

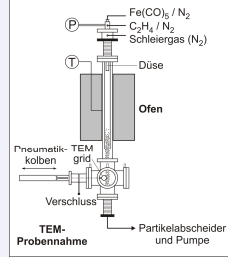
Eisen-Kohlenstoff Nanokomposite und Core/Shell-Materialien: Synthese und Eigenschaften

H. Orthner, H. Wiggers, C. Schulz
IVG, Universität Duisburg-Essen, Duisburg, Germany
Hans.Orthner@uni-due.de

Motivation

- Die Gasphasensynthese bei Niederdruck führt zur Erzeugung von Partikeln im Nanometerbereich. Charakteristische Eigenschaften wie Partikelgröße sind über Temperatur und Verweilzeit einstellbar.
- Der Einsatz von unterschiedlich reaktiven Prekursoren ermöglicht die Herstellung von Komposit-Materialien in einer Ein-Schritt-Synthese
- Nanopartikel aus dem Stoffsystem Eisen/Kohlenstoff sind nur wenig bekannt, versprechen jedoch interessante Eigenschaften auf den Gebieten Magnetismus und Katalyse

Experimenteller Aufbau I

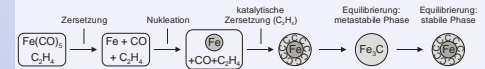


Niederdruck-Heißwandreaktor

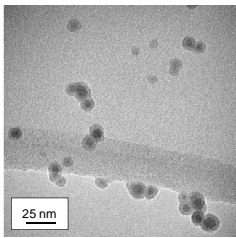
Experimenteller Aufbau II

Niederdruck-Heißwandreaktor in Stichworten

- Temperaturbereich bis 1100°C
- Druckbereich von 30 bis 1000 mbar
 - Precursor für Eisen: Eisenpentacarbonyl (Fe(CO)₅)
 - Precursor für Kohlenstoff: Ethen (C₂H₄)
- Probenahme aus der Gasphase für TEM-Untersuchungen und Abscheidung auf Substraten
- Partikelabscheider mit inertem Abfüllsystem für die Synthese größerer Mengen



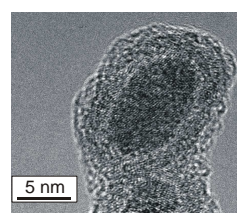
TEM



Parameter
[Fe(CO)₅] = 850 ppm
[C₂H₄] = 5700 ppm
T = 973 K
p = 50 mbar
V = 7 L/min

→ Kern-Hülle-Komposit

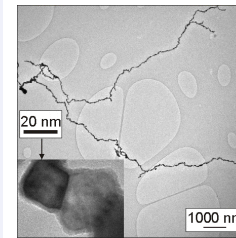
TEM



Parameter
[Fe(CO)₅] = 850 ppm
[C₂H₄] = 5700 ppm
T = 973 K
p = 50 mbar
V = 7 L/min

d_{kerne} = 7 nm
d_{hülle} = 2,5 nm

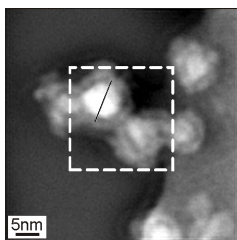
TEM



Parameter
[Fe(CO)₅] = 4700 ppm
[C₂H₄] = 25.000 ppm
T = 673 K
p = 500 mbar
Verweilzeit t = 1,37 s

→ Kettenlänge:
1 bis 10 µm
Kettendurchmesser:
20 bis 40 nm

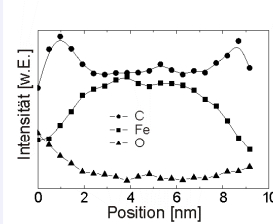
TEM und EELS



Ortsaufgelöste Elementanalyse mittels „electron energy loss spectroscopy“ (EELS)

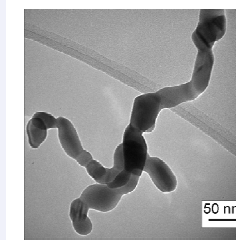


TEM und EELS



EELS-Analyse:
Kern besteht aus Eisen, Randbereich aus Kohlenstoff, Sauerstoff ebenfalls im Randbereich, da Material an Luft gelagert

TEM

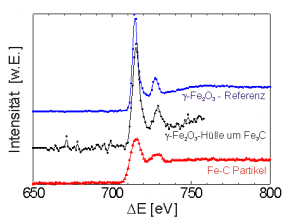


[Fe(CO)₅] = 2400 ppm
[C₂H₄] = 25.000 ppm
T = 973 K
p = 500 mbar
V = 2 L/min

Lange Verweilzeiten und hohe Temperaturen

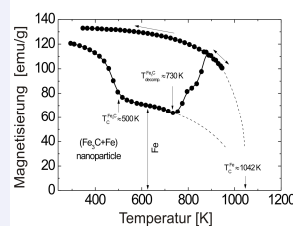
Bildung von Eisenkarbid (Fe₃C)

EELS



EELS-Analyse
Bildung von Fe₃O₃ tritt im Randbereich von Fe₃C-Partikeln auf, jedoch nicht bei Fe-C-Compositen

Magnetismus



Eigenschaften von Eisenkarbid-Nanopartikeln

Anstieg der Magnetisierung bei T > 730 K



Umwandlung in Fe + C

Zusammenfassung

- Eisenpentacarbonyl reagiert in der Gasphase in einem Heißwandreaktor zu Eisenpartikeln im Nanometerbereich
- Mittlerer Durchmesser und Agglomeration ist über Druck, Temperatur und Konzentrationsverhältnisse einstellbar. Das Material ist empfindlich gegenüber Sauerstoff und entzündet sich spontan an der Luft
- Zusatz von Ethen als Kohlenstoffquelle führt zur Bildung von kohlenstoffumhüllten Partikeln. Der Kohlenstoff schützt das Eisen vor Oxidation
- Kern-Hülle (core/shell)-Struktur wird mit TEM und EELS bestätigt
- Bei höheren Temperaturen bzw. längeren Verweilzeiten wird die Bildung von Eisenkarbid beobachtet
- Partikel bilden kettenförmige Aggregate mit einer Länge von mehreren µm. Ursache hierfür könnte die Magnetisierung des ferromagnetischen Eisenkerns sein