

펜스키-마텐스 밀폐식 인화점 시험방법

2016

(Testing method for flash point by Pensky-Martens Closed Cup Tester)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 인화성 액체, 부유물을 포함한 액체, 시험조건에서 유막을 형성하기 쉬운 액체 및 기타 액상 폐기물이 인화점을 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 한국산업표준의 시험방법(KS M ISO 2719:2003)을 준용하여 작성하였다. 다만, 40 °C ~ 360 °C 범위의 인화점을 갖는 액상폐기물의 인화성 유해특성 판정을 위해서는 본 시험방법에서 제시한 폐기물의 시료채취 및 정도관리 등 세부사항을 적용하여 시험하여야 한다.

[주 1] 펜스키-마텐스 밀폐식 시험장비를 이용한 인화점 측정은 370 °C 까지 고온 측정이 가능하다.

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 펜스키-마텐스 밀폐식 시험장비

펜스키-마텐스 밀폐식 시험장비는 그림 1과 같으며, 다음의 3.1.1 ~ 3.1.3로 구성된다.

3.1.1 시료 컵

시료 컵의 규격은 그림 2와 같으며 재질은 황동재의 넓적 바닥 원통으로 되어있다. 또한, 상부의 안지름은 하부보다 조금 크게 한다. 시료 컵을 가열기 내부에 쉽게 설치하기 위하여 플랜지에 손잡이를 부착한다.

3.1.2 시료 컵 덮개

시료 컵 덮개의 규격은 그림 2와 같으며 시료 컵과 밀착시킨 상태에서 시료를 혼합할 수가 있고, 덮개의 통기구멍 및 시험불꽃 관측구멍이 개방되어 시험불꽃을 규정된 위치에 바르게 접촉시킬 수 있는 개폐기, 시험불꽃 접촉기구, 혼합기 등을 부착한 것으로 한다.

3.1.3 덮개

덮개의 규격은 그림 3과 같으며 재질은 황동재로 되어있다. 덮개와 시료 컵 바깥쪽의 틈새는 0.18 mm 이하로 한다. 테두리는 직사각형의 홈을 내어 이것에 시료 컵과 손잡이의 접합부를 끼워서 덮개를 고정한다. 덮개에는 시험불꽃 관측구멍, 그 양쪽에 2개의 통기구멍을 뚫는다. 그 외에 온도계 유지 분할관, 혼합기 베어링, 시험불꽃의 표준구 (지름 4 ± 0.2 mm) 등을 부착한다.

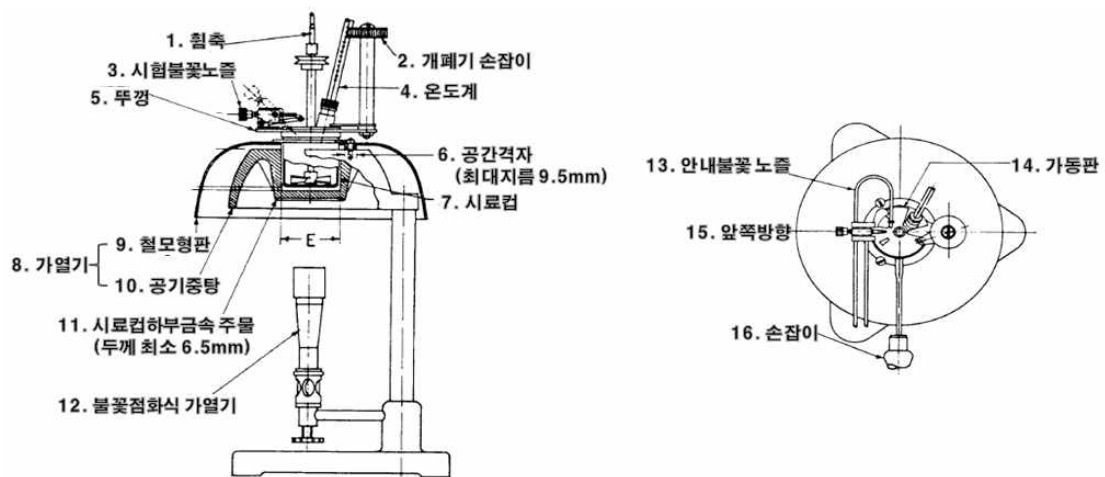


그림 1. 펜스키-마텐스 밀폐식 시험장비

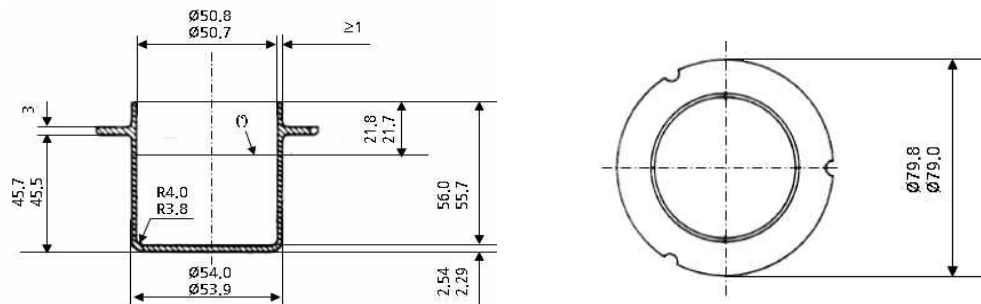


그림 2. 시료 컵

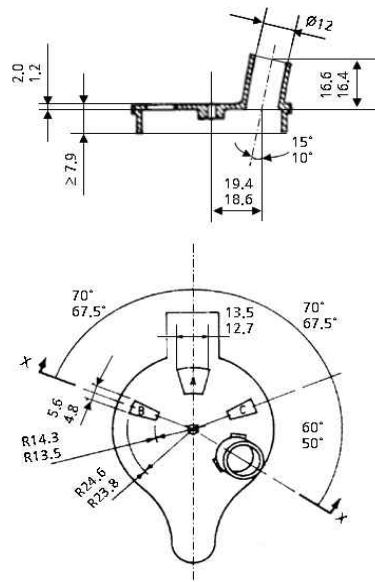


그림 3. 덮개

4.0 시약 및 표준용액

4.1 시약

4.1.1 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 ~ 5.4에 따라 수행한다.

5.2 시료의 함수율 변동 및 휘발방지를 위해 불필요한 시료용기의 개봉을 피한다. 시료는 35 °C 이하의 온도에서 보관하여야 한다.

5.3 시험에 사용하는 시료는 최소 75 mL가 필요하며, 연료 잔재물 시험에서는 시료 용기의 85 % ~ 95 % 비율로 담는다. 시료의 부피가 시료용기의 50 % 미만일 경우, 인화점 판정 결과에 영향을 미칠 수 있다.

5.4 시료 중의 휘발성 물질이 용기의 벽면을 통하여 확산할 가능성이 있으므로 밀봉 용기를 사용하여 보관하여야 한다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 정밀도

6.1.1 탄화수소를 이용하여 인화점을 3회 이상 측정했을 때 시험결과의 오차는 정밀도 허용오차를 넘어서는 안 된다.

표 1. 탄화수소 종류별 인화점 및 정밀도 허용오차

탄화수소	인화점(℃)	정밀도 허용오차(℃)
데칸(Decane)	53	± 2.0
운데칸(Undecane)	68	± 2.0
도데칸(Dodecane)	84	± 2.0
테트라데칸(Tetradecane)	109	± 5.5
헥사데칸(Hexadecane)	134	± 5.5

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 않은 실내에 수평으로 진동이 없는 바닥 위에 놓는다.

[주 2] 시험장비가 환기장치 근처에 위치하면, 신뢰성이 있는 결과를 얻을 수 없다. 바람의 영향을 없애기 위해서는 시험기의 뒷면 및 양 옆면을 3장으로 연결한 금속 차폐막(각각 너비 460 mm, 높이 610 mm)으로 감싸게 한다.

7.1.2 시료 컵 및 시료와 접촉하는 부분은 적당한 용매로 씻은 후 말려서 용제를 완전히 제거한다.

7.2 분석방법

7.2.1 일반적인 인화성 폐기물 시료에 대한 인화점 시험절차는 다음과 같으며, 시료에 현탁물질이 없는 경우에는 7.2.7을 참조하여 시험한다.

7.2.1.1 약 75 mL 시료를 시료 컵의 눈금 표시선까지 채운다. 시료 컵 위에 덮개를 덮고 가열기 위에 설치한다. 클램프 등 고정장치가 적절히 잠겼는지 확인하고 온도계를 삽입한다. 시험불꽃을 점화시키고 지름을 3 mm ~ 4 mm로 조정하거나, 대체 점화원을 사용한다. 전기 가열기를 켜거나 시험불꽃을 점화시킨 후 시료 온도상승률을 1.0 °C/min ~ 1.5 °C/min로 조정한다. 온도 상승률은 시험주기 동안 유지시킨다. 시료를 눌러 내리는 방향으로 250 ± 10 rpm의 속도로 교반한다.

7.2.2 인화점이 110 °C 이하인 시료의 인화점 측정

7.2.2.1 시료의 온도가 예상 인화점보다 23 °C ± 5 °C 낮은 온도부터 1 °C 간격으로 시험불꽃을 접촉시킨다. 이 조작은 교반을 멈추고 불꽃과 개폐기를 제어하는 덮개를 조작하여 0.5초 동안에 시험불꽃을 시료 컵의 증기 부분까지 내린 후 그 위치에서 1초 동안 유지하고 즉시 원상태로 되돌린다.

7.2.3 인화점이 110 °C 이상인 시료의 인화점 측정

7.2.3.1 시료의 온도가 예상 인화점보다 23 °C ± 5 °C 낮은 온도부터 시험불꽃을 접촉시키고 그 이후는 2 °C 상승할 때마다 시험불꽃을 접촉시킨다. 이 조작은 교반을 멈

추고 개폐기를 제어하는 덮개를 조작하여 시험불꽃을 접촉시키고 0.5초 동안에 시험 불꽃을 시료 컵의 증기 부분까지 내린 후 그 위치에서 1초 동안 유지하고 즉시 원상태로 되돌린다.

7.2.4 미지 시료의 인화점 측정

7.2.4.1 적절한 시작온도에서 예비 시험을 수행한다. 시작온도부터 5 °C 상승할 때마다 시험불꽃을 접촉시키고, 7.2.1.2 또는 7.2.1.3에 규정된 절차에 따른다.

7.2.5 시료 컵의 내부에 분명한 인화가 발생하는 시점에서 시료의 온도를 관측 인화점으로 기록한다. 인화점 부근의 온도에 도달하면 시험 불꽃 주변에 파란 고리가 나타날 수 있는데, 이것을 실제 인화점으로 혼동해서는 안 된다.

7.2.6 인화점이 불꽃을 최초로 접근시킨 온도로부터 18 °C 이하 또는 28 °C 이상에서 관측되는 온도일 경우, 결과는 무효 처리한다. 인화점과 불꽃을 처음 적용한 온도의 차이가 18 °C ~ 28 °C의 범위에 들어올 때까지 최초의 불꽃적용 온도를 조절하면서 새로운 시료로 시험을 반복한다.

7.2.7 현탁물질을 포함하지 않은 시료의 인화점 측정

7.2.7.1 압력계를 사용하여 시험주기 동안 시험 장치의 주변 대기압을 측정 기록한다.

7.2.7.2 시료를 시료 컵의 눈금 표시선까지 채운다. 시료 컵 위에 덮개를 놓고 가열기 위에 설치한다. 고정 또는 클램프 장치가 적절히 잠겼는지 확인하고 온도계를 삽입한다. 시험 불꽃을 점화시키고 지름을 3 mm ~ 4 mm로 조정하거나, 대체 점화원을 켜다. 전기 가열기를 켜거나 시험 불꽃을 점화시킨 다음 시료 온도 상승률을 5 °C/min ~ 6 °C/min로 조정한다. 온도 상승률은 시험주기 동안 유지시킨다. 시료를 눌러 내리는 방향으로 90 rpm ~ 120 rpm의 속도로 교반한다. 이하 시험과정은 시료의 인화점에 따라 7.2.2와 7.2.3, 7.2.4 중 해당되는 과정을 따른다.

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 ISO Guide 33: “인증 표준물질의 사용”, ISO, Switzerland Geneva, (1999)

9.2 ISO Guide 34: “표준물질 제조사의 자격 요구 조건”, ISO, Switzerland Geneva, (2000)

9.3 ISO Guide 35: “표준물질의 인증 - 개요 및 통계 원리”, ISO, Switzerland Geneva, (1989)

9.4 KS M ISO 2719: “인화점 시험방법 - 펜스키 마텐스식 밀폐컵 방법”, ISO, Switzerland Geneva, (2003)

9.5 ISO 2592: “인화점 및 연소점 시험 방법 - 클리브랜드 개방식”, ISO, Switzerland Geneva, (2000)

9.6 KS M ISO 1523 “인화점 시험 방법 - 밀폐컵 평형법”, ISO, Switzerland Geneva, (2002)

9.8 KS M ISO 3679 “페인트, 바시니, 석유 및 관련 제품의 인화점 시험 방법 - 신속 평형법”, ISO, Switzerland Geneva, (2015)

9.7 KS M ISO 4259 “석유 제품 - 시험 방법과 관련한 정밀도 데이터의 결정 및 응용”, ISO, Switzerland Geneva, (2006)