

TG-IR-Untersuchungen zur Bestimmung carbonathaltiger Verunreinigungen von oxidischen Lanthanverbindungen

Anja Neumann¹ und Dirk Walter^{1,2}

¹Institut für Chemie der Technischen Universität, Straße des 17. Juni 135, 10623 Berlin

²Institut und Poliklinik für Arbeits- und Sozialmedizin der Justus-Liebig-Universität, Aulweg 129, 35392 Gießen

Lanthanoxid La_2O_3 findet zunehmend als Katalysatormaterial Verwendung. Die für die heterogene Katalyse wichtigen Parameter Teilchengröße und Oberflächenmorphologie lassen sich durch die thermische Dehydratation von Lanthanhydroxid $\text{La}(\text{OH})_3$ optimieren. Bei der thermischen Umwandlung des hexagonalen Hydroxids $\text{La}(\text{OH})_3$ in das trigonale Oxid La_2O_3 wird zunächst Lanthanoxidhydroxid LaOOH gebildet, das aufgrund seiner größeren spezifischen Oberfläche als ein im Vergleich zum Lanthanoxid reaktiveres Katalysatormaterial anzusehen ist.^[1-3]

Zur Überprüfung der Reinheit von Lanthanhydroxid wurden routinemäßig die Röntgenpulverbeugung und die Rasterelektronenmikroskopie mit EDX-Analyse eingesetzt. Beide Methoden lieferten keine Hinweise auf Verunreinigungen. Thermogravimetrische Untersuchungen an kommerziellem Lanthanhydroxid hingegen zeigen nach vollständiger Wasserabgabe bei $\sim 650^\circ\text{C}$ einen weiteren, nicht durch die Abgabe von Wasser erklärbaren Masseverlust. Mit Hilfe von TG-FTIR-Messungen konnte bei einer Temperatur von $\sim 650^\circ\text{C}$ die Abgabe von CO_2 nachgewiesen werden (Abbildung 1).

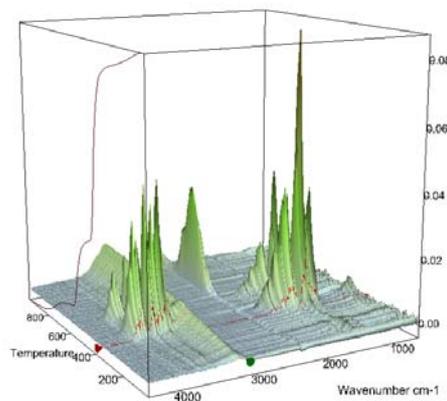


Abb. 1: TG-FTIR von carbonathaltigem $\text{La}(\text{OH})_3$

Die Ergebnisse der Untersuchungen führten zu Veränderungen im Darstellungsprozess von Lanthanhydroxid. Um die Bildung von Verunreinigungen durch Lanthan carbonate $\text{La}_2(\text{CO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, Lanthanoxidcarbonate $\text{La}_2\text{O}(\text{CO}_3)_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, $\text{La}_2\text{O}_2\text{CO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ und/oder Lanthanhydroxidcarbonate $\text{La}_2(\text{OH})_4\text{CO}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ auszuschließen, ist eine Reaktionsführung in Argon-Atmosphäre von entscheidender Bedeutung.

[1] A. N. Christensen, *J. Solid State Chem.* **1972**, 4, 46

[2] D. Walter, A. Neumann, *Z. Kristallogr. Suppl.* **2006**, 24, 31

[3] A. Neumann, D. Walter, *Thermochim. Acta* **2006**, 445(2), 200