

---

# Norme internationale



# 3824

---

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

---

## **Ciments dentaires aux silicophosphates (mélange manuel)**

*Dental silicophosphate cement (hand-mixed)*

**Deuxième édition — 1984-06-01**

---

**CDU 615.463 : 616.314**

**Réf. n° : ISO 3824-1984 (F)**

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

Prix basé sur 12 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 élaborée par le comité technique ISO/TC 106, *Produits et matériel pour l'art dentaire*, et a été soumise aux comités membres en avril 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Pologne
Allemagne, R.F.	Irlande	Royaume-Uni
Australie	Japon	Suède
Belgique	Mexique	Suisse
Canada	Norvège	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	URSS
France	Pays-Bas	USA

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3824-1977).

# Ciments dentaires aux silicophosphates (mélange manuel)

## 0 Introduction

La présente révision de l'ISO 3824 a été basée sur l'ISO 1565 et l'ISO 1566, toutes deux s'appliquant à des produits dont les caractéristiques s'apparentent étroitement à celles des ciments aux silicophosphates.

La plupart des modifications introduites par rapport à la précédente édition 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 suffi, en général, d'adapter les techniques employées à la manipulation d'éprouvettes de plus petites dimensions mais, dans certains cas et pour l'essai de solubilité (matières lixiviables) en particulier, il a été nécessaire de changer plus fondamentalement la méthode d'essai.

La présente spécification couvre les produits aux silicophosphates destinés à être utilisés à la fois comme produit d'obturation ou à des fins de 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.

Les spécifications de toxicité ne sont pas couvertes par la présente Norme internationale, mais il est recommandé que pour l'évaluation des éventuels risques toxicologiques ou biologiques, référence soit faite au rapport technique ISO/TR 7405.

Un certain nombre d'améliorations de forme ont été également introduites pour clarifier la rédaction et la présentation de la présente révision. Des révisions futures seront à envisager lorsque cela sera approprié, c'est-à-dire à la lumière des progrès technologiques étayés par des données bien établies.

## 1 Objet

La présente Norme internationale fixe les spécifications des ciments dentaires mélangés manuellement, sur la base de la réaction de durcissement qui se produit entre une poudre broyée soluble en milieu acide, constituée d'aluminosilicate et d'oxydes métalliques principalement de l'oxyde de zinc, et une solution aqueuse d'acide phosphorique pouvant contenir des ions métalliques.

## 2 Domaine d'application

Les ciments couverts par la présente Norme internationale sont les ciments utilisés comme joints pour le scellement des éléments de restauration ou de prothèse, entre eux ou aux tissus dentaires.

Ces ciments peuvent également être utilisés en tant que produits servant à la restauration des dents en augmentant la proportion poudre-liquide en fonction de celle utilisée pour le scellement.

## 3 Références

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

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

ISO 2014, *Représentation numérique des dates*.

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

ISO/TR 7405, *Évaluation biologique des produits dentaires*.

## 4 Classification

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

- Type I — Joint de scellement
- Type II — Produit servant à la restauration des dents

## 5 Spécifications

### 5.1 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 et donner lieu à un ciment qui satisfera aux spécifications de la présente Norme internationale.

## 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 et, si elle est colorée, le pigment doit être uniformément réparti dans la poudre.

### 5.3 Ciment avant la prise

Lorsque le mélange est effectué selon 7.1.4, le ciment doit être d'une consistance homogène et ne doit pas contenir de bulles.

### 5.4 Ciment après la prise

Après une période d'immersion de 5 jours dans l'eau, la couleur d'une nuance quelconque du ciment après la prise, quand ce ciment est examiné immergé dans l'eau sous la lumière naturelle du jour, doit correspondre, lorsqu'il est disponible, au guide des nuances du fabricant.

### 5.5 Spécification d'aptitude à l'emploi

Le ciment mélangé, selon son type, doit satisfaire aux spécifications données dans le tableau, lorsqu'elles sont déterminées selon les méthodes d'essai qui s'y rapportent telles que décrites au chapitre 7.

La proportion poudre-liquide qui permet d'obtenir le mélange de consistance requise, appelée « consistance d'essai normalisée » doit être utilisée pour la préparation de toutes les éprouvettes pour les essais réalisés conformément à la présente Norme internationale.

### 5.6 Plomb et arsenic solubles en milieu acide

La teneur en plomb et en arsenic, lorsqu'elle est déterminée suivant les méthodes prescrites en 7.8, ne doit pas être supérieure aux limites spécifiées dans le tableau.

### 5.7 Inspection

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

### 5.8 Instructions à fournir par le fabricant

Des instructions complètes pour la préparation, le mélange et la manipulation doivent accompagner chaque contenant ou emballage et comprendre au moins les renseignements suivants :

- a) la température recommandée et les caractéristiques de la plaque et de la spatule;
- b) la proportion poudre/liquide à la température recommandée;

c) la cadence d'incorporation de la poudre;

d) la durée du mélange;

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

f) une recommandation précisant si, pour des raisons d'ordre médical, un support doit être placé entre le ciment et la dentine.

## 6 Prélèvement et 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  $23 \pm 1$  °C et à une humidité relative de  $50 \pm 5$  %.

#### 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

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

**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.

#### 7.1.4 Méthode de mélange

Placer des quantités connues de poudre et de liquide sur la plaque de verre poli (7.1.3.1), puis diviser la poudre en deux parties approximativement égales, puis l'une des moitiés obtenues en deux parties égales.

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 avec la spatule (7.1.3.2), en exerçant une pression raisonnable durant encore 15 s, sur une petite surface 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.

## 7.2 Détermination du rapport poudre/liquide pour obtenir la consistance normalisée

### 7.2.1 Appareillage

**7.2.1.1 L'appareil pour la détermination de la consistance**, doit être similaire au type représenté à la figure 1.

Pour le type 1, une masse de 2,5 kg doit être utilisée pour exercer une force de 24,5 N.

Pour le type 2, une masse de 15 kg doit être utilisée pour exercer une force de 147 N.

Le plateau, qui est attaché à l'extrémité inférieure de la tige portant la charge, doit être horizontal et parallèle à la base et doit comporter un dispositif pour tenir la plus grande plaque de verre (voir 7.2.1.2) en contact avec sa surface. La seconde et plus petite plaque de verre 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 la surface, sans interférence des guides, etc.

**7.2.1.2 Deux plaques de verre planes carrées**, respectivement d'environ 50 mm et 40 mm de côté et d'environ 5 mm d'épaisseur, s'adaptant au dispositif de charge spécifié en 7.2.1.1.

**7.2.1.3 Dispositif de mesure**, 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 en PTFE.

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

### 7.2.2 Mode opératoire

Peser avec soin, en se guidant sur la proportion poudre/liquide recommandée par le fabricant, une quantité de poudre pour essai de 300 à 450 mg et placer celle-ci sur la plaque de verre prévue pour le mélange. À l'aide de la pipette à piston (7.2.1.4) 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 mesure. Placer 0,075 ml de ciment mélangé, sous la forme d'un cylindre droit, au centre de la plaque de verre (7.2.1.2) qui restera sur la plaque de base du dispositif de mesure. S'il n'est pas possible de placer la totalité du ciment provenant du dispositif de mesure 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 (7.2.1.2). Mettre en place les deux plaques de verre de façon que le résidu de ciment sur la seconde plaque de verre entre en

contact au centre de la masse de ciment sur la première plaque de verre, lorsque la force est appliquée.

Soixante secondes après la fin du mélange, presser avec précaution le ciment entre les deux plaques de verre, en appliquant la force spécifiée en 7.2.1.1 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 diamètres 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 diamètres mesurés, qui soit conforme à la valeur spécifiée dans le tableau.

## 7.3 Épaisseur de la pellicule pour les ciments de type I (joint de scellement) seulement

### 7.3.1 Appareillage

**7.3.1.1 Deux plaques de verre planes optiquement, carrées**, d'une surface d'environ 200 mm<sup>2</sup>. Chaque plaque doit être d'une épaisseur uniforme qui ne soit pas inférieure à 5 mm.

**7.3.1.2 Dispositif de charge**, du type illustré à la figure 2, développant une force de 147 N (charge d'une masse de 15 kg). 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 toute rotation lors de l'application de la charge.

**7.3.1.3 Micromètre ou instrument de mesure équivalent**, ayant une précision de 1  $\mu$ m.

### 7.3.2 Mode opératoire

Mesurer avec précision l'épaisseur des deux plaques de verre planes optiquement (7.3.1.1), posées l'une sur l'autre en contact (lecture A). Placer une petite quantité de ciment, mélangé à la consistance d'essai, au centre de l'une des plaques de verre et 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 deux 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 l'épaisseur des deux plaques avec 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  $\mu$ m le plus proche.

## 7.4 Temps de prise net

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

### 7.4.1 Appareillage

**7.4.1.1 Étuve ou enceinte**, dans laquelle l'éprouvette peut être maintenue à une température de  $37 \pm 1$  °C et à une humidité relative d'au moins 80 %.

**7.4.1.2 Pénétrromètre**, de masse  $400 \pm 5$  g et dont le diamètre de l'extrémité plate est de  $1 \pm 0,01$  mm. L'extrémité de l'aiguille doit être cylindrique sur une longueur d'environ 5 mm; elle doit être plane et perpendiculaire à l'axe de la tige.

**7.4.1.3 Moule métallique**, similaire au type illustré à la figure 3.

**7.4.1.4 Bloc métallique**, de dimensions minimales 8 mm × 20 mm × 10 mm, soit comme partie intégrante de 7.4.1.1, soit comme composant individuel.

**7.4.1.5 Feuille métallique**, inerte.

### 7.4.2 Mode opératoire

Placer le moule rectangulaire métallique (7.4.1.3), conditionné à une température de  $23 \pm 1$  °C, sur un morceau de la feuille métallique (7.4.1.5) de dimensions appropriées, et le remplir à ras bord de ciment mélangé à la consistance d'essai.

Une minute après la fin du mélange, placer l'assemblage comprenant moule, éprouvette de ciment et feuille sur le bloc métallique (7.4.1.4), préalablement conditionné à  $37 \pm 1$  °C, et les placer de nouveau dans l'étuve (7.4.1.1). 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 le pénétrromètre verticalement sur la surface du ciment et l'y laisser durant 5 s. Effectuer un essai préliminaire, pour déterminer le temps de prise approximatif, en répétant les pénétrations à des intervalles de 30 s jusqu'à ce que l'aiguille cesse de produire une marque circulaire complète dans le ciment, lorsque le ciment est examiné avec une loupe de faible grossissement. Nettoyer l'aiguille, si nécessaire, entre les pénétrations. Répéter l'opération, en commençant les pénétrations 30 s avant le temps de prise approximatif, en effectuant les pénétrations à des intervalles de 10 s.

Noter le temps de prise comme le laps de temps écoulé 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.

## 7.5 Résistance à la compression

### 7.5.1 Appareillage

**7.5.1.1 Étuve ou enceinte**, pouvant être maintenue à  $37 \pm 1$  °C.

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

**7.5.1.3 Serre-joint**.

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

### 7.5.2 Préparation des éprouvettes

Porter les moules et les plaques supérieure et inférieure (7.5.1.2) ainsi que le serre-joint (7.5.1.3) à  $23 \pm 1$  °C. Remplir le moule fendu de ciment mélangé à la consistance d'essai, 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 le serre-joint (7.5.1.3) et serrer fortement l'ensemble. Au plus tard 2 min après la fin du mélange, transférer l'ensemble dans l'étuve (7.5.1.1) maintenue à  $37 \pm 1$  °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, en utilisant la méthode suivante pour rectifier les extrémités 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 (dimension maximale des particules d'environ 45 µm), mélangée à de l'eau. Maintenir mouillées les deux extrémités de l'éprouvette pendant cette rectification et tourner l'éprouvette 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 soigneusement l'absence de vides d'air ou d'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 pellicule de 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 déionisée et maintenir la température à  $37 \pm 1$  °C durant 23 h.

Préparer cinq éprouvettes.

### 7.5.3 Mode opératoire

Vingt-quatre heures après la fin du mélange, vérifier la résistance à la compression des cinq éprouvettes de la manière suivante :

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,  $K$ , en mégapascals, à l'aide de la formule

$$K = \frac{4F}{\pi d^2}$$

où

$F$  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 des 15 éprouvettes. Arrondir la valeur obtenue jusqu'aux deux chiffres les plus proches et noter cette valeur comme étant la résistance à la compression.

## 7.6 Matières lixiviables

La détermination doit être effectuée en double.

### 7.6.1 Appareillage

**7.6.1.1 Étuve ou enceinte**, pouvant être maintenue à  $37 \pm 1$  °C et à une humidité relative d'au moins 30 %.

**7.6.1.2 Moule**, formé d'un anneau fendu en laiton ou en acier inoxydable maintenu dans un gabarit ou une plaque de maintien, tel qu'illustré à la figure 5. La hauteur de l'anneau doit être de  $1 \pm 0,03$  mm et le diamètre intérieur doit être de 10 mm.

**7.6.1.3 Serre-joint**.

**7.6.1.4 Fil en platine, en soie floche dentaire ou fil en une autre matière résistant à la corrosion**.

**7.6.1.5 Deux flacons en polyéthylène à large ouverture**, d'une capacité d'environ 50 ml, comme ceux illustrés à la figure 6.

**7.6.1.6 Spectrophotomètre**, ayant une plage de 650 nm de longueur d'onde.

### 7.6.2 Réactifs

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

#### 7.6.2.1 Phosphate, solution étalon

Dissoudre 0,200 g de phosphate disodique anhydre ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) dans 1 000 ml d'eau. Cette solution contient l'équivalent de 100 µg de  $\text{P}_2\text{O}_5$  par millilitre. Préparer une solution étalon de travail contenant 10 µg de  $\text{P}_2\text{O}_5$  par millilitre, en portant la dilution de 10 ml de la première solution étalon à 100 ml.

**7.6.2.2 Réactif I : Molybdate d'ammonium**, solution à 10 % ( $m/m$ ) dans l'ammoniaque à 35 g/l, préparée en diluant 33 ml d'ammoniaque concentrée,  $\rho$  0,88 g/ml, dans l'eau jusqu'à 500 ml de solution.

**7.6.2.3 Réactif II : Acide sulfurique**, solution, acide sulfurique (96 %  $m/m$ ,  $\rho$  1,84 g/ml) dilué 1 + 1 avec de l'eau distillée.

**7.6.2.4 Réactif III : Acide ascorbique**, solution à 4 % ( $m/m$ ). Il est essentiel que cette solution ne soit préparée qu'au moment de l'emploi.

#### 7.6.2.5 Réactif IV

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

### 7.6.3 Préparation de l'éprouvette

Placer le moule (7.6.1.2) 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 calibrée (7.6.1.4) 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 du serre-joint (7.6.1.3).

Deux minutes après la fin du mélange, placer le moule, les plaques et le serre-joint dans l'étuve (7.6.1.1) maintenue à une température de  $37 \pm 1$  °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 légè-

rement la surface pour enlever toute poussière de produit. Préparer deux éprouvettes.

#### 7.6.4 Préparation de la solution d'essai

Peser immédiatement les deux éprouvettes préparées et les suspendre à l'aide du fil métallique ou de la soie floche dentaire, dans les 20 ml d'eau contenus dans un flacon en polyéthylène (7.6.1.5). S'assurer que les éprouvettes ne touchent que la paroi du flacon. Serrer le couvercle à fond et conserver durant 23 h à  $37 \pm 1$  °C. Préparer, simultanément, une solution à blanc.

#### 7.6.5 Mode opératoire

Retirer les éprouvettes de l'eau au bout de 23 h et traiter comme suit, le contenu de chaque flacon :

Transvaser le contenu de chaque flacon en polyéthylène dans une fiole jaugée de 200 ml et diluer chacune avec de l'eau jusqu'au trait. Transvaser des portions aliquotes de 10 ml de ces solutions dans les fioles jaugées de 50 ml, ajouter 5 ml du réactif IV à chacune d'elles, puis diluer le contenu jusqu'au trait et bien mélanger. Traiter 10 ml de la solution étalon de travail de phosphate de la même manière, en ajoutant 5 ml du réactif IV dans une fiole jaugée de 50 ml et en diluant jusqu'au trait. Préparer simultanément une solution à blanc et l'utiliser tout au long du mode opératoire.

Laisser reposer les fioles durant 24 h, puis mesurer l'absorbance à 650 nm avec le spectrophotomètre (7.6.1.6).

#### 7.6.6 Expression des résultats

La quantité de matières lixiviables, exprimée en  $P_2O_5$  élué, en milligrammes par gramme de l'éprouvette, est donnée par la formule

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

où

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

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

$B$  est l'absorbance de la solution témoin;

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

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

Enregistrer la moyenne des deux résultats.

### 7.7 Opacité pour les ciments de type I (joint de scellement) seulement

#### 7.7.1 Appareillage

7.7.1.1 **Étalons en verre opale**, de rapport de contraste de luminance  $C_{0,70}$  de 0,35 et 0,90, respectivement.

#### 7.7.1.2 Fond approprié panaché noir et blanc.

7.7.1.3 **Deux plaques de verre planes**, d'au moins 32 mm × 32 mm.

7.7.1.4 **Anneau fendu en acier inoxydable**, de diamètre intérieur  $30 \pm 1$  mm et de hauteur  $1 \pm 0,025$  mm.

#### 7.7.1.5 Serre-joint.

7.7.1.6 **Feuilles de polyéthylène ou d'acétate de cellulose**.

### 7.7.2 Préparation des éprouvettes

Placer le moule sur une mince feuille de polyéthylène ou d'acétate de cellulose (7.7.1.6), elle-même posée sur une plaque de verre plane (7.7.1.3). Remplir l'anneau fendu (7.7.1.4) de ciment mélangé à la consistance d'essai normalisée. Recouvrir d'une seconde plaque doublée d'une feuille de polyéthylène ou d'acétate de cellulose et presser le tout fermement à l'aide d'un serre-joint. Cent-vingt secondes après la fin du mélange, placer le moule, les plaques et le serre-joint dans l'étuve.

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 l'anneau fendu. Maintenir l'éprouvette pendant 23 h dans de l'eau distillée à  $37 \pm 1$  °C.

### 7.7.3 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 les étalons en verre opale (7.7.1.1) d'opacité  $C_{0,70}$  de 0,35 et 0,90, respectivement, en plaçant l'éprouvette et les deux étalons sur le fond panaché noir et blanc (7.7.1.2), 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  $\pm 0,02 C_{0,70}$ .

### 7.8 Teneur en plomb et teneur en arsenic

#### 7.8.1 Préparation de l'échantillon

Réduire en poudre le ciment pris et le faire passer au tamis de 75  $\mu$ m (200 mesh). Disperser 2 g de poudre tamisée dans 40 ml d'eau et ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (35 % m/m, 1,18 g/ml). Utiliser cette solution pour la détermination de la teneur en plomb et de la teneur en arsenic.

### 7.8.2 Mode opératoire

La teneur en plomb et la teneur en arsenic peuvent être déterminées en suivant une méthode analytique quelconque reconnue d'une sensibilité adéquate. Aux fins de référence, la teneur totale en arsenic doit être déterminée suivant le mode opératoire décrit dans l'ISO 2590.

## 8 Emballage et marquage

### 8.1 Emballage

Les composants doivent être fournis dans des contenants<sup>1)</sup> parfaitement hermétiques et constitués de matières n'entraînant ni une réaction avec le contenu, ni une contamination de celui-ci.

### 8.2 Mode d'emploi

Des instructions (détaillées en 5.8) concernant les proportions de poudre et de liquide et leur manipulation doivent accompagner chaque emballage.

### 8.3 Marquage des contenants

Chaque contenant doit porter lisiblement les indications suivantes :

- la marque de fabrique ou le nom du fabricant et le type de ciment;
- la nuance de la poudre selon le guide des nuances du fabricant, si celui-ci est fourni;
- la masse nette minimale, en grammes, de la poudre et le volume net minimal, en millilitres, du liquide;
- un numéro de série ou un numéro de code (facultatif) et la date de fabrication exacte (obligatoire) conformément à l'ISO 2014;
- le numéro de la présente Norme internationale, c'est-à-dire ISO 3824.

Tableau — Spécifications pour l'essai de consistance et les propriétés physiques et chimiques

Type	Consistance de mélange mm	Temps de prise à 37 °C minutes		Résistance à la compression (après 24 h) MPa	Épaisseur de la pellicule µm	Matières lixiviables mgP <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /g	Opacité (après 24 h) C <sub>0,70</sub>		Arsenic soluble en milieu acide mg/kg (ppm)	Plomb soluble en milieu acide mg/kg (ppm)
		Diamètre du disque	min.				max.	min.		
I	28 ± 1	4	8	140	25	9,0	0,35	0,90	2,0	50
II	23 ± 1	2	5	170	—	6,0	—	—	2,0	50

1) Dans le cadre de la présente Norme internationale, le contenant devrait être considéré comme étant l'emballage immédiat du composant.

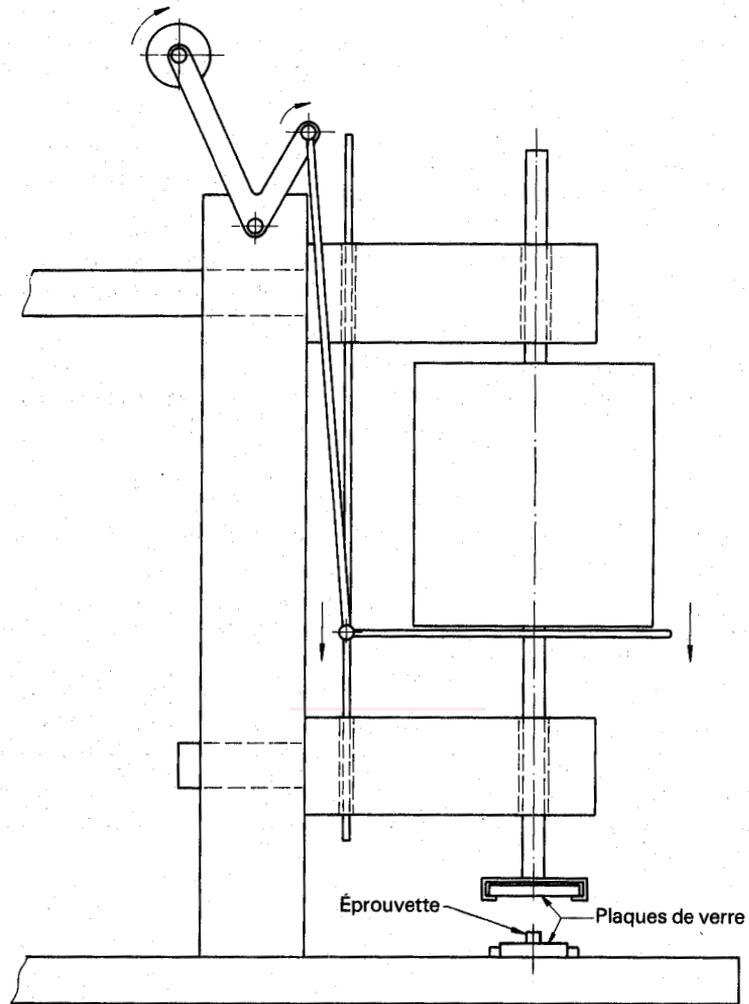


Figure 1 – Dispositif de charge pour l'essai de consistance