

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 820 232**

51 Int. Cl.:

**C01B 39/48** (2006.01)

**B01J 29/70** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.12.2006 PCT/US2006/049120**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.07.2007 WO07079038**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.12.2006 E 06849016 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.07.2020 EP 1984313**

54 Título: **Composición de materia de tamiz molecular SSZ-74**

30 Prioridad:

**28.12.2005 US 754855 P**

**28.12.2005 US 754811 P**

**28.12.2005 US 754858 P**

**28.12.2005 US 754859 P**

**28.12.2005 US 754865 P**

**28.12.2005 US 754866 P**

**28.12.2005 US 754867 P**

**28.12.2005 US 754868 P**

**28.12.2005 US 754869 P**

**28.12.2005 US 755012 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**20.04.2021**

73 Titular/es:

**CHEVRON U.S.A. INC. (100.0%)**

**6001 Bollinger Canyon Road**

**San Ramon, CA 94583 , US**

72 Inventor/es:

**ZONES, STACEY, I.;**

**BURTON, ALLEN, W. y**

**ONG, KENNETH**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**Observaciones:**

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 820 232 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Composición de materia de tamiz molecular SSZ-74

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un nuevo tamiz molecular cristalino SSZ-74, a un procedimiento para preparar SSZ-74 usando un di-catión de hexametilen-1,6-bis-(N-metil-N-pirrolidinio) como agente de dirección de estructura ("SDA").

Estado de la técnica

10 Debido a sus características únicas de tamizado, así como a sus propiedades catalíticas, los tamices moleculares cristalinos y las zeolitas son especialmente útiles en aplicaciones tales como conversión de hidrocarburos, secado y separación de gases. Aunque se han divulgado muchos tamices moleculares cristalinos diferentes, existe una necesidad continua de nuevos tamices moleculares con propiedades deseables para la separación y secado de gases, las conversiones de hidrocarburos y químicos, y otras aplicaciones. Los nuevos tamices moleculares pueden contener nuevas arquitecturas internas de poros, proporcionando selectividades mejoradas en estos procesos.

Resumen de la invención

La presente invención está dirigida a un tamiz molecular cristalino según la reivindicación 1.

15 Composición de materia y síntesis

Se describe un tamiz molecular cristalino que tiene una relación molar superior a 100 de (1) óxido de silicio a (2) óxido de aluminio y que tiene, después de la calcinación, las líneas de difracción de rayos X de la Tabla II.

Se describe tal tamiz molecular cristalino que tiene una composición que comprende, tal como se sintetiza y en estado anhidro, en términos de relaciones molares lo siguiente:

20	$SiO_2/X_cO_d$	superior a 100
	$M_{2/n}/SiO_2$	0 - 0.03
	$Q/SiO_2$	0.30 - 0.70
	$F/SiO_2$	0.30 - 0.70

en donde X es aluminio,

25 c es 2; d es 3,

M es un catión de metal alcalino, un catión de metal alcalinotérreo o mezclas de los mismos; n es la valencia de M (es decir, 1 o 2); Q es un di-catión de hexametilen-1,6-bis-(N-metil-N-pirrolidinio) y F es fluoruro.

30 Se describe un procedimiento para preparar un material cristalino; dicho procedimiento comprende poner en contacto en condiciones de cristalización una o varias fuentes de (1) óxido de silicio, (2) una o varias fuentes de óxido de aluminio, (3) iones fluoruro y (4) un agente de dirección de estructura que comprende un di-catión de hexametilen-1,6-bis-(N-metil-N-pirrolidinio).

Se describe un procedimiento de este tipo en el que el material cristalino tiene, después de la calcinación, las líneas de difracción de rayos X de la Tabla II.

35 [0008] Se describe un procedimiento de este tipo para preparar un material cristalino que usa una mezcla de reacción que comprende (en términos de relaciones molares), lo siguiente:

	$SiO_2/X_aO_b$	100/1 y superior
	$OH-/SiO_2$	0.20 - 0.80
	$Q/SiO_2$	0.20 - 0.80
	$M_{2/n}/SiO_2$	0 - 0.04
40	$H_2O/SiO_2$	2-10
	$HF/SiO_2$	0.20 - 0.80

en donde X es aluminio,

a es 2, b es 3,

M es un catión de metal alcalino, un catión de metal alcalinotérreo o mezclas de los mismos; n es la valencia de M (es decir, 1 o 2); y Q es un di-catión de hexameten-1,6-bis-(N-metil-N-pirrolidinio).

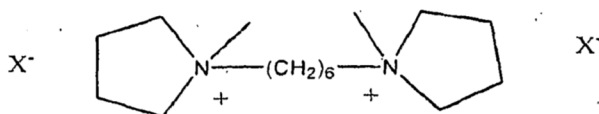
Breve descripción del dibujo

5 La figura 1 muestra una comparación de dos patrones de difracción de rayos X, el superior es ZSM-5 y el inferior es SSZ-74.

Descripción detallada de la invención

La presente invención comprende un tamiz molecular designado en el presente documento "tamiz molecular SSZ-74" o simplemente "SSZ-74".

10 En la preparación de SSZ-74, se usa un di-catión de hexameten-1,6-bis-(N-metil-N-pirrolidinio) como agente de dirección de estructura ("ADE"), también conocida como plantilla de cristalización. El ADE útil para hacer SSZ-74 tiene la siguiente estructura:



Di-catión de hexameten-1,6-bis-(N-metil-N-pirrolidinio)

15 El di-catión de ADE está asociado con aniones (X<sup>-</sup>) que pueden ser cualquier anión que no sea perjudicial para la formación del SSZ-74. Los aniones representativos incluyen halógeno, por ejemplo, fluoruro, cloruro, bromuro y yoduro, hidróxido, acetato, sulfato, tetrafluoroborato, carboxilato y similares. El hidróxido es un anión típico, ya que el agente de dirección de estructura (ADE) puede usarse para proporcionar ion hidróxido. Por lo tanto, es beneficioso para el intercambio iónico, por ejemplo, un haluro a ion hidróxido.

20 En general, SSZ-74 se prepara poniendo en contacto (1) una(s) fuente(s) activa(s) de óxido de silicio, y (2) una(s) fuente(s) activa(s) de óxido de aluminio, con el ADE de di-catión de hexameten-1,6-bis-(N-metil-N-pirrolidinio) en presencia de iones fluoruro.

El SSZ-74 se prepara a partir de una mezcla de reacción que comprende, en términos de relaciones molares, lo siguiente:

25 Tabla A

	Mezcla de reacción	
	Forma de realización 1	Forma de realización 2
SiO <sub>2</sub> / X <sub>a</sub> O <sub>b</sub>	100 y mayor	
OH-/SiO <sub>2</sub>	0.20 -0.80	0.40 -0.60
Q / SiO <sub>2</sub>	0.20 -0.80	0.40 -0.60
M <sub>2/n</sub> /SiO <sub>2</sub>	0 -0.04	0 -0.025
H <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	2 -10	3 -7
HF/SiO <sub>2</sub>	0.20 -0.80	0.30 -0.60

donde X es aluminio, a es 2, b es 3, M es un catión de metal alcalino, un catión de metal alcalinotérreo o mezclas de los mismos; n es la valencia de M (es decir, 1 o 2); Q es un di-catión de hexameten-1,6-bis-(N-metil-N-pirrolidinio) y F es fluoruro.

30 Como se indicó anteriormente, la relación molar de SiO<sub>2</sub>/X<sub>a</sub>O<sub>b</sub> en la mezcla de reacción es 100 y mayor. Esto significa que la relación molar SiO<sub>2</sub>/X<sub>a</sub>O<sub>b</sub> puede ser infinita, es decir, cuando no hay X<sub>a</sub>O<sub>b</sub> en la mezcla de reacción. Esto da como resultado una versión de SSZ-74 que es esencialmente toda sílice. Como se usa en el presente documento, "esencialmente todo el óxido de silicio" o "esencialmente toda sílice" significa que la estructura cristalina del tamiz molecular está compuesta solo por óxido de silicio o está compuesta por óxido de silicio y solo pequeñas cantidades vestigiales de otros óxidos, como el óxido de aluminio, que puede introducirse como impurezas en la fuente de óxido de silicio.

Un ejemplo de la fuente de óxido de silicio es el ortosilicato de tetraetilo. Un ejemplo de la fuente de óxido de aluminio es la zeolita LZ-210 (un tipo de zeolita Y).

En la práctica, SSZ-74 se prepara mediante un procedimiento que comprende:

(a) preparar una solución acuosa que contiene (1) una o varias fuentes de óxido de silicio, (2) una o varias fuentes de óxido de aluminio, (3) una fuente de iones fluoruro y (4) un di-catión de hexametileno-1,6 -bis- (N-metil-N-pirrolidinio) que tiene un contraión aniónico que no es perjudicial para la formación de SSZ-74;

(b) mantener la solución acuosa en condiciones suficientes para formar cristales de SSZ-74; y

5 (c) recuperar los cristales de SSZ-74.

La mezcla de reacción se mantiene a una temperatura elevada hasta que se forman los cristales del SSZ-74. La cristalización hidrotérmica se realiza generalmente bajo presión autógena, a una temperatura entre 100°C y 200°C, por ejemplo, entre 135°C y 180°C. El período de cristalización es típicamente superior a 1 día, por ejemplo, de aproximadamente 3 días a aproximadamente 20 días. El tamiz molecular se puede preparar revolviendo suavemente o agitando.

10 Durante la etapa de cristalización hidrotérmica, se puede permitir que los cristales SSZ-74 se nucleen espontáneamente a partir de la mezcla de reacción. El uso de cristales SSZ-74 como material de semilla puede ser ventajoso para disminuir el tiempo necesario para que ocurra la cristalización completa. Además, la siembra puede conducir a una mayor pureza del producto obtenido al promover la nucleación y/o la formación de SSZ-74 sobre cualquier fase no deseada. Cuando se usan como semillas, los cristales SSZ-74 se agregan en una cantidad entre 0.1 y 10% del peso del primer óxido de elemento tetravalente, por ejemplo, sílice, utilizada en la mezcla de reacción.

Una vez que se han formado los cristales de tamiz molecular, el producto sólido se separa de la mezcla de reacción mediante técnicas de separación mecánica estándar tales como filtración. Los cristales se lavan con agua y luego se secan, por ejemplo, a 90°C a 150°C durante 8 a 24 horas, para obtener los cristales SSZ-74 como fueron sintetizados. La etapa de secado se puede realizar a presión atmosférica o al vacío.

20 El SSZ-74, como se ha preparado, tiene las líneas de difracción de rayos X de la Tabla I más adelante. SSZ-74 tiene una composición, tal como se ha sintetizado (es decir, antes de la eliminación del ADE del SSZ-74) y en estado anhidro, que comprende lo siguiente (en términos de relaciones molares):

$\text{SiO}_2/\text{X}_c\text{O}_d$	superior a 100
$\text{M}_{2/n}/\text{SiO}_2$	0 - 0.03
$\text{Q}/\text{SiO}_2$	0.30 - 0.70
$\text{F}/\text{SiO}_2$	0.30 - 0.70

en donde X es aluminio,

30 c es 2; d es 3, M es un catión de metal alcalino, un catión de metal alcalinotérreo o mezclas de los mismos; n es la valencia de M (es decir, 1 o 2); Q es un di-catión de hexametileno-1,6-bis-(N-metil-N-pirrolidinio) y F es fluoruro.

SSZ-74 se caracteriza por su patrón de difracción de rayos X. SSZ-74, tal como se ha sintetizado, tiene una estructura cristalina cuyo patrón de difracción de rayos X en polvo exhibe las líneas características que se muestran en la Tabla I.

Tabla I

SSZ-74 como se ha sintetizado

2 Theta <sup>(a)</sup>	Espaciado d (Angstroms)	Intensidad integrada relativa (%) <sup>(b)</sup>
7.95	11.11	W
8.68	10.18	M
8.85	9.98	W-M
9.02	9.80	W
22.69	3.92	W-M
23.14	3.84	VS
24.01	3.70	M
24.52	3.63	W
24.93	3.57	W
29.95	2.98	W

<sup>(a)</sup> ± 0.1

<sup>(b)</sup> Los patrones de rayos X proporcionados se basan en una escala de intensidad relativa en la que a la línea más fuerte en el patrón de rayos X se asigna un valor de 100: W(débil) es de menos de 20; M (medio) está entre 20 y 40; S (fuerte) está entre 40 y 60; VS (muy fuerte) es de más de 60.

# ES 2 820 232 T3

La Tabla IA a continuación muestra las líneas de difracción de rayos X en polvo para SSZ-74 como se ha sintetizado, que incluyen las intensidades relativas reales.

TABLA IA  
SSZ-74 como se ha sintetizado

2 Theta <sup>(a)</sup>	Espaciado d (Angstroms)	Intensidad
7.95	11.11	7.9
8.68	10.18	21.1
8.85	9.98	18.7
9.02	9.80	11.3
11.30	7.82	0.4
12.70	6.96	1.8
13.98	6.33	2.4
14.77	5.99	0.5
14.85	5.96	2.1
15.93	5.56	6.3
16.30	5.43	4.6
16.50	5.37	1.8
17.05	5.20	0.8
17.41	5.09	0.1
17.71	5.00	2.0
18.09	4.90	7.4
18.38	4.82	0.7
18.89	4.69	0.9
18.96	4.68	4.4
19.69	4.51	1.8
20.39	4.35	5.1
20.63	4.30	4.2
21.12	4.20	7.7
21.55	4.12	5.4
21.75	4.08	0.5
21.80	4.07	1.4
21.88	4.06	2.1
21.96	4.04	1.5
22.17	4.01	0.8
22.69	3.92	18.9
23.14	3.84	100.0
23.89	3.72	9.4
24.01	3.70	25.6
24.52	3.63	13.7
24.68	3.60	2.1
24.93	3.57	11.3
25.09	3.55	0.9
25.37	3.51	1.7
25.57	3.48	2.7
26.20	3.40	5.5
26.31	3.38	0.8
26.67	3.34	2.0
26.76	3.33	1.0
26.82	3.32	0.9
27.01	3.30	3.4
27.05	3.29	0.8
27.48	3.24	0.8
27.99	3.19	4.2
28.18	3.16	0.8
28.78	3.10	0.6
29.03	3.07	0.7
29.31	3.04	0.9
29.58	3.02	2.4
29.95	2.98	9.6
30.44	2.93	3.7
31.09	2.87	3.1
31.36	2.85	0.8
31.98	2.80	2.2

## ES 2 820 232 T3

2 Theta <sup>(a)</sup>	Espaciado d (Angstroms)	Intensidad
32.23	2.78	1.7
32.37	2.76	0.6
32.64	2.74	1.5
33.03	2.71	0.1
33.34	2.69	1.0
33.47	2.68	1.3
34.08	2.63	0.7
34.55	2.59	1.8
34.73	2.58	0.4

<sup>(a)</sup> ± 0.1

Después de la calcinación, el patrón de difracción de rayos X en polvo para SSZ-74 exhibe las líneas características que se muestran en la Tabla II a continuación.

Tabla II

5

SSZ-74 calcinado

2 Theta <sup>(a)</sup>	Espaciado d (Angstroms)	Intensidad integrada relativa (%)
7.98	11.07	M
8.70	10.16	VS
8.89	9.93	S
9.08	9.74	S
14.02	6.31	W
14.93	5.93	M
16.03	5.52	M
23.26	3.82	VS
23.95	3.71	W
24.08	3.69	M

<sup>(a)</sup> ± 0.1

La Tabla IIA a continuación muestra las líneas de difracción de rayos X en polvo para SSZ-74 calcinado, que incluye las intensidades relativas reales.

Tabla IIA

10

SSZ-74 calcinado

2 Theta <sup>(a)</sup>	Espaciado d (Angstroms)	Intensidad integrada relativa (%)
7.98	11.07	34.9
8.70	10.16	86.8
8.89	9.93	40.2
9.08	9.74	47.0
9.66	9.15	1.0
11.26	7.85	0.4
11.34	7.80	0.5
12.76	6.93	1.1
13.26	6.67	4.6
14.02	6.31	13.4
14.93	5.93	20.9
16.03	5.52	23.5
16.39	5.40	4.3
16.61	5.33	4.4
17.12	5.18	3.0
17.80	4.98	2.8
18.19	4.87	7.6
19.05	4.66	1.9
19.74	4.49	0.4
20.44	4.34	3.0
20.75	4.28	3.4
21.19	4.19	7.7
21.67	4.10	4.1
21.99	4.04	5.8

2 Theta <sup>(a)</sup>	Espaciado d (Angstroms)	Intensidad integrada relativa (%)
22.68	3.92	3.7
22.79	3.90	9.5
23.26	3.82	100.0
23.95	3.71	14.2
<sup>(a)</sup> ± 0.1		

5 Los patrones de difracción de rayos X en polvo se determinaron mediante técnicas estándar. La radiación era el K-alfa/doblete de cobre. Las alturas y las posiciones de los picos, en función de  $2\theta$  donde  $\theta$  es el ángulo de Bragg, se leyeron a partir de las intensidades relativas de los picos y se puede calcular d, el espacio interplanar en Angstroms correspondiente a las líneas registradas.

La variación en las mediciones del ángulo de dispersión (dos theta), debido al error del instrumento y a las diferencias entre muestras individuales, se estima en  $\pm 0.1$  grados.

10 Los picos representativos del patrón de difracción de rayos X de SSZ-74 calcinado se muestran en la Tabla II. La calcinación puede dar lugar a cambios en las intensidades de los picos en comparación con los patrones del material "tal como está hecho", así como a desplazamientos menores en el patrón de difracción.

El SSZ-74 cristalino puede usarse tal como se ha sintetizado, pero típicamente se tratará térmicamente (se calcinará). Por lo general, es deseable eliminar el catión de metal alcalino (si lo hay) mediante intercambio iónico y reemplazarlo con hidrógeno; amonio o cualquier ion metálico deseado.

15 El SSZ-74 se puede moldear en una amplia variedad de formas físicas. En términos generales, el tamiz molecular puede estar en forma de un polvo, un gránulo o un producto moldeado, como un extrudido que tenga un tamaño de partícula suficiente para pasar a través de una rejilla de malla 2 (Tyler) y retenerse en una rejilla de malla 400 (Tyler). En los casos en que el catalizador se moldea, mediante extrusión con un aglutinante orgánico, por ejemplo, el SSZ-74 se puede extrudir antes de secar, o secar o secar parcialmente y luego extrudir.

20 El SSZ-74 puede formar un composite con otros materiales resistentes a las temperaturas y otras condiciones empleadas en los procedimientos de conversión orgánica. Tales materiales matriciales incluyen materiales activos e inactivos y zeolitas sintéticas o naturales, así como materiales inorgánicos tales como arcillas, sílice y óxidos metálicos. Ejemplos de tales materiales y la manera en que se pueden usar se describen en la Patente de Estados Unidos No. 4,910,006, emitida el 20 de mayo de 1990 a Zones et al., y en la Patente de Estados Unidos No. 5,316,753, emitida el 31 de mayo de 1994 a Nakagawa.

## 25 Ejemplos

Los siguientes ejemplos demuestran, pero no limitan la presente invención.

### Ejemplo 1

#### Síntesis del ADE de di-catión de hexameten-1,6-bis- (N-metil-N-pirrolidinio)

30 En 50 ml de acetona se disolvieron 5 ml (48 mmoles) de N-metil pirrolidina. Se añadieron 4.9 gramos de 1,6 dibromohexano (20 mmoles) y la mezcla resultante se agitó a temperatura ambiente durante tres días. Los sólidos se formaron y se recogieron por filtración y se lavaron con éter y se mantuvieron en un horno al vacío. Luego se mezclaron 3.71 gramos del sólido seco en 18.7 gramos de agua y 9.57 gramos de resina AG1-X8 para el intercambio a la forma OH. El intercambio se realizó durante la noche y luego la solución se recogió y se tituló.

### Ejemplo 2

#### 35 Síntesis de SSZ-74 todo-sílice

Se mezclaron 6.4 gramos de la solución del Ejemplo 1 (3 mmoles) en una taza de teflón tarada con 1.26 gramos de ortosilicato de tetraetilo y luego se dejó evaporar (en una campana) durante varios días a medida que se producía la hidrólisis. Una segunda reacción se estableció de la misma manera. Después de la evaporación hasta la apariencia de sequedad, una reacción recibió 0.20 gramos de agua y se mezcló. La segunda recibió 0.60 gramos de agua y se produjo el mismo tratamiento. Se añadieron cuidadosamente 0.125 gramos de aproximadamente 50% de HF a cada mezcla de reacción y los contenidos se agitaron con una espátula de plástico y se formó un gel espeso. En el primer caso, la relación  $H_2O/SiO_2$  ahora era aproximadamente 3.5 y era 7.0 en el segundo caso. Los materiales se calentaron a 150°C y a 43 RPM en reactores Parr rotados, colocados en un horno de calentamiento por convección Blue M. Las reacciones se enfriaron y se abrieron en períodos de 6 días con una pequeña cantidad examinada por microscopía electrónica de barrido para determinar si se habían formado cristales. Después de 22 días había material cristalino en ambos y los sólidos se recogieron (filtración) y se lavaron con grandes cantidades de agua, se secaron al aire y luego se examinaron por difracción de rayos X (DRX). El producto en ambos casos fue SSZ-74.

**Ejemplo 3****Calcinación de SSZ-74**

5 Los productos de ambas reacciones en el Ejemplo 2 se calcinaron en etapas y en aire a 595°C para eliminar el contenido orgánico. Se descubrió que los materiales eran estables y los patrones XRD mostraban la relación con el SSZ-74 tal como se hizo.

**Ejemplo 4****Adsorción de 2,2-dimetilbutano**

10 El material calcinado del Ejemplo 3 se probó luego para la absorción del hidrocarburo 2,2-dimetilbutano. Este adsorbato no pasa las zeolitas de poro pequeño (portales de 8 anillos) y a veces se dificulta el paso por zeolitas de poro intermedio como ZSM-5. El SSZ-74 mostró un perfil más característico de los materiales de poros intermedios (en contraste con la zeolita Y, una materia de poros grandes), mostrando una absorción gradual y constante del adsorbato.

15 Se demostró que SSZ-74 adsorbe aproximadamente 0.08 cm<sup>3</sup>/gramo después de 3 horas de exposición al adsorbato de 2,2 dimetil butano usando un modo pulsado. Este valor se compara con un análisis para la zeolita ZSM-5 que proporciona un valor más cercano a 0.07 cm<sup>3</sup>/gm en el mismo punto en el tiempo en las mismas condiciones experimentales. Esto indicaría que los poros de SSZ-74 son al menos 10 anillos

**Ejemplo 5****Síntesis de SSZ-74 de aluminosilicato**

20 Se repitieron los parámetros de síntesis del Ejemplo 2 excepto por los siguientes cambios. (1) Se añadieron 0.04 gramos de material de zeolita Y LZ-210 como un contribuyente potencial de Al; (2) la relación inicial de H<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> para la síntesis se ajustó a 5; (3) se agregaron semillas de un producto SSZ-74 exitoso; y (4) la reacción se llevó a cabo a 170°C. Después de 9 días había un material cristalino que era SSZ-74 cuando se procesó y analizó por DRX. Los sólidos se calcinaron entonces como en el Ejemplo 3.

**Ejemplo 6****Índice de restricción**

25 Se cargaron 0.12 gramos del material del Ejemplo 5, en un intervalo de granulado y malla de 20-40, en un reactor de acero inoxidable y se ejecutó en una prueba de Índice de restricción (50/50 n-hexano/3-metilpentano). Se usó la velocidad de alimentación normal (8 ml/min.) y la prueba se realizó a 700°F (371.11 °C) después de que el catalizador se hubiera secado en el reactor a cerca de 1000°F (537.778 °C). Se usó flujo de helio. A los 10 minutos en funcionamiento, casi el 30% de la alimentación se estaba convirtiendo con cantidades aproximadamente iguales de cada reactivo. La selectividad no cambió ya que el catalizador arruinó la mitad de la conversión a los 100 minutos. Los poros del SSZ-74 activo tenían al menos un tamaño intermedio.

**Ejemplo 7****Síntesis de SSZ-74 de aluminosilicato**

35 Se combinaron tres mmoles de solución de ADE y 1.26 gramos (6 mmoles) de ortosilicato de tetraetilo en una taza de teflón para un reactor Parr. Se dejaron reaccionar los contenidos y luego la mayor parte del agua y luego el subproducto de etanol se dejaron evaporar en una campana durante varios días. Una vez que la relación H<sub>2</sub>O/SiO<sub>2</sub> era de aproximadamente 5, desde la evaporación, se añadieron 0,04 gramos de zeolita LZ-210 (LZ-210 es una zeolita Y que se ha tratado con (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>)<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub> para proporcionar algo de des-aluminación). Se añadieron unos pocos mg de semillas de SSZ-74 en el estado en que se prepararon. Por último, se añadieron 0.132 gramos de HF al 50% y el reactor se cerró y se calentó a 170°C, 43 RPM, durante seis días. Una muestra del producto de reacción enfriado mostró un material muy cristalino en un microscopio electrónico. Los contenidos de la reacción se prepararon y se secaron.

El análisis por difracción de rayos X mostró que el producto era un tamiz molecular SSZ-74.

45 La muestra se calcinó (en aire a 595°C) y luego se granuló y se mezcló (20-40) y se ejecutó en una prueba de índice de restricción estándar. A 700 °F (371.11 °C), la conversión inicial fue del 28% con un valor de CI de 1.1. Con el tiempo en funcionamiento, el catalizador mostró una desactivación constante, mientras que el valor de CI no cambió mucho.



**REIVINDICACIONES**

1. Un tamiz molecular cristalino que tiene una relación molar superior a 100 de (1) óxido de silicio a (2) óxido de aluminio y que tiene, después de la calcinación, las siguientes líneas de difracción de rayos X:

2 Theta <sup>(a)</sup>	Espaciado d (Angstroms)	Intensidad integrada relativa (%)
7.98	11.07	M
8.70	10.16	VS
8.89	9.93	S
9.08	9.74	S
14.02	6.31	W
14.93	5.93	M
16.03	5.52	M
23.26	3.82	VS
23.95	3.71	W
24.08	3.69	M

<sup>(a)</sup> ± 0.1

5 2. El tamiz molecular de la reivindicación 1, que está comprendido esencialmente por todo óxido de silicio.

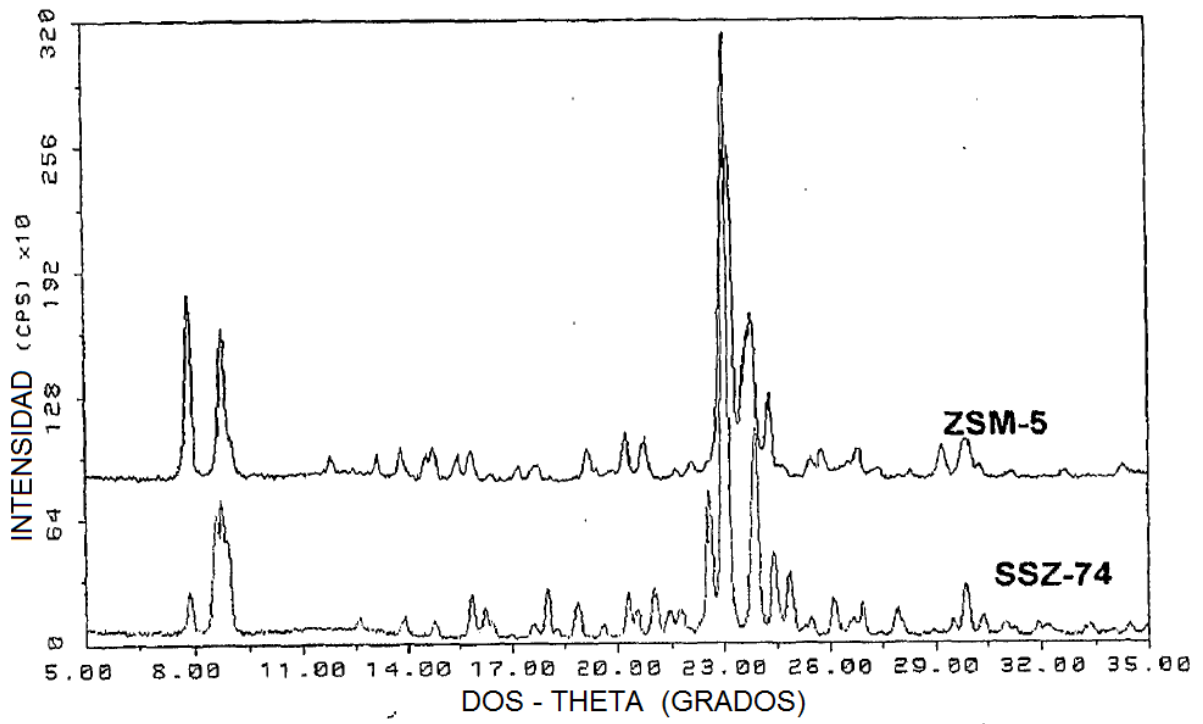


FIG. 1