



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) **ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21)(22) Заявка: 2014136174, 05.02.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
05.02.2013

Дата регистрации:
17.05.2017

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
07.02.2012 EP 12154169.2;
18.10.2012 EP 12189035.4

(43) Дата публикации заявки: 10.04.2016 Бюл. № 10

(45) Опубликовано: 17.05.2017 Бюл. № 14

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 08.09.2014

(86) Заявка РСТ:
EP 2013/052224 (05.02.2013)

(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2013/117537 (15.08.2013)

Адрес для переписки:
105064, Москва, а/я 88, "Патентные поверенные
Квашнин, Сапельников и партнеры"

(72) Автор(ы):

МЮЛЛЕР Ульрих (DE),
ПАРВУЛЕСКУ Андрей-Николаэ (DE),
ЯНГ Джефф (DE),
ЛЮТЦЕЛЬ Ханс-Юрген (DE),
УЛЬ Георг (DE),
ДУМЗЕР Штефан (DE)

(73) Патентообладатель(и):
БАСФ SE (DE)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: US 5324702 A 28.06.1994. US
5047141 A 10.09.1991. US 7326401 B2
05.02.2008. US 2006/0105903 A1 18.05.2006. RU
2283277 C2 10.09.2006. US 2011/0190517 A1
04.08.2011. US 2011/0201860 A1 18.08.2011.

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЦЕОЛИТНОГО МАТЕРИАЛА**

(57) **Формула изобретения**

1. Способ получения цеолитного материала, включающий в себя
(i) обеспечение содержащего бор цеолитного материала (В-Цеолита);
(ii) деборирование В-Цеолита системой жидкого растворителя при температуре в интервале от 50 до 125°C, получая таким образом деборированный В-Цеолит (Цеолит);
где содержащий бор цеолитный материал В-Цеолит, обеспеченный на стадии (i), представляет собой содержащий бор цеолитный материал структуры типа MWW (В-MWW), BEA (В-BEA) или CHA (В-CHA), и
в котором систему жидкого растворителя выбирают из группы, состоящей из воды, одноатомных спиртов, многоатомных спиртов и смесей двух или более из них, и в котором указанная система жидкого растворителя не содержит неорганическую или органическую кислоту или их соли.

2. Способ по п. 1, в котором на стадии (i) содержащий бор цеолитный материал В-Цеолит обеспечивается способом, включающим в себя

(а) синтез в гидротермальных условиях В-Цеолита из смеси для синтеза, содержащей по меньшей мере один источник кремния, по меньшей мере один источник бора и по меньшей мере одно эталонное соединение, с получением В-Цеолита в его маточном растворе;

(b) отделение В-Цеолита от его маточного раствора;

(с) предпочтительно высушивание В-Цеолита, отделенного согласно стадии (b), более предпочтительно высушивание распылением В-Цеолита, отделенного согласно стадии (b);

(d) необязательно прокаливание В-Цеолита, полученного на стадии (b) или (с), предпочтительно при температуре в интервале от 500 до 700°C.

3. Способ по п. 2, в котором на стадии (i) содержащим бор цеолитным материалом является В-MWW, обеспеченный способом, включающим в себя

(а) синтез в гидротермальных условиях исходного вещества В-MWW из смеси для синтеза, содержащей стабилизированный аммиаком коллоидный диоксид кремния в качестве по меньшей мере одного источника кремния, борную кислоту в качестве по меньшей мере одного источника бора и по меньшей мере одно эталонное соединение, выбираемое из группы, состоящей из пиперидина, гексаметиленимина и их смеси, с получением исходного вещества для В-MWW в его маточном растворе;

(b) отделение В-MWW от его маточного раствора;

(с) предпочтительно высушивание исходного вещества В-MWW, отделенного согласно стадии (b), более предпочтительно высушивание распылением В-MWW, отделенного согласно стадии (b);

(d) прокаливание исходного вещества В-MWW, полученного на стадии (b) или (с), предпочтительно при температуре в интервале от 500 до 700°C с получением В-MWW.

4. Способ по п. 1, в котором В-Цеолит, обеспеченный на стадии (i), представляет собой свободный от алюминия цеолитный материал.

5. Способ по п. 1, в котором В-Цеолит, обеспеченный на стадии (i), имеет содержание В в интервале от 0,5 до 5,0 мас.%, более предпочтительно от 0,75 до 4,0 мас.%, более предпочтительно от 1,0 до 3,0 мас.%, вычисленного как элемент и на основе общей массы В-Цеолита.

6. Способ по п. 1, в котором В-Цеолит, обеспеченный на стадии (i), обеспечивается в форме распылительного порошка или распылительного гранулята.

7. Способ по п. 1, в котором систему жидкого растворителя выбирают из группы, состоящей из воды, метанола, этанола, пропанола, этан-1,2-диола, пропан-1,2-диола, пропан-1,3-диола, пропан-1,2,3-триола и смесей двух или более из них.

8. Способ по п. 1, в котором система жидкого растворителя представляет собой воду.

9. Способ по п. 1, в котором деборирование согласно стадии (ii) проводят в течение времени в интервале от 6 до 20 ч.

10. Способ по п. 1, в котором при деборировании согласно стадии (ii) массовое соотношение В-Цеолита относительно системы жидкого растворителя находится в интервале от 1:5 до 1:40, предпочтительно от 1:10 до 1:30, более предпочтительно от 1:10 до 1:20.

11. Способ по п. 1, в котором в ходе деборирования согласно стадии (ii) систему жидкого растворителя перемешивают.

12. Способ по п. 1, в котором система жидкого растворителя представляет собой воду и деборирование согласно стадии (ii) проводят при температуре в интервале от 95 до 105°C, предпочтительно от 95 до 100°C, в течение времени в интервале от 8 до 15 ч, предпочтительно от 9 до 12 ч, где предпочтительно деборирование согласно стадии (ii) проводят при нагревании с обратным холодильником.

13. Способ по п. 1, в котором Цеолит, полученный на стадии (ii), имеет содержание

В самое большее 0,2 мас.%, более предпочтительно самое большее 0,1 мас.%, вычисленного как элемент и на основе общей массы Цеолита.

14. Способ по п. 1, дополнительно включающий в себя

(iii) последующую обработку Цеолита, имеющего структурный тип MWW, BEA или CHA, предпочтительно MWW, полученного на стадии (ii), способом, включающим в себя

(iii.1) отделение Цеолита, имеющего структурный тип MWW, BEA или CHA, предпочтительно MWW, от системы жидкого растворителя;

(iii.2) предпочтительно высушивание отделенного Цеолита, имеющего структурный тип MWW, BEA или CHA, предпочтительно отделенного MWW, предпочтительно высушиванием распылением;

(iii.3) необязательно прокаливание Цеолита, имеющего структурный тип MWW, BEA или CHA, предпочтительно MWW, полученного на стадии (iii.1) или (iii.2), предпочтительно при температуре в интервале от 500 до 700°C.

15. Деборированный цеолитный материал (Цеолит), имеющий структурный тип MWW, BEA или CHA, содержащий самое большее 0,2 мас.%, более предпочтительно самое большее 0,1 мас.% бора, вычисленного как элемент и на основе общей массы Цеолита.

16. Цеолитный материал по п. 15, полученный способом по одному из пп. 1-14.

17. Цеолитный материал по п. 16, причем цеолитный материал находится в форме распылительного порошка или распылительного гранулята.

18. Применение цеолитного материала по любому из пп. 15-17 в качестве каталитического активного агента, в качестве исходного вещества для получения каталитического активного агента, в качестве каталитического компонента, такого как подложка для каталитического активного агента, или в качестве покрытия, нанесенного на носитель.