

Адсорбційно-каталітичні властивості активованого вугілля з нанесеною фосфор-вольфрамовою кислотою в реакціях дегідратації спиртів

Зразок	$C_{\text{ФГ}}$, ммоль/г	$t_{\text{дес}}$ (EtOH), °C	$t_{100\%}$ (i-PrOH), °C	$t_{100\%}$ (EtOH), °C
СКН/PWA	0,4	87	110	150
СКН (ок)/PWA	3,3	92	98	142
ГСГД/PWA	0,1	90	105	145
ГСГД (ок)/PWA	3,5	95	94	140

Таким чином, найбільш активними в реакціях низькотемпературної дегідратації ізопропанолу та етанолу є PWA каталізатори, нанесені на окиснені вуглецеві носії. Сформовані при окисненні АВ О-вмісні функціональні групи виступають центрами адсорбції спиртів та сприяють проходженню їх каталітичних перетворень.

Стецьків А.О.

*кандидат хімічних наук, доцент,
завідувач кафедри,*

Івано-Франківський національний медичний університет

КРИСТАЛІЧНА СТРУКТУРА ТЕРНАРНОГО ГЕРМАНІДУ $\text{Eu}_5\text{Na}_4\text{Ge}_4$

Потрійні системи R-Na-X (R – рідкісноземельний метал, X – р-елемент IV групи періодичної системи) практично не вивчалися через високу хімічну активність досліджуваних зразків. Перші дослідження взаємодії компонентів у них відбулись нещодавно і описані авторами [1; 2]. У цих роботах повідомили про існування сполук складу EuNa_8Sn_6 , $\text{EuNa}_{10}\text{Sn}_{12}$ та $\text{YbNa}_{10}\text{Sn}_{12}$. В роботі [3] методом монокристалу досліджено кристалічну структуру тернарної сполуки Nd_4NaSn_4 , яка кристалізується в структурному типі Tm_4LiGe_4 .

Саме тому метою даної роботи було систематичне дослідження взаємодії компонентів у системі Eu-Na-Ge, а також дослідження кристалічної структури нових одержаних сполук.

Сплави виготовляли у два етапи, використовуючи для синтезу метали наступної чистоти: Na – 0,9997, Eu > 0,999, Ge – 0,9999 масових часток основного компоненту. Під час першого етапу шихту із наважок чистих компонентів нагрівали в індукційній печі у танталовому тиглі до температури 400°C та витримували протягом 4 годин.

Під час другого етапу нагрівали сплави до температури 800°C та витримували протягом 1 години. Контроль маси сплавів шляхом порівняння маси шихти з масою сплаву не проводили, оскільки тигель був герметично запаяний, що унеможливило будь-які втрати. Гомогенізуючий відпал

проводили при температурі 200°C протягом трьох тижнів. Сплави поміщали в танталові контейнери і запаювали у кварцові ампули з попередньою евакуацією повітря. Відпал проводили у муфельній печі типу МП-60 з автоматичним регулюванням температури з точністю $\pm 5^\circ\text{C}$. Відпалені сплави гартували у вазеліновому маслі кімнатної температури, не розбиваючи ампули.

Контроль гомогенності і рівноважності зразків здійснювали рентгенографічно. Сплави зберігали під шаром індиферентного масла, попередньо очищеного та зневодненого.

Монокристал сірого кольору у вигляді пластини відібрали зі зразку складу $\text{Eu}_{38}\text{Na}_{31}\text{Ge}_{31}$. Дослідження методами Лауе та Вейссенберга підтвердили належність її структури до тетрагональної сингонії.

Масив рентгенівських дифракційних даних отримали за кімнатної температури на автоматичному монокристальному дифрактометрі XCALIBUR (MoK_α -випромінювання, графітовий монохроматор, ω – метод сканування). Структуру визначили прямими методами з використанням комплексу програм SHELX – 97 [4].

Результати обчислення та уточнення кристалічної структури сполуки $\text{Eu}_5\text{Na}_4\text{Ge}_4$ засвідчили, що вона є ізоструктурною до структурного типу $\text{Nb}_5\text{Cu}_4\text{Si}_4$ [5-7], який є надструктурою до Sm_9Ga_4 [8], де атоми Eu1 та Eu2 займають положення 8(h), а атоми Na – 2(a). Досліджений германід характеризується просторовою групою $I4/m$ та символом Пірсона $tI26$. Параметри комірки для нього приймають наступні значення: $a = 1,1749(1)$ нм, $c = 0,46591(2)$ нм). Елементарна комірка структури та координаційні многогранники атомів приведені на рис. 1.

Число сусідніх атомів добре корелюється з розмірами центральних атомів. Найбільші за розмірами атоми Eu укладені в 17- та 14-вершинники. Для атомів Ge характерним координаційним многогранником є тригональна призма з трьома додатковими атомами; для Na – координаційні многогранники з координаційним числом 12, які можна розглядати як деформовані кубооктаедри. Міжатомні віддалі приймають допустимі для інтерметалідів значення. Густина станів в області рівня Фермі свідчить про металічний тип зв'язку у дослідженій тернарній фазі.

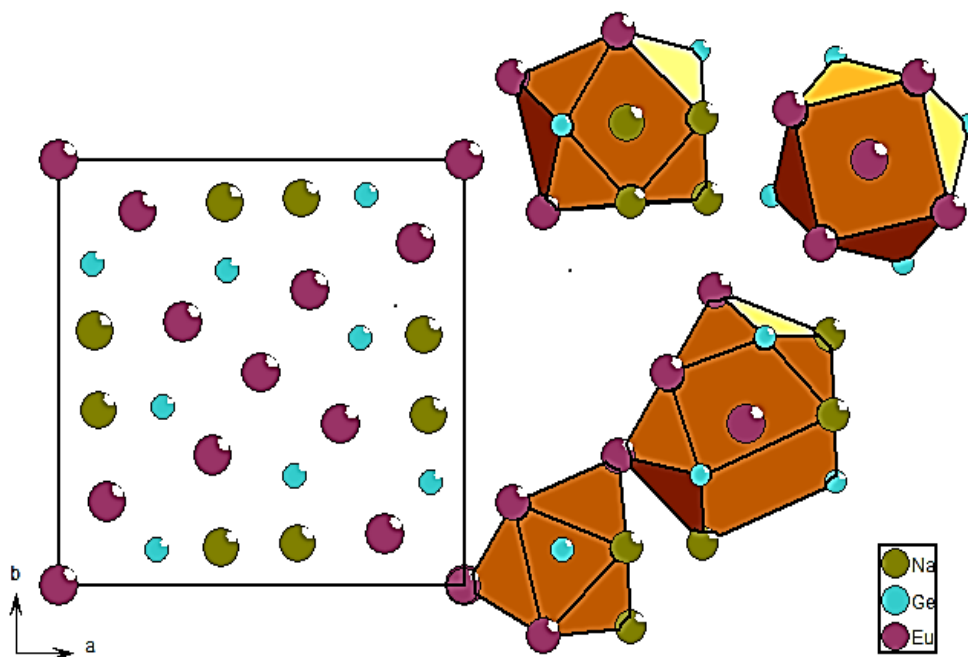


Рис. 1. Елементарна комірка структури та координаційні многогранники атомів сполуки $\text{Eu}_5\text{Na}_4\text{Ge}_4$

Список використаних джерел:

1. Todorov I., Sevov S. C. Heavy-metal aromatic rings: cyclopentadienyl anion analogues $\text{Sn}_5(6-)$ and $\text{Pb}_5(6-)$ in the Zintl phases Na_8BaPb_6 , Na_8BaSn_6 , and Na_8EuSn_6 // *Inorganic Chemistry*. – 2004. – Vol. 43(20). – P. 6490-6494.
2. Todorov I., Sevov S. C. In search of benzene-like $\text{Sn}_6(6-)$: synthesis of Na_4CaSn_6 with interconnected cyclohexane-like $\text{Sn}_6(6-)$ // *Inorganic Chemistry*. – 2006. – Vol. 45(11). – P. 4478-4483.
3. Стецьків А. О., Павлюк В. В. Кристалічна структура R_4NaSn_4 ($\text{R} = \text{La}, \text{Ce}, \text{Pr}, \text{Nd}, \text{Sm}, \text{Gd}, \text{Tb}, \text{Dy}$) // *Наук. вісник Ужгород. ун-ту (Сер. Хімія)*, 2014, № 2(32). – С. 23-27.
4. Sheldrick G. M. SHELXL-97. Program for crystal structure refinement // University of Göttingen. Germany, 1997.
5. Ganglberger E. Die Kristallstruktur von $\text{Nb}_5\text{Cu}_4\text{Si}_4$ // *Monatshefte für Chemie*. 1968. Vol. 99, № 2. – P. 549-556.
6. Павлюк В. В., Печарский В. К., Бодак О. И., Соболев А. Н. Кристаллическая структура соединения $\text{Yb}_5\text{Li}_4\text{Ge}_4$ // *Металлы*. – 1989. № 5. – С. 221-222.
7. Wang M., McDonald R., Mar A. Ternary early-transition-metal palladium pnictides $\text{Zr}_3\text{Pd}_4\text{P}_3$, $\text{Hf}_3\text{Pd}_4\text{P}_3$, HfPdSb , and $\text{Nb}_5\text{Pd}_4\text{P}_4$ // *Inorganic Chemistry*. – Vol. 39(21). – P. 4936-4941.
8. Yatsenko S. P., Hryn' Yu. N., Sitschevitsch O. M., Tschuntonow K. A. Die Struktur von Sm_9Ga_4 // *J. Less Common Metals*. 1985. Vol. 106, № 1. – P. 35-40.