

# 研究简报

## La-HY-SBA-15 催化烷基化催化剂制备

李艳歌<sup>1</sup>, 刘羽顺<sup>2</sup>, 沈 健<sup>1</sup>, 丁洪生<sup>1\*</sup>

(1. 辽宁石油化工大学 石油化工学院, 抚顺 113001; 2. 镇海炼化有限公司, 宁波 315200)

**摘要:**采用原位合成法制备了 HY-SBA-15 分子筛, 并进行 La 改性。用 XRD、N<sub>2</sub> 吸附-脱附等表征分析, 在小形固定床上考察了 La 负载量、焙烧温度、时间对烷基化性能的影响, 结果发现, 最优制备条件是 La 负载量为 10%、焙烧温度 550℃、焙烧时间 4.5h。XRD、N<sub>2</sub> 吸附-脱附表征分析 La-HY-SBA-15 分子筛有微-介孔结构, NH<sub>3</sub>-TPD 表征分析 La-HY-SBA-15 分子筛主要为中强酸, Py-FTIR 表征分析 La-HY-SBA-15 分子筛 L 酸比 B 酸多。

**关键词:**La-HY-SBA-15; 邻甲酚; 烷基化; 微-介孔

近年来, 新型核壳结构的复合分子筛研究受到关注。例如, 纯硅介孔分子筛(SBA-15)长在活性核(HY)的外表面<sup>[1,2]</sup>, 结合微介孔分子筛的优势, 如强酸性、高水热稳定性、两种类型的孔结构等优势, 克服了单一孔道分子筛的局限性从而在精细化工和石油化工等行业有潜在的应用价值<sup>[3,4]</sup>。王政等<sup>[5]</sup>采用动态水热法合成了 HZSM-5/Silicalite 复合分子筛用来催化甲苯甲醇烷基化反应, 结果发现, 核壳结构的复合分子筛保持了原有分子筛中微孔结构, 壳层降低了核层外表面酸性中心数量和酸中心强度, 从而增加了对二甲苯的选择性, 达到 74.3%, 此时甲苯转化率为 28.1%。李玉平等<sup>[6]</sup>合成了 MCM-41/Y 包络型复合分子筛, 目的是结合中微双孔道结构和双活性位, 在催化萘的液相叔丁基化反应较 HY 分子筛催化降低了反应的转化率, 相比 HY 分子筛催化萘的液相叔丁基化反应, MCM-41/Y 复合分子筛催化反应转化率较低, 但选择性提升很高。

研究表明, 虽然复合分子筛较单一分子筛催化性能有所提高, 但是由于活性中心主要来自于微孔分子筛的结构单元, 酸性不够理想, 反应的转化率不高, 选择性有待进一步提高, 而通过金属改性, 可以使催化剂的酸性发生改变, 提高催化剂的催化性能<sup>[7]</sup>。杨静等<sup>[8]</sup>合成了 Cu-β/SBA-15 分子筛, 用 Cu 来调节 β/SBA-15 分子筛的酸量酸类型, 找到最适宜酸量和酸类型来催化吸附脱硫反应, 发现 Cu 改性降低复合分子筛的酸强度, 增加弱酸量、L 酸量、吸附剂硫容量发现 Cu 改性后, 复合分子筛的酸强度降低, 弱酸量、L 酸量增加, 吸附剂硫容量也得到提高。

研究发现, 稀土金属(镧、铈等)改性分子筛, 可以显著提高分子筛的活性<sup>[9]</sup>。史春薇等<sup>[10]</sup>以稀土金属 Ce 为活性组分, 对 HY-SBA-15 分子筛进行改性, 制备 Ce-HY-SBA-15 分子筛, 来催化吸附脱硫反应, 并对 Ce 改性复合分子筛催化剂进行酸性分析, 发现经 Ce 改性后的 HY-SBA-15 分子筛较纯 HY-SBA-15 分子筛的 L 酸增多。苯酚与甲醇烷基化反应是一个平行顺序反应, 催化剂的选择性影响目的产物的收率, 而催化剂的酸性质影响活性和选择性, 通过调整催化剂的酸性可以获得更大的目的产物收率。王俊丰等<sup>[11]</sup>通过金属改性 USY 分子筛, 调整了催化剂的酸性, 实现了提高目的产物邻甲酚选择性的目的。

实验首次通过稀土 La 掺杂, 制备 La-HY-SBA-15 分子筛催化剂, 研究制备条件对 HY-SBA-15 分子筛酸性影响, 制备出理想的苯酚甲醇烷基化催化剂。

## 1 实验部分

### 1.1 试剂与原料

P123(聚乙烯醚-聚丙烯醚-聚乙烯醚): 美国 Aldrich 公司; TEOS(正硅酸四乙酯): 分析纯, 沈阳新兴

10.14028/j.cnki.1003-3726.2018.12.007

收稿: 2018-06-30; 修回: 2018-09-12;

作者简介: 李艳歌(1992-), 女, 硕士生, 研究方向为清洁燃料生产。Tel: 18242369657, E-mail: 1343789624@qq.com;

\* 通讯联系人: 丁洪生(1963-), 男, 硕士, 教授, 研究方向为精细化学品生产。Tel: 13942372218, E-mail: 412128550@qq.com.

试剂厂;硝酸镧:化学纯,北京化工厂;苯酚、甲醇:分析纯,天津市富宇精细化工有限公司;盐酸,分析纯,国药集团化学试剂有限公司;HY 分子筛:中国石油抚顺催化剂厂。

1.2 催化剂的制备

HY-SBA-15 复合分子筛的制备

在 500mL 烧瓶中加入 4g P123、适量去离子水充分搅拌溶解,待其完全溶解后加适量的浓盐酸、HY 分子筛、TEOS,搅拌 24h,100℃的烘箱晶化 24h,静置冷却样品到室温,将样品抽滤洗涤至中性环境,于烘箱中完全干燥,马弗炉中焙烧,即制得 HY-SBA-15 分子筛样品。

La 改性复合分子筛的制备

根据 La 与 HY-SBA-15 分子筛的质量比为 5%,称取适量的  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 、HY-SBA-15 分子筛、去离子水于烧杯,在水浴中充分搅拌,将水浴温度升到 80℃直至蒸干,于烘箱中干燥样品,马弗炉焙烧,即得 5%La-HY-SBA-15 样品,同理分别制备 10%La-HY-SBA-15、15%La-HY-SBA-15 样品。

1.3 催化剂的表征

在日本理学株式会社 D/MAX-1AX 型 X 射线衍射仪(XRD)对样品进行测试。

在美国 Micromeritics 公司的 ASAP2010 型自动吸附仪上对样品进行  $\text{N}_2$  吸附-脱附测试,BET 方程计算样品的比表面积。

在美国康塔仪器公司生产的 Chembet Pulsar TPR/TPD 型全自动程序升温化学吸附分析仪对样品进行氨气程序升温还原( $\text{NH}_3$ -TPD)测试分析。

在 Perkin-Elmer 公司 Frontier 型傅里叶变换红外光谱仪对样品进行吡啶红外吸附(Py-FTIR)分析测试。

1.4 催化剂的评价

将 1g La-HY-SBA-15 分子筛样品装填到小型固定床反应装置(反应器内径 8mm,长度 600mm)的反应器中,在反应温度 440℃,常压, $n(\text{苯酚}):n(\text{甲醇})=1:4$ , $\text{WHSV}=2\text{h}^{-1}$ 进行烷基化反应,烷基化反应产物在 7890A/5975C 型气质联用仪进行定性,在 HP 4890 型气相色谱上进行定量分析。

$$x = \frac{\text{原料中苯酚} - \text{产物中苯酚}}{\text{原料中苯酚}} \times 100\%$$
$$s = \frac{\text{产物中邻甲酚}}{\text{原料中苯酚} - \text{产物中苯酚}} \times 100\%$$
$$w = x \times s$$

$x$  为苯酚转化率; $s$  为邻甲酚选择性; $w$  为邻甲酚的产率。

2 结果与讨论

2.1 制备条件的影响

2.1.1 La 负载量的影响 图 1、2 和表 1 为焙烧温度为 550℃,焙烧时间为 4.5h,La 负载量对复合分子筛 HY-SBA-15 催化剂结构和烷基化性能的影响。

表 1 La 改性样品烷基化性能

Table 1 Alkylation catalytic properties of different samples at different content of La

| 样品              | $x/\%$ | $s/\%$ | $w/\%$ |
|-----------------|--------|--------|--------|
| HY-SBA-15       | 58.2   | 76.6   | 44.58  |
| 5%La-HY-SBA-15  | 71.4   | 87.1   | 62.19  |
| 10%La-HY-SBA-15 | 87.8   | 80.5   | 70.68  |
| 15%La-HY-SBA-15 | 77.4   | 84.2   | 65.17  |

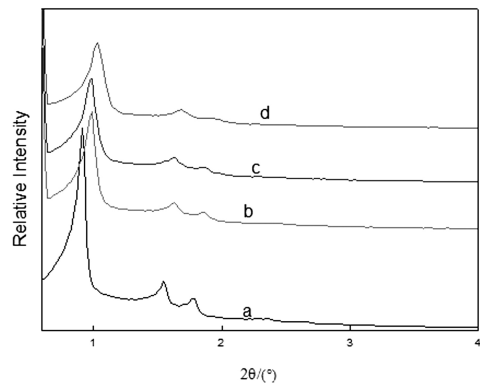


图 1 La 改性样品的小角 XRD 谱图

a. HY-SBA-15;b. 5% La-HY-SBA-15;c. 10%La-HY-SBA-15;d. 15%La-HY-SBA-15

Figure 1 XRD patterns of supports at different content of La

a. HY-SBA-15;b. 5% La-HY-SBA-15;c. 10%La-HY-SBA-15;d. 15%La-HY-SBA-15

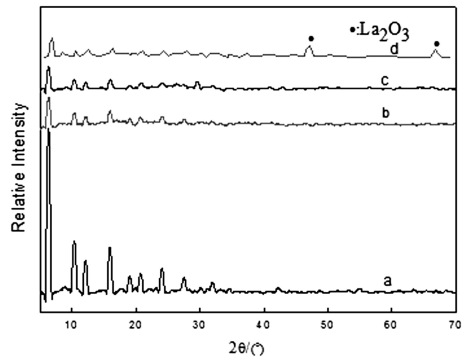


图 2 La 改性后样品的大角 XRD 谱图

a. HY-SBA-15;b. 5% La-HY-SBA-15;c. 10%La-HY-SBA-15;d. 15%La-HY-SBA-15

Figure 2 XRD patterns of supports at different content of La

a. HY-SBA-15;b. 5% La-HY-SBA-15;c. 10%La-HY-SBA-15;d. 15%La-HY-SBA-15

图 1 是不同 La 负载量样品的小角 XRD 谱图,负载 La 的样品保持了 SBA-15 介孔分子筛的二维六方结构(有 3 个 SBA-15 晶面衍射的特征峰,从左到右第一个晶面对应的衍射峰即 0.6°附近对应的峰,代表 4 个样品均为介孔;第二、三个晶面对应的峰即 1.6°和 1.8°附近对应的峰,代表 4 个样品均为二维六方立柱结构)<sup>[12]</sup>。随 La 负载量增加衍射峰强度逐渐减弱,这是进入 HY-SBA-15 分子筛的 La 增多,样品的结构发生改变,有序性变差<sup>[13]</sup>。

图 2 是 La 负载前后 4 个样品的大角谱图,La 负载前后的样品仍然有 HY 分子筛的结构(HY 分子筛的主要出峰位置在 15.49°、18.59°、20.23°、23.49°、26.8°、31.19°附近)<sup>[14]</sup>,只是随着 La 负载量增多, HY 分子筛的主要衍射峰逐渐变弱,La 对 X 射线的吸收增强<sup>[15]</sup>,当负载量达到 15%时,能明显分辨出 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的特征峰,表明活性组分 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 发生团聚<sup>[11]</sup>。

表 1 是负载 La 样品的烷基化性能,当 La 为 0 时,苯酚转化率和邻甲酚选择性都较低,随着 La 负载量的增加,苯酚的转化率先增加后降低,而邻甲酚选择性变化趋势则与转化率相反。转化率增加是因为 La 作为活性组分负载到载体 HY-SBA-15 上,增加载体的酸性<sup>[12]</sup>;转化率降低是因为负载量过多时,活

性组分无法分散均匀,聚集成团,覆盖彼此的活性位,导致有效酸性中心数减少,活性降低<sup>[11]</sup>。因为催化剂酸性越强,反应活性就越高,而深度烷基化产物种类就越多,如多甲酚等,邻甲酚的选择性就越差。结合图 1、2,表 1 以及收率的影响,最佳负载量为 10%。

2. 1. 2 焙烧温度的影响 图 3、表 2 是 La 负载量为 10%,焙烧时间为 4. 5h 的制备条件下,焙烧温度对催化剂结构和苯酚烷基化性能的影响。

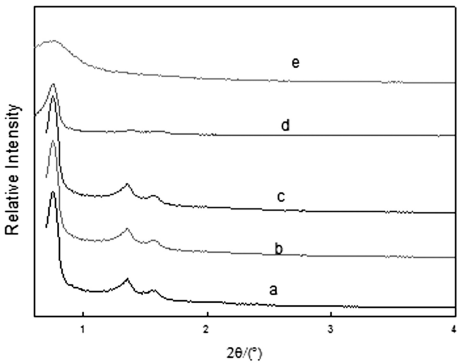


图 3 不同焙烧温度下样品的小角度 XRD 谱图  
a. 350℃; b. 450℃; c. 550℃; d. 650℃; e. 750℃  
Figure 3 XRD patterns of supports at different calcination temperature  
a. 350℃; b. 450℃; c. 550℃; d. 650℃; e. 750℃

表 2 不同焙烧温度下样品的烷基化性能  
Table 2 Alkylation catalytic properties of samples at different calcination temperature

| 焙烧温度/℃ | <i>x</i> / % | <i>s</i> / % | <i>w</i> / % |
|--------|--------------|--------------|--------------|
| 350    | 62. 4        | 73. 8        | 46. 05       |
| 450    | 74. 2        | 78. 3        | 58. 10       |
| 550    | 87. 8        | 80. 5        | 70. 68       |
| 650    | 14. 7        | 15. 3        | 2. 25        |
| 750    | 12. 6        | 10. 3        | 1. 30        |

图 3 是样品的小角度 XRD 谱图,350℃、450℃、550℃时样品仍然保持 SBA-15 分子筛的晶体结构,650℃、750℃时样品的衍射峰不明显,介孔骨架结构部分坍塌,六方晶型消失<sup>[16]</sup>。

表 2 为焙烧温度对样品的烷基化性能影响,当焙烧温为 350℃、450℃时样品的转化率和选择性都低于 550℃,因为 350℃、450℃时温度低,硝酸镧分解的少,使催化剂样品表面的活性中心数减少,催化活性低,苯酚转化较少,导致苯酚的转化率和邻甲酚的选择性都相对 550℃时的样品催化的低因此,苯酚的转化率和邻甲酚的选择性在 550℃时比 350℃、450℃时高。当 650℃、750℃时样品的转化率和选择性降低,因为焙烧温度过高,导致 HY-SBA-15 分子筛的骨架塌陷,活性中心减少。结合图 3、表 2 结果,最佳焙烧温度为 550℃。

2. 1. 3 焙烧时间的影响 图 4、表 3 为 La 负载量为 10%,焙烧温度为 550℃时,焙烧时间对催化剂结构和烷基化性能的影响。

由图 4 可知,焙烧时间为 3. 5h、4. 5h、5. 5h、6. 5h、7. 5h 时,分子筛均为二维六方立柱结构<sup>[12]</sup>,5 个不同焙烧时间下样品的 XRD 谱图差别不明显。随焙烧时间的增加,样品的衍射峰变化不大,说明焙烧时间对样品的结构没有太大的影响。

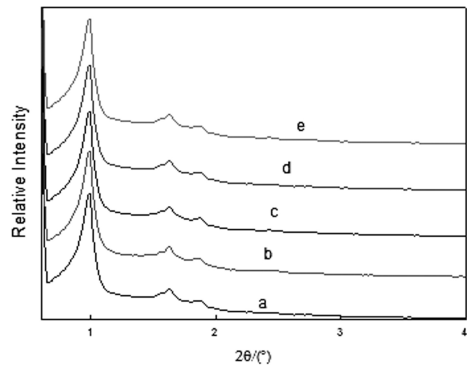


图 4 不同焙烧时间下样品的小角度 XRD 谱图

a. 3. 5h;b. 4. 5h;c. 5. 5h;d. 6. 5h;e. 7. 5h

Figure 4 XRD patterns of supports at different calcination time

a. 3. 5h;b. 4. 5h;c. 5. 5h;d. 6. 5h;e. 7. 5h

表 3 不同焙烧时间下样品的烷基化性能

Table 3 Alkylation catalytic properties of samples at different calcination time

| 焙烧时间/h | <i>x</i> /% | <i>s</i> /% | <i>w</i> /% |
|--------|-------------|-------------|-------------|
| 3. 5   | 63. 7       | 78. 2       | 49. 81      |
| 4. 5   | 87. 8       | 80. 5       | 70. 68      |
| 5. 5   | 86. 5       | 81. 4       | 70. 41      |
| 6. 5   | 87. 6       | 80. 7       | 70. 69      |
| 7. 5   | 86. 5       | 81. 6       | 70. 58      |

表 3 可以看出,随着焙烧时间的增加,样品的烷基化转化率先升高,后不变,同选择性变化趋势一致,因为焙烧时间为 3. 5h 时,硝酸铜还没有全部分解为氧化铜,因此催化剂表面的活性位很少,主要是 HY-SBA-15 分子筛起催化作用,转化掉的苯酚少,生成的邻甲酚也较少,当焙烧温度达到 4. 5h 时,硝酸铜完全分解,继续增加焙烧时间到 7. 5h 时,样品的烷基化性能几乎不变。结合图 4、表 3 结果,最佳焙烧时间为 4. 5h。

2. 2 催化剂的表征

2. 2. 1 N<sub>2</sub> 吸附-脱附 图 5 是样品的 N<sub>2</sub> 吸附-脱附表征图,a、b 等温线在零点处飞跃增长,微孔被充满,符合 I 型吸附等温线特征,说明 a、b 样品均有微孔结构;当相对压力在 0. 08 和 0. 7 之间,a、b 等温线上升的很缓慢,这是氮气在催化剂表面吸附由单分子层吸附转变为双分子层吸附的过程,在相对压力为 0. 7 附近有迟滞环出现,吸、脱附曲线分离,这是催化剂孔内出现毛细凝聚,符合 IV 型吸附等温线特征,说明 a、b 样品有介孔结构<sup>[17]</sup>。

图 6 是样品孔分布曲线,样品 a 孔径主要集中在 10nm 左右,样品 b 孔径主要集中在 8nm 左右,说明 La 改性后样品的平均孔径变小;样品 a 孔径曲线呈现的峰比样品 b 尖锐,说明 La 改性后,样品的孔分布均匀性变差,La 掺杂在一定程度上影响介孔结构的有序性<sup>[17]</sup>。

2. 2. 2 NH<sub>3</sub>-TPD 分析 图 7 是样品的 NH<sub>3</sub>-TPD 谱图,样品 a 在 230℃、430℃左右各有一个脱附峰,且 430℃附近的峰面积大于 230℃附近的峰面积,说明样品 a 低温处的脱附峰对应中强酸中心、高温处的脱附峰对应强酸中心,且中强酸比强酸多<sup>[13]</sup>。样品 b 在 300℃处对应一个峰形较大的衍射峰,说明样品 b 主要为中强酸,La 改性后比改性前中强酸增加,强酸减少,总酸增加。因为 La 改性后,钝化 HY 分子筛的活性位(复合分子筛的活性位由 HY 分子筛提供)<sup>[18]</sup>,而 La 又和 HY-SBA-15 分子筛作用,生成新的活

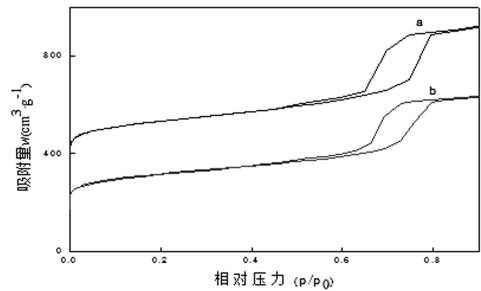


图 5 样品 N<sub>2</sub> 吸附-脱附谱图  
a. HY-SBA-15;b. 10%La-HY-SBA-15

Figure 5 N<sub>2</sub> adsorption-desorption isotherms of different samples  
a. HY-SBA-15;b. 10%La-HY-SBA-15

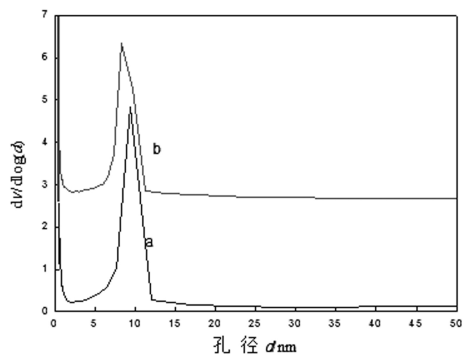


图 6 样品的孔径分布图  
a. HY-SBA-15;b. 10%La-HY-SBA-15

Figure 6 Pore size distribution of samples  
a. HY-SBA-15;b. 10%La-HY-SBA-15

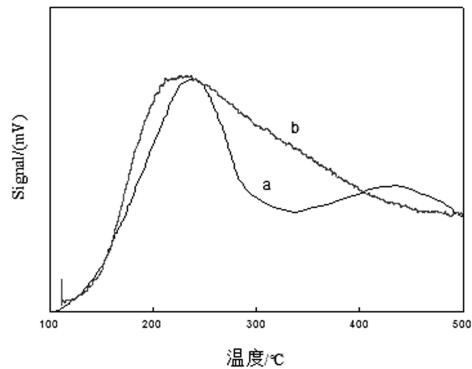


图 7 样品的 NH<sub>3</sub>-TPD 谱图  
a. HY-SBA-15;b. 10%La-HY-SBA-15

Figure 7 NH<sub>3</sub>-TPD profiles of samples  
a. HY-SBA-15;b. 10%La-HY-SBA-15

性位,从而使酸强度发生改变<sup>[12]</sup>。  
2.2.3 Py-FTIR 分析 图 8 是 10%La-HY-SBA-15 分子筛的 Py-FTIR 谱图,温度为 230℃、430℃时在

1450cm<sup>-1</sup>、1540cm<sup>-1</sup>、1480cm<sup>-1</sup>处分别有一个吡啶吸收峰,分别对应 L 酸、B 酸、L 酸和 B 酸共同作用形成酸中心<sup>[19]</sup>,说明 10%La-HY-SBA-15 分子筛既有 L 酸又有 B 酸。

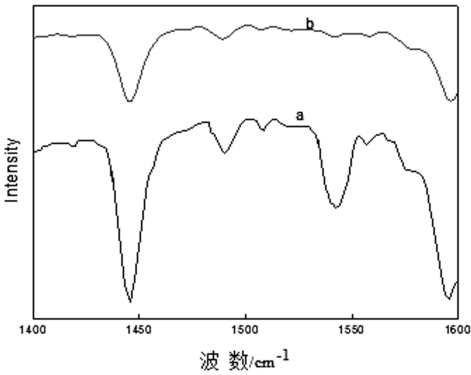


图 8 10%La-HY-SBA-15 的 Py-FTIR 谱图  
a. 230℃ ;b. 430℃

Figure 8 Py-FTIR spectra of 10%La-HY-SBA-15  
a. 230℃ ;b. 430℃

2.3 催化剂的稳定性能

图 9 是 HY-SBA-15 和 La-HY-SBA-15 反应时间对转化率的影响,样品催化反应连续 20 h 苯酚的转化率变化很小,继续延长反应时间,La 改性后的分子筛催化反应失活速率减慢,说明稀土 La 改性后能提高分子筛的稳定性。因为 La 改性后使样品酸强度降低,深度烷基化反应减少,结焦速率降低,稳定性变好。

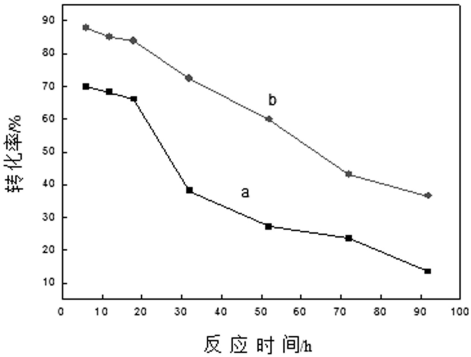


图 9 分子筛反应的稳定性  
a. HY-SBA-15;b. 10%La-HY-SBA-15  
Figure 9 Reaction stability of samples  
a. HY-SBA-15;b. 10%La-HY-SBA-15

2.4 催化剂的再生性能

图 10 是 10%La-HY-SBA-15 分子筛再生次数对催化剂烷基化反应活性的影响,收集反应后催化剂,将其放入 500℃ 马弗炉中焙烧至 3h,取 1g 用于二次反应,如此循环四次,得到图 10 反应结果。10%La-HY-SBA-15 分子筛催化剂再生后活性略有下降,这是反应温度较高或者焙烧时对催化剂的结构有影响,使得活性有所下降,但再生后反应活性仍然较高。

图 11 是再生次数对样品小角度 XRD 谱图的影响,样品晶体结构分析见图 1 分析,再生后样品仍保持 SBA-15 分子筛的结构。再生一次比新鲜催化剂的衍射峰有微弱减少,而再生 1、2、3、4 次样品的峰强

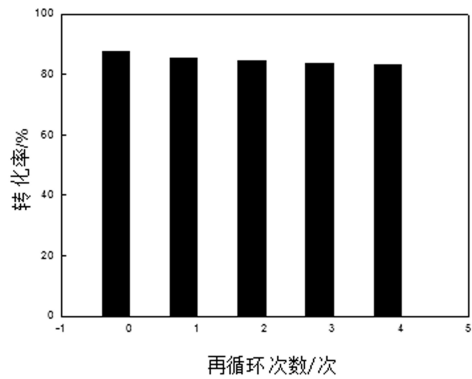


图 10 再生次数对反应活性的影响  
Figure 10 Effect of activity by regeneration times

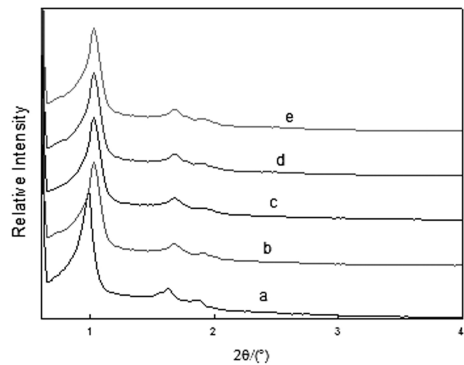


图 11 不同再生次数下样品的小角度 XRD 谱图  
a. 0; b. 1; c. 2; d. 3; e. 4  
Figure 11 XRD patterns of supports at different regeneration times  
a. 0; b. 1; c. 2; d. 3; e. 4

度降低很小,表明 10%La-HY-SBA-15 样品再生性能良好。

3 结论

- (1)结合 XRD、样品的烷基化性能分析,考察出 La-HY-SBA-15 分子筛最佳制备条件为 La 负载量为 10%、焙烧温度 550℃、焙烧时间 4.5h;
- (2)10%La-HY-SBA-15 分子筛比 HY-SBA-15 分子筛总酸量增加,10%La-HY-SBA-15 样品主要为 L 酸,B 酸量比较少;
- (3)10%La-HY-SBA-15 分子筛稳定性和再生性能良好。

参考文献:

[ 1 ] Shieh F K, Wang S C, Yen C I, Wu C C, Dutta S, Chou L Y, Morabito J V, Hu P, Hsu M H, Wu K C, Tsung C K. J Am Chem Soc, 2015, 137(13):4276~4279.

[ 2 ] Yue Q, Zhang Y, Jiang Y, Li J L, Zhang H W, Yu C Z, Ahmed A E, Abdulaziz A, Deng Y H, Zhao D Y. J Am Chem Soc, 2017; 139(1):4954~4961.

[ 3 ] Prokešová P, Žilková N, Mintova S, Bein T, Cejka J. Appl Catalys A General, 2005, 281(1/2):85~91.

[ 4 ] Xi H, Cai X, Yu Q, Chen H. Microporous Mesoporous Mater, 2009, 118(1):396~402.

- [5] 王政, 陈娟, 王林, 马清祥, 赵天生. 石油学报(石油加工), 2011, 27(5):812~816.
- [6] 李玉平, 李香兰, 张瑛, 温鹏宇, 王晓钟, 窦涛, 萧塘壮. 燃料化学学报, 2002, 30(2):162~166.
- [7] Tsai T F, Wang F L. Catalys Lett, 2001, 73(2/4):167~173.
- [8] 杨静, 明阳, 孙宇, 王俊丰, 石薇薇, 沈健. 石油学报:石油加工, 2017, 33(5):919~926.
- [9] Barman S, Pradhan N C, Basu J K. Catalys Lett, 2006, 111(1/2):67~73.
- [10] 史春薇, 周文丰, 王鑫, 王鑫, 吴文远, 边雪, 赵杉林. 石油化工, 2016, 45(1):58~63.
- [11] 王俊丰, 沈健, 石薇薇. 石油学报(石油加工), 2017, 33(4):757~762.
- [12] 王俊丰, 沈健, 任铁强. 分子催化, 2016, 30(6):523~531.
- [13] 王俊丰, 沈健, 李剑. 燃料化学学报, 2017, 45(5):633~640.
- [14] Zheng X D, Dong H J, Wang X, Shi L. Catalys Lett, 2009, 127(1/2):70~74.
- [15] 张闯, 张波, 尉明全. 化工学报, 2014, 65(10):3946~3952.
- [16] 刘鹏, 沈健. 硅酸盐学报, 2015(7):875~881.
- [17] 刘鹏, 沈健. 燃料化学学报, 2015, 43(9):1147~1152.
- [18] Chen L, Dong H, Shi L. Ind Eng Chem Res, 2010, 49(16):7234~7238.
- [19] 黄慧文, 张敏秀, 陈晨, 李春义, 崔秋凯. 燃料化学学报, 2016, 44(12):1485~1493.

## Preparation of La-HY-SBA-15 Zeolite for Alkylation

LI Yan-ge<sup>1</sup>, LIU Yu-shun<sup>2</sup>, SHEN Jian<sup>1</sup>, DING Hong-sheng<sup>1\*</sup>

(1. College of Petrochemical Engineering, Liaoning Shihua University, Fushun 113001, China;

2. Sinopec Zhenhai Refining & Chemical Company, Ningbo 315200, China)

**Abstract:** HY-SBA-15 zeolite was prepared by in-situ synthesis method and was modified in La by impregnation method. La-HY-SBA-15 was characterized by XRD, N<sub>2</sub> adsorption-desorption and so on. The alkylation influence of load amount, calcination temperature, calcination time on La-HY-SBA-15 zeolite was investigated in a fixed-bed reactor. When load amount of La was 10%, calcination temperature was 550℃, calcination time was 4.5h, the reaction of alkylation had the best performance. La-HY-SBA-15 zeolite had micro-mesoporous structures by characterization of XRD and N<sub>2</sub> adsorption-desorption, mainly had medium strong acid by characterization of NH<sub>3</sub>-TPD, had more Lewis acid than Bronsted acid by characterization of Py-FTIR.

**Key words:** La-HY-SBA-15; *o*-Cresol; Alkylation; Micro-mesoporous