



## Projekt POIG.02.01.00-06-024/09 „Centrum Nanomateriałów Funkcjonalnych”

Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej  
Wydział Chemii, Zakład Technologii Chemicznej  
Pl. Marii Curie-Skłodowskiej 3  
20-031 Lublin

tel. +48 (81) 537 55 14, 537 57 96  
fax. +48 (81) 537 55 65, 537 57 96  
machocki@umcs.lublin.pl, emendyk@umcs.lublin.pl  
www.cnf.umcs.lublin.pl

# Centrum Nanomateriałów Funkcjonalnych nowe możliwości badawcze

**Ewaryst Mendyk**  
Grzegorz Słowik  
Witold Zawadzki  
Michał Rawski  
Krzysztof Skrzypiec  
Andrzej Machocki



**INNOWACYJNA  
GOSPODARKA**  
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



**UNIA EUROPEJSKA**  
EUROPEJSKI FUNDUSZ  
ROZWOJU REGIONALNEGO



Projekt współfinansowany ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego  
w ramach Programu Operacyjnego Innowacyjna Gospodarka



**Mikroskop skaningowy Phenom World**



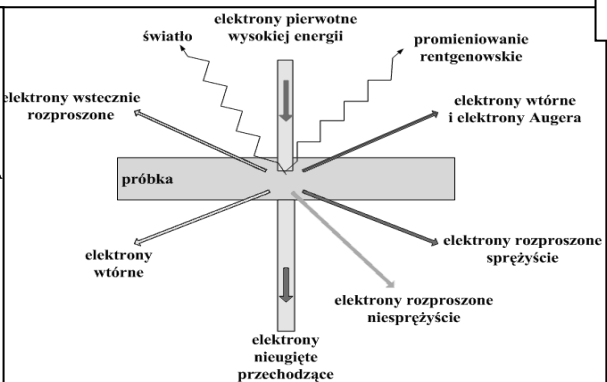
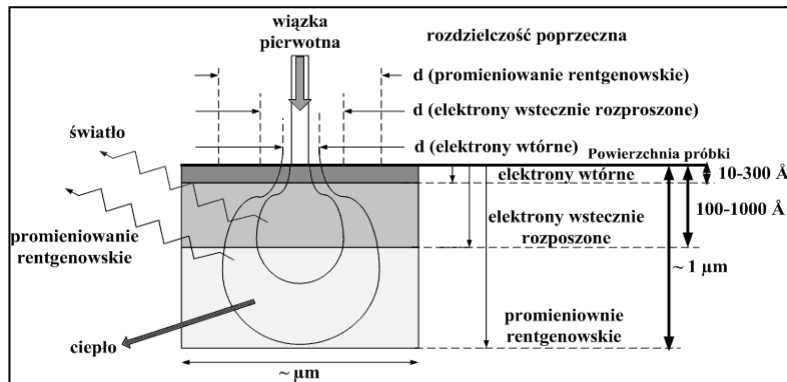
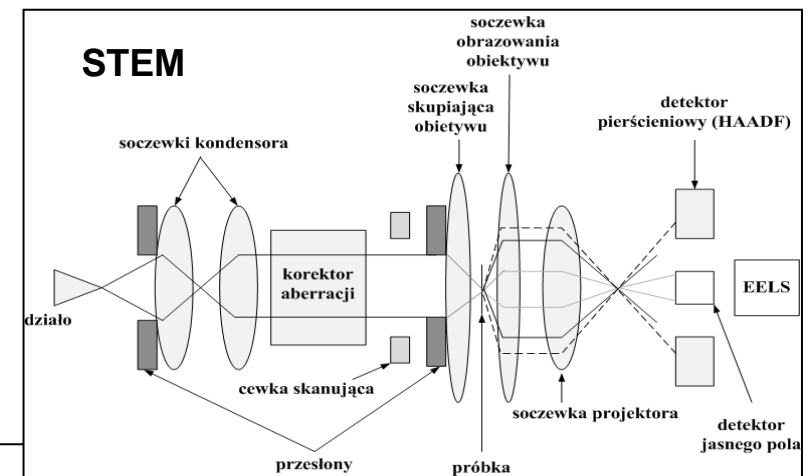
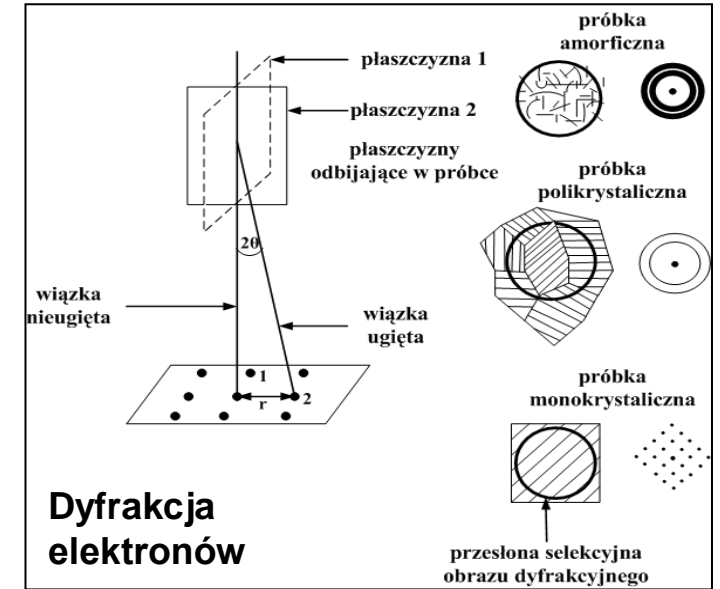
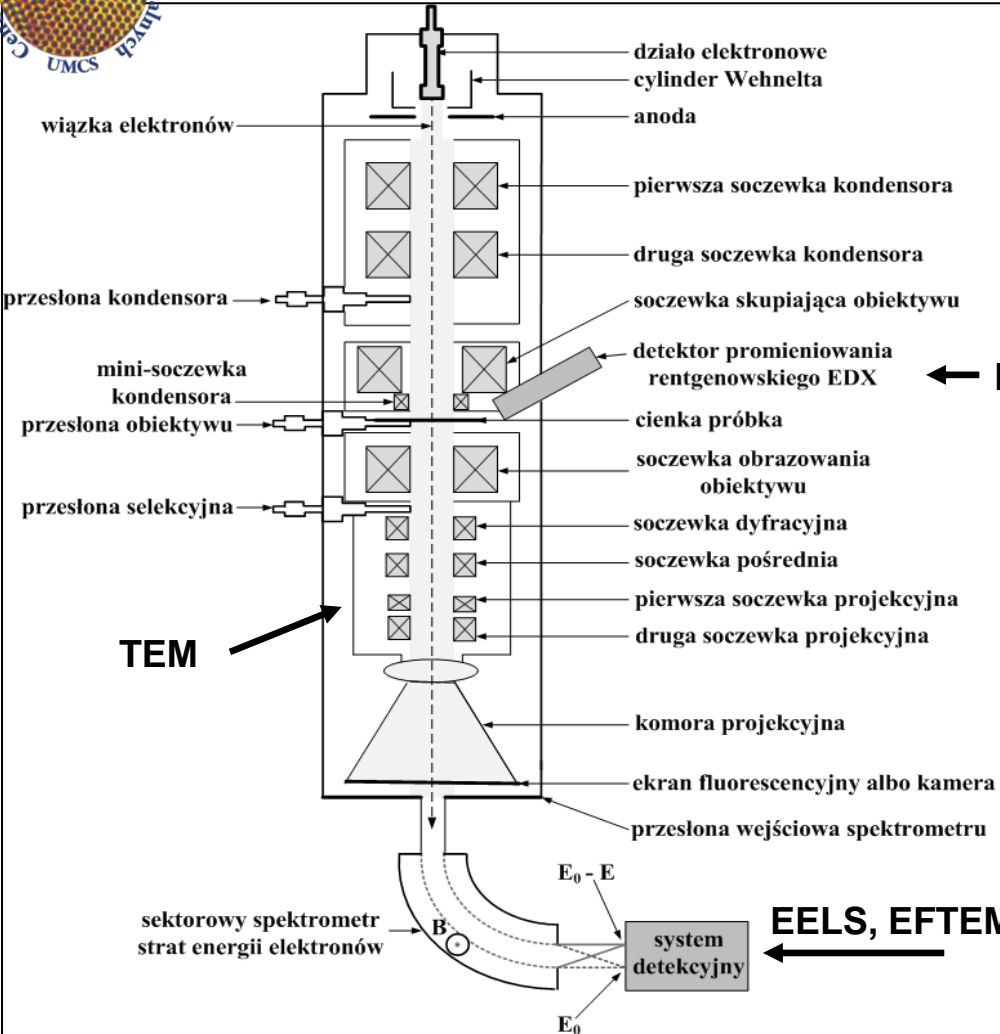
**Mikroskop skaningowy  
DualBeamQuanta™ 3D FEG**



**Mikroskop transmisyjny  
FEI Titan<sup>3</sup> G2 60-300**



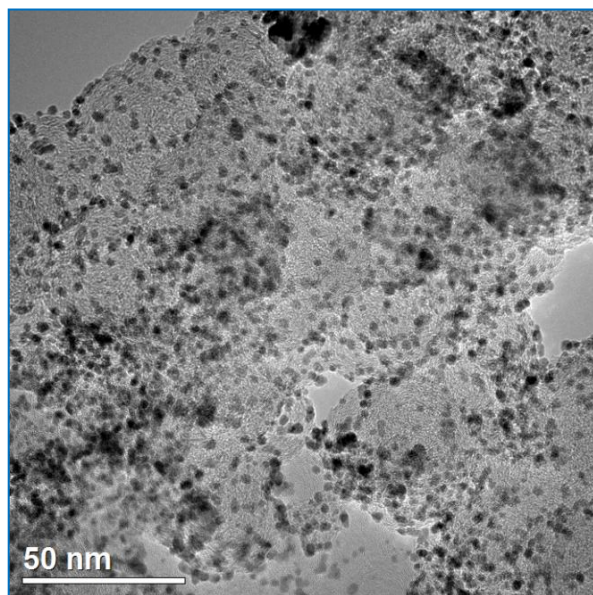
# Techniki mikroskopii elektronicznej



← Oddziaływanie elektronów z materią

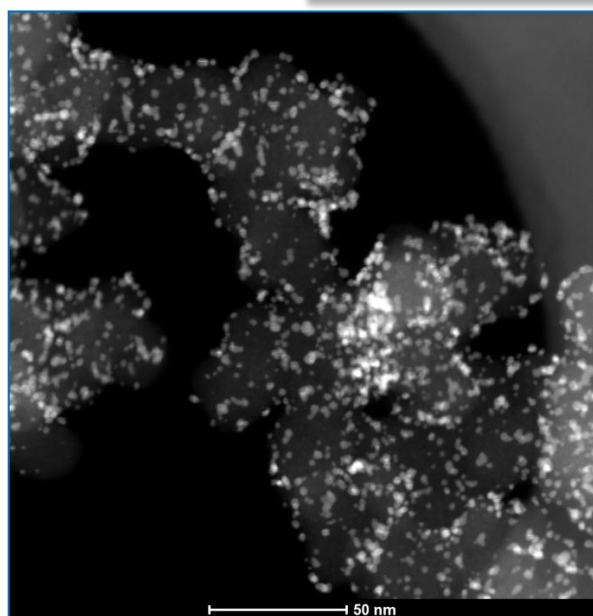
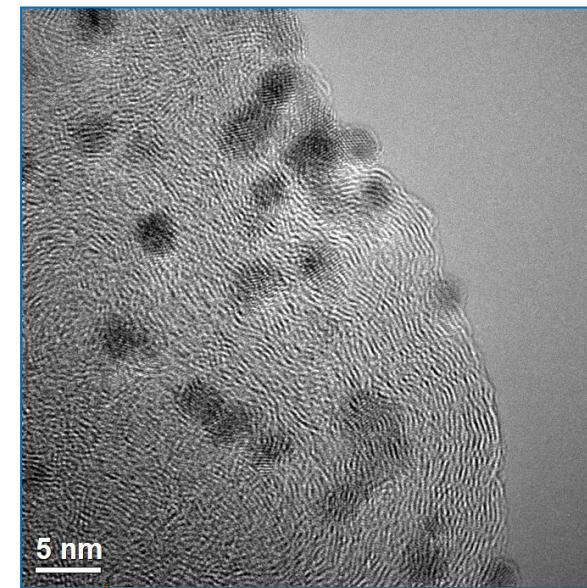
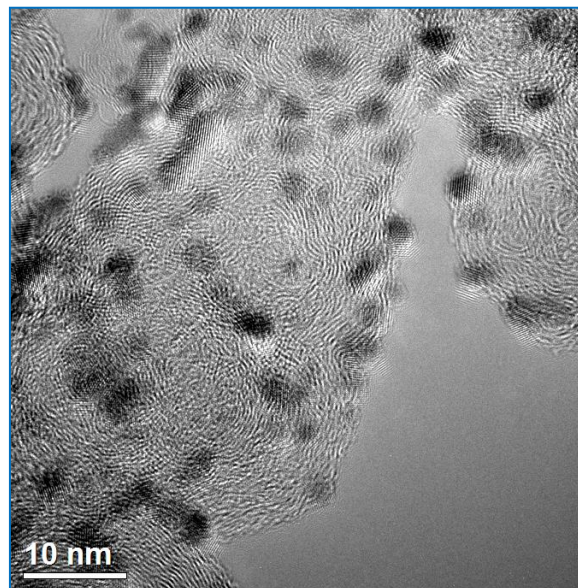


## Katalizator reformingu parowego metanolu: 30Pt/carbon

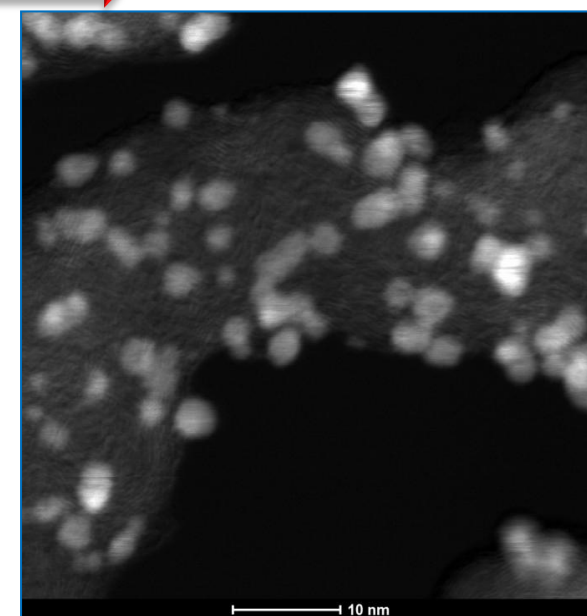
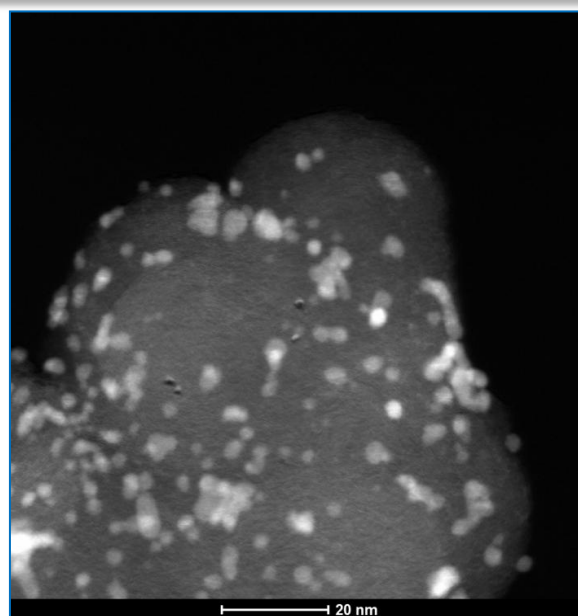


TEM

powiększenie

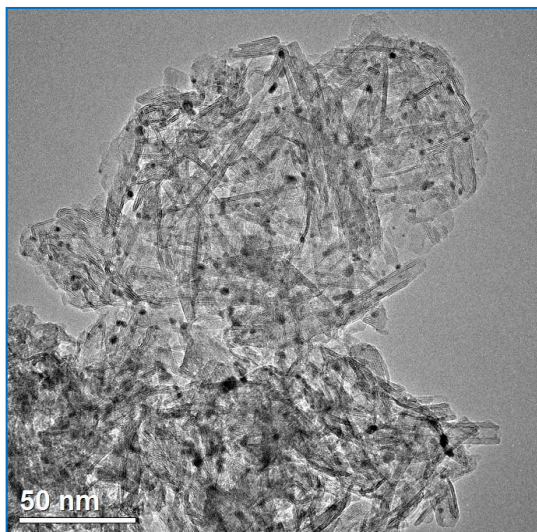
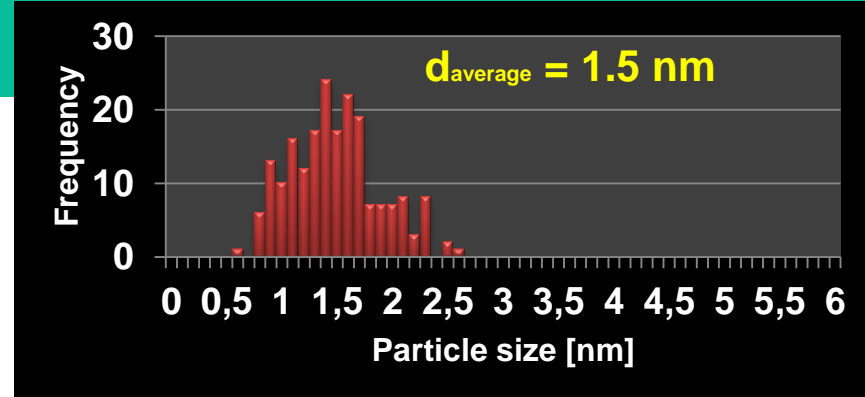


STEM

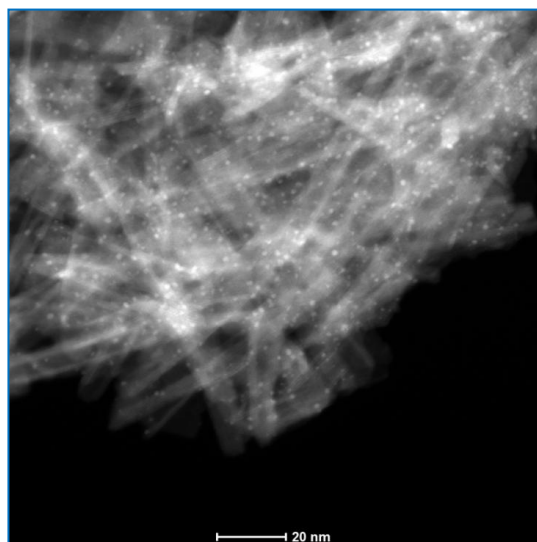
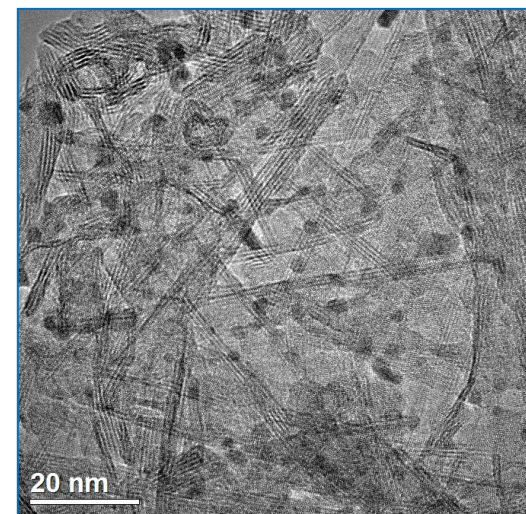
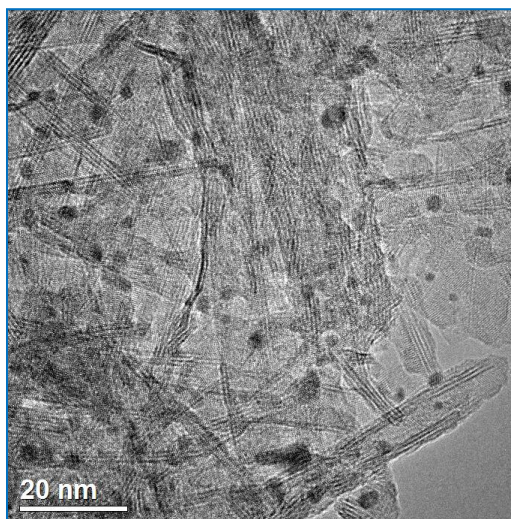




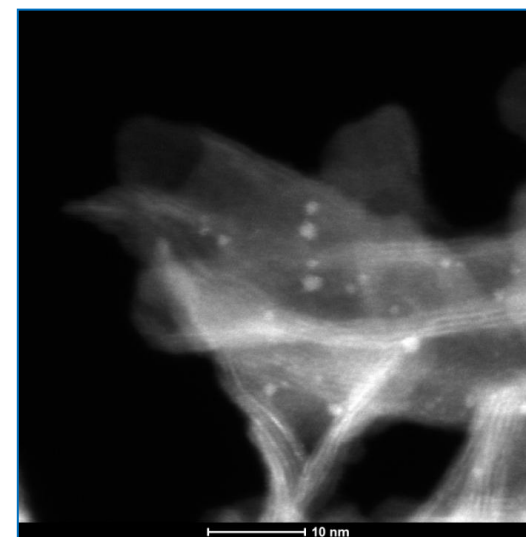
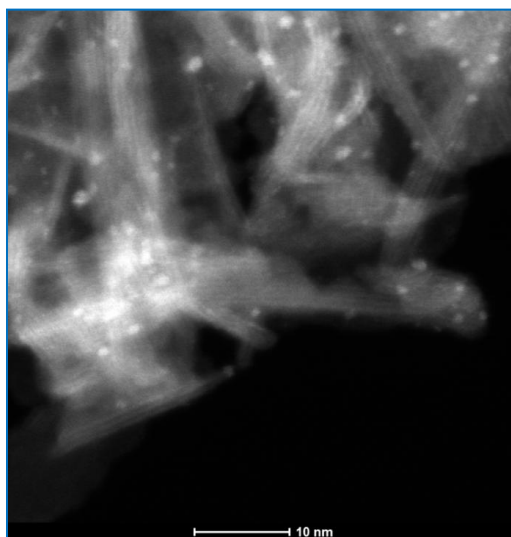
## Katalizator reformingu parowego metanolu 3Pt/TiO<sub>2</sub>



TEM

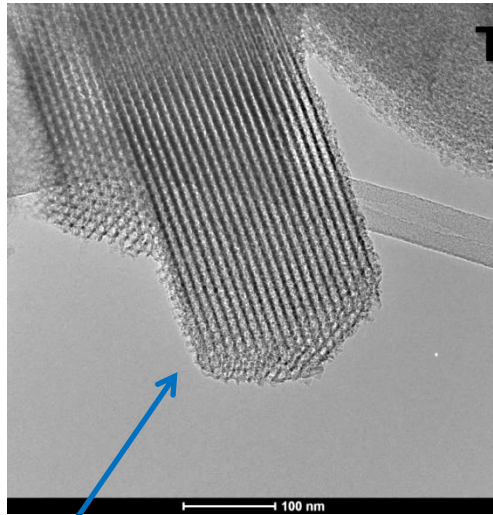
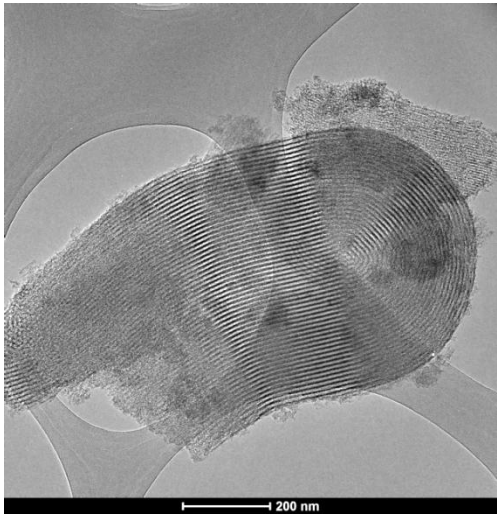


STEM

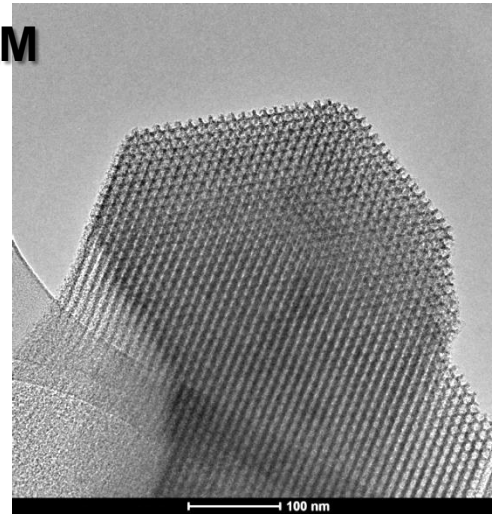




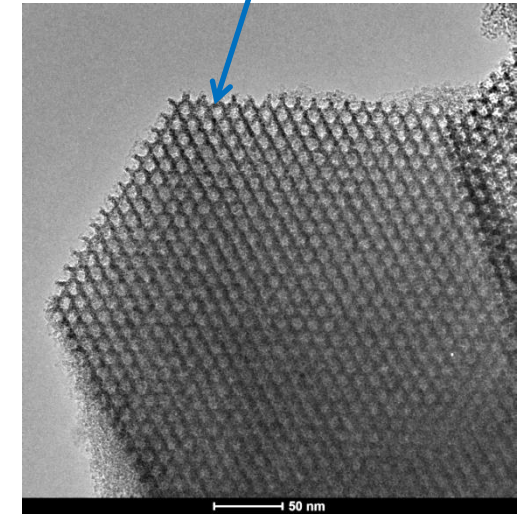
## Adsorbenty mezoporowate SBA SBA (pure)



TEM

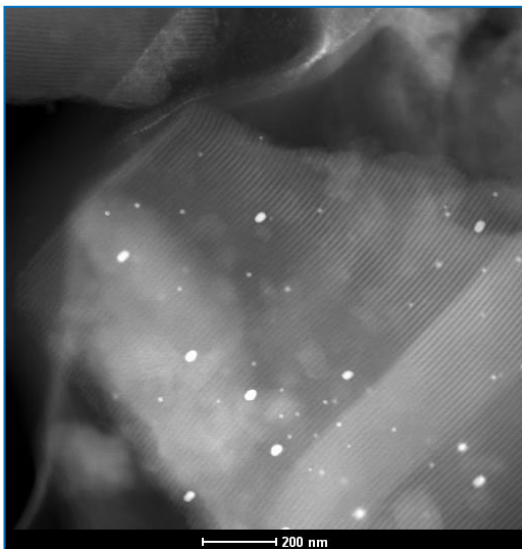


Widok z góry

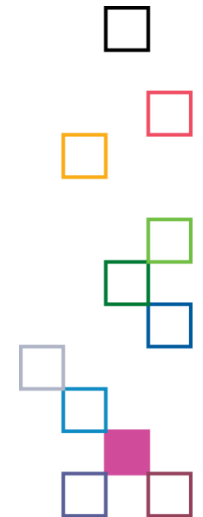
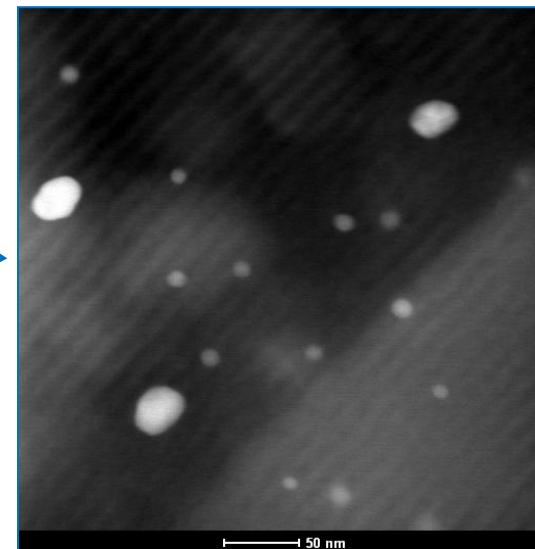


Widok z boku

## SBA z nanocząstkami Ag



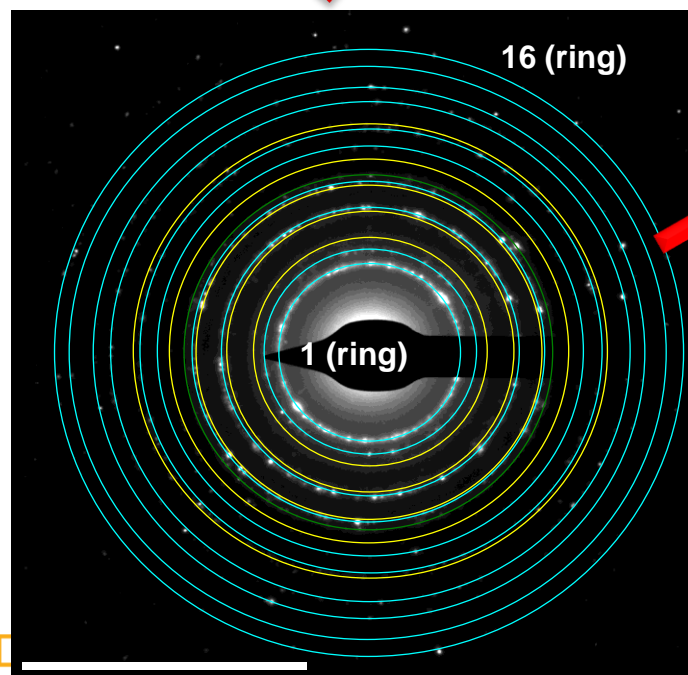
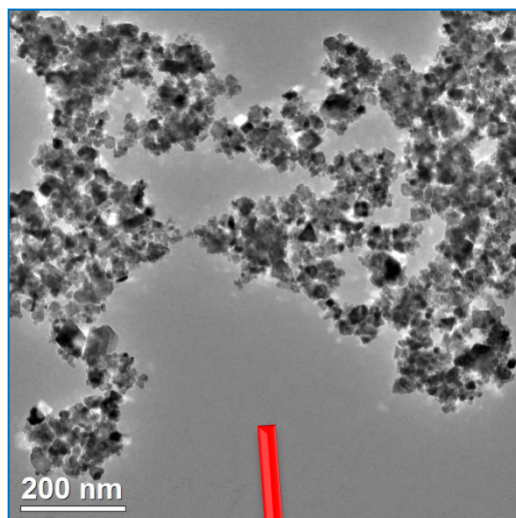
STEM





# Katalizator 2K10Co/CeO<sub>2</sub> - Dyfrakcja elektronów

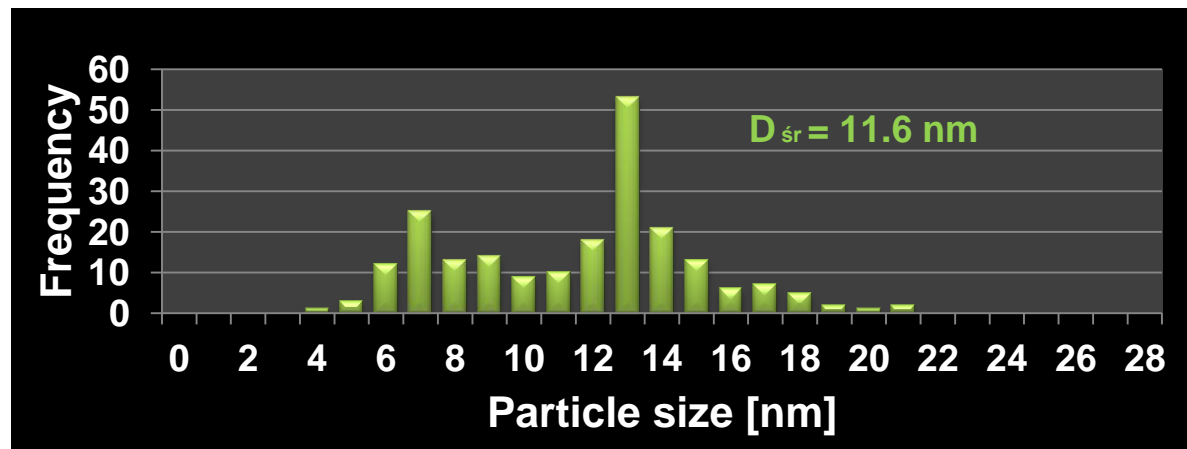
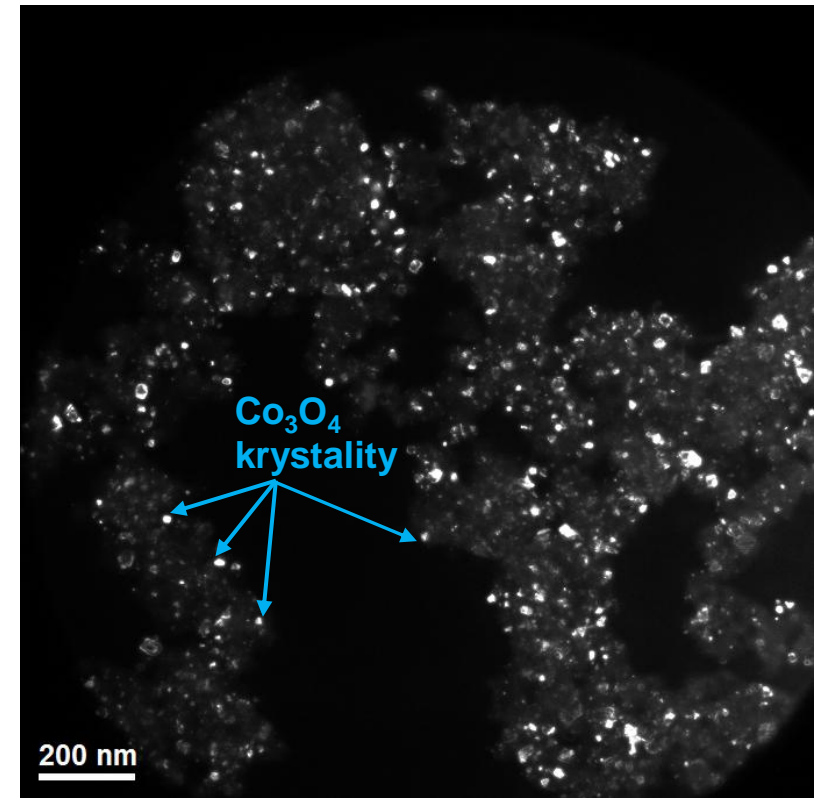
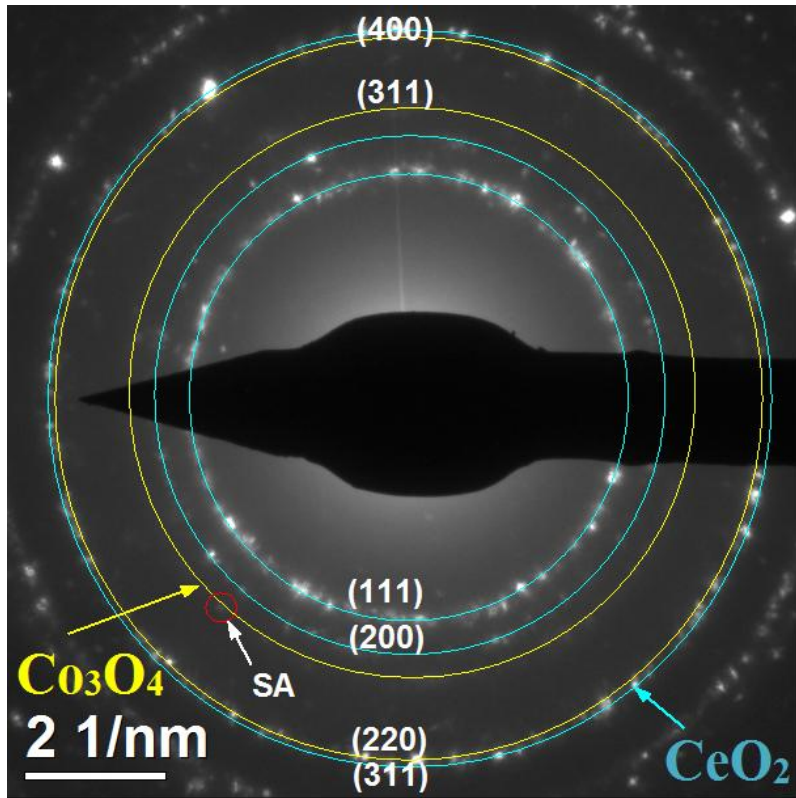
TEM image  
in bright field



Electron  
diffraction

Ring	Distance [Å]	Phases	hkl
1	3.125	CeO <sub>2</sub>	111
2	2.703	CeO <sub>2</sub>	200
3	2.451	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	311
4	2.02	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	400
5	1.914	CeO <sub>2</sub>	220
6	1.657	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	422
7	1.630	CeO <sub>2</sub>	311
8	1.560	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> /CeO <sub>2</sub>	511/222
9	1.430	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	440
10	1.350	CeO <sub>2</sub>	400
11	1.241	CeO <sub>2</sub>	331
12	1.223	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	622
13	1.104	CeO <sub>2</sub>	422
14	1.042	CeO <sub>2</sub>	511
15	0.957	CeO <sub>2</sub>	440
16	0.915	CeO <sub>2</sub>	531

# Katalizator 2K10Co/CeO<sub>2</sub>. Dyfrakcja elektronów z przesłoną selektywną (SA)

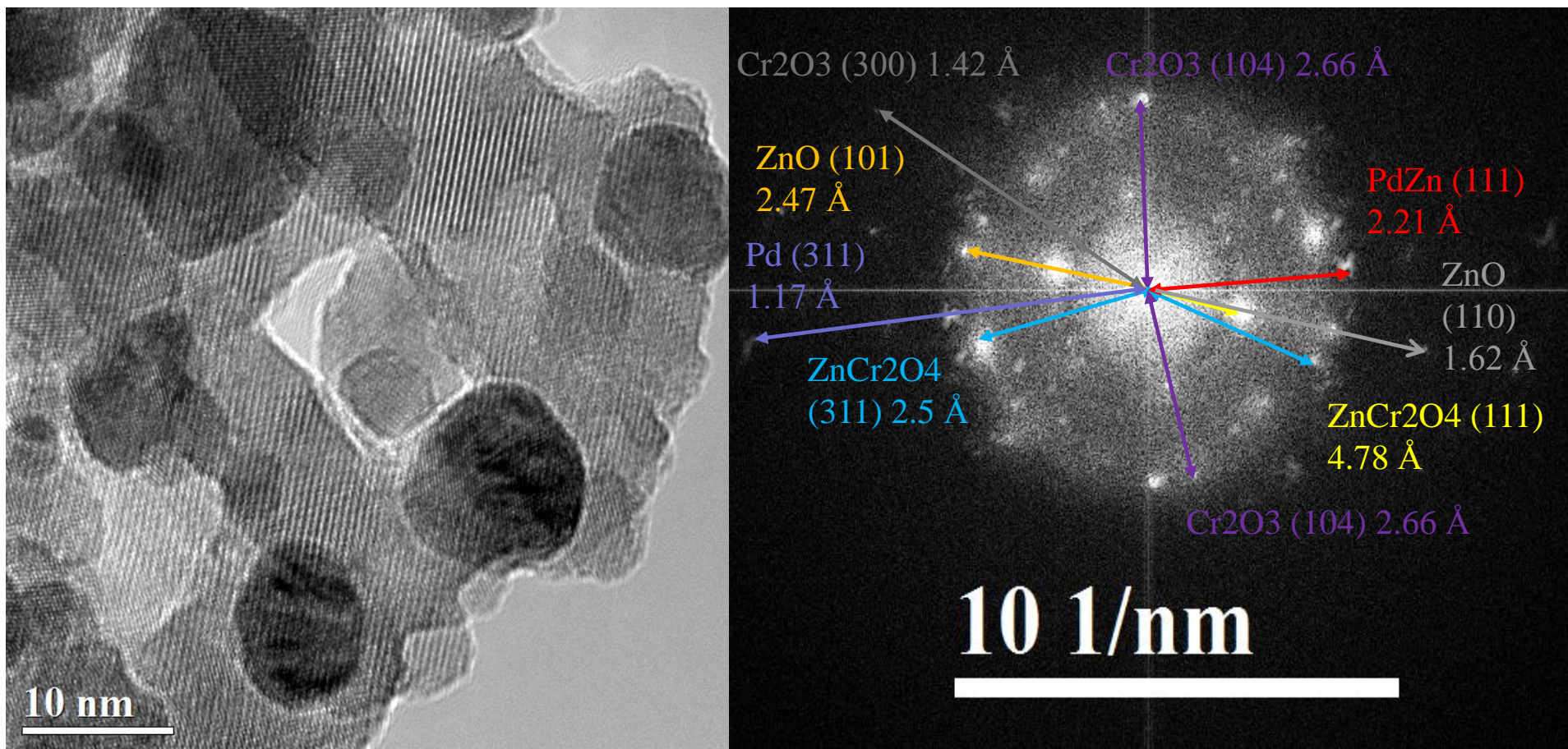


Obraz TEM w ciemnym polu

dystrybucja krystalitów Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



## Identyfikacja fazowa



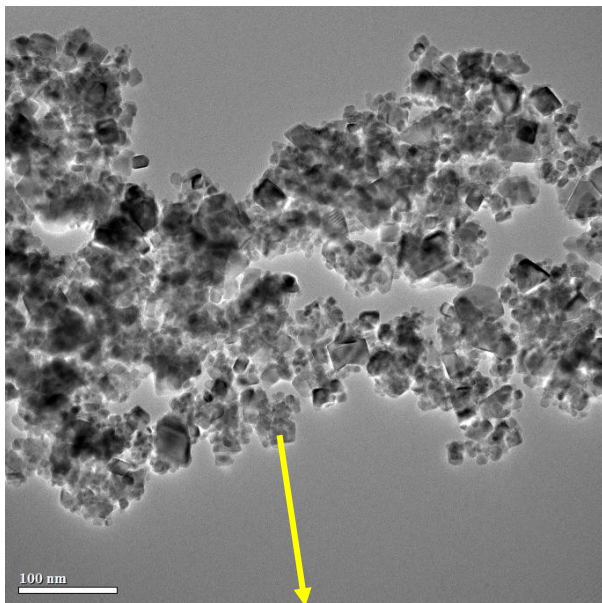
HR TEM

FFT

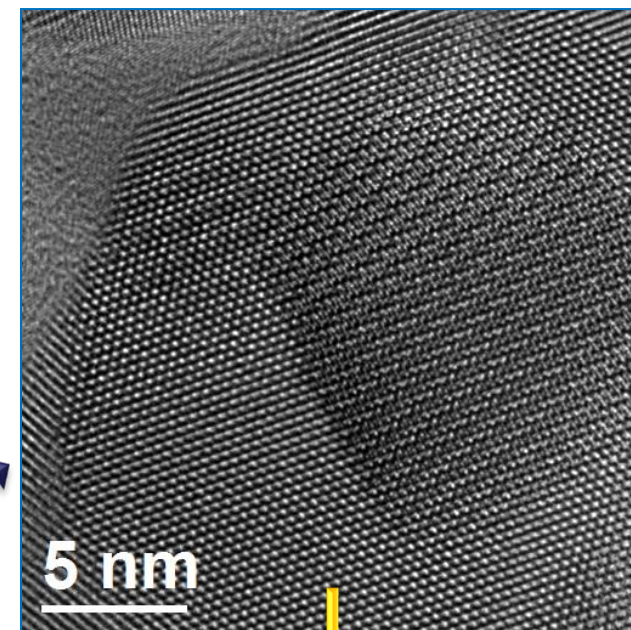




# Analiza strukturalna katalizatora 2K10Co/CeO<sub>2</sub>



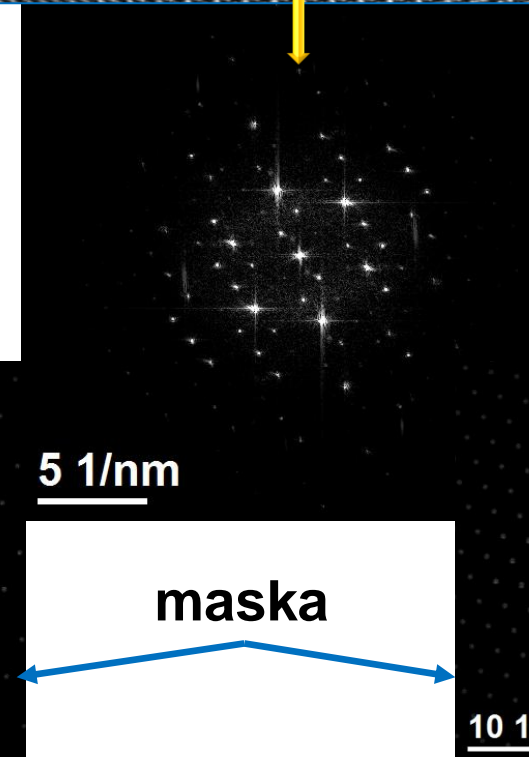
T  
E  
M



H  
R  
T  
E  
M



H  
R  
T  
E  
M

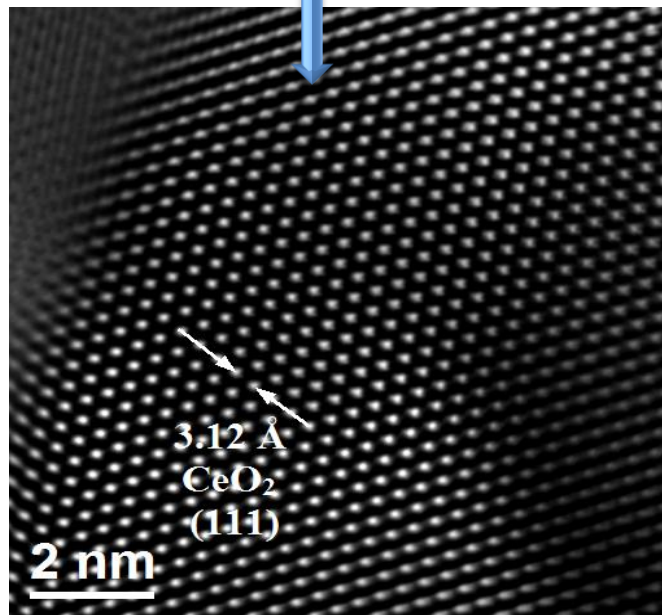
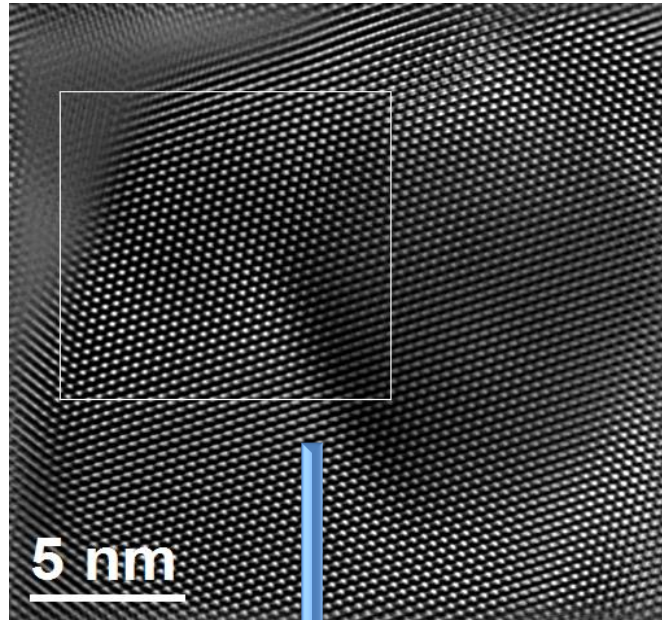


F  
F  
T

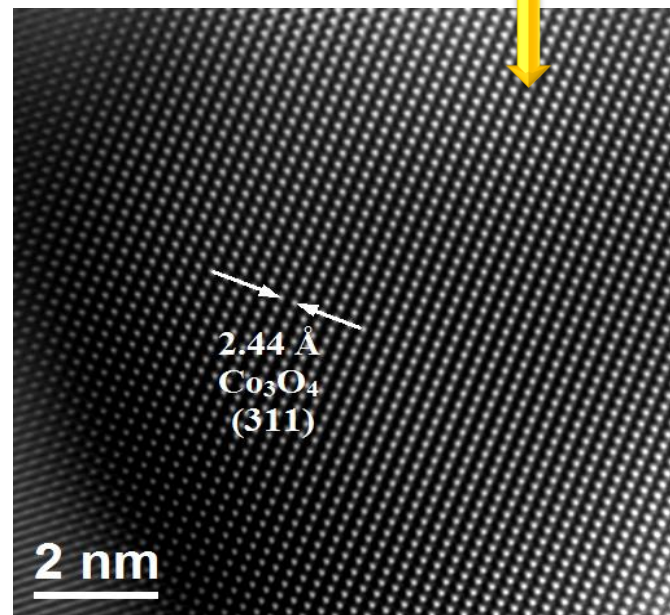
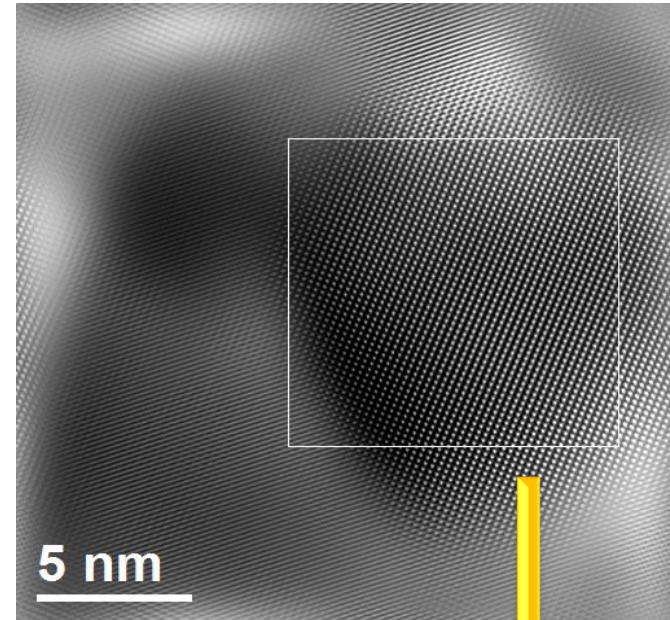




CeO<sub>2</sub>



Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

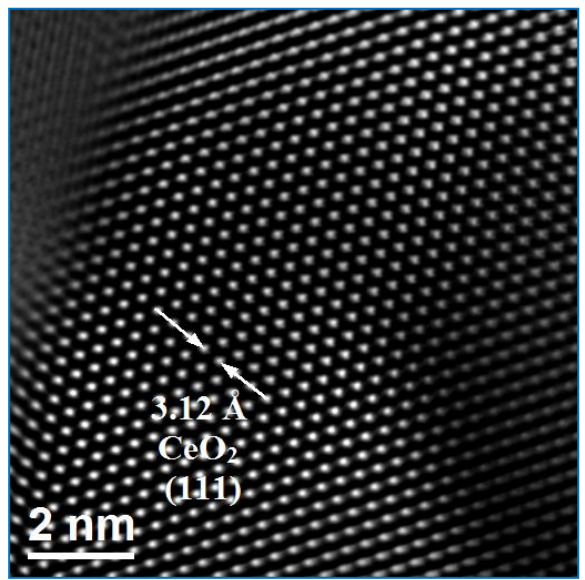


n  
o  
ś  
n  
i  
k

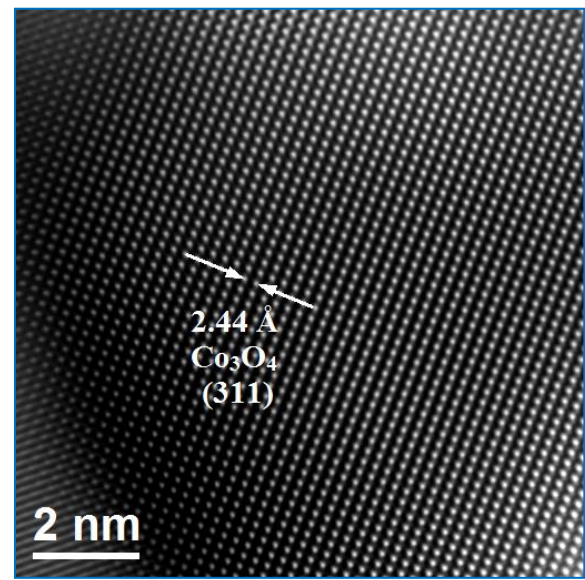
F  
a  
z  
a  
  
a  
k  
t  
y  
w  
n  
a



Nośnik (CeO<sub>2</sub>)

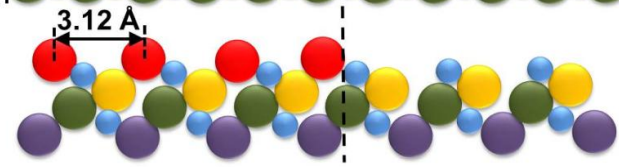
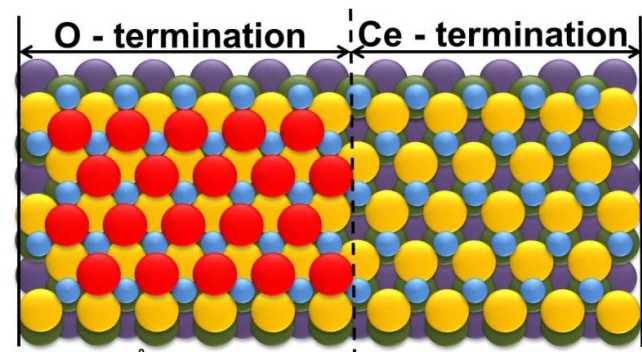


Faza aktywna (w formie - Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub>)

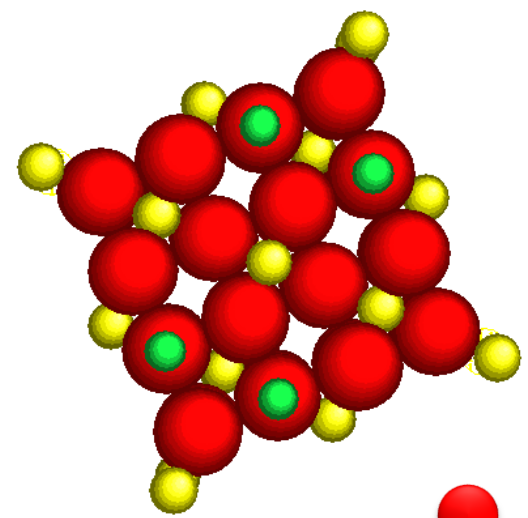


**O – termination:**

Obliczenia energii powierzchniowej wykazały, że struktura warstwy wierzchniej typu O-Ce-O, zakończona tlenem jest bardziej stabilna niż Ce-O-Ce.



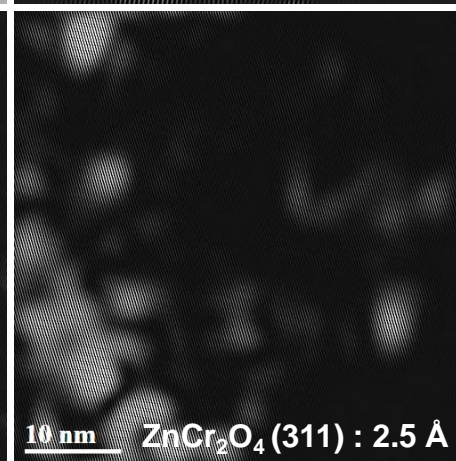
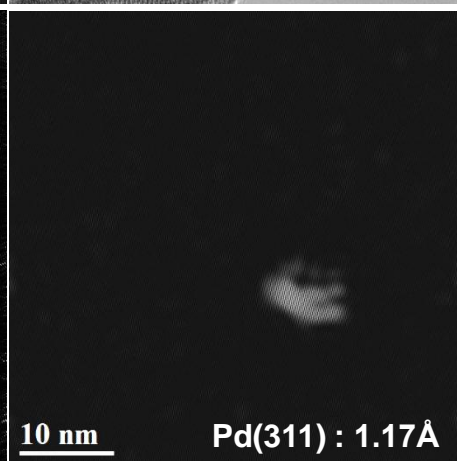
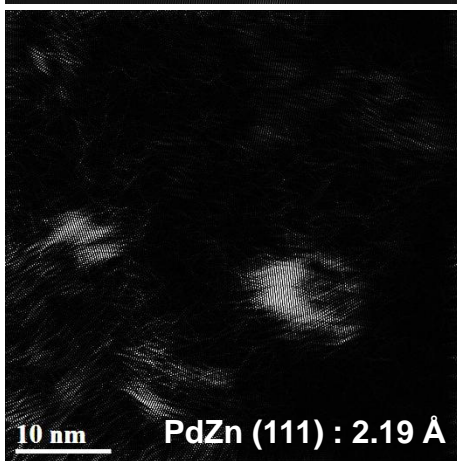
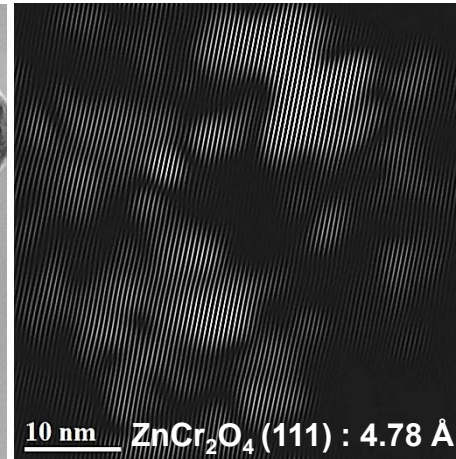
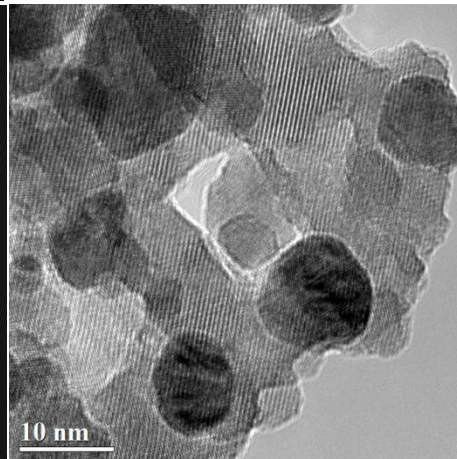
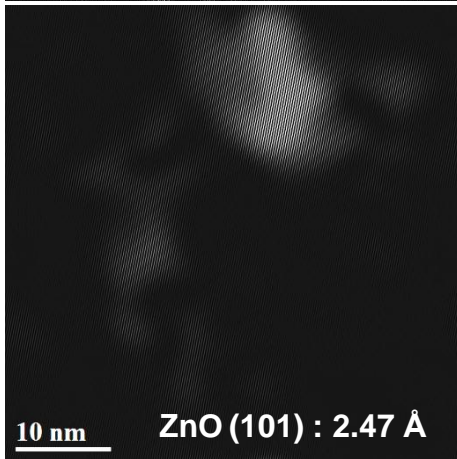
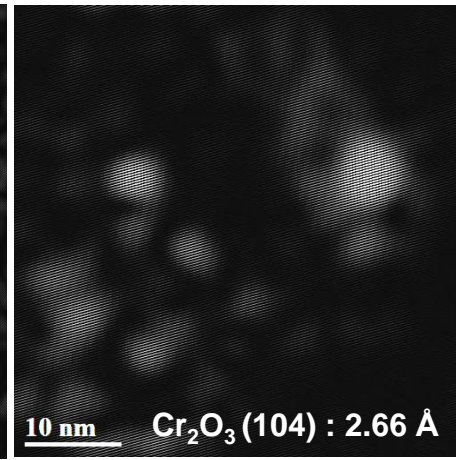
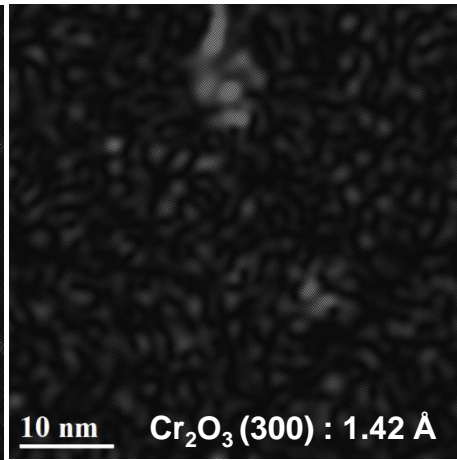
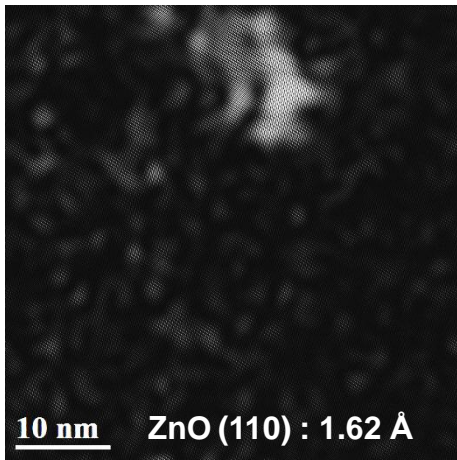
- O<sup>2-</sup> first layer
- O<sup>2-</sup> third layer
- Ce<sup>4+</sup>, Ce<sup>3+</sup> second and fifth layers
- O<sup>2-</sup> fourth layer
- O<sup>2-</sup> sixth layer



- - O<sup>2-</sup>,
- - Co<sup>2+</sup>,
- - Co<sup>3+</sup>.



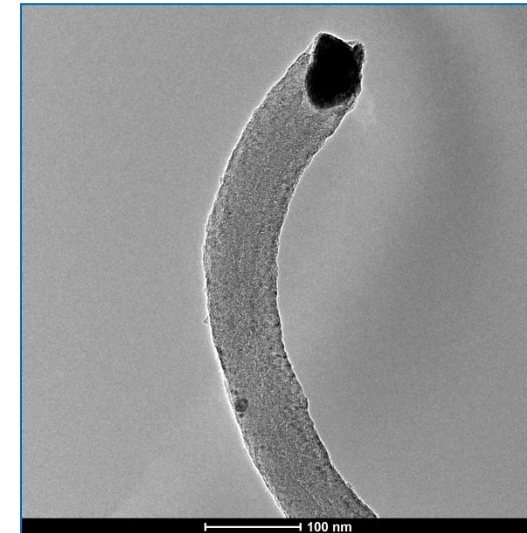
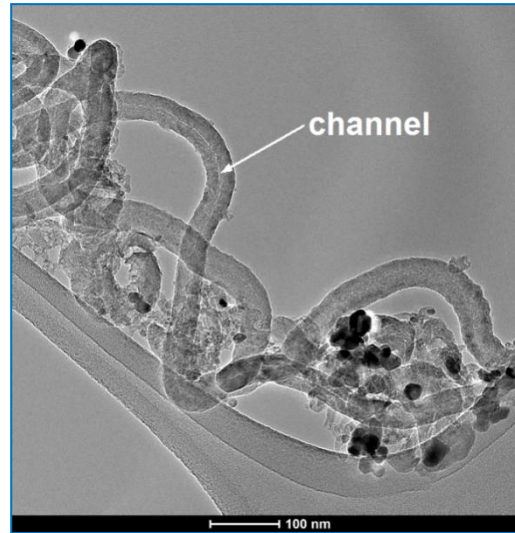
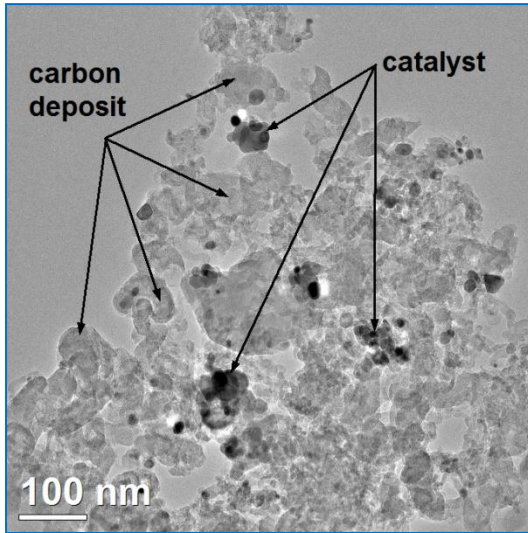




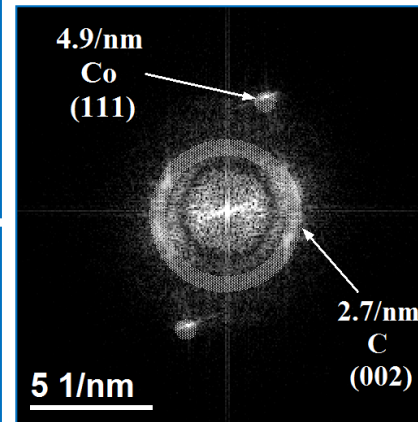
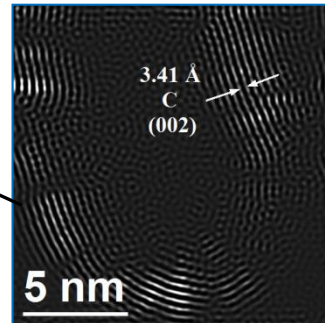
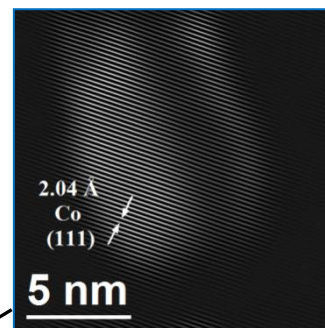
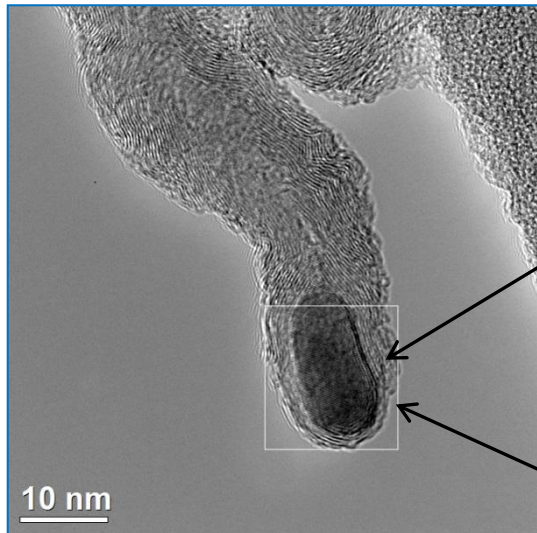


## Badania depozytu węglowego - dezaktywacja katalizatora

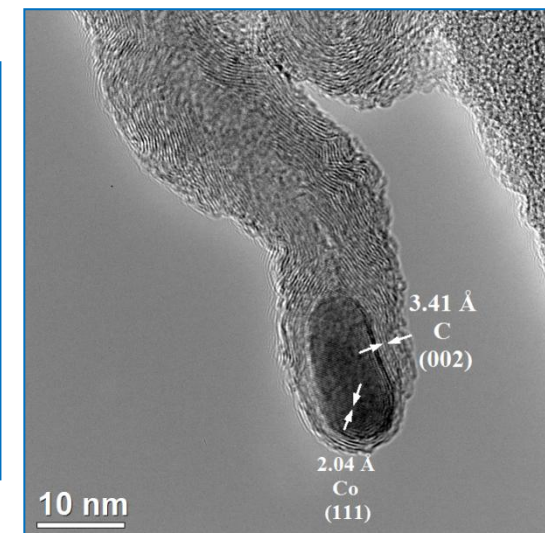
TEM



Włókno węglowe



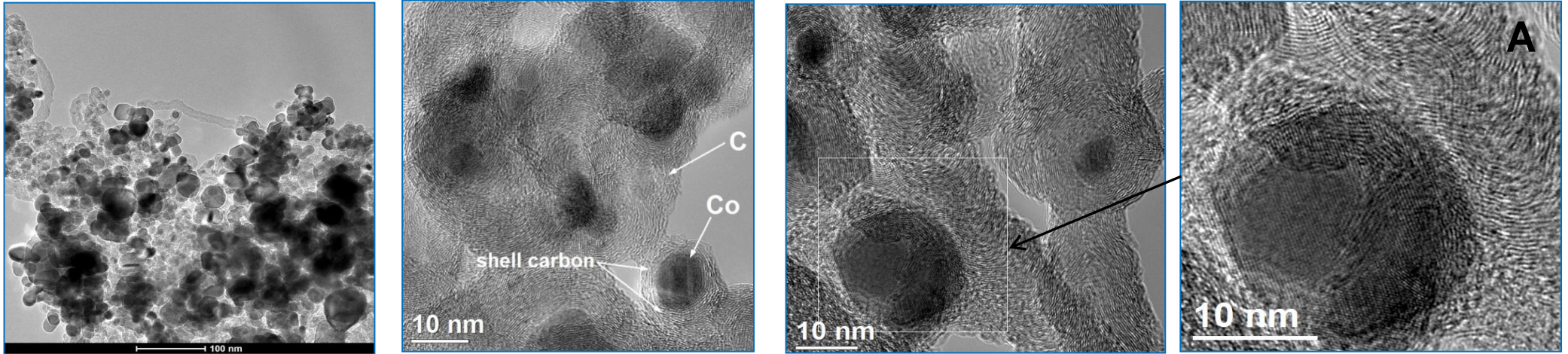
FFT



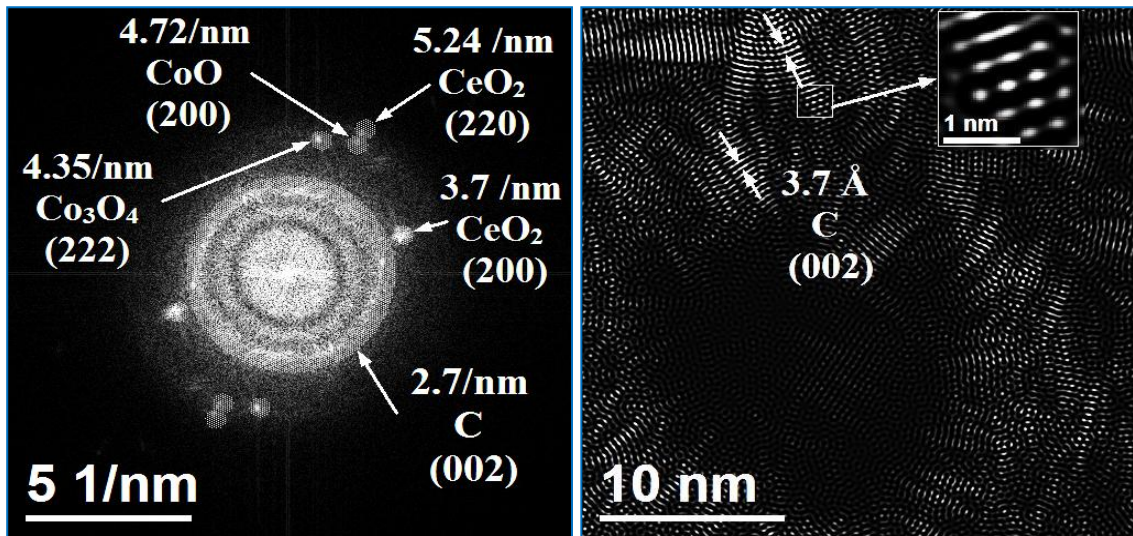


# Katalizator reformingu parowego etanolu 2K10Co/CeO<sub>2</sub> - po 33h pracy (H<sub>2</sub>O:EtOH = 9:1 mol/mol)

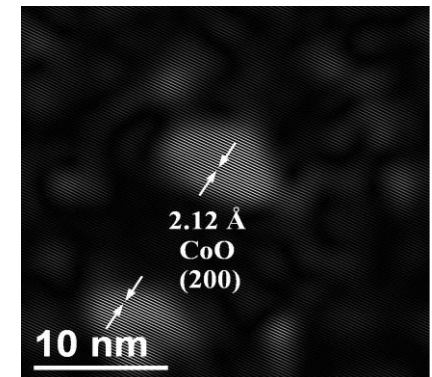
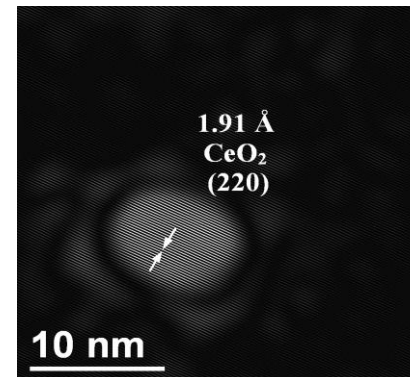
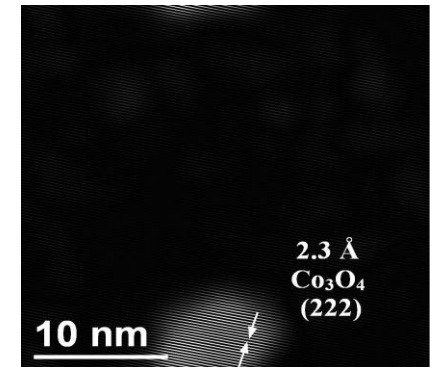
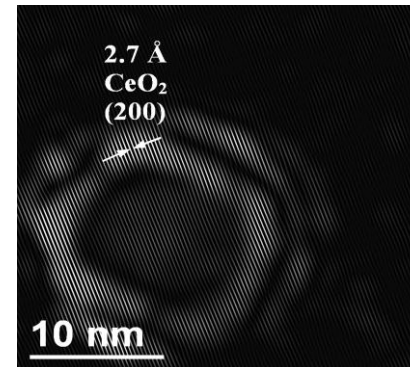
## Badania depozytu węglowego - dezaktywacja katalizatora



Depozyt węglowy otacza nanocząstki katalizatora



Transformata FFT obrazu A

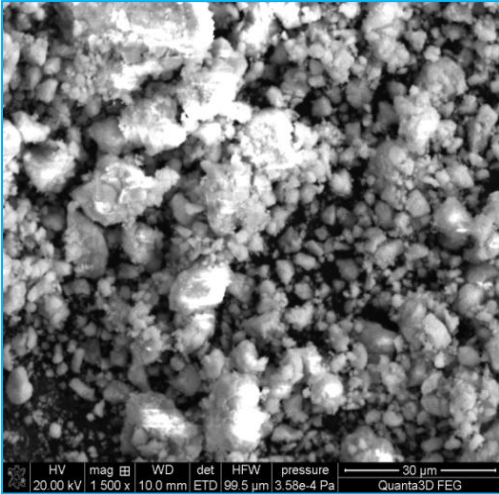




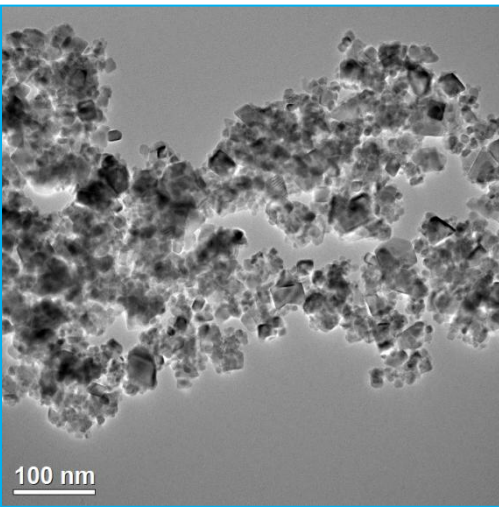
# Zastosowanie mikroskopii elektronicznej w katalizie - jakościowa i ilościowa mikroanaliza rentgenowska EDS

## Katalizator reformingu parowego etanolu 2K10Co/CeO<sub>2</sub>

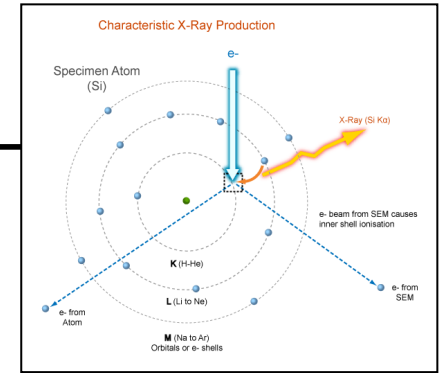
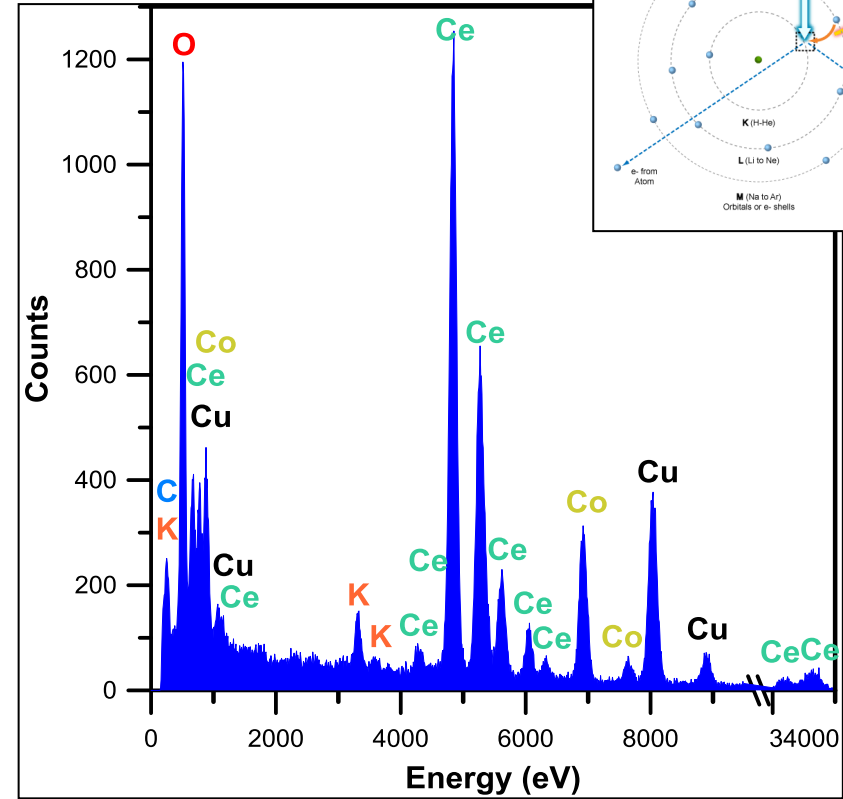
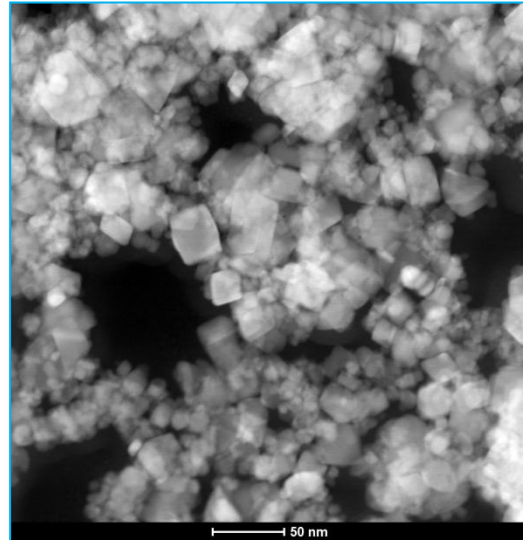
S  
E  
M



T  
E  
M



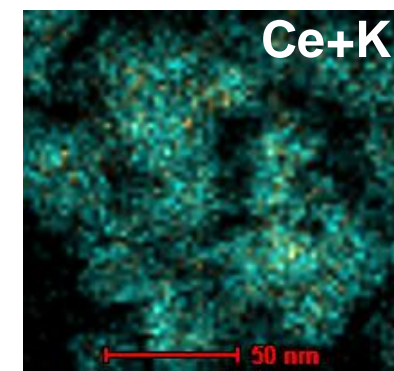
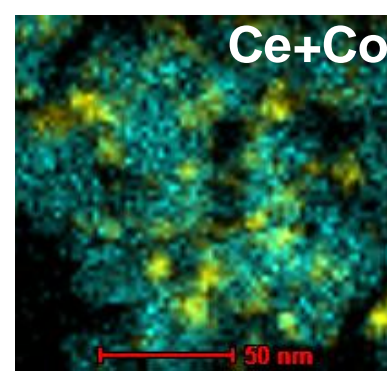
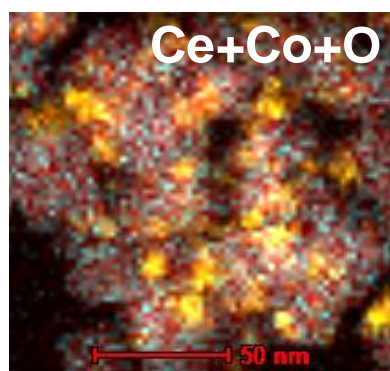
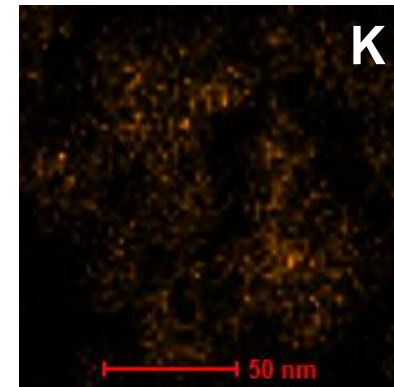
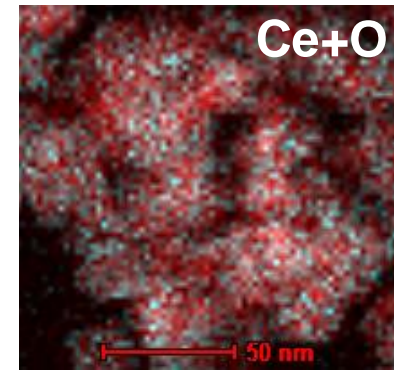
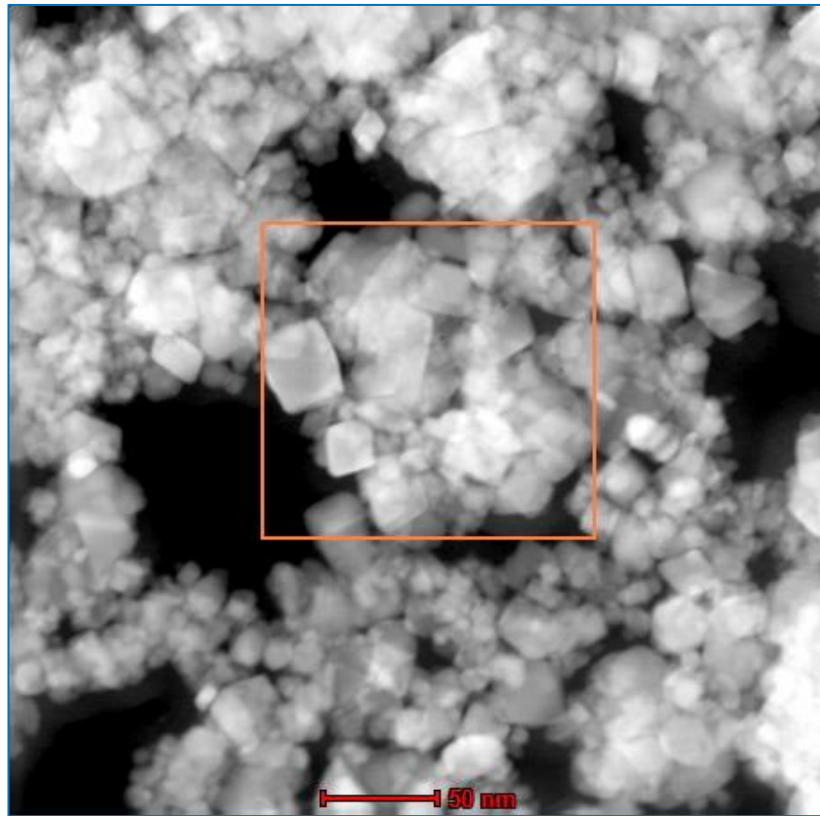
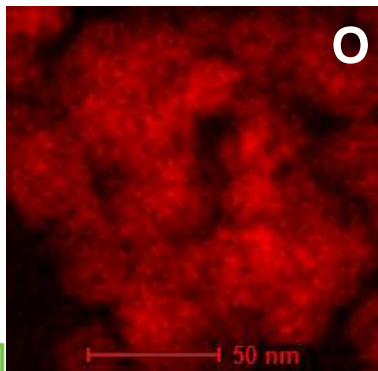
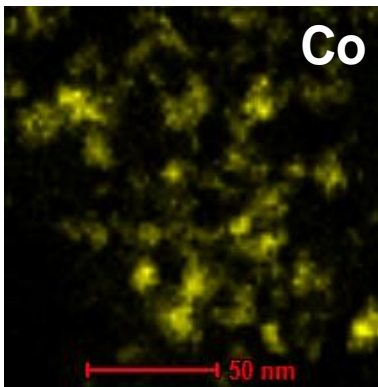
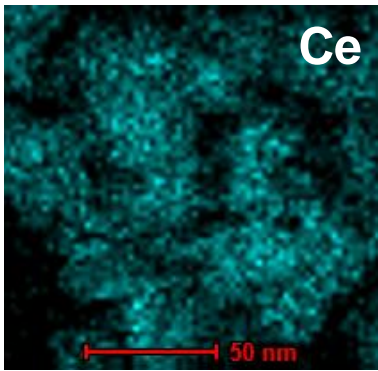
STEM



Element	Weight %	Atomic %	Uncert. %
Co(K)	8.50	7.45	0.12
K(K)	1.53	2.02	0.04
Ce(K)	69.91	25.78	1.11
O(K)	20.04	64.73	0.23

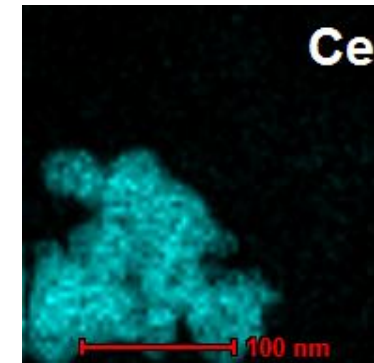
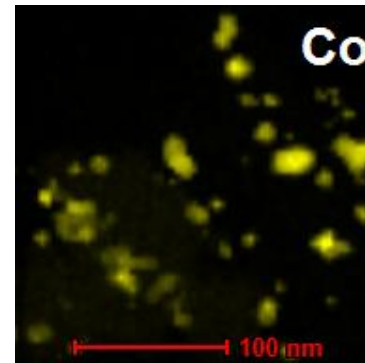
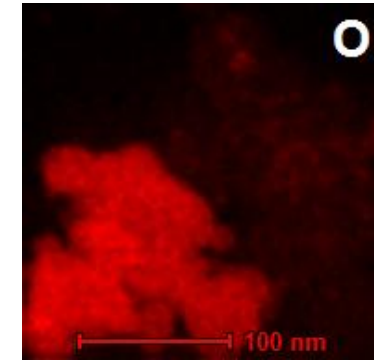
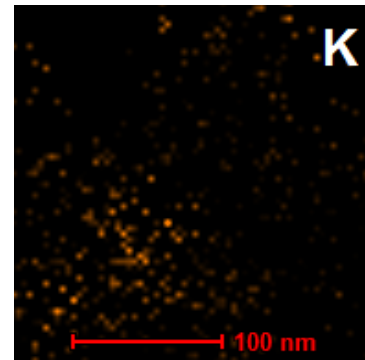
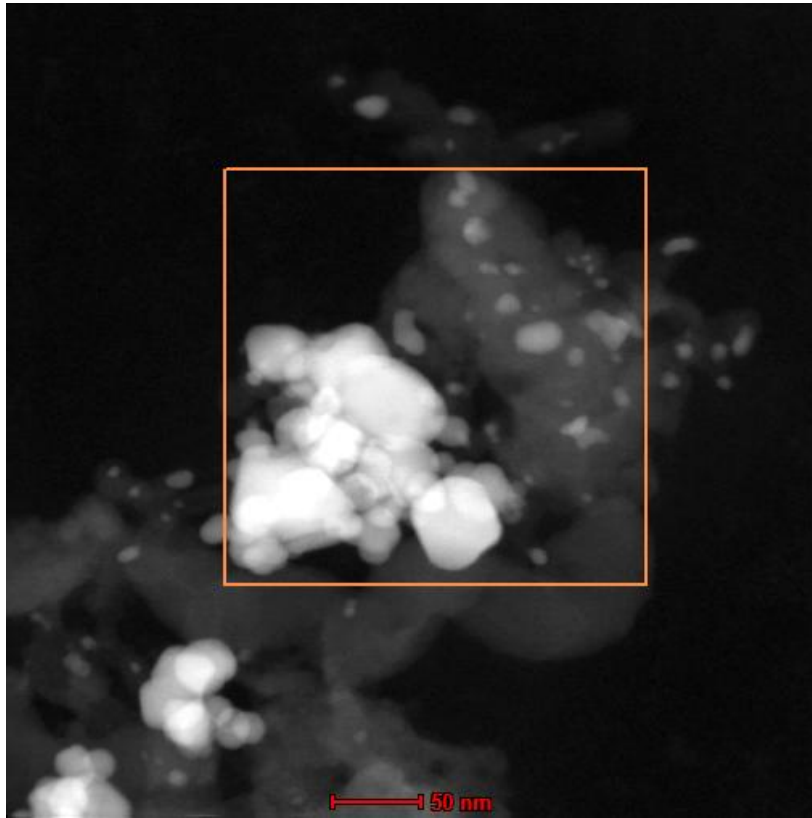


# Katalizator 2K10Co/CeO<sub>2</sub> - Mikroanaliza STEM/EDS

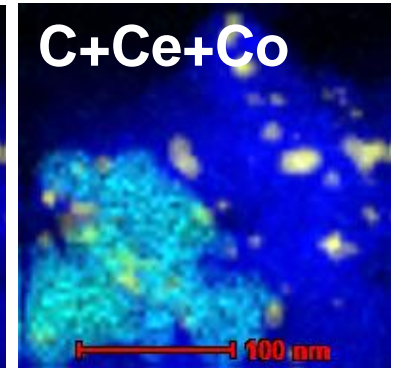
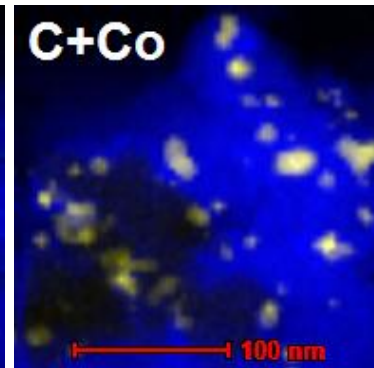
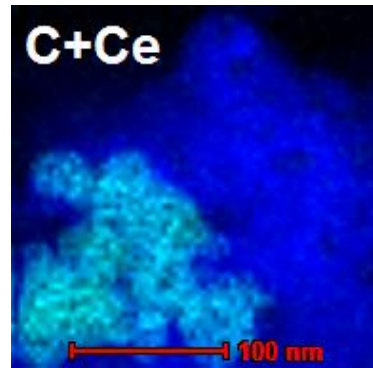
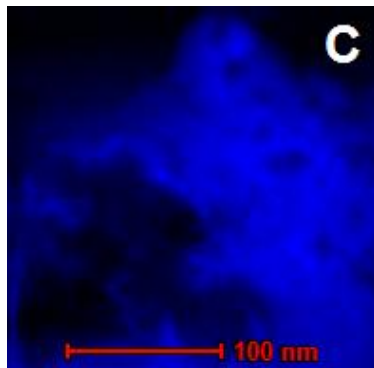
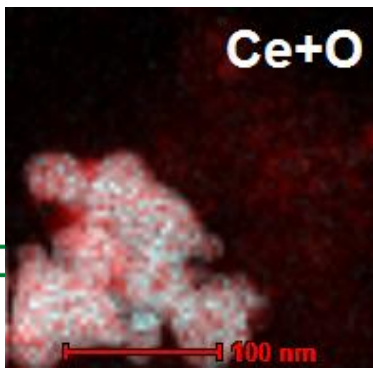


## Badanie depozytów węglowych

O  
b  
r  
a  
z  
  
S  
T  
E  
M



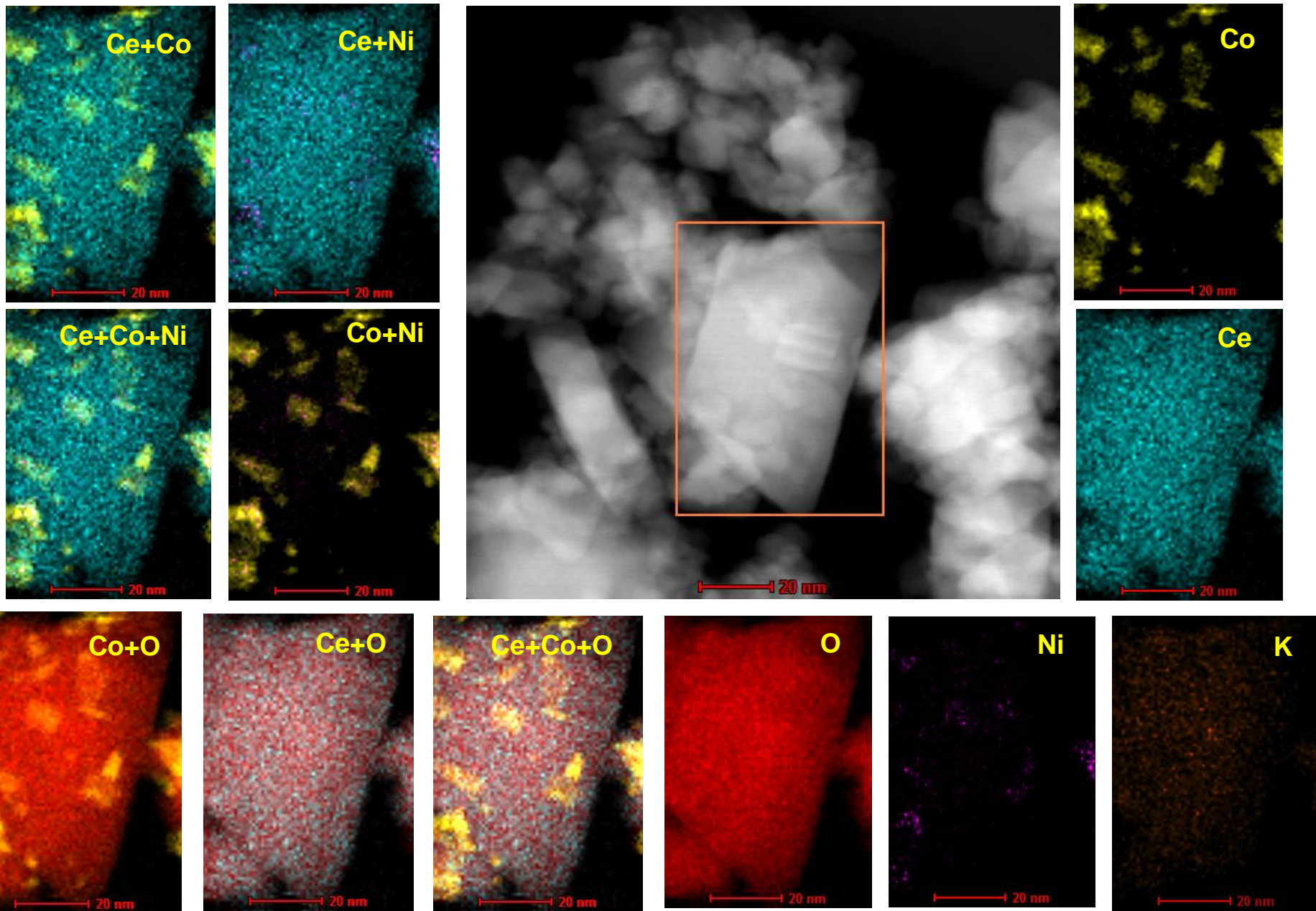
S  
T  
E  
M  
-  
E  
D  
S



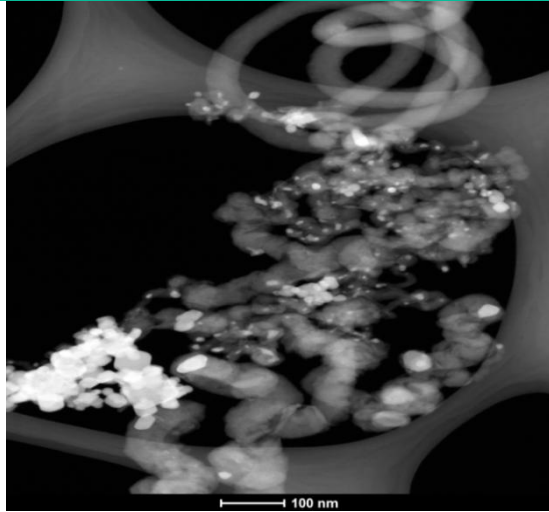


# Katalizator świeży 2K9.9Co0.1Ni/CeO<sub>2</sub> - 2K9.0Co1.0Ni/CeO<sub>2</sub>

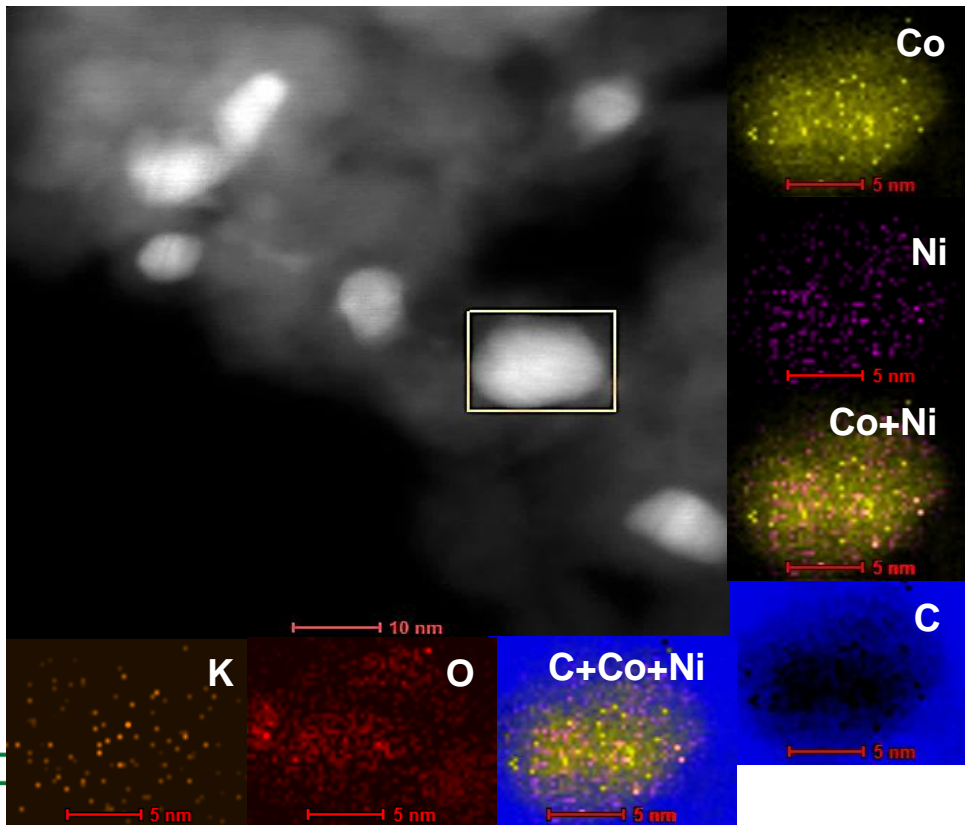
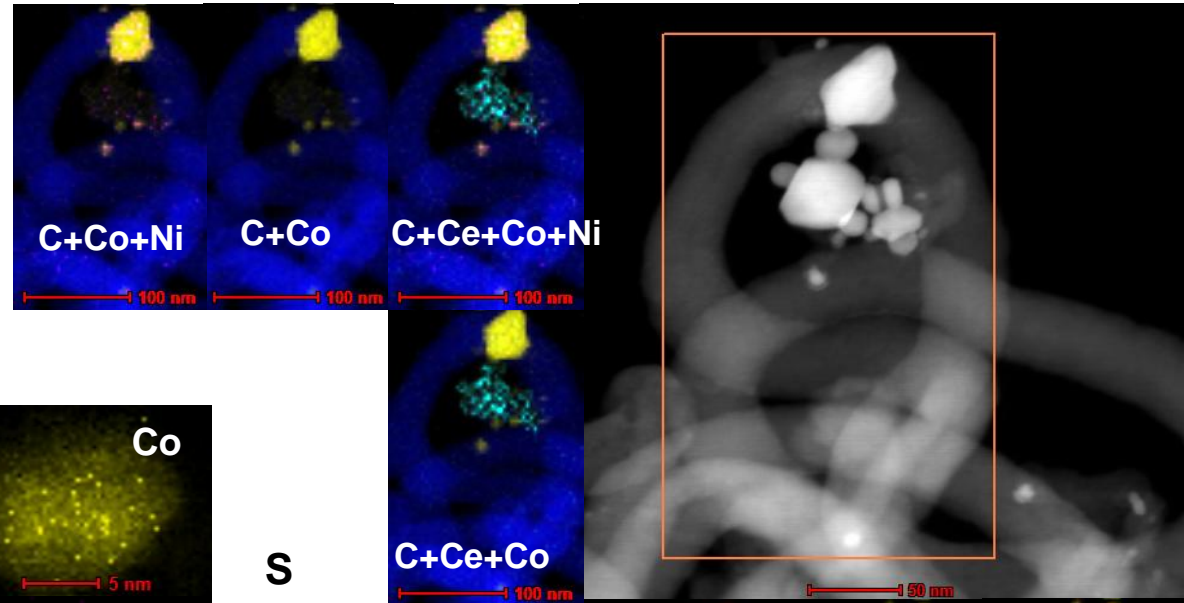
## Mapowanie chemiczne STEM/EDS



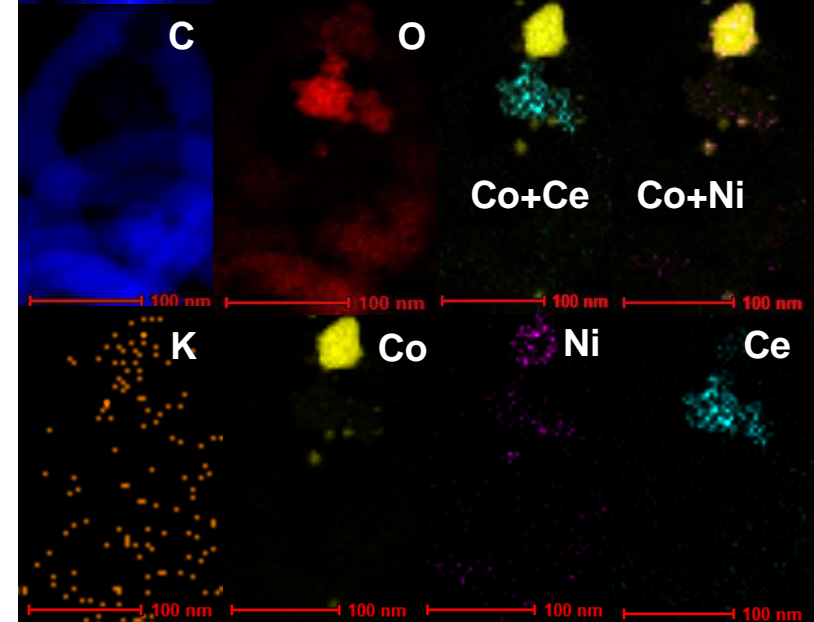
# Katalizator 2K9.9Co0.1Ni/CeO<sub>2</sub> - 2K9.0Co1.0Ni/CeO<sub>2</sub> po reformingu parowym 24h: (12:1 H<sub>2</sub>O:EtOH mol/mol) - Mapowanie chemiczne STEM-EDS



## Badanie depozytu węglowego

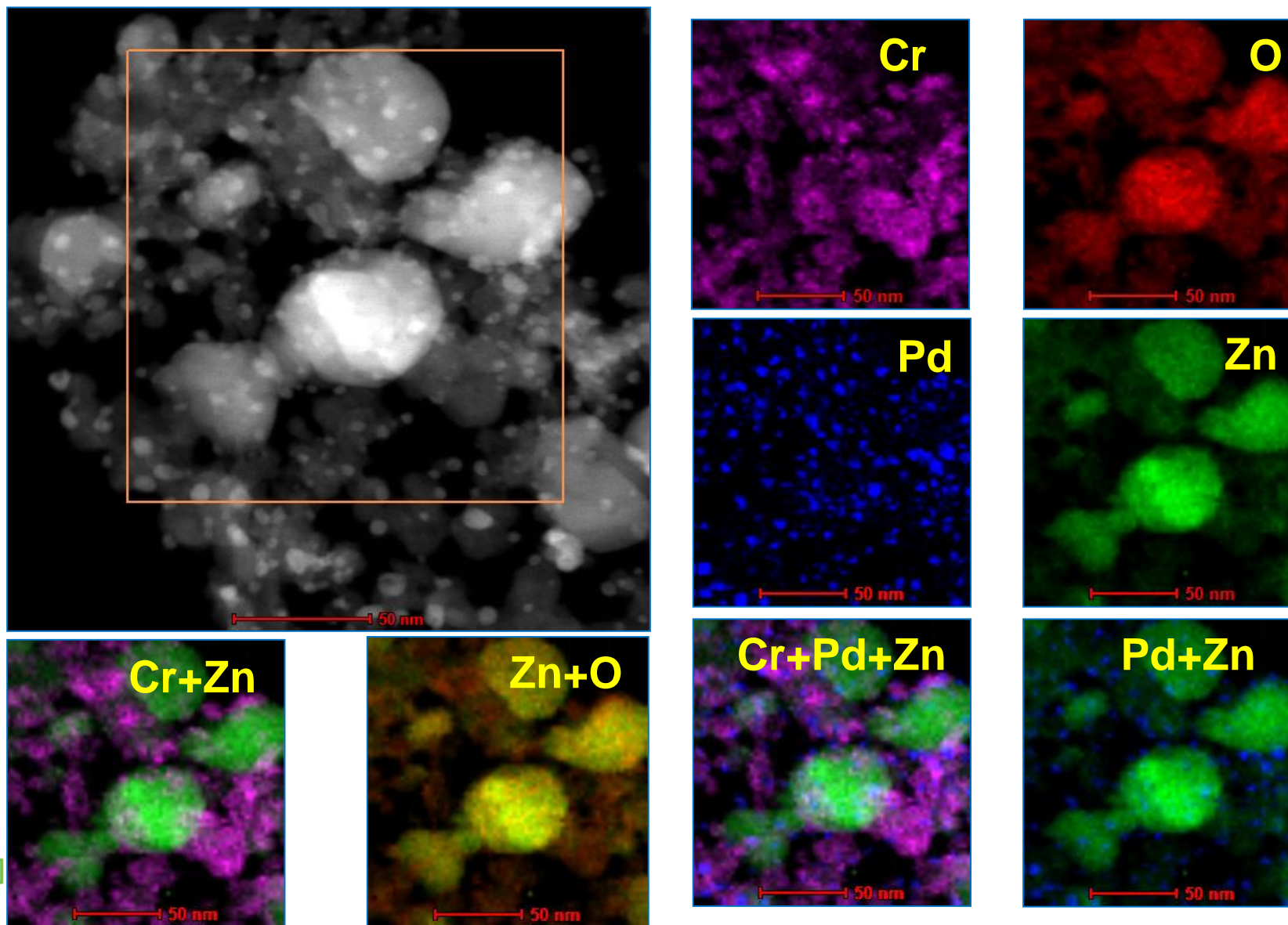


S  
T  
E  
M  
-  
E  
D  
S

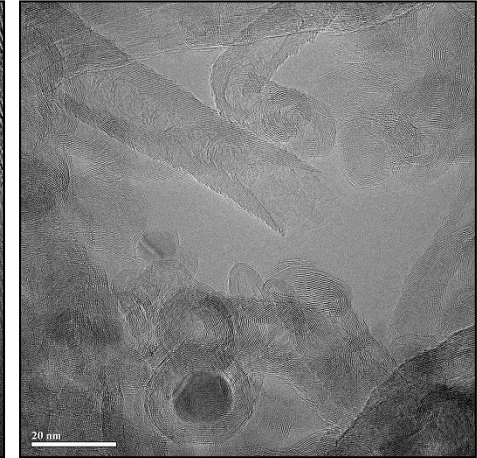
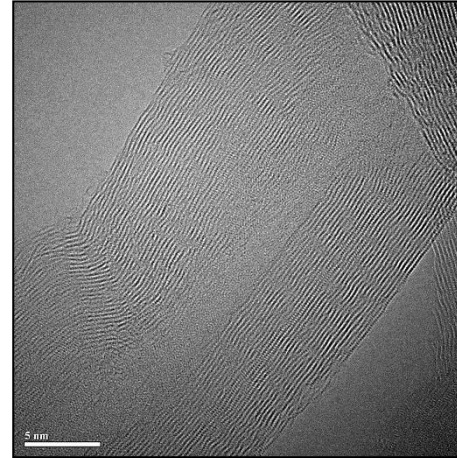
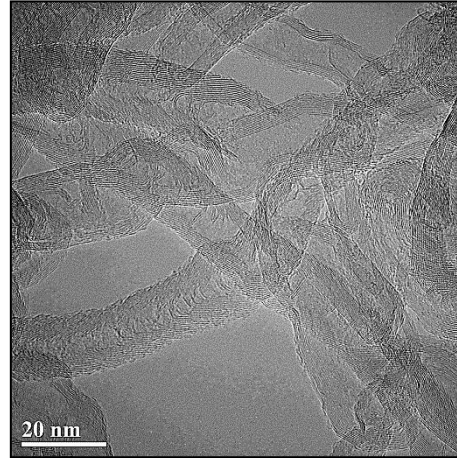
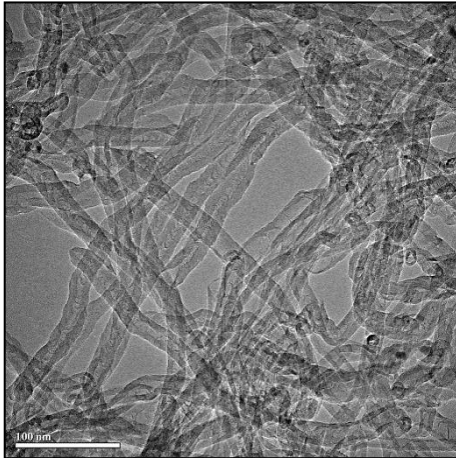




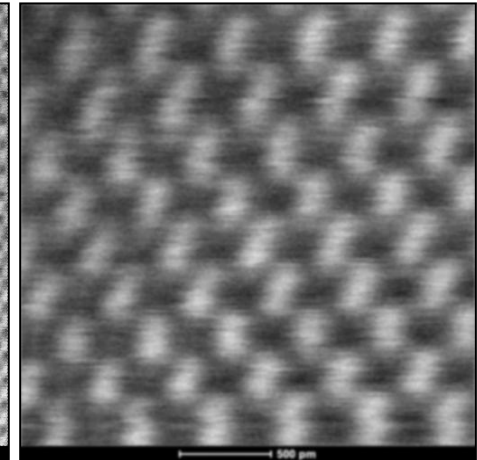
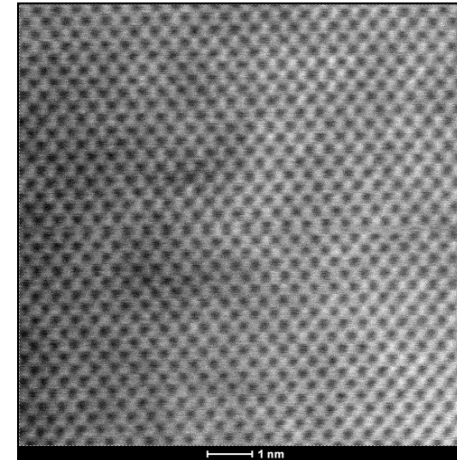
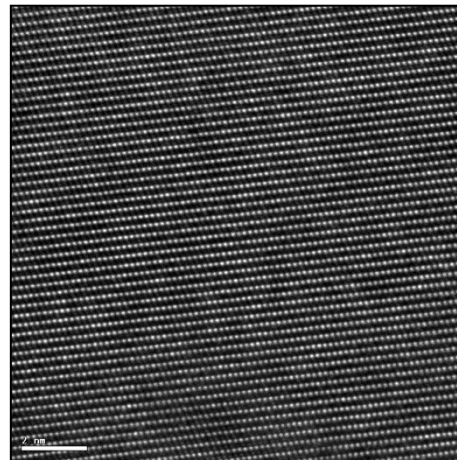
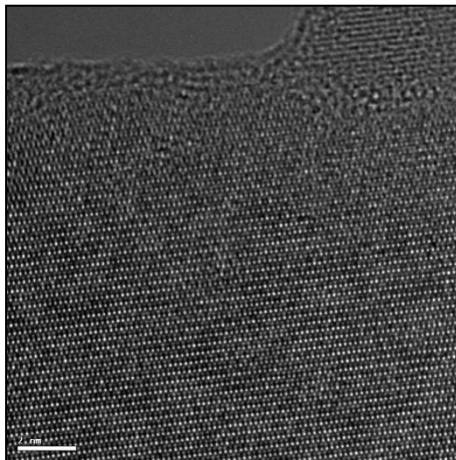
## Mapowanie chemiczne STEM-EDS





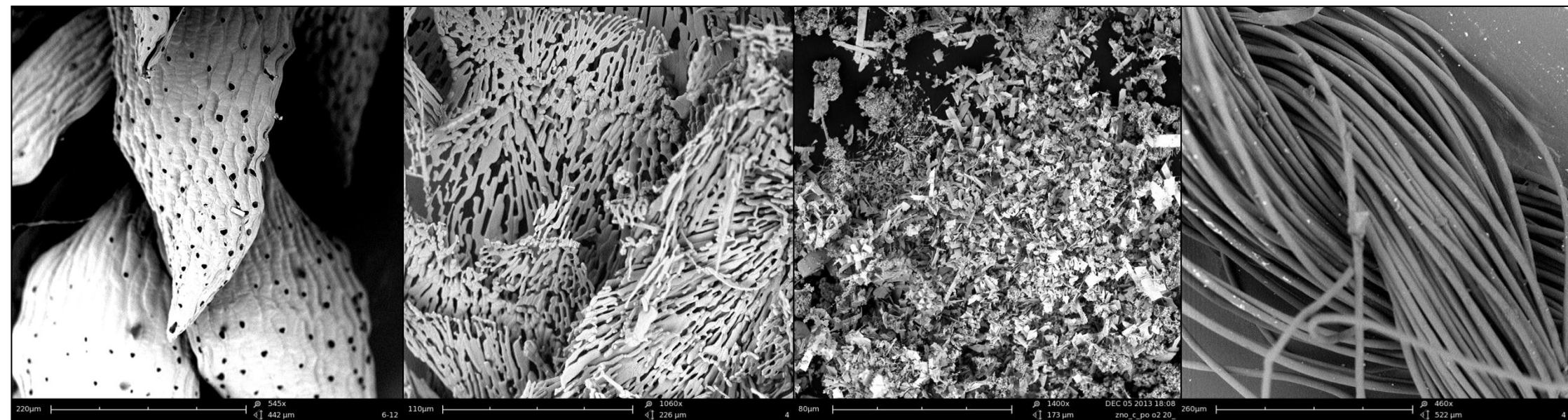


Nanorurki węglowe - wielościenne



Monokryształ arsenku galu - GaAs



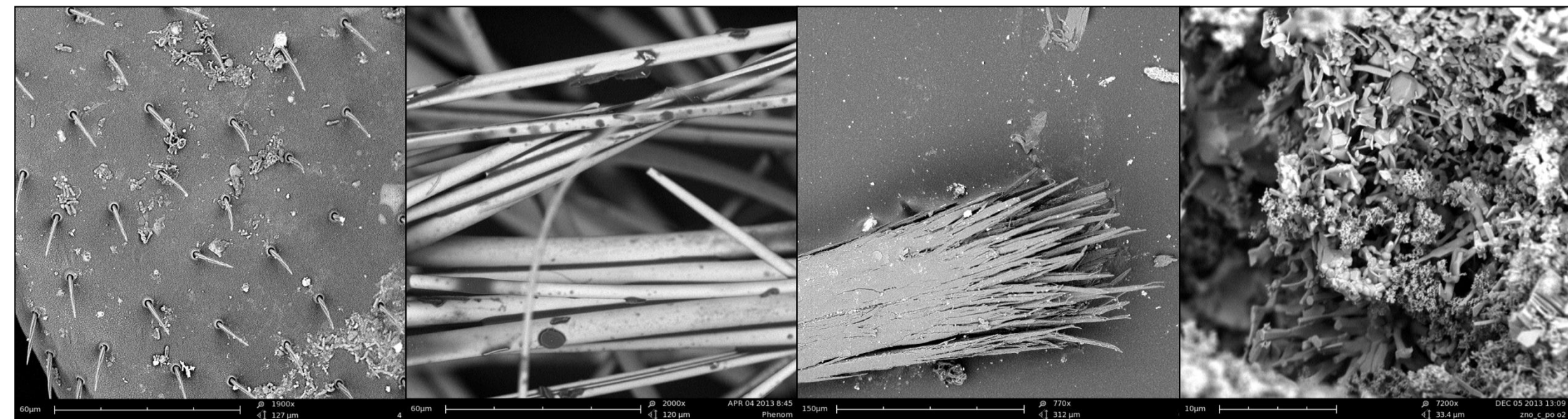


**Liść**

**Antybiotyk**

**katalizator**

**Mikrowłókno**



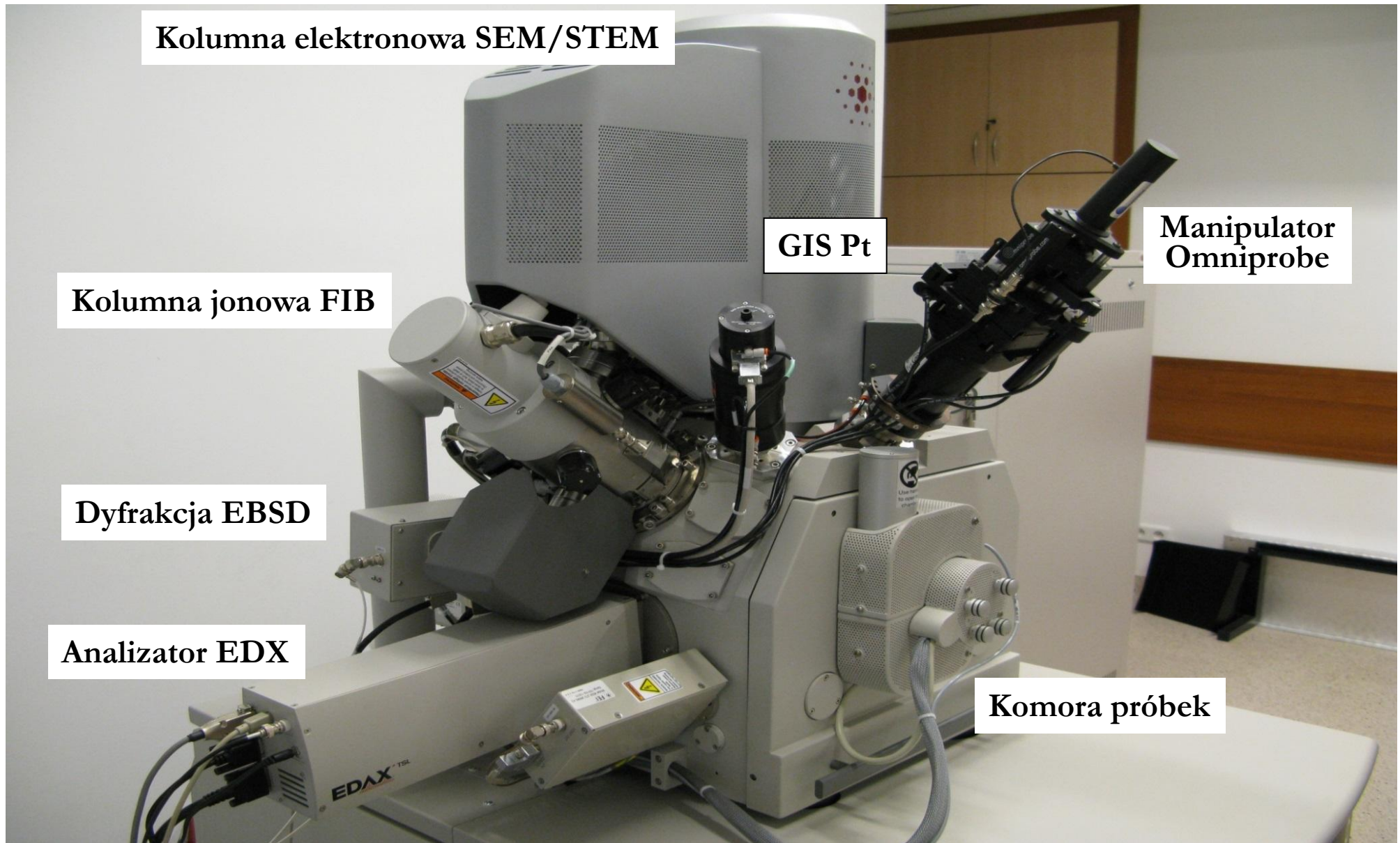
**Odnóże komara**

**Wełna mineralna**

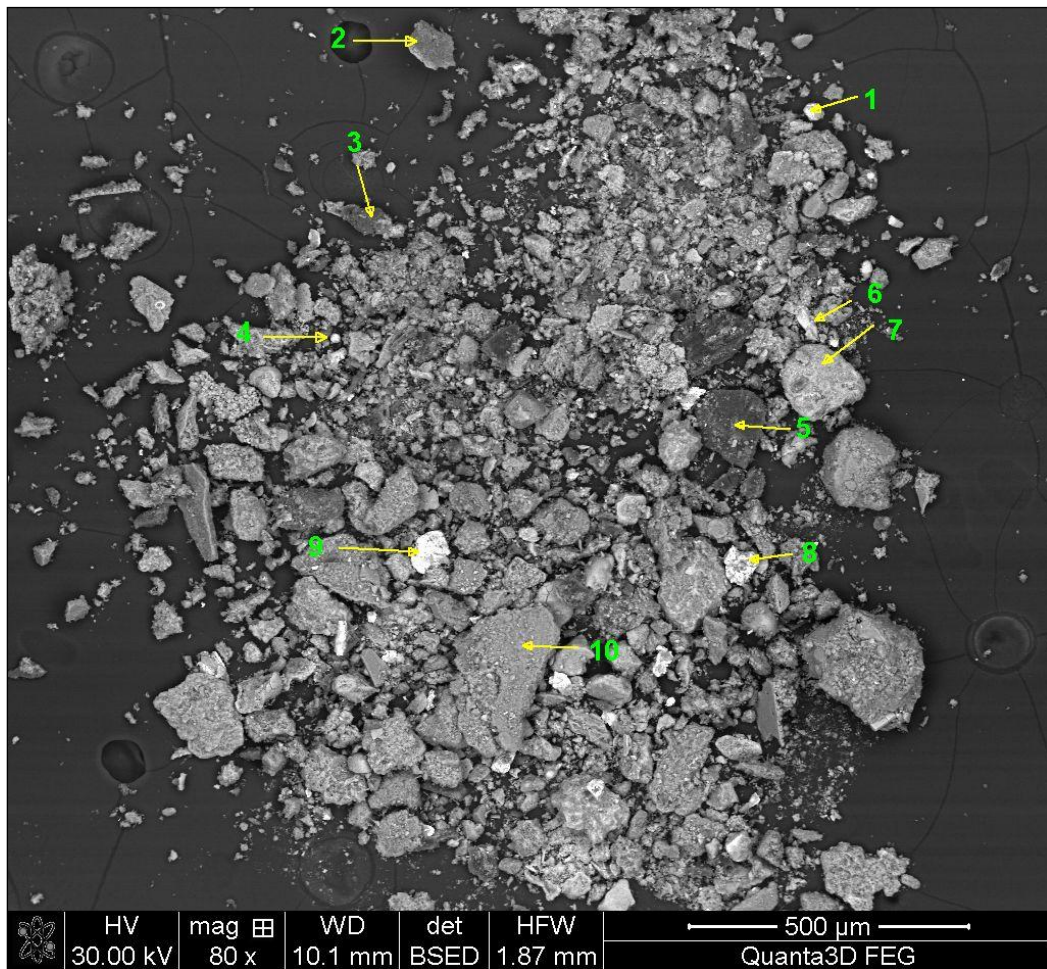
**koniec włosa**

**katalizator**

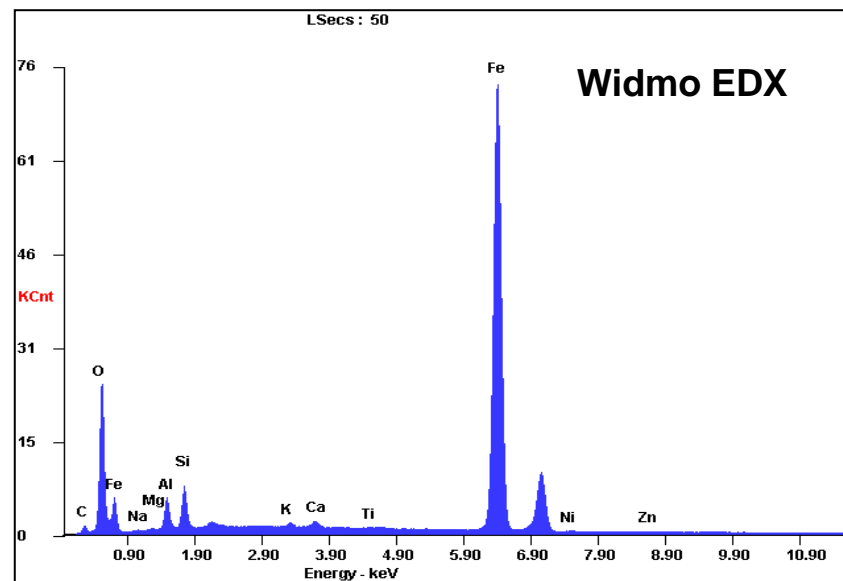




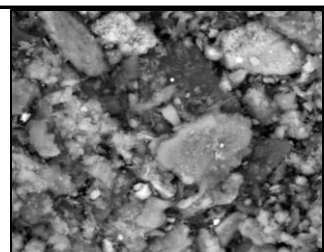




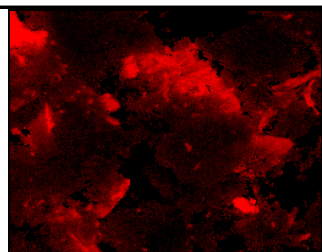
Obraz SEM i mikroanaliza punktowa



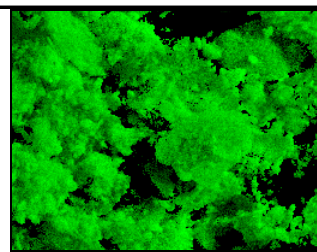
Element	W%	At %
C	4.07	10.39
O	22.44	43.02
Na	0.70	0.94
Mg	0.60	0.75
Al	4.72	5.36
Si	4.28	4.67
K	0.31	0.25
Ca	0.43	0.33
Ti	0.09	0.06
Fe	61.88	33.99
Ni	0.18	0.09
Cu	0.16	0.08
Zn	0.13	0.06
Total	100.00	100.00



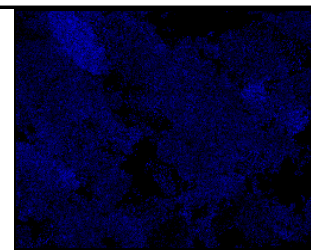
obraz SEM



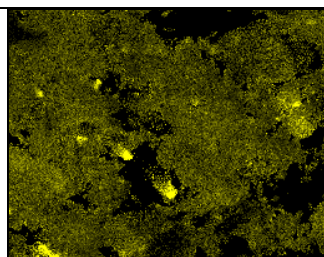
C



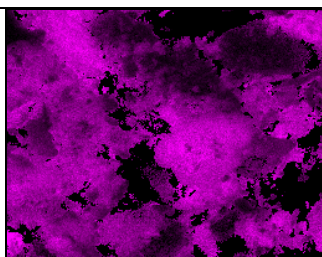
O



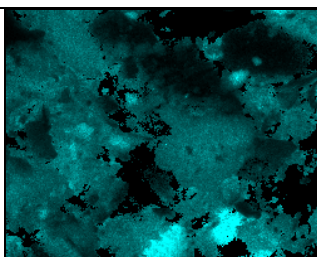
Na



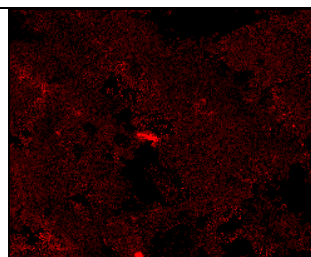
Mg



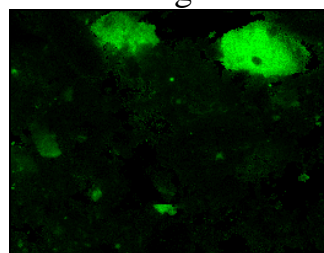
Al



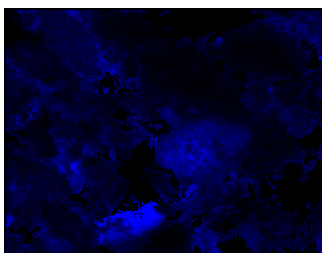
Si



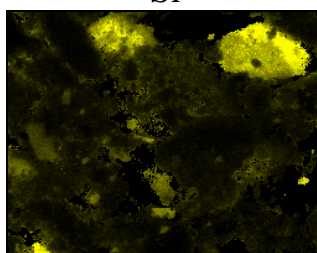
P



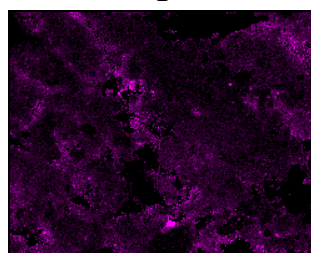
S



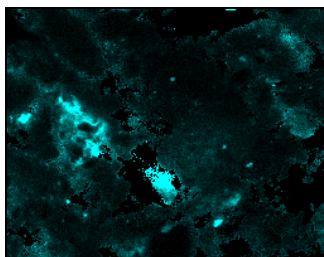
K



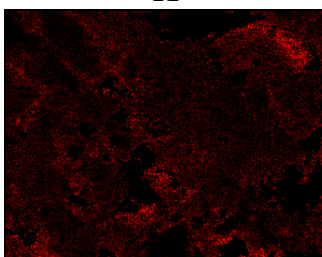
Ca



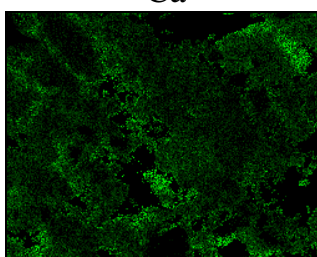
Ti



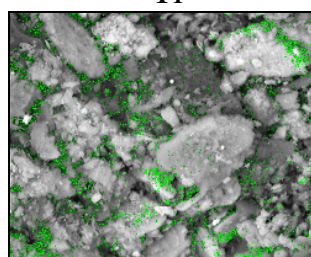
Fe



Ni



Zn



SEM+Zn

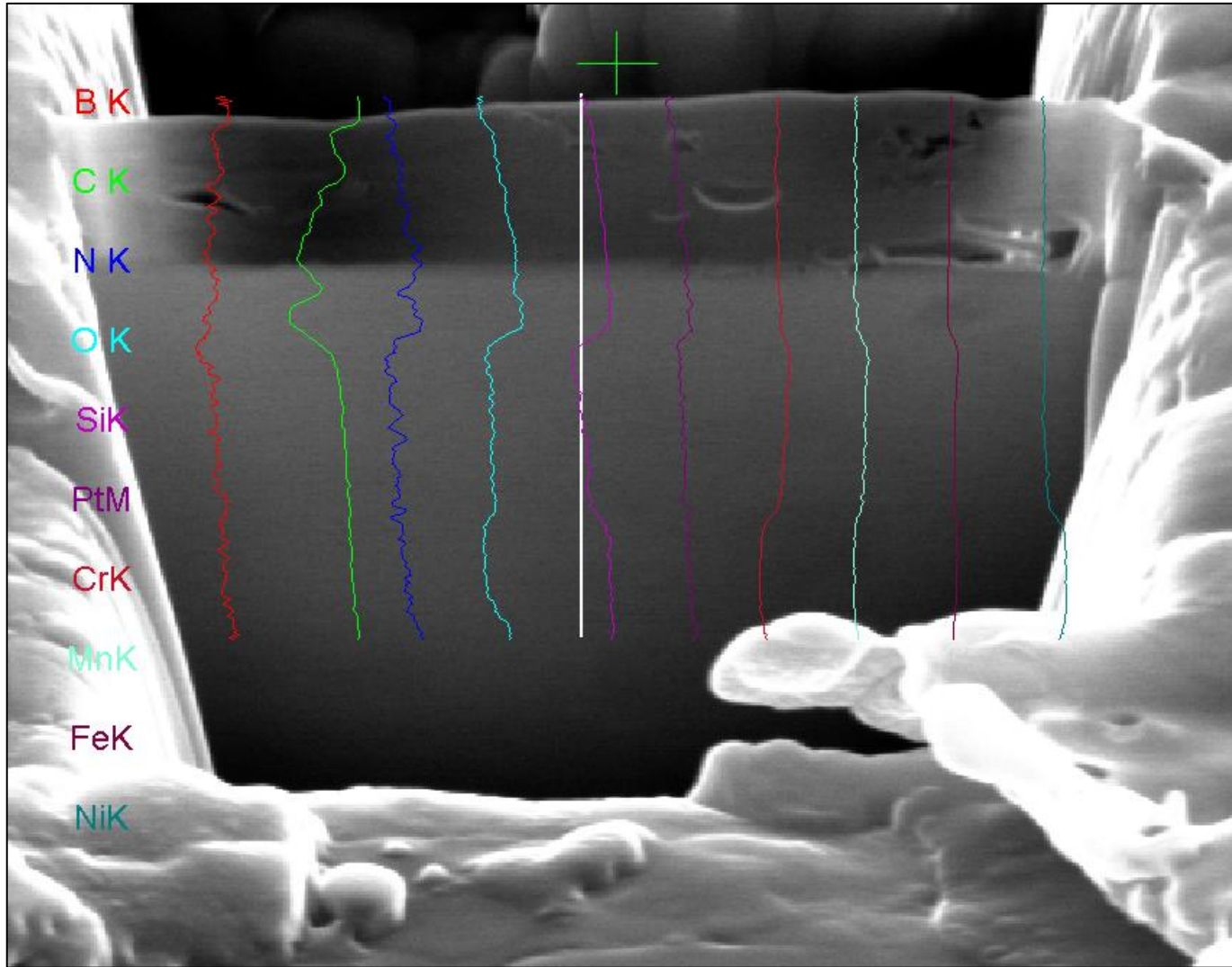
## Średni skład ilościowy

Element	W%	At %
C	21.99	33.57
O	36.10	41.36
Na	0.47	0.38
Mg	0.89	0.67
Al	10.90	7.41
Si	16.57	10.82
P	0.06	0.04
S	2.15	1.23
Cl	0.06	0.03
K	2.10	0.99
Ca	5.07	2.32
Ti	0.41	0.16
Cr	0.04	0.01
Mn	0.04	0.01
Fe	2.89	0.95
Ni	0.05	0.02
Zn	0.20	0.06
Total	100.00	100.00

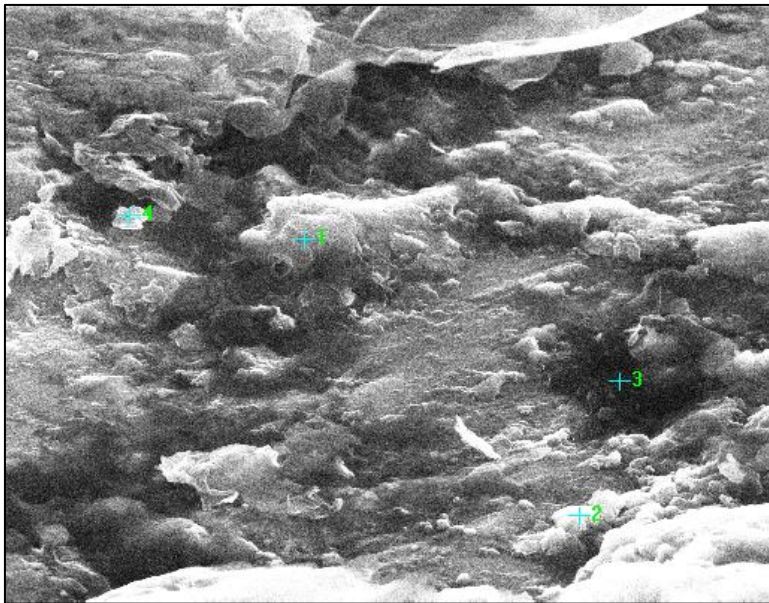


Mapowanie chemiczne. Dystrybucja pierwiastków na powierzchni glinokrzemianu





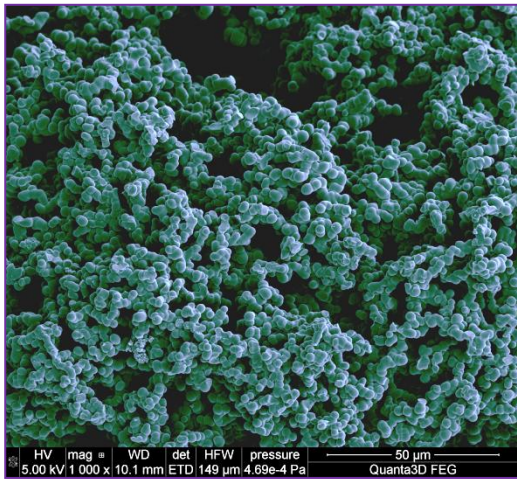
Stop eutektyczny: Fe-Mn-C-B-Si-Ni-Cr.  
Mikroanaliza liniowa (line scan)



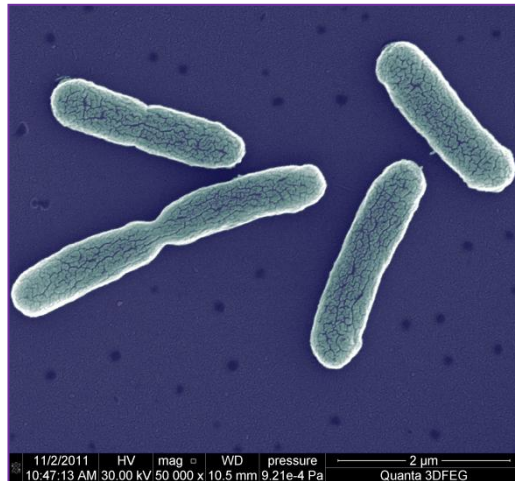
Mikroanaliza punktowa



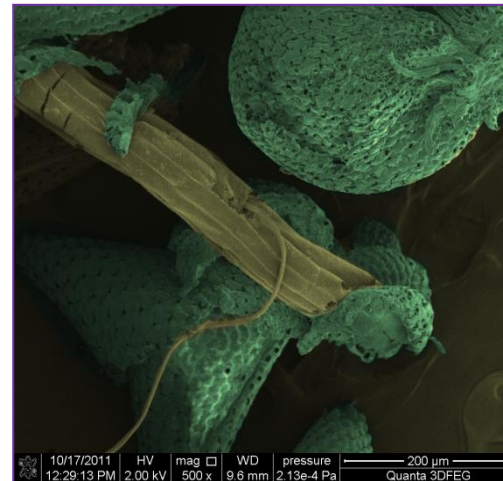




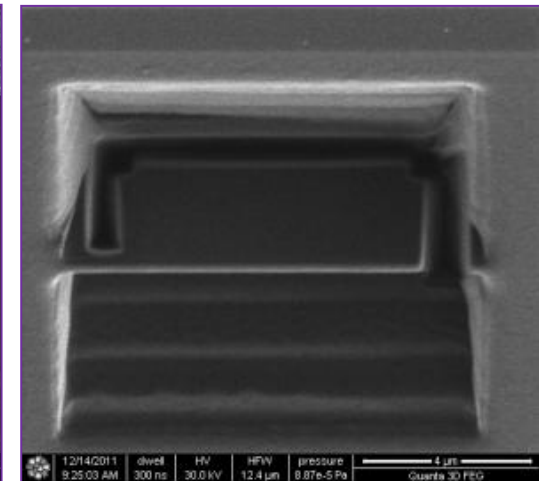
**Adsorbent węglowy**



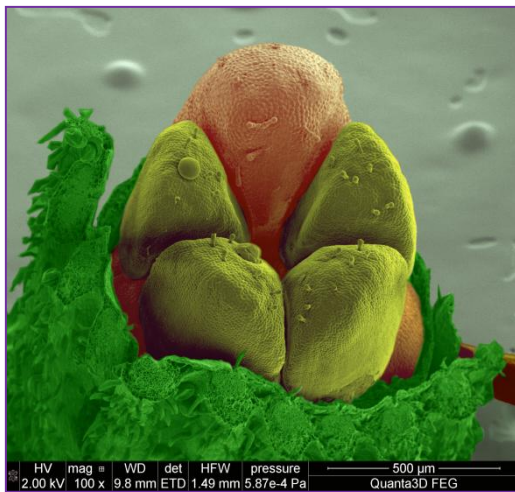
**Bacterium E. coli**



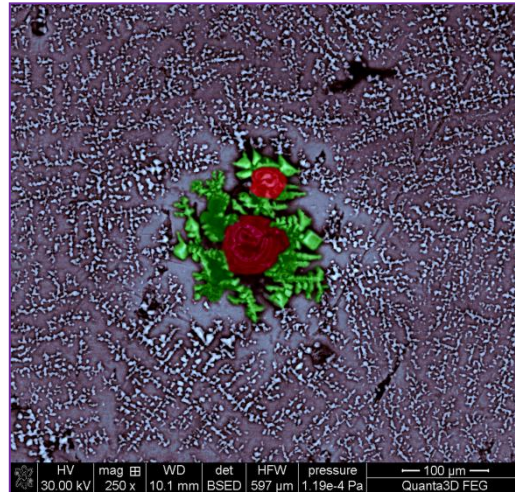
**Mech**



**Lamela (FIB)**



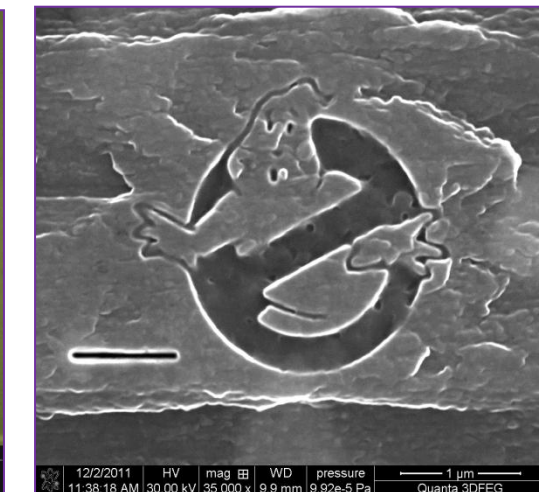
**Nektarnik**



**Sztuczne lzy**



**Święta B.N. (FIB)**



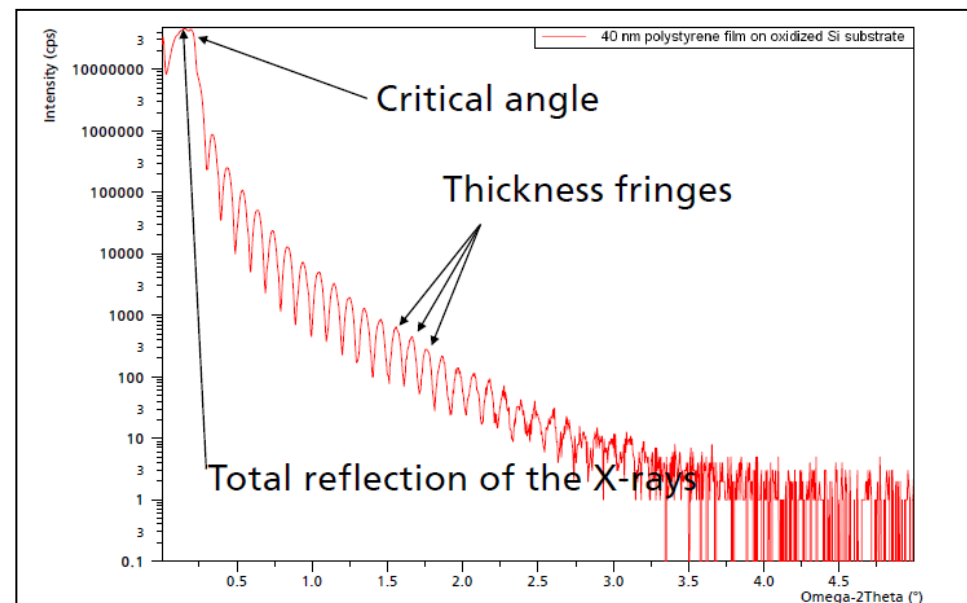
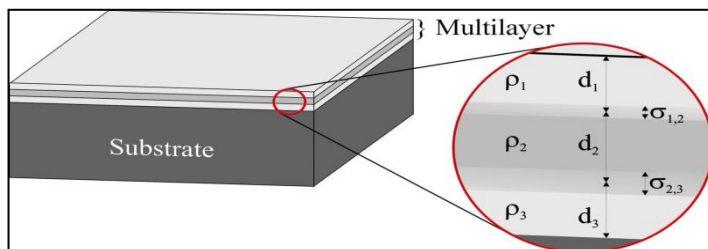
**Pogromcy duchów logo (FIB)**



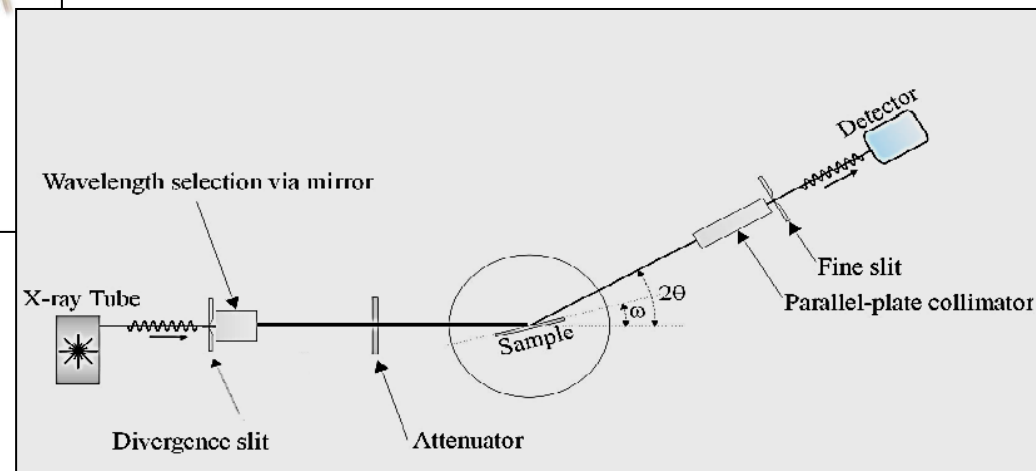
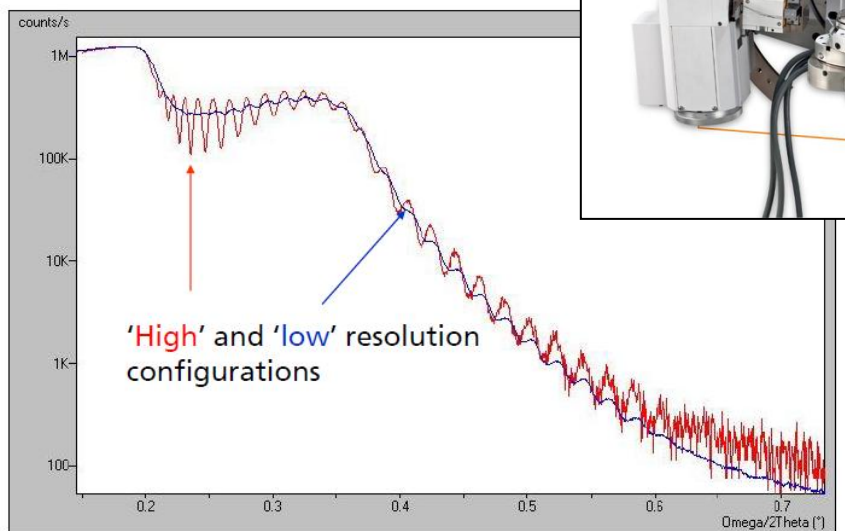
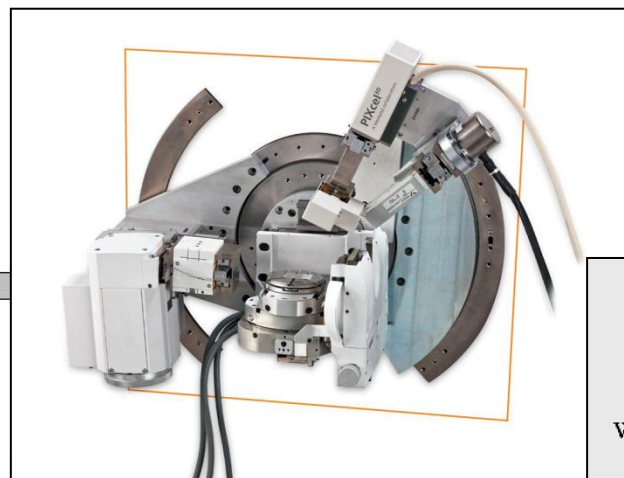


# Dyfrakcja rentgenowa - reflektometria

Reflektometria umożliwia nieniszczące pomiary gęstości, grubości i chropowatości warstw powierzchniowych. Oprogramowanie umożliwia automatyczną symulację kształtu i dopasowania krzywej pomiarowej

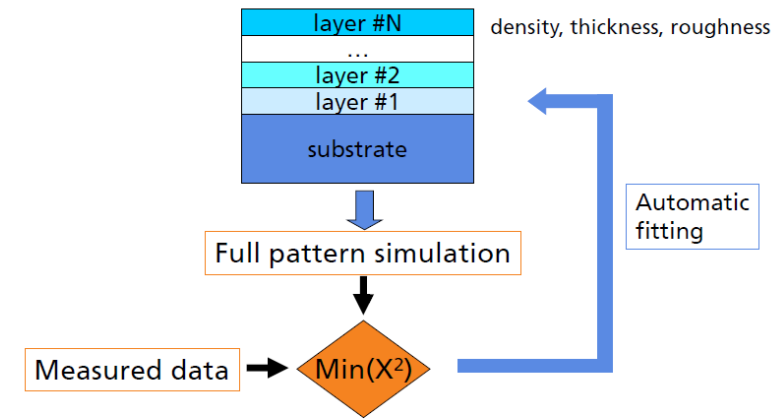


Pomiar grubości warstw



Typowa Konfiguracja dyfraktometru

## Reflectometry (3)



Current Best Parameter Details    Current Fitting Information    Sample, Instrument and Fitting Details

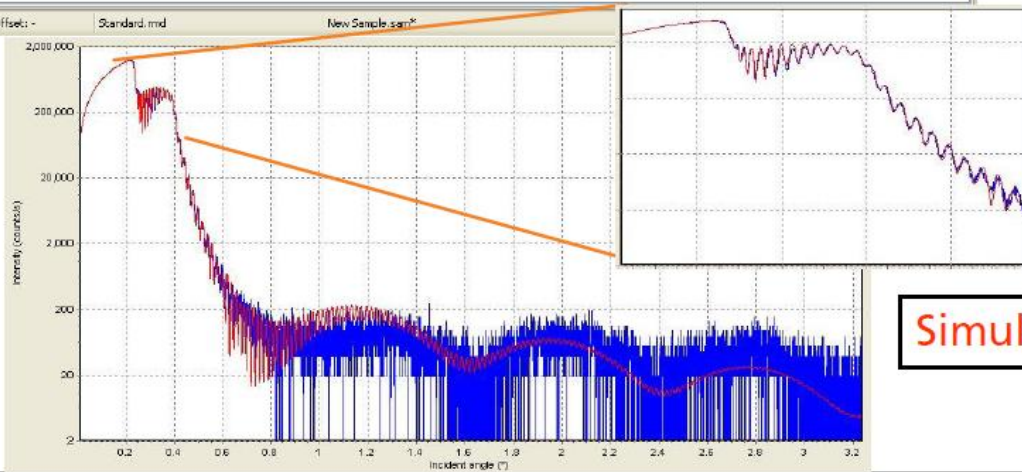
Sample:    Interface Model:    Instrument:    Fitting Details

Sample edit mode: Sample edit     Show refractive index    Last simulation's fit value: 135.7

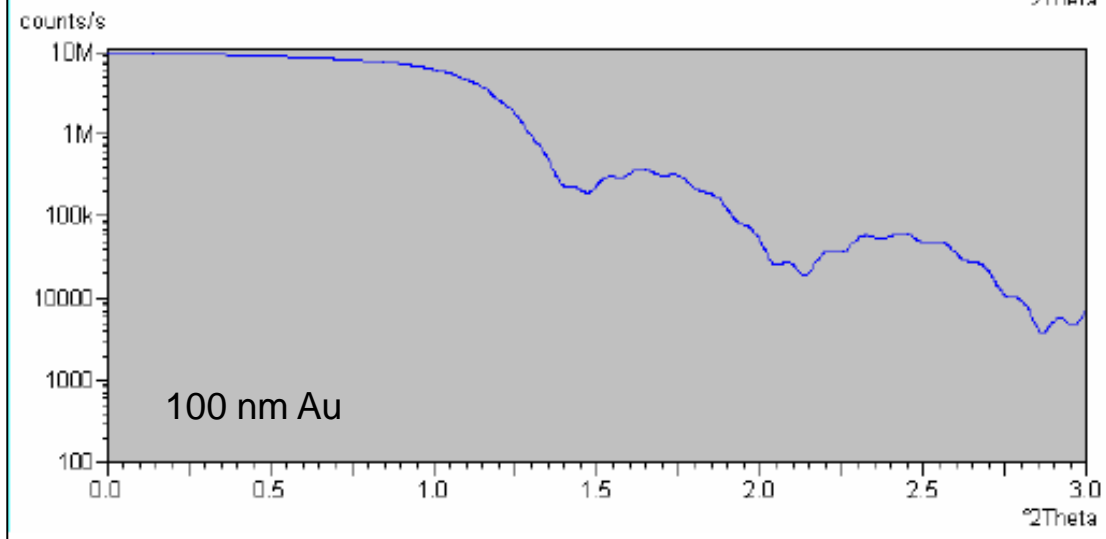
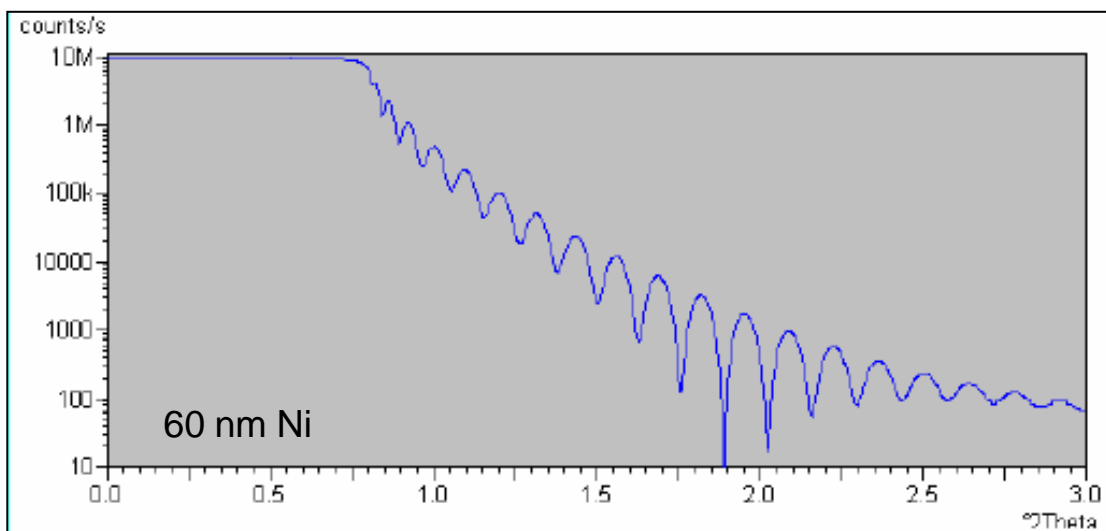
Add as next layer    Add to superlattice

               Superlattice details...        Superlattice background:

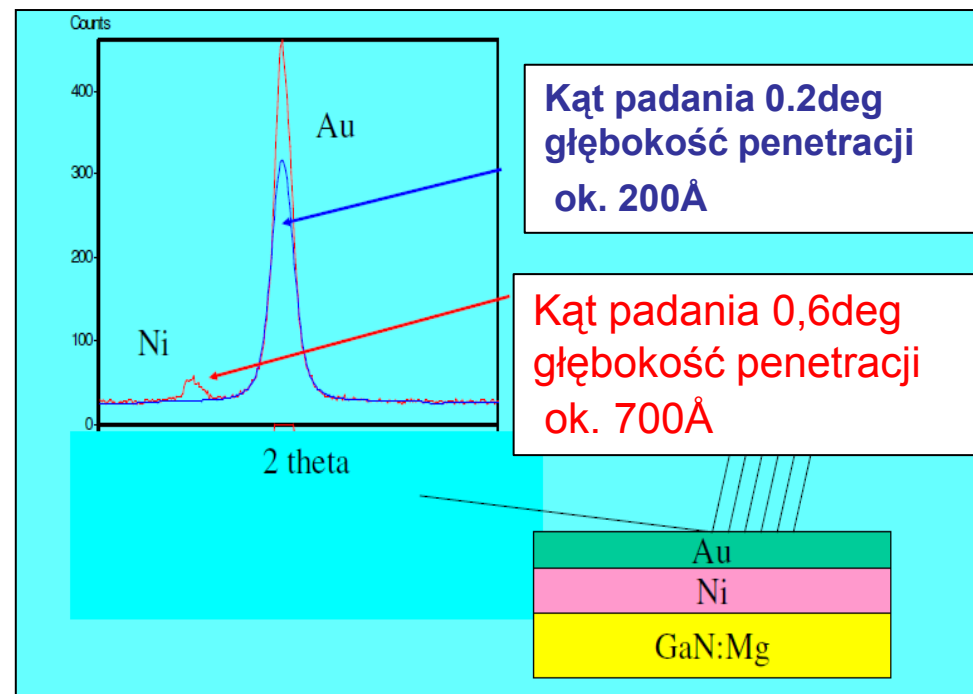
Layer Information and Material				Layer Parameters			Refractive Index	
Layer No.	Layer Group Type	Repeat unit No.	Material	Density (g/cm <sup>3</sup> )	Thickness (nm)	Roughness (nm)	Delta	Beta
6	Single	-	Al	2.7	187.3	2.7	84.6594	1.6087
5	Single	-	Al	2.7	4.2	0.5	88.7006	1.3048
4	Single	-	Nb	8.66	200.4	3	243.4597	16.2438
3	Single	-	Al	0.2	5.5	0	6.274	0.1192
2	Single	-	Al	2.7	374.6	0	84.6594	1.6087
1	Single	-	Nb	8.13	127.4	2.8	238.5572	15.2496
0	Substrate	-	Al2O3	3.993	600000	0.5	126.7707	1.5225







Źródło: Michał Leszczyński: Instytut Niskich temperatur PAN

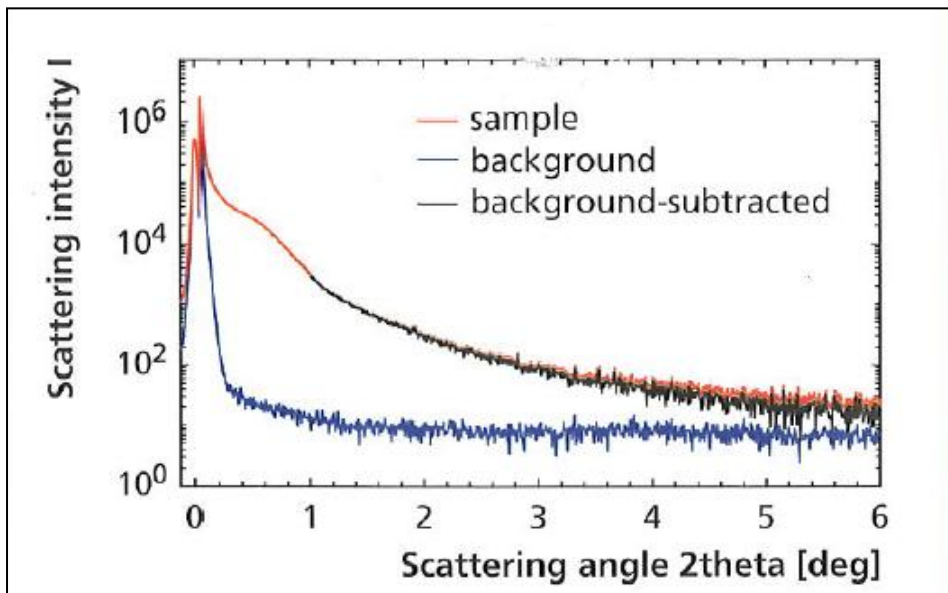


## Typowe materiały:

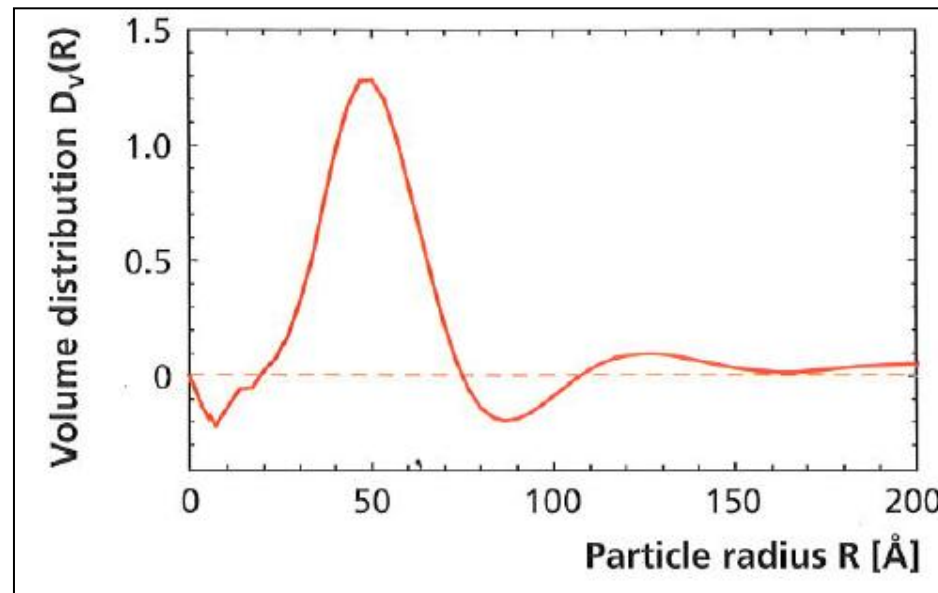
- Amorficzne
- Polikrystaliczne
- warstwy epitaksjalne
- zakres pomiaru grubości: od 0,5nm do 1000 nm
- Zakres chropowatości: od 0,1 do ok 3 nm
- Zakres pomiaru gęstości:
- wysoka gęstość warstw może uniemożliwiać pomiar przykrytych warstw
- wymagana duża różnica gęstości sąsiednich warstw



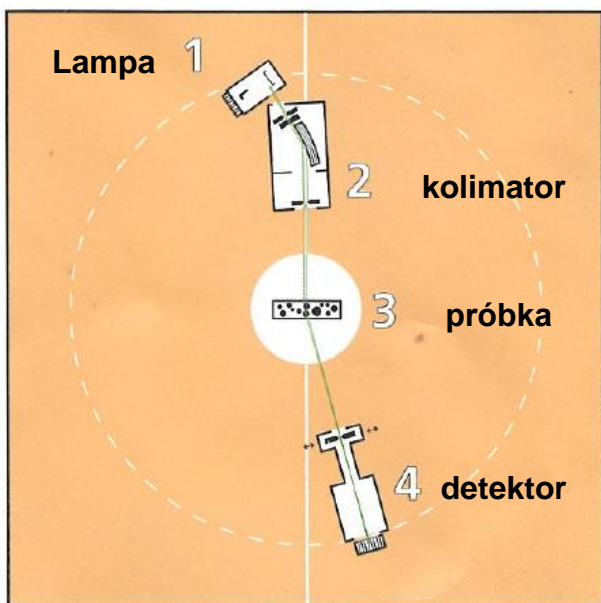
## Pomiar wielkości cząstek TiO<sub>2</sub>



Korekta krzywej rozpraszania



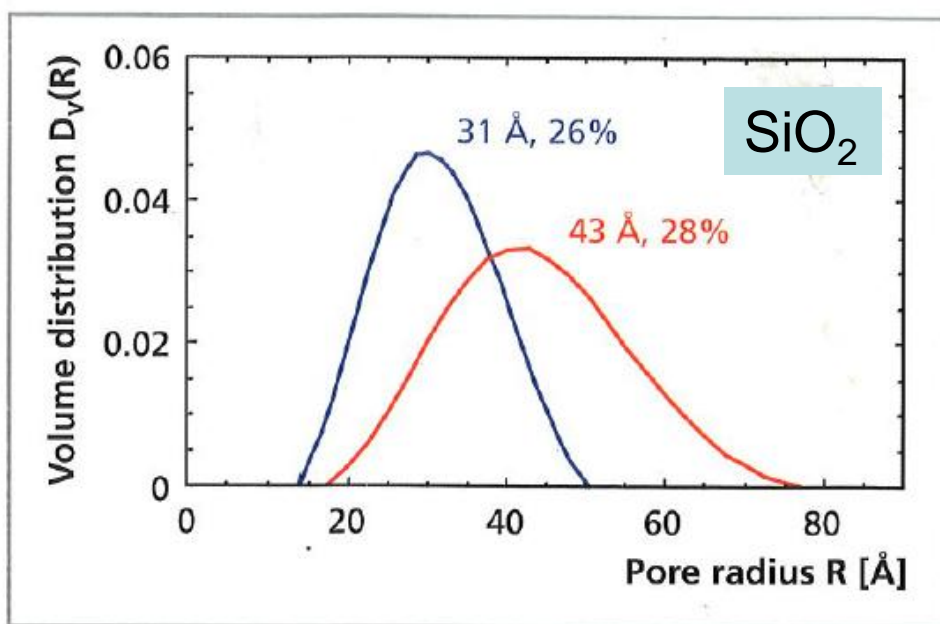
Rozkład wielkości cząstek,  $R_{\text{śr.}} = 48\text{Å}$



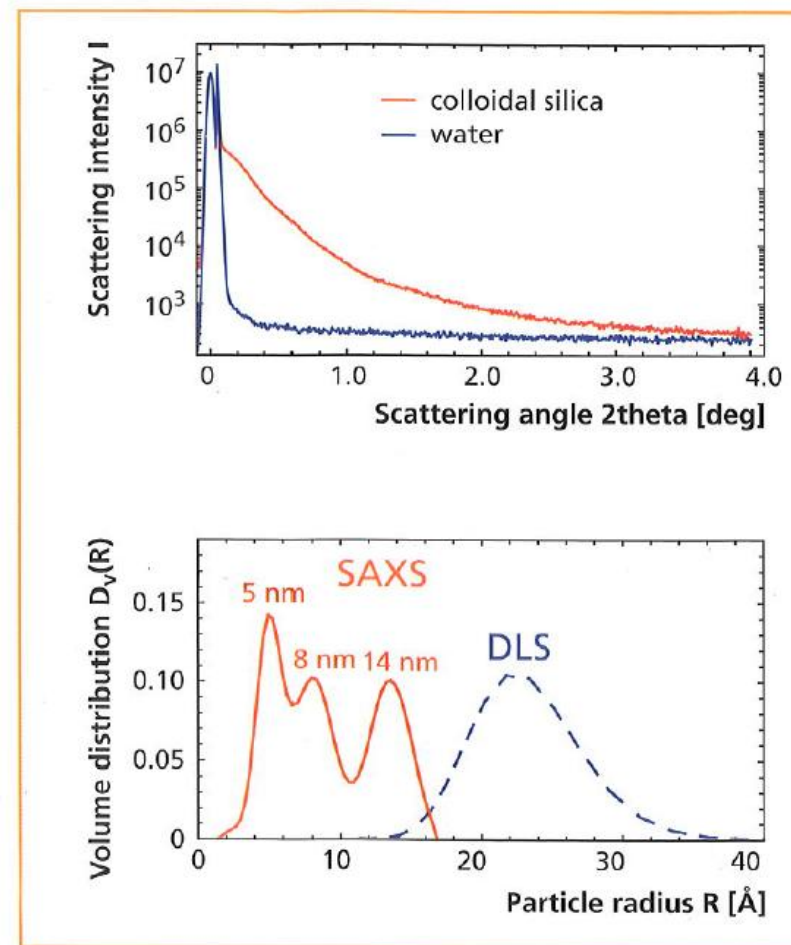
holder



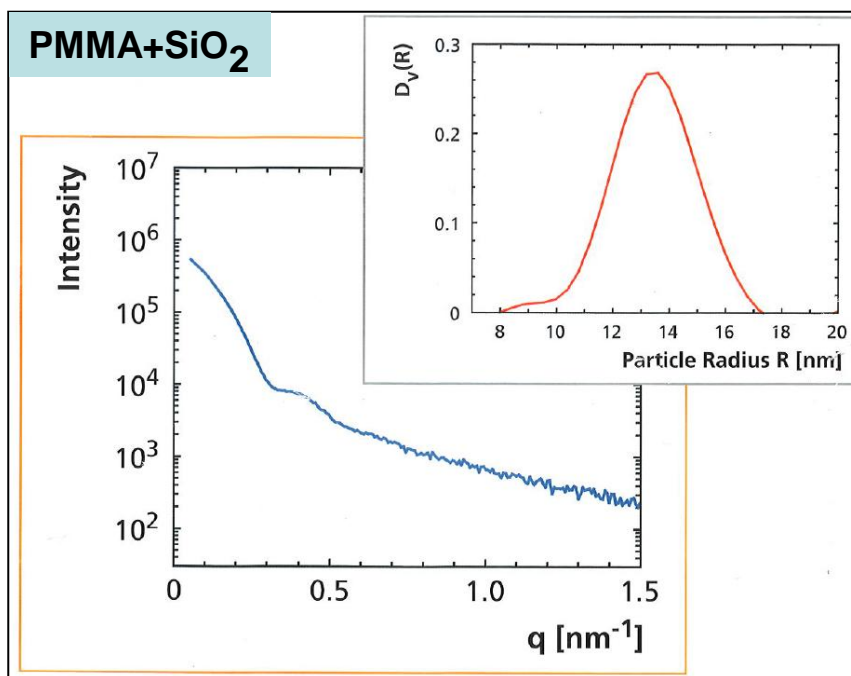




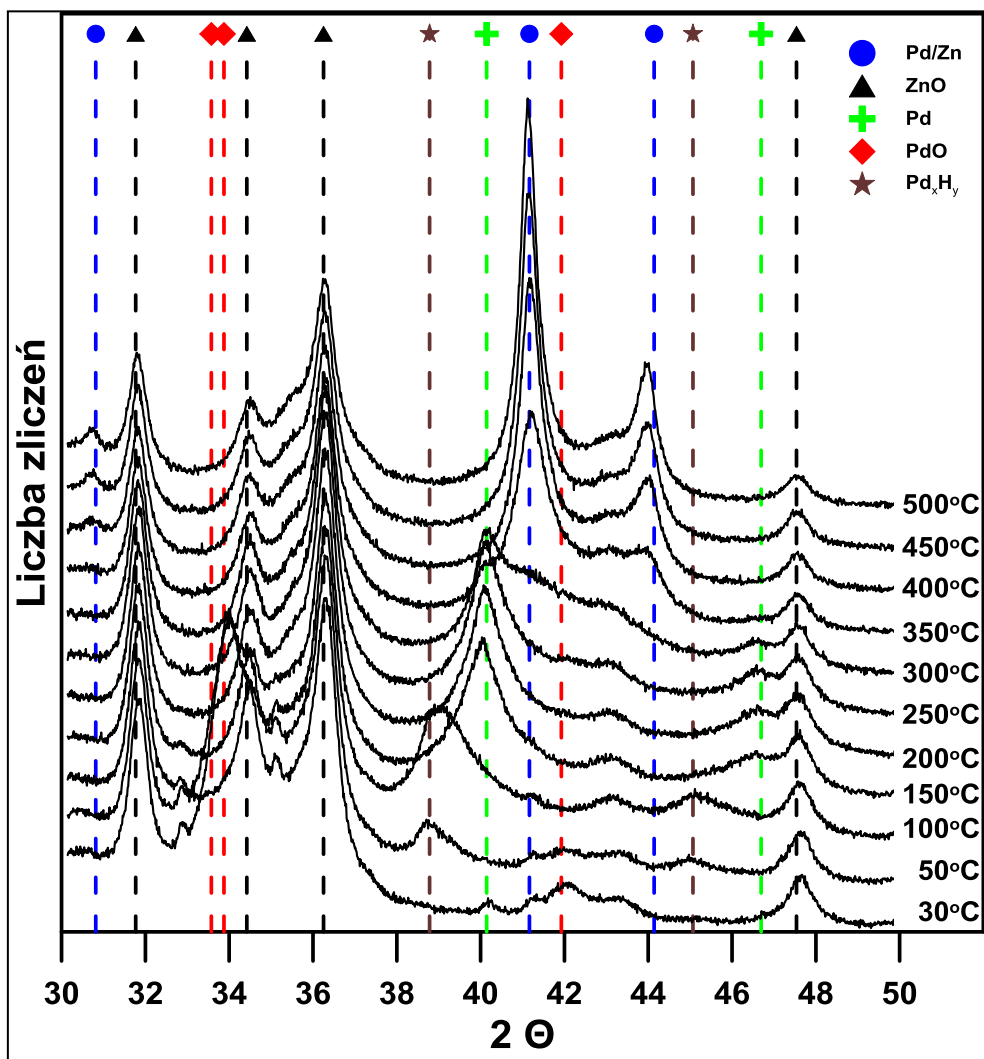
Rozkład wielkości porów w 2 próbkach krzemionki



Rozmiar nanocząstek koloidalnych



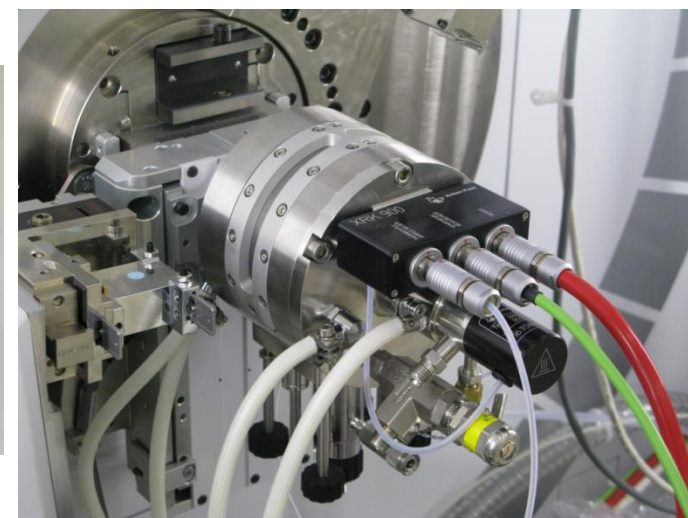
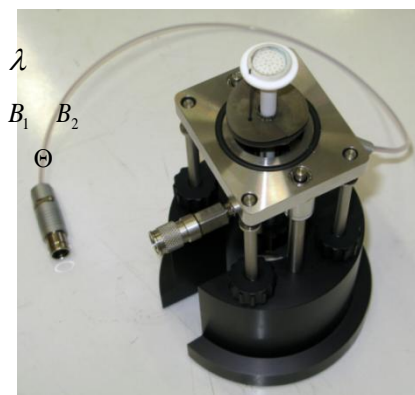
# Badania procesu redukcji katalizatora palladowego metodą dyfrakcji rentgenowskiej w komorze reakcyjnej XRK 900 (Anton Paar)



Wielkość krystalitów PdZn obliczona na podstawie wyników redukcji wodorem w komorze reakcyjnej XRD z zależności Warrena - Scherrera

Temperatura (°C)	Wielkość krystalitów PdZn (nm)
250	+
300	++
350	7,7
400	12,1
450	14,0
500	15,7

Katalizator palladowy. Proces *in-situ* redukcji wodorem w komorze do badań XRPD.

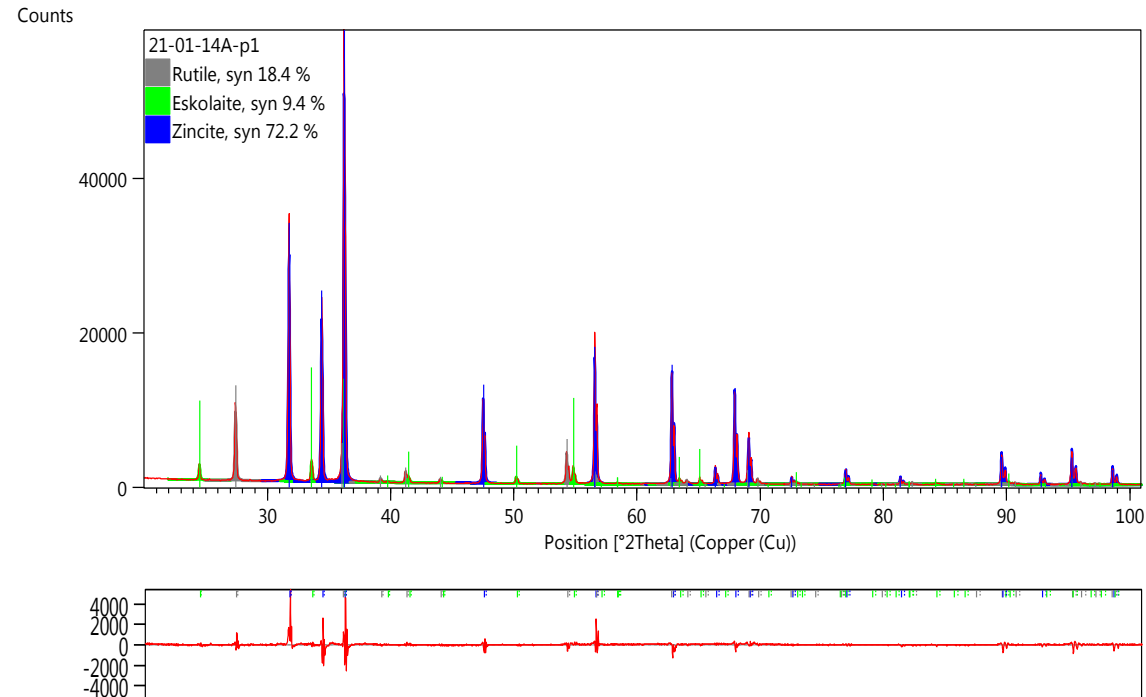
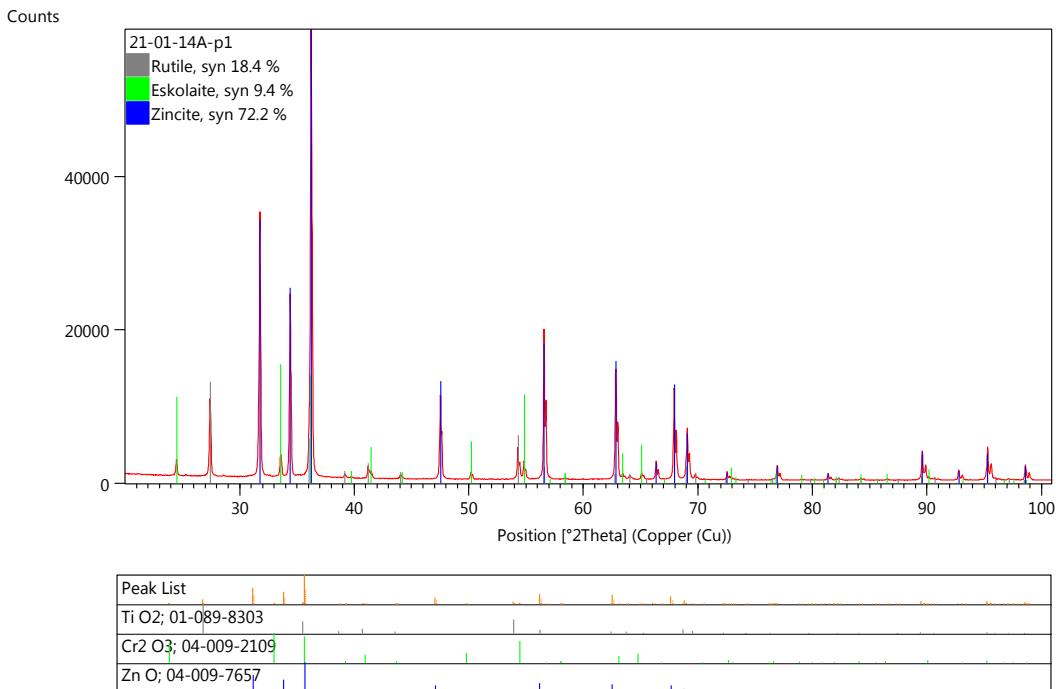


źródło: Witold Zawadzki Zakład Technologii Chemicznej UMCS



## I Etap- analiza fazowa (baza ICCD PDF4+)

## II Etap- dopasowanie dyfraktogramów



No	Ref. Code	Score	Compound Name	Chemical Formula	Mineral Name	SemiQuant [%]
1	01-089-8303	72	Titanium Oxide	Ti O <sub>2</sub>	Rutile	18,4
2	04-009-2109	31	Chromium Oxide	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Eskolaite	9,4
3	04-009-7657	83	Zinc Oxide	Zn O	Zincite	72,2



Większa szybkość skanowania została osiągnięta przez przeniesienie modulacji Peak Force Tapping z głównego skanera do dodatkowego piezo Z - skanera w holderze sondy skanującej oraz zwiększenie częstości modulacji. Takie rozwiązanie rozszerza pasmo sprzężenia zwrotnego Peak Force Tapping i umożliwia bardzo szybkie skanowanie nawet dużych obszarów bez utraty wysokiej rozdzielczości



holder ScanAsyst-HR

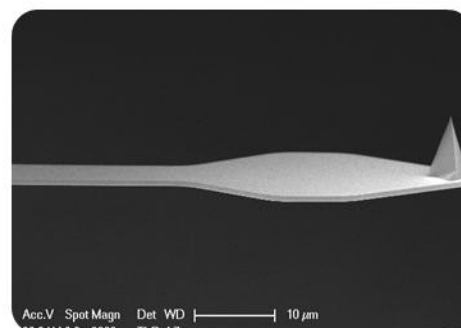
Sonda (igła) ScanAsyst-Air-HR (Bruker)

Tip radius: 10 +/- 5nm

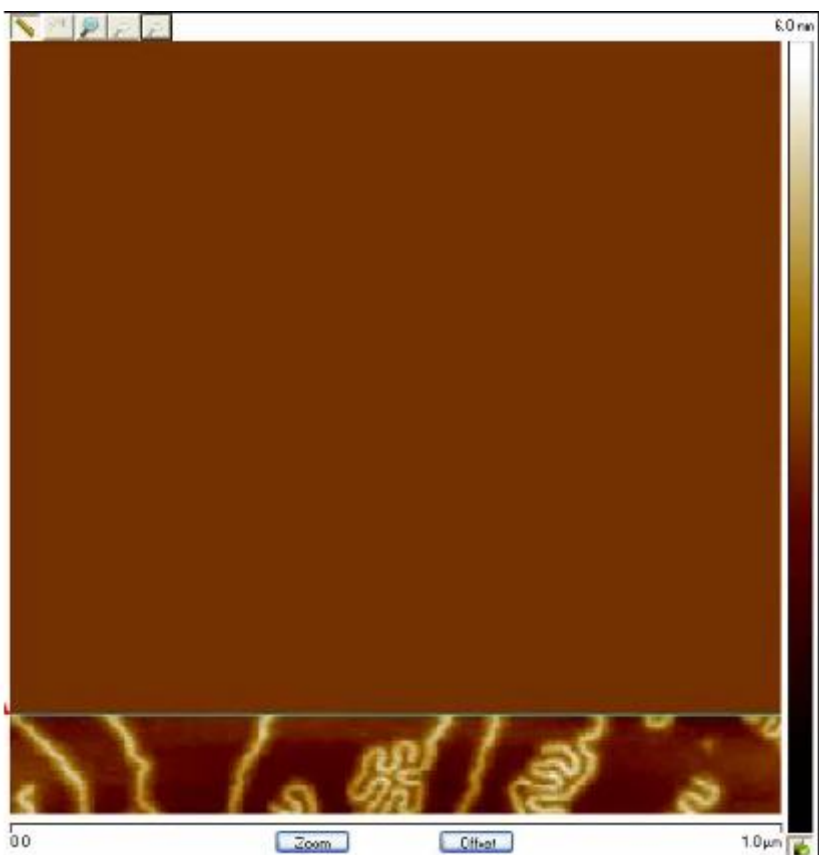
Freq: 130 +/- 30 kHz

k: 0.4 +/- 0.2 N/m

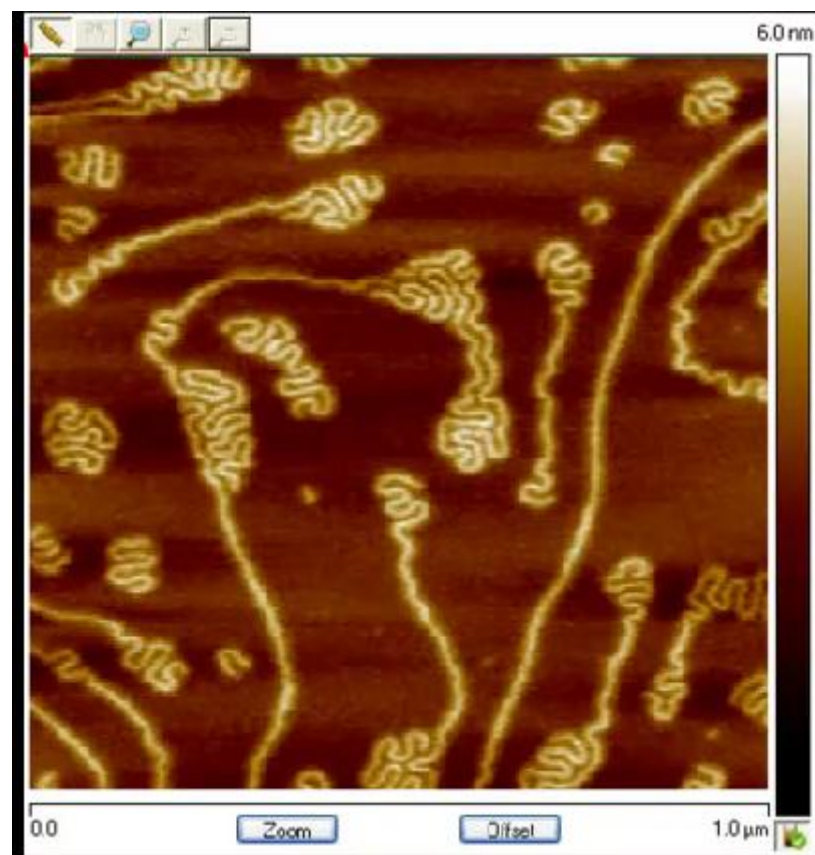
Length: 60 μm







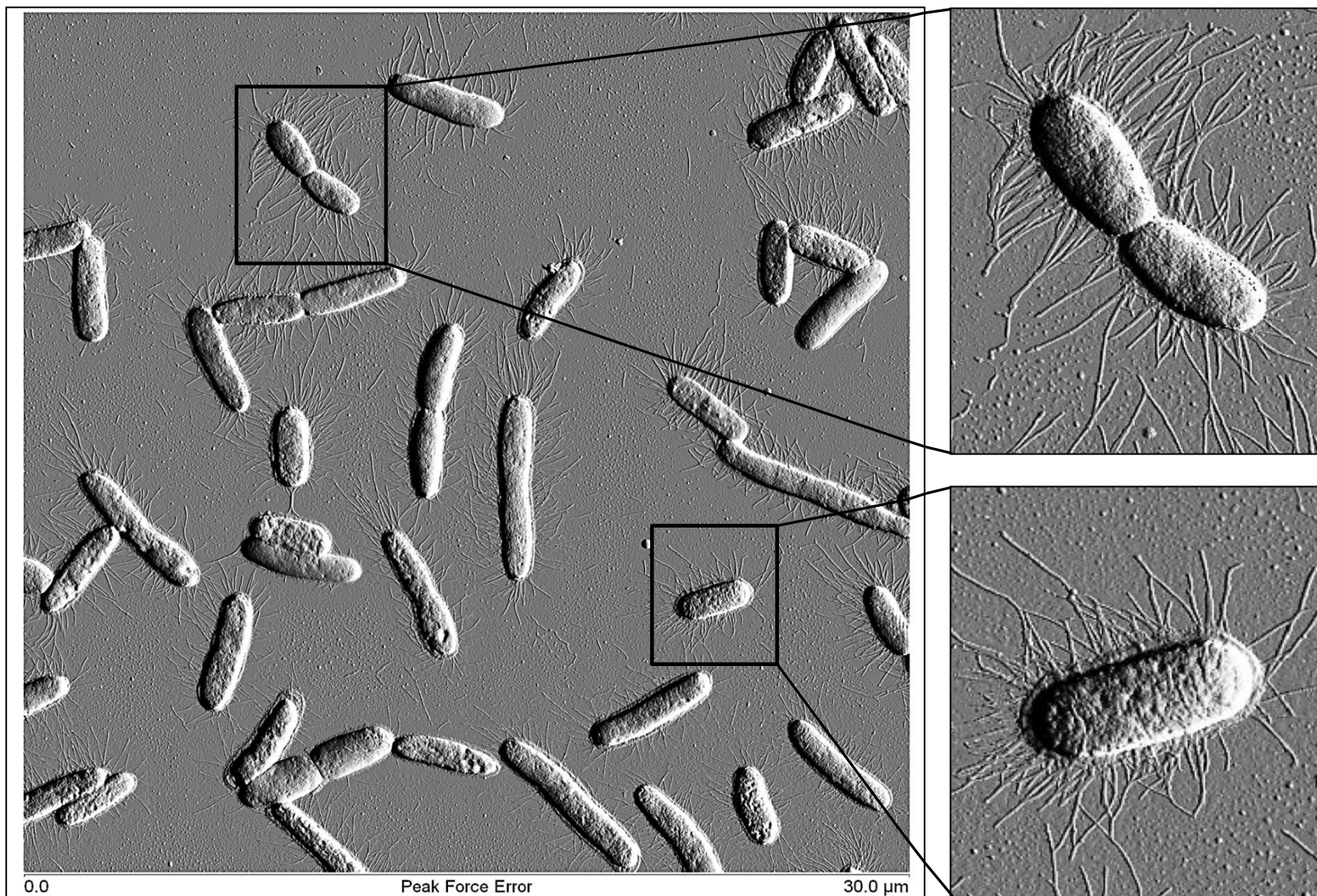
Tapping 1Hz  
~4.5 minut



ScanAsyst-HR 10 Hz  
~30 second

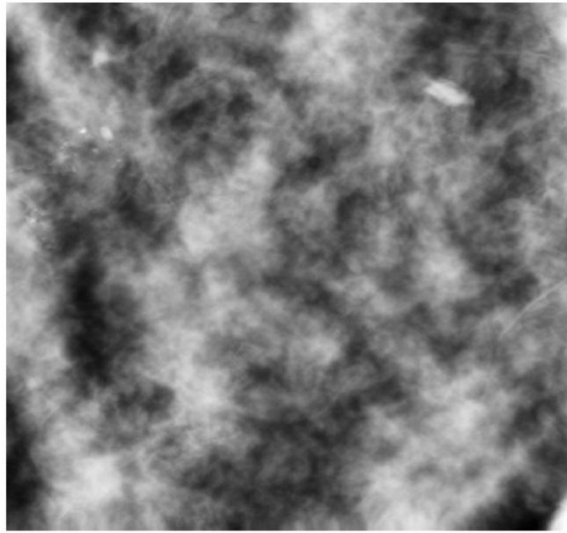




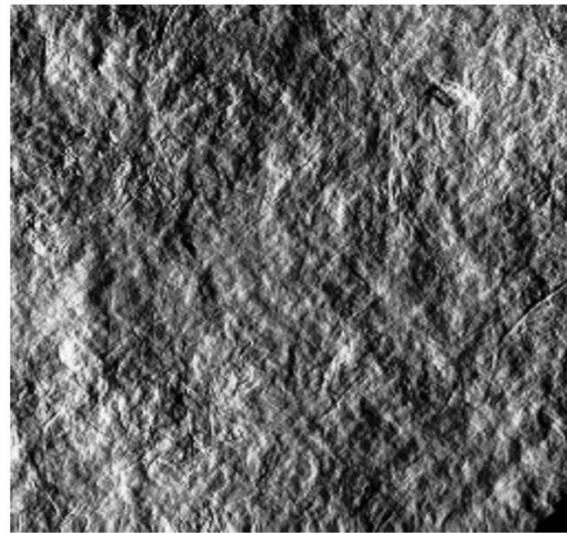


bakterie *E. coli* JM 83. Zdjęcie wykonane metodą ScanAsyst-HR. Rozmiar skanu: 30  $\mu\text{m}$  x 30  $\mu\text{m}$ .  
Rozdzielczość obrazu: 1536x1536 pikseli. Częstotliwość skanowania: 0,5 Hz. Szybkość skanowania: 30  $\mu\text{m}/\text{s}$

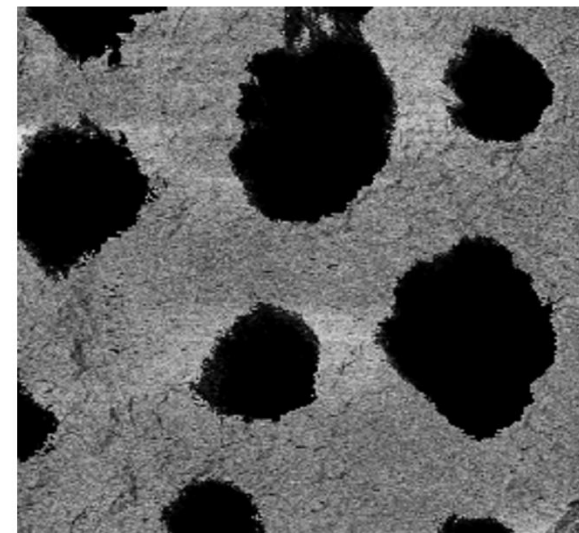




0.0 Height 5.0 μm

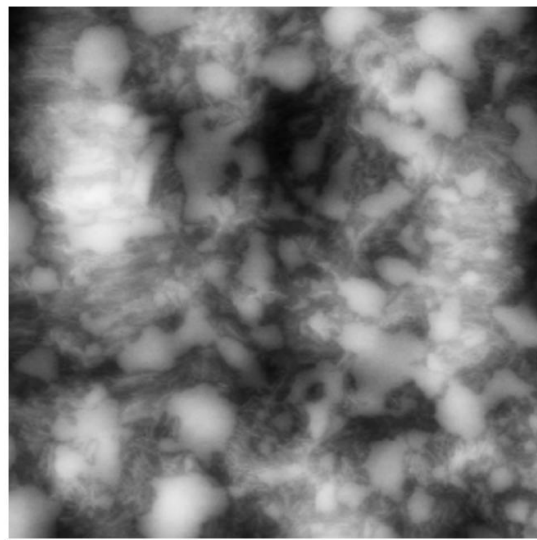


0.0 Peak Force Error 5.0 μm

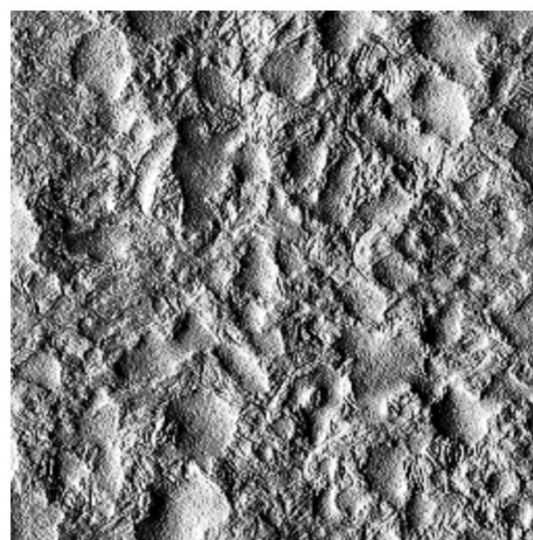


0.0 DMT Modulus 5.0 μm

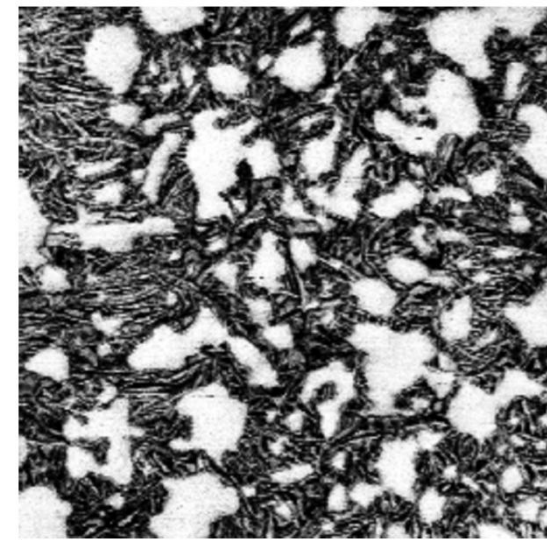
## Membrana – grafen



Height 2.0 μm



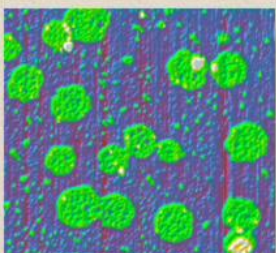
0.0 Peak Force Error 2.0 μm



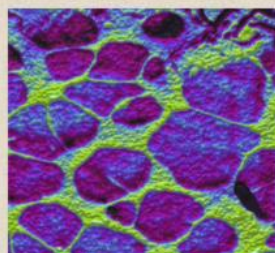
0.0 DMT Modulus 2.0 μm

## Folia HDPE

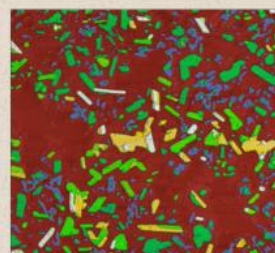




Lecytyna 1x1 μm.



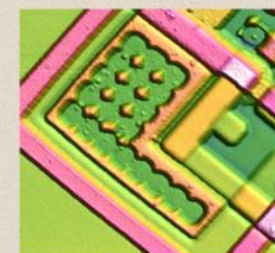
Polimer 1x1 μm. Phase image.



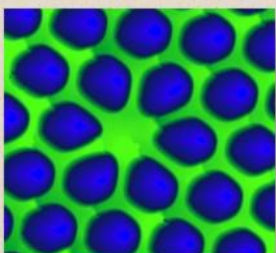
Lecytyna 5x5 μm



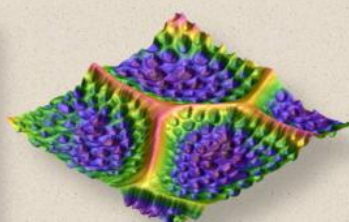
Dysk CD-R. 15x15 μm



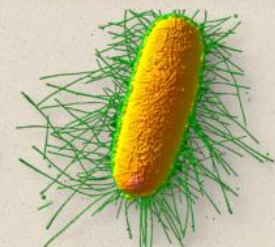
EPROM 70x70 μm



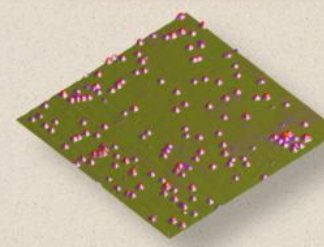
Światłowód 5x5 μm



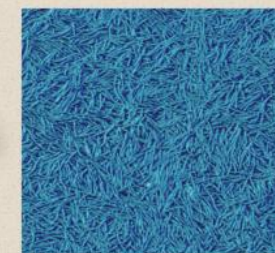
Pylek bazylii 10x10 μm



Bakteria Escherichia coli 3x3 μm.



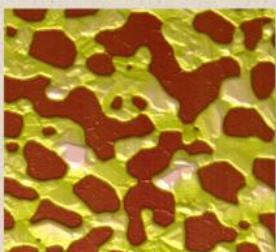
Nanosrebro 1x1 μm



Polimer 3x3 μm. Phase image.

## Mikroskopia Sił Atomowych

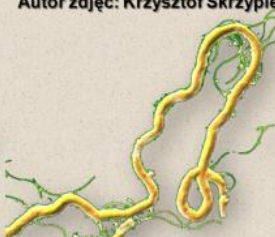
Autor zdjęć: Krzysztof Skrzypiec



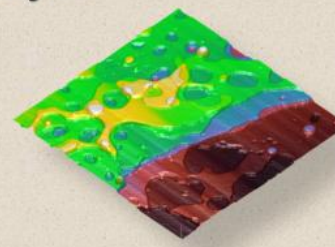
Warstwy Cu-Au 1x1 μm



Grafen 5x5 μm



Bakteria Borelia burgdorferi 10x10 μm.



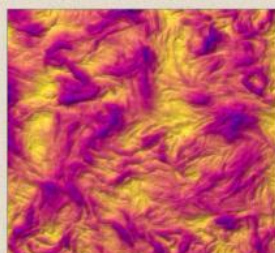
Lecytyna 1x1 μm



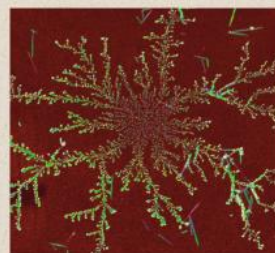
Polimer 5x5 μm. Phase image.



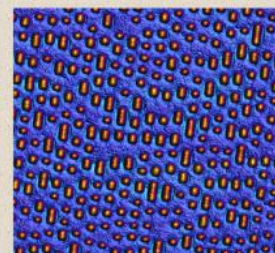
Lecytyna 10x10 μm



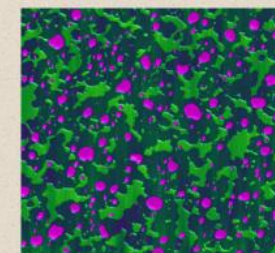
Polietylen 1x1 μm



Lecytyna 50x50 μm.



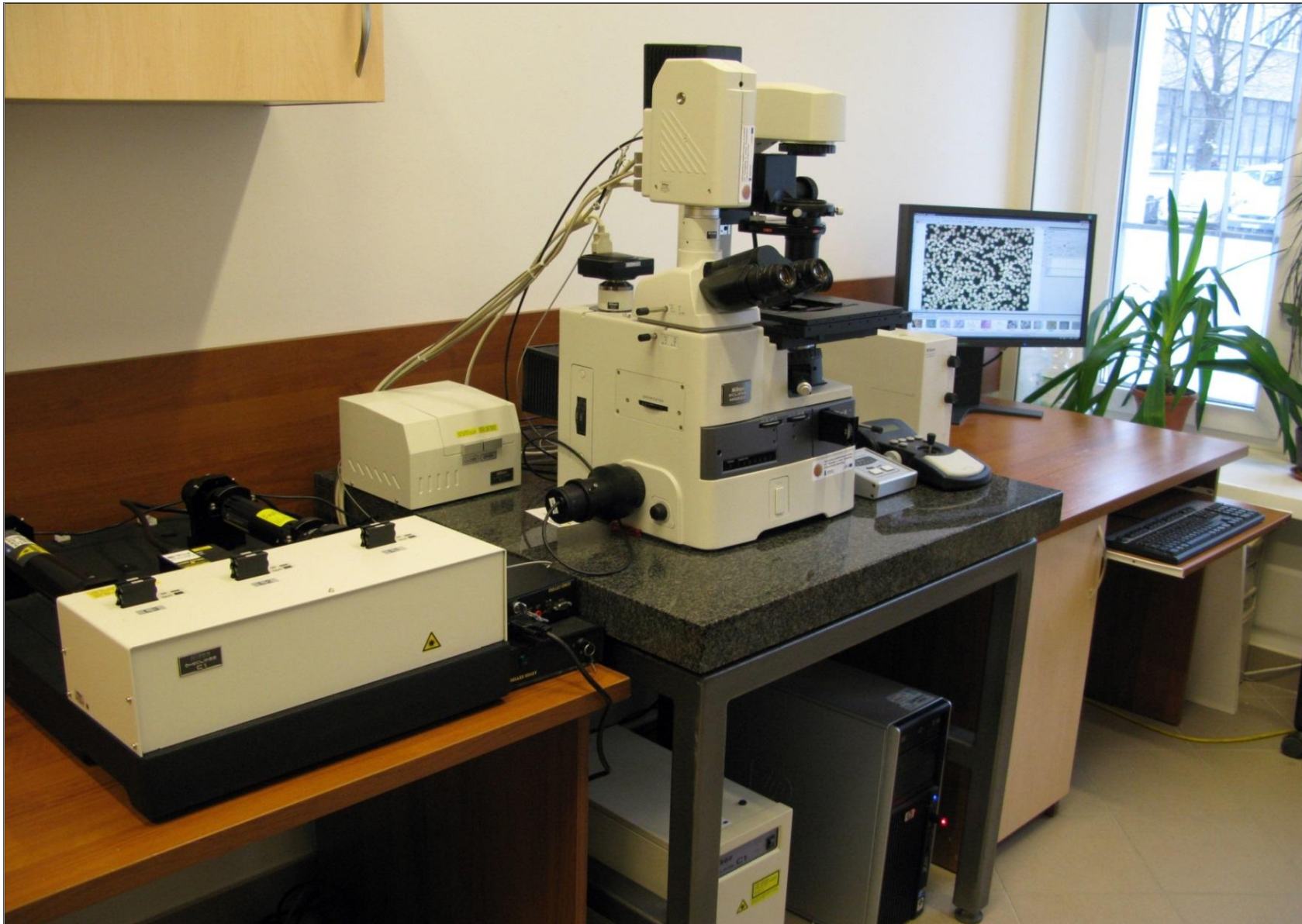
Dysk DVD 15x15 μm

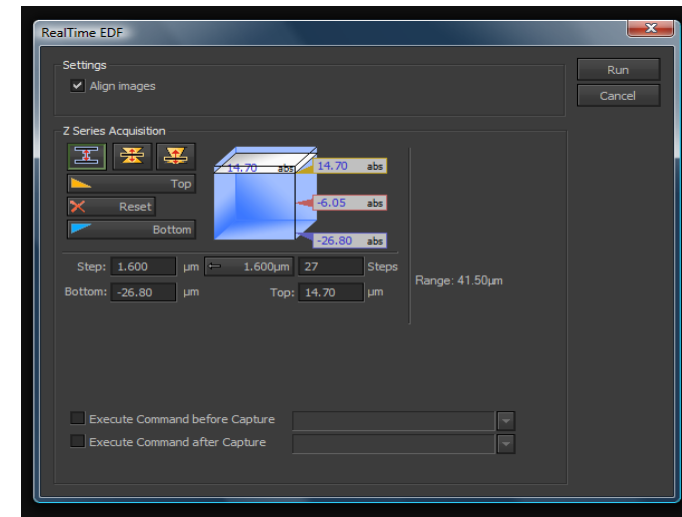
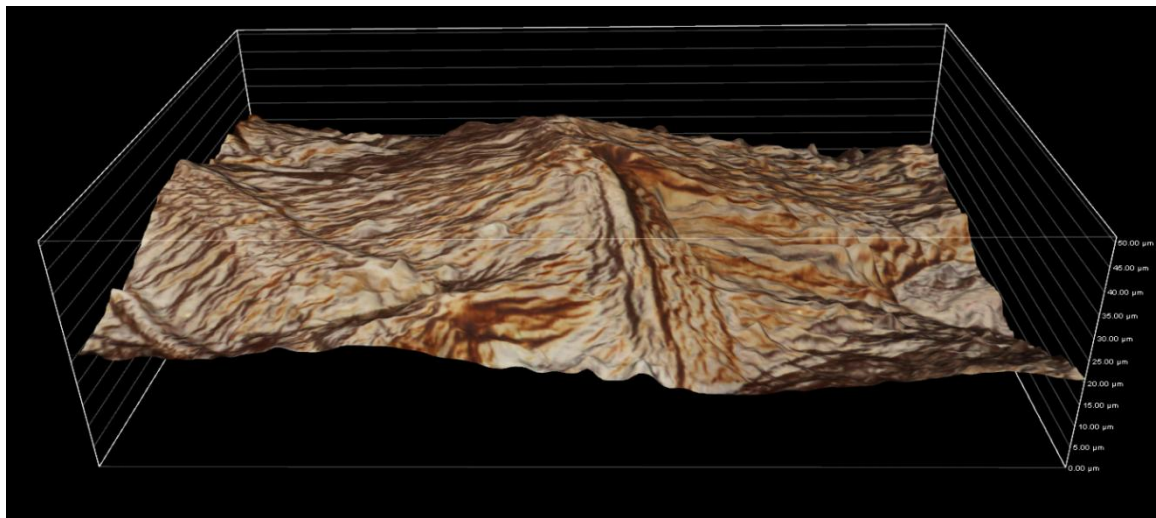
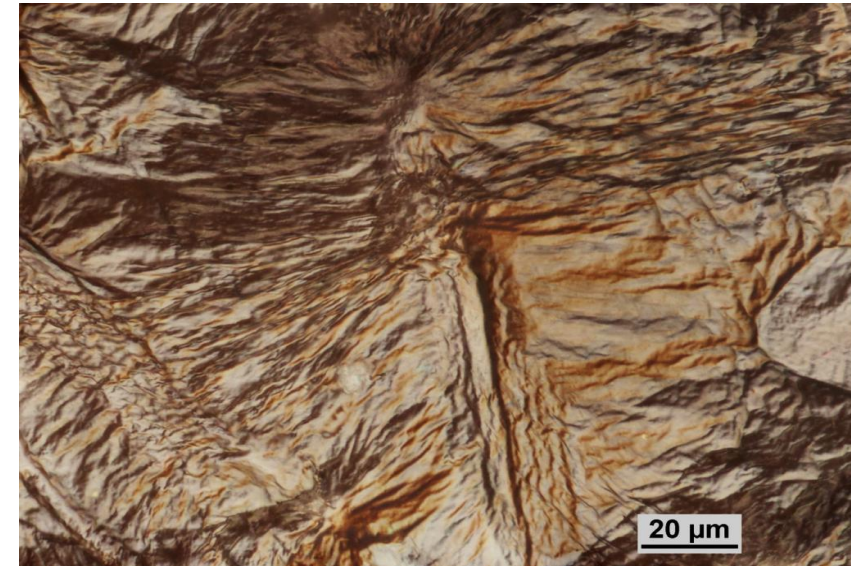
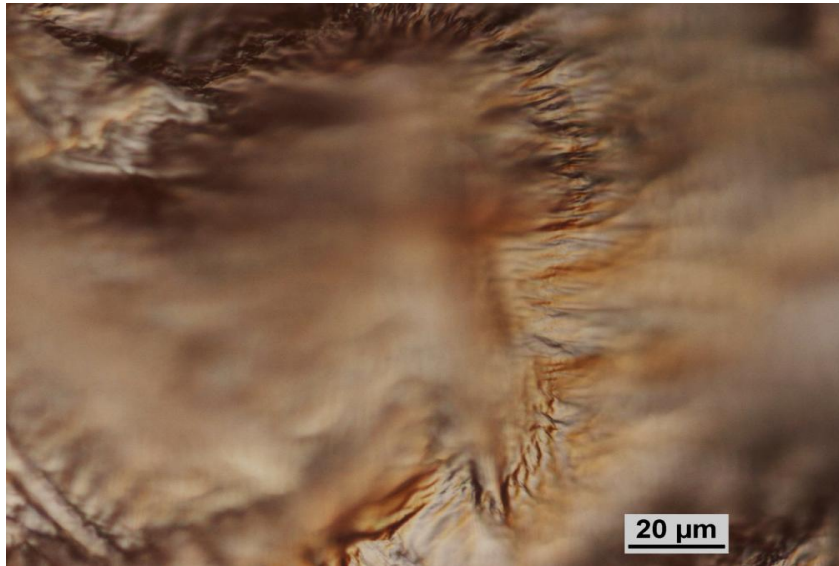


Lecytyna 5x5 μm



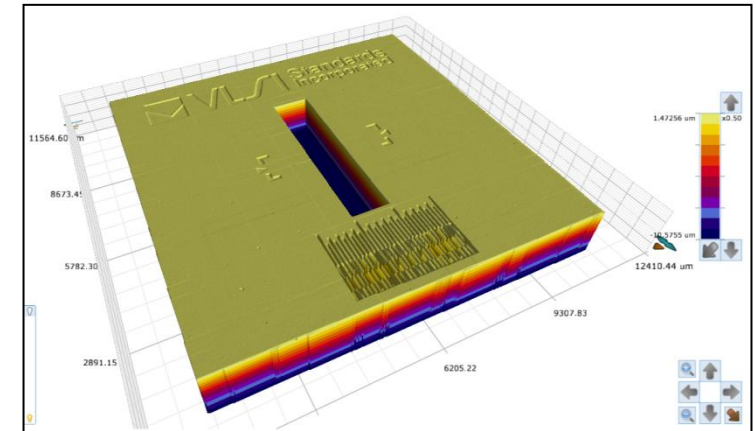
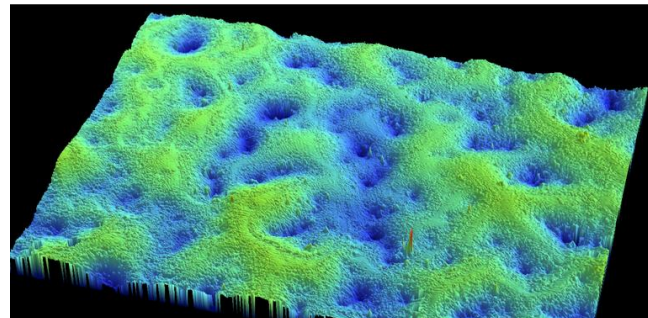
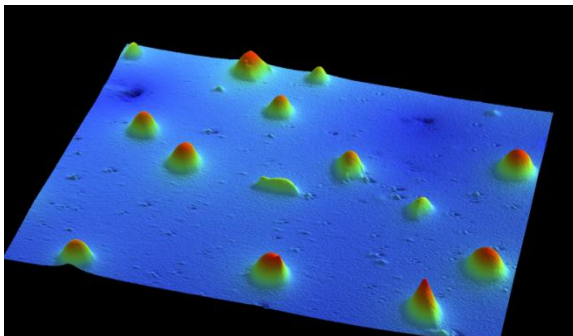
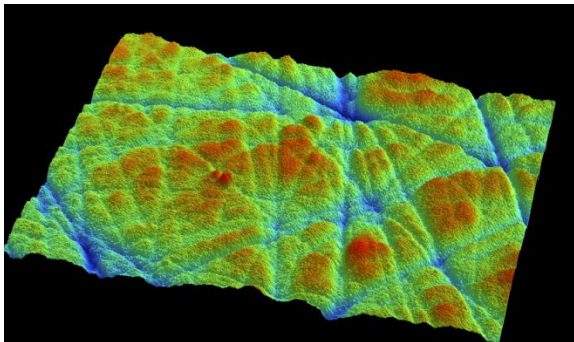
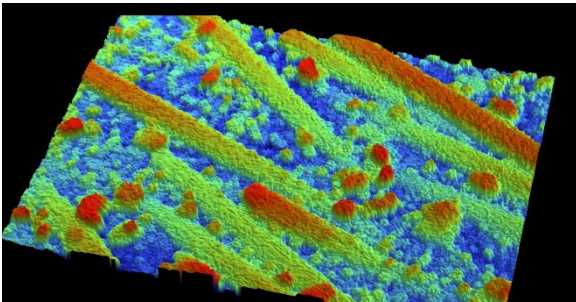




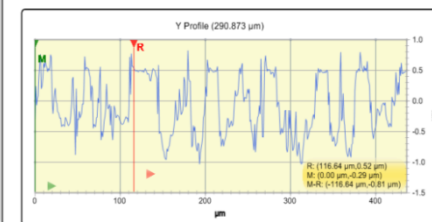
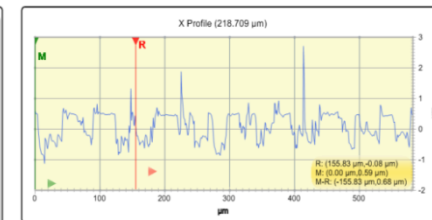
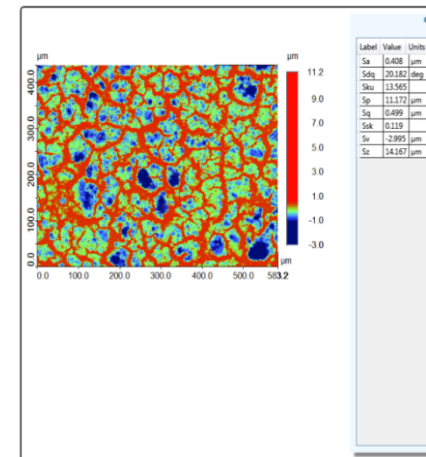


## Membrana grafen . Moduł EDF (Extended Depth of Field)





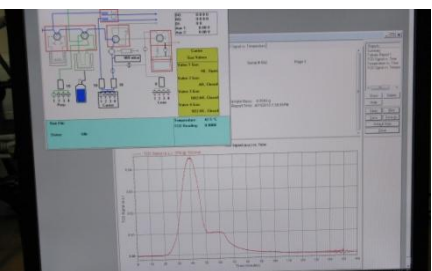
Płytką kalibracyjną



- Chropowatość**
- Falistość**
- Tekstura**
- Profile**
- Grubość warstw transparentnych**



# Analizator AutoChem II 2920 (*Micromeritics*) do metod temperaturowo-programowanych



- wszystkie znane i stosowane dynamiczne techniki temperaturowo-programowane z udziałem gazów i par: TPD, TPR, TPO, TPRReaction, itp.
- temperatura programowana od  $-100^{\circ}$  do  $1100^{\circ}\text{C}$  ( $0,1-50^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ )
- układy dozowania gazów i par
- detektory: TCD oraz MS (*Hiden HPR-20 Research Grade*)
- programowanie eksperymentów, automatyczne sterowanie, kontrola oraz zbieranie i obróbka danych

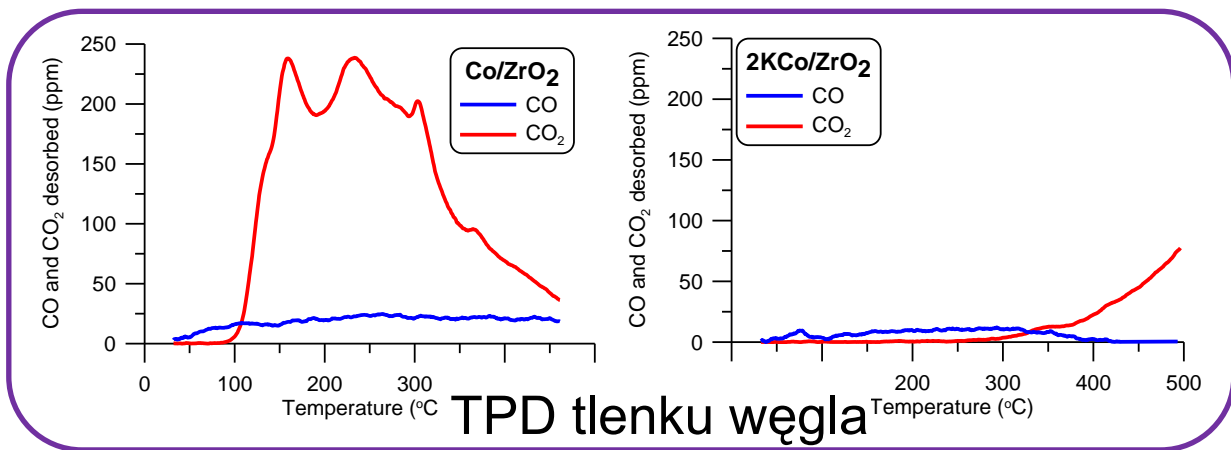
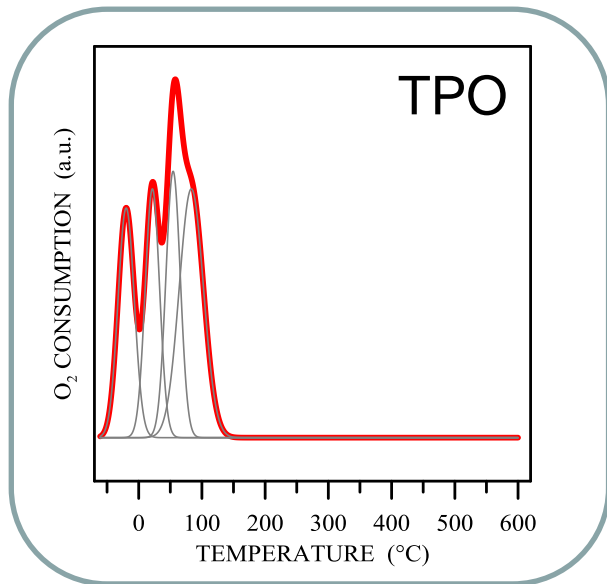
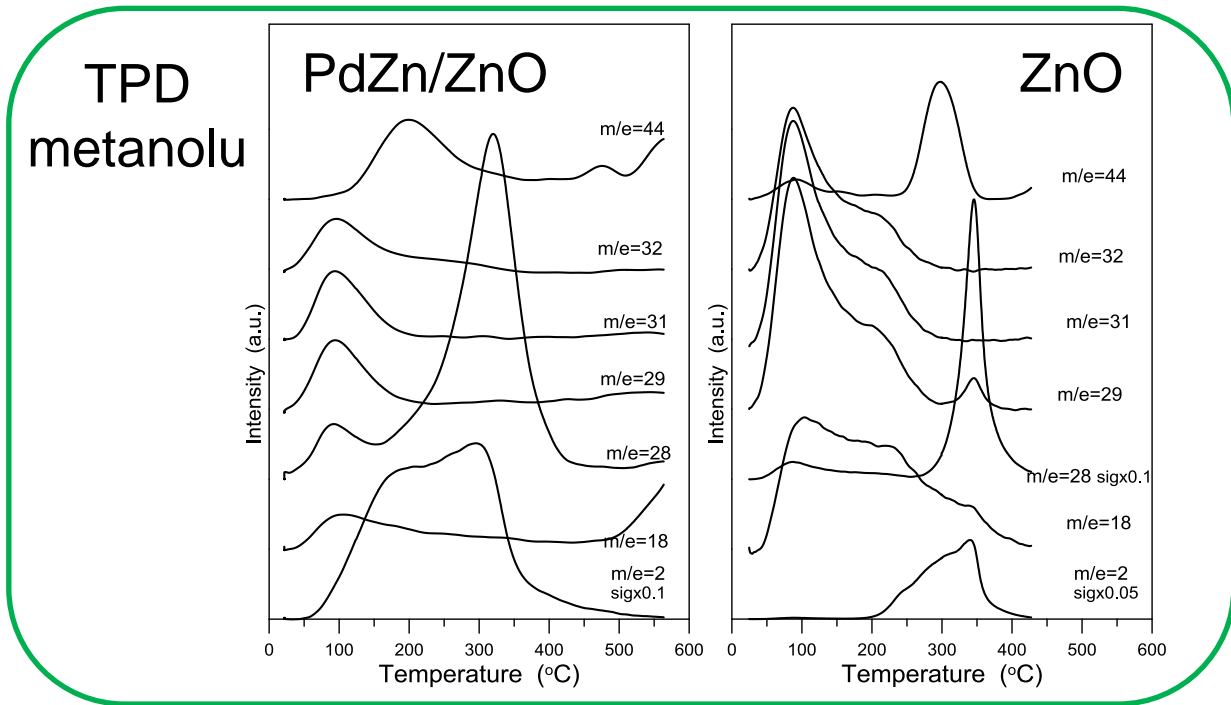
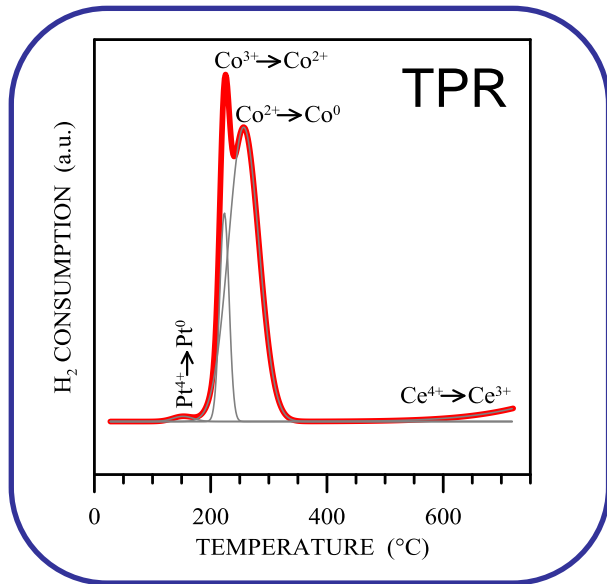
## Informacje o:

- rozkładzie i sile miejsc aktywnych o różnej reaktywności i aktywności katalitycznej (heterogeniczność powierzchni)
- reaktywności ciał stałych w atmosferach redukujących, utleniających, innych gazów i par
- reaktywności depozytów węglowych utworzonych w reakcjach z udziałem związków organicznych na katalizatorach
- kierunku i intensywności przemian chemicznych chemisorbowanych reagentów i produktów przejściowych
- kwasowości i zasadowości powierzchni ciał stałych (katalizatorów i adsorbentów)

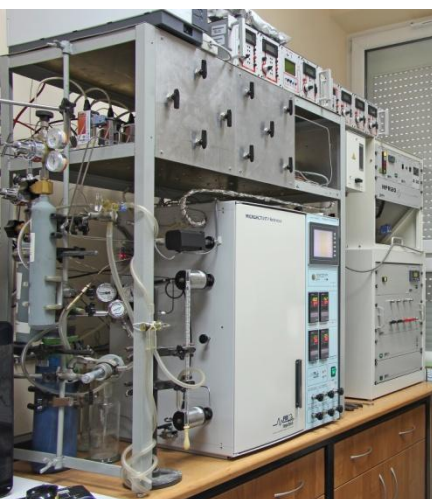




# Analizator AutoChem II 2920 (*Micromeritics*) do metod temperaturowo-programowanych



# System aparaturowy do badań katalizatorów i reakcji katalitycznych metodami izotopowymi



- adaptowana wg naszego projektu jednostka *PID Eng&Tech* Microactivity Reference Catalytic Reactor
- spektrometr mas *Hiden* HPR-20 Research Grade, do 200 amu
- czterokanałowy mikrochromatograf *Agilent* 490-GC
- programowanie eksperymentów, automatyczne sterowanie i kontrola parametrów reakcji, automatyczne dozowanie on-line analizowanych próbek oraz zbieranie i obróbka danych

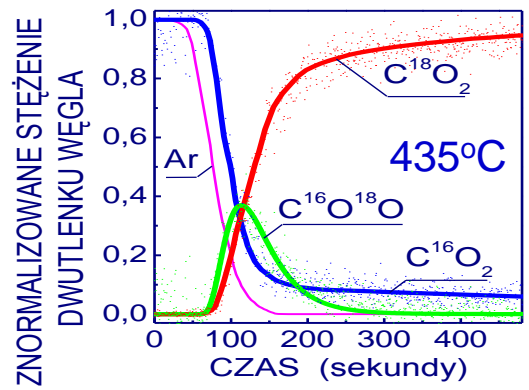
## Informacje o katalizatorach i reakcjach katalitycznych:

- liczba i różnorodność miejsc aktywnych na powierzchni „pracujących” katalizatorów i ich rzeczywista aktywność
- powierzchniowe stężenie przejściowych cząsteczek (species) prowadzących do produktów reakcji w jej stanie stacjonarnym
- czas „życia” reagentów, produktów i przejściowych „species”
- wymiana atomów pomiędzy reagentami z fazy gazowej i katalizatorem oraz związkami chemicznymi na jego powierzchni
- udział tlenu z sieci krystalicznej tlenkowych nanomateriałów katalitycznych w przemianach reagentów
- sekwencja przejściowych etapów reakcji na powierzchni nanomateriałów katalitycznych w jej stanie stacjonarnym

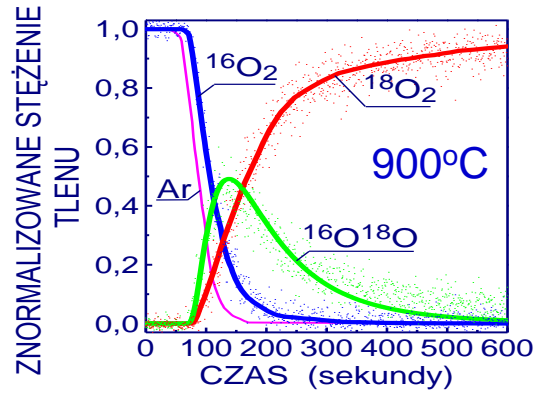
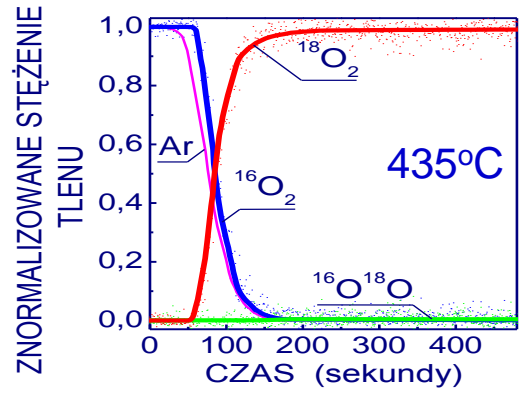
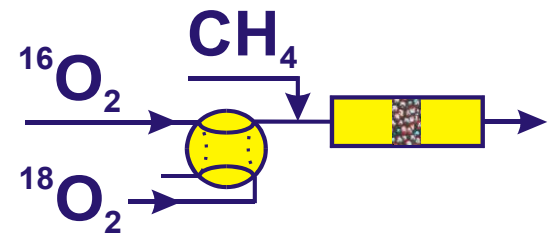


# System aparaturowy do badań katalizatorów i reakcji katalitycznych metodami izotopowymi

powierzchnia katalizatora  
w stacjonarnym stanie reakcji utleniania metanu

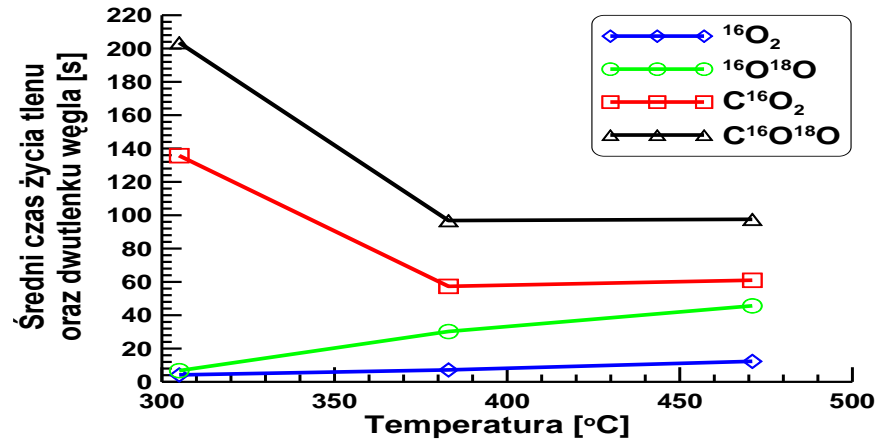


**metoda SSITKA**  
Steady State Isotopic  
Transient Kinetic Analysis

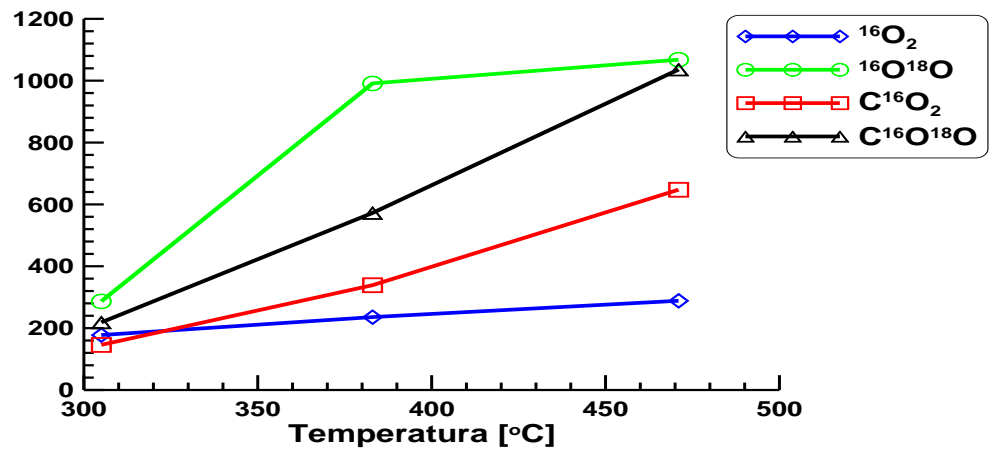


Powierzchniowe stężenie tlenu  
oraz dwutlenku węgla [μmol/g]

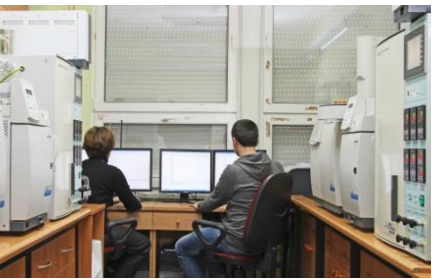
czas życia tlenu i dwutlenku węgla



stężenia  $^{16}\text{O}_2$ ,  $^{16}\text{O}^{18}\text{O}$ ,  $\text{C}^{16}\text{O}_2$  i  $\text{C}^{16}\text{O}^{18}\text{O}$



# katalityczne systemy reaktorowe (*PID Eng&Tech*) z chromatografami (*Bruker, Agilent*)



- dwa systemy PID Microactivity Reference Catalytic Reactor
- wymienne reaktory katalityczne z piecem rurowym do 950°C
- układy niezależnego dozowania 6 gazów i 2 par reakcyjnych
- termostat (hot-box) zapobiegający kondensacji trudno-lotnych surowców i produktów reakcji
- 2 zestawy wielokanałowych chromatografów 450-GC i 430-GC oraz mikrochromatografów 490-GC
- programowanie procedur badawczych, zautomatyzowane sterowanie i kontrola parametrów reakcji, automatyczne dozowanie on-line analizowanych produktów oraz zbieranie i obróbka danych

## **Do badań aktywności i selektywności heterogenicznych nanomateriałów katalitycznych w reakcjach chemicznych**

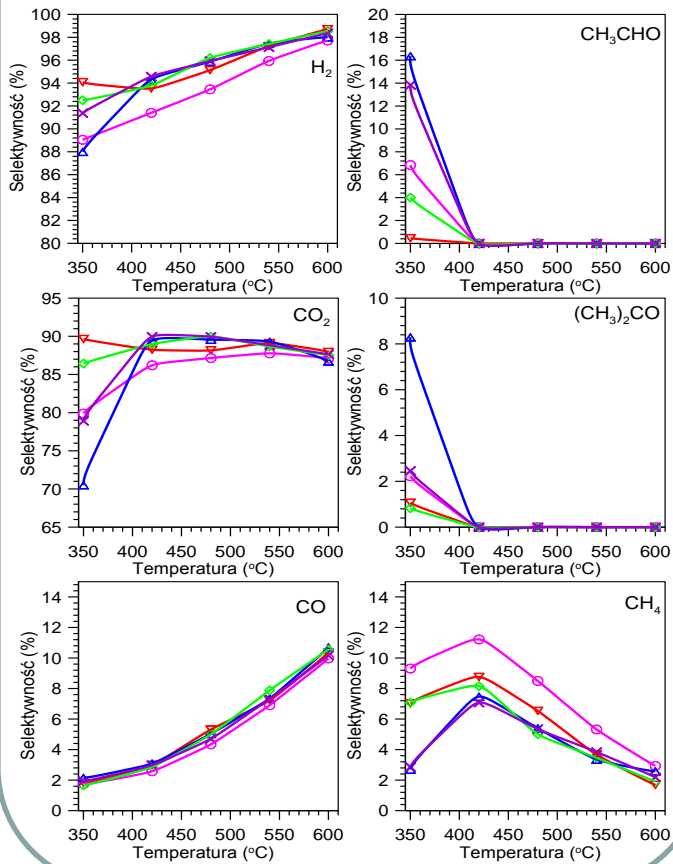
Kilka systemów reaktorowych zapewnia istotne przyspieszenie badań

- idealne do długotrwałych badań stabilności właściwości katalizatorów w czasie procesu chemicznego
- badanie różnych katalitycznych procesów chemicznych w tym samym czasie

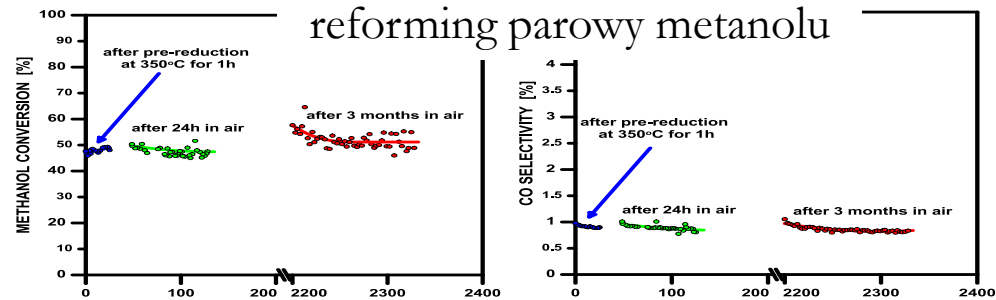


# katalityczne systemy reaktorowe (PID Eng&Tech) z chromatografami (Bruker, Agilent)

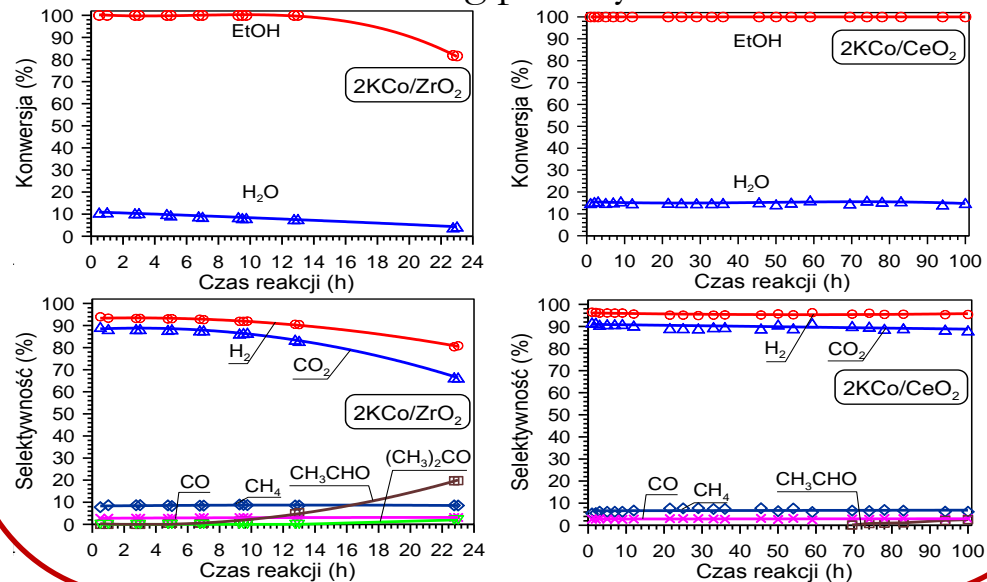
## reforming parowy etanolu optymalna temperatura



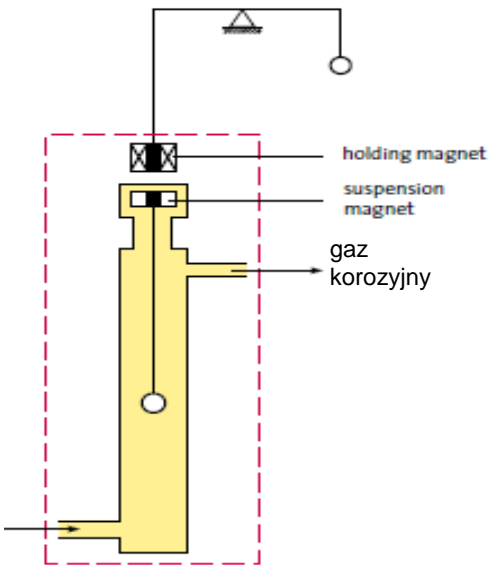
## stabilność właściwości katalizatorów



## reforming parowy etanolu



# System analizatora termograwimetrycznego DynTHERM MP-ST (Rubotherm)



- waga oddzielona od przepływowej części reaktorowej, zakres zmian masy 0-10 g, rozdzielczość 1  $\mu\text{g}$ , automatyczna korekcja zera wagi
- ciśnienie od próżni 20 mbar do 40 bar
- temperatura od RT do 1100°C (izotermicznie lub programowane zmiany temperatury)
- układy dozowania gazów i par (pod niskim i wysokim ciśnieniem)
- spektrometr masowy do analizy produktów reakcji chemicznych
- programowanie eksperymentów, automatyczne sterowanie i kontrola parametrów reakcji oraz zbieranie i obróbka danych

**Do badań *in-situ* zjawisk, którym towarzyszą zmiany masy, np.**

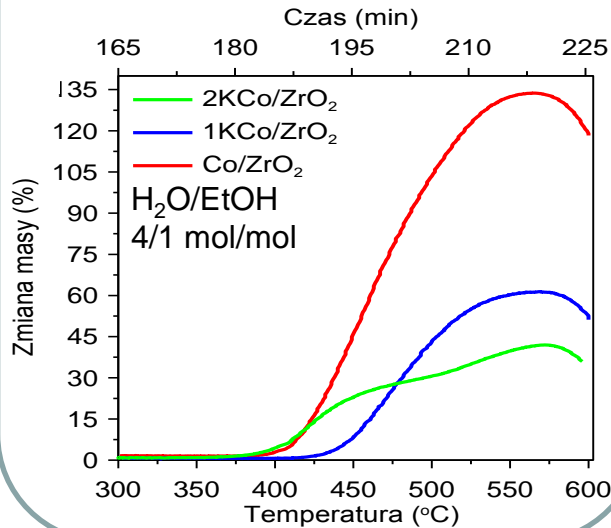
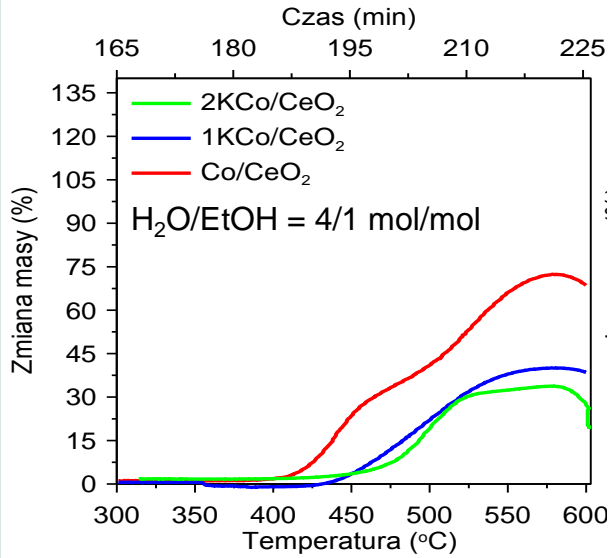
- tworzenie depozytów węglowych na nanomateriałach katalitycznych w reakcjach chemicznych
- utlenianie, korozja, redukcja i rozkład materiałów
- zjawiska sorpcyjne

w realnych, złożonych atmosferach i warunkach reakcyjnych (temperaturze, ciśnieniu i przepływie gazów i par) z jednoczesną informacją o zmianie składu fazy gazowej i lotnych produktach reakcji chemicznych



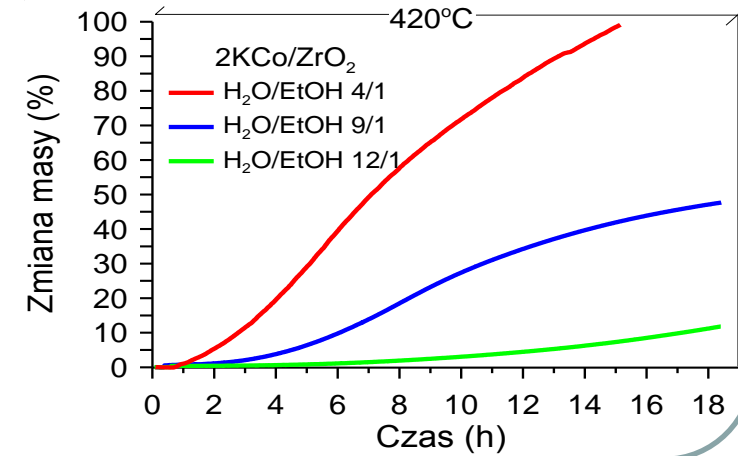
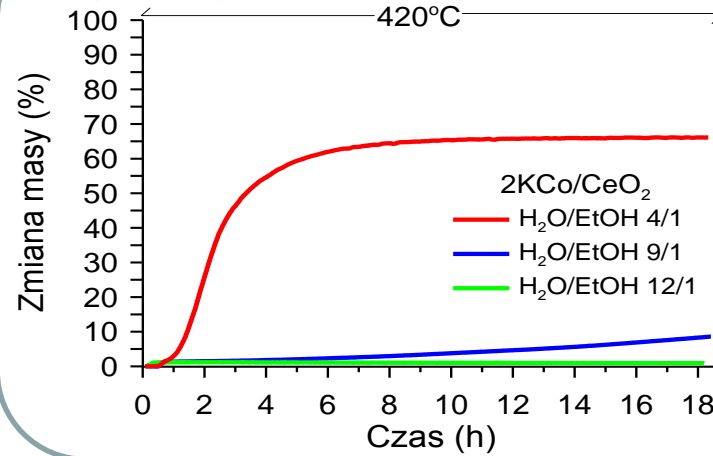
# System analizatora termograwimetrycznego DynTHERM MP-ST (Rubotherm)

temperatura początku  
zawęglania

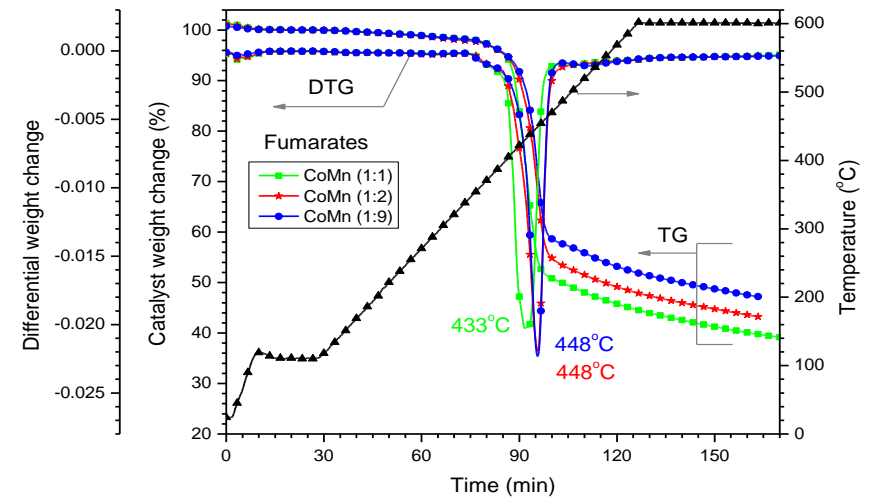


reforming parowy etanolu → zawęglanie katalizatorów

najmniejszy nadmiar pary wodnej bez zawęglania katalizatora



rozkład  
(kalcynacja)  
prekursorów  
katalizatorów  
reformingu  
parowego  
etanolu





System do badań aktywności i selektywności katalizatorów

Dyfraktometr XRPD



Analizator adsorpcji



mikroskop Ramana



Spektrometr FTIR/Raman



XPS, AES, UPS, ISS

# Dziękuję za uwagę



Mikroskop AFM



TPR, TPD, TPO, MS



mikroskopy optyczne



chemisorpcja



Spektrometr XRF



Spektrometr FT NMR