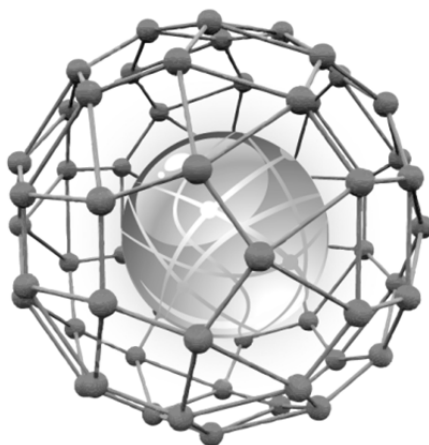


МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
Химический факультет

# ПОЛИФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

Материалы Международной научной конференции  
21–22 мая 2015 г.

Том 1



Томск  
Издательский Дом Томского государственного университета  
2015

propene being, respectively, comparable and lower to that of  $\text{VO}_x/\text{Al}_2\text{O}_3$ . The  $\text{VO}_x/\text{SiO}_2$  showed low activity and selectivity towards pronene.

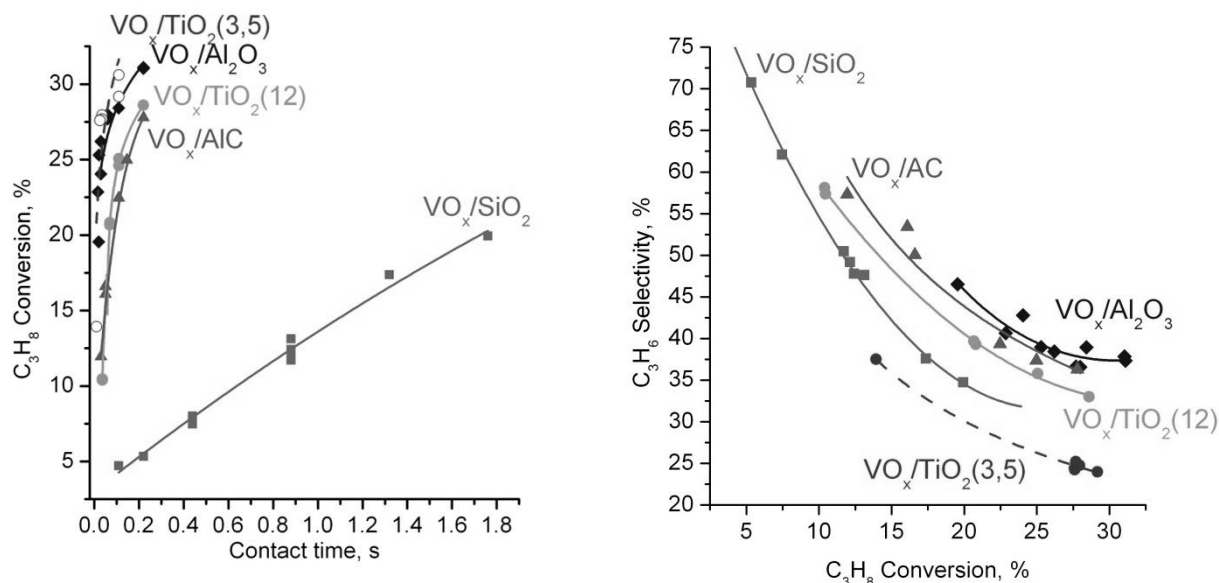


Fig. 1. Results of the catalytic property examination

Therefore, different forms of vanadium oxide can be formed on the catalyst surface depending on the nature of the support used. The interaction of  $\text{VO}_x$  with the support to form polymerized surface vanadium oxide species in  $\text{VO}_x/\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{VO}_x/\text{TiO}_2(3,5)$  results in the increase of catalyst activity, while selectivity depends on the strength and electron density change of V–O–support bond in the formed surface vanadium oxide species.

#### References

1. Buyevskaya O.V. Oxidative functionalization of ethane and propane / O.V. Buyevskaya, M. Baerns // Catalysis. 2002. Vol. 16. P. 155–197.

УДК 543.544.45

### ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ СИНТЕЗА НА СТРУКТУРУ МЕЗОПОРИСТОГО СИЛИКАГЕЛЯ.

**Фаустова Жанна Владимировна**, аспирант, Национальный исследовательский Томский государственный университет, химический факультет, 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36,  
E-mail: zh\_malisheva@sibmail.com

**Слизов Юрий Геннадьевич**, канд. хим. наук, декан химического факультета, Национальный исследовательский Томский государственный университет, 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36,  
E-mail: decan@xf.tsu.ru

**Гавриленко Михаил Алексеевич**, канд. хим. наук, доцент кафедры ТОВПМ, Томский политехнический университет, химико-технологический факультет, 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, E-mail: dce@mail.ru

Актуальность работы обусловлена малочисленностью данных по исследованию условий формирования структуры получаемых сорбентов.

Цель работы заключалась в разработки методики получения мезопористых сорбентов со слоем силикагеля по золь-гель технологии синтеза тонких пленок и изучение влияния параметров синтеза на структуру полученных сорбентов.

Методы исследования: термический анализ, растровая электронная микроскопия, адсорбционная порометрия, газовая хроматография.

Результаты: отработана методика получения мезопористых сорбентов со слоем силикагеля на поверхности Хроматон N-AW с необходимой удельной поверхностью и с заданным распределением пор по размерам.

Relevance of work is caused by small number of the conditions of formation of structure of the received sorbents given on research.

**Ключевые слова:** сорбент, мезопористый оксид кремния, синтез, хроматография.

## **INFLUENCE OF SYNTHESIS PARAMETERS ON THE STRUCTURE OF MESOPOROUS SILICA GEL**

**Zhanna V. Faustova**, postgraduate student, National Research Tomsk State University, Chemistry Department, 36, Lenina Avenue, Tomsk, 634050, Russia, E-mail: zh\_malisheva@sibmail.com

**Yuriy G. Slizhov**, Ph.D., Dean of the department of Chemistry, National Research Tomsk State University, Chemistry Department, 36, Lenina Avenue, Tomsk, 634050, Russia, E-mail: decan@xf.tsu.ru

**Mikhail A. Gavrilenko**, Ph. D., Associate Professor of the department of TOSPM Chemistry, Tomsk Polytechnic University, Chemical-technological Department, 30, Lenina Avenue, Tomsk, 634050, Russia, E-mail: dce@mail.ru

The main aim of the study is development of a technique of receiving mesoporous sorbents with a silica gel layer on zol-gel of technology of synthesis of thin films and studying of influence of parameters of synthesis on structure of the received sorbents.

The methods used in the study: thermal analysis, scanning electron microscopy, adsorption porometry, gas chromatography.

The results: the technique of obtaining mesoporous sorbents with a silica gel layer on a surface Chromaton N-AW with a necessary specific surface and a specified pore size distribution.

**Key words:** sorbent, mesoporous silica, synthesis, chromatography

Мезопористый оксид кремния широко применяется для получения разнообразных адсорбентов и катализаторов [1], при этом, особый интерес вызывают сорбционные свойства, а также возможность его использования в твердофазной экстракции и хроматографии. Достаточно жесткая структура неорганической матрицы, доступные поры для проникновения объемных молекул органических веществ, а также возможность прививки органических слоев модификатора, позволяют варьировать избирательность и сорбционную емкость.

В данной работе изучено влияние условий синтеза на формирование структуры мезопористых слоев оксида кремния с использованием тетраэтоксисилана (ТЭОС) и водно-спиртовых растворителей.

Слои мезопористого силикагеля получали на поверхности диатомитового носителя (хроматон N-AW) при разных соотношениях воды, спирта и ТЭОС, а также различных условиях охлаждения на завершающей стадии синтеза.

Морфологию поверхности изучали с помощью растрового электронного микроскопа «Hitachi TM-3000» для исследования формы и размеров, а также, распределения частиц, синтезируемого кремнезёма (рис. 1). Удельную поверхность, объем пор и распределение их по размерам характеризовали методом низкотемпературной адсорбции азота при 77 К с помощью газо-адсорбционного анализатора «TriStar II (3020)».

Анализ полученных характеристик сорбентов показал, что все они обладают мезопористой структурой и содержат небольшое количество микропор. При мольном соотношении количества воды к спирту (30:10) силикагель формируется в виде тонких, имеющих ячеистую структуру, пленок, содержащую множество сгибов и складок (рис. 1, а).

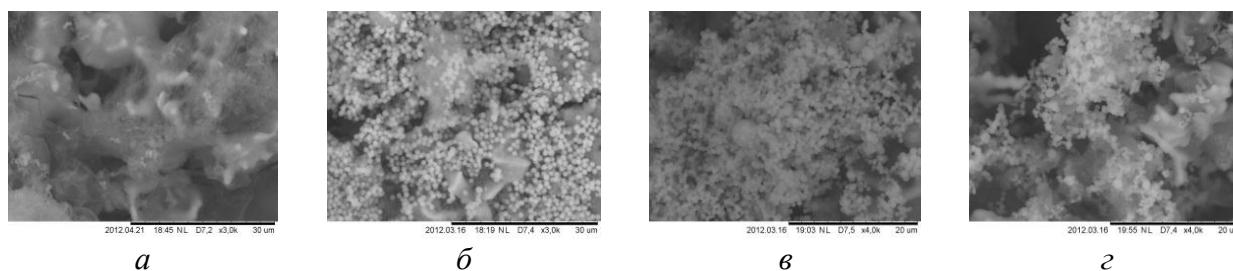


Рис. 1. Микрофотографии поверхности образцов, (а, б) полученные, при разном соотношении воды, (в, г) – при разном количестве ТЭОС

Распределение оксида кремния по поверхности хроматона N-AW достаточно равномерное. При увеличении количества воды (45:10) силикагель формируется в виде круглых гранул с размером 500–700 нм. (рис. 1, б). При этом происходит увеличение удельной поверхности и существенное увеличение объема пор. Данный образец имеет более узкое распределение пор по размерам, с преобладанием пор диаметром 4 нм. Таким образом, монодисперсные микросферы силикагеля образуются при уменьшении концентрации этанола в растворе, поскольку этанол препятствует взаимодействию ТЭОС с водой на стадии гидролиза. При 2х-кратном увеличении количества ТЭОС, происходит уменьшение удельной поверхности и размеров частиц (400–500 нм), наблюдается более узкое распределение пор по размерам, и увеличение объема пор.

Процесс охлаждения сорбентов, также оказывает существенное влияние на пористую структуру конечного продукта (табл.).

#### Структурные характеристики исследуемых образцов

№ образца	$S_{уд}$ (БЭТ), $m^2/g$ (относит. погрешность $\Delta \pm 10\%$ )	Средний размер пор, нм	Суммарный объем пор, $cm^3/g$	Способ охлаждения
1	32	16	0,05	В дистиллированной воде при 0°C
2	65	12	0,09	В жидком азоте
3	96	4-5	0,06	На воздухе
4	195	5	0,19	Постепенное, в муфельной печи

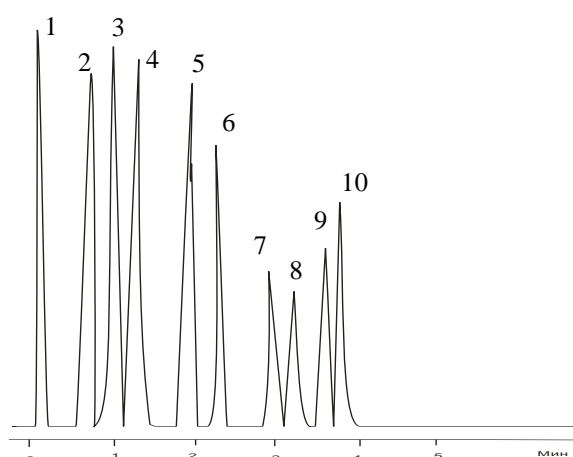


Рис. 2. Хроматограмма разделения смеси легких углеводородов на сорбенте с удельной поверхностью  $S_{уд} = 195 m^2/g$ : 1 – метан, 2 – ацетилен, 3 – этилен, 4 – этан, 5 – пропилен, 6 – пропан, 7 – бутен-1, 8 – бутан, 9 – пентен-1, 10 – пентан

При резком охлаждении образцов в воде при 0 °С и в жидком азоте формируются более крупные мезопоры и наблюдается уменьшение удельной поверхности. При постепенном охлаждении образца в муфельной печи объемная сетка гидрогеля сжимается вследствие действия капиллярных сил и образуется материал с более мелкими порами 5 нм и узким их распределением по диаметрам. Значительно возрастает удельная поверхность.

На полученных сорбентах легко осуществляется газохроматографическое элюирование олефиновых и насыщенных углеводородов (рис. 2), а также спиртов, альдегидов, кетонов. Порядок выхода компонентов совпадает с последовательностью значений теплот адсорбции, которые для n-алканов линейно растут с увеличением числа атомов углерода в молекулах. Компоненты смеси, включающие алканы и алкены, выходят из колонки в порядке, отвечающем ростом их температур конденсации.

Таким образом, регулируя соотношения компонентов реакции, условия синтеза и процесс охлаждения образцов, можно получить сорбенты мезопористого силикагеля с требуемой морфологией и необходимой удельной поверхностью, для хроматографического разделения исследуемых веществ.

#### Список литературы

1. Huijuan Zhang Facile Synthesis of Monodisperse Microspheres and Gigantic Hollow Shells of Mesoporous Silica in Mixed Water-Ethanol Solvents / Huijuan Zhang, Jun Wu, Longping Zhou, Dayong Zhang, Limin Qi // Langmuir. 2007. Vol. 23. P. 1107–1113.

#### References

1. Huijuan Zhang Facile Synthesis of Monodisperse Microspheres and Gigantic Hollow Shells of Mesoporous Silica in Mixed Water-Ethanol Solvents / Huijuan Zhang, Jun Wu, Longping Zhou, Dayong Zhang, Limin Qi // Langmuir. 2007. Vol. 23. P. 1107–1113.

УДК 544.635:546.302'42'21

### КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТВЁРДЫХ РАСТВОРОВ $Ba_2Ni_{1-y}Mg_yMoO_6$

**Филонова Елена Александровна**, доцент кафедры физической химии, Институт Естественных Наук ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б. Н. Ельцина», 620083, Россия, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51, E-mail: elena.filonova@urfu.ru

**Скутина Любовь Сергеевна**, учащаяся 1 года магистратуры кафедры физической химии Институт Естественных Наук ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б. Н. Ельцина», 620083, Россия, г. Екатеринбург, пр. Ленина, 51, E-mail: Lubov.Skutina@yandex.ru

**Медведев Дмитрий Андреевич**, ст. науч. сотр., Институт Высоко-температурной Электрохимии УрО РАН, 620137, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 22/ ул. Академическая, 20, E-mail: dmitrymedv@mail.ru

Актуальность работы обусловлена поиском новых анодных материалов для твёрдооксидных топливных элементов с электролитом на основе Sr, Mg-допированного галлата лантана, работающих в среднем интервале температур. Традиционные Ni/YSZ аноды деградируют в  $CO_2$  и являются неустойчивыми к отравлению серой, так как уже малые количества  $H_2S$  в анодном канале приводят к химической деградации не только электролитной части, но и металлической.

Цель работы заключалась в оптимизации физико-химических свойств двойного перовскита  $Ba_2NiMoO_6$  путем замещения никеля на магний: отработка условий получения, изучение кристаллической структуры при различных температурах, термического расширения, термодинамической активности, химической совместимости с материалами электролитов, микроструктуры керамики и электропроводности образцов.

Методы исследования: рентгенофазовый анализ, метод полнопрофильного анализа Ритвелда, высокотемпературная рентгенография, нейтронная порошковая дифракция, дилатометрический метод,