



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년11월05일

(11) 등록번호 10-1914615

(24) 등록일자 2018년10월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 39/48 (2006.01) *B01J 20/18* (2006.01)
B01J 29/70 (2006.01) *C01B 39/04* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-7015493
(22) 출원일자(국제) 2012년10월30일
심사청구일자 2017년04월26일
(85) 번역문제출일자 2014년06월09일
(65) 공개번호 10-2014-0118993
(43) 공개일자 2014년10월08일
(86) 국제출원번호 PCT/CN2012/001473
(87) 국제공개번호 WO 2013/067764
국제공개일자 2013년05월16일
(30) 우선권주장
201110353591.7 2011년11월10일 중국(CN)
(56) 선행기술조사문헌
KR1020000052636 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
차이나 페트로리움 앤드 케미컬 코포레이션
중국 100728 베이징 차오양 디스트릭트 차오양멘
노쓰 스트리트 22
**후순 리서치 인스티튜트 오브 페트로리움 앤 페트
로케미컬즈 씨노펙 코포레이션**
중국 113001 리아오닝 프로빈스 후순 왕후아 디스
트릭트 단둥루 동두안 넘버 31
(72) 발명자
양, 웨이아
중국, 랴오닝 113001, 푸순, 왕화 디스트릭트, 단
동 로드, 31
링, 평상
중국, 랴오닝 113001, 푸순, 왕화 디스트릭트, 단
동 로드, 31
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이건주, 김정훈

전체 청구항 수 : 총 17 항

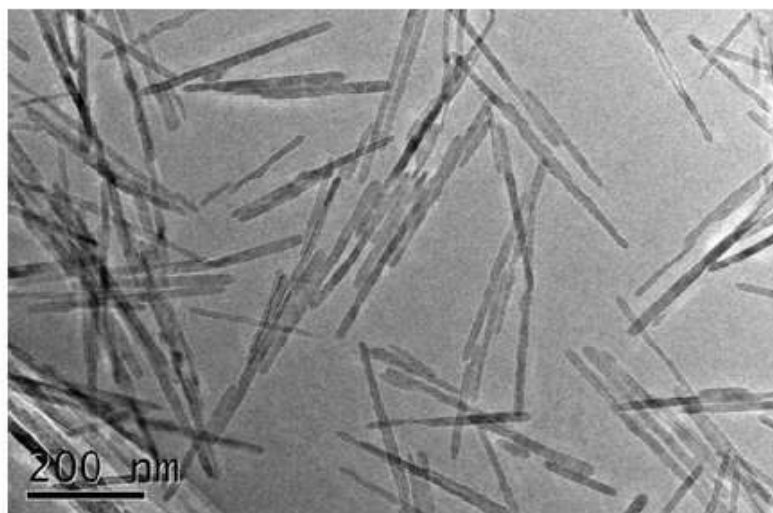
심사관 : 양정화

(54) 발명의 명칭 **섬유형 IM-5 분자체 및 그 제조 방법**

(57) 요약

본 발명은 섬유형 IM-5 분자체 및 이의 제조 방법에 관한 것이다. IM-5 분자체 제조계에 긴 탄소쇄를 갖는 4급 암모늄염이 적당량 첨가되고, 주형/계면활성제 몰비(molar ratio)는 약 5 내지 약 20이며, 계면활성제와 유기 주형은 상승작용 효과를 일으켜, 시초의 봉형 IM-5 분자체가 섬유형이 된다. 봉형 IM-5 분자체와 비교 시, 섬유형 IM-5 분자체는 중형비가 더 크고, 이에 따라 종방향 결정면(peripheral crystal face)의 노출 비율이 비교적 커서 그 결정면에서의 해당 촉매 반응의 선택성 향상을 촉진시킨다.

대표도 - 도2



(72) 발명자

왕, 샤오준

중국, 랴오닝 113001, 푸순, 왕화 디스트릭트, 단
동 로드, 31

선, 즈이치

중국, 랴오닝 113001, 푸순, 왕화 디스트릭트, 단
동 로드, 31

명세서

청구범위

청구항 1

섬유 형태이고, 5 내지 30 nm의 평균 직경 및 15 내지 100의 평균 종횡비를 갖는 것을 특징으로 하는 IM-5 분자체.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 IM-5 분자체는 10 내지 25 nm의 평균 직경 및 20 내지 50의 평균 종횡비를 갖는 것을 특징으로 하는 IM-5 분자체.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 섬유형 IM-5 분자체의 평균 길이가 100 내지 3000 nm인 것을 특징으로 하는 IM-5 분자체.

청구항 4

제 3 항에 있어서, 섬유형 IM-5 분자체의 평균 길이가 200 내지 1250 nm인 것을 특징으로 하는 IM-5 분자체.

청구항 5

(1) 알카리 원료, 주형제(template agent), 알루미늄 원료, 물, 실리콘 원료 및 양이온성 계면활성제를 균질하게 혼합하고 혼합물을 교반시켜 졸을 형성하는 단계; 및

(2) 단계(1)의 혼합물의 온도를 열수 반응로에서 140℃ 내지 200℃의 온도로 상승시키고, 2일 내지 15일의 열수 결정화 후 고체 생성물을 배출 및 분리하고, 건조 및 하소하여 섬유 형태의 IM-5 분자체를 획득하는 단계를 포함하며;

상기 단계 (1)에서, R/SUR^+ (여기서, SUR^+ 는 양이온성 계면활성제를 나타냄)의 몰비는 5 내지 20인 것을 특징으로 하는 제1항에 따른 IM-5 분자체의 제조 방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서, 단계(1)에서 교반 온도가 20 내지 70℃이고, 혼합 기간은 1 내지 24시간인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서, 단계(1)에서 교반 온도가 55 내지 65℃이고, 혼합 기간은 3 내지 12시간인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 8

제 5 항에 있어서, 주형제가 1,1'-(펜타메틸렌) 비스(1-메틸피롤리디늄)브로마이드인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 9

제 5 항에 있어서, 단계(1)에서 알루미늄 원료가 질산알루미늄, 염화알루미늄, 황산알루미늄 또는 이의 배합물이고, 알카리 원료는 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화리튬 또는 이의 배합물이며, 실리콘 원료는 화이트카본, 규산, 실라놀레이트, 실리카졸, 실리카겔 또는 이의 배합물인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 10

제 5 항에 있어서, 단계(1)에서 계면활성제가 12개 내지 18개 탄소 원자의 탄소쇄를 갖는 양이온성 4급 암모늄 염이고, 상응하는 음이온은 브롬화 이온 또는 염화 이온인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 11

제 5 항에 있어서, 단계(1)에서 계면활성제가 세틸 트리메틸암모늄 브로마이드, 미리스틸 트리메틸암모늄 브로마이드 또는 도데실 트리메틸암모늄 브로마이드인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 12

제 5 항에 있어서, 단계(1)에서, 반응 혼합물의 다양한 성분들에 대해 다음과 같은 종을 기준으로 하여 계산한 물비가

40 내지 70인 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$;

0.15 내지 0.4인 R/SiO_2 (여기서, R은 주형제를 나타냄);

30 내지 70인 $\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$; 및

0.6 내지 0.8인 OH^-/SiO_2 인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13

제 12 항에 있어서, 단계(1)에서, 8 내지 16인 R/SUR^+ (여기서, SUR^+ 는 양이온성 계면활성제를 나타냄)인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 14

제 12 항에 있어서, 단계(1)에서, 반응 혼합물의 다양한 성분들에 대해 다음과 같은 종을 기준으로 하여 계산한 물비가

50 내지 70인 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$;

0.15 내지 0.3인 R/SiO_2 (여기서, R은 주형제를 나타냄);

40 내지 60인 $\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$; 및

0.70 내지 0.75인 OH^-/SiO_2 인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 15

제 5 항에 있어서, 단계(2)에서, 열수 결정화의 온도가 160℃ 내지 185℃인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 16

제 15 항에 있어서, 단계(2)에서, 열수 결정화의 온도가 165℃ 내지 175℃인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 17

제 5 항에 있어서, 단계(2)에서, 열수 결정화의 기간이 7일 내지 12일인 것을 특징으로 하는 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 섬유형 IM-5 분자체 및 그 제조 방법에 관한 것으로, 이에 본 발명은 무기 재료 제조 분야에 속하는 것이다.

배경 기술

[0002] 미세다공성 분자체 재료는 규칙적인 기공(pore) 구조와 넓은 표면적을 갖고 있음에 따라 흡착, 분리, 화학공학, 촉매반응 등의 분야에서 널리 사용되고 있다. 최근 몇 년간 새로운 구조를 갖는 몇몇 분자체 재료들이 연속적으로 제조되었다.

[0003] IM-5 분자체는 주형제(template agent)로서 이중-4급(bi-quaternary) 암모늄염이 이용되어 제조된 새로운 제올라이트이다. IM-5 분자체는 통기공(pore-passage) 구조가 ZSM-5와 유사하고, 2차원의 10MR 횡단 기공 구조를 가지며, 열안정성과 열수안정성(hydrothermal stability)이 비교적 높다. 따라서, IM-5는 파라핀 크래킹, n-부틸렌 이성질체화, 합성가스로부터 가솔린 제조 등과 같은 석유화학 분야에서 촉매반응에 응용될 가능성이 크다.

[0004] 저널 Molecular Catalysis A: Chemical, 2000, 162: 175-189에는 촉진제 브롬화나트륨의 첨가 조건 및 온도 175℃의 정적 열수 조건하에서 주형제로서 1,1-(펜타메틸렌) 비스-(1-메틸피롤리디늄) 브로마이드를 사용하여 10일간의 결정화에 의해 IM-5 분자체를 수득하는 방법이 기술되어 있다.

[0005] 저널 Catalysis 215(2003) 151-170에는 온도 160℃의 동적 열수 조건하에서 주형제로서 1,1-(펜타메틸렌) 비스-(1-메틸피롤리디늄) 브로마이드를 사용한 14일간의 결정화에 의해 IM-5 분자체를 수득하는 방법이 기술되어 있다.

[0006] CN1234012A에는 IM-5 분자체 및 이의 제조 방법이 기술되어 있다. IM-5 분자체는 종정(seed crystal)으로서 NU-88 분말의 추가 첨가 후 온도 170℃에서 8일간 열수 결정화에 의해 수득되어 고도의 결정화도를 갖는다.

[0007] 상기 선행 문헌에 따라 제조된 IM-5 산물을 연구한 결과, 선행 기술로부터 제조된 IM-5 분자체는 직경이 보통 50 nm 이상이고 종횡비가 보통 약 5인 2차원 봉형 모양을 갖는 것으로 밝혀졌다. 2차원 봉형 분자체에서 종횡비는 방사형 방향의 결정면과 축방향의 결정면 사이에 비율 관계를 결정한다. 종횡비가 클수록 결정면의 종면적은 더 큰 반면 결정면의 횡면적은 더 작다. 현재 알려진 바에 따르면, 결정성 물질의 특정된 결정면에 의해 특정한 반응성이 나타나며 이에 따라 결정성 물질의 노출되는 결정면이 많을수록 해당 결정성 물질의 반응 선택성은 더 크다. 따라서, 2차원 봉형 분자체의 종횡비를 통해 종방향 결정면과 횡방향 결정면 사이의 비율을 조절함으로써, 대응하는 결정면의 반응 선택성을 높일 수 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 섬유형 IM-5 분자체 및 이의 제조 방법을 제공한다. 본 발명의 방법에 따르면, 반응계에 양이온성 계면활성제를 첨가하여 유기 주형제와의 상승작용을 유발시킴으로써 섬유형 IM-5 분자체를 제조할 수 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 본 발명의 IM-5 분자체는 섬유 형태이다. 섬유형 IM-5 분자체는 평균 직경이 약 5 내지 약 30 nm이고, 바람직하게는 약 6 nm 이상, 약 7 nm 이상, 약 8 nm 이상, 약 9 nm 이상 또는 약 10 nm 이상이며, 바람직하게는 약 29 nm 이하, 약 28 nm 이하, 약 27 nm 이하, 약 26 nm 이하 또는 약 25 nm 이하이다. 평균 종횡비는 약 15 내지 약 100이고, 바람직하게는 약 16 이상, 약 17 이상, 약 18 이상, 약 19 이상 또는 약 20 이상이며, 바람직하게는 약 90 이하, 약 80 이하, 약 70 이하, 약 60 이하 또는 약 50 이하이다. 예를 들면, 바람직한 평균 직경은 약 10 내지 약 25 nm이고/이거나 바람직한 평균 종횡비는 약 20 내지 약 50이다.

[0010] 본 발명에 따른 섬유형 IM-5 분자체는 평균 길이가 약 100 내지 약 3000 nm이고, 바람직하게는 약 120 nm 이상, 약 140 nm 이상, 약 160 nm 이상, 약 180 nm 이상 또는 약 200 nm 이상이며, 바람직하게는 약 2500 nm 이하, 약 2000 nm 이하, 약 1750 nm 이하, 약 1500 nm 이하 또는 1250 nm 이하이다. 예를 들면, 바람직한 평균 길이는 약 200 내지 약 1250 nm이다.

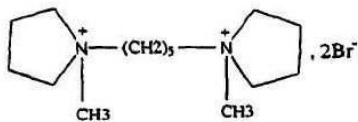
[0011] 본 발명에 따른 섬유형 IM-5 분자체의 제조 방법은

[0012] (1) 알카리 원료, 주형제, 알루미늄 원료, 물, 실리콘 원료 및 양이온성 계면활성제를 균질하게 혼합하고 혼합물을 적당한 온도에서 교반시켜 졸을 형성하는 단계; 및

[0013] (2) 단계(1)의 혼합물의 온도를 열수 반응로에서 약 140℃ 내지 약 200℃의 온도로 상승시키고, 약 2일 내지 약 15일의 열수 결정화 후 고체 생성물을 배출 및 분리하고, 건조 및 하소(calcinate)하여 섬유 형태의 IM-5 분자체를 수득하는 단계를 포함한다.

[0014] 단계(1)에서, 교반 온도는 약 20℃ 내지 약 70℃이고, 바람직하게는 약 55℃ 내지 약 65℃이다. 교반 기간은 약 1시간 내지 약 24시간이고, 바람직하게는 약 3시간 내지 약 12시간이다.

[0015] 단계(1)에서, 주형제는 하기 구조식의 1,1'-(펜타메틸렌) 비스(1-메틸피롤리디늄)이다:



[0016]

[0017] 알루미늄 원료는 질산알루미늄, 염화알루미늄, 황산알루미늄 또는 이의 배합물이고, 바람직하게는 질산알루미늄이다. 알카리 원료는 수산화나트륨, 수산화칼륨, 수산화리튬 또는 이의 배합물이고, 바람직하게는 수산화나트륨이다. 실리콘 원료는 화이트카본, 규산, 실라놀레이트, 실리카졸, 실라카겔 또는 이의 배합물이고, 바람직하게는 화이트카본이다. 계면활성제는 12개 내지 16개 탄소 원자의 탄소쇄를 갖는 양이온성 4급 암모늄염 1종 이상이고, 상응하는 음이온은 브롬화 이온 또는 염화 이온이고, 바람직하게는 브롬화 이온이다. 12개 내지 16개 탄소 원자의 탄소쇄를 갖는 양이온성 4급 암모늄염은 이로써 한정되는 것은 아니지만 세틸 트리메틸암모늄 브로마이드, 미리스틸 트리메틸암모늄 브로마이드 및 도데실 트리메틸암모늄 브로마이드를 포함한다.

[0018] 단계(1)에서, 반응 혼합물의 다양한 성분간 물비는 다음과 같은 종을 기반으로 한다:

[0019] $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 는 약 40 내지 약 70, 바람직하게는 약 50 내지 약 70이고;

[0020] R/SiO_2 는 약 0.15 내지 약 0.4, 바람직하게는 약 0.15 내지 약 0.3이며, 여기서 R은 주형제를 나타낸다;

[0021] $\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$ 는 약 30 내지 약 70, 바람직하게는 약 40 내지 약 60이고;

[0022] OH^-/SiO_2 는 약 0.6 내지 약 0.8, 바람직하게는 약 0.70 내지 약 0.75이며;

[0023] R/SUR^+ 는 약 5 내지 약 20이고, 바람직하게는 약 6 이상, 약 7 이상 또는 약 8 이상이며, 바람직하게는 약 19 이하, 약 18 이하, 약 17 이하 또는 약 16 이하이고, 예를 들면 바람직하게는 약 8 내지 약 16이고, 여기서

SUR⁺는 양이온성 계면활성제를 나타낸다.

[0024] 단계(2)에서, 열수 결정화의 온도는 약 160℃ 내지 약 185℃, 더 바람직하게는 약 165℃ 내지 약 175℃이고, 열수 결정화의 기간은 약 7일 내지 약 12일이다.

[0025] 본 발명의 IM-5 분자체는 선행 기술에 따라 수득된 봉형 IM-5 분자체보다 종횡비가 크며, 이에 따라 종방향(periphery) 결정면의 노출 비율이 더 커서 해당 결정면에 대한 촉매 반응의 선택성이 높은 이점이 있다. 한편, 본 발명에 따라 제조된 종횡비가 큰 분자체의 직경은 선행 기술에 따라 제조된 IM-5의 직경보다 작고, 그 직경이 나노 크기 정도에 도달할 수 있음에 따라 방사형 방향으로의 물질 이동에 더 유리하며, 이에 따라 종방향 결정면의 반응성 및 선택성이 또한 증가될 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0026] 도 1은 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 섬유형 IM-5 분자체의 XRD 곡선이다.

도 2는 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 섬유형 IM-5 분자체의 투과전자현미경 사진이다.

도 3은 본 발명의 실시예 2에 따라 제조된 섬유형 IM-5 분자체의 투과전자현미경 사진이다.

도 4는 본 발명에 의해 제공된 비교 실시예 1에 따라 제조된 통상적인 IM-5 분자체의 투과전자현미경 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0027] 본 발명에서 섬유형 분자체의 길이와 직경(diameter)은 다음과 같은 방법에 따라 측정된다. 섬유형 분자체의 직경과 길이는 투과전자현미경으로 측정한다. 20장의 투과전자현미경 사진을 무작위로 촬영하여 이들을 이미지 프로세싱 소프트웨어, Image J로 처리하여 섬유형 분자체의 직경과 길이를 측정한다. 각각의 이미지에 완전하게 표시될 수 있는 5개 이상의 섬유의 길이와 직경을 측정하여 이들 길이와 직경 데이터로 종횡비를 수득한다.

[0028] 평균 길이 = 섬유 전체의 측정 길이의 합/섬유 총 수

[0029] 평균 직경 = 섬유 전체의 측정 직경의 합/섬유 총 수

[0030] 평균 종횡비 = 섬유 전체의 측정 종횡비의 합/섬유 총 수

[0031] 본 발명의 양태 및 효과는 아래 실시예를 통해 상세히 설명될 것이다.

[0032] 실시예에서, 투과전자현미경(TEM)은 JEOL Ltd.사에서 제조한 가속전압 200 KV와 해상도 0.23 nm의 모델 JEM 2100(HR)이다.

[0033] 실시예 1

[0034] 수산화나트륨, 1,1'-(펜타메틸렌) 디-(1-메틸피롤리디늄)브로마이드, 질산알루미늄, 물, 화이트카본 및 세틸 트리메틸암모늄 브로마이드(CTAB)를 실온에서 다음과 같은 중을 기준으로 하여 계산한 몰비에 따라 혼합하였다: SiO₂/Al₂O₃=55, OH⁻/SiO₂=0.73, R/SiO₂=0.2, H₂O/SiO₂=50 및 R/CTAB=8.

[0035] 수득된 혼합물을 60℃ 온도의 수조에서 교반시켜 균질한 졸을 형성하고, 이 졸은 5시간 동안 예비겔화를 위해 교반하면서 항온에서 보관하였다. 이어서, 겔을 열수 반응으로 옮겨 165℃로 가열하고 11일간 열수 결정화한 다음, 자연 냉각시키고, 여과 및 건조시켜 분자체 조분말을 수득하였다. 수득한 조분말의 XRD 측정 결과, 전체적으로 잘 결정화된 섬유형 IM-5 분자체였고, 저배율에서 TEM으로 형상을 관찰한 결과 평균 직경이 13 nm, 평균 길이가 357 nm, 평균 종횡비가 27.5로 밝혀졌다.

[0036] 실시예 2

[0037] 수산화나트륨, 1,1'-(펜타메틸렌) 디-(1-메틸피롤리디늄)브로마이드, 질산알루미늄, 물, 화이트카본 및 세틸 트리메틸암모늄 브로마이드(CTAB)를 실온에서 다음과 같은 중을 기준으로 하여 계산한 몰비에 따라 혼합하였다: SiO₂/Al₂O₃=55, OH⁻/SiO₂=0.73, R/SiO₂=0.2, H₂O/SiO₂=50 및 R/CTAB=11.

[0038] 수득된 혼합물을 60℃ 온도의 수조에서 교반시켜 균질한 졸을 형성하고, 이 졸은 5시간 동안 예비겔화를 위해 교반하면서 항온에서 보관하였다. 이어서, 겔을 열수 반응으로 옮겨 165℃로 가열하고 11일간 열수 결정화한 다음, 자연 냉각시키고, 여과 및 건조시켜 분자체 조분말을 수득하였다. 수득한 조분말의 XRD 측정 결과, 전체적

으로 잘 결정화된 섬유형 IM-5 분자체였고, 저배율에서 TEM으로 형상을 관찰한 결과 평균 직경이 12 nm, 평균 길이가 550 nm, 평균 종횡비가 24로 밝혀졌다.

[0039] 실시예 3

[0040] 수산화나트륨, 1,1'-(펜타메틸렌) 디-(1-메틸피롤리디늄)브로마이드, 질산알루미늄, 물, 화이트카본 및 세틸 트리메틸암모늄 브로마이드(CTAB)를 실온에서 다음과 같은 중을 기반으로 하여 계산한 성분간 몰비에 따라 혼합하였다: $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=55$, $\text{OH}^-/\text{SiO}_2=0.71$, $\text{R}/\text{SiO}_2=0.27$, $\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2=60$ 및 $\text{R}/\text{CTAB}=10$.

[0041] 수득된 혼합물을 65℃ 온도의 수조에서 교반시켜 균질한 졸을 형성하고, 이 졸은 10시간 동안 예비겔화를 위해 교반하면서 항온에서 보관하였다. 이어서, 겔을 열수 반응으로 옮겨 165℃로 가열하고 11일간 열수 결정화한 다음, 자연 냉각시키고, 여과 및 건조시켜 분자체 조분말을 수득하였다. 수득한 조분말의 XRD 측정 결과, 전체적으로 잘 결정화된 섬유형 IM-5 분자체였고, 저배율에서 TEM으로 형상을 관찰한 결과 평균 직경이 17 nm, 평균 길이가 700 nm, 평균 종횡비가 38로 밝혀졌다.

[0042] 실시예 4

[0043] 수산화나트륨, 1,1'-(펜타메틸렌) 디-(1-메틸피롤리디늄)브로마이드, 질산알루미늄, 물, 화이트카본 및 도데실 트리메틸암모늄 브로마이드(DTAB)를 실온에서 다음과 같은 중을 기반으로 하여 계산한 성분간 몰비에 따라 혼합하였다: $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=68$, $\text{OH}^-/\text{SiO}_2=0.75$, $\text{R}/\text{SiO}_2=0.15$, $\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2=45$ 및 $\text{R}/\text{DTAB}=16$.

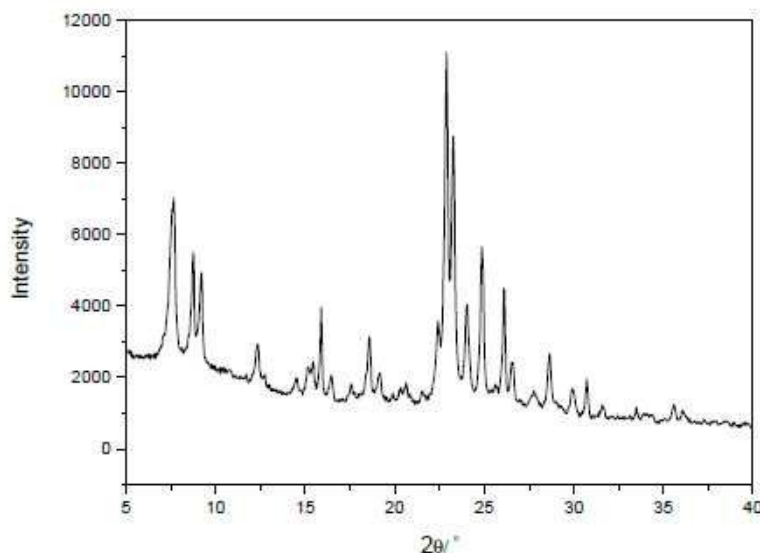
[0044] 수득된 혼합물을 60℃ 온도의 수조에서 교반시켜 균질한 졸을 형성하고, 이 졸은 10시간 동안 예비겔화를 위해 교반하면서 항온에서 보관하였다. 이어서, 겔을 열수 반응으로 옮겨 175℃로 가열하고 7일간 열수 결정화한 다음, 자연 냉각시키고, 여과 및 건조시켜 분자체 조분말을 수득하였다. 수득한 조분말의 XRD 측정 결과, 전체적으로 잘 결정화된 섬유형 IM-5 분자체였고, 저배율에서 TEM으로 형상을 관찰한 결과 평균 직경이 24 nm, 평균 길이가 1050 nm, 평균 종횡비가 43으로 밝혀졌다.

[0045] 비교 실시예 1

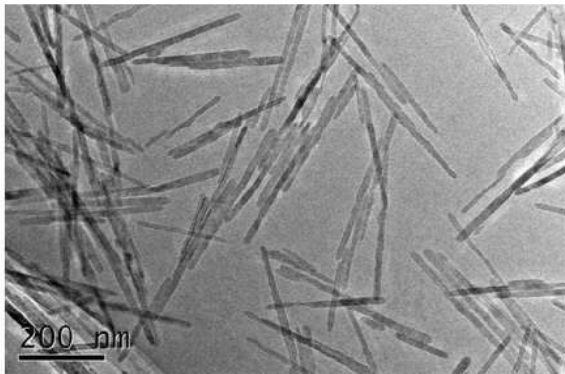
[0046] 저널 Catalysis 215(2003) 151-170에 기술된 방법에 따라 IM-5 분자체를 제조하였다. 원료, 비율 및 반응 온도는 실시예 1과 동일하나, 다만 원료 혼합물에 세틸 트리메틸암모늄 브로마이드는 함께 혼합하지 않았고 대신에 균질하게 교반한 후 열수 반응조에 직접 그리고 각각 전달한 후 165℃의 온도에서 11일간 열수 결정화를 수행하였다. 수득된 생성물은 XRD 측정에서 통상적인 봉형 IM-5로 분석되었고, TEM으로 측정 시 전형적으로 입자 직경이 약 111 nm, 길이가 약 428 nm, 종횡비가 약 3.9인 통상적인 봉형 IM-5 결정 입자였다.

도면

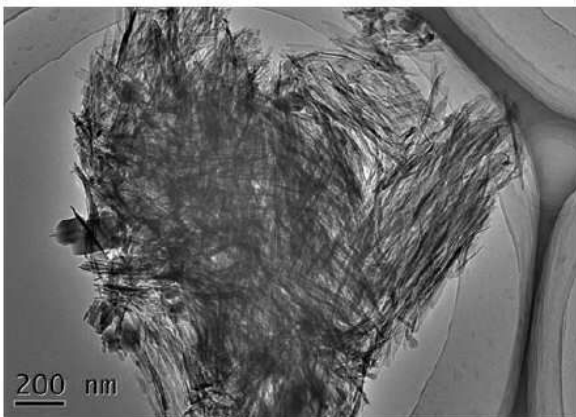
도면1



도면2



도면3



도면4

