

Zdzisław SOKALSKI, Janusz SALWIŃSKI

Katedra Chemii Fizycznej

WPLYW SPOSOBU ODWODNIENIA W PROCESIE OTRZYMYWANIA NIEKTÓRYCH KATALIZATORÓW NA ICH WŁASNOŚCI FIZYKOCHEMICZNE

W wypadku katalizatorów otrzymywanych przez wytrącenie wodorotlenków niekiedy uzyskuje się osady należące do dość licznej grupy liozeli (galaret). Badania ultramikroskopowe i rentgenograficzne wykazały, że posiadają one budowę włóknisto-kryształiczną z nieregularnie ułożonymi włóknami oddzielonymi od siebie cienkimi błonkami cieczy. Podczas suszenia liozelu w temperaturze podwyższonej obserwuje się kurczenie galarety, a więc zmniejszenie objętości osadu. Przemieszczenie się substancji nieorganicznej wchodzącej w skład liozelu prowadzi do zmiany struktury osadu ukształtowanej w procesie wytrącania i żelowania. Zmiana ta, w wypadku katalizatorów jest niekorzystna, gdyż zmniejsza rozwinięcie powierzchni poprzez zmniejszenie średnic kapilar, a nawet ich zamknięcie. Temu niekorzystnemu procesowi można zapobiec stosując zachowawczy sposób odwodnienia polegający na zamrożeniu świeżo wytrąconego osadu w ciekłym azocie, a następnie na odsublumowaniu lodu w temperaturze poniżej 0°C i pod zmniejszonym ciśnieniem. W takich warunkach przejście wody z fazy stałej do gazowej, z pominięciem fazy ciekłej, charakteryzuje się brakiem sił kapilarnych powodujących skurcz. W efekcie otrzymuje się ksero-układ o strukturze niezdeformowanej migracją mineralnego "szkieletu" w procesie odwodnienia.

W celu stwierdzenia wpływu sposobu odwodnienia na własności fizykochemiczne katalizatorów, świeżo wytrącone osady dzielono na

dwie części: jedną odwodniono w temperaturze 104°C , drugą zaś sposobem zachowawczym opisanym powyżej. Przygotowano następujące katalizatory: kobaltowy do syntezy Fischera-Tropscha (na nośnikach i bez nośnika), wodorotlenki magnezu, cyrkonu, toru, tantalu i tytanu. Charakteryzowano je na podstawie następujących badań: powierzchni właściwej, grawimetrycznej i termicznej analizy różnicowej, zdjęć mikroskopowych i aktywności katalitycznej. Każde z tych badań prowadzono pod kątem porównania własności pary katalizatorów: termicznie suszonego i zachowawczo suszonego.

W wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono, że w wypadku ilości sposób odwodnienia istotnie wpływa na własności fizykochemiczne katalizatorów. Różnice te są tym większe im większe są zdolności do żelowania badanego układu.

Największe różnice w powierzchni właściwej stwierdzono w wypadku $\text{Th}(\text{OH})_4$ (ok. 200%), mniejsze w wypadku $\text{Ta}(\text{OH})_5$ (ok. 80%) i najmniejsze dla $\text{Zr}(\text{OH})_4$ (ok. 30%). Nie stwierdzono różnic w wypadku $\text{Mg}(\text{OH})_2$ i H_4TlO_4 . Wyniki TAR wykazały również istnienie różnic. Efekty endotermiczne na krzywych DTA w wypadku katalizatorów suszonych zachowawczo są mniejsze, a temperatura tych efektów jest nieznacznie obniżona. Świadczy to również o bardziej rozwiniętej powierzchni katalizatorów suszonych zachowawczo. Badania aktywności katalitycznej, wykazały, że katalizatory kobaltowe łatwo ulegają rekrystalizacji co uwidoczniło się szybkim spadkiem ich aktywności w czasie pracy.

ВЛИЯНИЕ МЕТОДА УДАЛЕНИЯ H_2O ИЗ НЕКОТОРЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ ВО ВРЕМЯ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ, НА ИХ ФИЗИКОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

THE DEPENDENCE OF H_2O REMOVAL IN THE PROCESS OF SOME CATALYSTS PREPARATION, ON THEIR PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES