



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110914195 B

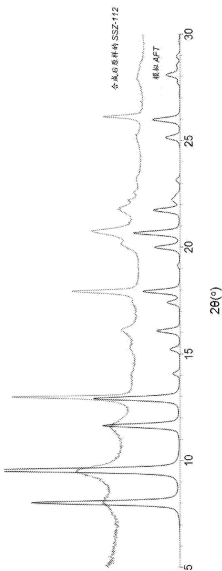
(45) 授权公告日 2023. 04. 25

(21) 申请号 201880047072.8
(22) 申请日 2018.10.04
(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110914195 A
(43) 申请公布日 2020.03.24
(30) 优先权数据
62/577,853 2017.10.27 US
(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2020.01.15
(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/IB2018/057710 2018.10.04
(87) PCT国际申请的公布数据
W02019/082004 EN 2019.05.02
(73) 专利权人 雪佛龙美国公司
地址 美国加利福尼亚
(72) 发明人 谢丹 K·O·詹森
(74) 专利代理机构 中国贸促会专利商标事务所
有限公司 11038
专利代理师 孙爱
(51) Int.Cl.
C01B 39/02 (2006.01)
C01B 39/48 (2006.01)
(56) 对比文件
US 2017/0291823 A1,2017.10.12
US 2017/0291823 A1,2017.10.12
US 2016/0068402 A1,2016.03.10
US 2017/0297918 A1,2017.10.19
US 2017/0291822 A1,2017.10.12
US 2017/0056870 A1,2017.03.02
US 2017/0058209 A1,2017.03.02
审查员 姜海宾

权利要求书2页 说明书7页 附图2页

(54) 发明名称
分子筛SSZ-112、其合成及应用

(57) 摘要
提供了一种名为SSZ-112 AFT骨架类型的硅
铝酸盐分子筛。SSZ-112是使用混合模板方法合
成的。SSZ-112可用于催化和吸附过程。



1. 一种称为SSZ-112的AFT骨架类型的硅铝酸盐分子筛,所述硅铝酸盐分子筛在其煅烧后形式下具有包括以下峰的X射线衍射图:

2- θ	d-间距, 纳米	相对强度
8.04 \pm 0.30	1.100	S
9.53 \pm 0.30	0.927	VS
11.67 \pm 0.30	0.757	M
12.98 \pm 0.30	0.682	S
14.02 \pm 0.30	0.631	W
15.29 \pm 0.30	0.579	W
16.10 \pm 0.30	0.550	W
17.45 \pm 0.30	0.508	W
17.94 \pm 0.30	0.494	M

其中所提供的X射线衍射图基于相对强度等级,其中XRD图中最强谱线的指定值为100: W=弱,即>0至 \leq 20; M=中等,即>20至 \leq 40; S=强,即>40至 \leq 60; VS=非常强,即>60至 \leq 100。

2. 根据权利要求1所述的硅铝酸盐分子筛,所述硅铝酸盐分子筛的 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比在5至50范围内。

3. 根据权利要求1所述的硅铝酸盐分子筛,所述硅铝酸盐分子筛的 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比在10至25范围内。

4. 根据权利要求1所述的硅铝酸盐分子筛,所述硅铝酸盐分子筛在其孔结构中包含1-甲基-1-丁基吡咯烷鎓阳离子和1-甲基-1-丙基哌啶鎓阳离子中的一种或多种以及六甲铵阳离子。

5. 一种合成根据权利要求1所述的称为SSZ-112的AFT骨架类型的硅铝酸盐分子筛的方法,所述方法包括:

(a) 提供反应混合物,所述反应混合物包含:

(1) 氧化硅源;

(2) 氧化铝源;

(3) 第1族金属M源;

(4) 包含六甲铵二价阳离子的第一有机模板Q1源;

(5) 第二有机模板Q2源,所述第二有机模板Q2源包含1-甲基-1-丁基吡咯烷鎓阳离子和1-甲基-1-丙基哌啶鎓阳离子中的一种或多种;

(6) 氢氧根离子源;和

(7) 水;以及

(b) 使所述反应混合物经受足以形成所述硅铝酸盐分子筛的晶体的结晶条件,其中,氧化硅和氧化铝的源包括沸石Y。

6. 根据权利要求5所述的方法,其中所述反应混合物具有以摩尔比计的如下组成:

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	5至100
M/ SiO_2	0.05至1.00
Q/ SiO_2	0.05至0.50

OH/SiO ₂	0.05至1.00
H ₂ O/SiO ₂	10至80

7. 根据权利要求5所述的方法,其中所述反应混合物具有以摩尔比计的如下组成:

SiO ₂ /Al ₂ O ₃	30至80
M/SiO ₂	0.30至0.60
Q/SiO ₂	0.05至0.30
OH/SiO ₂	0.20至0.70
H ₂ O/SiO ₂	15至60

8. 根据权利要求6所述的方法,其中所述结晶条件包括125oC至200oC的温度。

9. 一种将包含有机化合物的原料转化为转化产物的方法,所述方法包括在有机化合物转化条件下使所述原料与包含权利要求1所述的硅铝酸盐分子筛的活性形式的催化剂接触。

分子筛SSZ-112、其合成及应用

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请要求2017年10月27日提交的美国临时申请序列No.62/577,853的优先权和利益。

[0003] 领域

[0004] 本公开涉及一种称为SSZ-112的新型结晶分子筛材料,其合成及其在催化和吸附过程中的用途。

[0005] 背景

[0006] 已知沸石材料可用作吸附剂并用于各种类型的有机化合物转化反应。一些沸石材料是有序的多孔的具有由X光衍射确定的明确晶体结构的结晶材料,在其中有许多较小的空穴,所述空穴通过许多甚至更小的通道或孔互连。在特定的沸石材料内,这些空穴和孔的尺寸是均一的。因为这些孔的尺寸正好可接受特定尺寸的吸附分子而同时排斥较大尺寸的那些分子,这些材料最终被认为是“分子筛”,能够以许多方法使用这些材料以利用这些特性。

[0007] 美国专利No.4,851,204公开了铝磷酸盐分子筛A1P0-52及其使用四乙铵阳离子和三丙胺作为有机模板剂的合成。国际沸石协会的结构委员会已为A1P0-52的框架结构指定了三个字母的代码AFT。

[0008] 根据本公开,现在已经使用本文所述的混合模板方法合成了称为SSZ-112的AFT骨架类型的硅铝酸盐分子筛。

[0009] 概要

[0010] 一方面,提供了一种称为SSZ-112的AFT骨架类型的硅铝酸盐分子筛。

[0011] 另一方面,提供了一种合成AFT骨架类型的硅铝酸盐分子筛的方法,所述方法包括:(a)提供反应混合物,所述反应混合物包含:(1)氧化硅源;(2)氧化铝源;(3)第1族金属(M)源;(4)包含六甲铵二价阳离子的第一有机模板(Q1)源;(5)第二有机模板(Q2)源,所述第二有机模板(Q2)源包含1-甲基-1-烷基吡咯烷鎓阳离子和1-甲基-1-烷基哌啶鎓阳离子中的一种或多种,其中每个烷基独立地为C₁-C₅烷基;(6)氢氧根离子源;和(7)水;以及(b)使所述反应混合物经受足以形成所述硅铝酸盐分子筛的晶体的结晶条件。

[0012] 在另一方面,提供了一种AFT骨架类型的硅铝酸盐分子筛,在其孔结构中包含六甲铵二价阳离子以及1-甲基-1-烷基吡咯烷鎓阳离子和1-甲基-1-烷基哌啶鎓阳离子中的一种或多种,其中每个烷基独立地为C₁-C₅烷基。

[0013] 另一方面,提供了一种将包含有机化合物的原料转化为转化产物的方法,该方法包括在有机化合物转化条件下使该原料与包含本文公开的硅铝酸盐分子筛的活性形式的催化剂接触。

[0014] 附图的简要说明

[0015] 图1比较了实施例1的合成后原样的分子筛的粉末X射线衍射(XRD)图(顶部图)和用于理想的AFT骨架类型结构的模拟粉末XRD图(底部图)。

[0016] 图2是实施例1的合成后原样的分子筛的扫描电子显微照片(SEM)图像。

[0017] 详述

[0018] 介绍

[0019] 术语“骨架类型”以Atlas of Zeolite Framework Types,”，第六修订版，Elsevier(2007)中描述的含义使用。

[0020] 术语“硅铝酸盐”是指晶体微孔固体，其骨架内包括氧化铝和氧化硅。硅铝酸盐可以是“纯硅铝酸盐”(即，骨架内不存在其他可检测的金属氧化物)或任选地被取代。当描述为“任选地取代”时，相应的骨架可包含硼、镓、铟、锗、铅、铁、锡、钛、钒、锌、锆或其他原子，其取代了一种或多种不包含在母体骨架中的原子。

[0021] 本文使用的术语“合成后原样”是指结晶后、在除去有机模板之前的其形式的分子筛。

[0022] 本文所用的术语“无水形式”是指基本上没有物理吸附和化学吸附的水的分子筛。

[0023] 如本文中所使用的，周期表基团的编号方案如Chem.Eng.News1985,63(5),26-27中所公开

[0024] 反应混合物

[0025] 通常，本公开的硅铝酸盐分子筛可以通过以下方法合成：(a) 提供反应混合物，所述反应混合物包含：(1) 氧化硅源；(2) 氧化铝源；(3) 第1族金属(M)源；(4) 包含六甲铵二价阳离子的第一有机模板(Q1)源；(5) 第二有机模板(Q2)源，所述第二有机模板(Q2)源包含1-甲基-1-烷基吡咯烷鎓阳离子和1-甲基-1-烷基哌啶鎓阳离子中的一种或多种，其中每个烷基独立地为C₁-C₅烷基；(6) 氢氧根离子源；和(7) 水；以及(b) 使所述反应混合物经受足以形成所述硅铝酸盐分子筛的晶体的结晶条件。

[0026] 以摩尔比计，形成所述分子筛的反应混合物的组成在下表1中列出：

[0027] 表1

反应物	宽泛的	示例性的
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	5至100	30至80
M/SiO ₂	0.05至1.00	0.30至0.60
(Q1+Q2)/SiO ₂	0.05至0.50	0.05至0.30
OH/SiO ₂	0.05至1.00	0.20至0.70
H ₂ O/SiO ₂	10至80	15至60

[0029] 其中M、Q1和Q2如上所述。

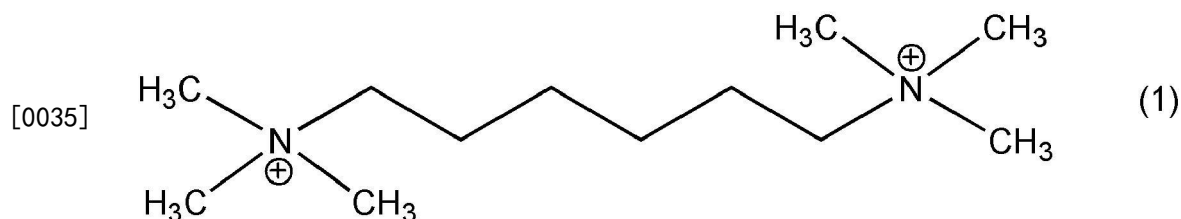
[0030] 合适的氧化硅源包括胶体二氧化硅、沉淀二氧化硅、热解法二氧化硅、碱金属硅酸盐和原硅酸四烷基酯。

[0031] 合适的氧化铝源包括水合氧化铝和水溶性铝盐(例如硝酸铝)。

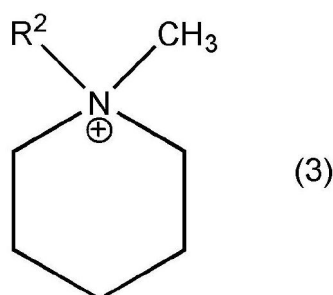
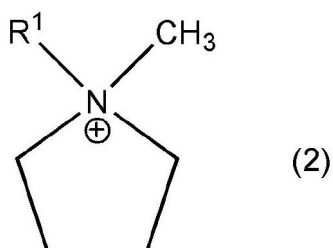
[0032] 可以额外地或替代地使用氧化硅和氧化铝的组合源，并且可以包括硅铝酸盐沸石(例如，沸石Y)和粘土或处理过的粘土(例如，偏高岭土)。

[0033] 合适的第1族金属(M)的实例包括钠和钾。金属通常以氢氧化物形式存在于反应混合物中。

[0034] 第一有机模板(Q1)包含六甲铵二价阳离子，其由以下结构(1)表示：



[0036] 第二有机模板(Q2)包含1-甲基-1-烷基吡咯烷鎓阳离子和1-甲基-1-烷基哌啶鎓阳离子中的一种或多种,由以下结构(2)或(3)分别表示:



[0038] 其中R¹和R²独立地是C₁-C₅烷基(例如,C₂-C₄烷基或C₃-C₄烷基)。

[0039] 第二有机模板(Q2)的实例包括1-甲基-1-丁基吡咯烷鎓阳离子、1-甲基-1-丙基哌啶鎓阳离子及它们的组合。

[0040] Q1和Q2的合适来源是相关的季铵化合物的氢氧化物和/或其他盐。

[0041] 反应混合物可还含有分子筛材料的晶种,例如来自先前合成的SSZ-112,理想的量为以反应混合物的重量计0.01至10,000ppm(例如,以重量计100至5000ppm)。

[0042] 对于本文所述的每个实施方案,所述分子筛反应混合物可以由一种以上的来源提供。而且,一种来源可以提供两种或更多种反应组分。

[0043] 反应混合物可以分批或连续制备。本文描述的分子筛的晶体尺寸、形态和结晶时间可以随着反应混合物的性质和合成条件而变化。

[0044] 结晶和合成后处理

[0045] 来自上述反应混合物的分子筛的结晶可以在静态或搅拌条件下在合适的反应器容器中进行,例如聚丙烯罐或特氟隆衬里或不锈钢高压釜,在温度为从125℃到200℃下保持足以在所用温度下发生结晶的时间(例如24至480小时、或48至240小时)。结晶通常在密闭系统中在自生压力下进行。

[0046] 一旦形成分子筛的晶体,通过标准机械分离技术如离心或过滤将固体产物从反应混合物中回收。将晶体水洗,然后干燥以获得合成后原样的分子筛的晶体。干燥步骤可以在大气压或真空下进行。干燥步骤通常在低于200℃的温度下进行。

[0047] 作为结晶过程的结果,回收的结晶分子筛产物在其孔结构内含有至少一部分在合成中使用的结构导向剂。

[0048] 根据期望程度,合成后原样的分子筛中的任何阳离子可以根据本领域公知的技术通过与其他阳离子的离子交换来代替。合适的取代阳离子包括金属离子、氢离子、氢前体(例如铵离子)及它们的组合。优选的取代阳离子可包括那些为某些有机或无机转化反应调整催化活性的阳离子。这些可以包括氢、稀土金属和元素周期表的2-15族的金属。

[0049] 如本文所述制备的合成后原样的分子筛可以进行后续处理以除去其合成中使用的部分或全部有机模板。这可以通过热处理方便地进行,其中可以将合成后的材料加热到至少370℃的温度至少1分钟,通常不超过24小时。尽管热处理可以采用低于大气压和/或高于大气压的压力,但是出于方便的原因可能需要大气压。热处理可以在高达925℃的温度下进行。另外地或可替代地,可以通过用臭氧处理来去除有机模板(参见,例如,A.N.Parikh et al.,Micropor.Mesopor.Mater.2004,76,17-22)。贫化的有机产品,特别是其金属,氢和铵形式的有机产品,在催化应用中特别有用。氢形式的有机贫化的分子筛在本文中被称为分子筛的“活性形式”,存在或不存在金属官能团。

[0050] 分子筛的表征

[0051] 分子筛SSZ-112在其合成后原样且无水形式下具有以摩尔比计的如表2所示的化学组成:

[0052] 表2

[0053]	宽泛的	示例的
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	5至50	10至25
$(\text{Q1}+\text{Q2})/\text{SiO}_2$	>0至0.1	>0至0.1
M/SiO_2	>0至0.1	>0至0.1

[0054] w其中Q1,Q2和M如上所述。

[0055] 应该注意的是,分子筛的合成后原样形式可以具有与用于制备合成后原样形式的反应混合物的反应物的摩尔比不同的摩尔比。该结果可能发生是由于不完全引入100%的反应物到(由反应混合物)形成的晶体中。

[0056] 在其煅烧后形式下,分子筛SSZ-112具有以下摩尔关系的化学组成:

[0057] $\text{Al}_2\text{O}_3:(n)\text{SiO}_2$

[0058] 其中n的值在5到50(例如10到50、5到25、10到25、5到20、10到20、5到15或10到15)的范围内。

[0059] 所述合成后原样和煅烧后形式的SSZ-112具有特征粉末X射线衍射图,所述粉末X射线衍射图在所述分子筛的合成后原样形式下包括至少在下表3中列出的谱线并且所述粉末X射线衍射图在所述分子筛的煅烧后形式下包含至少在下表4中列出的峰。

[0060] 表3

[0061] 合成后原样的SSZ-112的特征峰

[0062]	$2-\theta^{(a)}$	d-间距, (纳米)	相对强度 ^(b)
	8.04	1.100	M
	9.49	0.931	VS
	11.63	0.760	M

13.01	0.680	VS
14.02	0.631	W
15.31	0.578	W
16.13	0.549	W
17.45	0.508	W
17.94	0.494	M

[0063] ^(a) $\pm 0.30^\circ$

[0064] ^(b) 粉末XRD图基于相对强度等级,其中XRD图中最强谱线的指定值为100;W=弱(>0至 ≤ 20);M=中等(>20至 ≤ 40);S=强(>40至 ≤ 60);VS=非常强(>60至 ≤ 100)。

[0065] 表4

[0066] 煅烧后的SSZ-112的特征峰

[0067]

$2-\theta$ ^(a)	d-间距, (纳米)	相对强度(b)
8.04	1.100	S
9.53	0.927	VS
11.67	0.757	M
12.98	0.682	S
14.02	0.631	W
15.29	0.579	W
16.10	0.550	W
17.45	0.508	W
17.94	0.494	M

[0068] ^(a) $\pm 0.30^\circ$

[0069] ^(b) 粉末XRD图基于相对强度等级,其中XRD图中最强谱线的指定值为100;W=弱(>0至 ≤ 20);M=中等(>20至 ≤ 40);S=强(>40至 ≤ 60);VS=非常强(>60至 ≤ 100)。

[0070] 通过标准技术收集本文所示的粉末XRD图。辐射为CuK α 辐射。从峰的相对强度(针对背景调整)读取作为 2θ (其中 θ 是布拉格角)的函数的峰高度和位置,并且可计算出与记录线相对应的面间距d。

[0071] 在射线衍射图案中的微小变化归因于晶格常数的改变,可能由样品的骨架种类的摩尔比的变化造成。此外,足够无序的材料和/或小的晶体将影响峰的形状和强度,导致显著的峰加宽。在衍射图中的微小变化可以由制备过程中使用的有机化合物的变化而造成。煅烧也可导致在XRD图中微小偏移。尽管有这些微小的扰动,但基本晶格结构保持不变。

[0072] 吸附和催化

[0073] 分子SSZ-112可用于分离分子混合物,通过离子交换去除污染物,催化各种有机或无机化合物的转化反应。

[0074] 分子种类的分离可以基于分子大小(动力学直径)或分子种类的极性程度。分离过程可包括将至少两种组分与SSZ-112接触以产生至少一种分离组分。

[0075] 分子筛SSZ-112可用作催化剂,催化多种有机或无机转化过程,包括许多目前具有商业/工业重要性的过程。SSZ-112可催化的有机和无机转化过程的实例可包括烷基化、裂化、加氢裂化、异构化、齐聚、有机氧化物(例如甲醇和/或二甲醚)转化为烯烃(例如乙烯、丙

烯)、单烷基胺和二烷基胺的合成、氮氧化物(NO_x)的催化还原。

[0076] 在许多催化剂的情况下,可能希望将SSZ-112与对有机转化方法中所用温度和其它条件具有抗性的另一组分结合。这类组分可以包括活性和非活性材料以及合成或天然存在的沸石,以及无机材料如粘土、二氧化硅和/或金属氧化物如氧化铝。后者可以为天然存在的或者为包含二氧化硅和其他金属氧化物的混合物的凝胶状沉淀物或凝胶的形式。使用与SSZ-112结合的材料(即与其结合或者在结晶材料的合成期间存在的,其可以其为活性状态),可倾向于改变在某些有机转化过程中的催化剂的转化率和/或选择性水平。非活性材料可适合用作稀释剂(例如,用以控制给定方法中的转化率的量),使得产物可以以经济且有序方式而得到,因此无需使用其它方法控制反应速率。这些材料可结合到天然存在的粘土(如膨润土和/或高岭土)中以改进催化剂在商业操作条件下的压碎强度。这些材料(即粘土、氧化物等)可充当催化剂的粘合剂。希望提供具有良好压碎强度的催化剂,因为在商业使用中,希望防止/限制催化剂分解成粉末状材料(细粉)。这些粘土和/或氧化物粘合剂可以例如仅用于提高催化剂的抗碎强度。

[0077] 可与SSZ-112复合的天然存在粘土可包括蒙脱石和高岭土族,所述族包括亚膨润土,和通常称为Dixie、McNamee、Georgia和Florida粘土的高岭土,以及其中主要矿物组分为埃洛石、高岭石、迪开石、珍珠石或蠕陶土的那些。这类粘土可以以原状态(原始开采的)使用和/或首先经受煅烧、酸处理、和/或化学改性。可用于与SSZ-112复合的粘合剂可进一步或可替代的包括无机氧化物,例如二氧化硅、氧化锆、二氧化钛、氧化镁、氧化铍、氧化铝及其混合物。

[0078] 除上述材料以外或可替代的,根据需要,可将SSZ-112与多孔基体材料复合,所述多孔基体材料例如二氧化硅-氧化铝、二氧化硅-氧化镁、二氧化硅-氧化锆、二氧化硅-氧化钛、二氧化硅-氧化铍、二氧化硅-二氧化钛,以及三元组合物如二氧化硅-氧化铝-氧化钛、二氧化硅-氧化铝-氧化锆、二氧化硅-氧化铝-氧化镁、二氧化硅-氧化镁-氧化锆及其混合物或其组合。

[0079] SSZ-112和无机氧化物基体的相对比例可宽泛地变化,其中SSZ-112含量通常为基于组合物总重量的1重量%至90重量%(例如2重量%至约80重量%)。

实施例

[0080] 以下示例旨在是非限制性的。

[0081] 实施例1

[0082] 将22.07g去离子水、1.16g 50%NaOH溶液、0.76g 20%六甲铵氢氧化物溶液、6.53g 11.78%1-甲基-1-丙基哌啶鎓氢氧化物溶液、和2.00g CBV760Y-沸石粉末(Zeolyst International, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比=60)在特氟隆衬里中混合在一起。搅拌所得凝胶直至其变得均匀。然后将衬里加盖并置于Parr钢高压釜反应器中。然后将高压釜置于烘箱中并在150℃下加热3天。通过离心回收固体产物,用去离子水洗涤并在95℃下干燥。

[0083] 通过粉末XRD和SEM对产物进行了分析。图1比较了合成后原样产物的粉末XRD图(顶部图)和用于理想的AFT骨架类型结构(底部图)的模拟粉末XRD图。结果表明,产物的粉末XRD图与纯AFT骨架类型分子筛一致。产品的SEM图像如图2所示,显示为均匀的晶体场。

[0084] 通过电感耦合等离子体-质谱(ICP-MS)测定,所述产物的 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比为

13.79。

[0085] 实施例2

[0086] 将22.49g去离子水、1.29g 50%NaOH溶液、0.38g 20%六甲铵氢氧化物溶液、4.36g 11.78%1-甲基-1-丙基哌啶鎓氢氧化物溶液、和2.00g CBV760Y-沸石粉末(Zeolyst International, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比=60)在特氟隆衬里中混合在一起。搅拌所得凝胶直至其变得均匀。然后将衬里加盖并置于Parr钢高压釜反应器中。然后将高压釜置于烘箱中并在150℃下加热3天。通过离心回收固体产物,用去离子水洗涤并在95℃下干燥。

[0087] 粉末XRD显示产物为纯AFT骨架类型分子筛。

[0088] 通过ICP-MS测定,所述产物的 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比为13.75。

[0089] 实施例3

[0090] 将52.86g去离子水、2.58g 50%NaOH溶液、4.76g 20%六甲铵氢氧化物溶液、15.71g 16.63%1-甲基-1-丁基吡咯烷鎓氢氧化物溶液、和5.00g CBV760Y-沸石粉末(Zeolyst International, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比=60)在特氟隆衬里中混合在一起。搅拌所得凝胶直至其变得均匀。然后将衬里加盖并置于Parr钢高压釜反应器中。然后将高压釜置于烘箱中并在150℃下加热3天。通过离心回收固体产物,用去离子水洗涤并在95℃下干燥。

[0091] 粉末XRD显示产物为纯AFT骨架类型分子筛。

[0092] 通过ICP-MS测定,所述产物的 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比为13.00。

[0093] 实施例4

[0094] 将32.64g去离子水、1.74g 50%NaOH溶液、1.71g 20%六甲铵氢氧化物溶液、9.80g 11.78%1-甲基-1-丙基哌啶鎓氢氧化物溶液、和3.00g CBV760Y-沸石粉末(Zeolyst International, $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比=60)在特氟隆衬里中混合在一起。搅拌所得凝胶直至其变得均匀。然后将衬里加盖并置于Parr钢高压釜反应器中。然后将高压釜置于烘箱中并在150℃下加热3天。通过离心回收固体产物,用去离子水洗涤并在95℃下干燥。

[0095] 粉末XRD显示产物为纯AFT骨架类型分子筛。

[0096] 通过ICP-MS测定,所述产物的 $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 摩尔比为12.76。

[0097] 实施例5

[0098] 将合成后原样的实施例1的分子筛在马弗炉内在空气流下以1℃/分钟的速率加热至540℃煅烧,并在540℃下保持5小时并且冷却至室温。粉末XRD数据显示材料煅烧以除去有机物后保持稳定。

[0099] 实施例6

[0100] 将实施例5的煅烧后分子筛材料用10mL(每克分子筛)1N硝酸铵溶液在95℃下处理2小时。冷却溶液、倾析并重复相同的过程。

[0101] 干燥后,使用氮气物理吸附测量铵离子交换产物的微孔体积并且并通过B.E.T法分析数据。分子筛的微孔体积为0.23cm³/g。

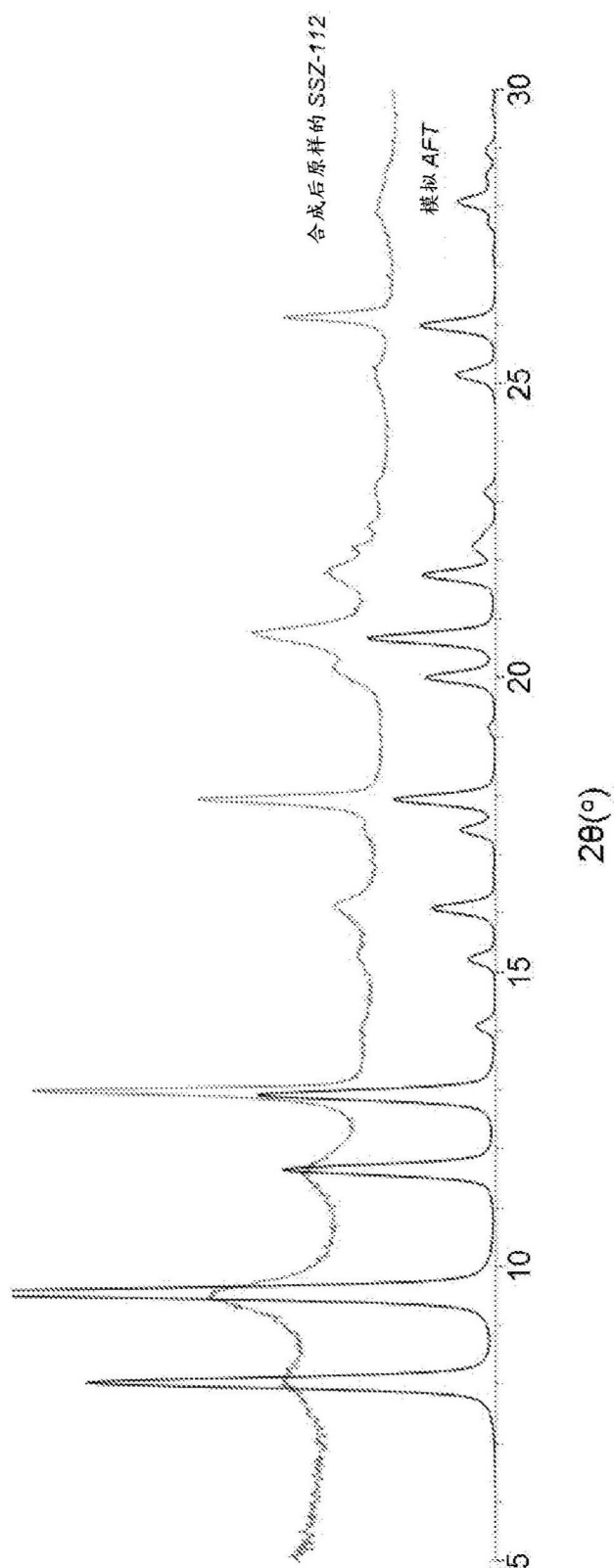


图1

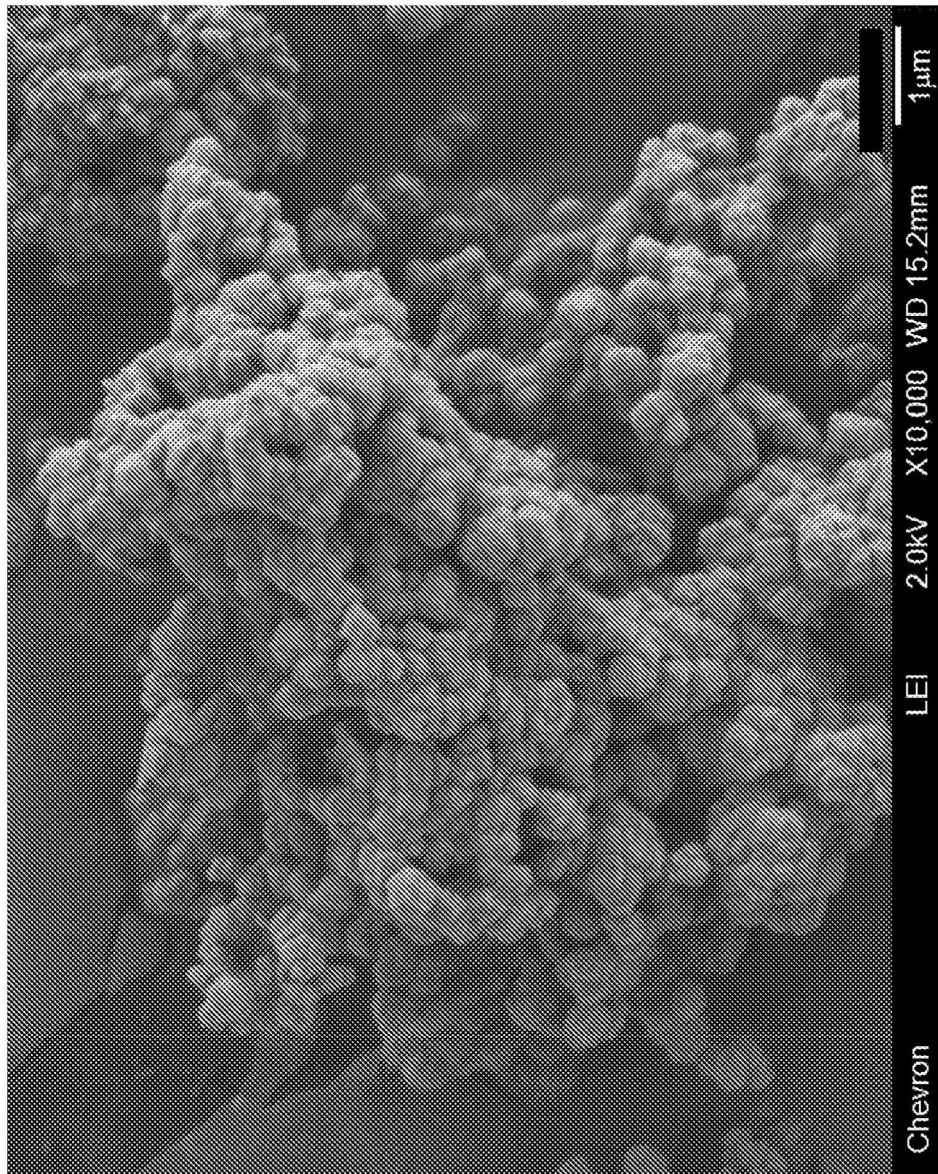


图2