

Einsatz der TA-MS-Skimmer-Kopplung zur Untersuchung von Fluoriden



*Michael Feist
Institut für Chemie der Humboldt-Universität zu Berlin,
Hessische Straße 1-2, 10115 Berlin*

Es wird über die Aufklärung des thermischen Verhaltens von Verbindungen aus verschiedenen Stoffklassen berichtet, wobei dem Informationsgewinn durch die Kombination von TA-MS-Skimmer-Kopplung und *PulseTA*[®] besonderes Interesse gilt.

$[(amH_2)_{1.5}][Zr_3(PO_4)_3F_6] \cdot 1,5H_2O$ (ZrPOF-3) gehört zur Gruppe der Zirkoniumphosphat-fluoride, deren Verwandtschaft mit den Aluminophosphat-Zeolithen (AlPO-n) auf den Templateinfluss (hier 1,4-Diaminocyclohexan, *am*) und die hydrothermalen Synthese-bedingungen zurückgeht [1]. Der vierstufige Zersetzungsverlauf in Luft lässt sich bei sicherer Unterscheidung von NH_3 , H_2O und HF beschreiben als Abfolge von reversibler Dehydratation, Zusammenbruch der 2D-Matrix in der „Templat-Stufe“, Verkokung und schliesslich Ausbrennen des Kohlenstoffs.

β - CrF_3 weist eine Hohlraumstruktur (HTB) auf und kann daher in Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen (z.B. mit *self-generated atmosphere* [2]) kleine Moleküle in die Struktur einlagern. Am Beispiel von β - $CrF_3 \cdot 0,05H_2O \cdot 0,06NH_3$ wird gezeigt, dass mittels *PulseTA*[®] nicht nur die TG-Auswertung bezüglich des NH_3 -Gehalts korrekt vorgenommen sondern auch alle wichtigen Details des thermischen Verhaltens eines hydrolysegefährdeten Fluorids quantitativ beschrieben werden können. Voraussetzung hierfür ist u.a. eine Kalibrierung des Ionenstrom-Signals für F bzw. HF. Aufbauend auf den Empfehlungen in [3] wird eine Methode unter Verwendung von $NaHF_2 \cdot nH_2O$ vorgestellt. Zur Massenzahl m/e 20 tragen neben HF^+ auch $H_2^{18}O^+$ und Ar^{++} bei, so dass m/e 19 (F^+ , H_3O^+) als für HF charakteristische Massenzahl ausgewertet wird.

- [1] M. Feist, M. Wloka, M. Epple, E. Post, E. Kemnitz, *J. Mater. Chem.* **8** (1998) 433.
- [2] D.-H. Menz, *J. Therm. Anal.* **28** (1992) 321.
- [3] M. Maciejewski, A. Baiker, *Thermochim. Acta* **295** (1997) 95.