

### 3 Material und Methode

Für den Zugversuch nach DIN EN 10002: 1991 wurde die Legierung BegoPal® 300 ausgewählt. Dies ist eine Palladiumbasis-Legierung für die sowohl die DIN EN ISO 9693 für Metall-Keramik-Systeme als auch die DIN EN ISO 8891 für Dental-Gusslegierungen mit einem Edelmetallanteil von 25 % bis unter 75 % gilt. In Tab.1 und 2 sind die chemischen und mechanischen Eigenschaften (nach Herstellerangaben) dargestellt.

Bestandteile	Masse-%	Atom-%
Au	6.0	3.2
Pd	75.4	75.5
Ru	0.1	0.1
Ag	6.2	6.1
In	6.3	5.8
Ga	6.0	9.2

Tab. 1: Chemische Zusammensetzung BegoPal® 300 (BEGO)

Größe	Einheit	Wert
Dichte	[g/cm <sup>3</sup> ]	11,0
Mittlere Korngröße	[µm]	35
Vickershärte	(HV5)	220/240/260
Dehngrenze (Rp )	0,2: MPa	450/520/540
Bruchdehnung (A5)	[%]	30/28/25
Elastizitätsmodul	[MPa]	ca. 135.000
Schmelzintervall	[°C]	1320 - 1175
Gießtemperatur	[°C]	1390
WAK	20-600 [°C]	10 <sup>-6</sup> · K <sup>-1</sup>

Tab. 2: Mechanische Eigenschaften der Legierung BegoPal® 300 (BEGO)

### 3.1 Prüfkörperherstellung

Zur Herstellung der Zugstäbe wurden DIN- gerechte Wachsformen der Fa. DENTAURUM verwendet. Diese Prüfkörper wurden im Spritzgussverfahren mit speziell gehärtetem Wachs erstellt, welches bricht, bevor es sich verbiegt. Die Anstiftung der Zugstäbe erfolgte mit einem 5 mm Wachsdraht, die ursprüngliche bügelförmige Anstiftung wurde somit v-förmig begradigt. Dies diente nur der Metallersparnis, da Palladium zum Zeitpunkt der Versuchsdurchführung mit 250 U.S. \$ per ounce so teuer war, wie seit 20 Jahren nicht mehr. Vorversuche im Labor des Herstellers zeigten keine Unterschiede zwischen den bügelförmig oder v-förmig angestifteten Prüfkörpern in ihrem Ausfließverhalten. Die Wachsprüfkörper wurden jeweils zu zweit in einer Muffel der Größe 6 (Fa. BEGO) auf dem dazugehörigen Gusmuldenformer festgewachst und in der Einbettmasse Wirovest<sup>®</sup> DIN 13919 Charge 10183 102000 mit der dazugehörigen Flüssigkeit Begosol 90 %ig der Firma BEGO nach Herstellerangaben eingebettet.

Es wurde kein Fließpapier benötigt, da ein ringloses Verfahren zum Einbetten der Muffeln verwendet wurde. Zum Auffüllen einer Muffel wurden 400 g Einbettmasse und 60 ml Flüssigkeit benötigt, die mit der BEGO Motova SL Anrührmaschine 60 s unter Vakuum angerührt wurden. Nach dem Einbetten der Prüfkörper auf dem Rüttler kam jede Muffel für 5 min bei 4 bar in einen Drucktopf (ohne Wasser), um eine möglichst glatte Oberfläche der Zugkörper zu erhalten. Evtl. Luftblasen, die beim Einbetten sich an den Prüfkörpern ansetzen, konnten so entweichen. Nach Erhärten der Einbettmasse wurden die Gusmuldenformer und die Manschetten, die als Hilfe zum ringlosen Einbetten benötigt wurden, abgezogen.

Alle Muffeln wurden auf die für die Legierung notwendige Gießtemperatur von 850 °C vorgewärmt und in der Nautilus<sup>®</sup> Gießanlage unter Verwendung von Schmelzpulver (Auromelt HF Ch. 108 Fa. BEGO) gegossen und langsam abgekühlt. Für jede Muffel wurden ca. 50 g der Legierung BegoPal<sup>®</sup> 300 mit der Chargen-Nr.106870 verwendet. Die Nautilus ist eine Vakuum-Druckgussmaschine, die Schmelz- und Gießkammer mit zwei Schubladen unterteilt. Die Legierung wird im oberen Teil der Gießanlage eingelegt und durch Induktionsspulen, die um die Keramiktiegelhalbschalen verlaufen, aufgeschmolzen. In sauerstoffreduzierter Atmosphäre unter Vakuum wird innerhalb von Sekunden die Schmelze aus den Tiegel-Halbschalen in die Muffel gepresst. Der gesamte Schmelzprozess wurde über ein Fenster mit integrierter

Blauglasscheibe beobachtet. Mit Hilfe einer Stoppuhr wurde jeder Guss 10 s nach Verschwinden des Glutschattens ausgelöst [47]. Nach ca. 15 s wird der Druck aufgehoben, die Schmelze ist erstarrt.

Die Muffeln wurden entnommen und auf ein Gitter zum Abkühlen gestellt. Anschließend wurden die Prüfkörper mit einem Ausbetthammer aus der Einbettmasse geschlagen und Reste mit Korund (Korox 250 µm Fa. BEGO) bei 1,5 bar abgestrahlt. Die Abtrennung von den Gusskanälen erfolgte mit Keramiktrennscheiben (Fa. BEGO), das Verschleifen der Gusskanalreste mit Steinchen.

Es wurden 10 Versuchsserien mit jeweils 8 Prüfkörpern erstellt (s. Tab. 3).

Serie	Material	Fügestand	Korrosionszustand
1	Neumaterial	ungefügt	nicht korrodiert
2	Altmaterial	ungefügt	nicht korrodiert
3	Neumaterial	gelötet	nicht korrodiert
4	Neumaterial	gelötet	korrodiert
5	Neumaterial	gelasert stumpf	nicht korrodiert
6	Neumaterial	gelasert stumpf	korrodiert
7	Altmaterial	gelasert stumpf	nicht korrodiert
8	Altmaterial	gelasert stumpf	korrodiert
9	Neumaterial	gelasert mit Zulegematerial	nicht korrodiert
10	Neumaterial	gelasert mit Zulegematerial	korrodiert

**Tab. 3: Übersicht Versuchsserien 1-10**

Die gegossenen Zugstäbe wurden zufällig auf die jeweiligen Neu- bzw. Altmaterialserien verteilt und anschließend durch eine Gravur mit einem Rosenbohrer beidseits der Probenköpfe eindeutig für jede Serie markiert. Mit Hilfe

eines Lineals wurde die Probenmitte ermittelt und mit einem wasserfesten Edding gekennzeichnet. Die zu fügenden Prüfkörper wurden anschließend hier getrennt (siehe Kapitel 3.3 und 3.4).

### **3.2 Herstellung des Altmaterials**

Für die Serien 2, 7 und 8 wurden insgesamt 24 Prüfkörper benötigt. Zur Herstellung des Altmaterials wurde Neumaterial 4-mal in so genannte Blindmuffeln gegossen. Mit dem fünften Guss entstanden die Prüfkörper. Pro Blindmuffel wurden ca. 25 g aufgeschmolzen, um eine völlige Durchmischung der Legierung zu gewährleisten. Anschließend mussten wieder ca. 50 g verwendet werden, damit die Prüfkörper auch genügend Schmelze hatten um auszufließen. In der Vor- und Nachbereitung der Prüfkörper wurde wie bei den Neumaterialserien verfahren. Die Gussvorgänge wurden in der gleichen Vakuum-Druckgussmaschine (Nautilus<sup>®</sup> Fa. BEGO) durchgeführt wie die zur Erstellung der Prüfkörper aus Neumaterial.

### **3.3 Löten der Prüfkörper**

Für die Serien 3 und 4 wurden jeweils zwei Prüfkörper zusammen in Lötteinbettmasse (Ruscher Schweizer Qualitätsmasse) eingebettet. Der Lötblock wurde dabei so klein wie möglich gehalten. Nach Erhärten der Lötteinbettmasse wurde zunächst ein Zugstab mit einer 0,2 mm starken Trennscheibe (Lötspalt: 0,2 mm, s. Abb. 2) an der vorher markierten Mitte durchtrennt und wieder verlötet. Anschließend wurde mit dem zweiten Zugstab die Prozedur wiederholt. Einer der Zugstäbe diente dabei dem anderen als Fixationshilfe. Gelötet wurde mit der Flamme. Der gesamte Lötblock erfuhr eine gleichmäßige Erwärmung, danach erfolgte die gezielte Erhitzung des mit Flussmittel bedeckten Lötspaltes. Wenn das aufgelegte Lot in den Spalt geschossen war, galt die Lötung als abgeschlossen. Makroskopisch und mikroskopisch wurde der Spalt auf evtl. Fehlstellen untersucht und anschließend Lotüberschuss mit einem rotierenden Steinchen entfernt. Verwendet wurde Begostar-Lot vor dem Brand (Zusammensetzung s. Tab. 4, Arbeitstemperatur 1125 °C Charge Nr.105731), sowie das Flussmittel Fluxol (Fa. BEGO).

Bestandteile des Lotes:

Bezeichnung	Anteil %	Toleranz %
Au	55	0,1
Pd	10	0,5
Ag	34	0,1
In	1	1

Tab. 4: Zusammensetzung des Begostar-Lotes

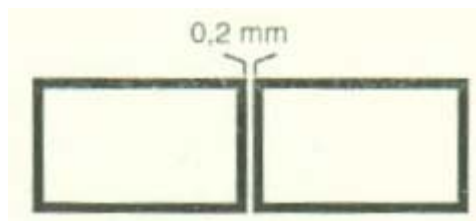


Abb. 2: Breite der zu lötenden Fügezone

### 3.4 Lasern der Prüfkörper Stoß auf Stoß

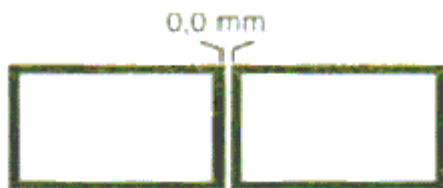
Alle Prüfkörper der Serien 5, 6, 7 und 8 wurden mit 0,4 mm dicken Keramiktrennscheiben (Fa. BEGO) am Schnellschleifer in der Mitte getrennt. Zwei Markierungen, die zusätzlich in axialer Richtung auf den Proben angebracht wurden, sollten für das Stoß an Stoß (Abb. 3) Lasern zur Orientierung dienen. Die getrennten Teile konnten so in ihrer ursprünglichen Position wieder zusammengesetzt werden. Um die beim Trennen entstandenen Grate auf der Probenoberfläche zu beseitigen, wurde jede Probenhälfte in eine angefertigte Lehre eingespannt und auf einer Drehbank bearbeitet. In 0,02 mm Schritten führte die Drehbank in horizontaler Richtung Hobelbewegungen aus, bis die Oberfläche gratfrei und einwandfrei mit ihrem zweiten Teil zusammengesetzt war.

Die Laserschweißung erfolgte mit dem Dentallaser Laserstar der Firma BEGO. Dabei handelt es sich im Gerät um einen Nd:YAG-Laser. Die zu verbindenden Werkstücke wurden über die Markierungslinien zusammengesetzt und schließlich per Handvorschub mit einem Impuls fixiert. Die beiden ersten Impulse wurden dabei auf jeweils der gegenüberliegenden Seite des Prüfkörpers ausgeführt, um so Spannungen vorzubeugen. Die weiteren Impulse bilden durch Überlappung der einzelnen Schweißpunkte um 2/3 ihrer Oberfläche schließlich eine zirkuläre

Schweißnaht. Der gesamte Vorgang kann über eine Vergrößerungsoptik betrachtet werden. Ein Fadenkreuz macht ersichtlich, wo der Laserstrahl auftrifft. Die Proben sind hier exakt zu positionieren. Während des gesamten Schweißvorganges strömt Argon als Schutzgas gegen Reaktionen mit der Atmosphäre direkt auf die entstehende Schweißnaht. Die Gasaustrittsdüsen müssen daher vor der Versuchsdurchführung eingestellt werden. Da Argon 1,5-mal schwerer ist als Luft, fällt es wasserstrahlförmig auf den waagrecht ausgeführten Schweißvorgang. Durch halbes Durchdrücken des Fußschalters strömt Argon aus, bei ganzem Durchdrücken wird der Laserimpuls ausgelöst.

Für den Schweißvorgang wurden folgende Parameter durch Vorversuche ermittelt:

- Impulsdauer: 11,5 ms
- Spannung: 310 V
- Fleckdurchmesser: 0,6 mm



**Abb. 3: Breite der Stoß auf Stoß zu lasernden Fügezone**

### **3.5 Laser der Prüfkörper mit Zulegematerial**

Zur Vorbereitung des Laserschweißen mit artgleichem Zulegematerial wurden die Proben an der markierten Mitte ebenfalls mit einer Keramiktrennscheibe am Schnellschleifer getrennt. Danach mussten die Probenhälften eine dachfirstartige Oberfläche erhalten. Für diesen Vorgang wurde ebenfalls die angefertigte Lehre verwendet, die mit der eingespannten Probenhälfte auf der Drehbank so bewegt wurde, dass die Oberfläche wie angestrebt abgetragen werden konnte. Jede Probe wurde dabei mit der gleichen Hobelanzahl in 0,02 mm Schritten über die Drehbank geführt, um einen gleichmäßigen Materialabtrag zu erhalten. Anschließend wurden die Probenhälften mit Korund (250 µm Korox, Fa. BEGO) abgestrahlt.

Mit dem Zulegematerial BegoPal® 300 Draht (Ø 0,4 mm) 61165A der Charge Nr. 103562 und unveränderten Laserparametern sowie der gleichen Laseranlage

wurden die Proben zusammengefügt. Ein höhenverstellbarer Scherentisch diente zur Auflage einer Halterung, in der die Probenhälften x-förmig (Abb. 4) zueinander geführt werden konnten. Mit zwei Laserimpulsen konnte so die Probe fixiert und durch lagenweises Aufschmelzen des Zulegematerials aufgefüllt werden.



**Abb. 4: Probenhälften x-förmig zueingeführt**

Mit einem Helios-digit Taschenmessschieber wurde jeder gelötete und gelaserte Prüfkörper in der Mitte der Messlänge ausgemessen, um im Toleranzbereich ( $3 \pm 0,1$  mm) der in der DIN EN 10002: 1991 angegebenen Werte zu bleiben. Überschüsse an den Fügestellen wurden mit rotierenden Steinchen entfernt [11].

### 3.6 Zugversuch

Die Zugversuche wurden mit dem Modell 6025 Instron (U.K.) durchgeführt. Als Einsatz diente die Messdose Instron 100 KN, hier wurden wiederum die Gehänge für den Zugversuch verankert. So können die Prüfkörper axial vertikal gezogen werden. Als Dehnungsaufnehmer wurde der Typ Static (Instron) verwendet. Er misst die Dehnung während des Zugversuches direkt am Mittelteil der Probe und gibt die ermittelten Werte an den angeschlossenen Computer weiter.

Der Traversenweg hatte einen Vorschub von 2 mm/min und entspricht somit der DIN 10002: 1991, in der die Dehngrenze mit einer Zugmaschine sowie der Querhauptgeschwindigkeit von  $1,5 \pm 0,5$  mm erstellt werden soll. Ein Abbruch des Zugversuches fand bei 10 mm statt bzw. wenn die Probe zerrissen war. Das Erfassungsintervall betrug 0,03 KN.

Zunächst wurden die Probekörper der Serien 1, 2, 3, 5, 7 und 9 im Zugversuch auf ihre Zerreifestigkeit und Dehngrenze untersucht. Beim Einspannen der Zugproben in das Gehänge wurde darauf geachtet, dass die Wirklinie der Prüfkraft auf die Probenlängsachse fällt. Die Probe darf weiterhin nicht verkantet eingespannt werden. Der Dehnungsaufnehmer wird schon vor Einsetzen der Probe angebracht. Per

Computer wird der Versuch gestartet und durch ein helles Knackgeräusch und den Kraftabfall wird deutlich, dass die Probe zerrissen ist. Die Messdaten werden sofort durch den Computer angezeigt und erfasst.

Nach sechsmonatiger Einlagerungszeit in Kunstspeichel erfolgte die Durchführung des Zugversuches mit den Serien 4, 6, 8 und 10.

### **3.7 Morphologische Untersuchungen**

Um die gelaserten und gelöteten Fügezonen hinsichtlich ihrer Zusammensetzung und Gefügestruktur untersuchen zu können, müssen Anschliffe erstellt werden. Für die Serien 3, 5, 7 und 9 wurde jeweils ein Probekörper ausgewählt und in einem Epoxid-Kunstharz (Scandiplast) eingebettet. Nach einer Aushärtungszeit von 24 Stunden konnte der Kunststoffblock mit den eingebetteten Proben mit Hilfe einer Tellerschleifmaschine (Phoenix Fa. Wirtz/Bühler) unter Wasserkühlung beschliffen werden. Nassschleifpapier bis Körnung 1200 wurde verwendet. Da in der folgenden EDX-Analyse die Fügezonen untersucht werden sollten, wurden die Anschliffe nicht geätzt. Dies hätte zu einem Herauslösen der unedlen Bestandteile geführt.

#### **3.7.1 Lichtmikroskopische Untersuchung der Schliffe**

Mit einem Stereoauflichtmikroskop (Fa. Zeiss, Jena) sowie einer Kaltlichtquelle (Fa. Schott) wurden die Proben betrachtet und fotografiert. Um nach der sechsmonatigen Kunstspeichereinlagerung die vorher fotografierten Stellen wieder zu finden, dienten Härteeindrücke nach Vickers als Markierung (erstellt mit einer Härteprüfmaschine Fa. Wollpert).

#### **3.7.2 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung und EDX-Analyse**

Die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung erfolgte in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) der Fa. Com Scan Maxim. Die energiedispersiven (EDX) Röntgenanalysen wurden durch ein Analysegerät der Fa. Röntec durchgeführt. Bei der EDX-Analyse induziert ein fokussierter Röntgenstrahl punktuell auf der Objekt-oberfläche eine Röntgenemission. Anschließend wird die Elementkonzentration durch Röntgenspektromie ermittelt. Für die Identifikation der Legierungsbestandteile



erstellt der Computer anhand jedes Elementes charakteristische Energiepeaks. Es erfolgt also nur eine Punktanalyse und keine Gesamtanalyse eines großen Oberflächenbereiches.

Um nahezu die gleichen Punktanalysen vor und nach der Kunstspeichelinlagerung zu erhalten, dienten zur Orientierung die Vickerseindrücke. In Millimeter genauen Abständen konnten mit der Software des Rasters um den Eindruck jeweils zehn Messpunkte bei 50-facher Vergrößerung am Rasterelektronenmikroskop in jeder Probe festgelegt und analysiert werden. Zusätzlich wurde zur Dokumentation das Bild mit den analysierten Punkten ausgedruckt. Danach erfolgte die Einlagerung und im Anschluss an diese 6 Monate die Wiederholung der Punktanalyse an den vorher festgelegten Stellen [79].

### **3.8 Korrosionslösung**

Für die Einlagerung der Proben in Kunstspeichel wurde in Anlehnung an die DIN EN ISO 8891 auf einen Liter destillierten Wassers 5,84 g (0,1 mol/l) Natriumchlorid und 10,4 ml/l Milchsäure gegeben und durchmischt. Der erreichte pH-Wert von 2,3 entspricht damit der Anforderung der DIN EN ISO 8891. Anschließend wurden alle Prüfkörper der Serien 4, 6, 8 und 10 mit Aceton gereinigt und für den Messzeitraum von sechs Monaten in der Korrosionslösung gelagert. Die Gefäße lagerten bei 36 °C und Dunkelheit in einem Wärmeschrank. Zum luftdichten Abschluss wurde ein Spezialfett (Exsikkator Fett, Fa. E. Merck Ag/Darmstadt) verwendet, um zu vermeiden, dass Kunstspeichel während dieses Zeitraumes verdunstet. Während der Versuchszeit wurde der pH-Wert regelmäßig überprüft. Im Anschluss an diesen Zeitraum wurde mit den Proben so verfahren, wie mit den nicht eingelagerten Prüfkörpern, d. h. sie wurden fotografiert und der Zugversuch sowie die EDX-Analyse wurden durchgeführt.