



René Chemnitzer (Autor)

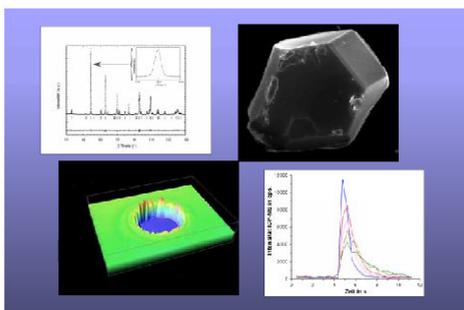
# Intercalation von Stickstoff und Wasserstoff Sr<sub>2</sub>N sowie ortsabhängige Feststoffcharakterisierung mit Laserablation

René Chemnitzer

---

Intercalation von Stickstoff und Wasserstoff  
in Sr<sub>2</sub>N sowie ortsabhängige  
Feststoffcharakterisierung mit Laserablation

---



---

Cuvillier Verlag Göttingen

<https://cuvillier.de/de/shop/publications/2104>

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

<b>1</b>	<b>Einleitung und Problemstellung</b>	<b>8</b>
<b>2</b>	<b>Methoden</b>	<b>11</b>
<b>2.1</b>	<b>Synthese</b>	<b>11</b>
2.1.1	Präparation der Ausgangsverbindungen	12
2.1.1.1	<i>Präparation von <math>Sr_2N</math></i>	<i>13</i>
2.1.1.2	<i>Präparation von <math>Ca_3N_2</math> und <math>Ca_2N</math></i>	<i>13</i>
2.1.2	Intercalationsreaktionen	14
<b>2.2</b>	<b>Identifizierung / Charakterisierung</b>	<b>17</b>
2.2.1	Röntgenbeugung	17
2.2.1.1	<i>Pulverpräparate</i>	<i>17</i>
2.2.1.2	<i>Einkristalle</i>	<i>17</i>
2.2.2	Neutronenbeugung	18
2.2.3	Chemische Analyse	18
2.2.4	Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Thermogravimetrie (TG)	20
2.2.5	Dichtebestimmung	21
2.2.5.1	<i>Pyknometrie</i>	<i>21</i>
2.2.5.2	<i>Archimedisches Prinzip</i>	<i>21</i>
2.2.6	Rasterelektronenmikroskopie (REM)	22
2.2.7	Wellenlängendispersive Röntgenspektroskopie (WDX)	22

<b>3</b>	<b>Das System Strontium – Stickstoff – Wasserstoff</b>	<b>23</b>
<b>3.1</b>	<b>Stickstoffintercalation in Strontiumsubnitrid (<math>\text{Sr}_2\text{N}</math>)</b>	<b>23</b>
3.1.1	Stand der Kenntnis und Ziele	24
3.1.2	Reaktionsbedingungen	27
3.1.2.1	<i>Synthese von <math>\text{Sr}_2\text{N}</math> - Einkristallen</i>	27
3.1.2.2	<i>Diskussion der Reaktionsbedingungen</i>	31
3.1.2.3	<i>Druck-Reaktionsexperimente zur Bildung von <math>\text{Sr}_4\text{N}_3</math></i>	32
3.1.2.4	<i>Intercalation unter Bildung von <math>\text{SrN}</math></i>	35
3.1.2.5	<i>Druck-Reaktionsexperimente zur Bildung von <math>\text{SrN}_2</math></i>	37
3.1.2.6	<i>Deintercalation des Stickstoffs unter Rückbildung von <math>\text{Sr}_2\text{N}</math></i>	39
3.1.3	Charakterisierung der Einkristalle	41
3.1.4	Ergebnisse und Diskussion	42
<b>3.2</b>	<b>Reaktionen von <math>\text{Sr}_2\text{N}</math> mit Wasserstoff</b>	<b>49</b>
3.2.1	Stand der Kenntnis und Ziele	49
3.2.2	Reaktionsbedingungen	50
3.2.3	Charakterisierung	51
3.2.3.1	<i>Strukturuntersuchungen</i>	51
3.2.3.2	<i>Chemische Analysen</i>	53
3.2.4	Ergebnisse und Diskussion	54
<b>3.3</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>58</b>

---

<b>4</b>	<b>Laserablation ICP-MS</b>	<b>60</b>
<b>4.1</b>	<b>Einleitung und Grundlagen</b>	<b>61</b>
4.1.1	Laserablation	63
4.1.2	Transport	65
4.1.3	Anregung im induktiv gekoppelten Plasma (ICP)	65
4.1.4	Detektion im MS	66
<b>4.2</b>	<b>Aufbau des Analysensystems</b>	<b>66</b>
4.2.1	Laserablationssystem	67
4.2.2	Anregungsquelle ICP	70
4.2.3	ICP Emissionsspektrometer	71
4.2.4	ICP-Quadrupol Massenspektrometer	73
4.2.5	Ultraschallzerstäuber mit Membrandesolvator	76
4.2.6	Profilometer	77
<b>4.3</b>	<b>Untersuchungen an Standardmaterialien</b>	<b>78</b>
4.3.1	Untersuchungen mit der ICP OES	79
4.3.2	Charakterisierung des Analysensystems	81
4.3.2.1	<i>Kammerdesign</i>	82
4.3.2.2	<i>Position der Probe in der Ablationskammer</i>	83
4.3.2.3	<i>Transferleitung und Übergang zum ICP</i>	86
4.3.2.4	<i>Charakterisierung anhand der zertifizierten Silicatgläser NIST61X</i>	88
4.3.2.5	<i>Ablation von metallischen Standardreferenzmaterialien</i>	92

4.3.3	Quantifizierungsstrategien	94
4.3.3.1	<i>Kalibrierung mit internem Standard</i>	94
4.3.3.2	<i>Vollständige Quantifizierung ohne internen Standard</i>	96
4.3.3.3	<i>Lösungskalibrierung mit dem Ultraschallzerstäuber (USN)</i>	98
4.3.3.4	<i>Quantifizierung nach Bestimmung der ablatierten Masse</i>	100
4.3.4	Evaluierung der LA-ICP-MS	103
<b>4.4</b>	<b>Analyse der Intercalationsverbindungen</b>	<b>107</b>
4.4.1	Motivation	107
4.4.2	Entwicklung einer abgeschlossenen Probenkammer	107
4.4.3	Ablation von Pulverpresslingen	109
4.4.3.1	<i>Präparation und Charakterisierung</i>	109
4.4.3.2	<i>Laserablationsuntersuchungen</i>	113
4.4.4	Ablation von Einkristallen	121
4.4.5	Ablation von Calciumnitriden	128
<b>4.5</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>131</b>
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>132</b>
<b>6</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>135</b>