

수액병의 제조공정과 품질관리

吳 世 戊

太平洋開發(株) 硝子事業部

Manufacturing Process and Quality Control of the Bottles for Large Volume Parenteral Solution

Se Moo Oh

Pacific Development Co., Ki-heung, Yong-in kun 170-73, Korea

1. 유리의 일반론

유리의 역사—유리는 우리 조상들에 의해 사용된 첫번째 재료중 하나였다. 그들은 천연산 유리를 사용했으며 이 종류의 유리는 흑요석(obsidian)이라 불린다. 이 재료는 지구와 그 역사를 거의 같이 하며 화산작용에 의해 생긴 것으로 생각되어 진다. 고대사람들은 흑요석을 도끼, 칼, 화살촉 그리고 다른 비슷한 기구들을 만드는데 사용했다.

인간이 유리를 만들기 시작한 것은 B.C. 5,000년경 서아시아(페르시아)에서 처음 시작되어 그 후에 이집트로 옮겨져 이곳에서 번성하였으며 페르시아 사람에 의해 고대의 전세계로 옮겨졌던 것으로 생각된다. 인간에 의해 만들어진 유리의 첫제품은 장식목적으로 사용되었던 조그만 보석이나 구슬들이었다. 이집트에서는 귀중한 유리보석이 만들어져 다른나라에 배로 운반되었으며 이집트 상인들은 이 유리제품으로 교역해 얻은 금, 상아, 피혁등 제품들을 가지고 돌아왔다.

B.C. 1,200년경에는 조그만 주발과 병이 만들어졌으며 B.C. 100년경에 blow pipe를 사용한 유리 제조기술이 개발되어 급속한 발전이 이루어졌다.”

로마제국시대 동안 유리는 건축에서 목욕탕의 창과 벽에 모자이크로 사용되어 왔다. 유리제조에 있어 근대적인 시기는 1,600년경 Neri의 유리기술의 과학적인 접근에 의해서 시작되었다.

화학에 대한 관심이 깨이기 시작한 것은 18세기말 원료의 선택과 순도(정제)의 진보에 따른 것으로 산업혁명과 계속된 화학 과학의 개발과 동시에 유리 산업의 새로운 시대가 시작되었다.

19세기에는 수천년간 기본적으로 바뀌지 않았던 유리제조 방법인 수동기술에서 근본적으로 새로운 용융과 자동제명 기술이 가미된 기계화된 산업으로 바뀌었다. 지난 50년간 유리용기, 유리섬유, 판유리에서의 계속적인 발전이 있어 현대기술의 결과로 이루어진 과학용 및 산업용 유리의 실질적인 성장이 있게 되었다.

유리의 정의—역사적으로 여러가지의 정의가 있어 왔다. Agricola는 유리를 “concrete juice”라고 하였고 Belluasensis는 “돌”이라고, Fallopius는 “중간광물” 그리고 Antonio Neri는 1612년 유리를 “불의 파일—전체가 예술로 만들어진 물건”이라고 불렀다. 한동안 유리 기술자들은 유리의 정의에 차이를 갖고 있었다.

1930년대 미국 지구물리 실험소의 Morey는 유리를 “무기물질 상태의 계속적으로 액체와 비슷

제 7 회 제제기술 워크샵(1985. 9. 19 삼정호텔)에서 발표되었음.

한 물질, 그러나 용해상태에서 냉각되어져 높은 점도를 갖게 되며 단단함이 요구되는 모든 실질적인 곳에 사용되는 것”이라고 하였다.

40년대의 ASTM C-14 유리 및 유리제품에 나타난 정의에서는 좀더 이해하기 쉽게 “용해된 무기물 제품으로 냉각되어 경질상태로 변하여 결정화하지 않음”이라고 되어 있다. 단순성을 잃은 50년대에 있어서 Jones는 “유리는 귀중한 과학적 의미를 가지고 있다. 유리란 정상액체 상태로부터 냉각하여 형성되는 물질로서 불연속적인 변화가 어느 온도에서도 없으며 다만 이의 점도가 증가됨에 따라 다소의 경도가 증가되는 것이다.”라 하였다.

주목할 만한 것은 이러한 정의들이 유리가 무엇이라는 것보다는 유리가 어떻게 만들어지느냐는 것에 기초하였다는 것이다. Doremus는 1973년 이러한 점에 착안하여 이 전의 정의들은 유리를 액상에서 냉각 없이도 만들 수 있기 때문에 적당하지 않다고 하였다. 그는 다음과 같이 정의를 내렸다. “유리란 비정질 고체이다. 비정질이란 계속적인 배열을 갖지 않는 것을 말하며 고체란 경질의 물질 혹은 10^{15} poise 이상의 점도를 가진 물질이다.”

대부분의 액체를 냉각하면 일정한 온도에서 응고하여 결정으로 되는 특성이 있는데 어떤 액체는 냉각하면 점점 점도만 높아지고 일정한 온도에서 응고하지 않고 더욱 점도가 커지며 결정화되지 않고 단단한 고형물이 된다.

이것을 다시 상온에서부터 가열하면 점차 연화하여 새 차 액체가 되나 일정한 용융점은 나타내지 않는다. 이와 같이 비결정의 응고물을 유리상태(glassy state)에 있다고 말하며 이와 같은 상태에 있는 물질을 유리라고 말한다.

유리의 구조—유리의 구조에 관하여 다음과 같이 간단하게 설명할 수 있다. 앞에서 언급한 것 같이 “유리는 비정질 고체”라고 하였기 때문에 결정질 물질과 어떻게 다른가를 살펴보기로 한다.

Fig. 1은 결정질 고체의 주기적 구조를 나타낸 것이다. 원자들이 동등한 결합력에 의해 대칭적으로 잡아 주고 있다.

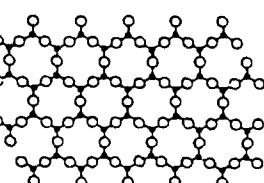
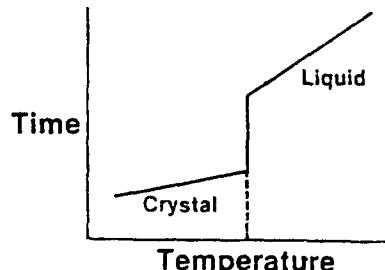


Fig. 1-Crystalline material.

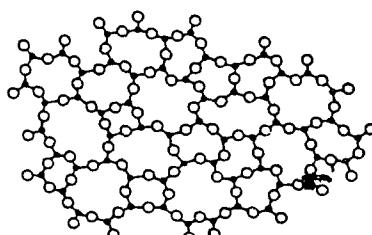
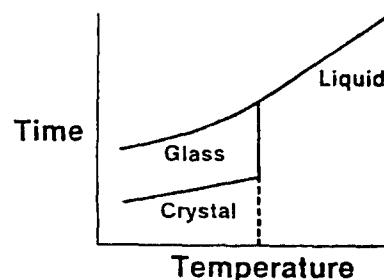


Fig. 2-Glass.

이와 같은 결정질 물체가 가열하게 되면 분자의 운동에너지가 증가된다. 구조를 이루어 주는 힘보다 이 운동에너지가 커지게 되면 결정이 깨지게 되고 액체로 바뀌게 된다. 이를 용융온도라고 하며 용융이 시작되면 알 수 있다. 이 온도는 고체가 완전히 액체로 바뀔 때까지 같은 온도로 유지된다.

이의 역은 냉각과정이다. 냉각점에 이르게 되면 액체는 고체로 바뀌게 된다(이의 온도는 용융온도와 같다.). 이 온도에서 용융시와 마찬가지로 모든 액체가 고체화 될 때까지 일정온도가 유지된다.

이상과 대조적으로 Fig. 2와 같은 간단한 유리의 구조를 보자. 여기서는 원자들이 약간씩 다른 상호간의 힘에 의하여 불규칙적으로 결합되어 있다. 이 물질은 가열하게 되면 위와 다른 변화를 볼 수 있다. 이는 수백도까지는 고체상태로 남아있게 되지만 결국은 연화된 후 액체로 변화하게 되며 대부분 액체의 성질을 나타내게 된다. 이 액체가 적당히 냉각되면 이의 냉각온도에 도달하여서도 액상으로 남아있게 되며 이는 과냉액체로 간주되기도 한다.

유리의 점도는 온도의 감소에 대해 증가되는데 결정질의 냉각점에서 나타나는 것과 같이 급히 꺾여지는 것이 없이 완만한 냉각 곡선을 나타낸다. 이러한 연속적인 점도가 아마도 유리의 특성 중 가장 중요한 것이다.

유리구성 산화물은 다음의 세가지로 구분할 수 있다. 망목 구조물(glass formers)는 망목을 형성하는 산화물이다. 중간체(intermediates)는 망목구조와 결합하기도 하고 망목구조의 공간을 차지하기도 한다.

수식 산화물(modifiers)은 망목구조의 연속성을 방해하는 산화물이다. Table I은 유리제조에 사용되는 일반적인 산화물을 기능적인 구분에 의한 분류로 나타낸 것이다.

유리의 성분—Table II는 일반적인 병유리의 화학조성을 나타내고 있다. 실리카(SiO_2)는 망목 구조물로서 이것 자체로도 충분히 훌륭한 유리를 만들 수 있다. 이 원료는 손쉽게 구할 수 있으며 값이 저렴하다. 이 유리는 매우 낮은 팽창계수를 가지며 내성이 강하다.

이 유리에 있어서 문제는 용융($>3,200^{\circ}\text{F} = 1,700^{\circ}\text{C}$)과 제명($\sim 2,800^{\circ}\text{F} = 1,538^{\circ}\text{C}$) 그리고 서냉($\sim 2,000^{\circ}\text{F} = 1,093^{\circ}\text{C}$)에 있어서 가공할 만큼 높은 온도를 필요로 한다는 것이다.

Flux라고도 부르는 Na_2O 나 K_2O 와 같은 알칼리류 수식산화물의 첨가로 약 $1,650^{\circ}\text{F}$ (899°C) 정도나 혹은 실리카만을 용융하는데 필요한 온도의 절반만으로도 용융시킬 수 있다. 그러나 이 유

Table II-Average glass.

Table I-Functional classification of some common oxides used in glass manufacture.

Glass Formers	Intermediates	Modifiers	Component	%
B_2O_3	Al_2O_3	MgO	SiO_2	72.15
SiO_2	Sb_2O_3	Li_2O	Na_2O	13.83
GeO_2	ZrO_2	BaO	K_2O	0.57
P_2O_5	TiO_2	CaO	CaO	10.06
V_2O_5	PbO	MgO	MgO	0.91
As_2O_3	BeO	BaO	BaO	0.04
—	ZnO	CaO	Al_2O_3	2.13
			Fe_2O_3	0.11
			SO_3	0.14
			Total	100.02

리는 수용성이며 내성이 요구되는 제품을 생산하기에는 힘든 것이다.

다음으로는 유리를 액체로부터 내성을 갖게 하는 알칼리 토금속류 수식 산화물이나 안정제 (CaO , MgO , BaO or SrO) 등을 첨가할 수 있다. 알루미나(Al_2O_3) 즉 중간체의 첨가로 내구성을 증진 시킬 수 있으며 실투 경향을 감소시킬 수 있다.

청정제로서 약간의 황화물(Na_2SO_4 , BaSO_4 , CaSO_4)을 넣고 또한 미소량의 철분으로 오염된 혼합물로서 전형적인 병유리를 얻을 수 있다.

유리의 성질(특성)—유리는 비정질 재료이다. 그러므로 유리구조에서 원자들은 random한 위치에 놓인다. 고온에서 원자들은 서로 이동할 수 있어서 결정이 형성되는 그러한 위치에 놓일 수 있다. 모든 유리는 결정이 형성될 수 있는 온도 범위를 가진다. 일반적인 소다석회유리의 최대 결정화 가능 온도 범위는 $850\sim 950^\circ\text{C}$ 이다.

위와 같이 유리가 결정화되는 현상을 실투(devitrification)이라 하며 제조공정에서는 대체적으로 실투가 일어나는 경우는 회박하나 유리제조에 있어서 특히 조심해야 하는 현상이며 이 현상을 opal glass와 같은 특수유리에 이용할 수 있다.

일반적인 소다 석회유리는 물과 대기와의 침식반응에 비교적 큰 저항성을 지닌다. 예를 들어 유리창은 수년 동안의 대기와의 반응을 지탱해 낸다. 병은 과일쥬스, 음료, 약, 그리고 많은 다른 화학적 용액에 대해 우수한 용기이다. 그러나 유리를 침식시키는 것이 가능하여 완전한 불용성재료로 여겨질 수 없다. 유리는 불산에 의해 쉽게 용해된다. 불산은 유리를 부식하고 연마하는 데 사용된다. 또한 weathering 현상이라 하는 습기에 오래도록 노출시키면 눈에 보이지 않는 미세한 유리표면의 침식이 있게 된다. 이러한 현상을 방지하기 위하여 유리에 B_2O_3 를 첨가시키거나 유리표면에 SO_2 gas를 고온처리하면 방지할 수 있다. SO_2 증기는 유리표면의 Na_2O 와 반응하여 흰 망초(Na_2SO_4)를 생성하나 이것은 쉽게 제거될 수 있다. weathering 현상을 방지하기 위하여 포장방법을 플라스틱 필름으로 shrink-wrap system을 이용하면 수분을 방지할 수 있다.

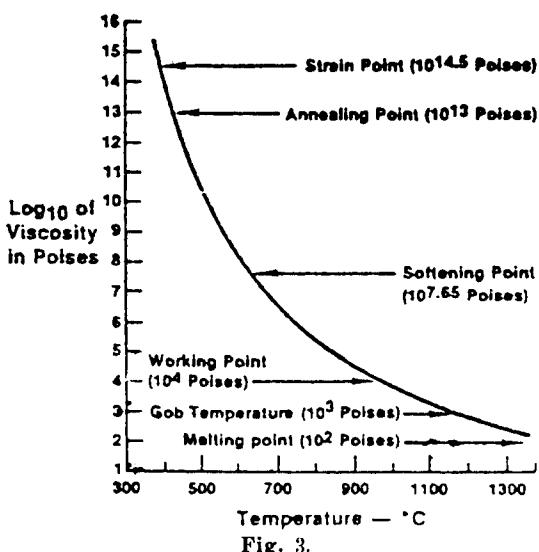
유리제조자나 사용자에게는 유리의 물리적 특성이 더 중요할 수 있다. 물리적 특성으로는 비중, 점도, 열팽창, 전기전도도 등이 중요하며 이 중 비중은 유리 종류에 따라 다소 차이는 있으나 일반적으로 유리의 비중은 2.5 전후가 된다.

유리에 있어서 가장 중요한 기술적인 특성은 점도(viscosity)라고 생각된다. 왜냐하면 유리제조에 있어서 용융, 청정, feeding, 제병, 서냉 등 모든 분야에 있어서 대단한 중요성이 있기 때문이다.

Fig. 3은 전형적인 점도와 온도의 곡선을 나타낸 것이다.

유리의 열팽창은 일반적으로 $85.7 \times 10^{-7} \text{ cm/cm}^\circ\text{C}$ 이며 이는 유리의 온도 변화에 따른 단위 길이당 길이의 변화를 표시하는 것으로서 유리와 유리, 유리와 금속 sealing의 경우 가능성을 확인하기 위하여 사용된다.

유리는 상온에서는 비 전도체이나 온도가



상승함에 따라 고온에서 액상이 되면 원자들이 자유롭게 움직이게 되어 좋은 전도체가 되며 이 전기 전도도는 유리의 전기 용융에 이용된다.

2. 유리제품의 제조공정

유리 제조공정은 원료 배합공정(원료준비, 평량, 혼합, 인상), 용해공정(원료투입, 용융, 청정), 성형공정(gob 온도조절, gob형성, 기계투입, 성형, take out, 이송), 서냉공정(투입, annealing, 냉각), 검사 및 품질관리, 포장등 비교적 간단하나 쉴 수 없는 연속공정특징 때문에 어떠한 공정이라도 소홀히 해서는 올바른 제품을 생산할 수 없기 때문에 세심한 주의가 필요하다.

원료 배합공정—배합에 필요한 원료(규사, 소다회, 석회석, 장석, 봉사, 돌로마이트, 중경석, 망초, 세레늄, 코발트, 파유리 등)가 입고되면 성분 및 입도 분석을 한 후 규격에 합격한 원료만 정선하여 충분량을 보관후 목표조성에 따른 배합비를 정하여 자동 평량기로 평량한 후, 혼합기에 이송되어 혼합하게 되는데, 이 때 용융을 돋고 원료의 분리를 방지하기 위하여 3~5%의 수분을 첨가하면서 약 10분간 혼합한다. 배합공정에서 특히 주의할 점은 batch에 혼입되는 파유리와 원료의 입도 분포이다. 파유리는 용융을 돋게하고 원가를 낮추기 위하여 혼입되는데 보통 batch에 30%정도 첨가된다. 이 때 자체 파유리와 외부 파유리를 적당한 비율로 섞게되며 외부파유리는 조성의 변화가 있으므로 깨끗하고 주의깊게 사용해야 한다.

또한 입도분포의 중요성은 잘 혼합된 batch를 얻기 위한 것이고, 원료분리 현상을 최소화하며, 용융을 용이하게 하기 위하여 항상 규정된 원료가 입고되도록 하여야 한다. batch가 정확치 못하고 잘 혼합되지 않으면 균질한 유리를 얻기는 불가능하다. 잘 혼합되면 절반은 용융된 것과 다를 바 없다.

용융 및 청정 공정—균질한 유리를 만들기 위한 batch 용융은 극히 어렵고, 적당한 재료와 설비 그리고 경험이 요구된다.

용해로는 대형 탱크로가 대부분이며 용융실, 청정실, 작업실로 구분된다. 엘리베이터에 의해 호퍼에 이송된 batch는 batch charger에 의해 로내에 투입되는데 batch charger는 glass level gauge와 연결되어 자동으로 유리의 level이 일정하게 유지되게끔 조절된다. batch가 로내에 투입되면 제일 먼저 수분이 증발하게 되며 이 수분은 화학 반응의 촉진제 역할을 한다.

batch가 1,000°C가 되면 원료의 일부분은 용융되고 분해된다. 규사, 알루미나, 장석은 용융온도가 높지만 용융 전에 다른 물질들과 화학반응이 있게 되어 용융이 용이해진다.

대부분의 탱크로 내의 용융온도는 1,520~1,550°C이므로 알칼리 실리케이트의 용융체가 형성된 후 탄산염, 수산염, 질산염에서 분해된 기체가 용융을 돋는다.

또한 혼입된 파유리는 원료간의 열전도를 향상시키고 난용물질의 용융을 돋는다. 용융된 유리는 로내에서 뜨거운 지점을 중심으로 대류현상이 일어나 균질화가 이루어지며 원료분해시 생성된 기포는 윗부분으로 상승하여 소멸된다.

균질화가 이루어진 유리는 용융실과 청정실을 연결하는 throat라는 작은 구멍을 통하여 청정실 쪽으로 이동하게 된다. 청정실에서는 작업에 필요한 깨끗하고 균질화된 유리를 만들기 위하여 seed와 blister와 같은 기포를 제거시키며 작업온도에 적당한 온도를 유지시킬 준비를 하게 된다. 기포가 제거된 깨끗한 유리는 forehearth라는 작업대의 통로를 통하여 지나면서 냉각과 조절(equalizing)에 의하여 기계에 투입될 gob의 열적 균질화가 이루어진다.

Typical Feeder-Forehearth Arrangement

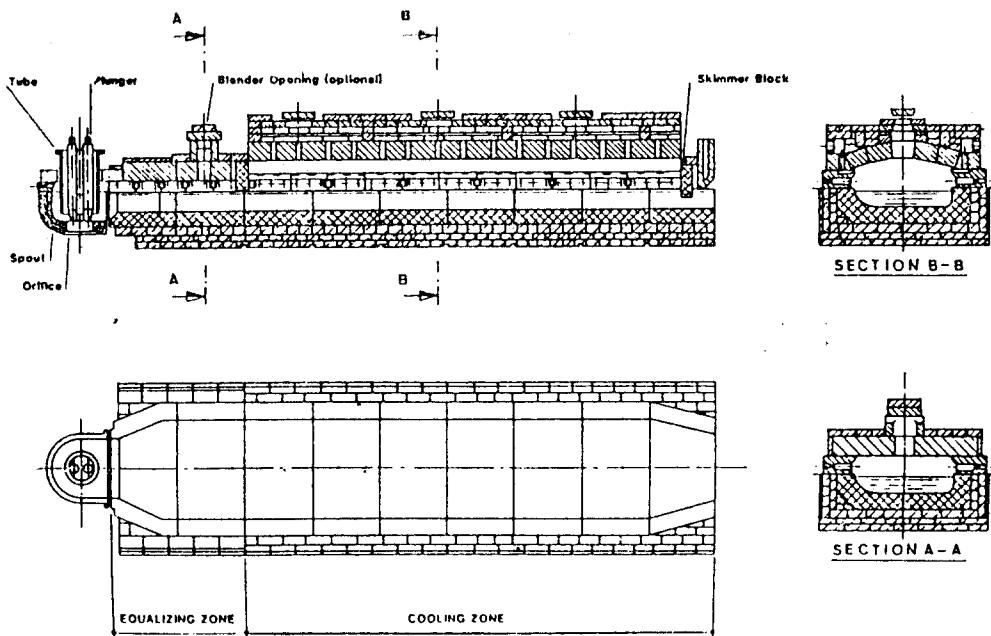


Fig. 4-Typical feeder-forehearth arrangement.

성형 공정—Forehearth에서 열적으로 균질화된 유리는 feeder spout 내로 흘러들어간다. spout는 내화재질로 이루어진 큰 사발 모양으로 metal casing 안에 설치되어 용융 유리를 저장하는 역할을 한다.

spout 밑부분 중앙에 orifice(병크기에 따라 구멍크기가 다름)가 설치되고 orifice 바로 위에 clay tube가 설치되어 회전하면서 spout내의 유리온도를 균일하게 하고 유리의 흐름을 조절하게 된다.

tube 내부에는 내화재질의 plunger가 설치되어 상하작용을 하면서 유리물을 밀어내어 orifice 구멍으로부터 유리물 줄기가 빠져 나오게 되면 plunger와 제병기와 같은 비로 작동하는 shear에 의해 개별적인 gob로 형성된다. 제병기로 공급되는 gob은 알맞은 접도를 지녀야 하며 크기, 무게, 모양에 있어서도 적합하여야 한다. 제병될 품목의 크기에 따라 gob 무게에 의한 gob의 크기가 결정된다. P & B 제병시 gob의 모양은 짧으면서 원통꼴이 좋고 B&B 제병에서는 뾰족하고 긴 gob가 대개의 경우 바람직하다.

delivery road를 타고 내려갈 때 원래의 모양에서 변형이 일어나지 않아야 하며 깔때기나 금형에 걸리지 않고 정확하게 빈 금형내에 들어가야 한다. gob는 깔때기를 통하여 빈 금형 속으로 들어가는 동안 마찰이 최소한 없도록 안착되어야 하며 gob에 상처가 생기지 않도록 해야겠고 gob 안착시 블랭크 몰드 내에 발생되어 확실한 안착을 방해하는 에어 포켓의 형성이 최소화 되도록 충분히 공기가 빠져나가게 해야 한다.

1) Settle blow: gob가 블랭크 몰드에 안착하게 되면 제일 먼저 settle blow가 행하여 지게 되는데 이때에는 명구 형성이 되도록 유리를 neck ring과 plunger mold내로 압축시키게 된다. settle

blow시간은 마지막의 구내경이 형성되는데 무리가 없도록 최소한의 시간만으로 짧게 이루어져야 한다.

2) Counter blow: settle blow가 끝나면 곧 plunger가 후퇴하면서 예비성형을 하기 위하여 counter blow가 행해진다. counter blow가 빨리 적용될수록 settle wave가 분명히 적게 나온다. 그러나 counter blow가 걸어질수록 blow와 블랭크 몰드 사이의 열균형은 더 좋아지며, 안정된 parison을 만들 수 있는 최적의 온도로 유지할 수 있다. 사용되는 압력도 병의 크기에 따라 유리의 양이 많아질수록 압력도 그에 따라 올려서 적용되어야 한다. 대개 이 단계의 작동이 안정될수록 유리의 분포성도 좋아지고 최대로 블랭크 접촉시간을 길게 함으로써 기계 속도도 더 올릴 수 있다.

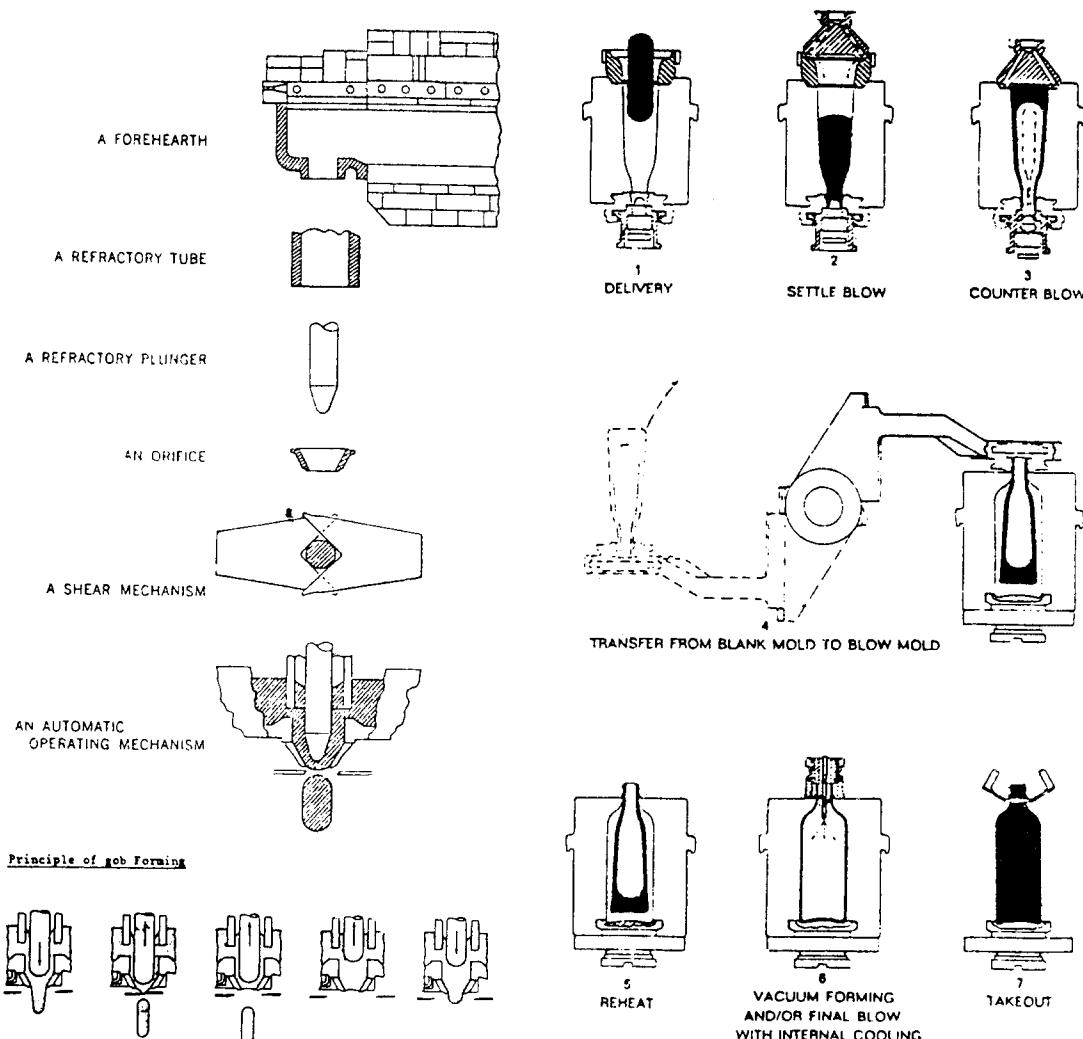


Fig. 5.

Fig. 6-Functional diagram of the formation of parison and bottle on the I.S. machine by blow and blow process.

3) Parison reheat: counter blow와 final blow의 그 사이 parison의 유리온도를 균등히 하고 병 표면의 상태를 좋게 하기 위하여 parison의 재가열이 있어야 한다.

4) Invert (transfer from blank mold to blow mold): invert의 속도는 최종 제품 두께의 균일 정도에 많은 영향을 미친다. 만약 너무 느릴 경우에는 중력에 의해 parison이 주저앉을 것이고 또 너무 빠르면 원심력에 의해 앞쪽으로 휘어진다. 그래서 속도는 무게, 점도, parison의 모양에 따라 적절하게 조절되어야 한다.

5) 재가열: 이것은 parison의 형성이 끝나고 final blow가 시작될 때 까지의 시간을 말한다. 이 시간동안 계속 parison의 재가열 혹은 온도 균등이 이루어지며 중력이 parison에 미친다. 과도한 재가열은 블랭크 몰드 쪽에서는 parison을 주저앉게 하고 blow mold쪽에서는 늘어나게 한다. 이 두 가지 효과는 대등한 관계에 있어야 한다.

6) Final blow: parison이 invert되어 blow mold에 옮겨지면 blow head가 내려와 최종 제품으로 성형하도록 final blow가 행하여 진다. 이때 병내부의 냉각도 함께 이루어져 blow mold가 열린 후 병의 씨그러짐을 방지한다.

7) Take out: blow mold가 열리면 take out tong이 최종 제품을 집어내어 dead plate 위에 올려 놓는다. take out tong은 정확히 정렬되어야 하며 병이 자유롭게 걸릴 수 있도록 충분한 간극을 지니고 있어야 한다. 그리고 유리에 흠을 남기거나 씨그러뜨리는 일이 없도록 take out 메카니즘은 항상 부드럽게 작동되어야 한다.

8) Dead plate cooling: Dead plate 냉각의 목적은 병의 모양을 그대로 유지하도록 하는데 있다. dead plate에는 구멍이 나 있어 이를 통하여 냉각풍이 병의 바닥과 옆면에 적용된다. 병이 dead plate 위에 걸렸을 때 냉각 공기가 적용되는 것이 가장 효과적이다.

병의 바닥은 공기의 압력과 병바닥의 연합 정도, 걸려있는 시간동에 따라 주저 앓기도 하고 밀려 올라 가기도 하므로 dead plate 상에서 얼마의 시간을 미루느냐는 것이 특히 용량에 영향을 미치므로 대단히 중요하다.

서냉공정—성형이 완료된 제품은 콘베이어로 이송되어 서냉로 앞에 도달하게 되면 수액병인 경우 뜨거운 병 내부에 SO_2 가스를 투입하여 병내부의 알칼리와 반응시켜 Na_2O 를 제거한다. 이 때 가스 처리가 끝나면 서냉로에 투입되어 580°C 정도의 annealing 부위를 통과하면서 성형과정에서 냉각에 의하여 생성된 스트레인을 제거시킨 후 상온까지 천천히 냉각하게 된다. 유리의 서냉은 유리제품의 마지막 공정이 되는데 이것은 제품의 품질가치를 좌우함은 물론 생산에도 영향을 준다. 서냉이 잘못된 제품이 시장에 나갔을 때는 품질상으로 신용을 추락하는 것이 될 수 있다.

일반 유리제품의 강도는 스트레인의 유무에 따라 밀접한 관계가 있는데 제품이 강한 것은 품질상 중요한 조건이 되며 스트레인을 제거하는 것은 강한 제품을 만드는 것이 되며 물리적인 여러 성질이 안정한 제품을 만드는 것이 유리공장의 최대목표이다.

스트레인이라는 것은 물체내의 응력 또는 외력에 의하여 생긴 변형을 말하는데 유리는 열전도도가 적어서 성형 중에 유리가 고온 액상으로부터 냉각 고화될 때까지의 점성의 변화가 크고 이에 따라 문자 구조에 변화가 생긴다. 유리가 고온에서 냉각될 때 표면은 급속히 냉각되지만 그 내부는 표면보다 늦어져서 천천히 냉각된다. 즉 유리제품을 만들면 제품의 내면과 외면에 온도차가 생겨서 표면은 수축하여 인장응력을 받지만 내부는 이에 대하여 압축응력이 생기게 되는 것이다. 이 때문에 스트레인이 생기게 되는 것이다.

이 밖의 원인으로서 유리질이 불균질하여 일어나는 것이 있는데 이러한 유리의 불균질에 의해

서 일어나는 스트레인은 조성 상호간의 팽창율, 열전도도, 밀도 등이 달라서 일어나므로 쉽게 재거되지 않기 때문에 사전에 발생하지 않도록 주의해야 한다.

3. 유리병의 품질관리

유리공장의 품질관리는 후공정에서 이루어지는 것보다 전공정에서 이루어지는 것이 바람직하다. 왜냐하면 앞에서 언급하였듯이 공정간의 연속적 특징 때문에 기계에 투입되는 유리가 깨끗하고 물리적 성질이 안정되었다면 80% 정도의 품질관리가 이루어졌다고 볼 수 있다.

전 공정상의 문제는 제품의 품질에 치명적인 영향을 미치며 생산성에도 치명적인 타격을 입게 되므로 유리 제조시 모든 조건이 가능한 한 일정하게 유지됨이 중요하다. 이 점은 원료 입고시, 입도, 성분 및 수분 점검과 원료 배합시 batch 조성, 원료 혼합, 원료 운반시 분리, 용융시 용융조건(온도, 로압, batch flow, 용융상태), 용출량 등을 각종 시험성적을 바탕으로 최단시간 내에 보정하여 기계에 투입되는 유리의 물성 변화가 최소가 되도록 노력하는 것이 최선의 품질관리라고 생각된다. 유리 제조시 행하여야 하는 품질관리 항목을 요약하면 다음과 같은 것들이 있다.

원료관리—원료의 성분과 입도는 철저히 관리되어져야 한다. 수분 함량 역시 점검되어야 한다. 실험실에서 분석이 완료되어 규격 내의 원료로 합격판정이 되기 전에 사용되어서는 안된다. 저장 및 보관에 있어서도 철분이나 기타 오염물질이 혼입되지 않도록 조심성있게 취급하여야 한다.

배합작업—저울과 칭량 시스템은 규칙적으로 점검하여야 하며 원료성분 분석 또는 유리성분 분석 결과 목표조성에서 벗어나면 배합계산을 하여 배합비를 조정할 필요가 있다. 특히 파유리는 깨끗하게 세척하여 사용해야 하며, 자체 파유리와 외부 파유리의 조성차이가 있으므로 사용비율을 가능한 한 일정하게 유지토록 하여야 한다. 원료 혼합시와 운반시 분리현상이 일어나지 않도록 해야 한다.

용융조건—유출량에 따라 규정된 온도를 유지해야 하며, 유출량 변동은 가능한 한 $\pm 10\%$ 이내의 변동만을 허용해야 한다. 과도한 유출량의 변동은 로내 용융유리 및 batch flow의 변화를 주어 기포 및 돌발생의 우려가 있으며, 유리의 균질도에 악영향을 미칠 수도 있다. 로압 역시 일정하게 유지시키는 것이 중요하다. 유리에 따라 산화, 환원 분위기가 요구되나 일반 flint glass는 산화분위기가 요구된다.

Forehearth 온도—제품의 크기에 따라, 규정된 온도 곡선에 따라 냉각 및 평형이 이루어져야 한다. 급격한 온도 변화는 다시 끓음에 의한 큰기포 발생과 gob 온도의 불균일이 발생하여 제병시 유리 분포상태에 악영향을 미친다. 또한 불완전 연소시 환원염에 의한 유리속의 SO_3 성분의 환원에 의한 SO_2 기체발생으로 큰 기포가 발생한다.

비중—비중이란 가장 텐번히 측정되어 지는 유리의 특성인데 이는 조성의 작은 변화에도 급격하고도 예민하게 반응하여 통계적인 분석에 적합하기 때문이다. Fig. 7에서 보는 바와 같이 5가지 실험 결과는 매일 매일 기록 정리되어져야 한다.

실제적인 작업한계를 설정할 수 있도록 충분한 결과를 얻은 후에, 다양한 해석이 이 도표로부터 나올 수 있다. 설정된 한계 안에서의 낮은 평균 범위에 속하는 평균 비중은 혼합 및 용융조작이 잘 되었다는 것을 나타내는 것이다.

그러나 만일 평균 비중이나 하루 내의 범위가 조정 범위를 벗어난다면 이는 일반적으로 비정상적인 상태라는 것을 나타내는 표시인 것이다.

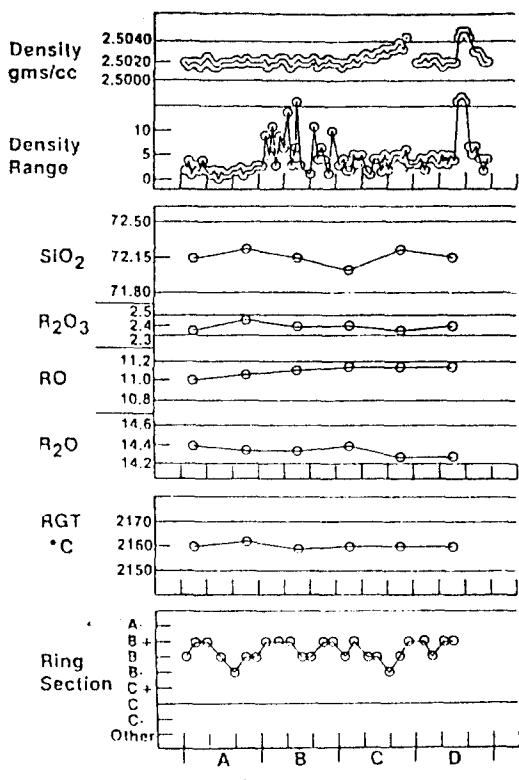


Fig. 7.

정보를 얻을 수 있다. Fig. 8에서 보는 바와 같이 작업온도 차이를 말한다. 이로서 유리의 급격한 혹은 완만한 굳음을 알 수 있는 것이다. 일반 유리는 WRI값이 175로서 석회유리와 돌로마이트 유리의 중간점에 해당된다. gob온도는 $2.63 \times WRI$ 라는 식에 연화점을 더하여 계산되는 것이다. 일반 유리는 gob온도가 $1,184^{\circ}\text{C}$ 이다. 이는 두 가지의 유리의 비교기준으로 유용하게 사용되는데 그 이유는 이것이 제병과정과 연관이 있기 때문이다.

상대 기계속도의 값은 일반 유리에서 107%인데 이는 $RMS = (SP - 450) / (WRI - 80)$ 의 식으로부터 계산되어 나온다. 이 값을 이용하여 두개의 다른 유리에서의 분당 제병 속도를 예측할 수 있는 것이다.

Seed와 blister(잔기포와 큰기포)—유리 1온스당 기포의 수를 계산하여 용해로 용융상태와 배합의 잘못을 예측할 수 있으며 효율적인 열관리도 할 수 있다.

균질성—유리는 충분히 균질하여야 한다. 이것은 매일 병의 ring 부위 절단으로 측정된다. 이 ring section 높이는 1~2cm이다. 편광 현미경으로 측정되는데 스트레인의 유무 및 분포상태를 관찰하여 코드 등급을 A, B, C, D, E 등급으로 나누며 C등급까지 출하가능하다.

서냉—서냉 정도는 매시간마다 측정하는데 스트레인 판측기로 측정되며 표준 스트레인 디스크와 비교하여 temper No. 5 (degree 37.4°)이내만 출하 가능하다.

열충격—열충격 시험은 온수조와 냉수조의 온도차를 이용, 급냉에 저항하는 정도를 시험하는

$$RGT = 2.63 \times WRI + SP$$

$$WRI = SP - AP$$

$$RMS = \frac{SP - 450}{WRI + 80}$$

Fig. 8-Working characteristics.

평균 일일 비중이 특별한 변화없이 범위내에서 짧은 기간동안 바뀌는 것은 일반적으로 불균일한 batch의 공급을 나타내는 것이다. 이러한 것은 일반적으로 불충분한 혼합, 운송이나 저장에 있어서의 상분리 혹은 원료투입의 잘못된 결과인 것이다. 다른 가능한 원인은 오칭량, 잘못된 원료, 외부 파유리 등을 들 수 있다. 비정상적인 큰값의 변화없이 평균비중이 점진적으로 변하는 것은 유리 조성의 점진적인 변화에 대한 증거를 제시하는 것이다.

연화점(Softening point)—앞에서 언급한 바와 같이 점도는 유리의 물성 중 제일 중요한 인자이다. 유리시험중 연화점 측정은 점도의 예측곡선을 알아내고 성형공정에서 중요한 작업 지침인 작업온도 범위(working range index), 상대 gob 온도(relative gob temp.)와 상대 기계속도(relative machine speed)와 같은

것으로 유리 두께의 불균일, 유리질의 불균질(Cord), 또는 미세한 금 종류에 기인하는 충격파손을 알 수 있다. KSL 2501(PDS-H302)에 의거 온도차 42°C(수액 병인 경우 50°C)에 견디어야 한다.

알칼리 시험—KP IV 주사제용 유리용기 시험법 중 알칼리 용출 시험. 제 1법; 분말법 2.00ml 이내, 제 2법; 표면법 0.10ml 이내이어야 한다.

내압시험—물론 병을 채우고 내압기에 넣은 후 병 입구를 밀봉한 다음 내압을 단계적으로 증가시켜 병이 파괴되는 순간의 압력을 점검한다. 병의 모양과 용도에 따라 허용압력이 다르나 일반적으로 둥근 병인 경우 17~21kg/cm²에 견디어야 한다.

육안검사—육안검사는 유리병의 품질관리에서 중요한 부분이다. 검사 콘베이어상에 조명대를 설치하여 2사람이 병의 상하를 분담하여 거래선의 결수 규격에 따른 작업지도서에 의해 결합이 있는 병을 제거한다. 눈의 피로를 덜기 위하여 매시간마다 교대로 검명하도록 하여야 한다.

Dual head gauger—cold end의 검사 콘베이어상에 설치하여 내용물 충전시 치명 결점인 메인복(choked neck), 구멸참(unfilled finish), 구외경 공차등을 감지하여 선별하여 주는 기계로서 병의 크기에 따라 분당 최대 150~250개까지 감지가 가능하다.

Check detector—병의 주 불량인 금불량(구금, 나사금, 봄통금 등)을 빛의 반사를 이용, 감지기의 11개 구멍을 통해 금불량이 어느 위치에 있는지 감지하여 선별하여 주는 기계로서 병의 크기에 따라 분당 150~230개까지 감지가 가능하다.

Squeeze tester—병의 내부 결합 즉 작은 점, 작은 돌, 플런저 자국, 검은 점, 큰 기포 등으로 인하여 강도가 저하된 병을 두개의 wheel사이에서 적정압을 설정(약 25~35psi)하여 통과시키게 되면 불량인 경우 압력에 못견디어 깨지게 된다. 이런 종류의 불량은 내용물 충전시 콘베이어상에서 파손될 수 있어 down time을 가져올 수 있다.

시료 검사—규격 시료 검사는 각 기계의 부문별 제품을 매시간당 1개씩(외관검사 합격품)을 채취하여 다음 항목을 검사한다.

(1) 중량, (2) 용량, (3) 전장, (4) 동장, (5) 동경, (6) 구내경, (7) 구외경, (8) 나사경, (9) 구외고, (10) 스트레인, (11) 열충격, (12) 내압

위 항목들의 검사는 약정된 도면의 칫수와 허용공차 범위 내이어야 하며, 허용공차를 벗어날 경우 제명자에 통보하여 즉시 시정토록 조치한다.

또한 이미 포장된 1시간 동안의 제품에 대해서는 재선별 조치하며, 차후 제품은 시정이 완료될 때까지 검사원에 통보, 불량 처리토록 한다. 외관 결점 시료 검사는 각 조의 책임자에 의하여 행하여지며 육안검사 전 매시간 각 서냉로 cold end상에서 50개씩 채취하여 모울드 번호 별 불량율을 산출하여 Fig. 9, 10에 기록하며 검사원의 검사적부를 판정한다.

품질보증(출하검사)—(1) 시료채취와 검사: ① 출하될 모든 제품은 무작위로 채취되어 칫수측정 및 물리화학 시험에 의해 구매자가 요구하는 품질수준을 만족하는지 여부를 결정짓는다.

② 검사의 단위는 운송될 제품의 1차를 1 lot로 하며 경우에 따라서는 구매자 주문량 전체가 1 lot로 취급될 수 있다. 만약 1차에 1종류 이상의 여러제품이 출하될 경우 각 종류별로 lot를 구분한다.

③ 1개의 용기 검사시 1가지 이상의 결점이 기록될 수 있으나 단순히 검사를 목적으로 할때에는 가장 심한 결점 1가지만 취급한다.

④ 모든 제품의 포장은 자체의 포장 기준에 의하나 특별히 구매자의 요구에 의해 변경될 수 있으며 이물질이나 먼지로부터 보호되어야 한다.

SAMPLING 檢查報告書

Fig. 9.

198 년 월 일 시간

Fig. 10.

(2) 검사 : 품질관리를 위한 검사는 용기의 기능적인 면과 미적인 면을 고루 갖추어야 하며 다음과 같이 정의한다.

① 물리적 특성—물리적인 요구사항으로서 유리의 색, 형상, 칫수등이 있는데 칫수의 경우 도면상 허용된 공차 범위에 들어야 하나 도면상 표기되지 않은 특수한 칫수에 대해서는 표준 GCMI의 일반 공차를 적용한다.

어떤 경우든 물리 및 칫수상의 허용공차는 경제적인 용기의 단가가 고려되어야 할 것이다. 즉, 과도히 요구되는 품질 수준의 경우 용기의 단가는 그만큼 높아질 것이다.

② 기능측정(시험)—경우에 따라서는 KP 화학 시험에 의한 시험이 요구된다. 일상적인 시험으로는 편광 현미경 시험, 열충격 시험, ring section, 기체적 충격시험, 내압시험, 용기두께 측정시험 등이 있다.

③ 외관특성—외관 검사는 일상 불량 검사 기준에 따라 행한다.

(3) AQL-결점의 등급 : ① 중 불량-1.5% AQL(누계)

a. 칫 수

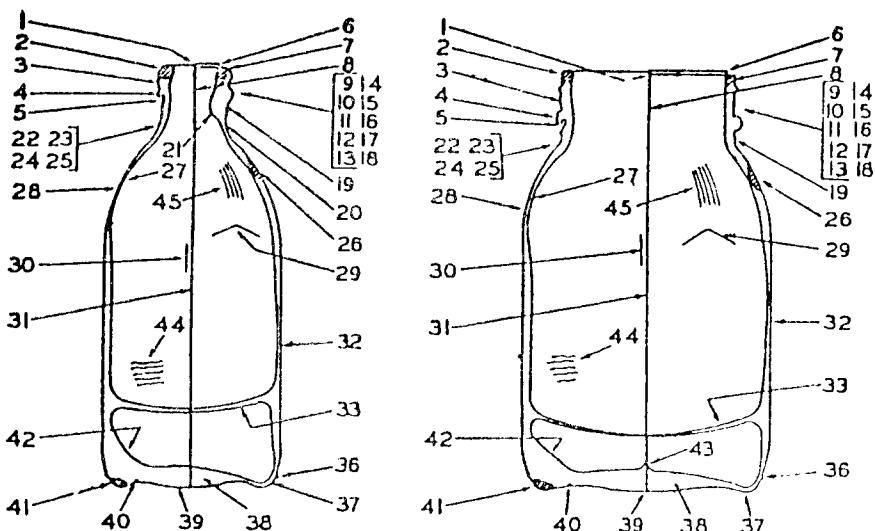
1) 구부의 칫수가 허용 공차를 벗어나 캡핑 또는 충진상 문제가 되는 경우, 2) 구부 이외의 칫수가 틀릴 경우, 3) 용량 공차를 벗어나는 경우

b. 외 관

1) Split finish(입 갈라짐), 2) Unfilled finish(입 채짐), 3) Chipped finish(입 깍임), 4) Checked finish/thread(나선금), 5) Loose glass inside(유리 박힘), 6) Checks in body greater than 5mm(몸통 금), 7) Visible mold lubricant(기름때), 8) Freaks or obvious misshaped containers

Table III-Sampling and inspection table.

Lot size	Normal Inspection				General Level II				MIL-STD-105D						
	0.1% AQL		0.25% AQL		0.65% AQL		1.0% AQL		1.5% AQL		2.5% AQL		4.0% AQL		
	Sam- ple	AC	RE	Sam- ple	AC	RE	Sam- ple	AC	RE	Sam- ple	AC	RE	Sam- ple	AC	RE
51~ 90	ALL	—	—	50	0	1	20	0	1	13	0	1	8	0	1
91~ 150	125	0	1	50	0	1	20	0	1	13	0	1	32	1	2
151~ 280	125	0	1	50	0	1	20	0	1	50	1	2	32	1	2
281~ 500	125	0	1	50	0	1	80	1	2	50	1	2	50	2	3
501~1,200	125	0	1	50	0	1	80	1	2	80	2	3	80	3	4
1,201~ 3,200	125	0	1	200	1	2	125	2	3	125	3	4	125	5	6
3,201~ 10,000	125	0	1	200	1	2	200	3	4	200	5	6	200	7	8
10,001~ 35,000	500	1	2	315	2	3	315	5	6	315	7	8	315	10	11
35,001~ 150,000	500	1	2	500	3	4	500	7	8	500	10	11	500	14	15
150,001~ 500,000	800	2	3	800	5	6	800	10	11	800	14	15	800	21	22
more than 500,000	1,250	3	4	1,250	7	8	1,250	14	15	1,250	21	22	800	21	22
													500	21	22
													315	21	22



1. Offset Finish	목밀립	31. Mold and Blank Seams	브로우십과 브랭크심
2. Split Finish	입갈라기(디짐)	32. Tight Sides	몸통얼음
3. Bulged finish	입살생	33. Bird Swing	몸통전선
4. Chipped Finish	입깎임	34. Bruise Checks	스친금
5. Checks Under Finish	목금	35. Letter Checks	조각금
6. Overpress	입면 지느러미	36. Flanged Bottom	바닥심
7. Corkage Check	입안금	37. Light Bottom	바닥얼음
8. Seam on Side of Finish	체크링심	38. Heavy Bottom	바닥두꺼움
9. Checked Finish	나선금	39. Rocker Bottom	바닥흔들림
10. Crizzled Finish	입금	40. Baffle Mark	바풀마크
11. Down Finish	입자길	41. Checked Bottom	바닥금
12. Out-of-round Finish	위다원	42. Heel Tap	바닥몰림
13. Dirty Finish	위때	43. Spikes	스파이크
14. Threads not Filled out	나선충식	44. Washboards	몸통주름
15. Tear Under Finish	목티김	45. Brush Marks	붓자국
16. Bent or Crooked Finish	입눌림	46. Stones	돌
17. Rough Finish	입흐림	47. Blisters	큰기포
18. Broken Finish	입깨짐	48. Seeds	잔기포
19. Neck Ring Seams	네크팅심(목부위)	49. Cords	코드
20. Bent Neck	목구부러짐	50. Black Spots	검은점
21. Choked Neck	배인목	51. Shear Marks	가위자국
22. Long Neck	긴목	52. Oil Marks	기름기포
23. Hollow Neck	목안커짐	53. Broken Ware	섬파(서邴파)
24. Dirty Neck	목때	54. Loading Marks	줄무늬
25. Pinched Neck	목좁아짐	55. Drag Marks	끌린자국
26. Shoulder Checks	어깨금	56. Wrinkles or Laps	유리겹침
27. Thin Shoulder	어깨얼음	57. Out-of-shape Ware	몸통불균형
28. Sunken Shoulder	어깨자점	58. Uneven Distribution	내부불균형
29. Hot Checks	불통금	59. Wavy Appearance	물결무늬
30. Pressure Checks	압력금	60. Dirty Ware	기름때

Limit Specimens to be Established as Required.

Fig. 11-Glass defects/imperfections.

(품통 불균형).

② 경불량 4.0% AQL(누계)

a. 외 관

1) Stones(돌), 2) Blisters(큰기포), 3) Heavy chain or rust marks on bottom(땅 자국, 바닥
녹파), 4) Leaners(병 기울), 5) Seeds(작은 기포), 6) Heeltaps that affect appearance(바닥 몰
림), 7) Mold marks(금형자국).

a) Laps(유리겹침), b) Washboards(품통 주름), c) Tears(터짐), d) Loading marks(로딩마
크), e) Heavy blank seams(브랭크 심).

Table IV-Case opening table for sample withdrawal.

No. Cartons in Lot	No. Cartons to Open	No. Cartons in Lot	No. Cartons to Open
1 ~ 8	2	91 ~ 150	13
9 ~ 15	3	151 ~ 280	17
16 ~ 25	5	281 ~ 500	23
26 ~ 50	8	501 ~ 1,200	35
51 ~ 90	10	Beyond 1,200-See Q.C. Foreman	

1 to 50 Cartons in lot-Mil. Std. 105-D

51+Square root.