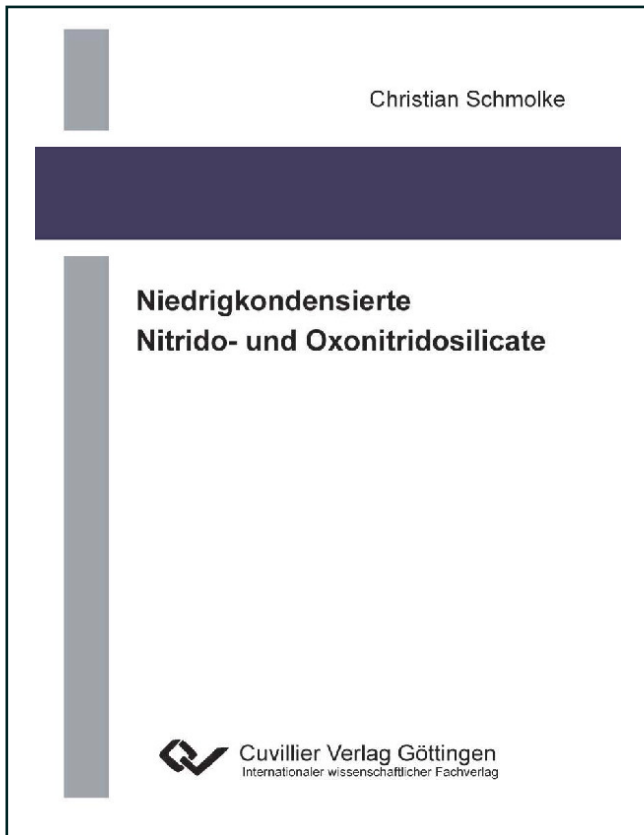




Christian Schmolke (Autor)

Niedrigkondensierte Nitrido- und Oxonitridosilicate



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/526>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentzsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen,
Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: info@cuvillier.de, Website: <https://cuvillier.de>

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Präparative Methoden	6
2.1	Hochfrequenzofen	6
2.1.1	Allgemeines Prinzip	6
2.1.2	Aufbau	7
2.2	Kombinierte Vollglas-Vakuum-Schutzgasanlage	8
3	Analytische Untersuchungsmethoden	9
3.1	Röntgenbeugung	9
3.1.1	Röntgenbeugung an Pulverproben	10
3.1.2	Einkristall-Strukturanalyse	11
3.2	Rasterelektronenmikroskopie und EDX	13
3.3	Festkörper-NMR Spektroskopie	14
3.4	Gitterenergetische Rechnungen mit dem MAPLE-Verfahren	15
3.5	Elementaranalyse	16
3.6	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	16
3.7	Magnetische Messungen	17
3.8	Edukte	19
4	Die isotypen Inselsilicate $Ln_3[SiON_3]O$ ($Ln = La, Ce$)	20
4.1	Synthese	20
4.2	Pulverdiffraktometrie	20
4.3	Chemische Analyse (EDX)	22
4.4	Strukturbestimmung	22
4.5	Rietveldverfeinerung	29
4.6	^{29}Si-MAS-Festkörper-NMR Untersuchung an $La_3[SiON_3]O$	31
4.7	Magnetische Messungen an $Ce_3[SiON_3]O$	32
4.8	MAPLE-Berechnungen an $Ln_3[SiON_3]O$ ($Ln = La, Ce$)	34
4.9	Vergleich von $Ln_3[SiON_3]O$ ($Ln = La, Ce, Pr$) mit $Gd_3[SiON_3]O$	35
5	Das Kettensilicat $La_{16}[Si_8N_{22}][SiON_3]_2$	38
5.1	Synthese	38
5.2	Elementaranalyse	38
5.3	Pulverdiffraktometrie	39
5.4	Röntgenographische Strukturaufklärung	40
5.4.1	Einkristallstrukturanalyse	40
5.4.2	Kristallstrukturbeschreibung	42
5.5	MAPLE-Berechnungen an $La_{16}[Si_8N_{22}][SiON_3]_2$	46
5.6	Vergleich kantenverknüpfter Nitridosilicate	49
6	Die Kettensilicate $Ln_5Si_3N_9$ ($Ln = La, Ce$)	51

6.1	Darstellung und Charakterisierung	51
6.2	Elementaranalyse	51
6.3	Röntgenographische Strukturaufklärung	52
6.3.1	Einkristallstrukturanalyse	52
6.3.2	Pulverdiffraktometrie und Rietveldverfeinerung	54
6.3.3	Einkristallstrukturbeschreibung	56
6.4	²⁹ Si-MAS-Festkörper-NMR-Untersuchung an La ₅ Si ₃ N ₉	62
6.5	Magnetische Messungen an Ce₅Si₃N₉	64
6.6	MAPLE-Berechnungen an Ln₅Si₃N₉ (Ln = La, Ce)	66
6.7	Modulierte Modifikation von La₅Si₃N₉	68
6.7.1	Darstellung und Charakterisierung	68
6.7.2	Röntgenographische Untersuchungen	68
6.8	Modulation	72
6.9	MAPLE Berechnung an χ-La₅Si₃N₉	73
6.10	Diskussion der Modifikationen von La₅Si₃N₉	74
7	Das Schichtsilicat Sr_(5-x)La_xSi₅N_(8+x)O_(3-x) (x = 0.88)	76
7.1	Synthese	76
7.2	Elementaranalyse	76
7.3	Pulverdiffraktometrie	77
7.4	Röntgenographische Strukturaufklärung	79
7.4.1	Einkristallstrukturanalyse	79
7.4.2	Kristallstrukturbeschreibung	82
7.5	MAPLE Berechnungen an Sr_(5-x)La_xSi₅N_(8+x)O_(3-x) (0 ≤ x ≤ 3)	87
7.6	Diskussion	90
8	Die Gerüstsilicate Ln₇Si₆N₁₅ mit Ln = La, Ce, Pr	95
8.1	Synthese	95
8.2	Pulverdiffraktometrie	96
8.3	Elementaranalysen	97
8.3.1	EDX- und WDX-Spektroskopie	97
8.3.2	Elementaranalyse	99
8.4	Röntgenographische Strukturaufklärung	100
8.4.1	Einkristallstrukturanalyse von Ce ₇ Si ₆ N ₁₅	100
8.4.2	Rietveldverfeinerung	105
8.4.3	Kristallstrukturbeschreibung	108
8.4.4	Vergleich zwischen Modell 1 und Modell 2 von Ce ₇ Si ₆ N ₁₅	111
8.5	²⁹ Si-MAS-NMR Untersuchungen an La ₇ Si ₆ N ₁₅	112
8.6	Magnetische Messungen an Ce₇Si₆N₁₅	113
8.7	Transmissionselektronenmikroskopie	115
8.7.1	SAED-Aufnahmen	115
8.7.2	HRTEM Aufnahmen.....	118
8.7.3	Korrelation der HRTEM-Simulationen mit der Kristallstruktur.....	125
9	Das Carbido-Nitrido-Gerüstsilicat Y₂[Si₄N₆C]	127
9.1	Synthese von Y₂[Si₄N₆C]	127

9.2	Elementaranalyse	128
9.3	Röntgenographische Strukturaufklärung	129
9.3.1	Pulverdiffraktometrie	129
9.3.2	Bestimmung der Kristallstruktur von $Y_2[Si_4N_6C]$	130
9.3.3	Kristallstrukturbeschreibung	133
9.4	NMR-Untersuchungen an $Y_2[Si_4N_6C]$	135
9.5	MAPLE-Berechnungen an $Y_2[Si_4N_6C]$	137
9.6	Diskussion der Struktur von $Y_2[Si_4N_6C]$	139
10	Das Silicat $Ce_{29}[Si_8N_{20}][SiN_4]_5[SiN_3O]O_6$	143
10.1	Synthese.....	143
10.2	Elementaranalyse	143
10.3	Röntgenographische Strukturaufklärung	145
10.3.1	Pulverdiffraktometrie.....	145
10.3.2	Einkristallstrukturanalyse	146
10.3.3	Kristallstrukturbeschreibung	149
10.4	MAPLE-Berechnungen an $Ce_{29}[Si_8N_{20}][SiN_4]_5[SiN_3O]O_6$	152
11	Diskussion	154
11.1	Syntheseerfahrungen.....	154
11.2	Magnetische Messungen an Ce^{3+} -haltigen Nitrido- und Oxonitridosilicaten	156
11.3	^{29}Si -MAS-NMR-Untersuchungen an (Oxo-)Nitridosilicaten.....	156
11.4	Strukturelle Untersuchungen	159
11.4.1	Vergleich der MAPLE-Berechnungen.....	159
11.4.2	Vergleich der Bindungslängen.....	162
11.4.3	Einordnung der neuen Silicate.....	164
12	Ausblick	168
13	Zusammenfassung	170
14	Summary	179
15	Anhang	188
16	Lebenslauf	222
17	Literaturverzeichnis	223