

INHALTSVERZEICHNIS

Abbildungsverzeichnisse.....	viii
Tabellenverzeichnis.....	xviii
Abkürzungsverzeichnis.....	xx
Formelzeichen und Konstanten.....	xxi
1. Einleitung und Zielstellung	1
2. Literaturüberblick und Grundlagen	5
2.1. Stand der Literatur: Phasenbeziehungen von $\text{AlF}_x(\text{OR})_{3-x}$ und HS-AlF_3	5
2.2. Grundlagen der Festkörper-Kernmagnetresonanz	10
2.2.1. Die Besonderheiten eines Quadrupolkerns in der Festkörper-NMR	14
3. Kristalline Modellsubstanzen und die Ableitung von Struktur- Eigenschaftsbeziehungen	19
3.1. Struktur motive bekannter kristalliner Al-F-Verbindungen.....	19
3.2. Stand der Literatur: ^{27}Al - und ^{19}F -NMR-Untersuchungen von Proben im System Al / F / O	23
3.3. Die Entwicklung von Struktur-Eigenschaftsbeziehungen am Beispiel kristalliner $\text{AlF}_x(\text{OH})_{3-x}$ -Verbindungen	26
3.3.1. Trendanalysen der ^{19}F chemischen Verschiebungen von kristallinen Aluminiumhydroxidfluoriden.....	29
3.3.2. Korrelationen von Protonensignalen in $\text{AlF}_x(\text{OH})_{3-x}$ -Verbindungen	33
3.3.3. Der Einfluss von H-Brücken auf die Fluor-Verschiebung; ^{19}F -Trendanalyse protonenarmer Aluminiumhydroxidfluoride	37
3.3.4. Trendanalyse der ^{27}Al chemischen Verschiebung von $\text{AlF}_x(\text{OH})_{6-x}$ -Strukturen	43
3.3.5. Strukturelle Einflüsse auf die Quadrupolparameter	50
3.4. Weiterführende strukturelle Korrelationen	57
3.5. Zusammenfassung.....	63
4. Der fluorolytische Sol –Gel Prozess – vom $\text{Al}(\text{O}^i\text{Pr})_3$ zum Xerogel $\text{AlF}_{2,3}(\text{O}^i\text{Pr})_{0,7-2}\text{PrOH}$	69
4.1. Vorbetrachtungen: oxidische und fluoridische Sol-Gel Chemie im Vergleich.....	69
4.2. Experimente an Gelen unter MAS-Bedingungen – eigene Inserts und tiefe Temperaturen	73
4.3. Strukturen der Ausgangsstoffe	76
4.4. Experimente an Aluminiumalkoxidfluorid-Solen und –Gelen	80

4.5.	Untersuchungen an festen Aluminiumisopropoxidfluoriden mit unterschiedlichen F-Gehalten	90
4.6.	Charakterisierung des Xerogels $\text{AlF}_{2.3}(\text{O}^i\text{Pr})_{0.7} \cdot z \cdot i\text{PrOH}$ im Vergleich zum Alkogel.....	120
4.7.	Zusammenfassung	128
5.	Aspekte des chemischen Verhaltens des Xerogels – $\text{AlF}_{2.3}(\text{O}^i\text{Pr})_{0.7} \cdot z \cdot i\text{PrOH}$.....	133
5.1.	Effekte durch Variation von Syntheseparametern der fluorolytischen Sol-Gel Synthese.....	134
5.1.1.	Untersuchung des Einflusses von anderen Alkoxiden, Lösungsmitteln und der Einführung von OH-Gruppen.....	134
5.1.2.	Alterungsphänomene.....	142
5.2.	Weitere Beispiele des chemischen Verhaltens amorpher $\text{AlF}_x(\text{O}^i\text{Pr})_{3-x}$	146
5.3.	Veränderung lokaler Strukturen auf dem Weg zu <i>high surface</i> - Aluminiumfluoriden	150
5.4.	Zusammenfassung.....	171
6.	Zusammenfassung und Ausblick	177
7.	Veröffentlichungen und Beiträge.....	189
8.	Experimenteller Teil	193
8.1.	Arbeitstechniken.....	193
8.2.	Verwendete Chemikalien und Reinheitsgrad	198
8.3.	Synthesevorschriften	199
8.3.1.	Allgemeine Arbeitsweise	199
8.3.3.	Allgemeine Vorschrift zur Synthese von Aluminiumalkoxidfluoriden	200
8.3.4.	Synthese von Aluminiumhydroxidfluoriden, $\text{AlF}_x(\text{OH})_{3-x} \cdot z \cdot \text{H}_2\text{O}$	201
8.3.5.	Präparation von α - und β - $\text{AlF}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$	202
8.3.6.	Präparation von η -, κ - und ϱ - AlF_3	202
9.	Literaturverzeichnis.....	207
10.	Anhang	213
10.1.	Verwendete Pulsprogramme und Parameter	213
10.2.	Daten und Tabellen	220
10.3.	Mechanochemische Synthese von $\text{Sm}_2\text{Sn}_2\text{O}_7$, Temperatur- Kalibrationssubstanz für die Festkörper-NMR	222
10.4.	Zusätzliche Spektren	223