

Этап 2

Проведены экспериментальные исследования по отработке технологических стадий получения аморфного алюмосиликата, гранулированных носителей и катализаторов гидрокрекинга на основе аморфного алюмосиликата. В результате выбраны методы приготовления, исследовано влияние условий приготовления на физико-химические свойства и эксплуатационные характеристики получаемых катализаторов гидрокрекинга и его основных составляющих – аморфного алюмосиликата и гранулированных носителей.

Для синтеза аморфного алюмосиликата выбран метод последовательного осаждения с использованием в качестве источников кремния и алюминия жидкого стекла и сернокислого алюминия соответственно. Данный метод не требует дорогих, высокотоксичных и огнеопасных реагентов, относительно несложен технологически и может быть осуществлен на российских заводах. При этом основными регулируемыми параметрами являлись соотношение Si/Al, время старения суспензии гидроксида алюминия после осаждения, время приливания жидкого стекла к суспензии гидроксида алюминия, количество отмывок продукта осаждения и время сушки отмытого продукта осаждения. В результате получены аморфные алюмосиликаты с соотношением Si/Al = 0,24-1,49 и удельной поверхностью 233-368 м²/г. Полученные алюмосиликаты имеют размеры частиц 20-30 нм, не содержат примесей кристаллических фаз, содержание натрия в них не превышает 0,1 мас.%. Выход алюмосиликатов составляет более 90% от теоретического.

В качестве метода приготовления гранулированных носителей катализаторов гидрокрекинга выбрано формование методом экструзии пластичной формовочной массы, полученной смешением в определённых пропорциях гидроксида алюминия и аморфного алюмосиликата и модифицирующих и пластифицирующих добавок. При этом основными регулируемыми параметрами являлись содержание оксида алюминия в носителе, природа пластифицирующих добавок и кислотный модуль при пептизации формовочной пасты. В результате получены гранулированные носители в виде гранул с сечением в форме трилистника диаметром не более 1,6 мм, с содержанием аморфного алюмосиликата 20-70 мас. %, с удельной поверхностью 173-349 м²/г при общем объёме пор 0,28-0,92 см³/г.

Для приготовления катализаторов гидрокрекинга был выбран метод нанесения активных компонентов на предварительно гранулированные носители. Носители пропитывали раствором, содержащим соединения никеля и молибдена или вольфрама. Катализаторы гидрокрекинга были синтезированы из доступных исходных материалов, производство которых освоено российской промышленностью. В результате получены катализаторы гидрокрекинга с удельной поверхностью около 200 м²/г, объёмом пор около 0,6 см³/г, средним диаметром пор около 10 нм. Высокодисперсный сульфидный активный компонент в катализаторах локализован преимущественно на частицах оксида алюминия. При этом катализаторы обладают высокой объёмной механической прочностью, содержат частицы аморфного алюмосиликата с сохранённой структурой и обладают высокой активностью в гидрокрекинге вакуумного газойля и высокой селективностью по отношению к среднестиллятной фракции. Полученные катализаторы протестированы в гидрокрекинге вакуумного газойля.

Разработаны программы и методики исследований физико-химических свойств экспериментальных образцов порошков аморфного алюмосиликата, гранулированных носителей и КГК, а также программа и методики исследовательских испытаний опытных партий гранулированных носителей.

Разработан лабораторный регламент на получение катализаторов гидрокрекинга.

Индустриальным партнером проведены пуско-наладочные работы и введен в эксплуатацию стенд получения гранулированных носителей, отработаны технологические режимы термохимического процесса активации гиббсита с получением сырья для последующего получения моногидроксида алюминия. В результате установлено, что в качестве сырья для получения термоактивированного гидроксида алюминия следует использовать тригидраты оксида алюминия производства «Ачинский глиноземный комбинат» или ЗАО «БазэлЦемент-Пикалево», а процесс термоактивации следует проводить при расходе сырья около 180 кг/час при температуре барабана печи 640°C.

Оценка элементов новизны научных (технологических) решений, применявших методик и решений

Экспериментальные исследования по отработке технологических стадий получения аморфного алюмосиликата, гранулированных носителей и катализаторов гидрокрекинга на основе аморфного алюмосиликата полностью соответствуют современному мировому уровню. Разработанный метод получения аморфного алюмосиликата позволяет получить однородный материал, содержащий посторонние фазы в количествах, значительно меньших, чем обеспечивают методы, используемые в настоящее время в мире. Гранулированные носители по прочности значительно превосходят современные импортные образцы. Разработанные лабораторные методики получения аморфного алюмосиликата, гранулированных носителей и лабораторный регламент на производство катализатора позволяют получать образцы, по своим эксплуатационным характеристикам, в частности по выходу среднестиллятных фракций, превосходящие современный мировой уровень.