

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6632090号
(P6632090)

(45) 発行日 令和2年1月15日(2020.1.15)

(24) 登録日 令和1年12月20日(2019.12.20)

(51) Int.Cl.

F I

C O 1 B 39/48 (2006.01)

C O 1 B 39/48

請求項の数 8 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2018-506099 (P2018-506099)	(73) 特許権者	503148834
(86) (22) 出願日	平成28年9月1日(2016.9.1)		シェブロン ユー. エス. エー. インコ
(65) 公表番号	特表2018-526315 (P2018-526315A)		ーボレイテッド
(43) 公表日	平成30年9月13日(2018.9.13)		アメリカ合衆国、カリフォルニア州 94
(86) 国際出願番号	PCT/US2016/049826		583、サン・ラモン、ボリンジャー・キ
(87) 国際公開番号	W02017/044365		ャニオン・ロード 6001
(87) 国際公開日	平成29年3月16日(2017.3.16)	(74) 代理人	110000855
審査請求日	平成31年3月6日(2019.3.6)		特許業務法人浅村特許事務所
(31) 優先権主張番号	62/217,071	(72) 発明者	シエ、ダン
(32) 優先日	平成27年9月11日(2015.9.11)		アメリカ合衆国、カリフォルニア、サン
(33) 優先権主張国・地域又は機関	米国 (US)		ラモン、ボリンジャー キャニオン ロー
			ド 6001
		審査官	村岡 一磨
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ゼオライトSSZ-98を調製するための方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ゼオライトSSZ-98を調製する方法であって、

(a) (1) 少なくとも1つの酸化ケイ素源と、

(2) 少なくとも1つの酸化アルミニウム源と、

(3) 周期表の第1族および第2族から選択される金属(M)の少なくとも1つの供給源と、

(4) 1,3-ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオン(Q)と、

(5) 水酸化物イオンと、

(6) 水と

を含む反応混合物を調製すること、および

(b) ゼオライトSSZ-98の結晶を形成するのに十分な結晶化条件に、この反応混合物を供することを含む、上記方法

【請求項2】

前記ゼオライトが、モル比で以下の組成を含む反応混合物から調製される、請求項1に記載の方法。

【表 1】

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	10 から 100
M/SiO_2	0.05 から 0.45
Q/SiO_2	0.10 から 0.80
OH/SiO_2	0.20 から 1.00
$\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	10 から 80

【請求項 3】

前記ゼオライトが、モル比で以下の組成を含む反応混合物から調製される、請求項 1 に記載の方法。

10

【表 2】

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	15 から 80
M/SiO_2	0.15 から 0.40
Q/SiO_2	0.15 から 0.40
OH/SiO_2	0.20 から 0.60
$\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	15 から 50

【請求項 4】

20

その細孔構造内に 1, 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンを含む、SSZ - 98 ゼオライト。

【請求項 5】

10 ~ 50 の $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ モル比を有する、請求項 4 に記載の SSZ - 98 ゼオライト。

【請求項 6】

10 ~ 35 の $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ モル比を有する、請求項 4 に記載の SSZ - 98 ゼオライト。

【請求項 7】

合成されたままの形態で、以下の線を含む X 線回折パターンを有する、請求項 4 に記載の SSZ - 98 ゼオライト。

30

【表 3】

2θ	面間隔 d (nm)	相対強度
7.78 ± 0.20	1.136	VS
9.74 ± 0.20	0.907	W
11.79 ± 0.20	0.750	W
13.46 ± 0.20	0.657	S
14.10 ± 0.20	0.627	W
15.53 ± 0.20	0.570	M
16.62 ± 0.20	0.533	W
19.51 ± 0.20	0.455	W
20.56 ± 0.20	0.432	VS
21.40 ± 0.20	0.415	M
23.38 ± 0.20	0.380	S
23.76 ± 0.20	0.374	VS
24.88 ± 0.20	0.358	W

40

【請求項 8】

前記少なくとも 1 つの酸化ケイ素源および前記少なくとも 1 つの酸化アルミニウム源が

50

Y ゼオライトを含む、請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本開示は、全般的に、構造指向剤 (structure directing agent) として 1, 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンを用いてゼオライト SSZ - 98 を調製するための方法に関する。

【背景技術】

【0002】

分子ふるい (モレキュラーシーブ) は、商業的に重要なクラスの結晶材料である。それらは、区別可能な X 線回折パターンによって実証される規則的な細孔構造を有する、区別可能な結晶構造を有する。その結晶構造は、異なる種の特徴である空洞 (cavities) および空孔 (pores) を規定する。

10

【0003】

分子ふるいは、国際ゼオライト協会 (IZA) の構造委員会によって、ゼオライト命名法に関する IUPAC 委員会の規則に従って分類される。この分類によれば、骨格型ゼオライト (framework type zeolites) および他の結晶性微細孔分子ふるい (構造が確立されたもの) は、3 文字コードが割り当てられ、「ゼオライト骨格型のアトラス」 (Atlas of Zeolite Framework Types)、改訂第 6 版、Elsevier (2007) において説明されている。

20

【0004】

ERI 骨格型の材料は、二重 6 リング (d6r) およびケージを含む三次元 8 員環の細孔 / チャネル系によって特徴付けられる。d6r 構造単位およびケージを含む細孔ゼオライトは、メタノール - オレフィン転化触媒作用および窒素酸化物 (NO_x) の選択的触媒還元にも有用性を示し、より重要な商業的用途のいくつかに適用される。

【0005】

米国特許出願公開第 2016 / 0002059 号および第 2016 / 0002060 号は、SSZ - 98 と命名された ERI 骨格型分子ふるい、および構造指向剤として N、N' - ジメチル - 1, 4 - ジアザピシクロ [2.2.2] オクタンジカチオンを用いたその合成を開示している。

30

【0006】

1, 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンは、SSZ - 98 の合成における構造指向剤として有効であることが今や見出されている。

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【0007】

一態様では、(1) 少なくとも 1 つの酸化ケイ素源と、(2) 少なくとも 1 つの酸化アルミニウム源と、(3) 周期表の第 1 族および第 2 族から選択される金属の少なくとも 1 つの供給源と、(4) 1, 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンと、(5) 水酸化物イオンとを、結晶化条件下で接触させることによってゼオライト SSZ - 98 を調製する方法が提供される。

40

【0008】

一態様では、(a) (1) 少なくとも 1 つの酸化ケイ素源と、(2) 少なくとも 1 つの酸化アルミニウム源と、(3) 周期表の第 1 族および第 2 族から選択される金属の少なくとも 1 つの供給源と、(4) 1, 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンと、(5) 水酸化物イオンと、(6) 水とを含む反応混合物を調製すること、および (b) ゼオライト SSZ - 98 の結晶を形成するのに十分な結晶化条件にこの反応混合物を供することによって、ゼオライト SSZ - 98 を調製する方法が提供される。

【0009】

一態様では、その細孔構造内に 1, 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンを含

50

有するゼオライト S S Z - 9 8 が提供される。

【 0 0 1 0 】

一態様では、合成されたまま (a s - s y n t h e s i z e d) の無水状態で、以下に示されるモル比での組成を有する結晶性ゼオライト S S Z - 9 8 もまた、提供される。

【表 1】

	広い範囲	典型的な範囲
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	10 から 50	15 から 35
Q/SiO_2	0.02 から 0.20	0.05 から 0.20
M/SiO_2	0.01 から 0.20	0.02 から 0.15

10

上記表中で、Q は 1 , 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンを含み、M は周期表の第 1 族および第 2 族の金属からなる群から選択される。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 1 】

序論

以下の用語は、本明細書を通じて使用され、他に示されない限り以下の意味を有する。

【 0 0 1 2 】

用語「ゼオライト」は、微孔質であり、コーナー共有の AlO_2 および SiO_2 四面体から形成される結晶性アルミノシリカート組成物を指す。

20

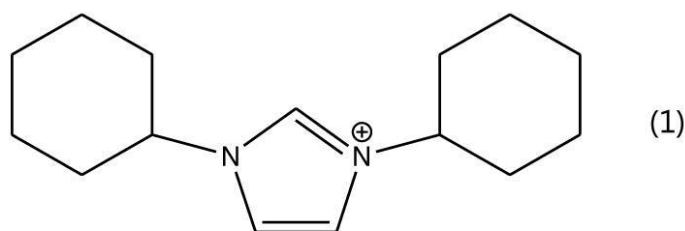
【 0 0 1 3 】

本明細書で使用される場合、周期表の番号付けスキームは、Chem. Eng. News、63 (5)、26 - 27 (1985) に記載されているとおりである。

【 0 0 1 4 】

ゼオライト S S Z - 9 8 を調製する際に、結晶化テンプレートとしても知られている構造指向剤 (「S D A」) として、1 , 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンを使用する。S S Z - 9 8 を作製するために有用な S D A は、以下の構造 (1) によって表される。

【化 1】



30

1, 3-ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオン

【 0 0 1 5 】

S D A カチオンは、ゼオライトの形成に有害でないアニオンのいずれのものであってもよいアニオンと会合している。代表的なアニオンは、周期表の第 17 族からの元素のアニオン (例えば、フッ化物イオン、塩化物イオン、臭化物イオンおよびヨウ化物イオン)、水酸化物イオン、サルファート、テトラフルオロボラート、アセタート、カルボシキレートなどを含む。

40

【 0 0 1 6 】

反応混合物

一般的に、(a) (1) 少なくとも 1 つの酸化ケイ素源と、(2) 少なくとも 1 つの酸化アルミニウム源と、(3) 周期表の第 1 族および第 2 族から選択される金属の少なくとも 1 つの供給源と、(4) 1 , 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンと、(5) 水酸化物イオンと、(6) 水とを含む反応混合物を調製すること、および (b) ゼオライ

50

ト S S Z - 9 8 の結晶を形成するのに十分な結晶化条件にこの反応混合物を供することによって、ゼオライト S S Z - 9 8 を調製する。

【 0 0 1 7 】

このゼオライトが形成される反応混合物のモル比での組成は、以下の表 1 に示される。

【表 2】

表1

	広い範囲	典型的な範囲
$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	10 から 100	15 から 80
M/SiO_2	0.05 から 0.45	0.15 から 0.40
Q/SiO_2	0.10 から 0.80	0.15 から 0.40
OH/SiO_2	0.20 から 1.00	0.20 から 0.60
$\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	10 から 80	15 から 50

10

上記表中で、M は周期表の第 1 族および第 2 族の金属からなる群から選択され、Q は 1, 3 - ジシクロヘキシリミダゾリウムカチオンを含む。

【 0 0 1 8 】

ここでの酸化ケイ素に有用な源には、ヒュームドシリカ、沈降ケイ酸塩、シリカヒドロゲル、ケイ酸、コロイド状シリカ、テトラアルキルオルトシリカート（例えばテトラエチルオルトシリカート）およびシリカ水酸化物が含まれる。

20

【 0 0 1 9 】

ここでの酸化アルミニウムに有用な源には、アルミナート、アルミナおよびアルミニウム化合物（例えば、塩化アルミニウム、水酸化アルミニウムおよび硫酸アルミニウム）、カオリンクレーおよび他のゼオライト（例えば、ゼオライト Y）が含まれる。

【 0 0 2 0 】

上述のように、本明細書に記載の各実施形態について、反応混合物は、周期表の第 1 族および第 2 族から選択される金属（M）の少なくとも 1 つの供給源を用いて形成することができる。下位の一実施形態において、反応混合物は、周期表の第 1 族からの金属源を用いて形成される。下位の別の実施形態では、反応混合物はカリウム源（K）を用いて形成される。結晶化プロセスに有害でない任意の M 含有化合物が好適である。そのような第 1 族および第 2 族金属の供給源には、その酸化物、水酸化物、硝酸塩、硫酸塩、ハロゲン化物、酢酸塩、シュウ酸塩およびクエン酸塩が含まれる。

30

【 0 0 2 1 】

場合により、反応混合物は種結晶（seed crystals）を含有してよい。一実施形態では、結晶性ゼオライトの合成は、反応混合物の総重量に基づいて 0.05 ~ 10.0 重量%（例えば 1 ~ 5 重量%）の種結晶の存在によって促進される。種結晶は、所望のゼオライト、例えば以前に合成された生成物と等構造であってもよい。

【 0 0 2 2 】

本明細書に記載された各実施形態について、反応混合物は、複数の供給源によって供給することができる。また、2 つ以上の反応成分を 1 つの供給源によって提供することができる。

40

【 0 0 2 3 】

反応混合物は、回分式または連続式のいずれかで調製することができる。本明細書に記載の結晶性ゼオライトの結晶サイズ、形態（morphology）および結晶化時間は、反応混合物の性質および結晶化条件によって変化し得る。

【 0 0 2 4 】

結晶化および合成後処理

ゼオライトの結晶化は、適切な反応容器、例えばポリプロピレンジャーまたはテフロン

50

(登録商標)でライニングされたステンレス鋼製オートクレーブ中で、125 ~ 200 の温度で、使用温度にて結晶化が起こるのに十分な時間の間、例えば、1日から14日の間、静的条件下で、またはタンブリング条件(tumbled conditions)下で、または攪拌条件下で行うことができる。

【0025】

いったんゼオライト結晶が形成されたら、固体生成物を、遠心分離または濾過のような標準的な機械的分離技法によって反応混合物から分離する。結晶を水洗し、次いで乾燥させて、合成されたままのゼオライト結晶を得る。乾燥工程は、典型的には、200 未満の温度で行われる。

【0026】

結晶化プロセスの結果として、回収された結晶性ゼオライト生成物は、その細孔構造内に、合成に使用される構造指向剤の少なくとも一部を含む。

【0027】

構造指向剤は、典型的には、使用前にか焼によってゼオライトから少なくとも部分的に除去される。か焼は、酸素含有ガスの存在下、場合により蒸気の下で、構造指向剤を含むゼオライトを200 ~ 800 の温度で加熱することから本質的になる。構造指向剤は、米国特許第6,960,327号に記載されているような光分解技法によっても除去することができる。

【0028】

所望される範囲でゼオライトの組成に依って、合成されたままのまたはか焼されたゼオライト中の任意のカチオンを、他のカチオンとのイオン交換によって当技術分野で周知の技法に従って置換することができる。好ましい置換カチオンとしては、金属イオン、水素イオン、水素前駆体、例えばアンモニウムイオンおよびそれらの混合物が挙げられる。特に好ましいカチオンは、ある種の炭化水素転化反応のための触媒活性を調整するものである。これらには、水素、希土類金属および元素の周期表の2族~15族の金属が含まれる。本明細書中で使用される場合、用語「合成されたまま」(“as-synthesized”)は、結晶化後であって、SDAカチオンの除去前の形態のゼオライトを指す。

【0029】

本明細書に開示されるゼオライトは、完成した触媒にさらなる硬度または触媒活性を提供するバインダーおよび/またはマトリックス材料などの他の材料と組み合わせることによって触媒組成物中に配合することができる。

【0030】

ゼオライトの特徴付け

本明細書に開示された方法によって製造されたSSZ-98ゼオライトは、合成されたままの無水状態で、以下の表2に記載されるとおりの組成(モル比にて)を有する。

【表3】

表2

	広い範囲	典型的な範囲
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	10 から 50	15 から 35
Q/SiO ₂	0.02 から 0.20	0.05 から 0.20
M/SiO ₂	0.01 から 0.20	0.02 から 0.15

上記表中で、Qは1,3-ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンを含み、Mは周期表の第1族および第2族の金属からなる群から選択される。

【0031】

合成されたままの形態のSSZ-98ゼオライトは、その合成されたままの形態を調製するために使用される反応混合物の反応物質のモル比と異なるモル比を有し得ることに留意すべきである。この結果は、(反応混合物から)形成された結晶への反応混合物の反応

物質の 100% の組み込みが不完全であることに起因し得る。

【0032】

SSZ-98 は、合成されたままの形態のゼオライト中に、少なくとも以下の表 3 に示す線を含む X 線回折パターンによって特徴付けられる。

【表 4】

表 3

合成されたままの SSZ-98 の特徴的ピーク

$2\theta^{(a)}$	面間隔 d (nm)	相対強度 ^(b)
7.78	1.136	VS
9.74	0.907	W
11.79	0.750	W
13.46	0.657	S
14.10	0.627	W
15.53	0.570	M
16.62	0.533	W
19.51	0.455	W
20.56	0.432	VS
21.40	0.415	M
23.38	0.380	S
23.76	0.374	VS
24.88	0.358	W

(a) ± 0.20

(b) 与えられた粉末 XRD パターンは、X 線回折パターンの最も強度が大きいラインが 100 の値に指定され：W = weak : 弱い (0 超から 20 以下)、M = medium : 中程度 (20 超から 40 以下)、S = strong : 強い (40 超から 60 以下)、VS = very strong : かなり強い (60 超から 100 以下) の相対強度スケールに基づく。

【0033】

そのか焼された形態で、本明細書に開示されたアルミノケイ酸塩 SSZ-98 ゼオライトは、以下のモル関係を含む組成を有する：



式中、 n は、10 ~ 50 (例えば、10 ~ 35、10 ~ 25、10 ~ 20、10 ~ 15、12 ~ 50、12 ~ 35、12 ~ 25、12 ~ 20、15 ~ 50、または 15 ~ 35) の値を有する。

【0034】

SSZ-98 は、そのゼオライトのか焼された形態で、少なくとも以下の表 4 に示す線を含む X 線回折パターンによって特徴付けられる。

【表 5】

表 4

か焼された S S Z - 9 8 の特徴的ピーク

$2\theta^{(a)}$	面間隔 d (nm)	相対強度 ^(b)
7.76	1.138	VS
9.78	0.904	W
11.79	0.750	W
13.45	0.658	VS
14.07	0.629	W
15.51	0.571	W
16.61	0.533	W
19.50	0.455	W
20.54	0.432	S
21.39	0.415	W
23.37	0.380	M
23.73	0.375	S
24.92	0.357	W

(a) ± 0.20

(b) 与えられた粉末 XRD パターンは、X 線回折パターンの最も強度が大きいラインが 100 の値に指定され：W = weak : 弱い (0 超から 20 以下)、M = medium : 中程度 (20 超から 40 以下)、S = strong : 強い (40 超から 60 以下)、VS = very strong : かなり強い (60 超から 100 以下) の相対強度スケールに基づく。

【0035】

格子定数の変化に起因する特定の試料の骨格種のモル比の変動により、回折パターンにおけるわずかな変動が生じる可能性がある。さらに、十分に小さな結晶がピークの形状および強度に影響を与え、有意なピークの広がり (ブロードニング) をもたらす。回折パターンのわずかな変動は、調製に使用される有機化合物の変動に起因し得る。か焼はまた、X 線回折パターンのわずかなシフトを引き起こす可能性がある。これらの小さな摂動にもかかわらず、基本的な結晶構造は変化しないままである。

【0036】

本明細書に提示される粉末 X 線回折パターンは、標準的な技法によって収集された。放射線は Cu K α 放射線であった。ピークの相対強度から、 2θ がブラッグ角である 2θ の関数としてのピーク高さおよび位置を読み取り、記録された線に対応する面間隔 d を計算することができる。

【0037】

一実施形態では、本開示に従って調製されるゼオライト S S Z - 9 8 は、好ましくは、非 E R I 骨格型材料を実質的に含まない。「非 E R I 骨格型の材料を実質的に含まない」(“substantially free of non-ERI framework type material”) とは、X 線回折で測定したときに、本明細書に開示されるゼオライト組成物が、2.5% 未満の非 E R I 骨格型特性 (例えば、1% 未満の非 E R I 骨格型特性、0.5% 未満の非 E R I 骨格型特性、または非 E R I 骨格型特性が測定され得ない程度であること) を含むことを意味する。これらの不純物の存在は、試料の X 線回折パターンの分析によって測定および定量することができる。本明細書で使用される「非 E R I 骨格型材料」という用語は、E R I 骨格型の結晶性ゼオライトを含有しない任意の材料を意味する。そのような非 E R I 骨格型材料の例には、例えば、アモルファス

材料およびオフ（OFF）骨格型ゼオライトが含まれる。

【実施例】

【0038】

以下の例示的な実施例は、非限定的であることを意図している。

【0039】

例 1

0.78 g の 45% KOH 溶液および 1.00 g の CBV720Y ゼオライト（Zeolyst International、 $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ モル比 = 30）をテフロンライナー中で一緒に混合した。次いで、10% 1,3-ジシクロヘキシルイミダゾリウムヒドロキシド溶液（SACHEM Inc.）5.86 g を混合物に添加した。得られたゲルを均一になるまで攪拌した。ライナーに蓋をし、Parr 鋼製オートクレーブ反応器内に置いた。オートクレーブをオープンに入れ、135 で 5 日間加熱した。冷却した反応器から固体生成物を遠心分離によって回収し、脱イオン水で洗浄し、95 で乾燥させた。

10

【0040】

得られた生成物を粉末 XRD および SEM で同定し、純粋な SSZ-98 ゼオライトであることが分かった。

【0041】

この生成物は、ICP 元素分析によって測定して、12.2 の $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ モル比を有していた。

20

【0042】

例 2

1.61 g の 45% KOH 溶液および 2.00 g の CBV760Y ゼオライト（Zeolyst International、 $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ モル比 = 60）をテフロンライナー中で一緒に混合した。次いで、10% 1,3-ジシクロヘキシルイミダゾリウムヒドロキシド溶液（SACHEM Inc.）20.17 g を混合物に添加した。得られたゲルを均一になるまで攪拌した。ライナーに蓋をし、Parr 鋼製オートクレーブ反応器内に置いた。オートクレーブをオープンに入れ、135 で 6 日間加熱した。冷却した反応器から固体生成物を遠心分離によって回収し、脱イオン水で洗浄し、95 で乾燥させた。

30

【0043】

得られた生成物を粉末 XRD および SEM で同定し、純粋な SSZ-98 ゼオライトであることが分かった。

【0044】

この生成物は、ICP 元素分析によって測定して、14.5 の $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ モル比を有していた。

【0045】

例 3

1.81 g の 45% KOH 溶液および 2.00 g の CBV780Y ゼオライト（Zeolyst International、 $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ モル比 = 80）をテフロンライナー中で一緒に混合した。次いで、10% 1,3-ジシクロヘキシルイミダゾリウムヒドロキシド溶液（SACHEM Inc.）12.10 g を混合物に添加した。得られたゲルを均一になるまで攪拌した。ライナーに蓋をし、Parr 鋼製オートクレーブ反応器内に置いた。オートクレーブをオープンに入れ、135 で 6 日間加熱した。冷却した反応器から固体生成物を遠心分離によって回収し、脱イオン水で洗浄し、95 で乾燥させた。

40

【0046】

得られた生成物を粉末 XRD および SEM で同定し、純粋な SSZ-98 ゼオライトであることが分かった。

【0047】

50

この生成物は、I C P 元素分析によって測定して、15 . 2 の $\text{SiO}_2 / \text{Al}_2\text{O}_3$ モル比を有していた。

【0048】

本明細書で使用されるとき、用語「含む」(“comprising”)は、その語に続いて同定される要素群または工程群を包含することを意味するが、これらの要素群または工程群はいずれも、網羅的ではなく、ある実施形態はそれ以外の要素群または工程群を包含し得る。

【0049】

他に指定しない限り、要素群、材料群または他の成分群の一つの属 (genus) の記載であって、そこから個々の成分または成分群の混合物が選択され得る属の記載は、そこにリストされる成分群およびそれらの混合物の全ての可能な下位の属 (sub-generic) の組み合わせを包含することを意図する。

【0050】

本出願中に引用される全ての文献は、その開示が本明細書の記載と不整合でない限度において、全体として本明細書に参照のため組み入れられる。

本発明に包含され得る諸態様は、以下のとおり要約される。

[態様 1]

ゼオライト SSZ - 98 を調製する方法であって、

(a) (1) 少なくとも 1 つの酸化ケイ素源と、

(2) 少なくとも 1 つの酸化アルミニウム源と、

(3) 周期表の第 1 族および第 2 族から選択される金属 (M) の少なくとも 1 つの供給源と、

(4) 1 , 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオン (Q) と、

(5) 水酸化物イオンと、

(6) 水と

を含む反応混合物を調製すること、および

(b) ゼオライト SSZ - 98 の結晶を形成するのに十分な結晶化条件に、この反応混合物を供することを含む、上記方法

[態様 2]

前記ゼオライトが、モル比で以下の組成を含む反応混合物から調製される、上記態様 1 に記載の方法。

[表 1]

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	10 から 100
M/SiO_2	0.05 から 0.45
Q/SiO_2	0.10 から 0.80
OH/SiO_2	0.20 から 1.00
$\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	10 から 80

[態様 3]

前記ゼオライトが、モル比で以下の組成を含む反応混合物から調製される、上記態様 1 に記載の方法。

[表 2]

10

20

30

40

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	15 から 80
M/SiO_2	0.15 から 0.40
Q/SiO_2	0.15 から 0.40
OH/SiO_2	0.20 から 0.60
$\text{H}_2\text{O}/\text{SiO}_2$	15 から 50

[態様 4]

前記ゼオライトが、合成されたままの無水状態で、モル比で以下の組成を有する、上記態様 1 に記載の方法。

10

[表 3]

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	10 から 50
Q/SiO_2	0.02 から 0.20
M/SiO_2	0.01 から 0.20

[態様 5]

前記ゼオライトが、合成されたままの無水状態で、モル比で以下の組成を有する、上記態様 1 に記載の方法。

20

[表 4]

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	15 から 35
Q/SiO_2	0.05 から 0.20
M/SiO_2	0.02 から 0.15

[態様 6]

前記ゼオライトが、合成されたままの形態で、以下の線を含む X 線回折パターンを有する、上記態様 1 に記載の方法。

[表 5]

30

2θ	面間隔 d (nm)	相対強度
7.78 ± 0.20	1.136	VS
9.74 ± 0.20	0.907	W
11.79 ± 0.20	0.750	W
13.46 ± 0.20	0.657	S
14.10 ± 0.20	0.627	W
15.53 ± 0.20	0.570	M
16.62 ± 0.20	0.533	W
19.51 ± 0.20	0.455	W
20.56 ± 0.20	0.432	VS
21.40 ± 0.20	0.415	M
23.38 ± 0.20	0.380	S
23.76 ± 0.20	0.374	VS
24.88 ± 0.20	0.358	W

40

[態様 7]

その細孔構造内に 1, 3 - ジシクロヘキシルイミダゾリウムカチオンを含む、SSZ-98 ゼオライト。

50

[態様 8]

10～50の $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ モル比を有する、上記態様7に記載のSSZ-98ゼオライト。

[態様 9]

10～35の $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ モル比を有する、上記態様7に記載のSSZ-98ゼオライト。

[態様 10]

合成されたままの形態で、以下の線を含むX線回折パターンを有する、上記態様7に記載のSSZ-98ゼオライト。

[表 6]

2 θ	面間隔 d (nm)	相対強度
7.78 ± 0.20	1.136	VS
9.74 ± 0.20	0.907	W
11.79 ± 0.20	0.750	W
13.46 ± 0.20	0.657	S
14.10 ± 0.20	0.627	W
15.53 ± 0.20	0.570	M
16.62 ± 0.20	0.533	W
19.51 ± 0.20	0.455	W
20.56 ± 0.20	0.432	VS
21.40 ± 0.20	0.415	M
23.38 ± 0.20	0.380	S
23.76 ± 0.20	0.374	VS
24.88 ± 0.20	0.358	W

10

20

フロントページの続き

- (56)参考文献 特表2012-523367(JP,A)
米国特許出願公開第2015/0038322(US,A1)
特表2008-515760(JP,A)
韓国特許第10-2011-0125911(KR,B1)
中国特許出願公開第101164882(CN,A)
中国特許出願公開第103922361(CN,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C01B 33/20-39/54