

Berichte aus der Chemie

**Andreas Helmut Adams**

**Strukturelle Untersuchung  
von V-Mo-(W-)Mischoxid-Materialien  
zur Oxidationskatalyse**

Shaker Verlag  
Aachen 2004

**Bibliografische Information der Deutschen Bibliothek**

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Zugl.: Darmstadt, Techn. Univ., Diss., 2004

Copyright Shaker Verlag 2004

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 3-8322-3116-1

ISSN 0945-070X

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: [www.shaker.de](http://www.shaker.de) • eMail: [info@shaker.de](mailto:info@shaker.de)

**Andreas Helmut Adams:**

*“Strukturelle Untersuchung von V-Mo-(W-)Mischoxid-Materialien zur Oxidationskatalyse”*

Viele Prozesse in der chemischen Industrie basieren heute auf heterogener Katalyse. Daher ist die heterogene Katalyse eine Schlüsseltechnologie mit großem Innovationspotential. Trotz der breiten Anwendung der heterogenen Katalyse sind die detaillierten Abläufe am Katalysator nur bei einem Teil der Reaktionen bekannt und verstanden. Oft bestehen die Katalysatoren aus einer Vielzahl unterschiedlicher Phasen und beinhalten verschiedene Elemente in unterschiedlichen Oxidationszuständen, was eine genaue Charakterisierung erschwert.

Inhalt dieser Arbeit ist die strukturelle Aufklärung des Vanadium-Molybdän-(Wolfram)-Sauerstoff-Systems. Hierfür wurden sowohl thermodynamisch stabile Mischoxide aus einem modifizierten Festkörperpräparationsverfahren untersucht als auch metastabile Katalysatorproben, die auf naßchemischem Wege aus den Ammoniumsalzen der Metalle gewonnen wurden; eine Methode, die auch bei der industriellen Katalysatorherstellung Anwendung findet. Bei den verschiedenen Mischoxidserien wurden mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie Phasenanalysen durchgeführt. Ebenso wurden die Oberflächenstruktur und die Elementverteilung innerhalb der Proben im Rasterelektronenmikroskop betrachtet. Desweiteren wurden Experimente zur Stabilität der Phasen in Abhängigkeit von Temperatur und Atmosphäre durchgeführt.

Bei den Proben aus der modifizierten Festkörperpräparation wurden vor allem die strukturellen Veränderungen beim Einbau von Molybdän in Vanadiumpentoxid untersucht. Es zeigt sich eine systematische Änderung der Sauerstoffkoordinationssphäre um die Metallatome in Abhängigkeit des Dotierungsgrads.

Die Phasenanalyse der Proben aus dem technischen Herstellungsverfahren ergab eine Zusammensetzung aus  $\alpha$ - $\text{MoO}_3$  und den metastabilen Vanadium-Molybdän-Mischoxidphasen  $h$ - $(\text{V},\text{Mo})\text{O}_3$ , einem vanadiumdotierten hexagonalen Molybdäntrioxid, und  $(\text{V},\text{Mo})_2\text{O}_5$ , das strukturell mit Vanadiumpentoxid verwandt ist.

Die wolframhaltigen Proben aus technischer Herstellung mit einem fixen Vanadium-Molybdän-Verhältnis von  $\text{V}/\text{Mo} = 0,25$  bestehen aus den zwei metastabilen Mischoxidphasen der  $h$ - $(\text{V},\text{Mo})\text{O}_3$  und  $(\text{V},\text{Mo})_2\text{O}_5$  sowie Wolframtrioxid. Die Zumischung von Wolfram bewirkt, daß sprühtrocknete Proben mit einem Wolframgehalt  $\geq 1,5$  röntgenamorph werden. Das beweist, daß Wolfram als strukturstabilisierende Komponente wirkt.

Temperaturprogrammierte XRD-Experimente zeigen bei den wolframfreien Proben eine Umwandlung in die thermodynamisch stabilen Oxide bei einer Temperatur von 500 – 550 °C an Luft. Die wolframhaltigen Proben weisen nach der Temperaturbehandlung zusätzlich zu  $\alpha$ - $\text{MoO}_3$  und  $\text{V}_2\text{MoO}_8$  auch  $\beta$ - $\text{MoO}_3$  auf, das strukturell mit monoklinem Wolframtrioxid verwandt ist. Dieses Phänomen läßt den Schluß zu, daß es zur Bildung eines Mo-W-Mischoxides kommt, dessen Struktur vom Wolfram stabilisiert wird.

Ortsaufgelösten EDX-Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop zeigten, daß Wolframoxid neben den V-Mo-Mischoxiden in den frischen Katalysatorproben vorliegt, während temperaturbehandelte Proben deutliche Bereiche einer Mischung von Molybdän und Wolfram in oxidischer Form aufwiesen.