

26. 치과용수성시멘트 (관련규격: ISO 9917-1:2007)

1. 적용범위

이 기준규격은 「의료기기 품목 및 품목별 등급에 관한 규정」(식품의약품안전처 고시) 소분류 C11010.01 치과용수성시멘트에 적용된다.

2. 정의

이 규격에서는 다음의 정의를 사용한다.

2.1 혼합시간(mixing time)

구성성분을 충분히 혼합하기 위해 필요한 작업시간의 일부분

2.2 작업시간(working time)

치과재료의 특성을 손상시키지 않고 조작할 수 있는 혼합 시작시점부터 계산된 시간

2.3 순경화시간(net-setting time)

부속서 A에 규정된 기준과 조건에 따라 혼합 종료시점부터 재료가 경화될 때까지 계산된 시간

^{주)} 시멘트의 혼합시간의 다양성을 고려하여 순경화시간은 혼합 종료시점부터 계산한다.

3. 분류

3.1 화학적 유형

이 규격에서는 치과용수성시멘트를 화학적 조성에 따라 다음과 같이 분류한다.

- 1) 인산아연 시멘트(zinc phosphate cement) : 부속서 B.1 참조
- 2) 아연폴리카르복실레이트 시멘트(zinc polycarboxylate cement) : 부속서 B.2 참조
- 3) 유리폴리알케노에이트 시멘트(glass polyalkenoate cement) : 부속서 B.3 참조

^{주)} 위에 기술된 시멘트 이외에 산-염기 경화(acid-base setting), 수성(water-based) 시멘트에 대하여 제조자가 유사함을 주장한다면 성능에 대한 올바른 기준을 적용하기 위하여 특성의 동등성을 주장하는 원자재의 유형을 3.1, 3.2에 따라 분류해야 한다.

3.2 용도

치과용수성시멘트의 용도는 다음과 같이 분류해야 한다.

- 1) 접착(luting)

2) 베이스(base) 또는 라이닝(lining)

3) 수복(restoration)

4. 원자재

4.1 일반사항

시멘트는 제조자의 지시에 따라 혼합할 때 이 항과 7항의 시험규격에 부합하는 액체(liquid)와 분말(powder)로 구성되어있어야 한다.

4.2 구성성분

4.2.1 액체(liquid)

비캡슐형 시멘트의 경우 액체(liquid)는 육안으로 시험한다. 액체나 저장용기 내에 침전물이나 섬유질(filaments) 또는 가시적인 겔화(gelation) 징후가 없어야 한다.

4.2.2 분말(powder)

비캡슐형 시멘트의 경우 분말(powder)을 육안으로 시험한다. 불순물(extraneous material)이 없어야 하며, 색이 있는 분말의 경우 그 색소는 분말 전체에 균일하게 분포해야 한다.

4.3 경화되지 않은 시멘트

시멘트는 5항에 따라 혼합하고 육안으로 검사해야한다. 시멘트는 균질하고, 골고루 잘 혼합된 상태이어야 한다.

5. 시편의 준비

5.1 환경조건

시편은 $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 의 온도와 상대습도 $(50 \pm 10)\%$ 에서 준비하여야 한다.

5.2 혼합 방법

시멘트는 제조자의 지시대로 준비해야한다. 한 번의 혼합으로 각 시편을 준비할 수 있도록 충분한 시멘트를 혼합해야한다. 각 시편마다 새로 혼합해서 만들어야 한다.

^{주)} 캡슐형 재료의 경우 특정 시편을 제작하기 위해서 하나 이상의 캡슐을 동시에 혼합해야 하는 경우도 있다.

6. 검체 선정

6.1 손으로 혼합하는 시멘트(hand-mixed cement)

모든 시험 및 필요한 재시험을 완료할 수 있도록 충분한 재료를 1개의 배치에서 확보해야 한다.

주) 대략 50 g의 분말이면 시험을 완료하는데 충분하다.

6.2 캡슐형 시멘트(encapsulated cements)

모든 시험 및 필요한 재시험을 완료할 수 있도록 시험검체는 1개의 배치에서 나온 충분한 수의 캡슐로 된 소매포장으로 구성되어야 한다.

7. 시험규격

7.1 순경화시간(net setting time)

부속서 A에 따라 시험할 때 시멘트의 순경화시간은 표 1에 규정된 요구사항에 부합해야 한다.

7.2 필름 두께(film thickness)(접착용 시멘트만 해당)

부속서 C에 따라 시험할 때 피막두께는 표 1에 규정된 요구사항에 부합해야 한다.

7.3 압축강도(compressive strength)

부속서 D에 따라 시험할 때 압축강도는 표 1에 규정된 요구사항에 부합해야 한다.

7.4 산 부식도(acid erosion)

부속서 E에 따라 시험할 때 산 부식도는 표 1에 규정된 요구사항에 부합해야 한다.

7.5 광학적 특징(optical properties)(수복용 폴리알케노에이트계시멘트에 해당)

부속서 F에 따라 준비, 보관 및 시험할 때 시멘트는 다음의 요구사항을 만족해야 한다.

- 1) 제조자가 수복용 시멘트를 불투명(opaque)이라고 명시하지 않는다면, 경화된 수복용 시멘트의 불투명도는 표 1에 규정된 기준 이내이어야 한다.[8 포장 6) 참조]
- 2) 경화된 시멘트의 색은 제조자가 제시한 색조가이드(shade guide)에 부합해야 한다. 제조자가 색조가이드를 제공하지 않는 경우 제조자는 이 요구사항에 부합하는지 평가하기 위해 사용해야 하는 시판 색조가이드를 지정해야 한다.[9.1 1) 참조]

7.6 산용해성 비소 및 납 함량(acid-soluble arsenic and lead contents)

7.6.1 산용해성 비소함량

부속서 G에 따라 시험할 때 산용해성 비소함량은 표 1에 규정된 기준을 초과해서는 안된다.

7.6.2 산용해성 납함량

부속서 G에 따라 시험할 때 산용해성 납함량은 표 1에 규정된 기준을 초과해서는 안된다.

7.7 방사선 불투과성(radio-opaque)

제조자가 방사선 불투과성 원자재임을 주장한다면[8 포장 7) 항 참조] 방사선 불투과성은 부속서 H에 따라 시험할 때 최소한 동일한 두께의 알루미늄의 값과 같아야 한다. 제조자가 더 큰 방사선 불투과성을 주장한다면 측정된 값은 부속서 H에 따라 시험할 때 주장한 값보다 작지 않아야 한다.

7.8 생물학적 안전에 관한 시험

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

8. 포장(packaging)

원자재가 적절하게 보호되고, 내용물의 품질을 손상시키지 않는 용기나 캡슐에 담아서 공급되어야 한다.

용기나 캡슐을 단일포장으로 제시하기 위해 외부포장을 사용할 수 있다.

포장에는 아래의 사항들이 표시되어야 한다.

- 1) 시멘트의 유형과 적용분야
- 2) 제조자가 제시한 색조가이드(shade guide)에 따른 분말의 색상
- 3) 적절하다면 분말의 최소 순 질량(g) 또는 액체의 최소 순 부피(ml)
- 4) 제조자 배치 또는 로트 번호
- 5) 가장 바깥쪽 포장에 권장되는 보관 조건과 그 조건에서의 시멘트의 유효일자
- 6) 외부포장에 시멘트가 불투명(opaque)인지 여부
- 7) 외부포장에 방사선 불투과성(radio-opaque)인지 여부
- 8) 캡슐형 시멘트의 용기 각각에 들어있는 캡슐의 수와 각 캡슐의 무게

9. 기재사항

9.1 일반사항

설명서는 제품 각 포장에 동봉되어야 하고, 다음의 사항을 포함해야 한다.

- 1) 색상 가이드 또는 색상 가이드를 제공하지 않는 경우에는 해당 제품에 사용할 수 있는 시판 색상 가이드에 대한 정보

추가로 최소한 9.1.1 또는 9.1.2 항의 정보를 제공해야 한다. 3.1 항에서 언급되지 않은 원자재의 경우 제조자는 시험해야하는 성능의 요구사항에 대한 원자재의 유형(3.1, 3.2 항 참고)을 설명해야 한다.

9.1.1 손으로 혼합하는 시멘트(hand-mix cements)

손으로 혼합하는 시멘트의 경우 다음의 정보를 제공해야 한다.

- 1) 시편의 준비를 위한 온도 범위
- 2) 일정 온도 범위에서 권장되는 분말과 액체 간의 질량 비율
- 3) 사용자가 2)의 비율을 얻는 방법에 대한 설명[(23 ± 1) °C의 온도와 상대습도 (50 ± 10) %에서 0.01 g의 정확도로 분말과 액체간의 질량 비율을 포함해야 한다.]
- 4) 혼합판(mixing slab)과 스파툴라(spatula)의 유형과 그 조건
- 5) 분말을 액체에 혼합시키는 속도
- 6) 혼합시간(2.1 항 참조)
- 7) 작업시간(2.2 항 참조)
- 8) 순경화시간(2.3 항 참조)
- 9) 시멘트와 상아질(dentin) 사이에 라이너(liner)를 사용하라는 권고문(필요한 경우)
- 10) 마감처리를 시작하는 최소 시간과 권장되는 마감처리 방법(필요한 경우)
- 11) 시멘트 표면을 보호막으로 코팅해야 한다는 문구와 코팅 유형에 관한 지침서(필요한 경우)

9.1.2 캡슐형 시멘트(encapsulated cements)

캡슐형 시멘트의 경우 다음의 정보를 제공해야 한다.

- 1) 분말과 액체 사이의 물리적 접촉 방법
- 2) 물리적 혼합기구의 유형과 혼합시간
- 3) 작업시간 (2.2 항 참조)
- 4) 순경화시간 (2.3 항 참고)
- 5) 시멘트와 상아질(dentin) 사이에 라이너(liner)를 사용하라는 권고문(필요한 경우)
- 6) 마감처리를 시작하는 최소 시간과 권장되는 마감처리 방법(필요한 경우)
- 7) 1개 캡슐로 혼합되어 사용 가능한 시멘트의 최소 부피(mL)
- 8) 시멘트 표면을 보호막으로 코팅해야 한다는 문구와 코팅 유형에 관한 지침서(필요한 경우)

표 1 치과 시멘트 기준

화학물질 유형	적용 분야	필름 두께	순경화 시간		압축 강도	산 부식도	불투명도		산 용해성 비소 함량	산 용해성 납 함량
		(μm)	(분)		(MPa)	(mm)	(C _{0,70})		(mg/kg)	(mg/kg)
		최대	최소	최대	최소	최대	최소	최대	최대	
인산아연	접착	25	2.5	8	50	0.30			2	100
폴리카르복살레이트아연	접착	25	2.5	8	50	0.40			2	100
유리 폴리알케노에이트	접착	25	1.5	8	50	0.17				100
인산아연	베이스/라이닝		2	6	50	0.30			2	100
폴리카르복살레이트아연	베이스/라이닝		2	6	50	0.40			2	100
유리 폴리알케노에이트	베이스/라이닝		1.5	6	50	0.17				100
유리폴리알케노에이트	수복		1.5	6	100	0.17	0.35	0.90		100

부속서 A 순경화시간의 측정(Determination of net setting time)

1. 시험기구

1.1 캐비닛(cabinet)

(37 ± 1) °C, 상대습도 최소 90 % 이상을 유지하는 것

1.2 압흔기(indentor)

직경 (1.0 ± 0.1) mm의 평평한 말단을 가진 바늘이 있는 압흔기로 평평하고 바늘의 장축에 수직이고, (400 ± 5) g이다.

1.3 금속 몰드(metal mold)

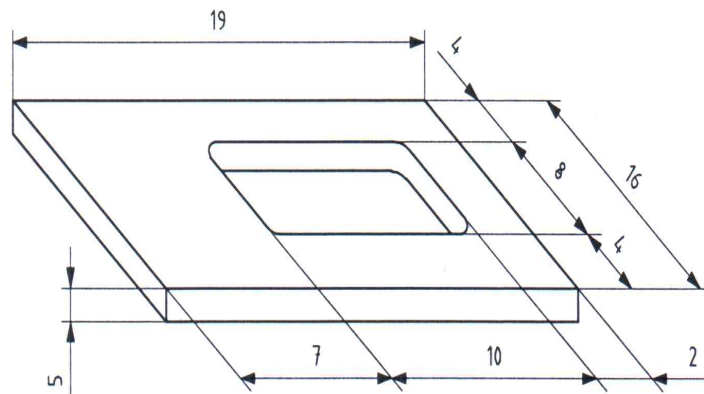
그림 A.1과 유사한 몰드

1.4 금속 블록(metal block)

최소 8 mm x 75 mm x 100 mm의 크기의 블록으로 캐비닛 안에 위치되고 (37 ± 1) °C로 유지된다.

1.5 알루미늄 호일(aluminium foil)

1.6 정밀도 ± 1 초의 타이머



치수의 허용 오차: ± 0.15

주) 내부 모서리는 사각 또는 둥글게 처리할 수 있다.

그림 A.1 순경화시간 측정을 위한 시편제작용 몰드(단위 : mm)

2. 시험방법

(23 ± 1) °C의 조건에서 몰드(A.1.3)를 알루미늄 호일 위에 올려놓고, 혼합된 시멘트를 수평

면까지 채운다.

혼합 종료 후 60초 시점에 캐비닛(A.1.1)내의 블록(A.1.4)위에 몰드, 호일 및 시멘트 시편으로 구성된 어셈블리(assembly)를 올려놓는다. 몰드와 호일 사이와 호일과 블록 사이가 잘 접촉 되도록 한다.

혼합 종료 후 90초 시점에 압흔기(indentor, A.1.2)를 수직으로 시멘트 표면에 조심스럽게 내린 후 5초간 그 상태를 유지한다.

2배 확대하여 관찰하였을 때 바늘이 시멘트에 완전한 원형의 압흔을 만들지 못하는 시점까지 30초 간격으로 압입을 반복하여 대략적인 경화시간을 결정하기 위한 예비시험을 수행한다. 필요하다면 압입하는 중간에 바늘을 닦는다.

이 방법으로 결정된 대략적인 경화시간의 30초 전에 시작하여 10초 간격으로 압입을 하여 이 과정을 반복한다.

혼합 종료 시점과 바늘이 시멘트에 완전한 원형의 압흔을 만들지 못하게 되는 시점 사이의 경과 시간을 순 경화시간(net setting time)으로 기록한다. 시험을 2회 더 반복한다.

3. 결과의 처리

3회의 시험 결과를 기록한다. 원자재가 7.1 항의 요구사항을 충족하기 위해 각 결과는 표 1에서 규정된 범위 내에 있어야 한다.

부속서 B

치과용 시멘트의 화학적 조성 및 적용분야 (chemical composition and application of dental cements)

1 인산아연계시멘트(zinc phosphate cements)

인산아연 시멘트는 금속 이온을 함유하기도 하는 인산(phosphoric acid) 수용액과 산화물(oxide)의 분말(주성분은 산화아연) 사이의 반응을 기초로 한다. 단단한 구강 구조물 혹은 다른 장치에 치과 장치를 접합하는데 사용할 수 있다. 또한 수복 재료의 베이스(base) 또는 임시 수복 재료로 사용 할 수 있다.

2 아연폴리카복실레이트계시멘트(zinc polycarboxylate cements)

아연폴리카복실레이트 시멘트는 산화아연(zinc oxide)과 폴리아크릴산의 수용액(aqueous solutions of polyacrylic acid)과의 반응 또는 이와 유사한 폴리카복실 화합물 사이의 반응, 또는 물과 혼합된 산화아연(zinc oxide)/폴리카복실산(polycarboxylic acid) 분말들의 반응을 기초로 한다. 단단한 구강 구조물 혹은 다른 장치에 치과 장치를 접합하는데 사용할 수 있다. 또한 수복 재료의 베이스(base) 또는 임시 수복 재료로 사용 할 수 있다.

3 유리폴리알케노에이트시멘트(glass polyalkenoate cements)

유리폴리알케노에이트시멘트[글라스 아이오노머(glass ionomer)]는 알루미늄규산염 유리분말(aluminosilicate glass powder)과 폴리알켄산(polyalkenoic acid) 수용액의 반응 또는 알루미늄규산염 유리(aluminosilicate glass)/폴리알켄산(polyalkenoic acid)의 혼합분말과 물 또는 주석산(tartaric acid) 수용액의 반응을 기초로 한다. 치아의 심미적 수복물(aesthetic restoration)이나 다른 수복을 위한 베이스(base) 또는 라이너(liner)로 사용된다. 또한 단단한 구강구조물이나 다른 장치에 치과 장치를 접합시키는데 사용될 수 있다. 유리와 금속이 융합(cermets) 또는 혼합되어 있는 유리폴리알케노에이트시멘트와 치아의 수복에 사용되는 유리폴리알케노에이트시멘트도 이에 포함된다.

부속서 C

피막두께 측정(Determination of film thickness)(접착용 시멘트에만 해당)

1 시험기구

1.1 두 개의 광학적으로 편평하고, 사각형 혹은 원형 유리판

(200 ± 25) mm²의 접촉면적을 가진다. 각 판은 5 mm 이상의 일정한 두께를 가지고 있다.

1.2 하중기구(loading device)

그림 C.1에 도식화된 하중기구 또는 이와 동등 수준을 갖는 기구로 상부 유리판을 통해 시편에 수직으로 (150 ± 2) N의 힘을 가할 수 있는 기구

하중을 받는 로드(rod)의 기저부에 부착된 모루(anvil)는 수평이고 베이스(base)에 평행해야 한다. 기구는 부드럽게 힘을 가할 수 있어야 하고 회전은 일어나지 않아야 한다.

1.3 스크루 마이크로미터(screw micrometer) 혹은 이와 동등 이상의 수준을 갖는 측정 장치

2 μm 이하의 눈금을 갖는 스크루 마이크로미터

2 시험방법

2개의 광학적으로 편평한 유리판(1.1) 겹쳐놓고, 그 두께를 1 μm 정확도로 측정하여 기록한다. 이 값을 측정값 A라고 한다.

상부 유리판을 제거한 후 혼합된 시멘트 (0.10 ± 0.05) mL을 하부 유리판의 중앙에 놓고, 이를 하부 평판(platen) 위의 하중기구(1.2)의 중심부에 위치시킨다. 상부 유리판을 처음 측정했을 때와 같은 방향으로 하여 시멘트 중앙에 놓는다.

제조사에서 제시한 작업시간이 종료되기 10초 전에 상부 판을 통해 시편에 조심스럽게 수직으로 (150 ± 2) N의 힘을 가한다.

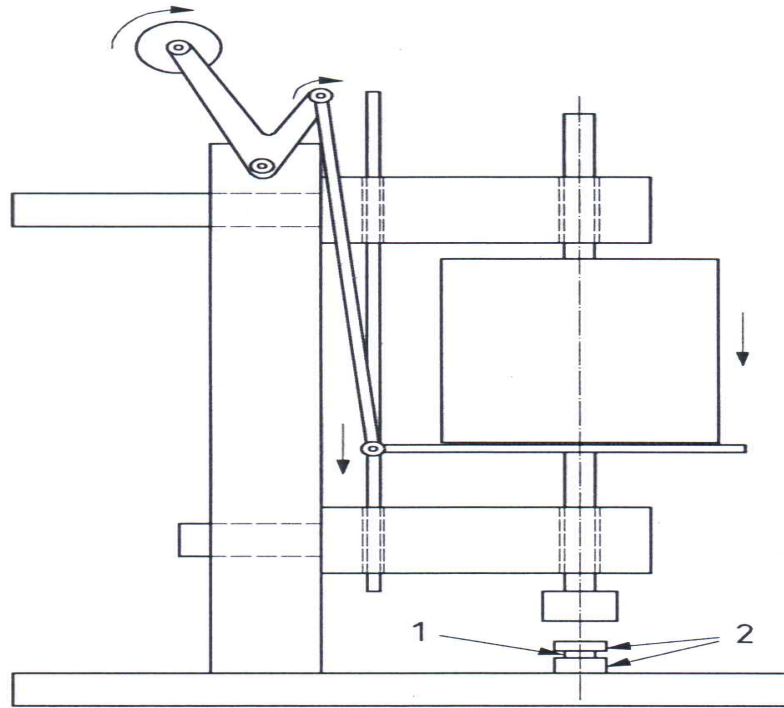
시멘트가 유리판 사이의 공간을 완전히 채워지도록 한다. 하중을 가한 후 적어도 10분이 경과한 시점에서 하중기구로부터 판들을 꺼내어 2개의 유리판과 시멘트 막을 합친 두께를 측정한다. 이 값을 측정값 B라고 한다.

시멘트 막이 있는 경우와 없는 경우의 유리판의 두께 차이(측정값 B - 측정값 A)를 시멘트 피막두께로 기록한다. 시험을 4회 반복한다.

3 결과의 처리

시멘트가 7.2 항과 표 1에 규정된 시험기준을 통과하기 위해서는 5개의 결과 중 적어도 4개의 결과가 25 μm 보다 작아야 한다. 만약 2개 이하의 결과가 25 μm 보다 작으면 그 재료(시멘트)는 시험기준에 부적합하다. 3개의 결과 값이 25 μm 보다 작은 경우 시편 5개를 추가로

시험해야 한다. 7.2 항과 표 1에 규정된 시험기준을 통과하기 위해서는 2번째 시험의 모든 시험편들에서 25 μm 보다 작아야 한다.



1. 시험편(specimen), 2. 유리 디스크(glass disc)

그림 C.1 피막두께 시험용 하중기구

부속서 D

압축강도 측정(Determination of compressive strength)

1 시험기구

1.1 캐비닛(cabinet)

(37 ± 1) °C의 온도와 최소 30 %의 상대습도를 유지하는 것

1.2 분리되는 몰드와 판(그림 D.1)

몰드의 내부치수는 높이 (6.0 ± 0.1) mm와 직경 (4.0 ± 0.1) mm 이어야 한다. 몰드와 판은 스테인레스강(stainless steel) 또는 시멘트의 영향을 받지 않는 원자재로 만들어야 한다. 폴리아크릴산(polyacrylic acid)계 시멘트를 시험할 때는 판에 아세테이트 시트(acetate sheet)를 덮어서 부착되는 것을 방지한다.

1.3 스크루 클램프(screw clamp)

그림 D.1에 제시된 것

1.4 스크루 마이크로미터(screw micrometer) 혹은 이와 동등 이상의 수준을 갖는 측정 장치
2 μm 이하의 눈금을 갖는 스크루 마이크로미터

1.5 만능 시험장치

크로스헤드(cross-head) 속도 (0.75 ± 0.30) mm/min 또는 하중 속도 (50 ± 16) N/min 로 작동될 있는 것

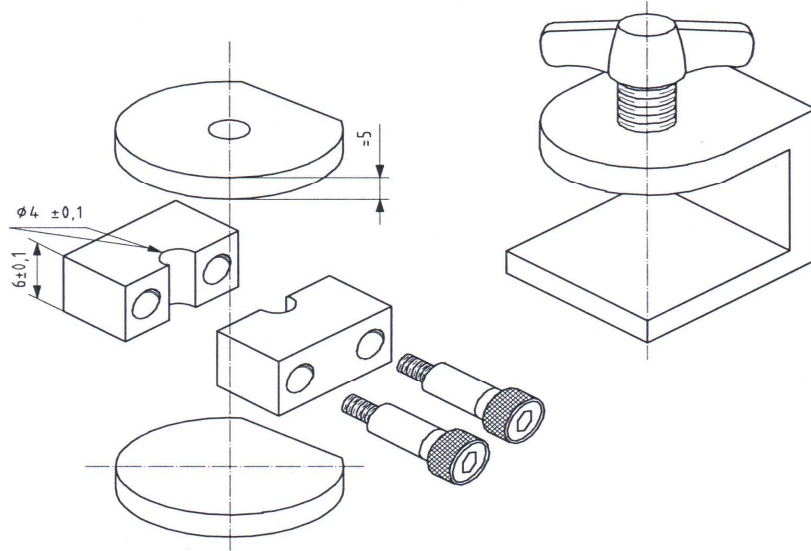


그림 D.1 압축강도시험의 시편 제작용 몰드와 클램프

2 시편의 준비

분리되는 몰드와 판(1.2) 그리고 스크루 클램프(screw clamp)(1.3)를 $(23 \pm 1) ^\circ\text{C}$ 의 온도 조건으로 한다. 시멘트 혼합 후 60초 이내에 제조자의 지시에 따라 준비한 시멘트를 분리되는 몰드에 약간 넘치도록 채운다.

시멘트를 경화시키고 기포가 들어가는 것을 막기 위해 혼합된 시멘트의 적절한 최대 양을 몰드에 넣고 적절한 기구를 이용하여 한쪽 면을 막는다. 이 방법으로 몰드가 넘치도록 채우고 아래 판 위에 약간의 압력을 가하며 놓는다.

밀려나온 시멘트를 제거하고 몰드 위에 금속판을 올려놓고 압착한다. 스크루 클램프에 몰드와 판을 올려놓고 조인다. 혼합 종료 후 120초 이내에 전체 어셈블리(assembly)를 캐비닛(D.1.1)으로 옮긴다.

혼합 종료 후 1시간 후에 판을 제거하고 시편의 끝부분이 평평하고 장축에 수직이 되도록 연마한다. 습식 400 등급 실리콘카바이드 페이퍼(400 grade silicon carbide paper)를 사용하는 것이 적절한 방법이지만, 어떤 경우에도 이보다 연마제가 더 거칠어서는 안 된다.

표면처리 후 몰드에서 즉시 시편을 분리해내고, 확대경없이 육안으로 기포(air-voids)와 가장자리가 깨졌는지를 검사한다. 결함이 있는 시편은 폐기한다.

주) 경화된 시멘트 시편을 원활하게 분리해내기 위해 시멘트를 채우기 전에 몰드의 내부표면에 석유에테르(petroleum ether)에 녹인 3 % 마이크로 크리스탈린 왁스(micro-crystalline wax) 또는 파라핀 왁스(paraffin wax) 용액으로 코팅할 수 있다. 몰드를 사용하기 전에 과량의 에테르를 증발시키도록 한다.

다른 방법으로 실리콘 그리스(silicon grease) 또는 PTFE 드라이 필름(PTFE dry-film) 윤활제를 얇게 도포하여 사용할 수 있다.

5개의 시편을 준비하고, 각 시편을 준비한 직후에 (37 ± 1) °C에서 (23 ± 0.5) 시간 동안 ISO 3696에 규정된 3등급 수에 담근다.

각 시편에서 서로 수직으로 2번 측정된 평균값으로 직경을 계산한다. 예를 들어 스크루 마이크로미터(D.1.4)를 이용하여 0.01 mm의 정밀도로 측정한다.

3 시험방법

혼합 종료 24 시간 후에 각 시편의 편평한 부분을 물성시험기(D.1.5)의 압축판(platen) 사이에 놓고, 시편의 장축을 따라 압축 하중을 가한다. 시험기기의 압축판 위와 아래의 시편이 접촉하는 부분에 젖은 여과지(예, Whatman No. 1)를 놓는다. 매 시험마다 새로운 여과지를 사용한다.

시편이 파열될 때 가해진 최대 하중을 기록하고 다음 계산식을 이용하여 메가파스칼(MPa) 단위로 압축강도 C를 계산한다.

$$C = 4p/\pi d^2$$

p : 가해진 최대 하중(N)

d : 시편의 평균 직경(mm)

4 결과의 처리

5개의 결과 중에서 최소 4개 이상의 결과가 표 1에 제시된 최소 압축강도보다 크다면 그 원자재는 적합한 것이다. 5개의 결과 중에서 3개 또는 그 이상이 표 1에 제시된 최소 압축강도보다 작다면, 그 원자재는 부적합이다.

만약 3개의 시편만이 표 1에서 요구한 최소 압축강도를 만족할 경우 5개의 시편을 추가로 준비한다. 시험을 통과하기 위해서는 총 10개의 시편 중에서 최소한 8 개 이상의 시편이 표 1에 제시된 최소 압축강도 값 이상이어야 한다.

부속서 E

산부식도의 측정(Determination of acid erosion)

1 시험기구

1.1 캐비닛(cabinet)

(37 ± 1) °C의 온도와 최소 90 %의 상대습도를 유지하는 것.

1.2 시편 홀더(specimen holder)

PMMA[poly(methyl methacrylate)] 재질로 된 사각형 혹은 원형의 주형(30 mm x 30 mm x 5 mm의 사각형 혹은 5 mm x 30 mm 직경의 원형)으로 그 중심에 직경 (5.0 ± 0.5) mm와 깊이 (2.0 ± 0.5) mm의 구멍이 있는 것.

^{주)} 용기에 적합하게 맞추는데 도움이 된다면, 시편 홀더의 크기와 모양은 약간 변형될 수 있다.(예, 사각형의 모서리를 둥글게 처리)

1.3 PMMA 판

^{주)}시편홀더의 크기와 거의 동일하게 한다.

1.4 분리 시트(separating sheet)

폴리에스터 스트립(polyester strip)과 같이 시멘트가 경화된 후 PMMA 판에서 쉽게 분리되도록 시편 홀더에 적용하는 것

1.5 클램프(clamp), 클립(clip) 또는 이와 동등한 장치

시편홀더(1.2), 판(1.3) 및 분리시트(1.4)를 시멘트가 경화되는 동안 함께 고정해 줄 수 있도록 설계된 것

1.6 저울

0.1 mg의 정밀도를 가진 것

1.7 피펫(pipette)과 같은 부피 측정 기구

30 mL를 분주하기에 적합하거나, 0.1 mL의 정밀도를 가진 다른 기구

1.8 용기(container)

시편 홀더가 완전히 수평으로 잠길 수 있도록 30 mL의 시험용액을 담을 수 있고, 부식 용액 표면과 담긴 시편의 상부 표면 사이의 거리가 (10 ± 3) mm가 되는 것. 용기는 증발이나 오염을 막기 위해 뚜껑이나 돌려서 닫는 마개가 있어야 한다.

1.9 캐비닛(cabinet)

(37 ± 1) °C의 온도를 유지하는 것.

주) E.1.1 항의 캐비닛을 사용할 수 있지만, 여기서는 90 %의 습도는 요구되지 않는다.

1.10 연마지(abrasive paper)

1,200grit 습식 혹은 건식 연마지

1.11 스프링이 장착되어 있고, 끝부분이 둥근 다이얼 게이지(dial gauge)

0.01 mm 이하 단위의 눈금이 있는 것.(0.005 mm까지 측정 가능한 것) 게이지의 스프링 힘은 50 g에서 100 g 범위여야 하며, 끝부분(tip)의 직경은 (3.5 ± 0.5) mm여야 한다.

주) 무거운 중량(deadweight)을 갖는 하중기구를 사용할 수 있다. 하중 조건이 제시된 것과 같다면, 전자식 판독/표시 기능이 있는 기기도 사용할 수 있다.

2 부식 용액(eroding solution)의 준비

순수 건조 성분으로 계산된 젖산 8.27 g(일반 시약 등급 또는 더 순수한 것)과 젖산나트륨 0.92 g(일반 시약 등급 또는 더 순수한 것)을 물(ISO 3696을 따르는 3등급수)에 용해하고 사용하기 최소 18시간 전에 3등급수를 넣어 1 L로 만든다.[락톤(lacton)의 가수 분해가 발생] 사용하기 직전에 용액의 pH가 2.74 ± 0.02 인지 검사하고 필요하다면 1mol/L 젖산나트륨(sodium lactate) 용액 혹은 1mol/L 젖산(lactic acid) 용액으로 pH를 조정한다. 이 시약은 항상 각 세트의 시편을 시험할 때 새로 만들어야 한다.

주) 이 용액은 젖산(lactic acid)/젖산나트륨(sodium lactate) 완충용액으로 pH는 2.74 이다.

3 시편의 준비

시편 홀더(1.2), PMMA 판(1.3), 분리 시트(1.4), 클램프(1.5)를 (23 ± 1) °C가 되도록 한다. 제조자의 지시에 따라 (23 ± 1) °C에서 시험 물질들을 배합하고 혼합한다. 수동 혼합식 시멘트의 경우, 저울을 이용하여 권장되는 분말/액체의 비율로 분말과 액체의 무게를 측정한다. 제조자가 권장한 혼합 패드(pad)/판(slab) 위에 구성성분들을 놓는다. 제조자가 권장한 기법으로 시멘트를 혼합한다. 캡슐형 시멘트의 경우, 권장되는 시간동안 권장되는 혼합기구를 이용하여 혼합한다. 시험 물질의 혼합 종료 후 60초 이내에 취급에 관한 제조자의 설명에 따라 시멘트를 시편 홀더의 구멍에 채운다.

공기가 들어가는 것을 방지하기 위해 시멘트 적정 부분 최대량을 시료 홀더 구멍의 한쪽을 채우고, 시료 홀더의 남은 부분을 공기가 들어가지 않도록 주의하면서 채운다. 이런 방법으로 시료 홀더에 약간 넘치도록 시멘트를 채운다.

분리 시트(separating sheed)를 덮은 PMMA판으로 시멘트를 덮은 후, 전체를 단단하게 누르고 스크루 클램프(screw clamp)로 조인다.

혼합 종료 후 180초 시점에 전체 어셈블리(assembly)를 캐비닛으로 옮긴다.

24시간 후에 클램프에서 판과 분리 시트를 분리시키고, 연마지를 이용해 시편 홀더 내의 시멘트가 평평해질 때까지 물을 계속해서 흘려주면서 연마한다.

5개의 시편을 준비한다. 모든 시편을 검사하고 명백한 흠이나 기포가 포함되어 있는 것은 버린다.

4 시편 중앙에서 초기 깊이, D_0 의 측정 및 계산

각 시편 별로 시편 홀더의 가장자리를 고정된 기준면으로 하여 시편 중앙의 초기 깊이를 측정한다.

주¹⁾ 이 과정은 초기 시멘트의 높이를 정하고, 시멘트의 높이가 시편 홀더의 높이와 거의 같은지를 확인하기 위해 필요하다.

초기 시멘트의 높이가 시편 홀더의 높이와 5 μm 이상 차이를 보이면, 시멘트와 홀더의 높이 차이가 5 μm 이내가 될 때까지 더 연마한다.

주²⁾ 일반적으로 다이얼 게이지(dial gauge)의 한 눈금은 10 μm 이고, 한 눈금의 절반을 5 μm 라고 추정할 수 있다.

다이얼 게이지(dial gauge) (E.1.11)를 이용하여 시편 홀더의 4개 지점과 시편 중앙 근처 높이를 기준(baseline)으로 기록한다. 시편 홀더의 4개 지점은 시편으로부터 0.5 mm에서 1.0 mm 거리에서 90° 간격으로 고르게 위치해야 한다.

시편홀더의 4개 높이의 평균을 계산한다. 이 값에서 시편 중심에서의 높이를 빼서 D_0 값을 구한다.

5 담금(immersion)

시편 홀더가 수평이 되도록 각 시편들을 개별적으로 30 mL 부식 용액이 들어있는 용기(E.1.8)에 담근다. 시편 홀더를 위를 향하도록(face upward) 놓아서 시멘트 표면 전체가 용액에 잠기도록 하고, 이 때 용액은 시편 표면 위로 (10 \pm 3) mm 가 채워지도록 한다.

용기를 밀봉하고 (37 \pm 1) °C의 캐비닛(1.9)에서 24시간 동안 보관한다.

24시간 후에 시편과 시편 홀더를 꺼내 물(ISO 3696을 따르는 3등급 수)로 행군다.

6 부식 후 시멘트 중앙 깊이, D_t 의 측정과 계산

부식 후의 시멘트 높이 값, D_t 를 구하기 위해 전과 마찬가지로 시편 홀더의 가장자리(shoulders)를 기준면으로 하여 각 시편의 중앙의 깊이를 측정한다.

7 결과의 표시

다음의 계산식으로 각 시편의 시멘트 중앙의 부식된 깊이(D)를 mm 단위로 구한다.

$$D = D_t - D_0$$

D_0 : 부식 전의 시편 중앙의 깊이(mm)

D_t : 부식 후의 시편 중앙의 깊이(mm)

주) 초기 시편의 높이가 시편 홀더보다 높은 경우 D_0 는 음수가 되고 이 경우에 D 는 D_t 와 D_0 의 절대값으로 구한다.

5개 시편 각각에서 D 값을 구한다.

8 결과의 처리

계산된 D 값을 표 1에서 제시된 기준 값과 비교한다. 시험에 통과하기 위해서는 D 값의 4개 이상이 기준 값보다 작아야 한다. 3개 이상의 값이 기준 값보다 크다면, 이 원자재는 불합격이다.

5개 중 3개가 기준 값보다 작으면, 5개의 시편을 추가로 준비하여 시험한다. 7.4 항에 요구기준을 만족하기 위해서는 5개 시편 모두가 표 1의 기준 값보다 작아야 한다.

부속서 F

광학적 성질의 측정(determination of optical properties) (수복용 폴리알케노에이트 시멘트에만 해당됨)

1 불투명도

1.1 시험기구

1.1.1 캐비닛(cabinet)

(37 ± 1) °C의 온도와 최소 30 %의 상대습도가 유지되는 것.

1.1.2 오팔 유리 표준품(opal glass standards)

$C_{0.70}$ 값이 0.35, 0.55, 0.90인 것

주) 명암비(contrast Ratio) $C_{0.70}$ 는 흑색 배경 위에서 시편에 의해 반사되는 빛과 70 % 반사율을 갖는 백색 배경에서 시편에 의해 반사되는 빛 사이의 비율이다.

1.1.3 폴리에틸렌(polyethylene) 또는 셀룰로오스 아세테이트(cellulose acetate) 재질의 백색 방수 시트

약 110 mm x 40 mm이고 전체 길이에서 폭 2 mm인 검은 선이 3 mm 간격으로 표시되어 있는 것.

1.1.4 몰드(mould)

그림 F.1과 같이 형성부(former)와 덮개(cover plate)를 포함하는 분리되는 황동(brass) 또는 스테인리스강(stainless steel) 고리로 구성되어 있다. 고리의 높이는 (1.00 ± 0.03) mm이고 내부 직경은 (10.0 ± 0.3) mm이어야 한다.

1.1.5 클램프(clamp), 클립(clip) 또는 이와 동등한 장치

시멘트가 경화되는 동안 시편 몰드를 고정하도록 고안된 것.

1.1.6 스크루 마이크로미터(screw micrometer) 또는 이와 동등한 장치(정밀도 0.01 mm)

1.1.7 타이머(timer)(정밀도 1 초인 것)

1.2 시편의 준비

평평한 금속 덮개(cover plate)로 받친 시트(sheet) 위에 몰드를 놓는다. 분리되는 고리 형태의 몰드(F.1.1.4)를 제조자의 지시에 따라 준비한 시멘트로 채운다. 시트를 덮은 두 번째 판을 덮는다. 전체를 단단히 누르고 클램프(1.1.5)로 조인다.

혼합 종료 후 120초 시점에 몰드 판과 스크루 클램프를 캐비닛 안에 넣는다.

1시간 후, 클램프에서 플레이트와 시트를 제거하고 조심스럽게 고리에서 시편을 분리한다. 마이크로미터(micrometer)를 이용하여 시편의 두께를 측정하여(1.1.6) (1.0 ± 0.1) mm 두께의 시편만 사용한다. 시편은 ISO 3696에 규정된 3등급 수에 넣고 (37 ± 1) °C에서 7일간 담가둔다.

1.3 시험방법

시편의 불투과도와 2개의 적절한 오팔 유리 표준품(Opal Glass Standards)(1.1.2)을 흑색 및 백색 줄무늬 배경에 올려놓고 비교한다. 비교하는 동안 시편, 오팔 유리 표준품(Opal Glass Standards)과 시트를 증류수의 얇은 막으로 덮는다.

만약 장치가 $\pm 0.02C_{0.70}$ 의 정확성을 갖는 것이 입증될 수 있으면 광도 측정 장치(photometric instrument)를 대신 사용한다. 이 경우에는 조명이 비춰진 백색 배경(반사율 70 %)에 시편을 놓고 반사율 $R_{0.70}$ 을 측정한다. 그 다음 시편을 흑색 배경에 놓고 같은 광원으로 조명을 비추고 반사율 R_B 를 측정한다. 다음의 계산식으로 불투명도를 계산한다.

$$C_{0.70} = R_B/R_{0.70}$$

1.4 결과의 처리

시멘트 시편의 불투명도가 2개 표준품 값의 사이에 있거나 둘 중의 어느 하나와 동일하다면, 시험에 통과하고 시험기준에 적합한 것이다.(7.5 1) 항 참조)

2 색조(color)

2.1 시험기구

2.1.1 백색 본드지(white bond paper)

산란되는 반사율 약 90 %로 산란 백색 배경을 제공.

2.2 시편의 준비

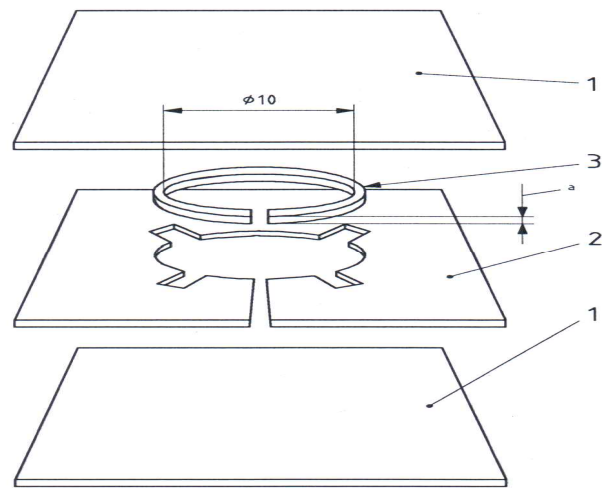
F 1.2에 기술된 대로 시편을 준비하고 시편은 ISO 3696을 따르는 3등급 수에 넣고 (37 ± 1) °C에서 7일간 담가둔다.

2.3 시험방법

물에서 시편을 꺼낸다. 여과지를 이용하여 시멘트 표면의 물기를 제거하고 산란되는 백색 배경 위에 올린다. ISO 7491에 규정된 색 비교 방법을 이용하여 시편의 색상과 제조자가 제공한 색조 가이드(shade guide) 혹은 지정한 색조 가이드(shade guide)를 비교한다.

2.4 결과의 처리

7.5 2)항의 요구기준을 만족하기 위해 시편의 색은 제조자의 설명과 일치해야 한다.



- 1 덮개(cover plate)
- 2 유지판(retaining plate) 또는 형성부(former)
- 3 분리되는 고리(split ring)
- a 고리의 높이

그림 F.1 불투명도와 색조 시험용 시료 준비를 위한 주형(단위 : mm)

부속서 G
산 용해성 비소 및 납 함량
(Determination of acid-soluble arsenic and lead contents)

1 시약

시약은 분석용 등급(analytic grade)이고 저연(low in lead)등급을 사용해야 한다.

1.1 염산(hydrochloride acid)

저연(low in lead), 고농축($\rho = 1.18 \text{ g/mL}$)

1.2 묽은 염산(hydrochloride acid)

80 mL의 물에 고농축 염산(G.1.1) 20 mL을 넣어 희석한다.

1.3 물

ISO 3696에 규정된 2등급 수

2 시편의 준비

권장되는 분말 : 액체의 비율로 3 g의 시멘트가 되도록 충분한 양의 분말과 액체를 혼합한다. 혼합된 시멘트를 깨끗한 플라스틱 봉투에 넣고 밀봉한다. 손가락 압력으로 봉투에 들어있는 시멘트를 평평하게 눌러서 아주 얇은 디스크를 형성하도록 한다. 만들어진 디스크를 24시간 동안 37 °C 오븐에 넣어둔 후 막자사발을 이용하여 디스크를 미세한 분말로 만든다. 이 분말 형태의 시멘트를 정확하게 2 g 취하여 150 mL 삼각플라스크에 옮긴다. 여기에 묽은 염산(1.2) 50 mL을 넣는다. 플라스크의 마개를 닫고 흔들면서 16시간 동안 유지한다. 원심분리관에 용액을 넣고 10분 간 원심분리한다. 맑은 용액을 피펫으로 취하여 검체 용기로 옮기고 마개를 닫는다.

3 비소 측정 방법

G 2 항에 따라 준비한 용액을 적절한 양으로 나누고 ISO 2590에 따라 비소의 함량을 측정한다.

4 납 측정 방법

G 2 항에 따라 준비한 용액을 적절한 양으로 분주하고 원자 흡광 또는 이와 동등하거나 우수한 감수성(sensitivity) 갖는 방법을 이용하여 납 함량을 측정한다.

5 결과의 처리

5.1 7.6 항의 요구사항을 만족시키기 위해 산용해성 비소 함량은 표 1에 제시된 기준을 넘지 않아야 한다.

5.2 7.6 항의 요구사항을 만족시키기 위해 산용해성 납 함량은 표 1에 제시된 기준을 넘지 않아야 한다.

부속서 H

방사선 불투과성 측정(Determination of radio-opacity)

1 시험기구

1.1 단상형 치과용 X-선 장치(single-phase dental x-ray unit)

총 여과 1.5 mm 알루미늄이 있고, (65 ± 5) kV로 작동 가능하며 적합한 부속품이 있다.

1.2 치과용 X-선 필름(dental X-ray occlusal film)

감도가 D(speed group D) (ISO 3665에 규정된 것)인 것. 현상액과 정착액은 새것으로 준비한다.

1.3 알루미늄 스텝웨지(aluminium step wedge)

0.5 mm의 일정한 간격의 계단모양으로 0.5 mm에서 5.0 mm의 단계적인 두께 범위를 갖는 것. 웨지는 독립적으로 세워질 수 있어야 한다.

웨지 제작용 알루미늄 합금은 알루미늄 함량이 최소 질량분율이 98 %이고, 구리 함량은 질량분율 0.1 % 미만 그리고 철 함량은 질량분율 1.0 % 미만이어야 한다.

1.4 농도계(photographic densitometer)

0.5에서 2.5의 범위에서 광학농도를 측정할 수 있다.

1.5 몰드(mould)

직경 (15 ± 1) mm, 두께 (1.0 ± 0.1) mm의 시편 디스크를 준비[예 : 금속 워셔(metal washer)]

1.6 필름(film)

(50 ± 30) μ m 두께의 필름(예 : 폴리에스테르(polyester))

1.7 유리판 혹은 금속판(부속서 D 1.2 참고)

1.8 캐비닛(cabinet)

(37 ± 1) °C의 온도와 최소 90 %의 상대습도를 유지할 수 있는 것

1.9 스크루 마이크로미터(screw micrometer) 혹은 이와 동등 수준의 장치

0.01 mm의 정밀도를 갖는 것

1.10 클램프(clamp), 클립(clip) 또는 이와 동등 수준의 장치

시멘트를 경화하는 동안 시편과 몰드를 함께 고정해 줄 수 있도록 디자인 된 것

1.11 연마지(abrasive paper)

1,200grit 습식 또는 건식(1,200grit wet or dry) 연마지

2 시편의 준비

필름(1.6)을 판(1.7) 위에 놓는다. 필름 위에 몰드(1.5)를 놓는다. 시멘트를 몰드에 넘치도록 채운다. 몰드 안의 시멘트 위에 필름을 놓고 두 번째 판(1.7)으로 덮어서 과량의 시멘트를 제거한다. 정확한 두께의 시편을 제작하기 위해 클램프로 어셈블리(assembly)를 고정한다. 어셈블리(assembly)를 캐비닛(1.8)에 넣고 30분간 경화시킨다.

몰드에서 시멘트를 분리하고 마이크로미터(micrometer, 1.9)로 디스크 중심부의 두께를 측정한다. 중심부 두께가 (1.0 ± 0.1) mm 범위 내인 시편만을 사용한다. 시편의 크기가 크다면 제시된 두께 범위가 될 때까지 연마지(1.11)를 이용하여 연마할 수 있다. 시험 전에 ISO 3696에 정의된 3등급 수에서 (23 ± 1) °C로 7 일 이하 동안 보관한다.

시편의 탈수를 방지하기 위해 물에서 시편을 꺼내고 30분 이내에 방사선 불투과성을 측정한다.

3 시험방법

두께 2 mm 이상인 납판 위에 X-선 필름을 놓는다. 필름의 중앙에 시편과 알루미늄 스텝웨지(1.3)를 올려놓는다.

음극타겟(cathode-target)과 필름 사이의 거리를 400 mm로 하여 시편, 알루미늄 스텝웨지와 필름에 (65 ± 5) kV로 X-선을 조사한다. 이때 노출시간은 방사선 조사완료시에 시편과 알루미늄 웨지가 놓여 있던 필름부분의 광학농도 (photographic density)가 1.5 와 2 사이가 되는 시간동안으로 한다.

^{주1)} 일반적으로 10 mA에서 0.3에서 0.4 초간 노출시킨다.

필름을 현상 및 정착 후에 농도계(densitometer)를 이용하여 시편과 알루미늄 웨지 의 광학농도(image density)를 비교한다.

^{주2)} 스텝웨지의 각 노출에 대한 알루미늄 두께와 광학농도(optical density)의 그래프를 그려서 측정의 정확도를 향상시킬 수 있다.

4 결과의 처리

^{주)} 방사선 불투과성 평가 결과를 해석할 때는 방사선 불투과성이 클수록 필름에 현상된 광학 농도가 더 작다(보다 투명하다)는 것을 기억해야 한다.

필름에서 동등한 알루미늄의 두께를 추정해야 한다.(가장 가까운 값을 나타내는 알루미늄 웨지 두께 중 더 높은 값을 취한다. 예를 들어, 시편이 알루미늄 두께 3.5와 4.0 mm 사이에 해당되는 필름의 농도를 나타낼 경우 4.0 mm의 값을 사용한다.)

7.7 항을 참고하여 방사선 불투과성의 요구기준을 판정해야 한다.