

17. 열중합형의치상용레진 (관련규격: ISO 20795-1:2008)

1. 적용범위

이 기준규격은 「의료기기 품목 및 품목별 등급에 관한 규정」(식품의약품안전처 고시) 소분류 C09040.01 열중합형의치상용레진에 적용된다.

2. 분류

레진의 유형에 따라 다음과 같이 분류한다.

2.1 1급 : 분말과 액

2.2 2급 : 플라스틱 케이브

3. 시험규격

3.1 중합전의 재료

3.1.1 용액(Liquid)

3.1.1.1 일반 사항

액상은 근본적으로 분말과 적합한 모노머 재료로 구성된다.

3.1.1.2 균질성

용액은 육안 관찰시 침전이나 앙금이 없어야 한다.

3.1.2 고상(Powder)

고상이나 반고상 성분은 육안 관찰 시 이물질이 없어야 한다.

3.1.3 주입 가소성(중합 전 단계)

혼합된 재료를 4.3에 따라 시험할 때, 제조자가 제시하는 초기 주입 시간 때에 금속 틀(4.3.2.1)의 적어도 2개 이상의 구멍에 0.5mm 이상의 깊이로 주입될 수 있어야 한다.(4.3.4.2) 최종 주입시간 때에 측정할 경우에도 시험규격을 만족하여야 한다.

3.2 중합 후의 재료

3.2.1 표면 특성

제조자의 권장 방법으로 중합하였을 때, 4.5.3, 4.9.2, 4.10.3에 따라 준비된 의치상 시편은 표면이 매끄럽고 단단하며 광택이 있어야 한다.

잔류 메틸메타아크릴 모노머, 흡수도(w_{sp}), 용해도(w_{sl}) 시편들은 시험 후 시편이 뒤틀림 없이 그 외형을 유지해야 한다.

4.6.1.3에 따라 연마할 때, 시험편의 표면이 우수한 광택과 매끄러운 표면을 보여야 한다.

3.2.2 모양 특성

제조사의 지시에 따라 제작하였을 때, 의치상용레진은 매물재를 제거 후 모서리가 있는 판상 시편(4.6.1.3)으로 만들어져야 한다.

3.2.3 색

시편 조각의 색은 4.2에 따라 검사하고 4.4에 따라 시험할 때, 제조사가 제시한 색과 일치하여야 하며, 제조자는 색조 가이드를 제공해야 한다.

유색의 의치상용레진은 반투명(3.2.5, 4.6)하고 색상과 섬유질은 균일하게 분포해야 한다. 투명한 의치상용레진은 투명하고 무색이어야 한다.

3.2.4 색 안정성

4.2에 따라 검사하고 4.5에 따라 시험할 때, 시편은 인지 가능한 미세한 색 변화 이상을 보이지 않으면 안 된다.

3.2.5 반투명성

4.6.2.3에 따라 시험할 때, 빛이 조사된 불투명 디스크를 판상 시편의 반대편에서 볼 수 있어야 한다.

3.2.6 기포

4.6.3.3에 따라 시험할 때, 시편 조각은 육안으로 관찰될 수 있는 기포를 보이지 않아야 한다.

3.2.7 굴곡 강도

4.6.3.3에 따라 시험할 때, 중합체의 최대 굴곡 강도는 65MPa 이상이어야 한다.(표 1 참조)

3.2.8 굴곡 계수

4.6.3.5에 따라 굴곡 계수는 2000MPa 이상이어야 한다.(표 1 참조)

3.2.9 충격저항성이 개선된 재료의 최대응력 확대 계수

제조사에서 충격저항성에 대해 언급했을 경우 4.10에 따라 시험하여 $1.9\text{MPa m}^{1/2}$ 이상의 파괴인성을 가져야 한다.(표 2 참조)

3.2.10 파괴인성

제조사에서 내충격성에 관한 것을 언급했을 경우 4.7에 따라 시험하여 900 J/m^2 이상의 총 파괴인성을 가져야 한다.(표 2 참조)

3.2.11 레진치에 대한 결합성

레진치에 이용하는 의치상용레진은 다음의 시험규격 중 하나에 적합해야 한다.

3.2.11.1 4.8 에 따라 시험할 때 중합체는 이 규격의 레진계인공치아 및 ISO 22112의 시험규격에 따라 레진치에 결합할 수 있어야 한다.

3.2.11.2 결합성에 문제가 있다면, 외부 포장이나 용기에 제조자에 의해 제공되는 특정 처리 방법을 포함해야 한다.

3.2.12 잔류 모노머

4.9에 따라 준비하고 시험할 때, 무게비로 잔류 모노머는 2.2% 이하이어야 하며, 만일 제조자가 낮은 분율의 잔류모노머를 제시한다면 제시치에서 0.2 %를 초과하면 안 된다.

3.2.13 흡수도(w_{sp})

4.10에 따라 시험할 때 부피당 질량의 증가가 $32\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 를 초과하지 않아야 한다.(표 1 참조)

3.2.14 용해도(w_{sl})

4.10에 따라 시험할 때 부피당 질량의 손실이 처리된 중합체는 $1.6\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 를 초과하지 않아야 한다.(표 1 참조)

표 1 시험규격의 요약

굴곡 특성		잔류 모노머 (wt%)	흡수도(w_{sp}) ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)	용해도(w_{sl}) ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$)
굴곡 강도(MPa)	굴곡 계수(MPa)			
65 이상	2000 이상	2.2 이하	32 이하	1.6 이하

표 2 내충격성 제품에 대한 추가적인 시험규격

파괴인성	
최대응력확대계수 ($\text{MPa m}^{1/2}$)	파괴인성 (J/m^2)
1.9 이상	900 이상

3.2.15 생물학적 안전에 관한 시험

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

4. 시험방법

4.1 시험 환경

제조자의 설명서나 이 기준규격에 특정 조건이 정해지지 않았다면, 시편은 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 와 $(50 \pm 10)\%$ 의 상대 습도에서 준비되고 시험해야 한다.

4.2 육안 검사

3.1.1.2, 3.1.2, 3.2.2, 3.2.3, 3.2.4, 3.2.5, 3.2.6, 3.2.7에 기술한 시험규격에 맞는지 육안 검사한다.

4.3 전입 가소성

4.3.1 재료

4.3.1.1 폴리에틸렌 또는 폴리에스테르 필름 : $(0.035 \sim 0.050)\text{mm}$ 두께와 약 $50\text{mm} \times 50\text{mm}$ 의 크기

4.3.1.2 유리판 : $(60 \pm 5)\text{mm} \times (60 \pm 5)\text{mm} \times (5 \pm 1)\text{mm}$

4.3.2 시험기구

4.3.2.1 천공된 황동 틀 : 그림 1과 같고 구멍의 지름 $(0.75 \pm 0.05)\text{mm}$ 이다.

Dimensions in millimetres

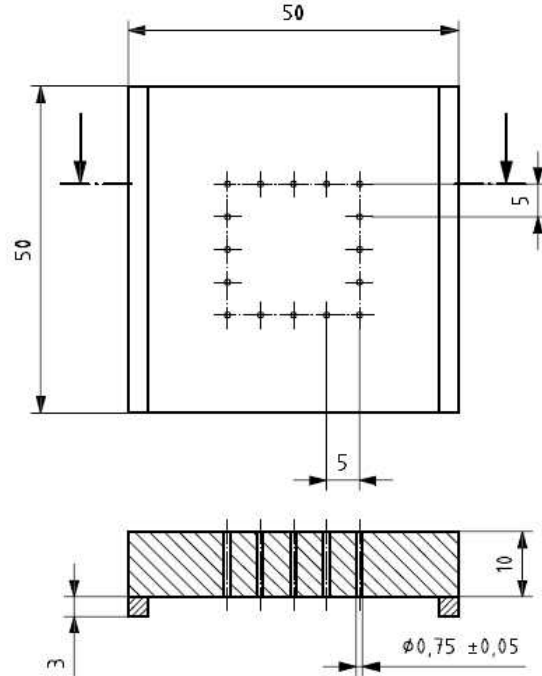


그림 1 주입 가소성 시험을 위한 황동 틀

4.3.2.2 하중판 : $(50 \pm 1)N$ 의 힘을 가할 수 있다.

4.3.2.3 다이얼 게이지 : ISO 463에 따르는 다이얼 게이지 또는 0.01mm 정확도를 가진 선형 게이지는 재료가 주입된 깊이를 측정하기 위해 황동 틀의 구멍에 들어갈 수 있는 탐침이 장착되어 있다.

4.3.3 시험환경

제조자가 규정하지 않는다면 천공된 황동 틀(4.3.2.1)과 유리판(4.3.1.2)이 4.1의 특정 조건을 유지해야 한다.

4.3.4 시험절차

4.3.4.1 일반사항

1급 재료는 초기주입시간, 최종주입시간이 주어져야 하고 2급 재료는 최종주입시간이 주어져야 한다.(열가소성플라스틱, 광중합형 의치상용레진 재료는 제외한다.)

4.3.4.2 초기주입시간

(16 ~ 20)g 의 시편을 준비한다. 권장 초기 주입 시간 직전에 시편의 반을 약 5mm 두께로 하여 형태를 잡아 천공된 황동틀(4.3.2.1)의 위쪽에 위치시키고, 필름(4.3.1.1)으로 덮는다. 권

장 초기 주입시간에 유리판(4.3.1.2)위에 하중판(4.3.2.2)을 놓고, 10분 ± 30초 후에 하중판을 제거한다.

재료가 경화 후, 황동 틀의 반대편에서 구멍에 들어가지 않은 깊이를 측정하기 위해 각각의 구멍에 측정용 탐침(4.3.2.3)을 넣어 다음 식에 따라 각각의 구멍의 침투 깊이를 계산한다.

$$DP = d - d'$$

DP : 침투 깊이, d : 황동 틀의 두께, d' : 침투하지 않은 깊이 (단위 : mm)

4.3.4.3 최종주입시간

제조자의 권장된 최종 전입 시간 직전에 즉시 케이크를 시편의 절반으로 나누고, 4.3.4.2에 따라 시험한다.

4.3.5 결과의 평가

3.1.3에 따라 첫 번째 시편이 부적합이면 추가적으로 두 개의 시편으로 시험을 한다. 두 번째와 세 번째 시편이 시험규격을 따르면 적합이다.

4.3.6 결과의 표시

각 시편이 0.5mm 깊이 이상 침투한 구멍의 개수와 적합 혹은 부적합을 기재한다.

4.4 색상

4.4.1 일반사항

4.6.3.3에 따라서 준비한 시편 조각을 비교한다. 3.2.3에 일치하는 색조 가이드와 4.2에 따라 육안 검사를 한다.

4.4.2 결과의 표시

ISO 7491에 따라 적합 혹은 부적합을 기재한다.

4.5 색 안정성

4.5.1 재료

4.5.1.1 폴리에스테르 필름 : 두께는 $(50 \pm 25)\mu\text{m}$, 스틸 주형을 덮어야 한다.(4.5.2.1)

4.5.1.2 알루미늄 포일

4.5.2 시험기구

4.5.2.1 스테인리스 강 주형과 덮개 : 치수는 그림 2와 같고, 의치 제작용 매몰함의 분리된 반쪽에 석고로 각각 매몰되어진다.

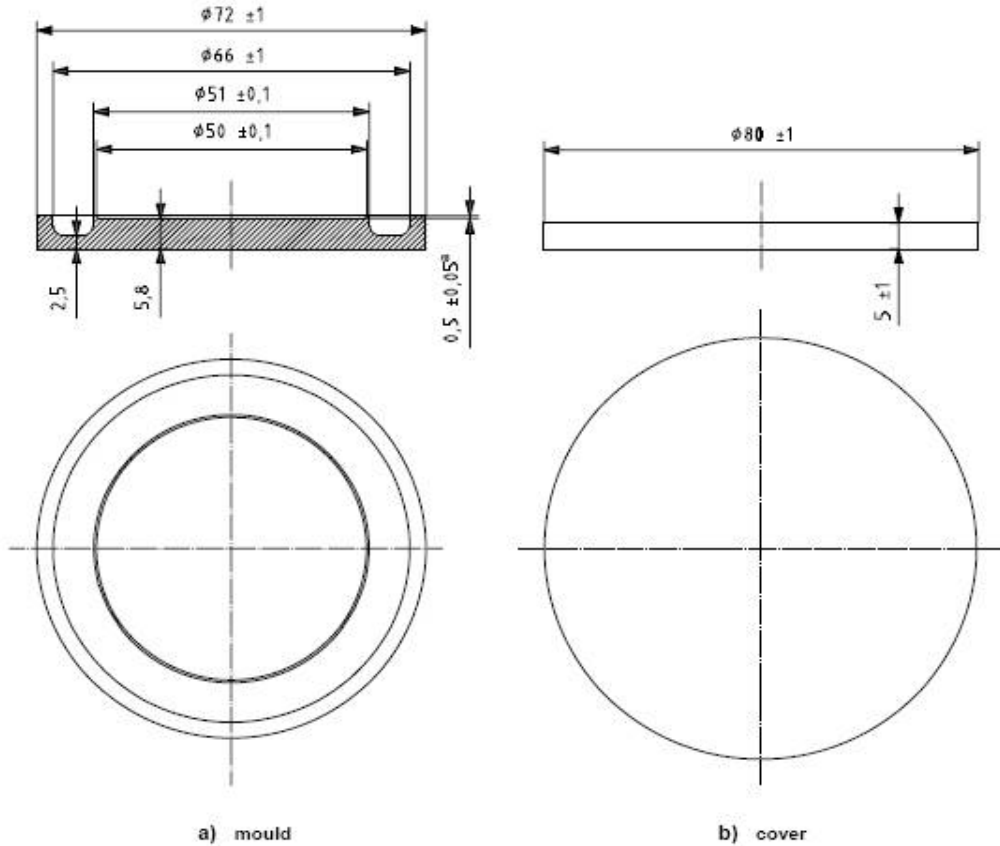


그림 2 용해도 (w_{sl}), 흡수도 (w_{sp}), 색안정성 시편 제작을 위한 스테인리스 스틸몰드와 커버 (단위 : mm)

4.5.2.2 유압식 또는 핸드 프레스와 클램프 : 어디에서나 사용할 수 있는 것

4.5.2.3 수조 : 일정 온도를 유지시킬 수 있어야 한다.

4.5.2.4 마이크로미터나 다이얼 캘리퍼스 : 0.01mm의 정확도

4.5.2.5 오븐 : $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 에서 온도를 유지할 수 있어야 한다.

4.5.2.6 방사원과 시험챔버 : ISO 7491:2000의 3.1.1과 3.1.3 참조

4.5.3 시편의 준비

4.5.3.1 열중합형 재료

혼합물을 나누어 2개의 판상 시편을 만든다. 주형의 스틸 덮개 대신에 폴리에스테르 필름(4.5.1.1)을 사용하고 주형(4.5.2.1)안에 혼합물을 채운다.

제조자의 설명서에 따라 혼합을 하지만 시험편을 만드는 동안 폴리에스테르 필름은 유지한다.

4.5.3.2 광중합형, 열가소성플라스틱 재료

제조자가 기술한 방법에 따라 시편을 준비한다.

각각의 시편이 지름 (50 ± 1)mm, 두께 (0.5 ± 0.1)mm 및 윗면과 아랫면의 평평도를 확인하기 위해 마이크로미터나 다이얼 캘리퍼스(4.5.2.4)로 측정한다.

4.5.4 시험절차

(37 ± 1)°C 의 24시간 \pm 30분 동안 오븐(4.5.2.5)안에 두 개의 판상 시편을 보관한다. 색상 비교 시험이 완성될 때까지 1개의 시편은 실험실 내 어두운 곳에 보관한다.

알루미늄 포일(4.5.1.2)로 두 번째 시편의 절반을 덮고 방사원의 시험 챔버(4.5.2.6)로 옮긴다. 시편은 ISO 7491에 따라 24시간 \pm 30분 동안 방사원에 노출시켜 (37 ± 5)°C의 물에 침적시킨다. 노출 후 알루미늄포일을 제거한다.

색상의 비교는 이 기준규격의 3.2.4에 규정된 시험규격과 ISO 7491에 기술된 색상 비교 절차에 따라서 시행된다.

4.5.5 결과의 표시

ISO 7491과 3.2.4에 따라 적합 혹은 부적합인지 기재한다.

4.6 광택능, 투과성, 기공도, 굴곡 강도 및 굴곡 계수

4.6.1 재료

4.6.1.1 광택능

- 1) 광택재(Polishing compound)
- 2) 연마재(wet pumice) : $10\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ 의 입자 크기

4.6.1.2 시험기구

- 1) 판상 시편의 모형용 금속이나 중합체(그림 3 참조)

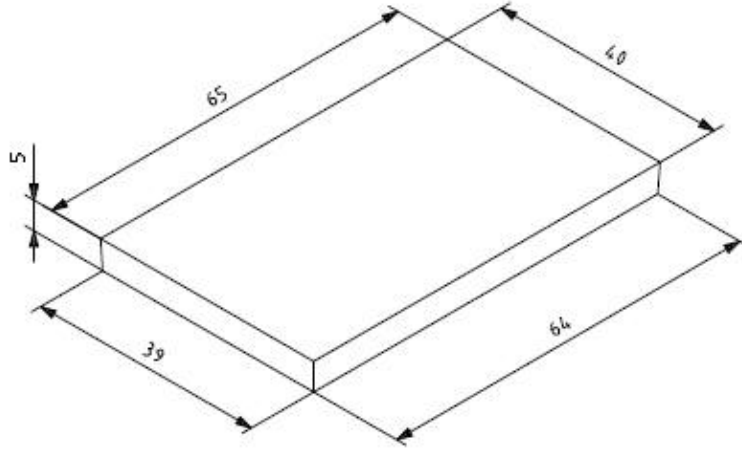


그림 3 판상시편의 모양(단위 : mm)

- 2) 의치 제작용 매몰함 : 각 모서리는 매몰함의 벽으로부터 5mm 이상 되기 위해 판상 시편을 조절할 수 있어야 한다.
- 3) 레진 중합용 장비 : 석고나 수성 교질의 매몰체계를 포함한다.
- 4) 표준 금속 연마지 : 30 μ m의 입자 크기(P500) (ISO 6344.1 참고)
- 5) 머슬린 휠 : (16 ~ 36)겹을 갖고, (70 ~ 95)mm의 지름을 가지며, 바깥지름과 꿰메진 형태 혹은 다른 형태의 보강 사이의 길이는 적어도 10mm가 되어야 한다.
- 6) 뜯어진 머슬린 휠(unstitched muslin wheel) : (16 ~ 36)겹을 갖고, (70 ~ 95)mm의 지름을 갖는다.

4.6.1.3 주형의 준비

중합체는 제조자의 지시서에 따라 의치 제작용 매몰함(4.6.1.2 1))에 판상 시편(4.6.1.2 2))의 모형을 형성한다.

4.6.1.4 시험절차

재료, 장비, 주형을 사용하여 제조자의 설명서에 따라 2개의 판상 시편을 만든다. 판상 시편의 표면을 (650 \pm 350)m/min 원주 속도의 젖은 머슬린 휠(4.6.1.2 5))과 연마재(4.6.1.1 2))로 1분 정도 연마한다.

주) 70mm의 지름과 1500rpm 회전하는 휠은 329m/min의 원주 속도를 갖고, 100mm의 지름과 3500rpm 회전하는 휠은 1100m/min의 원주 속도를 갖는다.

광택재(4.6.1.1 1))와 뜯어진 머슬린 휠(4.6.1.2 6))로 연마한다.

연마와 세척 후, 3.2.1에 따라 연마된 표면을 시험한다.

4.6.1.5 결과의 평가

두 판상 시편이 3.2.1에 부합되면 적합이다.

두 판상 시편이 3.2.1에 부합되지 않으면 부적합이다.

둘 중 하나의 판상 시편만 통과된다면 새로운 시험편 3개를 준비해서 평가한다. 3개의 시험편이 모두 부합되면 적합이다.

4.6.1.6 결과의 표시

재료의 적합 여부와 평가한 판상 시편, 적합한 수를 기재한다.

4.6.2 반투명도

4.6.2.1 시험기구

1) 무광택의 40 W 전구

주) 동등한 빛을 낼 수 있는 다른 전구도 사용할 수 있다.

2) 불투명 디스크, 지름 (10 ± 1)mm, 두께 (2 ± 1)mm

4.6.2.2 시편의 준비

2 개의 판상 시편을 4.6.1에 따라 준비하고 시험한다.

4.6.2.3 시험절차

2개의 판상 시편 각각을 시험한다. 암실에서 연마된 판상 시편의 중앙에 불투명디스크(4.6.2.1 2))를 위치시키고 전구(4.6.2.1 1))와의 거리는 약 500mm로 하여 시험한다. 재료가 3.2.5에 적합한지를 결정하기 위해 시험편의 반대편에서 불투명 디스크를 관찰한다.

4.6.2.4 결과의 평가

두 판상 시편이 3.2.5에 부합되면 적합이다.

두 판상 시편이 실패한다면 부적합이다.

하나의 판상 시편만 통과된다면 새로운 시험편 3개를 준비해서 평가한다.

3개의 판이 부합해야 적합이다.

4.6.2.5 결과의 표시

평가된 판상 시편의 수 : 적합한 시편 판의 수와 적합여부를 기록한다.

4.6.3 기포, 굴곡 강도와 굴곡 계수

4.6.3.1 시험기구

1) 기계톱 또는 판상 시편을 자르기 위한 기타 장비

- 2) 절단기 또는 시편의 형태를 만드는 동안 30℃ 이상의 온도상승을 방지하기 위해 공기나 물에 의해 냉각되는 기타 장비 (제분 선단과 날카로운 카바이드 모서리를 가진 기계가 적당)
- 3) 표준 금속성 연마지 : 약 30 μ m(P500), 18 μ m(P1000)와 15 μ m(P1200)의 입자 크기를 가진 것
- 4) 마이크로미터 또는 다이얼캘리퍼 : 0.01mm의 정확도를 가진 다이얼 게이지로 평형 측에 맞는 것
- 5) 물 보관 용기 : ISO 3696의 3급에 부합되는 것
시험 전처리를 위해 (37 ± 1)℃에서 시편 조각을 보관하기 위한 것
- 6) 시험 기계 : (5 ± 1)mm/min의 변위를 일정하게 낼 수 있도록 보정되어 있고, 0.025mm 이내에서 시편의 굴곡을 측정하기 위해 장비가 갖추어진 것 굴곡 기구에 의해 가해지는 하중은 기계를 보정할 때 측정되어야 한다.
- 7) 굴곡시험 장치 : 지름 3.2mm, 최소한 10.5mm 이상의 길이를 가진 실린더형의 연마된 두 지지체와 중앙 하중플런저로 구성되어 있다.
지지체 간에는 0.1mm 이내에서 평행해야 하고, 길이 방향의 중심선에 대해 직각을 이루어야 한다. 지지체의 중심간 거리는 (50 ± 0.1)mm이고, 하중 플런저는 지지체들과 0.1mm 이내에서 중앙에 있어야 한다. 시편의 정렬불량을 방지하기 위한 방법이 설계에 포함되어야 한다.
- 8) 수조 : 시험 도중 시편을 (37 ± 1)℃의 온도에서 습한 상태로 보관하기 위한 것

4.6.3.2 시편의 준비

두 개의 판상 시편을 4.6.1과 4.6.2에 따라 준비하고 시험한다.

4.6.3.3 시편의 준비

6개의 시편 조각을 준비한다. 각 시편을 길이 64mm, 폭 (10.0 ± 0.2)mm, 높이 (3.3 ± 0.2)mm의 3개의 동일한 조각으로 세로로 자른다. 절단기(4.6.3.1 2))에서 성형된 양쪽 면에서 똑같이 모서리를 잘라내 체적이 약간 크게 되도록 한다.

시편이 과열되지 않도록 주의한다. 모든 표면과 모서리를 매끈하고 평평하게 금속성 연마지 (4.6.3.1 3)) 위에서 습식 연마하여 요구되는 폭과 두께에 맞춘다. 시편의 높이를 장축을 따라 ± 0.01mm의 정확도를 가진 마이크로미터 또는 다이얼 캘리퍼(4.6.3.1 4))로 세 번 측정한다. 장축을 따라 세 번 측정한 값의 편차는 ± 0.02mm 이상이면 안 된다. 시편은 평평하고 균일한 높이를 가져야 한다.

4.6.3.4 기포

1) 결과의 평가

여섯 개의 시편 조각은 4.6.3.3에 따라 준비되고, 3.2.6에 적합한지 시험한다.

6개의 시편 조각중 적어도 5개 이상이 3.2.6에 부합되면 적합이다.

2) 결과의 표시

통과된 시편의 개수와 적합여부를 기록한다.

4.6.3.5 굴곡 강도와 굴곡 계수

1) 시험방법

굴곡 시험 전에 4.6.3.3에 따라 제작되고, 3.2.6에 부합한 5개(또는 시험의 절반(4.6.3.5, 2), ③) 과 4.6.3.5, 2), ④)이 반복되는 경우 6개)의 시편 조각을 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 의 온도의 물(4.6.3.2, 5))에서 (50 ± 2) 시간 동안 보관한다. 물에 보관한 시편 조각을 꺼내어 즉시 수조(4.6.3.2 8))에 침적되어 있는 굴곡 시험 장치(4.6.3.2 7))의 지지체 위에 평평한 표면이 대칭되도록 놓는다. 시편의 온도가 수조의 온도와 평행을 이룰 때까지 놓아둔다.

하중 플런저에 하중을 영점에서부터 시편이 부서질 때까지 $(5 \pm 1)\text{mm}/\text{min}$ 의 일정한 변위를 사용하여 균일하게 증가시킨다.

2) 결과의 계산과 표시

① 굴곡 강도

다음 식으로부터 굴곡 강도, $\sigma(\text{MPa})$ 를 계산한다.

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2}$$

F : 시편에 미치는 최대 하중(N)

l : 지지체 사이의 거 (mm) : $\pm 0.01\text{mm}$ 의 정확도

b : 수조에 보관 전에 즉시 측정된 시편의 폭(mm)

h : 수조에 보관 전에 즉시 측정된 시편의 높이(mm)

② 굴곡계수

다음 식으로부터 굴곡 계수, $E(\text{MPa})$ 를 계산한다.

$$E = \frac{F_1 l^3}{4bh^3d}$$

F1 : 하중.변위 곡선의 직선부에서 임의점에서의 하중(N)

주) 높은 정확도를 위해 선을 연장한다.

d : F1에 의한 변형량(mm)

l, b, h : 4.9.2.1에 정의되어 있음

③ 굴곡 강도의 결과 평가

5개의 시편 중 4개 이상의 결과가 60MPa 이상이면, 재료는 3.2.7에 적합한 것으로 판정한다.

적어도 3개의 결과가 65MPa 이하이면, 재료는 완전히 실패한 것으로 판정한다.

2개의 결과가 65MPa 이하이면, 6개의 시편을 준비해서 모든 시험을 되풀이한다.

두 번째 시험에서 적어도 5개의 결과가 65MPa 이상이면 재료는 3.2.7에 적합한 것으로 판정한다.

④ 굴곡 계수의 결과 평가

처음 시험에서 적어도 4개의 결과가 3.2.7에 부합하면, 5개 시편의 각각에 대하여 4.6.3.5, 2), ②에 따라 굴곡 계수를 계산한다.

두 번째 시험의 경우는 두 번째 시험에서 사용된 6개의 시편 중 5개에 대한 굴곡 계수를 계산한다.

적어도 4개의 결과가 2000MPa 이상이면, 재료는 3.2.8에 부합되는 것으로 판정한다.

적어도 3개의 결과가 2000MPa 이상이면, 부적합한 것으로 판정한다.

2개의 결과가 2000MPa 이하이면, 이번에는 6개의 시편 조각을 준비해서 모든 시험을 되풀이한다.

두 번째 시험에서는 최대굴곡강도와 굴곡계수 모두 적어도 5개의 결과가 3.2.7과 3.2.8을 부합시켜야 한다.

⑤ 결과의 표시

평가한 시편의 수, 굴곡강도와 굴곡 계수에 대한 모든 결과와 3.2.7과 3.2.8에 부합한 시편의 개수, 그리고 적합 여부를 기록한다.

4.7 변형된 굽힘 시험에서의 파괴인성

4.7.1 일반 사항

파괴인성시험(3.2.9 와 3.2.10)은 제조사가 내충격성을 언급할 경우에만 시험한다.

4.7.2 시편의 준비

4.7.2.1 2개의 판상 시편 : 4.6.1에 따라 제작한다.

4.7.2.2 글리세린, 윤활제

4.7.3 시험기구

4.6.3.2 2), 4.6.3.2 3), 4.6.3.2 4), 4.6.3.2 5), 4.6.3.2 8) 참조

4.7.3.1 기계톱 혹은 기타 절단 장비 : 판상 시편을 자를 수 있는 장비로 (0.5 ± 0.1) mm의 사전균열을 만들기 위하여 다이아몬드 톱이 필요하다. (3.0 ± 0.2) mm의 깊이로 자를 수 있는 장비이다.

4.7.3.2 클램프를 가진 고정 장비 : 사전균열을 만드는 동안과 예리한 칼날로 자를 때 시편을

일렬로 놓기 위한 것

4.7.3.3 예리한 칼날 : 칼날이 일직선인 외과용 칼날, 면도날 혹은 공예용 칼

4.7.3.4 마이크로미터 스케일이 포함된 광학현미경, 균열의 총 길이 측정(사전균열 양과 예리한 골(mm))

4.7.3.5 수조 : $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 에 시편을 유지하기 위한 것

4.7.3.6 깨끗한 마른 수건

4.7.3.7 굴곡장치 : 4.6.3.2 7)참조, $(32.0 \pm 0.1)\text{mm}$ 의 거리(l_t)인 것

4.7.3.8 시험을 위한 기계 : $(1.0 \pm 0.2)\text{mm}$ 의 변위속도를 가지는 교정된 것과 0.025mm 의 시편의 힘을 측정할 수 있는 장비. 하중/변위 곡선을 기록하고 곡선을 적분할 수 있어야 한다. 기계의 교정 중에는 장비의 편차에 의해 부가되는 하중을 고려해야 한다.

4.7.4 시험절차

중합과정을 시작한지 24시간 이내에 주형으로부터 얻어진 양쪽 표면이 평행하고, 평평하도록 습식 연마기 또는 연삭기를 이용하여 파인된 시편의 두께를 약간씩 줄여준다. 시편이 과열되지 않도록 주의한다.

최종 시편에 비하여 약간 큰 시편을 제작하기 위하여 8mm 보다 약간 큰 폭으로 각 시편을 절단한다. 금속조직학적 연마지(입자크기 $18\mu\text{m}$ (P1000) 혹은 $15\mu\text{m}$ (P1200))로 요구되는 크기인 길이 39mm , 높이 $(8.0 \pm 0.2)\text{mm}$, 폭 $(4.0 \pm 0.2)\text{mm}$ 으로 모든 표면을 매끄럽고 평평하게 습식 연마한다.

고정 장치(4.7.3.2)로 시편을 길이 방향으로 잡고 정확히 시편의 중앙을 표시한다. 다이아몬드 칼날이나 톱(4.7.3.1)으로 표시된 중앙에 $(3.0 \pm 0.2)\text{mm}$ 깊이의 사전균열을 만든다. 각 시편의 중앙에 사전균열을 만든다.

집게 혹은 고정 장치(4.7.3.2)에 한 번에 한 개의 시편을 고정한다.

사전균열 부위에 글리세린을 한 방울 적신다. 사전균열의 밑단에 예리한 칼날을 손이나 기계의 압력으로 앞뒤로 움직이며 예리한 골을 만든다.

$(100 \sim 400)\mu\text{m}$ 의 골 깊이면 충분하다. 광학현미경(4.7.3.4)을 이용하여 균열의 깊이를 확인 한다. 예비 시편으로 자르는 과정을 시험하는 것을 권장한다.

골의 깊이가 증가하지 않게 하는 것이 중요하다. 그림 4 b)에 골이 정돈된 상태를 나타내었다. 마이크로미터(4.6.3.2 4))로 시편의 폭, 높이를 측정한다. (그림 4 b) 참고) $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 에 $7\text{일} \pm 2$ 시간동안 수조에 골이 파인 시편 10개를 선택하여 보관한다. 처리된 시편은 시험

기간 동안 $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 에 (60 ± 15) 분 동안 다른 수조에 보관한다.

전처리 후 하나의 시편을 물에서 꺼내어 깨끗한 마른 수건(4.7.3.6)으로 건조 시킨다.

시편을 시험 장치(4.7.3.7)에 위치시킨다. 하중은 골이 있는 면의 반대편에 위치하도록 시편을 놓는다.

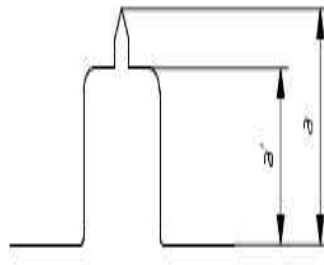
[그림 4 b)]골은 반드시 지지대의 중앙에 위치하여야 한다.

시험기의 하중을 0부터 최대하중까지 $(1.0 \pm 0.2)\text{mm/min}$ 의 일정한 하중속도로 증가시켜 시편의 반대편에 균열이 생기도록 한다. 시편에 가해지는 하중이 5% 까지 감소하거나 $(1.0 \pm 0.2)\text{N}$ 보다 낮은 하중이 가해지면 시험은 완료된 것이다.

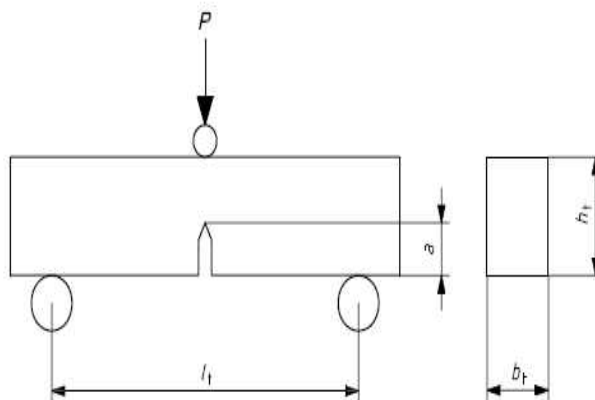
계산을 위해 하중/변위 곡선의 전체 기록이 필요하다. 10개의 전처리 시편에 대해 시험을 반복한다.

시험을 마친 후, 예리한 골을 포함한 사전균열의 깊이(그림 4의 a))를 측정한다. 그 이후, 현미경(4.7.3.4)으로 파절면을 관찰한다.

주) 파괴인성 시험 전에 정확한 골 영역을 확인하기 위해 골에 잉크를 넣어 건조할 수 있다. 이 시험에서 시편의 파절면과 표면의 거리를 3번 측정하여 평균한 길이를 총 균열 길이, a 로 결정한다. 폭의 반이 되는 곳, 1/4이 되는 두 곳 이렇게 세 곳을 측정한다.

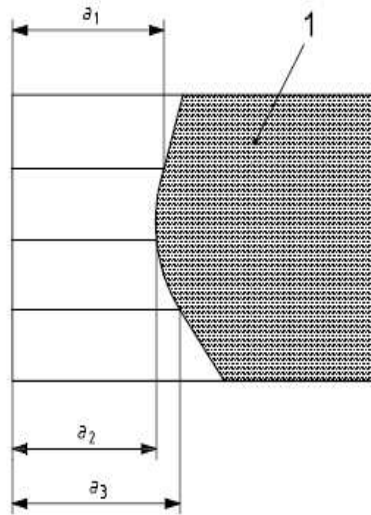


a) 골의 정렬



b) 골이 있는 면의 반대편에 위치한 하중

그림 4 파괴인성 시험



Key
1 Fracture surface

그림 5 파절면의 총 균열길이 측정

4.7.5 결과의 표시 및 계산

4.7.5.1 치수

- 1) 높이 $h_t = (8.0 \pm 0.2) \text{mm}$
- 2) 폭 $b_t = (4.0 \pm 0.2) \text{mm}$
- 3) 사전균열 $a' = (3.0 \pm 0.2) \text{mm}$
- 4) 균열길이 a (a' 보다 $0.1 \text{mm} \sim 0.4 \text{mm}$ 길다)
- 5) 축거리 $l_t = (32.0 \pm 0.1) \text{mm}$

4.7.5.2 최대응력확대계수의 계산

최대응력확대계수 K_{\max} 는 다음의 식을 이용하여 계산한다.

$$K_{\max} = \frac{fP_{\max} x l_t}{(b_t h_t^{3/2})} \times \sqrt{10^{-3}} \text{MPa m}^{1/2}$$

여기서 f 는 x 에 의해 종속되는 기하학적 식

$$f(x) = 3x^{1/2} [1.99 - x(1-x) \\ (2.15 - 3.93x + 2.7x^2) \\ / [2(1+2x)(1-x)^{3/2}]$$

$$x = a/h_t$$

Pmax 는 시편에 가해지는 최대 하중 (N)

a, h_t, b_t and l_t 는 4.7.5.1에 나타낸 것이며 mm로 표시된다.

4.7.5.3 파괴인성의 계산

주) 응력/변위 곡선 아래의 영역은 모든 시편이 파괴 될 때 까지 요구되는 에너지를 표현한다. 두 개의 파절면적에 의해 나누어지는 이 에너지는 J/m^2 으로 표현되는 표면에너지로 얻어진다.

총 파괴력 w_f 는 다음의 식으로 계산된다. 파괴력은 응력/변위 곡선의 적분으로부터 계산된다.

$$W_f = \frac{U}{[2b_t(h_t - a)]} \times 1000 \text{ J/m}^2$$

여기서 U 는 주어진 응력/변위 곡선 아래의 면적으로 다음식에 의해 기록된다.

$$U = \int P_d U \text{ (unit ; Nmm)}$$

b_t, h_t and a 는 4.10.5.1에 나타낸 것이며 mm로 표시된다.

4.7.5.4 최대응력확대계수의 결과 평가

10개의 시편 중 8개 이상이 $1.9\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 이상이면, 3.2.9에 부합되는 것이다.

결과 중 6개 이상이 $1.9\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 미만이면, 부적합이다.

결과 중 3개, 4개 혹은 5개가 $1.9\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 미만이면 모든 시험을 다시 반복하나, 이번의 경우 12개의 시편을 준비한다.

2번째 경우 12개의 결과 중 10개 이상이 $1.9\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 이상이면, 3.2.9에 부합되는 것이다.

4.7.5.5 파괴인성의 결과 평가

10개의 시편 중 8개 이상이 900J/m^2 이상이면, 3.2.10에 부합되는 것이다.

결과 중 6개 이상이 900J/m^2 미만이면 부적합이다.

결과 중 3개, 4개 혹은 5개가 900J/m^2 미만이면 모든 시험을 다시 반복하나 이번의 경우 12개의 시편을 준비한다.

2번째 경우 12개의 결과 중 10개 이상이 900J/m^2 이상이면 3.2.11에 부합되는 것이다.

4.7.5.6 결과의 표시

평가한 시편의 개수, 최대응력확대계수 K_{max} 와 파괴인성 W_f 그리고 3.2.9와 3.2.10에 부합되는 시편의 개수, 적합 여부를 기록한다.

4.8 레진치에 대한 결합성

4.8.1 재료

4.8.1.1 상악 레진치 : 이 고시의 레진계인공치아 또는 ISO 22112에 따른다.

4.8.1.2 치아 마운팅 왁스

4.8.2 시험기구

4.8.2.1 금속주형 : 치아를 마운팅 하기 위한 폭 5mm, 깊이 1.5mm의 홈통을 포함하는 이 고시의 레진계인공치아 또는 ISO 22112의 그림 3 a)에 고안된 금속주형

4.8.2.2 일반적인 치과기공용 장비 : 석고나 수성 교질을 포함한 의치 플라스킹과 시험방법을 위한 장비

4.8.2.3 인장 시험 장비

이 고시의 레진계인공치아 또는 ISO 22112의 그림 3 c)에 묘사된 특별히 고안된 장치

4.8.3 시험방법

6개의 상악 전치부(4.8.1.1)를 연마한다. 이 고시의 레진계인공치아 또는 ISO 22112의 그림 3 a)처럼 왁스(4.8.1.2)를 사용하여 금속주형(4.8.2.1)에 마운팅하면 치아에서 절단측 부분의 설측의 절반이 금속주형 위에 돌출된다.

의치 제작용 매몰함(4.8.2.2)을 사용해서 치아를 치과용 석고(이 고시의 레진계인공치아 또는 ISO 22112)의 그림 3 b)로 매몰한다. 금속주형을 제거하고, 모든 왁스가 제거될 때까지 세제가 포함된 끓는 수돗물에서 치아로부터 왁스를 씻어 내린다. 의치상용레진이 적절한 가소성을 나타내면 제조자의 설명서에 따라 치아에 의치상용레진을 주입한다. 아크릴 바 (이 고시의 레진계인공치아 또는 ISO 22112의 그림 3 c)이상의 일정한 높이에서 설측의 절단측을 당기는 방향으로 설계된 인장 시험 장비(4.8.2.3)로 시험한다. 측방 변위나 위치의 변화가 없는 장비를 이용한다.

이 고시의 레진계인공치아 또는 ISO 22112의 그림 3 c)에 나타낸 각각의 치아는 0.5 ~ 10mm /min 범위에서 파괴가 일어날 때까지 하중을 가한다.

4.8.4 결과의 평가

파괴 경로가 치아 표면을 따라 일어나지 않으면, 적합한 것으로 평가한다. 즉, 치아 잔류물

이 의치상용레진에 남아 있거나 의치상용레진 또는 떨어진 치아 또는 양쪽 모두에 잔류물이 남아있어야 한다.

주) 접착성 계면 파괴만 발생하면 부적합이다.

적어도 5개의 상악 전치가 시험에 통과된다면, 의치상용레진이 3.2.11에 부합한 것으로 평가한다.

3개의 치아만이 시험규격을 만족한다면, 의치상용레진은 부적합한 것으로 평가한다.

4개의 치아가 규격에 부합하면, 추가로 6개의 상악 전치와 의치상용레진을 준비한다. 적어도 5개의 상악 전치가 두 번째 시험을 통과하면 의치상용레진은 시험규격에 부합한 것으로 간주한다.

4.8.5 결과의 표시

결합성 시험을 통과한 치아의 수를 기록한다.

4.9 잔류 모노머

4.9.1 원리

중합된 의치상 재료로부터 메틸메타아크릴레이트(MMA) 모노머의 용매 추출은 크로마토그래피 분석에 따라서 수행한다. 이 기준규격에서와 같은 결과를 주는 가스 크로마토그래피(GC) 방법, 고성능 액체 크로마토그래피(HPLC) 또는 다른 크로마토그래피 방법을 사용할 수 있다.

4.9.2 시편의 준비

4.9.2.1 시험기구

1) 원형의 스테인리스 스틸 주형 : 평평한 덮개를 갖는 지름 50mm, 두께(3.0 ± 0.1)mm의 주형이다. 유사한 주형을 그림 2에 나타내었다. 이 주형은 의치제작용 매몰함의 각각의 반쪽에 석고에 의해 매몰된다.

2) 주형과 장비 : 4.9.2.1 1)에 규정된 치수를 갖는 시편을 만들기 위해 제조가에 의해 권장되는 주형과 장비

3) 표준 연마지 : 약 $30\mu\text{m}$ (P500)와 $15\mu\text{m}$ (P1200)의 입자 크기, 4.6.1.2 4) 참고

4) 마이크로미터 스크류 게이지 또는 다이알 캘리퍼스 : 0.01mm의 정밀도를 갖고, 평행한 모루에 고정

4.9.2.2 시험절차

4.5.3에 기술된 3개의 혼합물로부터 3개의 시편을 준비한다. 주형은 4.9.2.1 1)에 규정된 치수를 가지고 있다. 시편은 연마 전 (24 ± 5)시간 동안 어두운 실험실에 유지한다. 원형 시편의

양쪽 면을 (2.0 ± 0.1)mm의 두께를 얻을 때까지 동일하게 연마지(4.9.2.1 2))를 사용하여 습식 연마를 한다. 시편이 매끄럽게 될 때까지 $15\mu\text{m}$ 입자 크기의 연마지로 연마한다. 모노머의 손실이나 미중합의 원인이 될 수 있는 마찰열은 피해야 한다. 육안으로 시편을 검사한다. 시편에서 최소한의 기공도를 보인다면, 3개의 시편을 얻을 수 있다.

주) 시편이 냉장고에 보관된다면 모노머의 함량은 며칠 동안 일정할 것이다. 시편이 냉동고 (-18°C 이하)에서 보관된다면, 모노머 함량은 몇 달 동안 일정할 것이다.

연마한 시편은 모노머를 추출하기 전에 (24 ± 1)시간 동안 실험실에서 어둡게 보관한다.

4.9.3 모노머의 추출

4.9.3.1 시약

- 1) 하이드로퀴논(HQ)
- 2) 아세톤 분석등급 또는 HPLC 등급
- 3) 메탄올(CH_3OH) 분석등급 또는 HPLC 등급
- 4) 내부 표준(I.S.), n-pentanol 분석등급 또는 시험 용액에서 다른 피크에 간섭되지 않는 다른 적절한 I.S.(예를 들어 1-butanol)

4.9.3.2 시험기구

일반적인 실험실 장비

- 1) 용량이 표시된 유리 플라스크 : 5ml, 10ml, 1 l
- 2) 분석용 저울 : 0.1mg의 정확도
- 3) 마그네틱 스테어링 장비 : PTFE 로 코팅된 마그네틱 스테어링 바
- 4) 용량 측정용 피펫 $100\mu\text{l}$, 2ml
- 5) 유리 피펫
- 6) 원심 분리용 유리관, 닫을 수 있는 것
- 7) 원심 분리기 : $3000 \times \text{g}_\text{n}/\text{s}^2$
- 8) 유리관 닫을 수 있는 것

4.9.3.3 용액의 준비

- 1) 아세톤 용액(A) : 1 l 용량의 플라스크에 약 0.02g 의 HQ를 달아 넣고 1 l 까지 아세톤을 채운다.
- 2) 메탄올 용액(B) : 1 l 용량의 플라스크에 약 0.02g 의 HQ를 달아 넣고 1 l 까지 메탄올을 채운다.
- 3) 메탄올/아세톤 용액(C) : 용액 A(4.9.3.3 1))와 용액 B(4.9.3.3 2))를 부피비 1 : 4로 혼합한다.
- 4) 내부 표준(I.S.) 용액 : 검정(검량)곡선 중앙에 위치한 농도를 대표하는 내부표준 피크를 찾기 위해 10ml 용량의 플라스크에 약 350mg 의 I.S.를 달아 넣고 10ml까지 메탄올을 채운다.

다. 10ml의 용액은 추가분석을 위해서도 충분하다. 최종 용액의 I.S. 농도는 아세톤 용액(A)과 메탄올 용액(B)으로 처리된 시편 조각 분량(650mg)의 약 3%(질량비)이다.

5) 시험액 : 각각의 시편으로부터 3개씩의 시험액을 분석한다. 즉 9개의 시험액을 분석한다.

10 ml 용량 플라스크(4.9.3.2 1))의 목 부분을 통과할 수 있도록 각각의 디스크 시편(4.9.2)을 조각낸다. 10ml 용량 플라스크(4.9.3.2 1))에 약 650mg의 조각난 시편을 넣는다. 분석용 저울(4.9.3.2 2))로 무게를 측정하고, 각각을 기록한다.

아세톤 용액(A)을 플라스크에 10ml 까지 채우고, PTFE가 코팅된 마그네틱 스테어링 바를 넣고 마개를 닫는다. 시험액이 실온에서 (72 ± 2)시간 동안 마그네틱 스테어링에 의해 적절히 밀폐되어 교반되는지 확인한다.

주) 만일 시험액의 점도가 너무 높다면 더 희석하기 위해 정확하게 옮긴다.

용해된 중합체 침전을 위해 10ml 용량 플라스크에 시험액 2ml를 분배하는 데에는 용량 측정이 가능한 피펫을 이용한다.

그리고나서 각각의 플라스크에 I.S. 용액(4.9.3.3 4)) 100 μ l를 첨가한다. 10ml 까지 각각의 시험액에 메탄올 용액(B)(4.9.3.3 2))을 첨가한다.

각각의 10ml 플라스크로부터 폴리머와 모노머가 함유된 슬러리 약 5ml를 마개가 있는 원심 분리용 유리관에 옮기는데, 분배용 유리 피펫을 사용한다.

원심 분리기(4.9.3.2 7)) 안에서 15분 동안 3,000g_n m/s²에서 슬러리를 원심 분리한다.

각각의 밀폐 가능한 유리관에 원심 분리된 용액의 3ml를 이동하기 위해 유리피펫을 사용한다. 시험관 안에 추가로 메탄올을 첨가하면서 용액 내에는 잔류 중합체가 없다는 것을 확인한다. 용액은 광선이 용액을 포함하는 시험 튜브를 통하여 수직으로 조사될 때 깨끗하게 나타나야 한다. 이 시험은 암실에서 수행된다. 만일 용액이 깨끗하지 않다면, 많은 양의 메탄올 용액(B)을 이용하여 위에 제시된 방법에 따라 반복한다. 중합체가 완전히 침전되는데 필요한 메탄올 용액(B)의 양을 기록한다.

용액이 깨끗할 때 잔류 모노머 함량을 가스크로마토그래피(GC) 방법, HPLC 방법, 또는 동등한 크로마토그래피 방법(4.9.1)으로 결정한다.

4.9.4 가스 크로마토그래피(GC)

4.9.4.1 시약

1) 메틸메타아크릴레이트(MMA), 가스크로마토그래피(GC) : 99% 이상의 순도

4.9.4.2 시험기구

1) 가스 크로마토그래피 액체시료의 불꽃 이온화 감지기와 기록체계를 갖추고 분리 또는 미분리되는 주입용기가 있는 것

2) 마이크로시린지 : (0.1 ~ 5) μ l 의 용량

4.9.4.3 가스 크로마토그래피에 대한 보정 용액의 준비

시험 조각의 약 0.1% 무게비와 6% 무게비 사이의 MMA(4.9.4.1 1))의 농도를 갖는 적어도 5가지의 표준 용액을 만든다.

각각의 5ml 크기의 용량 플라스크(4.9.3.2 1))에 약 6mg, 60mg, 150mg, 300mg, 400mg의 MMA 무게를 측정하여 MMA의 보정 용액을 준비한다. 총 량이 5ml가 될 때까지 C(4.9.3.3 3))용액을 첨가한다. 각각 10ml 용량 플라스크(4.9.3.2 1))에 I.S. 용액(4.9.3.3 4)) 100 μ l와 함께 100 μ l의 보정 용액을 넣는다. 총 량이 10ml가 될 때까지 용액 C(4.9.3.3 3))를 첨가한다.

각각의 개별 보정액과 최종농도의 계산을 위해 MMA의 양을 μ g/ml의 단위로 기록한다.

만일 시험액(4.9.3.3 5))에서의 MMA 함량이 보정 그래프(4.9.5.1 1))에서 MMA 농도에 적합하지 않다면, 추가의 보정점을 만든다.

4.9.4.4 가스 크로마토그래피 장비, 가스, 작동 조건

- 1) Column : 길이 30m, 안지름 0.25mm인 용융 실리카 모세관이 권장된다. 폴리실록산에서 유래된 고정상(예를 들면, 메틸과 페닐 그룹을 가진 폴리실록산) 또는 폴리에틸렌글리콜
- 2) Column conditioning : 6 ~ 10 시간 정도 gas flow 조건 하에 온도의 상승
- 3) 권장된 column 온도 : 75 $^{\circ}$ C 등온
- 4) 주입기 온도 200 $^{\circ}$ C
- 5) 검출기 온도 200 $^{\circ}$ C
- 6) 운반 가스 거의 1.3ml/min 의 유동 속도를 갖는 가스 크로마토그래피에 대한 헬륨
- 7) 연료 가스 : 가스 크로마토그래피에 대한 수소와 공기

4.9.4.5 시험액과 보정액의 가스 크로마토그램

가스 크로마토그래피의 민감도에 따라서 사용한다. 시험액(4.9.3.3 5))에 따라 준비된) 또는 보정액(4.9.4.3에 따라 준비된)의 적절한 양을 주입한다.

주입된 양은 결과 계산의 임계값이 아니고, 시험액과 보정액이 일치해야 하는 것이다. 모든 성분들이 완전히 추출될 때까지 가스 크로마토그래피를 작동한다.

4.9.4.6 가스 크로마토그램의 피크의 평가

MMA와 I.S. 유지 시간은 서로 연계되어 결정된다. 정확한 값들은 column의 시간의 경과와 또 다른 가스 크로마토그래피 변수들에 따라 변한다.

MMA와 I.S. 피크의 높이와 너비는 전기적인 신호와 통합에 의해 결정된다.

4.9.5 결과의 계산과 표시

4.9.5.1 보정 그래프로부터 결과의 계산

1) 보정 그래프를 그린다.

피크의 너비(또는 높이)의 비를 정하면서 보정 그래프를 그린다.

$$\frac{A'_{MMA}}{A'_{I.S.}}$$

A'_{MMA} : 보정 용액의 메틸메타아크릴레이트 모노머 피크의 너비(또는 높이)

$A'_{I.S.}$: 보정 용액의 I.S.(예를 들면 n-pentanol) 피크의 너비(또는 높이)

2) 측정법의 정밀도

선형 회귀에 의해 만들어진 보정 그래프의 상관 계수는 0.990 이상이어야 한다.

3) 메틸메타아크릴레이트의 퍼센트 결정

적합비를 사용하여 MMA의 퍼센트를 결정한다.

$$\frac{A_{MMA}}{A_{I.S.}}$$

A_{MMA} : 샘플 용액의 메틸메타아크릴레이트 피크의 너비(또는 높이)

$A_{I.S.}$: 샘플 용액의 I.S.(예를 들면 n-pentanol) 피크의 너비(또는 높이)

분석용 샘플 용액의 MMA($\mu\text{g} / \text{ml}$)의 농도를 결정하기 위해서는 보정 그래프를 사용한다.

샘플 용액의 MMA의 총량($m_{MMA}, \mu\text{g}$)은 다음 식에 따라 계산된다.

$$m_{MMA} = [c_{MMA} \times \frac{10^a}{2} \times 10^b]$$

주1) 용해된 폴리머의 침전을 위해, 총 체적이 10ml가 될 때까지 메탄올 용액(B)을 시험액에 2ml 첨가하고 100 μl I.S. 용액을 첨가한다.

중합체의 침전이 2 : 10의 희석으로 되지 않으면 이 비율은 바뀌어야 한다.

주2) 원 시험액의 총량은 10ml이다.

잔류 단량체(%질량비)

$$= \frac{m_{MMA}}{m_{SAMPLE}} \times 100$$

m_{SAMPLE} 은 시편의 질량(μg)

4.9.5.2 결과의 평가

3.2.12에 부합되는 시험액이 7개 이상이면 적합이다.

5개 또는 6개가 시험규격에 부합하면 새로운 시편 디스크와 용액을 만들어 재시험한다. 두 번째의 시험에서 8개 이상이 3.2.12에 부합되면 적합이다.

4.9.5.3 결과의 표시

재료의 적합 여부, 평가된 시험액의 수와 잔류 모노머 함량에 대한 모든 결과를 기록한다.

4.10 흡수도(w_{sp})과 용해도(w_{sl})

4.10.1 재료

4.10.1.1 실리카 겔 : $(130 \pm 5)^\circ\text{C}$ 에서 (300 ± 10) 분 동안 건조된 것

4.10.1.2 물 : ISO 3696의 grade 2와 부합되는 것

4.10.2 시험기구

4.10.2.1 선반 : 시편을 평행하게 하고 독립성을 유지하기 위한 것

4.10.2.2 두 개의 데시케이터

4.10.2.3 오븐 : $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 유지

4.10.2.4 폴리머로 코팅된 핀셋

4.10.2.5 깨끗한 마른 수건

4.10.2.6 마이크로미터 : 0.01mm의 정확도

4.10.2.7 다이얼 게이지 캘리퍼스 또는 슬라이드 캘리퍼스 : 0.01mm의 정확도

4.10.3 시편의 준비

4.5.3에서처럼 5개의 시편을 준비한다.

4.10.4 시험방법

4.10.4.1 시편의 전처리

실리카 겔(4.10.1.1)이 들어있는 첫 번째 데시케이터(4.10.2.2)안의 선반(4.10.2.1)에 시편을 놓는다. (23 ± 1)시간 동안 (37 ± 1)°C의 오븐(4.10.2.3)안에 데시케이터 보관 후, 오븐에서 데시케이터를 꺼낸다.

건조된 실리카가 제공된 2번째 데시케이터 선반에 시편을 옮기고, 두 번째 데시케이터는 (23 ± 2)°C에서 (60 ± 10)분 유지 후, 무게 측정을 위해 준비한다.

0.2mg의 정확도로 시편의 무게를 측정하기 위해 분석용 저울을 사용한다. 시편을 제거하거나 옮기는 때의 가능한 한 짧은 시간을 제외하고는 데시케이터는 밀폐시킨다. 모든 시편의 무게 측정이 끝난 후, 첫 번째 건조기의 실리카 겔을 새로 건조된 겔로 대체하고, 시편을 데시케이터 선반에 올려 밀폐한 뒤, 오븐 안에 데시케이터를 넣는다.

시험은 일정한 무게 m_1 에 도달할 때까지 반복한다.(즉 각 시편의 무게 측정오차가 0.2mg 이하일 때까지) 이 지점에서 각 시편의 체적(V)계산을 위해 지름은 3번 측정, 두께는 5번 측정하여 평균을 얻어 계산한다. 두께 측정은 중심과 주변의 4개의 동일한 공간의 위치에서 한다.

4.10.4.2 침지 시편

(37 ± 1)°C 물(4.10.1.2)에 7일 ± 2 시간 동안 전처리 시편을 침적한다. 침적 후, 폴리머가 코팅된 핀셋(4.10.2.4)으로 침적된 시편을 꺼낸다. 습기가 없어질 때까지 마른 수건(4.10.2.5)으로 닦고, (15 ± 1)초 동안 공기 중에서 건조하고, 물에서 꺼낸 후, (60 ± 10)s에 무게를 측정한다.(0.2mg의 정확도) m_2 로서 질량을 기록한다.

4.10.4.3 재차 전처리 시편

무게를 측정 한 후 4.10.4.1의 과정을 무게가 일정한 값을 나타낼 때까지 반복한다. m_3 로 재차 전처리 시편의 무게를 기록한다. 같은 전처리 방법(4.10.4.1)을 사용하며, 동일한 수의 시편과 새 실리카겔을 이용한다.

4.10.5 계산과 결과의 표시

4.10.5.1 흡수도(w_{sp})

흡수도(w_{sp}) 값을 계산한다. 각각의 시편의 w_{sp} 는($\mu\text{g}/\text{mm}^3$) 다음 식으로 나타낸다.

$$W_{sp} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

m_2 : 물에 침적 후 시편의 무게(4.10.4.2)

m_3 : 재차 전처리된 시편 무게(4.10.4.3)

V : 시편의 체적(4.10.4.1)

흡수도(w_{sp})를 계산한 값을 반올림한다.

4.10.5.2 용해도(w_s)

각각의 시편의 용해도(w_s)를 나타내고 침적 동안 여과없이 단위 부피당 용해도(w_s)($\mu\text{g} / \text{mm}^3$)를 계산한다.

$$W_s = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

m_1 : 전처리된 시편의 무게(4.10.4.1)

m_3 과 V : 4.10.5.1에서 주어진 값

0.1 $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 의 단위에서 흡수도(w_{sp}) 계산한 값을 반올림한다.

4.10.5.3 흡수도(w_{sp})의 결과 평가

4개 이상의 흡수도(w_{sp}) 결과가 3.2.13에 부합되면 적합이다.

3개 이상의 흡수도(w_{sp}) 결과가 3.2.13에 부합되지 않으면 부적합이다.

3개의 흡수도(w_{sp}) 결과가 3.2.13에 부합되면 새롭게 추가된 6개 시편을 준비해서 시험해야 한다. 두 번째 시험에서 5개 이상의 흡수도(w_{sp}) 결과가 3.2.13에 부합되면 적합이다.

4.10.5.4 용해도(w_s)의 결과 평가

4개 이상의 용해도(w_s) 결과가 3.2.14에 부합되면 적합이다.

3개 이상의 용해도(w_s) 결과가 3.2.14에 부합되지 않으면 부적합이다.

3개의 용해도(w_s) 결과가 3.2.14에 부합되면 새롭게 추가된 6개 시편을 준비해서 시험해야 한다. 두 번째 시험에서 5개 이상의 용해도(w_s) 결과가 3.2.14에 부합되면 적합이다.

4.10.5.5 결과의 표시

적합 여부, 평가한 시편 수, 3.2.13, 3.2.14에 따르는 시편의 수의 용해도(w_s)와 흡수도(w_{sp})의 모든 결과를 기록한다.

5. 기재사항

5.1 용액의 인화성과 인화점과 관련한 경고문

5.2 독성, 위험성, 자극성과 관계된 경고문

5.3 의도적으로 약리적 효능효과를 발휘하는 성분이 있을 경우 제품안내서에 안내하여야 한다.

5.4 제조자가 해당 제품의 재료가 내충격성 고분자로서의 역할을 한다면 “내충격성”이란 용어를 반드시 기재하여야 한다.