

# 의료용 Pre-polymer 제조를 위한 종합공정 평가 Polymerization Process Assessment for Producing Medical Pre-polymer

\*이정인<sup>1</sup>, #곽재섭<sup>2</sup>, 하경호<sup>3</sup>

\*J. I. Lee<sup>1</sup>, #J. S. Kwak(jskwak5@pknu.ac.kr)<sup>2</sup>, K. H. Ha<sup>3</sup>

<sup>1</sup>부경대원, <sup>2</sup>부경대 기계공학부, <sup>3</sup>(주)SNF

Key words : Pre-polymer, Viscosity, NCO, Parameter optimization

## 1. 서론

우레탄 결합체의 총칭인 폴리우레탄은 현재 우리 생활 전반의 걸쳐서 다양한 형태로 사용되고 있다. 건설용 방수자재에서부터 의복용 소재에 이르기 까지 널리 이용되고 있으며, 특히, 폴리이소시아네이트와 폴리올의 초기중합생성물인 폴리우레탄 올리고머는 경화제, 수분 등과 반응하여 고분자량의 폴리우레탄 수지나 탄성체가 되어 접착제, 피복제, 코킹(caulking) 및 실런트(sealant) 등으로 사용되고 있다. 또한 폴리우레탄 올리고머인 Pre-polymer는 현재 의료용 재료로도 범용되고 있는데 특히 석고용 깁스의 대체 제품으로서 점차 널리 사용되고 있는 실정이다.

이러한 여러 분야 중에서도 특히 의료용으로 Pre-polymer를 사용하기 위해서는 폴리머 수지의 점도와 잔류 NCO량을 적절하게 조절하지 않으면 수지가 묽어진다든지 아니면 오히려 과도한 점성을 지니게 되어 제품으로서의 가치가 떨어지게 되는 현상이 발생할 뿐만 아니라 환자에게 시술할 때 경화제와의 반응에서 이차생성물 등이 발생하면서 다양한 문제를 일으킨다.

따라서 본 연구에서는 고품질의 의료용 Pre-polymer 제조를 위해서 종합공정의 특성을 실험계획법을 이용하여 평가하여 공정변수들이 Pre-polymer의 점도와 잔류 NCO량에 미치는 영향을 평가하고자 한다.

## 2. 이론적 배경

### 2.1 이소시아네이트와 폴리올의 반응

폴리올과 폴리이소시아네이트의 반응은 양 말단에 이소시아네이트기를 가지고 있는 폴리우레탄 올리고머인 프리폴리머는 Fig. 1과 같이 반응이 진행되며, 프리폴리머의 폴리이소시아네이트기와 경화제 및 습기와 반응에 의하여 우레아 결합을 형성함으로써 고분자량의 폴리우레탄을 생성하여 경화가 진행된다.

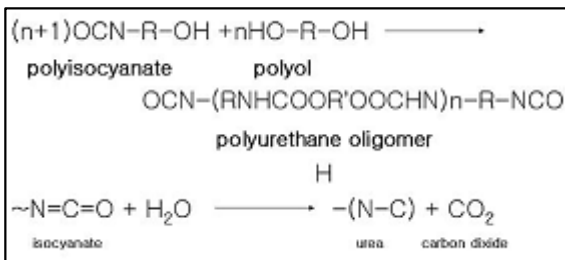


Fig. 1 Chemical reaction formula for urethane

Fig. 1은 가장 기본적인 우레탄 반응식으로 프리폴리머의 제조 방법으로 알려져 있으며, 최종 폴리머는 두 개의 분리된 단계를 통해서 형성이 된다. 초기의 디이소시아네이트와 폴리올은 서로 반응하여 Pre-polymer라고 불리는 분자량 15,000~20,000인 중간 폴리머를 형성하는데, 보통 강도가 낮거나, 점도가 높은 액체 또는 용점이 낮은 고체의 형태이다[1].

### 2.2 실험계획법

본 논문에서는 Pre-polymer 중합공정 반응 시에 각각의 인자들이 Pre-polymer의 점도와 잔류 NCO량에 어느 정도의 영향을

미치는지를 평가하기 위하여 실험계획법을 이용하였다. 실험은 직교배열표를 구성하여 진행하였다. 실험에서 다루어야 할 많은 설계인자들을 큰 그물과 같은 형태로 만들어 주된 효과와 기술적으로 예상되는 인자들 간의 상호작용은 고려하고, 그 이외의 상호작용들을 희생시켜, 실험횟수를 적게 할 수 있도록 만들어 놓은 표가 직교배열표이다. 따라서 직교배열표를 이용하면 최소의 실험으로 실험결과에 관여하는 인자가 미치는 영향을 효과적으로 평가할 수 있게 된다. 직교배열표에서 모든 열은 서로 직교하기 때문에 임의의 두열을 골라서 그 곱의 합을 구하면 영(zero)이 되는 성질을 갖고 있다. 직교배열표의 이러한 성질 때문에 기존의 방법들과는 달리 여러 가지 인자를 동시에 조절할 수 있으며, 각 인자들은 항상 직교하기 때문에 독립적으로 평가가 가능하게 해준다. 또는 직교배열표에서는 각 인자별 및 조건별 동일할 실험횟수의 실험이 이루어지도록 하는 성질이 있다[2].

## 3. 실험 장치

본 연구에서는 공정인자들이 Pre-polymer의 품질에 미치는 영향을 평가하기 위해서 소형 중합로에서 실험계획법을 토대로 하여 실험을 실시하였다. Fig. 2는 3kg용 소형 중합로와 실험결과치인 NCO와 점도를 측정하기 위한 장치들을 나타내었다.



Fig. 2 Small-sized stirrer, NCO and viscosity measuring devices

## 4. 결과 및 분석

본 논문에서는 Pre-polymer 중합반응 시 각각의 인자가 어느 정도의 영향을 미치는지 알아보기 위하여 실험계획법을 이용하였다. 실험계획법을 위하여 직교배열표를 구성하여 실험을 진행하였다. Table 1은 본 연구에서 선택한 인자와 그 수준을 나타내었다. Table 2는 본 실험에 사용된 L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>) 표준직교배열표를 나타낸 것이다. 직교배열표에는 4개의 열에 주요인자 및 상호작용이 예상되는 인자들을 배치하였고, 실험의 실시횟수는 9회로 하였다. 실험은 Table 2에서 나타낸 직교배열표에 따라서 실시하였고, 목표로하는 점도와 잔류 NCO량은 각각 3950cps와 14%를 기준으로 하여, S/N비의 계산식은 망목특성을 이용하여 계산하였다. 실험에서 얻어진 NCO 잔량과 점도, 이로부터 계산된 S/N비는 Table 3과 같다. 그리고 Fig. 3과 Fig. 4는 점도와 NCO 잔량 값에

대한 영향정도를 보여주는 그래프이다. Fig. 3에서 Pre-polymer의 점도에 가장 큰 영향을 미치는 인자는 시간(B)임을 알 수 있으며, Fig. 4에 나타낸 것과 같이 Pre-polymer의 잔류 NCO량에서는 시간을 뺀 모든 인자가 영향을 미친다는 것을 알 수가 있다.

Table 1 Factors and levels used in experiments

Factors	Level		
	1	2	3
Temperature (° C), A	50	60	70
Working time (hr), B	1.5	2	2.5
Revolution speed (rpm), C	6	7	8
Geometry of impeller, D	A	B	C

Table 2 Orthogonal array table for L<sub>9</sub>(3<sup>4</sup>)

NO.	Factors			
	A	B	C	D
1	50	1.5	6	A
2	50	2	7	B
3	50	2.5	8	C
4	60	1.5	7	C
5	60	2	8	A
6	60	2.5	6	B
7	70	1.5	8	B
8	70	2	6	C
9	70	2.5	7	A

Table 3 Experimental result and calculated S/N ratio

Viscosity(CPS)	S/N ratio	NCO(%)	S/N ratio
4860	16.138	13.3	25.092
3173	12.221	12.7	19.708
3827	29.859	13.1	22.902
2680	6.487	12.8	20.403
4760	15.382	12.0	15.966
3653	21.789	12.3	17.378
5800	9.925	11.8	15.138
3080	10.981	13.1	22.902
3800	28.074	12.1	16.412

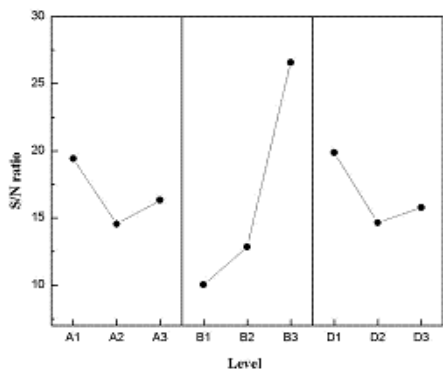


Fig. 3 Influence of factors on viscosity (CPS)

또한 실험이 얼마나 효과적으로 수행되었는지를 알아보기 위해 F-검증을 실시하였으며, 이를 위한 분산분석표를 Table 4와 5에 각각 나타내었다. 여기서 SS는 각 인자별 S/N비의 제곱합, DOF는 각 인자별 자유도(degree of freedom), V는 제곱평균, F<sub>0</sub>는 제곱평균비를 나타낸다. 그리고 오차항은 가장 작은 영향력을 미치는 C인자와 B인자를 각각 풀링하였다. 분산분석 및 F-검증을 통하여 점도에는 B인자가 95%의 유의수준을 만족함을 알 수 있고, NCO 잔량에서는 A, C, D인자가 90%의 유의수준을 만족함을 알 수 있었다. 여기서 F-검증 값( $\alpha = 0.1$ 일 때)은 9.0이고, F-검증 값( $\alpha = 0.05$ 일 때)은 19.0이다.

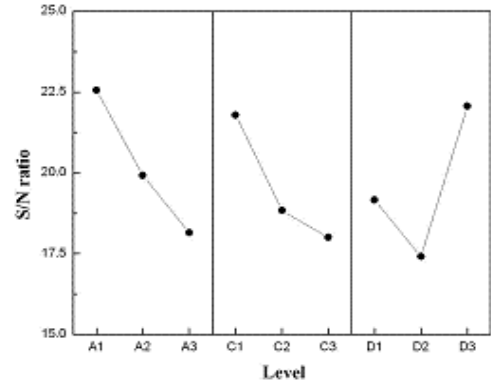


Fig. 4 Influence of factors on NCO

Table 4 ANOVA for process factors at viscosity

	S	DOF	V	F <sub>0</sub>
A	36.144	2	18.072	2.856
B	439.50	2	219.75	34.728*
D	42.205	2	21.102	3.3349
Error	12.655	2	6.3277	
Total	530.50	8		

Table 5 ANOVA for process factors at NCO

	S	DOF	V	F <sub>0</sub>
A	41.200	2	20.600	15.905*
C	23.758	2	11.879	9.1723*
D	33.264	2	16.632	12.842*
Error	2.5902	2	1.2951	
Total	100.81	8		

### 5. 결론

본 논문에서는 소형 중합로를 이용하여 Pre-polymer 제조를 위한 중합 공정 시 각각의 인자가 미치는 영향을 실험계획법을 이용하여 평가하였다. 이로부터 다음과 같은 결론을 얻었다.

- (1) 점도는 인자 B(중합시간)에 가장 많은 영향을 받았고, 반응 시간이 길어질수록 점도가 점점 증가하는 양상을 보였다.
- (2) 잔류 NCO량은 중합로 온도(A), 회전수(B), 임펠러 형상(C)에 많은 영향을 받았고, 잔류 NCO 측정에 있어서 반응시간은 잔류 NCO량에 영향을 미치지 못 하였다.

### 후기

본 연구는 산업자원부와 한국산업기술재단의 지역혁신인력 양성사업(과제명:Pre-polymer 중합설비 설계 및 시스템 최적화기술 개발, 과제번호: 20070130134117)으로 수행된 연구 결과임.

### 참고문헌

1. 심완섭, "폴리우레탄의 합성과 polyol 분자량에 따른 물성에 대한 영향," 부경대원
2. T. R. Lin, "The use of reliability in the Taguchi method for the optimization of the polishing ceramic gauge block", International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 22, 3-4, 237-242, 2003.