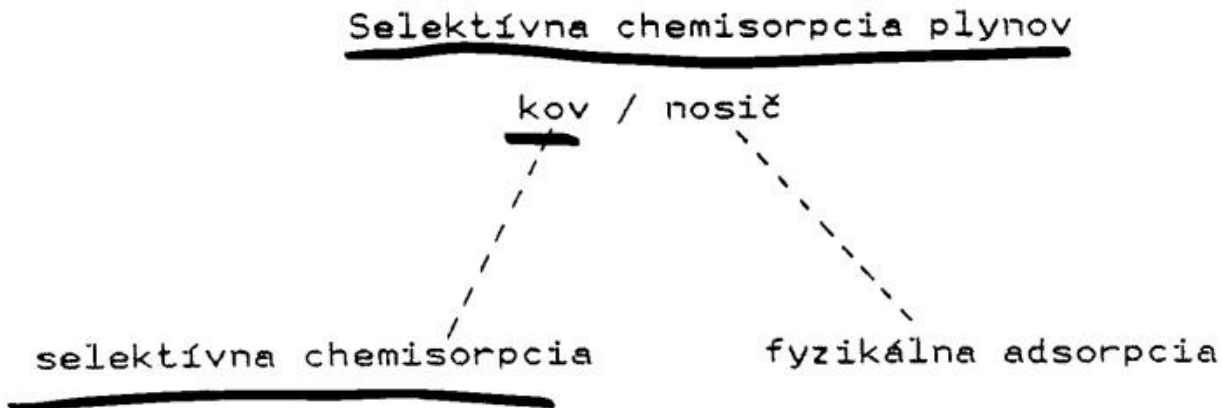


# 7. CHARAKTERIZÁCIA KOVOVEJ ZLOŽKY KATALYZÁTOROV

## 7. Charakterizácia kovovej zložky katalyzátora

- veľkosť kovových častíc a ich distribúcia
- tvar kryštálov
- oxidačný stav kovových iónov

### Chemické metódy



Kov	Adsorbát	
Pt	H <sub>2</sub>	$O_2 \text{ (solid)} + 3/2 H_2 \text{ (g)} \longrightarrow H \text{ (s)} + H_2O$
Pd	CO	H <sub>2</sub> sa rozpúšťa v Pd
Fe	CO	
Cu	N <sub>2</sub> O	$N_2O \text{ (g)} \longrightarrow O \text{ (ads)} + N_2 \text{ (g)}$
Ag	N <sub>2</sub> O	
Ni	H <sub>2</sub>	

### Celková plocha kovu

$$A = n_m S \cdot X_m \cdot n_s^{-1}$$

$n_m S$  = adsorbované množstvo

$n_s$  = počet atómov kovu na  
jednotku povrchu

- pre jednotlivé kovy je  
známe a pohybuje sa

$1.14 - 1.63 \times 10^{19}$  atómov/m<sup>2</sup>

$X_m$  = stechiometria adsorpcie

### Stredná hodnota priemeru častíc

(pre guľové tvary) sa vypočíta

$$\bar{d} = 6 \frac{V}{A}$$

$V$  - objem kovu (z hmoty a hustoty)

## Fyzikálne metódy

Elektrochemické - merá sa náboj odpovedajúci tvorbe  
monovrstvy adsorbovaného vodíka

Kalorimetrické - merá sa teplo zmáčania

Magnetické - častice 10-30 nm v externom poli ako paramag-  
netické s veľkým magnetickým momentom

TPD - tepelná programovaná desorpcia

## Spektrálne metódy

- elektrónová mikroskopia : častice  $> 1$  nm

- X ray metódy : častice 3 - 50 nm

**SEM, TEM**

# HR-TEM Pt/ZSM-5

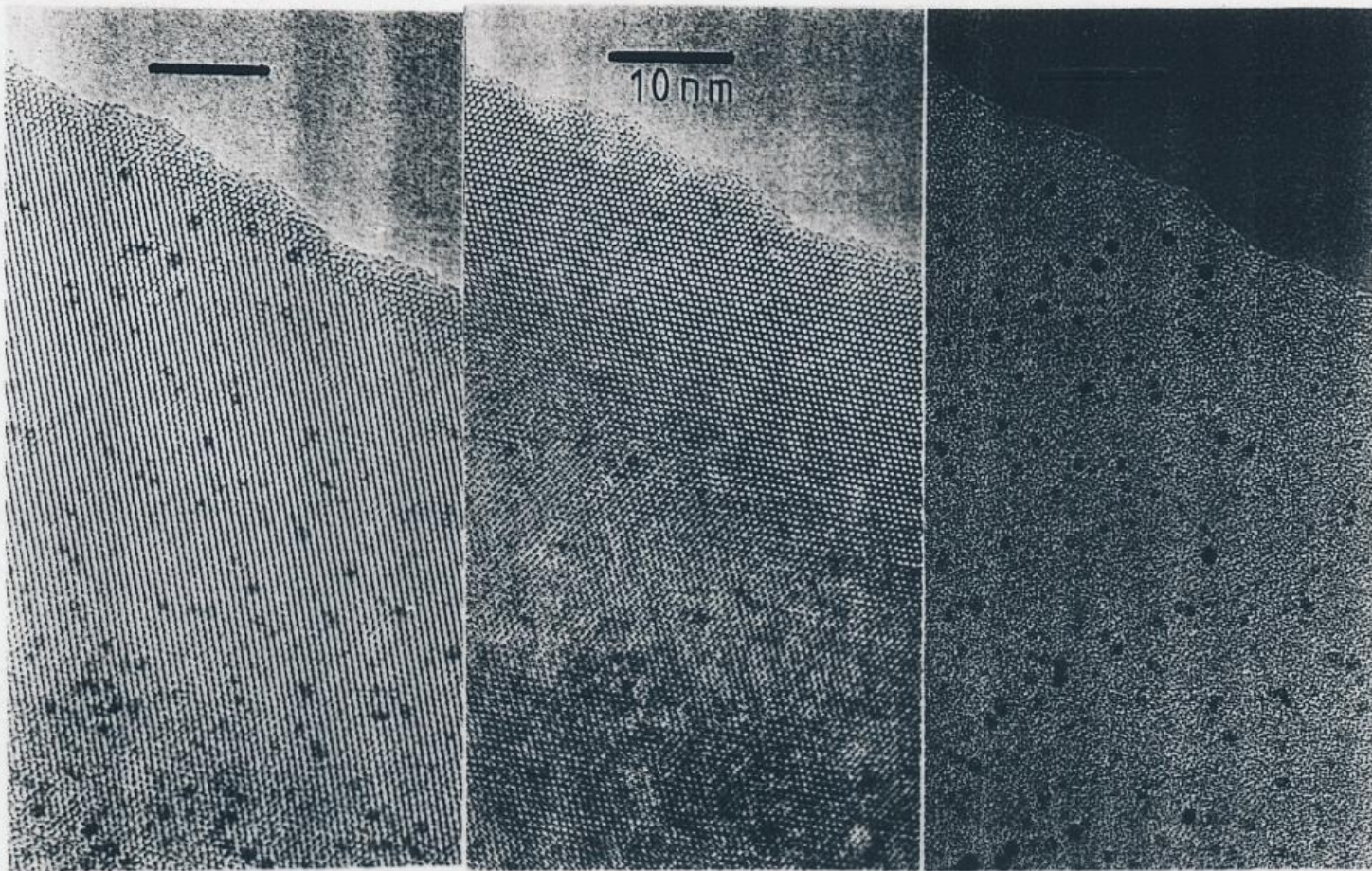


Figure 1. High resolution micrographs of a Pt loaded ZSM-5 crystal, which is rotated over  $5^{\circ}$  from a perfect [100] orientation (a), in perfect [100] orientation (b), and in the same orientation as (b) but after destruction of the zeolite lattice. From a and c - taking into account differences in interpartical distances due to the rotation - it can be seen that no new particles are formed and that the particles are not larger in c. Furthermore it is evident from a and b that the visibility of the metal particles is hampered when the crystal is in perfect orientation. The size of the observable particles is 0.8 to 2.5 nm.



# HR-TEM Pt/ZSM-5 po sintrácii Pt častíc

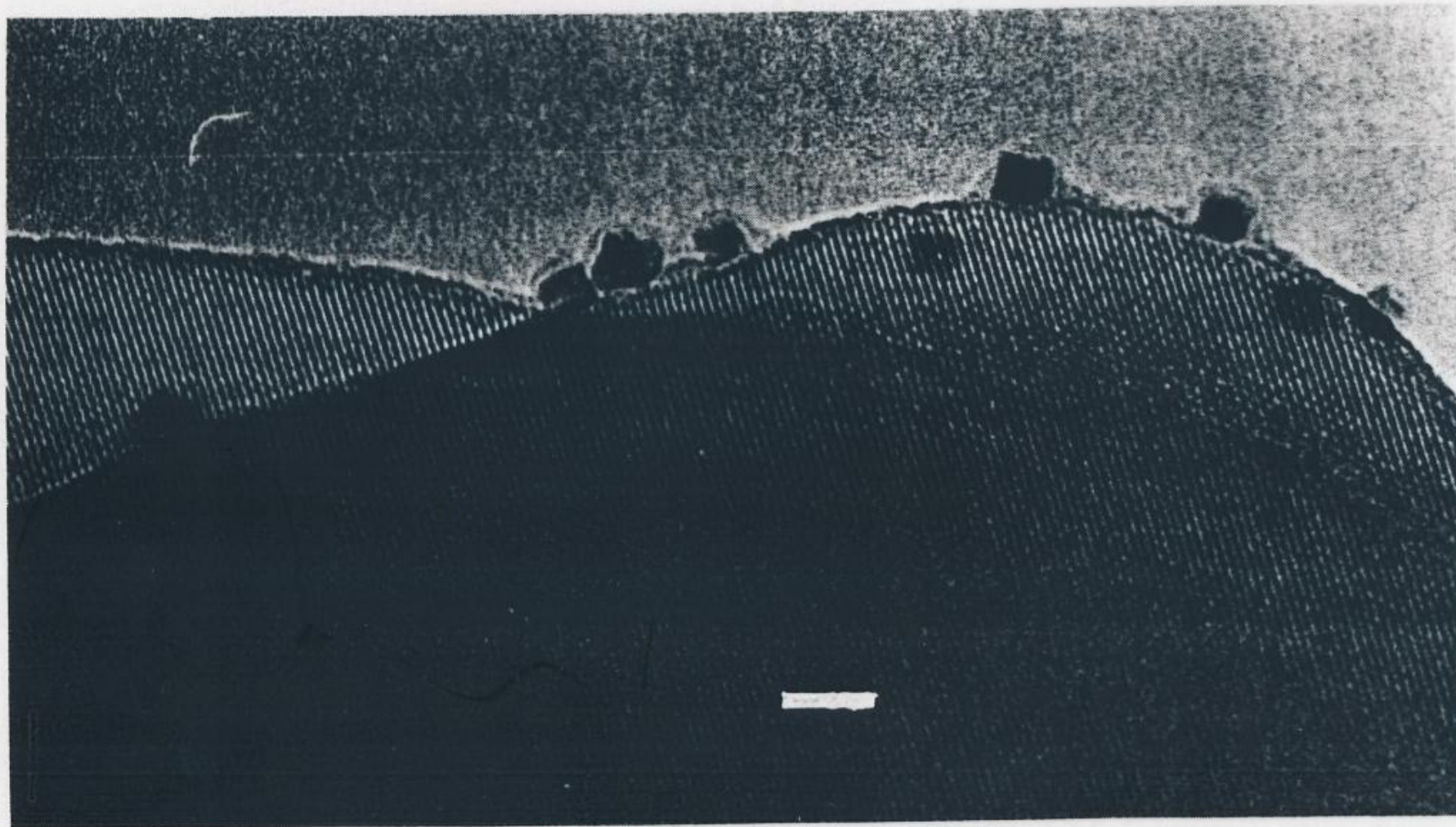


FIGURE 5 PtO<sub>2</sub> crystals are formed on the surface ZSM-5 crystals when the oxydation of Pt-ion exchanged ZSM-5 is not carried out with the necessary precautions. The bar is 10 nm.

# RTG-stanovenie relatívnej veľkosti MoO<sub>3</sub> častíc (4,7%ZSM-5)

