



Oliver Bartels (Autor)

## Hochtemperatur-Mössbauer-Spektroskopie zur Untersuchung der Reaktivität von perowskit- und mullitähnlichen Funktionsmaterialien

Oliver Bartels

Hochtemperatur-Mössbauer-  
Spektroskopie zur Untersuchung  
der Reaktivität von perowskit- und  
mullitähnlichen Funktionsmaterialien



Cuvillier Verlag Göttingen

<https://cuvillier.de/de/shop/publications/1934>

### Copyright:

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

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

# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung .....	1
2	Grundlagen und Methoden .....	3
2.1	Übergangsmetallocide .....	3
2.1.1	Struktur der stöchiometrischen Perowskite .....	3
2.1.2	Struktur von Perowskiten mit Sauerstoffdefizit .....	5
2.1.3	Elektronische Eigenschaften der Übergangsmetallocide .....	6
2.1.4	Eigenschaften der Perowskit-Struktur .....	10
2.2	Mössbauer-Spektroskopie .....	11
2.2.1	Rückstoßfreie Resonanzabsorption .....	11
2.2.2	Das Mössbauer-Experiment .....	15
2.2.3	Elektrische Hyperfeinwechselwirkungen .....	17
2.2.4	Magnetische Hyperfeinwechselwirkungen .....	21
2.3	Röntgenpulverdiffraktometrie (XRD) .....	22
2.4	Mechanochemie .....	25
3	Experimentelles .....	28
3.1	Probenpräparation .....	28
3.1.1	$\text{SrFeO}_{3-\Delta}$ , $\text{LaFeO}_3$ , $\text{SrFe}_{1-y}\text{Co}_y\text{O}_{3-\Delta}$ .....	28
3.1.2	$\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{FeO}_{3-\Delta}$ .....	29
3.1.3	$\text{Ca}(\text{Ti, Fe, Cr, Co})\text{O}_{3-\Delta}$ .....	29
3.1.4	$\text{Bi}_2\text{Fe}_{4-x}\text{Ga}_x\text{O}_9$ .....	30
3.1.5	In-situ Präparation der Eisen-Nitride .....	30
3.1.6	Kugelmühle .....	32
3.2	Apparative Aufbauten .....	33
3.2.1	Mössbauer-Spektrometer .....	33
3.2.2	Hochtemperatur-Ofen für Standardmessungen .....	35
3.2.3	Hochtemperatur-Ofen und Gasmischstand für korrosive Gase .....	37
3.2.4	Einstellung und Kontrolle der Gasgemische .....	39
4	Das System $\text{SrFeO}_{3-\Delta}$ .....	41
4.1	Struktur .....	41
4.2	Mechanochemische Behandlung und Mössbauer-Spektren .....	44
4.3	Fazit .....	47

5	Das System LaFeO <sub>3</sub> .....	48
5.1	Grundlagen und Struktur.....	48
5.2	Mössbauer-Spektren und Magnetisierung.....	49
5.3	pO <sub>2</sub> -abhängige Messungen.....	52
5.4	Mechanochemische Reaktionen.....	54
5.5	Fazit.....	57
6	Das System La <sub>1-x</sub> Sr <sub>x</sub> FeO <sub>3-Δ</sub> .....	58
6.1	Grundlagen .....	58
6.2	Auswertung der Mössbauer-Spektren .....	59
6.3	Vergleich mit Thermogravimetrie und Coulometrie.....	65
6.4	Fazit.....	67
7	Das System SrFe <sub>1-y</sub> Co <sub>y</sub> O <sub>3-Δ</sub> .....	68
7.1	Struktur.....	69
7.2	Mössbauer-Spektren bei Raumtemperatur .....	70
7.3	In-situ Mössbauer-Spektren bei höheren Temperaturen .....	74
7.3.1	SrFe <sub>0,8</sub> Co <sub>0,2</sub> O <sub>3-Δ</sub> .....	74
7.3.2	SrFe <sub>0,6</sub> Co <sub>0,4</sub> O <sub>3-Δ</sub> .....	79
7.3.3	SrFe <sub>0,4</sub> Co <sub>0,6</sub> O <sub>3-Δ</sub> .....	82
7.3.4	SrFe <sub>0,2</sub> Co <sub>0,8</sub> O <sub>3-Δ</sub> .....	84
7.4	Fazit.....	88
8	Das System Ca(Ti,Fe,Cr,Co)O <sub>3-Δ</sub> .....	90
8.1	Mössbauer-Spektren von CaTi <sub>0,6</sub> Fe <sub>0,4</sub> O <sub>3-Δ</sub> und CaTi <sub>0,6</sub> Fe <sub>0,4</sub> O <sub>3-Δ</sub> .....	92
8.2	Mössbauer-Spektren von CaTi <sub>0,5</sub> Fe <sub>0,4</sub> Cr <sub>0,1</sub> O <sub>3-Δ</sub> und CaTi <sub>0,6</sub> Fe <sub>0,3</sub> Cr <sub>0,1</sub> O <sub>3-Δ</sub> .....	95
8.3	Mössbauer-Spektren von CaTi <sub>0,6</sub> Fe <sub>0,3</sub> Co <sub>0,1</sub> O <sub>3-Δ</sub> .....	98
8.4	Fazit.....	99
9	Das System Bi <sub>2</sub> Fe <sub>4-x</sub> Ga <sub>x</sub> O <sub>9</sub> .....	101
9.1	Struktur.....	101
9.2	Mössbauer-Spektren bei Raumtemperatur .....	103
9.3	Optische Spektroskopie bei Raumtemperatur .....	105
9.4	Auswertung der Hochtemperatur-Spektren.....	106
9.4.1	Bi <sub>2</sub> Fe <sub>3</sub> Ga <sub>1</sub> O <sub>9</sub> .....	107
9.4.2	Bi <sub>2</sub> Fe <sub>2</sub> Ga <sub>2</sub> O <sub>9</sub> .....	110
9.4.3	Bi <sub>2</sub> Fe <sub>1</sub> Ga <sub>3</sub> O <sub>9</sub> .....	111
9.4.4	Kationenverteilung .....	113

9.5	Fazit .....	114
10	Das System Fe-N .....	116
10.1	Phasen und Strukturen .....	116
10.1.1	Struktur von $\gamma'$ -Fe <sub>4</sub> N .....	117
10.1.2	Struktur von $\varepsilon$ -Fe <sub>3±x</sub> N .....	118
10.1.3	Struktur von $\zeta$ -Fe <sub>2</sub> N .....	119
10.2	Grundlagen der Nitridierung .....	121
10.2.1	Modelle der Adsorption bzw. Desorption von Stickstoff .....	121
10.2.2	Anfangsstadien der Nitridbildung .....	125
10.3	Ergebnisse und Diskussion .....	126
10.3.1	Mössbauer-Spektren bei Raumtemperatur .....	126
10.3.2	Hochtemperatur-in-situ-Spektren .....	135
10.3.3	Kinetik der Nitridierung .....	141
10.4	Fazit .....	153
11	Zusammenfassung .....	155
12	Literatur .....	157
	Lebenslauf .....	167