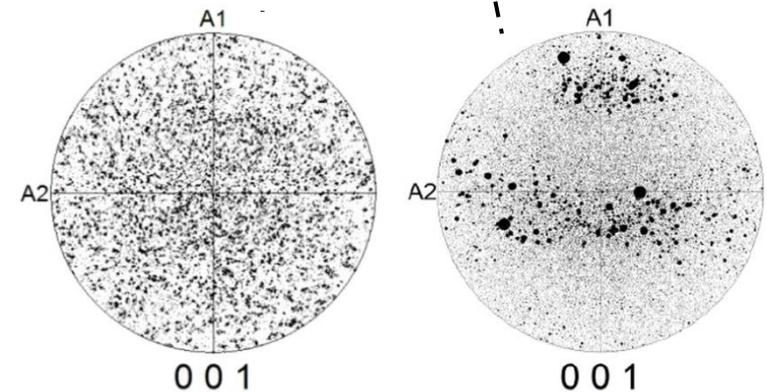
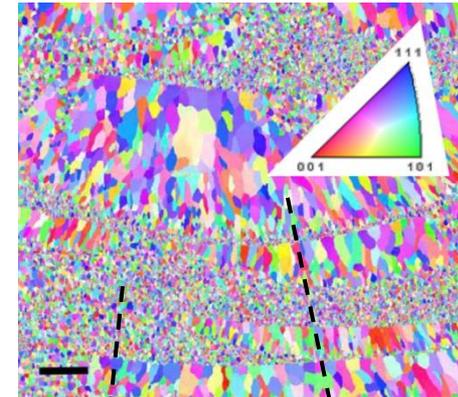
Resultate

■ Mikrostruktur

- Grobkorn: Kristallographische Orientierung primär in $\langle 100 \rangle$ Richtung (z-Richtung)
 - Entgegen gesetzt zur Abkühlrichtung des Schmelzepools.
- Feinkorn: keine Vorzugsorientierung



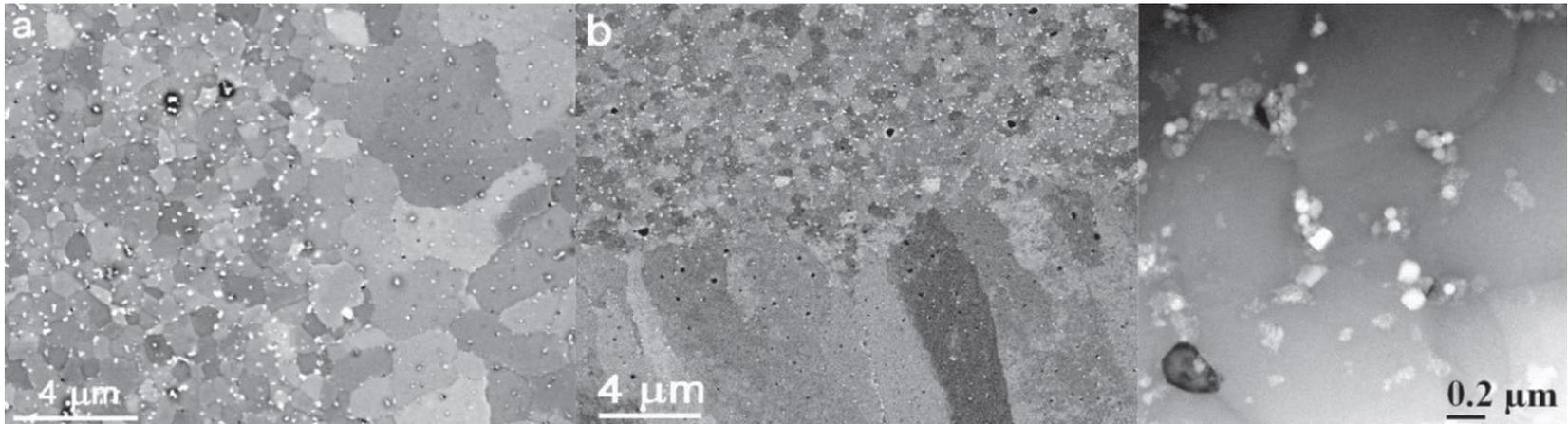
Measured and theoretical (overlay) ideal misorientation angle distribution (Morawiec 1993)



Pole Figure für Feinkorn (links) und Grobkorn (rechts)

Resultate

■ Ausscheidungen

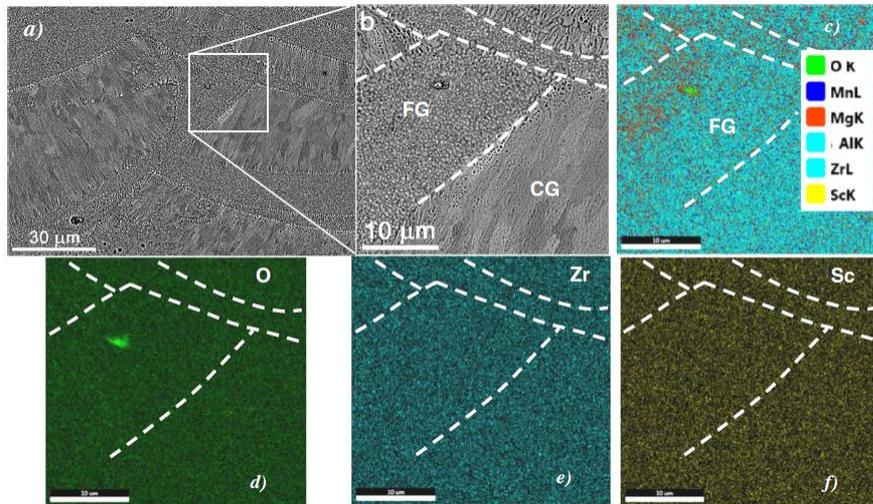


a, b) SEM Aufnahme der Mikrostruktur im Grob- und Feinkornbereich, c) Korngrenzen-Ausscheidungen in Feinkorn-Material

- **Sehr rascher Wechsel zwischen Grob- und Feinkornbereich!**
- In beiden Bereichen sind Partikel ersichtlich, wobei die Partikeldichte im Feinkorn wesentlich grösser ist.
- Partikel sind primär an Korngrenzen.

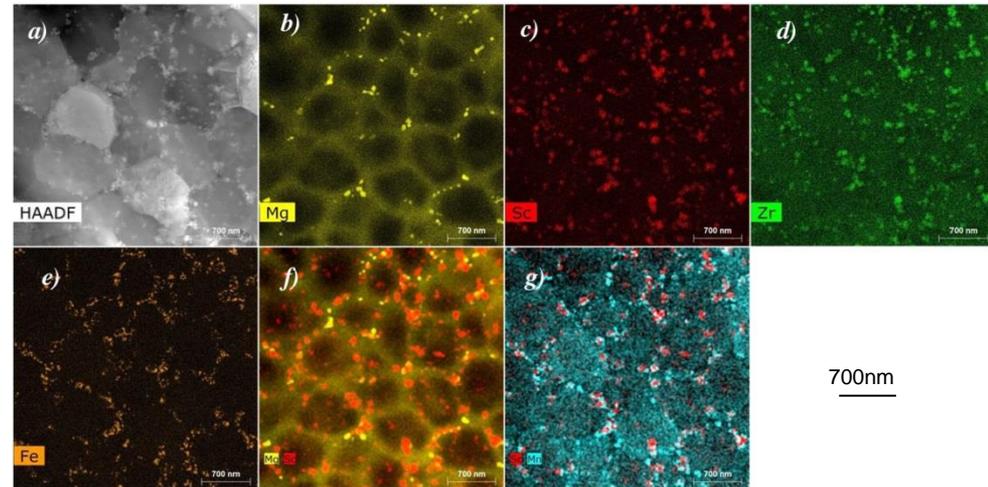
Resultate

■ EDS mapping



EDS mapping für Mg, O, Zr, Sc Grob- und Feinkorn

- Keine Segregation zwischen Grob- und Feinkorn / \approx homogene Verteilung
- Einzelne Oxid-partikel vorhanden

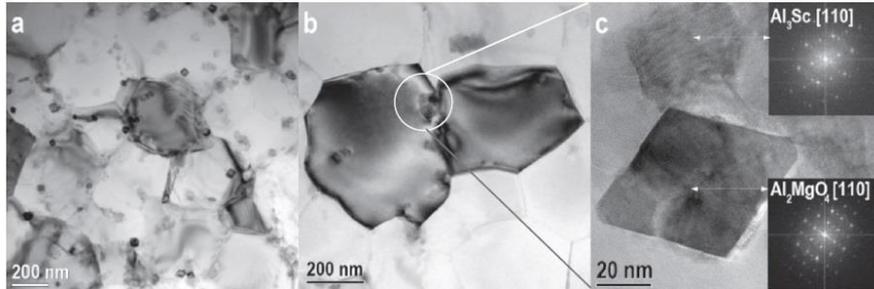


EDS mapping im Feinkorn-Bereich für b) Mg, c) Sc, d) Zr, e) Fe. f) Sc + Mg, g) Sc + Mn

- Mg-Segregation an Korngrenzen
- Sc- Zr Partikel an Korngrenzen sowie in Körnern.

Resultate

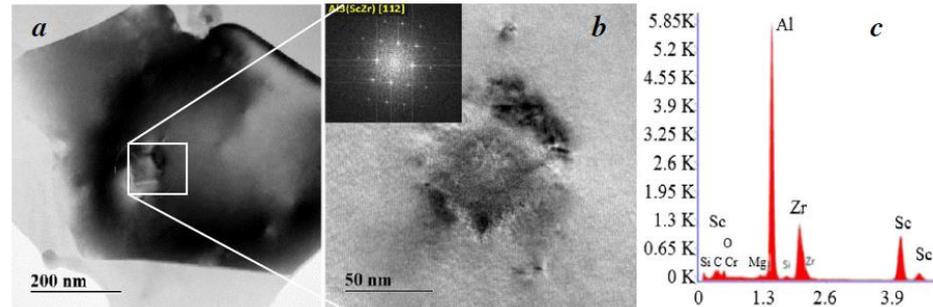
■ Ausscheidungen



BF-STEM Analyse in Feinkorn

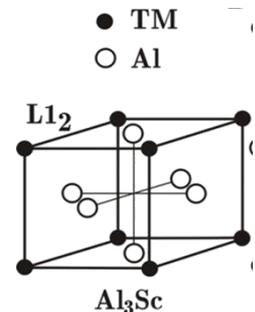
- a) Übersicht mit intragranulären Partikeln.
- b) [110] orientierte Körner mit intragranularen und korngrenzen-nahen Partikeln.
- c) FFT für Al_3Sc - und MgAl_2O_4 Partikel

- Verschiedene Ausscheidungen. FFT bestätigen
 - Al_3Sc -Partikel
 - MgAl_2O_4 Partikel
Gitterkonstante 8.05Å
= "Spinel" mit Gitterkonstante 8.08Å
- Intragranulär und korngrenzen- / korngrenzen-nahe Partikel



- a) BF-TEM Analyse in [112] Feinkorn.
- b) b) Cube-shaped $\text{Al}_3(\text{ScZr})$ Partikel mit L12 Struktur.
- c) c) EDS zeigt Signale von Al, Sc und Zr.

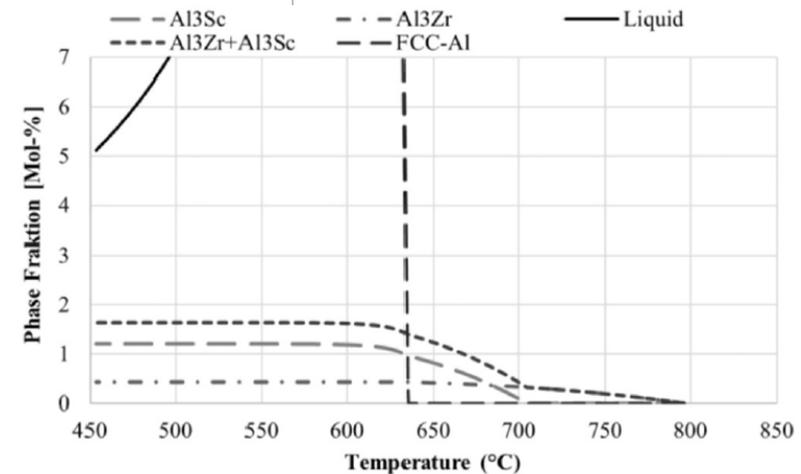
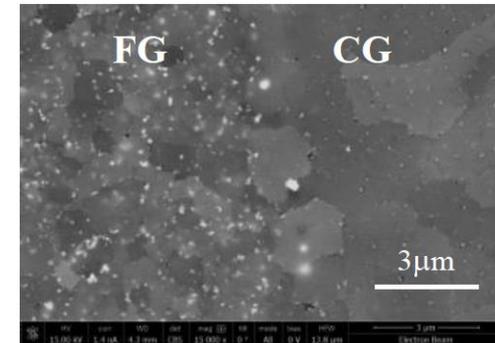
- Sowohl EDS Analyse als auch FFT bestätigen intragranuläre $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ –Partikel mit L1_2 Struktur.
- Typische Partikelgrösse $\approx 50\text{nm}$



Diskussion

■ Mikrostruktur und deren Entstehung

- Die im Grobkorn-Bereich auftretende Mikrostruktur ist eher bekannt als typische Mikrostruktur im SLM-Prozess
 - Hoher sehr gerichteter Abkühlgradient
- Der Feinkorn-Bereich ist sehr interessant und in dieser Art neu
 - Hoher Anteil an $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ sowie MgAl_2O_4 Partikeln, welche als Kristallisationskeime für FCC-Al agieren.
- **Woher stammt die duplex-Kornstruktur?**
 - Scheil-Simulation zeigt, dass $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ bei $T > 800^\circ\text{C}$ rasch in Lösung übergehen.
 - MgAl_2O_4 Partikel sind hingegen bis $T > 1'227^\circ\text{C}$ thermisch stabil.
 - **→ rasche Abnahme der Dichte an Kristallisationskeimen.**
 - Thermische Simulation bestätigt, dass diese T-Grenze gerade zwischen FG und CG liegt.



Ausblick

Was hilft uns das?

- Das Wissen über die Wirk-Prinzipien einer Legierung bildet die Basis zur Entwicklung neuer – auf die Umgebungs-Bedingungen im SLM-Prozess ausgerichteter – Legierungen
 - Erste Ansätze werden derzeit entwickelt und untersucht.
- Die Legierungs-Zusammensetzung ist qualitätsrelevant für den SLM-Prozess.

Details

A.B. Spierings et.al, *Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al-Mg alloys processed by selective laser melting*. *Materials & Design*, 2017, **115**, 52-63.

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit



SLM lab @ inspire-icams



Adriaan B. Spierings

Head R&D SLM

Lerchenfeldstrasse 5
9014 St.Gallen

spierings@inspire.ethz.ch
+41 71 274 73 19

www.inspire.ethz.ch