

Präparation, Kristallstruktur und NMR-Spektroskopie an AgAlP_2Q_6 (Q = S, Se)

Arno Pfitzner^{a,*}, Martina Andratschke^a, Franz Rau^a, Gunther Brunklaus^b, Hellmut Eckert^b

^a Institut für Anorganische Chemie, Universität Regensburg, D-93040 Regensburg

^b Institut für Physikalische Chemie, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, D-48149 Münster

Keywords: Silver; Aluminium; Chalcogenophosphate; Crystal structure; NMR spectroscopy

AgAlP_2Q_6 wurde durch Festkörperreaktionen stöchiometrischer Mengen der Elemente (Q = S) bzw. von AgAlSe_2 , P und Se (Q = Se) in evakuierten Kieselglasampullen erhalten. AgAlP_2S_6 ist luft- und feuchtigkeitsempfindlich. Die Struktur der Verbindungen wurde aus Einkristalldaten ermittelt. Das gelbe AgAlP_2S_6 kristallisiert orthorhombisch, Raumgruppe *Fdd2* (Nr. 43), mit $a = 7.711(1)$ Å, $b = 10.838(1)$ Å, $c = 20.863(2)$ Å, $V = 1743.5(2)$ Å³ und $Z = 8$. Es handelt sich um einen neuen Strukturtyp für Hypothiodiphosphate der $\text{M}^{\text{III}}\text{P}_2\text{Q}_6$ -Familie. Er kann als ein aufgefülltes Derivat des TiP_2S_6 -Typs [1] angesehen werden (Abb. 1a). Zusätzlich sind aber in AgAlP_2S_6 die Phosphoratome über zwei und die Silberatome über drei Atomlagen statistisch verteilt. ³¹P- und ²⁷Al-Festkörper-NMR-Messungen an AgAlP_2S_6 unterstützen die Resultate der Röntgenstrukturanalyse. Gelbes $\text{AgAlP}_2\text{Se}_6$ kristallisiert monoklin, Raumgruppe *C2/c* (Nr. 15), mit $a = 6.353(1)$ Å, $b = 11.007(1)$ Å, $c = 13.588(1)$ Å, $\beta = 98.46(1)^\circ$, $V = 939.8(2)$ Å³ und $Z = 4$. $\text{AgAlP}_2\text{Se}_6$ ist aus einer Abfolge von $(\text{SeAg}_{1/3}\text{Al}_{1/3}(\text{P}_2)_{1/3}\text{Se})$ -Schichten aufgebaut, die leere van der Waals Gaps trennen. Die oktaedrischen Lücken der kubisch dicht gepackten Se-Atome werden geordnet von Al, Ag und P₂-Gruppen gefüllt, so dass von jeder Atomsorte jeweils ein trianguläres zweidimensionales Subgitter gebildet wird (s. Abb. 1b). Alle Atompositionen in der Struktur sind voll besetzt.

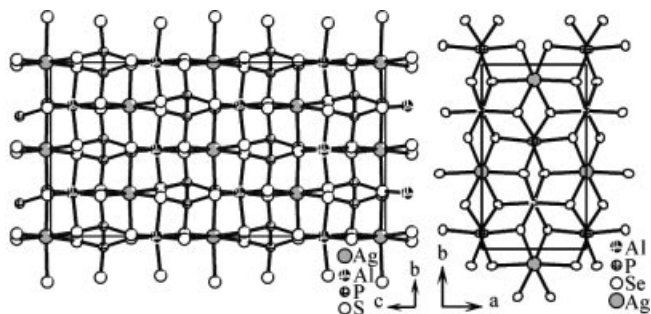


Abb. 1 Die AgAlP_2Q_6 -Kristallstrukturen:
a) Q = S, entlang [100]; b) Q = Se, entlang [001]

[1] M. Z. Jandali, G. Eulenberger, H. Hahn, *Z. Anorg. Allg. Chem.* **1980**, *470*, 39.

DOI: 10.1002/zaac.200470117

Synthesis and Magnetic Properties of nc-Co@cellulose Nanocomposites

Clemens Pietzonka, Ivan B. Angelov, Sabine Schlecht*

Fachbereich Chemie der Philipps-Universität, D-32032 Marburg

Keywords: Cobalt; Nanoparticles; Magnetism

Interacting magnetic nanoparticle systems represent a field of nanoscience which was thoroughly investigated in the last years but yet remained insufficiently understood. Unlike self-assembled arrays of magnetic nanoparticles [1] or nanoparticle systems that are completely embedded in a diamagnetic matrix [2], nanocomposites with magnetic particles attached only to the surface of the support contain a substantial additional degree of anisotropy in their magnetic interactions. One such kind of system was obtained via the attachment of CoCl_2 to the hydroxylic surface of cellulose powder under very basic conditions. The obtained pink powder was reduced with a solution of $\text{Li}[\text{Et}_3\text{BH}]$ to yield nc-Co@cellulose with cobalt nanoparticles of ~ 5 nm size. The magnetic properties of Co@cellulose were investigated and spin-glass-like behaviour was observed. In addition to characteristic memory effects in field-cooling experiments [3] a very unusual deformation of the hysteresis loop of samples with a high loading of cobalt on cellulose was found (Fig. 1). The hysteresis loop shows a constriction at low fields that was only known for a conventional spin-glass so far [4] and has been attributed to the formation of internal anisotropic fields within the sample during the cooling process.

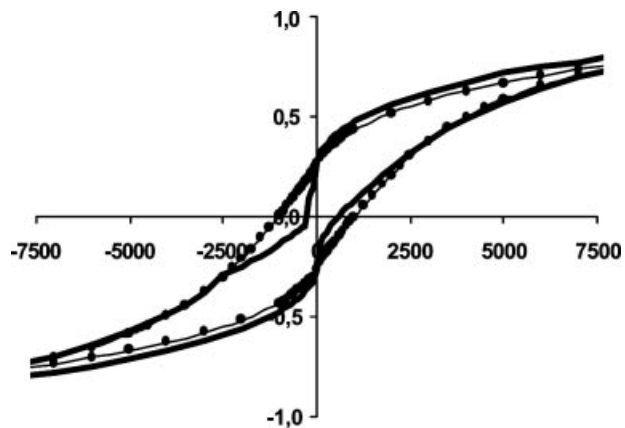


Fig. 1 Hysteresis loops of Co@cellulose 1:2 (w/w) (thin line with dots) and of Co@cellulose 2:1 (w/w) (thick solid line), the latter showing an unusual constriction at lower fields ($T = 30$ K).

- [1] V. F. Puentes, D. Zanchet, C. K. Erdonmez, A. P. Alivisatos, *J. Am. Chem. Soc.* **2002**, *124*, 12874.
[2] W. Luo, S. R. Nagel, T. F. Rosenbaum, R. E. Rosenzweig, *Phys. Rev. Lett.* **1991**, *67*, 2721.
[3] Y. Sun, M. B. Salamon, K. Garnier, R. S. Averback, *Phys. Rev. Lett.* **2003**, *91*, 167206.
[4] S. Senoussi, *J. Phys.* **1984**, *45*, 315.

DOI: 10.1002/zaac.200470118