

SYNTHESE VON NANOSKOPISCHEM  $\text{MgF}_2$  ( $\text{CaF}_2$ ,  $\text{AlF}_3$ ) NACH DER FLUOROLYTISCHEN SOL-GEL-SYNTHESE

VERMITTELTE ARBEITSTECHNIKEN:

- wasserfreie fluorolytische Sol-Gel-Synthese
- Arbeiten mit wasserfreiem Fluorwasserstoff (Abfüllen, Dosieren)
- Arbeiten unter Schlenktechnik
- Charakterisierung mittels  $^{19}\text{F}$  NMR, DLS und XRD (Pulver)

CHEMIKALIEN

- Organische Precursoren der Metalle (Acetate, Alkoholate, Lactate)
- aHF-Lösungen in Ethanol/Methanol: 100% HF werden aus dem Stahlzylinder in Ethanol bzw. Methanol eingeleitet bis sich eine ca. 10 molare Lösung gebildet hat. Diese Lösung muss in verschlossenen PE-Gefäßen unter Kühlung aufbewahrt werden.

SYNTHESEVORSCHRIFT (FÜR  $\text{MgF}_2$ )

Alle Synthesen werden unter Argon als Inertatmosphäre unter Nutzung der Schlenktechnik oder in einer Glovebox ausgeführt.

Kommerziell erhältliche Mg-Granalien (Aldrich, 99.98%), oder  $\text{Mg}(\text{OEt})_2$  (Aldrich, 0.25 M in  $\text{Et}_2\text{O}$ ) werden verwendet wie geliefert. Die Lösungsmittel müssen vorher nach Standardmethoden getrocknet und über Molsieb aufbewahrt werden.

Magnesiummethoxid wird durch Auflösen von Mg-Granulaten in getrocknetem Methanol zu einer 0.25 molaren  $\text{Mg}(\text{OMe})_2$ -Lösung aufgelöst. Bei Herstellung eines ethanolischen  $\text{MgF}_2$ -Sols wird kommerzielles  $\text{Mg}(\text{OEt})_2$  mit  $\text{MgCl}_2$  im Molverhältnis 9 zu 1 in Ethanol suspendiert. Zur gerührten  $\text{Mg}(\text{OMe})_2$ -Lösung bzw.  $\text{Mg}(\text{OEt})_2$ -Suspension wird die nötige stöchiometrische Menge an alkoholischer HF-Lösung mittels einer PTFE-Pipette innerhalb von ca. 5 Min. zugegeben (Vorsicht, HF ist toxisch!).

Nach 2 h intensive Rühren werden ggf. 5mol% (bezogen auf Mg) TEMOS bzw.  $\text{Al}(\text{O}^i\text{Pr})_3$  zugegeben. Das Sol sollte innerhalb kurzer Zeit klar werden.

Vom fertigen, klaren Sol wird zur Kontrolle ein statisches  $^{19}\text{F}$  NMR-Spektrum im Rotor am Festkörper-NMR Gerät und eine DLS-Messung zur Bestimmung der Teilchengrößenverteilung angefertigt. Von einem getrockneten Pulver wird zur Kontrolle ein XRD-Pulverdiffraktogramm gemessen.