

27. 치과용수성시멘트(인산아연실리케이트계)

1. 적용범위

이 기준규격은 「의료기기 품목 및 품목별 등급에 관한 규정」(식품의약품 안전처 고시) 소분류 C11010.01 치과용수성시멘트 중, 산용해성 알루미늄실리카 유리 분말, 금속산화물(주로 산화아연), 금속이온을 함유하고 있을 수도 있는 수용성의 인산사이의 반응에 근거하는 인산아연실리케이트계 수성시멘트에 적용된다. 이 시멘트는 일시적인 수복물질로서 사용되어 진다.

2. 시험규격

2-1 재료

시멘트는 분말과 액으로 구성되어 있고, 제조자의 지시에 따라 혼합되어야 한다.

2-2 구성

2-2-1 액

시험방법에 따라 시험하였을 때, 액은 저장용기 내의 침전물 또는 Filaments가 혼합되어서는 안되고, 겔화가 되어서는 안된다.

2-2-2 분말

시험방법에 따라 시험하였을 때, 분말은 불순물이 혼합되어서는 안된다. 만일, 색이 있는 분말이라면, 그 색소는 분말 전체에 균일하게 혼합되어져 있는 상태이어야 한다.

2-3 경화되지 않은 시멘트

제조자의 지시대로 혼합하였고, 시험방법에 따라 시험하였을 때, 시멘트는 균질하고, 고루 잘 혼합된 상태이어야 한다.

2-4 광학적 성질

시험방법에 따라 시험했을 때, 경화된 시멘트의 불투명도는 표 1에서 제시한 범위 내에 있어야 한다. 수복에 사용되는 시멘트가 제조자에 의해서 투명하지 않게 제조되었다면, 불투명도의 요구는 적용되지 않는다. 경화된 시멘트는 제조자가 제시한 색 지침서에 부합하거나, 색 지침서가 없을 경우에는 제조자의 설명에 부합되어야 한다.

2-5 물리적 성질

시험방법에 따라 시험하였을 때, 시멘트는 표 1에 제시된 적절한 요구에 부합되어야 한다.

2-6 산용해성 비소함량

시험방법에 따라 시험할 때, 산 용해성 비소 함량은 표 1에 제시된 범위를 벗어나서는 안된다.

2-7 산용해성 납함량

시험방법에 따라 시험할 때, 산 용해성 납함량은 표 1에 제시된 범위를 벗어나서는 안된다.

2-8. 생물학적 안전성에 관한 시험규격

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

표1 물리적 특성

순경화시간 (분)	압축강도		산부식도 최대 mm/h	불투과도 C _{0.07}		산용해성 비소함량 mg/kg	산용해성 납함량 mg/kg
	최소	최대		최소	최대		
2	6	170	0.05	0.35	0.90	2	100

3. 시료의 준비

3-1 손으로 혼합하는 경우

하나의 공정으로부터의 얻으며 모든 규정된 시험들과 재시험들을 하기에 충분한 양을 준비하고, 최소 50g의 분말과 이에 상응하는 요구되어진 액으로 구성되어 진다.

3-2 캡슐로 공급되는 경우

시료는 100개의 소매포장 또는 그 이상의 캡슐로 구성된다.

4. 시험방법

4-1 시료의 준비

4-1-1 주변의 환경

모든 시료는 23±1℃, 상대습도 50±5%에서 준비한다.

4-1-2 육안 검사

2-2, 2-3, 2-4의 시험항목에 대해 육안검사를 시행한다.

4-1-3 혼합방법

시멘트의 혼합은 제조자가 제시하는 방법으로 한다. 하나의 혼합물로부터 각 시료를 모두 만들 수 있도록 충분한 시멘트를 혼합한다.

4-2 순경화시간

4-2-1 시험장비

4-2-1-1 Cabinet

37±1℃, 상대습도 90%이상을 유지한다.

4-2-1-2 압흔기

400g ±5g의 질량과와 직경 1mm±0.1mm의 평면종단부를 가지고 있다. 바늘의 침부는 대략 5mm 정도의 원통형이다. 바늘의 종단부는 평면이고, 바늘의 장축에 수직이다.

4-2-1-3 금속 몰드(그림 1)

4-2-1-4 금속 블럭

최소면적 8mm×75mm×100mm의 금속블럭은 Cabinet 내에 위치되어지고, 37±1℃를 유지한다.

4-2-1-5 알루미늄 호일

4-2-1-6 타이머

정밀도는 ±1s

4-2-2 시험방법

23±1℃의 조건하에, 금속 몰드를 배치하고, 알루미늄 호일을 깎 후, 혼합한 시멘트를 수평면이 되게 채운다. 혼합이 끝난 60초 이후에, 구성품을 놓고, Cabinet내의 블럭위에 금속 몰드, 호일, 시멘트시료를 올려놓는다. 몰드, 호일과 블럭이 접촉이 잘 되도록 한다. 혼합이 끝난 90초 이후에, 주의깊게 압흔기의 하부를 시멘트의 표면위에 수직으로 놓고 5초간 방치한다. 대략적인 경화시간을 결정하기 위하여 시험주행을 실시하는데, 2배 확대해서 관찰할 때, 바늘이 시멘트에 완전한 둥근 압흔을 만들기에 실패할 때까지 30초 간격으로 압흔표시를 반복한다. 압흔표시 과정중에 필요하다면 침을 닦아도 된다. 이 과정을 반복하는데, 대략적인 경화시간의 30초 이전에 압흔표시를 시작하고, 10초 간격으로 압흔을 만든다. 혼합이 끝난 시간부터 침이 시멘트에 완전한 둥근 압흔을 만들기에 실패할 때까지의 시간경과를 순경화시간으로 기록한다. 이 시험을 3회 반복한다.

4-2-3 결과의 처리

3회 시험의 결과들을 기록하고, 각 결과는 표 1의 요구조건의 범위내에 있어야 한다.

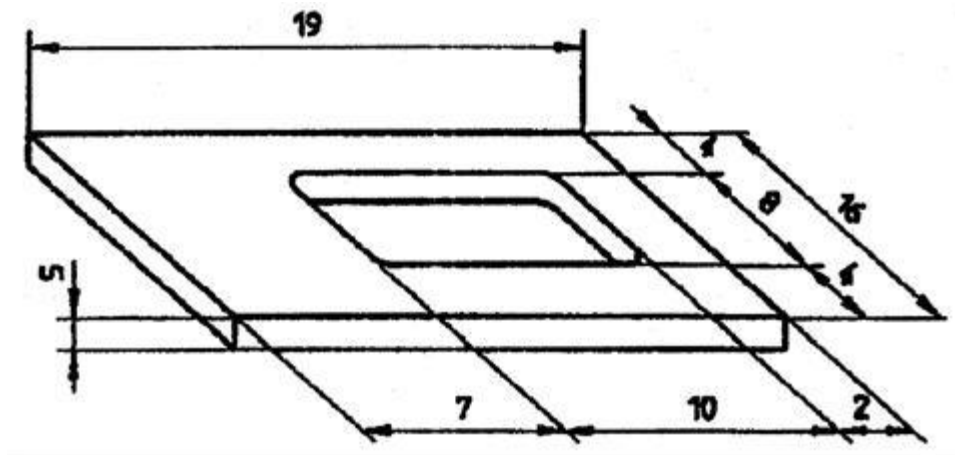


그림 1. 순경화시간측정을 위한 시편제작용 틀 (단위 : 밀리미터, 오차 : ±0.15)

4-3 압축강도

4-3-1 시험 장비

4-3-1-1 Cabinet

37±1℃, 상대습도 30%이상 유지한다.

4-3-1-2 잘려지는 틀과 판 (그림 2)

틀의 내부치수는 높이 6mm±0.1mm, 직경 4mm±0.1mm 이다. 틀과 판은 Stainless Steel 또는 그 외의 적합한 재료로 만들어지며, 시멘트에 의해 영향을 받지 않는다.

4-3-1-3 나사달린 클램프 : 그림 2 참조

4-3-1-4 물성시험기

Cross-Head(실린더의 꼭대기) Speed 0.75mm/min±0.30mm/min 또는 하중속도 50N/min±16N/min로 가동할 수 있다.

4-3-2 시편의 제작

잘려지는 틀 판과 나사달린 클램프는 23±1℃의 온도조건하에 있다. 혼합이 끝난 후, 60초 이내에 시멘트를 채우고, 잘려지는 틀에 약간 넘치도록 한다. 시멘트를 견고하게 굳히고 공기가 들러가는 것을 막기 위해서, 운반하기에 적절한 부분(양)의 혼합된 시멘트를 틀에 넣고, 적절한 기구를 이용하여 한쪽 면을 다듬는다. 이런 방법으로 틀에 약간 넘치도록 채우고, 아래판 위에 약간의 압력을 가한다. 덩어리로 성형되어진 시멘트를 꺼내고, 상부 메탈 판을 틀 위에 놓은 다음, 함께 압착한다. 나사달린 클램프안에 틀과 판을 넣고 튼튼하게 조인다. 혼합이 끝난 이후, 120초 이내에 Cabinet으로 전체 구성물을 옮긴다. 혼합이 끝난 후 1시간이 경과하면, 판을 제거하고, 시편의 종단부를 그것의 장축에 수직이 되도록 연마(Grind)한다. 젓은 400 Grade Silicon Carbide Paper를 이용하면, 이를 쉽게 할 수있는데, 연마재(Abrasive)는 결이 거칠어서는 안된다. 표면을 다듬는 것이 끝나는 즉시, 틀로부터 시편을 제거하고, 공기로 생긴 공극 또는 깨진 가장자리가 있는지를 확대경 없이 가시적으로 검사한다. 어떤 결함이 발견된 시편은 폐기한다. 견고하게 굳은 시멘트 시편을 쉽게 떼어내기 위해서는, 시멘트를 채우기 이전에 틀 내부 표면을 3% Micro-Crystalline 용액 또는 Petroleum Ether에 녹인 Paraffin Wax로 코팅하면 된다. 5개의 시편을 준비하는데, 각각의 시편이 준비되는 즉시, 그것을 국제규격의 3급에 해당하는 물에 담근다. 서로 수직이 되도록 ±0.01mm의 정확도로 2번 측정하여 그 평균으로 시편의 직경을 계산한다.

4-3-3 시험 방법

혼합이 끝난 24시간 이후에, 물성시험기의 압축판 사이에 가장자리를 편평하게 다듬은 시편을 위치시키고, 시편의 장축에 압축하중을 가한다. 시편이 부러졌을 때, 가해진 하중을 기록하고, 다음 공식을 사용하여 압축력, C, in megapascals,를 기록한다.

$$C = \frac{4p}{\pi \times d^2}$$

p ; 최대하중 (N)

d ; 시편의 직경 (mm)

4-3-4 결과의 처리

만약 얻어진 5개의 결과들 중 4개의 결과가 표 1에서 제시된 최소 강도 이하라면, 그 물질은 시험에 실패한 것이다. 만약 얻어진 5개의 결과들 중 4개 이상의 결과가 표 1에서 제시된 최소 강도 이상이라면, 그 물질은 기준에 적합한 것이다. 이외의 경우에는 10개 이상의 시편을 준비하고, 시험에 통과하려면, 총 15개의 결과들 중 적어도 12개 이상의 결과들이 제시된 최소 강도 이상이어야 한다.

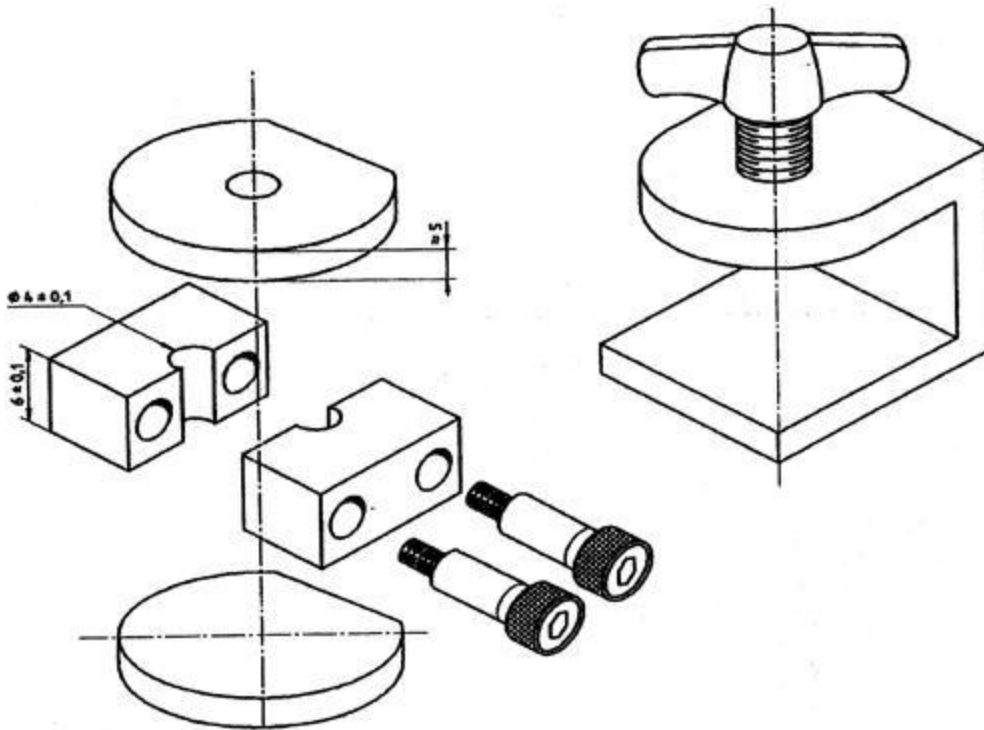


그림 2. 압축강도시험을 위한 시편제작에 사용되는 틀과 클램프

4-4 산 부식도

4-4-1 시험 장비

4-4-1-1 Impinging jet apparatus.

그림 3에 보여지는 이 장치는 시멘트 시편의 표면위에 액을 일정하게 분사하도록 고안되었다. 이것은 10L 용량의 저장장치, 재순환 펌프, 내경 1mm의 8개의 분리된 분사구가 있는 급수장치로 구성되어 있다. 각 분사구로 부터의 액의 유속은 $120\text{ml}/\text{min} \pm 4\text{ml}/\text{min}$ 이고, 이것은 Head의 높이에 따라 조절되어 진다. 이 장치는 액을 수송하기 위한 고무 또는 플라스틱 튜브가 장착된 Borosilicate Glass로 구성되어 있다. 만일 더 편리하다면, 분사구 구성품들은 다른 재료들로 구성될 수도 있다. 예를 들어, 돌려서 잠그는 장치(Luer Fittings)가 부착된 투명한 플라스틱 튜브의 분사구는 Luer 부착물에 상응하는 내경 1mm의 Stainless Steel 튜브로 교체될 수도 있다. 시편 틀은 그림 4에 제시된 치수들을 가진 Stainless Steel이다. Sample을 포함하

고 있는 Stainless Steel 틀은 저장용기에 조여져 있는 플라스틱 Trays에 8개의 구멍들이 있고, 각 시편은 분사구에 상응하는 그것의 종단부 밑에 정확하게 10mm±0.2mm 간격을 두고 위치한다. 이 과정은, 고정된 위치에 일정한 Head Device가 단단히 조여져 있고, 저장용기에 고정하게 되며, 상승시키는 장치상의 시편 부속물은 분사장치 바로 밑에 정확하게 위치함으로써 대부분 쉽게 이루어진다.

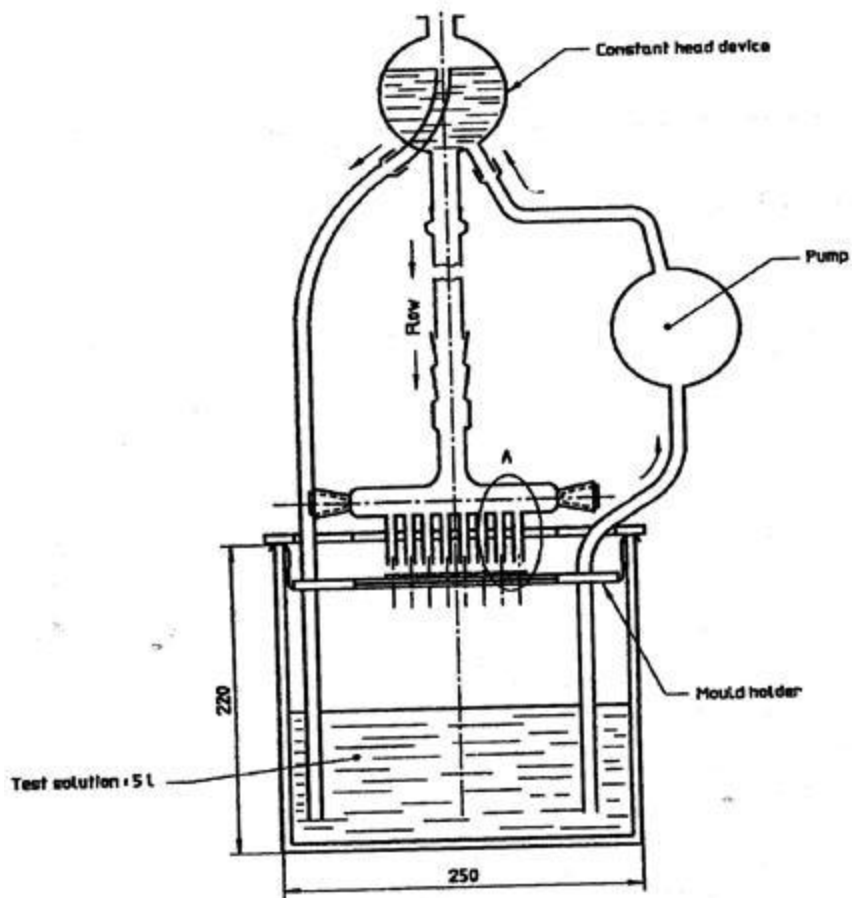


그림 3. 부식도 시험장치 (개괄적인 도면)

4-4-1-2 Micrometer 깊이 측정기

정밀도는 ±0.01mm이고, 1mm 직경의 평면 종단부와 칩 핀을 가지고 있다.

4-4-1-3 Cabinet

37±1℃를 유지한다.

4-4-1-4 타이머

4-4-1-5 틀 (그림 4)

4-4-2 시약

20mmol/l ± 1mmol/l 젯산으로 적어도 사용하기 18시간 이전에 물로 5L를 만든다. 사용이전에 즉시, 용액의 PH가 2.7±0.02인지 확인하고, 만약 필요하다면 1mol/l의 수산화나트륨용액 또는 1mol/l 염산을 첨가한다. 이 시약은 항상 시편이 시험되는 각각

의 순간마다 신선하게 준비되어져야만 한다.

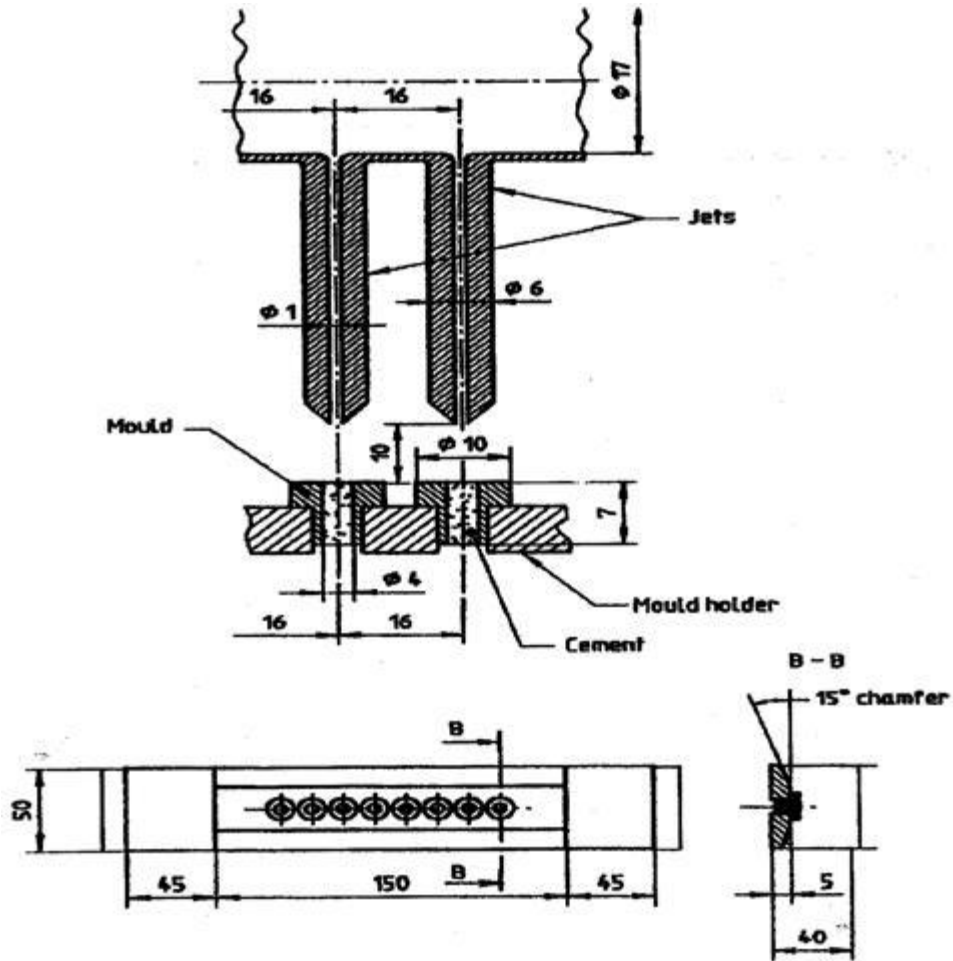


그림 4. 부식도 시험장비 (분사기와 틀 고정기의 세부도)

4-4-3 시편의 제작

제조자의 지시에 따라서 시멘트를 혼합하고, 틀에 약간 넘칠 정도로 채운다. 그리고 두 금속판을 사용하여 종단면을 덮는다. 즉시, 틀과 판을 G-Clamp에 놓고, 함께 나사못으로 단단하게 조인 다음, 구성품들을 캐비넷으로 옮긴다. 1시간 이후에 판을 치우고, 시편 종단부의 표면을 평평하게 한다. 시편을 습한 필터지가 있는 용기에 옮기고, 밀폐된 뚜껑을 확실하게 덮는다. 시편을 Cabinet 내에 23 ± 0.5 시간동안 넣어둔다. 분리된 혼합물들로부터 4개의 시편을 준비한다.

4-4-4 시험방법

캐비넷에서 꺼낸 직후, Micrometer 측정기를 이용하여 틀내의 시편 표면의 5개소 이상에서 깊이 D_1 를 측정한다. 원통형 용기에 젖산 용액 5L를 넣은 다음, 혼합이

시작된 24시간 후에, impinging jet apparatus를 준비시키고, 액의 순회를 시작한다. 시험중(시험개시~종료시까지)에 순환하는 액의 온도는 $23\pm 1^{\circ}\text{C}$ 를 유지한다. 시험장치 위의 정확한 위치에 시편을 올려놓는다. 각 시편의 중앙이 분사장치 밑에 $10\text{mm}\pm 0.2\text{mm}$ 의 수직간격으로 놓여져 있게 하기 위해서는 Spacer(간격을 띄우는 장치)를 이용한다. 타이머를 작동하고, 시편 표면에 $0.02\text{mm} \sim 1.5\text{mm}$ 정도의 부식이 일어나는 일정시간까지 장치를 가동시킨다. 이때, 시험의 개시로 부터의 시간을 시간 단위($1\pm 0.1\text{hr}$)로 기록하고, 시편을 제거한다. 이전의 기록을 근거로 시편의 평균 깊이 (mean depth) D_2 를 산정하고, 부식율을 계산한다.

4-4-5 결과의 처리

다음의 공식을 이용하여 부식도(Erosion, ml/hr) R을 계산한다.

$$R = \frac{D_2 - D_1}{t}$$

D_1 과 D_2 ; millimetres

t ; 부식시간

4개의 결과들 중 적어도 3개 이상의 결과들이 표 1에 제시된 비율 이하라면, 그 시료는 시험에 통과한다. 만일 3~4개의 결과들이 표 1에 제시된 비율 이상이라면, 그 물질은 시험에 부합하지 않는다. 만일 단지 2개의 결과들이 표 1에 제시된 비율 이하라면, 4개 이상의 시편으로 재시험한다. 두 번째 시험에서 4개의 결과들이 모두 표 1에 제시된 비율 이하라면, 그 물질은 시험에 통과(부합)한다.

4-5 광학성질

4-5-1 시험장비

4-5-1-1 Humidity cabinet

$37\pm 1^{\circ}\text{C}$, 상대습도 30% 이상을 유지한다.

4-5-1-2 Opal glass standards

0.35, 0.55, 0.90의 $C_{0.70}$ 수치를 나타내고 있다. 대조율(Contrast Ratio) $C_{0.70}$ 는 흑색배경위에서 시료가 빛을 반사하는 것과 백색배경위에서 시료가 빛을 반사하는 것 사이의 비율로서, 70%의 반사율을 나타낸다.

4-5-1-3 흰색의 방수용 판

Polyethylene 또는 Cellulose Acetate로 된 흰색의 방수용 판(대략 $110\text{mm}\times 40\text{mm}$)은 전체길이에 대해서 폭 2mm의 검은선이 3mm간격으로 표시되어 있다.

4-5-1-4 틀

그림 5 에서 보여지는 틀은 Former내에 포함되어 있는 잘려지는 낫쇠 또는 Stainless Steel Ring으로 구성되어 있다. Ring의 높이는 $1\text{mm}\pm 0.03\text{mm}$ 이고, 내경은 $10\text{mm}\pm 0.3\text{mm}$ 이다.

4-5-1-5 나사달린 클램프

4-5-2 시편의 제작

평평한 금속 덮개위에 틀이가 포함된 sheet가 놓여진다. 얇은 색조의 분말을 사용하여, 제조자의 지시에 따라 준비된 시멘트를 잘려지는 링 틀에 채운다. sheet로 덮인 두 번째 판을 덮는다. 움직이지 않도록 누르고, 조인다. 혼합이 종료되고 120초 후에, Humidity Cabinet내에 틀 판과 나사달린 클램프를 넣는다. 1시간 후에, 클램프에서 판과 Sheets를 제거하고, Ring으로부터 시편을 주의깊게 분리한다. 시편은 물(37±1°C, 국제기준의 3급수)속에 7일간 저장한다.

4-5-3 시험방법

흑백의 줄무늬가 있는 배경위에 시편과 표준물질을 놓고, 2개의 적절한 Opal Glass Standards와 함께 시편의 불투명도를 비교한다. 비교를 하는 동안에는 시편, Opal Glass Standards, 배경판을 물기가 있는 얇은 필름으로 덮는다. 만일 시멘트 시편의 불투명도가 2개의 표준물질 사이에 있거나 둘 중의 어느 하나와 동일하다면, 그것은 시험기준에 적합하다.

또 다른 방법으로, 이 비교를 위해서 광학기구를 사용하게 된다면, 그 기구는 정밀도가 ±0.02 C_{0.70}이내에 있어야 한다. 이 절차상에서, 시편은 백색배경(반사율 70%)에서 조명에 노출되어지고, 반사율을 측정한다.(R_{0.70}). 그때, 그것을 흑색배경으로 옮긴 후, 동일한 출처의 조명을 비추고, 반사율(R_β)을 측정한다. 다음 공식을 이용하여 1mm 두께 disc의 불투명도를 계산한다.

$$C_{0.70} = \frac{R_{\beta}}{R_{0.70}}$$

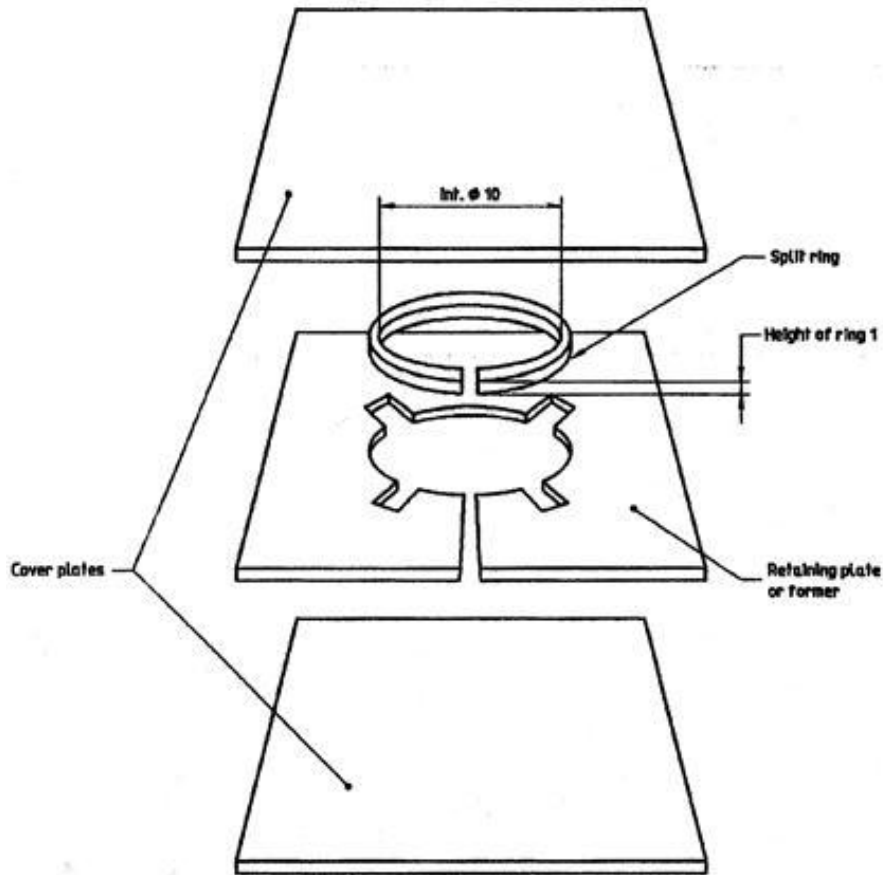


그림 5. 불투명도와 색조 시험을 하기 위한 시편제작용 틀

4-6 색조

4-6-1 시험기구

A sheet of whit bond paper는 약 0.9의 반사율을 가진 확산된 백색 배경이 주어진 다.

4-6-2 시편의 제작

4-5-2에 기술되어진 대로 시편을 정확하게 준비하고, 그것을 물속에서 7일간 저장한다.($37\pm 1^\circ\text{C}$, 국제기준의 3급수)

4-6-3 시험방법

증류수에서 시편을 꺼내어 여과지로 시멘트 표면의 물기를 제거한 후, 확산된 백색 배경위에 시편을 놓는다. 일반적인 방법으로 제조자의 색조 지시서와 시편의 색을 비교한다. 만약 색조 지시서가 없다면, 시편의 색은 제조자의 진술에 부합되어야만 한다.

4-7 산 용해성 비소와 납의 함량

4-7-1 시약

시약들은 분석등급으로 납이 없는 것을 사용한다.

- a) 염산, 납이 없는 것, 고농축 ($\rho=1.18 \text{ g/ml}$)

b) 염산, 20% (v/v)로 희석된 것. 80ml의 물에 염산 20ml를 섞는다.

c) 물 : 국제기준의 2급수

4-7-2 시료의 준비

3g의 시멘트를 얻기 위해서, 추천되어진 분말/액 비율로 분말과 액을 충분히 혼합한다. 깨끗한 플라스틱 봉지에 혼합된 시멘트를 넣고, 봉지를 봉인한다. 매우 얇은 디스크를 만들기 위하여 손가락 압력을 이용하여 봉지내의 시멘트를 평평하게 한다. 디스크를 37°C 오븐에 24시간 넣어둔다. 24시간 이후에 막자와 막자사발로 디스크를 눌러 부셔서 미세한 분말을 만든다. 분말로 된 시멘트를 정확히 2g 측정하여 150ml 원추형 플라스크에 옮긴다. 희석된 염산 50ml를 넣는다. 마개를 닫고 잘 흔들어 섞은 후, 16시간 동안 방치한다. 원심분리 튜브에 용액을 붓고 10분간 원심분리한다. 맑은 용액을 피펫으로 흡인한 후, Sample Container속에 넣고 마개를 닫는다.

4-7-3 비소 함량의 측정

4-7-2에서 준비된 용액에서 적절한 양을 덜어내어, 일반적인 국제기준에 상응하는 감수성

(Sensitivity) 방법을 사용하여 비소의 함유량을 결정한다.

4-7-4 납 함량의 측정

4-7-2에서 준비된 용액에서 적절한 양을 덜어내어, 원자흡수(Atomic Absorption) 또는 상응하는 감수성(Sensitivity) 방법을 사용하여 납 함유량을 결정한다.