

야자각탄의 활성화와 n-butane 흡착특성

김인기, 오한준

한서대학교 재료공학과, 서산, 352-820

Activation and n-butane adsorption characteristics of palm char

In-Ki Kim and Han-Jun Oh

Department of Material Science & Engineering, Seosan 352-820, Korea

요 약 야자각탄으로부터 수증법을 이용하여 활성화탄을 제조하였다. 활성화 온도와 시간, 수증기의 농도와 양이 n-butane 흡착특성에 미치는 영향을 비표면적, 기공분석, n-butane 흡착량을 측정함으로써 분석하였다. 900°C 이하에서 활성화한 경우 온도와 시간이 증가하거나 수증기의 농도와 양이 많을수록 n-butane 흡착량은 증가하였으나 950°C에 이르면 이러한 경향은 나타나지 않았다. 900°C, 185분간 활성화한 시료는 비표면적 978 m²/g, 평균기공 크기 9.3 Å, n-butane 흡착량이 5.9 g/100 ml 이었다.

Abstract Activated carbons were prepared from palm chars by steam activation. The effect of the activation temperature and time, steam concentration and flux on the n-butane adsorption properties were investigated on the basis of surface area, pore analysis and n-butane adsorption. The amount of n-butane adsorption increased with steam concentration and steam flux at higher activation temperature to the 900°C, however this tendency on the activated carbons were not observed at the temperature above 900°C. It was shown that surface area was 978 m²/g, average pore size was 9.3 Å and n-butane adsorption was 5.9 g/100 ml in the activated carbons, prepared at 900°C, 185 minutes.

1. 서 론

활성탄은 나무나 석탄, 식물열매껍질 등을 불완전 연소시켜 얻은 탄화체를 적당한 조건에서 활성화 시킴으로서 조직 내부에 다량의 미세기공을 만들어 놓은 것이다. 이 기공들의 크기와 형상은 매우 다양하게 나타나는데 출발원료와 활성화 조건에 따라 크게 좌우된다. 수 Å~수십 Å의 기공들이 많이 존재하기 때문에 여러 물질에 대해 뛰어난 흡착능력을 지니고 있어서 수질오염 개선, 가스흡착이나 정제 약품회수 및 정제 촉매등 매우 폭넓게 쓰이고 있다[1].

탄화수소 계열의 가스에 대해서도 흡착능력이 뛰어나 헥산, 벤젠, 톨루엔, 부탄, 페놀 등 많은 종류의 유기가스의 포집이나 정제, 제거에 사용되고 있다[1]. 특히 n-butane의 경우는 자체의 포집도 중요하지만 활성탄에 대한 가솔린의 흡착능력을 간접적으로 알아보는 지표가 되기 때문에 이의 흡착특성은 중요한 의미를 가진다.

현재 자동차의 연료통과 기화기 그리고 자동차 주유시 다량의 가솔린이 대기로 증발하게 되는데 이들 성분의 상당부분이 인체에 유해한 방향족 화합물이면서 대기 중에서 광화학스모그 현상을 일으키는 성분들이어서 억제할 필요가 있다. 가솔린은 활성탄에 대하여 흡착하려는 성질을 가지고 있기 때문에 증발 중인 가솔린을 활성탄층에 통과시킴으로서 대기로의 방출을 간단히 억제할 수 있다[2-4]. 가솔린 증발방지에 사용되는 활성탄의 제조 조건과 특성에 대해서는 국내외적으로 거의 알려져 있지 않지만 우선적으로 가솔린 흡착-탈착의 가역과정이 우수해야 함과 동시에 그 양이 많아야 한다. 이러한 특성을 구비하기 위해서는 일반 기상용 활성탄의 제조 조건과는 달리 정밀한 제어를 필요

로 하는 프로세스가 요망된다.

따라서 본 연구에서는 가솔린 증발방지용 활성탄을 제조하기 위하여 출발원료인 야자각탄을 수증기법으로 활성화 시켰고 n-butane 흡착특성에 영향을 미치는 수증기 농도와 유량, 활성화 온도와 시간을 변화시켜 가면서 burn off, 기공분석, n-butane 흡착량 등을 조사하였다.

2. 실험

2.1. 야자각탄

본 연구에서 사용한 출발원료인 야자각탄은 국내 활성탄 제조업체인 S사에서 활성탄 제조에 사용되고 있는 제품이다. Fig. 1은 야자각탄의 전자현미경 관찰 사진이다. 사진으로부터 물관등 식물의 섬유조직들이 탄화하면서 남긴 여러 가지 모양의 잔재들을 볼 수 있었다. 이러한 조직은 탄화시 다량의 미세기공을 생성시켜 주게 된다.

Table 1은 야자각탄의 성분 분석결과이다. 회분은 2.6 %였고 탄소함량이 80 %에 이르고 있다. C/H비가 낮은 편이어서 탄화가 많



Fig. 1. Scanning electron micrograph of palm chars.

Table 1
Element analysis of palm chars

	Ash	C	H	N	S
Palm chars	2.6	80.46	3.39	1.75	0.13

이 진행되지 않은 것임을 알 수 있었다. 이러한 사실은 Fig. 2의 DSC 분석결과에 의해서 확인되었는데 약 300°C 부근에서 날카로운 발열피크가 나타났다가 완만히 사라지고 있다. 이러한 점으로부터 야자각탄의 탄화온도가 300°C 부근에서 그리 길지 않은 시간에 걸쳐 일어났음을 알 수 있었다.

2.2. 야자각탄의 활성화

Fig. 3은 본 연구에서 활성화를 위하여 제작, 사용한 관상로의 개략도이다. 관상로에 사용된 tube는 고온과 열충격에 강한 석영관을 사용하였다. 활성화를 시작하기 전 캐리어 가스인 질소가스를 석영관에 주입하면서 활성화 온도에 도달할 때까지 가열하였다. 실험온도에 이르면 출발원료인 야자각탄을 약 50 mesh의 스테인레스 철망으로 만든 원통형 시료통에 일정량을 넣은 후 미량펌프로부터 증류수를 수증기 발생장치로 이송시켰다. 발생된 수증기는 별도로 공급되는 질소

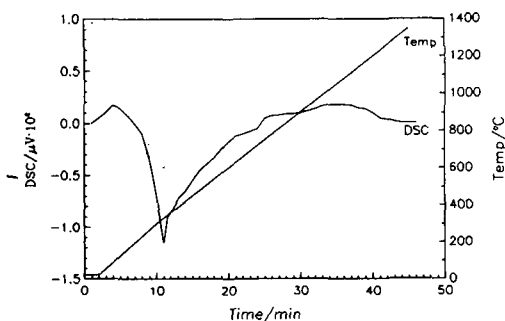


Fig. 2. DSC analysis of palm chars.

가스와 함께 450°C에서 미리 가열된 혼합장치를 거쳐 활성화 반응로에 공급시켰다. 캐리어 가스인 질소의 순도는 99.9 %였고, steam의 농도는 25~75 vol%, 혼합가스의 유량은 1~3 l/min의 범위에서 실행하였다. 활성화 온도와 시간은 각각 800~950°C, 10~250분으로 하여 여러 가지 종류의 활성탄을 제조하였다.

2.3. n-butane 흡착

Fig. 4는 캐니스터용 활성탄의 가장 중요한 특성인 n-butane 가스의 흡착을 위하여 제작된 장치의 모식도이다. 본 실험에 사용된 n-butane 가스는 일본산으로 순도가 99.9 %인 것을 사용하였다.

흡착장치는 흡착과 탈착을 위하여 n-butane 가스공급 장치와 air 가스공급 장치, 그리고 흡착조로 구성되었으며 이들 가스를 흡착튜브 내로 공급하기 전에 수분을 제거하기

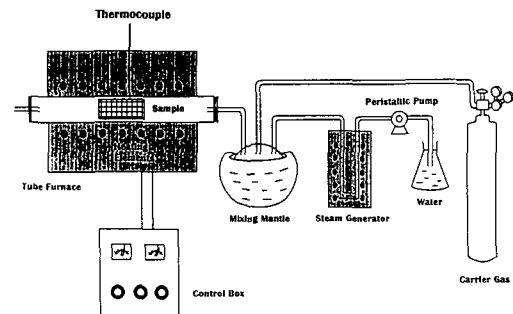


Fig. 3. Schematic diagram of activation apparatus.

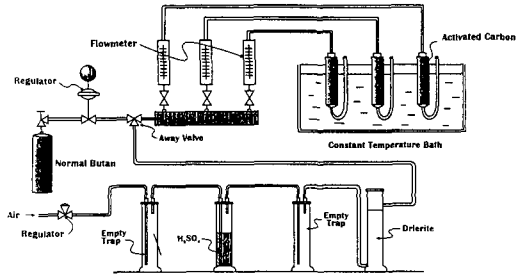


Fig. 4. Schematic diagram of n-butane adsorption apparatus.

위하여 황산과 실리카겔을 통과하도록 하였다. 흡착조건을 일정하게 하기 위하여 25°C의 항온조를 사용하였다. n-butane의 흡착량은 중량변화를 측정함으로써 구해지는데 최초로 흡착된 양을 포화흡착량, air 가스공급 후에도 탈착되지 않고 남아있는 양을 잔여흡착량, 그리고 이들간의 차를 유효흡착량이라고 하였고 다음의 식에 의해 흡착량을 결정하였다. 흡착시 n-butane의 유량은 105 ml/min으로 하였고 탈착시에는 air의 유량은 230 ml/min이었고 유지시간을 20분으로 하였다.

$$W_E = \frac{M_1 - M_2}{V} \times 100$$

- W_E : 유효흡착량 (g/19.3 ml)
- M_1 : 흡착후의 시료중량 (g)
- M_2 : 탈착후의 시료중량 (g)
- V : 시료의 충전용량 (ml).

2.4. 등온흡착곡선, 비표면적, 미세공부피의 측정

BET 비표면적 측정장치(Quantchrome absorb2)에서 질소를 이용하여 등온흡착곡선을 얻었다. 활성화 처리된 시료를 0.2~0.4 g 취하여 250°C에서 6시간 이상 탈기시키고 압력을 10⁻⁶ torr로 떨어뜨린 후 질소를 소량

씩 공급하면서 상대 압력에 대한 흡착량을 구하였다. 한편 비표면적은 77 K에서의 질소등온흡착곡선으로부터 BET식을 이용하여 구하였고 미세공부피는 등온흡착곡선에 t-method 등을 이용하여 구하였다.

2.5. Burn off

Burn off(%)는 활성화 전 시료의 무게에 대한 활성화 후의 감소된 무게의 백분율 비를 나타내는 것으로 활성화 전의 105°C 건조기에서 24시간 이상 건조한 후에 시료의 무게를 측정하고 활성화 후 데시케이터에서 상온까지 냉각한 후 측정된 무게를 빼서 구하였다.

$$\text{Burn off (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100$$

- W_1 : 활성화 전 시료의 무게 (g)
- W_2 : 활성화 후 시료의 무게 (g).

3. 결과 및 고찰

3.1. 활성화에 따른 burn off 특성

일반적으로 활성화는 경제성과 취급의 용이성으로 보통 수증기를 통하여 이루어지고 있다. 수증기와 탄소와의 산화반응은 산소와 탄소의 반응과는 달리 흡열반응이다. 따라서 활성화 과정은 활성화 온도와 시간에 따라 민감하게 영향을 받게 된다. 또한 유입되는 H₂O의 양과 속도, 그리고 산화반응에 의해 생성된 CO 등의 gas 이탈속도에 영향을 받게 된다[5]. Table 2는 수증기의 농도와 유량(flux)이 burn off가 어떠한 영향을 미치는가에 대한 실험 결과이다. Table 2에서 알 수 있듯이 수증기의 유량을 2 l/min으로

Table 2

Burn off of the activated carbons from palm chars with steam concentration and flux

Activation at 950°C, 90 min	Steam concentration (vol%)	Flux (ℓ/min)	Burn off (%)
Steam concentration	25	2	46.1
	50	2	70.6
	75	2	75.4
Steam flux	50	1	49.3
	50	2	70.6
	50	3	71.4

고정한 후 수증기의 농도를 25, 50, 75 %로 변화시켰을 때 burn off는 각각 46.1, 70.6, 75.4 %로 얻어졌고 수증기의 농도가 50 % 이상에서의 burn off는 완만한 증가를 나타내었다.

한편 수증기의 농도를 50 %로 일정하게 유지하고서 유량을 1, 2, 3 ℓ/min으로 변화시켰을 때의 burn off는 각각 49.3 %, 70.6 %, 71.4 %로 얻어져 2 ℓ/min 이상에서는 거의 일정한 결과를 얻었다. 따라서 이하의 실험에서도 수증기의 농도나 유량에 크게 영향을 받지 않는 수증기 농도 50 %, 유량 2 ℓ/min의 조건에서 이하의 실험을 진행하였다.

Fig. 5는 야자각탄의 활성화 온도와 시간에 따라 얻은 burn off 자료이다. 활성화 초기에는 burn off율이 급격히 증가하다가 시간이 길어짐에 따라 서서히 완만해지는 것을 볼 수 있다. 또한 활성화 온도가 높을수록 burn off가 증가하고 있는데 활성화 시간 50분을 기준으로 할 때 800, 850, 900, 950°C에서의 burn off율은 40, 42, 57, 63 %이었고 고온일수록 산화반응이 빠른 속도로 진행되고 있는 것을 알 수 있었다.

활성화 초기에 급격한 증량감소를 보이는

것은 잔류하고 있던 유기물의 분해가 그 원인이라고 생각된다. 즉 Fig. 2의 DSC 분석결과에서도 보여지듯이 200°C 이하의 낮은 온도에서 열처리되어 출발원료는 탄화가 완전히 이루어지지 않아 많은 양의 유기물들이

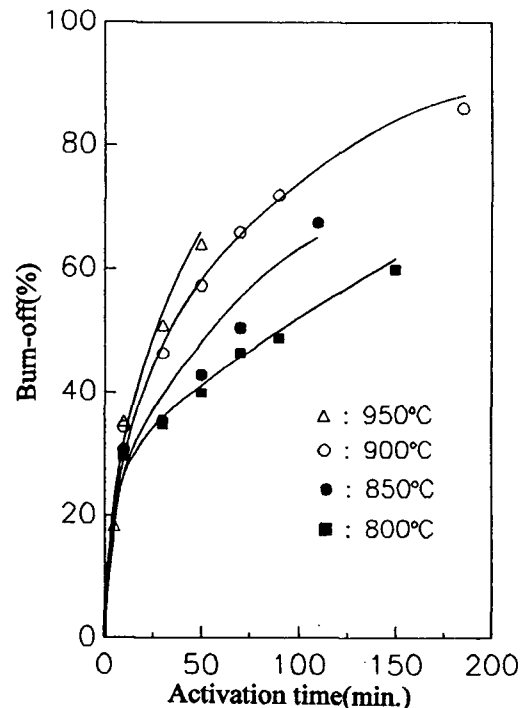


Fig. 5. Burn off of palm chars with activation time.

남아 있다가 활성화 온도인 고온에 이르게 되면 일시에 분해되어 이탈하기 때문에 판단된다. 실제로 활성화시 수 분 이내에 유기물 연소시 볼 수 있는 많은 양의 가스가 방출되는 것을 관찰할 수 있었다.

3.2. 등온흡착곡선

여러 가지 활성화 조건으로부터 얻은 각 활성탄의 기공의 특성을 분석하기 위하여 질소에 대하여 상대압력을 0.05~1.00까지 변화시키면서 질소흡착등온곡선을 얻었는데 이 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 그림에 나타난 등온흡착곡선의 모양을 볼 때 야자각탄계 활성탄의 등온흡착곡선들은 Type I에 해당한다 [6]. 그림에서처럼 등온흡착곡선에서 낮은 압력부분은 미세공채움(micropore filling)을 나타내며 고압 부분에서는 중기공(mesopore),

대기공(macropore) 및 흡착제 외부 표면에서 일어나는 다분자층 흡착(multilayer adsorption)에 관계된다고 알려져 있다[7].

Fig. 6은 야자각탄을 각 온도에서 50분간 활성화시킨 후 얻은 결과이다. 800℃와 850℃에서 활성화된 야자각탄의 질소흡착량은 서로 비슷하나 온도가 증가함에 따라 변화폭이 상당히 커지고 있다. 이는 앞서 Fig. 5의 활성화 온도의 증가에 따라 burn off율이 크게 증가하는 것과 잘 일치하고 있다. 또한 그림으로부터 900℃에서 활성화 시간을 185분으로 늘렸을 경우 질소흡착량이 큰 폭으로 증가하는 것을 볼 수 있다. 흡착에 관계된 기공은 온도뿐만 아니라 활성화 시간을 늘림으로서 크게 증가시킬 수 있다는 것을 알 수 있다. 한편 활성화 온도를 올리거나 활성화 시간을 늘리면 등온흡착곡선의 저압부분이 깊어지고 고압부분의 기울기가 커지면서 질소흡착량이 커지는 것을 볼 수 있다. Everett와 Powl[8]에 의하면 낮은 상대압력에서 많은 흡착량을 나타내는 것은 미세공 사이에 potential fields가 중첩되어 미세공 벽과 질소분자 간의 상호작용에너지가 커지기 때문이다. 따라서 저압부분에 의한 흡착은 미세공에 의한 흡착으로 해석되므로 수증기에 의하여 형성되는 많은 양의 기공들은 미세공들임에 기인한 것이고 고압부분에서 알 수 있듯이 얼마간의 중기공들이 함께 형성되기 시작한다는 것을 알 수 있었다.

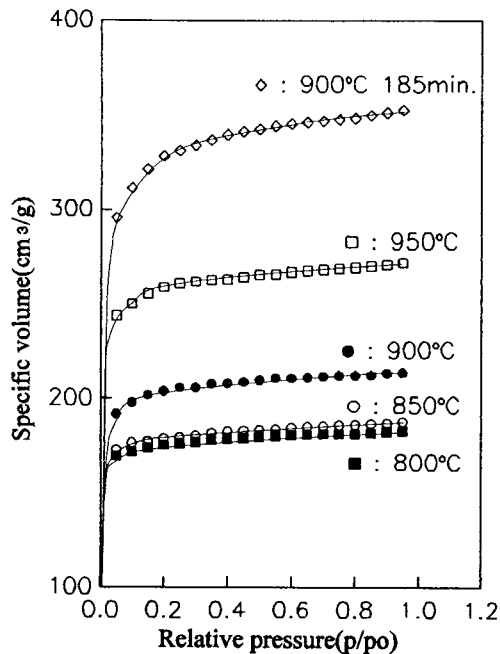


Fig. 6. Adsorption isotherms of nitrogen at 77 K on the activated carbons from palm chars.

3.3. 비표면적, 총세공부피, 평균세공크기

Table 3은 여러 가지 조건에서 제조된 활성탄들의 비표면적, 총세공부피, 평균미세공크기들을 측정된 결과를 나타낸 것이다. 미세공 부피를 측정하는 데는 보통 DR식[9]을 많이 사용하지만 선형의 DR-plot[10]으로부

Table 3
Adsorption characteristics for palm chars

Activation temperature (50 min)	Multi-point BET (m ² /g)	Langmuir surface area (m ² /g)	Total pore volume (cc/g)	Average pore size (Å)
as received	1	2	0.002	27.8
800°C	510	804	0.27	10.5
850°C	516	822	0.27	10.5
900°C	756	1194	0.39	10.3
900°C(185 min)	978	1561	0.48	9.9
950°C	691	1098	0.36	10.4

터 몇 가지의 편차가 발생한다. 이러한 편차는 다분자층 흡착이나 중기공의 존재 때문으로 알려져 있다[11]. 그러므로 미세공 부피를 정확히 평가하기가 곤란하다. 그래서 측정하고자 하는 물질의 등온흡착곡선과 non-porous 고체의 표준등온흡착곡선을 비교하는 t-method[12,13]가 많이 사용된다. 이 방법에 의하여 구한 시료의 총기공용적과 BET 비표면적은 multi point 법에 의해 얻어진 결과와 거의 일치하였다.

Table 3에 나타낸 총기공용적은 선형의 BET영역이 나타내는 0.1이하의 상대압력, 8 Å 이하의 미세공에 의한 값이다. t-method에 의해 구한 전체 미세공용적과 비교해 볼 때 큰 차이는 없었고 활성탄에 존재하는 대부분의 미세공 크기는 8Å 이하임을 알 수 있었다. Table 3에 요약된 야자각탄계 활성탄의 총기공용적은 온도에 따라서 다소 완만하게 증가하고 있는 반면 평균기공크기는 비슷한 양상으로 감소하고 있다. 총기공용적과 평균기공크기 값을 활성화 시간과 온도에 대하여 비교해 보면 활성화 온도변화보다 활성화 시간에 의해 그 특성이 보다 좌우되는 것으로 보여진다. 야자각탄계의 900°C 185min의 시료에서 나타난 것처럼 활성화 시간이

길어지면 평균기공 크기가 더욱 작아지고 있는 것이 흥미롭다. Ermolenko등[14]에 따르면 활성탄의 제조온도가 600~900°C에서는 micropore와 mesopore가 잘 발달되며 1000°C 이상에서 제조한 경우는 micropore가 균일하게 잘 발달한다고 한다. 즉 고온에서의 활성화일수록 미세공 크기가 작은 균일한 미세공들을 얻을 수 있다. 본 연구의 결과에서는 활성화 온도가 올라감에 따라 평균기공 크기가 작아지는 것을 볼 수 있으나 900°C를 넘어서면 오히려 평균기공크기가 증가하는 결과가 얻어졌다. Ermolenko등의 결과와 달리 950°C에 이르면 평균기공크기가 상당히 커지고 총미세공용적은 줄어들었다. 따라서 미세공을 잘 발달시켜 미세공용적을 증가시키기 위해서는 900°C에서의 활성화가 유리하다는 것을 알 수 있었다.

한편 Table 3의 야자각탄의 활성화 온도에 따른 비표면적의 변화를 보면 활성화 처리를 하지 않은 출발시료에서의 비표면적은 1 m²/g이었으나 활성화가 시작되면서 비표면적이 급격히 증가하여 800°C에서의 비표면적이 510 m²/g로 크게 얻어졌다. 이후 활성화 온도가 높을수록 비표면적이 증가하는 결과가 얻어졌는데 900°C에 이르러 756 m²/g로

최대치를 나타내다가 1000℃에서 오히려 감소하는 결과가 얻어졌다. 이는 앞서 얻어진 미세공용적과 크기 변화와 비슷한 결과이다. 즉 900℃를 넘어서면서 활성화는 미세공들을 증가시키기보다 미세공들을 중기공 형태로 발달시키게 되어 총미세공용적은 오히려 감소하고 따라서 비표면적이 작게 측정된 것으로 판단된다.

활성화 온도 뿐만 아니라 활성화 시간도 활성화에 영향을 미치게 되는데 비표면적이 가장 우수하게 나타난 900℃에서 활성화 시간을 50분에서 185분으로 늘렸을 경우 비표면적이 978 m²/g로 약 30%가 증가하였다. 즉 활성화 시간은 미세공들을 중기공 형태로 크게 하기보다 그 수를 늘리는데 보다 큰 영향을 주는 것으로 판단된다.

3.4. n-butane 흡착특성

n-butane은 C₄H₁₀로 표시되는 알칸계 탄화수소 화합물로서 사슬형 구조를 가지고 있다. n-butane의 활성화탄에 대한 흡착특성은 가솔린의 흡착특성과 유사하여 이를 대신하여 쓰이고 있다. n-butane 분자의 최단면에서의 크기는 4.9 Å으로 알려져 있는데[15] 사슬형 구조인 점을 고려하여 그 크기를 계산해 보면 약 6.8 Å의 길이와 2.2 Å의 폭을 가지는데 이러한 기하학적인 구조로 말미암아 흡착체인 탄소체의 기공구조와 분포가 어떻게 구성되어 있는가에 따라 흡착특성이 크게 좌우될 것으로 생각된다.

일반적으로 활성화 가스 중의 수증기 농도와 유량에 따라 기공의 양상이 달라진다고 알려져 있다. Table 4와 Table 5는 여러 가지 수증기 농도와 유량의 조건하에서 900℃, 90분간 활성화한 시료들의 n-butane 흡착특성을 나타낸 것이다. Table 4에서 수증기 농

Table 4

n-Butane adsorption of the activated carbons from palm chars with steam concentration

Activation condition (°C, min)	Steam concentration (%)	Saturated adsorption (g/19.3 mℓ)	Residual adsorption (g/19.3 mℓ)	Effective adsorption (g/19.3 mℓ)	Effective adsorption (%)
900°C	25	1.436	0.989	0.448	31.2
90 min	50	1.776	1.159	0.617	34.7
	75	1.843	1.055	0.789	42.8

Table 5

n-Butane adsorption of the activated carbons from palm chars with steam flux

Activation condition (°C, min)	Steam flow rate (ℓ/min)	Saturated adsorption (g/19.3 mℓ)	Residual adsorption (g/19.3 mℓ)	Effective adsorption (g/19.3 mℓ)	Effective adsorption (%)
900°C	1	1.534	1.018	0.517	33.7
90 min	2	1.776	1.159	0.617	34.7
	3	1.816	1.077	0.740	40.7

도를 25 %에서 75 %로 증가시킴에 따라 n-butane의 유효흡착율(유효흡착량/포화흡착량)은 31.2 %에서 42.8 %로 증가하였다. 농도가 커질수록 유효흡착율이 증가하면서 상대적으로 잔여흡착율(잔여흡착량/포화흡착량)이 감소하고 있다. 여기서 잔여흡착량은 탈착과정을 거친 후에도 활성탄 내에서 강력한 인력에 의하여 빠져나오지 못하는 n-butane의 잔류량을 말한다. 이러한 잔여흡착량이 줄고 있다는 것은 n-butane과 활성탄 기공과의 상호작용인 인력이 감소하고 있다고 볼 수 있는데 이는 기공의 크기가 점차 커지고 있기 때문으로 생각할 수 있다. 이러한 경향은 Table 5의 질소와 수증기 혼합가스의 유량변화에 따른 n-butane 흡착특성 분석결과에서도 나타나고 있다. 유량을 1 l/min에

서 3 l/min로 증가시켰을 때 유효흡착율은 33.7 %에서 40.7 %로 향상되었다. 이는 수증기 농도 변화에 따른 유효흡착을 변화폭과 비교해 보면 비교적 작은 편이어서 n-butane 흡착특성에 수증기 농도변화가 유량변화에 따른 영향보다 더 크다고 할 수 있겠다.

Fig. 7은 각 온도에서 활성화 시간에 따른 야자각탄의 n-butane 흡착량 분석결과이다. 활성화 초기에는 활성화 시간이 증가함에 따라 n-butane 흡착량이 급격히 증가하는데 활성화 온도가 높을수록 그 증가폭이 크게 나타나고 있는 것을 볼 수 있다. 활성화를 900°C에서 185분으로 하였을 때 활성탄 100 ml 당 흡착되는 n-butane의 흡착량은 5.9 g/100 ml에 이르렀다. 그러나 활성화 온도 950°C의 조건에서는 활성화 시간이 약 20분 경과하면서 n-butane 흡착량 증가율이 오히려 크게 감소하는 것을 볼 수 있다. 이처럼 활성화 온도와 시간이 증가함에 따라 n-butane 흡착량이 증가하다가 900°C 이후에서 감소하는 경향은 비표면적과 미세공 분석결과에서 나타난 결과와 일치하고 있다. 즉 비표면적이나 미세공 분석에 이용된 활성탄의 기공들이 n-butane 흡착에 직접적으로 관여한다고 볼 수 있다. 앞서 분석결과에 따르면 이 기공의 평균기공크기는 약 10 Å 전후였으며 비표면적의 대부분은 약 8 Å 이하의 기공들에 의하여 얻어진 값이었다. n-butane의 흡착이 단층흡착에 의하여 이루어진다고 가정한다면 900°C 이하의 활성화 온도에서 생성되는 미세공은 n-butane이 흡착되기에 용이한 8 Å 이하의 미세공이며 950°C의 온도에서 활성화하였을 경우에는 n-butane이 흡착되기에 불리한 기공이므로 흡착량이 감소하였던 것으로 사료된다.

마찬가지로 Table 4와 Table 5의 유효흡착

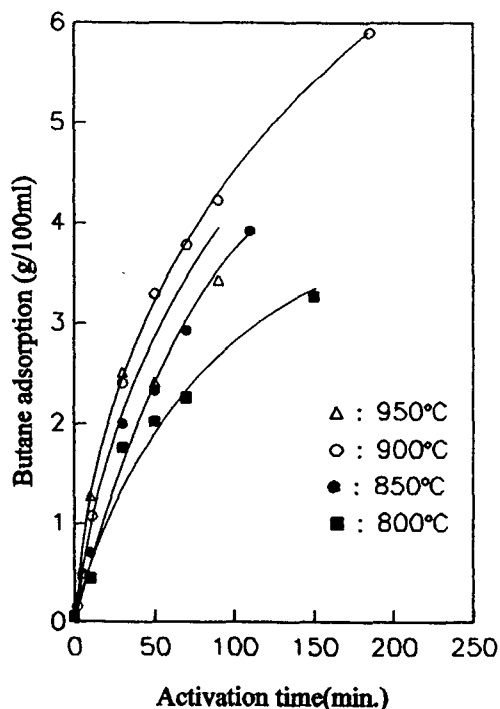


Fig. 7. n-butane adsorption of the activated carbons from palm chars with activation time.

량 또한 동일한 방식으로 설명될 수 있다. 유효흡착율이 증가하고 상대적으로 잔여흡착량이 감소하는 것은 n-butane의 흡착이 잘 일어나는 8 Å 이하의 기공이 잘 형성되었기 때문으로 생각할 수 있다. 수증기 농도와 유량변화에 따른 흡착을 결과에 따르면 수증기의 농도를 변화시킬 때 유효흡착을 변화가 보다 크므로 8 Å 이하의 미세공을 형성시키기 위하여서는 수증기의 농도를 적절히 조절할 필요가 있다는 것을 알 수 있다.

활성화가 진행되면 탄소체의 산화반응에 의하여 미세공이 생성되며 이에 따라 Fig. 5의 결과처럼 중량감소가 일어나게 된다. 본 연구에서 제조된 활성탄의 미세기공들은 그 크기나 분포에 있어서 대체로 좁은 범위에서 존재한다고 볼 수 있기 때문에 얻어진 burn

off와 n-butane 흡착과는 밀접한 관계가 예상된다. Fig. 8은 800~950°C의 온도에서 활성화된 모든 시료들에 대하여 burn off와 n-butane 흡착량과의 관계를 나타낸 그림이다. 활성화 온도나 시간 등의 조건에 관계없이 밀접한 상관관계가 얻어지고 있다. 활성탄의 n-butane 흡착특성이 burn off만의 함수로 간단히 표현되기 때문에 이러한 함수관계는 활성탄 제조시 그 특성제어가 영향을 주는 여러 가지 인자를 하나의 변수로 묶을 수 있다는 점에서 큰 의미가 있다고 하겠다.

4. 결론

수증기법에 의하여 야자각탄으로부터 활성탄을 제조할 때 그 제조조건이 n-butane 흡착특성에 어떠한 영향을 미치는지를 알아보기 위하여 수증기 농도, 유량, 활성화 온도와 시간을 달리하면서 burn off, 비표면적과 기공특성분석, 그리고 n-butane 흡착량을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 수증기의 농도와 유량이 50 %, 2 l/min 이상인 조건에서는 burn off는 70 % 이상을 나타내었지만 큰 변화는 없었다. 수증기의 농도를 25 %에서 75 %로 증가시킬 때 n-butane의 유효흡착율은 31.2 %에서 42.8 %로, 유량을 1 l/min에서 3 l/min로 하였을 때 33.7 %에서 40.7 %로 각각 증가하여 n-butane 흡착에 대하여 수증기의 농도가 보다 영향을 준다는 것을 알 수 있었다.

2) 활성화 온도가 증가할수록 burn off는 빠른 속도로 증가하였고 이에 따라 비표면적과 총세공부피도 늘어났다. 그러나 평균세공 크기가 점점 작아져 미세공이 발달하는 것을 알 수 있었고 생성된 기공의 상당부분이 8Å

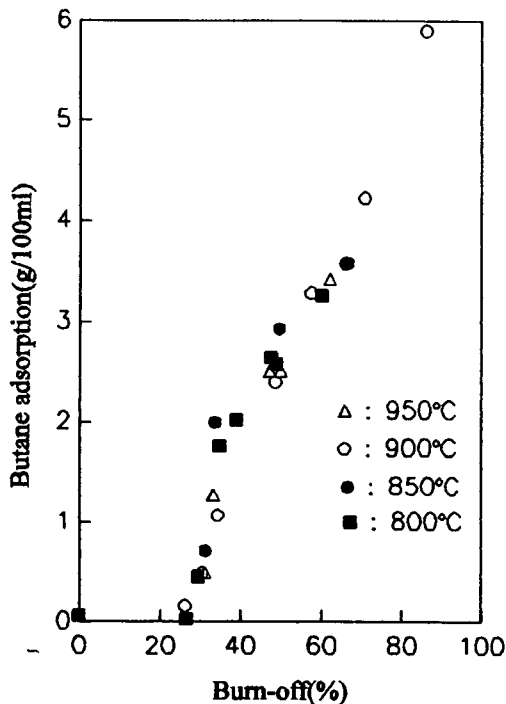


Fig. 8. The relationship of burn off and n-butane adsorption for activated carbons from palm chars with activation time.

이하의 것이었다. 하지만 이러한 경향은 900 °C까지만 유지되었으며 950 °C에서는 오히려 반대의 경향이 보여져서 중기공이 발달하고 있음을 알 수 있었다. 활성화 온도 변화에 따른 이러한 양상은 n-butane 흡착특성에도 동일하게 나타나서 활성탄의 n-butane 흡착 능력은 미세공에 의해 좌우된다는 것을 알 수 있었다.

3) 각 활성화 온도에서 활성화 시간은 burn off에 큰 영향을 주었는데 초기에 급격한 증가를 가져다 주었다. 활성화 시간이 길어지면 각 활성화 온도에 나타나는 burn off, 비표면적, 미세기공, n-butane 흡착 등의 특성들이 보다 강하게 발현되었으며 활성화 온도보다 더 큰 영향을 미쳤다.

4) 가장 우수한 n-butane 흡착특성을 발현 시켜주는 조건은 900 °C 185분에서 얻어졌고, 이 때 n-butane 흡착량은 5.9 g/100 ml, 평균미세공크기 9.3 Å, 비표면적 978 m²/g 으로 나타났다.

감사의 글

본 연구는 1995년도 충남대학교 공과대학 국책사업의 연구지원에 의하여 수행된 연구의 일부이며, 이에 감사를 드립니다.

참 고 문 헌

- [1] 活性炭-基礎と應用, 日本炭素材料學會, (1985) p. 159.
- [2] 石川敏工, 新炭素工業, (1985) p. 376.
- [3] 西田耕之助監修 「消・脱臭技術の進歩と實務」, 總合技術センター, (1991) pp. 417~432.
- [4] 田中榮治, 活性炭の最適設計技術とその應用・實際例, クラレミカル株式會社, (1994) p. 5.
- [5] 活性炭-基礎と應用, 日本炭素材料學會, (1985) p. 84.
- [6] S. Brunauer, L.S. Deming, W.S. Deming, E.J. Teller, Amer. Chem. Soc. 62 (1940) 1723.
- [7] F. Rodriguez-Reinso, J.M. Martin-Martinez, C. Prado-Burguette, B. McEnaney, J. Phys. Chem. 91 (1987) 515.
- [8] D.J. Everett, J.C. Powl, Faraday Trans, I, 72 (1976) 619.
- [9] M.M. Dubinin, Chem. Rev. 60 (1960) 235.
- [10] M.M. Dubinin, Russ., J. Phys. Chem. 39 (1965) 609.
- [11] P.J.M. Carrott, R.A. Roberts, K.S.W. Sing, Carbon 25 (1987) 769.
- [12] B.C. Lippens, J.H. de Boer, J. Catalysis 4 (1965) 319.
- [13] R.A. Friedel, Proceedings of the Fourth Conference on Carbon (Pergamon Press, New York, 1960) p. 321.
- [14] H. Marsh, Introduction to Carbon Science, (Butterworths, UK, 1989) p. 155.
- [15] K. Kinoshita, Carbon (John Wiley & Sons, 1988) p. 39.