

p-Xylene과 Resin 혼합물의 인화점 측정

하동명 · 최용찬 · 한종근

세명대학교 안전공학과

1. 서 론

인화점은 산업현장에서 사용되는 물질의 화재 및 폭발의 잠재적 위험성을 결정하는데 사용되는 중요한 연소 특성치 가운데 하나이다. 인화점은 안전과 수송 등의 규제를 위해 가연성물질의 구분에 대해 정부나 산업에서 안전, 환경 및 보건의 모든 조직에서 실질적으로 사용되고 있다. 공정 상에서 가연성물질의 생산, 처리, 수송, 저장할 때 취급 부주의로 화재 및 폭발이 야기될 수 있다. 따라서 가연성물질의 안전한 취급을 위해서는 이들 물질의 중요한 기초적인 안전특성 자료인 인화점(flash point)에 대한 지식을 필요로 한다^{1,2)}.

인화점 측정 방법으로는 ASTM D56의 Tag 밀폐식³⁾, ASTM D1310의 Tag 개방식³⁾, ASTM D92의 Cleveland 개방식⁴⁾, ASTM D93 Pensky-Martens 밀폐식⁵⁾, ASTM D3278 Setaflash 밀폐식⁶⁾, ASTM D 3828의 Small Scale 밀폐식⁷⁾ 등이 있다. 또한 Yagyū⁸⁾가 고안한 밀폐식 인화점 측정 장치가 있다. 이 가운데 ASTM D93 Pensky-Martens 밀폐식은 인화점이 396°C이하의 가연성액체 혹은 유화제 등에 이용되고 있다.

우리는 Cleveland 개방식 인화점 시험기를 이용하여 p-xylene과 다른resin을 혼합하여 인화점을 측정하여 인화점 증가 현상에 대해 실험적으로 고찰한 동시에 예측 방법을 연구한 바가 있다⁹⁾.

최근 산업이 다양화됨에 따라 코팅(coating) 기술 역시 많은 산업분야에 응용되고 있다. 이에 따른 화재 및 폭발이 수반되는 경우가 종종 있는데도 불구하고 이를 예방하기 위한 용매, Resin 그리고 보호코팅제에 대한 화재 및 폭발 특성 연구는 적은 편이다.

특히 Resin 혼합물은 내약품성과 접착성, 강인성, 고온특성이 좋으며, 이러한 장점으로 인하여 도료, 건축, 토목, 전기, 전자, 기타 산업에 많이 이용되어지고 있다.

본 연구에서는 산업현장에서 널리 사용되고 있는 Resin 혼합물의 인화점 측정을 하고자 하며, 연구를 바탕으로 Resin 혼합물의 인화점 예측 방법에 도움을 주고, 실험에서 얻고자 하는 다른 Resin 혼합물의 인화점 측정에 활용될 수 있는 자료로 제공하고 자 한다.

2. 실험

2.1 실험장치

본 실험에 사용된 실험장치는 Pensky-Martens Closed Cup(ASTM-D93)장치를 사용하였고, 그 자세한 묘사는 Fig. 1.에 나타내었다. 본 장치는 몸체부, Test Cup 장치부, 교반부, 화염 공급부로 크게 나눌 수 있다.

몸체부는 가열공기조, 전원 개폐기, 전열 조절기, 투구판 등으로 구성되어 있으며, Test Cup 장치부의 Test Cup은 용량이 100ml 정도이며, 재질은 열전도도가 높은 구리로 되어 있고, Test Cup Handle, 온도계 삽입구, Test Cup 상부 개폐기 손잡이로 구성되어 있다. 교반부는 교반기, 굴곡축, 140~150회/min을 교반하는 전동기로 구성되어 있다. 화염 공급부는 화염접근장치(Flame Exposure Device), 연료통, 화염 조절기, 가스관, 가스 안전 밸브 등으로 구성 되어 있다.

2.2 실험방법

본 실험에 사용된 실험장치는 Pensky-Martens Closed Cup(ASTM-D93)장치로서 용매형태의 왁스들과 현탁액, 윤활유, 연료의 평가에 주로 사용된다. 그것은 교반기와 함께 제공되고, 다양한 액체의 인화점 측정을 할 수 있는 특징을 가지고 있다. 본 연구에서의 실험 절차는 다음과 같다.

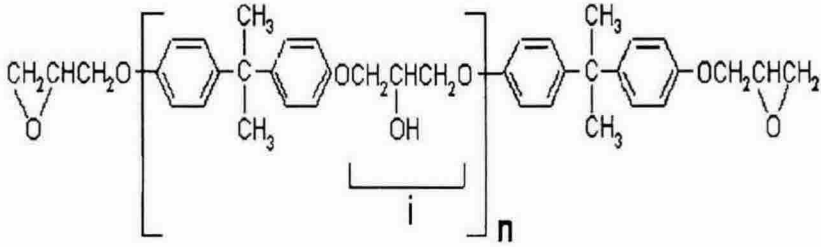
- 1) 시료컵에 규정된 시료(혼합물)을 65ml 넣고, 가열 공조기 안에 장착
- 2) 스위치를 on으로 하고, 가열 속도는 5~6°C/min으로 하며, 교반기는 140~150회/min으로 한다.
- 3) 시험 온도가 되면 Flame판에 붙은 화염 조정나사를 조절하여 화염의 크기를 조절한다.
- 4) 밀폐계 안의 시료(혼합물) 증기에 Flash가 일어날 때까지 1°C 상승 시마다 반복 측정한다.
- 5) ASTM 규정에 맞추어 실험하였으며, 이들 시약을 각각 몰비(mole fraction)로 혼합용제를 제조하여 실험에 사용하였다.

2.3 실험재료

본 실험에서는 산업현장에서 널리 사용되고 있는 p-xylene과 에폭시 수지를 대상으로 하였으며, p-xylene은 순정화학(純正化學)주식회사의 시약 순도 99% 이상을 사용하였고, 고분자 물질은 Dow Chemical Company의 제품 D.E.R. 331 Epoxy Resin을 사용하였다¹⁰⁾.

에폭시 수지는 Bisphenol A형으로써 대표적인 에폭시 형태이고, 특성으로는 약한 에폭시 냄새가 나는 무색에서 연황색 액체이다. 제조 방법은 BPA(Bisphenol A)와 ECH(Epichlorohydrine)을 반응시켜 제조한다. 고분자량의 동족체(homologue)들은 다음

의 구조를 갖는다.



여기서 D.E.R. 331의 경우에는 n이 0.15의 값을 갖는다.

분자량이 증가하면, i부분에 다른 반응기 -OH기-가 생긴다. 이 관능기는 촉매가 있을 경우 anhydride, 유기산 amino 수지와 phenolic 수지와 고온에서 반응을 하거나 가교 반응을 주기위해서 epoxide기와의 반응을 한다. 일반적으로 이 Type의 수지는 벤젠핵 (Bisphenol A)이 있기 때문에 자유회전이 힘들다. 성상에 따라 액상과 반고상, 고상, 그리고 반응성 희석제를 첨가한 희석형과 용제를 첨가한 용제형이 있다.

이것이 내약품성과 접착성 강인성 고온특성을 좋게 한다. 또한 분자 내에 Ether기를 가지고 있어 내약품성이 우수하고, 가소성이 있다. 친수성의 수산기와 소수성의 탄화수소기가 규칙적으로 배열되어 있어 접착성이 우수하다.

이 시료의 물리적 특성은 Table 1에 나타내었다¹⁰⁾.

Table 1. Physical properties of epoxy resin

Material name	Bisphenol A/Epichlorohydrin Resin
CAS number	025085-99-8
Flash point(PMCC)	252℃
Density(at 25℃)	1.16(g/ml)
Viscosity(at 25℃)	11,000~14,000 cps
Equivalent epoxide weight	182-192(g/eq)

3. 결과 및 고찰

본 연구에서는 D.E.R. 331 에폭시 수지와 용매제인 p-xylene을 이용하여 각각 혼합한 후 하부 인화점을 측정하고, 실험에서 얻어진 자료를 비교 검토하였다. 또한, D.E.R. 331의 하부 인화점은 254°C로 측정되어 졌고, 이 제품을 제조사가 제공하는 MSDS(Material Safety Data Sheets) 자료와도 일치하였다.

Table 2에 p-xylene+resin계의 질량분률에 따른 실험 자료를 나타내었으며, Fig. 1은 보다 쉽게 질량분률과 하부인화점의 실험 자료를 볼 수 있도록 나타내었다.

Table 2. Experimental data of lower flash points for p-xylene(X_1)+resin(X_2) system

Weight fraction		Flash point (°C)
X_1	X_2	Exp.
0.100	0.000	19
0.906	0.094	21
0.800	0.200	23
0.690	0.310	24
0.605	0.395	23
0.499	0.501	23
0.398	0.602	22
0.307	0.693	22
0.202	0.798	22
0.099	0.901	34
0.057	0.943	40
0.000	1.000	254

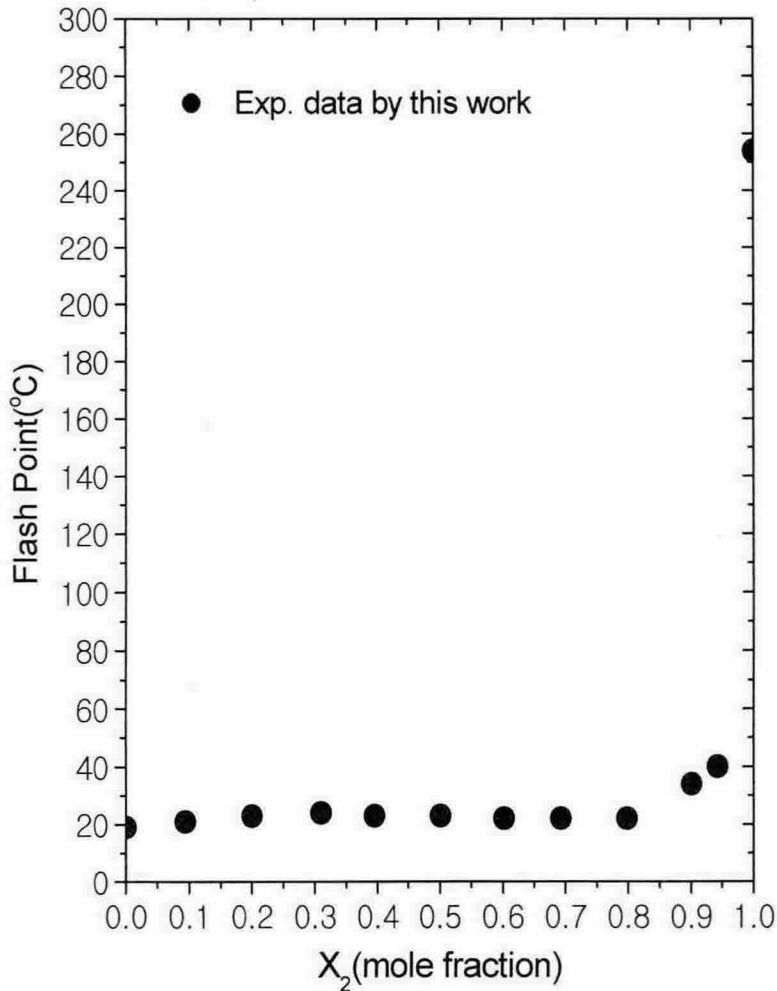


Fig. 1. Experimental data of lower flash points for p-xylene(X_1)+resin(X_2) system.

Table 2를 살펴보면 resin의 인화점을 문헌값과 실험값을 비교했을 때는 2°C차이로
서 실험값들의 신뢰성을 뒷받침해 주고 있다.

p-xylene+resin계는 resin의 질량 조성이 어느 조성에서 인화점이 급속히 증가하는
것을 알 수 있는데, resin의 질량 조성이 80mole%까지는 거의 일정한 값을 갖다가
80mole%에서 12°C로 증가함을 보여주고 있다. 이들 현상은 산업 현장 어디서나 널리
쓰이는 에폭시 수지와 용제의 혼합물을 취급하는 공정에서 화재 및 폭발을 방지하는
중요한 자료로 사용될 뿐만 아니라 화학 공정상에 안전을 확보하는 기초 자료로 이용

될 것으로 사료된다.

앞으로 에폭시수지 혼합물의 위험성을 예측을 위해서는 더 많은 에폭시수지의 증기압자료로써 다른 증기압모델에 대한 연구와 폭발한계에 대한 연구가 계속적으로 이루어져야 할 것으로 본다.

참고문헌

- 1) S. K. Lee. and D. M. Ha, "Newest Chemical Engineering Safety Engineering", Donghwagisul Press, Seoul, 1997.
- 2) D. A. Crowl and J. F. Louvarl, "Chemical Process Safety : fundamentals with applications", Englewood Cliffs, New York, Prentice-Hall, 1990.
- 3) American Society for Testing Materials, "Annual Book of ASTM Standards", Vol. 05.01, 1999.
- 4) American Society for Testing Materials, "Annual Book of ASTM Standards", Vol. 05.01, 1999.
- 5) American Society for Testing Materials, "Annual Book of ASTM Standards", Vol. 05.01, 1999.
- 6) American Society for Testing Materials, "Annual Book of ASTM Standards", Vol. 06.01, 1999.
- 7) American Society for Testing Materials, "Annual Book of ASTM Standards", Vol. 05.02, 1999.
- 8) S. Yagyu, "Diagram Relationship Between the Flash Point and Flammability Limit", J. of Japan Society for Safety Engineering, Vol. 24, No. 3, pp. 152~158, 1985.
- 9) 윤희승, 강민호, 하동명, 정국삼, "파라크실렌과 에폭시수지 혼합물의 인화점에 관한 연구" 한국산업안전학회지, Vol. 15, No. 3, pp. 78-82, 2000.
- 10) Dow Chemical Co. Ltd. : Dow Epoxy Resins Product Stewardship Manual, Safe Handling and Storage, #296-00312, D.E.R. 331, 2001.