(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년04월03일
(11) 등록번호 10-1845175
(24) 등록일자 2018년03월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 32/30 (2017.01) *B01D 39/20* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 32/372 (2017.08)
B01D 39/2062 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0172243
(22) 출원일자 2016년12월16일
심사청구일자 2016년12월16일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020050028624 A*
KR1020120054958 A
KR100186680 B1
US20070000385 A1
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
계명대학교 산학협력단
대구광역시 달서구 달구벌대로 1095, 계명대학교 산학협력관 201호(신당동)
(72) 발명자
배재영
대구광역시 달서구 와룡로 169, 102동 602호(감삼동, 월드마크웨스트엔드)
윤태관
대구광역시 달서구 월서로 14, 102동 2205호(상인동, 상인역e편한세상1단지아파트)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인태백

전체 청구항 수 : 총 11 항 심사관 : 장기완

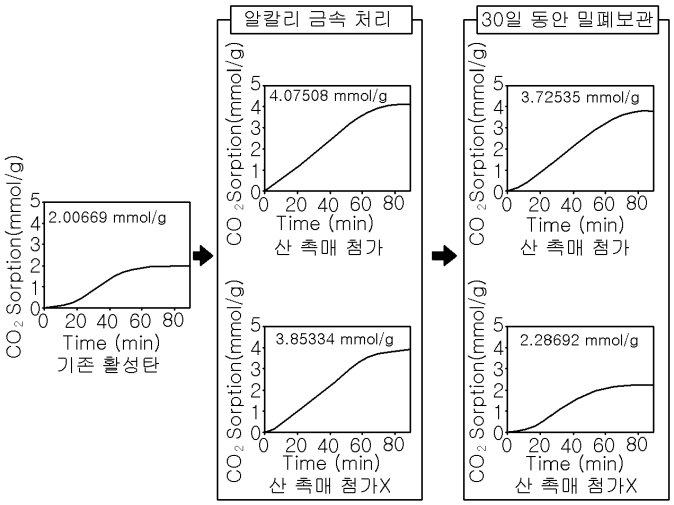
(54) 발명의 명칭 **알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 및 이의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 및 이의 제조방법에 관한 것으로서, 본 발명은 증류수에 활성탄소와 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체를 용해시켜 혼합용액을 준비하는 단계; 상기 혼합용액을 상온에서 교반시켜 제1교반용액을 준비하는 단계; 상기 제1교반용액에 산촉매를 첨가하는 단계; 산촉매가 첨가된 제1교반용액을 상온에서 교반시켜 제2교반용액을 준비하는 단계; 및 상기 제2교반용액을 필터링 후 건조하여 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계를 포함하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법에 관한 것이다.

본 발명에 따른 상온 조건 및 산촉매를 첨가하는 공정을 통해 제조된 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재의 경우, 종래 활성탄소 소재에 비해 이산화탄소 흡착량을 증가시킬 수 있는 효과가 있다.

대 표 도 - 도3



(52) CPC특허분류
B01D 2257/504 (2013.01)
(72) 발명자
이종탁
대구광역시 북구 구암로 17, 216동 605호(관음동, 한양수정아파트)
이재영
경상북도 칠곡군 약목면 복성13길 24, 101동 1005호(복성리, 약목오성타워맨션)

명 세 서

청구범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

증류수에 활성탄소와 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체를 용해시켜 혼합용액을 준비하는 단계;

상기 혼합용액을 상온에서 교반시켜 제1교반용액을 준비하는 단계;

상기 제1교반용액에 산촉매를 첨가하는 단계;

산촉매가 첨가된 제1교반용액을 상온에서 교반시켜 제2교반용액을 준비하는 단계; 및

상기 제2교반용액을 필터링 후 건조하여 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계를 포함하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 5

청구항 4에 있어서,

상기 알칼리 금속 전구체는,

수소화칼륨(Potassium hydride), 수산화칼륨(Potassium hydroxide), 칼륨디산화물(Potassium dioxide), 과망간산칼륨(Potassium permanganate), 탄산칼륨(Potassium carbonate), 탄산수소칼륨(Potassium bicarbonate), 염화칼륨(Potassium chloride), 아이오딘화칼륨(Potassium iodide), 브로민화칼륨(Potassium bromide), 플루오르화칼륨(Potassium fluoride), 시안화칼륨(Potassium cyanide), 시안산칼륨(Potassium cyanate), 싸이오시안산칼륨(Potassium thiocyanate), 질산칼륨(Potassium nitrate), 아질산칼륨(Potassium nitrite), 황산칼륨(Potassium sulfate), 황산수소칼륨(Potassium bisulfate), 아황산칼륨(Potassium sulfite), 헥사플루오르인산칼륨(Potassium hexafluorophosphate), 제삼인산칼륨(Potassium phosphate tribasic), 인산수소칼륨(Dibasic potassium phosphate), 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen phosphate), 중크롬산칼륨(Potassium dichromate), 크롬산칼륨(Potassium chromate), 브롬산칼륨(Potassium bromate), 메톡사이드 칼륨(Potassium methoxide), 에톡사이드 칼륨(Potassium ethoxide), 아세트산칼륨(Potassium acetate), 포타슘 싸이오아세테이트(Potassium thioacetate), 폼산칼륨(Potassium formate), 요오드산칼륨(Potassium iodate), 과요오드산칼륨(Potassium periodate), 염소산칼륨(Potassium chlorate), 과염소산칼륨(Potassium perchlorate), 및 수소화붕소칼륨(Potassium borohydride)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 6

청구항 4에 있어서,

상기 알칼리 토금속 전구체는,

질산바륨(Barium nitrate), 수산화바륨(Barium hydroxide), 염화바륨(Barium chloride), 황화바륨(Barium sulfide), 황산바륨(Barium sulfate), 탄산바륨(Barium carbonate), 아세트산바륨(Barium acetate), 산화바륨(Barium oxide), 과산화바륨(Barium peroxide), 요오드화바륨(Barium iodide), 플루오르화바륨(Barium

fluoride), 브롬화바륨(Barium bromide), 과염소산바륨(Barium perchlorate), 크롬산바륨(barium chromate), 아철산바륨(Barium ferrite), 망간산바륨(Barium manganate), 인산바륨(barium phosphate), 바륨지르코네이트(Barium zirconate), 바륨아이소프로폭사이드(Barium isopropoxide), 바륨 싸이오설페이트(Barium thiosulfate), 바륨(Ⅱ) 아세틸아세토네이트(Barium(II) acetylacetonate hydrate), 요오드산바륨·수화물(Barium iodate monohydrate), 바륨 메타포스페이트(Barium metaphosphate), 이염기성인산바륨(dibasic barium phosphate), 싸이오시안산바륨(Barium thiocyanate hydrate), 과요오드산바륨(Barium periodate), 및 2-에틸헥산산바륨(Barium 2-ethylhexanoate)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 7

청구항 4에 있어서,

상기 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체는,

0.025 내지 3 M(mol/ℓ)의 농도인 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 8

청구항 4에 있어서,

상기 혼합용액을 준비하는 단계는,

증류수 100 중량부에 대하여, 활성탄소 5 내지 20 중량부와 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체 0.75 내지 30 중량부를 용해시켜 준비하는 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 9

청구항 4에 있어서,

상기 제1교반용액을 준비하는 단계는,

혼합용액을 상온에서 100 내지 400 rpm으로 15 내지 45분 동안 교반시켜 준비하는 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 10

청구항 4에 있어서,

상기 산촉매를 첨가하는 단계는,

제1교반용액에 루이스 산촉매 또는 유기산촉매를 첨가하는 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 11

청구항 10에 있어서,

상기 루이스 산촉매는,

염산(HCl), 황산(H_2SO_4), 인산(H_3PO_4), 탄산(H_2CO_3), 염화티타늄($TiCl_4$), 염화철(Ⅲ)($FeCl_3$) 및 염화알루미늄($AlCl_3$)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 12

청구항 10에 있어서,

상기 유기산촉매는,

설폰산(sulfonic acid), 피크르산(picric acid), 타르타르산(tartaric acid), 시트르산(citric acid), 에틸렌디아민테트라아세트산(ethylenediaminetetraacetic acid), 및 피로인산(pyrophosphoric acid)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 13

청구항 4에 있어서,

상기 제2교반용액을 준비하는 단계는,

산촉매가 첨가된 제1교반용액을 상온에서 100 내지 400 rpm으로 24 내지 72시간 동안 교반시켜 준비하는 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

청구항 14

청구항 4에 있어서,

상기 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계는,

제2교반용액을 필터링 후 80 내지 200℃에서 4 내지 8시간 동안 건조하여 제조하는 것을 특징으로 하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 자동차 내부 필터로 사용되는 활성탄소에 알칼리계 금속을 처리하여 이산화탄소 흡착성능을 증대시킬 수 있는 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 삶의 질적 향상으로 주거공간 및 차량실내 공기 질의 중요성이 부가되면서 공기 중의 각종 유해성분 제거기술개발 및 상품화가 본격화되고 있다. 이러한 가운데, 차량 실내에 CO_2 또는 배기 가스 센서를 장착하여 차량 실내의 공기가 질적으로 향상됨에 따라 새로운 개념의 차량 실내 에어필터 요구가 증대되고 있다.

[0003] 현재의 차량 실내에서 사용되는 에어필터의 경우, 미세물질 제거 및 세균번식 억제 등의 기능에만 국한되어 있으나, 고급 차량에서 사용되는 에어필터의 경우, 휘발성 유기화합물(Volatile Organic Compounds; VOCs) 가스 및 질소산화물(NO_x), 황산화물(SO_x) 계열의 가스를 포집할 수 있는 기능을 가지고 있다.

[0004] 그러나, 오래 전부터 지속적으로 문제 되어온 이산화탄소(CO_2) 가스를 포집할 수 있는 에어필터는 현재 전무한 상태이다.

[0005] 특히, CO_2의 경우 지구온난화 가스로 분류되어 규제가 되고 있는 실정이며, 차량 실내에 CO_2 가스가 축적될 경우, 운전자의 졸음을 유발하여 사고로 이어질 수 있는 위험한 가스로써 이를 흡착하고 제어할 수 있는 신개념 필터 소재 개발 연구가 필요한 시점이지만, 아직까지 이러한 연구는 전무한 상황이다.

[0006] 따라서, 차량용 실내 필터에 사용되는 활성탄소에 적절한 작용기를 도입하여 이산화탄소 흡착성능을 구현할 수 있는 소재에 대한 연구 개발이 시급한 실정이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제2016-0011288호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명의 목적은 자동차 내부 필터로 사용되는 활성탄소에 알칼리계 금속을 처리하여 이산화탄소 흡착성능을 증대시킬 수 있는 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 및 이의 제조방법을 제공하는 데에 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 활성탄소 표면에 알칼리 금속의 수산화물 또는 알칼리 토금속의 수산화물이 담지된, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 제공한다.

[0010] 또한, 본 발명은 증류수에 활성탄소와 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체를 용해시켜 혼합용액을 준비하는 단계; 상기 혼합용액을 상온에서 교반시켜 제1교반용액을 준비하는 단계; 상기 제1교반용액에 산촉매를 첨가하는 단계; 산촉매가 첨가된 제1교반용액을 상온에서 교반시켜 제2교반용액을 준비하는 단계; 및 상기 제2교반용액을 필터링 후 건조하여 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계를 포함하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0011] 본 발명에 따른 상온 조건 및 산촉매를 첨가하는 공정을 통해 제조된 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재의 경우, 종래 활성탄소에 비해 이산화탄소 흡착량을 증가시킬 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0012] 도 1은 알칼리 금속 및 알칼리 토금속의 이산화탄소 흡착 매커니즘을 나타낸 도면;

도 2는 본 발명인 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법을 나타낸 순서도;

도 3은 알칼리 금속이 처리되지 않은 활성탄소와 실시예 1 및 비교예 1에 따라 제조된 알칼리계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 이산화탄소 흡착 변화량을 나타낸 도면;

도 4는 알칼리 금속이 처리되지 않은 활성탄소와 실시예 1 및 비교예 2에 따라 제조된 알칼리계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 이산화탄소 흡착 변화량을 나타낸 도면;

도 5는 실시예 1 내지 실시예 3에 따라 제조된 알칼리계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 이산화탄소 흡착 변화량을 나타낸 도면;

도 6은 알칼리 금속이 처리되지 않은 활성탄소의 비표면적 측정결과(a) 및 실시예 1에 따른 알칼리계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 비표면적 측정결과(b)를 나타낸 도면;

도 7은 알칼리 토금속이 처리되지 않은 활성탄소의 EPMA 분석결과를 나타낸 도면;

도 8은 실시예 1에 따른 알칼리 토금속계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 EPMA 분석결과를 나타낸 도면;

도 9는 비교예 1에 따른 알칼리 토금속계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 EPMA 분석결과를 나타낸 도면;

도 10은 비교예 2에 따른 알칼리 토금속계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 EPMA 분석결과를 나타낸 도면;

도 11은 실시예 1에 따른 알칼리 토금속계 금속을 처리한 활성탄소 소재를 밀폐용기에 30일 동안 보관한 후 EPMA 분석결과를 나타낸 도면; 및

도 12는 비교예 2에 따른 알칼리 토금속계 금속을 처리한 활성탄소 소재를 밀폐용기에 30일 동안 보관한 후 EPMA 분석결과를 나타낸 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 이하, 본 발명인 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 및 이의 제조방법을 보다 상세하게 설명한다.

[0014] 본 발명의 발명자들은 종래 필터 소재로서 이용되는 활성탄소에 저온 공정으로 산촉매를 첨가하여 알칼리계 금속을 처리함으로써 이산화탄소 흡착량을 증대시킬 수 있음을 밝혀내어 본 발명을 완성하였다.

[0015] 본 발명은 활성탄소 표면에 알칼리 금속의 수산화물 또는 알칼리 토금속의 수산화물이 담지된, 알칼리계 금속이

처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 제공한다.

[0016] 상기 알칼리 금속은 리튬(Li), 나트륨(Na), 칼륨(K), 및 루비듐(Rb)로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0017] 상기 알칼리 토금속은 칼슘, 스트론튬, 및 바륨으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0018] 또한, 본 발명은 증류수에 활성탄소와 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체를 용해시켜 혼합용액을 준비하는 단계; 상기 혼합용액을 상온에서 교반시켜 제1교반용액을 준비하는 단계; 상기 제1교반용액에 산촉매를 첨가하는 단계; 산촉매가 첨가된 제1교반용액을 상온에서 교반시켜 제2교반용액을 준비하는 단계; 및 상기 제2교반용액을 필터링 후 건조하여 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계를 포함하는, 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법을 제공한다.

[0019] 도 1은 알칼리 금속 및 알칼리 토금속의 이산화탄소 흡착 매커니즘을 나타낸 도면이다.

[0020] 도면을 참조하면, 알칼리 금속 산화물(MO)과 알칼리 토금속 수산화물($M(OH)_2$)의 경우 이산화탄소와 반응할 경우 알칼리 금속 탄산염 또는 알칼리 토금속 탄산염(MCO_3)를 형성하여 이산화탄소를 흡착하게 된다.

[0021] 상기 알칼리 금속 전구체는 수소화칼륨(Potassium hydride), 수산화칼륨(Potassium hydroxide), 칼륨디산화물(Potassium dioxide), 과망간산칼륨(Potassium permanganate), 탄산칼륨(Potassium carbonate), 탄산수소칼륨(Potassium bicarbonate), 염화칼륨(Potassium chloride), 아이오딘화칼륨(Potassium iodide), 브로민화칼륨(Potassium bromide), 플루오르화칼륨(Potassium fluoride), 시안화칼륨(Potassium cyanide), 시안산칼륨(Potassium cyanate), 싸이오시안산칼륨(Potassium thiocyanate), 질산칼륨(Potassium nitrate), 아질산칼륨(Potassium nitrite), 황산칼륨(Potassium sulfate), 황산수소칼륨(Potassium bisulfate), 아황산칼륨(Potassium sulfite), 헥사플루오르인산칼륨(Potassium hexafluorophosphate), 제삼인산칼륨(Potassium phosphate tribasic), 인산수소칼륨(Dibasic potassium phosphate), 인산이수소칼륨(Potassium dihydrogen phosphate), 중크롬산칼륨(Potassium dichromate), 크롬산칼륨(Potassium chromate), 브롬산칼륨(Potassium bromate), 메톡사이드 칼륨(Potassium methoxide), 에톡사이드 칼륨(Potassium ethoxide), 아세트산칼륨(Potassium acetate), 포타슘 싸이오아세테이트(Potassium thioacetate), 폼산칼륨(Potassium formate), 요오드산칼륨(Potassium iodate), 과요오드산칼륨(Potassium periodate), 염소산칼륨(Potassium chlorate), 과염소산칼륨(Potassium perchlorate), 및 수소화붕소칼륨(Potassium borohydride)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0022] 상기 알칼리 토금속 전구체는 질산바륨(Barium nitrate), 수산화바륨(Barium hydroxide), 염화바륨(Barium chloride), 황화바륨(Barium sulfide), 황산바륨(Barium sulfate), 탄산바륨(Barium carbonate), 아세트산바륨(Barium acetate), 산화바륨(Barium oxide), 과산화바륨(Barium peroxide), 요오드화바륨(Barium iodide), 플루오르화바륨(Barium fluoride), 브롬화바륨(Barium bromide), 과염소산바륨(Barium perchlorate), 크롬산바륨(barium chromate), 아철산바륨(Barium ferrite), 망간산바륨(Barium manganate), 인산바륨(barium phosphate), 바륨지르코네이트(Barium zirconate), 바륨아이소프로폭사이드(Barium isopropoxide), 바륨 싸이오설페이트(Barium thiosulfate), 바륨(Ⅱ) 아세틸아세토네이트(Barium(II) acetylacetonate hydrate), 요오드산바륨·수화물(Barium iodate monohydrate), 바륨 메타포스페이트(Barium metaphosphate), 이염기성인산바륨(dibasic barium phosphate), 싸이오시안산바륨(Barium thiocyanate hydrate), 과요오드산바륨(Barium periodate), 및 2-에틸헥산산바륨(Barium 2-ethylhexanoate)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0023] 상기 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체는 0.025 내지 3 M(mol/ℓ)의 농도일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0024] 구체적으로, 상기 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체의 농도가 0.025 M 미만일 경우 활성탄 내의 금속양이 부족하여 이산화탄소 흡착양이 저하되는 문제점이 발생할 수 있으며, 또한 상기 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체의 농도가 3 M을 초과할 경우 활성탄의 비표면적이 급격하게 줄어들어 이산화탄소 흡착 효율이 저하되는 문제점을 야기할 수 있다.

[0025] 따라서, 상기 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체의 농도는 0.025 내지 3 M인 것이 바람직하며, 특히 활성탄 내의 금속양 및 비표면적의 최적화되는 점을 고려하였을 때, 상기 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리

토금속 전구체의 농도는 0.1 내지 1 M인 것이 보다 바람직하다.

[0026] 상기 혼합용액을 준비하는 단계는 증류수 100 중량부에 대하여, 활성탄소 5 내지 20 중량부와 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체 0.75 내지 30 중량부를 용해시켜 준비할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0027] 구체적으로, 증류수 100 중량부에 대하여 활성탄소가 5 중량부 미만으로 포함될 경우 전반적인 공정의 효율이 떨어지는 문제점이 있으며, 또한 증류수 100 중량부에 대하여 활성탄소가 20 중량부를 초과하여 포함될 경우 알칼리 금속 전구체, 및 알칼리 토금속 전구체가 활성탄소와 고르게 결합하지 못하여 이산화탄소 흡착 효율이 줄어드는 문제점을 야기할 수 있다.

[0028] 또한, 증류수 100 중량부에 대하여 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체를 0.75 중량부 미만으로 포함할 경우 활성탄소의 산화금속의 수가 적어 이산화탄소 흡착효율이 떨어지는 문제점이 발생할 수 있으며, 또한 증류수 100 중량부에 대하여 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체를 30 중량부를 초과하여 포함할 경우 활성탄의 비표면적을 감소시켜 이산화탄소가 흡착되는 공간이 줄어들어 많은 양의 이산화탄소 흡착을 하지 못하는 문제점을 야기할 수 있다.

[0029] 따라서, 상기 혼합용액을 준비하는 단계는 증류수 100 중량부에 대하여, 활성탄소 5 내지 20 중량부와 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체 0.75 내지 30 중량부를 용해시켜 준비하는 것이 바람직하다.

[0030] 특히, 활성탄소 내의 금속 양과 비표면적의 상관관계를 고려하였을 때, 상기 혼합용액을 준비하는 단계는 증류수 100 중량부에 대하여, 활성탄소 10 내지 15 중량부와 알칼리 금속 전구체 또는 알칼리 토금속 전구체 1 내지 5 중량부를 용해시켜 준비하는 것이 보다 바람직하다.

[0031] 상기 제1교반용액을 준비하는 단계는 혼합용액을 상온에서 100 내지 400 rpm으로 15 내지 45분 동안 교반시켜 준비할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0032] 구체적으로, 상기 제1교반용액을 준비할 때 100 rpm 미만으로 교반시킬 경우 활성탄소가 제대로 섞이지 않게 되는 문제점이 있으며, 또한 상기 제1교반용액을 준비할 때 400 rpm을 초과하여 교반시킬 경우 알칼리 금속 산화물이 활성탄소와 결합하자 마자 분리되어 결합반응이 순조롭게 진행되지 않는 문제점을 야기할 수 있다.

[0033] 따라서, 상기 제1교반용액을 준비할 때 100 내지 400 rpm으로 교반시키는 것이 바람직하며, 특히 활성탄소가 기벽에 튀지 않고 고르게 교반되는 점을 고려하였을 때, 상기 제1교반용액을 준비할 때 300 rpm으로 교반시키는 것이 보다 바람직하다.

[0034] 상기 산촉매를 첨가하는 단계는 제1교반용액에 루이스 산촉매 또는 유기산촉매를 첨가할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0035] 구체적으로, 상기 제1교반용액에 첨가되는 산촉매가 약산성을 띄는 촉매일 경우 pH 조절을 위해 많은 양이 들어가게 되면 의도치 않은 부가반응이 진행될 수 있는 문제점이 있기 때문에, 루이스 산촉매 또는 유기산촉매는 강산성을 띄는 촉매인 것이 바람직하다.

[0036] 또한, 상기 제1교반용액에 산촉매를 첨가함으로써, 제1교반용액의 pH는 1 내지 3으로 유지될 수 있다.

[0037] 구체적으로, 상기 제1교반용액의 pH가 1 미만일 경우 교반용액의 추후처리에 안전 상의 문제점이 발생할 수 있으며, 또한 상기 제1교반용액의 pH가 3을 초과할 경우 반응속도가 느려져 부가적인 반응을 유도할 수 있는 문제점을 야기할 수 있다.

[0038] 따라서, 상기 제1교반용액은 pH가 1 내지 3으로 유지되는 것이 바람직하며, 특히 반응속도 및 안전성 측면을 고려하였을 때, 상기 제1교반용액의 pH는 2 내지 2.5로 유지되는 것이 보다 바람직하다.

[0039] 상기 루이스 산촉매는 염산(HCl), 브롬산(HBr), 황산(H_2SO_4), 인산(H_3PO_4), 탄산(H_2CO_3), 염화티타늄($TiCl_4$), 염화철(Ⅲ)($FeCl_3$) 및 염화알루미늄($AlCl_3$)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0040] 상기 유기산촉매는 설폰산(sulfonic acid), 피크르산(picric acid), 타르타르산(tartaric acid), 시트르산(citric acid), 에틸렌디아민테트라아세트산(ethylenediaminetetraacetic acid), 및 피로인산(pyrophosphoric acid)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나일 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0041] 상기 제2교반용액을 준비하는 단계는 산촉매가 첨가된 제1교반용액을 상온에서 100 내지 400 rpm으로 24 내지

72시간 동안 교반시켜 준비할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0042] 구체적으로, 상기 제2교반용액을 준비할 때 100 rpm 미만으로 교반시킬 경우 활성탄소가 제대로 섞이지 않게 되는 문제점이 있으며, 또한 상기 제2교반용액을 준비할 때 400 rpm을 초과하여 교반시킬 경우 알칼리 금속 산화물이 활성탄소에 결합하자 마자 분리되어 결합반응이 순조롭게 진행되지 않는 문제점을 야기할 수 있다.

[0043] 따라서, 상기 제2교반용액을 준비할 때 100 내지 400 rpm으로 교반시키는 것이 바람직하며, 특히 활성탄소가 기벽에 튀지 않고 고르게 교반되는 점을 고려하였을 때, 상기 제2교반용액을 준비할 때 300 rpm으로 교반시키는 것이 보다 바람직하다.

[0044] 상기 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계는 제2교반용액을 필터링 후 80 내지 200℃에서 4 내지 8시간 동안 건조하여 제조할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0045] 구체적으로, 상기 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계에서, 80℃ 미만으로 건조할 경우 수분이 잔존하여 성능이 저하되는 문제점이 발생할 수 있으며, 또한 200℃를 초과하여 건조할 경우 활성탄소에 결합된 금속물질이 들뜨는 현상으로 인해 부가반응이 진행할 수 있는 문제점을 야기할 수 있다.

[0046] 또한, 상기 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계에서, 4시간 미만으로 건조할 경우 수분이 잔존하는 문제점이 발생할 수 있으며, 또한 8시간을 초과하여 건조할 경우 계속해서 가해지는 열로 인해 부가반응이 진행될 수 있는 문제점을 야기할 수 있다.

[0047] 따라서, 상기 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계는 제2교반용액을 필터링 후 80 내지 200℃에서 4 내지 8시간 동안 건조하여 제조하는 것이 바람직하다.

[0048] 특히, 수분건조 및 부가반응의 차단 등을 고려하였을 때, 상기 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계는 제2교반용액을 필터링 후 120 내지 150℃에서 5 내지 6시간 동안 건조하여 제조하는 것이 보다 바람직하다.

[0049] 상기 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소를 제조하는 단계 이후 진공 포장하는 단계를 더 포함할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0050] 구체적으로, 상기 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소가 공기 중에 노출될 경우 대기 중의 이산화탄소가 지속적으로 알칼리 금속 산화물-활성탄소 또는 알칼리 토금속 산화물-활성탄소에 흡착되기 때문에 이를 자동차 내부 필터에 적용할 경우 필터 성능을 저하시킬 수 있는 바, 진공 포장하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다.

[0051] 이하, 하기 실시예에 의해 본 발명인 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 및 이의 제조방법을 보다 상세하게 설명한다. 다만, 이러한 실시예에 의해 본 발명이 한정되는 것은 아니다.

[0052] **<실시예 1> 알칼리 토금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재**

[0053] 증류수 100 중량부에 대해 활성탄소 15 중량부와 수산화바륨(Barium hydroxide) 2 중량부(0.1 M 농도에서 중량을 계산하였을 때 수산화바륨 용액 60 중량부)를 용해하여 혼합용액을 준비하였다.

[0054] 교반기(MSH-20A, 대한과학)를 이용하여 준비한 혼합용액을 상온에서 30분 동안 300 rpm으로 교반시켜 제1교반용액을 준비하였다.

[0055] 제1교반용액에 산촉매로 염산을 첨가하여 제1교반용액의 pH를 2로 유지하였다.

[0056] 교반기(MSH-20A, 대한과학)를 이용하여, 염산이 첨가된 제1교반용액을 상온에서 24시간 동안 300 rpm으로 교반시켜 제2교반용액을 준비하였다.

[0057] 제2교반용액에 침전된 알칼리 금속 산화물-활성탄소를 거름종이(filter paper)로 필터링한 후 여과된 알칼리 금속 산화물-활성탄소를 120℃에서 6시간 동안 건조하여 알칼리 토금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 제조하였다.

[0058] **<실시예 2> 알칼리 토금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조**

[0059] 수산화바륨(Barium hydroxide) 대신에 아세트산바륨(Barium acetate)을 이용한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 조건으로 알칼리 토금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 제조하였다.

[0060] **<실시예 3> 알칼리 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조**

[0061] 수산화바륨(Barium hydroxide) 대신에 수산화칼륨(Potassium hydroxide)을 이용한 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 조건으로 알칼리 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 제조하였다.

[0062] **<비교예 1> 산촉매가 첨가되지 않은 알칼리 토금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재**

[0063] 증류수 100 중량부에 대해 활성탄소 15 중량부와 수산화바륨(Barium hydroxide) 2 중량부(0.1 M 농도에서 중량을 계산하였을 때 수산화바륨 용액 60 중량부)를 용해하여 혼합용액을 준비하였다.

[0064] 교반기(MSH-20A, 대한과학)를 이용하여 준비한 혼합용액을 상온에서 30분 동안 300 rpm으로 교반시켜 제1교반용액을 준비하였다.

[0065] 교반기(MSH-20A, 대한과학)를 이용하여, 제1교반용액을 상온에서 24시간 동안 300 rpm으로 교반시켜 제2교반용액을 준비하였다.

[0066] 제2교반용액에 침전된 알칼리 금속 산화물-활성탄소를 거름종이(filter paper)로 필터링한 후 여과된 알칼리 금속 산화물-활성탄소를 120℃에서 6시간 동안 건조하여 알칼리 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 제조하였다.

[0067] **<비교예 2> 산촉매가 첨가되지 않으며, 고온에서 교반시킨 알칼리 토금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재**

[0068] 증류수 100 중량부에 대해 활성탄소 15 중량부와 수산화바륨(Barium hydroxide) 2 중량부(0.1 M 농도에서 중량을 계산하였을 때 수산화바륨 용액 60 중량부)를 용해하여 혼합용액을 준비하였다.

[0069] 교반기(MSH-20A, 대한과학)를 이용하여 준비한 혼합용액을 80℃에서 30분 동안 300 rpm으로 교반시켜 제1교반용액을 준비하였다.

[0070] 교반기(MSH-20A, 대한과학)를 이용하여, 제1교반용액을 80℃에서 24시간 동안 300 rpm으로 교반시켜 제2교반용액을 준비하였다.

[0071] 제2교반용액에 침전된 알칼리 금속 산화물-활성탄소를 거름종이(filter paper)로 필터링한 후 여과된 알칼리 금속 산화물-활성탄소를 120℃에서 6시간 동안 건조하여 알칼리 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 제조하였다.

[0072] **<실험예 1> 이산화탄소 흡착성능 평가**

[0073] 가스크로마토그래피(gas chromatography; 'GC')를 이용하여 이산화탄소 흡착성능을 평가하였다.

[0074] 구체적으로, 이산화탄소가 함유된 가스를 실시예 1 내지 실시예 3에 따라 제조된 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재, 종래 활성탄소, 및 비교예 1에 따라 제조된 알칼리 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재에 흘려주어 가스를 포집한 후 GC를 통해 흡착된 이산화탄소 양을 계산하였고, 그 결과를 도 3에 나타내었으며, 조건은 하기와 같다.

[0075] - 시험기기: hp 6890a gc, agilent

[0076] - 이산화탄소 함량: 30%

[0077] - 유량속도: 0.1 ㎖/min

[0078] - 측정시간: 90분

[0079] 도 3은 알칼리 금속이 처리되지 않은 활성탄소와 실시예 1 및 비교예 2에 따라 제조된 알칼리계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 이산화탄소 흡착 변화량을 나타낸 도면이다.

[0080] 도면을 참조하면, 기존 활성탄소(2.00669 mmol/g), 및 비교예 1에 따라 제조된 알칼리 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재(3.85334 mmol/g)에 비해 실시예 1에 따라 제조된 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재(4.07508 mmol/g)의 이산화탄소 흡착성능이 우수함을 알 수 있다.

[0081] 산촉매를 첨가할 경우 전체 용액이 산성화되면서 알칼리계 금속의 분산도가 올라가기 때문에 알칼리계 금속이 비교적 고르게 분포함으로 인하여 이산화탄소 흡착량이 증가하였음을 알 수 있다.

[0082] 또한, 상기 실시예 1에 따라 제조된 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 30일 동안 밀폐보관 하였을 때 이산화탄소 흡착량의 감소는 미미하게 나타났다. 이는, 산촉매 첨가로 인하여 알칼리계 금속들이 화학적 결합을 통해 계속해서 활성탄소 내에 그대로 잔존하기 때문에 이산화탄소 흡착량이 미미하게 나타났음을 알 수 있다.

[0083] 반면에, 비교예 1에 따라 제조된 알칼리 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 30일 동안 밀폐보관 하였을 때 이산화탄소 흡착량이 급격히 감소함을 확인하였다.

[0084] 구체적으로, 비교적 극성을 띄는 알칼리계 금속들이 비극성인 활성탄소와의 친화도가 약해져서 한쪽으로 이동하거나, 또는 물리적 흡착력이 떨어지기 때문에 이산화탄소 흡착량이 급격히 감소하였음을 알 수 있다.

[0085] 도 4는 알칼리 금속이 처리되지 않은 활성탄소와 실시예 1 및 비교예 1에 따라 제조된 알칼리계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 이산화탄소 흡착 변화량을 나타낸 도면이다.

[0086] 도면을 참조하면, 기존 활성탄소(2.00669 mmol/g), 및 비교예 2에 따라 제조된 알칼리 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재(3.87457 mmol/g)에 비해 실시예 1에 따라 제조된 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재(4.07508 mmol/g)의 이산화탄소 흡착성능이 우수함을 알 수 있다.

[0087] 즉, 실시예 1의 제조방법은 고온(80℃)에서 환류반응을 통해 제조되는 종래 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재 제조방법(비교예 2)에 비해 상대적으로 온화한 반응조건(상온조건)으로 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재를 제조할 수 있으며, 이에 제조된 활성탄소 소재는 이산화탄소 흡착 성능이 우수함을 확인하였다.

[0088] 도 5는 실시예 1 내지 실시예 3에 따라 제조된 알칼리계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 이산화탄소 흡착 변화량을 나타낸 도면이다.

[0089] 도면을 참조하면, 다양한 알칼리계 금속 전구체 중에서도 특히 수산화바륨(Barium hydroxide)을 이용하여 제조된 활성탄소 소재가 이산화탄소 흡착 성능이 가장 우수함을 확인하였다.

[0090] **<실험예 2> 비표면적 측정**

[0091] 비표면적 측정기(QUDRASORB SI)를 이용하여 실시예 1에 따라 제조된 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재, 및 알칼리계 금속이 처리되지 않은 활성탄소의 비표면적을 측정하였다.

[0092] 구체적으로, 실시예 1에 따라 제조된 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재, 및 알칼리계 금속이 처리되지 않은 활성탄소에 질소 가스를 흡탈착하여 브루나우어-에메트-텔러 방정식(Brunauer-Emmett-Teller equation; 이하 'BET 방정식')을 통해 비표면적을 계산하였다.

[0093] 도 6을 참조하면, 실시예 1에 따라 제조된 알칼리계 금속이 처리된 자동차 내부 필터용 활성탄소 소재의 비표면적이 알칼리계 금속이 처리되지 않은 활성탄소의 비표면적보다 작게 나타났다.

[0094] 이는 다공성 구조를 갖는 활성탄소가 알칼리계 금속이 처리되는 동안 활성탄소 표면에 형성된 알칼리 금속의 수산화물이 반응에 의해 산화되면서 기공 내·외부에 위치함으로 인해 비표면적이 줄어든 것으로 판단된다.

[0095] **<실험예 3> EMPA 정성 및 정량 분석**

[0096] 알칼리 금속이 처리되지 않은 활성탄소, 실시예 1, 비교예 1, 및 비교예 2에 따른 알칼리계 금속을 처리한 활성탄소 소재의 전자 프로브 마이크로 분석(electron probe micro analysis; 이하 'EPMA')을 수행하였다.

[0097] 구체적으로, 전계 방사 프로브 마이크로 분석기(Field Emission Probe Micro Analyzer, JXA8530F(5CH))를 이용하여 알칼리 금속이 처리되지 않은 활성탄소, 실시예 1, 비교예 1, 및 비교예 2에 따른 알칼리계 금속을 처리한 활성탄소 소재에 가속된 전자빔을 충돌시켜 각 원자마다 방출하는 X-ray의 에너지가 다름을 이용하여 상기 시료들이 구성된 원소를 분석하였고, 그 결과를 하기 나타내었다.

[0098] 도 7은 알칼리 금속이 처리되지 않은 활성탄소의 EPMA 분석결과를 나타낸 도면이다.

[0099] 도면을 참조하면, 일반적인 상용화 활성탄소에는 대부분 C 원소와, O 원소가 주로 검출되는 것을 알 수 있다.

[0100] 도 8은 실시예 1에 따른 알칼리 토금속계 원소를 처리한 활성탄소 소재의 EPMA 분석결과를 나타낸 도면이다.

[0101] 도면을 참조하면, 도 7과 비교하여 바륨의 양이 눈에 띄게 증가한 것을 확인할 수 있다.

[0102] 도 9는 비교예 1에 따른 알칼리 토금속계 원소를 처리한 활성탄소 소재의 EPMA 분석결과를 나타낸 도면이다.

[0103] 도면을 참조하면, 도 8과 같이 도 7과 비교하여 바륨의 양이 증가한 것을 확인할 수 있다.

[0104] 도 10은 비교예 2에 따른 알칼리 토금속계 원소를 처리한 활성탄소 소재의 EPMA 분석결과를 나타낸 도면이다.

[0105] 도면을 참조하면, 도 8에서처럼 도 7에 비해 바륨의 양이 증가한 것을 확인할 수 있다.

[0106] 도 11은 실시예 1에 의해 합성된 활성탄소를 밀폐용기에 30일 보관한 뒤 EPMA 분석결과를 나타낸 도면이다.

[0107] 도면을 참조하면, 도 7과 비교하여 바륨의 양이 거의 줄어들지 않은 것을 확인할 수 있다. 이는, 산촉매 처리를 함으로써, 활성탄소와 바륨 간의 화학적 결합을 유도할 수 있고, 이를 통해 30일 뒤에도 활성탄소 내부에 바륨이 잔존함을 알 수 있다.

[0108] 도 12는 비교예 2에 따른 활성탄소 소재를 밀폐용기에 30일 보관한 뒤 EPMA 분석결과를 나타낸 도면이다.

[0109] 도면을 참조하면, 바륨의 양이 현저하게 줄어든 것을 확인할 수 있는데, 이는 반응 시에 열을 가해주더라도 산촉매를 첨가하지 않음으로써, 활성탄소와 바륨 간에 화학적 결합을 할 수 없기 때문에 밀폐용기에 30일 동안 보관한 후 바륨이 활성탄소 내부에 잔존하지 않게 되어 바륨의 양이 현저히 줄었음을 알 수 있다.

[0110] 이상과 같이, 본 발명은 비록 한정된 실시예와 도면에 의해 설명되었으나, 본 발명은 이것에 의해 한정되지 않으며 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 본 발명의 기술 사상과 아래에 기재될 청구범위의 균등 범위 내에서 다양한 수정 및 변형이 가능함은 물론이다.

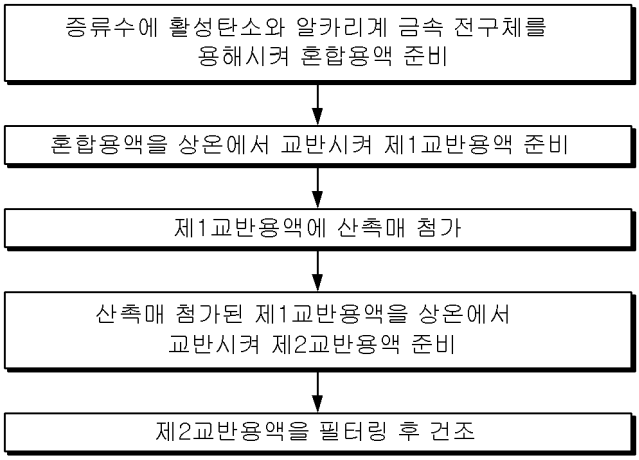
도면

도면1

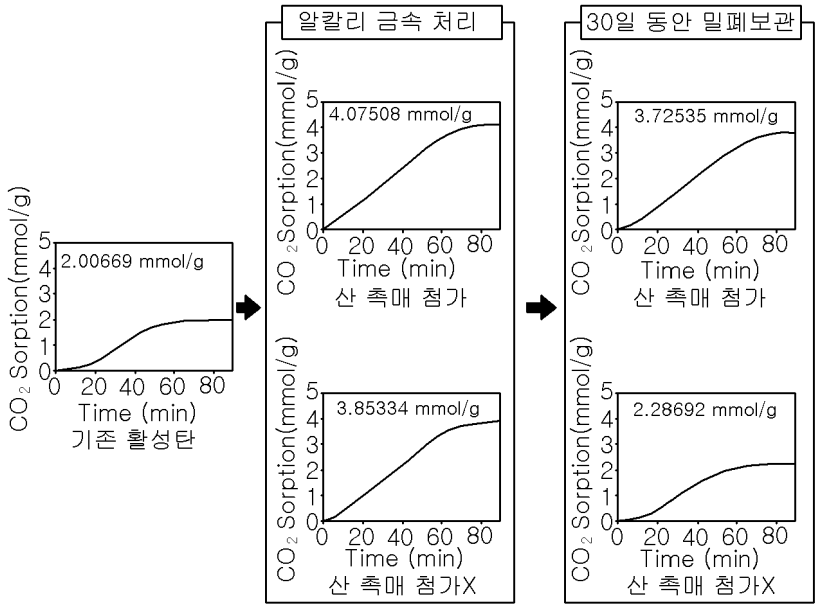
$$MO + CO_2 \leftrightarrow MCO_3$$

$$M(OH)_2 + CO_2 \leftrightarrow MCO_3 + H_2O$$

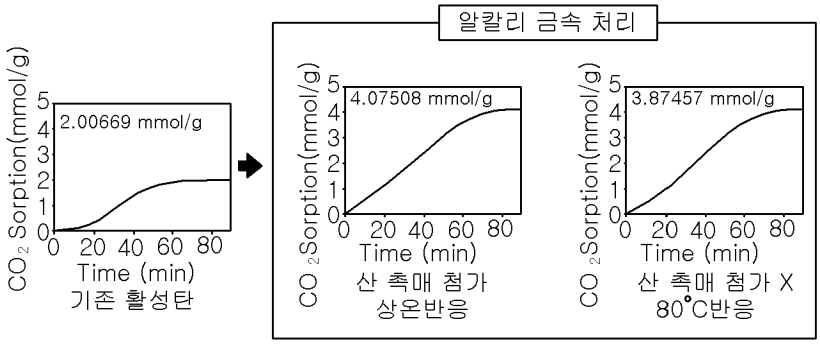
도면2



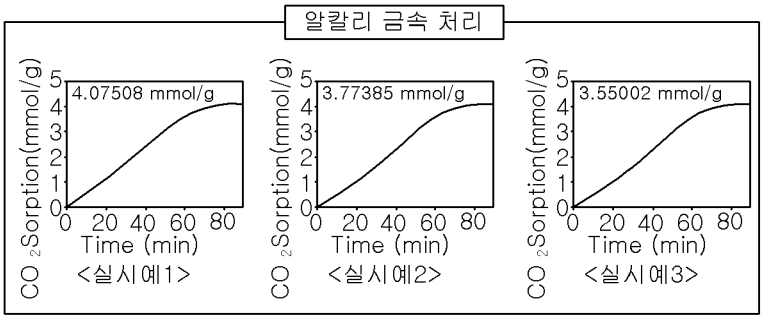
도면3


알칼리 금속 처리
30일 동안 밀폐보관
CO2 Sorption(mmol/g)
2.00669 mmol/g
Time (min)
기존 활성탄
4.07508 mmol/g
산 촉매 첨가
3.85334 mmol/g
산 촉매 첨가X
3.72535 mmol/g
2.28692 mmol/g

도면4

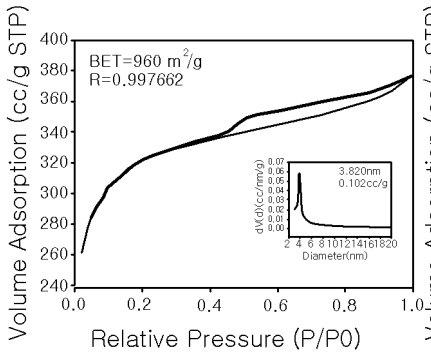

알칼리 금속 처리
CO2 Sorption(mmol/g)
2.00669 mmol/g
Time (min)
기존 활성탄
4.07508 mmol/g
산 촉매 첨가
상온반응
3.87457 mmol/g
산 촉매 첨가 X
80℃반응

도면5

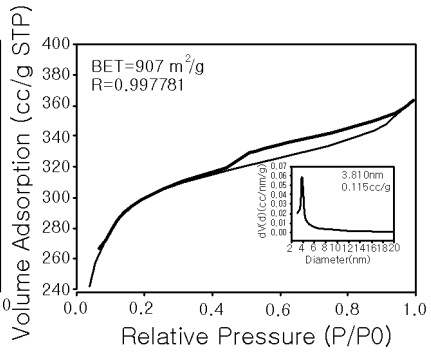

알칼리 금속 처리
CO2 Sorption(mmol/g)
4.07508 mmol/g
Time (min)
<실시예1>
3.77385 mmol/g
<실시예2>
3.55002 mmol/g
<실시예3>

도면6

(a)



(a)



도면7

Unknown Specimen

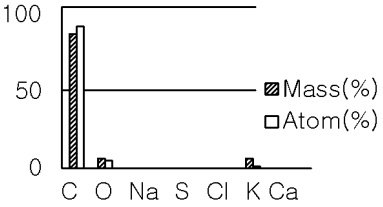
Path :EpmaData Project: 161006/0002 0002_0000
Posltlon No: 2 Comment:
stage : X= 11.6588 Y= -28.0919 Z= 13.7080
Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia.:20 Scan : On Mag: 10
Dated on Oct 06 18:01 2016
WDSonly No. of accumulation : 1

Curr.(A):5.028E-008

Element	Crystal	Peak(mm)	BG-(mm)	BG+(mm)	Net(cps)	Bg-(cps)	Bg+(cps)	K-raw(%)
1 C	LDE2H	1 123.500	35.200	39.300	160198.0	1977.6	466.9	69.870
2 O	LDE1	2 109.700	5.100	29.300	578.3	120.0	0.0	1.010
3 Na	TAPH	1 129.400	1.350	2.000	238.8	26.6	13.4	0.173
4 S	PETH	5 172.150	4.000	0.300	140.0	0.0	0.0	0.157
5 Cl	PETH	5 151.300	3.850	3.400	136.9	6.6	0.0	0.122
6 K	PETH	4 119.750	2.050	3.850	8377.2	26.6	6.6	5.303
7 Ca	PETH	5 107.400	3.400	0.600	225.7	40.0	33.4	0.138

ZAF Metal

Element	Mass(%)	Atom(%)	K(%)	ZAF
C	86.114	92.1809	69.870	1.1291
O	6.658	5.3497	1.010	6.0395
Na	0.329	0.1836	0.173	1.7342
S	0.184	0.0741	0.157	1.0757
Cl	0.147	0.0534	0.122	1.1075
K	6.401	2.1047	5.303	1.1059
Ca	0.167	0.0536	0.138	1.1060



Total 100.000 100.0000 76.774 Norm.F=1.092

도면8

Unknown Specimen

Path :EpmaData Project: 161006/0002 0010_0000
Posltlon No: 10 Comment:
stage : X= -7.0580 Y= -32.8116 Z= 13.9445
Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia.:20 Scan : On Mag: 10
Dated on Oct 06 19:03 2016
WDSonly No. of accumulation : 1

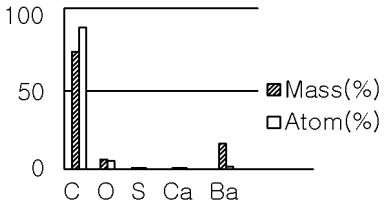
Curr.(A):5.030E-008

Element Crystal Peak(mm) BG-(mm) BG+(mm) Net(cps) Bg-(cps) Bg+(cps) K-raw(%)
1 C LDE2H 1 123.300 34.400 38.600 135265.3 1716.5 497.0 58.972
2 O LDE1 2 109.100 5.000 32.400 902.4 183.3 0.0 1.575
3 S PETH 4 171.800 2.350 0.600 200.0 0.0 0.0 0.204
4 Ca PETH 4 107.100 1.750 1.800 416.7 53.4 33.4 0.248
5 Ba LIFH 4 192.900 3.150 2.650 1442.3 0.0 0.0 13.367

ZAF Metal

Element	Mass(%)	Atom(%)	K(%)	ZAF
C	73.308	90.8750	58.972	1.1829
O	7.389	6.8751	1.575	4.4630
S	0.242	0.1122	0.204	1.1263
Ca	0.271	0.1007	0.248	1.0405
Ba	18.790	2.0370	13.367	1.3377

Total 100.000 100.0000 74.367 Norm.F=1.051



도면9

Unknown Specimen

Path :EpmaData Project: 161006/0002 0006_0000
Posltlon No: Comment:
stage : X= -2.6563 Y= -32.6549 Z= 13.8955
Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia.:20 Scan : On Mag: 10
Dated on Oct 06 18:32 2016
WDSonly No. of accumulation : 1

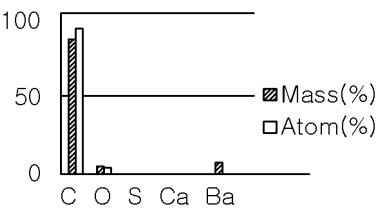
Curr.(A):5.030E-008

Element Crystal Peak(mm) BG-(mm) BG+(mm) Net(cps) Bg-(cps) Bg+(cps) K-raw(%)
1 C LDE2H 1 123.800 35.100 39.500 172188.8 2178.5 623.7 75.070
2 O LDE1 2 109.600 5000 26.100 787.8 146.7 0.0 1.375
3 S PETH 4 172.000 2.650 0.400 240.1 0.0 0.0 0.245
4 Ca PETH 4 107.450 2.850 2.400 277.1 46.6 40.0 0.165
5 Ba PETH 4 88.600 0.600 2.700 5202.1 480.3 106.6 7.483

ZAF Metal

Element	Mass(%)	Atom(%)	K(%)	ZAF
C	82.837	93.0924	75.070	1.1366
O	6.837	5.7673	1.375	5.1205
S	0.264	0.1110	0.245	1.1086
Ca	0.170	0.0571	0.165	1.0590
Ba	9.892	0.9722	7.483	1.3616

Total 100.000 100.0000 84.339 Norm.F=0.971



도면10

Unknown Specimen

Path :EpmaData Project: 161006/0002 0008_0000
Posltlon No: Comment:
stage : X= -4.3742 Y= -29.0712 Z= 13.8765
Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia.:20 Scan : On Mag: 10
Dated on Oct 06 18:47 2016
WDSonly No. of accumulation : 1

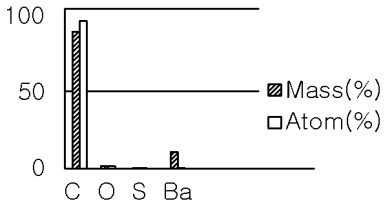
Curr.(A):5.030E-008

Element Crystal Peak(mm) BG-(mm) BG+(mm) Net(cps) Bg-(cps) Bg+(cps) K-raw(%)
1 C LDE2H 1 124.100 35.900 38.200 165925.0 1984.3 590.4 72.339
2 O LDE1 2 108.700 2.400 30.700 573.7 136.7 0.0 1.002
3 S PETH 4 172.000 3.850 1.400 378.4 6.6 0.0 0.386
4 Ba PETH 4 88.700 0.700 1.700 5883.2 500.3 86.6 8.463

ZAF Metal

Element Mass(%) Atom(%) K(%) ZAF
C 83.006 94.3218 72.339 1.1507
O 5.109 4.3575 1.002 5.1149
S 0.428 0.1821 0.386 1.1107
Ba 11.458 1.1386 8.463 1.3577

Total 100.000 100.0000 82.190 Norm.F=0.997



도면11

Unknown Specimen

Path :EpmaData Project: 161006/0002 0007_0000
Posltlon No: 7 Comment:
stage : X= -5.1951 Y= -31.0925 Z= 13.7190
Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia.:20 Scan : On Mag: 10
Dated on Oct 06 18:40 2016
WDSonly No. of accumulation : 1

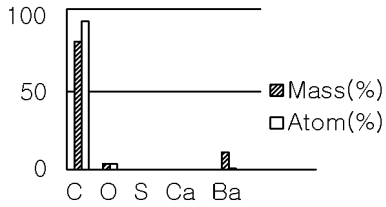
Curr.(A):5.031E-008

Element Crystal Peak(mm) BG-(mm) BG+(mm) Net(cps) Bg-(cps) Bg+(cps) K-raw(%)
1 C LDE2H 1 123.500 34.900 40.100 152907.6 1887.2 557.0 66.651
2 O LDE1 2 109.700 8.700 20.900 836.8 133.3 0.0 1.461
3 S PETH 5 172.050 2.000 1.150 200.0 0.0 0.0 0.255
4 Ca PETH 4 107.450 2.050 3.550 307.5 60.0 40.0 0.183
5 Ba PETH 5 88.600 0.000 3.800 8589.5 0.0 133.4 12.300

ZAF Metal

Element Mass(%) Atom(%) K(%) ZAF
C 76.564 92.0459 66.651 1.1670
O 6.719 6.0630 1.461 4.6731
S 0.248 0.1118 0.225 1.1214
Ca 0.188 0.0678 0.183 1.0455
Ba 16.281 1.7116 12.300 1.3447

Total 100.000 100.0000 80.819 Norm.F=0.984



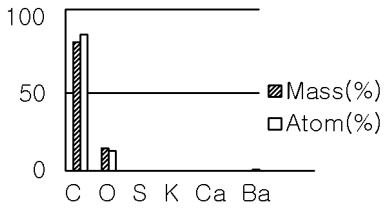
도면12

Unknown Specimen

Path :EpmaData Project: 161201/0001 0003_0000
Posltlon No: Comment:
stage : X= -17.4388 Y= -19.3125 Z= 11.0490
Acc. Voltage : 15.0 (kV) Probe Dia.:20 Scan : On Mag: 10
Dated on Oct 06 15:30 2016
WDSonly No. of accumulation : 1

Curr.(A):5.036E-008

Element	Crystal	Peak(mm)	BG-(mm)	BG+(mm)	Net(cps)	Bg-(cps)	Bg+(cps)	K-raw(%)
1 C	LDE2H	1 123.900	35.900	39.800	174525.4	2366.1	537.0	75.998
2 O	LDE1	2 109.500	7.400	33.200	1937.7	226.8	10.0	3.379
3 S	PETH	4 171.950	3.900	1.100	800.7	0.0	0.0	0.816
4 K	PETH	4 119.750	2.450	3.550	312.2	33.4	20.0	0.197
5 Ca	PETH	4 107.450	3.350	2.700	288.2	46.6	20.0	0.171
6 Ba	PETH	4 88.650	0.000	1.700	1496.1	0.0	66.6	2.150

ZAF Metal

Element	Mass(%)	Atom(%)	K(%)	ZAF
C	81.162	87.1607	75.998	1.2134
O	15.086	12.1614	3.379	5.0733
S	0.788	0.3170	0.816	1.0967
K	0.193	0.0635	0.197	1.1091
Ca	0.163	0.0525	0.171	1.0809
Ba	2.609	0.2450	2.150	1.3788
Total	100.000	100.0000	82.711	Norm.F=0.880