

Synthese und Charakterisierung von Strontium- und Bariumguanidinat

Von der Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften der
RWTH Aachen University zur Erlangung des akademischen Grades einer
Doktorin der Naturwissenschaften genehmigte Dissertation

vorgelegt von

M.Sc. RWTH

Ronja Missong

aus

Stolberg (Rhld.)

Berichter: Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Richard Dronskowski
apl. Prof. Dr. rer. nat. Ullrich Englert

Tag der mündlichen Prüfung: 29. April 2016

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Universitätsbibliothek online verfügbar.

Berichte aus der Chemie

Ronja Missong

**Synthese und Charakterisierung von
Strontium- und Bariumguanidinat**

Shaker Verlag
Aachen 2016

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: D 82 (Diss. RWTH Aachen University, 2016)

Copyright Shaker Verlag 2016

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-4526-0

ISSN 0945-070X

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Die präparativen Arbeiten zu dieser Dissertation wurden in der Zeit von Dezember 2012 bis Dezember 2015 am Institut für Anorganische Chemie der RWTH Aachen unter Anleitung von Herrn Prof. Dr. rer. nat. Richard Dronskowski durchgeführt.

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich diese Arbeit eigenständig verfasst habe und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet wurden. Die Arbeit wurde bisher nicht veröffentlicht und keiner Prüfungsbehörde vorgelegt.

*»Gott segn' euch, ihr trefflichen Vögel,
An der fernen Guanoküst', —
Trotz meinem Landsmann, dem Hegel,
Schafft ihr den gediegensten Mist!«*

Guanolied, Joseph Viktor von Scheffel

Vielen Dank...

Zuerst möchte ich mich bei meinem Doktorvater Prof. Dr. Richard Dronskowski für die Möglichkeit bedanken, die hier vorliegende Arbeit unter seiner wissenschaftlichen Leitung anfertigen zu können. Vielen Dank für die vielen hilfreichen Diskussionen und Anregungen.

Bei Herrn Prof. Dr. Ullrich Englert bedanke ich mich für die Übernahme des Koreferats. Ihm und den Mitarbeitern seiner Arbeitsgruppe danke ich vielmals für die Unterstützung in allen Fragen der Einkristalldiffraktion und der IR-Spektroskopie.

Für die vielen Röntgenpulveraufnahmen und die Hilfe bei der Verfeinerung ebendieser möchte ich mich bei Dr. Paul Müller bedanken. Dr. Bernhard Eck trägt stets Sorge dafür, dass die Rechner intakt sind und alle benötigten Softwareprogramme funktionieren, vielen Dank. Ludwig Stork und Dr. Xiaohui Liu danke ich für den steten Austausch zu Fragen der täglichen Laborarbeit, Synthesen und Auswertungen.

Bei der mechanischen Werkstatt des Instituts möchte ich mich für den Bau der Autoklaven und der Instandhaltung ebendieser bedanken! Mona Marquardt gilt mein Dank bei der Hilfe zu allen möglichen verwaltungstechnischen Belangen.

Bei Dr. Lkhamsuren Bayarjargal bedanke ich mich für die Durchführung der SHG-Messung und bei Prof. Dr. Jürgen Senker für die Festkörper-NMR-Messungen.

Ich danke Janine George und Dr. Volker Deringer, die quantenchemische Rechnungen in jeder Strukturentwicklungs- und Lösungsphase anfertigten.

Desweiteren möchte ich mich bei meinen Forschungsstudenten Cornelius Hofzumaha und Marius Kremer und dem Auszubildenden Thomas Lipka für die gute Zusammenarbeit bedanken.

Den gesamten Mitarbeitern des Arbeitskreises danke ich für die schöne gemeinsame Zeit und die vielen Diskussionen mit und ohne leibliches Wohl — im Büro, Labor oder Sozialraum, beim Mittagessen oder abendlichen Beisammensein, in Cadzand, Meppen, der Eifel, an der Mosel...

Ich möchte mich bei allen, die die Arbeit korrekturgelesen haben für die vielen hilfreichen Anregungen bedanken!

Mein Dank gilt allen, die mich in Schule und Studium unterstütz haben, insbesondere meinen Eltern.

Danke!

Teile dieser Arbeit wurden bereits publiziert:

Ronja Missonig, Janine George, Andreas Houben, Markus Hoelzel und Richard Dronskowski
Synthese, Struktur und Eigenschaften von $\text{SrC}(\text{NH})_3$, einem stickstoffbasierten
Carbonatanalogon mit Trinacriamotiv.

Angewandte Chemie **2015**, 127, 12339–12343.

Synthesis, Structure and Properties of $\text{SrC}(\text{NH})_3$, a Nitrogen-Based Carbonate Analogue with
the Trinacria Motif.

Angewandte Chemie International Edition **2015**, 54, 12171–12175.

Ronja Missonig, Janine George, Andreas Houben, Markus Hoelzel, Richard Dronskowski
 $\text{SrC}(\text{NH})_3$: Structure and Properties of a Nitrogen-based Carbonate Analogue.

Joint Annual Report 2015 of the MLZ and FRM II, 84–85.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	1
1.1	Stickstoff.....	2
1.2	Guanidin und Guanidinate.....	3
1.3	Lumineszenz von europiumdotierten Verbindungen.....	9
2	METHODEN UND EXPERIMENTELLES	11
2.1	Allgemeine Arbeitsweise.....	12
2.1.1	Ammoniak als Lösungsmittel	12
2.1.2	Autoklav.....	13
2.1.3	Synthese des Guanidins	14
2.1.4	Synthese der Guanidinate	15
2.1.5	Dotierungsversuche	15
2.2	Analytische Methoden.....	16
2.2.1	Röntgenpulverdiffraktometrische Untersuchungen.....	16
2.2.2	Röntgeneinkristalldiffraktometrie	17
2.2.3	Neutronenpulverdiffraktion	17
2.2.4	Infrarotspektroskopie.....	18
3	ERGEBNISSE UND DISKUSSION	21
3.1	Strontiumguanidinat	22
3.1.1	$\text{SrC}(\text{NH})_3$ — zweifach deprotoniertes Guanidination	22
3.1.2	Deuterierungsversuche am $\text{SrC}(\text{NH})_3$	36
3.1.3	Dotierungsversuche am $\text{SrC}(\text{NH})_3$ mit Europium	37
3.2	Bariumguanidinat	40

3.2.1	Röntgenpulverdiffraktion	41
3.2.2	Einkristallanalyse	44
3.2.3	Verwandtschaft der Modelle aus Röntgendaten	49
3.2.4	Flugzeitneutronenbeugung.....	52
4	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....	63
5	LITERATURVERZEICHNIS	65
6	ANHANG.....	I
i.	Konstruktionszeichnungen des Autoklavs	I
ii.	Verwendete Chemikalien	III
iii.	Verwendete Software	III
iv.	Quantenmechanische Berechnungen	IV
v.	Reaktionsbedingungen	IV
vi.	ATR-IR-Spektren.....	V
vii.	Details zum Strukturvorschlag für Ba-Phase aus Neutronenpulverdaten	VI
viii.	Abbildungsverzeichnis	VII
ix.	Tabellenverzeichnis.....	X