

UNIWERSYTET MEDYCZNY
IM. KAROLA MARCINKOWSKIEGO W POZNANIU



Aleksandra Rogalińska

**WPLYW OBRÓBKI CIEPLNEJ ORAZ SPOSOBU CHŁODZENIA
PODBUDOWY METALICZNEJ NA CHARAKTER POŁĄCZENIA
Z CERAMIKĄ DENTYSTYCZNĄ**

Rozprawa doktorska

Promotor: dr hab. n. med. Mariusz Pryliński

Zakład Techniki i Technologii Dentystycznych
Uniwersytetu Medycznego im. Karola Marcinkowskiego w Poznaniu

POZNAŃ 2013

Serdeczne podziękowania

Dla mojego promotora pracy doktoranckiej-

Dr hab. n. med. Mariusza Prylińskiego

oraz całego zespołu oceniającego

za cenne porady, wsparcie i wyrozumiałość,

a także za niezwykle życzliwą atmosferę

sprzyjającą przygotowaniu niniejszej pracy naukowej.

Doktorantka mgr inż. tech. dent. Aleksandra Rogalińska

Spis skrótów

K- Próbka kontrolna- wygrzewanie formy odlewniczej zgodnie z zaleceniami producenta, sposób chłodzenia formy odlewniczej zgodny z zaleceniami producenta

E-1s- Próbka eksperymentalna- wygrzewanie formy odlewniczej zgodnie z zaleceniami producenta 950 °C, sposób chłodzenia formy odlewniczej szybki (w wodzie o temp. 18 °C)

E-1w- Próbka eksperymentalna- wygrzewanie formy odlewniczej zgodnie z zaleceniami producenta 950 °C, sposób chłodzenia formy odlewniczej przedłużony (w piecu do całkowitego wystudzenia)

E-2s- Próbka eksperymentalna- wygrzewanie formy odlewniczej w temp. 880 °C- niedogrzenie, sposób chłodzenia formy odlewniczej szybki (w wodzie o temp. 18 °C)

E-2w- Próbka eksperymentalna- wygrzewanie formy odlewniczej w temp. 880 °C- niedogrzenie, sposób chłodzenia formy odlewniczej przedłużony (w piecu do całkowitego wystudzenia)

E-3s- Próbka eksperymentalna- wygrzewanie formy odlewniczej w temp. 1050 °C- przegrzanie, sposób chłodzenia formy odlewniczej szybki (w wodzie o temp. 18 °C)

E-3w- Próbka eksperymentalna- wygrzewanie formy odlewniczej w temp. 1050 °C- przegrzanie, sposób chłodzenia formy odlewniczej przedłużony (w piecu do całkowitego wystudzenia)

HV- pomiar mikrotwardości w skali Vickersa

Spis treści

1. WSTĘP I PRZEGLĄD PIŚMIENICTWA.....	5
2. CEL PRACY	14
3. BADANIA LABORATORYJNE – MATERIAŁY I METODY.....	15
4.1. Badanie wytrzymałościowe – test na ścinanie	15
4.2. Badanie mikrotwardości	19
4.3. Badanie metalograficzne - makroskopowe	20
4.4. Badanie metalograficzne – mikroskopowe	22
4.5. Analiza statystyczna	23
4. WYNIKI BADAŃ	24
4.1. Badanie wytrzymałościowe – test na ścinanie	24
4.2. Badanie mikrotwardości	26
4.3. Badanie metalograficzne – makroskopowe	28
4.4. Badanie metalograficzne – mikroskopowe	33
4.5. Mikroanaliza rentgenowska.....	51
5. DYSKUSJA	87
6. WNIOSKI	94
7. STRESZCZENIE	95
8. SUMMARY	99
9. PIŚMIENICTWO	102
10. SPIS RYCIN	110
11. SPIS TABEL	120
12. SPIS WYKRESÓW.....	121
13. ANEKS.....	122

1. WSTĘP I PRZEGLĄD PIŚMIENICTWA

Ceramika dentystyczna stosowana do wykonania konstrukcji protetycznych jest materiałem pośrednim pomiędzy porcelaną użytkową a szkłem (9). Pomimo, że była znana już w VII wieku (Chiny), to proces jej produkcji został odkryty dopiero na początku XVIII wieku, a pod jego koniec powstały pierwsze zęby ceramiczne (15). Pół wieku później Land opisał technikę napalania ceramiki na folię platynową, a korony wykonane w tej technologii są znane w literaturze jako tzw. „korony jacketowe” (*ang. jacket crown*) (15, 16, 48). Jednak uzupełnienia protetyczne tego typu pomimo zadawalającego efektu estetycznego nie posiadały odpowiedniej wytrzymałości mechanicznej co powodowało, że bardzo często pękały pod wpływem obciążeń okluzyjnych (16). Problem ten rozwiązali w roku 1956 Donovan i Prince, którzy opracowali technologię napalania ceramiki na podbudowę metalową (16, 73). Protezy stałe wykonane tą techniką charakteryzują się dobrą odpornością mechaniczną, jednak nie zawsze zadawalającą estetyką. Prace badawcze prowadzone nad wyeliminowaniem tej niedogodności doprowadziły do wprowadzenia na rynek w drugiej połowie ubiegłego wieku (Mc Lean – 1956, Mc Cullach i Grossman – 1968) uzupełnień jednolicie ceramicznych (16, 66), a kilkanaście lat później również ceramicznych zamków ortodontycznych (10). Konstrukcje protetyczne tego typu charakteryzują się dobrą estetyką oraz biogodnością (14, 46, 47) jednak wysokie koszty ich wykonania powodują, że to właśnie uzupełnienia ceramiczno – metalowe zajmują nadal dominującą pozycję w wykonawstwie protez stałych (58, 60, 61).

Połączenie pomiędzy ceramiką dentystyczną a podbudową metalową jest możliwe dzięki obecności warstwy tlenków wytworzonej na powierzchni stopu metalu w procesie oksydacji, mikroretencyjnych zagłębieniach będących wynikiem obróbki strumieniowo – ścierniej oraz odpowiednio dobranych współczynnikach rozszerzalności cieplnej (WRC) obu

materiałów (57, 58, 72). Zdarzają się jednak przypadki, że pomimo spełnienia powyższych warunków dochodzi do odprysków olicowania ceramicznego, które w opinii wielu autorów stanowi od 3% do 8% uszkodzeń tego typu protez stałych (7, 23, 32, 36, 58, 60, 64).

Wydaje się więc, że z poznawczego punktu widzenia istotnym byłoby sprawdzenie czy proces wygrzewania masy osłaniającej oraz sposób jej chłodzenia posiada wpływ na charakter połączenia strukturalnego pomiędzy ceramiką dentystyczną a podbudową metalową.

Jakość połączenia ceramiki dentystycznej z podbudową metalową jest bezpośrednio uzależniona od takich czynników jak zagłębienia mikroretencyjne, właściwie dobrane współczynniki rozszerzalności cieplnej obu materiałów oraz warstwa tlenków wytworzona na powierzchni stopu w procesie jego oksydacji (13, 15, 22, 43, 46, 58) . Jednak jak sugerują niektórzy autorzy (21, 24, 34, 35, 37, 42, 44, 45, 46, 57, 74, 75) obok tych zasadniczych czynników na trwałość połączenia może mieć również wpływ niewłaściwa obróbka mechaniczna podbudowy metalicznej, która prowadzi do tzw. „gazowania” metalu podczas wypalania ceramiki, nieodpowiednio dobrana masa osłaniająca dla określonego rodzaju stopu oraz niewłaściwy proces jej zarabiania i wygrzewania oraz przegrzanie stopu podczas topienia.

Masy osłaniające (ogniotrwałe) stosowane w technice dentystycznej służą do wykonania form odlewowych – na których modeluje się protezy szkieletowe, podbudowy protez stałych i wzorce konstrukcji tłoczonych z ceramiki - modeli zębów filarowych służących do wykonawstwa licówek i wkładów ceramicznych oraz unieruchomienia elementów metalowych protez przed procesem ich lutowania (21, 22, 43, 46, 71). Ze względu na temperaturę topnienia stopów metali masy osłaniające dzielą się na: masy do stopów łatwotopliwych (< 150° C), średniotopliwych (700 - 1200° C) oraz wysokotopliwych (1400 - 1800° C). Masą ogniotrwałą używaną do odlewania stopów łatwo topliwych jest autoklawowany półwodny siarczan wapnia (46), natomiast w przypadku dwóch pozostałych

grup w ich skład wchodzi materiały ogniotrwałe, spajające i modyfikujące. Związkami odpowiedzialnymi za rozszerzalność termiczną w zależności od rodzaju masy są: kwarc, trydymit, krystobalit lub ich mieszaniny w odpowiednio dobranych przez producentów proporcjach. Natomiast materiałem spajającym w przypadku mas osłaniających dla stopów średniotopliwych jest autoklawowany półwodny siarczan wapnia, a wysokotopliwych krzemiany lub fosforany. Zdaniem wielu autorów (5, 11, 17, 52, 62, 63, 67, 77) masy ogniotrwałe obok takich właściwości jak: obojętność chemiczna, drobnoziarnistość, ekspansja termiczna kompensująca skurcz stopu podczas chłodzenia, powinny również nie ulegać dezintegracji w temperaturze topnienia metalu oraz posiadać wysoką odporność mechaniczną. Zadawalająca wytrzymałość mechaniczna zwłaszcza w wysokich temperaturach jest cechą niezwykle pożądaną, ponieważ uniemożliwia uszkodzenie formy odlewowej przez wpływający do niej pod dużym ciśnieniem stop metalu. Z dostępnych w literaturze doniesień (18, 50) wynika, że aby nie doszło do uszkodzenia formy odlewniczej przez stopiony metal, użyta masa osłaniająca powinna posiadać wytrzymałość na ściskanie w zakresie 1,8 – 2,0 MPa. Większość autorów (29, 38, 53, 55) jest zgodna, że na odporność mechaniczną mas osłaniających posiadają wpływ takie czynniki jak rodzaj materiału spajającego, sposób zarabiania oraz wiązania, a także temperatura wygrzewania formy odlewniczej.

Masy osłaniające konfekcjonowane są w postaci proszku, który zarabia się wodą lub specjalnie do tego celu przeznaczonym płynem. Proces zarabiania polega na dokładnym zmieszaniu obu składników w ściśle określonych przez producenta proporcjach i może być wykonywany ręcznie lub maszynowo przy użyciu mieszadła próżniowego. Juszczyk i wsp. (33, 34, 35) oceniali wpływ sposobu zarabiania fosforanowych mas osłaniających (Croform WB, RemaExakt, Levotherm, Rematitan) na ich wytrzymałość mechaniczną. Omawiane masy badano bezpośrednio po związaniu (w temperaturze pokojowej) oraz po procesie wygrzewania w temperaturze 900° C. Na podstawie wykonanych badań wytrzymałościowych

Autorzy doszli do wniosku, że zarabianie ręczne prowadzi do powstania w analizowanych próbkach dużej ilości porowatości, w porównaniu z mieszaniem próżniowym, które pozwala na uzyskanie masy homogennej z niewielką ilością porów. Ponadto Autorzy zasugerowali, że mechaniczne zarabianie masy ogniotrwałej w urządzeniu próżniowym, skutkuje zwiększeniem wytrzymałości mechanicznej materiału, mniejszym prawdopodobieństwem uszkodzenia formy odlewowej. Do podobnych wniosków na podstawie niezależnie przeprowadzonych badań doszli również Tourah i wsp. (76), Hero i Waarli (28), Abu Hassan i wsp. (1), Scrabech i wsp. (67), Johnson i Winstanley (30) oraz Bedi i wsp. (35).

Chew i wsp. (12) badali wpływ temperatury wygrzewania na średnicowe napięcie ściskające (DTS - *ang. Diametral Tensile Strength*). Autorzy poddali ocenie trzy rodzaje mas osłaniających, z których Novocast służy do odlewania stopów średniotopliwych i zawiera czynnik spajający, którym jest autoklawowany półwodny siarczan wapnia. Natomiast Cerafina i Ceramigold są materiałami na bazie fosforanów i służą do odlewów wykonywanych ze stopów wysokotopliwych. Wyniki badań wykazały, że w przypadku masy osłaniającej na bazie gipsu (dla stopów średniotopliwych) nie nastąpił znaczący wzrost wytrzymałości pod wpływem zmiany temperatury od pokojowej do 700° C (tzw. wytrzymałość wysokotemperaturowa), natomiast w przypadku mas fosforanowych doszło do znaczącego statystycznie wzrostu wartości DTS w zakresie temperatur od pokojowej do 872°C. Jak już wspomniano na wstępie w skład mas osłaniających do odlewów średniotopliwych, obok materiałów ogniotrwałych i spajających, wchodzi również substancje modyfikujące, które pochłaniają tlen z okolicy odlewanego stopu (grafit, węgiel) lub zapobiegają skurczowi masy podczas jej wygrzewania (kwas borowy, chlorek sodu), (46). Przeprowadzone przez Earnshaw (18) badanie wytrzymałości na ściskanie dziesięciu mas osłaniających dla stopów średniotopliwych (spajanych gipsem) wykazało, że największy spadek wytrzymałości miał miejsce wówczas, gdy masa zawierała w swym składzie chlorek

sodu. Natomiast w przypadku mas w których czynnikiem modyfikującym był kwas borny zamiast chlorku sodu, nastąpił wzrost wytrzymałości w zakresie od 40% do 55%. Powyższą zależność potwierdziły również wyniki badań Morey i Easnshaw (50).

Wpływ wzrostu temperatury na wytrzymałość mechaniczną wybranej grupy mas fosforanowych dla stopów wysokotopliwych (Hi-Temp, Ceramigold, Auroplus, DVP, X-20, Biosinit-Supra) badali Luk i Darvell (41), którzy stwierdzili zmniejszenie wytrzymałości mechanicznej wybranych mas fosforanowych ze wzrostem temperatury. Zdaniem Traini i wsp. (78) na obniżenie wytrzymałości mas osłaniających na bazie fosforanów w trakcie procesu odlewniczego bezpośredni wpływ wywiera zbyt wysoka temperatura stopionego metalu, a więc przegrzanie stopu podczas procesu topienia.

Masy osłaniające na bazie fosforanów są produkowane w dwóch wersjach dla szybkiego oraz standardowego (klasycznego) sposobu wygrzewania. Pierwsza z nich polega na tym, że formę odlewniczą bezpośrednio po związaniu materiału (15 minut) umieszcza się w rozgrzanym piecu na około 45 – 60 minut - w zależności od zaleceń producenta - natomiast w metodzie klasycznej wstępnie wygrzaną formę umieszcza się w zimnym piecu i stopniowo podwyższa temperaturę, a proces jej wygrzewania trwa średnio około trzech godzin. Hasti i Patill (26) oceniali wpływ obu rodzajów mas osłaniających na szczelność brzeżną oraz chropowatość koron wykonanych ze stopu chromowo – niklowego Wiralloy. Końcowa temperatura wygrzewania formy odlewowej dla obu mas ogniotrwałych (Bellavest T, Formula I) wynosiła 950° C. Na podstawie analizy wykonanej za pomocą elektronowego mikroskopu skaningowego autorzy doszli do wniosku, że nie występują istotne różnice pomiędzy obu ocenianymi materiałami, zarówno w przypadku szczelności brzeżnej jak i chropowatości powierzchni wykonanych koron. Ponadto stwierdzili, że stosowanie techniki szybkiego wygrzewania pozwala na znaczną oszczędność czasu pracy technika dentystycznego bez wpływu na jakość odlewów. Odmienne obserwacje poczynili Padapolous

i Axelton (54), którzy stwierdzili, że szybki wzrost temperatury wygrzewania formy odlewniczej skutkuje większą nieszczelnością brzezną wykonanych w tej technologii protez stałych. Blackman (8) oceniał zmiany wymiarów oraz szorstkość powierzchni koron odlewanych ze stopu złota przy użyciu mas fosforanowych w technologii szybkiego wygrzewania. Na podstawie wykonanych badań Autor sugerował, że szybkie wygrzewanie powoduje nieznaczny wzrost szorstkości powierzchni analizowanego stopu oraz zapewnia akceptowalną klinicznie szczelność brzezną, jednak gwałtowny wzrost temperatury w wielu przypadkach prowadzi do uszkodzenia formy odlewniczej.

W odróżnieniu od mas osłaniających dla stopów metali szlachetnych i nieszlachetnych, w odlewnictwie tytanu wykorzystuje się specjalne rodzaje materiałów ogniotrwałych (5, 17, 29, 46, 59). Tytan wykazuje bardzo duże powinowactwo do azotu, wodoru, tlenu i krzemu, dlatego do wykonania form odlewowych używa się mas osłaniających z małą zawartością kwarcu, na rzecz tlenków magnezu, glinu, itru i cyrkonu, a więc pierwiastków, które charakteryzują się małą zdolnością do wchodzenia w reakcje chemiczne z omawianym metalem (46, 59). Na rynku dostępne są różne rodzaje mas osłaniających przeznaczonych do odlewnictwa tytanu i jego stopów, które w zależności od producenta posiadają zróżnicowaną zawartość tlenków magnezu, glinu, itru, cyrkonu oraz krzemu. Yu i wsp. (81) oceniali wpływ trzech rodzajów mas ogniotrwałych na mikrostrukturę, skład chemiczny oraz mikrotwardość odlewów tytanowych. Na podstawie wykonanej przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego analizy wykazali, że grubość reaktywnej warstwy tlenków na powierzchni próbek wynosiła w przypadku odlewów wykonanych z użyciem masy zawierającej w swym składzie przewagę dwutlenku krzemu - 80 μm , masy o zwiększonej zawartości trójtlenku glinu – 50 μm oraz masy o przeważającym udziale procentowym dwutlenku magnezu – 14 μm . Na podstawie przeprowadzonych badań mikroanalizy rentgenowskiej, oceny składu chemicznego powierzchni próbek oraz ich mikrotwardości autorzy doszli do wniosku, że

najkorzystniejszą dla tytanu i jego stopów jest masa osłaniająca, która w swym składzie posiada dużą zawartość tlenku magnezu. Ferreira i wsp. (20) uważają natomiast, że skutecznym sposobem minimalizowania reaktywnej warstwy tlenków oraz podniesienia jakości odlewów z tytanu jest wstępne pokrycie woskowych konstrukcji protez cienką warstwą masy osłaniającej na bazie dwutlenku cyrkonu i trójtlenku itru, przed ostatecznym wypełnieniem formy odlewniczej właściwą masą ogniotrwałą.

Podobne obserwacje co Yu i wsp., poczynili również Nogueira i wsp. (51) analizując wpływ techniki konwencjonalnego (masy Rematitan Plus i Rematitan Ultra) i szybkiego cyklu (masa Trinell) wygrzewania formy odlewniczej na jakość mikrostruktury, szorstkości i porowatość powierzchni oraz szczelność brzezną wykonanych odlewów tytanowych. Na podstawie przeprowadzonych badań Autorzy doszli do wniosku, że krótki cykl wygrzewania formy odlewowej daje akceptowany klinicznie odlew tytanowy. Natomiast Ferreira i wsp. (19) oceniając skurcz termiczny odlewów tytanowych w zależności od zastosowanego do wykonania formy odlewniczej rodzaju masy osłaniającej nie stwierdzili istotnych różnic pomiędzy masą przeznaczoną do odlewania tytanu (Rematitan Plus), a materiałem na bazie fosforanów (Castorit Super C), stosowanym w odlewnictwie stopów chromowo - kobaltowych. Zdaniem autorów oba rodzaje mas ogniotrwałych wykazują wystarczającą rozszerzalność termiczną, która w sposób zadawalający rekompensuje skurcz odlewu tytanowego. Jednak w omawianym przypadku ocenie podlegał tylko jeden parametr, który posiada z pewnością duże znaczenie jeśli chodzi o dokładność dopasowania i szczelność brzezną uzupełnienia protetycznego, natomiast równie istotne wydają się być takie cechy jak pożądane właściwości mechaniczne właściwa mikrostruktura powierzchni oraz mikrotwardość uzyskanego odlewu. Wpływ różnych pod względem składu chemicznego mas osłaniających na właściwości mechaniczne, szorstkość powierzchni, mikrotwardość oraz mikrostrukturę tytanu badali Siliveira i wsp. (68). Na podstawie wykonanych badań przy

użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego autorzy stwierdzili istotnie wyższą ilość porowatości w strukturze tytanu, którego odlewy były wykonane z użyciem masy ogniotrwałej na bazie fosforanów (Castorit Super C), w porównaniu do próbek odlanych w materiale przeznaczonym wyłącznie do odlewania tytanu (Rematitan Plus).

Zdaniem Low i Mori (40) dobór masy osłaniającej o właściwie dobranym współczynniku rozszerzalności termicznej względem tytanu i jego stopów posiada kluczowe znaczenie dla uzyskania dobrej jakości i szczelności brzeżnej konstrukcji protetycznych wykonanych z tego metalu. Do podobnych wniosków doszli również Soo i wsp. (70), którzy badali wpływ siedmiu rodzajów mas osłaniających na dopasowanie suprastrukturów implantów. Ponadto Autorzy- Low i Mori uważają, że w odlewnictwie tytanu należy wyłącznie stosować masy przypisane przez producentów do ściśle określonego rodzaju stopu, bowiem jak wykazały przeprowadzone badania już niewielka różnica w dopasowaniu suprastruktury, rzędu 16 μm , wywołuje zwiększone obciążenie implantów, co może być przyczyną późnych niepowodzeń w leczeniu implanto – protetycznym.

Jak wspomniano na wstępie masy osłaniające są również używane do wykonawstwa protez stałych z ceramiki dwukrzemowo – litowej (licówki, wkłady, nakłady, korony, mosty) w technice tłoczenia oraz odlewania ceramiki szklanej na bazie fluoroaminy czterokrzemowej (licówki, korony). Johnson i wsp. (31) badali wpływ mas osłaniających na szorstkość powierzchni ceramik szklanych LG112 i SG3. Autorzy poddali ocenie dwie grupy mas ogniotrwałych, z których pierwszą stanowiły materiały na bazie autoklawowanego półwodnego siarczanu wapnia (Whip-Mix Cristobalit i Degussa California), a drugą na bazie fosforanów (Fujivest Super i TechCeram Glass). Przeprowadzona mikroanaliza rentgenowska wykazała, że w przypadku ceramiki SG3 najbardziej gładką powierzchnię wykazywały próbki zatopione w masach ogniotrwałych na bazie gipsu, natomiast w przypadku materiału LG112 rodzaj zastosowanej masy osłaniającej nie posiadał wpływu na szorstkość powierzchni

ocenianych odlewów. Ponadto Autorzy zwrócili uwagę na fakt, że zastosowanie w odlewnictwie ceramiki szklanej mas osłaniających na bazie autoklawowanego półwodnego siarczanu wapnia umożliwia zdecydowanie łatwiejsze uwolnienie z formy odlewniczej bardzo delikatnych konstrukcji protetycznych, jakimi są protezy stałe wykonane z tego rodzaju porcelany, w porównaniu do mas na bazie fosforanów, które cechuje duża twardość.

Niewiele jest w piśmiennictwie doniesień na temat wpływu sposobów przegrzewania i chłodzenia mas osłaniających na wytrzymałość, mikrotwardość oraz siły połączenia materiałów ceramicznych z strukturami metalowymi. Skłoniło to autora rozprawy do podjęcia badań, które pozwoliłyby na udzielenie odpowiedzi na powyższe pytania.

2. CEL PRACY

Celem przeprowadzonych badań jest określenie wpływu różnych sposobów wygrzewania i chłodzenia masy osłaniającej na:

1. Wytrzymałość połączenia ceramiki dentystycznej VITA VMK Master z podbudową metalową wykonaną ze stopu dentystycznego Starbond Ni.
2. Mikrotwardość dentystycznego stopu chromowo-niklowego Starbond Ni.
3. Charakter połączenia strukturalnego ceramiki dentystycznej VITA VMK Master z podbudową metalową wykonaną ze stopu dentystycznego Starbond Ni.

3. BADANIA LABORATORYJNE – MATERIAŁ I METODY

3.1. BADANIE WYTRZYMAŁOŚCIOWE – TEST NA ŚCINANIE

Do badań wytrzymałościowych siły połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym wykonano próbki w kształcie prostokąta o wymiarach 15 x 30 x 0,6 mm. W tym celu z tworzywa spalającego się bez pozostałości Adapta (Erkodent, Niemcy) wycięto za pomocą skalpela prostokąty o podanych powyżej wymiarach, które zatapiano w masie osłaniającej bez zawartości grafitu Bellavest T (Bego, Niemcy), a następnie odlewano ze stopu chromowo – niklowego Strabond Ni (S&S Scheftner, Niemcy) w urządzeniu próżniowo – ciśnieniowym Nautilus (Bego, Niemcy) zgodnie z ogólnie przyjętymi w technice dentystycznej zasadami.

Proces wygrzewania oraz chłodzenia formy odlewniczej w przypadku grupy kontrolnej (K) przeprowadzano zgodnie z zaleceniami producenta masy osłaniającej to jest: po 30 minutach od zalania pierścien umieszczano w zimnym piecu, a następnie podgrzewano formę do temperatury 250° C (przyrost temperatury 5° C/min.) i przetrzymywano w tej temperaturze przez 30 minut. W kolejnym etapie podgrzewano pierścien odlewniczy do temperatury końcowej 950° C (przyrost temperatury 5° C/min.) i wygrzewano go przez 30 minut. Po odlaniu pierścien wyjmowano z pieca i pozostawiano do ostygnięcia w temperaturze pokojowej na wolnym powietrzu. W przypadku grup eksperymentalnych E-1s i E-1w wygrzewanie formy odlewniczej przebiegało zgodnie z zaleceniami producenta, natomiast proces studzenia był skrócony poprzez umieszczenie form w wodzie o temperaturze pokojowej (18° C – grupa E-1s) lub wydłużony poprzez chłodzenie w piecu, do momentu całkowitego wystygnięcia. W grupach E-2s i E-2w wygrzewanie form odlewniczych polegało na ich niedogrzeniu poprzez ustawienie temperatury końcowej na poziomie 880° C, natomiast

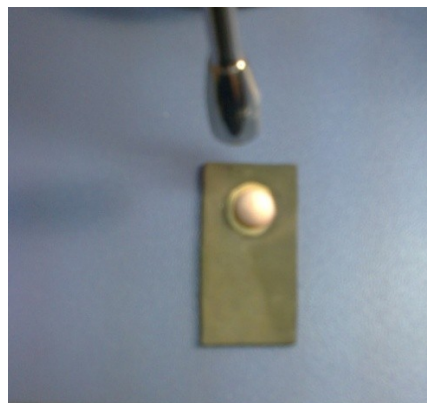
studzenie przebiegało analogicznie jak w przypadku grup E-1s i E-1w. W grupach E-3s i E-3w wygrzewanie form miało miejsce w temperaturze 1050° C, czyli polegało na ich przegrzaniu, a proces studzenia przebiegał według schematu identycznego jak w pozostałych grupach eksperymentalnych.

Odlane próbki poddawano obróbce strumieniowo – ścierniej przy pomocy tlenku glinu Cobra (Renfert, Niemcy) o średnicy ziarna 110µm pod ciśnieniem 3,0 bar. Ewentualne nierówności opracowywano frezami z węglików spiekanych.

Na tak przygotowane płytki metalowe napalano ceramikę VMK Master (Vita, Niemcy) o w kształcie krążków o średnicy 3,0 mm i wysokości 2,5 mm, w piecu EP 600 Combi (Ivoclar – Vivadent, Lichtenstein) stosując następujące cykle:

- oksydacja w temperaturze 700° C bez próżni
- opaker pierwsza warstwa 970° C z próżnią
- opaker druga warstwa 970° C z próżnią
- masa zębinowa 940°C z próżnią
- masa szkligna 900° C bez próżni

W celu uzyskania jednakowych wymiarów ceramicznych krążków masę porcelanową formowano przy pomocy specjalnego dozownika (Ryc. 1). Współczynniki rozszerzalności cieplnej ceramiki był o $0,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ niższy od stopu metalu.



Ryc. 1. Formowanie ceramicznych krążków



Ryc. 2. Próbkki przygotowane do badań wytrzymałościowych

Łącznie przygotowano 70 próbek (Ryc. 2), po dziesięć dla każdej grupy badawczej, które przed wykonaniem testu na ścinanie przechowywano w wodzie destylowanej o temperaturze 37° C przez okres 24 godzin. Dokładny podział na grupy badawcze przedstawia tabela 1.

Tabela 1. Grupy badawcze poddane testowi na ścinanie w zależności od sposobu wygrzewania oraz sposobu chłodzenia masy osłaniającej

Symbol grupy	Sposób wygrzewania formy odlewniczej	Sposób chłodzenia formy odlewniczej
grupa kontrolna		
K	zgodny z zaleceniami producenta	zgodny z zaleceniami producenta
grupy eksperymentalne		
E-1s	zgodny z zaleceniami producenta	szybki
E-1w	zgodny z zaleceniami producenta	przedłużony
E-2s	niedogrzanie	szybki
E-2w	niedogrzanie	przedłużony
E-3s	przegrzanie	szybki
E-3w	przegrzanie	przedłużony

Badanie siły połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym wykonano przy pomocy urządzenia Hounsfield H5 KS (Tinius Olsen, Wielka Brytania), stosując głowice o sile 5000N oraz szybkość jej przemieszczania zgodnie ze specyfikacją ISO

2,0 mm/min. W celu uniknięcia niedokładności wynikających z ewentualnych różnic w średnicy ceramicznych krążków mierzono je przed każdym badaniem z dokładnością do 0,01 mm przy pomocy suwmiarki elektronicznej Digimatic Caliper (Mitutuyo Ltd, Wielka Brytania), a odczytane wartości wprowadzano do komputera współpracującego z maszyną testującą.

3.2. BADANIE MIKROTWARDOŚCI

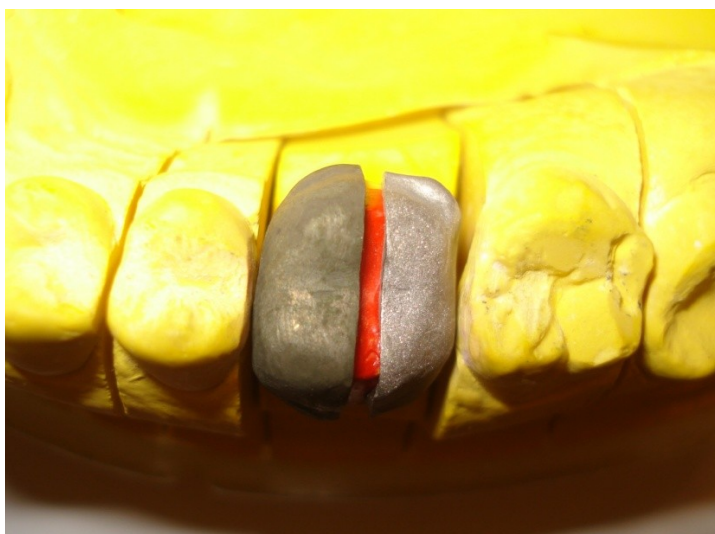
Do badania mikrotwardości użyto próbek wykonanych w sposób analogiczny jak do badań wytrzymałościowych, zgodnie z procedurą opisaną w rozdziale 3.1. Dla każdej grupy badawczej wykonano po dziesięć próbek. Badanie wykonywano bezpośrednio po wykonaniu próbek w punkcie centralnym oraz w pięciu punktach oddalonych o 12,0 mm od ich brzegu. Do badania mikrotwardości metodą Vickersa wykorzystano mikrotwardościomierz firmy Durimet – 2 K (Leitz, Niemcy), stosując obciążenie HV 0,3 dla każdej próbki (Ryc.3).



Ryc. 3. Mikrotwardościomierz Durimet – 2 K

3.3. BADANIE METALOGRAFICZNE – MAKROSKOPOWE

Próbki do oceny struktury połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym wykonano w formie koron protetycznych - na ząb trzonowy pierwszy lewy żuchwy. W tym celu z tworzywa spalającego się bez pozostałości Adapta (Erkodent, Niemcy) o grubości 0,3 mm wymodelowano na modelu segmentowym wzorce siedmiu podbudów kształtem przypominający oszlifowany ząb filarowy z zachowaniem 1,5 mm przestrzeni na ceramiczne olicowanie. Proces wykonawstwa laboratoryjnego koron przebiegał zgodnie z postępowaniem opisanym w rozdziale 3.1. z tą różnicą, że przed napaleniem ceramiki, podbudowę metalową przecinano na dwie połowy, z których jedna służyła do oceny struktury połączenia w badaniu makroskopowym, a druga mikroskopowym (ryc. 4 i 5).

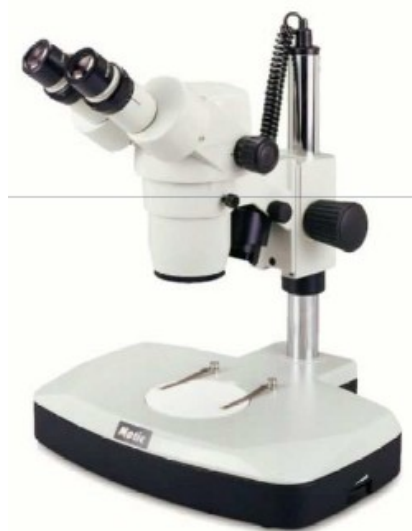


Ryc. 4. Przecięta na dwie połowy podbudowa odlana ze stopu chromowo-niklowego



Ryc. 5. Olicowana ceramiką podbudowa metalowa

Badanie struktury połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym wykonano przy użyciu mikroskopu stereoskopowego SMZ 168 (Motic, Niemcy) w powiększeniu $\times 7,5$ oraz $\times 20$ (Ryc. 6).



Ryc. 6. Mikroskop stereoskopowy SMZ 168

3.4. BADANIE METALOGRAFICZNE – MIKROSKOPOWE

Do badań metalograficznych mikroskopowych użyto próbek wykonanych w sposób analogiczny jak do badań metalograficznych makroskopowych, zgodnie z procedurą opisaną w rozdziale 4.3.. Badania zostały wykonane przy użyciu mikroskopu metalograficznego optycznego firmy: Carl Zeiss, model: AXIOIMAGER. M1m w powiększeniu 50- 1000 x, Niemcy (ryc. 7), oraz przy użyciu mikroskopu metalograficznego optycznego firmy Carl Zeiss, model: KL1500 LCD w powiększeniach 50- 1000 x, Niemcy (ryc. 8)



Ryc. 7. Mikroskop metalograficzny optyczny AXIOIMAGER. M1m



Ryc. 8. Mikroskop metalograficzny optyczny KL1500 LCD

3.5. ANALIZA STATYSTYCZNA

Uzyskane wyniki badań wytrzymałościowych poddano analizie statystycznej, celem której było porównanie uzyskanych wartości siły połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym w zależności od zastosowanej obróbki cieplnej oraz sposobu chłodzenia stopu.

W tym celu zastosowano następujące testy istotności:

- do oszacowania zmiennych mierzalnych pod kątem zgodności z rozkładem normalnym zastosowano test Shapiro – Wilka,
- połączenie ceramika – stop metalu analizowano jednoczynnikową analizą wariancji ANOVA oraz post-hoc testem najmniejszej istotnej różnicy (NIR),
- wyniki wytrzymałości połączenia ceramika – stop metalu pomiędzy grupą kontrolną a grupami eksperymentalnymi porównywano testem ilorazu wariancji F – Fishera oraz testem t-Studenta dla grup niezależnych,
- wyniki wytrzymałości połączenia ceramika – stop metalu w obrębie dwóch podgrup (szybkie i wolne studzenie) każdej z trzech grup eksperymentalnych porównywano testem ilorazu wariancji F – Fishera oraz testem t-Studenta dla grup niezależnych,
- wyniki porównania mikrotwardości pomiędzy grupami eksperymentalnymi i grupą kontrolną, ze względu na brak zgodności z rozkładem normalnym analizowano przy użyciu testu Manna-Whitneya oraz
- porównanie podgrup eksperymentalnych pomiędzy sobą, jednoczynnikową analizą wariancji ANOVA i testem wielokrotnych porównań Tukeya-Kramera.

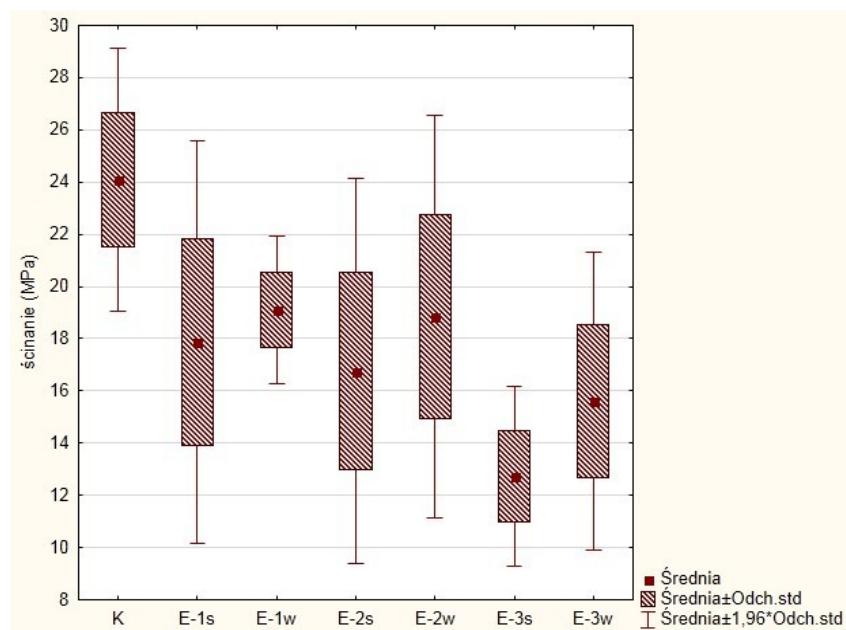
Wyniki przyjęto jako istotne statystycznie przy poziomie istotności $p < 0,05$. Analizę przeprowadzono przy pomocy programu Statistica PL v.10.0.

4. WYNIKI BADAŃ

4.1. BADANIE WYTRZYMAŁOŚCIOWE – TEST NA ŚCINANIE

W tabeli 2 przedstawiono statystykę opisową uzyskanych wyników badań z uwzględnieniem wartości średniej (\bar{X}), odchylenia standardowego (SD), współczynnika zmienności (CV%), wartości minimalnej (Min) i maksymalnej (Max) oraz mediany (Med). Otrzymane wyniki przedstawiono również graficznie na rycinie 9. Natomiast porównanie uzyskanych wyników badań pomiędzy poszczególnymi grupami przedstawiają tabele 3 i 4.

Z prezentowanych w tabeli 2 wartości liczbowych wynika, że najwyższe wartości siły połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo-niklowym uzyskano w grupie kontrolnej (K), w której próbki były wygrzewane oraz chłodzone zgodnie z zaleceniami producenta. Uzyskane wyniki przewyższały od 21% do 47% wartości zarejestrowane dla grup eksperymentalnych i różniły się od nich w stopniu wysoce istotnym statystycznie (Tabela 3). Natomiast w przypadku grup eksperymentalnych wyższe wartości naprężenia ścinającego (MPa) zarejestrowano dla grup, w których analizowane próbki były wolno chłodzone (E-1w, E-2w, E-3w) w porównaniu do grup chłodzonych szybko (E-1s, E-2s, E-3s), natomiast istotne różnice statystycznie dotyczą tylko grup E-3w i E-3s (Tabela 4). Wielkości charakteryzujące odchylenie standardowe wskazują, że rozrzut wartości pomiarowych wokół wartości przeciętnej jest nieznaczny. Współczynnik zmienności, który stanowi porównywalną miarę rozproszenia wyników badań, wskazuje na umiarkowane rozproszenie danych wokół wartości średniej w grupach K, E-1s, E-3s i E-3w, natomiast w pozostałych grupach eksperymentalnych ma znaczne rozproszenie.



Ryc. 9. Wyniki analizy statystycznej wytrzymałości połączenia, pomiędzy ceramiką dentystyczną a stopem chromowo-niklowym w zależności od sposobu wygrzewania i chłodzenia masy osłaniającej.

Tabela 2. Wartości naprężenia ścinającego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, mediana, połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo-niklowym w zależności od sposobu wygrzewania i chłodzenia masy osłaniającej.

Grupa	Śr [MPa]	SD	CV [%]	Min	Max	Med
K	24,10	2,56	10,64	19,66	27,85	24,67
E-1s	17,87	3,94	22,05	11,99	22,72	17,04
E-1w	19,10	1,45	7,58	16,62	20,96	19,21
E-2s	16,75	3,77	22,48	11,23	21,94	15,99
E-2w	18,85	3,93	20,83	12,77	24,77	18,44
E-3s	12,73	1,75	13,78	9,94	14,85	12,65
E-3w	15,62	2,92	18,67	11,59	20,02	16,41

Tabela 3. Porównanie wyników badań pomiędzy grupą kontrolną a eksperymentalnymi

Grupy	Test ilorazu F wariacji	Poziom istotności p testu F	Test t	Poziom istotności p
K vs E-1s	2,3628	0,2792	3,7442	0,0022
K vs E-1w	3,1361	0,1546	4,8020	0,0003
K vs E-2s	2,1571	0,3320	4,5589	0,0004
K vs E-2w	2,3457	0,2832	3,1650	0,0069
K vs E-3s	2,1348	0,3384	10,3468	<0,0001
K vs E-3w	1,2932	0,7431	6,1779	<0,0001

Tabela 4. Porównanie wyników badań w obrębie grup eksperymentalnych

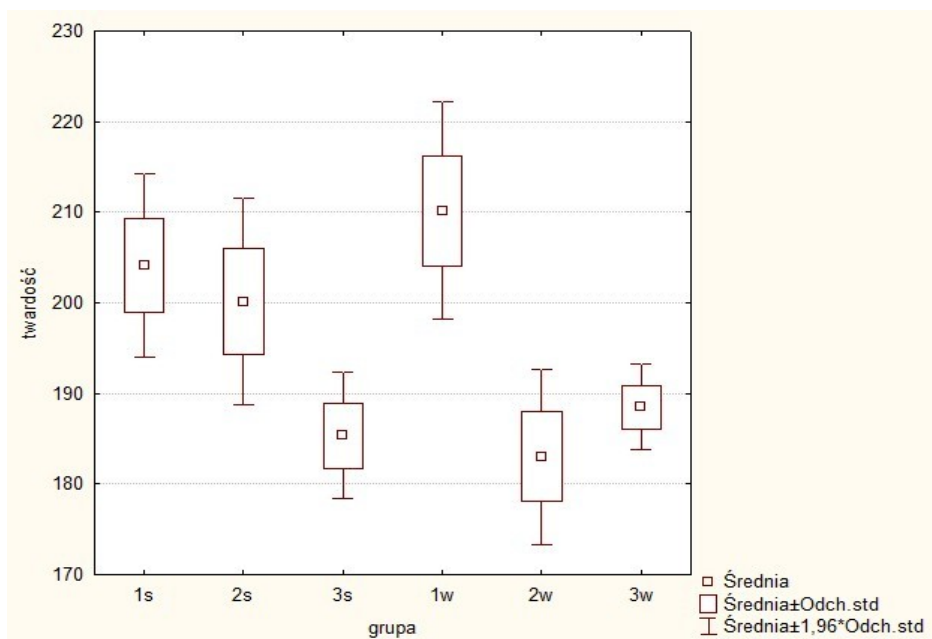
Grupy	Test ilorazu F wariacji	Poziom istotności p testu F	Test t	Poziom istotności p
E-1s vs E-1w	7,410	0,017	-0,825	NS
E-2s vs E-2w	1,087	0,915	-1,089	NS
E-3s vs E-3w	2,761	0,204	-2,398	0,031

NS – różnice nieistotne statystycznie

4.2. BADANIE MIKROTWARDOŚCI

Z przeprowadzonych badań wynika, że najwyższą średnią twardością w skali Vickersa charakteryzują się próbki grupy kontrolnej – K (220,500 HV), a następnie grupy E-1s i E-1w (prawidłowe wygrzewanie) zarówno szybko jak i wolno chłodzone, dla których wartości mikrotwardości wynosiły odpowiednio 204,167 HV (E-1s) i 210,167 HV (E-1w). Dla próbek grup E-2s, E-2w, E-3s i E-3w zarejestrowano niższe wartości, co obrazuje tabela 5 oraz rycina 10. Analiza wartości charakteryzujących odchylenie standardowe nie wskazuje na podwyższony rozrzut wartości pomiarowych wokół wartości średniej, natomiast wielkości współczynnika zmienności ($< 10\%$) świadczą o małym stopniu dyspersji danych pomiarowych wokół wartości średniej.

Wyniki analizy statystycznej wykazały, że badany parametr jakim jest mikrotwardość, w grupie kontrolnej (K) nie posiada zgodności z rozkładem normalnym, dlatego do jego porównania z wynikami badań uzyskanymi w grupach eksperymentalnych (E) użyto testu Manna-Whitneya, który wykazał istotne statystycznie różnice pomiędzy analizowanymi grupami (Tabela 6). Porównanie uzyskanych wyników badań w obrębie grup eksperymentalnych wykazał istotne różnice pomiędzy grupami E-1s i E-3s, E-2s i E-3s, E-1w i E-2w oraz E-1w i E-3w (Tabela 7).



Ryc. 10. Graficzne porównanie wyników badania mikrotwardości pomiędzy grupami eksperymentalnymi.

Tabela 5. Wartości mikrotwardości, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne w zależności od sposobu wygrzewania i chłodzenia masy osłaniającej.

Grupa	Śr [HV]	SD	CV [%]	Min	Max	Med
K	220,500	7,148	3,242	207,000	227,000	221,000
E-1s	204,167	5,154	2,525	198,000	210,000	205,000
E-1w	210,167	6,113	2,909	203,000	220,000	209,500
E-2s	200,167	5,811	2,903	194,000	210,000	199,500
E-2w	183,000	4,939	2,699	175,000	189,000	184,000
E-3s	185,333	3,559	1,920	180,000	189,000	186,500
E-3w	188,500	2,429	1,346	185,000	192,000	188,5

Tabela 6. Porównanie mikrotwardości pomiędzy grupą kontrolną a eksperymentalnymi.

Grupy badawcze	Poziom istotności statystycznej
K vs E-1s	$p < 0,009$
K vs E-1w	$p < 0,017$
K vs E-2s	$p < 0,004$
K vs E-2w	$p < 0,002$
K vs E-3s	$p < 0,002$
K vs E-3w	$p < 0,002$

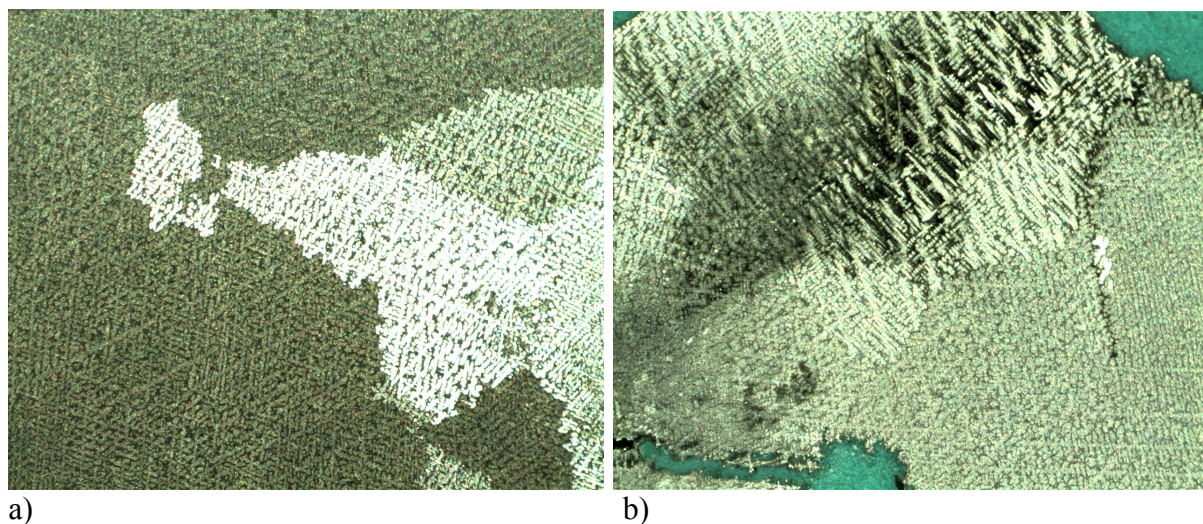
Tabela 7. Porównanie mikrotwardości pomiędzy grupami eksperymentalnymi.

Grupy badawcze	Poziom istotności statystycznej
E-1s vs E-2s	NS
E-1s vs E-3s	$p < 0,001$
E-2s vs E-3s	$p < 0,001$
E-1w vs E-2w	$p < 0,001$
E-1w vs E-3w	$p < 0,001$
E-2w vs E-3w	NS

NS – różnice nieistotne statystycznie

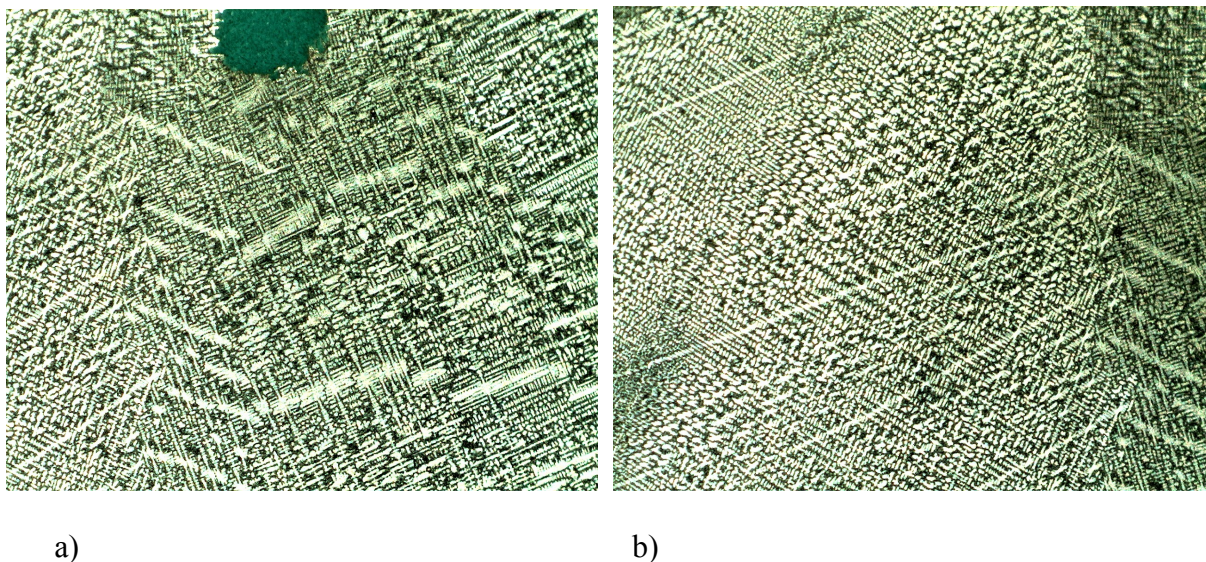
4.3. BADANIE METALOGRAFICZNE – MAKROSKOPOWE

Poniżej przedstawiono obrazy powierzchni stopu chromowo – niklowego Starbond Ni, wykonane przy użyciu mikroskopu stereoskopowego w powiększeniu 7,5 x oraz 20 x.

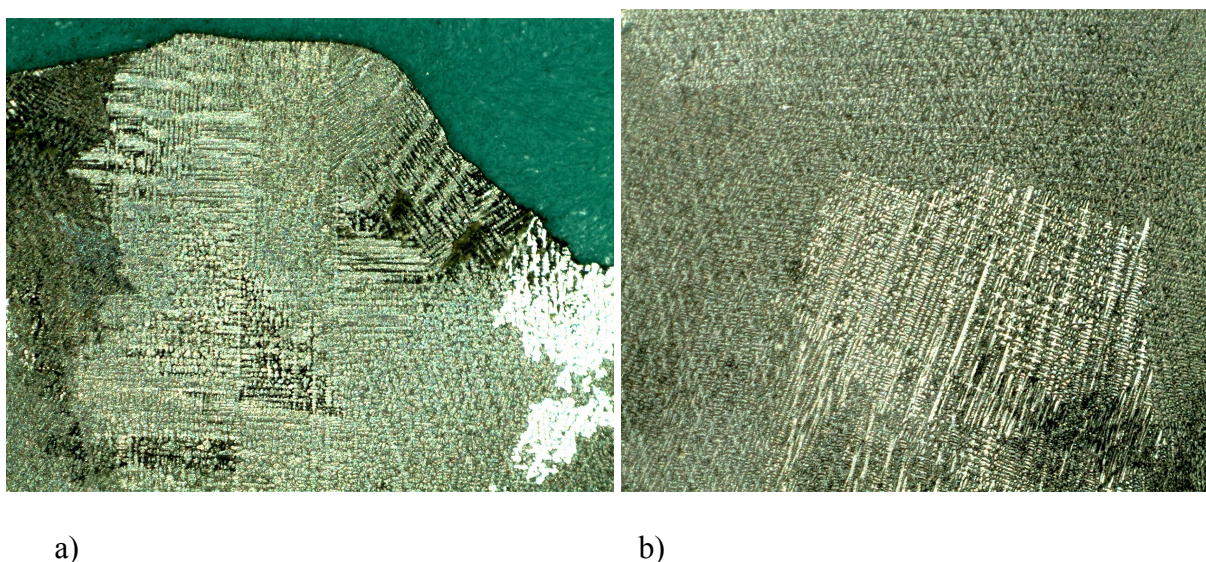


Ryc. 11. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki kontrolnej „K”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x

Powierzchnia stopu widoczna na rycinie 11a (powiększenie 7,5 x) posiada strukturę dendrytyczną bez jakichkolwiek zanieczyszczeń oraz anomalii w budowie struktury stopu. Natomiast w powiększeniu 20 x (Ryc. 11b), w obrębie stożka odlewniczego widoczne są niewielkich rozmiarów porowatości świadczące o braku ciągłości struktury metalicznej w tym obszarze. Ryciny 12 i 13 przedstawiają powierzchnię próbek grupy „E-1s oraz E-1w” wygrzewanych zgodnie z zaleceniami producenta. W przypadku próbek grupy „E-1s” (szybkie chłodzenie) na rycinie 12a widać delikatnie zarysowane granice ziaren oraz poprzeczne ułożenie poszczególnych dendrytów, natomiast w powiększeniu 20 x (Ryc. 12b) widoczne są wyraźne granice pomiędzy ziarnami i ułożenie kolumnowe struktury dendrytycznej.



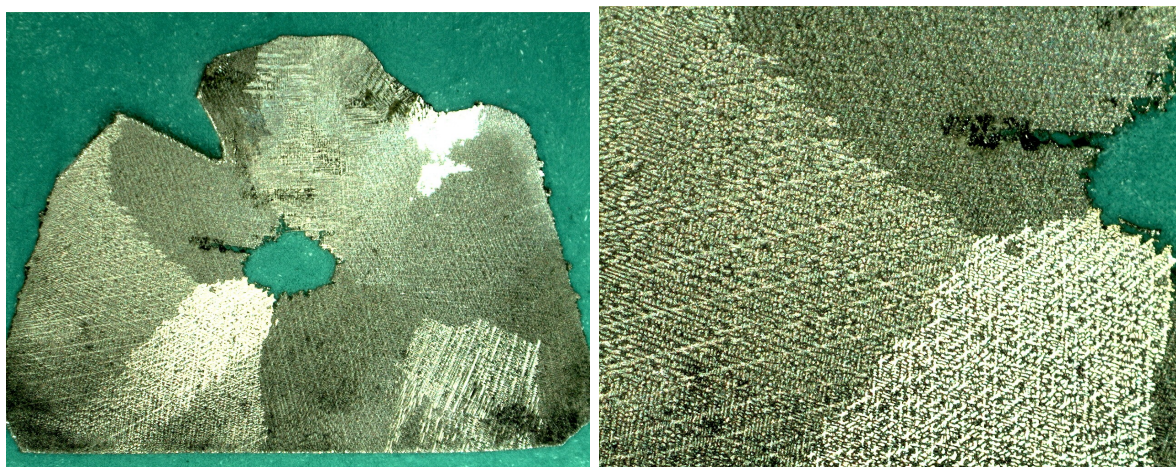
Ryc. 12. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-1s” : a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x



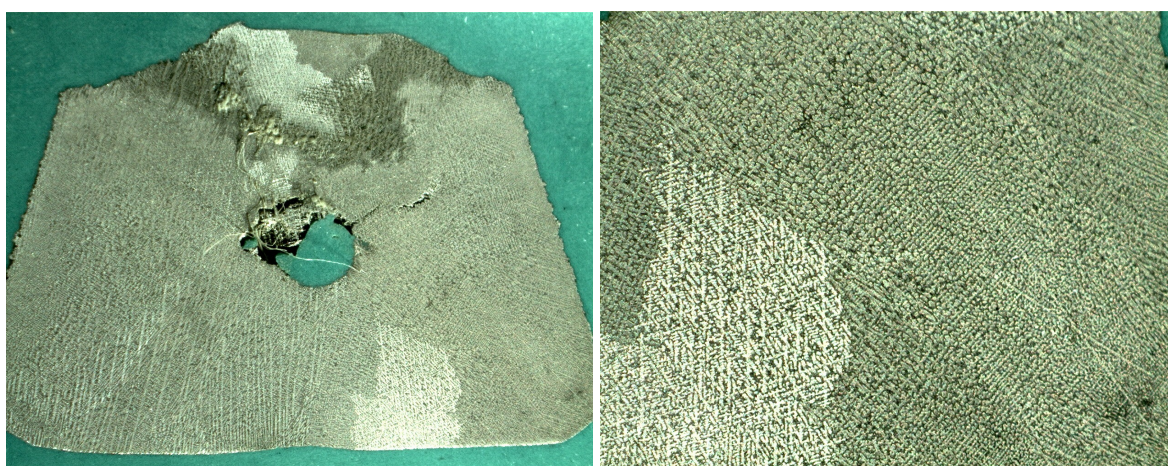
Ryc. 13. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-1w”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x

Rycina 13a i 13b przedstawiają obraz powierzchni stopu Starbond Ni, który po odlaniu został poddany wydłużonemu procesowi stygnięcia (Grupa „E-1w”). Na obu zdjęciach widoczna jest struktura dendrytyczna z wyraźnie zaznaczonymi pasmami ziaren oraz licznymi zanieczyszczeniami i porowatości pomiędzy poszczególnymi dendrytami.

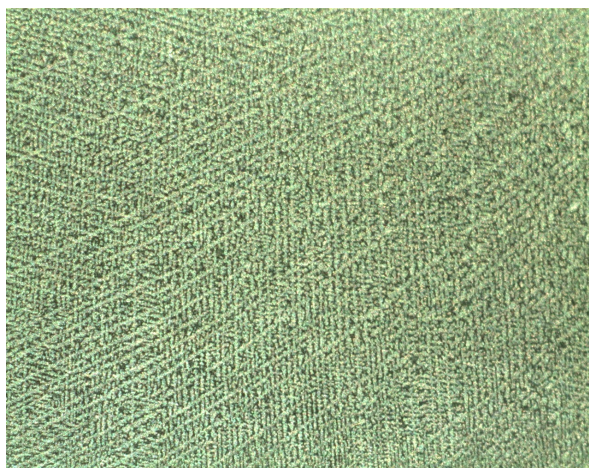
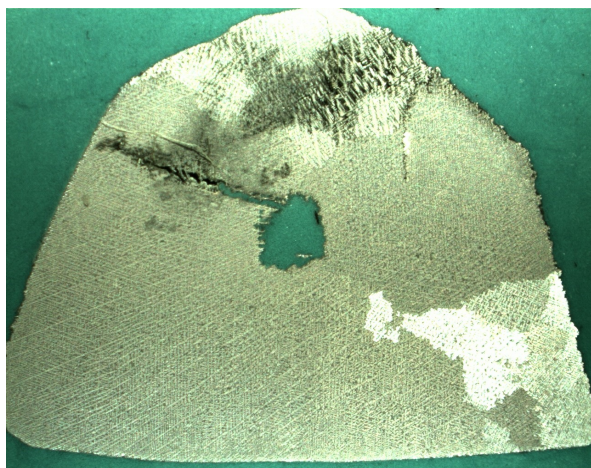
Badania makroskopowe próbek grupy „E-2s” (niedogrżanie i szybkie studzenie) przedstawiają regularnie ułożone ziarna struktury metalicznej oraz widoczną centralnie jamę osadową (Ryc. 14a i 14b). Ponadto widoczne są miejscowe zanieczyszczenia w poszczególnych partiach ziaren. Powiększenie 20 x uwidacznia dość dużą koncentrację zanieczyszczeń w okolicy jamy osadowej oraz wyraźne granice pomiędzy poszczególnymi ziarnami. W próbce grupy „E-2w” (Ryc. 15a i 15b) widać zróżnicowaną strukturę metalu z miejscowymi wtrąceniami zanieczyszczeń oraz równomierną strukturę dendrytyczną.



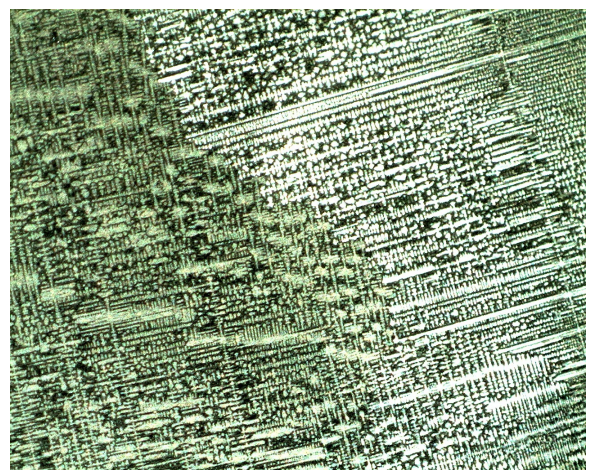
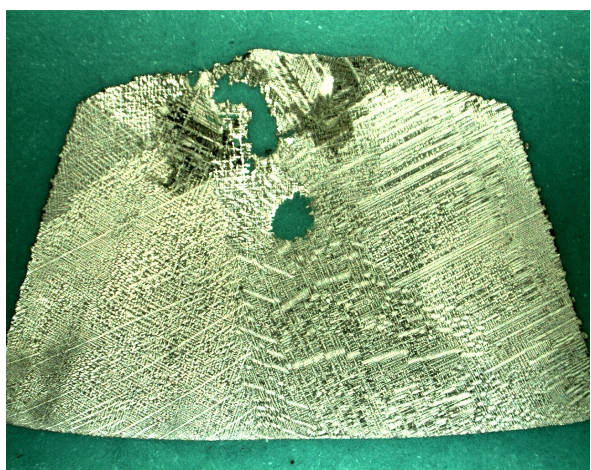
a) b)
Ryc. 14. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-2s”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x



a) b)
Ryc. 15. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-2w”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x



a) b)
Ryc. 16. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-3s”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x



a) b)
Ryc. 17. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-3w”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x.

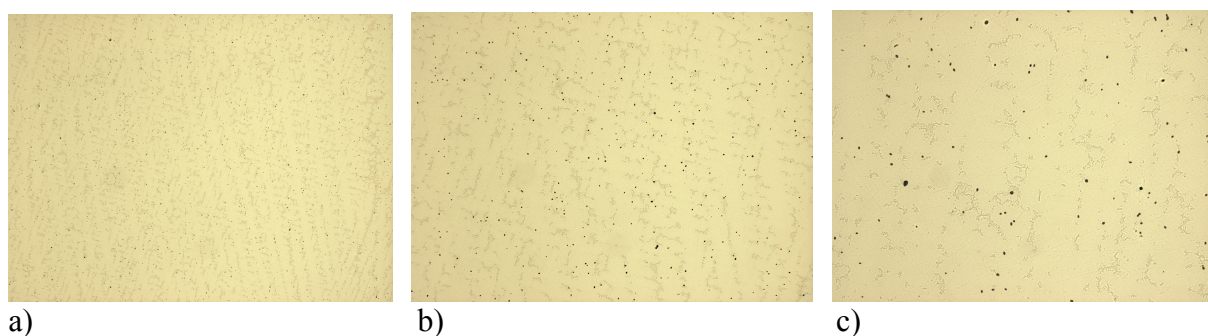
Oceniając powierzchnię próbki grupy „E-3s” można zauważyć zróżnicowaną strukturę metalu spowodowaną szybkim krzepnięciem stopu podczas procesu chłodzenia, miejscowe zanieczyszczenia i małe ziarna (Ryc. 16a) oraz równomierną strukturę dendrytyczną (Ryc. 16b). Powierzchnia próbki „E-3w” w powiększeniu 7,5 x uwidacznia zróżnicowaną strukturę dendrytyczną, a także w górnej części odlewu liczne zanieczyszczenia i porowatości metalu (Ryc. 17a). Na zewnętrznej części próbki widoczne jest pasmowe ułożenie dendrytów. Powiększenie 20 x (Ryc. 17b) potwierdza występowanie miejscowych porowatości oraz

pasmore ułożenie dendrytów z dobrze widoczną granicą pomiędzy poszczególnymi ziarnami.

4. 4. BADANIE METALOGRAFICZNE - MIKROSKOPOWE

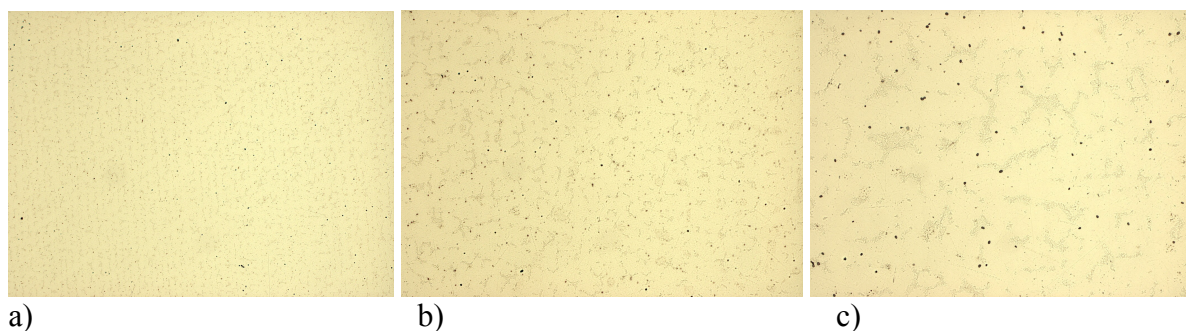
Badanie mikrostruktury wykonane na próbkach nietrawionych

Poniżej przedstawiono obrazy powierzchni próbek nietrawionych stopu chromowo – niklowego Starbond Ni wykonane przy użyciu optycznego mikroskopu metalograficznego w powiększeniach 50 x, 100 x i 200 x.



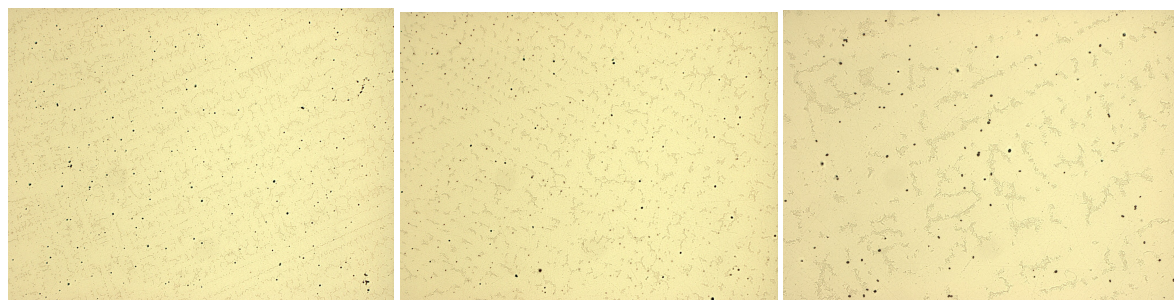
Ryc. 18. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy kontrolnej „K”: a) powiększenie 50 x, b) powiększenie 100 x , c) powiększenie 200 x.

Na rycinie 18a i 18b widoczna jest prawidłowa mikrostruktura dendrytyczna, ponadto przy powiększeniu 100 x (Ryc. 18b) i 200 x (Ryc. 18c) zauważyć można regularne rozmieszczenie poszczególnych pierwiastków tworzących strukturę stopu. Podobną regularną mikrostrukturę dendrytyczną, bez widocznych anomalii i zanieczyszczeń widać na rycinie 19 a, b i c.



Ryc. 19. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-1s”: a) powiększenie 50 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x

Na obrazach próbek grupy „E-1w” widoczna jest prawidłowa mikrostruktura stopu chromowo – niklowego z poziomym ułożeniem dendrytów, bez anomalii strukturalnych (Ryc. 20 a, b, c)



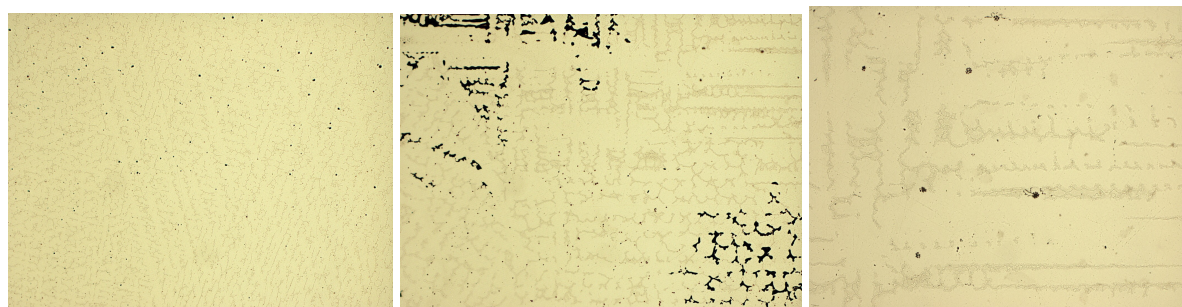
a)

b)

c)

Ryc. 20. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-1w”: a) powiększenie 50 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x

Obrazy widoczne na rycinie 21a przedstawiają zarysy mikrostruktury wewnętrznej stopu Starbond Ni o budowie dendrytycznej, natomiast na rycinach 21b i 21c widoczne są mikroporowatości pomiędzy poszczególnymi dendrytami oraz mikropęknięcia.



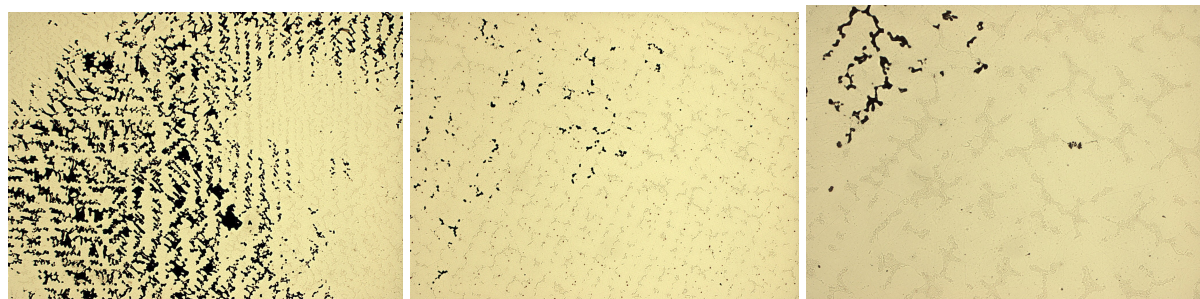
a)

b)

c)

Ryc. 21. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-2s”: a) powiększenie 50 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x

Mikrostruktura stopu chromowo – niklowego widoczna na rycinach 22a, 22b i 22c uwidacznia liczne mikroporowatości oraz pęknięcia, których propagacja rozpoczyna się w bezpośrednim sąsiedztwie istniejących porowatości.



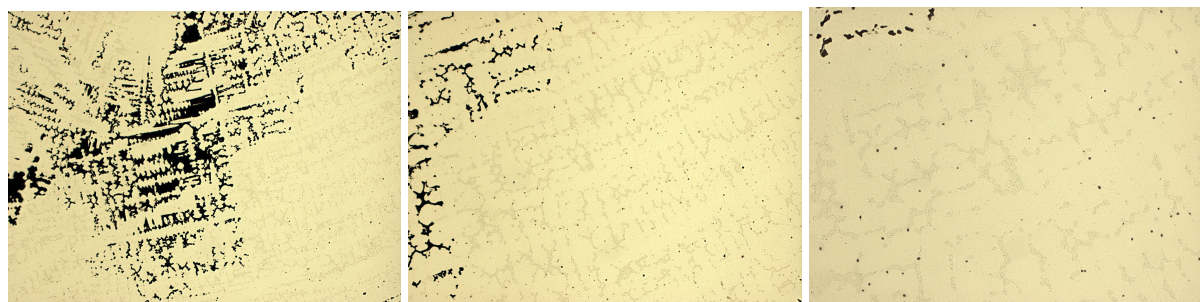
a)

b)

c)

Ryc. 22. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-2w”: a) powiększenie 50 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x

Obrazy próbek powierzchni grupy „E-3s” uwidaczniają strukturę dendrytyczną, liczne mikroporowatości w obrębie granic dendrytów oraz liczne mikropęknięcia, które swój początek mają w obrębie występujących mikroporowatości. (Ryc. 23 a, b, c)



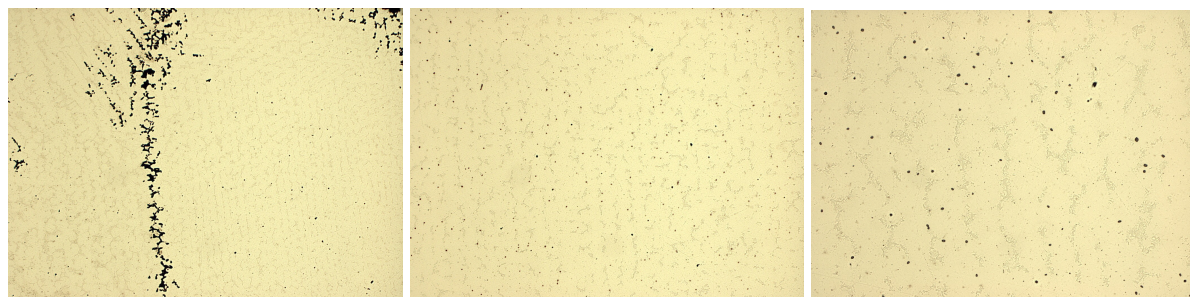
a)

b)

c)

Ryc. 23 Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-3s”: a) powiększenie 50 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x.

Na obrazach próbek grupy „E-3w” widoczna jest struktura dendrytyczna z licznymi mikroporowatościami wzdłuż osi długiej dendrytów (Ryc. 24 a, b, c).



a)

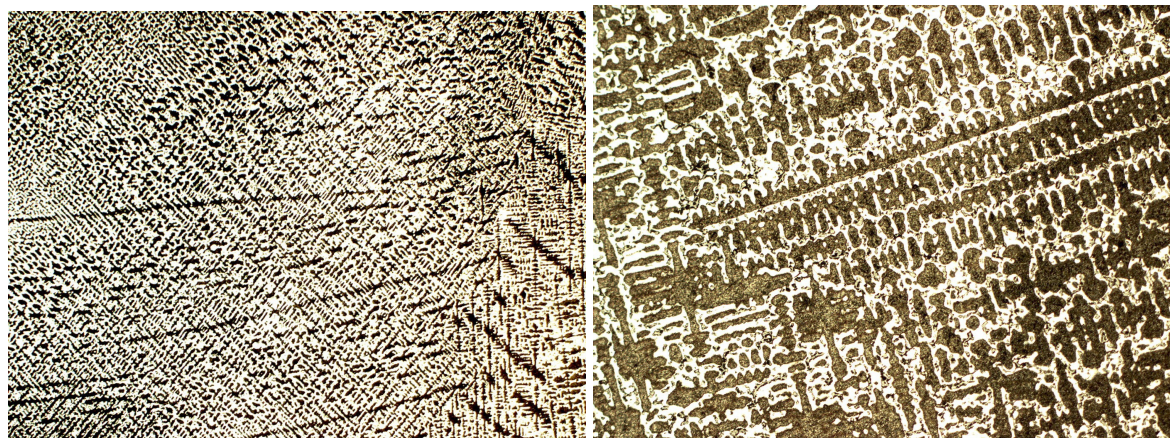
b)

c)

Ryc. 24. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-3w”: a) powiększenie 50 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x.

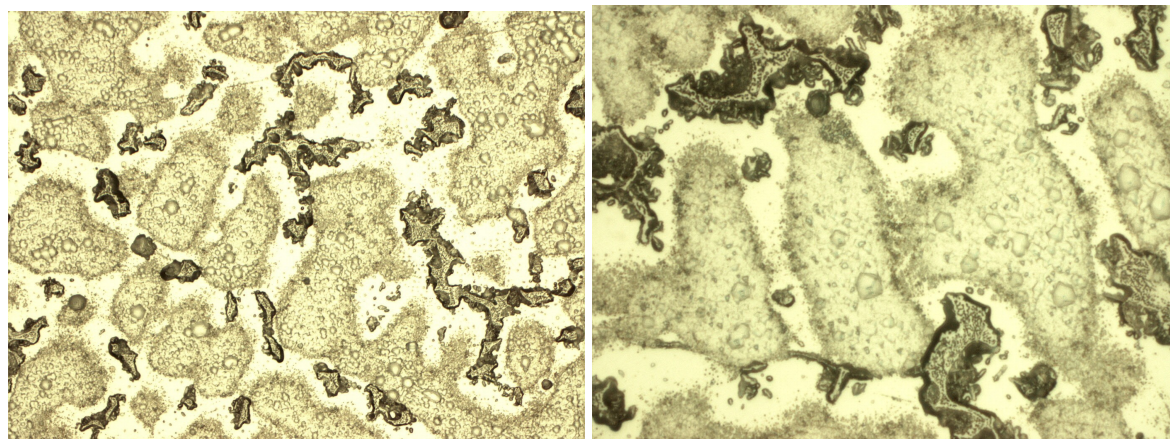
Badania mikrostruktury wykonane na próbkach trawionych

Na obrazach grupy kontrolnej „K” widoczna jest mikrostruktura dendrytyczna z osnową w postaci roztworu stałego (Ryc. 25 a, b) bez jakichkolwiek zanieczyszczeń (Ryc. 25 c, d).



a)

b)

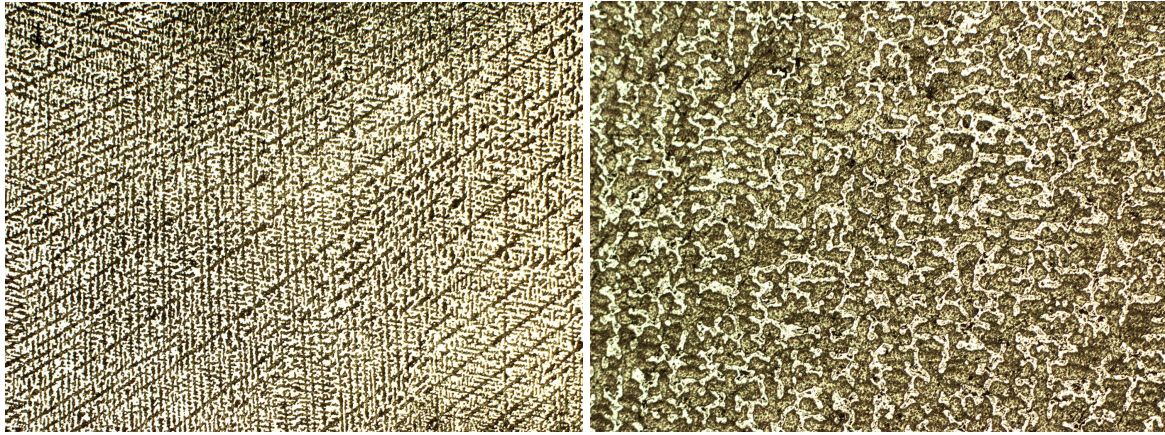


c)

d)

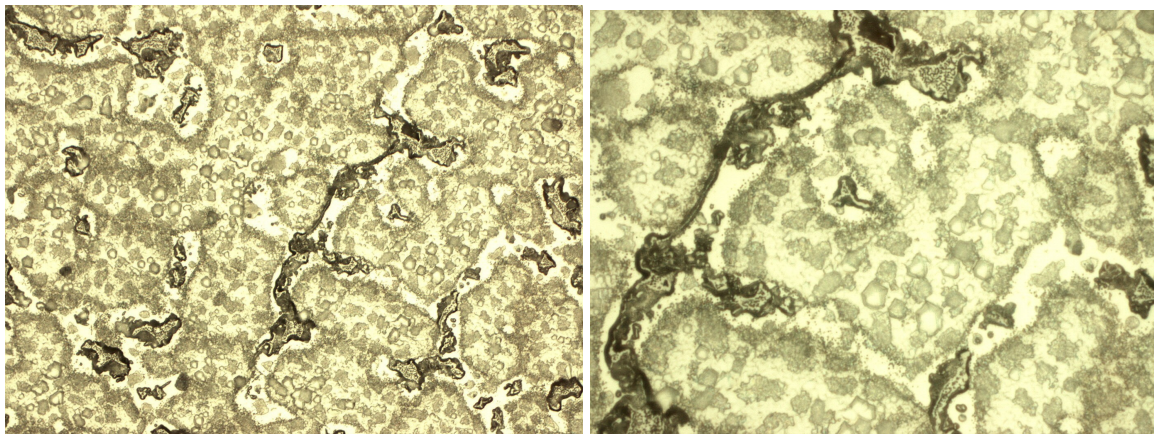
Ryc. 25. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy kontrolnej „K”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Obrazy mikroskopowe próbek grupy „E-1s” uwidaczniają wyraźną mikrostrukturę dendrytyczną o budowie drobnoziarnistej wraz z mikroporowatościami występującymi wzdłuż przebiegu osi dendrytów oraz miejscowe zanieczyszczenia (Ryc. 26 a, b, c, d).



a)

b)

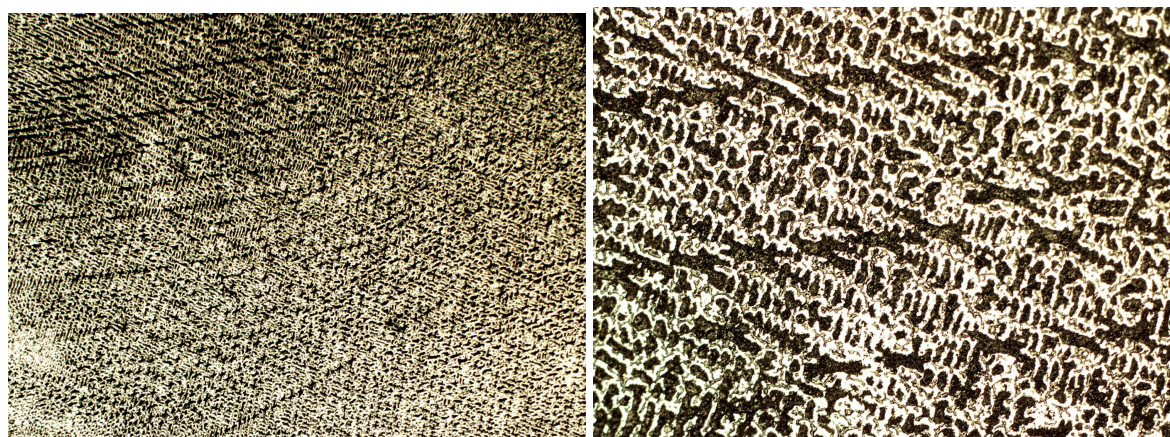


c)

d)

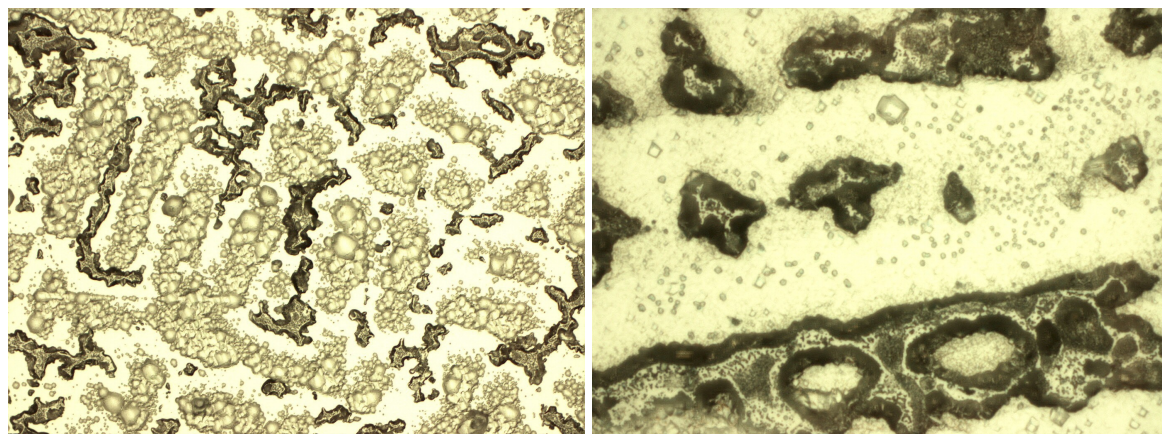
Ryc. 26. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-1s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Na obrazach próbek grupy „E-1w” widoczna jest mikrostruktura dendrytyczna z osnową w postaci roztworu stałego. Ponadto zauważyć można mikroporowatości przebiegające wzdłuż osi dendrytów oraz strukturę gruboziarnistą z miejscowymi zanieczyszczeniami (Ryc. 27 a, b, c, d).



a)

b)

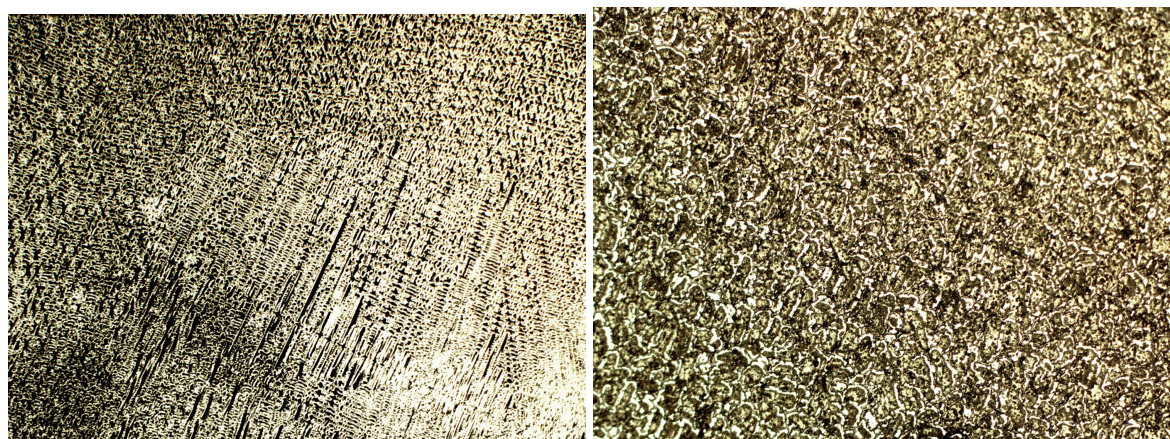


c)

d)

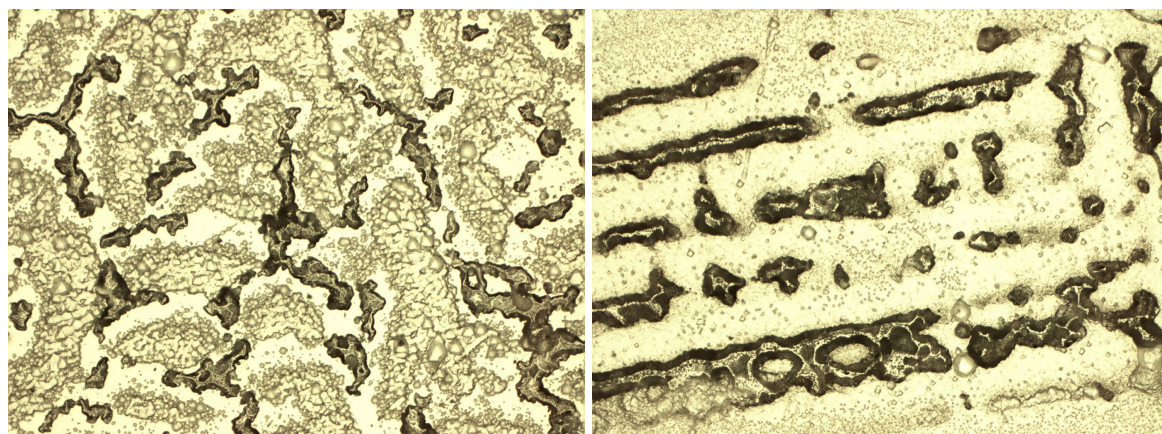
Ryc. 27. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-1w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Na obrazach grupy „E-2s” widać drobnoziarnistą strukturę dendrytyczną z osnową w postaci roztworu stałego i eutektyki. Ponadto widoczny jest obraz typowej budowy stopu Starbond Ni, w którym przeważają takie pierwiastki jak nikiel, chrom i molibden (Ryc. 28 a, b, c, d).



a)

b)

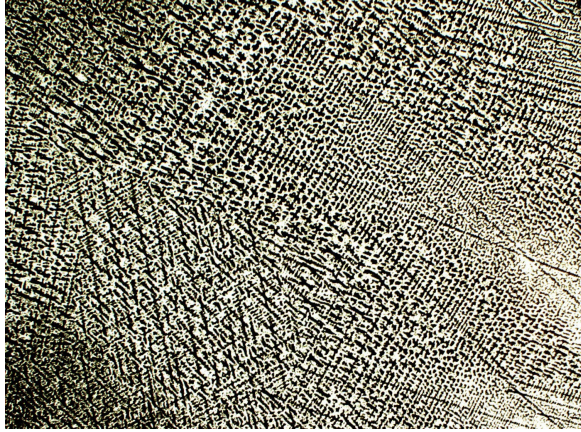


c)

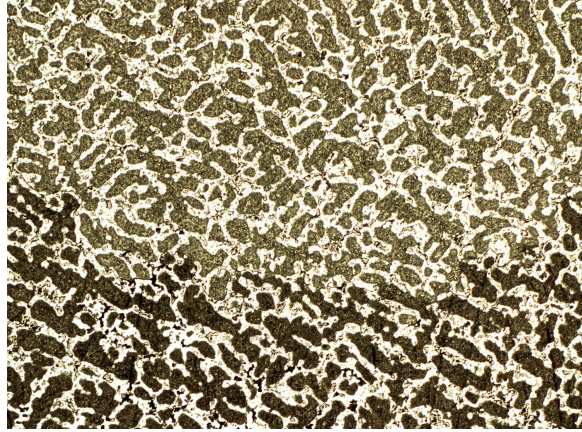
d)

Ryc. 28. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-2s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

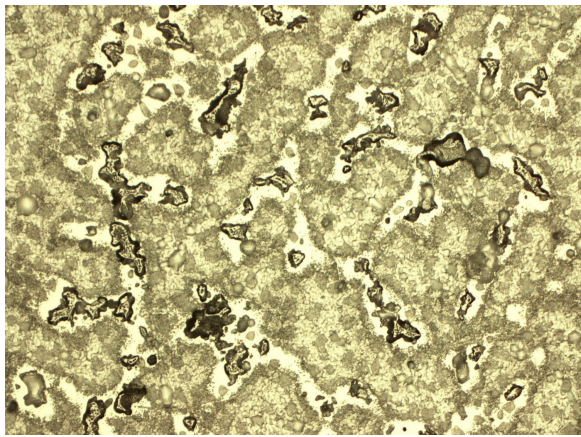
Na rycinie 29 a widoczne są długie ramiona dendrytów o budowie gruboziarnistej. Ponadto zauważyć można trzy fazy struktury stopu z przeważającą ilością niklu (Ryc. 29 b, c, d).



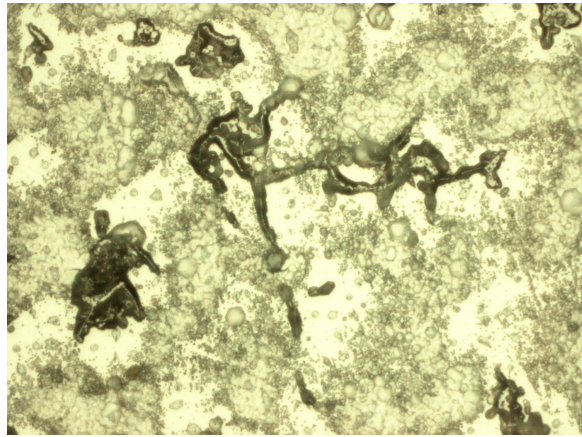
a)



b)



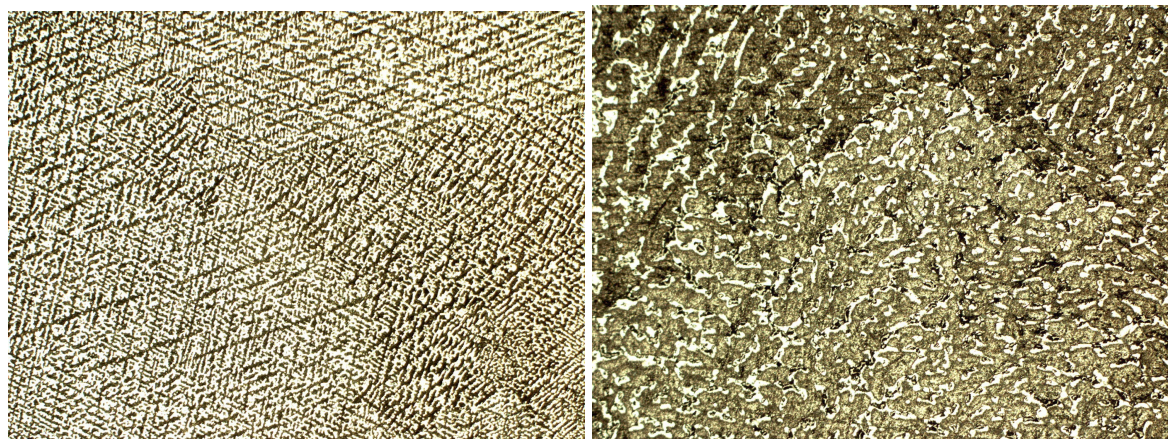
c)



d)

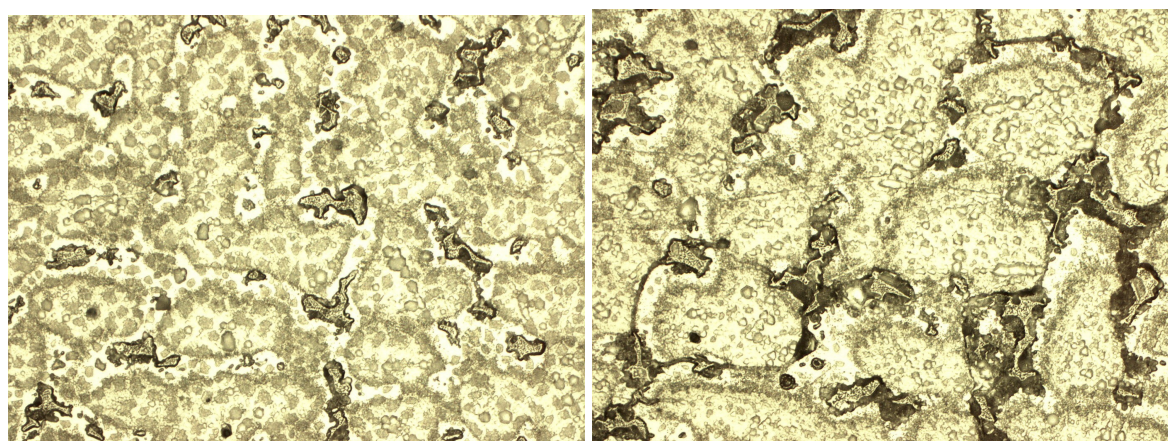
Ryc. 29. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-2w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Na obrazach próbek grupy „E-3s” widać liczne mikroporowatości rozmieszczone w ramionach dendrytów oraz mikroporowatości pomiędzy nimi. Struktura stopu posiada charakter drobnoziarnisty z licznymi zanieczyszczeniami (Ryc. 30 a, b, c, d).



a)

b)

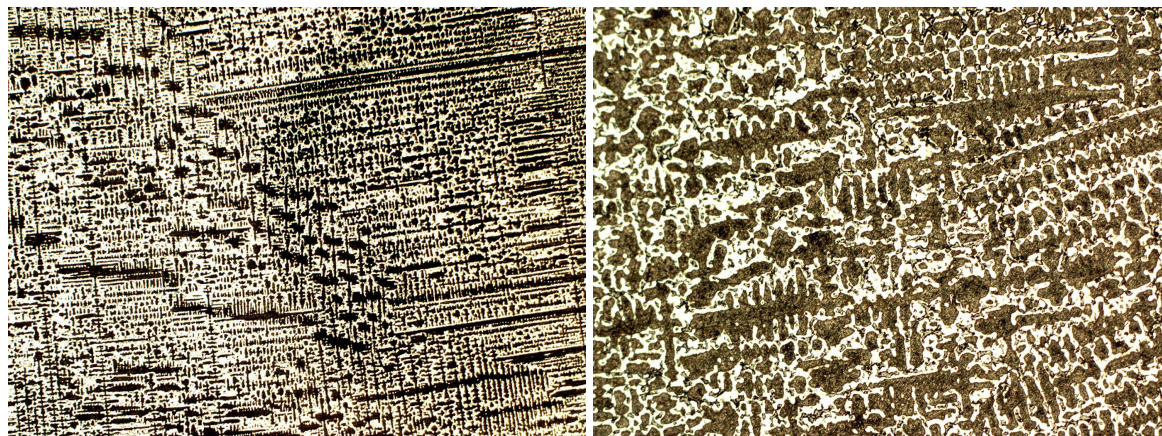


c)

d)

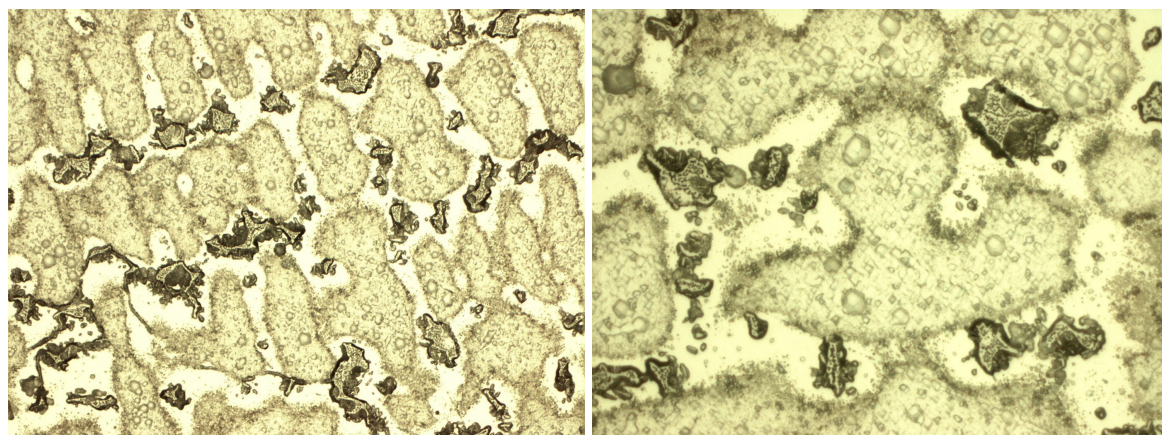
Ryc. 30. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-3s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Mikrostruktura próbek grupy „E-3w” charakteryzują się budową gruboziarnistą z widocznymi mikropęknięciami i mikroporowatościami. Dendryty rozmieszczone są równomiernie, zauważalne są także pierwiastki wchodzące w skład stopu (Ryc. 31 a, b, c, d).



a)

b)



c)

d)

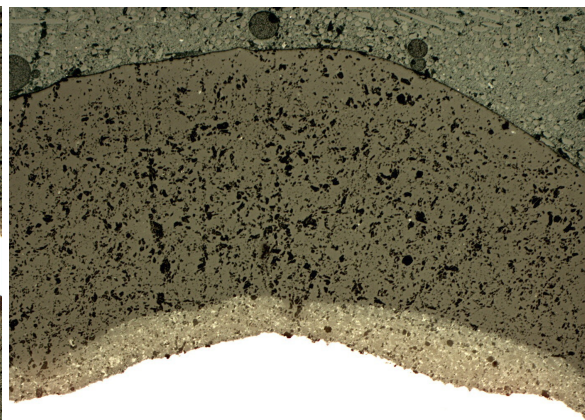
Ryc. 31. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-3w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ocena połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym.

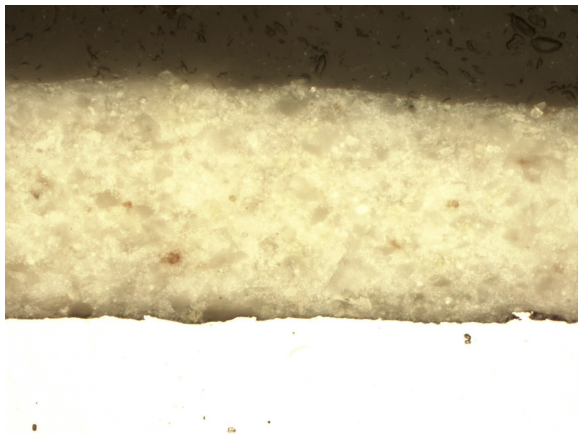
Połączenie ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym Starbond Ni w grupie kontrolnej „K” charakteryzuje się brakiem pęknięć i porowatości. We wszystkich powiększeniach widoczne jest prawidłowe połączenie obu materiałów na całej analizowanej powierzchni (Ryc. 32 a, b, c, d).



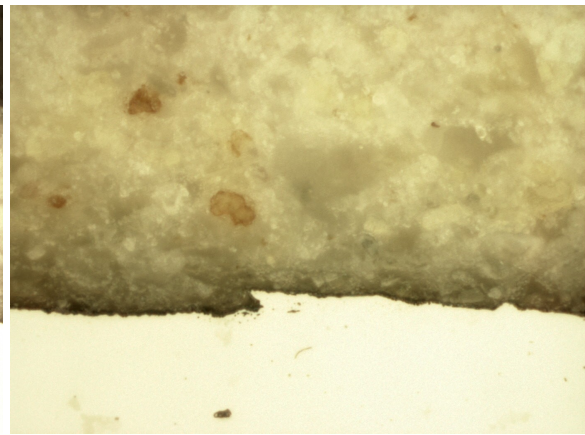
a)



b)



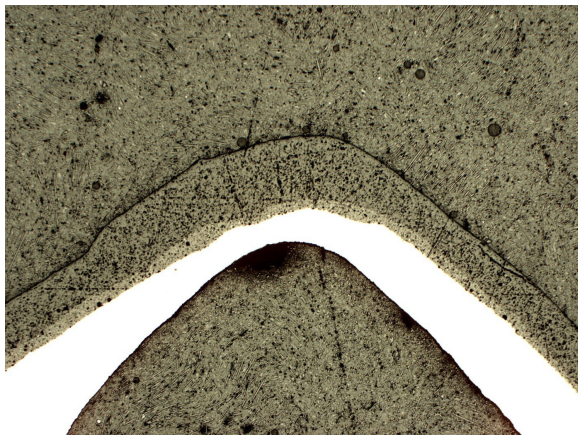
c)



d)

Ryc. 32. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „K”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

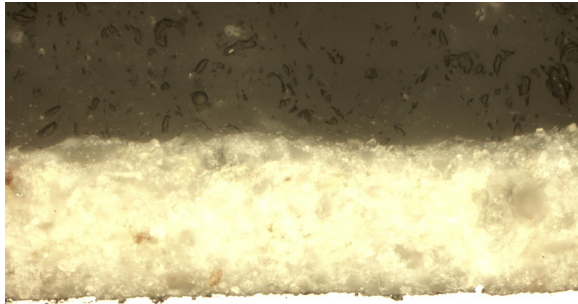
Połączenie ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym Starbond Ni w grupie eksperymentalnej „E-1s” charakteryzuje się regularnym połączeniem pomiędzy ceramiką a metalem. Uwidocznione są drobne pęknięcia oraz pory wewnątrz struktury ceramicznej czy miejscowe nieciągłości w obrębie styku ceramiki z metalem (Ryc. 33 a, b, d).



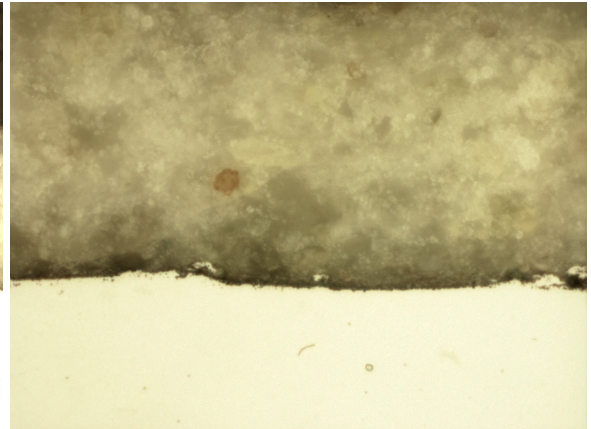
a)



b)



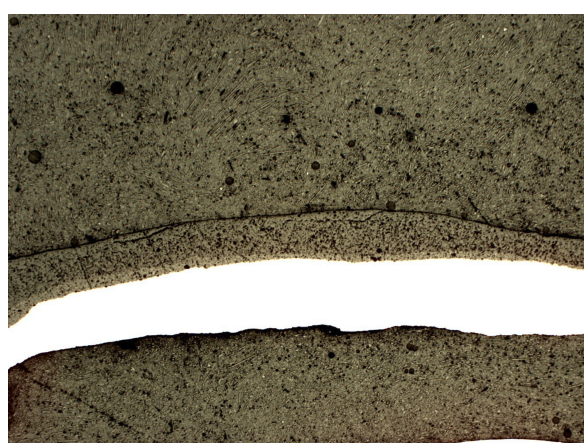
c)



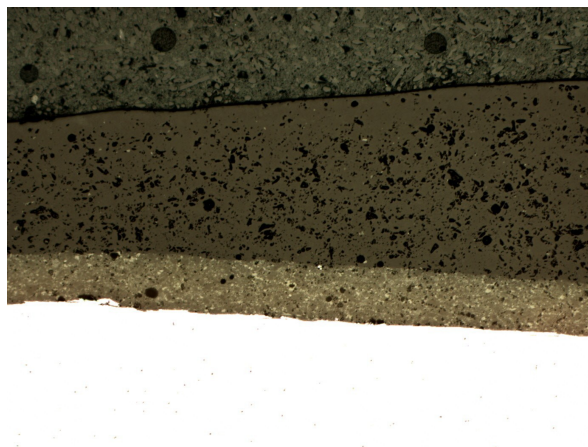
d)

Ryc. 33. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-1s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Na rycinach próbek grupy „E-1w” widoczne jest prawidłowe połączenie cermetaliczne (Ryc. 34 a, b, c, d). W obrębie styku ceramiki z metalem występują jedynie nierówności, które uniemożliwiają równomierny styk ceramiki z metalem (Ryc. 34 c).



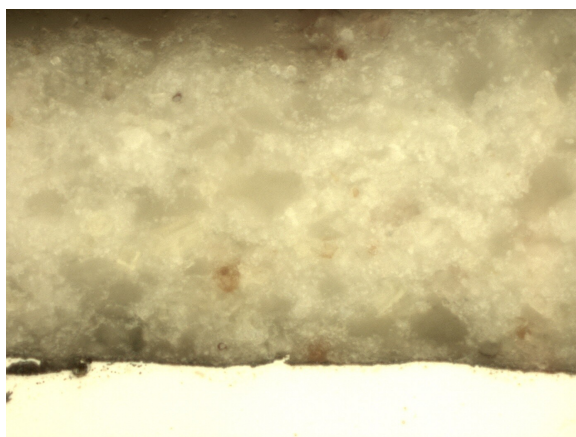
a)



b)



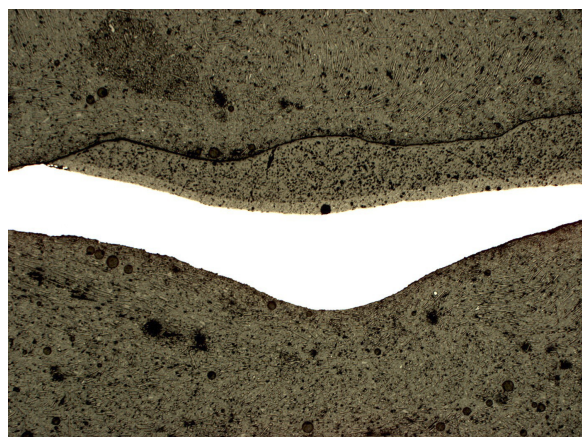
c)



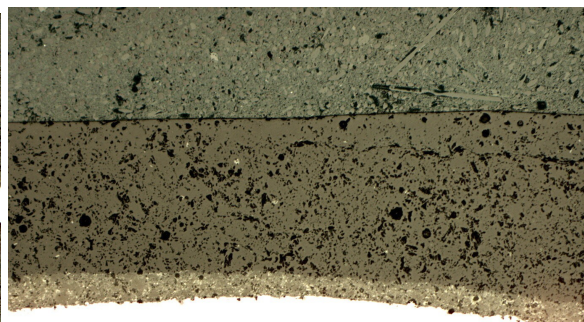
d)

Ryc. 34. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-1w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

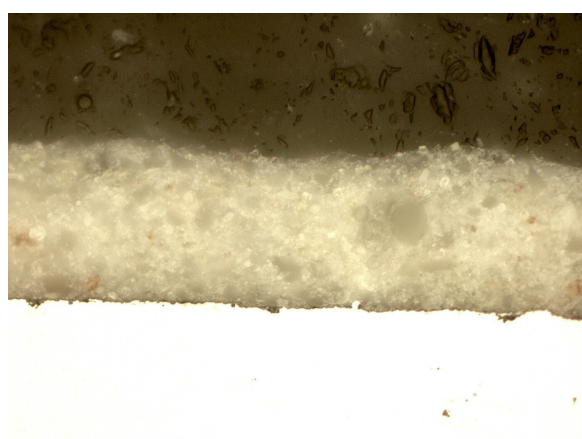
Na obrazach grupy „E-2s” widać drobne nieciągłości w postaci drobnych porów w obrębie ceramiki, natomiast połączenie pomiędzy metalem a ceramiką jest równomierne na całej powierzchni analizowanych próbek (Ryc. 35 a, b, c, d).



a)



b)



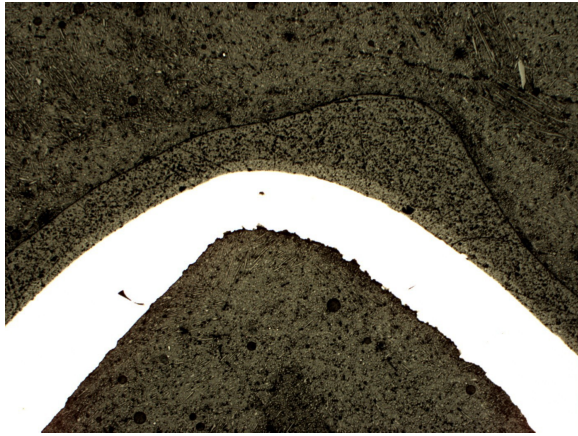
c)



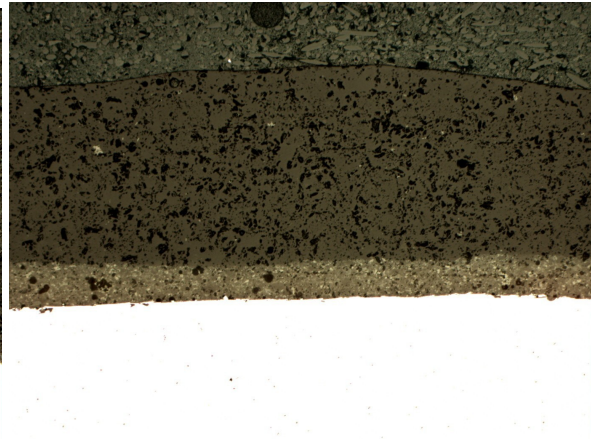
d)

Ryc. 35. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-2s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

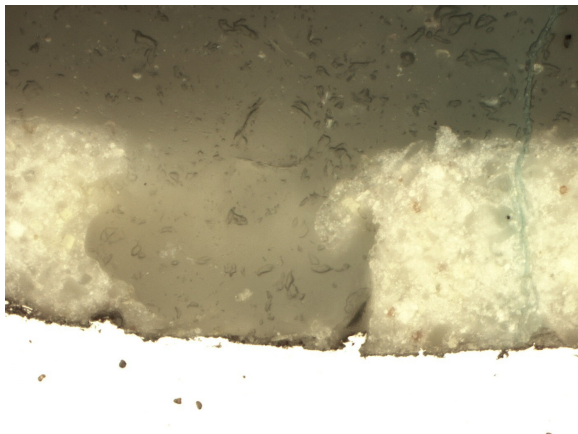
Na rycinach eksperymentalnej grupy „E-2w” widać drobne pory oraz nieciągłości w granicach styku ceramiki z metalem (Ryc. 36 a, b, c, d).



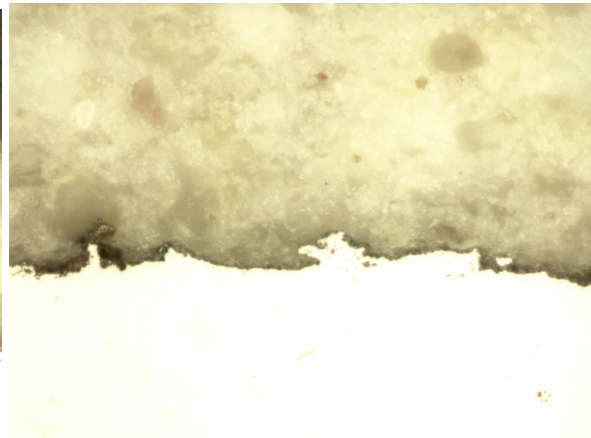
a)



b)



c)



d)

Ryc. 36. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-2w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

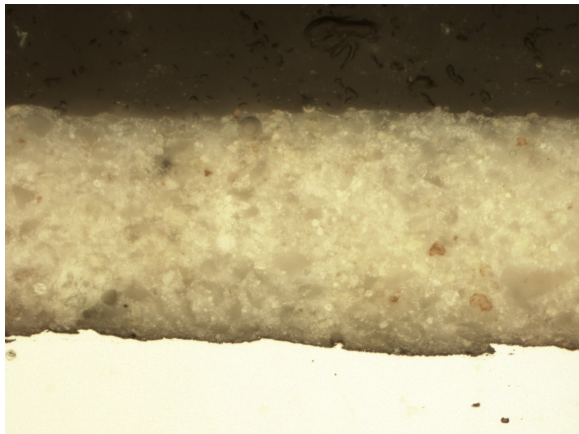
W grupie „E-3s” zauważyć można regularne połączenie pomiędzy metalem a ceramiką (Ryc. 37 a, b, c, d).



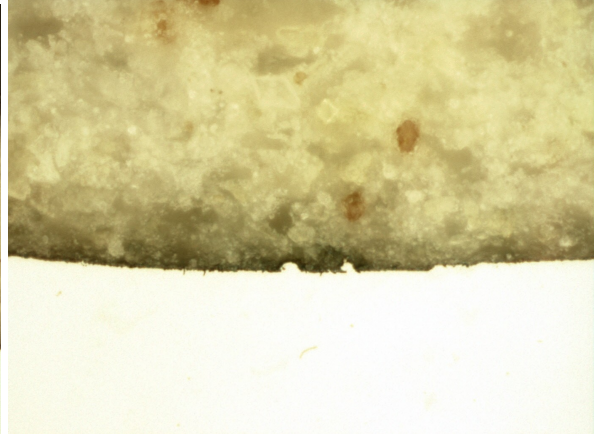
a)



b)



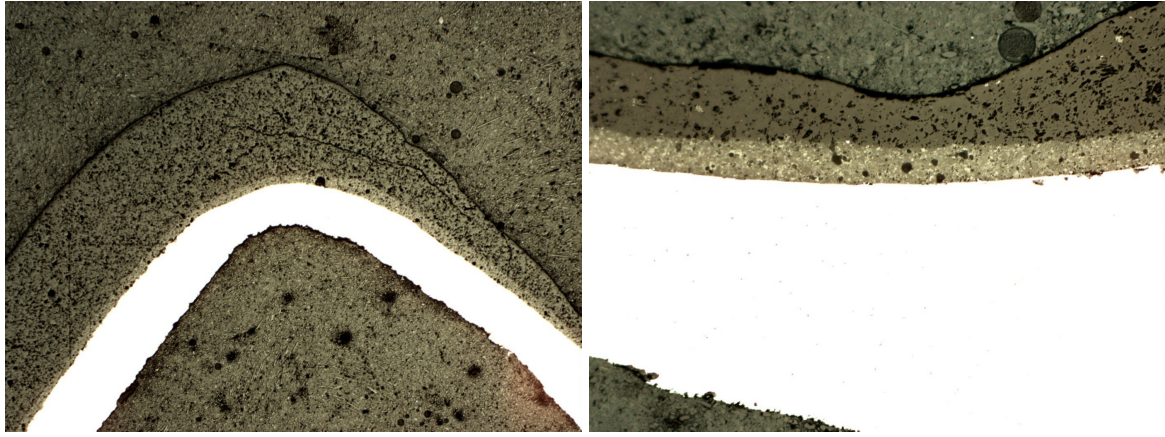
c)



d)

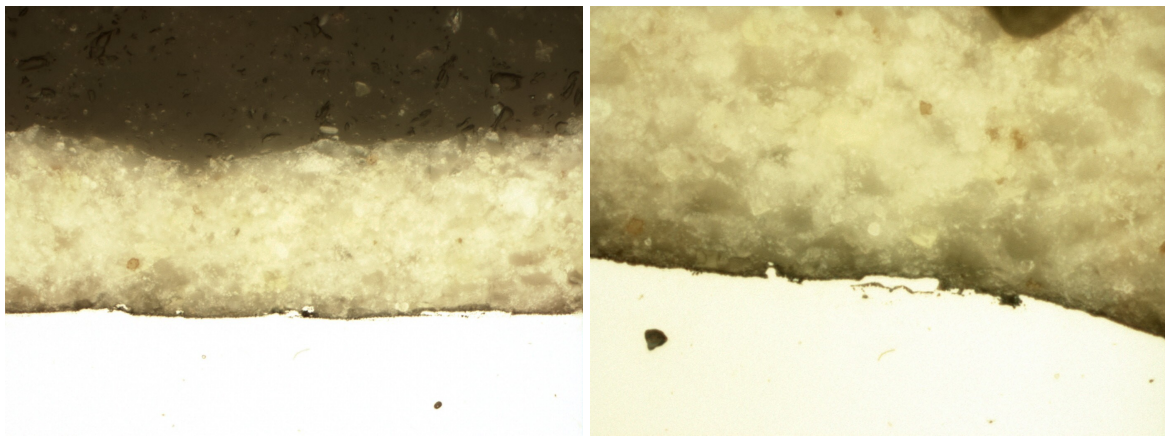
Ryc. 37. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-3s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500x, d) powiększenie 1000 x

W grupie eksperymentalnej „E-3w” widoczne są drobne pory, pęknięcia oraz nieciągłości w warstwie ceramicznej na granicy połączenia metalu z ceramiką (Ryc. 38 a, b, c, d).



a)

b)



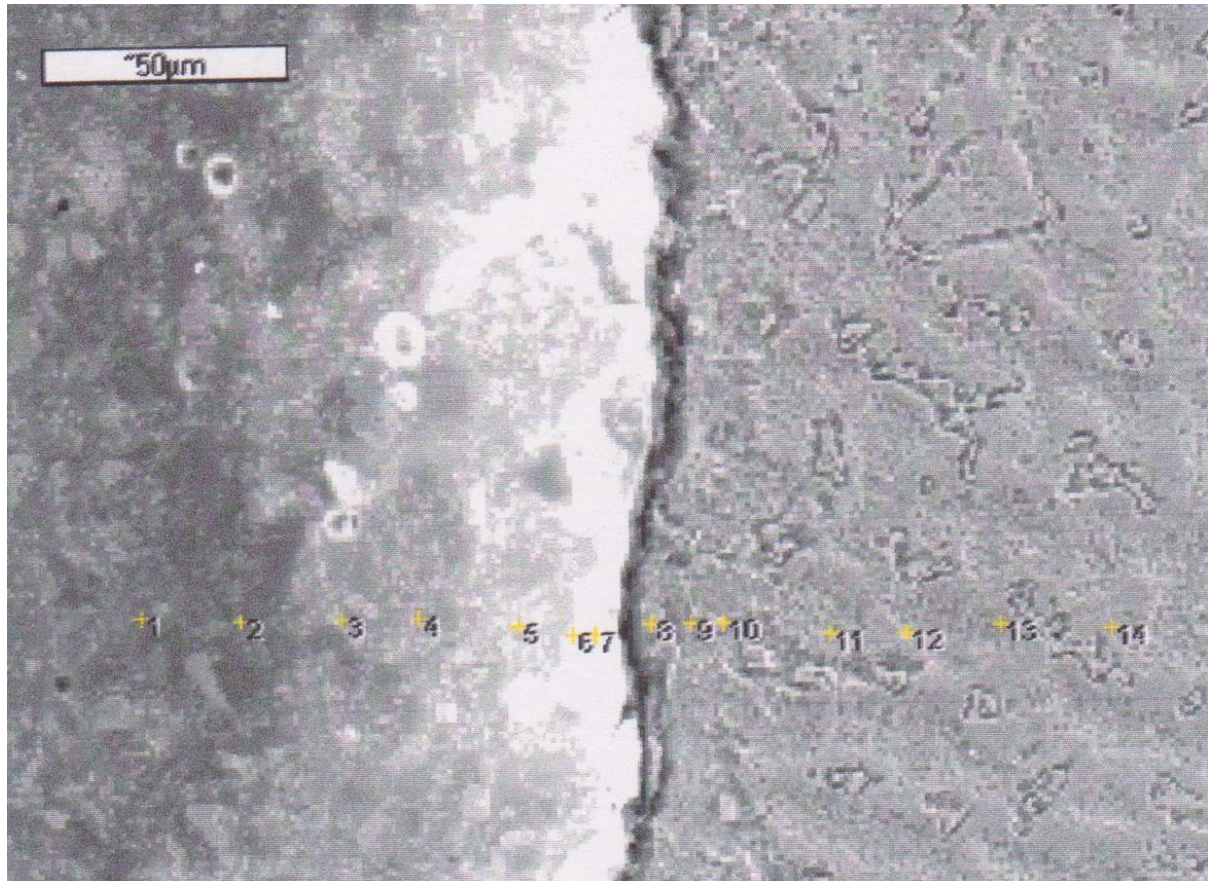
c)

d)

Ryc. 38. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-3w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

4. 5. MIKROANALIZA RENTGENOWSKA

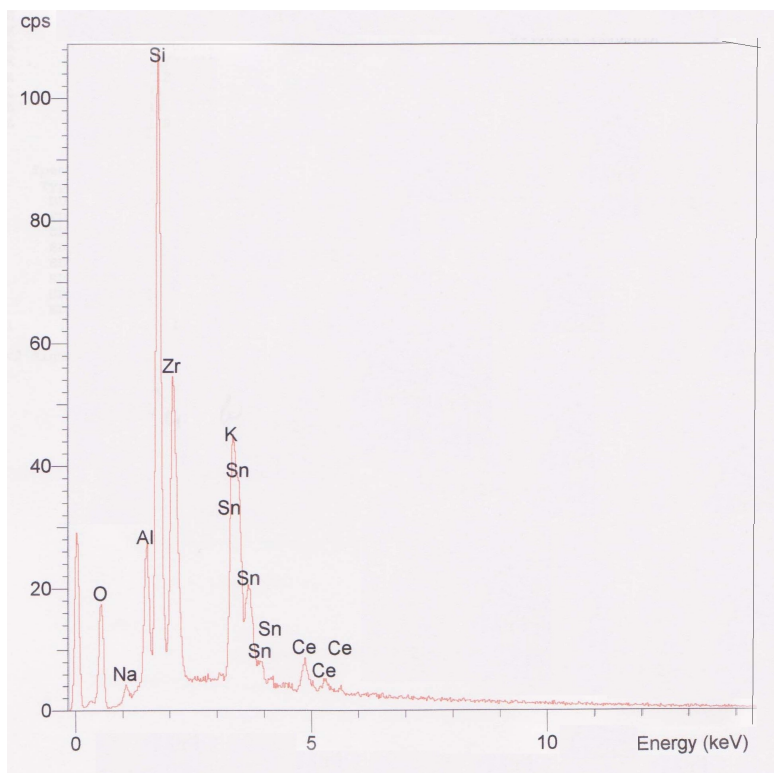
PRÓBKA „E-2s”



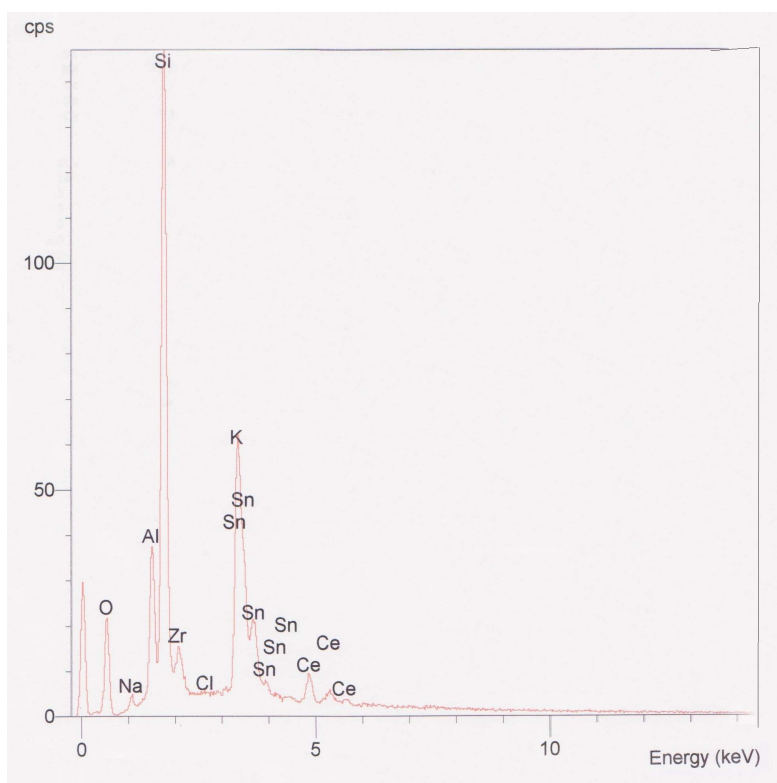
Ryc. 39. Mikrostruktura na granicy warstw ceramicznej i metalicznej, pow. 500x.
Punkty 1-14- punkty wykonania analiz, odległości punktów od granicy:

Punkty pomiarowe:

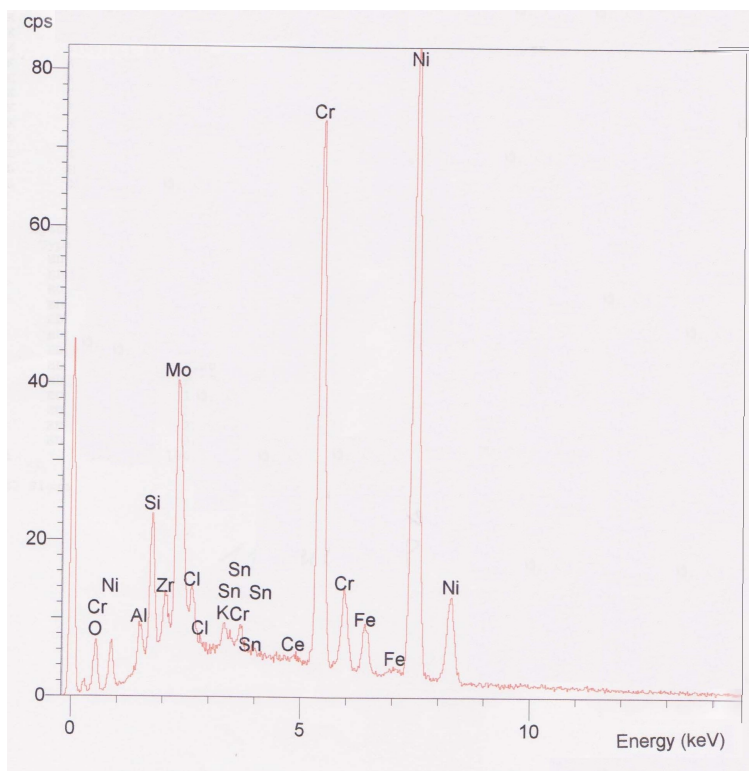
- 1 i 14- 100 μm od granicy ceramika- metal
- 2 i 13- 80 μm od granicy ceramika- metal
- 3 i 12- 60 μm od granicy ceramika- metal
- 4 i 11- 40 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 10- 20 μm od granicy ceramika- metal
- 6 i 9- 10 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 8 5 μm od granicy ceramika- metal



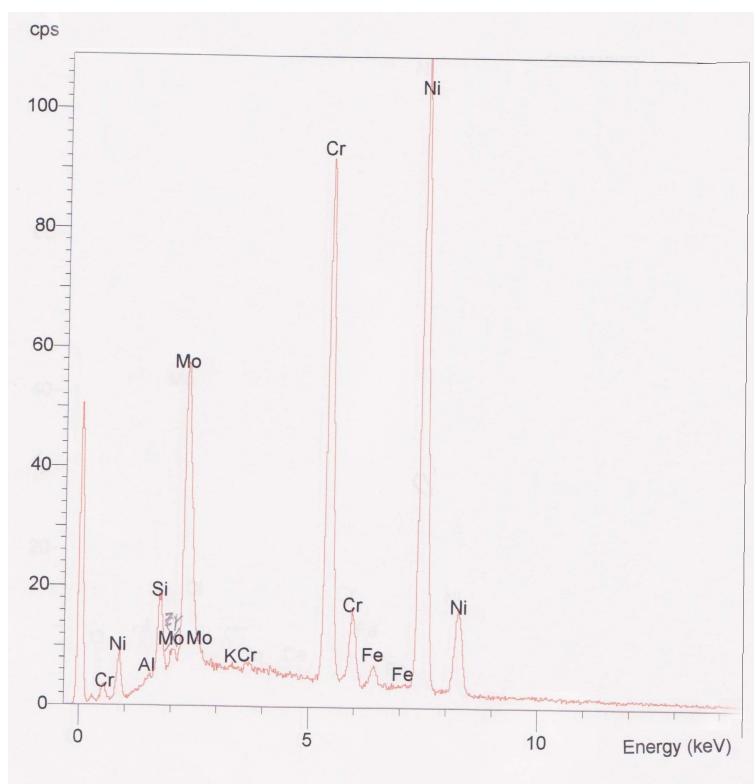
Ryc. 40. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 3 wraz z analizą jakościową



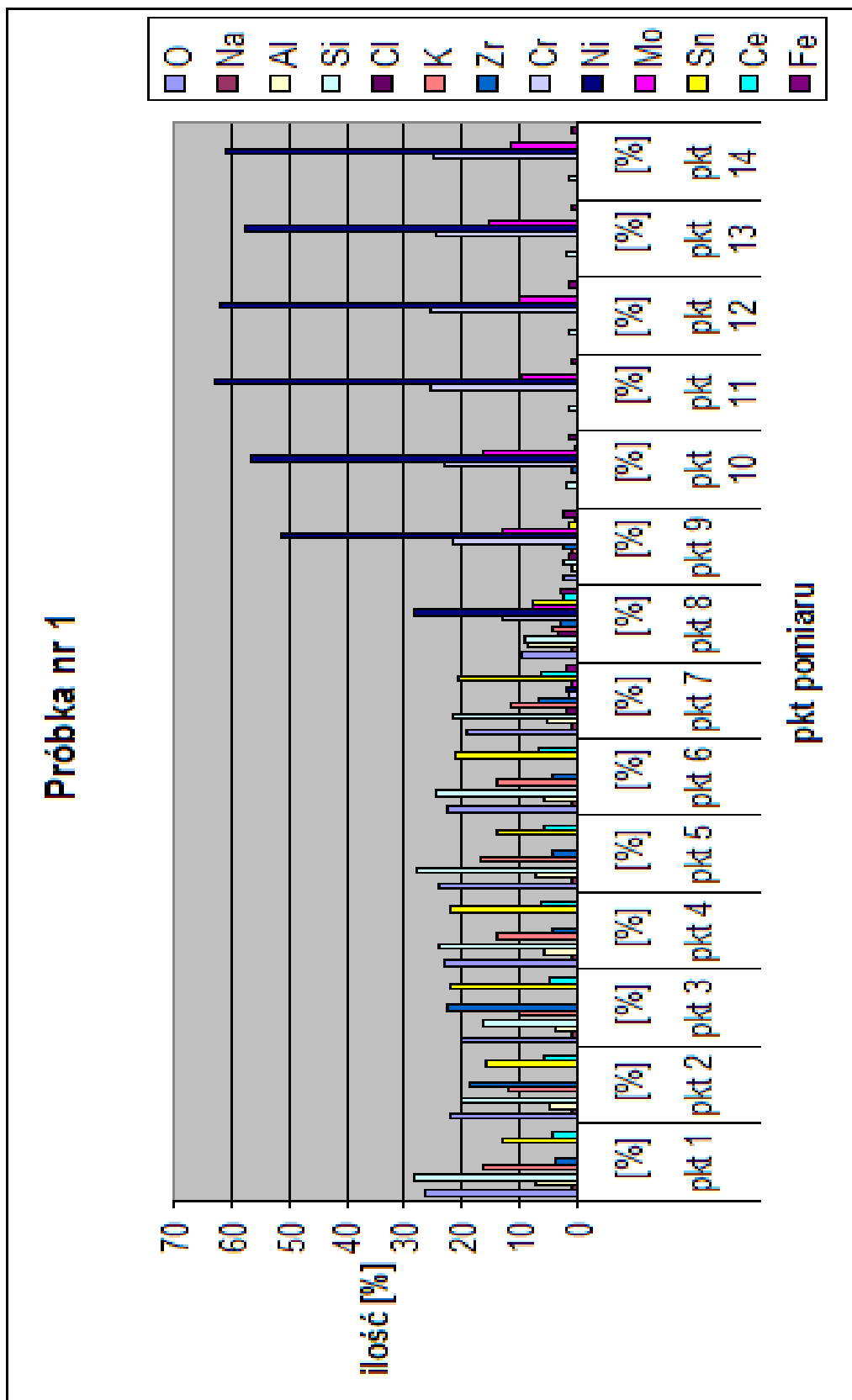
Ryc. 41. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową



Ryc. 42. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 9 wraz z analizą jakościową



Ryc. 43. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 10 wraz z analizą jakościową



Wykres 1. Analiza ilościowa w próbce “E-2s”

W pkt 7, 8 w rzeczywistym układzie połączenia metalu z ceramiką następuje dyfundowanie pierwiastków z warstwy ceramicznej do metalicznej i z metalicznej do ceramicznej. W pkt 7 zaczyna wytrącać się podstawowy skład stopu dentystycznego Cr, Ni, Mo. Począwszy od ilości śladowych- Cr (1,65%), Ni (1,94%), Mo (0,93%) do podstawowych ilości tworzących skład stopu w pkt pomiarowym nr 14- Cr (24,83%), Ni (61,23%), Mo (11,55%).

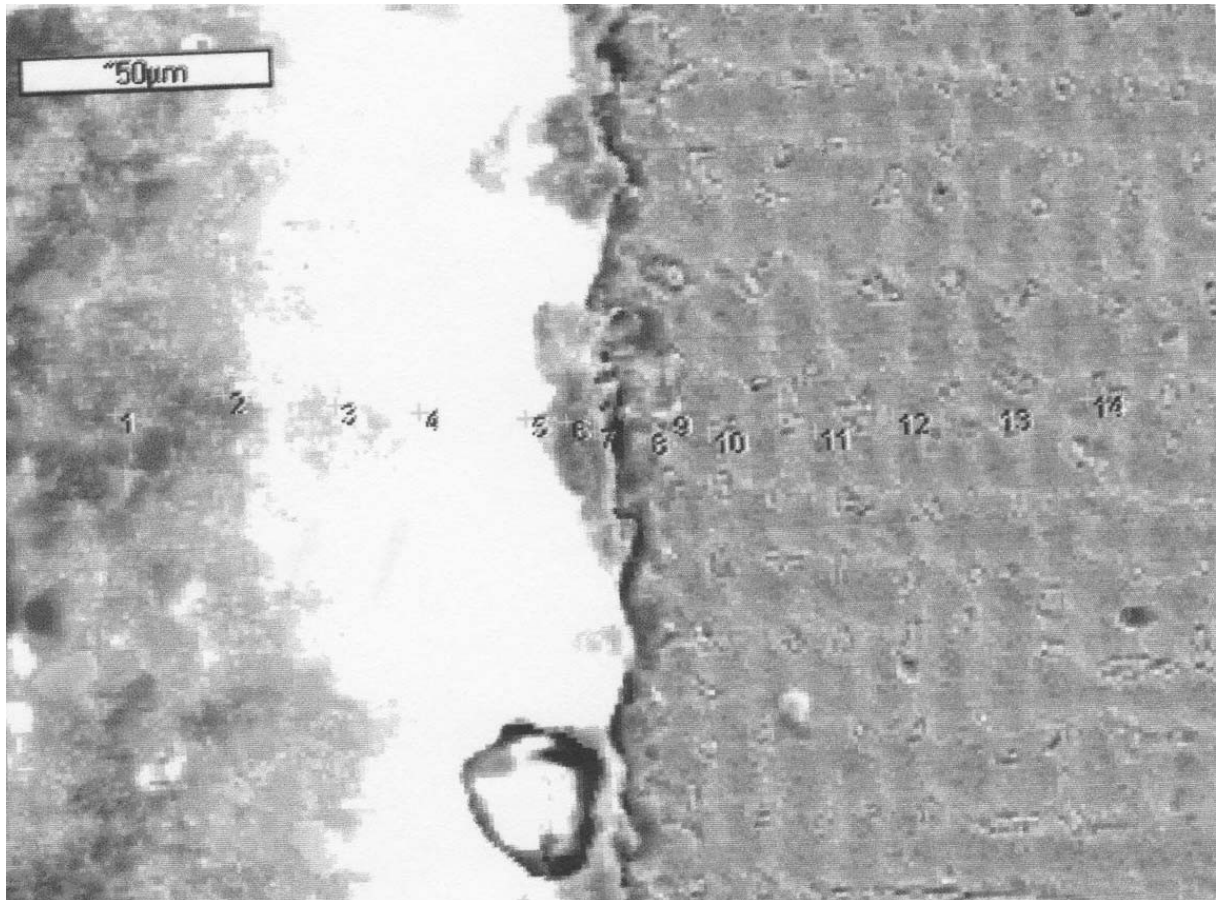
Cl- występuje wyłącznie na granicy połączenia metalu z ceramiką w analizowanych punktach pomiarowych- tj. w pkt 6-9. Jego wartość oscyluje w granicach 0,12-3,25 %.

O, Na, K, Zr, Sn oraz Ce- pierwiastki wchodzące w skład masy ceramicznej, zanikają wraz z analizą punktową przesuając się do warstwy metalicznej.

Fe dyfunduje wyłącznie z warstwy metalicznej do ceramicznej zaczynając z pkt 7- czyli w miejscu granicy połączenia.

Si występuje w całym badanym obszarze pomiarowym. Duże ilości występują w warstwie ceramicznej w pkt od 1-7, wahając się w granicach- od 28,39 w pkt 1, do 21,39 w pkt 7, po czym gwałtownie zaczynają maleć od pkt 8, gdzie wartość osiąga- 9,23% do pkt 14- 1,27 %

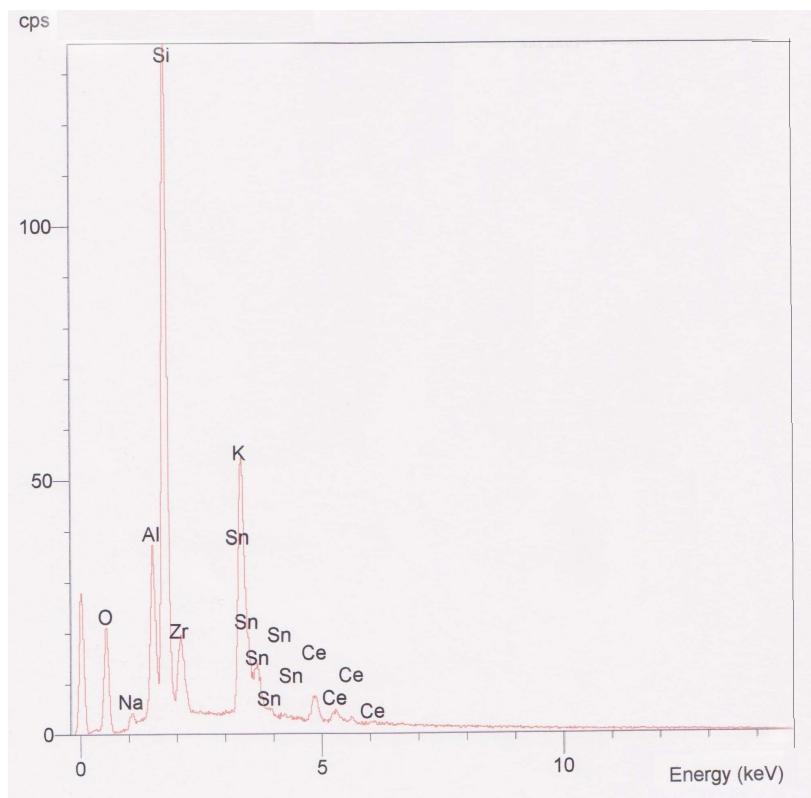
PRÓBKA „E-2w”



Ryc. 44. Mikrostruktura analizowanego fragmentu z punktami wykonania analiz (1-14), pow. 500x

Punkty pomiarowe:

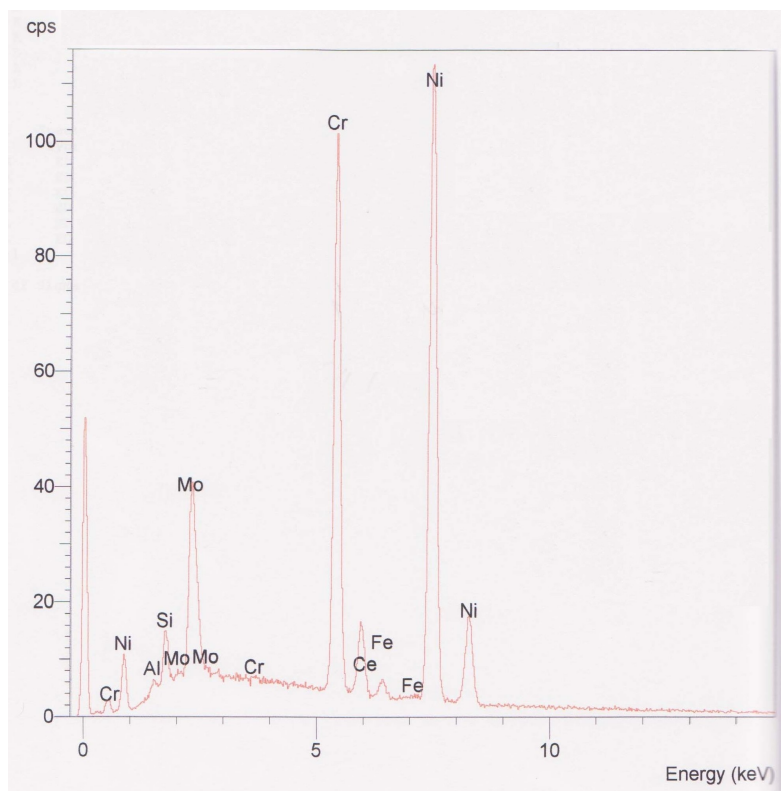
- 1 i 14- 100 μm od granicy ceramika- metal
- 2 i 13- 80 μm od granicy ceramika- metal
- 3 i 12- 60 μm od granicy ceramika- metal
- 4 i 11- 40 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 10- 20 μm od granicy ceramika- metal
- 6 i 9- 10 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 8 5 μm od granicy ceramika- metal



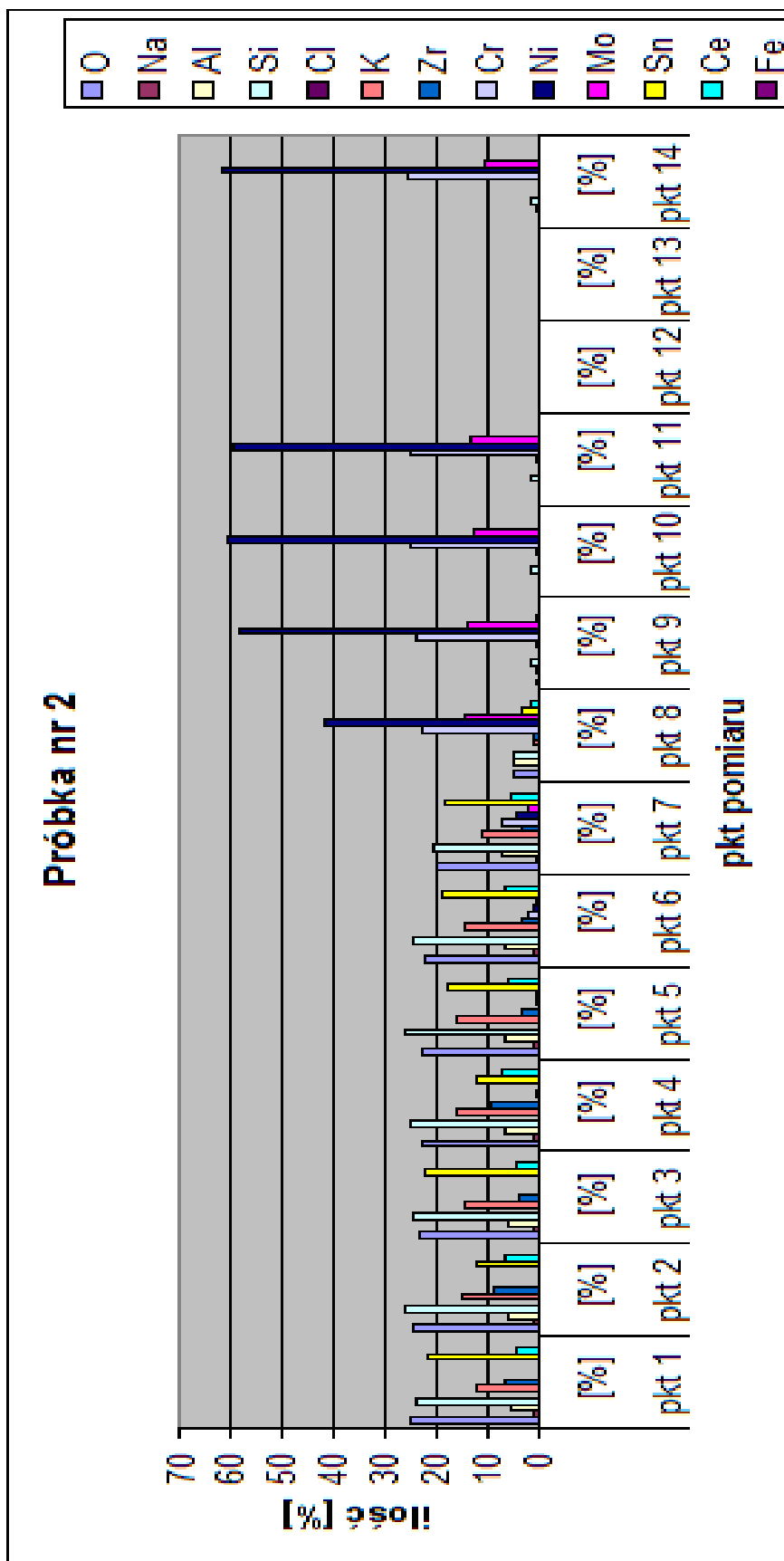
Ryc. 45. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 2 wraz z analizą jakościową



Ryc. 46. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową



Ryc. 47. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 14 wraz z analizą jakościową



Wykres 2. Analiza ilościowa w próbce “E-2w”

Wartym dostrzeżenia zjawiskiem jest brak występowania wytrącenia Cl, lecz nie jest to jednoznaczna obserwacja, gdyż nie odnotowano pomiaru analizy punktowej owego pierwiastka w pkt. 12 i 13.

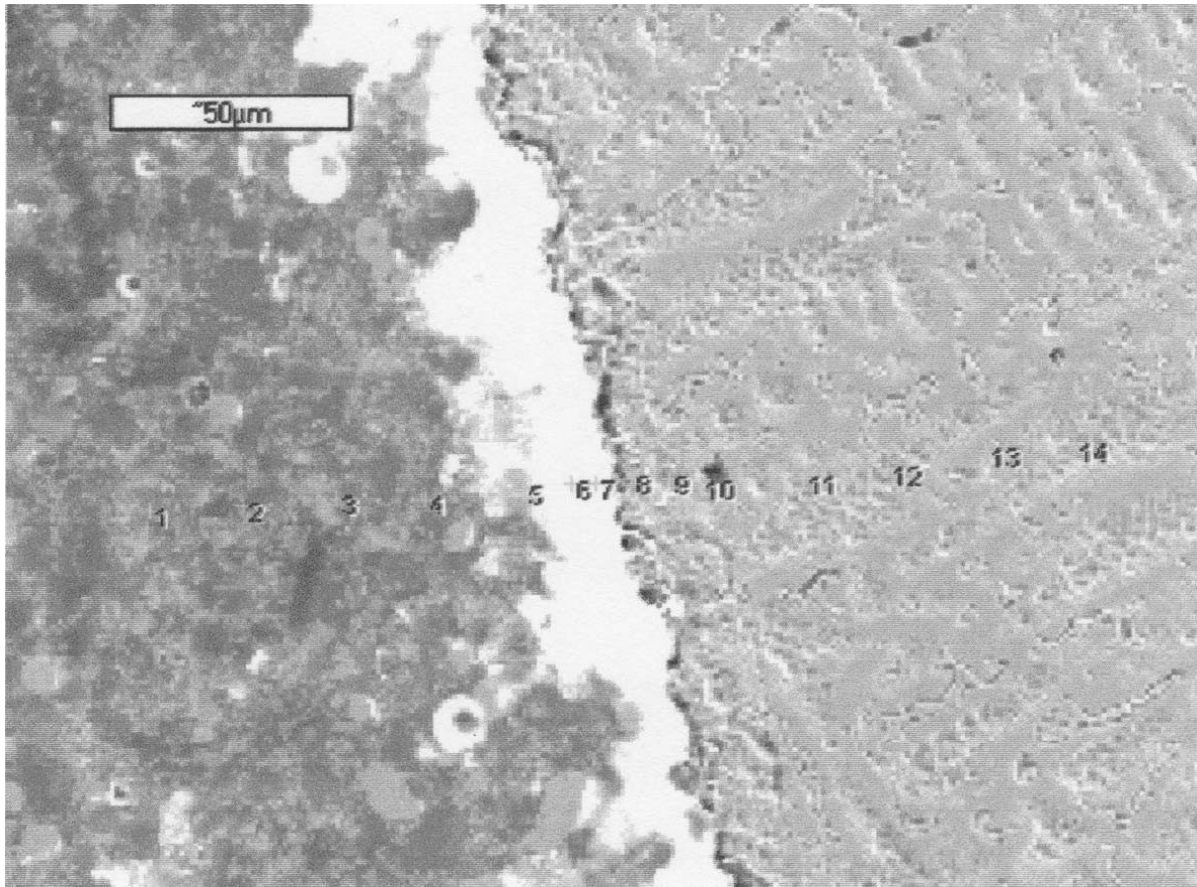
Ni i Cr zaczyna pojawiać się na granicy połączenia metalu z ceramiką, począwszy od śladowych ilości w pkt. 4- pierwiastek Cr (0,14%), Ni (0,28%) oraz w pkt 5 pierwiastek Mo (0,28%) do znacznych ilości w ostatnim pkt pomiarowym- 14, gdzie skład wygląda następująco: Cr (25,7%), Ni (61,94%), Mo (10,71%)

Sn zanika na granicy połączenia metalu z ceramiką, w pkt 10, wynika to z faktu, iż w badanej próbce, pierwiastek ten wchodzi w skład warstwy ceramicznej.

Wytrącenie w pkt 5 pierwiastka Fe w śladowej ilości- 0,02%.

Brak punktów pomiarowych nr 12 oraz 13.

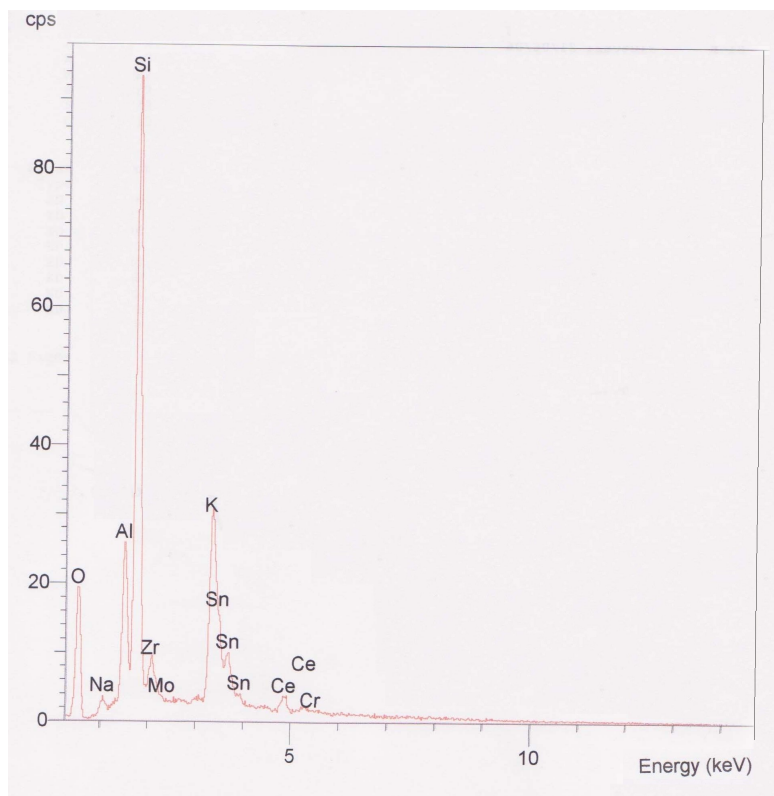
PRÓBKA „E-3s”



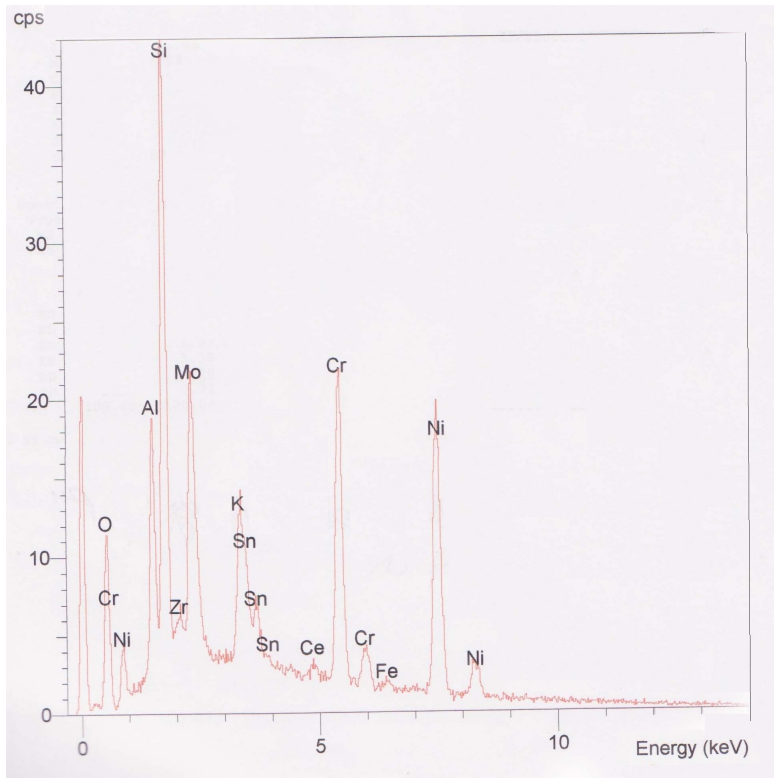
Ryc. 48. Mikrostruktura analizowanego fragmentu z punktami wykonania analiz (1-14), pow. 500x

Punkty pomiarowe:

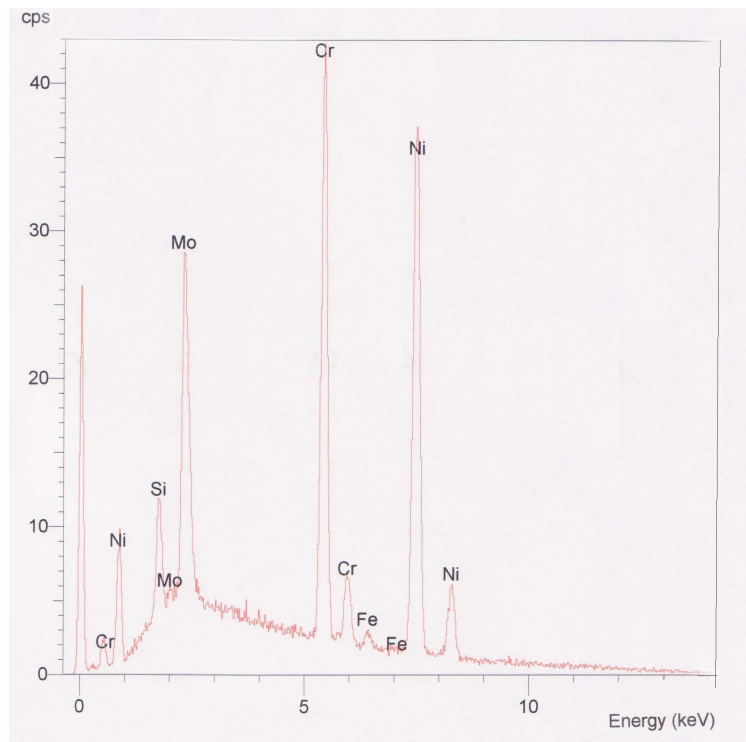
- 1 i 14- 100 μm od granicy ceramika- metal
- 2 i 13- 80 μm od granicy ceramika- metal
- 3 i 12- 60 μm od granicy ceramika- metal
- 4 i 11- 40 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 10- 20 μm od granicy ceramika- metal
- 6 i 9- 10 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 8 5 μm od granicy ceramika- metal



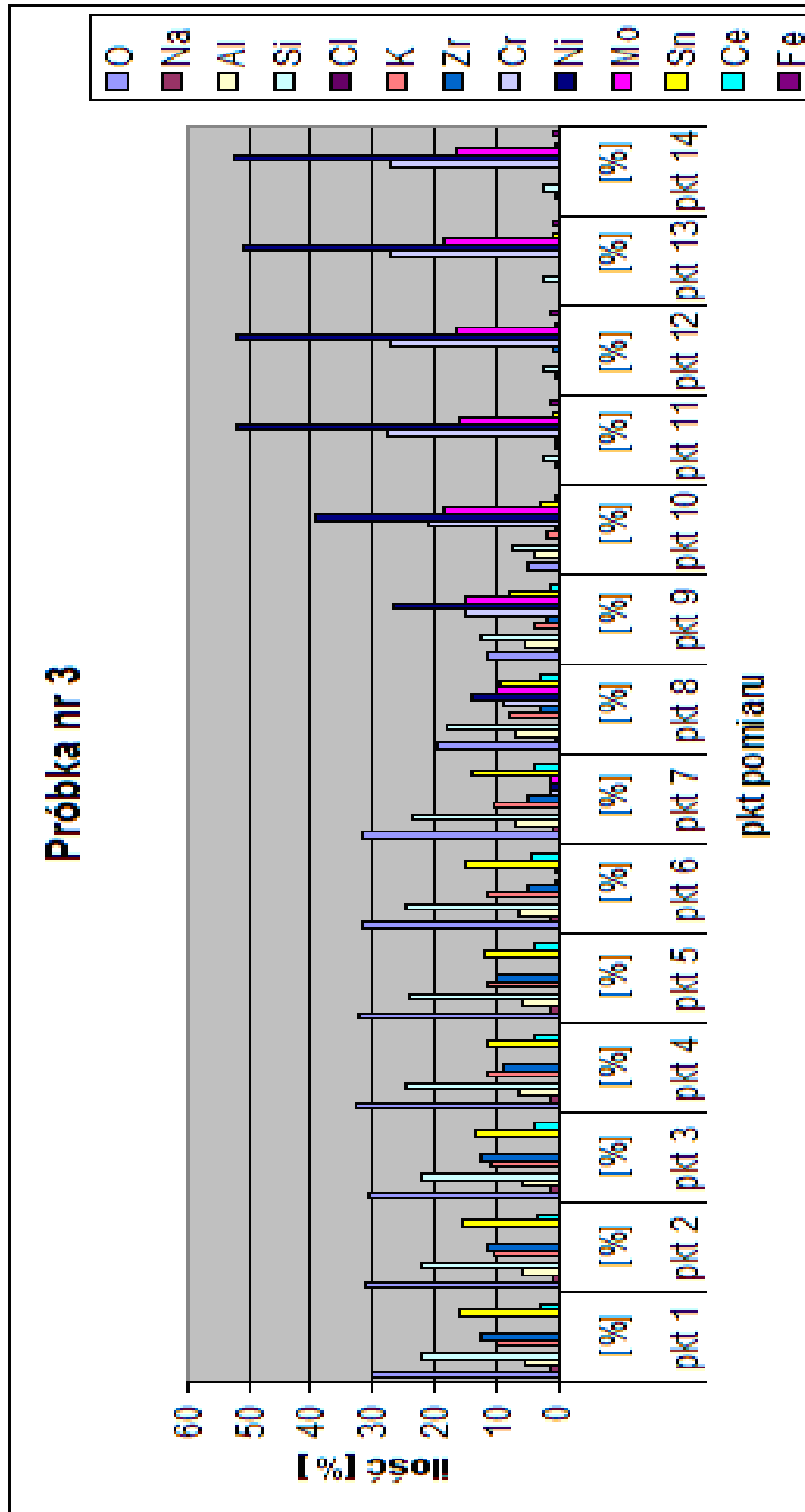
Ryc. 49. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową



Ryc. 50. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 9 wraz z analizą jakościową



Ryc. 51. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 13 wraz z analizą jakościową



Wykres 3. Analiza ilościowa w próbce “E-3s”

Pierwiastek Fe wydziela się wyłącznie w głębokich warstwach metalicznych w pkt pomiarowych- 11,12,13,14. Ilości są śladowe od 0,98- 1,12 %.

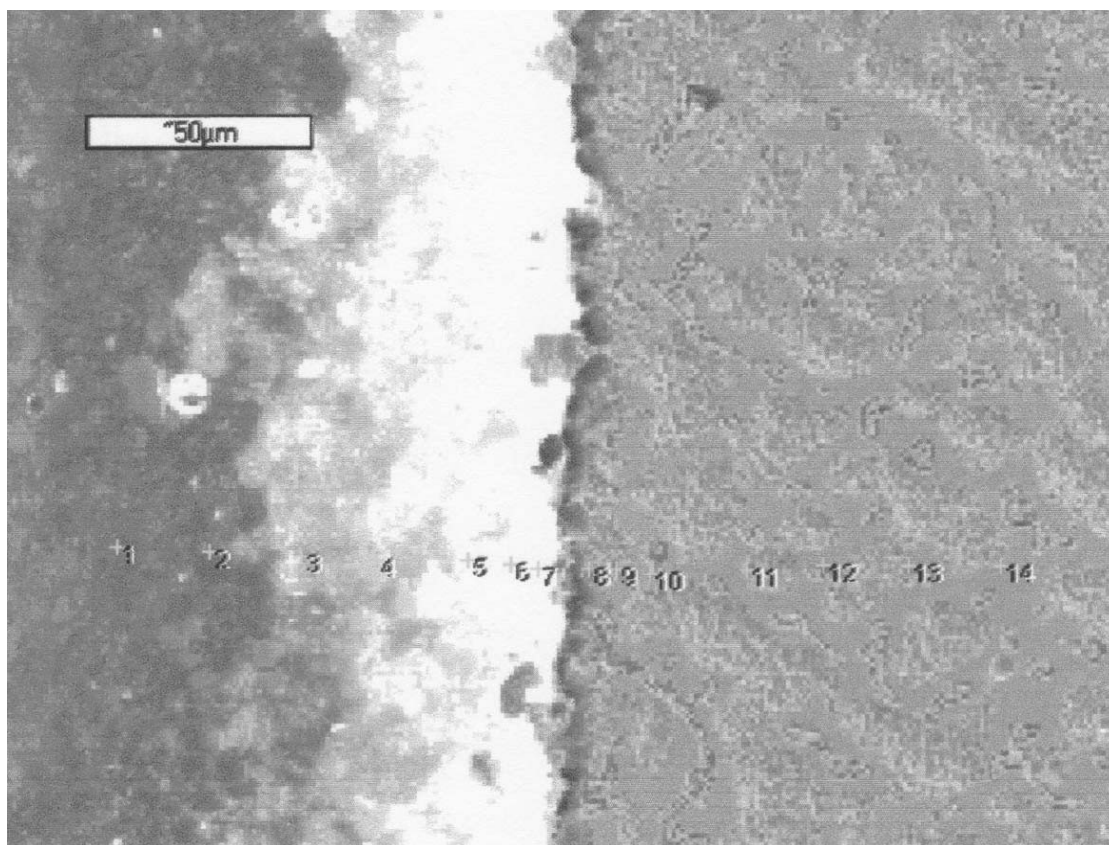
Brak wydzielenia Cl na granicy połączenia metalu z ceramiką.

O, Na, K, Zr, Ce, zanikają w granicy połączenia metalu z ceramiką oraz w głębszych warstwach metalu w pkt pomiarowych- 9,10,11,12.

Ciekawym zjawiskiem jest występowanie we wszystkich punktach pomiarowych pierwiastka Sn. Wartości wahają się od 16,10 % do 0,05%.

Pierwiastkiem, który również występuje we wszystkich miejscach analizy jest Si, który największe wartości posiada w pkt 1 analizy w głębokiej warstwie ceramicznej (21,77%), zmniejszając się znacznie na granicy połączenia metalu z ceramiką, osiągając bardzo małe ilości w głębokich warstwach metalu (pkt 14- 2,18%).

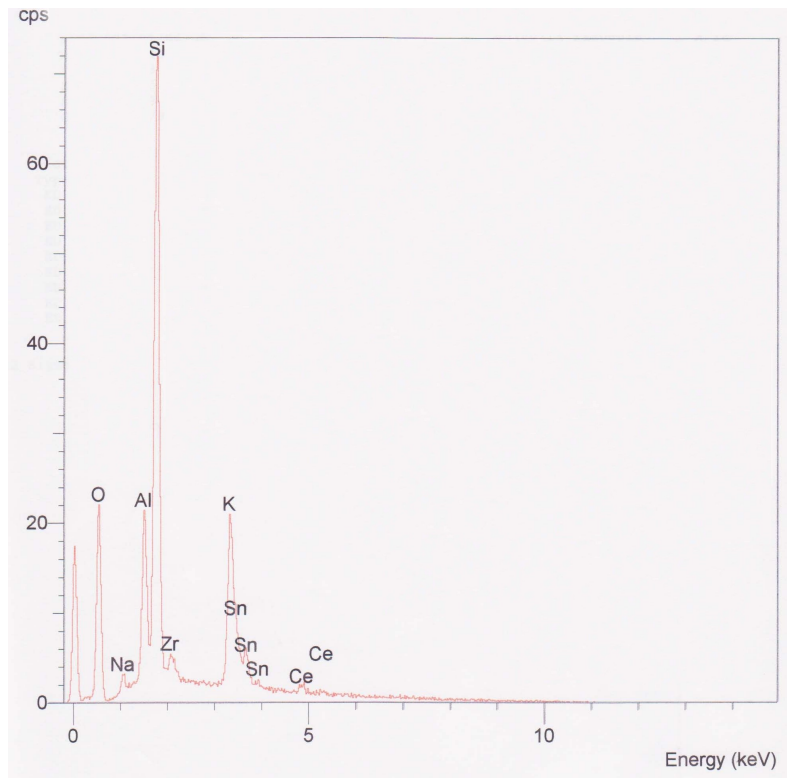
PRÓBKA „E-3w”



Ryc. 52. Mikrostruktura analizowanego fragmentu z punktami wykonania analiz (1-14), pow. 500x

Punkty pomiarowe:

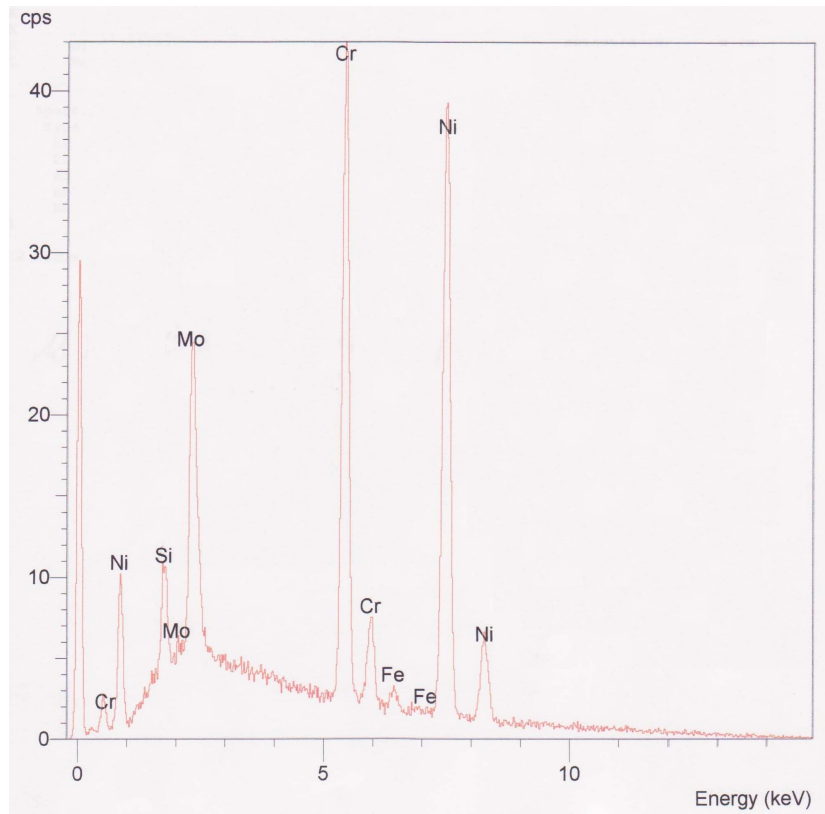
- 1 i 14- 100 µm od granicy ceramika- metal
- 2 i 13- 80 µm od granicy ceramika- metal
- 3 i 12- 60 µm od granicy ceramika- metal
- 4 i 11- 40 µm od granicy ceramika- metal
- 5 i 10- 20 µm od granicy ceramika- metal
- 6 i 9- 10 µm od granicy ceramika- metal
- 5 i 8 5 µm od granicy ceramika- metal



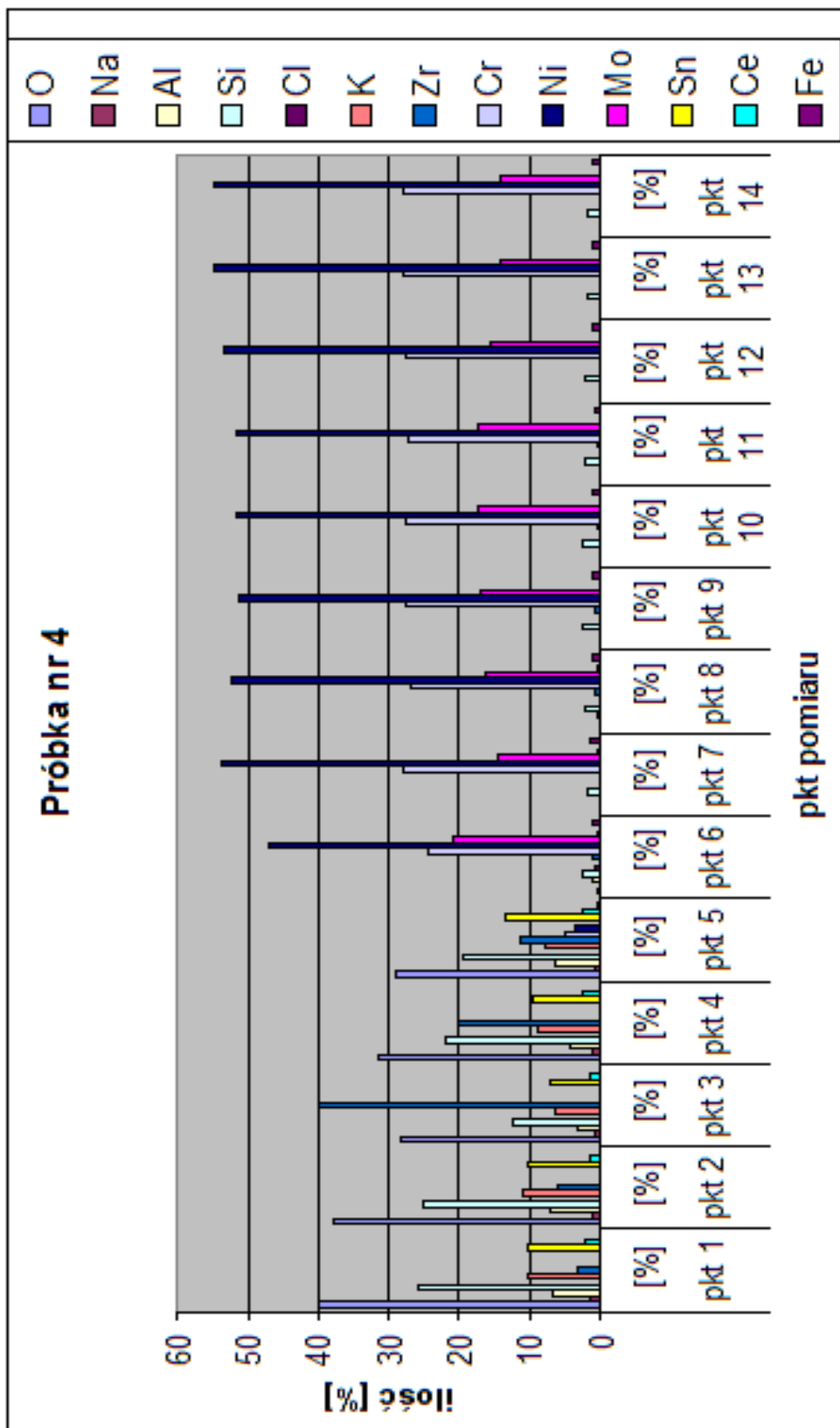
Ryc. 53. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 1 wraz z analizą jakościową



Ryc. 54. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową



Ryc. 55. Widmo energodyspersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 12 wraz z analizą jakościową



Wykres 4. Analiza ilościowa w próbce “E-3w”

W warstwie metalicznej od pkt pomiarowych 6-14- stały poziom pierwiastków- Cr, Ni oraz Mo, na stałym poziomie również kształtuje się Si.

Fe dyfunduje z warstwy metalicznej do praktycznie całego obszaru warstwy ceramiki, zaobserwowane już w fazie początkowej, mianowicie w pkt 2 analizy. W warstwie metalicznej poziom Fe stały na całej powierzchni badanej próbki, we wszystkich pkt analizy tego obszaru (od pkt 6-14).

Wytrącenie w pkt 3 dużych ilości Zr, który zanika zbliżając się do granicy połączenia metalu z ceramiką.

Interesujące jest miejscowe wytrącenie pierwiastka Cl idealnie na granicy połączenia dwóch faz- ceramiki z metalem, w pkt 6 w śladowych ilościach- 0,78 %.

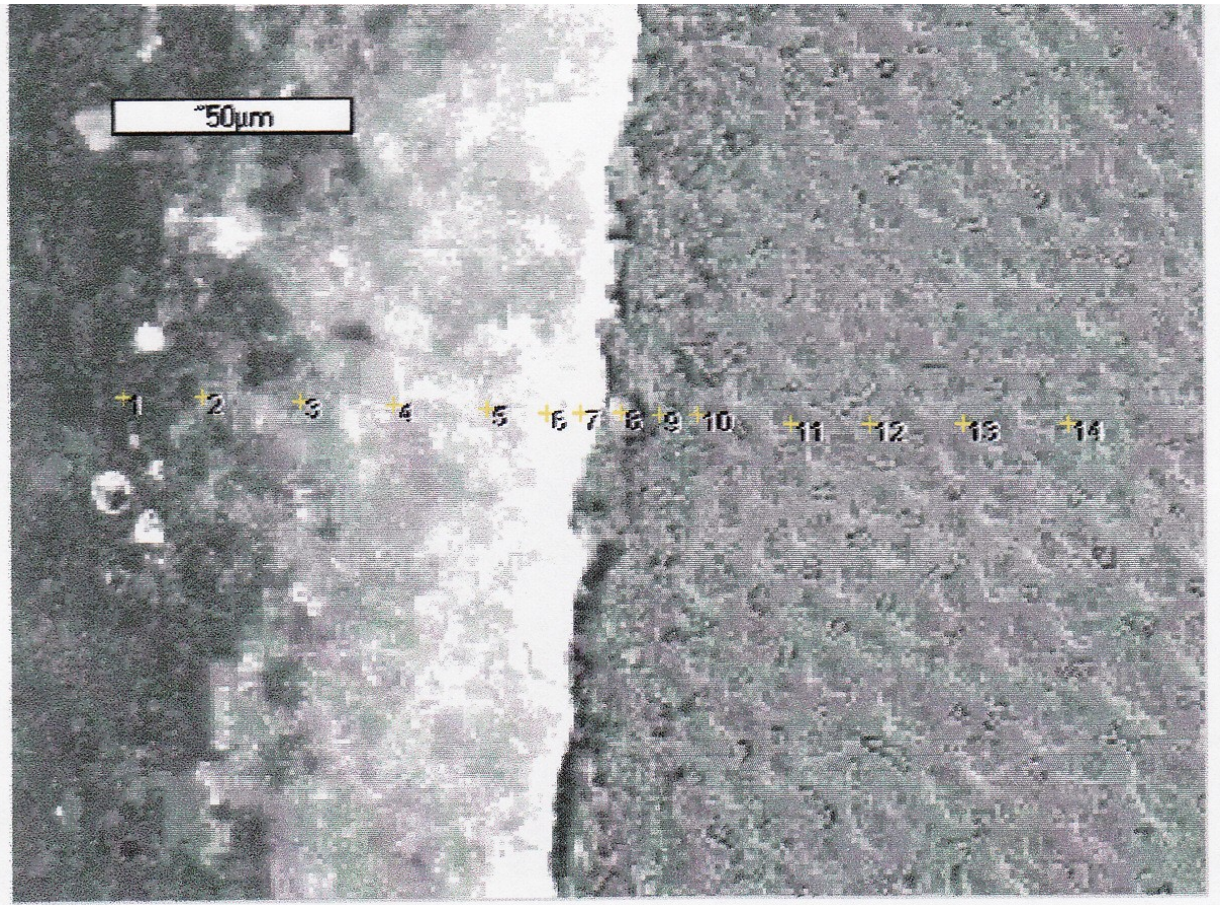
Zanikanie Na, K, (w pkt 5), pierwiastki wyłącznie w warstwie ceramicznej, oraz zanikanie O i Ce (w pkt 6) wraz ze zbliżaniem się do granicy połączenia metalu z ceramiką, gdzie na owej granicy następuje całkowity brak dyfundowania w/w pierwiastków do warstwy metalicznej. Wskazuje to na skład ceramiki, pierwiastki występują wyłącznie w analizowanej warstwie ceramicznej.

Na granicy połączenia metalu z ceramiką następuje przenikanie pierwiastków z warstwy metalicznej do ceramicznej- Cr oraz Ni- są to główne pierwiastki wchodzące w skład stopu dentystycznego przeznaczonego do wykonania próbek. Ilość wzrasta wraz z analizą punktową pomiaru, w głąb warstwy metalicznej- do pkt 14, w którym to pkt wartości osiągnęte są na najwyższym poziomie, wraz z pierwiastkiem Mo, również wchodzącego do składu pobranego stopu.

Jedyny pierwiastek, który wchodzi zarówno w skład warstwy ceramicznej jak i metalicznej tj. Si. W większych ilościach występuje w warstwie ceramicznej, w skład której wchodzi, natomiast w warstwie metalicznej występuje w postaci drobnych wytrąceń. Ilość tego pierwiastka zaczyna stopniowo maleć na granicy połączenia metalu z ceramiką, lecz w całości nie zanika, gdyż w śladowych ilościach wytrąca się w stopie dentystycznym.

Sn i Zr to pierwiastki, które najgłębiej dyfundują w warstwę metaliczną, tworząc spójne połączenie pomiędzy tymi dwoma komponentami.

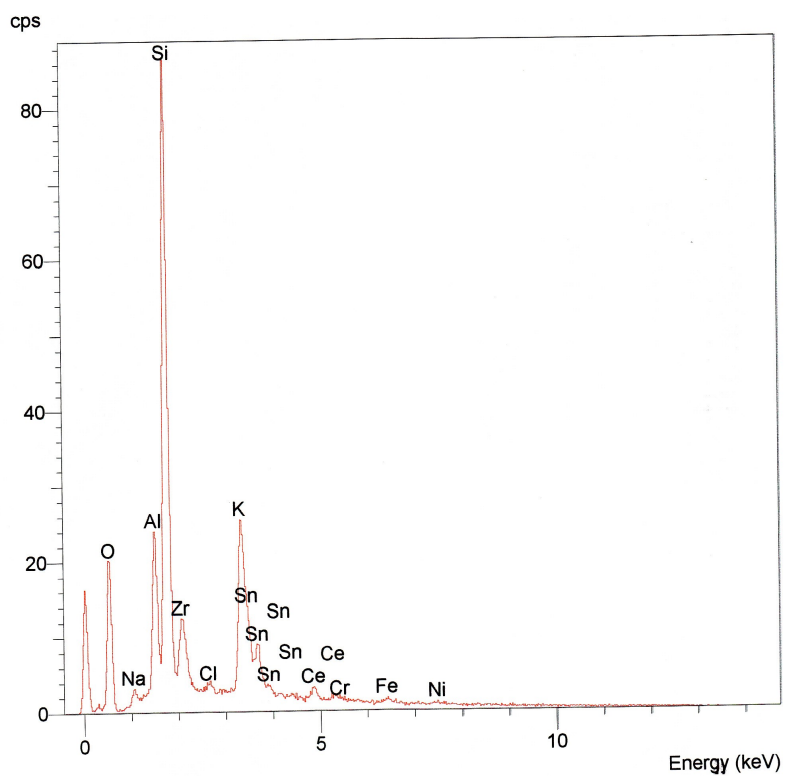
PRÓBKA „E-1s”



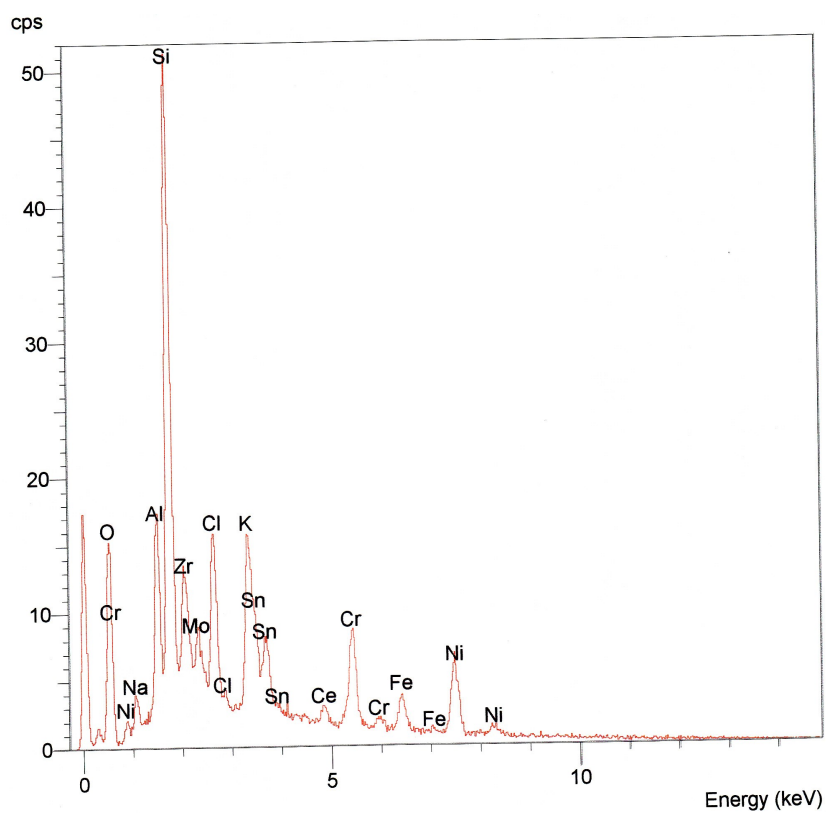
Ryc. 56. Analiza fragmentów mikrostruktury na granicy warstwy ceramicznej i metalicznej, pow. 500x

Punkty pomiarowe:

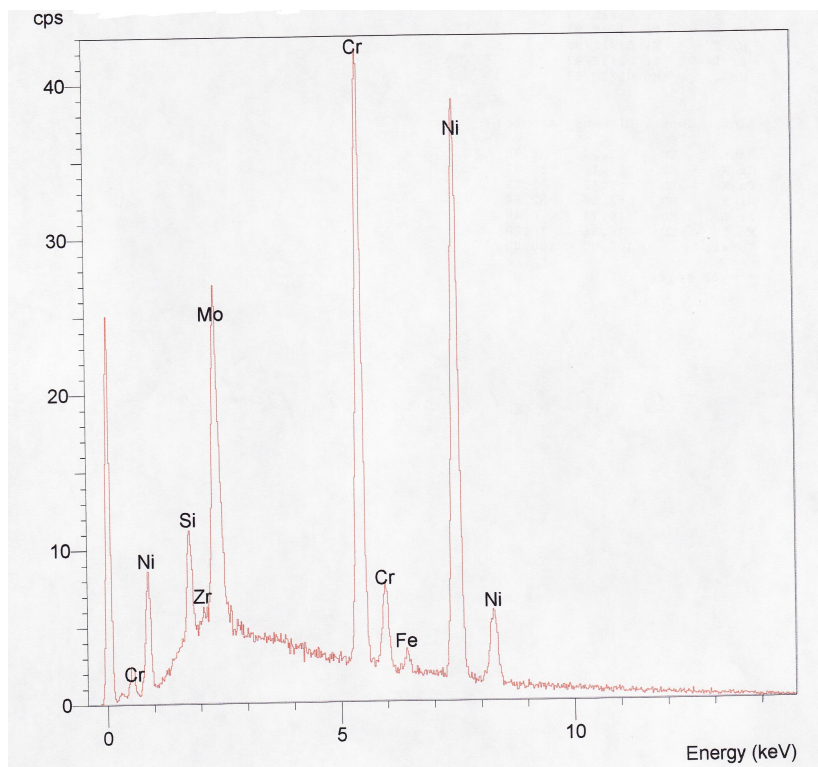
- 1 i 14- 100 μm od granicy ceramika- metal
- 2 i 13- 80 μm od granicy ceramika- metal
- 3 i 12- 60 μm od granicy ceramika- metal
- 4 i 11- 40 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 10- 20 μm od granicy ceramika- metal
- 6 i 9- 10 μm od granicy ceramika- metal
- 7 i 8 5 μm od granicy ceramika- metal



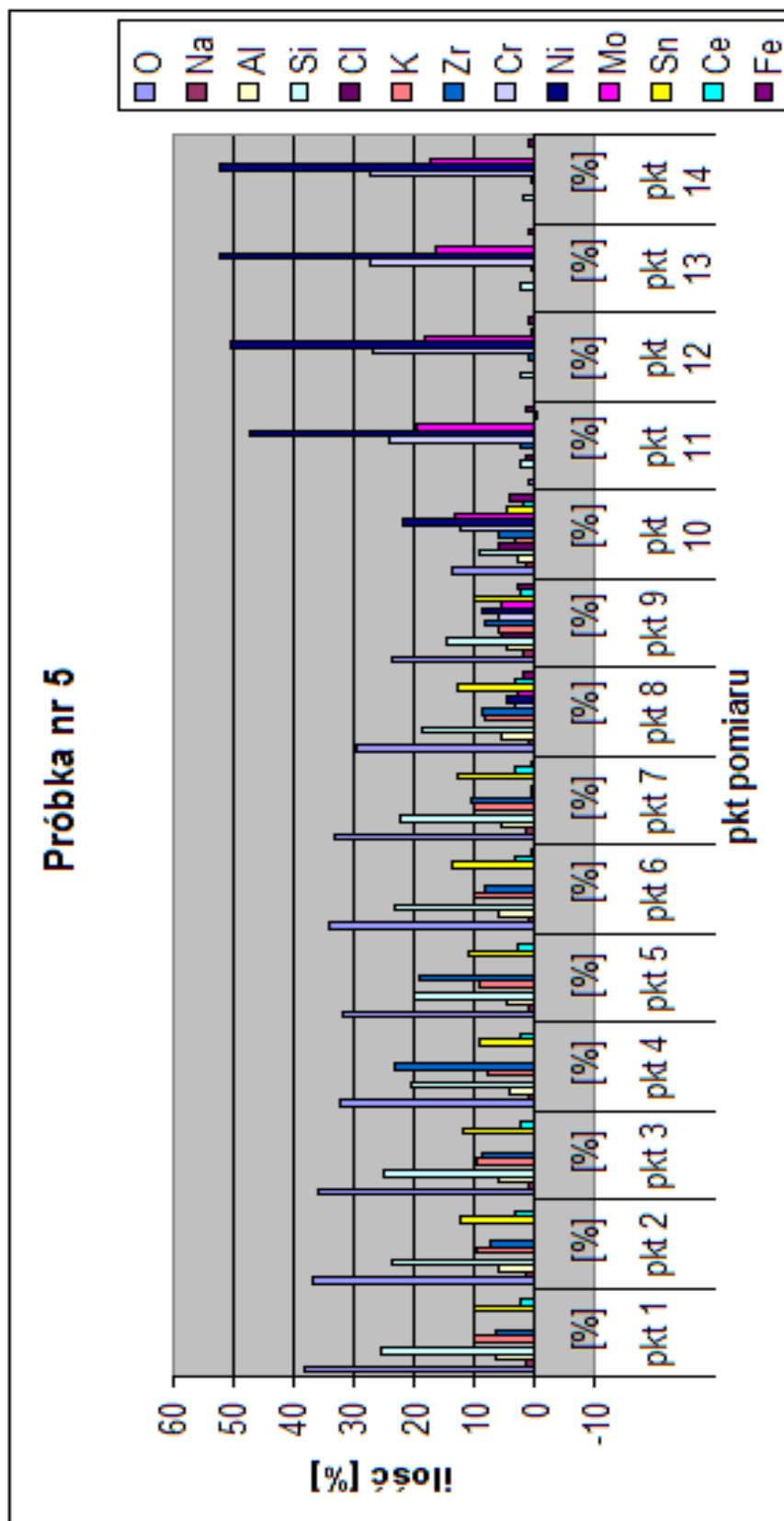
Ryc. 57. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową



Ryc. 58. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 9 wraz z analizą jakościową



Ryc. 59. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 13 wraz z analizą jakościową



Wykres 5. Analiza ilościowa w próbce “E-1s”

Pierwiastki O i Na zanikają, aż w głębokiej warstwie metalicznej- O- w pkt. 11 analizy osiąga wartość 1,16%, natomiast Na- w pkt. 11 osiąga wartość- 0,21%.

Bardzo późno, bo dopiero na końcu warstwy metalu z ceramiką w pkt. 9 (5,55%) do głębszej warstwy metalicznej- do pkt. 11 (1,24%) wydziela się Cl.

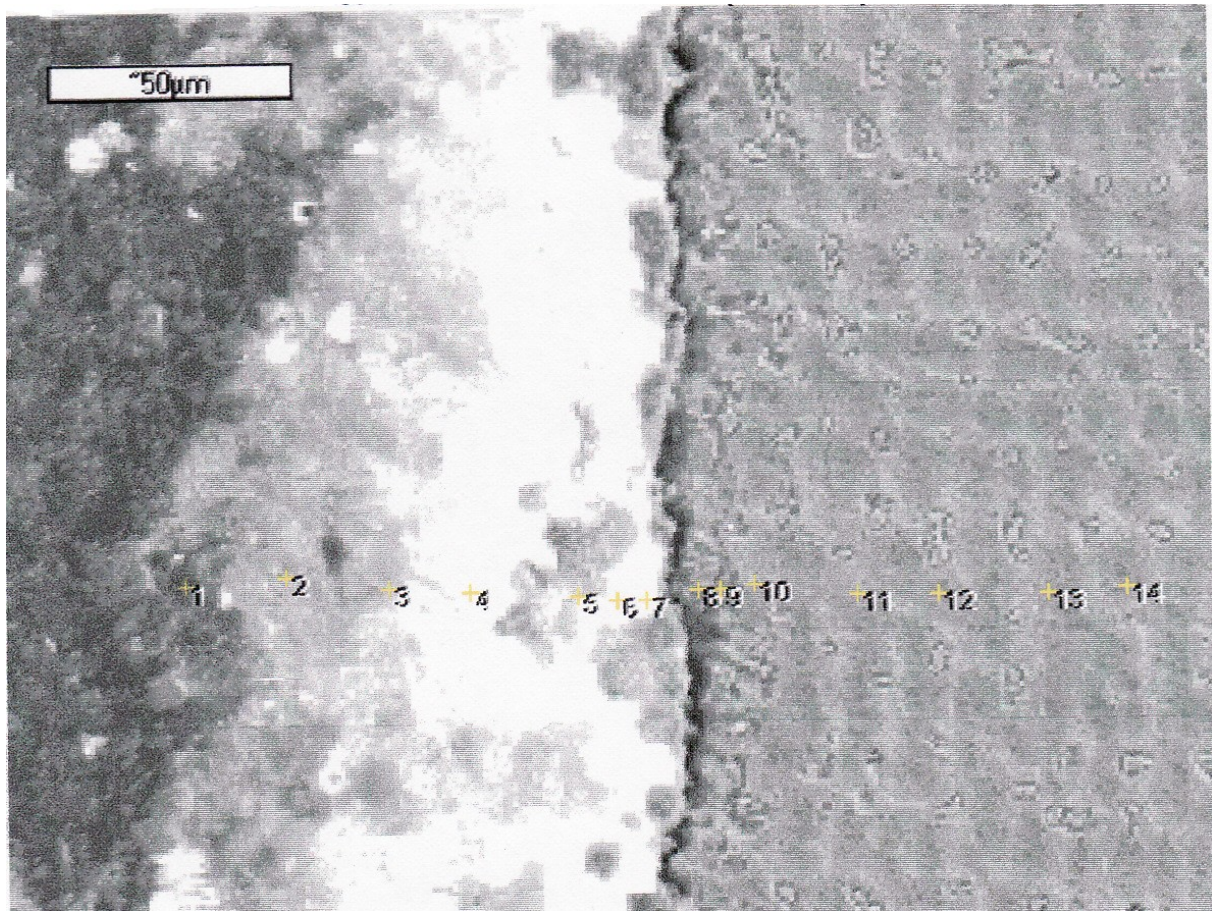
Jedyna próbka w której we wszystkich punktach analizy występuje pierwiastek Zr.

Pierwiastek Si, również tak jak w przypadku pozostałych próbek występuje na całości analizowanej próbki.

Zaskakującym zjawiskiem jest wystąpienie na poziomie -0,3 % pierwiastka Ce w 11 pkt analizy. Może to być spowodowane błędami laboratoryjnymi.

Sn oraz Al. Zanikają aż w 12 pkt analizy. Czyli już w warstwie metalicznej.

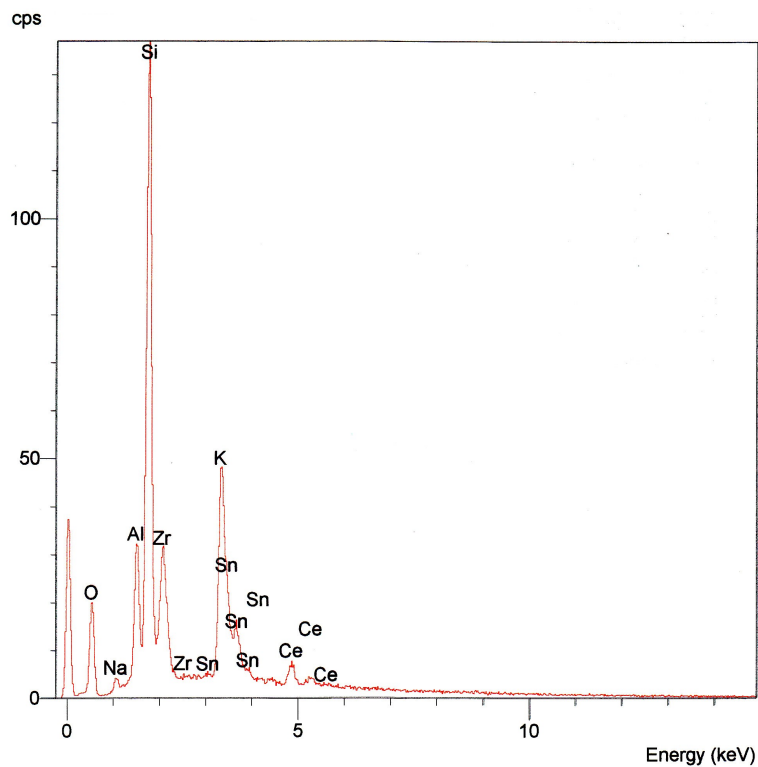
PRÓBKA „E-1w”



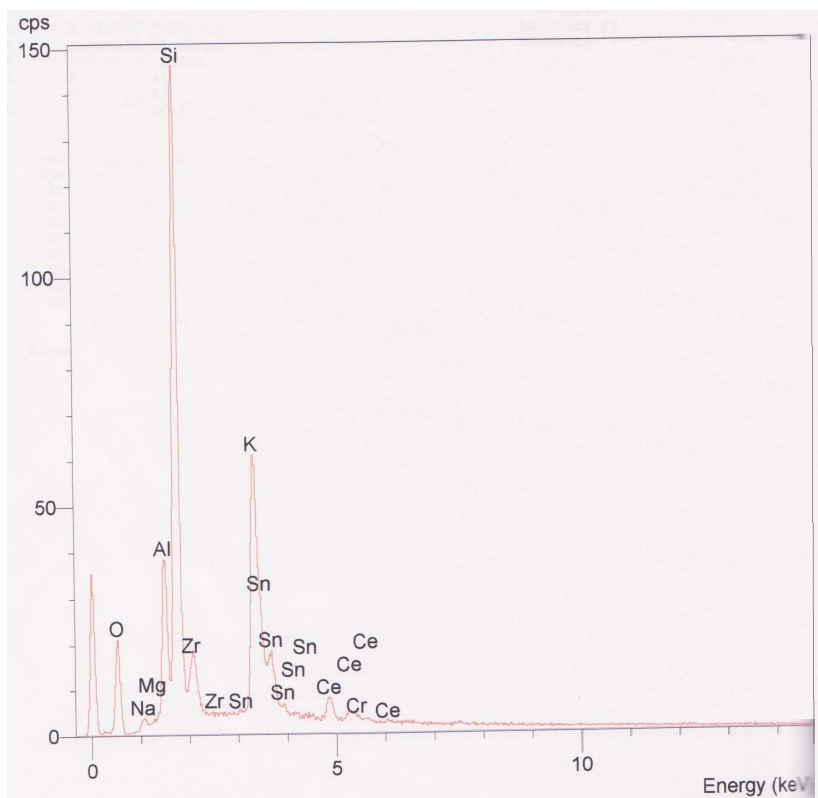
Ryc. 60. Mikrostruktura analizowanego fragmentu z punktami wykonania analiz (1-14), pow. 500x

Punkty pomiarowe:

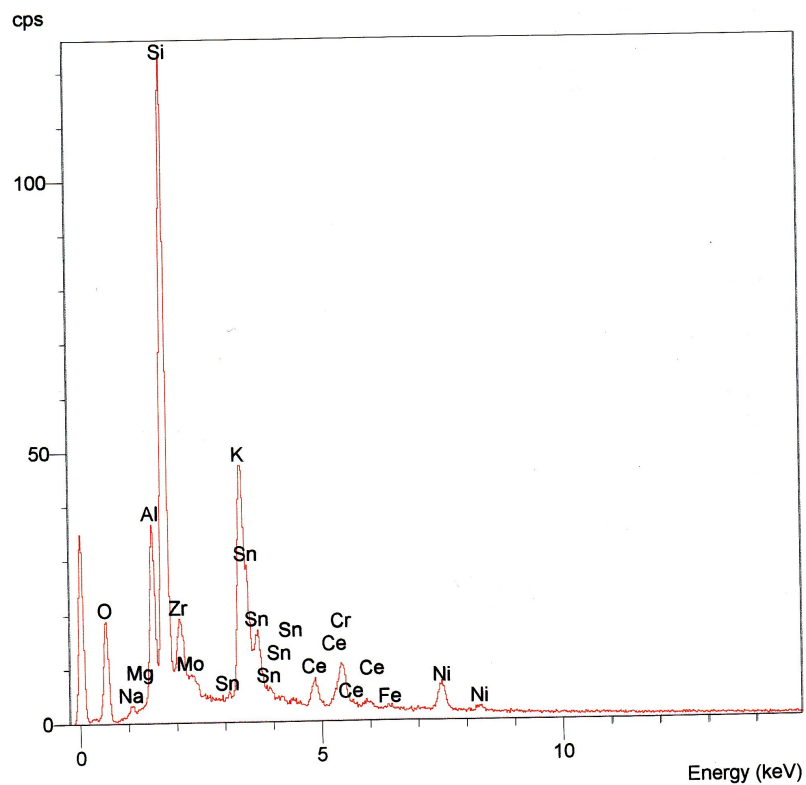
- 1 i 14- 100 μm od granicy ceramika- metal
- 2 i 13- 80 μm od granicy ceramika- metal
- 3 i 12- 60 μm od granicy ceramika- metal
- 4 i 11- 40 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 10- 20 μm od granicy ceramika- metal
- 6 i 9- 10 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 8 5 μm od granicy ceramika- metal



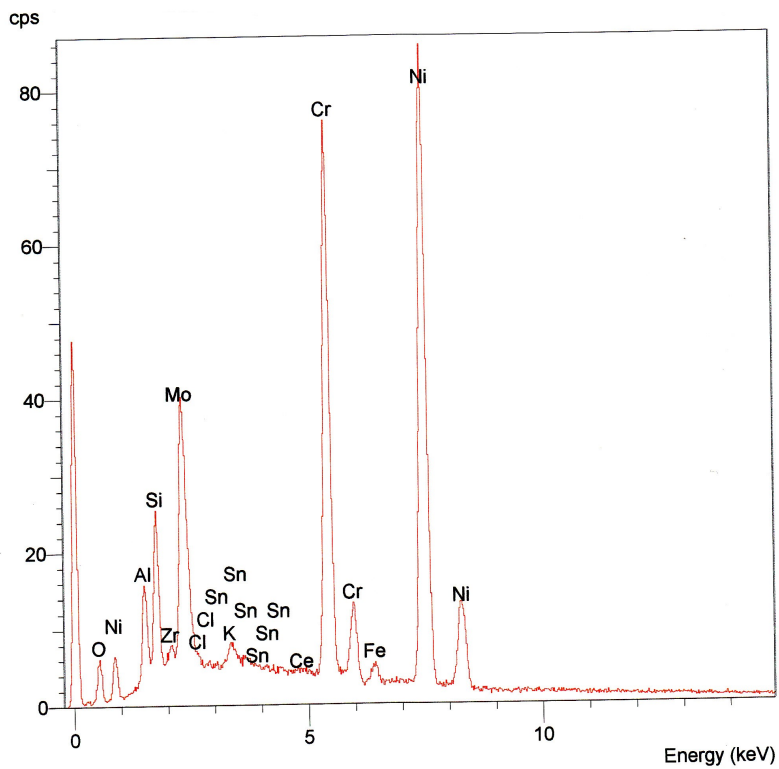
Ryc. 61. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 2 wraz z analizą jakościową



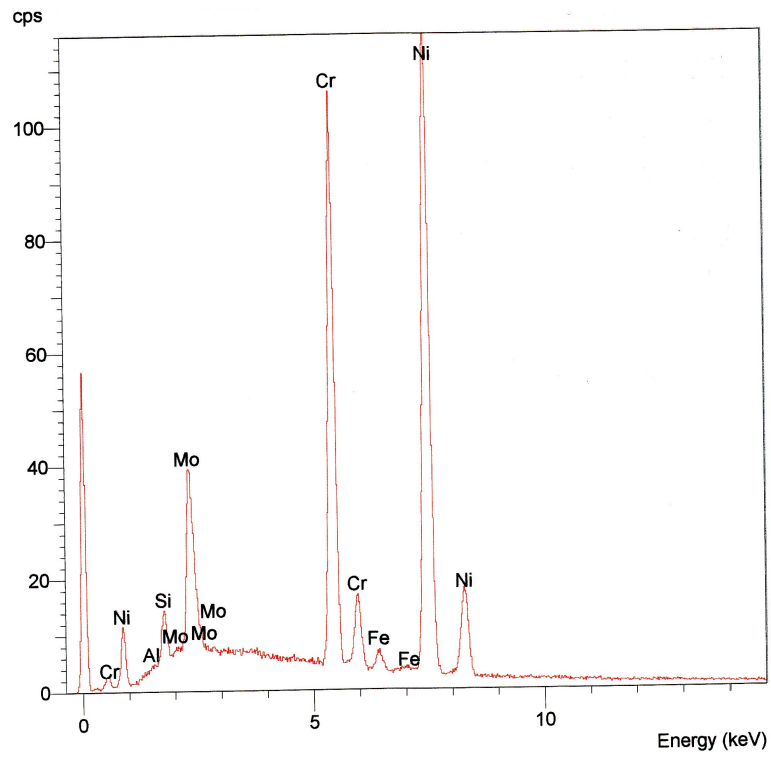
Ryc. 62. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 6 wraz z analizą jakościową



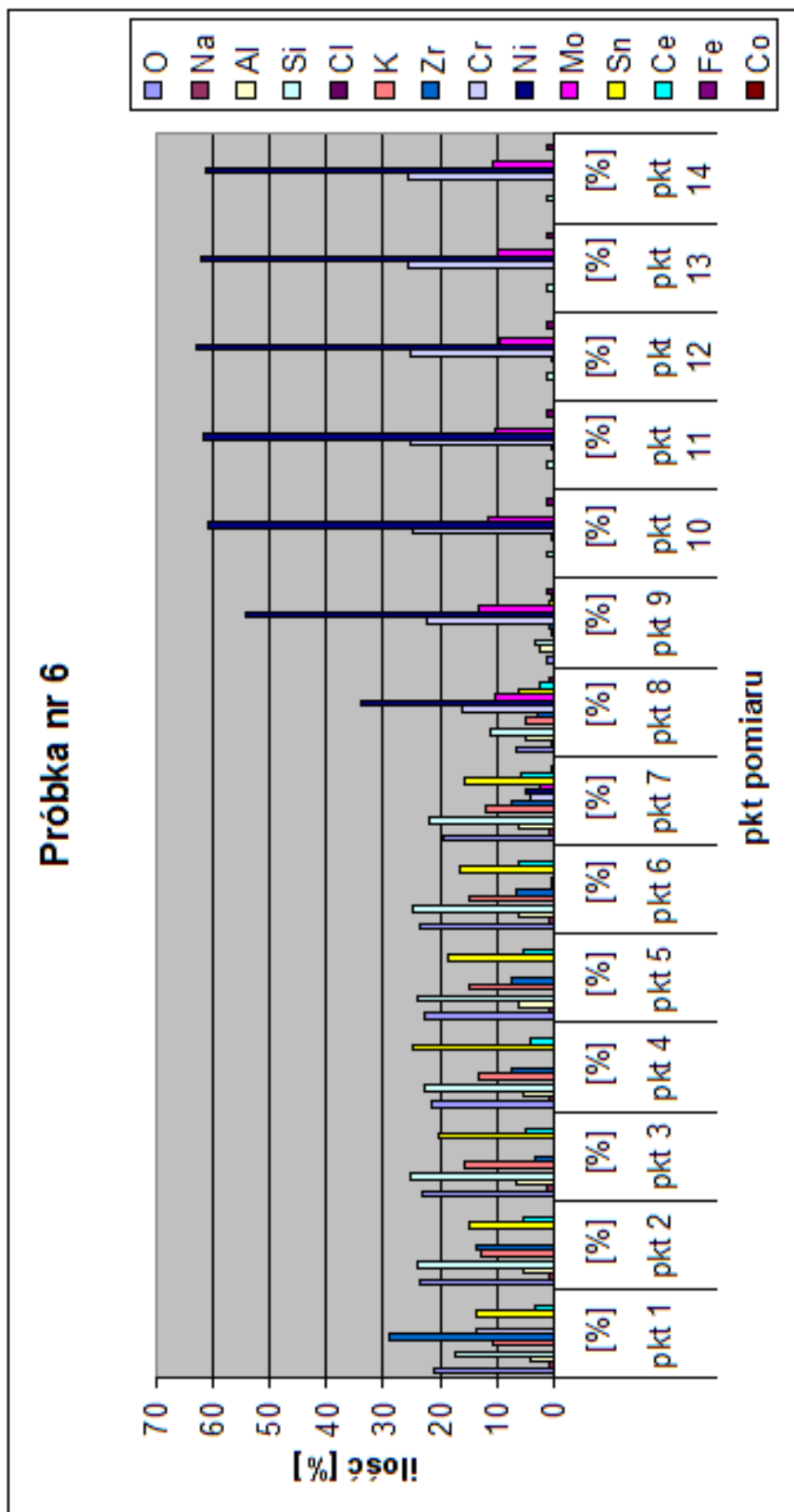
Ryc. 63. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 7 wraz z analizą jakościową



Ryc. 64. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 9 wraz z analizą jakościową



Ryc. 65. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 13 wraz z analizą jakościową



Wykres 6. Analiza ilościowa w próbce “E-1w”

Interesujący jest fakt wytrącenia śladowego pierwiastka Co, który wytrącił się w głębokiej warstwie ceramicznej. W pkt 1 jego wartość osiąga 0,02%, natomiast w pkt 2- 0,07%. W dalszych punktach pomiarowych zjawiska nie zaobserwowano.

Od pkt. 7 do pkt. 11 wydziela się Cl, dyfundując także w śladowych ilościach 0,04-0,05% do głębszych warstw metalu- pkt. 10,11.

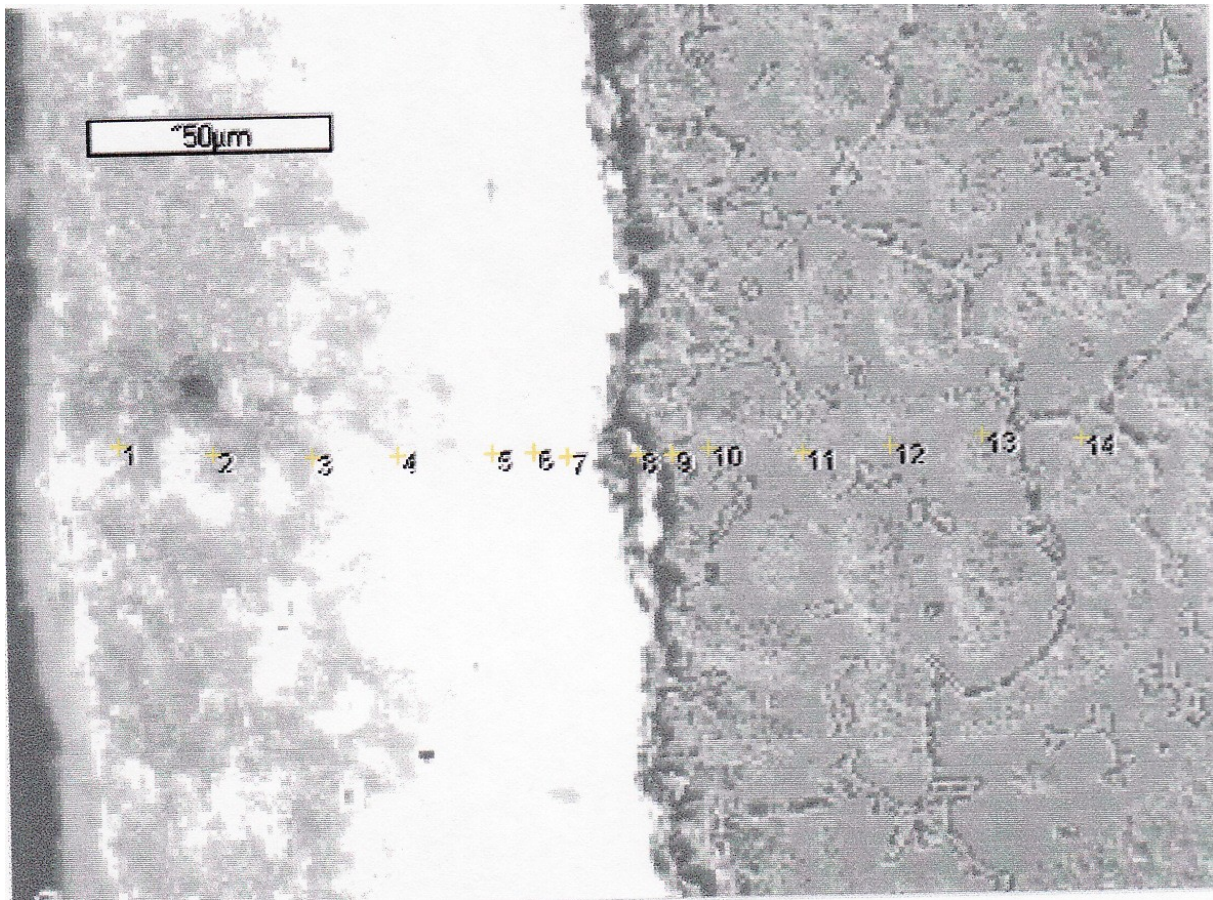
Pierwiastek Si występuje we wszystkich punktach analizy, swoje największe wartości osiąga zbliżając się do granicy połączenia metalu z ceramiką- w pkt. 3,4,5,6,7, po czym stopniowo maleją, osiągając najniższe wartości w pkt. 12,13,14 w ilości 1,13, 1,15 %.

O, Na, Sn, Ce, dyfundują do warstwy metalicznej wyłącznie na styku z ceramiką, po czym gwałtownie zanikają.

K, Zr, Al., zanikają w głębokich warstwach metalicznych- K (pkt. 12- 0,03%), Zr (pkt 12- 0,17%), Al. (pkt. 13- 0,05%).

Ciekawym zjawiskiem jest miejscowe wytrącenie pierwiastka Zr, który zobrazowano w głębokiej warstwie ceramicznej- czyli w obrębie porcelany zębinowej, w pkt 1- w ilości 13,65%.

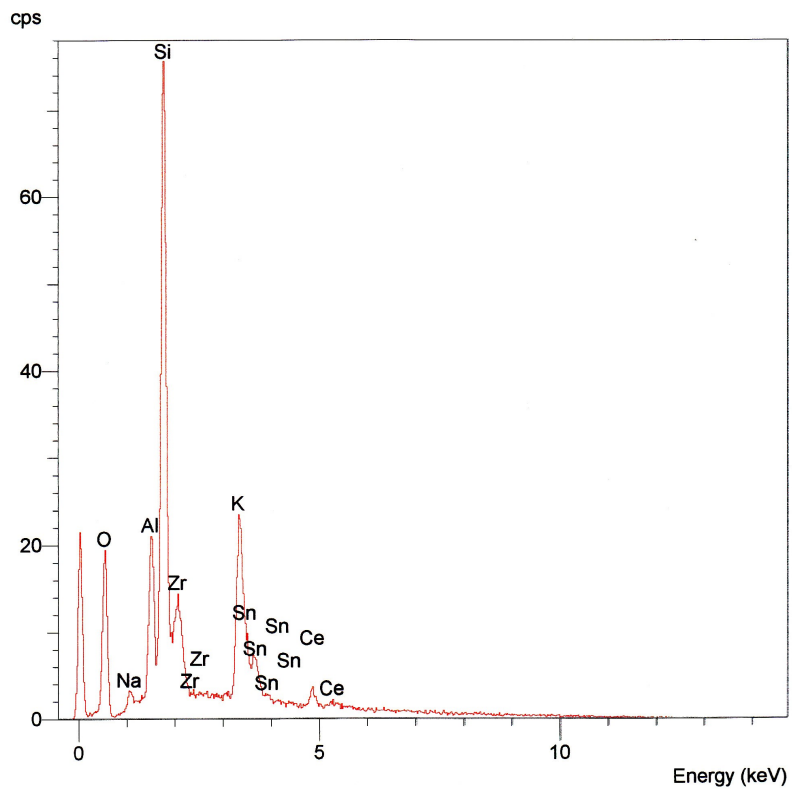
PRÓBKA „K”



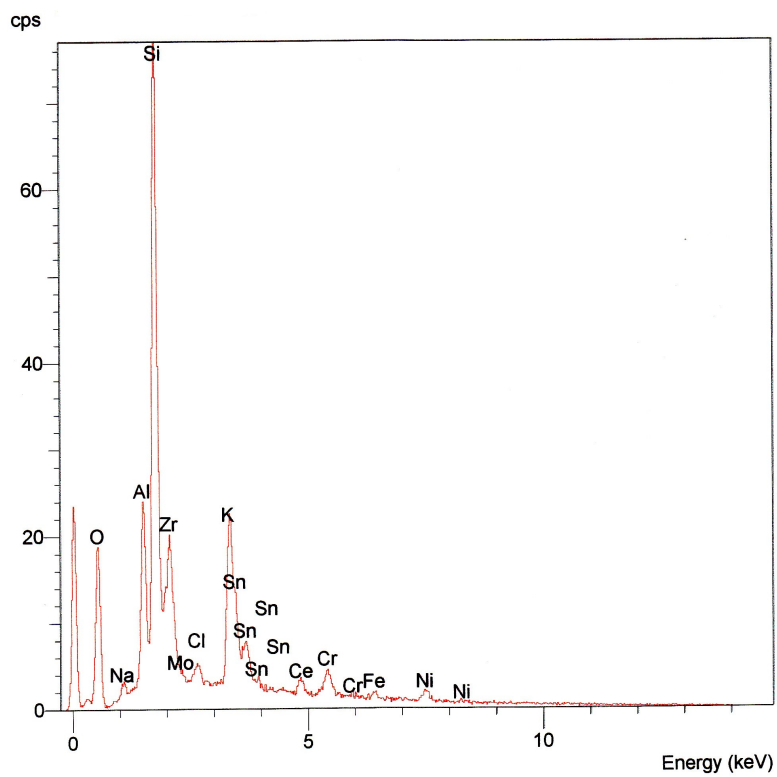
Ryc. 66. Mikrostruktura na granicy warstw ceramicznej i metalicznej, pow. 500x

Punkty pomiarowe:

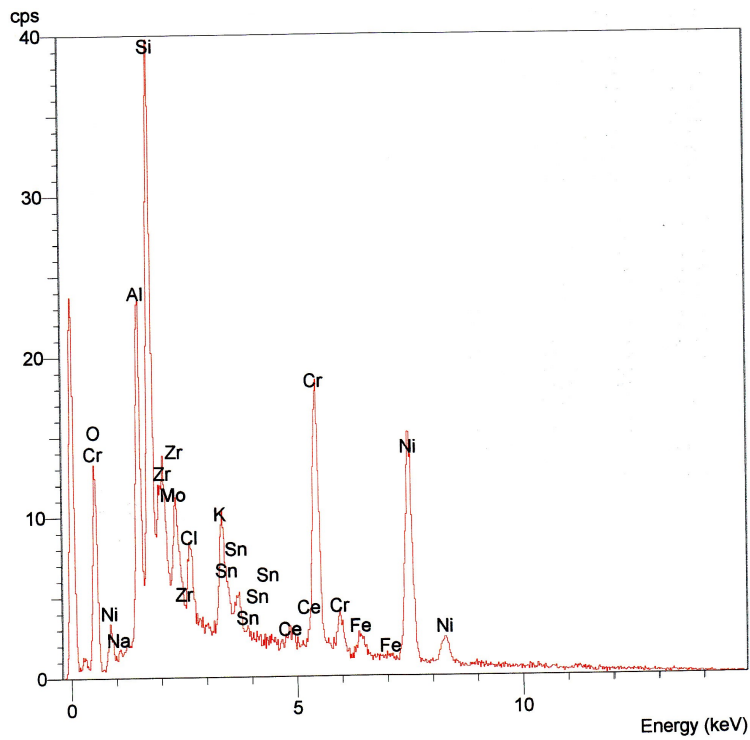
- 1 i 14- 100 μm od granicy ceramika- metal
- 2 i 13- 80 μm od granicy ceramika- metal
- 3 i 12- 60 μm od granicy ceramika- metal
- 4 i 11- 40 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 10- 20 μm od granicy ceramika- metal
- 6 i 9- 10 μm od granicy ceramika- metal
- 5 i 8 5 μm od granicy ceramika- metal



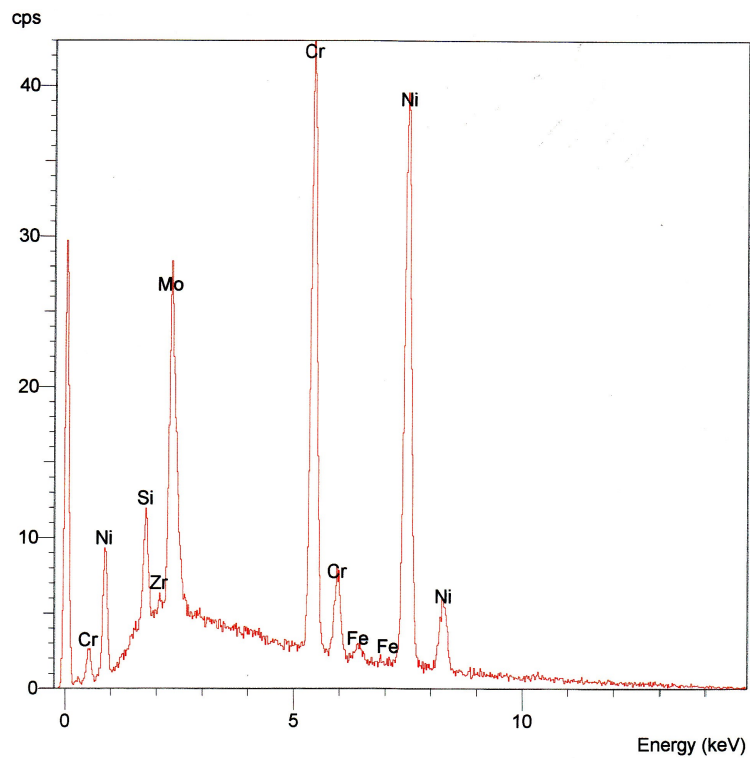
Ryc. 67. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 3 wraz z analizą jakościową



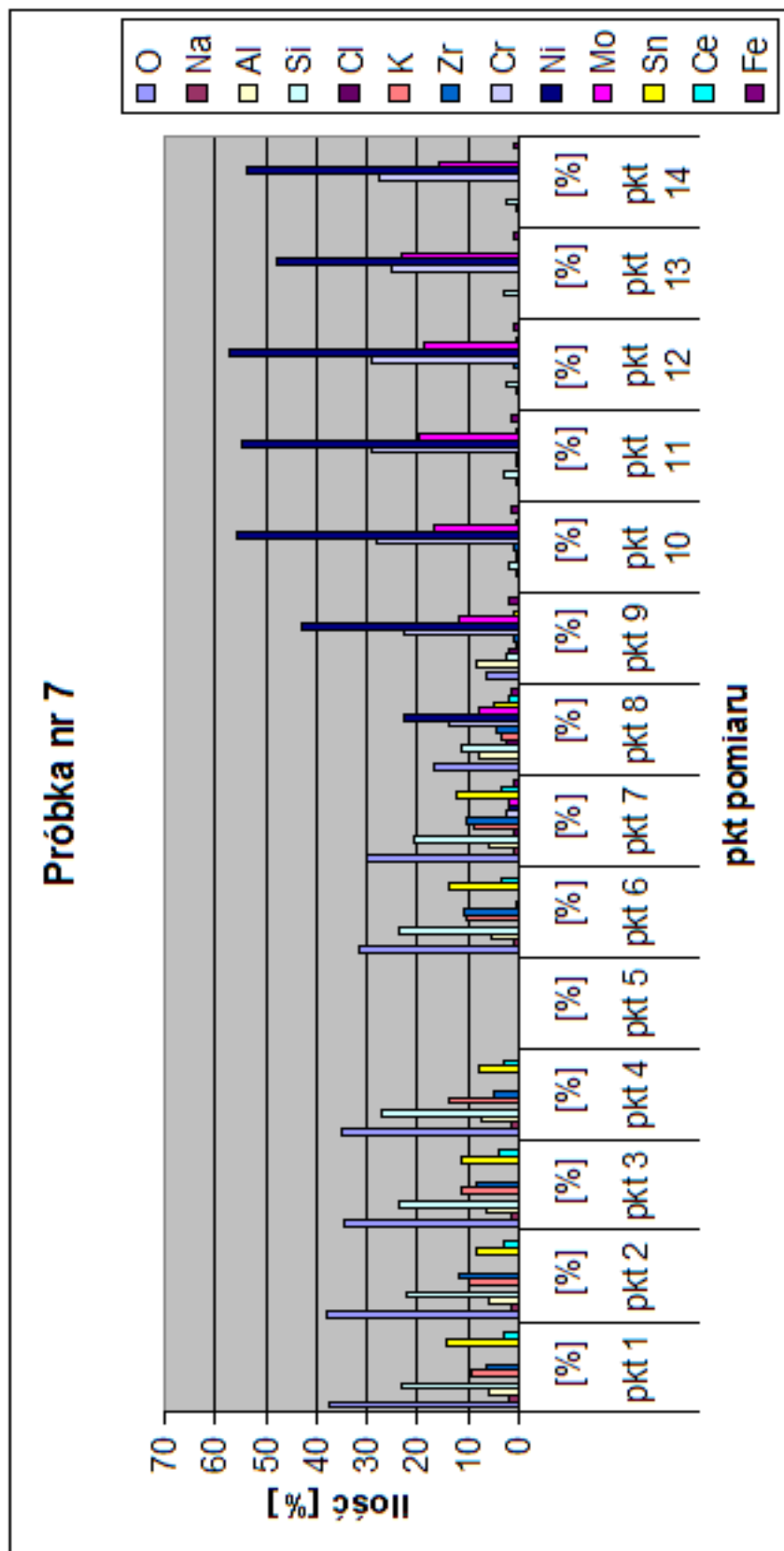
Ryc. 68. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 7 wraz z analizą jakościową



Ryc. 69. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 8 wraz z analizą jakościową



Ryc. 70. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 12 wraz z analizą jakościową



Wykres 7. Analiza ilościowa w próbce “K”

Pkt 7 i 8 to punkty w których występują wszystkie analizowane pierwiastki, pierwiastki z warstwy ceramicznej, metalicznej oraz na granicy połączenia metalu i ceramiki. Punkty 7 i 8 są to punkty analizy występujące na granicy połączenia metalu z ceramiką.

Stopniowe zanikanie pierwiastka O, ostateczne zanikanie w pkt. 9 czyli w miejscu ostatniego pkt. Analizy połączenia metalu z ceramiką.

Cl występuje wyłącznie na granicy połączenia metalu z ceramiką, wydziela się w granicy połączenia metalu z ceramiką- w pkt. 7,8,9,10, ilość waha się w granicach od 0,55 (w pkt 10 do 2,32 w granicy ścisłego połączenia- w pkt. 8).

Mo, Ni i Fe zaczyna dyfundować na granicy połączenia metalu z ceramiką w pkt. 7, wartości, które wydzielają się to Mo- 1,71 % oraz Ni- 1,86%, Fe- 0,87%.

Brak analizy punktowej w pkt 5.

5. DYSKUSJA

Ostateczna trwałość połączenia ceramiki dentystycznej ze stopami metali jest wypadkową wielu czynników do których należą między innymi: warstwa tlenków powstających na powierzchni stopu w wyniku procesu oksydacji, mikroretencyjne zagłębienia wytworzone podczas obróbki strumieniowo – ścierniej, odpowiednio dobrane współczynniki rozszerzalności cieplnej obu materiałów, skład chemiczny ceramiki i stopu metalu, sposób topienia i odlewania metalu, masa osłaniająca o określonych parametrach dla każdego rodzaju stopu oraz właściwie przeprowadzony proces wygrzewania i studzenia formy odlewniczej.

Przeprowadzone w tej rozprawie badania wpływu temperatury wygrzewania oraz sposobu chłodzenia formy odlewniczej na wytrzymałość połączenia ceramiki dentystycznej VMK Master ze stopem chromowo – niklowym Strabond Ni wykazały, że najwyższe wartości naprężenia stycznego uzyskano dla próbek grupy kontrolnej „K” – wygrzewanej i chłodzonej zgodnie z zaleceniami. Zarejestrowane wartości przewyższały od 21% do 47% wartości uzyskane w grupach kontrolnych i różniły się od nich w sposób wysoce istotny statystycznie. Jak już podano w poprzednim rozdziale wynosiły one odpowiednio dla grupy „K” – 24,01 MPa, grupy „E-1s” 17,87 MPa, grupy „E-1w” – 19,10 MPa, grupy „E-2s” – 16,75 MPa, grupy „E-2w” -18,85 MPa, grupy „E-3s” – 12,73 MPa i grupy „E-3w” 15,62 MPa.

Podobne wartości naprężenia stycznego do zarejestrowanych w grupie kontrolnej (K – 24,10 MPa) uzyskali w swych badaniach Sipahi i Özcan (69) dla połączenia stopu chromowo – niklowego Remanium CS z ceramiką Ceramko II (25,30 MPa), Aladağ i wsp.(2) dla połączenia stopu chromowo – niklowego Wiron 99 z ceramiką Vita VMK 95 (25,40 MPa),

Milczewski i wsp. (49) dla połączenia stopu srebro – palladowego Pors-on 4 z ceramiką Vita VMK – 68 (24,11 MPa) oraz Hamouda i wsp. (25) dla połączenia stopu chromowo – niklowego Ceraplus z ceramiką Vita VMK N 95 (21,70 MPa). Natomiast wyższe wartości niż autorka rozprawy uzyskali Almilhatti i wsp. (4) dla połączenia stopu chromowo – niklowego Wiron 99 z ceramiką Noritake EX – 3 (42,90 MPa), Prado i wsp. (55) dla połączenia stopu Wiron 99 z ceramiką Noritake (32,93 MPa) oraz Wood i wsp. (80) dla połączenia stopu złoto – palladowego Encore z ceramikami Vita 900 (30,37 MPa) i Ceramco 3 (31,43 MPa). Jednak w tych przypadkach występujące różnice w wartościach naprężenia stycznego mogą wynikać z odmiennej metodyki przeprowadzonych badań oraz odmiennego składu chemicznego ocenianych ceramik i stopów dentystycznych.

Uzyskane w badaniach wytrzymałościowych wartości naprężenia stycznego dla próbek grup eksperymentalnych „E-1s” i „E-1w” oraz „E-2s” i „E-2w” nie różniły się pomiędzy sobą w sposób istotny statystycznie, natomiast istotne różnice zaobserwowano między grupami „E-3s” i „E-3w”. W przypadku grup doświadczalnych, w których proces studzenia formy odlewniczej został wydłużony zarejestrowano wyższe o 7,4% - 18,5% wartości wytrzymałości połączenia ceramiki VMK Master ze stopem chromowo – niklowym Strabond Ni, w porównaniu z grupami w których proces schładzania przebiegał w sposób szybki. Wartości wytrzymałości połączenia ocenianej ceramiki i stopu dentystycznego w grupach o prawidłowym cyklu wygrzewania (E-1s – 17,87 MPa, E-1w – 19,10 MPa) oraz niedogranych (E-2s – 16,75 MPa, E-2w – 18,85 MPa) z wydłużonym lub skróconym czasem chłodzenia były porównywalne z wynikami jakie uzyskali Sipahi i Özcan (69) dla połączenia stopu chromowo – niklowego Remanium CS z ceramikami Vita VMK (18,20 MPa), Finesse (18,40 MPa), IPS d.SIGN (15,40 MPa), Matchmaker (15,40 MPa) oraz Prado i wsp. (56) dla połączenia stopu chromowo – kobaltowego Verabond z ceramiką Duceram (16,31 MPa).

Analizując wyniki własnych badań wytrzymałościowych przeprowadzonych przy pomocy testu na ścinanie, należy stwierdzić, że uzyskane wartości naprężenia stycznego połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – kobaltowym, korelują z wynikami badań mikrotwardości powierzchni stopu, przy zastosowaniu odmiennych technik wygrzewania i schładzania formy odlewniczej. W przypadku próbek grupy kontrolnej „K” (wygrzewanych i schładzanych zgodnie z zaleceniami) uzyskano najwyższą średnią mikrotwardość w skali Vickersa wynoszącą 220,500 HV, co odpowiada wartościom określonym przez producenta poddanego ocenie stopu. Uzyskane wartości różniły się istotnie statystycznie od wszystkich grup eksperymentalnych. Nieco niższe wartości zarejestrowano dla grup „E-1s i E-1w” (prawidłowe wygrzewanie formy odlewniczej) zarówno szybko jak i wolno schładzanych dla których średnia mikrotwardość wynosiła odpowiednio 204,167 HV (E-1s) oraz 210,167 HV (E-1w). Dla próbek grup „E-2s i E-2w” (niedogrzanie masy osłaniającej w formie odlewniczej) schładzanych szybko (E-2s) i wolno (E-2w) zarejestrowano wartości 200,167 HV i 183,000 HV, natomiast dla grupy „E-3s” (przegrzanie i szybkie schładzanie) 185,333 HV i „E-3w” (przegrzanie i wolne studzenie) 188,500 HV.

Średnie wartości mikrotwardości uzyskane dla grup E-1s i E-1w (prawidłowy proces wygrzewania) oraz grupy o przedłużonym procesie schładzania (E-1w, E-3w) były wyższe od wartości uzyskanych dla grup, w których cykl chłodzenia formy odlewowej przebiegał szybko (E-1s, E-3s). W procesie stygnięcia płynnego stopu metalu na jego powierzchni tworzą się ośrodki krystalizacji powiększające się w trzech kierunkach przestrzennych, co w efekcie prowadzi do powstania kryształów, których ilość i wielkość jest uzależniona nie tylko od składu chemicznego stopu, lecz również od szybkości chłodzenia oraz obecności wtrąceń niemetalicznych (46). W przypadku wolnego stygnięcia powstaje duża ilość ośrodków krystalizacji, która warunkuje korzystne właściwości mechaniczne, w tym wyższą twardość, co miało miejsce w przypadku grup „K”, „E-1” i „E-3”. Natomiast wyższe wartości

mikrotwardości zarejestrowane dla grupy „E-2s” (200,167 HV) – szybko chłodzonej - w porównaniu do grupy „E-2w” (183,000 HV) – przedłużony czas chłodzenia - jest najprawdopodobniej związany z niewystarczającym wygrzaniem formy odlewniczej. Proces szybkiego chłodzenia powoduje, że liniowa szybkość krystalizacji wzrasta wolniej w porównaniu z szybkością zarodkowania, co prowadzi do powstania struktury drobnoziarnistej. W tym przypadku przywrócenie prawidłowej budowy wewnętrznej jest możliwe poprzez przeprowadzenie tzw. procesy rekrytalizacji, który polega na ogrzaniu metalu do temperatury 0 100° C niższej od temperatury solidus, a więc temperatury w której ciekły stop w całości przechodzi w stan stały (43, 46). Z reguły temperatura rekrytalizacji jest osiągnięta podczas procesu oksydacji, który ma za zadanie wytworzenie na powierzchni stopu warstwy tlenków odpowiedzialnych za połączenie chemiczne z ceramiką dentystyczną. Lin i wsp. (39) oceniali wpływ procesu oksydacji na mikrotwardość, mikrostrukturę oraz odporność na korozję dwóch rodzajów stopów chromowo – niklowych, z których Litecast zawierał w swym składzie nikiel, chrom, molibden i beryl, a NPXIII nikiel, chrom, molibden i tytan. W przypadku stopu Litecast proces oksydacji spowodował wzrost mikrotwardości z wartości 138,5 HV (przed oksydacją) do 149,3 HV (po oksydacji). Natomiast odmienna sytuacja miała miejsce w przypadku stopu NPXIII gdzie nastąpił spadek mikrotwardości z wartości 354,5 HV (przed oksydacją) do 281,2 HV (po oksydacji). Zdaniem autorów nastąpiło to najprawdopodobniej ze względu na obecność w składzie stopu tytanu, który jest metalem bardzo wrażliwym na gwałtowne i wysokie zmiany temperatury, które mają miejsce podczas procesu oksydacji.

Weryfikacja uzyskanych wyników badań mikrotwardości stopu chromowo – niklowego, w zależności od sposobu wygrzewania i studzenia formy odlewniczej jest niezwykle trudna, ponieważ w dostępnej literaturze brak jest badań o podobnym charakterze.

Uzupełnienia ceramiczno – metalowe są konstrukcjami protetycznymi, które pomimo, że tworzą funkcjonalną całość, to jednak materiały bazowe zachowują nadal swoje odrębne właściwości mechaniczne oraz fizyko – chemiczne. Dlatego badania makro i mikroskopowe oraz analiza składu chemicznego pierwiastków obu substratów na granicy międzyfazowej pozwalają na właściwą ocenę jakości zaistniałego połączenia strukturalnego. Wykonane przez autorkę rozprawy obserwacje zglądów poprzecznych połączenia ceramiki dentystycznej ze stopami chromowo – niklowym i chromowo – kobaltowym wykazują, że w obrębie granicy międzyfazowej ma miejsce wędrówka jonów poszczególnych pierwiastków wchodzących w skład omawianych materiałów. Podobne obserwacje poczynili również Al. Jabbari i wsp. (3) badając połączenie strukturalne pomiędzy ceramiką dentystyczną i złotem galwanicznym. Al. Jabbari i wsp. (3), doszli również do wniosku, że wzajemna dyfuzja jonów pomiędzy obu substratami na powierzchni międzyfazowej jest głównym czynnikiem odpowiedzialnym za właściwe połączenie ceramiki dentystycznej ze złotem galwanicznym, a nie mikroretencyjne zagłębienia jak niektórzy autorzy uważali do niedawna.

W procesie oksydacji na powierzchni stopów dentystycznych powstaje warstwa tlenków metali, która zapewnia połączenie chemiczne z ceramiką dentystyczną. W zależności od rodzaju stopu jej grubość może się zmieniać w nieznacznym zakresie, jednak zawsze składa się z dwóch warstw, z których pierwsza o grubości poniżej 15 μm ściśle przylega do powierzchni stopu, natomiast druga (o grubości powyżej 15 μm) jest związana luźno z podłożem i powinna być usunięta podczas wypalania ceramiki opakerowej (47, 59). Przeprowadzona przez autorkę rozprawy analiza widm energodispersyjnych połączenia stopu chromowo – niklowego z ceramiką dentystyczną wykazała, że w przypadku próbek grupy kontrolnej „K” (prawidłowe wygrzewanie i chłodzenie) składowe stopu, którymi są nikiel, chrom, molibden i żelazo dyfundują na głębokość około 5 – 10 μm (punkty 5 i 6) w głąb warstwy ceramicznej, co odpowiada prawidłowej grubości wytworzonej warstwy

oksydacyjnej. Analogiczna sytuacja miała miejsce w przypadku próbek grup „E1-s” (prawidłowe wygrzewanie – szybkie chłodzenie), „E1-w” (prawidłowe wygrzewanie wolne chłodzenie) i „E2-s” (niedogrzanie – szybki chłodzenie), natomiast w pozostałych grupach eksperymentalnych („E2-w”, „E3-s”, E3-w”) dyfuzja jonów niklu, chromu i molibdenu następowała do punktów 4 i 5 (20 – 40 μm), bądź tak jak w przypadku żelaza do punktu 2 (80 μm , próbka „E3-s”) lub braku tego pierwiastka w analizowanym obszarze (próbki „E2-w” i „E3-w”). Można więc przypuszczać, że w tych przypadkach grubość warstwy oksydacyjnej była większa niż 15 μm , co mogło utrudniać uzyskanie prawidłowego połączenia pomiędzy obu substratami. Powyższe sugestie wydają się potwierdzać uzyskane wyniki badań wytrzymałościowych. Na wszystkich analizowanych obrazach widm energodispersyjnych nie stwierdzono obecności węgla, który jest składnikiem badanego stopu (< 1%). Węgiel jest z reguły dodawany w śladowych ilościach zarówno do stopów chromowo – niklowych jak chromowo – kobaltowych, w celu poprawienia właściwości mechanicznych oraz stabilizacji fazy γ , która podnosi kowalność stopów. Podobne obserwacje jak autorka rozprawy poczynili również Henriques i wsp. (29), którzy analizowali wpływ sposobów wykonania podbudowy ze stopu chromowo – niklowego na jego mikrostrukturę, twardość oraz odporność korozyjną. Jedynym pierwiastkiem, który występował we wszystkich analizowanych punktach widma energodispersyjnego był krzem, który jest składnikiem zarówno stopu Starbond Ni, ceramiki VMK Master jak i masy ślaniającej Ballavest T. Zawartość około 1,80% zaobserwowane w punktach 13 i 14 odpowiadają ilości tego pierwiastka w składzie stopu. Natomiast glin, który nie jest składnikiem badanego stopu występował we wszystkich analizowanych punktach poddanych ocenie próbek, z wyjątkiem grupy „E3-s” w której był obecny jedynie w punktach od 1 do 8. Wydaje się, że głębokość 80 – 100 μm na której występowały jony glinu nie jest związana z jego dyfuzją do warstwy metalicznej z ceramiki (w skład której wchodzi), lecz najprawdopodobniej pierwiastek ten, został wbudowany w powierzchniowe warstwy stopu

chromowo - niklowego podczas procesu obróbki strumieniowo – ścierniej, która została wykonana tlenkiem glinu o średnicy ziarna 110 μm . Podobne spostrzeżenia poczynili Saini i wsp. (65), którzy przy pomocy widma energodispersyjnego analizowali wpływ temperatury wypalania ceramiki na jakość połączenia ze stopem chromowo – niklowym.

Wykonane przy pomocy mikroskopu metalograficznego badania mikrostruktury połączenia ceramiki VMK Master ze stopem Strabond Ni w powiększeniach x 25, x 100, x 500 i x 1000 wykazały, że w przypadku próbek grupy kontrolnej („K”) nastąpiło prawidłowe połączenie obu materiałów bez jakichkolwiek anomalii strukturalnych. W przypadku próbek grup prawidłowo wygrzewanych, a następnie szybko lub wolno chłodzonych („E1-s”, „E1-w”) zaobserwowano drobne porowatości i pęknięcia wewnątrz materiału ceramicznego oraz brak ciągłości struktury metalicznej na granicy połączenia obu materiałów. Zaburzenia o podobnym charakterze miały miejsce również na analizowanych obrazach pozostałych grup eksperymentalnych („E2-s”, „E2-w”, „E3-s”, „E3-w”). Ponadto w grupie „E2-w” (niedogrzenie i wolne chłodzenie) w powiększeniu x 500, zaobserwowano brak ciągłości w warstwie opakera, co skutkowało przenikaniem do tego obszaru żywicy epoksydowej użytej do inkludowania zglądu.

a.) WNIOSKI

Na podstawie uzyskanych wyników badań oraz przeprowadzonej analizy statystycznej można sformułować następujące wnioski:

1. Wytrzymałość połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym ulega obniżeniu przy zbyt wysokiej lub zbyt niskiej temperaturze wygrzewania formy odlewniczej oraz przy wydłużeniu lub skróceniu procesu jej schładzania.
2. Twardość dentystycznego stopu chromowo – niklowego w znaczący sposób się obniża przy odmiennym od zalecanego procesie wygrzewania oraz schładzania formy odlewniczej.
3. Proces zbyt gwałtownego chłodzenia prowadzi do zwiększonej adsorpcji zanieczyszczeń przez krzepnący stop, natomiast wydłużone schładzanie przyczynia się do powstania większej ilości porowatości.
4. Sposób chłodzenia formy odlewniczej ma wpływ na powstanie struktury grubo lub drobnoziarnistej ocenianego stopu, w oparciu o badania metalograficzne makro- i mikroskopowe.
5. Struktura połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym ma charakter dyfuzyjny, niezależnie od sposobu wygrzewania i chłodzenia formy odlewniczej na co wskazuje analiza widm energodispersyjnych.

b.) STRESZCZENIE

Celem przeprowadzonych badań była próba określenia wpływu odmiennego sposobu wygrzewania i chłodzenia masy osłaniającej na ocenę wytrzymałości połączenia ceramiki dentystycznej z podbudową metalową, mikrotwardość stopu chromowo - niklowego oraz charakter połączenia strukturalnego ceramiki dentystycznej z podbudową metalową.

W tym celu przeprowadzono badania wytrzymałościowe (test na ścinanie), metalograficzne mikro- i makroskopowe, mikroanalizę rentgenowską oraz badania mikrotwardości metodą Vickersa.

Proces wygrzewania oraz chłodzenia formy odlewniczej w przypadku grupy kontrolnej (K) przeprowadzono zgodnie z zaleceniami producenta. W przypadku grup eksperymentalnych E-1s i E-1w wygrzewanie formy odlewniczej przebiegało zgodnie z zaleceniami producenta, natomiast proces studzenia był skrócony poprzez umieszczenie form w wodzie o temperaturze pokojowej (grupa E-1s) lub wydłużony (grupa E-1w) poprzez chłodzenie w piecu, do momentu całkowitego wystygnięcia. W grupach E-2s i E-2w wygrzewanie form odlewniczych polegało na ich niedogrzeniu, natomiast studzenie przebiegało analogicznie jak w przypadku grup E-1s i E-1w. W grupach E-3s i E-3w wygrzewanie form polegało na ich przegrzaniu, a proces studzenia przebiegał według schematu identycznego jak w pozostałych grupach eksperymentalnych.

Do badań wytrzymałościowych siły połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym wykonano próbki metalu w kształcie prostokąta o wymiarach 15 x 30 x 0,6 mm, na które napalano ceramikę dentystyczną w kształcie walca o wymiarach 0,5 x 04mm.

Do badania mikrotwardości użyto próbek stopu metalu wykonanych w sposób analogiczny jak do badań wytrzymałościowych. Badanie wykonywano bezpośrednio po wykonaniu próbek w punkcie centralnym oraz w pięciu punktach oddalonych o 12,0 mm od ich brzegu.

Próbki do oceny struktury połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym wykonano w formie koron protetycznych - na ząb trzonowy pierwszy lewy żuchwy. Gotowe korony przecinano na pół, z czego połowa posłużyła do badań metalograficznych makroskopowych, a druga do oceny mikroskopowej.

Mikroanalizę rentgenowską wykonano na zainkludowanych zgładach metalograficznych, które stanowiły próbki do oceny makro i mikroskopowej.

Uzyskane wyniki badań wytrzymałościowych oraz mikrotwardości poddano analizie statystycznej, celem porównania uzyskanych wartości w zależności od zastosowanej obróbki cieplnej oraz sposobu chłodzenia stopu.

Przeprowadzone w tej rozprawie badania wpływu temperatury wygrzewania oraz sposobu chłodzenia formy odlewniczej na wytrzymałość połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym wykazały, że najwyższe wartości naprężenia stycznego uzyskano dla próbek grupy kontrolnej „K” – wygrzewanej i chłodzonej zgodnie z zaleceniami. Zarejestrowane wartości przewyższały od 21% do 47% wartości uzyskane w grupach kontrolnych i różniły się od nich w sposób wysoce istotny statystycznie.

Uzyskane w badaniach wartości naprężenia stycznego dla próbek grup eksperymentalnych „E-1s” i „E-1w” oraz „E-2s” i „E-2w” nie różniły się pomiędzy sobą w sposób istotny statystycznie, natomiast istotne różnice zaobserwowano między grupami „E-3s” i „E-3w”. W przypadku grup doświadczalnych, w których proces studzenia formy

odlewniczej został wydłużony zarejestrowano wyższe o 7,4% - 18,5% wartości wytrzymałości połączenia ceramiki ze stopem chromowo – niklowym w porównaniu z grupami w których proces schładzania przebiegał w sposób szybki.

Analizując wyniki badań wytrzymałościowych przeprowadzonych przy pomocy testu na ścinanie, należy stwierdzić, że uzyskane wartości naprężenia stycznego połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – kobaltowym, korelują z wynikami badań mikrotwardości powierzchni stopu, przy zastosowaniu odmiennych technik wygrzewania i schładzania formy odlewniczej. W przypadku próbek grupy kontrolnej „K” (wygrzewanych i schładzanych zgodnie z zaleceniami) uzyskano najwyższą średnią wartość mikrotwardości w skali Vickersa. Uzyskane wartości różniły się istotnie statystycznie od wyników zarejestrowanych dla wszystkich grup eksperymentalnych.

Na podstawie uzyskanych wyników badań oraz przeprowadzonej analizy statystycznej można sformułować następujące wnioski:

1. Wytrzymałość połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym ulega obniżeniu przy zbyt wysokiej lub zbyt niskiej temperaturze wygrzewania formy odlewniczej oraz przy wydłużeniu lub skróceniu procesu jej schładzania.
2. Twardość dentystycznego stopu chromowo – niklowego w znaczący sposób się obniża przy odmiennym od zalecanego procesie wygrzewania oraz schładzania formy odlewniczej.
3. Proces zbyt gwałtownego chłodzenia prowadzi do zwiększonej adsorpcji zanieczyszczeń przez krzepnący stop, natomiast wydłużone schładzanie przyczynia się do powstania większej ilości porowatości.

4. Sposób chłodzenia formy odlewniczej ma wpływ na powstanie struktury grubo lub drobnoziarnistej ocenianego stopu, w oparciu o badania metalograficzne makro- i mikroskopowe.

5. Struktura połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo – niklowym ma charakter dyfuzyjny, niezależnie od sposobu wygrzewania i chłodzenia formy odlewniczej na co wskazuje analiza widm energodispersyjnych.

c.) SUMMARY

The aims of this study was to determine the influence of investment burnout temperatures and cooling techniques on the bond strength and micro hardness of metal-ceramic dental restorations.

Laboratory experiments consisted of a shear strength test, micro and macro metallographic examination, energy-dispersive X-ray spectroscopy as well as a vickers micro hardness test.

The burnout and cooling of the investments for the (K) control group was carried out according to the manufacturers recommendations. The E-1s, E-1w investment material experimental groups were also subjected to a burnout procedure performed in accordance with the manufacturers recommendations, however the investments were cooled at an accelerated rate with water room temperature water (E-1s) and for experimental group (E-1w) the cooling rate was extended by placing the investment in an oven until cool. The test groups E-2s, E-2w were prepared by performing an incomplete burn out cycle followed by a cooling process as described for groups E-1s, E-1w. The E-3s and E-3w test groups were prepared by overheating the samples during the burnout process followed by a cooling stage as described above for the experimental groups.

In order to determine the bond strength between the dental ceramic and the Cr-Ni alloy, a series of rectangular 15 x 30 x 0,6 mm plates were prepared onto which cylindrically shaped 0,5 x 04mm dental ceramic was fused .

The micro hardness tests were performed on samples prepared in the same way as for the bond strength tests. The micro hardness was determined right after preparing the test samples. The micro hardness was determined by analyzing the center of the samples as well as 5 other 12,0 distanced points.

In order to determine the characteristics of the bond between the dental ceramic and the Cr-Ni alloy, a series of mandibular left first molar crowns were cast. The dental crowns were next cut in half of which half was used for the metallographic microscopic analysis and the remainder half for the macroscopic analysis.

An x-ray micro analysis was performed, and a statistical analysis was performed for all values including the mechanical strength tests and the micro hardness in order to allow for an accurate comparison of different burnout and cooling stages of the investments.

The maximum obtained shear stress values were obtained for the control group „K” – by preparing the investment according to the manufacturers recommendations. The results obtained for the K control group were from 21% to 47% higher than those obtained in the control groups with a statistically significant difference.

The shear stress values for the experimental groups „E-1s” i „E-1w” and „E-2s” and „E-2w” did not resemble a statistically significant difference when compared with the „E-3s” i „E-3w” groups. The results for the experimental groups which consisted of investments subjected to an accelerated cooling technique show a 7,4% - 18,5% increase in bond strength between the dental ceramic and the Cr-Ni alloy when compared to other test groups in which the cooling process was accelerated.

Based on the results of the shear strength tests, it was concluded that the obtained shear stress values for the fused metal-ceramic samples appear consistent with those obtained

from the micro hardness tests. The control group „K” consisting of investments prepared according to the manufacturers recommendations yielded the highest average micro hardness according to the vickers scale with results.

Based on the statistical data obtained from the test results the following conclusions have been established :

1. Both excessively high and low burnout temperatures as well as the length of cooling rate of the investment has a significant influence on the durability of the bond between dental ceramic and the Cr-Ni alloy.

2. The micro hardness of Cr-Ni alloys is reduced when not adhering to the manufacturer recommended burnout and cooling rates.

3. Rapid cooling of the investment material leads to an increase in impurity adsorption by the solidifying alloy.

4. The macro and micro analysis has shown that the cooling rate of the casting form has an influence on the surface roughness of the cast alloy.

5. The energy-dispersive X-ray spectroscopy tests have indicated that the fusing of dental ceramic to Cr-Ni alloys occurs as a result of diffusion regardless of heating or cooling rates of the investment casting.

9. PIŚMIENNICTWO

1. Abu Hassan M.I., Glyn J.C., Hallsworth A.S.: Porosity determination of cast investment by a wax - infiltration technique. *J. Dent.*, 1989, 17, 195-198.
2. Aladağ A., Çömlekoğlu M.E., Dúngör M.A., Artun C.: Effects of soldering and laser welding on bond strength of ceramic to metal. *J. Prosthet. Dent.*, 2007, 97, 141-149.
3. Al. Jabbari Y.S., Barbagadaki X., Al Wazzan K.A., El Danaf E.A., Eliades G., Zinelis S.: Shear bond strength and characterization of interfaces between electroformed gold substrates and porcelain. *Mater. Chem. Phys.*, 2013, 137, 825-833.
4. Almilhatti H.J., Giampaolo E.T., Vergani C.E., Machado A.L., Panvarina A.C.: Shear bond strength of aesthetic materials bonded to Ni-Cr alloy. *J. Dent.*, 2003, 31, 205-211.
5. Atwood R.C., Lee P.D., Curtis R.V.: Modeling the surface contamination of dental titanium investment casting. *Dent. Mater.*, 2005, 21, 178-186.
6. Bedi A., Michalakis K.X., Hirayama H., Stark P.C.: The effect of different investment techniques on the surface roughness and irregularities of gold palladium alloy casting. *J. Prosthet. Dent.*, 2008, 99, 282-286.
7. Belli R., Guimares J.C., Lohbauer U., Baratieri L.N.: O kruchości ceramiki: dlaczego ulega uszkodzeniom. *Quintessence TD*, 2010, 60-72.
8. Blackman R.B.: Evaluation of the dimensional changes and surface roughness of gold crowns cast with rapidly prepared phosphate-bonded investment: A pilot study. *J. Prosthet. Dent.*, 2000, 83, 187-193.
9. Błaszczak D., Mielnik- Błaszczak M.: *Ceramika dentystyczna. Ekoinżynieria*, Lublin 1998

10. Brantley W.A., Eliades T.: Materiały ortodontyczne w ujęciu naukowym i klinicznym. Czelej, Lublin 2003
11. Canay S., Hersek N., Ciftci Y., Akca K.: Comparison of diametral tensile strength of microwave and oven-dried investment materials. *J. Prosthet. Dent.* 1999, 82, 286—290.
12. Chew C.L., Land M.F., Thomas C.C., Norman R.D.: Investment strength as a function of time and temperature. *J. Dent.*, 1999, 27, 297-302.
13. Combe E.C.: Wstęp do materiałoznawstwa stomatologicznego. Sanmedica, Warszawa 2007.
14. Conrad H.J., Seong W., Pesun I.J.: Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. *J. Prosthet. Dent.* 2007, 98, 398-404.
15. Creig R.G.: Materiały stomatologiczne. Urban & Partner, Wrocław 2008.
16. Dejak B., Kacprzak M., Suliborski B., Śmielak B.: Struktura i niektóre właściwości ceramiki dentystycznych stosowanych w uzupełnieniach pełnoceramicznych w świetle literatury. *Protet. Stomatol.*, 2006, 56, 471-477.
17. Eliopoulos D., Zinelis S., Papadopoulos T.: The effect of investment material type on the contamination zone and mechanical properties of commercially pure titanium. *J. Prosthet. Dent.*, 2005, 94, 539-548.
18. Earnshaw R.: The compressive strength of gypsum – bonded investments at high temperatures. *Aust. Dent. J.*, 1969, 14, 264-268.
19. Ferreira A.R., Adabo G.L., Philo O.P., Soares da Rocha R.S., Fonesca R.G.: Evaluation of the thermal shrinkage of titanium and the setting and thermal expansion of phosphate-bonded investments. *J. Prosthet. Dent.*, 2007, 98, 24-29.
20. Ferreira P.A.R., Nogueira F., Faira R.R., Garcia F. R., Luis A.G.: Improvement to the marginal coping fit of commercially pure titanium cast in phosphate-bonded investment by using a simple pattern coating technique. *J. Prosthet. Dent.* 2012, 108, 51-57.

21. Fischer J., Zbären C., Stawarczyk B., Hämmerle C.H.F.: The effect of thermal cycling on metal – ceramic bond strength. *J. Dent.*, 2009, 37, 549-553.
22. Gołębiewska M.: *Materiałoznawstwo protetyczne*. Akademia Medyczna w Białymstoku, Białystok 2003.
23. Goodacre C.J., Barnal G., Rungcharassaeng K., Kan J.Y.K.: Clinical complication in fixed prosthodontics. *J. Prosthet. Dent.* 2003, 90, 31 – 41.
24. Hajduga M., Zdziech T.: Analiza połączenia protetycznego metal-ceramika. *Aktualne Problemy Biomechaniki*. 2008, 2, 71-78.
25. Hamouda I.M., El-Waseffy N.A., Hasan A.M., El-Falal A.A.: Evaluation of an experimental dental porcelain. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 2010, 3, 610-618.
26. Hasti A., Patil N.P.: Investigation of marginal fit and surface roughness of crowns, due to different bench set and different burnout temperature using base metal alloy. *J. Indian Prosthodont. Soc.*, 2010, 10, 154-159.
27. Henriques B., Soares D., Silva F.S.: Microstructure, hardness, corrosion resistance and porcelain shear bond strength comparison between cast and hot pressed CoCrMo alloy for metal-ceramic dental restorations. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, 2012, 12, 83-92.
28. Hero H., Waarli M.: Effect of vacuum and super temperature on mold filling during casting. *Scand. J. Res.*, 1991, 99, 55-59.
29. Hsu H.C., Kikuchi H., Yen S.K., Nishiyama M.: Evaluation of different bonded investments for dental titanium casting. *J. Mater. Sci.*, 2005, 16, 821-825.
30. Johnson A., Winstanley R.B.: Air-bubble entrapment as affected by invest technique, pattern angle, and use of a surface tension-reduction agent. *Int. J. Prosthodont.*, 1994, 7, 35-42.

31. Johnson A., van Noort R., Hatton P.V., Walsh J.M.: The effect of investment material and ceramming regime on the surface roughness of two castable glass-ceramic materials. *Dent. Mater.*, 2003, 19, 218-225.
32. Jokstad A.: A systematic review of the survival and complication rates of fixed partial dentures after an observation period of at least 5 years, III. Conventional FPDs. *Clin. Implants Res.*, 2004, 15, 654-666.
33. Juszczuk A.S., Radford D.R., Curtis R.V.: The influence of handling technique on the strength of phosphate-bonded investments. *Dent. Mater.*, 2000, 16, 26-32.
34. Juszczuk A.S., Radford D.R., Curtis R.V.: Sensitivity of a disc rupture strength test to air bubble pores in phosphate-bonded investment materials at elevated temperatures. *Dent. Mater.*, 2002, 18, 255-262.
35. Juszczuk A.J., Radford D.R., Curtis R.V.: Deformation of phosphate-bonded investment materials at elevated temperatures. *Dent. Mater.*, 2007, 23, 579-585.
36. Kang M.S., Ercoli C., Galindo D.F., Graser G.N., Moss M.E., Tallents R.H.: Comparison of the load at failure of soldered and non soldered porcelain-fused-to-metal crowns. *J. Prosthet. Dent.*, 2003,90,235-240.
37. Klewski M., Sułkowski M., Wojtaszek E.: Materiały korundowe wypalane wiązane krzemionką koloidalną. *Materiały ceramiczne*. 2011, 63, 642-646.
38. Konstantoulakis E., Nakajima H., Woody R.D., Miller A.W.: Marginal fit and surface of crowns made with an accelerated casting technique. *J. Prosthet. Dent.*, 1998, 80, 337-345.
39. Lin H.Y., Bowers B., Wolan J.T., Cai Z., Bumgardner J.D.: Metallurgical surface, and corrosion analysis of Ni-Cr dental casting alloys before and after porcelain firing. *Dent. Mater.* 2008, 24, 378-385.
40. Low D., Mori T.: Titanium full crown casting: thermal expansion of investments and crown accuracy. *Dent. Mater.*, 1999, 15, 185-190.

41. Luk H.W.K., Darvell B.W.: Effect of burnout temperature on strength of phosphate-bonded investmens. *J. Dent.*, 1997, 25, 153-160.
42. Łapińska B.: Połączenie ceramiki dentystycznej z materiałami kompozytowymi. Badania doświadczalne. Rozprawa doktorska. Łódź 2011.
43. Majewski S.: Propedeutyka klinicznej i laboratoryjnej protetyki stomatologicznej. Sanmedica, Warszawa 1997.
44. Majewski S.: Rekonstrukcja zębów uzupełnieniami stałymi. Wydawnictwo Fundacji Rozwoju Protetyki, Kraków 2005.
45. Majewski S.: Nowe technologie wytwarzania stałych uzupełnień zębowych: galwanofoming, technologia CAD/CAM, obróbka tytanu i współczesne systemy ceramiczne. *Protet. Stomatol.*, 2007, 57, 124-131.
46. Majewski S., Pryliński M. : Materiały i technologie współczesnej protetyki stomatologicznej. Czelej, Lublin 2013.
47. Manhart J.: Przegląd uzupełnień protetycznych z pełnej ceramiki: wskazania, możliwości, estetyka. *Mag. Stomat. Estet.*, 2009, 4, 32-55.
48. Mc Lean J.W.: Evolution of dental ceramics in the twentieth centry. *J. Prosthet. Dent.*, 2001, 85, 61-66.
49. Milczewski J., Scolaro F. : Bonding ceramic to metal: A comparision using shear tests. *Rev. Fac. Odontol.*, 2002, 10, 57-62.
50. Morey E.F., Earnshaw R.: The effect of potential investment expansion and hot strength on the fit of full-crown casting made with a gypsum-bonded investment. *Dent. Mater.* 1995, 11, 311-316.
51. Nogueira F., Grassi F.L.M., Garcia F. R., Luis A.G.: The influence of short-heating-cycle investment on the quality of commercially pure titanium casting. *J. Prosthet. Dent.*, 2010, 104, 265-272.

52. O'Brien W.J.: Dental materials and their selection. 3rd ed., Quintessence, Chicago 2002.
53. Oliveira P.C., Adabo G.L., Ribeiro R.F., Rocha S.S.: The effect of mold temperature on castability of CP Ti and Ti-6Al-4V casting into phosphate bonded investment materials. *Dent. Mater.*, 2006, 22, 1098-1102.
54. Papadopoulos T., Axelsson M.: Influence of heating rate on thermal expansion of dental phosphate – bonded investment material. *Scand. J. Dent. Res.*, 1990, 98, 60-65.
55. Partyka P., Hajduga M.: Ocena strukturalna wybranych stopów Cr-Ni na podstawie badań metalograficznych. *Aktualne Problemy Biomechaniki*. 2008, 2, 123-128.
56. Prado A., Panzeli H.N., Neto A.J.F.: Shear bond strength of dental porcelains to nickel-chromium alloys. *Braz. Dent. J.*, 2005, 16, 2020-206.
57. Prylińska-Czyżewska A.: Wpływ sposobów przygotowania podbudowy cyrkonowej na siłę wiązania ze szkliwem i zębina przy zastosowaniu różnych cementów. *Rozprawa Doktorska*, Poznań 2011.
58. Pryliński M.: *Estetyka biała i czerwona*. Elamed, Katowice 2011.
59. Pryliński M., Limanowska-Shaw H.: Właściwości tytanu i problem nadwrażliwości na ten metal. *Implantoprotetyka*, 2007, 8, 50-51.
60. Pryliński M., Piotrowski P.: Badanie siły wiązania zewnątrzustnych systemów do naprawy uzupełnień ceramiczno – metalowych. *Dental Forum.*, 2008, 36, 23-26.
61. Pryliński M., Sobolewska E., Prylińska A., Frączak B.: Wpływ preparatu Clearfil Ceramic primer na siłę wiązania zewnątrzustnych systemów do naprawy uzupełnień metalowo – ceramicznych. *Mag. Stomat.*, 2010, 20, 22-25.
62. Reza F., Takahashi H., Iwasaki N., Tamaki Y.: Effects of investment type and casting system on permeability and castability of CP titanium. *J. Prosthet. Dent.*, 2010, 104, 114-121.
63. Rosenstiel S.F., Land M.F., Fujimoto J.: *Współczesne protezy stałe*. Wydawnictwo Czelej, Lublin 2002.

64. Sailer I., Pjetursson B.E., Zwahlen M., Hämmerle CH.: A systematic review of the survival and complication rates of all – ceramic and metal – ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clin. Oral Implants Res.* 2007, 3 (suppl), 86 – 96.
65. Saini M., Singh Y., Tripathi A., Singh S.V., Basu B., Chandra S.: Effect of firing temperatures on interface of porcelain fused to metal restorations. *India J. Stomatol.*, 2011,2, 222-226.
66. Schmidseider J. *Stomatologia estetyczna*. Czelej, Lublin 2003.
67. Scrabeck J.G., Eames W.B., Hicks M.J.: Spatulation methods and porosities in investment and compression materials. *J. Prosthet. Dent.*, 1986, 55, 332-334.
68. Siliveira R.R.C., Faria A.E.P, Lapria F.A.C., Paula M.A., Chiarello M.G., Faria R.R.: Effects of different investments and mold temperatures on titanium mechanical properties. *J. Prosthet. Res.*, 2012, 56, 58-64.
69. Sipahi C., Özcan M.: Interfacial shear bond strength between different base metal alloys and five low fusing feldspathic ceramic systems. *J. Dent.*, 2009, 37, 549-553.
70. Soo S., Palmer R., Curtis R.V.: Measurement of the setting and thermal expansion of dental investments used for the superplastic forming of dental implant superstructures. *Dent. Mater.*, 2001, 17, 247-252.
71. Spiechowicz E.: *Protetyka stomatologiczna*. Wydanie VI, PZWL, Warszawa 2010.
72. Strub J.R., Stifler S., Schärer P.: Causes of failure following oral rehabilitation: Biological versus technical factors. *Quintessence Int.* 1988, 19, 215 – 222.
73. Szczyrek P.: Historia zastosowania ceramiki w stomatologii. *Protet. Stomatol.*, 2003, 53, 112-114.
74. Surowska B.: *Biomateriały metalowe oraz połączenie metal – ceramika w zastosowaniach stomatologicznych*. Wydawnictwo Politechniki Lubelskiej, Lublin 2009.

75. Surowska B., Błaszczak M.: Wpływ parametrów wyżarzania na podatność magnetyczną stopu kobaltu. *Inżynieria Biomateriałów*, 2005, 46, 15-17.
76. Tourah A., Moshaverinia A., Chee W.W.: Effects of setting under air pressure on the number of surface pores and irregularities of dental investment material. *J. Prosthet. Dent.*, 2013, article in press.
77. Traini T., Murmura G., Di Lullo N., Caputi S.: Adherence of investment to Au-Pd-Ag alloy using a vacuum-argon pressure casting machine. *Dent. Mater.*, 2003, 19, 732-738.
78. Wajs S.: Wybrane wydarzenia z historii dentystyki. Sanmedica, Warszawa 1994.
79. Watanabe I., Woldu M., Watanabe K., Okabe T.: Effect of casting method on castability of titanium and dental alloys. *J. Mater. Sci. Mater Med.*, 2000, 11, 547-553.
80. Wood M.C., Thompson G.A., Agar J.R.: A comparison of debonding strength of four metal-ceramic systems with and without opaque porcelain. *J. Prosthet. Dent.*, 2007, 97, 141-149.
81. Yu G., Li N., Li Y., Wang Y.: The effects of different types of investments on the alpha-case layer of titanium casting. *J. Prosthet. Dent.*, 2007, 97, 157-164.

a.) SPIS RYCIN

Ryc. 1. Formowanie ceramicznych krążków

Ryc. 2. Próbki przygotowane do badań wytrzymałościowych

Ryc. 3. Mikrotwardościomierz Durimet – 2 K

Ryc. 4. Przecięta na dwie połowy podbudowa odlana ze stopu chromowo-niklowego

Ryc. 5. Olicowana ceramiką podbudowa metalowa

Ryc. 6. Mikroskop stereoskopowy SMZ 168

Ryc. 7. Mikroskop metalograficzny optyczny AXIOIMAGER. M1m

Ryc. 8. Mikroskop metalograficzny optyczny KL1500 LCD

Ryc. 9. Wyniki analizy statystycznej wytrzymałości połączenia, pomiędzy ceramiką dentystyczną a stopem chromowo-niklowym w zależności od sposobu wygrzewania i chłodzenia masy osłaniającej.

Ryc. 10. Graficzne porównanie wyników badania mikrotwardości pomiędzy grupami eksperymentalnymi

Ryc. 11. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy kontrolnej „K”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x

Ryc. 12. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-1s”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x

Ryc. 13. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-1w”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x

Ryc. 14. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-2s”: a) powiększenie 7,5 x, b) powiększenie 20 x

Ryc. 15. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-2w”: a) powiększenie 7,5 x,

b) powiększenie 20 x

Ryc. 16. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-3s”: a) powiększenie 7,5 x,

b) powiększenie 20 x

Ryc. 17. Obraz powierzchni stopu Starbond Ni próbki grupy „E-3w”: a) powiększenie 7,5 x, b)

powiększenie 20 x

Ryc. 18. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy kontrolnej „K”: a) powiększenie 50 x,

powiększenie 100 x , c) powiększenie 200 x

Ryc. 19. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-1s”: a) powiększenie 50 x, b)

powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x

Ryc. 20. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-1w”: a) powiększenie 50 x, b)

powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x

Ryc. 21. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-2s”: a) powiększenie 50 x, b)

powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x

Ryc. 22. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-2w”: a) powiększenie 50 x, b)

powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x

Ryc. 23. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-3s”: a) powiększenie 50 x, b)

powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x.

Ryc. 24. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-3w”: a) powiększenie 50 x, b)

powiększenie 100 x, c) powiększenie 200 x.

Ryc. 25. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy kontrolnej „K”: a) powiększenie 25 x,

b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 26. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-1s”: a) powiększenie 25 x, b)

powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 27. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-1w”: a) powiększenie 25 x, b)

powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 28. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-2s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 29. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-2w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 30. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-3s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 31. Obrazy powierzchni stopu Starbond Ni grupy „E-3w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 32. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „K”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 33. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-1s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 34. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-1w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 35. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-2s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 36. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-2w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 37. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-3s”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 38. Obrazy powierzchni połączenia stopu Starbond Ni z ceramiką VITA VMK Master grupy „E-3w”: a) powiększenie 25 x, b) powiększenie 100 x, c) powiększenie 500 x, d) powiększenie 1000 x

Ryc. 39. Mikrostruktura na granicy warstw ceramicznej i metalicznej, pow. 500x. Punkty 1-14- punkty wykonania analiz, odległości punktów od granicy:

Ryc. 40. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 3 wraz z analizą jakościową

Ryc. 41. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową

Ryc. 42. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 9 wraz z analizą jakościową

Ryc. 43. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 10 wraz z analizą jakościową

Ryc. 44. Mikrostruktura analizowanego fragmentu z punktami wykonania analiz (1-14), pow. 500x

Ryc. 45. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 2 wraz z analizą jakościową

Ryc. 46. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową

Ryc. 47. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 14 wraz z analizą jakościową

Ryc. 48. Mikrostruktura analizowanego fragmentu z punktami wykonania analiz (1-14), pow. 500x

Ryc. 49. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową

Ryc. 50. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 9 wraz z analizą jakościową

Ryc. 51. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 13 wraz z analizą jakościową

Ryc. 52. Mikrostruktura analizowanego fragmentu z punktami wykonania analiz (1-14), pow. 500x

Ryc. 53. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 1 wraz z analizą jakościową

Ryc. 54. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową

Ryc. 55. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 12 wraz z analizą jakościową

Ryc. 56. Analiza fragmentów mikrostruktury na granicy warstwy ceramicznej i metalicznej, pow. 500x

Ryc. 57. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 6 wraz z analizą jakościową

Ryc. 58. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 9 wraz z analizą jakościową

Ryc. 59. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 13 wraz z analizą jakościową

Ryc. 60. Mikrostruktura analizowanego fragmentu z punktami wykonania analiz (1-14), pow. 500x

Ryc. 61. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 2 wraz z analizą jakościową

Ryc. 62. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 6 wraz z analizą jakościową

Ryc. 63. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 7 wraz z analizą jakościową

Ryc. 64. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 9 wraz z analizą jakościową

Ryc. 65. Widmo energodispersyjne (EDS) z punktu 13 wraz z analizą jakościową

Ryc. 66. Mikrostruktura na granicy warstw ceramicznej i metalicznej, pow. 500x

Ryc. 67. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 3 wraz z analizą jakościową

Ryc. 68. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 7 wraz z analizą jakościową

Ryc. 69. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 8 wraz z analizą jakościową

Ryc. 70. Widmo energodispersyjne (EDS) przeprowadzone w punkcie 12 wraz z analizą jakościową

ANEKS

Ryc. 1 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Ryc. 2 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Ryc. 3 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Ryc. 4 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Ryc. 5 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Ryc. 6 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Ryc. 7 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Ryc. 8 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Ryc. 9 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Ryc. 10 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Ryc. 11 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Ryc. 12 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Ryc. 13 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Ryc. 14 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Ryc. 15 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Ryc. 16 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Ryc. 17 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Ryc. 18 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Ryc. 19 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Ryc. 20 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Ryc. 21 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Ryc. 22 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Ryc. 23 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Ryc. 24 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Ryc. 25 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Ryc. 26 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Ryc. 27 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Ryc. 28 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Ryc. 29 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Ryc. 30 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Ryc. 31 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Ryc. 32 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Ryc. 33 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Ryc. 34 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Ryc. 35 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Ryc. 36 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Ryc. 37 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Ryc. 38 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Ryc. 39 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Ryc. 40 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Ryc. 41 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Ryc. 42 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Ryc. 43 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Ryc. 44 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Ryc. 45 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Ryc. 46 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Ryc. 47 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Ryc. 48 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Ryc. 49 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Ryc. 50 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Ryc. 51 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Ryc. 52 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Ryc. 53 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13 i 14

Ryc. 54 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Ryc. 55 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Ryc. 56 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Ryc. 57 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Ryc. 58 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Ryc. 59 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Ryc. 60 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Ryc. 61 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Ryc. 62 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Ryc. 63 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Ryc. 64 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Ryc. 65 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Ryc. 66 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Ryc. 67 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Ryc. 68 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Ryc. 69 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Ryc. 70 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Ryc. 71 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Ryc. 72 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Ryc. 73 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Ryc. 74 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Ryc. 75 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Ryc. 76 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Ryc. 77 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Ryc. 78 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Ryc. 79 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Ryc. 80 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Ryc. 81 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Ryc. 82 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Ryc. 83 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Ryc. 84 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Ryc. 85 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Ryc. 86 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Ryc. 87 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Ryc. 88 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Ryc. 89 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Ryc. 90 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Ryc. 91 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Ryc. 92 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Ryc. 93 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Ryc. 94 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

11. SPIS TABEL

Tabela I. Grupy badawcze poddane testowi na ścinanie w zależności od sposobu wygrzewania oraz sposobu chłodzenia masy osłaniającej.

Tabela II. Wartości naprężenia ścinającego, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne, mediana, połączenia ceramiki dentystycznej ze stopem chromowo-niklowym w zależności od sposobu wygrzewania i chłodzenia masy osłaniającej.

Tabela III. Porównanie wyników badań pomiędzy grupą kontrolną a eksperymentalnymi.

Tabela IV. Porównanie wyników badań w obrębie grup eksperymentalnych.

Tabela V. Wartości mikrotwardości, odchylenia standardowego, współczynnika zmienności, wartości minimalne i maksymalne w zależności od sposobu wygrzewania i chłodzenia masy osłaniającej.

Tabela VI. Porównanie mikrotwardości pomiędzy grupą kontrolną a eksperymentalnymi.

Tabela VII. Porównanie mikrotwardości pomiędzy grupami eksperymentalnymi.

ANEKS

Tabela I A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

Tabela II A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

Tabela III A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

Tabela IV A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

Tabela V A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

Tabela VI A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

Tabela VII A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

12. SPIS WYKRESÓW

Wykres 1. Analiza ilościowa w próbce “E-2s”

Wykres 2. Analiza ilościowa w próbce “E-2w”

Wykres 3. Analiza ilościowa w próbce “E-3s”

Wykres 4. Analiza ilościowa w próbce “E-3w”

Wykres 5. Analiza ilościowa w próbce “E-1s”

Wykres 6. Analiza ilościowa w próbce “E-1w”

Wykres 7. Analiza ilościowa w próbce “K”

13. ANEKS

PRÓBKA „E-2s”

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	26.43	46.33
Na K	ED	0.96	1.17
Al K	ED	7.29	7.58
Si K	ED	28.39	28.35
K K	ED	16.11	11.55
Zr L	ED	3.61	1.11
Sn L	ED	12.80	3.02
Ce L	ED	4.41	0.88
Total		100.00	100.00

Ryc. 1 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	21.86	45.75
Na K	ED	0.89	1.30
Al K	ED	4.93	6.12
Si K	ED	19.93	23.76
K K	ED	12.05	10.32
Zr L	ED	18.90	6.94
Sn L	ED	15.93	4.50
Ce L	ED	5.52	1.32
Total		100.00	100.00

Ryc. 2 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	19.95	45.84
Na K	ED	0.81	1.29
Al K	ED	3.79	5.16
Si K	ED	16.24	21.25
K K	ED	9.88	9.29
Zr L	ED	22.65	9.13
Sn L	ED	21.86	6.77
Ce L	ED	4.81	1.26
Total		100.00	100.00

Ryc. 3 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	22.99	45.35
Na K	ED	0.97	1.34
Al K	ED	5.72	6.70
Si K	ED	23.78	26.72
K K	ED	13.71	11.07
Zr L	ED	4.38	1.52
Sn L	ED	22.08	5.87
Ce L	ED	6.36	1.43
Total		100.00	100.00

Ryc. 4 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	23.95	43.84
Na K	ED	1.00	1.27
Al K	ED	6.91	7.50
Si K	ED	27.76	28.95
K K	ED	16.66	12.48
Zr L	ED	4.19	1.35
Sn L	ED	14.02	3.46
Ce L	ED	5.51	1.15
Total		100.00	100.00

Ryc. 5 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	22.59	44.50
Na K	ED	0.93	1.27
Al K	ED	5.81	6.79
Si K	ED	24.47	27.47
Cl K	ED	0.12*	0.10*
K K	ED	13.95	11.25
Zr L	ED	4.45	1.54
Sn L	ED	20.95	5.56
Ce L	ED	6.74	1.52
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 6 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	19.20	40.71
Na K	ED	1.03	1.51
Al K	ED	5.20	6.53
Si K	ED	21.39	25.83
Cl K	ED	2.10	2.01
K K	ED	11.55	10.02
Cr K	ED	1.65	1.08
Fe K	ED	1.70	1.03
Ni K	ED	1.94	1.12
Zr L	ED	6.73	2.50
Mo L	ED	0.93	0.33
Sn L	ED	20.42	5.84
Ce L	ED	6.18	1.50
Total		100.00	100.00

Ryc. 7 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	9.54	24.41
Na K	ED	0.67	1.19
Al K	ED	8.42	12.77
Si K	ED	9.23	13.45
Cl K	ED	3.25	3.75
K K	ED	4.36	4.57
Cr K	ED	12.99	10.22
Fe K	ED	3.00	2.20
Ni K	ED	28.11	19.59
Zr L	ED	2.86	1.28
Mo L	ED	7.73	3.30
Sn L	ED	7.70	2.65
Ce L	ED	2.15	0.63
Total		100.00	100.00

Ryc. 8 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	2.16	7.42
Al K	ED	0.98	1.99
Si K	ED	2.52	4.92
Cl K	ED	1.12	1.74
K K	ED	0.67	0.94
Cr K	ED	21.56	22.75
Fe K	ED	2.54	2.50
Ni K	ED	51.65	48.28
Zr L	ED	2.12	1.28
Mo L	ED	12.94	7.40
Sn L	ED	1.36	0.63
Ce L	ED	0.36*	0.14*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 9 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.11	0.24
Si K	ED	1.72	3.66
K K	ED	0.17	0.25
Cr K	ED	22.97	26.33
Fe K	ED	1.12	1.20
Ni K	ED	56.86	57.73
Zr L	ED	0.67	0.43
Mo L	ED	16.11	10.01
Sn L	ED	0.27*	0.13*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 10 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.06*	0.13*
Si K	ED	1.14	2.37
Cr K	ED	25.29	28.29
Fe K	ED	1.07	1.12
Ni K	ED	62.95	62.35
Mo L	ED	9.49	5.75
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 11 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.07*	0.15*
Si K	ED	1.21	2.51
Cr K	ED	25.34	28.38
Fe K	ED	1.13	1.18
Ni K	ED	62.19	61.68
Mo L	ED	10.05	6.10
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 12 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.03*	0.06*
Si K	ED	1.76	3.70
Cr K	ED	24.23	27.60
Fe K	ED	0.86	0.91
Ni K	ED	57.71	58.21
Mo L	ED	15.43	9.52
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 13 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.00*	0.01*
Si K	ED	1.27	2.65
Cr K	ED	24.83	27.99
Fe K	ED	1.11	1.17
Ni K	ED	61.23	61.13
Mo L	ED	11.55	7.06
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 14 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Tabela 1 A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

	pkt 1	pkt 2	pkt 3	pkt 4	pkt 5	pkt 6	pkt 7	pkt 8	pkt 9	pkt 10	pkt 11	pkt 12	pkt 13	pkt 14
pierwiastek	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
O	26,43	21,86	19,95	22,99	23,95	22,59	19,2	9,54	2,16	0	0	0	0	0
Na	0,96	0,89	0,81	0,97	1	0,93	1,03	0,67	0	0	0	0	0	0
Al	7,29	4,93	3,79	5,72	6,91	5,81	5,2	8,42	0,98	0,11	0,06	0,07	0,03	0
Si	28,39	19,93	16,24	23,78	27,76	24,47	21,39	9,23	2,52	1,72	1,14	1,21	1,76	1,27
Cl	0	0	0	0	0	0,12	2,1	3,25	1,12	0	0	0	0	0
K	16,11	12,05	9,88	13,71	16,66	13,95	11,55	4,36	0,67	0,17	0	0	0	0
Zr	3,61	18,9	22,65	4,38	4,19	4,45	6,73	2,86	2,12	0,67	0	0	0	0
Cr	0	0	0	0	0	0	1,65	12,99	21,56	22,97	25,29	25,34	24,23	24,83
Ni	0	0	0	0	0	0	1,94	28,11	51,65	56,86	62,95	62,19	57,71	61,23
Mo	0	0	0	0	0	0	0,93	7,73	12,94	16,11	9,49	10,05	15,43	11,55
Sn	12,8	15,93	21,86	22,08	14,02	20,95	20,42	7,7	1,36	0,27	0	0	0	0
Ce	4,41	5,52	4,81	6,36	5,51	6,74	6,18	2,15	0,36	0	0	0	0	0
Fe	0	0	0	0	0	0	1,7	3	2,54	1,12	1,07	1,13	0,86	1,11

PRÓBKA „E-2w”

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	24.96	47.95
Na	K ED	1.12	1.50
Al	K ED	5.36	6.10
Si	K ED	23.74	25.98
K	K ED	12.41	9.75
Zr	L ED	6.46	2.18
Sn	L ED	21.39	5.54
Ce	L ED	4.57	1.00
Total		100.00	100.00

Ryc. 15 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	24.42	45.64
Na K	ED	0.91	1.19
Al K	ED	6.06	6.72
Si K	ED	25.80	27.47
K K	ED	15.17	11.60
Zr L	ED	9.00	2.95
Sn L	ED	12.04	3.03
Ce L	ED	6.60	1.41
Total		100.00	100.00

Ryc. 16 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	23.34	45.19
Na K	ED	0.97	1.31
Al K	ED	6.01	6.91
Si K	ED	24.54	27.07
K K	ED	14.34	11.36
Zr L	ED	3.87	1.32
Sn L	ED	22.38	5.84
Ce L	ED	4.54	1.00
Total		100.00	100.00

Ryc. 17 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	22.69	43.46
Na K	ED	0.93	1.24
Al K	ED	6.53	7.42
Si K	ED	25.05	27.33
K K	ED	15.95	12.50
Cr K	ED	0.14*	0.08*
Fe K	ED	0.20*	0.11*
Ni K	ED	0.28*	0.14*
Zr L	ED	9.14	3.07
Sn L	ED	11.93	3.08
Ce L	ED	7.16	1.57
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 18 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	22.81	43.32
Na	K ED	0.93	1.23
Al	K ED	6.58	7.41
Si	K ED	26.33	28.49
K	K ED	15.95	12.39
Cr	K ED	0.02*	0.01*
Fe	K ED	0.02*	0.01*
Ni	K ED	0.49	0.25
Zr	L ED	3.02	1.01
Mo	L ED	0.32*	0.10*
Sn	L ED	17.44	4.46
Ce	L ED	6.08	1.32
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 19 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	21.97	43.06
Na	K ED	0.76	1.04
Al	K ED	6.69	7.77
Si	K ED	24.56	27.41
K	K ED	14.26	11.43
Cr	K ED	2.03	1.22
Ni	K ED	0.71	0.38
Zr	L ED	3.10	1.07
Mo	L ED	0.50	0.16
Sn	L ED	18.95	5.01
Ce	L ED	6.47	1.45
Total		100.00	100.00

Ryc. 20 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	19.89	41.22
Na	K ED	0.54	0.78
Al	K ED	7.25	8.90
Si	K ED	20.64	24.37
K	K ED	10.95	9.28
Cr	K ED	7.39	4.71
Ni	K ED	4.44	2.51
Zr	L ED	2.89	1.05
Mo	L ED	2.23	0.77
Sn	L ED	18.32	5.12
Ce	L ED	5.48	1.30
Total		100.00	100.00

Ryc. 21 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	4.69	14.46
Al K	ED	4.98	9.09
Si K	ED	5.15	9.04
K K	ED	0.87	1.09
Cr K	ED	22.57	21.41
Ni K	ED	41.91	35.21
Zr L	ED	0.98	0.53
Mo L	ED	14.42	7.41
Sn L	ED	3.01	1.25
Ce L	ED	1.42	0.50
Total		100.00	100.00

Ryc. 22 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	0.19*	0.68*
Al K	ED	0.61	1.31
Si K	ED	1.74	3.63
K K	ED	0.09*	0.14*
Cr K	ED	23.98	26.96
Ni K	ED	58.65	58.38
Zr L	ED	0.33	0.21
Mo L	ED	13.74	8.37
Sn L	ED	0.56	0.28
Ce L	ED	0.11*	0.05*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 23 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	1.48	3.11
K K	ED	0.00*	0.00*
Cr K	ED	24.80	28.08
Ni K	ED	60.65	60.82
Zr L	ED	0.22*	0.14*
Mo L	ED	12.66	7.77
Sn L	ED	0.15*	0.07*
Ce L	ED	0.03*	0.01*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 24 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	1.61	3.37
Cr K	ED	25.08	28.42
Ni K	ED	59.51	59.73
Zr L	ED	0.18*	0.11*
Mo L	ED	13.54	8.32
Ce L	ED	0.10*	0.04*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 25 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.37	0.79
Si K	ED	1.28	2.64
Cr K	ED	25.70	28.74
Ni K	ED	61.94	61.34
Mo L	ED	10.71	6.49
Total		100.00	100.00

Ryc. 26 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Tabela 2 A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

	Pkt 1	pkt 2	pkt 3	pkt 4	pkt 5	pkt 6	pkt 7	pkt 8	pkt 9	pkt 10	pkt 11	pkt 12	pkt 13	pkt 14
pierwiastek	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
O	24,96	24,42	23,34	22,69	22,81	21,97	19,89	4,69	0,19	0	0			0
Na	1,12	0,91	0,97	0,93	0,93	0,76	0,54	0	0	0	0			0
Al	5,36	6,06	6,01	6,53	6,58	6,69	7,25	4,98	0,61	0	0			0,37
Si	23,74	25,8	24,54	25,05	26,33	24,56	20,64	5,15	1,74	1,48	1,61			1,28
Cl	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0			0
K	12,41	15,17	14,34	15,95	15,95	14,26	10,95	0,87	0,09	0	0			0
Zr	6,46	9	3,87	9,14	3,02	3,1	2,89	0,98	0,33	0,22	0,18			0
Cr	0	0	0	0,14	0,02	2,03	7,39	22,57	23,98	24,8	25,08			25,7
Ni	0	0	0	0,28	0,49	0,71	4,44	41,91	58,65	60,65	59,51			61,94
Mo	0	0	0	0	0,32	0,5	2,23	14,42	13,74	12,66	13,54			10,71
Sn	21,39	12,04	22,38	11,93	17,44	18,95	18,32	3,01	0,56	0,15	0			0
Ce	4,57	6,6	4,54	7,16	6,08	6,47	5,48	1,42	0,11	0,03	0,1			0
Fe	0	0	0	0	0,02	0	0	0	0	0	0			0

PRÓBKA „E-3s”

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	30.29	54.61
Na K	ED	1.03	1.29
Al K	ED	5.52	5.90
Si K	ED	21.77	22.36
K K	ED	10.04	7.40
Zr L	ED	12.65	4.00
Sn L	ED	16.10	3.91
Ce L	ED	2.61	0.54
Total		100.00	100.00

Ryc. 27 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	31.01	55.23
Na K	ED	0.86	1.06
Al K	ED	5.70	6.02
Si K	ED	21.78	22.10
K K	ED	10.47	7.63
Zr L	ED	11.48	3.59
Sn L	ED	15.41	3.70
Ce L	ED	3.29	0.67
Total		100.00	100.00

Ryc. 28 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	30.37	54.12
Na K	ED	1.05	1.30
Al K	ED	5.76	6.09
Si K	ED	22.26	22.60
K K	ED	11.00	8.02
Zr L	ED	12.47	3.90
Sn L	ED	13.30	3.19
Ce L	ED	3.79	0.77
Total		100.00	100.00

Ryc. 29 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	32.61	55.00
Na K	ED	1.06	1.25
Al K	ED	6.46	6.46
Si K	ED	24.65	23.68
K K	ED	11.12	7.67
Zr L	ED	8.83	2.61
Sn L	ED	11.28	2.57
Ce L	ED	3.99	0.77
Total		100.00	100.00

Ryc. 30 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	31.94	54.76
Na K	ED	1.07	1.28
Al K	ED	6.06	6.16
Si K	ED	23.79	23.23
K K	ED	11.53	8.09
Zr L	ED	9.88	2.97
Sn L	ED	12.03	2.78
Ce L	ED	3.70	0.72
Total		100.00	100.00

Ryc. 31 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	31.58	54.12
Na K	ED	1.12	1.33
Al K	ED	6.24	6.35
Si K	ED	24.71	24.12
K K	ED	11.42	8.01
Cr K	ED	0.25*	0.13*
Ni K	ED	0.14*	0.06*
Zr L	ED	4.97	1.49
Mo L	ED	0.26*	0.07*
Sn L	ED	15.15	3.50
Ce L	ED	4.16	0.81
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 32 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	31.59	54.30
Na K	ED	0.93	1.11
Al K	ED	6.80	6.93
Si K	ED	23.57	23.09
K K	ED	10.48	7.37
Cr K	ED	1.42	0.75
Ni K	ED	1.40	0.65
Zr L	ED	4.98	1.50
Mo L	ED	1.14	0.33
Sn L	ED	13.91	3.22
Ce L	ED	3.80	0.75
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 33 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	19.42	41.01
Na K	ED	0.43	0.63
Al K	ED	6.68	8.37
Si K	ED	18.12	21.79
K K	ED	7.58	6.55
Cr K	ED	8.73	5.67
Ni K	ED	14.10	8.11
Zr L	ED	2.88	1.07
Mo L	ED	9.63	3.39
Sn L	ED	9.48	2.70
Ce L	ED	2.95	0.71
Total		100.00	100.00

Ryc. 34 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	11.55	29.56
Na K	ED	0.13*	0.23*
Al K	ED	5.17	7.84
Si K	ED	12.29	17.92
K K	ED	4.01	4.20
Cr K	ED	14.83	11.68
Ni K	ED	26.35	18.38
Zr L	ED	1.92	0.86
Mo L	ED	14.76	6.30
Sn L	ED	7.65	2.64
Ce L	ED	1.34	0.39
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 35 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	4.80	14.73
Al K	ED	3.63	6.62
Si K	ED	7.08	12.40
K K	ED	1.72	2.16
Cr K	ED	20.77	19.63
Fe K	ED	0.68	0.60
Ni K	ED	39.23	32.85
Zr L	ED	0.50*	0.27*
Mo L	ED	18.62	9.54
Sn L	ED	2.55	1.06
Ce L	ED	0.42*	0.15*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 36 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.11*	0.25*
Si K	ED	2.32	4.86
K K	ED	0.08*	0.12*
Cr K	ED	27.67	31.36
Fe K	ED	1.12	1.18
Ni K	ED	51.72	51.90
Zr L	ED	0.08*	0.05*
Mo L	ED	16.12	9.90
Sn L	ED	0.78*	0.39*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 37 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.09*	0.19*
Si K	ED	2.37	4.98
Cr K	ED	27.03	30.67
Fe K	ED	1.12	1.19
Ni K	ED	52.01	52.26
Zr L	ED	0.83	0.54
Mo L	ED	16.51	10.15
Sn L	ED	0.05*	0.03*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 38 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	2.49	5.26
Cr K	ED	27.00	30.84
Fe K	ED	0.98	1.05
Ni K	ED	50.64	51.23
Mo L	ED	18.31	11.34
Sn L	ED	0.57*	0.29*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 39 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.16*	0.35*
Si K	ED	2.18	4.59
Cr K	ED	27.07	30.75
Fe K	ED	0.98	1.04
Ni K	ED	52.50	52.80
Mo L	ED	16.66	10.25
Sn L	ED	0.44*	0.22*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 40 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Tabela 3 A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

	pkt 1	pkt 2	pkt 3	pkt 4	pkt 5	pkt 6	pkt 7	pkt 8	pkt 9	pkt 10	pkt 11	pkt 12	pkt 13	pkt 14
pierwiastek	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
O	30,29	31,01	30,37	32,61	31,94	31,58	31,59	19,42	11,55	4,8	0	0	0	0
Na	1,03	0,86	1,05	1,06	1,07	1,12	0,93	0,43	0,13	0	0	0	0	0
Al	5,52	5,7	5,76	6,46	6,06	6,24	6,8	6,68	5,17	3,63	0,11	0,09	0	0,16
Si	21,77	21,78	22,26	24,65	23,79	24,71	23,57	18,12	12,29	7,08	2,32	2,37	2,49	2,18
Cl	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
K	10,04	10,47	11	11,12	11,53	11,42	10,48	7,58	4,01	1,72	0,08	0	0	0
Zr	12,56	11,48	12,47	8,83	9,88	4,97	4,98	2,88	1,92	0,5	0,08	0,83	0	0
Cr	0	0	0	0	0	0,25	1,42	8,73	14,83	20,77	27,67	27,03	27	27,07
Ni	0	0	0	0	0	0	1,4	14,1	26,35	39,23	51,72	52,01	50,64	52,5
Mo	0	0	0	0	0	0,26	1,14	9,63	14,76	18,62	16,12	16,51	18,31	16,66
Sn	16,1	15,41	13,3	11,28	12,03	15,15	13,91	9,48	7,65	2,55	0,78	0,05	0,57	0,44
Ce	2,61	3,29	3,79	3,99	3,7	4,16	3,8	2,95	1,34	0,42	0	0	0	0
Fe	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1,12	1,12	0,98	0,98

PRÓBKA „E-3w”

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	39.76	60.27
Na K	ED	1.32	1.39
Al K	ED	6.79	6.11
Si K	ED	26.00	22.45
K K	ED	10.40	6.45
Zr L	ED	3.17	0.84
Sn L	ED	10.27	2.10
Ce L	ED	2.28	0.40
Total		100.00	100.00

Ryc. 41 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	37.88	58.96
Na K	ED	1.25	1.36
Al K	ED	6.95	6.41
Si K	ED	24.95	22.12
K K	ED	11.09	7.06
Fe K	ED	0.06*	0.03*
Zr L	ED	5.99	1.63
Sn L	ED	10.35	2.17
Ce L	ED	1.49	0.27
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 42 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	28.14	57.95
Na K	ED	0.85	1.22
Al K	ED	3.21	3.92
Si K	ED	12.44	14.59
K K	ED	6.46	5.45
Fe K	ED	0.08*	0.05*
Zr L	ED	40.01	14.45
Sn L	ED	7.24	2.01
Ce L	ED	1.56	0.37
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 43 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	31.61	56.38
Na K	ED	1.08	1.34
Al K	ED	4.21	4.45
Si K	ED	21.86	22.20
K K	ED	8.84	6.45
Fe K	ED	0.03*	0.01*
Zr L	ED	20.33	6.36
Sn L	ED	9.60	2.31
Ce L	ED	2.45	0.50
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 44 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	28.99	53.29
Na K	ED	0.68	0.87
Al K	ED	6.51	7.09
Si K	ED	19.48	20.40
K K	ED	7.89	5.94
Cr K	ED	4.98	2.82
Fe K	ED	0.48	0.25
Ni K	ED	3.60	1.81
Zr L	ED	11.44	3.69
Sn L	ED	13.46	3.34
Ce L	ED	2.49	0.52
Total		100.00	100.00

Ryc. 45 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O K	ED	0.35*	1.28*
Al K	ED	1.12	2.43
Si K	ED	2.68	5.59
Cl K	ED	0.78	1.29
K K	ED	0.14*	0.21*
Cr K	ED	24.37	27.43
Fe K	ED	1.15	1.21
Ni K	ED	47.13	46.98
Zr L	ED	1.16	0.75
Mo L	ED	20.76	12.66
Sn L	ED	0.36*	0.18*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 46 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.03*	0.07*
Si K	ED	1.79	3.75
Cr K	ED	27.95	31.60
Fe K	ED	1.39	1.47
Ni K	ED	53.87	53.95
Zr L	ED	0.17*	0.11*
Mo L	ED	14.59	8.94
Sn L	ED	0.20*	0.10*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 47 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.20*	0.44*
Si K	ED	2.22	4.67
Cr K	ED	26.97	30.62
Fe K	ED	1.07	1.13
Ni K	ED	52.25	52.53
Zr L	ED	0.67	0.43
Mo L	ED	16.25	10.00
Sn L	ED	0.36*	0.18*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 48 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	2.34	4.93
Cr K	ED	27.43	31.22
Fe K	ED	1.05	1.11
Ni K	ED	51.29	51.69
Zr L	ED	0.71	0.46
Mo L	ED	17.08	10.54
Sn L	ED	0.10*	0.05*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 49 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	2.37	5.00
Cr K	ED	27.48	31.25
Fe K	ED	0.96	1.02
Ni K	ED	51.45	51.82
Zr L	ED	0.19*	0.12*
Mo L	ED	17.39	10.72
Sn L	ED	0.16*	0.08*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 50 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	2.29	4.84
Cr K	ED	27.37	31.18
Fe K	ED	0.74	0.79
Ni K	ED	51.65	52.10
Zr L	ED	0.45*	0.29*
Mo L	ED	17.50	10.80
Sn L	ED	0.00*	0.00*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 51 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	2.25	4.70
Cr K	ED	27.51	31.06
Fe K	ED	1.06	1.11
Ni K	ED	53.54	53.55
Mo L	ED	15.65	9.58
Total		100.00	100.00

Ryc. 52 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	1.84	3.85
Cr K	ED	28.05	31.62
Fe K	ED	1.01	1.06
Ni K	ED	54.89	54.80
Mo L	ED	14.21	8.68
Total		100.00	100.00

Ryc. 53 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13 i 14

Tabela 4 A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

	pkt 1	pkt 2	pkt 3	pkt 4	pkt 5	pkt 6	pkt 7	pkt 8	pkt 9	pkt 10	pkt 11	pkt 12	pkt 13	pkt 14
pierwiastek	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
O	39,76	37,88	28,14	31,61	28,99	0,35	0	0	0	0	0	0	0	0
Na	1,32	1,25	0,85	1,08	0,68	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Al	6,79	6,95	3,21	4,21	6,51	1,12	0,03	0,2	0	0	0	0	0	0
Si	26	24,95	12,44	21,86	19,48	2,68	1,79	2,22	2,34	2,37	2,29	2,25	1,84	1,84
Cl	0	0	0	0	0	0,78	0	0	0	0	0	0	0	0
K	10,4	11,09	6,46	8,84	7,89	0,14	0	0	0	0	0	0	0	0
Zr	3,17	5,99	40,01	20,33	11,44	1,16	0,17	0,67	0,71	0,19	0,45	0	0	0
Cr	0	0	0	0	4,98	24,37	27,95	26,97	27,43	27,48	27,37	27,51	28,05	28,05
Ni	0	0	0	0	3,6	47,13	53,87	52,25	51,29	51,45	51,65	53,54	54,89	54,89
Mo	0	0	0	0	0	20,76	14,59	16,25	17,08	17,39	17,5	15,65	14,21	14,21
Sn	10,27	10,35	7,24	9,6	13,46	0,36	0,2	0,36	0,1	0,16	0	0	0	0
Ce	2,28	1,49	1,56	2,45	2,49	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Fe	0	0,06	0,08	0,03	0,48	1,15	1,39	1,07	1,05	0,96	0,74	1,06	1,01	1,01

PRÓBKA „E-1s”

Elmt	Spect. Element Type	Element %	Atomic %
O K	ED	38.14	59.47
Na K	ED	1.37	1.49
Al K	ED	6.36	5.88
Si K	ED	25.43	22.59
K K	ED	9.84	6.28
Zr L	ED	6.52	1.78
Sn L	ED	9.92	2.09
Ce L	ED	2.42	0.43
Total		100.00	100.00

Ryc. 54 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	36.58	59.13
Na K	ED	1.41	1.58
Al K	ED	6.02	5.77
Si K	ED	23.67	21.80
K K	ED	9.67	6.40
Zr L	ED	7.34	2.08
Sn L	ED	12.11	2.64
Ce L	ED	3.18	0.59
Total		100.00	100.00

Ryc. 55 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	35.83	58.28
Na K	ED	1.12	1.27
Al K	ED	5.87	5.66
Si K	ED	24.77	22.95
K K	ED	9.49	6.32
Zr L	ED	8.68	2.48
Sn L	ED	11.83	2.59
Ce L	ED	2.41	0.45
Total		100.00	100.00

Ryc. 56 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	31.90	57.21
Na K	ED	0.98	1.22
Al K	ED	4.72	5.02
Si K	ED	20.11	20.55
K K	ED	9.11	6.68
Zr L	ED	19.24	6.05
Sn L	ED	11.09	2.68
Ce L	ED	2.85	0.58
Total		100.00	100.00

Ryc. 57 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	31.90	57.21
Na K	ED	0.98	1.22
Al K	ED	4.72	5.02
Si K	ED	20.11	20.55
K K	ED	9.11	6.68
Zr L	ED	19.24	6.05
Sn L	ED	11.09	2.68
Ce L	ED	2.85	0.58
Total		100.00	100.00

Ryc. 58 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	34.18	57.41
Na	K ED	0.96	1.12
Al	K ED	5.99	5.96
Si	K ED	23.00	22.01
K	K ED	10.09	6.93
Cr	K ED	0.32*	0.17*
Fe	K ED	0.46	0.22
Ni	K ED	0.35*	0.16*
Zr	L ED	8.17	2.41
Sn	L ED	13.46	3.05
Ce	L ED	3.02	0.58
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 59 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	33.09	56.74
Na	K ED	1.19	1.42
Al	K ED	5.70	5.79
Si	K ED	22.11	21.60
K	K ED	9.97	6.99
Cr	K ED	0.33*	0.17*
Fe	K ED	0.50	0.25
Ni	K ED	0.64	0.30
Zr	L ED	10.27	3.09
Mo	L ED	0.29*	0.08*
Sn	L ED	12.84	2.97
Ce	L ED	3.07	0.60
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 60 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	29.23	53.97
Na	K ED	1.15	1.48
Al	K ED	5.47	5.98
Si	K ED	18.76	19.74
K	K ED	8.03	6.06
Cr	K ED	3.45	1.96
Fe	K ED	1.85	0.98
Ni	K ED	4.40	2.21
Zr	L ED	8.82	2.86
Mo	L ED	2.96	0.91
Sn	L ED	12.83	3.19
Ce	L ED	3.05	0.64
Total		100.00	100.00

Ryc. 61 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	23.67	47.37
Na	K ED	1.72	2.40
Al	K ED	4.71	5.58
Si	K ED	14.68	16.73
Cl	K ED	5.55	5.02
K	K ED	6.01	4.92
Cr	K ED	5.95	3.66
Fe	K ED	2.84	1.63
Ni	K ED	8.65	4.72
Zr	L ED	8.02	2.81
Mo	L ED	5.54	1.85
Sn	L ED	10.12	2.73
Ce	L ED	2.52	0.57
Total		100.00	100.00

Ryc. 62 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	13.64	33.82
Na	K ED	1.34	2.32
Al	K ED	2.73	4.02
Si	K ED	8.97	12.68
Cl	K ED	5.86	6.56
K	K ED	3.15	3.20
Cr	K ED	12.43	9.48
Fe	K ED	4.08	2.90
Ni	K ED	22.01	14.87
Zr	L ED	5.90	2.57
Mo	L ED	13.24	5.47
Sn	L ED	4.65	1.56
Ce	L ED	2.00	0.56
Total		100.00	100.00

Ryc. 63 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	1.16*	4.18*
Na	K ED	0.21*	0.54*
Al	K ED	0.31	0.65
Si	K ED	2.23	4.58
Cl	K ED	1.24	2.01
K	K ED	0.27*	0.39*
Cr	K ED	24.19	26.80
Fe	K ED	1.28	1.32
Ni	K ED	47.11	46.23
Zr	L ED	2.34	1.48
Mo	L ED	19.69	11.82
Sn	L ED	0.27*	0.13*
Ce	L ED	-0.30*	-0.12*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 64 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.16*	0.35*
Si K	ED	2.33	4.93
Cr K	ED	26.84	30.71
Fe K	ED	1.02	1.08
Ni K	ED	50.27	50.94
Zr L	ED	0.78	0.51
Mo L	ED	18.05	11.19
Sn L	ED	0.55*	0.28*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 65 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	2.24	4.72
Cr K	ED	27.16	30.87
Fe K	ED	1.12	1.19
Ni K	ED	52.18	52.54
Zr L	ED	0.74	0.48
Mo L	ED	16.56	10.20
Total		100.00	100.00

Ryc. 66 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	2.12	4.47
Cr K	ED	27.12	30.92
Fe K	ED	0.91	0.96
Ni K	ED	52.26	52.77
Zr L	ED	0.36*	0.23*
Mo L	ED	17.23	10.65
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 67 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Tabela 5 A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

	pkt 1	pkt 2	pkt 3	pkt 4	pkt 5	pkt 6	pkt 7	pkt 8	pkt 9	pkt 10	pkt 11	pkt 12	pkt 13	pkt 14
pierwiastek	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
O	38,14	36,58	35,83	32,26	31,9	34,18	33,09	29,33	23,67	13,64	1,16	0	0	0
Na	1,37	1,41	1,12	1,01	0,98	0,96	1,19	1,15	1,72	1,34	0,21	0	0	0
Al	6,36	6,02	5,87	3,95	4,72	5,99	5,7	5,47	4,71	2,73	0,31	0,16	0	0
Si	25,43	23,67	24,77	20,31	20,11	23	22,11	18,76	14,68	8,97	2,23	2,33	2,24	2,12
Cl	0	0	0	0	0	0	0	0	5,55	5,86	1,24	0	0	0
K	9,84	9,67	9,49	7,87	9,11	10,09	9,97	8,03	6,01	3,15	0,27	0	0	0
Zr	6,52	7,34	8,68	23,26	19,24	8,17	10,27	8,82	8,02	5,9	2,34	0,78	0,74	0,36
Cr	0	0	0	0	0	0	0,33	3,46	5,95	12,43	24,19	26,84	27,16	27,12
Ni	0	0	0	0	0	0	0,64	4,4	8,65	22,01	47,11	50,27	52,18	52,26
Mo	0	0	0	0	0	0	0,29	2,96	5,54	13,24	19,69	18,05	16,56	17,23
Sn	9,92	12,11	11,83	9,18	11,09	13,46	12,84	12,83	10,12	4,64	0,27	0,55	0	0
Ce	2,42	3,18	2,41	2,17	2,85	3,02	3,07	3,05	2,52	2	-0,3	0	0	0
Fe	0	0	0	0	0	0,46	0,5	1,85	2,84	4,08	1,28	1,02	1,12	0,91

PRÓBKA „E-1w”

Elmt	Spect.	Element	Atomic
	Type	%	%
O	K	ED	21.21
Na	K	ED	0.67
Al	K	ED	4.08
Si	K	ED	17.28
K	K	ED	10.83
Co	K	ED	0.02*
Zr	L	ED	28.91
Sn	L	ED	13.65
Ce	L	ED	3.36
Total			100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 68 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	23.40	45.92
Na K	ED	0.93	1.26
Al K	ED	5.26	6.12
Si K	ED	23.80	26.61
K K	ED	12.72	10.22
Co K	ED	0.07*	0.04*
Zr L	ED	13.72	4.72
Sn L	ED	14.73	3.90
Ce L	ED	5.37	1.20
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 69 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	23.29	44.40
Na K	ED	1.00	1.32
Al K	ED	6.48	7.32
Si K	ED	25.26	27.43
K K	ED	15.57	12.14
Zr L	ED	3.38	1.13
Sn L	ED	20.35	5.23
Ce L	ED	4.67	1.02
Total		100.00	100.00

Ryc. 70 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	21.51	44.13
Na K	ED	0.82	1.17
Al K	ED	5.43	6.61
Si K	ED	22.68	26.52
K K	ED	13.17	11.06
Zr L	ED	7.40	2.67
Sn L	ED	24.95	6.90
Ce L	ED	4.03	0.94
Total		100.00	100.00

Ryc. 71 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	22.79	44.58
Na K	ED	0.81	1.11
Al K	ED	6.03	7.00
Si K	ED	24.09	26.85
K K	ED	14.68	11.75
Zr L	ED	7.49	2.57
Sn L	ED	18.76	4.95
Ce L	ED	5.35	1.19
Total		100.00	100.00

Ryc. 72 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 5

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	23.71	45.33
Na K	ED	0.79	1.05
Al K	ED	6.14	6.96
Si K	ED	24.55	26.73
K K	ED	14.90	11.66
Cr K	ED	0.49	0.29
Fe K	ED	0.05*	0.03*
Ni K	ED	0.42	0.22
Zr L	ED	6.56	2.20
Sn L	ED	16.37	4.22
Ce L	ED	6.01	1.31
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 73 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	19.28	40.38
Na K	ED	0.61	0.89
Al K	ED	6.19	7.68
Si K	ED	21.74	25.94
Cl K	ED	0.10*	0.09*
K K	ED	11.80	10.11
Cr K	ED	3.90	2.52
Fe K	ED	0.40	0.24
Ni K	ED	5.04	2.88
Zr L	ED	7.35	2.70
Mo L	ED	2.22	0.77
Sn L	ED	15.81	4.46
Ce L	ED	5.56	1.33
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 74 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	6.41	17.99
Na K	ED	0.31	0.61
Al K	ED	4.96	8.26
Si K	ED	11.18	17.89
Cl K	ED	0.05*	0.07*
K K	ED	4.80	5.52
Cr K	ED	16.21	14.01
Fe K	ED	0.69	0.56
Ni K	ED	33.74	25.82
Zr L	ED	2.75	1.36
Mo L	ED	10.16	4.76
Sn L	ED	6.25	2.37
Ce L	ED	2.47	0.79
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 75 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	1.15	3.97
Al K	ED	2.27	4.64
Si K	ED	3.11	6.11
Cl K	ED	0.15*	0.23*
K K	ED	0.51	0.71
Cr K	ED	22.46	23.82
Fe K	ED	1.05	1.04
Ni K	ED	54.16	50.88
Zr L	ED	0.85	0.51
Mo L	ED	13.32	7.66
Sn L	ED	0.74	0.34
Ce L	ED	0.25*	0.10*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 76 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.04*	0.08*
Si K	ED	1.28	2.67
Cl K	ED	0.04*	0.07*
K K	ED	0.01*	0.02*
Cr K	ED	24.77	27.94
Fe K	ED	1.06	1.11
Ni K	ED	60.86	60.80
Zr L	ED	0.43	0.28
Mo L	ED	11.41	6.98
Sn L	ED	0.10*	0.05*
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 77 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.16	0.34
Si K	ED	1.30	2.70
Cl K	ED	0.05*	0.08*
K K	ED	0.01*	0.02*
Cr K	ED	25.10	28.13
Fe K	ED	1.06	1.11
Ni K	ED	61.54	61.07
Zr L	ED	0.31	0.20
Mo L	ED	10.48	6.36
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 78 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.03*	0.07*
Si K	ED	1.13	2.34
K K	ED	0.03*	0.05*
Cr K	ED	25.32	28.34
Fe K	ED	1.17	1.22
Ni K	ED	62.68	62.13
Zr L	ED	0.17*	0.11*
Mo L	ED	9.46	5.74
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 79 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.05*	0.11*
Si K	ED	1.15	2.39
Cr K	ED	25.48	28.56
Fe K	ED	1.11	1.16
Ni K	ED	62.13	61.67
Mo L	ED	10.07	6.11
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 80 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Si K	ED	1.15	2.39
Cr K	ED	25.61	28.78
Fe K	ED	1.15	1.20
Ni K	ED	61.36	61.09
Mo L	ED	10.73	6.54
Total		100.00	100.00

Ryc. 81 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Tabela 6 A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

	pkt 1	pkt 2	pkt 3	pkt 4	pkt 5	pkt 6	pkt 7	pkt 8	pkt 9	pkt 10	pkt 11	pkt 12	pkt 13	pkt 14
pierwiastek	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
O	21,21	23,4	23,29	21,51	22,79	23,71	19,28	6,41	1,15	0	0	0	0	0
Na	0,67	0,93	1	0,82	0,81	0,79	0,61	0,31	0	0	0	0	0	0
Al	4,08	5,26	6,48	5,43	6,03	6,14	6,19	4,96	2,27	0,04	0,16	0,03	0,05	0
Si	17,28	23,8	25,26	22,68	24,09	24,55	21,74	11,18	3,11	1,28	1,3	1,13	1,15	1,15
Cl	0	0	0	0	0	0	0,1	0,05	0,15	0,04	0,05	0	0	0
K	10,83	12,72	15,57	13,17	14,68	14,9	11,8	4,8	0,51	0,01	0,01	0,03	0	0
Zr	28,91	13,72	3,38	7,4	7,49	6,56	7,35	2,75	0,85	0,43	0,31	0,17	0	0
Cr	13,65	0	0	0	0	0,49	3,9	16,21	22,46	24,77	25,1	25,32	25,48	25,61
Ni	0	0	0	0	0	0,42	5,04	33,74	54,16	60,86	61,54	62,68	62,13	61,36
Mo	0	0	0	0	0	0	2,22	10,16	13,32	11,41	10,48	9,46	10,05	10,73
Sn	13,65	14,73	20,35	24,95	18,76	16,37	15,81	6,25	0,74	0,1	0	0	0	0
Ce	3,36	5,37	4,67	4,03	5,35	6,01	5,56	2,47	0,25	0	0	0	0	0
Fe	0	0	0	0	0	0,05	0,4	0,69	1,05	1,06	1,06	1,17	1,11	1,15
Co	0,02	0,07	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

PRÓBKA „K”

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	37.26	60.05
Na	K ED	1.63	1.83
Al	K ED	5.85	5.59
Si	K ED	23.03	21.14
K	K ED	9.17	6.05
Zr	L ED	6.38	1.80
Sn	L ED	13.98	3.04
Ce	L ED	2.69	0.50
Total		100.00	100.00

Ryc. 82 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 1

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	37.71	60.48
Na K	ED	1.42	1.58
Al K	ED	5.87	5.58
Si K	ED	22.11	20.20
K K	ED	9.94	6.53
Zr L	ED	11.64	3.28
Sn L	ED	8.46	1.83
Ce L	ED	2.85	0.52
Total		100.00	100.00

Ryc. 83 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 2

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	34.68	57.21
Na K	ED	1.22	1.40
Al K	ED	6.29	6.15
Si K	ED	23.72	22.29
K K	ED	10.97	7.41
Zr L	ED	8.05	2.33
Sn L	ED	11.02	2.45
Ce L	ED	4.04	0.76
Total		100.00	100.00

Ryc. 84 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 3

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	34.98	55.07
Na K	ED	1.29	1.41
Al K	ED	7.30	6.82
Si K	ED	27.22	24.41
K K	ED	13.60	8.76
Zr L	ED	4.92	1.36
Sn L	ED	7.79	1.65
Ce L	ED	2.89	0.52
Total		100.00	100.00

Ryc. 85 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 4

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O K	ED	31.71	55.05
Na K	ED	1.04	1.25
Al K	ED	5.46	5.63
Si K	ED	23.78	23.52
K K	ED	10.35	7.35
Cr K	ED	0.25*	0.14*
Zr L	ED	10.85	3.30
Sn L	ED	13.44	3.15
Ce L	ED	3.12	0.62
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 86 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 6

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	30.03	53.94
Na	K ED	1.01	1.26
Al	K ED	6.01	6.40
Si	K ED	20.68	21.16
Cl	K ED	0.92	0.75
K	K ED	8.78	6.45
Cr	K ED	2.36	1.30
Fe	K ED	0.87	0.45
Ni	K ED	1.86	0.91
Zr	L ED	10.21	3.22
Mo	L ED	1.71	0.51
Sn	L ED	12.21	2.96
Ce	L ED	3.36	0.69
Total		100.00	100.00

Ryc. 87 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 7

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	16.72	38.32
Na	K ED	0.11*	0.17*
Al	K ED	7.73	10.50
Si	K ED	11.04	14.41
Cl	K ED	2.32	2.40
K	K ED	3.50	3.28
Cr	K ED	13.45	9.48
Fe	K ED	1.38	0.91
Ni	K ED	22.37	13.97
Zr	L ED	4.37	1.76
Mo	L ED	7.79	2.98
Sn	L ED	4.60	1.42
Ce	L ED	1.55	0.41
Total		96.94	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 88 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 8

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
O	K ED	6.43	18.38
Al	K ED	8.29	14.04
Si	K ED	2.53	4.12
Cl	K ED	1.68	2.17
K	K ED	0.32	0.37
Cr	K ED	22.38	19.67
Fe	K ED	1.84	1.50
Ni	K ED	42.76	33.28
Zr	L ED	0.88	0.44
Mo	L ED	11.84	5.64
Sn	L ED	0.91	0.35
Ce	L ED	0.09*	0.03*
Total		99.95	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 89 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 9

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.36	0.73
Si K	ED	1.98	3.91
Cl K	ED	0.55	0.86
K K	ED	0.13*	0.18*
Cr K	ED	28.24	30.16
Fe K	ED	1.42	1.41
Ni K	ED	55.55	52.55
Zr L	ED	0.79	0.48
Mo L	ED	16.56	9.59
Sn L	ED	0.28*	0.13*
Total		105.85	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 90 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 10

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.15*	0.31*
Si K	ED	2.73	5.32
K K	ED	0.13*	0.17*
Cr K	ED	28.95	30.41
Fe K	ED	1.31	1.28
Ni K	ED	54.60	50.81
Zr L	ED	0.53*	0.32*
Mo L	ED	19.52	11.12
Sn L	ED	0.57*	0.26*
Total		108.49	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 91 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 11

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.18*	0.37*
Si K	ED	2.52	4.83
Cr K	ED	29.22	30.30
Fe K	ED	0.97	0.94
Ni K	ED	57.19	52.53
Zr L	ED	0.65*	0.39*
Mo L	ED	18.78	10.55
Sn L	ED	0.19*	0.09*
Total		109.70	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 92 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 12

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.07*	0.16*
Si K	ED	3.02	6.46
Cr K	ED	25.18	29.09
Fe K	ED	0.94	1.01
Ni K	ED	47.78	48.88
Mo L	ED	23.00	14.40
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 93 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 13

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
Al K	ED	0.13*	0.28*
Si K	ED	2.10	4.39
Cr K	ED	27.71	31.27
Fe K	ED	0.98	1.03
Ni K	ED	53.53	53.51
Mo L	ED	15.56	9.52
Total		100.00	100.00

* = <2 Sigma

Ryc. 94 A. Skład chemiczny, analiza ilościowa przeprowadzona w punkcie 14

Tabela 7 A. Zestawienie analizy ilościowej w poszczególnych punktach pomiarowych.

	pkt 1	pkt 2	pkt 3	pkt 4	pkt 5	pkt 6	pkt 7	pkt 8	pkt 9	pkt 10	pkt 11	pkt 12	pkt 13	pkt 14
pierwiastek	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
O	37,26	37,71	34,68	34,98		31,71	30,03	16,72	6,43	0	0	0	0	0
Na	1,63	1,42	1,22	1,29		1,04	1,01	0,11	0	0	0	0	0	0
Al	5,85	5,87	6,29	7,3		5,46	6,01	7,73	8,29	0,36	0,15	0,18	0,07	0,13
Si	23,03	22,11	23,72	27,22		23,78	20,68	11,04	2,53	1,98	2,73	2,52	3,02	2,1
Cl	0	0	0	0		0	0,92	2,32	1,68	0,55	0	0	0	0
K	9,17	9,94	10,97	13,6		10,35	8,78	3,5	0,32	0,13	0,13	0	0	0
Zr	6,38	11,64	8,05	4,92		10,85	10,21	4,37	0,88	0,79	0,53	0,65	0	0
Cr	0	0	0	0		0,25	2,36	13,45	22,38	28,24	28,95	29,22	25,18	27,71
Ni	0	0	0	0		0	1,86	22,37	42,76	55,55	54,6	57,19	47,78	53,53
Mo	0	0	0	0		0	1,71	7,79	11,84	16,56	19,52	18,78	23	15,56
Sn	13,98	8,46	11,02	7,79		13,44	12,21	4,6	0,91	0,28	0,57	0,19	0	0
Ce	2,69	2,85	4,04	2,89		3,12	3,36	1,55	0,09	0	0	0	0	0
Fe	0	0	0	0		0	0,87	1,38	1,84	1,42	1,31	0,97	0,94	0,98