



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0157748
(43) 공개일자 2024년11월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 39/02 (2020.01) C01B 39/46 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 39/026 (2013.01)
C01B 39/46 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7033470
(22) 출원일자(국제) 2023년02월15일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년10월07일
(86) 국제출원번호 PCT/IB2023/051368
(87) 국제공개번호 WO 2023/170488
국제공개일자 2023년09월14일
(30) 우선권주장
17/691,563 2022년03월10일 미국(US)

(71) 출원인
세브런 유.에스.에이.인크.
미합중국 94583 캘리포니아주 샌래몬 볼링거 캐년
로드 6001
(72) 발명자
씨에, 단
미국 캘리포니아주 94583 샌래몬 볼링거 캐년 로
드 6001
(74) 대리인
특허법인충정

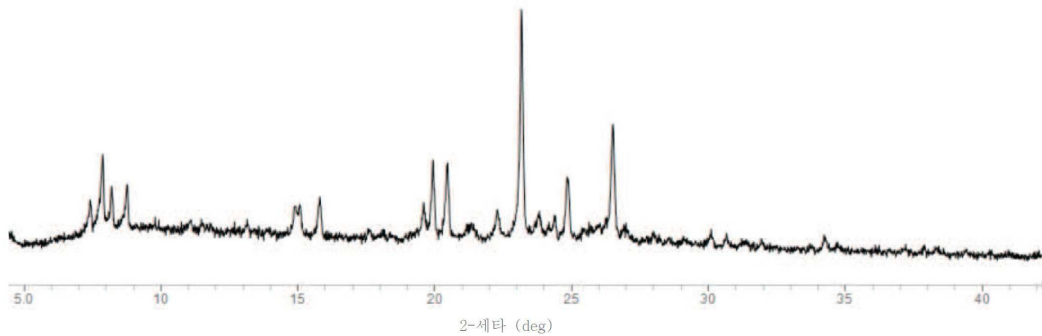
전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 분자체 SSZ-122의 유기주형 비함유 합성

(57) 요약

알루미늄노실리케이트 분자체 SSZ-122를 합성하기 위한 유기주형 비함유 합성 방법이 제공된다. 상기 방법은 (1) (a) 규소 원자 공급원; (b) 알루미늄 원자 공급원; (c) 알칼리 금속[M]의 공급원; (d) 수산화 이온의 공급원; (e) 물; 및 (f) 시드 결정을 포함하는 반응 혼합물을 제조하는 단계; 및 (2) 반응 혼합물을 알루미늄노실리케이트 분자체의 결정을 형성하기에 충분한 결정화 조건에 적용시키는 단계를 포함한다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

SSZ-122의 골격 구조를 갖는 알루미노실리케이트 분자체를 합성하기 위한 유기주형 비함유 합성 방법 (organotemplate-free synthetic process)으로서,

(1) 다음을 포함하는 반응 혼합물을 제조하는 단계:

(a) 규소 원자 공급원;

(b) 알루미늄 원자 공급원;

(c) 알칼리 또는 알칼리 토금속[M]의 공급원;

(d) 수산화 이온의 공급원;

(e) 물; 및

(f) 시드 결정(seed crystal); 및

(2) 상기 반응 혼합물을 상기 알루미노실리케이트 분자체의 결정을 형성하기에 충분한 결정화 조건에 적용시키는 단계

를 포함하는, 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 반응 혼합물은 몰비로 환산하여 다음과 같은 조성을 갖는, 방법:

SiO ₂ /Al ₂ O ₃	≥10
M/SiO ₂	0.05 내지 0.50
OH/SiO ₂	0.20 내지 0.60
H ₂ O/SiO ₂	15 내지 60.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 반응 혼합물은 몰비로 환산하여 다음과 같은 조성을 갖는, 방법:

SiO ₂ /Al ₂ O ₃	20 내지 60
M/SiO ₂	0.10 내지 0.40
OH/SiO ₂	0.30 내지 0.50
H ₂ O/SiO ₂	20 내지 40.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 규소 원자 공급원은 실리카의 콜로이드 현탁액, 침강 실리카, 흡드 실리카, 알칼리 금속 실리케이트, 테트라알킬 오쏘실리케이트 또는 이들의 혼합물을 포함하는, 방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 알루미늄 원자 공급원은 수화된 알루미나, 수산화알루미늄, 알칼리 금속 알루미네이트, 알루미늄 알콕사이드, 수용성 알루미늄염 또는 이들의 혼합물을 포함하는, 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 규소 원자와 상기 알루미늄 원자 둘 다의 공급원은 Y-제올라이트인, 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 알칼리 금속[M]은 리튬, 나트륨, 칼륨, 루비듐, 세슘 또는 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는, 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 알칼리 금속[M]은 나트륨, 칼륨 또는 이들의 혼합물을 포함하는, 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 시드 결정은 BOG형 골격 구조를 갖는 분자체 물질을 포함하는, 방법.

청구항 10

제9항에 있어서, 상기 시드 결정은 보그사이트(boggsite), ITQ-47, SSZ-122 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 분자체를 포함하는, 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 단계 (1)에 따른 상기 반응 혼합물 내 시드 결정의 양은 상기 규소 원자 공급원 중의 SiO_2 100wt.%를 기준으로 0.01 내지 30wt.%의 범위인, 방법.

청구항 12

제1항에 있어서, 단계 (2)에 따른 상기 결정화 조건은 100℃ 내지 200℃의 온도와 약 1일 내지 21일의 결정화 시간을 포함하는, 방법.

청구항 13

제1항에 있어서, 상기 유기주형 비합유 합성은 하소 단계를 포함하지 않는, 방법.

청구항 14

SSZ-122의 골격 구조를 갖는 합성 유기주형 비합유 알루미늄노실리케이트 분자체로서,

상기 분자체는 선택적으로 알칼리 금속[M]을 포함하되, 상기 분자체는 하소되지 않는, 유기주형 비합유 알루미늄노실리케이트 분자체.

청구항 15

제14항에 있어서, 상기 분자체는 20 내지 100 범위의 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 몰비를 갖는, 유기주형 비합유 알루미늄노실리케이트 분자체.

청구항 16

제14항에 있어서, 상기 분자체는 25 내지 60 범위의 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 몰비를 갖는, 유기주형 비합유 알루미늄노실리케이트 분자체.

청구항 17

제14항에 있어서, 상기 분자체는 0 초과 내지 0.1 범위의 $\text{M}:\text{SiO}_2$ 몰비를 갖는, 유기주형 비합유 알루미늄노실리케이트 분자체.

청구항 18

제14항에 있어서, 상기 알칼리 금속[M]은 적어도 나트륨 및/또는 칼륨을 포함하는, 유기주형 비합유 알루미늄노실

리케이트 분자체.

청구항 19

제14항에 있어서, 상기 알칼리 금속[M]의 적어도 일부는 하나 이상의 양이온 및/또는 양이온성 원소로 치환되는, 유기주형 비함유 알루미늄실리케이트 분자체.

청구항 20

제19항에 있어서, 상기 양이온 및/또는 양이온성 원소는 H^+ , NH_4^+ , Sc, Zr, Cr, Mo, W, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ru, Rh, Pd, Ag, Os, Ir, Pt, Au 및 이들의 임의의 조합으로 이루어진 군으로부터 선택되는, 유기주형 비함유 알루미늄실리케이트 분자체.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 개시내용은 분자체 SSZ-122를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 분자체는 특유의 X선 회절(XRD) 패턴으로 표시되며 특정 화학 조성을 갖는 정의된 기공 구조를 갖는 특유의 결정 구조를 갖는 상업적으로 중요한 종류의 물질이다. 결정 구조는 특정 유형의 분자체의 특징인 공동 및 기공을 정의한다.

[0003] 분자체는 제올라이트 명명법에 대한 IUPAC 위원회의 규칙에 따라 국제 제올라이트 협회의 구조 위원회에 의해 분류된다. 이 분류에 따르면, 고유한 구조가 확립된 골격형 제올라이트 및 기타 결정질 미세다공성 분자체에는 고유한 3문자 코드가 지정되며, 이는, 예를 들어, 문헌["Atlas of Zeolite Framework Types" by Ch. Baerlocher, L.B. McCusker and D.H. Olson (Elsevier, Sixth Revised Edition, 2007)]에 기술되어 있다.

[0004] BOG 골격형 분자체는 10- 및 12-고리의 3차원 채널 시스템을 갖고 있다. BOG 골격형을 갖는 물질은 보그사이트(boggsite), ITQ-47 및 SSZ-122를 포함한다.

[0005] 분자체 SSZ-122의 조성 및 특징적인 X선 회절 패턴은 1-아다만틸-3-프로필이미다졸륨 양이온을 포함하는 유기주형의 존재하에 분자체의 합성을 또한 기술하고 있는 미국 공개 제2022/0024775호에 개시되어 있다.

[0006] 본 개시내용에 따르면, 이제 SSZ-122가 유기주형 없이 합성될 수 있다는 것이 밝혀졌다.

발명의 내용

[0007] 일 양태에서, SSZ-122의 골격 구조를 갖는 알루미늄실리케이트 분자체를 합성하기 위한 유기주형 비함유 합성 방법(organotemplate-free synthetic process)이 제공되며, 상기 방법은 (1) (a) 규소 원자 공급원; (b) 알루미늄 원자 공급원; (c) 알칼리 금속[M]의 공급원; (d) 수산화 이온의 공급원; (e) 물; 및 (f) 시드 결정(seed crystal)을 포함하는 반응 혼합물을 제조하는 단계; 및 (2) 반응 혼합물을 알루미늄실리케이트 분자체의 결정을 형성하기에 충분한 결정화 조건에 적용시키는 단계를 포함한다.

[0008] 또 다른 양태에서, SSZ-122의 골격 구조를 갖는 합성 유기주형 비함유 알루미늄실리케이트 분자체가 제공되며, 분자체는 선택적으로 알칼리 금속[M]을 포함하고, 분자체는 하소되지 않는다.

도면의 간단한 설명

[0009] 도 1은 실시예 1에 따른 합성된 상태(as-synthesized)의 SSZ-122 물질의 분말 X선 회절(XRD) 패턴을 보여준다.

도 2는 실시예 1에 따른 합성된 상태의 SSZ-122 물질의 주사 전자 현미경(Scanning Electron Microscopy: SEM) 이미지를 보여준다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 정의

[0011] 본 개시내용에서 사용되는 용어 "유기주형"은 분자체 물질, 바람직하게는 BOG형 골격 구조를 갖는 분자체 물질의 주형 매개 합성에 적합한, 훨씬 더 바람직하게는 SSZ-122의 합성에 적합한 임의의 가능한 유기 물질을 지칭한다. 이러한 유기주형은 1-아다만틸-3-프로필이미다졸륨 양이온을 포함한다.

[0012] 본 개시내용의 의미 내에서, "유기주형 비함유" 합성 방법은 거기에 사용된 물질에 유기주형 물질이 실질적으로 없는 합성 방법에 관한 것이지, 합성 방법에 사용되는 하나 이상의 물질에 포함된 하나 이상의 유기주형의 양과 관련하여 본 개시내용에서 사용되는 "실질적으로"는 하나 이상의 유기주형의 0.001wt.% 이하, 예컨대, 이의 0.0005wt.% 이하 또는 0.00001wt.% 이하 또는 0.000005wt.% 이하 또는 심지어 0.000001wt.% 이하의 양을 나타낸다. 합성 방법에 사용되는 물질 중 어느 하나에 존재하는 경우 하나 이상의 유기주형의 양은 본 개시내용의 의미 내에서 "불순물" 또는 "미량"으로도 표시될 수도 있다. 또한, 용어 "유기주형" 및 "유기 구조 유도제"는 본 개시내용에서 동의어로 사용된다는 점에 유의한다.

[0013] 용어 "BOG"는 국제 제올라이트 협회 구조 위원회에서 인정한 바와 같은 BOG 토폴로지 유형을 지칭한다.

[0014] 용어 " $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 몰비"는 "SAR"로 약칭될 수 있다.

[0015] 반응 혼합물

[0016] 분자체 SSZ-122는 (1) (a) 규소 원자 공급원; (b) 알루미늄 원자 공급원; (c) 알칼리 금속[M]의 공급원; (d) 수산화 이온의 공급원; (e) 물; 및 (f) 시드 결정을 포함하는 반응 혼합물을 제조하는 단계; 및 (2) 반응 혼합물을 알루미늄실리케이트 분자체의 결정을 형성하기에 충분한 결정화 조건에 적용시키는 단계에 의해 합성될 수 있다.

[0017] 반응 혼합물은 몰비로 환산하여 표 1에 제시된 범위 내의 조성을 가질 수 있다:

표 1

시약	가장 넓은	전형적
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	≥ 10	20 내지 60
M/ SiO_2	0.05 내지 0.50	0.10 내지 0.40
OH/ SiO_2	0.20 내지 0.60	0.30 내지 0.50
$\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	15 내지 60	20 내지 40

[0018] 여기서, M은 알칼리 금속이다.

[0019] 규소 원자 공급원의 예는 실리카의 콜로이드 현탁액, 침강 실리카, 흡드 실리카, 알칼리 금속 실리케이트, 테트라알킬 오쏘실리케이트(예를 들어, 테트라에틸 오쏘실리케이트) 및 이들의 혼합물을 포함한다.

[0020] 알루미늄 원자 공급원의 예는 수화된 알루미늄, 수산화알루미늄, 알칼리 금속 알루미늄에이트, 알루미늄 알콕사이드 및 수용성 알루미늄염(예를 들어, 알루미늄 나이트레이트) 및 이들의 혼합물을 포함한다.

[0021] 알루미늄실리케이트 제올라이트(예를 들어, Y-제올라이트)와 같은 조합된 규소 원자와 알루미늄 원자 공급원도 사용될 수 있다. 알루미늄실리케이트 제올라이트는 단독으로 또는 규소와 알루미늄의 주요 공급원으로 사용될 수 있다. 용어 "주요"는 50몰% 초과, 적합하게는 75몰% 초과, 바람직하게는 90몰% 초과를 의미한다.

[0022] 알칼리 금속[M]은 리튬, 나트륨, 칼륨, 루비듐 및 세슘으로부터 선택될 수 있되, 더욱 바람직하게는 알칼리 금속은 나트륨 및/또는 칼륨이고, 훨씬 더 바람직하게는 알칼리 금속은 나트륨이다.

[0023] 일반적으로, 수산화 이온에 대해 임의의 가능한 공급원이 사용될 수 있되, 공급원은 바람직하게는 금속 수산화물, 특히 알칼리 금속[M]의 수산화물, 바람직하게는 수산화나트륨 및/또는 수산화칼륨, 훨씬 더 바람직하게는 수산화나트륨을 포함한다.

[0024] 본 개시내용의 방법에 따르면, 시드 결정은 단계 (1)에서 제공되되, 시드 결정은 BOG형 골격 구조를 갖는 분자체 물질을 포함한다. 일반적으로, 시드 결정은 임의의 BOG형 골격 구조를 갖는 분자체 물질을 포함할 수 있되, 단, BOG형 골격 구조를 갖는 분자체 물질은 단계 (2)에서 결정화된다. 일부 양태에서, 시드 결정은 보그사이트,

ITQ-47, SSZ-122 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택되는 분자체를 포함하되, 훨씬 더 바람직하게는 시드 결정은 바람직하게는 SSZ-122를 포함한다.

[0025] 임의의 적합한 양의 시드 결정이 단계 (1)에 따른 혼합물에 제공될 수 있되, 단, BOG형 골격 구조를 갖는 분자체 물질은 단계 (2)에서 결정화된다. 일반적으로, 단계 (1)에 따른 반응 혼합물에 포함된 시드 결정의 양은 규소 원자 공급원 중의 SiO_2 100wt.%를 기준으로 0.01 내지 30wt.%(예를 들어, 0.1 내지 20wt.% 또는 0.5 내지 10wt.%) 범위이다.

[0026] 본 방법에 따르면, 어떠한 경우에도 단계 (1)에서 제조되고 단계 (2)에서 결정화된 반응 혼합물은 BOG형 골격 구조를 갖는 분자체 물질, 특히 특정 테트라알킬암모늄염 및/또는 1-아다만틸-3-프로필이미다졸륨염과 같은 관련 유기주형의 합성에 특별히 사용되는 유기 구조 유도제의 불순물을 초과하여 함유하지 않는다. 이러한 불순물은, 예를 들어, 본 방법에 사용되는 시드 결정에 여전히 존재하는 유기 구조 유도제에 의해 발생할 수 있다. 그러나, 시드 결정 물질에 포함된 유기주형은 이들이 시드 결정 골격 내에 갇혀 있고 따라서 본 개시내용의 의미 내에서 구조 유도제 역할을 하지 않을 수 있기 때문에 결정화 과정에 참여할 수 없다.

[0027] 반응 혼합물 성분은 하나 초과와 공급원에 의해 공급될 수 있다. 또한, 2개 이상의 반응 혼합물 성분이 하나의 공급원에 의해 제공될 수 있다.

[0028] 반응 혼합물은 임의의 가능한 수단에 의해 제조될 수 있되, 교반(agitation)에 의한 혼합이 바람직하고, 바람직하게는 교반(stirring)에 의한 것이다. 반응 혼합물은 바람직하게는 회분식, 연속식 또는 반연속식 모드로 제조될 수 있다.

[0029] 반응 혼합물은 용액, 콜로이드 분산액(콜로이드 졸), 겔 또는 페이스트의 형태일 수 있으며, 겔이 바람직하다.

[0030] 결정화 및 합성 후 처리

[0031] 분자체의 결정화는 결정화가 일어나기에 충분한 시간(예를 들어, 약 1일 내지 21일, 또는 1일 내지 14일 또는 1일 내지 10일) 동안 약 100 내지 약 200℃의 온도로 유지되는 대류 오븐에 배치된, 예를 들어, 폴리프로필렌 병 또는 테플론 라이닝 또는 스테인리스강 오토클레이브와 같은 적합한 반응 용기에서 정적 또는 교반 조건하에서 수행될 수 있다.

[0032] 목적하는 분자체 결정이 형성되면, 고체 생성물은 여과 또는 원심분리와 같은 표준 분리 기법에 의해 반응 혼합물로부터 분리된다. 회수된 결정은 합성된 상태의 분자체 결정을 얻기 위해 물로 세척된 다음, 몇 초에서 몇 분(예를 들어, 플래시 건조의 경우 5초 내지 10분) 또는 몇 시간(예를 들어, 75℃ 내지 150℃에서 오븐 건조의 경우 4 내지 24시간) 동안 건조된다. 건조 단계는 대기압에서 또는 진공하에서 수행될 수 있다.

[0033] 단계 (2)에서 결정화된 분자체는 선택적으로 이온 교환 절차의 적어도 하나의 단계를 거칠 수 있되, 본 개시내용에 따른 용어 "이온 교환"은 일반적으로 분자체 물질에 포함된 비골격 이온성 원소 및/또는 분자를 지칭한다. 일부 양태에서, 비골격 이온성 원소는 알칼리 금속[M]을 포함하고, 바람직하게는 분자체에 포함된다.

[0034] 일반적으로, BOG형 골격 구조를 갖는 분자체 물질의 합성에 특별히 사용되는 유기 구조 유도제를 제외하고, 가능한 모든 이온성 원소 및/또는 분자를 사용한 임의의 가능한 이온 교환 절차는 분자체에서 수행될 수 있다. 일부 양태에서, 이온 원소로서, 적어도 하나의 양이온 및/또는 양이온성 원소가 사용되며, 이는 H^+ , NH_4^+ , Sc, Zr, Cr, Mo, W, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ru, Rh, Pd, Ag, Os, Ir, Pt, Au 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.

[0035] 본 개시내용의 방법에서는, 하소 단계를 사용하지 않는 것이 바람직하다. 일반적으로, 하소 단계는 위의 단계 (2)에 따라 결정화된 분자체 물질을 500℃의 온도에서 가열하는 단계를 포함한다. 일부 양태에서, 단계 (2)에 따라 결정화된 분자체는 후속 단계에서 450℃ 또는 350℃, 또는 300℃ 또는 250℃, 또는 심지어 200℃를 초과하는 온도에 적용되지 않는다.

[0036] 분자체의 특성 규명

[0037] 본 명세서에 기재된 방법에 의해 얻을 수 있는 생성물은 SSZ-122의 골격 구조를 갖는 합성 알루미늄실리케이트 분자체이다.

[0038] 본 개시내용의 의미 내에서, "유기주형 비함유" 분자체는 유기주형 물질이 실질적으로 없는 분자체에 관한 것이 되, 분자체에 포함되는 하나 이상의 유기주형의 양과 관련하여 본 개시내용에서 사용되는 "실질적으로"는 하나

이상의 유기주형의 0.001wt.% 이하, 예컨대, 이의 0.0005wt.% 이하, 또는 0.00001wt.% 이하, 또는 0.000005wt.% 이하 또는 심지어 0.000001wt.% 이하의 양을 나타낸다. 분자체에 존재하는 경우 하나 이상의 유기주형의 양은 본 개시내용의 의미 내에서 "불순물" 또는 "미량"으로도 표시될 수도 있다.

[0039] 본 개시내용에 따르면, 분자체는 BOG형 골격 구조를 갖는 분자체 물질, 특히 특정 테트라알킬암모늄염 및/또는 1-아다만틸-3-프로필이미다졸륨염과 같은 관련 유기주형의 합성에 특별히 사용되는 유기 구조 유도제의 불순물을 초과하여 포함하지 않는다. 이러한 불순물은, 예를 들어, 본 방법에 사용되는 시드 결정에 여전히 존재하는 유기 구조 유도제에 의해 발생할 수 있다.

[0040] 유기주형 비함유 분자체는 적어도 10(예를 들어, 10 내지 100, 또는 10 내지 60, 또는 15 내지 100, 또는 15 내지 60, 또는 15 내지 40, 또는 20 내지 100, 또는 20 내지 60, 또는 20 내지 40, 또는 25 내지 100, 또는 25 내지 60 또는 25 내지 40)의 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 몰비를 가질 수 있다.

[0041] 유기주형 비함유 제올라이트 물질이 비골격 원소로서 알칼리 금속[M]을 포함하는 양태에서, M: SiO_2 몰비는 0 초과 내지 0.1의 범위일 수 있다. 양태에서, 분자체는 비골격 원소로서 나트륨 및/또는 칼륨을 포함한다.

[0042] 일부 양태에서, 분자체에 선택적으로 존재하는 알칼리 금속[M]의 적어도 일부는 적어도 하나의 양이온 및/또는 양이온성 원소로 치환된다. 양이온 및/또는 양이온성 원소는 H^+ , NH_4^+ , Sc, Zr, Cr, Mo, W, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ru, Rh, Pd, Ag, Os, Ir, Pt, Au 및 이들의 혼합물로 이루어진 군으로부터 선택될 수 있다.

[0043] 본 방법 의해 얻을 수 있는 분자체 생성물의 분말 XRD 스펙트럼은 BOG형 골격 구조를 갖는 다른 물질과 일치한다. BOG 골격형 분자체를 대표하는 분말 XRD 패턴은 문헌["*Collection of Simulated XRD Powder Patterns for Zeolites*" by M.M.J. Treacy and J.B. Higgins (Elsevier, Fifth Revised Edition, 2007)]에서 참조할 수 있다. 본 명세서에 제공된 분말 XRD 패턴은 표준 기법에 의해 결정되었다. 방사선은 K-알파/구리의 이중선이었다.

[0044] 실시예

[0045] 다음의 예시적인 실시예는 비제한적인 것으로 의도된다.

[0046] 실시예 1

[0047] SSZ-122의 합성

[0048] 0.90g의 50% NaOH 용액, 5.00g의 탈이온수 및 0.096g의 Reheis F-2000 수화된 알루미나(53% Al_2O_3 , 47% H_2O)를 테플론 라이너에서 함께 혼합하였다. 생성된 겔을 알루미나가 완전히 용해될 때까지 교반하였다. 그런 다음, 5.00g의 30% LUDOX® HS-30 콜로이드 실리카를 용액에 첨가하였다. 겔을 균질해질 때까지 교반하였다. 그런 다음, 0.15g의 합성된 상태의 SSZ-122 시드 결정을 용액에 첨가하고, 겔을 추가로 교반하였다. 그런 다음, 라이너를 캐핑하고, Parr Steel 오토클레이브 반응기 내에 두었다. 그런 다음, 오토클레이브를 135°C에서 가열된 오븐에 10일 동안 두었다. 원심분리에 의해 냉각된 반응기로부터 고체 생성물을 회수하고, 탈이온수로 세척하고, 95°C에서 건조시켰다.

[0049] 생성된 생성물을 분말 XRD 및 SEM으로 분석하였다. 생성물의 분말 X선 회절은 도 1에 도시되어 있으며, 이는 해당 물질이 순수한 SSZ-122 분자체임을 나타낸다. SEM 이미지는 도 2에 도시되어 있으며, 이는 균일한 결정장(field of crystal)을 보여준다.

[0050] ICP 원소 분석에 따르면, 생성물은 26.3의 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 몰비를 가졌다.

[0051] 실시예 2

[0052] SSZ-122의 합성

[0053] 0.80g의 50% NaOH 용액, 5.07g의 탈이온수 및 0.06g Reheis F-2000 수화된 알루미나(53% Al_2O_3 , 47% H_2O)를 테플론 라이너에서 함께 혼합하였다. 생성된 겔을 알루미나가 완전히 용해될 때까지 교반하였다. 그런 다음, 5.00g의 30% LUDOX® HS-30 콜로이드 실리카를 용액에 첨가하였다. 겔을 균질해질 때까지 교반하였다. 그런 다음, 0.15g의 합성된 상태의 SSZ-122 시드 결정을 용액에 첨가하고, 겔을 추가로 교반하였다. 그런 다음, 라이너를 캐핑하고, Parr Steel 오토클레이브 반응기 내에 두었다. 오토클레이브를 135°C에서 가열된 오븐에 10일 동안 두었다. 원심분리에 의해 냉각된 반응기로부터 고체 생성물을 회수하고, 탈이온수로 세척하고, 95°C에서 건

조시켰다.

[0054] 생성된 제올라이트 생성물은 분말 XRD 및 SEM에 의해 순수한 SSZ-122 분자체로서 확인되었다.

[0055] ICP 원소 분석에 따르면, 생성물은 34.8의 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 몰비를 가졌다.

[0056] 실시예 3

[0057] SSZ-122의 합성

[0058] 0.39g의 50% NaOH 용액, 8.51g의 탈이온수 및 1.00g의 CBV720 Y-제올라이트(SAR = 30) 분말을 테플론 라이너에서 함께 혼합하였다. 그런 다음, 0.10g의 합성된 상태의 SSZ-122 시드 결정을 용액에 첨가하였다. 생성된 겔을 균질해질 때까지 교반하였다. 그런 다음, 라이너를 캐핑하고, Parr Steel 오토클레이브 반응기 내에 두었다. 그런 다음, 오토클레이브를 135℃에서 가열된 오븐에 7일 동안 두었다. 원심분리에 의해 냉각된 반응기로부터 고체 생성물을 회수하고, 탈이온수로 세척하고, 95℃에서 건조시켰다.

[0059] 생성된 제올라이트 생성물은 분말 XRD 및 SEM에 의해 순수한 SSZ-122 분자체로서 확인되었다.

[0060] ICP 원소 분석에 따르면, 생성물은 23.7의 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 몰비를 가졌다.

[0061] 실시예 4

[0062] 하소

[0063] 실시예 1의 합성된 상태의 생성물을 머플로 내부에서 540℃로 가열된 기류하에 1℃/분의 속도로 하소하고, 540℃에서 5시간 동안 유지하고, 냉각시킨 다음, 분말 XRD로 분석하였다. 분말 XRD 패턴은 물질이 하소 후 안정적으로 유지됨을 나타낸다.

[0064] 실시예 5

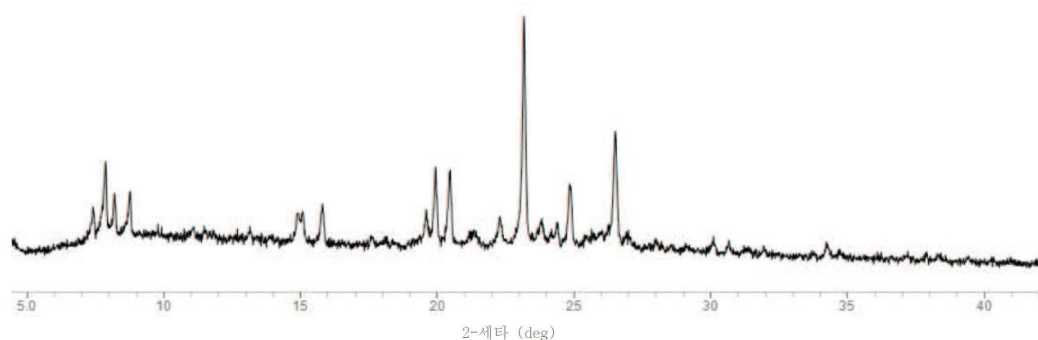
[0065] 암모늄 이온 교환

[0066] 실시예 4로부터 하소된 물질을 10ml(제올라이트 g당)의 1N 질산암모늄 용액으로 90℃에서 2시간 동안 처리하였다. 용액을 냉각시키고, 따라내고, 동일한 공정을 반복하였다.

[0067] 건조 후 생성물(NH_4 -SSZ-122)에 대해 흡착질로서 N을 사용하고 BET 방법을 통해 미세기공 부피 분석을 실시하였다. 분자체는 0.19 cm^3/g 의 미세기공 부피를 나타내었다.

도면

도면1



도면2

