



UNIVERSITÄT
BAYREUTH

Universität Bayreuth
95447 Bayreuth

Anorganische Chemie III

Metall-Organic-Framework (MOF)

Justus Friedrich
Studiengang: B.Sc. Chemie
4. Fachsemester

Matrikelnummer: 1956010
E-Mail: bt725206@myubt.de

1. Juni 2025

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Einführung	1
1.2	Ziel des Versuchs	1
2	Durchführung	2
2.1	Durchführung	2
3	Auswertung	3
3.1	Porenanalyse MOFs	3
3.1.1	Porenanalyse Porenanalyse	3
3.1.2	Porenanalyse Fe-Mil-53-H	3
3.1.3	Porenanalyse Al-Mil-53-NH ₂	4
3.1.4	Porenanalyse Fe-Mil-53-NH ₂	5
3.2	Iodkammer-Experiment	6
4	Zusammenfassung	7
5	Literaturverzeichnis	8

1 Einleitung

1.1 Einführung

MOFs gehören zu den Mikroporösen Materialien und werden nicht nur wegen ihrer hohen Gas adsorbier Fähigkeit und ihrer Möglichkeit als Katalysator immer Relevanter. Daher wird in der letzten Zeit sehr aktive Forschung an MOFs.¹

1.2 Ziel des Versuchs

Das Ziel dieses Versuchs ist es in einer 2er-Gruppe 4 verschiedene MOFs herzustellen. Diese werden dann miteinander verglichen und die Struktur mittels eines Pulverdiffraktogramms untersucht. Außerdem wird das Adsorbier-Verhalten in eine Iodkammer untersucht

2 Durchführung

2.1 Durchführung

Es werden, um den entsprechenden MOF herzustellen, der Linker und das Metallchlorid werden in den Mengen die die Tabelle 1 beschreibt in 5 mL Dimethylformamid gelöst. Die Lösung wird dann in einen Autoklav überführt, und für 30 min bei 140 °C bei autogenen Druck zur Reaktion gebracht

Tabelle 1: Zeigt die benötigten Reaktanten für die Synthese von Al-MIL-53-H, Fe-MIL-53-H, Al-MIL-53-NH₂, Fe-MIL-53-NH₂.²

MOF	Einwaage MCL_3	Einwaage Linker
Al-MIL-53-H	123.4 mg $AlCl_3$	172.3 mg Terephtalsäure
Fe-MIL-53-H	138.2 mg $FeCl_3$	172.3 mg Terephtalsäure
Al-MIL-53-NH ₂	123.4 mg $AlCl_3$	187.8 mg Aminoterephtalsäure
Fe-MIL-53-NH ₂	138.2 mg $FeCl_3$	187.8 mg Aminoterephtalsäure

Das entstandene Produkt wird in ein Zentrifugenglas überführt, und für 5 min bei 5000 Umdrehungen die Minute zentrifugiert. Das DMF wird dekantiert und entsorgt. Anschließend wird das Produkt mit Wasser aufgeschwemmt und erneut zentrifugiert und dekantiert. Der Prozess wird mit Ethanol wiederholt. Nachdem das Ethanol abdekantiert ist, wird das Produkt im Trockenschrank getrocknet.²

Vom dem MOFs werden XRDs aufgenommen. Anschließend wird eine Spatelspitze der MOFs in ein Rollglas gegeben und mit etwas Iod auf 50 °C erhitzt. Dabei wird das Verhalten beobachtet.

3 Auswertung

3.1 Porenanalyse MOFs

3.1.1 Porenanalyse Porenanalyse

Um zu bestimmen, ob das MOF Al-MIL-53-H im Large-Pore- oder im Narrow-Pore-Typ vorliegt, wird das aufgenommene Pulverdiffraktogramm mit Referenzmustern verglichen. Dieser Vergleich ist in Abbildung 1 dargestellt.

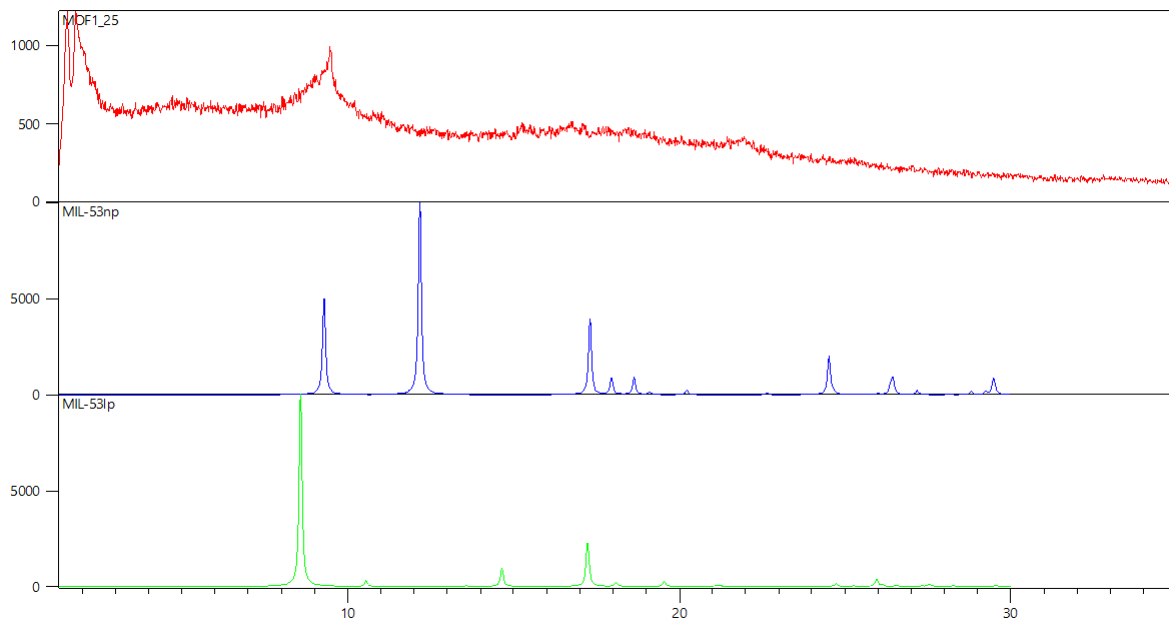


Abbildung 1: Es wird das Pulverdiffraktogramm von Al-MIL-53-H (rot) und die Referenzreflexe von MIL-53 narrow-pore (blau) Large-pore (grün) abgebildet

Aus Abbildung 1 lässt sich der Porentyp des hergestellten MOFs aufgrund der schwachen Reflexe nur schwer eindeutig bestimmen. Allerdings scheint eine bessere Übereinstimmung der Reflexe mit denen des Narrow-Pore-Typs vorzuliegen. Daher wird das hergestellte MOF Al-MIL-53-H dem Narrow-Pore-Typ zugeordnet.

3.1.2 Porenanalyse Fe-MIL-53-H

In Abbildung 2 ist das Pulverdiffraktogramm von Fe-MIL-53-H zusammen mit den Referenzmustern dargestellt. Auch in diesem Fall ist eine eindeutige Zuordnung der Reflexe schwierig. Mithilfe der im Programm HighScore Plus generierten Peakliste (Reflexe bei 9.02°, 16.47° und 18.13°) lassen sich die Peaks jedoch dem Large-Pore-Typ zuordnen.

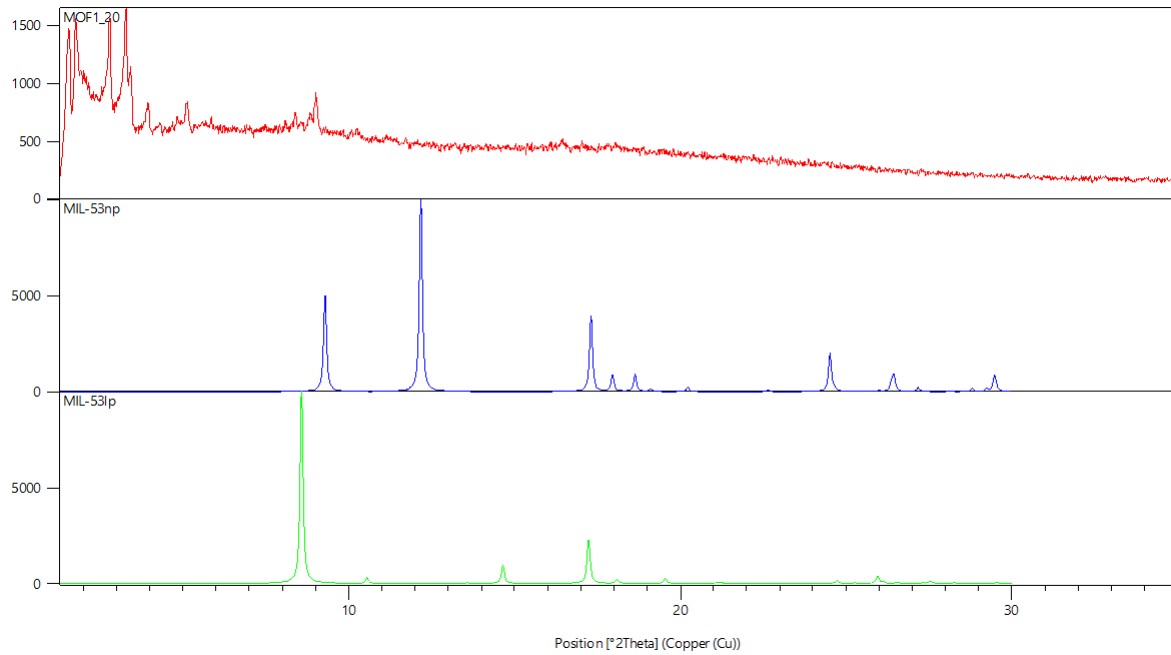


Abbildung 2: Es wird das Pulverdiffraktogramm von Fe-MIL-53-H (rot) und die Referenzreflexe von MIL-53 narrow-pore (blau) und Large-pore (grün) abgebildet

3.1.3 Porenanalyse Al-MIL-53-NH₂

In Abbildung 3 ist das Pulverdiffraktogramm von Al-MIL-53-NH₂ gemeinsam mit den Referenzmustern dargestellt. Aus Abbildung 3 geht hervor, dass Al-MIL-53-NH₂ in der Large-Pore-Konformation

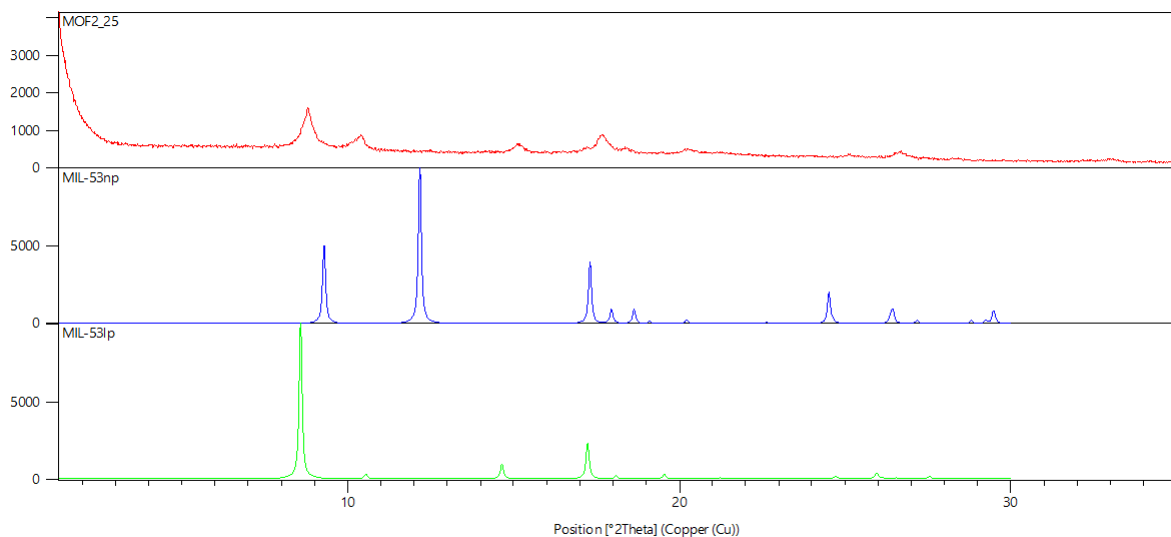


Abbildung 3: Es wird das Pulverdiffraktogramm von Al-MIL-53-NH₂ (rot) und die Referenzreflexe von MIL-53 narrow-pore (blau) und Large-pore (grün) abgebildet

vorliegt. Dies lässt sich anhand der Übereinstimmung der gemessenen Reflexe mit denen des Large-Pore-Referenzmusters erkennen.

3.1.4 Porenanalyse Fe-MIL-53-NH₂

In Abbildung 4 ist das Pulverdiffraktogramm von Fe-MIL-53-NH₂ gemeinsam mit den Referenzmustern dargestellt.

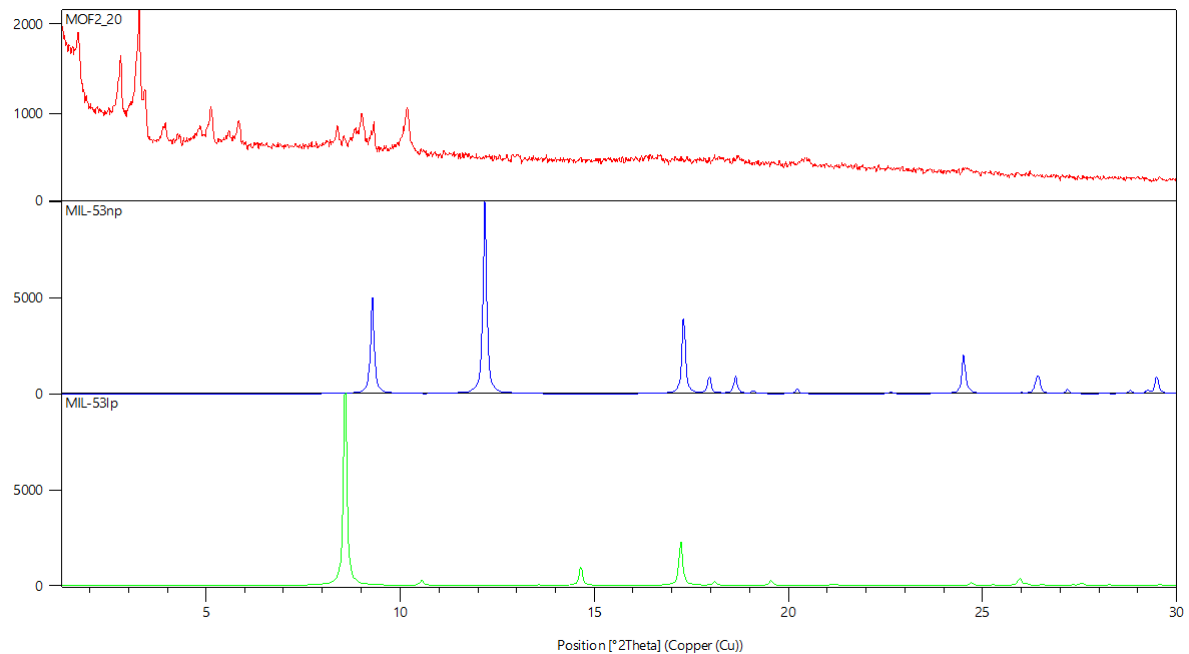


Abbildung 4: Es wird das Pulverdiffraktogramm von Al-MIL-53-NH₂ (rot) und die Referenzreflexe von MIL-53 narrow-pore (blau) und Large-pore (grün) abgebildet

Aus Abbildung 4 lässt sich nicht eindeutig erkennen, ob das MOF in der Narrow-Pore- oder in der Large-Pore-Konformation vorliegt. Die im Programm erstellte Peakliste liefert jedoch Hinweise auf die Large-Pore-Anordnung, da kleinere Reflexe bei 9.33°, 10.18°, 16.53° und 18.72° auftreten.

3.2 Iodkammer-Experiment

4 Zusammenfassung

5 Literaturverzeichnis

Literatur

- (1) Thomas-Hillman, I.; Laybourn, A.; Dodds, C.; Kingman, S. W., *Realising the environmental benefits of metal–organic frameworks: recent advances in microwave synthesis*; 25, 2018; Bd. 6, S. 11564–11581.
- (2) Breu, J.; Senker, J., *Praktikum Präparative Anorganische Chemie*, 2025, S. 31–38.