

35. 치과주조용비귀금속합금 I(코발트계)

1. 적용 범위 및 분류

1-1 적용범위

이 기준규격은 「의료기기 품목 및 품목별 등급에 관한 규정」(식품의약품 안전처 고시) 소분류 C02030.01 치과주조용비귀금속합금 중, 코발트(Co)을 주성분으로 하는 치과용 수복물 및 기구를 제작하기 위한 주조용비귀금속합금에 적용되며, 도재-금속 수복물의 하부 구조로서 사용하는 합금에는 적용되지 않는다.

1-2 분류

치과주조용비귀금속합금은 물리적 특성과 권장되는 용도에 따라 다음과 같이 분류한다.

제 0형 : 연질-단일치아용 고정성 수복물(예; 소형 단면 전장 인레이, 전장치관 등)

제 1형 : 연질-단일치아용 고정성 수복물(예; 전장 혹은 비전장 단면 인레이, 전장치관 등)

제 2형 : 중질-단일치아용 고정성 수복물(예; 다면에 사용가능한 인레이, 온레이, 치관 등)

제 3형 : 중질-다수의 고정성 수복물(예; 온레이, 얇은 합금 이장, 의치, 금관, 안장, 브릿지)

제 4형 : 초경질-높은 응력을 많이 받는 얇은 부위로 구성된 장치(예; 가철성 국소의 치, 클라스프(clasp), 얇은 전장 치관, 넓은 또는 작은 결손치 부위의 계속가공의치, 바(bars), 어테치먼트, 임플란트용 상부 구조물)

제 5형 : 초경질-고강도와 고탄성계수가 모두 요구되는 부위로 구성된 장치(예; 얇은 가철성 국소의치, 단면적이 얇은 장치, 클라스프)

2. 시험규격

2-1 화학적 성분

(가) 합금의 성분 표시

합금의 원자재 표시는 구성원소 중 1.0 wt.%이상의 원소는 ± 0.1 wt.% 이내의 오차로 표시되어야 하며 0.1 wt.%이상 1.0 wt.%미만의 원소는 반드시 성분명이나 원소기호로 표시되어야 한다.

(나) 합금의 구성 성분 함량

코발트(Co)를 주성분으로 하는 치과주조용합금의 화학적조성은 무게백분율(wt.%)로 나타내며, 그에 대한 예시는 표 1과 같다.

표1. 코발트계 치과주조용 비귀금속합금의 화학적조성에 대한 예시

구성원소명	Co	Cr	Mo	Co+ Ni+ Cr
함 유 량	Bal.	> 25wt.%	> 4wt..%	> 85wt.%

(다) 합금 구성 성분의 함량에 대한 허용오차

전체 20 wt.%이상을 차지한 원소의 함유율에 대한 허용오차는 ± 2 wt.% 이내이어야 하고, 1~20 wt.%를 차지한 원소의 경우 함유율에 대한 허용오차는 ± 1 wt.% 이내이어야 한다.

(라) 위해원소의 함량

니켈, 카드뮴, 베릴륨은 위해원소에 해당되며, 카드뮴과 베릴륨 함량은 각 각 0.02 wt.%를 초과하지 않아야 한다. 니켈이 0.1 wt.%이상 함유된 경우는 포장지에 함유량을 표기하고 0.1 wt.% 정밀도로 표시되어야 한다.

2-2 기계적 특성

치과주조용비귀금속합금 I(코발트계)(이하 “합금”이라 한다)의 분류에 따른 기계적 특성은 제조사가 제시하는 사용방법(주조, 냉각, 열처리 등)에 따른 합금이 표 2의 요구조건을 충족해야 한다.

표 2. 기계적 특성에 관한 요건

분류	항복강도(0.2%), $R_{p0.2}$, MPa (최소)	과단 연신율 % (최소)	탄성계수 (GPa, 최소)
0	-	-	-
1	80	18	-
2	180	10	-
3	270	5	-
4	360	2	-
5	500	2	150
1 N/mm ² =1 MPa			

(가) 항복강도(0.2%), ($R_{p0.2}$)

표 2를 충족하는 실측값의 평균값을 항복강도로 할 때 이 값은 제조사가 제시한 표시값의 $\pm 10\%$ 이내이어야 한다.

6개 시편의 실측값 중 표의 요구사항에 충족하는 것이 4개 이상일 때 적합으로, 2개 이하일 경우 부적합으로 판정한다.

6개 시편 중 3개만이 표 2의 요구사항에 충족한 경우 새로이 6개 시편을 추가

시험하여 총 12개중 8개 이상이 만족할 때 적합으로 판정한다.

(나) 파단 연신율

각 시편의 측정값은 표 2에서 제시한 최소값 이상이어야 하며, 표 2를 충족하는 측정값의 평균값을 파단 연신율로 할 때 이 값은 제조사가 제시한 값의 70% 이상이어야 한다.

6개 시편의 측정값 중 표 2의 요구조건을 만족하는 것이 4개 이상일 경우에는 적합으로, 2개 이하일 경우에는 부적합으로 판정한다.

6개 시편 중 3개만이 표 2의 요구조건을 만족하는 경우 새로이 6개 시편을 추가 시험하여 총 12개 중 8개 이상이 충족할 때 적합으로 판정한다.

(다) 탄성 계수

표 2를 충족하는 측정값의 평균값을 탄성 계수로 할 때 이 값은 제조사가 제시한 값의 $\pm 10\%$ 이내이어야 한다.

6개 시편의 실측값 중 표 2의 요구사항에 충족하는 것이 4개 이상일 때 적합으로, 2개 이하일 경우 부적합으로 판정한다.

6개 시편 중 3개만이 표 2의 요구사항에 충족한 경우 새로이 6개 시편을 추가 시험하여 총 12개 중 8개 이상이 충족할 때 적합으로 판정한다.

2-3 용해 범위

시험방법에 따라 합금의 고상온도(solidus temperature)가 $1,200^{\circ}\text{C}$ 이하일 때 고상 및 액상온도(liquidus temperature)는 표시값의 $\pm 20^{\circ}\text{C}$ 이내 이어야 하며, 고상온도가 $1,200^{\circ}\text{C}$ 를 초과하는 합금의 경우는 표시값의 $\pm 50^{\circ}\text{C}$ 이내 이어야 한다.

2-4 밀도

합금의 밀도는 표시값의 $\pm 5.0\%$ 이내 이어야 한다.

2-5 부식저항

합금의 시편을 $37\pm 1^{\circ}\text{C}$ 의 부식용액에 7 ± 0.1 일 동안 침지 시켰을 때 금속이온의 총 방출량이 $200\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 이내 이어야 한다.

2-6 변색저항

변색저항(tarnish-resistant)에 대한 성능이 표시된 합금에 한하여 시험하며, 시험방법에 따라 시험할 때 색상의 변화가 없어야 한다.

2-7 생물학적 안전에 관한 시험

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

3. 시편의 준비

3-1 인장시편의 선정

일반적으로 이용되는 정밀주조법인 "왁스 소환법(lost wax process)"으로 주조하여 그림 1 또는 2의 규격에 따라 봉상형 I 또는 봉상형 II 시편을 6개 준비한다. 추가 시험을 위하여 시편이 필요한 경우 다른 로트로 6개의 시편을 추가할 수 있다. 시편을 육안으로 관찰하여 시험에 적합하지 않은 경우 동일한 로트의 새로운 시편으로 대체하여 시험한다.

3-2 인장시편의 제작방법

권장되는 주조 패턴은 그림 3과 같이 주입선(sprue)을 연결하여 제작하며, 필요한 경우 기타 주입 장치를 사용할 수 있다. 주조가 끝난 후에는 주입선을 조심스럽게 분리하고 주조 방울이나 돌출부 등을 제거한다. 가시적인 결함이 발견되는 시편은 다른 시편으로 대체한다. 제조자가 제시한 사용방법에 따라 시편을 연화처리 또는 경화처리 등 열처리를 실시한다. 냉각된 시편의 산화막은 연마하여 제거하되, 시편 표면에 굴곡이나 잔금이 생기지 않도록 주의한다.

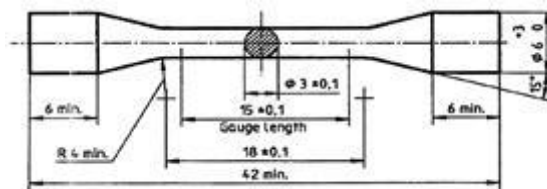


그림 1 봉상형 I 인장시편의 개요도 (단위 ; 밀리미터)

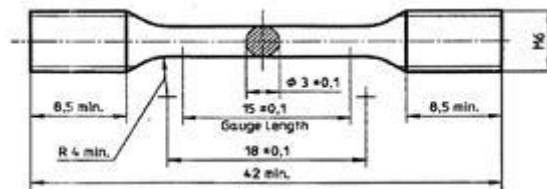
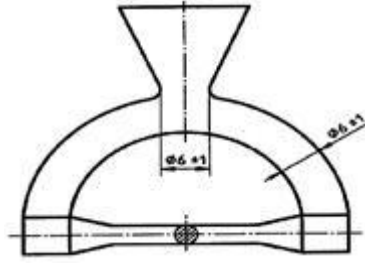


그림 2 봉상형 II 인장시편의 개요도 (단위 : 밀리미터)



주의 스프루의 형태는 활 모양, 삼각형 또는 "U"자형일 수 있다.

그림 3 스프루 및 스프루 패턴이 있는 인장시편의 개략도

3-3 밀도

최소 5개의 결함이 없는 제조 완성품을 추가공정 과정 없이 준비한다.

3-4 부식 저항

적어도 2개의 동일한 시편을 제조사의 설명서에 따른 주조, 마무리 및 열처리 과정을 통하여 직사각형 (약 34mm × 13 mm × 1.5 mm) 판상 모양이 되도록 준비하거나, 직사각형 판상 모양으로 시편 준비가 어려울 경우 직사각형 모양에 제한 받지 않고 시편의 표면적이 약 10.2 cm²가 되도록 시편을 2개 준비한다.

주조와 열처리 과정은 제조사가 제시한 방법에 따른다. 시편의 모든 표면 상태는 이물질이 완전히 제거될 수 있도록 최소한 0.1 mm 이상의 표면 연마 공정을 표준화된 금속표면 가공절차에 따라 시행한다. 또한 공정의 마지막 단계는 ASTM 600 또는 FEPA P 1200 규격에 맞는 젖은 실리콘 카바이드 페이퍼를 이용하여 마무리 하도록 하며 이때 서로 다른 합금의 시편에 대해 동일한 연마지를 사용하지 말아야 한다.

3-5 변색 저항

적어도 3개의 동일한 시편을 주조, 후처리 및 열처리 등 제조사가 제시한 사용방법에 따라 디스크형 (지름 10±1 mm, 두께 0.5±0.1 mm)으로 준비한다. 3개의 시편 중 1개 시편은 대조군 시편으로 한다.

4. 시험방법

4-1 화학적 구성

일반적으로 이용되는 원소 정량 분석법 가운데 0.1 wt% 이상의 정확도가 보장되는 분석방법을 채택하여 시험한다.

4-2 항복강도(0.2%),($R_{p0.2}$)

기계적 특성 평가에 사용하는 인장 시험기를 이용하여 준비된 인장시험 시편을 분당 1.5±0.5 mm의 하중속도 (cross-head speed)로 시편이 파괴될 때까지 인장시험을 실시한

다. 시험 결과에서 얻은 응력-변형을 곡선으로부터 0.2% 오프셋 (0.2% offset) 수준의 항복강도를 구할 수 있는데, 이는 시편의 표점거리 내에서의 가해진 하중을 초기 단면적으로 나눈 값으로 계산 한다.

시험으로 얻은 측정값은 1 MPa 단위까지 기록하고, 평균값은 5MPa 단위로 기록한다.

6개 시편 중 표 2의 요구조건을 만족한 시편의 수가 3개인 경우에는 다른 로트의 6개 시편을 추가하여 시험을 실시한다.

4-3 파단 연신율

준비된 인장시험 시편을 시험 전 시편의 게이지 양쪽 말단 부분에 표점을 각각 표시한 후 시편을 분당 1.5 ± 0.5 mm의 하중속도(cross head speed)로 시편이 파괴 될 때까지 인장시험을 실시한다. 시험 전· 후의 두 표점간 거리의 변화로부터 파단연신율을 구한다.

시험으로부터 얻은 실측값은 0.1 % 단위까지 기재하고 평균값은 1 % 단위까지 기록한다.

6개 시편 중 표 2의 요구사항을 충족한 시편의 수가 3개인 경우 다른 로트의 6개 시편을 추가하여 시험을 실시한다.

4-4 탄성계수

인장과 인장에 주어진 힘을 기록하는 인장계를 이용하여 탄성계수를 측정한다. 시험으로 얻은 실측값은 1 GPa 까지 기재하고 평균값은 5 GPa 단위로 기록한다.

4-5 용해범위

냉각곡선 시험으로 고상온도(solidus temperature)가 1,200 °C 이하일 때 고상 및 액상 온도(liquidus temperature)는 ± 10 °C의 정밀도로 측정하고 고상온도가 1,200 °C를 초과하는 합금의 경우 ± 25 °C의 정밀도로 측정한다.

4-6 밀도

정형화된 인고트는 간단히 무게와 부피를 측정하여 비중을 구하고 부정형의 경우, 에탄올과 메탄올에 시편을 침지시키고 2분간 초음파 세척 후 증류수로 세척하여 충분히 건조시킨다. 5개의 시편을 계측기(Balance, Pycnometer)로 '0.1 g/cm³'의 정밀도로 측정하고 평균을 구하여 '0.1 g/cm³'의 정밀도로 표기한다.

4-7 부식저항(정적침지시험)

(가) 시약

젖산 (lactic acid, 90%)(C ₃ H ₆ O ₃)	분석용
염화나트륨(NaCl)	분석용

증류수(D.I. Water)	grade 2 (ISO3696참고)
에탄올 또는 메탄올(C ₂ H ₅ OH 또는 CH ₃ OH)	분석용

(나) 부식용액의 준비

각 시험에 사용되는 부식용액은 매번 새로운 용액으로 준비한다. 약 300 ml 증류수에 90% 질산 10.0±0.1 g과 염화나트륨 5.85±0.05 g을 용해시킨 후 1000±3 ml 증류수로 희석한 수용액을 부식용액으로 한다. 부식 용액의 pH는 2.3±1.0이어야 한다.

(다) 시험방법

준비된 시편의 표면적을 0.1cm²의 정밀도로 측정한다.

에탄올 혹은 메탄올에 시편을 침전시켜 2분 동안 초음파 세척 후 증류수로 세척하고 충분히 건조한다.

각각의 시편을 개별적인 유리 용기(borosilicate glass container, 지름 약 16 mm, 깊이 약 160 mm)에 넣고 준비된 시험용액의 수소 이온 농도(pH)를 측정한 후 시편이 잠기도록 충분히 채운다(약 10ml 정도). 부식시험에 사용한 시험용액의 양을 0.1 ml의 정밀도로 기록한다. 부식용액의 증발을 방지하기 위해 유리 용기를 밀폐하고 37 ± 1°C에서 7 ± 0.1일간 유지한다. 그 후 시편을 제거한 다음 잔여 부식용액에 대한 수소이온농도 (pH)를 측정하여 기록한다.

(라) 분석

이온 플라즈마 분석기 (ICP)나 원자 흡광기 (AAS) 또는 이와 동등 이상의 민감도를 갖는 분석 기기를 이용하여 잔여 부식용액에 함유된 금속이온을 정량 분석하여 ‘μg/cm² in 7 days’ 로 표기한다. 2개 시편에서 얻은 측정값의 평균을 구한다.

4-8 변색저항

(가) 시약 및 장치

황화나트륨(Na ₂ S·nH ₂ O, 약 35%)	분석용
에탄올(C ₂ H ₅ OH)	분석용
증류수(D.I. Water)	grade 2(ISO 3696참고)
침지 장치 (dipping device)	1 분에 10~15 초간 시편을 침지할 수 있는 장치

(나) 변색용액의 준비

0.1 mol/l의 황화나트륨 수용액을 준비한다(증류수 1000 ± 3 ml에 35% Na₂S를 22.3 ± 0.1 g 용해시킨 용액을 변색용액으로 사용한다).

(다) 시험방법

변색 시험을 하기 위해 준비한 2개의 시편을 각각 시험 장치에 고정한다. $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ 변색 용액 1000 ml에 시편을 매 분당 10~15초 동안 침지시키는 과정을 72 ± 1 시간 동안 반복 하고, 시험 시작 후 24 ± 1 시간, 48 ± 1 시간 마다 시험용액을 새로운 변색용액으로 교환 해준다. 72 ± 1 시간 경과한 후 변색시험 장치에 고정된 시편을 분리한 다음 증류수와 에 탄올을 사용하여 시편을 세척하고 충분히 건조시킨다.

(라) 분석

변색시험한 2개 시편과 대조군 시편의 표면을 확대하지 않고 육안으로 대조하여 색상의 변화를 관찰한다.

5. 기재사항

5.1 의료기기의 특성 등 기술정보에 관한 사항

가. 화학적조성(wt.%)

나. 사용한 합금이 속하는 분류

다. 항복강도(MPa)와 파단연신율(%), 밀도(g/cm^3), 탄성율(GPa)

라. 주조온도범위와 용해온도범위($^{\circ}\text{C}$)

마. 납착방법

바. 위해원소가 함유되어 있을 경우 그 원소명과 함유량

사. 위해원소가 함유되어 있을 경우 이에 대한 경고의 표시 및 주의사항