

SCM-33 分子筛及其制备方法和应用

技术领域

本发明涉及分子筛领域，具体涉及一种 SCM-33 分子筛及其制备方法和应用。

背景技术

沸石分子筛是一类多孔的结晶材料，具有规整的分子尺寸、孔道结构、较强的酸性和高的水热稳定性，被广泛应用于催化、吸附和离子交换等领域中，并起着不可替代的作用。目前，经国际分子筛协会核准的分子筛拓扑结构已经达到了 248 种。

1995 年 Marler 等人首次报道了纯硅分子筛 RUB-3 的合成并对其结构进行了解析(Zeolites, 1995 年, 第 15 期, 第 388–399 页), 此后这一分子筛被国际分子筛协会授予结构代码 RTE。RTE 结构分子筛由 *rte* ($[4^45^46^2]$)单元和 $[4^65^46^68^2]$ 笼结构组成, 相互连接的笼构成了 8 元环开口的一维孔道结构(Microporous and Mesoporous Materials, 1998 年, 第 26 期, 第 49–59 页)。RTE 分子筛孔道直径为 $3.6 \times 4.3 \text{ \AA}$, 与许多小分子气体直径相当, 使得该分子筛在气体吸附分离方面具有较大的应用潜力; 另一方面, 独特的孔-笼结构也赋予 RTE 分子筛在催化领域应用的可能性。

RUB-3 是目前唯一一种具有 RTE 拓扑结构的分子筛, 但其在合成方面面临以下几个问题: 1) 有机模板剂 *exo*-2-aminobicyclo[2.2.1]heptane 价格昂贵且用量大, 分子筛合成成本高; 2) 晶体生长速率低, 合成周期在 90 天以上, 甚至可达 1 年; 3) 晶体为 $50 \times 50 \times 150 \mu\text{m}$ 大小的柱状, 尺寸过大; 4) 骨架中只有 Si 元素, 无法引入催化活性中心。

因此, 开发一种新型的具有 RTE 拓扑结构的分子筛及其制备方法, 具有重要的现实意义。

发明内容

本发明提供了一种 SCM-33 分子筛及其制备方法和应用。该 SCM-33 分子筛为一种具有 RTE 拓扑结构的新型分子筛, 且该分子筛

所需的制备时间短，合成成本低，晶体的尺寸更小以及其骨架中可以引入 Si 以外的元素作为催化活性中心。

本发明第一方面提供了一种 SCM-33 分子筛，所述 SCM-33 分子筛具有如式“ $\text{SiO}_2 \cdot 1/x \text{XO}_{1.5} \cdot m \text{MO}_{0.5}$ ”所示的示意性化学组成，其中，X 为骨架三价元素，Si/X 摩尔比 $x \geq 5$ ，M 为骨架平衡阳离子，M/Si 摩尔比 $0 < m \leq 1$ ；所述 SCM-33 分子筛具有如下表所示的 X 射线衍射图谱：

2θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度, $(I/I_0) \times 100$
9.20 ± 0.3	9.61 ± 0.40	s-vs
14.17 ± 0.3	6.24 ± 0.30	s-vs
17.88 ± 0.3	4.96 ± 0.20	m-s
19.63 ± 0.3	4.52 ± 0.15	m-s
20.65 ± 0.1	4.30 ± 0.10	vs
21.72 ± 0.3	4.09 ± 0.10	m-s

进一步地，所述 SCM-33 分子筛的 X 射线衍射图谱具有如下表所示的 X 射线衍射峰：

2θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度, $(I/I_0) \times 100$
9.20 ± 0.3	9.61 ± 0.40	s-vs
12.22 ± 0.3	7.24 ± 0.30	w-m
13.00 ± 0.05	6.80 ± 0.05	m-s
14.17 ± 0.3	6.24 ± 0.30	s-vs
17.88 ± 0.3	4.96 ± 0.20	m-s
19.63 ± 0.3	4.52 ± 0.15	m-s
20.65 ± 0.1	4.30 ± 0.10	vs
21.72 ± 0.3	4.09 ± 0.10	m-s

进一步地，所述 SCM-33 分子筛的 X 射线衍射图谱还包括如下表所示的 X 射线衍射峰：

2θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度, $(I/I_0) \times 100$
15.77 ± 0.3	5.61 ± 0.25	vw
16.32 ± 0.3	5.43 ± 0.25	vw
18.39 ± 0.3	4.82 ± 0.20	w
23.60 ± 0.3	3.77 ± 0.10	vw-w
24.57 ± 0.3	3.62 ± 0.05	w-m
26.04 ± 0.3	3.42 ± 0.05	m-s
27.54 ± 0.3	3.24 ± 0.05	m-s

进一步地, 所述 SCM-33 分子筛的 X 射线衍射图谱还包括如下表所示的 X 射线衍射峰:

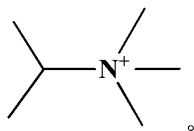
2θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度, $(I/I_0) \times 100$
12.89 ± 0.05	6.86 ± 0.05	w-m
20.44 ± 0.1	4.34 ± 0.10	s-vs
25.24 ± 0.3	3.53 ± 0.05	w-m
28.49 ± 0.3	3.13 ± 0.05	w-m
29.22 ± 0.3	3.05 ± 0.05	m-s

5

进一步地, 在所述 SCM-33 分子筛的示意性化学组成式中, Si/X 摩尔比优选为 $10 \leq x \leq 200$, 更优选为 $15 \leq x \leq 150$, 还更优选为 $20 \leq x \leq 120$, 和/或 M/Si 摩尔比优选为 $0.01 \leq m \leq 0.85$, 更优选为 $0.015 \leq m \leq 0.8$, 还更优选为 $0.02 \leq m \leq 0.75$ 。

- 10 在合成所述 SCM-33 分子筛的过程中涉及其合成态的形式, 该合成态的形式具有如式“ $qQ \cdot SiO_2 \cdot 1/x XO_{1.5} \cdot m MO_{0.5} \cdot z H_2O$ ”所示的示意性化学组成, 其中, Si/X 摩尔比 $x \geq 5$, 优选 $10 \leq x \leq 200$, 更优选 $15 \leq x \leq 150$, 还更优选 $20 \leq x \leq 120$; M/Si 摩尔比 $0 < m \leq 1$, 优选 $0.01 \leq m \leq 0.85$, 更优选 $0.015 \leq m \leq 0.8$, 还更优选 $0.02 \leq m \leq 0.75$; H_2O/Si 摩尔比如下: $0.005 \leq z \leq 2$,
 15 优选 $0.01 \leq z \leq 1.5$, 更优选 $0.015 \leq z \leq 1$, 更优选 $0.02 \leq z \leq 0.5$; Q 为有机模板剂, Q/Si 摩尔比如下: $0.01 \leq q \leq 1.0$, 优选 $0.02 \leq q \leq 0.5$, 更优选 $0.05 \leq q \leq 0.5$, 还更优选 $0.05 \leq q \leq 0.3$ 。

所述有机模板剂 Q 优选选自含异丙基三甲基铵鎓离子的物质，所述异丙基三甲基铵鎓离子的结构式如下：



进一步地，所述有机模板剂 Q 更优选为含异丙基三甲基铵鎓离子的氢氧化物，如异丙基三甲基氢氧化铵。

进一步地，所述骨架三价元素 X 选自铝、硼、铁、镓、铟和铬中的至少一种。进一步地，所述骨架平衡阳离子 M 选自氢离子、铵根离子、钠离子、钾离子、锂离子、铷离子、铯离子、镁离子、钙离子、锶离子和钡离子中的至少一种，优选 M 至少包括钾离子或 M 至少包括钾离子和钠离子。当 M 包括钾离子和钠离子时，优选钾离子含量比钠离子多。

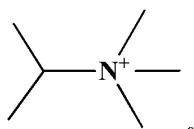
进一步地，所述 SCM-33 分子筛中不超过 10wt% 的 Si 原子被至少一种非硅四价骨架元素 Y 取代。所述 Y 优选选自锆、锡、钛、锆和钪中的至少一种。

进一步地，所述 SCM-33 分子筛的晶体平均粒径约为 100 ~ 200 nm。

本发明第二方面提供了一种上述 SCM-33 分子筛的制备方法，包括：将硅源、骨架三价元素 X 源、骨架平衡阳离子 M 源、有机模板剂 Q 和水混合，进行晶化反应，获得 SCM-33 分子筛的步骤。

进一步地，在所述 SCM-33 分子筛的制备方法中，还可以包括将非硅四价骨架元素 Y 源、硅源、骨架三价元素 X 源、骨架平衡阳离子 M 源、有机模板剂 Q 和水混合，进行晶化反应，获得 SCM-33 分子筛的步骤。

进一步地，所述有机模板剂 Q 选自含异丙基三甲基铵鎓离子的物质，所述异丙基三甲基铵鎓离子的结构式如下：



进一步地，所述有机模板剂 Q 优选为含异丙基三甲基铵鎓离子的氢氧化物，如异丙基三甲基氢氧化铵。

进一步地，所述硅源选自水玻璃、硅溶胶、固体硅胶、气相白炭

黑、无定形二氧化硅、硅藻土、沸石分子筛和四烷氧基硅烷中的至少一种。

进一步地,所述骨架三价元素 X 源选自铝源、硼源、铁源、镓源、铟源和铬源中的至少一种;所述铝源优选选自硫酸铝、铝酸钠、硝酸
5 铝、氯化铝、拟薄水铝石、氧化铝、氢氧化铝、硅铝沸石分子筛、碳酸铝、单质铝、异丙醇铝和乙酸铝中的至少一种;所述硼源优选选自硼酸、四硼酸钠、无定形氧化硼、硼酸钾、偏硼酸钠、四硼酸铵和有机硼酯中的至少一种;所述铁源优选选自硫酸铁、硝酸铁、卤化铁(如三氯化铁)、二茂铁和柠檬酸铁中的至少一种;所述镓源、铟源、铬
10 源可选自本领域的常规物质,如氧化镓、硝酸镓、氧化铟、硝酸铟、氯化铬和硝酸铬等中的至少一种。

进一步地,所述骨架平衡阳离子 M 源选自氢离子源、铵根离子源、钠离子源、钾离子源、锂离子源、铷离子源、铯离子源、镁离子源、钙离子源、锶离子源和钡离子源中的至少一种,优选 M 源至少包含钾
15 离子源或 M 源至少包括钾离子源和钠离子源,当使用钾离子源和钠离子源时,优选钾离子的用量比钠离子多,例如钾/钠的摩尔比为 1.1 以上。所述钾离子源优选选自氧化钾、氢氧化钾、碳酸钾、碳酸氢钾、氯化钾、硝酸钾、硫酸钾和氟化钾中的至少一种;所述钠离子源优选选自氧化钠、氢氧化钠、碳酸钠、碳酸氢钠、氯化钠、硝酸钠、硫酸
20 钠和氟化钠中的至少一种。

进一步地,所述非硅四价骨架元素 Y 源,优选选自锆源、锡源、钛源、锆源和铪源中的至少一种;更优选选自氧化锆源、氧化锡源、氧化钛源、氧化锆源和氧化铪源中的至少一种。

进一步地,所述有机模板剂 Q、所述硅源(以 SiO_2 计)、所述 X
25 源(以 X_2O_3 计)、所述 M 源(以 M_2O 或 MO 计)和水的摩尔比为 $\text{Q}:\text{SiO}_2:\text{X}_2\text{O}_3:\text{M}_2\text{O}(\text{或 MO}):\text{H}_2\text{O}=0.05\sim 1:1:0\sim 0.1:0\sim 0.5:10\sim 100$,其中 X 源和 M 源的用量不为 0,优选 $\text{Q}:\text{SiO}_2:\text{X}_2\text{O}_3:\text{M}_2\text{O}(\text{或 MO}):\text{H}_2\text{O}=0.15\sim 0.55:1:0.0042\sim 0.033:0.01\sim 0.375:14\sim 55$ 。

进一步地,所述非硅四价骨架元素 Y 源(以相应的氧化物 YO_2 计)
30 与所述硅源(以 SiO_2 计)的摩尔比 YO_2/SiO_2 大于 $0\sim 0.1$,优选 $0.01\sim 0.1$,更优选 $0.01\sim 0.08$ 。

进一步地,所述晶化反应的条件包括:在 $100\sim 200^\circ\text{C}$ 晶化 $30\sim 400$

小时；优选在 110~190 °C 晶化 48~300 小时；更优选在 120~180 °C 晶化 72~200 小时。

所述晶化反应结束后进行常规的后处理，如过滤、洗涤、干燥，制得所述分子筛的原粉，然后原粉进行焙烧，获得分子筛。

5 本发明第三方面提供了一种分子筛组合物，包括按照前述第一方面所述的 SCM-33 分子筛或者按照第二方面所述的方法制备的 SCM-33 分子筛，以及粘结剂。

本发明第四方面提供了按照前述第一方面所述的 SCM-33 分子筛、按照前述第二方面所述的方法制备的 SCM-33 分子筛或者按照前述第
10 三方面所述的 SCM-33 分子筛组合物作为吸附剂或催化剂的应用。

本发明的 SCM-33 分子筛，其骨架拓扑结构是 RTE，是一种不同于 RUB-3 的非纯硅新型分子筛，丰富了 RTE 型分子筛的种类。

本发明的 SCM-33 分子筛具备规整的分子尺寸、孔道结构、较强的酸性、离子交换性能和高的热及水热稳定性。所得的 SCM-33 沸石
15 分子筛晶体大小约为 100 ~ 200 nm，避免了因晶体过大带来的孔内传质扩散受阻的问题。

本发明提供的 SCM-33 分子筛的制备方法，采用了价格较低的有机模板剂，相比较现有技术节约了合成成本；该分子筛需要的晶化时间短，大幅缩短了合成周期；该方法可以将 Al、Ti、Zr 和 Fe 等多种元
20 素引入骨架中，产生不同的催化活性中心，满足不同催化反应的需要，具有更广泛的应用。本发明方法操作简单、方法高效，有利于实现工业推广。

附图说明

25 图 1 为实施例 1 所获得样品焙烧前的 X 射线衍射 (XRD) 图；
图 2 为实施例 1 所获得样品焙烧后的 X 射线衍射 (XRD) 图；
图 3 为实施例 1 所获得样品的扫描电子显微镜 (SEM) 照片。

具体实施方式

30 为了便于理解本发明，本发明列举如下实施例。但是本领域技术人员应该明了，所述实施例仅仅是帮助理解本发明，不应该视为对本发明的具体限制。

在本说明书的上下文中，在分子筛的 XRD 数据中，vw、w、m、s、vs 代表衍射峰强度，vw 为非常弱，w 为弱，m 为中等，s 为强，vs 为非常强，这为本领域技术人员所熟知的。一般而言，vw 为小于 5；w 为 5-20；m 为 20-40；s 为 40-70；vs 为大于 70。

5 在本说明书的上下文中，分子筛的结构是由 X-射线衍射谱图(XRD)确定的，所述分子筛的 X-射线衍射谱图(XRD)由 X-射线粉末衍射仪测定，使用 Cu-K α 射线源，K α 1 波长 $\lambda=1.5405980$ 埃(Å)、镍滤光片。

本发明中，采用的是荷兰帕纳科公司 X' Pert PRO 型 X 射线粉末衍射(XRD)仪，工作电压 40kV，电流 40mA，扫描范围 5~40°。产物
10 形貌采用日本 HITACHI 公司的 S-4800 型场发射扫描电镜(Fe-SEM)进行拍摄。

需要特别说明的是，在本说明书的上下文中公开的两个或多个方面(或实施方式)可以彼此任意组合，由此而形成的技术方案(比如方法或系统)属于本说明书原始公开内容的一部分，同时也落入本发
15 明的保护范围之内。

在没有另外指明的情况下，本说明书内所提到的所有百分数、份数、比率等都是重量为基准的，除非以重量为基准时不符合本领域技术人员的常规认识。

20 【实施例 1】

将 2.5g 偏铝酸钠(Al_2O_3 41 wt%, Na_2O 58 wt%)、17.5g 氢氧化钾溶液(30 wt%)溶于 28g 水中，加入 39.4g 异丙基三甲基氢氧化铵溶液(20 wt%)搅拌均匀，最后在搅拌下缓慢加入 60g Ludox AS-40 硅溶胶，搅拌 1 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于
25 155℃烘箱中晶化 144 小时。反应后固体经过滤、用蒸馏水洗涤并在 100℃干燥后得到原粉 SCM-33 分子筛。XRD 图谱如图 1 所示。将原粉固体置于马弗炉中在 550℃温度下焙烧 5 小时得到最终产品，XRD 图谱如图 2 所示。SCM-33 分子筛的 SEM 照片如图 3 所示。

其中，实施例 1 所得最终产品的 XRD 谱图数据如表 1 所示：

30

表 1

2 θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度 (I/I ₀)×100
9.20	9.61	65.4
12.22	7.24	7.7
12.91	6.85	15.9
13.00	6.80	32.4
14.17	6.24	67.2
15.82	5.60	1.2
16.35	5.42	0.1
17.88	4.96	38.4
18.39	4.82	5.2
19.63	4.52	35.8
20.53	4.32	65
20.60	4.31	100
21.72	4.09	30.4
23.24	3.82	1.5
23.60	3.77	1.6
24.57	3.62	17.9
24.94	3.57	6.3
25.24	3.53	10.7
26.04	3.42	39.5
27.54	3.24	37.6
28.49	3.13	14.8
28.92	3.08	17
29.22	3.05	31.2
30.66	2.91	19.5

。

【实施例 2】

将 2.5g 偏铝酸钠 (Al₂O₃ 41 wt%, Na₂O 58 wt%)、13.7g 氢氧化钾
 5 溶液 (30 wt%) 溶于 64g 水中, 加入 39.4g 异丙基三甲基氢氧化铵溶液
 (20 wt%) 搅拌均匀, 最后在搅拌下缓慢加入 60g Ludox AS-40 硅溶胶,

搅拌 1 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于 160℃ 烘箱中晶化 120 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧（后处理反应条件同实施例 1）后得到 SCM-33 沸石分子筛，XRD 图谱与图 2 类似。其中，实施例 2 所得最终产品的 XRD 谱图数据如表 2 所示：

5

表 2

2θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度 (I/I ₀)×100
9.20	9.60	76.1
12.26	7.21	8.7
12.94	6.84	23.5
13.00	6.80	38
14.18	6.24	74
15.75	5.62	0.3
16.35	5.42	0.1
17.91	4.95	37.1
18.40	4.82	5.3
19.63	4.52	37.6
20.49	4.33	61.2
20.56	4.32	100
21.70	4.09	28.3
23.27	3.82	2.5
23.60	3.77	1.8
24.57	3.62	17.4
24.88	3.58	6.5
25.27	3.52	9.7
26.04	3.42	41.1
27.55	3.24	36
28.51	3.13	13.4
28.95	3.08	15.6
29.22	3.05	28.3
30.69	2.91	18.6

。

【实施例 3】

将 7.5 g 氢氧化钠溶液 (30 wt%)、15 g 氢氧化钾溶液 (30 wt%)、40 g H₂O、47.3 g 异丙基三甲基氢氧化铵溶液 (20 wt%) 搅拌均匀，在 5 搅拌下缓慢加入 45 g Ludox AS-40 硅溶胶，搅拌 1 h 后加入 6.6 g USY 分子筛 (SiO₂/Al₂O₃=12)，搅拌 1.5 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于 165℃ 烘箱中晶化 96 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧 (后处理反应条件同实施例 1) 后得到 SCM-33 沸石分子筛，XRD 图谱与图 2 类似。其中，实施例 3 所得最终产品的 10 XRD 谱图数据如表 3 所示：

表 3

2θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度 (I/I ₀)×100
9.27	9.53	94
12.34	7.17	9
12.91	6.85	20.1
13.07	6.77	38.5
14.25	6.21	59.3
15.78	5.61	0.6
16.32	5.43	0.6
17.93	4.94	27.7
18.48	4.80	7
19.69	4.50	25.7
20.54	4.32	57.6
20.66	4.30	100
21.83	4.07	22.4
23.07	3.85	0.2
23.54	3.78	2.1
24.67	3.61	15.1
25.34	3.51	7.3

26.15	3.41	38.5
27.65	3.22	29
28.61	3.12	13.9
29.31	3.04	30.8
30.79	2.90	12.8

【实施例 4】

将 4.2 g 十八水合硫酸铝、6.2 g 氢氧化钠溶液（30 wt%）、13.7 g 氢氧化钾溶液（30 wt%）溶于 21.1 g 水中，加入 110 g 异丙基三甲基氢
 5 氧化铵溶液（20 wt%）搅拌均匀，最后在搅拌下缓慢加入 54 g Ludox AS-40 硅溶胶，搅拌 1 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于 150℃烘箱中晶化 180 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧（后处理反应条件同实施例 1）后得到 SCM-33 沸石分子筛，XRD 图谱与图 2 类似。

10 【实施例 5】

将 2 g 异丙醇铝加入 40 g 异丙基三甲基氢氧化铵溶液（20 wt%）、
 12 g 氢氧化钾溶液（30 wt%）中，溶解后添加 75 g 水，缓慢加入 52 g 正硅酸四乙酯，待水解完全后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于 175℃烘箱中晶化 144 小时。反应后固体经过滤、洗
 15 涤、干燥、焙烧（后处理反应条件同实施例 1）后得到 SCM-33 沸石分子筛，XRD 图谱与图 2 类似。

【实施例 6】

将 9.7 g 氯化铷、26 g 氢氧化钾溶液（30 wt%）溶于 68.5 g 水中，加入 39.4 g 异丙基三甲基氢氧化铵溶液（20 wt%）搅拌均匀，在搅拌
 20 下缓慢加入 54.6 g Ludox AS-40 硅溶胶，搅拌 1 h 后加入 5 g USY 分子筛（ $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3=12$ ），搅拌 1.5 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于 145℃烘箱中晶化 192 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧（后处理反应条件同实施例 1）后得到 SCM-33 沸石分子筛，XRD 图谱与图 2 类似。

25 【实施例 7】

将 0.6 g 拟薄水铝石（ Al_2O_3 70 wt%）、17 g 氢氧化钾溶液（30 wt%）溶于 30 g 水中，加入 49.3 g 异丙基三甲基氢氧化铵溶液（20 wt%）搅

拌均匀，在搅拌下缓慢加入 15 g 水玻璃（ SiO_2 27 wt%, Na_2O 8.4 wt%）和 45 g Ludox AS-40 硅溶胶，搅拌 1h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于 160℃ 烘箱中晶化 168 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧（后处理反应条件同实施例 1）后得到 SCM-33 沸石分子筛，XRD 图谱与图 2 类似。

【实施例 8】

将 1.3 g 硼酸、9 g 氢氧化钠溶液（30 wt%）、14 g 氢氧化钾溶液（30 wt%）溶于 41 g 水中，加入 49.3 g 异丙基三甲基氢氧化铵溶液（20 wt%）搅拌均匀，在搅拌下缓慢加入 75 g Ludox AS-40 硅溶胶，搅拌 10 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于 160℃ 烘箱中晶化 192 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧（后处理反应条件同实施例 1）后得到 SCM-33 沸石分子筛，XRD 图谱与图 2 类似。其中，实施例 8 所得最终产品的 XRD 谱图数据如表 4 所示：

表 4

2θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度 (I/I ₀)×100
9.26	9.55	100
12.28	7.20	11.2
12.91	6.85	16
13.04	6.78	40.3
14.21	6.23	68.2
15.78	5.61	0.1
16.36	5.41	1.5
17.92	4.94	32.5
18.47	4.80	5.5
19.72	4.50	34.5
20.53	4.32	51.8
20.63	4.30	98.8
21.77	4.08	28.9
23.27	3.82	2.1

23.64	3.76	1
24.66	3.61	14.3
25.03	3.56	3.4
25.33	3.51	7.7
26.11	3.41	39.2
27.62	3.23	28.3
28.61	3.12	12.3
28.99	3.08	14.7
29.26	3.05	28.2
30.76	2.90	15.5

。

【实施例 9】

将 4.8 g 九水硝酸铁、9 g 氢氧化钠溶液（30 wt%）、14 g 氢氧化钾溶液（30 wt%）溶于 150 g 水中，加入 49.3 g 异丙基三甲基氢氧化铵溶液（20 wt%）搅拌均匀，在搅拌下缓慢加入 75 g Ludox AS-40 硅溶胶，搅拌 1 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于 150℃ 烘箱中晶化 216 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧（后处理反应条件同实施例 1）后得到 SCM-33 沸石分子筛，XRD 图谱与图 2 类似。

【实施例 10】

将 4 g 硫酸钛、0.4 g 硼酸、8 g 氢氧化钠溶液（30 wt%）、15 g 氢氧化钾溶液（30 wt%）溶于 50 g 水中，加入 49.3 g 异丙基三甲基氢氧化铵溶液（20 wt%）搅拌均匀，在搅拌下缓慢加入 60 g Ludox AS-40 硅溶胶，搅拌 1 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中，置于 170℃ 烘箱中晶化 120 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧（后处理反应条件同实施例 1）后得到 SCM-33 沸石分子筛，XRD 图谱与图 2 类似。其中，实施例 10 所得最终产品的 XRD 谱图数据如表 5 所示：

表 5

2 θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度 (I/I ₀)×100
9.23	9.57	96.9
12.30	7.19	11.9
12.92	6.85	19.8
13.04	6.78	40
14.21	6.23	84.5
15.75	5.62	0.8
16.36	5.41	1.5
17.92	4.95	39
18.48	4.80	5.1
19.69	4.50	37.3
20.52	4.33	51.4
20.63	4.30	100
21.77	4.08	37.7
23.23	3.83	1.9
23.67	3.76	1.2
24.63	3.61	16.5
25.31	3.52	8
26.14	3.41	37.3
27.61	3.23	30.2
28.58	3.12	13
29.32	3.04	28.4
30.73	2.91	16.6

。

【对比例 1】

将 2.5 g 偏铝酸钠 (Al₂O₃ 41 wt%, Na₂O 58 wt%)、17.5 g 氢氧化
 5 钾溶液 (30 wt%) 溶于 28 g 水中, 加入 30 g 四甲基氢氧化铵溶液 (20 wt%) 搅拌均匀, 最后在搅拌下缓慢加入 60 g Ludox AS-40 硅溶胶, 搅拌 1 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中, 置于 155

℃烘箱中晶化 144 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧（后处理反应条件同实施例 1）后得到分子筛，经过 XRD 图分析，为 RUT 分子筛，其 XRD 图与图 2 明显不同，XRD 谱图数据如表 6 所示：

5 表 6

2θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度 (I/I ₀)×100
7.80	11.32	5
10.09	8.76	16.3
10.82	8.17	89.1
13.68	6.47	28.3
14.43	6.13	85.8
15.82	5.60	4.6
15.82	5.60	4.6
16.65	5.32	7.7
19.32	4.59	8.7
20.07	4.42	53.1
20.64	4.30	53.7
21.57	4.12	3.2
21.78	4.08	28.6
22.09	4.02	94
22.49	3.95	100
23.09	3.85	97
23.23	3.83	44.9
23.51	3.78	6.1
24.08	3.69	16.7
25.19	3.53	38.3
25.99	3.43	4
26.99	3.30	4.5
27.38	3.26	37.7

。

【对比例 2】

将 2.5 g 偏铝酸钠 (Al_2O_3 41 wt%, Na_2O 58 wt%)、17.5 g 氢氧化钾溶液 (30 wt%) 溶于 28 g 水中, 加入 48.7 g 四乙基氢氧化铵溶液 (20 wt%) 搅拌均匀, 最后在搅拌下缓慢加入 60 g Ludox AS-40 硅溶胶, 搅拌 1 h 后将上述混合物装入带有聚四氟乙烯内衬的晶化釜中, 置于 155 °C 烘箱中晶化 144 小时。反应后固体经过滤、洗涤、干燥、焙烧 (后处理反应条件同实施例 1) 后得到分子筛, 经过 XRD 图分析, 为 BEA 分子筛, 其 XRD 图与图 2 明显不同, XRD 谱图数据如表 7 所示:

10 表 7

2θ (°)	晶面间距 (Å)	相对强度 (I/I ₀)×100
7.23	12.22	16.7
7.59	11.65	18.4
9.66	9.15	3.5
11.61	7.62	1.5
13.29	6.66	1.2
16.51	5.36	4.3
21.43	4.14	11.2
22.46	3.95	100
25.30	3.52	6.7
26.78	3.33	15.5
28.82	3.10	3.7
29.48	3.03	15.9
30.46	2.93	3.7

。