



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

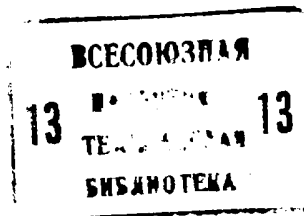
(19) **SU** (11) **1313340** **A3**

(51)4 C 01 B 33/28

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ



- (21) 3460490/23-26
(22) 06.07.82
(31) Р 3132380.4
(32) 17.08.81
(33) DE
(46) 23.05.87. Бюл. № 19
(71) Дегусса АГ (DE)
(72) Ханс Штрак и Петер Кляйншмит (DE)
(53) 661.183.6(088.8)
(56) Патент США № 4273753, кл. 423-328, 1979.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ УЛЬТРАСТАБИЛЬНОГО ЦЕОЛИТА ТИПА Y

(57) Изобретение относится к способам получения ультрастабильного цеолита типа Y и позволяет упростить процесс и получить цеолит с содержанием Al_2O_3 4,1-18,0 мас.% при молярном соотношении SiO_2/Al_2O_3 7,0-39,0 и константах ячейки 24,22-24,42 Å. Процесс осуществляют следующим образом: через активированный при 380°C цеолит NaY с $SiO_2/Al_2O_3 = 5,0$, содержанием Al_2O_3 22 мас.% и $a_0 = 24,64$ Å пропускают сухой поток азота, насыщенный $SiCl_4$, при 200-450°C в течение 3 ч. Затем цеолит прокаливают при 560°C, промывают и высушивают. 4 табл.

(19) **SU** (11) **1313340** **A3**

Изобретение относится к способам получения ультрастабильных цеолитов путем деалюминирования фожазита.

Целью изобретения является упрощение способа и обеспечение получения цеолита с содержанием Al_2O_3 4,1-18,0 мас.% при молярном соотношении SiO_2/Al_2O_3 7,0-39,0 и константах ячейки 24,22-24,42 Å.

Пример 1. В качестве исходного соединения служит NaY-цеолит с соотношением SiO_2/Al_2O_3 5,0, содержанием Al_2O_3 22,0 мас.% и константами ячейки $a_0 = 24,64$ Å. Вещество активируют в стеклянной трубке при $380^\circ C$.

После активирования и установления необходимой температуры реакции сухой ток азота, насыщенный $SiCl_4$, со скоростью 15 л/ч пропускают через цеолит.

По завершении реакции продукт прокачивают при $560^\circ C$, охлаждают до комнатной температуры, промывают дистиллированной водой до освобождения от хлорида, высушивают при $110^\circ C$ и подают на рентгеноструктурный анализ.

В табл. 1 приведены данные зависимости степени деалюминирования от температуры реакции. Содержание Al_2O_3 определяют химически "мокрым способом".

Т а б л и ц а 1

Температура реакции, $^\circ C$	Константа ячейки a_0 , Å	Содержание Al_2O_3 , мас.%	SiO_2/Al_2O_3
200	24,42	18,0	7
250	24,37	16,3	8
340	24,28	11,5	12
420	24,24	5,8	26
450	24,22	4,1	39

Продолжительность реакции 3 ч.

В табл. 2 приведены данные влияния увеличения продолжительности реакции при постоянной температуре на содержание алюминия в решетке цеолита.

Т а б л и ц а 2

Продолжительность реакции, ч	Температура реакции, $^\circ C$	Константа ячейки a_0 , Å	Содержание Al_2O_3 , мас.%	SiO_2/Al_2O_3
5				
10	3	250	24,37	14,3 8
	5	250	24,36	14,8 8

Пример 2. В качестве исходного соединения служит NaY-цеолит с соотношением SiO_2/Al_2O_3 3,0 и содержанием Al_2O_3 28,7 мас.% (определено влажно-химическим анализом). Вещество активируют в стеклянной трубке при $380^\circ C$.

По установлении необходимой температуры реакции сухой ток азота, насыщенный $SiCl_4$, со скоростью 16 л/ч пропускают через цеолит.

После завершения реакции продукт прокачивают при $560^\circ C$, охлаждают до комнатной температуры, промывают дистиллированной водой до освобождения от хлорида, высушивают при $110^\circ C$ и затем подают на рентгеноструктурный анализ.

В табл. 3 приведены данные зависимости степени деалюминирования от температуры реакции. Содержание Al_2O_3 определяют химически "мокрым способом".

Т а б л и ц а 3

Температура реакции, $^\circ C$	Константа ячейки a_0 , Å	Содержание Al_2O_3 , мас.%	SiO_2/Al_2O_3
40			
45			
	200	24,41	18,1 7
	300	24,33	13,7 10
50	400	24,25	6,5 23
	450	24,22	4,2 39

Продолжительность реакции 3 ч.

Пример 3. В качестве исходного соединения служит NaY-цеолит с соотношением SiO_2/Al_2O_3 6,4 и содержанием Al_2O_3 18,5 мас.%. Вещество

активируют в стеклянной трубке при 400°C.

После активирования и установления необходимой температуры реакции сухой ток азота, насыщенный SiCl_4 , со скоростью 15 л/ч пропускают через цеолит.

По завершении реакции продукт прокалывают при 580°C, охлаждают до комнатной температуры, промывают дистиллированной водой до освобождения от хлорида, высушивают при 110°C и затем подают на рентгеноструктурный анализ.

В табл. 4 приведены данные зависимости степени деалюминирования от температуры реакции. Содержание Al_2O_3 определяют химически "мокрым способом".

Т а б л и ц а 4

Температура реакции, °C	Константа ячейки a_0 , Å	Содержание Al_2O_3 , мас. %	$\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$
1	2	3	4
250	24,36	16,3	8
300	24,33	13,8	10

Продолжение табл. 4

1	2	3	4
400	24,24	6,5	23
450	24,22	4,1	39

Продолжительность реакции 3 ч.

Изобретение позволяет получить цеолит с точно определенными константами ячейки и строго определенного состава, а также упростить процесс получения за счет устранения стадии ионного обмена для превращения в н-форму.

15 Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения ультрастабильного цеолита типа Y, включающий термическое деалюминирование активированного цеолита газообразным галогеносилоном при отсутствии влаги в среде, прокалку, промывку и сушку продукта, отличающийся тем, что, с целью упрощения способа и обеспечения получения цеолита с содержанием Al_2O_3 4,1-18,0 мас. % при молярном соотношении $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 7,0-39,0 и константах ячейки $a_0 = 24,22-24,42$ Å, деалюминированию подвергают активированный цеолит NaY с содержанием Al_2O_3 18,5-28,7 мас. % при соотношении $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ 3,0-6,4, в качестве галогеносилана используют хлористый силан в среде азота и деалюминирование ведут при 200-450°C.

Составитель Т. Чиликина

Редактор О. Юрковецкая

Техред И. Попович

Корректор А. Тяско

Заказ 1983/58

Тираж 456

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-полиграфическое предприятие, г. Ужгород, ул. Проектная, 4