

Методы исследования в катализе и нефтехимии 4 и 5 курс

Тема 1. Хроматографические методы разделения и анализа смесей

История хроматографии. Основные виды хроматографических процессов. Устройство хроматографа. Причины размывания пиков. Основные параметры удерживания. Селективность разделения. Критерий разделения, Индексы Ковача, Роршнайдера. Основные типы хроматографических детекторов. Виды хроматографии: капиллярная хроматография, жидкостная хроматография, планарная хроматография

Тема 2. Исследование кинетики катализитических реакций

Цели и задачи кинетических исследований. Стадии катализитических процессов. Влияние диффузии на наблюдаемую кинетику каталитической реакции. Экспериментальные методы исследования кинетики катализитических реакций. Статические системы. Динамические системы. Импульсный проточный метод с хроматографическим контролем. Области протекания гетерогенно-катализитических реакций. Признаки проявления диффузионных осложнений, способы их устранения. Статические системы для реакций в газовой и жидкой фазах, динамические системы, импульсный проточный метод. Представление экспериментальных данных и обработка результатов эксперимента.

Тема 3. Оптические методы исследования органических лигандов, металлоорганических комплексов и органических супрамолекулярных комплексов

Абсорбционная спектроскопия. основные понятия и законы поглощения. Спектрофотометрический анализ. Спектрофотометрическое титрование. Анализ процессов комплексообразования. Определение констант устойчивости комплексов, скорости протекания фотопревращений, термодинамических характеристик химических реакций. Оптические сенсоры. Флуоресцентная спектроскопия. Люминесценция. Фосфоресценция. Основные Флуорофоры. Флуоресцентные маркеры биологических молекул. Определение квантовых выходов фотохимических превращений. Супрамолекулярная фотоника. Молекулярные моторы. Спектрофотометрический анализ. Спектрофотометрическое титрование. Оптические сенсоры. Спектрофотометры, оптоволоконная спектрофотометрия. Флуоресцентная спектроскопия.

Тема 4. Методы исследования физико-химических свойств катализаторов, сорбентов, реагентов и продуктов реакций

Классификация твердых тел. Типы изотерм адсорбции. Определение величины удельной поверхности и характеристик пористой структуры катализаторов и сорбентов. Определение кислотных свойств поверхности твердых тел: общей кислотности, типа и силы кислотных центров, их концентрации. Исследование взаимодействия адсорбат-адсорбент термодесорбционным методом. Варианты термодесорбционного метода. Основные принципы и границы применения спектральных методов при исследовании адсорбентов, катализаторов, катализитических комплексов и продуктов. Применение оптической спектроскопии для исследования характера адсорбции, химического состояния поверхности, формирования структуры катализаторов. Основные принципы и границы применения специальных спектральных методов: ЯГР, УФЭС, ЭОС; РФЭС, ЭПР, ПМР, ЯМР; ЭПР, EXAFS и др. Электронная микроскопия: ПЭМ, СЭМ, СТМ, АСМ. Методы, не связанные с воздействием электромагнитного излучения. МСВИ; ДМЭ, ЭСД и др.

Тема 5. Практика применения физико-химических методов

Методы определения структурных характеристик поверхности катализаторов методом БЭТ (весовой, объемный, упрощенный метод БЭТ). Хроматографический метод определения общей (метод тепловой десорбции) и селективной поверхности катализаторов. Ртутная и водяная порометрия для изучения макропористых сорбентов и катализаторов. Методы определения поверхности общей кислотности твердых тел, типа и силы кислотных центров, их концентрации. Классификация электромагнитных волн по энергии. Основные принципы и границы применения спектральных методов. Возможности ИК-спектроскопии для изучения химии поверхности, выяснения структуры адсорбционных и каталитических комплексов, изучения кислотности катализаторов и др. Основы метода спектроскопии ядерного магнитного резонанса (ЯМР). Выбор методик ЯМР для решения задач установления структур органических лигандов и их комплексов. Требования к подготовке образцов для анализа методом ЯМР. Критерии оценки качества получаемых спектров. Общие подходы к анализу одномерных спектров ЯМР (¹H, ¹³C, ¹³C APT, ¹³C DEPT). Особенности двумерных методик ЯМР (COSY, HETCOR, HSQC, HMBC, EXSY, NOESY, ROESY). Возможности и недостатки других спектральных методов. Методы электронной микроскопии. Зондовая микроскопия.

Основная литература

1. Денисов Е.Т. Кинетика гомогенных химических реакций. М.: Высшая школа. 1988.
2. В.М. Байрамов. Основы химической кинетики и катализа. М.: ACADEMA. 2003. Часть 2.
3. Г. Мак-Ннейр, Э Бонеллио Введение в газовую хроматографию. М.: Мир, 1970. 280 с.
4. Б.А. Руденко, Г.И. Руденко. Высокоэффективные хроматографические процессы. Т. 1. Газовая хроматография. М.: Наука, 2003. 425 с.; Т. 2. Процессы с конденсированными подвижными фазами. М.: Наука, 2003. 287 с.
5. В.Д. Красиков Основы планарной хроматографии Санкт-Петербург Химиздат , 2005
6. Химия комплексов «гость-хозяин». Синтез, структуры и применение (Под ред. Ф. Фегтле, Э. Вебера). М.: Мир, 1988. 511 с.
7. В. В. Скопенко, А. Ю. Цивадзе, Л. И. Савранский, А. Д. Гарновский. Координационная химия. М.: ИКЦ «Академкнига», 2007.
8. Дж. В. Стид, Дж. Л. Этвуд. Супрамолекулярная химия. М.: ИКЦ «Академкнига», 2007.
9. Грег С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность и пористость. М.: Мир. 1984.
10. Танабе К. Твердые кислоты и основания. М.: Мир. 1973 (гл. 1, 2, 4, 5)
11. Моррисон С.Р. Химическая физика поверхности твердого тела. М.: Мир. 1980.
12. Ю.А. Пентин, Л.В. Вилков. Физические методы исследования в химии. М. Мир, 2003.
13. Е.В. Скокан, М.А.Абаев, И.Ф.Шишков Физические методы исследования в химии (Учебное пособие). М.Химфак МГУ, 2011. Части 1 и 2.

Дополнительная литература

1. Киперман С.Л. Основы химической кинетики в гетерогенном катализе. М.: "Химия", 1979.
2. Экспериментальные методы химической кинетики. М.: Изд-во МГУ. 1985.
3. Е.Л. Стыскин,Л.Б. Иниксон, Е.В. Брауде. Практическая высокоэффективная жидкостная хроматография. М.: Химия, 1986. Л.А. Коган. Количественная газовая хроматография. М.: Химия, 1975. 184.

4. В.В. Бражников. Дифференциальные детекторы для газовой хроматографии. М.: Наука, 1974. 224 с.
5. О. И. Койфман, Н. Ж. Мамардашвили, И. С. Антипин. Синтетические рецепторы на основе порфиринов и их конъюгатов с каликс аренам. М.: «Наука», 2006.
6. Metal-ligand interaction in Organic Chemistry and Biochemistry (Eds. B. Pullman, N. Goldblum, Dordrecht, D. Reidel) 1977.
7. B. Valeur. Molecular Fluorescence Molecular Fluorescence: Principles and Applications. 2001
8. Суздалев И.П. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров,nanoструктур и наноматериалов. М.: КомКнига, 2006. 592 с.
9. Методы исследования катализаторов (Под ред. В.М.Грязнова). М.: Мир. 1983.
10. Литлл Л. ИК-спектры адсорбированных молекул. М.: Мир: 1969.
11. Якерсон В.И., Розанов В.В. Исследование каталитических систем методами термодесорбции и термографии. М.: ВИНТИ, 1974.

Авторы программы:

1. Кандидат химических наук **Кулакова Инна Ивановна**, кафедра химии нефти и органического катализа, kulakova@petrol.chem.msu.ru, тел.(495)-939-46-38;
2. Кандидат химических наук, ведущий научный сотрудник **Мингалев Павел Германович**, кафедра химии нефти и органического катализа, glo@petrol.chem.msu.ru, тел.(495)-939-53-57;
3. Кандидат химических наук, доцент **Куликов Альберт Борисович**, кафедра химии нефти и органического катализа, akulikov@ipc.ac.ru, тел.(495) 939-2448
4. Кандидат химических наук, ведущий научный сотрудник **Вацуро Иван Михайлович**, кафедра химии нефти и органического катализа, vatsuro@petrol.chem.msu.ru, тел.(495) 939-1302
5. Кандидат химических наук, ведущий научный сотрудник **Хорошутин Андрей Васильевич**, кафедра химии нефти и органического катализа, khorosh@petrol.chem.msu.ru, тел.(495)-939-2448