

태그 밀폐식 인화점 시험방법

2016

(Testing method for flash point by Tag Closed Cup Tester)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 인화성을 갖는 유해특성 폐기물의 인화점을 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 한국산업표준의 시험방법(KS M 2010:2008)에 제시된 세부사항을 준용하여 작성하였다. 다만, 액상폐기물의 인화성 유해특성 판정을 위해서는 본 시험방법에서 제시한 폐기물의 시료채취 및 정도관리 등 세부사항을 적용하여 시험하여야 한다.

1.3 간섭물질

“내용 없음”

2.0 용어정의

2.1 인화점

대기압이 101.3 kPa(760 mmHg)인 지정된 조건에서 시료를 가열하여 작은 불꽃을 유면에 접촉하였을 때, 유증기와 공기의 혼합기체가 섬광을 발하여 순간적으로 연소하는 최저온도를 말한다.

2.2 평형 조건

시료에서 발생된 증기와 시료의 온도가 동일한 상태를 의미하며, 평형조건에서 시료에 점화원의 불꽃을 접촉시킨다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 태그 밀폐식 인화점 시험장비

그림 1과 같은 것으로 다음의 3.1.1 ~ 3.1.5로 구성된다.

3.1.1 시료 컵

시료 컵의 규격은 그림 2와 같으며 재질은 황동 또는 동재질로 되어있다, 그 무게는 68 ± 1 g이며 거의 균일한 두께의 것으로 한다.

3.1.2 시료 컵 덮개

시료 컵 덮개의 규격은 그림 3과 같으며 시료 컵과 밀착시킬 수 있어야 한다. 시험 불꽃을 시료 컵에 접촉하였을 때 통기구멍 및 시험불꽃 관측구멍이 개방되어 시험 불꽃을 규정된 위치에 접촉할 수 있는 개폐기, 시험불꽃 기구 등을 부착한 것으로 한다.

3.1.2.1 덮개

덮개의 규격은 그림 3과 같으며 재질은 황동 또는 동재질로 되어있다. 림(rim)부 안지름과 중탕조 목 부분의 간격은 0.05 mm 이내로 한다. 윗면 중앙에 시험불꽃의 관측구멍을 내고 그 양쪽에 2 mm의 표준구를 부착한다. 림부에는 그림 3과 같은 홈을 마주 보는 두 곳에 만들어 이것을 중탕조 목 부분 두 곳의 돌기에 돌려 끼워서 중탕조 목 부분에 위치한 시료 컵의 플랜지부 윗면과 덮개의 아랫면을 밀착시킬 수 있는 구조로 한다.

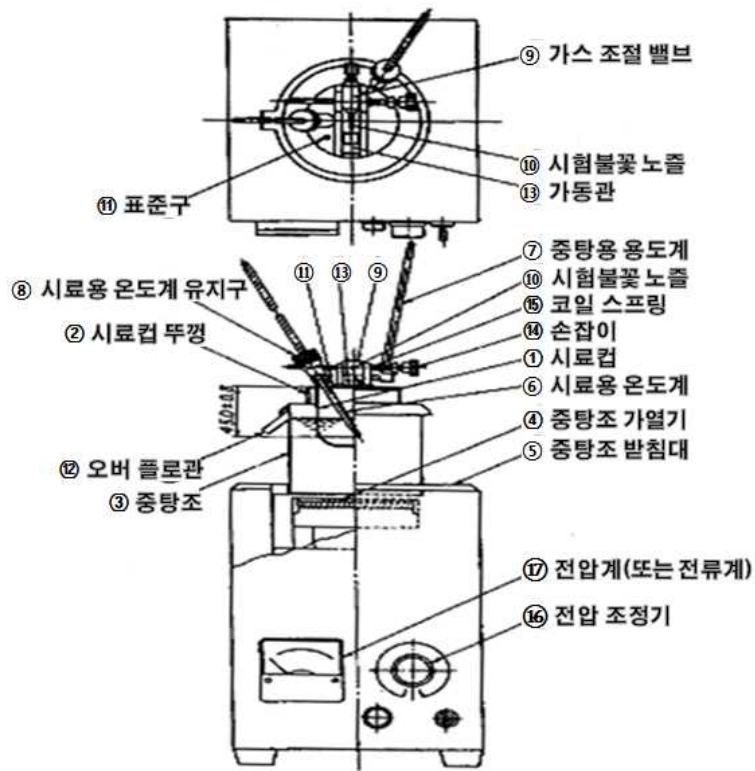


그림 1. 태그 밀폐식(전기가열식) 인화점 시험장비

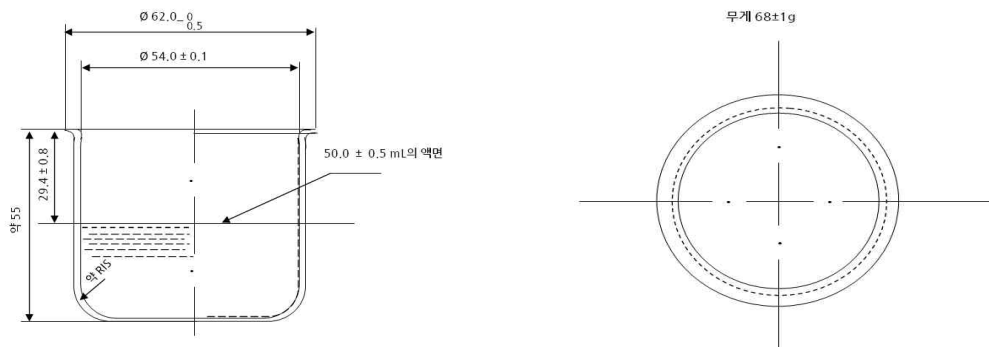


그림 2. 시료컵

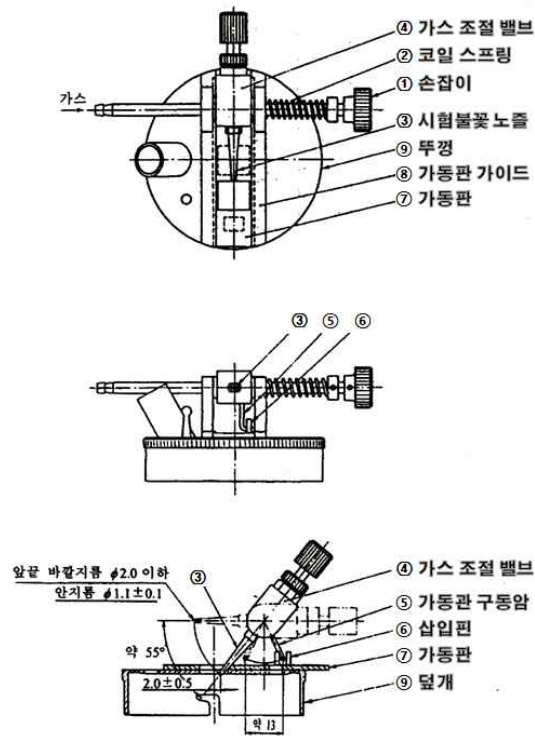


그림 4. 시험불꽃 접촉기구

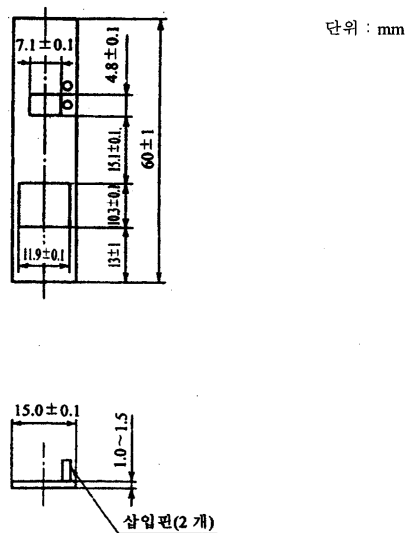


그림 5. 가동판

3.1.3 가열기

가열기는 중탕조, 중탕조 가열기 및 중탕조 받침대로 구성된다.

3.1.3.1 중탕조

그림 4와 같은 모양·치수의 중탕조로, 동 또는 황동 재질로 하고, 목 부분에는 지름 위의 두 곳에 3.1.2.1에서 규정한 덮개 림의 홈에 맞춰서 돌기를 만들어야 한다. 온도조절을 위하여 적절한 보온재를 사용하여 중탕조를 보온한다.

3.1.3.2 중탕조 가열기

중탕조 가열기는 중탕조에 물을 채우고, 인화점 93 °C 이상의 저점도유를 시료 컵에 50 mL 넣어서 가열했을 때, 저점도유의 온도를 85 °C ~ 93 °C에서 60 ± 6 초간에 3 °C 비율로 상승시킬 수 있는 가스 가열식, 알코올 가열식, 또는 전기 가열식으로 한다. 전기 가열식인 경우는 전압 조정기를 갖추어야 한다. 또한, 전기를 사용하는 시험장비의 절연 성능은 전기 회로가 닫힌 상태에서 전원 단자와 바깥 상자의 절연 저항을 측정했을 때 5 MΩ 이상이어야 한다. 다만, 전열 회로를 포함할 경우는 0.5 MΩ 이상이면 된다.

3.1.3.2 중탕조 받침대

중탕조를 수평으로 유지할 수 있는 것으로 한다. 다만, 가스 가열식 및 알코올 가열식의 경우는 그 가열기의 불꽃이 실내 공기의 흐름에 영향을 받지 않아야 한다.

3.1.4 온도계

온도계는 다음에 따른다.

3.1.4.1 시료용 온도계

KS B 5314(석유류 시험용 유리제 온도계)에 규정하는 온도계 번호 30(PMF)이나 50(TAG) 또는 이와 동등한 성능을 가진 전기식 온도계로 한다.

3.1.4.2 중탕용 온도계

시험에서 요구하는 온도를 충분히 측정할 수 있는 편리한 형태로 시료 컵 내부에 측정하는 온도계와 같은 유형을 사용한다.

3.1.4.3 시료용 온도계 유지구

그림 6과 같이 시험 중의 시료 컵으로부터 시료 증기가 온도계 설치부에서 새지 않는 구조의 것으로 한다. 또한, 온도계를 설치했을 때 온도계 구형부의 아래 끝이 텀개의 밑면에서 45.0 ± 0.8 mm 높이에 위치하여야 한다.

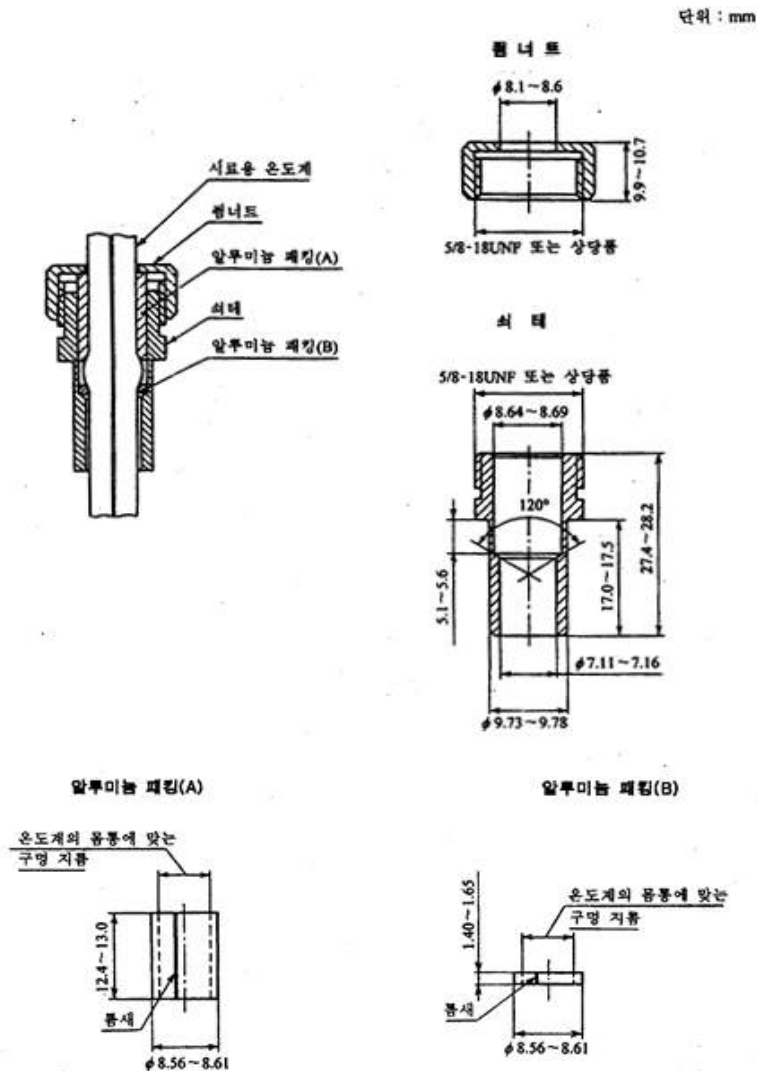


그림 6. 시료용 온도계 유지구

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 표준시약

태그 밀폐식 인화점 시험장비를 점검하기 위한 표준시약으로는 p-자일렌을 사용한다. p-자일렌의 규격은 표 1과 같다. p-자일렌을 다음 7.0에 따라 시험했을 때, 인화점이 27 ± 0.5 °C의 범위에 들어가면 된다. 시험결과가 이 범위에 들어가지 않을 때는 시료 컵 덮개의 밀폐성, 개폐기의 작동, 시험불꽃의 위치와 크기, 온도계의 각도와 위치 등을 점검하고, 바람의 영향 등에 주의하여 반복시험을 한다.

표 1. p-자일렌의 성상

항목	규격
비중 (15.6 °C)	0.8660 ~ 0.8666
증류 성상 (최초 끓는점)	138.4 ± 2 °C
응고점	12.44 °C 이하
함량	99 % 이상

4.1.2 세척용매

시료 컵 및 덮개에 남아 있는 미량의 이물질 제거를 위해 이전에 시험했던 물질 및 잔류물질의 점성에 따라 용매를 선택한다. 벤젠을 함유하지 않은 저휘발성 방향족 용매는 미량의 유분을 제거하기 위하여 사용되며, 톨루엔-아세톤-메탄올과 같은 혼합 용제는 점성이 있는 형태의 잔류물질을 제거하는데 효과적이다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 폐기물시료 채취 및 관리는 ES 06130.c 시료의 채취에 따른다. 다만 인화성 폐기물 취급에 관한 세부절차는 5.2 ~ 5.3에 따른다.

5.2 시료의 함수율 변동 및 휘발방지를 위해 불필요한 시료용기의 개봉을 피한다. 시료용기의 개봉, 이동은 예상 인화점보다 적어도 10 ℃ 낮은 온도에서 수행한다. 또한, 밀봉이 완전하지 않은 용기에 보관된 시료는 시험에 사용하지 않는다.

[주 1] 플라스틱 용기(폴리에틸렌, 폴리프로필렌 등)는 시료 중의 휘발성 물질이 용기의 벽면을 통하여 확산할 가능성이 있으므로 사용하지 않는다.

5.3 시험에 사용하는 시료는 최소 50 mL 필요하며, 예상 인화점보다 11 ℃ 낮은 온도로 미리 냉각시켜 둔다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 정밀도

동일한 시료의 인화점을 3회 이상 측정했을 때, 시험조건의 점검 실험오차가 정밀도 허용오차를 넘어서는 안 된다.

표 2. 정밀도 허용오차

인화점 (℃)	정밀도 허용오차 (℃)
0 이상 13 미만	± 1.0
13 이상 60 미만	± 1.0
60 이상 93 이하	± 2.0

6.2 시험조건의 점검

시험결과가 위 정밀도 허용오차 범위를 벗어나면 시험장비를 점검하고 바람의 영향 등에 주의하여 반복시험을 수행한다.

7.0 분석절차

7.1 시험장비의 준비

7.1.1 시험장비를 바람의 영향을 받지 않는 실내에서 진동이 없는 수평받침대 위에 놓는다.

[주 1] 시험장비를 실험실의 환기구 근처 등에 위치시키면 신뢰성이 있는 결과를 얻을 수 없다. 바람의 영향을 없애기 위해 시험장비의 뒷면 및 양 옆면을 3장으로 연결한 금속 차폐막(각각 너비 460 mm, 높이 610 mm)으로 감싸게 한다.

7.1.2 중탕용액은 시료의 예상 인화점에 따라 표 3과 같은 것을 사용한다. 중탕의 온도는 시료의 예상 인화점보다 적어도 10 °C 낮게 한다. 중탕을 식힐 필요가 있을 때에는 얼음이나 드라이아이스를 직접 중탕에 넣지 않고 다른 용기에서 냉각한 후 사용한다.

표 3. 시료의 인화점에 따른 중탕 혼합액

시료의 예상 인화점 (°C)	중탕 혼합액
13 미만	물과 에틸렌글리콜의 등량 혼합액
13 이상 60 미만	물 또는 물과 에틸렌글리콜의 등량 혼합액
60 이상	물과 에틸렌글리콜의 등량 혼합액

7.1.3 시험장비가 안전한 온도로 냉각되면 시료 컵 및 시료와 접촉하는 부분을 적당한 용제로 씻은 후 말려서 용제를 완전히 제거한다.

7.2 분석방법

7.2.1 중탕조에 깨끗이 세척하고 건조한 시료 컵을 넣는다.

7.2.2 온도계를 시료의 예상 인화점에 따라 표 4에 따라 선정하고, 온도계 유지구에 부착한다. 온도계 삽입관에 부착할 온도계는 천, 종이 등으로 깨끗이 닦는다.

표 4. 시료의 인화점에 따른 온도계의 종류

시료의 예상 인화점 (°C)	온도계 번호 및 기호
4 미만	50(TAG)
4 이상 49 미만	50(TAG) 또는 30(PMF)
49 이상	30(PMF)

7.2.3 시료 50 mL $\pm$ 0.5 mL를 메스실린더에 취하고(필요할 경우에는 예비 냉각한다), 시료의 최종 액면이 시료 컵의 상부를 적시지 않도록 주의하며 전량을 시료 컵에 넣는다. 시료표면의 기포는 칼끝 또는 적절한 장치를 이용하여 제거하고 덮개를 덮는다.

7.2.4 측정 시 시료온도는 27 °C $\pm$ 5 °C 가 되도록 하며, 적어도 예상인화점보다 10 °C 정도 낮은 온도여야 한다. 시료를 메스실린더에서 시료 컵으로 옮길 때 예상 인화점 보다 10 °C 낮은 온도를 유지하는 것이 필수적이다. 시료 컵 안에 증기가 가득 찼을 때는 즉시 발화원을 제거하고 시험을 다시 진행한다. 이 경우에는 새로운 시료는 예상 인화점 보다 10 °C 낮은 온도로 조절한다.

7.2.5 시험 불꽃을 점화하고 화염의 크기를 직경이 4 mm가 되도록 조정하여 표준 구에 맞춘다.

7.2.6 개폐기를 작동하여 시험불꽃을 시료 컵에 접촉시킨 후, 원위치로 되돌린다. 이 조작은 약 1초 동안에 원활하게 이루어져야 한다. 이 때 시험불꽃을 급격하게 올리거나 내려서는 안 된다.

7.2.7 시험불꽃을 사용할 때 불꽃이 소멸되는 경우 시험불꽃으로 사용되는 가스가 시료증기 공간에 들어가서 시험결과에 영향을 줄 수 있다. 불꽃이 초기에 소멸되는 경우에는 시험을 중단하고 시료를 폐기한다.

7.2.8 시료의 예상 인화점에 따라 다음 7.2.9 또는 7.2.10의 조작을 한다.

7.2.9 시료의 예상 인화점이 60 °C 미만인 경우

7.2.9.1 시료의 온도가 60초 $\pm$ 6초 동안에 1 °C의 비율로 상승하도록 중탕의 가열 속도를 조정한다. 시료의 온도가 예상 인화점보다 5 °C 낮은 온도에 도달하면 7.2.6의 조작을 하고, 그 이후에는 온도계의 눈금 값이 0.5 °C 상승할 때마다 시험불꽃을 접촉시킨다.

[주 3] 인화점이 0 °C보다 낮은 시료는 규정된 온도 상승 속도를 지키기 곤란하거나, 덮개의 접촉 기구가 얼어붙어서 원활하게 작동할 수 없는 경우가 있어 시험 결과의 신뢰성이 낮아진다. 또한 개폐기가 얼어붙어 움직이지 않게 될 우려가 있을 때는 미리 고진공용 그리스를 개폐기의 부분에 칠해 둔다.

7.2.10 시료의 예상 인화점이 60 °C 이상인 경우

7.2.10.1 시료의 온도가 60초 $\pm$ 6초 동안에 3 °C의 비율로 상승하도록 중탕의 가열을 조정한다. 시료의 온도가 예상 인화점보다 5 °C 낮은 온도에 도달하면 7.2.6의 조작을 하고, 그 이후에는 온도계의 눈금 값이 1 °C 상승할 때마다 시험불꽃을 접촉시킨다. 시험불꽃은 급격하게 올리거나 내려서는 안 된다.

7.2.11 시료 컵 내부에서 분명한 인화가 확인되면 그 온도를 측정 인화점으로 기록하고, 즉시 가열을 멈춘다.

[주 4] 온도가 인화점에 가까워지면 시험 불꽃 주변에 파란 불꽃이 생길 수가 있는데, 이것을 인화로 착각하지 않도록 한다.

7.2.12 시험불꽃을 접촉하기 시작하여 인화되는 동안 시료의 온도 상승속도가 규정된 범위를 넘었을 때에는 시료를 바꾸어 다시 시험한다. 또한 측정 인화점과 예상 인화점의 차이가 2 °C 이상인 경우에는 예상 인화점을 바꾸어 재시험을 수행한다.

[주 5] 재분석시에는 반드시 새로운 시료를 이용하여 시험한다.

7.2.13 시험 장소의 대기압을 측정한다.

7.2.14 시험이 종료되면, 덮개를 열어 온도계를 닦아내고, 시료 컵의 시료를 제거하고 닦은 후 건조시킨다.

8.0 결과보고

8.1 계산 방법

인화점은 다음 식에 의해서 계산하고, 결과는 0.5 °C까지 정확하게 기록한다.

$$F_c = C + 0.25(101.3 - P) \quad (\text{식1})$$

여기서, F_c = 인화점(°C)

C = 측정 인화점(°C)

P = 시험 장소의 대기압(kPa)

9.0 참고자료

9.1 ASTM D56:05, “Standard Test Methods for Flash-Point by Tag Closed Cup Tester”, ASTM, Pennsylvania, (2010).

9.2 KS M 2010, “원유 및 석유제품 인화점 시험방법-태그 밀폐식 시험방법”, KS, (2010).

9.3 KS B 5314, “석유류 시험용 유리제 온도계”, KS, (1986).

9.4 KS A ISO 5725-1~6, “분석 · 시험의 허용차 통칙”, KS, (2002).