
NORME INTERNATIONALE **ISO** 1565



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

Ciments dentaires aux silicates (mélange manuel)

Dental silicate cement (hand-mixed)

Première édition – 1978-06-15

CDU 616.314 : 615.463

Réf. n° : ISO 1565-1978 (F)

Descripteurs : art dentaire, produit dentaire, ciment dentaire, spécification de matière, essai, matériel d'essai, marquage.

Prix basé sur 9 pages

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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 1565 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 106, *Produits et matériel pour l'art dentaire*, et a été soumise aux comités membres en octobre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Suède
Allemagne	Irlande	Suisse
Australie	Mexique	Tchécoslovaquie
Autriche	Norvège	Thaïlande
Canada	Nouvelle-Zélande	U.S.A.
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	
France	Royaume-Uni	

Aucun comité ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 1565-1970, dont elle constitue une révision technique.

Ciments dentaires aux silicates (mélange manuel)

0 INTRODUCTION

La présente Norme internationale a été publiée pour la première fois par l'ISO en 1970 sous la forme d'une recommandation ISO basée sur la Spécification FDI n° 7. Comme les autres recommandations ISO de cette série initiale dans le domaine de l'art dentaire, ISO/R 1559 à ISO/R 1567, elle a ensuite fait l'objet d'un programme de révision en vue de la mise à jour de son contenu à la lumière des données techniques fournies à la fois par l'ISO/TC 106 et la Fédération dentaire internationale. Celle-ci a assumé les responsabilités du secrétariat du groupe de travail qui a élaboré la présente Norme internationale.

La plupart des modifications introduites dans la présente révision sont issues de l'emploi d'une éprouvette de plus petites dimensions, ce qui permet d'adapter plus étroitement les méthodes d'essai des produits mélangés manuellement à celles des produits en capsules. Il a, en général, suffi d'adapter les techniques employées à la manipulation d'éprouvettes de plus petites dimensions, mais dans certains cas et pour l'essai de solubilité en particulier, il a été nécessaire de changer plus fondamentalement la méthode d'essai.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale fixe les spécifications des ciments dentaires aux silicates mélangés manuellement sur la base de la réaction de durcissement qui se produit entre un oxyde pulvérulent dont le principal composé est un aluminosilicate et des solutions aqueuses d'acide phosphorique pouvant contenir des ions métalliques.

2 RÉFÉRENCE

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

3 SPÉCIFICATIONS

3.1 Produit

Le ciment doit être composé d'une poudre et d'un liquide qui, mélangés selon les instructions données par le fabricant, vont faire prise rapidement pour prendre une forme appropriée à l'usage prévu.

3.2 Composants

3.2.1 Liquide

Le liquide doit être exempt de dépôt visible et de filament sur les parois de son récipient.

3.2.2 Poudre

La poudre doit être exempte de substances étrangères. Si le pigment est coloré, il doit être uniformément réparti dans la poudre.

3.3 Ciment avant la prise

Lorsque le mélange est effectué selon 5.1, le ciment doit être d'une consistance homogène, parfaitement mélangé et ne doit pas contenir de bulles.

3.4 Ciment après la prise

Après une période d'immersion dans l'eau de 5 jours, la couleur d'une nuance quelconque du ciment après la prise, lorsqu'il est examiné immergé dans l'eau par la lumière naturelle du jour, doit correspondre au guide des nuances du fabricant jusqu'aux limites d'acceptabilité professionnelle.

3.5 Conformité aux spécifications

Le ciment doit être conforme aux spécifications indiquées dans le tableau lorsqu'elles sont déterminées selon les méthodes d'essai prescrites au chapitre 5.

3.6 Teneur en arsenic

La teneur totale en arsenic du ciment ne doit pas être supérieure aux valeurs du tableau, lorsqu'elle est déterminée suivant l'essai prescrit au chapitre 5.

3.7 Toxicité

Le ciment mélangé, lorsqu'il est utilisé selon les instructions du fabricant, ne doit jamais provoquer de lésions prolongées des tissus buccaux, ni avoir d'effet nocif systémique sur l'organisme.

TABLEAU — Spécifications (à la consistance d'essai normalisée)

Temps de prise* à 37 °C		Résistance à la compression (24 h)	Opacité		Matière lixiviable (24 h)	Teneur en arsenic
minutes		MPa	C _{0,70}		mg P ₂ O ₅ /g	mg/kg (ppm)
min.	max.	min.	min.	max.	max.	max.
2	5	170	0,35	0,55	9,0	2

* Le temps de prise est déterminé à partir de la fin du mélange.

3.8 Instructions du fabricant

Le fabricant doit fournir les instructions permettant d'amener la poudre et le liquide en contact et de les mélanger pour former le ciment. Les informations suivantes doivent être fournies :

- température et nature de la plaque et de la spatule employées;
- rapport recommandé poudre/liquide;
- cadence d'incorporation de la poudre;
- durée du mélange;
- temps de prise;
- temps maximal de travail après la fin du mélange;
- indication que, lorsqu'il est justifié par les conditions cliniques, une base doit être placée entre le ciment et la dentine.

4 PRÉLÈVEMENT ET ÉCHANTILLONS

4.1 Prélèvement

La méthode de prélèvement doit faire l'objet d'un accord entre le fabricant et le centre de contrôle approprié et doit être consignée.

4.2 Échantillons

Un échantillon prélevé sur un lot doit fournir une quantité suffisante de poudre et de liquide pour effectuer tous les essais prescrits.

5 MÉTHODES D'ESSAI

5.1 Préparation des éprouvettes

5.1.1 Conditions ambiantes

A défaut d'indications contraires, toutes les éprouvettes

doivent être préparées à une température de 23 ± 1 °C et une humidité relative de 50 ± 5 %.

5.1.2 Composants

Tous les essais doivent être effectués sur des éprouvettes préparées à partir d'échantillons de poudre et de liquide conformes à 3.2.1 et 3.2.2.

5.1.3 Appareillage pour le mélange

5.1.3.1 Plaque de verre, d'environ 150 mm de longueur \times 75 mm de largeur \times 20 mm d'épaisseur.

5.1.3.2 Spatule, ne réagissant pas avec le ciment.

Tous les instruments utilisés pour le mélange et les essais doivent être conservés propres, secs et exempts de particules de ciment durci.

5.1.4 Méthode de mélange

Placer des quantités connues de poudre et de liquide sur la plaque en verre, puis diviser la poudre en deux parties approximativement égales, puis l'une des moitiés ainsi obtenues en deux quarts.

Commencer à mélanger le produit en incorporant la moitié de la poudre au liquide durant les premières 15 s. Incorporer ensuite les deux quarts à 15 s d'intervalle, en s'assurant que chacune des fractions est parfaitement mélangée avant d'ajouter la suivante. Mélanger le tout à la spatule en exerçant une pression raisonnable durant encore 15 s sur une partie de la plaque de verre.

La durée du mélange doit être de 1 min au total. Il ne doit rester ni particules de poudre ni liquide sur la plaque lorsque le mélange est terminé. Le mélange obtenu doit être homogène.

5.2 Inspection

La conformité à 3.2.1, 3.2.2, 3.3, 3.4 et au chapitre 6 doit être vérifiée visuellement.

5.3 Détermination du rapport poudre/liquide pour l'essai de consistance

5.3.1 Appareillage

5.3.1.1 Dispositif de charge, tel qu'illustré à la figure 1, ou dispositif équivalent, permettant d'appliquer une force de 147 N (15 kgf), verticalement sur l'éprouvette de ciment.

Dans la figure 1, le plateau attaché à l'extrémité inférieure de la tige portant la charge doit être horizontale et parallèle à la base et doit comporter un dispositif pour tenir la plus grande plaque de verre (voir 5.3.1.2) en contact avec sa surface. La plus petite plaque doit être tenue sur la base par des guides afin d'empêcher tout mouvement ou toute rotation lors de l'application de la charge. La charge doit pouvoir être appliquée régulièrement et de telle manière qu'aucun mouvement de rotation n'en résulte. Les deux plaques de verre doivent être capables de rester en contact sur toute leur surface, sans interférence des guides, etc.

5.3.1.2 Deux plaques de verre planes, carrées, respectivement d'environ 50 mm et 40 mm et d'environ 5 mm d'épaisseur.

5.3.1.3 Dispositif de mesurage, permettant de fournir 0,075 ml de ciment mélangé, sous la forme d'un cylindre de 6,0 mm de hauteur et de 4,0 mm de diamètre. Un dispositif convenable peut être constitué par un tube en verre et un piston PTFE.

5.3.1.4 Pipette graduée à piston, d'une précision de $\pm 0,001$ ml.

5.3.2 Mode opératoire

Peser avec soin une quantité de poudre pour essai (300 à 450 mg) avec une précision de 1 mg et la placer sur la plaque de verre pour le mélange. À l'aide de la pipette à piston, verser 0,100 ml de liquide à proximité de la poudre.

Après le mélange effectué conformément à 5.1.4, recueillir et charger le ciment dans le dispositif de mesurage. Placer 0,075 ml de ciment mélangé, de préférence sous la forme d'un cylindre droit, au centre de la plaque de verre inférieure reposant sur le plateau inférieur du dispositif de charge. S'il n'est pas possible de placer la totalité du ciment provenant du dispositif de mesurage en une seule opération, prendre le résidu avec la pointe d'une spatule propre et le placer au centre de l'autre plaque de verre. Mettre en place les deux plaques de verre l'une par rapport à l'autre (sans pression), de façon que le résidu de ciment sur la plaque supérieure entre en contact au centre du cylindre de ciment sur la plaque inférieure.

Soixante secondes après la fin du mélange, presser avec précaution le ciment entre les deux plaques de verre, avec une force de 147 N (15 kgf), appliquée perpendiculairement à la plaque de verre inférieure.

Après la prise du ciment, mesurer, avec une précision de 0,5 mm, le plus grand et le plus petit diamètre du disque de ciment, puis calculer le diamètre moyen. Si les deux mesures diffèrent de plus de 1 mm, ne pas tenir compte de ce résultat et recommencer l'essai.

Essayer des mélanges de rapport poudre/liquide variable, jusqu'à l'obtention d'un diamètre moyen, calculé d'après les deux mesures décrites ci-dessus, de 23 ± 1 mm. Vérifier ce résultat deux fois.

Le rapport poudre/liquide qui permet d'obtenir le mélange de consistance spécifiée, appelé «mélange de consistance normalisée», doit être utilisé pour la préparation de toutes les éprouvettes pour les essais effectués conformément à la présente Norme internationale.

5.4 Temps de prise net

Le temps de prise déterminé à l'aide de la présente méthode d'essai, mesuré depuis la fin du mélange, **n'est pas** le temps de prise total plus général à compter du premier contact entre les constituants du ciment.

5.4.1 Appareillage

5.4.1.1 Étuve ou enceinte, dans laquelle l'éprouvette peut être maintenue à une température de 37 ± 1 °C et à une humidité relative d'au moins 30 %.

5.4.1.2 Entailleuse, de masse 400 ± 5 g et dont le diamètre de l'extrémité plate est de $1,0 \pm 0,1$ mm. L'extrémité de l'aiguille doit être cylindrique sur une longueur d'environ 5,0 mm et être plane et perpendiculaire à l'axe de la tige.

5.4.1.3 Moule métallique, similaire au type indiqué sur la figure 2.

5.4.1.4 Bloc métallique, de dimensions minimales 8 mm \times 20 mm \times 10 mm, soit comme partie intégrante de 5.4.1.1 ou 5.4.1.2, soit comme composant individuel.

5.4.1.5 Feuilles d'aluminium.

5.4.2 Mode opératoire

Placer le moule rectangulaire métallique, conditionné à une température de 23 ± 1 °C, sur une feuille d'aluminium de dimensions appropriées et le remplir à ras bord de ciment de consistance d'essai normalisée.

Une minute après la fin du mélange, placer l'assemblage, contenant une éprouvette, sur le bloc métallique qui a été conditionné dans l'étuve à 37 ± 1 °C, et les replacer dans l'étuve. Veiller au bon contact entre le moule, la feuille et le bloc métallique.

Une minute et demie après la fin du mélange, abaisser avec précaution l'entailleuse verticalement sur la surface du ciment et l'y laisser durant 5 s. Répéter cette opération périodiquement jusqu'au temps de prise envisagé, stade auquel cette opération doit alors être répétée toutes les 15 s. Maintenir l'aiguille propre en la nettoyant, le cas échéant, avant chaque opération.

Noter le temps de prise comme la période de temps écoulée entre la fin du mélange et le moment où l'aiguille cesse de produire une marque circulaire perceptible à la surface du

ciment, lorsque ce ciment est examiné avec une loupe de faible grossissement.

Prendre la moyenne de trois de ces essais, arrondie à 15 s près, comme étant le résultat d'essai.

5.5 Résistance à la compression

5.5.1 Appareillage

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

5.5.1.2 Moules fendus et plaques, tels que représentés à la figure 3, aux dimensions intérieures de 6 mm de hauteur et de 4 mm de diamètre, en acier inoxydable ou toute autre matière appropriée que le ciment ne peut ni attaquer ni corroder.

5.5.1.3 Serre-joints.

5.5.1.4 Appareil d'essai de compression, ayant une vitesse de déplacement de la tête de $0,75 \pm 0,25$ mm/min.

5.5.2 Préparation des éprouvettes

Porter les moules, les serre-joints et les plaques supérieure et inférieure à 23 ± 1 °C. Après le mélange selon les instructions du fabricant, remplir le moule fendu de ciment, avec un léger excès, dans la minute qui suit la fin 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 côté à l'aide d'un instrument convenable. Remplir le moule jusqu'à débordement, puis le placer sur la plaque inférieure en appliquant une certaine pression.

Enlever tout excès de ciment, placer la plaque métallique supérieure en position et presser manuellement l'ensemble. Mettre le moule et les plaques dans les serre-joints et serrer fortement l'ensemble. Au plus tard 2 min après la fin du mélange, transférer l'ensemble dans une étuve maintenue à 37 ± 1 °C.

Une heure après la fin du mélange, enlever les plaques et rectifier les extrémités de l'éprouvette pour les rendre planes et perpendiculaires à son axe longitudinal.

Pour rectifier les extrémités pour les rendre planes et éliminer tout excédent de ciment, frotter l'éprouvette sur une plaque de verre avec une faible quantité de poudre de carbure de silicium de 350 mesh environ, dimension maximale des particules 45 µm, mélangée à de l'eau. Maintenir les deux extrémités de l'éprouvette mouillées 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 l'absence de tous vides d'air ou arêtes dentelées.

Toute éprouvette présentant l'un de ces défauts doit être rejetée.

NOTE — Pour faciliter l'enlèvement de l'éprouvette de ciment durci, la surface intérieure du moule doit 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 PTFE.

Plonger chaque éprouvette dans de l'eau distillée ou désionisée et maintenir la température à 37 ± 1 °C durant 23 h.

Cinq éprouvettes doivent être préparées et essayées.

5.5.3 Mode opératoire

Vingt-quatre heures après la fin du mélange, vérifier la résistance à la compression des éprouvettes de la manière suivante, en utilisant un appareil approprié ayant une vitesse de déplacement de la tête de $0,75 \pm 0,25$ mm/min.

Interposer chaque éprouvette avec ses extrémités planes entre les plateaux de l'appareil d'essai, en appliquant la charge suivant l'axe longitudinal de l'éprouvette.

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

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

où

P est la charge maximale appliquée, en newtons;

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

Si au moins quatre des cinq résultats sont au-dessous de la limite correspondante spécifiée dans le tableau, le produit doit être considéré comme n'ayant pas satisfait à l'essai. Si au moins quatre des cinq résultats sont au-dessus de la limite correspondante spécifiée dans le tableau, le produit doit être considéré comme ayant satisfait à l'essai. Dans les autres cas, préparer 10 nouvelles éprouvettes et noter la moyenne sur 15 éprouvettes. Arrondir la valeur obtenue jusqu'aux deux chiffres significatifs les plus proches et noter cette valeur comme étant la résistance à la compression.

5.6 Translucidité/Opacité

5.6.1 Appareillage

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

5.6.1.2 Étalons de verre opale, avec des valeurs $C_{0,70}$ de 0,35 et 0,55 respectivement.

5.6.1.3 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.

5.6.1.4 Moules, formés d'un anneau fendu en laiton ou en acier inoxydable maintenu dans un gabarit, comme

représenté à la figure 4. La hauteur de l'anneau doit être de $1,0 \pm 0,03$ mm et le diamètre intérieur de 10 mm.

5.6.1.5 Serre-joints

NOTE – Le rapport de contraste $C_{0,70}$ utilisé pour représenter la translucidité est le rapport entre le facteur de réflexion à la lumière du jour, de l'éprouvette de ciment observée sur un fond noir et par rapport à l'oxyde de magnésium (MgO).

5.6.2 Préparation de l'éprouvette

Placer le moule sur une mince feuille de polyéthylène ou d'acétate de cellulose, elle-même posée sur une plaque de verre plane. Remplir l'anneau fendu de ciment mélangé, conformément à 4.1.4, en utilisant une poudre d'une teinte claire. Couvrir d'une autre plaque de verre doublée d'une feuille de polyéthylène ou d'acétate de cellulose, et presser le tout fermement l'un contre l'autre à l'aide d'un serre-joint. L'échantillon doit être de $1,00 \pm 0,05$ mm d'épaisseur.

Deux minutes après la fin du mélange, placer le moule, les plaques et le serre-joint dans l'étuve à une température de 37 ± 1 °C, et à une humidité relative d'au moins 30 %.

Après 1 h, retirer les plaques et les feuilles de polyéthylène ou d'acétate de cellulose du serre-joint et séparer soigneusement l'éprouvette de ciment de l'anneau. Placer l'éprouvette durant 23 h dans de l'eau désionisée maintenue à 37 ± 1 °C.

5.6.3 Mode opératoire

Comparer la translucidité de l'éprouvette de ciment avec les deux étalons de verre opale, en plaçant l'éprouvette et les étalons sur le fond rayé noir et blanc. Recouvrir l'éprouvette, les étalons de verre et le fond à rayures d'une mince couche d'eau désionisée pendant que l'on effectue la comparaison.

L'éprouvette de ciment est considérée comme satisfaisante à la spécification si sa translucidité est comprise entre les transparences des deux étalons ou égale à l'une d'entre elles.

On peut utiliser tout instrument photométrique donnant une précision de $\pm 0,02 C_{0,70}$ pour effectuer cette comparaison.

5.7 Matière lixiviable

5.7.1 Appareillage

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

5.7.1.2 Moules, formés d'un anneau fendu en laiton ou en acier inoxydable, maintenu dans un gabarit, ou une plaque de maintien similaire à celle indiquée à la figure 4. La hauteur de l'anneau doit être de $1,0 \pm 0,03$ mm et le diamètre intérieur de 10 mm. Le gabarit ou la plaque de maintien doit assurer que du ciment en excès ne dilate pas l'anneau fendu au-delà d'un diamètre de 10 mm.

5.7.1.3 Serre-joints.

5.7.1.4 Fil en platine, soie floche dentaire, ou matière équivalente résistant à la corrosion.

5.7.1.5 Deux flacons en polyéthylène à large ouverture, d'une contenance d'environ 50 ml, comme indiqué à la figure 5.

5.7.1.6 Spectrophotomètre, ayant une plage de 650 nm, avec cellules (facultatif) ou comparateur convenable avec tubes Nessler.

5.7.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique. À moins d'indications contraires, de l'eau distillée ou désionisée doit être utilisée.

5.7.2.1 Phosphate, solution étalon. Dissoudre 0,2 g de phosphate disodique anhydre dans 1 l d'eau. Cette solution contient l'équivalent de 100 µg de P_2O_5 par millilitre.

Préparer une solution étalon de travail contenant 10 µg de P_2O_5 par millilitre, en portant la dilution de 10 ml de la première solution étalon à 100 ml.

5.7.2.2 Réactif I. Solution de molybdate d'ammonium à 10 % dans l'ammoniaque 1 N (33 ml d'ammoniaque concentrée, (15 N, ρ 0,88 g/ml) dans 500 ml de solution).

5.7.2.3 Réactif II. Acide sulfurique, 20 N.

5.7.2.4 Réactif III. Solution d'acide ascorbique à 4 % (il est essentiel que cette solution ne soit préparée qu'au moment de l'emploi).

5.7.2.5 Réactif IV. Mélanger 40 ml de réactif I et 60 ml de réactif II; laisser la solution refroidir, puis ajouter 100 ml de réactif III. Il est essentiel que cette solution ne soit préparée qu'au moment de l'emploi.

5.7.3 Préparation de l'éprouvette

Placer le moule 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 métallique ou de soie floche dentaire calibré dans l'anneau fendu, de manière qu'au moins 4 mm soient à l'intérieur de l'anneau. Remplir l'anneau fendu de ciment mélangé de consistance standard.

Recouvrir d'une autre plaque doublée d'une feuille de polyéthylène ou d'acétate de cellulose et presser le tout fermement à l'aide d'un serre-joint.

Deux minutes après la fin du mélange, placer le moule, les plaques et le serre-joint dans l'étuve à une température de 37 ± 1 °C, et à une humidité relative d'au moins 30 %.

Après 1 h, retirer les plaques de verre et les feuilles de polyéthylène ou d'acétate de cellulose du serre-joint et séparer soigneusement de l'anneau fendu le disque de ciment ainsi que le fil métallique ou la soie floche dentaire qui y est attaché(e). Enlever tout excédent de ciment du bord du disque et brosser légèrement la surface pour enlever toute poussière de produit.

5.7.4 Préparation de la solution d'essai

Peser l'éprouvette et la suspendre immédiatement dans 20 ml d'eau dans le flacon en matière plastique à l'aide du fil métallique ou de la soie floche dentaire. S'assurer que l'éprouvette ne touche pas la paroi du flacon. Serrer le couvercle à fond et conserver durant 23 h à 37 ± 1 °C.

5.7.5 Mode opératoire

Retirer l'éprouvette de l'eau au bout de 23 h et déterminer la quantité de phosphate en dissolution selon le mode opératoire suivant.

Répéter cette détermination deux fois.

Transférer le contenu de chaque flacon en polyéthylène dans une fiole jaugée de 200 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait de graduation. Transvaser des portions aliquotes de 10 ml de ces solutions dans les fioles jaugées de 50 ml, ajouter 5 ml de réactif IV à chacune, puis diluer le contenu jusqu'au trait de graduation et bien mélanger. Traiter 10 ml de la solution étalon de phosphate de la même manière, en ajoutant 5 ml de réactif IV dans une fiole jaugée de 50 ml et en diluant jusqu'au trait de graduation. Préparer simultanément une solution à blanc. Laisser reposer les fioles durant 24 h, puis comparer les solutions à 650 nm avec un spectrophotomètre convenable.

Si l'on ne dispose pas d'un spectrophotomètre, la solution d'échantillon peut être comparée avec un étalon convenable. Avec une masse de 0,2 g, le disque de ciment doit être proche de la limite spécifiée de 9 ml pour la solution étalon de travail (5.7.2.1). Les procédures normales de Nessler devraient être adoptées, mais si un résultat quelconque est constatable, la méthode au spectrophotomètre doit être utilisée.

NOTE — L'appareillage de Nessler utilisé aux États-Unis est différent de celui utilisé en Europe.

5.7.6 Expression des résultats

La quantité de matière lixiviable, exprimée en P_2O_5 élué, en milligrammes par gramme de l'éprouvette, est donnée par la formule

$$\frac{A_1 - A_3}{A_2 - A_3} \times \frac{2}{m}$$

où

A_1 est l'absorbance de la solution d'essai;

A_2 est l'absorbance de la solution étalon de phosphate;

A_3 est l'absorbance de la solution témoin;

m est la masse, en grammes, de l'éprouvette.

NOTES

1 L'absorbance A_2 de la solution étalon de phosphate mesurée dans une cellule de 1 cm à 650 nm est normalement d'environ 0,260.

2 Cette formule est différente de celle utilisée dans l'ISO 1566.

5.8 Teneur en arsenic

5.8.1 Préparation de l'échantillon

Réduire en poudre le ciment pris et le faire passer au tamis de 75 μ m (200 mesh). Disperser 2 g de poudre tamisée dans 50 ml d'eau et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique, 38 % (m/m) (ρ 1,19 g/ml). Utiliser cette solution pour la détermination de la teneur totale en arsenic.

5.8.2 Mode opératoire

La teneur totale en arsenic peut être déterminée en utilisant une méthode analytique quelconque reconnue d'une sensibilité équivalente.

Si le résultat obtenu au cours d'une telle détermination montre que la teneur totale en arsenic est proche de la valeur limite spécifiée sur le tableau, il faudra alors faire une autre détermination en se référant au mode opératoire décrit dans l'ISO 2590. Le résultat obtenu à partir de l'ISO 2590 doit être considéré comme le résultat de l'essai.

6 EMBALLAGE ET MARQUAGE

6.1 Emballage

Les composants doivent être fournis dans des contenants¹⁾ parfaitement hermétiques, d'une matière n'entraînant ni une réaction avec le contenu, ni une contamination de celui-ci.

6.2 Mode d'emploi

Des instructions (indiquées en 3.8) concernant les proportions de poudre et de liquide et la méthode de mélange recommandée doivent accompagner chaque emballage.

6.3 Marquage des contenants

Chaque contenant doit porter lisiblement :

- la marque de fabrique ou le nom du fabricant et la classe de ciment;
- la nuance de la poudre selon le guide des nuances du fabricant;

1) Aux fins de la présente Norme internationale, le contenant doit être considéré comme étant l'emballage immédiat du composant.

c) la masse nette minimale, en grammes, de la poudre, et le volume net minimal du liquide, en millilitres;

d) un numéro de série ou un numéro de code (facultatifs), afin d'identifier chaque fabrication ou lot, ainsi que

la date de fabrication exacte (obligatoire);

e) le numéro de la présente Norme internationale, c'est-à-dire ISO 1565.

BIBLIOGRAPHIE

WILSON, A.D., et BATCHELOR, R. F. "Initial solubility and disintegration of dental silicate cements — A test with miniature specimens" [Solubilité initiale et désintégration des ciments dentaires aux silicates — Essai avec des échantillons miniatures]. *Brit. Dent. J.* **130**, 143-146 (1971).

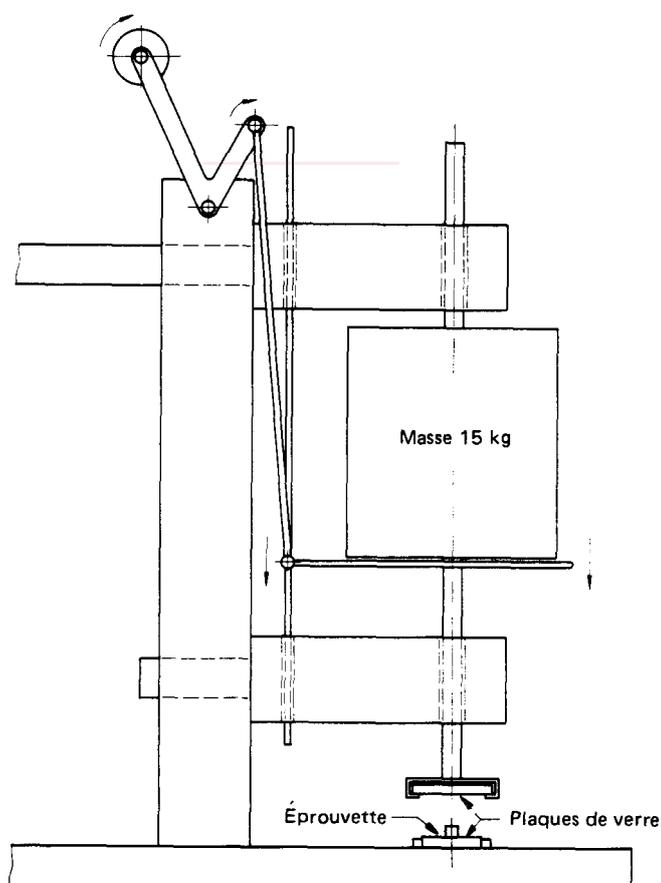


FIGURE 1 — Dispositif de charge pour l'essai de consistance

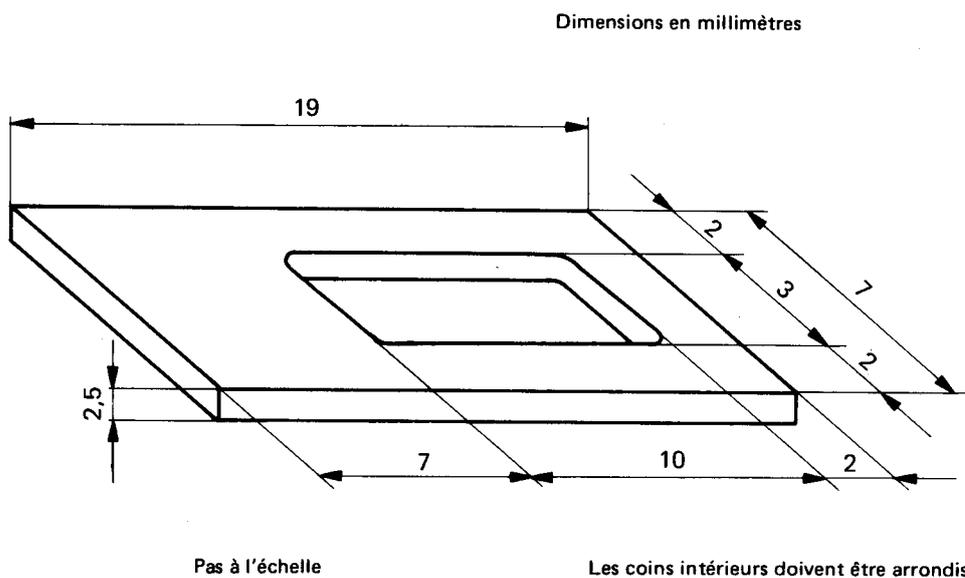


FIGURE 2 – Moule pour la détermination du temps de prise

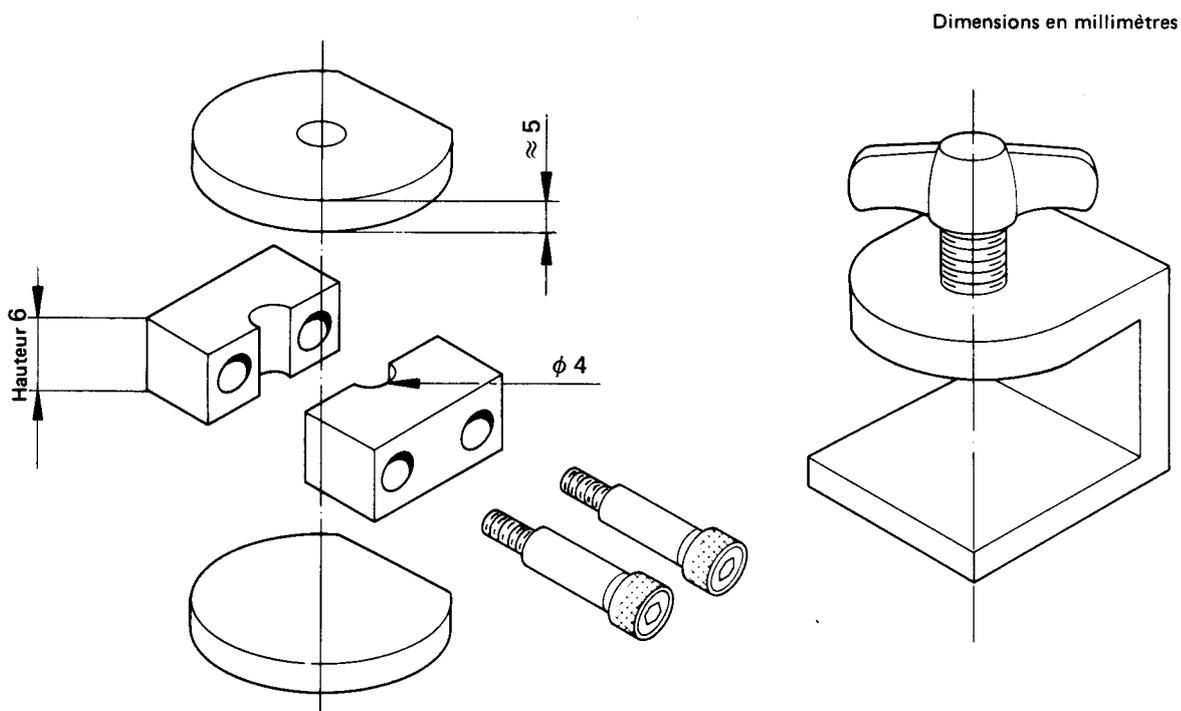


FIGURE 3 – Moule et serre-joint pour la préparation de l'éprouvette pour l'essai de compression