제올라이트 종류에 따른 수분 흡착 특성 평가

김광배¹ · 임예솔² · 김은석¹ · 진새라² · 이현준² · 김성훈² · 노윤영^{2,*} · 송오성^{1,*}

¹서울시립대학교 신소재공학과

²원익홀딩스 기술연구소

Assessment of H₂O Adsorption Characteristics Based on Zeolite Type

Kwangbae Kim¹, Yesol Lim², Eunseok kim¹, Saera Jin², Hyunjun Lee²,
Seonghoon Kim², Yunyoung Noh^{2,*}, and Ohsung Song^{1,*}

¹Department of Materials Science and Engineering, University of Seoul, Seoul 02504, Republic of Korea

²Wonik Holdings Co., Ltd, Pyeongtaek 17708, Republic of Korea

Abstract: The properties and H₂O adsorption characteristics of two types of zeolites (3A and 13X) with the same shape but different element composition were identified. These zeolites are used in gas purification processes to manufacture 9N ultra-pure inert gases for semiconductor process applications. To analyze the shape and microstructure of the zeolites, an optical microscope and FE-SEM were used. EDS, micro-Raman, and XRD analysis were conducted to analyze their compositions and properties. BET analysis was performed to identify their specific surface areas. Finally, a breakthrough analysis was conducted at room temperature. Based on the results of the optical and microstructure analyses, the cylindrical shaped 3A and 13X were determined to be composed of 2.5-um polyhedrons and 1.4-um massive shapes, respectively. The results of the compositional analysis showed that the main components of both zeolites were Si and Al, whereas K and Na existed in 3A and 13X, respectively. The results of the specific surface area analysis demonstrated that the surface area of 13X was 32 times larger than that of 3A. Specifically, the total specific surface areas were 22.42 and 720.33 m²/g for 3A and 13X, respectively. The results of the H₂O adsorption characteristic analysis showed that the H₂O concentration of 13X was 1.33 times higher than that of 3A. Therefore, with respect to using zeolite for gas purification process applications, 13X might be more suitable to achieve excellent specific surface area and remarkable H₂O adsorption.

(Received January 9, 2020; Accepted June 3, 2020)

Keywords: zeolite, BET, micropore, H₂O adsorption

1. 서 론

반도체 소자의 선 폭이 nm 급으로 미세화되고 집적도가 증가함에 따라 반도체 제조 장비에 공급되는 가스 순도가 6N을 넘어선 9N 이상의 초고순도 가스가 요구되고 있다 [1-4]. 이때 9N 이상의 초고순도 가스를 제조하기 위해서 가스 정제 공정이 사용되는데, 가스 정제 공정이 가장 많

이 요구되고 있는 가스 종류는 Ar, N₂ 등의 불활성 가스이다 [1,5]. 이러한 가스 정제 공정은 가스 내의 10 ppb 단위의 불순물을 제거하는 공정으로, 불순물에는 O₂, CO, H₂O, CO₂ 등이 있다 [6-8]. 불순물 제거를 위해서 촉매와 흡착제가 채용되고 있는데, O₂와 CO의 경우 산화 - 환원 촉매 반응을 이용하여 제거하며, H₂O와 CO₂의 경우 온도에 따른 물리적 흡착-탈착 반응을 이용하여 제거한다 [9,10]. 이중, 흡착제는 초고순도 가스 공급 라인에도 채용되는데, 공급되는 가스가 초고순도 일지라도 가스 교체 시 배관에 잔류된 ppb 단위의 H₂O가 존재할 수 있는 가능성이 있다. 따라서, 이를 제거하기 위해 활성탄, 제올라이트 등의 흡착제를 이용하여 배관의 잔류 H₂O를 제거하는 시

- 김광배: 박사과정, 임예솔·진새라: 대리, 김은석: 석사과정, 이현준: 부장, 김성훈: 상무, 노윤영: 과장, 송오성: 교수

*Corresponding Author: Yunyoung Noh

[Tel: +82-31-8047-0813, E-mail: yynoh@wonik.com]

*Corresponding Author: Ohsung Song

[Tel: +82-2-6490-2410, E-mail: songos@uos.ac.kr]

Copyright © The Korean Institute of Metals and Materials

시스템이 필수적이다 [11,12].

수분 흡착제로 이용되는 활성탄의 경우, 활성탄의 종류 및 온도변화에 따른 흡착 정도를 평가하는 연구가 활발하게 보고된 바 있다. J. S. Lee 등[13]은 활성탄과 제올라이트 복합체를 제작하여 273.15~353.15 K에서 CO_2 와 H_2O 흡착 성능평가를 보고한 바 있다. D. Ryu 등[14]은 활성탄에 알칼리 금속염이 많이 함침될수록 CO_2 의 흡착능력이 우수해지는 결과를 보고한 바 있다. 또한 D. Moon 등[15]은 활성탄소섬유의 요오드 흡착 특성을 연구하였는데, 흡착제의 비표면적 증가에 따른 흡착 성능이 향상되는 것을 보고한 바 있다. 그러나 이러한 활성탄의 경우 반복 재생하여 사용하기 위해서는 700 °C 이상의 고온이 필요하며, 외부에 노출 시 수분과의 급격한 반응으로 인해 폭발할 가능성이 있어 정제 공정에 적용하는데 어려움이 있다 [16,17].

최근에는 활성탄의 대체재로서 재생 온도가 300 °C 이하로 비교적 저온에서 가능하며, 외부에 노출 시에도 안전한 무기계 흡착제인 제올라이트를 채용하고 있다. 다공성 구조로 이루어진 제올라이트 흡착제는 수분뿐만 아니라 미세기공을 통해 내부에 존재하는 불순물 제거도 가능하기 때문에 정제 공정에 채용하기에는 적합하다 [18,19]. 이러한 제올라이트는 4개의 O가 Si와 Al 원자를 둘러싸고 있는 정사면체 결정 구조를 이루고 있으며, 천연과 합성으로 분류된다 [20]. 합성 제올라이트의 종류는 여러가지가 있으나 주로 3A, 13X가 이용된다. 앞에 숫자는 내부의 기공 크기(Å 단위)를 의미하고, 뒤에 알파벳은 Si/Al의 몰비에 따라 A 타입은 Si/Al의 비율 1을 의미하며, 이때 내부 금속 양이온으로 K^+ 이 첨가된 것이고, Si/Al의 비율이 1.5이 되는 X 타입으로 Na^+ 이 첨가됨을 의미한다. 따라서 3A, 13X는 각각 3 Å, 13 Å의 내부기공을 가지고 Si/Al 비율이 1, 1.5로 K^+ , Na^+ 를 가진 구조체이다 [21]. 즉, 제올라이트는 Si, Al, O가 sodalite cage 구조의 단위로 구성되고 cage 4개가 원형으로 연결되면 4-ring 구조로 이루어진 Linde Type A(LTA) 구조의 A 타입이 안정화되고, 6개가 연결되면 6-ring 구조로 이루어진 Faujasite(FAU) 구조의 X 타입으로 생성된다 [22].

제올라이트의 흡착성능을 높이기 위해 비표면적을 향상시키는 연구도 활발하다. Widayat 등[23]은 NaOH 1, 3, 4, 5M을 첨가한 X 타입 제올라이트를 제작하고, 이때 NaOH 첨가에 따라 비표면적이 증가하다 감소하는 것을 확인하였으며, 3M NaOH가 첨가된 제올라이트에서 비표면적이 가장 우수한 것을 보고한 바 있다. F. A. Abdulkareem 등[24]은 5A 제올라이트를 이용하여 최대

10 bar의 압력에서 50 °C와 70 °C의 온도일 때 CO_2/CH_4 와 $\text{CO}_2/\text{CH}_4/\text{H}_2\text{O}$ 혼합 기체에 대한 흡착 성능을 확인하고, H_2O 가 혼합된 경우 CH_4 의 흡착 성능이 감소하는 것을 보고한 바 있다.

그러나 실제 반도체 공정 및 디스플레이 산업용 가스 정제 공정의 경우 상온에서 진행되며, 정제하려는 가스의 종류에 따라 제올라이트를 선택적으로 채용하는데 이와 관련하여 제올라이트에 따른 정량적인 수분 흡착량에 관한 연구 사례는 매우 미흡한 실정이다.

따라서, 본 연구에서는 서로 다른 3A 및 13X의 두 가지 제올라이트 흡착제의 물성을 확인하고, 수분에 따른 흡착 특성을 확인하기 위해 N_2 가스 내에 5%의 수분을 주입하여 가혹 조건으로 제올라이트의 파과점(breakthrough point)과 흡착량을 비교 평가하였다.

2. 실험방법

반도체 및 디스플레이 산업에 이용되는 초고순도 가스를 제작하기 위한 수분 제거 공정에 이용되는 제올라이트 흡착제의 특성을 확인하기 위해 미세기공과 성분이 다른 3A(A사)와 13X(B사) 제올라이트 흡착제를 준비하였다.

각 제올라이트의 매크로 분석을 위해 광학현미경의 접안렌즈에 연결된 디지털 카메라(Coolpix 4500, Nikon)를 이용하여 10배 이하로 분석하였다. 각 제올라이트의 미세 구조 분석을 위해 field emission scanning electron microscope(FE-SEM, S-8000, Hitachi)를 이용하였으며, 가속 전압은 15 kV로 분석하였다. 또한 각 zeolite의 구성 원소를 확인하기 위해 EDS 분석을 진행하였다.

각 제올라이트의 물성을 확인하기 위해 마이크로 라만분광기(UniRaman, Unithink)를 사용하여 확인하였다. 이때 광원은 514 nm을 채용하고, 10초 동안 노출 후 50회 반복 측정하였다. 제올라이트의 물성을 확인하기 위해 X-선 회절 분석(XRD, D8 advance, Bruker)를 이용하였다. X선 source는 $\text{CuK}\alpha$ 로 파장은 1.5405 Å이며, 이때 분석 조건은 전류 30 mA, 가속전압 40 kV였다. 회절범위는 joint committee powder diffraction standards 카드 상에 나타나는 제올라이트 A(No. 98-018-3702), 제올라이트 X(No. 00-038-0237)를 고려하여 0~60° 범위의 2θ에서 피크를 확인하였다.

3A 제올라이트와 13X 제올라이트의 비표면적과 기공크기를 비교하기 위해 BET(Autosorb-iQ/MP, Quantachrome Instruments)를 이용하였다. 이때 77 K 온도에서 N_2 gas를 주입하고, 0.07 g 제올라이트의 gas 흡착량을 확인하여 평

균 비표면적을 분석하였다. 또한 T-plot data를 이용하여 2 nm 이하 미세기공(micropore)의 비표면적과 크기를 확인하였다.

3A 및 13X 제올라이트의 수분 흡착 성능을 확인하기 위해 breakthrough 분석기(Dyna Sorb BT, Quantachrome Instruments)를 이용하여 breakthrough curve 분석을 통해 파과점(breakthrough point)과 흡착량을 확인하였다. 전처리 는 280 °C에서 3시간 동안 N₂-1 slpm을 흘려주어 각각의 제올라이트에 흡착된 수분을 제거하였다. 전처리 후, 가속 실험을 위해 가혹 조건인 5% H₂O/N₂ 가스를 1 slpm 흘려주면서 분석을 진행하였으며, 제올라이트를 통과하여 유출되는 수분 농도가 5%에 도달하는 시점까지 breakthrough curve를 측정하였다.

이때 파과점(breakthrough point)은 가스가 제올라이트를 통과한 후의 가스 내 수분 농도가 5%에 도달하는 시점으로 결정하였으며, 파과까지 걸리는 시간은 가스가 흐르기 시작하는 시점부터 제올라이트를 통과한 후의 가스 내 수 분 농도가 5%에 도달하는 시점까지의 시간으로 계산하였다. 또한 흡착량은 제올라이트에 가스가 흐르기 시작하는 시점부터 제올라이트를 통과한 후의 가스 내 수분 농도가 5%에 도달하는 시점까지의 면적을 적분하여 도출하였다.

3. 실험결과

그림 1에는 3A 및 13X 제올라이트 시료의 광학현미경 이미지를 나타내었다. 그림 1 (a)는 3A 제올라이트 시료의 광학현미경 이미지이며, 우 상단에 삽입한 이미지는 3A 제올라이트의 단면을 나타내었다. 3A 제올라이트는 지름 1.59(±0.2) mm, 길이 6.88(±2) mm의 원기둥 형태를 가진 것을 확인하였다. 그림 1 (b)는 13X 제올라이트 시료의 광학현미경 이미지이며, 우 상단에 삽입한 이미지는 13X 제올라이트의 단면을 나타내었다. 13X 제올라이트는 지름 1.62(±0.2) mm, 길이 6.72(±2) mm의 원기둥 형태를 가진 것을 확인하였으며, 3A 제올라이트 보다 밝은 색을 나타

Fig. 1. Optical microscopy images of (a) 3A and (b) 13X zeolites.

Fig. 2. FE-SEM images and EDS datas of (a) 3A and (b) 13X zeolites.

내는 것을 확인할 수 있었다. 따라서, 3A 제올라이트와 13X 제올라이트는 유사한 외형을 보이지만 서로 다른 색을 나타내는 것을 확인할 수 있었으며, 이는 조성이 서로 상이하여 나타난 것으로 판단하였다.

그림 2에는 3A 및 13X 제올라이트 시료의 미세구조를 나타내었다. 각 구조의 3, 13 Å급 기공은 SEM 분해능으로는 확인할 수 없었지만, 합성된 소결체의 마이크로급 미세구조 분석을 하였다. 좌측에는 저배율 이미지를 나타내었고, 우측에는 저배율 이미지에 점선원으로 표시한 부분을 확대하여 나타내었다. 또한 상단에는 각 시료의 EDS 결과를 나타내었다.

그림 2 (a) 3A 제올라이트의 경우, 약 2.5 μm의 크기를 가진 다면체로 이루어진 것을 확인할 수 있었다. 다면체의 EDS 분석 결과 Si, Al, K이 주성분으로 확인되었으며, 소량의 Na, Mg, Fe가 확인되었다. 이는 제조과정에서 첨가되어 나타난 물질로 판단하였다.

그림 2 (b) 13X 제올라이트는 가장 긴 변의 길이가 약 1.4 μm의 크기를 가진 괴상을 확인할 수 있었으며, 이는 앞서 확인한 3A 제올라이트의 약 56% 크기를 가진 괴상체로 구성되어 있는 것을 확인할 수 있었다. 괴상의 EDS 결과 Si, Al, Na이 주성분으로 확인되었고, 앞서 확인한 바와 같이 소량의 Mg, Fe가 확인되었는데, 이는 제조과정에서 첨가된 물질로 판단하였다. 또한 13X는 3A와 달리 K가 없는 것을 확인하였으며, 이는 M. Sandomierski 등 [21]이 3A에는 K가 첨가되어 있고, 13X에는 Na이 있다는 보고와 일치하였다.

따라서, 3A는 K를 포함한 약 2.5 μm 다면체로 구성되어 있으며, 13X는 Na를 포함한 약 1.4 μm 괴상체로 구성되어 있는 것을 확인할 수 있었다.

그림 3에는 3A 제올라이트와 13X 제올라이트의 Raman 분석 결과를 나타내었다.

3A 제올라이트의 경우, 490 cm⁻¹의 피크가 확인되었으며, 이는 4-ring 구조에서 나타나는 Raman 피크로 확인되었다. 13X 제올라이트는 515 cm⁻¹의 피크가 확인되었으며, 이는

Fig. 3. Micro-Raman datas of 3A and 13X zeolites.

6-ring 구조에서 나타나는 피크로 확인되었다. 이러한 4-ring과 6-ring 구조의 피크는 A. Depla 등[22]이 보고한 Raman 결과와 일치하는 결과였다.

따라서, 3A 제올라이트는 4-ring 구조의 제올라이트인 것을 확인하였으며, 13X 제올라이트는 6-ring 구조인 것을 확인하였다.

그림 4에는 3A 제올라이트 시료와 13X 제올라이트 시료의 XRD 분석 결과를 나타내었다. 그래프 상단에는 3A 제올라이트 시료의 분석 결과를 나타내었으며, 하단에는 13X 제올라이트 시료의 분석 결과를 나타내었다.

3A 제올라이트 분석 결과, (001), (111), (012) 면방향에 상응하는 제올라이트 A peak 7.10° , 10.12° , 12.44° 의 메인 피크를 확인할 수 있었으며, A 타입의 제올라이트는 sodalite cage 4개가 원형으로 구성된 4-ring 구조에서 금속양이온인 K 이온이 포함되어 있는 LTA 구조의 특성 피크인 7.10° 피크를 확인할 수 있었다 [25].

13X 제올라이트 분석 결과, (111), (220), (311) 면방향에 상응하는 제올라이트 X peak, 6.10° , 10.00° , 11.72° 메인 피크를 확인할 수 있었으며, 특히 6.10° 피크는 X 타입 제올라이트가 sodalite cage 6개가 원형으로 구성된 6-ring 구조에서 금속양이온인 Na 이온이 포함되어 있는 FAU 구조를 가짐을 의미하였다 [26].

따라서 제올라이트 A 타입과 제올라이트 X 타입의 주요 구성 원소는 Si, Al 이지만 이들의 몰 비율과 첨가되는 금속 양이온에 따라 결정구조가 상이한 특징을 확인하였다.

그림 5에는 앞서 보인 Raman과 XRD 결과에서 확인한 제올라이트를 구성하는 LTA-type(4-ring) 구조와 FAU-type(6-ring) 구조를 나타내었다. 이러한 구조는 합성 제올라이트를 제작하는 과정에서 Si와 Al의 비율에 의해서 제

Fig. 4. XRD results of 3A and 13X zeolites.

Fig. 5. Structure of LTA-type and FAU-type of zeolites[26].

라이트를 제작하는 과정에서 Si와 Al의 비율에 의해서 제작되며, 내부에 금속 양이온을 포함할 수 있는 것으로 알려져 있다 [22,26]. 이때 내부에 포함되는 금속 양이온의 크기에 따라 미세기공의 크기가 결정되며, EDS 결과로 확인한 바와 같이 3A 제올라이트는 K^+ 이온을, 13X 제올라이트는 Na^+ 이온을 포함하고 있는 것을 확인하였다. 이는 제올라이트가 합성되면서 형성된 기공은 3A가 더 작은 것을 의미하며, 제올라이트 구조에서는 LTA-type(4-ring) 구조보다 FAU-type(6-ring) 구조에서 우수한 기공 면적을 나타낼 것으로 판단하였다. 이러한 결과는 T. Abdullahi 등 [26]이 보고한 바와 일치하는 결과였다.

표 1에는 각 시료의 BET 비표면적, T-plot을 이용한 2 nm 이하 미세기공의 비표면적, 미세기공의 크기 결과를 나타내었다.

BET 비표면적은 3A 시료와 13X 시료가 각각 $22.42 \text{ m}^2/\text{g}$ 와 $720.33 \text{ m}^2/\text{g}$ 로 나타내어, 13X가 3A에 비해 약 32배 우수한 것이 확인되었다. 이는 BET 실험에 사용되는

Table 1. Physical properties of 3A and 13X zeolites.

property	3A	13X
BET surface area[m ² /g]	22.42	720.33
Micropore surface area[m ² /g]	1.00	705.02
Micropore diameter[nm]	0.30	0.56

Fig. 6. Breakthrough curves of 3A and 13X zeolites.

N₂ 가스 분자 크기가 0.36 nm이기 때문에, 3A 시료는 앞서 보인 바와 같이 4-ring 구조로 내부에 약 0.30 nm 정도의 미세기공을 가져 N₂가 흡착되지 못하지만, 13X는 6-ring 구조로 약 0.50 nm 정도의 미세기공을 가져 N₂가 흡착되었기 때문이다. 그럼에도 불구하고 BET 비표면적 결과는 간접적으로 동일한 실험조건에서 6-ring 구조를 갖는 13X의 비표면적이 더 클 수 있음을 의미한다.

T-plot 데이터를 이용하여 2 nm 이하 미세기공의 비표면적을 상세 분석한 결과, 13X가 3A에 비해 약 705배 우수한 비표면적 특성을 확인할 수 있었다. 이 또한 간접적으로 13X가 더 많은 미세기공에 의한 면적을 가짐을 의미하였다. 또한 평균 미세기공의 크기는 각각 0.30 nm와 0.56 nm로 확인되었는데, 이는 실제로 약 0.27 nm 크기를 가진 수분을 흡착하기에는 두 시료 모두 충분한 마이크로기공 크기를 가지고 있으며, 특히 13X는 2개 이상의 수분을 흡착할 수 있을 정도의 크기임을 확인하였다 [27].

따라서, 3A와 13X 모두 수분을 흡착할 수 있는 미세기공을 가지고 있으나, 상대적으로 13X가 우수한 비표면적 특성을 보이고, 수분을 흡착할 수 있는 더 많은 미세기공을 가지고 있어서 실제 수분흡착에 유리할 것으로 판단하였다.

그림 6에는 3A 및 13X 제올라이트의 수분 흡착 정도를 확인할 수 있는 breakthrough curve를 나타내었다. 5% 수

분에 대한 파과(breakthrough)되는 시간의 경우, 3A는 8.3 시간, 13X는 9.7 시간이 소요가 되는 것을 확인할 수 있어 수분에 대한 흡착 성능이 13X가 더 오래 유지되는 것을 확인하였다. 또한 1 g의 제올라이트에 흡착된 수분의 양(g)인 수분 흡착량(g/g)을 계산해 본 결과, 3A 및 13X 제올라이트는 각각 0.189 g/g, 0.252 g/g를 나타내어, 13X가 3A에 비해 1.33배 우수한 흡착 성능을 나타내는 것을 확인하였다. 이는 앞서 비표면적 결과에서 13X가 3A에 비해 우수한 비표면적 특성을 가지고, 더 많은 미세기공을 가졌기 때문에 나타난 결과이다.

따라서, 3A와 13X는 외형이 유사한 제올라이트 시료임에도 불구하고, 가스 정제 공정에서 수분을 제거하기 위해 채용할 제올라이트는 13X가 더 적합할 것으로 판단되었다.

4. 결 론

초고순도 가스 제조를 위한 가스 정제 공정에 채용되고 있는 3A와 13X 제올라이트의 물성 및 수분 흡착 특성을 비교 평가하였다. 3A 및 13X 제올라이트는 모두 유사한 외형을 가지고 있었으나, 3A와 13X 제올라이트는 각각 2.5 μ m 다면체 및 1.4 μ m 괴상체로 구성된 미세구조 특성을 나타내었다. 3A 제올라이트는 K이 포함된 LTA-type(4-ring)으로 구성되어 있었으며, 13X 제올라이트는 Na이 포함된 FAU-type(6-ring)으로 구성되어 있는 것을 확인하였다. 비표면적은 13X 제올라이트가 3A 제올라이트에 비해 약 32배 우수한 것을 확인하였으며, 5% 수분 흡착 특성은 3A와 13X 제올라이트가 각각 0.189 g/g, 0.252 g/g를 나타내어 13X 제올라이트가 3A 제올라이트에 비해 약 1.33배 우수한 것을 확인하였다. 따라서, 수분 불순물 제거를 위한 가스 정제 공정에는 우수한 비표면적과 수분 흡착 특성을 가진 13X 제올라이트를 채용하는 것이 유리함을 확인하였다.

REFERENCES

1. Y. Yin, S. Ishii, N. Suzui, M. Igura, K. Kurita, Y. Miyoshi, N. Nagasawa, M. Taguchi, and N. Kawachi, *Appl. Radiat. Isot.* **151**, 7 (2019).
2. K. Kato, Y. Shionoiri, Y. Sekine, K. Furutani, T. Hatano, T. Aoki, M. Sasaki, H. Tomatsu, J. Koyama, and S. Yamazaki, *Jpn. J. Appl. Phys.* **51**, 021201 (2012).
3. A. V. Vorotyntsev, A. N. Petukhov, M. M. Truvyanov, A. A. Atlaskin, D. A. Makarov, M. S. Sergeeva, I. V. Vorotyntsev, and V. M. Vorotyntsev, *Rev. Chem. Eng.* (in press).

4. L. Rochlitz, M. Steinberger, R. Oechsner, A. Weber, S. Schmitz, K. Schillinger, M. Wolff, and A. Bayler, *Int. J. Hydrogen Energ.* **44**, 17168 (2019).
5. M. Rizky, Mulyana, H. Budiman, O. Zuas, and A. Hindayani, *J. Phys. Conf. Ser.* **1153**, 012035 (2019).
6. K. C. Cossel, F. Adler, K. A. Bertness, M. J. Thorpe, J. Feng, M. W. Raynor, and J. Ye, *Appl. Phys. B-Lasers O.* **100**, 917 (2010).
7. J. Su, J. Zhang, Y. Liu, M. Jiang, and L. Zhou, *Sci. China. Mater.* **59**, 144 (2016).
8. H. Kumagai, Y. Hara, and K. Sato, *J. Magn. Magn. Mater.* **489**, 165358 (2019).
9. C. Cho, N. Nunotani, and N. Imanaka, *B. Chem. Soc. Jpn.* **92**, 1148 (2019).
10. D. Alwast, J. Schnaidt, Z. Jusys, and R. J. Behm, *J. Electrochem. Soc.* **167**, 070505 (2020).
11. K. N. Son, T. J. Richardson, and G. E. Cmarik, *J. Chem. Eng. Data* **64**, 1063 (2019).
12. E. Khoramzadeh, M. Mofarahi, and C. Lee, *J. Chem. Eng. Data* **64**, 5648 (2019).
13. J. S. Lee, J. H. Kim, J. T. Kim, J. K. Suh, J. M. Lee, and C. H. Lee, *J. Chem. Eng. Data* **47**, 1237 (2002).
14. D. Ryu and S. Kim, *J. Korean Ind. Eng. Chemistry*, **9**, 286 (1998).
15. D. C. Moon, K. H. Lee, C. S. Kim, D. H. Kim, M. R. Kim, C. H. Shin, I. Y. Park, S. Y. Nam, and C. G. Lee, *Anal. Sci. Technol.* **13**, 89 (2000).
16. S. Sajjadi, A. Meknati, E. Lima, G. L. Dotto, D. I. Mendoza-Castillo, I. Anastopoulos, F. Alakhras, E. I. Unuabonah, P. Singh, and A. Hosseini-Bandegharai, *J. Environ. Manage.* **236**, 34 (2019).
17. H. M. Heilmann, U. Wiesmann, and M. Stenstrom, *Environ. Sci. Technol.* **30**, 1485 (1996).
18. P. Wang, W. Zhang, H. Zhu, P. Yuan, C. Li, and X. Bao, *Appl. Catal. A-Gen.* **584**, 117135 (2019).
19. C. M. fougou, S. Mignard, and T. Belin, *Adsorpt. Sci. Technol.* **36**, 1246 (2018).
20. K. D. Mondale, R. M. Carland, and F. F. Aplan, *Miner. Eng.* **8**, 535 (1995).
21. M. Sandomierski, Z. Buchwald, W. Koczorowski, and A. Voelkel, *Micropor. Mesopor. Mat.* **294**, 109899 (2019).
22. A. Depla, E. Verheyen, A. Veyfeyken, E. Gobechiya, T. Hartmana, R. Schaefer, J. A. Martens, and C. E. A. Kirschhock, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **13**, 13730 (2011).
23. Widayat, Hadiyanto, H. Satriadi, B. Cahyono, W. I. S. T. Astuti, and P. Febrianti, *Materials today: proceedings*, **13**, 137 (2019).
24. F. A. Abdulkareem, A. M. Shariff, S. Ullah, T. L. See, L. K. Keong, and N. Mellon, *J. Ind. Eng. Chem.* **64**, 173 (2018).
25. T. Nakano and Y. Nozue, *J. Comput. Method. Sci. Eng.* **7**, 443 (2007).
26. T. Abdullahi, Z. Harun, and M. H. D. Othman, *Adv. Powder Technol.* **28**, 1827 (2017).
27. C. A. Scholes, S. E. Kentish, and G. W. Stevens, *Recent Pat. Chem. Eng.* **1**, 52 (2008).