

DMAX

präsentiert

30.05.2023

Anorganische Festkörperchemie

AK-Köckerling

M.Sc. Hannes Ziems und B.Sc. Lukas Konstantin

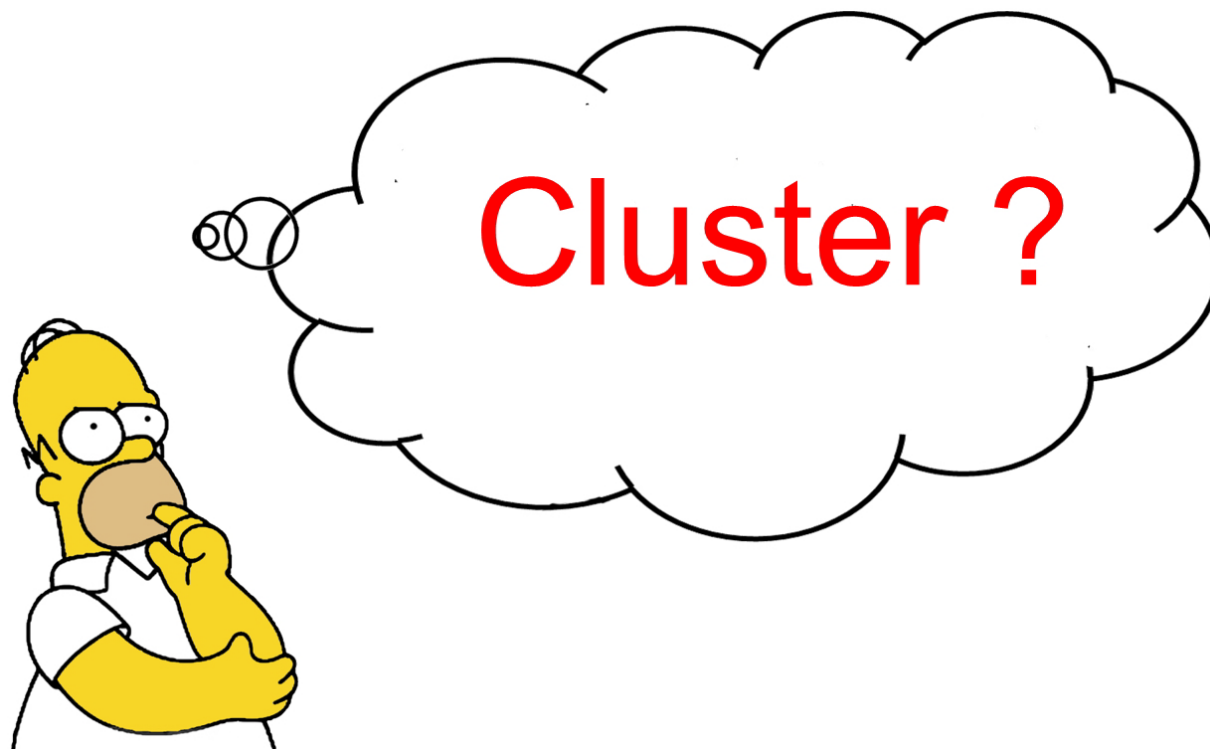
AK Köckerling Festkörperchemie (Steinebacken für Fortgeschrittene)

Derzeit zwei (früher: drei) Themengebiete:

- 1. Metall-Cluster-Verbindungen**
2. Tetracyanidoborate
3. Früher: Metallhaltige ionische Flüssigkeiten/Metallkomplexe

Forschungsthema 1: Cluster

M_6 -Metall-Cluster-Verbindungen ($M = Nb, Ta, Zr, Hf$)



Cluster? - Allgemein



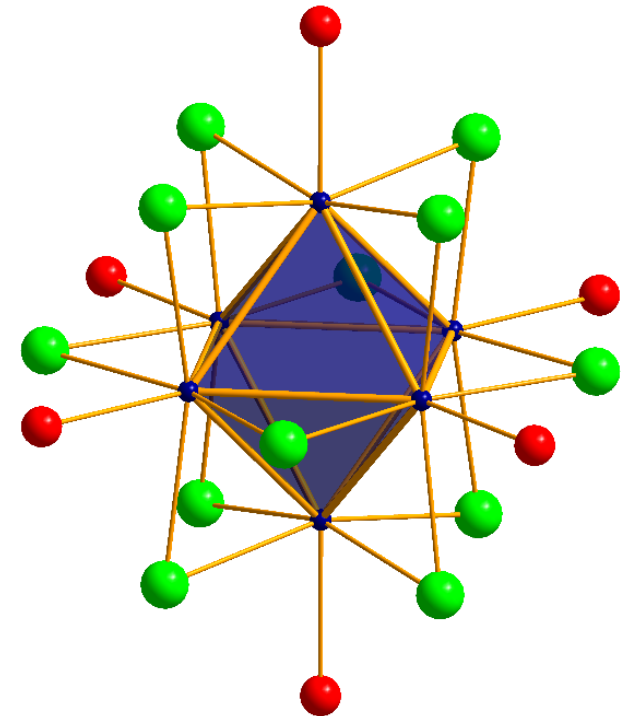
- M in niedrigen Oxidationsstufen
- Komplexverbindungen



- Starke M-M-Bindung



- Oft Metallatom-Oktaeder



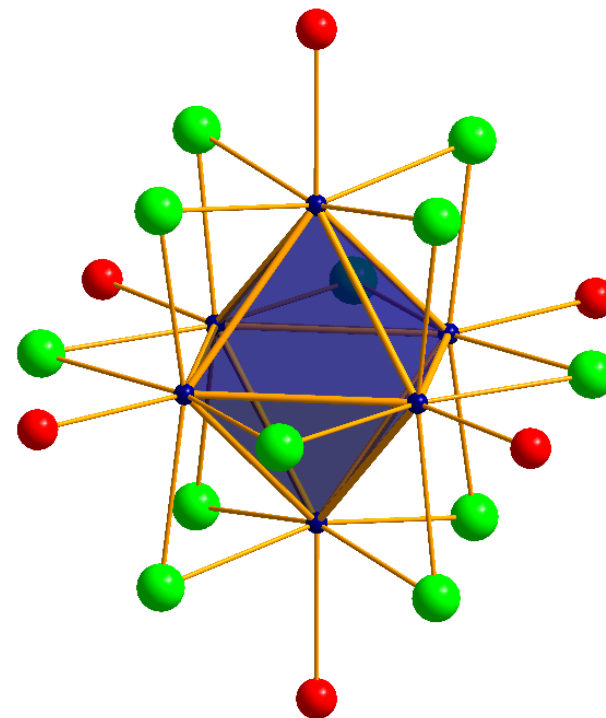
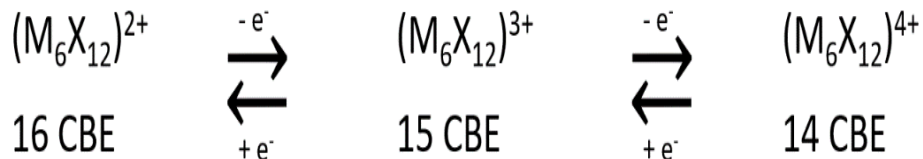
Cluster? - Allgemein



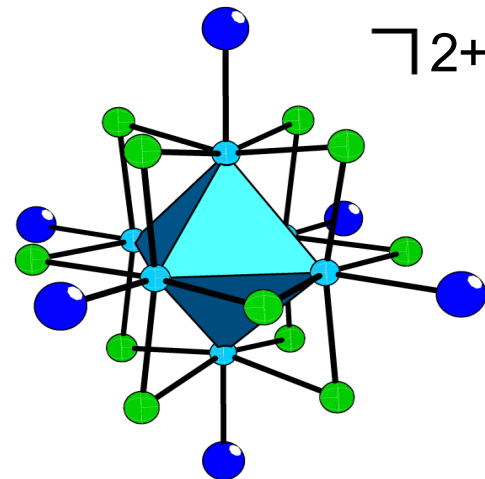
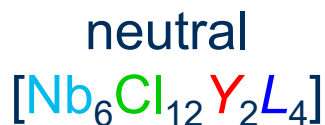
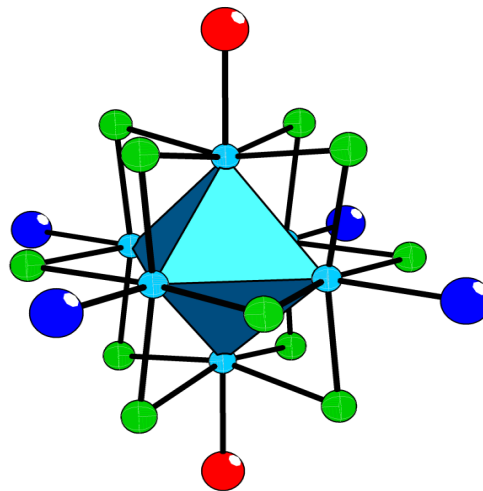
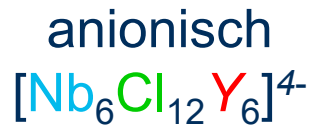
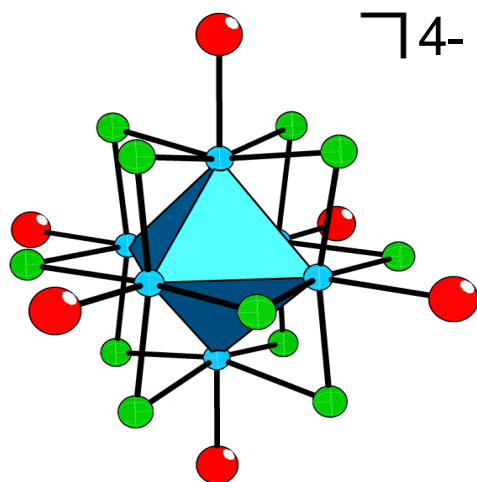
- Stabilisierung durch Ligandenhülle



- Redoxaktive Verbindungen



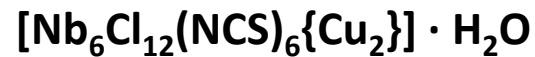
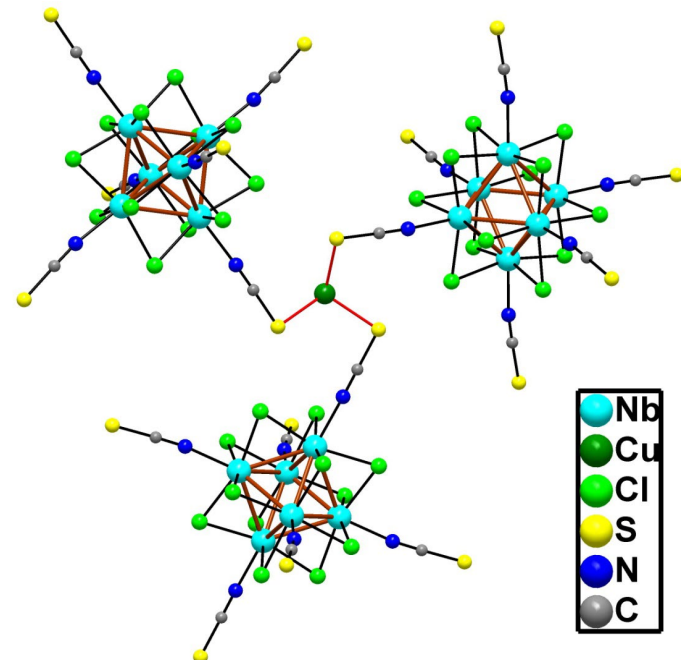
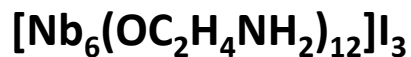
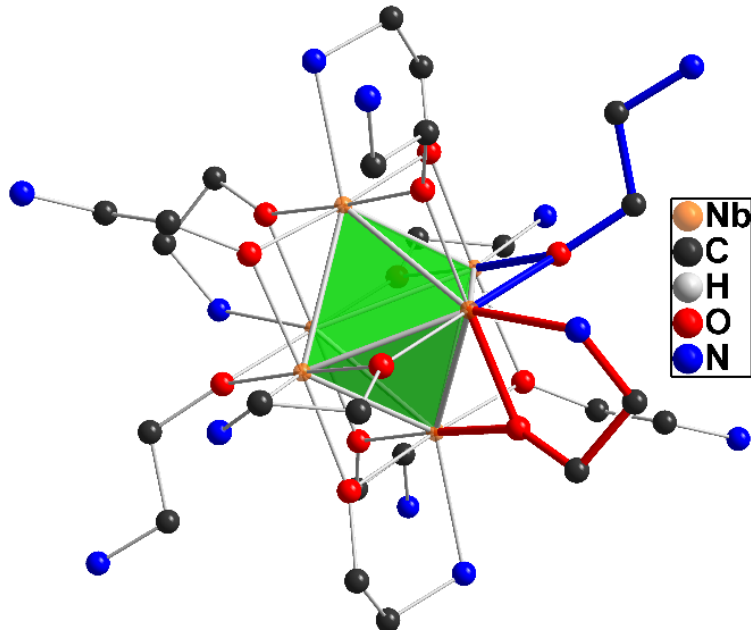
Cluster? – Wahl der Liganden



Y = anionischer Ligand, L = neutraler Ligand

→ Vielfältige Cluster-Koordinationschemie möglich!

Cluster? – Wahl der Liganden



Methodik (alle Themen)

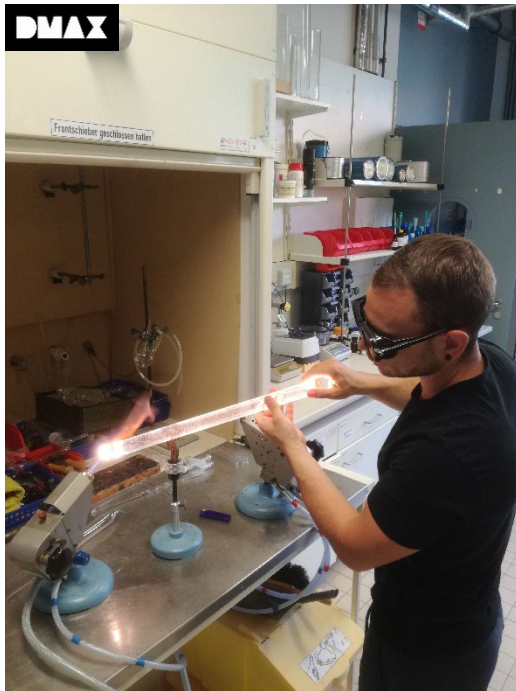
Festkörperreaktion / Hochtemperatursynthese

A + B



C

Methodik



Quarz-Glasbearbeitung
in der Knallgasflamme
> 3000 °C



Verschließen der Ampulle im
Hochvakuum: 10^{-6} mbar

Ofenreaktion
bei 500-1000 °C

Methodik



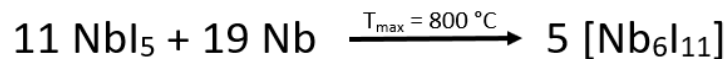
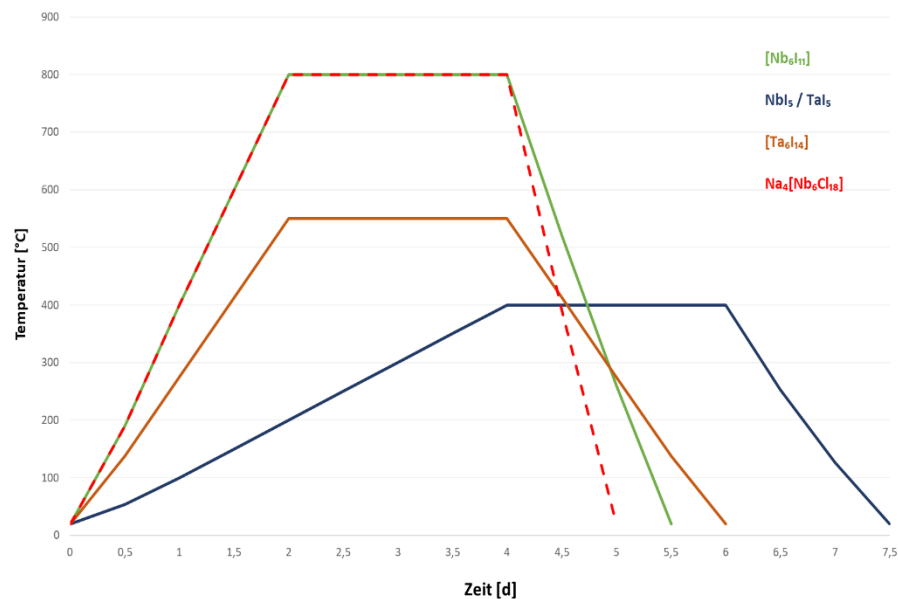
Schweißen im Argon-Plasma: 5000-6000 °C

*Gelegentlich auch: Herstellung von **Rubin***



Methodik

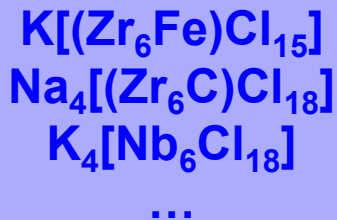
Ofentechnik / Hochtemperatursynthese



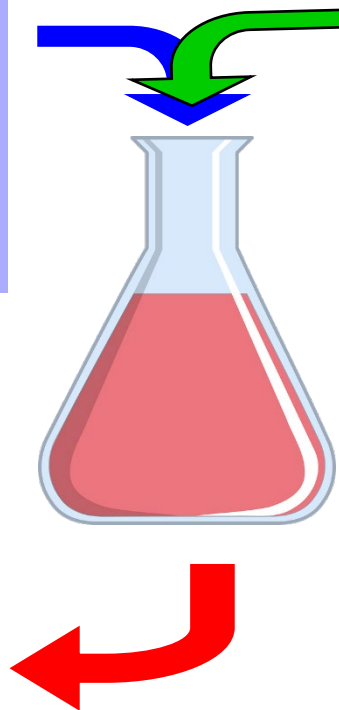
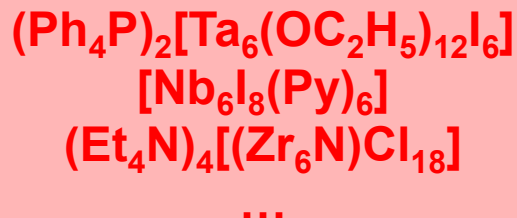
Methodik

Lösungsmittelchemie: „soft chemistry“

Festkörper-Precursor



Bsp.-Produkte



Lösungsmittel
Ligand
Zusätze

Bedingungen
Zeit, Temperatur,
pH-Wert, Druck, ...

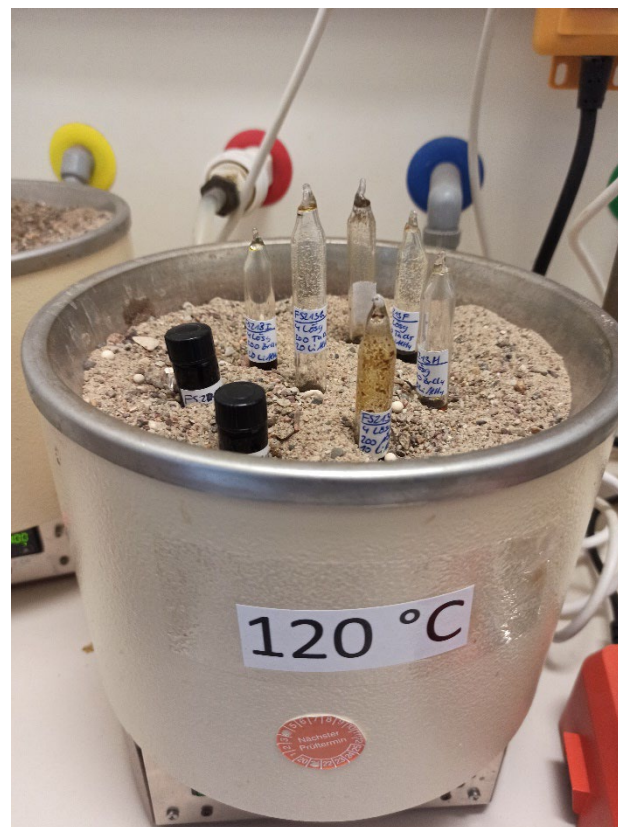
Methodik



„Aktivierung“
in der
Kugelmühle



Arbeiten unter Schutzgas



Reaktion im Sandbad

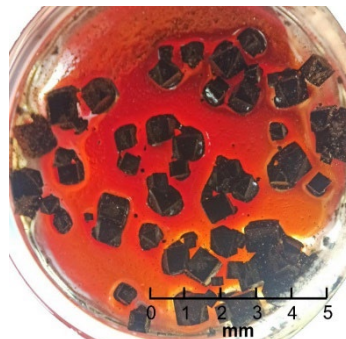
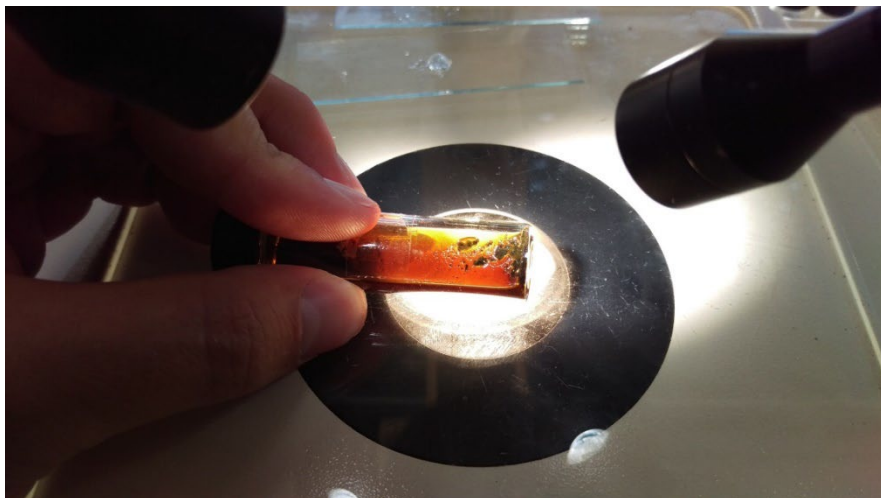
Methodik

DMAX

Kristall-Rausch *in Rostock*



Methodik



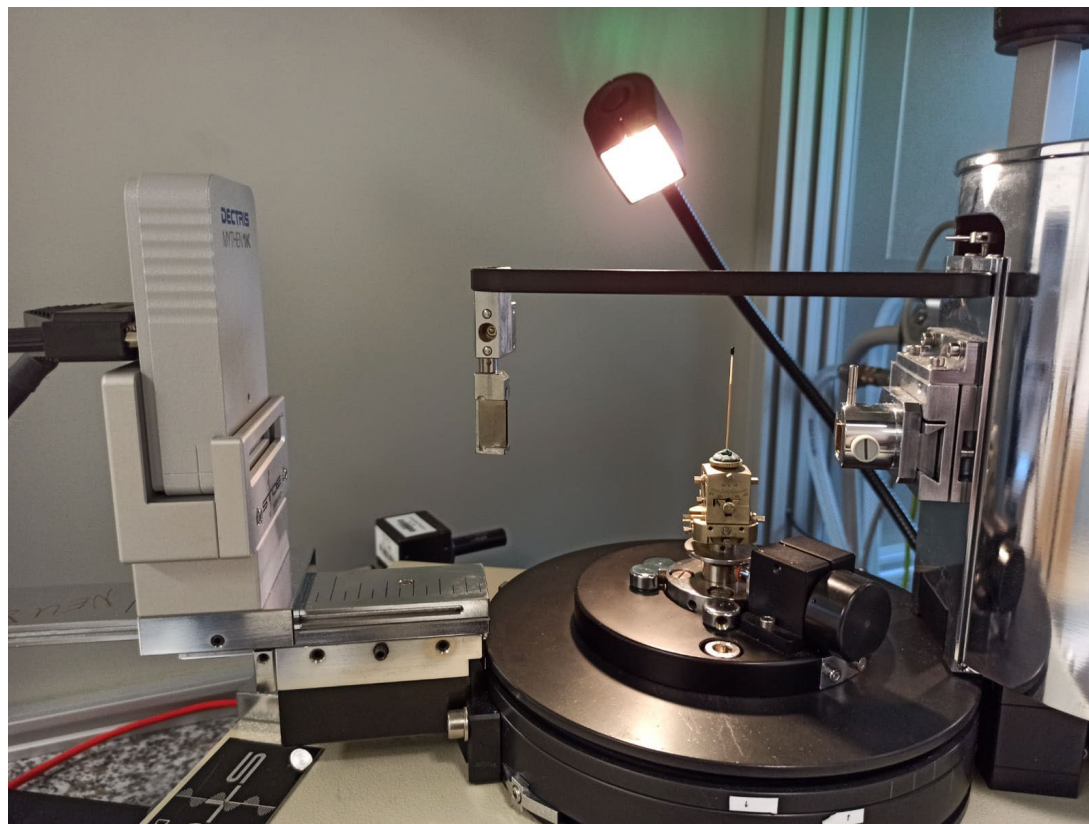
Die Suche nach dem perfekten Einkristall



Methodik

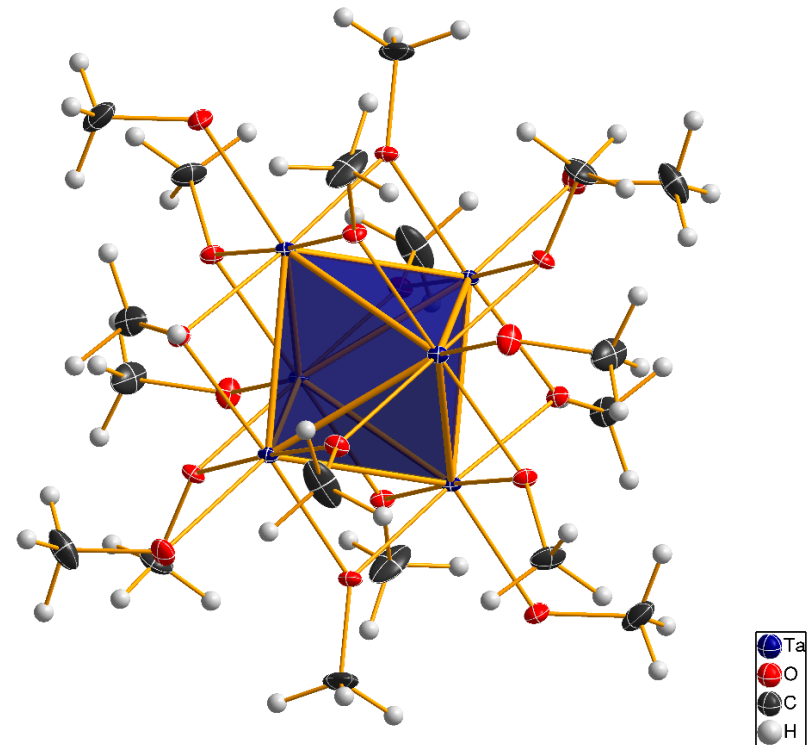
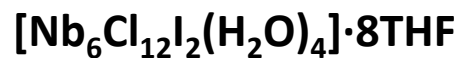
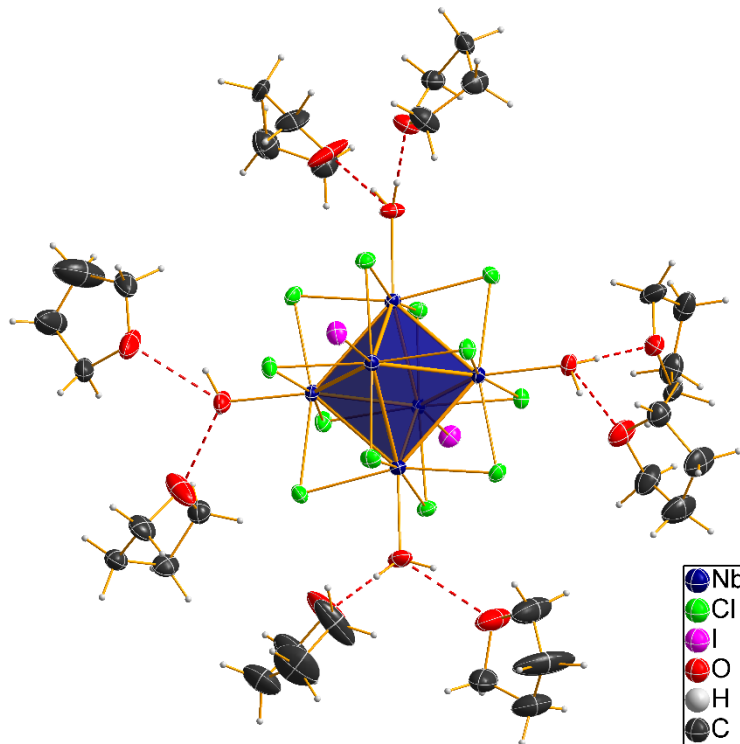


Einkristalldiffraktometer



Pulverdiffraktometer mit Kapillarmessung

Methodik



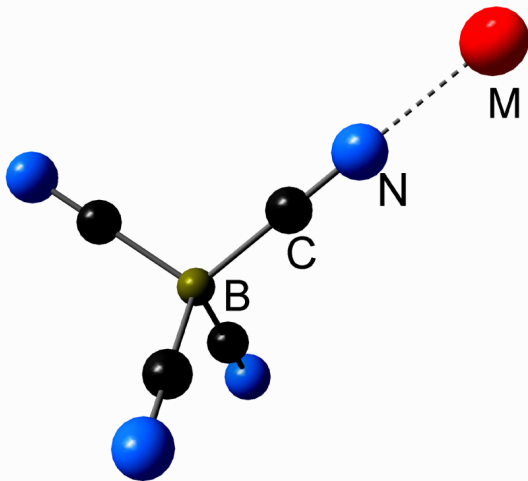
Und nun...?

Anwendungen

- ❖ Supra- und Halbleitertechnik
- ❖ Nanotechnologie durch umfassende Funktionalisierbarkeit
- ❖ Katalyse
- ❖ Bildgebung und Sensorik
- ❖ NIR-/UV-Filter
- ❖ Supramolekularchemie und Materialdesign
- ❖ Röntgenkontrastmittel (ehem. Kooperation mit Bayer-Schering)

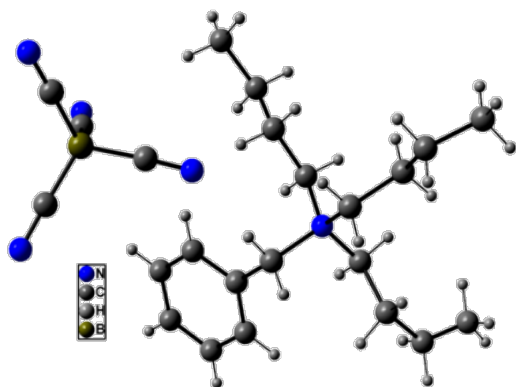
Forschungsthema 2: Tetracyanidoborate

Tetracyanidoborate: Salze des $[\text{B}(\text{CN})_4]^-$ -Anions, $\text{M}[\text{B}(\text{CN})_4]$ (**M-TCB**)

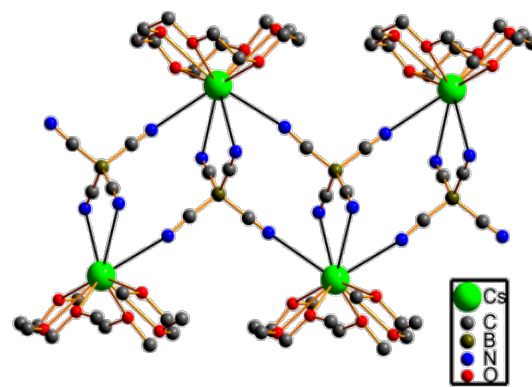


- Mit $\text{M} = \text{Cu}, \text{Ag}$ bereits Ender der 1960'er erwähnt
- Synthese von $\text{K}[\text{B}(\text{CN})_4]$ 2003 von **Maik Finze** and **Helge Willner** (bei $\sim 350^\circ\text{C}$ LiCl/KCN Eutektikum)
- Thermisch stabil bis $>500^\circ\text{C}$
- Redoxstabil und hydrolyse-unempfindlich
- Gute Löslichkeit
- Schwach koordinierendes Anion, Ionische Flüssigkeiten
- **Abhängig von M interessante Strukturchemie**

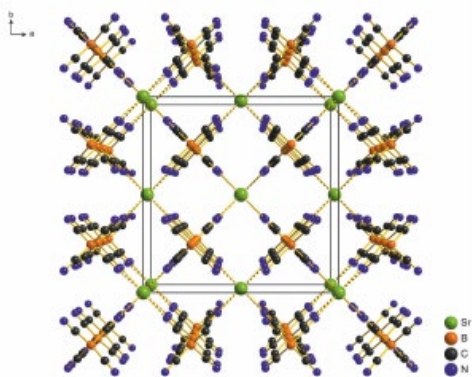
Tetracyanidoborate



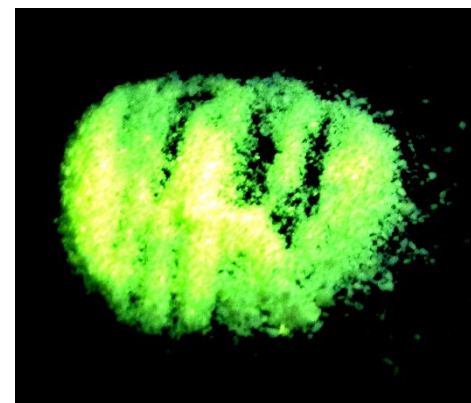
$(\text{PhPr}_3\text{N})[\text{B}(\text{CN})_4]$: Ionische Flüssigkeit



$(\text{Cs}@18\text{-cr6})[\text{B}(\text{CN})_4]$: 1D-Koordinationspolymer



$\text{Sr}[\text{B}(\text{CN})_4]$: Salz mit 3D verknüpften Ionen



$[\text{Tb}(\text{H}_2\text{O})][\text{B}(\text{CN})_4]_3$: grüne Lumineszenz

AK Köckerling

Derzeitige AK-Größe: Prof. Köckerling, 1 Postdoc, 2 Doktoranden,
2 Master-Studenten, 1 Bachelor-Studentin,
1 CTA-Stelle (wird derzeit wiederbesetzt)

Labore: 3 präparative Labore mit 8 Abzügen,
1 Lager/Ofenraum

Büros 2 Mitarbeiterbüros mit 8 Büroplätzen

Personen/Themen Cluster: Jonas König, Hannes Ziems, Steffen
Struck, Hajo Schröder, Victoria Kastell
Tetracyanidoborate: Lukas Konstantin

Ausbildung im AK Köckerling

Wir bieten:

- ❖ Umfassende Ausbildung in präparativer Chemie, Schutzgas-, Ofen-, Hochvakuumtechnik, Glasbearbeitung, Analytik
- ❖ Umgang mit Röntgenanalytik (XRD, XRPD) und dem selbstständigen Arbeiten direkt am Gerät
- ❖ Umgang mit Software
- ❖ Forschungsfreiheit
- ❖ Aufgeschlossener AK
- ❖ direkter Kontakt zum Chef
- ❖ Büro-Platz



Ausbildung im AK Köckerling

Das solltest du mitbringen:

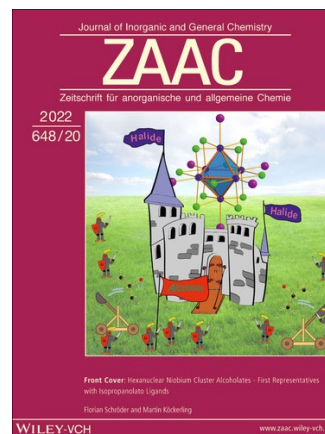
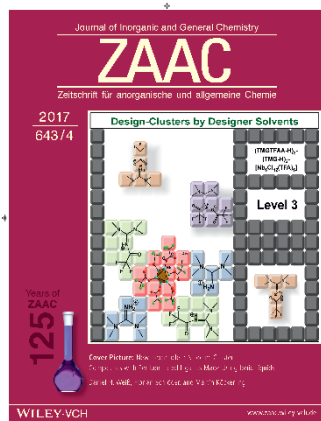
- Selbstständigkeit und Eigenverantwortung
- Arbeitswille
- Kraft und Ausdauer
- Verständnis komplexer Arbeitsweisen
- Grundzüge handwerklicher Begabung
- Sicheres Arbeiten mit gefährlichen Chemikalien



AK Köckerling

Gute Kontakte zu Arbeitsgruppen
weltweit – Auslandsaufenthalte in
Spanien, Frankreich, USA, China,
Vietnam, Indien...möglich

Hohes Publikationsaufkommen



Anstehende Themen:

- ❖ **Fotoelektrochemie**
- ❖ **Cluster-Polymerisation**
- ❖ **Teflon-Cluster**
- ❖ **Katalyse**
- ❖ **Untersuchung seltener Oxidationszustände**
- ❖ **Cluster mit größeren Metalleinheiten (z.B. M_9 -Einheiten)**
- ❖ **Flüssigkristalline Cluster**
- ❖ **usw.**



AK Köckerling





AK Köckerling in Juni 2023

Vielen Dank für Eure Aufmerksamkeit!