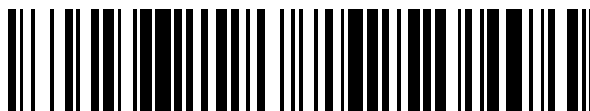


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 775 054**

51 Int. Cl.:

C01B 39/30 (2006.01)

C01B 39/02 (2006.01)

B01J 29/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.01.2017 PCT/US2017/015026**

87 Fecha y número de publicación internacional: **19.10.2017 WO17180222**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.01.2017 E 17703612 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.01.2020 EP 3442906**

54 Título: **Síntesis del tamiz molecular SSZ-98**

30 Prioridad:

12.04.2016 US 201662321251 P

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

23.07.2020

73 Titular/es:

**CHEVRON U.S.A. INC. (100.0%)
6001 Bollinger Canyon Road
San Ramon, California 94583**

72 Inventor/es:

XIE, DAN

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 775 054 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

Síntesis del tamiz molecular SSZ-98

Campo técnico

5 Esta divulgación se refiere a un método para sintetizar un tamiz molecular SSZ-98 usando un agente direccionador de estructura seleccionado de uno o más de los cationes 1,1-dietilpirrolidinio, cationes 1-butil-1-metilpiperidinio, cationes 1,1-dietil-4-metilpiperidinio y cationes 8-(piridin-2-il)-5,8-diazaspiro[4.5] decan-5-io.

Antecedentes

10 Los materiales de tamiz molecular, tanto naturales como sintéticos, han demostrado en el pasado ser útiles como adsorbentes y tienen propiedades catalíticas para diversos tipos de reacciones de conversión orgánica. Ciertos tamices moleculares, como las zeolitas, los aluminofosfatos y los materiales mesoporosos, son materiales cristalinos porosos ordenados que tienen una estructura cristalina definida según lo determinado por difracción de rayos X. Dentro del material de tamiz molecular cristalino hay una gran cantidad de cavidades que pueden estar interconectadas por varios canales o poros. Estas cavidades y poros son de tamaño uniforme dentro de un material de tamiz molecular específico. Debido a que las dimensiones de estos poros son tales que aceptan moléculas de adsorción de ciertas dimensiones mientras que rechazan las de dimensiones más grandes, estos materiales se conocen como "tamices moleculares" y se utilizan en una variedad de procesos industriales.

15 Las Patentes de los Estados Unidos Números 9,409,786 y 9,416,017 describen un tamiz molecular SSZ-98 y su síntesis usando las indicaciones de *N,N'*-dimetil-1,4-diazabicyclo[2.2.2]octano como agente direccionador de estructura. El tamiz molecular SSZ-98 tiene la topología de la estructura ERI. El documento WO 2014/200633 describe un proceso para preparar tamices moleculares ZSM-57.

20 De acuerdo con la presente divulgación, ahora se ha encontrado que los cationes descritos en el presente documento son eficaces como agentes direccionadores de estructura en la síntesis del tamiz molecular SSZ-98.

Resumen

25 En un aspecto, se proporciona un método para sintetizar un tamiz molecular SSZ-98 como se establece en la reivindicación 1.

También se describe en el presente documento un método para sintetizar un tamiz molecular SSZ-98, que comprende:

30 (a) preparar una mezcla de reacción que comprende: (1) una fuente de óxido de silicio; (2) una fuente de óxido de aluminio; (3) una fuente de un metal del Grupo 1 o 2; (4) un agente direccionador de estructura seleccionado de uno o más de los cationes 1,1-dietilpirrolidinio, cationes 1-butil-1-metilpiperidinio, cationes 1,1-dietil-4-metilpiperidinio y cationes 8-(piridin-2-ilo)-5,8-diazaspiro[4.5] decan-5-io; (5) iones hidróxido; y (6) agua; y
(b) someter la mezcla de reacción a condiciones de cristalización suficientes para formar cristales del tamiz molecular.

En otro aspecto, se proporciona un tamiz molecular SSZ-98 que comprende dentro de sus poros un agente direccionador de estructura seleccionado de uno o más de los cationes 1,1-dietilpirrolidinio, cationes 1-butil-1-metilpiperidinio, cationes 1,1-dietil-4-metilpiperidinio y cationes 8-(piridin-2-il)-5,8-diazaspiro[4.5]decan-5-io.

35 El tamiz molecular tiene, en su forma anhidra y según fue sintetizado, una composición química que comprende la relación molar:

	Realización 1	Realización 2
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	10 a 50	10 a 20
Q/SiO ₂	>0 a 0.2	>0 a 0.1
M/SiO ₂	>0 a 0.2	>0 a 0.1

40 en donde Q es un agente direccionador de estructura seleccionado de uno o más de los cationes 1,1-dietilpirrolidinio, cationes 1-butil-1-metilpiperidinio, cationes 1,1-dietil-4-metilpiperidinio y cationes 8-(piridin-2-ilo)-5,8-diazaspiro[4.5]decan-5-io; y M es metal del Grupo 1 o 2.

Breve descripción de los dibujos

La FIGURA 1 es un patrón de difracción de rayos X en polvo (DRX) del tamiz molecular según fue sintetizado preparado en el Ejemplo 1.

La FIGURA 2 es una Imagen de Micrografía Electrónica de Barrido (MEB) del tamiz molecular según fue sintetizado preparado en el Ejemplo 1.

5 Descripción detallada

Introducción

El término "tal como fue sintetizado" se usa en el presente documento para referirse a un tamiz molecular en su forma después de la cristalización, antes de la eliminación del agente direccionador de la estructura.

10 El término "anhidro" se usa en el presente documento para referirse a un tamiz molecular sustancialmente desprovisto de agua adsorbida físicamente y adsorbida químicamente.

Como se usa en este documento, el esquema de numeración para los Grupos de tablas periódicas es como se describe en Chem. Eng. News 1985, 63(5), 26-27.

Mezcla de Reacción

15 En general, el tamiz molecular SSZ-98 se prepara: (a) preparando una mezcla de reacción que comprende (1) una fuente de óxido de silicio; (2) una fuente de óxido de aluminio; (3) una fuente de un metal del Grupo 1 o 2 (M); (4) un agente direccionador de estructura (Q) seleccionado de uno o más de los cationes 1,1-dietilpirrolidinio, cationes 1-butil-1-metilpiperidinio, cationes 1,1-dietil-4-metilpiperidinio y cationes 8-(piridin-2-il)-5,8-diazaspiro[4.5]decan-5-io; (5) iones hidróxido; y (6) agua; y (b) someter la mezcla de reacción a condiciones de cristalización suficientes para formar cristales del tamiz molecular.

20 La composición de la mezcla de reacción a partir de la cual se forma el tamiz molecular, en términos de relaciones molares, se identifica en la Tabla 1 a continuación:

TABLA 1

Reactivos	Útil	De ejemplo
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	10 a 100	15 a 80
M/SiO ₂	0.05 a 1.00	0.15 a 0.45
Q/SiO ₂	0.05 a 0.70	0.15 a 0.60
OH/SiO ₂	0.10 a 1.00	0.40 a 0.80
H ₂ O/SiO ₂	10 a 60	15 a 40

en donde las variables de composición M y Q son como se describe anteriormente en el presente documento.

25 Las fuentes adecuadas de óxido de silicio incluyen sílice pirógena, sílice coloidal, sílice precipitada, silicatos de metales alcalinos y ortosilicatos de tetraalquilo.

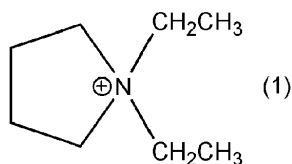
Las fuentes adecuadas de óxido de aluminio incluyen alúmina hidratada y sales de aluminio solubles en agua (por ejemplo, nitrato de aluminio).

30 Las fuentes combinadas de silicio y aluminio pueden usarse adicional o alternativamente y pueden incluir zeolitas de aluminosilicato (por ejemplo, zeolita Y) y arcillas o arcillas tratadas (por ejemplo, metacaolín). En el método de la invención, la fuente de óxido de silicio y la fuente de óxido de aluminio es la zeolita Y.

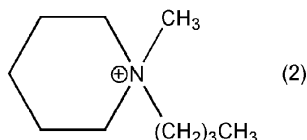
35 Las fuentes adecuadas de metal del Grupo 1 o 2 (M) incluyen óxido de metal, hidróxido de metal, cloruro de metal, fluoruro de metal, sulfato de metal, nitrato de metal y aluminato de metal. Los ejemplos de metales adecuados del Grupo 1 o Grupo 2 (M) incluyen sodio, potasio y calcio, prefiriéndose el potasio. El metal (M) está presente preferiblemente en la mezcla de reacción como el hidróxido.

El agente direccionador de estructura (Q) se selecciona de uno o más de los cationes 1,1-dietilpirrolidinio, cationes 1-butil-1-metilpiperidinio, cationes 1,1-dietil-4-metilpiperidinio y cationes 8-(piridin-2-ilo)-5,8-diazaspiro[4.5]decan-5-io.

Los agentes direccionadores de estructura están representados por las siguientes estructuras (1), (2), (3) y (4) a continuación:

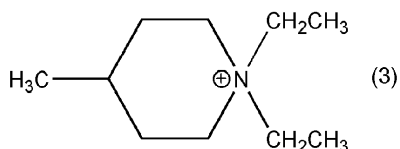


Catión 1,1-dimetilpirrolidinio

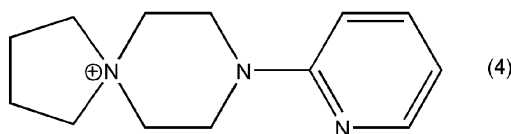


5

Catión 1-butil-1-metilpiperidinio



Catión 1,1-dietil-4-metilpiperidinio



10 8-(piridin-2-il)-5,8-diazaspiro[4.5]catión decan-5-ium

Las fuentes adecuadas de Q son los hidróxidos y/o sales de los compuestos de amonio cuaternario relevantes.

La mezcla de reacción también puede contener semillas de un material de tamiz molecular, tal como SSZ-98, de una síntesis previa, deseablemente en una cantidad de 0.01 a 10,000 ppm en peso (por ejemplo, de 100 a 5000 ppm en peso) de la mezcla de reacción.

15 La mezcla de reacción se puede preparar por lotes o de forma continua. El tamaño del cristal, la morfología y el tiempo de cristalización del tamiz molecular descrito en el presente documento pueden variar con la naturaleza de la mezcla de reacción y las condiciones de cristalización.

Cristalización y Tratamiento Post-Síntesis

20 La cristalización del tamiz molecular descrito en el presente documento puede llevarse a cabo en condiciones estáticas, rotativas o de agitación en un recipiente reactor adecuado, como por ejemplo frascos de polipropileno o autoclaves de acero inoxidable con revestimiento de teflón, a una temperatura de 125°C a 200°C (por ejemplo, de 130°C a 175°C) durante un tiempo suficiente para que se produzca la cristalización a la temperatura utilizada, por ejemplo, de 1 día a 28 días. La cristalización generalmente se lleva a cabo en un sistema cerrado bajo presión autógena.

25 Una vez que se han formado los cristales de tamiz molecular, el producto sólido se recupera de la mezcla de reacción mediante técnicas de separación mecánica estándar tales como centrifugación o filtración. Los cristales se lavan con agua y luego se secan para obtener los cristales de tamiz molecular tal como fueron sintetizados. La etapa de secado se realiza típicamente a una temperatura de menos de 200°C.

30 Como resultado del proceso de cristalización, el producto de tamiz molecular cristalino recuperado contiene dentro de su estructura de poros al menos una porción del agente direccionador de estructura utilizado en la síntesis.

35 El tamiz molecular SSZ-98 según fue sintetizado como se describe en el presente documento puede someterse a un tratamiento posterior para eliminar parte, o la totalidad, del agente direccionador de estructura (Q) utilizado en su síntesis. Esto se efectúa convenientemente mediante tratamiento térmico en donde el material según fue sintetizado se calienta a una temperatura de al menos aproximadamente 370°C durante al menos 1 minuto y generalmente no más de 20 horas. Si bien la presión subatmosférica se puede emplear para el tratamiento térmico, la presión atmosférica es deseable por razones de conveniencia. El tratamiento térmico se puede realizar a una temperatura de

hasta 925°C. Además o alternativamente, el agente direccionador de estructura orgánica puede eliminarse mediante tratamiento con ozono (véase, por ejemplo, A.N. Parikh et al., Micropor. Mesopor. Mater. 2004, 76, 17-22).

- 5 Cualquier catión metálico del Grupo 1 o 2 en el presente tamiz molecular puede reemplazarse de acuerdo con técnicas bien conocidas en el arte mediante intercambio iónico con otros cationes. Los cationes de reemplazo preferidos incluyen iones metálicos (por ejemplo, metales de tierras raras, metales de los Grupos 2 a 15 de la Tabla Periódica de los Elementos), iones de hidrógeno, iones precursores de hidrógeno (por ejemplo, iones de amonio) y mezclas de los mismos.

Caracterización del Tamiz Molecular

- 10 En su forma anhidra y según fue sintetizado, el tamiz molecular SSZ-98 preparado como se describe en este documento tiene una composición química que comprende la siguiente relación molar:

	Realización 1	Realización 2
SiO ₂ /Al ₂ O ₃	10 a 50	10 a 20
Q/SiO ₂	>0 a 0.2	>0 to 0.1
M/SiO ₂	>0 a 0.2	>0 a 0.1

En donde Q y M son como se describe en el presente documento anteriormente.

- 15 Debe observarse que la forma tal como fue sintetizado del tamiz molecular descrito aquí puede tener relaciones molares diferentes de las relaciones molares de los reactivos de la mezcla de reacción utilizada para preparar la forma según fue sintetizada. Este resultado puede ocurrir debido a la incorporación incompleta del 100% de los reactivos de la mezcla de reacción en los cristales formados (a partir de la mezcla de reacción).

- 20 Como se enseña en la Patente de Estados Unidos No. 9,409,786, el tamiz molecular SSZ-98 se caracteriza por un patrón de difracción de rayos X que, en la forma tal como fue sintetizado del tamiz molecular, incluye al menos los picos establecidos en la Tabla 2 a continuación y que, en la forma calcinada del tamiz molecular, incluye al menos los picos establecidos en la Tabla 3 a continuación.

TABLA 2

Picos característicos para SSZ-98 tal como fue sintetizado		
2-Theta ^(a)	espaciado <i>d</i> (nm)	Intensidad Relativa ^(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

Picos característicos para SSZ-98 tal como fue sintetizado		
2-Theta ^(a)	espaciado <i>d</i> (nm)	Intensidad Relativa ^(b)
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) Los patrones de difracción de rayos X en polvo proporcionados se basan en una escala de intensidad relativa en la que a la línea más fuerte en el patrón DRX se le asigna un valor de 100: W=débil (> 0 a ≤20); M=medio (> 20 a ≤40); S=fuerte (> 40 a ≤60); MF=muy fuerte (>60 a ≤100).

TABLA 3

Picos Característicos para SSZ-98 Calcinado		
2-Theta ^(a)	espaciado <i>d</i> (nm)	Intensidad Relativa ^(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

Picos Característicos para SSZ-98 Calcinado		
2-Theta ^(a)	espaciado <i>d</i> (nm)	Intensidad Relativa ^(b)
^(a) ±0.20		
^(b) Los patrones de difracción de rayos X en polvo proporcionados se basan en una escala de intensidad relativa en la que a la línea más fuerte en el patrón DRX se le asigna un valor de 100: W=débil (>0 a ≤20); M=medio (>20 a ≤40); S=fuerte (>40 a ≤60); MF=muy fuerte (>60 a ≤100).		

Los patrones de difracción de rayos X en polvo presentados en este documento se recolectaron mediante técnicas estándar. La radiación era radiación CuK α . Las alturas de los picos y las posiciones, en función de 2θ donde θ es el ángulo de Bragg, se leyeron a partir de las intensidades relativas de los picos (ajustando el fondo), y se puede calcular *d*, el espacio interplanar correspondiente a las líneas registradas.

Las variaciones menores en el patrón de difracción pueden ser el resultado de variaciones en las relaciones molares de las especies de estructura de la muestra particular debido a cambios en las constantes de la red. Además, los cristales suficientemente pequeños afectarán la forma y la intensidad de los picos, lo que conducirá a un aumento significativo del pico. Pequeñas variaciones en el patrón de difracción también pueden resultar de variaciones en el compuesto orgánico utilizado en la preparación. La calcinación también puede causar cambios menores en el patrón de DRX. A pesar de estas perturbaciones menores, la estructura básica de la red cristalina permanece sin cambios.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos ilustrativos están destinados a ser no limitativos.

Ejemplo 1

Se mezclaron 0.80 g de una solución de KOH al 45%, 11.06 g de una solución de hidróxido de 1-butil-1-metilpiperidinio al 20.2% y 2.00 g de zeolita CBV760 Y (Zeolyst International, relación molar SiO₂/Al₂O₃=60) en un contenedor de teflón. El gel resultante se agitó hasta que se volvió homogéneo. El contenedor se tapó y se colocó dentro de un reactor de autoclave Parr Steel. El autoclave se puso luego en un horno calentado a 150°C durante 3 días. Los productos sólidos se recuperaron del reactor enfriado por centrifugación, se lavaron con agua desionizada y se secaron a 95°C.

El producto de tamiz molecular resultante se analizó mediante DRX en polvo y MEB. La difracción de rayos X en polvo mostrada en la FIGURA 1 indica que el material es SSZ-98 puro. La imagen MEB mostrada en la FIGURA 2 indica un campo uniforme de cristales.

El producto tenía una relación molar SiO₂/Al₂O₃ de 14.6, según lo determinado por análisis elemental por ICP.

Ejemplo 2

0.82 g de agua desionizada, 0.40 g de una solución de KOH al 45%, 4.15 g de una solución de hidróxido de 1-butil-1-metilpiperidinio al 20.2% y 1.00 g de zeolita CBV760 Y (Zeolyst International, relación molar SiO₂/Al₂O₃=60) se mezclaron en un contenedor de teflón. El gel resultante se agitó hasta que se volvió homogéneo. El contenedor se tapó y se colocó dentro de un reactor de autoclave Parr Steel. El autoclave se puso luego en un horno calentado a 135°C durante 4 días. Los productos sólidos se recuperaron del reactor enfriado por centrifugación, se lavaron con agua desionizada y se secaron a 95°C.

El producto de tamiz molecular resultante se identificó por DRX en polvo y MEB como SSZ-98 puro.

El producto tenía una relación molar SiO₂/Al₂O₃ de 14.9, según lo determinado por análisis elemental por ICP.

Ejemplo 3

Se mezclaron 0.21 g de agua desionizada, 0.60 g de una solución de KOH al 45%, 14.04 g de una solución de hidróxido de 1,1-dietilpirrolidinio al 20% y 2.00 g de zeolita CBV760 Y (Zeolyst International, relación molar SiO₂/Al₂O₃ =60) en un contenedor de teflón. El gel resultante se agitó hasta que se volvió homogéneo. El contenedor se tapó y se colocó dentro de un reactor de autoclave Parr Steel. El autoclave se puso luego en un horno calentado a 135°C durante 7 días. Los productos sólidos se recuperaron del reactor enfriado por centrifugación, se lavaron con agua desionizada y se secaron a 95°C.

El producto de tamiz molecular resultante se identificó por DRX en polvo y MEB como SSZ-98 puro.

El producto tenía una relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 13.7, según lo determinado por el análisis elemental por ICP.

Ejemplo 4

5 Se mezclaron 5.55 g de agua desionizada, 0.40 g de una solución de KOH al 45%, 5.85 g de una solución de hidróxido de 1,1-dietilpirrolidinio al 20% y 1.00 g de zeolita CBV760 Y (Zeolyst International, relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=60$) en un contenedor de teflón. El gel resultante se agitó hasta que se volvió homogéneo. El contenedor se tapó y se colocó dentro de un reactor de autoclave Parr Steel. El autoclave se puso luego en un horno calentado a 135°C durante 7 días. Los productos sólidos se recuperaron del reactor enfriado por centrifugación, se lavaron con agua desionizada y se secaron a 95°C.

El producto de tamiz molecular resultante se identificó por DRX en polvo y MEB como SSZ-98 puro.

10 El producto tenía una relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 14.7, según lo determinado por el análisis elemental por ICP.

Ejemplo 5

15 Se mezclaron 1.00 g de una solución de KOH al 45%, 14.04 g de una solución de hidróxido de 1,1-dietilpirrolidinio al 20% y 2.00 g de zeolita CBV780 Y (Zeolyst International, relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=80$) en un contenedor de teflón. El gel resultante se agitó hasta que se volvió homogéneo. El contenedor se tapó y se colocó dentro de un reactor de autoclave Parr Steel. El autoclave se puso luego en un horno calentado a 135°C durante 7 días. Los productos sólidos se recuperaron del reactor enfriado por centrifugación, se lavaron con agua desionizada y se secaron a 95°C.

El producto de tamiz molecular resultante se identificó por DRX en polvo y MEB como una mezcla de zeolita tipo estructura SSZ-98 y CHA.

Ejemplo 6

20 4.47 g de agua desionizada, 1.61 g de una solución de KOH al 45%, 4.19 g de una solución de hidróxido de 1,1-dietil-4-metilpiperidinio al 20% y 2.00 g de zeolita CBV760 Y (Zeolyst International, relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=60$) se mezclaron en un contenedor de teflón. El gel resultante se agitó hasta que se volvió homogéneo. El contenedor se tapó y se colocó dentro de un reactor de autoclave Parr Steel. El autoclave se puso luego en un horno calentado a 135°C durante 5 días. Los productos sólidos se recuperaron del reactor enfriado por centrifugación, se lavaron con agua desionizada y se secaron a 95°C.

El producto de tamiz molecular resultante se identificó por DRX en polvo y MEB como SSZ-98 puro.

El producto tiene una relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 15.3, según lo determinado por el análisis elemental por ICP.

Ejemplo 7

30 1.61 g de una solución de KOH al 45%, 8.91 g de una solución de hidróxido de 8-(piridin-2-il)-5,8-diazaspiro [4.5]decan-5-io al 17% y 2.00 g de zeolita Y CBV760 (Zeolyst International, relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=60$) se mezclaron en un contenedor de teflón. El gel resultante se agitó hasta que se volvió homogéneo. El contenedor se tapó y se colocó dentro de un reactor de autoclave Parr Steel. El autoclave se puso luego en un horno calentado a 135°C durante 5 días. Los productos sólidos se recuperaron del reactor enfriado por centrifugación, se lavaron con agua desionizada y se secaron a 95°C.

35 El producto de tamiz molecular resultante se identificó por DRX en polvo y MEB como SSZ-98 puro.

El producto tenía una relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 15.7, según lo determinado por análisis elemental por ICP.

Ejemplo 8

40 0,80 g de una solución de KOH al 45%, 4.45 g de una solución de hidróxido de 8-(piridin-2-il)-5,8-diazaspiro [4.5]decan-5-io al 17% y 2.00 g de zeolita CBV780 Y (Zeolyst International, relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=80$) se mezclaron en un contenedor de teflón. El gel resultante se agitó hasta que se volvió homogéneo. El contenedor se tapó y se colocó dentro de un reactor de autoclave Parr Steel. El autoclave se puso luego en un horno calentado a 135°C durante 5 días. Los productos sólidos se recuperaron del reactor enfriado por centrifugación, se lavaron con agua desionizada y se secaron a 95°C.

El producto de tamiz molecular resultante se identificó por DRX en polvo y MEB como SSZ-98 puro.

45 El producto tenía una relación molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 16.2, según lo determinado por el análisis elemental por ICP.

Ejemplo 9

Calcinación de SSZ-98

El producto de tamiz molecular tal como fue sintetizado del Ejemplo 8 se calcinó dentro de un horno de mufla bajo un flujo de aire calentado a 540°C a una velocidad de 1°C/minuto y mantenido a 540°C durante 5 horas, enfriado y luego analizado por polvo DRX. El patrón de DRX en polvo indicó que el material permaneció estable después de la calcinación para eliminar el agente direccionador de estructura orgánica.

5 Ejemplo 10

Análisis de volumen de microporos

Un producto calcinado del tamiz molecular SSZ-98 tal como fue sintetizado preparado en el Ejemplo 4 se sometió a un análisis de volumen de microporos usando N₂ como adsorbato y a través del método B.E.T.. El tamiz molecular exhibió un volumen vacío considerable con un volumen de microporo de 0.24 cm³/g.

10

REIVINDICACIONES

1. Un método para sintetizar el tamiz molecular SSZ-98, que comprende:

(a) preparar una mezcla de reacción que comprende:

(1) una fuente de óxido de silicio;

5 (2) una fuente de óxido de aluminio;

(3) una fuente de un metal del Grupo 1 o 2 (M);

(4) un agente direccionador de estructura (Q) seleccionado de uno o más de los cationes 1,1-dietilpirrolidinio, cationes 1-butil-1-metilpiperidinio, cationes 1,1-dietil-4-metilpiperidinio y cationes 8-(piridin-2-il)-5,8-diazaspiro[4.5]decan-5-io;

(5) iones hidróxido; y

10 (6) agua; y

(b) someter la mezcla de reacción a condiciones de cristalización suficientes para formar cristales del tamiz molecular, en donde la fuente de óxido de silicio y la fuente de óxido de aluminio es zeolita Y.

2. El método de la reivindicación 1, en donde la mezcla de reacción tiene una composición, en términos de relaciones molares, como sigue:

SiO ₂ /Al ₂ O ₃	10 a 100
M/SiO ₂	0.05 a 1.00
Q/SiO ₂	0.05 a 0.70
OH/SiO ₂	0.10 a 1.00
H ₂ O/SiO ₂	10 a 60.

15

3. El método de la reivindicación 1, en donde la mezcla de reacción tiene una composición, en términos de relaciones molares, como sigue:

SiO ₂ /Al ₂ O ₃	15 a 80
M/SiO ₂	0.15 a 0.45
Q/SiO ₂	0.15 a 0.60
OH/SiO ₂	0.40 a 0.80
H ₂ O/SiO ₂	15 a 40.

4. El método de la reivindicación 1, en donde el metal del Grupo 1 o 2 comprende potasio.

20 5. El método de la reivindicación 1, en donde las condiciones de cristalización incluyen una temperatura de 125°C a 200°C.

6. Un tamiz molecular SSZ-98 que comprende dentro de sus poros un agente direccionador de estructura (Q) seleccionado de uno o más de los cationes 1,1-dietilpirrolidinio, cationes 1-butil-1-metilpiperidinio, cationes 1,1-dietil-4-metilpiperidinio y cationes 8-(piridin-2-il)-5,8-diazaspiro [4.5]decan-5-io.

25 7. El tamiz molecular SSZ-98 de la reivindicación 6, y que tiene, en su forma tal como fue sintetizado y anhidra, una composición que comprende la siguiente relación molar:

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	10 a 50
M/SiO_2	>0 a 0.2
Q/SiO_2	>0 a 0.2

donde M es un metal del grupo 1 o 2.

8. El tamiz molecular SSZ-98 de la reivindicación 6, y que tiene, en su forma tal como fue sintetizado y anhidra, una composición que comprende la siguiente relación molar:

$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	10 a 20
M/SiO_2	>0 a 0.1
Q/SiO_2	> 0 a 0.1

5 donde M es un metal del grupo 1 o 2.

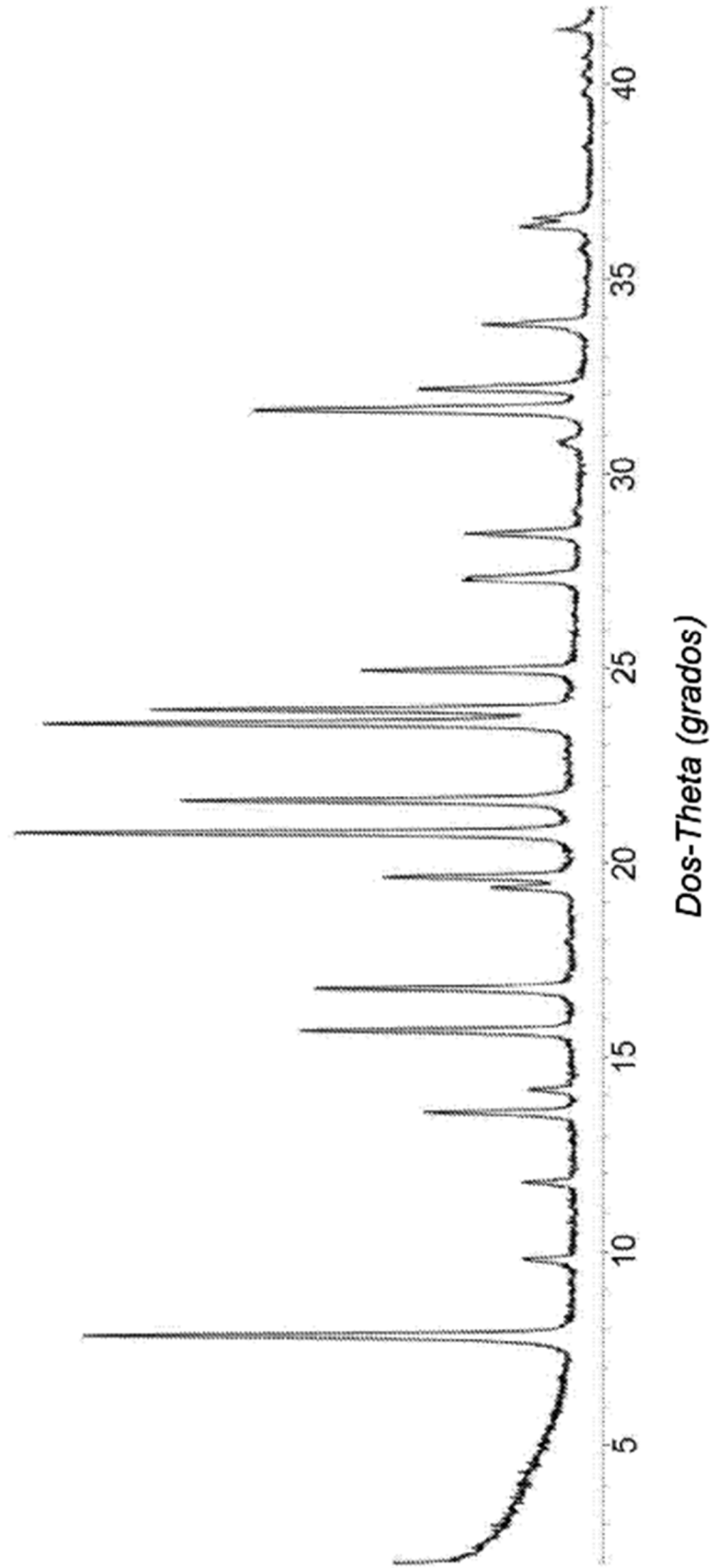


FIG. 1

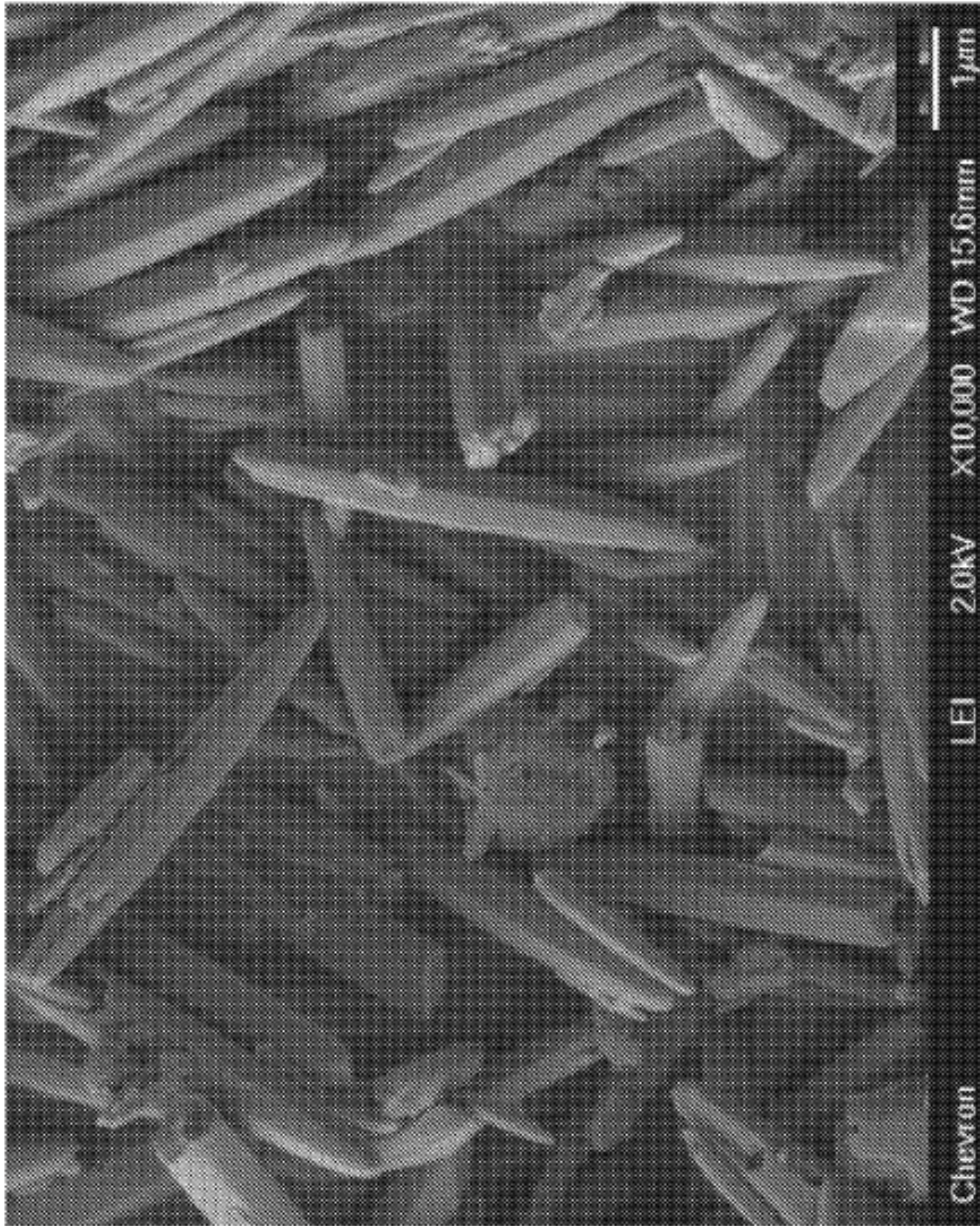


FIG. 2