

$$k = \frac{C(C_4H_8O_2)/C(C_{10}H_{22})}{S(C_4H_8O_2)/S(C_{10}H_{22})}$$

Таким образом, для определения этилацетата с концентрацией до 1 мг/мл методом градуировочного графика получена линейная зависимость $S = 0,0213 + 0,0568C$, и поправочный коэффициент $k = 1,759$ для метода внутреннего стандарта. Оптимизированы температурные режимы хроматографирования: $T_{исп.} = 200^\circ\text{C}$, $T_{дет.} = 280^\circ\text{C}$, $T_{кол.} = 60^\circ\text{C}$ (5 мин) со скоростью $5^\circ/\text{мин}$ до 180°C (10 мин).

УДК 543.61

студ. Р.В. Тереня, В.В. Дятлов

Науч. рук. доц. Е.О. Богдан, ст. преп. А.К. Болвако
(кафедра физической, коллоидной и аналитической химии, БГТУ)

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОБРАБОТАННЫХ ЖЕЛЕЗО-МОЛИБДЕНОВЫХ КАТАЛИЗАТОРОВ

Железо-молибденовый катализатор представляет собой смесь оксида молибдена (III) с молибдатом железа с мольным соотношением $\text{Mo} : \text{Fe} = 2 : 5$. В процессе эксплуатации катализатор постепенно снижает свою селективность и активность, что преимущественно обусловлено потерями молибдена и частичным разложением молибдата железа с образованием оксида железа. Основной целью переработки отработанного железо-молибденового катализатора является извлечение молибдена, как наиболее ценного продукта; регенерация катализатора может осуществляться с целью дальнейшего его использования в процессе органического синтеза. Предложены различные методы извлечения компонентов, основанные на выщелачивании с использованием различных сред, экстракции и др. Целью настоящей работы является исследование свойств отработанного железо-молибденового катализатора.

Особый интерес представляют физико-химические процессы, которые протекают при термической обработке исследуемого катализатора. Исследования проводились на дифференциальном сканирующем калориметре DSC 404 F3 Pegasus (NETZSCH, Германия). Дополнительно осуществлялась многопозиционная термообработка катализатора в диапазоне температур $500\text{--}1300^\circ\text{C}$ с определением потери при прокаливании. На кривой ДСК, приведенной на рисунке, наблюдаются четыре эндотермических эффекта с минимумами при температурах $517,8$; $701,3$; 771 ; $951,4^\circ\text{C}$, которые связаны, по нашему мнению, с процессами дегидратации и разложения. В свою очередь, эти исследования согласуются данными, полученными при исследовании по-

терь при прокаливании. Для определения потерь при прокаливании готовили тигли, прокаливая их при 900°C до постоянной массы. Затем навески катализатора, взвешенные на аналитических весах Ohaus AR 2140, помещали в тигли. При необходимости измельчали отработанный катализатор в агатовой ступке. Тигли с навесками нагревали в диапазоне температур 300–700°C с шагом 100° в электропечи лабораторной SNOL-8.2/1100, выдерживая при каждой температуре 30 мин. Затем тигли остужали до комнатной температуры и взвешивали на аналитических весах. Между измерениями тигли с образцами помещали в эксикатор.

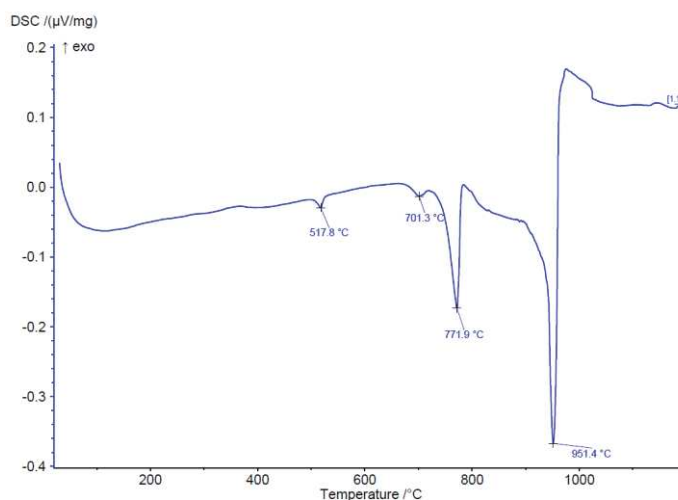


Рисунок 1 – ДСК катализатора

Потери при прокаливании рассчитывали по формуле:

$$w = \frac{m_0 - m}{m_0} \cdot 100\%$$

где m_0 и m – масса образца до и после термообработки.

В процессе прокаливании улетучивается гигроскопическая влага, химически связанная вода, CO_2 за счет сгорания органических примесей, а также другие летучие продукты. При этом в процессе термообработки образцы катализатора меняли окраску от зеленовато-коричневых (без термообработки) до темно-коричневых и черных тонов.

Установлено, что величина потерь при прокаливании отработанного катализатора в зависимости от температурного диапазона лежит в пределах от $0,079 \pm 0,001\%$ до $0,558 \pm 0,007\%$.

Как следует из полученных данных, в изученном температурном диапазоне изменение массы образцов происходило нелинейно, что, возможно, обусловлено процессами удаления гигроскопической и химически связанной воды при невысоких температурах и процессами разложения неустойчивых соединений, входящих в состав катализатора – при более высоких.