

Untersuchung des Einflusses von Femtosekundenlaserparametern auf die Mikrostruktur bei der additiven Fertigung von yttriumstabilisiertem Zirkonoxid

Markus Kühn¹, Sarah Kaden¹, Jens Bliedtner¹, Patrick Hähle²,
Daniel Störzner²

¹Ernst Abbe Hochschule, Jena, Deutschland

²LCP Laser Cut Processing GmbH

Kurzfassung

Die Forschung untersucht den Einsatz von Femtosekundenlasern im Laser-Pulverbett-Schmelzverfahren (LPBF) und hebt deren Potenzial für die Weiterentwicklung additiver Fertigungstechniken hervor. Es wird gezeigt, dass die präzise Steuerung der Laserparameter – insbesondere Vorschubgeschwindigkeit, Leistung, Wiederholrate und Fokussierung – die Prozessdynamik sowie die Qualität der erzeugten Schichten und der Mikrostruktur maßgeblich beeinflusst. Finite-Differenzen-Simulationen liefern Einblicke in das thermische Verhalten unter Femtosekundenlasereinwirkung und betonen dessen Fähigkeit, Temperaturgradienten effektiv zu kontrollieren. Die Ergebnisse belegen die Eignung von Femtosekundenlasern zur Herstellung hochpräziser 8YSZ-Schichten und schaffen die Grundlage für neuartige additive Fertigungsprozesse. Dieser Ansatz ebnet den Weg für hybride additiv- subtraktive Fertigungsverfahren, die einen erweiterten Gestaltungsspielraum und verbesserte Materialeigenschaften ermöglichen.

1. Einleitung

Das keramische Material Zirkoniumdioxid (ZrO_2) hat sich aufgrund seiner mechanischen Eigenschaften, seiner thermischen Stabilität sowie seiner Oxidations- und Kriechbeständigkeit in vielen Bereichen der Industrie und Medizin etabliert und gilt daher als bevorzugter Werkstoff für Prothesenanwendungen. Besonders das mit Yttrium stabilisierte tetragonale Zirkoniumdioxid zeichnet sich durch hohe Biokompatibilität und mechanische Leistungsfähigkeit aus und wird bspw. als Werkstoff in der dentalen Restauration eingesetzt [1].

Yttriumstabilisiertes Zirkonoxid zeichnet sich durch Kornwachstum und temperaturabhängige Phasenumwandlung aus. Ein zu starkes Kornwachstum wirkt sich allerdings nachteilig auf die Gefügestabilität aus. Basu et al. zufolge liegt die kritische Korngröße bei etwa $1\text{ }\mu\text{m}$. Darüber kommt es beim Abkühlen zu einer spontanen Umwandlung der tetragonalen in die monokline Phase. Diese nicht spannungsinduzierte Transformation begünstigt die Bildung von Mikrorissen und führt zum Verlust der Umwandlungszähigkeit [2]. Trunec stellte bei 3YSZ (Zirkonoxid mit 3 %_{mol} Yttriumanteil) ab einem Korndurchmesser von $1,8\text{ }\mu\text{m}$ ähnliche Effekte fest: Bei $2,15\text{ }\mu\text{m}$ enthielt das Gefüge bereits 77 % monokline Phase und war stark durch Risse beeinträchtigt [3]. Haninck unterstreicht, dass Umwandlungszähigkeit nur innerhalb eines engen Korngrößenbereichs erhalten bleibt. Für ein belastbares Gefüge ist deshalb eine präzise Steuerung des Kornwachstums unerlässlich [4].

Im Rahmen der Untersuchungen in diesem Paper wird 8YSZ-Keramik (Zirkonoxid mit 8 %_{mol} Yttriumanteil)

mittels Femtosekundenlaser bearbeitet. Zheng et al. (2023) untersuchen einen hybriden LPBF-Prozess an SS316L mit einer Kombination aus kontinuierlichem 170 W-Laser für den Aufbau und einem 50 W-Pikosekundenlaser (1,5 ps, 1030 nm) für die Nachbearbeitung. Durch abtragende Bearbeitung nach jedem Layer erreichen sie eine signifikante Reduktion der Seitenwand-Rauheit von $8,08 \pm 0,67\text{ }\mu\text{m}$ auf bis zu $4,98 \pm 0,44\text{ }\mu\text{m}$, bei gleichzeitiger Verbesserung der Formgenauigkeit und Entfernung von Pulveranhaftungen und Treppenartefakten [5].

Ramon-Conde et al. (2023) demonstrierten erstmals das Schmelzen von eigens hergestelltem AISI 316L-Edelstahlpulver mittels Femtosekundenlaser im LPBF-Verfahren bei extrem niedriger mittlerer Leistung (0,775–0,935 W), einer Pulsfrequenz von 500 kHz, einer Scangeschwindigkeit von 2,5 mm/s und Hatch-Distanzen zwischen 5–7,5 μm . Dabei wird mit einem Pulver mit einem $d_{50} < 20\text{ }\mu\text{m}$ eine homogene Schmelze mit einer minimalen Oberflächenrauheit erzielt, was die Machbarkeit hochpräziser Metall-AM-Prozesse mit Ultrakurzpulslasern belegt [6].

In dieser Arbeit wird die Bearbeitung von Zirkonoxidpulver mit Ultrakurzpulslasern untersucht, da diese Technologie neue Möglichkeiten eröffnet. Durch extrem hohe Energiedichten bei gleichzeitig sehr enger Wärmeinflusszone lassen sich Konturen mit hoher Präzision erzeugen – ein vielversprechender Ansatz für detailgetreue 3D-Strukturen im Additive-Manufacturing-Verfahren. Im Mittelpunkt steht die Analyse der Gefüge von Einzelschichten aus 8YSZ in Abhängigkeit von der

Fokusslage und dem dadurch geformten Wärmefeld im Pulverbett.

2. Methode

Material

Für die Untersuchung wird ZrO_2 -Pulver mit 8 %_{mol} Y_2O_3 (ohne polymere Zusätze) gewählt, wie bereits von Shishkovsky et al. (2007) und Liu et al. (2015) gezeigt. Das Pulver weist eine unregelmäßige, spratzige Partikelform auf, die über eine breite Größenverteilung von unter 0,1 μm bis über 100 μm (mit einem Median um 15 μm) charakterisiert wird. Diese Morphologie begünstigt einerseits eine hohe spezifische Oberfläche und Sinterreaktivität, kann jedoch die Fließfähigkeit beeinträchtigen. Der Y_2O_3 -Gehalt stabilisiert die tetragonale Phase von ZrO_2 , verhindert bei Abkühlung unter 1173 °C den Übergang in die monokline Phase und damit eine kritische Volumenänderung.

Versuchsstand

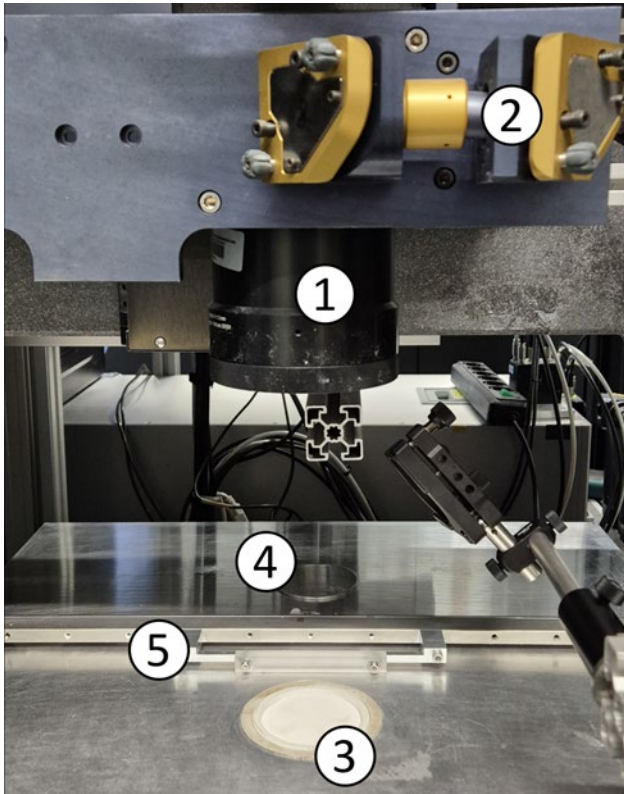


Abbildung 1: Versuchsaufbau; 1: Telezentrisches Objektiv; 2: Teil des Strahlenganges; 3: Bauplattform; 4: Pulverreservoir; 5: Rakelsystem

Der Versuchsaufbau basiert auf einem Ultrakurzpuls-laser (AFS Compact Ytterbium-60), der mit einer zentralen Wellenlänge von 1030 nm, einstellbaren Pulswiederholraten von 200 kHz bis 32 MHz, einer maximalen Pulse-energie von 200 μJ und einer Pulsbreite von mindestens 220 fs arbeitet.

Die Prozessierung von yttriumstabilisierten ZrO_2 mit einem Femtosekundenlaser (Strahlqualitätsfaktor $M^2 < 1,2$) folgt dabei dem Ansatz von Liu et al. und Bai et al. [7,8]. Der Scankopf ist auf einer Z-Achse mit einer

Positionierungsaufösung von $\pm 5 \mu\text{m}$ montiert, und die Bauplattform besteht aus einem Al_2O_3 -Substrat, das in eine Ofenkammer abgesenkt werden kann. Eine Wärmebildkamera (Teledyne FLIR) überwacht dabei die während des Prozesses erzeugte Temperatur.

Wärmeleitung

Die Temperaturverteilung $T(x, z, t)$ im zweidimensionalen Querschnitt wird durch die transiente Wärmeleitungsgleichung beschrieben [9]:

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = k \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right),$$

wobei ρ die Dichte, c_p die spezifische Wärmekapazität und k die Wärmeleitfähigkeit des Materials sind.

Tabelle 1: Übersicht der Simulationsparameter

Parameter	Wert	Einheit
Wellenlänge des Lasers	1,03E-06	m
Objektiv-Brennweite	1,50E-01	m
Strahlqualität	1,2	-
Rohstrahldurchmesser	8,00E-03	m
Defokus-Abstand	1,00E-02	m
Pulsenergie	2,00E-04	J
Pulsfrequenz	2,50E+05	Hz
Mittlere Leistung	50	W
Absorptionskoeffizient	0.4 [10]	-
Scangeschwindigkeit	1000	mm·s ⁻¹
Verweildauer Laserpunkt	$2 \cdot w_0 / v_{\text{scan}} = 147,2$	μs
Dichte	6000	kg/m ³
Spezifische Wärmekapazität	400 [11]	J/kg·K
Wärmeleitfähigkeit	2 [9]	W/m·K
Anfangstemperatur	300	K
Konvektiver Wärmeübergangskoeffizient	25 [12]	W/m ² ·K
Emissionsgrad (Strahlung)	0.86 [13]	-
Stefan-Boltzmann-Konstante	5.670374e-8	W/m ² ·K ⁴
Laser-Einwirkzeit	147,2	μs

An der bestrahlten Oberfläche $z=0$ gilt eine Neumann-Bedingung mit laserinduziertem Wärmestrom, Konvektion und Strahlung [14]:

$$-k \frac{\partial T}{\partial z} = q(x) - h(T - T_0) - \varepsilon \sigma_{\text{SB}} (T^4 - T_0^4),$$

wobei das Gauß-Profil des Lasers lautet

$$q(x) = \alpha_{\text{abs}} \frac{2 P_{\text{avg}}}{\pi w^2} \exp(-2 x^2 / w^2). [9]$$

Das Gebiet wird auf ein uniformes Gitter mit Abständen $\Delta x, \Delta z$ diskretisiert.

Die Zeitschritte Δt erfüllen die CFL-Bedingung

$$\Delta t \leq 0.2 \min(\Delta x, \Delta z)^2 / \alpha.$$

Die zweiten Ableitungen werden explizit approximiert durch

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \approx \frac{T_{i+1,j} - 2T_{i,j} + T_{i-1,j}}{\Delta x^2}, \quad \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \approx \frac{T_{i,j+1} - 2T_{i,j} + T_{i,j-1}}{\Delta z^2}.$$

Die Neumann-Randbedingung wird über eine Ghost-Node realisiert, indem die Temperatur am ersten inneren Knoten so berechnet wird, dass der vorgegebene Wärmestrom in das Volumen fließt. Isolierte Seiten- und Tiefenränder werden durch Spiegelung der benachbarten Werte implementiert.

Gefügeanalyse

Für die Gefügeanalyse kommt ein Rasterelektronenmikroskop (REM) zum Einsatz. Vor der Aufnahme erhält jede Probe einen 6 nm starken Kohlenstoffüberzug, der Ladungsaufbau verhindert. Die Rohbilder werden mittels KI-Algorithmen auf 1080p hochskaliert; anschließend kehrt ein Invertierungsschritt Hell- und Dunkelwerte um, sodass Körner hell und Korngrenzen dunkel erscheinen. Nach der Kontrasterhöhung werden die Körner mit einem Polygonzug umrissen. Die Auswertung ist angelehnt an der ISO 13383-1. Randkörner, die nicht vollständig abgebildet sind, werden nach der Norm ausgeschlossen. Diese Norm fordert 250 voll erfasste Partikel pro Gefügebild. Dem kann teilweise nicht entsprochen werden, da in Teilen Korngrenzen nicht erkannt werden. Aus diesem Grund werden mehrere Bilder, welche unter gleichen Bedingungen aufgenommen wurden analysiert, um mindestens die geforderte Anzahl an Körnern zu erhalten. Die Fläche jedes Polygons wird mittels Shoelace-Formel, basierend auf dem Polygonzug berechnet und in einen äquivalenten Kreisdurchmesser umgewandelt (Dci). Alle Durchmesser fließen als gewichtete Stichprobe in eine Kernel-Density-Estimation ein [15]. Die entstehende Dichtefunktion zeichnet ein kontinuierliches Bild der Korngrößenverteilung und lässt sich direkt mit der Partikelspektrum-Analyse des Ausgangspulvers vergleichen.

3. Ergebnisse

Simulation der thermischen Bedingungen

Die Simulationsergebnisse zeigen deutlich, wie stark die Strahlfokussierung die Energiedichte und damit die Temperaturverteilung im Zirkonoxid beeinflusst. In der Bearbeitungsebene von $z = 0$ mm bildet das Gaußsche Intensitätsprofil eine schmale Verteilung von knapp 4000 W/cm^2 bei $x = 0$ aus, deren Full-Width-Half-Maximum von lediglich etwa $40 \mu\text{m}$ (etwa Strahldurchmesser) die hohe Konzentration der Leistungsdichte verdeutlicht. Dieses Intensitätsspitze führt in der Materialtiefe zu Maximaltemperaturen von rund 22.000°C , die steil in die Tiefe und seitlich auf nur wenige Zehntelmillimeter abfallen.

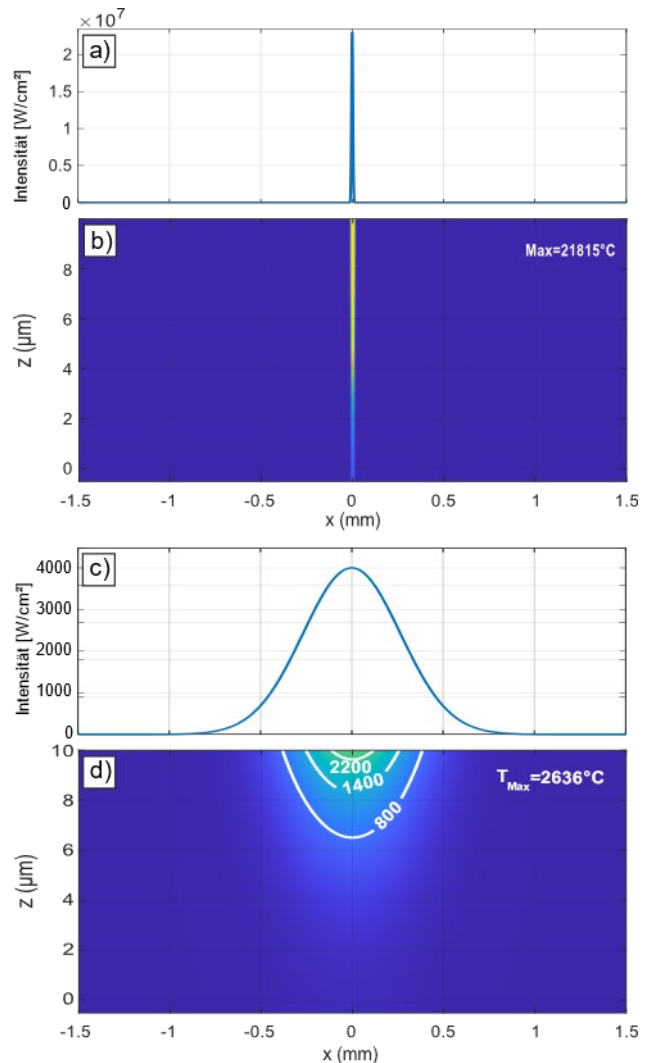


Abbildung 2: a) und b): Lasereinwirkung im Fokus, Energiekumulation über $147,2 \mu\text{s}$; geringe räumliche Ausdehnung des Temperaturfeldes um 0; Diffusionstiefe bei $\gg 10 \mu\text{m}$; c) und d): Lasereinwirkung bei $z = 10 \text{ mm}$, Energiekumulation über $147,2 \mu\text{s}$; erhöhte räumliche Ausbreitung des Temperaturfeldes auf $\pm 0,5 \text{ mm}$; Diffusionstiefe $8 \mu\text{m}$

Bei 10 mm Defokussierung hingegen verringert sich die maximale Intensität auf circa 1000 W/cm^2 , während die Halbwertsbreite auf etwa $0,3 \text{ mm}$ anschwillt. Die eingezeichneten Isothermen bei 800°C , 1400°C , 2200°C und 2636°C verlaufen dabei konzentrisch um die Wechselwirkungszone und markieren die abnehmende Wärmeinflusszone. Die daraus resultierende Temperaturverteilung erreicht nur noch Spitzenwerte um 2600°C und breitet sich deutlich flacher und seitlich breiter aus. Insgesamt unterstreichen diese Ergebnisse, dass eine enge Fokussierung zu tiefen Einschmelz- oder Sinterprozessen im LPBF-Verfahren führt, während ein defokussierter Strahl eher zu oberflächennaher Vorwärmung und geringen Temperaturgradienten führt.

Material

Die in dieser Studie verwendeten Pulvermaterialien sind ausschließlich durch ihre Partikelgrößenverteilung (Abbildung 3b) und Partikelform charakterisiert (Abbildung 3a). Die Abbildung zeigt Pulverpartikel mit

unregelmäßiger Form. Die Partikel zeigen eine relativ gleichmäßige Größenverteilung, was die Handhabung des Pulvers im LPBF-Prozess erleichtert.

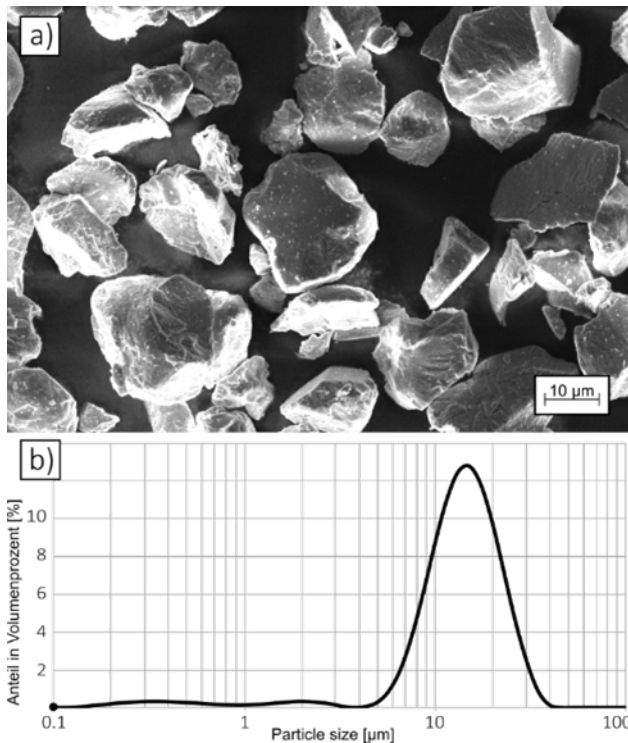


Abbildung 3: a) Spritziges ZrO_2 -Pulver P_{15} mit $d_{50} = 15,1 \mu\text{m}$; b) monomodale Partikelgrößenverteilung des verwendeten ZrO_2 -Pulver P_{15} mit $d_{50} = 15,1 \mu\text{m}$

Das Spektrum der Partikelgrößenverteilung, wie es in der volumetrischen Analyse dargestellt wird, zeigt einen Peak im Bereich von 10 bis 20 μm . Der Volumenanteil in diesem Bereich liegt bei etwa 8 %, was darauf hinweist, dass ein signifikanter Anteil der Partikel in diesem Größenbereich konzentriert ist. Die Partikelgrößenverteilung reicht von unter 1 μm bis etwa 40 μm , wobei die meisten Partikel im Bereich von 10 bis 20 μm liegen. Ein kleiner Anteil (<0,1 %) an feinen Partikeln unter 1 μm ist ebenfalls vorhanden, was für den LPBF-Prozess von Bedeutung ist, da feine Partikel die Dichte der hergestellten Komponenten positiv beeinflussen. Die Partikelgrößenverteilung ist von Bedeutung. Basu et al. fand heraus, dass eine zu große Wachstumsrate der Körner im Gefüge zu Spannungen im Gefüge führt, welche sich in Form von Rissen entlädt.

Einzelsschichten aus LPBF-Prozess

Auf Basis einer umfassenden Parameterstudie wird ein geeignetes Parameterfenster definiert, innerhalb dessen die Proben gefertigt werden. Abbildung 4 zeigt die resultierenden Probengeometrien, die in der Steuerungssoftware des Versuchsstandes mit Abmessungen von 6 mm $\times$ 20 mm festgelegt wurden.

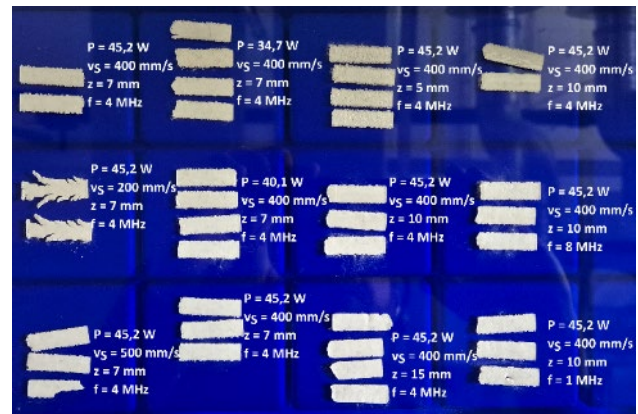


Abbildung 4: im LPBF-Verfahren erzeugte ZrO_2 -Einschichtproben mit den entsprechenden Parametersätzen

Die Ergebnisse zeigen deutliche Unterschiede in Außenabmessungen, struktureller Integrität und Oberflächentopografie in Abhängigkeit der jeweils gewählten Laserparameter. Abbildung 5 veranschaulicht exemplarisch den Einfluss der Fokusslage auf den Schichtaufbau. Eine Fokusslage von bis zu $z = 5 \text{ mm}$ (Panel a) wirkt sich signifikant negativ auf die Schichthomogenität aus. Sowohl Auflicht- als auch Durchlichtaufnahmen belegen das Auftreten von Defekten in der erzeugten Schicht. Diese lokalen Defekte sind auf Volumenschrumpfungen infolge hoher Temperaturgradienten innerhalb der Wechselwirkungszone zurückzuführen. Bei einer Fokusslage von $z = 10 \text{ mm}$ (Panel b) wird das Temperaturfeld, analog zu den Simulationsergebnissen aus Abbildung 2, auf einen Bereich von etwa $\pm 0,5 \text{ mm}$ erweitert. Gleichzeitig reduziert sich die Energiedichte deutlich. Dies führt zu niedrigeren Spitzentemperaturen sowie einem insgesamt flacheren Temperaturprofil. Der daraus resultierende geringere Temperaturgradient wirkt stabilisierend auf den Schichtaufbau und verbessert die strukturelle Integrität der Schicht.

Eine weitere Defokussierung auf $z = 15 \text{ mm}$ (Panel c) führt zu einer zusätzlichen Verbreiterung des Temperaturfeldes bei nochmals reduzierter Energiedichte. Die unter diesen Bedingungen hergestellte ZrO_2 -Schicht zeigt im Vergleich zur Probe bei $z = 10 \text{ mm}$ eine erhöhte Oberflächenrauheit. Dies weist auf einen unvollständigen Schmelzprozess hin, der auf die unzureichende Energiedichte zurückzuführen ist. Die daraus resultierende geringere Diffusionstiefe führt zu einer dünneren Schicht, was mittels Durchlichtmikroskopie bestätigt wird. Bemerkenswert ist zudem die erhöhte Transparenz der bei $z = 15 \text{ mm}$ gefertigten Schicht, die ebenfalls auf die verminderte Schmelzintensität und damit auf dünnere Schichten hinweist.

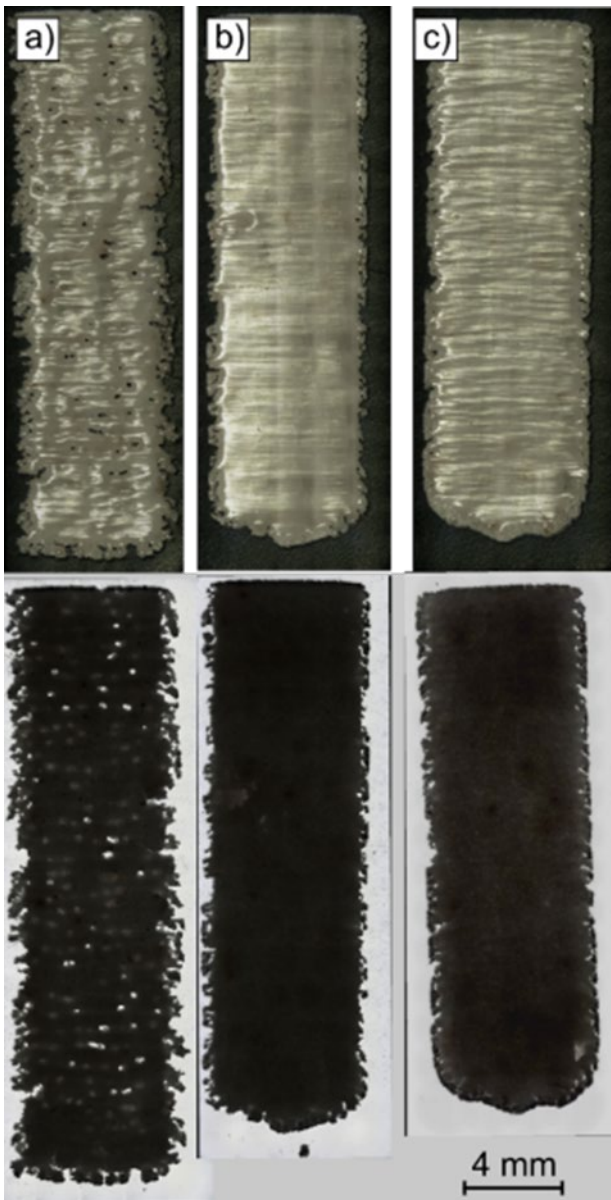


Abbildung 5: ZrO₂-Einschichtproben hergestellt in verschiedenen Fokusslagen; dargestellt Auflicht und Durchlicht; a) $z = 5$ mm; b) $z = 10$ mm; c) $z = 15$ mm

Einfluss der Prozessparameter auf die Korngrößenstatistik

Das folgende Vorgehen ermöglicht den Vergleich zwischen der Partikelgrößenverteilung des Ausgangsmaterials (Abbildung 3b) und der Korngrößenverteilung im Gefüge abhängig von den gewählten Laserparametern. Die Datensätze umfassen insgesamt 6229 äquivalente Korndurchmesser (D_{ci}), ermittelt aus polygonisierten Körnerkonturen. Im Folgenden wird aufgezeigt, wie Scangeschwindigkeit (v_s), mittlere Laserleistung (P), Fokusslage (z) und Repetitionsrate (f_{pulse}) die Gefügebildung beeinflussen.

Scangeschwindigkeit v_s

Die Kernel-Dichte-Schätzungen (KDE) für die Scangeschwindigkeit (Abbildung 6a) zeigen eine deutliche Verschiebung der Korngrößenverteilung: Bei 200 mm/s liegt der Mittelwert bei 81 μm , der Median bei 79 μm , der

Variationskoeffizient (VK) beträgt etwa 43 %, und die Verteilung ist leicht rechtsschief. Das bedeutet, dass die Korngrößenverteilung einen Schwerpunkt bei größeren Körnern hat, aber ein längerer Ausläufer in Richtung kleinerer Körner besteht. Es gibt also vereinzelt sehr feine Körner, während der Großteil der Körner größer ist.

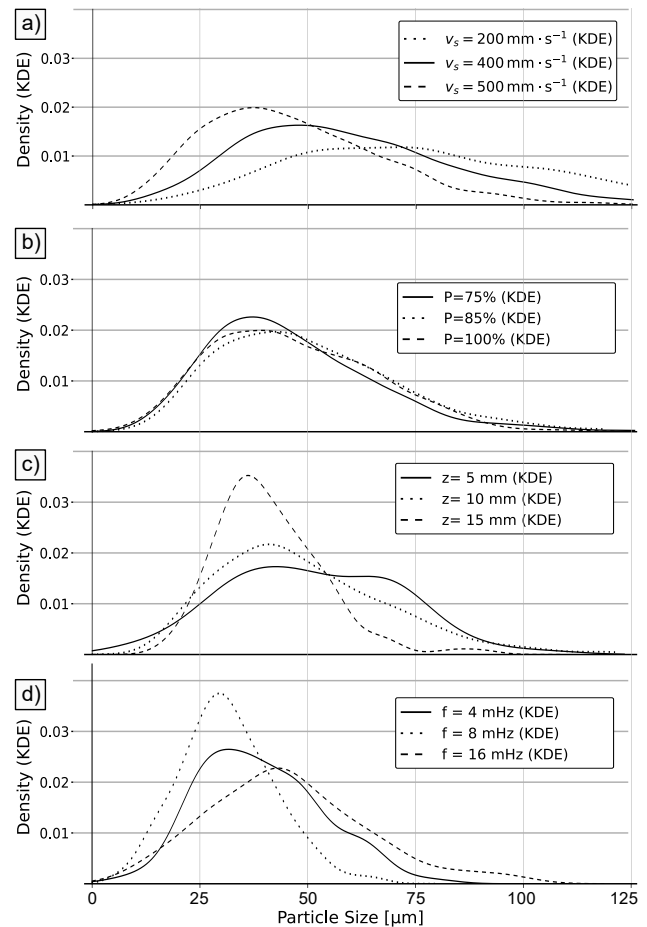


Abbildung 6: KDE-Kurven für je drei ausgewählte Werte der Laserparameter Scangeschwindigkeit v_s , mittlere Laserleistung P , Fokusslage z und Repetitionsrate f

Eine Kurtosis von 2,3 weist auf eine flachere Verteilung mit weniger ausgeprägten Extremwerten hin. Das Gefüge ist also relativ homogen, ohne viele sehr kleine oder sehr große Körner. Bei 400 mm/s fällt der Mittelwert auf etwa 60 μm , der Median auf 56 μm ; die Variationsbreite bleibt nahezu konstant. Bei 500 mm/s sinkt der Mittelwert weiter auf 46 μm , der Median auf etwa 43,5 μm . Die Schiefe und Asymmetrie nimmt leicht zu und die Verteilung wird etwas spitzer (Kurtosis $\approx 3,3$). Insgesamt belegen die KDEs ein gleichmäßiges Schrumpfen der Korngrößen mit zunehmender Scangeschwindigkeit. Die Verteilungsbreite bleibt weitestgehend gleichartig.

Fokusslage

Bei einer Fokusslage von $z = 5$ mm liegt der Mittelwert bei etwa 51 μm , der Median bei ca. 49 μm . Die Verteilung ist relativ breit mit einem Variationskoeffizienten von rund 38 % und einer Kurtosis von 2,7, was auf eine flachere Verteilung mit moderatem Anteil an Extremwerten hinweist. Abbildung 7a zeigt das entsprechende Gefüge. Aus dieser Abbildung geht hervor, dass Fein- und

Grobkornanteil etwa in gleicher Wichtung vorliegen, was die breite Verteilung in Abbildung 6c begründet.

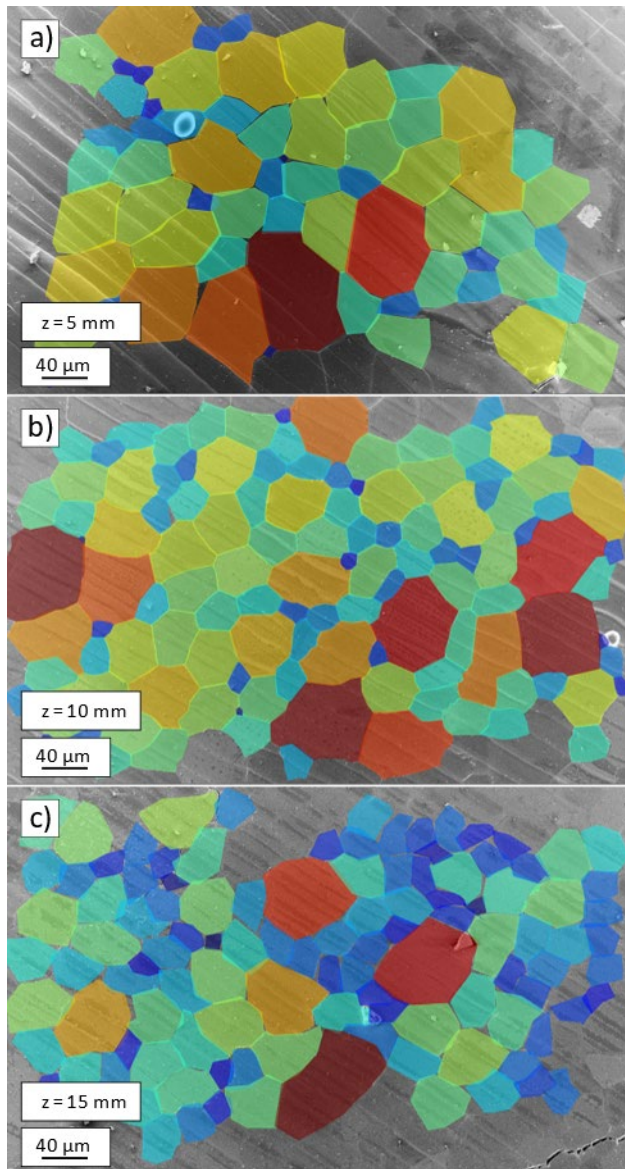


Abbildung 7: a) $z = 5$ mm; Anzahl der Körner: 63; mittlere Korngröße $51,8 \mu\text{m}$; b) $z = 10$ mm; Anzahl der Körner: 124; mittlere Korngröße $39,5 \mu\text{m}$; c) $z = 15$ mm; Anzahl der Körner: 111; mittlere Korngröße $40,3 \mu\text{m}$

Bei $z = 10$ mm liegt der Mittelwert bei ca. $49 \mu\text{m}$, der Median bei rund $46 \mu\text{m}$. Die Verteilung ist ähnlich breit wie bei $z = 5$ mm ($VK \approx 41 \%$), die Kurtosis steigt auf knapp $3,9$ und zeigt eine stärker zentrierte Verteilung um den Mittelwert. Das entsprechende Gefüge ist in Abbildung 7b zu sehen. Verglichen mit dem vorangegangenen Gefüge überwiegt der Feinanteil den Grobanteil, was den Schwerpunkt der Verteilung hin zu den feineren Körnern verschiebt.

Bei $z = 15$ mm liegt der Mittelwert bei etwa $41 \mu\text{m}$, der Median bei rund $39 \mu\text{m}$. Die Verteilung ist am schmalsten ($VK \approx 30 \%$) und weist mit einer Kurtosis von $4,85$ eine deutlich spitzere Verteilung mit wenigen Ausreißern auf. Das Gefüge ist stark zentriert und wirkt besonders homogen. Dieses Verhalten wird in Abbildung 7c bestätigt. Der Feinanteil überwiegt noch einmal deutlich den

Grobanteil, sodass der Flächenschwerpunkt der Verteilung deutlich linksseitig liegt.

Mittlere Leistung

Bei 75% Leistung (≈ 39 W) beträgt der Mittelwert der Korngröße $50,4 \mu\text{m}$, der Median liegt bei $48 \mu\text{m}$, der Variationskoeffizient bei rund 41% , und die Kurtosis beträgt $2,9$. Die Verteilung ist leicht abgeflacht mit moderatem Anteil an kleinen und großen Körnern. Bei 85% Leistung (≈ 44 W) sinkt der Mittelwert auf $48,1 \mu\text{m}$, der Median auf $46 \mu\text{m}$, die Verteilung bleibt ähnlich breit ($VK \approx 40 \%$), doch die Kurtosis steigt auf $3,6$, was eine stärkere Konzentration um den Mittelwert anzeigt. Bei 100% Leistung (≈ 52 W) beträgt der Mittelwert rund $47 \mu\text{m}$, der Median $44 \mu\text{m}$. Die Verteilung ist leicht schmäler ($VK \approx 41 \%$) und mit einer Kurtosis von $3,4$ nur mäßig spitz. Das Gefüge wirkt insgesamt homogener.

Repetitionsrate

Bei einer Repetitionsrate von 4 MHz ergibt sich ein mittlerer Korndurchmesser von $38,6 \mu\text{m}$, der Median liegt bei $37 \mu\text{m}$, und die Verteilung zeigt mit einer Kurtosis von $2,9$ noch eine relativ moderate Häufung um den Mittelwert. Bei 8 MHz beträgt der Mittelwert etwa $31 \mu\text{m}$, der Median rund $31 \mu\text{m}$. Die Verteilung ist relativ schmal ($VK \approx 35 \%$) mit einer leicht erhöhten Kurtosis von $3,15$ – sie ist moderat zentriert mit wenigen Ausreißern. Bei 16 MHz steigt die mittlere Korngröße auf etwa $45 \mu\text{m}$, die Verteilung wird etwas breiter ($VK \approx 41 \%$) und zeigt mit einer Kurtosis von $3,25$ eine leicht spitzere Form – das weist auf eine größere Streuung mit einigen Ausreißern hin.

4. Ergebnisse

Die Finite-Differenzen-Simulationen verdeutlichen, dass die Fokussierung des Femtosekundenlasers das Thermoprofil im Pulverbett maßgeblich steuert: Im präzisen Fokus ($z = 0$ mm) erreichen die Temperaturen Spitzenwerte um 3500°C bei einer lateralen Ausbreitung von weniger als $0,1$ mm. Bereits eine Defokussierung um 10 mm senkt die Maximaltemperatur auf etwa 1200°C ab und erweitert die Wärmeeinflusszone auf rund $\pm 0,5$ mm. Diese Befunde korrespondieren direkt mit den Einzelschichten: Bei $z = 5$ mm zeigen Lichtmikroskopaufnahmen lokale Schichtschwächungen durch ausgeprägte Temperaturgradienten. Für $z = 10$ mm resultiert ein zusammenhängender, porenarmer (soweit mit Lichtmikroskop erkennbar) Aufbau mit glatter Oberflächenstruktur, während bei $z = 15$ mm die Rauheit zunimmt und die ZrO_2 -Schicht eine erhöhte Transluzenz aufweist.

Die quantitative Gefügeanalyse mittels Kernel-Dichteschätzungen liefert zusätzliche Informationen: Für $z = 5$ mm beträgt der mittlere Korndurchmesser $51,3 \mu\text{m}$ bei einer flacheren Verteilung (Kurtosis $\approx 2,7$). Eine Defokussierung auf $z = 10$ mm führt zu einem Mittelwert von $49,1 \mu\text{m}$ und einer spitzeren Verteilung (Kurtosis $\approx 3,9$). Bei $z = 15$ mm bleibt der Mittelwert mit $40,3 \mu\text{m}$ auf vergleichbarem Niveau, nimmt jedoch eine stark zentrierte Form

an (Kurtosis $\approx 4,6$). Analog dazu verursachen höhere Scangeschwindigkeit und niedrigere Pulsfrequenz eine feinkörnigere Mikrostruktur, während steigende Laserleistung das Kornspektrum insgesamt verschmälert. Um den Modus der Korngrößenverteilung in Richtung der Partikelgrößenverteilung des d_{50} des Ausgangspulvers - zu verschieben, muss eine stark spitz zulaufende (leptokurtische) Verteilung mit einer Kurtosis von etwa 4–6 angestrebt und die KDE um $\Delta x = (15 \mu\text{m} - \text{aktueller Peak})$ nach links verschoben werden. Den Versuchsergebnissen ist zu entnehmen, dass eine Scangeschwindigkeit von 500 mm/s eine mittlere Korngröße von 46,5 μm bei Kurtosis $\approx 3,3$ liefert, eine Defokussierung auf $z = 15 \text{ mm}$ den Mittelwert auf 40,3 μm mit Kurtosis $\approx 4,6$ absenkt und eine Pulsfrequenz von 8 MHz eine Feinkörnigkeit von 31,0 μm bei Kurtosis $\approx 5,2$ erzeugt. Durch die Kombination dieser Parameter ($v \geq 500 \text{ mm/s}$, $z = 10\text{--}15 \text{ mm}$, $f = 8 \text{ MHz}$) könnte sich die Verteilung zielgerichtet linksverschieben und sich so 15 μm annähern, um entsprechend Basu et al. ein übermäßiges Kornwachstum und damit unerwünschte Spannungen im Gefüge zu vermeiden.

5. Zusammenfassung

Die vorliegenden Ergebnisse belegen, dass sich mit dem Femtosekundenlaser im LPBF-Prozess für 8 % $_{\text{mol}}$ Y_2O_3 -stabilisiertes ZrO_2 Mikrokornstrukturen gezielt im Bereich von etwa 30 bis 80 μm erzeugen lassen. Die Kombination aus extrem kurzen Pulsdauern und variabler Defokussierung gestattet einen Übergang von hoher Tiefendiffusion der Wärme hin zu oberflächennaher gesteuerter Schmelze.

Literaturverzeichnis

- [1] Kontonasaki E, Rigos A, Ilia C, Istantos T. Monolithic Zirconia: An Update to Current Knowledge. Optical Properties, Wear, and Clinical Performance. *Dentistry Journal*. 2019 Sep 2;7(3):90.
- [2] Basu B. Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. *International Materials Reviews*. 2005 Aug;50(4):239–56.
- [3] Trunec M. EFFECT OF GRAIN SIZE ON MECHANICAL PROPERTIES OF 3Y-TZP CERAMICS.
- [4] Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC. Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*. 2000 Mar;83(3):461–87.
- [5] Zheng B, Trofimov V, Yang Y, Liu L, Feng Y, Zheng Z, et al. Study on additive and subtractive manufacturing of high-quality surface parts enabled by picosecond laser. *Journal of Materials Processing Technology*. 2023 Sep;318:118013.
- [6] Ramon-Conde I, Rodriguez A, Olaizola SM, Gomez-Aranzadi M. Study of the processing conditions for stainless steel additive manufacturing using femtosecond laser. *Optics & Laser Technology*. 2023 Jun;161:109232.
- [7] Liu J, Bai S. Femtosecond laser additive manufacturing of YSZ. *Appl Phys A*. 2017 Apr;123(4):293.
- [8] Bai S, Liu J. Femtosecond Laser Additive Manufacturing of Multi-Material Layered Structures. *Applied Sciences*. 2020 Feb 3;10(3):979.
- [9] Yang Z, Zhang S, Ji X, Liang SY. Model-Based Sensitivity Analysis of the Temperature in Laser Powder Bed Fusion. *Materials*. 2024 May 27;17(11):2565.
- [10] Moriya Y, Navrotsky A. High-temperature calorimetry of zirconia: Heat capacity and thermodynamics of the monoclinic-tetragonal phase transition. *The Journal of Chemical Thermodynamics*. 2006 Mar;38(3):211–23.
- [11] Song X, Xie M, Zhou F, Jia G, Hao X, An S. High-temperature thermal properties of yttria fully stabilized zirconia ceramics. *Journal of Rare Earths*. 2011 Feb;29(2):155–9.
- [12] Masoomi M, Soltani-Tehrani A, Shamsaei N, Thompson SM. Convection Heat Transfer Coefficients for Laser Powder Bed Fusion.
- [13] Fan X, Liu Y, Xu Z, Wang Y, Zou B, Gu L, et al. Preparation and Characterization of 8YSZ Thermal Barrier Coatings on Rare Earth-Magnesium Alloy. *J Therm Spray Tech*. 2011 Jun;20(4):948–57.
- [14] Li X, Polydorides N. Fast heat transfer simulation for laser powder bed fusion. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*. 2023 Jul;412:116107.
- [15] Fahrmeir L. Statistik - Der Weg zur Datenanalyse. 7th ed. Heidelberg: Springer Heidelberg Dordrecht London New York; 2011. 610 p.

Für weiterführende Untersuchungen bietet sich eine detaillierte Betrachtung von mehrschichtigen Werkstücken an, um Schicht-zu-Schicht-Wechselwirkungen und daraus resultierende Spannungszustände zu charakterisieren. Zudem sollte die Korrelation zwischen lokaler Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften, etwa Härte und Biegefestigkeit, systematisch erforscht werden. Schließlich könnte die Integration von abtragenden Nachbearbeitungsschritten in ein hybrides additiv-subtraktives Verfahren die Oberflächengüte weiter verbessern und die Einsatzmöglichkeiten insbesondere in der Medizintechnik und der Luft- und Raumfahrt erweitern.

Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Dieses Projekt wird vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

SPONSORED BY THE



Federal Ministry
of Education
and Research

RUBIn
Regionale unternehmerische
Bündnisse für Innovation

Kontaktinformationen (optional)

Carl-Zeiß-Promenade 2, 07745 Jena

Markus Kühn (M.Eng., M.Sc.)

m.kuehn@eah-jena.de / ORCID: 0009-0005-5114-3479