

14. 연고형근관충전재, 치과용근관충전실러 (관련규격: ISO 6876:2001)

1. 적용범위

이 기준규격은 「의료기기 품목 및 품목별 등급에 관한 규정」(식품의약품안전처 고시) 소분류 C10020.01 연고형근관충전재 또는 C10050.01 치과용근관충전실러에 적용된다.

2. 시험규격

2.1 이물질

3.2에 따라 시험할 때, 이물질이 없어야 한다.

2.2 유동도

3.3에 따라 시험할 때, 각 원관의 직경이 20mm 이상이어야 한다.

2.3 작업시간

3.4에 따라 시험할 때, 제조자가 제시한 작업시간의 90% 이상이어야 한다.
단, 제조자가 제시한 작업시간이 30분 미만인 시료에 대해서만 적용한다.

2.4 경화시간

3.5에 따라 시험할 때, 30분 미만의 경화시간을 갖는 시료에 대해서는 제조자가 제시한 경화시간의 110% 보다 크지 않아야 한다.
30분 이상 72시간 이하의 경화시간을 갖는 시료 중 제조자가 경화 시간을 제시한 경우에는 제조자가 제시한 경화시간 이내이어야 한다.

2.5 피막도

3.6에 따라 시험할 때, 50 μ m 이하이어야 한다.

2.6 방사선 불투과도

3.7에 따라 시험할 때, 두께 3mm 이상의 알루미늄과 동일한 방사선 불투과도를 가져야 한다.

2.7 용해도

3.8에 따라 시험할 때, 질량비의 3% 이하이어야 하며, 분해 흔적이 나타나지 않아야 한다.
단, 경화되는 시료에 대해서만 적용한다.

2.8 경화 후 크기변화

3.9에 따라 시험할 때, 수축의 경우 1.0%, 팽창의 경우 0.1% 이하이어야 한다.

2.9 생물학적 안전에 관한 시험

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

3. 시험방법

3.1 시험환경

제조자가 제시한 조건이 없는 경우, 모든 시험은 온도 (23 ± 2) $^{\circ}\text{C}$, 상대습도 (50 ± 5) % 조건에서 시행되어야 한다.

3.2 이물질

시료를 육안으로 검사하여, 이물질이 있는지 확인한다.

3.3 유동도

3.3.1 시험기구

3.3.1.1 두 개의 유리판 : 최소 40mm × 40mm 크기와 약 5mm 두께

주) 1개의 유리판의 무게는 약 20g

3.3.1.2 추 : 약 100g

3.3.1.3 눈금이 표시된 주사기 : (0.05 ± 0.005)ml의 시료를 주입할 수 있어야 한다.

3.3.2 시험절차

제조자가 제시한 방법에 따라 시료를 혼합 또는 준비한다.

주사기(3.3.1.3)를 사용하여 하나의 유리판(3.3.1.1) 중심에 (0.05 ± 0.005)ml의 시료를 놓는다. 혼합시작 (180 ± 5)초 후에 시료 중심 위에 두 번째 유리판을 올려놓고 추(3.3.1.2)를 올려놓아 총 무게가 (120 ± 2)g이 되도록 한다. 혼합시작 또는 유리판에 시료를 올려 놓은 후 10분 뒤에 추를 제거하고, 시편의 최대, 최소 직경을 측정한다. 두 직경의 차이가 1mm 미만이면, 평균값을 계산하여 기록하고 1mm 이상이면, 시험을 반복한다.

3.3.3 결과의 평가

3.3.3.1 3회 시험하여 각 시험의 결과가 2.2를 만족하여야 한다.

3.3.3.2 작업시간 시험방법에 부합하도록, 세 시료의 평균값을 mm로 계산한다.

3.4 작업시간

제조자가 제시한 작업시간이 30분 미만인 시료에만 시험한다.

3.4.1 시험기구

3.3.1의 시험기구를 사용한다.

3.4.2 시험절차

제조자가 제시한 작업시간을 적용할 때, 3.3.2의 시험방법과 동일한 방법으로 시험한다. 제조자가 제시한 혼합시작 시점과 경화시점 사이에 힘을 가하는 시간을 증가시키면서 시험하되, 각 경우마다 새로운 시료를 사용한다. 시료의 직경이 3.3.3에서 결정된 평균 유동도 값보다 10% 미만일 때를 작업시간으로 한다.

3.4.3 결과의 계산 및 표시

3회 시험하여 평균값을 계산하고, 시료의 작업시간을 30초 단위로 기록한다.

3.5 경화시간

3.5.1 시험기구

3.5.1.1 항온 항습기 : 온도 (37 ± 1) $^{\circ}\text{C}$, 상대습도 95% 이상을 유지할 수 있어야 한다.

3.5.1.2 압흔기 : 무게 (100 ± 0.5)g, 끝이 평평하고, 직경 (2 ± 0.1)mm를 가져야 한다. 압흔기의 끝은 최소 5mm 이상의 원통형으로 평평하고 장축 방향에 대하여 직각이어야 한다.

3.5.1.3 몰드

1) 경화하는 동안 습기를 필요로 하지 않는 시료의 경우, 내경(d) 10mm, 높이(h) 2mm인 와동을 가진 스테인리스강으로 된 링 몰드를 사용한다.

2) 경화하는 동안 습기를 필요로 하는 시료의 경우, 내경(d) 10mm, 높이 (h) 1mm인 와동을 가진 치과용 석고(ISO 6873에 적합한 것)몰드를 사용한다.

3.5.1.4 금속 블록 : 적어도 1시간 동안 항온 항습기(3.5.1.1)에서 (37 ± 1) $^{\circ}\text{C}$ 로 유지된 최소 8mm

× 20mm × 10mm의 크기를 갖는 것

3.5.1.5 편평한 유리판 : 두께 약 1mm 정도(예. 현미경 슬라이드)

3.5.2 시편의 준비

제조자가 제시한 사용방법에 따라 시료를 준비한다.

1) 경화하는 동안 습기를 필요로 하지 않는 시료의 경우, 유리판(3.5.1.5)위에 몰드(3.5.1.3)를 놓고, 혼합한 시료를 채운다. 이것을 혼합종료 시점으로부터 (120 ± 10)초 후에 항온 항습기 내의 금속 블록(3.5.1.4) 위에 놓는다.

2) 경화하는 동안 습기를 필요로 하는 시료의 경우, 37℃, 상대습도 95%에서 24시간 동안 석고 몰드를 보관한 후, 이 석고 몰드의 와동에 혼합한 시료를 채운다.

3.5.3 시험절차

제조자가 제시한 경화시간이 되면 조심스럽게 압흔기(3.5.1.2)를 수직으로 내린다. 압흔기의 끝을 닦고, 압흔이 생기지 않을 때까지 반복한다. 혼합종료 시점부터 이때까지의 시간을 기록한다.

3.5.4 결과의 평가

3회 시험하여, 각 시험의 결과가 2.5를 만족하여야 한다.

3.6 피막도

3.6.1 시험기구

3.6.1.1 두 개의 편평한 유리판 : 최소 5mm의 균일한 두께를 가지고 대략 (200 ± 10)mm²의 접촉 표면적을 가져야 한다.

3.6.1.2 하중기 : (150 ± 3)N의 하중을 가할 수 있는 기구

3.6.1.3 마이크로미터 또는 이와 동등한 측정기구 : 1μm의 정확도

3.6.2 시험절차

제조자의 제시한 사용방법에 따라 시료를 혼합 또는 준비한다.

두 개의 유리판(3.6.1.1)을 합하여 두께를 1μm의 정확도로 측정한다.

적량의 시료를 유리판 중앙에 올려놓고, 시료 위에 나머지 유리판을 위치시킨다. 혼합시작 또는 시료를 유리판에 올려놓고, (180 ± 10)초 후에 하중기(3.6.1.2)로 150N의 하중을 수직으로 가한다. 시료가 유리판 사이 면적을 채우도록 한다.

혼합시작 또는 유리판에 시료를 올려놓은 후 10분 뒤에 두 유리판과 시료의 전체 두께를 측정한다.

3.6.3 결과의 표시 및 평가

유리판 사이에 시료가 있을 때와 없을 때의 두께 차이(시편만의 두께)를 기록한다. 3회 시험하여 각 시험의 결과가 2.5를 만족하여야 한다.

3.7 방사선 불투과도

3.7.1 시험기구

3.7.1.1 스테인리스강 링 몰드 : 내경 (10 ± 0.1)mm, 높이 (1 ± 0.01)mm를 가지며, 플라스틱, 종이 또는 다른 방사성 투과성 물질로 만들어진 뚜껑을 가져야 한다.

3.7.1.2 치과용 X선 장비

(65 ± 5)kV로 작동할 수 있어야 한다.

3.7.1.3 치과용 X선 필름 : 감도 D또는 E 필름(ISO 3665에 적합한 것)과 현상액, 정착액

3.7.1.4 알루미늄 스텝 웨지 : 길이 50mm × 폭 20mm의 크기로 (0.5 ~ 9.0)mm의 두께를 가진 알루미늄 스텝 웨지(순도 98% 이상의 알루미늄으로 최대 0.1% 구리와 최대 1% 이하의 철을 함유)를 사용한다.

3.7.1.5 광학밀도 측정기 : 0.5 ~ 2.5 사이의 광학밀도를 측정할 수 있는 것

3.7.2 시험절차

제조자의 제시한 사용방법에 따라 시료를 혼합 또는 준비한다.

시료를 몰드(3.7.1.1)에 넣고 두께 1mm가 되도록 뚜껑으로 위와 아래를 누른다. 시편을 X선 필름(3.7.1.3)의 중앙에 놓고 그 옆에 알루미늄 스텝 웨지(3.7.1.4)를 위치시킨다.

시편, 알루미늄 스텝 웨지 그리고 필름에 (65 ± 5)kV의 X선을, 촬영 대상과 필름사이의 거리가 약 300mm가 되도록 조사한다. 현상된 필름의 광학밀도가 베이스와 포그를 포함하여 0.5 ~ 2.5 사이가 되도록 한다.

노출된 필름을 현상·정착·건조한 후에, 시편의 광학밀도와 알루미늄 스텝 웨지의 광학밀도를 광학밀도 측정기(3.7.1.5)를 사용하여 비교한다. 시편의 방사선 불투과도는 같은 광학밀도를 가진 알루미늄의 두께를 mm 단위로 나타낸다.

주) X선 필름의 광학밀도는 방사선 불투과도가 증가함에 따라 감소한다.

3.7.3 결과의 평가

시편의 방사선 불투과도는 2.6을 만족하여야 한다.

3.8 용해도

3.8.1 시험기구

3.8.1.1 두 개의 분리된 링 몰드 : 내경 (20 ± 1)mm, 높이 (1.5 ± 0.1)mm를 가진 것

3.8.1.2 네 개의 평평한 유리판

분리된 링 몰드의 최대 치수보다 커야한다.

3.8.1.3 물을 투과하지 않는 플라스틱 시트 : 두께가 (50 ± 30) μ m인 폴리에틸렌 플라스틱

3.8.1.4 접시(오븐용) : 약 90mm의 직경, 최소 70ml 이상의 부피, 그리고 0.001g 단위까지의 중량을 알 수 있는 페트리(Petri), 또는 유리나 세라믹으로 된 적절한 제품

3.8.1.5 항온 항습기 : (37 ± 1) $^{\circ}$ C의 온도와 95% 이상의 상대습도를 유지할 수 있어야 한다.

3.8.1.6 물 : ISO 3696(Water for analytical laboratory use)의 3등급에 해당하여야 한다.

3.8.1.7 건조기 : 오산화인 또는 다른 적합한 건조제를 포함

3.8.1.8 오븐 : (110 ± 2) $^{\circ}$ C의 온도를 유지할 수 있어야 한다.

3.8.2 시편의 준비

아래의 방법 중 하나에 따라 시편을 두 개씩 준비한다.

1) 경화하는 동안 습기를 필요로 하지 않는 시료의 경우, 유리판(3.8.1.2)위에 몰드(3.8.1.1)를 놓고, 제조자가 제시한 사용방법에 따라, 시료를 약간 넘치도록 채운다. 시료 위에 플라스틱 시트(3.8.1.3)와 또 다른 유리판으로 누르고 편평하고, 균일한 표면을 유지하도록 조심스럽게 유리판을 제거한다.

제조자가 제시한 경화시간보다 50% 이상 긴 시간 동안 항온 항습기(3.8.1.5) 안에 시료가 채워진 몰드를 넣는다. 몰드로부터 시편을 제거하고, 무게를 0.001g 정밀도로 측정한다.

2) 경화하는 동안 습기를 필요로 하는 시료의 경우, 유리판 위에 몰드를 놓는다. 제조자가 제

시험 사용방법에 따라 0.02ml / 0.02g 비율의 물(3.8.1.6)과 함께 2g의 시료를 혼합하고, 약간 넘치도록 몰드에 채운다.

시료 위를 플라스틱 시트와 또 하나의 유리판으로 누르고 24시간 동안 항온 항습기 안에 몰드를 넣어둔다. 시편 주변부로부터 조심스럽게 과잉의 시료와 불규칙한 부분을 제거한다. 0.001g 정밀도로 시편의 무게를 측정한다.

3.8.3 시험절차

두 개의 시편을 서로 접촉되지 않도록 접시(3.8.1.4)에 넣는다. (50 ± 1)ml의 물을 첨가하고, 접시의 뚜껑을 덮는다. 24시간 동안 항온 항습기에 접시를 위치시킨 후 시편을 꺼낸다.

시편을 (2 ~ 3)ml의 깨끗한 물로 씻고 그 씻은 물을 원래의 접시에 담는다. 접시 안의 물을 검사한다. 이 때 입자의 존재는 용해된다는 것을 입증하는 근거가 되며 그러한 시료는 2.8에 만족하지 않는다.

접시의 물을 끓이지 않고 증발시키고 (110 ± 2)°C에서 일정한 무게가 되도록 접시를 건조시킨다. 접시를 건조기(3.8.1.7)에서 실온으로 식히고 각각의 무게를 0.001g의 정확도로 측정한다.

3.8.4 결과의 표시 및 평가

0.001g의 정확도로 측정된 접시의 초기 무게와 최종 무게 사이의 차를 시편의 용해된 양으로 기록한다. 이 무게의 차이를 그 두 개 시편의 원래 무게의 합에 대한 백분율로 0.1% 정확도로 기록한다.

2회 시험하여 평균값을 기록한다.

결과는 2.7을 만족하여야 한다.

3.9 경화 후 크기변화

3.9.1 시험기구

3.9.1.1 분리된 원주형 몰드 3개 : 내경 6mm, 높이 12mm의 스테인리스강 또는 시료에 적합한 다른 재료로 만들어야 하고, 경화되는 동안 습기를 필요로 하는 시료를 쉽게 제거하기 위하여 이형제를 사용하는 것이 좋다.

3.9.1.2 6개의 편평한 유리판 : 25mm × 75mm × 1mm의 크기

예) 현미경 슬라이드

3.9.1.3 물을 투과하지 않는 플라스틱 시트

예) $(50 \pm 30)\mu\text{m}$ 두께의 폴리에틸렌 시트

3.9.1.4 25 mm C.클램프 3개

3.9.1.5 항온 항습기 : $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 및 95% 이상의 상대 습도를 유지할 수 있어야 한다.

3.9.1.6 측정기구 : $1\mu\text{m}$ 의 정확도를 가지고 시편 위에 0.1N 이하의 힘을 균등하게 분배시킬 수 있는 장치를 위치시킬 수 있는 기구

3.9.2 시편의 준비

아래의 방법 중 하나에 따라 시편을 세 개씩 준비한다.

1) 경화하는 동안 습기를 필요로 하지 않는 시료의 경우, 제조자가 제시한 사용방법에 따라 2g의 시료를 준비한다.

유리판(3.9.1.2) 위에 폴리에틸렌 시트(3.9.1.3)를 놓고, 몰드를 위치시킨 다음 시료를 약간 넘치도록 채우고, 그 위를 다른 폴리에틸렌 시트와 유리판으로 누른다. C 클램프(3.9.1.4)로 견고하게 유리판과 몰드를 고정한다.

혼합시작 또는 유리판에 시료를 올려놓고 5분 후에 시료가 든 몰드와 클램프를 온도 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$, 상대습도 (95 ~100)%로 옮긴다. 2시간 이내의 경화시간을 갖는 시료는 다음 단계로 진행하기 전에 3.5에 따라 경화시간을 3회 측정한다.

2) 경화하는 동안 습기를 필요로 하는 시료의 경우, 유리판 위에 폴리에틸렌 시트를 놓고, 몰드를 위치시킨다.

제조자가 제시한 사용방법에 따라 $0.02\text{ml} / 0.02\text{g}$ 비율의 물과 함께 시료 2g을 혼합하고, 몰드에 약간 넘치도록 시료를 채운다. 시료 위를 다른 폴리에틸렌 시트(3.9.1.3)와 유리판으로 누르고 3.9.2 1)에 기술된 대로 계속한다.

3.9.3 시험절차

시편이 제작된 후에 연마지(600번)를 사용하여 시편을 포함한 몰드를 움직여서 시료 끝을 편평하게 습윤 연마한다. 시편을 몰드로부터 제거하고, $10\mu\text{m}$ 정확도로 시편의 크기를 측정하고 다시 측정할 때까지 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 의 증류수에 보관한다. 시편을 제작한 지 30일 후에 $10\mu\text{m}$ 정확도로 크기를 다시 측정한다.

3.9.4 결과의 표시 및 평가

초기 길이에 대한 길이의 변화를 백분율로 계산한다. 3회 시험하여 길이 변화의 평균값을 크기변화로 기록한다. 이 결과는 2.8을 만족하여야 한다.

4. 기재사항

4.1 혼합방법 및 성분의 혼합 비율

4.2 작업시간

4.3 경화시간

4.4 치료효과가 있다고 언급한 성분의 표시