~~176~~ 106

NORME INTERNATIONALE ISO 3851

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

Produits d'obturation dentaire en capsules, à base de silicates et de silicophosphates

Capsulated dental silicate and silico-phosphate filling materials

Première édition — 1977-07-01

CDU 616.314-089.27 : 615.463 **Réf. nº : ISO 3851-1977 (F)**

Descripteurs : art dentaire, produit dentaire, spécification de matière, essai, essai mécanique, analyse chimique, dosage, arsenic.

Prix basé sur 11 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 3851 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 août 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Iran	Suède
Australie	Mexique	Suisse
Brésil	Norvège	Thaïlande
Canada	Nouvelle-Zélande	Turquie
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	
France	Roumanie	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

U.S.A.

© **Organisation internationale de normalisation, 1977** •

Imprimé en Suisse

Produits d'obturation dentaire en capsules, à base de silicates et de silicophosphates

0 INTRODUCTION

La présente Norme internationale a été établie en tenant compte, à la fois, du contenu de l'ISO/R 1565, *Ciments dentaires aux silicates*, et de celui de l'ISO 3824, *Ciments dentaires aux silicophosphates*. La différence significative concerne l'application particulière à l'emballage en capsules, ce qui entraîne un nombre de modifications fondamentales des méthodes d'essai et des spécifications. Ces modifications comprennent les dimensions de l'éprouvette, le point de référence pour le temps de prise et l'usage de l'essai de consistance.

Les produits à base de silicates et de silicophosphates, objet de cette spécification, sont ceux destinés à être utilisés comme produits d'obturation. Toutefois, par commodité d'expression et pour se conformer à l'usage courant, le terme «ciment» a été adopté dans l'ensemble du texte.

Pour le moment, se sont les ciments aux silicates en capsules, plutôt que ceux aux silicophosphates, qui ont une plus grande importance au point de vue de l'usage clinique, et ce sont donc ces premiers ciments qui ont été utilisés comme base principale des valeurs de spécification et des essais correspondants. Dans le cas où cette situation changerait, une plus grande importance pourrait être donnée au groupe de produits aux silicophosphates.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale fixe les spécifications des produits d'obturation dentaire à base de silicates et de silicophosphates, présentés sous forme de capsules contenant les deux composés distincts préalablement pesés et destinés au mélange mécanique. Le composé pulvérulent est un verre d'aluminosilicate finement broyé, avec des oxydes métalliques tels que l'oxyde de zinc dans le cas des ciments aux silicophosphates, et le liquide est une solution d'acide orthophosphorique et de phosphates métalliques.

2 RÉFÉRENCE

ISO 2590, *Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthyldithiocarbamate 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 d'une manière appropriée à l'usage dentaire indiqué.

3.2 Composés

3.2.1 *Liquide*

Le liquide ne doit former ni dépôt visible, ni filament, lorsqu'il est conservé dans 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

3.3.1 *Mélange*

Lorsque le mélange est effectué mécaniquement selon les instructions du fabricant, le ciment doit être d'une consistance homogène et non granuleuse. Dans le cas où le contenu d'une capsule n'est pas conforme à cette condition lors du mélange pour les méthodes d'essai décrites dans la spécification, une autre capsule doit être choisie pour examen. Il ne doit pas y avoir plus de 2 % de telles capsules défectueuses dans un échantillon pour essai (c'est-à-dire 1 sur 50).

3.3.2 *Variation dans la consistance du ciment*

La consistance du ciment mélangé provenant de neuf capsules quelconques, lorsqu'elle est déterminée selon 5.3, ne doit pas s'écarter de plus de 10 % de la moyenne des dix capsules essayées.

3.4 Couleur du ciment après la prise

La couleur du ciment après la prise, d'une nuance quelconque et choisi au hasard parmi les capsules d'un échantillon pour essai, doit correspondre au guide de nuances du fabricant dans les limites d'acception de la profession. L'échantillon doit être immergé dans l'eau durant au moins 5 jours avant de le comparer avec le guide de nuances du fabricant.

3.5 Propriétés physiques

Le temps de prise, la résistance à la compression, l'opacité[1], la solubilité et la désagrégation doivent correspondre aux valeurs du tableau, lorsque ces propriétés sont déterminées selon la méthode d'essai correspondante spécifiée au chapitre 5.

3.6 Toxicité

3.6.1 *Généralités*

Le ciment mélangé, lorsqu'il est utilisé selon les instructions du fabricant, ne doit ni entraîner de lésions prolongées aux tissus buccaux, ni présenter des effets nuisibles à l'organisme [voir aussi 3.7 e)].

3.6.2 *Teneur en arsenic*

La teneur totale en arsenic du ciment doit correspondre aux valeurs du tableau, lorsqu'elle est déterminée suivant l'essai décrit au chapitre 5.

3.7 Instructions du fabricant

Les instructions fournies par le fabricant doivent comprendre les informations détaillées suivantes :

a) méthode d'incorporation de la poudre au liquide;

b) méthode et durée du mélange mécanique;

c) temps de prise du ciment;

d) durée normalement disponible pour manipulation et mise en place du ciment, lorsque celui-ci est mélangé selon les instructions du fabricant;

e) si le produit peut provoquer une irritation pulpaire, des informations relatives à l'utilisation d'un support/revêtement, ou autres mesures de protection recommandées;

f) durée minimale nécessaire à la prise du ciment avant que la finition puisse être commencée;

g) volume net minimal de ciment mélangé contenu dans une seule capsule.

4 ÉCHANTILLONNAGE

Un échantillon pour essai doit comporter deux boîtes au détail de 50 capsules ou plus, provenant de différents lots de fabrication.

Une seule boîte de 50 capsules est suffisante pour les essais spécifiés, mais la seconde est nécessaire dans le cas où l'essai de consistance (5.3) doit être répété.

5 MÉTHODES D'ESSAI

5.1 Préparation des éprouvettes (généralités)

5.1.1 *Température ambiante*

À moins d'indications contraires, tous les équipements doivent être maintenus et toutes les éprouvettes doivent être préparées à une température de 23 ± 1 °C.

5.1.2 *Mélange*

Utiliser la technique mécanique de mélange décrite dans les instructions du fabricant, en ayant soin d'étalonner la minuterie à l'aide d'un chronographe préalablement à chaque série d'essais. Effectuer toute correction nécessaire des chronométrages suivants du malaxage de la capsule lors de la préparation de l'éprouvette.

5.2 Mode d'inspection

La conformité aux spécifications indiquées en 3.3.1, 3.4 et au chapitre 6 doit être vérifiée visuellement.

5.3 Consistance

5.3.1 *Appareillage*

5.3.1.1 Dispositif de charge, du type représenté sur la figure 1, ou un dispositif équivalent avec lequel une charge de 15 kg puisse être appliquée verticalement sur l'éprouvette de ciment; les surfaces des plateaux supérieur et inférieur du dispositif de charge doivent être parallèles.

TABLEAU — **Spécifications pour les ciments dentaires en capsules, à base de silicates et de silicophosphates**

Temps de prise* à 37 °C		Résistance à la compression	Opacité**		Solubilité	Teneur en arsenic
minutes		MN/m²	$C_{0,70}$			mg/kg (ppm)
Min.	Max.	Min.	Min.	Max.	Max.	Max.
2	5	170 (1 750 kgf/cm²)	0,35	0,55	9,0 mg de phosphate, calculé en P_2O_5 par gramme de ciment	2

* Il est important de noter que le temps de prise est déterminé depuis la fin du mélange (voir 5.3).

** Ciments à base de silicates seulement.

1) La prescription relative à l'opacité ne s'applique pas aux ciments aux silicophosphates.

5.3.1.2 Deux **plaques de verre planes**, carrées, de 40 mm de côté et d'environ 3 mm d'épaisseur.

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

5.3.2 *Mode opératoire*

Après mélange effectué conformément aux instructions du fabricant, 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 perpendiculaire, au milieu de l'une des plaques de verre qui s'appuie 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 placer celui-ci au milieu 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 tout le ciment sur la seconde plaque de verre entre en contact au milieu de la masse de ciment sur la première plaque de verre.

Soixante secondes après la fin du mélange, exprimer le ciment entre les deux plaques de verre à l'aide d'une charge de 15 kg appliquée perpendiculairement à la plaque de verre inférieure, en évitant toute rotation des plaques de verre.

Après que le ciment ait fait prise, mesurer le plus grand et le plus petit diamètre du disque de ciment avec une précision de 0,5 mm, puis calculer la moyenne.

Effectuer cet essai avec dix capsules et déterminer la moyenne des 10 résultats, arrondie au 0,5 mm le plus proche.

5.3.3 *Résultats d'essai*

Un échantillon doit être considéré comme satisfaisant si les résultats individuels obtenus à partir de neuf capsules quelconques ne s'écartent pas de plus de ± 10 % de la moyenne des dix déterminations totales.

Si ce n'est pas le cas, répéter cette opération en utilisant le second échantillon pour essai, en ayant soin de manipuler correctement les capsules. Si cet échantillon n'est pas satisfaisant non plus, le produit doit être alors considéré comme défectueux.

5.4 Temps de prise[1)]

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; aucun contrôle d'humidité n'est nécessaire, pourvu que l'humidité relative n'atteigne pas une valeur inférieure à 30 %.

5.4.1.2 Aiguille d'indentation, pesant 400 ± 2 g et dont le diamètre de l'extrémité plate est de 1,0 ± 0,1 mm; l'aiguille doit être cylindrique sur une longueur d'environ 5,0 mm à partir de son extrémité; l'extrémité de l'aiguille doit être plane et perpendiculaire à l'axe de la tige.

5.4.1.3 Moules rectangulaires en laiton, du type indiqué à la figure 2.

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

5.4.2 *Mode opératoire*

Placer le bloc métallique et l'aiguille d'indentation dans l'étuve à 37 ± 1 °C.

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

Une minute après la fin du mélange, placer le moule rempli sur le bloc métallique dans l'étuve.

Une minute et demie après la fin du mélange, abaisser avec précaution l'aiguille d'indentation verticalement sur la surface du ciment et l'y laisser durant 5 s. Répéter cette opération toutes les 30 s jusqu'au temps de prise envisagé, auquel stade 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 étant la durée 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.

Utiliser la moyenne de trois essais afin de déterminer le temps de prise.

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; aucun contrôle d'humidité n'est nécessaire, pourvu que l'humidité relative n'atteigne pas une valeur inférieure à 30 %.

1) Il est important de noter que le temps de prise déterminé par cette méthode d'essai est celui comptant depuis la fin du malaxage, et NON le temps de prise total le plus usuel, comme dans le cas des ciments mélangés à la main où la durée est mesurée à partir du premier contact entre les composants du ciment.

5.5.1.2 Cinq **moules fendus et plaques,** comme ceux représentés à la figure 3, aux dimensions intérieures de 6 mm de hauteur et de 4 mm de diamètre[1], en acier inoxydable ou toute autre matière appropriée que le ciment ne peut ni attaquer ni corroder.

5.5.1.3 Cinq **serre-joints,** du type représenté à la figure 3.

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

5.5.2 *Préparation des éprouvettes*

Porter les moules, les serre-joints et les plaques supérieures 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 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 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, en utilisant une petite quantité de poudre de carbure de silicium, grain de 45 μm, ou d'abrasif similaire, mélangée avec de l'eau sur une plaque de verre plane. Autrement, un papier abrasif d'une qualité équivalente et de l'eau peuvent être utilisés. 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 ébréchées. 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 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 l'éprouvette dans de l'eau distillée et maintenir la température à 37 ± 1 °C durant 23 h.

Préparer au moins cinq éprouvettes.

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 l'appareil d'essai de la résistance à la compression.

Interposer l'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 newtons par millimètre carré ($N/mm^2 \equiv MN/m^2$), selon la formule suivante :

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

où

P est la charge maximale appliquée, en newtons;

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

Déterminer la valeur de la résistance à la compression comme étant la moyenne de trois essais ou plus sur un total de cinq, et noter les résultats jusqu'à une valeur de trois chiffres significatifs. Ne pas tenir compte des valeurs qui seraient inférieures de plus de 15 % à la moyenne des cinq essais, puis noter ensuite la moyenne des éprouvettes restantes. Répéter la totalité de l'essai si plus de deux éprouvettes sont rejetées.

5.6 Opacité[2]

5.6.1 *Appareillage*

5.6.1.1 Étuve ou **enceinte,** maintenue à une température de 37 ± 1 °C; aucun contrôle d'humidité n'est nécessaire, pourvu que l'humidité relative n'atteigne pas une valeur inférieure à 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 Moule, formé 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 mm ± 0,03 mm et le diamètre intérieur de 10 mm.

---

2) Il a été établi que la variation du comportement entre une éprouvette de 6 mm × 4 mm et une autre de 8 mm × 4 mm, soit un rapport de 1.5 : 1 et de 2 : 1, est sans importance relativement à la méthode d'essai utilisée.

2) Omettre ce paragraphe lorsque la spécification s'applique aux essais des ciments aux silicophosphates.

5.6.1.5 Serre-joint simple ou multiple, tel que celui qui est représenté sur la figure 5. Conditionner le serre-joint dans l'étuve durant 5 min au moins avant la préparation de l'éprouvette; ne l'enlever que juste avant utilisation.

NOTE — Le rapport de contraste $C_{0,70}$ utilisé pour représenter l'opacité est le rapport entre le facteur de réflexion apparente de la lumière du jour de l'éprouvette de ciment, observée sur un fond noir, et le facteur de réflexrion apparente de la lumière du jour à 70 % 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 selon les instructions du fabricant, en utilisant une poudre d'une teinte claire courante. 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.

Deux minutes après la fin du mélange, placer le moule et les plaques dans le serre-joint, celui-ci étant dans l'étuve à une température de 37 ± 1 °C.

Après 1 h, retirer les plaques de verre 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 distillée, ou de l'eau de pureté équivalente, maintenue à 37 ± 1 °C.

5.6.3 *Mode opératoire*

Comparer l'opacité 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 distillée pendant que l'on effectue la comparaison.

L'éprouvette de ciment est considérée comme satisfaisant 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 ± 0,02 $C_{0,70}$ pour effectuer cette comparaison.

5.7 Solubilité

5.7.1 *Appareillage*

5.7.1.1 Étuve ou **enceinte,** maintenue à une température de 37 ± 1 °C; aucun contrôle d'humidité n'est nécessaire, pourvu que l'humidité relative n'atteigne pas une valeur inférieure à 30 %.

5.7.1.2 Moule, formé d'un anneau fendu en laiton ou en acier inoxydable maintenu dans un gabarit, comme indiqué sur la figure 4; la hauteur de l'anneau doit être de 1,0 ± 0,03 mm et le diamètre intérieur de 10 mm.

5.7.1.3 Serre-joint simple ou multiple, tel que celui qui est représenté à la figure 5. Conditionner le serre-joint dans l'étuve durant au moins 5 min avant la préparation de l'éprouvette; ne l'enlever que juste avant utilisation.

5.7.1.4 Soie floche dentaire ou **fil en platine** ou en matière équivalente résistant à la corrosion.

5.7.1.5 Deux **flacons convenables à large ouverture,** d'une contenance d'environ 50 ml, comme indiqué à la figure 6.

5.7.2 *Réactifs*

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue nationalement et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.7.2.1 Phosphate, solution étalon. Dissoudre 200 mg 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 diluant 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 normale (32 ml de solution d'ammoniaque concentrée, 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 aqueuse d'acide ascorbique à 4 % (il est essentiel que cette solution soit préparée au moment de l'emploi).

5.7.2.5 Réactif IV. Mélanger soigneusement 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 soit préparée 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 de verre plane.

Insérer une longueur tarée convenable de fil métallique ou de fil dentaire calibré[1] dans l'anneau fendu, de manière qu'au moins 4 mm soient à l'intérieur de l'anneau. Remplir l'anneau fendu du contenu d'une seule capsule malaxée selon les instructions du fabricant. Recouvrir 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.

1) Pour éviter la cassure de l'éprouvette quand celle-ci est retirée de l'anneau fendu, il est conseillé d'évaser l'extrémité du fil dentaire.

Deux minutes après la fin du mélange, placer le moule et les plaques dans le serre-joint, celui-ci étant dans l'étuve à une température de 37 ± 1 °C.

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 dentaire qui y est attaché. Enlever tout excédent de ciment du bord du disque et brosser légèrement la surface pour enlever toute matière libre.

5.7.4 *Préparation de la solution d'essai*

Peser l'éprouvette. Suspendre immédiatement celle-ci dans 20 ml d'eau, dans le flacon en matière plastique, à l'aide du fil métallique ou 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*

Après 23 h, retirer l'éprouvette de l'eau et transférer le contenu du flacon en polyéthylène dans une fiole jaugée de 100 ml. Diluer avec de l'eau jusqu'à 100 ml. Transvaser une portion aliquote de 10 ml de la solution dans les fioles jaugées de 50 ml, ajouter 5 ml de réactif IV à toutes deux, puis diluer le contenu avec de l'eau jusqu'à 50 ml 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 avec de l'eau. Préparer simultanément une solution à blanc. Laisser reposer les fioles durant 24 h, puis comparer les solutions à 650 nm avec un spectrophotomètre convenable. Effectuer cet essai en double.

5.8 Teneur en arsenic

La méthode d'essai décrite dans ce paragraphe, ou une méthode instrumentale de précision comparable, doit être utilisée dans tous les cas pour déterminer la teneur totale en arsenic pour chaque teinte de poudre. Si, après avoir effectué cet essai, la quantité décelée est considérée comme étant proche de la limite admissible, la méthode d'essai spécifiée dans l'ISO 2590 doit être alors utilisée en vue de déterminer plus précisément la quantité effective présente.

5.8.1 *Appareillage*

Flacon à large ouverture, de 120 ml environ, muni d'un bouchon de caoutchouc permettant le passage d'un tube en verre. Ce tube est un tube en verre ordinaire d'une longueur totale de 200 mm et d'un diamètre intérieur de 6,5 mm exactement (environ 8 mm de diamètre extérieur). Une extrémité du tube est étirée à un diamètre d'environ 1 mm, et un trou d'un diamètre d'au moins 2 mm est pratiqué dans la paroi du tube, près de la partie rétrécie. Lorsque le bouchon est inséré dans le flacon contenant 70 ml de liquide, l'extrémité rétrécie du tube est au-dessus de la surface du liquide et le trou dans la paroi au-dessous de la base du bouchon. La partie supérieure du tube est coupée droite et est soit bordée, soit légèrement rodée.

Deux **bouchons en caoutchouc** (d'environ 25 mm × 25 mm), chacun ayant une perforation centrale et d'équerre d'exactement 6,5 mm de diamètre, sont munis d'une bande de caoutchouc ou d'une pince à ressort en vue de les tenir bien serrés ensemble. En variante, les deux bouchons peuvent être remplacés par tout dispositif approprié satisfaisant aux conditions décrites dans le mode opératoire.

Un appareil convenable est représenté à la figure 7.

5.8.2 *Étalons et réactifs*

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue nationalement et ne contenant pas d'arsenic, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.8.2.1 Arsenic, solution diluée.

Solution concentrée d'arsenic :	1 ml
Eau, pour compléter à	250 ml

La solution diluée d'arsenic doit être préparée au moment de l'emploi. 1 ml de cette solution contient 0,004 mg d'arsenic (As).

5.8.2.2 Arsenic, solution concentrée.

Oxyde d'arsenic(III) :	0,132 g
Acide chlorhydrique :	50 ml
Eau, pour compléter à	100 ml

5.8.2.3 Acétate de plomb, solution.

Solution dans de l'eau exempte de dioxyde de carbone contenant 10,0 g d'acétate de plomb monohydraté $[(CH_3COO)_2Pb.3H_2O]$ par 100 ml.

5.8.2.4 Papier au chlorure de mercure(II).

Papier filtre, lisse et blanc, d'au moins 25 mm de largeur, trempé dans une solution saturée de chlorure de mercure(II), pressé afin d'enlever la solution excédente et séché à une température d'environ 60 °C dans l'obscurité. La qualité du papier filtre doit être telle que la masse en grammes par mètre carré soit comprise entre 65 et 120; l'épaisseur doit être de 400 papiers, en millimètres, environ égale, numériquement, à la masse en grammes par mètre carré.

NOTE — Le papier au chlorure de mercure(II) doit être conservé dans l'obscurité dans un flacon bouché. Tout papier qui a été exposé à la lumière du soleil ou à la vapeur d'ammoniaque présente une tache de teinte plus claire ou pas de tache du tout lorsqu'il est utilisé pour l'essai quantitatif d'arsenic.

5.8.2.5 Acide chlorhydrique, 10 N.

5.8.2.6 Iodure de potassium.

5.8.2.7 Chlorure d'étain(II), solution concentrée dans de l'acide chlorhydrique (10 N), contenant 33 g de chlorure d'étain(II) dihydraté $(SnCl_2.2H_2O)$ par 100 ml.

5.8.2.8 Chlorure stanneux, solution diluée.

Solution concentrée de chlorure d'étain(II) :	1 ml
Acide chlorhydrique :	100 ml

5.8.2.9 Zinc.

5.8.3 *Tache étalon*

Préparer une solution en mélangeant 50 ml d'eau, 10 ml de solution diluée de chlorure stanneux et 1 ml de solution étalon d'arsenic diluée. La solution ainsi obtenue, lorsqu'elle est traitée comme décrite dans le mode opératoire, produit une tache sur le papier de chlorure de mercure(II) désignée comme étant la tache étalon.

5.8.4 *Préparation de l'échantillon*

Pulvériser le ciment pris, obtenu par le mélange de dix capsules, et passer au travers d'un tamis de 75 µm (200 mesh). Disperser 2,0 g de la poudre tamisée dans 50 ml d'eau et ajouter 10 ml de la solution diluée de chlorure stanneux. Utiliser cette solution pour l'essai de la teneur totale en arsenic.

5.8.5 *Mode opératoire*

Bourrer légèrement le tube en verre avec de la fibre de verre ou de coton, préalablement mouillée avec la solution d'acétate de plomb et séchée, de façon que la surface supérieure de la fibre soit au moins 25 mm sous la partie supérieure du tube. Introduire ensuite la partie supérieure du tube dans l'extrémité étroite d'un des deux bouchons en caoutchouc, soit à une profondeur d'environ 10 mm dans le cas où l'extrémité du tube est bordée, soit de façon que l'extrémité rodée soit à ras de la plus grande surface du bouchon. Placer un morceau de papier au chlorure de mercure(II) à plat sur la partie supérieure du bouchon, puis mettre l'autre bouchon au-dessus du premier de telle manière que les perforations des deux bouchons (ou du bouchon supérieur et du tube en verre) coïncident pour former un tube rectiligne de 6,5 mm de diamètre interrompu par un diaphragme de papier au chlorure de mercure(II).

Au lieu de cette méthode de fixation du papier au chlorure de mercure(II), on peut utiliser toute autre méthode à condition :

1) que la totalité du gaz dégagé passe à travers le papier;

2) que la partie du papier en contact avec le gaz forme un cercle de 6,5 mm de diamètre;

3) que le papier soit protégé contre la lumière du soleil pendant l'essai.

Placer la solution à examiner, préparée comme spécifié, dans le flacon à large ouverture, ajouter 1 g d'iodure de potassium et 10 g de zinc et placer rapidement le tube en verre préparé en position. Le temps de réaction pour ce stade est de 40 min. Comparer à la lumière du jour la tache jaune produite sur le papier au chlorure de mercure(II), dans le cas où l'arsenic est présent, avec la tache étalon obtenue en procédant de la même manière avec une quantité connue de solution d'arsenic diluée. Les taches étalons utilisées pour des comparaisons doivent être fraîchement préparées au moment de l'emploi (elles se décolorent lorsqu'on les conserve).

Une comparaison de l'intensité de la couleur avec la tache étalon doit permettre d'estimer si la teneur totale en arsenic de l'échantillon est voisine de la limite spécifiée de 2 mg/kg (2 ppm).

NOTES

1 L'action peut être accélérée en plaçant l'appareillage sur une surface chaude, en ayant soin de maintenir à sec le papier au chlorure de mercure(II) pendant l'essai.

2 La température la plus convenable pour la réalisation de l'essai est généralement d'environ 40 °C, mais puisque la vitesse de dégagement du gaz varie quelque peu avec les différents lots de zinc, la température peut être réglée afin d'obtenir un dégagement régulier, mais non violent, du gaz.

3 Nettoyer le tube avec de l'acide chlorhydrique, le rincer avec de l'eau et le sécher entre les essais successifs.

6 ENCAPSULAGE, EMBALLAGE ET MARQUAGE

6.1 Encapsulage

6.1.1 *Matériaux*

Les capsules doivent être fabriquées à partir de matériaux protégeant bien leur contenu et n'ayant pas d'effet nuisible sur la qualité du produit.

6.1.2 *Séparation des composants*

Les deux composants contenus dans la capsule doivent être séparés afin qu'un mélange prématuré ne se produise pas dans des conditions normales de stockage.

6.1.3 *Conception*

Lorsque les instructions du fabricant sont respectées, la méthode d'encapsulage doit permettre le malaxage des composants sans aucune difficulté.

6.2 Emballage

Les capsules contenant la poudre de ciment et le liquide doivent être emballées dans une boîte convenable, marquée comme indiqué en 5.3.

6.3 Marquage des boîtes

6.3.1 *Nom ou marque du fabricant*

6.3.2 *Descriptif du contenu*

Une description du contenu, soit silicate ou silicophosphate, doit être donnée sur chaque boîte de capsules.

6.3.3 *Numéro de lot*

Chaque boîte de capsules doit être marquée d'un numéro de série ou code se rapportant aux documents du fabricant et à la date de fabrication de ce lot particulier de poudre de ciment et de liquide.

6.3.4 *Nombre de capsules*

Le nombre de capsules contenues dans une boîte doit être indiqué à l'extérieur de la boîte.

6.3.5 *Nuance*

Chaque boîte de capsules doit être marquée de façon à indiquer la ou les couleur(s) du contenu des capsules.

6.4 Mode d'emploi

Un exemplaire des instructions du fabricant doit accompagner chaque boîte de capsules, à moins qu'un jeu de plusieurs boîtes soit vendu en tant qu'unité, auquel cas un seul exemplaire des instructions suffit pour accompagner chaque jeu.

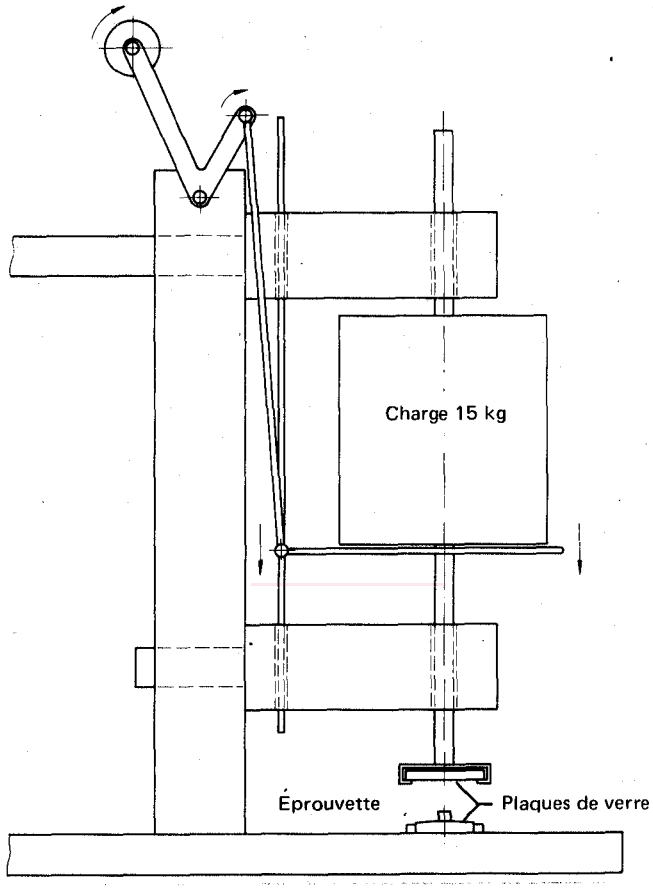
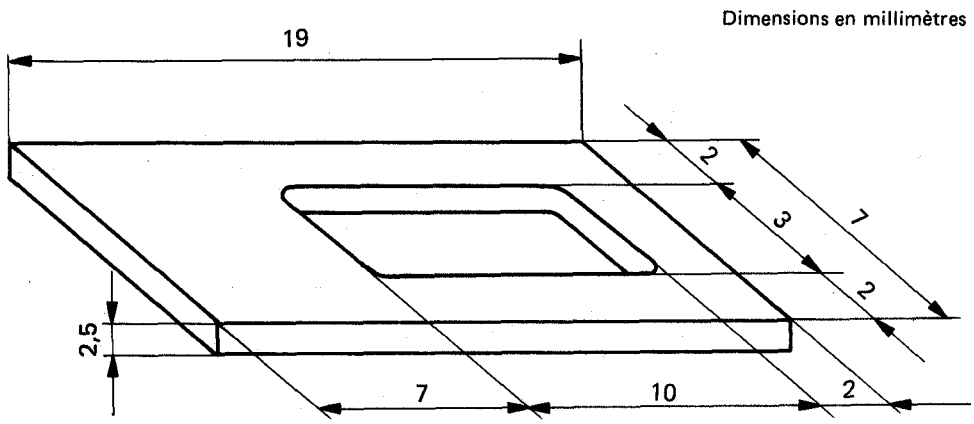


FIGURE 1 — **Dispositif de charge pour l'essai de consistance**



Les coins internes peuvent être adoucis

FIGURE 2 — **Moule pour la détermination du temps de prise**