



BUREAU DES NORMES DE MADAGASCAR

B.P : 1316 Soarano – Antananarivo – MADAGASCAR

Tél. : + 261 20 22 279 70 – Email : bnm@bnm.mg

NORME MALAGASY

NMG/ISO 11609:2017

Edition : Août 2018

MEDECINE BUCCO-DENTAIRE — DENTIFRICES — EXIGENCES, METHODES D’ESSAI ET MARQUAGE

Licensed by BNM
To CTN Dentifrice
Single-user licence only, copying and networking prohibited.

Avant-propos

L'Organisme International de Normalisation (ISO) donne à chaque pays trois options d'adoption des normes internationales ou régionales en tant que normes nationales à savoir l'adoption à l'identique, l'adoption modifiée ou l'adoption non équivalente. Le Comité Technique de Normalisation est libre de procéder à l'élaboration et/ou à l'adoption d'une norme, d'en choisir d'apporter des modifications dans les normes à adopter ou pas.

Dans cette optique, le Bureau des Normes de Madagascar (BNM) a procédé à l'adoption de la norme sur les exigences, les méthodes d'essai et de marquage des dentifrices. Le présent document NMG/ISO 11609:2017 : Médecine bucco-dentaire — Dentifrices — Exigences, méthodes d'essai et marquage adopté par le BNM en Août 2018, première version, a été validée par le Comité Technique CTN 402 « Médecine bucco-dentaire », dont le secrétariat est tenu par le Bureau des Normes de Madagascar.

Les caractéristiques de qualité énoncées dans la norme internationale ISO ont été adoptées avec quelques modifications techniques. Toutefois, la structure de la norme a été reprise telle quelle.

Il est, ainsi, important de souligner les remarques suivantes par rapport à l'utilisation de certaines terminologies à savoir :

- le terme « Norme internationale » ou « Norme régionale » utilisé dans le présent document devrait être lu comme étant « Norme nationale malagasy » ;
- la dénomination de la norme internationale adoptée a été reprise avec ajout du sigle de la norme nationale malagasy NMG et le degré d'équivalence est indiqué le suivant :

<i>Norme Internationale</i>	<i>Norme nationale malagasy Correspondante</i>	<i>Degré d'équivalence</i>
ISO 11609:2017 : Médecine bucco-dentaire — Dentifrices — Exigences, méthodes d'essai et marquage	NMG/ISO 11609:2017 : Médecine bucco-dentaire — Dentifrices — Exigences, méthodes d'essai et marquage, adopté par le BNM en Août 2018	Modifié

Le fabricant, l'importateur ou le fournisseur qui, pour la vente de ses produits, se réfère au présent document ou à un texte qui fait référence à certains de ses articles, doit être en mesure de fournir à son client les éléments propres à justifier que les prescriptions normatives sont respectées et que les vérifications correspondantes ont été effectuées.

licensed by BNM
To CTN Dentifrice
Single-user licence only, copying and networking prohibited.

Introduction

Il convient que les dentifrices ne provoquent pas de réactions indésirables des tissus mous de la cavité buccale lorsqu'ils sont utilisés conformément aux recommandations du fabricant en matière de fréquence et de durée d'utilisation, et qu'ils ne causent pas d'effets secondaires connus.

Des lignes directrices concernant l'évaluation de l'efficacité déclarée ou implicite des dentifrices destinés à la prévention bucco-dentaire ou au contrôle des maladies bucco-dentaires figurent dans le texte de l'Administration américaine des denrées alimentaires et des médicaments (US Food and Drug Administration)[3], dans celui de l'Association dentaire américaine (American Dental Association)[4] et dans celui du Projet de Travail (8-95) de la Commission de la Fédération dentaire internationale (FDI World Dental Federation)[16].

Licensed by BNM
To CTN Dentifrice
Single-user licence only, copying and networking prohibited.

Sommaire

<i>Avant-propos</i>	<i>ii</i>
<i>Introduction</i>	<i>iii</i>
1 – Domaine d’application	1
2 – Références normatives	1
3– Définition des termes	2
3.1 Dentifrice.....	2
3.2 Pâte dentifrice.....	2
3.3 Conditionnement unitaire.....	2
3.4 Conditionnement primaire.....	2
3.5 Taux de fluorure Total.....	2
3.6 Taux de fluorure Soluble.....	2
4 – Exigences relatives aux propriétés physiques et chimiques des dentifrices	3
4.1 Fluorure total :	3
4.2 Métaux lourds	3
4.3 pH.....	3
4.4 Microbiologie.....	4
4.5 Abrasivité.....	4
4.6 Stabilité	4
4.7 Hydrates de carbone aisément fermentescibles	4
5- Méthodes d’essai	4
5.1 Détermination du pH.....	4
5.2 Détermination de l’abrasivité sur la dentine	5
5.3 Détermination de l’abrasivité de l’émail.....	5
5.4 Détermination de la stabilité	5
6 - Marquage et étiquetage	5
7 - Emballage	6

Licensed by BNM
 To CTN Dentifrice
 Single-user licence only, copying and networking prohibited.

1 – Domaine d'application

Le présent document spécifie des exigences relatives aux propriétés physiques et chimiques des dentifrices et donne des lignes directrices concernant les méthodes d'essai appropriées. Elle spécifie également des exigences relatives au marquage, à l'étiquetage et à l'emballage des dentifrices.

Le présent document s'applique aux dentifrices, y compris les pâtes dentifrices, destinés à être utilisés quotidiennement par les consommateurs avec une brosse à dents, dans le but de favoriser l'hygiène buccale.

Le présent document ne spécifie pas d'exigences qualitatives ou quantitatives spécifiques pour une absence de risques biologiques et toxicologiques. Celles-ci sont traitées dans l'ISO 7405[1] et l'ISO 10993-1[2].

2 – Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

- ISO 1942, Médecine bucco-dentaire — Vocabulaire
- ISO 3696, Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai
- ISO 8601, Éléments de données et formats d'échange — Échange d'information — Représentation de la date et de l'heure
- International Nomenclature of Cosmetic Ingredients (INCI, Nomenclature internationale des ingrédients cosmétiques), in International Cosmetic Ingredient Dictionary and Handbook 1
- Consultation technique dans le domaine de l'utilisation du fluor en santé publique à Madagascar

Licensed by BNM
To CTN Dentifrice
Single-user licence only, copying and networking prohibited.

¹ Nomenclature élaborée par le Personal Care Products Council (précédemment CTFA). Disponible sur : <https://access.personalcarecouncil.org/eweb/DynamicPage.aspx?Site=pcpc&WebKey=4513b14e-2f75-4857-85b4-b3697be5d5d9>.

3– Définition des termes

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 1942, ainsi que les suivants, s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- — IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- — ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1 Dentifrice

Substance ou composition spécialement préparée pour les consommateurs destinée à l'hygiène des surfaces accessibles des dents et des tissus environnants

3.2 Pâte dentifrice

Toute préparation dentifrice semi-solide présentée sous forme de pâte, de crème ou de gel

Note 1 à l'article: Les composants courants de ces produits sont des abrasifs, des agents humectants, des liants, des tensioactifs, des arômes, des fluorures et d'autres agents destinés à favoriser la santé buccale.

3.3 Conditionnement unitaire

Conditionnement de dentifrice commercialisé pour des consommateurs individuels

3.4 Conditionnement primaire

Conditionnement qui est en contact direct avec le produit

3.5 Taux de fluorure Total

Le total des ions fluorures F⁻ (soluble) et de HF (non dissocié ou insoluble).

3.6 Taux de fluorure Soluble

La fraction du fluor chimiquement soluble dans le dentifrice, potentiellement bio disponible. Cette fraction libérée dans la bouche pendant le brossage des dents agit contre le processus de la carie dentaire.

4 – Exigences relatives aux propriétés physiques et chimiques des dentifrices

4.1 Fluorure total :

4.1.1. Concentration en fluorure total

La concentration en fluorure total ne doit pas dépasser une fraction massique de 0,15 % lorsqu'elle est déterminée conformément à l'un des modes opératoires spécifiés à l'Annexe C.

Le Taux de fluorure Soluble dans le dentifrice doit être de 0.10% pour qu'un dentifrice soit efficace.

D'autres méthodes validées de sensibilité et d'exactitude similaires peuvent être utilisées (voir les Références [5] à [12], [28] et [29]).

4.1.2. Concentration en fluorure total

La quantité de fluorure total contenue dans un conditionnement unitaire ne doit pas excéder 300 mg.

Cette exigence ne s'applique pas aux conditionnements de dentifrice à distribuer dans des conditions professionnelles surveillées ou dans le cadre de programmes de prévention de la carie à l'échelle de la collectivité, tels que les programmes scolaires de sensibilisation au brossage des dents.

4.2 Métaux lourds

La concentration maximale totale de métaux lourds ne doit pas dépasser 20 mg/kg.

Effectuer l'essai conformément aux Références [13], [14] ou [15] ou selon toute autre méthode validée de sensibilité et d'exactitude similaires.

4.3 pH

Le pH de notre bouche est normalement neutre. Cependant, chaque repas fait augmenter l'acidité de notre bouche (qui conduit à la formation de caries: déminéralisation de la dent).

Le pouvoir tampon de la salive permet de la ramener à la neutralité.

Lorsqu'il est déterminé conformément à 5.1, le pH du dentifrice doit être compris entre 7 à 10.5.

Licensed by BNM
To CTN Dentifrice
Single-user licence only, copying and networking prohibited.

4.4 Microbiologie

La contamination microbiologique doit être déterminée conformément aux Références [17] à [22] et [31] à [38] ou à toute autre méthode validée de sensibilité, d'exactitude et de spécificité équivalentes.

4.5 Abrasivité

L'abrasivité du dentifrice ne doit pas dépasser la limite suivante pour la dentine:

— 2,5 fois celle du matériau primaire de référence, si elle est déterminée conformément au mode opératoire spécifié à l'Annexe A ou B;

L'abrasivité du dentifrice ne doit pas dépasser la limite suivante pour l'émail:

— quatre fois celle du matériau primaire de référence, si elle est déterminée conformément au mode opératoire spécifié à l'Annexe A ou B.

Effectuer l'essai conformément à 5.2 ou 5.3, ou selon toute autre méthode validée de sensibilité et d'exactitude similaires.

4.6 Stabilité

Après avoir été soumis à l'un des modes opératoires de vieillissement spécifiés en 5.4 ou à l'issue de 30 mois de stockage à température ambiante, le dentifrice ne doit présenter aucun signe de détérioration susceptible de compromettre sa conformité au présent document ou d'entraîner des risques toxicologiques. Si une détérioration est décelée, le dentifrice doit porter une étiquette indiquant une date de péremption.

4.7 Hydrates de carbone aisément fermentescibles

Le dentifrice ne doit pas contenir d'hydrates de carbone aisément fermentescibles. La conformité à cette exigence doit être établie par l'absence de tels constituants dans la formule complète ou par l'intermédiaire d'essais réalisés en conformité avec des méthodes d'analyse courantes.

5- Méthodes d'essai

5.1 Détermination du pH

Mettre en suspension une partie en masse du dentifrice dans trois parties en masse d'eau pour laboratoire à usage analytique conforme à l'ISO 3696 (qualité 3). Déterminer le pH de la suspension dans les 10 min qui suivent au moyen d'un pH-mètre et d'électrodes.

5.2 Détermination de l'abrasivité sur la dentine

Déterminer l'abrasivité relative moyenne par comparaison avec l'échantillon primaire de référence, ou avec tout autre matériau de référence étalonné sur l'échantillon primaire de référence pour la dentine humaine, en utilisant l'une des méthodes spécifiées à l'Annexe A ou B.

D'autres méthodes de mesure validées pour la dentine, de sensibilité et d'exactitude similaires, peuvent être utilisées, conformément aux pratiques et principes des Références [39] à [44]. Pour d'autres références, voir par exemple les Références [23] et [24].

5.3 Détermination de l'abrasivité de l'émail

Déterminer l'abrasivité relative moyenne par comparaison avec l'échantillon primaire de référence, ou avec tout autre matériau de référence étalonné sur l'échantillon primaire de référence pour l'émail humain, en utilisant l'une des méthodes spécifiées à l'Annexe A ou B.

D'autres méthodes de mesure validées pour l'émail, de sensibilité et d'exactitude similaires, peuvent être utilisées, conformément aux pratiques et principes des Références [39] à [44]. Pour d'autres références, voir par exemple les Références [23] et [24].

5.4 Détermination de la stabilité

Pour le mode opératoire de vieillissement accéléré, le dentifrice doit être stocké dans son conditionnement d'origine à une température de $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ et à une humidité relative de $75\% \pm 5\%$ pendant 3 mois ou dans des conditions de durée et de température qui soient de nature à simuler un stockage à température ambiante pendant 30 mois[25]. À l'issue de la période de stockage, soumettre le produit à l'essai conformément au présent document.

6 - Marquage et étiquetage

À l'exception des conditionnements unitaires de petite taille (inférieurs à 10 ml), tous les conditionnements primaires doivent porter un marquage indiquant les informations suivantes:

- a) le mot « dentifrice » ou équivalent (voir l'Article 3);
- b) le nom commercial;
- c) le nom et les coordonnées du fabricant ou du distributeur mandaté;

- d) le code de traçage comportant une date de fabrication compréhensible;
- e) une liste complète des constituants, conformément aux appellations de la Nomenclature internationale des ingrédients cosmétiques (INCI);
- f) la concentration en fluorures (ainsi que le type), le cas échéant, exprimée en microgrammes par gramme, ou en pourcentage en masse, ou les deux;
- g) le volume net, en millilitres, ou la masse nette, en grammes, ou les deux;
- h) la date de péremption, exprimée conformément à l'ISO 8601, dans le cas où la période de stabilité (durée de conservation) est inférieure à 30 mois;
- i) un avertissement de sécurité relatif à l'utilisation par les enfants âgés de moins de 6 ans de dentifrices ayant une concentration en fluorures de 1 000 µg/g ou plus.

7 - Emballage

Le produit doit être emballé de sorte que, dans des conditions normales de manipulation et de transport, le conditionnement ou le système de distribution, ou les deux, ne doivent pas contaminer ni permettre la contamination du dentifrice qu'ils contiennent de façon à compromettre sa conformité au présent document après qu'il a été soumis au mode opératoire de vieillissement spécifié en 5.4.

Annexe A (informative)

Mode opératoire d'essai de l'abrasivité — Méthode de l'Association dentaire américaine (ADA)

A.1 Généralités

La présente annexe décrit les modes opératoires spécifiques pour la détermination de l'abrasivité des dentifrices selon la méthode de laboratoire de l'ADA ^[26].

A.2 Échantillonnage

Un échantillon représentatif doit être prélevé sur au moins deux lots.

A.3 Mode opératoire

A.3.1 Abrasif étalon de référence

L'abrasif primaire de référence est extrait d'un lot spécifique de pyrophosphate de calcium². En variante, un abrasif de référence de silice³ est également disponible ^[27]. Pour le mode opératoire spécifié dans la norme BS 5136^[30], un dentifrice de référence à base de carbonate de calcium est également disponible.

A.3.2 Appareillage

A.3.2.1 Machine à brosser.

Une machine à brosser transversale constitue l'appareillage approprié⁴. Il convient que l'appareil dispose de huit emplacements permettant de maintenir les échantillons. Une brosse à dents doit être positionnée de façon à effectuer un mouvement de va-et-vient à un faible angle (environ 5°) sur les échantillons installés, la tension de la brosse étant définie, tandis que les échantillons sont immergés dans une suspension à base de dentifrice. Il convient que la distance parcourue par la brosse ne soit pas supérieure à la longueur de la tête de celle-ci, de façon à maintenir le contact entre l'échantillon et la brosse. Le mécanisme assurant le maintien de la suspension à base de dentifrice peut varier selon les différentes conceptions de machines, mais il convient qu'il permette de retirer aisément l'échantillon de suspension. Il est important de disposer d'un moyen mécanique quelconque permettant d'agiter la suspension pendant le brossage. Une méthode appropriée permettant d'y parvenir consiste à fixer des ailettes de mélange en caoutchouc juste au-dessous de la tête de la brosse. Pendant le brossage, ces ailettes empêchent l'abrasif de se déposer au fond du récipient contenant la suspension.

A.3.2.2 Détecteur de radioactivité.

² Le pyrophosphate de calcium de référence est disponible auprès de la société Odontex Inc., 3030 Campfire Dr., Lawrence, KS 66040, États-Unis, <http://www.odontexusa.com>. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

³ L'abrasif de silice de référence (Sident®) est disponible auprès de la société Evonik, Rodenbacher Chaussee 4, 63457 Hanau Wolfgang, Allemagne. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

⁴ Un produit approprié est disponible auprès de la société Sabri Dental Enterprises, Inc., 1404 Brooke Dr., Downers Grove, IL 60515, États-Unis, <http://www.sabridentalenterprises.com/p/about.html>. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

Les deux méthodes recommandées pour déterminer la radioactivité des suspensions à base de dentifrice utilisées consistent à employer un compteur Geiger-Müller ou un détecteur par scintillation liquide. Le recours à un compteur Geiger-Müller nécessite le séchage des échantillons dans des conditions contrôlées définies. La méthode par scintillation liquide offre l'avantage de permettre une lecture directe à partir de la suspension.

Il convient que le comptage soit effectué pendant une durée supposée réduire la valeur alpha d'erreur de comptage à une valeur inférieure à 2 %. Il convient d'effectuer le comptage sur un minimum de 1 000 coups et pendant au moins 1 min. Il est possible d'augmenter le nombre de coups de brosse lorsque les durées de comptage deviennent trop longues.

A.3.3 Préparation des échantillons de dents

A.3.3.1 Échantillons de dentine

A.3.3.1.1 Sélection

De la dentine radiculaire issue de dents humaines permanentes après extraction est utilisée comme substrat. Il convient de choisir des dents monoradiculées qui n'étaient pas dévitalisées au moment de l'extraction. Les incisives mandibulaires constituent une exception du fait de leur petite taille: il convient de ne pas les utiliser. Il convient que l'échantillon mesure au moins 14 mm de long sur 2 mm de large en son extrémité mince. Les racines doivent toutes être exemptes de caries et de défauts anatomiques. Après l'extraction, il convient de conserver les racines dans une solution neutralisée qui désinfecte, mais ne modifie pas les propriétés physiques.

A.3.3.1.2 Préparation

Gratter les racines pour éliminer toute présence de tissu mou et le maximum de ciment. Retirer ensuite la couronne et les extrémités de la racine au moyen d'un disque séparateur, sous un jet d'eau.

A.3.3.1.3 Irradiation

Pour chaque jeu de huit échantillons à irradier, ajouter une ou deux racines supplémentaires destinées à être utilisées pour les facteurs de correction. Immerger les échantillons dans la solution de désinfection et les soumettre à une irradiation à l'intérieur d'un réacteur nucléaire. Il convient que le flux de neutrons soit suffisant pour émettre environ 1 mCi de radiations bêta de ^{32}P après plusieurs heures. Il est recommandé d'éviter les températures élevées à l'intérieur du réacteur (supérieures à 65 °C). Un emplacement spécifique doit être prévu pour protéger les échantillons contre les neutrons rapides et les rayons gamma. Il est recommandé de manipuler les échantillons irradiés avec soin en appliquant de bonnes pratiques de laboratoire. Il convient de ne pas utiliser les échantillons pendant la première demi-vie (période radioactive) en raison des rayonnements excessifs, mais de les utiliser avant la fin de la troisième demi-vie en raison de l'absence d'activité. La demi-vie du ^{32}P est de 14,3 jours, de sorte que la durée de vie utile d'un jeu de dents est de 4 semaines.

A.3.3.1.4 Montage des échantillons

Monter les échantillons individuellement dans un moule fabriqué dans une résine de méthacrylate de méthyle polymérisée à froid, de sorte que la surface vestibulaire ou linguale dépasse d'au moins 2 mm au-dessus de la résine, parallèlement à celle-ci. Disposer le moule dans la machine à broser de sorte que le brossage s'effectue perpendiculairement à l'axe longitudinal de la racine. Conserver les échantillons montés dans une solution neutralisée qui désinfecte, mais ne modifie pas les propriétés physiques.

NOTE Le type de moule et sa configuration dépendent du support de maintien de la machine à broser.

A.3.3.2 Échantillons d'émail

A.3.3.2.1 Sélection

Les critères de sélection des échantillons d'émail sont identiques à ceux appliqués pour la dentine. Il convient que les échantillons d'émail proviennent d'incisives maxillaires humaines.

A.3.3.2.2 Préparation

La totalité de la surface vestibulaire de l'échantillon est utilisée après élimination de la racine. Nettoyer l'émail de la même manière que la racine.

A.3.3.2.3 Irradiation

L'irradiation de l'émail est identique à la méthode utilisée pour les racines. Les échantillons d'émail et les racines peuvent être soumis ensemble à l'irradiation dans le réacteur.

A.3.3.2.4 Montage

Monter les échantillons d'émail de la même manière que les racines. La surface vestibulaire doit dépasser de 2 mm et être parallèle à la surface de la résine.

A.3.4 Brosses à dents

Il convient que les brosses à dents⁵ utilisées soient équipées de filaments en nylon d'une longueur d'environ 10 mm. Il convient que les extrémités des filaments se trouvent dans le même plan.

Conserver les brosses dans l'eau pendant une nuit avant leur première utilisation, puis les maintenir dans l'eau jusqu'à leur élimination. Utiliser une nouvelle série de brosses pour chaque jeu de dents. Ne pas retirer les brosses de la machine entre les opérations, mais relever les touffes de filaments de sorte qu'elles ne touchent pas l'échantillon, afin de ne pas courber les poils. Au début de chaque opération, ajuster la tension de la brosse sur l'échantillon à 150 g au moyen d'un dynamomètre Chatillon⁶ ou d'un outil équivalent. Il convient que cette tension soit vérifiée au moins deux fois par jour. La méthode de réglage de la tension varie en fonction du type de mécanisme utilisé sur la machine à broser.

A.3.5 Diluant de référence

Le diluant est une solution à 0,5 % de carboxyméthylcellulose (7MF CMC)⁷ contenu dans de la glycérine à 10 %. Pour préparer 1 l de diluant, chauffer 50 ml de glycérine à 60 °C et ajouter 5 g de CMC tout en agitant. Une fois le mélange homogène, ajouter encore 50 ml de glycérine chauffée et continuer à agiter pendant 60 min. Transvaser la solution dans une fiole de 1 l et ajouter 900 ml d'eau distillée. Laisser refroidir, mais poursuivre l'agitation à vitesse lente pendant une nuit. Pour que la viscosité se stabilise, laisser reposer la solution pendant une nuit avant utilisation. Cette solution sert à préparer les suspensions d'abrasif de référence ou de toute autre poudre soumises à l'essai.

A.3.6 Suspension d'abrasif de référence

⁵ Des brosses à dents appropriées sont disponibles auprès de la société Odontex Inc., 3030 Campfire Dr., Lawrence, KS 66040, États-Unis, <http://www.odontexusa.com>. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

⁶ Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

⁷ Une carboxyméthylcellulose (CMC) appropriée est disponible auprès de la société Hercules Incorporated, Aqualon Division, 1111 Hercules Road, Hopewell, VA 23860, États-Unis, <http://www.ashland.com/industries/pharmaceutical/oral-solid-dose/aqualon-sodium-carboxymethylcellulose>. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

En utilisant le matériau de référence décrit en A.3.1, diluer 10 g d'abrasif dans 50 ml de diluant (voir A.3.5). Une proportion identique est utilisée pour toutes les poudres. Il est possible d'utiliser l'abrasif de référence comme dentifrice. Si c'est le cas, il doit correspondre à un dentifrice contenant 40 % d'abrasif, le reste des constituants étant ceux traditionnellement utilisés dans la composition des dentifrices. La suspension est ensuite obtenue à partir de 25 g de dentifrice de référence et 40 ml d'eau.

A.3.7 Suspensions à base de dentifrice

Pour préparer les suspensions d'essai, ajouter 40 ml d'eau à 25 g de chaque dentifrice. Huit suspensions de chaque dentifrice sont préparées pour la machine à brosse. Cette dilution permet d'obtenir une concentration et un volume finaux de suspension similaires à ceux de la suspension d'abrasif de référence. Il est recommandé d'utiliser toutes les suspensions (de référence et d'essai) rapidement après les avoir préparées et soumises à une agitation mécanique énergique afin d'empêcher toute sédimentation des particules.

A.3.8 Préconditionnement des échantillons de dents

A.3.8.1 Dentine

Afin de réduire l'amplitude de variation résultant des différences entre les surfaces de dentine, soumettre les échantillons à un preconditionnement avant chaque utilisation. Le traitement de preconditionnement consiste en un brossage effectué avec une suspension d'abrasif de référence, mais sans prélever d'échantillon. Lors de la première utilisation des échantillons de dentine, il convient que le preconditionnement corresponde à 6 000 coups de brosse. Il convient que chaque brossage quotidien suivant commence par un preconditionnement plus court consistant en 1 000 coups de brosse. La tension de la brosse à dents sur les racines doit être égale à 150 g.

Éliminer les suspensions de preconditionnement.

A.3.8.2 Émail

Le preconditionnement de l'émail est similaire à celui de la dentine, à ceci près que 10 000 coups de brosse sont appliqués avant la première utilisation et que 1 000 coups de brosse sont appliqués au début de chaque jour suivant.

Éliminer les suspensions de preconditionnement.

A.3.9 Configuration d'essai

A.3.9.1 Configuration d'essai pour la dentine

L'essai peut être réalisé soit selon une configuration en sandwich, soit selon une étude en carré latin. La configuration en sandwich consiste à utiliser une série de suspensions de référence (pré-essai), suivie d'une série composée des premières suspensions d'essai. Ces séries sont ensuite suivies d'une deuxième série de suspensions de référence (post-essai). Cette deuxième série de suspensions de référence fait alors office de suspensions pré-essai pour le groupe d'essai suivant. Cette démarche est appliquée jusqu'à ce que tous les groupes d'essai aient été soumis à l'essai.

L'étude en carré latin consiste à utiliser en premier une série de suspensions de référence. Tous les groupes d'essai sont placés au hasard sur les huit têtes de brossage pendant les quelques brossages suivants (en fonction du nombre de groupes d'essai). Une série de suspensions de référence post-essai est ensuite utilisée pour terminer.

Pour les deux configurations, la tension de la brosse est réglée à 150 g et le nombre de coups de brosse appliqué est compris entre 1 500 et 3 000, en fonction du niveau de radioactivité des échantillons.

A.3.9.2 Configuration d'essai pour l'émail

La configuration d'essai pour l'émail est identique à celle de la dentine, à ceci près que le nombre de coups de brosse appliqué est compris entre 5 000 et 7 500, en fonction du niveau de radioactivité des échantillons.

A.3.9.3 Échantillonnage des suspensions

L'échantillonnage des suspensions au terme du brossage s'effectue de la même manière pour la dentine et l'émail. Une partie aliquote de chaque suspension est prélevée immédiatement après brossage. Le volume de cette partie aliquote dépend de la méthode et de l'appareillage de comptage; toutefois, 3 ml suffisent en général pour obtenir un niveau de radioactivité décelable. Une seringue munie d'une aiguille émoussée est un moyen approprié de prélèvement des échantillons. Veiller à ce qu'il ne se produise pas de contamination d'un échantillon à l'autre. Le meilleur moyen d'y parvenir consiste à rincer complètement la seringue entre les prélèvements. Il est également important de prélever la même quantité d'échantillon de chaque suspension. Sécher l'échantillon en cas d'utilisation d'un compteur Geiger-Müller pour la détection de la radioactivité. S'il est nécessaire de procéder au séchage, il convient de sécher les échantillons à l'air libre pendant au moins 1 h, puis dans une étuve ventilée à 60 °C pendant une nuit.

A.3.9.4 Facteurs de correction

A.3.9.4.1 Généralités

Les facteurs de correction sont nécessaires pour les essais d'abrasion de la dentine et de l'émail lors de l'utilisation de la méthode de comptage à plaques, et sont calculés de manière identique pour les deux essais. Lors des essais réalisés sur des dentifrices dont les systèmes abrasifs diffèrent du matériau de référence, il est également possible que les propriétés d'auto-absorption et de rayonnement rétrodiffusé des abrasifs soient différentes pour ce qui est des rayonnements bêta. Les différences d'abrasivité réelles peuvent alors être entachées d'erreurs significatives. Le facteur de correction est un moyen de réduire cette variable. Il est déterminé différemment en fonction de la méthode de comptage utilisée.

A.3.9.4.2 Préparation des suspensions pour facteur de correction en cas de comptage au moyen d'un compteur Geiger-Müller

Dissoudre un morceau de dentine (ou d'émail) irradié(e) dans 5 ml de HCl concentré. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter jusqu'au trait avec de l'eau. Ajouter 1,0 ml de cette solution radioactive aux suspensions d'abrasif de référence et à chaque abrasif pour essai, préparés de la même manière que pour l'essai. Pour neutraliser l'acide, ajouter 1,0 ml de NaOH à 0,5 mol/l. Homogénéiser les suspensions, prélever les échantillons et les faire sécher en même temps que ceux provenant des essais. Ne pas effectuer de brossage avec ces suspensions pour facteur de correction.

Ces échantillons sont soumis au comptage en même temps que les échantillons pour essai.

A.3.9.4.3 Calcul des facteurs de correction

Le facteur de correction, C_f , à appliquer à toutes les valeurs comptées sur l'échantillon pour essai est calculé selon la Formule (A.1):

$$C_f = \frac{C_r}{C_t} \quad (\text{A.1})$$

où

C_r correspond aux coups moyens pour quatre échantillons de référence;

Licensed by BNM
To CTN Dentifrice
Single-user licence only, copying and networking prohibited.

C_t correspond aux coups moyens pour quatre échantillons pour essai.

A.3.9.4.3.1 Facteurs de correction en cas de comptage par scintillation liquide

La correction porte sur la quantité d'échantillon mélangée avec le cocktail de scintillation. Chaque échantillon est pesé et le nombre de coups net par minute (CPM) est divisé par la masse afin d'obtenir le CPM net par gramme de suspension. Ces valeurs de CPM net par gramme sont ensuite utilisées pour le calcul de l'abrasivité à la place des valeurs de CPM nettes, selon A.3.11, et il n'y a pas de terme C_f .

A.3.9.4.3.2 Facteurs de correction en cas de détection par scintillation liquide

L'auto-absorption et le rayonnement rétrodiffusé sont d'importance moindre, compte tenu du milieu liquide utilisé. La plupart des dispositifs modernes de détection par scintillation liquide procèdent à une correction automatique du signal, ce qui résout le problème. Pour le calcul, il est nécessaire de prendre en compte les différences en masse entre les échantillons. À cet égard, chaque échantillon prélevé à la suite du brossage nécessite d'être pesé à 0,01 g près.

A.3.9.4.3.3 Application du facteur de correction

Avant de calculer les valeurs d'abrasion relative, le CPM net de chaque suspension est divisé par la masse de la suspension utilisée afin d'obtenir le CPM net par gramme de suspension. Ces valeurs sont ensuite exploitées pour calculer les valeurs d'abrasion relative.

A.3.10 Calcul de l'abrasivité par comptage au moyen d'un compteur Geiger-Müller

A.3.10.1 Abrasivité sur la dentine

L'abrasivité sur la dentine, A_D , des dentifrices (ou abrasifs) pour essai est calculée selon les Formules (A.2) et (A.3):

$$C_{mr} = \frac{C_{pre} + C_{post}}{2} \quad (A.2)$$

où

C_{mr} est le CPM net moyen de référence;

C_{pre} est le CPM net préalable;

C_{post} est le CPM net postérieur.

$$A_D = \frac{C_f \times 100 \times C_{mt}}{C_{mr}} \quad (A.3)$$

où

A_D est l'abrasivité sur la dentine;

C_f est le facteur de correction;

C_{mt} est le CPM net moyen du dentifrice pour essai;

C_{mr} est le CPM net moyen de référence;

Licensed by BNM
To CTN Dentifrice
Single-user licence only, copying and networking prohibited.

A.3.10.2 Abrasivité sur l'émail

L'abrasivité sur l'émail, A_E , des dentifrices (ou abrasifs) pour essai est calculée selon les Formules (A.4) et (A.5):

$$C_{mr} = \frac{C_{pre} + C_{post}}{2} \quad (A.4)$$

où

C_{mr} est le CPM net moyen de référence;

C_{pre} est le CPM net préalable;

C_{post} est le CPM net postérieur.

$$A_E = \frac{C_f \times 10 \times C_{mt}}{C_{mr}} \quad (A.5)$$

où

A_E est l'abrasivité sur l'émail;

C_f est le facteur de correction;

C_{mt} est le CPM net moyen du dentifrice pour essai;

C_{mr} est le CPM net moyen de référence.

A.3.11 Calcul de l'abrasivité par scintillation liquide

A.3.11.1 Abrasivité sur la dentine

L'abrasivité sur la dentine, A_D , des dentifrices (ou abrasifs) pour essai est calculée selon les Formules (A.6) et (A.7):

$$G_{mr} = \frac{G_{pre} + G_{post}}{2} \quad (A.6)$$

où

G_{mr} est le CPM net moyen de référence par masse de suspension, en grammes;

G_{pre} est le CPM net préalable par masse de suspension, en grammes;

G_{post} est le CPM net postérieur par masse de suspension, en grammes.

$$A_D = \frac{100 \times G_{mt}}{G_{mr}} \quad (A.7)$$

où

A_D est l'abrasivité sur la dentine;

G_{mt} est le CPM net moyen du dentifrice pour essai par masse de suspension, en grammes;

G_{mr} est le CPM net moyen de référence par masse de suspension, en grammes.

A.3.11.2 Abrasivité sur l'émail

Licensed by BNM
To CTN Dentifrice
Single-user licence only, copying and networking prohibited.

L'abrasivité sur l'émail des dentifrices (ou abrasifs) pour essai est calculée selon les Formules (A.8) et (A.9):

$$G_{mr} = \frac{G_{pre} \times G_{post}}{2} \quad (A.8)$$

où

G_{mr} est le CPM net moyen de référence par masse de suspension, en grammes;

G_{pre} est le CPM net préalable par masse de suspension, en grammes;

G_{post} est le CPM net postérieur par masse de suspension, en grammes.

$$A_E = \frac{10 \times G_{mt}}{G_{mr}} \quad (A.9)$$

où

A_E est l'abrasivité sur l'émail;

G_{mt} est le CPM net moyen du dentifrice pour essai par masse de suspension, en grammes;

G_{mr} est le CPM net moyen de référence par masse de suspension, en grammes.

Annexe B (informative)

Détermination de l'abrasivité relative d'un dentifrice sur l'émail et la dentine par la méthode du profil de surface

B.1 Généralités

Cette méthode est fondée sur la détermination par profilométrie de la profondeur abrasée après le brossage. Il a été établi que cette méthode est équivalente à la méthode par radiotraceur (voir Annexe A) et elle est ci-après dénommée «méthode RDA-PE» (Relative Dentin Abrasion — Profilometry Equivalent [Abrasion relative de la dentine — Méthode équivalente par profilométrie]) et «méthode REA-PE» (Relative Enamel Abrasion — Profilometry Equivalent [Abrasion relative de l'émail — Méthode équivalente par profilométrie]).

B.2 Appareillage

B.2.1 Profilomètre à contact ou instrument similaire présentant une sensibilité $<0,1 \mu\text{m}$ [par exemple, les appareils Talyform i50, Surfometer ou Surftest SV-2000⁸], ou profilomètre sans contact ou instrument similaire présentant une sensibilité $<0,1 \mu\text{m}$ [par exemple, l'appareil Bruker GT-K1⁹].

B.2.2 Appareil de surfaçage et de polissage [par exemple, l'appareil automatique de surfaçage et de polissage Abramin¹⁰], avec disques séquentiels au carbure de silicium de grain allant jusqu'à P1200 et pouvant utiliser des suspensions au diamant pour le polissage des échantillons et/ou leur équivalent.

NOTE D'autres méthodes de polissage de l'émail et de la dentine (par exemple, de l'égrisée) conformes aux exigences de base relatives aux échantillons peuvent être utilisées.

B.2.3 Machine à brosser.

Une machine à brosser transversale constitue l'appareillage approprié⁴. Il convient que l'appareil dispose de huit emplacements permettant de maintenir les échantillons. Une brosse à dents doit être positionnée de façon à effectuer un mouvement de va-et-vient à un faible angle ($\approx 5^\circ$) sur les échantillons installés, la tension de la brosse étant définie, tandis que les échantillons sont immergés dans une suspension à base de dentifrice. Il convient que la distance parcourue par la brosse ne soit pas supérieure à la longueur de la tête de celle-ci. Alors qu'il est nécessaire que l'échantillon mesuré perde le contact avec les poils de la brosse, il convient que les poils ne perdent pas le contact avec le matériau de montage, à savoir la résine acrylique dentaire. Le mécanisme assurant le maintien de la suspension à base de dentifrice peut varier selon les différentes conceptions de machines, mais il convient qu'il permette de retirer aisément l'échantillon de suspension. Il est

⁸ Talyform i50 est l'appellation commerciale d'un produit fourni par la société Taylor Hobson Ltd., Leicester, Royaume-Uni ; Surfometer est l'appellation commerciale d'un produit fourni par la société Planar Products Ltd., Sunbury on Thames, Royaume-Uni ; Surftest SV-2000 est l'appellation commerciale d'un produit fourni par la société Mitutoyo, Andover, Royaume-Uni. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

⁹ Bruker GT-K1 est l'appellation commerciale d'un produit fourni par la société Bruker Co., Billerica, MA, États-Unis. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

¹⁰ Abramin est l'appellation commerciale d'un produit fourni par la société Struers Ap.S, Denmark. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

important de disposer d'un moyen mécanique quelconque permettant d'agiter la suspension pendant le brossage. Pour ce faire, il est possible d'utiliser des ailettes de mélange en caoutchouc juste au-dessous de la tête de la brosse, des agitateurs métalliques ou des plongeurs, qui empêchent l'abrasif de se déposer au fond du récipient contenant la suspension.

NOTE Certaines machines possèdent moins de huit emplacements pour les échantillons; toutefois elles peuvent être utilisées à condition que la valeur n d'échantillons par traitement soit atteinte.

B.2.4 Brosse à dents manuelle.

Effectuer des brossages homogènes. Au minimum, ne pas faire varier le fabricant, la source, le type (même marque/version) et l'âge au cours d'un essai quelconque. Les brosses dont les poils sont en nylon et possèdent un diamètre uniforme de 200 μm et une longueur totale uniforme de 11 mm, telle que mesurée depuis la face de la brosse à dents, se sont révélées appropriées. Il convient de regrouper les poils en touffes d'environ 18 à 22 poils par touffe, 38 touffes par brosse à dents sur 12 rangées de touffes, avec des rangées se composant d'une à quatre touffes par rangée, aucune touffe n'étant distante de plus de 2 mm de sa plus proche voisine, et les touffes d'une rangée étant essentiellement symétriques entre le côté gauche et le côté droit de la tête de la brosse. Les poils ne doivent pas présenter de différence de plus de $\pm 200 \mu\text{m}$ au niveau de la surface plate. Voir A.3.4 pour un exemple de brosse à dents appropriée.

B.2.5 Abrasif étalon de référence, en pyrophosphate ou en silice, tel que spécifié en A.3.1.

B.3 Préparation des échantillons d'émail et de dentine

B.3.1 Utiliser des dents permanentes humaines ayant fait leur éruption dans la cavité buccale ou incluses, sans carie, ou des dents de bovins permettant d'obtenir des échantillons des dimensions exigées.

NOTE En raison de leur petite taille, les incisives inférieures humaines peuvent se révéler inappropriées.

B.3.2 Éliminer tous les résidus de tissus mous en grattant avec un instrument approprié (par exemple, une curette, un scalpel, etc.), stériliser et stocker les dents dans du thymol à 0,1 % ou dans une autre solution neutralisée qui désinfecte, mais ne modifie pas les propriétés physiques des dents.

B.3.3 Sectionner les dents au niveau de la jonction amélo-cémentaire à l'aide d'une fraise ou d'un disque dentaire. Utiliser la partie coronaire pour les échantillons d'émail et la partie radiculaire pour les échantillons de dentine, de sorte que les dimensions de l'échantillon ne soient pas inférieures à 3 mm \times 5 mm \times 3 mm.

NOTE En fonction de la taille et de la morphologie de la couronne et des racines, il peut être possible de préparer deux échantillons à partir de chaque dent, mais pas plus de deux échantillons par dent.

B.3.4 Pour l'émail, sectionner la couronne de la molaire verticalement dans le sens bucco-lingual ou mésio-distal, de façon à obtenir deux échantillons d'émail par couronne. Pour la dentine, sectionner la partie radiculaire verticalement en deux de sorte qu'une partie extérieure de la surface de la racine soit disponible pour le polissage. En cas d'utilisation d'échantillons provenant de bovins dont les dimensions sont supérieures aux échantillons humains, il est possible de les sectionner en deux dans le sens longitudinal.

NOTE Dans le cas des molaires, il est possible d'obtenir des tranches d'émail dans le sens buccal, lingual, mésial et distal. Cette opération est facilitée par l'utilisation d'un instrument tranchant circulaire diamanté.

B.3.5 Placer les portions d'émail et de dentine, la face externe vers le bas, dans des moules suffisamment grands pour y loger l'échantillon et un support de la machine à broser. Inclure les échantillons dans de la résine époxy et veiller à ce qu'ils soient à plat et à niveau avec la surface de la résine¹¹.

NOTE Il est important d'utiliser de la résine époxy qui ne durcit pas à la chaleur de façon à éviter toute modification des propriétés chimiques ou physiques du tissu de la dentine et/ou de l'émail pendant la prise. Laisser la résine prendre pendant au moins 24 h. Les dimensions définitives globales des échantillons peuvent différer légèrement en fonction des dimensions des emplacements de maintien des échantillons sur la machine à broser utilisée; toutefois les dimensions de l'émail ou de la dentine inclus(e) doivent être d'au moins 5 mm × 3 mm × 3 mm, comme décrit en B.3.3.

B.3.6 Les échantillons de dentine et d'émail montés sont ensuite meulés et polis à l'aide d'un papier d'oxyde d'aluminium de grain standard, de façon à obtenir une rugosité R_a finale de la surface plane inférieure ou égale à 0,1 µm, telle que mesurée à l'aide du profilomètre.

B.3.7 Mesurer la géométrie des échantillons afin de s'assurer de leur qualité. Tous les échantillons doivent être dans des plans parallèles, avec une surface plane et/ou légèrement convexe (il convient d'éviter totalement les échantillons concaves/irréguliers) et doivent être contrôlés à l'aide d'un profilomètre. La surface des échantillons doit être plane à 10 µm près sur toute la surface de dentine et/ou d'émail (évaluation par contrôle profilométrique). Le bloc de méthacrylate de méthyle doit respecter des critères de rectangularité stricts où les angles individuels du bloc doivent être de niveau (dans des plans parallèles) à 100 µm près lorsqu'ils sont mesurés d'un angle à l'autre et à 100 µm près lorsqu'ils sont mesurés d'un côté à l'autre.

B.3.8 Mesurer la dureté des échantillons à l'aide d'empreintes Vickers¹² sur les échantillons humides, avec une charge de 300 g pendant 15 s. Les mesurages doivent être effectués en dehors de la zone de broissage prévue. Les échantillons acceptables doivent présenter une dureté de surface Vickers initiale de 30 à 70 (dentine humaine et bovine). Cette étape permet la qualification de la dentine et réduit ainsi les variations biologiques du tissu, étant donné que les échantillons sont sélectionnés au hasard pour le traitement en fonction de la dureté de surface. Les échantillons d'émail auront une dureté de surface d'au moins 300 et seront sélectionnés au hasard de façon similaire aux échantillons de dentine.

B.3.9 Affecter au moins huit échantillons d'émail et huit échantillons de dentine à chaque dentifrice soumis à l'essai ainsi qu'au dentifrice ou à la suspension de référence. Avant le broissage, appliquer sur les échantillons deux bandes de ruban adhésif en polyester de façon à créer une fenêtre d'au moins 3 mm² × 6 mm² (noter qu'une partie de la zone de broissage se trouvera sur la résine de méthacrylate de méthyle), tout en assurant une couverture suffisante sur les bords du tissu dur pour servir de surface de référence pour l'évaluation profilométrique de la perte de tissu par abrasion. Maintenir les échantillons hydratés pendant toutes les opérations de préparation, d'abrasion et de mesurage.

NOTE Il est important que le ruban adhésif puisse être retiré proprement de la surface de l'échantillon, mais qu'il soit suffisamment solide pour résister au broissage. Si nécessaire, deux morceaux de ruban 1 mil¹³ peuvent être superposés sur les échantillons.

¹¹ Des exemples de résines époxy appropriées sont le liquide Dentsply – Lucitone R FasPore™, méthacrylate de méthyle (MMA) disponible auprès de la société Henry Schein Dental Supply, n° d'article 167-7744, et la poudre Dentsply – Lucitone 199 R Powder disponible auprès de la société Henry Schein Dental Supply, n° d'article 167-7243. Des alternatives au liquide et à la poudre «Dentsply» sont le liquide et la poudre «Durabase». Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

¹² Pour le mesurage de la dureté de surface, un poinçon Buehler Vicker Hardness Indenter peut être utilisé. Un instrument approprié est disponible auprès de la société Buehler, Lake Bluff, IL, États-Unis. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

¹³ Un ruban adhésif approprié (ruban 1 mil sur film polyester avec adhésif silicone 1 ou 2 mil) est disponible auprès de la société Argon Masking Inc., Monrovia, CA, États-Unis. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ce produit.

B.4 Préparation des dentifrices de référence

B.4.1 Diluant de référence

Préparer le diluant de référence de la manière décrite en A.3.5.

B.4.2 Suspension d'abrasif de référence

Utiliser les abrasifs de référence de pyrophosphate ou de silice mentionnés en A.3.1. Préparer la suspension de la manière décrite en A.3.6, en utilisant le diluant de référence (voir A.3.5) ou sous forme d'un dentifrice abrasif à 40 %.

B.5 Préparation des suspensions à base de dentifrice pour essai

Préparer les suspensions à base de dentifrice pour essai de la manière décrite en A.3.7.

B.6 Préparation des brosses pour essai

B.6.1 La brosse à dents utilisée lors des essais doit posséder une tête rectangulaire avec des poils plats. Les brosses sont préconditionnées pendant 20 000 coups de brosse sur la machine à broser V8 dans de l'eau dans des conditions normales avant d'être utilisées pour la première fois. La durée de vie des brosses peut atteindre 200 000 coups de brosse; contrôler néanmoins régulièrement leur usure et les changer au besoin. Il est nécessaire que les brosses soient immergées dans de l'eau pendant 24 h entre/avant les essais individuels.

B.7 Mode opératoire de brossage avec le dentifrice de référence et le dentifrice pour essai

B.7.1 Fixer les échantillons dans les supports standard de la machine à broser V8, en prenant soin de s'assurer que la résine acrylique dentaire se trouve au-dessus de la base du support ou qu'elle affleure au moins la base du support.

B.7.2 Chaque fois qu'un échantillon est installé, vérifier la charge de la brosse sur chaque échantillon à chaque station à l'aide d'un dynamomètre et/ou d'une jauge orthodontique. La charge doit être de 150 g avec la tête de la brosse centrée sur l'échantillon de tissu dur.

B.7.3 Si elle est réglable, régler la vitesse des coups de brosse sur 170 coups par minute (des variations acceptables ont été observées entre 120 et 170 coups par minute).

Les coups de brosse sont réglés pour que toute la tête de la brosse passe sur les échantillons, la brosse perdant puis rétablissant le contact avec l'échantillon de tissu dur à chaque mouvement de retour. Dans l'idéal, il convient que quelques poils de brosse restent en contact avec la base de la résine acrylique dentaire.

NOTE Un coup correspond au mouvement de va-et-vient des têtes de brosse sur les échantillons.

B.7.4 Pour la dentine et la méthode RDA-PE, les échantillons doivent être brossés pendant 4 000 coups avec les pâtes dentifrices pour essai et l'étalon de référence d'abrasivité. Une valeur limite supérieure RDA-PE interne de 250 doit être atteinte en brossant avec l'abrasif étalon pendant 10 000 coups (brossage 2,5 × avec une valeur RDA interne de 100).

B.7.5 Les huit échantillons doivent passer dans les huit stations de brossage. Lors du brossage des échantillons de dentifrice et des suspensions de référence de RDA-PE 100, faire avancer les échantillons dans le cycle tous les 500 coups de brosse. Tourner les échantillons de 180°, mélanger de nouveau les suspensions de dentifrice à chaque rotation pour empêcher l'abrasif de sédimenter et contrôler à nouveau la charge de la brosse sur chaque échantillon pour s'assurer qu'elle est égale à 150 g. Répéter jusqu'à ce que les 4 000 coups

soient entièrement effectués. Lors du brossage avec les suspensions de référence de valeur RDA-PE de 250, tourner, mélanger de nouveau et contrôler à nouveau tous les 1 250 coups de brosse jusqu'à ce que les 10 000 coups soient entièrement effectués.

B.7.6 L'émail est beaucoup plus dur que la dentine et la profondeur d'abrasion de l'émail sera nettement moins importante par rapport à celle de la dentine. Pour garantir une plage dynamique correcte de la profondeur moyenne d'abrasion, les échantillons doivent être brossés pendant 10 000 coups avec les pâtes dentifrices pour essai et avec l'étalon de référence d'abrasivité de 10. Une valeur limite supérieure REA-PE interne de 40 doit être atteinte en brossant avec l'abrasif étalon pendant 40 000 coups (brossage 4 × avec une valeur REA interne de 10).

B.7.7 Les huit échantillons doivent passer dans les huit stations de brossage. Pour les suspensions de référence REA-PE dont la valeur assignée est de 10 et les échantillons de dentifrice, faire avancer les échantillons dans le cycle tous les 1 250 coups de brosse. Tourner les échantillons de 180°, mélanger de nouveau les suspensions de dentifrice à chaque rotation pour empêcher l'abrasif de sédimenter et contrôler à nouveau la charge de la brosse sur chaque échantillon pour s'assurer qu'elle est égale à 150 g. Répéter jusqu'à ce que les 10 000 coups soient entièrement effectués. Lors du brossage avec les suspensions de référence REA-PE dont la valeur assignée est de 40, tourner, mélanger de nouveau et contrôler à nouveau tous les 5 000 coups de brosse jusqu'à ce que les 40 000 coups soient entièrement effectués.

B.7.8 Retirer les échantillons des supports, les laver sous l'eau du robinet, enlever le ruban adhésif et mesurer la profondeur d'abrasion par profilométrie de la manière décrite en B.8.

B.8 Méthode par profilométrie

B.8.1 Après le brossage avec la suspension à base de dentifrice, retirer le ruban adhésif des échantillons et mesurer à nouveau en utilisant le mode opératoire correspondant au profilomètre concerné.

B.8.2 Mesurer la profondeur d'abrasion moyenne en tant que profondeur abrasée par rapport à la zone témoin masquée sur la surface de l'échantillon.

- a) Pour les profilomètres bidimensionnels à contact, démarrer la mesure du profil à 0,5 mm dans la zone précédemment recouverte de ruban (témoin) de l'échantillon, passer sur la zone abrasée et poursuivre au moins 0,5 mm dans la zone précédemment recouverte de ruban (témoin) opposée. La longueur totale du tracé sera alors de 4 mm, 0,5 mm d'un côté de la zone abrasée, 3 mm sur la zone abrasée et 0,5 mm du côté opposé de la zone abrasée. Poursuivre pendant au moins 12 tracés uniformément espacés sur la zone abrasée, en évitant la limite avec la résine acrylique dentaire de 0,1 mm. Si une linéarité proportionnelle n'est pas obtenue, tenter des balayages/tracés supplémentaires, jusqu'à un maximum de 36 tracés, avant de rejeter les résultats de l'essai. Calculer la profondeur d'abrasion moyenne.
- b) Pour les profilomètres sans contact, créer un balayage 3D rectangulaire. Inclure dans le balayage 3D rectangulaire mesuré 0,5 mm de la zone précédemment recouverte de ruban (témoin), 3 mm de la zone abrasée et 0,5 mm de la zone témoin opposée. Rester à 0,1 mm de la limite résine acrylique dentaire/échantillon de tissu dur. Calculer la profondeur d'abrasion moyenne.

NOTE Une manière d'exploiter les logiciels existants pour les profilomètres consiste à utiliser l'option «soustraction de la ligne de référence» qui permet de soustraire la zone abrasée de la zone de référence.

B.8.3 Calculer la profondeur d'abrasion moyenne pour le groupe d'échantillons respectif.

B.9 Calcul de l'abrasivité relative de la dentine (RDA) et de l'abrasivité relative de l'émail (REA) des dentifrices pour essai à l'aide de mesurages par profilométrie

B.9.1 Généralités

Pour la RDA-PE, l'étalon brossé pendant 4 000 coups est considéré comme ayant une valeur RDA-PE de 100. L'étalon brossé pendant 10 000 coups est considéré comme ayant une valeur RDA-PE de 250.

Pour la REA-PE, l'étalon brossé pendant 10 000 coups est considéré comme ayant une valeur de 10. L'étalon brossé pendant 40 000 coups a une valeur REA-PE de 40 (voir B.7.6).

B.9.2 Détermination de la linéarité proportionnelle

B.9.2.1 La linéarité proportionnelle est utilisée comme un contrôle de la qualité essentiel pour l'essai d'abrasion, qui établit si l'essai a été réalisé comme prévu. Elle est utilisée pour décider de la validité des données obtenues.

B.9.2.2 La linéarité proportionnelle pour la RDA-PE est le rapport de la profondeur d'abrasion moyenne de l'étalon brossé pendant 10 000 coups divisée par la profondeur d'abrasion moyenne de l'étalon brossé pendant 4 000 coups. La linéarité proportionnelle cible doit être de 2,5 (car le rapport $10\ 000\ \text{coups} / 4\ 000\ \text{coups} = 2,5$). La plage de linéarité proportionnelle d'essai acceptable a été déterminée comme étant comprise entre 2,2 et 2,8.

B.9.2.3 Si la linéarité proportionnelle n'est pas dans la plage d'essai acceptable (2,2 à 2,8), alors les données ne sont pas valides. Il y a probablement une erreur systémique dans la configuration du mode opératoire de brossage et l'essai doit être répété.

B.9.2.4 La linéarité proportionnelle pour la REA-PE est le rapport de la profondeur d'abrasion moyenne de l'étalon brossé pendant 40 000 coups divisée par la profondeur d'abrasion moyenne de l'étalon brossé pendant 10 000 coups. La linéarité proportionnelle cible doit être de 4,0 (car le rapport $40\ 000\ \text{coups} / 10\ 000\ \text{coups} = 4$). La plage de linéarité proportionnelle d'essai acceptable a été déterminée comme étant comprise entre 3,7 et 4,3.

B.9.2.5 Si la linéarité proportionnelle n'est pas dans la plage acceptable (3,7 à 4,3), alors les données ne sont pas valides. Il peut y avoir une erreur systémique dans la configuration du mode opératoire de brossage et l'essai doit être répété.

B.9.3 Calcul de la courbe de l'étalon

B.9.3.1 Calcul de la courbe de l'étalon pour la RDA-PE

B.9.3.1.1 Affecter la valeur RDA-PE de 100 à l'étalon de référence brossé pendant 4 000 coups et affecter une valeur RDA-PE de 250 à l'étalon de référence brossé pendant 10 000 coups.

B.9.3.1.2 Tracer la courbe des profondeurs moyennes des étalons de référence par rapport à leurs valeurs RDA-PE assignées.

B.9.3.1.3 Tracer une courbe de corrélation des étalons à l'aide de l'intersection [0,0] et des valeurs des étalons de référence (RDA par rapport à la profondeur moyenne).

B.9.3.1.4 Utiliser la méthode des moindres carrés pour élaborer la Formule (B.1):

$$y = a_{\text{RDA-PE}} x \quad (\text{B.1})$$

où

y est la profondeur moyenne des étalons de référence;

x est la valeur RDA-PE de l'étalon de référence (1, 100, 250, respectivement).

Enregistrer la pente $a_{\text{RDA-PE}}$ de cette corrélation. Faire passer l'intersection par [0,0] permet d'améliorer la confiance du comportement linéaire de la méthode.

B.9.3.2 Calcul de la courbe de l'étalon pour la REA-PE

B.9.3.2.1 Affecter la valeur REA-PE de 10 à l'étalon de référence brossé pendant 10 000 coups et affecter une valeur REA-PE de 40 à l'étalon de référence brossé pendant 40 000 coups.

B.9.3.2.2 Tracer la courbe des profondeurs moyennes des étalons de référence par rapport à leurs valeurs REA-PE assignées.

B.9.3.2.3 Tracer une courbe de corrélation des étalons à l'aide de l'intersection [0,0] et des valeurs des étalons de référence (REA-PE par rapport à la profondeur moyenne).

B.9.3.2.4 Utiliser la méthode des moindres carrés pour élaborer la Formule (B.2):

$$y = a_{\text{REA-PE}} x \quad (\text{B.2})$$

où

y est la profondeur moyenne des étalons de référence;

x est la valeur REA-PE (0, 10, 40, respectivement).

Faire passer l'intersection par [0,0] permet d'améliorer la confiance dans le comportement linéaire de la méthode.

B.9.4 Calcul des valeurs RDA-PE et REA-PE

B.9.4.1 Utiliser la pente $a_{\text{RDE-PE}}$ de la corrélation de B.9.3.1.4. Diviser la profondeur moyenne de l'inconnu par la pente $a_{\text{RDE-PE}}$ pour calculer la valeur RDA-PE.

B.9.4.2 Utiliser la pente $a_{\text{REA-PE}}$ de la corrélation de B.9.3.2.4. Diviser la profondeur moyenne de l'inconnu par la pente $a_{\text{REA-PE}}$ pour calculer la valeur REA-PE.

Annexe C (informative)

Détermination du fluorure total contenu dans les dentifrices

C.1 Généralités

La présente annexe décrit deux méthodes d'essai destinées à déterminer la teneur en fluorure total des dentifrices à base de fluorures. Voir les Références [28] et [29] pour d'autres méthodes.

C.2 Méthodes

C.2.1 Fluorure total contenu dans les dentifrices (pâte et gel): méthode de l'Association dentaire américaine (ADA)

C.2.1.1 Contexte

Ce mode opératoire fait intervenir une technique de diffusion qui extrait le fluorure sous forme de HF de la matrice du dentifrice et permet ainsi le mesurage du fluorure total au moyen d'une électrode ionique spécifique. La préparation de l'échantillon vise à prendre en compte la présence de fluorure de calcium ou de fluorure lié à la silice, ou les deux, dans les dentifrices, à l'aide d'acide éthylénédiaminotétracétique (EDTA).

C.2.1.2 Mode opératoire

Tapisser l'intérieur de couvercles de boîtes de Petri en polystyrène (60 mm × 15 mm) d'hydroxyde de sodium en introduisant 0,3 ml d'hydroxyde de sodium à 0,5 mol/l dans de l'éthanol et en laissant l'alcool s'évaporer. Peser exactement 1 g environ de pâte. En utilisant un rapport de dilution de 1:10, ajouter 10 ml de solution d'EDTA à 0,1 mol/l dont le pH a été préalablement ajusté à 8,0 en ajoutant autant de NaOH que nécessaire. Homogénéiser le mélange pendant 1 min et centrifuger 4 ml de la suspension à 14 000 tr/min pendant 5 min à l'aide d'une centrifugeuse. Transvaser 2,0 ml du liquide surnageant dans le fond d'une boîte de Petri. Ajouter 4,0 ml de HClO₄ à 70 % et recouvrir immédiatement avec un couvercle de boîte de Petri enduit d'hydroxyde de sodium.

AVERTISSEMENT — Cette dernière étape doit être exécutée avec des précautions extrêmes afin que la mousse formée après l'ajout de HClO₄ n'humecte pas le couvercle de la boîte de Petri.

Disposer la boîte de Petri dans une étuve réglée à 60 °C ± 2 °C pendant au moins 6 h.

Retirer les boîtes de Petri de l'étuve et les laisser refroidir à la température ambiante. Retirer le couvercle et le nettoyer deux fois à l'aide de 5,0 ml d'eau déionisée pour obtenir un volume total de solution de 10,0 ml. Transvaser 1,0 ml de cette solution dans un bécher en plastique de contenance comprise entre 3 ml et 5 ml et ajouter 1 ml de TISAB II. Analyser la solution afin de déceler la présence de fluorures au moyen d'une électrode ionique spécifique. Tracer une courbe d'étalonnage à cinq points et l'utiliser pour déterminer la teneur en fluorure de chaque suspension de dentifrice.

C.2.2 Fluorure total contenu dans les dentifrices: méthode de l'IS 6356

NOTE Cette méthode est fondée sur la norme indienne IS 6356^[8].

C.2.2.1 Principe

Extraction en milieu aqueux du monofluorophosphate de sodium ou des ions fluorure contenus dans la pâte dentifrice et fusion de l'extrait avec du carbonate de sodium afin de le transformer en fluorure de sodium. La teneur en fluorure est ensuite déterminée par potentiométrie à l'aide d'une électrode sensible aux ions fluorure.

C.2.2.2 Appareillage

C.2.2.2.1 **pH-mètre** (potentiomètre).

C.2.2.2.2 **Électrode, sensible aux ions fluorure.**

C.2.2.2.3 **Électrode au calomel saturée**, utilisée comme électrode de référence.

C.2.2.3 Réactifs

C.2.2.3.1 **Fluorure de sodium**, de qualité réactive.

C.2.2.3.2 **Triéthanolamine**, pure.

C.2.2.3.3 **EDTA, sel disodique dihydraté**, de qualité réactive.

C.2.2.3.4 **Carbonate de sodium**, de qualité réactive.

C.2.2.3.5 **Acide chlorhydrique**, de qualité réactive.

C.2.2.4 Solutions étalons et solutions de réactif

C.2.2.4.1 **Solution tampon de triéthanolamine (solution à 1,0 mol/l).**

Dissoudre 149 g de triéthanolamine pure dans 600 ml d'eau distillée et, avec de l'acide chlorhydrique concentré, ajuster le pH à 7,0 en utilisant un pH-mètre. Refroidir la solution à la température ambiante et mesurer le pH; en cas de besoin, le réajuster. Diluer ensuite à 1 000 ml avec de l'eau distillée.

C.2.2.4.2 **EDTA**, solution à 0,1 mol/l.

Peser exactement 37,224 g d'EDTA et le dissoudre dans de l'eau distillée. Compléter la solution à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

C.2.2.4.3 **Solution étalon de fluorure de sodium**, 0,1 mg F/ml.

Sécher le fluorure de sodium à 110 °C pendant 4 h et en transférer exactement 0,222 g dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter de l'eau distillée afin de dissoudre le fluorure de sodium et compléter au volume (solution A). Verser 10 ml de cette solution A dans la fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume (solution B). Chaque millilitre de solution B contient 0,01 mg d'ions fluorure. Transvaser les solutions A et B dans des flacons en polyéthylène en vue de leur conservation.

C.2.2.4.4 Préparation des solutions étalons de fluorure de sodium

Verser 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml et 25 ml de solution B (C.2.2.4.3) dans des fioles jaugées de 100 ml repérées respectivement par A, B, C, D, E et F. Dans chacune de ces fioles, ajouter 25 ml d'EDTA et 10 ml de solution tampon d'hydrochlorure de triéthanolamine et compléter à 100 ml avec de l'eau distillée. Les solutions A, B, C, D, E et F contiennent maintenant respectivement 0,01 mg, 0,02 mg, 0,05 mg, 0,1 mg, 0,2 mg et 0,25 mg d'ions fluorure par volume de 100 ml. Transvaser les solutions dans des béciers de 150 ml en polyéthylène afin de permettre le mesurage des différences de potentiel.

C.2.2.5 Solution d'essai

Peser exactement 5,0 g de pâte dentifrice dans un bécher de 150 ml et ajouter 50 ml d'eau distillée. Agiter sur un agitateur magnétique à environ 40 °C pendant 30 min et laisser refroidir. Centrifuger la solution pendant 10 min à 15 000 tr/min, laver et recueillir la lavure. Transvaser le liquide surnageant, ainsi que la lavure, dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter jusqu'au trait. Transvaser la solution dans un flacon en polyéthylène. Verser 5 ml de cette solution surnageante dans un creuset en platine de 25 ml et ajouter 1 ml de solution de carbonate de sodium à 10 % (fraction volumique). Chauffer le creuset au-dessus d'une flamme jusqu'à siccité. Transférer le creuset dans un four à moufle et chauffer à 600 °C ± 2 °C. Après avoir refroidi le creuset dans un dessiccateur, ajouter 25 ml d'EDTA à 0,1 mol/l et porter à ébullition pendant un certain temps. Laisser refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml (en filtrant la solution si nécessaire). Ajouter 10 ml de solution tampon d'hydrochlorure de triéthanolamine et compléter à 100 ml. Transvaser la solution dans un bécher de 150 ml en polyéthylène afin de permettre le mesurage des différences de potentiel. Agiter les solutions étalons et les solutions d'essai à l'aide de l'agitateur magnétique et mesurer la différence de potentiel constante, exprimée en millivolts. Effectuer simultanément les relevés pour les solutions étalons et les solutions d'essai.

C.2.2.6 Calcul

Une courbe représentant la teneur en ions fluorure en fonction de la différence de potentiel est tracée sur un papier semi-logarithmique. La différence de potentiel, en millivolts, est portée sur l'axe des abscisses et la teneur en ions fluorure, en milligrammes, sur l'axe des ordonnées (sur l'échelle logarithmique).

À partir de la courbe d'étalonnage, déterminer les concentrations, c , en ions fluorure contenus dans la pâte dentifrice, exprimées en parties par million des solutions d'essai, à l'aide de la Formule (C.1):

$$c = \frac{2a \times 10\,000}{m} \quad (\text{C.1})$$

où

- c est la concentration en ions fluorure, en parties par million;
- a est la teneur en ions fluorure, en milligrammes, déterminée à partir de la courbe d'étalonnage;
- m est la masse de l'échantillon, en grammes.

Bibliographie

- [1] ISO 7405, *Art dentaire — Évaluation de la biocompatibilité des dispositifs médicaux utilisés en art dentaire*
- [2] ISO 10993-1, *Évaluation biologique des dispositifs médicaux — Partie 1: Évaluation et essais au sein d'un processus de gestion du risque*
- [3] ÉTATS-UNIS FOOD & DRUG ADMINISTRATION. Anticaries Drug Products for Over-the-Counter Human Use; Final Monograph, Final Rule. Federal Register, 21 CFR Part 310, 1995, p. 52474
- [4] Clinical caries trials: Proceedings of a conference of the American Dental Association on May 17-19, 1983. *J. Dent. Res.* 1984, **63** pp. 693–828
- [5] EC-OJ No. L 291/37-40, Determination of total fluorine in dental creams, 1983
- [6] ÉTATS-UNIS FOOD & DRUG ADMINISTRATION. Standards for fluoride dentifrices. *Fed. Regist.* 1980, **45** p. 62
- [7] AS 2827-1985, *Method for determining soluble fluorine derivatives and total fluorine derivatives in toothpaste*¹⁴
- [8] IS 6356, *Toothpaste — Specification*
- [9] THEMELIS D.G., TZANAVATAS P.D. Simultaneous spectrophotometric determination of fluoride and monofluorophosphate ions in toothpastes using a reversed flow injection manifold. *Anal. Chim. Acta.* 2001, **429** pp. 111–116
- [10] WANG T., LI S.F.Y. Development of a capillary electrophoresis method with indirect photometric detection for the determination of anions related to anticaries. *J. Chromatogr. A.* 1997, **781** pp. 457–466
- [11] BIEMER T.A., ASRAL N., SIPPY A. Ion chromatographic procedures for analysis of total fluoride content in dentifrices. *J. Chromatogr. A.* 1997, **771** pp. 355–359
- [12] LOUIS D., WILKES A.J., TALBOT J.M. Optimization of total fluoride analysis by capillary gas chromatography. Part I: Silica-based dental creams. *Belg. Pharm. Acta Helv.* 1996, **71** pp. 273–277
- [13] Pharmacopée des États-Unis, Heavy metal analysis in toothpastes, 1990, pp. 1523–1524
- [14] Pharmacopée du Royaume-Uni, Heavy metal analysis in toothpastes, 1990, pp. 87–88
- [15] PHARMACOPEE DU JAPON. *Heavy metals limit test*. Seizième édition, 2011, pp. 29–30
- [16] Lignes directrices pour l'évaluation de l'efficacité des dentifrices, Projet de Travail (8-95) de la Commission FDI. *Journal dentaire international*, 1999, 49, pp. 311–316
- [17] CTFA, Determination of adequacy of preservation of cosmetics and toiletry formulations, 1973
- [18] CTFA, Microbiological limit guidelines for cosmetic and toiletries, 1973

¹⁴ Annulée.

- [19] CTFA, Microbial quality management, 1990
- [20] JSQI: 2006, Japanese Standard of Quasi-Drug Ingredients
- [21] SABS 1302, *Standard specification for toothpastes*
- [22] CEE 88/667, Guidelines for analysis methods of cosmetic products
- [23] Le Chirurgien Dentiste de France, Association dentaire française, 1983, 193, pp. 49–51
- [24] Règlement concernant la certification et l'accord technique relatif aux dentifrices. Décret du Journal officiel français 80/524, juillet 1982
- [25] POPE D.G. *Accelerated stability testing for production of drug product stability*. *Drugs and Cosmetics*, 1980, pp. 54–62.
- [26] HEFFERREN J.J. A laboratory method for assessment of dentifrice abrasivity. *J. Dent. Res.* 1976, **55** pp. 563–573
- [27] HEFFERREN J.J., SCHEMEHORN B.R., STORECK A., LERCH M., LI N. Silica as a reference for laboratory dentifrice assessment methods: Multiple site collaborative study. *J. Clin. Dent.* 2007, **18** pp. 12–16
- [28] Recommended assay procedure for the testing of fluoride containing dentifrices. American Dental Association, 1989
- [29] HATTAB F.N. Analytical methods for the determination of various forms of fluoride in toothpastes. *J. Dent.* 1989, **17** pp. 77–83
- [30] BS 5136, *Specification for toothpastes*
- [31] ISO 16212, *Cosmétiques — Microbiologie — Dénombrement des levures et des moisissures*
- [32] ISO 18416, *Cosmétiques — Microbiologie — Détection de Candida albicans*
- [33] ISO 21148, *Cosmétiques — Microbiologie — Instructions générales pour les examens microbiologiques*
- [34] ISO 21149, *Cosmétiques — Microbiologie — Dénombrement et détection des bactéries aérobies mésophiles*
- [35] ISO 21150, *Cosmétiques — Microbiologie — Détection d'Escherichia coli*
- [36] ISO 22717, *Cosmétiques — Microbiologie — Détection de Pseudomonas aeruginosa*
- [37] ISO 22718, *Cosmétiques — Microbiologie — Détection de Staphylococcus aureus*
- [38] ISO 29621, *Cosmétiques — Microbiologie — Lignes directrices pour l'appréciation du risque et l'identification de produits à faible risque microbiologique*
- [39] ISO 5725-1, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*

- [40] ISO 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*
- [41] ISO 5725-3, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*
- [42] ISO 5725-4, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 4: Méthodes de base pour la détermination de la justesse d'une méthode de mesure normalisée*
- [43] ISO 5725-5, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 5: Méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée*
- [44] ISO 5725-6, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude*

Licensed by BNM
To CTN Dentifrice
Single-user licence only, copying and networking prohibited.