ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 59665— 2021

Стоматология

МАТЕРИАЛЫ РЕСТАВРАЦИОННЫЕ

Методы испытаний для оценки качества адгезионных соединений

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2021

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Национальный медицинский исследовательский центр стоматологии и челюстно-лицевой хирургии» Министерства здравоохранения Российской Федерации (ФГБУ «НМИЦ СЧЛХ» Минздрава России)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 279 «Стоматология»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 31 августа 2021 г. № 903-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2021

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Общие требования 2
5 Методы испытаний 3
5.1 Метод испытания прочности адгезионного соединения на растяжение 3
5.2 Измерение ширины микрощели между субстратом зуба и адгезивом 8
5.3 Испытание на микропроницаемость 9
6 Протокол испытаний 10
Приложение А (справочное) Примеры аппаратуры для методов испытания прочности адгезионных соединений на растяжение 11
Библиография 16

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Стоматология

МАТЕРИАЛЫ РЕСТАВРАЦИОННЫЕ

Методы испытаний для оценки качества адгезионных соединений

Dentistry. Restoration materials. Test methods for assessing the quality of adhesive joints

Дата введения — 2022—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на реставрационные стоматологические материалы и устанавливает методы испытаний для оценки качества адгезионного соединения стоматологических реставрационных материалов с твердыми тканями зуба, эмалью и дентином.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 22090.1 (ИСО 3823-1—86) Инструменты стоматологические вращающиеся. Часть 1. Боры стальные и твердосплавные

ГОСТ 31574 Материалы стоматологические полимерные восстановительные. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 8.568 Государственная система обеспечения единства измерений. Аттестация испытательного оборудования. Основные положения

ГОСТ Р 52381 (ИСО 8486-1:1996, ИСО 6344-2:1998, ИСО 9138:1993, ИСО 9284:1992) Материалы абразивные. Зернистость и зерновой состав шлифовальных порошков. Контроль зернового состава

ГОСТ Р 56924 (ИСО 4049:2009) Стоматология. Материалы полимерные восстановительные

ГОСТ Р 58144 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ Р 59423 (ИСО 29022:2013) Стоматология. Материалы реставрационные. Методы испытаний на сдвиг для определения прочности адгезионных соединений

ГОСТ Р ИСО 1942 Стоматология. Терминологический словарь

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р ИСО 1942, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **прилипание:** Способность к склеиванию, соединению двух разнородных материалов без механического скрепления.

3.2 **адгезионное соединение:** Состояние, при котором два разнородных материала соединяются и удерживаются поверхностными силами.

3.3 **адгезия:** Состояние, при котором две поверхности разнородных материалов удерживаются вместе химическими или физическими силами или и теми и другими с помощью адгезива.

3.4 **приклеенный материал:** Материал, который предназначен для соединения с другим материалом с помощью адгезива.

3.5 **адгезив:** Вещество, способное удерживать вместе разнородные материалы.

3.6 **субстрат:** Материал, на поверхность которого наносят адгезив для последующего склеивания или для получения покрытия.

3.7 **прочность адгезионного соединения:** Сила на единицу площади, которую следует приложить к склеенному из разнородных материалов объекту, чтобы разрушить клеевое или адгезионное соединение по поверхности раздела или близко к поверхности раздела «адгезив — субстрат».

3.8 **микрощель:** Дефект адгезионного соединения в виде узкой щели между поверхностью твердых тканей зуба (эмали или дентина) и реставрационным материалом.

3.9 **микропроницаемость:** Проникновение слюны, ионов, других химических веществ или бактериальных побочных продуктов между стенкой полости и адгезионно соединенной с ней реставрационным материалом.

4 Общие требования

4.1 Настоящий стандарт устанавливает следующие методы испытаний:

а) определение прочности адгезионного соединения на растяжение;

б) измерение ширины микрощели между субстратом зуба и адгезивом в адгезионном соединении с дентином;

в) определение микропроницаемости.

Другие методы испытаний для оценки качества адгезионных соединений установлены в ГОСТ 31574, ГОСТ Р 56924, ГОСТ Р 59423.

Результаты испытаний для оценки качества адгезионных соединений реставрационных материалов с тканями зуба в некоторых случаях могут быть использованы только для сравнительной оценки стоматологических материалов. Эти результаты допускается использовать в качестве ориентировочных данных для характеристик адгезивов и систем в клинике. В ряде случаев высокие значения адгезионной прочности могут не указывать на лучшие клинические показатели.

Примеры аппаратуры для методов испытаний на растяжение для определения прочности адгезионных соединений приведены в приложении А.

4.2 Количество испытуемого материала должно быть достаточным для всех запланированных испытаний. Для испытаний применяют материалы из одной партии.

4.3 При выборе метода испытания следует учитывать особенности применения данного материала при проведении реставрации зубов в клинике.

4.4 Средства измерений и испытательное оборудование должны быть поверены, откалиброваны и аттестованы в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.568 и с учетом требований нормативных документов на методы испытаний.

4.5 Существует большой разброс показателей адгезионной прочности, полученных в результате испытаний в различных лабораториях. Поэтому к абсолютным значениям показателя адгезионной прочности следует относиться с осторожностью и целесообразно проводить сравнительное ранжирование адгезивов.

4.6 Испытания в условиях клинического применения

Клинические испытания являются единственным бесспорным критерием оценки прочности адгезионного соединения и эффективности и долговечности реставрационного адгезива. Клинические ис-

пытания должны быть разработаны и выполнены в соответствии с принятыми клиническими процедурами и с учетом назначения материала.

Следует определить тип реставрации в соответствии с предполагаемым назначением материала. Для клинической оценки предпочтительным является тип препарированной полости с ограниченными вариациями формы и размера.

Срок проведения клинического испытания определяют исходя из вероятности возникновения неблагоприятных наблюдений. Это связано с характеристиками испытуемого материала и любого конкретного свойства, которое планируют в качестве критерия клинической оценки, например краевое окрашивание или просто сохранность реставрации. Результаты наблюдений должны быть зафиксированы в начальные сроки после реставрации и через запланированные промежутки времени в процессе клинических испытаний. Число наблюдений, планируемых в клиническом испытании, зависит от прогнозируемой частоты изменений качества реставрации. Причины потери реставраций или необходимости их замены должны быть определены в результате клинических испытаний.

Испытания могут включать в себя клиническую оценку как прямых, так и непрямых реставраций.

Оценку результата качества реставрации в клинических условиях должен проводить независимый эксперт-стоматолог, не проводивший лечения, т. е. оценка должна быть объективной.

5 Методы испытаний

5.1 Метод испытания прочности адгезионного соединения на растяжение

5.1.1 Общие положения

Настоящий стандарт устанавливает метод испытания адгезионной прочности на растяжение с учетом особенностей реставрационных материалов, таких как тонкие пленки адгезивов или объемные реставрации при пломбировании, а также с учетом кратковременной или долговременной экспозиции адгезива во влажной среде. Для более точной оценки адгезионных свойств материала может потребоваться набор методов испытаний.

После проведения испытания адгезионной прочности первичные данные представляют собой единицы силы (Н). Для перевода этих данных в единицы напряжения следует определить величину силы на единицу площади контакта материалов в адгезионном соединении (МПа). Следовательно, большое значение имеют параметры площади и гладкости поверхности, на которую наносят адгезив.

Для определения прочности адгезионного соединения на растяжение допускается использовать несколько устройств. При выборе подходящего устройства для малых и хрупких образцов следует учитывать:

- возможность установки образца «субстрат зуба — адгезив» в зажимах устройства и самого устройства в универсальной испытательной машине, не воздействуя при этом на образец (усилиями растяжения, изгиба, сдвига или кручения);
- конструкцию устройства, которая должна быть жесткой, чтобы исключить эластичную деформацию (или смещение) самого устройства и его соединения с испытательной машиной;
- возможности обеспечения устройством постепенного медленного увеличения и осевой направленности растягивающей нагрузки, когда образец допускается выравнивать в направлении действия растягивающей силы, чтобы устранить неравномерное распределение напряжения в процессе нагружения.

5.1.1.1 Аппаратура:

а) испытательная машина в соответствии с действующим нормативным документом или испытательная машина типа Zwick или Instron, откалиброванная таким образом, чтобы постоянная скорость подвижной траверсы была равна (0,75 ± 0,30) мм/мин или скорость нагружения была равна (50 ± 2) Н/мин;

б) устройство для установки и закрепления испытуемого образца адгезионного соединения «субстрат зуба — адгезив» в испытательной машине (см. рисунок 1).

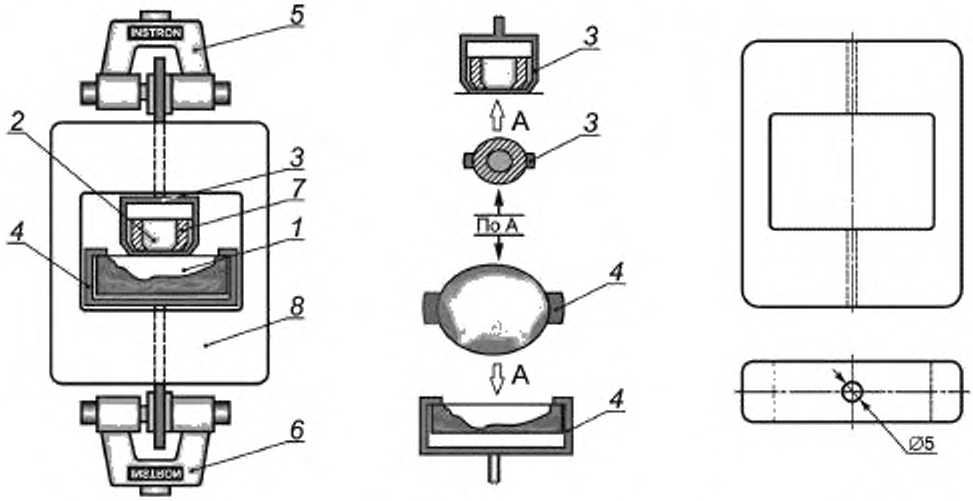
Устройство должно отвечать следующим основным требованиям для испытания образцов адгезионных соединений малых размеров и в ряде случаев достаточно хрупких:

- обеспечивать закрепление образца «субстрат зуба — адгезив» в испытательной машине, исключая в процессе установки и закрепления приложения к образцу силы и деформации, таких как растяжение, изгиб, сдвиг и кручение;

- иметь определенную жесткость конструкции для того, чтобы исключить эластичную деформацию (или смещение) устройства и вместе с ним образца при соединении с зажимами испытательной машины;

- способность прикладывать постепенно увеличивающуюся и однонаправленную силу растяжения, а также способность выравнивать образец, чтобы избежать неравномерного распределения напряжений во время нагрузки;

- устройство должно обеспечивать выравнивание между поверхностью субстрата зуба и адгезивом, т. е. силу при растяжении следует прикладывать под углом 90° к плоской поверхности зубного субстрата.



а – вид устройства с установленным для испытания образцом

б – положение захватов *3* и *4* в плане

в – металлическая рамка для выравнивания образца адгезионного соединения

1 — зуб в монтировочном блоке; *2* — испытуемый реставрационный материал; *3* — захват для формы с испытуемым материалом; *4* — захват для монтировочного блока с зубом; *5* — зажим подвижной траверсы испытательной машины; *6* — зажим неподвижной траверсы испытательной машины; *7* — металлическая форма для материала; *8* — металлическая рамка для выравнивания образца

Рисунок 1 — Схема устройства для установки образца в испытательной машине

5.1.2 Субстрат

5.1.2.1 Общие положения

Для определения адгезионной прочности используют постоянные премоляры или моляры человека либо резцы нижней челюсти быка. Животные—доноры крупного рогатого скота не должны быть старше пяти лет. При определении адгезионной прочности соединения с дентином зубов человека для снижения разброса результатов испытаний следует использовать подповерхностный дентин вестибулярной стороны зубов, наиболее близко прилежащий к эмали. Предпочтительно использовать третьи постоянные моляры, удаленные по показаниям у лиц в возрасте от 16 до 40 лет.

5.1.2.2 Срок хранения удаленных зубов

Со временем после удаления в тканях зуба, в частности в дентине, происходят изменения, которые могут повлиять на результаты испытаний адгезионной прочности, причем это влияние может быть различным для разных видов адгезивов. Рекомендуется проводить испытания с применением субстратов зубов, подготовленных сразу после удаления. Следует учитывать, что существенные изменения происходят в тканях зубов в первые дни или недели после удаления, поэтому для испытаний рекомендуется использовать зубы, с момента удаления которых прошло не более 1 мес. Допускается применять зубы, с момента удаления которых прошло не более 6 мес, так как после 6 мес хранения в протеине дентина происходят дегенеративные изменения.

5.1.2.3 Качество удаленных зубов

Если для испытаний применяют удаленные зубы человека, не допускается использовать зубы, пораженные кариесом, пломбированные зубы или зубы с запломбированным корневым каналом (после эндодонтического лечения). Допустимо только наличие малых поверхностных реставраций, расположенных не на площадке зуба для помещения испытуемого адгезива. Необходимо отметить, что существует некоторое влияние вида (типа) зуба на результат испытаний на адгезионную прочность к дентину и эмали. В то же время практически невозможно обеспечить полноценный контроль таких переменных характеристик субстрата, как возраст пациента, особенности диеты, состояния здоровья, т. е. стандартизовать состав и структуру зубов в качестве субстрата для испытаний.

5.1.2.4 Обработка удаленных зубов

Сразу после удаления зубы должны быть тщательно промыты под проточной водой для удаления с помощью острых ручных инструментов остатков крови и мягких тканей на их поверхности. Также следует как можно скорее после удаления очистить зубы быка и удалить мягкие ткани из пульповой камеры.

5.1.2.5 Хранение обработанных удаленных зубов

Обработанные удаленные зубы следует погрузить в дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144 или в 1,0 %-ный бактериостатический/бактерицидный раствор тригидрата хлорамина-Т максимум на одну неделю и поместить в холодильник номинальной температурой 4 °С, после чего бактериостатический/бактерицидный раствор заменить на дистиллированную воду. Чтобы свести к минимуму изменения свойств удаленных зубов в дальнейшем, среду для их хранения следует заменять не реже одного раза в два месяца. Не следует использовать в качестве среды для хранения другие химические агенты, т. к. они могут поглощаться тканями зуба и менять его свойства.

Примечание — 1,0 %-ный бактериостатический/бактерицидный раствор тригидрата хлорамина-Т для хранения удаленных зубов обладает сильной окислительной способностью и может оказывать существенное влияние на реакцию полимеризации, особенно на восстановитель в системе самотвердеющих полимерных материалов, что может, в свою очередь, повлиять на измеряемые показатели адгезионной прочности.

5.1.2.6 Подготовка (обработка) поверхности субстрата

Перед испытанием субстрат зуба обрабатывают для получения гладкой поверхности. Во все время обработки следует поддерживать поверхность зубного субстрата во влажном состоянии, не допуская экспозиции твердых тканей зуба на воздухе даже в течение нескольких мин, т. к. это может вызвать необратимые изменения поверхности зубного субстрата и повлиять на свойства адгезионного соединения. Особенно чувствителен к высушиванию (дегидратации) дентин.

При использовании в качестве субстрата зубов быка пульповую камеру запечатывают воском, чтобы исключить проникновение полимерного материала в дентин. Допускается вместо воска использовать высоковязкий герметик.

5.1.2.7 Монтирование зуба в блоке

Для получения плоской площадки обрабатываемой поверхности зубного субстрата подготовленный зуб (см. 5.1.2.6) монтируют в блоке из самотвердеющей пластмассы. Предварительно следует убедиться, что зуб имеет форму, которая обеспечит его удержание в материале блока при монтировке (поднутрения, отверстия или ретенционные штифты).

Примечание — Следует исключать абсорбцию полимера тканями зуба, а также перегрева зуба выделяющимся теплом полимеризации, которые могут отрицательно влиять на свойства субстрата. Следует использовать вязкую и медленно твердеющую полимерную систему.

Монтируемый в блоке зуб помещают в воду температурой (23 ± 2) °С как можно раньше. Пластмасса, таким образом, будет отверждаться под водой.

5.1.2.8 Подготовка поверхности субстрата

Поверхность субстрата в монтировочном блоке шлифуют под струей воды на абразивной бумаге из карбида кремния с размером зерен Р400 в соответствии с ГОСТ Р 52381 [средний размер зерна (35,0 ± 1,5) мкм]. Шлифование продолжают до получения при визуальном осмотре плоской гладкой поверхности. Следует убедиться, что рабочая поверхность субстрата не распространяется глубже самого верхнего слоя коронкового дентина и что поверхности всех зубов сошлифованы на одинаковую глубину.

Готовые блоки монтированных зубов хранят в воде при температуре (23 ± 2) °С. После шлифования поверхности субстрат помещают в воду при комнатной температуре и используют его для проведения процедуры склеивания в течение 4 ч. Если процедура склеивания отложена на более длительный

срок, то готовые блоки монтированных зубов в воде помещают в холодильную камеру температурой 4 °С, соблюдая условия хранения по 5.1.2.5.

5.1.3 Изготовление испытуемых образцов

5.1.3.1 Общие положения

Все процедуры следует выполнять при температуре (23 ± 2) °С и относительной влажности (50 ± 10) %.

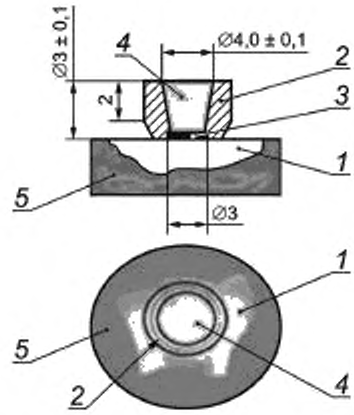
5.1.3.2 Обработка поверхности субстрата

Перед нанесением адгезива препарированные поверхности субстрата (см. 5.1.2.8) обрабатывают в соответствии с инструкцией изготовителя адгезива. Если такие рекомендации в инструкции отсутствуют, то непосредственно перед нанесением материала поверхность ополаскивают под проточной водой в течение 10 с, видимые следы воды удаляют фильтровальной бумагой или с помощью обдувания легкой струей воздуха от компрессора, не содержащей следов масла.

5.1.3.3 Установление границ площадки для нанесения адгезива

Для ограничения площадки для склеивания или нанесения адгезива используют форму из нержавеющей стали для заполнения материалом высотой (3,0 ± 0,1) мм и диаметрами внутреннего отверстия (4,0 ± 0,1) мм вверху и (3,0 ± 0,1) внизу и лавсановую пленку толщиной не более 50 мкм. Форма должна иметь тонкий кольцевой край, который контактирует с поверхностью зуба и удерживает реставрационный материал на поверхности этого субстрата в течение времени отверждения (см. рисунок 2). Форма, кроме того, ограничивает площадку субстрата, на которую наносят адгезив, точно определяя границы склеивания. Светоотверждаемые материалы можно вносить в форму небольшими порциями с последовательным послойным отверждением.

Примечание — Внутреннюю поверхность формы покрывают антиадгезивной смазкой, например силиконовой. Смазка не должна попадать на края формы, контактирующие с поверхностью субстрата, чтобы не влиять на образование адгезионного соединения.



1 — зуб в монтировочном блоке, *2* — форма с заостренным краем; *3* — адгезив; *4* — испытуемый реставрационный материал, помещенный в форму; *5* — монтировочный материал блока (самотвердеющая пластмасса)

Рисунок 2 — Схема положения формы (см. 5.1.3.3) на зубном субстрате в монтировочном блоке (см. 5.1.2.7)

5.1.3.4 Приготовление образцов для испытания адгезивов и материалов для фиксации

На подготовленную поверхность субстрата (см. 5.1.3.2) накладывают тонкую лавсановую пленку с круглым отверстием диаметром (3,0 ± 0,1) мм, соответствующим малому диаметру образца, изготовленного из реставрационного материала, для которого рекомендован данный испытуемый адгезив или материал для фиксации реставрации. В отверстие пленки на поверхности субстрата наносят тонкий слой адгезива, соблюдая условия нанесения в соответствии с инструкцией изготовителя, затем прикладывают к этому слою торец образца с нижним диаметром (3,0 ± 0,1) мм из готового реставрационного материала (полимерного композита, керамики или металлического сплава в виде цилиндра с небольшой конусностью 5° — 7°).

Фиксируют и выравнивают образец реставрационного материала в положении, при котором вертикальная ось цилиндра с небольшой конусностью располагается под 90° к поверхности склеивания с помощью металлической рамки или оправки (см. рисунок 1в). На верхний свободный торец цилиндра реставрационного материала помещают груз массой (5,0 ± 0,1) кг на время, указанное в инструкции изготовителя испытуемого адгезива или фиксирующего материала как время твердения. В течение указанного изготовителем рабочего времени до отверждения материала удаляют излишки вокруг образца реставрационного материала, попавшие на пленку, не оказывая воздействия на склеиваемый образец.

Примечания

1 Если изготовитель реставрационного материала рекомендует использовать конкретный адгезив или материал для фиксации, то следует использовать только этот указанный в инструкции адгезив при всех сравнительных испытаниях.

2 Следует соблюдать три основных условия при приготовлении образцов для испытания на прочность адгезионного соединения при растяжении:

- так как сила растяжения при испытании образца должна быть строго ориентирована к плоскости поверхности раздела «адгезив — субстрат» под 90°, это положение необходимо соблюдать при фиксации цилиндра реставрационного материала и обеспечивать выравниванием склеиваемых объектов с помощью рамки (см. рисунок 1в) или иного устройства;
- площадь склеивания должна иметь строгие границы, поэтому не допускается смещение цилиндра из реставрационного материала с нанесенным адгезивом или фиксирующим материалом относительно отверстия в пленке;
- размеры образца реставрационного материала должны соответствовать размеру металлической формы *2*, приведенной на рисунке *2*.

5.1.3.5 Приготовление испытуемых образцов материалов для прямой реставрации (пломбировочных материалов)

Наносят тонкий слой адгезива на поверхность субстрата зуба. Если в инструкции изготовителя испытуемого материала указан определенный вид адгезива, то при проведении испытаний следует применять только указанный адгезив. Форму помещают на поверхность зубного субстрата. Заполняют пломбировочным материалом форму 5.1.3.3 с предварительно смазанной антиадгезивной смазкой (например, силиконовой смазкой) внутренней поверхностью, за исключением тонкого кольцевого края, контактирующего с поверхностью зубного субстрата (см. рисунок 2). Если испытывают светоотверждаемый материал, то его вносят в форму небольшими порциями с последующим послойным отверждением. Следует убедиться, что материал в форме полностью контактирует с поверхностью субстрата (см. рисунок 2). Время установки и выравнивание формы с испытуемым материалом не должно превышать рабочего времени, указанного в инструкции изготовителя данного материала. Необходимо строго ограничивать площадь склеивания, удаляя излишки материала, которые могут выступать за границы формы.

Приготавливают не менее 10 образцов.

5.1.3.6 Хранение образцов

Образцы, изготовленные по 5.1.3.4 и 5.1.3.5, погружают в дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144 и выдерживают при температуре (37 ± 2) °С в течение (24 ± 2) ч до проведения испытания.

Возможны варианты условий испытаний образцов адгезионного соединения при воздействии воды. Более продолжительный период экспозиции образцов в воде по сравнению с приведенным выше, а также изменения условий при воздействии воды позволяют оценить долговечность адгезионного соединения. Длительная экспозиция образцов адгезионного соединения испытуемых адгезивов со структурой зуба, как правило, позволяет установить способность реставрационных материалов противостоять воздействию влажной среды.

Варианты условий хранения и предварительных испытаний образцов адгезионного соединения при воздействии воды:

а) испытания типа 1: начальное краткосрочное испытание с экспозицией образцов в воде 24 ч при 37 °С;

б) испытание типа 2 — термоциклирование, включающее 500 циклов в воде температурой 5 °С и 55 °С с выдержкой при каждой температуре не менее 20 с и времени переноса из емкости с одной температурой в другую 5—10 с. Начало термоциклирования после выдержки образцов в течение 20—24 ч при 37 °С,

в) испытание типа 3 — долговременная экспозиция образцов в воде при 37 °С в течение 6 мес (воду меняют каждые семь дней для исключения загрязнения).

5.1.4 Проведение испытания

Сразу после извлечения из воды удаляют влагу с образца при помощи фильтровальной бумаги и устанавливают образец в устройстве, выравнивая с помощью захватов (см. рисунок 1*а*) и металлической рамки (см. рисунок 1в), закрепляют в зажимах испытательной машины, соблюдая условия по 5.1.1.2, и приступают к испытанию. Испытание проводят при температуре (23 ± 2) °С и относительной влажности (50 ± 10) % со скоростью движения подвижной траверсы машины (0,75 ± 0,30) мм/мин или со скоростью нагружения (50 ± 2) Н/мин.

Примечание — Следует учитывать, что, т. к. конструкции испытательных машин могут отличаться по условиям крепления и их относительной жесткости, скорость нагружения (в ньютонах/мин) — более значимое условие испытания по сравнению со скоростью движения траверсы.

5.1.5 Обработка результатов

Записывают максимальную силу (в ньютонах), при которой произошло разрушение адгезионного соединения. Рассчитывают адгезионную прочность соединения $\sigma_{адг}$, МПа, по формуле

$$\sigma_{адг} = \frac{F}{S}, \quad (1)$$

где F — максимальная сила, при которой происходит разрушение образца, Н;

S — площадь поверхности, по которой происходит разрушение, мм^2.

Адгезионная прочность соединения реставрационных материалов с твердыми тканями зуба, полученная в результате испытаний образцов, имеет высокое значение коэффициента вариации 20 % — 50 %, поэтому для испытания готовят не менее 10 образцов. Если коэффициент вариации более 50 %, то следует повторить испытания на дополнительной серии из 10 образцов.

Примечание — В целом увеличение количества образцов дает более достоверные результаты для оценки реального среднего значения прочности адгезионного соединения при растяжении и стандартного отклонения.

Результатом испытания является среднее значение прочности адгезионного соединения, выраженное в мегапаскалях. В протоколе испытаний регистрируют стандартное отклонение.

5.2 Измерение ширины микрощели между субстратом зуба и адгезивом

5.2.1 Общие положения

Измерение ширины микрощели между субстратом зуба и адгезивом — это метод испытания в лабораторных условиях, включающий в себя препарирование полости в удаленном зубе и последующее заполнение препарированной полости испытуемым материалом или комбинацией материалов. Полученную «реставрацию» и зуб секционируют и шлифуют для того, чтобы была четко видна граница между стенками полости зуба и реставрацией. Если заполнение полости было проведено правильно и выбранный адгезив эффективен, то основной причиной образования пустого промежутка или микрощели на границе реставрации может быть полимеризационная усадка в результате отверждения полимерного материала. Как правило, адгезив, используемый при реставрации зубов для образования адгезионного соединения с дентином, предназначен препятствовать действию сил полимеризационной усадки, отрывающей реставрационный материал от субстрата зуба. Если адгезив эффективен, то микрощель между реставрацией и стенками полости в зубе отсутствует.

Если эффективность адгезива для дентина частичная или его действие не полностью компенсирует процесс полимеризационной усадки, то возможно появление на границе раздела микрощели большего или меньшего размера. Чем более эффективен адгезив, тем меньше ширина микрощели. Данный метод испытания применяют для оценки эффективности адгезива для дентина в различные сроки после постановки реставрации. Данный метод оценки чувствителен к технике выполнения испытания, и сам испытатель должен иметь квалифицированную подготовку по работе со всеми применяемыми реставрационными материалами, а также по технике препарирования и подготовки полости зуба.

Выполнение всех этапов испытания проводят при температуре (23 ± 2) °С и относительной влажности (50 ± 10) %, чтобы свести к минимуму влияние внешних факторов.

5.2.2 Подготовка субстрата и его хранение

Подготовку и хранение субстрата выполняют по 5.1.2.

5.2.3 Препарирование субстрата

Время хранения удаленных зубов в дистиллированной воде при (23 ± 2) °С перед испытанием не должно превышать 12 ч. С помощью наждачной бумаги с карбидом кремния по ГОСТ Р 52381 шлифуют буккальную вестибулярную поверхность зубов для получения плоской площадки в области дентина диаметром не менее 4 мм. В дентине карбидным бором с цилиндрической головкой и плоским концом по ГОСТ 22090.1 препарируют полость под углом 90° глубиной около 1,5 мм и диаметром (3,0 ± 0,5) мм. Препарирование осуществляют при скорости приблизительно 4000 об/мин с водяным охлаждением. Качество препарирования проверяют при 5-кратном увеличении, чтобы убедиться, что все края полости окружены дентином.

5.2.4 Заполнение (пломбирование) полости

Полость в зубе заполняют, соблюдая инструкцию изготовителя по применению испытуемого пломбировочного материала, включая все рекомендуемые в инструкции дополнительные материалы и средства (средства предварительного травления, подслои, адгезивы), а также соблюдая методики их применения для выполнения всей процедуры пломбирования.

Примечание — Введение в полость высоковязких материалов с помощью шприца снижает риск появления дефектов прилегания пломбировочного материала к стенкам полости в виде пустот.

5.2.5 Хранение образцов

После завершения процедуры пломбирования полости в зубе образцы погружают в дистиллированную воду по ГОСТ Р 58144. Для оценки эффективности адгезивных свойств в начальные сроки после наложения испытуемого адгезива определяют наличие и величину микрощели на границе раздела «материал — стенки полости зуба» через (10 ± 2) мин экспозиции образцов в воде при температуре (37 ± 2) °С. Для оценки сохранности или долговечности адгезионных свойств испытуемого материала подбирают более длительные сроки экспозиции образцов в указанных условиях, а также в условиях по 5.1.3.6.

5.2.6 Проведение измерений ширины микрощели

Сошлифовывают приблизительно 0,1 мм поверхности образца, включающей поверхности пломбы и окружающего дентина, осторожно шлифуя с помощью влажной наждачной бумаги с абразивом карбида кремния с размером частиц 8 мкм в соответствии с ГОСТ Р 52381. При шлифовании поддерживают постоянную влажность поверхности при температуре (23 ± 2) °С. Ополаскивают шлифованную поверхность под струей воды, чтобы удалить сошлифованные остатки из микрощели. Измеряют под микроскопом максимальную ширину микрощели в мкм, проводя сравнительную оценку ширины микрощели по окружности стенки полости зуба под измерительным микроскопом. Измерения следует проводить на образцах, избегая их обезвоживания, например в водонасыщенной камере. Измерения проводят на не менее 10 образцах.

5.3 Испытание на микропроницаемость

5.3.1 Общие положения

Испытание на микропроницаемость проводят с целью установления эффективности реставрационного материала или комбинации материалов как материалов для создания адгезионного соединения с эмалью и дентином зуба.

Примечание — В настоящее время имеется большое количество публикаций с результатами *in vitro* оценки микропроницаемости, корреляция этих результатов с клиническими наблюдениями не установлена.

5.3.2 Подготовка субстрата зуба и его хранение

Подготовку субстрата зуба и его хранение выполняют по 5.1.2.

5.3.3 Препарирование полости

Перед препарированием удаленные зубы следует хранить в дистиллированной воде при температуре (23 ± 2) °С не менее 12 ч. Для оценки герметичности адгезионного соединения по показателю проницаемости соединения реставрационного материала или комбинации материалов с тканями зуба препарируют стандартную полость в средней части вестибулярной поверхности третьего моляра диаметром 3 мм и глубиной не менее 1 мм в дентине. Начинают препарирование в эмали с помощью высокоскоростного наконечника с небольшим цилиндрическим алмазным бором. Отделку стенок полости до диаметра (3,0 ± 0,2) мм проводят с помощью твердосплавного бора с прямой плоской фиссурной головкой с плоским концом и без поперечных разрезов при приблизительно 4000 об/мин с водяным охлаждением.

Начинать подготовку полости в эмали следует с помощью высокоскоростного наконечника с помощью небольшого цилиндрического алмазного бора. Отделка стенок полости до диаметра (3,0 ± 0,2) мм с помощью твердосплавного бора с цилиндрической головкой с плоским концом и без поперечных разрезов — в соответствии с ГОСТ 22090 со скоростью около 4000 об/мин с водяным охлаждением. Если полость находится в области дентина, то проводят процедуру в соответствии с 5.2.3.

Должно быть подготовлено не менее 10 полостей.

5.3.4 Пломбирование полости

Пломбирование полости проводят в соответствии с инструкциями изготовителей реставрационного материала или комбинации материалов и по 5.2.4.

5.3.5 Хранение образцов

Сразу после завершения процедуры пломбирования образец погружают в раствор выбранного индикатора (см. примечание) и выдерживают в растворе при температуре (37 ± 2) °С в течение 24 ч.

Примечание — Индикатор для оценки микропроницаемости может быть выбран из многих вариантов, включающих неорганические или органические красители, электролиты, нитраты серебра. Не рекомендуется применять суспензию пигментов.

5.3.5.1 Метод термоциклирования образцов

Если в программу испытаний входит оценка микропроницаемости при термоциклировании, то термоциклирование проводят через 24 ч экспозиции образцов в воде при (37 ± 2) °С. По окончании процесса термоциклирования образцы погружают в раствор индикатора на 2—4 ч. Термоциклирование применяют в качестве испытания на ускоренное старение. Процесс термоциклирования включает 500 циклов погружения образцов в емкости или бани температурой 5 °С и 55 °С соответственно, в каждой бане образцы выдерживают по 20 с, время переноса образцов из холодной в горячую баню и обратно должно быть в диапазоне 5—10 с.

5.3.6 Измерение микропроницаемости

После извлечения из раствора индикатора образцы промывают под проточной водой в течение 5—10 мин. Затем каждый образец пломбированного зуба разрезают в продольном направлении, дважды по обе стороны от средней линии алмазной пилой с медленной скоростью под водяным охлаждением. Полученные четыре поверхности исследуют под микроскопом при 10-кратном увеличении, отмечая проникновение краски вдоль стенок полости. Результаты оценки выражают в баллах, используя следующую шкалу:

0 — без проникновения;

1 — проникновение в эмалевую часть стенки полости;

2 — проникновение в дентинную часть стенки полости, но не включая пульпарное дно полости;

3 — проникновение с учетом пульпарного дна полости.

6 Протокол испытаний

В протоколе испытаний должны быть представлены общая информация в соответствии с ГОСТ ISO/IEC 17025 и результаты испытаний.

В протоколе приводят следующую информацию:

- сведения о субстрате зуба (зубы человека или зубы быка, эмаль или дентин);
- описание условий хранения субстрата;
- условия хранения при воздействии воды по 5.1.3.6;
- сведения об адгезиве, включая наименование изготовителя, номер партии и срок годности;
- условия или режим отверждения адгезива (при световом отверждении отмечают тип светоотверждающего аппарата, время облучения и мощность светового потока).

В протокол клинических испытаний дополнительно следует включать описания методик реставрации, перечень использованных инструментов, методы изоляции, препарирования, особенности смешивания и помещения материала в подготовленные полости, методы отверждения или полимеризации, шлифования и полирования реставраций.

Приложение А
(справочное)

Примеры аппаратуры для методов испытания прочности адгезионных соединений на растяжение

А.1 Общие положения

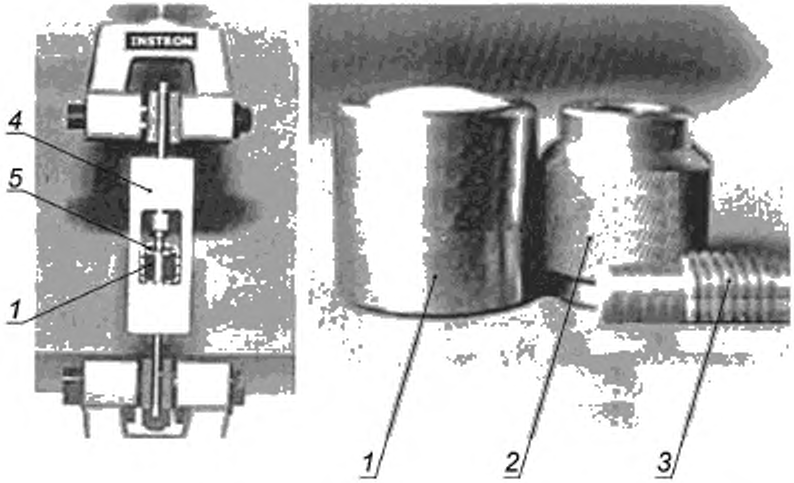
В настоящем приложении приведены примеры аппаратуры при проведении испытаний на растяжение для определения прочности адгезионных соединений реставрационных материалов со структурой зуба.

А.2 Аппаратура для проведения испытаний

А.2.1 Аппаратура для метода испытаний Kemper и Killian [1]

А.2.1.1 Зажимы и выравнивание

Зажимы в данном методе представляют собой многокомпонентную испытательную аппаратуру, которая обеспечивает выравнивание образца во время изготовления и проведения испытаний таким образом, как показано на рисунке А.1*а*.



а — многокомпонентная испытательная аппаратура с выровненным образцом в испытательной универсальной машине

б — оправка для зуба и материала

1 — чаша (оправка) для зуба, *2* — муфта (сцепление): стержень материала/выравнивающий стержень; *3* — стержень материала (оправка для материала), *4* — устройство с выравнивающими стержнями; *5* — образец

Рисунок А.1 — Зажимы и устройство для выравнивания по методу Kemper и Killian

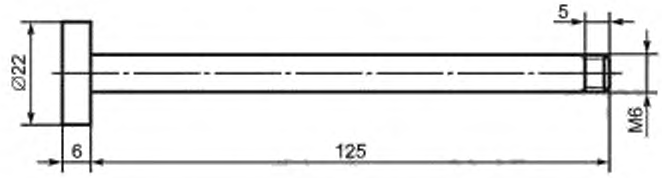
Примечания

1 Дополнительные сведения о методе испытаний приведены в [1].

2 Рисунок приведен согласно [2].

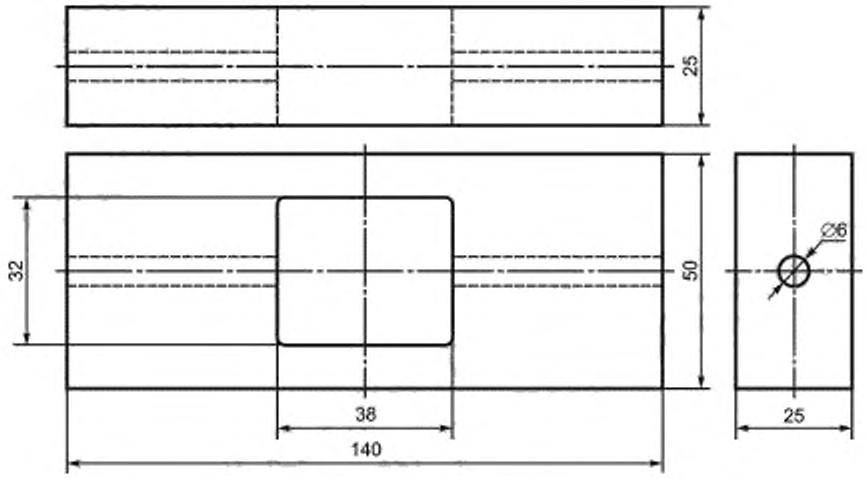
А.2.1.2 Устройство для выравнивания и соединения с универсальной испытательной машиной по методу Kemper и Killian

Устройство для выравнивания двух форм (рисунок А.1, позиция *4*), одна из которых содержит запечатанный (залитый в блок) зуб, а другая — адгезив и реставрационный материал. Устройство (рисунок А.2) обеспечивает соединение с универсальной испытательной машиной с помощью выравнивающих стержней (рисунок А.2*а*) и блока для выравнивания (рисунок А.2*б*). Устройство сконструировано таким образом, чтобы направление растягивающей силы (нагрузки) было перпендикулярно к поверхности склеивания.



а — выравнивающий стержень для измерительного блока

Примечание — Необходимо два стержня.



б — блок для выравнивания

Рисунок А.2 — Устройство для выравнивания со стержнями для соединения с универсальной испытательной машиной

А.2.2 Аппаратура для испытания по методу Bencor [3]

А.2.2.1 Устройство для зажимов и выравнивания

Конструкция устройства основана на принципе аппарата (прибора для испытаний Bencor Multi-t (рисунок А.3) для изготовления образцов и проведения испытаний на растяжение в контролируемых условиях (выравнивание).

Металлическая оправка для адгезива позволяет проводить отверждение светополимеризуемых материалов. Дополнительную информацию см. в [3].



1 — основание, *2* — верхняя платформа: *3* — подвижной стержень, *4* — стойки-колонки; *5* — универсальная опора: *6* — кольцо; *7* — С-зажим; *8* - стержень-подвеска

Рисунок А.3 — Устройство для выравнивания и установки образца адгезионного соединения с субстратом зуба для соединения с испытательной машиной

А.2.3 Приготовление образца по методу испытания Dumbbell [4]

А.2.3.1 Форма склеенного образца

Образцы по методу Dumbbell имеют в поперечном сечении прямоугольную форму площадки склеивания, которую получают вырезанием из образца большего размера, образованного при склеивании «зуб — адгезив — композит».

А.2.3.2 Положительные характеристики

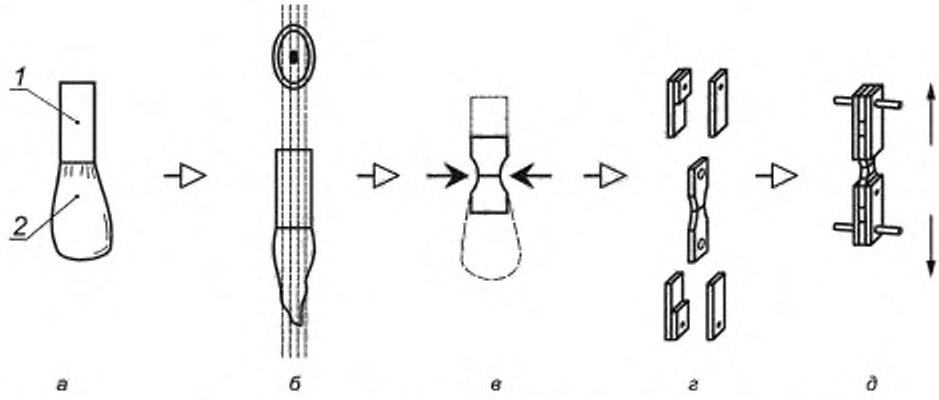
Препарированный образец позволяет хорошо контролировать площадь склеивания и разрушается по адгезионной поверхности раздела (по клеевому шву).

Площадь склеивания у образцов ограничена размером 3 х 2 мм, что дает возможность получать больше информации о склеиваемых поверхностях и механизму адгезионного взаимодействия. Дополнительную информацию см. в [4], [5].



ПММА — полиметилметакрилат

Рисунок А.4 — Размеры образца мини-версии Dumbbell [4]



а — приклеивание стержня из ПММА к бычьему дентину, *б* — распиливание на мини-версии образцов Dumbbell; *в* — приклеивание пластинки к дентину, площадь склеивания 3 × 2 мм; *г* — соединение с зажимами; *д* — образец в сборе с зажимами испытательной машины, *1* — стержень из ПММА, *2* — зуб

Рисунок А.5 — Схема изготовления образца мини-версии Dumbbell [6]

А.2.4 Образцы для испытания на микрорастяжение

А.2.4.1 Общие положения

Испытание адгезионной прочности на микрорастяжение проводят на образцах в виде песочных часов с площадью склеивания приблизительно 1 мм^2 (см. рисунок А.6). Сравнительными испытаниями было показано, что меньшая площадь склеивания дает более достоверный результат измерений адгезионной прочности. Дополнительную информацию см. в [6], [7].

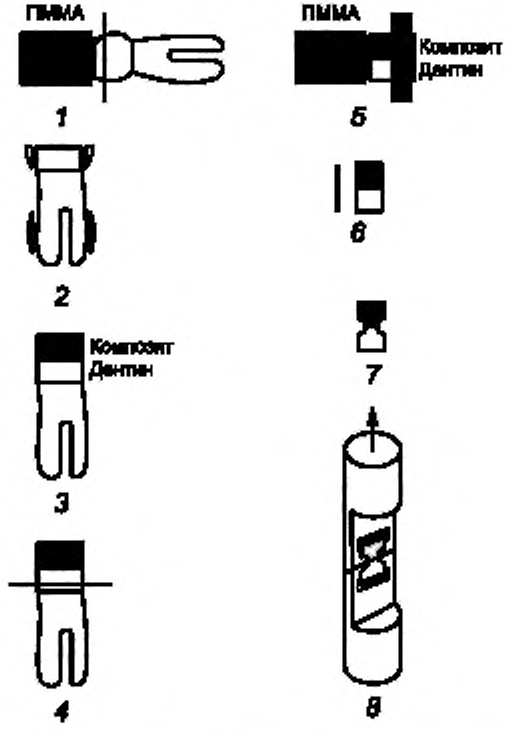


Рисунок А.6 — Схема изготовления образца для испытания на микрорастяжение

А.2.4.2 Приготовление образца для испытания на микрорастяжение (см. рисунок А.6):

1 — срезают сегмент коронки удаленного зуба; *2* — поверхность дентина полируют SiC с размером зерна 600; *3* — адгезионно присоединяют композитную коронку; *4* — удаляют корень; *5* — нарезают тонкие образцы перпендикулярно к поверхности склеивания; *6* — обрабатывают образцы, придавая им форму песочных часов, обработку вдоль поверхности склеивания проводят осторожно; *7, 8* — образцы устанавливают в испытательное устройство и закрепляют в нем с помощью цианакрилатного клея для испытания на растяжение при скорости движения траверсы 1 мм/мин.

Библиография

[1] Kemper K., & Killian R. New test system of tensile bond strength testing. J. Dent. Res. 1976, 55: Special Issue B, 148, Abstract 308

[2] ISO/TS 11405:2015 Материалы стоматологические. Испытание на прилипание к зубной ткани

[3] Driessen C.H., & Coetzee W.J.C. Advanced testing device to evaluate characteristics of dental materials: The Bencor Multi-T. Transactions for the Second International Congress on Dental Materials, 1993; p 274: Abstract P-136

[4] Øilo G., & Austerheim E. In vitro quality testing of dentin adhesives. Acta Odontol. Scand. 1993, 51 pp. 263—269

[5] Nakabayashi N., Watanabe A., Arao T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentine bonded specimens. J. Dent. 1998, 26 pp. 379—385

[6] Sano H., Sonoda H., Shono T., Takatsu T., Ciucchi B., Carvalho R.M. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength — Evaluation of a microtensile bond test. Dent. Mater. 1994, 10 pp. 236—240

[7] Phrukkanon S., Burrow M.F., Tyas M.J. The influence of cross-sectional shape and surface area on the micro-tensile bond test. Dent. Mater. 1998, 14 pp. 212—221

УДК 615.463:665.14:006.354 ОКС 11.060.10

Ключевые слова: стоматология, материалы реставрационные, методы испытаний для оценки качества адгезионных соединений

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 02.09.2021. Подписано в печать 20.09.2021. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 2,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru