

## 국내산 사문석으로부터 ZSM-5 제올라이트의 합성 Synthesis of ZSM-5 zeolite from domestic serpentine

\*이자현, 김동진, 정현생, \*김인희

\*건양대, 한국자원연구소

### 1. 서 론

32~38% MgO와 35~40% SiO<sub>2</sub>를 함유한 사문석(Mg<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>(OH)<sub>4</sub>)은 현재 대부분 저가의 제철용 슬래그 형성제로서 사용되고 있다. 사문석을 산처리하여 MgO와 기타 불순물을 제거하면 고순도의 다공성 SiO<sub>2</sub>을 잔사로 얻게되며 이를 실리카원으로 사용할 경우 여러 가지 구조계 신소재를 제조할 수 있는 것으로 알려져 있다. 시판되고 있는 ZSM-5 제올라이트는 대부분 물유리나 white carbon을 실리카원으로 사용하여 합성하고 있으며 국내산 사문석으로부터 ZSM-5 제올라이트를 합성한 경우는 거의 없는 실정이다. 따라서 본 연구에서는 사문석의 새로운 용도창출과 부가가치 향상을 위하여 석유화학 촉매로 사용되는 ZSM-5 제올라이트의 최적합성 조건을 확립하고자 하였다.

### 2. 실험방법

사문석을 산으로 침출한 후 잔사를 제올라이트 합성의 실리카 원료로 사용하였다. ZSM-5 제올라이트는 100ml 용량의 고온고압용기를 사용하여 수열합성하였다. 합성실험은 우선 사문석 침출잔사와 수산화 알루미늄을 적당한 물비로 수산화나트륨 용액에 각각 용해시키고 그 두 용액을 혼합한 후 주형물질로 사용되는 TPABr을 첨가한 후 반응시켰다. 반응온도는 125~185℃, 반응시간은 1~48시간, 반응기질의 조성은 aNa<sub>2</sub>O · bAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · cSiO<sub>2</sub> · d(TPA)<sub>2</sub>O · 3510H<sub>2</sub>O(a/c:0.05-0.42, c/b:90-150, d/c:0.08-0.11)로서 일반적으로 결정화에 영향을 준다고 알려진 성분의 물비를 변화시키면서 실험하였다. 반응종료 후 냉각, 여과, 세척을 거쳐 110℃에서 24시간 이상 건조하였다. 건조된 반응물을 하소하여 유기물을 제거하였고 합성된 제올라이트는 X선 회절분석기, 적외선 분광기, 주사전자현미경 및 TG/DTA를 이용하여 물리, 화학적인 특성을 조사하였다.

### 3. 결 론

1. ZSM-5 제올라이트 합성시 TPABr을 제거하기에 가장 적합한 하소온도는 600℃ 이었으며 그 이상의 하소온도에서는 cristobalite의 생성으로 인하여 결정화도가 감소하였다.
2. 일반적으로 알려진 합성온도보다 낮은 125℃, 24시간 반응시부터 제올라이트가 합성되었고, 170℃에서는 3시간부터 결정이 생성되었다.
3. 반응시간의 영향을 조사한 결과 3~5hr에서는 45.9~79.8%의 결정화도를, 반응시간 15~24hr에서는 90.0~96.8%의 결정화도를 갖는 ZSM-5 제올라이트를 얻을 수 있었다.
4. 실리카농도 변화실험을 행한 결과 SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 몰비 90에서 가장 높은 96.8%의 결정화도를 얻을 수 있었으며 이때 제올라이트의 비표면적은 356.9m<sup>2</sup>/g 이었다.

### 4. 참고문헌

- [1] A. Dyer, : An Introduction to Zeolite Molecular Sieves
- [2] J. A. Rabo, : "Zeolite Chemistry and Catalysis, 1976
- [3] D.W. Breck, : Zeolite Molecular Sieves, (1974)
- [4] 金 鎭 : 한국의 광물중