

PREPARATION ET PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES DE L'HYDRURE D'ALUMINIUM $\text{AlH}_3\gamma$

P. CLAUDY, B. BONNETOT et J. M. LETOFFE

Laboratoire de Physico-Chimie Minérale associé au C. N. R. S. N° 116.
Institut National des Sciences Appliquées — 20, avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne
Cedex, France.

(Reçu le 23 Novembre 1977; sous forme révisée le 17 Janvier 1978)

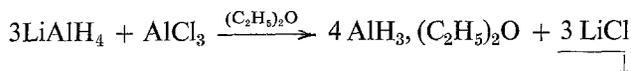
γ Aluminium hydride has been synthesised. Thermogravimetry has been used to investigate the thermal decomposition of this phase and the desolvation of $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3 \cdot (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$. Differential thermal analysis of $\gamma\text{-AlH}_3$ shows an exothermic effect due to transformation to $\alpha\text{-AlH}_3$, followed by the endotherm of $\alpha\text{-AlH}_3$ decomposition. A structure of alanate type is proposed for $\alpha\text{-AlH}_3$.

La synthèse de l'hydrure d'aluminium AlH_3 a fait l'objet de nombreuses recherches jusqu'alors. Plusieurs méthodes ont été proposées, utilisant l'éther éthylique comme solvant et conduisant à la forme cristalline α :

- action de BeCl_2 sur LiAlH_4 [1]
- action de H_2SO_4 sur LiAlH_4 [2]
- action de ZnCl_2 sur LiAlH_4 [3, 4]

Récemment une méthode a été proposée [5–7] utilisant le chlorure d'aluminium et l'alanate de lithium.

Les études précédentes [6] ont montré que l'action de AlCl_3 sur LiAlH_4 s'effectue suivant l'équation:



L'hydrure obtenu n'est pas désolvatable, le départ d'éther s'effectuant simultanément avec l'hydrogène. Choury et coll. ont conclu à une structure de type alanate, la molécule d'éther stabilisant le produit [8].

En revanche, d'après Schmidt [5], l'hydrure d'aluminium est obtenu en opérant avec un excès d'alanate de lithium. Suivant divers traitements effectués sur le solide ou la solution éthérée (lavage à l'éther, séchage, précipitation dans du benzène) différentes formes cristallines de AlH_3 auraient été synthétisées.

Aucune donnée physico-chimique n'a été publiée à ce jour si ce n'est les diagrammes de diffraction X [5].

Préparation de $\text{AlH}_3\gamma$

Nous nous sommes intéressés à cette forme cristalline de l'hydrure d'aluminium car elle présente une stabilité dans le temps plus grande que les autres, exception faite de la forme α [5].

Conditions opératoires

L'ensemble des manipulations (prélèvements, pesées pour analyse) s'effectue en boîte à gants, sous atmosphère d'argon constamment recyclé. Le dispositif de purification a déjà été décrit [9].

L'éther éthylique (Carlo Erba R. P. E.) est placé sur tamis moléculaire 4 Å préalablement déshydratés sous vide poussé à 300°.

LiAlH_4 (Alpha Ventron) est dissout dans l'éther, la solution obtenue est filtrée puis dosée.

AlCl_3 (Carlo Erba) est d'une pureté de 98 %.

Mode opératoire

100 cm³ de solution étherée de chlorure d'aluminium 0.39 M sont ajoutés rapidement à 200 cm³ d'une solution étherée 0.78 M d'alanate de lithium suivant le rapport molaire $\frac{\text{LiAlH}_4}{\text{AlCl}_3} = 4$.

La solution obtenue est immédiatement filtrée pour éliminer LiCl qui précipite.

La solution est alors évaporée et un produit blanc est obtenu puis séché à 65° pendant 3 heures. Après refroidissement, le produit est lavé à l'éther, filtré, séché à température ambiante sous 10⁻³ torr pendant 12 heures.

Un produit gris blanc est récupéré, peu réactif à l'air. L'analyse indique qu'il s'agit d' AlH_3 exempt de solvant. Quelques traces de lithium sont présentes.

Analyse AlH_3		
	Li %	H %
Théorique	0	10.08
Expérimental	0.62	9.98

Remarques

– La température de séchage du produit après évaporation doit être située entre 60 et 65° au maximum. Lors d'un essai effectué pendant 4 heures à 70°, le produit s'est partiellement décomposé et environ 15% d'aluminium était présent dans le produit.

– Le lavage à l'éther du produit après séchage doit être effectué au moins 2 fois pour éliminer, entre autres, LiAlH_4 et des traces de LiCl .

Le produit est ensuite stocké en ampoules scellées sous vide et maintenues à -190° afin de ralentir la cinétique de décomposition.

Propriétés physico-chimiques

Partie expérimentale

Analyse radiocristallographique

Les diagrammes de diffraction X ont été réalisés à l'aide d'un générateur Philips PW 1120 (radiation $K\alpha$ du cuivre, chambre cylindrique Debye Sherrer de 360 mm), l'échantillon étant placé sous argon dans un capillaire en verre, puis scellé.

Mesure de masse volumique. Thermogravimétrie

Nous avons utilisé une microbalance MTB 10 de Setaram, équipée d'un programmeur PRT 3000 Setaram, d'un enregistreur 6 voies Rikadenki et d'un dérivateur DT 25 Setaram. Cette microbalance est équipée d'un dispositif de détection et d'analyse des gaz dégagés précédemment décrit [10, 11]. Nous rappelons ici pour mémoire que tous les gaz autres que le méthane et l'hydrogène sont piégés

Tableau 1
Diagramme de diffraction X de $\text{AlH}_3\gamma$

Intensité	d, Å	d, Å [5]	Intensité	d, Å	d, Å [5]
F	4.57	4.55 (30)	f	1.515	1.51 (3)
TF	4.35	4.33 (63)	f	1.489	1.48 (7)
f	3.94	3.93 (18)	f	1.456	1.45 (7)
F ⁺	3.67	3.69 (75)	f	1.442	1.438 (8)
F	3.47	3.48 (50)	f	1.426	1.419 (8)
tf _L	3.28		f	1.403	1.398 (9)
F	3.03	3.02 (50)	f	1.369	1.361 (4)
F ⁺	2.89	2.88 (100)	f	1.343	1.336 (15)
f	2.69	2.68 (25)	f _L	1.309	
tf _L	2.56		f	1.287	
m	2.40	2.40 (30)	f ⁺	1.234	
F	2.32	2.31 (75)	f	1.220	
f	2.26	2.26 (25)	f	1.168	
F	2.08	2.08 (40)	f	1.155	
f	2.02		tf _L	1.137	
tf	1.971	1.96 (2)	f _L	1.108	
f	1.862	1.85 (5)	tf	1.089	
f	1.812	1.80 (5)	f	0.998	
m	1.763	1.75 (13)	f	0.962	
m	1.734	1.73 (8)	f	0.939	
m	1.711	1.705 (18)	tf	0.930	
m	1.665	1.66 (10)	tf _L	0.916	
f _L	1.614	1.61 (4)	tf _L	0.906	
f	1.552	1.545 (10)	tf _L	0.893	
m ⁺	1.529	1.525 (25)	f _L	0.882	

L = large

et analysés. Le mode opératoire et les techniques de manipulation des substances sensibles ont déjà été décrits [6, 7]. Les masses de produits étaient de l'ordre de 10 mg pour des vitesses de chauffe de $1^\circ/\text{mn}$.

Analyse thermique différentielle

Les courbes d'analyse thermique différentielle ont été obtenues au moyen d'un appareillage Mettler TA 2000. Les produits sont placés dans des nacelles en aluminium serties en boîte à gants. Les masses ont varié de 1 à 2 mg.

Résultats

Analyse radiocristallographique

Le diagramme obtenu est reporté dans le tableau 1. Il diffère totalement de celui obtenu pour la forme α [5] et est en bon accord avec celui proposé par Schmidt et coll. [5].

Détermination des masses volumiques

Afin de s'affranchir, en particulier, des problèmes de mouillage inhérents à la pycnométrie, nous avons utilisé une thermobalance MTB 10 de Setaram.

a) *principe des mesures*

2 nacelles en duralumin ont été réalisées, de capacité 2 cm^3 environ, fermées par un fritté pour éviter tout départ de particules solides lors de la mise sous vide. Les 2 nacelles vides étant assujetties à la suspension de la thermobalance, le vide est effectué; un gaz est ensuite introduit jusqu'à obtenir une pression P dans l'installation. Une variation de poids ΔP_0 est observée, l'ensemble n'étant pas en général symétrique.

Le même processus est réalisé en remplissant une des nacelles du produit à étudier, d'où une variation ΔP de poids qui permet après calcul de connaître la masse volumique cherchée.

b) *mode opératoire*

La valeur ΔP_0 ayant été déterminée au préalable en fonction de la pression P régnant dans l'installation, les 2 nacelles sont introduites en boîte à gants. Le produit est pesé et mis dans une nacelle. Afin d'équilibrer la balance, du platine est pesé et placé dans l'autre nacelle. Les 2 nacelles sont introduites sous courant d'hydrogène dans la thermobalance qui est ensuite placée sous vide durant plusieurs heures jusqu'à stabilisation du poids. De l'argon est ensuite introduit jusqu'à une pression P mesurée avec précision à l'aide d'un manomètre à mercure. Le

poids s'étant stabilisé, la variation de poids ΔP_{exp} due à la poussée d'Archimède est mesurée ainsi que la température. Une pression P' supérieure à P peut être alors réalisée ou l'ensemble est remis sous vide pour une nouvelle mesure.

c) *Principe des calculs*

La variation de poids effective ΔP est calculée suivant:

$$\Delta P = \Delta P_{\text{exp}} - \frac{\Delta P_0 \cdot P_{\text{atm}}}{P} + \frac{m_{\text{pt}}}{d_{\text{pt}}} \cdot d_{\text{gaz}}$$

D'où le volume de l'échantillon est obtenu:

$$V_{\text{échantillon}} = \frac{\Delta P}{d_{\text{gaz}}}$$

La densité du gaz doit être déterminée dans les conditions expérimentales de température et de pression d'après l'équation de Van der Waals:

$$\left(P + \frac{a}{\bar{V}^2}\right)(\bar{V} - b) = RT \quad a, b \text{ coefficients du gaz utilisé}$$

D'où la connaissance de \bar{V} volume molaire et $d_{\text{gaz}} = \frac{M_{\text{gaz}}}{\bar{V}}$

$$\text{Donc: } d_{\text{éch}} = \frac{m_{\text{éch}}}{V_{\text{éch}}} = \frac{m_{\text{éch}} \cdot d_{\text{gaz}}}{\Delta P} = \frac{m_{\text{éch}} \cdot M_{\text{gaz}}}{\Delta P \cdot \bar{V}}$$

Soit finalement:

$$d_{\text{éch}} = \frac{m_{\text{éch}} \cdot M_{\text{gaz}}}{\bar{V} \left(\Delta P_{\text{exp}} - \Delta P_0 \cdot \frac{P_{\text{atm}}}{P} + \frac{m_{\text{pt}}}{d_{\text{pt}}} \cdot \frac{M_{\text{gaz}}}{\bar{V}} \right)}$$

d) *Résultats*

Nous avons utilisé l'argon en raison de sa masse volumique élevée en prenant $M = 39.94$, $P_{\text{atm}} = 760 \text{ mm Hg}$, $a = 1.345$, $b = 0.03219$ (15)
 $\Delta P_0 = 1.4133 \cdot 10^{-4} P + 3.30 \cdot 10^{-4}$, $d_{\text{pt}} = 21.45$

$$m_{\text{AlH}_3\gamma} = 260.8 \text{ mg}$$

$$m_{\text{pt}} = 257.5 \text{ mg}$$

exp	$\rho_{\text{AlH}_3\gamma}$
	g/cm ³
1	1.137
2	1.153
3	1.156

soit $\rho_{\text{AlH}_3\gamma} = 1.46 \pm 0.0009 \text{ g/cm}^3$

Par pycnométrie dans le *n*-pentane, nous avons trouvé pour $\text{AlH}_3\gamma$ $1.20 \pm 0.05 \text{ g/cm}^3$.

Il est à remarquer que la masse volumique de cet hydrure est éloignée de celle trouvée pour la forme α : $\rho = 1.480 \pm 0.01 \text{ g/cm}^3$ en accord avec celle déterminée par Turley et coll. [12] qui donne $\rho_{\text{AlH}_3, \alpha} = 1.477 \text{ g/cm}^3$.

Analyse thermogravimétrique

La courbe thermogravimétrique est représentée figure 1. La décomposition débute vers 60° et se termine à 115° . Aucune trace de LiAlH_4 n'est décelable. En revanche, de faibles quantités d'éther mises en évidence par microsublimation subsistent (2 à 3%).

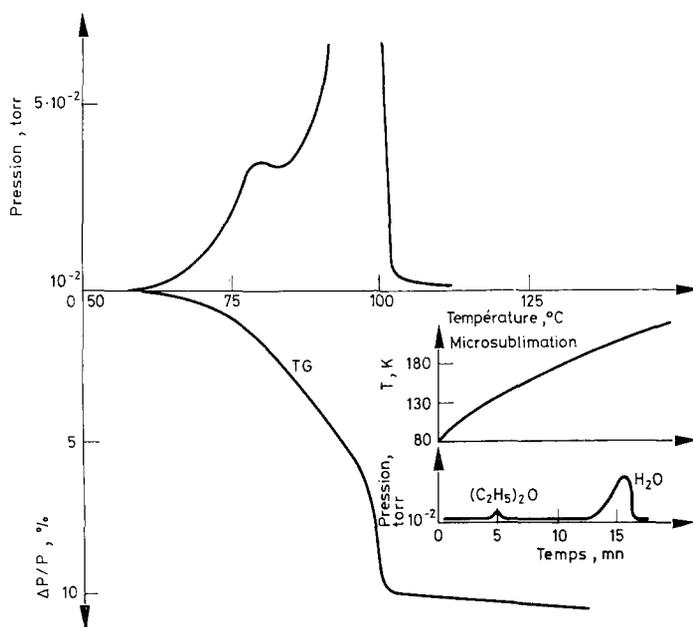


Fig. 1. Décomposition thermique de $\text{AlH}_3\gamma$: courbe thermogravimétrique (TG) et variation correspondante de la pression. Masse d'échantillon: 13.5 mg; vitesse de chauffe: $1^\circ \cdot \text{min}^{-1}$

Cet hydrure d'aluminium est donc beaucoup moins stable thermiquement que la forme α dont la décomposition n'intervient que vers 130° dans les mêmes conditions de chauffage et de pression [16].

Analyse thermique différentielle

Cette forme d'hydrure d'aluminium étant moins stable que la forme α , nous avons essayé de déterminer si ce produit subissait une transformation de phase avant décomposition. La courbe d'analyse thermique différentielle obtenue est

représentée figure 2. A 110° débute un pic exothermique correspondant à la transformation de phase supposée, puis la décomposition intervient à 150° , se traduisant par un pic endothermique d'aire légèrement supérieure à celle correspondant à l'effet thermique dû à la transition.

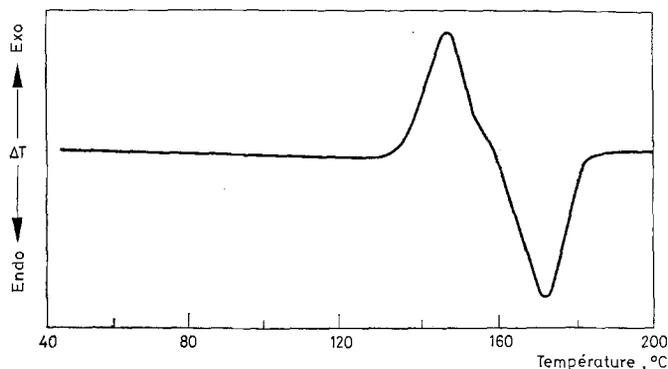


Fig. 2. Courbe ATD de $\text{AlH}_3\gamma$. Masse d'échantillon: 1.12 mg; vitesse de chauffe: $10^\circ \cdot \text{min}^{-1}$; atmosphère: Argon

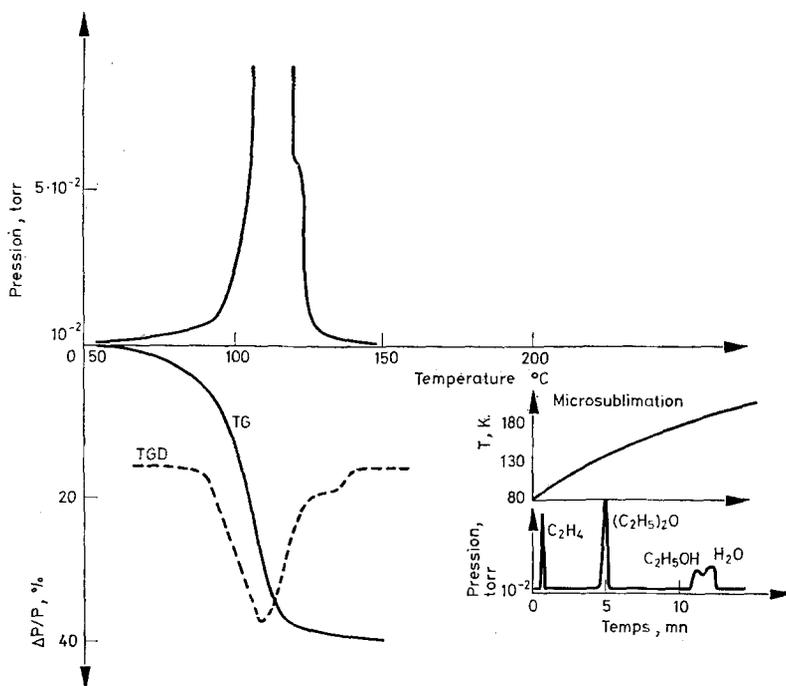


Fig. 3. Décomposition thermique de $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3 \cdot (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$: courbe thermogravimétrique (TG), courbe thermogravimétrique dérivée (TGD) et variation correspondante de la pression. Masse d'échantillon: 10.7 mg; vitesse de chauffe: $1^\circ \cdot \text{min}^{-1}$

Des manipulations en cours dont les résultats définitifs seront publiés ultérieurement permettent de situer l'enthalpie de transition de la réaction $\text{AlH}_3\alpha\gamma \rightarrow \text{AlH}_3\alpha$ vers $-1.6 \text{ kcal}\cdot\text{mol}^{-1}$ et l'enthalpie de décomposition de la réaction $\text{AlH}_3 \rightarrow \text{Al} + 3/2\text{H}_2$ vers $+2.6 \text{ kcal}\cdot\text{mol}^{-1}$.

Etude de la désolvation de $4 \text{ AlH}_3, (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ par thermogravimétrie

La réaction du chlorure d'aluminium en solution étherée sur l'alanate de lithium également en solution étherée est complexe et de nombreux points sont obscurs. De nombreux auteurs s'accordent à affirmer l'obtention de $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ en solution étherée lors de la réaction $3\text{LiAlH}_4 + \text{AlCl}_3 \rightarrow \text{Al}(\text{AlH}_4)_3(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O} + 3\text{LiCl}$.

Cet alanate d'aluminium se décompose dès 65° avec perte simultanée d'éther et d'hydrogène bien qu'il ait été signalé que parfois le départ d'éther s'effectue avant celui d'hydrogène [13].

La courbe thermogravimétrique est représentée figure 3.

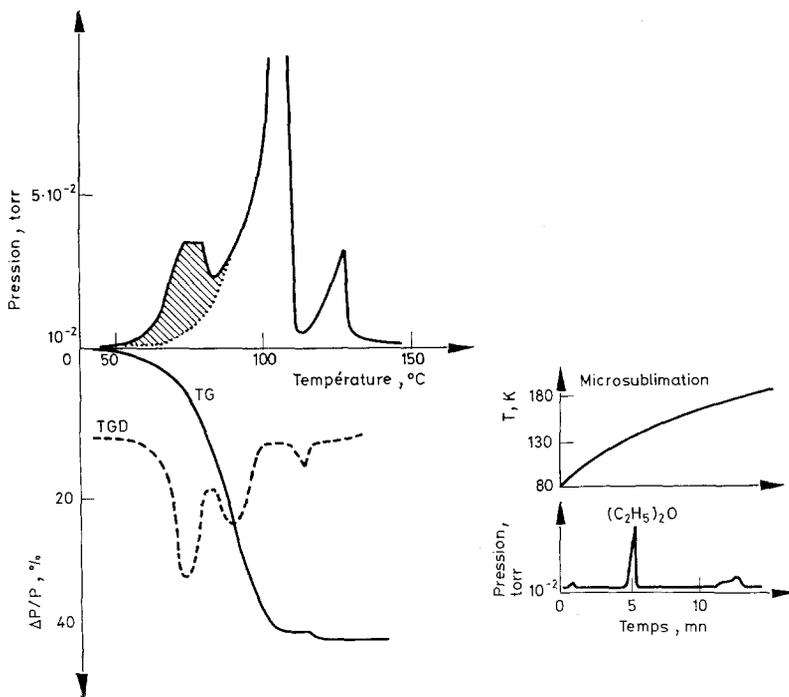


Fig. 4. Décomposition thermique de $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3, (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O} + \text{LiAlH}_4$ (mélange des poudres): courbe thermogravimétrique (TG), courbe thermogravimétrique dérivée (TGD) et variation correspondante de la pression. Masse d'échantillon: 12.3 mg; vitesse de chauffe: $1^\circ \cdot \text{min}^{-1}$

Plusieurs hypothèses concernant la désolvatation sont envisageables. L'excès de LiAlH_4 provoquerai la désolvatation de l'alanate formé ce qui serait surprenant puisque LiAlH_4 est une base de Lewis plus faible. La formation d'un complexe en solution $\text{LiAlH}_4, x\text{AlH}_3$, complexe qui à l'état solide se dismuterait en AlH_3 et LiAlH_4 semble séduisante bien qu'Ashby et coll. aient nié l'existence de complexe

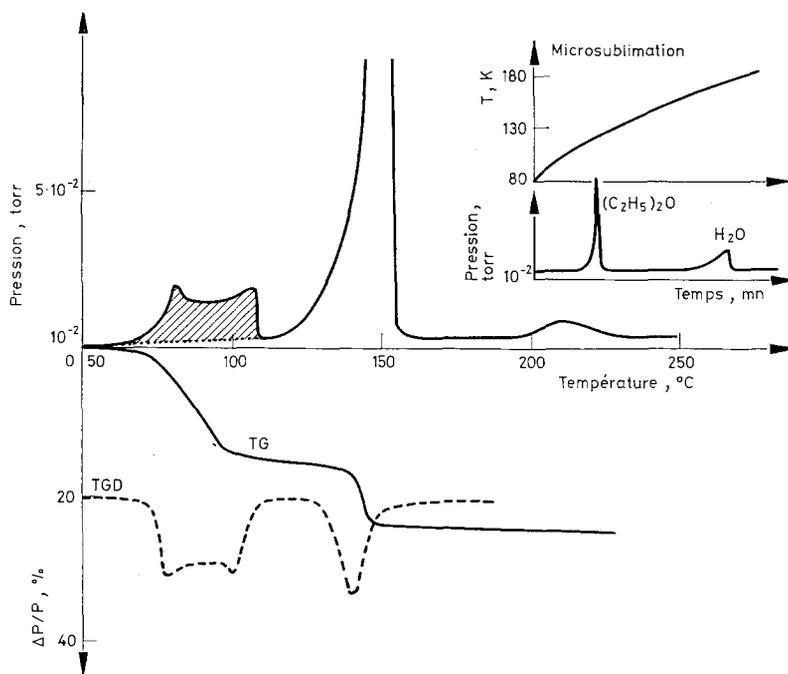


Fig. 5. Décomposition thermique de $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3, (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O} + \text{LiAlH}_4$ (obtenu par évaporation du mélange des solutions étherées): courbe thermogravimétrique (TG), courbe thermogravimétrique dérivée (TGD) et variation correspondante de la pression. Masse d'échantillon: 10.3 mg; vitesse de chauffe: $1^{\circ} \cdot \text{min}^{-1}$

entre LiAlH_4 et AlH_3 en solution étherée [14]. D'ailleurs le composé $\text{LiAl}_4\text{H}_{13}$ correspondant à $\text{LiAlH}_4, 3\text{AlH}_3$, et obtenu par Choury [6], contient un mélange de $\text{AlH}_3\alpha$ et $\text{AlH}_3\gamma$. En revanche beaucoup de raies du diagramme de diffraction X ne sont pas identifiées et ne sont pas imputables à LiAlH_4 .

Afin d'essayer de préciser certains points, nous avons isolé le produit solide étheré correspondant à $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3, (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ et l'alanate de lithium désolvaté LiAlH_4 solide. Nous avons finement mélangé les 2 poudres et effectué l'analyse thermogravimétrique.

La courbe thermogravimétrique est représentée figure 4.

La différence entre le thermogramme de l'alanate seul et celui du mélange est nette. L'éther de solvatation est extrait dès 50° tandis que simultanément une

légère décomposition de l'hydrure est observée. En microsublimation, l'éthylène est absent. Cette différence est encore plus nette au niveau de la courbe TGD puisque 2 pics apparaissent: l'un dû au départ d'éther, l'autre à la décomposition de l'hydrure formé.

Afin d'obtenir un mélange plus homogène, nous avons ajouté à une solution étherée d'hydrure d'aluminium une solution étherée d'alanate de lithium dans le rapport molaire $\frac{4\text{AlH}_3 \cdot (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}}{\text{LiAlH}_4} = 1$. La solution est ensuite évaporée, le solide est recueilli, puis séché à $60-65^\circ$ pendant 2 heures sous pression réduite (10^{-2} torr). Le diagramme de diffraction X indique la présence de $\text{AlH}_3\gamma$ et de LiAlH_4 .

La courbe thermogravimétrique obtenue est représentée figure 5.

De l'éther reste présent mais son départ se situe avant la décomposition de l'hydrure d'aluminium. Puis l'hydrure et LiAlH_4 se décomposent en une seule étape puisqu'ensuite est visible la décomposition de Li_3AlH_6 en LiH . Il faut d'ailleurs noter la température anormalement basse à laquelle LiAlH_4 se décompose dans ce cas.

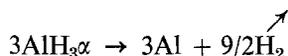
D'autres essais de désolvatation effectués en utilisant LiH ou NaAlH_4 se sont révélés infructueux.

Discussion

Tous ces résultats permettent d'avancer certaines hypothèses quant à l'obtention et la nature de $\text{AlH}_3\gamma$. La réaction entre AlCl_3 et LiAlH_4 forme $4\text{AlH}_3 \cdot (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ qui doit vraisemblablement former un complexe étheré avec LiAlH_4 ; l'éther peut être éliminé par un chauffage à $60-65^\circ$. Le complexe lors du séchage est décomposé pour donner l'hydrure d'aluminium et LiAlH_4 . Par lavage à l'éther, LiAlH_4 se dissout et l'hydrure est récupéré par filtration. En fait $\text{AlH}_3\gamma$ n'est que la forme désolvatée de l'alanate d'aluminium et sa formulation véritable serait $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3$. Cette hypothèse est renforcée par le fait que lors des manipulations d'ATD la transition exothermique observée s'accompagne d'une décomposition partielle du produit. De même en TG, un 1er pic de pression est observé dès 65° puis un 2ème beaucoup plus important survient dès $80-90^\circ$. Dans l'hypothèse d'une structure alanate pour $\text{AlH}_3\gamma$, l'effet exothermique est en fait la décomposition de l'alanate avec sa formation de $\text{AlH}_3\alpha$ suivant:



d'où l'explication du 1er pic de pression observé. Puis $\text{AlH}_3\alpha$ formé se décompose suivant:



ce qui explique le 2ème pic de pression. Une confirmation de l'existence de complexes en solution étherée entre AlH_3 et LiAlH_4 peut être apportée en utilisant la calorimétrie d'injection, mais les difficultés inhérentes à la sensibilité des solutions de LiAlH_4 et d' AlH_3 à l'air n'ont pu encore être surmontées.

Conclusion

Ce travail a permis de préciser le comportement thermique de $\text{AlH}_3\gamma$. L'étude de la désolvatation de $4\text{AlH}_3 \cdot (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ par LiAlH_4 nous incite à proposer une structure type alanate pour $\text{AlH}_3\gamma$ ainsi qu'un schéma de décomposition en accord avec différents phénomènes observés.

*

Ce travail a été effectué dans le cadre d'un contrat de recherches passé par le Laboratoire de Chimie Minérale avec la Direction des Recherches et Moyen d'Essai. Nous remercions bien vivement cet organisme ainsi que le Centre de Recherches ELF ERAP de Solaize de l'aide qu'ils nous ont apportée.

Bibliographie

1. E. C. ASHBY, J. R. SANDERS, P. CLAUDY, et R. D. SCHWARTZ, *Inorg. Chem.*, 12 (1973) 2860.
2. E. C. ASHBY, J. R. SANDERS, P. CLAUDY, et R. D. SCHWARTZ, *J. Am. Chem. Soc.*, 95 (1973) 6485.
3. H. C. BROWN, et H. M. YOUNG, *J. Am. Chem. Soc.*, 88 (1966) 1464.
4. Brevet N° 73 19 392 (1973).
5. F. M. BROWER, N. E. MATZEK, P. F. REIGLER, H. W. RINN, C. B. ROBERTS, D. L. SCHMIDT, J. A. SNOVER, et K. TERADA, *J. Am. Chem. Soc.*, 98 (9) (1976) 2450.
6. N. E. MATZEK, et D. F. MUSINSKI, *U. S. S.* 3 819 819 (1962).
7. F. M. BROWER, N. E. MATZEK, G. F. MUSINSKI, B. H. PHILLIPS, et A. DANIELS, *U. S. S.* 3, 823 — 226 (1975).
8. J. J. CHOURY, Thèse Lyon (1968).
9. J. M. LETOFFE, Thèse Lyon (1975).
10. P. CLAUDY, Thèse Lyon (1968).
11. E. C. ASHBY, P. CLAUDY, J. BOUSQUET, et J. ETIENNE, *J. Chem. Educ.*, 52 (9) (1975) 618.
12. J. TURLEY, W. W. RINN, et W. HARALD, *Inorg. Chem.*, (8) (1969) 18.
13. J. ETIENNE, Thèse Lyon (1976).
14. E. C. ASHBY, J. J. WATKINS, et H. S. PRASAD, *Inorg. Chem.*, 14 (3) (1975) 583.
15. Handbook of Chemistry and Physics 53 — R. D. Edition (1972—1973).
16. P. CLAUDY, B. BONNETOT, J. ETIENNE, et G. TURCK *J. Thermal Anal.*, 8 (2) (1975) 255.

RÉSUMÉ — $\text{AlH}_3\gamma$ a été synthétisé. La décomposition thermique de cet hydrure ainsi que la désolvatation de $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3 \cdot (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ ont été étudiés par analyse thermogravimétrique. L'analyse thermique différentielle effectuée sur $\text{AlH}_3\gamma$ montre un effet exothermique dû au passage à la forme $\text{AlH}_3\alpha$ puis endothermique correspondant à la décomposition de la phase α formée. Une structure type alanate est proposée pour $\text{AlH}_3\gamma$.

ZUSAMMENFASSUNG — $\gamma\text{-AlH}_3$ wurde synthetisiert. Die thermische Zersetzung dieses Hydrids sowie die Desolvatation von $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3 \cdot (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ wurden mittels Thermogravimetrie untersucht. Die Differentialthermoanalyse von $\gamma\text{-AlH}_3$ zeigt einen dem Übergang in die $\text{AlH}_3\alpha$ -Form entsprechenden exothermen und mit nachfolgenden endothermen Effekt, welcher der Zersetzung der gebildeten Phase entspricht. Eine Struktur von solvatfreien Alanat-Typ wird für $\gamma\text{-AlH}_3$ vorgeschlagen.

Резюме — Синтезирован γ -алюминий гидрид. Для исследования термического разложения этой фазы и смеси $\text{Al}(\text{AlH}_4)_3 \cdot (\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ была использована термогравиметрия. Дифференциальный термический анализ $\text{AlH}_3\gamma$ показал экзотермический эффект, за которым следует эндотермическое разложение $\text{AlH}_3\alpha$. Для $\text{AlH}_3\gamma$ предложена алюминий аланатная структура свободная от растворителя.