



(51) МПК

B01J 29/08 (2006.01)*C01B 39/02* (2006.01)*C01B 39/24* (2006.01)*B01J 37/00* (2006.01)*B01J 20/18* (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21)(22) Заявка: **2011148365/04**, **28.04.2010**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
28.04.2010

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
29.04.2009 US 61/173,698(45) Опубликовано: **20.07.2013** Бюл. № 20(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **WO 2004047988 A1**, **10.06.2004. US 4331694**
A1, **25.05.1982. RU 2127227 C1**, **10.03.1999. RU**
2213055 C2, **27.09.2003. EP 1156985 B1**,
29.09.2004. US 4874729 A, **17.10.1989. WO**
2005084799 A1, **15.09.2005.**(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: **29.11.2011**(86) Заявка РСТ:
US 2010/032691 (28.04.2010)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2010/126955 (04.11.2010)

Адрес для переписки:

**129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городиский и
Партнеры"**

(72) Автор(ы):

**КУПЕР Дэвид Аллен (US),
ОУВЕХАНД Корнелиус (NL),
ДОМОКОС Ласло (NL),
ОНГ Лай Хва (SG)**

(73) Патентообладатель(и):

ПиКью КОРПОРЕЙШН (US)**(54) ЦЕОЛИТ Y****(57) Реферат:**

Настоящее изобретение относится к модифицированному цеолиту Y и способу его получения. Описаны способ получения модифицированного цеолита Y, заключающийся в том, что цеолит Y, имеющий молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, по меньшей мере, 10, подвергают прокаливанию при температуре от 700 до 1000°C, при этом: (i) парциальное давление водяного пара составляет самое большее 6 кПа (0,06 бар) при температуре от 700 до 800°C; (ii) парциальное давление водяного пара составляет самое большее 8 кПа (0,08 бар) при

температуре от 800 до 850°C; (iii) парциальное давление водяного пара составляет, по меньшей мере, 3 кПа (0,03 бар) при температуре от 850 до 900°C; и (iv) парциальное давление водяного пара составляет, по меньшей мере, 5 кПа (0,05 бар) при температуре от 900 до 950°C; и (v) парциальное давление водяного пара составляет, по меньшей мере, 7 кПа (0,07 бар) при температуре от 950 до 1000°C; модифицированный цеолит Y, получаемый таким способом; цеолит Y, имеющий молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, по меньшей мере, 10, спектр инфракрасного

излучения которого имеет пик на 3700 см^{-1} , но, по существу, не имеет пиков на 3605 и 3670 см^{-1} ; и цеолит Y, имеющий молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, по меньшей мере, 10, причем этот цеолит Y имеет кислотность, измеренную посредством обмена с пердеитерированным бензолом, самое

большее 20 микромоль на грамм; способ применения цеолита Y в качестве адсорбента.

Технический эффект - получение цеолита, имеющего модифицированные свойства, возможность понизить кислотность цеолита, возможность получения цеолита с определенным спектром инфракрасного излучения. 5 н. и 4 з.п. ф-лы, 4 табл., 2 пр.

RU 2 4 8 7 7 5 6 C 1

RU 2 4 8 7 7 5 6 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

B01J 29/08 (2006.01)**C01B 39/02** (2006.01)**C01B 39/24** (2006.01)**B01J 37/00** (2006.01)**B01J 20/18** (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2011148365/04, 28.04.2010**(24) Effective date for property rights:
28.04.2010

Priority:

(30) Convention priority:
29.04.2009 US 61/173,698(45) Date of publication: **20.07.2013 Bull. 20**(85) Commencement of national phase: **29.11.2011**(86) PCT application:
US 2010/032691 (28.04.2010)(87) PCT publication:
WO 2010/126955 (04.11.2010)

Mail address:

**129090, Moskva, ul. B. Spasskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery"**

(72) Inventor(s):

**KUPER Dehvid Allen (US),
OUVEKhaND Kornelius (NL),
DOMOKOS Laslo (NL),
ONG Laj Khva (SG)**

(73) Proprietor(s):

PiK'ju KORPOREJShN (US)**(54) ZEOLITE Y**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: present invention relates to a modified zeolite Y and a method for production thereof. The invention describes a method of producing modified zeolite Y, involving calcination of zeolite Y, having molar ratio of silicon dioxide to aluminium oxide of at least 10, at temperature from 700 to 1000°C, wherein: (i) partial pressure of water vapour is at most 6 kPa (0.06 bar) at temperature from 700 to 800°C; (ii) partial pressure of water vapour is at most 8 kPa (0.08 bar) at temperature from 800 to 850°C; (iii) partial pressure of water vapour is at least 3 kPa (0.03 bar) at temperature from 850 to 900°C; and (iv) partial pressure of water vapour is at least 5 kPa (0.05 bar) at temperature from 900 to 950°C; and (v) partial

pressure of water vapour is at least 7 kPa (0.07 bar) at temperature from 950 to 1000°C; modified zeolite Y obtained using said method; zeolite Y, having molar ratio of silicon dioxide to aluminium oxide of at least 10, the infrared spectrum of which has a peak at 3700 cm⁻¹, but essentially does not have peaks at 3605 and 3670 cm⁻¹; and zeolite Y, having molar ratio of silicon dioxide to aluminium oxide of at least 10, wherein said zeolite Y has acidity, measured by exchange with perdeuterated benzene, of at most 20 mcmol/g; a method of using zeolite Y as an adsorbent.

EFFECT: obtaining a zeolite having modified properties, enabling reduction of acidity of the zeolite, obtaining a zeolite with a defined infrared spectrum.

9 cl, 4 tbl, 2 ex

Предпосылки создания изобретения

Данная заявка заявляет приоритет заявки №61/173698 на временный патент США, поданной 29 апреля 2009. Этот документ включен сюда посредством ссылки.

Данное изобретение относится к модифицированному цеолиту Y и к способу получения такого цеолита Y.

Цеолит Y является хорошо известной формой цеолитов и имеет широкий диапазон документально подтвержденных приложений в качестве носителей катализаторов, адсорбентов, материалов избирательного разделения и т.д. в нефтехимической и химической промышленности, а также в качестве материалов для борьбы с загрязнением в промышленных, бытовых и автомеханических приложениях. Цеолит Y является, например, одним из основных цеолитообразных материалов, предложенных для использования при гидрокрекинге. Ранее полученные данные показали, что модификация основных материалов, описанных в документе US-A-3130007 для достижения снижения размера элементарной ячейки, придавала повышенную селективность желаемым среднестиллятным или среднебочковым (mid-barrel) продуктам.

Теперь неожиданно обнаружилось, что конкретный сорт цеолита Y можно без затруднений обрабатывать, получая цеолит Y, имеющий модифицированные свойства. Обнаружено, что таким образом появляется возможность понизить кислотность цеолита Y.

Соответственно, в данном изобретении предложен способ получения цеолита Y, имеющего молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, по меньшей мере, 10, заключающийся в том, что его подвергают прокаливанию при температуре от 700 до 1000°C, при этом: (i) парциальное давление водяного пара составляет самое большее 6 кПа (0,06 бар) при температуре от 700 до 800°C; (ii) парциальное давление водяного пара составляет самое большее 8 кПа (0,08 бар) при температуре от 800 до 850°C; (iii) парциальное давление водяного пара составляет, по меньшей мере, 3 кПа (0,03 бар) при температуре от 850 до 900°C; и (iv) парциальное давление водяного пара составляет, по меньшей мере, 5 кПа (0,05 бар) при температуре от 900 до 950°C; и (v) парциальное давление водяного пара составляет, по меньшей мере, 7 кПа (0,07 бар) при температуре от 950 до 1000°C. Кроме того, данное изобретение относится к цеолиту Y, получаемому таким способом.

В известных документах, таких как WO-A-2004/047988 и WO-A-2005/084799, широкий диапазон температур описан как пригодный для прокаливания цеолита Y в сочетании со связующим. Вместе с тем специалист в данной области техники смог бы удостовериться, что большая часть такого диапазона оказывается неподходящей, поскольку предполагаемая температура разрушения цеолитообразной структуры ожидается высокой. Поэтому специалист в данной области техники не мог бы иметь серьезных оснований для применения всего диапазона температур от 300 до 800°C, упомянутого в WO-A-2004/047988, или от 300 до 850°C, упомянутого в WO-A-2005/084799, а смог бы рассмотреть лишь относительно узкий диапазон около фактически применяемой температуры прокаливания, т.е. 535°C.

Кроме того, обнаружено, что цеолит Y, получаемый посредством способа согласно данному изобретению, отличается от известного цеолита Y спектром инфракрасного излучения. Поэтому данное изобретение относится к цеолиту Y, имеющему молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, по меньшей мере, 10, спектр инфракрасного излучения которого имеет пик на 3700 см⁻¹, но, по существу, не имеет пика на 3670 см⁻¹.

Помимо этого, обнаружено, что кислотность конкретного сорта цеолита Y, модифицированного посредством данного изобретения, меньше, чем кислотность известного цеолита Y. Поэтому данное изобретение также относится к цеолиту Y, имеющему молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, по меньшей мере, 10, носитель которого имеет кислотность, измеряемую посредством обмена с пердегидрированным бензолом, самое большее 20 микромолей на грамм.

Прокаливание цеолита Y осуществляют при температуре от 700 до 1000°C. Время, в течение которого цеолит Y прокалывают, влияет на применяемую точную температуру. В общем случае, температура составляет самое большее 850°C. При температуре прокаливания более 900°C наблюдалась потеря кристалличности. Время, в течение которого цеолит Y прокалывают, предпочтительно составляет от 20 минут до 5 часов, предпочтительнее - от 30 минут до 4 часов. Период времени приложения температуры зависит от того, подогревается ли печь предварительно, или от того, повышается ли температура при прокаливании носителя катализатора. Упомянутый период времени предпочтительно составляет, по меньшей мере, 40 минут, предпочтительнее - по меньшей мере, 50 минут. Кроме того, упомянутый период времени предпочтительно меньше 4 часов, предпочтительнее - меньше 3,5 часов. Температура предпочтительно составляет самое большее 850°C, предпочтительнее - самое большее 820°C, наиболее предпочтительно - по большей мере, 800°C.

Прокаливание можно проводить в присутствии или в отсутствие водяного пара - в зависимости от применяемой температуры. Парциальное давление водяного пара предпочтительно составляет, самое большее, 4 кПа (0,04 бар) при температуре от 700 до 800°C. Парциальное давление водяного пара предпочтительно составляет самое большее 7 кПа (0,07 бар) при температуре от 800 до 850°C. Парциальное давление водяного пара предпочтительно составляет, по меньшей мере, 5 кПа (0,05 бар), конкретнее - по меньшей мере, 7 кПа (0,07 бар), при температуре от 850 до 900°C. Парциальное давление водяного пара предпочтительно составляет, по меньшей мере, 7 кПа (0,07 бар) при температуре от 900 до 950°C. Парциальное давление водяного пара предпочтительно составляет, по меньшей мере, 8 кПа (0,08 бар), конкретнее - по меньшей мере, 10 кПа (0,1 бар) при температуре от 950 до 1000°C. Если водяной пар присутствует, парциальное давление водяного пара предпочтительно составляет самое большее 50 кПа (0,5 бар), конкретнее - самое большее 40 кПа (0,4 бар).

Цеолит Y предпочтительно прокалывают в отсутствие аморфного связующего.

Предпочтительные материалы цеолита Y для использования в данном изобретении - это цеолит Y, имеющий молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия (ОКГ) более 10, в частности, ультрастабильный цеолит Y (УСЦУ) или очень ультрастабильный цеолит Y (ОУСЦУ), имеющий размер (a_0) элементарной ячейки менее 2,440 нм (24,40 ангстрем), в частности, менее 2,435 нм (24,35 ангстрем), и ОКГ более 10, в частности, от более 10 до 100. Подходящие материалы цеолита Y известны, например, из описаний к европейским патентам №№247678 и 247679, а также из документа WO 2004/047988. Хотя такие цеолиты, как УСЦУ и ОУСЦУ, предпочтительны для использования в данном изобретении, также подходящими для использования являются другие формы цеолита Y, например, известные ультрагидрофобные цеолиты Y.

Предпочтительный цеолит - ОУСЦУ - согласно патенту EP-A-247678 или EP-A-247679 отличается размером элементарной ячейки менее 2,445 нм (24,45 ангстрем) или 2,435 нм (24,35 ангстрем), способностью к поглощению воды (при 25°C и значении p/p_0 0,2), составляющей, по меньшей мере, 8 масс.% цеолита, и объемом пор, по меньшей мере,

0,25 мл/г, при этом от 10% до 60% суммарного объема пор составляют поры, имеющие диаметр, по меньшей мере, 8 нм.

Наиболее предпочтительными являются материалы из цеолита Y, обладающие малым размером элементарной ячейки и большой удельной поверхностью, описанные в документе WO-A-2004/050548. Такие материалы можно описать как цеолит Y, имеющий ОКГ более 13, размер элементарной ячейки в диапазоне от 24,10 до 24,40 Å и удельная поверхность, по меньшей мере, 875 м²/г, измеренную методом Брунауэра-Эмметта-Теллера (БЭТ) по стандарту Американского общества по испытанию материалов ASTM D 4365-95, с поглощением водорода при значениях р/р₀ 0,02, 0,03 и 0,04. Упомянутые материалы готовят посредством способа, который предусматривает:

а) обеспечение исходного цеолита структуры фожасита, имеющей отношение диоксид кремния/оксид алюминия от 4,5 до 6,5 и уровень щелочи менее 1,5 масс.%;

б) гидротермическую обработку упомянутого исходного цеолита при температуре в диапазоне от 600 до 850°C, предпочтительно - от 600 до 700°C, предпочтительнее - от 620 до 680°C, а в частности - от 630 до 670°C, и при парциальном давлении водяного пара, предпочтительно - подаваемого извне, в диапазоне от 0,2 до 1 атмосферы в течение времени, эффективного для получения промежуточного цеолита, который имеет размер элементарной ячейки от 24,30 до 24,45 Å, и являющегося подходящим, когда находится в диапазоне от 0,5 до 5 часов, а в более подходящем случае - от 1 до 3 часов;

с) введение промежуточного цеолита в контакт с подкисленным раствором, содержащим кислоту и соль аммония, в условиях, эффективных для получения цеолита, имеющего большую удельную поверхность в диапазоне от 24,10 до 24,40 Å, отношение молярных объемов диоксид кремния/оксид алюминия более 13 и удельную поверхность, по меньшей мере, 875 м²/г, что приводит к получению цеолита, имеющего большую удельную поверхность; и

д) восстановление цеолита, имеющего большую удельную поверхность.

Особенно предпочтительные материалы, имеющие большую удельную поверхность, обладают одним или несколькими из следующих признаков:

размер элементарной ячейки в диапазоне от 24,14 до 24,38, предпочтительно - от 24,24, предпочтительнее - от 24,30, до 24,38, предпочтительно - до 24,36, в частности - до 24,35 Å, и в частности - в диапазоне от 24,14 до 24,33 Å;

ОКГ в диапазоне от 20 до 100, предпочтительно - от 20 до 80, в частности - до 50;

удельная поверхность, по меньшей мере, 890, в частности, по меньшей мере, 910 м²/г;

объем микропор, определяемый посредством азотной порозиметрии с помощью метода t-графика, также известного как t-метод, с использованием азота в качестве адсорбируемого вещества, как описано в первоисточнике Lippens, Linsen and de Boer, Journal of Catalysis, 3-32, (1964), свыше 0,28 мл/г, в частности - свыше 0,30 мл/г. Вообще говоря, объем микропор будет меньше 0,40 мл/г, в подходящем случае - меньше 0,35 мл/г. В данном случае микропоры - это поры, имеющие диаметр менее 2 нм.

Данное изобретение также относится к цеолиту Y, в соответствии с данным изобретением имеющему кислотность, измеренную посредством обмена с пердеитерированным бензолом, самое большее 20 микромолей на грамм.

Предпочтительнее эта кислотность составляет самое большее 15, предпочтительнее - самое большее 12, предпочтительнее - самое большее 10, а наиболее предпочтительно - самое большее 8 микромолей на грамм.

Цеолиты согласно данному изобретению находят конкретное применение в качестве адсорбентов, демонстрируя универсальность в отношении типа материала, который может быть поглощен. Адсорбирующая способность даже при низком парциальном давлении поглощаемого вещества обнаружена и для полярных, и для неполярных материалов. Это делает цеолиты согласно данному изобретению весьма привлекательными для приложений общего характера, связанных с адсорбционной способностью, и приложений в борьбе с загрязнением. В качестве полярных материалов можно упомянуть воду и полярные углеводороды. В качестве неполярных материалов можно упомянуть неполярные углеводороды, такие как углеводороды ароматического ряда, такие как бензол и толуол. Соответственно, данное изобретение также обеспечивает применение в качестве адсорбентов модифицированного цеолита Y, соответствующего данному изобретению, в частности цеолитов Y пониженной кислотности.

Теперь данное изобретение будет проиллюстрировано нижеследующими примерами.

ПРИМЕРЫ

В этих примерах применялись следующие способы испытаний:

Размер элементарной ячейки определяли посредством дифракции в рентгеновских лучах с помощью способа, соответствующего стандарту ASTM D-3942-80.

Удельную поверхность определяли в соответствии с обычным методом поглощения водорода по Брунауэру-Эмметту-Теллеру (БЭТ), описанным в первоисточнике S. Brunauer, P. Emmett and E. Teller, J. Am. Chem. Soc., 60, 309 (1938), и в соответствии со способом по стандарту ASTM D4365-95. При определениях, цитируемых ниже, результаты задаются в виде одноточечной оценки, взятой при парциальном давлении водорода 0,03 после предварительной высокотемпературной обработки (см. также примечание ниже).

Молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия (ОКГ) определяли в результате химического анализа: цитируемые значения являются «объемными» ОКГ (то есть полными ОКГ), а не конкретными ОКГ для кристаллической структуры.

Получение цеолита Y

Цеолит Y, используемый при катализе согласно данному изобретению подготавливали в соответствии с предписаниями документа WO 2004/047988.

Используемым исходным материалом были цеолиты Y в форме аммония с низким содержанием щелочи (менее 1,5 масс.% оксида щелочного металла alkali oxide). Эти цеолиты подготавливали одним из двух способов, известных в данной области техники. Хотя нижеследующее не означает исключение других способов достижения аналогичных результатов, подготовку в примерах проводили либо способом Купера (Cooper) (приведенным в описании к патенту США №5435987), предусматривающим обмен ионами K и Na для образования цеолита Y с последующим обменом ионами аммония, либо способом Алафанди (Alafandi) (приведенным в описании к патенту США №4085069), предусматривающим обмен ионами аммония при давлении выше атмосферного, способствующем автогенному процессу. Цеолит Y в форме аммония с низким содержанием щелочи подвергали прокаливанию водяным паром за одну или две стадии для создания цеолита Y ультрастабильного типа. Обработанные водяным паром цеолиты затем подвергали кислотной обработке для удаления алюминия, предусматривающей обработку на одном этапе совокупностью хлорида аммония и соляной кислоты. Содержание воды при ионообменной обработке для удаления алюминия обычно оказывалось достаточным для обеспечения суспензии

цеолита с концентрацией безводного цеолита от 5 до 25%. Такое отклонение в составе не считается оказывающим существенное влияние на получаемые результаты.

Полученный цеолит Y имел молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, равное 25, размер элементарной ячейки 24,33 Å и удельную поверхность 922 м²/г.

Спектр инфракрасного излучения

Кроме того, ИК-спектры вышеупомянутых носителей катализаторов измеряли с помощью спектрометра Biorad FTS 175 FT-IR, где использовали детектор на основе теллурида ртути-кадмия. Элемент оснащали держателем образцов,

предусматривающим 10 положений, а образцы замеряли как свободностоящие подложки с диаметром 18 мм, прессованные из 25,3±0,1 мг порошка цеолита под давлением 3,5-4 тонны. Для измерения фона использовали открытое положение держателя образцов. Спектры фона и образца измеряли путем сбора данных 250 сканирований при разрешении 2 см⁻¹. Спектрометр промывали азотом для минимизации мешающего воздействия испарения воды. После создания разрешения до величины менее 5×10⁻² Па (5×10⁻⁴ мбар) образцы активировали на месте в специальной зоне нагрева путем применения программы изменения температуры до 450°C со скоростью 10°C/мин, а время выдерживания при 450°C составляло 30 минут. Затем образцы охлаждали до 50°C со скоростью 20°C/мин. Затем измеряли ИК-спектры фона и образцов.

H/D-кислотность

После записи вышеупомянутых спектров, держатель образцов возвращали скольжением обратно в зону нагрева и выдерживали в равновесном состоянии при 50°C в течение дополнительных 15 мин, поддерживая вакуум. Обмен H/D осуществляли на месте, позволяя гексадейтеробензолу (C₆D₆) при давлении 1,07-1,2 кПа (8-9 тор) взаимодействовать с образцами активированного цеолита в течение 15 мин при 50°C с последующим разрежением в течение 45 минут (максимум - в течение 1 часа) до достижения целевого давления 5×10⁻² Па (5×10⁻⁴ мбар). Измеряли ИК-спектры фона и образцов. Чтобы количественно охарактеризовать общую величину кислотности, сравнивали ИК-спектры образца до (ОН-спектр) и после (ОД-спектр) контакта с гексадейтеробензолом следующим образом. Полученный ОН-спектр вычитали из ОД-спектра и корректировали базисную линию. Затем проводили аппроксимацию кривой с помощью заранее определенного пика, заданного для материалов типа ОУСЦУ, и ранее определенных коэффициентов затухания.

Кристалличность

Кристалличность измеряли путем сравнения с высококристалличным эталоном типа ОУСЦУ, осуществляя следующие изменения в расширении пиков, замеряемом посредством дифракции в рентгеновских лучах.

ПРИМЕР 1

В таблице 1 показаны свойства образца цеолита Y, полученного так, как описано выше, который прокаливали в течение 2 часов при 600°C.

Таблица 1	
Эталон 1	
Размер элементарной ячейки (нм)	2,433
Кристалличность (%)	99
ОКГ	24,95
HD-кислотность (микромоль на грамм)	175

Дополнительные образцы свежеполученного цеолита Y также прокаливали в

течение 2 часов, но теперь - в присутствии водяного пара и при более высокой температуре, как описано в таблице 2. Свойства прокаленного таким образом цеолита Y также показаны в этой таблице.

5

Таблица 2			
	Эталон 1	Образец 1	Образец 2
Т прокаливания (°C)	600	900	950
Водяной пар (парциальное давление в барах)	Нет	0,1	0,1
Удельная поверхность (м ² /г)	929	816	804
Объем микропор (см ³ /г)	0,310	0,278	0,274
Объем мезопор (см ³ /г)	0,186	0,189	0,192

10

ИК-спектры образцов цеолита Y измеряли так, как описано выше. Обнаружили, что образцы 1 и 2 имели пик на 3700 см⁻¹, но, по существу, не имели пиков на 3605 и 3670 см⁻¹. ИК-спектр эталона 1 был противоположным, т.е. имел пики на 3605 и 3670 см⁻¹ и не имел пика на 3700 см⁻¹.

15

ПРИМЕР 2

Как и в примере 1, в таблице 3 показаны свойства образца цеолита Y, полученного так, как описано выше, и прокаленного в течение 2 часов при 600°C.

20

Таблица 3	
Эталон 2	
Размер элементарной ячейки (нм)	2,432
Кристалличность (%)	88
ОКГ	28,72
НД-кислотность (микромоль на грамм)	209

25

Дополнительные образцы свежеполученного цеолита Y также прокаливали в течение 2 часов в присутствии водяного пара и при более высокой температуре, как описано в таблице 4. Свойства прокаленного таким образом цеолита Y также показаны в этой таблице.

30

Таблица 4		
	Эталон 2	Образец 3
Т прокаливания (°C)	600	850
Удельная поверхность (м ² /г)	859	834
Объем микропор (см ³ /г)	0,284	0,274
Объем мезопор (см ³ /г)	0,159	0,176

35

ИК-спектры образцов цеолита Y измеряли так, как описано выше. Обнаружили, что образец 3 имел пик на 3700 см⁻¹, но, по существу, не имел пиков на 3605 и 3670 см⁻¹. ИК-спектр эталона 2 был противоположным, т.е. имел пики на 3605 и 3670 см⁻¹ и не имел пика на 3700 см⁻¹.

45

Формула изобретения

1. Способ получения модифицированного цеолита Y, заключающийся в том, что цеолит Y, имеющий молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, по меньшей мере, 10, подвергают прокаливанию при температуре от 700 до 1000°C, при этом: (i) парциальное давление водяного пара составляет самое большее 6 кПа (0,06 бар) при температуре от 700 до 800°C; (ii) парциальное давление водяного пара составляет самое большее 8 кПа (0,08 бар) при температуре от 800 до 850°C; (iii)

50

парциальное давление водяного пара составляет, по меньшей мере, 3 кПа (0,03 бар) при температуре от 850 до 900°C; и (iv) парциальное давление водяного пара составляет, по меньшей мере, 5 кПа (0,05 бар) при температуре от 900 до 950°C; и (v) парциальное давление водяного пара составляет, по меньшей мере, 7 кПа (0,07 бар) при температуре от 950 до 1000°C.

2. Способ по п.1, в котором цеолит Y имеет молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия более 10.

3. Способ по п.2, в котором прокаливание цеолита Y осуществляют в течение времени от 20 мин до 5 ч.

4. Способ по п.3, в котором цеолит Y перед прокаливанием имеет объемное молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия более 13, размер элементарной ячейки от 24,0 до 24,40 Å и удельную поверхность, по меньшей мере, 875 м²/г.

5. Цеолит Y, получаемый способом по любому из пп.1-4.

6. Цеолит Y, имеющий молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, по меньшей мере, 10, спектр инфракрасного излучения которого имеет пик на 3700 см⁻¹, но, по существу, не имеет пика на 3670 см⁻¹.

7. Цеолит Y, имеющий молярное отношение диоксид кремния/оксид алюминия, по меньшей мере, 10, причем этот цеолит Y имеет кислотность, измеренную посредством обмена с пердегтерированным бензолом самое большее 20 микромоль на грамм.

8. Цеолит Y по п.7, имеющий кислотность, измеренную посредством обмена с пердегтерированным бензолом самое большее 10 микромоль на грамм.

9. Способ применения цеолита, в котором цеолит Y по любому из пп.1-7 используют в качестве адсорбента.