A1

Praktische Metallographie

Practical Metallography

WILAP: Läppen mit System

Für das kostengünstige Bearbeiten von harten, und/oder spröden Werkstoffen mit hoher Randschärfe steht Ihnen das WILAP-System mit zwei verschiedenen Läppscheiben zur Verfügung:

- die WILAP-Scheibe ohne Nuten für spröde Werkstoffe
- die WILAP-Scheibe mit Nuten für harte Werkstoffe und/oder große Probenquerschnitte
- das automatische Dosiergerät POLIJET für genaue Dosierung des Schleifmittels
- die Wirtz-Diamantsuspension für optimale Schliffergebnisse.



Jean Wirtz

Geräte und Verarbeitungsmaterialien für die Metallografie

Kaufstock 7 · D-4000 Düsseldorf 1 · Telefon 0211/229 07-0 · Telex 8 587 724 · Telefax 0211/229 07 79

Praktische Metallographie

Practical Metallography

Gründer/Founders
Günter Petzow
Gerhard Reinacher †
Charlotte Wachau †

Herausgeber/Editor
Prof. Dr. G. Petzow
Max-Planck-Institut für Metallforschung
Heisenbergstraße 5,
D-7000 Stuttgart 80

Schriftleitung/ Editor in charge
Prof. Dr. H. E. Exner
Technische Hochschule Darmstadt, FB 21: Materialwissenschaften,
Petersenstraße 30,
D-6100 Darmstadt

Redaktionssekretariat/ Secretary
Karin Exner
Auf der Marienhöhe 5,
D-6100 Darmstadt,
Telefon 06151/537165

HANSER

Carl Hanser Verlag
Kolbergerstraße 22
D-8000 München 80
Telefon 0 89 / 9 98 30-0
Telex 5-22 837
Telefax 0 89 / 98 48 09

Inhalt/Contents

5/92

M. Bertram, F. Lehnert, Metallographische Untersuchungen zum Korrosionsverhalten schmelzextrahierter Stahlfasern in Feuerfestbeton

Metallographic Investigations into the Corrosion Behaviour of Melt-Extracted Steel Fibres in Refractory Concrete 228

J. Woltersdorf, E. Pippel, Keramische Werkstoffe: Mikrostruktur- und Grenzflächenanalyse als Voraussetzung zur Gefügeoptimierung

Teil II: Höchstspannungs- und Hochauflösungselektronenmikroskopie keramischer Werkstoffe

Ceramic Materials: Microstructural and Interface Analysis as a Prerequisite for the Optimization of Microstructures

Part II: High Voltage and High Resolution Electron Microscopy of Ceramic Materials 241

S. Pişkin, M. Marşoglu, Ş. Kaban, K. Özdemir, Ö. Akdogan, I. Çeviker, Resistivity of Acrylic Dental Base Material to Citric Acid

Beständigkeit von Acrylharz als Zahnersatzmaterial gegenüber Zitronensäure 250

A. U. Malik, R. Ahmad, S. Ahmad, S. Ahmad, High Temperature Oxidation Behaviour of Nickel Aluminide Coated Mild Steel

Hochtemperaturoxidationsverhalten von unlegiertem Stahl mit Nickelaluminid-Beschichtung 255

Failure Analysis/Schadensuntersuchung

R. Kaul, N. G. Muralidharan, N. Raghu, K. V. Kasiviswanathan, B. Raj, Failure of a Condenser Tube Component

Schadensuntersuchung an einem Kondensatorbauteil 268

Tagungskalender/Meeting Diary 282

Impressum 284

Resistivity of Acrylic Dental Base Material to Citric Acid

Beständigkeit von Acrylharz als Zahnersatzmaterial gegenüber Zitronensäure

Sabriye Pişkin, Müzeyyen Marşoglu, Şeniz Kaban, Kemal Özdemir, Ömer Akdogan, Işıl Çeviker
(University of Yıldız, Yıldız – Istanbul, Turkey)

Introduction

Several materials are used as dental base, but in recent years nearly all of them are left except acrylic (polymethyl methacrylate) [1 to 4]. Citric acid is naturally very rich especially in vegetables and fruits. Also it is frequently in contact with dental base materials as a medicine taken orally. In this work resistivity of polymethyl methacrylate dental base material to citric acid is investigated for several solutions with different concentrations.

Material and Method

Test material is given by the formula $[-CH_2C(CH_3)(CO_2CH_3)-]_n$ which could be in various colors such as grey, yellow opaque etc. [1]. Specimens are prepared according to Revised American Dental Association Specification No. 12 (1975) [2]. Solutions are prepared as 1%, 2% and 3% acid concentrations.

Three methods are used for testing:
(1) Increase in weight due to acid and water absorption
(2) Variations in hardness
(3) Micrographic examinations

First all specimens are put into containers containing the three test solutions. Three specimens are put into each container after measuring their weights with a 10^{-4} resolution in grams. Three other specimens are kept untouched for comparison. The specimens are kept in acid solutions for different time intervals from 2 hours to 144 hours at room temperature. After the experiment all specimens are immediately weighed again. Two HV (Vickers) hardness values are

Einleitung

Zahlreiche Materialien können als Grundmaterial für Zahnersatz eingesetzt werden. Seit einigen Jahren wird aber überwiegend Acrylharz (Polymethylmethacrylat) verwendet [1 bis 4]. Zitronensäure kommt sehr häufig natürlich vor, vor allem in Gemüse und Obst. Außerdem kann sie in oral eingenommenen Medikamenten enthalten sein, so daß der Zahnersatz dieser Säure häufig ausgesetzt ist. Die Arbeit beschreibt die Beständigkeit von Polymethylmethacrylat gegenüber Zitronensäure-Lösungen mit unterschiedlichen Konzentrationen.

Versuchsmaterial und Durchführung

Das Versuchsmaterial hat die Summenformel $[-CH_2C(CH_3)(CO_2CH_3)-]_n$ und ist in verschiedenen Farben wie grau, gelb undurchsichtig usw. herstellbar [1]. Die Proben wurden entsprechend den Angaben der amerikanischen Zahnärztevereinigung [2] präpariert. Von der Säure wurden 1%ige, 2%ige und 3% ige Lösungen hergestellt.

Untersucht wurden folgende drei Merkmale:
(1) Gewichtszunahme infolge von Säure- und Wasserabsorption
(2) Härteänderungen
(3) Mikroskopisches Erscheinungsbild

Zunächst wurden die Proben mit einer Genauigkeit von 10^{-4} g gewogen. Anschließend wurden je drei Proben in einen der drei Behälter mit den drei verschiedenen Testlösungen gelegt. Drei weitere Proben wurden als Vergleichsproben zurückbehalten. Die Proben verblieben in den Testlösungen für unterschiedliche Versuchsdauern zwischen 2 und 144 h bei Raumtemperatur. Nach dem Herausnehmen wurden die Proben sofort gewogen. Von jeder Probe wurden zwei Vickers-

© Carl Hanser Verlag, München

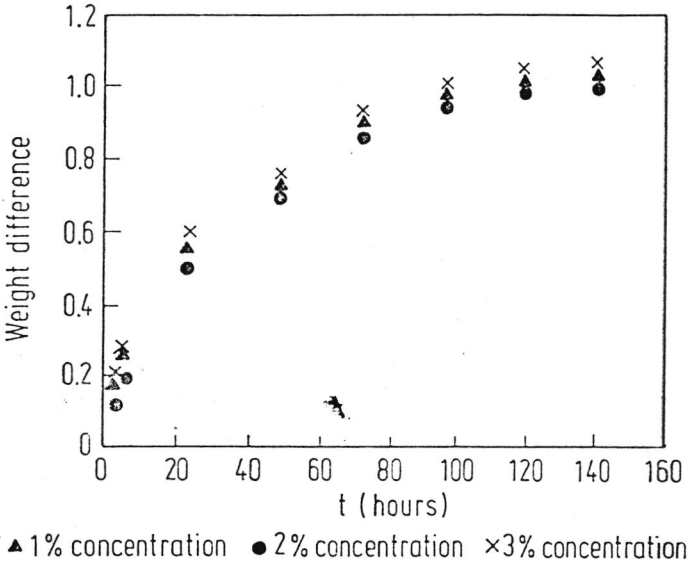


Fig. 1. Variation of weight difference with time
Fig. 1. Abhängigkeit des Probengewichts von der Korrosionstestdauer

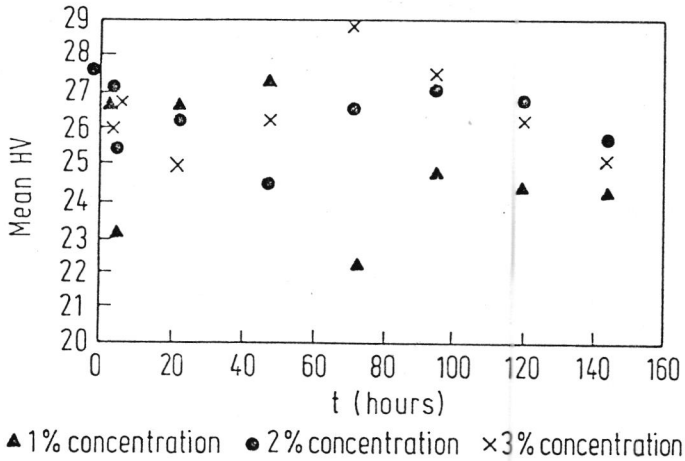


Fig. 2. Variation of hardness with time
Fig. 2. Abhängigkeit der Härte von der Korrosionstestdauer

taken for each specimen. SEM micrographs are taken at 15 kV.

Results and Conclusions

Weights show a parabolic increase with time. There is no sign of saturation up to 144 hours (Fig. 1). The mean weight difference is approximately 1% for 144 hours. There is no apparent dependency on acid concentration.

There is an irregular variation in hardness. With increasing concentration, fluctuations happen quickly. For all concentrations an asymptotical convergence to 25 HV can be seen. The average variation is around 5% of the mean value (Fig. 2).

The as-received specimens show a smooth matrix with a few impurities, showing no definite structure at this magnification (Fig. 3). With increasing time and increasing acid concentration, the microstructure was slowly developed (Fig. 4). For 2% concentration and for 24 h this microstructure shows a definite fiber structure (Fig. 5) which stays unchanged up to 72 h for 3% concentrations (Fig. 6). After 72 h a definite corro-

härtewerte ermittelt. Außerdem wurden sie rasterelektronenmikroskopisch mit 15 kV Beschleunigungsspannung untersucht.

Ergebnisse und Schlußfolgerungen

Das Gewicht der Proben zeigt eine zeitabhängige parabolische Zunahme. Bis zum Ende der Versuchsreihe (144 h) wird keine Sättigung erreicht (Fig. 1). Die mittlere Gewichtszunahme beträgt nach 144 h ungefähr 1% und zeigt keine ausgeprägte Abhängigkeit von der Säurekonzentration.

Die Härtewerte variieren unregelmäßig. Mit steigender Säurekonzentration treten plötzliche Schwankungen auf. Bei allen Konzentrationen läßt sich eine asymptotische Näherung an einen Wert von 25 HV beobachten. Die durchschnittlichen Härteänderungen liegen bei 5% des Mittelwertes (Fig. 2).

Die Proben zeigen im Anlieferungszustand eine glatte Matrix mit vereinzelten Verunreinigungen, die bei der verwendeten Vergrößerung keine Struktur erkennen läßt (Fig. 3). Mit zunehmender Versuchsdauer und steigender Säurekonzentration findet eine allmähliche Gefügeentwicklung statt (Fig. 4). Bei einer Konzentration von 2% ist nach 24 h Versuchsdauer die Faserstruktur des Gefüges deutlich zu erkennen (Fig. 5). Dasselbe

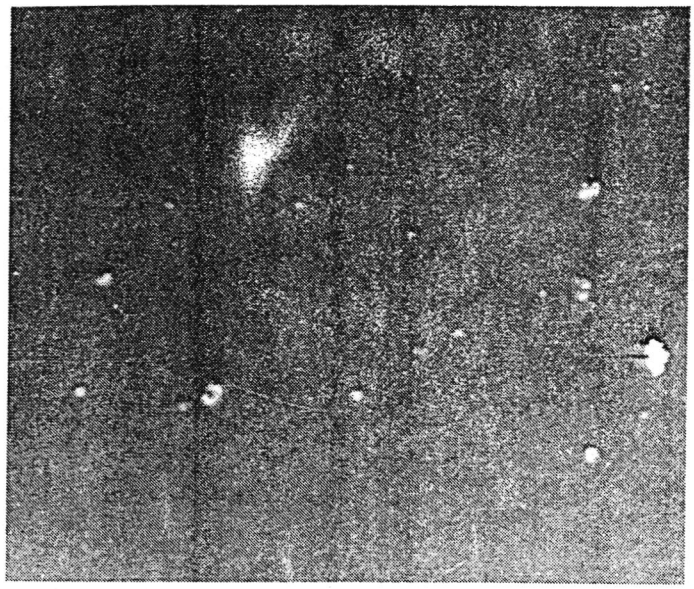


Fig. 3. Smooth matrix of untested specimen with few impurities

Fig. 3. Glatte Matrix der unbehandelten Proben mit vereinzelten Verunreinigungen

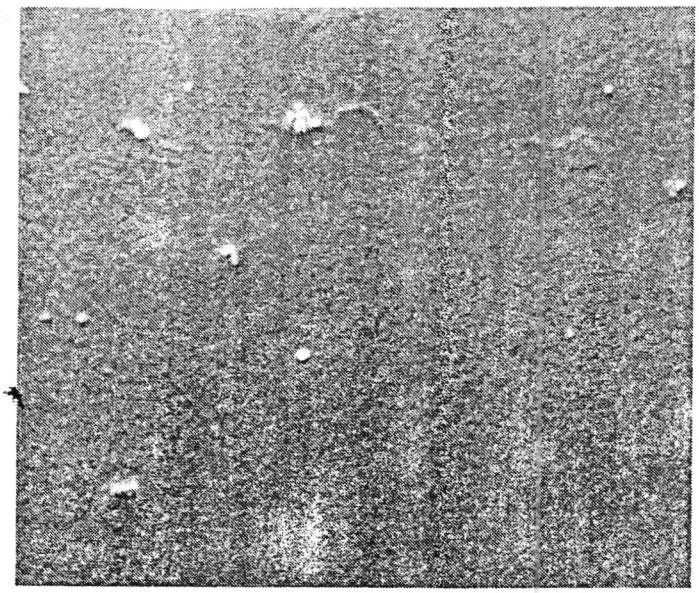


Fig. 4. Definite matrix structure, 48 h/1% citric acid

Fig. 4. Beginn der Gefügeentwicklung in der Matrix, 48 h/1%ige Zitronensäure

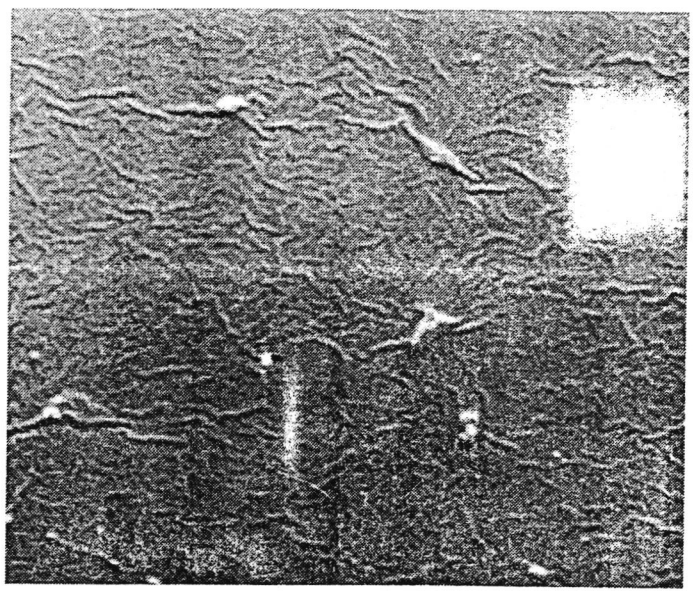


Fig. 5. Fiber structure of matrix, 24 h/2% citric acid

Fig. 5. Fasergefüge der Matrix, 24 h/2%ige Zitronensäure

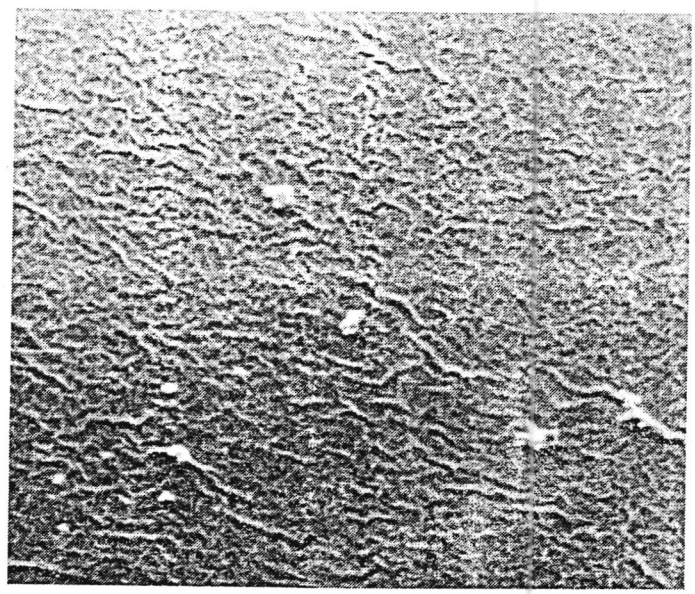


Fig. 6. Unchanged fiber structure, 72 h/3% citric acid

Fig. 6. Unverändertes Fasergefüge, 72 h/3%ige Zitronensäure

sion in the structure begins (Fig. 7).

To confirm these changes, infrared spectrograms of both as-received and affected specimens are

Gefüge zeigt auch die Probe in Fig. 6 (3%ige Säure, 72 h). Bei Versuchsdauern über 72 h ist ein Korrosionsangriff der Proben zu beobachten (Fig. 7).

Um die Gefügeänderungen zu bestätigen, wurden Infrarot-Spektrogramme der unbehandelten

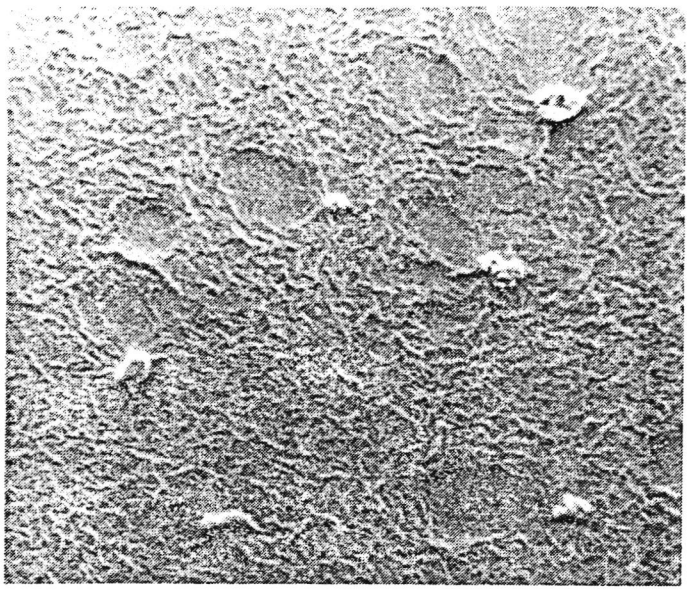


Fig. 7. Definite corrosion, 120 h/3% citric acid
Fig. 7. Deutliche Korrosionserscheinungen, 120h/3%ige Zitronensäure

taken. Absorption lines of C=O and C-O bands show definite changes in wavelengths, increasing for affected specimens. This is further evidence of changes in the internal structure.

und der korrosionsgetesteten Proben aufgenommen. Die Absorptionslinien der C=O- und der C-O-Bänder sind bei den Korrosionsproben zu höheren Wellenlängen verschoben, womit ein weiterer Nachweis von Änderungen der Materialstruktur gegeben ist.

Summary

Acrylic is one of the materials used as denture base material, especially in recent years. It satisfies American Dental Association's specifications. Citric acid is contained in many vegetables and fruits, also is taken orally in a very concentrated form. It interacts with dental base materials. In this work the resistivity of acrylic dental base polymer to citric acid is tested. The following resistivity tests were chosen: (1) Acid absorption and changes in weight. (2) Changes in hardness due to acid absorption. (3) Changes in microstructure. There is a definite increase in weight up to 144 hours. There are various changes in hardness in the mid ranges of time but there seems a stability near 144 hours. Micrographs show a strong corrosion in a fiber type structure.

Zusammenfassung

Acrylharz wird besonders in den letzten Jahren häufig als Grundmaterial für den Zahnersatz eingesetzt. Es entspricht der von der amerikanischen Zahnärztevereinigung aufgestellten Norm. Da Zitronensäure in vielen Obst- und Gemüsesorten enthalten ist und außerdem noch in konzentrierter Form in Medikamenten eingenommen wird, kommt es zu Wechselwirkungen mit dem Zahnersatzmaterial. In der vorliegenden Arbeit wird die Beständigkeit von als Zahnersatz verwendeten Acrylaten in Zitronensäure untersucht. Als Merkmale für die Beständigkeit wurden gewählt: (1) Gewichtsänderungen durch Säureabsorption, (2) Härteänderungen infolge der Säureabsorption, (3) Gefügeänderungen. Bis zum Ende der Versuchsreihe waren deutliche Gewichtszunahmen zu beobachten. Im mittleren Bereich der Versuchsdauer traten Härteschwankungen auf, die Härte scheint sich jedoch gegen Ende der Versuchsreihe zu stabilisieren. Die Gefügeuntersuchungen zeigten eine starke Korrosion des Fasergefüges.

References/Literatur

1. *R. G. Craig, W. J. O'brien, J. M. Powers,* Dental Materials, Chap. 4, C. V. Mosby Comp., Saint Louis (1975)
2. Revised American Dental Association Specification No. 12 for Denture Base Polymers, Council on Dental Materials and Devices, Report of Councils and Bureaus/JADA, 90, February (1975) 451
3. *F. A. Peyton, R. G. Craig,* Restorative Dental Materials, 4th ed., Chap. 14. The C. V. Mosby Company, Saint Louis (1971)
4. *Y. Burgaz, B. Bek., H. Demirköprülü,* Zahnärztl. Fakultät, Universität Gazi, Nr. 2 (1987) 93
5. *R. M. Silverstein, G. C. Bassler, T. C. Morrill,* Spectrometric Identification of Organic Compounds, 4th edn., John Wiley and Sons, New York (1981)

Accepted: June, 5, 1991

Angenommen: 5. Juni 1991
Übersetzung: K. Exner

Authors' address/Anschrift der Verfasser:
Department of Metallurgical Engineering, Yıldız University, Yıldız/Istanbul, Turkey

Einladung zur Vortragsanmeldung

4. Hochschulkolloquium
„Weichlöten in Forschung und Praxis"
in München am 9./10. 3. 1993

Durch den Lehrstuhl für Werkstoffe im Maschinenbau (ehemals Lehrstuhl für Metallurgie und Metallkunde) an der Technischen Universität München wurde 1983 in Zusammenarbeit mit dem DVS erstmals das Hochschulkolloquium „Weichlöten in Forschung und Praxis" abgehalten. 1986 und 1989 fanden mit einer überaus großen Resonanz bei namhaften Fachleuten aus Wirtschaft und Praxis weitere Hochschulkolloquien auf einer breiteren Basis in München statt. Auch am **9./10. 3. 1993** soll mit dem Hochschulkolloquium **„Weichlöten in Forschung und Praxis"** wieder dieses anerkannte Forum geboten werden, um neueste Forschungsergebnisse und Entwicklungen auf dem Gebiet des Weichlötens vorzustellen und zu diskutieren. In eingeladenen Vorträgen wird durch berufene Fachvertreter zu den einzelnen Schwerpunkten der Veranstaltung ein Überblick über den aktuellen Stand der Weichlöttechnologie und über den Transfer der Forschungsergebnisse in die Praxis gegeben. Ausgewählte Problemkreise werden in Arbeitsgruppen vertieft abgehandelt.

Die Themenbereiche des Kolloquiums lauten:

1. Lote, Substrate, Bauelemente und Hilfswerkstoffe
2. Qualitätssicherung, Lötbarkeitsprüfung
3. Prozeßführung
4. Beanspruchung und Zuverlässigkeit

Fachkollegen, die mit eigenen Arbeiten und bisher nicht veröffentlichten Erfahrungsberichten zu dem geplanten Kolloquium beitragen können, werden gebeten, einen Vortrag oder eine Präsentation in Form eines Posters bis zum **5. 6. 1992** anzumelden. Die Anmeldung sollte die Art der Präsentation (Vortrag oder Poster), den Titel und ca. zehn Zeilen Inhaltsangabe enthalten. Gleichzeitig wird gebeten, die Zuordnung zu dem gewünschten Schwerpunkt anzugeben.

Über die Annahme des Beitrages wird ein Programmausschuß entscheiden. Das Ergebnis des Programmausschusses wird den Anmeldern bis zum **20. 7. 1992** zugestellt. Bis zum **23. 10. 1992** sollte im Falle der Annahme als Vortrag ein vollständiges Vortragsmanuskript vorliegen. Bei der Annahme als Poster sollte eine ausführliche Darstellung über den Inhalt der Präsentation gegeben werden.

Es ist beabsichtigt, vor dem Hochschulkolloquium die Beiträge in einem DVS-Berichtsband zu veröffentlichen, um damit eine Grundlage für eine vertiefte, fachliche Diskussion zu geben.

Anmeldungen und Zuschriften richten Sie bitte an:

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Kh. G. Schmitt-Thomas
Lehrstuhl für Werkstoffe im Maschinenbau der TU München, Arcisstraße 21, 8000 München 21,
Tel.: 0 89/21 05-26 21, Fax: 0 89/21 05-20 00