
Norme internationale



7489

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Ciments dentaires au polyalkénoate de verre

Dental glass polyalkenoate cements

Première édition — 1986-05-15

CDU 615.464 : 616.314

Réf. n° : ISO 7489-1986 (F)

Descripteurs : art dentaire, produit dentaire, ciment dentaire, classification, spécification, essai, marquage, emballage, matériel d'essai.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7489 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 106, *Produits et matériel pour l'art dentaire*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Ciments dentaires au polyalkénoate de verre

0 Introduction

0.1 Lors de la préparation de la présente Norme internationale, une attention particulière a été apportée à la dimension de l'éprouvette utilisée pour l'essai de résistance à la compression, définie comme étant un cylindre de 12 mm de haut et de 6 mm de diamètre. Ceci peut amener des problèmes dans la préparation des éprouvettes de produits présentés sous forme de capsules ou de certains produits à prise rapide, bien que les fabricants puissent essayer les composants avant la mise en capsule. La dimension de l'éprouvette définie dans l'ISO 3851 pour les ciments en capsules à base de silicates et de silicophosphates est un cylindre de 6 mm de haut et de 4 mm de diamètre. Cependant, étant donné l'augmentation de la dispersion des résultats d'essais résultant de l'usage d'une éprouvette de 6 mm × 4 mm au lieu d'une éprouvette de 12 mm × 6 mm, et de la quantité considérable de travail de recherche nécessaire pour établir des limites réalistes applicables à une éprouvette de dimensions 6 mm × 4 mm, il a été décidé que la présente Norme internationale préconiserait une éprouvette de 12 mm × 6 mm. Il est possible que l'emploi de produits présentés sous forme de capsule augmentera dans l'avenir et un programme de travail sera entrepris sur une éprouvette de 6 mm × 4 mm afin de fournir des données pour une révision future incorporant l'éprouvette 6 mm × 4 mm, soit pour les produits présentés sous forme de capsules seulement, soit à la fois pour ces produits et ceux à mélanger manuellement. Les mêmes commentaires s'appliquent aux éprouvettes pour produits solubles à l'eau. Lorsque des méthodes d'essais auront été mises au point et contrôlées, la présente Norme internationale pourra être révisée.

0.2 Aucune spécification quantitative ou qualitative spécifique relative à l'absence de risques biologiques n'est introduite dans la présente Norme internationale mais il est recommandé que pour l'évaluation éventuelle de risques biologiques ou toxiques, référence soit faite à l'ISO/TR 7405.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale fixe les spécifications des ciments dentaires au polyalkénoate de verre¹⁾ produits par la réaction entre une poudre soluble en milieu acide, un verre de silicate d'alumine et une solution aqueuse d'acide polyalkénoïque.

Les ciments au polyalkénoate¹⁾ préparés en ajoutant de l'eau à un mélange de poudre, d'acide et d'alumino-silicate de verre sont également couverts par la présente Norme internationale.

Les ciments au polyalkénoate de verre¹⁾ couverts par la présente Norme internationale peuvent être utilisés comme joints de scellement, produits de restauration, ou pour combler ou sceller les puits et fissures.

2 Références

ISO 2014, *Représentation numérique des dates.*

ISO 2590, *Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.*

ISO 3851, *Produits d'obturation dentaire en capsules, à base de silicates et de silicophosphates.*

ISO/TR 7405, *Évaluation biologique des produits dentaires.*

3 Classification

Les ciments couverts par la présente Norme internationale sont classés comme suit, selon l'emploi pour lequel ils sont prévus:

Type 1: Produit pour scellement

Type 2: Produit pour restauration

Les produits utilisés pour combler ou sceller les puits et fissures peuvent être soit de type 1, soit de type 2.

4 Spécifications

4.1 Composants

4.1.1 Liquide

Le liquide doit être clair et exempt de dépôts ou filaments visibles sur les parois de son récipient. Il ne doit pas présenter de signes visibles de gélification.

4.1.2 Poudre

Lors de l'examen visuel, la poudre doit être exempte de substance étrangère et, si elle est colorée, le pigment doit être uniformément réparti dans la poudre.

1) L'expression « polyalkénoate de verre » est maintenant préférée à celle de « verre-ionomère », jugée désuète.

4.2 Ciment avant la prise

Le ciment, préparé et mélangé selon 6.1.3, doit être d'une consistance lisse et homogène, sans bulles de gaz.

4.3 Couleur du ciment pris

Les ciments pour lesquels le fabricant a fourni un jeu de teintes doivent être soumis à l'essai supplémentaire suivant. Après immersion dans de l'eau distillée à $37 \pm 1^\circ\text{C}$ pendant 7 jours, la couleur du ciment après la prise, lorsque ce ciment est examiné immergé dans l'eau et à la lumière naturelle du jour, doit correspondre au jeu de teintes fourni.

4.4 Spécifications physiques

L'épaisseur de la pellicule, le temps de prise, le temps de travail, la résistance à la compression, la résistance à la traction diamétrale, la teneur en matières lixiviables, l'opacité, la teneur en arsenic soluble en milieu acide ainsi que la teneur en plomb, doivent être conformes aux propriétés spécifiées dans le tableau lorsqu'elles sont déterminées conformément aux méthodes d'essai appropriées prescrites dans le chapitre 6.

4.5 Biocompatibilité

Pour les directives sur la biocompatibilité, voir 0.2.

4.6 Instructions à fournir par le fabricant

Des instructions pour la préparation, le mélange et la manipulation doivent accompagner chaque récipient de liquide et contenir les informations suivantes:

- a) la gamme de température recommandée pour la préparation; l'état et le type de la plaque et de la spatule, ou le type de machine de mélange;
- b) les rapports optimaux poudre/liquide pour la gamme de température recommandée [voir également 4.6 g)] — toutefois, cette spécification ne doit pas s'appliquer aux produits présentés sous forme de capsules pour lesquelles elle est inutile;
- c) la méthode de mélange et le temps de mélange et, dans le cas des produits mélangés à la main, la cadence d'incorporation de la poudre;
- d) le temps de manipulation après la fin du mélange;
- e) un avertissement recommandant que, dans certaines conditions cliniques, un vernis de protection soit placé entre le ciment et la dentine;

f) pour les produits dans lesquels le polyacide est présenté sous forme de solution aqueuse, la recommandation que le liquide soit conservé dans un récipient suffisamment étanche pour éviter la contamination ou la perte d'humidité;

g) le rapport des masses de poudre dans le liquide avec une précision de 0,1, à une température de $23 \pm 1^\circ\text{C}$ et une humidité relative de $50 \pm 5\%$, à respecter lorsqu'on désire effectuer des essais sur le produit;

h) une technique de protection du ciment contre la contamination précoce par l'eau (salive).

5 Échantillonnage

Un échantillon de poudre et de liquide prélevé à partir d'un seul lot doit suffire pour effectuer les essais spécifiés.

6 Méthodes d'essai

6.1 Préparation des éprouvettes

6.1.1 Conditions

Préparer les éprouvettes à une température de $23 \pm 1^\circ\text{C}$ et à une humidité relative de $50 \pm 5\%$.

6.1.2 Appareillage

6.1.2.1 Plaque de mélange en verre poli, d'environ 150 mm de longueur \times 75 mm de largeur \times 20 mm d'épaisseur.

6.1.2.2 Spatule, réalisée en un matériau qui ne réagisse pas ou ne soit pas abrasé par les composants.

NOTE — L'appareillage utilisé pour le mélange et les essais doit être conservé propre, sec et exempt de particules durcies de ciment.

6.1.3 Méthode de mélange

Mélanger complètement la poudre et le liquide pour obtenir une consistance lisse et homogène conformément aux instructions du fabricant (voir 4.6).

6.2 Détermination de l'épaisseur de la pellicule (seulement applicable aux ciments de type 1)

6.2.1 Appareillage

6.2.1.1 Deux plaques de verre, circulaires ou carrées, optiquement planes, d'une surface d'environ 200 mm² et d'une épaisseur uniforme non inférieure à 5 mm.

Tableau — Propriétés chimiques et physiques

Type	Épaisseur de la pellicule	Temps de prise	Temps de travail	Résistance à la compression	Teneur en matières lixiviables	Opacité		Teneur en arsenic soluble en milieu acide	Teneur en plomb
	µm	min	min	MPa	% (m/m)	valeur $C_{0,70}$		mg/kg (ppm)	mg/kg (ppm)
	max.	max.	min.	min.	max.	min.	max.	max.	max.
1	25	7,5	2,0	65	1,0	—	—	2,0	50
2	—	5	1,75	125	0,7	0,35	0,90	2,0	50

6.2.1.2 Dispositif de charge, tel qu'illustré à la figure 1, développant une force de 147 N obtenue en utilisant une masse de 15 kg. La face de la tige portant la charge doit être horizontale et parallèle à la base, et suffisamment grande pour couvrir l'une des plaques de verre. Le dispositif de charge doit pouvoir appliquer doucement la charge sans aucun mouvement de rotation. Les plaques de verre doivent être maintenues sur la base par des butées empêchant tout déplacement lors de l'application de la charge.

6.2.1.3 Micromètre, précis à 1 µm.

6.2.2 Mode opératoire

Mesurer l'épaisseur des deux plaques de verre optiquement planes posées l'une sur l'autre en contact à ± 1 µm (lecture *A*). Placer une petite quantité de ciment mélangé au centre de l'une des plaques de verre et positionner la plaque dans les butées. Placer l'autre plaque de verre sur la première plaque, en son centre.

Deux minutes après le début du mélange, appliquer avec soin une force verticale de 147 N sur la plaque supérieure et l'y maintenir pendant 7 min. S'assurer que le ciment remplisse totalement l'espace entre les deux plaques de verre.

Dix minutes après le début du mélange, retirer avec précaution la force appliquée, enlever les deux plaques de verre contenant le ciment adhérent et mesurer l'épaisseur totale de l'ensemble plaques de verre et pellicule de ciment (lecture *B*).

Calculer l'épaisseur de la pellicule comme étant la différence entre la lecture *B* et la lecture *A*. Arrondir la moyenne de trois résultats au multiple de 1 µm le plus proche.

6.3 Détermination du temps de prise

6.3.1 Appareillage

6.3.1.1 Étuve ou enceinte, capable d'être maintenue à une température de 37 ± 1 °C et à une humidité relative d'au moins 90 %.

6.3.1.2 Pénétrömètre, de masse 400 ± 5 g, dont le diamètre de l'extrémité plate est de $1,0 \pm 0,01$ mm. L'aiguille doit être cylindrique sur environ 5 mm et son extrémité plane et perpendiculaire au grand axe de l'aiguille.

6.3.1.3 Moule, tel que celui illustré à la figure 2, en métal résistant à la corrosion.

6.3.1.4 Bloc métallique, de dimensions minimales de 8 mm × 75 mm × 100 mm.

6.3.1.5 Feuille d'aluminium non réactive au produit.

6.3.2 Mode opératoire

Placer le moule (6.3.1.3), conditionné à 23 ± 1 °C, sur une feuille d'aluminium (6.3.1.5) et le remplir à ras bord de ciment mélangé.

Deux minutes après le début du mélange, placer l'ensemble comprenant le moule, la feuille et l'éprouvette de ciment, sur le bloc (6.3.1.4), conditionné à 37 ± 1 °C dans l'étuve (6.3.1.1). Assurer un bon contact entre le moule, la feuille et le bloc.

Deux minutes et demi après le début du mélange, abaisser verticalement et avec précaution le pénétromètre (6.3.1.2) jusqu'à la surface du ciment et l'y laisser pendant 5 s. Effectuer un essai préliminaire pour déterminer le temps de prise approximatif, répéter les pénétrations toutes les 30 s jusqu'à ce que l'aiguille cesse de produire une marque circulaire perceptible à la surface du ciment, lorsque celui-ci est examiné à la loupe de faible grossissement. Nettoyer l'aiguille, si nécessaire, entre les pénétrations. Répéter cette opération, en commençant les pénétrations 30 s avant le temps de prise approximatif, et en effectuant les pénétrations à intervalles de 10 s.

Noter le temps de prise comme étant le temps qui s'écoule entre le début du mélange et le moment où l'aiguille a cessé de produire une marque circulaire complète dans le ciment.

Arrondir la moyenne de trois résultats à la période de 10 s la plus proche.

6.4 Détermination du temps de travail

6.4.1 Appareillage

6.4.1.1 Pénétrömètre, de masse $28 \pm 0,25$ g, dont le diamètre de l'extrémité plate est $2,0 \pm 0,05$ mm. L'aiguille doit être cylindrique sur environ 5 mm et son extrémité plane et perpendiculaire au grand axe de l'aiguille.

6.4.1.2 Moule tel que celui illustré à la figure 2, en métal résistant à la corrosion.

6.4.1.3 Bloc métallique, de dimensions minimales de 8 mm × 75 mm × 100 mm.

6.4.1.4 Feuille d'aluminium non réactive au produit.

6.4.2 Mode opératoire

Placer le moule (6.4.1.2), conditionné à 23 ± 1 °C, sur une feuille d'aluminium (6.4.1.4) et le remplir à ras bord de ciment mélangé.

Une minute après le début du mélange, placer l'ensemble comprenant le moule, la feuille et l'éprouvette de ciment, sur le bloc conditionné à 23 ± 1 °C. Assurer un bon contact entre le moule, la feuille et le bloc.

Deux minutes après le début du mélange, abaisser verticalement et avec précaution le pénétromètre (6.4.1.1) jusqu'à la surface du ciment et l'y laisser 5 s. Répéter cette opération toutes les 10 s jusqu'à ce que l'aiguille cesse de produire dans le ciment une marque circulaire complète, lorsque celui-ci est examiné à la loupe de faible grossissement. Nettoyer l'aiguille, si nécessaire, entre les pénétrations.

Noter le temps de travail comme étant le temps qui s'écoule entre le début du mélange et le moment où l'aiguille a cessé de produire une marque circulaire complète dans le ciment.

Arrondir la moyenne de trois résultats à la période de 10 s la plus proche.

6.5 Détermination de la résistance à la compression

6.5.1 Appareillage

6.5.1.1 Étuve ou enceinte, capable d'être maintenue à une température de 37 ± 1 °C et à une humidité relative d'au moins 30 %.

6.5.1.2. Moules fendus et plaques, tels qu'illustrés à la figure 3, en acier inoxydable ou tout autre matériau convenable que le ciment ne peut ni attaquer, ni corroder. Les dimensions internes du moule doivent être de $12 \pm 0,1$ mm de haut et de $6 \pm 0,1$ mm de diamètre.

6.5.1.3 Serre-joints, tels qu'illustrés à la figure 3.

6.5.1.4 Appareillage d'essai de résistance à la compression, ayant une vitesse de déplacement de la tête de 1,0 mm/min.

6.5.2 Préparation des éprouvettes

Préparer cinq éprouvettes.

Conditionner les moules, les plaques supérieures et inférieures (6.5.1.2) et les serre-joints (6.5.1.3) à 23 ± 1 °C.

NOTE — Pour faciliter le retrait de l'éprouvette de ciment durci, la face interne du moule et des plaques peut être uniformément enduite préalablement au remplissage, d'une solution à 3 % de cire microcristalline ou de paraffine dans du toluène pur. En variante, on peut utiliser un film mince de graisse silicone ou un film lubrifiant sec de polytétrafluoréthylène (PTFE).

Remplir, avec un léger excès, le moule fendu de ciment mélangé dans les 2 min qui suivent le début du mélange.

NOTE — Pour consolider le ciment et éviter la formation de bulles, il est conseillé de transférer des quantités aussi importantes que possible de ciment mélangé dans le moule et de les appliquer sur un seul côté à l'aide d'un instrument convenable.

Remplir le moule jusqu'à débordement, puis le placer sur la plaque supérieure en appliquant une légère pression.

Enlever tout excès important de ciment, placer la plaque supérieure en position et presser manuellement l'ensemble. Mettre le moule et les plaques dans le serre-joint (6.5.1.3) et serrer fortement l'ensemble. Au plus tard 3 min après le début du mélange, transférer l'ensemble dans l'étuve. (6.5.1.1)

60 ± 5 min après le début du mélange, enlever les plaques et surfer les extrémités de l'éprouvette pour les rendre planes et perpendiculaires à son axe longitudinal en éliminant tout excédent de ciment et en les frottant sur une plaque de verre avec une faible quantité de poudre de carbure de silicium de 350 mesh (granulométrie maximale 45µm), mélangée à de l'eau. Maintenir mouillées les extrémités de l'éprouvette pendant cette rectification et la tourner de temps en temps d'un quart de tour environ, après quelques mouvements de frottement.

Dégager l'éprouvette du moule aussitôt après la rectification et vérifier rapidement l'absence de tous vides d'air ou arêtes dentelées. Les éprouvettes présentant l'un de ces défauts doivent être rejetées.

Plonger l'éprouvette dans de l'eau distillée et maintenir à 37 ± 1 °C pendant 23 ± 1 h.

6.5.3 Mode opératoire

Soumettre à l'essai cinq éprouvettes.

Calculer le diamètre en prenant la moyenne de quatre mesures, deux à chaque extrémité de l'éprouvette à angles droits l'un par rapport à l'autre, avec une précision de $\pm 0,01$ mm. Vingt-quatre heures après le début du mélange, déterminer la résistance à la compression des éprouvettes en utilisant l'appareillage ayant une vitesse de déplacement de la tête de 1,0 mm/min (6.5.1.4) de la manière suivante.

Interposer chaque éprouvette avec ses extrémités planes entre les plateaux de l'appareillage, afin que la charge soit appliquée suivant l'axe longitudinal de l'éprouvette.

Placer un petit disque papier filtre («damp») entre chaque extrémité de l'éprouvette et les mâchoires de la machine d'essai afin de réduire la dispersion des résultats due à la rugosité de surface des extrémités de l'éprouvette.

Noter la charge appliquée lors du point de rupture de l'éprouvette et calculer la résistance à la compression, κ , en mégapascals, à l'aide de la formule:

$$\kappa = \frac{4 F}{\pi d^2}$$

où

F est la charge maximale appliquée, en newtons;

d est le diamètre moyen mesuré de l'éprouvette, en millimètres.

Si quatre ou cinq des résultats obtenus sont au-dessous de la limite spécifiée dans le tableau, le produit n'a pas satisfait à la spécification du tableau. Si quatre ou cinq des résultats sont au-dessus de la limite spécifiée dans le tableau, le produit doit être considéré comme ayant satisfait à la spécification du

tableau. Dans d'autres cas, préparer 10 nouvelles éprouvettes et noter le résultat médian de l'ensemble des 15 éprouvettes. Arrondir la valeur obtenue aux deux chiffres significatifs les plus proches et noter cette valeur comme étant la résistance à la compression.

6.6 Détermination de la teneur en matières lixiviables

6.6.1 Appareillage

6.6.1.1 Enceinte ou étuve, pouvant être maintenue à une température de 37 ± 1 °C et à une humidité relative d'au moins 30 %.

6.6.1.2 Moules, formés d'un anneau fendu en laiton ou en acier inoxydable, maintenu dans un gabarit ou une plaque de maintien analogue à celle illustrée à la figure 4. La hauteur de l'anneau doit être de $1,5 \pm 0,3$ mm et le diamètre interne de 20 ± 1 mm.

6.6.1.3 Serre-joints individuels.

6.6.1.4 Fil en platine, ou, en variante, **soie floche dentaire** cirée ou matière équivalente résistant à la corrosion.

6.6.1.5 Trois flacons de pesée en verre, tarés, à large ouverture, bouchage émeri, comme illustrés à la figure 5.

6.6.2 Préparation des éprouvettes

Préparer quatre éprouvettes.

Placer le moule (6.6.1.2) sur une mince feuille de polyéthylène ou d'acétate de cellulose, elle-même posée sur une plaque plane.

Insérer une longueur tarée convenable de fil de platine (6.6.1.4) dans l'anneau fendu, de manière qu'au moins 10 mm soient à l'intérieur de l'anneau.

NOTE — Un agent isolant tel qu'un film lubrifiant sec de polytétrafluoréthylène peut être appliqué dans l'anneau fendu pour faciliter le retrait de l'éprouvette.

Remplir l'anneau fendu de ciment mélangé.

Recouvrir d'une plaque doublée d'une feuille de polyéthylène ou d'acétate de cellulose et mettre le serre-joint (6.6.1.3) en place.

Trois minutes après le début du mélange, placer le moule, les plaques et le serre-joint dans l'étuve (6.6.1.1), maintenue à 37 ± 1 °C et à une humidité relative d'au moins 30 %.

Après 1 h, retirer du serre-joint, les plaques et les feuilles de polyéthylène ou d'acétate de cellulose et séparer soigneusement de l'anneau fendu le disque de ciment ainsi que le fil de platine qui y est attaché. Enlever tout excédent de ciment du bord du disque et brosser légèrement la surface pour ôter tout produit non attaché.

NOTE — En raison de la nature relativement fragile du ciment à ce moment-là, il est recommandé de nettoyer l'excès de ciment de la surface de l'anneau avant de tenter de retirer l'éprouvette.

6.6.3 Préparation de la solution d'essai

Pour chaque paire d'éprouvettes, utiliser un flacon de pesée (6.6.1.5) propre en parallèle à un troisième flacon qui servira de témoin et dont le contrôle sera fait simultanément. Sécher les flacons à 150 ± 5 °C pendant au moins 2 h. Refroidir les flacons, pendant 1 h à la température ambiante, dans un dessiccateur entièrement plein de sulfate de calcium anhydre sec ou de gel de silice actif, et peser à 0,1 mg près (masse m_2). Pendant ces opérations, manipuler les flacons aussi peu que possible pour éviter la contamination.

Placer deux éprouvettes immédiatement après préparation dans chaque flacon sauf le flacon témoin, et peser l'ensemble (masse m_3). La masse de chaque paire d'éprouvettes est donnée par la formule:

$$m_3 - (m_2 + m_1)$$

où m_1 est la somme des masses des fils de platine.

Immerger immédiatement les deux disques en versant 50 ml d'eau distillée dans le flacon et en suspendant les éprouvettes à l'aide du fil, de telle sorte qu'elles ne soient ni en contact les unes des autres ni ne touchent les parois du flacon. Fermer à fond le flacon et stocker pendant 23 h à 37 ± 1 °C. Placer 50 ml de la même eau dans le flacon témoin et stocker dans l'étuve contenant les éprouvettes.

Après une immersion de 23 h, retirer les éprouvettes de l'eau et faire évaporer l'eau du flacon éprouvette ainsi que du flacon témoin à une température juste inférieure à 100 °C et sécher les flacons pendant 24 h à 150 ± 5 °C. Refroidir et peser les flacons de la même façon qu'indiqué ci-dessus pour les peser lorsqu'ils étaient vides. La masse du flacon éprouvette, dans chaque cas, est la masse m_4 et l'augmentation en masse du flacon témoin est la masse m_5 .

6.6.4 Expression des résultats

Exprimer la teneur en matières lixiviables, S , pour chaque paire d'éprouvettes, en pourcentage par masse, en utilisant l'équation suivante:

$$S = \frac{m_4 - (m_5 + m_2)}{m_3 - (m_2 + m_1)} \times 100$$

Calculer la teneur en matières lixiviables comme étant la moyenne des résultats d'essai faits en double (à savoir deux flacons de pesée contenant chacun deux éprouvettes), arrondie au plus proche 0,1 %. Si l'un des résultats est situé au-dessus de la limite spécifiée dans le tableau, recommencer l'essai; rejeter les résultats les plus élevés et les résultats les plus bas et calculer la moyenne des deux résultats restant au plus proche 0,1 %.

6.7 Détermination de l'opacité (pour ciments de type 2 seulement)

6.7.1 Appareillage

6.7.1.1 Enceinte ou étuve, pouvant être maintenue à une température de 37 ± 1 °C et à une humidité relative d'au moins 30 %

6.7.1.2 Étalons en verre opale, de rapport de contraste de luminance $C_{0,70}$ de 0,35 et 0,90 respectivement.

NOTE — Le rapport de contraste $C_{0,70}$ est le rapport entre la lumière réfléchie par l'éprouvette sur un fond noir, et la lumière réfléchie par l'éprouvette sur un fond blanc qui a un facteur de réflexion de 70 %.

6.7.1.3 Une feuille de matériau blanc imperméable, d'environ 110 mm × 40 mm, marquée sur sa longueur totale, par des filets noirs d'une largeur de 2 mm et espacés de 3 mm.

6.7.1.4 Moule, formé d'un anneau fendu en laiton ou en acier inoxydable, maintenu dans un gabarit, comme illustré à la figure 4. La hauteur de l'anneau doit être de $1,00 \pm 0,03$ mm et le diamètre intérieur de 30 ± 1 mm.

6.7.1.5 Plaques de verre, planes, d'approximativement 35 mm × 35 mm et de 5 mm d'épaisseur et deux feuilles de polytétrafluoréthylène ou d'acétate de cellulose de 35 mm × 35 mm.

6.7.1.6 Serre-joints individuels.

6.7.2 Préparation des éprouvettes

À l'aide du moule (6.7.1.4) décrit en 6.6.1.2, presser, entre les deux feuilles de polytétrafluoréthylène ou d'acétate de cellulose et les deux plaques de verre planes (6.7.1.5), une quantité suffisante de ciment mélangé, pour former un disque d'environ 30 mm de diamètre et $1 \pm 0,025$ mm d'épaisseur. Trois minutes après le début du mélange, placer l'ensemble dans l'étuve (6.7.1.1). Après 1 h, séparer l'éprouvette des plaques et la conserver pendant 7 jours dans de l'eau distillée à 37 ± 1 °C.

6.7.3 Mode opératoire

Comparer l'opacité de l'éprouvette de ciment avec celle des deux étalons en verre opale (6.7.1.2) d'opacité $C_{0,70}$ de 0,35 et 0,90 respectivement, en plaçant l'éprouvette et les étalons sur un fond panaché noir et blanc. Pendant ces observations, recouvrir les éprouvettes, les étalons et l'espace les séparant ainsi que les fonds noir et blanc d'une mince couche d'eau distillée. L'éprouvette examinée doit être considérée comme ayant satisfait à la spécification du tableau si l'opacité déterminée est comprise entre les opacités des deux étalons ou est égale à l'une d'entre elles.

Si l'on préfère, on peut utiliser une méthode photométrique appropriée afin d'obtenir les valeurs de $C_{0,70}$, à condition que la précision soit de $\pm 0,02 C_{0,70}$.

6.8 Détermination de la teneur en arsenic soluble en milieu acide

6.8.1 Préparation de l'échantillon

Réduire en poudre le ciment pris et le faire passer au tamis de 75µm (200 mesh). Disperser $2 \pm 0,01$ g de poudre tamisée dans $30 \pm 0,5$ ml d'eau et ajouter $10 \pm 0,01$ ml d'acide chlorhydrique 36 % (*m/m*) ($\rho = 1,18$ g/ml). Maintenir le mélange à 37 ± 1 °C pendant 1 h, puis filtrer la solution et l'utiliser pour la détermination de la teneur en arsenic.

6.8.2 Mode opératoire

Déterminer la teneur en arsenic à l'aide de la méthode décrite dans l'ISO 2590.

6.9 Détermination de la teneur en plomb soluble en milieu acide

6.9.1 Réactif

Acide chlorhydrique, 20 % (*m/m*), préparé extemporanément par dilution d'acide chlorhydrique 36 % (*m/m*) ($\rho = 1,18$ g/ml) avec de l'eau distillée.

6.9.2 Préparation de l'échantillon

Mélanger suffisamment de poudre et de liquide pour obtenir 2 g de ciment. Placer le ciment mélangé dans une pochette en matière plastique, et la sceller. Aplanir le ciment dans la pochette, par pression du doigt pour produire un disque très fin. Placer le disque dans une étuve à 37 ± 1 °C pendant 24 ± 1 h. Retirer le disque du ciment pris et l'écraser dans un mortier à l'aide d'un pilon en agate jusqu'à le réduire en une fine poudre. Peser avec précision environ $2 \pm 0,01$ g du ciment réduit en poudre et le transvaser dans un flacon conique de 150 ml. Ajouter $50 \pm 0,5$ ml d'acide chlorhydrique 20 %. Boucher le flacon, secouer et le maintenir en position verticale pendant 16 h.

Verser la solution dans un tube centrifugeur et centrifuger pendant 10 min. Transférer la solution claire à l'aide d'une pipette dans un récipient échantillon et le boucher.

6.9.3 Mode opératoire

Déterminer la teneur en plomb directement par spectroscopie d'absorption atomique.

7 Emballage et marquage

7.1 Emballage

Les composants doivent être fournis dans des contenants parfaitement hermétiques et constitués de matières qui ne doivent ni réagir avec le contenu, ni le contaminer.

NOTE — Pour les besoins de la présente Norme internationale, le contenant doit être considéré comme étant l'emballage immédiat du composant.

7.2 Marquage des contenants

Chaque contenant doit porter lisiblement:

- le nom et/ou la marque commerciale du fabricant et le type de ciment;
- la nuance de la poudre selon le jeu de teintes du fabricant, si celui-ci est fourni;
- la masse nette minimale, en grammes, de la poudre et le volume net minimal, en millilitres, du liquide;
- la date de fabrication, exprimée sous forme de représentation numérique conformément à l'ISO 2014;
- le numéro de lot;
- le numéro de la présente Norme internationale, c'est-à-dire ISO 7489.

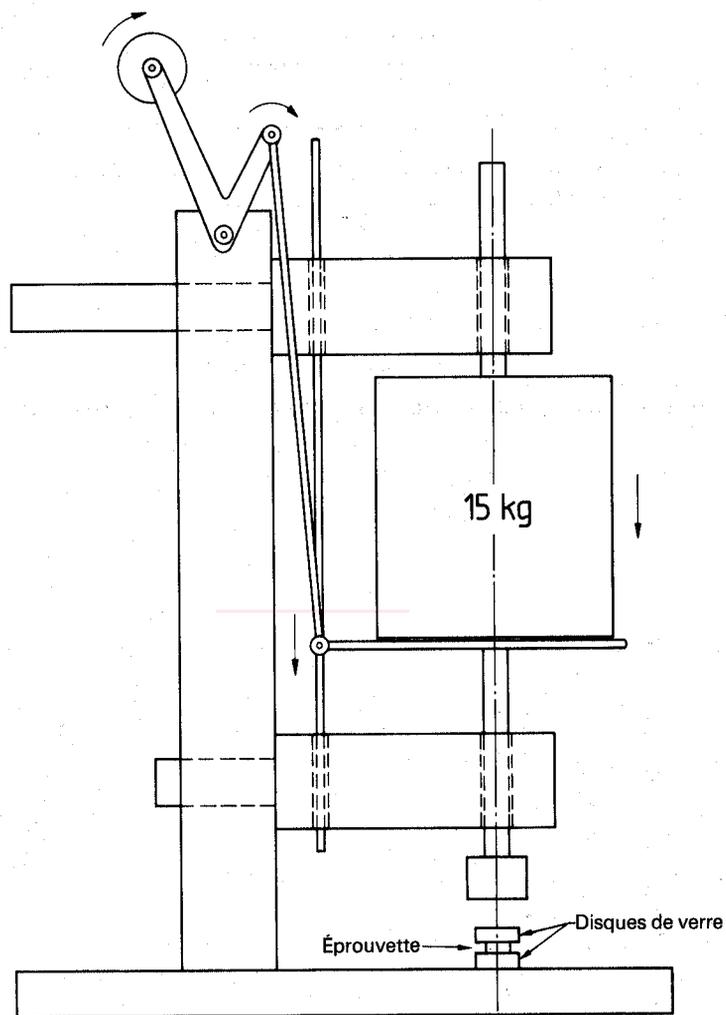
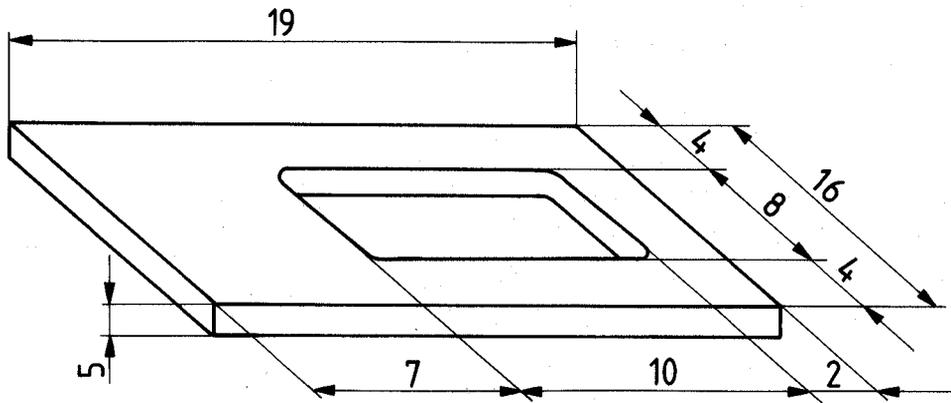


Figure 1 — Dispositif de charge pour l'essai d'épaisseur de la pellicule

Dimensions en millimètres
Tolérances générales: $\pm 0,15$



NOTE — Les coins intérieurs peuvent être arrondis.

Figure 2 — Moule pour la détermination des temps de prise et de travail

Dimensions en millimètres

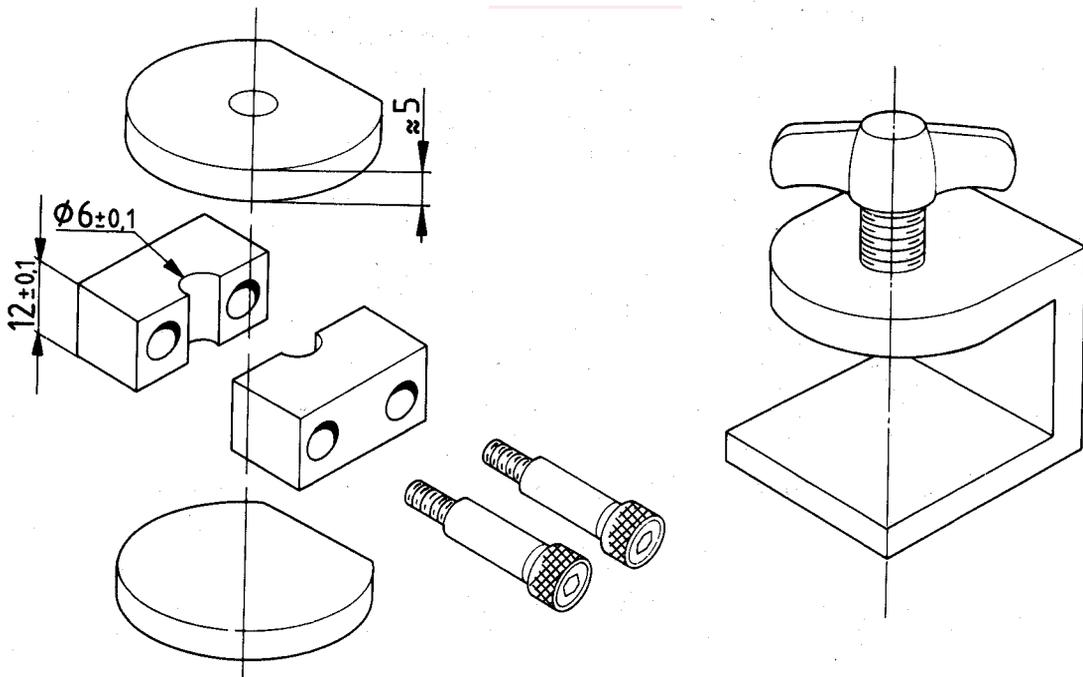


Figure 3 — Moule et serre-joint pour la préparation des éprouvettes de résistance à la compression