Bei diesem Beitrag handelt es sich um einen wissenschaftlich begutachteten und freigegebenen Fachaufsatz („reviewed paper“).

doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89

Analyse der Feuchtigkeitsaufnahme und -abgabe von PA12-Pulver für das Selektive Lasersintern

Dynamik der Wasseraufnahme von PA12-Pulver

M. Becker, M. Krichenbauer, S. Höhn, P. Springer

ZUSAMMENFASSUNG Die additive Fertigung von Kunststoffen, insbesondere das selektive Lasersintern (SLS), steht vor der industriellen Serienfertigung. Die Pulveraufbereitung spielt dabei eine entscheidende Rolle. Ein ungelöstes Problem ist die Befeuchtung des Pulvers, um die elektrostatische Aufladung zu reduzieren. Klare Richtlinien fehlen bisher. Diese Forschungsarbeit analysiert das Feuchtigkeitsverhalten von PA12, betrachtet Feuchtigkeitsaufnahme und -abgabe sowie deren Einfluss auf Pulvereigenschaften und den Druckprozess.

STICHWÖRTER

Additive Fertigung, Rapid Prototyping, Kunststoffe

Analysis of the moisture behaviour of PA12 powders for selective laser sintering (SLS)

ABSTRACT Additive manufacturing of plastics, in particular selective laser sintering (SLS), is on the point of industrial series production. Powder preparation plays a critical role in it. An unsolved problem is the humidification of the powder to reduce electrostatic charging. Clear guidelines are still missing. This research project analyses the moisture behaviour of PA12, looks at moisture absorption and release and their influence on powder properties and the printing process.

1 Einleitung

1.1 Motivation

Beim selektiven Lasersintern (SLS) werden Bauteile aus Kunststoffpulver hergestellt. Die Eigenschaften der resultierenden Bauteile werden maßgeblich vom eingesetzten Pulver beeinflusst. Zusätzlich können Umweltfaktoren wie Temperatur und Luftfeuchtigkeit den Druckprozess positiv oder negativ beeinflussen. Um eine industrielle Fertigung hochwertiger und gleichbleibender Kunststoffkomponenten mittels SLS zu erreichen, ist ein tiefgreifendes Verständnis spezifischer Prozessdetails erforderlich, was für potenzielle Anwender eine erhebliche Einstiegshürde darstellt [1, 2].

Die Firma EOS GmbH (Electro-Optical Systems), stellt SLS-Anlagen her und vertreibt Kunststoffpulver. Zusätzlich beinhaltet das Sortiment Anlagentechnik für die Pulveraufbereitung, wie die „Mixing & Qualification Station“ (MQS). Sie bietet die Möglichkeit, das Pulver aktiv mittels eines Befeuchtungsmodul zu befeuchten [3]. Dies steht im Gegensatz zu Erfahrungen in anderen Kunststoffverarbeitungsbereichen wie dem Spritzguss, in dem Kunststoffgranulate vor der Verarbeitung getrocknet werden [4]. Zudem wird von der Firma EOS GmbH sowie in der VDI-Richtlinien 3405 empfohlen, die Polyamid-12/11 (PA 12/11)-Pulver vor der Verarbeitung in einem offenen Behälter bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 40–60 % zu lagern [5, 6].

In wissenschaftlichen Untersuchungen liegen nur wenige Informationen zu Lagerung, Feuchtigkeitsaufnahme und -abgabe von Polyamid-12 (PA12)-Pulver im SLS-Prozess vor.

1.2 Ziel

Das Ziel dieser Studie ist es, das Verständnis zum Einfluss der Materialfeuchte auf die Fließeigenschaften eines PA12-Pulvers, das im selektiven Lasersintern verwendet wird, zu vertiefen. Dabei sollen Untersuchungen zur Aufnahme und zur Abgabe von Feuchtigkeit des Pulvers unter verschiedenen Umgebungsbedingungen und über die Zeit durchgeführt werden. Außerdem soll mittels Materialanalysen eine Verbindung zwischen dem Feuchtigkeitsgehalt und den Fließeigenschaften des Pulvers hergestellt werden.

2 Stand der Technik: Verfahren und Materialien

Das folgende Kapitel geht auf die Grundlage des verwendeten Materials und die Gründe für dessen Auswahl ein. Außerdem werden die Mechanismen des Feuchtigkeitsverhaltens von Polyamiden (PA) beschrieben.

2.1 Polymere im selektiven Lasersintern (SLS)

Beim selektiven Lasersintern werden derzeit hauptsächlich Pulver aus PA eingesetzt, obwohl auch andere Polymere wie etwa Polypropylen (PP), Polyetherketone (PEEK/PEKK) und Polyphenylensulfid (PPS) verfügbar sind. Auch thermoplastische Elastomere (TPE) haben nach PA einen nennenswerten Anteil: Trotz der vorhandenen Vielfalt an verfügbaren SLS-Werkstoffen sind lediglich 30 % der angebotenen Materialien keine Polyamide. Tatsächlich besteht der Großteil des Materialverbrauchs, etwa 90 %,

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - CC BY

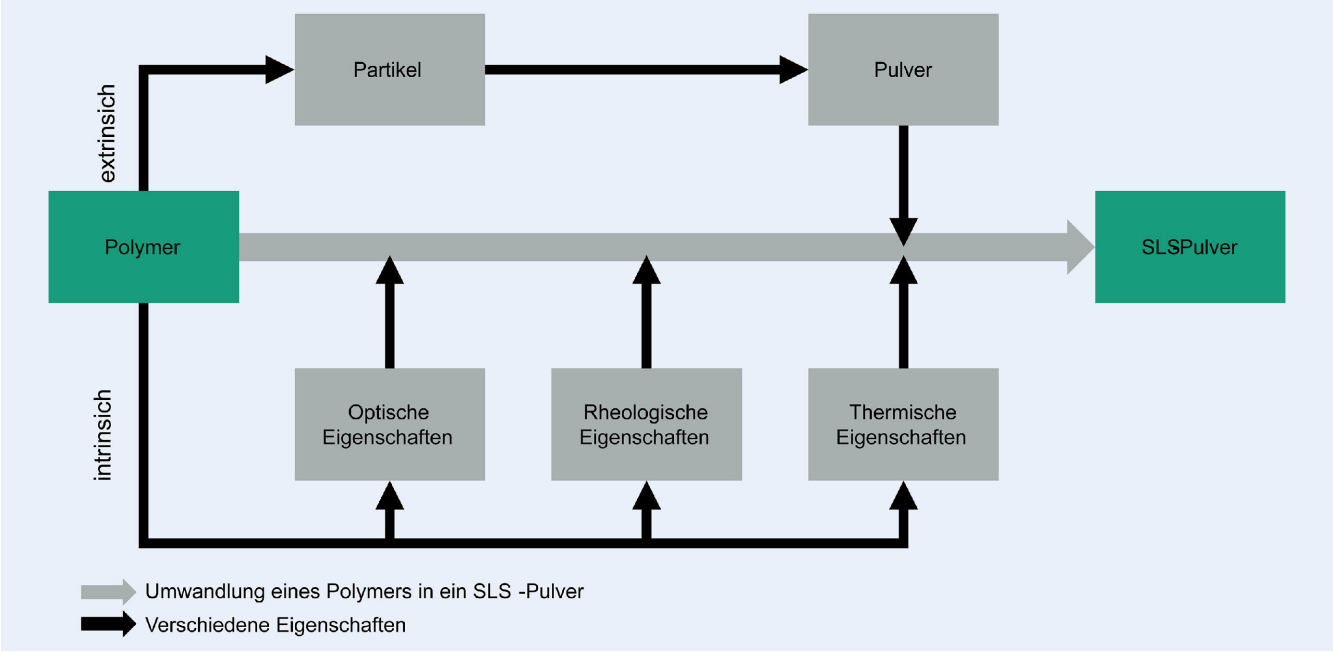


Bild 1. Schlüsseleigenschaften von SLS (selektives Lasersintern)-Polymeren. *Grafik: Fraunhofer IPA nach [1]*

aus PA12. Das bedeutet demnach, dass etwa 90 % der in der SLS-Branche hergestellten Teile aus PA12 bestehen [1].

Damit ein Polymer den Anforderungen im SLS-Bereich entspricht, muss es bestimmte Eigenschaften aufweisen. Diese lassen sich in intrinsische (optische, rheologische und thermische) und extrinsische Eigenschaften (Partikel und Pulver) unterteilen. Die intrinsischen Eigenschaften sind meistens von der molekularen Struktur abhängig und können von außen nur schwer beeinflusst werden. Extrinsische Eigenschaften hingegen werden maßgeblich durch den Herstellungsprozess oder andere vorgelagerte Prozesse beeinflusst [1]. **Bild 1** zeigt dies schematisch auf.

Die intrinsischen Eigenschaften können auch durch Zugabe von Additiven und Füllstoffen verändert werden. Im Fall von PA12 handelt es sich hauptsächlich um Fasern, Metallpulver und Glaskugeln [1, 2].

2.2 Einfluss von Feuchtigkeit auf Polyamide / Polyamidpulver

Feuchtigkeit wird in Kunststoffpulvern unterschiedlich aufgenommen. In den folgenden Abschnitten werden die möglichen Arten beschrieben.

2.2.1 Absorption von Wasser

Bei der Absorption von Wasser werden Wassermoleküle über chemische Bindungen (Hauptvalenzbindungen oder Atombindungen) in den Polyamidketten gebunden. Bei Temperaturen über der Glasübergangstemperatur und in Anwesenheit von Wasser findet eine Spaltung der Ketten und Verringerung der Molmasse statt. Die Polykondensation erfolgt rückwärts und ein Wassermolekül kann gebunden werden. Die so entstehende Verkürzung der Ketten wird als hydrolytischer Abbau oder Hydrolyse bezeichnet. Zusätzlich können bereits gespaltene Ketten weiter aufgebrochen werden.

Gleichzeitig tritt neben der Hydrolyse auch Nachkondensation auf, bei welcher bereits entstandene Polyamidketten zu längeren Ketten verbunden werden. Diese wird durch gesteigerte Kettenbeweglichkeit, kürzere Kettenlängen bedingt durch die Hydrolyse, Absenkung der Viskosität durch Wasser und höhere Temperaturen begünstigt. Beide Prozesse laufen parallel ab, bis ein Gleichgewichtszustand erreicht ist [7, 8].

2.2.2 Adsorption von Wasser

Die Fließeigenschaften von Kunststoffpulvern werden von den Haftkräften zwischen den Partikeln bestimmt. Diese Haftkräfte können in zwei Gruppen eingeteilt werden, je nachdem ob stofflicher Kontakt zwischen den Partikeln besteht oder nicht. Die zweite Gruppe von Haftkräften entsteht ohne stofflichen Kontakt und basiert auf physikalischen Anziehungskräften, vor allem auf Nebenvalenzbindungen. Werden Wassermoleküle über physikalische Effekte (Nebenvalenzbindungen) gebunden, spricht man von Adsorption von Wasser. Im Falle von PA geschieht dies über die Polaritäten in den Amidgruppen und der Wassermoleküle.

Über eine spezielle Art der Nebenvalenzbindung, der Wasserstoffbrückenbindung, können Wassermoleküle gebunden werden. Die Anwesenheit von Wasser schwächt diese Bindungen ab und beeinträchtigt somit die Fließeigenschaften [1, 9, 10].

2.2.3 Adhäsion von Wasser

Wasser kann auch durch die eigene Oberflächenspannung an PA „gebunden“ werden. Dies ist überwiegend bei PA in Pulverform von Bedeutung, da hier eine große Oberfläche vorhanden ist, an der das Wasser haften kann. Beim Vorhandensein von Flüssigkeitsbrücken zwischen den Partikeln, insbesondere bei feuchtem Pulver, treten mechanische Kräfte in Erscheinung, die die Fließeigenschaften beeinflussen. **Bild 2** veranschaulicht eine solche Flüssigkeitsbrücke zwischen zwei Partikeln.

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - (cc) BY

2.2.4 Auswirkungen auf die Eigenschaften und Prozessgrößen

Die mechanischen Eigenschaften von Bauteilen aus dem SLS-Verfahren werden maßgeblich durch die intermolekularen Bindungskräfte und die Flexibilität der Ketten beeinflusst. Niedrigere Bindungskräfte führen zu einer Abnahme von Zug- und Biegefestigkeit, während die Bruchdehnung aufgrund erhöhter Flexibilität zunimmt. Festigkeit, Steifigkeit und Härte nehmen ab, während die Zähigkeit steigt [7, 8].

Veränderungen der Fließeigenschaften haben direkten Einfluss auf den Fertigungsprozess, da eine gleichmäßige Verteilung der Pulverschicht und eine glatte Oberfläche für das Auftragen der Pulverschicht im Druckprozess entscheidend sind. Änderungen dieser Eigenschaften, etwa durch Feuchtigkeitsaufnahme, können das Druckergebnis beeinträchtigen [1].

Durch die verringerten Kettenlängen und intermolekularen Bindungen sinkt die Viskosität, auch im Schmelzzustand. Die Glasübergangstemperatur nimmt mit zunehmender Feuchte rapide ab [11]. **Tabelle 1** zeigt beispielhaft den Abfall der Glasübergangstemperatur von trockenem über feuchtem bis hin zu nassem Zustand des verwendeten Materials PA6 nach [7].

3 Material und Vorgehensweise

3.1 Brabender "Aquatrac"

Das genutzte Feuchtigkeitsmessgerät ist speziell für Kunststoffgranulat entwickelt und basiert auf dem Messprinzip der Taupunktmessung. Durch Temperatur und Vakuum verdunstet das in der Probe enthaltene Wasser. Aus dem Taupunkt und der Gastemperatur errechnet die Aquatrac-Station die absolute Menge an Wasser im Messsystem. Der prozentuale Wassergehalt der Probe wird dann automatisch aus der Einwaage ermittelt [12].

Das System besteht aus zwei Kammern: einer Mess- und einer Probenkammer. Während die Messkammer evakuiert wird, bleibt die Probe in der Probenkammer bei einer konstanten Temperatur. Dieser Schritt ist je nach Dauer der Evakuierung zeitlich verschieden. Nach Stabilisierung des Taupunkts werden die beiden Kammern für 2 Sekunden verbunden und anschließend auf die Messtemperatur gebracht. Es folgt eine erneute Evakuierung der Messkammer, bis der Taupunkt nicht weiter sinkt.

Danach wird die Probenkammer wieder mit der Messkammer verbunden und der entstehende Wasserdampf zirkuliert im System. Währenddessen wird der Taupunkt gemessen, bis ein Abbruchkriterium erreicht ist. Abschließend wird der Wassergehalt anhand des Taupunkts und der Messtemperatur berechnet.
Technische Daten des Messgeräts nach Angaben vom Hersteller:

- Messbereich 0,0001–15 % H_2O (relativ)/0,01–15 mg H_2O (absolut)
- Auflösung 0,01 mg/1 ppm/0,0001 % H_2O

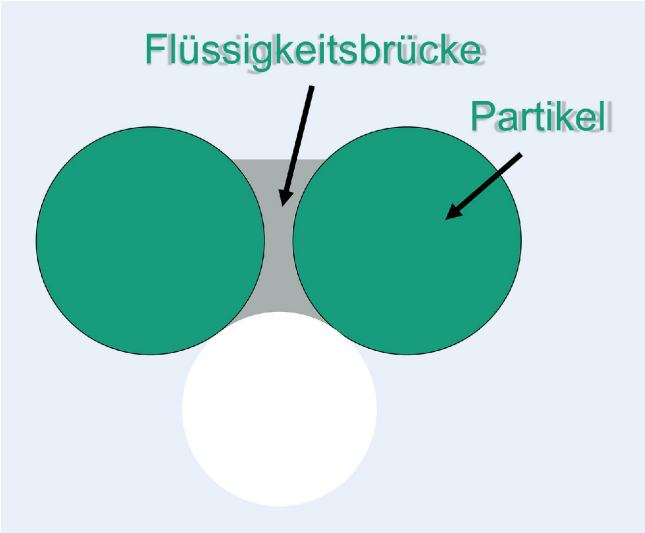


Bild 2. Flüssigkeitsbrücke zwischen zwei Partikeln.
Grafik: Fraunhofer IPA nach [9]

- Messabweichung ±1 % vom Messbereich
- Wiederholabweichung ca. ±1 % vom Messbereich

Technische Daten der Waage für die Einwaage der Proben

- Wägebereich 120 g
- Ablesbarkeit 0,1 mg
- Reproduzierbarkeit 0,1 mg
- Linearität 0,2 mg

3.2 Memmert Klimakammer "HPP IPP Plus"

Die Klimakammer HPP IPP Plus der Firma Memmert GmbH + Co. KG wurde verwendet, um die Pulver für die Experimente vorzubereiten. Diese Kammer kann Temperaturen von bis zu 70 °C erreichen und auf 5 °C abkühlen, während die Luftfeuchtigkeit durch einen Verdampfer und ein Peltier-Modul im Bereich von 10 % bis 90 % relativer Feuchtigkeit eingestellt werden kann.

3.3 Bettersize Instruments "PowderPro A1"

Das Gerät PowderPro A1 der Firma Bettersize Instruments Ltd. wurde speziell für die Messung von Pulverfließeigenschaften entwickelt. Zu den Messmethoden gehören Schüttwinkel, Kollapswinkel, Differenzwinkel, Schüttdichte, Klopfdichte, Komprimierbarkeit und Kohäsivität. Die Komprimierbarkeit wird als berechneter Wert aus Schüttdichte und Klopfdichte ermittelt, was dem Hausnerfaktor entspricht. Die Kohäsivität wird durch Siebung mit drei verschiedenen Maschenweiten bestimmt. Dabei wird das Gewicht der zugeführten Menge sowie der Siebe vor

Tabelle 1. Einfluss des Wassergehalts auf die Glasübergangstemperatur bei PA 6 nach [5].

Zustand	Umgebung	Wassergehalt [Gew.-%]	Glasübergangs-temperatur PA6 [°C]
Trocken	Keine	< 0,2	78
Luftfeucht	23°C / 50% rel. Feuchte	3	28
Nass	Wasser	8	-8

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - (cc) BY

Tabelle 2. Die verschiedenen Verweilzeiten, nachdem das Pulver gemessen wurde.

	Aufnahme bei Raumbedingungen	Aufnahme bei 23°C 90%	Abgabe bei Raumbedingung
Verweilzeiten	24h	24h	24h
	8h	8h	8h
	6h	6h	6h
	3h	3h	1h
	1,5h	1,5h	15min
	45min	45min	5min
	20min	20min	2min

Tabelle 3. Konditionierungszustände der Pulver mit der Bezeichnung für die Ergebnisse.

Konditionierungszustand	Temperatur	Relative Luftfeuchtigkeit	Zeit der Konditionierung	Bezeichnung für die Ergebnisse
Getrocknet	80°C	-	18h	Getrocknet
Trocken	23°C	20%	18h	20
Unteres Normklima	23°C	40%	18h	40
Normklima	23°C	50%	18h	50
Oberes Normklima	23°C	60%	18h	60
Feucht	23°C	90%	18h	90
Luftfeuchtigkeit im Raum	Raumbedingung		18h	Raum

dem Sieben gemessen. Anschließend werden die Gewichte in einer Tabelle festgehalten, um die Kohäsivität abzulesen.

3.4 Material PA12 (PA2200)

In den Versuchen dieser Studie wird das Material „PA2200" der Firma EOS GmbH verwendet. Die Pulvermischung besteht aus einem Verhältnis von 50 Ma-% Neupulver und 50 Ma-% Recyclingpulver. Laut Datenblatt verfügt das Neupulver über die folgenden Eigenschaften:

- Schüttdichte: 0,430 g/cm^3
- Partikelgröße d90: 90 µm
- Wasseraufnahme:
  - bei 23 °C 50 % relativer Luftfeuchtigkeit: 0,53 %
  - bei 23 °C und 96 % relativer Luftfeuchtigkeit: max. 1,33 %
- Hausnerfaktor: 1,172
- Komprimierbarkeit: 17,2 %

3.5 Vorgehensweise in den Versuchen

Das Vorgehen wurde in zwei Versuchspläne unterteilt: zum einen die Untersuchung der Aufnahme- und Abgabekinetik von Feuchtigkeit bei PA12-Pulver und zum anderen die Analyse der Pulvereigenschaften von konditioniertem PA12-Pulver.

3.5.1 Vorgehensweise für die Aufnahme und Abgabe der Feuchtigkeit

Ziel dieser Versuchsreihe war es, grundlegende Erkenntnisse über die Feuchtigkeitsaufnahme und -abgabe von PA12-Pulver unter verschiedenen Bedingungen zu gewinnen und so die Basis für weiterführende, detailliertere Versuche zu schaffen. Daher wurden diese Versuche ohne Wiederholung geplant. Folgende Untersuchungen wurden durchgeführt:

- Aufnahme- und Abgabegeschwindigkeit bei Raumbedingungen (Simulation der Lagerbedingungen)
- Aufnahmegeschwindigkeit bei einer Konditionierung des Pulvers bei 23 °C und 90 % relativer Luftfeuchtigkeit in Klimakammer (Maximalwerte ermitteln)
- Abgabegeschwindigkeit bei Raumbedingungen nach Konditionierung

Der Ablauf der Versuche war wie folgt:

1. Probe vorbereiten: Pulverproben mit der gleichen Masse in ein Becherglas füllen.
2. Probe konditionieren: Je nach Versuch wurden die Bechergläser entweder in einen Raum mit Hygrometer oder in eine Klimakammer gestellt, und die Verweilzeit wurde protokolliert.
3. Probe messen: Nach Ablauf der jeweiligen Verweilzeit (siehe **Tabelle 2**) wurden die Proben in das Feuchtigkeitsmessgerät geben.

Die Pulvereigenschaften wurden in verschiedenen Konditionierungszuständen (**Tabelle 3**) auf Schüttwinkel, Kollapswinkel, Differenzwinkel, Schüttdichte, Klopfdichte, Kompressibilität und Kohäsion untersucht.

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - CC BY

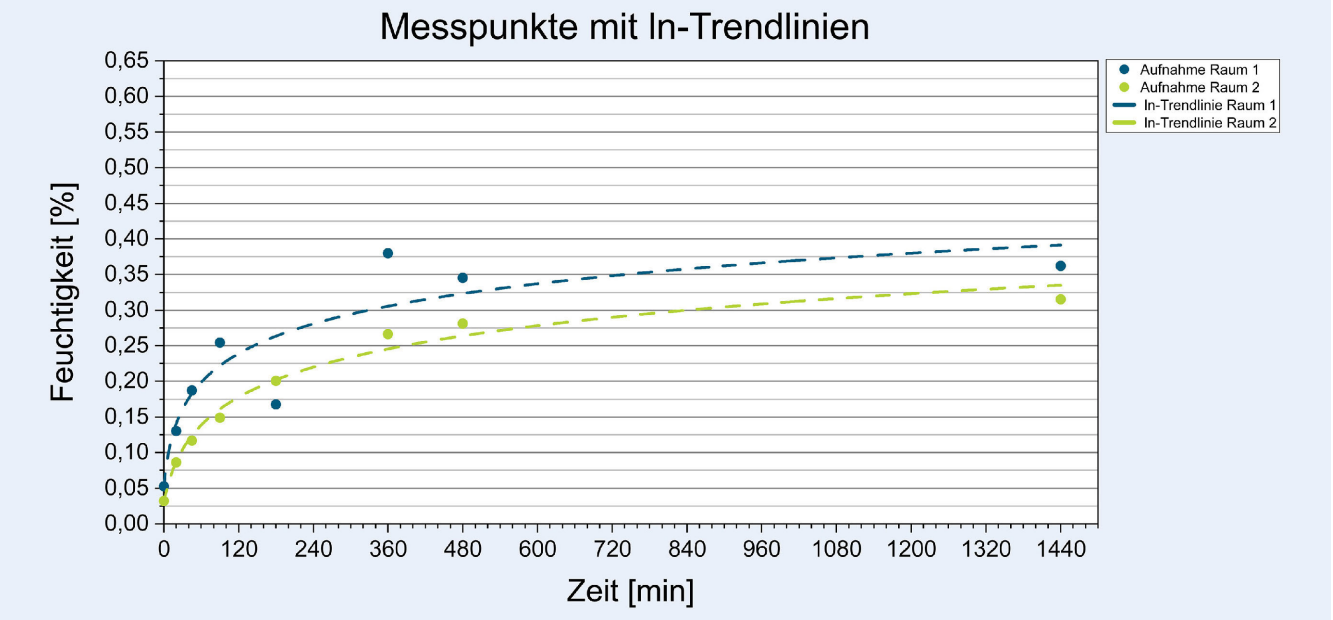


Bild 3. Messpunkte (Einzelmessungen) und ln-Trendlinien von Feuchtigkeitsaufnahme bei Raumbedingungen. *Grafik: Fraunhofer IPA*

Es handelte sich hierbei um folgende vier Messungen:
1. Messung „Schüttwinkel und Kollapswinkel“
2. Messung „Schüttdichte“
3. Messung „Klopfdichte“
4. Messung „Kohäsion“

Der Differenzwinkel und die Kompressibilität ergaben sich aus den Messergebnissen. Jede Messung wurde dreimal wiederholt pro Konditionierungszustand (bis auf die Kohäsion). Der Mittelwert stellt das Ergebnis für die jeweilige Messung dar. Für jede Messung wurde ein eigenes Becherglas mit der gleichen Masse für die jeweilige Messung verwendet. Bei den Versuchen zur Ermittlung der Pulvereigenschaften wurde das konditionierte Becherglas direkt aus der Klimakammer beziehungsweise Ofen in das Messgerät gegeben, um den Einfluss der Umgebung zu minimieren.

4 Ergebnisse und Diskussion Auf – und Abgabekinetik der Feuchtigkeit

4.1 Aufnahmekinetik von Feuchtigkeit im PA12-Pulver

Bild 3 zeigt die gemessenen Werte des Pulvers, das unter Raumbedingungen konditioniert wurde, über verschiedene Verweilzeiten hinweg.

Die beiden Messreihen beginnen mit nahezu dem gleichen Ausgangswert (blau: 0,05 %, gelb: 0,04 %). Mit zunehmender Verweildauer lässt sich eine immer größer werdende Differenz zwischen den Messwerten erkennen. Dieser Trend kehrt sich erst nach 480 Minuten um. Die Differenz der Messpunkte bei 24 h ist wieder kleiner (blau: 0,36 %, gelb: 0,31 %), als bei den vorhergehenden Messwerten. Der blaue Messpunkt bei 180 min ist deutlich geringer als der vorhergehende Messpunkt und sticht bei der Betrachtung des gesamten Versuches heraus. Vergleicht man die Messpunkte und die Trendlinie der beiden Versuche, erkennt man, dass die gelben Messpunkte nahe an der gelben Trendlinie verlaufen. Die blauen Messpunkte hingegen beginnen ab 120 Minuten deutlich um die Trendlinie zu streuen, nähern sich aber ab 480 Minuten wieder an die Trendlinie an.

Bild 4 zeigt die gemessenen Werte des in der Klimakammer konditionierten Pulvers.

Auf den ersten Blick ist der logarithmische Verlauf der Trendlinie gut zu erkennen. Das Maximum der Feuchtigkeitsaufnahme, das erreicht wurde, liegt bei 0,546 %. Das Bestimmtheitsmaß (R^2) beträgt bei „Aufnahmestelle Raum 1“ 0,83 und bei „Aufnahmestelle Raum 2“ 0,98. Der zweite Wert weist auf eine starke Übereinstimmung der Daten mit der logarithmischen Trendlinie hin. Dieses Maximum stellt den höchsten gemessenen Wert der Feuchtigkeitsaufnahme unter den getesteten Bedingungen dar und zeigt die Kapazität des PA12-Pulvers, Feuchtigkeit aufzunehmen, wie in Kapitel 3.4 aufgeführt.

Zu Beginn beobachtet man einen deutlichen Anstieg der Feuchtigkeit, der mit zunehmender Verweildauer abnimmt. Am Anfang beträgt der Feuchtigkeitsgehalt 0,039 %. Innerhalb von 20Minuten steigt dieser Wert fast um das Zehnfache auf 0,221 %, weitere 25 Minuten später nur noch auf 0,326 %. Der Messwert bei 360 Minuten (0,542 %) unterscheidet sich nur minimal von dem Messwert nach 1440 Minuten (0,546 %). Der Messpunkt bei 480 Minuten liegt unterhalb der vorherigen Messpunkte.

4.1.1 Diskussion

Die Kurven der Feuchtigkeitsaufnahme lassen sich durch eine logarithmische Funktion annähern. Das Bestimmtheitsmaß R^2 von 0,98 zeigt, dass die logarithmische Funktion die Daten gut beschreibt. Bei der logarithmischen Funktion erfolgt zu Beginn eine rasche Aufnahme, gefolgt von einer allmählichen Annäherung an die Sättigung. Dennoch sind auffällige Ausreißer in den Messwerten zu beobachten, insbesondere bei den Messpunkten bei 480 Minuten und 180 Minuten. Die Messunsicherheit sowie die Wiederholbarkeit liegen beim verwendeten Messgerät bei 1 % des Messwerts, wie in Kapitel 3.1, wodurch sich die Ausreißer nicht erklären lassen.

Eine Diskussion mit einem der Hersteller des Feuchtigkeitsmessgeräts deutet darauf hin, dass diese Abweichungen auf die variablen Evakuierungszeiten des Messgeräts beim Start der Mes-

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - (cc) BY

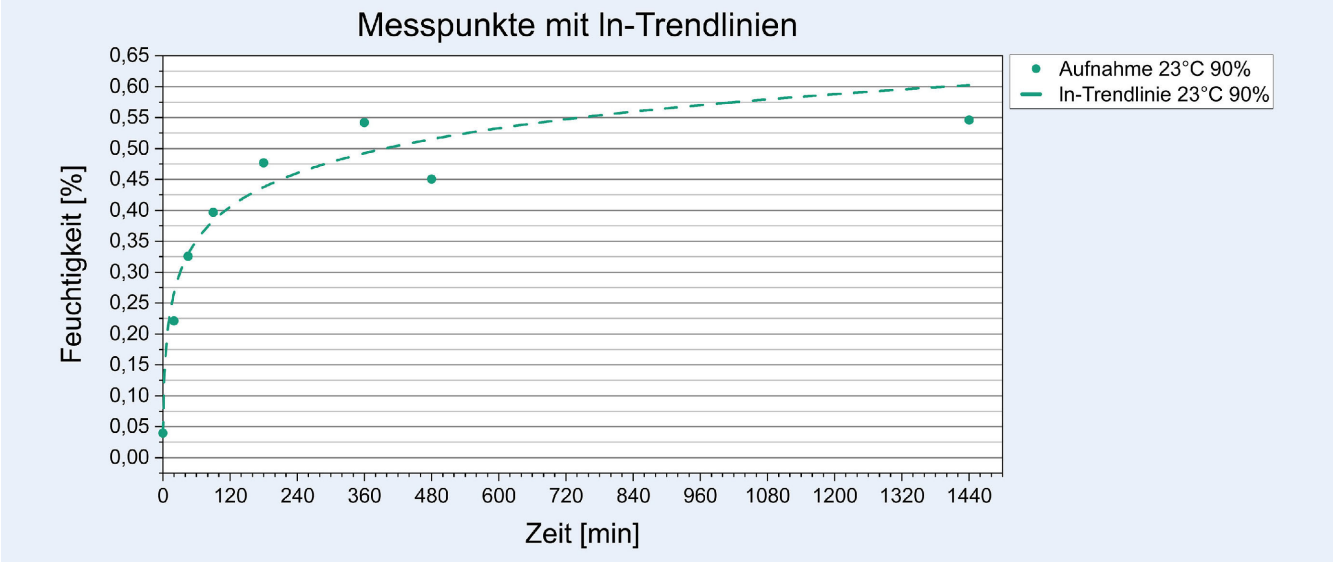


Bild 4. Messpunkte und ln-Trendlinie von Feuchtigkeitsaufnahme bei 23 °C 90 %. *Grafik: Fraunhofer IPA*

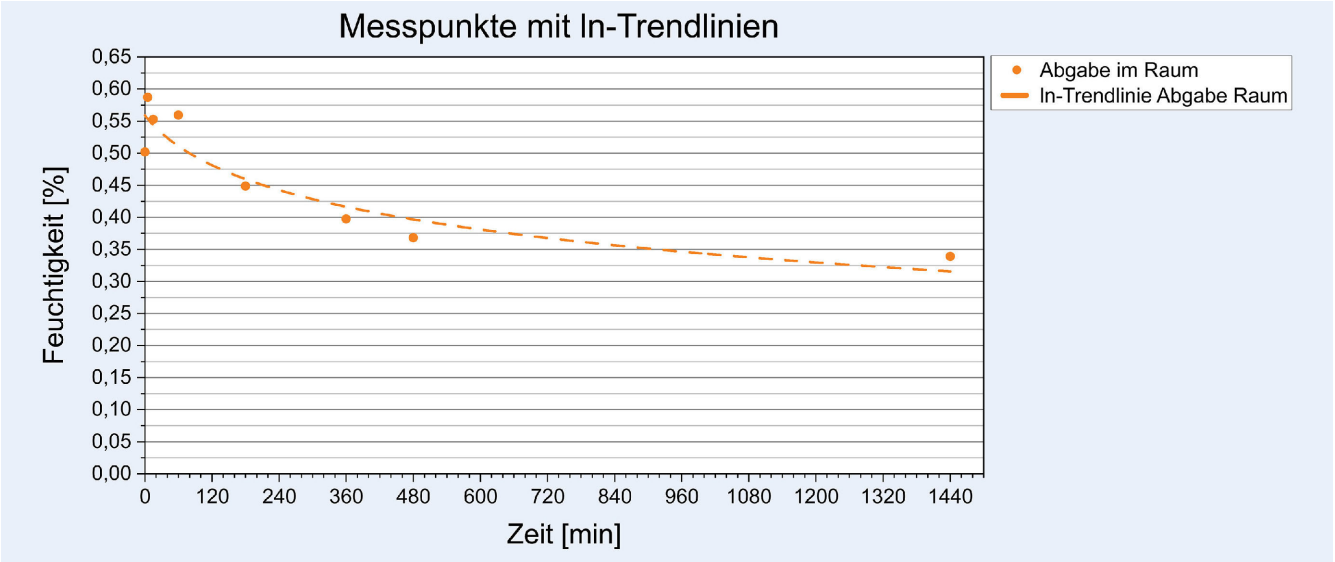


Bild 5. Messpunkte mit ln-Trendlinien von Feuchtigkeitsabgabe bei Raumbedingungen. *Grafik: Fraunhofer IPA*

sung zurückzuführen sein könnten. Vor allem eine längere erste Evakuierungsphase könnte zu geringeren Messwerten führen, da Feuchtigkeit aus der Probe entweichen kann, ehe die eigentliche Messung beginnt. Trotz dieses Umstands zeigt sich über einen längeren Zeitraum hinweg eine konsistente Konditionierung des Pulvers, was auf eine stabile Versuchsdurchführung hindeutet.

4.2 Abgabekinetik von Feuchtigkeit im PA12-Pulver

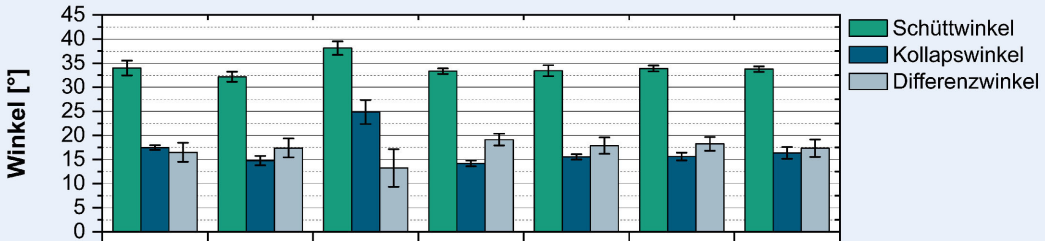
Bild 5 zeigt die gemessenen Werte des Versuchs. Bei Betrachtung der Trendlinie lässt sich, ähnlich wie bei den vorherigen Versuchen, zu Beginn eine große Steigung erkennen, welche mit zunehmender Wartezeit geringer wird und sich einem Wert nähert.

Der Höchstwert in der Messreihe beträgt 0,58 %. Im Laufe der Zeit nähern sich die Werte 0,34 % an und eine logarithmische Abnahmekurve ist erkennbar. Zwei Messungen stechen bei der Betrachtung der Trendlinie heraus: Die erste Messung (0 min) ist deutlich niedriger als die darauffolgende Messung. Die vierte Messung (60 min) ist höher als die vorherige Messung. Vergleicht man die Trendlinie mit den Messpunkten, so erkennt man, dass letztere nahe beieinanderliegen. Lediglich die Messpunkte nach 360, 480 und 140 Minuten berühren die Trendlinie nicht mehr (Messpunkte bei 0 und 60 Minuten ausgenommen).

4.2.1 Diskussion

Die Ergebnisse der Versuche zeigen, dass die Feuchtigkeitsaufnahme einen logarithmischen Verlauf aufweist. Das Bestimmtheitsmaß R^2 von 0,86 zeigt, dass die logarithmische Funktion die Daten nur bedingt gut beschreibt. Nach 24 Stunden liegt der Feuchtigkeitsgehalt bei 0,34 %, vermutlich ist dies der Sättigungszustand. Der höchste gemessene Wert beträgt 0,58 %, jedoch sinkt dieser bereits nach 13 Minuten auf 0,55 %. Dies entspricht einer

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - CC BY



	getrocknet	20	Raum	40	50	60	90
Kondition							
Schüttwinkel	33,99	32,17	38,13	33,35	33,44	33,89	33,76
Kollapswinkel	17,47	14,77	24,87	14,21	15,55	15,64	16,39
Differenzwinkel	16,51	17,41	13,26	19,14	17,89	18,25	17,36

Bild 6. Schüttwinkel, Kollapswinkel und Differenzwinkel inklusive Standardabweichung von PA12-Pulver in unterschiedlich konditionierten Zuständen (Versuchsbeschreibung siehe Kapitel 3.5). *Grafik: Fraunhofer IPA*

Änderung von 5 %, was darauf hinweist, dass das Pulver empfindlich auf Umgebungsänderungen reagiert.

Der Messpunkt bei 0 Minuten liegt selbst nach längerer Konditionierungszeit unter den Werten im Datenblatt, was unplausibel erscheint. Die Messunsicherheit sowie die Wiederholbarkeit liegen beim verwendeten Messgerät bei 1 % des Messwerts, wie in Kapitel 3.1, wodurch sich die Ausreißer nicht erklären lassen. Dies könnte auf die variierenden Evakuierungszeiten zurückzuführen sein. Eine Verunreinigung im Gerät kann ausgeschlossen werden, da dieses, wie vom Hersteller empfohlen, vor jeder Messung gereinigt wurde. Ähnlich erscheint der Messpunkt bei 60 Minuten aufgrund seiner relativen Lage zu den anderen Messpunkten unplausibel, was möglicherweise auf Restfeuchte im Gerät zurückzuführen ist.

4.3 Kritische Reflexion der Ergebnisse

Die Versuche zur Feuchtigkeitsaufnahme und -abgabe von PA12-Pulver wurden ohne Wiederholungen durchgeführt, was die Reproduzierbarkeit und Aussagekraft der Ergebnisse einschränken könnte. Das Bestimmtheitsmaß zeigt eine gute Anpassung der Daten an das logarithmische Modell, insbesondere bei der Feuchtigkeitsaufnahme in Raum 2 mit $R^2 = 0{,}98$.

Die Hauptfehlerquellen wie variable Evakuierungszeiten und Restfeuchte im Messgerät können die Ergebnisse beeinflussen und erklären teilweise die beobachteten Ausreißer. Das Messgerät für die Feuchtigkeitsmessungen hat eine Fehlerquote von bis zu ±1 % und die Waage eine Reproduzierbarkeit von ±0,08 %. Trotz dieser Unsicherheiten zeigen die Ergebnisse über längere Zeiträume hinweg eine konsistente Konditionierung des Pulvers. Weitere Wiederholungsversuche sind erforderlich, um die Verlässlichkeit und Reproduzierbarkeit der Messungen umfassend zu überprüfen.

5 Pulvereigenschaften von konditioniertem Pulver

5.1 Ergebnisse zu Schüttwinkel, Kollapswinkel und Differenzwinkel

In **Bild 6** sind jeweils die Mittelwerte der drei Messungen und die dazugehörige Standardabweichung als Fehlerbalken dargestellt. Die Y-Achse zeigt den jeweils eingestellten Winkel, während die X-Achse die Messungen nach den einzelnen Konditionierungen gruppiert. Die Messwerte sind in tabellarischer Form unter der jeweiligen Kondition ersichtlich. Die Einheit ist das Winkelmaß, angegeben in Grad.

Bei genauerer Betrachtung des obigen Diagramms fällt auf, dass alle Messungen innerhalb der Gruppe, mit Ausnahme der Raumbedingungen, nur Schwankungen von unter 3° aufweisen, während die Werte der Raum-Messung deutlich abweichen. Die minimalen und maximalen Werte für die Schüttdichte liegen zwischen 32,17° und 33,99° (ohne Raumbedingungen), während die Raum-Messung einen Wert von 38,13° ergab.

Ein ähnliches Muster zeigt sich beim Kollapswinkel, der von 14,21° bis 17,47° (ohne Raumbedingungen) reicht, während er unter Raumbedingungen bei 24,87° liegt. Auch der Differenzwinkel weist ein vergleichbares Muster auf: Die Spanne liegt zwischen 16,51° und 19,14° (ohne Raum), während sie unter Raumbedingungen bei 13,26° beginnt.

5.1.1 Diskussion

Die Raumbedingungen weisen auffällige Messwerte und hohe Standardabweichungen auf, vermutlich aufgrund der variablen Umgebungsbedingungen. Die Umgebungsbedingungen während der Versuche mit der Konditionierung Raum lagen im Mittel bei 22,3 °C ± 0,4 und 35,1 % ± 1 relative Luftfeuchtigkeit. Im Gegensatz zur kontrollierten Umgebung der Klimakammer fehlen hier definierte Bedingungen.

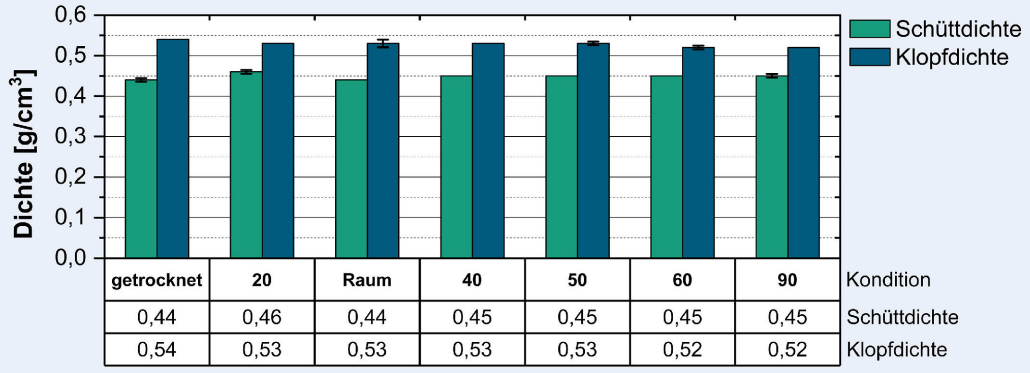
Dies wird auch durch Referenzmessungen bestätigt, bei denen der Feuchtigkeitsgehalt des Pulvers zunächst auf 0,27 % fällt, dann aber auf 0,29 % ansteigt. Obwohl Feuchtigkeit normalerweise die Fließeigenschaften beeinflusst, zeigt sich dies in den gemessenen Werten nicht. Entgegen den theoretischen Erwartungen sinken die Fließeigenschaften nicht mit steigendem Feuchtigkeitsgehalt, wie in Kapitel 2.2 beschrieben. Dieser Trend ist jedoch in den Messergebnissen für Schüttdichte, Kollapswinkel und Differenzwinkel nicht erkennbar.

5.2 Ergebnisse zu Schüttdichte, Klopfdichte und Komprimierbarkeit

In **Bild 7** sind die Ergebnisse der Schütt- und Klopfdichte dargestellt, jeweils mit den entsprechenden Standardabweichungen.

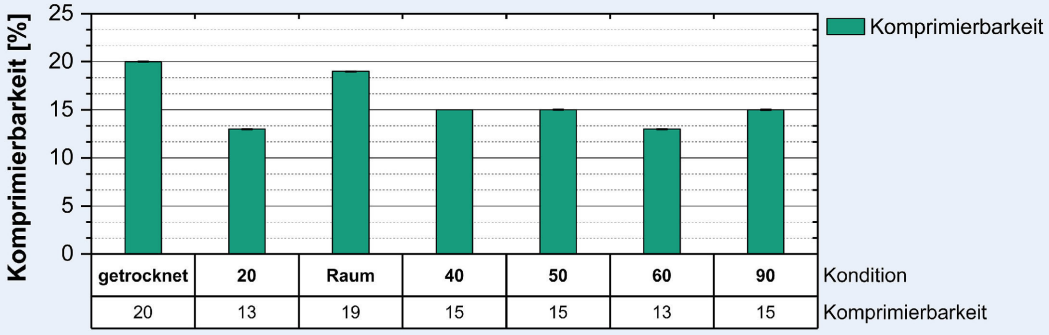
Die Y-Achse zeigt die Dichte in g/cm³ für verschiedene Konditionen, während auf der X-Achse die Messungen nach den einzelnen Konditionierungen gruppiert sind. Die tabellarischen Messwerte sind unter jeder Kondition aufgeführt, jedoch nicht in der

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - (cc) BY



	getrocknet	20	Raum	40	50	60	90
Kondition							
Schüttdichte	0,44	0,46	0,44	0,45	0,45	0,45	0,45
Klopfdichte	0,54	0,53	0,53	0,53	0,53	0,52	0,52

Bild 7. Schütt- und Klopfdichte inklusive Standardabweichung von PA12-Pulver in unterschiedlich konditionierten Zuständen (Versuchsbeschreibung siehe Kapitel 3.5). *Grafik: Fraunhofer IPA*



	getrocknet	20	Raum	40	50	60	90
Kondition							
Komprimierbarkeit	20	13	19	15	15	13	15

Bild 8. Komprimierbarkeit von PA12-Pulver in unterschiedlich konditionierten Zuständen (Versuchsbeschreibung siehe Kapitel 3.5). *Grafik: Fraunhofer IPA*

Tabelle selbst, um Übersichtlichkeit zu wahren. Die Maximal- und Minimalwerte für die Schüttdichte betragen 0,44 g/cm³ und 0,46 g/cm³, während sie für die Klopfdichte 0,52 g/cm³ und 0,54 g/cm³ sind. In einigen Fällen fehlen die Standardabweichung als Fehlerbalken, was darauf zurückzuführen ist, dass bei allen drei Einzelmessungen derselbe Wert gemessen wurde. Die Standardabweichung für die Schüttdichte beträgt in den übrigen Fällen 0,0047 g/cm³. Bei der Klopfdichte liegt dieser Wert bei den Konditionen 50 und 60 ebenfalls bei 0,0047 g/cm³, während er bei der Kondition Raum 0,0094 g/cm³ beträgt. Trotzdem ist die Standardabweichung im Vergleich zu den Messwerten gering, was bedeutet, dass die Messwerte sehr nah beieinander liegen und somit eine hohe Präzision aufweisen.

Die Werte der Komprimierbarkeit werden in **Bild 8** mit dazugehörigen Standardabweichung als Fehlerbalken dargestellt. Auf der Y-Achse sind die Komprimierbarkeitswerte in Prozent der Konditionen aufgetragen, während auf der X-Achse die Messungen nach den einzelnen Konditionierungen gruppiert sind. Die dazugehörigen Messwerte sind in tabellarischer Form unter den jeweiligen Konditionen aufgeführt, jedoch nicht in der Tabelle, um die Übersichtlichkeit zu erhalten.

5.2.1 Diskussion

Das PA 12 Material weist eine gemessene Schüttdichte von 0,45 g/cm3 auf, leicht erhöht im Vergleich zum Datenblatt. Die Klopfdichte konnte indirekt über den Hausnerfaktor und die Komprimierbarkeit bewertet werden, wobei der Mittelwert der Komprimierbarkeit bei 15,7 % lag, geringfügig unter dem erwarteten Wert von 17,2 %. Mögliche Abweichungen könnten auf die Verwendung einer Mischung aus Gebraucht- und Neupulver sowie auf die geringe Pulvermenge für die Klopfdichtemessung zurückzuführen sein.

Die Standardabweichung als Fehlerbalken der Komprimierbarkeit erklären sich durch die Stabilität der Dichtegrößen, wobei bei Kondition 40 keine Fehlerbalken vorhanden waren, da alle Messungen identisch waren. Trotz steigendem Feuchtigkeitsgehalt war kein Trend in den Messwerten erkennbar.

5.3 Kohäsionsergebnis

Im letzten Versuch werden die Kohäsion des Pulvers in verschiedenen Konditionen gemessen. Drei Siebe (250 µm, 150 µm, 75 µm) werden basierend auf der Schüttdichte ausgewählt. **Bild 9** zeigt die Ergebnisse, wobei die Kohäsion in % der Konditionen auf der Y-Achse und die Messungen gruppiert nach den einzelnen Konditionierungen auf der X-Achse dargestellt sind. Die Messwerte sind tabellarisch unter jeder Kondition aufgeführt.

Der Maximalwert beträgt 93,8 % bei Kondition 40 r.F., während der Minimalwert bei Kondition 60 r.F. mit 84,6 % liegt. Bei den Konditionen „getrocknet“ – 50 r.F. und 90 r.F. – sind die Messwerte mit 88,5 %, 88,6 % und 88,9 % nahezu identisch. Für die Konditionen 20 r.F. und Raum betragen die Werte 86 % beziehungsweise 87 %. Der Mittelwert der Messungen liegt bei etwa 88 %.

5.3.1 Diskussion

Obwohl theoretisch zu erwarten wäre, dass die interpartikulären Wechselwirkungen mit steigendem Feuchtigkeitsgehalt

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - CC BY

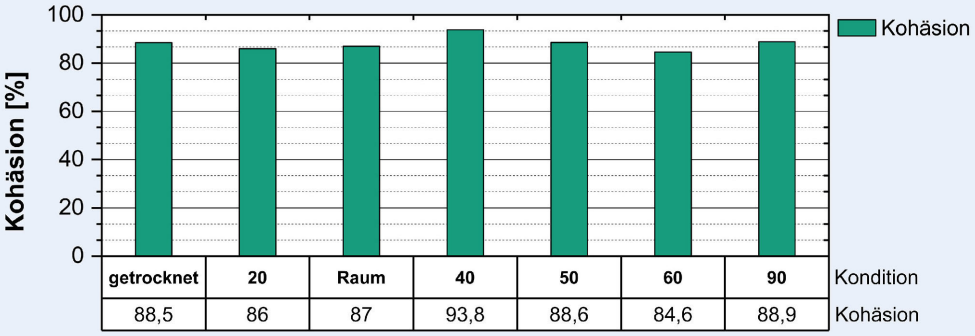


Bild 9. Kohäsion von PA12-Pulver in unterschiedlich konditionierten Zuständen (Versuchsbeschreibung siehe Kapitel 3.5). *Grafik: Fraunhofer IPA*

abnehmen, ist dies anhand der vorliegenden Ergebnisse nicht ersichtlich. Besonders auffällig ist das hohe Kohäsionsniveau mit einem Mittelwert von 88 %. Trotz umfassender Untersuchungen lässt sich kein eindeutiger Trend in den Messgrößen feststellen

6 Zusammenfassung und Ausblick

In den Experimenten wurde festgestellt, dass das PA12-Pulver empfindlich auf Umgebungsfeuchtigkeit reagiert, wobei die Feuchtigkeitskurven einen logarithmischen Verlauf zeigen. Obwohl sich der Feuchtigkeitsgehalt mit der Zeit einem Sättigungsniveau annähert, wirken sich diese Veränderungen nicht signifikant auf die Fließeigenschaften des Pulvers aus. Die Kinetik der Feuchtigkeitsaufnahme und -abgabe wird stark vom vorherrschenden Partialdruckgefälle beeinflusst. Trotz der gemessenen Schwankungen zeigen die durchgeführten Versuche keine eindeutige Tendenz in Bezug auf die Fließfähigkeit des Pulvers mit zunehmender Feuchtigkeit.

Die Erforschung der Auswirkungen elektrostatischer Aufladung auf Fließeigenschaften und Prozessstabilität erweist sich als von beträchtlichem Interesse. Eine sorgfältige Analyse dieser Phänomene könnte bedeutende Erkenntnisse liefern, um die Druckqualität und Prozesszuverlässigkeit in selektiven Lasersinteranlagen zu verbessern.

Die aktive Feuchtigkeitsmessung in der Pulverbevorratung stellt einen vielversprechenden Ansatz dar, um die Auswirkungen von Feuchtigkeit auf den Druckprozess zu charakterisieren und zu minimieren. Eine präzise Überwachung und Steuerung der Feuchtigkeitsniveaus könnte wesentlich dazu beitragen, die Fließeigenschaften des Pulvers zu verbessern und unerwünschte Effekte während des Sinterprozesses und der Pulveraufbereitung zu vermeiden.

Die Untersuchung auf andere Pulvermaterialien zu übertragen, wie PA11, PA12 mit Füllstoffen, TPU oder PEKK, eröffnet die Möglichkeit, das Verständnis für die Materialeigenschaften und deren Auswirkungen auf den Druckprozess zu vertiefen. Eine systematische Analyse dieser Materialien könnte dazu beitragen, optimierte Druckparameter und Prozessbedingungen zu identifizieren, um die Leistungsfähigkeit und Vielseitigkeit des selektiven Lasersinterns zu verbessern und die Bandbreite der verfügbaren Materialien und Anwendungen zu erweitern.

Insgesamt lässt sich festhalten, dass die fortlaufende Forschung und Entwicklung in diesen Bereichen entscheidend ist, um die nächste Generation von additiven Fertigungstechnologien voranzubringen und die industrielle Anwendung von SLS-Druckprozessen zu optimieren. Die Integration von elektrostatischen Aufladungseffekten, Feuchtigkeitskontrolle und Materialcharakterisierung in die Prozessgestaltung und -steuerung könnte wesentlich dazu beitragen, die Qualität, Zuverlässigkeit und Effizienz dieser Fertigungsmethode zu verbessern und neue Möglichkeiten für innovative Anwendungen zu erschließen.

Literatur

[1] Schmid, M.: Lasersintern (LS) mit Kunststoffen. Technologie, Prozesse und Werkstoffe. München: Carl Hanser Verlag 2023
[2] Wong, A. C.-Y.: Powder technology in plastics processing. München: Carl Hanser Verlag 2021
[3] EOS GmbH Electro Optical Systems: Komponenten – IPCM P plus. Firmenbroschüre EOS GmbH, München, 2020
[4] Bonten, C.: Kunststofftechnik. München: Carl Hanser Verlag 2016
[5] EOS GmbH – Electro Optical Systems: Schulungshandbuch – EOS P 396. Firmenbroschüre EOS GmbH, München, 2018
[6] VDI 3405 Blatt 1.1: 2018–09. Additive Fertigungsverfahren – Laser-Sintern von Kunststoffbauteilen – Materialqualifizierung. Berlin: Beuth Verlag 2018
[7] Ehrenstein, G. W.: Massenanalyse. Einfache Bestimmungsmethoden, Dichtebestimmung, Feuchtigkeitsbestimmung, Gehalt an Füll- und Verstärkungsstoffen, Bestimmung flüchtiger Bestandteile, Thermogravimetrie, Messunsicherheit. München: Carl Hanser Verlag 2020
[8] Arnold, B.: Werkstofftechnik für Wirtschaftsingenieure. Heidelberg: Springer Vieweg 2013
[9] Bohnet, M. (Hrsg.): Mechanische Verfahrenstechnik. Weinheim: Wiley-VCH 2007
[10] Schulze, D.: Pulver und Schüttgüter. Fließeigenschaften und Handhabung. Heidelberg: Springer Vieweg 2019
[11] Klump, K.: Stabilisierung von Polyamiden bezüglich der Lagerung bei hohen Temperaturen. Dissertation, TU Darmstadt, 2021
[12] Brabender Messtechnik GmbH & Co. KG: AQUATRAC Station, Betriebsanleitung, 2018

Mark Becker, M.Eng.
mark.becker@ipa.fraunhofer.de
Tel. +49 711 / 970-1790
Foto: Fraunhofer IPA

Max Krichenbauer, B.Eng.

Simon Höhn, M.Sc.

Dipl.-Ing. Patrick Springer

Fraunhofer-Institut für Produktionstechnik und Automatisierung IPA
Nobelstr. 12, 70569 Stuttgart
www.ipa.fraunhofer.de

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - CC BY

LIZENZ

Dieser Fachaufsatz steht unter der Lizenz Creative Commons Namensnennung 4.0 International (CC BY 4.0)

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-09-89 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - (cc) BY