

Schlussbericht

zu dem IGF-Vorhaben

Korrelation zwischen der Oberflächenhistorie, den Prozessbedingungen und der Löt eignung von Aluminiumwerkstoffen

der Forschungsstelle(n)

Technische Universität Dresden, Institut für Fertigungstechnik, Professur für Fügetechnik und Montage

Das IGF-Vorhaben 17.748 BR der Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren e.V. des DVS wurde über die



im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Dresden, 28.10.2015

Ort, Datum

Prof. Dr.-Ing. habil. Uwe Füssel

Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)
an der/den Forschungsstelle(n)

1 Inhalt

	Abbildungsverzeichnis	3
	Tabellenverzeichnis	5
	Abkürzungs- und Formelverzeichnis	6
2	Zusammenfassung	7
3	Wissenschaftlich-technische Problemstellung	9
4	Stand der Technik und Forschung	10
4.1	Löten von Aluminium	10
4.2	Aufbau und Einflüsse auf die Aluminiumoxidschicht	12
4.3	Einflüsse des Produktionsprozesses	15
5	Methodischer Ansatz und Zielsetzung	20
6	Versuchsplanung	20
6.1	Versuche zur Ermittlung des Produktionseinflusses (Werkstoffe)	22
6.2	Transport	23
6.3	Lagerung	23
6.4	Trennen und Umformen; Reinigung	26
6.5	Zusammenbau	28
6.6	Lötprozess	29
7	Ergebnisse	33
7.1	Transport	33
7.2	Lagerung	38
7.3	Trennen und Umformen; Reinigen	46
7.4	Einfluss der Ofenatmosphäre	47
7.5	Darstellung der Ergebnisse als Fehlzustandsbaum	50
8	Alternative Verfahren zur Bestimmung der Oxidschichtdicke und Löteignung	51
8.1	Bestimmung der Oxidschichtdicke	51
8.2	Bestimmung der Löteignung	54
9	Gegenüberstellung der Ergebnisse mit der Zielsetzung	57
10	Voraussichtlicher Nutzen der Forschungsergebnisse für kleine und mittelständische Unternehmen (kmU)	58
10.1	Innovativer Beitrag der Forschungsergebnisse	58
10.2	Beitrag zur Steigerung der Wettbewerbsfähigkeit	58

11	Verwendung der Zuwendung und Erläuterungen zur Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	59
11.1	Erläuterungen zum Personaleinsatz	59
11.2	Erläuterungen zur Geräteanschaffungen	59
11.3	Erläuterungen zu Leistungen Dritter	59
12	Veröffentlichungen und Transfermaßnahmen.....	60
12.1	Transferkonzept der Forschungsergebnisse.....	60
12.2	Einschätzung zur Realisierbarkeit des Transferkonzepts.....	63
13	Projektbegleitender Ausschuss.....	64
14	Literatur	65

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Aufbau der natürlichen Aluminium-Oxidschicht, Al-Legierung [8].....	12
Abbildung 2: Einfluss relativer Feuchtigkeit (HR) auf das Oxidschichtwachstum, Vergleich Massenzunahme in Abhängigkeit von der Zeit (mass gain/time) [10].....	13
Abbildung 3: Klimakammer für die Probenlagerung.....	24
Abbildung 4: Probengeometrie	28
Abbildung 5: Labor-Schutzgasofen mit Sauerstoffsonde	29
Abbildung 6: Versuchsaufbau zum Einfluss des Sauerstoffgehalts in der Ofenatmosphäre.....	30
Abbildung 7: Versuchsaufbau zum Einfluss des Feuchtegehalts in der Ofenatmosphäre ...	31
Abbildung 8: Versuchsstand Vakuumlöten, Vakuumofen mit Pumpen und Quadrupolmassenspektrometer (links), Blick in den Innenraum (rechts).....	32
Abbildung 9: Verlauf von relativer Feuchtigkeit und Temperatur während des Transports Hamburg-Dresden	33
Abbildung 10: Verlauf von relativer Feuchtigkeit und Temperatur während des Transports Hamburg-Dresden	34
Abbildung 11: Verlauf von relativer Feuchtigkeit und Temperatur während des Transports Grevenbroich-Dresden	34
Abbildung 12: Verlauf von relativer Feuchtigkeit und Temperatur während des Transports Hamburg-Barcelona.....	35
Abbildung 13: Verlauf der Transportwege [31].....	36
Abbildung 14: Verlauf von Temperatur und Feuchtigkeit während eines Übersee-Transportes [31]	36
Abbildung 15: Höchste Temperaturen während eines Transportes, Strecke: Japan-Memphis [31]	37
Abbildung 16: Niedrigste Temperaturen während eines Transportes, Strecke: Japan- Memphis [31].....	37
Abbildung 17: Bleche nach Entnahme aus der Klimakammer, Anlieferungszustand (oben), 5 Tage Auslagerung unter Kondensation (unten links), 10 Tage Auslagerung unter Kondensation (unten rechts).....	39
Abbildung 18: Werkstoff EN AW-3003+4045, beölt mit Multidraw Al25, nach 6 Tagen (links) und 10 Tagen (rechts) Lagerung unter Kondensationsbedingungen.....	39
Abbildung 19: Werkstoff EN AW-3003+4045, beölt mit Multidraw Drylube E1, nach 6 Tagen (links) und 10 Tagen (rechts) Lagerung unter Kondensationsbedingungen ...	40
Abbildung 20: SE-Bild der Oberfläche, EN AW-3003+4045, nach 20 Tagen Lagerung unter Kondensationsbedingungen	41
Abbildung 21: Löttergebnis unter Kondensation gelagerter Proben ohne Beölung,	
EN AW-3003+4045.....	42
Abbildung 22: Löttergebnis unter Kondensation gelagerter Proben ohne Beölung,	
EN AW-3005+4104.....	43
Abbildung 23: Löttergebnis unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw AL 25 beölt, EN AW-3003+4045.....	44
Abbildung 24: Löttergebnis unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw AL 25 beölt, EN AW-3005+4104.....	44

Abbildung 25: Löttergebnis unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw Drylube E1 beölt, EN AW-3003+4045	45
Abbildung 26: Löttergebnis unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw Drylube E1 beölt, EN AW-3005+4104	45
Abbildung 27: Löttergebnis Schutzgasofenlöten mit variiertem Feuchtigkeitsgehalt,	
EN AW-3003+4045.....	49
Abbildung 28: Darstellung von wesentlichen und möglichen Einflüssen der Prozessschritte beim Aluminium-Ofenlöten auf die Löttauglichkeit von Aluminium	50
Abbildung 29: Stromdichte-Potential-Kurve einer Probe mit unterschiedlicher Lagerungsdauer unter Kondensation.....	52
Abbildung 30: Überblicksdarstellung im Nyquist-Diagramm [35].....	53
Abbildung 31: OSEE-Messung Anlieferungszustand [36].....	54
Abbildung 32: OSEE-Messung nach 10 Tagen Lagerungsdauer Kondensation [36]	55
Abbildung 33: Ergebnisse Aerosol-Benetzungsprüfung, Aluminiumfolie (Al-Folie), Anlieferungszustand (Anlieferung) und nach 20 d Auslagerungsdauer (20dKOND) [37].....	56

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Vergleich Ofenlöten mit Flussmittel und Vakuumlöten [4].....	11
Tabelle 2: Einfluss der chemischen Zusammensetzung und Temperatur auf die Oxidschichtdicke [1]	14
Tabelle 3: Parameter für die Entstehung von Kondensation [14].....	15
Tabelle 4: Prozesskette Aluminiumlöten nach [8].....	18
Tabelle 5: Prozessschritte und geplante Arbeiten	21
Tabelle 6: Anlieferungszustände der Versuchswerkstoffe	22
Tabelle 7: Versuchsplanung Bleche im Ausgangszustand	23
Tabelle 8: Versuchsplanung Einfluss Lagerung unter Kondensation, ohne Beölung	24
Tabelle 9: Versuchsplanung Einfluss Lagerung unter Kondensation, mit Beölung	25
Tabelle 10: Übersicht über die verwendeten Öle und ihre Eigenschaften [22, 23].....	26
Tabelle 11: Versuchsplanung Einfluss mit Beölung.....	27
Tabelle 12: Übersicht über die verwendeten Reiniger und ihre Eigenschaften [25, 26]	27
Tabelle 13: Versuchsplanung Einfluss Reinigung	28
Tabelle 14: Bewertung der Lötnahtlänge nach [27].....	28
Tabelle 15: Lötprogramm „Schutzgasofenlöten“	29
Tabelle 16: Lötprogramm „Vakuumlöten“.....	32
Tabelle 17: Oxidschichtdicke nach Lagerung unter verschiedenen Bedingungen.....	40
Tabelle 18: Verlötnungsgrad nach Lagerung unter Kondensation, ohne Beölung gelagerter Bleche	42
Tabelle 19: Verlötnungsgrad nach Lagerung unter Kondensation, Beölung Multidraw AL 25..	43
Tabelle 20: Verlötnungsgrad nach Lagerung unter Kondensation, Beölung Multidraw Drylube E1	46
Tabelle 21: Verlötnungsgrad Beölung und Reinigung	47
Tabelle 22: Verlötnungsgrad bei unterschiedlichen Sauerstoffgehalten	48
Tabelle 23: Verlötnungsgrad Schutzgasofenlöten, mit Einfluss der Feuchtigkeit in der Atmosphäre.....	49
Tabelle 24: Mitglieder des Projektbegleitenden Ausschusses.....	64

Abkürzungs- und Formelverzeichnis

Al	Aluminium
Al(OH) ₃	Aluminiumhydroxid
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
C	Celsius
ECMC	Elektro-Chemische Minicell
H ₂ O	Wasser
IFW	Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung
kmU	klein- und mittelständische Unternehmen
Mg	Magnesium
nm	Nanometer
OSEE	Optisch Stimulierte Elektronen Emission
PA	Projektbegleitender Ausschuss
ppm	parts per million
r.F.	relative Feuchtigkeit
SE	Sekundärelektronen
vgl.	vergleiche
z.B.	zum Beispiel

Symbol	Bezeichnung	Einheit
Q_S	Volumenstrom Gas (Standardbedingungen)	ml/min
Q_D	Wasserdampf-Volumenstrom	ml/min
\dot{m}	Wassermengenstrom	mol/s
q_m	Wassermassenstrom	mg/s
Q_W	Wasservolumenstrom	μl/min
u_s	Grundfeuchtegehalt Gas	Vol.-ppm
u_{max}	angestrebter Feuchtegehalt Gas	Vol.-ppm
V_m	molares Volumen	22,4 l/mol
t	Zeit	s, min
ρ	Dichte	g/cm ³
V	Volumen	l
$t_d(\varphi, t)$	Taupunkt	°C
φ	relative Luftfeuchtigkeit	%
t	Lufttemperatur	°C

2 Zusammenfassung

Der Einsatz von Aluminium in der Herstellung von Wärmeaustauschern erfolgt aufgrund der sehr guten elektrischen und thermischen Leitfähigkeit und des geringeren Preises im Vergleich zu Kupfer. Außerdem kann wegen der geringeren Dichte auch Gewicht eingespart werden. Die Herstellung der Wärmetauscher erfolgt durch das Löten im Ofen. Für den Lötprozess muss eine Benetzung der Oberfläche sichergestellt werden. Zur Aktivierung der Oberflächen werden aus diesem Grund Flussmittel eingesetzt (Schutzgasofenlöten) und intensive Reinigungsverfahren vor dem Löten durchgeführt, um Kontaminationen und die Oxidschicht zu entfernen (Beizen). Unbekannt ist jedoch, welche Eigenschaften die Oxidschicht vor dem Löten tatsächlich aufweist. Der Einfluss des gesamten Prozesses auf die Oxidschichtbildung bis zum Zusammenbau wurde bisher nicht untersucht.

Im Rahmen des Forschungsvorhabens "Korrelation zwischen der Oberflächenhistorie, den Prozessbedingungen und der Löteignung von Aluminiumwerkstoffen" (IGF-Nr. 17.748 BR; DVS-Nr. 07.070) wurden Zusammenhänge zwischen den Einflüssen einzelner Prozessschritte auf die Oxidschichtdicke und die Löteignung von Aluminium-Werkstoffen hergestellt.

Die Aluminium-Oxidschichtdicke stellt ein Kriterium für die Löteignung dar. Die Oxidschicht wächst, wenn Sauerstoff und Wasser, aber auch erhöhte Temperaturen vorliegen. Jeder Prozessschritt wurde hinsichtlich dieser Parameter analysiert. Bei Transport und Lagerung treten Schwankungen der Feuchtigkeit als auch der Temperatur auf. Besonders kritisch ist Kondensation auf der Oberfläche des Werkstoffs. Die daraus resultierende dickere Oxidschicht führt zu einer schlechten Löteignung. Taupunktunterschreitungen während des Transports konnten innerhalb Europas nicht ermittelt werden, jedoch wurden Messungen von weltweiten Transporten ausgewertet, bei denen Taupunktunterschreitungen auftreten. Wichtig ist für den Hersteller dabei eine Kontrolle der Transportbedingungen, um den Einfluss der Feuchtigkeit auf die Löteignung des Werkstoffs zu vermeiden. Hilfreich ist die Messung des Verlaufs von Temperatur und Feuchtigkeit während des Transports.

Um die Folgen der Kondensation zu verdeutlichen, wurden die Werkstoffe für unterschiedliche Zeiten (5, 10, 20, 50 Tage) unter Kondensationsbedingungen gelagert und anschließend analysiert und gelötet. Dabei zeigte sich ein deutliches Wachstum der Oxidschichtdicke. Der Verlötnungsgrad sank mit steigender Oxidschichtdicke. Bereits nach 20 Tagen Lagerung unter diesen extremen Bedingungen konnte bei keinem der Werkstoffe eine erfolgreiche Verlötnung erreicht werden. Bei der Lagerung muss deshalb Kondensation immer vermieden werden. Hinweise zur Umsetzung sind jedoch nicht konkret gegeben. Eine Möglichkeit das Oxidschichtwachstum einzuschränken, zeigten Ergebnisse der Lagerung beölter Proben unter Kondensationsbedingungen. Es wurde kein Einfluss des schwer flüchtigen Öls auf die Oxidschichtdicke festgestellt. Der Werkstoff hatte auch nach 50 Tagen Lagerung die Löteignung des Anlieferungszustandes.

Der Einfluss von Trenn-, Umform- und Reinigungsverfahren wurde durch Auftrag der jeweiligen Mittel auf die Proben und anschließendes Löten geprüft. Dabei wurde keine Verringerung der Löteignung festgestellt.

Die Einflüsse aus dem Lötprozess selbst bestehen durch Feuchtigkeit und Sauerstoff in der Lötatmosphäre beim Schutzgasofenlöten. Durch die gleichzeitig hohen Temperaturen wäh-

rend des Lötprozesses erfolgt ein Wachstum der Oxidschicht, sodass keine Verlötung erreicht wird. Für den in den Versuchen verwendeten Glasofen konnten Grenzwerte für Sauerstoff und Feuchtigkeit im Schutzgas ermittelt werden.

Die Ergebnisse wurden in einem Ishikawa-Diagramm zusammengefasst, um den Anwender mögliche Fehlerquellen des Prozesses aufzuzeigen.

Darüber hinaus wurden elektrochemische Möglichkeiten zur Bestimmung der Oxidschichtdicke und der Löteignung untersucht.

Das Ziel des Forschungsvorhabens wurde erreicht.

3 Wissenschaftlich-technische Problemstellung

Aluminium wird im Bereich Wärmetauscher wegen seiner sehr guten thermischen Leitfähigkeit eingesetzt und hat aufgrund der geringeren Kosten und der geringeren Dichte an vielen Stellen Kupfer abgelöst. Ein wichtiger Schritt bei der Herstellung von Wärmetauschern ist der Lötprozess, der zumeist im Ofen unter Schutzgas oder Vakuum durchgeführt wird. Die natürliche Oxidschicht auf Aluminium wird dabei durch Flussmittel oder die ablaufenden Prozesse im Ofen entfernt, sodass das flüssige Lot die Oberfläche benetzen kann.

Bevor die Teile als Baugruppe zusammengesetzt und gelötet werden, ist die Aluminiumoberfläche während des Transports und der Lagerung jedoch unterschiedlichsten Einflüssen ausgesetzt. Diese können sowohl die Dicke als auch die Zusammensetzung der Oxidschicht so beeinflussen, dass keine Benetzung während des Lötens stattfindet.

Bei Untersuchungen zu Fehlern im Lötergebnis stand bisher der Lötprozess im Mittelpunkt, die Oberflächenhistorie wurde nicht betrachtet. In der industriellen Praxis werden, aufgrund von fehlenden Informationen über die Benetzungsfähigkeit der Oberfläche vor dem Löten, maximal mögliche Maßnahmen (z. B. intensive Reinigungsprozesse, Verwendung der maximalen Flussmittelmenge) zum Entfernen der Aluminium-Oxidschicht ergriffen. Dennoch treten Instabilitäten im Lötprozess auf, welche zu Ausschuss oder Nacharbeit führen.

Zur effektiveren und stabileren Prozessgestaltung muss der Zusammenhang zwischen den Prozessbedingungen und der Löteignung beachtet werden. Die Prozessbedingungen schließen die Oberflächenhistorie ein.

Die Oberfläche wird durch gezielte Konditionierung, z.B. zum Korrosionsschutz, und zur weiteren Bearbeitung sowie durch Transport- und Lagerungsprozesse entscheidend verändert.

Im Rahmen des Projektes wurden dem Löten vorgeschaltete Prozesse einzeln in ihrer Auswirkung auf die Aluminiumoxidschicht untersucht. Das betrifft insbesondere

- den Transport und die Lagerung
- das Trennen,
- das Umformen,
- das Reinigen,
- den Zusammenbau und
- den Lötprozess selbst.

Es ist nicht restlos geklärt, welche Aluminium-Oxidschichtdicke und welche Zusammensetzung zulässig ist, bei der eine Benetzung und somit qualitativ hochwertige Verbindung gewährleistet werden kann. Diese Problemstellung wurde im Rahmen des Forschungsvorhabens untersucht.

4 Stand der Technik und Forschung

4.1 Löten von Aluminium

Ein wichtiger Schritt während des Lötprozesses ist die Benetzung der Oberfläche. Die Benetzungsfähigkeit wird durch auf der Oberfläche bestehende Adsorptionsschichten, wie Öle, und Reaktionsschichten, wie Oxidschichten, verringert. Vor dem Löten muss deshalb eine Reinigung der Oberfläche erfolgen, um Adsorptionsschichten zu entfernen. Reaktionsschichten, insbesondere Oxidschichten, lassen sich dabei nur schwer entfernen. Die Aluminium-Oxidschicht ist sehr fest haftend und schränkt die Benetzung der Aluminium-Oberfläche ein. Das Entfernen der Oxidschicht, das sog. Aktivieren der Oberfläche, erfolgt dabei meist direkt während des Lötens. Aus den verschiedenen Methoden zum Entfernen der Aluminium-Oxidschicht ergeben sich folgende Varianten:

- Flammlöten mit Flussmittel,
- Schutzgasofenlöten mit Flussmittel,
- Tauchlöten im Flussmittelsalzbad und
- Vakuumlöten [1].

Ofenlötverfahren, wie Schutzgasofenlöten und Vakuumofenlöten, haben eine sehr hohe Ausbringungsleistung. Im Gegensatz zu anderen Verfahren können geometrisch verschiedene Bauteile gelötet werden, ohne dass der Prozess speziell auf die Geometrie angepasst werden muss. Die Löttemperatur kann während des Lötens sehr genau kontrolliert werden. Während des Lötens kann zudem eine Wärmebehandlung der Teile durchgeführt werden. [2] Der Verzug der Bauteile ist gering und es können auch verdeckte Stellen gelötet werden.

Schutzgasofenlöten mit Flussmittel und Vakuumlöten werden heute in großem Umfang für die Herstellung von Wärmeaustauschern wie Wasserkühlern, Ölkühlern und Ladeluftkühlern und auch Verdampfern, Verdichtern und Heizerkerne der Klimaanlage aus Aluminium eingesetzt. Die höchste Wärmeübertragung wird bei Hartlötverbindungen der Elemente erreicht. Aufgrund der chemisch sehr ähnlichen Zusammensetzungen haben Lot- und Grundwerkstoff eine ähnliche Wärmeleitfähigkeit. Typische Verbindungen sind Rohr/Rippen oder Profilrohr-Rippen-Verbindungen. [1]

Es werden lotplattierte Werkstoffe eingesetzt. Das Hartlot wird auf das Bandmaterial, den Grundwerkstoff, aufgewalzt. Das entstandene Halbzeug wird anschließend umgeformt und als Baugruppe zusammengesetzt und gelötet. [2]

Im Rahmen des Forschungsvorhabens wurden das Schutzgasofenlöten mit Flussmittel und das Vakuumlöten betrachtet.

In Tabelle 1 sind die wichtigsten Unterschiede der beiden Verfahren aufgeführt. Während das Schutzgasofenlöten mit Flussmittel kontinuierlich erfolgt, kann das Löten im Vakuum nur diskontinuierlich erfolgen. Um die Benetzungsfähigkeit zu gewährleisten muss die Atmosphäre in beiden Öfen einen möglichst geringen Sauerstoffgehalt und einen niedrigen Taupunkt aufweisen. So kann eine erneute Oxidation der aktivierten Oberfläche bzw. ein Anwachsen der Aluminium-Oxidschicht verhindert werden. Vor dem Löten werden die Werkstoffe von Kontaminationen gereinigt. Die Reinigung der Oberfläche der Werkstoffe kann mit chemischen, auf Wasser basierenden oder thermischen Reinigungsverfahren und -mitteln erfolgen. Anschließend wird für das Schutzgasofenlöten das Flussmittel aufgetragen. [3]

Die Teile werden zusammengebaut und in den Ofen gebracht. Als Schutzgas wird häufig kostengünstiger Stickstoff eingesetzt. Beim Vakuumlöten wird das notwendige Feinvakuum im Bereich von 10^{-4} bis 10^{-6} mbar durch Drehschieber- und Turbomolekularpumpen erreicht, deren Leistung auf das Ofenvolumen angepasst ist.

Die Unterschiede im Lötregime (Temperatur und Zeit) ergeben sich aufgrund der unterschiedlichen Erwärmung der Bauteile. Während beim Schutzgasofenlöten die Erwärmung über Konvektion erfolgt, ist im Vakuum nur eine Erwärmung über Strahlung und Wärmeleitung möglich.

Tabelle 1: Vergleich Ofenlöten mit Flussmittel und Vakuumlöten [4]

Arbeitsschritte	Ofenlöten mit Flussmittel	Vakuumlöten
Vorbereitung	metallisch blanke Oberfläche erzeugen	metallisch blanke Oberfläche erzeugen
	Flussmittel einlegen	Entfällt
	Fixieren zu lötvender Teile	Fixieren zu lötvender Teile
Atmosphäre	Schutzgase, z.B. N_2	Vakuum, 10^{-4} bis 10^{-6} mbar
Ausführung	Erwärmen auf Arbeitstemperatur entsprechend Temperaturregime	Erwärmen auf Arbeitstemperatur entsprechend Temperaturregime
Folgearbeitsschritte	Flussmittelrückstände entfernen	Entfällt

Die Benetzung wird beim Schutzgaslöten durch das Flussmittel gewährleistet. Als Flussmittel wird, abgestimmt auf das Lot und den Grundwerkstoff, häufig NOCOLOK® eingesetzt. Vorteilhaft sind vor allem die nicht-korrosiven Rückstände des Flussmittels. Während des Lötens schmilzt das Flussmittel auf und entfernt die Oxidschicht. An der Füge Stelle bildet es zudem einen Schutz vor der Atmosphäre, sodass eine Lötverbindung entstehen kann. [5]

Beim Vakuumlöten wird von einem anderen Aktivierungsmechanismus ausgegangen. Aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Aluminium-Oxidschicht (Al_2O_3 : $6,5-8,9 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ [6]) und des metallischen Aluminiums ($23,8-27,4 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ [6]) entstehend während des Aufheizens starke Spannungen zwischen beiden, welche zu einem Aufreißen der Oxidschicht führen. Die beim Vakuumlöten eingesetzten Werkstoffe haben darüber hinaus auch einen höheren Gehalt an Magnesium, welches durch Verdampfen während des Prozesses zusätzlich zum Aufreißen der Aluminium-Oxidschicht beiträgt [2].

Die Oxidschicht hat demnach einen maßgeblichen Einfluss auf die Benetzung und somit die Löteignung.

4.2 Aufbau und Einflüsse auf die Aluminiumoxidschicht

Die Oxidschicht des Aluminiums besteht aus zwei Schichten: der Sperr- und der Deckschicht. Die Gesamtschichtdicke wird mit 4-10 nm [7] bzw. 0,005-0,01 mm an feuchter Luft [1] angegeben.

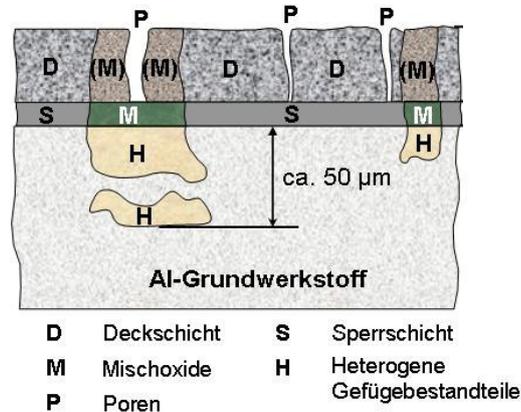


Abbildung 1: Aufbau der natürlichen Aluminium-Oxidschicht, Al-Legierung [8]

Die Sperrschicht (S) bildet sich sofort bei Kontakt der freien Oberfläche mit sauerstoffhaltiger Atmosphäre. Sie besteht bei reinem Aluminium aus amorphem Aluminiumoxid. Liegt eine Aluminium-Legierung vor, können zudem Mischoxide (M) aus den jeweiligen Legierungselementen in der Sperrschicht enthalten sein. Die Dicke der Sperrschicht wird mit bis zu 2 nm [1], bei weiterem Wachstum aber auch bis zu 4 nm [7] angegeben.

Bei Anwesenheit von Wasser bildet sich die auf der Sperrschicht befindliche Deckschicht (D), siehe Abbildung 1. Im Gegensatz zur Sperrschicht ist die Deckschicht porös. Bei der Reaktion von $\text{Al} + 3 \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2 \text{Al}(\text{OH})_3$ bildet sich Aluminium-Hydroxid. Aufbau und Wachstum der Deckschicht wird hauptsächlich von der Oberflächenbeladung (Beschichtungen, Verunreinigungen) sowie von der Luftfeuchtigkeit beeinflusst. Bei Normalklimatbedingungen (23 °C/ 50 % r. F) beträgt die Dicke der $\text{Al}(\text{OH})_3$ -Schicht ca. 2-3 nm.

Das Wachstum der beiden Schichten erfolgt sehr unterschiedlich. Einen wesentlichen Einfluss darauf hat vor allem der Feuchtigkeitsgehalt in der Atmosphäre. Während die Sperrschicht bei trockener Luft bereits innerhalb einer Stunde ihre maximale Dicke erreicht [9], führt erst eine erhöhte Feuchtigkeit zum Anwachsen der Deckschicht.

Dieses Verhalten ist in Abbildung 2 dargestellt. Es zeigt die Ergebnisse eines Lagerungsversuchs von Aluminiumcoupons über einen Zeitraum von fünf Jahren. Dabei ist die Massenzunahme (mass gain) im Vergleich zum Ausgangszustand über der Zeit aufgetragen. In [10] wurden Lagerungsversuche über einen Zeitraum von fünf Jahren bei verschiedener relativer Feuchtigkeit (HR) ausgewertet. Die Temperatur während des Versuchs betrug 20-25 °C. Die Versuche wurden mit 10 kommerziell in Kanada erhältlichen Aluminiumlegierungen sowie superreinem Aluminium und Legierungen davon durchgeführt. Unabhängig von der relativen Feuchtigkeit erfolgt das Wachstum der Oxidschicht dabei über einen langen Zeitraum logarithmisch. Erst ab einer Lagerdauer von bis zu einem Jahr (52 % HR) ändert sich das Verhalten; das Wachstum ist invers logarithmisch. Diese Änderung des Wachstumsverhaltens setzt bei 100 % HR, d.h. Kondensation, bereits nach ca. 30 Tagen ein. Deutlich wird, dass es eine

Abhängigkeit der Aluminium-Oxidschichtdicke von der relativen Feuchtigkeit gibt. Je höher die relative Feuchtigkeit ist, desto höher ist die Aluminium-Oxidschichtdicke. [10]

Das Korrosionsprodukt ist optisch erkennbar. Bei Luftfeuchte kleiner 100 % entstehen weiße Streifen auf der Oberfläche, während Luftfeuchte von 100 % zu dunkleren Flecken führt [10].

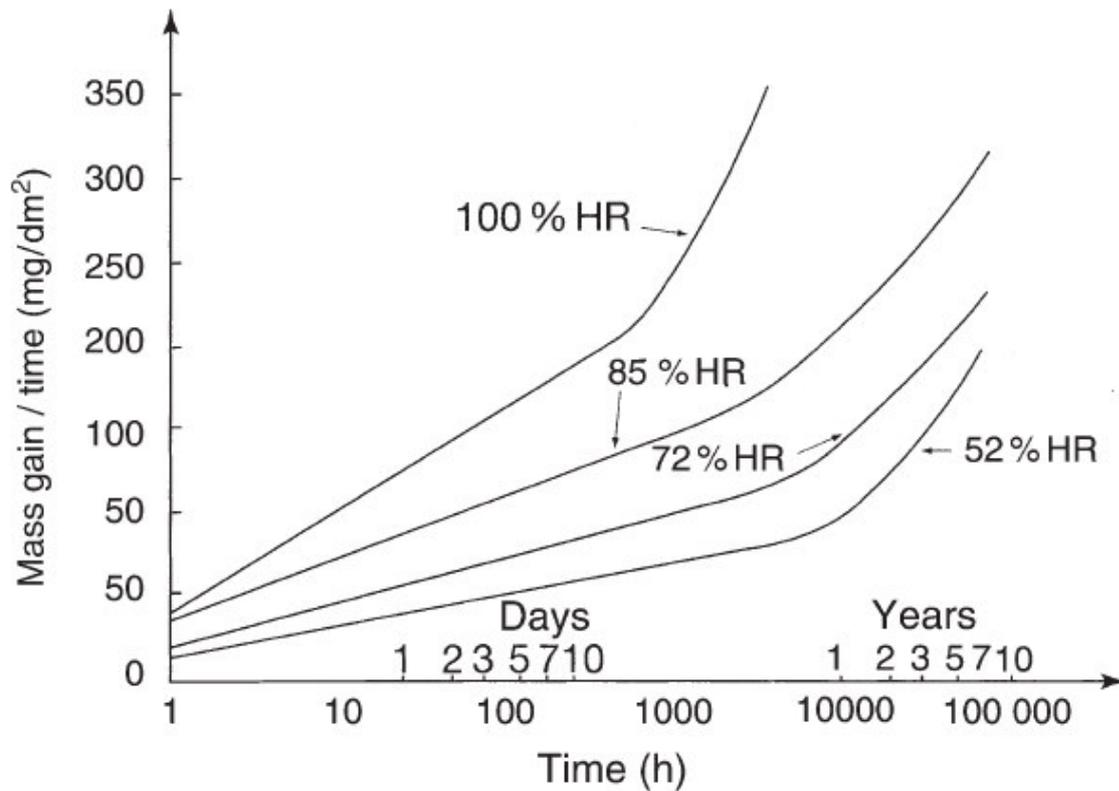


Abbildung 2: Einfluss relativer Feuchtigkeit (HR) auf das Oxidschichtwachstum, Vergleich Massenzunahme in Abhängigkeit von der Zeit (mass gain/time) [10]

Die auftretende Feuchtigkeit während der Herstellung von Aluminium-Wärmetauschern ist nicht bekannt. Die Gefahr der Kondensation besteht vor allem während des Transports und der Lagerung. Die Werte für Temperatur und Feuchtigkeit dieser Prozessschritte sind nicht bekannt. Um ein Oxidschichtwachstum während dieser Prozessschritte zu verhindern, ist die Kenntnis über die Ist-Werte notwendig.

Neben der auftretenden Feuchtigkeit hat auch die Temperatur einen großen Einfluss auf die Aluminium-Oxidschichtdicke. Tabelle 2 führt einige Oxidschichtdicken für unterschiedliche Legierungen und Temperaturen auf. Bei Temperaturen unter 300 °C liegen sehr geringe Oxidschichtdicken vor. Mit steigender Temperatur kann die Oxidschicht, in Abhängigkeit der chemischen Zusammensetzung, auf bis zu 3000 nm Dicke wachsen. Während des Lötens im Schutzgasofen oder im Vakuumofen sind geringe Sauerstoffrestgehalte vorhanden. Diese führen, zusammen mit der erhöhten Temperatur zum Wachstum der Oxidschicht auch während des Lötens. Unbekannt ist, welche maximale Menge an Sauerstoff in der Ofenatmosphäre zulässig ist, um ein gutes Lötresultat zu erreichen.

Tabelle 2: Einfluss der chemischen Zusammensetzung und Temperatur auf die Oxidschichtdicke [1]

Art der Oxidschichtdicke	Dicke
Natürliche Oxidschicht auf Reinaluminium oder AlMg-Legierungen (unter 300 °C gebildet)	1-3 nm
Natürliche Oxidschicht auf Reinaluminium (über 300 °C gebildet)	bis 30 nm
Natürliche Oxidschicht auf AlMg-Legierungen (über 300 °C gebildet)	bis 3000 nm

Einen weiteren Einfluss hat die chemische Zusammensetzung. Unter 300 °C ergibt sich kein Einfluss auf die Dicke der Oxidschicht, siehe Tabelle 2. Bei Temperaturen über 300 °C wächst die natürliche Oxidschicht auf Reinaluminium weiter an bis zu einer Dicke von 30 nm. Das Verhalten der natürlichen Oxidschicht auf AlMg-Legierungen ist deutlich verschieden. Das Magnesium diffundiert bei diesen Temperaturen an die Oberfläche und beteiligt sich an der Oxidschichtbildung [8]. Dadurch kommt es vermutlich zu dem in Tabelle 2 aufgeführten starken Anwachsen der Aluminium-Oxidschicht. Da Magnesium als Legierungselement bei Lötungen für das Vakuumlöten eine wichtige Rolle spielt, ist dieser Zusammenhang von großer Bedeutung.

Um die Benetzung während des Lötens zu ermöglichen, muss die Oxidschicht entfernt werden. Beim Schutzgasofenlöten von Aluminium wird dazu Flussmittel eingesetzt. Die Korrelation zwischen Lötergebnis und Aluminium-Oxidschichtdicke für das Ofenlöten mit Flussmittel ist bekannt [11]. Bei einer gewöhnlichen Oxidschichtdicke von 4 nm wird eine Flussmittelmenge von 2 g/m² [12] empfohlen. Eine stärkere Oxidschicht kann durch Erhöhung der Flussmittelmenge gelötet werden. So gibt [12] an, dass bei einer Oxidschichtdicke von 22 nm eine Flussmittelmenge von 5 g/m² zur erfolgreichen Aktivierung eingesetzt werden sollte. Für das Vakuumlöten ist bekannt, dass bei einer Oxidschichtdicke von 20 nm [13] keine vollständige Verlötung mehr gewährleistet werden kann.

Die Oxidschichtdicke wird meist über aufwendige Verfahren, wie Röntgenphotonenspektroskopie (XPS), ermittelt. Dabei kann jedoch nur die Dicke eines Bereichs der Oxidschicht gemessen werden. Industriell wird die Aluminium-Oxidschichtdicke nicht vor jedem Lötprozess ermittelt. Um eine geringe Oxidschichtdicke und somit gute Benetzung zu erreichen, werden verschiedene Vorbehandlungsschritte durchgeführt. Es ist jedoch nicht bekannt, welchen Einfluss die einzelnen Prozessschritte auf das Wachstum der Oxidschicht haben und ob eine Vorbehandlung in jedem Falle notwendig ist.

4.3 Einflüsse des Produktionsprozesses

Der Fertigungsprozess wird meist als Ganzes betrachtet. Bei einer Aufteilung in einzelne Prozessschritte kann jedoch jeder Prozess hinsichtlich seines Einflusses auf das Lötresultat untersucht werden. Hinreichendes Kriterium dafür ist die Oxidschichtdicke. Der Zusammenhang zwischen Oxidschichtdicke und Lötresultat wurde in Abschnitt 4.2 erläutert. Hauptursachen für das Wachstum der Oxidschicht sind Temperatur und Feuchtigkeit. Die Prozessschritte müssen nach möglichen Quellen für diese beiden Einflüsse untersucht werden.

Transport und Lagerung

Aluminiumbänder werden für den Transport zu einem Coil aufgewickelt. Die Verpackung für den Transport erfolgt nach Herstellerangaben luftdicht und mit Silikagelkugeln, die durch ihre hygroskopischen Eigenschaften Feuchtigkeit abbinden.

Der Transport erfolgt über Land-, Luft- und Seewege mit allen verfügbaren Transportmitteln. Beim Kunden ist die Versandart unbekannt, außer er gibt eine Spezifikation zum Versand vor. Laut Angabe der Hersteller ist eine Beschädigung während des Transports die absolute Ausnahme.

Ein wichtiger Einflussfaktor, der während des Transportes auf die Oberfläche von Aluminium einwirkt, ist die Luftfeuchtigkeit. In Abhängigkeit der Umgebungstemperatur kann es bei entsprechender Temperaturdifferenz zur Bildung von Kondensation auf der Oberfläche des Aluminiums kommen [14].

Tabelle 3: Parameter für die Entstehung von Kondensation [14]

Relative Luftfeuchtigkeit [%]	95	90	85	80	75	70	65	60
Temperaturdifferenz [°C]	1	2	2-3	3-4	4-5	5-6	6-8	7-9
Relative Luftfeuchtigkeit [%]	55	50	45	40	35	30	25	20
Temperaturdifferenz [°C]	9-12	10-13	12-14	13-7	16-19	18-21	21-23	24-27

Mit der in Tabelle 3 angegebenen Temperaturdifferenz und relativen Luftfeuchtigkeit kann eine prinzipielle Aussage über die Gefahr der Kondensation getroffen werden. Angegeben ist die Temperaturdifferenz zwischen Umgebung und Werkstoff. Bei einer Temperaturdifferenz von 5 K kann es demnach bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 70-75 % zur Kondensation auf der Oberfläche kommen.

Diese Fälle treten z.B. auf, wenn das Material vom kalten Lager in eine beheizte Halle gefahren wird sowie bei plötzlichen Luftfeuchteveränderungen, wie Gewittern. Bei Anwesenheit von Staub und weiteren Verunreinigungen auf der Oberfläche können schon kleine Temperaturänderungen Kondensation hervorrufen [14].

Durch die Wicklung des Blechs zum Coil tritt die Kondensation zwar oberflächlich auf, kann aber durch den Kapillareffekt auch in die Spalten des Coils dringen und somit zu einem weiteren Anwachsen der Oxidschicht beitragen.

Der prinzipielle Einfluss der Kondensation auf die Veränderungen der Oxidschicht ist bekannt, siehe Abschnitt 4.2, die tatsächlich auftretenden Temperatur- und Feuchtigkeitsänderungen während eines Transportes jedoch nicht. Eine Beschreibung des Einflusses der Umweltklimata liegt für elektronische Bauteile vor [15]. Darin wird angenommen, dass während des Transports Taupunktunterschreitungen auftreten. Diese Aussagen stehen jedoch für Aluminium nicht zur Verfügung. Auch zu den Liefer- und Verpackungsbedingungen gibt es keine konkreten Aussagen, lediglich zum Anlieferungszustand: "... die Erzeugnisse [sollen] in einem für den Einsatz brauchbaren Zustand geliefert werden ..." [16].

Aus diesem Grund ist der Zustand der Oxidschicht bei Anlieferung nicht bekannt. Vor dem Lötprozess werden Oberflächenbehandlungen (z.B. Beizen) durchgeführt, um den Werkstoff auf einen lötgeeigneten Ausgangszustand einzustellen.

Nach dem Transport werden die Coils nicht sofort weiter verarbeitet, sondern gelagert. Gerade in den Wintermonaten ist es kritisch, das Halbzeug direkt in wärmere Lagerhallen zu bringen, da dann bereits eine Schwitzwasserbildung möglich ist. Sinnvoller ist es, das Halbzeug erst in einem kühleren Raum, ohne Verpackung, akklimatisieren zu lassen. Eine Lagerung im Freien ist ungünstig; besser sind trockene, warme Lagerräume. Dabei sollte wiederum auf konstante Temperaturen geachtet werden. Werden die Coils von der Lager- zur Produktionshalle gebracht, so sehen verschiedene Anwender in internen Richtlinien vor, das Halbzeug für mindestens 24 Stunden in der neuen Umgebung zu lagern, um Schwitzwasserbildung zu verhindern.

[14] gibt neben weiteren Hinweisen zur Vermeidung der Kondensation Hinweise wie durch Schwitzwasserbildung beeinflusste Werkstoffe dennoch eingesetzt werden können.

Entsprechend der unklaren Bedingungen für Kondensationsbildung und der Kenntnis über den Einfluss auf die Lötbarkeit, sind detaillierte Angaben zu den Transport- und Lagerungsbedingungen notwendig. Dabei sind auftretende Taupunktunterschreitungen sowie Einflüsse der Lagerung unter Kondensation auf die Lötbarkeit von Interesse.

Trennen und Umformen

Für die Trenn- und Umformprozesse werden Öle und Schmierstoffe verwendet, die als Rückstände auf der Oberfläche verbleiben. Dabei werden weiche Metalle, Feststoffe mit Schichtgitterstruktur, Salze, Glas, tierische und pflanzliche Öle und Fett, Mineralöle und -emulsionen, Seifen und -emulsionen als auch Folien und Lacke eingesetzt [17]. In DIN 51385 [18] ist dazu auch eine Übersicht gegeben. Da auch einige wasserbasierte Varianten aufgeführt sind, kann auch hierbei die Oxidschicht wieder zu einem Wachstum angeregt werden.

Die eingesetzten Schmier- und Kühlstoffe sind dem jeweiligen Prozess angepasst. Sie können als Rückstände besonders an rauen Oberflächen und Hinterschneidungen gut haften. Da die meisten Öle beim Löten verdampfen, sind sie zumindest auf der Oberfläche nicht mehr vorhanden. Organische Dämpfe reagieren jedoch mit den Legierungselementen. Besonders

beim Vakuumlöten ist das kritisch. Kohlenmonoxid und Kohlendioxid reagieren mit Magnesium zu Magnesiumoxid und binden dieses ab, sodass es bei einem späteren Zeitpunkt im Lötprozess nicht mehr als Getter wirken kann [19].

Aus diesem Grund sind dem Löten Reinigungsprozesse vorgeschaltet, welche Öl- und Prozessrückstände entfernen.

Reinigen

Die Oberfläche von Aluminium besteht nicht nur aus der Oxidschicht, auch Staub, Schmutz, Schmierstoffe und Öle können als Kontaminationen darauf vorhanden sein. Zum Entfernen dieser kommen verschiedene Reinigungsverfahren zum Einsatz: chemische, auf Wasser basierend und thermische. Ein ungenügende Vorbereitung führt zu einer schlechteren Benetzungsfähigkeit und somit einer geringeren Löteignung.

Wässrige Reiniger bestehen aus einem konzentrierten Metallreinigungsmittel, das mit Wasser auf ein entsprechendes Mischungsverhältnis (1-5 %) verdünnt wird. Das Konzentrat setzt sich aus oberflächenaktiven Stoffen, Waschsubstanzen und aktiven Bestandteilen wie Natriumkarbonat zusammen. Diese Reiniger sind meist basisch und haben einen pH-Wert zwischen 9 und 12. Saure Reiniger sind vorhanden, werden jedoch weniger eingesetzt. Bei höheren Temperaturen (zwischen 50 und 80 °C) werden die besten Reinigungsergebnisse erreicht. [3]

Bezugnehmend auf die Aussagen zum Wachstum der Oxidschicht, Abschnitt 4.2, treten hier die wichtigen Parameter Wasser und Temperatur auf, die zu einem Wachstum der Oxidschicht führen können.

Eine industriell weit verbreitete Reinigungsmethode als Vorbereitung auf den Lötprozess ist die thermische Entfettung. Dabei werden die Bauteile auf Temperaturen erwärmt, bei denen das Schmiermittel verdampft (≥ 250 °C [19]). Der Einsatz dieses Verfahrens ist jedoch abhängig von den Ölen; sie müssen leicht flüchtig sein. Schwer flüchtige Öle hinterlassen Rückstände und können wiederum mit den Legierungselementen reagieren und zu einem Anwachsen der Oxidschicht führen. [3]

Die Reinigung stellt somit einen wesentlichen Schritt dar, Kontaminationen von der Oberfläche zu entfernen, die beim Lötprozess zu einer Verschlechterung der Benetzungseigenschaften führen könnten. Dabei hat der Reinigungsprozess selbst jedoch auch einen Einfluss auf die Oberflächeneigenschaften. Wässrige Anteile während des Prozesses können zu einem Anwachsen der Oxidschicht führen.

Löten

Der Lötprozess selbst findet im Ofen statt. Wichtige Parameter sind die Atmosphäre und das Zeit-Temperatur-Regime.

Die Atmosphäre im Schutzgasofen ist abhängig von den gewählten Schutzgasen. Der zu meist eingesetzte Stickstoff wird industriell in verschiedenen Qualitäten angeboten. Diese unterscheiden sich in ihrem Gehalt an Sauerstoff. Empfohlen wird ein Sauerstoffgehalt unter 100 ppm. Eine weitere Sauerstoffquelle ist Feuchtigkeit im Ofenraum. Hierbei soll der Taupunkt unter -40 °C liegen. Industriell verwendete Gase haben einen Taupunkt von

-73 °C, was einem Feuchtegehalt unter 1,5 ppm entspricht. [20]

Diese Werte sind jedoch ideale Werte. In der Produktion werden Feuchtigkeit und Sauerstoff als Oberflächenbeläge auf den Bauteilen und Transportmitteln in den Ofenraum gebracht. Zur Überwachung der Ofenatmosphäre können Sauerstoffsonden und Taupunktmesser eingesetzt werden. Durch den das Flussmittel kann es jedoch zu Angriffen an den Messgeräten kommen.

Auch beim Vakuumlöten ist der Atmosphäreneintrag kritisch. Da hier jedoch während des Prozesses kein zusätzliches Schutzgas zugeführt wird, muss besonders darauf geachtet werden, einen Druck von $\leq 10^{-4}$ mbar einzuhalten. Sauerstoffquellen sind neben den eingebrachten Kontaminationen auch Lecks, aufgrund derer während des Lötens eine ständige Zufuhr an Sauerstoff erfolgt.

Durch die Löttemperaturen von knapp 600 °C kann es bei beiden Prozessen zu einem verstärkten Wachstum der Oxidschicht kommen. Dies spiegelt sich in der verringerten Benetzungsfähigkeit der Oberfläche wider. Dabei ist jedoch unklar welche Werte kritisch für den Prozess sind und wieviel Toleranz möglich ist.

Zusammenfassung

Die einzelnen Prozessschritte weisen Quellen für das Wachstum der Oxidschicht auf, die bisher nicht betrachtet wurden. Tabelle 4 gibt eine Zusammenfassung der dargestellten Punkte wieder.

Tabelle 4: Prozesskette Aluminiumlöten nach [8]

Prozessschritt	Parameter	Oxidschicht
Aluminium-Produktion		<ul style="list-style-type: none"> Al₂O₃: 1-3 nm Al(OH)₃: ca. 2-3 nm
Transport	<ul style="list-style-type: none"> Erhöhte Temperatur Erhöhte Feuchtigkeit Beölung 	<ul style="list-style-type: none"> Wachstum Sperrschicht (Al₂O₃) Wachstum Deckschicht (Al(OH)₃) eventuell Schutzwirkung
Lagerung		
Trennen	<ul style="list-style-type: none"> Schmieröle mechanische Einflüsse 	<ul style="list-style-type: none"> Kontamination auf Oberfläche evtl. teilweise mechanische Zerstörung der Oxidschicht
Umformen		
Reinigung	<ul style="list-style-type: none"> wässrige Reiniger bringen Feuchtigkeit auf Oberfläche 	<ul style="list-style-type: none"> Einfluss auf Oxidschicht?
Zusammenbau		<ul style="list-style-type: none"> Kein Einfluss auf Oxid
Löten	<ul style="list-style-type: none"> Sauerstoffquellen in Atmosphäre hohe Löttemperaturen 	<ul style="list-style-type: none"> Wachstum der Oxidschicht

Deutlich wird dabei, dass Feuchtigkeit sowohl während Lagerung und Transport als auch bei der Reinigung auftritt. Der Einfluss auf das Wachstum der Oxidschichtdicke ist bekannt. Darüber hinaus ist auch bekannt, welche Temperaturunterschiede kritisch sind. Unbekannt ist jedoch, wie viele große Temperaturwechsel und somit mögliche Kondensationsmomente

auftreten. Einen möglichen Schutz vor dem Oxidschichtwachstum während der Lagerung stellt eine Beölung dar. Es ist nicht bekannt, welche Öle dafür geeignet sind. Auch während des Umformens und Trennens werden Schmieröle als Hilfsmittel eingesetzt. Diese werden als Kontaminationen der Oberfläche angesehen und verschlechtern die Lötbarkeit. Der nachfolgende Schritt der Reinigung soll die Benetzungsfähigkeit der Oberfläche verbessern und die Öle entfernen. Es ist nicht bekannt, ob dieser Schritt immer notwendig ist. Während des Lötens verdampfen die Öle. Es wird angenommen, dass sie Sauerstoffquellen darstellen und somit die Lötbarkeit verringern. Es gibt keine Angabe, welche Oberflächenbelastung als Kontamination zulässig ist. Auch während des Lötens können in der Ofenatmosphäre Sauerstoffquellen vorhanden sein. Sowohl auf den Lötgestellen als auch auf den Ofenwänden selbst liegt Sauerstoff und Wasser adsorbiert vor. Durch die thermische Energie während des Lötens lösen sie sich von der Oberfläche und tragen zum Wachstum der Oxidschicht bei. Bisher gibt es nur Erfahrungswerte der Anwender zu den Grenzen, bei denen bei Anwesenheit von Sauerstoff und Wasser noch eine Lötbarkeit von Aluminium vorliegt. Die industriell eingesetzten Öfen sind meist nicht mit einer Messmöglichkeit zur Bestimmung des Restsauerstoffs und Wasser ausgerüstet. Experimentelle Untersuchungen sind dazu nicht vorhanden.

Bei der Herstellung von im Ofen gelöteten Aluminiumprodukten sind somit eine Vielzahl von Quellen für die Beeinträchtigung der Lötbarkeit vorhanden. Wenn alle Quellen gleichermaßen kritisch einzustufen sind, muss bei jedem Schritt ein Grenzwert eingehalten werden. Diese Grenzwerte sind jedoch meist ungenügend bekannt und damit Ziel der Untersuchungen.

5 Methodischer Ansatz und Zielsetzung

Im Rahmen des Forschungsvorhabens "Korrelation zwischen der Oberflächenhistorie, den Prozessbedingungen und der Löt eignung von Aluminiumwerkstoffen" (IGF-Nr. 17.748 BR, DVS-Nr. 07.070) wurden die Aluminiumoberflächen nach der Produktion des Halbzeuges und vor dem Ofenlöten untersucht. Wie in Kapitel 4 ausgeführt, ist in der Literatur eine Korrelation zwischen der Löt eignung und der Oxidschichtdicke bekannt. Die Löt eignung von Aluminiumwerkstoffen wird entscheidend von Einflüssen, die vor dem Lötprozess auftreten, bestimmt. Die Oberfläche der Halbzeuge, Bauteile und Zusatzwerkstoffe, das heißt die stets vorliegende Oxidschicht, wird durch Luftfeuchte, Kondensation, Beölung und Reinigungsprozesse sowie Temperatureinwirkung hinsichtlich ihres Aufbaus, Zusammensetzung und der vorliegenden Phasen und Dicke verändert.

Die im Fügeprozess selbst auftretenden Randbedingungen, wie Taupunkt und Sauerstoffgehalt des Schutzgases, Flussmittelmenge bzw. Vakuumdruck beeinflussen ebenfalls die Qualität der Lötverbindung.

Eine Bestimmung der Einflussgrößen auf das Oxidschichtwachstum stellt deshalb den Sauerstoff, die Feuchtigkeit und die Temperatur als kritische Größen in den Mittelpunkt.

Ziel ist es, die Auswirkungen der einzelnen Prozessschritte auf die Aluminium-Oxidschicht und somit auf die Löt eignung zu untersuchen, um Grenzen für die Randbedingungen angeben zu können. Darüber hinaus soll eine Wichtung der Einflussgrößen in den einzelnen Prozessstufen erfolgen. Mit Kenntnis dieser Parameter kann eine Aussage zur Löt eignung getroffen und die Prozessbedingungen festgelegt werden.

Dabei steht im Vordergrund, den Verfahrensablauf hinsichtlich möglicher Fehlerquellen zu überprüfen und eine höhere Reproduzierbarkeit der Fertigung zu erreichen.

Im Rahmen der Versuchsplanung wurde bereits beachtet, dass diese Zusammenhänge unabhängig vom Werkstoff oder firmenspezifischen Prozessvarianten auftreten. Eine Anwendung der Ergebnisse ist aus diesem Grund auch für Firmen möglich, die das Ofenlöten mit anderen als den gewählten Versuchsparametern durchführen.

6 Versuchsplanung

Der Versuchsplan (Tabelle 5) orientiert sich an der Herstellung von Aluminium-Wärmetauschern und ist in einzelne Schritte aufgegliedert, die im Folgenden im Detail beschrieben sind.

Tabelle 5: Prozessschritte und geplante Arbeiten

	Prozessschritt					
	Al-Produktion	Transport	Lagerung	Trennen und Umformen	Reinigung	Lötprozess
Stand der Technik	<ul style="list-style-type: none"> Oxidschichtdicke: Al₂O₃: ca. 1-2 nm Al(OH)₃: ca. 3 nm 	<ul style="list-style-type: none"> Taupunktunterschreitung Feuchtigkeit: 50...> 100 % 		<ul style="list-style-type: none"> Schmieröle 	<ul style="list-style-type: none"> Nass-chem. und therm. Reinigung 	<ul style="list-style-type: none"> Temperatur →Wachstum der Oxidschicht
Einflussgröße	<ul style="list-style-type: none"> Anlieferungszustand der Oberfläche 	<ul style="list-style-type: none"> Feuchtigkeit → Wachstum der Oxidschicht 		<ul style="list-style-type: none"> Kontamination, O₂-Quelle während des Lötens 	<ul style="list-style-type: none"> Feuchtigkeit, Temperatur →Wachstum Oxidschicht 	<ul style="list-style-type: none"> O₂-Quellen während des Lötens
Frage	<ul style="list-style-type: none"> Einfluss def. Anlieferungszustand Löteignung? 	<ul style="list-style-type: none"> Feuchtigkeit während des Transports? Taupunktunterschreitungen? 	<ul style="list-style-type: none"> Lagerung bei Kondensation? Dauer der Lagerung? Einfluss der Beölung der Oberfläche? 	<ul style="list-style-type: none"> Entfernen der Öle? 	<ul style="list-style-type: none"> Einfluss der Reinigung? 	<ul style="list-style-type: none"> Grenzwerte O₂, H₂O?
Messmethode	<ul style="list-style-type: none"> Oxidschichtdicke (XPS) Verlötungsgrad 	<ul style="list-style-type: none"> T, Feuchtigkeit während Transports mit Datenlogger 	<ul style="list-style-type: none"> Lagerung unter Kondensation Oxidschichtdicke (XPS) Verlötungsgrad 	<ul style="list-style-type: none"> Bestimmung des Verlötungsgrads beölter Proben 	<ul style="list-style-type: none"> Bestimmung des Verlötungsgrads gereinigter Proben 	<ul style="list-style-type: none"> Variation Sauerstoff- und Feuchtegehalt in der Ofenatmosphäre Bestimmung Verlötungsgrad
Ergebnis	<ul style="list-style-type: none"> Korrelation definierter Anlieferungszustand mit Verlötungsgrad 	<ul style="list-style-type: none"> Aussage zum Auftreten von Kondensation und kritischen Temperaturschwankungen auf Veränderung Oxidschichtdicke 	<ul style="list-style-type: none"> Korrelation Lagerungsdauer, Oxidschichtdicke und Löteignung 	<ul style="list-style-type: none"> Aussage zum Einfluss von Kontaminationen auf der Oberflächen auf Verlötungsgrad 	<ul style="list-style-type: none"> Aussage zum Einfluss der Reinigung auf Verlötungsgrad 	<ul style="list-style-type: none"> Korrelation Verlötungsgrad und Ofenatmosphäre

Die Versuchsplanung basiert auf dem aktuellen Stand der Technik und wurde in Absprache mit dem Projektbegleitenden Ausschuss (PA) während des Verlaufs des Projektes an die Fragestellungen angepasst. Die Auswahl der Untersuchungsmethoden basierte auf den an der Forschungsstelle durchgeführten Voruntersuchen [8].

Der Verlötnungsgrad wurde in Laboröfen an der Forschungsstelle ermittelt. Dabei wurden zur statistischen Absicherung je fünf Versuche pro Variation durchgeführt. Die Variationen sind in den entsprechenden Abschnitten in Kapitel 6 aufgeführt. Die Messung der Oxidschichtdicke wurde mittels Röntgenphotonenspektroskopie (XPS) durchgeführt. Dieses wurde bereits in Vorarbeiten an der Forschungsstelle verwendet. Die Messungen erfolgten am Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden. Zur Bestimmung der Temperatur und Feuchtigkeit während des Transports wurden den Blechen Datenlogger beigelegt. Diese messen in definierten Abständen beide Parameter. Details zur Versuchsplanung sind in den folgenden Abschnitten aufgeführt.

6.1 Versuche zur Ermittlung des Produktionseinflusses (Werkstoffe)

Für den Einfluss der einzelnen Produktionsschritte, ist es wichtig, den Anlieferungszustand der Werkstoffe zu definieren. Diese sind in Tabelle 6 angegeben. Die chemische Zusammensetzungen entsprechend [21] sind im Anhang in Tabelle A 1 angegeben. Die Anlieferungsbezeichnungen beziehen sich auf den letzten Bearbeitungsschritt bevor die Werkstoffe versandt wurden. Der Zustand "weich" beschreibt den Werkstoff nach dem Weichglühen. Es wird angenommen, dass deshalb nur geringe Kontaminationen auf der Oberfläche vorliegen. "Wie gewalzt" hingegen ist ein kaltverfestigter Werkstoff, der auf der Oberfläche noch Walzöle und weitere Kontaminationen besitzt.

Diese Bezeichnungen sind zwar hinsichtlich der Festigkeit genormt, jedoch sind Oberflächenzustände nicht Gegenstand der Normung. Aus diesem Grund wurden die als A4-große Blechtafeln angelieferten Werkstoffe sowohl für Versuche zur Bestimmung der Lötbarkeit, Probengröße, siehe Abschnitt 6.5, als auch zur Bestimmung der Oxidschichtdicke mittels XPS vorbereitet.

Tabelle 6: Anlieferungszustände der Versuchswerkstoffe

Schutzgasofenlöten		
Lotplattierung	Grundwerkstoff	Anlieferung
EN AW-4045 AlSi10	EN AW-3003 AlMn1Cu	Weich
EN AW-4343 AlSi7,5	EN AW-3003 AlMn1Cu	H14/wie gewalzt
Vakuumofenlöten		
Lotplattierung	Grundwerkstoff	Anlieferung
EN AW-4104 AlSi10MgBi	EN AW-3005 mod. AlMn1Mg0,5	Weich Wie gewalzt

Beide Aluminiumwerkstoffe zum Schutzgasofenlöten haben den gleichen Grundwerkstoff. Der Unterschied zwischen beiden besteht im Silicium-Gehalt der Lotplattierung. Da Silicium

ebenso wie Aluminium sauerstoffaffin ist, kann es auch einen Einfluss auf die Oxidschichtdicke haben.

Beim Vakuumlöten werden standardmäßig Werkstoffe mit einem höheren Magnesiumanteil (1,0-2,0 % [21]) als beim Schutzgaslöten (0,2 % [21]) angewendet. Das Magnesium verdampft während des Lötens und trägt zum Aufreißen der Oxidschicht bei.

Angeliefert wurden verschiedene Bandnummern der jeweiligen Bleche, d.h. unterschiedliche Abschnitte des Coils. Zuerst wurden mit diesen Lötversuche durchgeführt um die Löteignung des Ausgangszustands zu testen.

Tabelle 7: Versuchsplanung Bleche im Ausgangszustand

Bandnummer	Verlötungsgrad		Bestimmung der Oxidschichtdicke
	Schutzgasofenlöten mit Flussmittel	Vakuumlöten	XPS-Messung
EN AW-4045+3003			
97729401A	3 Versuche	-	1 Versuch
93851001A4	3 Versuche	-	
93851001A6	3 Versuche	-	
EN AW-4343+3003			
983670/04	3 Versuche	-	1 Versuch
EN AW-4104+3005			
95587901 (weich)	-	3 Versuche	1 Versuch
95577001 (weich)	-	3 Versuche	
95574401 (weich)	-	3 Versuche	
20263111 (wie gewalzt)	-	3 Versuche	
20263090 (wie gewalzt)	-	3 Versuche	
20262966 (wie gewalzt)	-	3 Versuche	
20263144 (wie gewalzt)	-	3 Versuche	

6.2 Transport

Zur Ermittlung der auftretenden Temperatur- und Feuchtigkeitsschwankungen während des Transports wurde ein Datenlogger "DL-121-TH" der Firma Voltcraft an den Proben angebracht. Dieser zeichnet Temperatur, relative Feuchtigkeit und Taupunkt auf. Die Messung erfolgt in einem Temperaturbereich von -40 bis +70 °C bei einer Auflösung von 0,1 K. Der Messbereich der Feuchtigkeitsmessung ist mit 0-100 % relative Feuchtigkeit angegeben. Die Datenlogger wurden so eingestellt, dass nach Aktivierung jede Minute eine Messung erfolgte.

6.3 Lagerung

Die Lagerung im Labor erfolgte unter Normalbedingungen (Raumtemperatur ~ 24, ca. 50 % relative Luftfeuchte). Da jedoch sowohl bei Transport und Lagerung Kondensation auftreten kann, wurden die Bleche in Streifen (Länge 100 mm, Breite 50 mm) geschnitten, mit Ethanol

gereinigt, eine Bohrung angebracht und hängend in einer Kondensationskammer (Abbildung 3) für eine definierte Zeit (Tabelle 8) belassen.



Abbildung 3: Klimakammer für die Probenlagerung

Nach der definierten Lagerdauer wurden die Bleche für weitere Messungen zugeschnitten. In Abstimmung mit dem PA erfolgte an ausgewählten Kombinationen (siehe Tabelle 8) die Bestimmung der Aluminium-Oxidschichtdicke mit XPS, zum Anderen wurden Lötversuche mit Standardbedingungen (vgl. Abschnitt 6.6) durchgeführt.

Tabelle 8: Versuchsplanung Einfluss Lagerung unter Kondensation, ohne Beölung

Lagerdauer	Bestimmung des Verlötnungsgrads		Bestimmung der Oxidschichtdicke
	Schutzgasofenlöten mit Flussmittel	Vakuumlöten	XPS
EN AW-4045+3003			
5 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
10 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
20 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
50 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
EN AW-4343+3003			
5 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
10 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
20 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
50 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
EN AW-4104+3005			
5 Tage	-	5 Versuche	
10 Tage	-	5 Versuche	
20 Tage	-	5 Versuche	1 Versuch
50 Tage	-	5 Versuche	1 Versuch

Um den Einfluss von auf der Oberfläche befindlichem Restöl zu testen, wurden weitere Bleche mit den im Projekt verwendeten Ölen (vgl. Abschnitt 6.4) beölt und ebenfalls für definierte Zeit, vgl. Tabelle 9, in der Klimakammer gelagert.

Nach der Entnahme aus der Klimakammer wurden die Proben sowohl für das Löten zugeschnitten als auch für die Messung der Oxidschichtdicke mittels Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) zugeschnitten. Die XPS-Proben hatten einen Durchmesser von 8 mm.

Tabelle 9: Versuchsplanung Einfluss Lagerung unter Kondensation, mit Beölung

Lagerdauer	Bestimmung des Verlötnungsgrads		Bestimmung der Oxidschichtdicke
	Schutzgasofenlöten mit Flussmittel	Vakuumlöten	XPS-Messung
EN AW-4045+3003, Beölung Multidraw AL25			
5 Tage	5 Versuche	-	
10 Tage	5 Versuche	-	
20 Tage	5 Versuche	-	
50 Tage	5 Versuche	-	
EN AW-4045+3003, Beölung Multidraw Drylube E1			
5 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
10 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
20 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
50 Tage	5 Versuche	-	1 Versuch
EN AW-4343+3003, Beölung Multidraw AL25			
5 Tage	5 Versuche	-	
10 Tage	5 Versuche	-	
20 Tage	5 Versuche	-	
50 Tage	5 Versuche	-	
EN AW-4343+3003, Beölung Multidraw Drylube E1			
5 Tage	5 Versuche	-	
10 Tage	5 Versuche	-	
20 Tage	5 Versuche	-	
50 Tage	5 Versuche	-	
EN AW-4104+3005, Beölung Multidraw AL25			
5 Tage	-	5 Versuche	
10 Tage	-	5 Versuche	
20 Tage	-	5 Versuche	
50 Tage	-	5 Versuche	
EN AW-4104+3005, Beölung Multidraw Drylube E1			
5 Tage	-	5 Versuche	1 Versuch
10 Tage	-	5 Versuche	1 Versuch
20 Tage	-	5 Versuche	1 Versuch
50 Tage	-	5 Versuche	1 Versuch

6.4 Trennen und Umformen; Reinigung

In Abstimmung mit dem PA wurden zwei Öle festgelegt, die den Einfluss von Trenn- und Umformölen auf die Oberfläche und das Lötergebnis darstellen sollten. Ausgewählt wurde ein ein schwer flüchtiges und ein leicht flüchtiges Öl. Die Öle wurden von der Firma Zeller-Gmelin zur Verfügung gestellt wurden. Details zu den Ölen sind in Tabelle 10 angegeben.

Tabelle 10: Übersicht über die verwendeten Öle und ihre Eigenschaften [22, 23]

Öl	Anwendung	Reiniger
"Leicht flüchtig" Multidraw AL25	<ul style="list-style-type: none"> • zum Umformen und Stanzen von Aluminium • verflüchtigt sich bei Raumtemperatur • Schweißen kann ohne Entfettung störungsfrei durchgeführt werden 	<ul style="list-style-type: none"> • wässrig-alkalische oder Lösemittelreiniger, z.B. Divinol 73
"Schwer flüchtig" Multidraw Drylube E1	<ul style="list-style-type: none"> • Coilbeschichtungsmittel für alle Metalle • griffeste Schicht auf der Metalloberfläche 	<ul style="list-style-type: none"> • wässrig-alkalische Reiniger

Im Rahmen des Projektes wurden die Öle zudem von der Firma Modine mittels thermogravimetrischer Analyse auf das thermische Abbauverhalten untersucht. Dabei verdampfte Multidraw AL25 rückstandslos bei Temperaturen unter 400 °C in 3 Stufen, während Multidraw Drylube E1 erst bei Temperaturen um 500 °C als Mischfraktion verdampft. Bei einer anschließenden Oxidation bildete sich 1 Gew.-% Asche. Dieser Rückstand kann das Lötergebnis eventuell negativ beeinflussen. [24]

Gerade beim Thermoentfetten sind schwer flüchtige Öle von Nachteil [3] da sie nicht rückstandsfrei entfernt werden können.

Zur Überprüfung des Einflusses beider Öle wurden die Bleche manuell mit 2 g/m² beölt, vgl. Tabelle 11, und anschließend gelötet. Die korrekte Auftragsmenge wurde gravimetrisch überprüft. Aufgrund der geringen Größe der Bleche wurde die Auftragsmenge jedoch in einzelnen Fällen auch überschritten.

Tabelle 11: Versuchsplanung Einfluss mit Beölung

Beölung	Bestimmung des Verlötnungsgrads	
	Schutzgasofenlöten mit Flussmittel	Vakuumlöten
EN AW-4045+3003		
Beölung Multidraw AL25	5 Versuche	-
Beölung Multidraw Drylube E1	5 Versuche	-
EN AW-4343+3003		
Beölung Multidraw AL25	5 Versuche	-
Beölung Multidraw Drylube E1	5 Versuche	-
EN AW-4104+3005		
Beölung Multidraw AL25	-	5 Versuche
Beölung Multidraw Drylube E1	-	5 Versuche

Für die Reinigung wurden in Absprache mit dem projektbegleitenden Ausschuss zwei Reiniger ausgewählt, siehe Tabelle 12.

Tabelle 12: Übersicht über die verwendeten Reiniger und ihre Eigenschaften [25, 26]

Reiniger	Anwendung	Zusammensetzung
Alustar 300		<ul style="list-style-type: none"> • 10-20 % Dinatriummetasilikat • 5-10% 2-(2-Butoxyethoxy)ethanol • 1-5 % Kaliumcumolsulfonat • 1-5 % Natrium-1-Methylethylbenzolsulfonat
Divinol Reiniger 73	<ul style="list-style-type: none"> • Reiniger verdampft rückstandsfrei 	<ul style="list-style-type: none"> • paraffinische Kohlenwasserstoffe

Der Reiniger Alustar 300 ist ein Konzentrat und muss deshalb verdünnt angewendet werden. Die Verdünnung erfolgt mit destilliertem Wasser, welches Feuchtigkeit auf die Oberfläche bringt. Verbleibt dieser wässrige Reiniger auf der Oberfläche und wird in den Ofen gebracht, verdampft das Wasser beim Löten. Der entstehende Wasserdampf kann zum Wachstum der Oxidschicht führen und somit die Lötignung beeinträchtigen.

Der Reiniger wurde auf ein fusselfreies Tuch aufgebracht. Die Proben wurden damit gereinigt. Die vollständige Benetzung der Oberfläche mit dem Reiniger wurde anschließend mit der Lupe untersucht. Die Proben wurden sofort im Ofen gelötet. Die Versuchsmatrix ist in Tabelle 13 angegeben.

Tabelle 13: Versuchsplanung Einfluss Reinigung

Reiniger	Bestimmung des Verlötungsgrads	
	Schutzgasofenlöten mit Flussmittel	Vakuumlöten
EN AW-4045+3003		
Alustar 300	3 Versuche	-
Divinol Reiniger 73	3 Versuche	-
EN AW-4343+3003		
Alustar 300	3 Versuche	-
Divinol Reiniger 73	3 Versuche	-
EN AW-4104+3005		
Alustar 300	-	3 Versuche
Divinol Reiniger 73	-	3 Versuche

6.5 Zusammenbau

Der Zusammenbau erfolgte gemäß der Probengeometrie, Abbildung 4. Die Proben wurden so präpariert, dass sie plan auf der Oberfläche im Ofen aufliegen.

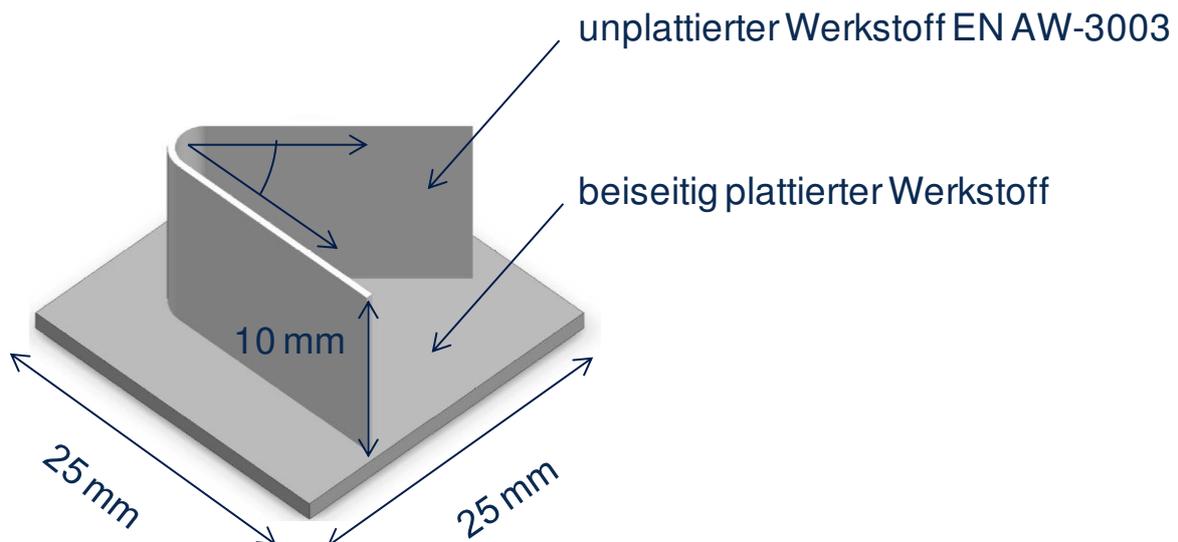


Abbildung 4: Probengeometrie

Das Ergebnis des Lötprozesses wird anhand der verlöteten Kehle festgestellt. Die Bewertung erfolgt nach [27] durch die Bestimmung des Verlötungsgrades L . Dabei wird die tatsächlich verlötete Nahtlänge mit der maximal möglichen verlötbaren Länge ins Verhältnis gesetzt. Eine Einteilung der Ergebnisse in Bewertungsgruppen ist in Tabelle 14 dargestellt.

Tabelle 14: Bewertung der Lötnahtlänge nach [27]

Verlötungsgrad	Bewertungsgruppe	Bemerkung
$100 \% \geq L \geq 80 \%$	A	sehr gute Verlötung
$79 \% \geq L > 70 \%$	B	gute Verlötung
$L \leq 70 \%$	C	schlechte Verlötung

6.6 Lötprozess

Schutzgasofenlöten

Das Schutzgasofenlöten wird im Labor in einem Glasofen (Abbildung 5), Innendurchmesser 80 mm, Länge 280 mm, durchgeführt. Als Heizung ist ein Infrarotstrahler integriert, der unterhalb der Probe positioniert ist.

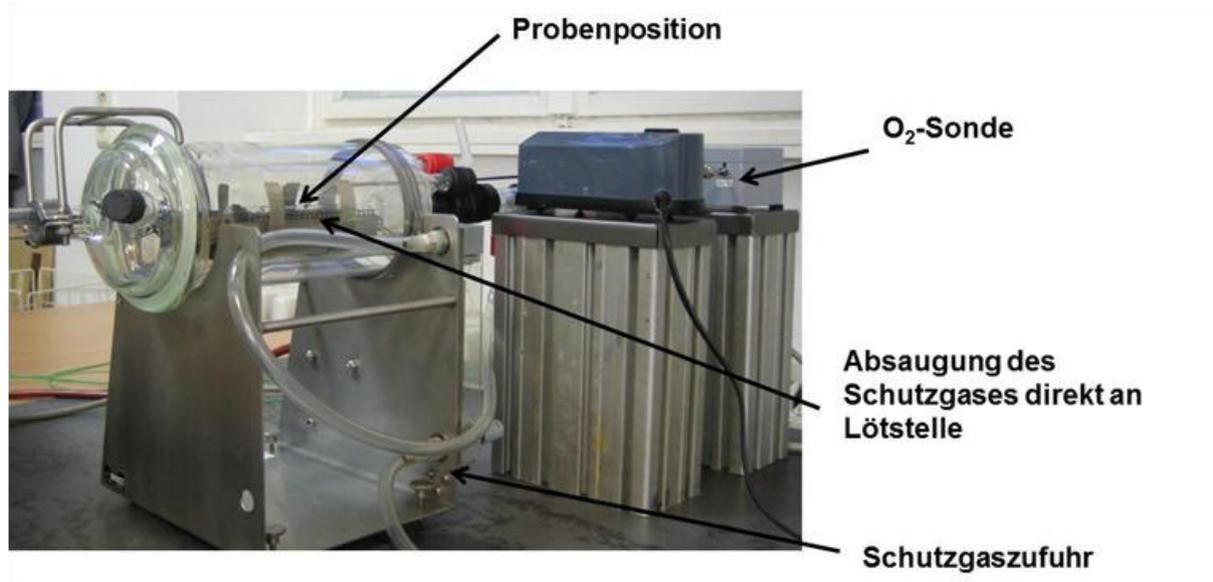


Abbildung 5: Labor-Schutzgasofen mit Sauerstoffsonde

Für das Löten wird in Abstimmung mit dem PA Stickstoff 5.0 verwendet. Dieser enthält laut Produktdatenblatt [28] ≤ 3 ppm O₂ und ≤ 5 ppm H₂O. Der Volumenstrom beträgt 20 l/min.

Die Proben wurden vor dem Löten nicht gereinigt. Das Aluminiumlöten im Schutzgas erfolgt mit Flussmittel, welches als wässrige Suspension mit der empfohlenen Menge 3 g/m² [20] auf die Oberfläche aufgesprüht wurde. Diese Menge wurde gravimetrisch überprüft. Als Flussmittel wurde das pulverförmige Nocolok® Flux genutzt [29]. Dieses ist speziell für das Löten von Aluminium geeignet und wird in der Industrie häufig eingesetzt.

Das Lötprogramm wurde nach [8] aufgestellt, siehe Tabelle 15.

Tabelle 15: Lötprogramm „Schutzgasofenlöten“

Segment	Zieltemperatur [°C]	Aufheizgeschwindigkeit [K/min]	Zeit [hh:mm:ss]
Aufheizen	400	55	
Aufheizen	530	25	
Aufheizen	577	15,67	
Aufheizen	605	6	
Haltezeit	605		00:02:50
Abkühlen		Abstellen Heizung	
Entnahme	200		

Für das Wachstum der Oxidschicht sind Sauerstoffquellen notwendig. Hierzu zählt zum Einen Sauerstoff in der Ofenatmosphäre, der z.B. durch Lecks oder auf Lötgestellen adsorbiert

in den Ofenraum eingetragen wird. Eine Umsetzung dieses Falls im Versuchsmaßstab ist in Abbildung 6 dargestellt. Die Schutzgaszufuhr in den Glasofen erfolgt direkt von der Flasche. Auf der linken Seite ist eine Dosiereinheit für Gase dargestellt. An die Dosiereinheit ist Druckluft angeschlossen. Das Ventil wird geöffnet und an der Mischstelle dem Schutzgasstrom zugeführt. Auf dem Weg in den Ofenraum wird der Stickstoff so mit Sauerstoff angereichert. Der Sauerstoffgehalt wird mit der Sauerstoffsonde direkt an der Lötstelle gemessen. Dabei wird über ein Edelstahlrohr ein geringer Gasstrom zur Sauerstoffsonde geführt. Diese ist in Abbildung 6 oben links zu erkennen. Die Zuführung von Sauerstoff und Mischung mit Schutzgas wurde während des Forschungsvorhabens an den Glasofen angebaut.

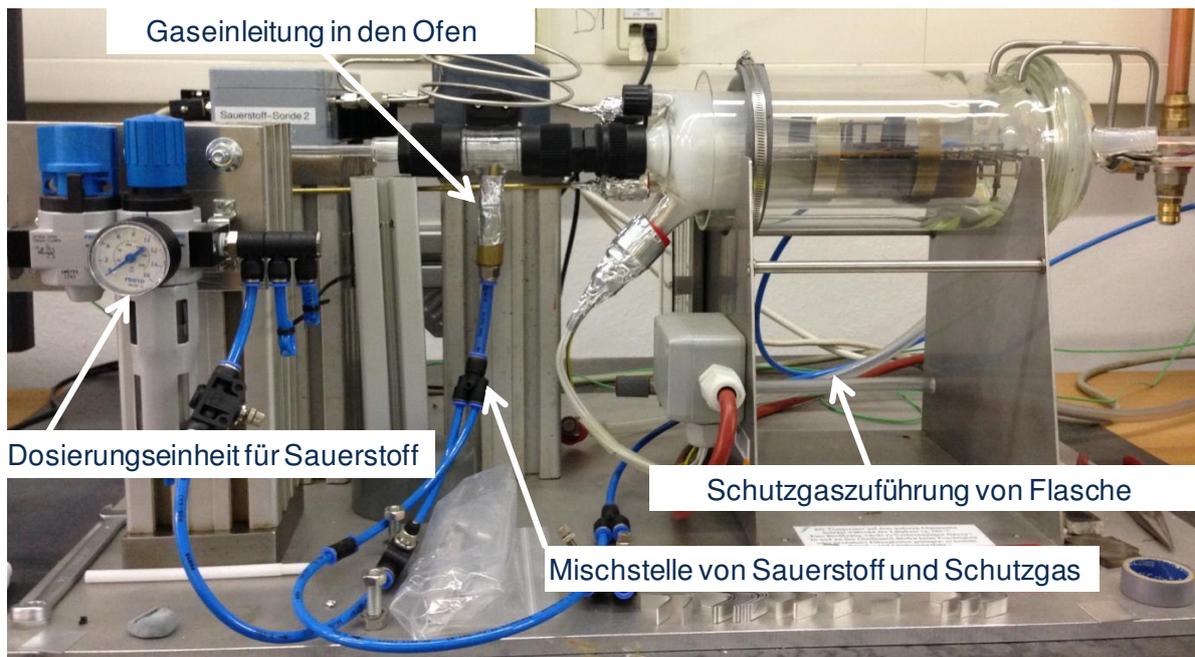


Abbildung 6: Versuchsaufbau zum Einfluss des Sauerstoffgehalts in der Ofenatmosphäre

Eine weitere Quelle für Sauerstoff ist zum Anderen Feuchtigkeit in der Atmosphäre. Diese kann ebenfalls durch Lecks oder auf Oberflächen der Lötgestelle in den Ofenraum eingetragen werden. Zur Umsetzung im Versuchsmaßstab wurde der Glasofen so modifiziert, dass dem Schutzgasstrom Wasserdampf zugeführt wird, vgl. Abbildung 7. Vom zugeführten Stickstoff wird an der Trennstelle ein Teilstrom abgeführt. Dieser geht durch einen Verdampfer. In den Verdampfer wird Wasser, das über die Spritzenpumpe zugeführt wird, verdampft. Der Schutzgasteilstrom wird so mit Wasserdampf angereichert. An der Mischstelle wird der feuchtere Teilstrom dem restlichen Schutzgasstrom wieder zugeführt. Die Feuchtigkeit im Ofenraum wurde nicht gemessen. Sie wird durch den Vorschub der Spritzenpumpe und dem Volumen der Spritze eingestellt. Wichtig ist dabei der Volumenstrom des Schutzgases (20 l/min), der Grundfeuchtegehalt des Gases (0,5 Vol.-pmm) und der angestrebte Feuchtegehalt des Gases (1000 Vol.-ppm).

Daraus ergibt sich für den Wasserdampf-Volumenstrom folgende Beziehung:

$$Q_D = (u_{max} - u_s) Q_s \quad (\text{Gleichung 1}).$$

Mit dem Wasserdampf-Volumenstrom (Gleichung 2) und dem Wassermassenstrom (Gleichung 3) kann der Wasservolumenstrom (Gleichung 4) berechnet werden und somit die Vorschubgeschwindigkeit der Spritzenpumpe.

$$\dot{m} = \frac{Q_D}{V_m} t \quad (\text{Gleichung 2})$$

$$q_m = \dot{m} V_m \quad (\text{Gleichung 3})$$

$$Q_W = q_m \rho V \quad (\text{Gleichung 4})$$

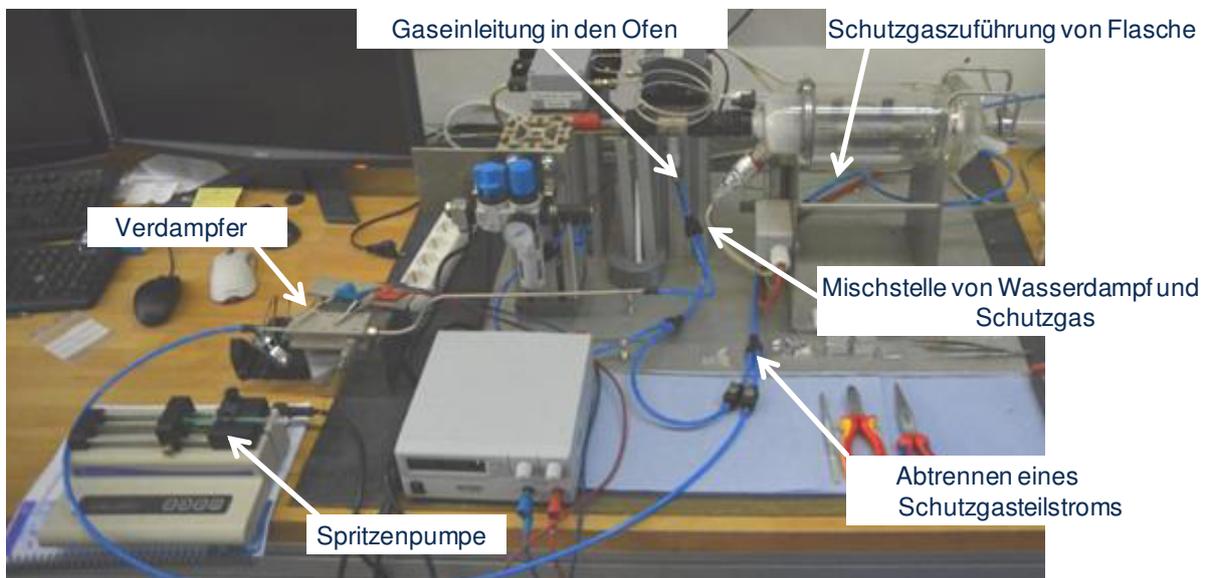


Abbildung 7: Versuchsaufbau zum Einfluss des Feuchtegehalts in der Ofenatmosphäre

Die Zuführung von Wasserdampf und Mischung mit Schutzgas wurde während des Forschungsvorhabens an den Glasofen angebaut.

Vakuumofenlöten

Der Vakuumlötofen ist aus einem Kreuzstück aufgebaut, wobei die Heizung, ähnlich wie beim Glasofen, unterhalb der Probe positioniert ist. Der Durchmesser des Ofens beträgt 100 mm, wobei das Gesamtvolumen des kreuzförmigen Aufbaus rund 14 l beträgt.

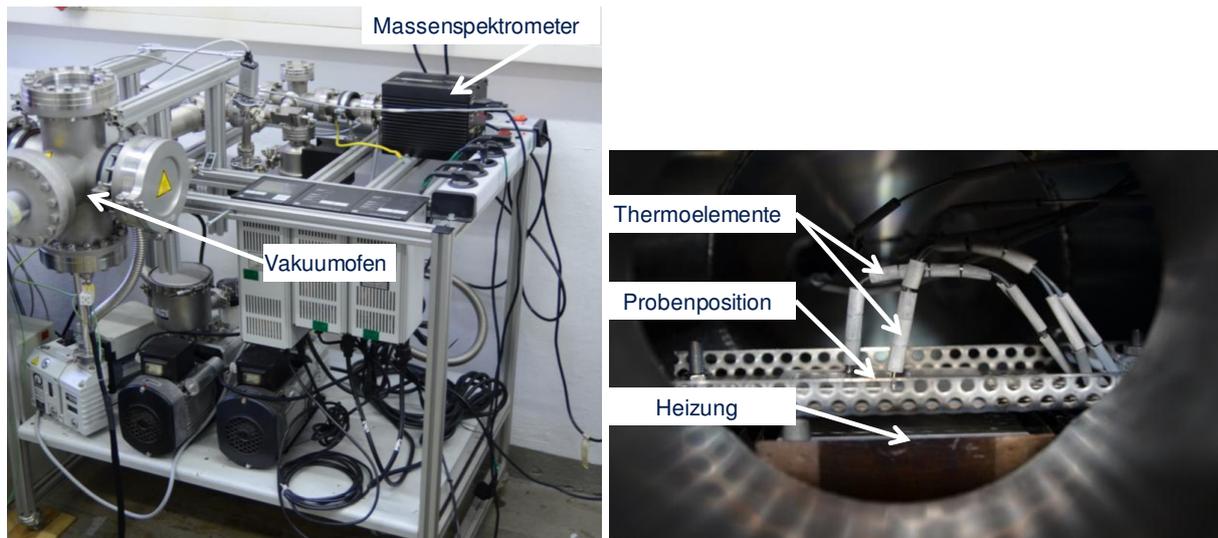


Abbildung 8: Versuchsstand Vakuumlöten, Vakuumofen mit Pumpen und Quadrupolmassenspektrometer (links), Blick in den Innenraum (rechts)

Der in Abbildung 8, links, gezeigte Aufbau beinhaltet den Vakuumofen und das Quadrupolmassenspektrometer. Über die unter dem Ofen positionierte Drehschieberpumpe wird ein Grobvakuum, durch die beiden Turbomolekularpumpen anschließend ein Feinvakuum ($< 1 \cdot 10^{-3}$ mbar) im Ofenraum erzeugt.

An den Ofen ist zudem ein Quadrupolmassenspektrometer (QMS) angeschlossen, welches zur Restgasanalyse verwendet wird. Über die Partialdruckmessung kann die Zusammensetzung chemischer Substanzen ermittelt werden [30].

Das in Tabelle 16 angegebene Lötprogramm für das Vakuumlöten wurde in Abstimmung mit dem Projektbegleitenden Ausschuss (PA) ausgearbeitet und ist an industriell verwendete Vakuumlötprogramme angelehnt.

Tabelle 16: Lötprogramm „Vakuumlöten“

Segment	Zieltemperatur [°C]	Aufheizgeschwindigkeit [K/min]	Zeit [hh:mm:ss]
Aufheizen	430	15	00:05:00
Aufheizen	550	10	
Aufheizen	595	5	3
Abkühlen		Abstellen Heizung	

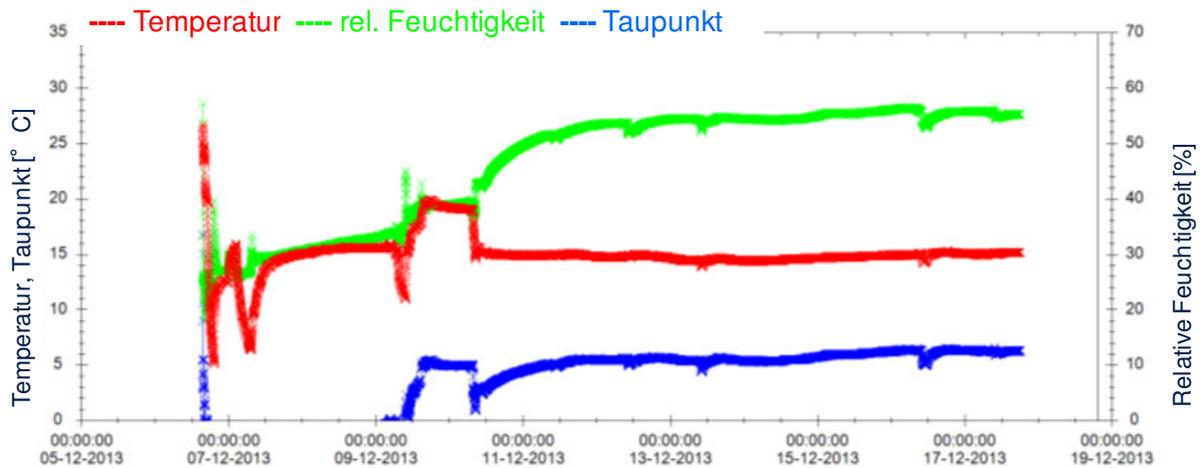
Industriell wird sowohl die Erwärmung als auch die Abkühlung im Vakuumofen oftmals durch den Einsatz von Schutzgasen, vor allem Stickstoff, unterstützt, um die Prozesszeiten zu verkürzen. Im Rahmen der Laborversuche wurden für das Vakuumlöten keine Schutzgase eingesetzt.

7 Ergebnisse

7.1 Transport

Der Verlauf von Temperatur und Feuchtigkeit wurde an den im Forschungsvorhaben eingesetzten Blechen bestimmt, während diese durch Deutschland von Hamburg nach Dresden transportiert wurden. Der Datenlogger wurde auf die Bleche gelegt, der Temperatursensor erfasst jedoch die Temperatur der Umgebung und nicht des Blechs. Dieser Transport erfolgte mit einem Paketdienst und somit innerhalb sehr kurzer Zeit. Der tatsächliche Transport von Coils wird über Land mit Zug oder LKW durchgeführt und dauert entsprechend länger.

Werkstoff: EN AW-4104 gewalzt; EN AW-4045 weich

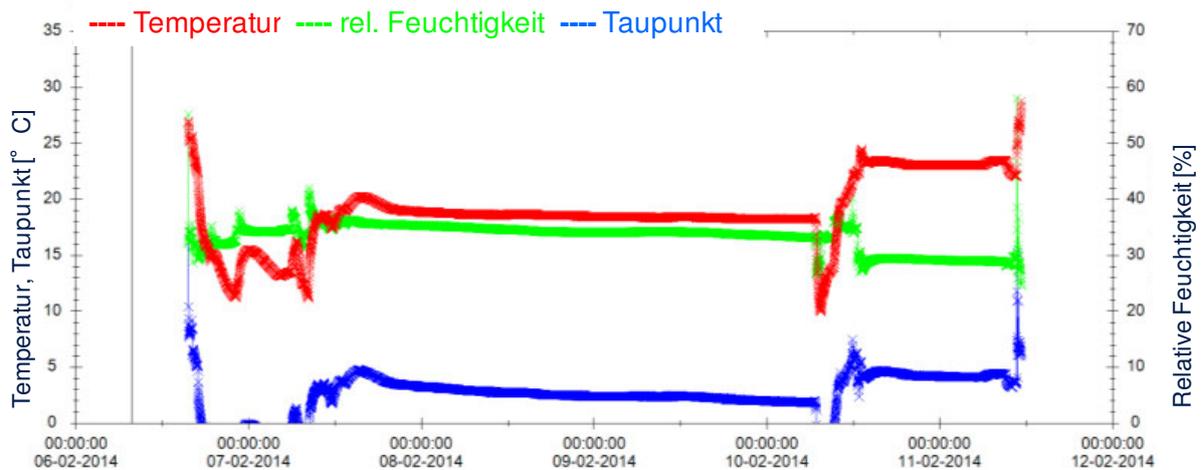


Hamburg-Dresden	Maximum	Minimum	Mittelwert	Differenz
Temperatur [°C]	26,7	5,1	15,0	21,6
Relative Feuchtigkeit [%]	57,3	17,9	46,7	39,4

Abbildung 9: Verlauf von relativer Feuchtigkeit und Temperatur während des Transports Hamburg-Dresden

Der ermittelte Verlauf zeigt über längere Zeiten konstante Werte (Abbildung 9-Abbildung 11). Deutlich Veränderungen der Messwerte treten nur an einzelnen Punkten auf, wie vermutlich einem Umladen etc.

Werkstoff: EN AW-4045 weich

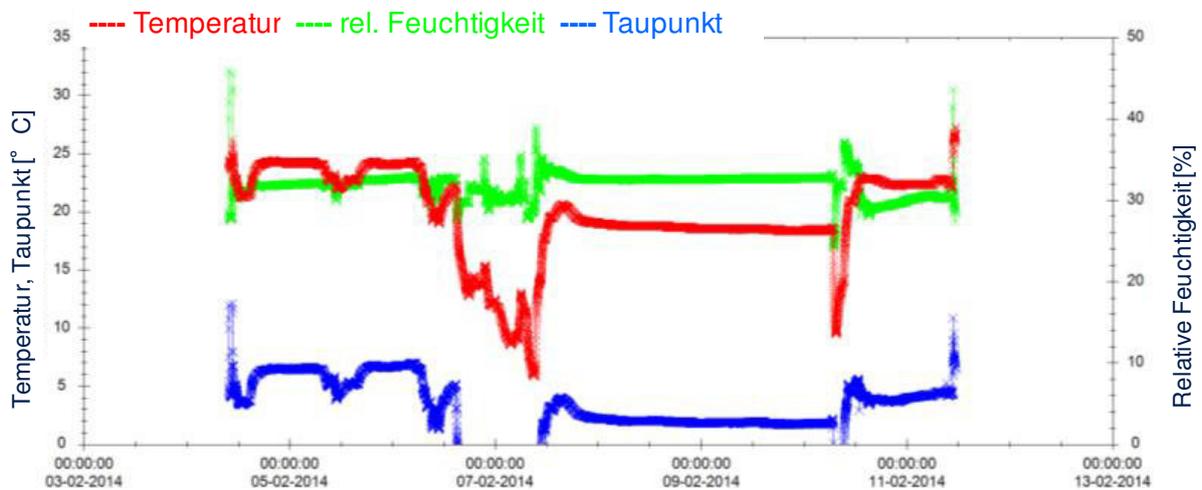


Hamburg-Dresden	Maximum	Minimum	Mittelwert	Differenz
Temperatur [°C]	28,8	10,0	19,0	18,8
Relative Feuchtigkeit [%]	58,1	24,7	33,4	33,4

Abbildung 10: Verlauf von relativer Feuchtigkeit und Temperatur während des Transports Hamburg-Dresden

Die größten Unterschiede von Temperatur und Feuchtigkeit treten auf der Strecke Hamburg-Dresden auf (Abbildung 9, Abbildung 10).

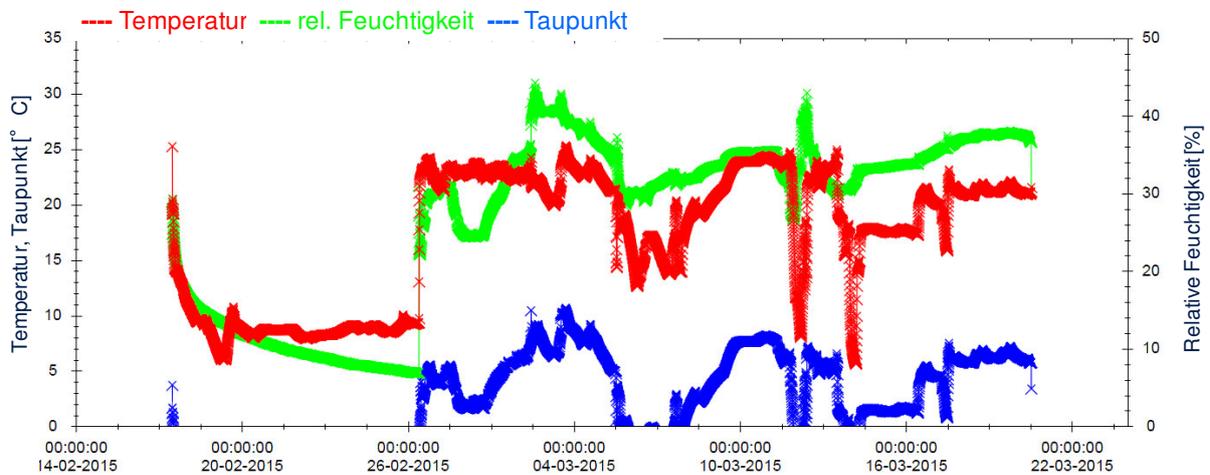
Werkstoff: EN AW-4104 weich, entfettet



Grevenbroich-Dresden	Maximum	Minimum	Mittelwert	Differenz
Temperatur [°C]	27,3	5,9	19,9	21,4
Relative Feuchtigkeit [%]	45,9	24,4	31,9	21,5

Abbildung 11: Verlauf von relativer Feuchtigkeit und Temperatur während des Transports Grevenbroich-Dresden

Der Vergleich der gemessenen Temperatur- und Feuchtigkeitsunterschiede mit den in Tabelle 3 angegebenen Werten zeigt, dass durchaus Kondensationen auf der Oberfläche auftreten können.



Hamburg-Spanien	Maximum	Minimum	Mittelwert	Differenz
Temperatur [°C]	25,4	5,7	17,37	19,7
Relative Feuchtigkeit [%]	44,3	7	27,32	37,3

Abbildung 12: Verlauf von relativer Feuchtigkeit und Temperatur während des Transports Hamburg-Barcelona

Im Vergleich dazu sind in Abbildung 12 die bei einem Transport von Coils auf Route Hamburg-Barcelona ermittelten Verläufe von Temperatur und Feuchtigkeit dargestellt. Der Datenlogger war an einem Coil befestigt und erfasste die Temperatur in der unmittelbaren Umgebung, jedoch nicht die des Blechs. Aus den Daten werden die längeren Transportzeiten ersichtlich, genau wie häufige Schwankungen der Temperatur und der Feuchtigkeit. Im Mittel liegen Temperaturen und Feuchtigkeit unter den Messwerten innerhalb Deutschlands.

Die Schwankungen treten meist einmal am Tag auf, dabei treten Temperaturunterschiede von maximal 21,6 K auf.

Ein Versuch, die Veränderungen während eines globalen Transports zu ermitteln, konnte im Rahmen dieses Projektes nicht durchgeführt werden. Ausgehend von der gleichen Fragestellung gab es Untersuchungen zu Transporten von Nagoya, Japan nach Portland, Oregon, USA bzw. Oostrum, Niederlande [31]. Eine Übersicht der Routen ist in Abbildung 13 angegeben. Der Transport erfolgt mit Containerschiffen, die in Abbildung 13 schwarz dargestellt verlief zudem über Land mit dem Transport per Bahn.

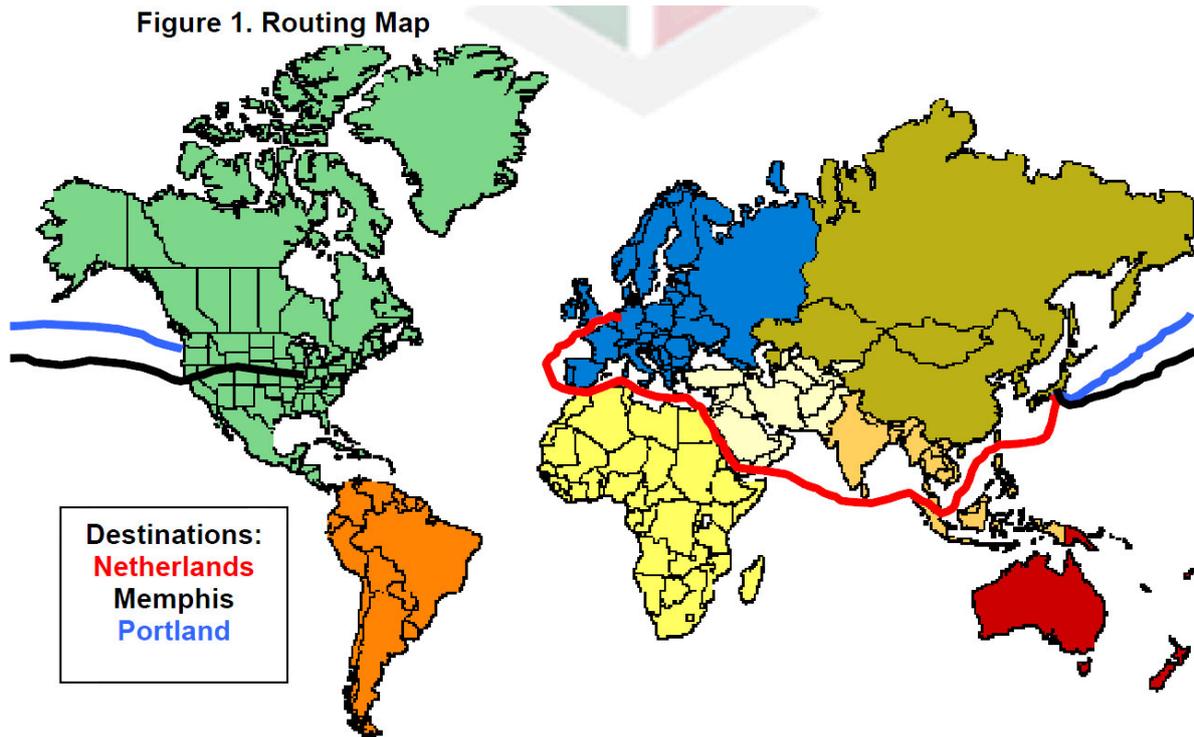


Abbildung 13: Verlauf der Transportwege [31]

Beispielhaft ist in Abbildung 14 ein Ergebnis des Datenloggers dargestellt.

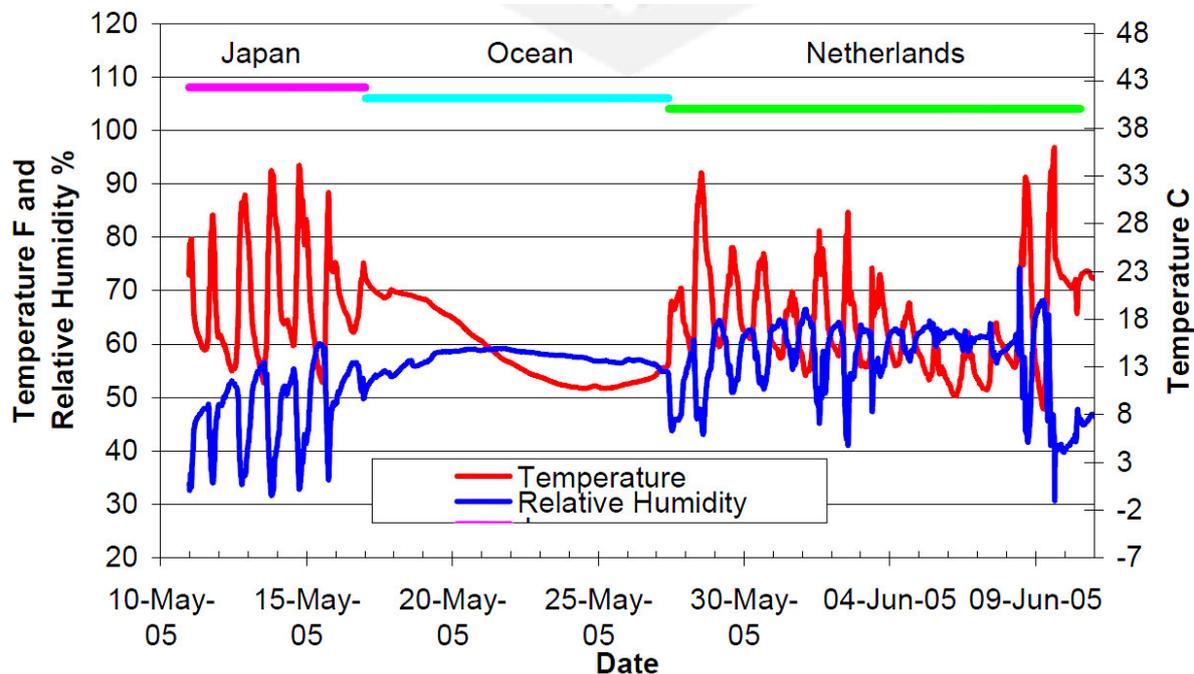


Abbildung 14: Verlauf von Temperatur und Feuchtigkeit während eines Übersee-Transportes [31]

Auffällig ist zunächst, dass starke Änderungen nur beim Transport über Land (Japan, Niederlande) auftreten, während beim Schiffstransport über den Ozean keine starken Schwankungen auftreten. Dagegen wurden während des Transportes an Land die höchste Feuchtigkeit

gemessen werden. Die Ergebnisse zeigen, dass sich das Klima auf See innerhalb eines längeren Zeitraums ändert, während es sich an Land innerhalb eines Tages ändern kann. Ausgehend von [31] sind die extremeren und kritischeren Transporteinflüsse somit bei einem Transport über Land zu erwarten.

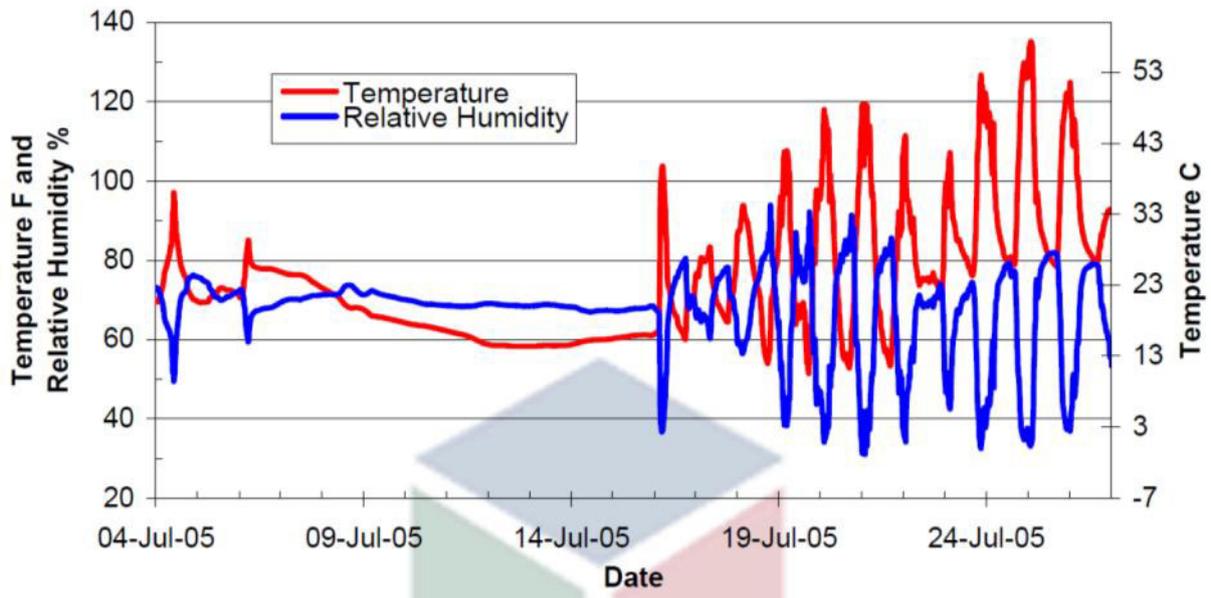


Abbildung 15: Höchste Temperaturen während eines Transportes, Strecke: Japan-Memphis [31]

Abbildung 15 zeigt den Temperatur- Feuchtigkeitsverlauf während eines Transportes zwischen Japan und Memphis. Dabei wurden Maximaltemperaturen von 57 °C ermittelt. Der kälteste Transport fand auf der gleichen Strecke im Dezember statt und erreichte eine Extremtemperatur von -29 °C.

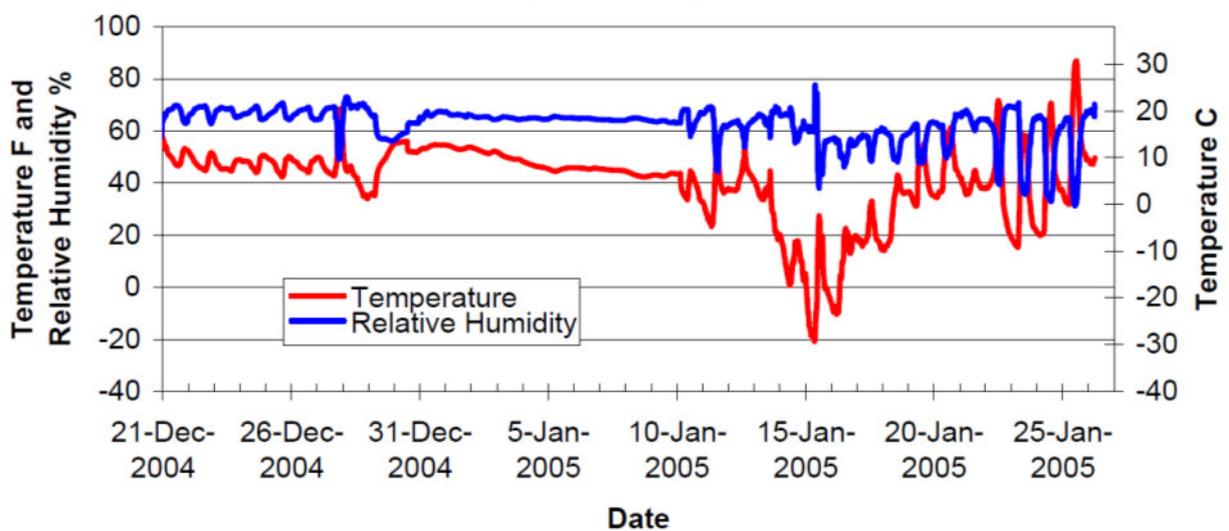


Abbildung 16: Niedrigste Temperaturen während eines Transportes, Strecke: Japan-Memphis [31]

Alle gemessenen Daten verdeutlichen die starken Schwankungen während der Transporte. Eine Aussage zur Häufigkeit und zu der Größe der Temperaturänderung kann nicht getroffen werden: während des Transportes innerhalb Europas treten nur mäßige Schwankungen von wenigen Kelvin auf, während einzelnen Tagen Unterschiede von über 20 K möglich sind. Auch der weltweite Transport zeigt dass Schwankungen täglich auftreten, jedoch gibt es dabei auch eine Abhängigkeit von der Jahreszeit. Die Temperaturunterschiede im Sommer sind größer als die im Winter.

Aussagen über die Kondensation können nur bei gleichzeitiger Kenntnis der Luftfeuchte getroffen werden. Die Taupunktmessung der europäischen Transporte zeigt, dass zu keinem Zeitpunkt Taupunktunterschreitungen aufgetreten sind. Interessant sind die Messungen, bei denen gleichzeitig eine starke Änderung der Feuchtigkeit aufgetreten ist, hierbei besteht die Gefahr von Kondensation. Bei europäischen Transporten wurden durchschnittlich 5 deutliche Temperatur- und Feuchtigkeitssprünge ($> 7 \text{ K}/7 \% \text{ r.F.}$) während des Transports festgestellt. Die Anzahl dieser Schwankungen ist beim internationalen Transport deutlich höher. Hier tritt fast täglich beim Transport über Land ein sehr hoher Unterschied von Temperatur und Feuchtigkeit auf. Im Vergleich zu den Ergebnissen aus den europäischen Versuchen liegen auch deutlich höhere Feuchtigkeiten vor, sodass bereits kleine Temperaturunterschiede zu einer Kondensation führen können. Aus diesem Grund treten während des in Abbildung 15 dargestellten Transports 13 Taupunktunterschreitungen und in Abbildung 16 22 Taupunktunterschreitungen innerhalb von ca. 25 Tagen.

Für die Überwachung des Transports ist es sinnvoll bei sensiblen Teilen eine gleichzeitige Messung von Temperatur- und Feuchtigkeitsverlauf durchzuführen. Gerade bei hoher Feuchtigkeit, wie im Sommer (Europa, USA), reichen geringe Temperaturunterschiede aus für eine Kondensation auf der Oberfläche aus. Den Verpackungen ist aus diesem Grund Silikagel beigegeben. Darüber hinaus können dampfdichte Folien zur Verpackung eingesetzt werden.

7.2 Lagerung

Auch während der Lagerung sollte eine geringe Feuchtigkeit vorliegen. Starke Schwankungen der Temperatur und Luftfeuchte sind zu vermeiden. Während der Lagerung kann Kondensation auftreten. Um einen solchen Einfluss abzubilden wurden Bleche in einer Klimakammer unter Kondensationsbedingungen ($> 100 \% \text{ relative Feuchtigkeit}$) bei Raumtemperatur gelagert. Die Veränderung der Oberfläche ist in Abbildung 17 dargestellt. Abbildung 17 oben links zeigt die metallisch glänzende Oberfläche des Anlieferungszustandes der Bleche und somit den Ausgangszustand für die Versuche. Bereits nach 5 Tagen (Abbildung 17, unten links) unter Kondensationsbedingungen ist eine leichte Braunfärbung auf der Oberfläche erkennbar. Diese bedeckt jedoch nicht die gesamte Oberfläche, sondern nur einzelne Bereiche. Das Blech, welches 10 Tage (Abbildung 17 unten rechts) ausgelagert wurde, zeigt diesen Effekt noch deutlicher.

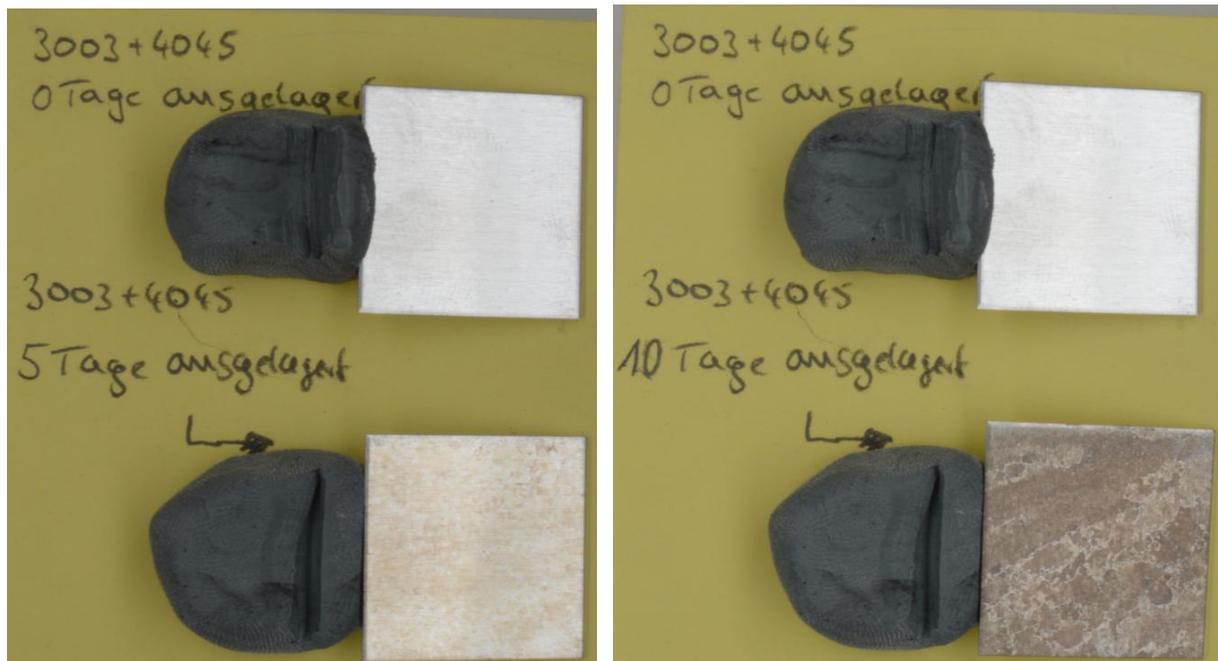


Abbildung 17: Bleche nach Entnahme aus der Klimakammer, Anlieferungszustand (oben), 5 Tage Auslagerung unter Kondensation (unten links), 10 Tage Auslagerung unter Kondensation (unten rechts)

Die Ursache hierfür ist die ungleichmäßige Benetzung der Oberfläche mit Kondensat. Dunkle Bereiche wurden benetzt, hellere Bereiche weniger stark. Bereits aus diesem Grund wird deutlich, dass keine einheitliche Oxidschicht vorliegen kann.

Proben, die zusätzlich beölt waren, zeigen ebenfalls ein unterschiedliches Bild. Während eine Beölung mit Multidraw AL25 keinen Effekt hatte und eine Korrosionserscheinung wie in Abbildung 17 auftrat, haftete das schwer flüchtige Öl Multidraw Drylube besser auf der Oberfläche und wurde von dem Kondensat nicht abgetragen. Die Oberflächen dieser Proben hatten nach Entnahme aus der Klimakammer weiterhin einen metallischen Glanz und zeigten keine Oberflächenveränderungen, vgl. Abbildung 18 und Abbildung 19.



Abbildung 18: Werkstoff EN AW-3003+4045, beölt mit Multidraw Al25, nach 6 Tagen (links) und 10 Tagen (rechts) Lagerung unter Kondensationsbedingungen

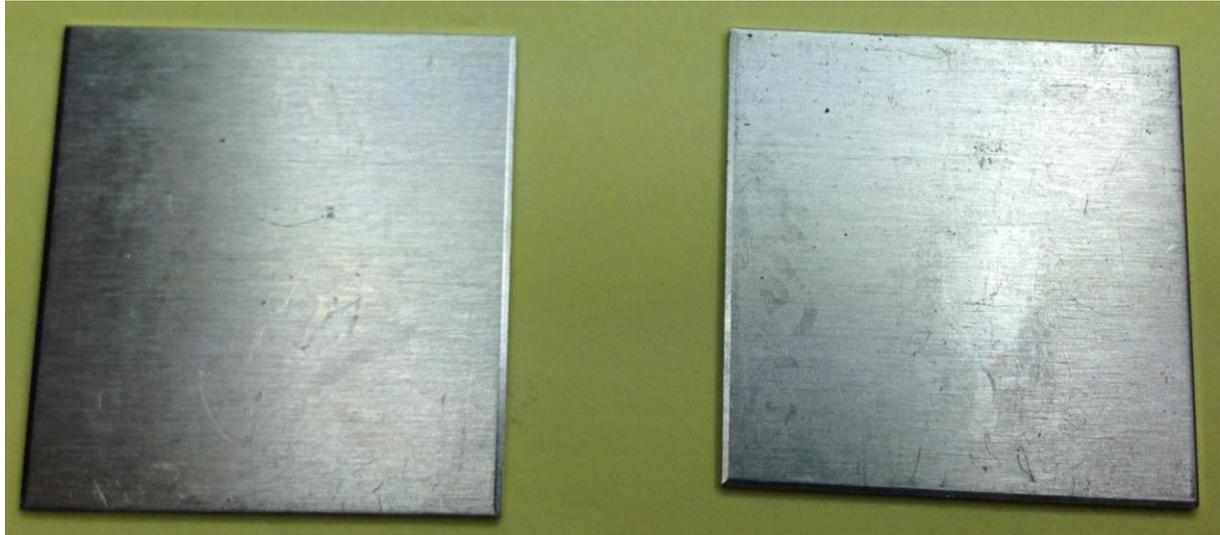


Abbildung 19: Werkstoff EN AW-3003+4045, beölt mit Multidraw Drylube E1, nach 6 Tagen (links) und 10 Tagen (rechts) Lagerung unter Kondensationsbedingungen

Die mit dem bloßen Auge sichtbaren Unterschiede spiegeln sich auch in den gemessenen Oxidschichtdicken wider, Tabelle 17.

Tabelle 17: Oxidschichtdicke nach Lagerung unter verschiedenen Bedingungen

XPS – ohne Ölauftrag	0 Tage	5 Tage	10 Tage	20 Tage	50 Tage
EN AW-3003+4045	1,5 nm	125 nm	>100 nm	1020 nm	680 nm
EN AW-3003+4343		500 nm	2500 nm	3910 nm	62900 nm
EN AW-3005+4104				1445 nm	44200 nm
XPS – Öl Multidraw Drylube E1	0 Tage	5 Tage	10 Tage	20 Tage	50 Tage
EN AW-3003+4343	5-30 nm				
EN AW-3005+4104	5-30 nm				

Das starke Anwachsen der Oxidschicht entspricht den Aussagen in [7]. Auch dort konnte kein Endwert für das Dickenwachstum bei Anwesenheit von Feuchtigkeit ermittelt werden. Für Messungen von Oxidschichten mit über 100 nm Dicke wurde die Augerelektrospektroskopie verwendet.

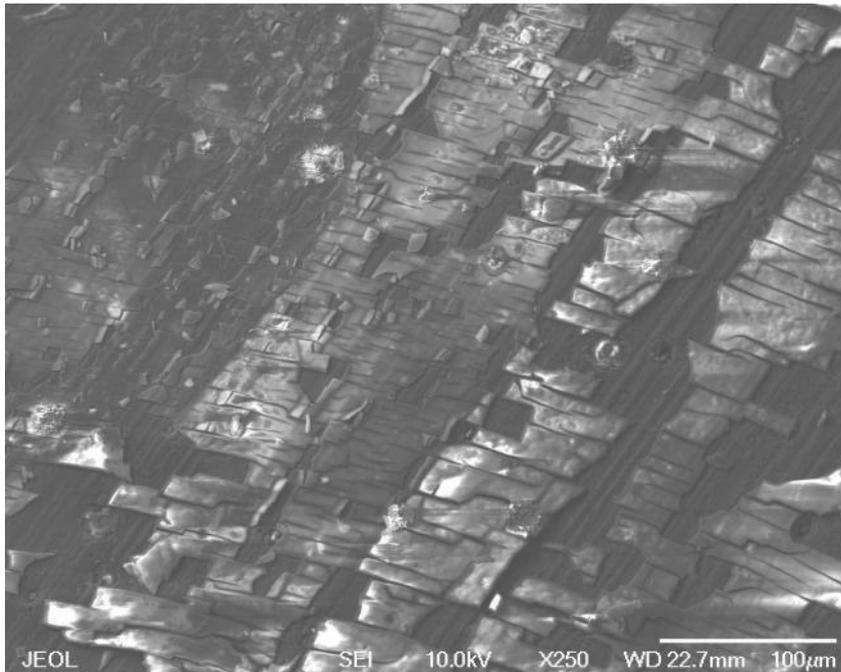


Abbildung 20: SE-Bild der Oberfläche, EN AW-3003+4045, nach 20 Tagen Lagerung unter Kondensationsbedingungen

Abbildung 20 zeigt ein Sekundärelektronenbild aus dem Rasterelektronenmikroskop. Die Probe wurde dem Werkstoff EN AW-3003+4045 nach einer Lagerung von 20 Tagen unter Kondensationsbedingungen entnommen und untersucht. Es zeigt sich, dass die Oberfläche sehr unterschiedlich oxidiert ist. Helle Bereiche mit einer dicken Oxidschicht, die rissig ist und sich fast vom Grundwerkstoff ablöst, liegt neben einer dunkleren grauen Schicht vor. Diese Oberfläche des Grundwerkstoffs ist durch ihren Schleifriefen noch gut erkennbar. Da die Messung der Oxidschichtdicke mit XPS und AES nur punktuell erfolgt, können bei dieser Analyse ungenaue Werte entstehen. Bei der Durchführung der Messung wurde immer darauf geachtet Bereiche gleichen Schichtaussehens, d.h. mit gleicher Oxidschicht, zu wählen.

Die beöhlten Bleche zeigen keinen konkreten Wert, da die Sputterrate relativ hoch war und somit keine genauere Angabe möglich ist. Deutlich wird aus den Ergebnissen jedoch, dass ein Ölfilm auf der Oberfläche die Oxidschicht vor einem Atmosphärenzutritt und somit vor einem weiteren Anwachsen schützt.

Die ausgelagerten Bleche wurden anschließend gemäß Abschnitt 6.5 vorbereitet und gelötet.

Lötergebnis für ausgelagerte Proben ohne Beölung

Nach der Lagerung unter Kondensationsbedingungen wurden die Proben unter Standardbedingungen (vgl. Abschnitt 6.6) im Schutzgasofen mit Flussmittel bzw. im Vakuumofen gelötet. Die Ergebnisse für den Werkstoff EN AW-3003+4045 sind in Abbildung 21 dargestellt.

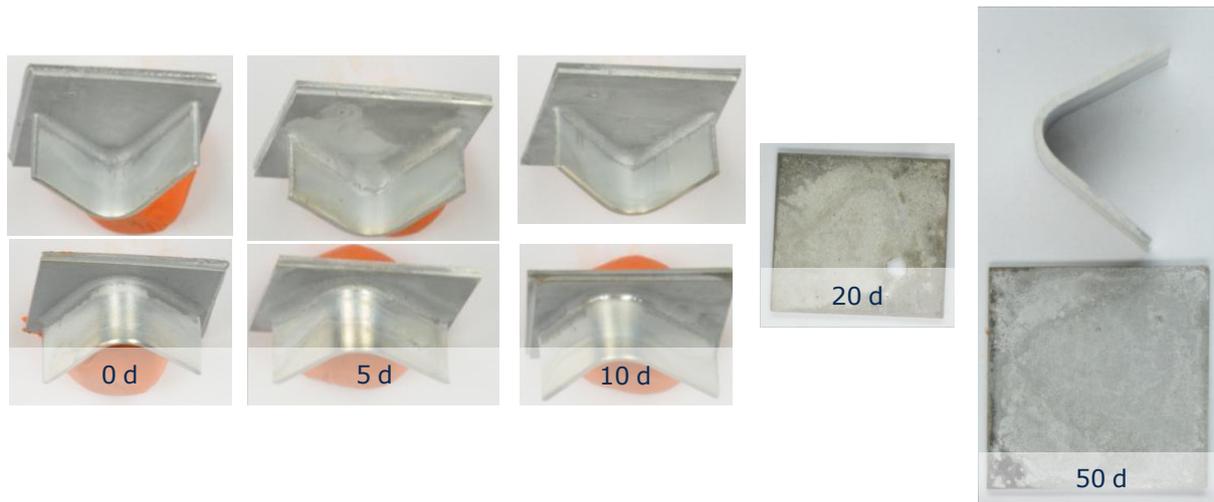


Abbildung 21: Lötresultat unter Kondensation gelagerter Proben ohne Beölung, EN AW-3003+4045

In Tabelle 18 sind die Verlötungsgrade für die Proben angegeben, die für unterschiedliche Zeiten ausgelagert waren.

Tabelle 18: Verlötungsgrad nach Lagerung unter Kondensation, ohne Beölung gelagerter Bleche

Werkstoff	Lagerdauer				
	0 d	5 d	10 d	20 d	50 d
	Verlötungsgrad				
EN AW-3003+4045	100 %	100 %	100 %	0 %	0 %
EN AW-3003+4343	100 %	100 %	100 %	0 %	0 %
EN AW-3005+4104	100 %	74 %±5%	75 % ±7%	0 %	0 %

Dabei wird deutlich, dass mit längerer Lagerdauer und somit stärkerer Oxidschicht, eine Verringerung der Löteignung auftritt. Das Flussmittel aktiviert die Proben auch mit einer stärkeren Oxidschicht nach 10 Tagen unter Kondensation. Entsprechend der Wachstumskinetik (Abbildung 2) kommt es nach dieser Zeit vermutlich zu einem sehr starken Wachstum der Schicht. Die Flussmittelmenge der gewählten Standardparameter ist nicht mehr ausreichend um die Oxidschicht zu entfernen; es ist keine Lötung mehr möglich.

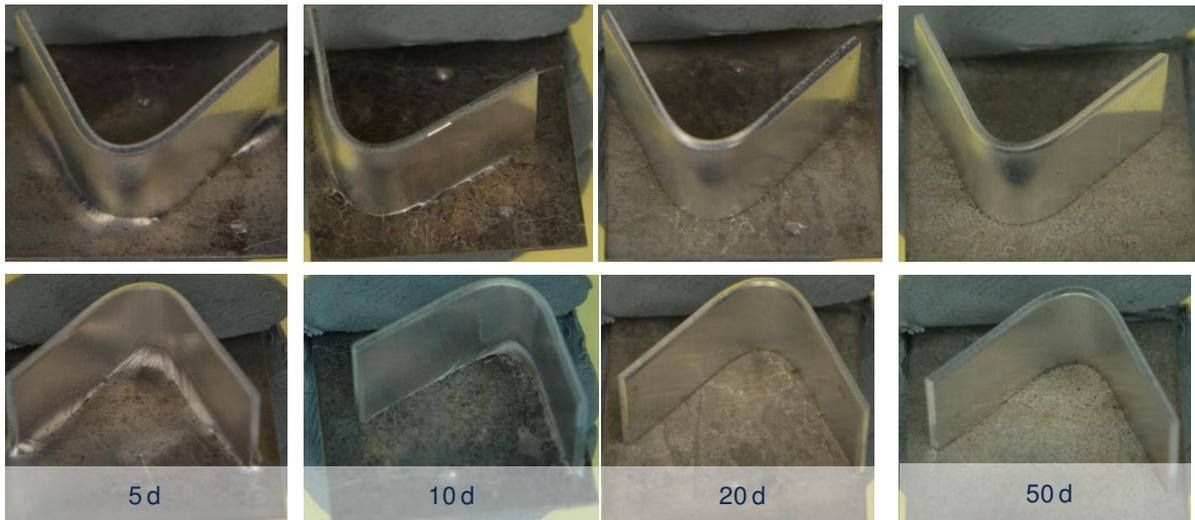


Abbildung 22: Lötresultat unter Kondensation gelagerter Proben ohne Beölung, EN AW-3005+4104

Während die Proben beim Schutzgasofenlöten mit Flussmittel einen Verlötnungsgrad von entweder 100 % oder 0 % erreichen, liegt für das Vakuumlöten ein deutlich anderes Verhalten vor. Dies wird auch anhand der Bilder in Abbildung 22 deutlich. Bereits nach 5 Tagen Lagerdauer kann nur noch ein Verlötnungsgrad von 74 % erreicht werden. Nach 20 Tagen ist keine Verlötnung mehr möglich. Der stärkere Einfluss der Oxidschichtdicke beim Vakuumlöten ist auf den vermuteten Aufbruch-Mechanismus zurückzuführen. Die entstehenden Spannungen reichen vermutlich nicht mehr aus um die Oxidschicht aufzureißen.

Lötresultat für ausgelagerte Proben mit Beölung Multidraw AL 25

Der Verlötnungsgrad, der mit dem Schmieröl Multidraw AL 25 beöleten und ausgelagerten Proben führte nur zu einer geringen Verbesserung im Vergleich zum unbeöleten Zustand. Auch nach 20 Tagen Lagerdauer kann nun noch eine geringe Verlötnung, sowohl beim Vakuumlöten als auch beim Schutzgasofenlöten mit Flussmittel, erreicht werden, siehe Tabelle 19.

Tabelle 19: Verlötnungsgrad nach Lagerung unter Kondensation, Beölung Multidraw AL 25

Werkstoff	Lagerdauer				
	0 d	5 d	10 d	20 d	50 d
	Verlötnungsgrad				
EN AW-3003+4045	100 %	100 %	100%	10%±5%	0%
EN AW-3003+4343	100 %	100 %	100%	10%±5%	0%
EN AW-3005+4104	100 %	100 %	79%±9%	51%±11%	0%

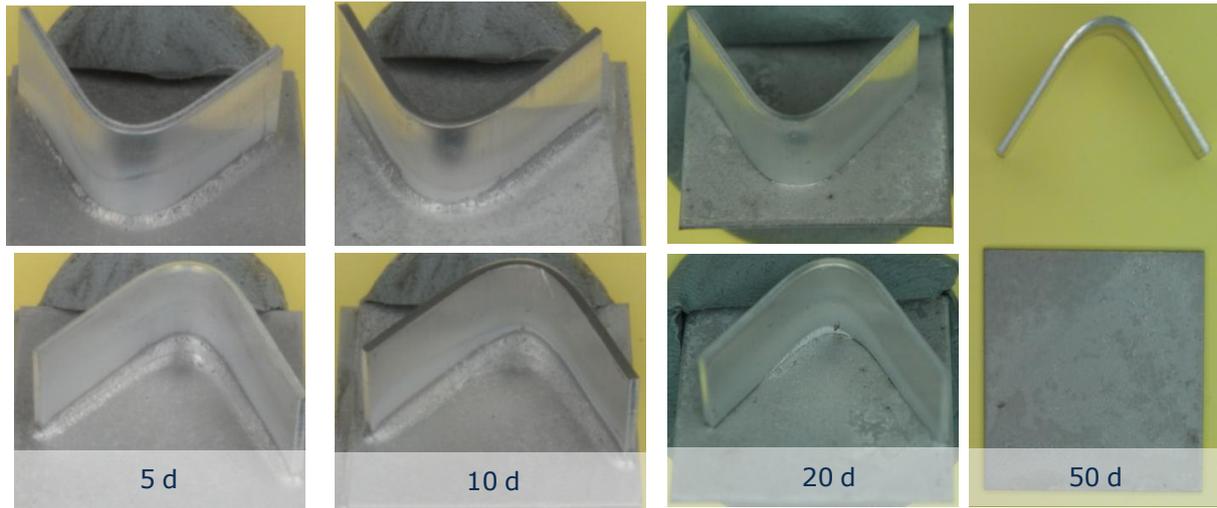


Abbildung 23: Lötresultat unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw AL 25 beölt, EN AW-3003+4045

Abbildung 23 zeigt das Lötresultat für den Werkstoff EN AW-3003+4045 nach der Lagerung unter Kondensation. Die Bleche waren mit Multidraw AL 25 beölt.

Das Lötresultat unterscheidet sich für beide Schutzgaswerkstoffe nur gering vom Ergebnis ohne Beölung. Abbildungen für das Lötresultat des Werkstoffs EN AW-3003+4343 sind im Anhang auf Seite 69 dargestellt.

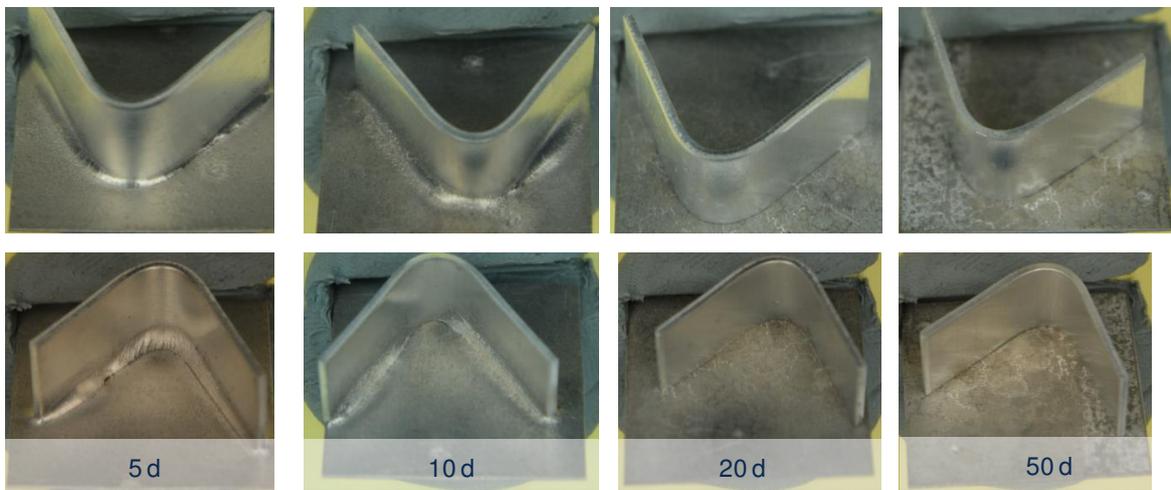


Abbildung 24: Lötresultat unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw AL 25 beölt, EN AW-3005+4104

Ähnlich ist das Ergebnis für den Vakuumwerkstoff, vgl. Abbildung 24. Auch hier kann nach einer Lagerung von 20 Tagen unter Kondensation keine Verlötung mehr erreicht werden.

Lötresultat für ausgelagerte Proben mit Beölung Multidraw Drylube E1

Bereits bei den Messungen zur Oxidschichtdicke wurde der Einfluss der Kondensation auf die Oxidschichtdicke deutlich. Es kam zu keinem Anwachsen der Schichtdicke. Dieser Zusammenhang zwischen Oxidschichtdicke und Lötbarkeit wird auch bei den Lötversuchen deutlich. Während der Lagerung wirkte das fest haftende Öl als Schutz der Oberfläche vor weiterem Oxidschichtwachstum.

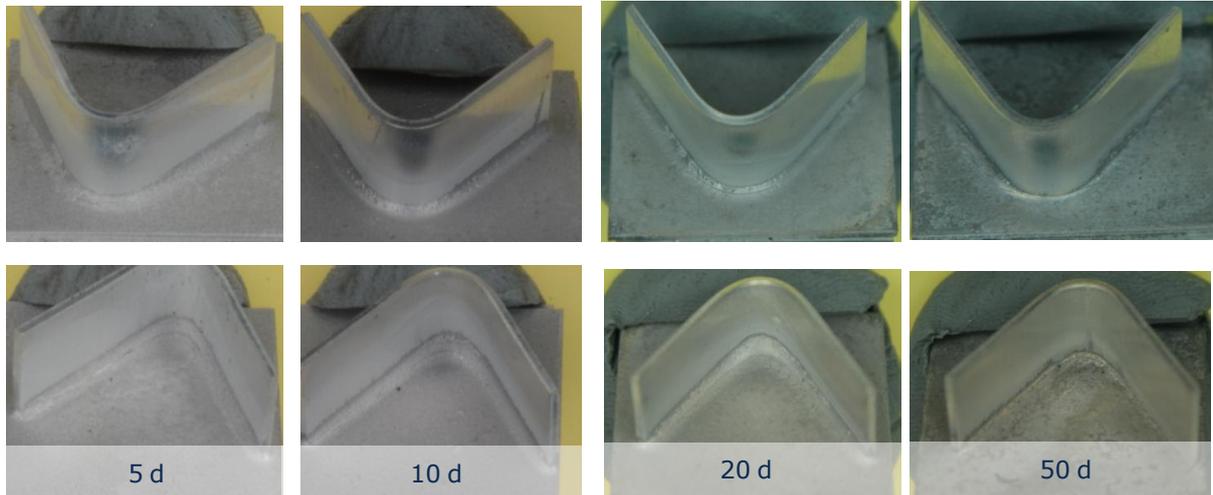


Abbildung 25: Lötresultat unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw Drylube E1 beölt, EN AW-3003+4045

Ausgewählte Lötproben der Schutzgaswerkstoffe sind in Abbildung 25 und Abbildung A 2 im Anhang auf Seite 69 dargestellt. Die Proben konnten auch nach langer Lagerung sehr gut verlötet werden. Der Einfluss des Öls als Schutz vor einem Wachstum der Oxidschicht wird damit deutlich.

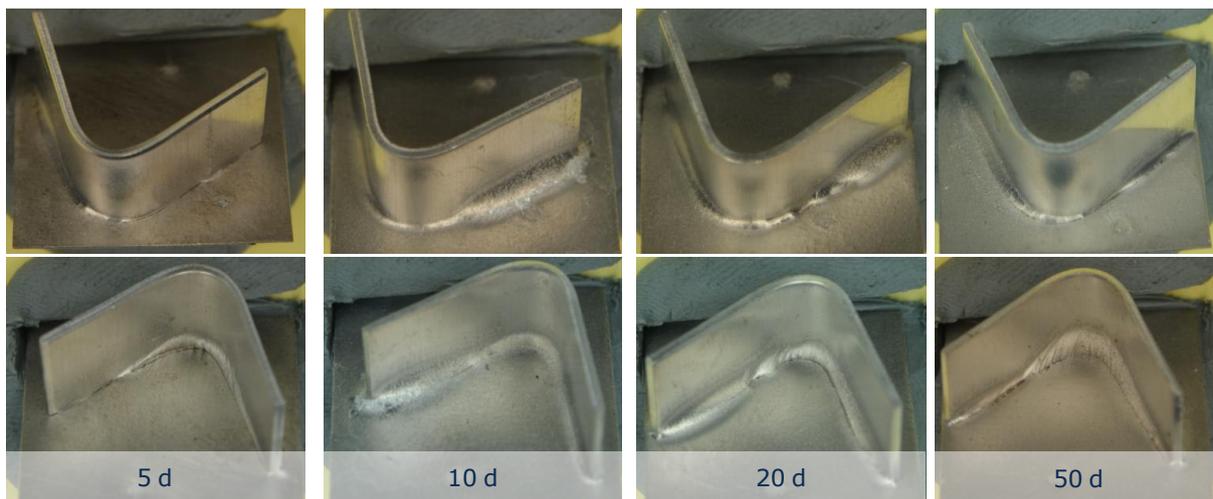


Abbildung 26: Lötresultat unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw Drylube E1 beölt, EN AW-3005+4104

Auch beim Vakuumlöten konnten sehr gute Lötresultate erreicht werden, vgl. Abbildung 26. Im Gegensatz zum Schutzgasofenlöten wird die Aktivierung dabei nicht durch ein Flussmittel unterstützt, sondern beruht laut Stand der Technik auf dem Aufreißen der Oxidschicht.

Die Oxidschicht ist in diesem Fall nicht so stark angewachsen, sodass dieser Mechanismus im Vergleich zu den anderen Lagerversuchen unter Kondensation wirken kann. Deutlich erkennbar ist jedoch die ungleichmäßige Ausbildung der Lötnaht. Dies ist vermutlich auf die ungleichmäßige Oxidschicht zurück zu führen. Die Benetzungsfähigkeit und Löteignung ist somit auf der Fläche des Blechs verschieden.

Alle Proben konnten sehr gut verlötet werden, unabhängig von der jeweiligen Lagerdauer, siehe Tabelle 20

Tabelle 20: Verlötungsgrad nach Lagerung unter Kondensation, Beölung Multidraw Drylube E1

Werkstoff	Lagerdauer				
	0 d	5 d	10 d	20 d	50 d
	Verlötungsgrad				
EN AW-3003+4045	100 %	100 %	100 %	100 %	100 %
EN AW-3003+4343	100 %	100 %	100 %	100 %	100 %
EN AW-3005+4104	100 %	100 %	100 %	100 %	100 %

Aus den Ergebnissen der Lagerung wird ein Einfluss sowohl der Lagerungsbedingungen als auch der Lagerungsdauer deutlich. Die Kondensation stellt den kritischsten Fall dar, da die Oxidschichtdicke um ein Vielfaches zunimmt. Eine Lagerung bei dieser Feuchtigkeit sollte nicht über einen längeren Zeitraum erfolgen, da die Werkstoffe eine deutlich geringere bis keine Löteignung aufweisen. Ist eine Lagerung unter diesen Bedingungen unumgänglich, stellen schwer flüchtige Öle auf der Oberfläche eine Möglichkeit als Schutz vor dem Oxidschichtwachstum bei gleichzeitig sehr guter Löteignung dar.

7.3 Trennen und Umformen; Reinigen

Der Einfluss der beiden im Forschungsvorhaben ausgewählten Öl wurden nicht nur bei der Lagerung, sondern auch direkt als Kontamination nach entsprechenden Umform- und Trennvorgängen eingesetzt. Die Bleche wurden beölt und direkt im Schutzgasofen mit Flussmittel bzw im Vakuumofen gelötet.

Die Verlötungsgrade für das leicht flüchtige (Multidraw AL25) als auch für das schwer flüchtige Öl (Multidraw Drylube E1) waren sehr gut, Tabelle 21. Die Rückstände des schwer flüchtigen Öls, die in [24] festgestellt wurden, beeinflussen das Lötresultat nicht negativ. Auch die unterschiedlichen Temperaturen, bei denen die beiden Öle verdampfen (vergleiche Abschnitt 6.4) haben keinen Einfluss.

Untersuchungen zum Verhalten von Aluminium bei Lagerung im Wasser sind bereits bekannt [7]. Dabei kommt es sehr schnell zu einem Anwachsen der Oxidschicht. Wenn gleichzeitig eine erhöht Temperatur vorliegt, nimmt die Oxidschichtdicke sehr stark zu. Der Verbleib von wässrigen Reinigern würde ebenso wie die Kondensation zu einem Anwachsen der Oxidschicht und damit schlechterer Löteignung führen. Die Reiniger wurden großzügig auf die Oberfläche aufgetragen und nicht getrocknet. Es wurde direkt nach der Reinigung gelötet. Die beiden Reiniger haben trotz ihrer verschiedenen Zusammensetzung ebenfalls keinen Einfluss auf das Lötresultat. Auch der Wasseranteil im verdünnten Reiniger Alustar 300 beeinträchtigt den Verlötungsgrad nicht.

Tabelle 21: Verlötungsgrad Beölung und Reinigung

Werkstoff	Beölung		Reinigung	
	Multidraw AL 25	Multidraw Drylube E1	Divinol Reiniger	Alustar 300
	Verlötungsgrad			
EN AW-3003+4045	100 %	100 %	100 %	100 %
EN AW-3003+4343	100 %	100 %	100 %	100 %
EN AW-3005+4104	100 %	100 %	100 %	100 %

Die im Rahmen des Forschungsvorhabens getesteten Mittel zum Umformen und Trennen sowie Reinigen hatten keinen Einfluss auf die Lötbarkeit der Werkstoff. Obwohl stark unterschiedliche Mittel (leicht und schwer flüchtige Öle, wässriger Reiniger) genutzt wurden, war das Ergebnis einheitlich ein sehr guter Verlötungsgrad.

7.4 Einfluss der Ofenatmosphäre

Nachdem die Einflüsse der einzelnen Prozessschritte vor dem Löten betrachtet wurden, werden im Folgenden die einzelnen verfahrenseigenen Einflüsse untersucht. Neben dem Gehalt von Sauerstoff und Feuchtigkeit in der Atmosphäre hat auch die Art der Flussmittelaufbringung sowie die Flussmittelmenge einen Einfluss auf das Lötresultat. In Abstimmung mit dem projektbegleitenden Ausschuss wurden diese Untersuchungen nicht durchgeführt, da industriell unterschiedliche Mengen und Auftragsvarianten eingesetzt werden.

Prinzipiell können im Ofen gasförmige (z. B. Restgase wie O_2 , CO und CO_2), dampfförmige (z. B. Wasser- oder Öldampf), flüssige (z. B. Öl auf der Oberfläche der Bauteile) und feste (z. B. organische oder anorganische Partikel) Kontaminationen auftreten [32].

Schutzgasofenlöten mit Flussmittel: Einfluss des Sauerstoffgehaltes in der Ofenatmosphäre

Im Rahmen des Forschungsvorhabens wurde der Glasofen um ein Mischsystem erweitert, vgl. 6.6. Damit wird dem Stickstoffstrom, der in den Ofen eingeleitet wird, Sauerstoff zugeführt. Die Zugabe des Sauerstoffs wurde in ppm-Schritten variiert. Der Sauerstoffgehalt in der Atmosphäre wurde mit der am Ofen befindlichen Sauerstoffsonde ermittelt. Nach [20] soll der Sauerstoffgehalt im Ofen für ein erfolgreiches Lötresultat unter 100 ppm liegen. Diesem Grenzwert stimmen auch die Mitglieder des projektbegleitenden Ausschusses zu. Zur Überprüfung wurden erste Lötversuche mit einem Sauerstoffgehalt von 100 ppm durchgeführt, Tabelle 22,. Bereits bei diesem geringen Gehalt kann im Glasofen jedoch nur noch ein Verlötungsgrad von 50 % erreicht werden. Auch bei einem geringeren Sauerstoffanteil von 50 ppm wird nur ein Verlötungsgrad von 76 % (Werkstoff EN AW-3003+4045) bzw. 66 % (EN AW-3003+4343) erreicht.

Tabelle 22: Verlötungsgrad bei unterschiedlichen Sauerstoffgehalten

Werkstoff	Sauerstoffgehalt		
	0 ppm	50 ppm	100 ppm
	Verlötungsgrad		
EN AW-3003+4045	100 %	76 %	50 %
EN AW-3003+4343	100 %	66 %	50 %

Einfluss der Feuchtigkeit in der Ofenatmosphäre

Eine weitere Quelle für den Eintrag von Sauerstoff stellt Feuchtigkeit dar. Die Messung der Feuchtigkeit im Glasofen ist nicht möglich. Über eine Erweiterung des Glasofens im Rahmen des Forschungsvorhabens wurde eine Feuchtigkeitszufuhr geschaffen, vgl. Abschnitt 6.6. Der Feuchtigkeitsgehalt, der in die Atmosphäre eingetragen wird, kann berechnet werden. [20] gibt als Grenzwert für eine gute Lötung einen Taupunkt von -40 °C an. Dies entspricht umgerechnet einem Feuchtigkeitsgehalt von 188 ppm. Tabelle 18 bis Tabelle 21 gibt den Verlötungsgrad mit Standardparametern (vgl. Abschnitt 6.6) an. Das eingesetzte Stickstoff-Schutzgas hat laut Hersteller einen Feuchtigkeitsgehalt von maximal 5 ppm [28]. Dieser kann jedoch im Versuch nicht gemessen werden. Taupunkt und Feuchtigkeitsgehalt können mit Gleichung 5 bestimmt werden.

$$t_d(\varphi, t) = \frac{241,2 \ln\left(\frac{\varphi}{100\%}\right) + \frac{4222,03716 t}{241,2 + t}}{17,5043 - \ln\left(\frac{\varphi}{100\%}\right) - \frac{17,5043 t}{241,2 + t}} \quad (\text{Gleichung 5})$$

In Abbildung 27 sind Lötproben nach dem Schutzgasofenlöten mit Flussmittel unter Einfluss der Feuchtigkeit in der Atmosphäre dargestellt. Lötproben des Werkstoffs EN AW-3003+4343 sind in Abbildung A 3 in der Anlage auf Seite 70 abgebildet.

Tabelle 23 führt die Verlötungsgrade der Versuche für beide Werkstoffe auf. Der Feuchtigkeitsgehalt wurde so lange erhöht bis keine Verlötung mehr möglich war. Ab einem Feuchtigkeitsgehalt von 180 ppm ist nur noch eine geringe Verlötung möglich. Keine Verlötung tritt bei dem Werkstoff EN AW-3003+4045 bei 240 ppm, beim Werkstoff EN AW-3003+4343 erst bei 270 ppm auf. Ursache hierfür ist vermutlich der höhere Gehalt an Magnesium im EN AW-3003+4045. Dieser trägt zur Verstärkung der Oxidschicht bei, sodass eher eine Grenzdicke erreicht wird, bei der das Flussmittel die Oxidschicht nicht mehr zerstören kann. Der Grenzwert von 180 ppm korreliert mit dem in der Literatur angegebenen Grenzwert [20].

Die Verlötung ist dann nicht mehr vollständig. Dieser Grenzwert für den Glasofen korreliert mit dem in [20] angegeben.

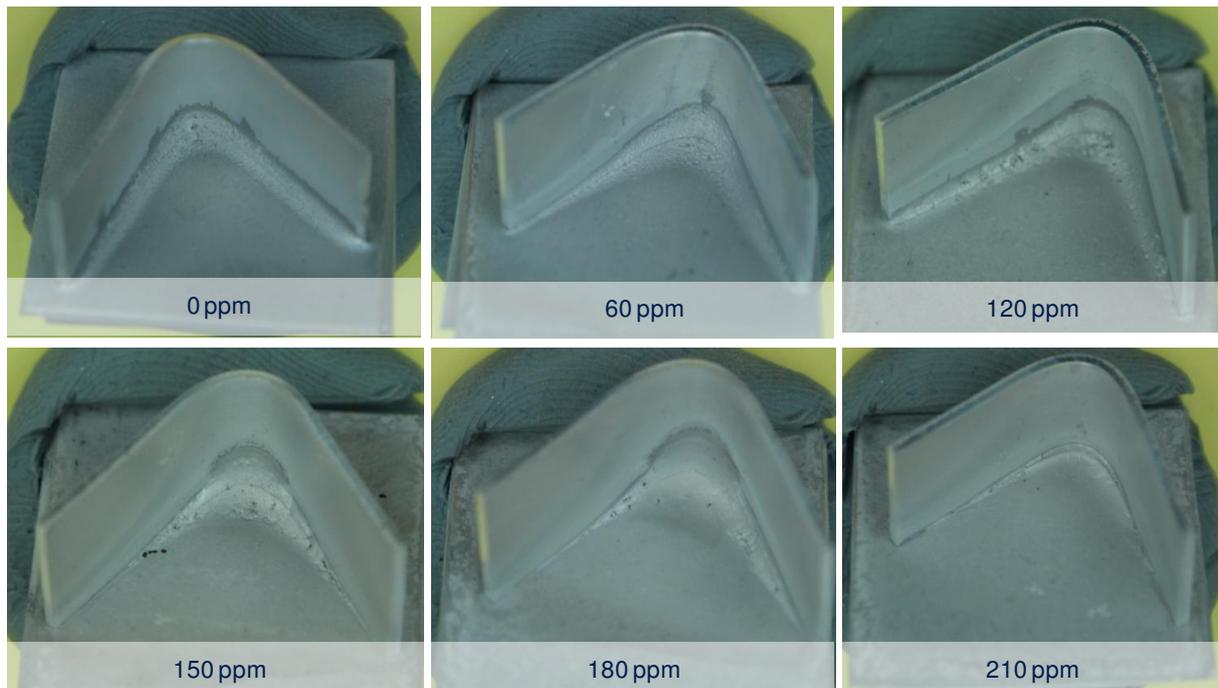


Abbildung 27: Lötresultat Schutzgasofenlötens mit variiertem Feuchtigkeitsgehalt, EN AW-3003+4045

In Abbildung 27 sind Lötproben nach dem Schutzgasofenlötens mit Flussmittel unter Einfluss der Feuchtigkeit dargestellt. Bilder für den Werkstoff EN AW 3003-4343 sind in der Anlage auf Seite 69 dargestellt.

Tabelle 23 führt die Verlötungsgrade für die beiden Ergebnisse auf. Der Feuchtigkeitsgehalt wurde so lange erhöht bis keine Verlötung mehr möglich war. Ab einem Feuchtigkeitsgehalt von 180 ppm ist nur noch eine geringe Verlötung möglich. Keine Verlötung tritt bei dem Werkstoff EN AW-3003+4045 bei 240 ppm, beim Werkstoff EN AW-3003+4343 erst bei 270 ppm auf. Ursache hierfür ist vermutlich der höhere Gehalt an Magnesium im EN AW-3003+4045. Dieses trägt zur Verstärkung der Oxidschicht bei, sodass eher eine Grenzdicke erreicht wird, bei der das Flussmittel die Oxidschicht nicht mehr zerstören kann. Der Grenzwert von 180 ppm korreliert mit dem in der Literatur angegebenen Grenzwert [20].

Tabelle 23: Verlötungsgrad Schutzgasofenlötens, mit Einfluss der Feuchtigkeit in der Atmosphäre

Werkstoff	Feuchtigkeitsgehalt [ppm]									
	30	50	60	90	120	150	180	210	240	270
	Verlötungsgrad [%]									
EN AW-3003+4045			100		100	100	85	23	0	
EN AW-3003+4343	100	100	100	100	100	81	63		21	0

Sauerstoff und Feuchtigkeit haben einen deutlichen Einfluss auf das Oxidschichtwachstum. Während des Lötens kommt zudem der Einfluss der Temperatur hinzu, wodurch die Oxid-

schicht weiter anwächst. Im Rahmen des Forschungsvorhabens konnten für die Versuche im Glasofen mit Schutzgas Stickstoff und Flussmittel Grenzwerte von Sauerstoff- und Feuchtigkeitsgehalt für einen sehr guten Verlötnungsgrad ermittelt werden. Der Grenzwert für Feuchtigkeit liegt nah an dem allgemein anerkannten Feuchtigkeitswert, während der Grenzwert für Sauerstoff noch darunter liegt

7.5 Darstellung der Ergebnisse als Fehlzustandsbaum

Als eine Zusammenfassung für die Anwender werden die Ergebnisse in einem Fehlzustandsbaum dargestellt. In Absprache mit dem Projektbegleitenden Ausschuss wurde das Ishikawa-Diagramm [33] gewählt.

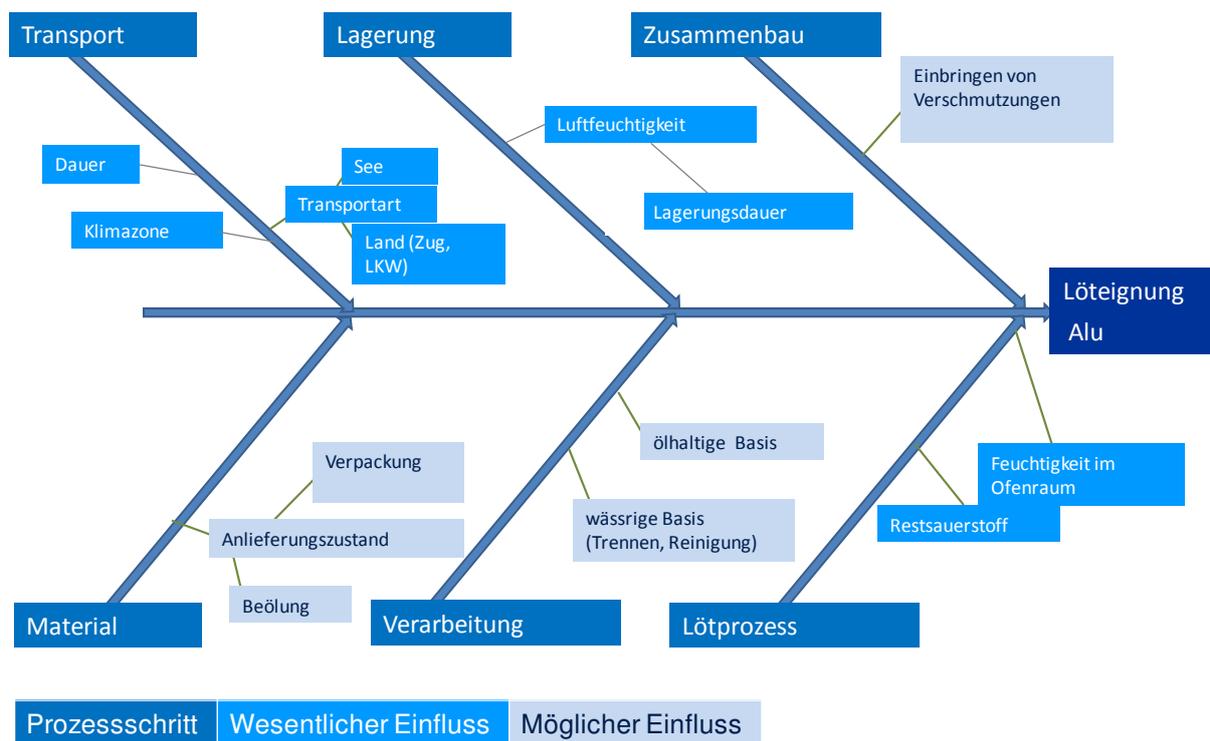


Abbildung 28: Darstellung von wesentlichen und möglichen Einflüssen der Prozessschritte beim Aluminium-Ofenlöten auf die Lötignung von Aluminium

In Abbildung 28 sind alle einzelnen Schritte des Lötprozesses, die im Forschungsvorhaben betrachtet wurden, dargestellt und mit einzelnen Parametern untersetzt. Die Parameter sind farblich so markiert, dass die wesentlichen Einflüsse deutlich werden. Hierzu zählen beim Transport die Art des Transports und damit die Taupunktunterschreitungen; bei der Lagerung ist die Luftfeuchtigkeit entscheidend. Dies kann je nach Feuchtigkeit anhand von Tabelle 3 festgelegt werden. In jedem Fall gilt, dass sich angeliefertes Material erst einmal eingepackt an die Umgebungstemperatur angleichen muss. Erst dann ist eine das Auspacken ohne Gefahr der Kondensation möglich. Die Lagerungsdauer ist insofern nur entscheidend, als kritische Bedingungen zum Wachstum der Oxidschicht vorliegen. Bei trockenen Atmosphären hat die Lagerungsdauer keinen Einfluss.

Die durchgeführten Versuche haben zudem einen deutlichen Einfluss von Restsauerstoff und Feuchtigkeit im Ofenraum gezeigt. Für ein gutes Lötresultat sollte auf den Eintrag von

Sauerstoff, unabhängig von der Quelle, geachtet werden. Dazu zählt auch, die Öfen bei Nichtverwendung möglichst geschlossen zu halten, sodass kein Wasser an der Ofenwandung vorliegt. Auch im Vakuum spielen Lecks sowie Kontaminationen der Oberfläche eine große Rolle; diese dienen als Sauerstoffquellen und können zu einem Anwachsen der Oxidschicht während des Lötens führen.

Eine Kontrolle der Atmosphäre kann während des Lötens durch Sauerstoffsonden und Taupunktmessung erfolgen.

Die heller unterlegten Prozessschritte hatten bei den Untersuchungen im Rahmen des Forschungsvorhabens keinen Einfluss auf das Lötergebnis.

Das erstellte Diagramm kann verwendet werden, um Fehlerquellen zu suchen und zu vermeiden.

8 Alternative Verfahren zur Bestimmung der Oxidschichtdicke und Löteignung

Im Rahmen des Projektes wurde die Oxidschichtdicke in Korrelation mit der Löteignung gesetzt. Die Oxidschichtdicke wurde dabei mit XPS bestimmt. [8] führt weitere Analysemethoden, wie Auger-Elektronenspektroskopie und Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie auf, mit denen sowohl die Oxidschichtdicke als auch die Zusammensetzung der Oxidschicht bestimmt werden kann. Für den Einsatz in Forschung und Entwicklung sind diese Verfahren sinnvoll, ein industrieller Einsatz ist jedoch nicht möglich: die Meßergebnisse stammen von einem kleinen Ausschnitt des Blechs, die Analysemethoden müssen von einer Fachkraft durchgeführt werden, und aufgrund der unregelmäßigen natürlichen Oxidschicht auf technischen Oberflächen müssen mehrere Messungen durchgeführt werden. Da die Messungen teilweise im Vakuum erfolgen und auch gut kalibrierte Systeme erfordern, ist eine Integration in den Fertigungsprozess schwierig. Zudem sind die Messungen auch teuer. So wurde in Abstimmung mit dem PA nur notwendige XPS-Messungen durchgeführt. In der Diskussion mit dem PA wurde zudem die Möglichkeit einer einfachen Bestimmungsmethode für die Oxidschichtdicke besprochen. Diese soll robust, einfach handhabbar und industriell einsetzbar sein. Im Rahmen des Forschungsvorhabens wurden aus diesem Grund Alternativen zu Bestimmung der Oxidschichtdicke getestet.

8.1 Bestimmung der Oxidschichtdicke

Die Bestimmung der Oxidschichtdicke erfolgt meist mit spektroskopischen Verfahren. Eine weitere Möglichkeit ist die elektrochemische Bestimmung des Durchbruchpotentials.

Elektro-chemische Minicell (ECMC)

Die ECMC ist Schnellprüfverfahren dient der Durchführung von Korrosionstests. Dies kann im Labor an Proben oder direkt vor Ort an Bauteilen erfolgen.

Dabei wird die Sperrschicht auf Aluminium, die das Metall vor Korrosion schützt, aufgelöst. Durch die angelegte Spannung wird eine Reduktionsreaktion ausgelöst und die Oxidschicht wird reduziert. Sobald der oxidfreie Grundwerkstoff vorliegt, schließt sich der Stromkreis und

das Durchbruchpotential kann bestimmt werden und als Aussage über die Oxidschichtdicke herangezogen werden.

Das Messprinzip basiert auf einem wässrigen Medium (Elektrolyt), das auf der Oberfläche des Aluminiums ein Lokalelement bildet. Die Messung wird potentiodynamisch durchgeführt, d.h. die Spannung wird kontinuierlich verändert und an den sich einstellenden Strom angepasst. Es ergeben sich Stromdichte-Potential-Kurven, die empfindlich auf Veränderungen der Werkstoffoberfläche reagieren.

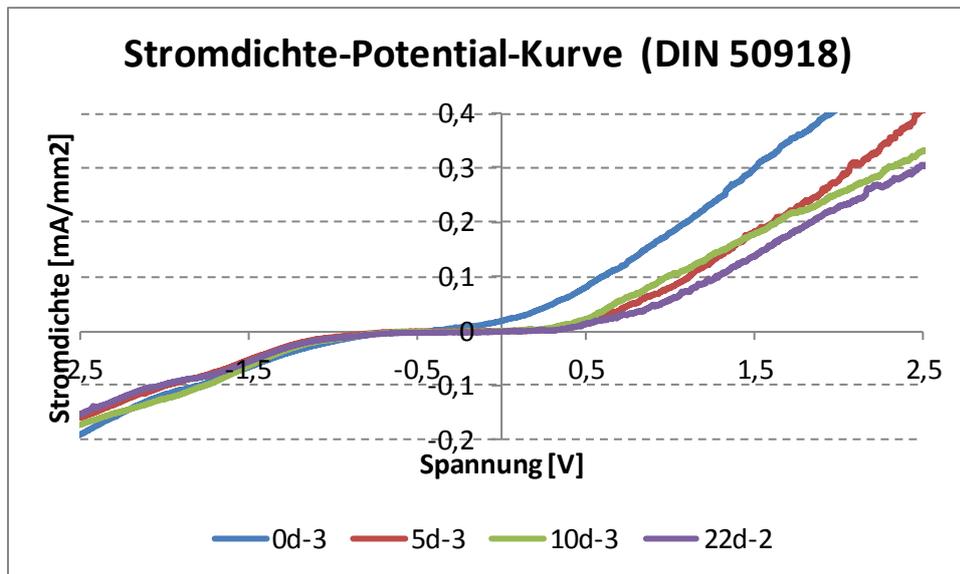


Abbildung 29: Stromdichte-Potential-Kurve einer Probe mit unterschiedlicher Lagerungsdauer unter Kondensation

Abbildung 29 zeigt den Stromdichte-Potential-Verlauf der im Rahmen des Projektes gemessenen Proben. Dabei wurden Proben untersucht, die nicht, 5 Tage, 10 Tage bzw. 22 Tage unter Kondensation gelagert wurden. Deutlich unterschieden werden kann die Kurve des Ausgangszustandes (blau). Aufgrund der geringen Oxidschicht ist das Durchbruchpotential sehr gering und der Werkstoff korrodiert sofort. Die Schichtdicken der gelagerten Werkstoffe unterscheiden sich davon deutlich. Die Kurven von 5 (rot) und 10 (grün) Tagen Lagerungsdauer zeigen einen ähnlichen Verlauf. Hierbei wird die etwas dickere Oxidschicht schon deutlich. Die Lagerungsdauer 22 Tage (lila) hat das größte Durchbruchpotential, d.h. die stärkste Oxidschicht. Diese Ergebnisse sind konform mit den XPS-Messungen der Oxidschichtdicke.

Das Verfahren kann leicht industriell eingesetzt werden, jedoch kann nur ein kleiner Bereich gemessen werden. Ausgehend von diesem Test müssen die angelegten Ströme dann entsprechend in weiteren Versuchen an Aluminium angepasst werden.

Die Ergebnisse wurden im Projektbegleitenden Ausschuss diskutiert. Dabei ergab sich die Frage, wie auf einer größeren Fläche gemessen werden kann. Auch hierbei kann ein elektrochemisches Verfahren genutzt werden.

Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS)

Diese Messmethode ist quasistationär. "Ein sinusförmiges Anregungssignal (Eingangssignal) wird mit kleiner Amplitude an das Korrosionssystem angelegt. Das System antwortet mit einem sinusförmigen Ausgangssignal derselben Frequenz, aber unterschiedlicher Amplitude und Phase. Aus dem Verhältnis zwischen Anregungssignal und Systemantwort wird die komplexe Impedanz des Systems berechnet. Über die Variation der Anregungsfrequenz in einem breiten Frequenzbereich kann ein Impedanzspektrum aufgenommen werden." [34]

Das durchgeführte Experiment wurde mit einer Zweielektrodenanordnung der zu untersuchenden Blechprobe (Ausgangszustand, ausgelagert, ausgelagert mit Öl; Messflächen ca. 13 cm² bzw. ca. 1 cm²) sowie zwei Pt-Bleichen als Gegenelektroden (insgesamt 8 cm²) und einer Phosphatpufferlösung durchgeführt. [35]

Der aufgenommene Kurvenverlauf, Abbildung 30, zeigt einen ungewöhnlichen Verlauf. Im Idealfall bildet sich eine kreisförmige Kurve aus. Aus diesem Grund müssen die Ergebnisse mit weiteren Messungen verifiziert werden. Als erstes Ergebnis ist der Einfluss der Lagerung deutlich sichtbar. Der Ausgangszustand (schwarze Kurve) hat eine deutlich niedrigere Plateau-Impedanz als die Kurven der beiden bei Kondensation gelagerten Proben (rote und blaue Kurve). Dies wird auf die höhere Oxidschichtdicke bei Lagerung unter Kondensation zurück geführt. Um mit diesem Verfahren genaue Aussagen zur Oxidschichtdicke zu erhalten, sind intensive weitere Versuche notwendig. Darüber hinaus ist die Messung der Proben sehr zeitintensiv: je nach der gewählten Frequenz werden Messzeiten bis zu 4 Stunden erreicht. Ein Einsatz im industriellen Bereich ist deshalb unwahrscheinlich.

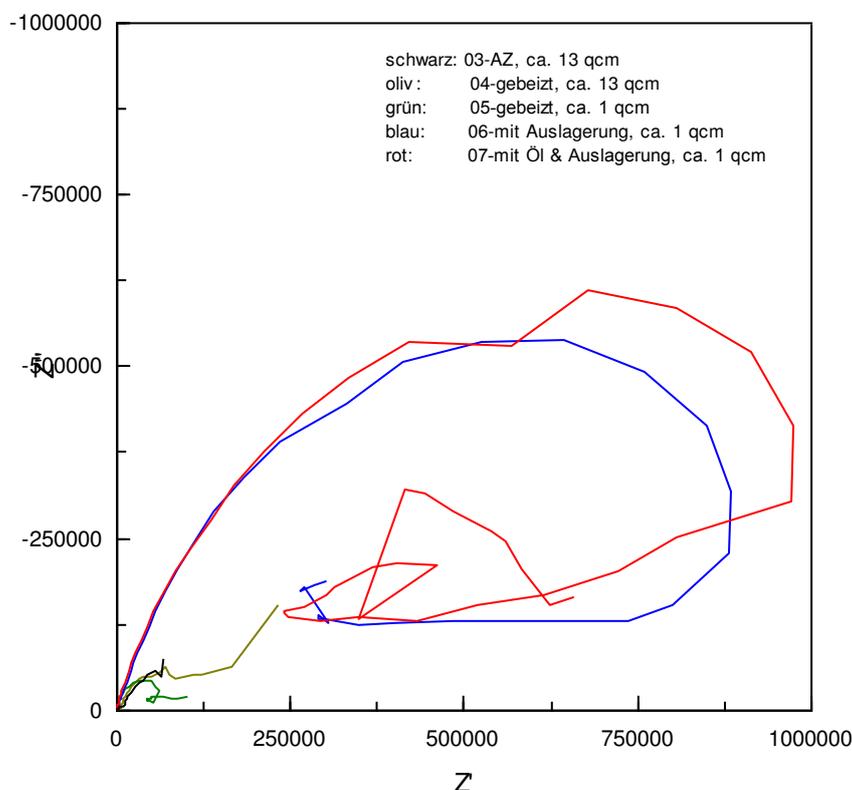


Abbildung 30: Überblicksdarstellung im Nyquist-Diagramm [35]

8.2 Bestimmung der Löteignung

Ausgehend von den Methoden zur Bestimmung der Benetzungsfähigkeit beim Kleben können diese Verfahren eventuell auch für Aussagen der Löteignung genutzt werden. Im Folgenden werden die Ergebnisse zweier Tests dargestellt.

Optisch Stimulierte Elektronen Emission (OSEE)

Bei diesem Verfahren wird die Oberfläche des Werkstoffs mit Licht aus dem sichtbaren Bereich des Spektrums angeregt. Die Oberfläche emittiert Elektronen. Diese Elektronen werden mit einem Detektor aufgenommen und bilden die untersuchte Oberfläche ab. Dabei können auch größere Bereiche gemessen werden. Die Versuche werteten einen Bereich von $10 \times 10 \text{ cm}^2$ aus.

Metallische glänzenden Bereiche emittieren Elektronen, während Bereiche mit dicker Oxidschicht kein Signal geben.

Ein der Messungen des Anlieferungszustandes (Abbildung 31) zeigt die stark unterschiedlichen Signale der Oberfläche. Der größte Bereich gibt ausreichend Signal an den Detektor, sodass dieser Bereich als sauber einzustufen ist. Einen großen Einfluss hat jedoch sowohl die Oberflächenrauheit als auch die Wölbung des Blechs. In Abbildung 31 wird aus diesem Grund vom oberen rechten Rand kein Signal empfangen.

Anlieferungszustand

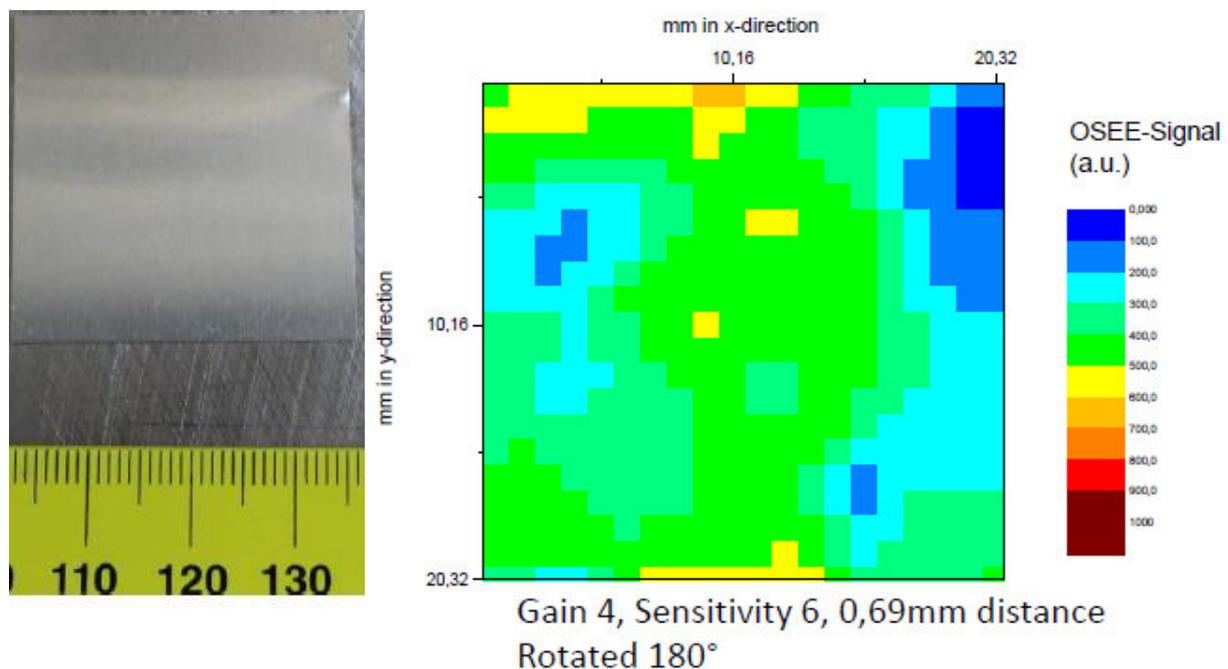


Abbildung 31: OSEE-Messung Anlieferungszustand [36]

Abbildung 32 zeigt, dass bei einer starken Oxidschicht, wie sie sich nach 10 Tagen Lagerung unter Kondensationsbedingungen bildet, keine Elektronen mehr vom Grundwerkstoff emittiert werden können, da das Signal den Grundwerkstoff nicht erreicht.

10 Tage Lagerung
Gain 4, Sensitivity 6, 5,77mm distance

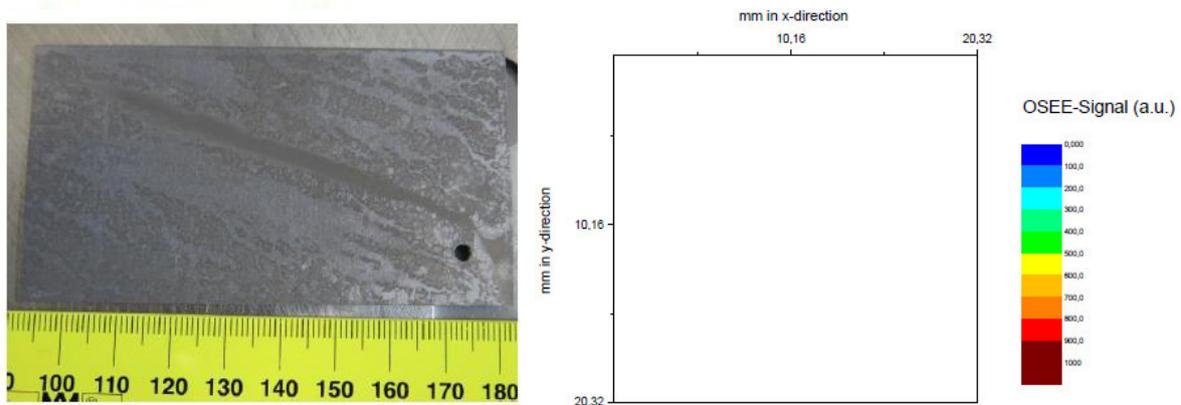


Abbildung 32: OSEE-Messung nach 10 Tagen Lagerungsdauer Kondensation [36]

Das Messverfahren ist sinnvoll für dünne Schichten und Oberflächenbeläge, aber eine Differenzierung der Proben aus dem Projekt mit unterschiedlichen Lagerungsdauern war nicht erfolgreich. Von Vorteil ist die Möglichkeit größere Flächen in einem kurzen Zeitraum ohne lange Vorbereitung untersuchen zu können.

Aerosol-Benetzungsprüfung

Bekannt ist die Bedeutung des Benetzungswinkels für die Benetzung. Dies wird bei Polymeren häufig mit einem Tropfentest ermittelt. Am Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung in Bremen wurde dieses Prinzip in eine Aerosol-Benetzungsprüfung integriert. Dabei erzeugt ein Ultraschallzerstäuber ein definiertes Wasseraerosol, welches auf der zu prüfenden Oberfläche ein spezifisches Tropfenmuster ergibt. Die Aufnahme erfolgt automatisch und wird mit einem Kamerasystem aufgenommen. Bei einem definierten Flüssigkeitsvolumen besteht ein Zusammenhang zwischen Tropfengröße und Kontaktwinkel. Somit kann über die Tropfenverteilung eine Aussage zur Benetzung der Oberfläche getroffen werden.

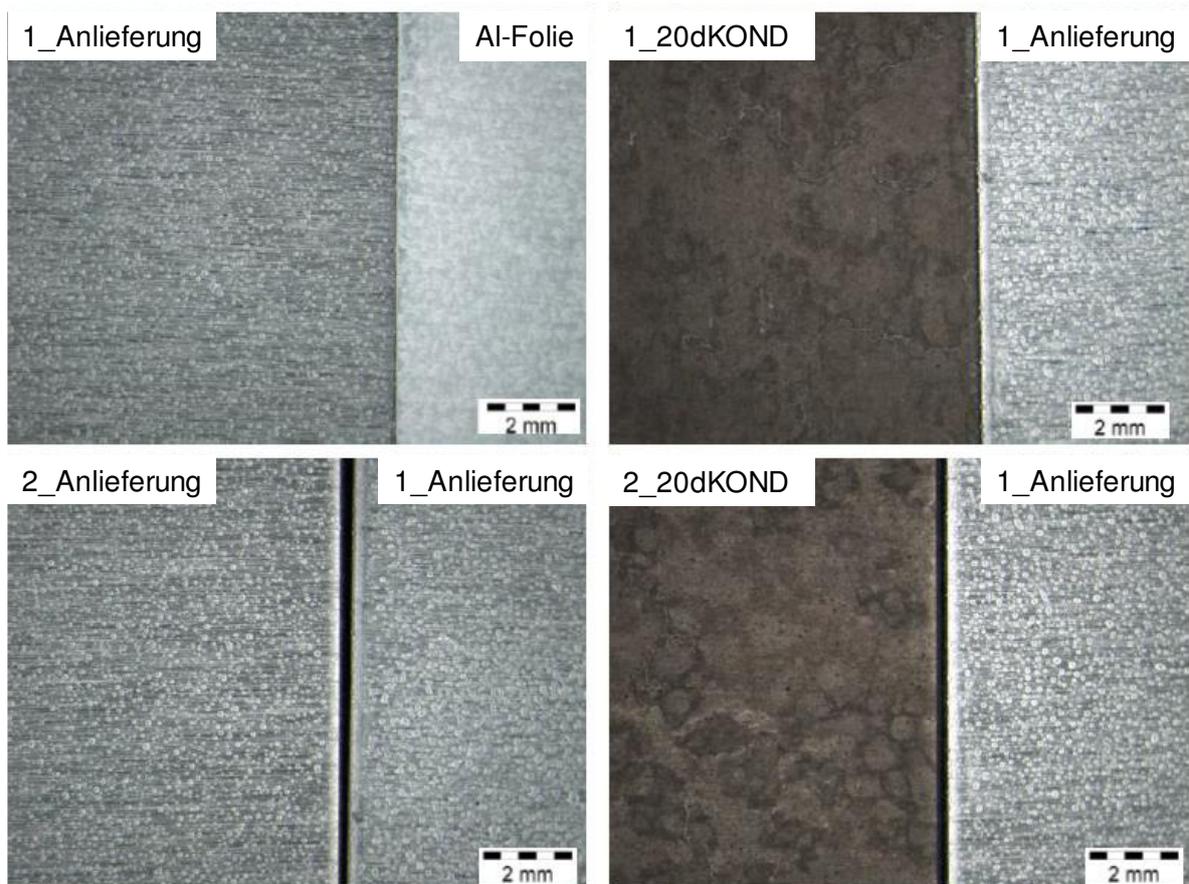


Abbildung 33: Ergebnisse Aerosol-Benetzungsprüfung, Aluminiumfolie (Al-Folie), Anlieferungszustand (Anlieferung) und nach 20 d Auslagerungsdauer (20dKOND) [37]

Während in Abbildung 33 eine gute Benetzung für die Aluminiumfolie (Al-Folie) zu sehen ist, haben die Anlieferungszustände (Anlieferung) eine schlechtere Benetzungsfähigkeit. Auf den Proben nach 20 Tagen Lagerung sind keine Tropfen sichtbar, deshalb ist eine Auswertung erschwert.

Mit der Methode können sehr schnell statistisch abgesicherte Aussagen zur Benetzungsfähigkeit der Werkstoffe getroffen werden. Es ist jedoch schwierig bei stark veränderten Oberflächen ein Ergebnis zu erhalten. Der Einsatz der Methode ist sinnvoller für das Kleben.

9 Gegenüberstellung der Ergebnisse mit der Zielsetzung

Im Rahmen des Forschungsvorhabens „Korrelation zwischen der Oberflächenhistorie, den Prozessbedingungen und der Lötbarkeit von Aluminiumwerkstoffen“

(IGF-Nr. 17.748 B, DVS-Nr. 07.070) wurde eine Korrelation zwischen einzelnen Prozessschritten und der folgenden Lötbarkeit von Aluminiumwerkstoffen hergestellt. Diese Methodik basiert auf den grundlegenden Kenntnissen zu Bildung und Wachstum der Oxidschicht. Hinsichtlich der notwendigen Elemente, die für ein Wachstum der Oxidschicht vorliegen müssen, wurden in jedem Prozessschritt Quellen dafür analysiert und deren Einfluss sowohl auf die Oxidschichtdicke als auch auf die Lötbarkeit untersucht.

Ziel des Forschungsvorhabens war es, die Einflüsse der einzelnen Prozessschritte zu untersuchen. Für die Anwendung der Ergebnisse war es sinnvoll, einen Zusammenhang zwischen den Einflüssen auf die Oberfläche vor dem Lötvorgang (Luftfeuchte, Kondensation, Beölung, Reinigungsprozess), den Oxidschichteigenschaften (Aufbau, Zusammensetzung, vorliegende Phasen und Dicke), den Prozessrandbedingungen (Taupunkt und Sauerstoffgehalt des Schutzgases, Flussmittelmenge bzw. Vakuumdruck) und dem Verlötnungsgrad der Verbindung herzustellen.

Gemäß der im Arbeitsplan festgelegten Arbeitsschritte konnten die einzelnen Schritte gezielt auf ihren Einfluss untersucht werden. Aus den Ergebnissen können Mindestanforderungen an Transport und Lagerung gestellt werden. Kondensation ist immer zu vermeiden, besonders kurzfristige Schwankungen der Temperatur und Feuchtigkeit können dazu führen, dass Kondensation entsteht. Lagerung unter geeigneten Bedingungen ist unkritisch, da die Oxidschicht kaum dicker wird. Zudem kann ein schützendes Öl, insofern es den Produktionsprozess nicht weiter beeinflusst, ein Anwachsen der Oxidschicht verhindern.

Entsprechend des vorgestellten Ishikawa-Diagramms werden dem Anwender kritische Schritte im Produktionsprozess aufgezeigt, die als Fehlerquelle dienen. Dabei ist der Vorteil, dass diese Ergebnisse unabhängig von den verwendeten Werkstoff- und Prozessvarianten angewendet werden können.

10 Voraussichtlicher Nutzen der Forschungsergebnisse für kleine und mittelständische Unternehmen (kmU)

10.1 Innovativer Beitrag der Forschungsergebnisse

Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens haben gezeigt, dass durch die Methode, einen Prozessablauf in Einzelprozesse und den jeweiligen Einfluss zu untersuchen, ein Ursache für Fehlerquellen leichter entdeckt werden kann. Insbesondere haben die Forschungsergebnisse den starken Einfluss von Wasser als Sauerstoffquelle noch einmal bestätigt und zudem diesen Einfluss auf die Oxidschichtdicke gezeigt.

Die Bestimmung der Oxidschichtdicke als hinreichendes Kriterium zur Aussage für eine erfolgreiche Verlotung zu nutzen, konnte aufgezeigt werden. Aufgrund der inhomogenen Oxidschichtdicke ist jedoch immer die gleiche Messmethodik einzusetzen.

Die Ergebnisse unterstützen die kmU, bei der Herstellung qualitativ hochwertiger Löt Nähte. Durch die öffentliche Zugänglichkeit der Projektergebnisse können kmU jederzeit darauf zugreifen.

10.2 Beitrag zur Steigerung der Wettbewerbsfähigkeit

Durch Kenntnisse der Transport- und Lagerungsbedingungen kann der Anwender seine nachfolgenden Reinigungsprozesse und Aktivierungsmedien, z.B. Flussmittel, konkret an die Oberflächenhistorie anpassen.

Die Wirtschaftlichkeit beim Schutzgasofenlöten erhöht sich durch eine Verringerung des Verbrauchs von Flussmittel und höhere Ausbringung. Beim Vakuumlöten kann eine Einschränkung der Vorbehandlungsschritte erfolgen (z.B. Entfettung).

Ausgehend von dem im Rahmen des Projektes erstellten Ishikawa-Diagramms kann eine höhere Auslastung der Öfen bei geringerer Ausschussrate erreicht werden. Notwendig dafür ist die Kenntnis der im Projekt ermittelten wichtigen Parameter Temperatur und Luftfeuchte. Diese können über die im Projekt verwendeten Datenlogger ermittelt werden. Eine Überwachung der Ofenatmosphäre kann mit speziellen Messsonden erfolgen. Durch die erweiterten Kenntnisse zum Zusammenhang zwischen Oberflächenhistorie und Löt eignung können kmU wissenschaftlich begründet Anforderungen an den Transport und Lagerungsbedingungen stellen. Dabei werden aufwändige Versuche umgangen. Dem Löten vorgeschaltete Prozesse wie Umformen, Trennen und Reinigen können optimiert durchgeführt werden. Durch die Verwendung von einer an die Anforderungen angepassten Flussmittelbeladung ist der Einsatz von weniger Flussmittel möglich. Somit sind auch weniger Rückstände nach dem Prozess vorhanden.

Die im Rahmen des Forschungsvorhabens gewonnenen Ergebnisse sind für kmU von hoher Bedeutung. Für sie entfallen eigene Lötversuche, um diese Einflüsse zu bestimmen. Durch die Kenntnisse zur Oberflächenhistorie der Werkstoffe können kmU in Zukunft die Löt eignung und das Löt ergebnis besser beurteilen.

11 Verwendung der Zuwendung und Erläuterungen zur Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

11.1 Erläuterungen zum Personaleinsatz

Die Untersuchungen zum Einfluss der Oberflächenhistorie auf die Lötbarkeit von Aluminiumwerkstoffen wurden durch den wissenschaftlichen Mitarbeiter konzipiert und validiert. Die Lötbarkeit wurde durch Lötversuche an den vorhandenen Versuchsständen der Technischen Universität Dresden ermittelt. Diese Versuche wurden ebenfalls vom wissenschaftlichen Mitarbeiter entwickelt, koordiniert und durchgeführt.

Bei den Arbeiten wurde der wissenschaftliche Mitarbeiter durch studentische Hilfskräfte unterstützt. Die im Rahmen dieser Tätigkeit angefertigten studentischen Arbeiten betreute der wissenschaftliche Mitarbeiter ebenfalls in vollem Umfang.

Für die Darstellung der Ergebnisse während der Projektbearbeitung bei Treffen des Projektbegleitenden Ausschusses sowie Vorträge und Veröffentlichungen verantwortete der wissenschaftliche Mitarbeiter ebenfalls.

Umbau und Wartung der Versuchsstände sowie Zuschnitt und Vorbereitung der Proben wurden durch den technischen Mitarbeiter durchgeführt.

Für die erläuterten Arbeiten wurde entsprechend und bestimmungsgemäß des Forschungsantrages, Zuwendungsbescheides und zahlenmäßigen Nachweises die Zuwendung für wissenschaftlich-technisches Personal mit 19 Mannmonaten verwendet.

Hiermit bestätigt die Forschungsstelle, dass die Arbeiten notwendig und angemessen waren.

11.2 Erläuterungen zur Geräteanschaffungen

Es wurden keine Geräte beschafft.

11.3 Erläuterungen zu Leistungen Dritter

Die XPS-Messungen wurden vom Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung (IFW) Dresden durchgeführt. Das Spektrometer und die Auswertemethodik wurde bereits für Vorarbeiten genutzt. An dieser Forschungsstelle sind bereits mehrere Untersuchungen zur Thematik durchgeführt wurden.

12 Veröffentlichungen und Transfermaßnahmen

12.1 Transferkonzept der Forschungsergebnisse

Im Zeitraum des Forschungsvorhabens wurden fünf Sitzungen des Projektbegleitenden Ausschusses durchgeführt. Es wurden aktuelle Zeitpläne und die Zwischenergebnisse präsentiert.

Weiterhin wurden auf den Sitzungen des Fachausschusses 7 (FA7) des Deutschen Verbandes für Schweißtechnik und verwandte Verfahren (DVS) die erzielten Zwischenergebnisse vor Fachpublikum vorgetragen.

Darüber hinaus wurde das Forschungsprojekt im Rahmen von Vorträgen auf verschiedenen Tagungen und Kongressen vorgestellt. Die einzelnen Maßnahmen zum durchgeführten und geplanten Ergebnistransfer sind im Folgenden einzusehen.

Transfermaßnahmen im Bearbeitungszeitraum

Maßnahme A: Projektbegleitender Ausschuss

Ziel: Transfer und Diskussion von Zwischenergebnissen

Rahmen	Datum, Zeitraum	Ort
A1: Vorstellung des Projektes und Diskussion der geplanten Arbeiten	01.11.2013	TU Dresden
A2: Vorstellung der erzielten Ergebnisse und Diskussion des weiteren Vorgehens	09.04.2014	
A3: Vorstellung der erzielten Ergebnisse und Diskussion des weiteren Vorgehens	18.09.2014	
A4: Vorstellung der erzielten Ergebnisse und Diskussion des weiteren Vorgehens	05.03.2015	
A5: Abschlusspräsentation der erzielten Ergebnisse	25.06.2015	

Maßnahme B: Fachausschuss 7 des DVS

Ziel: Information über das laufende Forschungsprojekt im DVS-Fachausschuss Löten (FA7)

Rahmen	Datum, Zeitraum	Ort
B1: Vorstellung der erzielten Ergebnisse und Diskussion des weiteren Vorgehens	15.10.2013	Düsseldorf
	12.03.2014	Chemnitz
	16.10.2014	Krefels
	04.03.2015	Dresden
B2: Abschlusspräsentation der erzielten Ergebnisse	13.10.2015	Aachen

Maßnahme C: Fachvorträge auf Konferenzen

Ziel: Information interessierter Firmen

Rahmen	Datum, Zeitraum	Ort
C1: Institutsseminare		Dresden
C2: 8th International Congress Aluminium Brazing	03.-05.06.2014	Düsseldorf
C3: International Brazing & Soldering Conference	19.-22.04.2015	Long Beach

Maßnahme D: Aus- und Weiterbildung

Ziel: Ausbildung und Qualifizierung von Studierenden

Rahmen	Datum, Zeitraum	Ort
D1: Integration in die Vorlesungen „Löten“	ab WS 2013	TU Dresden
D2: Integration in Aufbaustudium zum Schweißfachingenieur (mit der SLV Halle)	ab März 2013	
D3: Vergabe von Diplom- und Belegarbeiten	1 Diplomarbeit, 2 Belegarbeiten	TU Dresden

Maßnahme F: Weitergabe von Zusatzinformationen

Ziel: Information interessierter Firmen

Rahmen	Datum, Zeitraum
F1: Weitergabe von prozess- und werkstofftechnischen Empfehlungen	Bewilligungszeitraum

Maßnahme G: Berichterstattung

Ziel: Information interessierter Firmen

Rahmen	Datum, Zeitraum
G1: Zwischenbericht	zum Jahreswechsel
G2: Abschlussbericht	Ende des Bewilligungszeitraums

Transfermaßnahmen über den Bearbeitungszeitraum hinaus

Rahmen	Datum, Zeitraum	Ort
H4: 9th International Congress Aluminium Brazing	19.-21.04.2016	Düsseldorf

Maßnahme I: Weiterbildung von Mitarbeitern interessierter Firmen

Ziel: Wissenstransfer auf kmU ohne eigene Forschungsabteilung

Rahmen	Datum, Zeitraum
I1: Schulungen im Rahmen des Forschungs- und Anwendungszentrums für Füge und Beschichtungsverfahren (FORUM)	nach Vereinbarung

Maßnahme J: Veröffentlichungen

Ziel: Ergebnistransfer

Rahmen	Datum, Zeitraum
J1: Jahresforschungsbericht TUD	jeweils April 1x pro Jahr
J2: Institutszeitschriften	
J3: Kolloquium des DVS	

Maßnahme K: Funktionsmuster

Ziel: Ergebnistransfer

Rahmen	Datum, Zeitraum
K1: Veranschaulichung der Leistungsfähigkeit der Technologie anhand von Funktionsmustern an der Forschungsstelle	nach Projektende

Maßnahme L: Erstellen eines DVS-Merkblatts

Ziel: Bereitstellen von Richtlinien für Anwender

Rahmen	Datum, Zeitraum
Zusammenfassen der Ergebnisse in einem Merkblatt in Zusammenarbeit mit dem Ausschuss für Technik AG V 6.1 „Hart- und Hochtemperaturlöten“	nach Projektende

Neben dem Abschlussbericht werden die wichtigsten Ergebnisse in einem Flyer zusammengefasst.

Zusätzlich zu den Transfermaßnahmen der Forschungsstellen werden die im PA vertretenen Unternehmen in den Forschungstransfer nach Projektende eingebunden. Durch deren Teilnahme im PA des Vorhabens werden die Projektergebnisse transferiert, so dass diese Unternehmen nach Projektende als externe Multiplikatoren einen nachhaltigen Wissenstransfer sicherstellen.

12.2 Einschätzung zur Realisierbarkeit des Transferkonzepts

Während der Projektlaufzeit wurden die Ergebnisse in Form von Präsentationen, Vorträgen und Veröffentlichungen auf diversen Veranstaltungen präsentiert. Dazu zählen lötspezifische Veranstaltungen wie die Sitzungen des Fachausschusses 7 (Löten) und Vorträge auf der International Brazing and Soldering Conference sowie der Aluminium Brazing. Die Veröffentlichungen während der Projektlaufzeit führten zu regen Diskussionen mit den Anwendern, die weitere Informationen über die Ergebnisse erfahren wollten, bzw. eigene Ergebnisse zu ähnlichen Versuchen austauschen wollten. Die Ergebnisse des Forschungsvorhabens werden im Internetauftritt der Forschungsstelle (www.tu-dresden.de/mw/if/ftm) und über das CIMTT bereitgestellt. Weitere Tagungen und Veröffentlichungen in Fachzeitschriften und im Internet werden als vielversprechend für den Erfolg zur Realisierbarkeit des Transferkonzepts eingeschätzt.

13 Projektbegleitender Ausschuss

Wir danken den mitarbeitenden Firmen des Projektbegleitenden Ausschusses für die interessanten Diskussionen und Anregungen zur Projektdurchführung.

Des Weiteren möchten wir uns bei allen Firmen bedanken, die das Projekt durch Sach- oder Dienstleistungen unterstützt und so zum Gelingen beigetragen haben. Besonderer Dank geht auch an Dr. S. Oswald und Frau S. Kaschube, Mitarbeiter des Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung in Dresden (IFW), die das Projekt durch die XPS-Messungen der Oxidschichtdicke unterstützt haben.

Auch Herrn Dr. J. Zosel, Kurt-Schwabe-Institut Meinsberg, möchten wir für die Unterstützung bei der Umsetzung Feuchtigkeitseinstellung in der Ofenatmosphäre danken.

Tabelle 24: Mitglieder des Projektbegleitenden Ausschusses

Unternehmen	kmU	Unternehmen	kmU
AKG Verwaltungsgesellschaft mbH Am Hohlen Weg 31 34369 Hofgeismar		Modine Europe GmbH Arthur-B.-Modine-Str. 1 70794 Filderstadt	
EXCOR Korrosionsforschung GmbH Magdeburger Straße 58 01067 Dresden		Reuter Technologie GmbH Röntgenstraße 1 63755 Alzenau	X
H+W Härte- und Werkstofftechnik GmbH Gewerbestraße 10 75031 Eppingen	X	Saxobraze GmbH Parkstraße 4 09618 Großhartmannsdorf, OT Mittelsaida	X
Hydro Aluminium Rolled Products GmbH Georg-von-Boeselager-Str. 21 53117 Bonn		Siemens AG Huttenstr. 12 10553 Berlin	
Listemann AG Wirtschaftspark 34 LI-9492 Eschen	X	Solvay Fluor Hans-Boeckler-Allee 20 30173 Hannover	
MAHLE Behr GmbH & Co. KG Siemensstraße 164 70469 Stuttgart		Varialux GmbH Kleinwolmsdorfer Straße 16 01477 Arnsdorf	X
MIG WELD GmbH International Wattstraße 2 94405 Landau/Isar	X	voestapline Böhler Welding Fontargen GmbH Siemensstraße 4 67304 Eisenberg	

14 Literatur

- [1] Ostermann, F.: Anwendungstechnologie Aluminium, 3., neu bearb. Aufl. 2014. Berlin, Heidelberg 2014.
- [2] Roberts, P.: Industrial brazing practice. Boca Raton, Fl. 2003.
- [3] Solvay Fluor GmbH: 7 Schritte zum erfolgreichen Aluminiumlöten.
- [4] Kammer, C.: Aluminium-Taschenbuch. Band 3: Weiterverarbeitung und Anwendung, 17th ed. Berlin 1997.
- [5] Meurer, C.; Belt, H.-J.; König, H.: Das Nocolok-Flux Harzlötverfahren. In: DIE KÄLTE und Klimatechnik (1997) 10, S. 802–08.
- [6] Martienssen, W.; Warlimont, H.: Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data, 1. Ed. Berlin 2006.
- [7] Vargel, C.; Jacques, M.; Schmidt, M. P.: Corrosion of Aluminium. Amsterdam, Boston 2004.
- [8] Zähr, J.: Einfluss des Oberflächenzustandes auf das thermische Fügen von Aluminium. Dresden 2011.
- [9] Hunter, M. S.; Fowle, P.: Natural and Thermally Formed Oxide Films on Aluminum. In: Journal of The Electrochemical Society 103 (1956) 9, S. 482.
- [10] Godard, H. P.: Oxide Film Growth over Five Years on Some Aluminum Sheet Alloys in Air of Varying Humidity at Room Temperature. In: Journal of The Electrochemical Society 114 (1967) 4, S. 354.
- [11] Gray, A.; Flemming, A.; Evans, J. M.: Optimising the Properties of Long-life Brazing Sheet Alloys for Vacuum and NOCOLOK Brazed Components: VTMS 4 Conference Proceedings. London 1999.
- [12] Swidersky, H.-W.: Aluminium Brazing with Non-corrosive Fluxes. State of the Art and Trends in NOCOLOK® Flux Technology. In: DVS-Berichte (2001) 212.
- [13] Ashburn, L. L.: Fluxless Vacuum Furnace Brazing of Aluminum particularly Advantageous for more critical Applications: I. In: Industrial Heating 61 (1994) 3, S. 47–51.
- [14] Aluminium-Verband Schweiz, F. H.: Transport- und Lagerung von Aluminium-Halbfabrikaten.
- [15] DIN Deutsches Institut für Normung e.V.: Umgebungseinflüsse – Teil 2-30: Prüfverfahren – Prüfung Db: Feuchte Wärme, zyklisch (12 + 12 Stunden) (IEC 60068-2-30:2005); Deutsche Fassung EN 60068-2-30:2005 (2006) 60068-2-30.
- [16] DIN Deutsches Institut für Normung e.V.: Aluminium und Aluminiumlegierungen- Vormaterial für Wärmeaustauscher (Finstock) - Teil 1: Technische Lieferbedingungen (2010) 683-1.
- [17] Kammer, C.: Aluminium-Taschenbuch. Band 2: Umformen von Aluminium Werkstoffen, Gießen von Aluminium-Teilen, Oberflächenbehandlung von Aluminium, Recycling und Ökologie, 17th ed. Berlin 1997.
- [18] DIN Deutsches Institut für Normung e.V.: Schmierstoffe – Bearbeitungsmedien für die Umformung und Zerspanung von Werkstoffen – Begriffe (2013) 51385.
- [19] Ishikawa, K.; Kawase, H.: Study on Mechanism of Aluminum Vacuum Brazing. In: Aluminum alloys: their physical and mechanical properties 1 (1986), S. 141–53.

- [20] Solvay Fluor GmbH: NOCOLOK® Encyclopedia (2013).
- [21] DIN Deutsches Institut für Normung e.V.: Aluminium und Aluminiumlegierungen- Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug-Teil 3: Chemische Zusammensetzung und Erzeugnisformen (2009) 573-3.
- [22] Zeller + Gmelin GmbH: Technische Information Multidraw AL 25 (2012).
- [23] Zeller + Gmelin GmbH: Technische Information Multidraw Drylube E1 (2012).
- [24] Künzel, C.: Untersuchungsbericht Bestimmung und Vergleich des thermischen Abbauverhaltens von Multidraw Drylube E1 und Multidraw AL 25 (2014).
- [25] Bio-Circle Surface Technology GmbH: Sicherheitsdatenblatt ALUSTAR 300 (2013).
- [26] Zeller + Gmelin GmbH: Technische Information Divinol Reiniger 73 (2011).
- [27] DIN Deutsches Institut für Normung e.V.: Luft- und Raumfahrt – Hart- und hochtemperaturgelötete metallische Bauteile – Technische Lieferbedingungen (2009) 65170.
- [28] Linde AG: Produktdatenblatt Stickstoff 5.0 (2008).
- [29] Solvay Fluor GmbH: Datenblatt NOCOLOK® Flux.
- [30] Pfeiffer Vacuum GmbH: Vacuum Technology Know How (2009/2010).
- [31] Leinberger, D.: Temperature & Humidity in Ocean Containers. In: Proceedings of Dimension 6 (2006).
- [32] Hoffman, D. M.; Singh, B.; Thomas, J. H.: Handbook of vacuum science and technology. San Diego, CA 1998.
- [33] Linß, G.: Qualitätsmanagement für Ingenieure, 3., aktualisierte und erweiterte Auflage. München 2011.
- [34] Institut für Technische Thermodynamik: Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS). URL: http://www.dlr.de/tt/desktopdefault.aspx/tabid-4396/8709_read-15498/. Abrufdatum 16.10.2015.
- [35] Thieme, M.: EIS-Messungen an Al-Blech (lotplattiert) in Phosphatpufferlösung.
- [36] Noeske, M.: Aluminium and steel sample: OSEE results (2014).
- [37] Noeske, M.: Aluminium and Steel Samples from Evelyn (2014).

Anlagen

Abbildungsverzeichnis

Abbildung A 1: Lötergebnis unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw AL 25 beölt, EN AW-3003+4343.....	69
Abbildung A 2: Lötergebnis unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw Drylube E1, EN AW-3003+4343	69
Abbildung A 3: Lötergebnis Schutzgasofenlöten mit variiertem Feuchtigkeitsgehalt,	
EN AW-3003+4343	70

Tabellenverzeichnis

Tabelle A 1: Chemische Zusammensetzung der Versuchswerkstoffe nach DIN EN 573-3 ..	68
--	----

Tabelle A 1: Chemische Zusammensetzung der Versuchswerkstoffe nach DIN EN 573-3

Werkstoff	Chemische Zusammensetzung													
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Ga	V	Aluminium	Bemerkungen	Andere Beimengungen Insgesamt
EN AW-4045 EN AW-AISi10	9,0- 11,0	0,8	0,30	0,05	0,05	-	-	0,10	0,20	-	-	Rest	-	0,15
EN AW-4343 EN AW-AISi7,5	6,8- 8,2	0,8	0,25	0,10	-	-	-	0,20	-	-	-	Rest	-	0,15
EN AW-3003 EN AW-AlMn1Cu	0,6	0,7	0,05- 0,20	1,0- 1,5	-	-	-	0,10	-	-	-	Rest	-	0,15
EN AW-4104 EN AW-AISi10MgBi	0,6	0,7	0,30	1,0- 1,5	0,20- 0,6	0,10	-	0,25	0,10	-	-	Rest		0,15
EN AW-3005 EN AW-AlMn1Mg0,5	9,0- 10,5	0,8	0,25	0,10	1,0- 2,0	-	-	0,20	-	-	-	Rest	0,02-0,20 Bi	0,15

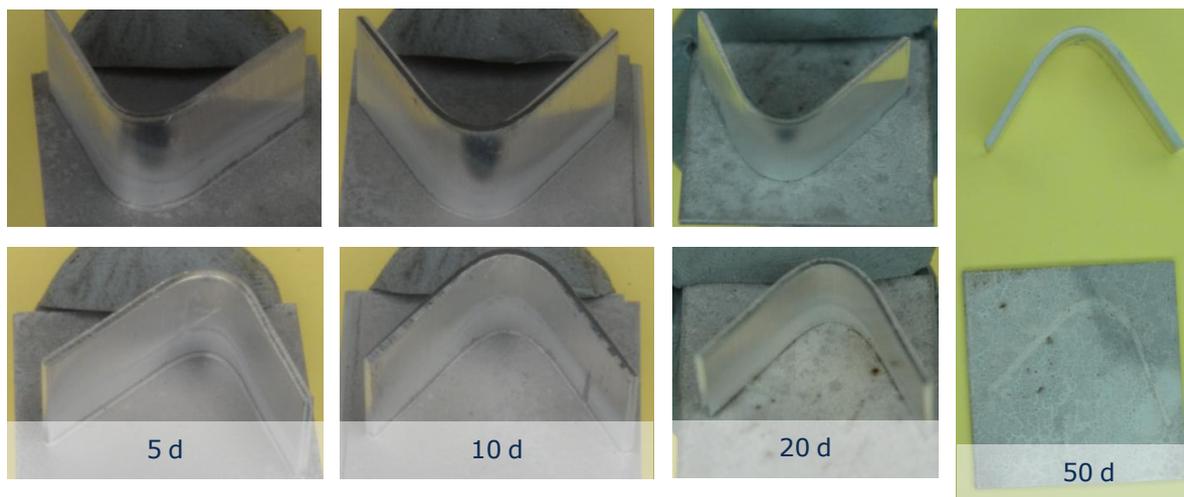


Abbildung A 1: Lötergebnis unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw AL 25 beölt, EN AW-3003+4343

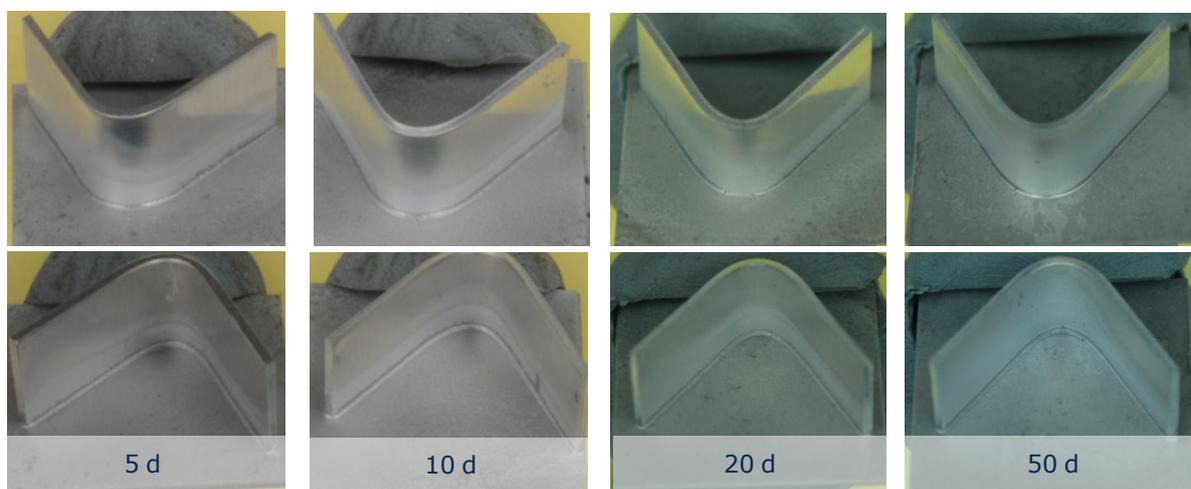


Abbildung A 2: Lötergebnis unter Kondensation gelagerter Proben mit Multidraw Drylube E1, EN AW-3003+4343

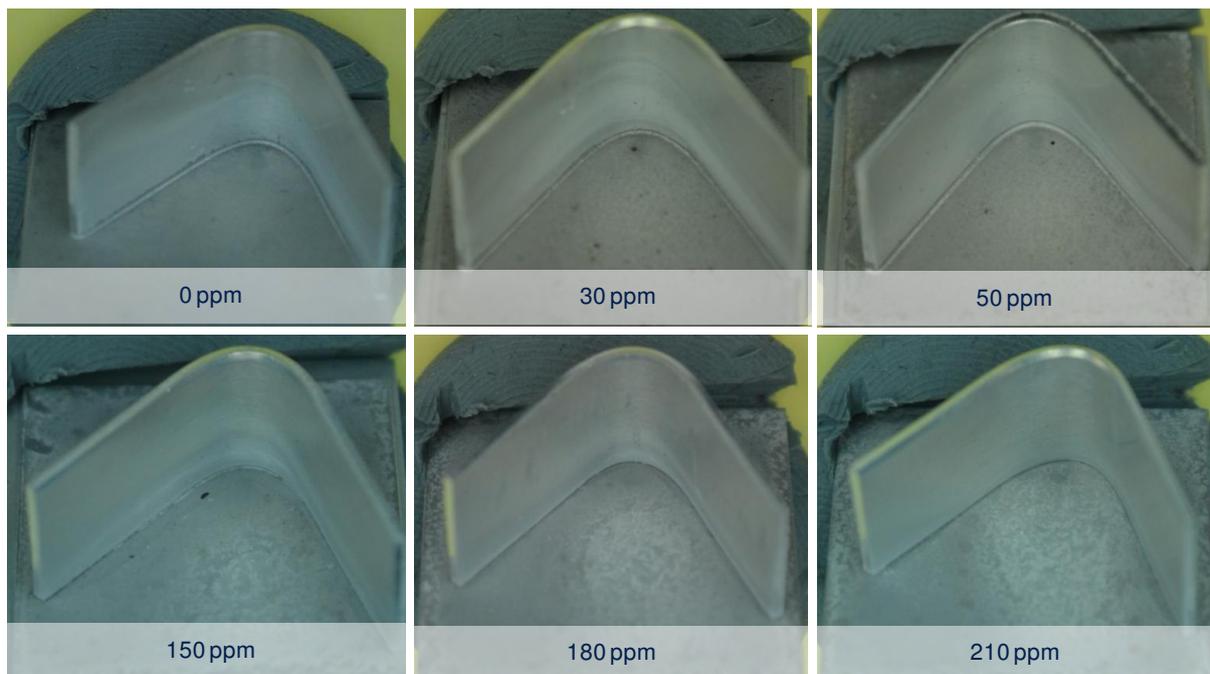


Abbildung A 3: Lötresultat Schutzgasofenlöten mit variiertem Feuchtigkeitsgehalt, EN AW-3003+4343