

## 2. 골시멘트 (관련규격: ISO 5833:2002)

### 1. 적용범위

#### 1.1 적용범위

이 기준규격은 「의료기기 품목 및 품목별 등급에 관한 규정」(식품의약품안전처 고시) 소분류 B03190.01 골시멘트에 적용되는 것으로 인공엉덩이뼈관절, 인공무릎관절 등 인체 뼈에 고분자 또는 금속 소재의 임플란트를 고정시키는 목적으로 사용하는 아크릴릭 레진계 골시멘트에 한한다.

<sup>주)</sup>아크릴릭 레진계 골시멘트의 종류에는 주사기용과 반죽용이 있으며, 이식시점에 바로 섞어서 사용할 수 있도록 멸균된 분말과 액체성분을 포함하는 단위로 제공된다. 분말성분에는 고분자 입자 및 개시제가 포함되며, 필요한 경우 방사선 불투과성 물질이 포함된다. 방사선 불투과성 물질은 별도로 제공되는 경우도 있다.

### 2. 시험규격

#### 2.1 물리·화학적 시험

##### 2.1.1 외관

육안으로 관찰하였을 때, 다른 입자나 오염물질이 없어야 하며, 분말에는 덩어리가 없어야 한다.

##### 2.1.2 용량

골시멘트 5개의 액체성분의 부피 및 분말성분의 무게를  $\pm 0.1\text{ml}$  또는  $\pm 0.1\text{g}$ 의 정확도로 측정하였을 때 오차 범위가 표시치의 5% 이내이어야 한다.

##### 2.1.3 중금속시험

골시멘트를 혼합 및 경화하여  $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 에서  $(72 \pm 2)$  시간 동안 용출한 후, 검액 10ml를 취하여 대한약전 일반시험법 중금속 시험법 제1법에 따라 시험하였을 때, 검액의 색이 비교액의 색보다 진하지 않아야 한다.(비교액: 납 표준액 2.0ml)

##### 2.1.4 구성성분의 확인 또는 함량 시험

아래의 표 1과 같이 골시멘트의 분말 및 액상의 구성 성분에 대해 GC(Gas Chromatography), FTIR(Fourier transform Infra-Red), HPLC (High-performance liquid chromatography), MS(Mass Spectroscopy), X-ray, 적정법(Titration) 및 이와 동등 이상의 시험방법으로 확인시험을 시행하여 각 제품별로 표방하는 성분에 대해 확인한다. 또한, 함량시험으로 확인시험을 대신할 수 있다.

표 1 구성성분의 예

구분	구성성분의 예
분말	PMMA(Poly Methyl Methacrylate), Barium Sulphate(BaSO <sub>4</sub> ), DiBenzoyl Peroxide(BPO), 항생제(포함된 제품인 경우에 한함) 등
액상	MMA(Methyl Methacrylate), DMPT(N, N-Dimethyl Para Toluidine), Hydroquinone 등

※ 구성성분은 제품별로 다를 수 있음

### 2.1.5 액체성분의 안정성

#### 2.1.5.1 기준

아래의 시험방법으로 시험하였을 때, 액체성분의 흐름시간(점성)은 10% 이상 증가하지 않아야 한다. 두 개의 액체성분에 대해서 시험한다.

#### 2.1.5.2 시험기구 및 검액의 준비

시험시작 전 최소 1시간 동안 점도계(viscometer)와 골시멘트의 액체성분이 (23 ± 1) °C가 유지되도록 하고, 이 온도에서 해당 시험을 진행한다.

#### 2.1.5.3 시험방법

- a. 점도계에 액체성분을 채운다.
- b. 액체성분의 액면(meniscus)이 평형의 수준이 될 때까지의 시간을 제어 흐름시간  $t_a$ 로 기록한다. ( $t_a$ )
- c. 액체성분을 압소의 조건으로 밀폐용기에 넣어 (60 ± 2)°C에서 (48 ± 2)시간 동안 가열한 후, (23 ± 1)°C가 되도록 식힌 후, 해당 온도에서 최소 1시간 동안 유지 한다.
- d. a에서 b항까지의 시험을 반복하여 흐름시간  $t_b$ 로 기록한다. ( $t_b$ )

#### 2.1.5.4 결과의 분석

다음의 식을 이용하여 액체성분의 흐름시간 변화( $\Delta t$ )를 백분율로 계산한다.

$$\Delta t = \frac{t_b - t_a}{t_a} \times 100\%$$

#### 2.1.6 반죽시간

##### 2.1.6.1 기준

아래의 방법으로 시험하였을 때, 반죽용 골시멘트의 반죽시간은 평균 5분 이내이어야 하며, 각 반죽용 골시멘트 간의 반죽시간의 허용오차는 1분 30초 이내 이어야 한다.

##### 2.1.6.2 시험기구 및 조건

반죽에 사용할 골시멘트 및 관련 도구들을  $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 가 되게 만들어, 상대습도 40% 이상에서 최소 2시간 동안 보관하여, 이 온습도 조건 하에서 실험한다.

##### 2.1.6.3 시험방법

- a. 제조원에서의 사용설명서에 따라 골시멘트를 혼합한다.
- b. 액체성분이 분말성분에 첨가될 시점부터 시간을 측정한다.
- c. 약 1 분 후, 가루가 없고 물 세척이 되지 않은 수술용 라텍스 장갑을 끼고 혼합물의 표면을 조심스럽게 만져보고, 손가락이 표면에서 떨어질 때, 반죽용 골시멘트와 장갑 사이에 섬유가 형성되는지 여부를 관찰한다.
- d. 골시멘트의 아랫부분이 공기에 노출되도록 혼합하면서 최대 15초 간격으로 c항의 방법대로 관찰한다. 이 때, 이전에 시험하지 않았던 장갑의 면으로 시험하여야 한다.
- e. 장갑을 낀 손가락이 처음으로 골시멘트로부터 깨끗이 분리된 시간을 그 골시멘트의 반죽 시간으로 기록한다.
- f. 두 번째 골시멘트에 대하여 a항에서 e항까지의 시험을 반복한다.
- g. 두 반죽 시간의 차이가 30초 이상이 될 경우, 추가로 두 개의 골시멘트를 이용하여 시험한다.
- h. 2회 또는 4회 시험한 반죽시간의 평균을 계산한다. 가장 근사한 15초 단위로 계산하여 나머지 값을 버린 후, 평균 반죽시간을 구한다.

#### 2.1.7 최고온도 및 경화시간

##### 2.1.7.1 기준

그림 1의 주형을 이용하여 아래의 방법으로 시험하였을 때, 최고온도와 경화시간은 다음의 표와 같아야 한다.

	최고온도(°C)		경화시간(분)
	평균	허용오차	평균
주사기용	90	± 5	6.5 ~ 15
반죽용	90	± 5	3 ~ 15

### 2.1.7.2 시험기구 및 조건

반죽에 사용할 골시멘트 및 관련 도구들을 (23 ± 1)°C가 되게 만들어, 상대습도 40% 이상에서 최소 2시간 동안 보관하여, 이 온습도 조건 하에서 실험한다.

### 2.1.7.3 시험방법

- 틀에 있는 직경이 약 0.5mm인 와이어로 된 열전쌍으로부터 주변온도를 측정한다.
- 제조원에서의 사용설명서에 따라 골시멘트를 혼합한다.
- 액체성분이 분말성분에 첨가될 시점부터 ± 0.1초의 정확도로 시간을 측정한다.
- 반죽을 충분히 한 후, 틀에 골시멘트 약 25g을 채운 후 플런저를 장착하고, 틀 밖으로 나온 골시멘트는 제거한다. 주사기용 골시멘트의 경우 주사기로부터 틀을 채워 시험한다.
- 온도가 떨어지기 시작한 후까지의 온도를 측정한다.
- 두 번째 골시멘트에 대하여 a항에서 f항까지의 시험을 반복한다.
- 두 골시멘트의 최고 온도 차이가 10°C 이상 나거나 경화 시간이 1분 이상 차이가 난 경우, 추가로 두 개의 골시멘트를 이용하여 시험한다.
- 그림 2와 같이 1°C 단위로 각 골시멘트의 온도와 시간 곡선을 그려 최고 온도를 기록한다.

### 2.1.7.4 결과의 분석

- 2개 또는 4개의 최고 온도 값의 평균을 계산하여, 1°C 단위로 기록하고, (0.5°C 이상 반올림) 이 결과를 최고온도로 한다.
- 경화시간( $T_{set}$ )은 그림 2의 표를 참고하여 아래의 식에 따라 구한다.

$$T_{set} = \frac{T_{max} + T_{amb}}{2}$$

( $T_{set}$ : 나항에 따라 기록한 온도,  $T_{max}$ : 최고온도)

- $T_{set}$  값을 5초 단위로 기록한다. 2개 또는 4개의 골시멘트에 대한 평균값을 계산하여, 가장 근사한 15초 단위로 계산하여 나머지 값을 버린 후, 이 값을 경화시간으로 한다.

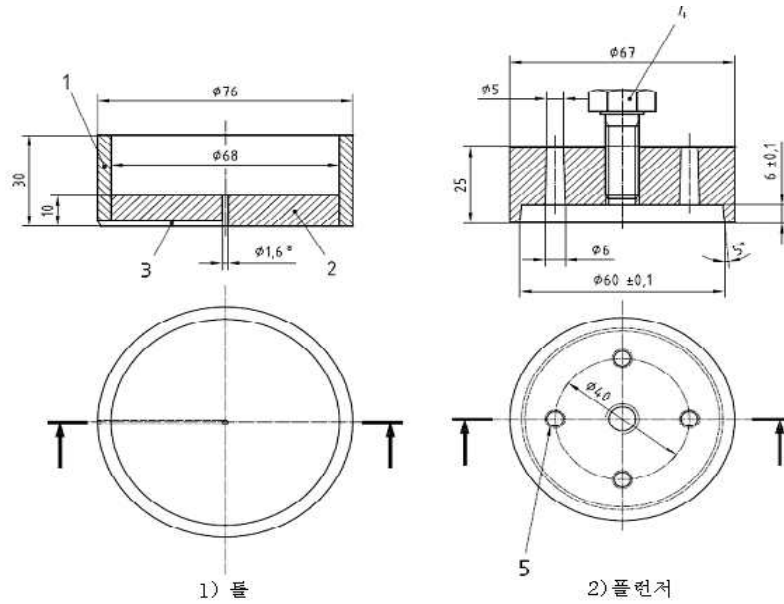


그림 1 최고온도와 경화시간을 시험하기 위한 주형

1. 외부링, 2. 바닥, 3. 열전쌍을 위한 통로, 4. 시편을 제거하기 용이하도록 적당한 크기를 가진 고분자 스크류, 5. 과도한 골시멘트가 방출될 수 있는 점점 굽기가 가늘어지는 네 개의 구멍, a 열전쌍을 위한 구멍의 직경

(단위 : mm, 허용오차 :  $\pm 0.2\text{mm}$ (표시가 되어있지 않은 경우에 한함))

\* 주형의 재질 : Polytetrafluoroethylene, Poly(ethylene terephthalate), Polyoxymethylene, HDPE 중 택 1

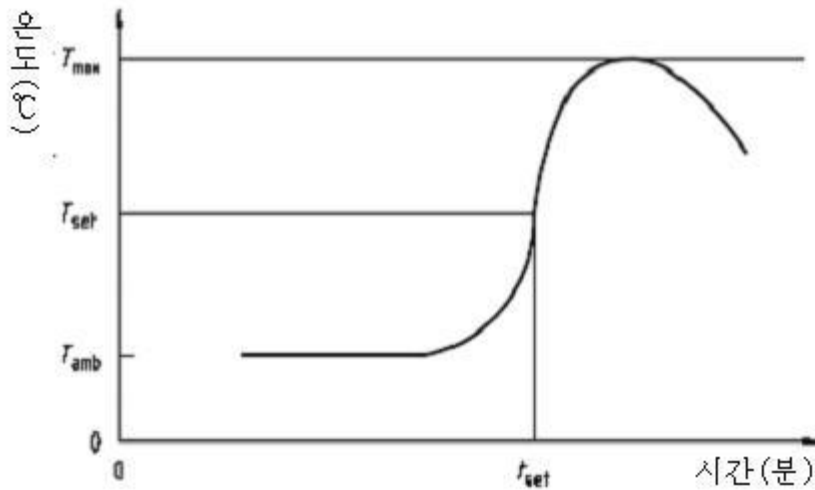


그림 2 최고온도와 경화시간을 결정하기 위한 전형적인 곡선

## 2.2 성능시험

### 2.2.1 압축강도

#### 2.2.1.1 기준

아래의 방법으로 시험하였을 때, 압축강도는 70MPa 이상이어야 한다.

#### 2.2.1.2 시험기구 및 조건

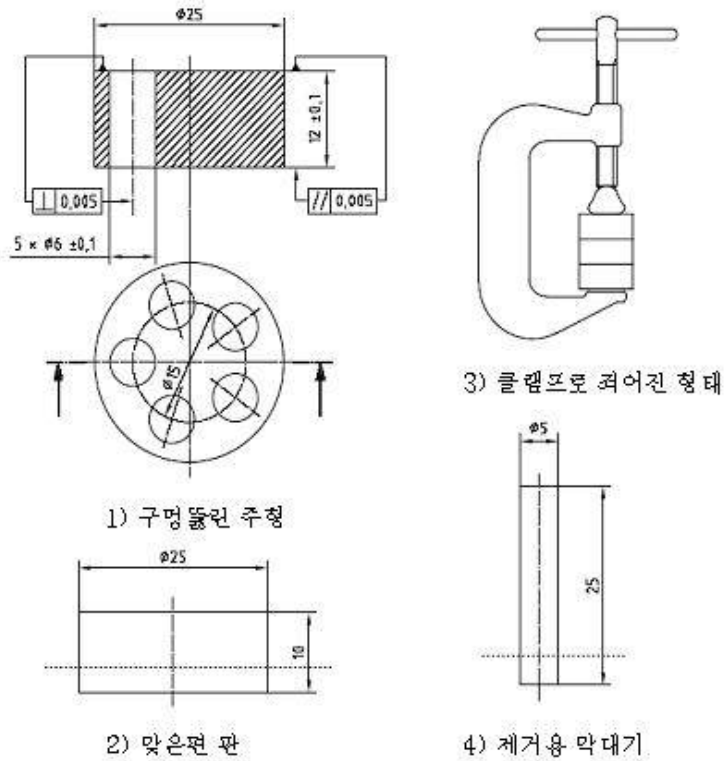
- a. 그림 3과 같은 스테인리스 스틸 재질의 주형 또는 연마된 골시멘트가 길이 ( $12 \pm 0.1$ )mm 및 직경 ( $6 \pm 0.1$ )mm가 되도록 알맞은 형태의 주형을 사용한다.
- b. 반죽에 사용할 골시멘트 및 관련 도구들을 ( $23 \pm 1$ ) $^{\circ}$ C가 되게 만들어, 상대습도 40% 이상에서 최소 2시간동안 보관하여, 이 온습도 조건 하에서 실험한다.

#### 2.2.1.3 시험방법

- a. 제조원에서의 사용설명서에 따라 골시멘트를 혼합한다.
- b. 반죽용 골시멘트의 경우에는 5항에 의해 얻어진 반죽시간으로부터 1분 이내에 구멍 뚫린 주형에 골시멘트를 약간 넘치게 채우고, 맞은편 판을 맞물린다. 주사기용 골시멘트의 경우에는 주사기로 구멍 뚫린 주형을 반죽용 골시멘트와 같은 방식으로 채워 준비한다.
- c. 구멍 뚫린 주형과 맞은편 판을 서로 고정시켜 골시멘트가 굳도록 클램프에 1시간 동안 둔다.
- d. 제거봉을 이용하여 실린더 형태의 골시멘트를 주형에서 제거한다.
- e. 실린더를 ( $23 \pm 1$ ) $^{\circ}$ C 온도조건으로 24시간 동안 보관한 후, 각 시편의 평균직경을 측정한다. 이 때, 시편의 직경은 최소한 두 절단면에 대하여 서로 수직인 두 방향에서 측정한다.
- f. 시편을 시험기기에 놓고 (19.8 ~ 25.6) mm/min의 크로스헤드 속도로 측정하여 그림 4와 같은 하중변형 곡선을 나타내거나, 시편이 깨지면 기기의 작동을 중지시킨다.
- g. 각각의 시편에 대하여 a항에서 f항까지의 시험을 반복한다.

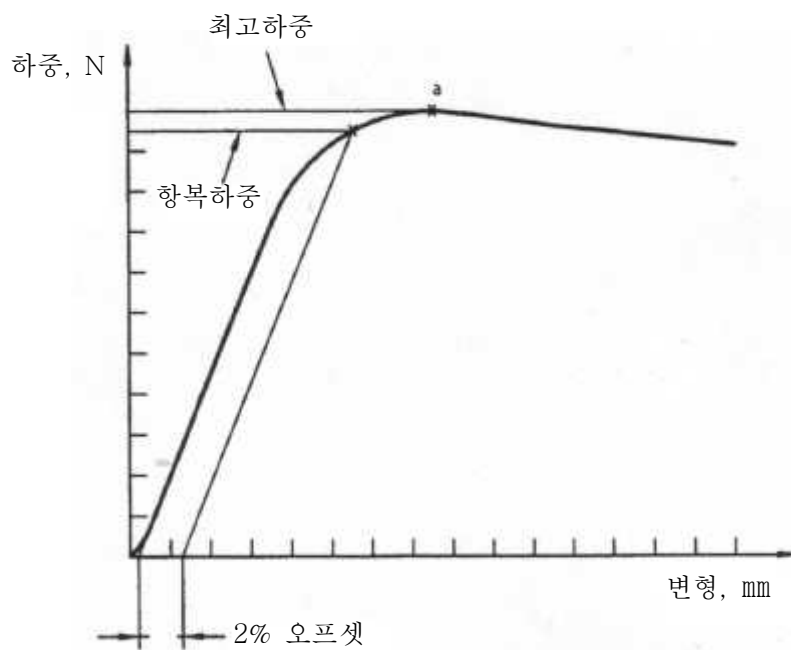
#### 2.2.1.4 결과의 분석

각각의 시편에 대하여 균열을 일으킨 힘의 값 또는 2% 오프셋 하중 또는 최고 하중에 대하여 기록하고, 이 하중 값을 시편의 단면적으로 나누어 MPa 단위의 압축강도로 표시한다. 다섯 개 시편의 평균 압축강도를 구하여 이 값을 제품의 압축강도로 한다.



(단위 : mm, 허용오차 :  $\pm 0.2\text{mm}$  (표시가 되어있지 않을 경우에 한함))

그림 3 압축강도 시험을 위한 주형



a. 상항복점

그림 4 이상적인 하중변형곡선

## 2.2.2 굴곡강도 및 굴곡계수

### 2.2.2.1 기준

아래의 방법으로 시험하였을 때, 굴곡강도와 굴곡계수는 각각 50MPa, 1,800MPa 이상이어야 한다.

### 2.2.2.2 시험기구 및 조건

- 그림 5와 같은 굴곡강도 시험장비 및 약 75mm×10mm×3.3mm(가로×세로×높이) 크기의 polytetrafluorethylene, poly(ethylene terephthalate), polyoxymethylene, high density polyethylene, aluminium alloys 재질로 이루어진 주형을 5개 준비한다.
- 각 주형 당 주형의 위쪽과 아래쪽을 덮기에 적합한 재질로 이루어진 평평하고 부드러운 판과 폴리에스터 필름 및 C-클램프를 준비한다.
- 반죽에 사용할 골시멘트 및 관련 도구들을 (23±1)℃가 되게 만들어, 상대습도 40% 이상에서 최소 2시간동안 보관하여, 이 온습도 조건 하에서 시편을 만든다.

### 2.2.2.3 시편의 제작

- 주형의 아래쪽을 폴리에스터 필름으로 덮고, 판위에 주형을 올려놓는다.
- 제조원에서의 사용설명서에 따라 골시멘트를 혼합한다.
- 반죽용 골시멘트의 경우에는 5항에 의해 얻어진 반죽시간으로부터 1분 이내에 부드럽게 주형에 채우고, 폴리에스터 필름을 얹은 다음 판을 위에 올려놓고, 클램프에 맞물린다. 주사기용 골시멘트의 경우에는 주사기로 주형을 채우고, 반죽용 골시멘트와 같은 방식으로 나머지 사항을 준비한다.
- 약 1시간 후에 클램프에서 시편을 제거하고, 위·아래판과 폴리에스터 필름을 시편에서 분리하고, 주형에서 시편을 제거한다.
- 시편이 과열되지 않도록 주의하면서, 시편의 테두리와 윗면을 400grade의 사포로 습식 연마하여 요구되는 크기(75mm × 10mm × 3.3mm; 허용오차 : ± 0.1mm)로 만든다. 연마하지 않은 아랫면은 굴곡강도를 시험하는 동안 힘을 받는 면으로 사용할 것이므로, 표시를 해 둔다.

### 2.2.2.4 시험방법

- 시험 전에 시편을 (23±1)℃의 조건으로 (24±2)시간 동안 보관한다.
- 시편의 최소한 3곳의 단면에 대해 치수를 측정(오차 범위 : 0.1mm)하고, 4-point 굴곡강도 시험장비에 대칭적으로 위치시킨다.
- Central loading plunger에 크로스헤드 속도 (5±1)mm/min로 0부터 서서히 증가시키고, 적용된 힘으로 인한 시편의 휘는 정도를 기록한다. 시편이 부서질 때까지 힘을 계속 증가시킨다.
- 15N 및 50N의 힘을 가하였을 때 시편이 휘는 정도를 가장 근사한 0.05mm의 단위까지 기록하고, 시편이 부서질 때의 힘을 값을 가장 근사한 0.5N의 단위까지 기록한다.



f. 나머지 4개의 시편 각각에 대하여 a항에서부터 e항까지의 시험을 반복한다.

#### 2.2.2.5 결과의 계산

시험방법 다음의 계산식에 의하여 굴곡강도와 굴곡계수를 계산하고, 5개 시편에 대한 굴곡강도와 굴곡계수의 평균값과 표준편차를 MPa로 계산한다.

$$\text{굴곡강도}(B) = \frac{3F_a}{bh^2}$$

F : 시편 파괴시의 힘(N)

b : 시편 세로길이의 평균값(mm)

h : 시편 높이의 평균값(mm)

a : inner와 outer loading points 사이의 거리 20mm

$$\text{굴곡계수}(E) = \frac{\Delta F_a}{4fbh^3} (3l^2 - 4a^2)$$

f : 15N과 50N의 힘을 가하였을 때의 휘어진 정도의 차이(mm)

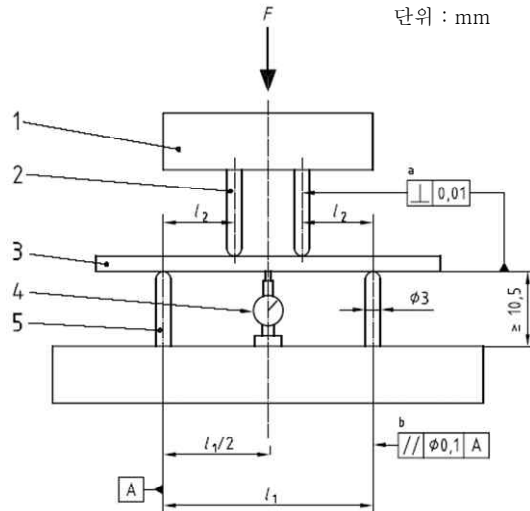
b : 시편 세로길이의 평균값(mm)

c : 시편 높이의 평균값(mm)

l : outer loading points 사이의 거리 60mm

$\Delta F$  : 하중 범위(50N-15N=35N)

a : inner와 outer loading points 사이의 거리 20mm



1. Central loading plunger
  2. Inner loading points
  3. Test specimen
  4. Device for measuring deflection(dial gauge or other device)
  5. Outer loading points
- F : Force  
 $l_1$  : distance between outer loading points  $[(60 \pm 1)\text{mm}]$   
 $l_2$  : distance between outer and inner loading points  $[(20 \pm 1)\text{mm}]$   
a : All loading points  
b : Between any two loading points

그림 5. 4-point 굴곡강도 시험장비

## 2.2.3 유출

### 2.2.3.1 기준

반죽용 시멘트에 한하여 아래의 방법으로 시험하였을 때, 최소한 한 검체의 평균 유출은 2mm 이상이어야 한다.

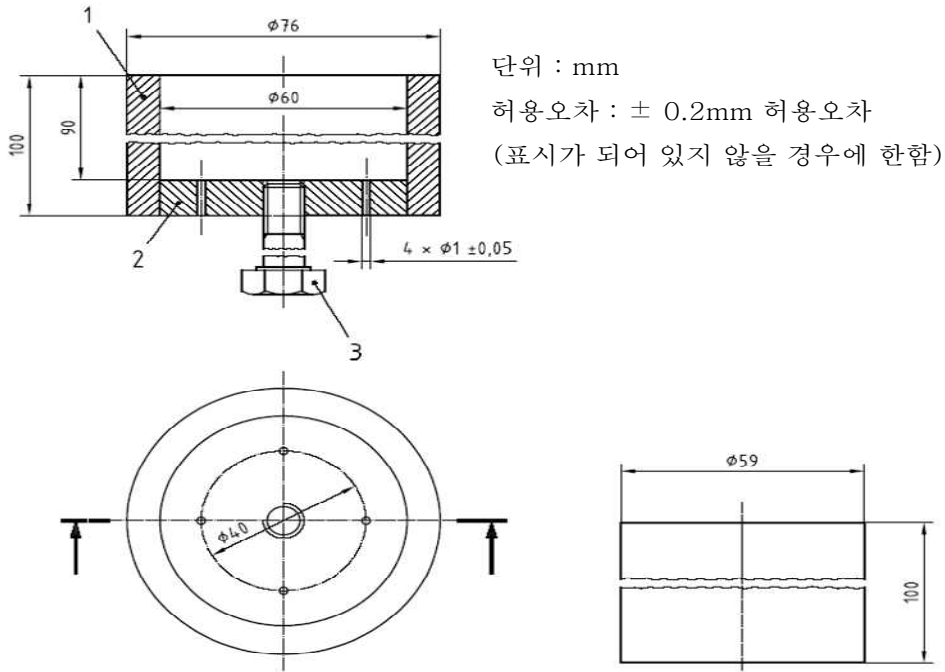
### 2.2.3.2 시험조건

반죽에 사용할 골시멘트 및 관련 도구들을  $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 가 되게 만들어, 상대습도 40% 이상에서 최소 2시간동안 보관하여, 이 온습도 조건 하에서 실험한다.

### 2.2.3.3 시험방법

- a. 제조원에서의 사용설명서에 따라 골시멘트를 혼합한다.
- b. 반죽용 골시멘트의 경우에는 5항에 의해 얻어진 반죽시간을 결정한 후, 반죽을 그림 6의 주형에 넣어 플런저를 삽입한다.
- c. 반죽시간에 도달한지 1분  $\pm$  10초 후에, 1분  $\pm$  2초 동안 플런저에  $(49 \pm 1)\text{N}$ 의 힘을 가한다. 힘을 제거하고, 골시멘트가 굳도록 둔다.

- d. 경화된 골시멘트를 주형에서 분리한 후, 주형에 있는 네 개의 구멍을 통해 유출된 골시멘트의 정도를 측정한다.
- e. 유출된 골시멘트의 정도는 골시멘트가 채워지지 않은 구멍의 깊이를 처음의 구멍깊이에서 빼는 방법으로 측정하고, 구멍 네 개의 평균값을 가장 근사한 0.5mm까지 측정한다.
- f. 평균 유출된 값이 2mm 미만인 경우, a항에서 e항까지를 반복하여 재시험한다.



1. outer ring; 2. 바닥면; 3. 시편을 제거하기에 적합한 크기의 폴리머나사(선택사항)

그림 6 유출시험을 위한 주형

2.3 생물학적 안전에 관한 시험

「의료기기의 생물학적 안전에 관한 공통기준규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 시험한다.

2.4 무균시험

「의료기기의 생물학적 안전에 관한 공통기준규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 시험한다.

2.5 EO 가스 잔류량 시험

「의료기기의 생물학적 안전에 관한 공통기준규격」(식품의약품안전처 고시)에 따라 시험한다.