




Lisävän valmistuksen keskeiset materiaalit ja niiden ominaisuudet

Kirjoittajat: Antero Jokinen, Tuomas Riipinen

Luottamuksellisuus: Julkinen

Raportin nimi		
Lisäävän valmistuksen keskeiset materiaalit ja niiden ominaisuudet		
Asiakkaan nimi, yhteyshenkilö ja yhteystiedot	Asiakkaan viite	
Tekes PL 69 00101 Helsinki	Tekes 40160/14; Dno 1852/31/2014	
Projektin nimi	Projektin numero/lyhytnimi	
AM-teknologiasta uutta liiketoimintaa	101201/AM-liito	
Raportin laatija(t)	Sivujen/liitesivujen lukumäärä	
Antero Jokinen, Tuomas Riipinen	31	
Avainsanat	Raportin numero	
Lasersulatus, SLM, materiaaliominaisuudet	VTT-R-03997-16	
Tiivistelmä		
<p>Raportti sisältyy Tekesin, VTT:n ja yritysten rahoittamaan "AM-teknologiasta uutta liiketoimintaa (AM-liiketoiminta)" tutkimushankkeeseen ja siihen on koottu keskeisimmät julkiset tulokset työpaketissa "AM:ään soveltuvien materiaalien ja materiaaliyhdistelmien ominaisuuksien tutkiminen ja kehittäminen" tehdystä tutkimuksesta.</p> <p>Työpaketin keskeinen tavoite oli selvittää millä käytettävien materiaalien ominaisuuksien, valmistusparametrien ja prosessointi-ikkunan arvoilla on löydettävissä parhaat ominaisuusyhdistelmät, joilla voidaan tuottaa suurin lisäarvo lisäävää valmistusta käyttäville valmistajille ja tuotteiden loppukäyttäjille.</p> <p>Tutkimusta varten metallijauheita hankittiin laitevalmistajalta, ulkoiselta jauhevalmistajalta sekä valmistettiin VTT:n omalla kaasuatomisointilaitteistolla. Projektissa tutkitut AM-seokset olivat AISi12, Inconel 625, AISi 316L, H13 kuumatyöstöteräs ja teknisesti puhdas alumiini (Al99,7%). Niistä valmistettiin näytteitä ja koekappaleita SLM Solutions GmbH:n lasersulatuslaitteella SLM125, joka on varustettu 400 watin kuitulaserilla. Kappaleille tehtiin mikrorakenne- ja tiiveystarkasteluja, kovuus- ja vetokoheet sekä selvitettiin lämpökäsittelyn vaikutus niiden ominaisuuksiin. Lisäksi prosessiparametreja optimoitiin matemaattisen koesuunnittelun (Design of Experiments, DoE) ja testisarjojen avulla maksimaalisen tiheyden saavuttamiseksi.</p> <p>Tulosten perusteella kaupallisilla AM-seoksilla päästään 99,7–99,98% suhteelliseen tiheyteen lukuun ottamatta AISi12 seosta, jonka suhteellinen tiheys oli noin 98%. Seosten lujuudet vastaavat pääosin perinteisesti muokkaamalla valmistettujen vastaavien seosten lujuuksia, mutta sitkeys on etenkin H13- ja AISi12-seoksilla huonompi vastaaviin muokkaamalla valmistettuihin seoksiin verrattuna. Tulossuunnan havaittiin vaikuttavan 316L-teräksen lujuusominaisuuksiin, jotka olivat parhaimmat vaakaa ja 45° kulmaan tulostetuilla näytteillä. Inconel 625 ja H13 materiaalien kohdalla samaa ilmiötä ei havaittu. Teknisesti puhtaan alumiinin SLM-valmistus oli vaikeaa jauheen huonon juoksevuuden takia ja lasersulatuksessa alumiinin käyttäytyminen oli vaikeasti hallittavissa, kappaleisiin jäi huokosia ja niiden pinta oli huonolaatuinen. Maksimaaliseen tiiveyteen johtavien prosessiparametrien määrittäminen toteutettiin koesuunnittelusarjojen avulla 316L- ja H13-materiaaleille, ja tiheysmittausten perusteella menetelmä osoittautui toimivaksi menetelmäksi prosessin optimointiin.</p> <p>Uusien materiaalien kehitystyö perustuu vielä pääosin työlääseen ja aikaa vievään kokeelliseen tutkimukseen ja lukuisten eri parametriyhdistelmien testaukseen. Matemaattisen koesuunnittelun ja simuloinnin avulla kokeellista tutkimusta voidaan kuitenkin minimoida. Tulevaisuudessa laitekehitys ja monitorointi todennäköisesti mahdollistavat merkittävästi laajemman AM materiaalivalikoiman.</p>		
Luottamuksellisuus	Julkinen	
Espoo 27.9.2016		
Laatija	Tarkastaja	Hyväksyjä
		
Antero Jokinen, Erikoistutkija	Antti Vaajoki, Tutkija	Puukko Pasi, Tutkimustiimin päällikkö
VTT:n yhteystiedot		
VTT, PL 1000, 02044 VTT		
Jakelu (asiakkaat ja VTT)		
VTT, alkuperäinen Tekes ja projektin yritykset, pdf kopio		
<p>VTT:n nimen käyttäminen mainonnassa tai tämän raportin osittainen julkaiseminen on sallittu vain Teknologian tutkimuskeskus VTT Oy:ltä saadun kirjallisen luvan perusteella.</p>		

Alkusanat

Raportti sisältyy Tekesin, VTT:n ja yritysten rahoittamaan ”AM-tekniologiasta uutta liiketoimintaa (AM-liiketoiminta)” tutkimushankkeeseen ja siihen on koottu keskeisimmät julkiset tulokset työpaketissa ”AM:ään soveltuvien materiaalien ja materiaaliyhdistelmien ominaisuuksien tutkiminen ja kehittäminen” tehdystä tutkimuksesta.

VTT ja tekijät esittävät projektin johtoryhmälle ja rahoittajille kiitokset aktiivisesta osallistumisesta tutkimuksen toteuttamiseen.

Espoo 18.10.2016

Tekijät

Sisällysluettelo

Alkusanat.....	2
Sisällysluettelo.....	3
1. Johdanto.....	4
2. Tavoite ja lasersulatusprosessin kuvaus.....	5
3. Tärkeimmät prosessiparametrit ja termistö.....	6
4. Projektissa tutkitut AM-seokset ja niiden ominaisuudet.....	7
4.1 AISi12-alumiiniseos.....	7
4.1.1 Jauhe.....	7
4.1.2 Valmistusparametrit.....	8
4.1.3 Mikrorakenne ja tiiveys.....	8
4.1.4 Vetokokeet.....	9
4.2 Inconel 625-nikkeliseos.....	10
4.2.1 Jauheet.....	10
4.2.2 Valmistusparametrit ja lämpökäsittelyt.....	11
4.2.3 Mikrorakenne ja tiiveys.....	11
4.2.4 Veto- ja kovuuskokeet.....	12
4.3 AISI 316L ruostumaton teräs.....	15
4.3.1 Jauhe (SLM ja Höganäs).....	15
4.3.2 Valmistusparametrit, DoE.....	16
4.3.3 Mikrorakenne ja tiiveys.....	18
4.3.4 Veto- ja kovuuskokeet.....	18
4.4 H13 (1.2344) kuumatyöstöteräs.....	19
4.4.1 Jauhe.....	19
4.4.2 Valmistusparametrit (DoE) ja tiiveys.....	20
4.4.3 Lämpökäsittelyt, mikrorakenne ja kovuus.....	22
4.4.4 Veto- ja kovuuskokeet.....	23
4.5 Teknisesti puhdas alumiini (Al99,7%).....	25
4.5.1 Jauhe.....	25
4.5.2 Valmistusparametrit.....	26
4.5.3 Mikrorakenne ja tiiveys.....	27
4.5.4 Lämmönjohtavuus.....	28
5. Johtopäätelmät.....	29
Lähdeviitteet.....	30

1. Johdanto

Metallien materiaalia lisäävä valmistus (AM-tekniikka, 3D-tulostus) lisääntyy maailmalla voimakkaasti. Lisäävän valmistuksen etuja perinteisiin menetelmiin nähden ovat sen tuoma vapaus osien suunnittelun ja muotoilun suhteen, jolloin tuotteista voidaan tehdä kevyempiä tai niihin voidaan tuoda täysin uutta toiminnallisuutta muun muassa sisäisten muotojen ja rakenteiden avulla.

Kaupallisen soveltamisen kannalta AM-tekniikalla saavutettavat materiaaliominaisuudet ovat erittäin tärkeitä. Metalliosien valmistus koostuu useista vaiheista, joissa on lukuisia parametreja, jotka vaikuttavat merkittävästi materiaalin ja tuotteen laatuun sekä ominaisuuksiin. Raaka-aineena käytettävä jauhe ja sen ominaisuudet, prosessiparametrit, lämpökäsittelyt ja muut jälkikäsittelyt ovat keskeisiä tekijöitä laadukkaiden tuotteiden valmistuksessa.

AM-metallien osalta materiaalitutkimustuloksia on vielä varsin vähän saatavilla ja varsinkaan valmistusparametrien vaikutusta materiaaliominaisuuksiin ei tiedetä hyvin. Lisäksi materiaalitutkimus on rajoittunut pääosin vain rajattuihin kaupallisiin seoksiin.

Yllä mainittujen asioiden selvittämiseksi nähtiin tarpeelliseksi käynnistää tutkimus, jossa selvitetään suomalaisen valmistavan teollisuuden käyttämien keskeisten metalliseosten soveltuvuus ainetta lisäävään valmistukseen sekä kehitetään ko. seoksille optimaaliset valmistusparametrit, joilla valmistetaan kappaleita materiaalitutkimuksiin. Lisäksi nähtiin tarpeelliseksi tehdä materiaalikehitystutkimusta tavoitteena uusien, ominaisuuksiltaan ainutlaatuisten AM seosten käyttöönotto. Tutkimuksessa käytettiin lasersulatukseen perustuvaa jauhepetiteknikkaa (SLM = Selective Laser Melting).

2. Tavoite ja lasersulatusprosessin kuvaus

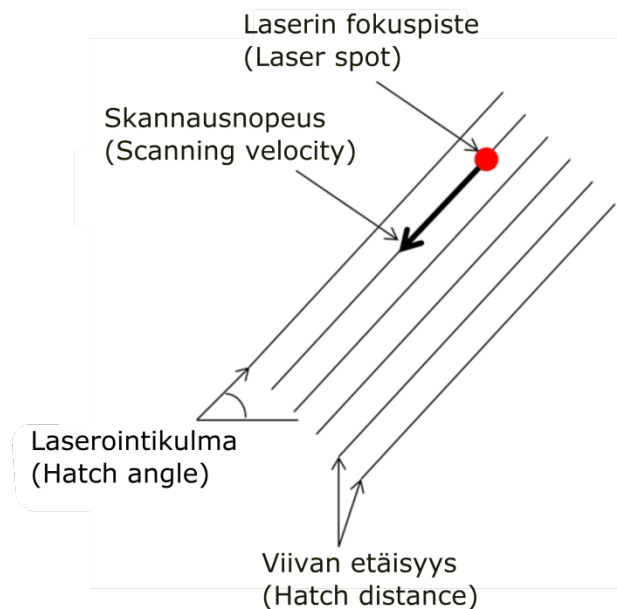
Työpaketissa keskeinen tavoite oli selvittää millä käytettävien materiaalien ominaisuuksien, valmistusparametrien ja prosessointi-ikkunan arvoilla on löydettävissä parhaat ominaisuusyhdistelmät joilla voidaan tuottaa suurin lisäarvo AM-tuotteiden valmistajille ja loppukäyttäjille. Projektissa tutkittiin eri jauhemuodossa olevien materiaalien tulostamista SLM 125-laitteella, ja tavoitteena oli selvittää tulostusparametrien, lähtöjauheen ominaisuuksien ja lämpökäsittelyiden merkitys lopullisen kappaleen tiiveyteen, lujuusominaisuuksiin, mikrorakenteeseen sekä mahdollisten jälkikäsittelyiden tarpeellisuus.

Lisäävien valmistusmenetelmien yhtenä suurimmista eduista voidaan pitää niiden tarjoamaa vapautta kappaleiden suunnittelussa ja mahdollisuutta valmistaa kompleksisia muotoja. SLM (Selective Laser Melting) tekniikka tarjoaa mahdollisuuden valmistaa kappaleita, jotka olisivat perinteisillä menetelmillä haastavia tai jopa mahdottomia valmistaa. SLM perustuu lasersäteen ohjaamiseen jauhepedin pinnalla ennalta määrätyn ohjelman mukaisesti. Tavoitteena on sulattaa jauhepartikkelit tarpeeksi isolta alueelta, jotta muodostuva sulavyöhyke on stabiili eikä päällekkäisten kerrosten väliin jää tyhjää tilaa.

Lähtöjauheen ominaisuuksilla on suuri merkitys niin onnistuneen tulostamisen kuin loppukappaleen ominaisuuksien kannalta. Jauhe levittyy tulostusalustan pinnalle mekaanisen levittimen avulla, joka annostelee jauhetta ennalta määritellyn kerrospaksuuden mukaan. Kerrospaksuutta voi muuttaa välillä 20–75 μm , mutta tässä tutkimuksessa käytettiin 30 μm ja 50 μm kerrospaksuuksia, jotka ovat laitevalmistajan suosittelimia arvoja [1]. Jauheen tasaisen levittymisen kannalta tärkeä ominaisuus on jauheen juoksevuus, joka kasvaa jauhepartikkelien pallomaisuuden kasvaessa ja partikkelikokojakauman kaventuessa. Keskimääräinen partikkelikoko ei saa myöskään olla liian pientä tai liian suurta, jolloin levittyvä kerros on tasaisempi [2]. Jauheen levittyessä pienet partikkelit täyttävät isojen partikkelien väliin jääviä rakoja lisäten siten jauhekerroksen tiiveyttä. Hyvän tulostuslaadun takaamiseksi jauhepartikkelien tulee olla tiiviitä sekä happipitoisuuden tulisi olla matala (<0,1%), sillä se lisää palloontumisilmiötä sulavyöhykkeessä [3]. Menetelmän kannalta oleelliset prosessiparametrit kuvataan tarkemmin seuraavassa luvussa. Vaikka menetelmä mahdollistaa haastavien muotojen valmistamisen, niin kaikki muodot eivät kuitenkaan ole ongelmattomia, sillä etenkin jyrkkien kulmien (> 45°) sekä pyöreiden muotojen, kuten vaakaan tulevien reikien yläpintaan tulee helposti epätasaisuutta jauheen ”romahtamisen” seurauksena. Tämä ongelma on useimmissa tilanteissa estettävissä tukirakenteiden avulla, jotka tulostetaan tukemaan haastavia muotoja.

3. Tärkeimmät prosessiparametrit ja termistö

Lasersulatusprosessin toimintaperiaatteet ja keskeinen termistö esitetään tässä luvussa, sillä ne auttavat lukijaa tulkitsemaan raportissa esitettyjä tutkimustuloksia. Lasersulatuslaitteen prosessiparametreja muuttamalla voidaan vaikuttaa tulostuskammioon levitettävän jauhekerroksen paksuuteen sekä laserin parametreihin. Laserin parametrit voidaan määrittää erikseen kappaleen reunoille ja sisäosille, ja skannausstrategiaa, eli laserointikuviota, voidaan myös muuttaa. Sopivien parametrien määrittäminen eri materiaaleille on tärkeä vaihe tulostuksen suunnittelussa, sillä se suurimmilta osin ratkaisee lopputuotteen laadun. Tässä tutkimuksessa keskityttiin kappaleiden sisäosien tulostusparametrien optimointiin. Tärkeimmät parametrit valmistuksen kannalta ovat laserin teho (W), skannausnopeus (mm/s), skannausviivojen etäisyys toisistaan (μm) sekä levitettävän jauheen kerrospaksuus (μm). Skannausviivojen etäisyydestä käytetään jatkossa termiä ”viivan etäisyys”. Lasersulatusmenetelmän prosessiparametrit on esitetty kuvassa 1.



Kuva 1. Prosessiparametrit lasersulatusmekaniikassa.

Lasern tuoma energiamäärä (energiatiheys) vaikuttaa partikkeleiden sulamiseen, jolloin liian alhainen energiatihyys ei riitä sulattamaan kaikkia partikkeleita, kun taas liian suuri energiatihyys aiheuttaa materiaalin höyrystymistä ja sulan roiskumista. Sopiva energiatihyys on materiaalikohtainen, mutta yleisesti ottaen hyväksyttävä arvo osuu välille 50–120 J/mm³ [4]. Tehoa muuttamalla vaikutetaan suoraan prosessin energiantuontiin, jolloin riittämätön partikkelien sulaminen voidaan usein korjata tehoa nostamalla. Koska paikalliset lämpötilat lasersäteen fokuspisteessä kohoavat hyvin korkeiksi, ei tehoa kuitenkaan voi nostaa paljoa, vaan lämmöntuontia pitää rajoittaa nopeutta nostamalla. Skannausnopeus vaikuttaa tulostusnopeuteen ja erityisesti sulalinjojen muotoon ja käyttäytymiseen. Käyttämällä alhaista nopeutta partikkelit sulavat suuremmalta alueelta ja lämpö siirtyy syvemmälle jauhepeettiin/kappaleeseen. Nopeutta nostamalla sulalinjan leveys pienenee, ja sulan syvyys on tällöin matalampi. Liian suuri nopeus aiheuttaa epävakaan sulavyöhykkeen, jossa esiintyy sulan palloontumista ja epäjatkuvuuskohtia. Viivan etäisyys on kriittinen parametri rakenteen tiiveyden kannalta, sillä vierekkäisten sulalinjojen päällekkäisyyden pitää olla riittävä, jotta niiden väliin ei jää tyhjää tilaa. Pieni viivan etäisyyden arvo nostaa energiantuontia, joka pitää ottaa huomioon tehossa ja nopeudessa. Suuri viivan etäisyyden arvo taas jättää sulalinjojen väliin tilaa, joka tekee kappaleesta huokoisen. Yhden parametrin tutkiminen ei riitä kuiten-

kaan selittämään lopputulosta, joka on aina kaikkien muuttujien summa. Skannaustrategioita eli laserointikuvioita muuttamalla voidaan vaikuttaa energiantuontiin [5], joka on tärkeää ottaa huomioon eritoten isoja kappaleita tulostettaessa, sillä liian suuri paikallinen lämmöntuonti aiheuttaa lämpöjännityksiä kappaleeseen. Muuttamalla laserointikulmaa kerrosten välillä lop-pukappaleesta saadaan tiiviimpi ja mekaanisilta ominaisuuksiltaan parempi verrattuna tilan-teeseen, jossa kulmaa ei muuteta ollenkaan [6].

4. Projektissa tutkitut AM-seokset ja niiden ominaisuudet

Projektissa tutkitut AM-seokset olivat AISi12 alumiiniseos, Inconel 625 nikkelseos, AISI 316L austeniittinen ruostumaton teräs, H13-kuumatyöstöteräs ja teknisesti puhdas alumiini (Al99,7%). Niistä valmistettiin näytteitä ja koekappaleita SLM Solutions GmbH:n lasersulatus-laitteella SLM125, joka oli varustettu 400 watin kuitulaserilla. Keskeisimmät tutkimustulokset on esitetty tässä luvussa materiaaliakohtaisesti ja ominaisuuksia on verrattu vastaaviin perin-teisesti valmistettuihin seoksiin. Tärkeimmät valmistukseen ja sitä kautta materiaaliominaisuuksiin vaikuttavat tekijät on pyritty selvittämään tutkimalla metallijauheiden ominaisuuksia, prosessiparametreja ja lämpökäsittelyitä sekä näiden vaikutusta tulostetun kappaleen huokoisuuteen, mikrorakenteeseen, kovuuteen sekä materiaalin lujuuteen. Tutkimuksissa käy-etyt AM-jauheet tilattiin joko ulkoiselta jauhevalmistajalta tai valmistettiin VTT:n kaasuo-tomisointilaitteella. Jauheet karakterisoitiin analysoimalla kemiallinen koostumus elektronidif-fraktio spektrometrillä (engl. Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS), mittaamalla par-tikkelikokojakauma laserdiffraktiometrillä, sekä tutkimalla partikkeleiden muotoa pyyh-käisyelektronimikroskoopilla (engl. Scanning electron microscopy, SEM). Kappaleiden val-mistuksessa käytettiin joko valmistajalta saatuja parametreja tai kokeellisesti määritettyjä parametreja tai molempia, jotta tuloksia voidaan vertailla. Hieet valmistettiin hiomalla ja kiillot-tamalla haluttuun suuntaan leikatut näytteet mekaanisesti ja etsaukseen käytettiin eri syövyt-teitä materiaalista riippuen. Vetokokeet suoritettiin standardeja hyödyntäen laitteen kammio-koolle optimoiduille lattasauvoille ja kokeista saatiin tuloksena myötö- ja murtolujuudet sekä murtovenymä. Vetokoesauvojen murtopintoja tarkasteltiin SEM:llä murtumisilmiöiden ja ma-teriaaliominaisuuksien selvittämiseksi.

4.1 AISi12-alumiiniseos

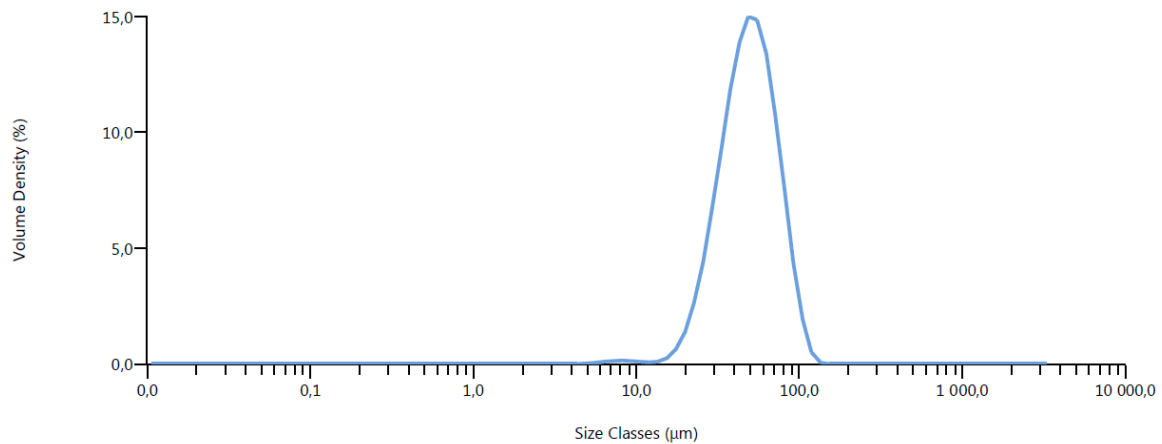
AISi12 on kaupallinen valuseos, jota käytetään myös AM tekniikassa. Seosta on saatavissa jauheena useilta eri kaupallisilta jauheen valmistajilta ja se kuuluu useiden AM-osien valmis-tajien materiaalivalikoimaan.

4.1.1 Jauhe

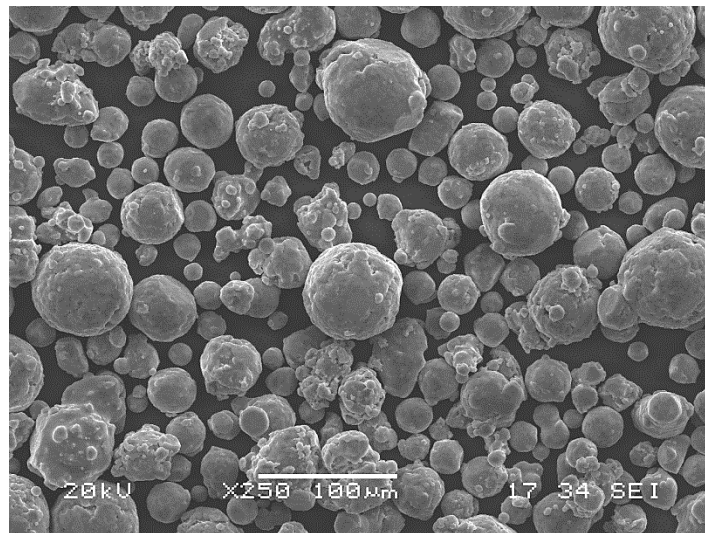
Tutkimuksissa käytettiin SLM Solutions GmbH:n toimittamaa jauhetta, jonka nimelliskoostu-mus on esitetty taulukossa 1. Jauheen partikkelikokojakauma on esitetty kuvassa 2 ja jauhe-partikkelit kuvassa 3. Partikkelikokojakauma on ilmoitettu lukujen $Dv(x)$ avulla, joka kertoo tiettyä partikkelikokoa pienempien partikkeleiden prosenttiosuuden (x) jauheen kokonaistila-vuudesta.

Taulukko 1. AISi12 jauheen nimeliskoostumus.

Al	Cu Max.	Fe Max.	Mg	Mn Max.	N Max.	Ni Max.	Pb Max.	O Max.	Si	Ti Max.	Zn Max.	Other individual Max.	Other total Max.
Bal.	0,05	0,25	0,25- 0,45	0,10	0,20	0,05	0,02	0,20	9,00- 11,00	0,15	0,10	0,05	0,50



Kuva 2. Jauheen partikkelikokojakauma Malvern laserdifraktiomenetelmällä mitattuna. $D_v(10)$ 28,5 µm; $D_v(50)$ 49,0 µm ja $D_v(90)$ 78,8 µm.



Kuva 3. AlSi12-jauhepartikkelit, SEM kuva.

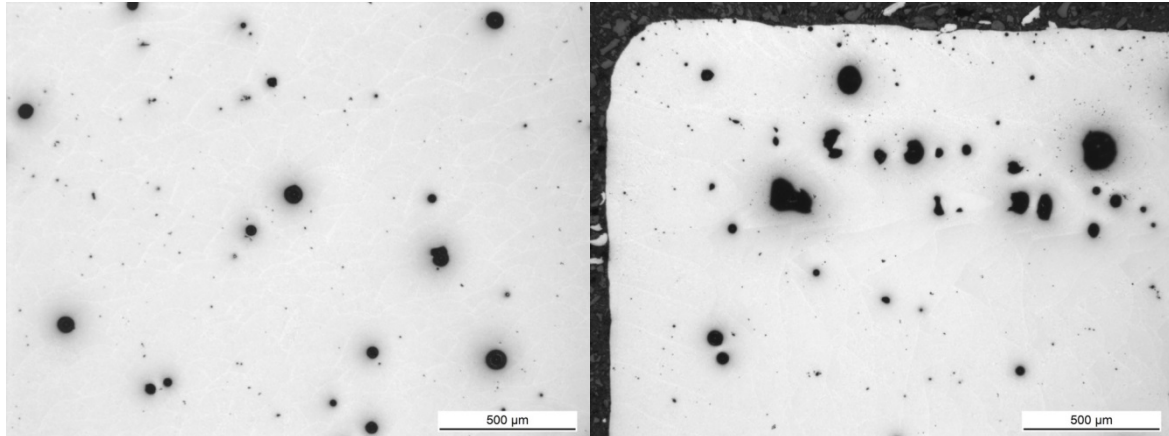
4.1.2 Valmistusparametrit

Kappaleet valmistettiin alla esitetyillä SLM Solutions GmbH:n toimittamilla parametreilla.

Teho (W)	Skannausnopeus (mm/s)	Viivan etäisyys (µm)
350	1100	140

4.1.3 Mikrorakenne ja tiiveys

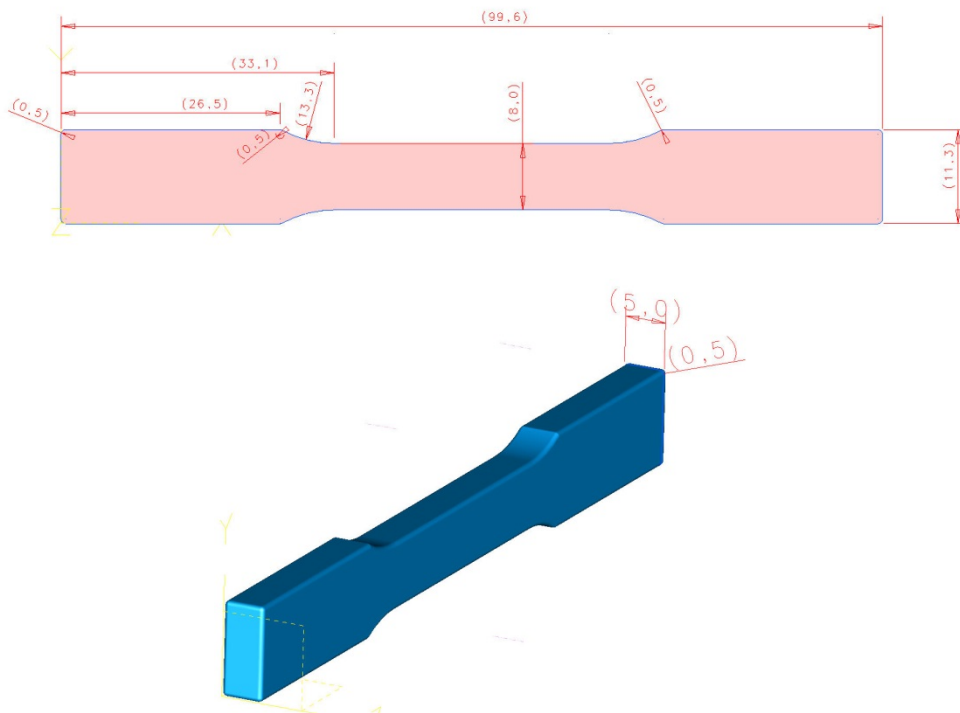
Kuution muotoisten (10x10x10 mm³) näytteiden mikrorakenne on esitetty kuvassa 4. Kuvissa on havaittavissa pyöreitä isohkoja todennäköisesti kaasuhuokosia sekä pieniä huokosia, jotka voivat olla peräisin sulan riittämättömästä kostutuksesta, sulan päälle muodostuvasta oksidikerroksesta tai sulavyöhykkeiden väliin jäävistä sulamattomista alueista.



Kuva 4. Kiillotetun AISi12-näytteen ($10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$) mikrorakenne kerrostamistasossa. Vasemmalla näytteen keskiosa ja oikealla näytteen nurkka. Huokoisuus Fiji analyysin mukaan noin 2 %.

4.1.4 Vetokokeet

Vetokokeet tehtiin 45°- ja pystytasoon tulostetuille lattasauvoille (kuva 5) valmistustilassa. Sauvoja valmistettiin kolme kappaletta kussakin asennossa.



Kuva 5. Vetokokeissa käytetyt lattakiilaistukkasauvat. Mitat millimetreinä.

Vetokoetulokset on esitetty taulukossa 2. Tuloksista on havaittavissa että VTT:llä tulostettujen sauvojen myötölujuus vastaa hyvin SLM:n antamia arvoja, mutta murtolujuus ja murtovenymä jäävät selvästi SLM:n arvoja pienemmiksi. Syy tähän on materiaalin huokoisuus. On todennäköistä että lasersulatuksessa käytetyt parametrit eivät ole optimaaliset SLM125-laitteelle, koska ne ovat määritetty SLM280-laitteella, jossa mm. lasersäteen fokuksen halkaisija ei ole sama kuin SLM125-laitteessa. Lisäksi jauheen kosteuspiitoisuus on voinut olla liian suuri, jolloin materiaaliin muodostuu kaasuhuokoisuutta. Hiekkavalettuun AISi12-seokseen verrattuna lasersulatetut AISi12-seokset ovat lujempia, mutta sitkeys on pienempi.

Taulukko 2. AISi12-vetokoetulokset.

Materiaali/orientaatio	Rp0.2 (MPa)	Rm (MPa)	A5 (%)
AISi12/pystytaso	236	318	1,9
AISi12/45° kulma	205	312	3,5
AISi12 SLM arvot	211 +/-20	409 +/-20	5,1
AISi12 hiekka valettu*	70-120	150-210	6-13

*www.hydro.com/upload/documents/products/alsi12a.pdf

4.2 Inconel 625-nikkeliseos

Inconel 625 on nikkelipohjainen superseos, jota käytetään mm. lentokoneiteollisuuden korkealämpötilasovelluksissa. AM-tekniikassa se on yksi eniten käytetyistä seoksista.

4.2.1 Jauheet

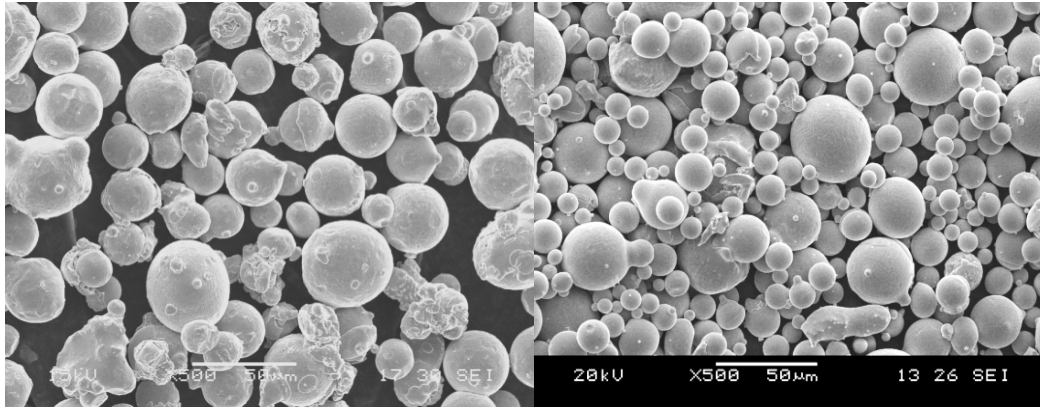
Tutkimuksissa käytettiin sekä SLM Solutions GmbH:lta hankittua sekä VTT:llä atomisoitua jauhetta. Jauheiden koostumukset on esitetty taulukossa 3. Jauheiden partikkelikokojakauma on esitetty taulukossa 4 ja yleiskuva jauheista kuvassa 6. Jotta SLM:n ja VTT:n jauheet vastaisivat mahdollisimman hyvin toisiaan, päätettiin valita kokeisiin SLM:n jauheen rinnalle VTT:n jauhe, josta oli seulottu pois 45 mikronia isommat partikkelit. Kokeisiin valittu VTT:n valmistama jauhe sisälsi kuitenkin enemmän pienempiä partikkeleita kuin SLM:n toimittama jauhe.

Taulukko 3. Inconel 625-seoksen koostumukset painoprosentteina.

Alkuaine	SLM jauhe (nimelliskoostumus)			VTT jauhe (EDS)
	m-% (Min)	m-% (mitattu)	m-% (Max)	m-% (mitattu)
Ni	68,85	60,82	54,92	59,69
Cr	20	21,96	23	20,51
Mo	8	9,3	10	10,51
Nb	3,15	3,69	4,15	4,32
Fe	0	4,01	5	2,69
Si	0	0,1	0,5	-
Mn	0	< 0,01	0,5	-
Ti	0	0,02	0,4	-
Al	0	0,05	0,4	-
C	0	0,03	0,1	-
Co	0	< 0,01	1	-
S	0	0,003	0,015	-
P	0	< 0,001	0,015	-
O	-	-	-	2,27

Taulukko 4. SLM Solutions GmbH:lta hankitun ja VTT:llä valmistetun Inconel 625-jauheen partikkelikokojakaumat.

Powder	D ₁₀	D ₅₀	D ₉₀
SLM alloy 625	21.3	32.7	50.0
VTT low oxygen sieved -45 µm	17.9	30.9	48.9
VTT low oxygen sieved -63 µm	22.6	44.0	72.0



Kuva 6. SLM:n toimittama Inconel 625-jauhe (vasemmalla) ja VTT:n valmistama vastaava jauhe (oikealla), SEM kuva.

4.2.2 Valmistusparametrit ja lämpökäsittelyt

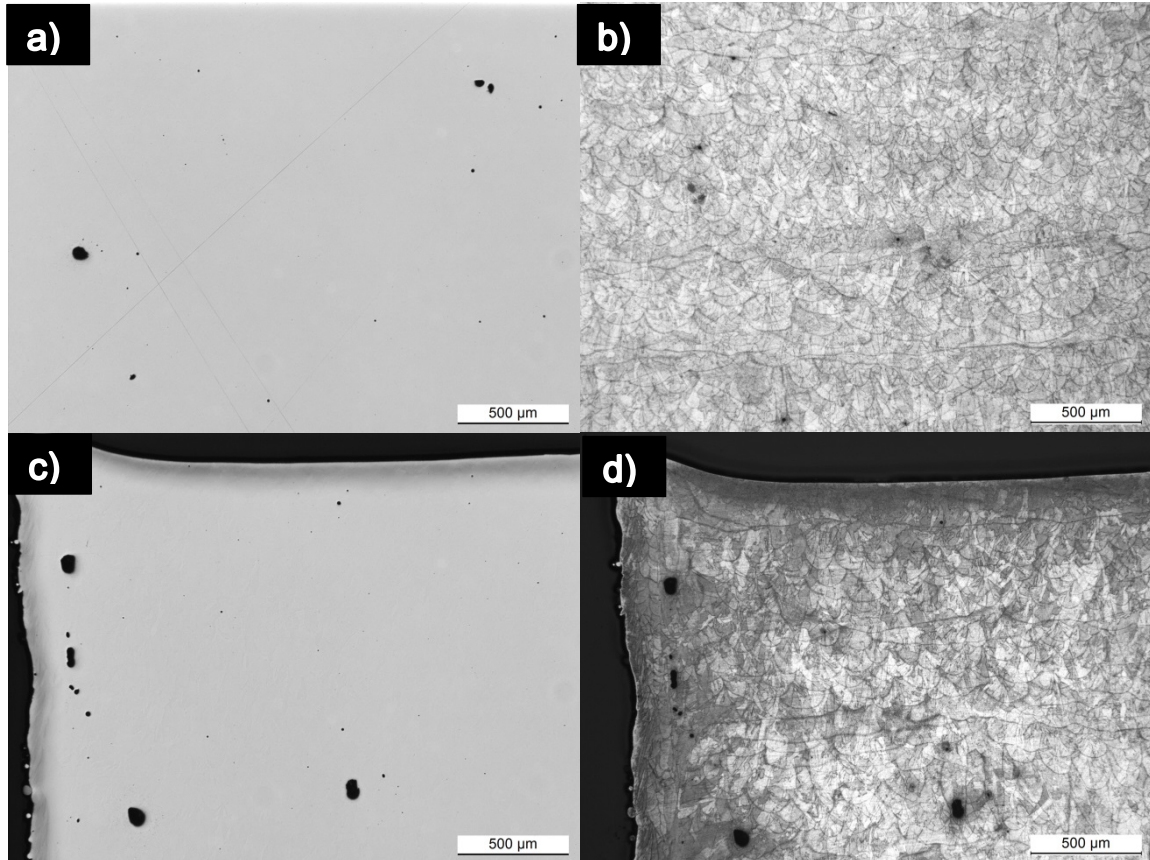
Kappaleiden valmistuksessa käytettiin SLM:n ilmoittamia optimaalisia lasersulatusparametreja. Osa kappaleista tutkittiin valmistustilassa ja osalle tehtiin jännitystenpoistohehkutus ennen niiden irrotusta alustasta. Hehkutus tehtiin ilma-atmosfääriuunissa ja se sisälsi seuraavat vaiheet: kappaleiden kuumennus 20 °C -> 900 °C 5 °C/min nopeudella, pito 900 °C:ssa 60 minuuttia -> jäähdytys huoneenlämpötilaan ilmassa.

SLM:ltä saadut parametrit:

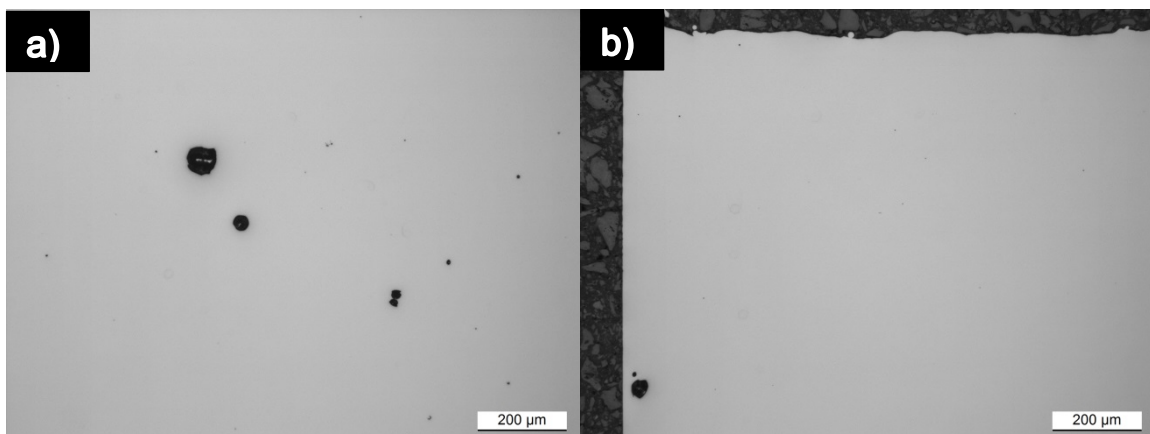
Teho (W)	Skannausnopeus (mm/s)	Viivan etäisyys (µm)
175	650	140

4.2.3 Mikrorakenne ja tiiveys

Kuvissa 7 ja 8 on esitetty SLM:n ja VTT:n jauheista tehtyjen hiottujen ja kiillotettujen näyte-kappaleiden poikkileikkaukset. SLM:n jauheesta valmistetun näytteen mikrorakenne on esitetty kuvassa 7.



Kuva 7. Kiillotetun ja etsatun Inconel 625 (SLM-jauhe)-näytteen poikkileikkaus kohtisuoraan kerrostamissuuntaan nähden. a-b) Näytteen keskiosa ja c-d) näytteen nurkka. Kappaleen suhteellinen tiheys Fiji-kuva-analyysin perusteella noin 99,7%.

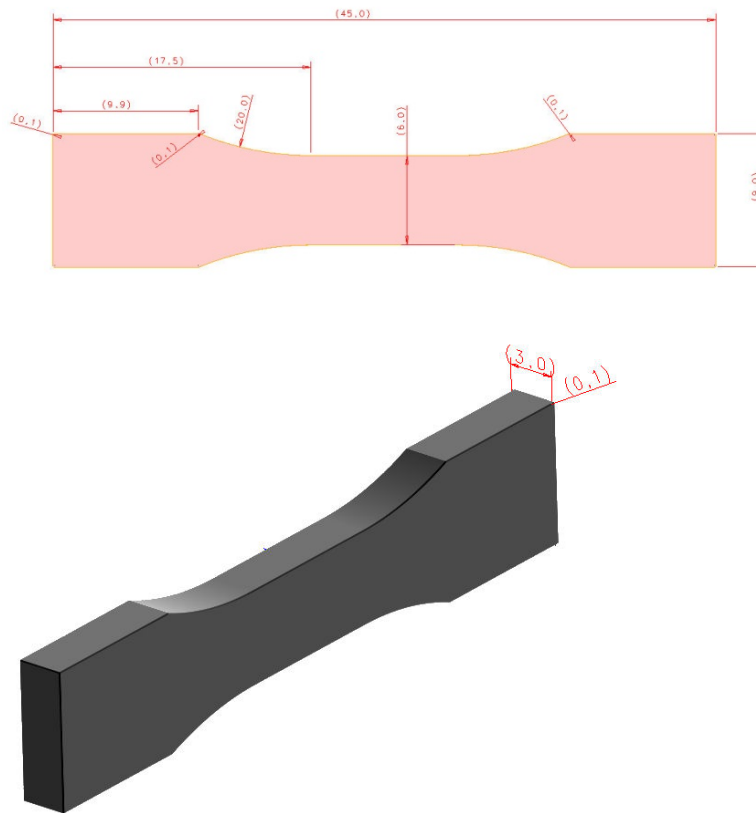


Kuva 8. Kiillotetun Inconel 625 (VTT jauhe) näytteen poikkileikkaus kohtisuoraan kerrostamissuuntaan nähden. a) näytteen keskiosa ja b) näytteen nurkka. Kappaleen suhteellinen tiheys fiji kuva-analyysin perusteella noin 99,7%. (Ajo 20).

4.2.4 Veto- ja kovuuskokeet

Vetokokeet tehtiin vaaka-, 45°- ja pystytasoon tulostetuille lattasauvoille (kuva 5) sekä valmistustilassa että jännitystenpoistohehkutuksen jälkeen. Lisäksi vetokokeet tehtiin vastaavissa asennoissa tulostetuille pienille vetosauvoille (kuva 9), jotka valmistettiin kammion pienennystä hyväksi käyttäen (50x50 mm² aluslevy) koska VTT:n valmistamaa jauhetta ei ollut riittävästi 125x125x100 mm³ kammioon. Sauvoja valmistettiin kolme kappaletta kussakin

asennossa lukuun ottamatta pieniä vaaka- ja 45° tasossa valmistettuja sauvoja, joita tehtiin kaksi kpl/asento/materiaali/lämpökäsittely.



Kuva 9. Vetokokeissa käytetyt pienet lattakiilaistukkasauvat (VTT-jauhe). Mitat millimetreinä.

Vetokoetulokset on esitetty taulukossa 5. Tulosten perusteella VTT:llä valmistettujen sauvojen lujuus ja sitkeys vastaavat pääosin SLM Solutions GmbH:n antamia arvoja, lähinnä myötölujuus on hieman pienempi. Perinteisesti valmistettuun levyyn verrattuna SLM tekniikalla saavutettava materiaalin myötölujuus on selvästi suurempi ja murtolujuus on samaa luokkaa, mutta sitkeys pienempi. Erot johtuvat eri lämpökäsittelyistä. Jännitystenpoistohehkuus ei kuitenkaan juurikaan vaikuta vetokoetuloksiin.

Verrattaessa SLM:n jauheella ja VTT:n jauheella saavutettavia ominaisuuksia on havaittavissa, että sekä valmistustilassa että jännitystenpoistohehkuksen jälkeen VTT:n jauheesta valmistetuilla sauvoilla on hieman parempi myötö- ja murtolujuus, mutta sitkeys on keskimäärin samansuuruinen.

Vetokoetulosten perusteella vetosauvojen tulostussuunnalla ei vaikuta olevan merkittävää vaikutusta lujuusominaisuuksiin, vaikka 45° asteen kulmaan tulostettujen sauvojen keskimääräiset myötö- ja murtolujuudet ovatkin hieman pysty- ja vaakasuuntaa korkeammat. Ero ei kuitenkaan ole merkittävä ja lopullisten johtopäätösten tekeminen orientaation vaikutuksesta lujuuteen vaatisi lisää koetoistoja, jotta tulosten luotettavuus paranisi. Myös sitkeyden osalta orientaation merkitystä on vaikea arvioida murtovenymätulosten suuren hajonnan takia. Lasersulatuslaitteita ja prosessiin sopivia jauheita myyvien laitevalmistajien (EOS [7] ja Renishaw [8]) materiaalitietolomakkeiden mukaan Inconel 625:n myötöjuus on noin 10% ja murtolujuus noin 10-20% korkeampi vaakaan tulostetuilla sauvoilla verrattuna pystysuuntaan tulostettuihin. Murtovenymä ei eronnut merkittävästi tulostussuuntien välillä.

Taulukko 5. Inconel 625-vetokoetulokset. VTT:llä käyetty 50 µm kerrospaksuutta.

Materiaali	Mytötolujuus Rp0.2 (MPa)	Murtolujuus Rm (MPa)	Murtovenymä A (%)
Valmistustilassa:			
Inconel 625 kaupall.jauhe VTT:llä valm. vaaka	620	953	29,8
Inconel 625 kaupall.jauhe VTT:llä valm. 45°	622	949	31,4
Inconel 625 kaupall.jauhe VTT:llä valm. pysty	592	902	37,6
Inconel 625 SLM Solution GmbH (30µm kerr.paks.)*	707 ±41	961 ±41	33 ±2
Inconel 625 kaupall.jauhe pieni sauva (ajo no 10), vaaka	550 (toisella sauvalla pieni arvo)	943	32
Inconel 625 kaupall.jauhe pieni sauva (ajo no 10), 45°	636	960	29
Inconel 625 kaupall.jauhe pieni sauva (ajo no 10), pysty	600	923	42,7
Inconel 625 VTT/Tre jauhe pieni sauva (ajo no 20), vaaka	603	986	29,5
Inconel 625 VTT/Tre jauhe pieni sauva (ajo no 20), 45°	676	1006	30
Inconel 625 VTT/Tre jauhe pieni sauva (ajo no 20), pysty	629	972	28,7 (yhdellä sauvalla pieni arvo)
Lämpökäsiteltyinä**:			
Inconel 625 kaupall.jauhe VTT:llä valm. vaaka	568	900	29,3
Inconel 625 kaupall.jauhe VTT:llä valm. 45°	585	923	31,3
Inconel 625 kaupall.jauhe VTT:llä valm. pysty	570	885	40,5
Inconel 625 kaupall.jauhe pieni sauva (ajo no 11), vaaka	568	914	32
Inconel 625 kaupall.jauhe pieni sauva (ajo no 11), 45°	573	925	33,5
Inconel 625 kaupall.jauhe pieni sauva (ajo no 11), pysty	562	909	43,7
Inconel 625 VTT/Tre jauhe pieni sauva (ajo no 22), vaaka	594	972	30,8
Inconel 625 VTT/Tre jauhe pieni sauva (ajo no 22), 45°	619	986	36,2
Inconel 625 VTT/Tre jauhe pieni sauva (ajo no 22), pysty	604	958	45,9
Inconel 625 perinteisesti valmistettu levy***	452	910	46
* SLM jauheluettelo [1, 9] ** Lämpökäsitelty ilma-atmosfäärissä: (jännitystenpoistohehkuus: 20 °C -> 900 °C 5 °C/min, pito 900 °C:ssa 60 min. -> jäähdytys il- massa) *** Inconel 625 Tekninen tietolomake [2] (6.4 mm paksu levy, lämpökäsitelty 1052°C:ssa -> nopea jäähdytys) Haynes International, 625 alloy: https://www.haynesintl.com/alloys/alloy-portfolio/_/High-temperature-Alloys/HAYNES625Alloy/tensile-properties			

Kovuusmittausten tulokset on esitetty taulukossa 6. Tulosten perusteella suurimmat kovuusarvot saavutetaan valmistustilassa olevilla näytteillä. Lämpökäsittely (jännitystenpoistohehkuus) vähentää näytteiden kovuutta n. 10 %. Kovuustuloksissa ei ole merkittävää eroa eri jau-

heiden välillä valmistustilassa, mutta lämpökäsittelyn jälkeen VTT:llä kaasuatomisoidusta jauheesta valmistetuilla näytteillä kovuusarvot ovat noin 5–9 % suuremmat kuin SLM jauheesta tehdyillä näytteillä.

Taulukko 6. Inconel 625-kovuusmittauksen tulokset.

Materiaali	Kohtisuoraan kerrostus-suuntaan nähden (x taso)	Kohtisuoraan kerrostus-suuntaan nähden (y taso)	Kerrostussuunta (z taso)
Inconel 625 SLM Valmistustila ¹	30 HRC	29 HRC	29 HRC
Inconel 625 SLM Lämpökäsitelty* ¹	26 HRC	27 HRC	25 HRC
Inconel 625 SLM** Valmistustila (ajo 10)	29,5 HRC	29,7 HRC	27,3 HRC
Inconel 625 SLM** Lämpökäsitelty* (ajo 11)	26,5 HRC	26,0 HRC	25,3 HRC
Inconel 625 VTT** Valmistustila (ajo 20)	30,6 HRC	30,3 HRC	27,8 HRC
Inconel 625 VTT** Lämpökäsitelty* (ajo 22)	27,9 HRC	28,3 HRC	27,7 HRC

*Lämpökäsitelty ilma-atmosfäärissä (jännitystenpoistohehkutus): 20 °C -> 900 °C 5 °C/min, pito 900 °C:ssa 60 min. -> jäähdytys ilmassa)
 **Pieni aluslevy
¹Tulokset muunnettu: Vickers (HV) -> Rockwell C (HRC)

4.3 AISI 316L ruostumaton teräs

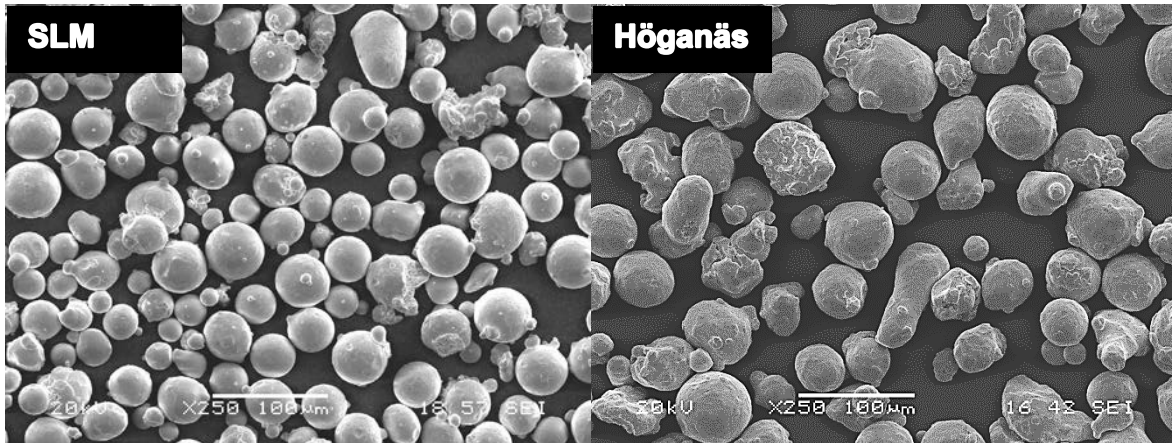
Haponkestävä austeniittinen ruostumaton teräs AISI 316L on hyvin yleisesti SLM valmistuksessa käytetty materiaali ja suurin osa teräksiin liittyvistä julkaisuista on tehty tästä materiaalista. 316L-terästä käytetään erittäin laajalti eri sovelluksissa johtuen sen erinomaisesti korroosionkestosta, muokattavuudesta ja hyvästä sitkeydestä.

4.3.1 Jauhe (SLM ja Höganäs)

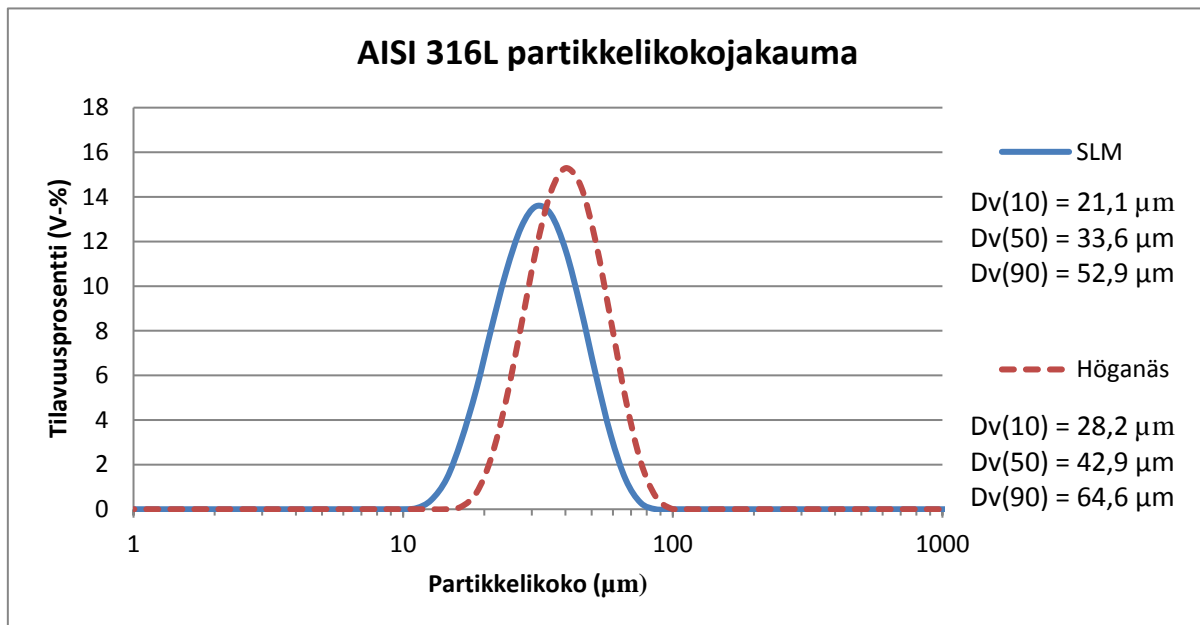
Tutkimuksissa käytettiin sekä SLM:n että Höganäs:in kaasuatomisoitua 316L-jauhetta. Jauheille tehtiin koostumusanalyysi EDS:llä (taulukko 7), josta on epätarkkojen mittaustulosten vuoksi jätetty pois hiilen sekä hapen mittaukset. SEM-kuvat jauhepartikkeleista on esitetty kuvassa 10. Kuvien perusteella Höganäs:in toimittama jauhe on hieman SLM-jauhetta epä-säännöllisemmän muotoista, mutta pääosin kuitenkin pyöreää. Jauheiden partikkelikoko-kauma mitattiin Malvern laserdiffraktio-laitteella (kuva 11). Partikkelikokoanalyysin perusteella SLM:n jauhe on keskimäärin hienompaa kuin Höganäs:in toimittama jauhe.

Taulukko 7. 316L-jauheiden koostumusanalyysit (SEM/EDS).

Alkuaine	m-% (SLM)	m-% (Höganäs)
Si	1,11	2,35
Cr	18,41	18,39
Fe	66,27	66,49
Ni	10,42	9,03
Mo	3,79	3,74



Kuva 10. SLM:n toimittama AISI 316L-jauhe (vasemmalla) ja Höganäs:n toimittama jauhe (oikealla), SEM kuva.



Kuva 11. 316L-jauheen partikkelikokojakauma.

4.3.2 Valmistusparametrit, DoE

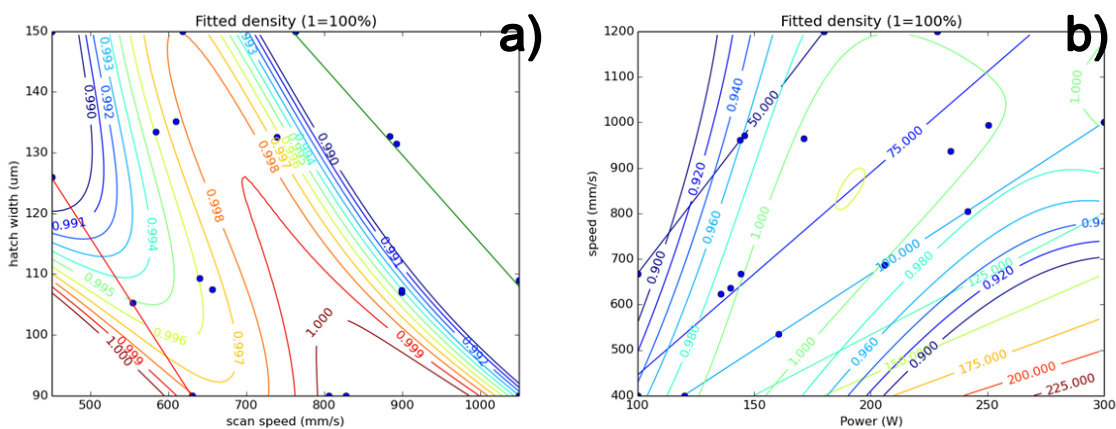
Mikrorakennetarkastelun perusteella havaittiin, että jauheen toimittajan (SLM) antamat parametrit eivät johtaneet riittävään tiheyteen tulostetuilla kappaleilla. Tämän johdosta optimaalisia parametreja lähdettiin tutkimaan koesuunnittelun avulla. Koesuunnittelun tavoitteena oli tulostettavien kappaleiden tiheyden maksimointi numeerisen mallin avulla. Kokeelle reunaehdoiksi asetettiin energiantiheys, jonka vaihteluväliksi valittiin 50 ja 100 J/mm³ kirjallisuuteen perustuen [4], sekä minimi ja maksimiarvot skannausnopeudelle, laserteholle sekä viivan etäisyydelle. Vaihteluvälit parametreille olivat seuraavat; teho 100-300W, skannausnopeus 400–1200mm/s ja viivan etäisyys 90–150µm. Optimaalisen parametri-ikkunan löytämiseksi lasketut parametrit löytyvät taulukosta 8. Koesuunnittelun testisarjanäytteistä (10x10x10 mm³) valmistettiin hieet, joista määritettiin huokoisuus Fiji-kuva-analysillä. Saatujen tulosten perusteella sovitettiin 316L-materiaalin tiheyttä kuvaava numeerinen malli, jonka vastaavuus kokeellisiin tuloksiin oli hyvä. Kyseisen mallin avulla voidaan tarkastella eri parametrien vaikutusta tulostettavan kappaleen tiheyteen 316L-materiaalilla. Materiaalin laskennallinen tiheys eri valmistusparametreilla on esitetty kolmiulotteisen pinnan kaksiulotteisena projektiona (topografiakartta) kuvassa 12 (a-b). Kuviin on piirretty myös energiatihelyttä kuvaavat suorat eri arvoilla.

Taulukko 8. DoE valmistusparametrit (Ajo 70 & 71).

Ajo 70 (Teho = 175 W)					Ajo 71 (Viivan etäisyys = 100 μm)				
Näyte Nro.	Skannausnopeus (mm/s)	Viivan etäisyys (μm)	Energiatiheys (J/mm^3)	Huokoisuus (%)	Näyte Nro.	Teho (W)	Skannausnopeus (mm/s)	Energiatiheys (J/mm^3)	Huokoisuus (%)
1	1050,0	108,91	51	5,78	1	144,1	960,7	50	9,66
2	450,0	126,01	103	1,99	2	100	666,7	50	21,47
3	899,0	107,02	61	0,94	3	180	1200	50	2,66
4	892,7	131,45	50	3,93	4	228,51	1200	63	0,21
5	618,0	150	63	0,91	5	100	400	83	4,94
6	1050,0	108,91	51	6,59	6	228,59	1200	63	0,49
7	640,1	109,28	83	0,17	7	139,85	636,9	73	0,70
8	828,2	90	78	0,22	8	160,4	534,7	100	0,13
9	899,1	107,38	60	0,71	9	300	1000	100	0,09
10	630,4	90	103	0,17	10	120	400	100	3,90
11	554,1	105,23	100	0,36	11	300	1200	83	0,07
12	739,0	132,62	60	0,68	12	234,05	936,1	83	0,03
13	609,3	135,19	71	0,44	13	241,53	805,1	100	0,10
14	450,0	150	86	1,32	14	300	1000	100	0,02
15	806,3	90	80	0,22	15	300	1200	83	0,21
16	583,5	133,38	75	0,35	16	205,89	686,3	100	0,15
17	656,4	107,42	83	0,19	17	180	1200	50	3,51
18	450,0	150	86	1,45	18	145,72	971,4	50	7,80
19	630,4	90	103	0,14	19	100	666,7	50	24,10
20	763,1	150	51	2,07	20	144,18	666,6	72	0,28
21	883,9	132,7	50	3,71	21	180	1200	50	2,70
22	763,1	150	51	3,52	22	100	400	83	9,92
23	1050,0	90	62	0,75	23	171,16	963,7	59	0,53
24	1050,0	90	62	0,89	24	250,51	993,7	84	0,15
25	450,0	126	103	2,13	25	135,83	623,6	73	0,35

SLM:n ilmoittamat laserointi-parametrit:

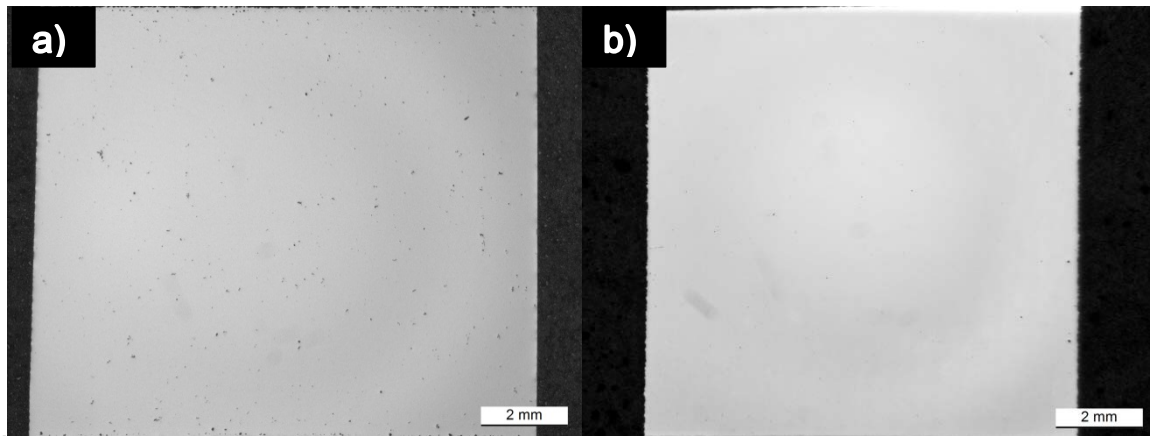
Teho (W)	Skannausnopeus (mm/s)	Viivan etäisyys (μm)
175	750	120


 Kuva 12. AISI 316L tiheyttä kuvaavat topografikartat; a) Ajo 70 (Teho=175W, b) Ajo 71 (Viivan etäisyys=100 μm).

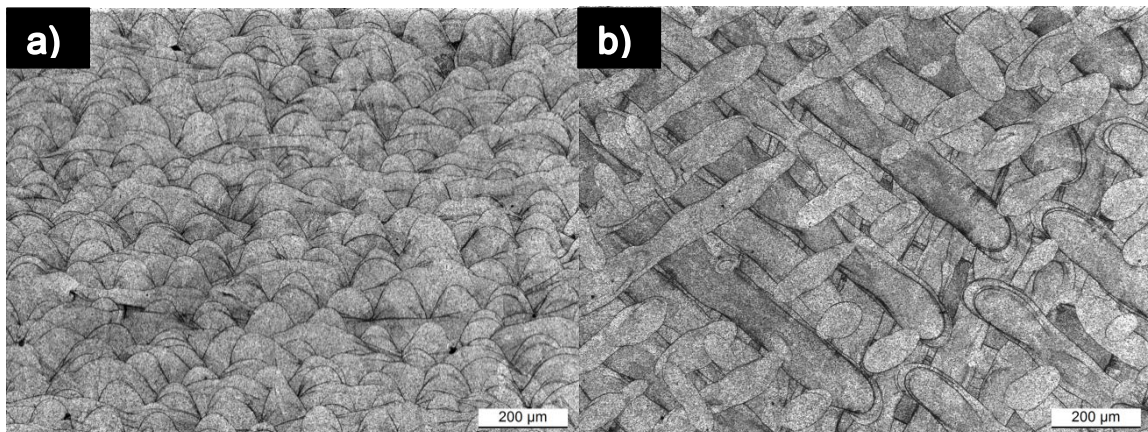
4.3.3 Mikrorakenne ja tiiveys

DoE testisarjan näytteille tehtyjen huokoisuusmittausten perusteella voidaan todeta, että liian alhainen energiatiheys ei riitä sulattamaan jauhepetiä riittävästi, josta seuraa suuri huokoisuus. Myös suuri viivan etäisyyden arvo johtaa huokoisuuteen, sillä vierekkäisten sulavyöhykkeiden päällekkäisyys ei ole tällöin riittävä.

Kuvassa 13 on esitetty eri parametreilla valmistettujen näytteiden poikkileikkaukset. Kuvan 13 (a) näyte on valmistettu SLM GmbH:n ilmoittamilla parametreilla ja poikkileikkauksista ilmenee huokoisuus selvästi. Optimaalisilla parametreilla valmistetussa näytteessä (kuva 13 b) on huokoisuus todella vähäistä ja sitä esiintyy lähinnä kappaleen reunoilla. Ajo 73:n näytteistä kohtisuoraan y- ja z-tasojä kohti etsauksen jälkeen otetuista mikrorakennekuvista (kuva 14 a-b) voi nähdä jähmettyneet skannauslinjat kohtisuoraan tulostussuuntaan nähden. Suuri jäähtymisnopeus aiheuttaa materiaaliin erittäin hienon mikrorakenteen, mutta myös paljon jäännösjännityksiä, joiden poistaminen on tarpeellista kappaleiden taipumisen estämiseksi pohjalevyistä irrotuksen yhteydessä.



Kuva 13. 316L näytteiden poikkileikkaukset (y-taso); a) SLM parametrit (Ajo 73), b) Optimaaliset parametrit (Ajo 132).



Kuva 14. 316L Höganäs-jauheesta valmistettujen näytteiden (Ajo 73) mikrorakenne kappaleen keskikohdassa; a) y-taso, b) z-taso.

4.3.4 Vetokoetulokset ja kovuus

Vetokokeita varten valmistettiin kuvassa 5 esitettyjä lattakiilaistukkasauvoja vaaka-, pysty- sekä 45°-suunnassa. Kuhunkin suuntaan tulostettiin 3 kpl vetosauvoja käyttämällä SLM:ltä saatuja prosessiparametreja sekä VTT:llä optimoituja parametreja.

Sauvat vedettiin valmistustilassa ja vetokokeiden tulokset on esitetty taulukossa 9. Ajossa 132 käytettiin 100µm viivan etäisyyttä toisin kuin ajossa 73 joka tehtiin käyttämällä 120µm viivan etäisyyttä. Höganäs:n jauheesta valmistetuilla vetosauvoilla (Ajo 73) saatiin hyvät lujuusarvot, jotka vastaavat SLM:n ilmoittamia arvoja. Vetokoe tulosten perusteella (taulukko 9) tulostussuunnan voidaan todeta vaikuttavan lujuusarvoihin. Vaakaan ja 45° tulostussuuntiin valmistetuilla sauvoilla saatiin parhaat lujuusarvot molemmilla ajoilla ja pystysuunnassa tulostettujen sauvojen venymäarvot olivat selvästi alhaisemmat. Murtovenymä oli merkittävästi parempi pystysuuntaan ajossa 132, mutta ajon 73 kohdalla ero oli paljon pienempi, joka saattaa johtua suuremmasta huokoisuudesta. Näytteiden kovuus mitattiin kolmeen eri suuntaan Rockwell C -kovuusmittalaitteella, jossa käytetään 150kg kuormaa. Kovuustuloksista (taulukko 10) voidaan nähdä, että kovuus kerrostussuuntaan on pienempi kuin kohtisuoraan kerrostussuuntaan nähden.

Taulukko 9. AISI 316L-vetokoe tulokset. Tulokset on ilmoitettu muodossa keskiarvo ± keskihajonta ja arvot on laskettu kolmesta sauvasta ellei toisin mainittu. Käytetty 30µm kerrospaksuutta tulostuksessa.

Materiaali: AISI 316L	Myötölujuus Rp0.2 (MPa)	Murtolujuus Rm (MPa)	Murtovenymä A (%)
SLM:n jauhe (Ajo 132)			
vaaka	513 ± 5	673 ± 4	44 ± 2
45°	526 ± 2	673 ± 5	46 ± 2
pysty	465 ± 4	614 ± 5	64 ± 2
Höganäs:n jauhe (ajo 73):			
vaaka	566 ± 6	705 ± 6	30 ± 0,5
45°	564 ± 2	690 ± 5	31 ± 3
pysty (tulostus jäi kesken, no 12 sauvasta saatiin vain murtolujuus, muut OK)	485 ± 17	658 ± 3	34 ± 3
SLM Material Data Sheet, 30 µm [1]	550 ± 39	654 ± 49	35 ± 4
SLM Material Data Sheet, 50 µm [1]	519 ± 25	633 ± 28	30 ± 5

Taulukko 10. AISI 316L kovuusmittausten tulokset (kovuuden yksikkönä HRC).

Materiaali AISI 316L Valmistustila	Kohtisuoraan kerrostussuuntaan nähden (x taso)	Kohtisuoraan kerrostussuuntaan nähden (y taso)	Kerrostussuunta (z taso)
Höganäs (ajo 73)	23,6	23,8	22,2

4.4 H13 (1.2344) kuumatyöstöteräs

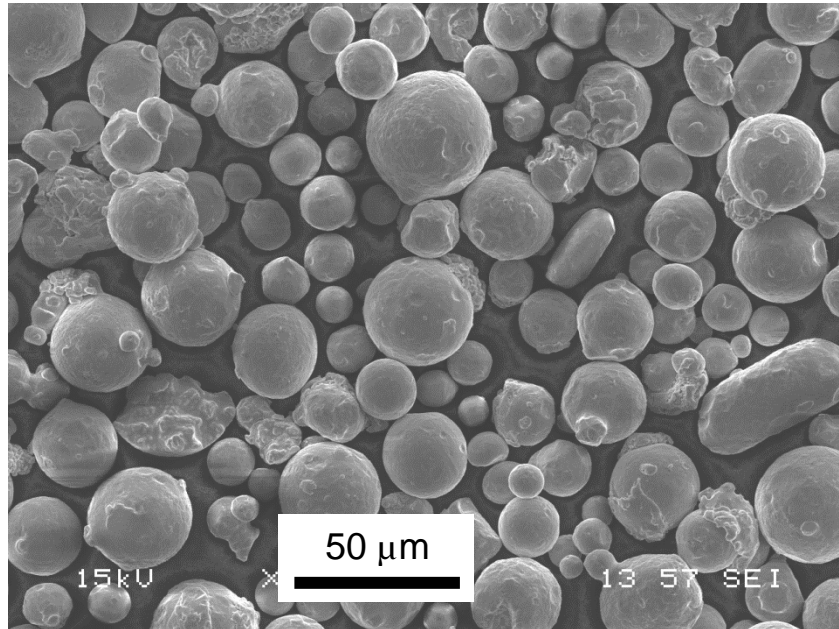
H13 on kromi/molybdeeni/vanadiiniseosteinen kuumatyöstöteräs, jolla on hyvät lujuus- ja sitkeys, ja virumisominaisuudet korkeissa lämpötiloissa sekä erinomainen läpikarkenevuus ja hyvä mitanpitävyys karkaisussa. Sitä käytetään laajalti hyvää lämmönkestoa vaativissa sovelluksissa, kuten esimerkiksi ruiskuvalu- ja takomuoteissa ja työkaluissa.

4.4.1 Jauhe

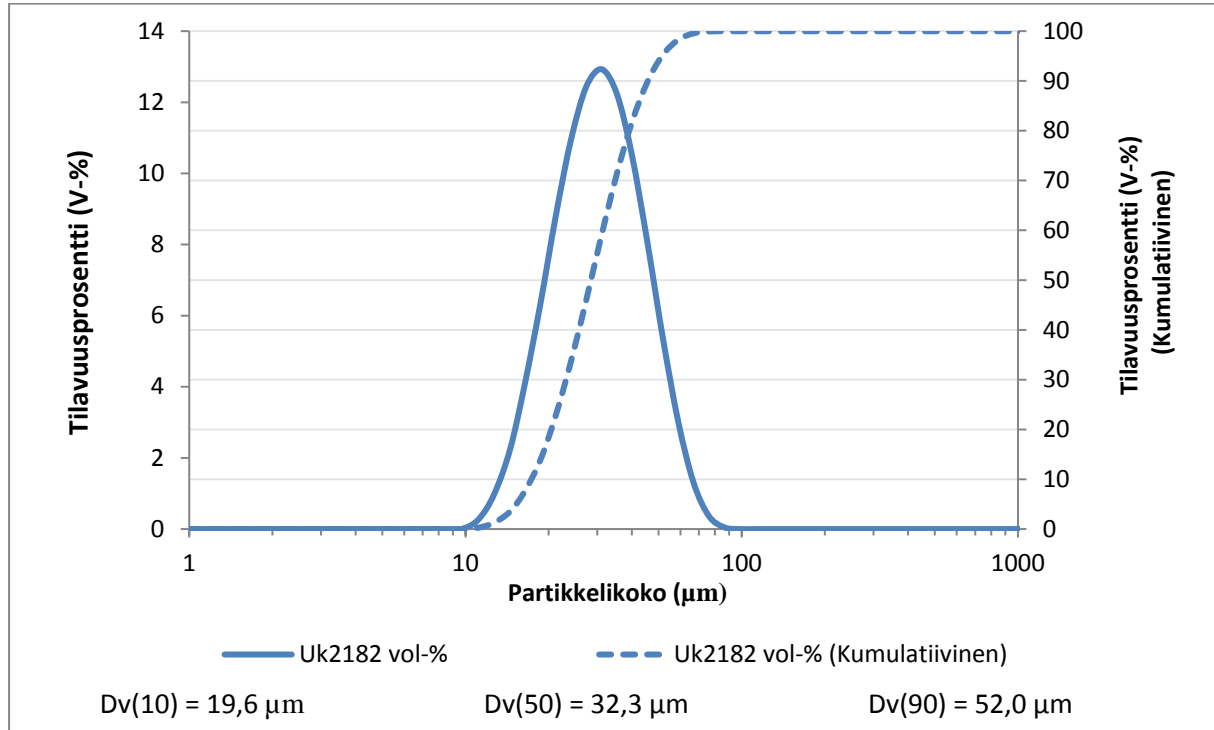
Tutkimuksiin käytettiin SLM:n toimittamaa jauhetta, jonka nimelliskoostumus on esitetty taulukossa 11 ja SEM-kuva jauheesta kuvassa 15. Jauheiden laserdiffraktiometrillä mitatut partikkelikokojakaumat on esitetty kuvassa 16. Jauheita kuivattiin uunissa argon atmosfäärissä 50h ennen prosessointia.

Taulukko 11. H13 jauheen kemiallinen koostumus (EDS).

	Fe	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	Cu	P	Si	Ni	O
Uk2182	90,64	0,41	0,42	1,06	5,00	0,04	1,34	0,99	0,01	0,008	0,006	0,05	0,02



Kuva 15. SLM:n kaasuatomisoitu H13-jauhe. SEM-kuva.



Kuva 16. H13-jauheen partikkelikokojakauma.

4.4.2 Valmistusparametrit (DoE) ja tiiveys

H13 työkaluteräksen tiheyttä optimoitiin valmistamalla kaksi koesuunnittelusarjaa (DoE) käyttämällä samoja parametreja kuin 316L-teräksen kohdalla. Ensimmäisessä koesarjassa (Ajo 76) teho pysyi vakiona (175 W), kun skannausnopeus ja viivan etäisyys muuttuivat, kun taas

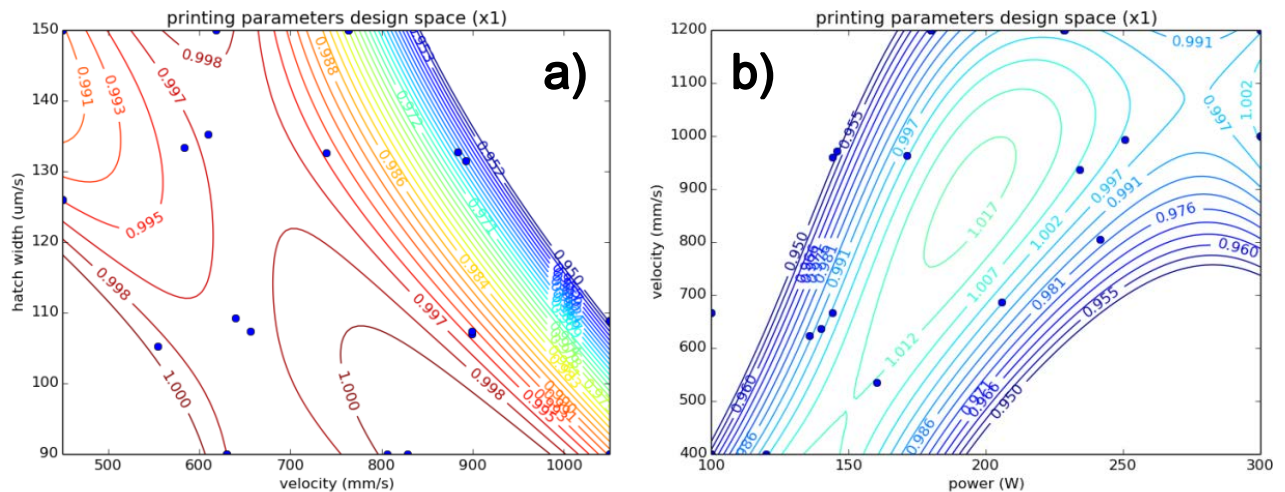
toisessa koesarjassa (Ajo 77) viivan etäisyys pysyi vakiona (100 µm) ja teho ja skannausnopeus muuttuivat. Mitattujen huokoisuusarvojen (taulukko 12) perusteella määritettiin tiheyttä kuvaava funktio H13 työkaluteräkselle. Funktion avulla laskettiin valmistusparametrit, jotka johtavat maksimaaliseen tiheyteen. Ajon 70 & 71 perusteella määritetyt optimaaliset valmistusparametrit, sekä SLM:ltä saadut parametrit on esitetty taulukossa 13. Eri parametreja vastaavat laskennalliset tiheydet H13 materiaalille on esitetty kuvan 17 topografiakartoissa. [10]

Taulukko 12. DoE-testisarjojen (Ajot 76 & 77) prosessiparametrit ja mitatut huokoisuudet.

Kappale. (DoE Ajo 76)	Skannus- nopeus (mm/s)	Viivan etäisyys (µm)	Energia- tiheys VED (J/mm ³)	Huokoi- suus (%)	Kappale. (DoE Ajo 77)	Teho (W)	Skannus- nopeus (mm/s)	Energiatiheys VED (J/mm ³)	Huokoi- suus (%)
1	1050	108,91	51,01	6,38	1	144,1	960,7	50	5,55
2	450	126,01	102,87	0,8	2	100	666,7	50	12,74
3	899	107,02	60,63	0,5	3	180	1200	50	2,67
4	892,7	131,45	49,71	3,87	4	228,51	1200	63,48	0,23
5	618	150	62,93	0,63	5	100	400	83,33	1,87
6	1050	108,91	51,01	4,09	6	228,59	1200	63,5	0,24
7	640,1	109,28	83,39	0,11	7	139,85	636,9	73,19	0,25
8	828,2	90	78,26	0,17	8	160,4	534,7	99,99	0,06
9	899,1	107,38	60,42	0,49	9	300	1000	100	0,06
10	630,4	90	102,82	0,07	10	120	400	100	0,17
11	554,1	105,23	100,04	0,16	11	300	1200	83,33	0,15
12	739	132,62	59,52	0,79	12	234,05	936,1	83,34	0,14
13	609,3	135,19	70,82	0,18	13	241,53	805,1	100	0,13
14	450	150	86,42	0,82	14	300	1000	100	0,12
15	806,3	90	80,39	0,14	15	300	1200	83,33	0,14
16	583,5	133,38	74,95	0,22	16	205,89	686,3	100	0,24
17	656,4	107,42	82,73	0,11	17	180	1200	50	1,99
18	450	150	86,42	0,68	18	145,72	971,4	50	4,63
19	630,4	90	102,82	0,08	19	100	666,7	50	15,79
20	763,1	150	50,96	1,98	20	144,18	666,6	72,1	0,2
21	883,9	132,7	49,73	3,33	21	180	1200	50	3,48
22	763,1	150	50,96	1,93	22	100	400	83,33	6,09
23	1050	90	61,73	0,87	23	171,16	963,7	59,2	0,19
24	1050	90	61,73	0,69	24	250,51	993,7	84,03	0,09
25	450	126	102,88	0,56	25	135,83	623,6	72,61	0,17

Taulukko 13. H13-prosessiparametrit.

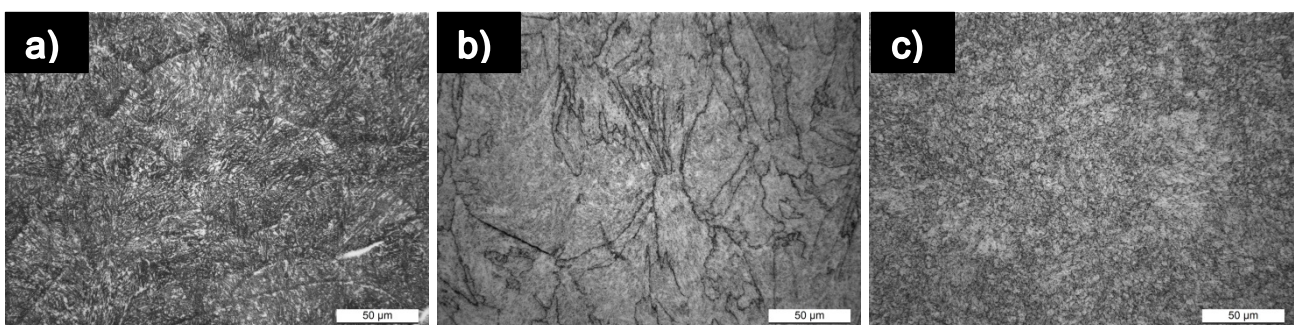
Parametri	Teho (W)	Skannausnopeus (mm/s)	Viivan etäisyys (µm)
SLM	175	750	120
Ajo 76 optimaalinen	175	869	90
Ajo 77 optimaalinen	204	928	100



Kuva 17. H13 DoE-topografikartat; a) Ajo 76 (Teho=175W, b) Ajo 77 (Viivan etäisyys=100µm).

4.4.3 Lämpökäsittelyt, mikrorakenne ja kovuus

Mikrorakenteen tutkimista varten tulostettiin testinappeja SLM:ltä saaduilla parametreilla (taulukko 12). Mikrorakennetta tutkittiin valmistustilassa, jännitystenpoistohehkutuksen jälkeen sekä karkaisun ja päästön jälkeen eri suunnista tulostussuuntaan (z-suunta) nähden. Lämpökäsittelyt on kuvattu taulukossa 14. Kappaleista valmistettiin hieet leikkaamalla ne x-,y- ja z-suuntiin. Mikrorakennekuvat y-suunnassa leikatuista näytteistä on esitetty kuvassa 18. Kuvissa näkyy SLM:llä valmistetuille kappaleille tyypillinen hieno mikrorakenne ja valmistustilassa olevassa näytteessä (kuva 18 a) näkyy jähmettyneet sulalinjat. Lämpökäsittelyiden jälkeen mikrorakenne on homogenisoitunut ja sulalinjat ovat kadonneet (kuva 18 c). Näytteiden kovuus mitattiin eri lämpökäsittelyiden jälkeen eri suunnista tulostussuuntaan nähden (taulukko 14). Kovuus on lähes samansuuruinen valmistustilassa ja karkaisun ja päästön jälkeen (55 HRC). Jännitystenpoistohehkutuksen jälkeen kovuus on matalampi, joka johtuu päästömartensiitin syntymisestä mikrorakenteeseen.



Kuva 18. H13 mikrorakenne kuvattuna näytteiden keskeltä; a) valmistustilassa (Ajo32), b) jännitystenpoistohehkutuksen jälkeen (Ajo 29), c) karkaistuna ja päästettynä (Ajo 28).

Taulukko 14. H13-kovuustulokset.

Materiaali H13	Kohtisuoraan kerrostussuuntaan nähden (x taso)	Kohtisuoraan kerrostussuuntaan nähden (y taso)	Kerrostussuunta (z taso)
Valmistustila (ajo 32)	54,9	55,3	54,9
Jännitystenpoistohehkutettu* (ajo 29)	46,1	45,8	45,9
Karkaistu ja päästetty** (ajo 28)	54,7	54,8	55,0

* Kuumennus ilma-atmosfääri uunissa kahdessa tunnissa 650 °C:een, pito 2 tuntia, jäähdytys uunin mukana huoneenlämpöön.
 ** Karkaisu (austenointi) 1030 °C:ssa ja sammutus 50 °C lämpöiseen öljyyn => päästö kaksi kertaa 400 °C:ssa (pitoaika 2h/kerta) jäähdytys ilmassa huoneenlämpötilaan

4.4.4 Vetokoetulokset

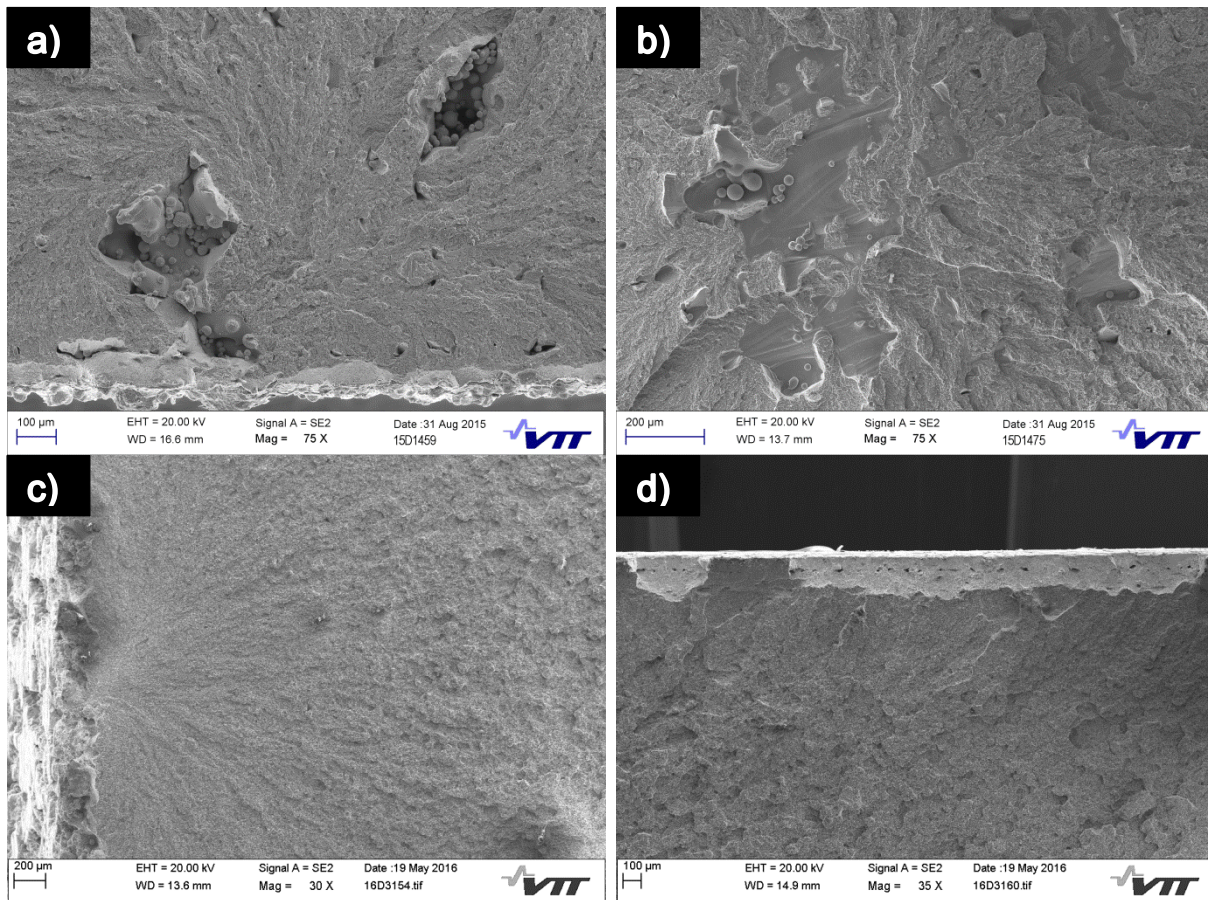
H13-työkaluteräksestä valmistettiin aluksi SLM:n parametreja käyttäen kolme erää vetosauvoja, joissa kussakin oli kolme vaakaa, pystyyn ja 45° kulmassa tulostettua lattasauvaa (Kuva 5). Yksi erä (Ajo 32) jätettiin valmistustilaan, toiselle tehtiin jännitystenpoistohehkutus (Ajo 29) ja kolmannelle jännitystenpoistohehkutus sekä karkaisu ja päästö (Ajo 28). Optimoitujen parametrien vaikutusta mekaanisiin ominaisuuksiin, verrattuna SLM:n parametreilla valmistettuihin näytteisiin, tutkittiin uuden vaakaan tulostetun vetokoesarjan avulla (Ajo 121). Parametreina käytettiin Ajon 71 perusteella määritettyjä optimaalisia parametreja (taulukko 13) ja vetosauvat valmistettiin vaakasauvoina, joista kolme jätettiin valmistustilaan, kolmelle tehtiin jännitystenpoistohehkutus ja kolmelle jännitystenpoistohehkutus sekä karkaisu ja päästö. Vetokoetulokset on esitetty taulukossa 15, jossa tulokset on esitetty seuraavassa muodossa; mittaustulosten keskiarvo ± keskihajonta.

Vetokokeiden tulokset osoittavat että H13 on valmistustilassa kovaa ja haurasta, jonka vuoksi murtovenymät ovat pieniä (< 2 %). Jännitystenpoistohehkutetuilla näytteillä myötölujuus sekä murtovenymä ovat paremmat kuin valmistustilassa, sillä jäännösjännitykset ovat poistuneet hehkutuksessa. Karkaistuilla ja päästetyillä näytteillä on suurimmat myötö- sekä murtolujuuden arvot, jotka ovat verrattavissa perinteisesti valmistettuun H13-työkaluteräkseen. Murtovenymä on kuitenkin huomattavasti pienempi näytteillä jotka on karkaistu ja päästetty (~1 %). Samankaltaisia tuloksia löytyy myös kirjallisuudesta, jossa on tutkittu SLM-tekniikalla valmistetun H13 teräksen mekaanisia ominaisuuksia [11]. Sekä karkaisu-, että päästölämpötiloilla on vaikutus materiaalin sitkeyteen ja sitä kautta murtovenymään. Perinteisesti valmistetulla H13-teräksellä on murtovenymä kuitenkin yli 13–15,4 % päästölämpötilasta riippuen, joka vaihteli välillä 527 °C ja 605 °C [12]. Vetosauvojen hauraudesta johtuen murtovenymät määritettiin vetokokeen jälkeen optisella mikroskoopilla ja murtovenymäarvot ovat lähinnä suuntaa antavia. SLM-tekniikalla valmistettaessa jää materiaalien reunoihin helposti huokoisuutta, joka heikentää sitkeyttä sillä murtuma saa alkunsa kappaleen reunan vioista. Vetosauvojen pintoja ei työstetty ennen vetokokeita, joka osaltaan on saattanut vaikuttaa vetokoetuloksiin heikentävästi. Tulostussuunnalla ei havaittu olevan merkittävää vaikutusta lujuusominaisuuksiin H13-työkaluteräksellä.

Taulukko 15. H13-vetokoetulokset. Tulokset on ilmoitettu muodossa keskiarvo \pm keskihajonta ja arvot on laskettu kolmesta sauvasta ellei toisin mainittu. Kerrospaksuus 30 μ m. Taulukossa sekä SLM-parametreilla tehdyt ajot (28,29,32) ja optimaalisilla parametreilla tehty ajo 121.

H13-työkaluteräs (1,2344)	Myötölujuus Rp0,2 (MPa)	Murtolujuus Rm (MPa)	Murtovenymä A (%)
Valmistustila (Ajo 32 & 121)			
Vaaka	784 \pm 57	1333 \pm 23	1,8
Vaaka (optimaaliset parametrit, Ajo 121)	841 \pm 23	1298 \pm 23	1,9
45°	957 \pm 19	1474 \pm 45	1,4
Pysty (yksi sauva katkesi olakkeesta, pois tuloksista)	963 \pm 43	1553 \pm 77	1,9
Jännityksenpoistoherkutuksen jälkeen (Ajo 29 & 121)			
Vaaka (yhdeällä sauvalla pieni venymä, venymä pois tuloksista)	1232 \pm 12	1438 \pm 43	4,4
Vaaka (optimaaliset parametrit, Ajo 121)	1155 \pm 289	1541 \pm 10	5,7
45°	1214 \pm 8	1432 \pm 5	4,7
Pysty	1166 \pm 8	1380 \pm 21	7,7
Karkaistuna ja päästettynä (Ajo 28 & 121)			
Vaaka (yksi sauva murtui ennen 0.2% venymää, A kuitenkin 1.0%, pois tuloksista)	1553 \pm 24	1612 \pm 17	1,2
Vaaka (optimaaliset parametrit, Ajo 121)	1639 \pm 6	1723 \pm 70	0,9
45° (kaksi sauvaa murtui ennen 0.2% rajaa, pois tuloksista)	1570	1589 \pm 79	1,2
Pysty (yksi sauva murtui ennen 0.2% rajaa, pois tuloksista)	1633 \pm 4	1714 \pm 268	1,1
Vertailuarvo: Uddeholm Orvar Supreme (karkaistu ja päästetty) [13, 14]	1520	1820	12

Vetosauvojen murtumisilmiöiden tutkimiseksi vetosauvojen murtopintoja tarkasteltiin SEM:llä (kuva 19 a-d). Ajon 28 sauvojen murtopinnoilla (kuva 19 a-b) näkyy sulamattomia alueita ja jauhepartikkeleita. Ajolle 76 tehtyjen huokoisuusmittausten perusteella voidaan todeta, että pienimmät huokoisuudet saatiin alle 100 μ m viivan etäisyyden arvoilla. Ajojen 28,29 ja 30 vetosauvojen valmistamiseen käytetty 120 μ m viivan etäisyys on siten liian suuri, vaikka laserin teho ja skannausnopeus ovatkin riittävät. Tällöin skannauslinjojen päällekkäisyys ei ole riittävää ja kappaleeseen jää sulamattomia alueita. Ajolle 121 tehdyssä murtopintojen tarkastelussa (kuva 19 c-d) ei ilmennyt samanlaisia sulamattomia alueita kuten aiemmin, joka osoittaa, että laskennallisesti optimoiduilla parametreilla tulostuksen laatu on parempaa ja että DoE mahdollistaa optimaalisten laserparametrien määrittämisen, joilla voidaan saavuttaa maksimaalinen tiiveys kappaleiden sisäosille. Kappaleiden tulostamiseen liittyvä haaste on edelleen sopivien reunaparametrien löytäminen, jossa pinnanlaatu ja rakenteellinen tiiveys olisivat hyvällä tasolla. Murtopintojen tarkastelun perusteella on selvää (kuva 19 d), että reunoihin jää usein pieniä huokosia, jotka heikentävät reunojen lujuutta ja sitkeyttä.



Kuva 19. H13-näytteiden murtopintojen SEM-kuvat (karkaistu ja päästetty); a-b) Tulostettu SLM:ltä saaduilla parametreilla, c-d) Tulostettu optimaalisilla parametreilla.

4.5 Teknisesti puhdas alumiini (Al99,7%)

Puhtaalla alumiinilla on pieni tiheys sekä erinomainen sähkön- ja lämmönjohtavuus, jonka takia se soveltuu elektroniikkateollisuuden sovelluksiin ja erityisesti jäähdytyskomponentteihin. Puhdas alumiini on erittäin sitkeää ja vaikeasti työstettävää ja siten sen valmistus ainetta lisäävällä tekniikalla voisi mahdollistaa monimutkaisten ja sisäisiä jäähdytyskanavia sisältävien tuotteiden valmistuksen. Puhdas alumiini ei ole kaupallinen AM-seos eikä sille ole saatavilla valmistusparametreja.

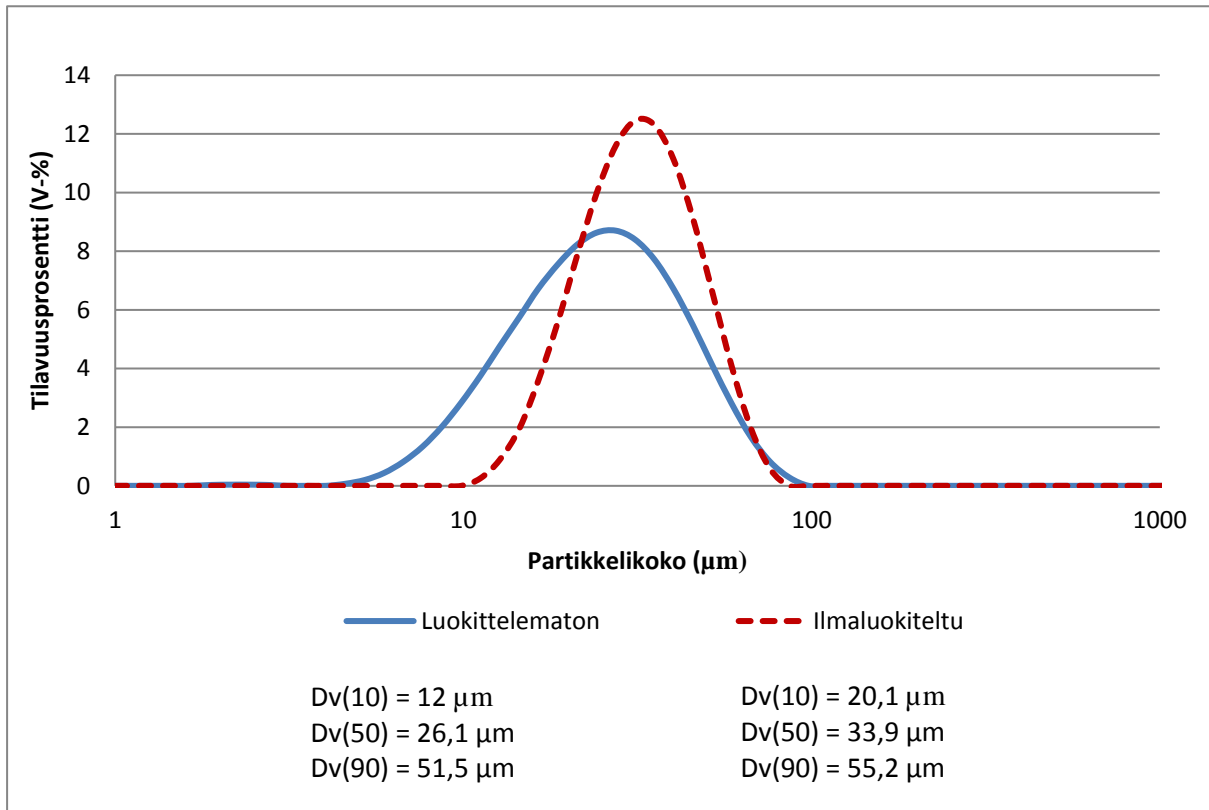
4.5.1 Jauhe

Tutkimuksessa käytetyn puhtaan alumiinin toimitti Ecka Granules Germany GmbH. Jauheen koostumus mitattiin EDS:llä, jonka tulokset on esitetty taulukossa 16.

Taulukko 16. Ecka Al-jauheen koostumusanalyysi (EDS).

Alkuaine	m-%
Fe	0,12 %
Si	0,02 %
Zn	< 0,01 %
Mn	< 0,01 %
Mg	< 0,01 %
Ti	< 0,01 %
Al	< 0,01 %

Jauheen juoksevuus osoittautui erittäin huonoksi, minkä takia siitä poistettiin pienet partikkelit ilmaluokituksella. Ilmaluokittelussa hieno- ja karkeajakoinen jauhe erotetaan toisistaan spiraalimaisessa ilmavirtauksessa. Partikkelien luokittumisen määrittää ilmanvastus, johon vaikuttaa partikkelien muoto, koko ja tiheys. Alumiinijauheen partikkelikokojakauma ennen ilmaluokittelua ja ilmaluokittelun jälkeen on esitetty kuvassa 20. Ilmaluokittelun avulla jauheen juoksevuus parani ja sen käyttö onnistui SLM laitteessa.



Kuva 20. Puhtaan alumiinin partikkelikokojakauma ilman ilmaluokittelua ja ilmanluokittelun jälkeen.

4.5.2 Valmistusparametrit

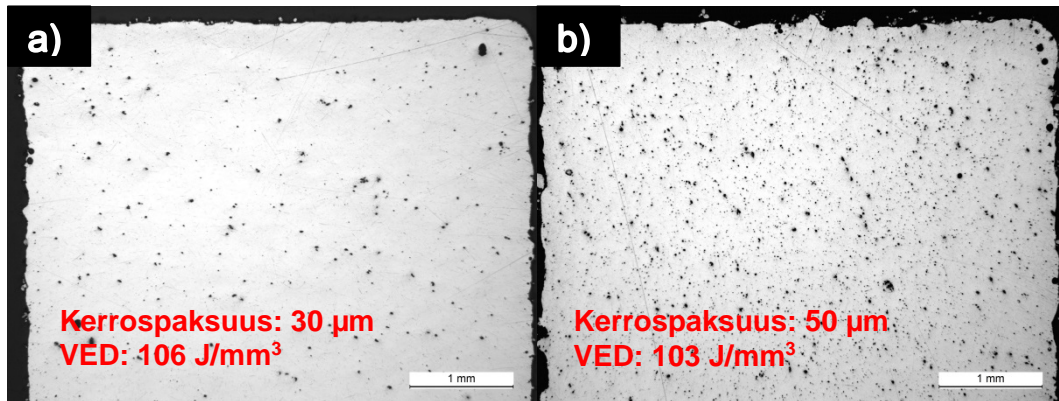
Puhtaan alumiinin valmistusparametreja tutkittiin kolmen koesuunnittelusarjan avulla, joissa kussakin oli 27 näytettä (taulukko 17). Ensimmäisessä koesarjassa (Ajo 108) käytettiin 30 µm kerrospaksuutta ja energiantuonnin (VED) vaihteluväli oli 67–140 J/mm³. Toisessa ja kolmannessa koesarjassa (Ajot 109 & 110) käytettiin 50 µm kerrospaksuutta ja energiantuonnin vaihteluväli Ajossa 109 oli 36–152 J/mm³ ja 120–221 J/mm³ Ajossa 110.

Taulukko 17. Valmistusparametrit puhtaalle alumiinille.

	Ajo 108 (30µm)				Ajo 109 (50µm)				Ajo 110 (50µm)			
	Viivan etäi- syys (mm)	Skannaus- no- peus (mm/s)	Teho (W)	Ener- gianti- heys (J/mm ³)	Viivan etäi- syys (mm)	Skannaus- no- peus (mm/s)	Teho (W)	Ener- gianti- heys (J/mm ³)	Viivan etäi- syys (mm)	Skannaus- no- peus (mm/s)	Teho (W)	Ener- gianti- heys (J/mm ³)
1	0,09	1050	300	106	0,09	600	300	111	0,04	500	150	150
2	0,09	1200	300	93	0,09	700	300	95	0,04	600	180	150
3	0,09	1350	300	82	0,09	800	300	83	0,04	700	210	150
4	0,09	1500	300	74	0,09	900	300	74	0,04	800	240	150
5	0,09	1650	300	67	0,09	1000	300	67	0,04	900	270	150
6	0,09	1050	325	115	0,09	600	325	120	0,09	400	325	181
7	0,09	1200	325	100	0,09	700	325	103	0,09	450	325	160
8	0,09	1350	325	89	0,09	800	325	90	0,09	500	325	144
9	0,09	1500	325	80	0,09	900	325	80	0,09	550	325	131
10	0,09	1650	325	73	0,09	1000	325	72	0,09	600	325	120
11	0,09	1050	350	123	0,09	600	350	130	0,09	400	350	194
12	0,09	1200	350	108	0,09	700	350	111	0,09	450	350	173
13	0,09	1350	350	96	0,09	800	350	97	0,09	500	350	156
14	0,09	1500	350	86	0,09	900	350	86	0,09	550	350	141
15	0,09	1650	350	79	0,09	1000	350	78	0,09	600	350	130
16	0,09	1050	375	132	0,09	600	375	139	0,09	400	375	208
17	0,09	1200	375	116	0,09	700	375	119	0,09	450	375	185
18	0,09	1350	375	103	0,09	800	375	104	0,09	500	375	167
19	0,09	1500	375	93	0,09	900	375	93	0,09	550	375	152
20	0,09	1650	375	84	0,09	1000	375	83	0,09	600	375	139
21	0,09	1050	397	140	0,09	600	397	147	0,09	400	397	221
22	0,09	1200	397	123	0,09	700	397	126	0,09	450	397	196
23	0,09	1350	397	109	0,09	800	397	110	0,09	500	397	176
24	0,09	1500	397	98	0,09	900	397	98	0,09	550	397	160
25	0,09	1650	397	89	0,09	1000	397	88	0,09	600	397	147
26	0,11	1650	350	64	0,04	1150	350	152	0,09	300	200	148
27	0,13	1150	350	78	0,17	1150	350	36	0,09	200	150	167

4.5.3 Mikrorakenne ja tiiveys

Prosessiparametrien vaikutusta materiaalin tiiveyteen selvitetiin valmistamalla poikkileikkaushieet kolmen koesuunnittelusarjan näytteistä (taulukko 17). Mikroskooppikuvien perusteella voidaan todeta, että tutkituilla prosessiparametreilla saavutettiin melko huono tiiveys. Kuvan 21 näytteet on valmistettu eri kerrospaksuuksilla ja niissä on käytetty n.100 J/mm³ energiatihelyttä. Puhtaan alumiinin tulostaminen SLM-tekniikalla on haastavaa, ja hyvään tiiveyteen johtavien prosessiparametrien määrittäminen vaatii lisää kokeellista työtä. Ajossa 110 käytetty suuri energiantuonti (>120 J/mm³) johti erittäin suuren huokoisuuteen.



Kuva 21. Poikkileikkauskuvat alumiininäytteistä (kohtisuoraan z-tasoon nähden); a) Ajo 108 näyte 1, b) Ajo 109 näyte 7.

Alumiinijauheesta tulostettiin kaksi koekappaletta lämmönjohtavuuskokeita varten. Kappaleet leikattiin $39 \times 54 \times 80 \text{ mm}^3$ mittaan ja pinnat hiottiin tasaisiksi hyvän lämmönsiirron takaamiseksi. Kappaleiden tiheydet mitattiin kolmella eri menetelmällä; Arkhimedeen menetelmällä, pyknometrillä sekä työntömitalla ja punnitsemalla. Saatujen tulosten perusteella tulostetun alumiinin suhteelliseksi tiheydeksi saatiin n. 96–97%.

4.5.4 Lämmönjohtavuus

Alumiinin lämmönjohtavuus, terminen diffusiviteetti sekä ominaislämpökapasiteetti mitattiin koekappaleista Lämpölevy-mittalaitteen avulla (kuva 22) käyttämällä kolmea eri lähtötehoa. Kyseisessä menetelmässä kaksi näytekappaletta asetetaan päällekkäin ja niiden väliin asetetaan ohut sensori, joka on polyimidikalvolla suojattu nikkelispiraali. Sensoriin ohjataan vakiovirta joka saa sen lämpenemään. Lämpö johtuu molemmin puolin oleviin koekappaleisiin, ja mittaamalla sensorin lämpötilaa ajan funktiona saadaan selville mitattavan materiaalin lämmönjohtavuus sekä terminen diffusiviteetti ja ominaislämpökapasiteetti. Mittaus tehtiin huoneenlämpötilassa. Tulokset on esitetty taulukossa 18. Vertailuarvoina taulukossa olevat arvot ovat kirjallisuudesta saatuja tuloksia huoneenlämpötilassa mitattuna.



Kuva 22. Lämpölevy-mittalaite.

Taulukko 18. Alumiinin lämmönjohtavuusmittausten tulokset sekä referenssiarvot.

Teho (W)	Lämmönjohtavuus [W/mK]	Terminen diffusiviteetti [mm²/s]	Ominaislämpökapasiteetti [MJ/m³K]
2,265	229	58,4	3,92
5	231	58,2	3,96
8	233	57,8	4,03
Vertailuarvot	237 [15, 16]	84,2 [16]	

Verrattuna kirjallisuudesta löytyviin termisiin ominaisuuksiin, on tulostetun alumiinin lämmönjohtavuus samaa tasoa. Lämmönjohtavuuteen vaikuttavat seosaineiden määrä sekä materiaalin huokoisuus. Kuten kuvasta 21 voi havaita, on tulostettujen kappaleiden rakenne melko huokoinen, joten oli oletettavissa, että myös lämmönjohtavuus on tiivistä materiaalia alhaisempi. Lämmönjohtavuusmittaukset kuitenkin osoittavat, että huokoisuus ei juuri vaikuta lämmönjohtavuuteen.

5. Johtopäätelmät

SLM tekniikalla on mahdollista valmistaa tiiviitä ja hyvälaatuisia metalliosia useista seoksista. Lähtökohtaisesti valmistettavuuden kriteerinä on että seoksen tulee olla hitsattavaa huoneenlämpötilassa, mutta tämä ei vielä takaa sitä että SLM-valmistus onnistuisi. Valmistuksessa on useita vaiheita, jotka täytyy hallita hyvin ja niiden parametrit täytyy valita oikein, jotta tuotteiden laatu on hyvä ja toistettavuus riittävä kaupallista soveltamista ajatellen. Keskeisiä asioita ovat raaka-aineena käytettävä jauhe, sen partikkelikoko ja jakauma sekä jauheen juoksevuus. Lisäksi lasersulatuksen parametrit ja skannausstrategia vaikuttavat merkittävästi materiaalin tiiveyteen ja kappaleiden jälkikäsittelyillä vaikutetaan muun muassa niiden jäännösjännityksiin, mekaanisiin ominaisuuksiin ja pinnanlaatuun.

Eri valmistajien SLM-tulostuslaitteet poikkeavat toiminnaltaan toisistaan, mikä pitää ottaa huomioon kunkin komponentin ja materiaalin valmistuksessa. Myös laitekoko vaikuttaa lopputulokseen, jolloin hyvälaatuisen komponentin ja materiaalin valmistus ei aina automaattisesti onnistu, kun valmistuslaitetta vaihdetaan.

SLM-tekniikan kaupallinen materiaalivalikoima on rajoittunut tiettyihin seoksiin eikä markkinoille ole tullut viime vuosina montaa uutta seosta. Tämä johtuu siitä että SLM-tekniikka on metallurgisesti erittäin haasteellinen ja prosessia on vaikea monitoroida mm. lämpötilan, sulan käyttäytymisen, jäähtymisnopeuden ja niiden vaikutuksesta syntyvien mikrorakenteiden ja jännitysten osalta. Lisäksi laitteiden tekniset ominaisuudet eivät vielä mahdollista esimerkiksi lämpötilan ja jäähtymisnopeuden tarkkaa säädettävyyttä, joilla voitaisiin vaikuttaa kappaleeseen syntyvään mikrorakenteeseen. Tällöin valmistusteknisesti haasteelliset seokset, kuten mm. runsaasti hiiltä ja karbideja sisältävät materiaalit muodostavat hauraita yhdisteitä sekä säröilevät, jolloin kappale on käytökelvoton.

Prosessiparametrien vaikutusta lopputuotteen tiiveyteen tutkittiin suunnittelemalla kaksi koesarjaa, joissa suurimmalle alustalevyille tulostettiin 25 näytettä kahta parametria muuttamalla, yhden pysyessä vakiona. Koesarjojen suunnittelu perustuu vastepintamenetelmään (Response Surface Methodology), jolla selvitetään millä muuttujilla eli faktoreilla on huomattava merkitys vastefunktion arvoon (tässä tapauksessa tiheys) sekä synergisiä yhteisvaikutuksia. Vastepinta-analyyseissä luodaan muuttujien ja vasteen välistä vuorovaikutusta kuvaava funktio. Funktion kertoimien selvittämiseksi käytettiin D-optimaalista koesuunnittelua (Design of Experiments), jossa koepisteiden paikat valitaan siten että tavoitefunktio minimoituu (X'X matriisi). Menetelmää käytettiin ensin 316L-teräkselle hyvin tuloksin, jonka vuoksi sitä alettiin hyödyntää myös muiden materiaalien kohdalla. Menetelmän tuoma hyöty on kokeellisen työn tarpeen väheneminen optimaalisten valmistusparametrien määrittämiseksi.

Valmistusparametrien vaikutusta tulostettujen kappaleiden huokoisuuteen tutkittiin hieille tehdyn Fiji-kuva-analyysin avulla. Mikrorakennetta tutkittiin valmistustilassa sekä eri lämpökäsittelyiden jälkeen, joita olivat jännitystenpoistohehkus sekä karkaisu ja päästö. Materiaalien lujuutta testattiin vetokokeilla, joille tehtiin samat lämpökäsittelyt kuin hieille. Veto-koesauvoja tulostettiin vaakaan, pystyyn sekä 45° kulmaan, jotta tulostussuunnan vaikutus materiaalin lujuuteen voitiin selvittää. Huokoisuusanalyysin perusteella SLM:ltä saadut parametrit eivät toimineet tulostimellamme yhtä hyvin kuin oli odotettu, sillä kappaleissa oli melko paljon huokoisuutta. Koesuunnitelusarjoilla päästiin kuitenkin jopa 99,98% suhteelliseen tiheyteen 316L-teräksellä ja 99,93% tiheyteen H13-työkaluteräksellä. SLM prosessille tunnusomaisen suuren jäähtymisnopeuden vuoksi tulostetun kappaleen mikrorakenne on tyypillisesti hyvin hienojakoinen, jossa päällekkäiset jähmettyneet sulalinjat näkyvät mikroskooppikuvissa selkeästi. H13-teräkseen syntyvä mikrorakenne on kovaa martensiittia, sillä välisijaatomit eivät ehdi diffundoitua pois atomihilasta. Jännitystenpoistohehkuksen jälkeen kappaleista ovat poistuneet prosessoinnin aikana syntyneet sisäiset jännitykset ja mikrorakenteeseen on muodostunut pehmeämpää päästömartensiittia. Teräksillä sekä lujuusarvot että venymä parantuivat jännitystenpoistohehkuksen myötä kovuuden samalla vähentyen. Inconel-näytteiden lujuus- ja venymäarvoihin lämpökäsittelyillä ei ollut suurta vaikutusta. H13-teräksen vetosauvojen murtopintojen SEM tarkastelussa ilmeni, että SLM:ltä saaduilla parametreilla valmistettuihin näytteisiin jäi sulamattomia alueita, jotka heikentävät materiaalin lujuutta. Optimoiduilla parametreilla valmistettujen vetosauvojen murtopinnoilla ei ilmennyt sulamattomia alueita, mikä osoittaa, että optimoiduilla parametreilla voidaan valmistaa tasa-laatuksia kappaleita, joiden lujuusarvot yltyvät perinteisesti valmistetun tasolle. Murtuman ydintymiskohta on hauraalla materiaalilla (H13) kappaleen reunassa, jossa on usein huokoisia.

Teknisesti puhtaasta alumiinista tulostetuille kappaleille mitattiin termiset ominaisuudet lämpölevy-laitteen avulla. Mitattuja ominaisuuksia olivat lämmönjohtavuus, terminen diffusiviteetti sekä ominaislämpökapasiteetti. Tulosten perusteella tulostetun alumiinin lämmönjohtavuus on samaa tasoa kirjallisuudesta puhtaalle alumiinille löytyvien arvojen kanssa. Alumiinin suhteelliseksi tiheydeksi mitattiin eri menetelmiä hyödyntäen n.96-97%. Huokoisuuden oletettiin alentavan lämmönjohtavuutta, mutta tulosten perusteella tätä vaikutusta ei havaittu.

Em. seikkojen takia uusien materiaalien kehitystyö perustuu vielä pääosin työlääseen ja aikaa vievään kokeelliseen tutkimukseen ja lukuisten eri parametriyhdistelmien testaukseen. Matemaattisen koesuunnittelun (DoE) ja simuloinnin avulla kokeellista tutkimusta voidaan minimoida. Tulevaisuudessa laitekehitys ja monitorointi todennäköisesti mahdollistavat merkittävästi laajemman AM-materiaalivalikoiman.

Lähdeviitteet

1. SLM Solutions GmbH. *Metal Powder Product Catalogue*. 2016. Available from: <http://slm-solutions.com/sites/default/files/attachment/page/2016/01/151023_slm_metal_powder.pdf>.
2. Olakanmi, E., Cochrane, R. & Dalgarno, K. *A Review on Selective Laser Sintering/Melting (SLS/SLM) of Aluminium Alloy Powders: Processing, Microstructure, and Properties*. Progress in Materials Science. 2015.
3. Li, R., Liu, J., Shi, Y., Wang, L. & Jiang, W. *Balling Behavior of Stainless Steel and Nickel Powder during Selective Laser Melting Process*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2012. Vol. 59, no. 9-12, s. 1025-1035.
4. Spierings, A., Herres, N. & Levy, G. *Influence of the Particle Size Distribution on Surface Quality and Mechanical Properties in AM Steel Parts*. Rapid Prototyping Journal. 2011. Vol. 17, no. 3, s. 195-202.

5. Sames, W., List, F., Pannala, S., Dehoff, R. & Babu, S. *The Metallurgy and Processing Science of Metal Additive Manufacturing*. International Materials Reviews. 2016, s. 1-46.
6. Su, X. & Yang, Y. *Research on Track Overlapping during Selective Laser Melting of Powders*. Journal of Materials Processing Technology. 2012. Vol. 212, no. 10, s. 2074-2079.
7. EOS GmbH Electro Optical Systems. *Materials for Metal Additive Manufacturing*. 2016. Available from: <<http://www.eos.info/material-m>>.
8. Renishaw plc. *Data Sheets for AM Materials*. Available from: <<http://www.renishaw.com/en/data-sheets-additive-manufacturing--17862>>.
9. High Temp Metals. *Inconel 625 Technical Data Sheet*. 2015. Available from: <<http://www.hightempmetals.com/techdata/hitempInconel625data.php>>.
10. Laakso, P., Riipinen, T., Laukkanen, A., Andersson, T., Jokinen, A., Revuelta, A. & Ruusuvoori, K. *Optimization and Simulation of SLM Process for High Density H13 Tool Steel Parts*. Proceedings of 2016 LANE 9th International Conference on Photonic Technologies. September 19-22, 2016 Fürth, Germany. Physics Procedia. Elsevier. 2016.
11. Holzweissig, M. J., Taube, A., Brenne, F., Schaper, M. & Niendorf, T. *Microstructural Characterization and Mechanical Performance of Hot Work Tool Steel Processed by Selective Laser Melting*. Metallurgical and Materials Transactions B. 2015. Vol. 46, no. 2, s. 545-549.
12. Hardesty, F. Metals Handbook Ninth Edition, Volume 1. Properties and Selection: Irons and Steels: Bruce P. Bardes (Ed.), American Society for Metals, Ohio, 1978. Xxi 793 Pages, Over 1300 Illus., ISBN 0-87170-007-7. 1980.
13. Uddeholm. *Orvar Supreme H13 Tool Steel Data Sheet*. , 2013 Available from: <http://www.uddeholm.com/files/PB_orvar_supreme_english.pdf>.
14. Uddeholm. *Uddeholm Orvar Supreme H13 Tool Steel Mechanical Properties*. Available from: <http://www.uddeholm.fi/files/mekaaniset_ominaisuudet_uddeholm_orvar_48...50.pdf>.
15. Hatch, J. E. & Aluminum Association. *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*. ASM International. 1984.
16. Kothandaraman, C. *Heat and Mass Transfer Data Book*. New Age International. 2004.



9th International Conference on Photonic Technologies - LANE 2016

Optimization and Simulation of SLM process for high density H13 tool steel parts

Petri Laakso^{a*}, Tuomas Riipinen^a, Anssi Laukkanen^b, Tom Andersson^b, Antero Jokinen^a,
Alejandro Revuelta^a, Kimmo Ruusuvuori^a

^aVTT Technical Research Centre of Finland Ltd, Kemistintie 3, Espoo 02044, Finland

^bVTT Technical Research Centre of Finland Ltd, Kivimiehentie 3, Espoo 02044, Finland

Abstract

This paper demonstrates the successful printing and optimization of processing parameters of high-strength H13 tool steel by Selective Laser Melting (SLM). D-Optimal Design of Experiments (DOE) approach is used for parameter optimization of laser power, scanning speed and hatch width. With 50 test samples (1×1×1cm) we establish parameter windows for these three parameters in relation to part density. The calculated numerical model is found to be in good agreement with the density data obtained from the samples using image analysis. A thermomechanical finite element simulation model is constructed of the SLM process and validated by comparing the calculated densities retrieved from the model with the experimentally determined densities. With the simulation tool one can explore the effect of different parameters on density before making any printed samples. Establishing a parameter window provides the user with freedom for parameter selection such as choosing parameters that result in fastest print speed.

Copyright line will appear here.

Peer-review under responsibility of the Bayerisches Laserzentrum GmbH.

Keywords: Selective Laser Melting, Optimization, Density, Design of Experiments, Finite Element, Simulation model, H13 tool steel

1. Introduction

Selective Laser Melting (SLM) is an Additive Manufacturing (AM) technology that is attracting the interest of the manufacturing industry with increasing pace. The most significant benefit of SLM compared to conventional

* Corresponding author. Tel.: +358-40-544-5646; fax: +358-20-722-7001.

E-mail address: petri.laakso@vtt.fi

manufacturing methods is the outstanding flexibility in part design that it offers. The growing demand for SLM in the manufacturing industry has increased the need for process development and parameter optimization for new powder materials in particular. In SLM a high power laser is used to melt a powder material layer by layer to create a solid part. The build process is controlled by changing the process parameters such as layer thickness, laser power, scanning speed and hatch width that all affect the build rate and properties of the finished part. For each SLM processed material a specific range of parameter combinations exist that result in sufficient quality, such as high density and desired surface roughness.

The optimal parameter window is practically always determined experimentally and there are different approaches for doing this. In the literature various approaches in process parameter optimization have been studied. Perhaps the most widely used approach is to conduct single track experiments followed by identification of the process parameters that result in suitable melt pool formation (Yadroitsev et al. (2010)). It is a common practice to limit the operational process parameter range by selecting upper and lower limits for a variable such as Volumetric Energy Density (VED) (Spierings et al. (2011)), which is based purely on theoretical predictions or observations from experimental tests such as single track experiments. The optimal parameters in terms of density can be determined experimentally by printing parts using different parameter combinations and determining the best parameters based on density measurements (Sander et al. (2016)). Also Design of Experiments (DOE) methods have been utilized for the optimization (Averyanova et al. (2011)). However, typically two or more of these approaches are combined to increase the effectiveness of the optimization process. (Gong et al. (2014)).

Ideally the optimization should be done with as little experimental work as possible or even entirely without experimental work to increase cost efficiency and speed of the process. This is where simulation models of the SLM process could play a major role. Modeling the SLM process in part scale can be beneficial in predicting responses such as residual stresses, deformations, geometric tolerances and material properties, as presented in (Denlinger et al. (2014)). Defect types and their generation based on mesoscale mechanisms has been addressed by (Baureiss et al. (2014)), where discrete analysis means were utilized to study the local melting process. For the modeling to be a viable solution for evaluation of part performance in real applications, the simulation results must be obtained quickly and with reasonable computational capabilities (King et al. (2015)). The present research is focused on optimization of SLM process parameters for H13 tool steel using DOE followed by formation and validation of FE simulation model, focusing especially on predicting defect structures based on thermomechanical modeling of SLM. The applicability of the model as a valid optimization tool is evaluated.

2. Experimental methods

2.1. Materials and equipment

Commercial gas atomized H13 powder supplied by SLM Solutions GmbH was used for the production of the samples for density optimization. The powder proved to be spherical in shape by examinations with SEM. The particle size distribution was determined using Malvern laser diffraction analysis equipment. The analysis revealed that the particle size of the gas atomized powder was normally distributed. The particle size distribution is presented using $D_{(x)}$ values that indicate the volume fraction percentage (x) below particle size D. The D_{10} , D_{50} , and D_{90} values were measured as 22 μm , 33 μm and 50 μm . The spherical shape and the relatively narrow particle size distribution resulted in good flowability, which is essential for even powder distribution during the build process. The nominal chemical composition of the powder is shown in Table 1. Before processing with SLM the powder was dried at 50°C for approximately 12h.

The samples were built using SLM solutions 125HL machine, which has a fiber laser with maximum power output of 400W. The build chamber was filled with argon gas (purity level 99,996 %) before operation and a constant gas flow of 1,5 l/min was used during the experiment. Oxygen content in the build chamber was maintained below 0,1 vol% during the process. The samples were built directly on a S235 structural steel substrate, which was heated and kept at 200°C during the process to reduce the thermal gradient and the resulting thermal stresses in the material.

Table 1. Nominal chemical composition of the gas atomized H13 powder (values in wt%)

Fe	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	Cu	P	Si	Ni	O
Bal.	0,410	0,420	1,060	5,000	0,040	1,340	0,990	0,010	0,008	0,006	0,050	0,020

The substrate plate functioned as a heatsink to allow heat to conduct away from the samples. A powder layer thickness of 30 μm was used for the experiments. The process parameters were set different for the core and the edge of the part to improve the surface quality and increase build speed.

2.2. Design of Experiments

Two sets of samples were printed for which the parameters were selected based on D-optimal experimental design. Each sample set consisted of 25 ($1 \times 1 \times 1 \text{cm}$) samples that were printed on the baseplate without support structures to rule out any effect they might have on the finished part. Only core parameters of the test samples were optimized and these parameters were scanning speed, laser power and hatch width. The hatching pattern was 7,5mm stripes with 67 degree turn between layers. The energy delivered to the material is one of the most significant process variables in SLM as it affects the characteristic of the forming melt pool and ultimately the properties of the finished part. This energy is referred to as Volumetric Energy Density (VED) and it is described with the following equation

$$VED = \frac{P}{v \cdot h \cdot t} \quad (1)$$

where P is laser power, v is scanning speed, h is hatch width and t is layer thickness. (Spierings et al. (2011)) The VED is affected by material properties such as reflectivity and therefore the optimal operation range must be evaluated for each material. (Sander et al. (2016)) Non-optimal VED values lead to unfavorable results such as partially melted particles, inhomogeneous melt track formation and vaporization of alloyed elements. Based on experimental research found in the literature (Spierings et al. (2011)), an operating range of 50 J/mm^3 – 100 J/mm^3 for volume energy densities was chosen for the DOE experiments. The minimum and maximum values defined the confined window of experimentation within the operability region.

The parameter combinations for the design of experiments were calculated for two sets of 25 samples as that was the maximum amount that could be fitted on the substrate plate. For the first set the hatch width and scanning speed were the variables for the response function and scan speed and laser power for the second. For the first set the power was kept constant at 175 W, and for the second set the hatch width was kept constant at 0,1mm. In the experimental designs the range for the hatch width, scanning speed and laser power values was 90 μm - 150 μm , 400 mm/s – 1200 mm/s and 100 W – 300 W. The laser parameter values for the two sample sets are presented in Table 2. Based on these constraints, a D-optimal design was created using Gosset (Sloane and Hardin (2003)) with a full quadratic polynomial equation as the candidate fitting function. After printing, the samples were EDM wire cut from the baseplate, then ground from the top for approximately 1mm and polished for optical microscopy imaging and Fiji image analysis (Image J). The image analysis is based on thresholded black vs. white pixels where the ratio of dark and white areas of an image is calculated giving the porosity value. The image analysis was performed over a center area ranging from 73 mm^2 to 90 mm^2 of the samples and one image of each sample was analyzed. Therefore the edges of the parts were left out of the porosity measurement.

2.3. Simulation model

The principal elements of the thermomechanical FE SLM model are presented schematically in Fig. 1. The model is a simple unsupported block lying on a baseplate and the layers are deposited sequentially on its top surface following given process settings, the block initially comprising solely the powder bed (20×20×20 cm) or a section of it. The SLM process is solved using an implicit coupled thermomechanical solution, introducing finite strain incremental plasticity and transient formulation of the problem. Finite element mesh utilized for individual test cube geometries is presented in Fig. 1. Adaptive time incrementation scheme is utilized, the max possible increment size limited to approximately the time it takes for the beam to move half a layer thickness. Due to the small size of the test problem parallel solution using the implicit solver is feasible, although not particularly efficient. The numerical model is modified layer-by-layer during the numerical solution to introduce subsequent powder layers via addition of new finite elements to the solution. The boundary conditions and heat source are coupled and modified accordingly during solution. The powder-to-solid transformation is incorporated by utilizing user defined fields and internal material variables, essentially introducing a level set interpolating the phase distribution as a specific field from powder to liquid and again during solidification. These fields are used to track the assignment of material properties depending on its present state during the solution via material user subroutines. Effects like shrinkage are not account for explicitly, rather an effective approach is adopted where the final layer thickness is utilized in the solution of the heat transfer and mechanical problems.

Heat transfer is accounted for with respect to top surface convection and radiation to build chamber atmosphere, conduction between the sample to the adjacent powder bed (via a convection boundary condition mimicking convection to an uniform temperature sink of chamber temperature). Heat transfer via conduction to base plate is accounted for, the initial condition of the simulation is an approximation of a state where numerous layers have already been built on top of the base plate and the thermal conditions in that regard have stabilized. Mechanically the system is considered rigidly fixed to the base plate. The beam heat source is assumed to have a Gaussian intensity profile, and its traverse during the solution is accounted for using a specific subroutine which contains information for constructing the scan vectors. The beam surface heat flux is specified according to (Dai and Shaw (2005)) as:

$$q(r) = \alpha \cdot \frac{2P}{\pi r_0^2} e^{-2r^2/r_0^2} \quad (2)$$

where α is laser energy absorptance given a value of 0,35 following work and SLM thermal analysis reviews carried out in (Roberts et al. (2009); Zeng et al. (2012)) and (Tolochko et al. (2003)). The laser power P and spot size r_0 are given their actual process values, and the heat flux is input to the model as a function of radial distance r measured from location of current beam center.

Problem is nonlinear due to finite strains as well as nonlinear thermal and mechanical material properties. The powder bed and solid phase properties are related with respect to density and thermal conductivity simply as

$$\rho_{powder} = (1 - \varphi) \rho_{bulk} \quad (3)$$

and

$$\lambda_{powder} = (1 - \varphi) \lambda_{bulk} \quad (4)$$

for powder bed porosity ϕ . The powder bed relative density is given an experience motivated approximate value of 0,5. During phase changes (solid to liquid or in reverse) thermal conductivity and specific heat are computed according to

$$\lambda = \phi\lambda_1 + (1-\phi)\lambda_2 \tag{5}$$

for thermal conductivity in phase transition from “1” to “2”, ϕ being the phase fraction of the transition, and for specific heat

$$c_p = \phi c_p^1 + (1-\phi)c_p^2 + L_i \frac{\partial f(\phi)}{\partial T} \tag{6}$$

where L_i is the latent heat of phase change “i” and $f(\phi)$ is a smoothed unit step function between the phase transformation. Latent heat of fusion is treated by via the relationship between enthalpy of the phase transformation and specific heat, i.e. the relationship between enthalpy and specific heat is given by

$$H = \int_T \rho \cdot c_p dT \tag{7}$$

Beyond available data linear extrapolation is utilized.

The heat transfer film coefficient at the top surface is given a value of 10 W/mK, the convection taking place to a sink represented by the build chamber temperature assumed to be constant. Radiation heat transfer is specified according to Stefan-Boltzmann law, surface emissivity is set to 0,77 following a more detailed evaluation in (Tolochko et al. (2003)).

The SLM process model generation is implemented as a Python module to VTT in-house multiscale modeling toolset, VTT ProperTune™ (VTT Technical Research Centre of Finland). The SLM process model is generated using an object oriented library, and interfaced to a finite element solver utilizing a separate module, which in

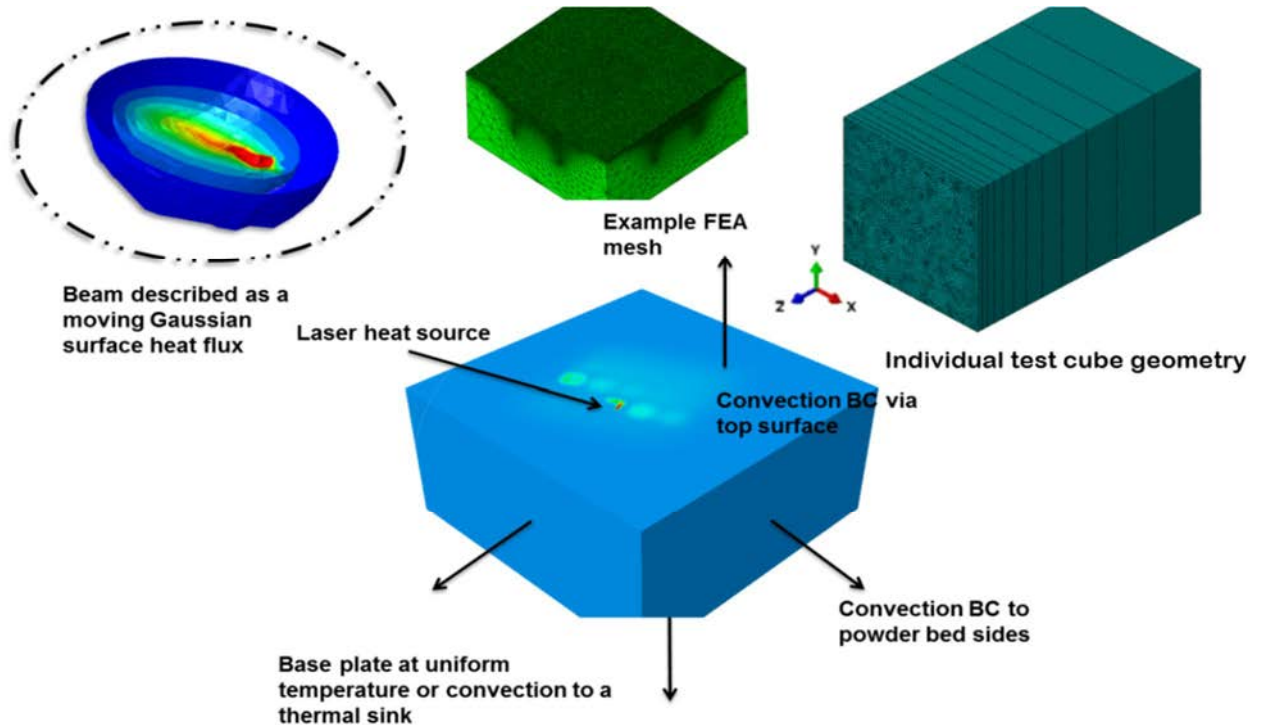


Fig. 1. The principal elements of the thermomechanical FE SLM model and Finite element mesh for individual test cube geometry.

current case is the Abaqus 6.14-1. This enables the generation of the user subroutines and the model itself with respect to scan strategies etc. without the need for user to manually work on the finite element model and its lengthy definition, but rather exploiting information obtained from the AM system itself.

3. Results

The process parameters and the porosity values of the printed test samples determined using image analysis are presented in Table 2. Micrographs were taken of the ground and polished samples using 1x and 5x magnifications for image analysis. There was a difference in the measured porosities between the images taken with 1x and 5x magnifications because the smallest pores were not detectable with lower magnification and the pores were not evenly distributed across the cross-section in all samples. The higher magnification provided a larger area for analysis and was therefore used in this paper. Since the combined area of the pores in the image analysis is based on threshold value, the appropriate threshold value had to be defined separately with each sample. Edge rounding of the pores was detectable after polishing, which acted as a source of error for the measurement.

Table 2. Process parameters and porosities of DOE samples.

Sample No. (DOE set 1.)	Speed (mm/s)	Hatch (μm)	VED (J/mm^3)	Porosity (%)	Sample No. (DOE set 2.)	Power (W)	Speed (mm/s)	VED (J/mm^3)	Porosity (%)
1	1050	108,91	51,01	6,38	1	144,1	960,7	50	5,55
2	450	126,01	102,87	0,8	2	100	666,7	50	12,74
3	899	107,02	60,63	0,5	3	180	1200	50	2,67
4	892,7	131,45	49,71	3,87	4	228,51	1200	63,48	0,23
5	618	150	62,93	0,63	5	100	400	83,33	1,87
6	1050	108,91	51,01	4,09	6	228,59	1200	63,5	0,24
7	640,1	109,28	83,39	0,11	7	139,85	636,9	73,19	0,25
8	828,2	90	78,26	0,17	8	160,4	534,7	99,99	0,06
9	899,1	107,38	60,42	0,49	9	300	1000	100	0,06
10	630,4	90	102,82	0,07	10	120	400	100	0,17
11	554,1	105,23	100,04	0,16	11	300	1200	83,33	0,15
12	739	132,62	59,52	0,79	12	234,05	936,1	83,34	0,14
13	609,3	135,19	70,82	0,18	13	241,53	805,1	100	0,13
14	450	150	86,42	0,82	14	300	1000	100	0,12
15	806,3	90	80,39	0,14	15	300	1200	83,33	0,14
16	583,5	133,38	74,95	0,22	16	205,89	686,3	100	0,24
17	656,4	107,42	82,73	0,11	17	180	1200	50	1,99
18	450	150	86,42	0,68	18	145,72	971,4	50	4,63
19	630,4	90	102,82	0,08	19	100	666,7	50	15,79
20	763,1	150	50,96	1,98	20	144,18	666,6	72,1	0,2
21	883,9	132,7	49,73	3,33	21	180	1200	50	3,48
22	763,1	150	50,96	1,93	22	100	400	83,33	6,09
23	1050	90	61,73	0,87	23	171,16	963,7	59,2	0,19
24	1050	90	61,73	0,69	24	250,51	993,7	84,03	0,09
25	450	126	102,88	0,56	25	135,83	623,6	72,61	0,17

A partial quadratic polynomial function was fitted to 80% of randomly selected data samples followed by validation of the result from the remaining 20%. For the first sample set the R^2 for the training samples was 0,907 and 0,901 for the validation ones. For the second sample set the R^2 was 0,968 and 0,951 respectively. Based on these results the calculated model can be effectively used to predict the density of printed H13 tool steel samples.

The fitted response surfaces (seen as contour plots in Fig.2) show the approximate response value (density) for the data points with different process variable combinations. The contour plots represent 2D planes in a 3D parameter space, where constraints related to process parameters were placed as explained in the previous chapter.

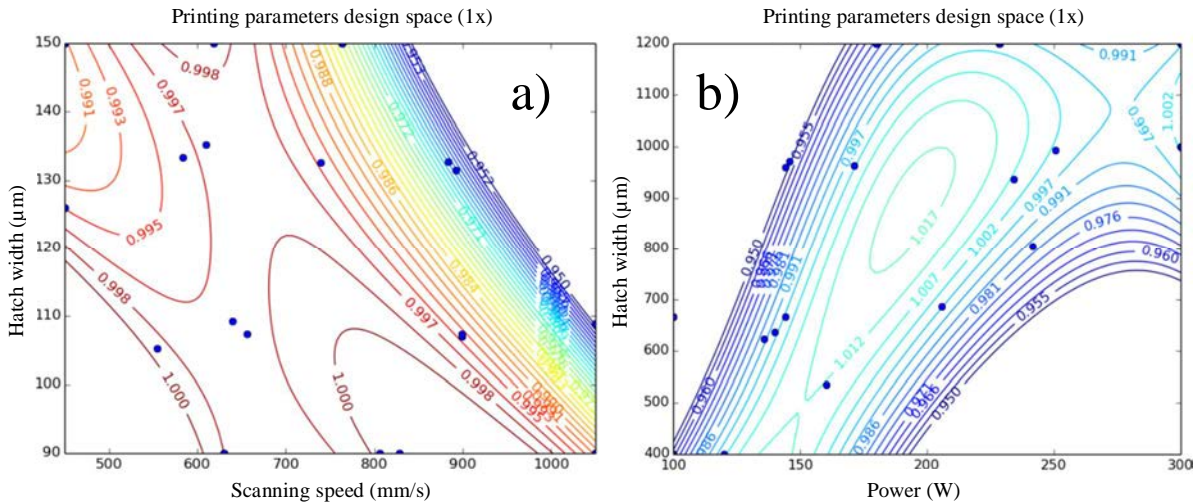


Fig. 2. (a) Density contour plot with hatch width and scanning speed as process variables (Power = 175W) and (b) Density contour plot with scan speed and power as process variables (Hatch width = 0,1 mm).

The effect of low and high VED values on the porosity of the samples is demonstrated by the micrographs taken from samples No.6 and No.11 from the first sample set (Fig 3. (a) –(b)). From the micrographs one can see that low energy density in the range of 50 J/mm³ (Fig. 3 (a)) results in lack of fusion leading to high porosity (≥ 2%), whereas higher energy input of 100 J/mm³ (Fig. 3 (b)) results in almost full density (99,84%). The micrographs in Fig.3 (c) – (d) show that high density parts can be printed using highly different process parameters. The power and scanning speeds of the samples in Fig.3 (c) and (d) are 160 W and 534,7 mm/s and 300 W and 1000 m/s. Both parameter combinations lead to 99,94% density and they both have a VED value approximately of 100 J/mm³. The difference is the build speed which is almost doubled for the sample in Fig.3 (d).

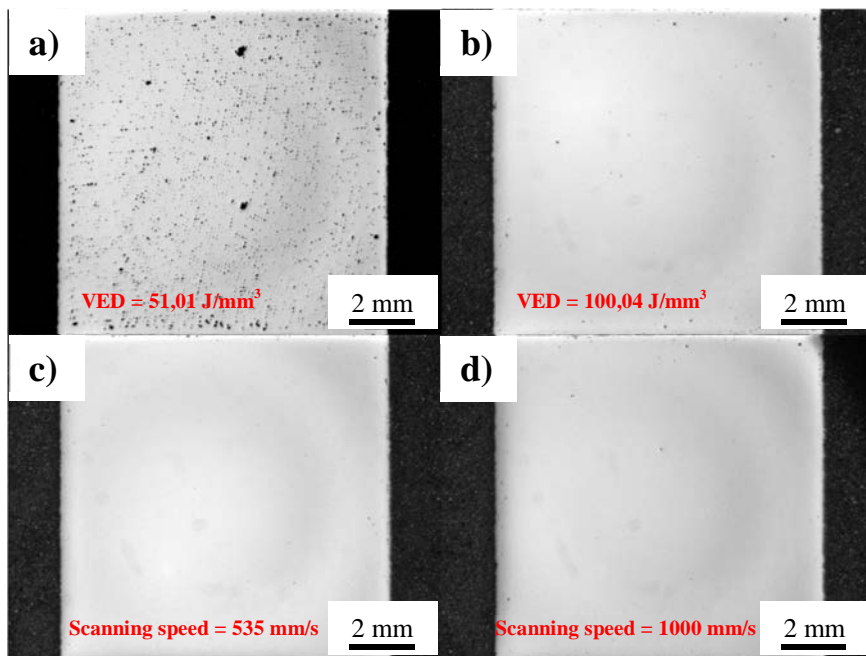


Fig. 3. Micrographs of samples No.6 (a) and No.11 (b) from the first DOE sample set and samples No.8 (c) and No.9 (d) from the second DOE sample set.

Samples No. 2, 3, 4, 11 and 24 from the second set were selected for closer simulation examinations. In Fig. 4 one can see the predicted porosity calculated from the simulation. The simulated parts are shown as white blocks next to the micrographs of actual printed parts built with same process parameters. The calculated porosities of the simulation models and the measured porosities are presented in Table 3.

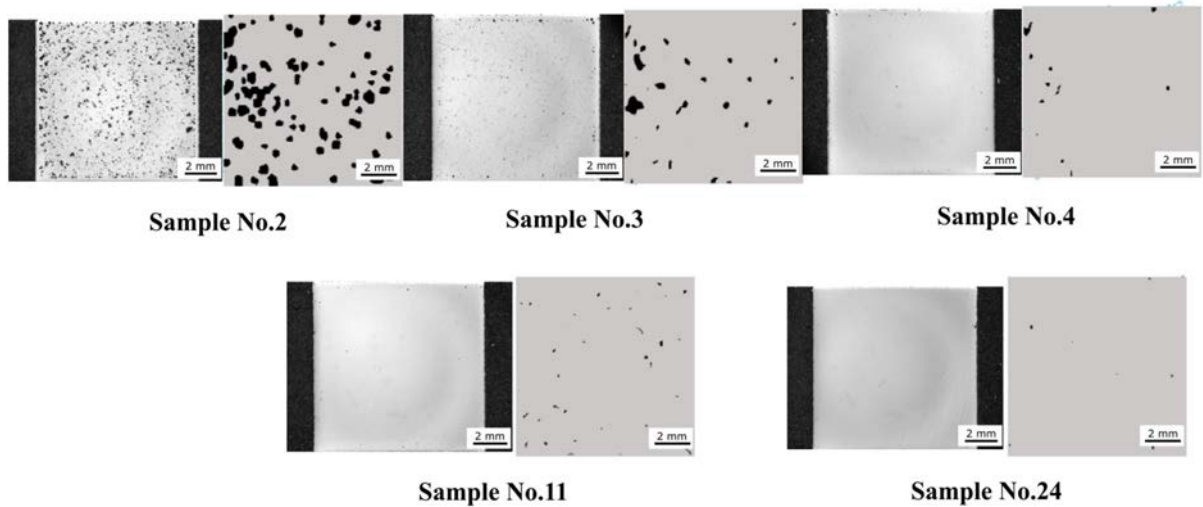


Fig. 4. Comparison of micrographs of DOE samples and simulated parts computed with same parameters (second sample set).

Table 3. Process parameters, measured porosities and calculated porosities of five DOE samples from second sample set.

Sample No.	Scanning speed mm/s	Power W	VED J/mm ³	Measured porosity (%)	Calculated porosity (%) (simulation model)
2	666,7	100	50	12,74	14,7
3	1200	180	50	2,67	2,7
4	1200	228,51	63,5	0,23	0,6
11	1200	200	83,3	0,15	0,4
24	993,7	250,51	84	0,09	0,08

4. Discussion

By comparing the measured porosities to the values obtained from the simulation, the similarity of the results is apparent. In fact the porosity decreases at the same rate for both the samples and the simulation model, when the VED increases. Despite the fact that the samples in our selected sample set (Table 3) show that density increases with larger VED values, the VED should not be used solely as a design parameter in process parameter optimization. The reason for this is that the optimal track geometry is achieved within certain range of scanning speed, power and hatch width and other process variables that are material dependent. The process parameters affect the melt pool characteristic and non-optimal process parameters can lead to lack of fusion and consequently lower density. Although a new layer partly melts the preceding layer, it is almost certain that points will still remain where the fusion of the consecutive layers is lacking (Yadroitsev et al. (2013)). The density of the printed parts is not influenced only by the chosen process parameters but also by the scanning strategy. There are many studies concerning the influence of different scanning strategies on the resulting quality of the finished parts (Su and Yang (2012); Thijs et al. (2013)). With decreasing hatch width the overlap between adjacent melt tracks is increased which reduces the likelihood of voids in the printed part.

On the basis of the data fitting presented in the Fig. 2 (b), it can be noted that high density parts can be produced even when the velocity of the laser beam is increased considerably, as long as the laser power is increased at the same time. This is because the melt pool geometry stays somewhat constant with higher scanning speed and power values. At some point this analogy does not work anymore and the process becomes unstable. It is known that pores are commonly included inside melt pools which have keyhole geometry for high energy density input. This may be attributed to gas bubbles entrapped in the melt pool due to material (Pang et al. (2014)). Also very high velocities give rise to balling effects (Yadroitsev et al. (2010)). From Fig. 3 it can be seen that with hatch values higher than 100 μm the region of high density becomes smaller meaning that there is less freedom with changing the velocity while still obtaining high density. Using a hatch width of 100 μm allows one to have more freedom in selecting the scanning speed while maintaining almost full density. As the spot size, layer thickness and power are constant; choosing a scanning speed outside of the optimal region will affect the melt pool geometry leading to lower density. (Gong et al. (2014))

The utilized thermomechanical FE model was able to capture the porosity evolution during the investigated SLM parameter sets satisfactorily. The FE model yields mean-field like output since the defect generation mechanisms are not explicitly included, and as such the comparison and especially the trends which were obtained by tracking non-molten powder was adequate. Further explicit modeling of the powder bed at mesoscale is to be introduced to further tackle the mechanisms in a more physics-based manner. Obvious use for the SLM model is to carry out computational experiments in parallel with the experimental process development work to increase the rate of process development. In addition, due to the multitude of parameters the numerical models can be exploited to investigate complex parameter dependencies, and the outcomes can be evaluated using e.g. response surfaces. As such, the trends and interactions between process parameters become even easier to extract and visualize. Process and system design beyond current parameter spaces and transfer of system parameters between 3D printing machines are also possible means of exploitation. Also, it becomes possible to investigate and evaluate the significance of complex SLM process to material property causalities, by incorporating microstructural and mechanical modeling (Holmberg et al. (2014a); Holmberg et al. (2014b)), such as links between porosity, defect structures and resistance to fatigue crack initiation. Such exploitation of both modeling and experimental activities enables tighter integration of developments related to process, material and part design in pursuit of greater impact.

Regarding challenges to simulation of the SLM process the capability to retain high local resolution and to capture larger part scale material volumes remains an area where developments are direly needed. When utilizing current state-of-the-art solvers it would be beneficial to use a low resolution simulation model for the first round of parameter evaluation to save in computation pass-through time. The next round of simulation should have even higher resolution than what was tested to be able to predict porosity and related parameters of interest even better (residual stresses, phase maps etc.). Anyhow it seems that it is possible to make first tests only with simulation to shorten time needed to optimize the processing parameters. Still final testing needs to be done with actual printing trials to verify the optimal parameters. In addition, the treatment of powder bed physics and e.g. phase transformation kinetics is still quite simplified, particularly with respect to FE modeling a number of phenomena are treated in a mean-field and otherwise approximated manner.

5. Conclusions

SLM process parameters for H13 tool steel samples were optimized in relation to part density using D-optimal Design of Experiments approach. Analysis of the fitted functions showed that the predicted values fit the experimental data well as the obtained R^2 values indicate. This approach proved as a practical and reliable method for SLM parameter optimization. Within the studied parameter range one can easily examine the effect of different process parameters to the density. However evaluation of parameter combinations beyond the defined parameter planes requires more experimental work. According to the predicted response it is possible to select process parameters that increase the build rate significantly without compromising on the density. Based on the first sample set where the power was fixed at 175W it was found that with hatch width values below 120 μm the parameter

window resulting in high density becomes wider. The probable reason behind this is the greater degree of overlap with the adjacent melt tracks, which decreases the occurrence of unmelted areas.

The developed finite element simulation model for the SLM process was verified by comparing the calculated densities to the experimentally obtained values. The model follows the same trend as the experimental results which demonstrate that the simulation could be used as a tool for parameter optimization. Future applications of the simulation model would be to use it for rough evaluation of optimal parameters for new powders in situations where preliminary parameters are not available or for optimization between different SLM machines. However for more reliable results the model should be made more detailed. Next steps in the improvement of the parameter optimization would be to construct a parameter cloud, perform toughness tests and tensile test on samples built with optimal parameters to verify the validity of the results.

Acknowledgements

This study was carried out in the AM-teknologiasta uutta liiketoimintaa -project. The financial support of Tekes — the Finnish Funding Agency for Technology and Innovation and the participating industrial companies and the VTT Technical Research Centre of Finland is gratefully acknowledged.

References

- Averyanova, M., Cicala, E., Bertrand, P., Grevey, D. 2011. Optimization of selective laser melting technology using design of experiments method. *Innovative Developments in Virtual and Physical Prototyping: Proceedings of the 5th International Conference on Advanced Research in Virtual and Rapid Prototyping*, Leiria, Portugal, 28 September-1 October, 2011, 459.
- Baureiss, A., Scharowsky, T., Körner, C. 2014. Defect generation and propagation mechanisms during additive manufacturing by selective beam melting. *Journal of Materials Processing Technology*. 214, 2522-2528.
- Dai, K., Shaw, L. 2005. Finite element analysis of the effect of volume shrinkage during laser densification. *Acta Materialia*. 53 18, 4743-4754.
- Denlinger, E., Irwin, J., Michaleris, P. 2014. Thermomechanical modeling of additive manufacturing large parts. *Journal of the Manufacturing Science and Engineering*. 136, 1-8.
- Gong, H., Gu, H., Zeng, K., Dilip, J., Pal, D., Stucker, B., Christiansen, D., Beuth, J., Lewandowski, J. J. 2014. Melt pool characterization for selective laser melting of ti-6Al-4V pre-alloyed powder. *Solid Freeform Fabrication Symposium*.
- Holmberg, K., Laukkanen, A., Ghabchi, A., Rombouts, M., Turunen, E., Waudby, R., Suhonen, T., Valtonen, K., Sarlin, E. 2014a. Computational modelling based wear resistance analysis of thick composite coatings. *Tribology International*. 72 , 13-30.
- Holmberg, K., Laukkanen, A., Turunen, E., Laitinen, T. 2014b. Wear resistance optimisation of composite coatings by computational microstructural modelling. *Surface and Coatings Technology*. 247 , 1-13.
- King, W., Anderson, A., Ferencz, R., Hodge, N., Kamath, C., Khairallah, S., Rubenchik, A. 2015. Laser powder bed fusion additive manufacturing of metals; physics, computational, and materials challenges. *Applied Physics Reviews*. 2 4, 041304.
- Pang, S., Chen, W., Wang, W. 2014. A quantitative model of keyhole instability induced porosity in laser welding of titanium alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 45 6, 2808-2818.
- Roberts, I., Wang, C., Esterlein, R., Stanford, M., Mynors, D. 2009. A three-dimensional finite element analysis of the temperature field during laser melting of metal powders in additive layer manufacturing. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 49 12, 916-923.
- Sander, J., Hufenbach, J., Giebeler, L., Wendrock, H., Kühn, U., Eckert, J. 2016. Microstructure and properties of FeCrMoVC tool steel produced by selective laser melting. *Materials & Design*. 89 , 335-341.
- Sloane, N., Hardin, R. 2003. Gosset: A General-Purpose Program for Designing Experiments.
- Spierings, A., Herres, N., Levy, G. 2011. Influence of the particle size distribution on surface quality and mechanical properties in AM steel parts. *Rapid Prototyping Journal*. 17 3, 195-202.
- Su, X., Yang, Y. 2012. Research on track overlapping during selective laser melting of powders. *Journal of Materials Processing Technology*. 212 10, 2074-2079.
- Thijs, L., Kempen, K., Kruth, J., Van Humbeeck, J. 2013. Fine-structured aluminium products with controllable texture by selective laser melting of pre-alloyed AlSi10Mg powder. *Acta Materialia*. 61 5, 1809-1819.
- Tolochko, N. K., Arshinov, M. K., Gusarov, A. V., Titov, V. I., Laoui, T., Froyen, L. 2003. Mechanisms of selective laser sintering and heat transfer in ti powder. *Rapid Prototyping Journal*. 9 5, 314-326.

- VTT Technical Research Centre of Finland. ProperTune - Advanced computational modelling-based material design methodology. Retrieved from <http://www.vttresearch.com/services/smart-industry/factory-of-the-future-%282%29/vtt-proper tune%E2%84%A2-for-optimal-material-design>.
- Yadroitsev, I., Gusarov, A., Yadroitsava, I., Smurov, I. 2010. Single track formation in selective laser melting of metal powders. *Journal of Materials Processing Technology*. 210 12, 1624-1631.
- Yadroitsev, I., Krakhmalev, P., Yadroitsava, I., Johansson, S., Smurov, I. 2013. Energy input effect on morphology and microstructure of selective laser melting single track from metallic powder. *Journal of Materials Processing Technology*. 213 4, 606-613.
- Zeng, K., Pal, D., Stucker, B. 2012. A review of thermal analysis methods in laser sintering and selective laser melting. *Proceedings of Solid Freeform Fabrication Symposium* Austin, TX.

SLM process parameter optimization for H13 tool steel

T. Riipinen, A. Jokinen, P. Laakso, A. Revuelta, P. Puukko

Abstract - In this paper the optimization of input process parameters for Selective Laser Melting (SLM) using optimal Design of Experiments (DOE) method is reported. Optimal design approach is implemented along general Response Surface Methodology (RSM) techniques in order to determine the parameter window leading to optimal density for H13 tool steel parts. The studied process parameters are laser power, scanning speed and hatch distance. The optimization is done by manufacturing 50 test samples (1x1x1cm) for which porosity measurements are performed and a response surface is fitted to the measured density values. Also tensile test samples are printed from H13 powder in three directions for mechanical testing and with samples for microstructure observations. The build directions are horizontal, vertical and 45° relative to z-direction. The tensile test samples are tested in three conditions for each build direction; as manufactured condition, after stress relief annealing and after hardening and tempering procedure. The fracture surfaces of the tensile test samples are studied using Scanning Electron Microscopy (SEM) and the microstructure was studied with Optical Microscopy (OM) for separate samples. Using the optimal design approach and response surface methodology a parameter window for the process parameters leading to high density is established. This approach is found as cost effective as it requires only small amount of experiments. According to the tensile tests it is observed that the material is hard and brittle and the build direction affects the tensile strength of the material. The hardened and tempered samples have strength values comparable to those of conventionally manufactured part.

Keywords:

Selective Laser Melting, H13 tool steel, process parameter optimization, Design of Experiments, Mechanical properties

Introduction

There is an increased demand for metal parts with complex shapes and unconventional designs in the manufacturing industry that are difficult or even impossible to produce by conventional methods. Additive Manufacturing (AM) techniques answer to this demand by offering a high freedom for design that is unparalleled in the field. In die-casting insert production the industry is currently investing increasingly on small series production, where cost efficiency is critical. The inserts are made from hot work tool steels such as H13 that has high strength at elevated temperatures, ductility, toughness, creep strength, temper resistance and low thermal expansion [1]. SLM has shown promise as the manufacturing

method of choice for this application because parts built by SLM built parts require only little post processing before use and properties equivalent to those of conventionally produced parts can be attained.

Selective Laser Melting is an AM process where a high power laser is used to melt powder material layer by layer to create a solid part. [2] Each layer can have separate predefined input process parameters and the most significant parameters in relation to the density of the finished part are layer thickness, laser power, scanning speed and the geometric parameters of the core and edge domains such as hatch distance [3]. These values are typically provided by machine manufacturers but only for a limited number of materials. In order to build dense and crack free parts from less common powders, a well-defined set of process parameters is required. In this paper the SLM process parameter window leading to high density for processed parts is defined. The optimization is carried out by using optimal design approach for the experimental part and Response Surface Methodology for determining the range of process parameters resulting in optimal response values (density). Using parameters within the determined parameter window three sets of samples are built for tensile testing and microstructure observations.

Prior to our work, the approach of using DOE for SLM process optimization was reported by Averyanova et al. [4]. They determined the optimal range of process parameters for 17-4 steel powder in three steps including single track experiments and optimization tests. For determining the optimal process parameters the authors proposed a complex objective function describing the shape of the track. G. Miranda, et al. [5] studied the influence of SLM process parameters on density, hardness and shear strength of 316L stainless steel by using predictive models. Their experimental work demonstrates that predictive models are useful in evaluating the influence of independent process variables on different material properties for SLM. The AM markets in areas such as aerospace and tooling applications are developing rapidly while new markets keep emerging. There is a growing interest towards AM parts with special properties that has made the prospect of using new and hybrid materials attractive. The industry is taking advances in using materials such as refractory metals for AM part production that are

hard to manufacture with conventional methods. [6] For these reasons a fast and systematic approach to define parameters will become increasingly important. The amount of experiments required for optimization should be minimized to increase the speed and efficiency of the optimization process. Optimization leads to improvements in productivity which is a subject of major interest in the field.

Studies on the applicability of SLM for tool steel materials have been done on molybdenum based M2 high-speed steel [7, 8, 9], chromium based H13 hot-working steel [10, 11, 12, 13], Fe85Cr4Mo8V2C1 steel [14] and cold-work tool steel X110CrMoVA18-2 [15]. Density of SLM processed H13 tool steel parts has been a subject of research in the literature and parts with relative densities of 84% [11] and 90% [12] have been reported. High density (99,99%.) samples were produced from Fe85Cr4Mo8V2C1 tool steel by Sander, et al. [14] after conducting screening test for the optimal process parameters. The approach of re-melting the powder layers to increase the density of M2 tool steel samples was successfully used by Kempen, et al. [7]. Mechanical strength and microstructure of horizontally and vertically SLM built H13 samples was studied by Holzweissig, et al. [10]. The tensile specimen built vertically exhibited higher elongation at fracture ($A=2-2,5\%$) and better ultimate tensile strength ($R_m=1550-1650$ MPa) values compared to the horizontally built samples ($R_m=1150-1275$ MPa, $A=1,5\%$). The as built specimen contained retained austenite the fraction of which decreased during tensile tests due to transformation of retained austenite to martensite during load.

The SLM process is characterized by high melting and solidification rates and challenges arise from the difficulty of controlling the material properties via changing the process parameters. In SLM the selected process parameters all affect the energy absorption and heat-transfer phenomena making it a very complex process. The SLM processed tool steels are reported typically to have a cell like microstructure with elongated substructure [8] and a retained austenite phase as a result of rapid cooling [10]. The rapid melting and cooling (over 10^3 K/s) result in high thermal gradients [8], which lead to large thermal stresses that can induce crack formation. The thermal stress concentration and consequently the crack formation in the material can be reduced by pre-heating the substrate plate as observed in experimental studies with tool steels [7, 8, 14].

Experimental

Materials

Commercial gas atomized H13 powder supplied by SLM Solutions GmbH was used in the production of the samples. The powder was spherical in shape as is shown by the image taken with SEM (Fig. 1). The particle size distribution (Fig. 2) was determined using Malvern laser diffraction analysis equipment. The particle size distribution can be presented using $D_{(x)}$ values that indicate the percentual volume fraction (x) below particle size D . The $D_{(10)}$, $D_{(50)}$, and $D_{(90)}$ values were measured as 22 μm , 33 μm and 50 μm respectively. The spherical shape and relatively narrow particle size distribution resulted in good flowability, which is essential for even powder distribution during the build process. The nominal chemical composition of the powder is shown in Table 1. Before processing with SLM the powder was dried at 50°C for approximately 12h. The samples were built using SLM 125 HL machine, which has a fiber laser with maximum power output of 400W. The build chamber was filled with argon gas (purity level 99,996 %) before operation and constant gas flow of 1,5 l/min was used during the experiment. Oxygen content in the build chamber was maintained at approximately 0,1 vol% during the process. The heated S235 structural steel substrate was held at 200°C during the process to reduce the thermal gradient and the resulting thermal stresses in the material. The substrate plate functioned as a heatsink to allow heat to conduct away from the built parts and powder. A powder layer thickness of 30 μm was used for the experiments. The process parameters were set different for the core and the edge of the part to improve the surface quality and increase build speed [16].

Fe	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	Cu	P	Si	Ni	O
Bal.	0,410	0,420	1,060	5,000	0,040	1,340	0,990	0,010	0,008	0,006	0,050	0,020

Table 1 Nominal chemical composition of the gas atomized H13 powder (values in wt.%)

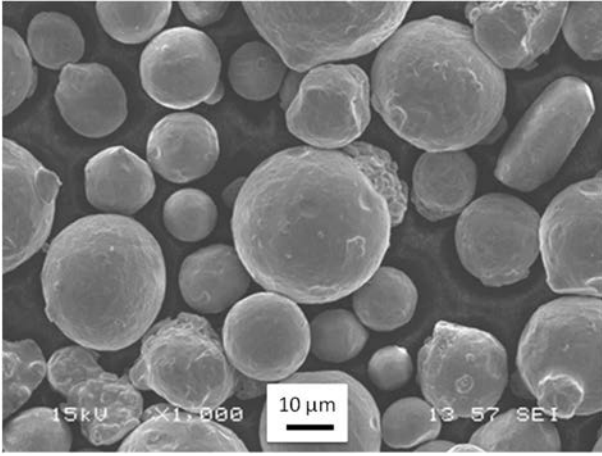


Fig. 1. SEM image of the gas atomized H13 powder showing the morphology.

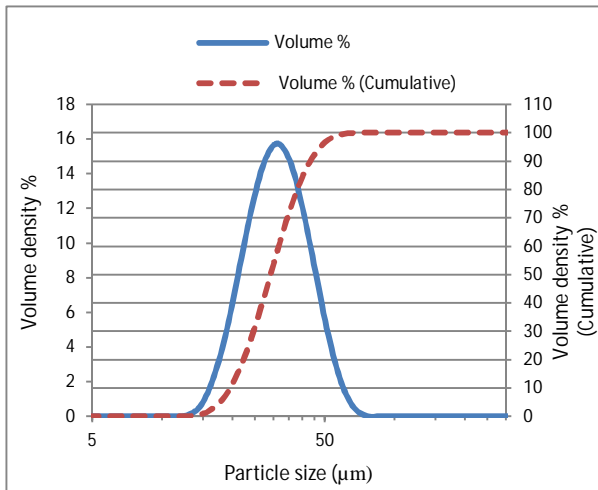


Fig. 2 Volume density of H13 powder in as-atomized state.

Density optimization

An important factor in designing optimal process conditions for SLM is the Volume Energy Density (VED). It is the energy delivered by the laser in the component per volume of processed material and is written as

$$VED = \frac{P}{v \cdot h \cdot t} \quad (1)$$

Where P is laser power, v is scanning speed, h is hatch distance and t is layer thickness. [17] Since the shape and the quality of the forming melt pool is strongly

dependant on the VED, a material specific optimal range of VED values should be determined for each material [18]. If the energy density is too low the powder material will not melt sufficiently resulting in porous structure but too high VED values result in non-optimal track geometry and increase to likelihood of vaporization.

Based on experimental research found in the literature [19], an operating range of $50 \text{ J/mm}^3 - 100 \text{ J/mm}^3$ for volume energy densities was chosen as a constraint for the DOE. The minimum and maximum values defined the confined window of experimentation within the operability region. The parameter combinations for the design of experiments were calculated for two sets of 25 samples as that was the maximum amount that could be fitted on the substrate plate. For the first set the hatch distance and scan velocity were the variables for the response function and scan speed and laser power for the second. For the first set the power was kept constant at 175 W and for the second set the hatch distance was kept constant at 0,1 mm. In the experimental designs the hatch distance, scan speed and laser power values ranged between $90\mu\text{m} - 150\mu\text{m}$, $400 \text{ mm/s} - 1200 \text{ mm/s}$ and $100 \text{ W} - 300 \text{ W}$. Based on these constraints, a D-optimal design was created using Gosset [20] with a full quadratic polynomial equation as the candidate fitting function.

Separate samples were printed for microstructure observations and which was studied by optical microscopy referred to as OM samples later in this paper. The ground and polished samples were investigated using optical microscope and the porosity was measured using Fiji image analysis. The image analysis is based on thresholded black vs. white pixels where the ratio of dark and white areas of an image is calculated giving the porosity value. The hardness of the samples was measured in horizontal and vertical directions using Rockwell C with a load of 150 kg.

Mechanical properties

The tensile test specimens and the OM samples were built using optimal process parameters. The hatch distance, scan speed and power values for the samples were 0,12 mm, 550 mm/s and 150 W. The width and

thickness of the tensile test samples were 8mm and 5mm and the gauge length was 30mm. Three sets of nine tensile test samples were built, one set parallel, perpendicular and in 45° angle relative to the z-direction. The OM samples were built with long side in the z-direction. Two sets of nine tensile test specimens and the optical OM were heat-treated after the SLM processing. The hardening and tempering heat-treatments are necessary for applications that have high hardness requirements. The objective was to study the effect of heat-treatments on the mechanical properties compared to the samples in as-manufactured condition. Nine tensile test samples and one OM sample were stress relief annealed by heating up to 650°C in two hours, holding at 650°C for two hours and cooling in furnace to room temperature. The other nine samples and one OM sample were stress relief annealed as described above and also hardened and tempered. The hardening was carried out by heating the samples to 1030°C, holding for 30 min and then quenching in oil (50°C). After quenching the samples were tempered twice at 400°C for 2 hours and cooled in air. Nine samples were kept in as built condition. The samples were removed from the substrate after the stress-relief heat-treatments and also the support structures were removed. The Surfaces were left in as manufactured condition.

The tensile tests were carried out at room temperature using constant strain rate of $5 \cdot 10^{-5}$ /s. After testing the fracture surfaces were inspected with SEM to study the type of fracture phenomenon present. The hardness was measured for the samples in parallel and perpendicular directions. The OM samples were cut from the rectangular prism shaped parts in x, y and z – directions for so that the microstructure could be studied from different directions. The samples were ground, polished and etched to reveal the microstructure.

Results and discussion

A total of 50 cubic samples were built based on the output of the DOE. A set of SLM built DOE samples, tensile test specimen and the OM samples are presented in Fig. 3. The hatch distance and scanning speed were varied for the first set of 25 DOE samples. The results of the image analysis revealed that the porosity ranged from 6,4% to 0,07 %. The porosity values for the second set, where scan speed and power were changed, ranged from 16% to 0,08 %. By comparing the porosity data to the process parameters a rough estimate could be made that in the first set of

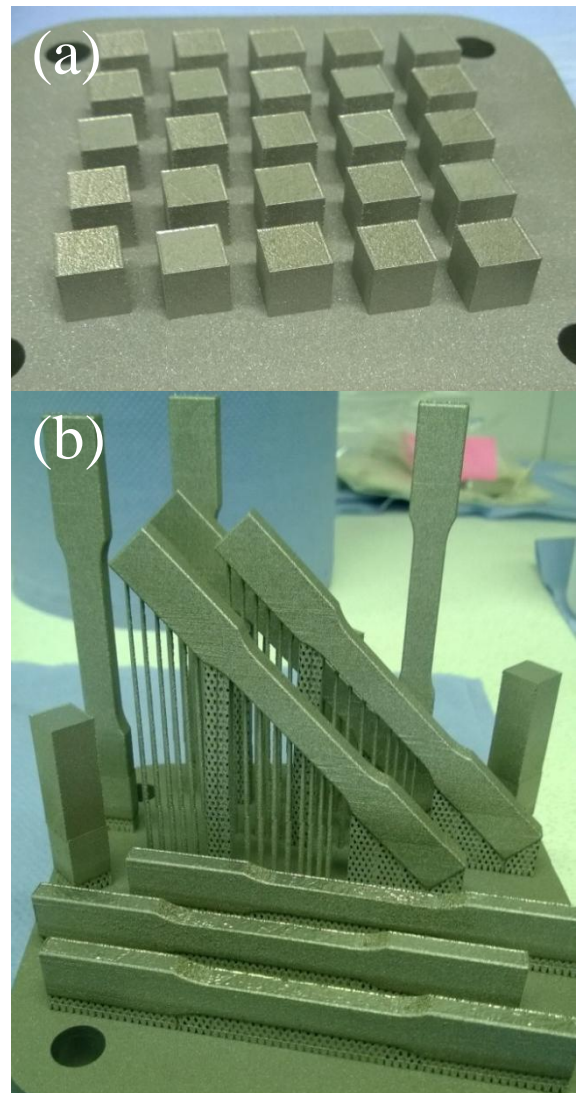


Fig. 3. a) 25 cubic samples built on SLM with varying combinations of scan speed and hatch distance values, b) tensile test and optical microscopy specimen.

samples the lowest porosity values (<0,1%) were achieved with VED values roughly above 80 J/mm^3 . However if the hatch distance was too high (>0,12 mm) the porosity increased. For the second set of samples the same correlation between low porosity and VED was observed as with the first set but only with laser power values that exceeded 100 W.

Based on the measured density of the experimental set, quadratic polynomial response surfaces were fitted. Contour plot of the fitted values and the parameters of the DOE samples can be seen from Fig. 4 and Fig. 5. The contour only represent 2D planes in a 3D space and can only be used as a guideline when process

parameters outside the range of measured values are considered. The information of process parameters and corresponding densities visualized by the contour plots can be used to estimate upper limits of build rate within the accepted density range.

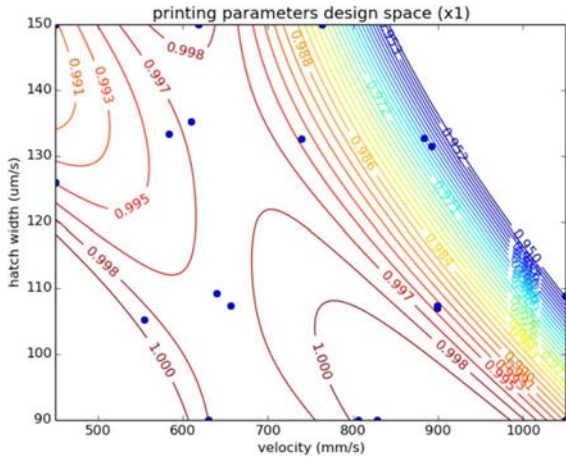


Fig. 4. Density contour plot with hatch distance and scan speed as process variables (Power = 175 W)

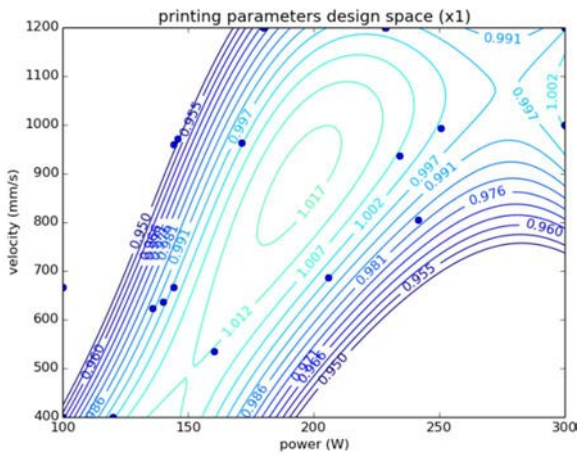


Fig. 5. Density contour plot with scan speed and power as process variables (Hatch distance = 0,1mm)

The results of the tensile and hardness tests are presented in Table 2. The yield and tensile strength values were lowest for the samples in as-manufactured condition. The horizontal build direction resulted in the lowest strength values. The elongation at fracture was low for all samples (< 2%), but lowest for the 45° samples. The hardness was 55 HRC both parallel and perpendicular to BD. For the stress relieved samples the situation was opposite, as the highest yield and tensile strength were obtained for samples built horizontally. The strength values increased after stress

relief anneal and elongation at fracture values more doubled compared to the as-manufactured samples. The elongation was highest for vertically built samples. The stress relieved samples had hardness values of 46 HRC. The quenched and tempered samples had the highest yield and tensile strength values but low elongation at fracture. The hardness was same as for the as-manufactured samples. The vertically built samples had the highest strength values. The yield strength, tensile strength and hardness values are similar to the mechanical properties of a traditionally manufactured H13 tool steel. One crucial difference is the elongation at fracture which is significantly lower for the SLM built samples. From SEM observations of the tensile test specimen fracture planes it was found that the fracture was brittle in nature and some regions were incompletely melted (**Error! Reference source not found.**).

Table 2. Mechanical properties of SLM fabricated H13 tool steel tensile test specimen.

H13 tool steel (1,2344)	Yield strength Rp0,2 (MPa)	Tensile strength Rm (MPa)	Elongation A (%)	Hardness HRC
As-manufactured				
Horizontal	784	1333	1,8	55
45°	957	1474	1,4	
Vertical	963	1553	1,9	55
Stress relieved				
Horizontal	1232	1438	4,4	46
45°	1214	1432	4,7	
Vertical	1166	1380	7,7	46
Hardened and tempered				
Horizontal	1553	1612	1,2	55
45°	1570	1589	1,2	
Vertical	1633	1714	1,1	55
Reference: Uddeholm Orvar Supreme [21, 22]	1520*	1820*	12[22]	52*

* Reference values at room temperature

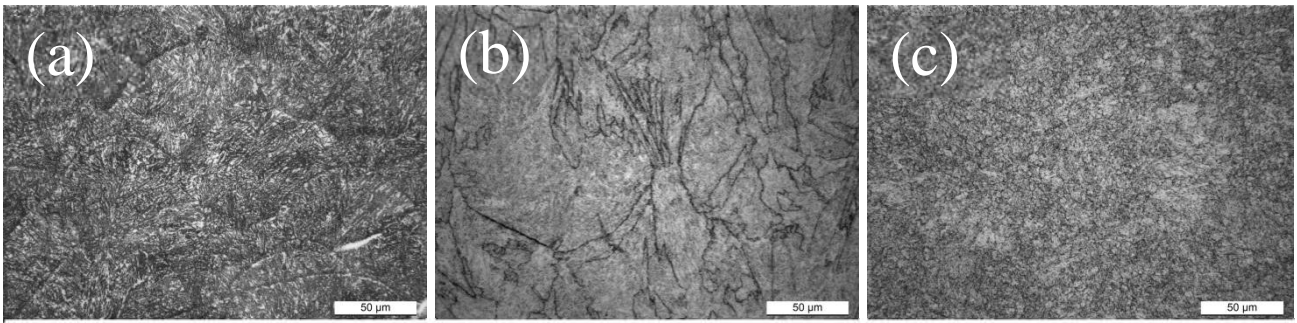


Fig. 7. Optical images (50x magnification) of etched H13 samples; a) in as-manufactured state, b) after stress relief anneal and c) after hardening and tempering. The samples shown were cut along y-direction.

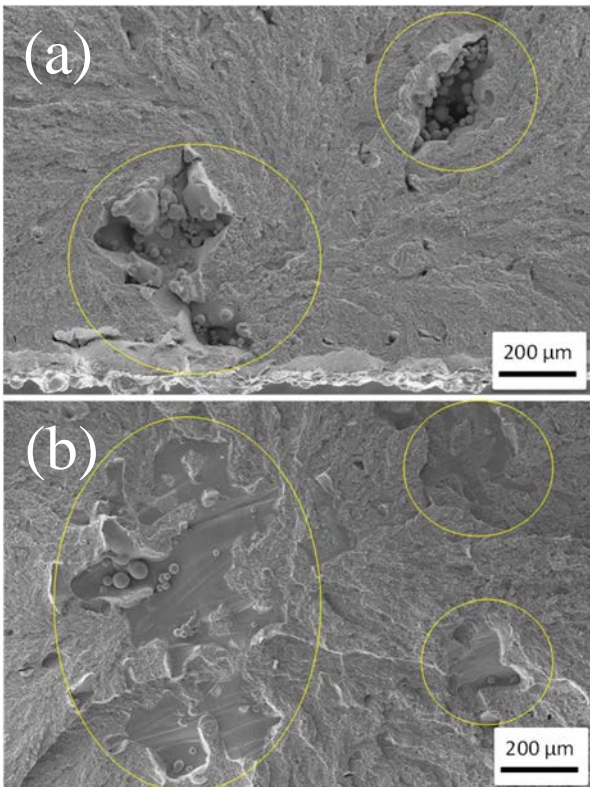


Fig. 6. SEM images of fracture planes after tensile tests showing; a) unmelting particles and b) unmelted surface (yellow circles).

The SEM analysis revealed micro cracks in the material that likely functioned as initiation points for fractures. The unmelted areas were in some places hundreds of micrometers wide. Although the power and scanning speed parameters of the tensile specimens fit in the region of high density in process parameter space (Fig. 5), the hatch distance (0,12mm) was slightly outside this range (Fig. 4). The reason behind the occurrence of the unmelted areas might be insufficient overlap of adjacent melt tracks during processing. Also the possible inconsistency of the spread powder layer during processing could have had an effect on the incidence of pores.

The microstructure observations of the as-manufactured OM samples revealed a fine cellular microstructure where the shape of the solidified melt tracks can be seen clearly (Fig. 6 a). This type of microstructure is a result of rapid melting and solidifying as has been observed in the literature [10]. The stress relief annealed sample (Fig. 6 b) showed a similar grain structure, but the melt track borders were no longer visible. The increase in yield strength due to absence of internal stresses compared to the as-manufactured sample is evident. The lower hardness values indicate the formation of tempered martensite. The hardened and tempered sample (Fig. 6 c) had a fine grained uniform microstructure and strength and hardness values similar to that of conventionally manufactured H13 tool steel.

Summary and Conclusions

Optimal design of experiments was used for the optimization of SLM process parameters (hatch distance, laser power and scanning speed) for H13 tool steel powder with the experiments designed for two sets of 25 samples. Porosity values of the samples were measured from optical images using image analysis. The measured densities were compared to the density values obtained from the fitted polynomial equation. Response Surface Methodology was used to create 2D contour plots representing the approximate density resulting from different process parameter combinations. Process parameters found within the optimal range resulted in parts with relative densities as high as 99,93 % and DOE was found to be an effective method for limiting the number of experiments required for process parameter optimization. The defined parameter window can be used to explore high build rates while maintaining optimal density in finished parts, making the process more cost-efficient.

Tensile test and optical microscopy specimen were built on the SLM machine with process parameter values found within the optimal parameter window defined with DOE. The results of the tensile tests and hardness measurements indicate that the material is hard and brittle in as-manufactured state and after hardening and tempering heat-treatments the strength and hardness values were similar to those of the conventionally manufactured material. Build direction was found to have an effect on the mechanical properties of the SLM built parts. The vertical build direction resulted in highest yield strength for the samples in as-manufactured state and after hardening and tempering procedure. The brittle behaviour was attributed to internal defects such as small cracks and unmelted regions by fracture surface analysis with SEM.

References

1. Davis, J. R. *ASM Specialty Handbook: Tool Materials*. ASM international, 1995.
2. Gu, D. *Laser Additive Manufacturing of High-Performance Materials*. Springer, 2015.
3. Tsopanos, S., et al. *The Influence of Processing Parameters on the Mechanical Properties of Selectively Laser Melted Stainless Steel Microlattice Structures*. Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2010, vol. 132, no. 4. pp. 041011.
4. Averyanova, M., et al. *Optimization of Selective Laser Melting Technology using Design of Experiments Method*. CRC Press, 2011.
5. Miranda, G., et al. *Predictive Models for Physical and Mechanical Properties of 316L Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting*. Materials Science and Engineering: A, 2016.
6. Huang, Y., et al. *Additive Manufacturing: Current State, Future Potential, Gaps and Needs, and Recommendations*. Journal of Manufacturing Science and Engineering, 2015, vol. 137, no. 1. pp. 014001.
7. Kempen, K., et al. *Lowering Thermal Gradients in Selective Laser Melting by Pre-Heating the Baseplate*. , 2013.
8. Liu, Z., et al. *Crystal Structure Analysis of M2 High Speed Steel Parts Produced by Selective Laser Melting*. Materials Characterization, 2013, vol. 84. pp. 72-80.
9. Badrossamay, M.; and Childs, T. *Further Studies in Selective Laser Melting of Stainless and Tool Steel Powders*. International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2007, vol. 47, no. 5. pp. 779-784.
10. Holzweissig, M. J., et al. *Microstructural Characterization and Mechanical Performance of Hot Work Tool Steel Processed by Selective Laser Melting*. Metallurgical and Materials Transactions B, 2015, vol. 46, no. 2. pp. 545-549.
11. Xie, J., et al. *Effect of Direct Laser Re-Melting Processing Parameters and Scanning Strategies on the Densification of Tool Steels*. Journal of Materials Processing Technology, 2005, vol. 170, no. 3. pp. 516-523.
12. Akhtar, S., et al. *Direct Selective Laser Sintering of Tool Steel Powders to High Density: Part B-the Effect on Microstructural Evolution*. , 2003.
13. Childs, T.; Hauser, C. and Badrossamay, M. *Selective Laser Sintering (Melting) of Stainless and Tool Steel Powders: Experiments and Modelling*. Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture, 2005, vol. 219, no. 4. pp. 339-357.
14. Sander, J., et al. *Microstructure and Properties of FeCrMoVC Tool Steel Produced by Selective Laser Melting*. Materials & Design, 2016, vol. 89. pp. 335-341.
15. Feuerhahn, F., et al. *Microstructure and Properties of Selective Laser Melted High Hardness Tool Steel*. Physics Procedia, 2013, vol. 41. pp. 843-848.
16. Schleifenbaum, H., et al. *Individualized Production by Means of High Power Selective Laser Melting*. CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology, 2010, vol. 2, no. 3. pp. 161-169.
17. Gu, H., et al. *Influences of Energy Density on Porosity and Microstructure of Selective Laser Melted 17-4PH Stainless Steel*. , 2013.
18. Gong, H., et al. *Melt Pool Characterization for Selective Laser Melting of Ti-6Al-4V Pre-Alloyed Powder*. , 2014.
19. Spierings, A.; Herres, N. and Levy, G. *Influence of the Particle Size Distribution on Surface Quality and Mechanical Properties in AM Steel Parts*. Rapid Prototyping Journal, 2011, vol. 17, no. 3. pp. 195-202.
20. Sloane, N.; and Hardin, R. Gosset: A General-Purpose Program for Designing Experiments, 2003.
21. Uddeholm. *Orvar Supreme H13 Tool Steel Data Sheet*. , 2013 Available from: <http://www.uddeholm.com/files/PB_orvar_supreme_english.pdf>.
22. Uddeholm. *Uddeholm Orvar Supreme H13 Tool Steel Mechanical Properties*. Available from: <http://www.uddeholm.fi/files/mekaaniset_ominaisuudet_uddeholm_orvar_48...50.pdf>.