

Винахід відноситься до області виробництва каталізаторів, конкретно до каталізатору на основі цеолітів, який може бути використаний у нафтохімічній та нафтопереробній промисловості для процесу алкілування бензолу вищими олефінами з метою синтезу вищих алкілбензолів.

Найбільш близький до пропонованого є каталізатор, одержаний частковим зруйнуванням структури (на 30 - 80%) цеолітів **NaX** або **NaY** кип'ятінням їх на протязі 19 годин з розчином **NH₄X**, де **X=Cl⁻, Br⁻,**

CO₃²⁻, NO₃⁻, SCN⁻, з наступним прокалюванням при 300 - 600°C. Найбільш ефективний зразок має склад, що відповідає формулі **Na_{2,2}Al₂Si_{4,7}O_{13,5}**. Недоліком цих каталізаторів є недостатній вихід алкілбензолів, одержаних за їх участю та швидке падіння активності каталізаторів, яке потрібно компенсувати безперервним підвищенням температури.

В основу винаходу поставлено задачу: створити такий каталізатор, який би дозволяв одержувати вищі алкілбензоли з високим виходом, а також забезпечував би високу стабільність безперервної роботи при постійній температурі.

Для одержання каталізатору використовують цеоліт **NaY** з співвідношенням **SiO₂/Al₂O₃ = 3-5**. Цеоліт обробляють у автоклаві розчином нітрату або хлориду кальцію при 100 - 240°C. Після цього одержану іонообмінну форму **CaNaY** фільтрують, промивають дистильованою водою і сушать на повітрі. Одержаний каталізатор має високу активність у реакції алкілування бензолу вищими олефінами.

Дай підвищення стабільності каталізатору обробку повторюють розчином нітрату або хлориду лантану в аналогічних умовах. У процесі іонного обміну більша частина катіонів натрію заміщується на катіони кальцію та лантану.

Фізико-хімічні дослідження методами ЯМР-спектроскопії (прилад фірми "Bruker" марки CXP) та ІЧ-спектроскопії (прилад UR-20) показали, що структура цеолітів під час процесу модифікування не змінюється, а її руйнування не спостерігається.

Каталізатор, що заявляють, одержують таким чином:

У автоклав з нержавіючої сталі об'ємом 0,5л загрузують 30г повітряно-сухого цеоліту **NaY** з співвідношенням **SiO₂/Al₂O₃ =4,3** і додають 250мл розчину, який містить 29,5г **Ca(NO₃)₂**, герметизують та вміщують у піч. Іонний обмін проводять при 200°C та швидкості обертання автоклаву 12 обертів/хв на протязі 2 - х годин. Після цього автоклав охолоджують до кімнатної температури, цеоліт фільтрують, промивають дистильованою водою до негативної реакції на іон **NO₃⁻** та сушать на повітрі 48 годин.

За даними аналізу одержаний цеоліт має склад, що відповідає формулі **Ca_{0,85}Na_{0,3}Al₂Si_{4,3}O_{12,6}**.

Одержаний каталізатор, загрузують в автоклав, додають 250мл розчину, який містить 7,4г **La(NO₃)₃** та обробляють за аналогічною методикою.

За даними аналізу одержаний цеоліт має склад, що відповідає формулі

La_{0,57}Ca_{0,41}Na_{0,04}Al₂Si_{4,3}O_{12,6}.

Для аналізу хімічного складу каталізаторів їхні наважки розчиняли у суміші плавикової та сірчаної кислоти. Вміст лантану визначали прямим титруванням трилоном Б у присутності індикатору ксиленового оранжевого при рН - 5. Алюміній визначали методом зворотнього титрування сіллю цинку, а вміст кальцію - комплексометричним титруванням у лужному середовищі у присутності змішаного індикатору. Перед визначенням кальцію з розчину повністю видаляли всі полуторні оксиди, що досягалось введенням у розчин уротропіну перед аналізом. Вміст кремнію визначали ваговим методом, який базується на його випарюванні з розчину у вигляді **SiF₄**. Натрій визначали методом полум'яної фотометрії.

Для порівняння каталітичних властивостей одержаного каталізатору з відомим проведені його випробування у реакції алкілування бензолу вищими олефінами. Досліди проводились на установці проточного типу з стаціонарним шаром каталізатору. Температура реакції 120 - 240°C, перед її початком каталізатор активували 8 годин у струмі повітря при 380°C. Для забезпечення протікання процесу у рідкій фазі у реакторі підтримували тиск азоту 10 - 20атм.

Алкілат аналізували методом газорідної хроматографії на приладі "Хром-4" з капілярною колонкою розміром 25м × 0,36мм, заповненою силіконовою нерухомою фазою ОУ-101. Детектор - полум'яно-іонізаційний. Умови аналізу: газ-носії - гелій (**v = 0,5 мл/хв**), температура колонки на протязі перших 10хв - 100°C, далі програмований підйом температури до 150°C з швидкістю 2°/хв.

Нижче наведені результати випробувань каталізаторів у реакції алкілування бензолу октен-1 та децен-1. З таблиці видно, що одержані каталізатори мають більш високі показники у порівнянні з відомим.

Оскільки вихід продуктів по прототипу складає 73 - 90% протягом 170 годин при безперервному підвищенні температури, а для запропонованого каталізатору ці дані складають 88,7 - 98,2% протягом 400 годин при постійній температурі, можна вважати мету винаходу досягнутою.

Каталітичні властивості цеолітних ката

№ п/п	Каталізатор	Реагенти	Умови реза		
			Т, °С	Р, атм.	
1*	Na _{2,2} Al ₂ Si _{4,7} O _{13,5}	етилбензол+ +гексадецен	105→ →150	13	
2	La _{0,38} Ca _{0,41} Na _{0,04} Al ₂ Si _{4,3} O _{12,6}	бензол+ +октен	180	10	
3	La _{0,38} Ca _{0,41} Na _{0,04} Al ₂ Si _{4,3} O _{12,6}	бензол+ +децен	180	10	
4	La _{0,33} Ca _{0,46} Na _{0,09} Al ₂ Si _{4,3} O _{12,6}	бензол+ +октен	170	10	
5	La _{0,42} Ca _{0,35} Na _{0,04} Al ₂ Si _{4,3} O _{12,6}	бензол+ +децен	190	10	

* прототип