

Oberflächenstrukturen von polykristallinem Gips abgebunden auf verschiedenen Materialien

D. Vogel, H. Follner, H. Jacobi
 Institut für Mineralogie und Mineralische Rohstoffe der
 TU Clausthal, Adolph-Roemer-Str. 2a, 38678 Clausthal-
 Zellerfeld

Notizen

Der technische Einsatz von Gips vor allem in der Bauindustrie und Dentalmedizin wird wesentlich von den Eigenschaften der erzeugten Modelloberflächen bestimmt. Von Bedeutung sind vor allem die während des Abbindevorganges entstehenden Gefüge mit eventuellen Vorzugsorientierungen der Kristallite.

Um die Oberflächeneigenschaften von Gips besser verstehen und gegebenenfalls steuern zu können, wurde der Einfluß verschiedener Kristallisationsunterlagen auf den Abbindeprozeß von Gipsprobekörpern untersucht. Neben Marienglas, Plexiglas, Aluminiumfolie und Zahnabdruckmaterial wurden mehrere handelsübliche Polyethylen-Haushaltfolien verwendet. Insbesondere die letzteren aus polaren Makromolekülen bestehenden Folien üben den größten Einfluß hinsichtlich der Ausbildung einer röntgenographisch nachweisbaren (010)-Textur an den Auflage-seiten der Probekörper aus. Anhand von Texturuntersuchungen mittels Neutronenbeugung wurde festgestellt, daß es sich um keine globale Textur handelt, sondern, daß die ausgeprägte (010)-Texturierung nur in einem oberflächennahen Bereich von etwa 250 µm erfolgt. Die (010)-Oberflächentextur wird häufig von einer schwächer ausgebildeten (12̄1̄)-Textur überlagert.

Mit Hilfe von Härtebestimmungen nach der Brinellmethode wurde nachgewiesen, daß die Auflageflächen gegenüber den frei gewachsenen Oberflächen eine um ca. 10 % größere Härte besitzen.

In weiterführenden Experimenten wurde beobachtet, daß der Einfluß elektrischer Felder während des Abbindens der Gipskörper die texturbildende Wirkung der Polyethylen-Folien noch verstärkt. Allerdings weisen die Prüfkörper, unabhängig von der Stärke der elektrischen Felder, sehr starke Schwankungen in ihrem Härteverhalten auf. Hier wurden Härteunterschieden von 6 - 22% zwischen den Probenauflage-seiten und den an der Luft frei abgebundenen Flächen gemessen.

G... *Dentalgipse 1996*

[1] Girlich, I.; Wagner, G.; Paufler, P.; Leuner, S.; Follner, H.: Formation of textures in surface layers of gypsum during hardening process and in connection with surface properties. Neues Jahrb. Mineral. Monatsh. (1993), 312-323.

[2] Vogel, D.; Jacobi, H.; Follner, H.; Klein, H.: Texture development in gypsum during crystallisation. Textures and Microstructures. 24 (1995), 23-29.

Oberflächenstrukturen von polykristalinem Gips abgebunden auf verschiedenen Materialien

D. VOGEL / H. FOLLNER / H. JACOBI, TU CLAUSTHAL

Um die Oberflächeneigenschaften von Gips besser verstehen und gegebenenfalls steuern zu können, wurde der Einfluß verschiedener Kristallisationsunterlagen auf den Abbindeprozeß von Gipsproben untersucht. Dazu wurde β -Halbhydrat (Fa. Fuga) auf Marienglas, Plexiglas, Aluminiumfolie, Zahnabdruckmaterial und mehreren Polyethylenfolien abgebunden (Wasser-Bindemittelverhältnis 0,67, Einwirkzeit einschließlich Homogenisierung 3 min). Neben diesen Abbindeversuchen auf verschiedenen Unterlagen wurde auch der Einfluß eines elektrischen Gleichspannungsfeldes auf den Abbindeprozeß untersucht. Die Aufgabematerialien waren in diesem Fall Polyethylenfolien, wobei die Aufgabefläche des Präparats im Kontakt mit einer der Kondensatorplatten, die positiv bzw. in einer zweiten Versuchreihe negativ gepolt war, stand.

Phasenanalyse

Mit Hilfe der röntgenographischen Phasenanalyse ließ sich in allen untersuchten Proben Dihydrat als Hauptkomponente finden. Das Ausgangshalbhydrat war in keiner Probe nachweisbar.

Rasterelektronische Oberflächencharakterisierung

Ausgewählte REM-Aufnahmen (Abbildungen 1-4) der Probekörperoberflächen zeigen, daß Form und Verwachsungsgrad der Kristalle abhängig vom Aufgabematerial sind. Je nach Folienmaterial bilden sich vorzugsweise Kristalle mit nadelartigen oder prismatischen Habitus. Unter dem Einfluß des elektrischen Feldes entstehen in der Regel feinere Nadeln, die stärker miteinander verzahnt sind. Der auf Zahnabdruckmaterial abgebundene Gips zeigt im Gegensatz dazu clusterartige Zusammenballungen von stark angeordneten Gipsnadeln.



Abbildung 1: Gips auf Zahnabdruckmasse abgebunden



Abbildung 2: Gips auf Polyethylenfolie abgebunden

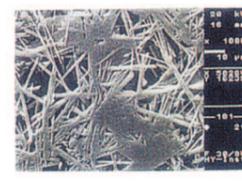


Abbildung 3: Gips auf Polyethylenfolie unter Einfluß eines elektrischen Feldes abgebunden (Aufgabeseite negativer Kondensatorplatte zugewandt, 25 kV)

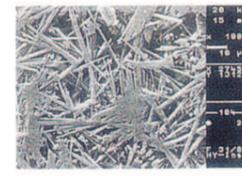


Abbildung 4: Gips auf Polyethylenfolie unter Einfluß eines elektrischen Feldes abgebunden (Aufgabeseite positiver Kondensatorplatte zugewandt, 25 kV)

Institut für Metallkunde und Metallphysik
TU Clausthal

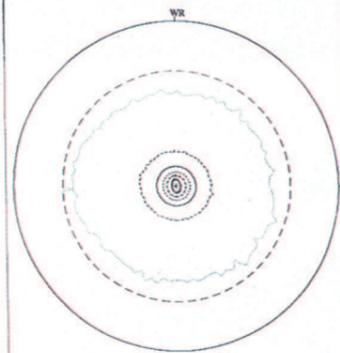


Abbildung 5: (020)-Polfigur der Aufgabeseite, Gips auf Polyethylenfolie abgebunden

Institut für Metallkunde und Metallphysik
TU Clausthal

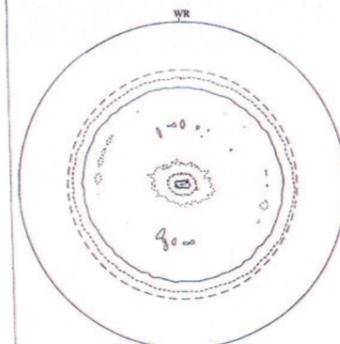


Abbildung 6: (12-1)-Polfigur der Aufgabeseite, Gips auf Polyethylenfolie abgebunden

Textur

Für die röntgenographische Texturuntersuchungen wurden von den Aufgabeflächen aller Proben die (020) und die (12-1)-Polfiguren vermessen. In allen Fällen wurden mehr oder weniger stark ausgeprägte (010)-Fasertexturen beobachtet, die von undeutlicheren (12-1)-Texturen überlagert werden können. Die schwächsten Textureffekte zeigte auf Aluminiumfolie auskristallisiertes Gips, ähnlich auf Marienglas und Zahnabdruckmasse abgebundene Proben. Insbesondere die aus polaren Makromolekülen bestehenden Polyethylenfolien üben dabei den größten Einfluß hinsichtlich der Ausbildung einer (010)-Textur an den Aufgabeflächen der Probekörper aus. In den (010)-Polfiguren weisen die Intensitätsmaxima im Nullpunkt auf eine stark ausgeprägte (010)-Textur an der Probekörperoberfläche hin, das heißt die Kristallite sind mit ihren (010)-Flächen bevorzugt parallel zur Probekörperoberfläche eingeregelt. In den (12-1)-Polfiguren wurden durchgängig um etwa 2/3 niedrigere Intensitätswerte registriert. Da in den Röntgenogrammen die Reflexe (020) und (12-1) nur geringfügige Intensitätsunterschiede aufweisen, läßt sich schließen, daß die (12-1)-Textur parallel zur Probekörperoberfläche wesentlich weniger ausgebildet ist. Die Vermessung der frei gewachsenen Oberseite eines Probekörpers ergab nur eine undeutliche Texturierung, die möglicherweise durch das Glättstreifen während des Formprozesses entstanden ist. Aufnahmen von Proben, die unter elektrischen Einfluß auf Polyethylenfolien abgebunden wurden, zeigen einen stärkeren (010)-Textureffekt. Eine Abhängigkeit von der Höhe der während der Abbindeversuche angelegten Spannungen und der Polung der Kondensatorplatten ist allerdings nicht eindeutig feststellbar. Anhand von Texturuntersuchungen mittels Neutronenbeugung wurde beobachtet, daß die Textur sich offensichtlich nicht im Inneren des Probekörpers fortsetzt, sondern daß die starke (010)-Textur nur in einem Oberflächenbereich von etwa 250 μm erfolgt. (Abbildungen 5-8)

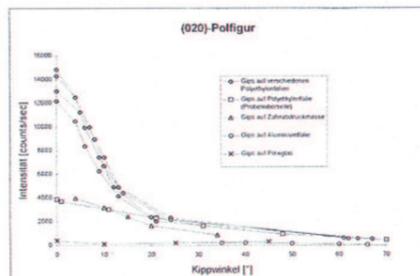


Abbildung 7: Schnitte durch (020)-Polfiguren, Gips auf verschiedenen Aufgabematerialien

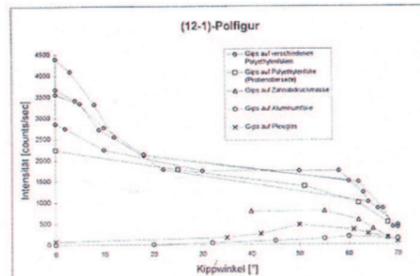


Abbildung 8: Schnitte durch (12-1)-Polfiguren, Gips auf verschiedenen Aufgabematerialien

Härte

Für die Charakterisierung der Härte der Probekörperoberflächen wurde das Kugeldruckverfahren nach BRINELL benutzt. Auf jeder der beiden Oberflächen der Probekörper wurden drei Einzelmessungen vorgenommen, die dann jeweils gemittelt wurden. Neben der Messung der Absoluthärten, wurde besonderer Wert auf den Vergleich der Härten der Aufgabefläche und der frei gewachsenen Oberseite eines Probekörpers gelegt. Bei allen Proben wurde ein auffälliger Härteunterschied zwischen Unterseite (Aufgabeseite) und Oberseite eines jeweiligen Probekörpers festgestellt. Unabhängig von den verschiedenen Kristallisationsunterlagen und den unterschiedlichen Versuchsbedingungen (elektrisches Feld) wurde bei der Großzahl der getesteten Probekörper größere Härten an den Aufgabeflächen gemessen. Eine Ausnahme bildet allerdings eine frühere Probe, die auf einer handelsüblichen Polyethylenfolie abgebunden wurde, bei der die Probekörperoberseite größere Härten als die Aufgabeseiten besitzen. Nachmessungen bestätigen das Ergebnis, wobei eine Deutung dieses Sachverhaltes nicht möglich ist, da die verwendete Folie nicht mehr zur Verfügung stand. Alle anderen auf verschiedenen Polyethylenfolien abgebundenen Proben zeigen bei relativ einheitlichen Absoluthärten um etwa 10% härtere Probekörperoberseiten. Ähnlich verhalten sich auf Marienglas und Zahnabdruckmasse kristallisierte Proben, bei jedoch niedrigeren Absoluthärten. Abbildung 9 zeigt eine graphische Darstellung der gemessenen Druckkräfte der Unter- bzw. Oberseiten der jeweiligen Probekörper. Proben, die unter dem Einfluß eines elektrischen Feldes auf verschiedenen Polyethylenfolien abgebunden wurden, haben bei teilweise beträchtlich höheren Absoluthärten, stark steuende Differenzen zwischen den Härten ihrer Unter- und Oberseiten. Diese Unterschiede liegen zwischen 5-22%. In Abbildung 10 sind die prozentualen Härteunterschiede bezogen auf die Mittelwerte der Härte von Auflage- bzw. Oberseite eines jeweiligen Probekörpers dargestellt. Eine Abhängigkeit der Härte etwa von der Höhe der während des Abbindens angelegten Spannung oder der Polung der Kondensatorplatten konnte nicht gefunden werden.

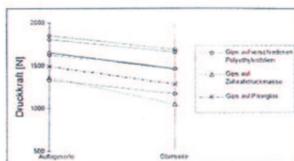


Abbildung 9: Härteunterschied zwischen Aufgabeseite und Oberseite des jeweiligen Probekörpers, Gips auf verschiedenen Aufgabematerialien

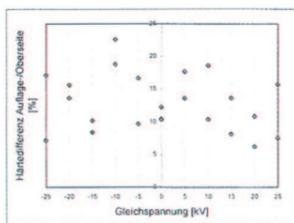


Abbildung 10: Brinellhärteverhalten von Gips auf Polyethylenfolie unter Einfluß eines elektrischen Feldes abgebunden (negative und positive Spannungswerte, Aufgabeseite der negativen bzw. positiven Kondensatorplatte zugewandt)

Zusammenfassung

Der Zusammenhang zwischen der Ausbildung einer (010)-Textur und der Oberflächenhärte ergibt sich aus diesen Untersuchungen nicht zwangsläufig. An allen Proben, die auf verschiedenen Aufgabematerialien auskristallisiert entstehen mehr oder weniger starke Oberflächentexturen. Diese Oberflächentexturierung scheint sich im Falle der Kristallisation auf Polyethylenfolien unter Einwirkung eines elektrischen Feldes verstärken zu lassen. Ungelöst sind die starken Härteschwankungen bei Proben, die im elektrischen Feld auf gleichen Materialien abgebunden wurden.