

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11609

Première édition
1995-12-15

**Art dentaire — Dentifrices — Exigences,
méthodes d'essai et marquage**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Dentistry — Toothpastes — Requirements, test methods and
marking*
(standards.iteh.ai)

ISO 11609:1995

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-
bf98307ff7e1/iso-11609-1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-bf98307ff7e1/iso-11609-1995)



Numéro de référence
ISO 11609:1995(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 11609 a été élaborée par le comité technique ISO/TC106, *Produits et matériel pour l'art dentaire*, en collaboration avec la Fédération dentaire internationale (FDI).

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale. Les annexes B et C sont données uniquement à titre d'information.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-bf98307ff7e1/iso-11609-1995>

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

Version française tirée en 1996

Imprimé en Suisse

Art dentaire – Dentifrices – Exigences, méthodes d'essai et marquage

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit les exigences et méthodes d'essai relatives aux propriétés physiques et chimiques, ainsi que le marquage et/ou l'étiquetage des dentifrices destinés à être utilisés quotidiennement par le grand public avec une brosse à dent, dans le but de maintenir l'hygiène buccale.

NOTE 1 Il est prévu que les recommandations concernant l'efficacité déclarée ou implicite des dentifrices destinés à la prévention ou au contrôle de l'état de la cavité buccale soient publiées au sein d'un rapport technique de la FDI.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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 1942:1989, *Vocabulaire de l'art dentaire*.

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

BS 5136:1981, *Specification for toothpastes*. [Spécifications pour les dentifrices]

CTFA, *International Cosmetic Ingredients Dictionary* ¹⁾.

SHELLIS, R.P. A synthetic saliva for cultural studies of dental plaque. *Archives Oral Biol.*, **23**, pp. 485-489, 1978.

POPE, D.G. Accelerated stability testing for production of drug product stability. *Drugs and Cosmetics*, pp. 54-62, 1980.

1) Voir la note 4 de l'article 6.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions données dans l'ISO 1942 et les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 dentifrice: Toute substance ou combinaison de substances spécialement préparée pour le grand public afin de permettre le nettoyage des surfaces accessibles des dents.

3.2 pâte dentifrice: Toute préparation semi-solide à base de dentifrice se présentant sous la forme d'une pâte, d'une crème ou d'un gel.

NOTE 2 Les principaux composants du produit sont généralement un abrasif, des agents humectants, un liant, un tensioactif et un arôme. Accessoirement, le produit peut contenir des agents destinés à entretenir l'hygiène buccale.

4 Exigences

4.1 Fluorure total

La concentration totale en fluorures ne doit pas excéder les limites fixées par les lois et réglementations nationales. En aucun cas la concentration totale en fluorures ne doit dépasser 0,15 % (*m/m*). Lors de l'usage de conteneurs, tels que des systèmes de distribution de différentes sortes, la teneur totale en fluorures dans chaque unité ne doit pas être supérieure à 300 mg.

Effectuer l'essai conformément au mode opératoire mentionné en annexe B ou selon la méthode CEE^[22]. D'autres méthodes validées, de sensibilité et de précision similaires, peuvent être utilisées (voir les références [20] et [21]).

4.2 Métaux lourds

La concentration maximale ne doit pas excéder les limites fixées par les lois et réglementations nationales. En aucun cas, la concentration totale en métaux lourds de la pâte dentifrice ne doit être supérieure à 20 mg/kg.

Effectuer l'essai conformément aux références [10], [11] ou [12], ou selon toute autre méthode validée de sensibilité et de précision similaires.

4.3 Alcalinité

Lorsque l'essai est conduit conformément à 5.2.1, le pH de la pâte dentifrice doit être inférieur à 10,5.

4.4 Déminéralisation

Les pâtes dentifrices dont le pH est inférieur à 5,5 doivent être soumises à l'essai de déminéralisation conformément à 5.2.2. La perte d'émail accusée par les dents soumises à l'essai ne doit pas excéder la perte observée pour des dents soumises au traitement de contrôle; si ce n'est pas le cas, la perte d'émail doit satisfaire aux exigences de l'essai d'abrasion de l'émail (5.2.2.2).

4.5 Compatibilité avec les tissus buccaux

Il convient que la pâte dentifrice ne provoque aucune irritation ni détérioration du tissu buccal dans les conditions d'utilisation prévues par le fabricant.

Effectuer l'essai conformément à 5.2 et 5.3.

NOTE 3 Les exigences spécifiques d'ordre qualitatif et quantitatif concernant l'absence de risques biologiques ne sont pas couvertes par la présente Norme internationale, mais il est recommandé de se référer à l'ISO/TR 7405 ^[1] et à l'ISO 10993-1 ^[2] lors de l'évaluation des éventuels risques biologiques ou toxicologiques.

4.6 Microbiologie

L'essai relatif à la contamination microbiologique doit être réalisé conformément à la référence [9] ou aux références [3], [4] et [5].

4.7 Pouvoir abrasif

ISO 11609:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-bf98307ff7e1/iso-11609-1995>

Le pouvoir abrasif de la pâte dentifrice ne doit pas excéder les limites suivantes, spécifiées pour la dentine:

- 2,5 fois celui du matériau primaire de référence, en cas d'utilisation du mode opératoire prescrit en annexe A, ou
- 2 fois celui du matériau primaire de référence, en cas d'utilisation du mode opératoire prescrit dans la BS 5136.

Effectuer les essais conformément à 5.3 ou selon toute autre méthode de sensibilité et de précision similaires.

4.8 Stabilité

La pâte dentifrice ne doit présenter aucun signe de détérioration susceptible de compromettre la conformité à la présente Norme internationale après exposition au mode opératoire de vieillissement prescrit en 5.4.

4.9 Hydrates de carbone aisément fermentescibles

La pâte dentifrice ne doit pas contenir d'hydrates de carbone aisément fermentescibles. La conformité à cette exigence doit être établie par l'absence de tels constituants dans la formule complète ou par l'intermédiaire d'essais réalisés en conformité avec les méthodes analytiques couramment utilisées.

5 Méthodes d'essai

5.1 Contrôle visuel

La pâte dentifrice ne doit présenter aucun signe de détérioration (tel que manque de cohésion, décoloration, viscosité/étalement difficile) après avoir été entreposée conformément aux modes opératoires de vieillissement accéléré prescrits en 5.4.1. Ce critère est garant de la conformité du produit à la présente Norme internationale. Effectuer l'examen sous une lumière forte, avec une acuité visuelle normale sans grossissement.

5.2 Détermination du pH et de la déminéralisation de l'émail

5.2.1 Détermination du pH

Mettre en suspension une partie en masse de pâte dentifrice dans trois parties en masse d'eau de qualité analytique conforme à l'ISO 3696 (qualité 2). Déterminer le pH de la suspension dans les 10 min qui suivent à l'aide d'un pH-mètre (muni d'électrodes combinées) en verre et au calomel.

5.2.2 Détermination de la déminéralisation ou de l'abrasion de l'émail (compositions à pH faible)

La pâte dentifrice doit satisfaire, selon les cas, aux exigences de 5.2.2.1 ou de 5.2.2.2.

5.2.2.1 Déminéralisation de l'émail

Dans le cas des pâtes dentifrices dont le pH est inférieur à 5,5, appliquer le mode opératoire suivant.

Préparer de l'émail d'origine humaine radioactif (voir l'annexe A ou B), de manière à obtenir une surface uniforme sur la totalité des éprouvettes. Procéder à l'irradiation des éprouvettes conformément au mode opératoire relatif aux essais radioactifs d'abrasion. Recouvrir le reste de l'émail d'un vernis résistant aux attaques acides.

Immerger les éprouvettes dans de la salive artificielle pendant 1 h afin d'obtenir la formation d'un mince film protéinique simulant les conditions buccales. Immerger les éprouvettes une par une dans 20 ml de suspension épaisse constituée de 1/3 de pâte dentifrice pour essai dans de la salive artificielle. Agiter en continu et uniformément la suspension épaisse; maintenir continuellement l'immersion.

Utiliser de l'eau bidistillée ou de l'eau déionisée (ISO 3696) comme témoin négatif.

Au terme de 24 h d'immersion, analyser la suspension épaisse pour déterminer le niveau de radioactivité (^{32}P). Pour que l'essai soit satisfaisant, la déperdition d'émail dans la suspension ne doit pas être supérieure à celle qui se produit dans l'eau du témoin.

5.2.2.2 Abrasion de l'émail

Si le pH de la pâte dentifrice est inférieur à 5,5, celle-ci ne doit pas abraser plus de quatre fois la quantité d'émail humain par rapport à la quantité éliminée par la pâte dentifrice BS 5136 modifiée de la façon suivante: utiliser la pâte dentifrice sous forme d'une suspension épaisse obtenue selon un rapport de 3:1 de salive artificielle/pâte dentifrice. Lorsque la pâte dentifrice est soumise à l'essai par le biais de la méthode de Hefferren (annexe A), elle ne doit pas abraser plus du double de la quantité d'émail éliminée par l'abrasif de référence, la pâte dentifrice et l'abrasif de référence étant tous deux utilisés sous forme d'une suspension épaisse préparée selon un rapport de 3:1 de salive artificielle/pâte dentifrice/abrasif. Effectuer les essais conformément à l'annexe A ou à la BS 5136. Toute autre méthode validée, de sensibilité et précision similaires, peut être utilisée.

5.3 Détermination du pouvoir abrasif

Déterminer le pouvoir abrasif relatif moyen par comparaison à l'échantillon primaire de référence, ou à tout autre matériau témoin étalonné sur l'échantillon primaire de référence pour une dentine d'origine humaine, en utilisant la méthode prescrite en annexe A ou dans la BS 5136.

Toute autre méthode validée, de sensibilité et précision similaires, peut être utilisée. Voir par exemple les références [14], [15] et [16].

5.4 Détermination de la stabilité

ISO 11609:1995

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-bf98307ff7e1/iso-11609-1995)

[bf98307ff7e1/iso-11609-1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-bf98307ff7e1/iso-11609-1995)

5.4.1 Mode opératoire de vieillissement accéléré

La pâte dentifrice doit satisfaire aux exigences de la présente Norme internationale après stockage à 40 °C pendant 3 mois, ou dans des conditions de durée et de température qui soient de nature à simuler un stockage à température ambiante pendant 30 mois.

5.4.2 Durée de vie

La pâte dentifrice doit satisfaire aux exigences de la présente Norme internationale pendant les 30 mois qui suivent la fabrication.

5.4.3 Conteneur et/ou système distributeur

Le conteneur et/ou le système distributeur ne doit (doivent) avoir provoqué aucune contamination interne de la pâte dentifrice qui compromettrait sa conformité à la présente Norme internationale, après avoir été soumise au mode opératoire de vieillissement décrit en 5.4.1.

6 Marquage et étiquetage

À l'exception des systèmes distributeurs et des conditionnements unitaires de petites tailles, l'emballage doit porter un marquage contenant les informations suivantes:

- a) le mot «pâte dentifrice» ou un équivalent, tel que défini en 3.2;
- b) la marque commerciale;
- c) les nom et adresse du fabricant ou du distributeur mandaté;
- d) le numéro de lot;
- e) une liste des constituants: la formulation complète conforme aux appellations données dans le *Dictionnaire international des constituants cosmétiques du CTFA*, ou comportant la dénomination descriptive des constituants; il doit y avoir une cohérence entre l'identification des constituants et le dictionnaire, lequel établit de quelle façon la formulation et l'identification des constituants sont rédigées;
- f) le volume net, en millilitres, et/ou la masse nette, en grammes;
- g) la date de péremption, dans le cas où la période de stabilité (durée de vie) est inférieure à 30 mois.

NOTE 4 À partir de 1997, les recommandations du CFTA feront place aux réglementations de l'INCI (Nomenclature internationale des constituants cosmétiques).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11609:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-bf98307ff7e1/iso-11609-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-bf98307ff7e1/iso-11609-1995>

Annexe A (normative)

Méthode de détermination du pouvoir abrasif (Méthode de Hefferren)

A.1 Domaine d'application

La présente annexe prescrit les modes opératoires spécifiques à la détermination du pouvoir abrasif des dentifrices par le biais de la méthode de laboratoire ADA.

A.2 Échantillonnage

Le prélèvement d'un échantillon représentatif doit être effectué sur au moins deux lots.

A.3 Mode opératoire

A.3.1 Abrasif étalon de référence

L'abrasif étalon de référence est extrait d'un lot spécifique de pyrophosphate de calcium fabriqué par la société Monsanto.¹⁾

A.3.2 Appareillage

A.3.2.1 Machine à broser

L'appareillage approprié se compose d'une machine à broser transversale.²⁾ Il convient que l'appareillage dispose de huit emplacements permettant de maintenir les éprouvettes. Une brosse à dents doit être positionnée de telle manière qu'elle passe alternativement par-dessus les éprouvettes installées, la tension de la brosse étant définie, tandis qu'une immersion a lieu dans une suspension épaisse à base de dentifrice. Il convient que la distance parcourue par la brosse

1) Le pyrophosphate de calcium est un exemple de produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Il est possible d'obtenir un échantillon de matériau en contactant la société à l'adresse mentionnée ci-dessous et en demandant un étalon d'abrasion ADA. De légères variations (< 10 %) du pouvoir abrasif ont été recensées.

Monsanto Company,
Detergent Division,
800 N. Lindbergh Boulevard,
St Louis, MO,
USA 63167.

2) Les schémas et photocalques bleus de la machine sont disponibles auprès de l'association dentaire américaine.

ne soit pas supérieure à la longueur de la tête de celle-ci, de façon à maintenir le contact entre l'éprouvette et la brosse. Le mécanisme assurant le maintien de la suspension épaisse à base de dentifrice peut varier selon les différentes conceptions de machines, mais il convient qu'il permette d'ôter aisément l'échantillon de suspension épaisse. Il est primordial de disposer d'un moyen mécanique quelconque permettant d'agiter la suspension épaisse pendant que s'effectue le brossage. Une méthode convenable permettant d'y parvenir consiste à fixer des ailettes de mélange en caoutchouc juste au-dessous de la tête de la brosse. Pendant le brossage, ces ailettes ont pour faculté d'empêcher l'abrasif de se déposer au fond du récipient contenant la suspension épaisse.

A.3.2.2 Détecteur de radioactivité

Les deux méthodes recommandées pour déterminer la radioactivité des suspensions épaisses à base de dentifrice utilisées consistent à employer un compteur Geiger-Müller ou un détecteur de scintillations en milieu liquide. Le recours à un compteur Geiger nécessite le séchage des échantillons sous des conditions contrôlées définies. La méthode par détecteur de scintillations en milieu liquide présente l'avantage de permettre une lecture directe à partir de la suspension épaisse.

Il convient que le comptage soit effectué pendant une durée censée réduire la valeur alpha d'erreur de comptage à une valeur inférieure à 2 %. Il convient d'effectuer le comptage sur un minimum de 1 000 coups et pendant au moins 1 min. Il est possible d'augmenter le nombre de coups de brosse lorsque les durées de comptage sont excessivement longues.

iTeh STANDARD PREVIEW

A.3.3 Présentation des éprouvettes de dents (standards.iteh.ai)

A.3.3.1 Éprouvettes de dentine

ISO 11609:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/171368a8-545c-4d82-8ac7-bf98307ff7e1/iso-11609-1995>

A.3.3.1.1 Sélection

La dentine issue de racines de dents humaines définitives après extraction est utilisée comme substrat. Il convient de choisir des dents monoradiculaires qui n'étaient pas dévitalisées au moment de l'extraction. Les incisives mandibulaires constituent une exception du fait de leur petite taille: celles-ci ne sont pas utilisées. Il convient que l'éprouvette mesure au moins 14 mm de longueur et 2 mm de largeur en son extrémité mince. Les racines sélectionnées doivent toutes être exemptes de caries et de défauts anatomiques. Après l'extraction, il convient de conserver les racines dans une solution de formaldéhyde neutralisée à 4 %.

A.3.3.1.2 Préparation

Gratter les racines pour les nettoyer de toute présence de tissu mou et de ciment. Retirer ensuite la couronne et les extrémités de la racine au moyen d'un disque séparateur, sous un jet d'eau.

A.3.3.1.3 Irradiation

Pour chaque série de huit éprouvettes destinées à être irradiées, ajouter une ou deux racines supplémentaires destinées à être utilisées pour les facteurs de correction. Immerger les éprouvettes dans la solution de formaldéhyde à 4 % et les soumettre à une irradiation à l'intérieur d'un réacteur nucléaire. Il convient que le flux de neutron soit suffisant pour émettre environ 1 mCi de radiations bêta ^{32}P après plusieurs heures. Il convient d'éviter les températures excessives à l'intérieur du réacteur. Il est également conseillé de protéger les éprouvettes contre les neutrons rapides et les rayons gamma. Il convient que la manipulation des éprouvettes

irradiées soit effectuée soigneusement en appliquant les bonnes pratiques de laboratoire. Il convient que les éprouvettes ne soient pas utilisées pendant la première moitié de la période radioactive en raison des rayonnements excessifs, mais qu'elles soient utilisées avant la fin du troisième tiers de la période radioactive en raison de l'insuffisance de l'activité. La période radioactive du ^{32}P est de 14,3 jours, de sorte que la durée de vie utile d'une série de dents est donc de 4 semaines.

A.3.3.1.4 Montage des éprouvettes

Il convient que les éprouvettes soient montées individuellement dans une résine à base de méthacrylate de méthyle vulcanisé à froid pour prothèse. Le type de moule employé dépend du support qui est utilisé sur la brosseuse. Il convient que les éprouvettes soient montées de manière à dépasser d'au moins 2 mm au-dessus de la surface de résine, dans le sens vestibulaire/lingual. La surface de brossage de la racine doit être parallèle, dans le sens vestibulaire/lingual, au support en résine, et disposée de sorte que le brossage s'effectue perpendiculairement à l'axe longitudinal de la racine. Il convient de conserver les éprouvettes une fois montées dans du formaldéhyde à 4 %.

A.3.3.2 Éprouvettes d'émail

A.3.3.2.1 Sélection

Les critères de sélection des éprouvettes d'émail sont identiques à ceux pour la dentine. Il convient que les éprouvettes d'émail proviennent d'incisives de maxillaire humain.

A.3.3.2.2 Préparation

La totalité de la surface labiale de l'éprouvette est utilisée après enlèvement de la racine. Nettoyer l'émail de la même manière que la racine.

A.3.3.2.3 Irradiation

L'irradiation de l'émail est identique à la méthode employée pour les racines. Les éprouvettes d'émail et les racines peuvent être soumises ensemble à l'irradiation dans le réacteur.

A.3.3.2.4 Montage

Monter les éprouvettes d'émail de la même manière que les racines. La surface labiale doit dépasser de 2 mm et être parallèle à la surface en résine.

A.3.4 Brosses à dents

Il convient que les brosses à dents utilisées soient équipées de filaments en nylon de dureté «médium». Il convient que l'extrémité des filaments forme une surface plane plutôt que cannelée ou inclinée. Il convient que la longueur des filaments soit d'environ 10 mm. Une brosse Pepsodent de 50 touffes et de dureté «médium» est une brosse disponible dans le commerce répondant aux critères d'acceptation ³⁾.

³⁾ Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.