Korea Research Institute of Standards and Science

대전광역시 유성구 가정로 267 (우) 34113
Phone 042-868-5555, Fax 042-868-5556

표 준 물 질 인 증 서

CERTIFICATE OF REFERENCE MATERIAL

· **표준물질 품명_CRM Description:** 비표면적 인증표준물질 (산화아연 ZnO)

· **표준물질 고유번호_CRM No.:** 301-03-002 · **일련번호_Serial No.:** 001

· **규격_Specification:** 산화아연 (ZnO)

· **생산기관_Producer:** 한국표준과학연구원, 대전시 유성구 가정로 267

상기 표준물질은 가스 흡착 방식으로 물질의 비표면적을 측정하는 장치의 교정 및 성능테스트에 활용하는 것을 주된 목적으로 함. 또한, 물질의 환경과 건강에 대한 안전성 등을 평가할 때 측정 기준 및 연구 수단을 제공할 수 있음.

인증내용_Description of Certification

- 용도_Intended Use: 가스 흡착 방식으로 분말이나 다공성 고체의 비표면적을 측정하는 장치의 교정 및 성능 테스트에 활용됨.
- 사용방법 및 주의사항_Instructions and Notices: 병은 실험실 환경에서 보관이 가능함. 마개를 열어 물질을 소량 사용한 뒤에는 공기 중에 흩날릴 위험이 있으며 오염을 방지하기 위해 마개를 확실히 잠가 보관해야 함.
- 인증방법_Methods of Certification: 상기 표준물질의 인증값은 한국표준과학연구원의 비표면적 인증표준물 인증절차서(R-301-001-2016)에 의해 인증되었음. 요약하면, 액체질소 온도(77.3 K)에서 표준물질에 흡착되는 질소 가스의 양을 비연속적으로 여러 점에서 측정한 뒤, Brunauer-Emmet-Teller (BET) 모델을 적용하여 비표면적 값을 인증하였음.
- 인증값 및 측정불확도_Certified Values and Measurement Uncertainty: 비표면적 인증값: 13.51 m^2/g, 확장불확도: 0.25 m^2/g (포함인자 k = 2, 신뢰 수준 약 95 %).
- 측정소급성_Metrological Traceability: 물질에 흡착된 질소 가스의 양은 KRISS의 압력, 온도, 부피 측정 표준에 소급되어 측정됨.
- 안정성_Stability: 6 개월의 추적 기간 동안 측정불확도 내에서 인증값에 변화가 없었음. 향후, KRISS에서는 인증값을 지속적으로 추적하여 변화 발생 시 사용자에게 알릴 것임.
- 균질도_Homogeneity: 상기 표준물질의 병간 균질도는 표준편차 0.1 m^2/g 이하임.
- 인증되지 않은 참고용 값 및 기타 정보_Additional Information: 가스 흡착식 비표면적 측정은 물질에 흡착되는 질소 가스량의 측정까지 측정소급성이 유지됨. 따라서 비표면적 값을 구하기 위해서 BET 모델 외에 다른 모델을 사용하거나, 본 BET 모델에 사용된 압력구간 (0.05 〈 p/p_0 〈 0.3)이 달라지면 비표면적 값이 달라질 수 있음 (여기서, p 는 평형압력, p_0 는 포화압력 임).

안전정보_Safety Information: 다음 쪽 상세 정보의 "물질안전보건자료" 참조

인증일자_Date of Certification: 2019. 01. 25. **유효기간_Valid until:** 보급일로부터 10년 (120개월)

- 담당자_Certified by: 이상욱 (서명) 이상욱
  042-868-5275
  sangwook@kriss.re.kr
- 책임자_Approved by: 최병일 (서명)
  042-868-5275
  cib@kriss.re.kr

위 표준물질은 국가표준기본법 제 13조 규정에 의거 국가측정표준에 소급성이 확립된 인증표준물질임을 확인 합니다.
(We acknowledge that the above CRM is certified such that it is traceable to the national measurement standards being held and operated by the Korea Research Institute of Standards and Science in accordance with the provision of Article 13 of the Framework Act on the National Standards.)

2019 년 1 월 25 일

국가측정표준대표기관 National Metrology Institute
한국표준과학연구원장 (인)

대전광역시 유성구 가정로 267 (우) 34113
Phone 042-868-5555, Fax 042-868-5556

인 증 결 과
CERTIFICATION RESULTS

인증값: 본 인증값은 값에 영향을 미칠 수 있는 온도, 압력, 부피와 관련된 모든 요인들에 대해서 한국표준과학연구원에서 보유하고 있는 가장 높은 정확도의 측정 기술을 활용하여 물질에 흡착되는 가스량을 측정한 뒤, BET 모델을 적용하여 비표면적 값을 구한 결과임. 표시된 측정불확도는 확장불확도(포함인자, k = 2)를 의미하며 신뢰 수준은 약 95 % 임.

표 1. 한국표준과학연구원 비표면적 인증표준물질 301-03-001의 인증값 및 측정불확도

비표면적 인증값(1)	측정불확도 (k = 2)
13.51 m^2/g	0.25 m^2/g

(1) 상기 인증값은 충분히 섞은 물질을 100 병에 나누어 담은 뒤, 무작위로 선별된 5 병의 15 회 측정값에 대한 평균임.

인증 과정 요약: 인증 과정은 표2와 같으며 더 자세한 정보는 다음 쪽 상세정보 참조.

표 2. 인증 과정 요약

측정 방법	측정 포인트	비표면적 분석 방법	불확도 요인
비연속적 가스 흡착법	같은 간격으로 7포인트 이상	BET 모델, 분석구간 ($0.05 < p/p_0 < 0.3$)(2)	압력, 온도, 부피, 온도구배, 액체질소온도, BET 모델 피팅, 시료간 편차

(2) p 는 평형압력, p_0 는 포화압력 임.

끝(End of the Results).

KRISS Korea Research Institute of Standards and Science
대전광역시 유성구 가정로 267 (우) 34113
Phone 042-868-5555, Fax 042-868-5556

상 세 정 보
DETAILED INFORMATION

물질 설명: 본 물질은 BASF사에서 제조한 Zinc Oxide ZnO 분말로서 약 10 kg 용기에 들어 있는 물질 중 2.5 kg을 떠내어 충분히 섞은 뒤, 약 25 g 씩 100개의 유리병에 나누어 담은 것임. 그 중 5 병을 무작위로 선별하여 인증값을 구하는 측정에 사용하였음.

물질안전보건자료(MSDS): 물질안전보건자료(MSDS) 별도 첨부 [1]

취급 방법: 본 물질은 분말로서 취급 시에 공기 중에 흩날릴 수 있으니 주의가 필요함. 소량의 시료를 덜어낸 후 병의 마개를 확실히 닫아서 실험실 환경에 보관하는 것을 권장함.

시료의 질량 측정 방법: 공기 중에 노출된 샘플은 노출된 습도에 따라 수분이 흡착되어, 샘플의 질량이 달라질 수 있음. 따라서 샘플을 충분히 탈착시킨 뒤에 측정한 질량을 비표면적 계산에 쓰는 것이 중요함.
시료의 질량은 1 mg 단위까지 읽을 수 있는 교정된 저울을 사용하여 아래와 같은 순서로 진행하였음.
1) 가스의 출입을 막을 수 있는 밸브가 달린 시료셀의 질량을 측정함 (이때의 질량을 m1).
2) 시료를 시료셀 안에 넣고 질량을 측정함 (이때의 질량을 m2)
3) 시료가 담긴 시료셀을 흡착 실험 장치에 장착하고, 아래의 가스 탈착방법에 의해 탈착시킨 뒤 상온으로 식을 때까지 기다린 뒤 질량을 측정함 (이때의 질량을 m3)
4) m3 - m1를 통해 수분이 탈착된 시료의 질량을 구하고, 이를 비표면적 계산에 활용함.
본 측정 과정에서는 샘플을 충분히 탈착시킨 후 질량을 측정한 결과, 탈착 전보다 약 1.3 %의 질량이 감소하는 것을 확인함 (m2 - m3).

가스 탈착 방법: 측정을 시작하기 전에 시료는 반드시 진공상태에서 열을 가하며 탈착과정을 거쳐야 함.
시료의 탈착은 아래와 같은 순서로 진행하였음.
1) 시료를 넣은 시료셀을 흡착 실험 장치에 장착하고, 진공 상태를 유지한다.
2) 압력계의 압력이 0.1 Torr 이하로 떨어지면, 시료셀에 가열장치를 통해 천천히 110 °C까지 올린 뒤, 온도를 유지한다.
3) 완전히 탈착시켜, 압력계의 눈금이 0으로 떨어질 때까지 기다린다.
본 가스 탈착 방법은 충분한 탈착이 될 때까지 수일(2~3일)이 소요됨. 탈착 시간을 줄이기 위해서 온도를 200 °C까지 올려 2 시간 정도 유지하는 방법도 있음.

BET 모델 분석 방법: 비표면적 인증값은 ISO 9277 [2]에 기술된 대로 비연속적 가스흡착법에 의해 구한 결과로, 다른 측정방법을 사용하면 인증값과 다를 수 있음. 분석구간 $0.05 < p/p_0 < 0.3$ 내에서 등간격으로 최소 7개 포인트를 측정하여 BET 분석에 활용하였음 (p 는 평형압력, p_0 는 포화압력 임). BET 모델을 적용한 선형 피팅 그래프의 Y절편은 반드시 양의 값을 가져야 하며, 피팅에 의한 상관계수 (r^2)는 0.999 이상이어야 함. 흡착된 질소분자 1개의 면적은 0.162 nm^{2}을 사용해야 함.

불확도 분석: ISO Guide [3] 에 명시된 방법대로 비표면적 측정값에 영향을 미칠 수 있는 모든 요인에 대해서 불확도 분석을 진행하였음. 압력, 온도, 부피 측정불확도 및 시료셀과 연결된 배관 사이의 온도구배, 대기압에 따라 바뀌는 액체질소의 온도, BET 모델을 이용한 선형 피팅 시 발생할 수 있는 오류를 B-type 불확도로 평가함. 반복 측정에 의한 시료 간 편차는 A-type 불확도로 평가하여 최종 합성불확도를 산출함.

측정 결과: 위에 설명된 실험 절차를 따라 측정된 비표면적 값은 아래 그림 1에 표시되어 있음. 5개의 병에 담긴 시료의 15회 측정한 비표면적 값의 평균은 13.51 m^2/g 이고, 표준편차는 0.09 m^2/g 으로, 평균값을 이 물질의 인증값으로 선정하였음. 15회 측정값 모두 평균값에서 B-Type 불확도 (0.23 m^2/g, k = 2) 이내에 들어오는 것을 확인하였고, 시료 간 편차에 의한 A-Type 불확도 (0.09 m^2/g, k = 2) 와의 합성 불확도는 (0.25 m^2/g, k = 2) 임.

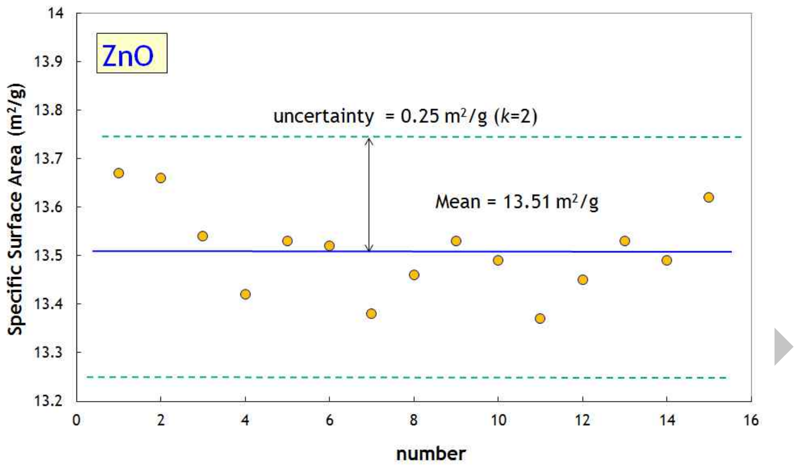

그림 1. 무작위로 선택된 5병에 담긴 시료의 15회 측정한 비표면적 값

기타 정보: 가스 흡착식 비표면적 측정은 물질에 흡착되는 질소 가스량의 측정까지 측정소급성이 유지됨. 따라서 비표면적 값을 구하기 위해서 BET 모델 외에 다른 모델을 사용하거나, 본 BET 모델에 사용된 압력구간 ($0.05 < p/p_0 < 0.3$)이 달라지면 비표면적 값이 달라질 수 있음 (여기서, p 는 평형압력, p_0 는 포화압력 임).

참고문헌

[1] 물질안전보건자료(Material Safety Data Sheet) 산화아연, 한국산업안전공단

[2] ISO 9277:2010; *Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption -- BET method*; International Organization for Standardization: Geneva, Switzerland (2010).

[3] JCGM 100:2008; (ISO GUM 1995 with minor corrections); *Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement.*

끝(End of Document).