

Wasserstoffinduzierte Reduktion von CuO: Quantitative Bestimmung des Massenverlusts (TG) und Qualitative Bestimmung des Schmelzens (DSC) in einer einzigen Messung

Dr. Carolin Fischer, Applications Laboratory Selb

Einleitung

Die Reduktion von Kupferoxid (CuO)-Pulver zu metallischem Kupfer (Cu) unter Verwendung von Wasserstoffgas ist eine bekannte Redoxreaktion, die sowohl in der Forschung als auch in industriellen Anwendungen eine wichtige Rolle spielt. Technisch wird dieses Verfahren in Bereichen wie der Pulvermetallurgie, der Katalysatorherstellung und bei elektronischen Materialien eingesetzt, wo eine kontrollierte Reduktion von Metalloxiden erforderlich ist, um hochreine Metalle mit maßgeschneiderten Mikrostrukturen zu erhalten. Darüber hinaus werden Reduktionsprozesse auf Wasserstoffbasis zunehmend als nachhaltige Alternativen zu metallurgischen Verfahren auf Kohlenstoffbasis untersucht, da sie die CO₂-Emissionen erheblich reduzieren können.

Die Untersuchung dieser Reaktion mittels simultaner thermischer Analyse (STA), die Thermogravimetrie (TG) und Differential-Scanning-Kalorimetrie (DSC) kombiniert, ist besonders wichtig. Die STA ermöglicht eine präzise Überwachung des Massenverlusts, der mit der Sauerstofffreisetzung während der Reduktion einhergeht, und gleichzeitig die Erfassung thermischer Effekte.

Diese mit der STA *Jupiter*® durchgeführte Studie überwachte nicht nur die Reduktion von CuO zu Cu. Eine weitere Aufheizung auf die Schmelztemperatur von Kupfer bewies die Reinheit des erhaltenen Kupferpulvers.

Messbedingungen

Die Messbedingungen sind in Tabelle 1 aufgeführt.

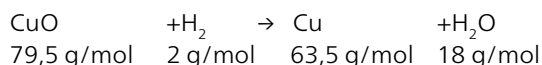
Tabelle 1 Messbedingungen

Gerät	STA <i>Jupiter</i> ®
Ofen	Platin
Probenträger	TG-DSC, Typ S
Probenmasse	5,11 mg
Tiegel	Pt mit Al ₂ O ₃ -Liner und gelochtem Deckel
Atmosphäre	Ar 95 % + Wasserstoff 5 %
Gasfluss	70 ml/min
Temperaturprogramm	RT - 1150 °C
Heizrate	20 K/min

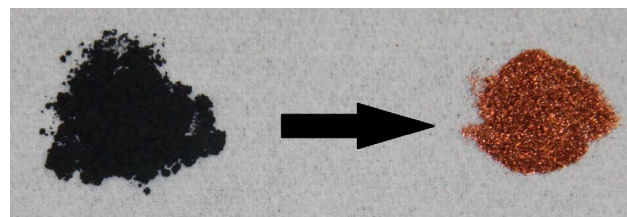
APPLICATIONNOTE Wasserstoffinduzierte Reduktion von CuO: Quantitative Bestimmung des Massenverlusts (TG) und Qualitative Bestimmung des Schmelzens (DSC) in einer einzigen Messung

Ergebnisse und Diskussion

In Abbildung 1 sind die TG-DSC-Ergebnisse der Kupferreduktion unter wasserstoffhaltiger Atmosphäre dargestellt. Die TG-Kurve zeigte einen Massenverlust von 20,1 % zwischen 150 °C und 350 °C mit einem Peak in der Massenverlustrate (DTG) bei 316 °C. Dieser Effekt ging mit einer exothermen Reaktion mit Spitzenwerten bei 276 °C und 335 °C und einer Gesamtenthalpie von 873 J/g einher. Der beobachtete Massenverlust entsprach genau den aus der Stöchiometrie abgeleiteten Erwartungen.



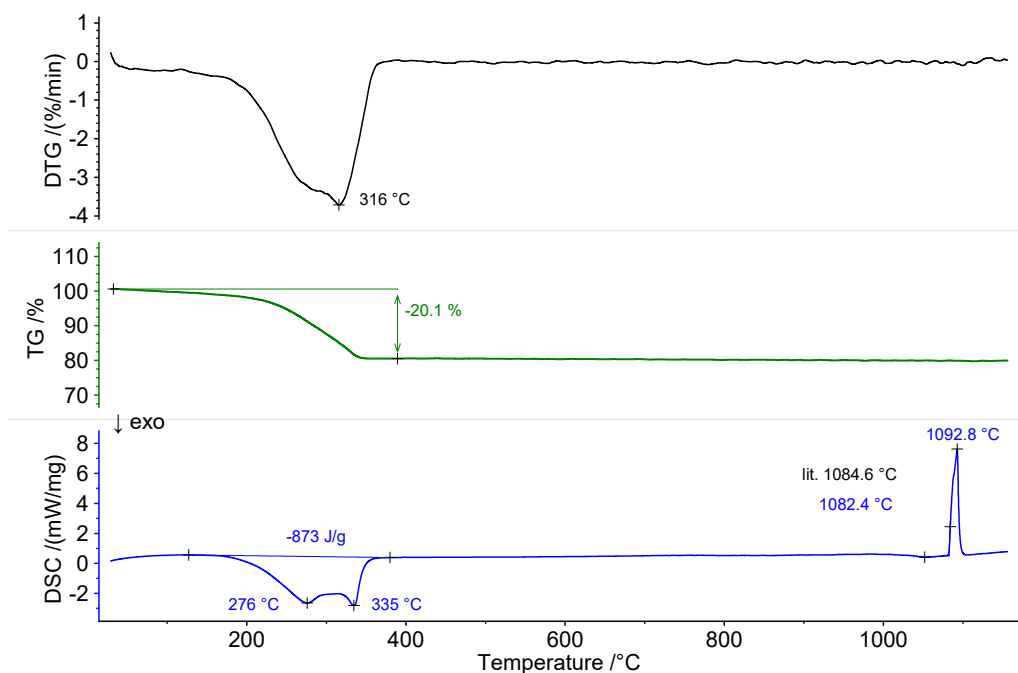
Weiteres Aufheizen führte zu einer stabilen Masse und einem endothermen Effekt, was mit nur wenig Abweichung auf das Schmelzen des Cu mit einem in der Literatur bekannten Schmelzpunkt von 1084,6 °C zurückgeführt werden kann. Die extrapolierte Anfangstemperatur wurde bei 1082,4 °C ermittelt. Die Probe veränderte sich optisch von schwarzem Pulver zu roten Agglomeraten, siehe Abbildung 2.



2 Optische Veränderung der Probe: Vor der Messung (schwarz, links) und nach der Messung (rechts, rot)

Zusammenfassung

Die robuste STA *Jupiter*®-Serie ermöglicht in einer einzigen, gut kontrollierten Messung unter H₂-haltiger Atmosphäre die präzise Erfassung der vollständigen CuO → Cu-Umwandlung und, sobald metallisches Kupfer gebildet ist, die Ermittlung des korrekten Schmelzpunkts bei etwa 1084 °C im selben Experiment. Für die pulvermetallurgische Forschung bedeuten diese Möglichkeiten direkte praktische Vorteile: schnelles Screening von Oxidpulvern und Additiven, Optimierung von Reduktionsplänen und Ofeneinstellungen mit nur geringen Probenmengen im mg-Bereich.



1 Temperaturabhängige Massenänderung (TG, grün), Massenänderungsrate (DTG, schwarz) und Wärmeflusskurve (DSC, blau)