

**Соглашение о предоставлении субсидии  
№ 14.607.21.0111 от «11» сентября 2015 г.**

**на выполнение прикладных научных исследований по теме:  
«Разработка методов синтеза и технологии приготовления цеолита для  
катализаторов гидрокрекинга вакуумного газойля»**

ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития  
научно- технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы»

**Уникальный идентификатор:** ПНИ RFMEFI60715X0111

**Период выполнения:** 11.09.2015 – 31.12.2016

**Приоритетное направление:** Энергоэффективность, энергосбережение,  
ядерная энергетика

**Критическая технология:** Технологии энергоэффективного производства и  
преобразования энергии на органическом топливе

**Исполнитель:** Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт проблем переработки углеводородов Сибирского отделения  
Российской академии наук

**Индустриальный партнер:** Акционерное общество "Газпромнефть-Омский  
НПЗ"

Основные результаты проекта

Этап 2

1. Цель

Разработка технологии производства ультрастабильного цеолита типа Y в  
редкоземельной (НРЗЭ) форме со следующими свойствами и  
характеристиками:

- фазовый состав - 95-98 % цеолита типа Y, 5-2 % рентгеноаморфной фазы;
- средний размер кристаллов цеолита - не более 0,5 микрон;
- доля мезопор цеолита - не менее 10 об. %;
- внутренняя удельная поверхность - не менее 550 м<sup>2</sup>/г;
- внешняя удельная поверхность - не менее 25 м<sup>2</sup>/г;
- общая кислотность по термодесорбции аммиака - от 0,5 до 0,8 ммоль/г;
- термостабильность цеолита по дериватографии - не менее 800 °С;
- решеточный модуль цеолита SiO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - не менее 20;
- содержание оксида натрия - не более 0,5 мас. %;
- содержание оксидов редкоземельных элементов от 0,5 до 6,5 мас. %.

## 2. Основные результаты проекта

*На 2 этапе выполнения прикладных научных исследований в соответствии с План-графиком*

2.1 Проведены прикладные научные исследования в части теоретических и экспериментальных исследований методов получения УЦ-У, выполненных на 2 этапе.

2.2 Разработан перечень технологических операций получения цеолита УЦ-У с требуемыми химическим и фазовым составами, кислотными и текстурными характеристиками.

2.3 Разработан перечень режимов и параметров технологических операций ТП УЦ-У при реализации в производственных условиях АО «Газпромнефть-Омский НПЗ».

2.4 Проведена корректировка технологической инструкции «Синтез и модифицирование цеолита УЦ-У для катализаторов гидрокрекинга вакуумного газойля».

2.5 Разработаны программа и методики проведения исследовательских испытаний технологического процесса производства ультрастабильного цеолита типа У в НРЗЭ-форме (ТП УЦ-У), реализуемого по откорректированной ТИ.

2.6 Разработаны прогнозные требования к сырью и материалам, используемым при выполнении ТП УЦ-У.

2.7 Разработаны прогнозные требования к рабочим и предельным условиям выполнения ТП УЦ-У.

2.8 Разработаны прогнозные требования по ресурсосбережению ТП УЦ-У.

*Работы, выполненные за счет внебюджетных средств (средств Индустриального партнёра)*

2.9 Проведены исследовательские испытания ТП УЦ-У, реализуемого по откорректированной ТИ с учетом Перечня режимов и параметров технологических операций получения цеолита УЦ-У при реализации в производственных условиях АО «Газпромнефть-Омский НПЗ».

2.10 Разработан перечень контрольных операций получения цеолита УЦ-У с требуемыми химическим и фазовым составами, кислотными и текстурными характеристиками.

2.11 Определены прогнозные виды и состав отходов, образующихся при выполнении ТП УЦ-У.

2.12 Разработан проект Технического паспорта на отходы ТП УЦ-У.

Проведены исследовательские испытания ТП УЦ-У в части влияния условий проведения технологической операции синтеза УЦ-У на средний размер его кристаллов и фазовую чистоту. Показано влияние порядка слива исходных растворов при осаждении алюмосиликатного геля; мольных соотношений  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{H}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  и избыточной щелочности в осаждаемом алюмосиликатном геле; общей продолжительности и

температуры кристаллизации на фазовый состав и размер кристаллов. Определены условия проведения технологической операции синтеза цеолита NaY в ТП УЦ-У с учетом Перечня режимов и параметров технологических операций получения цеолита УЦ-У при реализации в производственных условиях АО «Газпромнефть-ОНПЗ», которые обеспечивают синтез цеолита NaY высокой фазовой чистоты (98 % цеолита Y) со средним размером кристаллов не более 0,5 мк.

Проведены исследовательские испытания ТП УЦ-У в части влияния условий проведения технологической операции модифицирования и ультрастабилизации цеолита типа Y на физико-химические свойства УЦ-У. Показано влияние на решеточный модуль цеолита условий проведения стадий ультрастабилизации: температуры, продолжительности, содержания водяного пара во время ультрастабилизации; катионного состава цеолита перед ультрастабилизацией, а именно, присутствия катионов редкоземельных элементов и их содержания. Также проведены исследования по определению условий ионных обменов и модифицирования цеолита с применением карбоновой кислоты с целью достижения низкого (не более 0,5 % мас.) остаточного содержания оксида натрия в цеолите при различном содержании оксидов РЗЭ.

Определены условия проведения технологической операции модифицирования и ультрастабилизации при реализации ТП УЦ-У в производственных условиях АО «Газпромнефть-ОНПЗ», обеспечивающих получение цеолита УЦ-У с решеточным модулем не менее 20, кислотностью по термодесорбции аммиака от 0,5 до 0,8 ммоль/г, внутренней удельной поверхностью не менее 550 м<sup>2</sup>/г, содержанием оксида натрия не более 0,5 % мас.

Установленные условия проведения технологической операции модифицирования и ультрастабилизации цеолита типа Y в ТП УЦ-У рекомендуется использовать при наработке опытных образцов УЦ-У для синтеза опытных образцов катализатора КГК-2.

### **3. Охраноспособные результаты интеллектуальной деятельности (РИД), полученные в рамках прикладного научного исследования и экспериментальной разработки**

*Техническим заданием и План-графиком Соглашения на 2 этапе не предусмотрены.*

### **4. Назначение и область применения результатов проекта**

Разрабатываемая технология производства ультрастабильного цеолита типа Y в редкоземельной (НРЗЭ) форме с заданным химическим и фазовым составом, сочетанием кислотных и текстурных характеристик для использования в технологическом процессе производства катализаторов гидрокрекинга вакуумного газойля, разработанном исполнителем ПНИЭР и внедренном его Индустриальным партнером - Открытым акционерным обществом «Газпромнефть-Омский НПЗ».

Настоящие ПНИ являются составной частью комплексного проекта ПНИЭР по теме: «Создание технологии производства импортозамещающих катализаторов глубокой гидропереработки вакуумного газойля» (шифр 2015-14-582-0019).

Ультрастабильный цеолит типа Y в НРЗЭ форме с заданным химическим и фазовым составом, сочетанием кислотных и текстурных характеристик используется как полупродукт в технологическом процессе производства цеолитсодержащих катализаторов гидрокрекинга вакуумного газойля.

## **5. Эффекты от внедрения результатов проекта**

Одним из компонентов катализаторов гидрокрекинга ВГО является цеолит типа Y. Присутствие ультрастабильного цеолита Y в составе катализатора гидрокрекинга ВГО позволяет достигать высоких конверсий сырья вплоть до 95 %. Высокие конверсии сырья зависят от свойств данного типа цеолита. Размер кристаллов цеолита менее 0,5 микрон определяет низкие внутридиффузионные ограничения при работе цеолитсодержащего катализатора гидрокрекинга ВГО.

Варьируя решеточный модуль цеолита можно получать катализаторы со средней и высокой кислотностью цеолита. Решеточный модуль не менее 20 и катионный состав обеспечивает оптимальную кислотность цеолита и его вклад в общие каталитические свойства катализатора гидрокрекинга ВГО.

## **6. Формы и объемы коммерциализации результатов проекта**

Использование результатов комплексного проекта индустриальным партнером АО «Газпром нефть» позволит создать производство катализаторов гидропереработки ВГО на АО «Газпромнефть-Омский НПЗ» суммарной мощностью 3000 тонн/год (катализаторов гидроочистки - 1000 т/год и гидрокрекинга - 2000 т/год). Такая мощность позволит полностью обеспечить потребности заводов ПАО «Газпром нефть», а также реализовывать часть производимых катализаторов сторонним потребителям, прежде всего НПЗ других российских нефтяных компаний.

## **7. Наличие соисполнителей**

*Соисполнители на 2 этапе не привлекались*