



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년10월12일
(11) 등록번호 10-1665881
(24) 등록일자 2016년10월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 29/04 (2006.01) B01J 35/02 (2006.01)
B01J 35/10 (2006.01) B01J 37/02 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B01J 29/044 (2013.01)
B01J 35/023 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0116059
(22) 출원일자 2015년08월18일
심사청구일자 2015년08월18일
(56) 선행기술조사문헌
US7407908 B2
KR1020140068598 A

(73) 특허권자
울산대학교 산학협력단
울산광역시 남구 대학로 93(무거동)
(72) 발명자
이병규
울산광역시 남구 문수로335번길 27, 102동 1604호
(옥동, 롯데인벤스로알아파트)
팜티호영
울산광역시 남구 대학로 93 (무거동)
(74) 대리인
특허법인다나

전체 청구항 수 : 총 5 항

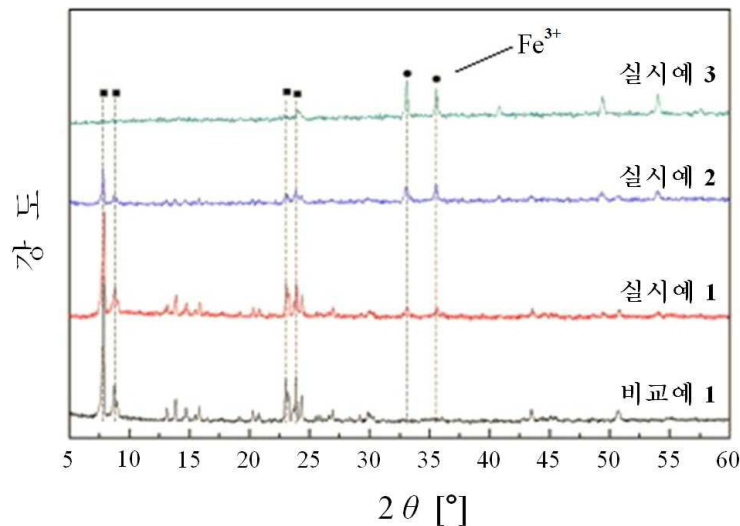
심사관 : 이진홍

(54) 발명의 명칭 3가 철 이온이 담지된 나노 제올라이트 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 3가 철 이온(Fe^{3+})이 담지된 나노 제올라이트 및 이를 이용한 수처리 방법에 관한 것이다. 본 발명에 나노 제올라이트는 나노 수준의 평균 입도를 가질 뿐만 아니라 3가 철 이온(Fe^{3+})을 담지하여 비표면적이 넓고 방향족 유기 화합물에 대한 흡착력이 우수하므로 이를 이용한 수처리 방법 및 수처리 장치는 산업용·농업용 오폐수의 수처리에 유용하게 사용될 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B01J 35/1023 (2013.01)

B01J 35/1028 (2013.01)

B01J 35/1038 (2013.01)

B01J 37/0201 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 C0193571

부처명 중소기업청

연구관리전문기관 (사)한국산학연합회

연구사업명 산학협력 기술개발사업(기업부설연구소 신규설치)

연구과제명 나노흡착제 개발을 통한 수질 비점오염원 (유기물, 중금속) 제거 연구(1)

기 여 율 1/1

주관기관 울산대학교 산학협력단

연구기간 2014.07.01 ~ 2015.06.30

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

3가 철 이온(Fe^{3+})이 세공에 담지된 구조를 가지며;

평균 입도가 110 내지 130nm이고;

평균 BET 비표면적이 750 m^2/g 내지 1000 m^2/g 이며,

상기 세공의 평균 부피가 0.35 cm^3/g 이하이고;

방향족 유기 화합물에 대한 평균 흡착능이 125.67 mg/g 내지 166.12 mg/g 인 것을 특징으로 하는 나노 제올라이트를 포함하는 수처리용 유기 화합물 흡착제.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서,

철 이온의 함량은, 나노 제올라이트 100 중량부를 기준으로 5 내지 20 중량부인 수처리용 유기 화합물 흡착제.

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

나노 제올라이트와 철 전구체 용액을 혼합하여 나노 제올라이트의 세공(pore)에 3가 철 이온(Fe^{3+})을 담지하는 단계를 포함하는 제1항에 따른 수처리용 유기 화합물 흡착제의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

철 전구체는, FeCl_3 , $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 또는 Fe_2O_3 인 것을 특징으로 하는 수처리용 유기 화합물 흡착제의 제조방법.

청구항 8

제6항에 있어서,

철 전구체 용액의 농도는, 1 내지 5M인 수처리용 유기 화합물 흡착제의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 3가 철 이온이 담지된 철 나노 제올라이트 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 벤젠, 자일렌, 톨루엔 등의 방향족 유기 화합물은 고휘발성 유기 화합물로서, 용매, 세정제 등으로서 공업적으로 널리 사용되고 있으며, 살충제, 살균제, 제초제 등의 유기 농약으로서 농업 분야에서도 사용되고 있다. 이들 유기 화합물은 사람에 대한 독성, 발암성을 나타내고 동식물에 대한 생육 장애, 기형 유발 등을 나타내는 성분을 포함하고 있어 현재 제조, 사용, 폐기가 엄격히 규제되고 있는 실정이다. 그러나, 이러한 규제에도 불구하고 종래 수처리 기술의 높은 비용과 낮은 효율로 인하여 많은 산업체들은 상기 규제 기준을 만족시키지 못하고 있다.

[0003] 이에 따라 현재 수중에 존재하는 유기 화합물들을 제거하기 위한 기술, 그 중에서도 흡착제를 활용하여 유기 화합물을 제거하는 기술의 개발이 활발히 진행되고 있다. 그 예로서, 특허문헌 1은 유기물을 함유하는 피처리수를 활성탄 등의 흡착제 처리한 후, 산소 존재 하에서 0가 철과 알칼리 퍼설페이트를 첨가하여 유기물을 제거하는 방법을 개시하고 있다. 그러나, 상기 방법은 공정이 복잡하고, 흡착제로서 활성탄을 사용하므로 수처리 시 시간 및 비용이 많이 요구될 뿐만 아니라 수처리 효율, 즉 흡착제에 유기물을 흡착시키는 효율이 낮은 문제가 있다.

[0004] 따라서, 경제적이면서 유기 화합물에 대한 흡착성능이 우수하여 수처리 효율이 뛰어난 흡착제의 개발이 절실히 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제2013-0077739호.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 이러한 문제를 해결하기 위하여,

[0007] 본 발명의 목적은 수처리 시 오염물에 대한 흡착도가 높아 수처리 효율이 우수한 수처리용 흡착제를 제공하는데 있다.

[0008] 본 발명의 다른 목적은, 상기 흡착제의 제조방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기 목적을 달성하기 위하여,

[0010] 본 발명은 일실시예에서, 3가 철 이온(Fe^{3+})이 담지된 나노 제올라이트를 제공한다.

[0011] 또한, 본 발명은 일실시예에서, 나노 제올라이트와 철 전구체 용액을 혼합하여 나노 제올라이트의 세공(pore)에 3가 철 이온(Fe^{3+})을 담지하는 단계를 포함하는 3가 철 이온(Fe^{3+})이 담지된 나노 제올라이트의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0012] 본 발명에 나노 제올라이트는 나노 수준의 평균 입도를 가질 뿐만 아니라 3가 철 이온(Fe^{3+})을 담지하여 비표면적이 넓고 방향족 유기 화합물에 대한 흡착력이 우수하므로 이를 이용한 수처리 방법 및 수처리 장치는 산업용·농업용 오폐수의 수처리에 유용하게 사용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0013] 도 1은 본 발명에 따른 나노 제올라이트의 철 전구체 용액의 농도별 X선 회절을 도시한 그래프이다.
- 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**
- [0014] 본 발명은 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 상세한 설명에 상세하게 설명하고자 한다.
- [0015] 그러나, 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.
- [0016] 본 발명에서, "포함한다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.
- [0017] 또한, 본 발명에서 첨부된 도면은 설명의 편의를 위하여 확대 또는 축소하여 도시된 것으로 이해되어야 한다.
- [0018] 이하, 본 발명에 대하여 도면을 참고하여 상세하게 설명하고, 도면 부호에 관계없이 동일하거나 대응하는 구성 요소는 동일한 참조 번호를 부여하고 이에 대한 중복되는 설명은 생략하기로 한다.
- [0019] 본 발명에서 "담지"란 나노 제올라이트에 포함된 나트륨 이온(Na^+)이 3가 철 이온으로 치환된 후, 치환된 철 이온이 나노 제올라이트의 산소 음이온 및/또는 수산화기(OH^-)와 결합하여 나노 제올라이트 표면에서 양전하를 나타내는 것을 의미한다.
- [0020] 본 발명은 3가 철 이온이 담지된 나노 제올라이트 및 이의 제조방법에 관한 것이다.
- [0021] 벤젠, 자일렌, 톨루엔 등의 방향족 유기 화합물은 고휘발성 유기 화합물로서, 용매, 세정제 등으로서 공업적으로 널리 사용되고 있으며, 살충제, 살균제, 제초제 등의 유기 농약으로서 농업 분야에서도 사용되고 있다. 이들 유기 화합물은 사람에 대한 독성, 발암성을 나타내고 동식물에 대한 생육 장애, 기형 유발 등을 나타내는 성분을 포함하고 있어 현재 제조, 사용, 폐기가 엄격히 규제되고 있는 실정이다. 그러나, 이러한 규제에도 불구하고 수처리 기술의 높은 비용과 낮은 효율로 인하여 많은 산업체들은 상기 규제 기준을 만족시키지 못하고 있으며, 이를 해결하기 위하여 현재까지 개발된 기술들 역시 경제성이 낮거나 유기 화합물에 대한 흡착도가 낮아 제거 효율이 좋지 않은 문제가 있다.
- [0022] 이에, 본 발명은 3가 철 이온이 담지된 나노 제올라이트 및 이의 제조방법을 제공한다.
- [0023] 본 발명에 나노 제올라이트는 나노 수준의 평균 입도를 가질 뿐만 아니라 3가 철 이온(Fe^{3+})을 담지하여 비표면적이 넓고 방향족 유기 화합물에 대한 흡착력이 우수하므로 이를 이용한 수처리 방법 및 수처리 장치는 산업용·농업용 오폐수의 수처리에 유용하게 사용될 수 있다.
- [0024] 이하, 본 발명을 보다 상세히 설명한다.
- [0025] 본 발명은 일실시예에서, 3가 철 이온(Fe^{3+})이 담지된 나노 제올라이트를 제공한다.
- [0026] 본 발명에 따른 나노 제올라이트는 나노 제올라이트에 형성된 세공에 전이금속 이온이 담지된 구조를 가지며, 이러한 구조로 인하여 수용액 내에 존재하는 방향족 유기 화합물, 구체적으로 톨루엔을 높은 비율로 흡착시킬 수 있다.
- [0027] 이때, 나노 제올라이트는 나노 수준의 평균 입도를 갖는 입자일 수 있다. 본 발명은 전이금속 이온이 담지되는 제올라이트의 평균 입도를 나노 수준으로 조절함으로써 담체 자체의 평균 BET 비표면적을 극대화할 수 있다. 이때, 상기 나노 제올라이트의 평균 입도는 100 내지 200 nm, 구체적으로는 100 내지 150 nm, 100 내지 140 nm 또는 110 내지 130 nm일 수 있으며, 평균 입도분포는 평균 입도가 100 내지 140 nm인 제올라이트가 전체 제올라이트의 약 80%이고, 평균 입도가 110 내지 130 nm인 제올라이트가 전체 제올라이트의 약 90%일 수 있다.
- [0028] 본 발명에 따른 나노 제올라이트는 평균 입도를 상기 범위로 조절함으로써 낮은 입도로 인한 결정성 저하를 방지하면서 평균 BET 표면적을 최적화할 수 있다.
- [0029] 또한, 나노 제올라이트에 담지된 전이금속 이온은 4 주기에 포함되는 전이금속 이온일 수 있으며, 바람직하게는 철(Fe) 이온 일 수 있다. 전이금속은 원자가 전자를 4s 오비탈과 3d 오비탈에 순차적으로 채워지는데, 0가 전이

금속의 전자배치에 있어서 홀전자를 포함하는 오비탈의 수가 많을수록 보다 많이 유기 화합물과 복합화(complexation)될 수 있다. 예를 들면, 철(Fe)과 구리(Cu)의 경우, 철(Fe)은 $3d^6 4s^2$ 의 전자배치를 가져 홀전자를 포함하는 오비탈의 수가 4이고, 구리(Cu)는 $3d^{10} 4s^1$ 의 전자배치를 가져 홀전자를 포함하는 오비탈의 수가 1이므로 철(Fe)이 구리(Cu)와 대비하여 유기 화합물에 대한 흡착성능이 우수하다. 이를 고려해볼 때, 본 발명에 따른 나노 제올라이트에 담지되는 전이금속 이온은 홀전자를 포함하는 오비탈이 4 이상되는 크롬(Cr), 망간(Mn), 철(Fe) 등을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 인체에 무해하고 가격 경쟁력이 있는 철(Fe) 이온을 사용할 수 있다. 아울러, 상기 철(Fe) 이온은 전하량이 클수록 유기 화합물에 대한 흡착력이 크므로 산화수가 3가인 철 이온(Fe^{3+})일 수 있다.

[0030] 나아가, 철 이온의 함량은, 철 이온의 함량은, 나노 제올라이트 100 중량부를 기준으로 5 내지 20 중량부일 수 있으며, 구체적으로는 5 내지 15 중량부; 또는 10 내지 20 중량부일 수 있다. 본 발명은 철 이온(Fe^{3+})의 함량을 상기 범위로 제어함으로써 나노 제올라이트에 과량의 철 이온이 담지되어 서로 응집되어 나노 제올라이트의 입도를 증가시키거나, 수처리 시 처리수에 철 이온이 용출되는 것을 방지함과 동시에 나노 제올라이트의 흡착성능을 최적화할 수 있다.

[0031] 또한, 본 발명에 따른 나노 제올라이트는 철 이온(Fe^{3+})이 담지하여 평균 BET 비표면적이 향상되고, 세공의 평균 부피는 감소할 수 있다. 하나의 예로서, 상기 나노 제올라이트의 평균 BET 비표면적은 $700 \text{ m}^2/\text{g}$ 내지 $1200 \text{ m}^2/\text{g}$ 일 수 있으며, 구체적으로는 $700 \text{ m}^2/\text{g}$ 내지 $800 \text{ m}^2/\text{g}$, $800 \text{ m}^2/\text{g}$ 내지 $1000 \text{ m}^2/\text{g}$, $800 \text{ m}^2/\text{g}$ 내지 $900 \text{ m}^2/\text{g}$, $900 \text{ m}^2/\text{g}$ 내지 $1100 \text{ m}^2/\text{g}$ 또는 $750 \text{ m}^2/\text{g}$ 내지 $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ 일 수 있다. 다른 하나의 예로서, 상기 나노 제올라이트에 형성된 세공의 평균 부피는 $0.35 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하일 수 있으며, 구체적으로는 $0.34 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하, $0.33 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하, $0.32 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하, $0.31 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하, $0.30 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하 또는 $0.28 \text{ cm}^3/\text{g}$ 이하일 수 있다.

[0032] 본 발명은 일실시예에서 철 이온(Fe^{3+})이 담지된 나노 제올라이트와 담지되지 않은 나노 제올라이트의 평균 BET 비표면적과 세공의 평균 부피를 측정하였다. 그 결과, 철 이온이 담지된 나노 제올라이트는 철 이온의 함량에 따라 평균 BET 비표면적과 세공 부피가 각각 761.23 내지 $987.06 \text{ m}^2/\text{g}$ 및 0.3 내지 $0.256 \text{ cm}^3/\text{g}$ 인 것으로 확인되었다. 반면, 철 이온(Fe^{3+})이 담지되지 않은 나노 제올라이트는 $698.19 \text{ m}^2/\text{g}$ 및 $0.369 \text{ cm}^3/\text{g}$ 의 평균 BET 비표면적과 세공 부피를 갖는 것으로 확인되었다. 이러한 결과로부터 본 발명에 따른 나노 제올라이트는 철 이온(Fe^{3+})을 담지하여 최대 약 30% 평균 BET 비표면적이 향상되고, 세공의 평균 부피가 감소하는 것을 알 수 있다(실험예 1 참조).

[0033] 또한, 본 발명은 일실시예에서,

[0034] 나노 제올라이트와 철 전구체 용액을 혼합하여 나노 제올라이트의 세공(pore)에 3가 철 이온(Fe^{3+})을 담지하는 단계를 포함하는 3가 철 이온(Fe^{3+})이 담지된 나노 제올라이트의 제조방법을 제공한다.

[0035] 본 발명에 따른 상기 나노 제올라이트의 제조방법은 졸겔법을 이용하여 합성된 나노 제올라이트를 3가 철 이온(Fe^{3+})을 제공하는 철 전구체가 용해된 수용액에 첨가하여 철 이온(Fe^{3+})과 나노 제올라이트를 접촉시킴으로써 나노 제올라이트의 세공에 3가 철 이온(Fe^{3+})을 담지할 수 있다.

[0036] 이때, 상기 나노 제올라이트는 그 제조방법을 특별히 제한하는 것은 아니나 바람직하게는 졸겔법에 의해 합성된 것일 수 있다. 구체적으로 상기 나노 제올라이트는 NaOH와 소듐 알루미늄네이트가 용해된 수용액을 숙성시키고, 숙성된 수용액에 실리카졸을 적가하여 혼합한 후 160 내지 200°C 에서 열처리할 수 있다. 그런 다음, 형성된 생성물을 분리하고 증류수로 pH가 5가 될 때까지 세척하여 제조된 것일 수 있다. 이렇게 제조된 나노 제올라이트는 단시간에 고온 열처리되어 열에 대한 안정성이 우수한 이점이 있다.

[0037] 또한, 상기 철 전구체는 수용액에 용해되어 3가 철 이온(Fe^{3+})을 제공하는 것이라면 특별히 제한되는 것은 아니며, 하나의 예로서 상기 철 전구체로는 $FeCl_3$, $Fe(NO_3)_3$, Fe_2O_3 등을 사용할 수 있다.

[0038] 이와 더불어, 수용액에 용해된 철 전구체의 농도는 1 내지 5M일 수 있으며, 구체적으로는 1 내지 4M, 1 내지

2M, 1.5 내지 2.5M, 2.5 내지 3.5M 또는 1.5 내지 3.5M일 수 있다. 본 발명은 철 전구체 용액 농도를 상기 범위로 제어함으로써 나노 제올라이트에 담지되는 철 이온의 함량을 용이하게 제어할 수 있다.

[0039] 이하, 본 발명을 실시예 및 실험예에 의해 보다 상세히 설명한다.

[0040] 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예 및 실험예에 한정되는 것은 아니다.

[0041] **실시예 1 내지 3.**

[0042] NaOH(0.7 g)과 소듐 알루미늄네이트(NaAlO_2 , 0.294 g)을 증류수(120 mL)에 용해시킨 혼합용액을 3시간 동안 숙성시킨 후, 실리카졸(13.2 g)을 적가하고 상온에서 12시간 동안 교반하였다. 그 후 균일한 혼합물을 160℃에서 5시간 동안 가열하고, 고체 생성물을 원심분리한 다음 증류수로 pH가 5에 도달할 때까지 세척하였다. 세척된 고체 생성물을 건조하여 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 가 용해된 용액에 첨가하여 1시간 동안 교반하여 철 이온(Fe^{3+})이 도핑된 나노 제올라이트를 얻었다. 이때, 상기 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 용액의 농도는 하기 표 1과 같다.

표 1

	농도
실시예 1	1 M
실시예 2	2 M
실시예 3	3 M

[0044] **비교예 1.**

[0045] 상기 실시예 1에서 1 M의 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 용액을 첨가하지 않는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 나노 제올라이트를 얻었다.

[0046] **비교예 2.**

[0047] 상기 실시예 1에서 제조된 고체 생성물(나노 제올라이트)을 1 M의 $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 용액에 첨가하는 대신에 평균 입도가 마이크로미터 수준인 제올라이트를 상업적으로 입수하여 사용한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 철 이온(Fe^{3+})이 도핑된 나노 제올라이트를 얻었다.

[0048] **실험예 1.**

[0049] 본 발명에 따른 나노 제올라이트의 평균 입도 및 성분을 확인하기 위하여 하기와 같은 실험을 수행하였다.

[0050] 먼저, 실시예 1 내지 3과 비교예 1에서 제조된 나노 제올라이트의 분말 X선 회절(XRD)을 측정하였다. 여기서, 상기 분말 X선 회절(XRD)은 Bruker 사(독일)의 D8(CuK α radiation, 40 kV, 30 mA)을 사용하여 측정하였으며, 1.5406 Å 파장을 0.02°/sec의 속도로 주사하여 2 θ 에서 5-60° 범위로 X선 회절 패턴을 얻었다.

[0051] 또한, 상기 나노 제올라이트를 대상으로 주사전자현미경(SEM, Hitachi S-4700, Japan) 분석을 수행하여 나노 제올라이트의 평균 입도를 측정하였으며, BET 분석기(ASAP 2020, Micromeritics Instrument Co., Norcross, GA, USA)를 이용한 제올라이트의 평균 BET 비표면적 및 세공의 평균 부피를 측정하였다. 측정된 결과를 하기 표 2 및 도 1에 나타내었다.

표 2

	평균 입도	평균 BET 비표면적 [m ² /g]	세공의 평균 부피 [cm ³ /g]
실시예 1	120±10 nm	761.23	0.300
실시예 2	120±10 nm	829.5	0.279
실시예 3	120±10 nm	987.06	0.256
비교예 1	120±10 nm	698.19	0.369
비교예 2	2±0.1 μm	160.00	0.220

[0053] 먼저, 도 1을 살펴보면, 본 발명에 따른 나노 제올라이트는 나노 제올라이트에 3가 철 이온(Fe^{3+})이 담지된 구조를 갖는 것을 알 수 있다. 구체적으로, 상기 나노 제올라이트는 2θ 로 나타내는 $8\pm 1^\circ$ 및 $24\pm 1^\circ$ 에서 나노 제올라이트의 결정성을 나타내는 피크가 확인되었다. 또한, 나노 제올라이트에 담지된 철 이온의 함량이 증가할수록 2θ 로 나타내는 $33\pm 0.5^\circ$ 및 $35.5\pm 0.5^\circ$ 의 피크(3가 철의 결정성 피크) 강도에서 강해지고, 나노 제올라이트의 결정성 피크 강도는 약해지는 것으로 나타났다. 이는 철 이온의 함량이 증가할수록 나노 제올라이트의 산소 원소와 배위결합하는 철 이온이 증가하여, 산화철(Fe_3O_4)의 결정성이 증가함을 의미한다.

[0054] 또한, 상기 표 2를 살펴보면, 본 발명에 따른 나노 제올라이트는 약 120 ± 10 nm의 평균 입도를 갖는 입자이며, 담지된 철 이온(Fe^{3+})의 함량이 증가할수록 평균 BET 비표면적이 증가하는 것으로 나타났다. 또한, 나노 제올라이트에 형성된 세공의 평균 부피는 $750 \text{ m}^2/\text{g}$ 이상으로 나노 제올라이트에 담지된 철 이온(Fe^{3+})의 함량이 증가할수록 감소하는 것으로 나타났다. 이에 반해, 나노 제올라이트에 철 이온이 담지되지 않은 경우(비교예 1), 나노 제올라이트의 평균 BET 비표면적은 $700 \text{ m}^2/\text{g}$ 이하인 것으로 확인되었으며, 제올라이트의 평균 입도가 마이크로미터 수준인 경우(비교예 2), 철 이온(Fe^{3+})을 담지하더라도 제올라이트의 평균 BET 비표면적이 현저히 낮은 것으로 나타났다.

[0055] 이러한 결과로부터, 본 발명에 따른 나노 제올라이트는 평균 입도가 100 내지 200 nm이고, 3가 철 이온(Fe^{3+})이 담지되어 평균 BET 비표면적이 넓은 것을 알 수 있다.

[0056] 실험예 2.

[0057] 수처리 시, 본 발명에 따른 나노 제올라이트의 방향족 유기 화합물에 대한 흡착력을 평가하기 위하여 하기와 같은 실험을 수행하였다.

[0058] 실시예 1 내지 3과 비교예 1, 및 비교예 2에서 제조된 제올라이트(0.5g)를 각각 플라스크에 투입한 다음 톨루엔(100 mg)을 포함하는 수용액(0.8 g)을 주입하였다. 그 후, 상온($24\pm 3^\circ\text{C}$)에서 2시간 동안 교반하여 제올라이트와 수용액 내의 톨루엔을 접촉시켰으며, 이때 혼합물의 pH는 6이 되도록 조절하였다. 교반이 종료되면, 제올라이트를 여과하고, 여과액에 잔류하는 톨루엔의 함량을 측정하였으며, 이를 각각 3회씩 반복수행하여 톨루엔에 대한 제올라이트의 평균 흡착성능을 도출하였다. 그 결과를 하기 표 3에 나타내었다.

표 3

[0059]	평균 흡착성능 (mg/g)
실시예 1	125.67
실시예 2	135.06
실시예 3	166.12
비교예 1	111.25
비교예 2	16.44

[0060] 표 3에 나타낸 바와 같이 본 발명에 따른 나노 제올라이트는 수용액 내에 존재하는 방향족 유기 화합물에 대한 흡착력이 우수한 것을 알 수 있다.

[0061] 구체적으로, 3가 철 이온(Fe^{3+})을 담지하는 실시예 1 내지 3의 나노 제올라이트는 철 이온의 함량이 높아질수록 톨루엔에 대한 단위 질량당 평균 흡착량이 증가하여 철 이온의 함량이 가장 높은 실시예 3의 경우 톨루엔에 대한 평균 흡착성능이 166.12 mg/g인 것으로 나타났다.

[0062] 이에 반해, 3가 철 이온(Fe^{3+})을 담지하지 않는 비교예 1의 나노 제올라이트는 톨루엔에 대한 평균 흡착성능이 111.25 mg/g인 것으로 나타났다. 또한, 나노 제올라이트가 아닌 평균 입도가 마이크로미터 수준인 제올라이트(비교예 2)를 사용한 경우, 평균 흡착성능은 16.44 mg/g으로 흡착성능이 현저히 낮은 것으로 확인되었다.

[0063] 이러한 결과로부터 본 발명의 나노 제올라이트는 산화수가 높은 3가의 철 이온(Fe^{3+})을 평균 BET 비표면적이 높은 나노 제올라이트에 담지함으로써 방향족 유기 화합물에 대한 흡착성능이 우수한 것을 알 수 있다.

도면

도면1

