

다양한 결정화 촉진제를 이용한 나노크기의 TPA-silicalite-1 제조  
Preparation of nanosized TPA-silicalite-1 with various  
crystallization promoters

김호동<sup>\*,\*\*</sup>, 정상진<sup>\*</sup>, 김명훈<sup>\*</sup>, 김영희<sup>\*</sup>, 김수룡<sup>\*</sup>, 이영무<sup>\*\*</sup>  
요업기술원<sup>\*</sup>, 한양대학교<sup>\*\*</sup>

미세기공(microporous)을 가진 제올라이트는 다양한 유기질 분리의 촉매제 및 광학, 화학 센서, 기체 분리 등의 고기능 소재로서 크게 주목받고 있으며, 비표면적의 증가, 새로운 기능의 발현 등으로 최근 들어 나노크기를 갖는 제올라이트 합성에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다.

본 연구에서는 기체 분리에 응용하기 위한 제올라이트 분리막 개발에 앞서 분리막 제조에 유리할 것으로 판단되어지는 적합한 크기와 형상을 갖춘 나노크기의 제올라이트를 합성하였으며 그 특성을 분석하였다.

출발물질로서 실리카 원으로는 TEOS, LUDOX AS-40, Cab-O-SIL 등을 사용하였으며, 템플레이트(TPAOH)와 함께 특정조성의 TPAOH/SiO<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>O 겔을 만들었다. 합성시간을 단축할 수 있는 방법의 연구로서 저온하의 2단계 온도 변화법을 적용하였으며, 결정성장속도의 향상을 목적으로 NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NH<sub>4</sub>OH 등의 결정화 촉진제로 사용하여 수열합성법으로 Silicalite-1를 합성하였다.

얻어진 TPA-Silicalite-1분말에 대하여 XRD, SEM, BET, TGA, IR, RAMAN 등의 분석수단을 이용하여 물성평가를 실시하였다. 그 결과, 낮은 온도와 짧은 시간에서도 결정화도가 높은 나노크기의 Silicalite-1 제올라이트의 합성이 가능하였고, 촉진제를 사용하지 않고 합성한 결과에서는 상기 세 가지 실리카원 중 Cab-O-SIL을 사용한 경우 가장 작은 입자 크기를 나타내었으나 가장 낮은 결정화도를 보였다. 한편, 결정화 촉진제를 사용함으로써 Cab-O-SIL이 나노레벨의 가장 작은 입자크기를 가짐과 동시에 높은 결정화도를 나타냄을 알 수 있었다. 또한 결정화촉진제를 사용함으로써 종래의 단일 온도 변화법 또는 결정화 촉진제를 사용하지 않은 2단계 온도 변화법과 비교하여 결정화 시간을 단축시킨다는 사실을 확인하였으며 결정화 촉진제 중에서도 NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>를 사용함으로써 입자의 크기, 결정화 시간 등에 가장 유리한 것으로 판단되었다.