

클리브랜드 개방식 인화점 시험방법

2016

(Testing method for flash point by Cleveland Open Cup tester)

1.0 개요**1.1 목적**

이 시험기준은 원유 및 석유제품, 유기용제를 함유한 폐기물의 인화점을 측정하는 방법이다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 한국산업표준 시험방법(KS M ISO 2592 : 2007)을 준용하여 시험하여야 한다. 다만, 79 ℃ 이상의 개방컵 인화점을 가지는 폐유 등 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 연소

하는 최저온도를 말한다.

2.2 연소점

규정 조건에서 시료를 가열하여 시험불꽃을 유면에 접촉하였을 때, 유증기와 공기의 혼합 기체가 연속하여 5초 이상 연소하는 최저온도를 말한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 클리브랜드 개방식 인화점 시험장비

3.1.1 시료 컵

시료 컵의 규격은 그림 1과 같으며 재질은 황동 또는 이와 동등한 열 전도성을 가진 방청금속 재질로 되어있다. 시료 컵에는 손잡이가 있어야 한다.

3.1.2 가열판

움푹 패인 면으로 둘러싸여 중앙에 구멍이 있는 황동, 무쇠, 연철 또는 강철판으로 만들어진 것으로, 시료 컵을 지지하는 움푹 패인 면 위를 제외하고 금속판으로 덮은 단단한 내열성 보드로 구성된다. 가열판의 규격은 그림 1과 같다. 가열기는 원형이 아닌 정사각형이어야 하며, 금속판은 시험불꽃 점화기와 온도계를 지탱할 수 있는 적합한 크기여야 한다. 금속 가늌쇠는 판에 고정되어 있고 내열성 보드의 작은 구멍 위 또는 근처까지 닿을 수 있도록 한다.

3.1.3 시험불꽃 점화기

불꽃을 점화할 수 있는 장치로써 다음의 조건을 만족하여야 한다. 한 쪽 끝의 팁은 지름이 약 1.6 mm이며 오리피스(orifice)의 지름은 0.8 mm가 되어야 한다. 시험불꽃 작동 장치는 반복적인 시험불꽃의 통과가 가능하며 회전 반경이 150 mm 이상이 되어야 한다. 고정되어진 관의 중앙부는 시료 컵 테두리의 면 위 2 mm 이내의

높이에서 면을 회전한다.

3.1.4 가열기

온도 조절이 가능한 전기 가열기, 모든 가스버너, 알코올램프를 사용하며, 시료 컵 주변에 연소성 제품 또는 불꽃이 없도록 한다. 열원은 가열판 개방부 하단의 중앙부에 두어 부분적으로 과열되는 것을 방지한다. 전기 가열기를 사용할 경우, 시료 컵과 직접 닿지 않도록 한다.

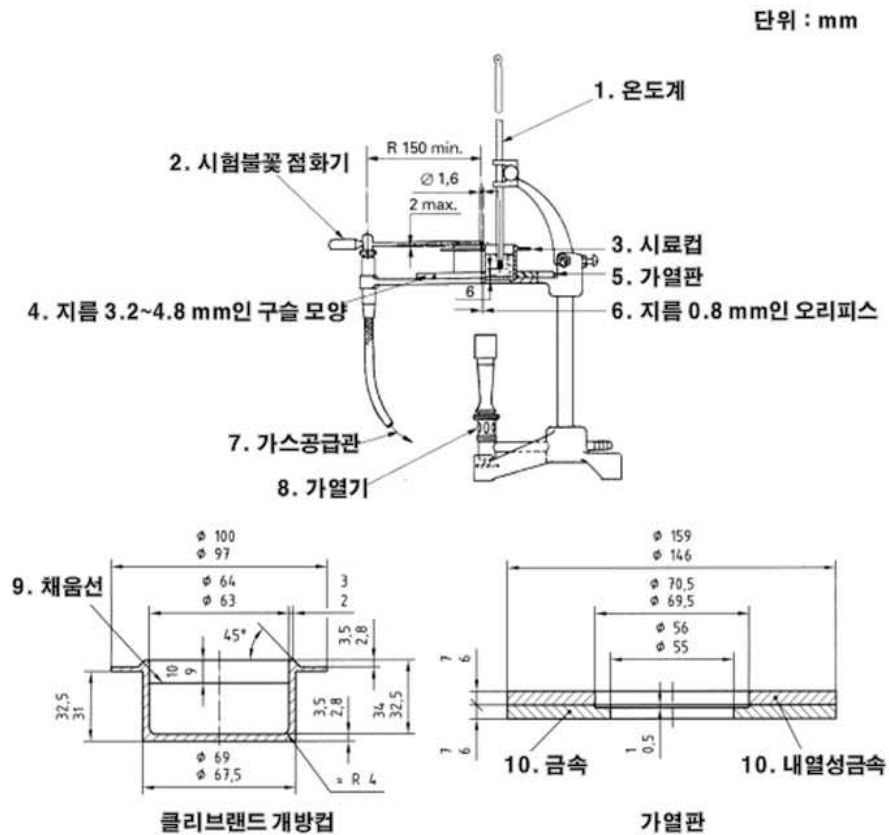


그림 1. 클리브랜드 개방식 인화점 시험장비

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.

4.1.2 강철 솜(Steel wool)

시료 컵에 손상 없이 탄소 퇴적물을 제거 가능한 등급의 것을 사용한다.

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 ~ 5.6에 따라 수행한다.

5.2 시료는 밀폐용기에 보관한다. 안전을 위하여 시료용기 용량의 80 % ~ 95 % 정도만 채운다.

5.3 증기 손실 및 압력 증가를 최소화하는 조건에서 시료를 저장한다. 30 °C를 초과하는 온도에서 시료의 보관 및 저장은 피한다.

5.4 수분이 포함된 시료

인화점 결과는 수분의 존재에 영향을 많이 받기 때문에 수분이 포함된 시료의 경우에는 시험 전에 수분을 제거한다.

5.5 상온에서 액체인 시료

휘발로 인한 손실을 최소화하기 위하여 시료채취 전에 손으로 천천히 흔들어서 시료를 혼합한 후 채취한다.

5.6 상온에서 반고체 또는 고체인 시료

예상 인화점보다 56 °C 이상 낮은 온도까지 중탕 또는 오븐을 이용하여 시료를 가열한다. 이것이 휘발성분의 손실을 가져온다면 시료의 지나친 가열은 피한다. 천천히 저은 후에 7.2.2 이하의 절차를 계속한다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 정밀도

동일한 시료의 인화점 및 연소점을 3회 이상 측정했을 때, 시험결과의 오차가 정밀도 허용오차 범위(± 8 °C)를 넘어서는 안 된다.

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 시험기를 바람의 영향을 받지 않도록 실내에서 진동이 없는 수평대 위에 놓고 인화가 잘 보이도록 강한 빛이 닿지 않도록 한다. 외풍이 있을 경우 시험장치의 상부를 보호한다. 유해 증기나 열분해 가스가 발생하는 시료를 시험할 경우는 개별적으로 공기흐름을 조절할 수 있는 환기장치 내에 장비를 배치하고 시료 컵 상부에서 공기 흐름이 발생하지 않도록 조절하여 유독한 증기를 밖으로 배출시킨다.

7.1.2 시료 컵을 적당한 용매로 세척 후 건조한다. 시료 컵의 내면에 휘발성물질과 산소와 반응하여 형성된 점성물질, 산화피막 등이 있는 경우에는 금속면이 나타날 때까지 강철 스폰 등으로 제거한다.

7.2 시료의 전처리

7.2.1 고점도의 시료는 시료 컵에 담기 전에 유동성이 생길 때까지 적당히 가열한다. 다만, 초기의 가열 온도는 예상 인화점보다 56 °C 이상 낮아야 한다.

7.2.2 수분이 함유된 경우에는 시료를 정성 거름종이 또는 건조한 탈지면을 채운 관을 사용하여 여과를 통해 수분을 제거하거나 시료에 염화칼슘을 넣어서 혼든 후 염화칼슘을 이용하여 적절한 방법으로 제거함으로써 수분을 제거한다. 또한 이들의 조합을 이용하여 수분을 제거하여도 무방하다.

7.3 분석방법

7.3.1 약 80 mL의 시료를 시험 컵의 눈금까지 담고 시료면의 기포를 제거한다. 시료를 너무 많이 담았을 경우에는 피펫 또는 다른 적당한 방법으로 눈금보다 많이 채취한 시료를 제거한다. 시료가 시료 컵의 바깥쪽에 묻은 경우에는 시료 컵을 깨끗이 세척한 후에 시료를 다시 담는다.

7.3.2 온도계의 위치는 시료 컵의 중심과 그 안쪽 벽의 거의 중앙 또는, 그 온도계의 수은구 아래 끝이 시료 컵의 바닥에서 6.0 mm 위의 위치가 되도록 유지한다.

7.3.3 시험불꽃을 노즐에 점화하여 불꽃크기를 표준구에 맞춘다. 시료를 매분 14 °C/min ~ 17 °C/min의 비율로 가열하여 56 °C에 도달하면 가열속도를 조절한다.

7.3.4 시료의 예상 인화점보다 23 °C ± 5 °C 낮은 온도에 도달하면 시험불꽃을 시료 컵의 중심으로 횡단시키며 일직선으로 1초 정도 통과시킨다. 이 때 시험불꽃의 중심이 시료 컵 위 가장자리의 위쪽 2 mm 이하에서 수평으로 움직이게 하여야 한다. 시료 위에 얇은 막이 생성된다면, 조심스럽게 옆으로 걷어내고 측정을 계속한다.

7.3.5 시료의 표면에 분명한 인화가 확인되면 그 온도를 측정 인화점으로 기록한다. 온도가 인화점에 가까워지면 시험불꽃 주변에 파란 불꽃이 생길 수가 있는데, 이것을 인화로 착각하지 않도록 한다.

[주 1] 연소점을 측정하기 위하여, 7.3에 규정된 절차에 따라 수행하거나 이후에 시료 온도를 5 °C/min ~ 6 °C/min의 속도로 증가시키면서 가열을 계속한다. 시료의 증기가 점화될 때까지 2 °C 간격으로 시험불꽃을 접촉시키고 최소한 5초 동안 연소가 계속되는 지점의 온도를 시료의 연소점으로 한다.

8.0 결과보고

8.1 계산

인화점 및 연소점은 시험시의 대기압이 95.3 kPa(715 mmHg)이하일 때는 보정 가산값을 측정된 인화점 및 연소점에 가산한다.

표 1. 대기압에 대한 인화점 및 연소점 보정값

대기압 kPa (mm Hg)	보정 가산값(°C)
88.7 ~ 95.3 (665 ~ 715)	2
81.3 ~ 88.6 (610 ~ 664)	4
73.3 ~ 81.2 (550 ~ 609)	6

9.0 결과보고

9.1 ASTM D92:12b, “Standard Test Methods for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup”, ASTM, Pennsylvania, (2013).

9.2 ASTM D93:15a, “Standard Test Methods for Flash-Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester”, ASTM, Pennsylvania, (2015).

9.3 ASTM D56:05, “Standard Test Methods for Flash-Point by Tag Closed

Cup Tester”, ASTM, Pennsylvania, (2010).

9.4 EPA 1010 method, “Pensky-Martens Closed-Cup Method for Determining Ignitability”, EPA, Washington, D.C, (2004).

9.5 KS M ISO 2592 : “인화점 및 연소점 시험방법 - 클리브랜드 개방컵 시험방법”, KS, (2007)

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

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