

Zur Synthese und Struktur
ternärer Alkalimetall - Osmium- und
Rutheniumhydride

Von der Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften
der Rheinisch - Westfälischen Technischen Hochschule Aachen zur
Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der
Naturwissenschaften genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Diplom - Chemiker

Thomas Sommer

aus Immerath, jetzt Erkelenz

Berichter : Universitätsprofessor Dr. W. Bronger
Universitätsprofessor Dr. H. Lueken

Tag der mündlichen Prüfung: 7. Juli 2000

Berichte aus der Chemie

Thomas Sommer

**Zur Synthese und Struktur ternärer
Alkalimetall - Osmium- und Rutheniumhydride**

D 82 (Diss. RWTH Aachen)

Shaker Verlag
Aachen 2000

Die Deutsche Bibliothek - CIP-Einheitsaufnahme

Sommer, Thomas:

Zur Synthese und Struktur ternärer Alkalimetall-Osmium-
und Rutheniumhydride/Thomas Sommer.

Aachen: Shaker, 2000

(Berichte aus der Chemie)

Zugl.: Aachen, Techn. Hochsch., Diss., 2000

ISBN 3-8265-8103-2

Copyright Shaker Verlag 2000

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

Printed in Germany.

ISBN 3-8265-8103-2

ISSN 0945-070X

Shaker Verlag GmbH • Postfach 1290 • 52013 Aachen

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

Internet: www.shaker.de • eMail: info@shaker.de

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit vom 01.08.1996 bis 15.05.2000 unter der Leitung von Universitätsprofessor Dr. W. Bronger am Institut für Anorganische Chemie der Rheinisch - Westfälischen Technischen Hochschule Aachen durchgeführt.

Herrn Universitätsprofessor Dr. W. Bronger danke ich für die Stellung des Themas und die Betreuung dieser Arbeit.

Herrn Universitätsprofessor H. Lueken danke ich für die freundliche Übernahme des Korreferates.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. P. Müller, Frau Dr. Gudrun Auffermann und Herrn Dr. J. Huster für die Durchführung der Neutronenbeugungsexperimente und die Aufnahme der Röntgendiffraktogramme, sowie Herrn Dipl. Phys. F. Hüning für die Durchführung der magnetischen Messungen und Frau Sonja Hasenberg für deren Vorbereitung.

Ebenfalls möchte ich mich bei den Mitarbeitern der Werkstatt für den Bau und die Instandhaltung der Autoklaven bedanken, ohne die diese Arbeit nicht hätte entstehen können.

Allen Freunden und Kollegen schulde ich Dank für viele Anregungen, Diskussionen und Hilfestellungen.

Cześć wujek

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Darstellung binärer und ternärer Hydride	3
2.1 Ausgangssubstanzen	3
2.2 Synthesemethoden	4
2.2.1 Allgemeine Arbeitstechnik	4
2.2.2 Synthese der Alkalimetallhydride	4
2.2.3 Synthese der ternären Hydride	5
3. Untersuchungsmethoden	7
3.1 Röntgenographische Untersuchungen	7
3.2 Neutronenbeugungsexperimente	8
3.3 Messung der magnetischen Suszeptibilitäten	13
3.4 Verwendete Computerprogramme	13
4. Natrium - Osmium (IV) - und Natrium - Ruthenium (IV) - Hydride	14
4.1 Synthese, Struktur und Eigenschaft des ternären Hydrids Na_3OsH_7	14
4.2 Die Hochtemperaturmodifikation des Na_3OsH_7	24
4.3 Untersuchungen zum Magnetismus	32
4.4 Synthese und Struktur des ternären Hydrids Na_3RuH_7	34
5. Ternäre Osmium (IV) - und Ruthenium(IV) - Hydride der schweren Alkali - metalle	36
5.1 Versuchsergebnisse	36
5.2 Strukturbestimmung von $\text{K}_{3-x}\text{RuH}_{7-x}$, $\text{K}_{3-x}\text{OsH}_{7-x}$, $\text{Rb}_{3-x}\text{RuH}_{7-x}$, $\text{Rb}_{3-x}\text{OsH}_{7-x}$ und $\text{Cs}_{3-x}\text{RuH}_{7-x}$	37
5.3 Die Tieftemperaturmodifikation	57
5.4 Untersuchungen zum Magnetismus	65

II

6. Ternäre Osmium (VI) - Hydride der Alkalimetalle Rubidium und Cäsium	66
6.1 Synthese und Struktur des ternären Deuterids Cs_3OsD_9	66
6.2 Die Tieftemperaturmodifikation des Cs_3OsD_9	73
6.3 Synthese und Struktur des ternären Hydrids Rb_3OsH_9	76
7. Zusammenfassung	78
8. Anhang	80
9. Literatur	128