

산화성 시험방법-고상

2017

(Test methods for oxidizing properties - solid)

1.0 개요

1.1 목적

이 시험기준은 폐기물과 연소성 물질의 혼합 시 연소속도와 압력을 증가시키거나 자 연발화되는 연소성 혼합물질을 형성하는 고상폐기물의 산화성을 판정하기 위한 방 법으로써, 행렬시험장치를 이용한 고상폐기물과 셀룰로오스 혼합물의 연소속도를 측정하는 방법에 대하여 규정한다.

1.2 적용범위

1.2.1 이 시험기준은 고상폐기물의 산화성 판정에 적용한다.

본 시험의 수행 전에 고상폐기물의 잠재적 폭발성에 대한 정보를 얻는 것이 유용하 다.

1.2.2 시료가 연소성 물질과 함께 발열반응이 일어나지 않는 분자구조임이 명확하 면 이 시험을 수행할 필요가 없다.

1.2.3 이 시험을 수행하기 위해서는 대상물질의 잠재적 폭발성에 대해 사전정보를 가지고 있어야 한다.

1.3 간섭물질

이 시험방법에 대해 보고된 간섭이 없지만 정확하고 재현성 있는 결과를 얻기 위해 모든 시험단계에서 동일한 시험 조건으로 일관된 시험을 수행하여야 한다. 입자 크기, 수분함량, 시약등급 등을 엄수하고 시험조건은 일정한 상태로 유지해야 한다.

2.0 용어정의

2.1 산화제

그 자체가 반드시 가연성이지는 않지만 물질에 쉽게 산소를 제공하여 유기물질의 연소를 불러일으키는 물질이다.

2.2 연소시간

초단위의 반응시간으로써 시료더미를 따라 연소반응이 일어나는 시간을 의미한다.

2.3 연소속도

연소속도는 규정 조건에서 시료를 가열하여 연소시간(초)을 측정한 값이며, 단위는 mm/s로 표현한다.

2.3 최대 연소속도

산화제를 무게비율로써 10 % ~ 90 %를 포함한 혼합물질의 연소속도 중 가장 빠른 측정값을 의미한다.

3.0 분석기기 및 기구

3.1 점화원

3.1.1 예비시험 : 그림 1과 같이 전기적으로 약 1,000 °C를 올릴 수 있는 백금 또는 니켈의 비활성 금속선(길이 30 ± 1 cm, 지름 0.6 ± 0.05 mm, 22게이지, 니켈/크롬 열선)을 사용한다.

3.1.2 행렬시험 : 가스버너(직경 5 mm 이상)의 불꽃을 사용하는 것이 원칙이며, 다른 점화원을 사용할 경우에는 사용방법 및 규격사항을 반드시 따로 표기하여야 한다.

3.2 불연판

70 mm 직경의 시료더미를 올려놓을 수 있는 충분한 크기의 저열전도, 불연성, 불침투성의 세라믹 타일 또는 동등한 물질이며, 지지대 상부에서 혼합 폐기물과 기준 물질의 연소속도시험을 수행할 수 있어야 한다.

3.3 표준체

메시의 크기가 0.125 mm, 1.6 mm인 표준체를 사용한다.

3.4 스탑워치

연소시간의 측정을 위해 스탑워치를 사용하며, 0.1초 단위까지 측정할 수 있어야 한다.

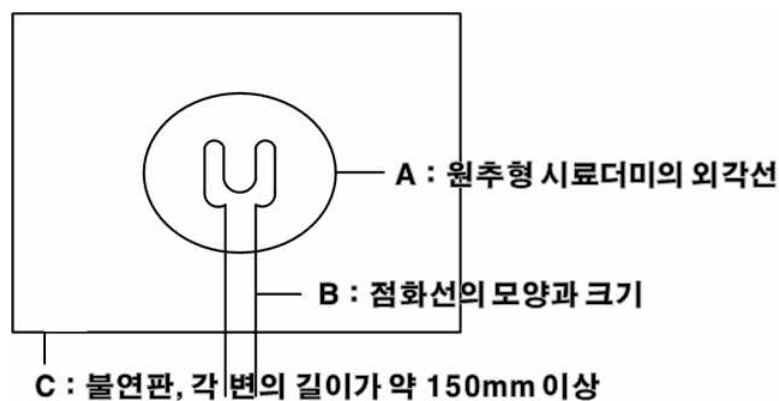


그림 1. 예비시험용 불연판 및 점화선

4.0 시약 및 표준용액

질산바륨 ($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$: 261.34, 분석용 등급)이 표준물질로 이용된다. 표준혼합물은 5.0에 따라 준비된 최대 연소속도(중량비로 60 % 질산바륨을 가진 혼합물)를 나타내는 분말 형태의 셀룰로오스와 질산바륨(4 : 6)의 혼합물을 사용한다.

5.0 시료채취 및 관리

5.1 폐기물시료 채취 및 관리는 ES 06130.c 시료의 채취에 따른다.

5.2 시료의 전처리

시료입자크기를 0.125 mm이하로 만들기 위하여 0.125 mm(115 mesh)체로 거르고 잔여 물질을 다시 분쇄하며 시료 전상이 체를 통과할 때까지 이 절차를 반복한다. 혼합물을 준비하기 전에 105 °C에서 일정 무게가 얻어질 때까지 건조시킨다. 시험에 사용될 물질의 분해 온도가 105 °C이하인 경우, 시험 물질은 적당한 저온에서 건조시킨다.

5.3 인화성물질(Flammable substance)

5.2.1 분말상의 셀룰로오스를 인화성물질로 사용한다. 셀룰로오스는 박층크로마토그래피 또는 컬럼크로마토그래피용 등급이어야 한다. 0.020 mm ~ 0.075 mm 길이의 섬유가 85 % 이상 되는 셀룰로오스가 적당하다. 셀룰로오스 분말은 0.125 mm의 표준체로 거른 후 사용하며, 모든 시험에는 동일한 셀룰로오스를 사용한다.

5.2.2 혼합물을 준비하기 전에, 분말상의 셀룰로오스는 105 °C에서 일정 무게가 얻어질 때까지 건조시킨다.

5.2.3 목분(木粉) 예비시험에 사용할 때에는 1.6 mm의 체로 걸러서 통과하는 목분을 모아 완전히 혼합하고, 목분의 높이가 25 mm 이하가 되도록 용기에 담아 4시간 동안 105 °C에서 건조한다. 목분은 밀폐용기에서 담아 저장하며, 24시간 이내로 사용하여야 한다.

6.0 정도보증/정도관리(QA/QC)

6.1 정밀도

질산바륨과 셀룰로오스 혼합물질을 이용한 6회 반복시험에서 최대 연소속도의 오차가 정밀도 허용오차 범위(10 %)를 넘어서는 안 된다. 10 % 이상의 오차가 발생하면 분쇄와 건조 및 혼합방법 등의 적정성을 검토한 후 반복시험을 수행하여야 한다.

7.0 분석절차

7.1 예비 시험 (Preliminary test)

7.1.1 건조된 시료는 건조된 셀룰로오스 또는 목분과 1:2의 무게비율로 완전히 혼합한다. 혼합물은 다짐 없이 원추형 용기(직경 3.5 cm, 높이 2.5 cm)에 채워서 3.5 cm(기본판 직경) × 2.5 cm(높이) 크기의 작은 원추형 시료더미를 만든다.

7.1.2 원추형 시료더미를 차가운 무공성, 저열전도성의 불연판 위에 올려놓는다. 시험은 7.2에서 설명한 바와 같이 환기장치 안에서 수행한다.

7.1.3 점화원은 원추형 시료더미와 접촉하도록 하고 시험에 의해 나타나는 반응의 세기와 지속성을 관찰하여 기록한다.

7.1.4. 시험물질과 격렬하게 반응할 경우에는 산화제로 평가한다.

7.1.5. 시험결과가 의심스럽거나 불확실한 경우에는 7.2의 행렬시험으로 검토한다.

[주 1] 셀룰로오스 또는 목분과 산화제의 혼합물은 잠재적 폭발성 물질로써 취급 시 주의하여야 한다.

7.2 행렬시험 (Train test)

7.2.1 시료준비

7.2.1.1 산화제의 무게를 10 %씩 증가시키면서, 산화제의 무게비가 10 %에서 90 % 범위가 되도록 산화제와 셀룰로오스 혼합물을 준비한다.

7.2.1.2 최대연소속도 측정값이 혼합비율간의 경계에 있어 판정결과가 모호한 경우에는 더 정확한 최대 연소속도를 측정하기 위하여 중간 혼합비율의 산화제-셀룰로오스 혼합물을 사용한다.

7.2.1.3 고상시료를 그림 2의 삼각형 단면적으로 길이 250 mm, 내부높이 10 mm와 너비 20 mm인 주형틀에 적당히 채운다. 주형틀 양쪽의 세로방향으로 2개의 금속판을 세우고 삼각형 단면적의 가장자리 상부에 2 mm 정도 높이의 가로 막을 설치하도록 한다.

7.2.1.4 시료분말 행렬 몰드를 2 cm 높이에서 바닥에 필요하다면 주형틀에 물질을 다시 채운다. 가로 막을 제거하고 초과된 물질은 문질러 없앤다.

7.2.1.5 불연소성, 무기공, 저열전도성의 기본판을 주형용기 위에 올린 후 거꾸로 뒤집은 다음 주형틀을 제거한다.

단위 : mm

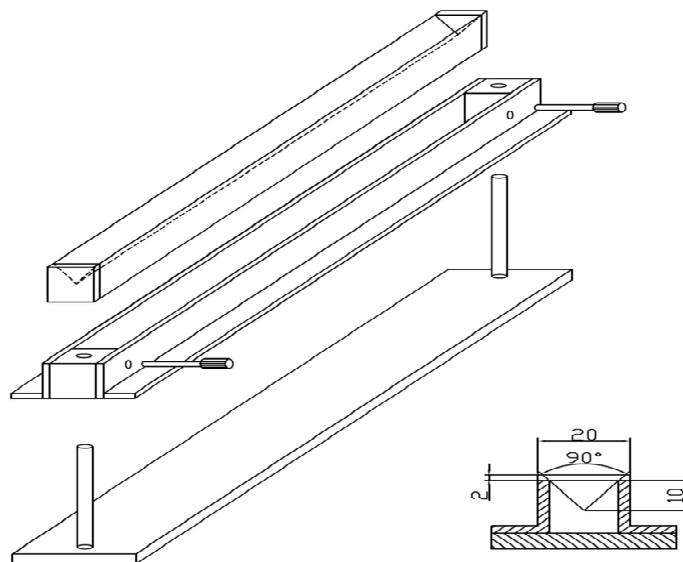


그림 2. 시료분말 행렬 몰드(Powder train mold)

7.2.2 시험방법

7.2.2.1 환기장치 안의 통풍방향과 수직으로 시료더미를 배열한다.

7.2.2.2 환기속도는 연기가 실험실로 빠져나가는 것을 방지하여야 하며, 시험 중에 변화가 없어야 된다. 통풍 스크린은 장치 주변에 바르게 세운다.

[주 2] 셀룰로오스와 시료의 흡습성을 고려하여, 시료의 조제 후 가능한 빠르게 시험을 진행해야 한다.

7.2.2.3 가스버너(최소 직경 5 mm)로 시료더미 끝에 불을 붙이고, 시료더미가 30 mm 연소되고 난 후 200 mm까지 연소되는 시간을 측정한다.

7.2.2.4 셀룰로오스와 시험물질의 혼합한 혼합비율에 대해서 각각 최소 한 번의 기준물질을 이용한 확인시험을 실시한다. 최대 연소속도가 기준 혼합물의 연소속도보다 현저하게 더 크다면 시험을 중단할 수 있다. 만약 그렇지 않으면 가장 빠른 연소속도를 나타내는 3개의 혼합비율별 시료에 대하여 각각 5회 반복측정 한다.

7.2.2.5 거짓양성(false positive)의 결과로 의심되면, 셀룰로오스를 규조토와 같은 유사한 입자크기의 비활성 물질로 교체하여 시험을 다시 수행하거나, 가장 빠른 연소속도를 나타내는 시험물질인 셀룰로오스 혼합물을 비활성 조건(< 2 % v/v 산소 함량)에서 다시 시험하여야 한다.

8.0 결과보고

8.1 결과정리

8.1.1 5회 반복시험에서 얻어진 연소속도 중 가장 빠른 값을 측정값으로 한다.

8.1.2 산화제의 농도에 대한 각 혼합물질의 연소속도 최대값을 그래프로 나타내면, 최대 연소속도를 얻을 수 있다.

8.2 결과해석

다음과 같은 경우에 고상폐기물을 산화성으로 판정한다.

- a) 예비 시험에서 격렬한 반응이 존재할 경우
- b) 본 시험에서, 시험 대상 혼합물의 최대 연소속도가 셀룰로오스와 질산바륨의 기준 혼합물의 최대 연소속도와 같거나 클 경우

9.0 참고자료

9.1 NF T 20-035, “Chemical products for industrial use. Determination of the oxidizing properties of solids”, Association Francaise de Normalisation, France, (September 85).

9.2 Recommendations on the Transport of Dangerous Goods, Test and criteria, “Test methods for oxidizing substances”, 2009, United Nations, New York.