ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 9693-2— 2018

Стоматология

ИСПЫТАНИЯ НА СОВМЕСТИМОСТЬ

Часть 2

Керамико-керамические системы

(ISO 9693-2:2016, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2018

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением Российской Федерации «Центральный научно-исследовательский институт стоматологии и челюстно-лицевой хирургии» Министерства здравоохранения на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 279 «Стоматология»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 июля 2018 г. № 382-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 9693-2:2016 «Стоматология. Испытания на совместимость. Часть 2. Керамико-керамические системы» (ISO 9693-2:2016 «Dentistry Compatibility testing — Part 2: Ceramic-ceramic systems», IDT).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные и межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 1162-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

© ISO, 2016 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2018

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 1
4 Требования 1
4.1 Биосовместимость 1
4.2 Физические свойства 2
4.2.1 Общая информация 2
4.2.2 Термическое расширение 2
4.2.3 Испытание на отрыв/появление трещин (только для диоксида циркония — облицовочной керамики) 2
4.2.4 Термостойкость 2
5 Отбор проб 2
5.1 Каркасная керамика 2
5.2 Облицовочная керамика 2
6 Методы испытаний 2
6.1 Термическое расширение 2
6.2 Температура стеклоперехода 2
6.3 Испытание на отрыв/появление трещин (только для диоксида циркония — облицовочной керамики) 2
6.3.1 Изготовление образцов для испытаний 2
6.3.2 Определение усилия разрушения 3
6.3.3 Протокол испытаний 5
6.4 Испытания на термостойкость 5
6.4.1 Общая информация 5
6.4.2 Термоциклирование с постоянным диапазоном перепада температур 5
6.4.3 Термоциклирование с увеличением диапазона перепада температур 5
7 Протокол испытаний 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам 8
Библиография 9

Введение

Стоматологическую облицовочную и каркасную керамику используют для изготовления керамико-керамических зубных протезов. Термическая и механическая совместимость этих материалов важна для правильного функционирования стоматологической реставрации. В настоящем стандарте представлены требования к материалам и методы испытаний, позволяющие оценить риски, связанные с жевательными усилиями и средой полости рта.

Особые качественные и количественные требования к биологической безопасности стоматологической облицовочной и каркасной керамики не включены в настоящий стандарт. Биологическую безопасность этих материалов оценивают в соответствии с требованиями ИСО 10993-1 и ИСО 7405.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Стоматология

ИСПЫТАНИЯ НА СОВМЕСТИМОСТЬ

Часть 2

Керамико-керамические системы

Dentistry. Compatibility testing. Part 2. Ceramic-ceramic systems

Дата введения — 2019—01—01

1 Область применения

В настоящем стандарте установлены требования и методы испытаний для оценки совместимости материалов, составляющих керамико-керамические стоматологические реставрации.

Требования настоящего стандарта применимы только к совместно используемым разнородным керамическим материалам. Соответствие не может быть заявлено по отдельности для каждого материала.

Требования к керамическим материалам представлены в ИСО 6872.

2 Нормативные ссылки

Следующие стандарты являются обязательными для применения настоящего стандарта. Для датированных ссылок следует использовать только указанное издание. Для недатированных — последнее издание ссылочного стандарта (включая любые поправки к нему).

ISO 1942, *Dentistry — Vocabulary* (*Стоматология. Терминологический словарь*)

ISO 6872:2015, *Dentistry — Ceramic materials* (*Стоматология. Керамические материалы*)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины по ИСО 1942 и ИСО 6872, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **керамическое покрытие** (ceramic veneer): Полная структура (винир) или обожженные слои керамической массы, нанесенные на материал субстрата (облицовочная керамика).

3.2 **кондиционирование** (conditioning): Процесс обработки керамического каркасного материала с целью усиления связи с керамическим покрытием.

3.3 **подслой** (liner): Вещество, которое при нанесении на керамический каркасный материал с последующим обжигом согласно заданному режиму может улучшить эстетику и/или прочность связи облицовочной керамики с каркасным материалом.

4 Требования

4.1 Биосовместимость

Ссылки на испытания биосовместимости даны во введении.

Издание официальное

4.2 Физические свойства

4.2.1 Общая информация

Материалы производителей должны отвечать требованиям ИСО 6872. Испытания на термомеханическую совместимость следует выполнять в случае возможности их проведения на испытуемых материалах. Также материалы должны соответствовать требованиям пунктов 4.2.2—4.2.4.

4.2.2 Термическое расширение

Коэффициент термического расширения (температурный коэффициент линейного расширения, ТКЛР) каркасной и облицовочной керамики определяют согласно 7.4 ИСО 6872:2015.

Испытания каркасной и облицовочной керамики проводят согласно одному и тому же протоколу (то есть до одного и того же значения самой низкой температуры).

Испытания проводят согласно 6.1.

4.2.3 Испытание на отрыв/появление трещин (только для диоксида циркония — облицовочной керамики)

При испытаниях согласно 6.3 прочность на отрыв или до появления трещины как минимум в одном указанном (поименованном) облицовочном керамическом материале должна быть более 20 МПа (> 20 МПа). Испытания на отрыв/появление трещин проводят согласно 6.3.

4.2.4 Термостойкость

Проводят как минимум одно испытание на термостойкость согласно 6.4.2 или 6.4.3.

Примечание — Сравнение измеренных значений ТКЛР со значениями, указанными производителями керамики, можно использовать в качестве меры контроля качества, однако эти значения не гарантируют совместимости керамического каркаса с керамической облицовкой.

5 Отбор проб

5.1 Каркасная керамика

Количество отобранных проб материала должно быть достаточным для изготовления образцов, предназначенных для проведения всех испытаний согласно настоящему стандарту. Все предоставленные материалы должны быть из одной партии.

5.2 Облицовочная керамика

Количество отбираемого материала должно быть достаточным для проведения всех испытаний согласно настоящему стандарту. Отбирают пробы материала наиболее часто используемых цветов/оттенков. Все предоставленные материалы должны быть из одной партии.

6 Методы испытаний

6.1 Термическое расширение

Испытания проводят в соответствии с 7.4 ИСО 6872:2015.

6.2 Температура стеклоперехода

Испытания проводят в соответствии с 7.5 ИСО 6872:2015.

6.3 Испытание на отрыв/появление трещин (только для диоксида циркония — облицовочной керамики)

6.3.1 Изготовление образцов для испытаний

Из керамики на основе диоксида циркония изготавливают образцы размером (25 ± 1) × (3 ± 0,1) × × (0,5 ± 0,05) мм согласно инструкциям производителя каркасной керамики для керамико-керамических протезов. Кондиционирование образцов проводят согласно инструкции производителя керамики на основе диоксида циркония. На каждый образец наносят керамическое покрытие таким образом, чтобы общая толщина всех слоев покрытия после обжига составляла (1,1 ± 0,1) мм (см. рисунок 1). Слой ке-

рамического покрытия должен быть прямоугольной формы, ширина покрытия — не менее (3 ± 0,1) мм, длина покрытия — не менее (8 ± 0,1) мм.

Каждый образец подвергают глазуровочному обжигу согласно режиму, рекомендованному производителями материалов.

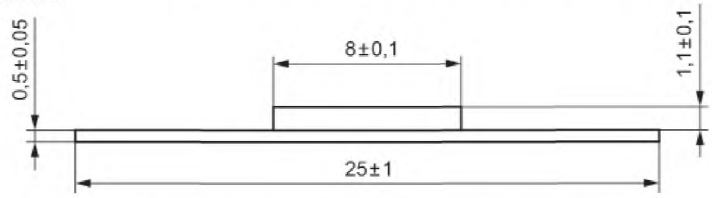


Рисунок 1 — Форма образца для испытаний

6.3.2 Определение усилия разрушения

6.3.2.1 Испытательное оборудование

Используется стандартная испытательная машина для испытаний прочности при изгибе с возможностью проведения испытаний методом трехточечного изгиба, при расстоянии 20 мм между опорами и возможностью задания скорости (1,5 ± 0,5) мм/мин. Опоры и изгибающий стержень должны быть скруглены в местах контакта с образцом до радиуса 1,0 мм.

6.3.2.2 Процедура

Обожженные образцы помещают на опоры испытательной машины таким образом, чтобы расположение керамического покрытия по отношению к опорам было симметричным и керамика находилась на стороне, противоположной приложению нагрузки. Силу прилагают с постоянной скоростью (1,5 ± ± 0,5) мм/мин и регистрируют до наступления разрушения. Силу разрушения $F_{разр}$, Н, для каждого из шести образцов регистрируют в момент разрушения, характеризуемого появлением отслоения на одном конце керамического покрытия (трещины в месте соединения двух керамических материалов). При появлении трещин в середине керамического покрытия образцы подлежат замене до получения шести подходящих образцов.

6.3.2.3 Оценка прочности отрыва/инициирования трещин керамики

6.3.2.3.1 Общая информация

Силу разрушения $F_{разр}$ умножают на коэффициент k. Коэффициент k определяют по графику, приведенному на рисунке 2. Коэффициент k является функцией толщины циркониевой подложки d_Z (0,5 ± 0,05) мм и величины модуля упругости (модуля Юнга) подложки E_Z.

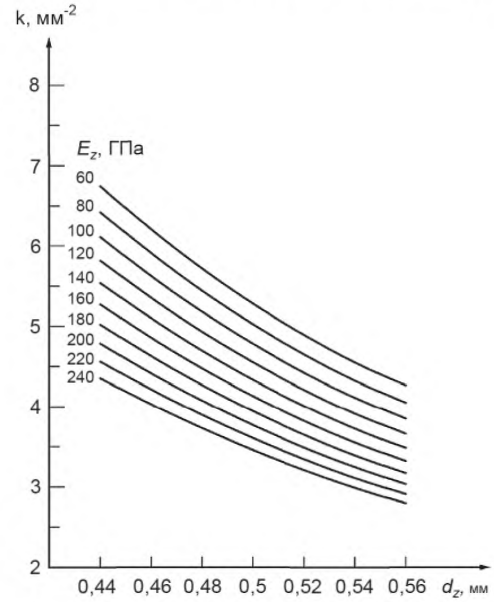


Рисунок 2 — Диаграмма для определения коэффициента k как функции толщины циркониевой подложки d_Z и модуля Юнга E_Z диоксида циркония

Для того чтобы установить значение коэффициента k при данной толщине циркониевой подложки d_Z, выбирают кривую, соответствующую значению модуля упругости материала подложки E_Z, ГПа, а затем находят точку на этой кривой, соответствующую толщине d_Z, и коэффициент k, соответствующий этой точке.

Прочность отрыва/инициирования трещин керамики τ_b рассчитывают по формуле

$$\tau_b = k \cdot F_{разр}.$$

Керамико-керамическая система считается прошедшей испытание, если четыре образца или более из шести отвечают требованию 4.2 (= 66 %). Если три образца и более не отвечают требованию 4.2, керамико-керамическую систему считают не прошедшей испытания. Если испытание прошли три образца из шести, его повторяют на других шести образцах. Если из последних шести образцов пять отвечают требованию 4.2, систему считают прошедшей испытание (= 8 из 12 или 66 % образцов).

6.3.2.3.2 Альтернативная процедура

Прочность отрыва/инициирования трещин керамики τ_b также может быть рассчитана с помощью схемы, представленной на рисунке 3.

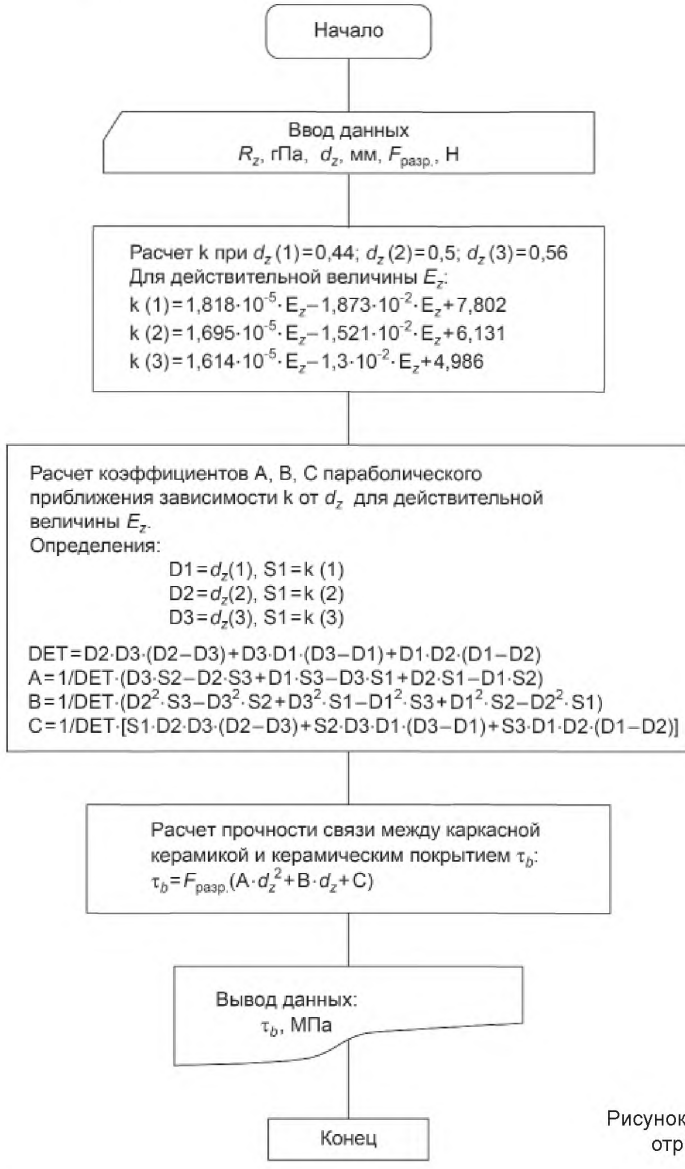


Рисунок 3 — Схема цифрового расчета прочности отрыва/инициирования трещин керамики

6.3.3 Протокол испытаний

Протокол испытаний представлен в разделе 7.

6.4 Испытания на термостойкость

6.4.1 Общая информация

Две процедуры, описанные в 6.4.2 и 6.4.3, являются примерами того, как правильно проводить испытание. Однако процедура испытания может быть изменена в зависимости от сочетания отдельных испытуемых материалов и общих возможностей испытательной лаборатории. Детали проведения и результаты испытаний должны быть частью правильно оформленного официального протокола испытаний (раздел 7).

6.4.2 Термоциклирование с постоянным диапазоном перепада температур

6.4.2.1 Изготовление образцов для испытаний

Образцы изготавливают согласно инструкциям производителей керамики либо в форме как минимум одного облицованного зубного протеза из трех единиц (для области моляров, с охватом зубов с 14 по 16), либо, при отсутствии показаний к изготовлению многоединичных протезов из испытуемых материалов, в форме как минимум пяти одиночных коронок для передних зубов (с геометрией коронки зуба 11).

Проводят не менее двух обжигов нанесенного керамического покрытия.

6.4.2.2 Оборудование

6.4.2.2.1 Емкость с холодной водой, температуру которой поддерживают на уровне от 0 °С до 20 °С внешним элементом контроля температуры.

6.4.2.2.2 Емкость с кипящей водой, температуру которой поддерживают внешним нагревательным элементом.

6.4.2.2.3 Проволочная корзина, подходящая для быстрого переноса испытуемых образцов из одной емкости в другую и препятствующая их прямому контакту со стенками или дном емкости и в то же время обеспечивающая полное погружение образцов в холодную или кипящую воду.

6.4.2.3 Процедура

a) Образцы помещают в проволочную корзину так, чтобы они не контактировали друг с другом и не подвергались воздействию механических напряжений.

b) Проволочную корзину погружают в кипящую воду; этот процесс считают первым термоударом. Время выдержки образцов — (30 ± 5) с.

c) Быстро извлекают корзину с образцами из кипящей воды и помещают в холодную (при температуре от 0 °С до 20 °С; время переноса корзины не более 3 с). Время выдержки образцов в холодной воде — (30 ± 5) с; этот процесс считают вторым термоударом.

d) Проволочную корзину возвращают в кипящую воду [время переноса корзины не более 3 с; время выдержки в кипящей воде — (30 ± 5) с].

e) Испытание повторяют 10 раз до закаливания или до явного разрушения образца.

f) После закаливания образцы извлекают из проволочной корзины и высушивают.

g) Проводят осмотр образцов согласно 6.4.2.4.

6.4.2.4 Осмотр образцов

Каждый образец осматривают на предмет трещин под световым микроскопом с увеличением 10× в проходящем свете.

Повторный осмотр образцов проводят через 48 ч после испытания для обнаружения образовавшихся трещин (если трещины не были обнаружены в процессе немедленного осмотра после проведения испытания).

При обнаружении трещин образец считается не прошедшим испытаний.

6.4.2.5 Протокол испытаний

Протокол испытаний представлен в разделе 7.

6.4.3 Термоциклирование с увеличением диапазона перепада температур

6.4.3.1 Изготовление образцов для испытаний

Образцы изготавливают согласно 6.4.2.1.

6.4.3.2 Оборудование

6.4.3.2.1 Емкость с холодной водой, температуру которой поддерживают на уровне от 0 °С до 20 °С внешним элементом контроля температуры.

6.4.3.2.2 Сушилка, печь (горячий воздух) с начальной температурой 80 °С и возможностью достижения температуры не менее 165 °С.

6.4.3.2.3 Проволочная корзина, подходящая для быстрого переноса испытуемых образцов из одной емкости в другую, препятствующая их прямому контакту со стенками или дном емкости и в то же время обеспечивающая полное погружение образцов в холодную воду или нагревательную среду.

6.4.3.3 Процедура

a) Образцы помещают в проволочную корзину таким образом, чтобы они не контактировали друг с другом и не подвергались воздействию механических напряжений.

b) Корзину с образцами помещают в горячий воздух печи (сушилки) с начальной температурой 80 °С. Время прогрева образцов должно составлять > 10 мин. Этот процесс не считают первым термоударом. Температуру 80 °С устанавливают только в начале процедуры. На протяжении всего процесса температуру в печи последовательно повышают, если на образцах не появляются дефекты [сравните этапы d) и e)].

c) Образцы в проволочной корзине погружают в холодную воду, время переноса корзины из печи в воду должно составлять не более 3 с. Время выдержки образцов в холодной воде — (30 ± 5) с; этот процесс считают первым термоударом.

d) Образцы извлекают из холодной воды и высушивают. Каждый образец осматривают на предмет трещин под световым микроскопом с десятикратным увеличением в проходящем свете. Если трещины отсутствуют, то переходят к выполнению этапа e). При обнаружении трещин составляют протокол согласно 6.4.3.4.

e) Температуру в печи повышают в пределах 10 °С — 15 °С и повторяют этап b).

Испытание проводят до окончательного разрушения всех образцов или до проведения как минимум пяти термоударов (закалок), если образцы не разрушились ранее.

6.4.3.4 Протокол испытаний

Протокол испытаний представлен в разделе 7.

7 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) сведения об испытуемых материалах;

b) ТКЛР и температуру стеклоперехода керамического покрытия — согласно 6.1 и 6.2;

c) ТКЛР каркасной керамики — согласно 6.1;

d) результаты испытаний прочности на отрыв/инициирование трещин в керамике, МПа (только для систем керамики на основе диоксида циркония), согласно 6.3, включая:

1) сведения об испытуемых материалах,
2) результаты испытаний прочности на отрыв/инициирование трещин в керамике, МПа,
3) соотношение размера и толщины для образцов, которые предполагается использовать при испытаниях термостойкости материала;

e) результаты испытаний на термостойкость методом термоциклирования с постоянным диапазоном перепада температур согласно 6.4.2 (при условии его применимости), включая:

1) подробный протокол испытаний с указанием номера и процедуры изготовления образцов (согласно 6.4.2.1), испытательного оборудования (6.4.2.2) и процедуры испытаний (6.4.2.3),
2) указание числа образцов, треснувших или разрушившихся в процессе испытания (после какого количества термоциклов произошло появление трещин или разрушение образца),
3) указание числа образцов, треснувших или разрушившихся во время первого термоцикла,
4) указание числа образцов, треснувших спустя 48 ч от начала испытаний на термостойкость;

f) результаты испытаний на термостойкость методом термоциклирования с увеличением диапазона перепада температур согласно 6.4.3 (при условии его применимости), включая:

1) соотношение размера и толщины образцов, используемых для данного испытания,

2) подробный протокол испытаний с указанием номера и процедуры изготовления образцов (согласно 6.4.3.1), испытательного оборудования (6.4.3.2) и процедуры испытаний (6.4.3.3),
3) указание числа треснувших или разрушенных образцов для каждого диапазона перепада температур (и после какого количества термоударов),
4) информация о времени переноса образцов из печи в холодную воду (если был использован этот метод);

g) название испытательной лаборатории и ФИО лица, проводившего испытание;
h) дату протокола испытаний и подпись лица, ответственного за проведение испытаний.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным и межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального, межгосударственного стандарта
ISO 1942:2009	IDT	ГОСТ Р ИСО 1942—2017 «Стоматология. Терминологический словарь»
ISO 6872:2015	MOD	ГОСТ 31571—2012 «Керамика стоматологическая. Технические требования. Методы испытаний»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

Библиография

[1] ISO 7405, Dentistry. Evaluation of biocompatibility of medical devices used in dentistry (*Стоматология. Оценка биосовместимости медицинского оснащения, используемого в стоматологии*)

[2] ISO 9693-1, Dentistry. Compatibility testing. Part 1: Metal-ceramic systems (Стоматология. Испытания на совместимость. Часть 1: Металлокерамические системы)

[3] ISO 10993-1, Medical devices. Biological evaluation of medical devices. Part 1. Evaluation and testing (Биологическая оценка медицинского оснащения. Часть 1. Оценка и испытания)

УДК 615.463:665.14:006.354 ОКС 11.060.10 Р22 ОКП 93 9170

Ключевые слова: материалы стоматологические, керамико-керамические системы, испытания на совместимость

БЗ 4—2018/30

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 06.07.2018. Подписано в печать 18.07.2018. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,68.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru