

상향류 투수방식의 유출시험
(Up-flow Percolation Method)

2017

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 「폐기물관리법」의 재활용환경성평가를 위한 유출시험 및 생태독성 시험을 위함이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 상향류 투수방식으로 고상 및 반고상 폐기물 중 물에 용출 가능한 무기 및 유기물질의 시험용 유출액을 얻기 위한 방법이다.

1.2.2 이 시험기준은 유해특성 중 생태독성시험을 위한 유출액을 얻기 위한 방법으로 사용할 수 있다.

1.2.3 이 시험기준으로는 휘발성 유기화합물에 직접 적용하기는 어렵지만, 유출액의 포집방법 또는 분석물질의 회수율 시험 등을 통해 검증된 경우에는 사용할 수 있다.

2.0 용어정의

2.1 유리관

시료와 접촉해서 나오는 용출액을 수집할 수 있는 유리재질로 된 원형기둥 모양의 장치로 일반적으로 유리관(glass column)이라고 불리며 상향류 투수방식의 유출시험 장치를 말한다.

2.2 유출액

시료가 충전된 유리관(glass column)을 통과해서 얻은 침출액(eluate)

2.3 용리액

유리관(glass column)에 충전된 시료로부터 분석물질이 녹아 나오도록 흘려보내어 용출액을 얻기 위하여 투입되는 액체를 말한다. 이 시험기준에서는 초순수를 용리액(eluant)으로 사용한다.

2.4 액체/고체 비율

시료의 건조 중량(kg) 당 유리관을 통과한 용출액의 양(L)으로 액체(liquid)와 고체(solid)의 비율(ratio)을 L/S로 표시한다.

2.5 공극률

유리관(glass column) 내에 충전된 시료 이외를 차지하는 빈 공간의 비율을 말한다.

2.6 포화시간

유리관(glass column) 내에 시료를 충전하고 유리관 하부에서 상부까지 용리액을 투입하는데 필요한 계산식 상에서의 시간(t)을 말한다.

2.7 유출시간

유리관(glass column) 하부에서 상부까지 용리액을 포화시킨 후 실제 유출시험을 하는데 필요한 계산식 상에서의 시간(t)을 말한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 유출장치

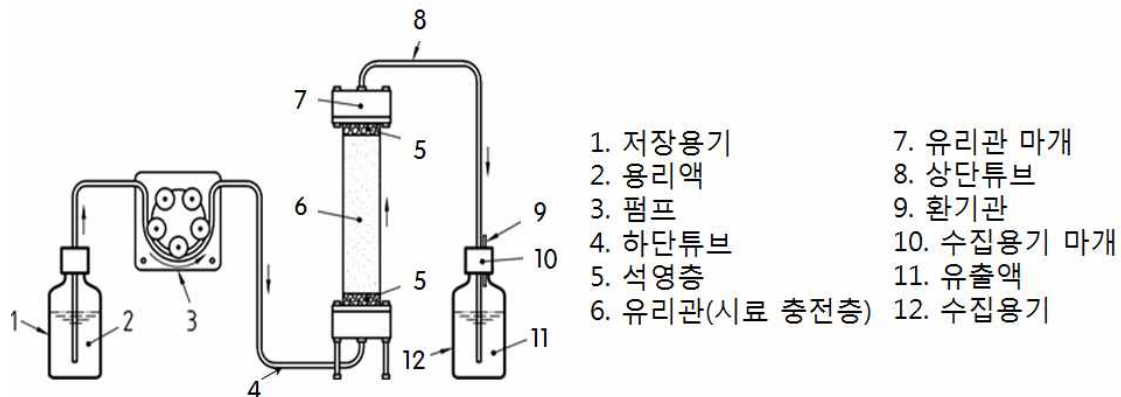


그림 1. 상향류 투수방식 유출장치의 구성

3.1.1 유리관

내부직경이 10 cm이고 높이가 44 cm(최소 내부직경의 4배 이상)인 붕규산 유리(borosilicate glass) 재질의 유리관(glass column)을 준비한다. 유기물질을 측정하기 위해 유출시험을 할 경우, 광분해 등을 줄이기 위해 알루미늄 호일 등으로 빛을 차단한다.

3.1.2 저장용기

용리액(초순수 등)을 저장하는 용기로 수집용기에 받아지는 유출액의 양과 유리관에 채워지는 용리액의 양을 고려하여 충분히 용리액을 담을 수 있는 용기를 준비한다. 저장용기는 분석하고자 하는 물질에 영향을 주지 않는 재질을 선택하고 이동이나 운반이 용이하도록 용기의 크기나 모양을 고려하여야 한다.

3.1.3 펌프

저장용기로부터 물을 일정한 유속으로 유리관으로 이동시키는 장치로 유속을 조절할 수 있는 기능이 있어야 한다. 일반적으로 펌프의 유속범위는 분당 0.5 mL ~ 15 mL로 한다.

3.1.4 하단튜브

저장용기에서 유리관으로 용리액이 이동하는 관으로 용리액을 오염시키거나 물질 분석에 영향이 없는 재질이어야 한다. 튜브는 펌프의 종류에 따라 굵기 등 다양한 종류를 선택하여 사용할 수 있다.

[비고 1] 정량주입펌프(peristaltic pump)를 사용하는 경우, 펌프에 연결하는 관은 실리콘 또는 타이콘 재질 등을 사용하고 펌프와 호환 가능한 외경으로 준비한다. 유리관과 연결하는 용리액의 유입관 또는 유출관은 테플론, 실리콘, 타이콘 등의 재질로 유리관과 호환 가능한 외경으로 준비한다.

3.1.5 유리관 마감

유리관의 하단과 상단에서 용리액이 새지 않고 유입되고 유출될 수 있도록 연결용 마개를 연결할 수 있다. 마개는 용리액이 들어오고 나가는 연결 튜브가 설치되어 있어야 하며, 재질은 테플론 등 분석항목에 영향을 주지 않는 물질로 만들어져야 한다.

3.1.6 석영층

유리관의 전체 단면에 용리액이 균일하게 유입되고 유출될 수 있도록 하거나 여과 역할을 할 수 있도록 입자크기 0.6 mm ~ 1.2 mm의 석영모래를 사용하여 석영층을 설치하여야 한다.

3.1.7 상단튜브

유출액이 나와서 수집용기에 모이도록 하는 관으로 유출액을 오염시키거나 분석물질의 흡착 등의 영향이 없는 재질이어야 한다. 분석하고자 하는 물질에 따라 스테인리스 스틸, 테플론, 실리콘, 일반 플라스틱을 사용할 수 있다.

3.1.8 수집용기

수집용기는 유출액 시료를 채취하는 것으로 수집할 유출액 용량에 맞는 크기의 것으로 선택하여야 하며, 분석항목에 영향을 주는 재질은 사용하지 않는다.

[비고 2] 수집용기의 재질은 분석하고자 하는 물질에 따라 유리, 테플론, 폴리에틸

렌, 폴리프로필렌 등을 사용할 수 있다. 일반적으로 유리, 플라스틱 등의 재질로 된 5 L, 10 L 부피의 병을 준비한다.

[주 1] 수집용기에 마개를 부착하여 수집과정에서 유출액의 오염이 없게 하고, 물이 증발되어 부피가 줄거나 분석하고자 하는 물질의 손실이 최소한이 되도록 한다. 마개에는 압력으로 인해 원활한 유출이 되지 못하는 경우를 대비하여 환기관이 있어야 한다.

3.2 저울

무게를 0.1 kg ~ 10 kg 범위에서 측정이 가능하며, 최대 오차범위는 0.1 g이어야 한다.

3.3 탁도계

광원부와 광전자식 검출기를 갖추고 있으며, 측정범위가 1 NTU ~ 1,000 NTU인 탁도계를 사용하여야 한다.

[비고 3] NTU : Nephelometric Turbidity Units

3.4 원심분리기

최소 2,000 G의 중력값 또는 4,000 rpm 이상의 회전속도를 가져야 하며, 분석결과에 영향을 미치지 않는 비활성 재료로 된 원심분리 용기를 사용하여야 한다.

3.5 여과장치

감압방식으로 0.45 μ m 여과지를 사용할 수 있는 장치이어야 한다. 여과지는 KS M 7602 거름종이 5종 또는 이와 동등한 멤브레인 여과지를 사용하여야 한다.

3.6 시험용 표준체

체는 눈의 크기가 16 mm인 것을 준비한다. 체의 재질은 분석대상항목에 따라 오염이나 영향을 주지 않는 것을 사용한다. 예를 들어, 유기물질 분석용으로는 스테인리스 스틸 재질, 무기물질 분석용으로는 플라스틱 재질을 준비한다.

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 용리액

전도도가 0.5 mS/m 이하의 탈이온수이어야 하며, 일반적인 실험실에서 사용하는 고순도의 초순수급을 사용한다.

4.1.2 질산

일반적으로 용기 세척을 위한 것이며, 용기는 금속성분이 검출되지 않도록 사용하기 전에 0.1 mol/L 질산용액으로 세척하여야 한다. 중금속 함량이 낮은 고순도 질산을 초순수로 희석하여 사용한다.

4.2 표준용액

“내용 없음”

5.0 시료채취 및 관리

5.1 시료채취

ES 06130.c 시료채취 방법에 따라 시료를 채취한다. 단, 채취한 시료는 필요시 시험 전에 자연건조를 시킬 수 있으며 이 경우 건조과정 등에서 시료가 오염되지 않도록 주의해야 한다. 단, 자연건조는 24시간 이상을 넘기지 않는다.

5.2 시료조제

고상 시료의 입자크기가 16 mm 이하의 것을 사용한다. 입자크기가 16 mm를 초과하는 시료는 파쇄 또는 분쇄하여 입자크기를 16 mm 이하로 작게 한 후에 사용한다. 단, 고상 시료 또는 반고상의 시료가 입자크기가 너무 작거나 응집되어 투수성이 적어 직접

유출시험이 어려운 경우에는 모래나 실리카 비드와 혼합하여 어느 정도의 투수성을 확보한 후에 사용할 수 있다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 바탕시험

ES 06001 정도보증/정도관리에 따라 시료군마다 초순수를 이용한 1개 이상의 바탕시료를 측정한다. 모든 실험장치 및 구성요소는 정기적으로 7.0 분석절차와 동일하게 수행하고 바탕시험 값을 확인한다. 이때 실제 시험방법에 따라 계산되어진 용리액의 유속으로 설정한다.

6.2 정밀도

정밀도는 시험분석 결과의 반복성에 따른 재현성을 의미하며, 측정값의 상대표준편차(RSD)로 나타낸다. 정밀도를 확인하기 위한 반복측정 횟수는 3회 이상으로 한다. 단, 유출액의 분석항목에 대한 정밀도는 표 1에서 제시한 값을 참고하도록 한다.

7.0 분석절차

7.1 수분측정 및 건조중량 계산

ES 06303.1a 수분 및 고형물-중량법에 따라 조제시료의 수분을 측정하여 기록하고 유리관 내 시료의 건조중량은 건조되지 않은 시료의 중량과 수분함량을 이용하여 다음 식에 따라 시료의 건조중량(M_D)을 계산한다.

$$\text{시료의 건조중량}(M_D) = M \times (1 - w/100) \quad (\text{식 1})$$

여기서,

M_D = 유리관 내 시료의 계산된 건조 중량 (g)

M = 유리관 내 건조되지 않은 시료의 실측 중량 (g)

w = 수분함량(%)

7.2 밀도측정

유리관에 충전되는 폐기물 시료의 진밀도(g/cm^3)를 측정하여 기록한다.

7.2 시료충전

7.2.1 유리관의 설치

내경 10 cm, 높이 44 cm의 유리관과 하단 마개를 준비한다. 유리관을 연결하여 석영층을 1.5 cm ~ 2.5 cm 범위에서 채운다. 필요시 하단 마개에 유리솜 등을 삽입할 수 있다. 이 과정을 마친 후 시료 무게를 측정하기 위해 계산에 필요한 유리관과 하단마개 등의 무게를 기록한다.

7.2.2 시료의 충전 및 무게측정

유리관에 준비한 시료를 40 cm 정도 충전한다. 충전할 때 5 cm ~ 10 cm 마다 유리관을 고무망치로 가볍게 두드려 준다. 시료를 충전한 후에는 무게를 0.1 g까지 측정하고 시료의 무게(M)를 기록한다.

무게를 측정한 후에 석영층을 시료 위에 1.5 cm ~ 2.5 cm 정도 범위에서 채우고 상단 마개를 유리관에 연결한다. 필요시 상단 마개에 유리솜 등을 삽입할 수 있다.

7.2.3 유입관 및 유출관의 연결

하단과 상단의 마개에 각각 유입관과 유출관을 연결한다. 이때에 유입관 및 유출관의 연결방식이 마개에 관을 삽입하는 방식일 경우, 삽입되는 유입관 및 유출관의 끝부분이 충전한 시료층과 직접 닿지 않도록 유의하여 석영층의 중간에 위치하도록 한다.

유입관 및 유출관의 연결방식이 마개에 돌출된 연결부위에 연결하여 사용하는 방식일 경우, 유출액과 닿는 마개 및 연결 부위의 재질은 테프론 등 분석에 영향을 미치지 않는 재질을 사용하도록 한다.

7.2.4 공극의 계산

메스실린더를 이용하여 시료의 진밀도를 측정하여 다음 식에 따라 공극을 계산한다.

$$\eta = 1 - \frac{M_D}{\rho_R \times (l \times \pi \times r^2)} \quad (\text{식 2})$$

여기서, η = 공극
 M_D = 유리관 내 시료의 건조 중량 (g)
 ρ_R = 시료의 입자 밀도 (g/cm³)
 l = 시료의 쌓은 높이 (cm)
 r = 유리관의 내경의 반지름 (cm)

7.3 유출

7.3.1 포화 단계

최종 설치된 유리관의 포화를 위한 유속은 포화시간(t)을 2시간으로 하여 다음 식 3에 따라 계산한다. 계산된 유속에 따라 펌프의 속도를 조정하여 포화를 시작한다. 유리관 상단까지 포화가 끝나면 펌프를 멈추고 유입밸브를 잠근다.

[주 2] 용리액의 포화시간(t)은 시료로 채워진 유리관의 단면과 관련이 있으며, 하단 및 상단 석영 층을 위한 포화시간은 고려하지 않는다.

[주 3] 유리관 내 시료의 면이 기울어진 경우 유리관 면 채우기가 균일하게 이뤄지지 않았음을 의미하므로 필요한 경우 기둥을 새로 쌓아야 한다.

$$q = \frac{l \times \pi \times r^2 \times \eta}{t \times 60} \quad (\text{식 3})$$

여기서, q = 유속 (mL/min)
 r = 유리관 내경의 반지름 (cm)
 l = 시료로 채워진 유리관 수직단면의 길이 (cm)
 η = 공극
 t = 용리액의 포화시간 (h)

7.3.2 유출 단계

포화단계가 끝난 후 유출시험을 위한 유속은 포화시간(t)을 5시간으로 하여 식 3에 따라 계산한다. 계산된 유속에 따라 펌프의 속도를 재조정하고 유출시험을 시작한다. 유출액의 수집량은 액체/고체 비율(L/S)을 2로 정하고, 필요시 비율을 조정할 수 있다.

[주 4] 유출시험 시 계산된 용리액의 흐름에 편차가 발생한 경우 이러한 편차가 최대 10 % 이내가 되도록 조정한다.

7.4 여과

7.4.1 탁도측정

ES 0413.1b에 따라 유출액의 탁도(turbidity)를 측정한다.

[비고 4] 탁도(turbidity) : 탁도란 물의 흐림 정도를 나타내는 것으로 측정방법에 따라 NTU, FTU 등의 단위를 사용한다.

7.4.1.1 유기물질 분석의 경우

유기물질의 분석은 일반적으로 별도의 분리와 여과과정이 필요 없지만, 유출액의 탁도가 100 NTU 이상인 경우는 원심분리하여 처리한다. 원심분리는 2,000 G로 탁도를 낮춘다. 필요시 유출액의 온도, 수소이온농도(pH) 등을 즉시 측정하도록 한다.

7.4.1.2 무기물질 분석의 경우

무기물질의 분석은 유출액을 0.45 μm 의 멤브레인 필터를 이용하여 감압 여과한다. 필터로 여과가 어려운 경우에는 원심분리기를 이용하여 100 NTU까지 낮춘 후에 감압 여과한다. 필요시 유출액의 온도, 수소이온농도(pH) 등을 즉시 측정하도록 한다.

7.5 농도측정 및 결과의 적용

7.5.1 농도측정

유출액내의 무기물질 또는 유기물질의 농도를 측정하고자 하는 경우에는 여과한 유

출액의 시료 채취, 전처리, 기기분석 등에 대한 분석항목 및 시험방법은 수질오염공정시험기준, 먹는물수질공정시험기준 등의 방법을 따른다. 측정결과의 농도 단위는 mg/L 이다.

7.5.2 측정결과의 적용

분석항목별 농도측정에 따른 결과는 항목별 환경기준 등을 고려한 폐기물의 재활용 기준에 적용한다.

8.0 결과보고

“내용 없음”

9.0 참고자료

9.1 KS M ISO 21268-3, 2013, 토양의 질 — 토양과 토양물질의 화학적, 생태독성학적 시험을 위한 용출 절차 — 제3부: 상방향 침투시험

9.2 BAM, 2016, Framework for the application of leaching tests

9.3 DIN 19528, 2009, Leaching of Solid Materials Percolation Method for the Joint Examination of the Leaching Behaviour of Inorganic Substance

9.4 US EPA Method 1314, 2013, Liquid-Solid Partitioning as a Function of Liquid-Solid Ratio for Constituents in Solid Materials using an Up-Flow Percolation Column Procedure

9.5 ISO, TS 21268-3, 2007, Soil quality — Leaching procedures for subsequent chemical and ecotoxicological testing of soil and soil materials, Part 3: Up-flow percolation test

9.6 EU, CEN/TS 14405, 2004, Characterization of waste - Leaching behaviour

tests - Up-flow percolation test (under specified conditions)

10.0 부록

표 1. 항목별 정밀도 및 시험방법

항목	정밀도(RSD)	시험방법
카드뮴	± 25 % 이내	ES 04413.0b
비소	± 25 % 이내	ES 04406.0
수은	± 25 % 이내	ES 04408.0b
납	± 25 % 이내	ES 04402.0b
크롬	± 25 % 이내	ES 04414.0
6가 크롬	± 25 % 이내	ES 04415.0
아연	± 25 % 이내	ES 04409.0b
구리	± 25 % 이내	ES 04401.0b
셀레늄	± 25 % 이내	ES 04407.0b
보론	± 25 % 이내	ES 05404.b
스트론튬	± 25 % 이내	ES 05413.1a/2a
니켈	± 25 % 이내	ES 04403.0b
철	± 25 % 이내	ES 04412.0
망간	± 25 % 이내	ES 04404.0b
알루미늄	± 20 % 이내	ES 05409.a
바륨	± 25 % 이내	ES 04405.0b
황산이온	± 25 % 이내	ES 04366.0
염소이온	± 25 % 이내	ES 04356.0
염화비닐	± 25 % 이내	ES 04602.1b
시아나	± 25 % 이내	ES 04353.0
플로오르(불소)	± 25 % 이내	ES 04351.0
암모니아성 질소	± 25 % 이내	ES 04355.0
질산성 질소	± 25 % 이내	ES 04361.0
페놀류	± 25 % 이내	ES 04365.0a
유기인화합물	± 25 % 이내	ES 04503.1b
폴리클로리네이티드비페닐	± 25 % 이내	ES 04504.1b
디에틸헥실프탈레이트	± 25 % 이내	ES 04501.1b
에피클로로하이드린	± 25 % 이내	ES 04608.1
페니트로티온	± 25 % 이내	ES 05501.1a/2a
카바릴	± 25 % 이내	ES 05501.1a/2a
1,2-디브로모-3-클로로프로판	± 25 % 이내	ES 05601.b
생태독성	± 25 % 이내	ES 04704.1a

광유류(노말헥산)	± 25 % 이내	ES 04302.1a
다환방향족탄화수소류	± 40 % 이내	US EPA Method 8100