

Сведения о выполненных работах на этапе № 5 и по проекту в целом
**«Разработка алюмохромовых катализаторов дегидрирования C₄-C₅ парафинов
в стационарном слое»**

Руководитель канд. хим. наук, с.н.с. Мамонтов Г.В.

В ходе выполнения проекта по Соглашению о предоставлении субсидии от 04 июня 2014 года с Минобрнауки России в рамках федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» на этапе № в период с 01 июля по 31 декабря 2016 года выполнялись следующие работы:

Работы, выполненные за счет средств субсидии:

Разработан лабораторный регламент получения гранулированных катализаторов дегидрирования C₄-C₅ парафинов в стационарном слое;

Разработана маршрутная карта синтеза гранулированных катализаторов дегидрирования C₄-C₅ парафинов в стационарном слое;

Разработаны рекомендации по производству гранулированных катализаторов дегидрирования C₄-C₅ парафинов в стационарном слое в промышленных условиях;

Разработан проект технических условий (ТУ) на гранулированный катализатор дегидрирования C₄-C₅ парафинов в стационарном слое;

Проведено технико-экономическое обоснование разработки гранулированных катализаторов дегидрирования C₄-C₅ парафинов в стационарном слое;

Проведена оценка эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем;

Разработан проект технического задания на проведение ОТР.

Работы, выполненные за счет внебюджетных средств:

Изучена зависимость отверждения экструдата от времени при приготовлении гранулированных катализаторов дегидрирования C₄-C₅ парафинов в стационарном слое;

Разработаны рекомендации по условиям эксплуатации экструдата в процессе приготовления дегидрирования C₄-C₅ парафинов в стационарном слое;

Проведены исследования по изучению влияния различных режимов термообработки на прочностные характеристики гранулированных катализаторов дегидрирования C₄-C₅ парафинов в стационарном слое.

По проекту в целом были получены следующие результаты:

При выполнении работ на 1 этапе проекта согласно плану-графику исполнения обязательств, проведен подбор и анализ основных информационных источников, составлен аналитический обзор информационных источников по теме проекта. Рассмотрены актуальные процессы и современные подходы получения олефиновых углеводородов методом каталитического дегидрирования парафинов в химической и нефтехимической промышленности мира. Рассмотрен ряд основных задач по разработке нового высокоэффективного катализатора дегидрирования C₄-C₅

парафиновых углеводородов: выбор условий синтеза катализатора; выбор комплекса физико-химических методов анализа, необходимых для исследования структуры, состава и свойств катализаторов и носителей; выбор способа исследования каталитических свойств синтезированных катализаторов; выбор способа формования катализатора; выбор и обоснование технологических решений, направленных на получение катализатора в условиях, приближенных к промышленным. Показано, что при разработке алюмохромового катализатора дегидрирования парафиновых углеводородов в стационарном слое необходимо создание гранулированного катализатора, что обуславливает применение экструзионного метода формирования конечного варианта катализатора.

При выполнении 2 этапа проекта была разработана методика получения лабораторных образцов катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов в стационарном слое, а также проведен синтез лабораторных образцов катализаторов. Для проведения исследовательских испытаний лабораторных образцов катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов в стационарном слое была разработана программа и методика проведения исследовательских испытаний лабораторных образцов катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов в стационарном слое. Полученные катализаторы исследованы комплексом физико-химических методов, активность катализаторов в дегидрировании C_4 - C_5 парафиновых углеводородов исследована в реакции дегидрирования изобутана.

При выполнении 3 этапа работ разработана методика получения гранулированных катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов в стационарном слое. По разработанной методике получения гранулированных катализаторов дегидрирования синтезирована серия катализаторов дегидрирования с соответствующим актом изготовления лабораторных образцов дегидрирования C_4 - C_5 парафиновых углеводородов. Полученные катализаторы исследованы комплексом физико-химических методов, проведена оценка соответствия их свойств требованиям технического задания. Отобрано 6 наиболее перспективных образцов для более подробного исследования и испытания на соответствие требованиям технического задания, включая каталитические свойства в реакции дегидрирования парафиновых углеводородов. Проведены исследования и анализ пористости гранулированных катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов в стационарном слое. Показано, что достижение высоких значений удельной поверхности катализатора необходимо для организации наибольшего количества активных центров на поверхности катализаторов. Проведён анализ фазового состава гранулированных катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов в стационарном слое, синтезированных различными способами (серия гранулированных катализаторов в количестве 20 штук). Установлен качественный и количественный состав катализаторов.

На 4 этапе проекта разработана программа и методика проведения исследовательских испытаний экспериментальных образцов гранулированных катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов в стационарном слое, включая исследование каталитических свойств (конверсия C_4 - C_5 парафинов и селективность

по непредельным углеводородам), структурно-механических свойств (форма экспериментального образца, прочность гранул на раздавливание и диаметр гранул), а также других характеристик, имеющих большое значение при эксплуатации катализатора, а также позволяющие экспрессно осуществлять контроль производимого катализатора, такие как удельная поверхность, насыпной вес. На основании методики получения экспериментальных образцов и рекомендаций, разработанных на 3 этапе работ, произведён синтез 6 экспериментальных образцов гранулированных катализаторов. По разработанной программе и методикам проведения исследовательских испытаний проведено испытание 6 экспериментальных образцов гранулированных катализаторов по 8 пунктам испытания, включая конверсию C_4 - C_5 парафинов, селективность по непредельным углеводородам, форму экспериментального образца, прочность гранул на раздавливание, диаметр гранул, насыпную плотность, удельную поверхность, химическую и механическую стабильность к сырью и продуктам. Проведено исследование и анализ удельной поверхности экспериментальных образцов гранулированных катализаторов до и после их обработки в условиях каталитического процесса. Показано, что образцы катализаторов обладают подходящими текстурными характеристиками, пористая структура экспериментальных образцов устойчива в условиях каталитического процесса: после пребывания катализаторов в условиях каталитического процесса, их текстурные характеристики практически не изменяются. Проведён анализ фазового состава экспериментальных образцов гранулированных катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов в стационарном слое до и после каталитического эксперимента. Проведено исследование дезактивации, а также регенерации катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов при проведении продолжительного (120 минут) каталитического эксперимента в режиме дегидрирования при 590 °С. На основании проведённых исследований по изменению пористости и фазового состава до и после каталитического эксперимента, а также исследований по дезактивации и регенерации катализатора разработаны рекомендации по увеличению срока службы гранулированного катализатора дегидрирования C_4 - C_5 парафинов в стационарном слое.

На пятом этапе проведено обобщение полученных теоретических и экспериментальных результатов проекта, сопоставление полученных результатов с мировым уровнем, проведено оформление соответствующей технологической документации, включая лабораторный регламент и карту синтеза гранулированного катализатора дегидрирования C_4 - C_5 парафиновых углеводородов, проект технических условий на разрабатываемый катализатор. Проведены работы, направленные на логическое продолжение проекта при создании технологии получения катализатора: разработаны рекомендации по производству гранулированных катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 парафинов, по условиям эксплуатации экструдата в процессе приготовления гранулированных катализаторов, проведены исследования по отверждению экструдата и по изучению влияния различных режимов термообработки на прочностные характеристики катализаторов, а также разработан проект

технического задания на выполнение последующего ОТР, направленного на создание технологии производства катализатора.

Выполнение работ на 1-5 этапах позволило комплексно подойти к решению поставленных задач и создать необходимый опережающий научно-технологический задел получения новых высокоэффективных катализаторов дегидрирования C_4 - C_5 углеводородов с целью последующего промышленного освоения технологии их производства и использования на нефтеперерабатывающих предприятиях реального сектора экономики Российской Федерации.