

Page 1 / 4 Pages

표 준 물 질 인 증 서

CERTIFICATE OF REFERENCE MATERIAL

· 표준물질 품명 _ CRM Description: 비표면적 인증표준물질

· 표준물질 고유번호 _ CRM No.: 301-03-003

· 일련번호_Serial No.: 001

· 규격_Specification: reduced Graphene Oxide (rGO)

· 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 for Storage and Use: 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_Method(s) 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 Reference Values and Uncertainty: 비표면적 인증값: 629.0 m²/g, 확장불확도: 21.2 m²/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 7.5 m²/g 이하임.
- 기준값 및 추가정보_Reference Values and Additional Information: 가스 흡착식 비표면적 측정은 물질에 흡착되는 질소 가스량의 측정 까지 측정소급성이 유지됨. 따라서 비표면적 값을 구하기 위해서 BET 모델 외에 다른 모델을 사용하거나, 본 BET 모델에 사용된 압력구 간 $(0.05 < p/p_0 < 0.3)$ 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. 12. 01.

유효기간_Valid until: 보급일로부터 10년 (120개월)

• 담당자_Certified by: 이상욱 전명 이 세월 042-868-5194

sangwook@kriss.re.kr

• 책임자_Approved by: 최병일 서명 서울

042-868-5275 cbi@kriss.re.kr

위 표준물질은 국가표준기본법 제13조에 따라 확립된 국가측정표준에 측정소급성이 있음을 확인합니다.

(This is to certify that the above CRM(Certified Reference Material) is traceable to the national measurement standards in accordance with the provision of Article 13 of the Framework Act on the National Standards.)

2019 년 12 월 01 일



Page 2 / 4 Pages

인증결과

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 301-03-003의 인증값 및 측정불확도

비표면적 인증값 ⁽¹⁾	측정불확도 (k = 2)
629 m ² /g	21 m²/g

(1) 상기 인증값은 충분히 섞은 물질을 100 병에 나누어 담은 뒤, 무작위로 선별된 10 병의 51 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, po 는 포화압력 임.

• 유의사항_Notices :

- 본 인증표준물질을 본래의 용도 외의 목적으로 사용하여 법적 문제가 발생할 경우, 한국표준과학연구원은 책임을 지지 않습니다.
 - (KRISS accepts no legal liability if this CRM is used for an purpose other than its ordinary use.)
- 한국표준과학연구원은 인증표준물질의 특성값을 주기적으로 검토하여 인증서의 내용에 변동사항이 있을 경우 고객에게 안내할 예정입니다.
 - (KRISS will periodically monitor the property values of this CRM over the period of its validity. If technically substantial changes occur, affecting its property values before the expiration of this certificate, it will be notified to the purchaser.)
- 한국표준과학연구원 고객 홈페이지(https://eshop.kriss.re.kr)를 통해 보유하고 있는 인증서가 최신본인지 확인 후 사용하시기 바랍니다.
 - (Users of this CRM should ensure that the certificate in their possession is the most current version by checking on the customer homepage of KRISS (https://eshop.kriss.re.kr.))



Page 3 / 4 Pages

상세 정보

DETAILED INFORMATION

물질 설명: 본 물질은 Standard Graphene사에서 제조한 reduced Graphene Oxide (rGO) 분말로서 약 10 g 씩 들어 있는 5개의 용기에서, 약 0.5 g 씩 100개의 유리병에 나누어 담은 것임. 그 중 10 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 4 %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 300 °C까지 올린 뒤, 온도를 유지한다.
- 3) 완전히 탈착시켜, 압력계의 눈금이 0으로 떨어질 때까지 기다린다.
- 본 가스 탈착 방법은 충분한 탈착이 될 때까지 대략 6시간 정도가 소요됨.

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 오류 등을 분석하여, 비표면적 측정에 대한 불확도를 평가하였고, 또한 시료들 간의 불균질성에 평가하여, 최종 인증표준값에 대한 측정불확도를 산출함.



Page 4 / 4 Pages

측정 결과: 위에 설명된 실험 절차를 따라 측정된 비표면적 값은 아래 그림 1에 표시되어 있음. 10개의 병에 담긴 시료의 51회 측정한 비표면적 값의 평균은 $629 \text{ m}^2/\text{g}$ 이고, 표준편차는 $7.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 으로, 평균값을 이 물질의 인증값으로 선정하였음. 이때 비표면적 측정에 의한 표준불확도는 $10.0 \text{ m}^2/\text{g}$ 이었고, 시료 간 불균질성에 의한 표준불확도는 $3.8 \text{ m}^2/\text{g}$ 으로, 인증값에 대한 최종 확장불확도는 $21 \text{ m}^2/\text{g}$ (k=2) 임.

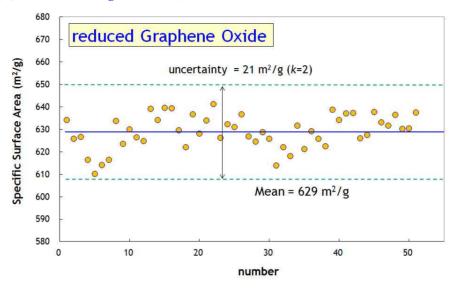


그림 1. 무작위로 선택된 10병에 담긴 시료의 51회 측정한 비표면적 값

참고문헌

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