

4P-01

ELEMENTARY CHARACTERIZATIONS OF LIGNITE-WATER SUSPENSION BY MEANS OF ANALYTICAL CENTRIFUGE

LEOŠ DOSKOČIL, MIRKA MACHÁČKOVÁ
a MILOSLAV PEKARFaculty of Chemistry, Brno University of Technology,
Purkyňova 118, 612 00 Brno
xcdoskocil@fch.vutbr.cz

Lignite is low-rank coal which is mainly used as fuel for powerplant but its disadvantages are low caloric value and high water contents. In this regard, the lignite burning represents wastage of a valuable raw material and solutions may be non-energy or non-fuel applications of the low-rank coal. Agricultural application for production of coal-based fertilizers, soil conditioners and humic acids may be by one of the ways. To this end, the lignite suspension is used in our preliminary study. The suspension is prepared from the milled South Moravian lignite in the present of water (a ratio 1:2) at different times by a planetary mill.

For characterization of suspension, analytical centrifuge (LUMiSizer) was chosen. It is fast and a relatively simple tool for the determination of the suspension behaviour, the stability study, the particle size distribution or the particle size analysis (no material properties necessary). Suspension properties are changed owing to milling time. The higher milling time, the higher stability of dispersion. The evolution of the transmission profiles is characterized by a zone sedimentation (the particles sediment as a collective). This is typical for dispersions with particle aggregates and attractive particle interactions, building a network structure. A gradual clarification of fine fraction is observed, which is not part of the network structure. From the rheological behaviour, shear thickening and breakdown of network structure can be predicted based on the dependence of sedimentation velocity on relative centrifugal force. Further, the sedimentation behaviours were investigated as a function of solids concentration and the particle size analysis was carried out.

The Centre for Materials at FC BUT is supported by the project No. CZ.1.05/2.1.00/01.0012 from ERDF.

4P-02

KATALYTICKÉ VLASTNOSTI RADIAČNĚ INDUKOVANÉHO NANOSTŘÍBRA

VLASTA ZDYCHOVÁ a ROSTISLAV SILBER

Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, ČVUT v Praze, Břehová 7, 115 19 Praha 1
vlaszdychova@email.cz

Nanostříbro je díky svým unikátním fyzikálním a chemickým vlastnostem vhodným materiálem využitelným v řadě vědeckých aplikací (optice, elektronice, katalýze). Je

proto věnována značná pozornost metodám přípravy stříbrných nanočástic a studiu jejich vlastností. V posledních letech je věnována pozornost také metodě radiačně indukované přípravy nanočástic

Nanostříbro připravené z vodného roztoku dusičnanu stříbrného ($0,1 \text{ mol dm}^{-3}$) a Tritonu X-100 (redukční činidlo, stabilizátor) ozářením rychlými elektrony ($4,5 \text{ MeV}$) z lineárního urychlovače dávkami do 24 kGy bylo charakterizováno UV/VIS spektroskopií a TEM. Potenciometricky bylo stanoveno množství vyredukovaného nanostříbra (tabulka I) a byla sledována změna pH připravených roztoků v závislosti na dávce. Dále byla sledována katalytická aktivita připravených vzorků nanostříbra v závislosti na dávce elektronového záření v modelové reakci rozkladu peroxidu vodíku.

Tabulka I

Závislost množství vyredukovaného Ag^0 na dávce

Dávka [kGy]	2	4	8	16	24
$c(\text{Ag}^0)$ [mmol dm^{-3}]	1,37	2,44	4,48	7,75	11,34

Bylo zjištěno, že hodnota pH připravených roztoků klesala se zvyšující se dávkou záření od hodnoty pH 5 (neozářený vzorek) až na hodnotu 2,5 (vzorek ozářený dávkou 24 kGy).

Při studiu katalytické aktivity připravených nanočástic při reakční teplotě 25°C se ukázalo, že je nutná jejich stabilizace. Byla zvolena metoda fixace nanočástic z roztoku na pevném nosiči – $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O}$.

Rychlost rozkladu H_2O_2 byla měřena manometricky v uzavřeném systému při konstantním objemu. Katalytická aktivita takto připravených katalyzátorů byla vyjádřena pomocí rychlostní konstanty k , která odpovídá reakci 1,5. řádu, vztahované na hmotnost katalyzátoru – k_m .

V tabulce II je uvedena závislost hodnoty rychlostní konstanty reakce k_m na dávce.

Tabulka II

Závislost hodnoty rychlostní konstanty k_m na dávce

Dávka [kGy]	2	4	8	24
$k_m \cdot 10^3$ [$\text{min}^{-1} \text{ mol}^{-0,5} \text{ dm}^{1,5} \text{ g}^{-1}$]	16	18	19	26

Tato práce vznikla za podpory grantu Studentské grantové soutěže ČVUT č. SGS11/163/OHK4/3T/14.

4P-03**STUDY OF LIGNITE HUMIC ACIDS BY MODERN SPECTROSCOPIC METHODS****VOJTĚCH ENEV and MARTINA KLUČÁKOVÁ**

Faculty of Chemistry, Brno University of Technology,
Purkyňova 118, 612 00 Brno
xcenev@fch.vutbr.cz

Humic substances (HS) especially humic acids (HA) are natural organic compounds arising by chemical and biological decomposition of organic matter (plant and animal tissues) and synthetic activity of microorganisms. Humic substances are among the most widely distributed organic materials on the Earth. Of course occurring in brown coal (Leonardites) and lignite, peat, soils, sediments and some other materials. Humic acids represent very important part of organic matter (OM) in lignite. Lignite contains a high proportion of humic acids, which amounts to 80 %.

Object of our study was lignite humic acid and standard HA Leonardite (1S104H). Humic acid was extracted from South-Moravian lignite from the mine Mír in Mikulčice, Czech Republic. The lignite HAs were isolated according to the standard IHSS extraction method. Humic acids were characterized by elemental analysis, ultraviolet-visible spectroscopy, infrared spectroscopy and fluorescence spectroscopy. Ratios E_2/E_3 and E_4/E_6 (humification index) were calculated from the absorbance of HAs in UV-VIS spectral range. Infrared spectroscopy with Fourier transform is a useful technique in characterization of structure, functional groups and formation modes of HAs. Further, the fluorescence spectra in the emission, excitation, synchronous-scan mode and excitation-emission matrix (EEM) were obtained on alkaline solutions (0,5 M NaOH) of HAs at a concentration of 50 mg dm⁻³. The long wavelength of the major peak of lignite HA may be ascribed to the presence higher degree of condensation aromatic ring, large molecular weight and high humification degree. Fluorescence and infrared spectra of lignite HA was compared with Leonardite HA standard (IHSS).

The Centre for Materials at FC BUT is supported by the project No. CZ.1.05/2.1.00/01.0012 from ERDFT.

4P-04**VOLTAMPÉROMETRICKÉ ŠTÚDIUM KOMPLEXOV PRECHODNÝCH KOVŮ S HETEROCYKlickÝMI LIGANDAMI V NEVODNOM PROSTREDÍ**

Abstrakt posteru je venovaný pamiatke profesora J. Mocáka

LADISLAV RÁBARA, JAROSLAV VATRÁL a JÁN MOCÁK

Univerzita sv. Cyrila a Metoda, nám. J. Herdu 2, 917 01 Trnava
ladislav.rabara@ucm.sk

Táto práca sa zaoberá štúdiom heterocyklov ako ligandov prechodných kovov metódou cyklickej voltampérometrie¹. Študovanými ligandami boli: benzimidazol,

3,5-dimetylpyrazol a furo[3,2-c]pyridín s kobaltom(II)² v acetonitrile (AN), tetra-hydrofuráne (THF) a dimetylformamide (DMF). Merania boli uskutočnené v troj-elektrodovom usporiadaní s dvomi rôznymi indikačnými elektrodami v roztoku základného elektrolytu tetrabutylamóniového katiónu s tetrafluoroborátovým alebo hexafluorofosfátovým aniónom. Taktiež sa skúšali rôzne rýchlosti skenu v širších rozsahoch potenciálov voči dvojplášťovej argentochloridovej referenčnej elektróde, ktorej vnútorný elektrolyt tvoril nasýtený roztok chloridu lítneho v bezvodom etanole.

Samotné heterocykly sa elektrochemicky prejavovali málo, v zaznamenaných voltampérogramoch sa pozorovalo predovšetkým navýšenie prúdovej odozvy voči základnej línii základného elektrolytu. Voltampérogramy komplexov týchto ligandov s kobaltom(II) preukázali redoxnú aktivitu, kde boli zaznamenané píky prislúchajúce oxidácii Co^{II} na Co^{III}, najzreteľnejšie v prostredí DMF oproti použitej referenčnej elektróde. Ich protipíky sú vďaka slabšej stabilite vzniknutých produktov nevýrazné a sú diskutované³. V oblasti negatívnych potenciálov sa zaznamenali v rozsahu potenciálov –600 až –1000 mV oproti použitej referenčnej elektróde deformácie základnej línii vyvolané redoxnou reakciou vody pochádzajúcej zo vzdušnej vlhkosti.

Táto práca vznikla za podpory grantu VEGA 1/0233/12.

LITERATÚRA

1. Bard A. J., Faulkner L. R.: *Electrochemical methods: fundamentals and applications*. 833 s. J. Wiley, New York 2000.
2. Idešicová M., Dlháň L., Moncol J., Titiš J., Boča R.: *Polyhedron* 36, 79 (2012).
3. McCleverty J. A., Meyer T. J.: *Comprehensive coordination chemistry II. Volume 2*. 796 s. Elsevier, Oxford 2003