

УТВЕРЖДАЮ  
Ректор федерального  
государственного  
бюджетного образовательного  
учреждения высшего образования  
«Санкт-Петербургский государственный  
технологический институт  
(технический университет)»

 А.П. Шевчик

 03 июня 2021 г.



### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)»

Диссертация «Разработка технологии получения гранулированного алюмооксидного носителя для катализаторов изомеризации углеводов» выполнена на кафедре общей химической технологии и катализа федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

В период подготовки диссертации Тагандурдыева Нурджахан Акмурадовна проходила обучение в очной аспирантуре на кафедре общей химической технологии и катализа, после окончания аспирантуры работала в должности заведующей учебной лабораторией кафедры общей химической технологии и катализа федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Тагандурдыева Н.А. в 2014 году окончила бакалавриат по направлению подготовки 240100 «Химическая технология и биотехнология» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)». В том же году поступила в магистратуру на кафедру общей химической технологии и катализа по направлению подготовки 18.04.01 «Химическая технология», которую закончила в 2016 году, получив диплом с отличием.

В период с 01.09.2016 г. по 31.08.2020 г. обучалась в аспирантуре по специальности 05.17.01 – Технология неорганических веществ в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)».

Справка № 208 об обучении и сдаче кандидатских экзаменов выдана 14.12.2020 г.

Научный руководитель – Нараев Вячеслав Николаевич доктор химических наук, профессор, проректор по социальной и воспитательной работе федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)».

**Личное участие соискателя ученой степени Тагандурдыевой Н.А. в получении результатов, изложенных в диссертации**

Все результаты, изложенные в диссертации получены автором или при его непосредственном участии. Соискателем самостоятельно проведен анализ отечественных и зарубежных литературных источников по теме диссертации, синтезированы предшественники, из которых получены, изучены и протестированы образцы алюмооксидных носителей для катализаторов изомеризации углеводородов. Полученные результаты критически проанализированы, обобщены и оформлены в виде статей, тезисов докладов и текста диссертации. Автор лично выступала с докладами на научных конференциях, принимала участие в постановке цели и формулировании задач диссертационной работы, планировании эксперимента.

**Степень достоверности результатов исследований,** проведенных соискателем ученой степени, подтверждена многократной воспроизводимостью синтеза с сохранением выявленных закономерностей для одинаковых объектов исследования, интерпретацией полученных экспериментальных данных с



помощью теоретических подходов и использованием современных физико-химических методов исследования и оборудования.

Основные положения и результаты диссертационной работы представлялись и обсуждались на VII научно-технической конференции студентов, аспирантов, молодых ученых «Неделя науки-2017» (Санкт-Петербург, 2017); IV Всероссийской научно-технической конференции с участием молодых ученых «Инновационные материалы и технологии в дизайне» (Санкт-Петербург, 2018); XVII Международной научно-практической конференции «Фундаментальные и прикладные научные исследования: актуальные вопросы, достижения и инновации» (Пенза, 2018); IX научно-технической конференции студентов, аспирантов, молодых ученых «Неделя науки-2019» (Санкт-Петербург, 2019); V Всероссийской научно-практической конференции с участием молодых ученых «Инновационные материалы и технологии в дизайне» (Санкт-Петербург, 2019); Всероссийской научно-практической конференции студентов и преподавателей с международным участием «Дни науки-2019» (Санкт-Петербург, 2019); XI Международном молодежном форуме «Образование. Наука. Производство» (Белгород, 2019); Всероссийской научно-практической конференции студентов и молодых ученых «Современные тенденции развития химической технологии, промышленной экологии и техносферной безопасности» (Санкт-Петербург, 2020).

#### **Новизна и практическая значимость результатов исследований**

Определены и обоснованы температурно-временные условия осаждения тригидроксида алюминия – байерита из водных растворов нитрата алюминия и аммиака, обеспечивающие его максимальный выход.

Впервые исследованы и охарактеризованы концентрированные суспензии на основе байерита – формовочные пасты для экструдирования и получения гранулированного  $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -носителя и выявлены их особенности как высокодисперсных структурированных систем.

Впервые изучено влияние содержания поливинилового спирта в формовочных пастах из байерита на их реологические характеристики и свойства получаемых гранулированных носителей. Показано, что его оптимальное содержание, обеспечивающее возможность экструдирования байерита и получения тонкопористых гранул  $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , составляет  $(1,5 \pm 0,1)$  масс.% от массы гидроксида алюминия в пасте.

Исследовано влияние на текстуру гранулированных алюмооксидных носителей введения в формовочные пасты из байерита инертной добавки – порошка  $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Установлено, что повышение содержания  $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  в

формовочной пасте ведет к росту как размеров пор, так и доли пор диаметром 50 – 80 нм, и может быть применено для регулирования их текстуры.

Изучено влияние введения гидроксида алюминия – псевдобемита в состав формовочных паст из байерита и  $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  на характер их течения при экструдировании. Обнаружено увеличение прочности как коагуляционной структуры формовочных паст, так и механической прочности гранул полученных алюмооксидных носителей.

Представленный в диссертационном исследовании массив данных положен в основу разработки технологической инструкции получения  $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -носителей для катализаторов процесса низкотемпературной изомеризации углеводородов.

### **Ценность научных работ соискателя**

Научные работы соискателя, опубликованные в журналах, рекомендованных ВАК РФ, отражают основное содержание и результаты диссертационного исследования.

По результатам проведенных исследований сделаны следующие выводы:

Определены температурно-временные условия осаждения гидроксида алюминия – байерита из водных растворов нитрата алюминия и аммиака, обеспечивающие его максимальный выход. Установлено, что в изотермических условиях содержание байерита в полученных осадках, независимо от температуры проведения эксперимента, достигает максимального значения в течение времени осаждения, равного  $\approx 2$  часам. Повышение температуры процесса осаждения в интервале от 10 до 20 °С сопровождается увеличением максимального количества образовавшегося байерита с 65 до 70 масс.%, соответственно, повышением содержания псевдобемита и уменьшением аморфной составляющей в смеси твердых фаз. Последующее старение осадков с максимальным содержанием байерита в маточных растворах в течение 24 часов при температурах процесса осаждения приводит к фазовому превращению «аморфная фаза, псевдобемит  $\rightarrow$  байерит» и получению твердофазных смесей с содержанием байерита до 80 – 85 масс.%.

С целью получения формовочных паст для экструдирования и приготовления гранулированного  $\eta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -носителя исследованы концентрированные суспензии на основе синтезированного байерита, представляющие собой твердообразные структурированные жидкости. Установлен тиксотропный характер их течения под воздействием нагрузок, прилагаемых при экструдировании, препятствующий формообразованию и получению гранул для дальнейшей переработки.



Показано, что изменение влажности формовочных паст на основе свежесозданного гидроксида алюминия – байерита в диапазоне от 82,6 до 60,9 масс.% не влияет на характер их течения и способствует лишь изменению прочностных и текстурных характеристик носителей, полученных из них, за счет изменения плотности формовочных паст и прочности единичного контакта частиц, осуществляемого через дисперсионную прослойку.

Установлено, что применение поливинилового спирта в качестве пластификатора при приготовлении формовочных паст из порошка гидроксида алюминия – байерита в количестве  $(1,5 \pm 0,1)$  масс.% в пересчете на гидроксид алюминия необходимо и достаточно для увеличения прочности коагуляционной структуры формовочных паст и уменьшения степени выделения коллоидно-связанной воды из межслоевого пространства байерита. Показано, что это количество поливинилового спирта, несмотря на сохранение тиксотропного характера течения, обеспечивает максимальную степень обволакивания всей доступной поверхности твердой фазы в формовочных пастах, увеличивая, тем самым, возможность их экструдирования без чрезмерного разжижения, что обеспечивает тиксотропное восстановление структуры на выходе из фильеры экструдера и высокие удельную поверхность, суммарный объем пор и прочность алюмооксидных носителей на раздавливание.

Установлено, что введение в формовочные пасты из порошка байерита инертной добавки – порошка  $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$  позволяет регулировать пористую структуру носителей, способствуя росту как размеров пор, так и доли пор диаметром 50 – 80 нм.

Показано, что добавление порошка псевдобемита в количестве 20 масс.% в формовочные пасты как на основе порошка байерита, так и на основе порошка  $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$  позволяет изменить характер их течения, увеличивая при этом прочность их коагуляционной структуры из-за большей реакционной способности частиц псевдобемита по отношению к воде. Сделан вывод о том, что добавка псевдобемита в формовочные пасты позволяет изменять геометрические параметры пор в носителях.

Показано, что применение в качестве пептизатора азотной кислоты при приготовлении формовочных паст на основе смесей порошков псевдобемита с байеритом и псевдобемита с  $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$ , приводит к уменьшению прочности коагуляционной структуры этих паст из-за увеличения подвижности коагуляционных связей и позволяет увеличить механическую прочность образцов носителей на раздавливание почти вдвое.

На основании проведенных испытаний гранулированных носителей в модельном процессе изомеризации н-бутана подтверждена высокая эффективность использования  $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$  в данном процессе. Выявлено, что полученные образцы алюмооксидного носителя позволяют обеспечить достаточную активность и высокую селективность по изо-бутану, равную 94,2 – 96,4 %, сопоставимую с импортными и опытно-промышленными образцами сравнения. Показано, что наилучшие каталитические свойства достигаются на образцах алюмооксидного носителя, полученного из формовочной пасты на основе порошка байерита с содержанием поливинилового спирта в количестве  $(1,5 \pm 0,1)$  масс.% в пересчете на гидроксид алюминия. Разработанная технология получения гранулированного алюмооксидного носителя из формовочной пасты на основе порошка байерита с добавкой поливинилового спирта может быть использована и в случае промышленной реализации технологии производства байерита по «алюминатной» технологии.

Разработана «Технологическая инструкция на процесс изготовления алюмооксидных носителей Ба–1,5ПВС и Ба80–ПБ20–1,5ПВС», предназначенных для получения катализаторов низкотемпературной изомеризации углеводородов. В соответствии с разработанной технологической инструкцией наработаны опытные партии алюмооксидных носителей. Результаты определения физико-химических, прочностных и текстурных характеристик опытных партий алюмооксидных носителей катализаторов удостоверены актом «О наработке опытных партий алюмооксидных носителей Ба–1,5ПВС и Ба80–ПБ20–1,5ПВС».

По результатам исследований подготовлена и подана в Федеральный институт промышленной собственности (ФИПС) «Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам» заявка на выдачу патента на изобретение № 2021114421.

#### **Специальность, которой соответствует диссертация**

Диссертация «Разработка технологии получения гранулированного алюмооксидного носителя для катализаторов изомеризации углеводородов» является научно-квалификационной работой, которая соответствует пункту 1 формулы специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ «Производственные процессы получения неорганических продуктов: соли, кислоты и щелочи, минеральные удобрения, изотопы и высокочистые неорганические продукты, катализаторы, сорбенты, неорганические препараты», пункту 1 области исследований «Химические и физико-химические основы технологических процессов: химический состав и свойства веществ,



термодинамика и кинетика химических и межфазных превращений», пункту 4 области исследований «Способы и последовательность технологических операций и процессов переработки сырья, промежуточных и побочных продуктов, вторичных материальных ресурсов (отходов производства и потребления) в неорганические продукты».

**Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем ученой степени**

По материалам диссертации Тагандурдыевой Н.А. опубликованы 11 научно-технических работ, из которых 3 статьи в журналах, входящих в утвержденный Высшей аттестационной комиссией при Министерстве науки и высшего образования Российской Федерации (ВАК РФ) перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, одна из статей реферирована в международной химической базе данных *Chemical Abstracts Service (CAS)*.

По результатам исследований подготовлена и подана в Федеральный институт промышленной собственности (ФИПС) «Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам» заявка на выдачу патента на изобретение № 2021114421.

**Статьи**

1. Тагандурдыева Н., Нараев В.Н., Постнов А.Ю., Мальцева Н.В. Получение алюмооксидного носителя катализатора изомеризации углеводородов регидратацией продуктов термической активации гиббсита // Известия СПбГТИ(ТУ). – 2018. – №46(72). – С. 16-21.

2. Тагандурдыева Н., Нараев В.Н., Постнов А.Ю., Мальцева Н.В. Получение гидроксида алюминия – байерита методом осаждения // Известия СПбГТИ(ТУ). – 2020. – №53(79). – С. 17-22.

3. Тагандурдыева Н., Мальцева Н.В., Вишневская Т.А., Нараев В.Н., Постнов А.Ю. Алюмооксидный носитель для катализатора низкотемпературной изомеризации углеводородов // Тонкие химические технологии. – 2020. – Т.15 – №3. – С. 58-69.

**Тезисы докладов**

1. Тагандурдыева Н., Бурлуцкая Л.П. Разработка метода синтеза байеритного носителя для катализатора изомеризации углеводородов // Сборник тезисов VII научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых

ученых (с международным участием) «Неделя науки-2017», 3-7 апреля 2017 г. – 2017. – С. 136.

2. Тагандурдыева Н. Бурлуцкая Л.П. Разработка метода синтеза байеритсодержащего носителя для катализатора изомеризации углеводородов // Инновационные материалы и технологии в дизайне: Тезисы докладов IV Всероссийской научно-практической конференции с участием молодых ученых, г. Санкт-Петербург, 23- 24 марта 2018 г. – 2018. – С. 143-145.

3. Тагандурдыева Н., Нараев В.Н. Получение алюмооксидного носителя катализатора изомеризации углеводородов регидратацией продуктов термической активации гиббсита // Фундаментальные и прикладные научные исследования: актуальные вопросы, достижения и инновации сборник статей XVII международной научно-практической конференции, г. Пенза, 15 ноября 2018 г. – 2018. – С. 48-51.

4. Тагандурдыева Н., Нараев В.Н. Разработка технологии получения алюмооксидного носителя для катализатора изомеризации углеводородов // Инновационные материалы и технологии в дизайне: Тезисы докладов V Всероссийской научно-практической конференции с участием молодых ученых, г. Санкт-Петербург, 21, 22 марта 2019 г. – 2019. – С. 114-115.

5. Тагандурдыева Н., Нараев В.Н. Исследование процесса синтеза байеритного носителя для катализатора изомеризации углеводородов // Сборник тезисов IX научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых (с международным участием) «Неделя науки-2017», 1-3 апреля 2019 г. – 2019. – С. 169.

6. Тагандурдыева Н., Нараев В.Н. Исследование закономерностей регидратации продуктов термической активации гиббсита // Сборник материалов Всероссийской научно-практической конференции студентов и преподавателей с международным участием «Дни науки-2019», г. Санкт-Петербург, 18 апреля 2019 г. – 2019. – С. 63-66.

7. Тагандурдыева Н., Нараев В.Н. Разработка технологии синтеза тригидроксида алюминия – байерита как предшественника активного оксида алюминия // Материалы XI международного молодежного форума «Образование. Наука. Производство», г. Белгород, – 2019. – С. 2960-2965.

8. Тагандурдыева Н., Нараев В.Н. Носитель на основе оксида алюминия для катализаторов низкотемпературной изомеризации углеводородов // Всероссийская научно-практическая конференция студентов и молодых ученых «Современные тенденции развития химической технологии, промышленной экологии и



техносферной безопасности», г. Санкт-Петербург, 9-10 апреля 2020 г. – 2020. – С. 251-254.

Диссертация «Разработка технологии получения гранулированного алюмооксидного носителя для катализаторов изомеризации углеводов» Тагандурдыевой Нурджахан Акмурадовны рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.7. Технология неорганических веществ.

Заключение принято на заседании кафедры общей химической технологии и катализа федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет)», протокол № 10 от 3 июня 2021 г.

Присутствовало на заседании 14 человек, «за» – 14, «против» – нет, «воздержалось» – нет.

Заведующий кафедрой ОХТиК,  
к.т.н., доцент

А.Ю. Постнов

Секретарь кафедры ОХТиК,  
к.т.н.

Н.В. Мальцева

Подписи Постнова А.Ю.,  
Мальцевой Н.В.  
Начальник отдела

