

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9917

Première édition
1991-12-15

Ciments dentaires à base d'eau

Dental water-based cements

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9917:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8637e581-ae3d-4b2e-842a-5025f0b31203/iso-9917-1991>



Numéro de référence
ISO 9917:1991(F)

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9917 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 106, *Produits et matériel pour l'art dentaire*, sous-comité SC 1, *Produits pour obturation et restauration*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8637e581-ac3d-4b2e-842a-5025f0b31203/iso-9917-1991>

© ISO 1991

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

La présente Norme internationale a été élaborée dans le but de présenter dans un document unique les prescriptions et méthodes d'essai relatives à tous les types de ciments dentaires à base d'eau. Elle remplace les normes afférentes aux ciments individuels précédemment publiées, qui sont énumérées ci-dessous. Ces normes seront, pour cette raison, supprimées.

ISO 1565:1978, *Ciments dentaires aux silicates (mélange manuel)*.

ISO 1566:1978, *Ciments dentaires au phosphate de zinc*.

ISO 3824:1984, *Ciments dentaires aux silicophosphates (mélange manuel)*.

ISO 3851:1977, *Produits d'obturation dentaire en capsules, à base de silicates et de silicophosphates*.

ISO 4104:1984, *Ciments dentaires au polycarboxylate de zinc*.

ISO 7489:1986, *Ciments dentaires au polyalkénoate de verre*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8637e581-ac3d-4b2e-842a->

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 des risques biologiques ou toxicologiques, référence soit faite à l'ISO/TR 7405:1984, *Évaluation biologique des produits dentaires*, ou à toute édition plus récente.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9917:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8637e581-ae3d-4b2e-842a-5025f0b31203/iso-9917-1991>

Ciments dentaires à base d'eau

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale fixe les prescriptions relatives aux types de ciments dentaires suivants, y compris les ciments mélangés manuellement et les ciments en capsules destinés au mélange mécanique en vue d'un scellement, d'un revêtement et d'une restauration permanents et dont l'effet de prise a lieu seulement par réaction aqueuse acide-base.

Les ciments aux silicates basés sur la réaction entre une poudre d'alumino-silicate de verre et une solution aqueuse d'acide phosphorique pouvant contenir des ions métalliques. Ils sont utilisés en vue de la restauration esthétique des dents antérieures.

Les ciments au phosphate de zinc basés sur la réaction entre un oxyde pulvérulent (dont le principal composant est l'oxyde de zinc) et une solution aqueuse d'acide phosphorique pouvant contenir des ions métalliques. Ils sont utilisés comme joints pour le scellement d'éléments de restauration ou de prothèse entre eux ou aux tissus dentaires. Ils peuvent également servir de base pour les produits de restauration et pour les produits de restauration temporaire en augmentant la proportion poudre-liquide en fonction de celle utilisée pour le scellement.

Les ciments à base de silicophosphates basés sur la réaction entre une poudre d'alumino-silicate de verre soluble dans l'acide et d'oxydes métalliques (essentiellement de l'oxyde de zinc) et une solution aqueuse d'acide phosphorique pouvant contenir des ions métalliques. Ils sont utilisés comme produits de restauration temporaire ou comme joints pour le scellement d'éléments de restauration ou de prothèse entre eux en faisant varier la proportion poudre-liquide.

Les ciments au polycarboxylate de zinc basés sur la réaction entre un oxyde de zinc et des solutions aqueuses d'acide polyacrylique ou des composés polycarboxyliques similaires, ou des poudres d'oxyde de zinc-acide polycarboxylique mélangés avec de l'eau. Ils sont utilisés comme joints pour le

scellement d'éléments de restauration ou de prothèse entre eux ou aux tissus dentaires, comme base pour les produits de restauration ou comme produits de restauration temporaires.

Les ciments au polyalkénoate de verre basés sur la réaction entre une poudre d'alumino-silicate de verre et une solution aqueuse d'un acide alkénoïde, ou entre un mélange de poudre polyacide et d'alumino-silicate de verre avec de l'eau ou une solution aqueuse d'acide tartrique. Ces ciments translucides sont utilisés pour la restauration esthétique des dents, comme joints de scellement, comme bases ou revêtements et pour restaurer les puits et les fissures.

Les ciments aux polyalkénoate de verre dans lesquels le verre et un métal ont été fondus ensemble et qui sont destinés à la restauration des dents sont également inclus.

La présente Norme internationale prescrit les limites de chacune des caractéristiques selon que le ciment est destiné ou non à être utilisé en tant que joint de scellement, produit servant à la restauration, base ou revêtement.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 2590:1973, *Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthyl-dithiocarbamate d'argent.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 7491:1985, *Produits dentaires — Détermination de la stabilité de couleur des produits dentaires à base de polymères.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 temps de mélange: Partie du temps de travail nécessaire pour obtenir un mélange satisfaisant des composants.

3.2 temps de travail: Durée, mesurée depuis le début du mélange ou de la trituration pendant laquelle un produit dentaire peut être manipulé sans altération de ses propriétés.

3.3 temps de prise net: Temps mesuré à partir de la fin du mélange jusqu'à ce que le produit ait pris conformément aux critères et conditions décrits en 7.3. Pour les besoins de la présente Norme internationale, étant donné la variation importante des temps de mélange des ciments, le temps de prise net est déterminé à partir de la fin du mélange.

4 Classification

4.1 Type chimique

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les ciments dentaires sont classés sur la base de leur composition chimique de la manière suivante.

4.1.1 Ciment aux silicates.

4.1.2 Ciment au phosphate de zinc.

4.1.3 Ciment à base de silicophosphates.

4.1.4 Ciment au polycarboxylate de zinc.

4.1.5 Ciment au polyalkénoate de verre.

4.2 Applications

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les produits sont classés sur la base de leur emploi, de la manière suivante.

4.2.1 Ciments de scellement.

4.2.2 Bases et revêtements.

4.2.3 Ciments de restauration.

5 Prescriptions

5.1 Produit

Le ciment doit être composé d'une poudre et d'un liquide qui, lorsqu'ils ont été mélangés conformément aux instructions du fabricant, satisfont aux prescriptions de la présente Norme internationale.

5.2 Composants

5.2.1 Liquide

Lorsqu'il est soumis à l'essai conformément à 7.1.2, le liquide doit être exempt de dépôts et de filaments sur les parois de son récipient. Aucun signe de gélification ne doit être visible.

5.2.2 Poudre

Lorsqu'elle est soumise à l'essai conformément à 7.1.2, la poudre doit être exempte de substances étrangères. Si elle est colorée, le pigment doit être uniformément réparti dans la poudre.

5.3 Ciment avant la prise

Il convient que le ciment mélangé conformément aux prescriptions de 7.1.3 et soumis à l'essai conformément à 7.1.2, ait une consistance homogène et lisse, susceptible d'être constatée lors d'un examen visuel.

5.4 Propriétés optiques

Lorsque le ciment a été préparé, stocké et soumis aux essais conformément à la description donnée en 7.6,

- a) son degré d'opacité après la prise doit se situer dans les limites définies au tableau 1. Lorsqu'un ciment de restauration est déclaré par le fabricant comme n'étant pas translucide, la prescription relative à l'opacité ne s'applique pas;
- b) sa couleur après la prise doit correspondre visuellement au nuancier du fabricant ou à la description faite par le fabricant lorsque le nuancier n'est pas fourni.

5.5 Prescriptions relatives aux performances

Lorsque le ciment est soumis aux essais conformément aux méthodes d'essai indiquées de 7.2 à 7.6,

il doit satisfaire aux prescriptions appropriées au tableau 1.

5.6 Teneur en arsenic en milieu acide

Lorsque l'essai est effectué conformément à 7.7, la teneur en arsenic en milieu acide ne doit pas être supérieure aux limites précisées au tableau 1.

5.7 Teneur en plomb en milieu acide

Lorsque l'essai est effectué conformément à 7.7, la teneur en plomb en milieu acide ne doit pas être supérieure aux limites précisées au tableau 1.

5.8 Biocompatibilité

Pour l'évaluation de la biocompatibilité, se référer à l'introduction de la présente Norme internationale.

6 Échantillonnage

6.1 Ciments mélangés manuellement

Un échantillon prélevé sur un lot doit fournir suffisamment de produit pour effectuer tous les essais

prescrits et les répéter si nécessaire. Il doit être composé d'au moins 50 g de poudre et d'un volume correspondant de liquide, selon les cas.

6.2 Ciments en capsules

Un échantillon pour essai doit comprendre une boîte au détail d'au moins 100 capsules.

7 Méthodes d'essais

7.1 Préparation des éprouvettes

7.1.1 Conditions ambiantes

La totalité des éprouvettes doit être préparée à une température de (23 ± 1) °C et à une humidité relative de (50 ± 5) %.

7.1.2 Prescriptions relatives à l'inspection

La conformité avec les spécifications indiquées en 5.2, 5.3, 5.4 et dans l'article 8 doit être vérifiée visuellement.

Tableau 1 — Prescriptions relatives aux ciments dentaires

Type chimique	Application	Épaisseur du film max. µm	Temps de prise net min		Résistance à la compression min. MPa	Érosion à l'acide max. mm/h	Opacité C _{0,70}		Teneur en As en milieu acide mg/kg	Teneur en Pb en milieu acide mg/kg
			min.	max.			min.	max.		
Phosphate de zinc	scellement	25	2,5	8	70	0,1	—	—	2	100
Polycarboxylate de zinc	scellement	25	2,5	8	70	2,0	—	—	2	100
Polyalkénoate de verre	scellement	25	2,5	8	70	0,05	—	—	2	100
Phosphate de zinc	bases/revêtements	—	2	6	70	0,1	—	—	2	100
Polycarboxylate de zinc	bases/revêtements	—	2	6	70	2,0	—	—	2	100
Polyalkénoate de verre	bases/revêtements	—	2	6	70	0,05	—	—	2	100
Silicates	restauration	—	2	6	170	0,05	0,35	0,55	2	100
Silicophosphate	restauration	—	2	6	170	0,05	0,35	0,90	2	100
Polyalkénoate de verre	restauration	—	2	6	130	0,05	0,35	0,90	2	100

7.1.3 Méthode de mélange

Le ciment doit être préparé suivant les instructions du fabricant. Une quantité suffisante de ciment doit être mélangée pour garantir que la préparation de chaque éprouvette soit effectuée à partir d'un seul mélange. Un mélange frais doit être préparé pour chaque éprouvette.

NOTE 1 Pour les produits en capsules, il peut s'avérer nécessaire, pour certaines éprouvettes, d'utiliser plusieurs capsules mélangées simultanément.

7.2 Épaisseur du film (pour les ciments de scellement exclusivement)

7.2.1 Appareillage

7.2.1.1 Deux plaques de verre carrées ou circulaires optiquement planes dont l'aire de la surface de contact est de $200 \text{ mm}^2 \pm 25 \text{ mm}^2$. L'épaisseur de chaque plaque doit être uniforme et ne pas être inférieure à 5 mm.

7.2.1.2 Dispositif de charge du type de celui représenté à la figure 1, ou autre dispositif équivalent permettant d'appliquer verticalement à l'éprouvette une force de $150 \text{ N} \pm 2 \text{ N}$ sur la plaque de verre supérieure.

Sur la figure 1, le plateau qui est fixé à la partie inférieure de la tige qui supporte la charge, doit être horizontal et parallèle à la base. La charge doit être appliquée régulièrement et de manière qu'aucun mouvement de rotation n'en résulte.

7.2.1.3 Micromètre ou dispositif de mesurage équivalent, d'une précision de $1,25 \text{ }\mu\text{m}$.

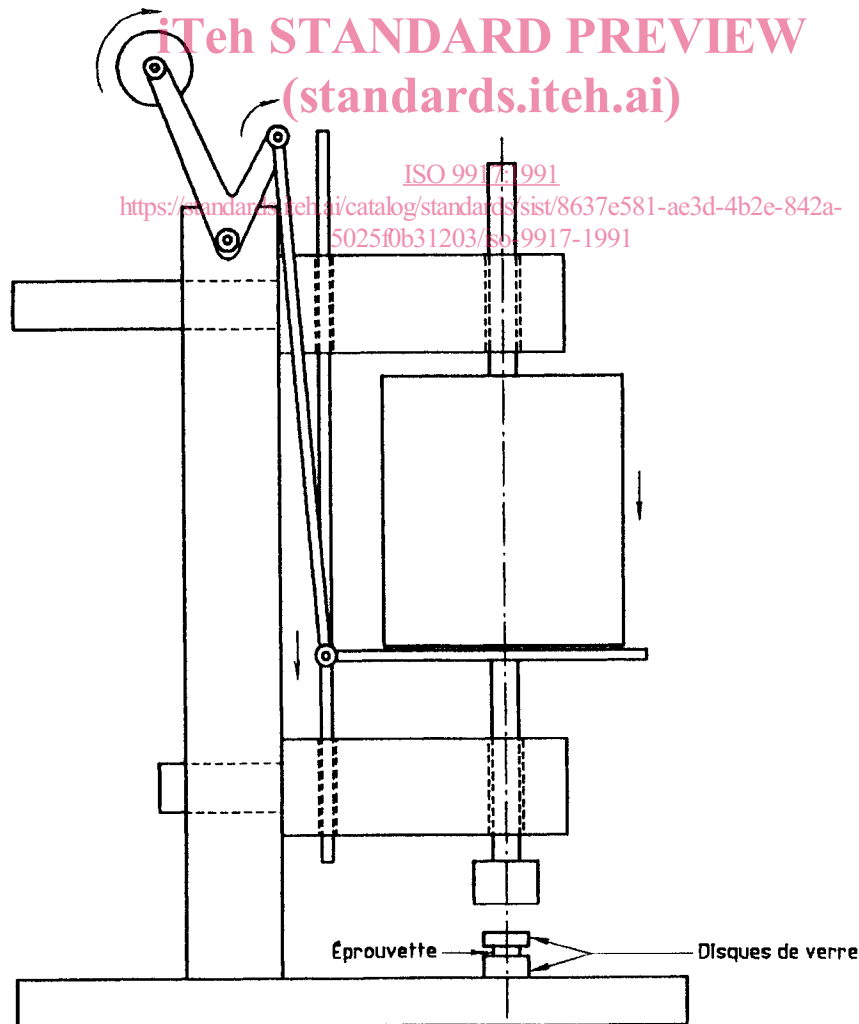


Figure 1 — Dispositif de charge utilisé pour l'essai visant à déterminer l'épaisseur du film

7.2.2 Mode opératoire

Avec une précision de $\pm 1,25 \mu\text{m}$, mesurer l'épaisseur totale des deux plaques de verre optiquement planes (7.2.1.1) posées l'une sur l'autre (lecture A). Retirer la plaque supérieure et déposer approximativement $0,1 \text{ ml} \pm 0,05 \text{ ml}$ de ciment mélangé au centre de la plaque inférieure puis la placer sur le plateau inférieur sous le dispositif de charge (7.2.1.2) en un point correspondant à son centre. Replacer la deuxième plaque de verre sur le ciment de sorte que celui-ci se trouve en son centre, dans la même orientation que lors du premier mesurage.

10 s avant la fin du temps de travail indiqué par le fabricant, développer avec précaution une force de $150 \text{ N} \pm 2 \text{ N}$ verticalement et au centre de l'éprouvette, via la plaque supérieure. Vérifier que le ciment a complètement rempli l'espace entre les deux plaques de verre. Au bout d'au moins dix minutes après l'application de la charge, retirer les plaques du dispositif de charge et mesurer l'épaisseur totale des deux plaques de verre ainsi que le film de ciment (lecture B).

Noter la différence d'épaisseur des plaques avec et sans le film de ciment (lecture B, lecture A) comme étant l'épaisseur du film. Répéter l'essai quatre fois.

7.2.3 Traitement des résultats

Au moins quatre des cinq résultats obtenus doivent être inférieurs à $25 \mu\text{m}$ pour que le produit satisfasse à la prescription donnée au tableau 1. Si seulement deux résultats ou moins sont inférieurs à $25 \mu\text{m}$, le produit ne satisfait pas à la prescription. Si trois résultats sont inférieurs à $25 \mu\text{m}$, soumettre cinq éprouvettes supplémentaires à l'essai. Pour satisfaire à la prescription, la totalité des éprouvettes de la deuxième série doit permettre d'obtenir une valeur inférieure à $25 \mu\text{m}$.

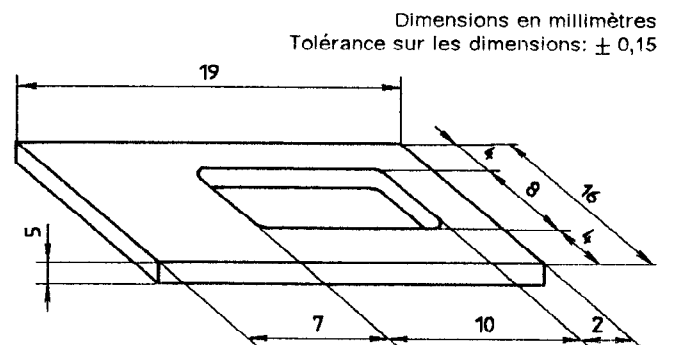
7.3 Temps de prise net

7.3.1 Appareillage

7.3.1.1 Enceinte pouvant être maintenue à une température de $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$ et à une humidité relative d'au moins 90 %.

7.3.1.2 Pénétrromètre de masse $400 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ dont le diamètre de l'extrémité plate est de $1,0 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$. La pointe de l'aiguille doit être cylindrique sur environ 5 mm. L'extrémité de l'aiguille doit être plane et perpendiculaire au grand axe de l'aiguille.

7.3.1.3 Moule métallique semblable à celui représenté à la figure 2.



NOTE — Les coins intérieurs peuvent être arrondis.

Figure 2 — Moule pour la préparation des éprouvettes en vue de la détermination du temps de prise net

7.3.1.4 Bloc métallique de dimensions minimales égales à $8 \text{ mm} \times 75 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$, placé dans l'enceinte et maintenu à $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

7.3.1.5 Feuille d'aluminium.

7.3.1.6 Chronomètre de précision égale à $\pm 1 \text{ s}$.

7.3.2 Mode opératoire

Placer le moule (7.3.1.3) conditionné à $(23 \pm 1) ^\circ\text{C}$ sur la feuille d'aluminium (7.3.1.5) et le remplir à ras bord de ciment mélangé.

60 s après la fin du mélange, placer le montage comprenant moule, feuille et éprouvette de ciment sur le bloc (7.3.1.4) à l'intérieur de l'enceinte (7.3.1.1). Veiller au bon contact entre le moule, la feuille et le bloc.

90 s après la fin du mélange, abaisser avec précaution le pénétromètre (7.3.1.2) verticalement sur la surface du ciment et l'y laisser 5 s. Effectuer un essai préliminaire pour déterminer le temps de prise approximatif, en répétant les pénétrations à des intervalles de 30 s jusqu'à ce que l'aiguille cesse de produire une marque circulaire complète dans le ciment, lorsque celui-ci est examiné avec un grossissement $\times 2$. Si nécessaire, nettoyer l'aiguille entre les pénétrations. Répéter l'opération en commençant les pénétrations 30 s avant le temps de prise approximatif, en effectuant des pénétrations à des intervalles de 10 s.

Noter le temps de prise net comme le laps de temps écoulé entre la fin du mélange et le moment où l'aiguille cesse de produire une marque circulaire complète dans le ciment. Répéter l'essai trois fois.

7.3.3 Traitement des résultats

Noter les résultats des trois essais. Chaque résultat doit se situer dans la plage spécifiée au tableau 1 pour que le produit satisfasse à la prescription.

7.4 Résistance à la compression

7.4.1 Appareillage

7.4.1.1 Enceinte maintenue à une température de (37 ± 1) °C et à une humidité relative d'au moins 30 %.

7.4.1.2 Moule fendu et plaques tels que représentés à la figure 3. Le moule doit avoir des dimensions intérieures de $6 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ de hauteur et de $4 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ de diamètre. Le moule et les plaques doivent être réalisés en acier inoxydable ou en toute autre matière appropriée ne pouvant être altérée par le ciment. Pour empêcher l'adhésion des ciments à base d'acide polyacrylique, il convient de revêtir les plaques avec des feuilles d'acétate de cellulose.

7.4.1.3 Serre-joint tel que représenté à la figure 3.

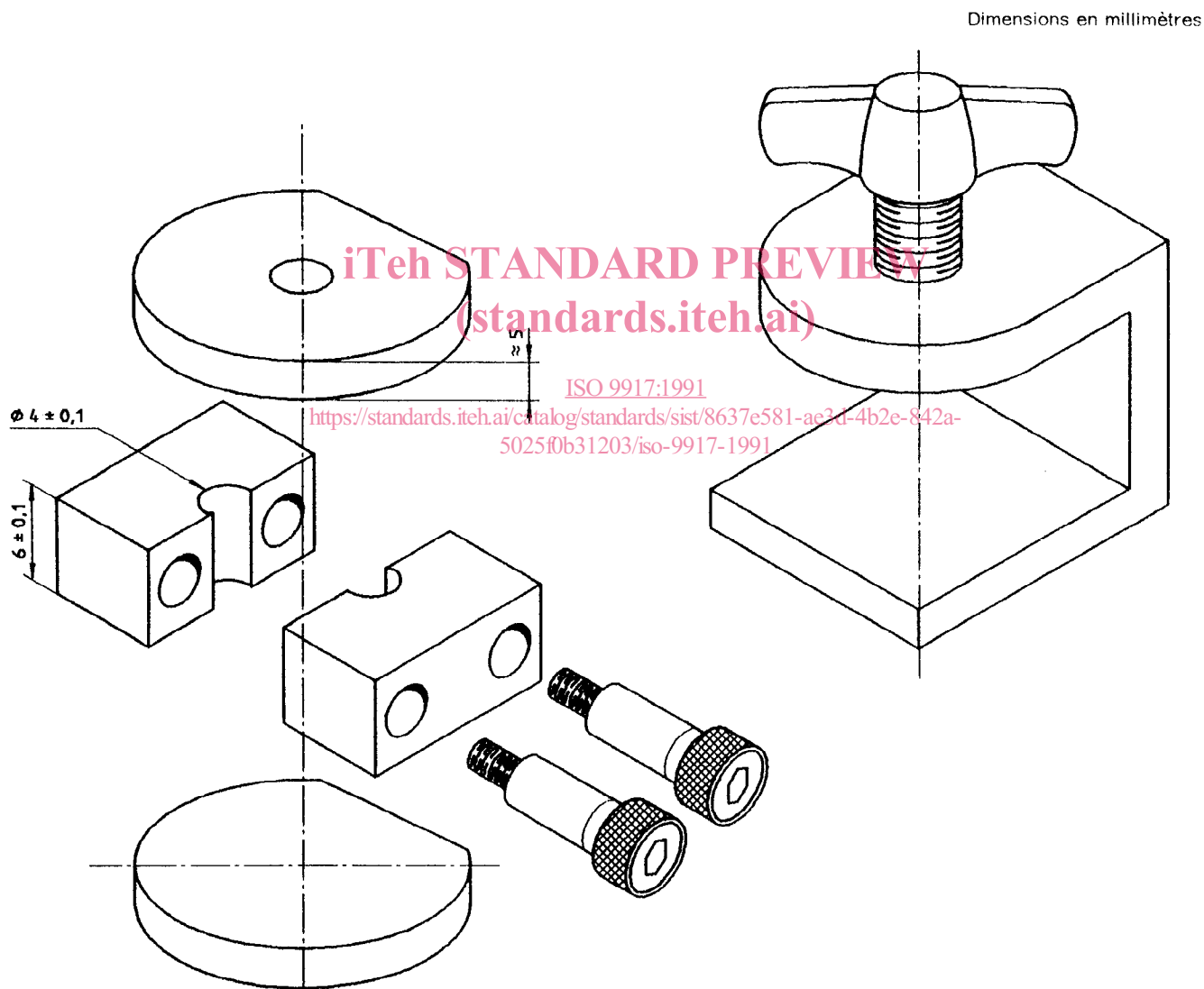


Figure 3 — Moule et serre-joint pour la préparation des éprouvettes soumises à l'essai de résistance à la compression

7.4.1.4 Dispositif d'essai mécanique pouvant fonctionner à une vitesse de déplacement de la tête de 0,75 mm/min \pm 0,30 mm/min ou à une vitesse de chargement de 50 N/min \pm 16 N/min.

7.4.2 Préparation des éprouvettes

Porter le moule fendu et plaques (7.4.1.2) et le serre-joint (7.4.1.3) à (23 \pm 1) °C. En l'espace de 60 s après la fin du mélange, remplir jusqu'à léger débordement le moule fendu de ciment préparé conformément aux instructions du fabricant.

Pour consolider le ciment et éviter la formation de bulles d'air, transférer des quantités aussi importantes que possible de ciment mélangé dans le moule et les appliquer sur un côté au moyen d'un instrument approprié. Remplir ainsi le moule jusqu'à débordement, puis le placer sur la plaque inférieure en appliquant une certaine pression.

Retirer tout excès de ciment, placer la plaque métallique supérieure en position sur le moule et presser l'ensemble. Positionner le moule et les plaques dans le serre-joint et serrer. Au plus tard 120 s après la fin du mélange, transférer le tout dans l'enceinte (7.4.1.1).

Une heure après la fin du mélange, retirer les plaques et rectifier les extrémités de l'éprouvette de manière à les rendre planes et perpendiculaires à son axe longitudinal. Une solution acceptable pour réaliser cela consiste à utiliser du papier au carbure de silicium humide de qualité 400, mais en tout état de cause l'abrasif ne devrait pas être trop gros.

Dégager l'éprouvette du moule immédiatement après la rectification et vérifier à l'œil nu, sans grossissement, l'absence de vides d'air ou d'arêtes dentelées. Toute éprouvette présentant l'un de ces défauts doit être rejetée.

Pour faciliter le retrait de l'éprouvette de ciment durci, la surface intérieure du moule peut être uniformément enduite avant le remplissage avec une solution à 3 % de cire microcristalline ou de paraffine dans de l'éther de pétrole. En variante, il est possible d'utiliser un film mince de graisse silicone ou un film lubrifiant sec de PTFE.

Préparer ainsi cinq éprouvettes et les immerger pendant 23 h \pm 0,5 h dans de l'eau, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696 à (37 \pm 1) °C.

Calculer le diamètre de chaque éprouvette en faisant la moyenne de deux mesurages, effectués perpendiculairement l'un par rapport à l'autre, avec une précision de \pm 0,01 mm.

7.4.3 Mode opératoire

Vingt quatre heures après la fin du mélange, placer les extrémités planes de chaque éprouvette entre

les plateaux du dispositif d'essai mécanique (7.4.1.4) et appliquer une charge en compression suivant l'axe longitudinal de l'éprouvette.

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

$$C = \frac{4\rho}{\pi \times d^2}$$

où

ρ est la charge maximale appliquée, en newtons;

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

7.4.4 Traitement des résultats

Si quatre des cinq résultats obtenus sont inférieurs à la résistance minimale spécifiée sur le tableau, le produit n'a pas satisfait à l'essai. Si au moins quatre des cinq résultats sont supérieurs à la résistance minimale spécifiée sur le tableau, le produit a satisfait à l'essai. Dans les autres cas, préparer 10 nouvelles éprouvettes.

Pour satisfaire à l'essai, un minimum de 12 résultats sur les 15 doit être supérieur à la valeur de la résistance minimale.

7.5 Érosion acide par la technique du jet continu

Le présent essai est destiné à rendre compte de la qualité du produit et il convient de ne pas le considérer en tant qu'indicateur des performances cliniques potentielles du produit.

7.5.1 Appareillage

7.5.1.1 Appareil à jet continu. L'appareil conçu de manière à maintenir un jet de liquide constant à la surface de l'éprouvette de ciment, est représenté à la figure 4. Il est composé d'un dispositif à tête constante alimentant huit jets distincts (d'un diamètre intérieur de 1 mm), d'une pompe de refoulement et d'un réservoir de capacité approximative de 10 l. Le débit du liquide s'écoulant de chaque jet doit être de 120 ml/min \pm 4 ml/min et peut être réglé en faisant varier la hauteur de la tête. L'appareil est fabriqué en verre de borosilicate et comporte des tuyaux de caoutchouc ou de plastique pour le transport du liquide. Le montage du jet peut être fabriqué en d'autres matériaux si cela s'avère plus pratique. Par exemple, des tuyaux en plastique transparent avec des raccords Luer, les jets étant constitués de tuyaux en acier inoxydable (d'un diamètre intérieur de 1 mm) avec les fixations Luer correspondantes. Les moules contenant les éprou-