



Politechnika Wroclawska

Wydział Chemiczny

ROZPRAWA DOKTORSKA

**METODA WYZNACZANIA GĘSTOŚCI ENERGII
POWIERZCHNIOWEJ KATALIZATORÓW TECHNIKĄ
ODWRÓCONEJ CHROMATOGRAFII GAZOWEJ**

MGR PIOTR WOSZCZYŃSKI

PROMOTOR:

PROF. DR HAB. LUDWIK KOMOROWSKI

WROCLAW 2014

STRESZCZENIE

Katalizatory heterogeniczne są materiałami o właściwościach adsorpcyjnych. Stosowane są powszechnie w wielu procesach chemicznych. Ich działanie polega na zaadsorbowaniu reagentów na centrach aktywnych, gdzie dochodzi do powierzchniowej reakcji chemicznej. Ich właściwości katalityczne bardzo silnie związane są z ich powierzchnią, podatną na wiele zewnętrznych czynników. Konieczne są zatem odpowiednie narzędzia pozwalające na analizę struktury powierzchni.

Rozprawa składa się z dwóch zasadniczych części – przeglądu literaturowego i części eksperymentalnej.

Przegląd literaturowy zawiera wstęp teoretyczny opisujący adsorpcję na powierzchni adsorbentów, niejednorodność powierzchni, sposoby wyznaczania funkcji gęstości energii χ tworzącej widmo energetyczne powierzchni adsorbenta – katalizatora, na podstawie którego można określić stężenie i energię centrów aktywnych. W następnych rozdziałach przedstawiono widma energetyczne dla wybranych grup adsorbentów.

Część eksperymentalna zawiera opis opracowanej metody wyznaczania gęstości energii w oparciu o technikę Odwróconej Chromatografii Gazowej (IGC). Przy pomocy tej metody przebadano próbki modyfikowanego klinoptylolitu, a także próbki spineli cynkowo-kobaltowych otrzymanych różnymi metodami. Opracowana metoda wyznaczania gęstości energii okazała się skuteczna. Przy jej pomocy udało się określić wpływ modyfikatorów (kwas siarkowy, kwas solny i Na₂EDTA) na powierzchnię zeolitu. Posiłkując się dodatkowymi danymi otrzymanymi z analizy pierwiastkowej (XRF) można stwierdzić że jony siarczanowe (lub wodorosiarczanowe) mają dominujący wpływ na właściwości zasadowe klinoptylolitu. Na₂EDTA adsorbując się na powierzchni zeolitu wygenerował dodatkowe pasmo o kwaśnym charakterze.

Badania na spinelach wykazały dobrą korelację pomiędzy stężeniami niektórych centrów aktywnych wyznaczonych przy pomocy IGC, a parametrami kwasowo-zasadowymi wyznaczonymi niezależnie. Stwierdzono ponadto że woda zwiększa kwasowość powierzchni spineli blokując centra zasadowe. Etanol blokując centra zasadowe zwiększa ich energię – prawdopodobnie cząsteczki adsorbatów łatwiej się adsorbują swoimi niepolarnymi częściami na niepolarnym łańcuchu zaadsorbowanego etanolu.