Rudolf Rippstein

Modifizierung molekularer Yttriumvorstufen für die Synthese von Yttriumaluminiumgranat nach dem Sol-Gel Prozeß

Diplomarbeit

Diplom.de

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek:

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek: Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über http://dnb.d-nb.de/ abrufbar.

Dieses Werk sowie alle darin enthaltenen einzelnen Beiträge und Abbildungen sind urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung, die nicht ausdrücklich vom Urheberrechtsschutz zugelassen ist, bedarf der vorherigen Zustimmung des Verlages. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Bearbeitungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen, Auswertungen durch Datenbanken und für die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronische Systeme. Alle Rechte, auch die des auszugsweisen Nachdrucks, der fotomechanischen Wiedergabe (einschließlich Mikrokopie) sowie der Auswertung durch Datenbanken oder ähnliche Einrichtungen, vorbehalten.

Copyright © 1993 Diplomica Verlag GmbH
ISBN: 9783832410667

http://www.diplom.de/e-book/216958/modifizierung-molekularer-yttriumvorstufen-fuer-die-synthese-von-yttriumaluminiumgranat

Rudolf Rippstein

Modifizierung molekularer Yttriumvorstufen für die Synthese von Yttriumaluminiumgranat nach dem Sol-Gel Prozeß

Diplom.de

Rudolf Rippstein

Modifizierung molekularer Yttriumvorstufen für die Synthese von Yttriumaluminiumgranat nach dem Sol-Gel Prozeß

Diplomarbeit
an der Bayerischen Julius-Maximilians-Universität Würzburg
Januar 1993 Abgabe

Diplom.de

Diplomica GmbH
Hermannstal 119k
22119 Hamburg

Fon: 040 / 655 99 20
Fax: 040 / 655 99 222

agentur@diplom.de
www.diplom.de

ID 1066

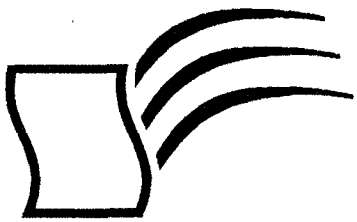
ID 1066
Rippstein, Rudolf: Modifizierung molekularer Yttriumvorstufen für die Synthese von Yttriumaluminiumgranat nach dem Sol-Gel Prozeß / Rudolf Rippstein -
Hamburg: Diplomica GmbH, 1998
Zugl.: Würzburg, Universität, Diplom, 1993

Dieses Werk ist urheberrechtlich geschützt. Die dadurch begründeten Rechte, insbesondere die der Übersetzung, des Nachdrucks, des Vortrags, der Entnahme von Abbildungen und Tabellen, der Funksendung, der Mikroverfilmung oder der Vervielfältigung auf anderen Wegen und der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen, bleiben, auch bei nur auszugsweiser Verwertung, vorbehalten. Eine Vervielfältigung dieses Werkes oder von Teilen dieses Werkes ist auch im Einzelfall nur in den Grenzen der gesetzlichen Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes der Bundesrepublik Deutschland in der jeweils geltenden Fassung zulässig. Sie ist grundsätzlich vergütungspflichtig. Zuwiderhandlungen unterliegen den Strafbestimmungen des Urheberrechtes.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Die Informationen in diesem Werk wurden mit Sorgfalt erarbeitet. Dennoch können Fehler nicht vollständig ausgeschlossen werden, und die Diplomarbeiten Agentur, die Autoren oder Übersetzer übernehmen keine juristische Verantwortung oder irgendeine Haftung für evtl. verbliebene fehlerhafte Angaben und deren Folgen.

Diplomica GmbH
http://www.diplom.de, Hamburg 1998
Printed in Germany



Diplomarbeiten **Agentur**

Wissensquellen gewinnbringend nutzen

Qualität, Praxisrelevanz und Aktualität zeichnen unsere Studien aus. Wir bieten Ihnen im Auftrag unserer Autorinnen und Autoren Wirtschaftsstudien und wissenschaftliche Abschlussarbeiten – Dissertationen, Diplomarbeiten, Magisterarbeiten, Staatsexamensarbeiten und Studienarbeiten zum Kauf. Sie wurden an deutschen Universitäten, Fachhochschulen, Akademien oder vergleichbaren Institutionen der Europäischen Union geschrieben. Der Notendurchschnitt liegt bei 1,5.

Wettbewerbsvorteile verschaffen – Vergleichen Sie den Preis unserer Studien mit den Honoraren externer Berater. Um dieses Wissen selbst zusammenzutragen, müssten Sie viel Zeit und Geld aufbringen.

http://www.diplom.de bietet Ihnen unser vollständiges Lieferprogramm mit mehreren tausend Studien im Internet. Neben dem Online-Katalog und der Online-Suchmaschine für Ihre Recherche steht Ihnen auch eine Online-Bestellfunktion zur Verfügung. Inhaltliche Zusammenfassungen und Inhaltsverzeichnisse zu jeder Studie sind im Internet einsehbar.

Individueller Service – Gerne senden wir Ihnen auch unseren Papierkatalog zu. Bitte fordern Sie Ihr individuelles Exemplar bei uns an. Für Fragen, Anregungen und individuelle Anfragen stehen wir Ihnen gerne zur Verfügung. Wir freuen uns auf eine gute Zusammenarbeit

Ihr Team der *Diplomarbeiten* Agentur

Dipl. Kfm. Dipl. Hdl. Björn Bedey –
Dipl. Wi.-Ing. Martin Haschke –
und Guido Meyer GbR –

Hermannstal 119 k –
22119 Hamburg –

Fon: 040 / 655 99 20 –
Fax: 040 / 655 99 222 –

agentur@diplom.de –
www.diplom.de –

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von April 1992 bis Januar 1993 am Institut für anorganische Chemie der Julius-Maximilians-Universität Würzburg unter der Anleitung von Herrn Prof. Dr. U. Schubert durchgeführt.

Mein Dank gilt Herrn Prof. Dr. U. Schubert, der mir diese interessante Arbeit ermöglichte und durch seine Ratschläge eine große Hilfe beim Anfertigen dieser war.

Für die wertvollen Hinweise und seinen Enthusiasmus möchte ich Herrn W. Glaubitt danken.

Mein Dank gilt allen, die Analysen und Messungen für diese Arbeit durchführten.

Namentlich erwähnen möchte ich Frau R. Schedl, der ich TGA-Messungen und Yttriumgehaltsbestimmungen verdanke, Herrn Henkel im Frauenhoferinstitut für Silikatforschung, der DTG-Messungen vornahm, und Herrn F. Möller, der die röntgenographischen Untersuchungen durchführte.

Für die prompte Beschaffung schwer zugänglicher Literatur gebührt Herrn C. Görsmann mein Dank.

Herrn F. Schwertfeger sei sowohl für das gründliche Korrekturlesen als auch für seine Bereitschaft zu fachlichen Diskussionen gedankt.

Inhaltsverzeichnis

	Einleitung	1
	Kenntnisstand.....	2
1	**Darstellung von Lanthanoidalkoxiden und -Aryloxiden**	2
1.1	Darstellung durch Alkoholyse der Metall-Cp- bzw. Metall-Aryl-Bindung	2
1.2	Umsetzung des Lanthanoidtricarboxylats zum Alkoxid...	4
1.3	Umsetzung des Ammoniumnitrats zum Alkoxid.....	5
1.4	Darstellung aus dem Metallchlorid.....	6
1.4.1	Umsetzung des Metallchlorids mit Alkohol.....	6
1.4.2	Umsetzung des Metallchlorids mit Alkohol und Ammoniak	7
1.4.3	Umsetzung des Metallchlorids mit einem Alkalialkoholat..	8
1.5	Umsetzung des Bistrimethylsilylamids mit Alkohol.....	10
1.6	Darstellung aus dem Metall.....	11
1.7	Umsetzung des Alkoxids zu einem anderen Alkoxid.....	12
2	**Struktur und Löslichkeitseigenschaften von Lanthanoidalkoxiden**	14
2.1	Monomere Lanthanoidalkoxide bzw. -Aryloxide.....	15
2.2	Dimere Lanthanoidalkoxide bzw. -Aryloxide.....	18
2.3	Trimere Lanthanoidalkoxide bzw. -Aryloxide.....	20
2.4	Tetramere Lanthanoidalkoxide bzw. -Aryloxide.....	23
2.5	Pentamere Lanthanoidalkoxide bzw. -Aryloxide.....	24
2.6	Hoherassoziierte Lanthanoidalkoxide bzw. -Aryloxide.....	25

3 Modifizierung von Lanthanoidalkoxiden..... 26

3.1 Synthese von gemischten Alkoxiden..... 26

3.2 Synthese von Halogenid-Alkoxiden..... 28

3.3 Mit β-Diketonen oder β-Ketoestern modifizierte Alkoxide 29

3.4 Modifizierung von Lanthanoidalkoxiden mit Carboxylaten.. 32

4 Yttriumalkoxide im Sol-Gel Prozeß..... 34

5 Verwendung von Yttriumalkoxiden..... 37

Aufgabenstellung..... 38

Ergebnisteil..... 39

1 Hydrolyse und Kondensation von käuflichen Yttriumalkoxiden 39

2 Modifizierung von $Y_5O(O^iPr)_{13}$..... 44

2.1 Vollständige Umsetzung mit Carbonsäuren..... 44

2.1.1 Umsetzung mit Propionsäure..... 44

2.1.2 Umsetzung mit Benzoesäure..... 50

Einschub: CH-Analyse..... 52

2.2 Teilweise Umsetzung mit Carbonsäuren..... 53

2.2.1 Umsetzung mit fünf Äquivalenten Propionsäure..... 53

2.2.2 Umsetzung mit neun Äquivalenten Propionsäure..... 56

2.2.3 Umsetzung mit 7.5 Äquivalenten Essigsäure..... 58

2.3 Hydrolyse und Kondensation von mit 2.3, 6.8 und 11.4 Äquivalenten Propionsäure verzetztem $Y_5O(O^iPr)_{13}$..... 62

3 Synthese besser löslicher Yttriumalkoxide 66

3.1 Synthese reiner Alkoxide des Typs $[Y(OR)_3]_n$ 66

3.1.1 Synthese von $[Y(OCEt_3)_3]_2$ aus $Y(OAc)_3$ und $NaOCEt_3$. 66

3.1.2 Synthese von $[Y(OCEt_3)_3]_2$ aus $Y[N(SiMe_3)_2]_3$ 66

3.1.3 Synthese von Yttriumalkoxiden aus dem Metall 68

3.1.3.1 Synthese von $[Y(ME)_3]_{10}$ 68

3.1.3.2 Synthese von $Y(MEE)_3$ 71

3.1.4 Synthese durch Alkoholaustausch 72

3.1.4.1 Synthese von $[Y(ME)_3]_{10}$ aus $Y_5O(O^iPr)_{13}$ 72

3.2 Synthese gemischter Yttriumalkoxide des Typs $[Y(OR)_{3-a}(OR')_a]_n$ 74

3.2.1 Darstellung durch Alkoholaustausch 74

3.2.1.1 Umsetzung von $Y_5O(O^iPr)_{13}$ mit 7.5 Äquivalenten MEH .. 74

4 Modifizierung von $[Y(ME)_3]_{10}$ 78

4.1 Umsetzung von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit Benzoesäure 78

4.1.1 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit sechs Äquivalenten Benzoesäure 78

4.1.2 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit vierzehn Äquivalenten Benzoesäure 80

4.1.3 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit zwanzig Äquivalenten Benzoesäure 82

4.2 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit Essigsäure 84

4.2.1 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit fünfzehn Äquivalenten Essigsäure 84

5 Röntgenographische Untersuchungen 87

Zusammenfassung 89

Experimentalteil 91

1 Allgemeine Arbeitstechnik 91

2 Analytische Untersuchungen 91

3 Ausgangsverbindungen 92

4 Präparative Vorschriften 93

4.1 Hydrolyse und Kondensation von käuflichen Yttriumalkoxiden 93

4.1.1 Hydrolyse und Kondensation von $Y_5O(O^iPr)_{13}$ 93

4.1.2 Hydrolyse und Kondensation von $Y(OEt)_3$*0.9EtOH 93

4.2 Modifizierung von $Y_5O(O^iPr)_{13}$ 94

4.2.1 Vollständige Umsetzung mit Carbonsäuren 94

4.2.1.1 Umsetzung mit Propionsäure 94

4.2.1.2 Umsetzung mit Benzoesäure 94

4.2.2 Teilweise Umsetzung mit Carbonsäuren 95

4.2.2.1 Reaktion mit fünf Äquivalenten Propionsäure 95

4.2.2.2 Reaktion mit neun Äquivalenten Propionsäure 95

4.2.2.3 Reaktion mit 7.5 Äquivalenten Essigsäure 95

4.2.3 Teilweise Umsetzung mit Carbonsäuren und anschließende Hydrolyse und Kondensation 96

4.2.3.1 Reaktion mit 2.3 Äquivalenten Propionsäure 96

4.2.3.2 Reaktion mit 4.8 Äquivalenten Propionsäure 96

4.2.3.3 Reaktion mit 11.4 Äquivalenten propionsäure 96

4.3 Synthese von Yttriumalkoxiden höherer Löslichkeit 97

4.3.1 Synthese von reinen Alkoxiden des Typs $[Y(OR)_3]_n$ 97

4.3.1.1 Synthese von $[Y(OR')_3]_n$ aus $Y(O_2CR)_3$ und NaOR'..... 97

4.3.1.1.1 Darstellung von $[Y(OCEt_3)_3]_2$ aus $Y(OAc)_3$ und $NaOCEt_3$ 97

4.3.1.2 Darstellung von Yttriumalkoxiden über $Y[N(SiMe_3)_2]_3$.... 97

4.3.1.2.1 Synthese von $Y[N(SiMe_3)_2]_3$..... 97

4.3.1.2.2 Umsetzung von $Y[N(SiMe_3)_2]_3$ mit Et_3COH..... 97

4.3.1.3 Direkte Synthese aus Metall und Alkohol..... 98

4.3.1.3.1 Umsetzung von Yttrium mit Methoxyethanol (MEH)..... 98

4.3.1.3.2 Umsetzung von Yttrium mit Methoxyethoxyethanol..... 98

4.3.1.4 Synthese durch Alkoholaustausch..... 99

4.3.1.4.1 Umsetzung von $Y_5O(O^iPr)_{13}$ mit MEH..... 99

4.3.2 Synthese von gemischten Yttriumalkoxiden des Typs $[Y(OR)_{3-a}(OR')_a]_n$..... 99

4.3.2.1 Darstellung durch Alkoholaustausch..... 99

4.3.2.1.1 Umsetzung von $Y_5O(O^iPr)_{13}$ mit 7.5 Äquivalenten MEH.. 99

4.4 Modifizierung von $[Y(ME)_3]_{10}$..... 100

4.4.1 Umsetzung von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit Benzoesäure..... 100

4.4.1.1 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit sechs Äquivalenten Benzoesäure 100

4.4.1.2 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit vierzehn Äquivalenten Benzoesäure 100

4.4.1.3 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit zwanzig Äquivalenten Benzoesäure 100

4.4.2 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit Essigsäure..... 100

4.4.2.1 Reaktion von $[Y(ME)_3]_{10}$ mit 7.5 Äquivalenten Essigsäure 100

Literaturverzeichnis..... 101