

건축내장재의 포름알데히드 및 휘발성 유기화합물 방산량 측정 - 제4부 : 데시케이터법

M 0000-4 : 2004

Determination of the emission rate of formaldehyde and volatile organic compounds in building interior products - Part 4 : Desiccator method

1. **적용범위** 이 규격은 건축내장재에서 방산되는 포름알데히드의 방산량을 측정을 위한 데시케이터법에 대하여 규정한다. 시험을 위한 건축내장재의 시료 채취, 운반, 보관 및 시험편 제작 방법 등은 KS M 0000-1 건축내장재의 포름알데히드 및 휘발성 유기화합물 방산량 측정 - 제1부 : 일반사항을 따른다.

주 - 이 규격은 기 시공된 자재에 적용할 수 있다. 측정된 방산량 결과는 모델방에서의 농도를 계산하는 데 이용된다.

2. **인용규격** 다음에 나타내는 규격은 이 규격에 인용됨으로써 이 규격의 규정 일부를 구성한다. 이러한 인용규격은 그 최신판을 적용한다.

KS M 8001 시약통칙

KS M 0000-1 건축내장재의 포름알데히드 및 휘발성 유기화합물 방산량 측정 - 제1부 : 일반사항

3. **시험의 원리** 데시케이터법에 의한 건축내장재중의 포름알데히드 방산량 측정은 그림 2에 나타낸 유리 데시케이터를 이용한다. 포름알데히드 방산량은 규정된 온도에서 데시케이터 내에 일정 용량의 증류수를 넣어, 규정된 표면적이 되도록 시험편을 설치하고 24시간 후, 증류수에 흡수된 포름알데히드 농도로부터 구한다.

증류수에 흡수된 포름알데히드를 암모늄이온과 아세틸아세톤에 반응시킨 후, 그 흡광도를 측정하여 농도를 구한다.

4. 일반조건

4.1 **시험환경** 시험장소는 20℃의 상태로 한다.

4.2 **공통 조건**

4.2.1 **증류수** 규격에서 이용되는 증류수는 KS ???에 규정하는 증류수로 한다.

5. 장치 및 기구

5.1 **온습도 측정 장치** 온도계는 공기온도를 0.1℃까지 정확하게 측정할 수 있는 것으로 한다. 또, 습도계는 상대습도 5%까지 정확하게 측정할 수 있는 것으로 한다.

5.2 **분광 광도계** 분광 광도계는 415 nm의 범위에서 최대 흡광도를 측정할 수 있는 것

5.3 **항온수조**

5.4 화학 저울 화학저울은 0.1 mg까지 측정할 수 있는 것

5.5 데시케이터 데시케이터는 기밀성을 갖춘 것으로 크기 240 mm (부피 10 ± 0.5 L)의 것

5.6 유리 포집 그릇 증류수를 넣는 유리 포집 그릇은 외경 120 mm, 내경 115 ± 1 mm 및 깊이 60~65 mm의 것

5.7 플라스크 용량 100 mL 및 1000 mL의 것

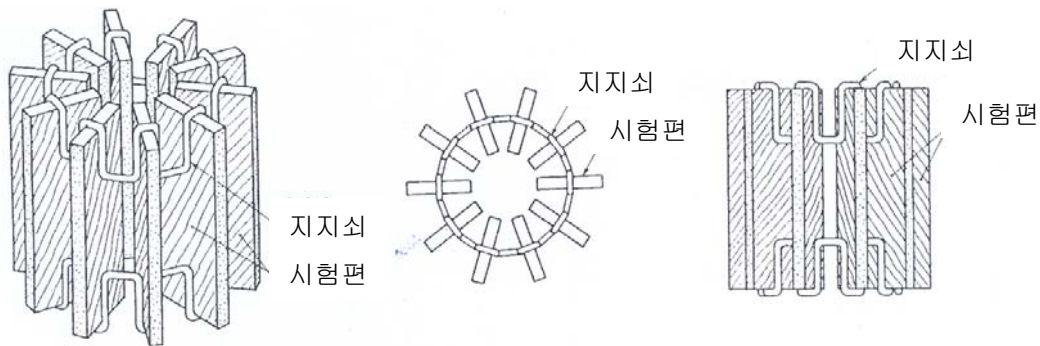
5.8 피펫 용량 5, 10, 15, 20, 25, 50 및 100 mL 용량 피펫(20°C) 또는 동등 용량의 자동 피펫

5.9 뷰렛

5.10 마개달린 삼각 플라스크 용량 100 mL의 것

5.11 시험편 지지대 그림 1에 나타낸 데시케이터 내에서 시험편을 고정하는 스테인레스제 틀

5.12 스테인레스 그물망 그림 2의 데시케이터 내에서 시험편 지지대를 받쳐주는 스테인레스제 그물망으로, 매듭 간의 폭이 15 mm 보다 크게 만들어진 직경 240 mm의 것으로 한다.



(A) 투시도

(B) 평면도

(C) 측면도

그림 1 시험편 지지대

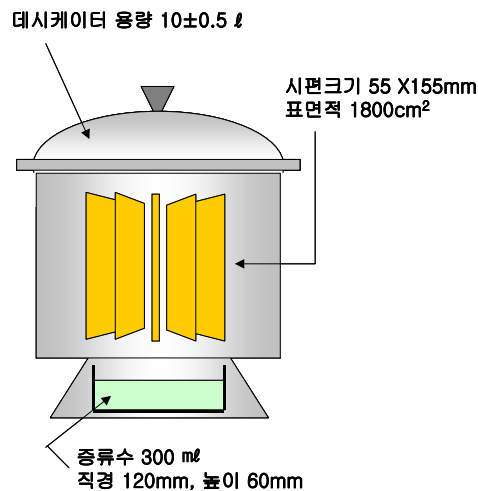


그림 2 데시케이터(구성도)

6. 시약 제조

6.1 요오드 용액 (0.005 mol/L)

KS M 8001의 4.5(24)에 따라 조제한 0.05 mol/L의 요오드 용액을 사용하여 증류수로 정확히 10배 희석한다.

6.2 티오황산나트륨 용액 (0.01 mol/L)

KS M 8001의 4.5(21.2)에 따라 조제하고 표정한 0.1 mol/L 티오황산나트륨 용액을 사용하여 탄산을 함유하지 않은 증류수(10분 정도 끓인 후 냉각한 것)로 정확히 10배 희석한다. 이 용액은 희석 후 가능한 한 빨리 사용한다.

6.3 수산화칼륨 용액 (5 mol/L)

수산화칼륨 350 g을 증류수에 녹여 1 L로 한다.

6.4 황산 용액 (2.5 mol/L)

황산 140 mL에 증류수를 가하여 1 L용액을 제조 한다.

6.5 녹말 용액

녹말 1 g을 증류수 10 mL에 녹인 용액을 뜨거운 물 200 mL에 천천히 가한다. 약 1분간 끓여, 냉각한 후 여과한 용액

6.6 포름알데히드 표준 원액

포름알데히드 용액(37 % 포름알데히드) 1 mL를 1000 mL 용량 플라스크에 넣고 증류수를 눈금까지 가하여 조정한 용액.

이 표준 원액 중의 포름알데히드 농도는 다음의 요령으로 구한다.

상기, 포름알데히드 표준 원액(6.6) 5 mL를 100 mL의 삼각 플라스크에 넣고 0.005 mol/L 요오드 용액(6.1) 20 mL 및 5 mol/L 수산화나트륨 용액(6.3) 1 mL를 더해, 마개를 닫아 차광한 상태에서 15분간 실온에 방치한다. 이것과 병행하여 증류수 5 mL를 같은 방법으로 조작하여 바탕시험 용액으로 한다.

포름알데히드 표준 원액 및 바탕시험 용액에 대하여 동일하게 다음의 조작을 한다. 2.5 mol/L 황산 용액(6.4) 2 mL를 서서히 가하여 다시 마개를 닫고 5분간 상온에서 방치한 후 뷰렛을 사용하여 0.01 mol/L 티오황산나트륨 용액(6.2)으로 적정한다.

표준 원액 1 mL 중의 포름알데히드 농도를 다음 식에 따라서 구한다.

$$\text{포름알데히드의 농도 (mg/mL)} = \frac{0.1501 \times (B - S) \times F}{5}$$

B : 바탕시험 용액의 적정량 (mL)

S : 포름알데히드 표준 원액의 적정량 (mL)

F : 티오황산나트륨 용액의 농도 계수

6.7 포름알데히드 표준 용액의 제조

6.6에서 검정한 표준 원액의 계산량을 용량 플라스크에 채취하여 증류수로 희석하여 1mL 중에 포름알데히드 0.1 mg을 함유하도록 조제한다.

참고 예를 들면 용량 플라스크 (100 mL)를 사용하는 경우 표준 원액의 채취량은

$$(0.1 \times 100) / \text{표준 원액의 농도(mL)} \text{가 된다.}$$

표준 용액 0.5, 1.0 및 1.5 mL를 각각 취하여 증류수로 25 mL가 되도록 희석하여 포름알데히드의 농도가 각각 2, 4 및 6 mg/L 되게 한 후, 이 용액에 새로 조제한 아세틸아세톤-

아세트산암모늄 용액 25 mg/L 가하고 각각에 대하여 8.6에 서술한 방법으로 흡광도를 측정한다.

6.8 아세틸 아세톤-아세트산암모늄 용액

아세트산암모늄 150 g을 800 mL의 증류수에 녹이고 여기에 빙초산 3 mL와 아세틸아세톤 2 mL를 가하여 충분히 혼합한 후, 증류수를 가하여 1000 mL되게 하고 갈색병에 보관한다. 조제에 사용하는 모든 시약은 특급 또는 시약급으로 한다.

7. 시험편

7.1 시험편 채취 시료의 중앙부위에서 채취하도록 한다.

7.2 시험편의 치수·매수

a) 시험편은 길이 155 ± 1 mm, 폭 55 ± 1 mm로 한다.

b) 시험편의 매수는 바깥쪽 면과 안쪽 면의 총 합계면적이 1800 cm^2 이 되도록 매수를 결정한다. 각 시험편의 세트는 두 세트로 제작한다.

7.3 단면 실링(sealing)

규정된 크기로 절단 후 생기는 틈밥을 제거하고 파라핀 왁스(paraffin wax)를 이용하여 4 단면의 코팅을 실시한다.

그림 3과 같이 코팅면적은 5 mm 보다 작게 실시한다. 코팅은 3회 이상 실시한다.

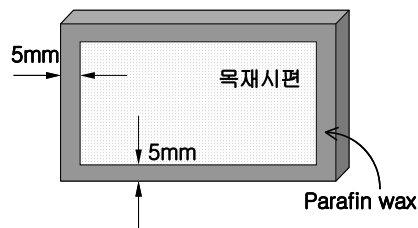


그림 3. 시험편 단면의 실링 처리

7.3 전처리(Conditioning)

7.3.1 전처리 조건 온도 20 ± 1 °C, 상대 습도(50 ± 5 %)의 표준 상태로 항량이 될 때 까지 전처리한다. 이 항량이라는 것은 24시간마다 무게를 측정하여 그 전후의 시험편의 무게의 차가 0.1 % 이하에 도달했을 때로 한다.

7.3.2 전처리 방법 각 시험편은 7.3.1에 나타낸 표준상태에서 전 표면에 공기가 자유롭게 접촉할 수 있도록 한다.

주 - 포름알데히드의 방산량이 적은 시험편은 주변 환경의 포름알데히드를 흡수할 우려가 있으므로 전처리에 각별히 주의한다.

8. 시험방법

8.1 시험장치의 준비

8.1.1 데시케이터 및 유리 결정 그릇을 2개 이상(일반적으로 3개) 준비하고, 각각을 시험 전에 물로 충분히 세척해 건조시킨다.

8.1.2 각 유리 결정 그릇에 300 ± 1 mL의 증류수를 넣고, 그 데시케이터의 밑 중앙부에 놓는다.

8.1.3 그림 2처럼 데시케이터 내의 유리 결정 그릇 위에 스테인레스제 그물망을 깔고 그 위에 시험편 지지대를 그림 1에 나타낸 것처럼 둔다.

8.1.4 데시케이터는 그 내부 온도가 20 ± 0.5 °C가 되도록 조절된 시험장소에 정치한다.

8.2 측정시료의 장치

8.2.1 전처리한 소정 매수의 시험편을 시험편 지지대에 장치한다.

또 다른 1개의 데시케이터에는 시험편을 장치하지 않는다.

8.2.2 데시케이터의 뚜껑을 닫고 방산시험을 개시한다.

8.3 시험조건 상태측정

8.3.1 온도 시험편을 장착하지 않은 데시케이터를 이용해서 데시케이터 내부의 온도를 연속적으로 또는 15분을 넘지 않는 간격으로 측정해, 그 온도를 시험기간 중 기록한다.

주 - 온도는 데시케이터 부근의 시험환경에서 열전대 등을 설치해서 측정할 수 있다.

8.3.2 포름알데히드 바탕 농도 측정 포름알데히드의 바탕 농도 측정은 시험편을 장치하지 않은 데시케이터를 이용해서 측정한다.

8.4 시험시간 1회의 방산시험에 필요한 시간을 $24 \text{시간} \pm 5 \text{분}$ 으로 한다.

8.5 시험용 용액의 채취 유리 결정 그릇의 포름알데히드를 흡수한 물을 시험용 용액으로 한다. 24시간이 경과하면 우선 이 용액을 충분히 혼합한다. 100 mL 삼각 플라스크를 본 시험용 용액으로 세척한 후, 이 용액으로 채워 마개를 가한다. 시험용 용액의 포름알데히드 농도를 바로 측정할 수 없는 경우는 그 시험용 용액을 측정할 때까지 0 °C에서 5 °C로 최대 30시간까지 보관 할 수 있다.

8.6 정량 조작 시험용 용액 중의 포름알데히드 농도는 아세틸아세톤 흡광 광도법에 의해 측정한다.

8.5의 포름알데히드를 포집한 증류수 25 mL를 100 mL 삼각 플라스크에 넣어, 다음에 아세틸아세톤-아세트산암모늄 용액 25 mL를 더해 마개를 막고 혼합한다. 삼각 플라스크를 60 ± 2 °C의 물 속에서 10분간 가온한 후, 이 용액을 실온이 될 때까지 차광한 상태로 정치한다. 이 용액을 흡수 셀에 넣어, 물을 대조로 해서 파장 412 mm에서 분광광도계로 흡광도를 측정한다.

또, 같은 조작으로 포름알데히드의 바탕 농도를 측정한다.

주 - 412 mm 이외의 파장에서 최대 흡수가 발생할 경우는 검량선 작성을 포함한 모든 측정은 이 파장에서 측정할 수 있다.

8.7 검량선의 작성 검량선은 포름알데히드 표준 용액을 피펫으로 0, 5, 10, 20, 50 및 100 mL를 넣어 각각의 100 mL의 용량 플라스크에 넣은 후, 증류수를 눈금까지 채우고, 검량선 작성용 포름알데히드 용액으로 한다. 각각의 검량선 작성용 용액에서 25 mL를 나누어 8.6의 조작을 행해, 포름알데히드 양(0~10 mg)과 흡광도와와의 관계 그래프를 작성한다. 그 때의 기울기(F)는 그래프 또는 계산에 의해서 구한다.

8.8 계산 시험편에 대해서 데시케이터 내의 유리 결정 그릇 안의 증류수에 흡수된 포름알데히드의 농도는 다음의 식에 의해 계산한다.

$$G = F \times (A_d - A_b) \times 1800 / S$$

여기에 G: 시험편의 포름알데히드 농도(mg/L)

A_d : 시험편을 넣은 데시케이터 내 용액의 흡광도

A_b : 포름알데히드 바탕시험 용액의 흡광도

F: 포름알데히드 표준 용액에 대한 검량 곡선의 기울기(mg/L)

S: 시험편의 표면적(cm^2)

포름알데히드 농도(mg/L)는 두 세트의 시험건본에 대해서 각각 계산하고, 소수점 이하 한자리까지 표시한다. 단 이 때, 두 세트의 시험결과가 그 평균값에 대해 20 %이상의 차이가 있어서는 안 된다.

8.9 시험결과의 표시 시험결과는 두 세트의 측정값의 평균을 구해서 표시한다.

9. 보고 시험 보고는 다음 사항을 포함할 것

- a) 시험편의 타입, 그 두께(mm) 및 밀도(kg/m^3)
- b) 시험편을 잘라 낸 위치 (예를 들면 보드에서 잘라낸 위치를 그림으로 나타냄)
- c) 시험편의 수
- d) 포름알데히드 방산량(8.9에서 구한 포름알데히드 농도의 평균값), 개별 측정값, 바탕 시험값을 포함한다.
- e) 시험일
- f) 시험장소의 온도 및 습도
- g) 시험기관명
- h) 시험실시 담당자명

다음 사항은 시험보고에 포함할 수 있다.

- i) 생산자의 이름, 제조장소, 생산년월 또는 제조 로트 번호
- j) 생산 후 검사까지의 재료 보존 조건, 특히 포름알데히드의 기중 방산에 크게 관계되는 사항, 즉, 온도, 습도, 재료의 실링 상황, 보존 상황 등
- k) 발취 검사방법과 발취일
- l) 공장 또는 건물에서 시험편의 발취 혹은 건물, 가구 등에서의 채취 장소⁽¹⁾ 및 상태⁽²⁾
- m) 시험편의 양생 상태의 온도, 습도 및 그 시간

그 외, 그 시험방법에 따르지 않는 경우는 시험에 관한 모든 사항(조정, 온도 등)

주⁽¹⁾ 예를 들면 공장 등, 또는 시공된 시험편의 경우에는 천정, 마루, 벽 등

⁽²⁾ 예를 들면 함수율, 표면도자, 마무리 등

10. 참고문헌

JIS K 1460 Building boards determination of formaldehyde emission-Desiccator method

ASTM D 5582-00 Standard test method for determining formaldehyde levels from wood products using a desiccator