
NORME INTERNATIONALE **ISO** 1566



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

Ciments dentaires au phosphate de zinc

Dental zinc phosphate cement

Première édition — 1978-06-15

CDU 616.314 : 615.463

Réf. n° : ISO 1566-1978 (F)

Descripteurs : art dentaire, produit dentaire, ciment dentaire, phosphate de zinc, spécification de matière, classification, essai, matériel d'essai.

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 1566 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 novembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

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

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R1656-1970, dont elle constitue une révision technique.

Ciments dentaires au phosphate de zinc

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° 8. Comme les autres recommandations ISO de cette série initiale dans le domaine de l'art dentaire, ISO/R 1559 à l'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

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

2 DOMAINE D'APPLICATION

Les ciments faisant l'objet de la présente Norme internationale sont les ciments utilisés comme joints pour le scellement d'éléments de restauration ou de prothèse entre eux ou aux tissus dentaires.

Ils peuvent également être utilisés comme base pour les produits d'obturation et comme produit d'obturation temporaire en augmentant la proportion poudre-liquide en fonction de celle utilisée pour la jointure.

3 RÉFÉRENCE

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

4 CLASSIFICATION

Les ciments seront divisés en deux types, comme suit :

- **Type I** : grain fin
- **Type II** : grain moyen

chaque groupe comprend deux classes :

- **Classe I** : prise rapide
- **Classe II** : prise normale

5 SPÉCIFICATIONS

5.1 Produit

Le ciment doit se composer d'une poudre et d'un liquide qui, mélangés suivant les instructions du fabricant, vont faire prise rapidement pour prendre une forme appropriée à l'usage prévu.

5.2 Composants

5.2.1 Liquide

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

5.2.2 Poudre

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

5.3 Ciment avant la prise

Lorsque le mélange est effectué selon 7.1, le ciment doit être d'une consistance homogène, parfaitement mélangé et ne doit pas contenir de bulles.

5.4 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, lorsque ce ciment est examiné immergé dans l'eau par la lumière naturelle du jour, doit correspondre au guide de nuances du fabricant si disponible, dans les limites d'acceptabilité professionnelle.

TABLEAU 1 — Spécifications (à la consistance d'essai normalisée pour le ciment dentaire à base de phosphate de zinc)

Classe	Temps de prise net* à 37 °C		Résistance à la compression (24 h) MPa	Épaisseur de pellicule		Matière lixiviable (24 h) mg P ₂ O ₅ /g	Teneur en arsenic mg/kg (ppm)
	minutes			max. µm			
	min.	max.	min.	Type I	Type II	max.	max.
I	2 1/2	5 1/2	70	25	40	2,0	2
II	4 1/2	8 1/2	70	25	40		

* Le temps de prise net est déterminé à partir de la **fin du mélange**, soit le temps de prise total moins le temps de mélange.

5.5 Conformité aux spécifications

Le ciment mélangé, selon son type et sa classe, doit être conforme aux spécifications indiquées dans le tableau lorsqu'elles sont déterminées selon les méthodes d'essai prescrites au chapitre 7.

5.6 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 en 7.8.

5.7 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.

5.8 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, nature et type de la plaque et de la spatule;
- le rapport recommandé poudre/liquide;
- cadence d'incorporation de la poudre;
- durée du mélange;
- temps maximal de travail après la fin du mélange;
- si, pour des raisons d'ordre médical, un support doit être placé entre le ciment et la dentine.

6 PRÉLÈVEMENT ET ÉCHANTILLONS

6.1 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.

6.2 Échantillons

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

7 MÉTHODES D'ESSAI

7.1 Préparation des éprouvettes

7.1.1 Conditions ambiantes

À défaut d'indications contraires, toutes les éprouvettes doivent être préparées à une température de 23 ± 1 °C et une humidité relative de 50 ± 5 %.

7.1.2 Composants

Tous les essais doivent être effectués sur des éprouvettes préparées à partir d'échantillons de poudre et de liquide conformes à 5.2.1 et 5.2.2.

7.1.3 Appareillage pour le mélange

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

7.1.3.2 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.

7.1.4 Méthode de mélange

Placer des quantités connues de poudre et de liquide sur la plaque de verre, puis diviser la poudre en six parties distinctes comme indiqué dans le tableau 2.

En imprimant à la spatule un mouvement linéaire et non rotatif, le bord de la spatule balayant environ la moitié de la surface de mélange de la plaque à chaque mouvement, incorporer la poudre au liquide et mélanger dans les temps spécifiés au tableau 2. La durée totale du mélange doit

être de 90 s et aucune particule de poudre, ni aucun reste de liquide, ne doivent subsister sur la plaque à la fin du mélange.

TABLEAU 2 – Cadence d'incorporation de la poudre

Fraction de la quantité totale de poudre	Durée de l'incorporation s
1/16	10
1/16	10
1/8	10
1/4	15
1/4	15
1/4	30

7.2 Inspection

La conformité à 5.2.1, 5.2.2, 5.3, 5.4 et au chapitre 8 doit être vérifiée visuellement.

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

7.3.1 Appareillage

7.3.1.1 Dispositif de charge, tel qu'illustré à la figure 1, ou dispositif équivalent permettant l'application verticale d'une force de 24,5 N (2,5 kgf) sur le ciment. Dans la figure 1, le plateau fixé à la base de la tige portant la charge, doit être horizontal et parallèle à la base, et comprendre un dispositif maintenant sa surface en contact avec la grande plaque de verre (7.3.1.2). L'autre plaque de verre plus petite doit être maintenue en place sur la base par des butées l'empêchant de se déplacer ou de pivoter lors de l'application de la charge. La charge doit pouvoir être appliquée doucement et régulièrement, afin de ne provoquer aucun mouvement de rotation. Les deux plaques de verre doivent pouvoir être amenées en contact parfait sans gêne de la part des butées, etc.

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

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

7.3.1.4 Pipette graduée à piston, précise à $\pm 0,001$ ml.

7.3.2 Mode opératoire

Peser avec soin une quantité de poudre pour essai (200 à 300 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 7.1.4, recueillir et charger le ciment dans le dispositif de mesurage. Placer 0,075 ml de ciment mélangé, de préférence sous forme d'un cylindre droit, au centre de la plaque de verre 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 24,5 N (2,5 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 28 ± 1 mm. Vérifier ce résultat deux fois.

Le rapport poudre/liquide qui permet d'obtenir le mélange de consistance spécifié, 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.

7.4 Épaisseur de la pellicule

7.4.1 Appareillage

7.4.1.1 Deux plaques de verre planes optiquement, carrées ou rondes, d'une surface d'environ 200 mm². Chaque plaque doit être d'une épaisseur uniforme non inférieure à 5 mm.

7.4.1.2 Dispositif de charge, tel qu'illustré à la figure 2, ou dispositif équivalent capable d'exercer une force verticale de 147 N (15 kgf) sur le ciment. La face inférieure de la tige portant la charge doit être horizontale et parallèle à la base, et suffisamment grande pour recouvrir l'une des plaques de verre. La charge doit pouvoir être appliquée régulièrement et doucement, de manière à n'entraîner aucun mouvement de rotation. Les plaques de verre doivent être maintenues sur la base par des butées empêchant tout déplacement ou rotation lors de l'application de la charge.

7.4.1.3 Micromètre, ou instrument de mesure équivalent, ayant une précision de 1 μ m.

7.4.2 Mode opératoire

Mesurer avec précision l'épaisseur des deux plaques de verre planes optiquement posées l'une sur l'autre en contact (lecture A). Placer une petite quantité de ciment mélangé et

de consistance normale d'essai au centre de l'une des plaques puis positionner la plaque dans les butées. Placer la seconde plaque de verre sur le ciment en son centre.

Trois minutes après le début du mélange, appliquer avec soin une force verticale de 147 N (15 kgf) sur la plaque supérieure et la maintenir durant 7 min. S'assurer que le ciment remplisse totalement la surface entre les plaques de verre.

Dix minutes après le début du mélange, mesurer l'épaisseur des deux plaques de verre et de la pellicule de ciment (lecture *B*).

La différence entre les épaisseurs des plaques et sans la pellicule de ciment (lecture *B* – lecture *A*) doit être considérée comme étant l'épaisseur de la pellicule. Arrondir la moyenne de trois résultats au multiple de 5 µm le plus proche.

7.5 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.

7.5.1 Appareillage

7.5.1.1 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 %.

7.5.1.2 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.

7.5.1.3 Moule métallique, analogue à celui illustré à la figure 3.

7.5.1.4 Bloc métallique, de dimensions minimales de 8 mm × 20 mm × 10 mm, soit comme partie intégrante de 7.5.1.1 ou 7.5.1.2, soit comme composant individuel.

7.5.1.5 Feuille d'aluminium souple.

7.5.2 Mode opératoire

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

Une minute après la fin du mélange, placer l'ensemble comprenant le moule, la feuille d'aluminium et l'éprouvette de ciment sur le bloc métallique qui a été conditionné à 37 ± 1 °C et les replacer dans l'étuve. S'assurer que le contact soit parfait entre le moule, la feuille d'aluminium 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, entre les indentations.

Noter le temps de prise net 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 à la loupe de faible grossissement.

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

7.6 Résistance à la compression

7.6.1 Appareillage

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

7.6.1.2 Moules fendus et plaques, tels que ceux représentés à la figure 4, 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.

7.6.1.3 Serre-joints.

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

7.6.2 Préparation des éprouvettes

Porter les moules, les serre-joints et les plaques supérieure et inférieure à 23 ± 1 °C. Remplir le moule fendu de ciment mélangé à la consistance d'essai (voir 7.3.2) 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, granulométrie maximale 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 rapidement l'absence de tous vides d'air ou arêtes dentelées. Toute éprouvette présentant l'un des ces défauts doit être rejetée.

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

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

Cinq éprouvettes doivent être préparées et essayées.

7.6.3 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 de l'éprouvette 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 2, 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 d'autres cas, préparer 10 nouvelles éprouvettes et noter la moyenne de 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.

7.7 Matière lixiviable

7.7.1 Appareillage

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

7.7.1.2 Moules, formés d'un anneau fendu en laiton ou en acier inoxydable, maintenu dans un gabarit, ou une plaque de maintien analogue à ceux indiqués à la figure 5. 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.

7.7.1.3 Serre-joints

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

7.7.1.5 Deux flacons en polyéthylène à large ouverture, d'une contenance d'environ 50 ml, comme illustré à la figure 6.

7.7.1.6 Spectrophotomètre avec cellules (facultatif) ayant une plage de 650 nm. En variante, un comparateur convenable avec tubes Nessler peut être utilisé.

7.7.2 Réactifs

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

7.7.2.1 Phosphate, solution étalon. Dissoudre 0,2 g de phosphate disodique anhydre (Na_2HPO_4) 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.

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

7.7.2.3 Réactif II. Acide sulfurique, 20 N.

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

7.7.2.5 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.

7.7.3 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 à la consistance d'essai normalisée.

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 $37 \pm 1^\circ\text{C}$ 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 de l'anneau fendu le disque de ciment ainsi que le fil métallique ou la soie floche dentaire qui y est attaché. Enlever tout excédent de ciment du bord du disque et brosser légèrement la surface pour enlever toute poussière de produit.

7.7.4 Préparation de la solution d'essai

Peser l'éprouvette et la suspendre immédiatement dans 20 ml d'eau dans le flacon de polyéthylène 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 $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

7.7.5 Mode opératoire

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

Transférer le contenu de chaque flacon en polyéthylène dans une fiole jaugée de 50 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 de spectrophotomètre, la solution d'échantillon peut être comparée à un étalon convenable. Avec une masse de 0,2 g, le disque de ciment doit être proche de la limite spécifiée de 8 ml pour la solution étalon de travail (7.7.2.1). Des procédures normales de Nessler devraient être adoptées, mais si un résultat quelconque est discutable, la méthode au spectrophotomètre doit être utilisée.

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

7.7.6 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

$$\frac{A_1 - A_3}{A_2 - A_3} \times \frac{1}{2m}$$

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 1565.

7.8 Teneur en arsenic

7.8.1 Préparation de l'échantillon

Réduire en poudre le ciment pris et le faire passer au tamis de 75 μm (200 mesh). Disperser 2 g de poudre tamisée dans 30 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 en arsenic.

7.8.2 Mode opératoire

Déterminer la teneur totale en arsenic à l'aide d'une méthode analytique reconnue de sensibilité adéquate. Si le résultat révèle que la teneur totale en arsenic est proche de la limite spécifiée au tableau 1, un essai supplémentaire doit être effectué suivant le mode opératoire spécifié dans l'ISO 2590. Le résultat obtenu selon l'ISO 2590 doit être pris comme résultat de l'essai.

8 EMBALLAGE ET MARQUAGE

8.1 Emballage

Les composants doivent être fournis dans des contenants¹⁾ parfaitement hermétiques et constitués de matières qui ne doivent ni réagir avec le contenu ni le contaminer.

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

8.2 Mode d'emploi

Les proportions de poudre et de liquide à respecter doivent accompagner chaque emballage (voir 5.8).

8.3 Marquage des contenants

Chaque contenant doit porter lisiblement :

a) la marque de fabrique ou le nom du fabricant et la classe et le type du ciment;

b) la nuance de la poudre selon le guide des nuances du fabricant si ce dernier est joint;

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 (facultatif) pour identifier chaque série de production ou lot, ainsi que la date de fabrication exacte (obligatoire);

e) le numéro de la présente Norme internationale, c'est-à-dire ISO 1566.

BIBLIOGRAPHIE

WILSON, A.D., ABEL, G., et LEWIS, B.G. "The solubility and disintegration test for zinc phosphate dental cements -- A chemical Study" [Essai de solubilité et de désintégration des ciments dentaires au phosphate de zinc – Étude chimique]. *Brit. Dent. J.* **137**, 313-317 (1974).

WILSON, A.D., ABEL, G., et LEWIS, B.G. "The solubility and disintegration test for zinc phosphate dental cements – The use of small specimens" [Essai de solubilité et de désintégration des ciments dentaires au phosphate de zinc – Utilisation de petits échantillons]. *J. of Dentistry* **4**, 28-32 (1976).

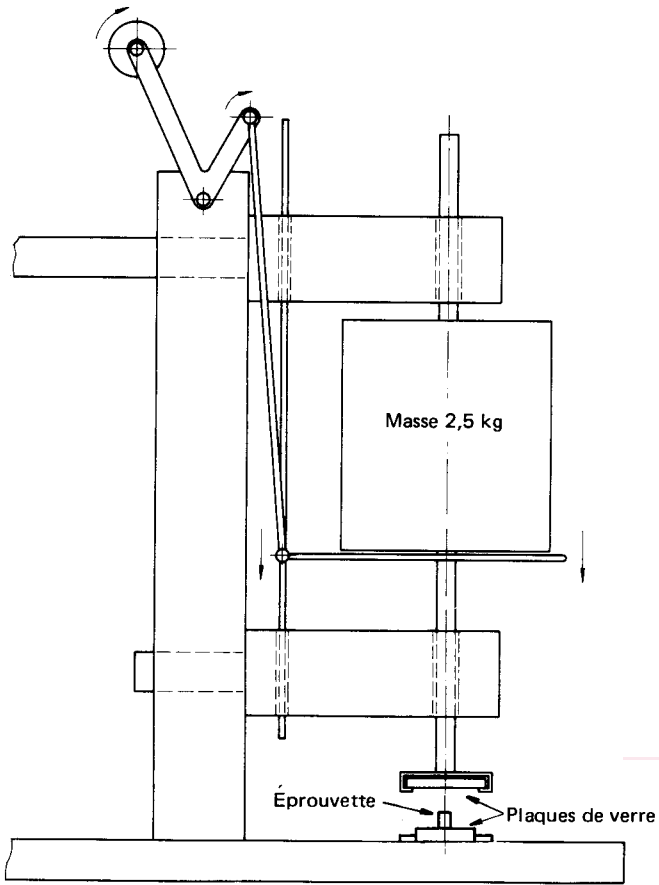


FIGURE 1 – Dispositif de charge pour l'essai de consistance

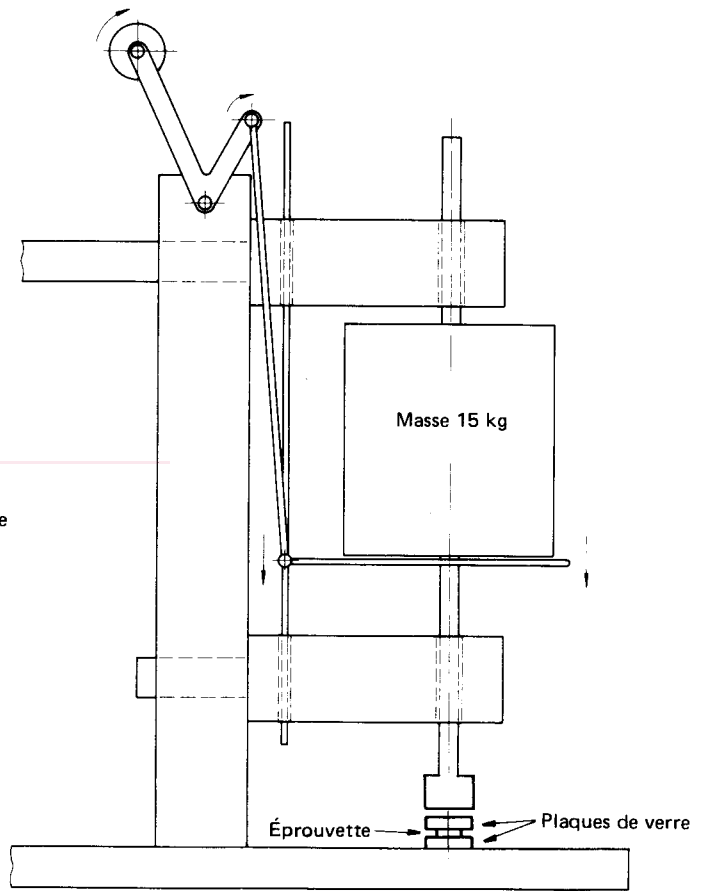


FIGURE 2 – Dispositif de charge pour l'essai d'épaisseur de la pellicule