

1. Allgemeines

Ich hatte die Möglichkeit vom 8. August bis zum 3. Oktober 2019 für acht Wochen ein Praktikum an der Queen Mary University in London in der Synthese von Metall-Keramik Katalysatoren zu machen.

Da Großbritannien während meines Praktikums noch Teil der EU war, benötigte ich kein Visa um einzureisen, ein Ausweis genügte hierbei. Deshalb hielt sich meine Vorbereitung in Grenzen. Ich habe mir ein wenig englisches Fachvokabular angeeignet, bereits ein Teil meines Geldes in Pfund umgetauscht und mich oberflächlich mit den öffentlichen Verkehrsmitteln in London vertraut gemacht. In Sachen Geld und Umtausch ist es äußerst hilfreich eine Kreditkarte zu besitzen, da der bargeldlose Verkehr in Großbritannien eine viel größere Rolle spielt, als in Deutschland.

Des Weiteren sollte man sich frühzeitig mit der Wohnungssuche beschäftigen. London ist eine sehr teure und begehrte Stadt, was diese Suche nicht einfacher gestaltet. Dazu erschwert es einem, dass man nur für wenige Monate und nicht für ein Jahr unterkommen will. Dabei lohnt es sich die DAAD Außenstelle in London anzuschreiben, über sie erhält man leicht nützliche Tipps und erste Anlaufstellen. Es schadet auch nicht die jeweilige Universität zu fragen, ob man im Studentenwohnheim unterkommen kann. In meinem Fall war dies nicht möglich. Ich hatte das Glück über Beziehungen zu einer Gastfamilie zu gelangen, die mir ein Zimmer für diese zwei Monate anbieten konnte. Nach London (Heathrow) bin ich von München aus per Flug gelangt. Vom Flughafen aus kann man mit Zug und U-Bahn zu seiner Wohnung gelangen.

Vor Ort kommt man recht einfach mit den öffentlichen Verkehrsmitteln (vor allem der U-Bahn) an sein Ziel. Diese sind auch nicht gerade billig. In meinen acht Wochen dort habe ich allein circa 400 Pfund für die U-Bahn ausgegeben. Hier bietet es sich an eine Oyster card zu kaufen, mit welcher man bargeldlos die U-Bahn benutzen kann. Da London eine sehr große Stadt ist, kann es trotz guter Verbindung lange dauern um sein Ziel zu erreichen. So benötigte ich circa 50 Minuten zur Universität und 40 Minuten um das Stadtzentrum zu erreichen.

Die Wochenenden verbrachte ich meist in London. Es gibt dort so viele Sehenswürdigkeiten, dass man selbst in acht Wochen noch nicht alles gesehen hat. Im Stadtzentrum erschlägt einen die Fülle an Sehenswürdigkeiten, Cafes, Restaurants und Shopping Möglichkeiten geradezu. Besonders zu empfehlen sind die Museen, die im Gegensatz zu den meisten Sehenswürdigkeiten keinen Eintritt verlangen. Somit bilden diese eine gute Alternative wenn man nicht wieder tief in den Geldbeutel greifen will. Auch die vielen Parks sind frei zugänglich und bieten die Möglichkeit sich vom Großstadttrubel für einige Momente zu erholen.

Das Praktikum hat nicht nur meine fachlichen, sondern auch persönlichen Kompetenzen erweitert. Es hat mir einen Einblick in die Arbeitsweise wissenschaftlicher Institute gegeben und mir gleichzeitig die Gelegenheit gegeben meine Englischkenntnisse zu verbessern. Des Weiteren konnte ich mein Wissen in der anorganischen Synthese vertiefen und weitere praktische Laborerfahrung sammeln. Ich erhielt einen Einblick in die Lebens- und Denkweise der Briten und konnte mir viele Wahrzeichen Londons persönlich anschauen. Somit ermöglichte der Auslandsaufenthalt mir auch meine persönlichen Horizont zu erweitern. Ich genoss jeden Tag in London und fühlte mich sowohl bei meiner Gastfamilie, als auch im Institut immer wohl. Das Praktikum wird mir daher als positive Erinnerung im Gedächtnis bleiben, auf die ich sehr gerne zurückblicken werde.

Hiermit möchte ich mich bei dem DAAD bedanken, der mir dieses Praktikum finanziert und damit ermöglicht hat. Des Weiteren will ich mich bei Dr. Cristina Giordano und ihren Mitarbeitern bedanken, die mich betreut und durch das Praktikum geholfen haben.

2. Report Internship

The aim of the projects was to explore unconventional pathways to prepare “patterned” metallic ceramics, otherwise difficult to shape, for application in catalysis. To prepare the patterned systems, filter papers were used as support. The preparation of mere nanoparticles was also conducted as comparison. A soft urea pathway was used to prepare these systems. In a typical synthesis, 1g of a metal salt (usually chlorides) was dissolved in 2g of Ethanol. After that a suitable amount of urea was added to the solution to achieve the desired urea/metal molar ratio (R). After stirring, a homogenous mixture was formed, which was poured into crucibles or dropped onto a paper and placed inside a furnace for a heat treatment under nitrogen flow. The reaction conditions are reported in table 1. Iron, nickel, molybdenum and zirconium were used in this project.

Table 1. Summary of the prepared samples: *-pash and -paall are the ones prepared on paper; -cru the ones in crucibles*

Name	Precursor	m(Precursor) / g	n(Precursor) / mol	V(EtOH) / ml	R	m(Urea) / g	n(Urea) / mol	T(°C)	rate / °C min ⁻¹	dwelling time / h	Product (main phase)
Mopaal	Mo-Chloride	1	0.0037	2.535	7	1.5388	0.0256	800	3	3	MoC
Nipash2	Ni-Acetate	1	0.0040	1	3	0.5102	0.0085	350	5	3	Ni ₃ N
Nicru2	Ni-Acetate	1	0.0040	1	3	0.5102	0.0085	350	5	3	Ni ₃ N
Nipash3	Ni-Acetate	1	0.0040	1.5	5	1.2068	0.0201	800	5	3	Ni
Nicru3	Ni-Acetate	1	0.0040	1.5	5	1.2068	0.0201	800	5	3	Ni
Fepash2	Fe-Acetate	1	0.0028	2	5	0.8503	0.0142	800	15	2	Fe ₃ C
Zrcru	Zr-chloride	1	0.0043	2.53	11	2.8350	0.0472	1000	2.5	6	ZrO ₂
Zrpash	Zr-chloride	1	0.0043	2.53	11	2.8350	0.0472	1000	2.5	6	ZrO ₂

Phase attribution was made by XRD study, comparing the obtained patterns with those expected from the ICDD database (figure 1). Figure 1 shows that the synthesis of iron carbide, molybdenum carbide and molybdenum nitride prepared on filter paper were all successful. The TEM image from the MoC showed nanoparticles, which are only a few nanometers small, embedded into the matrix. the Fe₃C formed bid nanoparticles with a size around 30 nm.

While the synthesis of ZrN brought to the oxide ZrO₂ phase, with and without paper support.



The pictures show the products on paper(from left to right:Nipash3, Fepash2, Mopaal, Nipash2).

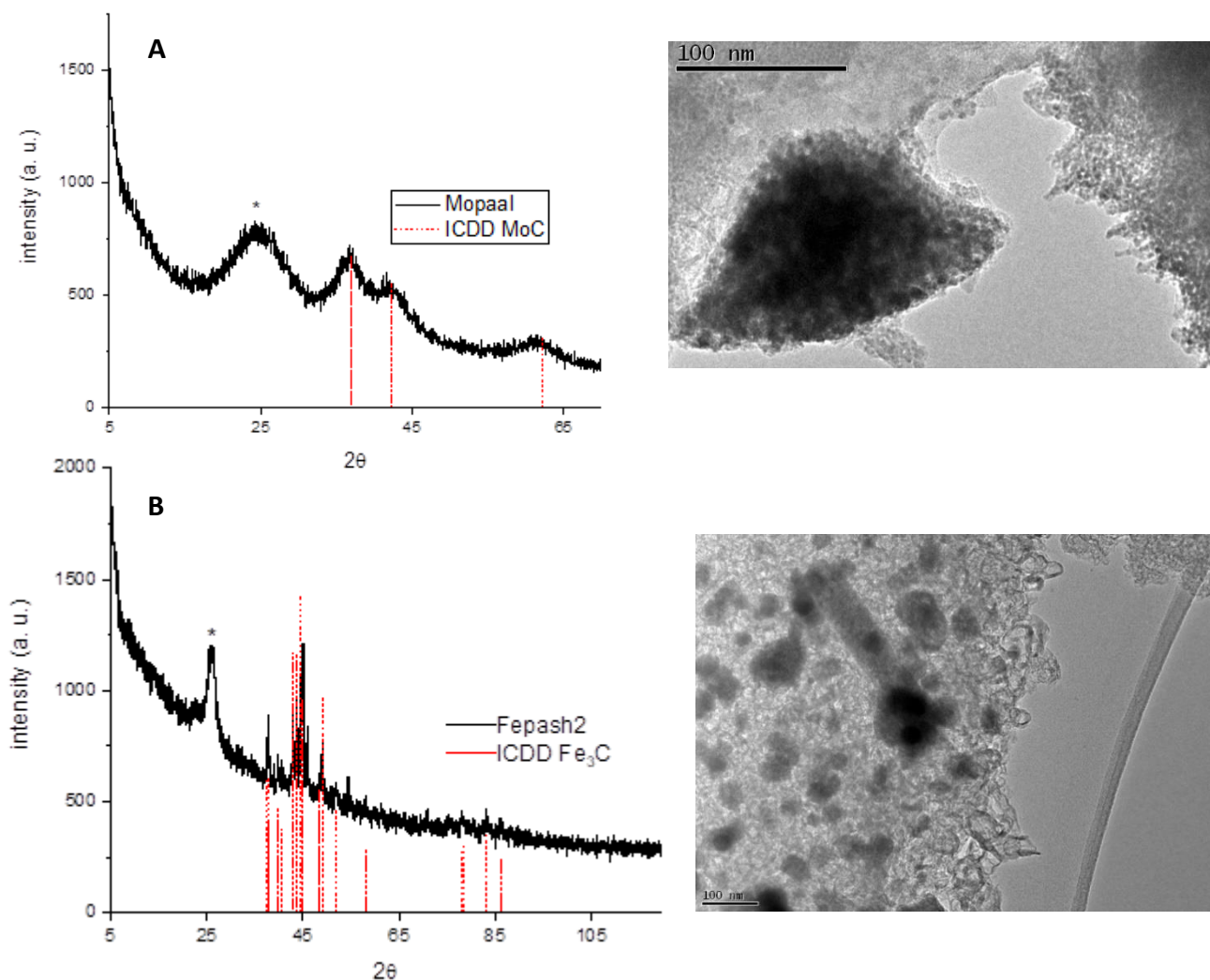


Figure 1. XRD pattern (left) and TEM images (right) of the treated Mopaal and Fepash2. Red vertical lines are from the ICDD database(Fe_3C : [96-230-0075]; MoC : [04-004-2516]) . Marked peak (*) is attributed to carbon.

As expected from a previous study, the synthesis of nickel products brought to Ni_3N for $R=3$ and Ni° for $R=5$, even when paper was used as support. The XRD of both paper and crucible showed sharp and defined peaks, which meant that the Nickel is highly crystalline. The nanoparticles were embedded in the paper and are roughly around 50 nm big.

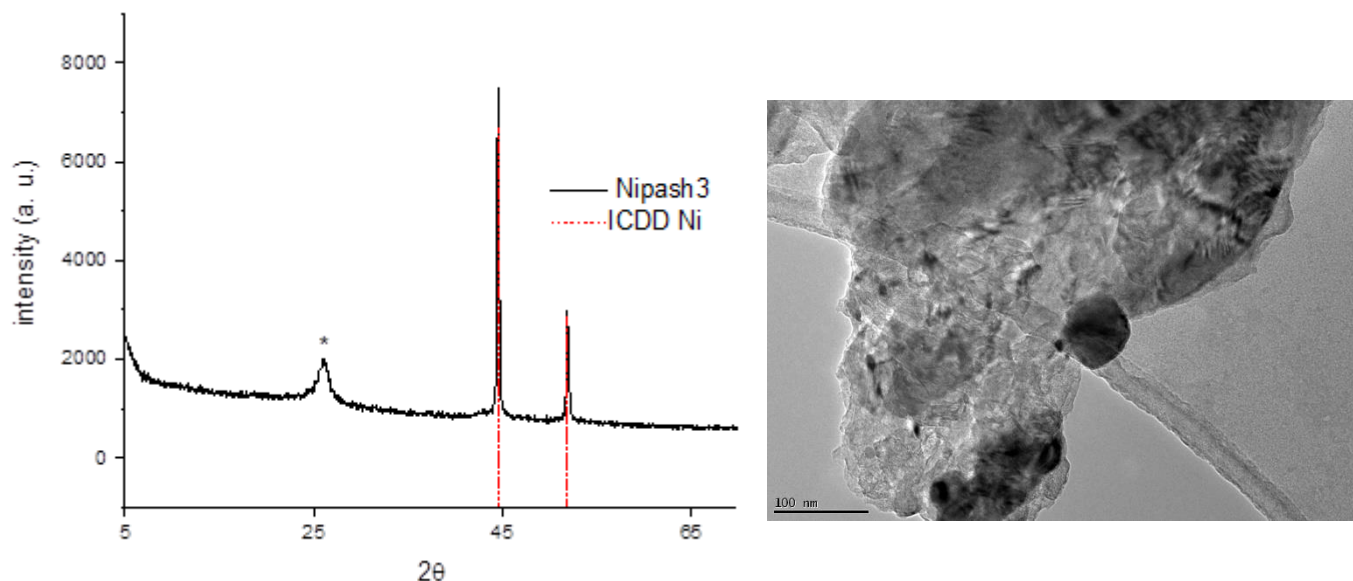


Figure 2. XRD pattern (left) and TEM images (right) of the treated Nipash3. Red vertical lines are from the ICDD database ([96-210-0650]). Marked peak (*) is attributed to carbon.

In contrast the synthesized nickel nitride particles were smaller, only around 20 nm. As the XRD showed (figure 3), they seemed to be amorphous. Only a small peak around 45 ° indicate the nitride phase formation.

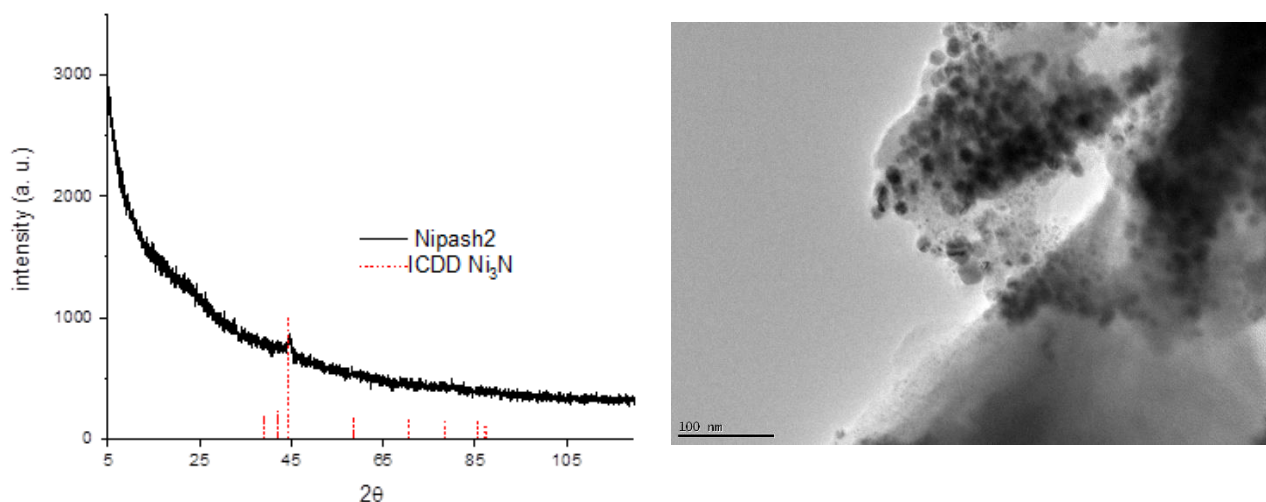


Figure 2. XRD pattern (left) and TEM images (right) of the treated Nipash2. Red vertical lines are from the ICDD database ([96-432-0486]).

The next step was drawing shapes on the paper. But even simple shapes were hard to draw, because the solution just diffused into the whole paper. This problem was tackled by using less solvent and more urea to create a more viscous solution, which would not diffuse as easily. The highest concentrations, which still resulted in homogenous solutions are 1 gml^{-1} for Molybdenum and Nickel, 0.5 gml^{-1} for Iron and 0.67 gml^{-1} for Zirconium. Higher concentrations were tested but did not result in homogenous solutions. When the molar ratio R or the reaction temperature changed, a crucible was tested under the same conditions to compare the results. Although the higher viscosity made it easier to apply the metal precursor on paper and create shapes, some still did not turn out as intended after the reaction. Sometimes the paper even cracked or crumbled during the heating. Especially Iron and Nickel often did not turn out as intended.

After that the synthesis route was altered to create three dimensional nanostructures. To achieve that, a porous support material was dipped into the metal precursor solution. Otherwise the synthesis stayed the same. The aim was to synthesize TiON, VON, NbON, NbO, ZrO and ZrN and analyze the three-dimensional structure. Furthermore, several samples with a nickel precursor and SiO_2 were prepared. Both projects were still in progress at the time this report was written, therefore no results can be presented here.

To summarize the results, it was possible to synthesize Ni, Ni_3N , Fe_3C and MoC on a paper support. As shown by the TEM images, nanoparticles were formed.