

OORSPRONKELIJKE BIJDRAGEN

*Uit de afdeling Materiaalkunde van het
Tandheelkundig Instituut der Rijksuni-
versiteit te Utrecht.*

Hoofd: Ir. H. P. L. Schoenmakers.

TOEPASSING VAN DE F.D.I.-SPECIFICATIE OP ENIGE IN NEDERLAND VEEL GEBRUIKTE AMALGAAMLEGERINGEN

Ir. H. P. L. SCHOENMAKERS

In september 1957 heeft de Fédération Dentaire International de „specification for alloy for dental amalgam” (1) aanvaard. Hierin zijn de eisen vastgelegd waaraan de legeringen moeten voldoen opdat hiermede goede amalgaamvullingen kunnen worden vervaardigd.

Tot de belangrijkste van deze eisen behoren:

1. *De samenstelling*

Omdat men niet over een laboratoriumproef beschikt, waarmee bepaald kan worden of het amalgaam in grote mate gevoelig is voor aanslag en corrosie zoals die onder klinische omstandigheden kunnen optreden, moet deze garantie geleverd worden door de chemische samenstelling van de legering (2), t.w.:

zilver	minimaal	65 %
tin	maximaal	29 %
koper	maximaal	6 %
zink	maximaal	2 %
kwik	maximaal	3 %

Ofschoon men verscheidene types legeringen onderscheidt, o.a. een zinkhoudende en een zinkvrije, komt dit niet in bovengenoemde eis tot uitdrukking.

2. *De expansie*

Tijdens de verharding ondergaat het amalgaam eerst een contractie die later weer gecompenseerd moet worden door een expansie.

Het verloop van de dimensionele verandering tijdens het verharden van amalgaam is geschetst in figuur 1.

Als voorwaarde is gesteld dat de totale expansie, bepaald bij een temperatuur van 37°C, dient te liggen tussen 0 en 20 micron/cm.

De getalwaarde voor de expansie wordt weergegeven door het gemiddelde van de relatieve lengteverandering van twee proefstaafjes.

De eerste meting wordt verricht precies 15 min. nadat met het mengen van het kwik en de legering is begonnen, de laatste waarneming geschiedt na 24 uur. In de tijd die verloopt tussen het condenseren en de 15e minuut (eerste meting) contraheert het amalgaam in sterke mate.

Als men deze contractie op 10 micron stelt dan kan worden geconcludeerd dat de expansie-eis aangeeft dat het amalgaam onder klinische omstandigheden een verhardingsexpansie mag vertonen die gelijk is aan 0 ± 10 micron/cm.

Een kleine expansie of contractie die het klinisch verwerkte amalgaam ondergaat, schijnt niet van grote betekenis te zijn (3).

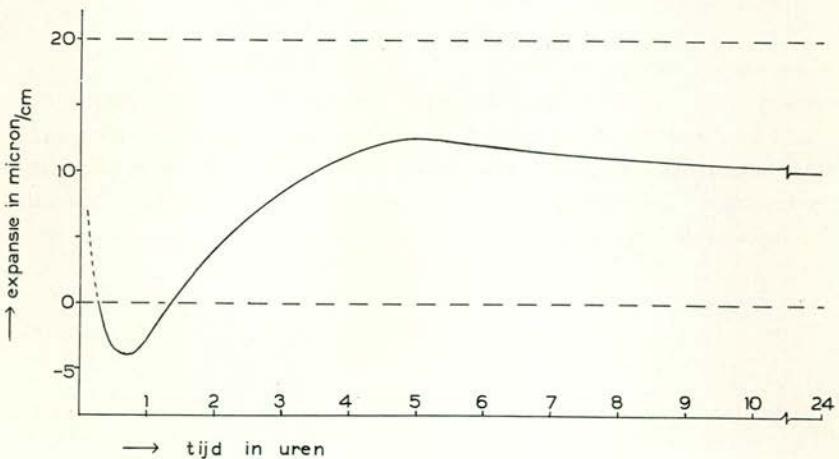


Fig. 1. Dimensionele verandering van een amalgaam tijdens het verharden bij 37°C.

3. De flow (vloei)

Als amalgaam belast wordt met een spanning die ver beneden de druksterkte ligt, dan ontstaat toch nog een vervorming die met de tijd toeneemt. Dit gedrag wordt de flow (vloei) genoemd.

De flow is representatief voor de mechanische eigenschappen (4) en heeft in de specificatie de druksterkte vervangen.

De flow wordt bepaald door een staafje amalgaam 3 uur na het mengen van het amalgaam bij een temperatuur van 37°C te belasten met een drukspanning van 105 kg/cm^2 ; 21 uur hierna wordt de vervorming die intussen is opgetreden, bepaald.

De flow mag niet meer bedragen dan 4 %.

In de eerste uren zal het belaste staafje een relatief grotere vervorming ondergaan dan later als het amalgaam zijn maximale sterkte reeds nagenoeg heeft bereikt. Zie figuur 2.

Dit betekent dat de langzaamhardende amalgaamsorten een grotere flow zullen vertonen en dus minder gemakkelijk aan de eis die ten aanzien van de flow is gesteld, zullen voldoen.

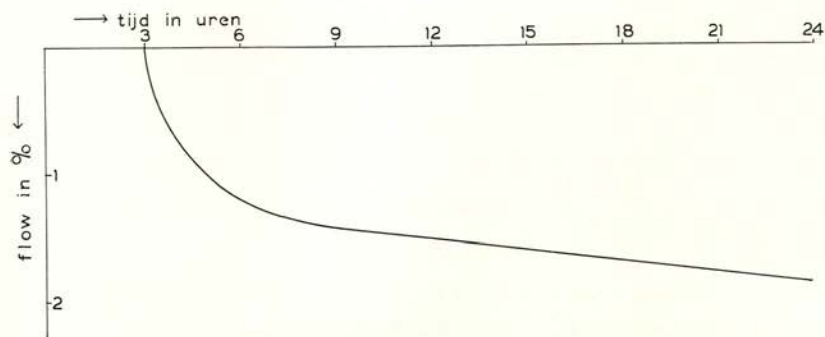


Fig. 2. Flow-curve van een amalgaam, 3 uur na het mengen belast met 105 kg/cm^2 bij 37°C .

4. Subjectieve eisen

De legering moet als zij in een mortier met het kwik wordt gemengd, binnen de 90 seconden een plastische massa vormen.

De amalgaamvulling moet tot 15 min. na het mengen zonder moeite gemodelleerd kunnen worden. Na dit tijdstip mag het amalgaam niet meer gemakkelijk te modelleren zijn en er blijkt van geven dat het merkbaar in hardheid is toegenomen.

5. Instructies

Bij de verkoop van de legering moeten verwerkingsvoorschriften worden bijgeleverd, betreffende de volgende zaken:

- a. de legering-kwikverhouding;
- b. methode van mengen van legering en kwik;
- c. de wijze van condenseren van grote en kleine restauraties, alsmede op welk tijdstip en welke wijze overtollig kwik moet worden verwijderd;
- d. een waarschuwing bij zinkhoudende legeringen dat secundaire expansie kan optreden voor het geval dat het amalgaam met vocht wordt verontreinigd.

6. Registratie

De fles, pot of doos, waarin de legering wordt afgeleverd, moet voorzien zijn van een nummer of een code waaraan de fabrikant zijn produkt kan herkennen. Tevens moet zijn aangegeven wanneer (maand en jaar) de legering is vervaardigd.

Doel van het onderzoek

Ten einde na te gaan in hoever een aantal in Nederland veel gebruikte amalgaamlegeringen aan de door de F.D.I. gestelde eisen voldoen, werden deze onderzocht op hun samenstelling, expansie en flow.

Ter nadere informatie werd tevens de druksterkte van amalgaam na zeven dagen bepaald, alsmede de toename van de hardheid tijdens de eerste 24 uur.

Materiaal

In tabel 1 zijn de merken en fabrikaten die in het onderzoek zijn opgenomen, weergegeven.

De diverse merken verschillen in samenstelling, bijv. zinkhoudend of

<i>MERK</i>	<i>FABRIKAAT</i>
Agestan 68	Bayer, Leverkusen
Cavex 68	Keur & Sneltsjes, Holland
Cavex 68 (non zinc)	Keur & Sneltsjes, Holland
Cavex (non zinc) fine	Keur & Sneltsjes, Holland
Cavex naaldvorm	Keur & Sneltsjes, Holland
Novalgaam fine	Keur & Sneltsjes, Holland
Katalloy (non zinc)	Walter und Schmitt, Schwäbisch Gmünd
New True Dentalloy	S. S. White, London
True Dentalloy (zinc-free)	S. S. White, London
Standalloy	Degussa, Frankfurt am Main

Tabel 1.

zinkvrij. Tevens kan ook de vorm uiteenlopen waarin zij worden aangeboden; bijv. in grove naaldvorm, fijne naaldvorm of tabletten.

Verwerking

Meng- en condensatietechniek

De meeste poedervormige en naaldvormige legeringen worden in een mortier met kwik gemengd. Ofschoon hiervoor een mortier wordt aanbevolen, die in het centrum een verhoging bezit, werd van een dusdanig model geen gebruik gemaakt omdat zij niet met een bijbehorende passende stamper konden worden geleverd.

De stampers hadden alle een elliptische, in plaats van de noodzakelijke cirkelvormige doorsnede.

Het mengen vond daarom plaats in de stalen „Crescent”*) mortier, die echter een vlakke bodem bezit.

De legeringen Standalloy en Katalloy werden gemengd in de „Dentomat”**).

De legeringen die in tabletvorm worden geleverd, werden mechanisch gemengd in de „Wig-L-Bug”*) in een plastic capsule met bijbehorende plastic stamper. Dit geschiedde ook met de fabrikaten van S. S. White omdat, naar bleek, in de mechanische menger van S. S. White de tabletten niet volledig konden worden vergruisd. De legering en het kwik werden gedoseerd in de verhouding zoals die in de onderscheidene gebruiksaanwijzingen staat aangegeven.

De voorgeschreven mengtijd werd in acht genomen.

Omdat in de gebruiksaanwijzingen geen exacte methode van condensatie is vermeld, werd hiervoor gebruik gemaakt van een stopper met een diameter van 3 mm onder aanwending van een kracht van 5 kg.

Indien het niet uitdrukkelijk was voorgeschreven, werd vóór het condenseren geen kwik uitgeknepen, maar werd het tijdens het condenseren zoveel mogelijk verwijderd.

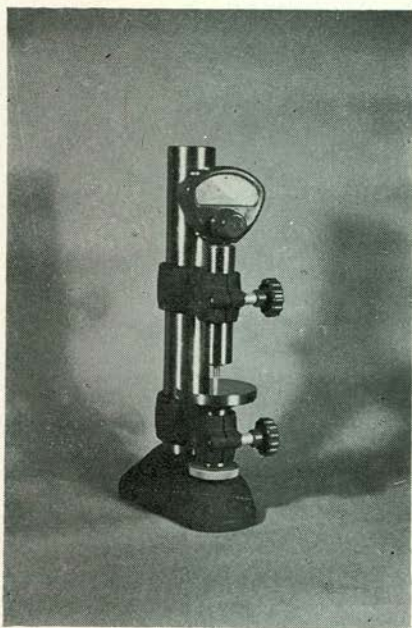
Bepaling van de expansie

De expansie werd bepaald aan de hand van puntvormige staafjes ter hoogte van 10 mm en met een diameter van 5 mm.

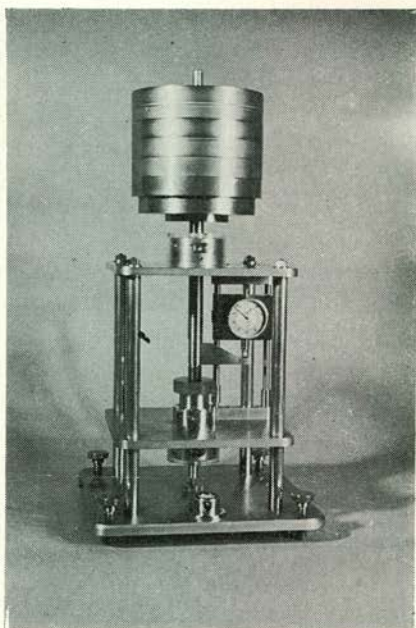
De lengteverandering die het amalgaam staafje tijdens het verharden

*) Crescent dental mfg. company, Chicago, Ill.

***) Dr. Walter und Schmitt, Schwäbisch Gmünd.



Afb. 1.



Afb. 2.

ondergaat werd opgemeten met de microcator van Johanson, die in afb. 1 is weergegeven. De stiftdruk was afgesteld op 10 gram.

Om tijdens de expansiebepaling de flow zoveel mogelijk te elimineren werd met behulp van een schroefmicrometer de puntige zijde van het staafje afgevlakt. De betreffende waarnemingen vonden plaats bij de voorgeschreven temperatuur van $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

Het te onderzoeken staafje werd zes minuten na het begin van het mengen onder de microcator geplaatst en de stand van de meetklok werd opgenomen. Vijftien minuten, nadat met het mengen een aanvang was gemaakt, volgde de tweede waarneming.

De flow

De flow werd bepaald aan de hand van cilindrische staafjes met een hoogte van 8 mm en een diameter van 4 mm.

Na 3 uur werden de staafjes geplaatst in het toestel, dat in afb. 2 staat weergegeven en waarmee de staafjes werden onderworpen aan een belasting van 105 kg/cm^2 . Met behulp van de meetklok die in het toestel

is aangebracht kon vervolgens na verloop van 24 uur de vermindering in hoogte worden afgelezen.

De bepaling van de flow geschiedde bij de voorgeschreven temperatuur van $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

De druksterkte

De proefstaafjes, afkomstig van de expansie- en flowbepaling werden daarna gebruikt om de druksterkte te bepalen, echter niet dan nadat de eindvlakken parallel waren geschuurd.

De snelheid waarmee de belasting tot het maximum werd opgevoerd bedroeg ongeveer 200 kg/min.

Hardheidsbepaling

Ter bepaling van de hardheid als functie van de tijd, werden in plexiglas caviteiten met een diameter van 8 mm vervaardigd en deze vervolgens met amalgaam gevuld.

Omdat vooral de weerstand tegen deformatie van de oppervlakte van de vulling maatgevend is voor de hardheid, werd bij het condenseren een overmaat aangebracht van 0,5 mm die naderhand weer werd weggenomen.

De indrukking werd gemaakt met behulp van de Rockwell Twin-tester, die was uitgerust met een kogel, waarvan de diameter $1/16$ inch bedraagt. De aanvangsbelasting bedroeg 3 kg, de hoofdbelasting 15 kg.

De tijd dat de hoofdbelasting werkzaam was bedroeg 30 seconden.

De diameter van de indrukking werd opgemeten en aan de hand daarvan werd de Brinellhardheid bepaald.

De hardheid werd gemeten na 2 uur (in 6-voud), 3 uur (in 6-voud), 5 uur (in 6-voud), 7 uur (in 9-voud) en na 24 uur (in 9-voud), gerekend vanaf het tijdstip waarop met het mengen was begonnen.

De verharding van het amalgaam vond plaats bij $37 \pm 1^\circ\text{C}$, maar vóór elke hardheidsbepaling werden de specimen afgekoeld tot kamertemperatuur (23°C).

Resultaten

De samenstelling van de onderzochte legeringen vindt men weergegeven in tabel 2.

De uitkomsten van het onderzoek inzake de expansie, de flow en de druksterkte (na 7 dagen) zijn neergelegd in tabel 3. Tevens is in deze tabel de verhouding van legering en kwik opgenomen alsmede de apparaten waarin de vermenging plaats vond.

De materiaalvorm van de legering is aangegeven met de letters T = tabletvorm en P = poeder of naaldvorm.

Bij de bepaling van de expansie vertoonden alle amalgaamsorten eerst een contractie. Gemeten van 6 min. tot 15 min. na de aanvang van het mengen, bedroeg deze contractie gemiddeld 7 micron/cm met 3 micron als laagste en 11 micron als hoogste waarde.

Merk	vorm	batch- legering nummer	Ag	Samenstelling in %			Hg
				Sn	Cu	Zn	
Agastan	T	18/X	66,3	26,5	3,2	1,3	1,9
Cavex 68	T	6069	67,8	26,6	4,8	0,5	-
Cavex 68 n.z	T	8004	67,9	26,8	4,6	-	-
Cavex 68	T	56666	68,4	26,3	4,6	0,5	-
Cavex 68 n.z	T	56613	68,3	26,4	4,9	-	-
Cavex fine n.z	P	6935	66,0	26,4	5,4	1,9	-
Cavex naaldv.	P	6938	66,2	26,4	5,3	1,7	-
Novalgaam	P	4468	67,9	25,4	3,0	-	2,7
Katalloy n.z	P	10525	69,7	25,3	2,8	-	1,4
New True Dentalloy	T	4?6534*)	70,8	25,7	2,4	0,9	-
New True Dentalloy	P	486509	70,7	25,6	2,4	1,0	-
True Dentalloy n.z	T	116511	69,6	26,2	3,4	-	-
True Dentalloy n.z	P	166328	70,0	26,2	3,6	-	-
Standalloy	P	P238	67,4	25,8	4,7	-	1,3

Eis der F.D.I.-specificaties: min. 65 max. 29 max. 6 max. 2 max. 3

Tabel 2. Chemische samenstelling van de legeringen.

*) Vraagteken: cijfer onleesbaar.

<i>Merk</i>	<i>batch-nummer</i>	<i>vorm legering</i>	<i>legering-Hg verhouding</i>	<i>mengmethode</i>	<i>expansie in micron per cm</i>	<i>flow in %₀</i>	<i>druksterkte kg/mm²</i>
Agastan 68	18/X	T	1 : 1	Wig-L-Bug	-3	1,5	39
Cavex 68	6069	T	9 : 11	Wig-L-Bug	-2	1,1	39
Cavex 68 n.z.	8004	T	9 : 11	Wig-L-Bug	-1	1,3	36
Cavex 68	56666	T	9 : 11	Wig-L-Bug	+6	1,8	38
Cavex 68	56666	T	1 : 1	Wig-L-Bug	+1	2,1	33
Cavex 68 n.z.	56613	T	9 : 11	Wig-L-Bug	+2	1,6	36
Cavex 68 n.z.	56613	T	1 : 1	Wig-L-Bug	0	1,3	33
Cavex fine n.z.	6935	P	9 : 11	mortier	-8	2,2	35
Cavex naaldv.	6938	P	9 : 11	mortier	-7	2,5	32
Novalgaam	4468	P	1 : 1	mortier	-3	2,1	34
Katalloy n.z.	10525	P	1 : 1	Dentomat	+16	3,4	35
New True Dentalloy	4?6534	T	8 : 9	Wig-L-Bug	+6	1,7	40
New True Dentalloy	486509	P	5 : 7	mortier	+11	1,5	33
True Dentalloy n.z.	116511	T	8 : 9	Wig-L-Bug	+6	1,8	36
True Dentalloy n.z.	166328	P	5 : 7	mortier	+16	1,3	29
Standalloy	P 238	P	1 : 1	Dentomat	-2	1,3	35
Eis der F.D.I.-specificaties:					0-20	max.4	—
Steekproef gemiddelde ($s_{gem.}$)					1,9	0,35	3,8
Aantal vrijheidsgraden (φ)					46	46	113

Tabel 3. Expansie, flow en druksterkte van diverse soorten amalgaam.

Het steekproefgemiddelde is berekend aan de hand van een groter aantal gegevens dan in de tabel is verwerkt.

De toename van de hardheid, gedurende de eerste uren, is weergegeven in tabel 4. De spreiding in het verkregen cijfermateriaal was tamelijk groot; de oorzaak hiervan kan gelegen zijn in het niet homogeen zijn van het materiaal (plaatselijk grotere kwikconcentratie) en mogelijk in een flow-verschijnsel gedurende de aanvangsbelasting.

Merk	batch- nummer	vorm legering		Brinellhardheid na				
		le- gering	Hg ver- houding	2 uur	3 uur	5 uur	7 uur	24 uur
Agastan 68	18/X	T	1 : 1	42,8	49,2	58,7	67,4	74,2
Cavex 68	6069	T	9 : 11	39,8	57,8	60,7	70,9	73,0
Cavex 68 n.z	8004	T	9 : 11	41,8	53,0	59,6	64,0	71,0
Cavex 68	56666	T	9 : 11	44,1	48,5	68,2	68,4	73,9
Cavex 68	56666	T	1 : 1	38,6	53,1	69,0	70,3	78,6
Cavex 68 n.z	56613	T	9 : 11	48,7	59,5	64,0	73,1	73,2
Cavex 68 n.z	56613	T	1 : 1	60,0	72,2	72,6	82,0	76,7
Cavex fine n.z	6935	P	9 : 11	33,2	42,0	56,5	62,0	66,5
Cavex naaldv.	6938	P	9 : 11	26,0	34,8	43,8	60,0	58,3
Novalgaam	4468	P	1 : 1	20,4	30,1	42,8	47,4	58,8
Katalloy n.z	10525	P	1 : 1	25,3	34,0	40,8	56,2	83,8
New True Dentalloy	476534*)	T	8 : 9	56,6	63,2	75,2	83,2	68,7
New True Dentalloy	486509	P	5 : 7	31,5	41,8	52,0	55,4	62,6
True Dentalloy n.z	116511	T	8 : 9	35,5	50,0	66,6	62,2	65,8
True Dentalloy n.z	166328	P	5 : 7	34,2	39,5	49,3	67,4	16,2
Standalloy	P 238	P	1 : 1	36,9	48,1	52,0	58,0	61,5

Tabel 4. Brinellhardheid van diverse amalgaamsorten, nadat resp. 2, 3, 5, 7 en 24 uur verlopen zijn vanaf het mengen. (Bewaard bij 37° C.)

Er waren geen termen aanwezig om aanmerking te maken op de wijze waarop de amalgamering van kwik en legering geschiedde, terwijl ook het modelleren geen bezwaar opleverde.

Conclusie

Wanneer men de chemische samenstelling, de expansie en de flow als maatgevend beschouwt voor het voldoen aan de F.D.I.-specificatie, dan blijkt dat enige legeringen niet beantwoorden aan de daarvoor als norm gestelde expansie van 0-20 micron/cm.

Aan de eis inzake de flow kan gemakkelijk worden voldaan, want in de meeste gevallen bedraagt de flow zelfs minder dan de helft van de gestelde waarde (4 %).

Uit het cijfermateriaal betreffende de toename van de hardheid, is gebleken dat het amalgaam in de meeste gevallen na 2 uur reeds een hardheid bezit, die meer bedraagt dan de helft van de hardheid die het vertoont na 24 uur.

*) Vraagteken: cijfer onleesbaar.

Na een hardingstijd van 7 uur heeft het amalgaam veelal zijn optimale hardheid benaderd; de getallen geven soms zelfs aan dat deze na 7 uur hoger is dan in een later stadium.

Of dit laatste het resultaat is van een bijzondere eigenschap van het materiaal of dat dit geweten moet worden aan de natuurlijke spreiding in de resultaten van de opeenvolgende metingen, valt aan de hand van het onderhavige cijfermateriaal moeilijk na te gaan.

Een groot bezwaar bij vele merken is dat uit het chargenummer niet is af te leiden, wanneer de legering gefabriceerd is.

Uit het feit dat het onderzochte monster van Novalgaam (4468) van 1961 dateert, blijkt dat er toch nog wel oude verpakkingen in de handel zijn.

Dit merk schijnt intussen een wijziging te hebben ondergaan, maar is in de nieuwe vorm niet in dit onderzoek betrokken.

Summary:

Some alloys for dental amalgam intensive used in the Netherlands are tested on their chemical composition, dimensional change during hardening and flow as described in the F.D.I.-specification for alloy for dental amalgam.

Also is measured the compressive strength after seven days and the rate of hardening during the first 24 hours by means of the Brinell hardness test.

Literatuur:

1. Int. Dent. Journal 9 : 421, 1959.
2. Guide to dental materials 1962-1963. American Dental Association.
3. McDonald, R. E., Phillips R. W. (1950): Clinical observations on a contracting amalgam alloy. J. D. Research 28 : 482.
4. Circular C 433: Physical properties of dental materials.

Paulus Potterlaan 33,
Bilthoven.