ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА Fe-Co КАТАЛИЗАТОРОВ МЕТОДОМ ДИФФЕРЕНЦИРУЮЩЕГО РАСТВОРЕНИЯ

Болдырева Н.Н., Купцов А.В.
Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, Новосибирск, 630090, просп. Академика Лаврентьева, 5.

Для целей изучения распределения компонентов в катализаторе используются физические методы: ПЭМ, ЭДС, РФЭС, РФА и др. Новые возможности для решения этих задач предоставляет стехиографический метод дифференцирующего растворения

Метод позволяет без использования эталонных образцов фаз качественно и количественно определять фазы катализатора. Этим методом можно обнаруживать различные модификации фаз: кристаллические формы с различными видами дефектов структуры, плохо окристаллизованные, аморфные, микрофазы, пространственно неоднородные и фазы переменного состава.

В методе ДР используется динамический режим растворения, приводящий к дифференцирующему (разделительному) растворению фаз. Полученные растворы вначале анализируются на элементный состав. Определение концентрации элементов проводится любым подходящим методом. В нашем случае использовался метод ИСП-АЭС. Для фазовой идентификации измеренные концентрации элементов представляются в виде кинетических кривых растворения отдельных элементов пробы. По мольным отношениям пар элементов (или стехиометрии растворения двух элементов) в каждый момент времени строятся стехиограммы – зависимости изменения во времени стехиометрии растворения, по которым делаются выводы о фазовой принадлежности элементов на основании законов стехиометрии: постоянное значение стехиограммы свидетельствует о наличии соединения или твердого раствора. Возможности метода ДР во многом зависят от метода анализа растворов после дифференцирующего растворения. Так применяемый нами метод АЭС-ИСП позволяет одновременно измерять концентрации до десятков элементов, но не позволяет определять их валентности, и тем более концентрации валентных форм.

В докладе представлено исследование фазового состава Fe_2Co/Al_2O_3 и Fe_2Co/MgO катализаторов с различными валентными состояниями железа методом ДР: разработана методика выполнения дифференцирующего растворения с измерением концентраций элементов методом АЭС-ИСП на приборе ISP фирмы BAIRD; предложен и успешно применен быстрый способ количественного определения Fe^{2+} с помощью тест-полосок, пропитанных реактивом 2,2-bipyridine фирмы Merk; найдено оригинальное решение проблемы стехиографических расчётов для двух кинетических кривых, полученных разными способами выполнения анализа – способом “on line” и способом “сбор фракций”; приведен фазовый состав образцов катализатора по результатам метода ДР. Обнаружено по четыре основных фазы, входящих в состав катализатора.

Предложенный метод ДР позволил быстро, без использования нескольких физических методов исследования и без использования эталонов фаз, получить данные о фазовом составе Fe_2Co/Al_2O_3 и Fe_2Co/MgO катализаторов, о фазовой принадлежности Fe^{2+} и Fe^{3+}, определить количества фаз и их местонахождение в объеме пробы.

Проведено сравнение результатов ДР-анализа с результатами, полученными физическими методами.