

2. 질소 흡착법을 이용한 활성탄의 특성 분석

≡ 태그	
📅 날짜	

0. 목표

1. 이론

활성탄?

활성화의 분류

기체 흡착 이론

흡착 속도

질소 흡탈착

비표면적

등온 흡착 곡선

2. 실험 방법

3. 결과 및 고찰

192293 탁민경

0. 목표

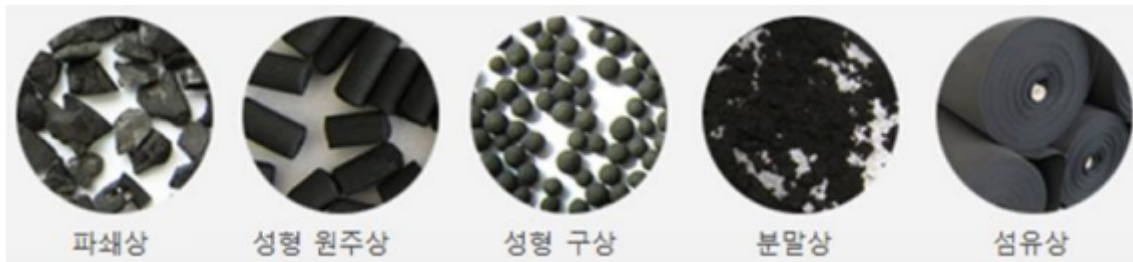
질소 흡착을 수행하여 이 BET 론을 기초로 시판 중인 활성탄의 비 표면적 및 기공 구조를 특성화한다.

1. 이론

활성탄?

- activated carbon
- 목재, 갈탄, 무연탄, 야자 껍질 등을 전구체로 하는 숯을 가스(또는 약품)으로 활성화 시킨 다공성 탄소
- 가연 물질을 약 500°C에서 탄화 한 후, 900°C에서 활성화하여 2nm크기의 세공들이 있는 무정형 탄소의 집합체
- g당 1000m²의 표면적을 가지고 있으며 반데르발스 인력으로 인체에 유해한 각종 유기물을 흡착함

- 숯은 활성탄과 비슷하게 생겼지만 세공이 작고 비표면적이 낮아 활성탄이 아니다.
- 형태에 따른 활성탄의 분류



[전구체]

화학 반응에서 반응에 참여하는 물질

[다공성 탄소]

탄소 소재의 일종으로, 매우 많은 수의 미세한 구멍이 있는 것

[탄화]

유기물이 고온과 저산소 환경에서 열분해되어 탄소로 변화하는 과정
일반적으로 고체 탄소를 생성

[활성화]

탄소 소재에 구멍을 형성하여 표면적을 증가시키는 과정

[세공]

물질 내부의 미세한 구멍.

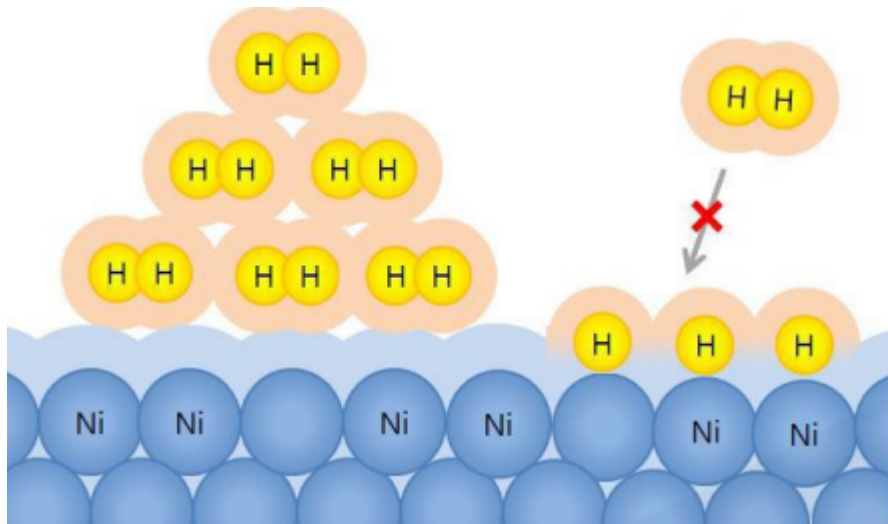
활성화의 분류

- 물리적 활성화
 - 산화성 기체인 수증기, 이산화탄소, 산소 등을 이용하여 탄소를 기화 시키는 방법
- 화학적 활성화
 - 탄소의 활성 점과 활성 가스의 상호작용
 - 세공에서 화학적 반응

기체 흡착 이론

- 흡착 (adsorption)

- 경계면에서 특성 물질의 농도가 증가되는 현상
- 경계면의 종류에 따라 여러 형태의 흡착이 있음.
- 대부분 발열 과정이고, 자발적 반응임.
- 종류
 - 물리 흡착(Physisorption)
 - 반데스발스 힘에 의함
 - 약한 상호작용
 - 항상 가역적
 - multi layer
 - 활성화 에너지가 필요 없음 → 흡착 속도 빠름.
 - 임계 온도 이하의 모든 가스가 붙음.
 - 온도가 높을수록 흡착량이 감소
 - 화학 흡착(Chemisorption)
 - 화학 결합에 의함
 - 강한 상호작용
 - (비)가역적
 - mono layer
 - 활성화 에너지가 필요 → 흡착 속도 느림.
 - 화학 반응성이 있는 가스만 붙음
 - 온도가 높을수록 흡착량이 증가하다가 감소함.



- 흡수 (absorption)
 - 농도의 증가가 경계면 뿐 아니라 물질 내부에 일어나는 현상
- 수착(sorption)
 - 흡착 + 흡수
 - 흡착과 흡수가 동시에 진행되는 현상
- 탈착
 - 경계면에 흡착된 특정한 물질의 농도가 감소하는 현상
 - 특정 물질이 표면에서 기상으로 떨어지는 과정

흡착 속도

- 흡착제 외부 유체 경막 내의 물질 이동 속도 + 입자 내의 확산 속도 + 흡착 점으로의 흡착 속도

질소 흡탈착

- BET
- 입자의 표면적을 정량적으로 측정하여 입자의 비표면적을 포함한 물리화학적 특성을 분석
- 예를 들어 분말 표면에 N_2 를 흡착시켜 흡착된 질소가스의 양을 측정하여 BET식으로 계산하면 표면적을 구할 수 있다.
- BET 식

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C - 1)}{V_m C} \cdot \frac{P}{P_0}$$

[P_0 : 포화증기압력, V_m : 단분자층 용량]

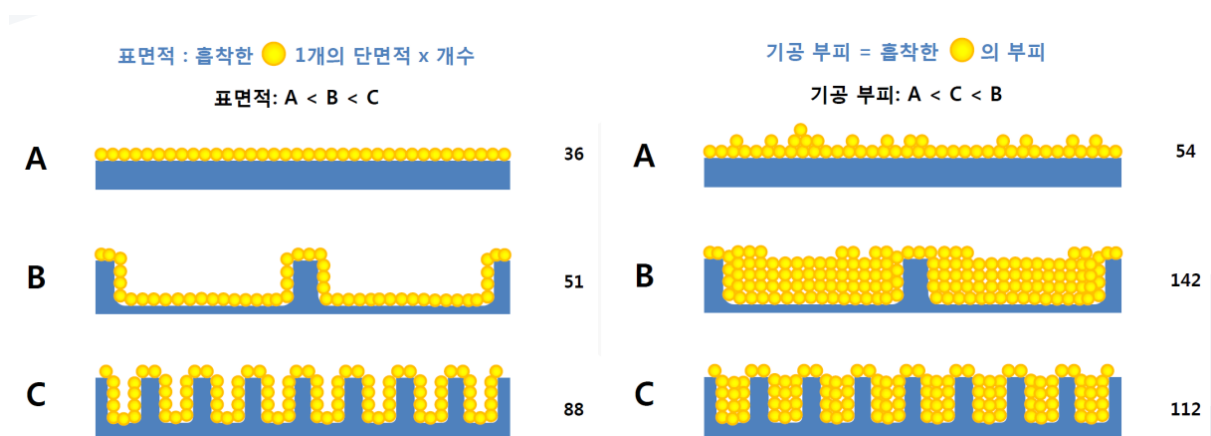
$$C \approx \exp[(\Delta H_L - \Delta H_1)/RT]$$

- 장점
 - 정확하게 측정 가능
 - 비교적 적은 양의 샘플로도 분석 가능
 - 다양한 산업 분야에서 제품의 품질 향상 & 공정 개선을 위한 기초 자료로 사용
- 단점
 - 흡착하는 과정에서 실험 조건의 변화나 오차 등으로 인해 측정 결과가 바뀔 수 있음
 - 입자의 형태나 분산 형태에 따라서 영향을 받음
 - 다양한 입자 형태에 대한 적용 범위가 제한적

비표면적

비표면적 = 분자 1개의 단면적 * 흡착한 분자의 개수

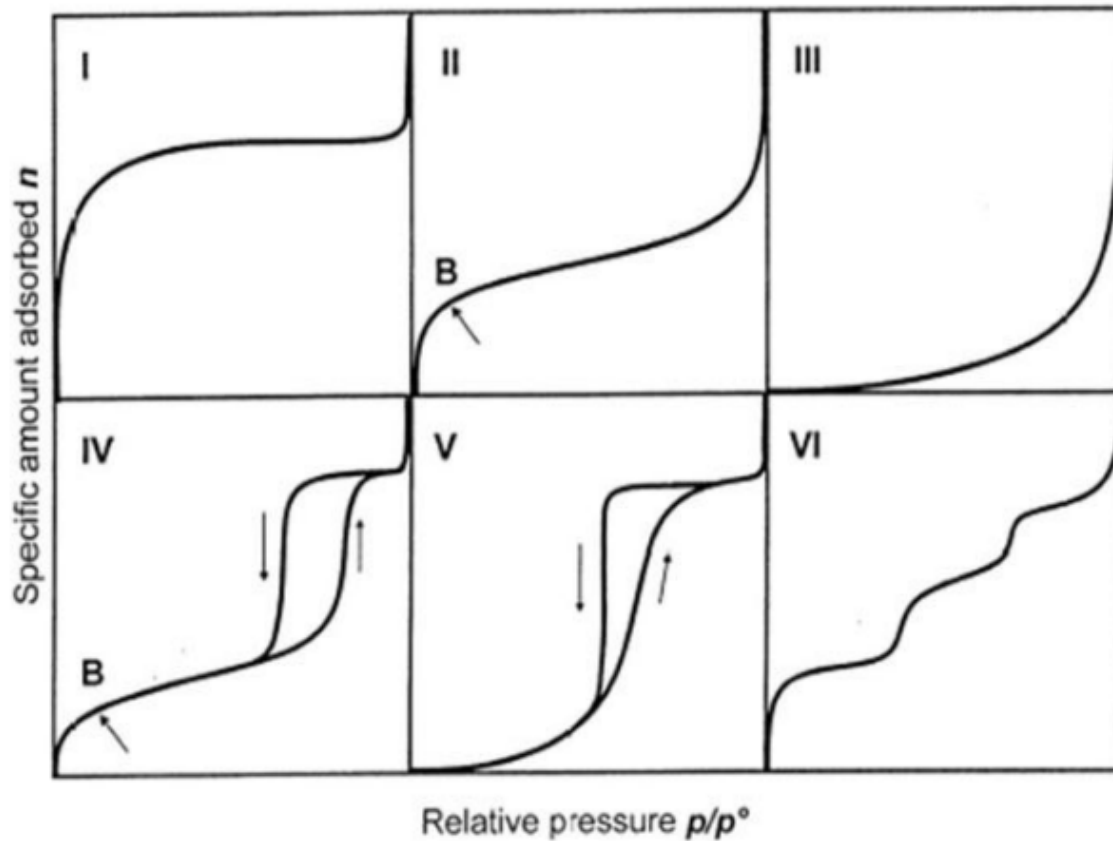
- 표면적 ≠ 기공 부피



등온 흡착 곡선

- 흡착 상태는 기체의 농도, 흡착이 일어나는 온도, 그리고 단위 흡착제 당 흡착량으로 나타낼 수 있다

- 이의 정량적인 표현 방법에는 일정한 온도에서 기체 압력에 대해 흡착량을 나타내는 등온흡착선과 일정한 압력 하에서 온도에 따라 흡착량을 나타내는 등압흡착선이 있다
- 흡착량과 흡착세기를 유추하고 표면적이나 세공크기 분포를 구하는 등 고체 표면의 성질을 결정하는 자료로서 등온흡착선이 많이 사용되고, 흡착 종류를 판단하기 위해서는 등압흡착선이 많이 사용된다.
- 단일 성분의 등온흡착선의 형태는 6가지로 분류된다.
 1. Type I 의 세공구조는 미세기공으로 이루어져 있을 때 나타나는 것으로 고압부에서 x축과 수평한 것을 보인다.
 2. Type2는 무기공 고체에서 나타나는 것으로 표면적을 계산하기 쉽기 때문에 표준샘플로 쓰일 수 있다.
 3. Type III 는 무기공과 대기공이 섞여 있을 경우 나타난다.
 4. TypeIV는 중기공에서 주로 나타나는데 다른 모델과는 달리 흡 탈착 시 이력현상이 특징이다
 5. Type V 는 중기공 또는 미세기공의 고체에서 약한 흡착력을 나타낼 때 나타난다
 6. Type 6은 특별한 경우이기는 하지만 계단식 형태이다.

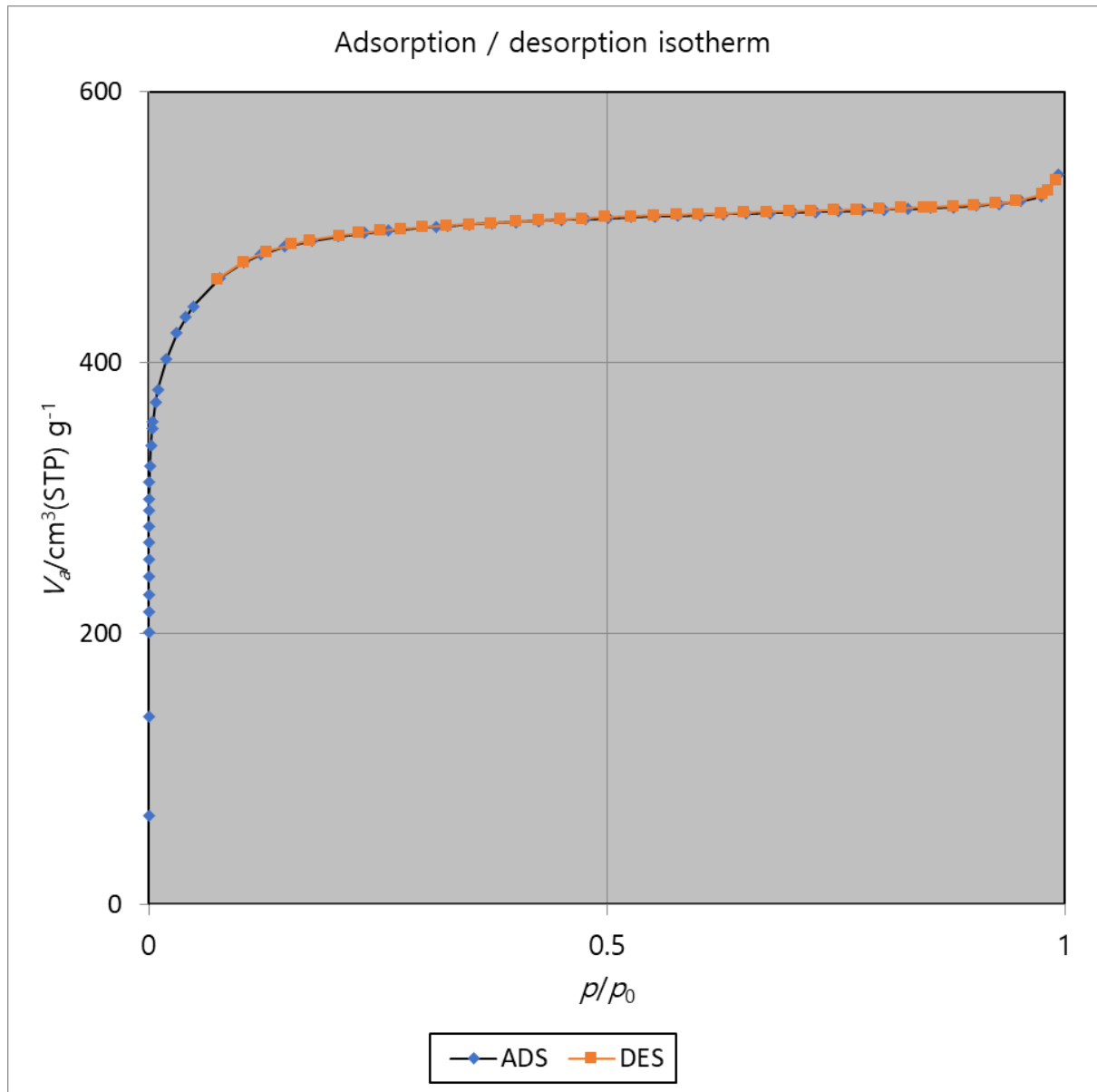


2. 실험 방법

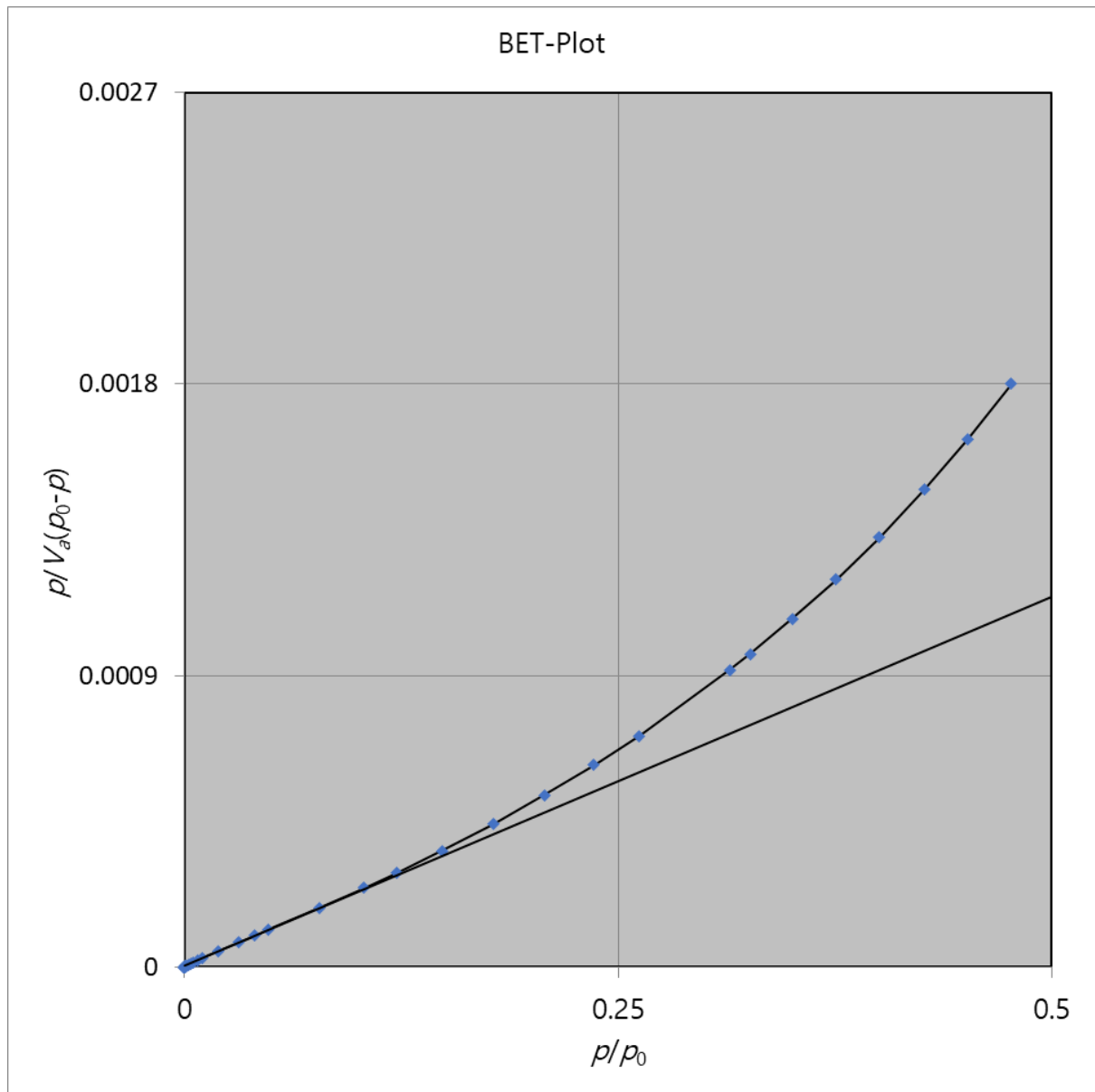
1. 빈 Sample Tube (Tube, Dead Volume Reduce Stic , Sample Cell filter) 의 질량을 기록 한다
2. Sample 의 질량을 측정 후 기록한다
3. Sample 을 Sample Tube 에 넣는다
4. Sample Tube를 Degas Port에 장착한 후 전처리를 한다
5. 전처리가 완료되면 Degas Port에서 Sample Tube를 분리하여 무게를 측정한다 (True Sample의 질량을 기록한다.)
6. BELSORP-max의 Measurement Program에서 Parameter를 작성 후 Start 를 누른다.
→ 실험 방법 4를 참조한다
7. 프로그램에 나타나는 명령에 따라 Sample Tube에 Dead Volume Reduce Stick과 필터를 끼운 후
Analysis Port 에 장착한다 . 액체 질소를 Dewar에 채운다
8. OK 를 클릭하여 분석을 진행한다

3. 결과 및 고찰

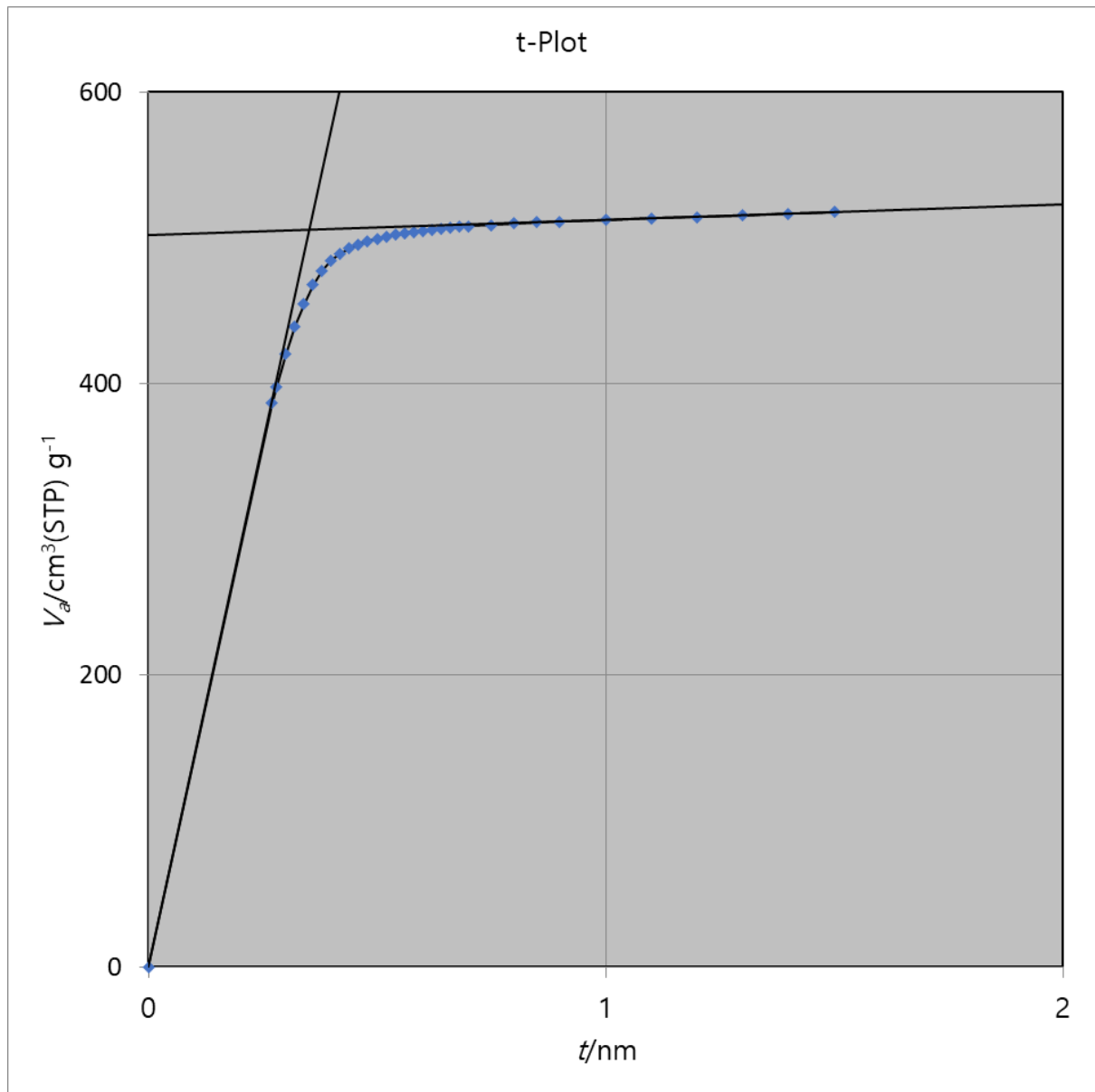
- 흡착 등은
→ 상대 압력이 올라갈 때 일정 구간에서 흡착력이 그대로였다가 증가했다.



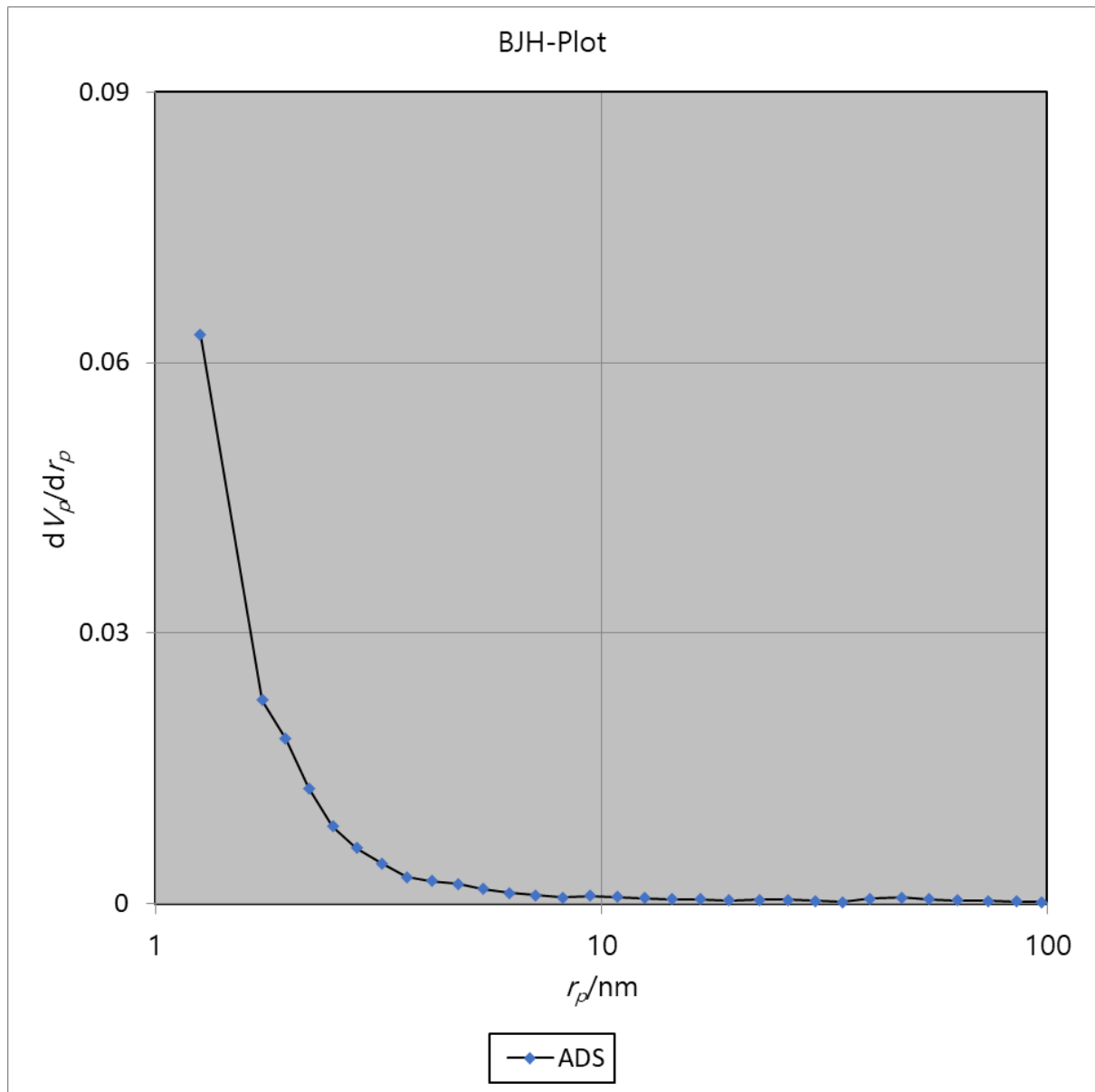
- BET plot



- t plot



- BJH plot



- 기공구조 파라미터

BET plot			t-plot			
Total	Total	Mean pore	Mesopore	Micropore	Micropore	Mesopore
Specific surface area	pore volume	Diameter	Surface area	Volume	surface area	Volume
($S_{total}, m^2/g$)	($V_{total}, cm^3/g$)	(nm)	($S_{meso}, m^2/g$)	($V_{mic}, cm^3/g$)	($S_{mic}, m^2/g$)	($V_{meso}, cm^3/g$)
1906.8	0.8285	1.738	16.371	0.7781	1890.4289	0.0504