

МИНОБРНАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

ХИМИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ

**Аннотированная рабочая программа дисциплины**

**Методы приготовления и исследования катализаторов**

**Часть 1. Научные основы приготовления катализаторов**

**Часть 2. Хроматография**

Специальность

**Фундаментальная и прикладная химия**

**04.05.01**

Квалификация (степень) выпускника

**Специалист**

Форма обучения

**очная**

Томск – 2016

## 1. Код и наименование дисциплины (модуля)

### Б1.В.ДВ.1.5.3. Методы приготовления и исследования катализаторов

*Курс является модульным, Общая трудоемкость дисциплины «Методы приготовления и исследования катализаторов» составляет 4 зачетные единицы, 144 ч, из которых 72 ч составляет контактная работа обучающегося с преподавателем (48 ч – занятия лекционного типа, 24 ч – занятия семинарского типа), 72 ч составляет самостоятельная работа обучающегося, в том числе 36 часа – подготовка к экзамену*

#### 1. Часть I Научные основы приготовления катализаторов

2. Целями изучения модуля «Научные основы приготовления катализаторов» являются:

- формирование у студентов комплексного подхода к рассмотрению задач и проблем, связанных с созданием новых и усовершенствованием существующих гетерогенных катализаторов;
- получение студентами знаний о современных теоретических и экспериментальных подходах целенаправленного синтеза катализаторов с заданным набором свойств и характеристик.

Для достижения поставленной цели выделяются следующие задачи курса:

- ознакомить студентов с современными представлениями о научных основах приготовления катализаторов как науке о синтезе пористых дисперсных материалов с заданными химическим и фазовым составом;
- ознакомить студентов с методами приготовления дисперсных твердых тел;
- ознакомить студентов с теоретическими основами физико-химических процессов, протекающих при синтезе катализаторов на различных этапах выбранного метода получения;
- приобретение теоретических и практических навыков в области приготовления катализаторов, носителей, адсорбентов и других дисперсных твердых тел с заданными фазовым и химическим составом и текстурными характеристиками.

#### 3. Год/годы и семестр/семестры обучения

Программа рассчитана на изучение модуля «Научные основы приготовления катализаторов» на 4-ом курсе в течение одного (8-го) семестра.

4. **Общая трудоемкость части1** – «Научные основы приготовления катализаторов» составляет 96 часов, из которых 48 часов составляет контактная работа обучающегося с преподавателем (32 часа – занятия лекционного типа, 16 часов – занятия семинарского типа), 48 часов составляет самостоятельная работа обучающегося, в том числе 24 часа – подготовка к экзамену. Для студентов проводятся групповые и индивидуальные консультации.

#### 5. Планируемые результаты обучения по дисциплине, соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы

Формируемые компетенции	Планируемые результаты обучения по дисциплине
<b>СК-4, II уровень:</b> - способность применять основные закономерности физической химии при решении конкретных задач химии и химической технологии, в том числе,	<b>У (СК-4) – II Уметь</b> - самостоятельно ставить задачи синтеза, решаемые посредством выбора природы, химического состава, способа и условий приготовления требуемого материала,

<p>синтеза и изучения функциональных свойств адсорбентов, катализаторов и других твердых тел, при использовании современных методов исследования, с целью их научного и практического применения при решении профессиональных задач.</p>	<p>выбирать оптимальные пути и методы решения подобных задач как экспериментальных, так и теоретических.</p> <p><b>З (СК-4) – II Знать</b>  - основные традиционные методы получения катализаторов, а также фундаментальные законы и механизмы, положенные в основу синтеза дисперсных пористых тел заданного химического и фазового состава, получаемых различными методами.</p> <p><b>В (СК-4) – II Владеть</b>  - теоретическими подходами в области традиционных и современных способов синтеза катализаторов и других дисперсных твердых тел с заданными текстурными характеристиками, химическим и фазовым составом, определяющими функциональные свойства получаемых материалов.</p>
--	---

#### 6. Содержание модуля и структура учебных видов деятельности

№ п/п	Наименование разделов и тем	Всего часов	Неделя семестра	Виды учебной работы, включая самостоятельную работу студентов и трудоемкость (в часах)		
				лекции	семинары	СРС
1	Цели и задачи научных основ приготовления катализаторов.	3	1	2	-	1
2	Основные характеристики катализаторов и их зависимость от условий приготовления.	5	1	4	-	1
3	Основные этапы и методы приготовления катализаторов.	3	2	2	-	1
4	Подготовка и синтез исходных веществ для приготовления катализаторов.	3	2	2	-	1
5	Носители.	8	3	4	-	4
6	Получение катализаторов методами осаждения.	14	3-6	6	4	4
7	Термическая обработка катализаторов.	12	6-8	4	4	4
8	Получение катализаторов методом механического смешения.	10	8-10	2	4	4
9	Физико-химические основы приготовления катализаторов методом нанесения.	14	10-12	6	4	4
	Экзамен	24				24
	Итого	96		32	16	48

## 6.2. Содержание модуля

Программа курса включает рассмотрение следующих тем:

1. Цели и задачи научных основ приготовления катализаторов. История развития научных основ приготовления. Положения Г.К. Борескова о химической природе катализа. Основные проблемы катализа. Классификация катализаторов. Основные промышленные катализаторы. Современное определение дисциплины. Связь курса с другими дисциплинами.

2. Основные характеристики катализаторов и их зависимость от условий приготовления. Удельная каталитическая активность однофазных и многофазных катализаторов. Селективность. Текстуальные характеристики катализаторов. Оптимальная пористая структура. Основные механизмы изменения удельной поверхности и пористости. Механическая прочность катализаторов. Термическая стабильность. Текстуальные и структурные промоторы. Оптимальные гидродинамические характеристики катализаторов.

3. Основные этапы и методы приготовления катализаторов. Выбор и подготовка исходных веществ. Получение активного компонента с заданным составом и свойствами различными методами. Переработка катализатора в товарный продукт. Подходы к получению дисперсных систем. Диспергирование. Конденсация. Классификация методов приготовления.

4. Подготовка и синтез исходных веществ для приготовления катализаторов. Требования к исходному сырью. Растворы. Состояние ионов в растворах и его влияние на свойства катализаторов. Золи как исходные вещества для синтеза различных катализаторов и носителей. Свойства и факторы, определяющие стабильность золь-гелей оксидов и гидроксидов. Методы получения золь-гелей гидроксидов и оксидов. Применение и получение золь-гелей металлов.

5. Носители. Роль носителей в катализаторах. Физико-химические свойства основных синтетических и природных носителей. Оксид кремния (силикагель). Оксиды алюминия. Диоксид титана. Оксид магния. Диоксид циркония. Многокомпонентные носители. Блочные носители сотовой структуры. Углеродные носители: активные угли, Сибунит, углерод - минеральные носители, каталитический волокнистый (нитевидный) углерод.

6. Получение катализаторов методами осаждения. Технологические аспекты метода. Основные стадии метода осаждения. Основные параметры и факторы осаждения. Осаждение в периодическом и непрерывном режимах. Механизмы формирования гидроксидов. Стадийная схема коллоидно-химического осаждения. Физико-химические аспекты золь-гель метода осаждения. Старение осадков под маточным раствором. Классификация осадков по способности к кристаллизации при старении. Основы классической теории кристаллизации. Уравнение Гиббса-Томпсона-Оствальда. Формирование аморфных и труднокристаллизующих гидроксидов. Особенности формирования текстуры силикагеля при получении по золь-гель технологии и через каогель. Закономерности формирования фазового состава и текстуры гидратированных оксидов IV группы. Формирование легкокристаллизующихся гидроксидов. Теория кристаллизации малорастворимых гидроксидов по механизму ориентированного наращивания. Основные положения теории. Практическое применение теории на примере гидроксидов Al(III), Fe(III), Cr(III). Получение многокомпонентных катализаторов методом соосаждения. Классификация уровней взаимодействия гидроксидов при соосаждении. Особенности старения бинарных осадков. Особенности золь-гель химии при синтезе бинарных систем.

7. Термическая обработка катализаторов. Закономерности формирования фазового состава и текстуры при термическом разложении солей и гидроксидов. Спекание пористых тел. Полиморфные превращения. Твердофазные реакции. Механизмы твердофазного взаимодействия оксидов. Факторы, определяющие глубину твердофазного взаимодействия. Влияние глубины взаимодействия компонентов на стадиях синтеза

предшественников на направление и последовательность твердофазных превращений при прокаливании. Восстановление катализаторов.

8. Получение катализаторов методом механического смешения. Основные технологические стадии метода. Факторы, влияющие на глубину взаимодействия компонентов в катализаторах, полученных методом смешения. Способы интенсификации процессов взаимодействия компонентов при смешении. Смешение в присутствии жидкой фазы. Использование метода механохимической активации для приготовления многокомпонентных катализаторов и носителей.

9. Физико-химические основы приготовления катализаторов методом нанесения. Технологические аспекты метода. Основные технологические стадии. Способы нанесения веществ из растворов и газовой фазы. Диффузионная и капиллярная пропитка. Общие представления о процессах, протекающих при формировании нанесенных катализаторов. Пропиточные и сорбционные катализаторы. Уравнение материального баланса процесса адсорбционной пропитки. Особенности формирования пропиточных катализаторов. Однократная и многократная пропитка. Механизмы закрепления предшественников активного компонента на поверхности носителей. Химия поверхности оксидных и углеродных носителей. Механизмы катионного и анионного обмена, лигандного замещения и обмена. Основные положения теории электростатической адсорбции ионов из водных растворов. Распределение активного компонента в нанесенных катализаторах. Типы распределения. Физико-химические подходы к регулированию распределения активного компонента в катализаторах сорбционного типа.

Особенности физико-химических процессов, протекающих в процессе термообработки нанесенных катализаторов. Факторы, определяющие дисперсное состояние нанесенных компонентов. Механизмы спекания нанесенных дисперсных частиц.

Приготовление нанесенных многокомпонентных катализаторов. Процессы, протекающие при совместном и последовательном нанесении компонентов. Синтез через биядерные гетероатомные комплексы. Природа активных компонентов в нанесенных биметаллических катализаторах. Факторы, определяющие процессы формирования нанесенных сплавов.

### **6.3. Перечень семинарских и практических занятий**

№ п/п	Наименование семинарских занятий
1	Решение задач по теме раздела
2	Решение задач по теме раздела
3	Решение задач по теме раздела
4	Решение задач по теме раздела

### **6.4 Форма промежуточной аттестации экзамен**

## **7. Ресурсное обеспечение**

### **7.1. Перечень основной и дополнительной учебной литературы**

а) основная литература:

1. Пахомов Н.А. Научные основы приготовления катализаторов: введение в теорию и практику. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2011 г. 262 с.
2. Пахомов Н.А. Научные основы приготовления катализаторов / Учебное пособие. Новосибирск: Изд-во Института катализа им. Г.К. Борескова СО РАН, 2010. 281 с.
3. Фенелонов В.Б., Мельгунов М.С. Адсорбционно-капиллярные явления и пористая структура катализаторов и адсорбентов: Сборник задач и вопросов с ответами и решениями. НГУ. Новосибирск, 2010. 190 с.

б) дополнительная литература:

1. Фенелонов В.Б. Введение в физическую химию формирования супрамолекулярной структуры адсорбентов и катализаторов. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2002. 413 с.
2. Боресков Г.К. Гетерогенный катализ. М.: Наука, 1986. 304 с.
3. Карнаухов А.П. Адсорбция. Текстура дисперсных и пористых материалов. Новосибирск: Наука, 1999. 470 с.
4. Пахомов Н.А., Буянов Р.А. Современные тенденции в области развития традиционных и создания новых методов приготовления катализаторов // Кинетика и катализ, 2005. Т.46. №5. с.711-727.
5. Болдырев В.В. Механохимия и механическая активация твердых веществ // Успехи химии, 2005. Т.75. №3. с.204-216.
6. Buyanov R.A., Krivoruchko O.P. // React. Kinet. Cat. Lett. 1987. V.35. N 1-2. P. 293-302.
7. Мухленов И.П. Технология катализаторов. Л.: Химия, 1979. 324 с.

### **7.2. Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»**

1. ScienceDirect [Electronic resource] / Elsevier B.V. – Electronic data. – Amsterdam, Netherlands, 2016. – URL: <http://www.sciencedirect.com/>
2. Scopus [Electronic resource] / Elsevier B.V. – Electronic data. – Elsevier, 2016. – URL: <https://www.scopus.com/>
3. Научная электронная библиотека eLIBRARY.RU [Электронный ресурс]. – Электрон. дан. – М., 2000- . – URL: <http://elibrary.ru/defaultx.asp>

### **8. Преподаватель**

Харламова Тамара Сергеевна, к.х.н., доцент кафедры физической и коллоидной химии

## **ЧАСТЬ 2**

### **1. Код и наименование дисциплины**

Б1.В.ДВ.1.5.3 «Методы приготовления и исследования катализаторов. Часть 2. – Хроматография».

### **2.Цель изучения модуля**

состоит в освоении теоретического и практического материала по методам контроля качественного и количественного анализа исходных и продуктов каталитических процессов. Для реализации поставленной цели, на базе знаний приобретенных в рамках курсов «Аналитическая химия», «Физическая химия», «Органическая химия», «Строение вещества» необходимо:

1. сформировать у студентов представления о развитии физико – химических методов исследования материалов и роли методов исследования в химическом материаловедении; (больше подходит к общей формулировке курса)
2. изучить физико – химические принципы хроматографии и процессы, протекающие при хроматографическом анализе;
3. освоение современных практических методик применения хроматографических методов для решения химических проблем.

### **3. Год/годы и семестр/семестры обучения.**

4 год, 8 семестр.

**4. Общая трудоемкость дисциплины (модуля)** составляет 48 часов, из которых 24 часа составляет контактная работа обучающегося с преподавателем (16 часов – занятия лекционного типа, 8 часов – занятия лабораторного типа) 24 часа

составляет самостоятельная работа обучающегося, из которых 12 часов – подготовка к экзамену

**5. Планируемые результаты обучения по дисциплине (модулю), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы (заполняется в соответствии с картами компетенций)**

<b>Формируемые компетенции (код компетенции, уровень (этап) освоения)</b>	<b>Планируемые результаты обучения по дисциплине (разделу)</b>
<p><b>СК-4, II уровень:</b> - способность применять основные закономерности физической химии при решении конкретных задач химии и химической технологии, в том числе, синтеза и изучения функциональных свойств адсорбентов, катализаторов и других твердых тел, при использовании современных методов исследования, с целью их научного и практического применения при решении профессиональных задач.</p>	<p><b>У (СК-4) – II Уметь</b> - самостоятельно ставить задачи при выборе метода анализа при выполнении каталитических исследований, решаемые посредством выбора химического состава анализируемой пробы, выбирать оптимальные пути и методы решения подобных экспериментальных.</p> <p><b>З (СК-4) – II Знать</b> - основные принципы функционирования газовых хроматографов, методов оптимизации условий хроматографирования.</p> <p><b>В (СК-4) – II Владеть</b> - практическими навыками при освоении современных методик применения хроматографических методов для решения химических задач.</p>

#### **6. Содержание дисциплины и структура учебных видов деятельности**

Наименование разделов и тем	Всего (час.)	Контактная работа (час.)		СРС
		Лекции	Лаб. работы	
<p>Физико-химические основы хроматографического процесса. Терминология и классификация в хроматографии. Классификация по методам, классификация по механизму. Классификация по формам осуществления.</p>	8	4	2	2
<p>Теория газожидкостной хроматографии. Теория хроматографического разделения газо-адсорбционным методом. Подвижная фаза. Твердые носители. Хроматограф. Принципиальная схема современного хроматографа. Качественный анализ.</p>	14	6	4	4

Количественный анализ.				
Обзор методов жидкостной хроматографии. Классификация методов жидкостной хроматографии. Варианты жидкостной хроматографии по механизму удерживания. Детекторы.	6	4		2
Определение молекулярной массы соединения. Определение изотермы адсорбции. Определение изостерической теплоты адсорбции. Определение удельной поверхности. Определение каталитической активности с помощью газохроматографического метода. Изучение неизотермической кинетики с помощью термодесорбции	8	2	2	4
Подготовка к экзамену	12			12
Итого	48	16	8	24

### Перечень лабораторных работ

№ п/п	№ раздела	Тема лабораторного занятия
1	1	Подбор режимов работы хроматографа и условий программирования
2	2	Калибровка газового хроматографа
3	2	Анализ смеси основных газов (O <sub>2</sub> , N <sub>2</sub> , CO, CO <sub>2</sub> )
4	4	Анализ смеси горючих газов

### 6.2. Содержание дисциплины

Раздел 1. Основные понятия хроматографии История развития метода хроматографии. Физико-химические основы хроматографического процесса. Терминология и классификация в хроматографии. Хроматограмма и хроматографические параметры. Классификация по методам: проявительная (элюэнтная) хроматография, вытеснительная хроматография, фронтальная хроматография. Классификация по механизму: адсорбционная, распределительная, ионообменная, проникающая хроматография. Классификация по формам осуществления: колоночная, бумажная, тонкослойная хроматография, хроматография в открытой трубке, капиллярная хроматография.

Раздел 2. Газовая хроматография. Теория газожидкостной хроматографии. Коэффициент и изотерма распределения. Процессы, протекающие в хроматографической колонке. Понятие теоретической тарелки. Уравнение Ван-Деемтера. Теория хроматографического разделения газо-адсорбционным методом. Влияние адсорбента. Дисперсность адсорбента. Эффективность адсорбции. Подвижная фаза. Сжимаемость газа-носителя. Оптимальная линейная скорость. Влияние природы газа-носителя на эффективность разделения. Твердые носители. Влияние дисперсности носителя на разделение. Полярность носителя. Твердые носители, применение в хроматографии. Неподвижная фаза (НФ). Селективность НФ. Требования к НФ. Классификация НФ.



Полярность колонки. Некоторые указания к выбору НФ. Особоселективные фазы. Количество НФ. Эффективность колонки. Адсорбенты. Молекулярные сита. Силикагель. Углеродные адсорбенты. Пористые полимеры. Выбор оптимальных условий для хроматографического разделения. Температура колонки и испарителя. Скорость газов. Хроматограф. Принципиальная схема современного хроматографа. Колонки. Детекторы. Катарометр. Пламенно-ионизационный детектор. Селективные детекторы. Качественный анализ. Хроматографическая идентификация. Величина удерживания. Индексы удерживания. Количественный анализ. Возможные источники ошибок. Методика ввода пробы. Методы количественного расчета. Нормировка площадей. Абсолютная калибровка. Метод внутреннего стандарта. Поправочные коэффициенты. Интегрирование.

Раздел 3. Методы жидкостной хроматографии. Классификация методов жидкостной хроматографии. Варианты жидкостной хроматографии по механизму удерживания. Колоночная жидкостная хроматография. Планарная жидкостная хроматография. Хроматографическая колонка, свойства сорбентов. Профиль хроматографического тракта. Аппаратура для жидкостной хроматографии. Детекторы.

Раздел 4. Физико – химические измерения методом газовой хроматографии. Коэффициент Генри. Определение молекулярной массы соединения. Коэффициент активности и диффузии в газовой фазе. Определение изотермы адсорбции. Определение изостерической теплоты адсорбции. Определение удельной поверхности. Определение каталитической активности с помощью газохроматографического метода. Изучение неизотермической кинетики с помощью термодесорбции.

### **6.3. Форма промежуточной аттестации**

экзамен

### **7. Рекомендованная литература по дисциплине**

а) основная литература

1. Беккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика. Методы хроматографии и капиллярного электрофореза. – М.: Техносфера, 2009. – 472 с.
2. Хенке Х. Жидкостная хроматография. – М.: Техносфера, 2009. – 264 с.

б) дополнительная литература

1. Руководство пользователя по подготовке и проведению анализа на аппаратно-программном комплексе "Хроматэк - Кристалл". Атмосферный воздух, воздух рабочей зоны, промышленные выбросы. Газохроматографический метод определения предельных углеводородов C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>
2. Джеффери П, Киппинг П. Анализ газов методом газовой хроматографии. – М.: Мир, 1976. – 256 с.
3. Яшин Я. И., Яшин Е. Я., Яшин А. Я. Газовая хроматография. — М.: 2009. — 528 с.
4. Беккер Ю. Хроматография. Инструментальная аналитика. Методы хроматографии и капиллярного электрофореза. – М.: Техносфера, 2009. – 472 с.
5. Пецев Н., Коцев Н. Справочник по газовой хроматографии. – М.: Мир, 1987. - 261 с.
6. Хефтман Э., Кастер Т., Нидервизор А. и др. Под редакцией Березкина В.Г. Хроматография - М: Мир, 1986. ч 2. – 422 с.
7. J. Gazes, R.P.W. Scott Chromatography Theory. - New York., 2002. – 475 p.
8. Царев Н.И., Царев В.И., Катраков И.Б. Практическая газовая хроматография. Барнаул: Издательство Алтайского государственного университета, 2000. – 156 с.
9. Белявская Т. А. Хроматография неорганических веществ. – М. Высшая школа., 1986. – 206 с.
10. Гольберт К.А., Вигдергауз М.С. Введение в газовую хроматографию. – М.:

Химия, 1990. – 351 с.

**Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети Интернет.**

<http://chromatography.narod.ru/links/index.html>

<http://chromatec.ru/products>

## **8. Преподаватель (преподаватели).**

Автор, канд. хим. наук, доцент О.И. Сидорова