



제약회사 여과 공정중 스플래쉬 필링에 의한 화재사고 예방대책에 관한 연구

김상길 · 이대준 · 양승복 · [†]임종국*

한국교통대학교 안전공학과 박사과정, *한국교통대학교 안전공학과 교수
(2021년 9월 10일 접수, 2021년 12월 9일 수정, 2021년 12월 10일 채택)

A Study on Prevention of Fire Accidents by Splash Filling in the Filtration Process of Pharmaceutical Companies

Sang Gil Kim · Dae Joon Lee · Seung Bok Yang · [†]Jong Guk Rhim

Dept. of Safety Engineering, Korea National University of Trans. Chungju 27469, Korea

(Received September 10, 2021; Revised December 9, 2021; Accepted December 10, 2021)

요약

제약회사에서 제조하는 의약품의 원재료에 인화성물질이 종종 존재한다. 이런 경우 과량의 인화성 물질을 투입하여 중간체를 만들고 반응에 참여하지 않은 인화성물질을 여과 및 건조단계를 통하여 제거하는 공정을 거치게 된다. 또한, 여과 공정에서 분리된 인화성 액체가 여액받이 통에 스플래쉬 필링 형태로 쌓이게 된다. 이런 경우 인화성 액체의 증기 및 미스트가 생성되어 폭발 하한 값, 최소점화에너지가 더욱 낮아지게 되며 복합 대전이 발생하여 화재 · 폭발의 위험이 증대된다. 본 연구에서는 최근의 제약회사 여과공정 중 발생한 화재 사고를 분석하여, 화재 폭발 사고를 방지하기 위한 방안으로 질소 공급설비 설치, 용량 개선, 도전성 여과포 및 정전기 축적 방지대책 등을 제시하고자 한다.

Abstract - Flammable substances are often present in the raw materials of pharmaceutical products manufactured by pharmaceutical companies. In this case, an excessive amount of flammable substances is added to make an intermediate, and flammable substances that do not participate in the reaction are removed through filtration and drying steps. In addition, the flammable liquid separated in the filtration process is accumulated in the form of splash filling in the filtrate container. In this case, vapor and mist of flammable liquid are generated, which lowers the lower limit of explosion and minimum ignition energy, and increases the risk of fire and explosion due to complex charging. In this study, by analyzing fire accidents that occurred during the recent filtration process of pharmaceutical companies, it is proposed to prevent static electricity accumulation by measures of nitrogen supply facilities, capacity improvement, conductive filter fabric and so on.

Key words : splash filling, filtration, drying steps, pharmaceutical

I. 서 론

1.1 연구배경

의약품은 직접 경구, 경피 등을 통해 흡수되기 때문에 제조공정이 일반 화학공정보다 더 세심하고 청정하게 관리되고 있다. 그러나 이러한 의약품 역시 화학 반

응을 통해 제조되기 때문에 인화성 물질이 종종 사용되고 있어 이에 대한 세심한 관리가 필요한 실정이다.

특히 의약품을 제조하기 위한 반응물에 이러한 인화성 물질이 원료로 사용되는 경우 반응수율을 최대한 끌어올리기 위해 촉매로 반응을 일으키고 미반응 물질은 여과 및 건조 공정을 통해 ppm 정도까지 낮추어 인체에 무해함을 검증한 뒤 판매하게 된다. 이때 여과 및 건조되는 공정에는 상시 인화성 물질이 존재하기 때문에 폭발위험장소의 구분, 방폭형 전기 기계

[†]Corresponding author:jkrhim@ut.ac.kr

Copyright © 2021 by The Korean Institute of Gas

기구의 사용, 인화성 액체의 증기 및 가스의 발생 억제 방법을 고려하여 설계 및 운전되어야 한다.

1.2 사고개요

2020년 00사업장에서 인화성 액체를 원료로 의약품을 만드는 공정을 진행하던 도중 반응 후 단계인 원심분리기를 이용한 인화성 액체(헵탄 등)를 분리하다가 원심분리기의 여액받이통에서 정전기(스플래쉬 필링)으로 추정되는 화재가 발생하였다. 이로 인해 순간적인 압력 상승으로 원심분리기 뚜껑이 탈락되어, 화재가 급격히 확산되었고 결국 건물 전체가 전소되고 말았다.

1.3 연구목적

사고가 발생한 여과공정은 인화성 액체(헵탄 등)를 분리하고 있었고, 원심분리기의 여액받이통으로 투입될 때 미스트 등이 발생하여 폭발 하한 값 및 최소점화에너지가 낮아져 상온, 상압의 조건보다 더 화재의 위험이 높다. 따라서 대부분의 의약품 중간체 원료 제조공정에서 사용·취급하는 여과공정이 가진 위험성을 분석하여 예방대책을 강구하고자 한다.

II. 사고 원인 분석

2.1. 스플래쉬 필링의 정의

스플래쉬 필링은 인화성 액체를 용기에 채울 때 액체가 튀기는 현상이 발생할 수 있는 충전방식을 말한다[1]. 액체가 벽면에 분사되면 인화성 액체의 증기, 미스트가 발생하게 되는데 미스트가 발생한다는 것은 인화성 액체가 액적형태로 되어 표면적이 넓어짐을 의미하므로 결과적으로 미스트 뿐 아니라 외부온도에 따라 증기가 함께 공존하는 형태가 되는 것으로 해석할 수 있다. 즉 인화성 액체인 톨루엔 사용 시 반응기 내부에는 톨루엔 액체와 미스트가 동시에 발생할 수 있음을 의미한다[2].

2.2. 제약 회사 사고 사례

국내에서 인화성 액체를 스플래쉬 필링 형태로 취급하던 도중 발생한 제약회사 사고사례를 Table. 1에 정리하였다. 여과기에 대한 사고가 빈번히 발생하게 되는데 인화성 액체의 증기 또는 인화성 가스가 집중적으로 발생하는 곳이기 때문이다. 이러한 물질이 대기 중의 산소와 폭발범위를 이루고 여러 원인으로 점화원이 되어 사고가 발생하게 된다.

2.3. 사고 원인 분석(2020년 00사업장)

화재가 발생하기 위해서는 가연물, 산소공급원, 점

화원이 필요함에 따라 다음과 같이 검토하였다.

(1) 가연물(인화성 액체의 증기, 인화성 가스)

사고발생 물질인 헵탄 등은 도전율이 1.0 pS/m 이하로 비도전성 액체이다. 유체의 도전율이 50 pS/m 이하일 경우 스플래쉬 필링으로 인한 정전기 발생이 증대되기 때문에 Fig. 1과 같이 최소점화에너지가 낮아질 뿐 아니라 폭발범위도 확대되어 물질 자체의 위험성이 더욱 높아진다고 할 수 있다[3][4]. 또한 공기 중 인화점이 -4 ℃인 물질이므로 여과공정 시 쉽게 인화성 액체의 증기 및 인화성 가스가 발생되어 대기중 산소

Table 1. Accident cases by splash filling

발생 연도	장소	피해	사고 내용
1 2013년	경기 소재	공장 전소	누출 필터에 인화성 액체를 투입중 정전기 방전에 의한 화재
2 2016년	충남 소재	2명 부상	의약품재료 및 인화성 액체를 반응기 투입 중 화재
3 2018년	강원도 소재	1명 부상	여과기에서 메탄올 혼합물의 유증기가 발생하여 미상의 점화원에 의해 폭발
4 2020년	경기도 소재	1명 부상	여과기에서 인화성 액체의 유증기가 정전기로 추정되는 점화원에 의해 화재

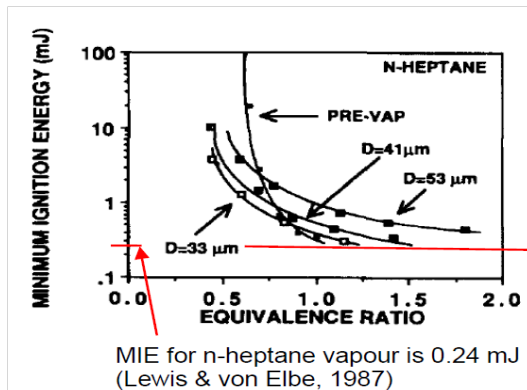


Fig. 1. MIE for monodisperse sprays on-heptane.

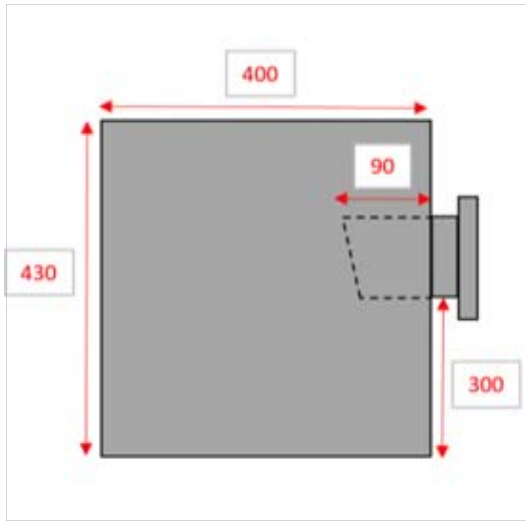


Fig. 2. Scale of filtrate container.

와의 쉽게 혼합했을 것으로 추정할 수 있다.

(2) 산소공급원

화재가 처음 발생한 여액받이통 내부는 대기 중 산소가 공급되면 쉽게 화재·폭발 분위기를 형성할 수 있음에도 운전 중 뚜껑을 개방하였음을 확인하였다.

(3) 점화원

사고가 발생한 여액받이통은 내용적이 약 80 l 이고, 그 내부는 원심분리기와 연결된 배관이 설치되어 있었다. 돌출길이는 약 90mm 였고 바닥으로부터 300mm 에 위치하고 있어 인화성 액체가 일정 수위를 넘기 전인 여과초기단계에서는 스플래쉬 필링에 의한 정전기 대전가능성이 존재하였다. 사고발생 설비와 유사한 여액받이통을 Fig. 2 에 나타내었다.

(4) 헵탄 등 인화성 액체의 이동속도 추정

원심분리기로부터 여액받이통으로 헵탄 등의 인화성 액체가 이송될 때의 속도는 Fig. 3과 같이 초기에 급격히 증가하였다가 서서히 감소하는 형태가 될 것이다.

실제 사고가 발생한 여과분리기와 같은 설비에 물을 기준으로 여과를 실시하여 유속을 측정하였다. 사고물질인 헵탄 등의 인화성 액체의 점도는 0.45cP로 예상되어, 1cP인 물보다 더 빠를 것으로 예상할 수 있다.

원심분리기에서 물 1,000 l 를 여과하는데 178초가 소요되었으므로

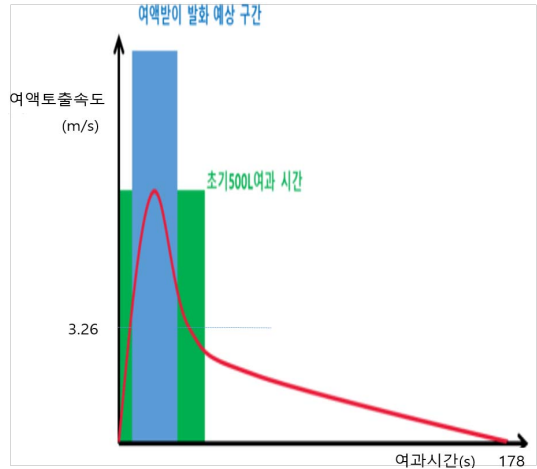


Fig. 3. Filtrate discharge rate according to filtration time.

$$Q = \frac{L}{S} = 0.0056m^3/s$$

여기서,

- Q : 시간당 여과 여액량 (m^3/s)
- L : 투입된 물의 부피유량 (m^3)
- S : 여과시간 (S)

원심분리기의 배출구는 직경 80A로 여액이 배출될 경우 설계기준인 배관의 단면적 전체를 채운 상태로 배출되지 않으며, 실험결과 직경의 $\frac{3}{8}$ 정도의 수위로 배출되는 것을 확인할 수 있었다. 따라서 배출단면적 (A)는 $0.00172m^2$ 으로 계산되었다.

결과적으로 원심분리기로 이송되는 헵탄 등의 인화성 액체 이동속도는 아래와 같이 계산되어 진다.

$$V = \frac{Q}{A} = 3.26m/s$$

물을 이용한 여과속도 실험을 추가적으로 진행하였으며 Fig. 4와 같이 2차 실험에는 3.4m/s, 3차 실험에는 2.9m/s로 측정되었다.

충전 초기단계에서는 정전기 등의 위험성이 충분히 존재하기 때문에 액위가 인입파이프 직경의 두 배 가 될 때까지 1m/s 미만을 유지하도록 권고되어 있었으나 실험결과 권장 이동속도를 최대 3.4배 이상 초과하였음을 알 수 있었다[4].



Fig. 4. Additional experimental results.

(5) 종합적인 사고발생 가능성

스플래쉬 필링처럼 미스트 형태로 인화성 액체가 분무하면 500,000개의 개별원자에서 정전기가 발생될 수 있는 것으로 알려져 있다[5]. 이를 근거로 하면 원심분리기로부터 여과, 분리된 헵탄 등의 인화성 액체가 여액 받아통으로 이송되는 초기단계에서 일정 수위가 되지 못해 분출 시 내벽과 바닥에서 용제가 충돌하고 다시 액적이 튀면서 스플래쉬 필링 현상이 발생하였을 것으로 추정되었다. 이러한 상황에서 개방된 뚜껑을 통해 외부의 산소가 원활히 공급되었고 헵탄의 낮은 인화점으로 인해 인화성 액체의 증기가 발생되어 대전된 정전기가 공기 절연을 깨고 방전되어 화재가 발생한 것으로 추정하였다.

III. 동종사고 예방대책

3.1. 여과 공정 작업 시 상시적 불활성화

고속으로 회전하는 원심분리기 및 여액받아통 내부는 인화성이 강한 헵탄 등이 유입되기 때문에 화재·폭발 위험이 상존하므로, 질소공급설비 등을 사용하여 상시적 불활성화가 우선적으로 이루어질 수 있도록 하여야 한다. 여과 공정은 원심분리기가 작업 중인 상태이므로 가격은 비싸지만 스위프 퍼지(Sweep purge) 형태의 불활성화를 실시하는 것이 적합할 것으로 판단된다.[7]

스위프 퍼지를 실시할 경우 원심분리기의 한쪽 노즐에서 질소 등의 불활성 가스를 보내고, 연결되어 있는 반대쪽 노즐에서 배출시키는 방법으로 적용하는 것이 바람직하다. 단, 배출되는 질소 등 불활성가스에는 인화성 액체의 증기 등 위험물이 포함되어 있으므로 대기 배출이 아닌 처리설비로 연결하여 안전하게 흡수, 연소 등을 통해 외부로 배출될 수 있도록 한다. 배관과 배기 배관을 통해 이루어진다. 필요한 불활성

가스의 부피는 아래 식으로 나타낼 수 있는데, 원심분리기 및 여액받아통 내의 초기 산소농도는 대기 중의 산소농도와 같은 21%가 되므로 이를 적용하고 원하는 최종 산소농도를 0.1%, 불활성퍼지로 인해 설비 내로 공급되는 산소의 농도를 0으로 적용하게 되면, 결과적으로 16m³의 불활성가스가 필요하게 된다[6].

$$Q_v t = Vn \left(\frac{C_1 - C_0}{C_2 - C_0} \right)$$

여기서,

V = 원심분리기 및 여액받아통 부피(3m³)

Q_v = 부피유량

t = 시간

C₁ = 원심분리기 및 여액받아통 초기 산소농도 (21%)

C₂ = 감소시키고자 하는 산소농도(0.1%)

C₀ = 원심분리기 및 여액받아통 내로 공급되는 산소 농도(0%)

3.2. 설비 개선

사고 발생 시 여액받아통 내부의 수위를 확인하기 위하여 뚜껑을 개방하였으므로, 시운전 등을 통해 1회 운전 시 여액으로 흐르는 헵탄 등의 인화성 액체 유량을 파악하여 저장용량을 결정하도록 설비를 개선할 필요가 있다. 1회 운전 이상으로 설계하도록 한다.

3.3. 정전기 관리 철저

여액받아통 끝단은 Fig. 5와 같이 Dip pipe 형식으로 제작하여 충돌대전, 분출대전과 같은 정전기 발생을 최소화하도록 한다.

뿐만 아니라 원심분리기를 사용할 경우에는 일반 형식이 아닌 가급적 인버터로 기동될 수 있는 설비를 사용하여 액위가 인입배관 직경의 2배가 될 때 까지는 유속을 1m/s이하로 제한하도록 한다.[9]

3.4. 재질 개선

원심분리기 내부에서 사용하는 PE재질의 여과포는 정전기가 쉽게 축적될 수 있고 축적된 인화성 액체가 빠른 유속으로 여액받아 통에 유입 될 경우 방전이 발생할 수 있으므로 도전성 분말을 혼합해 원단표면에 균일하게 도포, 표면저항을 높게 만들어 정전기를 제거할 수 있는 여과포를 사용하도록 한다.

3.5. 인화성 물질 보관 최소화

사고 발생 시 화재가 발생하였던 여액받아통의 외

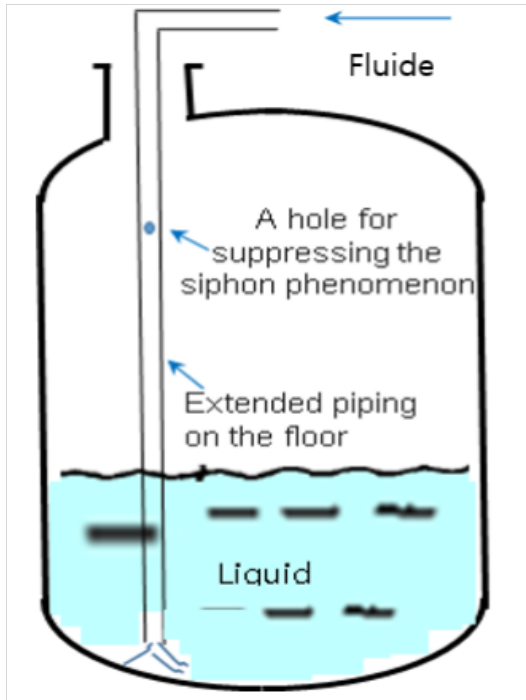


Fig. 5. Dip pipe type nozzle.[8]

관이 크게 변하지 않음을 확인할 수 있었다. 또한 여액 받이통과 원심분리기를 연결한 배관이 비틀어지긴 하였어도 온전히 연결되었음을 확인하였다. 무엇보다도 여액받이통의 크기가 약 80 l 로서 여과초기단계에서 제한된 공간에서 폭발범위를 형성할 수 있었고, 스플래쉬 필링도 이송초기단계에서만 발생할 수 있었던 점을 고려할 때 음속이상의 폭발압력이 전파되는 폭굉이 아닌 단순 화재가 발생한 것으로 추정할 수 있다. 그러나 피해는 폭발 한 것 만큼 크게 발생하였는데 근처에 가연물이 상당부분 존재하였기 때문에 이로 인한 화재가 급속히 이루어졌다. 따라서 작업 공정 중에는 가연물의 보관을 최소화 하여 화재 등의 사고가 발생하였을 경우 피해가 최소화 될 수 있도록 노력해야 한다.

IV. 결론 및 제언

본 연구에서는 헵탄 등 인화성 액체를 사용하여 의약품 제조하는 제약회사에서 여과를 통해 인화성 액체를 제거하는 공정에서 발생할 수 있는 화재사고의 원인에 대해 연구하였다. 검토 결과 이러한 공정에서는 사소한 부주의가 화재로 쉽게 연결될 수 있음을

알 수 있었다. 특히 여과공정에서는 항상 인화성 액체가 분리되기 때문에 가연물, 산소공급원, 점화원 세 개의 관리를 더욱 철저히 해야 한다.

본 연구를 통하여 인화성 액체가 스플래쉬 필링 형태로 분출되는 경우의 기준을 제시해 보고자 한다.

① 인화성 액체를 취급하는 공정에는 상시적 불활성화를 우선적으로 설계하고 적용할 수 있도록 한다. 이때의 퍼지 시간 및 유량을 바탕으로 하여 실제 시운전을 통해 적절한 값을 확보할 수 있도록 한 뒤 이를 안전운전절차서에 반영하여 교육을 통해 운전자 전원이 숙지할 수 있도록 한다. [10]

② 산소공급원의 억제를 위하여 절대 작업중에는 설비를 개방하지 않도록 한다. 만약수위 등의 확인이 필요한 경우에는 수위계를 설치하여 밀폐된 상태에서 서 작업을 할 수 있도록 검토한다.

③ 작업 도중 정전기의 억제를 위하여 인버터 형식의 설비를 통해 일정시간까지 유속을 1m/s 이하가 될 수 있도록 하고, 원심분리기의 PE 여과포와 같이 정전기를 쉽게 생성할 수 있는 부품(parts)은 도전성이 있는 부품으로 바꾸어 적용하도록 한다.[9]

④ 화재가 발생할 경우 피해 최소화를 위하여 작업에 필요한 최소량의 인화성 액체 등 위험물을 보관하도록 한다. 비록 회분식 설비의 경우 다음 공정에서 사용한다는 명목으로 위험물을 근처에 보관해두는 경우가 많은데, 화재 시 건물 전소의 피해뿐 아니라 인명피해 등의 돌이킬 수 없는 사고로 진행될 수 있으므로 철저히 지킬 수 있도록 한다.

본 연구에서 제시한 기준을 바탕으로 제약회사 등 인화성 액체 등의 위험물을 분리하는 공정에 적용한다면 사고 예방 뿐 아니라 근로자의 작업 환경 개선에도 도움이 될 것이라 확신한다. 불활성화를 위한 배관 설치 비용, 불활성가스 사용 비용 등이 필요하므로 사업장의 수준 높은 안전을 위해 당연히 사용되어야 하는 기회비용이라 생각하고 해당 공정이 적용되는 사업장이라면 좌고우면 없이 적용될 수 있길 바라며 연구를 마무리하고자 한다.

REFERENCES

- [1] Lee, H. S., and Yoon, H. C., "A study on the Rupture Disk Design and Application at the Two Phase Flow by Runaway Reaction at Batch Reactor", *KIGAS*, 3, 2-2(2017)
- [2] Kim, S. R., and Kim, S. G., and Kim, J.D., and

- Rhim, J.K., "A Study on the Prevention Measures against Fire and Explosion Accidents during Splash Filling in Batch Process", *KIGAS*, 1, 33-39 (2020)
- [3] RR980, "Generation of Flammable Mists from high Flashpoint Fluids - HSE", 7-37, (2013)
- [4] KOSHA GUIDE E-171, "Technical Guidelines on the Prevention of Electrostatic Fire Accidents due to Splash Filling", KOSHA, (2018)
- [5] NFPA77, "Recommended Practice on Static Electricity", 8,-9 (2000)
- [6] Applied Process Design For Chemical and Petrochemical Plants, "Purging of Flare Stacks and Vessels/Piping", 534-535 (1999)
- [7] KOSHA GUIDE P-80, "Technical Guidelines for Inert gas Substitution", KOSHA, (2011)
- [8] Kim, S. G., and Rhim, J.K., "Accident Analysis by Type of Electrostatic Discharge in Batch Process", Korea National University of Transportation, (2018)
- [9] KOSHA GUIDE E-89, "Technical guidelines for Preventing Static Electricity", KOSHA, (2018)
- [10] Notice of Ministry of Employment and Labor 2020-55, "Regulations on Submission, evaluation, and implementation status of PSM reports", MOEL, (2020)