

# LÖSLICHKEITSVERHALTEN EINES NEUEN, TIEFSINTERNDEN METALLKERAMIK-KORREKTURMATERIALS IM VERGLEICH ZU EINEM HERKÖMMLICHEN SCHNEIDEMATERIAL

SUSANNE WEGNER\*, PETER WANGE\*\*, CHRISTIAN RÜSSEL\*\*  
und WOLFRAM HÖLAND\*

\* Ivoclar AG, Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan

\*\* Otto Schott-Institut für Glaschemie, Fraunhoferstrasse 6, D-07743 Jena

## Zusammenfassung

**Ziel dieser Untersuchungen war es, die Vorgänge und Auswirkungen des Säureangriffes während des Löslichkeitstests gemäss der Norm ISO 6872 für Dentalprodukte an Hand eines tiefsinternden Metallkeramik-Korrekturmaterials (IPS® Classic Korrekturmateriale) und eines herkömmlichen Schneidematerials (IPS® Classic V/S1) näher zu charakterisieren. Hierzu wurden die nach einer Behandlung in 4%iger Essigsäure in die Lösung abgegebenen Na<sup>+</sup>- und K<sup>+</sup>-Ionen in Abhängigkeit der Zeit bestimmt und mittels Infrarot-Spektroskopie die ausgelaugte Oberflächenschicht charakterisiert. Weiterhin wurden Dreipunkt-Biegefestigkeitsmessungen von Prüfkörpern mit und ohne 16stündiger Essigsäurebehandlung durchgeführt.**

**Beide Materialien erfüllen die Anforderungen der ISO-6872-Spezifikationen und können folglich als mundbeständig betrachtet werden.**

**Langzeittests zeigten bei beiden Materialien die Ausbildung eines Sättigungsplateaus, d.h., nach 48 Stunden blieb die Menge an gelösten Ionen weitgehend konstant. Die Ausbildung einer Schutzschicht wurde durch infrarot-spektroskopische Messungen bestätigt. Eine Festigkeitssteigerung konnte nicht nachgewiesen werden. Schlussfolgernd kann gesagt werden, dass das tiefsinternde, alkalireiche Korrekturmateriale durch Einstellung einer Sättigung chemisch sowie durch Ausbildung einer Schutzschicht mechanisch stabil ist.**

Acta Med Dent Helv 3: 23–28 (1998)

*Schlüsselwörter:* Metallkeramik, Korrekturmateriale, Löslichkeitstest, Infrarot-Spektroskopie, Schutzschicht

Zur Veröffentlichung angenommen: 30. November 1997

## Korrespondenzadresse:

Susanne Wegner, Ivoclar AG, Bendererstrasse 2,  
FL-9494 Schaan, Tel. 075/235 35 24

## Einleitung

Die Beständigkeit von Dentalkeramiken im vorwiegend sauren Mundmilieu ist Grundvoraussetzung für den Einsatz beim Patienten. Deshalb müssen Dentalkeramiken die Anforderungen der ISO 6872 bezüglich chemischer Beständigkeit nach einem Testverfahren, bei welchem Prüfkörper in einer Soxlet-Apparatur 16 Stunden 4%iger kochender Essigsäure ausgesetzt werden, erfüllen.

Die Stärke des Glasangriffs ist abhängig von Zusammensetzung und Struktur des Glases. Der Angriff selbst ist ein komplexer Vorgang und deshalb nicht einfach aus der Glaszusammensetzung zu berechnen, wie es bei anderen Glaseigenschaften möglich ist (SCHOLZE 1988).

Die Entwicklung tiefsinternder Gläser für Dentalkeramiken, d.h. Gläser mit einer Verarbeitungstemperatur auf der Metallkrone von tiefer als 800 °C, basiert auf dem Einsatz eines erhöhten Anteils an Netzwerkwandlertonen, insb. von Alkaliionen. Generell kann jedoch davon ausgegangen werden, dass höhere Anteile an Netzwerkwandlern, hier z.B. Na<sup>+</sup> und K<sup>+</sup>, die partielle Auflösung des Glases verstärken, was zumeist nicht erwünscht ist. Es drängt sich die Frage auf, warum sind tiefsinternde, hochalkalihalte Dentalgläser dennoch chemisch beständig? Welche Vorgänge treten beim chemischen Angriff auf?

Untersuchungen zur chemischen Beständigkeit an tiefsinternden Dentalkeramiken, wie z.B. an Duceram LFC oder Omega 800, wurden bereits durchgeführt und das Reaktionsverhalten teilweise interpretiert (KOMMA 1993, RISITO et al. 1995).

Das Ionenaustauschvermögen und die damit verbundenen möglichen Auswirkungen auf physikalische Kenngrößen von tiefsinternden Dentalkeramiken wurden bisher noch nicht explizit untersucht und sollen am Beispiel des tiefsinternden IPS® Classic Korrekturmateriale dargestellt werden.

Zur Erfüllung dieser Aufgabenstellung waren folgende inhaltliche Fragestellungen Gegenstand dieser Arbeit (wobei das untersuchte Korrektur- und Schneidemateriale im Anwendungsfall stets in Kontakt zum Mundmilieu steht):

- Untersuchung der in 4%ige Essigsäure abgegebenen Na<sup>+</sup>- und K<sup>+</sup>-Ionen mittels ICP-EOS-Verfahren als Funktion der Zeit.
- Mittels infrarot-spektroskopischer Messungen vor und

nach dem Löslichkeitstest sollte die Ausbildung einer Schutzschicht untersucht werden.

– Es wurde untersucht, inwiefern eine Festigkeitsbeeinflussung nach dem Säureangriff auftritt.

Die hierbei auftretenden Phänomene können an Hand von wissenschaftlichen Erkenntnissen zu technischen Gläsern interpretiert werden, denn derartige Untersuchungen an tiefsinternden Dentalwerkstoffen wurden noch nicht in diesem Umfang durchgeführt.

Bei Gläsern, die für technische Zwecke verwendet werden, ist bekannt, dass die Einwirkung neutraler oder saurer wässriger Medien auf die Oberfläche eines Mehrkomponentensilicatglases stets infolge partieller Auslaugung von Netzwerkandlerionen (SCHOLZE 1988, WESSEL 1971) zur Ausbildung einer SiO<sub>2</sub>-reichen Glasoberflächenschicht führt. Hierbei treten auf die Plätze der ausgelaugten Glaskomponenten, hier der Alkaliionen, Wasserstoffionen [H<sup>+</sup>] bzw. [H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>], und es bildet sich eine Kieselgelschicht, die die Glasoberfläche vor weiterem Angriff schützt. Dieses Verhalten wurde anhand von IR-Messungen interpretiert (SCHOLZE 1988, WESSEL 1971).

## Material und Methoden

Es wurde eine tiefsinternde Glaskeramik (*IPS® Classic Korrekturmaterial*, Ivoclar, Schaan, FL) und ein hochsinterndes Schneidmaterial (*IPS® Classic V/S1*, Ivoclar, Schaan, FL) untersucht. Die Zusammensetzung dieser beiden Materialien wird in Tab. I wiedergegeben. Das Korrekturmaterial, als Alkalialuminosilicatglas, enthält mehr Alkalien, insbesondere der Natriumgehalt ist deutlich höher als beim Schneidmaterial, einem typischen Vertreter einer Feldspatkeramik.

Ausgangspunkt der Löslichkeitsuntersuchungen war an beiden Materialien die Prüfung der chemischen Beständigkeit nach ISO 6872. Die Berechnung der Löslichkeit von Dentalkeramiken erfolgte in Relation zur exponierten Oberfläche der Prüfkörper.

Für die Auslaugversuche wurden runde Prüfkörperplättchen mit einem Durchmesser von 12 mm und 1,5 mm Dicke verwendet. Hierzu wurden aus dem Glaskeramikpulver mit Modellierliquid Plättchen hergestellt und anschliessend im zahntechnischen Brennofen *Programat P95* (Ivoclar, Schaan, FL) zweimal gemäss Ar-

beitsanweisung gebrannt. Abweichend zur Arbeitsanweisung, da keine Dentalprodukte beschichtet, sondern Prüfkörper mit einer glatten Oberfläche hergestellt wurden, betrug die Brenntemperaturen bei *IPS® Classic Korrekturmaterial* 740 °C (1. Brand) und 720 °C beim Glanzbrand. Für das Schneidmaterial *IPS® Classic V/S1* wurde eine Verarbeitungstemperatur von 990 °C für den ersten Brand und 970 °C für den Glanzbrand verwendet. Die Brandführung entsprach der Arbeitsanweisung, da möglichst nah an dentalen Verarbeitungsbedingungen gearbeitet werden sollte.

Die Versuche wurden ausgehend von der Norm ISO 6872 durchgeführt, wobei zusätzlich die Reaktionszeiten verlängert wurden. Es wurden verschiedene Zeiträume gewählt und die jeweiligen Eluate hinsichtlich der in die Lösung abgegebenen Ionen Na<sup>+</sup> und K<sup>+</sup> analysiert, um den zeitlichen Verlauf der Ionenabgabe beobachten zu können. Als Arbeitsmittel wurde die in der Norm ISO 6872 beschriebene Soxlet-Apparatur eingesetzt, die in der chemischen Industrie eine bewährte Apparatur darstellt. In dieser Apparatur befinden sich die Prüfkörper in einem stationären Glasbehälter mit einer Öffnung nach oben und einem feinporigen Filterboden. Dieser Behälter wird in die Soxlet-Apparatur eingebaut, so dass sich unter dem Filterboden ein 100-ml-Kolben, gefüllt mit 75 ml der 4%igen Essigsäure, und sich darüber ein Glasrohr, das wieder seitlich zurück in den 100-ml-Kolben geführt wird, befindet. Durch das Erhitzen steigt Wasserdampf mit Essigsäure auf, kondensiert beim Zurückfliessen und sammelt sich wieder in dem 100-ml-Kolben, um anschliessend durch das Erhitzen wieder aufzusteigen und durch den Probenbehälter zu fließen. Dieses Füllen und Entleeren erfolgt 3- bis 4mal pro Stunde. Der Einsatz der Soxlet-Apparatur befindet sich in der Normenkommission in Bearbeitung. Zukünftig soll anstelle des Soxlets eine Apparatur mit stehender Flüssigkeit bei 80 °C eingesetzt werden. Bei beiden Methoden sind die Prüfkörper unter vergleichbaren Bedingungen dem Säureangriff ausgesetzt, so dass die Aussagekraft bzgl. chemischer Beständigkeit vergleichbar ist.

Die Analyse der Ionen wurde mit dem ICP-EOS-Verfahren durchgeführt (induktiv gekoppelte, plasmaoptische Emissionsspektroskopie). Dazu stand ein Spektrometer *Maxim I* (Fisons Instruments ARL, Offenbach, D) zur Verfügung. Dieses Verfahren erlaubt die gleichzeitige Bestimmung mehrerer Elemente in geringen Konzentrationen mit hoher Genauigkeit. Es beruht auf dem Prinzip der Lichtemission von Atomen, die in den Plasmazustand angeregt sind, und der spektralen Zerlegung des emittierten Lichtes.

Die infrarotspektroskopischen Untersuchungen wurden jeweils an unbehandelten sowie an Proben, die mit 4%iger Essigsäure behandelt wurden, durchgeführt. Hierzu wurden Prüfkörper mit einer Länge von 33 mm, einer Breite von 8,9 mm und einer Höhe von 2,3 mm nach oben genanntem Verfahren hergestellt.

Die Messungen erfolgten mit einer Seagull-Einrichtung (Starna, Pflungstadt, D). Es wurden in der Regel Reflexionsmessungen durchgeführt. Zusätzliche Transmissionsmessungen waren im Bereich 6000–2000 cm<sup>-1</sup> auswertbar. Für niedrigere Wellenzahlbereiche sind die Proben IR-undurchlässig.

Für die Biegefestigkeitsmessungen wurden Prüfkörper mit den Abmessungen 30 × 6 × 5 mm hergestellt und analog zu oben genanntem Verfahren gebrannt. Anschliessend wurden die gebrannten Prüfkörper in dünne längliche 20 × 1,5 × 4,5 mm Streifen gesägt, so dass der Norm ISO 6872 entsprechende Prüfkörper vorlagen. Drei-

**Tab. I Chemische Zusammensetzungsbereiche von *IPS® Classic Korrekturmaterial* und *IPS® Classic Schneidmaterial* in Ma %.**

	IPS® Classic Korrektur- material	IPS® Classic V/S1
SiO <sub>2</sub>	55–60	60–65
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7–11	13–18
Alkalien:		
K <sub>2</sub> O	7–12	10–14
Na <sub>2</sub> O	7–12	4–7
CaO	1–5	0–3
Σ (Zusatzkomp.)	0–23	0–13

punkt-Biegefestigkeitsmessungen wurden von jeweils acht unbehandelten Stäben und von acht Stäben nach 16 Stunden in 4%iger Essigsäure gemäss ISO 6872 an einer Universalprüfmaschine (Typ 1455, ZWICK, Ulm, D) gemessen.

## Resultate

Die in Lösung gegangenen Mengen an Alkaliionen werden in Abhängigkeit von der Expositionszeit in 4%iger Essigsäure für beide Materialien in Abbildung 1 dargestellt. In Abbildung 2 und 3 sind IR-Reflexionsspektren der beiden IPS®-Materialien nach 16stündiger Essigsäurebehandlung und im Ausgangszustand dargestellt. Unter gleichen Reaktionsbedingungen hergestellte Proben wurden mittels IR-Transmissionsverfahren untersucht und die Spektren in Abbildung 4 dargestellt.

Die Dreipunkt-Biegefestigkeitswerte für unbehandelte und für Proben nach 16 Stunden Essigsäuretest beider Dentalmaterialien sowie die Ergebnisse der Löslichkeitsuntersuchungen nach ISO 6872 sind in Tabelle II wiedergegeben.

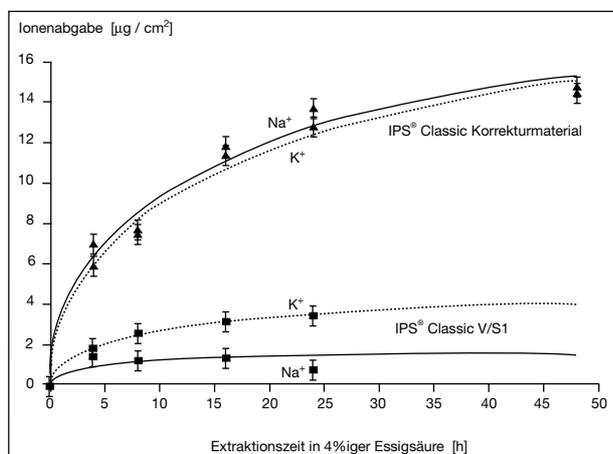


Abb. 1 Zeitlicher Verlauf der Ionenabgabe  $\text{Na}^+$  und  $\text{K}^+$  in den Eluaten nach Behandlung mit 4%iger Essigsäure von IPS® Classic Korrekturmaterial und IPS® Classic V/S1

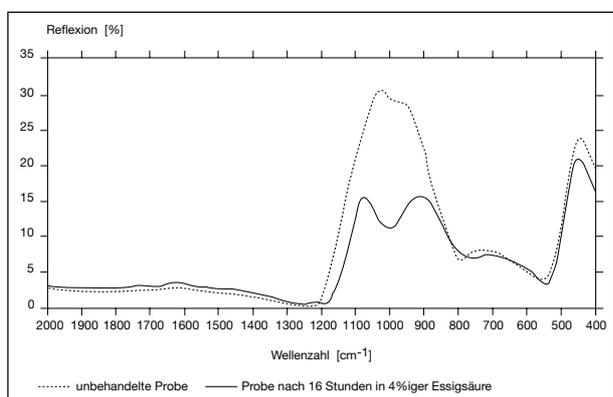


Abb. 2 IR-Reflexionsmessungen von IPS® Classic Korrekturmaterial in unbehandeltem Zustand und nach 16 Stunden in 4%iger Essigsäure

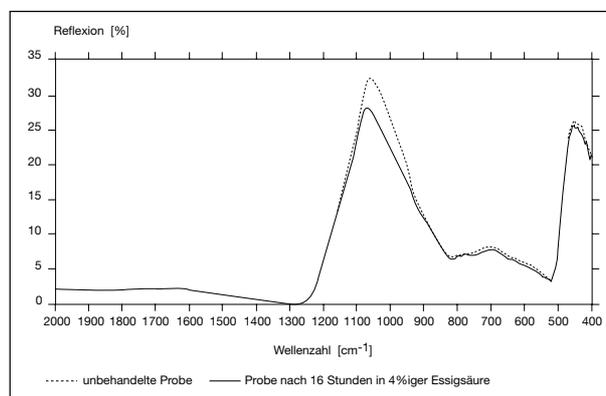


Abb. 3 IR-Reflexionsmessungen von IPS® Classic V/S1 in unbehandeltem Zustand und nach 16 Stunden in 4%iger Essigsäure

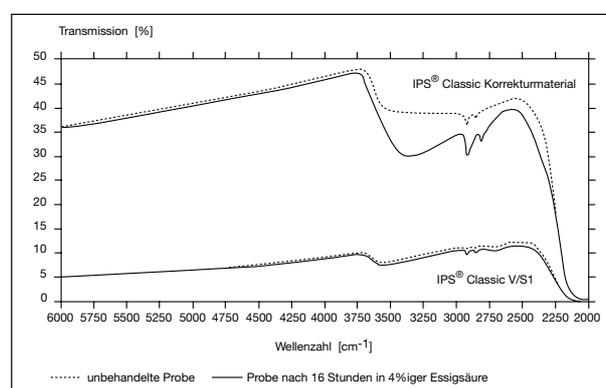


Abb. 4 IR-Transmissionsmessungen von IPS® Classic Korrekturmaterial und IPS® Classic V/S1 in unbehandeltem Zustand und nach 16 Stunden in 4%iger Essigsäure

Tab. II Dreipunkt-Biegefestigkeit von IPS® Classic Korrekturmaterial und IPS® Classic V/S1 im unbehandeltem Zustand und nach 16 Stunden in 4%iger Essigsäure sowie die Löslichkeitswerte beider Materialien nach ISO 6872.

	IPS® Classic Korrekturmaterial	IPS® Classic V/S1
Biegefestigkeit [MPa] unbehandelt	122 ± 21	117 ± 16
Biegefestigkeit [MPa] nach 16 Stunden in 4%iger Essigsäure	92 ± 15	97 ± 21
Löslichkeit nach ISO 6872 [µg / cm²]	36	13

## Diskussion

Die Beständigkeit des Materials im Applikationsfall wird durch die sehr geringen Löslichkeitswerte nach ISO 6872 (Tab. II) bestätigt. Die Werte liegen deutlich unter dem maximal zulässigen Grenzwert von  $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ .

Diskutiert man die in den Eluaten ermittelten  $\text{Na}^+$ - und  $\text{K}^+$ -Gehalte, fällt in Abb. 1 die wesentlich stärkere Ionenabgabe bei *IPS*<sup>®</sup> Classic Korrekturmateriale im Vergleich zu *IPS*<sup>®</sup> Classic V/S1 auf. Dies ist zu begründen u.a. im insgesamt höheren Alkali-Gehalt des Korrekturmateriale. Ein ähnliches Verhalten konnten auch RISITO et al. (1995) nachweisen, wobei auch hier die tiefsinternden Dentalmaterialien eine höhere chemische Löslichkeit zeigten im Vergleich zu herkömmlicher Metallkeramik.

Bedingt durch die Grundzusammensetzung des untersuchten Korrekturmateriale, speziell auch im Verhältnis der Alkalien, gehen hier weniger Kaliumionen im Vergleich zu Natriumionen in Lösung. Das Korrekturmateriale enthält weniger Kalium- und mehr Natriumionen im Vergleich zum Schneidemateriale.

Die in Lösung gegangenen Mengen an  $\text{Na}^+$ - und  $\text{K}^+$ -Ionen, wie in Abb.1 gezeigt, steigen in beiden Fällen zunächst deutlich an, flachen dann aber merklich ab und streben einem Sättigungswert zu. Diese Sättigung ist für das *IPS*<sup>®</sup> Classic V/S1 Material nach 24 Stunden Behandlungszeit erreicht, während sie für das *IPS*<sup>®</sup> Classic Korrekturmateriale erst nach 48 Stunden eintritt. Die Ausbildung des Sättigungsplateaus im zeitlichen Auslaugverhalten zeigt, dass nach 48 Stunden die Anzahl an gelösten Ionen weitgehend konstant bleibt. Nach einem anfänglichen Lösungsprozess bildet sich ein stabiler Zustand. Man kann auch von der Ausbildung einer Schutzschicht sprechen, wie im Rahmen der Diskussion der IR-Ergebnisse erläutert wird.

Die infrarot-spektroskopischen Reflexionsmessungen (Abb. 2 und Abb. 3) zeigen nach der Auslaugung eine stärkere Veränderung der Oberflächenschicht des *IPS*<sup>®</sup> Classic Korrekturmateriale im Vergleich zu *IPS*<sup>®</sup> Classic V/S1. Dies korreliert mit den Löslichkeitsergebnissen. Zur Diskussion der hierbei auftretenden Effekte ist die Kenntnis von  $[\text{SiO}_4]$ -Struktureinheiten (Abb. 5) wichtig. Sie bilden stabile Einheiten, und an den negativ geladenen Sauerstoffionen finden Lösungs- oder Anlagerungsvorgänge statt, wobei sich auch komplette Gruppen, z.B. mehrere  $\text{Q}^3$ -Tetraeder durch z.B. Reaktion mit Wasser zusammenschliessen können (ZAGAR & SCHILLMÖLLER 1960).

Die IR-Reflexionsmessungen enthalten die im folgenden dargestellten Informationen. Bei Wellenzahlen von  $1080 \text{ cm}^{-1}$  treten asymmetrische Si-O-Schwingungen und bei  $920 \text{ cm}^{-1}$  asymmetrische Si-H-Schwingungen auf (GÜNZLER & BÖCK 1990).

Die Veränderungen der gemessenen Banden nach der Säurebehandlung bezogen auf das *IPS*<sup>®</sup> Classic Korrekturmateriale zeigen deutlich die Existenz von asymmetrischen Si-H- und Si-O-Schwingungen. Im unbehandelten Zustand dominierten die Si-O-Schwingungen, während die Si-H-Schwingungen nur durch eine Schulter angedeutet wurden. Das Material *IPS*<sup>®</sup> Classic V/S1 zeigt die beschriebenen Effekte schwächer ausgeprägt. Die in Abbildung 2 gut ausgeprägte Si-H-Schwingungsbande bei  $920 \text{ cm}^{-1}$  erscheint in Abbildung 3 nur noch als schmale «Schulter». Ursache hierfür sind die hierbei im stärkeren Masse ablaufenden Strukturänderungen der Oberflächenschicht. Es findet ein stärkerer Lösungs- bzw. Einbauprozess beim Korrekturmateriale im Vergleich zum Schneidemateriale statt, dies korrespondiert auch mit der geringeren Löslichkeit von *IPS*<sup>®</sup> Classic V/S1, wie in Tab. II dargestellt. Dementsprechend geringfügiger fallen die Änderungen der IR-Reflexionskurven beim Schneidemateriale von unbehandeltem zu behandeltem Zustand aus.

Bezogen auf das *IPS*<sup>®</sup> Classic Korrekturmateriale bedeutet dies eine deutliche Zunahme höher vernetzter  $[\text{SiO}_4]$ -Bauelemente infolge der Auslaugung der Oberfläche an Alkaliionen, d.h., das Verhältnis der Anzahl der  $\text{Q}^4$ -Gruppen zur Anzahl der niedriger vernetzten Gruppierungen nimmt zu. Die relative Zunahme der  $\text{Q}_4$ -Gruppen in der Glasoberfläche ist teilweise bedingt durch die Umlagerung von silicatischen  $\text{Q}^3$ -Gruppen (Abb. 5) beim Lösungsvorgang (PLICHTA 1996). Konkret findet ein Austausch  $\text{Na}^+/\text{K}^+$  mit  $[\text{H}^+]$  bzw.  $[\text{H}_3\text{O}^+]$  unter Austritt von  $\text{H}_2\text{O}$  aus der Flüssigkeit während des Auslaugprozesses statt, daher auch die asymmetrischen Si-H-Schwingungen. Als weitere Folgereaktionen ergeben sich zwei Möglichkeiten. Zuerst werden weitere OH-Gruppen eingebaut, und zum zweiten führt die Reaktion zweier  $\equiv\text{Si-OH}$ -Endgruppen zur Abspaltung von Wasser und zur Bildung von neuen  $\equiv\text{Si-O-Si}\equiv$  Brücken, womit man sich bei den  $\text{Q}^4$ -Gruppen befindet (FRANZ & KELEN 1967). Da beim Korrekturmateriale deutlich mehr  $\text{Na}^+$  und  $\text{K}^+$  in Lösung gehen, dürften hier mehr  $\text{Q}^4$ -Gruppen im Vergleich zu dem Schneidemateriale auftreten.

Diese Vorgänge sind mit dem Mechanismus der Schutzschichtbildung, auch «Kieselgel»-Schutzschicht genannt, zu erklären. Je nach Material ist diese Kieselgel-

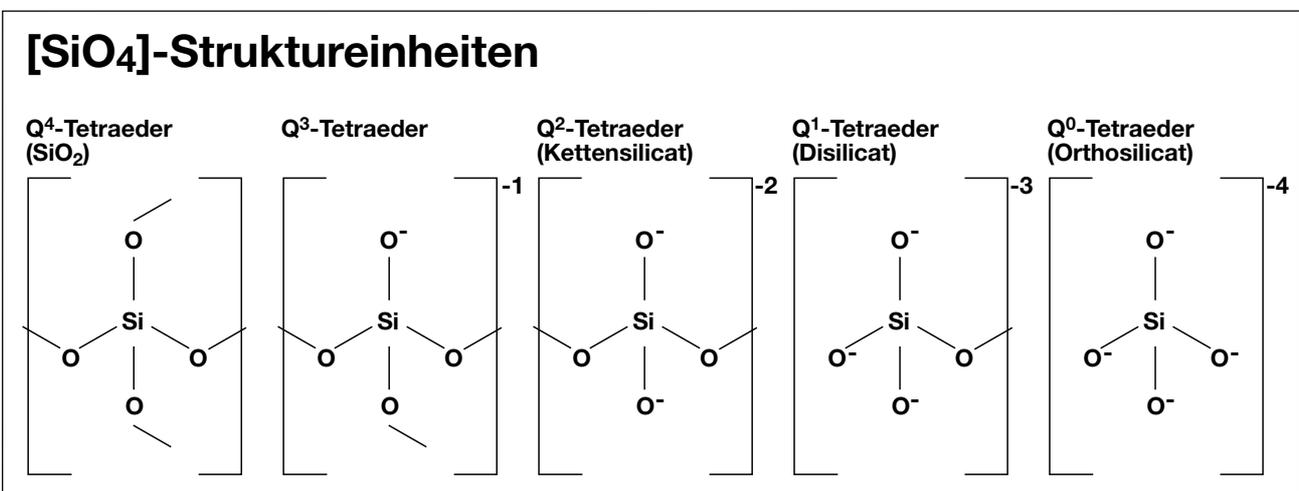


Abb. 5 In Silicatgläsern auftretende  $[\text{SiO}_4]$ -Struktureinheiten  $\text{Q}^0$  bis  $\text{Q}^4$

Schutzschicht nach unterschiedlichen Zeiten voll ausgebildet und behindert in zunehmendem Masse diesen Ionenaustausch, wodurch das Glas vor weiterer Korrosion geschützt wird (SCHOLZE 1988, WESSEL 1971).

Die Peaks im Bereich von 400–500  $\text{cm}^{-1}$  stellen Deformationsschwingungen im  $\text{SiO}_2$ -Netzwerk dar und treten bei jedem Glas oder jeder Glaskeramik auf.

Die IR-Transmissionsmessungen, dargestellt in Abb. 4, zeigen eine breite Bande bei 3400  $\text{cm}^{-1}$ , bedingt durch das Vorhandensein von OH-Gruppen in der Oberfläche (HOLTZ et al. 1996, GEOTTI-BIANCHINI & DE RIU 1995). Dieser Effekt ist bei infrarot-spektroskopischen Untersuchungen durch den Einbau von Wasser bzw. OH-Gruppen bei anderen Stoffen bereits bekannt. Die Bande zwischen 3700  $\text{cm}^{-1}$  und 3300  $\text{cm}^{-1}$  wird freien OH-Gruppen in den Hohlräumen des Glasnetzwerkes, die Bande zwischen 3000  $\text{cm}^{-1}$  und 2600  $\text{cm}^{-1}$  wird gebundenen OH-Gruppen, die Wasserstoffbrückenbindungen zu benachbarten Sauerstoffatomen ausbilden, zugeordnet (KRÄMER et al. 1997). Beim Korrekturmateriale ist die freie OH-Bande mit zunehmender Behandlungszeit deutlich stärker ausgeprägt als beim *IPS® Classic V/SI-Materiale*. D.h., die Eigenschaften dieser Dentalkeramik werden stärker durch den strukturellen Effekt des OH-Einbaus beeinflusst. Diese Bande entspricht der von KOMMA (1993) in Anlehnung an FRANZ & KELEN (1967) als Beleg für «hydrothermales Verhalten» herangezogenen OH-Schwingung in der Kubelka-Munk-Darstellung. Demnach kann ein solches Verhalten beim neuen *IPS® Classic Korrekturmateriale* durchaus vorliegen. Beim Vergleichsmateriale *IPS® Classic V/SI* tritt dieser Effekt allerdings nur in wesentlich schwächerer Ausprägung auf.

Die niedrigere Transmission des Schneidematerials ist bedingt durch die andere Gefügestruktur des Schneidematerials. Hierbei handelt es sich um eine Feldspat-Keramik, die deutlich mehr Leuzit enthält, im Vergleich zum Korrekturmateriale. Das *IPS® Classic Korrekturmateriale* ist hoch transparent, damit Korrekturen an beliebigen Stellen der Dentalrestauration vorgenommen werden können.

Die Dreipunkt-Biegefestigkeitsmessungen beider Dentalmaterialien zeigten keinen wesentlichen Unterschied. Beide Materialien erfüllten mit ca. 90 bis 110 MPa die Anforderung der Norm ISO 6872 von 50 MPa sehr gut. Dies trifft auch für die Untersuchungen der Festigkeit nach dem Essigsäuretest zu. Eine Steigerung der Festigkeit nach der Essigsäurelagerung, wie sie RISITO et al. (1995) bei gewissen Dentalmaterialien fanden, konnte jedoch nicht festgestellt werden. In diesem Fall bedeutet dies, dass die nach dem Säuretest entstandene Schicht keinen Einfluss auf die Festigkeit der Materialien hat.

Als Fazit kann folgendes zusammengefasst werden: Der Zahntechniker hat einen Tieftemperaturwerkstoff mit hoher Transparenz, den er als Korrekturmateriale zum Beheben von Defekten bzw. zur Nacharbeit einsetzen kann. Der Zahnarzt kann gegenüber dem Patienten Hinweise geben, dass Korrekturmöglichkeiten seitens des Zahntechnikers bestehen und kann somit besser auf Patientenwünsche eingehen. Für den Patienten ist es wichtig, dass er einen chemisch und mechanisch stabilen, bioverträglichen Werkstoff als Zahnrestauration vom Zahnarzt eingesetzt bekommt.

## Danksagung

Die ICP-Analysen und die IR-Untersuchungen wurden am Institut für anorganische und analytische Chemie bzw. am Institut für Physikalische Chemie der Friedrich-Schiller-Universität Jena ausgeführt. Dafür sei Herrn Dr. Schrön und Frau Dressler (ICP) sowie Herrn Dr. Hobert und Frau Weber (IR) herzlich gedankt.

## Summary

WEGNER S, WANGE P, RÜSSEL CH, HÖLAND W: Solubility behaviour of a new low-sintering metal-ceramic add-on material in comparison with a conventional incisal material (in German) *Acta Med Dent Helv* 3: 23–27 (1998)

The objective of this investigation was to describe the processes involved in, as well as the effects of acid exposure in solubility tests according to ISO 6872 for dental products on a low-sintering metal-ceramic add-on material (*IPS® Classic Add-On material*) and a conventional incisal material (*IPS® Classic V/SI*).

For that purpose, the number of ions,  $\text{Na}^+$  and  $\text{K}^+$ , released in the solution after treatment with 4% ethanoic acid were determined as a function of time. Furthermore, the leached surface was examined by means of infrared spectroscopy. Additionally, three-point flexural strength measurements of test samples with and without 16-hour immersion in ethanoic acid were conducted. The two materials meet the requirements of ISO 6872 and may thus be considered as resistant to the oral environment. Long-term tests have shown the formation of a saturation-level, this means after 48 hours the numbers of released ions was far-reaching constant.

The infrared-spectroscopic measurements revealed the formation of a protective layer. An increase of flexural strength was not found.

In conclusion the low-sintering add-on material, rich in alkalics, is chemically stable by attainment of the saturation and also mechanically stable by formation of the protective layer.

## Résumé

L'objectif de ces analyses était de caractériser plus précisément les phénomènes et effets de l'attaque acide lors du test de solubilité selon la norme ISO 6872 pour produits dentaires sur la base d'un matériau correcteur métal-céramique à frittage profond (*matériau correcteur IPS® Classic*) et d'un matériau de coupe conventionnel (*IPS® Classic V/SI*).

Dans ce but, on a déterminé les ions  $\text{Na}^+$  et  $\text{K}^+$ , émis dans la solution après traitement à l'acide acétique à 4%, en fonction du temps et caractérisé par spectroscopie infrarouge la couche superficielle lessivée. En outre, on a effectué des mesures de résistance à la flexion à trois points de corps d'essai avec et sans traitement de 16 heures à l'acide acétique.

Les deux matériaux répondent aux exigences des spécifications ISO 6872 et peuvent donc être considérés comme durables en partie buccale.

Des essais prolongés ont montré la formation d'un plateau de saturation, c'est-à-dire après 48 heures le nombre des ions émis reste constant.

Les mesures spectroscopiques infrarouges ont fait apparaître la formation d'une couche de protection. Une augmentation de la résistance à la flexion par ici n'a pas été constatée.

Finalement le matériau correcteur à frittage profond, riche en alcalics, est stable au point de vue chimique par l'ajustage d'une saturation et encore par la formation d'une couche de protection au point de vue mécanique.

## Literatur

FRANZ H, KELEN T: Erkenntnisse über die Struktur von Alkalisilicatgläsern und -schmelzen aus dem Einbau der OH-Gruppen. *Glastechn Ber* 40: 141–148 (1967)

- GEOTTI-BIANCHINI F, DE RIU L: Infrared spectroscopic analysis of water incorporated in the structure of industrial soda-lime-silica glasses. *Glastechn Ber* 7: 228–240 (1995)
- GÜNZLER H, BÖCK H: IR-Spektroskopie – eine Einführung. 2. Aufl. VCH Weinheim, p. 251 (1990)
- HOLTZ F, BENY J M, MYSEN B O, PICHAVANT M: High-temperature Raman-spectroscopy of silicate and aluminosilicate hydrous glasses: implications for water speciation. *Chemical Geology* 128: 25–39 (1996)
- ISO 6872, Second edition, Dental Ceramic. International Organization for Standardization (1995-09-01)
- KOMMA O: Hydrothermale Dentalkeramiksysteme. Dokumentation Ducera Dental GmbH, Rosbach v.d.H. (1993)
- KRÄMER F W, HASPEL R, OTTERMANN C, ILIERSKI S, LAUBE M, RAUCH F: Praktischer IR-Extinktionskoeffizient für Wasser in technischen Gläsern. In 71. Glas-technische Tagung – Vorträge, DGG, Bayreuth, pp. 239–240 (1997)
- PLICHTA A: Strukturuntersuchungen an Natrium-Alumosilicat Gläsern. Diss, Mainz, pp. 150–158 (1996)
- RISITO C, LÜTHY H, LÖFFEL O, SCHÄRER P: Chemische Löslichkeit und Festigkeit von niedrigschmelzenden Dentalporzellanen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 105: 611–616 (1995)
- SCHOLZE H: Glas – Natur, Struktur, Eigenschaften. Springer Verlag, Berlin pp. 305–307 (1988)
- WESSEL H: Einige Zusammenhänge zwischen der chemischen Beständigkeit und der Struktur technischer Gerätegläser. *Chem. Techn.* 23: 17–22 (1971)
- ZAGAR L, SCHILLMÖLLER A: Über die physikalisch-chemischen Vorgänge bei der Wasserlaugung von Glasoberflächen. *Glastechn. Ber* 33: 109–116 (1960).