МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31571 – 2012

КЕРАМИКА СТОМАТОЛОГИЧЕСКАЯ

Технические требования. Методы испытаний

(ISO 6872:1995, NEQ)

Издание официальное

Москва

Стандартинформ

2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации и сертификации в машиностроении» (ВНИИНМАШ)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 41-2012 от 24 мая 2012 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 01 ноября 2012 г. № 634-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31571-2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ISO 6872:1995 Dental ceramic (Материалы керамические для стоматологических целей) в части требований разделов 3–5, подразделов 6.1, 6.2.

Степень соответствия – неэквивалентная (NEQ).

Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51735–2001

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2013

В Российской Федерации 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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

КЕРАМИКА СТОМАТОЛОГИЧЕСКАЯ

Технические требования. Методы испытаний

Dental ceramic. Technical requirements. Test methods

Дата введения–2015-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на стоматологическую керамику, используемую для изготовления вкладок, накладок, виниров, комбинированных вкладок (винирлеев), трехчетвертных коронок, жакет-коронок и мостовидных протезов небольшой протяженности, и устанавливает технические требования к стоматологической керамике и требования к методам ее испытаний.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 166–89 (ИСО 3599—76) Штангенциркули. Технические условия

ГОСТ 577–68 Индикаторы часового типа с ценой деления 0,01 мм. Технические условия

ГОСТ 3522–81 Материалы оптические. Метод определения пузырности

ГОСТ 6507–90 Микрометры. Технические условия

ГОСТ 8074–82 Микроскопы инструментальные. Типы, основные параметры и размеры. Технические требования

ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 19126–2007 Инструменты медицинские металлические. Общие технические условия

ГОСТ 19908–90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

Издание официальное

ГОСТ 21240–2005 * Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 21241–89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 23932–90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия

ГОСТ 30393–95 (ИСО 7740–85) Инструменты хирургические. Скальпели со съемными лезвиями. Присоединительные размеры

ГОСТ 30396–95 (ИСО 7786–90)** Инструменты стоматологические вращающиеся. Инструменты лабораторные абразивные. Головки

Примечание – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Определения

3.1 В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **стоматологическая керамика (керамика) вакуумного обжига:** Керамика, предназначенная для обжига при пониженном атмосферном давлении.

3.1.2 **грунтовая (опаковая) керамика:** Керамика, которая после ее смешивания с дистиллированной водой или подходящей жидкостью для моделирования и обжига по заданному режиму обеспечивает механическую прочность и оптическую однородность керамического каркаса зубного протеза.

3.1.3 **дентинная керамика:** Полупрозрачная пигментированная керамика, придающая основную форму и цвет керамической части металлокерамической коронки или зубного протеза.

3.1.4 **эмалевая керамика:** Полупрозрачная слегка пигментированная керамика, помещаемая на дентинный слой для имитации эмали натуральных зубов.

3.1.5 **прозрачная керамика:** Керамика, предназначенная для имитации режущего края зуба.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ 21240-89 «Скальпели и ножи медицинские. Общие технические требования и методы испытаний»

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 7786–2010 «Инструменты стоматологические вращающиеся. Инструменты лабораторные абразивные»

3.1.6 **жидкость для моделирования:** Жидкость (но не вода), с которой можно смешивать стоматологическую керамику перед конденсацией.

3.1.7 **модификаторы расцветки, интенсивная керамика, интенсивы:** Керамика, предназначенная для смешивания с порошками опаковой или дентинной керамики и позволяющая добиться более полного соответствия окраски имитируемого зуба натуральным зубам пациента. Модификаторы расцветки или интенсивы представляют собой порошки грунтовой (опаковой) или дентинной керамики с повышенным количеством красящих пигментов.

3.1.8 **пришеечная керамика, краевая керамика, плечевая керамика:** Керамика, предназначенная для моделирования соответствующих участков и позволяющая достигнуть лучшего эстетического эффекта. По составу аналогична дентинной или эмалевой керамике, но отличается от нее количеством или видом красящих пигментов.

3.1.9 **режим обжига:** Цикл, определяющий начальную температуру, время выдержки (при наличии его) при начальной температуре, скорость нагревания, конечную температуру, время выдержки (при наличии его) при конечной температуре, а при вакуумном обжиге – температуру приложения вакуума и точку его снятия.

3.1.10 **скорость нагрева:** Скорость повышения температуры печи, выраженная в градусах Цельсия в единицу времени (минуту).

3.1.11 **партия:** Порошок стоматологической керамики одного и того же класса и типа, но необязательно одной расцветки, выпускаемый одной фирмой, испытанный и подвергнутый техническому контролю в одно и то же время.

3.1.12 **тип керамики:** Предполагаемое применение порошка керамики.

4 Технические требования

4.1 Общие требования

4.1.1 Керамический материал должен быть однородным. Неорганические пигменты, применяемые для окраски керамики при ее обжиге, и другие красители должны быть равномерно распределены в материале. При смешивании не должны выделяться интенсивно окрашенные участки. В материале должны отсутствовать посторонние включения, раздражители и токсичные компоненты.

4.1.2 Керамический материал должен быть технологичным. При смешивании порошка керамического материала с водой или с жидкостью для моделирования порошок не должен образовывать комочки и гранулы. Подготовленная подобным

образом паста должна быть удобна для ручной формовки с использованием обычных технических приемов. Излишки влаги должны быть хорошо удаляемыми при конденсации. Образец должен хорошо удерживать форму.

4.1.3 Требования к физическим и химическим свойствам образцов керамического материала – в соответствии с указанными в таблице 1.

Таблица 1 – Технические требования к керамическому материалу

Показатель	Тип керамики		
	Грунтовая	Дентинная	Эмалевая. Прозрачная
Сопротивление окрашиванию, число пятен на образцах при выдерживании в окрашивающем растворе	0		
Пористость, число пор	Не более 16 диаметром более 30 мкм на поверхности 1 мм		
Коэффициент термического расширения [температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР)], 1/ °С	Значение ТКЛР должно соответствовать значению, заданному изготовителем, или ТКЛР используемого сплава	Значение ТКЛР дентина не должно отличаться от значения ТКЛР грунтового слоя керамики в изделии более чем на $10 \cdot 10^{-7}$ 1/ °С	Значение ТКЛР эмалевой, прозрачной керамики не должно отличаться от значений ТКЛР других слоев керамики в изделии более чем на $10 \cdot 10^{-7}$ 1/ °С
Прочность при изгибе, МПа	≥ 50		
Технологичность	Масса должна быть доведена до нужной консистенции дистиллированной водой или специальной жидкостью, при этом не должно быть образования комков. Излишки влаги должны быть хорошо удаляемыми при конденсации. Образец должен хорошо удерживать форму		
Линейная усадка при обжиге, %	≤ 16		
Химическая растворимость, %	≤ 0,5		

5 Требования к выбору методов испытаний

5.1 Методы испытаний керамики выбирают в зависимости от конкретного назначения этого материала в клинической практике и от его типа – в соответствии с требованиями таблицы 2.

Таблица 2 – Методы испытаний керамики

Наименование метода	Керамика			
	Грунтовая (опаковая)	Дентинная	Эмалевая	Прозрачная
1 Методы испытаний эстетических показателей				
Оценка внешнего вида	+	+	+	+
Определение цвета (соответствия расцветке)	+	+	+	+
Определение наличия посторонних включений	+	+	+	+
Определение сопротивления к окрашиванию	+	+	+	–
Определение пористости	+	+	+	+
2 Методы испытаний физико-механических и физико-химических свойств				
Определение коэффициента термического расширения (температурного коэффициента линейного расширения)	+	+	+	+
Определение прочности при изгибе	+	+	+	+
Определение технологичности	+	+	+	+
Определение линейной усадки при обжиге	+	+	+	+
Определение химической растворимости	+	+	+	+

Примечание – Знак «+» показывает, что данная стоматологическая керамика подлежит испытаниям соответствующим методом, знак «–» – испытаниям не подлежит.

6 Требования к методам испытаний

6.1 Общие положения

Смешивание порошков для приготовления образцов и последующие испытания проводят при температуре окружающей среды (23 ± 3) °С, если это не

противоречит условиям проведения испытаний, установленным инструкцией изготовителя керамики (далее – инструкция изготовителя). Контроль относительной влажности воздуха необязателен.

6.2 Отбор проб

Если у керамики одного типа больше одной расцветки (оттенка), следует отобрать по 60 г материала каждой расцветки.

Если у керамики одного типа только одна расцветка, следует отобрать три пробы по 60 г.

6.3 Методы испытаний эстетических показателей

6.3.1 Оценка внешнего вида керамики

6.3.1.1 Сущность метода

После обжига и охлаждения образцы подвергают визуальному осмотру. Не допускается наличие трещин, пузырей, свилей, неровностей и шероховатостей. При осмотре оценивают степень спекания керамики по внешнему виду образца. Не полностью спекшиеся (недообожженные) образцы характеризуются шероховатой поверхностью, отсутствием блеска, пониженной прозрачностью. Пережженные образцы характеризуются оплавлением углов, избыточным блеском, наличием пузырей. Для оценки внешнего вида керамики требуется не менее пяти образцов.

6.3.1.2 Ограничения метода

Воспроизводимые результаты испытаний могут быть достигнуты только при соблюдении методики приготовления образцов, установленной инструкцией изготовителя.

6.3.1.3 Меры предосторожности

При работе с порошками керамики следует соблюдать меры предосторожности. Во избежание ожогов при выемке образцов из зуботехнической печи следует пользоваться длинным пинцетом, а сами образцы помещать на огнеупорную подставку. Шлифовать керамику следует в респираторе при включенном вытяжном устройстве.

6.3.1.4 Продолжительность испытаний

Продолжительность испытаний определяется циклами обжига образцов, установленными инструкцией изготовителя.

6.3.1.5 Расход керамики для проведения испытаний

Расход порошка керамики на каждый образец – 3 г.

6.3.1.6 Оборудование, инструменты, формы, посуда

Форма, имеющая полость номинальными размерами 10×15×5 мм или отверстие диаметром 15 мм и глубиной 4 мм. Форма может быть изготовлена из любого материала, не загрязняющего массу.

Стоматологическая фарфоровая палитра или стеклянная пластина для смешивания по нормативному документу (далее — НД).

Стоматологический шпатель по ГОСТ 19126.

Капельница для жидкости по ГОСТ 23932.

Стоматологический скальпель по ГОСТ 21240.

Длинный пинцет по ГОСТ 21241.

Стоматологическая рифленка для конденсации керамики по ГОСТ 19126.

Промокательная (фильтровальная, адсорбирующая) бумага по ГОСТ 12026.

Вакуумная зуботехническая печь для обжига керамики по НД.

Шлифмотор или бормашина по НД.

Шлифовальные стоматологические цилиндрические головки по ГОСТ 30396.

6.3.1.7 Приготовление образцов для испытаний

6.3.1.7.1 Смешивание

Соединяют жидкость для смешивания и порошок керамики в пропорциях, рекомендованных изготовителем. Следует избегать грубого смешивания, что влечет за собой появление пузырьков воздуха. Готовая масса должна иметь кремообразную консистенцию.

6.3.1.7.2 Формование образца

Наполняют форму до краев пастой стоматологической керамики и подвергают форму вибрации. При появлении избытка жидкости на поверхности образца ее удаляют промокательной бумагой или аналогичным адсорбирующим материалом. Излишнюю влагу продолжают удалять, заменяя бумагу по мере ее насыщения. Вибрацию и удаление влаги продолжают до тех пор, пока жидкость не исчезнет совсем, а затем выравнивают свободную поверхность сконденсированного образца с помощью подходящего инструмента (шпателя, плоской стеклянной пластины). После извлечения из формы образец помещают на подставку для обжига.

6.3.1.7.3 Обжиг

Образцы помещают в печь так, чтобы они обжигались равномерно и не прилипали друг к другу и к подставке. Образцы обжигают и глазуруют в соответствии с инструкцией изготовителя керамики. Перед глазуровочным обжигом образцы промывают в проточной воде, а шероховатости и неровности, имеющиеся на

керамике после первого обжига, сошлифовывают на шлифмоторе или зуботехнической бормашине любого типа.

6.3.1.8 Проведение испытаний

Образцы осматривают визуально при дневном естественном или искусственном освещении. Для оценки сомнительных трещин или пузырей следует использовать лупу или микроскоп.

6.3.1.9 Оценка результатов испытаний

При наличии трещин, пузырей, свилей партию керамики считают непригодной. При недожоге или пережоге керамики следует повторно изготовить образцы и провести их обжиг при более высокой или более низкой температуре.

6.3.2 Определение цвета (соответствия расцветке)

Для определения цвета (соответствия расцветке) три эксперта визуально сравнивают цвет обожженного и глазурованного образца керамики, изготовленного и проверенного в соответствии с 6.3.1, с эталоном расцветки изготовителя. Если изготовитель материала не предоставляет эталонную расцветку, следует сравнить испытуемый образец с образцами материала из двух других партий. Цвет всех трех сравниваемых образцов должен быть практически одинаковым.

6.3.3 Определение наличия посторонних включений

Образец изготовляют в соответствии с 6.3.1.7. Включения определяют по ГОСТ 3522.

6.3.4 Определение сопротивления к окрашиванию

6.3.4.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в оценке способности керамического материала к окрашиванию.

6.3.4.2 Ограничения метода

Воспроизводимые результаты испытаний могут быть достигнуты только при соблюдении процедуры изготовления образцов, установленной 6.3.1.7.

6.3.4.3 Продолжительность испытаний

Продолжительность испытаний – не менее 24 ч.

6.3.4.4 Меры предосторожности

Шлифовать керамику следует в респираторе при включенном вытяжном устройстве.

6.3.4.5 Расход красящего вещества для проведения испытаний

Для проведения испытаний требуется 100 $см^3$ насыщенного раствора эозина или насыщенного раствора метиленовой сини в 95%-ном этиловом спирте.

6.3.4.6 Оборудование, инструменты, формы, посуда

Химический стакан вместимостью 100 – 200 $см^3$ по ГОСТ 19908.

Шлифмотор или бормашина по НД.

Шлифовальные стоматологические цилиндрические головки по ГОСТ 30396.

6.3.4.7 Приготовление образцов для испытаний

Для испытаний используют образцы, изготовленные в соответствии с 6.3.1.7. С большой плоскости образца стоматологической шлифовальной цилиндрической головкой полностью сошлифовывают слой глазури.

6.3.4.8 Проведение испытаний

Образцы опускают в химический сосуд с окрашивающим раствором на 24 ч. После извлечения из окрашивающего раствора образец тщательно промывают с помощью зубной щетки или в течение 15 с в ультразвуковой мойке.

6.3.4.9 Оценка результатов испытаний

Все внешние поверхности образца исследуют на наличие окраски визуально. При наличии окрашивания образца всю партию керамики считают непригодной.

6.3.5 Определение пористости

6.3.5.1 Сущность метода

Поры влияют не только на эстетические показатели, но и на механическую прочность керамики. Поэтому число пор на поверхности керамики должно быть лимитировано. С этой целью под микроскопом подсчитывают число пор на поверхности шлифованной керамики площадью 1 $мм^2$. Керамику считают непригодной, если образцы содержат крупные поры или число последних избыточно.

6.3.5.2 Ограничения метода

Воспроизводимые результаты испытаний могут быть достигнуты только при соблюдении процедуры подготовки образцов, установленной 6.3.1.7.

6.3.5.3 Продолжительность испытаний

Продолжительность испытаний – не менее 24 ч.

6.3.5.4 Меры предосторожности

Шлифовать керамику следует в респираторе при включенном вытяжном устройстве.

6.3.5.5 Расход керамики для проведения испытаний

Для изготовления образца требуется 3 г порошка.

6.3.5.6 Оборудование, инструменты, формы, посуда

Форма, имеющая полость номинальными размерами 10×15×5 мм. Форма может быть изготовлена из любого материала, не загрязняющего керамическую массу.

Стоматологическая фарфоровая палитра или стеклянная пластина для смешивания по НД.

Стоматологический шпатель по ГОСТ 19126.

Капельница для жидкости по ГОСТ 23932.

Стоматологический скальпель по ГОСТ 30393.

Длинный пинцет по ГОСТ 21241.

Стоматологическая рифленка для конденсации керамики по ГОСТ 19126.

Промокательная (фильтровальная, адсорбирующая) бумага по ГОСТ 12026.

Вакуумная зуботехническая печь для обжига керамики по НД.

Шлифмотор или бормашина по НД.

Шлифовальные стоматологические цилиндрические головки по ГОСТ 30396.

Оптический микроскоп с конечным увеличением 100^{x} по ГОСТ 8074.

6.3.5.7 Приготовление образцов для испытаний

Для испытаний используют образец, изготовленный в соответствии с 6.3.1.7. С большой плоскости образца стоматологической шлифовальной цилиндрической головкой полностью сошлифовывают слой глазури.

6.3.5.8 Проведение испытаний

Под микроскопом исследуют три шлифовальных и отполированных образца. Подсчитывают мелкие поры диаметром 30 – 40 мкм и крупные поры диаметром более 40 мкм на поверхности площадью 1 $мм^2$.

6.3.5.9 Оценка результатов испытаний

На поверхности площадью 1 $мм^2$ число пор диаметром более 30 мкм не должно превышать 16 шт., а число пор диаметром от 40 до 150 мкм не должно превышать 6 шт. Не должно быть пор диаметром более 150 мкм.

6.4 Методы испытаний физико-механических и физико-химических свойств

6.4.1 Определение коэффициента термического расширения (температурного коэффициента линейного расширения) керамики

6.4.1.1 Сущность метода

Данный метод применяют для оценки расширения слоев керамики при нагревании. Термическое расширение измеряют с помощью индикатора, установленного на дилатометре (далее — дилатометрические испытания). При

отсутствии термической согласованности между слоями цельнокерамического зубного протеза возможны его растрескивание, снижение механической прочности, ухудшение термостойкости.

6.4.1.2 Ограничения метода

Воспроизводимые результаты испытаний могут быть достигнуты только при соблюдении процедуры подготовки образцов и условий проведения дилатометрических испытаний, установленных 6.4.1.7 – 6.4.1.8.

При дилатометрических испытаниях нельзя использовать сильно закристаллизованные кварцевые трубки.

6.4.1.3 Меры предосторожности

Во избежание ожогов следует быть внимательным при выемке образцов из зуботехнической печи и вертикального кварцевого дилатометра.

Шлифовать керамику следует в респираторе при включенном вытяжном устройстве.

6.4.1.4 Продолжительность испытаний

Продолжительность дилатометрических испытаний определяется температурой начала усадки керамики. В среднем продолжительность одного дилатометрического испытания составляет 2–3 ч (без учета времени изготовления образцов). Подсчет результатов испытания занимает 1 ч.

6.4.1.5 Расход порошка керамики для проведения испытаний

Для изготовления образца требуется 5 г порошка.

6.4.1.6 Оборудование, инструменты, формы, посуда

Форма, имеющая полость номинальными размерами 50×5×5 мм. Форма может быть изготовлена из любого материала, не загрязняющего массу.

Стоматологическая фарфоровая палитра или стеклянная пластина для смешивания по НД.

Стоматологический шпатель по ГОСТ 19126.

Капельница для жидкости по ГОСТ 23932.

Стоматологический скальпель по ГОСТ 30393.

Длинный пинцет по ГОСТ 21241.

Стоматологическая рифленка для конденсации керамики по ГОСТ 19126.

Промокательная (фильтровальная, адсорбирующая) бумага по ГОСТ 12026.

Вакуумная зуботехническая печь для обжига керамики по НД.

Шлифмотор или бормашина по НД.

Вертикальный кварцевый дилатометр по НД.

Индикатор ценой деления 0,1 мм по ГОСТ 577.

Микрометр по ГОСТ 6507 или штангенциркуль по ГОСТ 166.

6.4.1.7 Изготовление образцов

Изготовляют по четыре образца грунтовой, дентинной и эмалевой керамики в соответствии с 6.3.1.7.1 и 6.3.1.7.2. Для изготовления образцов используют форму, имеющую полость номинальными размерами 50×5×5 мм.

Образцы помещают в печь так, чтобы они обжигались равномерно и не прилипали друг к другу и к подставке. Образцы обжигают и глазуруют по режимам, установленным инструкцией изготовителя. По два образца от каждой массы обжигают один раз в вакууме и один раз на воздухе при атмосферном давлении, а оставшиеся – по три раза в вакууме и один раз на воздухе при атмосферном давлении. Перед глазуровочным обжигом образцы промывают в проточной воде, а шероховатости и неровности, имеющиеся на керамике после первого обжига, сошлифовывают вручную на шлифмоторе или зуботехнической бормашине любого типа. После шлифовки края образцов должны быть плоскими и параллельными.

6.4.1.8 Методика проведения испытаний

Перед началом дилатометрических испытаний микрометром или штангенциркулем измеряют исходную длину образца. Дилатометрические испытания проводят согласно инструкции по работе на дилатометре, со скоростью нагрева (5 ± 1) °С/мин до начала усадки образца.

6.4.1.9 Обработка результатов испытаний

Температурный коэффициент линейного расширения α_t, 1/°С, рассчитывают по формуле

$$\alpha_t = K\frac{\Delta L}{L_0(t-t_0)}, \qquad (1)$$

где K – константа дилатометра для новой кварцевой трубки и градуированной термопары, обладающей небольшой погрешностью;

ΔL – показание индикатора, см;

L_0 – исходная длина образца, см;

t – температура, при которой снимают данное показание, °С;

t_0 – комнатная температура, °С (для удобства расчетов принимают $t_0 \approx 20$ °С).

Температурный коэффициент линейного расширения в диапазоне температур 20 °С – 500 °С $\alpha_{20-500\,°C}$, 1/°С, рассчитывают по формуле

$$\alpha_{20-500\,°C} = K\frac{\Delta L}{L_0(500-t_0)}. \qquad (2)$$

Результат рассчитывают как среднее арифметическое двух показаний.

Затем определяют среднее квадратическое отклонение S_α полученных значений ТКЛР по формуле

$$S_\alpha = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(\sigma_i - \sigma_{cp}\right)^2}{n-1}}, \qquad (3)$$

где σ_i – значение ТКЛР i -го образца, 1/°С;

$\sigma_{ср}$ – среднее арифметическое значение ТКЛР, 1/°С;

n – число образцов.

6.4.2 Определение прочности при изгибе

6.4.2.1 Сущность метода

Определяют разрушающее усилие при изгибе посредством нагружения керамики методом трехточечного изгиба.

6.4.2.2 Ограничения метода

Воспроизводимые результаты испытаний могут быть достигнуты только при соблюдении процедуры подготовки образцов, установленной 6.4.2.7.

6.4.2.3 Меры предосторожности

Во избежание ожогов следует быть внимательным при выемке образцов из зуботехнической печи. Шлифовать керамику следует в респираторе при включенном вытяжном устройстве. Следует также соблюдать осторожность во избежание попадания в испытателя осколков при разрушении образца.

6.4.2.4 Продолжительность испытаний

Продолжительность изготовления образцов определяется циклами их обжига, установленными инструкцией изготовителя керамики.

Продолжительность испытаний на изгиб – 2 ч. Оформление результатов испытаний занимает 1 ч.

6.4.2.5 Расход материала для проведения испытаний

Для изготовления образца требуется 3 г порошка.

6.4.2.6 Оборудование, инструменты, формы, посуда

Форма, имеющая полость номинальными размерами 10×15×5 мм. Форма может быть изготовлена из любого материала, не загрязняющего массу.

Стоматологическая фарфоровая палитра или стеклянная пластина для смешивания по НД.

Стоматологический шпатель по ГОСТ 19126.

Капельница для жидкости по ГОСТ 23932.

Стоматологический скальпель по ГОСТ 21240.

Длинный пинцет по ГОСТ 21241.

Стоматологическая рифленка для конденсации керамики по ГОСТ 19126.

Промокательная (фильтровальная, адсорбирующая) бумага по ГОСТ 12026.

Вакуумная зуботехническая печь для обжига керамики по НД.

Шлифмотор или бормашина по НД.

Испытательная машина типа Динстат или Инстрон, или любая другая испытательная машина, которая может создать разрушающее усилие посредством трехточечного изгиба, по НД.

Штангенциркуль по ГОСТ 166 или микрометр по ГОСТ 6507.

6.4.2.7 Изготовление образцов

Изготовляют по пять сырых образцов грунтовой, дентинной и эмалевой керамики в соответствии с 6.3.1.7.1 и 6.3.1.7.2. Для изготовления образцов используют форму, имеющую полость номинальными размерами 10×15×5 мм.

Образцы помещают в печь так, чтобы они обжигались равномерно и не прилипали друг к другу и к подставке. Образцы обжигают и глазуруют по режимам, установленным инструкцией изготовителя. Перед глазуровочным обжигом образцы промывают в проточной воде. Шлифовку проводят вручную на шлифмоторе или зуботехнической бормашине любого типа. После шлифовки поверхности образца должны быть плоскими и параллельными.

6.4.2.8 Методика проведения испытаний

Испытания проводят на испытательных машинах типа Динстат или Инстрон, или на любых других испытательных машинах, способных создавать разрушающее усилие посредством трехточечного изгиба. Перед испытаниями каждый образец должен быть измерен. Разрушение образцов проводят в строгом соответствии с инструкциями по эксплуатации испытательной машины. Скорость приложения нагрузки должна составлять не более 0,05 кгс/с.

6.4.2.9 Обработка результатов испытаний

Предел прочности при изгибе $\sigma_{изг}$, кгс/см^2, рассчитывают по формуле

$$\sigma_{изг} = \frac{6\,M}{b\,h^2}, \qquad (4)$$

где M – изгибающий момент, кгс/см;

b – ширина образца, см;

h – высота образца, см;

6:1 – соотношение плеч рычага испытательной машины.

Результат испытания на прочность при изгибе рассчитывают как среднее арифметическое пяти показаний и переводят в мегапаскали.

Затем определяют среднее квадратическое отклонение $S_и$ полученных значений предела прочности при изгибе по формуле

$$S_и = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (\sigma_i - \sigma_{ср})^2}{n-1}}, \quad (5)$$

где σ_i – предел прочности при изгибе *i*-го образца, МПа;

$\sigma_{ср}$ – среднее арифметическое значение предела прочности при изгибе, МПа;

n — число образцов.

6.4.3 Определение технологичности материала

6.4.3.1 Сущность метода

Если масса нетехнологична, то моделирование рельефа коронки или иного стоматологического изделия затруднено или невозможно. Сущность метода заключается в определении способности массы к смешиванию, формованию и конденсации.

6.4.3.2 Ограничения метода

Воспроизводимые результаты испытаний могут быть достигнуты только при соблюдении процедуры подготовки образцов, установленной 6.4.3.7.

6.4.3.3 Меры предосторожности

Работать с порошками следует в респираторе.

6.4.3.4 Продолжительность испытаний

Продолжительность испытаний – 1 ч.

6.4.3.5 Расход материала для проведения испытаний

Для изготовления образца требуется 3 г порошка.

6.4.3.6 Оборудование, инструменты, формы, посуда

Форма, имеющая полость номинальными размерами 10×15×5 мм. Форма может быть изготовлена из любого материала, не загрязняющего массу.

Стоматологическая фарфоровая палитра или стеклянная пластина для смешивания по НД.

Стоматологический шпатель по ГОСТ 19126.

Капельница для жидкости по ГОСТ 23932.

Стоматологический скальпель по ГОСТ 21240.

Стоматологическая рифленка для конденсации керамики по ГОСТ 19126.

Промокательная (фильтровальная, адсорбирующая) бумага по ГОСТ 12026.

6.4.3.7 Изготовление образцов

Изготовляют по пять сырых образцов грунтовой, дентинной и эмалевой керамики в соответствии с 6.3.1.7.1 и 6.3.1.7.2, а также пробную фантомную коронку. Для изготовления образцов используют форму, имеющую полость номинальными размерами 10×15×5 мм.

6.4.3.8 Методика проведения испытаний

3 г порошка керамики замешивают водой или соответствующей жидкостью для моделирования в соотношении, установленном инструкцией изготовителя, или, если пропорция не указана, до консистенции густой пасты. При смешивании с соответствующей жидкостью для моделирования или водой порошок должен хорошо смачиваться. Недопустимо образование комочков и гранул. Замешанная паста должна хорошо затекать в форму, а также быть удобной для ручной формовки вкладок, накладок, виниров, трехчетвертных коронок, жакет-коронок и цельнокерамических протезов из нескольких единиц с помощью обычных технических приемов, используемых в зуботехнической лаборатории. Излишки влаги должны хорошо удаляться при конденсации. Сформированное изделие не должно ломаться и крошиться во время цикла высушивания, установленного инструкцией изготовителя.

6.4.3.9 Оценка результатов испытаний

Массу считают непригодной, если при замешивании образуются комочки или гранулы; затруднено заполнение формы или моделирование фантомной коронки; полученный образец трудно конденсировать (сложно удалять влагу из образца); сформированное изделие плохо удерживает форму.

6.4.4 Определение линейной усадки при обжиге

6.4.4.1 Сущность метода

Увеличение линейной усадки керамики в процессе обжига приводит к невозможности посадки коронки на препарированный зуб или к необходимости нанесения дополнительных порций керамической массы для того, чтобы компенсировать усадку, или к значительному ухудшению прилегания керамики из-за ее повышенной деформации. Для оценки линейной усадки определяют уменьшение длины образца после обжига.

6.4.4.2 Ограничения метода

Воспроизводимые результаты испытаний могут быть достигнуты только при соблюдении процедуры подготовки образцов, установленной 6.4.4.7.

6.4.4.3 Меры предосторожности

Работу с порошками следует выполнять в респираторе.

6.4.4.4 Продолжительность испытаний

Продолжительность испытаний – 3 ч.

6.4.4.5 Расход материала для проведения испытаний

Для изготовления образца требуется 3 г порошка.

6.4.4.6 Оборудование, инструменты, формы, посуда

Форма, имеющая полость номинальными размерами 10×15×5 мм. Форма может быть изготовлена из любого материала, не загрязняющего массу.

Стоматологическая фарфоровая палитра или стеклянная пластина для смешивания по НД.

Стоматологический шпатель по ГОСТ 19126.

Капельница для жидкости по ГОСТ 23932.

Стоматологический скальпель по ГОСТ 30393.

Стоматологическая рифленка для конденсации керамики по ГОСТ 19126.

Промокательная (фильтровальная, адсорбирующая) бумага по ГОСТ 12026.

Вакуумная зуботехническая печь для обжига керамики по НД.

Микрометр по ГОСТ 6507 или штангенциркуль по ГОСТ 166.

6.4.4.7 Изготовление образцов

Изготовляют по пять сырых образцов грунтовой, дентинной и эмалевой керамики в соответствии с 6.3.1.7.1 и 6.3.1.7.2. Для изготовления образцов используют форму, имеющую полость номинальными размерами 10×15×5 мм.

Образцы помещают в печь так, чтобы они обжигались равномерно и не прилипали друг к другу и к подставке. Образцы обжигают по режимам, установленным инструкцией изготовителя.

6.4.4.8 Методика проведения испытаний

С помощью штангенциркуля измеряют длину обожженных образцов. Длину сырого образца определяют как длину отверстия в форме для его изготовления.

6.4.4.9 Обработка результатов испытаний

Линейную усадку при обжиге L_s, %, рассчитывают по формуле

$$L_s = \frac{L_m - L_s}{L_m} 100, \qquad (6)$$

где L_m – длина отверстия формы, мм;

L_s – длина обожженного образца, мм.

Результат испытаний на линейную усадку рассчитывают в процентах как среднее арифметическое из пяти показаний.

Затем определяют среднее квадратическое отклонение S_l полученных значений усадки по формуле

$$S_l = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (\sigma_i - \sigma_{ср})^2}{n-1}}, \quad (7)$$

где σ_i – усадка i-го образца, %;

$\sigma_{ср}$ – среднее арифметическое значение усадки образцов, %;

n – число образцов.

6.4.5 Определение химической растворимости

6.4.5.1 Сущность метода

Химическая растворимость свидетельствует о химической стойкости керамического материала, то есть его способности противостоять растворяющему воздействию среды полости рта. Сущность метода заключается в выдерживании керамических образцов в 4%-ном растворе уксусной кислоты в течение суток и оценке изменения их массы.

6.4.5.2 Ограничения метода

Воспроизводимые результаты испытаний могут быть достигнуты при соблюдении процедуры подготовки образцов, установленной 6.4.5.7.

6.4.5.3 Меры предосторожности

При определении химической растворимости следует соблюдать общие меры предосторожности при работе с кислотами.

6.4.5.4 Продолжительность испытаний

Продолжительность испытаний – не менее 24 ч.

6.4.5.5 Расход материала для проведения испытаний

Для изготовления образца требуется 3 г порошка.

6.4.5.6 Оборудование, инструменты, формы, посуда, реактивы

Форма, имеющая полость номинальными размерами 10×15×5 мм. Форма может быть изготовлена из любого материала, не загрязняющего массу.

Стоматологическая фарфоровая палитра или стеклянная пластина для смешивания по НД.

Стоматологический шпатель по ГОСТ 19126.

Капельница для жидкости по ГОСТ 23932.

Стоматологический скальпель по ГОСТ 21240.

Длинный пинцет по ГОСТ 21241.

Стоматологическая рифленка для конденсации керамики по ГОСТ 19126.

Промокательная (фильтровальная, адсорбирующая) бумага по ГОСТ 12026.

Вакуумная зуботехническая печь для обжига керамики по НД.

Химический стакан вместимостью 200 $см^3$, желательно из ситалла или из боросиликатного стекла по НД

Уксусная кислота 4%-ный раствор по ГОСТ 61.

6.4.5.7 Изготовление образцов

Изготовляют по пять сырых образцов грунтовой, дентинной и эмалевой керамики в соответствии с 6.3.1.7.1 и 6.3.1.7.2. Для изготовления образцов используют форму, имеющую полость номинальными размерами 10×15×5 мм.

Образцы помещают в печь так, чтобы они обжигались равномерно и не прилипали друг к другу и к подставке. Образцы обжигают и глазуруют по режимам, установленным инструкцией изготовителя. Перед глазуровочным обжигом образцы промывают в проточной воде.

6.4.5.8 Методика проведения испытаний

Навеску 5,5 г обожженных образцов помещают в химический стакан. Затем образцы заливают 100 $см^3$ 4%-ного раствора уксусной кислоты и оставляют на 24 ч. После этого образцы тщательно промывают дистиллированной водой, высушивают при 150 °С в течение 4 ч, повторно взвешивают на аналитических весах и рассчитывают потерю массы в процентах.

6.4.5.9 Обработка результатов испытаний

Химическую растворимость Δ, %, рассчитывают по формуле

$$\Delta = \frac{M_1 - M_2}{M_1} 100, \qquad (8)$$

где M_1 – масса образца до выдерживания в уксусной кислоте, г;

M_2 – масса образца после выдерживания в уксусной кислоте, г.

Химическая растворимость (потеря массы в кислом растворе) не должна превышать 0,5 % для грунтовой (опаковой) керамики и 0,05 % для керамики остальных видов.

УДК 615.461:006.354 МКС 11.060.10 Р22 NEQ

Ключевые слова: стоматология, керамика, испытания

gost.e-ecolog.ru