

**Aus der Poliklinik für Kieferorthopädie**

**der Universität Würzburg**

**Direktor: Professor Dr. med. dent. E. Witt**

---

**QUALITÄTSSICHERUNG BEI KIEFERORTHOPÄDISCHEN  
FÜGEARBEITEN IM ZAHNTECHNISCHEN LABOR**

**Inaugural - Dissertation**

zur Erlangung der Doktorwürde der

Medizinischen Fakultät

der

Bayerischen Julius-Maximilians-Universität zu Würzburg

vorgelegt von

**Jutta Heidemann**

aus Münster

Würzburg, Dezember 2000

Referent: Professor Dr. E. Witt

Korreferent: Professor Dr. R. Thull

Dekan: Professor Dr. V. ter Meulen

Tag der mündlichen Prüfung: 11.01.2002

Die Promovendin ist Zahnärztin.

Meinen Eltern in Dankbarkeit gewidmet.



## Inhaltsverzeichnis

<b>Inhaltsverzeichnis .....</b>	<b>I</b>
<b>1 Einleitung .....</b>	<b>1</b>
1.1 Einführung .....	1
1.2 Fragestellung.....	2
<b>2 Löten.....</b>	<b>5</b>
2.1 Definition.....	5
2.2 Anwendungsbereiche des Lötens .....	5
2.3 Fügeverfahren in der kieferorthopädischen Zahntechnik.....	6
2.3.1 Flammenlötungen.....	6
2.3.2 Fügen durch elektrische Widerstandserhitzung .....	7
2.3.2.1 Elektrisches Widerstandsschweißen .....	8
2.3.2.2 Elektrisches Widerstandslöten .....	8
2.4 Lote .....	9
2.4.1 Allgemeines.....	9
2.4.2 Anforderungen an das Lotmaterial.....	10
2.5 Flußmittel.....	10
2.6 Benetzbarkeit, Diffusion und Legierungsbildung.....	11
2.7 Gestaltung einer Lötverbindung .....	12
2.7.1 Vorbereitung der zu verlötenden Oberflächen .....	13
2.7.2 Der kapillare Fülldruck als Grundlage lötgerechter Konstruktion.....	13
2.7.3 Gestaltung des Lötspaltes.....	14
2.7.4 Verbindungsformen der Löttechnik .....	15
2.8 Lötgerechte Erwärmung .....	16
2.9 Fehler beim Hartlöten .....	16
2.9.1 Lötfehlerarten .....	16
2.9.2 Ursachen für Lötfehler und Mißerfolge von Lötungen .....	17
2.9.3 Beeinflussung des Grundwerkstoffes durch das Lötverfahren .....	17
2.10 Einflüsse auf die Festigkeit von Lötverbindungen.....	18

<b>3</b>	<b>Korrosion .....</b>	<b>20</b>
3.1	Definition und Reaktionsarten.....	20
3.2	Grundlagen elektrochemischer Korrosion.....	20
3.2.1	Elektrochemische Spannungsreihe.....	20
3.2.2	Galvanische Elemente .....	21
3.2.3	Korrosionselemente.....	22
3.2.4	Passivierung .....	22
3.3	Korrosionserscheinungen und -arten.....	23
3.3.1	Der gleichmäßige Metallabtrag.....	23
3.3.2	Lochfraß .....	24
3.3.3	Kontaktkorrosion.....	24
3.3.4	Selektive- oder interkristalline Korrosion (Kornzerfall).....	25
3.3.5	Spaltkorrosion .....	25
3.3.6	Spannungsrißkorrosion und Schwingungsrißkorrosion .....	26
3.4	Korrosionsbedingungen im Mundmilieu.....	26
3.5	In-vitro- und in-vivo-Korrosionstests.....	27
3.5.1	Überblick über die verschiedenen Untersuchungsmethoden .....	27
3.5.2	Untersuchungen zur Korrosionsanfälligkeit kieferorthopädischer Drähte und ihrer Silberlotverbindungen.....	30
3.5.2.1	Überblick der verschiedenen künstlichen Speichel.....	31
3.5.2.2	Korrosionsanfälligkeit von kieferorthopädischen Drähten und Lötstellen in Reinigungslösungen .....	33
3.5.3	Vergleichende Untersuchungen verschiedener Lötverfahren .....	35
<b>4</b>	<b>Material und Methode .....</b>	<b>38</b>
4.1	Herstellung der Lötverbindungen.....	38
4.1.1	Materialien .....	38
4.1.2	Probendesign .....	39
4.1.3	Vorbereitung der zu verlötenden Drahtteile.....	40
4.1.4	Lötverfahren .....	40
4.1.4.1	Flammenlötlung mit Wasserstoff-Sauerstoff-Gemisch.....	41
4.1.4.2	Direkte Widerstandslötung mittels Kohlelektrode .....	42
4.1.4.3	Transfersoldering .....	43
4.1.5	Politur, Kennzeichnung und Reinigung der Proben.....	44

---

4.2	Versuchsplan und Anzahl der hergestellten Lötstellen .....	45
4.3	Untersuchung der Qualitätsmerkmale .....	46
4.3.1	Messung der Lötzeit .....	46
4.3.2	Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen, EDX-Analyse, stereomikroskopische Auswertung .....	46
4.3.2.1	Überlappungslänge .....	47
4.3.2.2	Parallelität der Lötverbindung .....	47
4.3.2.3	Grad der Lotbedeckung .....	48
4.3.2.4	Bearbeitungsspuren und Poliermittelrückstände .....	50
4.3.2.5	Porositäten auf der Lotoberfläche .....	51
4.3.2.6	Impressionen der Kohlelektrode .....	53
4.4	Korrosionsuntersuchungen und -medien .....	54
4.4.1	Eisen-III-Chlorid .....	54
4.4.2	Zahnspangereiniger (Kukis®) .....	55
4.4.3	Künstlicher Speichel .....	56
4.4.4	Rasterelektronen- und stereomikroskopische Auswertung .....	57
4.4.4.1	Korrosionsschäden des Stahldrahtes nach Immersion in Eisen-III-Chlorid .....	57
4.4.4.2	Korrosionsschäden des Lotes .....	57
4.4.5	ICP-AES-Analyse .....	58
4.5	Statistische Auswertung .....	60
<b>5</b>	<b>Ergebnisse der Qualitätsuntersuchungen .....</b>	<b>61</b>
5.1	Dauer des Lötvorgangs .....	61
5.2	Überlappungslänge .....	63
5.3	Geometrie der Lötverbindung .....	64
5.4	Grad der Lotbedeckung .....	64
5.4.1	Dimensionierung .....	64
5.4.2	Lotbedeckung des abgeknipsten Federendes .....	67
5.4.3	Lotbedeckung des 90°-Knicks der Feder .....	69
5.4.4	Lotbedeckung des Lötspaltes .....	70
5.5	Bearbeitungsspuren und Poliermittelrückstände .....	73
5.5.1	Bearbeitungsspuren .....	73
5.5.2	Poliermittelrückstände .....	74

---

5.6 Porositäten auf der Lotoberfläche.....	75
5.6.1 Verfahrensabhängige Oberflächenbeschaffenheit.....	75
5.6.2 Gasblasen .....	76
5.6.3 Lunker .....	79
5.6.4 Mikroporositäten .....	82
5.7 Impressionen der Kohlelektrode.....	84
5.8 Zusammenfassung der Ergebnisse.....	85
<b>6 Ergebnisse der Korrosionsuntersuchungen.....</b>	<b>86</b>
6.1 Korrosion in Eisen-III-Chlorid .....	86
6.1.1 Ergebnisse der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung.....	86
6.1.1.1 Korrosion des Stahldrahtes.....	86
6.1.1.2 Korrosion des Lotes .....	97
6.1.2 Ergebnisse der ICP-AES-Analysen.....	104
6.2 Korrosion in Zahnsparngereiniger (Kukis®).....	107
6.2.1 Ergebnisse der REM- und Lupenuntersuchung .....	107
6.2.1.1 Korrosion der Lotoberfläche .....	108
6.2.1.2 Korrosion des Lotrandes .....	111
6.2.2 Ergebnisse der ICP-AES-Analysen.....	113
6.3 Korrosion in künstlichem Speichel.....	116
6.3.1 Ergebnisse der REM- und Lupenuntersuchung .....	116
6.3.1.1 Korrosion der Lotoberfläche .....	117
6.3.1.2 Korrosion des Lotrandes .....	120
6.3.2 Ergebnisse der ICP-AES-Analysen.....	122
6.4 Zusammenfassung der Ergebnisse.....	124
<b>7 Diskussion .....</b>	<b>125</b>
7.1 Diskussion der Methodik.....	125
7.1.1 Untersuchung der Qualitätsmerkmale.....	125
7.1.2 Korrosionsuntersuchungen.....	126
7.1.2.1 Eisen-III-Chlorid-Test.....	127
7.1.2.2 Zahnsparngereinigertest.....	127
7.1.2.3 Künstlicher Speichel .....	128
7.1.2.4 ICP-AES-Analysen .....	128



---

7.2 Diskussion der Ergebnisse.....	129
7.2.1 Ergebnisse der Qualitätsprüfung .....	129
7.2.1.1 Bewertung der Lötverfahren .....	129
7.2.1.2 Dauer des Lötvorgangs und Art der Erwärmung .....	131
7.2.1.3 Überlappungslänge und Geometrie der Lötverbindung .....	133
7.2.1.4 Bearbeitungsspuren und Poliermittelrückstände .....	133
7.2.1.5 Grad der Lotbedeckung und Impressionen der Kohleelektrode	134
7.2.1.6 Gasblasen, Lunker und Mikroporositäten .....	136
7.2.1.7 Fehlerquellen bei Gestaltung der Lötverbindung und Art der Erwärmung .....	138
7.2.2 Diskussion der Ergebnisse der Korrosionsuntersuchungen .....	140
7.2.2.1 Diskussion der Ergebnisse des Eisen-III-Chlorid-Tests.....	142
7.2.2.2 Diskussion der Ergebnisse im Zahnspangenreinigertest .....	146
7.2.2.3 Diskussion der Ergebnisse der Korrosionsuntersuchungen in künstlichem Speichel.....	149
7.3 Schlußfolgerungen.....	152
<b>8 Zusammenfassung.....</b>	<b>156</b>
<b>9 Literaturverzeichnis.....</b>	<b>158</b>
<b>10 Anhang .....</b>	<b>169</b>



# 1 Einleitung

## 1.1 Einführung

Durch das seit dem 01.01.1995 in Kraft getretene Medizinproduktegesetz ist der Zahntechniker gesetzlich verpflichtet, Arbeiten hoher Reproduzierbarkeit und Qualität herzustellen und diese auch zu dokumentieren [90]. Kieferorthopädische Geräte gelten laut Gesetz als Sonderanfertigungen (§ 12 MPG) [90]. Diese Arbeiten müssen daher weder eine CE-Kennzeichnung tragen noch muß das zahntechnische Labor ein zertifiziertes Qualitätssicherungssystem nachweisen [44, 90, 98]. Allerdings ist der Zahntechniker verpflichtet, für Sonderanfertigungen sogenannte Konformitätserklärungen abzugeben, die belegen, daß seine Produkte den geltenden Qualitätsmaßstäben nach den "Grundlegenden Anforderungen" der EG-Richtlinie 93/42/EWG genügen. Auch Universitäten, die zahntechnische Labors betreiben, müssen die Anforderungen des Medizinproduktegesetzes erfüllen [44]. Dem Zahnarzt oder Kieferorthopäden obliegt die Kontrolle des vom Zahntechniker übergebenen Therapiemittels und seine wissenschaftlich korrekte Anwendung [44].

In einer Informationsschrift des Bundesgesundheitsamtes (1993) zum Thema "Legierungen in der zahnärztlichen Therapie" wird gefordert, daß Lötungen von Zahnersatz auf das Notwendigste beschränkt werden; auch bei kieferorthopädischen Geräten soll das Schweißen bevorzugt werden [12]. Für Fügearbeiten im zahntechnischen Labor ist das Laserschweißverfahren mit dem gepulsten Nd:YAG-Laser zur Anwendungsreife entwickelt worden und bietet gegenüber den verschiedenen Lötverfahren deutliche Vorteile [25, 66, 75, 93]. Nach wie vor wird jedoch in vielen Bereichen der kieferorthopädischen Zahntechnik gelötet, zumal die Anschaffung eines Lasergerätes für viele zahntechnische Labors noch zu teuer ist und bis jetzt nur etwa jedes siebte gewerbliche Labor ein Laserschweißgerät besitzt [6].

Ziel der Untersuchung war es daher, Fehlerquellen bei den kieferorthopädischen Lötverfahren aufzudecken, um eine Optimierung im Sinne der Qualitätssicherung zu erreichen. Die Qualität einer Lötverbindung hängt von der mechanischen Stabilität [38,

102, 103], dem Grad der Benetzung [30, 82], der Legierungsbildung zwischen den zu verlötenden Werkstoffen [39, 79, 102, 103], dem Ausmaß an Einschlüssen und Hohlräumen in der Lötzone [2, 30, 102, 103] und der Korrosionsfestigkeit [5, 30] ab. Im Bereich der Lötstelle verändern sich die Materialeigenschaften der Drähte, was zu geringerer mechanischer Festigkeit und höherer Korrosionsanfälligkeit führt [3, 5, 26, 36, 84, 94]. Die klinischen Folgen reichen von Dimensionsverlust bis hin zum Versagensbruch der Fügeverbindung. Neben der unerwünschten funktionellen Minderung können Korrosionsprodukte biologische Effekte hervorrufen [21, 51, 55, 81, 85]. In welchem Ausmaß klinisch relevante gesundheitsschädigende Auswirkungen auf Patienten entstehen, ist nur unvollständig bekannt [37, 81]. Für die Biokompatibilität von Lötungen spielt also die Korrosionsfestigkeit im Speichel und in Aufbewahrungsmedien eine entscheidende Rolle [23, 26, 40]. Zur täglichen Pflege und Reinigung von kieferorthopädischen Apparaturen sind im Handel spezielle Zahnsparngereiniger erhältlich, die festsitzende Beläge und Bakterien entfernen. Laut Herstellerangaben verhindern Spezialzusätze die Korrosion von empfindlichen Metallteilen. In verschiedenen Untersuchungen sind jedoch Wechselwirkungen zwischen metallischen Werkstoffen, vor allem Silberlotverbindungen und Zahnsparngereinigern beobachtet worden [4, 26, 71, 72, 80].

Durch Korrosionsuntersuchungen in dem technischen Korrosionsprüfungsmedium Eisen-III-Chlorid, einem künstlichen Speichel und einem Zahnsparngereiniger sollte untersucht werden, ob bei den von drei verschiedenen Technikern mit verschiedenen Lötverfahren hergestellten Lötstellen eine unterschiedliche Korrosionsanfälligkeit zu erkennen ist. Es sollte geklärt werden, ob die korrosionsmindernden Eigenschaften der Reiniger auch bei Fügeverbindungen mit herstellungsbedingten Fehlern zur Geltung kommen und ob verfahrenstechnische Einflüsse sich hierbei bemerkbar machen.

## **1.2 Fragestellung**

Anlaß zu dieser Untersuchung war, daß immer wieder angelaufene oder sogar durch Korrosionsschäden mechanisch geschwächte Lötstellen an kieferorthopädischen

Geräten des Patientenstammes beobachtet wurden. Es stellte sich die Frage, wie es zu diesen Veränderungen kommt und wie man ein weiteres Auftreten verhindern kann.

Ziel der Untersuchung war es, die in der Poliklinik für Kieferorthopädie verwendeten Lötverfahren auf ihre Lötsicherheit, das heißt die Bewährung bei routinemäßig durchgeführten Fügearbeiten im zahntechnischen Labor zu untersuchen und den Einfluß der individuellen Arbeitsweise der Techniker auf das Lötergebnis zu überprüfen. Es sollten Fehlerquellen sowohl bei den Lötverfahren als auch bei den Technikern aufgedeckt werden, um eine Optimierung im Sinne der Qualitätssicherung erreichen zu können.

Folgende Fragen sollten geklärt werden:

- Gibt es Unterschiede in Art und Häufigkeit von Lötfehlern zwischen den untersuchten Lötverfahren?
- Welchen Einfluß hat die individuelle Arbeitsweise des Technikers auf das Lötergebnis (Art und Häufigkeit von Lötfehlern)?
- Gibt es Fehlerquellen in der Handhabung der Lötverfahren durch den Techniker, durch deren Vermeidung das Lötergebnis verbessert werden könnte?
- Ist die Gestaltung der Lötverbindung bei den kieferorthopädischen Fügearbeiten lötgerecht?
- Gibt es Unterschiede in der Korrosionsanfälligkeit der Lötstellen zwischen den Lötverfahren?
- Gibt es Unterschiede in der Korrosionsanfälligkeit der Lötstellen zwischen den Technikern?
- Gibt es eine Korrelation zwischen den verfahrens- oder technikerbedingten Unterschieden im Lötergebnis und unterschiedlicher Korrosionsanfälligkeit der Lötverbindungen?
- Gibt es ein Lötverfahren, welches hinsichtlich Handhabung, Lötsicherheit und Korrosionsverhalten am geeignetsten erscheint?
- Wie kann das Auftreten von Lötfehlern durch den Techniker verringert oder sogar vermieden werden?

In diesem Zusammenhang sei auf zwei weitere parallellaufende Dissertationen in der Poliklinik für Kieferorthopädie Würzburg verwiesen:

- Untersuchungen der mechanischen Festigkeit von Lötverbindungen und Laserschweißungen in Abhängigkeit von Verfahren und Techniker [66].
- Vergleich des Laserschweißens mit den untersuchten Lötverfahren sowie der Sauerstoff-Propan-Flammenlötung eines Fremdlabors hinsichtlich des Korrosionsverhaltens [25].

## 2 Löten

### 2.1 Definition

Nach *DIN 8505 Teil 1* ist Löten ein thermisches Verfahren zum stoffschlüssigen Fügen und Beschichten von Werkstoffen, wobei eine flüssige Phase durch Schmelzen des Lotes (Schmelzlöten) oder durch Diffusion an den Grenzflächen (Diffusionslöten) entsteht. Die Temperatur des Schmelzbegins (Solidustemperatur) der Grundwerkstoffe wird dabei nicht erreicht. Als Lot wird eine als Zusatzwerkstoff zum Löten geeignete Legierung oder reines Metall beschrieben. Flußmittel sind nichtmetallische Stoffe, die vorwiegend die Aufgabe haben, vorhandene Oxide von der Lötfläche zu beseitigen und ihre Neubildung zu verhindern [17].

Weichlöten wird mit Loten durchgeführt, deren Liquidustemperatur unter 450°C liegt und Hartlöten mit Loten, deren Liquidustemperatur über 450°C liegt (*DIN 8505, Teil 2*) [17]. Lötungen in der Dentaltechnik werden ausschließlich als Hartlötungen durchgeführt.

### 2.2 Anwendungsbereiche des Lötens

In der Kieferorthopädie und Orthodontie kommen Drähte unterschiedlicher Elastizität, Stärke und Profile sowie verschiedene Bänder und Aufschweißteile zur Anwendung [100]. Das Drahtmaterial für herausnehmbare Apparaturen (Platten und funktionskieferorthopädische Geräte) besteht aus korrosionsbeständigem rostfreien Stahl. Es werden üblicherweise runde Drähte mit einem Durchmesser von 0,5–0,9 mm verwendet. Die Palette der Drähte, die im Rahmen der Behandlung mit festsitzenden Geräten verwendet werden, ist wesentlich größer. Allerdings dürfen Drähte aus Nickel-Titan- oder Beta-Titanlegierungen nicht gelötet werden [89].

In folgenden Bereichen der kieferorthopädischen Zahntechnik kommen Lötungen zur Anwendung [100]:

- Zur Anbringung von Federn und Häkchen, Röhrchen und Stops an Labialbögen, Halteelementen, dem Gesichtsbogen und anderen Drahtteilen.
- Bei der Anfertigung von festsitzenden Lückenhaltern und der festsitzenden Quadhelix-Apparatur.
- Zur Reparatur von Labialbögen und Halteelementen.
- Zur Befestigung der üblichen Attachements auf den Bändern.

Die häufigste Indikation für Lötungen stellt die Verbindung von Zusatzelementen mit dem Labialbogen als Basiselement dar.

Das Löten in der Kieferorthopädie ist jedoch mehr, als das reine Verbinden von Metallteilen. Die Konstruktion von Lötverbindungen spielt häufig eine Rolle in komplizierten Prozessen der Kraftübertragung und Bewegungsabläufen [26, 100]. Wichtig ist daher die sichere Verbindung der Metallteile ohne nennenswerten Verlust der mechanischen Eigenschaften [100].

## **2.3 Fügeverfahren in der kieferorthopädischen Zahntechnik**

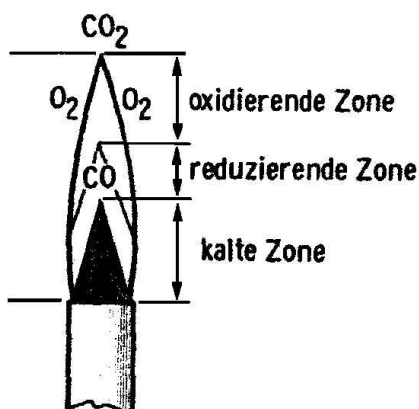
### **2.3.1 Flammenlötungen**

Unter Flammenlöten versteht man Lötverfahren, bei denen das Erwärmen durch einen von Hand geführten Brenner, durch eine gasbeheizte Vorrichtung oder durch eine Maschine vorgenommen wird [106]. In der Dentaltechnik findet ausschließlich das manuelle Flammenlöten Anwendung. Die Erwärmung erfolgt mit Brenngas-Luft- oder Brenngas-Sauerstoff-Gemischen. Beim Hartlöten wird bevorzugt Azetylen, Propan, Butan, Erdgas oder Wasserstoff als Brenngas und Sauerstoff oder Luft als Heizgas eingesetzt [20]. Sauerstoff selbst ist ein unbrennbares Gas, jedoch für einen Verbrennungsvorgang unbedingt erforderlich. Die Zugabe von Sauerstoff zu den Brenngasen erfolgt zur Erhöhung der Flammentemperatur und zur Vergrößerung der



Flammenleistung [106]. Verwendung finden vor allem Propan-Luft-, Propan-Sauerstoff- und Azetylen-Sauerstoff-Gemische [106].

Das manuelle Flammenlöten findet in der Regel mit einem speziellen Lötbrenner statt. Der Lötbrenner hat hierbei die Aufgabe, ein Brenngas-Luft- oder Brenngas-Sauerstoff-Gemisch zu verbrennen und die dadurch entstehende Wärmemenge für den Lötprozeß abzugeben. Durch Ventile am Brenner kann die Gasmenge eingestellt werden. Die Flamme eines Azetylen-Sauerstoff-Gemisches, aber auch anderer Gas-Sauerstoffkombinationen, besteht im wesentlichen aus drei Zonen (**Abb. 1**). PRSKAWETZ (1971) empfiehlt das Vorwärmen der Legierungen mit großer luftbeziehungsweise sauerstoffarmer Flamme. Das weitere Erwärmen soll in der heißen reduzierenden Zone der Gasflamme erfolgen, bis das Lot schmilzt und in den Lötspalt fließt [14, 79].



**Abb. 1**

Lötflamme eines Azetylen-Sauerstoff-Gemisches mit den drei Lötzonen (aus KÖRBER, K. und LUDWIG, K. [58]). Der innere Flammenkegel ist scharf begrenzt, wird von unverbranntem Gas gebildet. Die blauviolett gefärbte reduzierende Flammenzone ist sehr heiß. Der äußere, gelb gefärbte Flammenmantel ist stark oxidierend, da von außen zusätzlich Luftsauerstoff herantritt und ist ebenfalls heiß.

### 2.3.2 Fügen durch elektrische Widerstandserhitzung

Unter elektrischer Widerstandserhitzung versteht man ein Verfahren, bei dem das Erwärmen im allgemeinen durch elektrischen Stromfluß erfolgt. Jeder Körper, der von einem elektrischen Strom durchflossen wird, setzt diesem einen Widerstand entgegen, wodurch eine Erwärmung zustande kommt (Joule-Effekt) [20, 106]. Die hierbei entstehende Wärmemenge ist abhängig vom Quadrat der Stromstärke, vom elektrischen

Widerstand des zu verlötenden Werkteils und von der Zeitdauer, in welcher der elektrische Strom fließt [20, 29, 106]. In den meisten Fällen erfolgt daher das Widerstandslöten mit hohen Stromstärken und relativ kurzen Lötzeiten [106].

#### 2.3.2.1 Elektrisches Widerstandsschweißen

Punktschweißen ist eine Form des elektrischen Widerstandsschweißens. Hierbei werden die zu verbindenden Teile zwischen zwei spitzen Kupferelektroden aufeinandergedrückt und einem Stromimpuls von kurzer Dauer und hoher Stromstärke ausgesetzt. Als Folge des elektrischen Widerstandes kommt es zwischen den Elektroden zu einer eng umgrenzten Erhitzung bis zur Solidustemperatur des zu verschweißenden Materials [29]. Durch den Druck entsteht eine kleinflächige Verbindung der erweichten Fügeflächen. Die eigentliche Befestigung erfolgt anschließend durch Verlöten. Rostfreier Stahl ist aufgrund seines hohen elektrischen Widerstandes und seiner geringen Wärmeleitfähigkeit gut geeignet für Punktschweißung, da die Hitzewirkung auf den Bereich der Punktschweißung begrenzt bleibt [29]. Die Parameter Druck, Stromfluß und Zeit müssen so abgestimmt sein, daß der Stromfluß exakt so lange andauert, bis das Material schmilzt und der Druck zwischen den Elektroden die Werkstücke zusammenpreßt, bis sie wieder erhärtet sind [29, 107]. Hierzu müssen die Elektroden sauber sein, um den Stromfluß zu ermöglichen [8, 29]. Die Stromstärke muß bei dickeren Werkstoffen höher sein, als bei dünneren [29]. Zu hohe Stromstärken schmelzen die Werkstücke und verbrennen die oberste Schicht der Oberfläche [83].

#### 2.3.2.2 Elektrisches Widerstandslöten

Beim Widerstandslöten nutzt man den Effekt, daß in stromdurchflossenen Kohleelektroden extrem hohe Temperaturen entstehen, um das Lot zu schmelzen, ohne die Drähte selbst zu erhitzen [29]. Beim Widerstandslöten wird bezüglich der Erwärmungsart zwischen dem direkten und indirekten Widerstandslöten unterschieden. Beim Widerstandslöten mit direkter Erwärmung entsteht in den zu verlötenden Teilen, durch ihren eigenen elektrischen Widerstand bedingt, direkt die Arbeitstemperatur

[106]. Beim Widerstandslöten durch indirekte Erwärmung geben mittels Widerstandserhitzung vorgeheizte Kohlelektroden nur durch Wärmeleitung ihre Energie ab, so daß die mit ihnen in Kontakt kommenden Teile nur indirekt auf die Arbeitstemperatur erwärmt werden [106].

## **2.4 Lote**

### **2.4.1 Allgemeines**

Je nach Verwendungszweck stehen dem Zahntechniker heute eine sehr große Vielfalt von Lotwerkstoffen zur Verfügung. Lote, die in der Dentaltechnik eingesetzt werden, müssen wie die Dentallegierungen eine gute Mundbeständigkeit aufweisen. Nach DIN EN 29333 sind die meisten Lote und einige ihrer Eigenschaften genormt. Diese Normen legen die Anforderungen und Prüfungen fest, denen die Lote für die Zahntechnik selbst und in Kombination mit Dentallegierungen mindestens genügen müssen. Im Vordergrund steht dabei die Mundbeständigkeit und die Gewebeverträglichkeit der Lötverbindung neben den normalen Anforderungen an ihre mechanische und chemische Stabilität.

Für die im zahnärztlichen Bereich ausschließlich verwendeten Hartlote gelten die DIN-Normen DIN EN 1044. In der kieferorthopädischen Zahntechnik kommen zum Verlöten von rostfreien Edelstahldrähten vor allem Silberlote zum Einsatz, die bis zu 70 % Silber enthalten. Es handelt sich dabei um Silber-Kupfer-Legierungen, deren Schmelzintervallgrenzen zwischen 600-750°C liegen [14]. Zur weiteren Herabsetzung der Schmelztemperatur des reinen Silberlots (961°C) werden neben Kupfer (Schmelzpunkt 1083°C) niedrigschmelzende Komponenten wie Zinn (Schmelzpunkt 238,8°C) und Zink (Schmelzpunkt 419°C) in aufeinander abgestimmten Anteilen zulegiert [79].

### 2.4.2 Anforderungen an das Lotmaterial

Nach folgenden Anforderungen werden die Lote ausgewählt und angewandt:

- Die Arbeitstemperatur des Lotes muß 50–150°C unterhalb der Solidustemperatur des Grundwerkstoffes liegen [20, 64, 79].
- Eine Artgleichheit oder Ähnlichkeit des Kristallgitters muß vorhanden sein, da dadurch ein ausreichender Diffusionsvorgang gewährleistet wird [79].
- Lote müssen über Dünflüssigkeit verfügen, damit sie in die schmalen Lötspalten einfließen können [79].
- Eine gute Anlauf- und Korrosionsbeständigkeit des Lotes ist notwendig [14].

## 2.5 Flußmittel

Eine Grundvoraussetzung für eine optimale Lötung ist die Benetzung des Grundwerkstoffes durch das flüssige Lot. Diese ist aber nur dann gegeben, wenn die zu benetzenden Flächen eines Werkstoffes während des Lötprozesses frei von Oxiden sind [20, 39, 56, 79, 106]. Unmittelbar nach der mechanischen Vorbehandlung der Werkstücke bilden sich bei Raumtemperatur rasch neue Oxidschichten, die vor dem eigentlichen Lötprozeß mittels nichtmetallischer Flußmittel entfernt werden müssen [20]. Auch beim Erwärmen der Werkstücke und des Lotes auf Temperaturen über 750° C kommt es ständig zur Bildung von Metalloxiden. Flußmittel haben die Aufgabe, die während des Erwärmungsprozesses entstehenden Oxidbeläge aufzulösen und die blanken Oberflächen bis zum Benetzungsprozeß durch das Lot vor weiterer Oxidation zu schützen [20, 39, 56, 79, 106].

Die Arbeitstemperatur des Lotes muß im Wirktemperaturbereich des Flußmittels liegen. Das heißt, die Benetzungstemperatur des Flußmittels muß mindestens 50° C unterhalb der Arbeitstemperatur liegen, damit eine vollständige Oxidhautbeseitigung bei Erreichen der Arbeitstemperatur sichergestellt ist [20]. Es sollten deshalb nur auf Dentallote abgestimmte Flußmittel verwendet werden [20, 106]. Eine möglichst niedrig liegende Wirktemperatur des Flußmittels ist anzustreben, denn um so eher ist ein Schutz gegen die sich bei der Loterwärmung bildenden Oxide gegeben [106].

Neben der Funktion der chemischen Reinigung der Metallflächen setzt das Flußmittel die Grenzflächenspannung zwischen Werkstoff und flüssigem Lot herab und ermöglicht das Benetzen durch Verkleinerung der Oberflächenspannung des flüssigen Lotes [20, 56, 106].

Das Lösungsvermögen der Flußmittel ist begrenzt. Das heißt, die Lötzeit spielt für das Lösungsvermögen und damit für die Wirksamkeit des Flußmittels eine entscheidende Rolle [39, 92, 106]. Aus diesem Grunde sollte die Gesamtzeit des Lötvorganges im Wirktemperaturbereich des Flußmittels drei bis fünf Minuten nicht überschreiten [20, 39, 92, 106]. Falls ein Werkstück einmal zu lange erwärmt und mit gesättigtem Flußmittel überzogen ist, nützt ein neuerliches Auftragen von zusätzlichem Flußmittel nichts mehr. Die zu verlötenden Teile müssen erneut gesäubert und die Lötung mit einer stärkeren Wärmequelle durchgeführt werden [106].

Man unterscheidet zwischen Flußmitteln für das Weichlöten und Flußmitteln für das Hartlöten. DIN EN 1045 enthält eine Einteilung der Flußmittel zum Hartlöten. Der Typ F-SH 2 mit einem Wirktemperaturbereich zwischen 750°C und 1100°C überdeckt gerade den Bereich der Löttemperaturen, die in der Dentaltechnik im wesentlichen Anwendung finden [39, 106]. Diese Flußmittel enthalten Borverbindungen und Fluoride [79, 92, 106]. Das vielfach verwendete Borax (Schmelzpunkt 741°C) ist für die niedrigschmelzenden Silberlotverbindungen jedoch nicht geeignet [79, 88, 92, 106]. Flußmittel für die Dentaltechnik liegen zumeist in Pastenform vor und werden vor dem Anheizen auf das kalte Werkstück gebracht.

## **2.6 Benetzbarkeit, Diffusion und Legierungsbildung**

Eine gute Benetzbarkeit ist Voraussetzung dafür, daß das flüssige Lot in den auf Arbeitstemperatur erwärmten Grundwerkstoff und dieser in das Lot diffundiert [57]. Damit ist eine Legierungsbildung verbunden, die irreversibel ist [20, 39, 106]. Eine schlechte Benetzbarkeit liegt vor, wenn dieser Diffusionsprozeß unterbleibt. Ist eine gute Benetzung eines Grundwerkstoffes durch ein Lot gegeben, so wird während der

Legierungsbildung Energie in Form von Wärme freigesetzt. Diese bewirkt, daß sich ein Lottropfen auf der Oberfläche des erwärmten Grundstoffes ausbreitet [39].

Die mechanischen Eigenschaften von Lötstellen werden von Art und Ausdehnung der Diffusionsschichten beeinflusst. Beim Löten diffundieren sowohl Elemente des Lotes in den Grundwerkstoff als auch Elemente des Grundwerkstoffes in das Lot [20]. Dieser Vorgang ist abhängig von Diffusionseigenschaften der an der Verbindung beteiligten Werkstoffe, der Temperatur und der Dauer [20, 88, 106]. Die Dicke der sich bildenden Legierungsschicht ist um so größer, je höher die Arbeitstemperatur des Lotes im Verhältnis zur Schmelztemperatur des Grundwerkstoffes liegt [20, 88]. Beim Hartlöten von Stahl mit Silberloten in der Dentaltechnik liegen aufgrund der niedrigen Lötzeiten die Legierungsschichtdicken unter 1  $\mu\text{m}$  [20] und sind häufig mikroskopisch kaum nachweisbar [88]. Je nach Metall-Lot-System kann es bei begrenzter Löslichkeit auch zur Bildung von intermetallischen Phasen kommen [20]. Dabei handelt es sich um Zwischenschichten, die häufig spröde sind und deshalb die Festigkeit der Lötverbindung mindern können [88]. Nicht immer verläuft die Diffusion an allen Punkten der Werkstoffoberfläche mit gleicher Geschwindigkeit ab. In manchen Fällen diffundieren die Lotbestandteile an den Korngrenzen viel rascher als durch die Kornoberfläche. Diese sogenannte Korngrenzendiffusion kann beim Vorhandensein von Zugspannungen zur „Lötbrüchigkeit“ [88] beziehungsweise „Lötrissigkeit“ [20] von Stählen führen. Die Lötrissigkeit wird vielfach auch im Zusammenhang mit Spannungsrißkorrosion (Kap. 3.3.6) diskutiert [20, 88].

## **2.7 Gestaltung einer Lötverbindung**

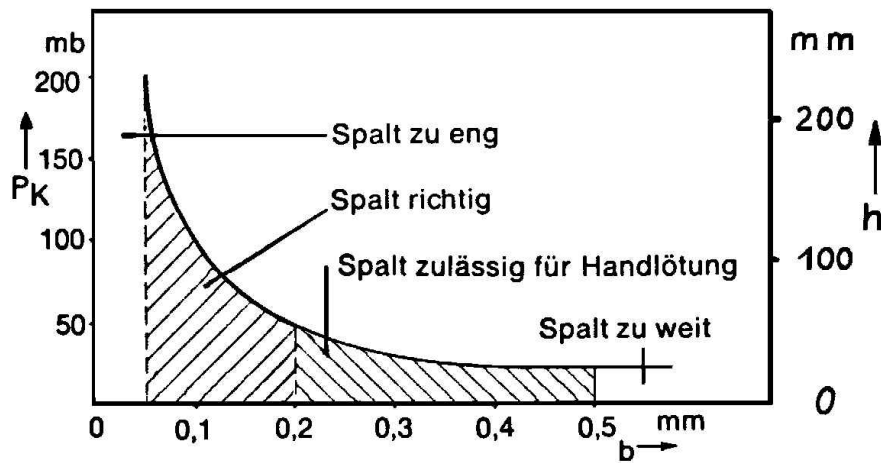
Für die Qualität einer Lötverbindung ist die lötgerechte Konstruktion und Formgebung der zu verbindenden Teile von ausschlaggebender Bedeutung. Die Gestaltung einer Lötverbindung erfordert eine besondere Vorbehandlung der Oberflächen, damit eine gute Benetzung und ein Fließen des Lotes in Arbeitsrichtung möglich ist.

### 2.7.1 Vorbereitung der zu verlötenden Oberflächen

Der Benetzungsvorgang erfordert beim Löten absolut reine Oberflächen [106]. Daher müssen Oxide und Verunreinigungen durch Abbeizen oder mechanische Bearbeitung beseitigt werden [56, 79, 106]. Letzteres bewirkt durch das Entstehen von Schleifritzen eine Vergrößerung der Oberfläche [56, 92]. Bei größeren Rauhtiefen ist darauf zu achten, daß die entstandenen Oberflächenritzen in Lotfließrichtung liegen, um den Lotfluß nicht zu behindern [106].

### 2.7.2 Der kapillare Fülldruck als Grundlage lötgerechter Konstruktion

Liegen die Oberflächen zweier Werkstücke planparallel gegenüber, so benetzt das Lot beide Oberflächen und die frei werdende Oberflächenenergie bewirkt, daß das Lot in den Spalt hineingetrieben wird. Diese Kraft wird der kapillare Fülldruck genannt [20, 39, 88, 106]. Mißt man, wie hoch das flüssige benetzende Lot entgegen der Schwerkraft in Kapillaren unterschiedlicher Durchmesser aufsteigt, so ergibt sich, daß die Steighöhe der Schmelze umgekehrt proportional zum Durchmesser der Kapillaren ist [20, 39, 57, 106]. Der kapillare Fülldruck wird um so größer, je kleiner der Durchmesser der Kapillare ist. Für die Praxis bedeutet dies, daß der Lötspalt nicht zu breit werden darf, da sonst der kapillare Fülldruck zu klein wird, der das Lot in den Lötspalt treibt. Wie in **Abb. 2** dargestellt ist, darf die Breite des Lötspaltes jedoch nicht beliebig verringert werden, da sonst die Reibung zwischen Grundwerkstoff und einschießendem Lot zu groß wird [39]. Dadurch kann die Schmelze den Lötspalt nicht vollständig ausfüllen, und der angestrebte Verbund wird geschwächt. Die günstigste Lötspaltbreite liegt bei ca. 0,1 mm [57, 106]. Die geringstmögliche Spaltbreite ist beim Hartlöten an Luft zum einen vom Lösevermögen des Flußmittels für Oxide [20, 88] und zum anderen von den Werkstoffeigenschaften des Lotes und des Grundmetalls abhängig [88, 92]. Beim Löten mit Flußmittel liegt die empfohlene Lötspaltbreite zwischen 0,05 und 0,2 mm [20, 92, 106].



**Abb. 2** Kapillarer Fülldruck  $p_K$  und Steighöhe  $h$  in Abhängigkeit von der Spaltbreite  $b$  (aus DORN, L. [20]).

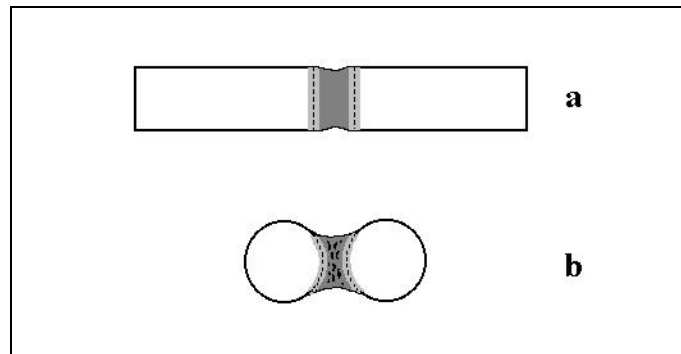
### 2.7.3 Gestaltung des Lötspaltes

Optimal ist es, wenn die zu verlötenden Werkstücke im Bereich der Lötstelle planparallel sind. Dabei sollte der Abstand konstant sein und zwischen 0,05 und 0,2 mm betragen (Kap. 2.7.2). In diesem Fall spricht man von einem Lötspalt und von Spaltlöten [39] (**Abb. 3 a**).

Ist dagegen der Abstand zweier Werkstücke im Bereich der zu verlötenden Teile nicht konstant und größer als 0,2 mm, so handelt es sich um eine Lötfuge, das dazugehörige Arbeitsverfahren wird Fugendlöten genannt (**Abb. 3 b**). Der Spalt wird beim Fugendlöten häufig v- oder x-förmig vorbereitet [92].

Es ist ein möglichst parallelwandiger Spalt zu wählen, der sich keinesfalls in Lotflußrichtung erweitern darf [20, 79]. Beim Verlöten zweier paralleler Drähte mit rundem Querschnitt ist aufgrund der Gestalt der Lötfuge mit einer Lunkerbildung zu rechnen [39] (**Abb. 3 b**).

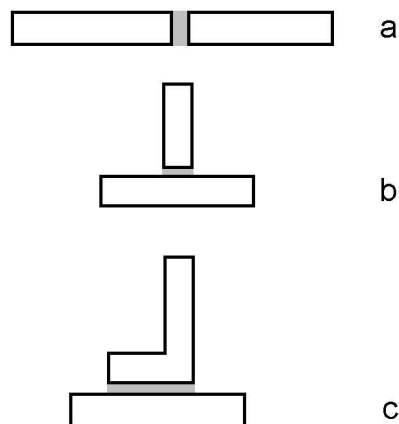




**Abb. 3 a+b** Breite des Lötspaltes. - **a** Lötspalt und Spaltlöten, **b** Lötfläche und Fugenlöten (Lunkerbildung in der Lotnaht).

#### 2.7.4 Verbindungsformen der Löttechnik

Die Verbindungen in der Löttechnik können in Stumpfstoße, T-Stöße und Überlappverbindungen eingeteilt werden (**Abb. 4 a-c**).



**Abb. 4 a-c** Verbindungsformen in der Zahntechnik. - **a** Stumpfstoß, **b** T-Stoß und **c** Überlappverbindung.

In der kieferorthopädischen Zahntechnik ist die wohl häufigste Form die Überlappverbindung eines rechtwinklig abgebogenen Zusatzelementes aus federhartem Draht mit Durchmesser 0,6 mm und einem Labialbogen aus hartem Draht mit dem Durchmesser 0,9 mm.

## 2.8 Lötgerechte Erwärmung

Damit das Flußmittel mit den Metalloxiden reagieren und sie auflösen kann, darf beim Löten die Lötstelle nicht zu schnell erwärmt werden. Wird das Flußmittel zu schnell erhitzt, kann Wasser, welches in pastenförmigen und flüssigen Flußmitteln enthalten ist, nicht rechtzeitig verdampfen [20]. Es kommt zur Blasenbildung und damit zu Einschlüssen in der Lotnaht [56, 79]. Die minimale Lötzeit wird in der Literatur mit fünf bis zehn Sekunden angegeben [20, 106]. Die maximale Lötzeit liegt durch das begrenzte Lösungsvermögen des Flußmittels bei drei bis fünf Minuten [20, 39, 92, 106]. Auch die Richtung der Wärmezufuhr ist beim Löten von Bedeutung [20]. Damit das Lot fließen und den Grundwerkstoff benetzen kann, muß das Werkstück an der Lötstelle auf Arbeitstemperatur erwärmt worden sein. Bei Erwärmung des Werkstückes von der Seite, auf der das Lot angesetzt wird, besteht die Gefahr, daß das Lot nicht durch den gesamten Spalt fließt, sondern vom Spalt wegfließt. Dies ist der Fall, wenn entferntere Stellen im Spalt noch nicht die Arbeitstemperatur erreicht haben. Empfohlen wird daher eine Erwärmung von der der Lotzufuhr entgegengesetzten Seite.

## 2.9 Fehler beim Hartlöten

### 2.9.1 Lötfehlerarten

Nach DORN (1985) sind in DIN 8515 die Lötfehler nach Fehlerarten eingeteilt (**Tab. 1**).

**Tab. 1** Einteilung der Lötfehler nach Fehlerarten [20]

Lötfehler	Beschreibung
Risse	Zweidimensional, inter- oder transkristallin, in Lot, Übergangszone oder Grundwerkstoff
Hohlräume	Dreidimensional (volumenhaft) <i>Gaseinschlüsse</i> : Poren, Porositäten, Porennester, Porenzeilen, Blasen <i>Lunker</i> : Erstarungshohlräume
Feste Einschlüsse	Feststoff-, Oxid-, Fremdmetall-, Flußmitteleinschlüsse
Bindefehler	Benetzungsfehler, Füllfehler (Spalt, Lotmenge)
Formfehler	Kerben, Versatz, Verzug, Lotüberlauf, Nahteinfall, Durchschmelzung, Aufblähung (durch Flußmittelreste)

### 2.9.2 Ursachen für Lötfehler und Mißerfolge von Lötungen

Lötfehler und Mißerfolge von Lötungen können meistens zurückgeführt werden auf

- nicht genügende Reinigung der Teile vor dem Löten: Oxidreste verhindern die vollständige Benetzung des Lotes auf dem Grundwerkstoff [14, 41],
- ungenügende Entfernung der Flußmittelreste nach dem Lötvorgang (Flußmittelreste führen zu Korrosion) [20],
- ungeeignetes und/oder zu wenig Flußmittel [14, 41],
- ungeeignetes Lot [41],
- unzureichender Füllgrad des Lötspaltes: Poren und Lunker durch zu breiten oder zu schmalen Lötspalt und/oder durch Flußmitteleinschlüsse [20, 41],
- Überschreitung von Wirktemperatur oder Wirkdauer des Flußmittels und dadurch unzureichendes Benetzen und Ausbreiten des Lotes [20],
- schlechtes Fließen des Lotes aufgrund nicht ausreichender Erhitzung [14] und/oder
- Überhitzung des Lotes [14].

### 2.9.3 Beeinflussung des Grundwerkstoffes durch das Lötverfahren

Fehler beim Löten, die durch Beeinflussung des Grundwerkstoffes durch das Lötverfahren zustande kommen, sind nach DORN (1985) Grobkornbildung, Versprödung, Lotkomponentenverdampfung, Lötrissigkeit, Flußmittelkorrosion und Schrumpfrisse. Unter Grobkornbildung versteht man die Zunahme der Korngröße im Grundwerkstoff durch zu hohe Löttemperaturen und zu lange Lötzeiten [20]. Wenn rostfreie Stahldrähte über längere Zeit im Temperaturbereich zwischen 500 und 900° C erhitzt werden, tritt eine Reaktion zwischen Chrom und Kohlenstoff auf. Es bildet sich Chromcarbid, das sich an den Korngrenzen ausscheidet [14]. Dadurch wird die Legierung spröde und die Korrosionsbeständigkeit wird verringert (Kap. 3.5.2).

## 2.10 Einflüsse auf die Festigkeit von Lötverbindungen

Die tatsächliche Bruchfestigkeit von Lötverbindungen liegt oft unterhalb der theoretisch möglichen [3]. Dies liegt zum einen daran, daß durch Überhitzung des Lotes oder Flußmittels Einschlüsse und Hohlräume die Lotnaht schwächen [3]. Ungenügend ausgefüllte Lötspalte wirken sich in den meisten Fällen festigkeitsmindernd aus [16, 43, 102, 106]. Poren, Lunker und Einschlüsse begünstigen die Rißbildung im Werkstoff sowie bei entsprechender Belastung den Versagensbruch und niedrigere Festigkeitswerte [19]. Hierbei ist es jedoch nicht gleichgültig, ob der schlechte Füllgrad dadurch erzielt wurde, daß eine einzige große Pore oder zahlreiche Mikroporositäten in der Lötverbindung enthalten sind. Grundsätzlich sind wenige, dafür aber große Einzelporen viel ungünstiger als über die gesamte Lötstelle verteilte Kleinstporen [106]. Die Entstehung von Hohlräumen in der Lötverbindung kann auch aus einem zu engen Lötspalt resultieren (Kap. 2.7.2). Zum Bruch einer Fügeverbindung kann es aber auch durch deren mangelnde Korrosionsresistenz kommen, die zu Dimensionsverlust, Versprödung und Rißbildung vor allem unter mechanischer Belastung führt.

Sowohl aus den Festigkeitskennwerten des Lotes als auch des Grundwerkstoffes lassen sich Rückschlüsse auf die Festigkeit der Lötverbindung ziehen. Maßgeblich für die Festigkeit sind die Werte des Lotes im Gußzustand und nicht die Werte des gezogenen Drahtes oder des gewalzten Bandes, da das Lot in der Lötverbindung im Gußzustand vorliegt [20]. Die Zugfestigkeit einer Lötverbindung nimmt bei gleichem Lot und gleicher Lötspaltbreite mit der Zugfestigkeit des Grundwerkstoffes zu [20].

Auch die Größe der Lötfläche hat einen Einfluß auf die Festigkeit von Lötverbindungen. Mit zunehmender Lötfläche nimmt aufgrund zunehmender Wahrscheinlichkeit der Lunkerbildung die Zugfestigkeit der Lötverbindung ab [20, 92, 106]. Als weiterer Faktor für die Festigkeit ist die Arbeitstemperatur zu nennen. Ist die Temperatur an der Lötstelle zu niedrig, so kann das Lot nicht richtig fließen und benetzt die Lötstelle nicht vollständig. Mangelnde Diffusionsvorgänge und Legierungsbildung führen zu einer Lötstelle mit schlechten Festigkeitseigenschaften [20, 106]. Andererseits darf die Löttemperatur auch nicht zu hoch sein, da sonst die Gefahr besteht, daß aus dem Lot Legierungselemente ausdampfen oder sich der Grundwerkstoff nachteilig

verändert [20, 106] (Kap. 2.9.3). Zur Festigkeitssteigerung trägt auch das Halten der Löttemperatur nach Verflüssigung des Lotes bei [20]. Es bildet sich dann eine stärkere Diffusionszone zwischen Lot und Werkstoff aus.

## 3 Korrosion

### 3.1 Definition und Reaktionsarten

Gemäß DIN 50900 ist Korrosion die Reaktion eines metallischen Werkstoffes mit seiner Umgebung, die eine meßbare Veränderung des Werkstoffes bewirkt und zu einem Korrosionsschaden führen kann [18]. Diese Reaktion ist in den meisten Fällen elektrochemischer Art. Es kann sich aber auch um chemische oder um metallphysikalische Vorgänge handeln (**Tab. 2**).

**Tab. 2** Reaktionsarten der Korrosion mit Beispielen [97]

<b>Reaktionsart</b>	<b>Beispiele</b>
Elektrochemisch	Rosten des Stahles, Patina auf Kupferdächern
Chemisch	Zündern des Stahles in heißen Gasen
Metallphysikalisch	Zinnpest: Zerfall von Zinn bei tiefen Temperaturen

Allgemein kann man nach KAESCHE (1979) die Korrosion als eine Phasengrenzreaktion bezeichnen, wobei die ablaufenden Vorgänge entweder in einem trockenen Milieu (in Gasen) oder aber in einem feuchten Milieu (in Anwesenheit eines Elektrolyten) ablaufen können. Die letztere Situation, die die eigentliche klinische Bedeutung besitzt, wird auch als elektrochemische Korrosion bezeichnet.

### 3.2 Grundlagen elektrochemischer Korrosion

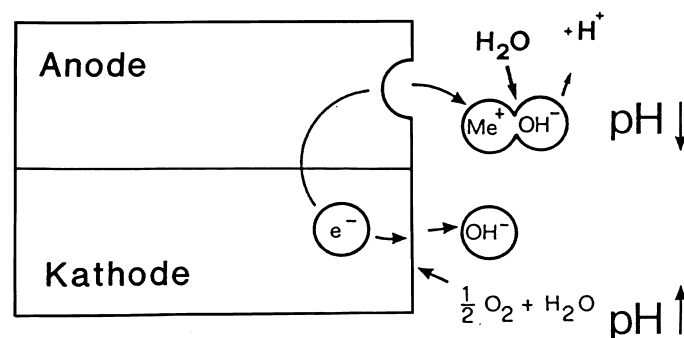
#### 3.2.1 Elektrochemische Spannungsreihe

Wird ein Metall in einen flüssigen Elektrolyten gebracht, so findet eine Wechselwirkung zwischen Metall und Elektrolyt statt. Abhängig von der Natur des Elektrolyten und des Metalls besteht eine unterschiedliche Tendenz des Metalles, durch

Elektronenabgabe in den Ionenzustand und "in Lösung" zu gehen. Dieser Lösungsdruck kann als elektrische Spannung gemessen werden, wenn das Metall gegen eine Bezugselektrode geschaltet wird. Die unter bestimmten Bedingungen gemessene Spannung eines Metalles gegenüber dem Wasserstoff wird als Normalpotential bezeichnet. Diese Potentiale ergeben geordnet die elektrochemische Spannungsreihe der Elemente, innerhalb welcher die Metalle mit der kleinsten Lösungstendenz positive und die höchsten Werte haben und als "edel" bezeichnet werden.

### 3.2.2 Galvanische Elemente

Werden zwei Metalle mit unterschiedlichen Potentialen in einen Elektrolyten gebracht und miteinander direkt oder indirekt verbunden, so entsteht ein galvanisches Element. Aufgrund dieses elektrischen Kontakts kommt ein Elektronenfluß zustande, welcher um so größer ist, je weiter die Potentiale der zwei Metalle in der Spannungsreihe auseinander liegen. Das unedlere Metall wird zur Anode, es gibt Elektronen ab (Oxidation) und korrodiert. Das edlere Metall wird zur Kathode, an der Ionen des Elektrolyten unter Elektronenverbrauch reduziert werden, es wird nicht angegriffen. An der Anode sinkt wegen der Hydrolyse auch der pH-Wert ab, während er an der Kathode steigt (**Abb. 5**).



**Abb. 5** Schematische Darstellung der galvanischen Korrosion im wässrigen Elektrolyten (aus WIRZ, J. [101]).

Auf metallischen Oberflächen können anodische und kathodische Bereiche nebeneinander auftreten. Der menschliche Speichel mit den in ihm enthaltenden Salzen stellt chemisch gesehen einen wässrigen Elektrolyten dar [28, 68, 96]. Er ist demnach in Grenzen elektrisch leitfähig, wodurch eine elektrochemische Korrosion hervorgerufen werden kann. Aus den bisher dargelegten Erläuterungen ist verständlich, daß auch im Mund zwei verschiedene Metalle zusammen mit dem Speichel ein galvanisches Element bilden. Stehen die Metalle in direktem Kontakt, kann der Elektronenstrom wie im Draht fließen und die Korrosion kann ablaufen.

### 3.2.3 Korrosionselemente

Bei den verschiedenen Korrosionselementen (**Tab. 3**) werden Anode und Kathode nicht von definierten Metallkörpern gebildet, sondern auch von mikroskopischen Werkstoffbereichen, die von der ionenleitenden Phase bedeckt sind. Die Elektronen fließen durch das Innere der metallischen Teile. Deshalb ist ein Korrosionselement grundsätzlich kurzgeschlossen.

**Tab. 3** Übersicht der Korrosionselemente [28, 96, 97].

Name	Definition	Beispiel
Kontaktelement	unterschiedliche Metalle, die sich berühren	Goldgußkrone und Amalgamfüllung in Kontakt, Lötungen
Lokalelement	wirksame Elektrodenflächen (Anode/Kathode) sind sehr klein (Gefügebestandteile)	heterogene Gefüge Gefüge mit Korngrenzenausscheidungen
Konzentrationselement	gleiche Elektroden, Elektrolyt hat unterschiedliche Konzentrationen an Anode und Kathode	Belüftungselemente, Wassertropfen auf Stahl

### 3.2.4 Passivierung

Eine bestimmte Form der Korrosion, die Oxidation, kann auch nützlich sein. Reines Eisen wird von Sauerstoff stark angegriffen. Es kommt zur Rostbildung. Chrom reagiert ebenfalls mit Sauerstoff, jedoch kommt es durch die Ausbildung einer sehr stabilen



Chromoxidschicht zu einer sogenannten Passivschicht, die eine weitergehende Oxidation verhindert [63]. Diesen Vorteil nutzt man bei der Herstellung rostfreier Stähle, indem man dem Eisen ausreichend Chrom zulegiert. Bei rostfreiem Stahl beruht die Korrosionsresistenz also auf einem oberflächlichen Oxidfilm von wenigen Atomlagen Stärke (ca. 10 nm), der vom Werkstoff in leitenden Medien gebildet wird [101]. Zwischen Passivschicht und umgebendem Elektrolyt bildet sich ein Gleichgewicht mit gelösten und wieder angelagerten Teilen aus [96, 101]. Durch die Passivierung weist die Stahllegierung dann ein edleres Verhalten auf, als aufgrund der elektrochemischen Spannungsreihe zu erwarten wäre. Mechanische oder chemische Zerstörung des schützenden Films oder Einwirkung eines Mediums, welches nicht nur diesen Film zerstört, sondern auch dessen Neubildung behindert, führt zur Korrosion [63]. Chlor als Vertreter der Halogene ist im biologischen Milieu immer vorhanden. Es ist bekanntermaßen aggressiv gegenüber Passivschichten und vermag diese zu zerstören [71, 101]. Charakteristischerweise ist dieser Angriff immer lokal und äußert sich in Lochfraß- oder Spaltkorrosion [101].

### **3.3 Korrosionserscheinungen und -arten**

Neben dem gleichmäßigen Metallabtrag und der Lochfraßkorrosion, die nach ihren Korrosionserscheinungen benannt werden, gibt es weitere Korrosionsarten, die auf den verschiedenen Korrosionselementen (**Tab. 3**) basieren: Kontaktkorrosion, selektive Korrosion, interkristalline Korrosion und Spaltkorrosion. Durch zusätzliche mechanische Beanspruchung von Werkstücken kommen zwei weitere Formen der Korrosion zustande, die Spannungs- und die Schwingungsrißkorrosion.

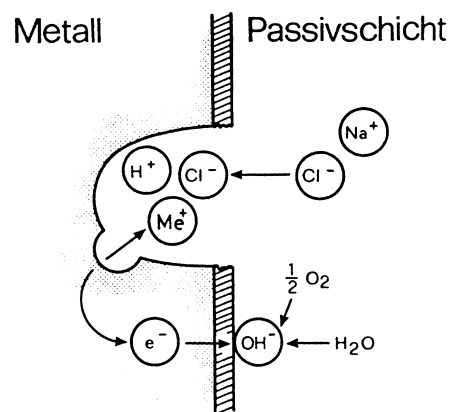
#### **3.3.1 Der gleichmäßige Metallabtrag**

Man spricht von gleichmäßiger Korrosion, wenn die Korrosionsgeschwindigkeit an allen Stellen der Metalloberfläche denselben Wert hat [46]. Diese Form der Korrosion kommt bei den gebräuchlichsten Dentallegierungen im Mund nur sehr selten vor, da die verwendeten Materialien größtenteils eine genügend große Korrosionsresistenz

aufgrund ihrer Passivierbarkeit aufweisen. Für die Praxis haben daher die zahlreichen Fälle ungleichmäßiger Korrosion die größere Bedeutung.

### 3.3.2 Lochfraß

Als Lochfraß wird der lokalisierte Angriff auf die Metalloberfläche bezeichnet. Störstellen in der Passivschicht können durch Störungen der Metallstruktur, heterogene Einschlüsse oder Oberflächenfehler zustande kommen [60, 97]. Der winzige Lochbereich wirkt anodisch, Metall wird aufgelöst. Die ausgedehnte Umgebung dagegen ist eine große Kathodenfläche [60, 97]. Durch einen autokatalytischen Prozeß [2, 101] erfolgt der Abtrag vor allem im Loch (**Abb. 6**) [97].



**Abb. 6** Lochfraß in chloridhaltigen Elektrolyten (aus WIRZ, J. [101]). Der durch die Metallauflösung vorhandene Überschuß an positiver Ladung wird durch Chlorionen ausgeglichen. Durch die aufgrund der Hydrolyse vorhandenen  $H^+$ -Ionen kommt es zur Anreicherung von Salzsäure und zum Abtrag im Loch.

### 3.3.3 Kontaktkorrosion

Bei Kombination von Materialien mit unterschiedlichen elektrochemischen Potentialen (Stellung in der Spannungsreihe) bildet sich im Speichel aufgrund der

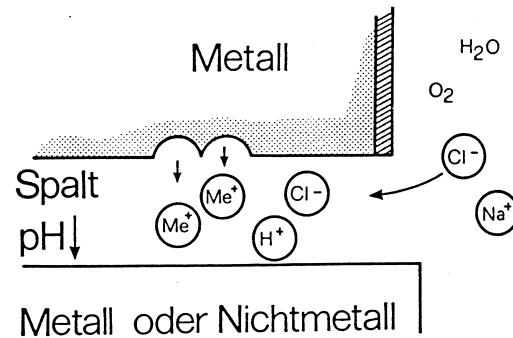
Potentialdifferenzen ein elektrischer Strom, es tritt Kontaktkorrosion auf [28, 46, 97]. Auch aneinanderstoßende polierte und unpolierte Flächen eines Materials können Kontaktelemente bilden und zu Korrosionserscheinungen führen [28, 60]

### 3.3.4 Selektive- oder interkristalline Korrosion (Kornzerfall)

Bei heterogenen Legierungen bzw. heterogenem Gefüge können selektiv unedlere Bestandteile herausgelöst werden [28, 97]. Bei eutektischen Legierungen beispielsweise besteht im festen Zustand eine Mischungslücke. Es bilden sich keine homogenen Mischkristalle [28]. Heterogene Gefüge entstehen auch durch Überhitzung beim Löten oder durch falsche Abkühlung [47]. Dabei kommt es zum grobkörnigen Erstarren mit Konzentrationsunterschieden im einzelnen Korn, daß heißt unterschiedlichen Potentialen und damit zu galvanischen Erscheinungen [24, 47]. Auch durch Einschlüsse von Verunreinigungen, wie zum Beispiel von Oxiden, die während des Lötprozesses gebildet werden, durch Kohlepartikel, oder durch Flußmittelrückstände entstehen heterogene Gefüge [24]. Bei austenitischen Stählen scheiden sich beim Wiedererwärmen Chromcarbide an den Korngrenzen aus (Kap. 2.9.3). Der an Chrom verarmte Kornrand wirkt anodisch und geht in Lösung (interkristalline Korrosion) [97]. Dadurch können Risse zwischen den Körnern entstehen.

### 3.3.5 Spaltkorrosion

Die Bildung von Belüftungs- oder Konzentrationselementen in engen Spalten ist Voraussetzung für die Spaltkorrosion [96, 97]. Durch Unterschiede in Zusammensetzung und Konzentration des umgebenden Elektrolyten oder durch geringe Sauerstoffzufuhr bilden sich elektrochemische Potentialdifferenzen [28, 97]. Diese Art von Korrosion kann also in feinen Spalten, Lunkern, Rissen und tieferen Gasblasen auftreten. Dabei bilden die schlecht belüfteten Bereiche die Anode und werden abgetragen, die Stellen höherer Sauerstoffkonzentration wirken als Kathode [97]. Das chemische Milieu in diesen Spalten ist gekennzeichnet durch einen hohen Chlorionengehalt, niedrige Sauerstoffkonzentration und niedrigen pH-Wert [60, 96]. Hydrolyse und lokaler pH-Wertabfall beschleunigen den Korrosionsvorgang (**Abb. 7**) [60].



**Abb. 7** Vorgang bei der Spaltkorrosion (aus WIRZ, J. [101]).

### 3.3.6 Spannungsrißkorrosion und Schwingungsrißkorrosion

Spannungsrißkorrosion wird beobachtet, wenn Zugspannungen (auch Eigenspannungen im Material) auf bestimmte kritische Metall/Medienpaarungen einwirken [97]. Die Neubildung der Passivschicht wird an den gestörten Stellen verhindert, dabei haben auch Temperatur und Konzentrationen bestimmter Elemente einen Einfluß [97]. Durch Kaltverformung, wie zum Beispiel Biegen des Drahtes mit einer Zange, finden Strukturveränderungen im Metall statt, die eine Änderung des elektrochemischen Potentials zwischen verformten und unverformten Zonen zur Folge haben [60, 91, 94, 95]. Kaltverformte Teile verhalten sich anodisch, während die unverformten Teile sich kathodisch verhalten. Auch Werkstoffverbindungen, die unter Spannung stehen, können in korrosiven Medien Rißbildungen aufweisen [60].

Schwingungsrißkorrosion tritt im Zusammenhang mit dynamisch wechselnder Festigkeitsbeanspruchung (Biegelast) von metallischen Werkstücken in Elektrolyten auf [97].

## 3.4 Korrosionsbedingungen im Mundmilieu

Dentallegierungen unterliegen in der Mundhöhle funktionellen Einflüssen und treten in Wechselbeziehungen mit dem Mundmilieu. Diese Interaktionen sind komplexerer Natur

und werden durch die vielfältigen Milieufaktoren der Mundhöhle (Quantität und Qualität des Speichels, Plaque, pH-Wert, Nahrungs- und Genußmittel, Medikamente) geprägt [85]. Vor allem ist die Korrosion im biologischen Milieu nicht einfach eine in vitro nachvollziehbare elektrochemische Korrosion. Sie wird durch die im Speichel gelösten Ionen, Säuren, Puffer, Eiweißstoffe und Enzyme beeinflusst und in der Mundhöhle außerdem noch durch eine mikrobielle Korrosion überlagert [81, 85, 101]. Im frisch sezernierten, von Mundbakterien noch nicht beeinflussten Speichel, sind das im wesentlichen die Ionen von Chlor, Bicarbonat und Natrium [28]. Bakterien des Mundmilieus bilden innerhalb weniger Stunden auf festen Oberflächen die mikrobielle Plaque. Durch vergärende Tätigkeit der Mundbakterien bei der Glykolyse wird der alkalische Speichel angesäuert [28]. Die dabei entstehenden Säuren zerfallen in  $H^+$ -Ionen und Säureanionen (z. B. Milch- und Essigsäureionen). Unter Plaque kann es dadurch vermutlich zu lokaler Zerstörung der Passivschicht und damit zur Korrosion kommen [28, 49]. WILSEN et al. (1995) erklären die Mechanismen, durch die Bakterien Korrosionsprozesse initiieren, folgendermaßen: Die organischen Säuren können einerseits, wie oben erwähnt, direkt mit dem Metall reagieren, andererseits können durch ihre Anwesenheit kathodische und anodische Bereiche entstehen. Die Plaquematrix fördert die Korrosionsvorgänge, da sie Diffusionsprozesse verhindert und sich so ein saures Milieu etablieren kann. Bei vielen Bestandteilen des Speichels, zum Beispiel Muzinen, geht man davon aus, daß sie keinen oder nur geringen Effekt auf die Korrosion haben [26]. Von anderen Stoffen, wie beispielsweise Amylase und  $\gamma$ -Globuline weiß man heute, daß sie korrosionsinhibierend wirken können [26]. Alle diese Faktoren müssen beachtet werden, wenn man Aussagen über die Mundbeständigkeit von Dentallegierungen treffen will.

### **3.5 In-vitro- und in-vivo-Korrosionstests**

#### **3.5.1 Überblick über die verschiedenen Untersuchungsmethoden**

In der Literatur ist ein breites Spektrum an Untersuchungsmethoden für in-vitro- und in-vivo-Korrosionstests zu finden. Die Schwierigkeit besteht darin, für die verschiedenen Fragestellungen zur Korrosion die geeignete Untersuchungsmethode zu finden.

Die Messung der Gewichtsabnahme von Metallproben ist eine der ältesten Korrosionsprüfmethoden [95]. Um jedoch exakte Werte zu erhalten, muß gewährleistet sein, daß sämtliche Korrosionsprodukte von der Oberfläche entfernt werden. Das kann, ohne die Metalloberfläche zu beschädigen, sehr schwierig sein [95]. Zu den chemisch ausgelegten Korrosionsuntersuchungen zählen die Analyse der Veränderung des pH-Wertes, Messung des Drucks oder Volumens eventuell als Korrosionsprodukte entstehender Gase oder Messung der im Korrosionsmedium enthaltenen Metallionen durch Immersion der Proben in geeigneten Korrosionsmedien [95]. In der Literatur werden viele verschiedene In-vitro-Korrosionsprüfungen in unterschiedlichsten Elektrolyten beschrieben (Kap. 3.5.2.1). Oft fehlt es jedoch an Vergleichsmöglichkeiten, da die einzelnen Untersuchungsparameter stark variieren oder nur mangelhaft beschrieben sind.

Elektrochemische Untersuchungen eignen sich dazu, das Korrosionsverhalten verschiedener Legierungskombinationen in Lötverbindungen zu untersuchen und damit eine Reihung oder Kategorisierung zumindest innerhalb einer Legierungsgruppe vorzunehmen. Die Ermittlung von Strom-Spannungs-Kurven mittels der potentiodynamischen Polarisation ist eine häufig angewandte und anerkannte Methode [33, 50, 96]. Es werden hierfür Prüfkörper gegenüber einer Referenzelektrode in künstlichem Speichel an eine variable elektrische Spannungsquelle gelegt, wodurch kathodische und anodische Reaktionen eingeleitet werden und entsprechende Korrosionsströme durch den Elektrolyten fließen [50]. Anhand ihrer Strom-Potential-Beziehungen können zur Charakterisierung von Metallen Aussagen über die Fähigkeit der spontanen Passivierung einer Legierung, den Potentialbereich der Passivität, die Korrosionsrate im Passivzustand sowie über den Zusammenbruch der Passivität anhand des Lochfraßpotentials getroffen werden [33]. Das jeweilige Verhalten hängt unter anderem von der Zusammensetzung des angreifenden Korrosionsmediums, seinem pH-Wert, der Zeitdauer der Einwirkung und schließlich dem Gefügestand der Legierung ab [32]. Die Resultate solcher Untersuchungen sind jedoch nur dann vergleichbar, wenn sie unter gleichen und standardisierten Bedingungen durchgeführt werden. GEISGERSTORFER et al. (1987) haben den Einfluß der Variation klinisch relevanter Versuchsparameter auf die Meßergebnisse potentiodynamischer Polarisationsversuche

untersucht und Hinweise zur Durchführung standardisierter potentiodynamischer Polarisationsmessungen unter klinisch relevanten Bedingungen gegeben. Diese Methode ist dann gut standardisierbar und liefert bei geringem Zeitaufwand reproduzierbare Ergebnisse.

Die Ergebnisse chemischer und elektrochemischer Korrosionsversuche sind jedoch nicht ohne weiteres vergleichbar [10]. Bei chemischen Korrosionsversuchen kann sich das Korrosionspotential frei einstellen, während bei elektrochemischen Versuchen das Potential von außen gesteuert wird. Zudem sind die Potentiale, die in elektrochemischen Tests erreicht werden, unrealistisch hoch im Vergleich zu den Bedingungen in der Mundhöhle, die Korrosionsbelastung ist daher unphysiologisch [34, 50].

In der aktuellen Literatur findet man eine Verlagerung der Untersuchungsschwerpunkte auf die Abgabe von Korrosionsprodukten aus den metallischen Werkstoffen. Die Methoden, die vorgeschlagen werden, erlauben meist auch die Bestimmung kleinster Mengen. Es handelt sich je nach Fragestellung um die Atomabsorptionsanalyse (AAS), die Atomemissionsspektroskopie (ICP-AES) und die energie- oder wellenlängendisperse Röntgenspektroanalyse (EDS) in Kombination mit einem Rasterelektronenmikroskop zur optischen Beurteilung des Korrosionsangriffes. Um die Folgen der Korrosion auf eine mögliche Schädigung des Organismus beurteilen zu können, wird mit Hilfe von Zellkulturuntersuchungen das zytotoxische Potential der korrosiv herausgelösten Metallionen untersucht [35, 37, 51, 85]. Da, wie bereits erwähnt, die Korrosionsanfälligkeit zahnärztlicher Legierungen neben Zusammensetzung, Gußgefüge und Verarbeitung von einer Reihe biologischer Faktoren abhängt, ist es schwierig, aus Ergebnissen von in-vitro-Versuchen auf das Verhalten in der Mundhöhle zu schließen [81]. Die Schwierigkeit bei den in-vitro-Tests besteht immer noch darin, eine Trennlinie zwischen Legierungen, die klinisch risikolos einsetzbar sind und Legierungen, die nicht ausreichend korrosionsresistent sind, zu ziehen [96]. Um in Zukunft die mit Hilfe von in-vitro-Korrosionsversuchen gewonnenen Erkenntnisse noch aussagekräftiger machen zu können, ist es erforderlich, durch in-vivo-Untersuchungen zusätzliche Daten zu sammeln. Dies kann zum einen durch Dokumentation von klinischen Korrosionserscheinungen [60] und Auftreten von

Allergien [21, 45] erfolgen. Zum anderen soll durch Speichelanalysen kieferorthopädischer Patienten zum Nachweis gelöster Metallbestandteile [52, 59, 61] und Blutuntersuchungen [9] die Gefahr einer Allergisierung durch die Korrosionsprodukte eingeschätzt werden. Die Aussagekraft der Speichelanalysen hinsichtlich der Korrosion kieferorthopädischer Geräte im Mund gegenüber licht- und rasterelektronenmikroskopischen Korrosionsuntersuchungen scheint jedoch gering zu sein [59, 61]. WEBER (1985) nennt als weitere in-vivo-Methode die Exzision und Analyse von im Sinne einer Metallose veränderten Schleimhautbezirken.

### **3.5.2 Untersuchungen zur Korrosionsanfälligkeit kieferorthopädischer Drähte und ihrer Silberlotverbindungen**

Elektrochemische Untersuchungen kieferorthopädischer Drähte ergaben deutlich reduzierte Korrosionsresistenz nach längerer Erwärmung auf Temperaturen über 500° C [34, 91, 95]. Dafür verantwortlich sind Chromcarbidausscheidungen an den Korngrenzen, da die unmittelbar angrenzende Matrix infolge der Chromverarmung und der damit reduzierten Passivierungsfähigkeit nicht mehr korrosionsbeständig ist [20, 34, 95]. Neben der erhöhten Korrosionsanfälligkeit ist sowohl die maximale Belastbarkeit als auch die Drahhärte reduziert [42, 54]. Da die Arbeitstemperaturen von Silberloten zwischen 600-700°C [14] liegen, kommt es durch den Lötvorgang zu den beschriebenen Gefügeveränderungen im Stahl [2, 5, 84].

Die unterschiedliche Zusammensetzung von rostfreiem Stahl und Silberlot, die Gefügeveränderungen im Stahl durch Erhitzung während des Lötprozesses und die Einschlüsse von Oxiden oder Flußmittelresten sind im wesentlichen verantwortlich für die Bildung von galvanischen Elementen und erhöhen damit deutlich die Korrosionsanfälligkeit verlöteter kieferorthopädischer Drähte im Vergleich zu unbehandelten Drähten [2, 5, 69, 82].

Nach ROGERS (1979) und MUELLER (1982) existieren in Silberlotverbindungen mikrostrukturelle Phasen, die einen höheren Gehalt an Kupfer und Zink und einen



geringeren an Silber haben. In chloridhaltigen Lösungen kommt es bevorzugt zum korrosiven Angriff dieser kupfer- und zinkreichen Phasen [72].

Korrosionsuntersuchungen an verschiedenen Bestandteilen kieferorthopädischer Geräte ergaben, daß nicht nur Lötstellen [2, 26, 36], sondern auch gebogene Drähte im Gegensatz zu ungebogenen [60, 91, 94, 95] und federharte gegenüber harten Drähten [94] erhöhte Korrosionsanfälligkeit zeigen und sogar innerhalb verschiedener Chargen Unterschiede im Korrosionsverhalten auftreten [94, 95]. In-vitro-Untersuchungen simulierter kieferorthopädischer Geräte belegen, daß sich die Korrosionsanfälligkeit unter dynamischer Belastung erhöht [53].

#### 3.5.2.1 Überblick der verschiedenen künstlichen Speichel

In der Literatur findet sich eine große Anzahl verschiedener Zusammensetzungen von Korrosionsmedien, die als "künstliche Speichel" in Korrosionsuntersuchungen verwendet werden. Die Schwierigkeiten in der Entwicklung eines künstlichen Speichels kommen durch die sehr komplexe Zusammensetzung des menschlichen Speichels zustande [32]. Die Flüssigkeiten, die von der Parotis, der Submandibular- und Sublingualdrüse sowie von den zahlreichen kleinen Speicheldrüsen abgesondert werden, weichen in ihrer Zusammensetzung deutlich voneinander ab. Sie werden zusätzlich beeinflusst von Art, Intensität und Dauer der Stimulierung, von den Ernährungsgewohnheiten, von der Tageszeit, vom Alter und Geschlecht des Individuums sowie von Krankheiten und Medikamenteneinnahme [32, 68]. Es ist daher nahezu unmöglich, eine Lösung herzustellen, die exakt die chemischen und physikalischen Eigenschaften des natürlichen Speichels besitzt. Ebenso fraglich ist es, ob man mit nur einer Speichelformel eine umfassende Aussage über das Korrosionsverhalten treffen kann. [32]. Die **Tab. 4** gibt einen Überblick über die verschiedenen für chemische und elektrochemische Korrosionsuntersuchungen eingesetzten künstlichen Speichellösungen.

**Tab. 4** Überblick der für Korrosionsuntersuchungen eingesetzten künstlichen Speichel.

Elektrolytlösung	Zusammensetzung	Literatur	Art	Methode	Eigenschaften
Ringerlösung	9g NaCl; 0,24g CaCl <sub>2</sub> ; 0,43g KCL; 0,2g NaHCO <sub>3</sub> dest. H <sub>2</sub> O auf 1000ml	Angelini 1988	C L	37°C, 30 d, pH= k.A.	Cl-Konz. 5 mal höher als in natürl. Speichel
NaCl-Lösung	0,9 %	Berge 1981	C L	37°C, 24 d, pH= k.A.	k.A.
		Grimsdottir 1992	C D, L	23°C, 14 d, pH= k.A.	k.A.
	0,16 M	Mueller 1981	EC L	k.A.	k.A.
Natrium/Kalium- phosphat-lösung	0,1 %, 1%	Stegemann 1958	EC D, L	k.A	k.A.
Fusajama-Speichel	0,4 g/l NaCl; 0,4g/l KCL; 0,795g/l CaCl <sub>2</sub> 2H <sub>2</sub> O; 0,78g/l NaH <sub>2</sub> Po <sub>4</sub> ; 0,005g/l Na <sub>2</sub> S; 1g/l Harnstoff	Gjerdet 1987	C D	pH=5,1; 37°C; 7d	k.A.
		Kappert 1988	EC D	pH=6,4; 37°C	k.A.
Mod. Fusajama- Speichel	0,4 g/l NaCl; 0,4g/l KCL; 0,795g/l CaCl <sub>2</sub> 2H <sub>2</sub> O; 0,690g/l NaH <sub>2</sub> Po <sub>4</sub> ; 0,005g/l Na <sub>2</sub> S; Harnstoff 1g/l	Geis- Gerstorfer/ Weber 1985	EC Nem	pH=5,0-5,2 Zus. KSCN= 0, 0,05 und 0,3 g/l	KSCN ↑ Korr.geschw.keit ↑ bei potentiodynam. Korr.tests von NEM-Legierungen
Künstl. Speichel	1,47g KCL; 1,25g NaHCO <sub>3</sub> 0,52g KSCN; 0,19g NaH <sub>2</sub> Po <sub>4</sub> 2H <sub>2</sub> O; dest. H <sub>2</sub> O auf 1000ml,	Angelini 1991	C L	37°C; 60 d mit Milchsäure auf pH= 2	Niedrigerer pH- Wert, höher Cl- Konz. Als natürl. Sp. beschleunigt Korrosion
Künstl. Speichel	0,4g NaCl; 1,21g KCL, 0,78g NaH <sub>2</sub> Po <sub>4</sub> 2H <sub>2</sub> O; 0,005g Na <sub>2</sub> S 9 H <sub>2</sub> O; 1g Harnstoff; 1000 ml	Barrett 1993	C D	37°C; 28 d mit NaOH auf pH=6,75	pH-Wert wie natürl. Speichel
NaCl- Lösung/Milchsäure	0,1mol/l NaCl-Lösung + 0,1mo/l Milchsäure	Geis- Gerstorfer 1985,86,87	C Nem	37°C; 7d, pH=2	Milchsäure als wes. Korrfaktor in natürl. Speichel
		Kappert 1996	C Em	37°C; 1+3+3d; pH=2,3	Stat. Immersionstest nach DIN EN ISO 1562 und 6871-1
		Päßler 1997	EC D, L	37°C, pH=2,3	nach DIN 13912
NaCl- Lösung/NaSCN	0,1mol/l NaCl/Milchsäure 0,1mol/l NaSCN/ " 0,1mol/l NaF/ "	Strietzel 1997	C D	28 d	NaSCN: Fe- Abgabe ↑, NaF: Cr-Abgabe ↑ im Vergl. zu NaCl
NaCl-Lösung/ Zitronensäure/ Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	0,2 mol/l NaCl, 0,003 mol/l Zitronensäure, 0,014 mol/l Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	Lakátos- Varsanyi 1977	EC D	38°C, pH=6,4	k.A.
Eisensulfat/ Flußsäure-Lösung	8g Eisensulfat, 4 ml Flußsäure, 96ml dest. H <sub>2</sub> O	Rogers 1977	C L	24 h, pH= k.A.	Aggressive Lsg. Korr.geschw. ↑
Schwefelsäure	0,5 M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Toms 1988	EC D	30°C	ASTM 1980, NACE 1980

C = chemische und EC = elektrochemische Untersuchungsmethode; Nem = Nichtedelmetalllegierung, D = KFO-Drähte und L = Lötungen untersucht; k.A. = keine Angaben

Der statische Immersionstest wird mittlerweile in vielen deutschen und auch internationalen Prüfnormen von Dentallegierungen (zum Beispiel DIN 13912 [75], DIN EN ISO 1562 und 6871-1 [48]) als Korrosionsprüfmethode empfohlen. Die Prüfkörper werden dabei für sieben Tage in eine korrosive Lösung, bestehend aus 0,1 mol/l Natriumchlorid und 0,1 mol/l Milchsäure, mit dem pH-Wert 2,3 bei 37° C eingelagert.

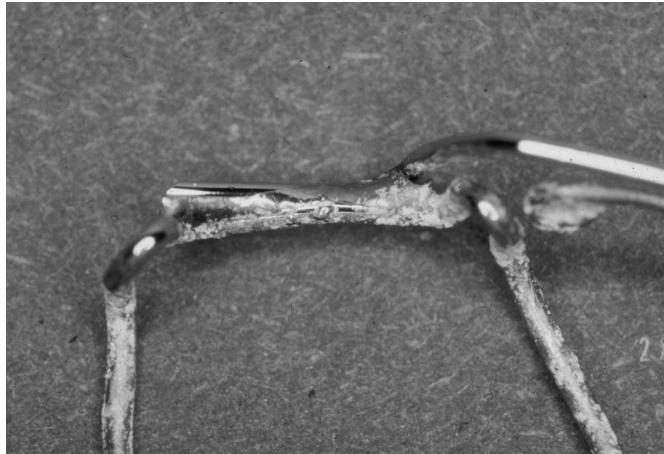
### 3.5.2.2 Korrosionsanfälligkeit von kieferorthopädischen Drähten und Lötstellen in Reinigungslösungen

Von LINGE (1964) wurde zur gründlichen Reinigung von kieferorthopädischen Behandlungsgeräten empfohlen, diese „für etwa 10 Minuten in die angegebene 3%-Lösung der rauchenden Salzsäure“ einzulegen, „mit nachfolgendem Abbürsten unter fließendem Wasser und schließlich Neutralisation der eventuell noch vorhandenen Säurereste in einer schwachen Lauge (z. B. Seifenlösung)“. Nach LINGE sind durch diese Behandlung an den Drahtelementen keine feststellbaren Schäden aufgetreten, jedoch führe eine längere Immersion zur Schwarzfärbung des Stahldrahtes, die sich aber schnell und ohne Schwierigkeiten mit einer Polierbürste wieder beheben ließe.

MACCALLUM et al. (1968) unterscheidet die Reinigungsmittel in Reinigungslösungen und abrasive Reinigungsmittel. Bei den Reinigungslösungen gibt es hypochloridhaltige und alkalische peroxidhaltige und solche, die verdünnte Mineralsäuren enthalten. Zu den abrasiven Reinigungsmitteln sind Pasten und Puder zu zählen. MACCALLUM et al. weisen auf die Aggressivität hypochloridhaltiger Reinigungslösungen und Säuren gegenüber Stahldrähten hin. BACKENSTOSE und WELLS (1977) beobachteten Anlauferscheinungen an rostfreien Stahldrähten und empfehlen daher ebenfalls, peroxidhaltige Reinigungslösungen den aggressiven hypochloridhaltigen vorzuziehen. Auch ROSSIWALL (1973) empfiehlt statt säurehaltiger Produkte die Verwendung von säurefreien, peroxidischen Reinigungsmitteln zur täglichen Pflege von herausnehmbaren kieferorthopädischen Apparaturen. PITTNER und ROSSIWALL (1975) konnten nach Immersion heiß- und kaltpolymerisierte Acrylate und Legierungen von Dehnelementen in Kukis® keine mikromorphologischen Veränderungen der Kunststoffoberflächen im Sinne von Erosion beziehungsweise Korrosion feststellen. An

den Dehnschrauben aus nichtpassivierbaren Legierungen (Neusilber) waren jedoch Korrosionsschäden zu erkennen. Mittels anodischer Polarisationsmessungen stellten MUELLER et al. (1979) fest, daß Silberlotverbindungen von rostfreiem Stahl unabhängig vom Reinigungsmittel aufgrund ihrer minderwertigen elektrochemischen Eigenschaften korrosionsanfällig sind. Reinigungsmittel mit hohem pH-Wert und hohem Cl<sup>-</sup>-Gehalt rufen höhere Korrosionsraten bei Stahldrähten und vor allem an Silberlotverbindungen hervor als Reinigungsmittel mit neutralem pH-Wert und geringerem Cl<sup>-</sup>-Gehalt, da Chloridionen die Auflösung der Passivierungsschicht und damit eine Korrosion in Form von Lochfraß begünstigen [71]. MUELLER et al. (1983) beobachteten nach einer 24stündigen Immersion von Silberlotverbindungen in zwei verschiedenen hypochloridhaltigen Reinigungslösungen mikroskopische Oberflächenveränderungen. Eine Verlängerung der Immersionszeit auf eine Woche erhöhte die Korrosionsprogression in den untersuchten Reinigungslösungen, nach einer dreiwöchigen Immersion wurden drastische Schäden festgestellt. RABE et al. (1986) fanden, daß durch Zahnsparrenreiniger bedingte Korrosion an Silberlotverbindungen bevorzugt in der Umgebung von Volumenfehlern (Gasblasen, Porenzeilen) auftritt und beobachteten, daß mit zunehmender Tiefenkorrosion und Mikroporosität auch die Biegefestigkeit im elastischen Verformungsbereich herabgesetzt wird.

Erhebungen am Patientenstamm der Poliklinik für Kieferorthopädie in Würzburg ergaben, daß eine größere Anzahl der Patienten regelmäßig Spezialreiniger für Zahnsparren verwendet [25]. Zur Zeit unserer Untersuchungen trat ein Fall auf, bei dem innerhalb kürzester Zeit die unsachgemäße Verwendung eines Spezialreinigers zum Bruch innerhalb der Lötung geführt hatte (**Abb. 8**).



**Abb. 8** Klinisches Auftreten von Korrosionsschäden nach nicht vorschriftsgemäßem Gebrauch eines Zahnspangenreinigers (Einlage des Gerätes bis zu 20 Stunden statt den vom Hersteller empfohlenen 10 Minuten).

### 3.5.3 Vergleichende Untersuchungen verschiedener Lötverfahren

Seit der Einführung des rostfreien Stahls in die Kieferorthopädie bringt seine Verbindung durch Löten immer noch Probleme mit sich, da er, wie oben erwähnt, durch Erhitzen beim Lötprozeß einige seiner günstigen Eigenschaften verliert. Seitdem beschäftigten sich zahlreiche Autoren mit der Entwicklung geeigneter Flußmittel/Lotkombinationen und verschiedener Fügeverfahren, um die Hitzeschädigung des rostfreien Stahles durch den Lötprozeß zu verringern. Lange Zeit war das Flammenlötverfahren mit Brenngas-Luft oder Brenngas-Sauerstoff-Gemischen das vorherrschende Fügeverfahren [27, 29]. In den dreißiger Jahren wurde das elektrische Widerstandsschweißen und als Weiterentwicklung das elektrische Widerstandslöten (Kap. 2.3.2) in der kieferorthopädischen Zahntechnik populär und schien durch Reduzierung des zu erhitzenden Bereiches das Problem lösen zu können [27, 29, 77]. BINDER (1976), ROGERS (1978) und ZIETSMAN und FIDOS (1982) weisen jedoch deutlich darauf hin, daß es trotz genauester Einhaltung der Parameter Stromstärke, Spannung, Zeit und Druck der Elektroden auf die zu verbindenden Teile durch die Hitzeinwirkung lokal zu Veränderungen der Gefügestruktur des Drahtes und damit zu reduzierter Festigkeit und zu massiver Korrosionsanfälligkeit kommt.

GASTON (1951) favorisiert daher eine Kombination aus Punktschweißen und Löten. Er empfiehlt, zuerst die zu verbindenden Drähte an ein oder zwei Stellen punktschweißen und dann den Lötspalt mit Lot zu bedecken. Der Vorteil dieser Arbeitsweise sei, daß die Drähte in exakt der gewünschten Position fixiert werden können und es durch den folgenden Lötvorgang nicht mehr zum Verzug der Positionierung kommt. Als weiteren Vorteil gegenüber der reinen Verbindung durch elektrisches Widerstandsschweißen nennt er, daß ein lokales Überhitzen der Drahtteile vermieden wird, beziehungsweise hitzegeschädigte Areale von Lot bedeckt werden könnten [29].

PARKER (1960) beschreibt eine Form des elektrischen Widerstandslötens mittels Kohlelektrode, bei der das eine Kabel mit Hilfe einer Krokodilsklemme in unmittelbarer Nähe des zu verlötenden Bereiches eines Drahtes oder Bandes angebracht wird, während mit der Kohlelektrode am Ende des anderen Kabels das Lotstück im Lötspalt erhitzt wird, indem sich dadurch der Stromkreis schließt. Im Gegensatz zur glühenden Kohlelektrode würden die Drahtteile im Bereich der Krokodilsklemme kaum warm, die Hitzeschädigung des Drahtes bliebe also gering [77].

In der Literatur findet man wenige Studien, in denen die Qualität von Lötverbindungen in Abhängigkeit vom Lötverfahren untersucht wird. GARDINER und AAMODT (1972) verglichen Flammenlötverfahren (Gas-Luft- und reine Gasgemische) mit verschiedenen Lötverfahren mittels direkter und indirekter Widerstandserhitzung hinsichtlich Mikrohärtigkeit, metallographischem Erscheinungsbild und Festigkeitsverhalten. Die elektrischen Widerstandslötungen mittels Kohlelektrode, wie von PARKER (1960) beschrieben, wiesen das schlechteste Festigkeitsverhalten und den schlechtesten Füllgrad des Lötspaltes auf. Die Autoren führen dies auf die schlechte Wärmeverteilung im Bereich des Lötspaltes zurück. LAIRD und VON FRAUNHOFER (1972) konnten jedoch keine Unterschiede in Mikrohärtigkeit und Festigkeitsverhalten zwischen Gas-Luft-Flammenlötungen und elektrischen Widerstandslötungen feststellen. BROWN et al. (1982) verwendeten für die Flammenlötungen ein Hydrolötgerät (Wasserstoff-Sauerstoff-Gemisch) und erreichten damit höhere Festigkeitswerte als bei den konventionellen Gas-Luft-Flammenlötverfahren und den direkten und indirekten Widerstandslötverfahren.

Untersuchungen, in denen ein individueller Einfluß verschiedener Techniker auf das Lötresultat bestätigt wird, finden sich lediglich bei GARDINER und AAMODT (1969). Vor allem bei den Flammenlötverfahren wurden große Unterschiede in der Dauer des Lötvorgangs und in der Handhabung der Verfahren beobachtet [27].

## 4 Material und Methode

### 4.1 Herstellung der Lötverbindungen

#### 4.1.1 Materialien

**Tab. 5** Auflistung der verwendeten Materialien. Die Angaben der Legierungszusammensetzungen entsprechen den Herstellerangaben. - **Ch.-Nr.** Chargen-Nr.; **Gew%** Gewichtsprozent.

Material / Hersteller	Zusammensetzung / Chargenkennzeichnung
"Remanium <sup>®</sup> " (kieferorthopädischer Draht) hart (Ø 0,9 mm) federhart (Ø 0,6 mm) Dentaurum; Pforzheim	Ch.-Nr.: SE 30646 (Ø 0,6), SE 37375 (Ø 0,9) Chrom: 16-18 Gew% Nickel: 6-9 Gew% Mangan: max. 2 Gew% Silizium: max. 1,5 Gew% Molybdän: ≤ 0,8 Gew% Kohlenstoff: ≤ 0,12 Gew% Phosphor: ≤ 0,045 Gew% Schwefel: ≤ 0,03 Gew% Eisen: Rest
"Lotplättchen" Mit Flußmittelfüllung Dentaurum; Pforzheim	Ch.-Nr. 20970 Silber: 45 Gew% Kupfer: 20 Gew% Zink: 8 Gew% Zinn: 4 Gew% sonst: Flußmittel
"Drahtelektroden mit Lot" Dentaurum; Pforzheim	Ch.-Nr.: k.A. OrderNr. 381-201 Silber: 56 Gew% Kupfer: 22 Gew% Zink: 17 Gew% Zinn: 5 Gew%
"Silver Solder" Rollenlot Ormco; Glendora	Ch.-Nr. k.A. OrderNr. 759-0025 Silber: < 55 Gew% Kupfer: < 22 Gew% Zink: < 18 Gew% Zinn: < 5 Gew%
Flußmittel "Ultra Flux", Schmelzpunkt: 800 F Engelhard, Plainville	Kaliumtetraborat: 30 - 40 Gew% Borsäure: 20 - 30 Gew% Kaliumpentaborat: 1 - 5 Gew% Kaliumbifluorid: 20 - 30 Gew% Natriumdodecylsulfat: 0 - 0,5 Gew% Wasser: 10 - 20 Gew%

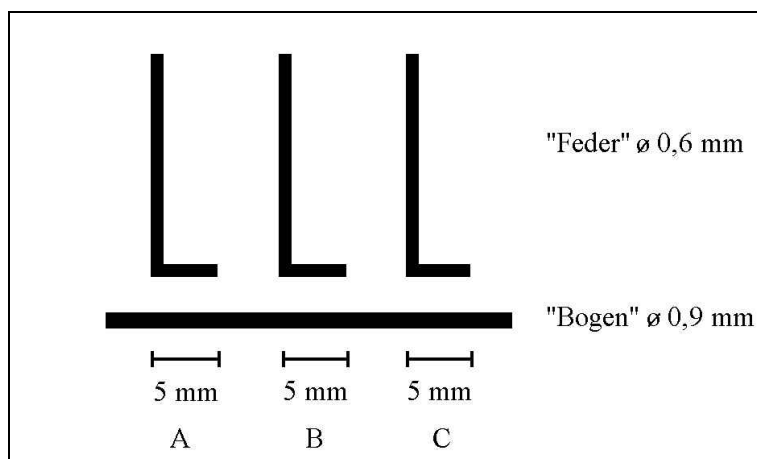


Zur Herstellung der Lötverbindungen für die in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen wurden die in der Poliklinik für Kieferorthopädie in Würzburg bevorzugt eingesetzten Materialien ausgewählt. Zur Verwendung kam der kieferorthopädische Draht Remanium® in den Qualitäten hart und federhart und je nach Lötverfahren entsprechendes Lotmaterial der Firmen Dentaurum und Ormco (**Tab. 5**).

#### 4.1.2 Probendesign

Die Lötstellen wurden als Überlappverbindungen zwischen einem rechtwinklig abgebogenen federharten Draht mit  $\varnothing$  0,6 mm und einem harten Draht mit  $\varnothing$  0,9 mm hergestellt. Die verwendeten Drahtabmessungen orientierten sich an den in der Praxis gebräuchlichen Kombinationen eines Labialbogens mit einer Feder.

Eine Probe bestand aus einem etwa 4 cm langen "Labialbogen" und drei rechtwinklig abgebogenen "Federn" (A, B und C). Der Überlappungsbereich sollte jeweils 5 mm betragen (**Abb. 9**).



**Abb. 9** Schematische Darstellung des Probendesigns

### 4.1.3 Vorbereitung der zu verlötenden Drahtteile

Die zu verbindenden Drahtteile wurden vor dem eigentlichen Lötprozeß punktgeschweißt, um einen einheitlichen und reproduzierbaren Lötspalt zu gewährleisten. Das Punktschweißen erfolgte mit dem Punktschweißgerät "Assistent" (Dentaurum, Pforzheim). Mit Hilfe zweier Kupferelektroden wurden die aneinanderliegend fixierten Drähte punktförmig verschweißt (Geräteeinstellung: Stufenschalter zur Regulierung des Schweißimpulses auf Stufe 2).

### 4.1.4 Lötverfahren

Die in der Poliklinik für Kieferorthopädie der Universität Würzburg vorwiegend verwendeten Lötverfahren wurden untersucht. Dabei handelt es sich um ein Flammenlötverfahren (Wasserstoff/Sauerstoffgasgemisch) und zwei Verfahren, die auf direkter und indirekter elektrischer Widerstandserhitzung basieren: die Lötung mittels Kohleelektrode und das Transfersoldering. Die Verfahren werden der Abkürzung halber im folgenden als Wasserstoffflamme, Kohleelektrode und Transfersoldering bezeichnet. Die drei Verfahren wurden zu Vergleichszwecken von den drei Technikern der Poliklinik für Kieferorthopädie in Würzburg durchgeführt, um den Einfluß der individuellen Arbeitsweise auf das Lötergebnis zu überprüfen.

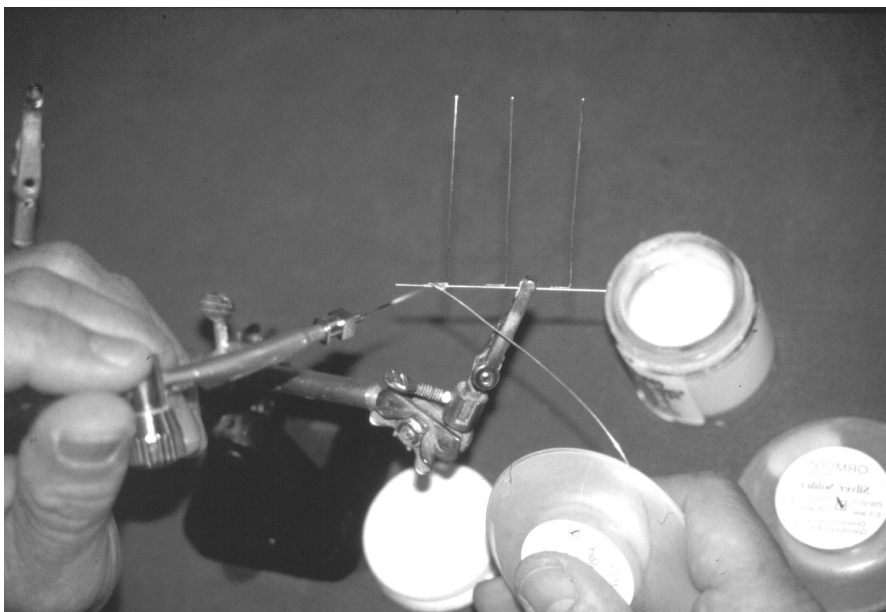
Die Techniker bekamen übereinstimmende Vorgaben und sollten folgende Punkte einhalten:

- Probedesign (Kap. 4.1.2),
- Drahtmaterial derselben Rolle,
- Lotmaterial derselben Packung,
- Flußmittel derselben Flasche,
- reproduzierbar immer dieselbe Geräteeinstellung,
- Standardisierter Reinigungsprozeß,
- Verpackung der Proben.

#### 4.1.4.1 Flammenlötlung mit Wasserstoff-Sauerstoff-Gemisch

Verwendet wurde das "Hydro-Lötgerät electronic" der Firma Dentaureum. Dieses Gerät verfügt über ein Handstück mit Drehventil zur Regulierung der Gasmenge. Das Gerät funktioniert nach Angaben des Herstellers wie ein elektronisch geregelter Gasreaktor, der eine schnelle Aufheizgeschwindigkeit aufgrund der hohen Flammentemperatur aufweist.

Die punktförmig verschweißten Drahtelemente wurden in einem Löthalter mittels zweier Krokodilsklemmen fixiert. Der Lötspalt wurde vor dem Lötvorgang mit Flußmittel benetzt. Gelötet wurde mit dem Rollenlot der Firma Ormco.



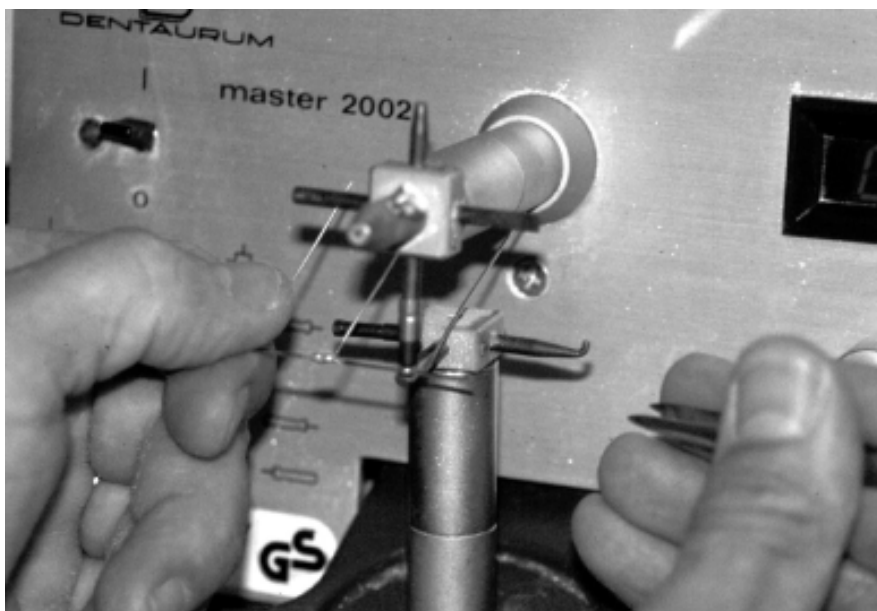
**Abb. 10** Wasserstoff-Sauerstoff-Flammenlötlung mit dem Brenner des Hydrolötgerätes (Dentaureum).

Bei diesem Flammenlötverfahren werden die mit Flußmittel benetzten Drahteile gleichmäßig mit der Flamme erhitzt (**Abb. 10**). Sobald der Flußmittelüberzug ein glasiges Aussehen erlangt, wird das Lot an den Lötspalt herangeführt, bis das geschmolzene Lot den Lötspalt gleichmäßig bedeckt. Die Drahtelemente werden mit der Flamme direkt erhitzt. Dabei wird mindestens der Schmelzpunkt des Flußmittels

erreicht. Die Temperatur der Drähte steigt dadurch meist auf Werte, die oberhalb der Schmelztemperatur des Lotes liegen.

#### 4.1.4.2 Direkte Widerstandslötung mittels Kohleelektrode

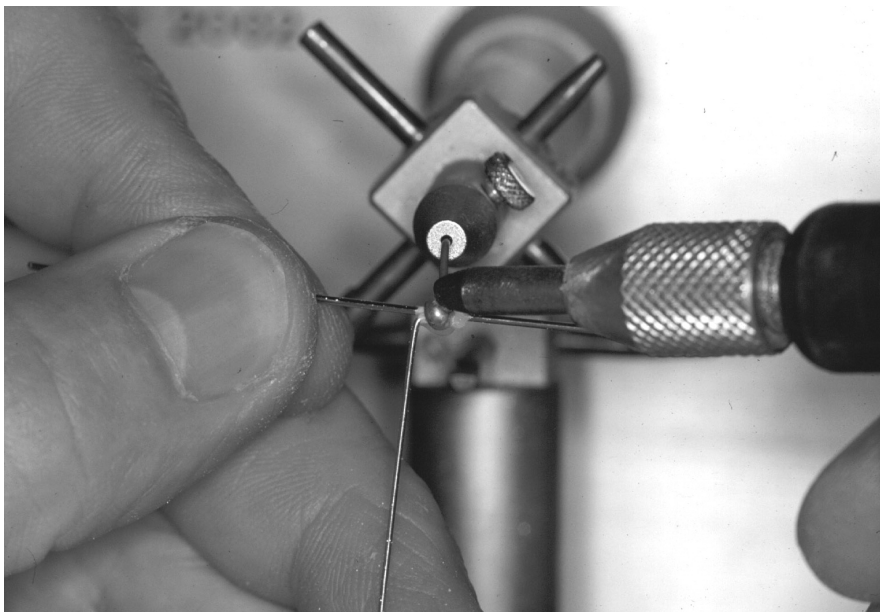
Verwendet wurde das Punktschweißgerät "Master 2002" (Dentaurum) (**Abb. 11**). Bei diesem Gerät wird in die obere Halterung eine Kohleelektrode und in die untere eine Kupferelektrode eingespannt. Zwischen die beiden Elektroden werden die zu verlötenden Teile gelegt, wobei das Flußmittel enthaltende Lotplättchen mit Hilfe der Pinzette zwischen die Kohleelektrode und die zu verlötenden Teile gespannt wird. Der Stromfluß kommt durch den Kontakt der Teile mit den Elektroden zustande. Die elektrische Erhitzung der Drahtelemente und des Lotes bewirkt das Schmelzen des Lotes. Der Stromkreis kann mit Hilfe eines Fußschalters oder manuell unterbrochen werden.



**Abb. 11** Lötung mittels Kohleelektrode am Punktschweißgerät Master 2002 (Dentaurum).

#### 4.1.4.3 Transfersoldering

Das Transfersolderingverfahren wurde ebenfalls am Punktschweißgerät "Master 2002" durchgeführt (**Abb. 12**). Verwendet wurden Messingdrahtelektroden (Dentaurum). Dabei handelt es sich um einen Messingdraht, der an einem Ende kugelförmig mit Lot besetzt ist. Die Messingelektrode wird in den Lotträger des Gerätes eingespannt. Die punktförmig verschweißten Drahtelemente werden manuell an das lottragende Ende der Messingdrahtelektrode gehalten. Mit einer Kohlelektrode wird der Messingdraht solange erhitzt, bis der Schmelzpunkt des Lotes erreicht ist und das Lot in den Lötspalt fließt. Die zu verlötenden Teile werden bei diesem Verfahren nur indirekt erhitzt, erreichen deshalb am Berührungspunkt mit der Lotkugel gerade die Schmelztemperatur des Lotes, an entfernter liegenden Stellen ist die Temperatur niedriger.



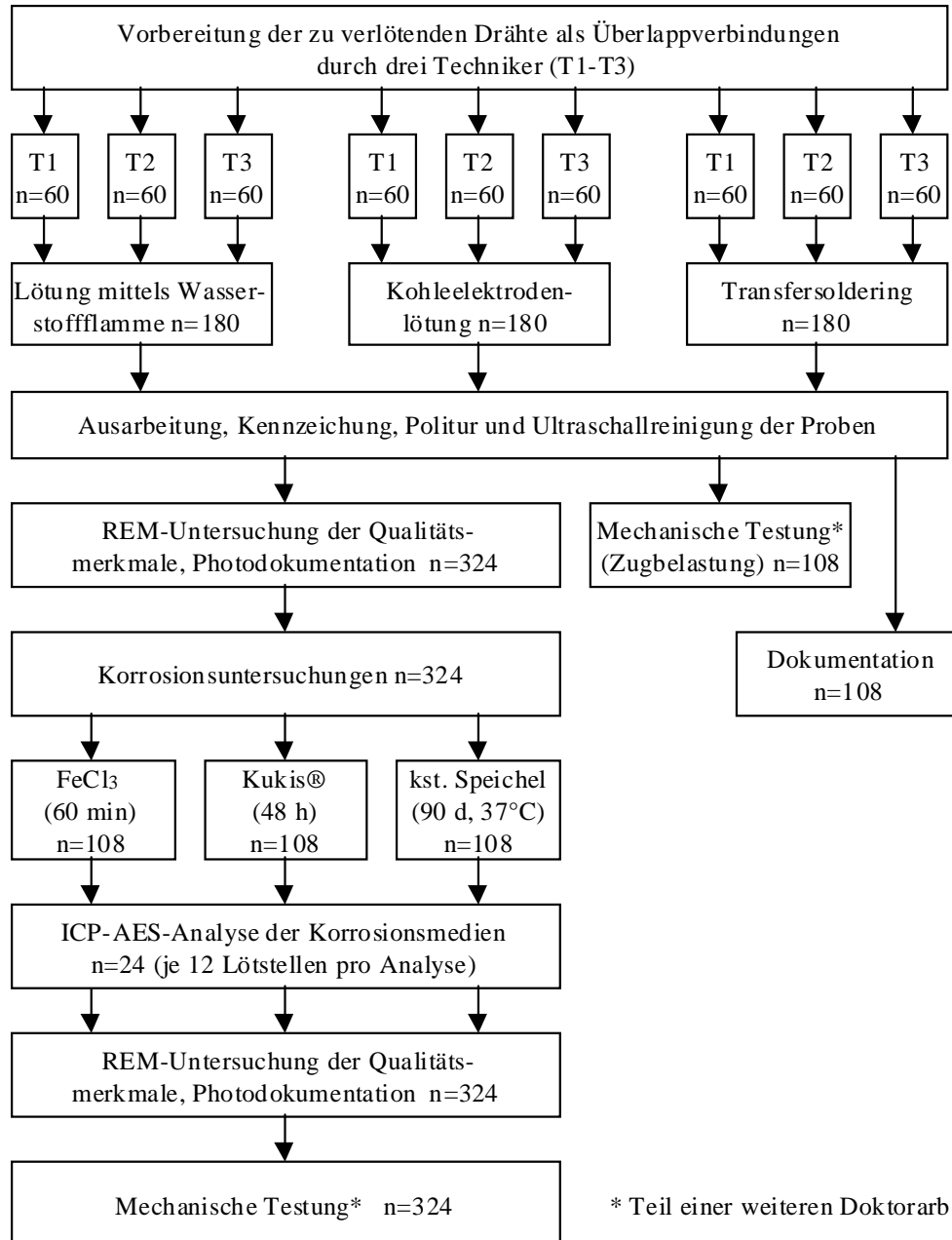
**Abb. 12** Transfersoldering am Punktschweißgerät Master 2002.

Nähere Angaben für die Benutzung der Punktschweißgeräte sind den Anleitungen der Hersteller zu entnehmen.

#### **4.1.5 Politur, Kennzeichnung und Reinigung der Proben**

Nach dem Lötvorgang wurden die Proben zehn Minuten im Ultraschallgerät "Sonorex Super Rk 102 H" (Bandelin, Berlin) mit Oxidentferner (Tickopur RD7, Bandelin) gereinigt. Danach wurden die Lötstellen nachbearbeitet, gummiert und poliert. Die Proben wurden mit Hilfe von Kerben unterschiedlicher Anzahl am Labialbogen und an Feder A und unterschiedlicher Länge der unverlöteten Federenden gekennzeichnet. Jede Lötstelle (A-C) einer Probe konnte so jederzeit dem entsprechenden Techniker, Verfahren und vorgesehenen Korrosionstest zugeordnet werden. Die Verteilung der Proben auf die jeweiligen Korrosionstests erfolgte randomisiert. Abschließend erfolgten nochmals je fünfminütige Ultraschallreinigungen mit Universalreiniger (Tickopur RD5, Bandelin), 5% Extranlösung (Bandelin) und Reinstwasser.

### 4.2 Versuchsplan und Anzahl der hergestellten Lötstellen



\* Teil einer weiteren Doktorarbeit [66]

**Abb. 13** Versuchsplan zur Ermittlung des Einflusses von Lötverfahren, individueller Arbeitsweise und korrosiver Belastung auf die Qualität von Lötverbindungen.

## **4.3 Untersuchung der Qualitätsmerkmale**

### **4.3.1 Messung der Lötzeit**

Die Dauer des Lötvorgangs spielt für die Qualität einer Lötverbindung eine entscheidende Rolle. Daher wurde bei je 12 Lötungen pro Techniker und Verfahren die Lötzeit gemessen. Die Messung erfolgte mit der Stoppuhr vom Beginn der Erhitzung an bis zur Unterbrechung der Wärmezufuhr. Die Lötzeit wurde in ganzen Sekunden notiert. Gleichzeitig wurde die Handhabung der jeweiligen Verfahren beobachtet und individuellen Unterschiede zwischen den Technikern vermerkt.

### **4.3.2 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen, EDX-Analyse, stereomikroskopische Auswertung**

Um eine Charakterisierung der Lötverbindungen zu erreichen, sollten die Oberflächencharakteristika der Lötflächen und deren Beeinflussung durch die Immersion in Korrosionsflüssigkeiten dokumentiert und interpretiert werden. Die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen der Lötstellen wurden mit dem Rasterelektronenmikroskop DSM 940 (Carl Zeiss, Oberkochen) durchgeführt. Mit diesem Mikroskop konnten zugleich auch die qualitativen EDS bzw. EDX-Analysen (Energy + Dispersive X-Ray; EDX System QX 2000, Fa. Link Analytical X-Ray Systems) der Lötstellen durchgeführt werden. Die EDX-Analyse wurde bei auffälligen Oberflächenmerkmalen und insbesondere zur Unterscheidung von Korrosionsprodukten von Poliermittelrückständen angewandt [2, 103]. Das Rasterelektronenmikroskop ist mit einem Videoprinter (Videocopy processor P66E, Mitsubishi, Tokyo) ausgestattet. Vorder- und Rückseite jeder Lötstelle wurden systematisch in Übersichtsvergrößerung (15 bis 20fache Vergrößerung je nach Länge der Lötstelle) per Videokopie festgehalten. Von wesentlichen Strukturmerkmalen wurden zusätzlich bei 100-, 200-, 500-, 1000- oder 2000facher Vergrößerung Fotografien mit einer an das Rasterelektronenmikroskop angeschlossenen Fotokamera (Contax 167MT, Kyocera, Tokyo) hergestellt. Die



Strukturauffälligkeiten wurden mit Hilfe eines Farb- und Zahlencodes sortiert und entsprechend auf jeder Videokopie für die statistische Auswertung festgehalten.

Anlauferscheinungen, Farbveränderung, Menge und Konsistenz der Korrosionsprodukte sind offensichtliche Merkmale der Korrosion, die zur Auswertung herangezogen werden können. Zur qualitativen Beurteilung der Lötstellen wurden Fotografien in 8facher Vergrößerung vor und nach Korrosion angefertigt und die Lotoberflächen in 8 bis 10facher Lupenvergrößerung unter dem Stereomikroskop (Mantis<sup>®</sup>, Vision Engineering, Emmering) betrachtet.

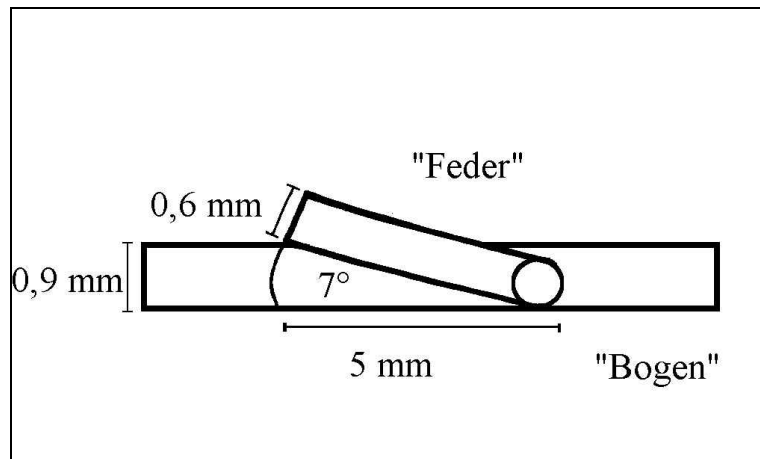
Die Lötstellen wurden anhand folgender Qualitäts- und Oberflächenmerkmale graduell eingestuft und deren prozentuale Häufigkeiten bestimmt.

#### 4.3.2.1 Überlappungslänge

Die Überlappungslänge von Federfuß und Labialbogen wurde anhand des Maßstabes auf den am Rasterelektronenmikroskop hergestellten Videokopien gemessen. Es erfolgte eine mathematische Rundung auf 1/10 mm.

#### 4.3.2.2 Parallelität der Lötverbindung

In einigen Fällen erfolgte die Fügung der abgewinkelten Feder nicht in der Längsachse des Bogens. Ab einer Abweichung der Achse des Federfußes von  $7^\circ$ , welches einer Abweichung um den Durchmesser der Feder von 0,6 mm entspricht, wurden die Lötstellen als "schief verbunden" eingestuft (**Abb. 14**).



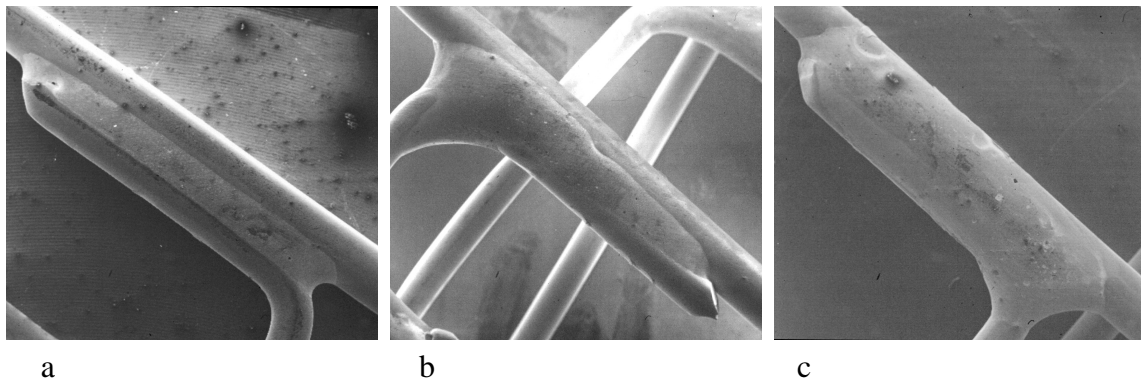
**Abb. 14** Geometrie der Lötverbindung (Schemazeichnung). - eine Abweichung der Achse des Federfußes um den Durchmesser der Feder (0,6 mm) von der Längsachse des Bogens entspricht nach  $\tan X = 0,6/5$  mm einem Winkel von  $7^\circ$ . Mit einer Abweichung der Achsen von  $\geq 7^\circ$  wurden die Lötstellen als "schief verbunden" bewertet.

#### 4.3.2.3 Grad der Lotbedeckung

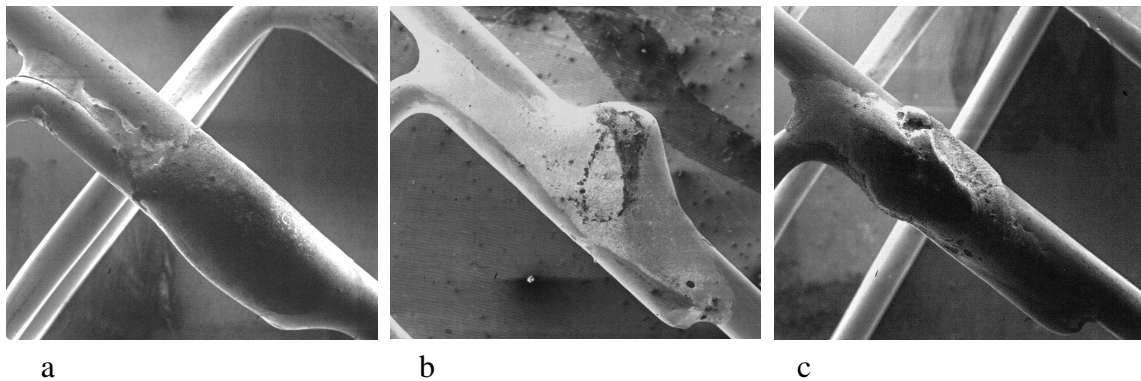
##### 4.3.2.3.1 Dimensionierung

Da die Dimensionierungen, also Grad der Lotbedeckung der Fügepartner, im Überlappungsbereich bei den Verfahren und auch innerhalb der Techniker unterschiedlich ausfielen, erfolgte die Bewertung der Lötstellen anhand folgender Klassifizierung:

- Klasse 1 = geringe Lotbedeckung des Lötspaltes - dünne Lotnaht (**Abb. 15 a**)
- Klasse 2 = mittlere Lotbedeckung des Lötspaltes - die Außenseiten der Drähte im Überlappungsbereich sind nicht von Lot bedeckt (**Abb. 15 b**)
- Klasse 3 = nahezu vollständige Ummantelung - beide Außenseiten sind teilweise bis vollständig mit Lot bedeckt (**Abb. 15 c**)
- Klasse 4 = Irreguläre Formen: Dimensionierungen, die von der angestrebten Lötstellengestaltung extrem abweichen wie z.B. über die Hälfte des Lötspaltes nicht von Lot bedeckt, Lotüberschuß in Form von Tropfen, Buckeln etc. (**Abb. 16 a-c**)



**Abb. 15 a-c** Rasterelektronenmikroskopische (REM-) Aufnahmen von Lötstellen mit geringer (a), mittlerer (b) und vollständiger (c) Lotbedeckung der Drähte im Überlappungsbereich (je 17fache Vergrößerung).



**Abb. 16 a-c** REM-Aufnahmen von Lötstellen mit abnormen Dimensionierungsformen. - a Kohleelektrodenlötung, b und c Transfersolderinglötungen (je 17fache Vergrößerung).

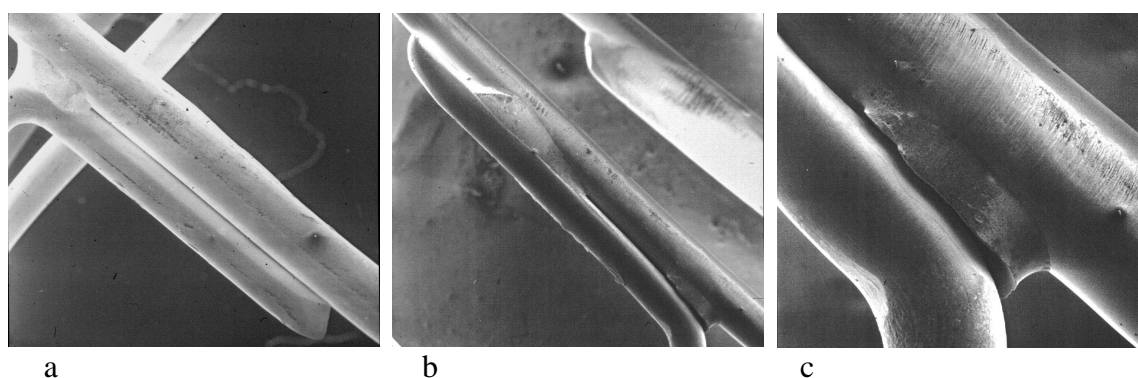
#### 4.3.2.3.2 Lotbedeckung des Federendes und des 90°-Knickes

Die rechtwinklig abgebogene Feder hatte im Bereich der Lötstelle ein mit dem Seitenschneider abgeknipstes Ende (**Abb. 15 b**). Es wurde untersucht, wie häufig die Federenden und der 90°-Knick der Feder mit Lot bedeckt wurden.

#### 4.3.2.3.3 Lotbedeckung des Lötspaltes

Nicht ausgeflossene Lötspaltareale fanden sich als Lötfehler überwiegend auf der der Arbeitsseite abgewandten Seite der Lötstellen, selten wurden aber auch vollständig

offene Lötspaltareale auf Vorder- und Rückseite beobachtet (**Abb. 17 a-c**). Das Ausmaß der mangelhaften Lotbedeckung wurde anhand einer Gradeinteilung in Millimeterschritten bis zu 5 mm beurteilt. Zusätzlich erfolgte eine dichotome Einteilung in Lötstellen mit vollständiger und mit nur teilweiser Lotbedeckung des Lötspaltes, da schon bei einem 1 mm offenen Lötspalt von einer fehlerhaften Lötung gesprochen werden kann.



**Abb. 17 a-c** REM-Aufnahmen von Lötstellen mit mangelhaft ausgeflossenem Lötspalt. - **a** 19fache Vergrößerung, **b** keine Verbindung zwischen Feder und Lot (19fache Vergrößerung), **c** 50fache Vergrößerung.

#### 4.3.2.4 Bearbeitungsspuren und Poliermittelrückstände

Die Nachbearbeitung der Lötstellen durch Politur und Reinigung wurde rasterelektronenmikroskopisch auf Durchführung und Wirksamkeit geprüft. Es erfolgte eine Beurteilung des Ausmaßes an Polierriefen und an Poliermittelrückständen auf der Lotoberfläche anhand der Einteilung in jeweils drei Gruppen (**Tab. 6**).

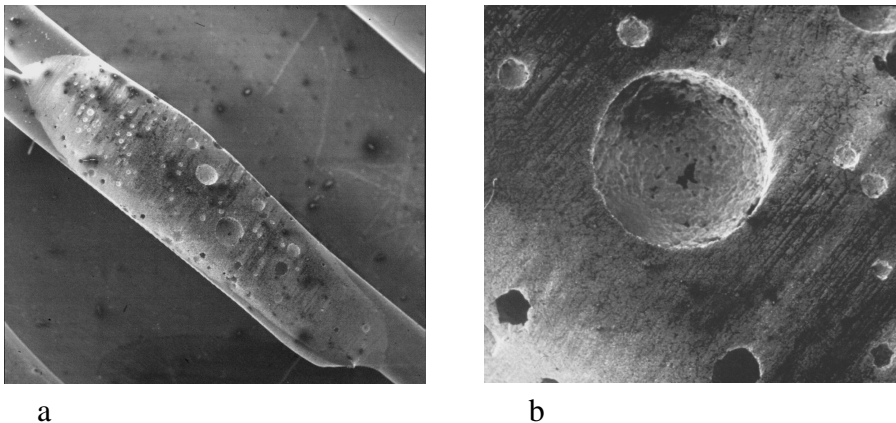
**Tab. 6** Gradeinteilung der Merkmale Poliermittelrückstände und Bearbeitungsspuren

Grad	Poliermittelrückstände	Bearbeitungsspuren
Grad 0	keine Poliermittelrückstände	keine Bearbeitungsspuren sichtbar
Grad 1	vereinzelt Auflagerungen	Polierspuren sichtbar
Grad 2	plaqueartige Auflagerungen	tiefe Polierriefen

#### 4.3.2.5 Porositäten auf der Lotoberfläche

##### 4.3.2.5.1 Gasblasen (20-300 $\mu\text{m}$ )

Wenn das Lot erhitzt wird, werden verdampfende Komponenten, Flußmittelreste oder während des Lötvorgangs entstehende Oxide eingeschlossen, die Porositäten in der Lotnaht verursachen [2, 3]. Diese sind rund begrenzt und die Oberfläche ist aufgrund des bei der Erstarrung entstehenden hohen Innendrucks glattwandig [19] (**Abb. 18 a+b**).



**Abb. 18 a+b** REM-Aufnahme von Gasblasen. - **a** Lötstelle mit Grad 3 Gasblasen (17fache Vergrößerung); **b** einzelne Gasblase (100fache Vergrößerung).

Die Bewertung der Lötstellen erfolgte anhand folgender Gradeinteilung:

Grad 0 = keine Gasblasen

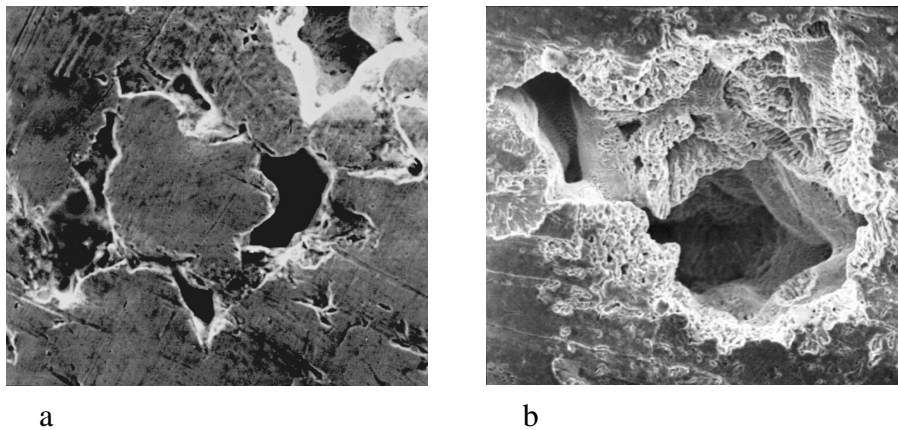
Grad 1 = weniger als 10 Gasblasen  $< 50 \mu\text{m}$

Grad 2 = bis zu 30 Gasblasen  $< 50 \mu\text{m}$

Grad 3 = mehr als 30 Gasblasen, bzw. Gasblasen  $> 100 \mu\text{m}$

#### 4.3.2.5.2 Lunker (20-100 $\mu\text{m}$ )

Lunker sind Hohlräume, die als Folge der Erstarrungskontraktion auftreten. Sie sind im Gegensatz zu Gasblasen durch eine unregelmäßige Form gekennzeichnet. Die Dendritenäste wachsen ungehindert in den Hohlraum hinein [19] (**Abb. 19 a+b**).



**Abb. 19 a+b** Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen von Lunkern. - **a** 500fache Vergrößerung; **b** 1000fache Vergrößerung.

Folgende Gradeinteilung wurde der Bewertung zugrunde gelegt:

Grad 0 = keine Lunker

Grad 1 = bis zu 10 Lunker < 50  $\mu\text{m}$

Grad 2 = bis zu 30 Lunker < 50  $\mu\text{m}$

Grad 3 = mehr als 30 Lunker oder > 100 $\mu\text{m}$

#### 4.3.2.5.3 Mikroporositäten (< 20 $\mu\text{m}$ )

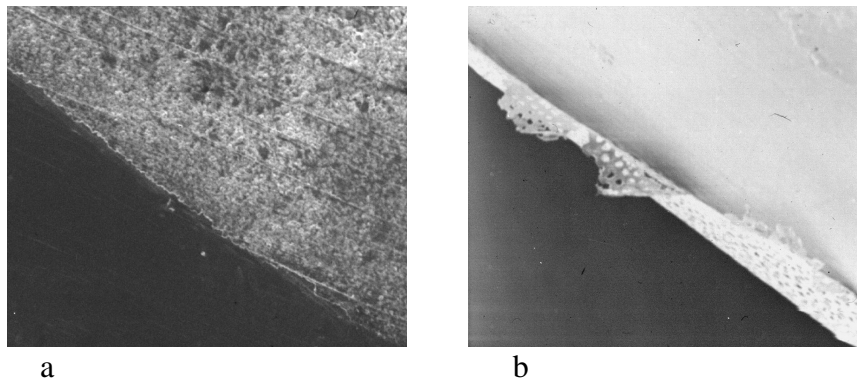
Mikroporositäten treten vor allem im Lotrandbezirk auf und an Stellen der Lötnaht, die bei der Lötung am weitesten vom Hitzezentrum entfernt sind. Vom Draht abgehobene Lotränder sind ein Zeichen dafür, daß keine diffusionsunterstützte Verbindung vorliegt (**Abb. 20 b**).

Die Auswertung der Lötstellen hinsichtlich dieses Kriteriums erfolgte nach folgender Gradeinteilung:

Grad 1 = Mikroporositäten ( $< 20 \mu\text{m}$ ) des Lotrandes an Federende oder  $90^\circ$ -Knick

Grad 2 = vereinzelt Porositäten ( $< 20\mu\text{m}$ ) auch an den übrigen Randbereichen

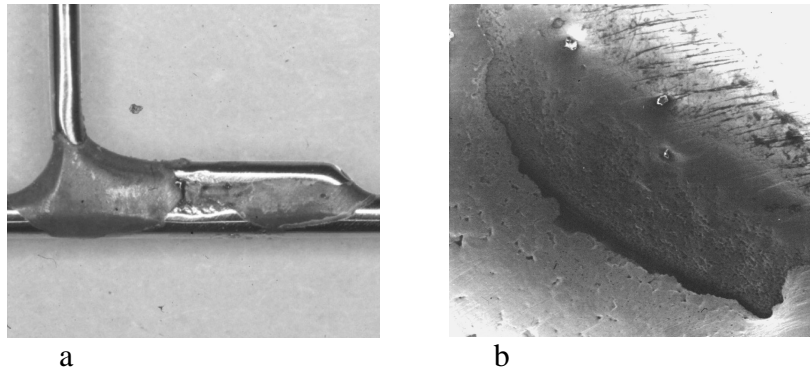
Grad 3 = gesamter Lotrand und Bereiche der Lotoberfläche porig



**Abb. 20 a+b** Porositäten am Lotrand. - **a** homogener Lotrand einer Wasserstoffflammenlötung (200fache Vergrößerung), **b** poröser, vom Draht abgehobener Lotrand einer Transfersolderinglötung (500fache Vergrößerung).

#### 4.3.2.6 Impressionen der Kohlelektrode

Bei den Lötungen mittels Kohlelektrode treten die Drähte beim Lötvorgang in direkten Kontakt mit der Kohlelektrode, wo es neben dem Schmelzen des Lotplättchens auch zum lokalen Aufschmelzen des Drahtes kommen kann. Der Eindruck der Kohlelektrode im Draht bleibt als rundes, abgeflachtes Areal sichtbar, sofern dieses nicht vom geschmolzenen Lot überdeckt wird (**Abb. 21 a**). An der Stelle des Eindruckes der Kohlelektrode treten mikroskopisch Strukturveränderungen im Draht in Erscheinung (**Abb. 21 b**). Es erfolgte eine Einteilung der Lötstellen in "Impressionen vorhanden" und "keine Impressionen vorhanden".



**Abb. 21** Impression der Kohlelektrode. - **a** Lötstelle mit deutlich sichtbarer Impression (Original in achtfacher Vergrößerung), **b** REM-Darstellung der Strukturveränderungen im Draht im Bereich einer Impression (100fache Vergrößerung).

## 4.4 Korrosionsuntersuchungen und -medien

### 4.4.1 Eisen-III-Chlorid

Der Eisenchloridtest (ASTM 1980, [1]) dient dem Chemiker zur Untersuchung der Beständigkeit von rostfreien Stählen und Nickel-Basislegierungen mit Chrom im Meerwasser [104, 105]. Eisen-III-Chlorid wird als technisches Korrosionsmedium verwendet, da aufgrund der hohen Oxidationsstärke des Mediums nach kurzer Inkubationszeit die Korrosionsanfälligkeit einer Legierung überprüft werden kann. Dieses aggressive Korrosionsmedium eignet sich daher dazu, in vergleichenden Untersuchungen sehr schnell und sehr deutlich Qualitätsunterschiede zu ermitteln [105]. Eisen-III-Chlorid liegt als wasserfreies Salz und als Eisen-III-Chlorid-Hexahydrat vor [73]. Das verwendete wasserfreie Eisenchlorid bildet dunkle, in der Aufsicht grüne Blättchen, die leicht nach Salzsäure riechen, stark hygroskopisch und an der Luft Wasser anziehen, so daß sie zu einer dunkelbraunen Flüssigkeit zerfließen [73]. Die Lösung reagiert infolge Hydrolyse stark sauer.



### *Versuchsdurchführung*

Die 10%ige Eisen-III-Chloridlösung wurde hergestellt aus 10 g Eisen-III-Chlorid (Merck Schuchardt, Hohenbrunn), die in 100 ml Reinstwasser aufgelöst wurden. Je vier Proben (zwölf Lötstellen) wurden bei Raumtemperatur in unverschlossene Bechergläser mit 25 ml 10%iger Eisen-III-Chloridlösung mittels Haltevorrichtung eingetaucht. Die Immersionszeit betrug 60min. Danach wurden die Proben mit destilliertem Wasser abgespült und getrocknet.

#### **4.4.2 Zahnsparngenreiniger (Kukis®)**

Die Zusammensetzungen verschiedener Spezialreiniger variieren je nach Hersteller. Die meisten beinhalten Oxidierungsmittel, Säuremittel, Hypochloride und Enzyme als aktive Bestandteile. Die Reinigungswirkung der Zahnsparngenreiniger besteht darin, die anhaftenden Speisereste und bakteriellen Beläge auch an den für die Zahnbürste unzugänglichen Stellen wie Dehnelementen, Sägespalten und Klammeransätzen zu entfernen. Zusätzlich haben sie eine desinfizierende und desodorierende Wirkung. Die Wirkung des in Tablettenform vorliegenden Produktes besteht unter anderem darin, daß es sich in Wasser unter sprudelnder Gasentwicklung auflöst. Durch die Turbulenz kommt es zur mechanischen Abtragung angelöster Beläge [80]. Chemische Zusätze unterstützen diese Wirkung.

Unter den handelsüblichen Zahnsparngenreinigern fiel die Wahl auf Kukis®, ein Produkt der Reckitt & Colman Deutschland AG (Hamburg), das sowohl in Apotheken als auch in Drogeriemärkten erhältlich ist. Kukis® gehört zu den sauerstofffreisetzenden selbsttätigen Reinigern [78] Die Reinigungswirkung beruht auf  $O_2$ -Abspaltung, enzymatischer Proteolyse von Plaqueeiweißstoffen und Chelation [15]. Ferner sind organische Säuren, Antiseptika und Geschmackskorrigentien zugesetzt. Nach Herstellerangaben enthält der Reiniger Kukis® die Peroxidverbindungen Natriumperborat und Kaliumpersulfat. Diese Verbindungen zerfallen in wäßriger Lösung bei Anwesenheit bestimmter Stoffe und setzen naszierenden Sauerstoff frei,

dadurch werden organische Verunreinigungen oxydiert und damit die Desinfektion und Desodorierung erreicht [78].

#### *Versuchsdurchführung*

Die Packungsbeilage des Herstellers empfiehlt, eine Tablette Kukis<sup>®</sup> in einem Glas mit warmem Leitungswasser aufzulösen. Pro Becherglas wurde daher eine Tablette in 100 ml warmem Leitungswasser aufgelöst. Je vier Proben (zwölf Lötstellen) wurden in die Bechergläser mit je 100 ml Lösung berührungsfrei mittels Haltevorrichtung eingetaucht. Die Proben wurden 48 Stunden bei Raumtemperatur (20-23°C) unverschlossen in den Bechergläsern belassen, ohne daß die Lösungen ausgewechselt oder berührt wurden. Anschließend wurden die Proben, wie vom Hersteller empfohlen, unter fließendem Wasser gut abgespült.

Nach Angaben des Umweltamtes der Stadt Würzburg 1999 weist das Leitungswasser in Würzburg eine Gesamthärte von 5,0-7,5 mmol/l (Nitratgehalt 38 mg/l, Sulfatgehalt 260 mg/l) und einen pH-Wert von 7,02-7,3 auf.

#### **4.4.3 Künstlicher Speichel**

Verwendet wurde der künstliche Speichel nach Geigy (Ciba-Geigy, Frankfurt) welcher derzeit für Korrosionsuntersuchungen in der Abteilung für experimentelle Zahnmedizin in Würzburg Anwendung fand (Zusammensetzung und Herstellungsanweisung siehe Anhang).

#### *Versuchsdurchführung*

Je vier Proben (12 Lötstellen) wurden in Bechergläser mit je 70 ml Lösung berührungsfrei mittels Haltevorrichtung eingetaucht. Die Bechergläser wurden mit Parafilm<sup>®</sup> (American National Can, Menasha, USA) verschlossen, um ein Verdunsten der Flüssigkeit zu vermeiden, aber dennoch eine Luftzufuhr aufrechtzuerhalten. Die so

präparierten Bechergläser wurden 90 Tage lang im Brutschrank (Memmert, Schwabach) bei einer konstanten Temperatur von 37°C aufbewahrt.

#### 4.4.4 Rasterelektronen- und stereomikroskopische Auswertung

##### 4.4.4.1 Korrosionsschäden des Stahldrahtes nach Immersion in Eisen-III-Chlorid

Folgende Merkmale beziehungsweise Lokalisationen auf den Löstellen wurden auf korrosionsbedingte Defekte nach Immersion in Eisen-III-Chlorid hin untersucht:

- Defekte am 90°-Knick der Feder
- Defekte an nicht von Lot bedeckten Federenden
- Defekte an nicht von Lot bedeckten Lötspaltarealen
- Impressionen der Kohlelektrode
- Impressionen der nicht von Lot bedeckten Punktschweißungen

Das Ausmaß der Korrosionsdefekte im Stahldraht wurde anhand folgender Gradeinteilung beurteilt:

Grad 1 = bis zu 5 Defekten im Stahl

Grad 2 = mehr als 5 Defekte oder mindestens 2 Defekte größer 150 µm

Grad 3 = mehr als 10 Defekte oder mindestens 5 Defekte größer 150 µm

##### 4.4.4.2 Korrosionsschäden des Lotes

Die Korrosionsschäden des Lotes wurden getrennt nach Defekten der Lotoberfläche (**Tab. 7**) und Defekten des Lotrandes (**Tab. 8**) bewertet.

**Tab. 7** Gradeinteilung der Korrosionsdefekte auf der Lotoberfläche bei den verschiedenen Korrosionsmedien.

Korrosionstest	Gradeinteilung
Eisen-III-Chlorid	Grad 1: vereinzelt leichtere Korrosionsschäden auf der Oberfläche (Erosionen) Grad 2: mehrere deutliche Korrosionsschäden (Porositäten und Gasblasen mit Lochfraß) Grad 3: massive Korrosionsschäden auf der Oberfläche (tiefe Erosionen, zahlreiche Lochfraßareale)
Kukis <sup>®</sup>	Grad 1: wenig Korrosion, Oberfläche gleichmäßig angelaufen Grad 2: vereinzelt Korrosionsdefekte auf der Lotoberfläche Grad 3: zahlreiche Korrosionsdefekte auf der Lotoberfläche
Künstlicher Speichel	Grad 1: Glanz verloren, leicht angelaufen Grad 2: angelaufen, vereinzelte Korrosionsareale Grad 3: größere Korrosionsareale

**Tab. 8** Gradeinteilung der Korrosionsdefekte am Lotrand bei den verschiedenen Korrosionsmedien.

Korrosionstest	Gradeinteilung
Eisen-III-Chlorid	Grad 1: vereinzelte korrodierte Randareale Grad 2: Randbereiche an mehreren Stellen korrodiert Grad 3: kompletter Rand korrodiert, fransig, abgehoben
Kukis <sup>®</sup> , Künstlicher Speichel	Grad 0: keine Korrosion Grad 1: Rand vereinzelt korrodiert, vereinzelt abgehoben Grad 2: Rand an mehreren Stellen korrodiert Grad 3: kompletter Rand korrodiert, abgehoben

#### 4.4.5 ICP-AES-Analyse

(Inductively coupled plasma atomic emission spektrometry)

In der ICP-AES werden Atome und Ionen zur Emission von Licht einer elementspezifischen Wellenlänge angeregt. Da die Bildung angeregter Atome eine höhere Energiezufuhr erfordert, werden thermische (heiße) Plasmen als

Anregungsquelle für die AES eingesetzt. Induktiv eingekoppelte elektromagnetische Hochfrequenzen erzeugen ein Plasma mit Temperaturen von 5.000 bis 10.000 K, wobei Argon wegen seiner leichten Ionisierbarkeit als Plasmagas verwendet wird. Die Probe wird als Aerosol in die Plasma-Fackel eingebracht und verdampft. Dadurch werden die freigesetzten Atome und Ionen zur Emission von Strahlung angeregt. Über einen Lichtleiter wird die emittierte Strahlung an die optischen Systeme geleitet, wo sie in einzelne spektrale Komponenten zerlegt wird. Die Spektrallinien können für verschiedene Elemente sequentiell oder simultan gemessen werden. Die Intensität der Lichtemission ist ein Maß für die Konzentration des betreffenden Elementes.

Die ICP-AES-Analyse der unverdünnten Korrosionsflüssigkeiten diente dem quantitativen und qualitativen Nachweis der korrosiv herausgelösten Lotbestandteile Silber, Kupfer, Zink und Zinn in den Korrosionsmedien. Die ICP-AES-Analysen wurden freundlicherweise im Analytischen Dienstleistungszentrum (ADZ) des Fraunhofer-Institut für Silikatforschung durchgeführt und erfolgten mit dem Gerät Spectroflame ICP der Firma Spectro (Kleve).

Die unverdünnten Korrosionsflüssigkeiten wurden in inerten verschließbaren Kunststoffflaschen der Analyse übergeben. Zusätzlich wurden Leerproben der Eisen-III-Chlorid-, Kukis<sup>®</sup>- und künstlichen Speichellösungen analysiert (**Tab. 9**). Die Ergebnisse wurden als Ionenkonzentrationen in µg/ml geliefert. In den Untersuchungen war Zinn jeweils unter der Nachweisgrenze.

**Tab. 9** Ionenkonzentration der Lotbestandteile Silber, Kupfer, Zink in den Leerproben.

Leerprobe	Ionenkonzentrationen (µg/ml)		
	Silber	Kupfer	Zink
Eisen-III-Chlorid	0,064	41,5	2,5
Kukident	0	0,34	0,8
Transfersoldering	0	0,1	0

Die Ionenkonzentrationen der Leerproben wurden für die Auswertung und Darstellung der Ergebnisse von den Ionenkonzentrationen in den Korrosionslösungen der Proben subtrahiert.

Nachweisgrenzen für die ICP-AES (nach Angaben des ADZ):

- Kupfer: 1-2 µg/ml
- Silber: 2-4 µg/ml
- Zink: 1-2 µg/ml
- Zinn: 10-20 µg/ml

## **4.5 Statistische Auswertung**

Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte mit dem Softwareprogramm SPSS 9.0 für Windows.

Die Qualitätsmerkmale wurden nach Stärke der Merkmalsausprägung im Sinne einer Rangordnung ausgewertet. Daher wurden als nichtparametrische Signifikanzprüfungen der H-Test nach Kruskal-Wallis und der Chi-Quadrat-Anpassungstest verwendet. Als Signifikanzniveau wurde  $p = 0,05$  gewählt. Bei den metrisch skalierten Merkmalen Überlappungslänge und Lötzeit konnte keine Normalverteilung festgestellt werden, daher wurde ebenfalls der nicht parametrische Kruskal-Wallis-Test verwendet. Es erfolgte eine Bestimmung des Mittelwertes, des Medianwertes, der Minimum- und Maximumwerte, sowie der Standardabweichung. Der Medianwert als derjenige Wert, der die Verteilung in zwei gleich große Bereiche teilt, ist bei schiefen (unsymmetrischen Verteilungen) aussagekräftiger als der arithmetische Mittelwert.

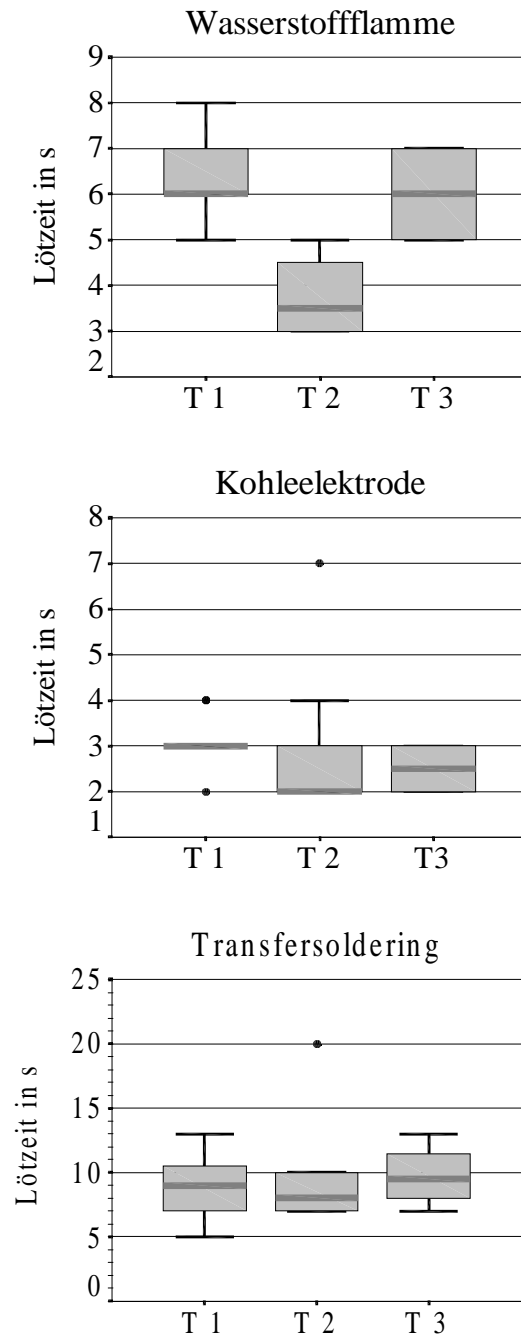
## 5 Ergebnisse der Qualitätsuntersuchungen

### 5.1 Dauer des Lötvorgangs

Beim Verfahren **Wasserstoffflamme** ergaben sich im Gegensatz zu den anderen beiden Verfahren signifikante Unterschiede zwischen den Technikern (**Tab. 10**). Die Medianwerte lagen zwischen 3,5 und 6 Sekunden mit der zeitlichen Hierarchie Techniker 2 < Techniker 3 = Techniker 1. Bei den **Kohleelektrodenlötungen** waren sowohl die Mediane (2-3s) als auch die Spannweiten zwischen Minimum- und Maximumwerten geringer als bei den anderen Verfahren. Lediglich bei Techniker 2 gab es „Ausreißer nach oben“. Beim **Transfersoldering** lag die Lötzeit mit Medianwerten zwischen 8 und 9,5 Sekunden deutlich höher als bei den anderen beiden Verfahren; „Ausreißer nach oben“ kamen häufiger vor (**Abb. 22**).

**Tab. 10** Dauer des Lötvorgangs in Sekunden. Mittelwert (MW), Median (ME), Standardabweichung (STABW), Minimum (Min) und Maximum (Max), p aus dem Kruskal-Wallis-Test.

Verfahren	Techniker	n	MW	ME	STABW	Min	Max	p
Wasserstoffflamme	1	12	6,5	6,0	0,91	5,0	8,0	0,000
	2	12	3,8	3,5	0,87	3,0	5,0	
	3	12	6,0	6,0	0,85	5,0	7,0	
Kohleelektrode	1	12	3,1	3,0	0,52	2,0	4,0	0,054
	2	12	2,8	2,0	1,47	2,0	7,0	
	3	12	2,5	2,5	0,52	2,0	3,0	
Transfersoldering	1	12	8,9	9,0	2,64	5,0	13,0	0,432
	2	12	9,8	8,0	4,24	7,0	20,0	
	3	12	10,6	9,5	3,26	7,0	19,0	

**Abb. 22**

Dauer des Lötvorgangs in Sekunden - Vergleich der Techniker pro Verfahren. Die dicken Balken stellen die Medianwerte, die Boxen den Interquartilbereich mit 50 % der Werte dar. Die von der Box ausgehenden Linien führen jeweils bis zum höchsten und niedrigsten Wert ohne Ausreißer zu berücksichtigen, die Punkte stellen Extremwerte dar, die mehr als drei Boxenlängen außerhalb des Interquartilbereichs liegen.

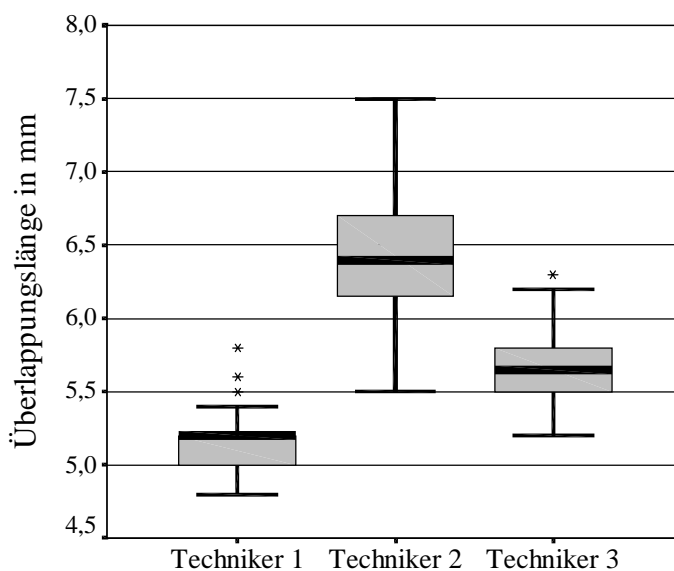


## 5.2 Überlappungslänge

Die Überlappungslängen der Lötstellen unterschieden sich bei den Technikern signifikant. Die Vorgabe einer Überlappungslänge von 5 mm wurde am ehesten von Techniker 1 mit einem Median von 5,2 mm und der geringsten Standardabweichung eingehalten (**Tab. 11**). Techniker 2 lag mit einem Median von 6,4 mm weit über der Vorgabe. Die Spannweite zwischen Minimum- und Maximumwerten erstreckte sich über ganze 2 mm (**Abb. 23**). Techniker 3 nahm sowohl bezüglich des Medians (5,65 mm) als auch der Standardabweichung eine Mittelstellung ein.

**Tab. 11** Überlappungslänge der Lötstellen in mm. Mittelwert (MW), Median (ME), Standardabweichung (STABW), Minimum (Min) und Maximum (Max), p aus dem Kruskal-Wallis-Test.

Techniker	n	MW	ME	STABW	Min	Max	p
1	108	5,2	5,2	0,16	4,8	5,8	0,000
2	108	6,4	6,4	0,38	5,5	7,5	
3	108	5,6	5,7	0,22	5,2	6,3	



**Abb. 23** Überlappungslänge in mm - Vergleich der Techniker.

### 5.3 Geometrie der Lötverbindung

**Tab. 12** Geometrie der Lötverbindung. Anzahl und Prozentzahl der parallel und schief verbundenen Lötstellen (p aus dem Chi-Quadrat-Test).

Techniker	n	parallele Verbindung		schiefe Verbindung		p
		Anzahl	%	Anzahl	%	
1	108	100	93	8	8	0,000
2	108	104	96	4	4	
3	108	79	73	29	27	

Der Anteil der „schiefen“ Lötverbindungen lag bei Techniker 1 und 2 unter 10 % und ist somit tolerierbar (**Tab. 12**). Bei Techniker 3 wurden jedoch 26,9 % der Lötstellen als nicht regelrecht verbunden beurteilt.

### 5.4 Grad der Lotbedeckung

#### 5.4.1 Dimensionierung

Hinsichtlich dieses Kriteriums waren sowohl bei allen drei Verfahren signifikante Unterschiede zwischen den Technikern (**Tab. 13**) als auch signifikante Unterschiede zwischen den Verfahren festzustellen (**Tab. 14**). Bei dem Verfahren **Wasserstoffflamme** wies die Mehrheit der Lötstellen dünne Lotnähte und mittlere Lotbedeckung des Lötspaltes auf. Bei Techniker 1 und Techniker 2 fanden sich keine Lötstellen mit vollständiger Ummantelung (**Tab. 13** und **Abb. 24 a-c**). Bei den **Transfersolderinglötungen** dagegen waren die meisten Lötstellen vollständig mit Lot ummantelt und es traten keine Lötstellen mit geringer Lotbedeckung auf (**Tab. 14**). Auch beim Verfahren **Kohlelektrode** wies die Mehrheit der Lötstellen mittlere bis vollständige Lotbedeckung des Überlappungsbereiches auf, lediglich eine einzige dünne Lotnaht fand sich bei Techniker 2. Der Anteil der irregulären Dimensionierungsformen war beim Verfahren Wasserstoffflamme sehr gering: Bei Techniker 1 und 3 fand sich keine und bei Techniker 2 nur eine einzige Lötstelle mit irregulärer Form. Bei den

Kohlelektrodenlötungen war der Anteil an irregulären Formen insgesamt am höchsten, insbesondere bei Techniker 3 mit 31 %.

Bei **Techniker 2** variierten die Dimensionierungen der Lötstellen zwischen den drei Verfahren am wenigsten: Die überwiegende Mehrheit der Lötstellen wies eine mittlere Lotbedeckung des Lötspaltes auf und der Anteil der irregulären Formen war am geringsten. Bei **Techniker 1** traten bei allen drei Verfahren keine Lötstellen mit geringer Lotmenge auf. Bei **Techniker 3** variierte die Dimensionierung der Lötstellen bei allen Verfahren am stärksten. Beim Verfahren Wasserstoffflamme zeigten die meisten seiner Lötstellen nur eine geringe Lotbedeckung. Dagegen waren beim Transfersoldering die meisten seiner Lötstellen vollständig ummantelt. Bei ihm trat auch der größte Anteil an irregulären Dimensionierungen der Lötstellen auf.

**Tab. 13** Dimensionierung der Lötstellen. Vergleich der Techniker je Verfahren. Anzahl der Lötstellen in den Klassen 1- 4 (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

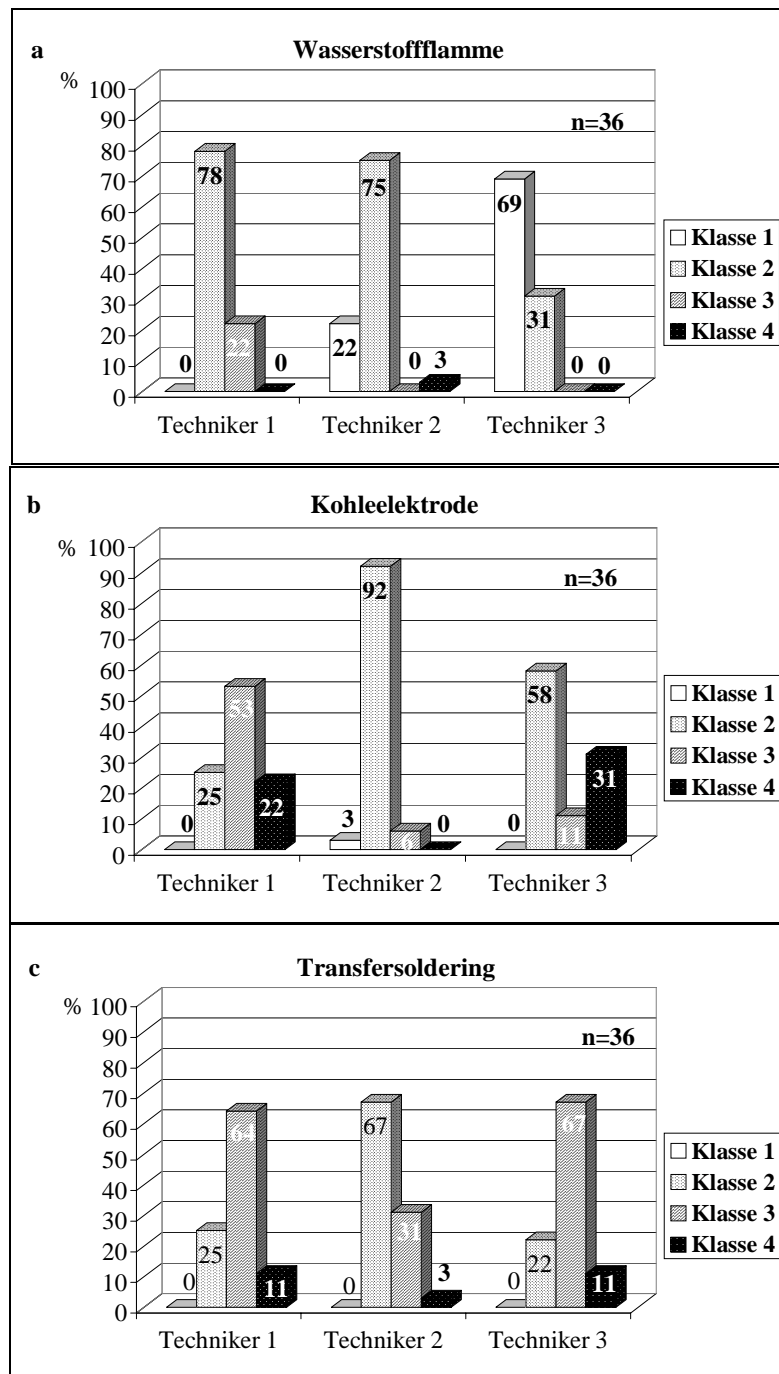
Verfahren	Techniker	n	Klasse 1	Klasse 2	Klasse 3	Klasse 4	p
Wasserstoffflamme	1	36	0	28	8	0	0,000
	2	36	8	27	0	1	
	3	36	25	11	0	0	
Kohlelektrode	1	36	0	9	19	8	0,000
	2	36	1	33	2	0	
	3	36	0	21	4	11	
Transfersoldering	1	36	0	9	23	4	0,000
	2	36	0	24	11	1	
	3	36	0	8	24	4	

Klasse 1 = dünne Lotnaht

Klasse 2 = mittlere Lotbedeckung, die Außenseiten der Drähte im Überlappungsbereich sind unbedeckt

Klasse 3 = nahezu vollständige Ummantelung, beide Außenseiten sind teilweise bis ganz mit Lot bedeckt

Klasse 4 = Irreguläre Formen



**Abb. 24 a-c** Dimensionierung der Lötstellen

Klasse 1 = dünne Lotnaht

Klasse 2 = mittlere Lotbedeckung. Die Außenseiten der Drähte im Überlappungsbereich sind unbedeckt

Klasse 3 = nahezu vollständige Ummantelung, beide Außenseiten sind teilweise bis ganz mit Lot bedeckt.

Klasse 4 = Irreguläre Formen

**Tab. 14** Dimensionierung der Lötstellen – Vergleich der Verfahren. Anzahl der Lötstellen in den Klassen 1-4 (Klasseneinteilung siehe **Tab. 13**, p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

Verfahren	n	Klasse 1	Klasse 2	Klasse 3	Klasse 4	p
Wasserstoffflamme	108	33	66	8	1	0,000
Kohlelektrode	108	1	63	25	19	
Transfersoldering	108	0	41	58	9	

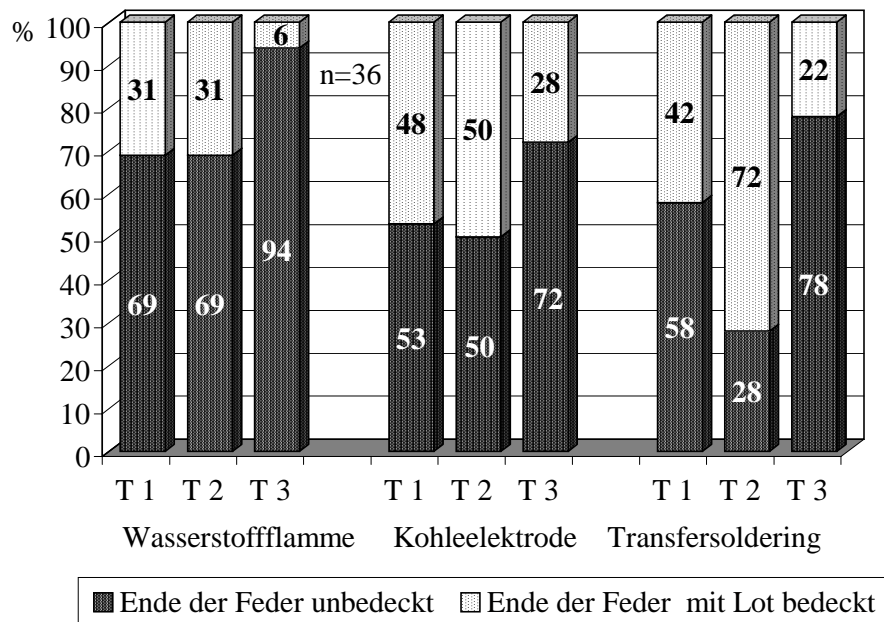
#### 5.4.2 Lotbedeckung des abgeknipsten Federendes

Bei den **Wasserstoffflammenlötungen** lag der Anteil unbedeckter Federenden bei allen drei Technikern deutlich über 50 % (**Tab. 15** und **Abb. 25**). Die Verteilung bedeckter und unbedeckter Federenden war bei Techniker 1 und 2 etwa gleich. Techniker 3 hob sich mit 94 % unbedeckter Federenden signifikant von den anderen Technikern ab. Bei Techniker 1 und 2 war jeweils bei etwa der Hälfte der **Kohlelektrodenlötungen** das Federende nicht mit Lot bedeckt. Techniker 3 ließ wieder einen höheren Anteil (72 %) der Federenden unbedeckt. Die Unterschiede sind jedoch laut Statistik nicht signifikant. Beim Verfahren **Transfersoldering** dagegen erwiesen sich die Unterschiede zwischen den Technikern als signifikant: Etwas mehr als die Hälfte der Federenden (58 %) blieb bei Techniker 1 unbedeckt. Die geringste Zahl unbedeckter Federenden (28 %) fand sich bei Techniker 2, die höchste Zahl (78 %) zeigte sich wie schon bei den anderen Verfahren bei Techniker 3.

Zusätzlich fiel auf, daß die abgeknipsten Federenden unterschiedlich nachgearbeitet wurden. Techniker 3 ließ die abgeknipsten Federenden völlig unbearbeitet, auch wenn sie nicht mit Lot bedeckt waren. Bei den Lötstellen von Techniker 2 waren die abgeknipsten Federenden überwiegend abgeflacht oder abgerundet. Techniker 1 glättete die abgeknipsten Federenden, reduzierte jedoch nicht den Draht im Querschnitt.

**Tab. 15** Lotbedeckung des abgeknipsten Federendes. Anzahl der Lötstellen, bei denen die Federenden mit Lot bedeckt oder unbedeckt waren (p aus dem Chi-Quadrat-Test).

Verfahren	Techniker	n	Ende unbedeckt	Ende bedeckt	p
Wasserstoffflamme	1	36	25	11	0,013
	2	36	25	11	
	3	36	34	2	
Kohleelektrode	1	36	19	17	0,114
	2	36	18	18	
	3	36	26	10	
Transfersoldering	1	36	21	15	0,000
	2	36	10	26	
	3	36	28	8	



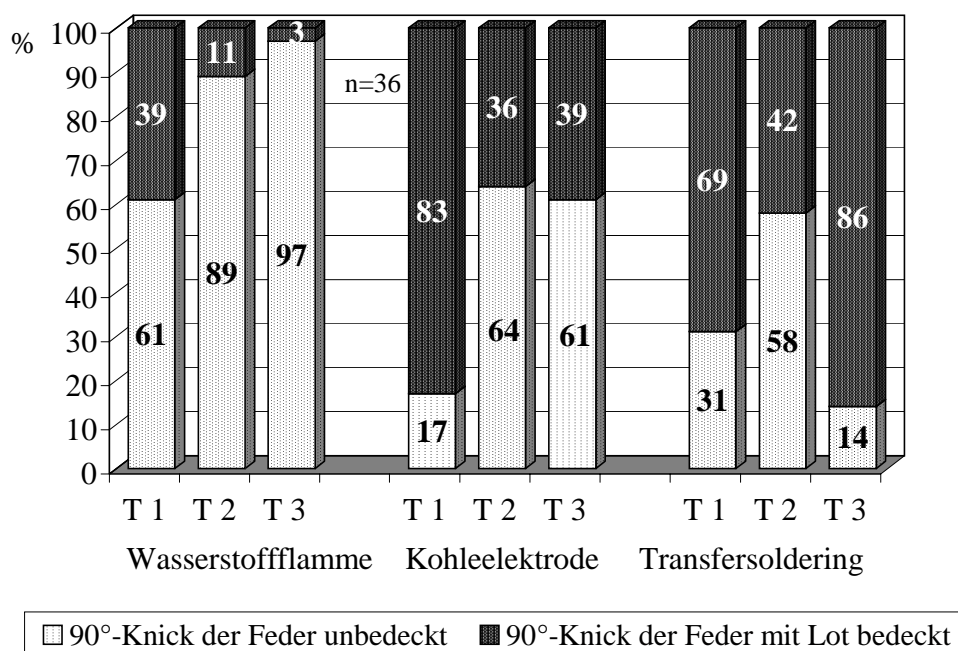
**Abb. 25** Grad der Lotbedeckung des abgeknipsten Federendes. Prozentzahl der Lötstellen mit bedeckten und unbedeckten Federenden.

### 5.4.3 Lotbedeckung des 90°-Knicks der Feder

Hinsichtlich der Lotbedeckung des 90°-Knicks der Feder traten bei allen Verfahren signifikante Unterschiede zwischen den Technikern auf (**Tab. 16**). Beim Verfahren **Wasserstoffflamme** war der 90°-Knick zumeist nicht mit Lot bedeckt (**Tab. 16, Abb. 26**). Bei Techniker 3 fand sich lediglich eine Lötstelle mit Lotbedeckung in diesem Bereich. Mehr als die Hälfte der **Kohleelektrodenlötungen** von Techniker 2 und 3 wiesen eine mangelhafte Lotbedeckung des 90°-Knicks auf, wogegen 84 % der Lötstellen von Techniker 1 in diesem Bereich mit Lot bedeckt waren. Beim Verfahren **Transfersoldering** wurde bei Techniker 2 etwas mehr als die Hälfte der 90°-Knicke als unbedeckt festgestellt, während Techniker 1 und 3 bei der Mehrheit der Lötstellen den 90°-Knick mit Lot bedeckten. Techniker 3 erzielte mit 86 % bedeckter 90°-Knicke den höchsten Anteil unter den Technikern und den drei Verfahren.

**Tab. 16** Lotbedeckung des 90°-Knicks der Federenden – Vergleich der Techniker pro Verfahren. Anzahl der Lötstellen mit lotbedecktem und unbedecktem 90°-Knick (p aus dem Chi-Quadrat-Test).

Verfahren	Techniker	n	unbedeckt	mit Lot bedeckt	p
Wasserstoffflamme	1	36	22	14	0,000
	2	36	32	4	
	3	36	35	1	
Kohleelektrode	1	36	6	30	0,000
	2	36	23	13	
	3	36	22	14	
Transfersoldering	1	36	11	25	0,000
	2	36	21	15	
	3	36	5	31	



**Abb. 26** Lotbedeckung des 90°-Knickes der Federenden. Prozentzahl der Lötstellen mit lotbedecktem und unbedecktem 90°-Knick.

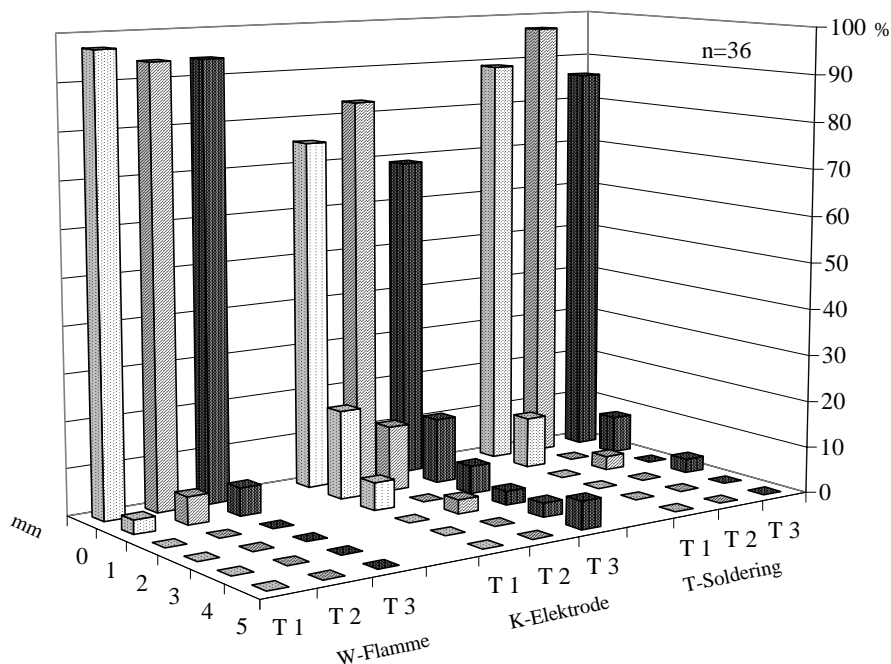
#### 5.4.4 Lotbedeckung des Lötspaltes

Beim Verfahren **Wasserstoffflamme** wurde der Lötspalt an über 90 % der Lötstellen von allen drei Technikern vollständig mit Lot bedeckt (Abb. 28, **Tab. 17**). Die unbedeckten Lötspaltanteile, die nur bei wenigen Lötstellen auftraten, waren maximal 1 mm groß (**Abb. 27**). Bei Techniker 1 war nur ein Lötspalt nicht vollständig bedeckt, bei Techniker 2 und Techniker 3 war dies bei jeweils zwei Lötstellen der Fall.

Die Lötungen mittels **Kohlelektrode** ergaben den höchsten Anteil an Lötstellen, bei denen der Lötspalt nicht vollständig ausgeflossen war (Abb. 28, **Tab. 17**). Bei Techniker 3 waren dies sogar 31 % der Lötstellen, wobei 20 % einen unbedeckten Bereich bis zu 2 mm aufwiesen (**Abb. 27**). Zwei Lötstellen zeigten sogar je 3 und 4 mm lange offene Lötspalten. An zwei Lötstellen war der Lötspalt über die gesamte Länge von 5 mm des Überlappungsbereiches unbedeckt. Bei Techniker 1 und Techniker 2



fanden sich zwar keine Lötstellen, bei denen der Lötspalt mehr als 4 mm unbedeckt war, der Anteil an mangelhaft ausgeflossenen Lötspalten war jedoch auch bei ihnen höher als beim Verfahren Wasserstoffflamme.



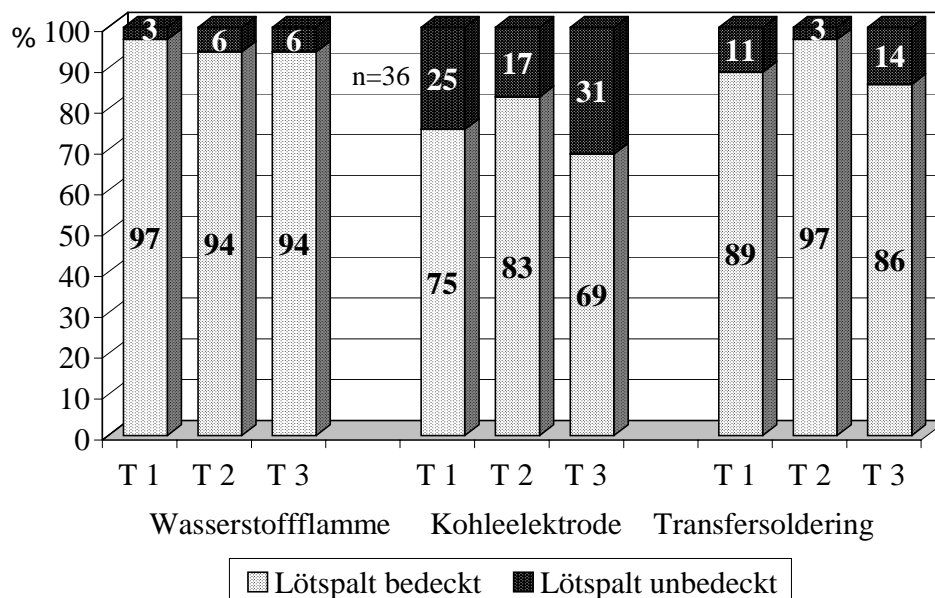
**Abb. 27** Auftreten unbedeckter Lötspaltareale. - Prozentzahl der Lötstellen mit bedeckten (0 mm) und unbedeckten Lötspaltarealen. Klasseneinteilung nach Länge des offenen Lötspaltareals (1-5 mm).

Das Verfahren **Transfersoldering** nahm eine Zwischenstellung zwischen den beiden obengenannten Verfahren ein. Es kamen zwar bei keinem der Techniker „Ausreißer“ mit mehr als 4 mm unbedeckten Lötspalten vor, der Anteil an fehlerhaft ausgeflossenen Lötstellen war jedoch insgesamt höher als beim Verfahren Wasserstoffflamme (**Abb. 27**). Bei Techniker 1 war an 11 % der Lötstellen der Lötspalt bis zu einem Millimeter unbedeckt. Bei Techniker 2 war nur eine Lötstelle hinsichtlich der Lotbedeckung des Lötspaltes fehlerhaft, der Lötspalt war jedoch auf einer Länge von 2 mm offen. Unter den Lötungen von Techniker 3 fanden sich drei Lötstellen mit bis zu 1 mm und zwei Lötstellen mit bis zu 3 mm unbedeckten Lötspalten.

**Tab. 17** Lotbedeckung des Lötspaltes. Anzahl der Lötstellen mit vollständig und nur teilweise bedeckten Lötspaltarealen – Vergleich der Techniker (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

Verfahren	Techniker	n	Lötspalt mit Lot bedeckt	Lötspalt unbedeckt	p
Wasserstoffflamme	1	36	35	1	0,812
	2	36	34	2	
	3	36	34	2	
Kohlelektrode	1	36	27	9	0,385
	2	36	30	6	
	3	36	25	11	
Transfersoldering	1	36	32	4	0,242
	2	36	35	1	
	3	36	31	5	

Die dichotome Einteilung in Lötstellen mit vollständiger und unvollständiger Lotbedeckung der Lötspalte ergab innerhalb der Verfahren keine signifikanten Unterschiede zwischen den Technikern (**Tab. 17**).



**Abb. 28** Lotbedeckung des Lötspaltes. Prozentzahl der Lötstellen mit vollständig und mit nur teilweise bedeckten Lötspaltarealen - Vergleich der Techniker.

Der Vergleich der *Techniker unabhängig vom Verfahren* ergab ebenfalls keine signifikanten Unterschiede zwischen den Technikern ( $p = 0,182$  nach dem Chi-Quadrat-Test). Das bedeutet, daß bei keinem Techniker signifikant mehr Lötstellen mit unbedeckten Lötspalten auftraten. Zusammenfassend läßt sich jedoch sagen, daß bei Techniker 3 bei den Verfahren Kohleelektrode und Transfersoldering jeweils den größten Anteil fehlerhafter Lötstellen herstellte und die Ausprägung nicht bedeckter Spaltareale ebenfalls größer war als bei den anderen zwei Technikern.

Der statistische Vergleich der *Verfahren unabhängig vom Techniker* zeigte, daß das Verfahren Kohleelektrode eine signifikant geringere Lötsicherheit hinsichtlich der vollständigen Lotbedeckung des Lötspaltes aufwies ( $p < 0,05$  nach dem Chi-Quadrat-Test). Insgesamt 24 % der Lötstellen wiesen unbedeckte Lötspalten unterschiedlicher Ausprägung auf.

## 5.5 Bearbeitungsspuren und Poliermittelrückstände

### 5.5.1 Bearbeitungsspuren

Die Beurteilung der Lotoberflächen auf Bearbeitungsspuren hin ergab signifikante Unterschiede zwischen den Technikern (**Tab. 18**). Bei **Techniker 2** wiesen 73 % der Lötstellen tiefe Polierriefen auf. Es fanden sich keine Lötstellen, die frei von Bearbeitungsspuren waren. Bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung der Lötstellen von Techniker 2 fiel auf, daß eine deutliche Bearbeitung nach dem Lötvorgang vorgenommen worden war. Die abgeknipsten Federenden wurden abgeflacht und abgerundet, überschüssige Lotanteile waren nicht zu finden, sie wurden also wahrscheinlich weggeschliffen. Dies war erkennbar an plangeschliffenen Oberflächen, teilweise reduzierten Drahtquerschnitten aufgrund exzessiver Politur und auspolierten Gasblasen.

Bei **Techniker 1** wies die Mehrheit der Lötstellen (66 %) sichtbare Bearbeitungsspuren auf, bei 22 % waren keine Polierriefen zu erkennen und 13 % hatten potentiell

korrosionsanfällige tiefe Polierriefen. Bei **Techniker 3** lag die überwiegende Mehrheit der Lötstellen (71 %) ebenfalls in Gruppe 1 mit sichtbaren Bearbeitungsspuren, 27 % der Lötstellen wiesen keine Spuren auf. Techniker 3 stellte die wenigsten Lötstellen her, die tiefe Polierriefen aufwiesen. Die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der Lötstellen von Techniker 3 ergab, daß diese nach dem Lötvorgang offenbar nur wenig nachbearbeitet wurden. Lotüberschüsse in Form von Tropfen oder Bäuchen wurden stehengelassen, die abgeknipsten Federenden blieben fast immer unbearbeitet.

**Tab. 18** Bearbeitungsspuren auf der Lotoberfläche – Vergleich der Techniker. Anzahl und Prozentzahl der Lötstellen mit Grad 0-2 (p aus dem Chi-Quadrat-Test).

Techniker	n	Grad 0		Grad 1		Grad 2		p
		Anzahl	%	Anzahl	%	Anzahl	%	
1	108	23	21	71	66	14	13	0,000
2	108	0	0	29	27	79	73	
3	108	29	27	77	71	2	2	

Grad 0 = keine Bearbeitungsspuren sichtbar

Grad 1 = Polierspuren sichtbar

Grad 2 = tiefe Polierriefen auf der ganzen Oberfläche

### 5.5.2 Poliermittelrückstände

Bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung der Lotoberflächen fanden sich nur wenige Lötstellen, auf denen keine Poliermittelrückstände zu erkennen waren (**Tab. 19**). Bei der überwiegenden Mehrheit der Lötstellen aller Techniker fanden sich vereinzelte Auflagerungen und Poliermittelrückstände auf der Lotoberfläche. Plaqueartige Auflagerungen wiesen bei **Techniker 1** 13 % der Lötstellen auf, bei **Techniker 2** und **Techniker 3** waren 28 % bzw. 27 % der Lötstellen mit derartigen Poliermittelrückständen behaftet.

**Tab. 19** Poliermittelrückstände auf der Lotoberfläche – Vergleich zwischen den Technikern. Anzahl und Prozentzahl der Lötstellen mit Grad 0-2 (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

Techniker	n	Grad 0		Grad 1		Grad 2		p
		Anzahl	%	Anzahl	%	Anzahl	%	
1	108	4	4	90	83	14	13	0,04
2	108	0	0	78	72	30	28	
3	108	1	1	78	72	29	27	

Grad 0 = keine Poliermittelrückstände

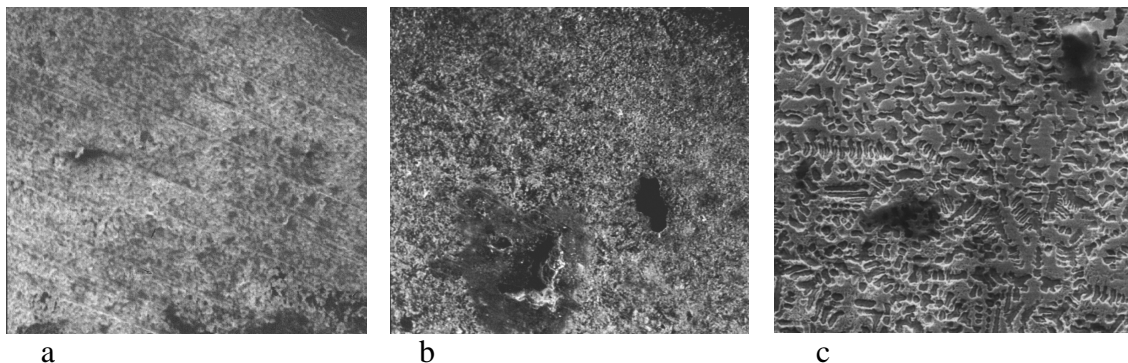
Grad 1 = vereinzelt Auflagerungen auf der Lotoberfläche

Grad 2 = plaqueartige Auflagerungen auf der Lotoberfläche

## 5.6 Porositäten auf der Lotoberfläche

### 5.6.1 Verfahrensabhängige Oberflächenbeschaffenheit

Die unterschiedliche Erwärmung des Lotes bei den Verfahren resultierte in verschiedenartigen Lotoberflächenstrukturen (**Abb. 29 a-c**). Die Lotoberflächen der Wasserstoffflammen- und Kohleelektrodenlötungen wirkten eher feinporig, wogegen die Transfersolderinglötungen dendritische Oberflächenstrukturen aufwies.



**Abb. 29 a-c** REM-Aufnahmen typischer Lotoberflächenstrukturen (je 500fache Vergrößerung). - **a** Wasserstoffflammenlötung, **b** Kohleelektrodenlötung und **c** Transfersolderinglötung.

### 5.6.2 Gasblasen

Beim Verfahren **Wasserstoffflamme** wurden hinsichtlich der Menge an Gasblasen insgesamt keine signifikanten Unterschiede zwischen den Technikern gefunden (**Tab. 20**). Die graphische Auswertung zeigt eine sehr ähnliche Häufigkeitsverteilung bei allen drei Technikern (**Abb. 30 a**). Bei Techniker 2 ist die Verteilungskurve leicht zu den höheren Gradeinteilungen verschoben. Bei allen drei Technikern lag die Mehrheit der Lötstellen in der Gruppe mit Grad 1. Grad 0 ist bei Techniker 1 und Techniker 2 unbesetzt, lediglich bei Techniker 3 fand sich eine einzige Lötstelle ohne Gasblasen auf der Lotoberfläche.

**Tab. 20** Auftreten von Gasblasen – Vergleich der Techniker je Verfahren. Anzahl der Lötstellen mit Grad 0-3 (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

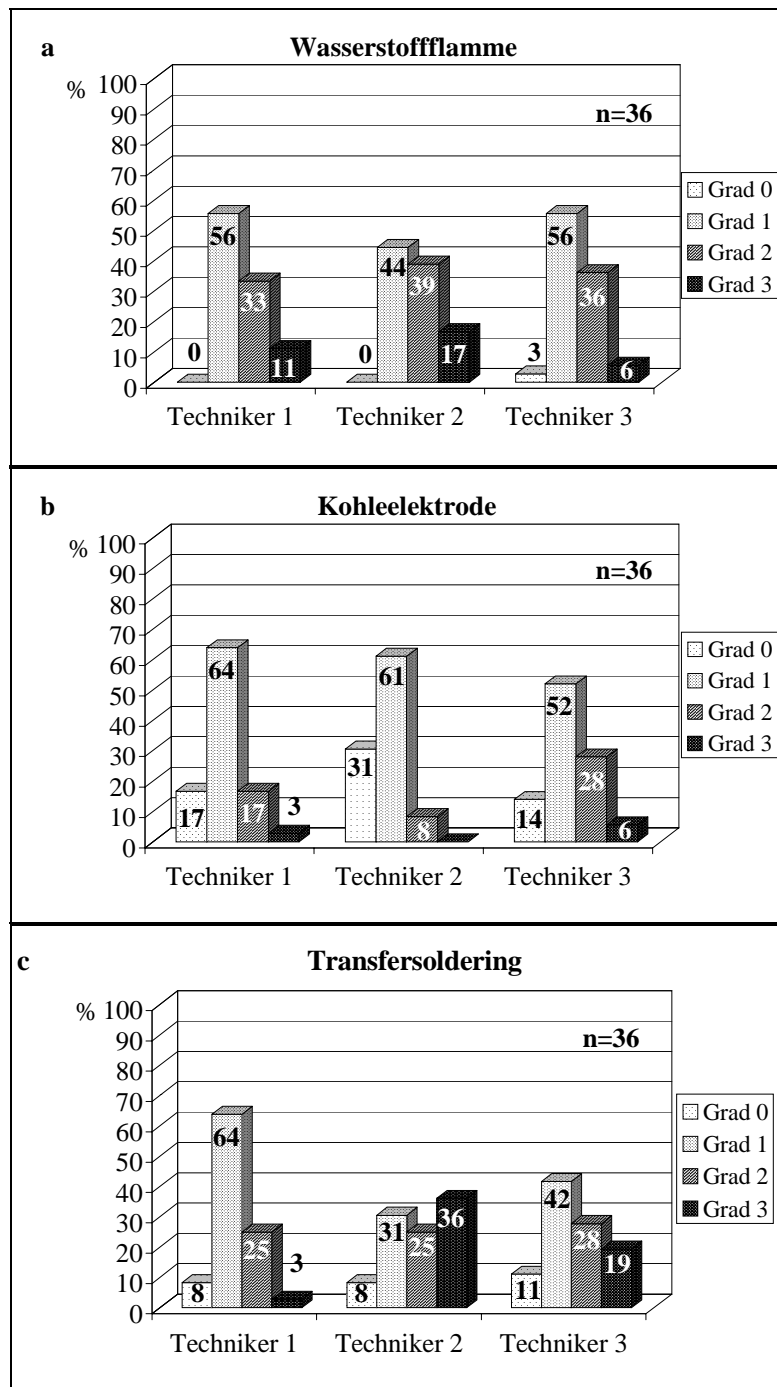
Verfahren	Techniker	n	Grad 0	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	36	0	20	12	4	0,296
	2	36	0	16	14	6	
	3	36	1	20	13	2	
Kohlelektrode	1	36	6	23	6	1	0,020
	2	36	11	22	3	0	
	3	36	5	19	10	2	
Transfersoldering	1	36	3	23	9	1	0,010
	2	36	3	11	9	13	
	3	36	4	15	10	7	

Grad 0 = keine Gasblasen

Grad 1 = weniger als 10 Gasblasen < 50 µm

Grad 2 = bis zu 30 Gasblasen < 50 µm

Grad 3 = mehr als 30 Gasblasen bzw. Gasblasen > 100 µm



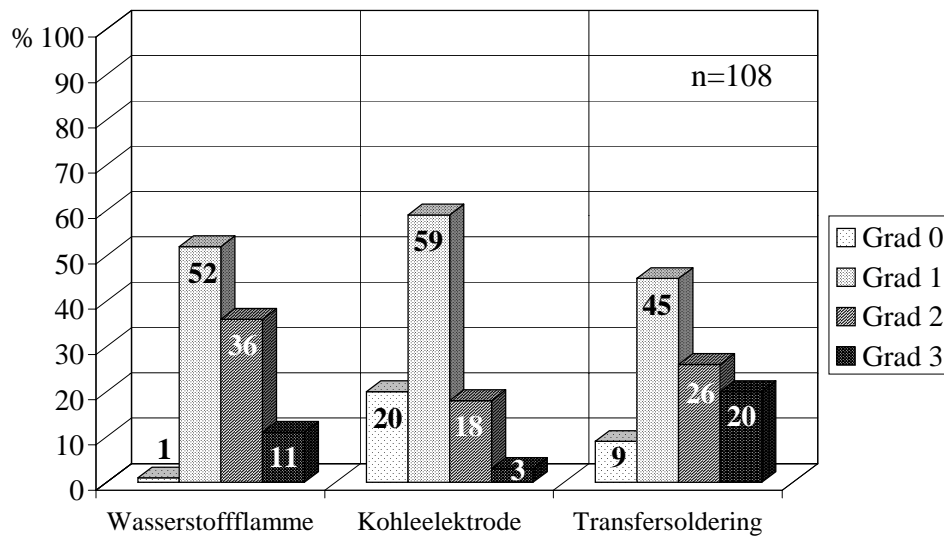
**Abb. 30 a-c** Auftreten von Gasblasen - Vergleich der Techniker pro Verfahren. Prozentzahl der Lötstellen mit Grad 0-3.  
 Grad 0 = keine Gasblasen  
 Grad 1 = weniger als 10 Gasblasen < 50  $\mu\text{m}$   
 Grad 2 = bis zu 30 Gasblasen < 50  $\mu\text{m}$   
 Grad 3 = mehr als 30 Gasblasen, bzw. Gasblasen > 100  $\mu\text{m}$

Das Verfahren **Kohleelektrode** lieferte gemäß der statistischen Auswertung signifikante Unterschiede zwischen den Technikern, wenngleich die graphische Darstellung eine ähnliche Gradverteilung bei den drei Technikern zeigt (**Abb. 30 b**). Wie beim Verfahren Wasserstoffflamme war der Anteil an Lötstellen mit Grad 1 am höchsten (**Tab. 20**). Allerdings fanden sich bei 14 - 31 % Lötstellen aller Techniker keine Gasblasen auf der Lotoberfläche wobei Techniker 2 das beste Ergebnis lieferte. Lötstellen mit Grad 2 oder Grad 3 kamen insgesamt seltener vor als beim Verfahren Wasserstoffflamme. Bei Techniker 3 traten häufiger Lötstellen mit mehr als 10 Gasblasen auf als bei den anderen beiden Technikern.

Auch beim **Transfersoldering** traten signifikante Unterschiede zwischen den Technikern auf. Wie bei den anderen beiden Verfahren war die Gruppe der Lötstellen mit Grad 1 am stärksten besetzt (**Abb. 30 c** und **Tab. 20**). Bei Techniker 1 variierte die Häufigkeitsverteilung wenig im Vergleich zu den anderen beiden Verfahren. Vor allem bei Techniker 2 und Techniker 3 traten Grad 2 und Grad 3 häufiger auf als bei den ersten beiden Verfahren. 36 % der Lötstellen von Techniker 2 wiesen mehr als 30 Gasblasen, bzw. Gasblasen mit einem Durchmesser kleiner als 100  $\mu\text{m}$  auf, dies war insgesamt das schlechteste Ergebnis.

Der Vergleich der *drei Verfahren unabhängig vom Techniker* ergab nach dem Kruskal-Wallis-Test mit  $p < 0,05$  eine signifikant unterschiedliche Verteilung der Gasblasen. Beim Verfahren **Transfersoldering** traten häufiger Lötstellen mit zahlreichen und größeren Gasblasen auf als bei den anderen Verfahren (**Abb. 31**), der Anteil an Lötstellen mit Grad 3 betrug hier 20 %. Allerdings wiesen 9 % der Lötstellen keine Gasblasen auf. Beim Verfahren Wasserstoffflamme waren nur 1 % der Lötstellen frei von Gasblasen. Der Anteil an Lötstellen mit zahlreichen beziehungsweise über 100  $\mu\text{m}$  großen Gasblasen war zwar geringer als beim Verfahren Transfersoldering, lag jedoch über den beim Verfahren Kohleelektrode ermittelten Werten. Beim Verfahren Kohleelektrode wurden nur 2,8 % der Lötstellen Grad 3 zugeordnet. Mit 21,3 % lieferte dieses Verfahren den höchsten Anteil an gasblasenfreien Lötstellen.





**Abb. 31** Verteilung von Größe und Anzahl der Gasblasen in Abhängigkeit vom Verfahren. Prozentzahl der Lötstellen mit Grad 0-3.

Grad 0 = keine Gasblasen

Grad 1 = weniger als 10 Gasblasen < 50  $\mu\text{m}$

Grad 2 = bis zu 30 Gasblasen < 50  $\mu\text{m}$

Grad 3 = mehr als 30 Gasblasen, bzw. Gasblasen >100  $\mu\text{m}$

### 5.6.3 Lunker

Beim Verfahren **Wasserstoffflamme** waren die meisten Lötstellen frei von Lunkern (83 - 97 %). Grad 2 und Grad 3 kamen nicht vor (**Abb. 32 a**). Die Techniker unterschieden sich nicht signifikant voneinander (**Tab. 21**).

Bei den **Kohleelektrodenlötungen** fanden sich signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Technikern hinsichtlich der Verteilung der Lunker (**Tab. 21**). Techniker 1 hinterließ die meisten Lunker auf der Lotoberfläche (**Abb. 32 b**). 75 % der von ihm hergestellten Lötstellen wiesen mehr als 10 Lunker auf und nur 6 % waren lunkerfrei. Bei Techniker 2 und 3 wurden deutlich weniger Lötstellen mit mehr als 10 Lunkern (Grad 2 oder 3) gefunden, bei Techniker 3 kam Grad 3 gar nicht vor. Techniker 2 stellte den höchsten Anteil an Lötstellen her, die frei von Lunkern waren. Bei Techniker 3 wurden die meisten Lötstellen Grad 1 zugeordnet, gefolgt von Grad 0.

**Tab. 21** Auftreten von Lunkern auf der Lotoberfläche. Vergleich der Techniker pro Verfahren. Anzahl der Lötstellen mit Grad 0-3 (p nach dem Kruskal-Wallis-Test).

Verfahren	Techniker	n	Grad 0	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	36	30	6	0	0	0,080
	2	36	35	1	0	0	
	3	36	34	2	0	0	
Kohlelektrode	1	36	2	7	16	11	0,000
	2	36	15	13	5	3	
	3	36	11	17	8	0	
Transfersoldering	1	36	34	1	1	0	0,233
	2	36	31	4	1	0	
	3	36	29	6	1	0	

Grad 0= keine Lunker

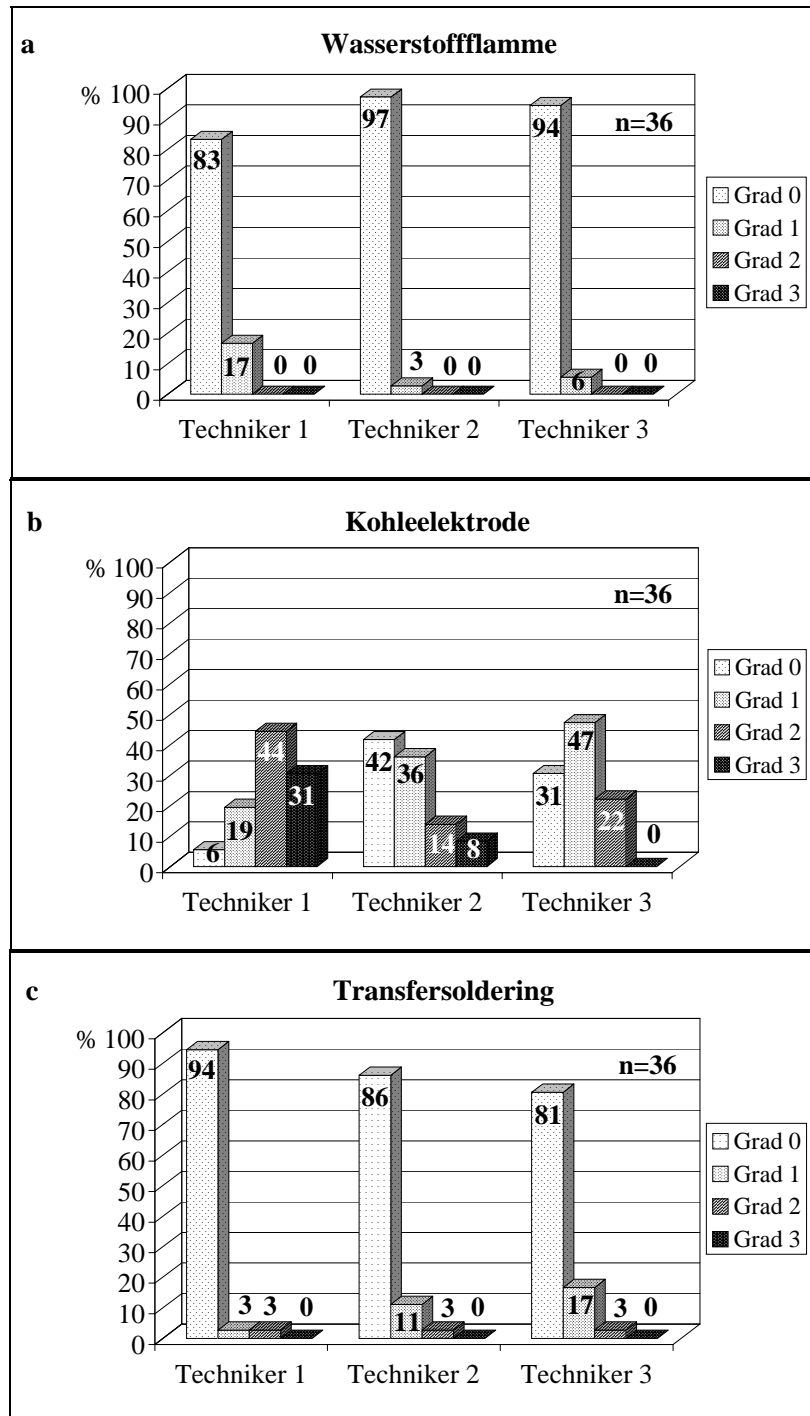
Grad 1= bis zu 10 Lunker < 50 µm

Grad 2= bis zu 30 Lunker < 50 µm

Grad 3= mehr als 30 Lunker oder > 100 µm

Die Häufigkeitsverteilungen innerhalb der Grade beim Verfahren **Transfersoldering** zwischen den verschiedenen Technikern unterschieden sich nicht signifikant voneinander (**Tab. 21**) und ähneln den Verteilungen beim Verfahren Wasserstoffflamme (**Abb. 32 c**) Vereinzelt kamen bei allen Technikern Lötstellen vor, die bis zu 30 Lunker auf der Lotoberfläche aufwiesen. Bei Techniker 1 wurden die wenigsten Lötstellen mit Lunkern gefunden, gefolgt von Techniker 2. Bei Techniker 3 betrug der Anteil an Lötstellen mit Grad 1 immerhin 17 %.

Das Kohleelektrodenverfahren unterschied sich signifikant von den anderen beiden Verfahren ( $p < 0,05$  nach dem Chi-Quadrat-Test). Bei der Mehrheit der mittels Kohlelektrode hergestellten Lötungen waren Lunker unterschiedlicher Menge und Größe auf der Lotoberfläche zu finden. Bei den beiden anderen Verfahren war dies nur vereinzelt der Fall (**Abb. 32 a-c**).



**Abb. 32 a-c** Auftreten von Lunkern auf der Lotoberfläche - Vergleich der Techniker. Prozentzahl der Lötstellen mit Grad 0-3.

Grad 0 = keine Lunker

Grad 1 = bis zu 10 Lunker < 50 µm

Grad 2 = bis zu 30 Lunker < 50 µm

Grad 3 = mehr als 30 Lunker oder > 100µm

### 5.6.4 Mikroporositäten

**Tab. 22** Auftreten von Mikroporositäten auf der Lotoberfläche. Vergleich der Techniker pro Verfahren. Anzahl der Lötstellen mit Grad 1-3 ( p nach dem \*Chi-Quadrat-Test bzw. dem +Kruskal-Wallis-Test).

Verfahren	Techniker	n	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	36	4	23	9	0,056*
	2	36	12	19	5	
	3	36	15	16	5	
Kohlelektrode	1	36	7	25	4	0,476*
	2	36	6	20	10	
	3	36	6	24	6	
Transfersoldering	1	36	3	12	21	0,061 <sup>+</sup>
	2	36	0	18	18	
	3	36	0	7	29	

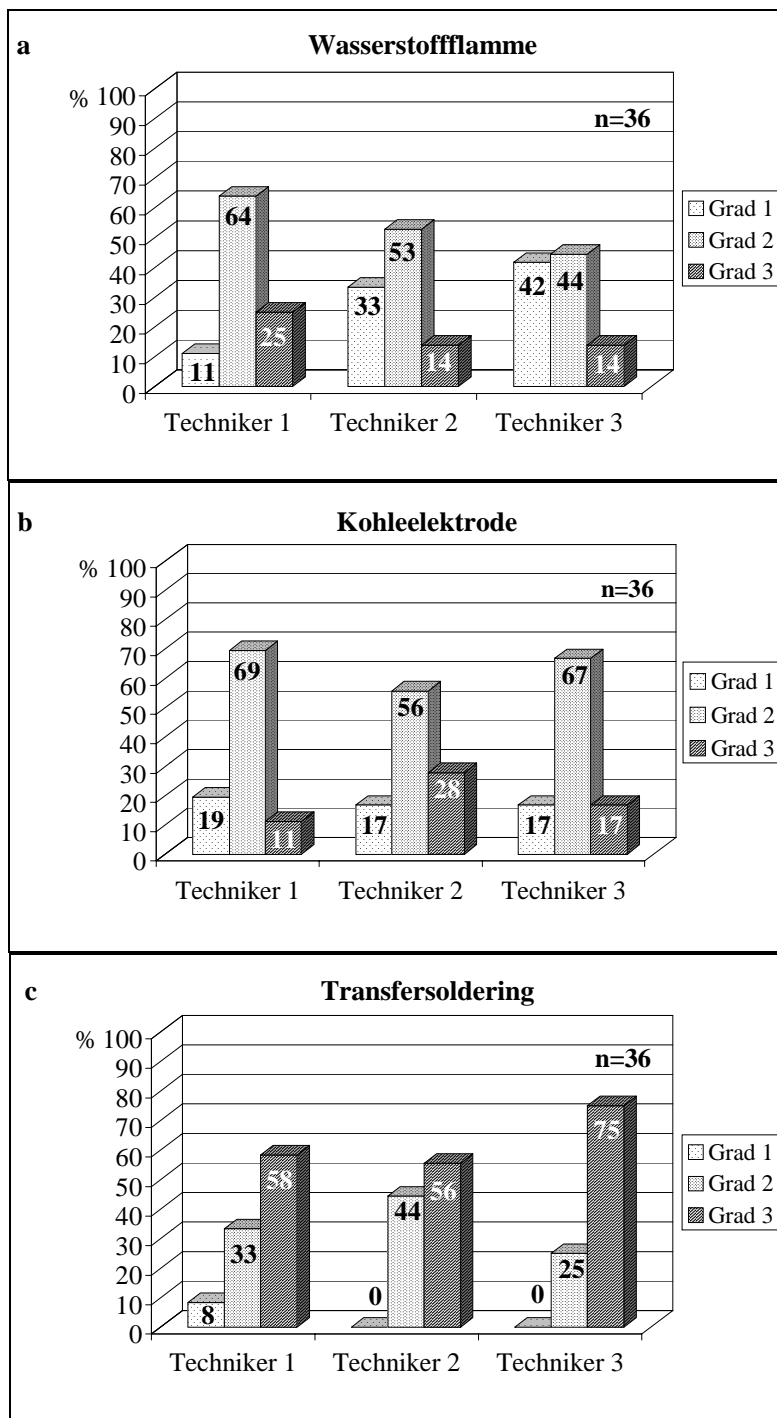
Grad 1 = Porositäten des Lotrandes (< 20 µm) an Federende oder 90°-Knick

Grad 2 = vereinzelt Porositäten (< 20 µm) auch an den übrigen Randbereichen

Grad 3 = gesamter Lotrand und Bereiche der Lotoberfläche porig

Bei allen drei Verfahren unterschieden sich die **Techniker** hinsichtlich der Verteilung der Porositäten nicht signifikant voneinander (**Tab. 22**). Die **Verfahren** zeigten laut Chi-Quadrat-Test mit  $p < 0,05$  signifikant unterschiedliche Verteilungen der Porositäten (**Tab. 23**).

Die Mehrheit der Lötstellen, die durch die Verfahren **Wasserstoffflamme** und **Kohlelektrode** hergestellt wurden, wiesen Grad 2 auf (**Tab. 22, Abb. 33 a-c**). Bei den Wasserstoffflammenlötungen traten bei 29 % der Lötstellen lediglich vereinzelt Porositäten des Lotrandes am Federende oder am 90°-Knick der Feder auf (**Tab. 23**). 17 % der Lötstellen zeigten entlang des gesamten Lotrandes Porositäten. Bei den Kohlelektrodenlötungen war der Anteil an Lötstellen mit größeren Porositätenarealen insgesamt etwas höher als beim Verfahren Wasserstoffflamme. Das Verfahren **Transfersoldering** ergab Lötstellen, die in der Mehrheit über die gesamte Oberfläche porös waren, bei Techniker 2 und 3 gab es keine Lötstellen mit Grad 1.



**Abb. 33 a-c** Auftreten von Mikroporositäten auf der Lotoberfläche. Vergleich der Techniker je Verfahren. Prozentzahl der Lötstellen mit Grad 1-3.  
 Grad 1 = Porositäten des Lotrandes an Federende oder 90°-Knick  
 Grad 2 = vereinzelt Porositäten auch an den übrigen Randbereichen  
 Grad 3 = gesamter Lotrand und Bereiche der Lotoberfläche porig

**Tab. 23** Verteilung der Mikroporositäten - Vergleich der Verfahren. Anzahl und Prozentzahl der Lötstellen Grad 1-3 (p aus dem Chi-Quadrat-Test).

Techniker	n	Grad 1		Grad 2		Grad 3		p
		Anzahl	%	Anzahl	%	Anzahl	%	
Wasserstoffflamme	108	31	29	58	54	19	18	0,000
Kohleelektrode	108	19	18	69	64	20	18	
Transfersoldering	108	3	3	37	34	68	63	

## 5.7 Impressionen der Kohleelektrode

Hinsichtlich der Häufigkeit von Impressionen der Kohleelektrode auf den Lötstellen unterschieden sich die drei Techniker signifikant. Mit 89 % traten bei Techniker 3 am häufigsten Impressionen der Kohleelektrode im Stahldraht auf. Bei Techniker 1 waren Impressionen an 53 % der Lötstellen zu beobachten; die von Techniker 2 hergestellten Lötstellen wiesen diese Impressionen nur in 31 % der Fälle auf.

**Tab. 24** Impressionen der Kohleelektrode. Anzahl der Lötstellen mit Impressionen bzw. ohne Impressionen je Techniker (p nach dem Chi-Quadrat-Test).

Verfahren	Techniker	n	Keine Impressionen		Impressionen		p
			Anzahl	%	Anzahl	%	
Kohleelektrode	1	36	17	47	19	53	0,000
	2	36	25	69	11	31	
	3	36	4	11	32	89	

## 5.8 Zusammenfassung der Ergebnisse

**Tab. 25** Übersicht der Ergebnisse der Qualitätsprüfung.

Merkmal	Verfahren (W, K, T)		Techniker (T1-T3)		
	Signifikanz	Reihung	Verfahren	Signifikanz	Reihung
Lötzeit	+	T ► W > K	W-Flamme	+	T1 › T3 ► T2
			Kohlelektrode	-	T1 › T3 › T2
			T-Soldering	-	T3 › T1 › T2
Dimensionierung (Grad 1-3)	+	T > K > W	W-Flamme	+	T1 > T2 ► T3
			Kohlelektrode	+	T1 > T3 > T2
			T-Soldering	+	T3 › T1 ► T2
Grad der Lotbedeckung Federende	+	T > K > W	W-Flamme	+	T1 = T2 ► T3
			Kohlelektrode	-	T2 › T1 > T3
			T-Soldering	+	T2 > T1 > T3
Grad der Lotbedeckung 90°- Knick	+	T > K ► W	W-Flamme	+	T1 > T2 > T3
			Kohlelektrode	+	T1 ► T2 › T3
			T-Soldering	+	T3 > T1 > T2
Lötspalt unbedeckt (Ausmaß)	+	K ► T > W	W-Flamme	-	T3 = T2 > T1
			Kohlelektrode	-	T3 ► T1 > T2
			T-Soldering	-	T3 > T1 > T2
Gasblasen	+	T > W > K	W-Flamme	-	T2 › T1 › T3
			Kohlelektrode	+	T3 > T1 > T2
			T-Soldering	+	T3 > T2 > T1
Lunker	+	K ► T > W	W-Flamme	-	T1 › T3 › T2
			Kohlelektrode	+	T1 ► T3 > T2
			T-Soldering	-	T3 › T2 › T1
Mikroporositäten	+	T > K > W	W-Flamme	-	T1 › T2 › T3
			Kohlelektrode	-	T2 › T3 › T1
			T-Soldering	-	T3 › T2 › T1
Überlappungslänge				+	T2 > T3 > T1
Geometrie der Lötverbindung				+	T3 ► T1 › T2
Bearbeitungsspuren				+	T2 ► T1 > T3
Poliermittelrückstände				+	T2 › T3 > T1
Impressionen der Kohlelektrode			Kohlelektrode	+	T3 > T2 > T1

"+" signifikante und "-" nicht signifikante Unterschiede;

">" geringfügige Unterschiede und "►" ausgeprägte Unterschiede.

Die Reihung der Techniker beginnt jeweils bei demjenigen, bei dem hinsichtlich des Merkmals die meisten Lötstellen mit hohen Werten, bzw. Graden vorlagen, dasselbe gilt für die Reihung der Verfahren.

## 6 Ergebnisse der Korrosionsuntersuchungen

### 6.1 Korrosion in Eisen-III-Chlorid

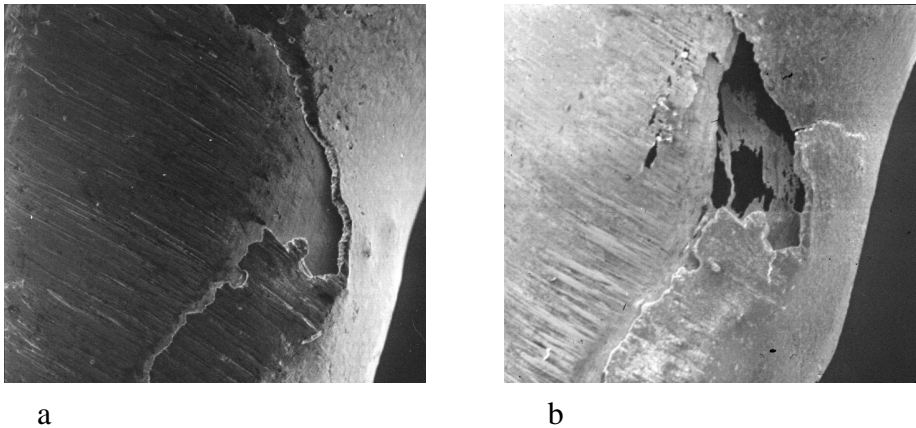
Bei Lupenbetrachtung der in Eisen-III-Chlorid korrodierten Lötstellen fiel auf, daß der Drahtanteil der Fügstellen sowohl außerhalb der Fügstelle als auch am Rand der Lotoberfläche größere Korrosionsschäden in Form von Lochfraß aufwies. Die Lotoberfläche der Lötstellen war weniger massiv angegriffen als der Stahldraht. Abgelaufene Korrosionsvorgänge waren erkennbar als Lochfraß im Bereich von Gasblasen und Lunkern, als erosive, muldenförmige Defekte im Bereich poröser Lotoberflächenareale und am Lotrand durch anhaftende Korrosionsprodukte und Verstärkung von Porositäten. Vor allem die Transfersolderinglötungen wiesen nach der Immersion poröse, schwammartige Oberflächenstrukturen auf. Bei den Korrosionsprodukten handelte es sich hauptsächlich um braunschwarze kugelige Ausblühungen, die am Lotrand zu finden waren und seltener um rostbraune bis braunschwarze Beläge auf der Lotoberfläche, die sich nur schwer abkratzen ließen. Die Kohlelektrodenlötungen wiesen größtenteils makroskopisch eine eher einheitliche mattsilbrig bis weißliche Oberfläche auf, während bei den Wasserstoffflammenlötungen und den Transfersolderinglötungen häufiger bräunlich-"rostige" Areale zu beobachten waren. Die rasterelektronenmikroskopisch näher untersuchten Defekte werden im folgenden getrennt nach der Lokalisation im Stahlanteil und auf der Lotoberfläche beschrieben.

#### 6.1.1 Ergebnisse der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung

##### 6.1.1.1 Korrosion des Stahldrahtes

Lochfraßkorrosion wurde beobachtet an Inhomogenitäten im Draht, an freiliegenden abgeknipsten Federenden, an durch Hitzeeinwirkung veränderten Gefügebereichen und am 90°-Knick infolge der Verformung veränderten Fügebereichen. Spaltkorrosion trat an nicht mit Lot bedeckten Lötspaltarealen oder auch an abstehenden Loträndern auf (**Abb. 34 a+b**).

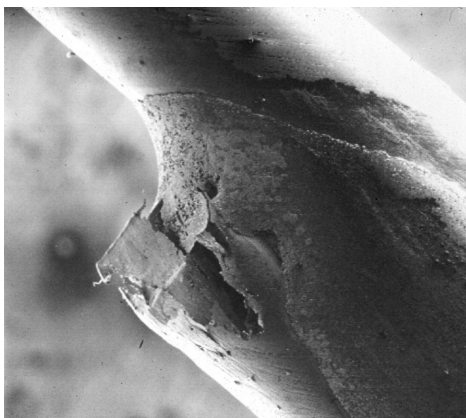




**Abb. 34 a+b** Das Zusammentreffen von Kontakt- und Belüftungselement am abstehenden Lotrand (**a**) führte zu massiver Lochfraßkorrosion nach 60 min Immersion in Eisen-III-Chlorid (**b**) - Rasterelektronenmikroskopische (REM-) Aufnahmen in 200facher Vergrößerung.

#### 6.1.1.1.1 Defekte am nicht mit Lot bedeckten abgeknipsten Federende

Das Drahtende der abgewinkelt angesetzten Feder wurde mit dem Seitenschneider abgeknipst. Dadurch entstehen scharfe Kanten und eine unter Spannung stehende Oberfläche. An freiliegenden abgeknipsten Federenden traten nach Immersion in Eisen-III-Chlorid massive Korrosionsdefekte im Stahl auf (**Abb. 35**).



**Abb. 35**  
REM-Aufnahme einer Lötstelle mit massive Defekten am freiliegenden Federende nach 60 min Immersion in Eisen-III-Chlorid (50fache Vergrößerung). Die Verformung beim Abknipsen mit dem Seitenschneider führt zu Gefügeveränderungen, die Oberfläche ist scharfkantig und rau.

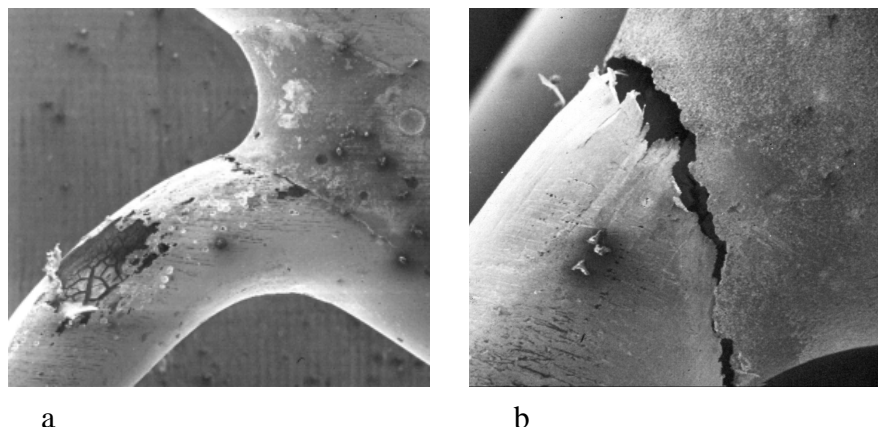
**Tab. 26** Anzahl der nicht mit Lot bedeckten abgeknipsten Federenden (n=12 je Techniker und Verfahren). Anzahl und Prozentzahl der Federenden, die nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung Korrosionsdefekte zeigten.

Verfahren	Techniker	Federende unbedeckt	Anzahl korr.	Anzahl unkor.	% korr.	% unkor.
Wasserstoffflamme	1	11	10	1	91	9
	2	10	8	2	80	20
	3	11	8	3	73	27
Kohlelektrode	1	8	8	0	100	0
	2	7	6	1	86	14
	3	10	7	3	70	30
Transfersoldering	1	10	7	3	70	30
	2	5	5	0	100	0
	3	8	5	3	63	37

Die nicht von Lot bedeckten Federenden korrodierten in 63 - 100 % der Fälle (**Tab. 26**). Bei Techniker 3 lag die Häufigkeit mit 63 - 73 % niedriger als bei den beiden anderen Technikern. Es ließ sich keine Abhängigkeit der Korrosionsanfälligkeit vom Herstellungsverfahren erkennen.

#### 6.1.1.1.2 Defekte am Bogen der Feder

Im Bereich des 90°-Knicks erwies sich das Gefüge durch die starke Verformung und die hinzukommende Erhitzung beim Lötvorgang als korrosionsanfällig (**Abb. 36 a**). Bei einigen Lötstellen trat durch die zusätzliche Lotrandlage in diesem Bereich massive Spaltkorrosion entlang des gesamten Lotrandumfangs auf (**Abb. 36 b**). Dies führte zur Schwächung des Drahtquerschnitts und in zwei Fällen zur Zusammenhangstrennung. **Tab. 27** zeigt die Häufigkeit, mit der es bei den Lötstellen mit Lotbedeckung des 90°-Knicks zu massiver Spaltkorrosion kam.



**Abb. 36 a+b** REM-Aufnahme von Lötstellen mit Korrosionsdefekten im Bereich des 90°-Knickes der Feder aufgrund des durch die Verformung veränderten Drahtgefüges. - **a** Lochfraß (50fache Vergrößerung), **b** Spaltkorrosion entlang des gesamten Lotrandumfangs bei Lotbedeckung des 90°-Knickes (100fache Vergrößerung).

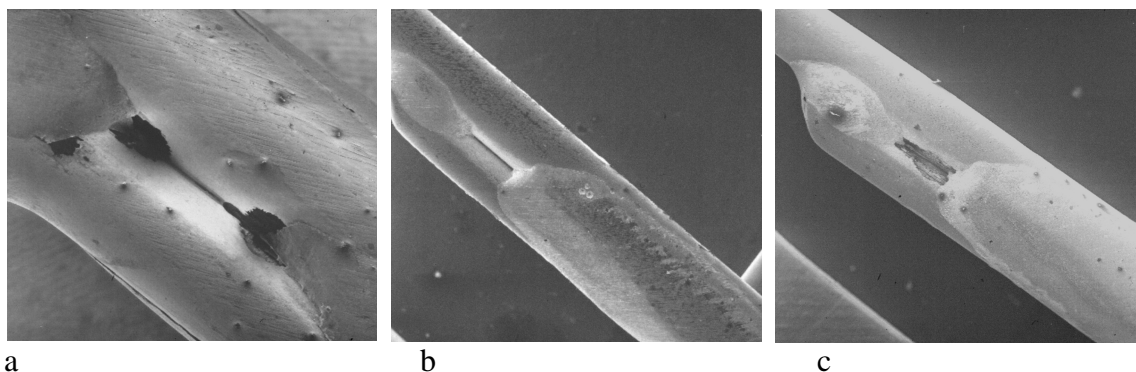
**Tab. 27** Anzahl der Lötstellen mit Lotrandlage im Bereich des kaltverformten 90°-Knickes (n=12 je Techniker und Verfahren). Anzahl und Prozentzahl der Lötstellen mit Korrosionsdefekten in diesem Bereich nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung.

Verfahren	Techniker	Bogen bedeckt	Anzahl korr.	Anzahl unkorr.	% korr.	% unkorr.
Wasserstoffflamme	1	3	3	0	100	0
	2	0	-	-	-	-
	3	0	-	-	-	-
Kohleelektrode	1	12	12	0	100	0
	2	6	4	2	67	33
	3	4	1	3	25	75
Transfersoldering	1	7	5	2	71	29
	2	8	4	4	50	50
	3	11	4	7	36	64

Die Häufigkeit, mit der es bei Lötstellen mit lotbedecktem 90°-Knick zu massiver Spaltkorrosion am Lotrand kam, lag zwischen 25 und 100 %. Eine Abhängigkeit vom Verfahren ließ sich bei der geringen Anzahl der beobachteten Lötstellen nicht feststellen. Die Häufigkeit der Defekte lag bei Techniker 3 unter 50 %, bei Techniker 1 dagegen über 70 %.

## 6.1.1.1.3 Defekte im nicht mit Lot bedeckten Lötspalt

An nicht mit Lot bedeckten Lötspalten fand infolge von Konzentrations- bzw. Belüftungselementen Spaltkorrosion statt (**Abb. 37 a-c**).



**Abb. 37 a-c** REM-Aufnahmen von Lötstellen mit Spaltkorrosion an offenen Lötspaltarealen.- **a** 50fache Vergrößerung, **b** Lötstelle mit offenem Lötspalt vor und **c** nach 60 min Immersion in Eisen-III-Chlorid (je 20fache Vergrößerung).

**Tab. 28** Anzahl der Lötstellen mit offenen Lötspaltarealen (n=12 je Techniker und Verfahren). Anzahl und Prozentzahl der korrodierten Lötspalte nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung.

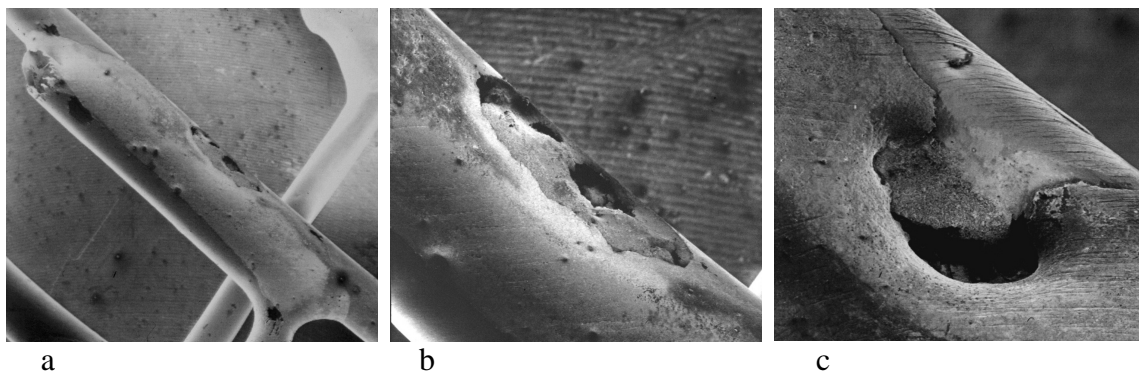
Verfahren	Techniker	Lötspalt offen	Anzahl korr.	Anzahl uncorr.	% korr.	% uncorr.
Wasserstoffflamme	1	0	-	-	-	-
	2	2	2	0	100	0
	3	1	1	0	100	0
Kohleelektrode	1	4	3	1	75	25
	2	2	2	0	100	0
	3	6	5	1	83	17
Transfersoldering	1	2	2	0	100	0
	2	0	-	-	-	-
	3	0	-	-	-	-

Es wurde insgesamt eine hohe Korrosionsanfälligkeit der nicht mit Lot bedeckten Lötspaltareale festgestellt, im Mittel korrodierten 88 % der untersuchten Lötstellen

(**Tab. 28**). Bei der geringen Anzahl der untersuchten Fälle ließ sich jedoch keine Abhängigkeit vom Techniker oder Verfahren erkennen.

#### 6.1.1.1.4 Defekte an Impressionen der Kohlelektrode

Die Häufigkeit von Impressionen der Kohlelektrode in Abhängigkeit vom Techniker wurde in Kapitel 5.7 untersucht. Infolge der lokalen Überhitzung kam es zu unregelmäßigen Gefügestrukturen im Stahldraht, die in Elektrolyten anodische Bereiche darstellten und korrodierten (**Abb. 38 a-c**).



**Abb. 38 a-c** REM-Aufnahmen zweier Lötstellen mit Korrosionsdefekten an Impressionen der Kohlelektrode nach 60 min Immersion in Eisen-III-Chlorid. Infolge der lokalen Überhitzung entstanden Gefügeveränderungen im Draht und begünstigten die Bildung von galvanischen Elementen. - **a** 17fache Vergrößerung, **b** Ausschnittsvergrößerung von Abb. 36a (50fache Vergrößerung), **c** 100fache Vergrößerung.

**Tab. 29** Anzahl der Lötstellen mit Impressionen der Kohlelektrode (n=12 je Techniker). Anzahl und Prozentzahl mit korrosionsbedingten Defekten nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung.

Verfahren	Techniker	Impress. vorhanden	Anzahl korr.	Anzahl unkorr.	% korr.	% unkorr.
Kohlelektrode	1	6	4	2	67	33
	2	2	2	0	100	0
	3	11	9	2	82	18

Aufgrund der Strukturveränderungen sowohl im Draht als auch im Lot, zeigten 67 - 100 % der Impressionen korrosionsbedingte Defekte nach 60 min Immersion in Eisen-III-Chlorid (**Tab. 29**).

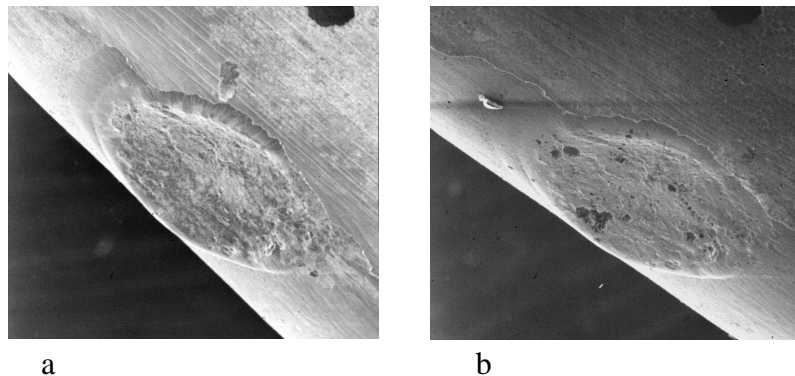
#### 6.1.1.1.5 Defekte der durch Punktschweißung entstandenen Impressionen

An Stellen, an denen die Drähte mittels Punktschweißung verbunden wurden, entstanden durch das punktförmige Aufschmelzen durch die Elektrode Schweißpunkte mit wulstförmig aufgeworfenem Rand und veränderter unregelmäßiger Stahlstruktur. Je nach dem Grad der Lotbedeckung blieben diese Schweißpunkte von Lot unbedeckt und wiesen nach Immersion der Lötstellen in Eisen-III-Chlorid korrosionsbedingte Defekte auf (**Abb. 39 a+b**). Es erfolgte eine statistische Auswertung der Anzahl der Schweißpunkte und der tatsächlich korrodierten Punkte nach Immersion in Eisen-III-Chlorid.

**Tab. 30** Anzahl der durch Punktschweißung entstandenen Impressionen an je 12 Lötstellen pro Techniker. Anzahl und Prozentzahl der korrodierten und unkorrodierten Schweißpunkte nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung.

Verfahren	Techniker	Schweißpunkte	Anzahl korr.	Anzahl unkor.	% korr.	% unkor.
Wasserstoffflamme	1	28	14	14	50	50
	2	16	12	4	75	25
	3	41	21	20	51	49
Kohleelektrode	1	21	9	12	43	57
	2	16	10	6	63	37
	3	16	12	4	75	25
Transfersoldering	1	20	9	11	45	55
	2	6	3	3	50	50
	3	11	5	6	45	54

Bei 43 - 75 % der nicht mit Lot bedeckten Schweißpunkte wurde Lochfraßkorrosion festgestellt (**Tab. 30**). Der Einfluß der Techniker war nicht ausgeprägt. Im Mittel korrodierten 54 % der Schweißpunkte.



**Abb. 39 a+b** REM-Aufnahme einer durch Punktschweißung entstandenen Impression im Draht vor (a) und nach 60 min Immersion in Eisen-III-Chlorid (b) (je 200fache Vergrößerung).

#### 6.1.1.1.6 Gesamtbeurteilung der Stahlkorrosion

Unabhängig von der Lokalisation wurden Menge und Größe der Defekte im Stahldraht zusammenfassend beurteilt (**Tab. 31**).

Bei den **Wasserstoffflammenlötungen** (**Tab. 31, Abb. 40 a**) wurde der größte Anteil der Lötstellen von Techniker 1 und 3 mit Grad 3 und damit am schlechtesten beurteilt. Grad 1 wurde bei Techniker 1 nicht, bei Techniker 3 nur bei einer Lötstelle festgestellt. Dagegen traten bei der Mehrheit (58 %) der von Techniker 2 hergestellten Lötstellen weniger massive Stahldefekte auf, ihnen wurde daher Grad 2 zugeordnet.

Im Gegensatz zum Verfahren Wasserstoffflamme war bei den **Kohleelektrodenlötungen** das Ausmaß der Stahlkorrosion nicht signifikant unterschiedlich. Bei allen Technikern wurde die Mehrheit der Lötstellen mit Grad 3 bewertet (**Tab. 31, Abb. 40 b**). Die Lötstellen von Techniker 3 zeigten bis auf eine alle

eine hohe Anzahl an Stahldefekten. Bei Techniker 1 wurde der zweithöchste Anteil der Lötstellen Grad 3 zugeordnet. Dagegen fanden sich bei Techniker 2 insgesamt weniger Lötstellen mit Grad 3, allerdings auch keine, die weniger als fünf Stahldefekte aufwiesen.

Die **Transfersolderinglötungen** von Techniker 3 unterschieden sich signifikant von den Lötstellen bei den anderen beiden Technikern (**Tab. 31, Abb. 40 c**). Alle von ihm hergestellten Lötstellen wiesen weniger als fünf Stahldefekte auf und wurden somit Grad 1 zugeordnet. Bei jeweils der Mehrheit der von Techniker 1 und 2 hergestellten Lötstellen wurde Grad 2 festgestellt, Grad 3 trat deutlich weniger häufig auf als beim Verfahren Kohlelektrode. Bei Techniker 2 wurden im Gegensatz zu Techniker 1 immerhin zwei Lötstellen mit weniger als fünf Defekten gefunden.

**Tab. 31** Anzahl der Lötstellen mit Stahldefekten Grad 1-3 nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung. Vergleich der Techniker je Verfahren (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

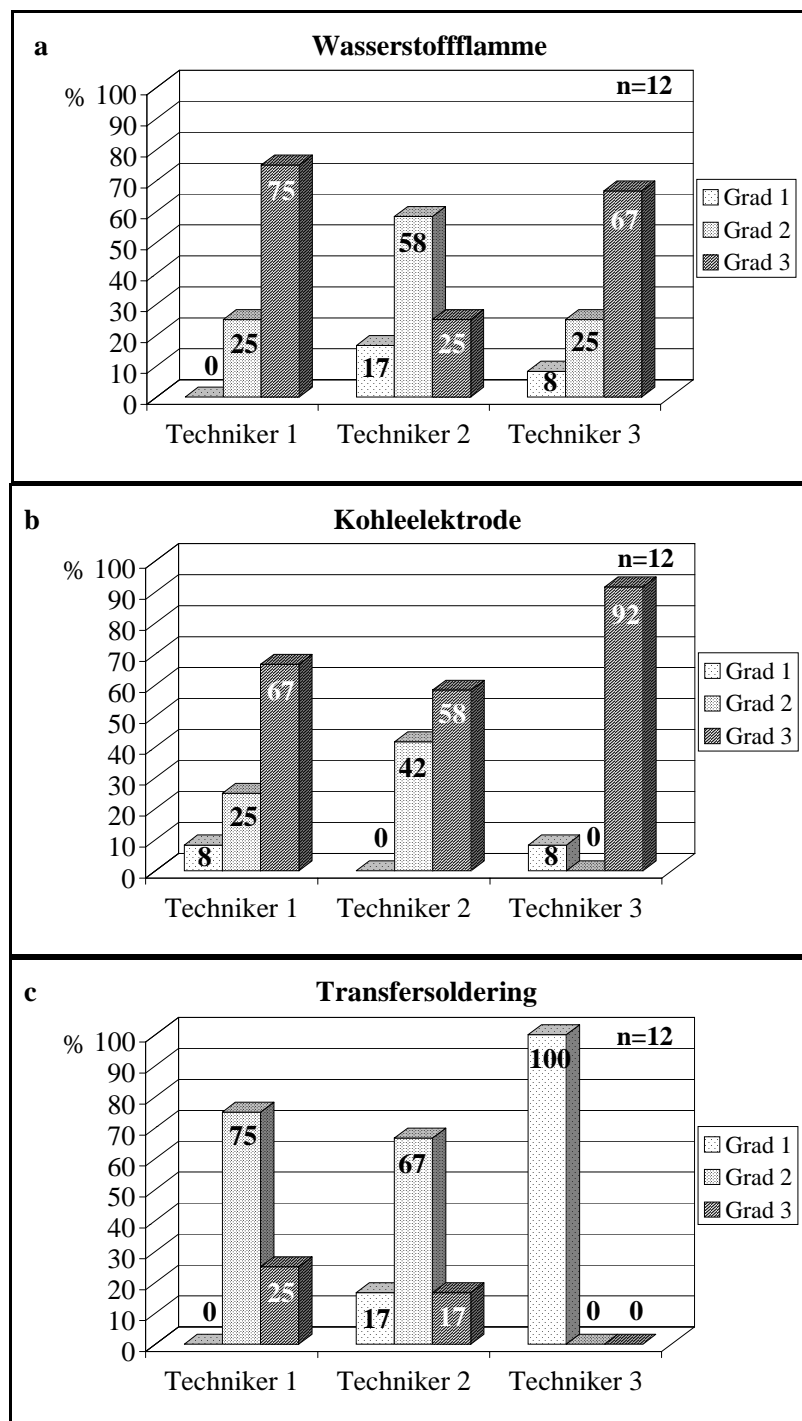
Verfahren	Techniker	n	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	12	0	3	9	0,029
	2	12	2	7	3	
	3	12	1	3	8	
Kohlelektrode	1	12	1	3	8	0,254
	2	12	0	5	7	
	3	12	1	0	11	
Transfersoldering	1	12	0	9	3	0,000
	2	12	2	8	2	
	3	12	12	0	0	

Grad 1 = bis zu 5 Defekten im Stahl

Grad 2 = mehr als 5 Defekte oder mindestens 2 Defekte größer 150 µm

Grad 3 = mehr als 10 Defekte oder mindestens 5 Defekte größer 150 µm





**Abb. 40 a-c** Prozentzahl der Lötstellen mit Stahldefekten Grad 1-3 nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung. Vergleich der Techniker je Verfahren.

Grad 1 = bis zu 5 Defekten im Stahl

Grad 2 = mehr als 5 Defekte oder mindestens 2 Defekte größer 150 µm

Grad 3 = mehr als 10 Defekte oder mindestens 5 Defekte größer 150 µm

**Tab. 32** Anzahl und Prozentzahl der Lötstellen mit Stahldefekten Grad 1-3 nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung. Vergleich der Verfahren (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

Verfahren	n	Grad 1		Grad 2		Grad 3		p
		Anzahl	%	Anzahl	%	Anzahl	%	
Wasserstoffflamme	36	3	8	13	36	20	56	0,000
Kohlelektrode	36	2	6	8	22	26	72	
Transfersoldering	36	14	39	17	47	5	14	

Grad 1 = bis zu 5 Defekten im Stahl

Grad 2 = mehr als 5 Defekte oder mindestens 2 Defekte größer 150 µm

Grad 3 = mehr als 10 Defekte oder mindestens 5 Defekte größer 150 µm

Bei der Beurteilung der Stahldefekte insgesamt ergaben sich signifikante Unterschiede zwischen den Verfahren unabhängig vom Techniker (**Tab. 32**). Beim Verfahren **Transfersoldering** traten deutlich weniger Lötstellen mit Grad 3 auf als bei den beiden anderen Verfahren. Die Transfersolderinglötungen zeigten den höchsten Anteil an Lötstellen mit weniger als fünf Stahldefekten. Der Unterschied zwischen den **Wasserstoffflammenlötungen** und den Lötungen mittels **Kohlelektrode** war weniger deutlich. Tendenziell läßt sich aber sagen, daß bei den Kohlelektrodenlötungen der höchste Anteil an Lötstellen mit Grad 3 Stahldefekten festgestellt wurde.

## 6.1.1.2 Korrosion des Lotes

## 6.1.1.2.1 Korrosion der Lotoberfläche

Bei den **Wasserstoffflammenlötungen** wich die Beurteilung der Lötstellen von Techniker 3 deutlich von den beiden anderen Technikern ab. Drei Viertel der Lötstellen wiesen nur vereinzelt Korrosionsschäden auf der Lotoberfläche auf (**Tab. 33**, **Abb. 41 a**). Die Auswertung bei Techniker 1 und 2 ergab geringe Unterschiede. Die Mehrheit der Lötstellen zeigte deutliche Korrosionsschäden. Bei beiden Technikern wurden keine Lötstellen mit Grad 1 bewertet. Die von Techniker 2 hergestellten Lötstellen wiesen allerdings etwas häufiger massive Korrosionsschäden auf (Grad 3).

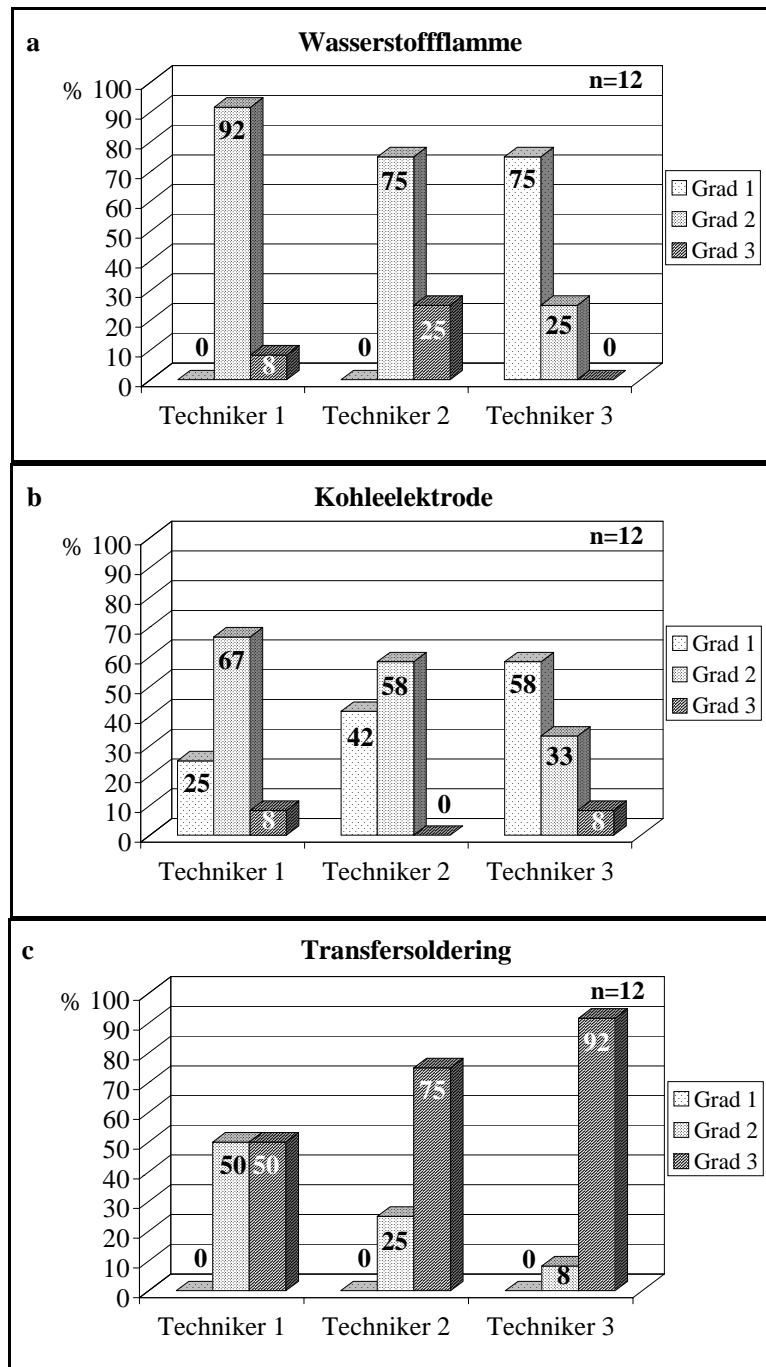
**Tab. 33** Anzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden der Lotoberfläche Grad 1-3 nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung. Vergleich der Techniker je Verfahren (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

Verfahren	Techniker	n	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	12	0	11	1	0,000
	2	12	0	9	3	
	3	12	9	3	0	
Kohlelektrode	1	12	3	8	1	0,318
	2	12	5	7	0	
	3	12	7	4	1	
Transfersoldering	1	12	0	6	6	0,077
	2	12	0	3	9	
	3	12	0	1	11	

Grad 1 = vereinzelt leichtere Korrosionsschäden auf der Oberfläche (Erosionen)

Grad 2 = mehrere deutliche Korrosionsschäden (Porositäten und Gasblasen mit Lochfraß)

Grad 3 = massive Korrosionsschäden auf der Oberfläche (tiefe Erosionen, zahlreiche Lochfraßareale)



**Abb. 41 a-c** Prozentzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden auf der Lotoberfläche Grad 1-3 nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung.  
 Grad 1 = vereinzelt leichtere Korrosionsschäden auf der Oberfläche  
 Grad 2 = mehrere deutliche Korrosionsschäden (Porositäten und Gasblasen mit Lochfraß)  
 Grad 3 = massive Korrosionsschäden auf der Oberfläche (tiefe Erosionen, zahlreiche Lochfraßareale)

Auch bei den **Kohlelektrodenlötungen** fiel die Bewertung bei Techniker 1 und 2 ähnlich aus (**Tab. 33, Abb. 41 b**). Dagegen wiesen die von Techniker 3 hergestellten Lötstellen wieder einen höheren Anteil an Lötstellen mit nur wenigen Korrosionsschäden der Lotoberfläche auf.

Bei den **Transfersolderinglötungen** fanden sich bei keinem der Techniker Lötstellen mit vereinzelt Korrosionsschäden der Lotoberfläche (**Tab. 33, Abb. 41 c**). Im Vergleich zu den Ergebnissen bei den anderen beiden Verfahren ist der Anteil an Lötstellen mit massiven Korrosionsschäden (Grad 3) deutlich höher. Bei Techniker 3 wurden bis auf eine Lötstelle alle mit Grad 3 bewertet. Techniker 1 fertigte den zweithöchsten Anteil an Lötstellen mit Grad 3 an.

**Tab. 34** Anzahl und Prozentzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden der Lotoberfläche Grad 1-3 nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung. Vergleich der Verfahren.

Verfahren	n	Grad 1		Grad 2		Grad 3		p
		Anzahl	%	Anzahl	%	Anzahl	%	
Wasserstoffflamme	36	9	25	23	64	4	11	0,000
Kohlelektrode	36	15	42	19	53	2	6	
Transfersoldering	36	0	0	10	28	26	72	

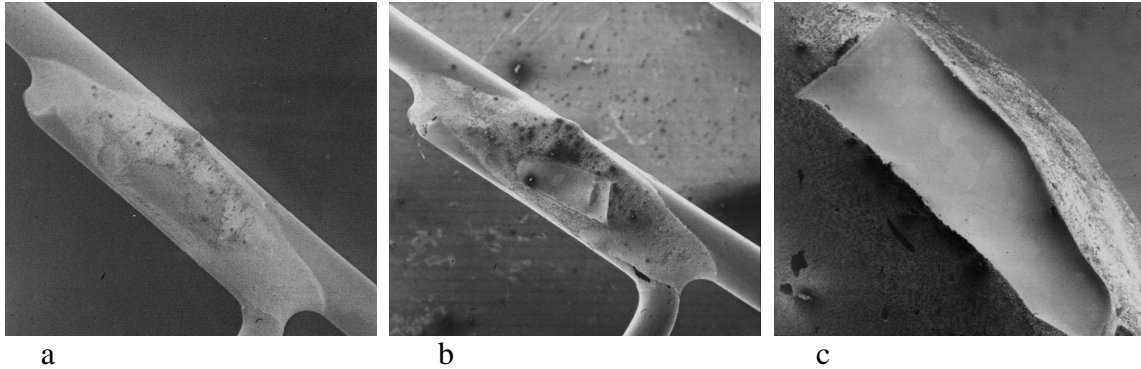
Grad 1 = vereinzelt leichtere Korrosionsschäden auf der Oberfläche (Erosionen)

Grad 2 = mehrere deutliche Korrosionsschäden (Porositäten und Gasblasen mit Lochfraß)

Grad 3 = massive Korrosionsschäden auf der Oberfläche (tiefe Erosionen, zahlreiche Lochfraßareale)

Nur beim Verfahren **Wasserstoffflamme** zeigten sich hinsichtlich der Korrosionsschäden auf der Lotoberfläche signifikante Unterschiede zwischen den Technikern (**Tab. 33**). Die Unterschiede zwischen den Verfahren waren jedoch ausgeprägter (**Tab. 34**). Bei den **Transfersolderinglötungen** wurde ein deutlich höherer Anteil an Lötstellen mit Grad 3 gefunden wurde als bei den anderen Verfahren. Bei den Kohlelektrodenlötungen trat der höchste Anteil an Lötstellen mit nur

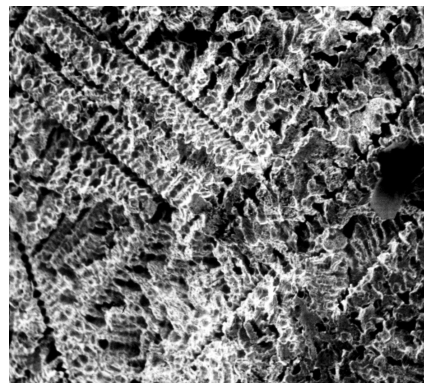
vereinzelt Korrosionsschäden auf der Lotoberfläche auf. Die Mehrheit der Wasserstoffflammenlötungen wurde mit Grad 2 bewertet.



**Abb. 42 a-c** REM-Aufnahmen von Transfersolderinglötungen. - **a** Durch strukturelle Unterschiede auf der Lotoberfläche ist die unter der Oberfläche eingeschlossene Blase zu erahnen; **b** Lötstelle nach Immersion in Eisen-III-Chlorid mit korrosiv eröffneter Blase (beide 17fache Vergrößerung); **c** 100fache Vergrößerung eines Blasenbodens, die Kavität ist glattwandig und scharf begrenzt.

Beim Transfersoldering war neben der porösen Oberfläche ein entscheidender Grund für die schlechte Bewertung, daß eingeschlossene, während des Lötvorgangs entstandene Blasen eröffnet wurden und regelrechte Löcher auf der Lotoberfläche hinterließen (**Abb. 42 a-c**).

**Abb. 43** REM-Aufnahme der Oberfläche einer Transfersolderinglötung nach 60min Immersion in Eisen-III-Chlorid (500fache Vergrößerung). Das Lot weist eine sehr poröse, von Dendriten durchzogene Oberflächenstruktur auf.



## 6.1.1.2.2 Korrosion des Lotrandes

**Tab. 35** Anzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden am Lotrand Grad 1-3 nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung. Vergleich der Techniker je Verfahren (p nach dem Kruskal-Wallis-Test).

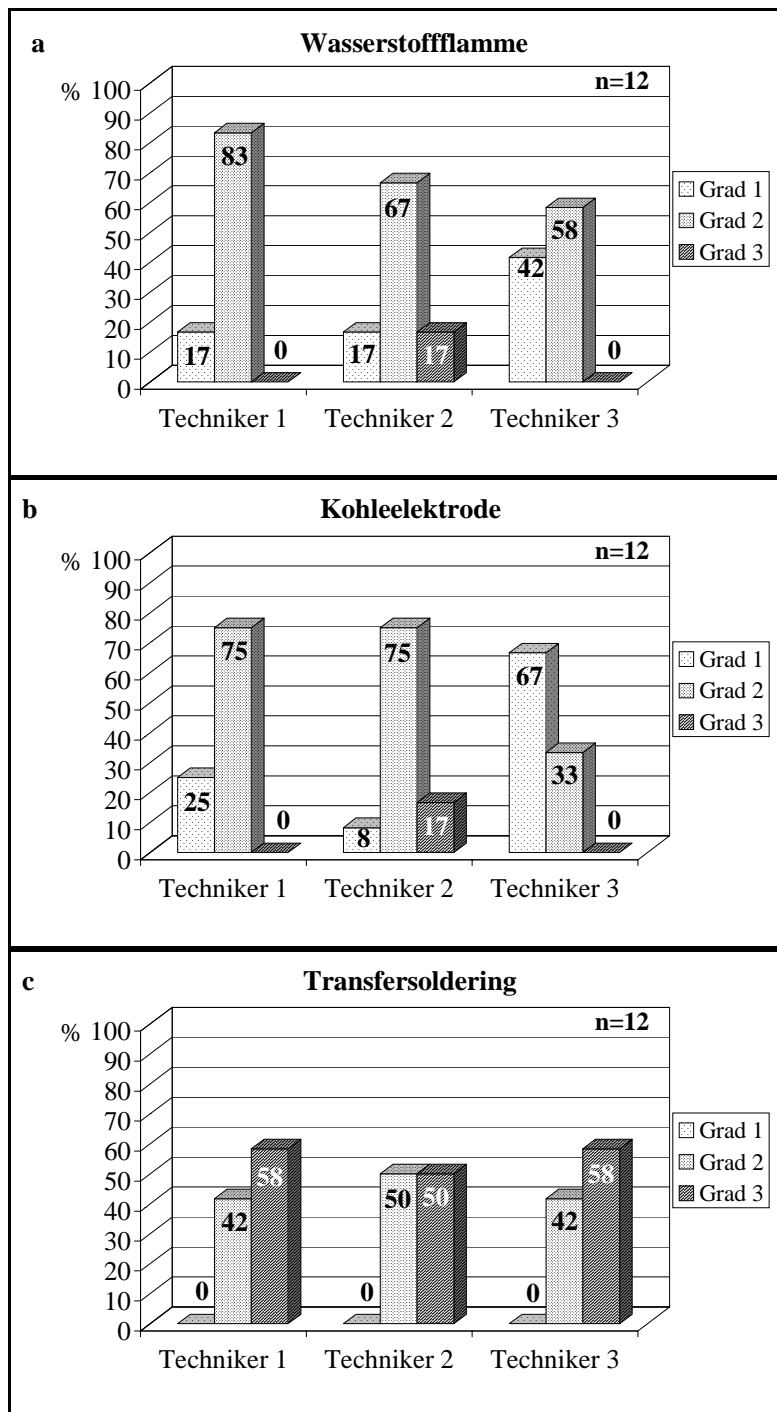
Verfahren	Techniker	n	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	12	2	10	0	0,163
	2	12	2	8	2	
	3	12	5	7	0	
Kohlelektrode	1	12	3	9	0	0,005
	2	12	1	9	2	
	3	12	8	4	0	
Transfersoldering	1	12	0	5	7	0,896
	2	12	0	6	6	
	3	12	0	5	7	

Grad 1 = vereinzelte korrodierte Randareale

Grad 2 = Randbereiche an mehreren Stellen korrodiert

Grad 3 = kompletter Rand korrodiert, fransig, abgehoben

Bei Betrachtung der graphischen Darstellung der Auswertung (**Abb. 44 a-c**) erkennt man kaum Unterschiede zwischen den Verfahren **Wasserstoffflamme** und **Kohlelektrode**. Bei beiden Verfahren überwog insgesamt Grad 2. Nur bei Techniker 2 traten jeweils zwei Lötstellen mit komplett korrodiertem Lotrand (Grad 3) auf. Die von Techniker 3 hergestellten Lötstellen wurden häufiger mit Grad 1 bewertet, als die der anderen beiden Techniker, für das Verfahren **Kohlelektrode** war dieser Unterschied signifikant (**Tab. 35**). Beim **Transfersoldering** wiesen deutlich mehr Lötstellen einen komplett korrodierten Rand auf. Grad 1 konnte bei keiner einzigen Lötstelle festgestellt werden. Bei den **Transfersolderinglötungen** ergaben sich wie beim Verfahren **Wasserstoffflamme** keine signifikanten Unterschiede zwischen den Technikern.



**Abb. 44 a-c** Prozentzahlen der Lötstellen mit Korrosionsschäden am Lotrand Grad 1-3 nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung.  
 Grad 1 = vereinzelt Korrosion am Rand  
 Grad 2 = Randbereiche an mehreren Stellen korrodiert  
 Grad 3 = kompletter Rand korrodiert, fransig, abgehoben

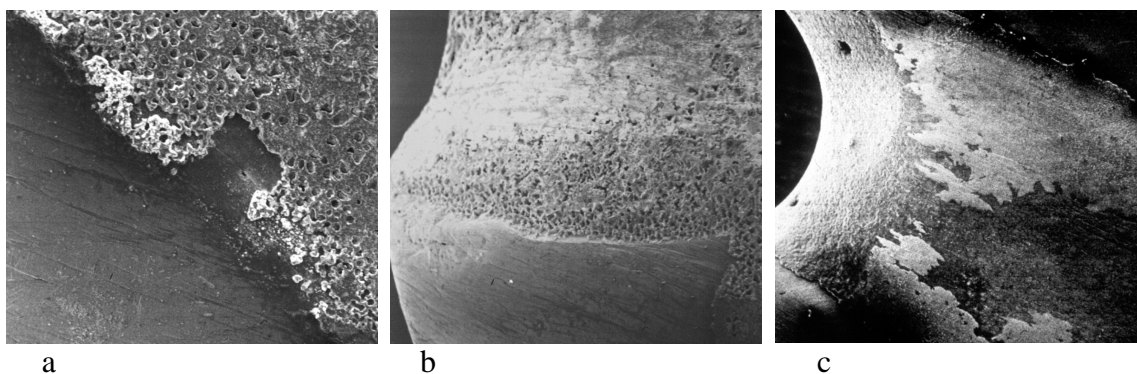


**Tab. 36** Anzahl und Prozentzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden am Lotrand Grad 1-3 nach 60 min Immersion in 10%iger Eisen-III-Chloridlösung. Vergleich der Verfahren (p aus dem Kruskal-Wallis-Test). Gradeinteilung siehe **Tab. 35**.

Verfahren	n	Grad 1		Grad 2		Grad 3		p
		Anzahl	%	Anzahl	%	Anzahl	%	
Wasserstoffflamme	36	9	25	25	69	2	6	0,000
Kohlelektrode	36	12	33	22	61	2	6	
Transfersoldering	36	0	0	16	44	20	56	

Die Unterschiede zwischen den Verfahren waren deutlicher ausgeprägt als zwischen den Technikern. Das Verfahren Transfersoldering wurde mit Abstand am schlechtesten beurteilt, wodurch beim statistischen Vergleich der Verfahren ein signifikanter Unterschied zustande kam (**Tab. 36**).

Je nach Randbeschaffenheit der Lötstellen wurden unterschiedlich ausgeprägte Korrosionserscheinungen beobachtet (**Abb. 45 a-c**).



**Abb. 45 a-c** REM-Aufnahmen verschiedener Korrosionserscheinungen am Lotrand.  
 - **a** Korrosionsprodukte am Lotrand einer Wasserstoffflammenlötung (500fache Vergrößerung); **b** Porositäten am Lotrand einer Transfersolderinglötung wurden durch Korrosion verstärkt (200fache Vergrößerung); **c** erosiver Abtrag am Lotrand und auf der Oberfläche einer Kohleelektrodenlötung (100fache Vergrößerung).

### 6.1.2 Ergebnisse der ICP-AES-Analysen

Die Ionenanalyse der Eisen-III-Chloridkorrosionsmedien ergab für den Lotbestandteil Kupfer in allen neun untersuchten Korrosionslösungen die höchsten Werte (**Tab. 37**), die zwischen 21,6 µg/ml und 141,1 µg/ml lagen. Die Zinkkonzentrationen betragen 8,9 - 5,8 µg/ml. Die Konzentrationen an Silberionen waren mit 0,216 µg/ml - 1,2 µg/ml deutlich niedriger.

**Tab. 37** Ionenkonzentration (in µg/ml) der Lotbestandteile Silber, Kupfer, Zink nach 60 min Immersion von je 12 Lötstellen pro Techniker und Verfahren in 25 ml einer 10%-Eisen-III-Chloridlösung.

Verfahren	Techniker	Ionenkonzentration (µg/ml)		
		Silber	Kupfer	Zink
Wasserstoffflamme	1	0,317	22,2	11,4
	2	0,386	33,5	15,9
	3	0,216	21,6	8,9
	<i>Mittelwert</i>	<i>0,306</i>	<i>25,8</i>	<i>12,1</i>
Kohleelektrode	1	1,204	40,6	36,5
	2	0,416	37,6	22,6
	3	0,346	22,6	16,6
	<i>Mittelwert</i>	<i>0,655</i>	<i>33,6</i>	<i>25,2</i>
Transfersoldering	1	0,551	82,0	37,4
	2	0,626	121,2	51,2
	3	0,826	141,1	55,8
	<i>Mittelwert</i>	<i>0,668</i>	<i>114,8</i>	<i>48,1</i>

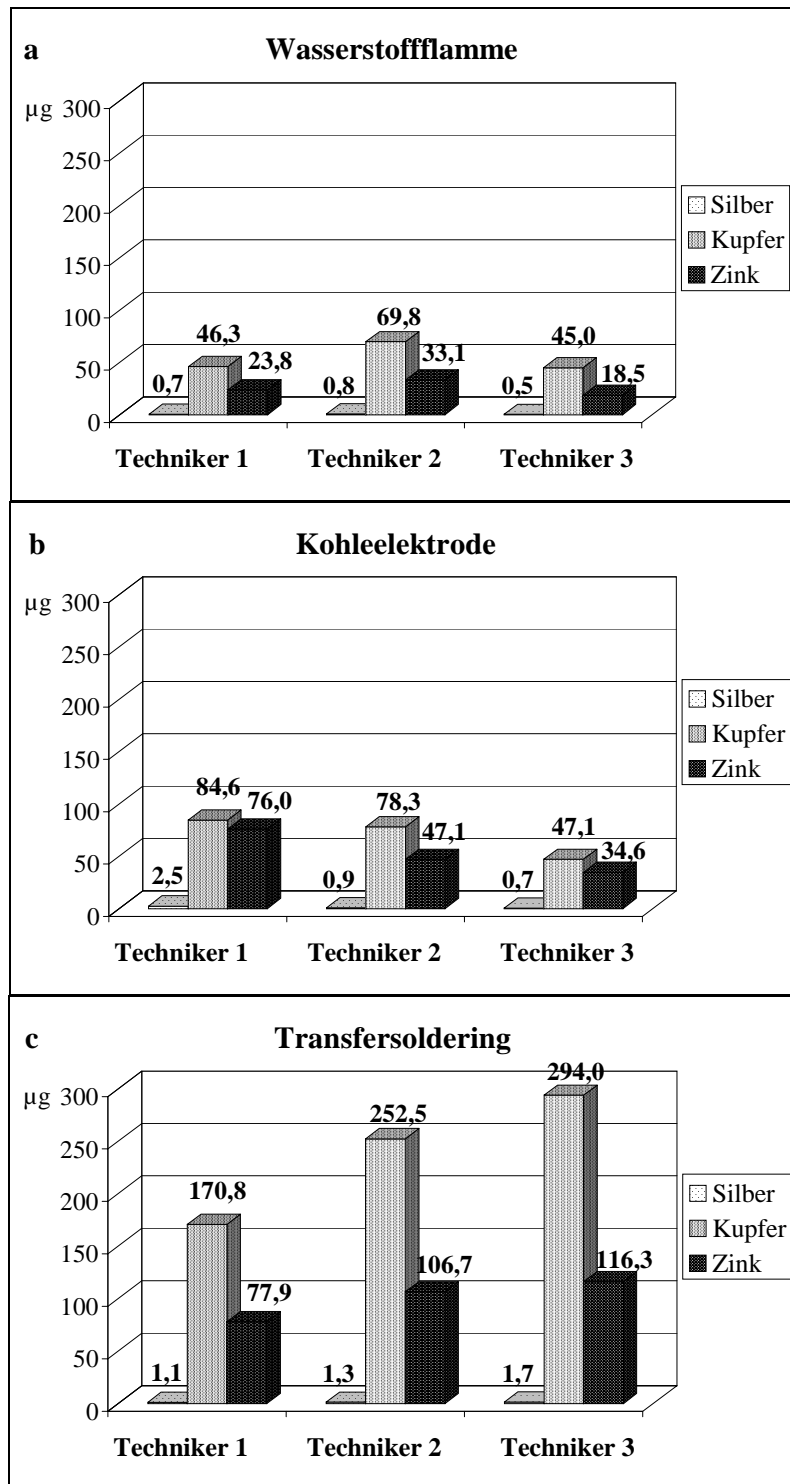
Die Ionenkonzentrationen beziehen sich auf die Ionen, die aus jeweils 12 Lötstellen in 25 ml Eisen-III-Chloridlösung herausgelöst wurden. Zur Angabe der mittleren Ionenmenge (M in µg), die aus einer Lötstelle im Korrosionsmedium herausgelöst wurde, erfolgte eine Umrechnung von den Konzentrationswerten (C in µg/ml) gemäß der Formel  $M = C * V / n = C * 25 \text{ ml} / 12$ .

Im vorliegenden Fall ist das Volumen der Korrosionslösung  $V=25 \text{ ml}$  und die Anzahl der gleichzeitig korrodierten Lötstellen  $n=12$ . Die umgerechneten Werte sind in **Abb. 46 a-c** graphisch dargestellt.

Die in den Korrosionslösungen der **Wasserstoffflammenlötungen** ermittelten Ionenkonzentrationen der Lotbestandteile Silber, Kupfer und Zink lagen unter denen der anderen beiden Verfahren und betragen im Mittel 25,8 µg/ml Kupfer, 12,1 µg/ml Zink und 0,3 µg/ml Silber (**Tab. 37**), was einer mittleren Ionenmenge pro Lötstelle von 53,7 µg Kupfer, 25,1 µg Zink und 0,6 µg Silber entspricht. Die Unterschiede in den Konzentrationen und mittleren Ionenmengen pro Lötstelle sind zwischen Techniker 1 und 3 gering. Die höchsten Werte wurden bei Techniker 2 ermittelt (**Abb. 46 a**).

Die Ionenkonzentrationen in den Korrosionslösungen der **Kohlelektrodenlötungen** waren etwas höher als die für die Wasserstoffflammenlötungen ermittelten Werte. Sie betragen durchschnittlich 33,6 µg/ml Kupfer, 25,2 µg/ml Zink und 0,7 µg/ml Silber (**Tab. 37**). Diese Konzentrationen entsprechen einer durchschnittlichen Ionenmenge pro Lötstelle von 70 µg Kupfer, 52,6 µg Zink und 1,4 µg Silber. Zwischen den Technikern gab es leichte Unterschiede. Die größten mittleren Ionenmengen wurden bei Techniker 1 ermittelt, gefolgt von Techniker 2 und Techniker 3 (**Abb. 46 b**).

Die Kupferkonzentrationen in den Korrosionslösungen beziehungsweise die mittleren Ionenmengen pro Lötstelle, betragen beim **Transfersoldering** durchschnittlich mehr als das Dreifache der bei den anderen beiden Verfahren ermittelten Werte (**Tab. 37**). Die mittleren Zinkionenmengen waren etwa doppelt so hoch. Die Silberkonzentrationen lagen nur geringfügig über den Werten bei den Wasserstoffflammenlötungen. Zwischen den Technikern sind die Unterschiede in den Ionenkonzentrationen und Ionenmengen pro Lötstelle deutlicher ausgeprägt als bei den anderen Verfahren (**Abb. 46 c**). Bei Techniker 3 wurden die höchsten Werte ermittelt, gefolgt von Techniker 2 und Techniker 1.

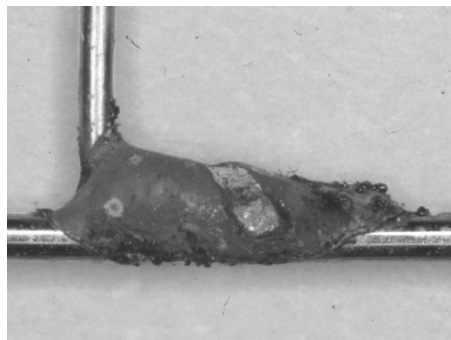


**Abb. 46 a-c** Menge (in µg) der durch ICP-AES-Analyse ermittelten Silber-, Kupfer- und Zinkionen *pro Lötstelle* je Techniker und Verfahren nach 60 min Immersion in den Eisen-III-Chloridkorrosionslösungen. Vergleich der Techniker pro Verfahren.

## 6.2 Korrosion in Zahnpangereiniger (Kukis®)

### 6.2.1 Ergebnisse der REM- und Lupenuntersuchung

Die Korrosionsschäden beschränkten sich auf die Lotoberfläche und den Lotrandbezirk. Korrosionsdefekte im Stahldraht, wie sie im Eisen-III-Chlorid-Test beobachtet wurden, traten nicht auf. Die silbrig glänzenden Lotoberflächen waren dunkel angelaufen. Bei den Kohleelektrodenlötungen glänzte die Oberfläche jedoch größtenteils noch leicht, während die Wasserstoffflammenlötungen und vor allem die Transfersolderinglötungen eine matte grau bis dunkelgrau-braune Oberfläche aufwiesen. Auffällig waren braunschwarze kugelige Ausblühungen entlang des vom Draht abgehobenen Lotrandes bei einigen Wasserstoffflammenlötungen und bei nahezu allen Transfersolderinglötungen. Diese Korrosionsprodukte befanden sich teilweise auch als poriger, rotbrauner bis braunschwarzer Belag auf der Oberfläche, der sich nur schwer abkratzen ließ. Aus den größeren offenen Poren drangen zusätzlich hellgrüne pulverige Massen ("Ausblühungen"). Sie hafteten nur lose auf der Oberfläche des Lotwerkstoffes und ließen sich im trockenen Zustand leicht abklopfen oder abbürsten. Beim Verfahren Transfersoldering traten nach Korrosion bis zu millimetergroße tiefe Erosionen auf, die ebenfalls mit hellgrünen und rotbraunen Korrosionsprodukten gefüllt waren und goldene oder rote Innenwände hatten. Wenn die Lotoberflächen nicht von Korrosionsprodukten bedeckt waren, sah man silbrig-hellbraune scharf abgegrenzte Areale, die vom Rand oder von größeren Gasblasen ausgingen. Häufig war am Lotrand ein schmales poröses hellgrau-braunes Band entlang des gesamten Lotrandes zu erkennen. Teilweise wirkte der Rand ausgefranst und porös.



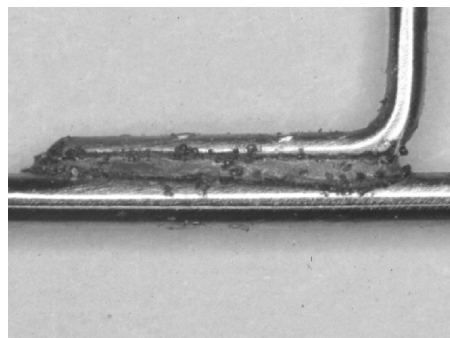
a



b

**Abb. 47 a-c**

Lötstellen nach 48stündiger Immersion in Kukis®. - **a** korrosiv eröffnete Blase bei einer Transfer-solderinglötung; **b** scharf begrenzte Erosionen ausgehend von Gasblasen; **c** Korrosionsprodukte entlang des Lotrandes (Original in achtfacher Vergrößerung).



#### 6.2.1.1 Korrosion der Lotoberfläche

Die Beurteilung der Korrosionsschäden auf der Lotoberfläche nach 48stündiger Immersion in Kukis® ergab bei allen drei Verfahren leichte aber nicht signifikante Unterschiede zwischen den Technikern (**Tab. 38**). Zwischen den Verfahren jedoch waren deutliche und signifikante ( $p < 0,05$  aus dem Kruskal-Wallis-Test) Unterschiede zu erkennen (**Abb. 48 a-c**).

Bei den **Wasserstoffflammenlötungen** traten bei den meisten Lötstellen nur wenige Korrosionsdefekte (Grad 2) auf (**Tab. 38, Abb. 48 a**). 25 % der Lötstellen von Techniker 1 wiesen lediglich Anlauferscheinungen auf, wohingegen bei Techniker 2 und 3 Grad 1 nicht vorkam. Die von Techniker 3 hergestellten Lötungen wurden einheitlich mit Grad 2 bewertet. Bei Techniker 2 fand sich der höchste Anteil an Lötstellen mit zahlreichen Korrosionsdefekten auf der Lotoberfläche (Grad 3).

Der schwächste Korrosionsangriff der Lotoberfläche erfolgte beim Verfahren **Kohlelektrode**. Die Mehrheit der Lötstellen wies lediglich farblich bedingte Anlauferscheinungen auf (Grad 1) (**Tab. 38, Abb. 48 b**). Grad 3 kam bei keinem der Techniker vor. Bei Techniker 1 fand sich der höchste Anteil an Lötstellen mit Grad 1 gefolgt von Techniker 3.

Beim Verfahren **Transfersoldering** hatten über 50% der Lötstellen zahlreiche Korrosionsdefekte auf der Lotoberfläche (Grad 3) (**Tab. 38, Abb. 48 c**). Bei Techniker 2 wurde insgesamt der stärkste Korrosionsangriff beobachtet, keine der von ihm hergestellten Lötstellen wurde mit Grad 1 beurteilt.

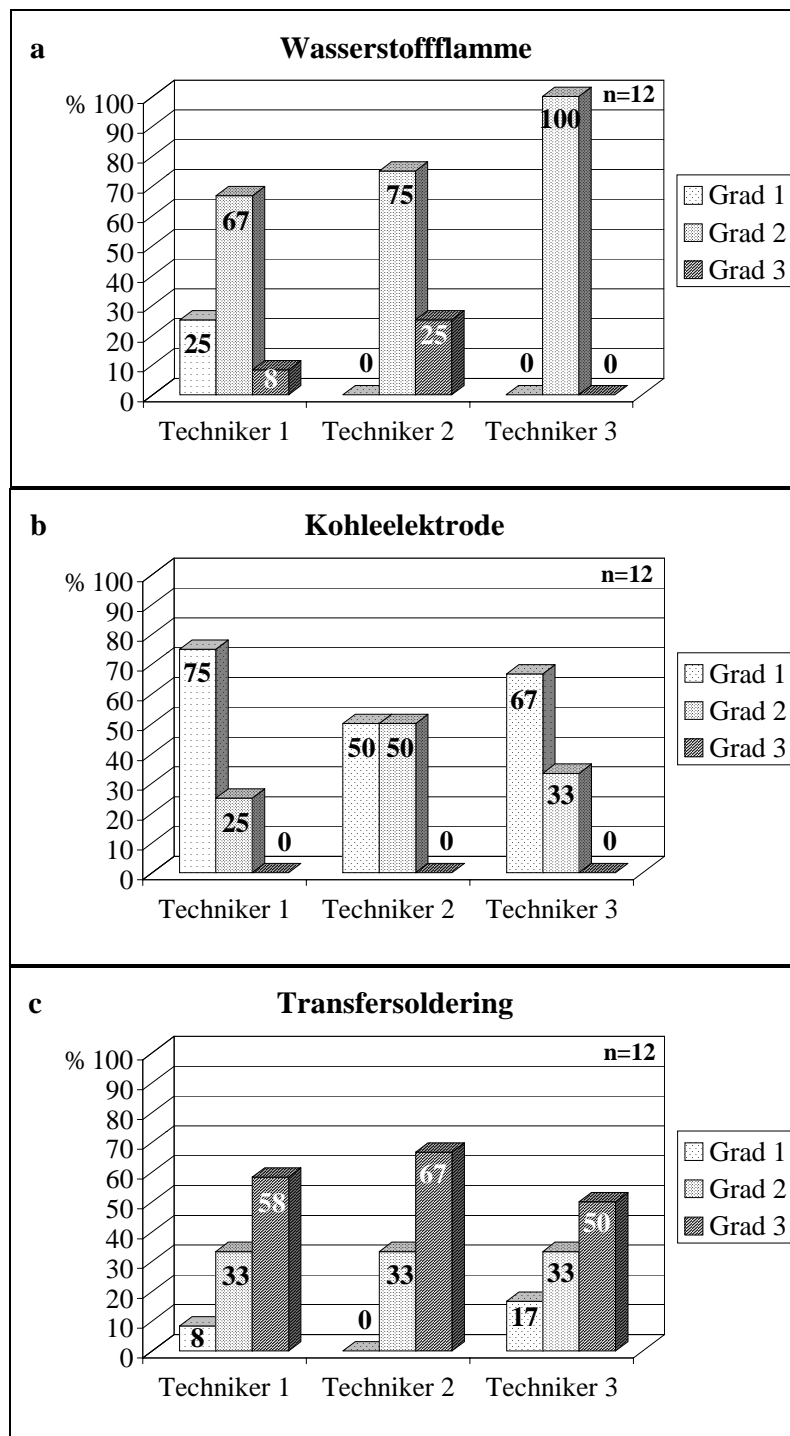
**Tab. 38** Anzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden der Lotoberfläche Grad 1-3 nach 48stündiger Immersion in Kukis<sup>®</sup>. Vergleich der Techniker je Verfahren (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

Verfahren	Techniker	n	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	12	3	8	1	0,072
	2	12	0	9	3	
	3	12	0	12	0	
Kohlelektrode	1	12	9	3	0	0,441
	2	12	6	6	0	
	3	12	8	4	0	
Transfersoldering	1	12	1	4	7	0,568
	2	12	0	4	8	
	3	12	2	4	6	

Grad 1 = wenig Korrosion (Oberfläche gleichmäßig angelaufen)

Grad 2 = vereinzelt Korrosionsdefekte auf der Lotoberfläche

Grad 3 = zahlreiche Korrosionsdefekte auf der Lotoberfläche



**Abb. 48a-c.** Prozentzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden der Lotoberfläche Grad 1-3 nach 48stündiger Immersion in Kukis®. Vergleich der Techniker je Verfahren.

Grad 1 = wenig Korrosion (Oberfläche gleichmäßig angelaufen)

Grad 2 = vereinzelt Korrosionsdefekte auf der Lotoberfläche

Grad 3 = zahlreiche Korrosionsdefekte auf der Lotoberfläche



## 6.2.1.2 Korrosion des Lotrandes

Die Bewertung der Korrosionsschäden am Lotrand war zwischen den Verfahren deutlich unterschiedlich (**Tab. 39**, **Abb. 49 a-c**). Zwischen den Technikern waren nur leichte Unterschiede zu erkennen.

Bei den **Kohlelektrodenlötungen** wurden die schwächsten Korrosionsschäden am Lotrand beobachtet, die meisten Lötstellen zeigten nur vereinzelt Korrosionsstellen (Grad 1). Jeweils zwei Lötstellen pro Techniker wiesen keinerlei Korrosion (Grad 0) am Rand auf, was bei den anderen Verfahren nicht vorkam. Keine der Lötstellen wurde mit Grad 3 bewertet. Bei der Mehrheit der **Wasserstoffflammenlötungen** war der Lotrand an mehreren Stellen korrodiert und abgehoben (Grad 2). Grad 3 kam insgesamt weniger häufig vor als Grad 1. Bei den **Transfersolderinglötungen** wurden keine Lötstellen mit Grad 0 oder Grad 1 bewertet, über die Hälfte der Lötstellen zeigte Korrosionsschäden entlang des gesamten Lotrandes (Grad 3).

**Tab. 39** Anzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden am Lotrand Grad 0-3 nach 48stündiger Immersion in Kukis<sup>®</sup>. Vergleich der Techniker je Verfahren (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

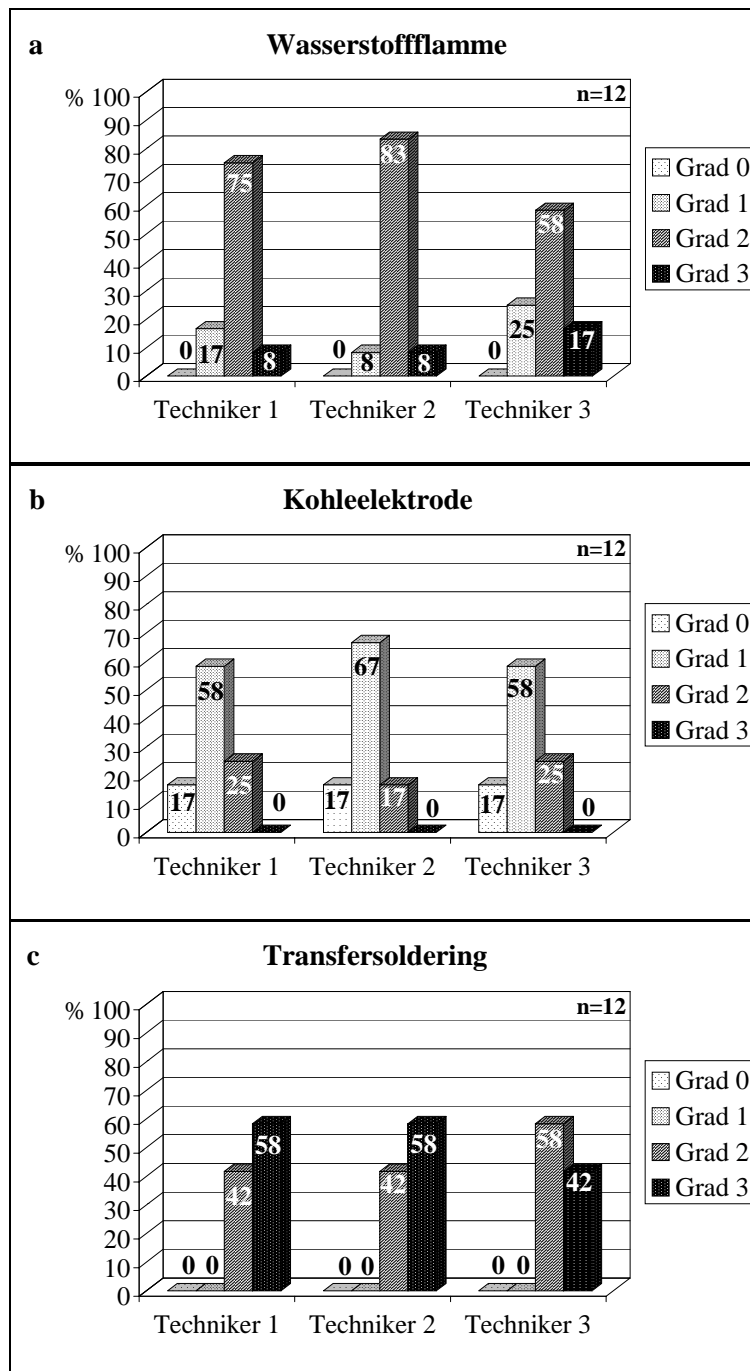
Verfahren	Techniker	n	Grad 0	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	12	0	2	9	1	0,895
	2	12	0	1	10	1	
	3	12	0	3	7	2	
Kohlelektrode	1	12	2	7	3	0	0,928
	2	12	2	8	2	0	
	3	12	2	7	3	0	
Transfersoldering	1	12	0	0	5	7	0,648
	2	12	0	0	5	7	
	3	12	0	0	7	5	

Grad 0 = keine Korrosion

Grad 1 = Rand vereinzelt korrodiert, vereinzelt abgehoben

Grad 2 = Rand an mehreren Stellen korrodiert

Grad 3 = kompletter Rand korrodiert, abgehoben



**Abb. 49a-c** Prozentzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden am Lotrand Grad 0-3 nach 48stündiger Immersion in Kukis®. Vergleich der Techniker pro Verfahren.

Grad 0 = keine Korrosion

Grad 1 = Rand vereinzelt korrodiert, vereinzelt abgehoben

Grad 2 = Rand an mehreren Stellen korrodiert

Grad 3 = kompletter Rand korrodiert, abgehoben

### 6.2.2 Ergebnisse der ICP-AES-Analysen

Die Ionenanalyse der Kukis<sup>®</sup>-Korrosionsmedien ergab wie im Eisen-III-Chlorid-Test in sieben der neun Korrosionslösungen die höchsten Werte für den Lotbestandteil Kupfer (Tab. 40). Die Konzentrationen lagen zwischen 0,88 µg/ml und 108,4 µg/ml. Die Zinkkonzentrationen betragen 1,2 - 58,0 µg/ml. Die Konzentrationen an Silberionen lagen mit 0,025 µg/ml - 0,07 µg/ml deutlich niedriger.

**Tab. 40** Ionenkonzentrationen (in µg/ml) der Lotbestandteile Silber, Kupfer, Zink nach 48stündiger Immersion von je 12 Lötstellen pro Techniker und Verfahren in einer 100 ml Lösung Kukis<sup>®</sup>.

Verfahren	Techniker	Ionenkonzentrationen (µg/ml)		
		Silber	Kupfer	Zink
Wasserstoffflamme	1	0,068	7,3	7,9
	2	0,055	33,8	26,4
	3	0,04	12,6	10,6
	<i>Mittelwert</i>	<i>0,054</i>	<i>17,9</i>	<i>15,0</i>
Kohlelektrode	1	0,025	0,88	1,2
	2	0,04	12,0	9,6
	3	0,04	8,8	7,4
	<i>Mittelwert</i>	<i>0,035</i>	<i>7,2</i>	<i>6,1</i>
Transfersoldering	1	0,07	88,4	50,7
	2	0,05	108,4	58,0
	3	0,05	58,0	51,7
	<i>Mittelwert</i>	<i>0,057</i>	<i>84,9</i>	<i>53,5</i>

Die Ionenkonzentrationen, welche die Korrosion von 12 Lötstellen in 100 ml Kukis<sup>®</sup>-Korrosionslösung beschreibt, wurde in die mittlere herausgelöste Ionenmenge pro Lötstelle gemäß  $M = C * 100 \text{ ml} / 12$  umgerechnet und graphisch in **Abb. 50 a-c** dargestellt.

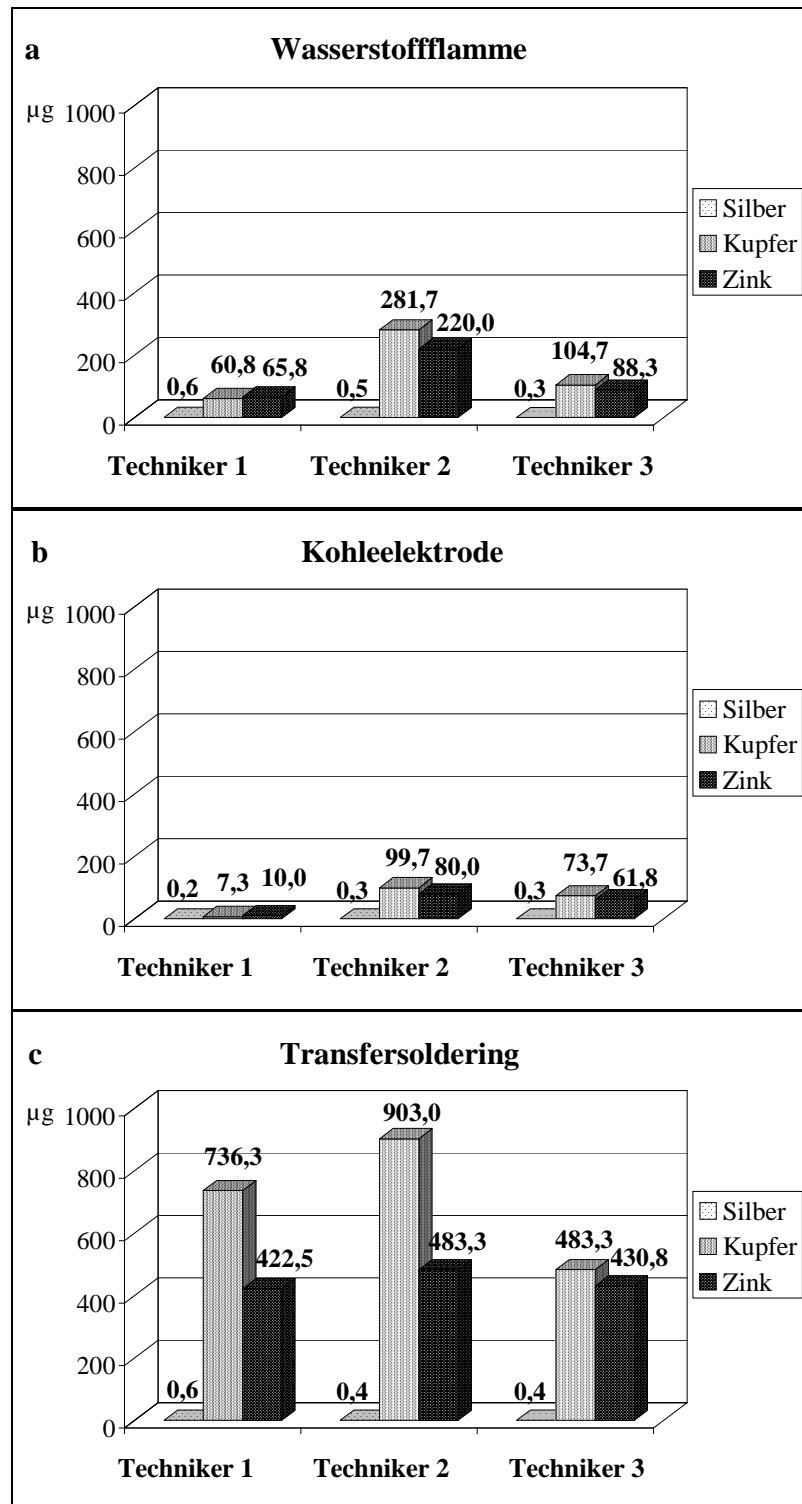
Die in den Korrosionslösungen der **Wasserstoffflammenlötungen** ermittelten Ionenkonzentrationen lagen über denen der Kohlelektrodenlötungen und deutlich unter den beim Verfahren Transfersoldering ermittelten Konzentrationen. Die Konzentrationen betragen im Mittel 17,9 µg/ml Kupfer, 15,0 µg/ml Zink und 0,1 µg/ml

Silber (**Tab. 40**), was einer herausgelösten Ionenmenge von 149,1 µg Kupfer, 124,7 µg Zink und 0,5 µg Silber pro Lötstelle entspricht. Die höchsten Werte wurden bei Techniker 2 ermittelt, gefolgt von Techniker 3 und Techniker 1 (**Abb. 50 a**).

Die mittleren Ionenkonzentrationen (**Tab. 40**) beziehungsweise Ionenmengen pro Lötstelle in den Korrosionslösungen der **Kohlelektrodenlötungen** betragen etwa die Hälfte der für die Wasserstoffflammenlötungen ermittelten Werte. Sie betragen 7,2 µg/ml (60,2 µg) Kupfer, 6,1 µg/ml (15,0 µg) Zink und 0,04 µg/ml (0,3 µg) Silber. Die höchsten Werte wurden bei Techniker 2 ermittelt, Techniker 3 wies nur geringfügig niedrigere Werte auf (**Abb. 50 b**). Die für Techniker 1 ermittelten mittleren Ionenmengen pro Lötstelle waren deutlich geringer.

Die mittlere Kupferkonzentrationen (84,9 µg/ml) in den Korrosionslösungen der **Transfersolderinglötungen** betragen mehr als das Vierfache der Werte bei den Wasserstoffflammenlötungen und mehr als das Zehnfache der Konzentrationen bei den Kohlelektrodenlötungen (**Tab. 40**). Die mittleren Zinkkonzentrationen (53,5 µg/ml) waren ebenfalls deutlich höher als bei den anderen Verfahren. Die Silberkonzentrationen lagen durchschnittlich bei 0,06 µg/ml. Diese Konzentrationen entsprechen einer durchschnittlichen Ionenmenge pro Lötstelle von 707,6 µg Kupfer, 445,6 µg Zink und 0,5 µg Silber. Die höchsten Werte wurden bei Techniker 2 ermittelt, gefolgt von Techniker 2 und 3 (**Abb. 50 c**).

Die Unterschiede zwischen den Verfahren waren ausgeprägter als zwischen den Technikern. Die Transfersolderinglötungen erzielten deutlich höhere Werte als die anderen beiden Verfahren (**Abb. 50 a-c**).



**Abb. 50 a-c** Menge (in  $\mu\text{g}$ ) der durch ICP-AES-Analyse ermittelten Silber-, Kupfer- und Zinkionen *pro Lötstelle* in den Kukis<sup>®</sup>-Korrosionslösungen. Vergleich der Techniker pro Verfahren.

## 6.3 Korrosion in künstlichem Speichel

### 6.3.1 Ergebnisse der REM- und Lupenuntersuchung

Nach Korrosion in künstlichem Speichel war der Korrosionsangriff trotz der wesentlich längeren Immersionsdauer weniger ausgeprägt als im Zahnsparngereiniger. Bei einigen Lötstellen hatte die Lotoberfläche lediglich ihren Glanz verloren oder wies Anlauferscheinungen auf. Korrosionserscheinungen traten in Form von silbrighellbraunen scharf begrenzten Erosionen der Lotoberfläche oder schmalen porösen hellbraunen Lotrandbereichen auf (**Abb. 51 a-c**). Die Korrosionsprodukte waren von ähnlicher Farbe und Konsistenz wie bei den Lötstellen, die dem Zahnsparngereiniger ausgesetzt waren.



a



b

#### **Abb. 51 a-c**

Darstellung von Lötstellen nach 90tägiger Immersion in künstlichem Speichel. - **a** Korrosionsprodukte auf der Lotoberfläche bei einer Wasserstoffflammenlötung; **b** und **c** Transfersolderinglötungen mit Anlauferscheinungen und Erosionen (Originale in 8facher Vergrößerung)



c

## 6.3.1.1 Korrosion der Lotoberfläche

Bei den **Wasserstoffflammenlötungen** erbrachten die Auswertungen bei Techniker 1 und 3 sehr ähnliche Ergebnisse, Techniker 2 unterschied sich dagegen signifikant (**Tab. 41**). Beim Verfahren **Kohleelektrode** wichen die Bewertungen der Lötstellen von Techniker 2 und 3 wenig voneinander ab (**Abb. 52 a-c**), die Unterschiede zu Techniker 1 waren nicht signifikant. Die von Techniker 1 gefertigten Wasserstoffflammen- und Kohleelektrodenlötungen zeigten ähnliche Häufigkeitsverteilungen innerhalb der einzelnen Grade. Bei ihm wiesen die meisten Lötstellen lediglich Anlauferscheinungen auf (Grad 1). Die Beurteilung der **Transfersolderinglötungen** fiel bei jedem Techniker deutlich schlechter aus als bei den anderen Verfahren. Grad 1 kam seltener vor als bei den Verfahren Wasserstoffflamme und Kohleelektroden, bei Techniker 3 wurden die meisten Lötstellen mit größeren Korrosionsarealen auf der Lotoberfläche gefunden (Grad 3).

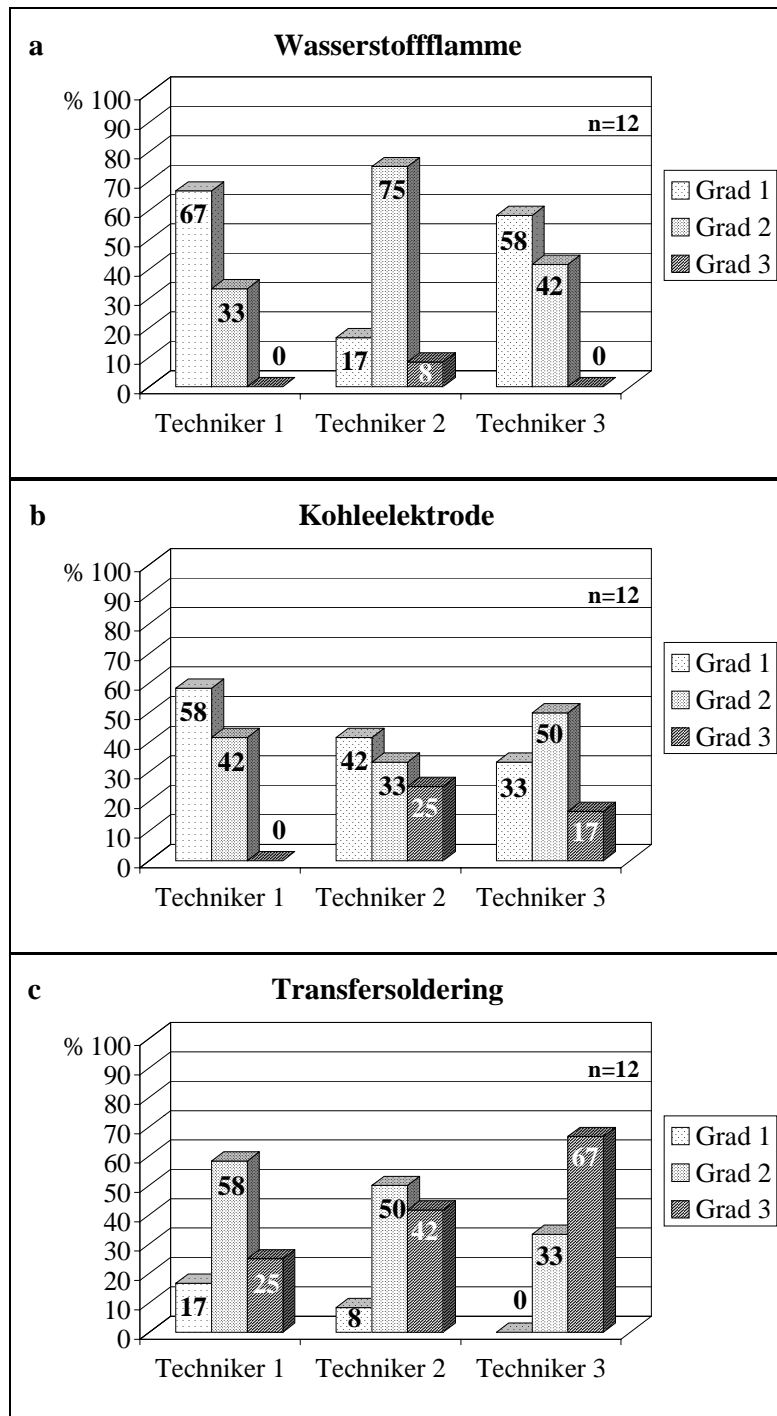
**Tab. 41** Anzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden der Lotoberfläche Grad 1-3 nach 90 Tagen Immersion in künstlichem Speichel (37°C). Vergleich der Techniker je Verfahren (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

Verfahren	Techniker	n	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	12	8	4	0	0,025
	2	12	2	9	1	
	3	12	7	5	0	
Kohleelektrode	1	12	7	5	0	0,295
	2	12	5	4	3	
	3	12	4	6	2	
Transfersoldering	1	12	2	7	3	0,085
	2	12	1	6	5	
	3	12	0	4	8	

Grad 1 = Glanz verloren, leicht angelaufen

Grad 2 = angelaufen, vereinzelte Korrosionsareale

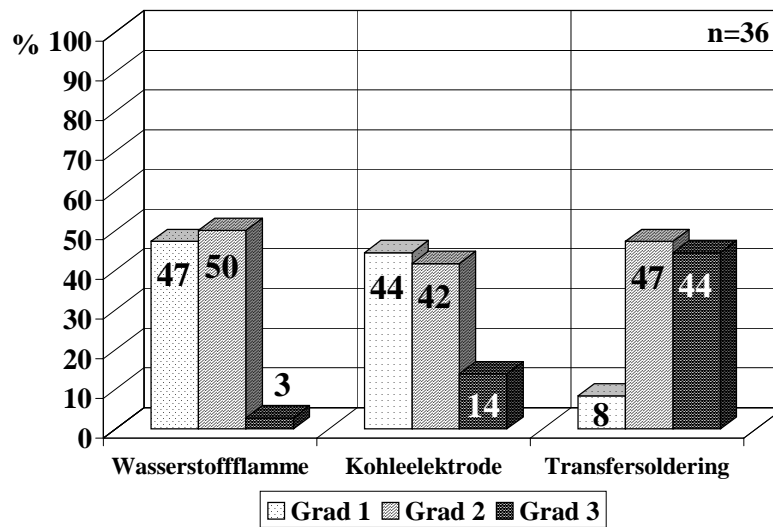
Grad 3 = größere Korrosionsareale



**Abb. 52 a-c** Prozentzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden der Lotoberfläche Grad 1-3 nach 90tägiger Immersion in künstlichem Speichel (37°C). Vergleich der Techniker je Verfahren.  
 Grad 1 = Glanz verloren, leicht angelaufen  
 Grad 2 = angelaufen, vereinzelte Korrosionsareale  
 Grad 3 = größere Korrosionsareale



Die graphische Darstellung der Häufigkeitsverteilung bei den Verfahren (**Abb. 53**) verdeutlicht, daß insgesamt zwischen den Verfahren **Wasserstoffflamme** und **Kohlelektrode** keine signifikanten Unterschiede zu erkennen waren. Die Transfersolderinglötungen wiesen, wie auch in den anderen Korrosionstests beobachtet, ausgeprägten Korrosionsangriff der Lotoberflächen auf.



**Abb. 53** Prozentzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden Grad 1-3 auf der Lotoberfläche nach 90tägiger Immersion in künstlichem Speichel (37°C). Vergleich der Verfahren unabhängig vom Techniker.

## 6.3.1.2 Korrosion des Lotrandes

Bei der Beurteilung der Korrosionsschäden am Lotrand waren insgesamt geringere Unterschiede zwischen den Technikern je Verfahren und auch zwischen den Verfahren zu erkennen als bei den beiden anderen Korrosionstests (**Tab. 42, Abb. 54 a-c**).

Bei den Wasserstoffflammenlötungen kam häufiger Grad 1 vor als bei den anderen Verfahren. Bei Techniker 2 fiel auf, daß den Kohleelektrodenlötungen häufiger Grad 2 und Grad 3 zugeordnet wurde als den Transfersolderinglötungen.

**Tab. 42** Anzahl der Lötstellen mit Korrosionsschäden am Lotrand Grad 0-3 nach 90 Tagen Immersion in künstlichem Speichel (37°C). Vergleich der Techniker je Verfahren (p aus dem Kruskal-Wallis-Test).

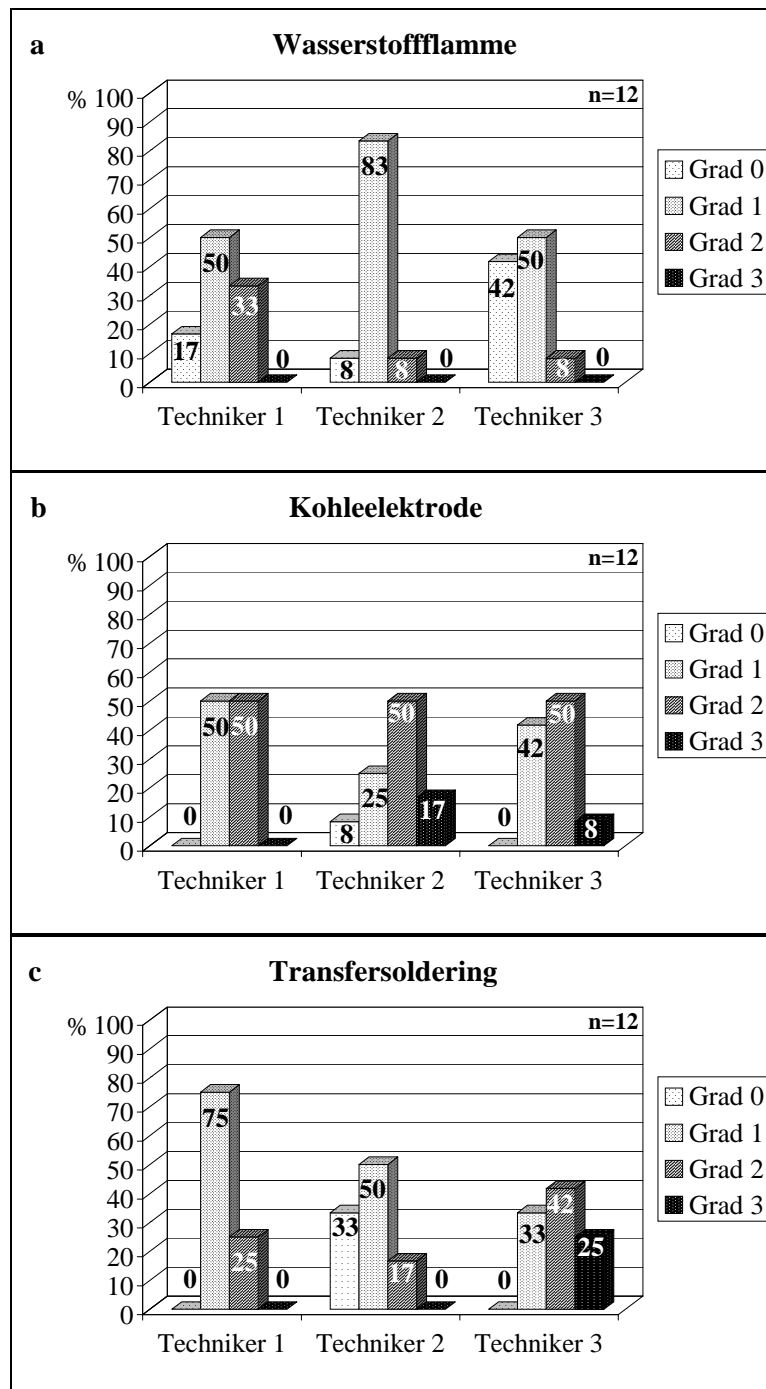
Verfahren	Techniker	n	Grad 0	Grad 1	Grad 2	Grad 3	p
Wasserstoffflamme	1	12	2	6	4	0	0,140
	2	12	1	10	1	0	
	3	12	5	6	1	0	
Kohlelektrode	1	12	0	6	6	0	0,619
	2	12	1	3	6	2	
	3	12	0	5	6	1	
Transfersoldering	1	12	0	9	3	0	0,005
	2	12	4	6	2	0	
	3	12	0	4	5	3	

Grad 0 = keine Korrosion

Grad 1 = Rand vereinzelt korrodiert, vereinzelt abgehoben

Grad 2 = Rand an mehreren Stellen korrodiert

Grad 3 = kompletter Rand korrodiert, abgehoben



**Abb. 54a-c** Prozentzahlen der Lötstellen mit Korrosionsschäden am Lotrand Grad 0-4 nach 90 Tagen Immersion in künstlichem Speichel (37°C).  
 Grad 0 = keine Korrosion  
 Grad 1 = Rand vereinzelt korrodiert, vereinzelt abgehoben  
 Grad 2 = Rand an mehreren Stellen korrodiert  
 Grad 3 = kompletter Rand korrodiert, abgehoben

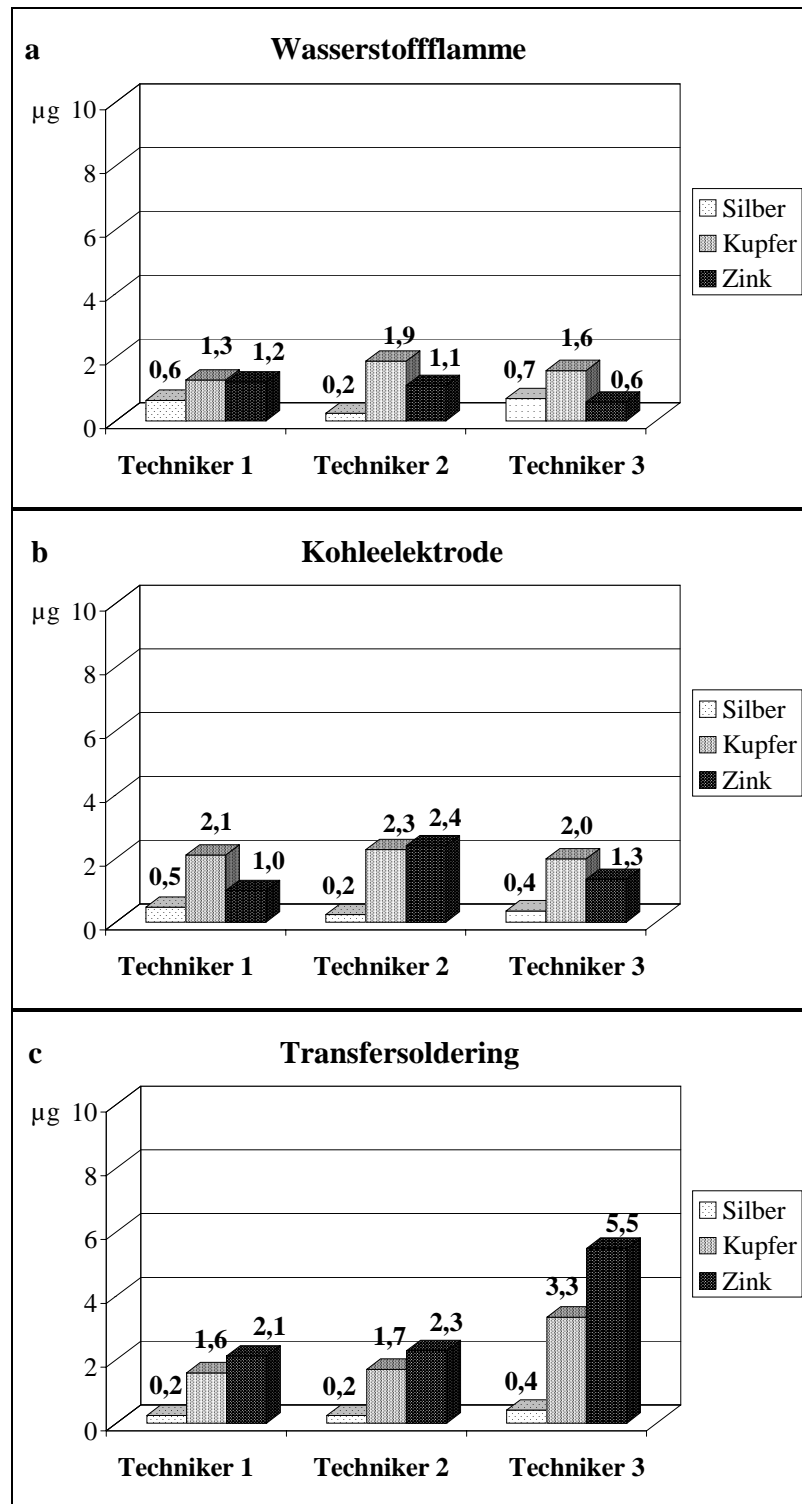
### 6.3.2 Ergebnisse der ICP-AES-Analysen

Die ermittelten Ionenkonzentrationen im künstlichen Speichel als Korrosionslösung waren wesentlich niedriger als in den Eisen-III-Chlorid- und Kukis<sup>®</sup>-Korrosionslösungen. Die Ionenkonzentrationen aller drei Lotbestandteile lagen unter 1 µg/ml (**Tab. 43**). Die Ionenmengen pro Lötstelle betragen zwischen 0,2 und 5,5 µg (**Abb. 55 a-c**). Die Unterschiede zwischen den Technikern und auch zwischen den Verfahren sind gering. Lediglich bei Techniker 3 wurden in den Korrosionslösungen der Transfersolderinglötungen deutlich höhere Werte ermittelt. Beim Verfahren Transfersoldering waren die Zinkkonzentrationen höher als die Kupferkonzentrationen, ebenso bei den von Techniker 2 hergestellten Kohleelektrodenlötungen. In den übrigen Korrosionslösungen überwogen die Kupferkonzentrationen.

**Tab. 43.** Ionenkonzentration (in µg/ml) der Lotbestandteile Silber, Kupfer, Zink nach 90 Tagen Immersion von je 12 Lötstellen in 70 ml künstlichem Speichel bei 37°C.

Verfahren	Techniker	Ionenkonzentration (µg/ml)		
		Silber	Kupfer	Zink
Wasserstoffflamme	1	0,11	0,22	0,21
	2	0,04	0,32	0,19
	3	0,12	0,27	0,10
	<i>Mittelwert</i>	<i>0,09</i>	<i>0,27</i>	<i>0,17</i>
Kohlelektrode	1	0,08	0,36	0,17
	2	0,04	0,39	0,41
	3	0,06	0,34	0,23
	<i>Mittelwert</i>	<i>0,06</i>	<i>0,36</i>	<i>0,27</i>
Transfersoldering	1	0,04	0,27	0,36
	2	0,04	0,29	0,39
	3	0,07	0,57	0,94
	<i>Mittelwert</i>	<i>0,05</i>	<i>0,38</i>	<i>0,56</i>

Die Ionenkonzentrationen, die die Korrosion von 12 Lötstellen in 70 ml künstlichem Speichel beschreibt, wurde in die mittlere herausgelöste Ionenmenge pro Lötstelle gemäß  $M = C \cdot 70 \text{ ml} / 12$  umgerechnet und graphisch in **Abb. 55 a-c** dargestellt.



**Abb. 55a-c** Menge (in  $\mu\text{g}$ ) der durch ICP-AES-Analyse ermittelten Silber-, Kupfer- und Zinkionen pro Lötstelle im künstlichen Speichel als Korrosionslösung. Vergleich der Techniker pro Verfahren.

## 6.4 Zusammenfassung der Ergebnisse

Tab. 44 Vergleich der Ergebnisse der Korrosionsuntersuchungen.

Korro- sionstest	Merkmal	Verfahren		Techniker (T1, T2, T3)		
		Signif.	Reihung	Verfahren	Signif.	Reihung
Eisen-III- Chlorid	Stahl- korrosion	+	K > W ► T	W-Flamme	+	T1 > T3 ► T2
				Kohlelektrode	-	T3 > T1 > T2
				T-Soldering	+	T1 > T2 ► T3
	Korrosion der Lotoberfläche	+	T ► W > K	W-Flamme	+	T2 > T1 > T3
				Kohlelektrode	-	T1 > T2 > T3
				T-Soldering	-	T3 > T2 > T1
	Korrosion des Lotrandes	+	T ► K = W	W-Flamme	-	T2 > T1 > T3
				Kohlelektrode	+	T2 > T3 > T1
				T-Soldering	-	T3 = T1 > T2
	ICP-Analyse		T ► K > W	W-Flamme		T2 > T1 > T3
				Kohlelektrode		T1 > T2 > T3
				T-Soldering		T3 > T2 > T1
Kukis®	Korrosion der Lotoberfläche	+	T > W > K	W-Flamme	-	T2 > T3 > T1
				Kohlelektrode	-	T2 > T3 > T1
				T-Soldering	-	T2 > T1 > T3
	Korrosion des Lotrandes	+	T > W > K	W-Flamme	-	T3 > T2 > T1
				Kohlelektrode	-	T3 = T1 > T2
				T-Soldering	-	T2 = T1 > T3
	ICP-Analyse		T ► W > K	W-Flamme		T2 > T3 > T1
				Kohlelektrode		T2 > T3 > T1
				T-Soldering		T2 > T1 > T3
Künstlicher Speichel	Korrosion der Lotoberfläche	+	T ► K > W	W-Flamme	+	T2 ► T3 > T1
				Kohlelektrode	-	T2 > T3 > T1
				T-Soldering	-	T3 > T2 > T1
	Korrosion des Lotrand	+	T > K > W	W-Flamme	-	T1 > T2 > T3
				Kohlelektrode	-	T2 > T3 > T1
				T-Soldering	+	T3 > T1 > T2
	ICP-Analyse		T ► K > W	W-Flamme		T2 > T3 > T1
				Kohlelektrode		T2 > T3 > T1
				T-Soldering		T3 ► T2 > T1

"+" signifikante und "-" nicht signifikante Unterschiede;

"►" ausgeprägte und ">" geringe Unterschiede. Die Reihung der Techniker beginnt jeweils bei demjenigen, bei dem hinsichtlich des Merkmals die meisten Lötstellen mit hohen Werten beziehungsweise Graden vorlagen, dasselbe gilt für die Verfahren.

## **7 Diskussion**

### **7.1 Diskussion der Methodik**

#### **7.1.1 Untersuchung der Qualitätsmerkmale**

Die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung sowie die begleitende EDX-Analyse ist eine vielfach beschriebene und anerkannte Methode zur Dokumentation und Interpretation von Oberflächencharakteristika und deren Beeinflussung durch die Immersion in Korrosionsflüssigkeiten [2, 22, 31, 34, 36, 69, 70, 72, 94, 103]. Die Messung der Dauer des Lötvorgangs [27], des Füllgrades des Lötspaltes [16, 19, 102, 104] sowie des Ausmaßes von Porositäten in der Lötnaht [16, 27, 94] sind ebenfalls probate Methoden zur Ermittlung von Qualitätsunterschieden. Die Untersuchung eines weiteren wichtigen Kriteriums für die Qualität von Lötverbindungen, des Festigkeitsverhaltens, wurde in einer parallel laufenden Doktorarbeit verfolgt [66]. Die mechanische Relevanz der in dieser Arbeit ermittelten Qualitätsunterschiede, Lötfehler und Unterschiede im Korrosionsverhalten wird eine abschließende Bewertung der Verfahren ermöglichen [66]. In der vorliegenden Arbeit beschränkte sich die Untersuchung der Häufigkeit von Gasblasen, Lunkern und Mikroporositäten sowie des Füllgrades des Lötspaltes auf die von außen sichtbaren Oberflächen und Lötspaltareale. Zerstörungsfreie Untersuchungsmethoden wurden deswegen gewählt, weil die Proben für die mechanischen Untersuchungen [66] unzerstört sein mußten. Um später Ausschlußkriterien für minderwertige Lötstellen formulieren zu können, wurden bewußt Oberflächenmerkmale gewählt, die für den Zahntechniker von außen sichtbar sind. Um die Lötverfahren hinsichtlich der Wärmeentwicklung während des Lötvorgangs zu charakterisieren, kann man Gefügestände der beteiligten Legierungen im Anlieferungszustand und deren Beeinflussung durch den Lötvorgang dokumentieren. Aus obengenannten Gründen wurde auf eine zusätzliche Herstellung metallographischer Schiffe verzichtet. Zu Aussagen über die Beeinflussung des Gefüges durch den Lötvorgang sei auf die entsprechende Literatur verwiesen [38, 62, 69, 82, 84, 87, 88], auf wesentliche Inhalte wird im folgenden in der Diskussion eingegangen.

### 7.1.2 Korrosionsuntersuchungen

Elektrochemische Untersuchungen wie das Messen von Ruhepotentialen, Stromdichtepotentialen und Korrosionswiderständen eignen sich gut dazu, das Korrosionsverhalten verschiedener Legierungskombinationen in Lötverbindungen zu untersuchen und damit eine Reihung oder Kategorisierung zumindest innerhalb einer Legierungsgruppe vorzunehmen. Sie sind jedoch sehr aufwendig und geben nicht immer die Situation in der Mundhöhle und im Organismus wieder. In der vorliegenden Untersuchung wurden daher Immersionstests verwendet. Der Nachweis von korrosiv herausgelösten Metallbestandteilen mittels AAS- [5, 7, 34, 36, 53, 63, 72, 76, 94, 104] bzw. ICP-AES-Analyse [51, 85] ist eine vielfach beschriebene Methode, abgelaufene Korrosionsvorgänge nachzuweisen. Desweiteren wurden augenscheinliche Merkmale der Korrosion wie Anlauferscheinungen, Farbveränderung, Menge und Konsistenz der Korrosionsprodukte zur Auswertung herangezogen, wie es schon von anderen Autoren praktiziert wurde [4, 59, 69, 70, 71, 72, 80, 95]. Bei der Definition der Kriterien zur Beurteilung der Lötfehler und der Korrosionsschäden wurde darauf geachtet, möglichst gut unterscheidbare Kriterien auszuwählen, die eine hohe Reproduzierbarkeit gewährleisten. Aus diesem Grunde machte eine Gradeinteilung in mehr als vier Gruppen keinen Sinn.

In den vorliegenden Korrosionsuntersuchungen wurde die Menge der durch Korrosion herausgelösten Metallbestandteile unter statischen Bedingungen, also an mechanisch unbelasteten Proben, ermittelt. Die Übertragung der Ergebnisse *in vivo* ist nur tendenziell möglich. Lötstellen an kieferorthopädischen Geräten können sich in der Nutzungsperiode in verschiedenen mechanischen Belastungszuständen befinden [70]; Federn und andere Hilfsteile als Bestandteile einer kieferorthopädischen Apparatur werden aktiviert, um Zahnbewegungen durchführen zu können. Oft kommt es schneller und leichter zum Versagensbruch einer Verbindung, wenn gleichzeitig Korrosionsprozesse an mechanisch belasteten Stellen auftreten. Fügstellen, auf die ständig eine Belastung unterhalb der Reißgrenze einwirken, zeigen nach einiger Zeit Versagen. In Anwesenheit von Elektrolyten (Speichel, Zahnsparngel), kann die Zeit bis zum Versagensbruch deutlich verringert werden [70]. Das liegt daran, daß Mikrorisse, die während der Belastung aufgetreten sind, durch die Penetration von



Elektrolyten durch Korrosion verstärkt werden. Porositäten und Gasblasen können sowohl für die Initiierung von Mikrorissen als auch für das Voranschreiten derselben verantwortlich sein.

#### 7.1.2.1 Eisen-III-Chlorid-Test

Die 10%ige Eisen-III-Chloridlösung sollte als sehr aggressives Medium die Korrosion beschleunigen, um zwischen den verschiedenen Werkstoffen und Qualitäten der Lötstellen deutliche Unterschiede ermitteln zu können und um die korrosive Relevanz der Lötfehler zu beurteilen. Dadurch zeichneten sich auch signifikante Unterschiede zwischen Art und Häufigkeit der Lötfehler bei den einzelnen Technikern in der Korrosionsbeurteilung ab. Dennoch bedarf die Anwendbarkeit des Eisen-III-Chlorids als Korrosionstest zur Prüfung dentaler Legierungen einer kritischen Beurteilung. STENDER (1985) weist darauf hin, daß freie Eisen-III-Ionen in der Mundhöhle kaum in nennenswerten Konzentrationen anzutreffen sind. Zur Ermittlung klinisch relevanten Korrosionsverhaltens eignet sich dieser Test nur sehr eingeschränkt und auch nur dann, wenn Werkstoffart und -eigenschaften zusätzlich berücksichtigt werden.

#### 7.1.2.2 Zahnspangereinigertest

Es ging bei den Untersuchungen nicht darum, die korrosiven Auswirkungen verschiedener Zahnspangereiniger zu vergleichen, hierzu wird auf die aktuelle Literatur verwiesen [26, 72, 80]. Silberlote sind aufgrund ihrer schlechten elektrochemischen Eigenschaften unabhängig von der Art des Zahnspangereinigers korrosionsanfällig [71]. Es sollten vielmehr die im technischen Korrosionsmedium Eisen-III-Chlorid ermittelten Unterschiede in der Korrosionsanfälligkeit der Lötverbindungen in Abhängigkeit von Verfahren und Techniker auf ihre klinische Relevanz geprüft werden. Die Wahl eines Zahnspangereinigers zusätzlich zum künstlichen Speichel erschien auch deshalb wichtig, da Zahnspangereiniger eine andere Zusammensetzung als Speichel aufweisen und damit andere Korrosionsreaktionen hervorrufen.

Die Immersionsdauer betrug mit 48 Stunden das 192-fache der vom Hersteller empfohlenen 15min Einwirkzeit. Bedingt durch diese hohe Immersionsdauer konnten sowohl mittels visueller Untersuchungsmethode als auch durch die ICP-AES-Analyse Unterschiede zwischen den Verfahren ermittelt werden. Simuliert wurde allerdings eine Extremsituation. Nur im Einzelfall wird es in vivo vorkommen, daß kieferorthopädische Apparaturen tatsächlich ununterbrochen 48 Stunden in der Reinigungslösung verbleiben.

#### 7.1.2.3 Künstlicher Speichel

In der vorliegenden Untersuchung wurde ein künstlicher Speichel verwendet, der nicht den aktuellen DIN-Normierungen entspricht. Anfang des Jahres 1996, als die Untersuchungsmethodik für die vorliegende Arbeit festgelegt wurde, fand sich in der Literatur eine Vielzahl verschiedener Speichelzusammensetzungen und Versuchsparameter, die in Korrosionsuntersuchungen Anwendung fanden (Kap. 3.5.2.1). Erst seit Mitte des Jahres 1996 ermöglicht die Normierung von künstlichen Speicheln oder Korrosionstests, wie beispielsweise der schon beschriebene statische Immersionstest, die Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit anderen Autoren.

#### 7.1.2.4 ICP-AES-Analysen

Da in der vorliegenden Untersuchung mittels ICP-AES-Analyse die Ionenkonzentrationen der Lotbestandteile Silber, Kupfer und Zink ermittelt wurden, konnten Aussagen über das Ausmaß der Korrosion des Lotanteils getroffen werden. Im nachhinein gesehen, hätte die zusätzliche Bestimmung von korrosiv herausgelösten Drahtbestandteilen die Interpretation der Ergebnisse im Eisen-III-Chlorid-Test erleichtern können, da aus Silberlotverbindungen kieferorthopädischer Drähte nicht nur Lotbestandteile, sondern auch Bestandteile des Drahtes herausgelöst werden [34, 42]. Jeweils alle zwölf Lötstellen eines Technikers pro Verfahren wurden gemeinsam einer Korrosionslösung ausgesetzt. Durch die Bestimmung dieser kumulierten Ionenkonzentrationen wurden Unterschiede in den Verfahren deutlich sichtbar und die

Exemplarstreuung außer acht gelassen. Die Gesamtionenmenge der einzelnen Lötstellen wurde nur gemittelt. Es können daher keine Aussagen gemacht werden über Standardabweichungen und Extremwert bei den zwölf Lötstellen.

Die Lötstellen wurden nach der Immersion mit Reinstwasser abgespült und getrocknet. Die lose anhaftenden Korrosionsprodukte gingen dabei verloren und wurden damit auch nicht von der ICP-AES-Analyse der Korrosionsmedien erfaßt. Durch die Fällung und Adsorption an den Gefäßwänden entzogen sich die unlöslichen Korrosionsprodukte ebenfalls dem Nachweis. Dementsprechend erfassen die ICP-AES-Analysen nicht die Gesamtheit der herausgelösten Ionen; geringe Meßungenauigkeiten durch unterschiedliche Entfernung der losen Korrosionsprodukte sind möglich.

## 7.2 Diskussion der Ergebnisse

### 7.2.1 Ergebnisse der Qualitätsprüfung

#### 7.2.1.1 Bewertung der Lötverfahren

Die Untersuchung der einzelnen Verfahren ergab deutliche verfahrensbedingte Unterschiede in den Qualitätsmerkmalen, wobei jedes Verfahren eigene Schwachstellen erkennen ließ, die zum Teil aber auch durch falsche Handhabung des Verfahrens durch den Techniker zustande kamen.

Die geringe Lötsicherheit des **Kohleelektrodenverfahrens** in Bezug auf mangelnde Lotbedeckung des Lötspaltes bei 24% der Lötstellen und das häufige Auftreten von Impressionen der Kohlelektrode ist zum einen begründet durch die kurze und lokal begrenzte sehr hohe Erhitzung der zu verlötenden Drähte. Zum anderen wird die Häufigkeit dieser Lötfehler noch erhöht durch die schwierigere Handhabung des Verfahrens. Es ist bei der kurzen Lötzeit sehr schwierig, den richtigen Zeitpunkt abzuspassen, an dem der Stromfluß unterbrochen werden muß. Wird der Kontakt der Elektroden zu früh gelöst oder wurde die Kohlelektrode nicht sorgfältig mit Sandpapier gereinigt, ist der Stromdurchfluß behindert und es kommt aufgrund des

ungenügend geschmolzenen Lotes keine Diffusionsverbindung und keine vollständige Füllung des Lötspaltes zustande. Bei zu langer Lötzeit kommt es durch den Druck der Elektroden und die hohe Stromstärke zum stärkeren Aufschmelzen des Drahtes und damit zu Gefügeveränderungen mit reduzierten physikalischen Eigenschaften. Zudem gestaltet sich die Platzierung der runden Drähte und des Lotplättchens zwischen die Elektroden als schwierig und zeitaufwendig.

Beim manuellen **Flammenlöten** muß der Techniker ebenfalls Geschick und Erfahrung besitzen, um die richtige Arbeitstemperatur zu erreichen und die abzuschmelzende Lotmenge sowie den Zeitpunkt des Lotansetzens richtig zu bestimmen [106]. Der Techniker kann durch individuelle Handhabung direkt Einfluß nehmen auf Lötzeit, Flammeneinstellung, Flammenzonennutzung und damit Erhitzung der Werkstücke, Lotmenge und Grad der Lotbedeckung. Dadurch bedingt wurden bei diesem Verfahren die größten Schwankungen innerhalb der untersuchten Merkmale beobachtet. Durch die direkte Erhitzung der Werkstücke und des Lotes mit der Flamme ist zum einen die Gefahr der Hitzeschädigung des Drahtes mit der damit verbundenen Minderung der mechanischen Eigenschaften sowie seiner Korrosionsresistenz gegeben [62]. Zum anderen kann es durch Überhitzung des Lotes zur Verdampfung von Lotkomponenten und zu Oxid- oder Flußmitteleinschlüssen kommen. DIELERT (1978), JAGGI (1988) und DOBERSTEIN (1990) weisen darauf hin, daß bei Flammenlötungen trotz sorgfältigster Einhaltung der entsprechenden Lötvorschriften Gaseinschlüsse und Schwindungslunker in der Lotnaht nicht vermeidbar seien. Dies bestätigte sich auch in der vorliegenden Untersuchung, da nur ein Prozent der Wasserstofflötungen frei von Gasblasen waren.

Das Prinzip beim **Transfersoldering**, durch indirekte Erhitzung der Drahtteile die Gefahr der Hitzeschädigung der Gefügestrukturen möglichst gering zu halten, scheint auf den ersten Blick von großem Vorteil zu sein. Die zu verlötenden Drahtteile erreichen am Berührungspunkt mit der lottragenden Elektrode gerade die Schmelztemperatur des Lotes, an entfernter liegenden Stellen ist die Temperatur noch niedriger. Es stellte sich jedoch heraus, daß die Benetzung auf den kälteren Drahtoberflächen herabgesetzt ist. Es wurden häufig abstehende Lotränder beobachtet,

welches ein Zeichen dafür ist, daß keine diffusionsunterstützte Verbindung zum Draht zustande kam. Auch das Lot soll eigentlich durch die elektrische Widerstandserhitzung der mit ihm verbundenen Drahtelektrode nur indirekt erwärmt werden. Es wurde jedoch beobachtet, daß die Techniker zur Beschleunigung des längeren Lötvorgangs, wie auch in **Abb. 12** zu sehen ist, mit der Kohleelektrode die Lotkugel direkt erhitzen. Dadurch kann es zur Überhitzung der Schmelze kommen. Dies führt zur Ausbildung eines größeren Kornes, wobei mit zunehmender Dauer der Überhitzung die Korngröße zunimmt. Erstarrt dann die Lotschmelze auf den kälteren Drahtoberflächen, kann es sogar zur Ausbildung eines dendritischen Gefüges kommen, wie raster-elektronenmikroskopische Aufnahmen in hohen Vergrößerungen bestätigen (**Abb. 29c**, **Abb. 43**) Durch die Überhitzung des Lotes sowie auch des Flußmittels kann es durch Verdampfung von Lotkomponenten oder Flußmittelbestandteilen zum Einschluß sehr großer Blasen kommen, wie aufgrund der korrosiven Eröffnung einiger Blasen in den Korrosionsuntersuchungen beobachtet werden konnte (**Abb. 42 a-c**).

Im folgenden werden die Ergebnisse der Qualitätsprüfung ausführlich diskutiert, dazu sei nochmals auf die Zusammenfassung der Ergebnisse in **Tab. 25** hingewiesen.

#### 7.2.1.2 Dauer des Lötvorgangs und Art der Erwärmung

Die Dauer des Lötvorgangs war signifikant unterschiedlich zwischen den drei Lötverfahren (**Tab. 25**). Bei den Verfahren Kohleelektrode und Transfersoldering gab es im Gegensatz zum Flammenlötverfahren keine signifikanten Unterschiede zwischen den Technikern (**Tab. 25**). Der Grund dafür liegt in der Handhabung der Verfahren. Die Kohleelektrodenlötung und das Transfersoldering werden beide weitestgehend maschinell am Punktschweißgerät durchgeführt. Die Erhitzung erfolgt bei der Kohleelektrodenlötung auf Knopfdruck durch den direkten Kontakt der Elektroden mit Lot und Werkstück. Der Lötvorgang dauert nicht mehr als durchschnittlich 2,5 s. Die von DORN (1979) empfohlene minimale Lötzeit von fünf bis zehn Sekunden wird deutlich unterschritten. Das Flußmittel hat nicht genügend Zeit, die bei der Erwärmung entstehenden Metalloxide aufzulösen, was die Voraussetzung für eine Benetzung des

flüssigen Lotes mit dem Grundwerkstoff sowie für Diffusionsvorgänge und Legierungsbildung darstellt (Kap. 2.8). Eine individuelle Einflußnahme auf die Dauer des Lötvorgangs ist kaum feststellbar, was durch die niedrige Standardabweichung und Variationsbreite der Ergebnisse bestätigt wird. Beim Transfersoldering erfolgt die Erhitzung ebenfalls durch Kontakt der Elektroden, dauert jedoch durch die nur indirekte Erhitzung des Werkstücks wesentlich länger. Die "Ausreißer nach oben" bei beiden Verfahren kamen durch ungenügende Reinigung der Kohlelektrode vor dem Lötvorgang zustande, wodurch der Stromdurchfluß behindert wird [8, 29].

Bei den Wasserstoffflammenlötungen haben die Techniker Einfluß auf die Dauer des Lötvorgangs, was die signifikanten Unterschiede erklärt. Durch individuelle Einstellung der Flammengröße, Flammenzonennutzung und damit Erhitzung der Teile und durch unterschiedlich langes Halten der Flamme nach dem Lotfluß ist die Lötzeit direkt beeinflussbar. Bei Techniker 2 war die Lötzeit signifikant kürzer als bei den anderen beiden Technikern. Bei der Beobachtung seines Lötvorgangs fiel auf, daß in der sehr heißen reduzierenden blauvioletten Flammenzone, also an der Spitze des inneren Kegels gelötet wurde, teilweise kam es zum Glühen des Lotes. Die Flamme wurde sofort nach Einschießen des Lotes in den Lötspalt entfernt. Techniker 1 und 3 löteten mit der Spitze der reduzierenden blauen Flammenzone. Zudem hielten sie die Flamme noch etwa eine Sekunde, nachdem das Lot in den Lötspalt geschossen war, auf die Lötstelle, bevor die Flamme entfernt wurde.

Die gleichen Beobachtungen zum Zusammenhang zwischen Flammenzonennutzung und Lötzeit machten GARDINER und AAMODT (1969) in vergleichenden Untersuchungen verschiedener Lötverfahren, die von zwei Technikern durchgeführt wurden. Die Mittelwerte der Lötzeit liegen allerdings bei den beiden Flammenlötverfahren über den von uns ermittelten Werten, wohingegen die mittlere Lötzeit bei der Kohlelektrodenlötung nur 0,5 Sekunden betrug [27].

### 7.2.1.3 Überlappungslänge und Geometrie der Lötverbindung

Sowohl die Überlappungslänge als auch die Geometrie der Lötverbindung unterliegen dem Einfluß des Technikers, was durch die statistisch signifikanten Unterschiede bei diesen Untersuchungsmerkmalen bestätigt wird (**Tab. 25**).

Techniker 1 hielt sich ziemlich exakt an die vorgegebene Überlappungslänge von fünf Millimetern mit nur geringer Standardabweichung. Er war der einzige, der eine Schablone beim Biegen zu Hilfe nahm. Techniker 2 hatte nicht nur die höchste Abweichung von der vorgegebenen Länge, sondern auch die größte Standardabweichung.

Die Messung der Überlappungslänge diente zum einen der Überprüfung der Einhaltungssorgfalt der Vorgaben, zum anderen der Einschätzung des Verhaltens bei den nachfolgenden mechanischen Zugbelastungsversuchen [66], welches nach HANNEMANN (1989) auch abhängig von der Überlappungslänge ist.

Ebenfalls relevant für das mechanische Verhalten ist, ob bei der Fügung der beiden Drähte die Längsachsen übereinstimmen. Eine nicht achsengerechte Verbindung der überlappenden Drähte bei 27 % der Lötstellen von Techniker 3 ist daher nicht akzeptabel.

### 7.2.1.4 Bearbeitungsspuren und Poliermittelrückstände

Eine glatte Oberfläche ist grundsätzlich korrosionsbeständiger als eine rauhe, da eine rauhere Fläche eine größere Oberfläche darstellt und dadurch dem chemischen Angriff mehr Fläche zur Verfügung stellt. Galvanische Elemente können an unterschiedlich rauhen Oberflächen [5, 13, 23, 26, 28] entstehen. Störstellen in der Passivationschicht wie Kratzer oder tiefere Polierriefen sind bevorzugte Startplätze für Lochfraßkorrosion [60]. Auch aus mikrobiologischen Gründen ist eine glatte Oberfläche besser als eine rauhe, welche Plaquebildung begünstigt. In der Plaque gebildete bakterielle Säuren können Passivationschichten lokal auflösen und so die Korrosion fördern [28, 49, 99].

Eine gründliche Politur der Lot- und Drahtoberfläche nach Bearbeitung mit Schleifinstrumenten ist daher dringend notwendig.

Bei zwei der Techniker traten bei 30 % der Lötstellen plaqueartige Auflagerungen auf, die mittels EDX-Analyse größtenteils als Poliermittelrückstände identifiziert wurden. Diese Beobachtungen zeigen, daß trotz des aufwendigen standardisierten Reinigungsprozesses noch Poliermittelrückstände auf den Lotoberflächen zu finden waren. Die Ultraschallreinigung ist möglicherweise nur unzulänglich geeignet, diese Poliermittelreste zu entfernen. Da jedoch bei dem dritten Techniker deutlich weniger plaqueartige Auflagerungen auftraten, könnte man auch vermuten, daß der Reinigungsprozeß nicht einheitlich nach Vorschrift durchgeführt wurde.

#### 7.2.1.5 Grad der Lotbedeckung und Impressionen der Kohlelektrode

Der Grad der Lotbedeckung im Überlappungsbereich, des Federendes und des 90°-Knickes war signifikant unterschiedlich zwischen den Verfahren (**Tab. 25**). Auch bei den Technikern gab es signifikante Unterschiede in diesen Merkmalen, außer bei der Beurteilung der Lotbedeckung des Federendes der Kohleelektrodenlötungen (**Tab. 25**). Der Grad der Lotbedeckung scheint also ebenfalls verfahrensabhängig und durch den Techniker steuerbar zu sein.

Bei dem Flammenlötverfahren kann die Lotmenge durch die manuelle Lotzufuhr individuell bestimmt werden. Die Dimensionierungsformen variierten mehr als bei den anderen beiden Verfahren und reichten von nur geringer Lotbedeckung bei zwei Dritteln der von Techniker 3 hergestellten Lötstellen bis hin zu vollständiger Ummantelung bei fast einem Viertel der Lötstellen von Techniker 1. Der Techniker kann ebenfalls durch die Lotzufuhr steuern, ob die abgeknipsten Federenden von Lot bedeckt werden, was die signifikanten Unterschiede hinsichtlich dieses Merkmals erklärt.

Bei der Kohleelektrodenlötung kann der Techniker die Lotmenge nicht individuell bestimmen, da das Lotplättchen zwischen die Elektroden und das Werkstück gespannt



wird. Die Dimensionierungen variierten deshalb nicht so deutlich wie bei den Wasserstoffflammenlötungen. Die signifikanten Unterschiede kamen nicht zuletzt durch die unterschiedliche Häufigkeit von abnormen Dimensionierungsformen zustande, die das Kohleelektrodenverfahren bei falscher Handhabung begünstigt. Eine Steuerung des Lotflusses und damit der Lotbedeckung ist nur sehr schwer zu erreichen. Der Techniker muß das Lotplättchen mittig plazieren, eventuell das Werkstück leicht bewegen und dabei verhindern, daß die Elektroden nach Verflüssigung des Lotes zu lange mit dem Draht in Kontakt kommen und Impressionen entstehen, die nicht mehr von flüssigem Lot bedeckt werden. Wird der Kontakt der Elektroden allerdings zu früh gelöst, ist das Lot nicht richtig geschmolzen und bedeckt den Lötspalt ungleichmäßig. Wulstförmige Dimensionierung auf der einen Seite und unbedeckte Lötspaltareale mit Impressionen auf der anderen Seite der Lötstelle sind die Folge. Diesen Fehler scheint Techniker 3 gemacht zu haben, was sowohl an seinem hohen Anteil irregulärer Dimensionierungsformen als auch an der Häufigkeit von Impressionen der Kohleelektrode und dem hohen Anteil nicht bedeckter Lötspaltareale abzulesen ist.

Beim Transfersoldering ist die Lotmenge ebenfalls durch den Lottropfen auf der Drahtelektrode festgelegt. Die Lotmenge ist etwas größer als bei dem Flußmittel gefüllten Lotplättchen, welches bei den Kohleelektrodenlötungen verwendet wird. Demzufolge war bei diesem Verfahren der höchste Anteil an Lötstellen mit vollständiger Ummantelung zu finden. Durch die indirekte und damit unzureichende Vorwärmung der Werkstücke bei diesem Verfahren ist das heiße Lot nicht geeignet, den Lötspalt und die benachbarten Gebiete vollständig zu benetzen. Es entstehen häufiger irreguläre Dimensionierungsformen, wenn das Lot durch die schnellere Erstarrung auf den kälteren Drahtoberflächen Tropfen und Buckel bildet.

Bei Techniker 2 war sowohl bei den Kohleelektrodenlötungen als auch bei den Transfersolderinglötungen trotz gleicher Lotmenge der Anteil an vollständig ummantelten Lötstellen deutlich geringer als bei den anderen Technikern. Der Grund hierfür ist, daß die Überlappungslänge bei Techniker 2 durchschnittlich 1 bis 2 mm über denen der anderen Techniker lag. Die ermittelten signifikanten Unterschiede sind also sicherlich zu relativieren und in Bezug zur Überlappungslänge zu setzen.

Nicht bedeckte Lötspaltareale unterschiedlicher Ausprägung traten mit insgesamt 24% bei dem Verfahren Kohlelektrode signifikant häufiger auf als bei den anderen Verfahren. Der Grund hierfür ist in der Art und Weise der direkten Erhitzung des Lotes sowie der zu verlötenden Teile zu suchen. Durch den Stromfluß wird sehr schnell die maximale Temperatur erreicht, bei der das Lot schmilzt. GARDINER und AAMODT (1969) stellten bei den Untersuchungen der Bruchflächen von Kohleelektrodenlötungen fest, daß größere Bereiche Hohlräume aufwiesen, und beobachteten im metallographischen Schliff geringere Diffusionszonen als bei den anderen untersuchten Verfahren. Die Autoren erklären diese Beobachtungen durch ungleichmäßige Hitzeverteilung entlang der zu verlötenden Drähte beim Lötvorgang, wodurch das Lot nicht geneigt sei, in den Lötspalt zu schießen. Aus demselben Grund ist wohl der Anteil nicht ausgeflossener Lötspaltareale bei den Transfersolderinglötungen höher als bei den Wasserstoffflammenlötungen, da hier die Erwärmung der zu verlötenden Drähte ebenfalls nur indirekt und unvollständig erfolgt. Bei diesem Verfahren kann der Techniker den Lotfluß durch manuelle Bewegung der Lötstelle noch eher steuern als bei den Kohleelektrodenlötungen.

Für die Festigkeit von Lötverbindungen ist sowohl der Füllgrad des Lötspaltes [3, 16, 43, 102, 103] als auch der Grad der Lotbedeckung der verbindenden Drähte von wesentlicher Bedeutung. Zugfestigkeitsuntersuchungen von O'TOOLE et al. (1985) ergaben, daß bei vollständiger Lotummantelung von Überlappverbindungen höhere Festigkeitswerte als bei geringerer Lotbedeckung des Lötspaltes erreicht wurden.

#### 7.2.1.6 Gasblasen, Lunker und Mikroporositäten

Bei den Flammenlötungen ist die Gefahr der Überhitzung durch die sehr heiße Flamme gegeben. Es wurde zudem mehr Flußmittel verwendet als beim Verfahren Kohlelektrode, bei dem die Flußmittelmenge im Lotplättchen konstant niedrig ist. Insgesamt war lediglich 1 % der Lötstellen frei von Gasblasen. Beim Transfersoldering ist der Anteil an Lötstellen mit mehr als 30 Gasblasen oder Gasblasen über 100 µm etwas höher als bei den Wasserstoffflammenlötungen. Gasblasen entstehen vor allem, wenn das Lot zu stark erhitzt wird. Verdampfende Komponenten werden

eingeschlossen, die glattwandige Hohlräume in der Lotnaht verursachen [2, 19]. Sie können aber auch entstehen, wenn das Flußmittel zu stark erhitzt wird, Blasen bildet und dadurch zu Porositäten im Lot führt. Durch den Bearbeitungs- und Polierprozeß werden diese auf der Oberfläche sichtbar.

Bei den Verfahren Wasserstoffflamme und Transfersoldering waren kaum Lunker auf der Lotoberfläche sichtbar, während bei den Kohleelektrodenlötungen Lunker signifikant häufiger zu finden waren. Diese Beobachtung läßt sich erklären durch die sehr kurze Dauer der hohen Temperatureinwirkung und die scheinbar schnellere Erstarrung des flüssigen Metalls im Gegensatz zu den anderen beiden Verfahren. Lunker sind Hohlräume, die als Folge der Erstarrungskontraktion auftreten. Sie entstehen, wenn bestimmte Bereiche des Lotes bereits erstarren, wenn andere noch in flüssiger Form vorliegen. Die erstarrenden Gebiete ziehen aus den noch flüssigen Gebieten aufgrund ihrer Erstarrungskontraktion flüssiges Metall ab, wodurch Schwindungshohlräume entstehen. Lunker befinden sich immer in denjenigen Bereichen, die zuletzt erstarren. Im Fall von Gußobjekten liegen diese meistens im Inneren oder in dünnen und kleinen Teilen. In der vorliegenden Untersuchung wurde festgestellt, daß bei den Lötungen Lunker aufgrund der einseitigen Erwärmung durchaus auch auf einer Seite der Oberfläche auftreten können.

Porositäten traten vor allem im Lotrandbezirk und an Stellen der Lötnaht auf, die bei der Lötung am weitesten vom Hitzezentrum entfernt waren. Innerhalb der einzelnen Verfahren gab es keine signifikanten Unterschiede zwischen den Technikern. Dies läßt den Schluß zu, daß die individuelle Arbeitsweise der einzelnen Techniker keinen Einfluß auf das Entstehen von Porositäten am Lotrand hat. Die Häufigkeitsverteilung der einzelnen Grade unterschieden sich bei den Kohleelektrodenlötungen und den Wasserstoffflammenlötungen kaum. Bei den Transfersolderinglötungen waren jedoch deutlich mehr Lötstellen mit Porositäten entlang des gesamten Lotrandes und auf der Lotoberfläche zu finden. Die Ursache hierfür liegt, wie schon erwähnt, in der Ausbildung eines dendritischen Gefüges durch die länger andauernde Überhitzung der Lotschmelze durch die heiße Kohleelektrode. Der Kristallisationskern eines jeden Kornes ist ein Dendrit und besteht aus höher schmelzenden Legierungsbestandteilen, die rasch

erstarren. Die Restschmelze erstarrt in den Außenbezirken eines solchen Kornes. Aufgrund der großen unregelmäßigen Form der Dendriten, die von der Restschmelze nicht vollständig ausgefüllt werden kann, kommt es zu interkristallinen Poren und Schrumpfungslunkern [47]. Nur die Bereiche des Drahtes, die unmittelbar in Kontakt mit der lottragenden Elektrode kommen, erreichen die Schmelztemperatur des Lotes. Auf den weiter entfernt liegenden kälteren Drahtoberflächen ist die Benetzung durch das erstarrende Lot herabgesetzt, am porösen Lotrandbereich kann keine diffusionsunterstützte Verbindung zum Draht entstehen. Dies ist auch der Grund, warum bei den Transfersolderinglötungen häufig abstehende Lotränder zu beobachten waren.

Nach WUICH (1972) und RABE et al. (1986) wirken ungenügend ausgefüllte Lötspalten durch Unterbrechung des Formschlusses zwischen Draht und Lötwerkstoff festigkeitsmindernd. Poren, Lunker und Einschlüsse begünstigen die Rißbildung im Werkstoff sowie bei entsprechender Belastung den Bruch [19]. WUICH (1972) betont, daß es hierbei jedoch nicht gleichgültig ist, ob der schlechte Füllgrad dadurch erzielt wurde, daß eine einzige große Pore vorhanden ist oder zahlreiche Mikroporositäten in der Lötverbindung enthalten sind. Grundsätzlich seien wenige, dafür aber große Einzelporen viel ungünstiger als über die gesamte Lötstelle verteilte Mikroporositäten. Neben der Festigkeitsminderung ist durch die vergrößerte Oberfläche des offenen Porensystems verstärkte Tiefenkorrosion als weiterer Nachteil zu nennen. Rauhe, spezifisch große Oberflächen der Poreinnenwände beschleunigen den Korrosionsablauf [80].

#### 7.2.1.7 Fehlerquellen bei Gestaltung der Lötverbindung und Art der Erwärmung

DORN (1985) empfiehlt, bei der Konstruktion von Lötstellen einen parallelwandigen Spalt anzustreben. Falls ein gleichmäßig paralleler Spalt nicht möglich ist, sollte sich der Spalt in Fließrichtung des Lotes verengen und nicht erweitern, damit das Lot durch den steigenden kapillaren Fülldruck in den Spalt gesaugt wird [20]. Insofern ist die in der vorliegenden Untersuchung angewandte Lötspaltkonstruktion als ungünstig zu bewerten. Durch die überlappende Verbindung zweier Drähte mit rundem Durchmesser

ist weder die Parallelwandigkeit des Lötspaltes noch die Verjüngung des Lötspaltes in Fließrichtung gewährleistet. In den Außenbereichen des Lötspaltes überschreitet die Lötspaltbreite das für das Spaltlöten empfohlene Maximum von 0,2 mm. Da die Drähte aneinanderliegend durch die Punktschweißung fixiert werden, ist im mittleren Bereich des Lötspaltes die minimale Lötspaltbreite von 0,05 mm sicherlich häufig unterschritten. Im gegenüberliegenden äußeren Bereich des Lötspaltes verbreitert sich dieser wieder. Wie in Kapitel 2.7.3 beschrieben, begünstigt dies die Lunkerbildung. Grundsätzlich läßt sich sagen, daß bei zu kleinen Lötspalten ( $< 0,05$  mm) die in den Lötspalt gelangende Flußmittelmenge nicht mehr ausreicht, um die beim Erwärmen entstehenden Oxidschichten aufzulösen [20, 88, 106]. Deshalb kann bei zu engen Lötspalten das eintretende flüssige Lot nicht in die Werkstückoberfläche diffundieren bzw. eine Legierungsbildung vornehmen [87, 88, 106]. Zum anderen ist bei zu engen Lötspalten der Lotfluß nicht gewährleistet. Bei ausbleibendem Platzwechsel von Lot und Flußmittel kommt es zu mangelhaftem Füllgrad, Einschlüssen von Flußmittelresten und Porositäten [2, 20, 92, 106]. Um diese Problematik zu beheben und damit möglicherweise auch eine Festigkeitssteigerung zu bewirken, muß über eine alternative Lötspaltkonstruktion nachgedacht werden. Durch mechanische Abflachung der Drähte im Überlappungsbereich ließe sich zumindest die geforderte Parallelität des Lötspaltes gewährleisten.

Bei allen drei Lötverfahren wurde das Prinzip der indirekten Erwärmung des Lötspaltes, wie in Kapitel 2.8 erläutert, nicht berücksichtigt. Bei Erwärmung des Werkstückes von der Seite, auf der das Lot angesetzt wird, besteht die Gefahr, daß das Lot nicht durch den gesamten Spalt fließt oder benachbarte Bereiche benetzt, sondern vom Spalt wegfließt [20]. Vor allem bei den Verfahren Transfersoldering und Kohlelektrode ist durch die Art der Erwärmung nicht gewährleistet, daß alle Bereiche des Lötspaltes auf die Arbeitstemperatur des Lotes erhitzt werden. WUICH (1972) weist in diesem Zusammenhang darauf hin, daß insbesondere bei höher legierten Stählen durch die schlechte Wärmeleitung immer die Neigung zu einem örtlichen Überhitzen eines Teiles der Lötfläche besteht, so daß knapp neben einer gut vorgewärmten Zone noch unter der Arbeitstemperatur befindliche Bereiche liegen können. Dies wirkte sich, wie schon oben erwähnt, sowohl auf den Füllgrad des Lötspaltes, auf das Auftreten abnormer

Dimensionierungsformen als auch auf die Oberflächenbeschaffenheit des erstarrenden Lotes aus.

### **7.2.2 Diskussion der Ergebnisse der Korrosionsuntersuchungen**

Alle drei untersuchten Korrosionslösungen führten bei den Lötstellen zu mehr oder weniger deutlich sichtbaren Korrosionserscheinungen. Bedingt durch die unterschiedliche Zusammensetzung der Korrosionsmedien wurden erwartungsgemäß auch unterschiedlich ausgeprägte Korrosionsreaktionen des rostfreien Stahls und des Lotes hervorgerufen. Neben Chloridionen, die in allen drei Testlösungen vorhanden waren und bekanntermaßen die Depassivierung von rostfreiem Stahl und Silberlot bewirken können, waren im Eisen-III-Chlorid aufgrund der hohen Oxidationszahl die Eisen-III-Ionen besonders reaktiv gegenüber den im Stahl enthaltenen Eisenionen. Der Zahnschmelzreiniger Kukis<sup>®</sup> enthält zusätzlich als reaktive Bestandteile die Oxidationsmittel Natriumperborat und Kaliumpersulfat, die aber wie die künstliche Speichellösung augenscheinlich nur Korrosionserscheinungen am Lot verursachten.

ROGERS (1979) und MUELLER (1982) beschreiben in Silberlotverbindungen die Existenz von korrosionsanfälligen mikrostrukturellen Phasen, die einen höheren Gehalt an Kupfer und Zink und einen geringeren an Silber haben. Diese kupfer- und zinkreichen Phasen reagieren anodisch, wohingegen der passivierte Stahl und die Silbermatrix als Kathode wirken [70]. Nach MUELLER et al. (1983) werden in chloridhaltigen Lösungen aus Silberlotverbindungen vor allem Zinkionen durch Oxidation zu Hydroxiden, Oxiden und Chloriden herausgelöst. Oxidation von Kupfer mit denselben Elementen tritt zwar auch auf, jedoch aufgrund des Redoxpotentials und elektrochemischer Betrachtungen unter weniger aktiven Bedingungen [72]. Silber wird in geringer Menge ebenfalls herausgelöst [69, 70]. MUELLER (1982) und ROGERS (1977) weisen darauf hin, daß die Passivierungsschicht des Drahtes durch die Flußmitteleinwirkung beim Lötprozeß zerstört wird, wodurch sich auch diese aktivierten Drahtoberflächen anodisch verhalten können. In Anwesenheit von Korrosionsmedien geben also sowohl der Stahldraht als auch das Silberlot Ionen ab [34, 42].

Die beschriebenen Untersuchungen anderer Autoren wurden durch die Ergebnisse der ICP-AES-Analyse der Testlösungen bestätigt. Die Lotbestandteile Zink, Kupfer und Silber konnten in unterschiedlichen Konzentrationen in den Testmedien nachgewiesen werden. Die Silberkonzentrationen waren in allen drei Korrosionsmedien erwartungsgemäß sehr gering, obwohl Silber mengenmäßig den größten Anteil in den drei verschiedenen Lotmaterialien ausmacht. Sowohl im Eisen-III-Chlorid-Test als auch in fast allen Korrosionslösungen des Zahnspangenreinigers wurden für den zweitgrößten Lotbestandteil Kupfer die höchsten Konzentrationen gefunden. Unter den weniger aggressiven Bedingungen im künstlichen Speichel wurden aufgrund der höheren Lösungstension für Zink die höchsten Konzentrationen ermittelt, obwohl im Lot mengenmäßig weniger Zink als Kupfer enthalten ist. Trotz der mengenmäßig unterschiedlichen Verhältnisse von Kupfer und Zink in den verschiedenen Lotlegierungen der jeweiligen Verfahren waren die festgestellten Konzentrationsverhältnisse für die Verfahren ähnlich.

In allen drei Korrosionsmedien ließen sich Unterschiede im Korrosionsverhalten zwischen den drei verschiedenen Lötverfahren erkennen, wohingegen sich die individuelle Arbeitsweise der drei Techniker nicht signifikant äußerte. Vor allem die Transfersolderinglötungen zeigten im Vergleich mit den anderen Verfahren die höchste Korrosionsanfälligkeit der beschriebenen porösen Lotoberflächen. Im dendritischen Gefüge liegt eine inhomogene Elementverteilung vor, die alleine schon Anlaß gibt für interkristalline Korrosion [47]. Aufgrund der Poren und Schrumpfungslunker zwischen den dendritischen Gefügen kommt es zusätzlich zu Lokal- und Belüftungselementen [47].

Zwischen den Wasserstoffflammen- und den Kohleelektrodenlötungen waren die Unterschiede in der ICP-AES-Analyse nicht so ausgeprägt wie zu den Ergebnissen der Transfersolderinglötungen. In den Eisen-III-Chlorid- und den künstlichen Speichelkorrosionslösungen wurden für die Kohleelektrodenlötungen leicht höhere Ionenkonzentrationen ermittelt. Im Zahnspangenreinigertest ergaben die Korrosionslösungen der Wasserstoffflammenlötungen etwas höhere Konzentrationswerte. Dies mag entweder an den andersartigen Korrosionsreaktionen im

Zahnspangereiniger liegen oder bei der geringen Anzahl der Prüfmedien auf Streuung zurückzuführen sein.

Im folgenden werden die Ergebnisse der einzelnen Korrosionstests ausführlich diskutiert, dazu sei nochmals auf den Überblick der Korrosionsergebnisse in **Tab. 44** verwiesen.

#### 7.2.2.1 Diskussion der Ergebnisse des Eisen-III-Chlorid-Tests

Allein die Tatsache, daß nach Immersion in Eisen-III-Chlorid der Stahldraht massivere Korrosionsschäden aufwies als die Lotoberfläche, zeigt, daß die Beobachtungen nicht einfach auf klinische Bedingungen übertragbar, sondern interpretationsbedürftig sind.

Der Test basiert auf der Tatsache, daß an den anodischen Stellen von gebildeten Lokalelementen am rostfreien Stahl Eisenatome zu Eisen(II)-Ionen oxidiert werden, die entweder als hydratisierte Ionen in Lösung gehen oder mit entsprechenden Anionen Verbindungen bilden, die mehr oder weniger fest am Metall haften [91]. Mit Hilfe dieses Tests konnten also sämtliche zu Korrosionselementen im Stahldraht führenden Lötfehler identifiziert werden, da dort das starke Oxidationsmittel Eisen-III-Chlorid drastische Spalt- und Lochfraßkorrosion hervorrief. Auch feine Qualitätsunterschiede der Lotoberflächen waren durch deutlich unterschiedliches Korrosionsverhalten leichter differenzierbar. Sämtliche Lötfehler wie unbedeckte Lötspalte, Impressionen der Kohlelektrode, Gasblasen und Lunken, aber auch Verarbeitungsmerkmale wie tiefe Polierriefen, Impressionen der Punktschweißung und nicht von Lot bedeckte abgeknipste Enden der Drähte zeigten nach Korrosion massive Defekte.

Das Drahtende der abgewinkelt angesetzten Feder wurde mit dem Seitenschneider abgeknipst. Die dadurch entstandenen scharfen Kanten und die nebeneinanderliegenden strukturell unterschiedlichen Bereiche mit hohem Verformungsgrad und unverformte Bereiche bildeten Kontakt- und Lokalelemente und führten daher zu massiven Korrosionsschäden in diesem Bereich. Ähnliche Beobachtungen beschreibt STEGEMANN



(1958), der anhand von Potentialmessungen an mit scharfkantigen Zangen stark verformten Drähten ebenfalls Korrosionserscheinungen feststellte.

HANNEMANN (1989) stellte in Gefügeuntersuchungen an Überlappverbindungen fest, daß es im rechtwinklig abgebogenen Draht aufgrund des kleineren Durchmessers zur größeren Erwärmung dieses Fügepartners kommt. Im Falle des von ihm ebenfalls untersuchten Drahtes Remanium<sup>®</sup> bedeutet dies die Aufhebung des durch die Kaltverformung stark zeiligen Gefüges durch den Lötvorgang. Aufgrund der Rekristallisation entstand ein polygonales Gefüge mittlerer bis größerer Korngröße. Diese veränderten Gefügestrukturen am 90°-Knick zeigten bei Lotrandlage in diesem Bereich bei Techniker 1 und 2 in über 50 % der Fälle massive Spaltkorrosion. Da diese Konstellation bei Techniker 3 bei weniger als 50 % der Lötstellen zur Korrosion führte und keine Unterschiede zwischen den Verfahren zu erkennen waren, liegt die Vermutung nahe, daß die Verformung bei diesem Techniker durch die Verwendung einer Rundzange geringer oder schonender war als mit der scharfkantigen Flachzange, die seine Kollegen benutzen.

Offene Lötspaltareale führten aufgrund der Entstehung von Belüftungselementen zu massiver Spaltkorrosion. Nach KRATZENSTEIN (1985) ist solch ein Spalt durch hohen Chlorionengehalt, niedrige Sauerstoffkonzentration und niedrigen pH-Wert gekennzeichnet. Hydrolyse und lokaler pH-Wertabfall beschleunigen den Korrosionsvorgang.

Sowohl BINDER (1976) und ROGERS (1978) als auch ZIETSMAN und FIDOS (1982) weisen auf die Gefahr der lokalen Gefügeschädigung von Stahldrähten durch elektrisches Widerstandsschweißen hin und betonen, daß dies zu lokaler Korrosionsanfälligkeit führt. Nach ROGERS (1978) führt die Anwendung einer zu hohen Stromstärke zu tiefen Impressionen im Draht, hitzegeschädigter Gefügestruktur und damit reduzierter physikalischer Eigenschaften. Um Überhitzung zu vermeiden, müssen die Kohleelektroden sorgfältig gereinigt werden, die Oberfläche muß glatt und eben sein, Funkenbildung beim Schweißprozeß ist ein Zeichen von Überhitzung [8, 29]. KRATZENSTEIN et al. (1985) beobachteten auch in vivo nach 14 Monaten Korrosionsbefall von Punktschweißverbindungen. Sie erklärten die

Korrosionsanfälligkeit allerdings mit eventuellen Verunreinigungen der Metalloberfläche durch die Kupferelektroden beim Schweißen.

#### 7.2.2.1.1 Gesamtbeurteilung der Stahlkorrosion

Bei den Wasserstoffflammenlötungen traten bei einem hohen Anteil der Lötstellen zahlreiche Stahldefekte auf. Bei diesem Verfahren werden die Drahtteile mit der Flamme direkt erhitzt, die Gefahr der Überhitzung und infolgedessen die Beeinflussung der Gefügestruktur des Stahldrahtes ist relativ hoch. LAIRD und von FRAUNHOFER (1972) stellten in metallographischen Untersuchungen der Gefügestrukturen von Draht und Lot fest, daß bei den Flammenlötungen deutliche Veränderungen der Kornstruktur mit Chromcarbidausscheidungen im Stahldraht auftraten, während die Hitzeschädigung bei den mittels Widerstandslötung hergestellten Lötstellen vernachlässigbar klein war. Die Ursache dafür, daß in den vorliegenden Untersuchungen bei den Kohleelektrodenlötungen dennoch mehr Korrosionsschäden als bei den Wasserstoffflammenlötungen auftraten, lag in den häufig beobachteten lokalen Gefügeveränderungen im Stahldraht durch Impressionen der Kohleelektrode, die nach Korrosion größtenteils massive Korrosionsschäden aufwiesen. Unter den Kohleelektroden waren zudem mehr Lötstellen mit unbedeckten Lötspaltarealen, auch diese zeigten nach Immersion in Eisen-III-Chlorid massive Stahldefekte. Beim Transfersoldering werden die Drähte nur indirekt erhitzt, so daß die Stahldefekte erwartungsgemäß deutlich schwächer ausfielen. Zum anderen waren die nachgewiesenermaßen korrosionsanfälligen abgek nipsten Federenden häufiger mit Lot bedeckt worden als bei den anderen Verfahren und somit vor Korrosion geschützt. Ein weiterer Faktor könnte der Grad der Lotbedeckung sein. Wenn die Lötstelle vollständig mit Lot ummantelt ist, ist der Umfang der Lotrandbezirke geringer und damit auch das Vorhandensein von Kontaktelementen, die zu Stahldefekten am Lotrand führen könnten.

#### 7.2.2.1.2 Korrosionsschäden auf der Lotoberfläche

Auch auf der Lotoberfläche führten sämtliche Korrosionselemente bildende heterogene Gefügebereiche und Lötfehler wie Gasblasen, Lunker und Porositätenester zu Korrosionserscheinungen, die von flachen Erosionen bis hin zu Lochfraß reichten. Die beobachteten Korrosionsschäden fielen allerdings nicht so drastisch aus wie im Stahldraht.

Vor allem die Transfersolderinglötungen zeigten wie einleitend schon erwähnt im Vergleich mit den anderen Verfahren die höchste Korrosionsanfälligkeit der stark porösen Lotoberflächen. Bei den Kohleelektrodenlötungen fiel die Beurteilung des Korrosionsangriffes etwas besser aus als bei den Wasserstoffflammenlötungen, hinsichtlich der Korrosionsschäden am Lotrand war die Häufigkeitsverteilung innerhalb der Bewertungsgrade sehr ähnlich.

Bei den beschriebenen rostfarbenen Korrosionsprodukten, die auf der Lotoberfläche und am Lotrand nach der Aufbewahrung an Luft zu beobachten waren, handelte es sich im wesentlichen um Eisenoxid (Rost) beziehungsweise Eisenhydroxid.

#### 7.2.2.1.3 Vergleich der ICP-AES-Analysen mit den rasterelektronenmikroskopischen Beurteilungen

Mit der ICP-AES-Analyse wurden die Konzentrationen der Lotbestandteile Silber, Kupfer und Zink bestimmt. Damit können nur zur Korrosion des Lotes quantitative Aussagen gemacht werden. Folglich konnten die Ergebnisse der rasterelektronenmikroskopischen Beurteilung der Stahlkorrosion nicht anhand der herausgelösten Ionenmenge verglichen werden. Die Reihung der Techniker nach Höhe der Ionenkonzentrationen innerhalb eines Verfahrens ist identisch mit der Reihung der Techniker aufgrund der visuellen Beurteilung der Lotoberfläche, obwohl die Unterschiede bei den Verfahren Wasserstoffflamme und Kohleelektrode gering sind. Die deutlich schlechtere Bewertung des Transfersolderingverfahrens hinsichtlich der Korrosionsschäden auf der Lotoberfläche findet sich durch deutlich höhere Ionenkonzentrationen der Lotbestandteile in den Korrosionsmedien dieses Verfahrens

bestätigt. Die Unterschiede zwischen den Verfahren Kohlelektrode und Wasserstoffflamme sind nur gering. Die Tatsache, daß die Ionenkonzentrationen beim Verfahren Kohlelektrode trotz der besseren rasterelektronenmikroskopischen Beurteilung der Lotoberflächenkorrosion höher waren als bei den Wasserstoffflammenlötungen, liegt vermutlich an dem deutlich stärkeren Stahlangriff bei diesem Verfahren. Dadurch wurden höchstwahrscheinlich auch angrenzende Lotbestandteile herausgelöst, was bei der rasterelektronenmikroskopischen Beurteilung der Lotoberflächen, beziehungsweise des Lotrandes, außer acht gelassen wurde.

#### 7.2.2.2 Diskussion der Ergebnisse im Zahnspangenreinigertest

Die Untersuchungen im Zahnspangenreinigertest bestätigten die Beobachtungen anderer Autoren [26, 71, 72, 80], daß Silberlotverbindungen kieferorthopädischer Drähte durch Bestandteile handelsüblicher Zahnspangenreiniger angegriffen werden. Wie auch von RABE et al. (1986) berichtet, waren Korrosionserscheinungen bevorzugt in der Umgebung von Gasblasen, Lunkern und Porositäten sowie an nicht diffusionsunterstützten Lotrandarealen zu beobachten.

Nach 48stündiger Immersion der Lötstellen in Zahnspangenreiniger wiesen wie auch im Eisen-III-Chlorid-Test die Transfersolderinglötungen die ausgeprägtesten Korrosionsschäden sowohl auf der Lotoberfläche als auch am Rand auf. Auch bei einigen Wasserstoffflammenlötungen waren entlang des vom Draht abgehobenen Randes Korrosionsprodukte zu beobachten. Die Kohleelektrodenlötungen ließen im Vergleich zu den anderen Korrosionstests insgesamt nur schwache Korrosionserscheinungen erkennen. Der Grund dafür liegt darin begründet, daß bei den Kohleelektrodenlötungen weniger Gasblasen auf den Lotoberflächen auftraten, in denen die korrosionsmindernden Eigenschaften der Zahnspangenreiniger nicht mehr zur Geltung kommen. Zwischen den Technikern waren die Unterschiede weniger ausgeprägt als zwischen den Verfahren.

Wie schon erwähnt, werden in chloridhaltigen Lösungen Kupfer, Zink und auch Silber in unterschiedlichem Maße durch Oxidation zu Hydroxiden, Oxiden und Chloriden

herausgelöst [72]. Aufgrund der Anwesenheit von Schwefelverbindungen (Persulfate) im Zahnsparngereiniger wurden vermutlich auch Sulfide gebildet. Oxide, Hydroxide und Sulfide von Kupfer und Zink sind unlöslich in wässrigen Lösungen, wohingegen Chloride von Kupfer und Zink wasserlöslich sind [72]. Bei den beobachteten festhaftenden Belägen auf der Lotoberfläche handelt es sich daher vermutlich um Oxide, Hydroxide und Sulfide. RABE et al. (1986) beobachteten nach Immersion von Silberlotverbindungen in Zahnsparngereiniger ebenfalls braunschwarze Beläge, die sie als metallisches Silber identifizierten. Die Beläge ließen sich rasterelektronenmikroskopisch als fein verzweigtes Netz aus Silberdendriten differenzieren. Die mit bloßem Auge erkennbaren grünen, pulvrigen "Ausblühungen" an Poren wiesen in der EDX-Analyse Phosphor, Kupfer und Zink auf. Dies wird durch die Untersuchung von RABE et al. (1986) bestätigt, der die intensive Grünfärbung auf die Anwesenheit von Kupferionen zurückführt.

#### *Vergleich der ICP-AES-Analysen mit den Beurteilungen mittels REM und Lupe*

Wie schon beim Eisen-III-Chlorid-Test war die Reihung der Techniker nach Höhe der Ionenkonzentrationen innerhalb eines Verfahrens identisch mit der Reihung der Techniker aufgrund der visuellen Beurteilung der Lotoberfläche, obwohl auch hier die Unterschiede sehr gering waren. Die Konzentrationen der herausgelösten Lotbestandteile waren bei den Transfersolderinglötungen mehr als viermal so hoch wie die der Wasserstoffflammenlötungen, wodurch bestätigt wird, daß die durch Transfersoldering erreichte Qualität der Lotoberfläche wesentlich korrosionsanfälliger ist als bei den anderen Verfahren.

Die Korrosionseffekte, die durch die Reinigungslösungen in vitro hervorgerufen werden, bleiben in vivo oft unbemerkt, da während der zwischenzeitlichen Nutzungsperiode die Korrosionsprodukte durch den Speichel, durch Kauprozesse und Mundhygienemaßnahmen entfernt werden und eine scheinbar unangegriffene Oberfläche zurücklassen [72]. Das heißt jedoch nicht, daß keine Korrosion stattgefunden hat. MUELLER (1983) vermutet sogar, daß durch die Entfernung der

Korrosionsprodukte und dadurch immer wiederkehrender Zerstörung der Passivierungsschicht die Korrosionsraten noch verstärkt werden.

Reinigungsmittel mit einem hohen pH-Wert und hoher Chloridionenkonzentration bedingen eine höhere Korrosionsanfälligkeit der Metallegierungen als Reinigungsmittel mit geringerem Chloridgehalt, da Chloridionen bekanntermaßen die Auflösung von Passivierungsschichten und damit Lochfraßkorrosion fördern [71]. Neben dem pH-Wert und der Chloridionenkonzentration können auch andere Bestandteile der Zahnschmelzreiner die Korrosionsresistenz von Metallteilen herabsetzen. Dabei handelt es sich beispielsweise um Oxidierungsmittel wie Perborate und Peroxide [72], die im hier verwendeten Zahnschmelzreiner Kukis<sup>®</sup> enthalten sind.

Trotz der bewiesenen Korrosionsanfälligkeit von Lötstellen in Zahnschmelzreinigern sollte auf eine derartige Reinigung der kieferorthopädischen Geräte nicht verzichtet werden. Die vielfältigen aktiven und passiven Hilfsteile kieferorthopädischer Geräte bieten eine Vielzahl von Retentionsnischen für mikrobielle Plaque und stellen für die Hygiene eine besondere Problematik dar [15]. Die Keimbesiedlung ist in zweierlei Hinsicht unerwünscht. Die Metabolite des Bakterienstoffwechsels und die mechanische Reizung durch anhaftenden Zahnstein irritieren lokal die oralen Gewebe und können zu Gingivitiden und Stomatitiden führen [15, 86]. Zum zweiten können auch kieferorthopädische Geräte als Keimträger in einer Infektionskette Patient/Praxisteam/Labor wirken [15]. Durch effektive Hygienemaßnahmen können diese Risiken verhindert werden. Sowohl MACCALLUM (1968) als auch DIEDRICH (1989) bestätigen, daß Bürstenreinigung mit Zahnpasten allein unzureichend ist, um eine effiziente Plaquereduktion von herausnehmbarem Zahnersatz oder kieferorthopädischer Apparaturen zu erzielen. Die Untersuchungen DIEDRICHS (1989) belegen, daß diese Problematik nur mit Reinigungstabletten effektiv vermindert werden kann. MUELLER (1979) betont allerdings, daß vermieden werden muß, die herausnehmbaren Apparaturen für mehrere Stunden in die Reinigungslösung einzulegen. Die vom Hersteller empfohlenen Einwirkzeiten müssen unbedingt eingehalten werden.

Der Kieferorthopäde und auch der Patient haben im Normalfall nicht genügend Informationen über die genaue Zusammensetzung der zahlreichen Zahnschmelzputzmittel. In der vorliegenden Arbeit wurde nur ein Zahnschmelzputzmittel untersucht. Weitere Untersuchungen sind nötig, um die erhältlichen Produkte hinsichtlich ihrer Wirkmechanismen und chemischen Zusammensetzung zu charakterisieren und zu vergleichen, um Entscheidungen für eventuell weniger aggressive Produkte zu ermöglichen.

MUELLER (1982) weist darauf hin, daß auch chemischen Bestandteilen von Mundspüllösungen und Zahnpasten Aufmerksamkeit gewidmet werden muß. Vor allem die festsitzenden kieferorthopädischen Apparaturen werden im Mund Hygiene- und kariesprotektiven Maßnahmen ausgesetzt. MUELLER (1982) konnte Metallauflösungsreaktionen von Silberlotverbindungen in Mundspüllösungen nachweisen, die auf Zinkchlorid als aktiven Bestandteil zurückzuführen waren. Auch für Fluoride wird beschrieben, daß sie Silberlotverbindungen angreifen können [70].

#### 7.2.2.3 Diskussion der Ergebnisse der Korrosionsuntersuchungen in künstlichem Speichel

Da die korrosiven Eigenschaften des künstlichen Speichels auf seinem Chloridionengehalt beruhen und nicht wie bei den anderen beiden Testlösungen durch zusätzlich enthaltene Oxidationsmittel erhöht werden, wirkte er wesentlich weniger aggressiv auf die Lotoberflächen der Lötungen. Vielfach traten lediglich Anlauferscheinungen der Lötstellen auf. An deutlich porösen Lotrandbereichen und zusätzlich mit Gasblasen bedeckten Lotoberflächenbereichen konnten jedoch auch mit bloßem Auge Korrosionserscheinungen beobachtet werden.

Die ermittelten Ionenkonzentrationen im künstlichen Speichel als Korrosionslösung waren trotz der 90tägigen Immersionsdauer wesentlich niedriger als in den Eisen-III-Chlorid- und Kukis<sup>®</sup>-Korrosionslösungen. Die Ionenkonzentrationen aller drei Lotbestandteile lagen unter 1µg/ml. Die Unterschiede zwischen den Technikern und auch zwischen den Verfahren sind gering. Die Ionenmengen pro Lötstelle betragen für

Kupfer zwischen 1,3 und 3,3 µg und für Zink zwischen 0,2 und maximal 5,5 µg bei den Transfersolderinglötungen.

Verschiedene Autoren haben die Korrosionsanfälligkeit von kieferorthopädischen Apparaturen mittels ICP-AES- oder AAS-Analysen der herausgelösten Metallbestandteile nachgewiesen [5, 7, 34, 36, 72, 76, 94]. MUELLER et al. (1983) fanden nach dreiwöchiger Immersion (37° C) von Silberlotverbindungen kieferorthopädischer Drähte (Flammenlötungen) in je 150 ml zwei verschiedener Reinigerlösungen Kupferkonzentrationen von 0,3 ppm bzw. 9,6 ppm und Zinkkonzentrationen von 0,8 bzw. 5 ppm, es werden allerdings keine Angaben über die Überlappungslänge der Lötungen gemacht. Die Werte, die BERGE et al. (1982) nach 24tägiger Immersion von Silberlotverbindungen kieferorthopädischer Drähte in 0,9% Natriumchloridlösung bei 37° C erzielten, betragen für Silber 1,1 µg, Kupfer 157,5 µg und Zink 173,5 µg (die Werte beziehen sich auf 10 Proben, die Überlappungslänge betrug 11 cm). Abweichungen in den Versuchsaufbauten (Korrosionsmedien, Immersionsdauer und Probendesign) erschweren jedoch den direkten Vergleich der Analyseergebnisse mit den Ergebnissen der vorliegenden Untersuchung. Näherungsweise läßt sich jedoch sagen, daß die ermittelten Werte in derselben Größenordnung liegen.

Um die Folgen der Korrosion auf eine mögliche Schädigung des Organismus beurteilen zu können, wird versucht, mit Hilfe von Zellkulturuntersuchungen das zytotoxische Potential der korrosiv herausgelösten Metallionen einzuschätzen [35, 37, 51, 85]. Da die Korrosionsanfälligkeit zahnärztlicher Legierungen neben Zusammensetzung, Gußgefüge und Verarbeitung wie schon erwähnt von einer Reihe biologischer Faktoren abhängt, ist es schwierig, aus Ergebnissen von in-vitro-Versuchen auf das Verhalten in der Mundhöhle zu schließen [30, 81]. Die akute Toxizität von Metallionen hängt nach REULING (1989) von einer Vielzahl von Faktoren ab wie z. B. dem Ausmaß der Resorption aus dem Gastrointestinal- bzw. Respirationstrakts, des Verteilungs- und Ausscheidungsverhaltens im Organismus, der Konzentration in den jeweiligen Organen und Geweben, der Bildung von Metallsalz und Komplexverbindung, der Reaktion und Wechselwirkung mit anderen Metallen und der möglichen Potenzierung oder Hemmung der Metalltoxizität durch körpereigene oder körperfremde Stoffe. Dagegen können



chronische Intoxikationen entweder durch lokalisierte Anreicherung eines Schadstoffes im Organismus oder durch Summierung toxischer Einzelereignisse im Zielorgan entstehen [81]. Solche Prozesse sind denkbar durch Blockierung von Proteinen, Nucleinsäuren und anderen biologisch relevanten Molekülen durch Bindung von Metallionen (z.B. Inaktivierung von Enzymsystemen) [55, 70, 81] oder durch Störungen von Elektrolytgleichgewichten mit nachfolgender Funktionstörung der betroffenen Organe oder Gewebe [81].

Viele Metallbestandteile von Legierungen, wie auch Kupfer und Zink, zählen zu den essentiellen Spurenelementen im Organismus und werden über die Nahrung aufgenommen. Der tägliche Bedarf an Zink beträgt bei einem erwachsenen Menschen etwa 15 mg [81]. Zink gilt als essentielles Spurenelement für Wachstum, Entwicklung und Fortpflanzung des Menschen, daher besitzen Zinkmangelercheinungen eine wesentlich höhere Bedeutung als Zinküberschuß. Laut REULING (1989) sind bisher keinerlei mutagene bzw. kanzerogene Wirkungen beschrieben worden. Der tägliche Kupferbedarf des Menschen beträgt 0,03 bis 0,08 mg pro Körpergewicht, jedoch kann es auch zu Kupferintoxikationen kommen, wobei der Bindung freier Kupferionen an Proteine und der daraus resultierenden Funktionsbeeinträchtigung dieser Eiweiße die größte Bedeutung zukommt [81]. Auch Nickel und Chrom stellen im Gegensatz zu Silber essentielle Spurenelemente des menschlichen Körpers dar.

Die *in vitro* gemessenen herausgelösten Ionenkonzentrationen nach Immersion kieferorthopädischer Drähte und Apparaturen liegen wie auch in der vorliegenden Untersuchung weit unter dem täglichen Bedarf an diesen Spurenelementen [7, 53, 76]. Aus oben genannten Gründen kann jedoch keine Korrelation der *in vitro* erhaltenen Werte zur biologischen Verträglichkeit hergestellt werden.

Neben der möglichen toxischen Wirkungen von Metallbestandteilen auf den Organismus ist eine Allergisierung durch Kontakt mit metallischen Werkstoffen denkbar [28]. DUNLAP (1989) beschreibt den Fall einer Patientin mit vorhandener Nickelallergie, bei der während der kieferorthopädischen Behandlung allergische Reaktionen der Mundschleimhaut auftraten. KOPPENBURG et al. (1988) sehen jedoch die Gefahr einer Induktion von Nickel- und anderen Metallallergien durch Eingliederung

kieferorthopädischer Apparaturen in die Mundhöhle als äußerst gering bis widerlegt an. Diese Erkenntnisse werden von anderen Autoren bestätigt [9, 45]. Sie gehen davon aus, daß orale Hypersensitivitäten lediglich Symptome darstellen, die bei einer bereits bestehenden Überempfindlichkeitsreaktion verstärkt wurden. Selbst bei Patienten mit bestehender Nickelallergie sei bei kontrolliertem Einsetzen unter Vermeidung von Hautkontakt die Eingliederung einer kieferorthopädischen Apparatur möglich.

Bis jedoch vollständig bekannt ist, in welchem Ausmaß gelöste Metallbestandteile Reaktionen toxikologischer, mutagener, kanzerogener oder allergischer Natur hervorrufen können, sollte der Kieferorthopäde beim Einsatz von Materialien auf die Verträglichkeit der Werkstoffe untereinander und auf materialangepaßte Fügeverfahren achten.

### **7.3 Schlußfolgerungen**

Die Korrosionsuntersuchungen zeigten, daß das Ausmaß der verfahrensbedingten Lötfehler (Gasblasen, Porositäten, offene Lötspaltareale, durch Überhitzung strukturveränderte Bereiche und mangelnde Legierungsbildung am Lotrand) die Korrosionsanfälligkeit von Silberlotverbindungen sowohl im Testmedium Eisen-III-Chlorid als auch in den klinisch relevanteren Korrosionslösungen Zahnsparngereiniger und künstlicher Speichel erhöhen. Die drei verschiedenen Lötverfahren ließen deutliche Unterschiede im Korrosionsverhalten erkennen, wohingegen die individuelle Arbeitsweise der drei Techniker nur geringe Auswirkungen zeigte.

Die Untersuchung der einzelnen Verfahren ergab deutliche verfahrensbedingte Unterschiede in den Qualitätsmerkmalen, wobei jedes Verfahren eigene Schwachstellen erkennen ließ. Die geringe Lötbarkeit des Kohleelektrodenverfahrens in Bezug auf mangelnde Lotbedeckung des Lötspaltes bei einem Viertel der Lötstellen, die mechanische Schwächung durch Impressionen der Kohleelektrode und die aufwendigere Handhabung dieses Verfahrens werden durch das akzeptable Korrosionsverhalten nicht aufgewogen. Das Verfahren Transfersoldering erwies sich

bezüglich des Korrosionsangriffs als am ungünstigsten. Korrosiv eröffnete Blasen und die vom Draht abgehobenen Lotränder sind zudem aus plaqueretentiven und hygienischen Gründen bedenklich. Aus den obengenannten mechanischen und korrosiven Aspekten sind die Verfahren Kohleelektrode und Transfersoldering für die routinemäßige Anwendung nicht zu empfehlen. Insofern kann die Aussage von GASTON (1951) nur unterstützt werden, der den Einsatz des elektrischen Widerstandslöten mittels Kohleelektrode nur dort empfiehlt, wo das Flammenlöten nicht möglich ist. Mit dem Flammenlötverfahren könnten die besten Ergebnisse bezüglich äußerem Erscheinungsbild, mechanischer Stabilität und Korrosionsverhalten erreicht werden, wenn insbesondere Temperatur und Lötzeit in engen Toleranzen gehalten werden. Es bleibt abzuwarten, ob die signifikanten Unterschiede der Techniker bezüglich Lötzeit, Dimensionierung und Füllgrad des Lötspaltes bei den Wasserstoffflammenlötungen und den damit verbundenen Konsequenzen für die Festigkeit der Lötverbindungen durch die mechanischen Zugbelastungsversuche [66] bestätigt werden.

Da in vivo nach einer Tragezeit von 10 Monaten Korrosionsschäden nicht nur an den gelöteten Hilfsteilen kieferorthopädischer Apparaturen, sondern auch an Brackets, den stark gebogenen Teilen von Adamsklammern, Schrauben etc. zu erwarten sind [60], sollte unabhängig vom therapeutischen Plan die Verweildauer der KFO-Geräte beschränkt werden.

Die teilweise signifikanten Unterschiede in den Qualitätsmerkmalen auch bei den verschiedenen Technikern lassen sich durch unterschiedlichen Ausbildungsstand und unterschiedliche Fähigkeiten der einzelnen Techniker erklären. Unter Berücksichtigung der diskutierten Literatur (Kap. 2) und den in der vorliegenden Untersuchung bestätigten Aspekten können dem Zahntechniker die folgende Empfehlungen gegeben werden, die bei Mißerfolgen helfen sollen, eine Fehleranalyse vorzunehmen und vorbeugende Maßnahmen für die Zukunft zu treffen:

- Alle Oxidreste auf den Lötflächen müssen mit sauberen Schleifkörpern entfernt werden, damit das Lot den Grundwerkstoff vollständig benetzen kann. Das Aufräumen der Lötfläche verbessert die Benetzbarkeit des Lotes.

- Um eine Überhitzung des Drahtes beim Flammenlötverfahren zu vermeiden, sollte in der vorderen reduzierenden blauen Flammenzone gelötet werden; ein Glühen der Drahtteile muß vermieden werden.
- Auch das Lot sollte vor Beginn des Lötens mit Flußmittel versehen werden, um es vor Oxidation zu schützen.
- Das Flußmittel muß durch die Erwärmung langsam getrocknet werden, um Blasenbildung und damit Porositäten in der späteren Lötnaht zu vermeiden. Aus demselben Grund darf auch das Lot nicht überhitzt werden.
- Eine indirekte Erwärmung des Lötspaltes von der der Lotzufuhr entgegengesetzten Seite ist durchzuführen, um einen ungestörten Lotfluß durch den gesamten Lötspalt und eine gleichmäßige Benetzung zu gewährleisten.
- Bei längerer Lötzeit und zu hoher Temperatur besteht die Gefahr der Oxidbildung aufgrund verminderter Wirkung des Flußmittels durch Sättigung desselben mit Metalloxiden. Die Dauer des Lötvorgangs sollte daher drei Minuten nicht überschreiten.
- Eine vollständige Ummantelung der Drähte im Überlappungsbereich fördert zum einen die mechanische Stabilität der Verbindung, zum anderen werden lokale elektrochemische Elemente zwischen Lotrand und Draht auf ein Mindestmaß reduziert. Daher muß eine vollständige Bedeckung des Lötspaltes und der abgeknipsten Drahtenden sichergestellt werden.
- Das Werkstück ist langsam abzukühlen, um mechanische Spannungen und Kristallbildungsfehler aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnungskoeffizienten von Draht und Lot zu vermeiden.
- Eine sorgfältige Politur der Oberflächen nach dem Löten muß vorgenommen werden, da Poren, Inhomogenitäten und schlecht ausgearbeitete Oberflächen die Korrosionsanfälligkeit fördern.
- Aus haftungsrechtlichen Gründen sollten ausschließlich Legierungen mit dem CE-Zeichen verwendet werden.

Vor Einsatz einer kieferorthopädischen Apparatur sollte durch den Techniker bei jeder Lötstelle eine Qualitätskontrolle nach obengenannten Kriterien erfolgen und eventuelle

fehlerhafte Lötungen revidiert oder aussortiert werden. Als Restrisiko bleibt, daß Lötungen aus elektrochemischer Sicht Problembereiche darstellen. Dieses läßt sich vollständig nur durch Vermeidung reduzieren. Lötungen sollten daher weitestgehend eingeschränkt werden.

## 8 Zusammenfassung

In der vorliegenden Untersuchung wurden die in der Poliklinik für Kieferorthopädie der Universität Würzburg vorwiegend verwendeten Lötverfahren auf ihre Lötbarkeit, das heißt die Bewährung bei routinemäßig durchgeführten Fügearbeiten im zahntechnischen Labor untersucht und den Einfluß der individuellen Arbeitsweise des Zahntechnikers überprüft. Bei den Verfahren handelte es sich um ein Flammenlötverfahren (Wasserstoff/Sauerstoffgasgemisch) und zwei Verfahren, die auf elektrischer Widerstandserhitzung basieren: die Lötung mittels Kohleelektrode und das Transfersoldering. Insgesamt wurden 324 Lötstellen von drei verschiedenen Technikern mittels der drei Verfahren hergestellt. Die Lötstellen wurden als Überlappverbindungen des kieferorthopädischen rostfreien Stahldrahtes Remanium<sup>®</sup> der Firma Dentaaurum mit den Verfahren entsprechenden Silberloten der Firmen Ormco und Dentaaurum gefertigt.

Bei allen Technikern wurde bei den einzelnen Verfahren die Lötzeit gemessen. Die visuelle Qualitätsprüfung der Lötstellen erfolgte zum einen in 8-10 facher Vergrößerung mit dem Stereomikroskop und zum anderen rasterelektronenmikroskopisch vor und nach Einlage in die Korrosionsmedien. Die Lötstellen wurden anhand von Lötfehlern wie Gasblasen, Lunkern, Porositäten, Impressionen der Kohleelektrode und nicht ausgeflossenen Lötspaltarealen, sowie Merkmalen des Herstellungsprozesses (Lötzeit, Überlappungslänge, Dimensionierung, Bearbeitungsspuren und Poliermittelrückstände) graduell eingestuft und die prozentualen Häufigkeiten bestimmt. Die Korrosionstests der Proben erfolgten für je 12 Lötstellen pro Techniker und Verfahren in drei verschiedenen Korrosionsmedien: 60 Minuten lang in zehnpromzentiger Eisen-III-Chloridlösung (je 25 ml, Raumtemperatur), 48 Stunden lang in Zahnspangenreiniger Kukis<sup>®</sup> (aufgelöst in je 100 ml Leitungswasser, Raumtemperatur) und 90 Tage lang bei 37°C in je 70 ml künstlichem Speichel (Geigy). Die unverdünnten Korrosionsmedien wurden mittels ICP-AES-Analysen (Atomemissionsspektroskopie mit Anregung durch ein induktiv gekoppeltes Plasma) auf den Ionengehalt der Lotbestandteile Silber, Kupfer und Zink hin überprüft. Die Ergebnisse der graduellen Auswertungen wurden mittels Chi-Quadrat-Verteilungstest und Kruskal-Wallis-Test mit dem Statistikprogramm SPSS statistisch ausgewertet.

Die Korrosionsuntersuchungen zeigten, daß das Ausmaß der verfahrensbedingten Lötfehler (Gasblasen, Porositäten, offene Lötspaltareale, durch Überhitzung strukturveränderte Bereiche und mangelnde Legierungsbildung am Lotrand) die Korrosionsanfälligkeit von Silberlotverbindungen sowohl in Zahnspangenreinigern als auch in künstlichem Speichel erhöhen. Die drei verschiedenen Lötverfahren ließen deutliche Unterschiede im Korrosionsverhalten erkennen, wohingegen sich die individuelle Arbeitsweise der drei Techniker nicht signifikant äußerte.

Die Untersuchung der einzelnen Verfahren ergab deutliche verfahrensbedingte Unterschiede in den Qualitätsmerkmalen. Die geringe Lötsicherheit des Kohleelektrodenverfahrens in Bezug auf mangelnde Lotbedeckung des Lötspaltes, die mechanische Schwächung durch Impressionen der Kohlelektrode und die aufwendigere Handhabung dieses Verfahrens werden durch das akzeptable Korrosionsverhalten nicht aufgehoben. Das Verfahren Transfersoldering erwies sich bezüglich des Korrosionsangriffs als besonders ungünstig. Aufgrund oben genannter mechanischer und korrosiver Aspekte sind die Verfahren Kohlelektrode und Transfersoldering für die routinemäßige Anwendung nicht zu empfehlen. Beim Flammenlötverfahren wirkten sich individuelle Arbeitsweise und Fähigkeiten der Techniker, erkennbar an den teilweise großen Schwankungen in der Dauer des Lötvorgangs und in den Qualitätsmerkmalen, am deutlichsten aus. Um eine Optimierung des Flammenlötverfahrens zu erreichen, wurden unter Berücksichtigung der Literatur und den in der vorliegenden Untersuchung bestätigten Aspekten Empfehlungen bezüglich lötgerechter Gestaltung des Lötspaltes, lötgerechter Erwärmung und Dimensionierung der Proben gegeben.

## 9 Literaturverzeichnis

1. ASTM: Standard test methods for pitting and crevice corrosion resistance of stainless steels and related alloys by the use of ferric chloride solution. G 48-76 (1980).
2. ANGELINI E., BONINO P., PEZZOLI M.: Corrosion resistance of solder joints for removable partial dentures. *Dent Mater* 4, 255-260 (1988).
3. ANGELINI E., PEZZOLI M., ROSALBINO F., ZUCCHI F.: Influence of corrosion on brazed joints' strength. *J Dent* 19, 56-61 (1991).
4. BACKENSTOSE W. M., WELLS J. G.: Side effects of immersion-type cleansers on the metal components of dentures. *J Prosthet Dent* 37, 615-621 (1977).
5. BERGE M., GJERDET N. R., ERICHSEN E. S.: Corrosion of silver soldered orthodontic wires. *Acta Odontol Scand* 40, 75-79 (1982).
6. Bericht des 2. Dental Laser Anwendertreffens in Hannover. *Quintessenz Zahntech* 24, 88-89 (1998).
7. BARETT R. D., BISHARA S. E., QUINN J. K.: Biodegradation of orthodontic appliances  
Part I. Biodegradation of nickel and chromium in vitro. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 103, 8-14 (1993).
8. BINDER R. E.: Orthodontic Welding. *JCO* 10, 137-139 (1976).
9. BISHARA S. E., BARETT R. D., SELIM M. I.: Biodegradation of orthodontic appliances  
Part II. Changes in the blood level of nickel. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 103, 115-119 (1993).



10. BORCHMANN M.: Elektrochemische Korrosionsuntersuchungen an hochgoldhaltigen und edelmetallreduzierten Goldlegierungen und deren Lotmaterialien. Med Diss, Hamburg 1986.
11. BROWN T., MITCHELL R., BARENIE J.: Evaluation of five silver soldering techniques. J Pedod 6, 235-243 (1982).
12. BUNDESGESUNDHEITSAMT: Legierungen in der zahnärztlichen Therapie. Informationsschrift, Berlin 1993.
13. CANAY S., OKTEMER M.: In vitro corrosion behavior of 13 prosthodontic alloys. Quintessenz Int 23, 279-287 (1992).
14. COMBE E. C.: Zahnärztliche Werkstoffe. Zusammensetzung - Verarbeitung - Anwendung. Hanser München 1981.
15. DIEDRICH P.: Keimbesiedlung und verschiedene Reinigungsverfahren kieferorthopädischer Geräte. Fortschr Kieferorthop 50, 231-239 (1989).
16. DIEBERT E.: Mechanisch- technologische und metallographische Untersuchungen an Lötungen von Dentallegierungen. Dtsch Zahnärztl Z 33, 543-546 (1978).
17. DIN 8505: Teil 1 - Löten, Allgemeines, Begriffe; Teil 2 - Löten, Einteilung der Verfahren, Begriffe. Beuth Berlin 1979.
18. DIN 50900: Korrosion der Metalle. Beuth Berlin 1975.
19. DOBBERSTEIN H., KUCHAR B., BERNHARDT W., ZUHRT R.: Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung von Bruchflächen der Dentallegierung „Sipal306“ nach Lötung bzw. Laserschweißung. Zahn Mund Kieferheilkd 78, 513-515 (1990).
20. DORN L.: Hartlöten – Grundlagen und Anwendungen. Kontakt & Studium, Maschinenbau Band 146. Expert Sindelfingen 1985.

21. DUNLAP C. L.: Allergic reactions to orthodontic wires – report of case. J Am Dent Assoc 118, 449-450 (1989).
22. EDIE J. W., ANDREASEN G. F., ZAYTOUN M. P.: Surface corrosion of nitinol and stainless steel under clinical conditions. Angle Orthod 51, 319-324 (1985).
23. EICHNER K. : Klinische Beurteilung dentaler Legierungen. Dtsch Zahnärztl Z 40, 266-274 (1985).
24. ENGEL H.: Vergleichende Untersuchungen zweier in-vitro Korrosionsmethoden unter Verwendung edelmetallreduzierter Dentallegierungen. Med Diss Mainz 1983.
25. FEEG M.: Vergleich verschiedener Lötverfahren und des Laserschweißens in der Kieferorthopädie hinsichtlich ihres Korrosionsverhaltens. Med Diss Würzburg (in Arbeit)
26. FRAUNHOFER J. A. von: Corrosion of orthodontic devices. Semin Orthod 3, 198-205 (1997).
27. GARDINER J. H., AAMODT A. C.: Some aspects of soldering stainless steel - a metallurgical investigation. Dent Pract Dent Rec 20, 65-76 (1969).
28. GASSER F., KÜNZI H. U., HENNING G.: Metalle im Mund. Quintessenz Berlin 1984, 168-172.
29. GASTON N. G.: Chrome alloy in orthodontics. Am J Orthod 37, 779-796 (1951).
30. GEIS-GERSTORFER J.: Korrosionserscheinungen an Lötverbindungen von Nichtedelmetall-Dentallegierungen und deren Einfluß auf die Festigkeit der Verbindung. Dtsch Zahnärztl Z 40, 1118-1122 (1985).

31. GEIS-GERSTORFER J., HUTTEMANN H.: REM-Untersuchungen zur Korrosionsbeständigkeit von Lotstellen an Nicht-Edelmetall-Legierungen. Quintessenz Zahntech 12, 329-340 (1986).
32. GEIS-GERSTORFER J., WEBER H.: Der Einfluß von Kaliumrhodanid auf das Korrosionsverhalten edelmetallfreier Dentallegierungen. Dtsch Zahnärztl Z 40, 87-91 (1985).
33. GEIS-GERSTORFER J., WEBER H.: Grundsätzliches zur Methodik potentiodynamischer Polarisationsmessungen an Dentallegierungen in künstlichen Speicheln. Dtsch Zahnärztl Z 42, 91-97 (1987).
34. GJERDET N. R., HERO H.: Metal release from heat treated orthodontic archwires. Acta Odontol Scand 45, 409-414 (1987).
35. GLATZMAIER J., SCHWEIZER C., RUDZKI-JANSON I.: Cytotoxizität orthodontischer Drahtlegierungen – Eine in vitro Studie. ZWR 104, 686-688 (1995).
36. GRIMSDOTTIR M. R., GJERDET N. R., HENSTEN-PETTERSEN A.: Composition and in vitro corrosion of orthodontic appliances. Am J Orthod Dentofacial Orthop 101, 525-532 (1992).
37. GRIMSDOTTIR M. R., HENSTEN-PETTERSEN A., KULLMANN A.: Cytotoxic effect of orthodontic appliances. Eur J Orthod 14, 47-53 (1992).
38. HANNEMANN M., MINARSKI P., LUGSCHEIDER E., DIEDRICH P.: Werkstoffkundliche Untersuchungen zum Löten verschiedener orthodontischer Drähte. Fortschr Kieferorthop 50, 506-517 (1989).
39. HERAEUS Edelmetalle GmbH: Löten. Hanau 1987.
40. HERRMANN D.: Biokompatibilität dentaler Legierungen. Dtsch Zahnärztl Z 40, 261-265 (1985).

41. HOFER H., FISCHER J.: Verarbeitung von Edelmetallegierungen – Mißerfolge und deren Ursachen. *Quintessenz Zahntech* 23, 1513-1517 (1997).
42. INGERSLEV C. H.: Influence of heat treatment on the physical properties of bent orthodontic wire. *Angle Orthod* 36, 236-47 (1966).
43. JAGGI D.: Physikalische und metallographische Untersuchungen an Lötungen in metallhaltiger Dentallegierungen in Abhängigkeit des Lötverfahrens. *Med Diss Basel* 1988.
44. JANDA R., KAPPERT H. F.: *Medizinproduktegesetz MPG - Auswirkungen auf das zahntechnische Labor.* Quintessenz Berlin 1996.
45. JANSON G. R. P., DAINESI E. A., CONSOLARO A., WOODSIDE D. G., FREITAS M. R. de: Nickel hypersensitivity reaction before, during and after orthodontic therapy. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 113, 655-660 (1998).
46. KAESCHE H.: *Die Korrosion der Metalle.* Springer Berlin 1979.
47. KAPPERT H. F.: Verarbeitungsprobleme bei Palladium- und NEM-Legierungen. In: Siebert G. K. (Hrsg.): *Dentallegierungen in der zahnärztlichen Prothetik. Technologie - Klinik - Biokompatibilität.* Hanser München 1989.
48. KAPPERT H. F.: Moderne Metallkeramik-Systeme mit Omega 900. *Zahnärztl Mitt* 86, 40-50 (1996).
49. KAPPERT H. F., JONAS I., RAKOSI T.: Zur Bedeutung des Korrosionsfaktors bei der Bracket-Adhäsiv Technik. *Fortschr Kieferorthop* 45, 271-283 (1984).
50. KAPPERT H. F., JONAS I., RAKOSI T.: Korrosionsverhalten verschiedener orthodontischer Drähte. *Fortschr Kieferorthop* 49, 358-367 (1988).
51. KAPPERT H. F., SAALER B., BECK T.: Zellkulturprüfungen von Dentallegierungen. *Phillip J* 11, 281-288 (1994).

52. KEROSUO H., MOE G., HENSTEN-PETTERSEN A.: Salivary nickel and chromium in subjects with different types of fixed orthodontic appliances. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 111, 595-598 (1997).
53. KEROSUO H., MOE G., KLEVEN E.: In vitro release of nickel and chromium from different types of simulated orthodontic appliances. *Angle Orthod* 65, 111-116 (1995).
54. KHIER S. E., BRANDLEY W. A., FOURNELLE R. A.: Structure and mechanical properties of as-received and heat treated stainless steel orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 93, 206-212 (1988).
55. KLÖTZER W. T.: Biologische Aspekte der Korrosion. *Dtsch Zahnärztl Z* 40, 1141-1145 (1985).
56. KNIGHT G., ANTHONY T. H.: Orthodontic Soldering. *Trends & Techniques* 43-46 (1991).
57. KNOSP H.: Grundlagen des Lötens in der Zahntechnik. *Dent Lab* 40, 249-55 (1992).
58. KÖRBER K., LUDWIG K.: Zahnärztliche Werkstoffkunde und Technologie. 2. überarb. Aufl. Thieme Stuttgart 1993, 336-337.
59. KOPPENBURG P., BACHER M., GEIS-GERSTORFER J., SAUER K.-H., KRATZENSTEIN B., WEBER H.: Die kieferorthopädische Apparatur - ein Schritt zur Sensibilisierung gegen Metalle? *Fortschr Kieferorthop* 49, 62-69 (1988).
60. KRATZENSTEIN B., WEBER H., GEIS-GERSTORFER J., KOPPENBURG P.: In-vivo-Korrosionsuntersuchungen an kieferorthopädischen Apparaturen. *Dtsch Zahnärztl Z* 40, 1146-1150 (1985).

61. KRATZENSTEIN B., KOPPENBURG P., SAUER K.-H., GEIS-GERSTORFER J., WEBER H.: Speichelanalysen kieferorthopädischer Patienten zum Nachweis gelöster metallischer Bestandteile. *Quintessenz* 4, 693-703 (1988).
62. LAIRD W. R. E., FRAUNHOFER J. A. von: Silver soldered joints in stainless steel - a comparative evaluation of techniques. *Br Dent J* 132, 263-267 (1972).
63. LAKATOS-VARSÁNYI M., WEGRELIUS L., OLEFJORD I.: Dissolution of stainless steel in artificial saliva. *Int J Oral Maxillofacial Implants* 12, 387-398 (1977).
64. LENZ E.: Dentallegierungen. In Meiners H., Lehmann K. M. (Hrsg.): *Klinische Materialkunde für Zahnärzte*. Hanser München 1998.
65. LINGE L.: Reinigung abnehmbarer kieferorthopädischer Behandlungsgeräte. *Fortschr Kieferorthop* 25, 150-152 (1964).
66. LÖBLEIN J.-M.: Vergleich verschiedener Lötverfahren und des Laserschweißens in der Kieferorthopädie hinsichtlich mechanischer Eigenschaften. *Med Diss Würzburg*, in Arbeit.
67. MACCALLUM M., STAFFORD G. D., MACCULLOCH W. T., COMBE E. C.: Which Cleanser? A report on a survey of denture cleansing routine and the development of a new denture cleanser. *Dent Pract* 19, 83-89 (1968).
68. MARXKORS R.: Elektrochemische Vorgänge an metallischen Fremdstoffen in der Mundhöhle. *Med Habil Münster* 1964.
69. MUELLER H. J.: Silver and gold solders - analysis due to corrosion. *Quintessenz Int* 12, 327-337 (1981).
70. MUELLER H. J.: Some considerations regarding the degradational interactions between mouth rinses and silver-soldered joints. *Am J Orthod* 81, 140-146 (1982).

71. MUELLER H. J., GREENER E. H., MARKER B. C.: Corrosion by external polarisation of soldered orthodontic wires in cleanser solutions. *Am J Orthod* 76, 555-564 (1979).
72. MUELLER H. J., STANFORD J. W., FAN P. L.: Silver solders exposed to cleansers. *J Am Dent Assoc* 106, 43-46 (1983).
73. NEUMÜLLER O. - A.: Römps Chemie-Lexikon. 8. Aufl., Band 2., Keller & Co Stuttgart 1981, 1063.
74. O'TOOLE T. J., FURNISH G.M., FRAUNHOFER J. A. von: Tensile strength of soldered joints. *J Prosthet Dent* 53, 350-352 (1985)
75. PÄBLER K., HOTTINGER B.: Werkstoffkundliche Untersuchungen mit dem Dentallaser DI 2002. *Quintessenz Zahntech* 23, 909-919 (1997).
76. PARK H. Y., SHEARER T. R.: In vitro release of nickel and chromium from stimulated orthodontic appliances. *Am J Orthod* 84, 156-159 (1983).
77. PARKER J. H.: An improved soldering technic. *Angle Orthod* 30, 95-98 (1960).
78. PITNER P., ROSSIWALL B.: Untersuchungen über die Korrosion von abnehmbaren kieferorthopädischen Apparaturen durch selbsttätige Reinigungsmittel. *Fortschr Kieferorthop* 36, 570-582 (1975).
79. PRSKAWETZ I.: Lote und Löten in der Zahntechnik. *Dent Lab* 19, 39-42 (1971).
80. RABE H., MIETHKE R. - R., NEWSELY H.: Gefüge und Festigkeit von Silberloten für die Kieferorthopädie nach Behandlung mit handelsüblichen Zahnspangenreinigern. *Dtsch Zahnärztl Z* 41, 714-719 (1986).
81. REULING N.: Biologische Verträglichkeit (Biokompatibilität) von Dentallegierungen. In: Siebert G. (Hrsg.): *Dentallegierungen in der zahnärztlichen Prothetik*. Hanser München 1989.

82. ROGERS O. W.: A study in the control of crevice corrosion of silver soldered stainless steel joints. *Br Dent J* 143, 397-403 (1977).
83. ROGERS O. W.: The resistance welded stainless steel interface. *Aust Dent J* 23, 465-467 (1978).
84. ROGERS O. W.: A metallographic evaluation of the stainless steel silver solder joint. *Aust Dent J* 24, 13-16 (1979).
85. ROSE E. C., JONAS I. E., KAPPERT H. F.: In-vitro Untersuchung zur biologischen Bewertung kieferorthopädischer Drähte. *Fortschr Kieferorthop* 59, 253-264 (1998).
86. ROSSIWALL B.: Können auch säurefreie Reinigungsmittel Korrosion an kieferorthopädischen Dehnschrauben bedingen? *Quintessenz* 7, 75-78 (1973).
87. SAITO T., SANTOS J. F. F.: Studies on microstructure of gold soldered joints. *J Dent Res* 58, 1108-1114 (1979).
88. SCHATZ J.: Metallurgische Vorgänge zwischen Hartlot und Grundwerkstoff und Folgerungen für die lötgerechte Konstruktion. *Schweißen und Schneiden* 9, 522-530 (1957).
89. SCHOPF P.: Kieferorthopädie. Band 1, 2. Aufl. Quintessenz Berlin 1994.
90. SCHORN G.: Medizinproduktegesetz - Gesetzestext mit amtlicher Begründung und einer Einführung. Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft Stuttgart 1994.
91. STEGEMANN K.: Korrosionserscheinungen an Dentallegierungen - Teil II. Untersuchungen an Dental-Edelstählen. *Dtsch Zahnärztl Z* 13, 105-116 (1958).
92. STEIDL P.: Schweiss- und Löttechnik – praktische Hinweise zum Flammenlöten unter Bezug auf die Dentaltechnik. Gebr. Gloor AG, Burgdorf (1982).



93. STRIETZEL R., BUCH D.: Löten und Laserschweißen von Dentallegierungen. Dent Lab 3, 403-409 (1996).
94. STRIETZEL R., GEBHARDT A.: Korrosion kieferorthopädischer Drähte nach chemischer und mechanischer Belastung. Kieferorthop 11, 215-220 (1997).
95. TOMS A. P.: The corrosion of orthodontic wire. Eur J Orthod 10, 87-97 (1988).
96. WEBER H.: Zum Korrosionsverhalten dentaler Legierungen. Dtsch Zahnärztl Z 40, 254-260 (1985).
97. WEIBBACH W.: Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung. Vieweg Braunschweig 1922.
98. WIESE H.: Das Medizinproduktegesetz - Wesentliche Inhalte für die Zahntechnik. Quintessenz Zahntech 23, 373-378 (1997).
99. WILSON M., KPENDEMA H., NOAR J. H., HUNT N., MORDAN N. J.: Corrosion of intra-oral magnets in the presence and absence of biofilms of streptococcus sanguis. Biomaterials 16, 721-725 (1995).
100. WITT E., GEHRKE M.-E.: Leitfaden der kieferorthopädischen Technik. 2. Auflage. Quintessenz Berlin 1988.
101. WIRZ J., STEINEMANN S.: Korrosionsvorgänge in der Mundhöhle. Phillip J 2, 81-85 (1987).
102. WIRZ J., JAGGI D., SCHMIDLI F.: Die Qualität von Lötverbindungen Teil I: Lötverfahren, Prüfmethode und Zugfestigkeit. Quintessenz 41, 111-117 (1990).
103. WIRZ J., JAGGI D., SCHMIDLI F.: Die Qualität von Lötverbindungen Teil II: Biegefestigkeit, Elastizitätsmodul, metallographische Gefüge. Quintessenz 41, 323-330 (1990).

104. WIRZ J., SCHMIDLI F., JÄGER K.: Korrosionsresistenz von Lotstellen nichtedelmetallhaltiger Legierungen. Quintessenz Zahntech 17, 1140-1150 (1991).
105. WIRZ J., SCHMIDLI F., STEINEMANN S., WALL R.: Aufbrennlegierungen im Spaltkorrosionstest. Schweiz Monatsschr Zahnmed 97, 571-590 (1987).
106. WUICH, W.: Löten. Vogel Würzburg 1972.
107. ZIETSMAN S. T., FIDOS H.: Electrical resistance welding of orthodontic wires. J Dent Assoc S-Afr, 880-884 (1982).

## 10 Anhang

### 10.1 Gerätedaten

#### **Dentaurum "Assistent" (Best.Nr.: 080-000)**

- Spannung: 220 V ~/50 Hz
- zweistufige Schweiß- und Lötstärkenregulierung

#### **Dentaurum "Master 2002" (Best.Nr. : 082-000)**

- Spannung: 220 V ~/50 Hz
- Nennleistung: 300 VA
- Impulsstrom: 1000 A
- Stufenlose hochauflösende Dosierung der Schweiß- und Lötintensität,
- reproduzierbare Einstellung der Schweiß- und Lötenergie durch digitale Ladungsmengenanzeige

#### **Dentaurum "Hydro-Lötgerät electronic" (Best.Nr. : 097-000)**

- Spannung: 220 V ~ / 50 Hz
- 600 bzw. 700 Watt
- Handstück mit Drehventil zur Regulierung der Gasmenge

### 10.2 Korrosionsmedien

#### **Eisen-III-Chlorid, wasserfrei (Merck, Schuchard, Deutschland)**

- Nr. 803945S21028703, EWG-Nr. 2317294
- Gehalt ideometrisch > 98%

**Kukis<sup>®</sup>, Spezialreiniger für Zahnsparren (Reckitt & Colmann Deutschland AG, Hamburg, Deutschland)**

Inhaltsstoffe nach Herstellerangabe auf der Packung:

Sodium Perborate, Potassium Monopersulfate, Sodium Bicarbonate, Citric Acid, Sodium Citrate, Sodium Carbonate, Sodiumsulfate, PEG 350, Sorbitol, Flavor, Sodium Dodecyl Benzene Sulfonate, Disodium Ricinoleamido MEA Sulfosuccinate, Silica, Sodium Chloride, Sulfamic Acid, Metenamine, Cetylpyridiniumchloride, C.I. 42090, C.I. 61570, C.I. 45380.

**Künstlicher Speichel (Ciba-Geigy)**

Zusammensetzung und Herstellungsanleitung:

Lösung I:

- 229 mg = 1,56 mmol Calciumchlorid + 2 H<sub>2</sub>O
- 61 mg = 0,3 mmol Magnesiumchlorid + 6 H<sub>2</sub>O
- 636 mg = 10,88 mmol Natriumchlorid
- 450 mg = 6,04 mmol Kaliumchlorid

die Substanzen werden in 500 ml sterilem Aqua dest gelöst

Lösung II:

- 263 mg = 1,93 mmol Kaliumdihydrogenphosphat
- 506 mg = 2,91 mmol di-Kaliumhydrogenphosphat

die Substanzen werden in 500 ml sterilem Aqua dest gelöst

Lösung I und Lösung II werden gemischt, pH-Wert der Lösung ist 6,9 und die Lösung darf nicht ausfallen.

## **Danksagung**

Herrn Prof. Dr. Emil Witt möchte ich meinen herzlichen Dank für die freundliche Überlassung des Themas, die stets großzügige Unterstützung meiner Arbeit sowie für die Übernahme des Referates aussprechen.

Herrn Prof. Dr. Roger Thull danke ich für die Übernahme des Korreferates. Seinen Mitarbeitern Herrn Dr. Uwe Gbureck und Herrn Dr. Klaus Pieger danke ich für die wertvolle Hilfe bei der Planung und der Durchführung der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen.

Für die Betreuung dieser Arbeit und seine stetige Hilfsbereitschaft danke ich Herrn Dr. Rainer Werz.

Herrn Martin Feeg danke ich für die gute Zusammenarbeit bei der Planung und Durchführung von experimentellen Untersuchungen.

Mein Dank geht auch an Herrn Dr. Werner Hopp vom Analytischen Dienstleistungszentrum des Fraunhofer Institutes für Silikatforschung für die Durchführung der ICP-AES-Analysen sowie Herrn Alois Spahn für die wertvolle Hilfestellung bei der statistischen Auswertung.

Frau Christa Lapins danke ich für die fotografische Dokumentation.

Mein besonderer Dank gilt den Technikern der Poliklinik für Kieferorthopädie für die Herstellung des umfangreichen Probenmaterials.



# Lebenslauf

---

## Persönliche Angaben:

---

Name: Jutta Heidemann  
Geburtsdatum/ -ort: 04.06.1974 in Münster/Westfalen  
Eltern: Dr. Klaus Heidemann, Diplomphysiker,  
Brigitte Heidemann, geb. Voß, ehemalige Realschullehrerin

---

## Schulausbildung:

---

1980-1984 Höchster Grundschule in Dortmund  
1984-1993 Gymnasium Oberkochen  
Mai 1991 Allgemeine Hochschulreife

---

## Hochschulausbildung:

---

01. November 1993 Beginn des Studiums der Zahnmedizin an der  
Bayerischen Julius-Maximilians-Universität Würzburg  
20. Oktober 1994 Naturwissenschaftliche Vorprüfung  
18. April 1996 Zahnärztliche Vorprüfung  
24. November 1998 Zahnärztliche Prüfung  
07. Dezember 1998 Approbation als Zahnärztin

---

## Berufstätigkeit:

---

Seit März 1999 Assistenz Zahnärztin / wissenschaftliche Mitarbeiterin an  
der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der  
Bayerischen Julius-Maximilians-Universität Würzburg  
(Direktor: Prof. Dr. Bernd Klaiber)

---

## Dissertation:

---

April 1997 Beginn der Dissertation  
17.-21. September 1998 Posterdemonstration bei der 70. Wissenschaftlichen  
Jahrestagung der DGKFO zum Thema:  
„Korrosionsverhalten verschiedener Lötverfahren bei  
KFO-Geräten - ein Vergleich mit Laserschweißungen“  
25. September 1999 Vortrag bei der 72. Wissenschaftlichen Jahrestagung der  
DGKFO: „Aspekte der Qualitätssicherung bei kiefer-  
orthopädischen Fügearbeiten im zahntechnischen Labor“.

*Jutta Heidemann*