

## 촉매 분말의 확산 반사 측정

Praying Mantis 액세서리 및 Agilent Cary 5000  
UV-Vis-NIR 분광 광도계 사용



### 저자

Eric Marceau  
UPMC — Laboratoire  
de Réactivité de Surface  
(UMR 7197 CNRS)  
Paris, France

Caroline Perier  
Agilent Technologies  
Les Ulis, France

Travis Burt  
Agilent Technologies  
Melbourne, Australia

### 서론

산화알루미늄( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )은 일반적으로 알루미나라고 알려져 있으며, 광범위한 산업 응용 분야를 가진 널리 퍼진 자연 발생 화합물입니다. 알루미나는 색소 또는 연마재로 사용되는 것 외에도, 탈황화 또는 수소화 반응을 위한 촉매 지지체로서 중요한 역할을 합니다. 후자의 경우 촉매의 활성 단계는 니켈 금속 나노입자로 구성되곤 합니다.  $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$  촉매 전처리의 첫 번째 단계에서 초기에 니켈(II) 염과 알루미나 표면 사이에 형성된 상호 작용은 궁극적으로 촉매의 활성 단계 분산과 활성을 결정합니다. 따라서 촉매 전처리를 개선하기 위해 열처리 시 니켈 종 분리의 진전을 지켜보는 것이 가장 중요합니다.

Praying Mantis 확산 반사 액세서리와 결합된 Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 분광 광도계는 광범위한 온도 범위에서 발생하는 화학 변화를 보다 잘 이해하도록 해줍니다. UV-Vis-NIR 분광기를 통해 전이 금속 이온의 전자 흡수 스펙트럼을 조사할 수 있습니다. 스펙트럼은 흡수대의 수와 위치를 통해 해석되며, 이는 화학 환경의 특성과 대칭뿐만 아니라 원소의 전자적 구성을 제공합니다. 또한 스펙트럼의 근적외선 부분은 금속 리간드 또는 지지체에서 발생하는 좁은 IR 배음대(overtone band)와 결합대(combination band)에 대한 정보를 제공하여 중간 범위 IR 스펙트럼을 효과적으로 보완할 수 있습니다.

Praying Mantis 샘플링 액세서리의 유연성은 온도와 가스 대기를 제어할 수 있는 환경적 세포 내의 고체 시료에 대한 반사 연구를 가능하게 합니다. 이 연구에서는 Praying Mantis 내부에 세팅된 반응 챔버의 작은 부피 분말 컵을 사용하여 시료를 측정했습니다. Praying Mantis 액세서리는 대체 확산 반사 액세서리인 적분구와 질적으로 매우 유사한 결과를 제공하지만 측정 기하학적 구조가 아래를 바라보며 시료를 수평으로 장착할 수 있다는 장점이 있고 성능 손실 없이 매우 작은 시료(약 0.1cm<sup>3</sup>)를 측정할 수 있는 기능을 갖추고 있습니다.

유연성 외에도 Cary UV-Vis-NIR 시스템은 적은 전력량에 비해 매우 높은 수준의 데이터를 제공합니다. Praying Mantis DRA는 반사 코팅이 된 구 대신 거울을 사용합니다. 이를 통해 조명 및 검출 조건에 대한 광학 제어가 개선되어 정의된 반사 각도 범위에 걸쳐 매우 효율적인 시스템을 생성할 수 있습니다. 이러한 유형의 측정은 항상 "표준 반사 백분율"로 이루어지므로 본질적으로 정성적입니다. 결과는 사용된 표준물질에 따라 달라집니다. 그러나 두 가지 접근 방식에서 유사한 결과를 얻을 수 있습니다.

Cary UV-Vis-NIR 분광 광도계의 주요 장점은 매우 작은 신호와 매우 낮은 조도(매우 높은 흡광도 또는 매우 낮은 투과율/반사율)로 작업할 수 있다는 것입니다. 시료의 반사율이 낮거나 반응 챔버와 같은 극단적인 샘플링 조건에서 측정할 경우에도 고정밀 판독값을 얻을 수 있습니다.

## 실험

### 기기

모든 판독은 표준 분말 셀 홀더와 함께 사용하기 위해 장착 및 조정된 고온 반응 챔버가 장착된 Praying Mantis 액세서리(그림 2)와 표준 Cary 5000 UV-Vis-NIR 분광 광도계(그림 1)를 사용하여 수행되었습니다. 반응 챔버의 창은 SiO<sub>2</sub>였습니다. 기준 스펙트럼은 상온(20°C)에서 PTFE로 수집되었으며, 공기 흐름이 시료 측정에 사용되었습니다.



그림 1. Agilent Cary 5000 분광 광도계.



그림 2. 조정 도구 및 분말 셀 시료 컵이 포함된 Praying Mantis 액세서리.

### 반응 챔버

반응 챔버(그림 3)는 반응 가스를 주입하고 시료와 반응시켜 반응을 체내에서 연구하고 반응 속도를 측정하며 중간 및 반응 생성물을 식별할 수 있도록 합니다. 반응 챔버는 세 개의 창이 있는 돔으로 둘러싸여 있으며, 두 개는 분광기 방사선이 챔버를 출입하기 위한 것이고 세 번째는 시료를 보고 비추거나 조사하기 위한 것입니다. 이를 통해 광화학 연구에 반응 챔버를 사용할 수 있습니다. 세 개의 창 모두에 제공되는 표준 재료는 UV 석영입니다.



그림 3. 반응 챔버.

### 결과 및 토의

스펙트럼 결과는 Kubelka-Munk(F(R)) 단위 대 나노미터 단위의 파장으로 표시됩니다. F(R)는 반사율과 농도 사이의 상관 관계를 돕기 위해 %R을 수학적으로 변환한 것입니다.

팔면체 기하학적 구조의 Ni<sup>2+</sup> 이온은 세 개의 흡수 대역을 나타내며, 두 개는 가시 영역(약 400 ~ 600nm)에 있고 다른 하나는 NIR 영역(약 1,200nm)에 있습니다. 최대 110°C의 온도에서 390nm 대역의 이동은 NiO가 230°C 이상을 형성하는 동안 수화된 질산니켈을 nickel hydroxynitrate로 변형할 때 니켈 이온 주변의 변화를 보여줍니다.

NIR 범위의 스펙트럼은 실온과 110°C 사이의 hydroxynitrate 현상(1,153nm 대역에서 1,240nm로 이동)을 강조하지만 니켈염과 지지체의 탈수(1,450nm에서 -OH 배음대의 손실) 또한 강조합니다. 1,950 및 2,300nm에서 흡착된 물 및 알루미늄 하이드록실기에 의한 두 개의 추가 대역이 발견됩니다.

탈수 과정은 1,950nm에서 초기 강한 대역의 감소를 통해 명확하게 관찰되며, 일부 하이드록실기는 250 °C에서 열처리 후 알루미늄 표면에 남아있습니다.

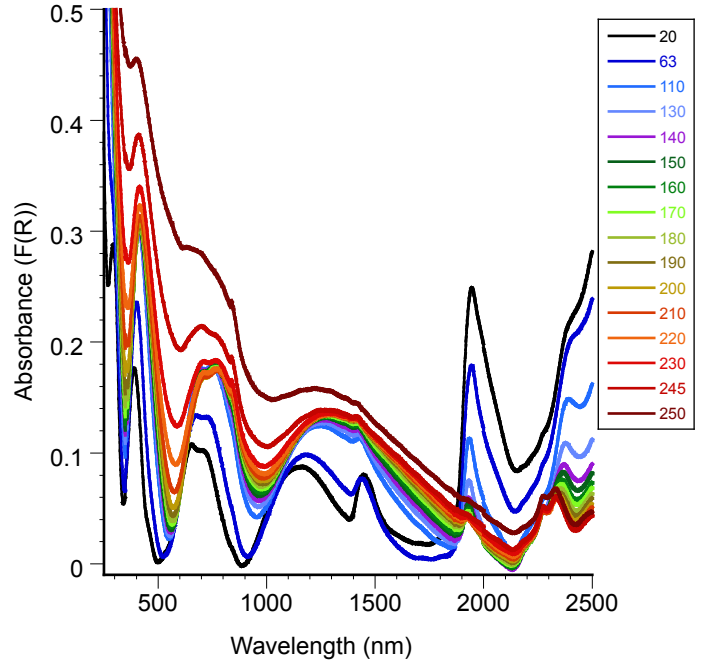


그림 4. Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR의 Praying Mantis(오버레이 스캔). 20~250°C에서 Ni[H<sub>2</sub>O]<sub>6</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 열 변형.

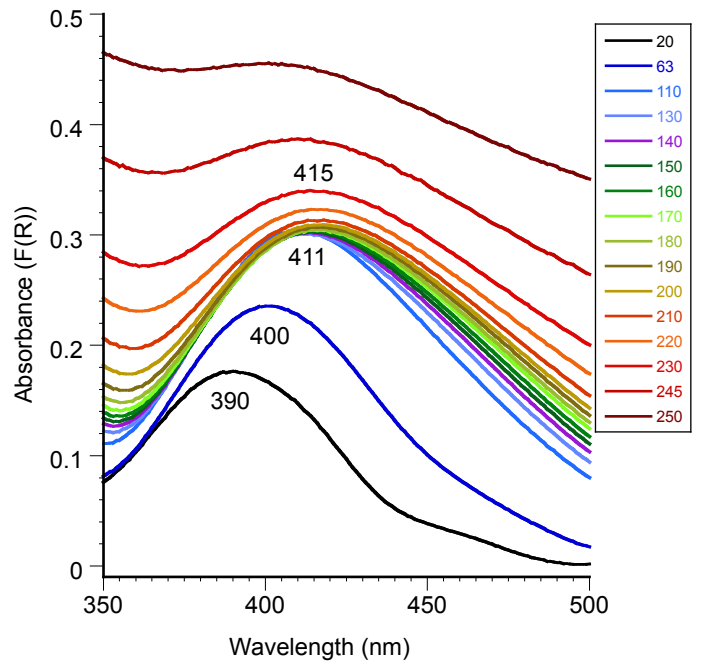


그림 5. UV-Vis 범위.

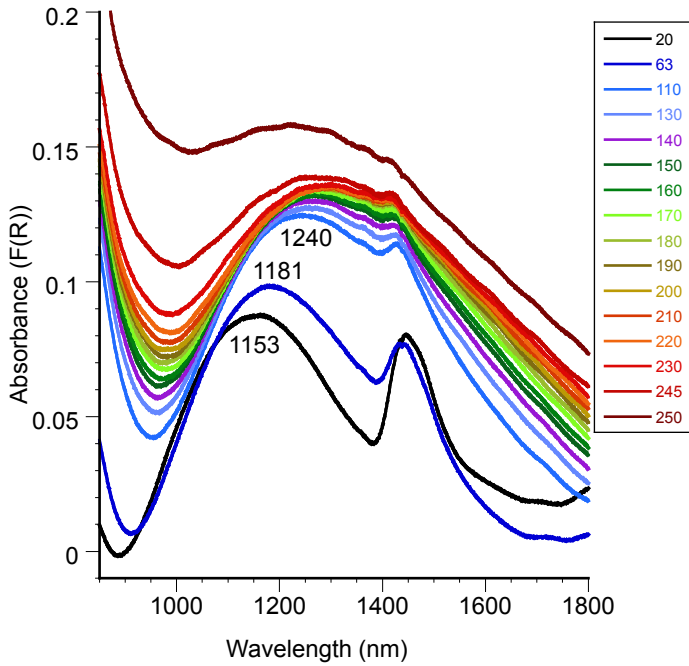


그림 6. NIR 범위.

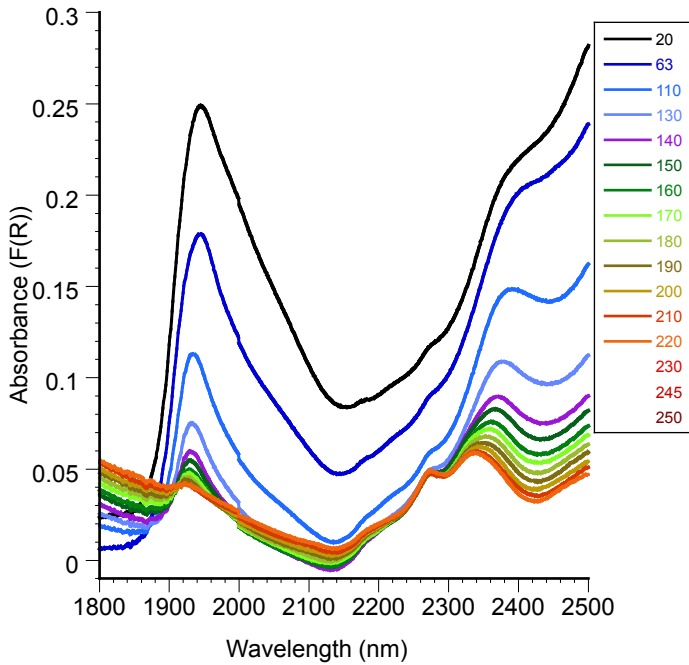


그림 7. 최대 1,800nm의 NIR 범위.

## 결론

결과는 20~250°C의 온도에서 소량의 촉매 분말 시료 분석에 사용한 Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR을 보여줍니다. Cary 5000의 넓은 측정 범위와 우수한 신호 대 잡음비의 조합은 Praying Mantis 액세서리와 함께 고온 반응 챔버를 사용하여 니켈 염의 변형과 지지체 시스템의 탈수를 입증했습니다. 이를 통해 확산 반사는 기체-고체 인터페이스에서 불균일 촉매 작용 또는 반응과 관련된 분말을 연구하는 데 유용한 도구로 사용됩니다.

[www.agilent.com/chem/cary5000](http://www.agilent.com/chem/cary5000)

DE28029956

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2012, 2023  
2023년 1월 3일 한국에서 발행  
5990-9787KO

한국애질런트테크놀로지스  
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,  
A+ 에셋타워 9층, 06621  
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)  
팩스: 82-2-3452-2451  
이메일: korea-inquiry\_lsca@agilent.com