

“十一五”国家重点图书
化学工程与技术研究生教学用书

催化剂表征

王幸宜 主编

36



华东理工大学出版社
EAST CHINA UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY PRESS

“十一五”国家重点图书
化学工程与技术研究生教学用书

催化剂表征



图书在版编目(CIP)数据

催化剂表征/王幸宜主编. —上海:华东理工大学出版社,
2008.9
(化学工程与技术研究生教学用书)
ISBN 978-7-5628-2422-0

I. 催... II. 王... III. 催化剂 IV. O643.36

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 097714 号

“十一五”国家重点图书

化学工程与技术研究生教学用书

催化剂表征

主 编 / 王幸宜

责任编辑 / 刘 强

责任校对 / 张 波

封面设计 / 赵 军

出版发行 / 华东理工大学出版社

地 址:上海市梅陇路 130 号,200237

电 话:(021)64250306(营销部)

传 真:(021)64252707

网 址:www.hdlgpress.com.cn

印 刷 / 常熟华顺印刷有限公司

开 本 / 787 mm×1092 mm 1/16

印 张 / 15.25

字 数 / 345 千字

版 次 / 2008 年 9 月第 1 版

印 次 / 2008 年 9 月第 1 次

印 数 / 1—4050 册

书 号 / ISBN 978-7-5628-2422-0/TQ·132

定 价 / 39.00 元

(本书如有印装质量问题,请到出版社营销部调换。)

本丛书由中国工程院院士
袁渭康、袁权
任丛书主编

序

华东理工大学出版社经过长期调查研究后,决定组织编写并出版一套“化学工程与技术”学科的相关教学用丛书,多位在各自领域学有所长并对研究生培养工作有丰富经验的学者参加编写。

对于华东理工大学出版社的决定,我非常赞同。我本人是研究生毕业,从20世纪70年代末起,一直在指导研究生,包括授课及指导论文,我的主要工作都与研究生培养有关。加上报刊杂志的报道中多认为我国在研究生培养方面尚显不足,我也经常在思考如何提高研究生培养质量的问题。对此常感到有些话想说,只是没有适当的场合去说而已。因此当出版社的编辑们要我为丛书作序时,我便欣然从命,以便借此说上几句。

1. 关于教学用书(简称教材)

教材对研究生教学是重要的,好的教材显然十分有利于学生的学习并掌握相关的专业知识,此外还可以作为学生在学完课程后的案头参考书。

也有一些非常优秀的教授在教学过程中不规定使用固定教材,他们在课堂上主要讲授思想和方法,或即使使用教材,讲课时也完全不局限于教材内容,然后要求学生在课后通过自学、习题、讨论、找材料、做笔记等多种形式掌握知识。这种教学方式对于一部分学习主动、基础较好的学生,可能十分有利,但也许会使另一些学生感到困难,甚至抱怨连连。关键是看这些学生是否有克服困难,通过努力争取学习主动的决心。

2. 关于例题和习题

例题的重要性丝毫不逊于理论知识。正确的方法应是有目的地讲解例题:一个例题解决一类问题,引导多方面的思路,并培养学生举一反三的能力。

我要特别强调的是习题的作用,使学生巩固、掌握知识和运用学到的方法只是起码的要求,习题的功能应被看作是对学生潜在创造力的培养,以及在面对困难时应有的心理准备。这里说的当然不是指我们常见的这些只需稍稍复习就可以依样画瓢式的习题,而是指学生初看不知如何下手的那一类。当学生要做这类习题时他们不得不去认真复习和思考,相互讨论,查找文献,才能解答。他们会认为这些习题很“难”,但也就是这种“难”,可以培养学生的能力。

我们不是经常在说要培养学生的创新能力么?显然,单靠说是不够的。创新应成为一种习惯,它只可能日积月累,潜移默化地养成。做“难”题确实要克服不少困难,但这正好是一种对今后工作中创新能力的磨炼,也必会形成一种能解决困难问题的心理准备。这是一个师生需要共同认识的问题。对教师,有“敢”或“不敢”布置“难”题的问题;对学生,有对

“难”题迎难而上还是尽量规避的不同态度。学生遇到“难”题而又千方百计地去解答,这实际上是为将来在工作中解决“难”题做准备。

3. 关于方法论教学

教师在教学过程中应突出重点、启发式、重概念,等等,大家都已熟知。但如何具体把握教学中涉及的有限知识,上升到方法论的高度,无疑是十分重要的。

方法论者,简而言之,就是在面对一个具体问题时把所具备的知识实施并应用的理念、思想和方法。教材的性质决定了它能给予你的可能是学科的一般原理,但如何根据你所要解决的问题的具体要求,恰如其分地用好你已具备的知识,尚有相当距离。例如,我们能列举对一个过程产生影响的诸多因素,但对某一特定条件,这些因素中可能只有少数是主导的,其余的可能分别在另一些条件下起主导作用。举例来说,一个多相反应系统,如是反应速率很低的慢反应,那时相际传质可并不重要,研究工作可不必拘泥于此;反之,对于快速反应,传质可能成为控制因素,反应本身退居次要。你首先应弄清对象特点,根据你的知识,作出正确判别。这样的工作方法愈早养成愈好,而课程学习正是培养这种能力的良好机会。

4. 关于知识的交融

人们解决一个问题,常会说“用化学的知识”,或是“用物理的知识”,等等。我认为对一位训练有素的专家而言,它可能在解决问题的时候已说不清使用的是哪方面的知识,因为各种知识在他的头脑中已融为一体,不分彼此了。如果在学习某一课程时能广泛联系和思考已学过的课程和已掌握的知识,对于掌握知识和灵活地运用知识必有好处。如果不说得太远,那么在“化学工程与技术”这一学科领域内的各个分支,应尽可能去做到这种知识的交融。下面我举几方面的例子:

(1) 一个传热过程,热量从热流体经过器壁传向冷流体。如一侧的传热系数很高,另一侧的很低,在不考虑器壁热阻时要提高总传热系数,必须提高低传热系数一侧流体的传热系数,而进一步提高高传热系数一侧流体的传热系数,效果必不明显。这一例子对于学过“化工原理”的学生几乎是尽人皆知的。

(2) 设计一个有10部件组成的产品。如在正常使用条件下其中9个部件的使用寿命为2年,一个部件为1年,则在一年后整个产品就不能使用。解决的办法应是,或把这9个2年部件降级为1年部件,或把这个1年部件用更好的工艺和材料制成2年部件,使整个产品的各部件几乎在同时报废。这一机械设计原则已成为一个设计常识。

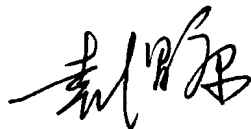
(3) 一个连续生产流程经过一定时间运行后需要停工“检修”,进行设备清理及更换一些零部件,等等,再开始下一周期运行。在一个生产周期内,所有的生产环节必然遵循这一运行周期进行规划,催化剂也应在检修期间更换。在生产过程中催化剂会逐步失活,为弥补活性下降,通常的方法是提高反应器操作温度。然而,温度提高更促进了催化剂失活。如在运行周期内由于催化剂失活而温度提高过快,则活性损失过多,可使正常操作难以进行;如在运行周期内温度提高缓慢,在检修时催化剂虽尚有余力,但也不得不更换,这也是另一种浪费。最好的策略是规划好温度提高的序列,使催化剂能力在运行中充分发挥效能,在检修时达到催化剂的经济使用的极限。这实际上是系统学的基本议题。

上述三者涉及对象虽不同,但都说明了一个观点:系统的观点。这一观点显然在任何场合都是适用的,尽管对象可能会有千差万别。

知识的交融需要教师的引导和学生的主动参与。应提倡对所学的各种知识和方法的细嚼慢咽,反复体会,提倡广泛联想,认真论证。现代科学,无处不体现交叉和联想。在学习中千万不应把所学课程孤立起来,在研究生学习阶段注意这一点,必能终身受益。

研究生课程可能是多数学生一生中最后的系统课程学习(博士生的课程往往很少)。学到一些专业知识,通过了考试,得到几个学分,这只是最起码的教学要求。谁都知道,多数学生的目标远非仅此而已。研究生课程的重要性绝不亚于完成论文,应十分珍惜这段时间的学习。利用课程学习更好地掌握知识,需要师生的共同努力。为此,我谨利用为本书写序的机会,奉上这几句可有可无的话,仅供使用本书的师生们参考,也希望本丛书能为同学们在掌握知识、掌握方法方面有所贡献。

中国工程院院士



前 言

催化剂是催化反应工程和工艺的核心。研究催化剂就是为了揭示和寻找其内在的规律,以便制备出活性高、选择性好和寿命长的优良工业催化剂,而对催化剂的表征则是揭示这些内在规律的主要实施方案和途径。目前催化剂的表征已经成为催化研究领域中的一个重要方面,尤其是催化体系的原位表征更是催化工作者近年来热衷研究的课题。随着表面科学的发展,各种有效的现代催化剂表征技术和方法出现了;另外,目前催化剂的研究也受到了国内研究人员的高度重视。在此情况下,编著一本能够全面介绍催化剂表征技术和方法的书籍尤为迫切和必要。

本书从实用角度出发,对催化剂研究中常用的近代表征技术和方法作了概述,并且通过大量的应用实例对一些重要的表征技术如 TEM/SEM, IR, UV-Vis, Raman, TA, XRD, XAFS, XPS/UPS/AES, NMR, EPR, MES 技术等进行了详细的描述和分析。

本书共 12 章,整个内容以固体催化剂的表征为主线展开,以大量的应用实例为根基详细介绍催化剂常用的表征技术。第 1 章概括性地从催化剂的宏观性质与性能和微观性质与性能两个方面介绍了催化剂表征中所采用的各种传统的、经典的以及近代的技术和方法,其中对于催化剂微观性质与性能的表征又分为表面性质和体相性质两方面。在此章中,对各种表征技术和方法的适用范围、优点以及缺点作了详细的总结与归纳,同时也对同类表征技术作了详细的比较,其目的在于为读者尤其是刚接触催化学科的读者提供其对催化剂表征科学的总体认识。第 2 章至第 11 章对各种具体的表征技术在催化研究中的应用作了详细介绍,此部分主要以基础理论为辅、以实例为主向读者传达各种表征方法可以用来获取催化剂的何种性质。第 12 章介绍了目前催化剂表征技术中被认为最有发展前途的原位技术,此章总结了近几年来在各核心期刊上发表的文献中较常采用的原位技术,并对它们在催化研究中的应用作了概括。戴启广博士在材料收集和整理方面做了大量的工作。

本书的意图在于介绍近代物理化学技术在催化研究中的应用,试图通过简单直观的实例向读者传达各种技术在催化研究中所能够获取的信息。各种技术的理论知识是我们所要避免的,除非特殊需要,我们对其一笔带过甚至避而不谈。读者若需要深入了解,可参阅各章所提供的参考文献。本书可供从事催化研究的工作者和高等院校催化专业的教师阅读、参考。本书尤其适合催化专业的研究生、本科生将其作为教材及参考书来使用。

感谢中国工程院院士袁渭康、袁权为本书的出版所做的工作。

由于本书所涉及的领域较广,而编者水平有限,书中疏漏之处在所难免,恳切希望广大读者批评与指正。

编者

目 录

| | |
|-----------------------------------|----|
| 第 1 章 催化剂表征 | 1 |
| 1.1 催化剂宏观结构与性能表征 | 1 |
| 1.1.1 催化剂密度 | 2 |
| 1.1.2 催化剂颗粒尺寸 | 2 |
| 1.1.3 比表面测试 | 4 |
| 1.1.4 孔结构 | 6 |
| 1.1.5 机械强度 | 7 |
| 1.2 催化剂微观结构与性能表征 | 8 |
| 1.2.1 表面性质表征 | 9 |
| 1.2.2 体相性质表征 | 16 |
| 参考文献 | 21 |
| 习题 | 22 |
| | |
| 第 2 章 低温物理吸附技术 | 23 |
| 2.1 表面积和孔结构表征 | 23 |
| 2.2 N_2 物理吸附法 | 24 |
| 2.2.1 N_2 物理吸附法可以获得催化剂的信息 | 24 |
| 2.2.2 吸附等温线 | 24 |
| 2.2.3 Langmuir 比表面积 | 26 |
| 2.2.4 BET 比表面积 | 26 |
| 2.2.5 BJH 方法 | 27 |
| 2.2.6 t -plot | 27 |
| 2.3 介孔分子筛孔结构表征中的应用 | 28 |
| 2.4 其他表征方法 | 30 |
| 2.4.1 压汞法 | 30 |
| 2.4.2 其他方法 | 31 |
| 参考文献 | 32 |
| 习题 | 32 |

| | |
|------------------------------|----|
| 第3章 电镜技术 | 33 |
| 3.1 透射电子显微镜 | 33 |
| 3.1.1 成像原理 | 33 |
| 3.1.2 透射电镜构造 | 35 |
| 3.1.3 样品制备 | 36 |
| 3.1.4 TEM在催化剂研究中的应用 | 36 |
| 3.2 扫描电子显微镜 | 44 |
| 3.2.1 扫描电子显微镜的工作原理 | 44 |
| 3.2.2 扫描电子显微镜的特点 | 45 |
| 3.2.3 扫描电子显微镜的构造 | 45 |
| 3.2.4 扫描电子显微镜的主要性能 | 46 |
| 3.2.5 样品制备 | 47 |
| 3.2.6 扫描电子显微镜在催化研究中的应用 | 47 |
| 3.2.7 TEM/SEM发展趋势 | 50 |
| 3.3 分析电子显微镜 | 50 |
| 3.3.1 EDS基础 | 50 |
| 3.3.2 AEM在催化研究中的应用 | 51 |
| 3.4 其他电镜技术 | 53 |
| 3.4.1 扫描透射电镜(STEM) | 53 |
| 3.4.2 电子探针显微分析仪(EPMA) | 54 |
| 3.4.3 扫描探针显微镜(SPM) | 54 |
| 3.4.4 场发射扫描电子显微镜 | 54 |
| 3.4.5 扫描电声显微镜(SEAM) | 55 |
| 参考文献 | 55 |
| 习题 | 56 |
| | |
| 第4章 热分析技术 | 58 |
| 4.1 热分析基础 | 58 |
| 4.1.1 热分析定义 | 58 |
| 4.1.2 热分析存在的客观物质基础 | 58 |
| 4.1.3 热分析的起源及发展 | 59 |
| 4.1.4 热分析分类 | 59 |
| 4.1.5 热分析技术的特点 | 60 |
| 4.2 热重法(TG) | 60 |
| 4.2.1 热重法定义 | 60 |
| 4.2.2 影响热重曲线的因素 | 61 |

| | | |
|--------------|-------------------------|-----------|
| 4.3 | 微分热重法(DTG) | 62 |
| 4.4 | 差热分析法(DTA) | 63 |
| 4.4.1 | 差热分析的定义及原理 | 63 |
| 4.4.2 | 差热曲线 | 63 |
| 4.4.3 | 差热分析定性或定量依据 | 63 |
| 4.4.4 | 物理或化学变化的热效应 | 64 |
| 4.4.5 | DTA 数据处理 | 64 |
| 4.4.6 | 影响 DTA 曲线的因素 | 66 |
| 4.5 | 差示扫描量热法(DSC) | 66 |
| 4.5.1 | 差示扫描量热曲线 | 67 |
| 4.5.2 | 影响 DSC 曲线的因素 | 67 |
| 4.6 | 热分析在催化研究中的应用 | 68 |
| 4.6.1 | 催化剂制备条件的选择 | 68 |
| 4.6.2 | 催化剂组成确定 | 69 |
| 4.6.3 | 活性组分与载体的相互作用的研究 | 70 |
| 4.6.4 | 催化剂中毒和老化的研究 | 72 |
| 4.6.5 | 催化剂积炭行为的研究 | 73 |
| 4.6.6 | 固体催化剂表面酸碱性的表征 | 74 |
| 4.6.7 | 分子筛稳定性的研究 | 74 |
| 4.7 | 热分析联用技术 | 75 |
| 4.7.1 | 热显微镜法(Thermomicroscopy) | 75 |
| 4.7.2 | X 射线衍射-DSC | 75 |
| 4.7.3 | 逸出气分析(EGA) | 75 |
| 4.7.4 | DTA/DSC-EGD 联用技术 | 75 |
| 4.7.5 | TG-DTA-GC 在线联用技术 | 76 |
| 4.7.6 | TG-DTA-MS 联用技术 | 76 |
| 4.7.7 | TG-FTIR 联用技术 | 77 |
| 4.7.8 | DTA-NDIR 联用技术 | 77 |
| 4.7.9 | TG-DTA-TGT 联用技术 | 77 |
| | 参考文献 | 77 |
| | 习题 | 78 |
| 第 5 章 | 程序升温分析技术 | 80 |
| 5.1 | 程序升温脱附(TPD) | 81 |
| 5.1.1 | TPD 技术的基本原理 | 81 |
| 5.1.2 | TPD 实验装置及操作 | 82 |

| | | |
|-------|----------------------------|----|
| 5.1.3 | TPD 所能提供的信息 | 82 |
| 5.1.4 | TPD 技术的优点 | 83 |
| 5.1.5 | TPD 技术应用中应注意的问题及其局限性 | 83 |
| 5.1.6 | TPD 技术在催化研究中的应用 | 83 |
| 5.2 | 程序升温还原(TPR) | 90 |
| 5.2.1 | TPR 技术理论基础 | 90 |
| 5.2.2 | TPR 技术在催化研究中的应用 | 90 |
| 5.3 | 程序升温氧化(TPO) | 92 |
| 5.3.1 | 催化剂积炭的研究 | 93 |
| 5.3.2 | 催化剂氧化性能的研究 | 94 |
| 5.4 | 程序升温硫化(TPS) | 94 |
| 5.4.1 | TPS 装置及操作 | 95 |
| 5.4.2 | TPS 技术在催化研究中的应用 | 95 |
| 5.5 | 程序升温表面反应(TPSR) | 96 |
| 5.5.1 | TPSR 技术 | 96 |
| 5.5.2 | TPSR 技术在催化研究中的应用 | 96 |
| | 参考文献 | 98 |
| | 习题 | 99 |

| | | |
|--------------|----------------------------|------------|
| 第 6 章 | 多晶 X 射线衍射技术 | 101 |
| 6.1 | 多晶 X 射线衍射 | 101 |
| 6.2 | 多晶 X 射线衍射特点及原理 | 101 |
| 6.3 | 粉末衍射图的获取 | 102 |
| 6.3.1 | 照相法 | 102 |
| 6.3.2 | 衍射仪法 | 102 |
| 6.4 | 粉末 X 射线衍射的应用 | 103 |
| 6.4.1 | 物相分析 | 103 |
| 6.4.2 | 衍射图的指标化 | 105 |
| 6.4.3 | 晶粒大小的测定 | 106 |
| 6.5 | 多晶 X 射线衍射在催化研究中的应用 | 107 |
| 6.5.1 | XRD 在分子筛中的应用 | 107 |
| 6.5.2 | XRD 在金属和金属氧化物催化剂中的应用 | 109 |
| 6.6 | 展望 | 110 |
| | 参考文献 | 111 |
| | 习题 | 111 |

| | |
|------------------------------------|-----|
| 第7章 电子能谱法 | 112 |
| 7.1 X射线光电子能谱 | 112 |
| 7.1.1 XPS的基本原理 | 113 |
| 7.1.2 谱图标识 | 114 |
| 7.1.3 XPS应用基础 | 120 |
| 7.1.4 XPS在催化研究中的应用 | 121 |
| 7.1.5 XPS技术展望 | 125 |
| 7.2 紫外光电子能谱 | 126 |
| 7.2.1 UPS的基本原理 | 126 |
| 7.2.2 振动精细结构 | 126 |
| 7.2.3 自旋-轨道耦合 | 126 |
| 7.2.4 固体紫外光电子能谱 | 127 |
| 7.2.5 UPS技术在催化研究中的应用 | 129 |
| 7.2.6 UPS技术展望 | 130 |
| 7.3 俄歇电子能谱 | 130 |
| 7.3.1 AES的基本原理 | 130 |
| 7.3.2 Auger电子能谱图 | 131 |
| 7.3.3 化学效应 | 131 |
| 7.3.4 AES应用基础 | 131 |
| 7.3.5 AES在催化研究中的应用 | 133 |
| 参考文献 | 136 |
| 习题 | 137 |
| | |
| 第8章 分子光谱技术 | 139 |
| 8.1 红外光谱技术 | 139 |
| 8.1.1 红外光谱的基本原理 | 139 |
| 8.1.2 红外光谱的种类(实验技术) | 140 |
| 8.1.3 红外光谱法(FT-IR)在催化剂研究中的应用 | 143 |
| 8.1.4 小结 | 152 |
| 8.2 拉曼光谱技术 | 152 |
| 8.2.1 拉曼光谱的基本原理 | 153 |
| 8.2.2 拉曼光谱分析的依据和特点 | 153 |
| 8.2.3 拉曼光谱新技术 | 154 |
| 8.2.4 拉曼光谱在催化研究中的应用 | 157 |
| 参考文献 | 165 |
| 习题 | 166 |

| | |
|------------------------------------|-----|
| 第 9 章 紫外漫反射光谱技术 | 169 |
| 9.1 紫外漫反射光谱的基本原理 | 169 |
| 9.2 参比物的选择 | 170 |
| 9.3 影响紫外漫反射的因素 | 170 |
| 9.3.1 粒度的大小 | 170 |
| 9.3.2 样品表面粗糙度 | 170 |
| 9.3.3 样品受潮或水分的存在 | 170 |
| 9.3.4 吸附剂或稀释剂粒度的大小 | 170 |
| 9.4 定性及定量分析 | 170 |
| 9.5 紫外漫反射光谱在催化研究中的应用 | 171 |
| 9.5.1 催化剂表面酸性的测定 | 171 |
| 9.5.2 催化剂各组分间相互作用的研究 | 171 |
| 9.5.3 杂原子分子筛的研究 | 173 |
| 9.5.4 催化剂表面相组成的研究 | 174 |
| 9.5.5 催化剂活性组分分散状态的研究 | 175 |
| 9.6 小结 | 176 |
| 参考文献 | 176 |
| 习题 | 177 |
| | |
| 第 10 章 核磁共振技术 | 178 |
| 10.1 核磁共振基础 | 178 |
| 10.1.1 核磁共振原理 | 178 |
| 10.1.2 实现核磁共振方法 | 179 |
| 10.1.3 检测共振信号的方法 | 179 |
| 10.2 核磁共振谱 | 180 |
| 10.3 核磁共振在催化研究中的应用 | 180 |
| 10.3.1 固体 NMR 技术在分子筛研究中的应用 | 180 |
| 10.3.2 固体 NMR 技术在其他催化剂研究中的应用 | 189 |
| 10.4 原位多核固体高分辨 NMR 技术 | 190 |
| 10.5 小结 | 191 |
| 参考文献 | 191 |
| 习题 | 192 |
| | |
| 第 11 章 电子顺磁共振技术 | 194 |
| 11.1 基本原理 | 194 |
| 11.2 EPR 与 NMR 的比较 | 194 |

| | |
|-----------------------------|------------|
| 11.3 EPR 谱的影响因素 | 195 |
| 11.3.1 g 因子 | 195 |
| 11.3.2 超精细分裂 | 195 |
| 11.3.3 晶场分裂 | 195 |
| 11.3.4 线宽 | 196 |
| 11.4 EPR 研究对象及方法 | 196 |
| 11.4.1 EPR 研究对象 | 196 |
| 11.4.2 EPR 研究方法 | 196 |
| 11.5 EPR 技术在催化研究中的应用 | 197 |
| 11.5.1 过渡金属氧化物结构的研究 | 197 |
| 11.5.2 过渡金属配合物的研究 | 197 |
| 11.5.3 氧离子鉴别 | 198 |
| 11.5.4 自由基中间物种的确定 | 198 |
| 11.5.5 探针分子 EPR 技术的应用 | 199 |
| 11.6 发展趋势 | 199 |
| 参考文献 | 199 |
| 习题 | 200 |
| 第 12 章 原位技术 | 201 |
| 12.1 原位红外 | 201 |
| 12.1.1 催化剂表面酸性的研究 | 201 |
| 12.1.2 催化反应机理的研究 | 203 |
| 12.1.3 催化剂吸附行为的研究 | 203 |
| 12.1.4 反应中间产物的确定 | 205 |
| 12.2 原位拉曼 | 205 |
| 12.2.1 催化剂制备过程的研究 | 206 |
| 12.2.2 催化剂表面结构的研究 | 206 |
| 12.2.3 催化剂表面吸附态的研究 | 206 |
| 12.2.4 催化剂还原和硫化过程的研究 | 207 |
| 12.2.5 反应中间产物及反应机理的研究 | 208 |
| 12.3 原位固体核磁共振 | 208 |
| 12.3.1 反应中间体及活性物种的研究 | 209 |
| 12.3.2 催化剂吸附物种的研究 | 210 |
| 12.3.3 催化反应机理的研究 | 211 |
| 12.4 原位粉末 XRD | 212 |
| 12.5 原位 XPS | 214 |

| | |
|--------------------------------|-----|
| 12.6 原位 XAFS | 214 |
| 12.6.1 XAFS 原位反应池 | 215 |
| 12.6.2 原位 XAFS 在催化研究中的应用 | 215 |
| 12.7 其他原位技术 | 217 |
| 12.7.1 原位 MES | 217 |
| 12.7.2 原位 TEM | 218 |
| 12.7.3 原位 EPR | 218 |
| 12.7.4 原位 EELS | 218 |
| 12.7.5 流出物响应分析 | 218 |
| 12.8 动态-原位技术 | 219 |
| 参考文献 | 219 |
| 习题 | 222 |

第 1 章 催化剂表征

催化剂的表征是指应用近代物理方法和实验技术,对催化剂材料的表面及体相结构进行研究,并将它们与催化剂材料的性质进行关联,探讨催化剂材料的宏观性质、微观结构与催化特性之间的关系,加深对催化剂材料的本质的了解与认识。

催化剂的表征能够使人们对催化作用的本质进一步了解,使催化化学的研究从工艺逐渐发展成为一门科学,从宏观深入到微观,从现象深入到本质,从经验上升为规律,从特殊性上升到普遍性。特别是催化体系原位表征技术的发展,使人们对催化反应进行的过程、催化剂与反应物之间的相互作用,能够有更进一步的认识;对于从理论上预测催化剂性质,解决催化剂的设计问题,推测反应机理具有非常重要的作用。而催化剂表征的根本目的在于为催化剂的设计和开发提供更多的依据,改进原有的催化剂或创制新型催化剂,并提出新的概念,发现新的规律,推动理论及应用技术的发展。

催化剂的表征在早期并没有得到很大程度上的重视,那时催化剂的研究可以说完全处于摸索阶段,催化剂的筛选通过大量的重复试验进行,十分浪费时间而且往往得不到预期结果。随着科学技术的发展,大量的科学仪器诞生,我们可以通过物理或化学手段对催化剂进行表征与考察。目前催化剂的表征主要是通过近代物理的方法即仪器分析来实现的,这些方法主要包括:X射线衍射技术、色谱技术、热分析技术、电子显微技术、光谱技术、低电子能谱、穆斯堡尔谱等。

在本章中我们将对催化剂常见的表征手段以及方法作一概括性的介绍,至于重要的、常见的催化剂表征技术我们将在后面的章节分别进行具体的介绍和分析。通过对催化剂表征技术的概括性介绍力求让读者,尤其是那些刚接触催化剂这门学科的读者,对催化剂的表征在总体上产生一定的认识,了解催化剂表征的常见方法,了解催化剂某些具体性质可由哪些表征手段或方法得以表征,以及这些表征方法的使用范围、优点和缺点。在本章中我们主要通过催化剂的宏观性质表征和微观性质表征两个方面展开。

1.1 催化剂宏观结构与性能的表征

认识、了解某种催化剂首先必须从宏观方面着手,尤其对于工业应用催化剂,其宏观性质显得尤为重要。而固体催化剂的宏观性质主要包括两个方面:宏观结构和宏观性能,因此,对催化剂宏观性质的表征一般都是从这两个方面展开的。

固体催化剂宏观结构主要包括:催化剂密度,如表观颗粒密度(假密度)、骨架密度(真密度)和表观堆积密度;颗粒形状和尺寸;比表面;孔结构,如孔径、孔径分布、孔容和孔隙率。

固体催化剂宏观性能主要包括:机械强度,如耐压、耐磨、耐冲击强度;比热容;导热系数;扩散系数。