

Characterization of bromine and chlorine in the closed combustion system

Ki-In Choi[†], Duck-Jun Kwon, Sung-Jin Bae* and Dong-Hoon Lee*

Test & Standardization Center, Korea Institute of Ceramic Eng. & Tech., Gasann-dong, Guemcheon-gu, Seoul 153-901, Korea

*School of Environmental Engineering, College of Urban Sciences, University of Seoul, Seoul 130-743, Korea

(Received November 2, 2011)

(Revised November 22, 2011)

(Accepted December 1, 2011)

Abstract In this study, we investigated the analytical methods for bromine (Br) and chloride (Cl) with oxygen combustion bomb, using a halogen-containing polymer materials. On measuring Cl content, it showed less reproducibility of the results applying Mohr method or potentiometric titration method than those applying acid-base titration method. In both Br and Cl tests with an oxygen combustion bomb, their concentrations in the absorption and cleaning solution with distilled water were much higher than those in the combustion gas. On the other hand, the concentration level of Br measured by the oxygen combustion bomb method were a little bit lower than those measured by XRF or combustion-chromatography.

Key words Halogen elements, Oxygen combustion bomb, Bromine, Chloride

연소 반응기를 이용한 브롬 및 염소의 함량 측정에 관한 연구

최기인[†], 권덕준, 배성진*, 이동훈*

한국세라믹기술원 시험표준센터, 서울, 153-901

*서울시립대학교 도시과학대학 환경공학부, 서울, 130-743

(2011년 11월 2일 접수)

(2011년 11월 22일 심사완료)

(2011년 12월 1일 게재확정)

요약 연소 반응기를 이용하여 고분자 물질에 함유된 할로겐 원소인 브롬과 염소를 정량하기 위한 조건을 연구하였다. 염소농도 측정의 경우, Mohr법이나 전위차 적정법을 이용한 경우가 산-염기 적정법을 이용한 경우보다 분석 데이터 간 편차가 낮게 나타났다. 또한, 연소 반응기에서 단계별로 포집한 용액에 대한 염소와 브롬 측정 결과, 두 원소 모두 증류수를 흡수액으로 사용할 때, 0.3 M NaOH 수용액을 사용할 때보다 더 높은 회수율을 보였으며, 흡수액/세척액에서의 농도가 가스상의 형태로 배출되는 농도에 비해 높은 것으로 나타났다. 한편, 브롬 함량을 측정할 때, 연소 반응기를 이용한 경우가 XRF나 연소-이온크로마토그래피를 이용한 경우에 비해 농도가 상대적으로 낮게 평가되는 것으로 나타났다.

1. 서론

할로겐 화합물은 특유의 열적 안정성과 새로운 화합물로의 합성·변형이 자유롭다는 특징으로 인해 화학, 전기전자, 부품소재, 섬유 등 다양한 산업분야에서 폭넓게 사용되고 있다. 하지만, polychlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzo furans(PCDDs/DFs), Polychlorinated biphenyls (PCBs), 각종 브롬계 난연제(Polybrominated diphenyl

ethers(PBDEs), Polybrominated biphenyls(PBBs), Tetra-bromobisphenol-A(TBBPA), Hexabromocyclododecanes (HBCDDs)) 등으로 대표되는 할로겐 화합물은 잔류성 유기오염물질로 분류되어 생태계 잔류 및 생물축적 가능성이 높고, 발암성, 기형성, 여성호르몬 이상 등 생체독성을 유발하는 것으로 알려져 있다. 또한, 할로겐 화합물이 함유된 제품은 소각과정을 통해 염소가스 혹은 브롬가스로 배출될 수 있는데, 이들 가스는 흡입 시 점막을 손상시킬 수 있고 인체에 장시간 노출 시 심혈관계, 호흡계 기관을 손상시킬 수 있다고 보고되고 있어 제품 내 할로겐 원소 및 그 화합물에 대한 규제 움직임이 고조되고 있다. 현재까지 전기·전자 부품·소재 분야의 국제

[†]Corresponding author

Tel: +82-2-3282-7849

Fax: +82-2-3282-2489

E-mail: kichoi@kicet.re.kr

Table 1
The characteristics of various analytical methods for halogens determination

| Method | Advantage | Disadvantage | Standards |
|-----------------|---|---|-------------------------|
| XRF | Non-destructive test | Inaccuracy at low concentrations | IEC 62321 |
| Oxygen flask | Traditional method with various application | Incomplete combustion Limitation of sample characteristics | IEC 61189-2 EN 14582 |
| Combustion bomb | Traditional method | Incomplete combustion Limitation of sample characteristics Corrosion of oxygen bomb | EN 14582 |
| Combustion-(IC) | Complete combustion | High price of the instrument No officially approved method | EN 50267 (IEC 62321) |

환경규제에서는 할로겐 원소에 대한 총량규제는 언급되어 있지 않지만, 생산업체 자체적으로 대체물질을 개발하는 등 자구책을 마련하고 있는 실정이다. 삼성전자와 LG전자를 포함한 국내외 글로벌기업에서는 자사의 전기·전자 제품에 들어있는 국제환경 규제대상 물질은 물론 잠재적 규제대상 유해물질로 분류되는 주요 할로겐 화합물에 대한 특별관리를 하고 있으며, 향후 규제될 것으로 예상되는 유해물질(Polyvinyl chloride, PVC)에 대해서도 관리를 강화하는 등 친환경제품 생산을 목표로 국제적 환경규제에 적극 대응하고 있다. 하지만, 할로겐 화합물은 구조, 형태, 기능에 따라 다양하게 존재하기 때문에, 한정된 기간 동안 제품에 사용되는 모든 할로겐 화합물을 정량분석하는 것은 쉬운 일이 아니다. 따라서 최근에는 제품 내 브롬, 염소와 같은 할로겐 원소 함량을 확인하여, 할로겐 화합물의 농도 수준을 유추하거나 제품 품질관리 자료로 활용하는 업체도 늘고 있다.

일반적으로 할로겐 원소 분석에 이용되는 주요 방법으로는 엑스선 형광분석기(X-ray fluorescence, XRF)법, 산소 플라스크(oxygen flask)법, 연소 반응기(combustion bomb)법, 연소-이온크로마토그래프(combustion IC)법 등으로 나누어 볼 수 있는데, 각각의 시험방법들은 모두 나름대로의 단점들을 지니고 있어 할로겐 원소 함량분석에 대하여 보다 정확한 측정을 위한 시험방법 개발 연구의 필요성이 한층 대두되고 있다. 할로겐 원소 분석을 위해 적용되는 주요 분석방법에 대한 장단점은 Table 1과 같이 정리할 수 있다.

본 연구에서는 전통적인 할로겐원소 측정 방법인 산소 가스가 채워진 연소 반응기를 이용하여 샘플을 연소한 후, 연소가스를 포집하여 이온크로마토그래프로 분석하는 결과를 연소-이온크로마토그래프 방법을 이용한 결과와 비교하여, 측정방법에 대한 재현성 및 유효성을 평가하고자 하였다. 또한 고농도의 염소를 함유한 플라스틱 시료를 대상으로 보편적인 염소 측정방법인, Mohr법, 산염기 적정 및 전위차 적정을 실시하여 실험방법에 따른 오차를 비교하여, 산소 반응기를 이용한 최적의 할로겐 원소 측정조건을 확인하고자 하였다.

2. 실험

2.1. 재료 및 시약

브롬 함량측정은 한국표준과학연구원에서 숙련도 시험용으로 제조한 고충격 폴리스티렌 시료(브롬 함량 1,000 mg/kg)를 이용하였으며, 염소 함량측정은 염소를 함유하는 상용 PVC 제품(염소 함량 57%)을 이용하여 실시하였다. 실험에 사용된 모든 시약들은 특급을 사용하였으며, 정제수는 1차적으로 증류된 것을 탈이온화한 3차 초순수 증류수를 사용하였다. 시료의 연소 작업은 Parr instrument사에서 제작한 두 대의 연소 반응기(1108 oxygen combustion bomb, USA)를 이용하여 번갈아가며 진행하였다.

2.2. 시료의 연소 및 할로겐 원소 포집

Fig. 1과 같은 조작으로 시료 약 0.2 g을 0.01 mg까지

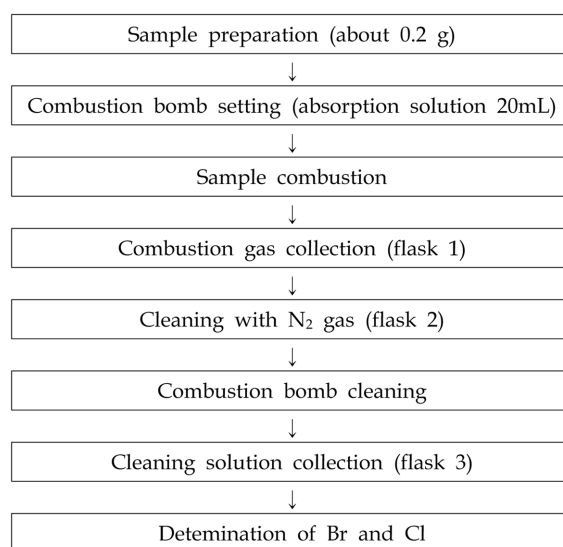


Fig. 1. The flow chart for the analytical procedure for the determination of bromine and chlorine.

정확히 달아 유산지에 싸서 시료접시(boat) 안에 넣고 연소 반응기의 속 덮개에 부착하여 전극 위에 놓는다. 무게를 미리 알고 있는 점화선을 유산지 표면에 닿도록 부착하고, 그 양끝을 점화용 전극에 연결한다. 연소 반응기 안에 할로겐 원소 흡수액(증류수 또는 0.3 M NaOH 용액) 20 m/를 넣은 후, 연소 반응기의 속 덮개 및 바깥 덮개를 닫아 완전히 밀폐한다. 밀폐가 완료되면 시료가 시료접시에서 넘치지 않도록 천천히 산소를 2.5 MPa~2.9 MPa이 될 때까지 연소 반응기 내에 압입한다. 이때 연소 반응기내의 공기를 산소로 불어내지 않도록 주의한다. 산소의 압입이 완료되면, 점화 스위치를 넣어 시료에 점화한다. 점화가 완료되면, 안정이 될 때까지 약 10분간 방랭한 후, 가스 배출구에 가스배출 라인을 연결하고 증류수 200 m/가 담겨있는 250 m/ 플라스크에 가스를 포집하고, 증류수를 가하여 최종 250 m/로 맞추어 연소가스 내 할로겐 원소 분석용 시료(플라스크 1 용액)로 한다. 연소가스의 포집이 완료되면, 연소 반응기 내에 남아있는 가스를 세척·포집하기 위해 질소가스를 약하게 불어넣으면서 증류수 50 m/가 담겨있는 100 m/ 플라스크에 가스를 다시 포집한 후, 증류수를 가하여 100 m/로 맞추어 잔존가스 내 할로겐 원소 분석용 시료(플라스크 2 용액)로 한다. 연소 반응기 세척이 완료되면, 연소 반응기의 속 덮개와 바깥 덮개를 열어 시료접시 및 연소 반응기의 벽면을 증류수로 씻어준다. 모아진 세척액은 100 m/ 플라스크에 넣고, 최종 100 m/로 맞추어 흡수액 및 세척액 내 할로겐 원소 분석용 시료(플라스크 3 용액)로 한다.

2.3. 브롬 및 염소 정량

연소 반응기에서 포집된 용액(플라스크 1, 2, 3 용액)에서의 브롬 함유량은 이온크로마토그래프(Metrohm series, Switzerland)를 이용하여 측정하였다. 또한, 염소에 대한 주요 측정방법인 Mohr법, 산-염기 적정 및 전위차 적정법에 대하여 실험방법에 따른 오차를 비교하였다. 우선 Mohr법에 따른 염소 측정에서는 포집된 용액(플라스크 1, 2, 3)을 계속 교반하면서 지시약인 10% 크로뮴산칼륨(K_2CrO_4) 용액 1 m/를 가한 다음 0.1 mol/l 질산은($AgNO_3$) 용액으로 적갈색 크로뮴산 은 침전이 형성될 때까지 적정하였다. 또한, 산-염기 적정은 포집 용액을 계속 교반하면서 지시약인 메틸레드 용액을 가하여 용액이 붉은 색으로 되면, 0.1 mol/l 수산화나트륨(NaOH) 용액으로 용액의 붉은 색이 사라질 때까지 적정한다. 마지막으로 전위차 적정법(Potentiometric titrator; 686 Titroprocessor, Metrohm, Switzerland)에서는 시험 용액으로부터 10 m/를 분취하여 100 m/ 비커에 넣고 자석 교반기 위에 올려놓고 교반을 하면서 전극을 넣는다. 이후 뷰렛을 시험 용액에 충분히 집어넣고 뷰렛을 통하

Table 2
The comparison of various determination methods for chlorine

| No. | Mohr-method | Acid-base titration | Titration with a different potential |
|--------|-------------|---------------------|--------------------------------------|
| 1 | 56.7 | 54.0 | 55.4 |
| 2 | 55.7 | 53.1 | 55.6 |
| 3 | 56.5 | 53.8 | 57.4 |
| 4 | 57.3 | 55.5 | 55.5 |
| 5 | 54.7 | 52.0 | 55.5 |
| 6 | 56.6 | 53.0 | 55.7 |
| 7 | 56.9 | 53.4 | 56.8 |
| 8 | 57.4 | 54.7 | 56.8 |
| 9 | 56.5 | 53.8 | 56.1 |
| 10 | 56.6 | 54.8 | 55.4 |
| AVG. | 56.5 | 53.8 | 56.0 |
| STDEV. | 0.8 | 1.0 | 0.7 |
| C.V. | 0.01 | 0.02 | 0.01 |

여 질산은 표준용액을 0.01 m/씩 증가되도록 용액에 가하여 적정하면서, 당량점에서의 전위차 급변화를 은 전극으로 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 염소 측정방법 선정

고농도의 염소를 함유한 10개의 용액을 대상으로 세 가지 적정방법을 적용하여 시험한 결과를 Table 2에 나타내었다. Mohr법에 따른 염소 농도는 10회 평균 56.5% (54.7%~57.4%, 표준편차 0.78)로 나타나, 전위차 측정법의 10회 평균 56.2% (55.5%~57.4%, 표준편차 0.75)와 거의 유사한 결과를 나타내었다. 하지만, 산-염기 적정법을 적용한 경우, 10회 평균 53.8% (52.0%~55.0%, 표준편차 1.0)로 나타나, 앞선 두 방법에 비해서 다소 낮은 농도를 보였으며, 표준편차도 상대적으로 높았다. 경험적인 측면에서 볼 때, 세 가지 방법 모두 고농도 염소를 측정하기에 유효지만, 결과적으로 살펴보면 Mohr법이나 전위차 측정법이 산-염기 적정법 보다는 재현성이 뛰어난 것으로 판단된다. 하지만, 분석대상이 되는 시료의 특성에 따라서는 Mohr법으로 적정 시, 침전물이 생성되는 과정에서 색변화를 직관적으로 판단하기 어려운 상황이 있었기 때문에, 연소 반응기에서 포집한 용액에서의 염소 분석은 모두 전위차 적정법을 적용하여 측정하였다.

3.2. 연소 반응기를 이용한 염소 함유량 시험결과

연소 반응기에서 포집한 용액에 대한 전위차 적정법으로 측정한 염소 분석결과는 Table 3에 나타내었다. 시료

Table 3
Cl concentrations in gaseous and aqueous samples of the combustion bomb

(Unit: wt%)

| Items | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | AVG | S.D. | C.V. |
|------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|------|------|
| Combustion gas (flask 1) | 0.1 | 0.1 | 0.2 | 0.2 | 0.1 | 0.2 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.2 | 0.14 | 0.05 | 0.37 |
| Cleaning gas (flask 2) | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | - | - |
| Collected solution (flask 3) | 55.4 | 55.6 | 57.4 | 55.5 | 55.5 | 55.7 | 56.8 | 56.8 | 56.1 | 55.4 | 56.02 | 0.72 | 0.01 |
| Total | 55.5 | 55.7 | 57.6 | 55.7 | 55.6 | 55.9 | 56.9 | 56.9 | 56.2 | 55.6 | 56.16 | 0.72 | 0.01 |
| Ratio (flask3/flask1) | 554 | 556 | 287 | 278 | 555 | 279 | 568 | 568 | 561 | 277 | 448.3 | - | - |

에 대한 염소 함유량은 평균 56.16 wt%(55.5 wt%~57.6 wt%)로 나타났다. 시료 연소 후, 농도가 가장 높았던 부분은 연소 반응기에 미리 주입한 흡수액(증류수)과 연소 후 반응기 및 시료접시와 연소 반응기의 벽면 세척에 이용된 세척액(증류수)을 혼합한 시료(플라스틱 3 용액)로, 시료 무게로 환산하면 평균 56.02 wt%(55.4 wt%~57.4 wt%)로 나타났다. 하지만, 연소 후 배출가스를 포집한 용액(플라스틱 1 용액)에서는 0.1 wt%~0.2 wt%의 농도범위를 보였으며, 연소가스 배출 후 세척용 질소가스 포집액(플라스틱 2 용액)에서는 염소가 검출되지 않는 것으로 났으며, 10번의 반복실험에서 플라스틱 3 용액에서의 염소 농도가 플라스틱 1 용액에서의 농도에 비해 277배에서 최대 568배까지 높게 형성되는 것으로 나타났다. 이러한 측정결과에서 볼 때, 연소 반응기에서 시료가 연소되면 연소가스 중 염소는 기체상태로 존재하기 보다는 흡수액에 빠르게 녹아들어가 액체상태로 존재하거나 그을음이나 연소재의 형태로 존재하는 것으로 판

단된다.

한편, 흡수액으로 증류수 대신 0.3 M NaOH로 바꾸었을 때의 흡수액 및 세척액 혼합용액(플라스틱 3 용액)에서의 염소 함량 변화를 Fig. 2에 나타내었다. 증류수로 하였을 때와 0.3 M NaOH로 하였을 때를 비교한 결과, 0.3 M NaOH를 흡수액으로 사용한 경우의 측정값(39.5%)이 증류수를 흡수액으로 사용한 경우의 측정값(56.0%)보다 약 30% 정도의 낮게 나타남을 알 수 있었다. 이는 흡수액으로 NaOH를 사용하는 경우, 연소가스와의 반응과정에서 침전물이 발생하는데, 이 과정에서 염소가 침전물과 공침하여 실제 적정 반응에 참여하지 못했기 때문에 농도가 낮게 평가된 것으로 판단되었다.

3.3. 연소 반응기를 이용한 브롬 함유량 시험결과

연소 반응기에서 포집한 용액에 대한 이온크로마토그래프로 측정된 브롬 분석결과는 Table 4에 나타내었다. 시료에 대한 브롬 함유량은 평균 926 mg/kg(806 mg/kg~1,028 mg/kg)로 나타났다. 염소의 경우와 마찬가지로, 브롬 농도 역시 흡수액과 세척액을 혼합한 용액(플라스틱 3 용액)에서 918 mg/kg(841 mg/kg~1,022 mg/kg)로 가장 높게 나타났으며, 연소 후 배출가스를 포집한 용액(플라스틱 1 용액)에서는 4 mg/kg~15 mg/kg의 농도범위를 보였다. 연소가스 배출 후 세척용 질소가스 포집액(플라스틱 2 용액)에서는 염소와 마찬가지로 검출되지 않았다. 플라스틱 1 용액에서의 브롬 농도에 대한 플라스틱 3 용액에서의 농도비는 62배에서 270배로, 염소의 경우와 마찬가지로, 연소가스 중 브롬은 흡수액에 빠르게 녹아들어가거나 고형물의 형태로 존재하는 것으로 판단된다.

흡수액으로 증류수와 0.3 M NaOH로 사용하였을 때의 브롬 흡수 효과를 비교한 결과를 Fig. 3에 나타내었다.

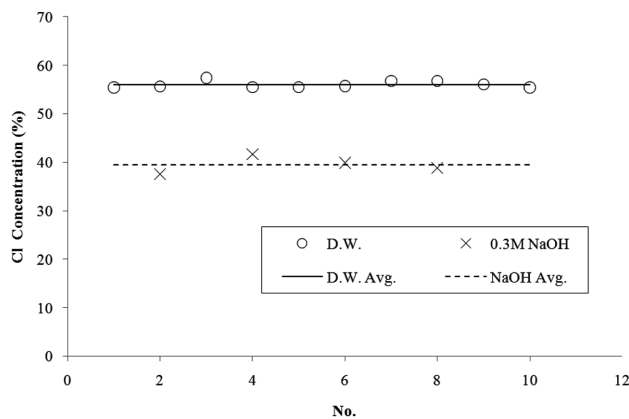


Fig. 2. The Cl concentrations in the distilled water and 0.3 M NaOH as an absorption solution.

Table 4
Br concentrations in gaseous and aqueous samples of the combustion bomb

(Unit: mg/kg)

| Items | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | AVG | S.D. | C.V. |
|------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|------|------|
| Combustion gas (flask 1) | 12 | 14 | 5 | 15 | 4 | 12 | 6 | 8 | 4 | 6 | 8.6 | 4.2 | 0.49 |
| Cleaning gas (flask 2) | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | N.D. | - | - |
| Collected solution (flask 3) | 1012 | 891 | 887 | 841 | 970 | 846 | 888 | 868 | 951 | 1022 | 917.6 | 66.4 | 0.07 |
| Total | 1024 | 906 | 893 | 856 | 975 | 858 | 894 | 876 | 954 | 1028 | 926.4 | 64.7 | 0.07 |
| Ratio (flask3/flask1) | 87 | 62 | 172 | 57 | 228 | 69 | 144 | 112 | 270 | 174 | 137.5 | - | - |

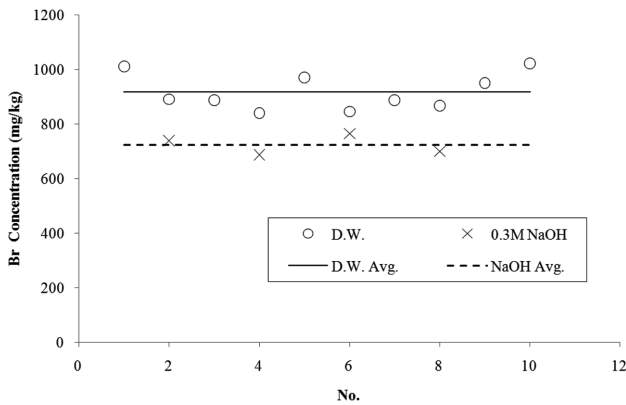


Fig. 3. The Br concentrations in the distilled water and 0.3 M NaOH as an absorption solution.

염소와 마찬가지로, 0.3 M NaOH를 흡수액으로 이용하였을 때의 브롬 평균농도(723 mg/kg)가 증류수를 이용하였을 때의 평균농도(926 mg/kg)에 비해 20 % 정도 감소하는 것으로 나타났는데, 이는 흡수액을 사용하였을 때에는 침전이 생겨서 브롬이 공침하였기 때문에 농도가 감소한 것으로 판단되었다. 결과적으로 볼 때, 연소 반응기를 이용하여 할로겐 원소를 측정할 경우, 알칼리 용액을 사용하는 것보다는 증류수를 흡수액으로 사용하는 것이 회수율 측면에서 유리한 것으로 나타났다.

이번 연소 반응기를 이용한 이번 실험에 쓰인 시료와 동일한 시료를 이용하여 진행된 숙련도 시험결과(한국표준과학연구원 보고서 참조, 이상치로 판명된 1개 시험소 제외)와 비교한 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 숙련도 시험 시, 각 시험소에서 측정에 사용한 기술은 크게 연소 반응기, 연소-이온크로마토그래피법, XRF법으로 구분되며, 시료는 0.01 g~0.5 g이 사용되었다. 특히, XRF를 사용하여 측정하는 경우, 일반적으로 디스크형의 형태로 성형하여 측정하는 것이 보통이나 펠렛형태의 시료를 일정 면적 고르게 펴서 측정하는 방법도 사용되었다. 각 시험소에서 측정된 시료에 대한 총 브롬 함량은 평균 1039 mg/kg으로 조사되어, 이번 시험에서의 평균 결과인 926.4 mg/kg보다 약 10 % 정도 높았다. 측정방법에 따라 세부적으로 살펴보면, XRF를 이용한 경우(7개 시험소), 브롬의 농도가 1,052 mg/kg~1,235 mg/kg(평균 1,149 mg/kg, 표준편차 61.5 mg/kg)로 가장 높게 나타났으며, 연소-이온크로마토그래피를 이용하여 측정한 경우(14개 실험실)가 762 mg/kg~1,094 mg/kg(평균 1,004 mg/kg, 표준편차 85.2 mg/kg)로 나타났다. 또한, 연소 반응기를 이용한 3개 시험소에서는 927 mg/kg~1,000 mg/kg(평균 940 mg/kg, 표준편차 53.8 mg/kg)의 농도값을 보여, 이번 시험을 통해 얻어진 결과(806 mg/kg~1,028 mg/kg, 평균 926 mg/kg, 표준편차 64.7 mg/kg)와 유사한 수준임을 알 수 있다. 이렇게 적용하는 시험방법에 따른 차이

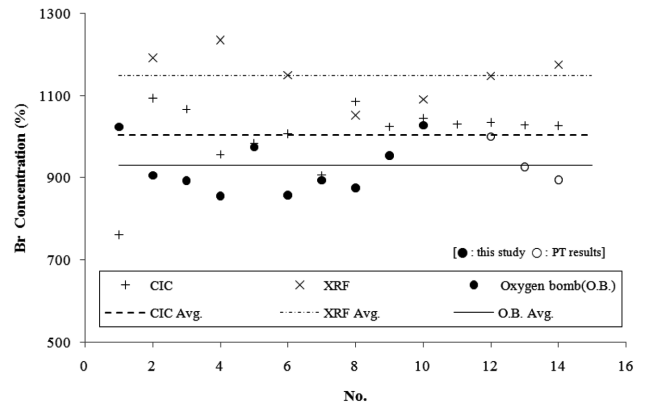


Fig. 4. Comparison of Br concentrations measured by XRF, combustion-IC and oxygen bomb.

가 크고, 동일 시험방법을 적용하더라도 결과간의 편차가 상대적으로 크게 나타나는 것은 시료의 불완전 연소, 고형물에 대한 브롬 미회수, 플라스틱 재질에 대한 매질 효과 등 다양한 요인이 작용할 수 있기 때문에, 소급성이 있는 인증표준물질을 사용하여 기기를 교정하는 한편, 적용 분석방법에 대한 확인작업 및 시험자의 숙련도 향상을 통해 측정방법의 유효성과 측정결과에 대한 소급성을 확보하기 위해 노력해야 할 것으로 판단된다.

4. 결 론

이번 연구에서는 최근 국제환경규제 대상물질로 논의되고 있는 할로겐 원소 분석방법 평가를 위해 연소 반응기를 이용한 염소 및 브롬 측정을 실시하였다. 할로겐 원소는 물질 자체로도 독성이 있을 뿐만 아니라, 유기화합물의 형태로 환경에 큰 영향을 줄 수 있기 때문에, 신뢰성 있는 시험방법을 적용하여 제품 중 할로겐 유기화합물의 함량을 측정하거나 할로겐 원소 자체를 확인하는 작업은 매우 중요한 의미를 가진다. 이번 연구에서는 염소농도 측정에 일반적으로 적용되는 시험법인 Mohr법, 전위차 적정법 및 산-염기 적정법에 대한 비교·평가를 실시하였으며, 전형적인 할로겐 원소 측정방법이라 할 수 있는 연소 반응기를 이용하여 흡수액(증류수 및 NaOH 수용액)의 평가와 함께, 시험 단계별 염소와 브롬의 회수 특성을 평가하였다. 또한, 다른 실험실에서 진행된 숙련도 시험결과와 비교하여, 주요 할로겐 원소 측정 방법이라 할 수 있는 연소 반응기법, XRF법 및 연소-이온크로마토그래피법에 대한 간접평가를 실시하였다. 이번 시험결과는 향후 제품 내 할로겐 원소에 대한 신뢰성 있는 시험방법 개발이나 시험·분석기관에서의 분석방법 정립, 표준작업절차서(standard of procedure) 작성 등을 위한 기초자료로 활용될 수 있을 것으로 기대된다.

참 고 문 헌

- [1] Final report for proficiency test - "PBDEs and total bromine in High impact polystyrene (HIPS)", Korea Research Institute of Standards and Science, KRISST PT-BFR01 (2009).
- [2] IEC 61189-2 (International Standard), "Test methods for electrical materials, printed boards and other interconnection structures and assemblies - Part 2: Test methods for materials for interconnection structures", 2nd ed. (2006).
- [3] IEC 62321 (International Standard), "Procedures for the determination of levels of six regulated substances(lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers) in electrotechnical products", International Electrotechnical Commission, 1st ed. (2008).
- [4] EN 14582 (European Standard), "Characterization of waste - Halogen and sulfur content - Oxygen combustion in closed systems and determination methods", European Committee (2007).
- [5] EN 50267 (European Standard), "Common test methods for cables under fire conditions. Tests on gases evolved during combustion of materials from cables. Procedures. Determination of degree of acidity of gases for cables by determination of the weighted average of pH and conductivity", European Committee (1999).
- [6] BSEF, "An introduction to brominated flame retardants, Bromine Science and Environmental Forum, Brussels", Belgium, Oct 19 (2000).
- [7] Laflamme, D. Alternatives to deca-BDE, PBDE. Advisory Committee Meeting. "Division of Environmental Health", PBDE Advisory Committee Meeting, Oct. 25 (2005).
- [8] J. Vehlow, B. Bergfeldt, H. Hunsinger, K. Jay, F.E. Mark, L. Tange, D. Drohmann and H. Fisch, "Recycling of bromine from plastics containing brominated flame retardants in state-of-the-art combustion facilities", Association of Plastics Manufacturers in Europe (APME) (2002).
- [8] M.M. Fisher, F.E. Mark, T. Kingsbury, J. Vehlow and T. Yamawaki, "Energy recovery in the sustainable recycling of plastics from end-of-life electrical and electronic products", IEEE Int. Symposium on Electronics & the Environment (2005).
- [9] I.T. Cousin and A. Palm, "Physical-Chemical properties and estimated environmental fate of brominated and iodinated organic compounds", The Handbook of Environmental Chemistry Vol. 3, Anthropogenic Compounds, Organic bromine and iodine compounds, Springer (2003).
- [10] M. Alaee, P. Arias, A. Sjodin and A. Bergman, "An overview of commercially used brominated flame retardants, their applications, their use patterns in different countries/regions and possible modes of release", Environ. Int. 29 (2003) 683.