

비결면적측정장치와 CCD촬영기를 리용한 물질흡착 및 탈착량측정체계의 개발

조보행, 김영민, 김영복

위대한 수령 김일성동지께서는 다음과 같이 교시하시였다.

《과학자들은 우리 나라의 현실이 요구하는 문제를 연구하여야 하며 우리 인민에게 필요한것을 만들어 내기 위하여 노력하여야 합니다.》(《김일성전집》 제35권 374페이지)

현재 새로운 기능성재료개발을 비롯하여 여러가지 목적에 쓰이는 기체흡착량측정장치들에서는 거의 대부분이 질량변화로 하여 생기는 석영스프링의 길이변화를 광학적 및 기계적으로 측정하고있다.[1, 2] 이것은 현시기 빠른 속도로 발전하는 첨단과학기술에 비추어볼 때 매우 원시적이며 특히 실시간적인 변화를 측정할수 없고 사용자의 주관적인 측정오류를 초래하는 등 많은 결함들을 가지고있다.

우리는 이러한 결함들을 극복하고 객관적이며 정확한 측정결과를 얻기 위하여 이미 있는 기체흡착량측정장치(BET장치)를 리용하여 기체흡착 및 탈착량측정, 비결면적측정을 비롯한 여러가지 실험결과들을 실시간적으로 처리할수 있는 새로운 측정체계를 세웠다.

1. 측정체계의 구성

측정요소로 현재 감시용으로 널리 쓰이는 CCD촬영기를 설치하고 이 촬영기를 컴퓨터와 연결하여 측정결과를 실시간적으로 처리 및 분석할수 있도록 하였다.

물질흡착 및 탈착량측정체계는 비결면적측정장치에 설치된 촬영기와 분석프로그램이 설치된 컴퓨터로 구성되였다. 여기서 촬영기는 비결면적측정장치에 대한 감시결과를 동영상자료로 USB모선을 통하여 컴퓨터에 보내며 컴퓨터에 설치된 기체흡착 및 탈착량측정 감시프로그램은 USB포구로 들어오는 동영상자료에서 일정한 시간간격으로 정지화상을 얻어내고 모양인식기술을 리용하여 정지화상으로부터 비결면적측정장치의 석영스프링의 길이변화를 수값으로 얻어내며 그로부터 표와 그래프 등으로 흡착량 또는 탈착량을 실시간적으로 현시하는 기능을 수행한다.

2. 실험결과 및 해석

측정체계의 눈금새김 개발한 물질흡착 및 탈착량측정체계를 리용하여 비결면적측정장치에서 석영스프링의 길이변화를 실시간적으로 측정하기 위한 기초실험을 하였다.

먼저 석영스프링의 길이변화를 카세토메터로 측정하여 스프링의 감도를 결정하였다.

석영스프링에 편결된 바구니에 0.1mg의 정확도로 평량한 분동들을 올려놓으면서 석영스프링의 길이변화를 카세토메터로 측정하였다. 결과는 표 1과 같다.

표 1. 질량에 따르는 석영스프링의 길이변화

분동의 질량/mg	늘어난 용수길이/mm	Δm /mg	Δl /mm	$(\Delta l / \Delta m) / (\text{mm} \cdot \text{mg}^{-1})$
15.7	1.835	8.1	1.105	0.136
24.8	3.025	9.1	1.190	0.131
33.2	4.250	9.4	1.225	0.130
43.0	5.541	9.8	1.281	0.131
52.9	6.818	9.9	1.287	0.131
62.8	8.110	9.9	1.292	0.130

표 1의 결과로부터 질량증가에 따르는 석영스프링의 길이변화는 식 $Y = 0.125 \ 1X$ 에 따르며(Y 는 길이(mm), X 는 질량(mg)) 측정전구간에 걸쳐 선형성이 잘 보장되었다. 이것은 석영스프링의 감도가 전 구간에서 같다는것을 보여준다.

같은 실험을 하면서 석영스프링의 길이변화를 컴퓨터와 결합된 CCD촬영기에 의하여 결정하였다. 이를 위하여 석영스프링을 설치한 유리관의 외부에 촬영기가 인식할수 있는 고정선(검은색)을 그어주었으며 석영스프링과 바구니를 편결한 유리막대기에 검은색의 표시선(이동선)을 그어주었다. 이때 고정선과 이동선은 시료바구니에 시료를 넣은 상태에서 두 선이 CCD촬영기의 시야에 놓여야 하며 시료의 질량감소 혹은 증가로 하여 이동선이 고정선을 넘지 않도록 하여야 한다.

먼저 시료바구니가 빈 상태에서 촬영기로 고정선과 이동선사이의 길이를 측정한다 다음 20.0mg의 분동을 올려놓고 고정선과 이동선사이의 길이를 측정하였다. 촬영기로 인식한 초기길이와 분동을 올려놓은 다음의 상대적길이차는 100화소였다. 같은 조건에서 늘어난 실제길이를 카세토메터로 측정한데 의하면 2.502mm였다. 이로부터 CCD촬영기를 컴퓨터와 결합한 장치에 의하여 측정하였을 때 20.0mg의 분동에 의하여 늘어난 상대길이값의 단위화소당 질량은 0.20mg이며 실지 늘어난 길이를 수감한 화소값(200화소)으로 나누면 0.025 02mm이다. 즉 CCD촬영기를 컴퓨터와 결합하여 길이를 수감할수 있는 감도는 0.000 01mm로서 카세토메터로 측정할수 있는 감도보다 두자리 더 높다는것을 알수 있다.

질량변화측정 먼저 빈 바구니를 설치하였을 때 고정선과 이동선사이의 거리를 측정한다 다음 25.8mg의 아세톤을 바구니에 넣고 시료바구니가 설치된 외부석영관의 온도를 20℃로 보장하면서 시간에 따르는 고정선과 이동선의 거리변화를 측정하였다. 이때의 감도(0.2mg/1화소)로부터 시간에 따르는 증발률의 변화자료를 얻었다.(표 2)

표 2. 20℃에서 시간에 따르는 아세톤의 증발률변화

시간/s	45	75	105	150	165	240	330	345	450	525	600	615	650
상대길이/화소	133	134	141	149	153	186	251	253	256	259	260	261	261
상대길이이변화량	0	1	8	16	20	53	118	120	123	126	127	128	128
증발량/mg	0	0.2	1.60	3.20	4.00	10.6	23.6	24.0	24.6	25.2	25.4	25.6	25.6
증발률/%	0	0.78	6.25	12.50	15.62	41.40	92.19	93.75	96.09	97.67	98.44	99.22	99.22

표 2에서 보는바와 같이 615s후 99.22%의 아세톤이 증발되었다. 이때 증발량이 25.6mg으로서 처음 평량한 량 25.8mg보다 0.2mg 작은것은 시료를 평량하고 장치에 설치할 때까지 시간사이에 휘발성이 센 아세톤이 증발되었기때문이라고 본다.

맺 는 말

CCD촬영기와 비결면적측정장치를 리용하여 물질의 흡착 및 탈착량측정실험체계를 세웠다. 비결면적측정장치의 석영스프링의 감도는 질량이 0~62.8mg사이에서 일정하다.

개발한 물질흡착 및 탈착량측정체계의 측정정밀도는 1화소당 0.20mg이다.

참 고 문 헌

[1] 김일성종합대학학보(자연과학), 49, 12, 64, 주체92(2003).

[2] 김일성종합대학학보(자연과학), 49, 9, 81, 주체92(2003).

주체104(2015)년 1월 5일 원고접수

Development of Adsorption and Desorption Quantity Measurement System of Materials by using BET Apparatus and CCD Camera

Jo Po Haeng, Kim Yong Min and Kim Yong Bok

We have established the system that can measure adsorption and desorption quantity of materials by using BET apparatus and CCD camera without a cathetometer.

The length change with mass in quartz spring of BET apparatus is 0.13mm/mg and the sensibility of quartz spring is constant in the range of 0~63mg.

The measuring accuracy of the developed system is 0.2mg per pixel.

Key words: BET, adsorption, desorption