



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 110510632 B

(45) 授权公告日 2021.07.30

(21) 申请号 201810497111.6

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2018.05.22

C01B 39/40 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110510632 A

审查员 宋倩倩

(43) 申请公布日 2019.11.29

(73) 专利权人 中国石油天然气股份有限公司
地址 100007 北京市东城区东直门北大街9
号中国石油大厦

(72) 发明人 李景锋 常晓昕 王廷海 龚光碧
黄校亮 杨红强 张永泽 孙雪芹
向永生 杨博 王学丽 姚文君
李自夏

(74) 专利代理机构 北京律诚同业知识产权代理
有限公司 11006
代理人 高龙鑫 王玉双

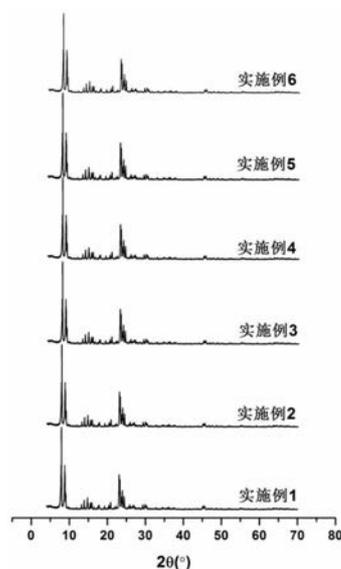
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

一种介孔-大孔ZSM-5分子筛及其制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种介孔-大孔ZSM-5分子筛及其制备方法, ZSM-5分子筛的孔径、总孔容、总比表面积分别为2~100nm、0.20~0.60m³/g、300~600m²/g。该分子筛作为催化材料在重油催化裂化、催化汽油异构-芳构化、润滑油异构脱蜡、柴油异构降凝等大分子催化反应领域具有良好的应用前景。



1. 一种介孔-大孔ZSM-5分子筛的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) 将硅源、铝源、无机酸或无机碱、去离子水配制成混合物凝胶,使其各组分以氧化物计的摩尔比为 $1.0\text{SiO}_2:0.00025\sim 0.5\text{Al}_2\text{O}_3:10\sim 80\text{H}_2\text{O}$,并调节其pH值为9.5~13.0,然后使其在容器中60~100℃搅拌回流2~48h;

2) 按橡胶微乳液干基质量与硅源中硅元素质量的比值R为0.5~50的比例,向步骤1)中回流后的凝胶中加入橡胶微乳液,在150~200℃晶化12~72h时,将合成产物过滤、水洗、80~140℃干燥2~12h、500~600℃焙烧4~10h后,即得介孔-大孔ZSM-5分子筛。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述硅源为正硅酸乙酯、硅酸钠、硅胶中的一种或多种;所述铝源为偏铝酸钠、硫酸铝、硝酸铝中的一种或多种。

3. 根据权利要求2所述的制备方法,其特征在于,所述硅源为正硅酸乙酯,所述铝源为偏铝酸钠时,加入氢氧化钠或氢氧化钾以调节反应物凝胶的pH值;所述硅源为硅酸钠,所述铝源为硫酸铝时,加入硫酸、盐酸、磷酸或硝酸以调节反应物凝胶的pH值。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述回流温度为70~90℃,回流时间为20~28h。

5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述介孔-大孔ZSM-5分子筛的硅/铝原子摩尔比为10~2000。

6. 一种根据权利要求1-5任一项所述的制备方法得到的介孔-大孔ZSM-5分子筛,其特征在于,所述ZSM-5分子筛的孔径、总孔容、总比表面积分别为2~100nm、 $0.20\sim 0.60\text{cm}^3/\text{g}$ 、 $300\sim 600\text{m}^2/\text{g}$ 。

7. 根据权利要求6所述的分子筛,其特征在于,孔径为2~90nm,总比表面积为 $300\sim 350\text{m}^2/\text{g}$ 或者 $360\sim 400\text{m}^2/\text{g}$,又或者 $410\sim 450\text{m}^2/\text{g}$ 的范围。

8. 根据权利要求6所述的分子筛,其特征在于,孔径为2~70nm。

9. 根据权利要求6所述的分子筛,其特征在于,孔容为 $0.20\sim 0.24\text{cm}^3/\text{g}$ 或者 $0.25\sim 0.30\text{cm}^3/\text{g}$,又或者为 $0.31\sim 0.35\text{cm}^3/\text{g}$ 的范围。

10. 根据权利要求6所述的分子筛,其特征在于,模板剂橡胶微乳液为纳米级的橡胶微乳液。

一种介孔-大孔ZSM-5分子筛及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于分子筛制备技术领域,具体涉及一种介孔-大孔ZSM-5分子筛及其制备方法。

背景技术

[0002] ZSM-5分子筛由美国Mobil公司于1972年首次研制成功。该分子筛由于具有独特的孔道结构、可调的酸性中心、优良的热稳定性和水热稳定性,作为目前最重要的分子筛催化材料之一,已广泛应用于石油炼制、石油化工、煤化工和精细化工等催化领域。然而,ZSM-5分子筛的微孔孔道尺寸较小,这不利于反应物分子在其孔道内酸性中心上的吸附、反应和扩散。现有两种解决这一问题的方法:一种是制备纳米晶粒尺寸的ZSM-5分子筛;另一种是制备介孔或介孔-大孔ZSM-5分子筛。然而,纳米晶粒尺寸的ZSM-5分子筛晶粒在高温条件下会团聚。因此,引入介孔或介孔-大孔是提高ZSM-5分子筛催化性能的有效途径。

[0003] 现有大量关于介孔ZSM-5分子筛及其制备方法和催化应用的研究报道。CN103101930以含有序介孔的二氧化硅为硅源,合成出了有序介孔为2~50nm的ZSM-5分子筛。YanG等[Yan G,GuangW,Fangwei M,et al.,Microporous Mesoporous Mater.,2016,226:251]在晶种诱导下,利用N-苯氨基丙基三甲氧基硅烷合成出了介孔ZSM-5分子筛,该分子筛在甲醇芳构化反应中表现出了高稳定性。Jian Z等[Jian Z,Jiawei T,Liping R,et al.,J.Catal.,2016,340:166]将由粘结剂与ZSM-5分子筛组成的整体材料晶化后,得到了具有ZSM-5分子筛晶内介孔的ZSM-5分子筛整体材料,该材料在甲醇转化为碳氢化合物的反应中展现出了优良的催化活性和稳定性。

[0004] 与介孔ZSM-5分子筛相比,介孔-大孔ZSM-5分子筛可提供更多可接近的酸性中心,具有更好的催化性能。因此,介孔-大孔ZSM-5分子筛及其制备方法和催化应用已成为ZSM-5分子筛的研究热点。CN201510288341.8以四丙基氢氧化铵为结构导向剂,以有序大孔-介孔碳作为介孔-大孔模板剂,在常规干胶法合成条件下,制得微米级的具有大孔、介孔、微孔结构的硅铝分子筛ZSM-5单晶,该单晶由相互连接的分子筛纳米结构单元以高度有序的面心密堆积的方式组成,具有高度有序的大孔结构,而且同时具备多级孔道结构和单晶结构,具有更好的流通扩散性和结构稳定性。CN104226360A以四丙基氢氧化铵和四丙基溴化铵为结构导向剂,以淀粉、碳粉等为介孔-大孔模板剂,制得一种含介孔-大孔的全结晶ZSM-5分子筛催化剂,该催化剂对碳四烯烃制丙烯和甲醇制丙烯的反应均表现出了高的活性、选择性和稳定性。CN201210594606.3公开了在结构导向剂存在下,利用微喷射自由成型系统制备三维有序多级孔分子筛催化剂的方法。制备三维有序多级孔分子筛,首先制备出具有含有序介孔的分子筛,然后以电脑软件设计出不同的大孔结构,最后采用喷射自由成型系统制备出三维有序大孔-介孔-微孔ZSM-5分子筛。该ZSM-5分子筛具有0.2~2nm的微孔、2~30nm的有序介孔及0.02~0.5mm的有序大孔,具有更大的比表面积,在石油化工及分离催化方面有重要的应用前景。CN201410203175.2提供了一种新型有序大孔-介孔-微孔硅铝分子筛的合成方法。该方法有机结合了模板法和分子筛转晶过程,通过对大孔模板及介孔模板的可

控选择,制备出了具有不同孔径大小的相互贯通的三维有序大孔-介孔多级孔道结构的硅铝分子筛。本发明方法所用大孔模板为单分散的聚合物微球或单分散的无机物微球,所述聚合物微球为聚苯乙烯微球、聚甲基丙烯酸甲酯微球或聚苯乙烯-聚甲基丙烯酸甲酯-聚甲基丙烯酸丙基磺酸钠共聚物微球中的一种,所述大孔模板的微球粒径均一旦大小尺寸在100~1000nm范围内可调,所述介孔模板的纳米球粒径均一旦大小尺寸在5~50nm范围内可调。本发明方法简单可行,操作条件易于控制且合成周期短,有望将分子筛的应用拓展到传统分子筛无法涉及的有机大分子催化领域。CN200610001333.1涉及一种多级孔道ZSM-5沸石的合成方法,该方法用蔗糖溶液浸渍硅胶整体柱,然后干燥、聚合、炭化,得到炭硅复合物,再将铝源、无机碱、结构导向剂和水混合,充分润湿炭硅复合物,晶化后得多级孔道ZSM-5沸石。该方法合成的ZSM-5沸石材料中存在微米级大孔、介孔及微孔等多级孔道,克服了沸石分子筛微孔对其催化性能的限制,其中通透型大孔的存在能缩短反应分子扩散的距离,能使装置的压降减小进而提高装置的单位处理能力,能使产品的选择性易于调控,介孔可提供丰富的内比表面积,这对大分子催化反应具有非常重要的意义。CN201310322470.5涉及制备具有多级孔结构的ZSM-5沸石分子筛的方法及其产品和用途,更具体地该具有多级孔结构的ZSM-5沸石分子筛以双子型阳离子表面活性剂作为结构导向剂,在碱性条件下,通过水热合成的方法获得具有多级孔结构的ZSM-5沸石分子筛。该分子筛的总比表面积为 $240 \sim 1000 \text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$,总孔体积为 $0.30 \sim 1.40 \text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$,其在甲醇制烯烃反应中用作催化剂可大大延长其使用寿命,并可用于煤与石油化工催化、天然气转化、吸附与分离等其他领域。CN201110219618.3涉及一种三维连通多级孔道结构沸石分子筛材料及其制备方法。本发明方法包括:首先,以阴、阳离子表面活性剂为初级结构单元,在溶液中自组装形成次级结构单元;再于溶液中自组装复合为两亲性嵌段共聚物;然后,以两亲性嵌段共聚物为模板剂,以结构导向剂和无机硅在溶液中自组装,得到二氧化硅/表面活性剂/模板剂复合材料;最后煅烧除去表面活性剂和模板剂,得到连通的介孔、微孔和大孔组成的多级结构介孔沸石分子筛材料。该材料具有较高的比表面积和较强的水热稳定性,在石油化工、重油催化裂解、生物分离、吸附等方面具有广阔的应用前景。本发明所得材料性能优异,合成方法简单,原料易得,适合工业化生产。CN201510856191.6公开了一种多级孔分子筛催化剂,同时具有大孔、介孔和微孔的骨架结构,包括分子筛的合成和应用,所述多孔分子筛孔径大小为0.5~100nm,所述多孔分子筛固化金属催化剂颗粒大小为0.5~2 μm ,所述催化剂中金属含量为1~30%,金属颗粒粒径为1~50nm;还公开了其制备方法。本发明的催化剂中分子筛孔径大小可调;金属中心和酸中心能有效匹配;催化剂活性高;目标产物选择性高;费托合成反应活性高;催化剂制备过程简单,成本低,催化剂机械强度高,耐磨性强,适宜大规模工业生产和应用。CN201110070493.2涉及一种多级孔中空结构ZSM-5分子筛纳米球的制备方法:以64mL正硅酸乙酯、0.54g异丙醇铝和2.24g氢氧化钠(1mol/L)为起始原料,以100g质量浓度为15.7%的四丙基氢氧化铵水溶液为结构导向剂,晶化温度为100 $^{\circ}\text{C}$ ~200 $^{\circ}\text{C}$,产物经干燥、焙烧后得纳米ZSM-5分子筛;将纳米ZSM-5分子筛加入到碱溶液中,用微波处理后离心烘干得到具有大孔-微孔或介孔-微孔结构的多级孔ZSM-5分子筛纳米球;微波处理时间为1~25s,微波输出功率400~900W;碱溶液浓度为0.1~2mol/L;改变微波处理时间,ZSM-5分子筛纳米球中空孔孔径可在30~150nm调控。

[0005] 综合以上介孔-大孔ZSM-5分子筛及其制备方法和催化应用的公开发明,可看出介

孔-大孔ZSM-5分子筛作为催化剂材料表现出了比介孔ZSM-5分子筛更好的催化性能,但现有介孔-大孔ZSM-5分子筛的制备方法存在以下不足:所用结构导向剂(四丙基氢氧化铵、四丙基溴化铵等)的价格昂贵且在焙烧过程中存在氮氧化物排放;所用介孔-大孔模板剂(淀粉、碳粉、聚合物微球等)在混合凝胶中的分散性差且无相互交联作用,所得介孔-大孔的连通性较差;酸/碱腐蚀制介孔-大孔分子筛是以损失微孔分子筛为代价。

发明内容

[0006] 针对现有技术的不足,本发明在无结构导向剂的条件下,以便宜的具有相互交联作用的橡胶微乳液为介孔-大孔模板剂,合成出了一种介孔-大孔ZSM-5分子筛。

[0007] 一种介孔-大孔ZSM-5分子筛,以橡胶微乳液为模板剂,ZSM-5分子筛的孔径、总孔容、总比表面积分别为2~100nm、0.20~0.60m³/g、300~600m²/g。

[0008] 本发明介孔-大孔ZSM-5分子筛的孔径、孔容可以根据模板剂的分子量以及加入量进行有效调节,孔径、总孔容、总比表面积可以在2~100nm、0.20~0.60m³/g、300~600m²/g之间进行调变,例如孔径可以是2~60nm或者2~70nm,又或者2~90nm等范围;孔容可以是0.20~0.24m³/g或者0.25~0.30m³/g,又或者0.31~0.35m³/g等范围;总比表面积可以是300~350m²/g或者360~400m²/g,又或者400~450m²/g等范围。

[0009] 本发明模板剂橡胶微乳液优选纳米级的橡胶微乳液,纳米级的橡胶微乳液分散性好且相互交联作用更强,更易产生大孔,另外,原料也会混合得更加均匀,分子筛易成型。

[0010] 本发明提供一种介孔-大孔ZSM-5分子筛的合成方法,所述方法包括以下步骤:

[0011] 1、将硅源、铝源、无机酸或无机碱、去离子水配制成混合物凝胶,使其各组分以氧化物计的摩尔比为1.0SiO₂:0.00025~0.5Al₂O₃:10~80H₂O,并调节其pH值为9.5~13.0,然后使其在容器中60~100℃搅拌回流2~48h;

[0012] 2、按橡胶微乳液干基质量与硅源中硅元素质量的比值(R)为0.5~50的比例,向步骤1中回流后的凝胶中加入橡胶微乳液,在150~200℃晶化12~72h时,将合成产物过滤、水洗、80~140℃干燥2~12h、500~600℃焙烧4~10h后,即得一种介孔-大孔ZSM-5分子筛。

[0013] 上述步骤中所述硅源为正硅酸乙酯、硅酸钠(水玻璃)、硅胶、天然矿物中的一种或多种。

[0014] 上述步骤中所述铝源为偏铝酸钠、硫酸铝、硝酸铝、天然矿物中的一种或多种。

[0015] 根据本发明的方法,混合物凝胶中各组分以氧化物计的摩尔比为1.0SiO₂:0.00025~0.5Al₂O₃:10~80H₂O。

[0016] 根据本发明的方法,在配置反应物凝胶时加入的无机酸可以是硫酸、盐酸、磷酸或硝酸,加入的无机碱可以是氢氧化钠或氢氧化钾,

[0017] 根据本发明的方法,在配置反应物凝胶时,加入无机酸或无机碱,使反应物凝胶的pH值为9.5~13.0,pH值优选为10.0~12.0。

[0018] 根据本发明的方法,在配置反应物凝胶时,当正硅酸乙酯和偏铝酸钠分别为硅源和铝源,加入氢氧化钠或氢氧化钾以调节反应物凝胶的pH值,优选加入氢氧化钠。

[0019] 根据本发明的方法,在配置反应物凝胶时,当水玻璃和硫酸铝分别为硅源和铝源,加入硫酸、盐酸、磷酸或硝酸以调节反应物凝胶的pH值,优选加入硫酸。

[0020] 根据本发明的方法,按R为0.5~50的比例,向回流后的凝胶中加入橡胶微乳液。

[0021] 根据本发明的方法,在加入橡胶微乳液前,混合物凝胶要在容器中60~100℃搅拌回流2~48h,优选回流温度为70~90℃,优选回流时间为20~28h,以此促进ZSM-5分子筛晶核生成。

[0022] 根据本发明的方法,混合物凝胶的晶化温度为150~250℃、优选晶化温度为180~200℃;混合物凝胶的晶化时间为12~72h、优选晶化时间为24~48h。

[0023] 根据本发明的方法,混合物凝胶的水热晶化是静态晶化、动态晶化或间歇式晶化等常规晶化操作,晶化操作是恒温晶化或变温晶化。

[0024] 根据本发明的方法,合成产物的干燥温度为80~140℃、优选干燥温度为100~120℃;合成产物的干燥时间为2~12h、优选干燥时间为4~6h。

[0025] 根据本发明的方法,合成产物的焙烧温度为500~600℃、优选焙烧温度为540~560℃;合成产物的焙烧时间为4~10h、优选焙烧时间为5~7h。

[0026] 根据本发明的方法,所得介孔-大孔ZSM-5分子筛的硅/铝原子摩尔比为10~2000、其优选的硅/铝原子摩尔比10~400。

[0027] 与现有技术相比,本发明提供的一种介孔-大孔ZSM-5分子筛及其制备方法具有以下特点:

[0028] 1、在无结构导向剂和无晶种诱导的条件下,以便宜的橡胶微乳液为介孔-大孔模板剂,制备出了一种介孔-大孔ZSM-5分子筛,因而该分子筛的制备方法简便、成本较低、焙烧后无氮化物排放、适合工业化生产。

[0029] 2、由于橡胶微乳液在混合凝胶中的分散性好、有相互交联作用、可根据其分子量以及加入量进行有效调节所制ZSM-5分子筛的介孔-大孔范围,而且所制ZSM-5分子筛的介孔-大孔具有良好的连通性,因此该分子筛作为催化材料在重油催化裂化、催化汽油异构-芳构化、润滑油异构脱蜡、柴油异构降凝等大分子催化反应领域具有良好的应用前景。

附图说明

[0030] 图1是本发明实施例1-6中所得产品的X-射线粉末衍射(XRD)谱图;

[0031] 图2是本发明实施例1中所得产品的孔径分布曲线。

具体实施方式

[0032] 以下对本发明的实施例作详细说明:本实施例在以本发明技术方案为前提下进行实施,给出了详细的实施方式和过程,但本发明的保护范围不限于下述的实施例,下列实施例中未注明具体条件的实验方法,通常按照常规条件。

[0033] 在以下实施例中的结晶度是以所得产物与ZSM-5分子筛标样(结晶度为96%)的XRD谱图的五个特征衍射峰($2\theta=22.5\sim 25.0^\circ$)面积之和的百分比表示;产率是以ZSM-5产品质量与原料中硅/铝源质量之和的百分比表示。

[0034] 以下实施例中的物相、孔径、硅/铝原子比分别通过多晶X射线粉末衍射技术、低温氮气物理吸附技术和X射线荧光光谱分析技术测得。

[0035] 实施例1

[0036] 先将50.0g水玻璃、4.4g硫酸铝、382g去离子水和10.0g浓硫酸(95~98wt%)配制成各组分以氧化物摩尔比计为 $1\text{SiO}_2:0.01\text{Al}_2\text{O}_3:0.55\text{Na}_2\text{O}:62.4\text{H}_2\text{O}$ 的混合物凝胶,在容器中

80℃搅拌回流24h,在晶化之前,按R=2.5的比例向混合物凝胶中加入橡胶微乳液,然后在190℃晶化48h时,将合成产物过滤、水洗、120℃干燥6h、550℃焙烧6h后,即产品1。

[0037] XRD测定结果表明该产品的物相为ZSM-5分子筛,其结晶度为95%(图1);低温氮气吸附-脱附结果表明其介孔-大孔孔径为2~58nm(图2),孔容为0.23m³/g,总比表面积为304m²/g;X射线荧光光谱测定结果表明产物介孔-大孔ZSM-5分子筛的硅/铝原子摩尔比为48。

[0038] 本实施例1所得产品质量为20.0g,产率为36.8%。

[0039] 实施例2

[0040] 先将104.2g正硅酸乙酯、0.82g偏铝酸钠、495g去离子水和1.2g氢氧化钠配制成各组分以氧化物摩尔比计为1.0SiO₂:0.01Al₂O₃:0.04Na₂O:55.0H₂O的混合物凝胶,在容器中85℃搅拌回流22h,在晶化之前,按R=5.0的比例向混合物凝胶中加入橡胶微乳液,然后在185℃晶化40h时,将合成产物过滤、水洗、110℃干燥7h、540℃焙烧5h后,即产品2。

[0041] XRD测定结果表明该产品的物相为ZSM-5分子筛,其结晶度为95%(图1)。低温氮气吸附-脱附结果表明其介孔-大孔孔径为2~68nm,总孔容为0.27m³/g,总比表面积为365m²/g;X射线荧光光谱测定结果表明产品的硅/铝原子摩尔比为48。

[0042] 本实施例2所得产品质量为19.0g,产率为34.9%

[0043] 实施例3

[0044] 按照与实施例2相同的程序配制混合物凝胶,在晶化之前,按R=6.3的比例向混合物凝胶中加入纳米级的橡胶微乳液,然后在180℃晶化46h时,将合成产物过滤、水洗、120℃干燥6h、540℃焙烧4h后,即得产品3。

[0045] XRD测定结果表明该产品的物相为ZSM-5分子筛,其结晶度为95.0%(图1)。低温氮气吸附-脱附结果表明其介孔-大孔孔径为2~75nm,总孔容为0.31m³/g,总比表面积为410m²/g;X射线荧光光谱测定结果说明产品的硅/铝原子摩尔比为45。

[0046] 本实施例3所得产品质量为18.9g,产率为34.0%。

[0047] 实施例4

[0048] 按照与实施例1相同的程序配制混合物凝胶,在晶化之前,按R=12.6的比例向混合物凝胶中加入纳米级的橡胶微乳液,然后在195℃晶化40h时,将合成产物过滤、水洗、115℃干燥8h、560℃焙烧5h后,即产品4。

[0049] XRD测定结果显示该产品的结晶度为95.1%(图1)。低温氮气吸附-脱附结果表明其介孔-大孔孔径为2~88nm,总孔容为0.37m³/g,总比表面积为460m²/g;X射线荧光光谱分析结果说明产品的硅/铝原子摩尔比为47。

[0050] 本实施例4所得产品质量为17.0g,产率为31.3%。

[0051] 实施例5

[0052] 按与实施例1相同的程序,制得各组分以氧化物摩尔比计为1.0SiO₂:0.005Al₂O₃:0.55Na₂O:62.4H₂O的混合凝胶,在容器中90℃搅拌回流12h。在晶化之前,按R=2.5的比例向混合物凝胶中加入纳米级的橡胶微乳液,然后在200℃晶化24h时,将合成产物过滤、水洗、110℃干燥5h、540℃焙烧7h后,即产品5。

[0053] XRD测定结果显示产品的物相为ZSM-5分子筛,其结晶度为96.0%(图1);低温氮气吸附-脱附结果表明其介孔-大孔孔径为2~57nm,总孔容为0.21m³/g,总比表面积为300m²/

g;X射线荧光光谱分析结果说明产品的硅/铝原子摩尔比为98。

[0054] 本实施例5所得产品质量为20.5g,产率为37.7%。

[0055] 实施例6

[0056] 按照与实施例2相同的程序,先制得各组分以氧化物计摩尔比为 $1.0\text{SiO}_2:0.02\text{Al}_2\text{O}_3:0.04\text{Na}_2\text{O}:55.0\text{H}_2\text{O}$ 的混合凝胶,在容器中 85°C 搅拌回流18h。在晶化之前,按 $R=2.5$ 的比例向混合物凝胶中加入纳米级的橡胶微乳液,然后在 195°C 晶化40h时,将合成产物过滤、水洗、 110°C 干燥4h、 560°C 焙烧5h后,即得产品6。

[0057] XRD测定结果显示该产品的物相为ZSM-5分子筛,其结晶度为93.0% (图1) 低温氮气吸附-脱附结果表明其介孔-大孔孔径为 $2\sim 78\text{nm}$,总孔容为 $0.35\text{m}^3/\text{g}$,总比表面积为 $440\text{m}^2/\text{g}$;X射线荧光光谱分析结果说明产品的硅/铝原子摩尔比为23。

[0058] 本实施例6所得产品质量为19.5g,产率为35.9%。

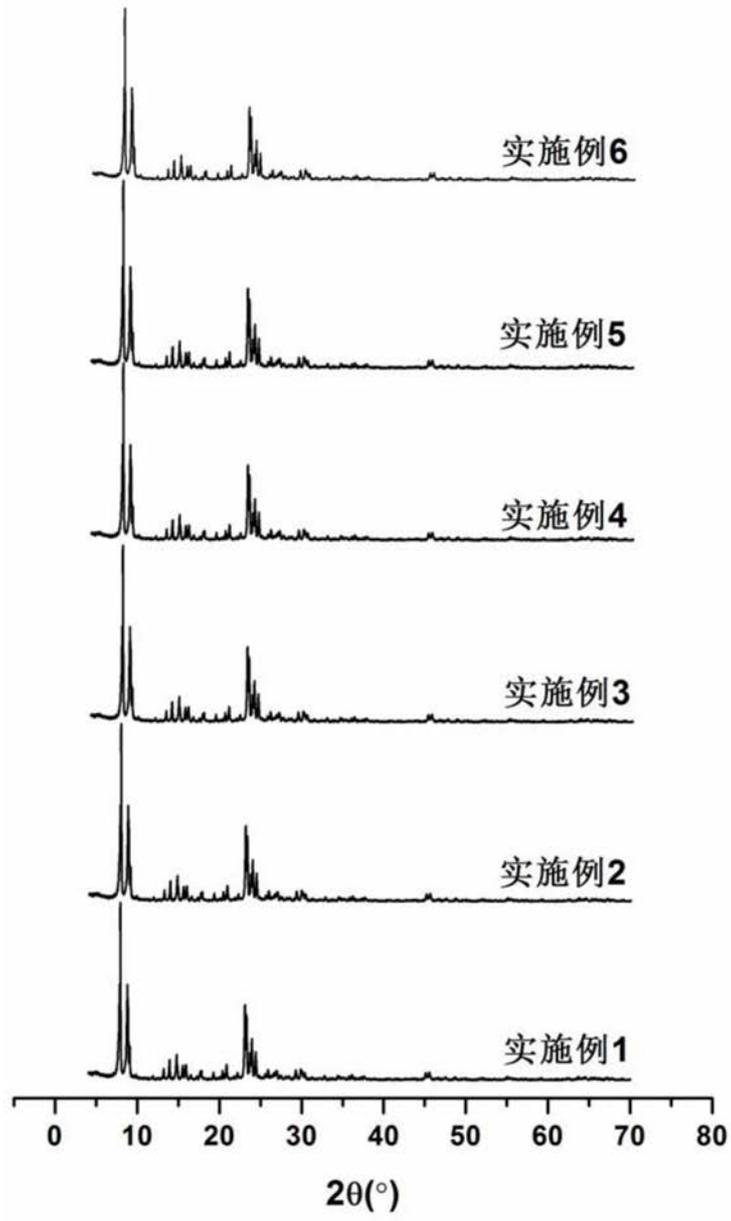


图1

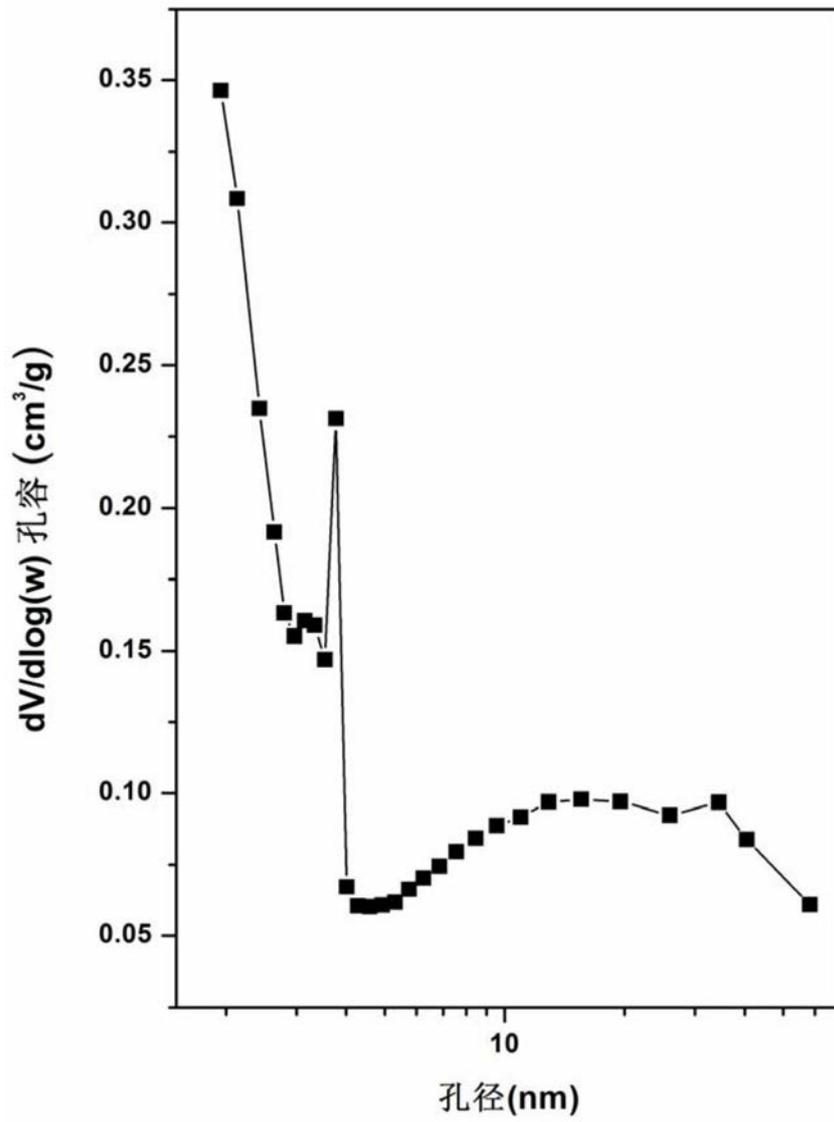


图2