

ИССЛЕДОВАНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ КРИСТАЛЛИЧНОСТИ ЦЕОЛИТОВ В МЕЗОПОРИСТЫХ ОКСИДНЫХ МАТРИЦАХ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОФАЗОВОГО АНАЛИЗА И АДсорбЦИИ

**В.А. Дроздов*, Н.Н. Леонтьева, Т.И. Гуляева, Г.Г. Савельева,
Л.А. Белая, В.П. Доронин**

Институт проблем переработки углеводородов СО РАН,

**-Омский научный центр СО РАН, ОмЦКП СО РАН*

644040. г. Омск, Нефтезаводская, 54, E-mail: drozdov@ihcp.oscsbras.ru

В данной работе предложен методический подход с применением рентгенофазового анализа (РФА) и метода адсорбции (МА) к оценке относительной кристалличности цеолитов разного типа (NaY, ZSM-5, KBaL, Bea (ZE86) и др.) как в виде индивидуальных фаз, так и в качестве компонентов мезопористых оксидных и алюмосиликатных матриц, которые применяются в качестве катализаторов глубокого крекинга тяжелого углеводородного сырья. В качестве базового был выбран метод РФА. Определение относительной степени кристалличности заключалось в расчете площадей под дифракционными максимумами в определенном угловом интервале. Измерения проводились на порошковом дифрактометре D8 Advance, “Bruker” в области углов 2θ $5\div 60^\circ$ с шагом $\sim 0,02^\circ$ и временем интегрирования сигнала 20 сек.

По методу адсорбции основным критерием относительной кристалличности цеолита является рассчитываемый из изотерм адсорбции стандартных газов (N_2 при 77K и CO_2 при 273K) удельный объем микропор, наличие которого связано только с количеством кристаллического цеолита в исследуемой системе. В этом методе важен выбор различных адсорбционных методик расчета удельного объема микропор (сравнительные методы, метод ТОЗМ и др.), учет возможного влияния пористости матрицы, эффекта блокировки внутрикристаллического пространства цеолита и т.д.

Сопоставление результатов РФА и МА показало хорошее согласование для индивидуальных цеолитов и удовлетворительное описание для цеолитсодержащих композиций, прошедших серию ультрастабилизации на воздухе и в воздушно-паровой среде в области температур 500-800 °C.

Возможности адсорбционного метода представляются эффективными при изучении подобных цеолитсодержащих систем, так как из анализа одной экспериментальной изотермы адсорбции можно получать полную информацию о величинах удельной поверхности и пористости каталитических композиций и проводить оценку структурного параметра активной фазы цеолита - степени кристалличности. Важно подчеркнуть, что при этом необходимо использовать в качестве образцов сравнения хорошо охарактеризованные методом РФА образцы близкого химического и фазового состава или соответствующие разработанные стандарты.