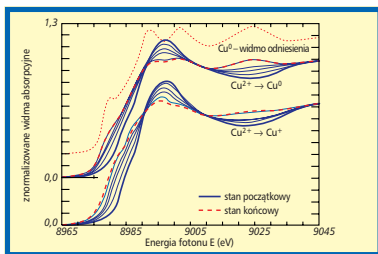


Wysoce wydajne metody badania procesów katalitycznych przy użyciu promieniowania synchrotronowego

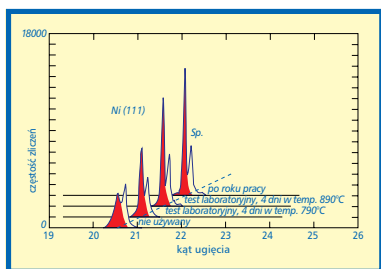
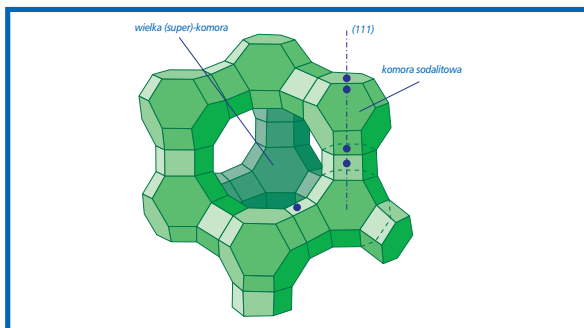
Naświetlając atomy danego pierwiastka chemicznego promieniowaniem rentgenowskim obserwuje się przy pewnych energiach fotonów skokowe zmiany absorpcji promieniowania. Są to energie, przy których wybijane są z atomów elektrony. Położenia tych tzw. krawędzi absorpcyjnych są charakterystyczne dla każdego pierwiastka i zależą od wartościowości chemicznej absorbującego atomu. Wyznaczenie struktury subtelnej w obszarze tych krawędzi oraz jej zmiany w trakcie reakcji chemicznych umożliwiają wyciągnięcie ważnych wniosków odnośnie zmian w geometrii otoczenia absorbującego atomu i jego elektronicznej struktury.

Choć mechanizm absorpcji znany był dobrze od dziesiątków lat, to jednak dopiero zastosowanie nowoczesnych źródeł promieniowania synchrotronowego zapoczątkowało przełom w SPEKTROSKOPII ABSORPCYJNEJ. Szeroki zakres widma promieniowania synchrotronowego umożliwia zastosowanie tej metody dla bardzo wielu pierwiastków. Widmo absorpcyjne nadające się do interpretacji otrzymać bowiem można już w ciągu 50 milisekund.

Zeolity CuNaY, z wymienionym atomem miedzi, są katalizatorami wysokiej jakości, stosowanymi do produkcji podstawowych materiałów w przemyśle polimerów. Utworzone są z połączonych wzajemnie w sieć pustych przestrzeni, tzw. komór sodalitowych. Wyznaczenie stopnia utlenienia aktywnych kationów miedzi w położeniach zaznaczonych przez I, II, III oraz ich lokalnego otoczenia ma zasadnicze znaczenie dla opisu procesu katalizy.



Widma absorpcyjne przy krawędzi K dla miedzi, otrzymane w trakcie reakcji redukcjno-utleniających dla zeolitu CuNaY.



Diagramy dyfrakcyjne katalizatora rozszczepiającego dla różnych warunków jego pracy, otrzymane przy użyciu promieniowania synchrotronowego.

Diagram wykazuje, że zgrupowania atomów niklu w katalizatorze powiększyły się sześciokrotnie w ciągu jego rocznej pracy. Powoduje to spadek aktywności katalizatora.

Katalizatory dostępne są z reguły w postaci proszków. Ich krystaliczną strukturę, wielkość ziaren oraz zmiany, którym podlegają w czasie reakcji katalizy, można badać stosując tzw. DYFRAKTOMETRIĘ PROSZKOWĄ. Dyfraktometry proszkowe wykorzystujące współczesne źródła promieniowania synchrotronowego umożliwiły po raz pierwszy wykonanie bardzo szybkich pomiarów widma (otrzymać je można w ciągu 50 milisekund) lub też pomiarów o bardzo wysokiej zdolności rozdzielczej, uwidaczniających nawet najdrobniejsze zmiany strukturalne. Faza aktywna wielu katalizatorów składa się z cząstek będących zgrupowaniami niewielu atomów rozmieszczonych na materiale podłoża. Te aktywne zgrupowania są często tak małe, że niemożliwe jest wyznaczenie ich wewnętrznej struktury metodą dyfrakcji rentgenowskiej. Duże możliwości zastosowań badawczych dostarcza tu metoda spektroskopii absorpcyjnej znana pod nazwą EXAFS. Dla energii fotonów powyżej krawędzi absorpcyjnej widmo absorpcyjne wykazuje oscylacje, z których częstości i amplitudy można wyciągnąć wnioski o rodzaju, liczbie i odległościach atomów sąsiadujących z atomem wzbudzonym.



Hamburg