

NORME INTERNATIONALE 3824

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

Ciments dentaires aux silicophosphates (mélangés à la main)

Dental silicophosphate cement (hand-mixed)

Première édition — 1977-02-01

CDU 616.314-089.27 : 615.463

Réf. n° : ISO 3824-1977 (F)

Descripteurs : produit dentaire, ciment dentaire, spécification de matière, essai, préparation de spécimen d'essai, temps de prise.

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 3824 a été établie par le comité technique ISO/TC 106, *Produits et matériel pour l'art dentaire*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1975.

Elle a été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Iran	Suède
Australie	Mexique	Suisse
Brésil	Nouvelle-Zélande	Turquie
Canada	Pays-Bas	U.S.A.
France	Roumanie	

Aucun comité membre n'a désapprouvé le document.

Ciments dentaires aux silicophosphates (mélangés à la main)

0 INTRODUCTION

Le contenu de la présente Norme internationale est fondé en grande partie sur les deux Recommandations ISO/R 1565, *Ciments dentaires aux silicates*, et ISO/R 1566, *Ciments dentaires au phosphate de zinc*, les deux s'appliquant à des produits dont les caractéristiques s'apparentent étroitement à celles des ciments aux silicophosphates. Ces deux spécifications apparentées ont été préparées à partir des spécifications 5 et 6 de la Fédération dentaire internationale et leur sont identiques du point de vue technique. Cet organisme a assumé le secrétariat du groupe de travail qui a préparé la présente Norme internationale.

Si, à la suite des études actuellement entreprises en vue d'effectuer une révision de l'ISO/R 1565 et de l'ISO/R 1566, il apparaît qu'il est nécessaire de revoir le contenu de la présente spécification, des mesures ultérieures seront prises au moment judicieux et de la manière convenant à une telle révision.

La présente spécification couvre les produits aux silicophosphates mélangés à la main, utilisés à la fois pour l'obturation et le scellement. Toutefois, on a trouvé qu'il était plus commode dans le texte, et aussi pour se conformer à l'usage courant, de ne pas faire de distinction entre les descriptions appliquées aux différents types de produits; le terme «ciment» a donc été utilisé dans tout le présent document.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale établit la classification et les spécifications des ciments dentaires aux silicophosphates, ainsi que les méthodes d'essai à utiliser pour déterminer la conformité à ces spécifications.

Les ciments dentaires aux silicophosphates, couverts par la présente Norme internationale, sont les ciments obtenus en mélangeant à la main une poudre broyée soluble en milieu acide, constituée d'aluminosilicate et d'oxydes métalliques, avec une solution liquide d'acide orthophosphorique et de phosphate métallique.

2 CLASSIFICATION

Les ciments aux silicophosphates couverts par la présente Norme internationale sont des types suivants :

- Type I — Moyen de scellement
- Type II — Produit servant à la restauration des dents
- Type III — Usage mixte

3 SPÉCIFICATIONS

3.1 Produit

Le ciment doit se composer d'une poudre et d'un liquide qui, mélangés selon les instructions données par le fabricant, vont faire prise d'une manière appropriée à l'usage dentaire indiqué.

3.2 Toxicité

Les produits mélangés, utilisés selon les instructions données par le fabricant, ne doivent ni entraîner de lésions prolongées des tissus buccaux, ni présenter des effets nuisibles à l'organisme.¹⁾

3.3 Liquide

Le liquide doit être incolore et exempt de matières en suspension, de dépôts et de sédiments lorsqu'on l'observe sous un grossissement de 5 X.

3.4 Poudre

La poudre doit être exempte de substances étrangères lorsqu'on l'observe sous un grossissement de 5 X. Le pigment doit être uniformément réparti dans la poudre.

3.5 Ciment avant la prise

Lorsque le malaxage est effectué selon les instructions données par le fabricant, le ciment doit être exempt de particules graveleuses et ne doit ni être grumeleux ou granuleux, ni dégager de gaz.

1) Lorsqu'il existera des essais de toxicité particuliers, il est prévu de les inclure dans la présente Norme internationale.

3.6 Ciment après la prise

3.6.1 Couleur

La couleur d'une éprouvette de ciment durci d'une nuance quelconque doit s'assortir à la palette guide du fabricant, si elle est fournie ou citée, dans les limites d'acceptation professionnelle. L'éprouvette de ciment doit être préparée en utilisant une nuance choisie au hasard dans un échantillon d'essai et doit être observée dans l'eau, après une immersion d'au moins 5 jours.

3.6.2 Teneur en arsenic

La teneur en arsenic soluble dans l'eau ne doit pas être supérieure à 2 mg/kg (2ppm), conformément à l'essai décrit en 6.8.

3.7 Propriétés physiques

Le temps de prise, la résistance à la compression, l'épaisseur de la pellicule, la solubilité, la désagrégation et l'opacité des différents types de ciments doivent correspondre aux valeurs du tableau 1, les essais étant conformes aux méthodes correspondantes décrites au chapitre 6.

3.8 Instructions du fabricant

Tout récipient contenant le liquide doit porter des instructions appropriées pour la préparation, le mélange et la manipulation et doit comprendre au moins les renseignements suivants :

- a) température recommandée et caractéristiques de la plaque servant au malaxage;
- b) proportion poudre/liquide à la température recommandée;

c) vitesse à laquelle la poudre doit être incorporée au liquide;

d) durée maximale du malaxage;

e) durée maximale de manipulation après la fin du malaxage à la température recommandée;

f) recommandation d'utiliser couches de vernis, base ou couche protectrice analogue entre le ciment et la dentine pour les dents vivantes.

4 ÉCHANTILLONNAGE

La méthode de prélèvement et la quantité de ciment nécessaire doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées et doivent être enregistrées par écrit.

5 PRÉPARATION DES ÉPROUVETTES

5.1 Température ambiante et humidité

La préparation de toutes les éprouvettes d'essai doit être réalisée à 23 ± 1 °C et entre 45 % et 70 % d'humidité relative.

5.2 Mélange

La technique de mélange suivante doit être utilisée pour la préparation de toutes les éprouvettes :

5.2.1 Appareillage

a) **Plaque en verre polie**, de longueur 150 mm environ et de largeur 75 mm.

b) **Spatule**, en matière non réactive au ciment et qui n'est pas érodée par celui-ci.

TABLEAU 1 — Caractéristiques pour l'essai de consistance et les propriétés physiques et chimiques

Type	Consistance du malaxage	Temps de prise à 37 °C		Résistance à la compression après 24 h	Épaisseur de pellicule	Solubilité et désagrégation	Opacité après 24 h		Teneur en arsenic
	Diamètre du disque	min.	max.	min.	max.	max.	min.	max.	max.
	mm	minutes	minutes	MN/m ² *	µm	masse %	valeur C _{0,70}		mg/kg (ppm)
I	25 ± 1	5	9	135	25	0,9	0,35	0,90	2
II	25 ± 1	3	6	165	—	0,6	—	—	
III**	α	25 ± 1	5	9	135	0,9	0,35	0,90	
	β	25 ± 1	3	6	165	—	0,6	—	

* 1 MN/m² ≈ 10,2 kgf/cm²

** α — Essayé comme ciment.

β — Essayé comme produit de restauration.

5.2.2 Mode opératoire

S'assurer de la propreté de la spatule et de la plaque qui doivent être sèches et exemptes de particules de ciment durci. Utiliser environ un tiers de la surface supérieure de la plaque comme surface de malaxage. Imprimer à la spatule un mouvement linéaire et non un mouvement rotatif, le bord de la spatule balayant environ la moitié de la surface de malaxage de la plaque à chaque mouvement. L'incorporation de la poudre au liquide doit être faite au rythme indiqué dans le tableau 2.

TABLEAU 2 – Rythme pour l'incorporation de la poudre

Proportion totale de poudre	Temps d'incorporation s
1/2	15
1/4	15
1/4	15

Malaxer toute la masse à la spatule durant encore 15 s, portant ainsi la durée totale du malaxage à 1 min. Aucune particule de poudre et aucun reste de liquide ne doivent subsister sur la plaque à la fin du malaxage.

5.3 Proportion poudre/liquide

La proportion poudre/liquide à utiliser pour la préparation des éprouvettes doit être déterminée de la manière suivante :

5.3.1 Appareillage

Pour déterminer la consistance, on doit utiliser un appareil du type représenté à la figure 1, comprenant les éléments suivants :

- a) **Dispositif de charge**, dont la charge peut être placée de manière à porter sur le dessus de deux plaques de verre planes. La masse conjuguée de la charge et de la plaque de verre supérieure est ajustée selon le type de ciment soumis à l'essai :

- type I et type III (employés comme ciments) : $0,22 \pm 0,001$ kg;
- type II et type III (employés comme éléments de restauration) : $2,5 \pm 0,01$ kg.

- b) **Bouchon jauge et tube en verre**, de diamètre intérieur 10 mm environ, permettant de fournir 0,50 ml de ciment malaxé.

5.3.2 Mode opératoire

Malaxer des quantités diverses de poudre avec 0,40 ml de liquide et placer, au moyen du tube en verre, 0,50 ml de chaque mélange sur la plaque de verre inférieure. Deux minutes après le début du malaxage, abaisser avec précaution, sur le ciment mou, la plaque de verre

supérieure et la charge appropriée [voir 5.3.1 a)]. On obtient ainsi entre les deux plaques de verre un disque de ciment circulaire.

Effectuer des essais jusqu'à ce que la moyenne des plus grands et des plus petits diamètres du disque de ciment soit de 25 ± 1 mm, 10 min après le début du malaxage.

5.3.3 Expression des résultats

La masse moyenne de poudre utilisée avec 0,40 ml de liquide, pour trois de ces déterminations, arrondie au 0,05 g le plus proche, doit représenter la proportion normale poudre/liquide nécessaire à la préparation des éprouvettes.

6 MÉTHODES D'ESSAI

6.1 Température et humidité ambiantes

Sauf indications contraires, la température et l'humidité ambiantes pendant les essais doivent être celles spécifiées en 5.1.

6.2 Inspection visuelle

La conformité aux spécifications indiquées en 3.3, 3.4, 3.5, 3.6.1, 3.8 et au chapitre 7 doit être vérifiée visuellement.

6.3 Temps de prise

6.3.1 Appareillage

Un appareil du type illustré à la figure 2 est approprié s'il satisfait aux conditions d'essai.

6.3.2 Mode opératoire

Placer un anneau en laiton, maintenu à la température ambiante, de hauteur 5 mm environ, de diamètre extérieur 11 mm et de diamètre intérieur 9,5 mm, sur une plaque de verre plane, puis le remplir de ciment de consistance normalisée (voir 5.3). Deux minutes après le début du malaxage, placer l'éprouvette dans une atmosphère à une température de 37 ± 1 °C et à 95 % à 100 % d'humidité relative. Deux minutes et demie après le début du malaxage, abaisser avec précaution une aiguille Gillmore normalisée, dont la masse est de 400 g et le diamètre de l'extrémité 1,0 mm, verticalement sur la surface horizontale du ciment. Répéter cette opération toutes les 30 s.

6.3.3 Expression des résultats

Le temps de prise doit être le nombre de minutes écoulées entre le début du malaxage et le moment où l'aiguille cesse de produire un cercle perceptible à la surface de l'éprouvette, sous l'effet de son propre poids. Le temps de prise doit être ramené à la 1/2 minute la plus proche (c'est-à-dire la minute ou la demi-minute).

6.4 Résistance à la compression

6.4.1 Appareillage (voir figure 3)

a) **Moule cylindrique**, de hauteur 12 mm et de diamètre intérieur 6 mm, en vulcanite, verre, acier inoxydable ou toute autre matière non réactive au ciment.

En alternative, un moule en deux parties de dimensions intérieures correspondantes peut être utilisé.

b) **Deux plaques en verre planes**, ou d'autres plaques appropriées pour être utilisées avec un moule en deux parties.

c) **Bride en C**, ou une autre bride appropriée pour être utilisée avec un moule en deux parties.

d) **Vérin**.

e) **Appareil d'essai de compression**.

6.4.2 Préparation des éprouvettes

Placer le moule cylindrique sur l'une des plaques en verre et le remplir de ciment de consistance normale avec un léger excédent, avant que 2 min au plus ne se soient écoulées depuis le début du malaxage. Presser la deuxième plaque en verre contre la face supérieure du moule. Maintenir les plaques et le moule serrés ensemble au moyen de la bride en C. Maintenir l'ensemble de l'appareil à la température ambiante. Le moule peut être enduit intérieurement avec une solution à 3 % de cire microcristalline (point de fusion compris entre 86 et 91 °C) dans du toluène, pour faciliter le démoulage ultérieur de l'éprouvette.

Si l'on utilise un moule en deux parties, suivre le même mode opératoire de base, les mêmes temps, etc., mais effectuer les modifications de détail appropriées en ce qui concerne le montage et le démontage du moule.

Trois minutes après le début du malaxage, placer le moule et la bride dans une atmosphère à 95 % à 100 % d'humidité relative et à 37 ± 1 °C.

Après 1 h, rectifier les extrémités de l'éprouvette pour les rendre planes et perpendiculaires à l'axe, en frottant les moules par un mouvement de va-et-vient sur une plaque en verre enduite d'abrasif, par exemple du carbure de silicium de 45 µm (350 mesh), et d'eau. Tourner les moules de temps en temps d'un quart de tour environ et maintenir les éprouvettes mouillées pendant cette opération. Les éprouvettes terminées auront la forme d'un cylindre de hauteur 12 mm et de diamètre 6 mm, dont les extrémités lisses sont parallèles entre elles et perpendiculaires à l'axe du cylindre.

Après surfacage, dégager les éprouvettes du moule en utilisant le vérin et les plonger dans l'eau distillée à la température de 37 ± 1 °C, jusqu'à ce qu'elles soient utilisées pour l'essai.

Terminer les essais dans les 24 h qui suivent le début du malaxage.

6.4.3 Mode opératoire

Introduire une éprouvette, préparée conformément à 6.4.2, entre les plateaux de la machine d'essai, avec un morceau de papier buvard imbibé d'eau, d'épaisseur 0,5 mm environ, à chaque extrémité. Charger les éprouvettes à raison de 2 200 N (225 kgf) par minute, jusqu'à l'écrasement. Maintenir les éprouvettes mouillées pendant l'essai.

6.4.4 Expression des résultats

Noter la moyenne des valeurs enregistrées pour au moins trois éprouvettes sur cinq d'un lot, arrondie au 1 MN/m² (10 kgf/cm²) le plus proche, comme la résistance de l'éprouvette à la rupture par compression. Si les valeurs trouvées pour certaines éprouvettes sont de plus de 15 % inférieures à la moyenne déterminée pour les cinq éprouvettes du lot, ne pas les retenir et noter la moyenne des valeurs trouvées pour les éprouvettes restantes. Si plus de deux éprouvettes sont ainsi éliminées, répéter l'essai.

6.5 Épaisseur de la pellicule

6.5.1 Appareillage

a) **Deux plaques en verre planes**, rondes ou carrées, d'épaisseur uniforme, chacune ayant une surface (un côté) d'environ 200 mm².

b) **Charge**, pesant $15 \pm 0,01$ kg.

c) **Instrument permettant de mesurer** dans les limites de la précision requise.

6.5.2 Mode opératoire

Placer une portion de ciment mélangé à la consistance normalisée (voir 5.3) entre les deux plaques en verre.

Deux minutes après le début du malaxage, appliquer la charge verticalement sur la plaque supérieure. Dix minutes après le début du malaxage, déterminer l'épaisseur des deux plaques avec la pellicule de ciment maintenue entre elles.

6.5.3 Expression des résultats

Noter la différence entre l'épaisseur des plaques sans la pellicule de ciment et l'épaisseur des plaques avec la pellicule de ciment comme étant l'épaisseur de la pellicule. Noter la moyenne des trois valeurs d'essai aux 5 µm les plus proches.

6.6 Solubilité et désagrégation

6.6.1 Appareillage (voir figure 4)

a) **Anneau fendu**, en acier inoxydable, de diamètre intérieur $20 \pm 0,2$ mm et de hauteur $1,5 \pm 0,03$ mm.

b) **Deux plaques planes**.

c) **Quatre morceaux de fil, calibré, de platine fin**, ou d'une autre matière analogue résistant à la corrosion.

d) **Deux flacons de pesée, tarés**.

6.6.2 Préparation des éprouvettes

Mettre 0,5 ml de ciment de consistance normalisée dans l'anneau fendu en acier inoxydable, posé sur l'une des plaques planes doublée d'une feuille de polyéthylène. Utiliser l'autre plaque plane revêtue d'une feuille de polyéthylène pour presser le ciment dans l'anneau.

Placer le morceau de fil calibré de platine, ou résistant à la corrosion, dans le ciment non pris, en utilisant la fente de l'anneau fendu en acier inoxydable, pour permettre de tenir commodément les éprouvettes comme illustré à la figure 4; 3 min après le début du malaxage, placer les plaques et le ciment durant 1 h dans une atmosphère à $37 \pm 1^\circ\text{C}$ et à une humidité relative de 95 % à 100 %.

En effectuant l'essai, il est souhaitable d'utiliser un témoin, c'est-à-dire un flacon sans éprouvette.

6.6.3 Mode opératoire

Après 1 h, sortir deux éprouvettes, préparées comme indiqué en 6.6.2, de l'étuve et les placer dans chacun des flacons de pesée tarés, puis peser. Prendre la masse totale des deux éprouvettes et du flacon, moins la masse du flacon et du fil de platine, comme étant la masse des éprouvettes de ciment.

Verser immédiatement 50 ml d'eau distillée dans le flacon de pesée, pour recouvrir les éprouvettes, et garder le flacon à $37 \pm 1^\circ\text{C}$ durant 23 h.

Retirer les éprouvettes de l'eau en vérifiant qu'il n'y a pas de formation de cristaux à leur surface. Laisser l'eau du flacon s'évaporer à une température immédiatement inférieure à 100°C , puis sécher le flacon à 150°C jusqu'à obtention d'une masse constante.

Après refroidissement à la température ambiante, dans un dessiccateur contenant du sulfate anhydre de calcium entièrement sec (CaSO_4) ou du silicagel (récemment séché à 130°C), peser le flacon et son contenu à 0,2 mg près.

Répéter ce cycle (chauffage du flacon de pesée à 150°C , refroidissement au dessiccateur et nouvelle pesée) jusqu'à ce que la diminution de masse de chaque flacon ne soit pas supérieure à 0,5 mg dans une période de 24 h.

6.6.4 Expression des résultats

La différence entre la masse finale du flacon de pesée et sa masse initiale doit être considérée comme la mesure de la désagrégation. L'accroissement de la masse, divisé par la masse des éprouvettes et multiplié par 100, donne le pourcentage de désagrégation.

La moyenne des valeurs des essais faits en double (deux flacons de pesée contenant chacun deux éprouvettes) doit être notée au 0,1 % le plus proche.

6.7 Opacité

6.7.1 Appareillage

- Étalons en verre opale, de rapport de contraste de luminance $C_{0,70}$ de 0,35 et 0,90, respectivement.
- Fond approprié, panaché noir et blanc.
- Deux plaques en verre planes, d'au moins 32 mm x 32 mm.
- Anneau fendu, en acier inoxydable, de diamètre intérieur 30 ± 1 mm et de hauteur $1,00 \pm 0,025$ mm.

6.7.2 Préparation des éprouvettes

Presser, entre les deux plaques en verre planes, une quantité suffisante de ciment malaxé, de consistance normalisée (voir 5.3), pour former un disque de diamètre 30 mm et d'épaisseur $1 \pm 0,025$ mm. Trois minutes après le début du malaxage, placer les plaques en verre et le ciment, durant 1 h, dans une atmosphère à $37 \pm 1^\circ\text{C}$ et à 95 % à 100 % d'humidité relative. Séparer l'éprouvette des plaques et la conserver durant 23 h dans de l'eau distillée à $37 \pm 1^\circ\text{C}$.

6.7.3 Mode opératoire

L'opacité est exprimée sous forme de rapport de contraste. Le rapport de contraste ($C_{0,70}$) est le rapport entre les facteurs de réflexion, à la lumière du jour, de l'éprouvette de ciment, d'épaisseur 1 mm, observée successivement sur un fond noir, puis sur un fond blanc dont le facteur de réflexion, sous le même éclairage, est de 70 % par rapport à l'oxyde de magnésium (MgO).

Comparer l'opacité de l'éprouvette de ciment avec des étalons en verre opale d'opacité $C_{0,70}$ de 0,35 et 0,90 respectivement. Placer l'éprouvette et les deux étalons sur un fond panaché noir et blanc, une très mince couche d'eau distillée recouvrant tous ces éléments. L'éprouvette examinée doit être considérée comme satisfaisante si l'opacité déterminée est comprise entre les opacités des deux étalons ou est égale à l'une d'entre elles.

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

6.8 Teneur en arsenic

6.8.1 Préparation de l'éprouvette

Pulvériser 1 g du ciment durci, pris sur une éprouvette préparée 24 h à l'avance et gardée dans un récipient étanche et sec. Le ciment pulvérisé doit passer au travers d'un tamis d'ouverture de $75 \mu\text{m}$ (maille 200). Faire dissoudre l'échantillon en poudre dans 100 ml d'eau distillée, sur un bain de vapeur, durant 1 h. Filtrer la solution et utiliser le filtrat pour l'essai de solubilité de l'arsenic dans l'eau.

6.8.2 Mode opératoire

Déterminer la teneur en arsenic à l'aide d'une méthode d'analyse reconnue, dans laquelle il est possible de comparer la quantité inconnue d'arsenic par rapport à des étalons de même ordre dont on connaît la teneur en arsenic.

Si la teneur en arsenic d'un échantillon est voisine de la valeur maximale admissible, déterminer à nouveau la teneur en arsenic à l'aide du mode opératoire spécifié dans l'ISO 2590, *Méthode générale de dosage de l'arsenic – Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent*, et noter le résultat de l'essai. Cette valeur doit toujours être notée en mg/kg (ppm).

7 EMBALLAGE ET MARQUAGE

7.1 Emballage

La poudre de ciment et le liquide doivent être livrés dans des récipients convenablement fermés et constitués de matières qui ne doivent ni contaminer leur contenu ni en permettre la contamination.

7.2 Marquage

7.2.1 Identification du fabricant

Le nom du fabricant et le nom commercial du ciment

doivent être imprimés de façon lisible sur chaque récipient de poudre et sur chaque récipient de liquide.

7.2.2 Numéros de lots

Chaque récipient de poudre et chaque récipient de liquide doit être marqué d'un numéro de série ou d'une combinaison de lettres et de chiffres, renvoyant aux documents du fabricant sur le lot ou la série de fabrication de la poudre et du liquide du ciment en question.

7.2.3 Date de fabrication

La date de fabrication (année et mois) doit être indiquée sur l'emballage, soit par une mention spéciale, soit par une partie du numéro de série.

7.2.4 Masse et volume nets

La masse nette de la poudre, en grammes, et le volume net du liquide, en millilitres, doivent être indiqués sur le récipient.

7.2.5 Type de ciment

Le type de ciment, selon la classification du chapitre 2, doit être indiqué sur le récipient.

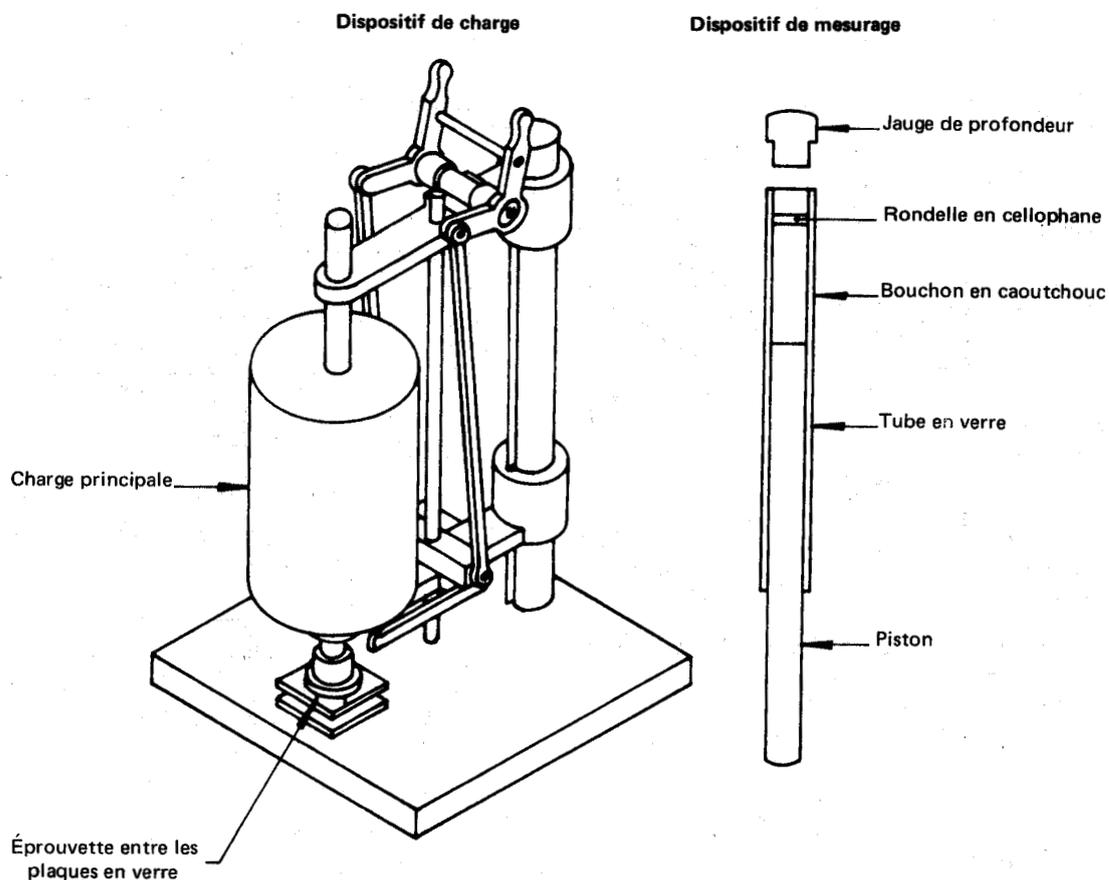


FIGURE 1 — Appareil pour la détermination de la consistance

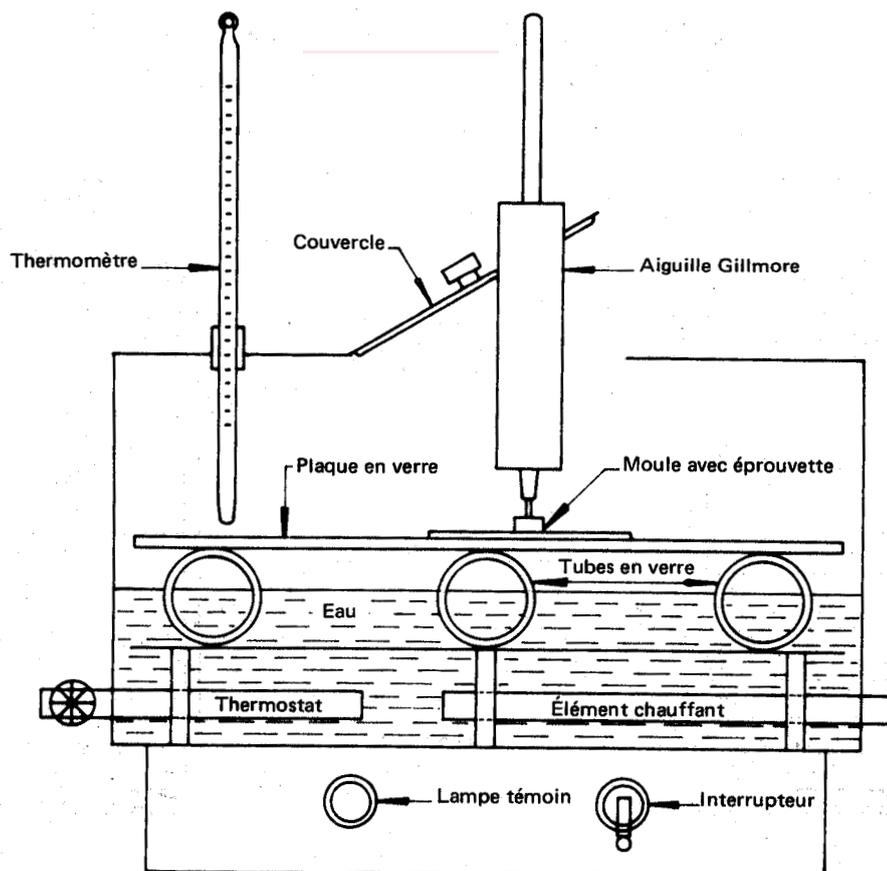


FIGURE 2 — Appareil pour la détermination du temps de prise

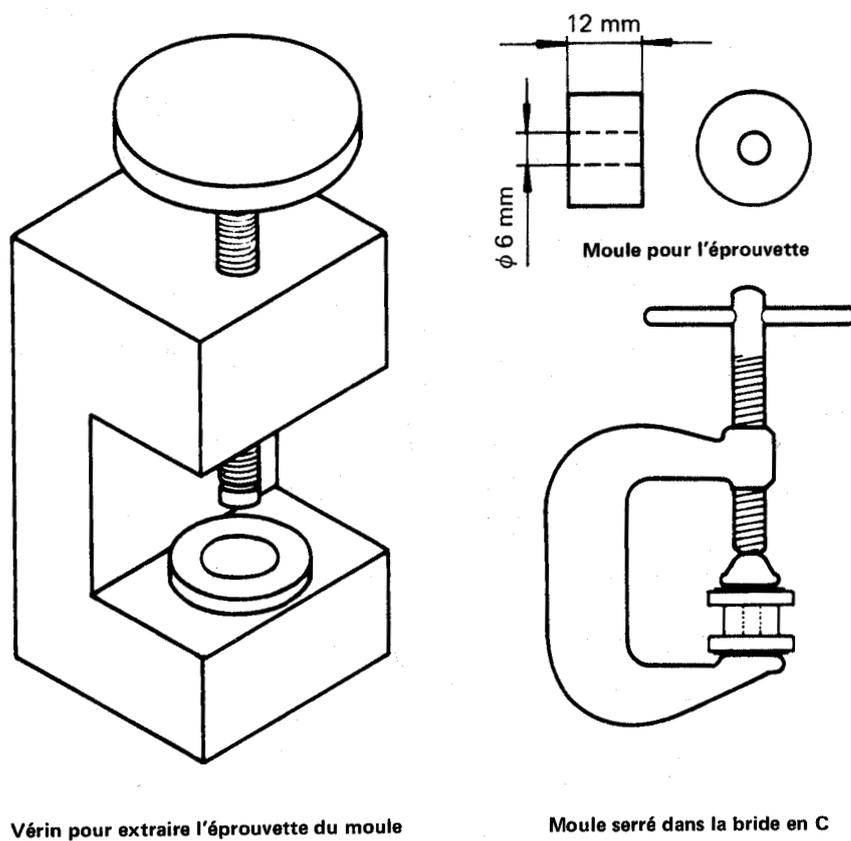


FIGURE 3 — Appareil pour fabriquer les éprouvettes de compression

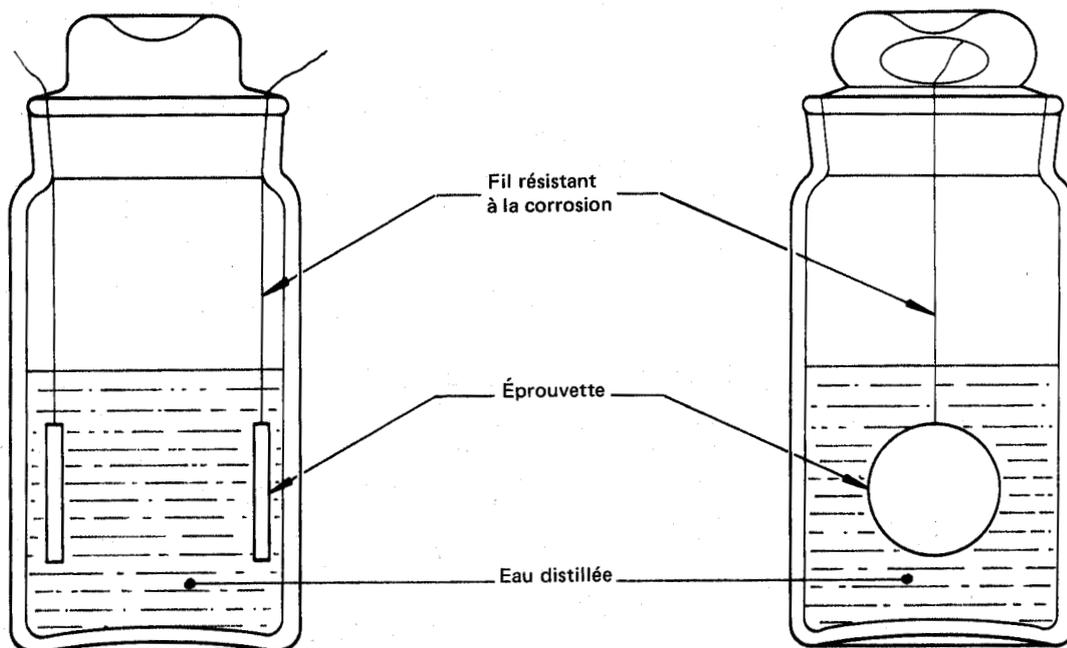


FIGURE 4 — Flacon de pesée contenant les éprouvettes pour l'essai de solubilité et de désagrégation