

3. Herstellung geordneter bimetallischer Nanopartikel

Allgemeine Anmerkung

Die Probenbereitung für TEM-Untersuchungen der FePt-Nanopartikel erfolgt nach AAV 2 durch Auftragung der Nanopartikellösung/Suspension auf ein Kohlefilm-TEM-Grid.

3.1 Herstellung von FePt-Nanopartikeln unter Variation des Surfactants

3.1.1 Oleylamin mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.3:1)

49.3 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 103.3 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol werden in 3 mL Dioctylether unter Argon auf 160 °C erhitzt. Unter kräftigem Rühren gibt man eine Lösung von 32.0 mg (21.5 μL , 0.163 mmol) Eisenpentacarbonyl und 535 mg (2.00 mmol) Oleylamin in 3 mL Dioctylether hinzu und erhitzt den Ansatz 25 min unter Rückfluss. Die Partikel sind vollständig aus dem Dioctylether ausgefallen. Nach dem Abkühlen wird der Ansatz mit 20 mL Ethanol versetzt und zentrifugiert. Die überstehende Lösung dekantiert man ab und suspendiert den braunschwarzen Rückstand in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Oleylamin $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l). Die Partikel gehen nicht in Lösung. Auch die Zugabe von Ölsäure ($6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l) bringt die Partikel nicht mehr in Lösung. Dem Ansatz werden 15 mL Ethanol zugegeben und zentrifugiert. Der schwarze Rückstand wird wieder in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Ölsäure/Oleylamin je 0.01 mol/l) suspendiert und 1 h im Ultraschallbad behandelt. Die Partikel lösen sich nicht. Abschließend wird die schwarze Suspension noch einmal mit 15 mL Ethanol versetzt, zentrifugiert und in 5 mL *n*-Hexan suspendiert.

Die FePt-Nanopartikel sind während der Herstellung komplett ausgefallen und konnten auch nicht durch Zugabe des Surfactant-Paares (Ölsäure/Oleylamin) wieder in Lösung gebracht werden. Die Partikel sind vollständig agglomeriert.

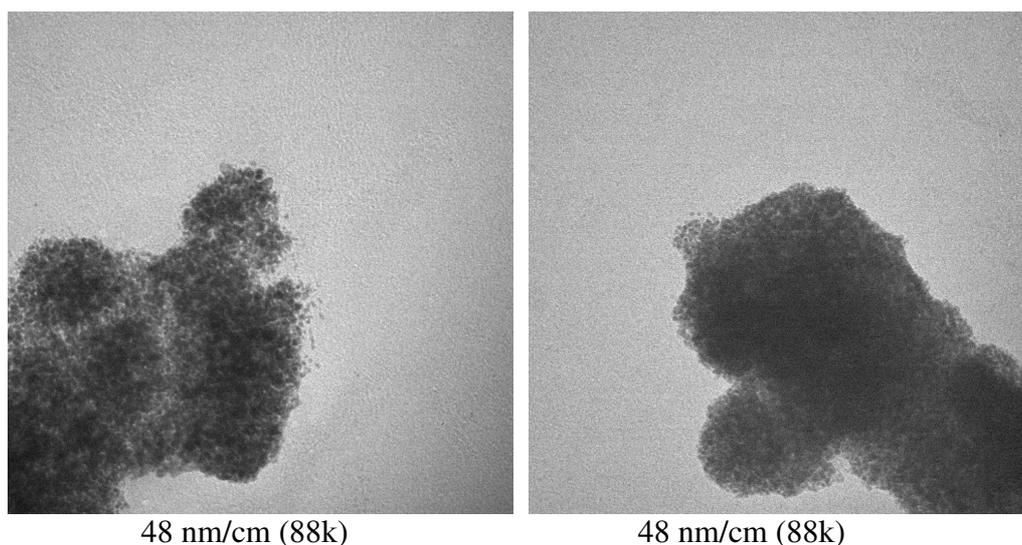


Abb. 62: Oleylamin als Surfactant, EDX: Fe₅₄Pt₄₆

3.1.2 Ölsäure mit Fe(CO)₅/Pt(acac)₂ (1.3:1)

49.3 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 103.3 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol werden in 3 mL Dioctylether unter Argon auf 160 °C erhitzt. Unter kräftigem Rühren gibt man eine Lösung von 32.0 mg (21.5 µL, 0.163 mmol) Eisenpentacarbonyl und 565 mg (2.00 mmol) Ölsäure in 3 mL Dioctylether hinzu und erhitzt den Ansatz 25 min unter Rückfluss. Nach dem Abkühlen wird der Ansatz zum Ausfällen der Partikel mit 20 mL Ethanol versetzt und zentrifugiert. Die gelbbraune überstehende Lösung dekantiert man ab und löst den braunschwarzen Rückstand in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Ölsäure $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l). Die dunkelbraune Lösung wird mit 15 mL Ethanol versetzt und zentrifugiert. Den braunschwarzen Rückstand löst man wieder in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Ölsäure $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l) und zentrifugiert erneut um ungelösten Rückstand zu entfernen (kein ungelöster Rückstand gefunden). Abschließend werden die FePt-Nanopartikel noch einmal mit 15 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und in 10 mL *n*-Hexan aufgenommen.

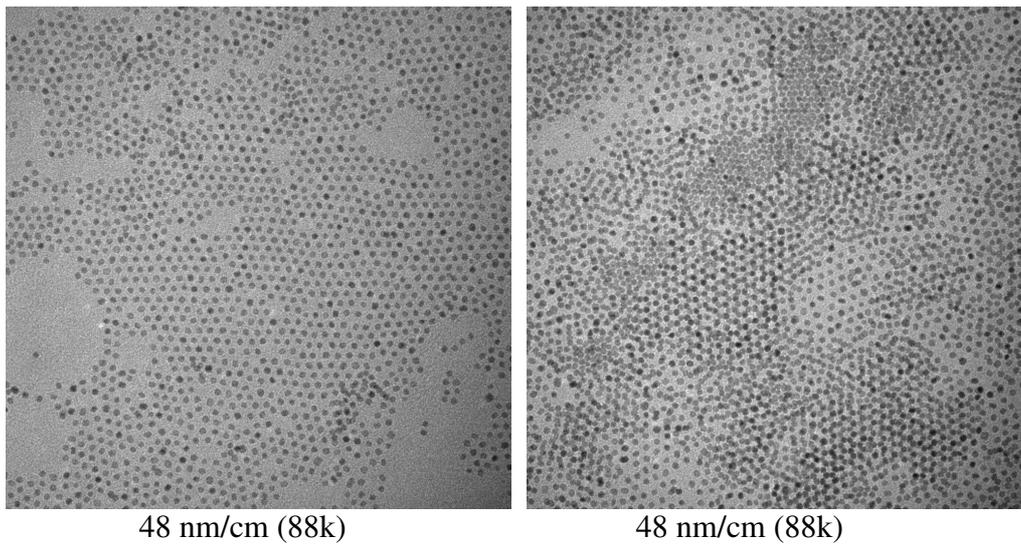


Abb. 63: Ölsäure als Surfactant: EDX: $\text{Fe}_{47}\text{Pt}_{53}$, Partikeldurchmesser: 3.87 nm (± 0.27 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.70 nm (± 0.54 nm)

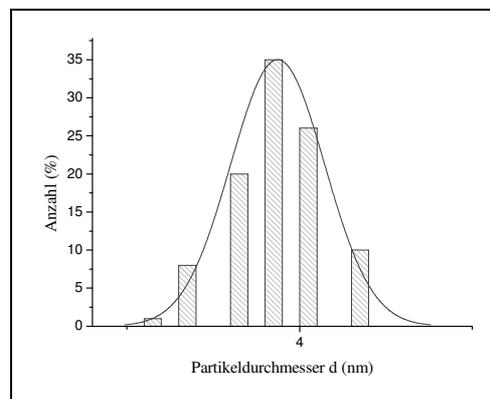


Abb. 64: Partikelgrößenverteilung

3.1.3 Ölsäure/Oleylamin (1:1) mit Variation der $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ -Stöchiometrie

3.1.3.1 Ölsäure/Oleylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.5:1)

Gemäß AAV 1 werden 49.2 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 3 mL Dioctylether mit 36.7 mg (25.0 μL , 0.188 mmol) Eisenpentacarbonyl, 178 mg (0.610 mmol) Ölsäure und 163 mg (0.610 mmol) Oleylamin in 2.5 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

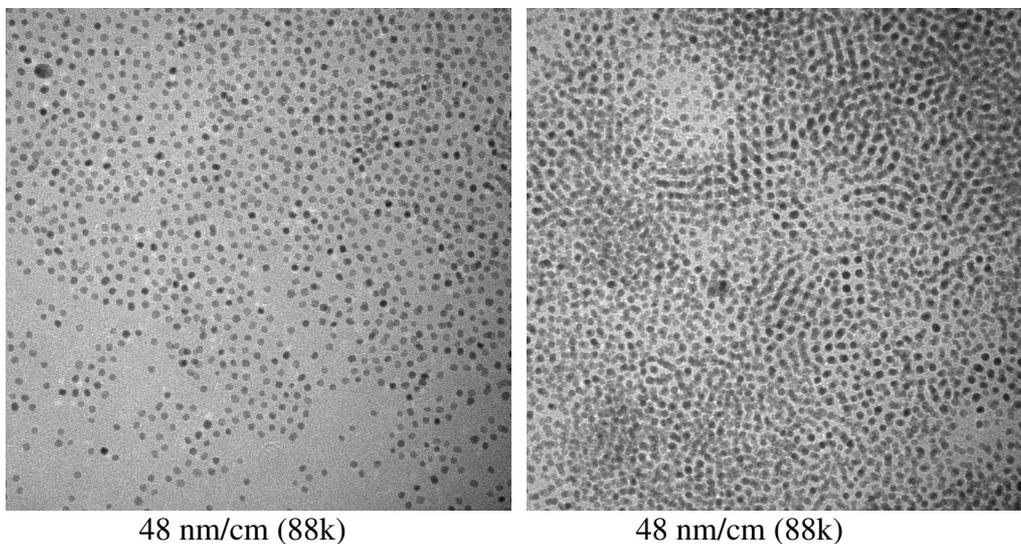


Abb. 65: Ölsäure/Oleylamin (1:1) als Surfactant mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.5:1), EDX: $\text{Fe}_{64}\text{Pt}_{36}$, Partikeldurchmesser: 4.35 nm (± 0.67 nm), Partikelabstände: (Rand zu Rand): 3.24 nm (± 0.29 nm)

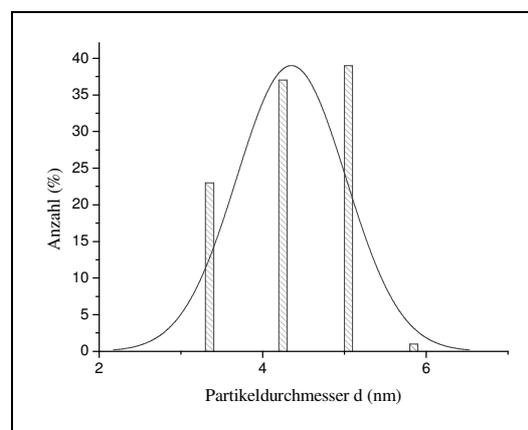


Abb. 66: Partikelgrößenverteilung

3.1.3.2 Ölsäure/Oleylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.3:1)

Gemäß AAV 1 werden 49.2 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 3 mL Dioctylether mit 32.0 mg (21.0 μL , 0.163 mmol) Eisenpentacarbonyl, 178 mg (0.610 mmol) Ölsäure und 163 mg (0.610 mmol) Oleylamin in 2.5 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

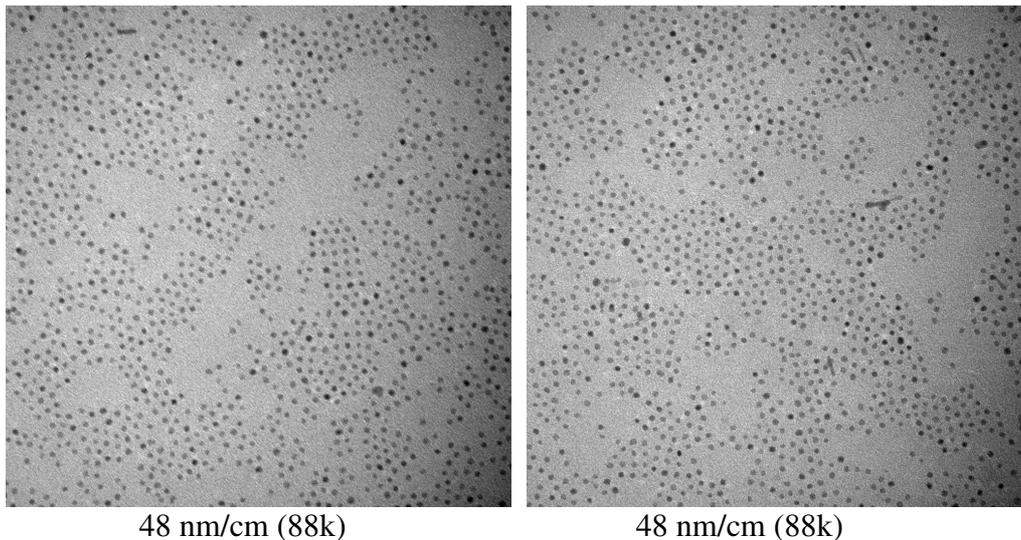


Abb. 67: Ölsäure/Oleylamin (1:1) als Surfactant mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.3:1), EDX: $\text{Fe}_{56}\text{Pt}_{44}$, Partikeldurchmesser: 3.11 nm (± 0.56 nm), Partikelabstände: (Rand zu Rand): 2.75 nm (± 0.55 nm)

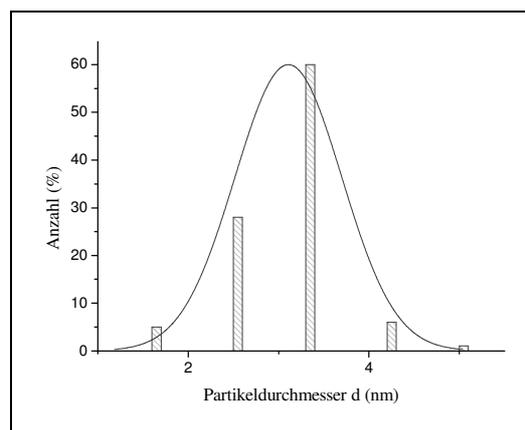
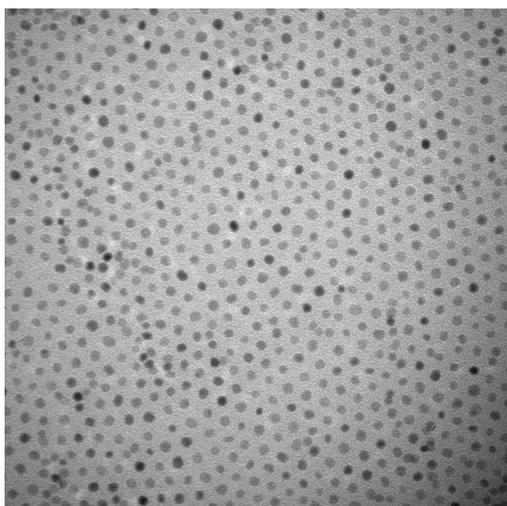


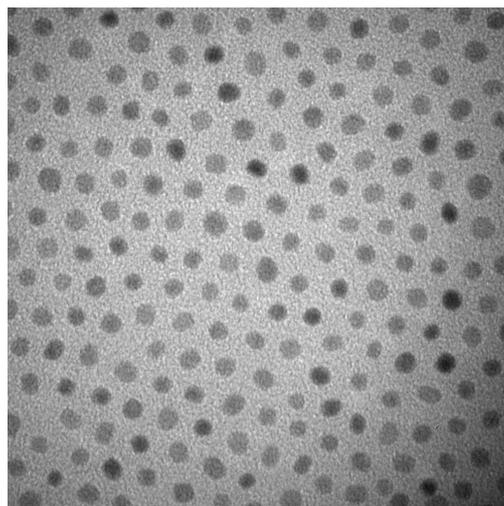
Abb. 68: Partikelgrößenverteilung

3.1.3.3 Ölsäure/Oleylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

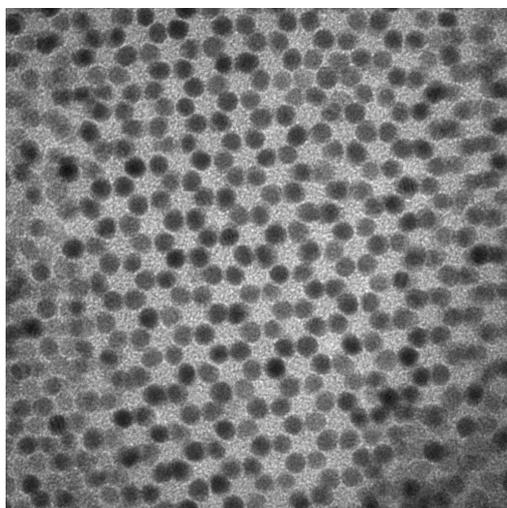
Gemäß AAV 1 werden 78.7 mg (0.200 mmol) Platinacetylacetonat und 206.8 mg (0.800 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 4 mL Dioctylether mit 49.0 mg (32.9 μL , 0.250 mmol) Eisenpentacarbonyl, 226 mg (0.800 mmol) Ölsäure und 214 mg (0.800 mmol) Oleylamin in 4 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.



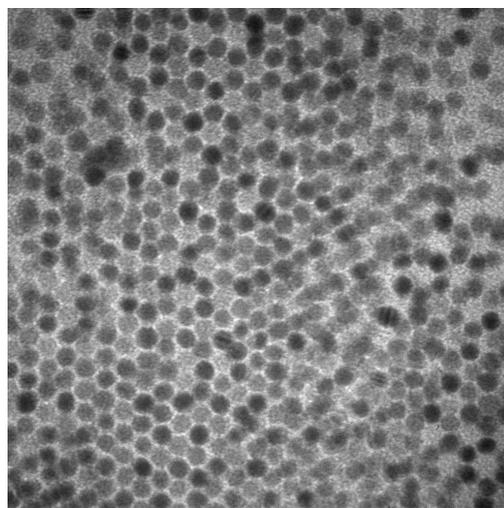
29.9 nm/cm (140k)



14.3 nm/cm (300k)



14.3 nm/cm (300k)



14.3 nm/cm (300k)

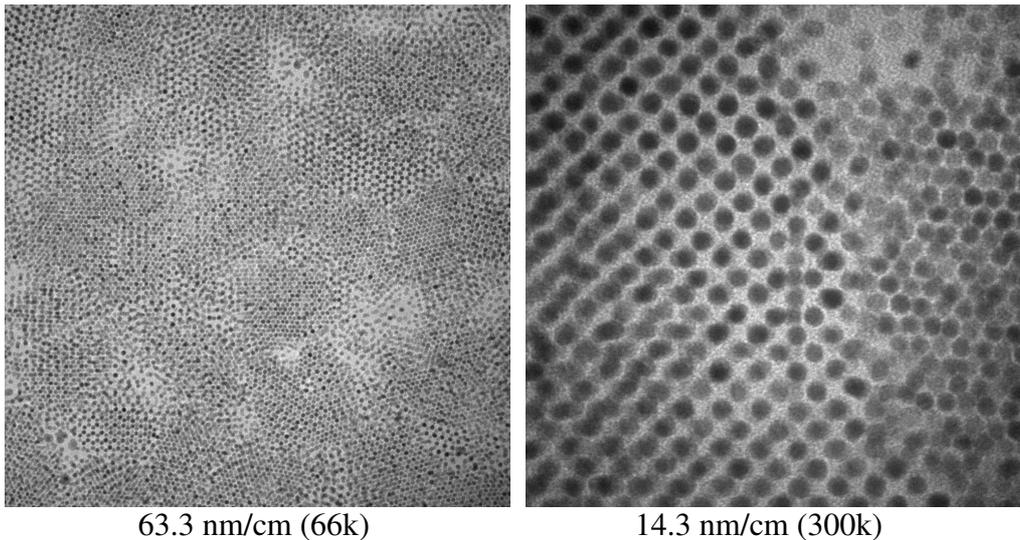


Abb. 69: Ölsäure/Oleylamin (1:1) als Surfactant mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{34}\text{Pt}_{66}$, Partikeldurchmesser: 3.59 nm (± 0.39 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 3.32 nm (± 0.61 nm)

Auftragung einer FePt-Nanopartikellösung auf einen Silicium-Wafer mit 5 cm Durchmesser durch Spin-Coating.^[54] 0.25 mL der Surfactant-Paar-Lösung (Ölsäure/Oleylamin, 1:1, $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l) wird bei 5000 U/min zentral auf den Silicium-Wafer aufgetropft und für 30s bei 5000 U/min rotiert. Anschließend tropft man 0.25 mL der FePt-Nanopartikellösung (20 mg/10 ml) in *n*-Hexan auf und lässt weitere 30s rotieren.

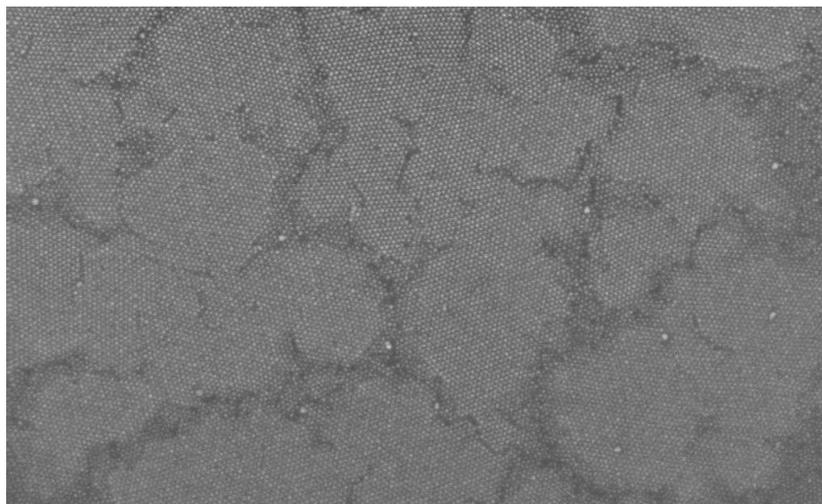


Abb. 70: REM-Bild (45.5 nm/cm) von großflächig geordneten monodispersen FePt-Nanopartikeln [Ölsäure/Oleylamin (1:1), $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{34}\text{Pt}_{66}$, Partikeldurchmesser: 3.59 nm (± 0.39 nm)]

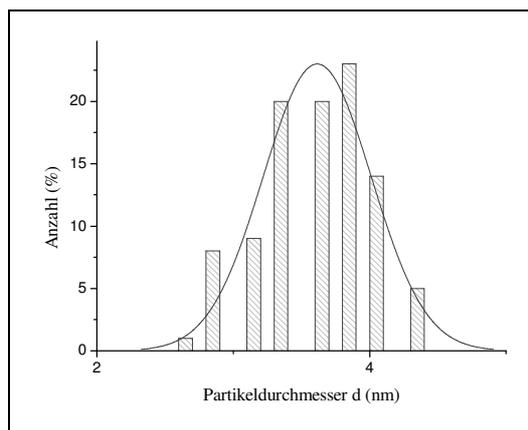


Abb. 71: Partikelgrößenverteilung

Versuch	Fe(CO) ₅ / Pt(acac) ₂	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
3.1.1	1.3:1	Fe ₅₄ Pt ₄₆	agglomeriert	agglomeriert
3.1.2	1.3:1	Fe ₄₇ Pt ₅₃	3.87 ± 0.27	2.70 ± 0.54
3.1.3.1	1.5:1	Fe ₆₄ Pt ₃₆	4.35 ± 0.67	3.24 ± 0.29
3.1.3.2	1.3:1	Fe ₅₆ Pt ₄₄	3.11 ± 0.56	2.75 ± 0.55
3.1.3.3	1.25:1	Fe ₃₄ Pt ₆₆	3.59 ± 0.39	3.32 ± 0.61

Tab. 5: Zusammenfassung: 3.1.1 (Oleylamin), 3.1.2 (Ölsäure), 3.1.3 Ölsäure/Oleylamin (1:1)

3.1.4 Ölsäure/Octadecylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

Gemäß AAV 1 werden 39.3 mg (0.100 mmol) Platinacetylacetonat und 103.4 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 4 mL Dioctylether mit 24.5 mg (16.0 μL , 0.125 mmol) Eisenpentacarbonyl, 113 mg (0.400 mmol) Ölsäure und 108 mg (0.400 mmol) Octadecylamin in 4 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

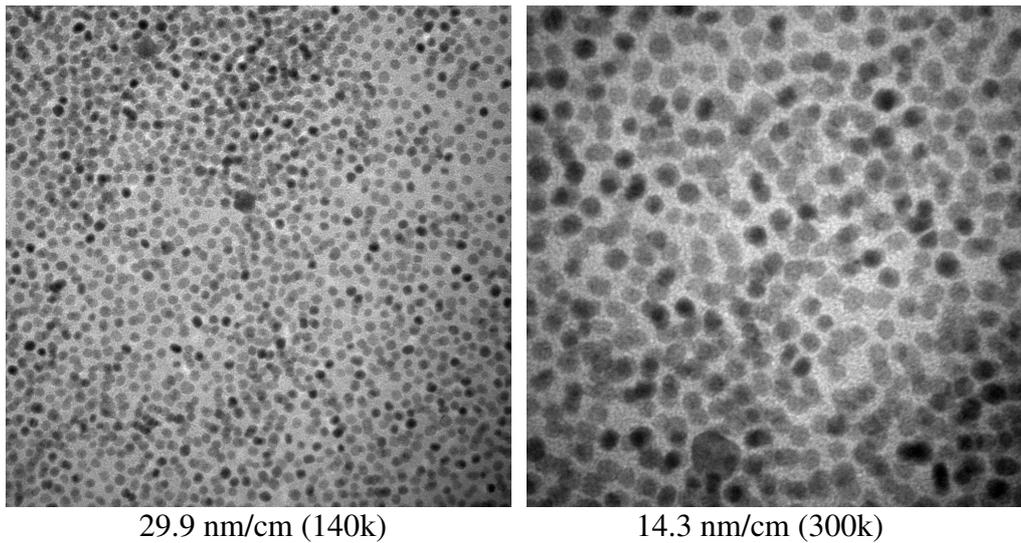


Abb. 72: Ölsäure/Octadecylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{35}\text{Pt}_{65}$, Partikeldurchmesser: 3.86 nm (± 0.41 nm), Partikelabstände: ungeordnete Partikellagen

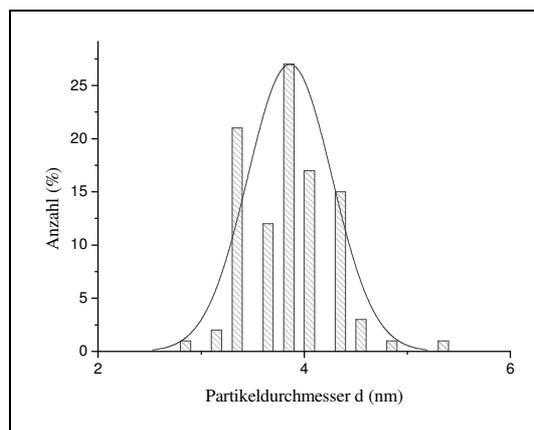


Abb. 73: Partikelgrößenverteilung

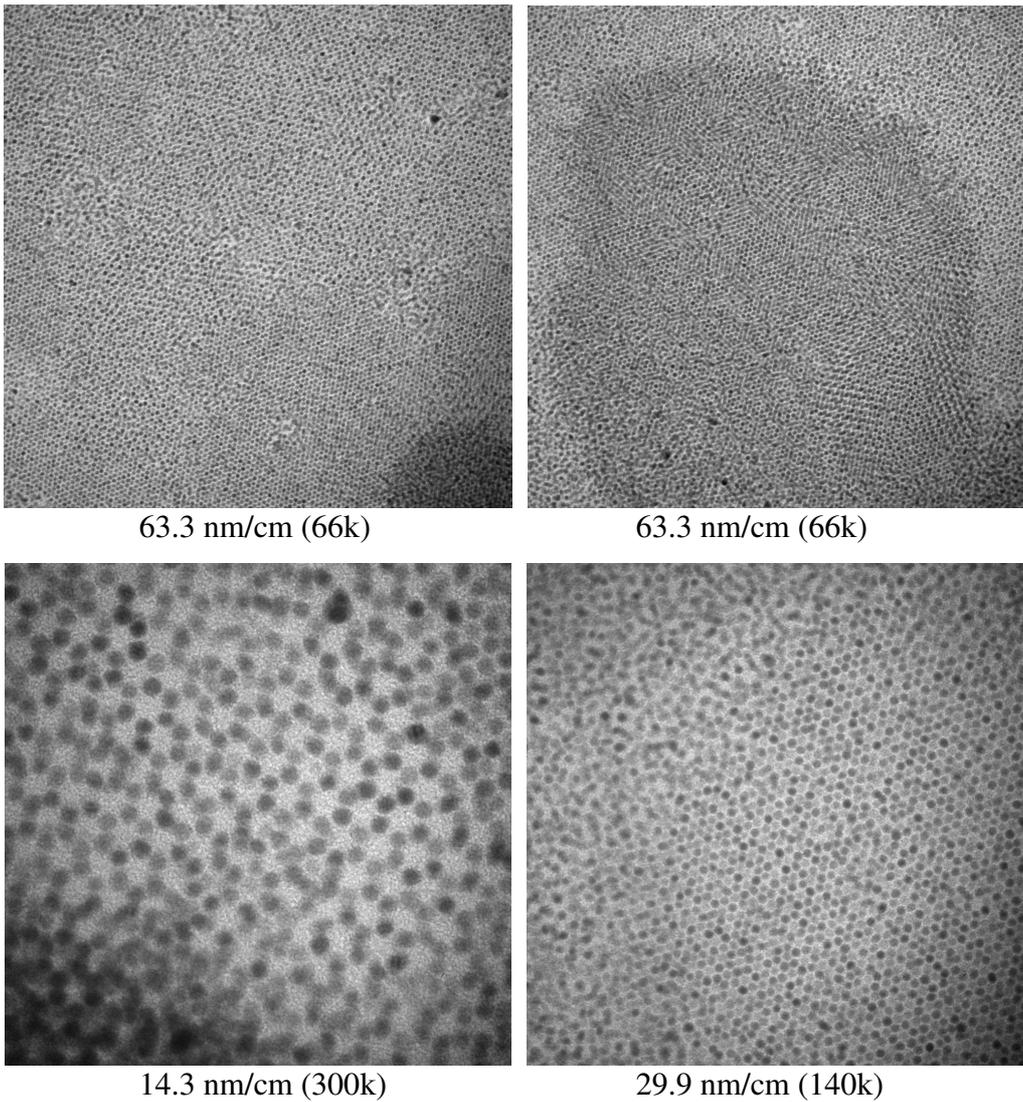


Abb. 74: Ölsäure/Octadecylamin (1:1) als Surfactant mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{46}\text{Pt}_{54}$, Partikeldurchmesser: 3.44 nm (± 0.25 nm), Partikelabstände: zwei- und mehrlagige Partikellagen

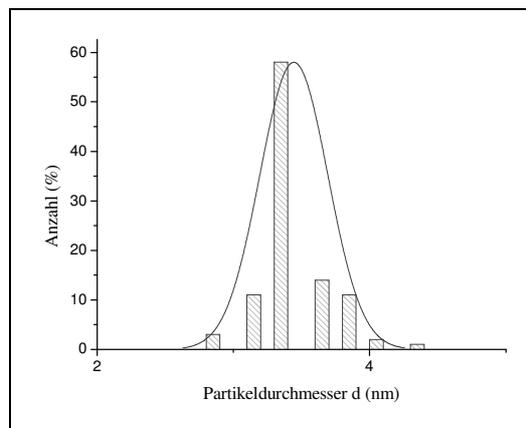


Abb. 75: Partikelgrößenverteilung

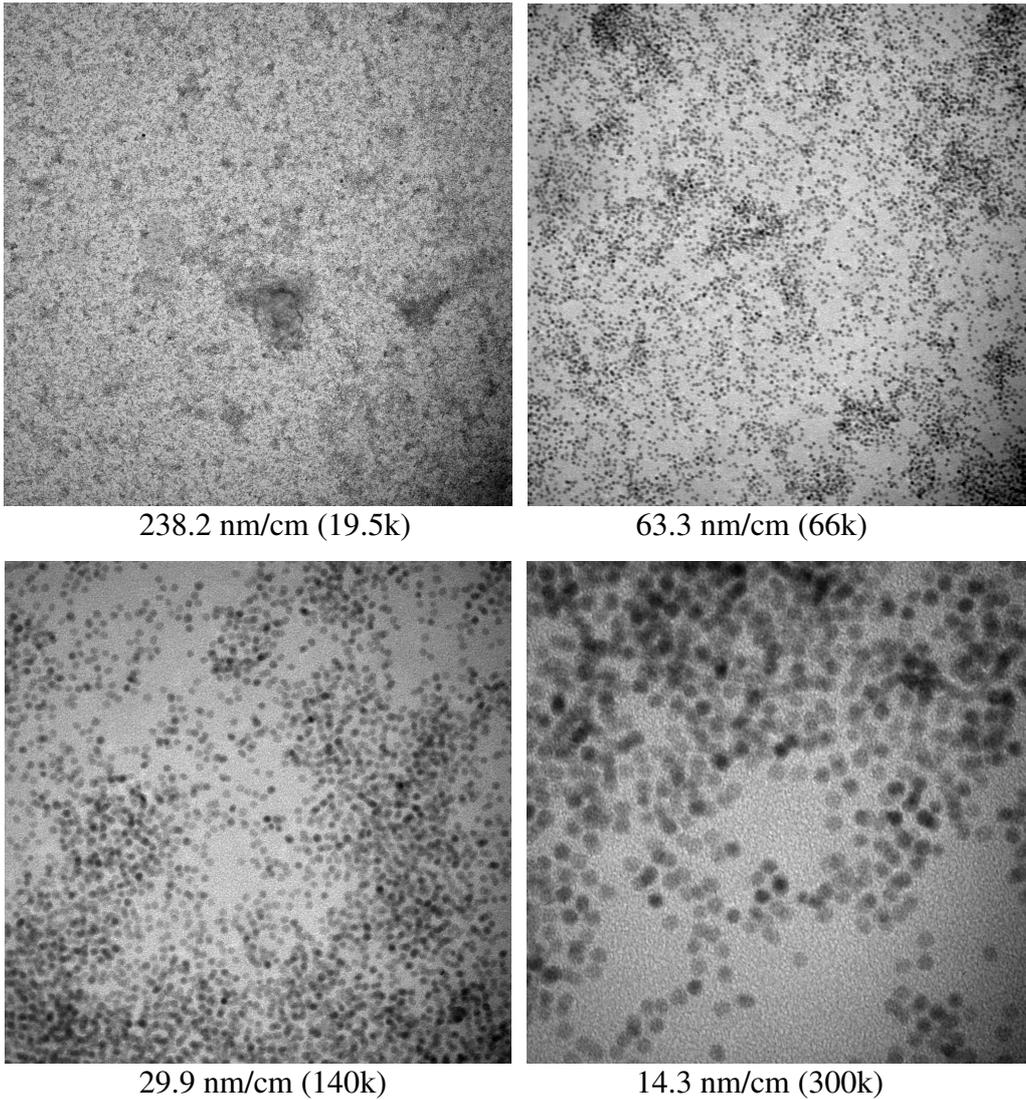


Abb. 76: Ölsäure/Octadecylamin (1:1) als Surfactant mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: defekt, Partikeldurchmesser: 3.05 nm (± 0.22 nm), Partikelabstände: ungeordnete Partikellagen

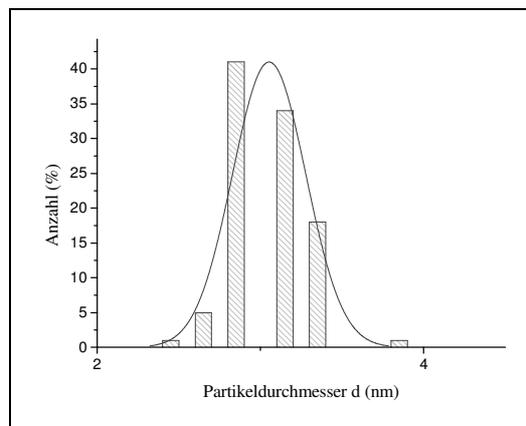


Abb. 77: Partikelgrößenverteilung

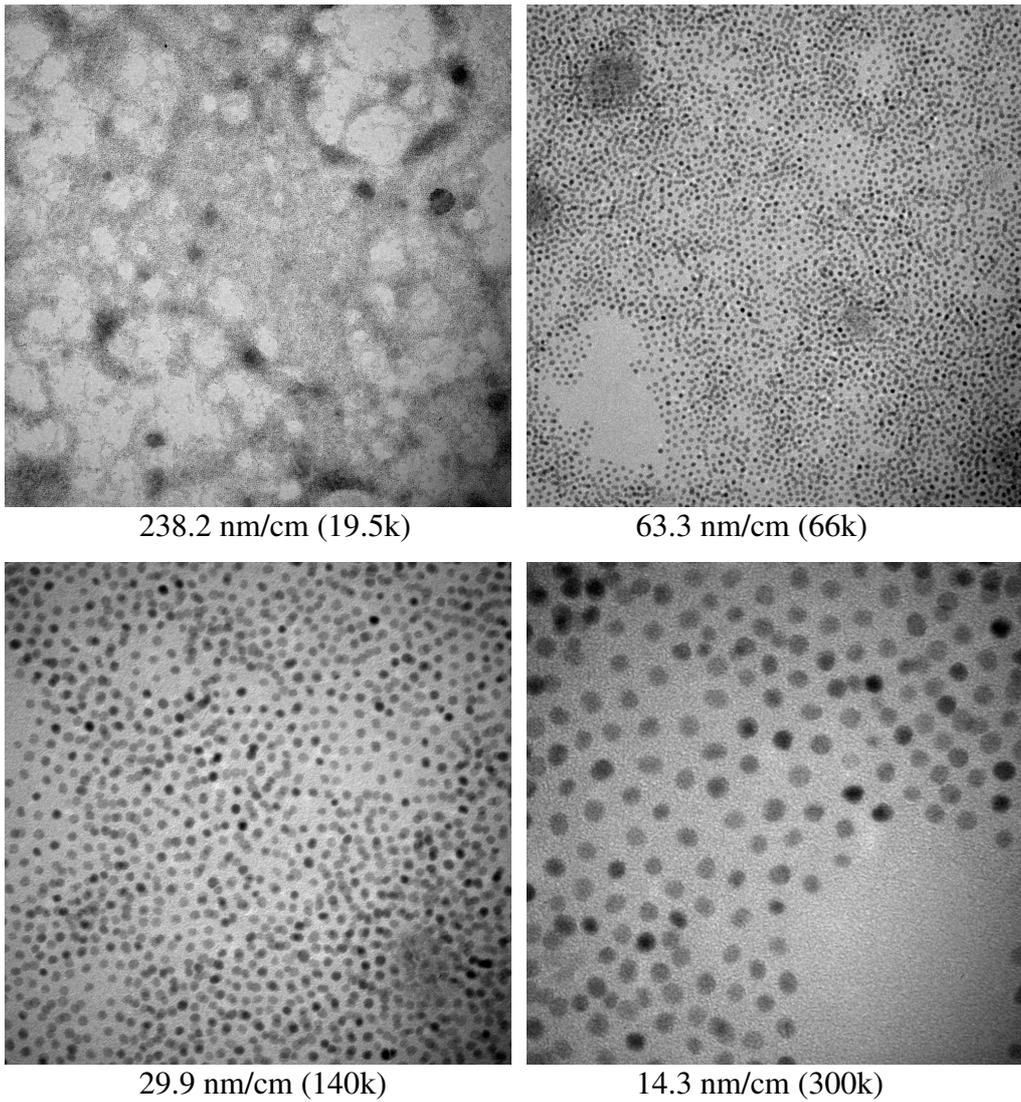


Abb. 78: Ölsäure/Octadecylamin (1:1) als Surfactant mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{57}\text{Pt}_{43}$, Partikeldurchmesser: $3.76 \text{ nm} (\pm 0.43 \text{ nm})$, Partikelabstände: ungeordnete Partikellagen

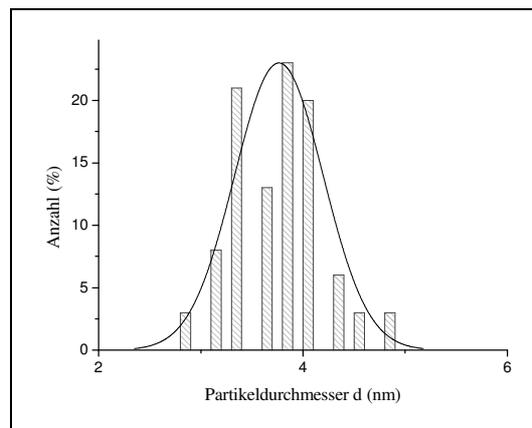


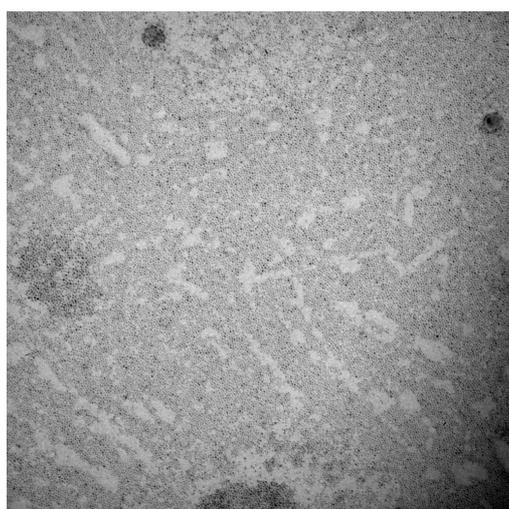
Abb. 79: Partikelgrößenverteilung

Versuch	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
1.	Fe ₃₅ Pt ₆₅	3.86 ± 0.41	ungeordnet
2.	Fe ₄₆ Pt ₅₄	3.44 ± 0.25	2- und mehrlagig
3.	Gerät defekt	3.05 ± 0.22	ungeordnet
4.	Fe ₅₇ Pt ₄₃	3.76 ± 0.43	ungeordnet

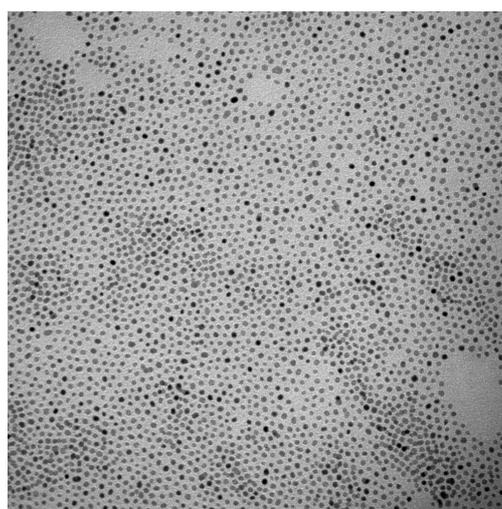
Tab. 6: Zusammenfassung 3.1.4: Ölsäure/Octadecylamin (1:1), Fe(CO)₅/Pt(acac)₂ (1.25:1)

3.1.5 Octadecansäure/Oleylamin (1:1) mit Fe(CO)₅/Pt(acac)₂ (1.25:1)

Gemäß AAV 1 werden 39.3 mg (0.100 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 4 mL Dioctylether mit 24.5 mg (16.0 µL, 0.125 mmol) Eisenpentacarbonyl, 114 mg (0.400 mmol) Octadecansäure und 107 mg (0.400 mmol) Oleylamin in 4 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.



238.2 nm/cm (19.5k)



63.3 nm/cm (66k)

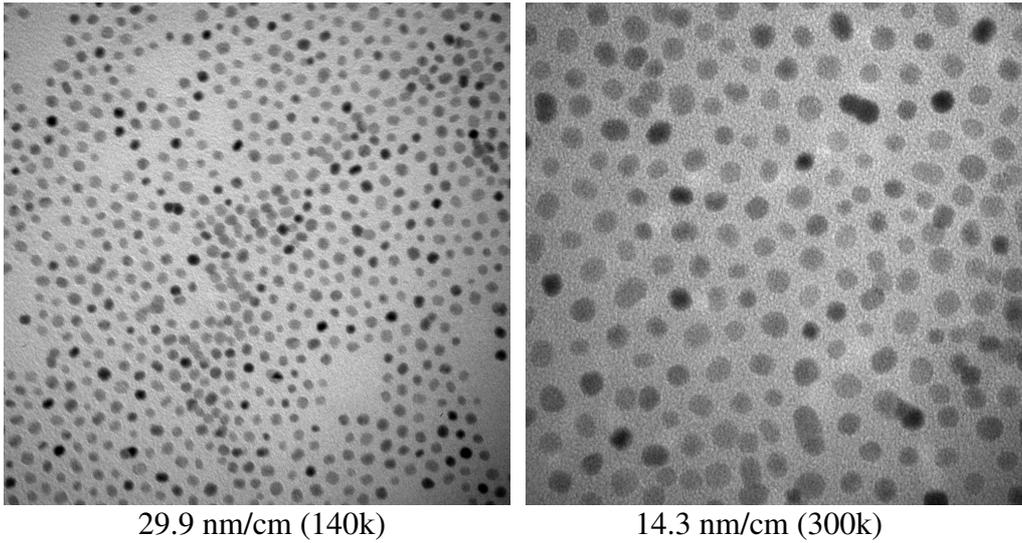


Abb. 80: Octadecansäure/Oleylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), Partikeldurchmesser: 4.20 nm (± 0.53 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 3.03 nm (± 0.66 nm)

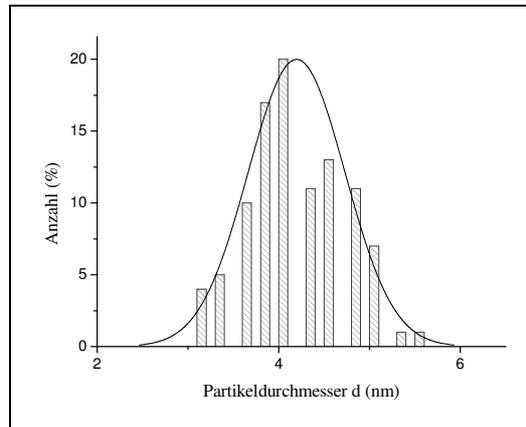
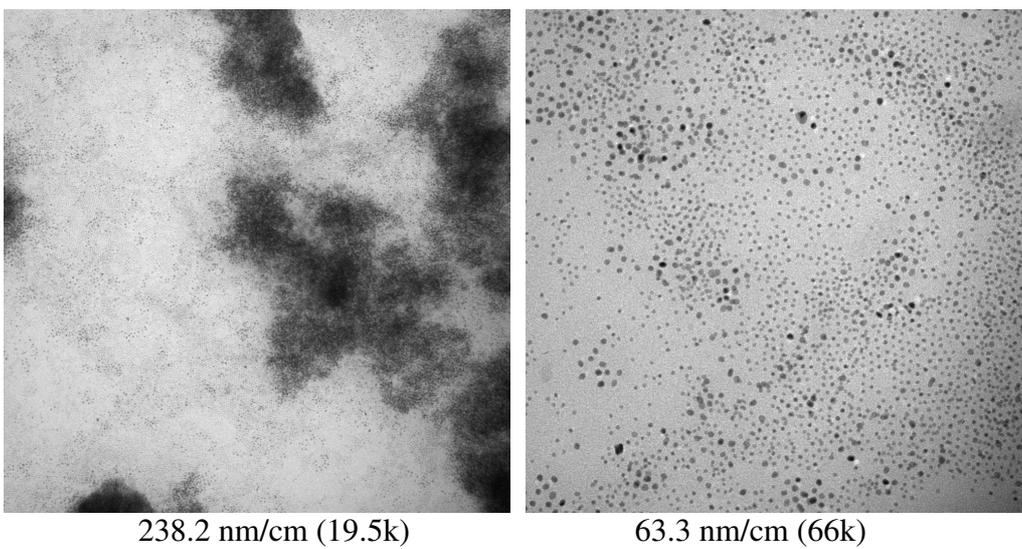


Abb. 81: Partikelgrößenverteilung



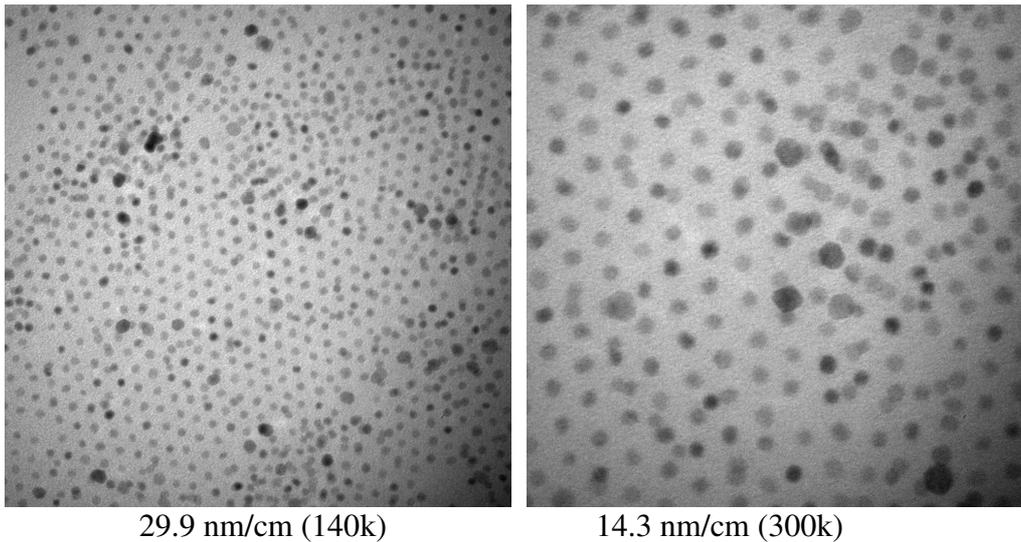


Abb. 82: Octadecansäure/Oleylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), Partikeldurchmesser: 3.09 nm (± 0.24 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 4.29 nm (± 0.62 nm)

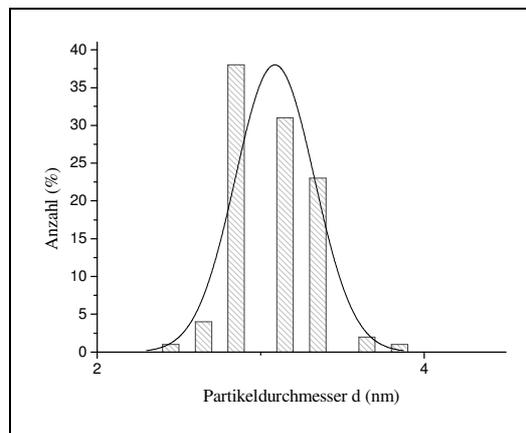


Abb. 83: Partikelgrößenverteilung

Versuch	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
1.	Gerät defekt	4.20 ± 0.53	3.03 ± 0.66
2.	Gerät defekt	3.09 ± 0.24	4.29 ± 0.62

Tab. 7: Zusammenfassung 3.1.5: Octadecansäure/Oleylamin (1:1), $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

3.1.6 Octadecansäure/Octadecylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1) unter Variation der Surfactant-Konzentration

3.1.6.1 Octadecansäure/Octadecylamin [(1:1), 0.05 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

Gemäß AAV 1 werden 39.3 mg (0.100 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 4 mL Dioctylether mit 24.5 mg (16.0 μL , 0.125 mmol) Eisenpentacarbonyl, 114 mg (0.400 mmol) Octadecansäure und 108 mg (0.400 mmol) Octadecylamin in 4 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

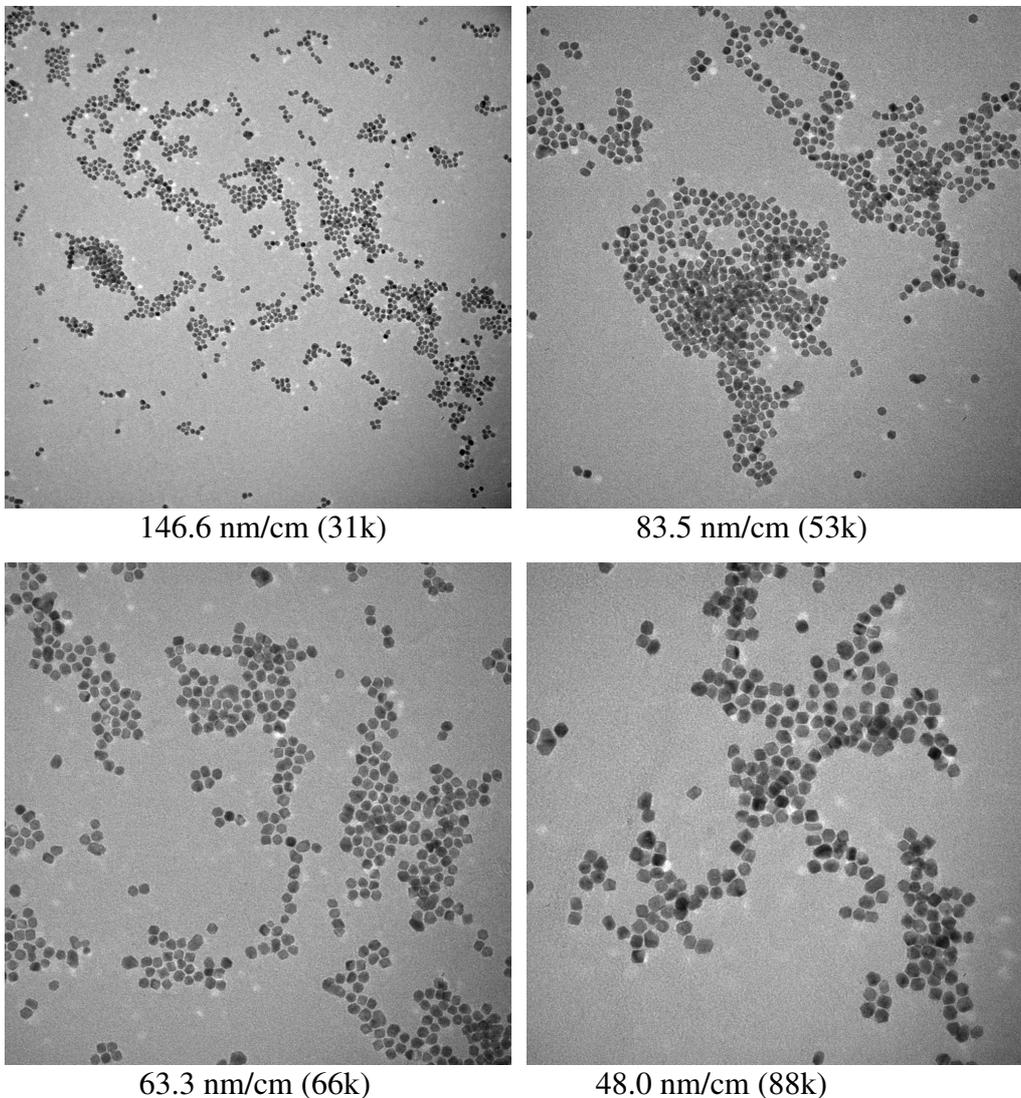


Abb. 84: Octadecansäure/Octadecylamin [(1:1), 0.05 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{33}\text{Pt}_{67}$, Partikeldurchmesser: 8.32 nm (± 0.84 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): die Partikel liegen dicht beieinander

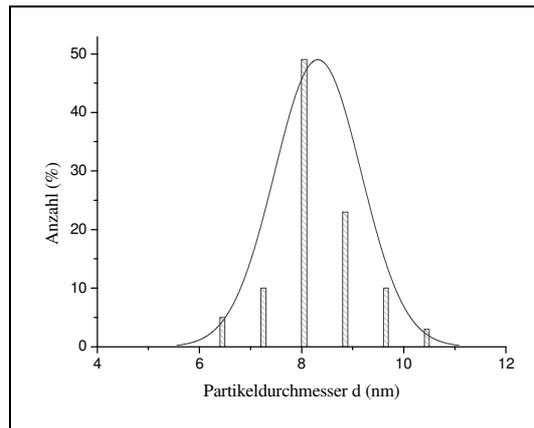


Abb. 85: Partikelgrößenverteilung

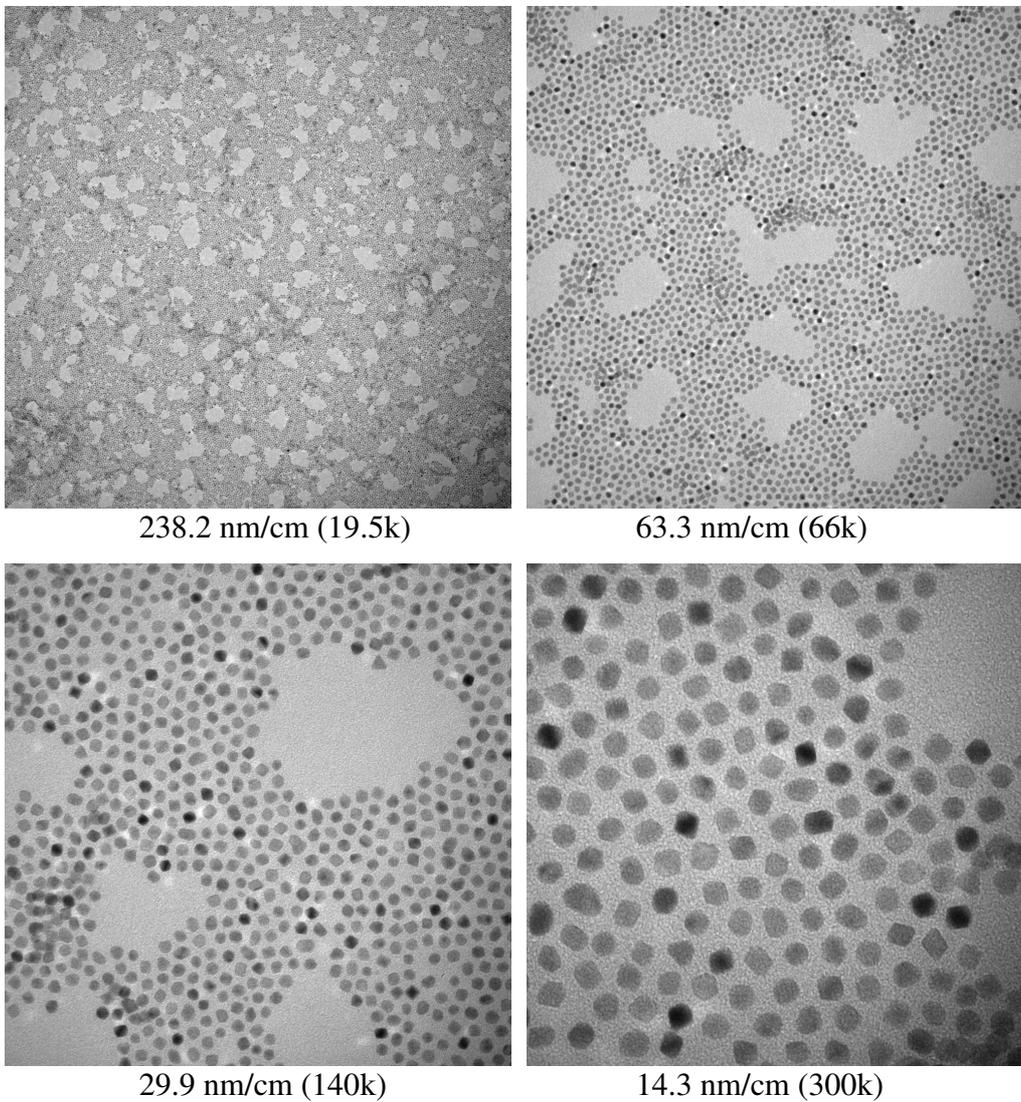


Abb. 86: Octadecansäure/Octadecylamin [(1:1), 0.05 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{10}\text{Pt}_9$, Partikeldurchmesser: 4.73 nm (± 0.34 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.04 nm (± 0.56 nm)

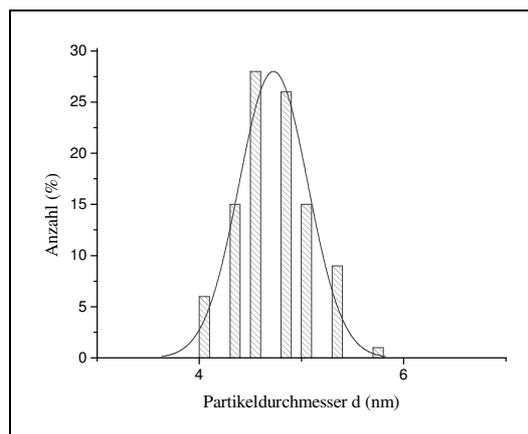


Abb. 87: Partikelgrößenverteilung

3.1.6.2 Octadecansäure/Octadecylamin [(1:1), 0.25 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

Gemäß AAV 1 werden 39.3 mg (0.100 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 2 mL Dioctylether mit 24.5 mg (16.0 μL , 0.125 mmol) Eisenpentacarbonyl, 284 mg (1.00 mmol) Octadecansäure und 270 mg (1.00 mmol) Octadecylamin in 2 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

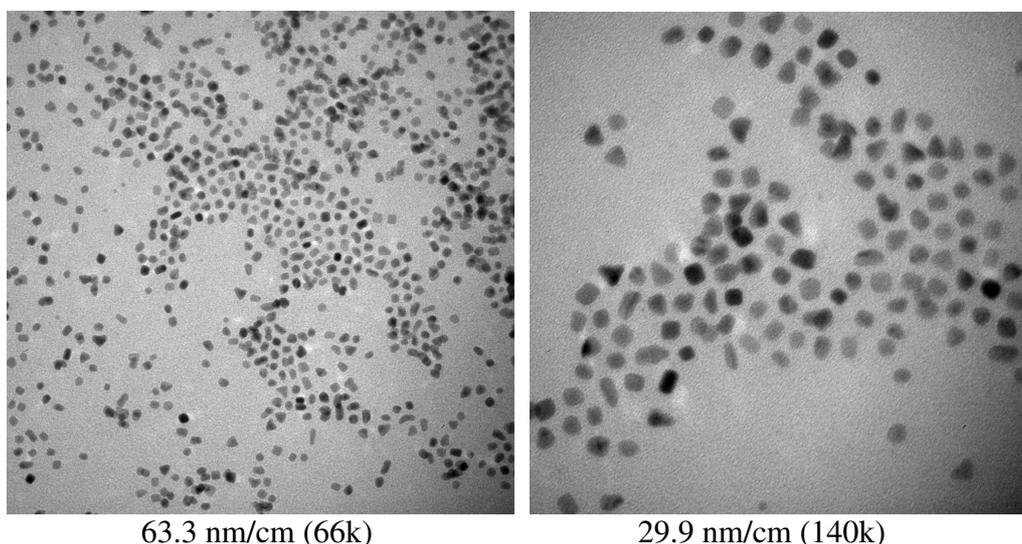


Abb. 88: Octadecansäure/Octadecylamin [(1:1), 0.25 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{34}\text{Pt}_{66}$, Partikeldurchmesser: 7.34 nm (± 0.67 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): die Partikel sind ungeordnet

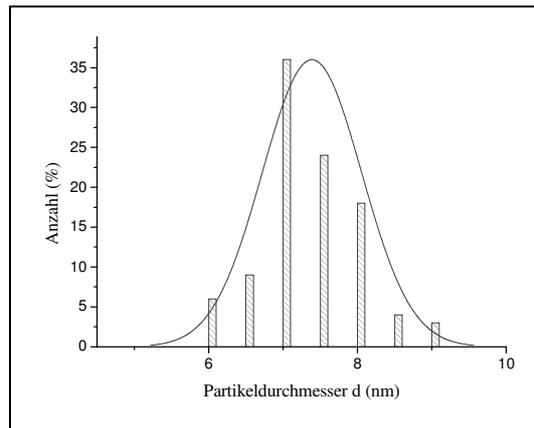


Abb. 89: Partikelgrößenverteilung

Versuch	Surfactant [mol/l]	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
3.1.6.1	0.05	Fe ₃₃ Pt ₆₇	8.32 ± 0.84	Partikel sehr dicht beieinander
3.1.6.1	0.05	Fe ₁₀ Pt ₉₀	4.73 ± 0.34	2.04 ± 0.56
3.1.6.2	0.25	Fe ₃₄ Pt ₆₆	7.34 ± 0.67	ungeordnet

Tab. 8: Zusammenfassung 3.1.6: Octadecansäure/Octadecylamin (1:1), Fe(CO)₅/Pt(acac)₂ (1.25:1)

3.1.7 Dodecansäure/Dodecylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

Gemäß AAV 1 werden 49.2 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 2 mL Dioctylether mit 30.6 mg (20.5 μL , 0.156 mmol) Eisenpentacarbonyl, 200 mg (1.00 mmol) Dodecansäure und 185 mg (1.00 mmol) Dodecylamin in 2 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

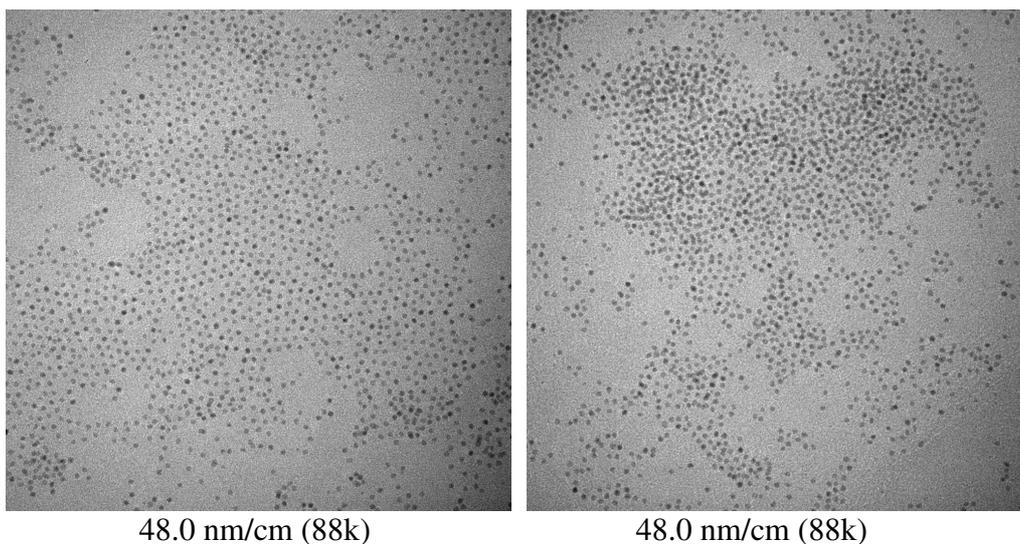


Abb. 90: Dodecansäure/Dodecylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{56}\text{Pt}_{44}$, Partikeldurchmesser: 3.24 nm (± 0.50 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.43 nm (± 0.71 nm)

3.1.8 Octansäure/Octylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

Gemäß AAV 1 werden 78.7 mg (0.200 mmol) Platinacetylacetonat und 207 mg (0.800 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 4 mL Dioctylether mit 49.0 mg (33.0 μL , 0.250 mmol) Eisenpentacarbonyl, 115 mg (0.800 mmol) Octansäure und 103 mg (0.800 mmol) Octylamin in 4 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

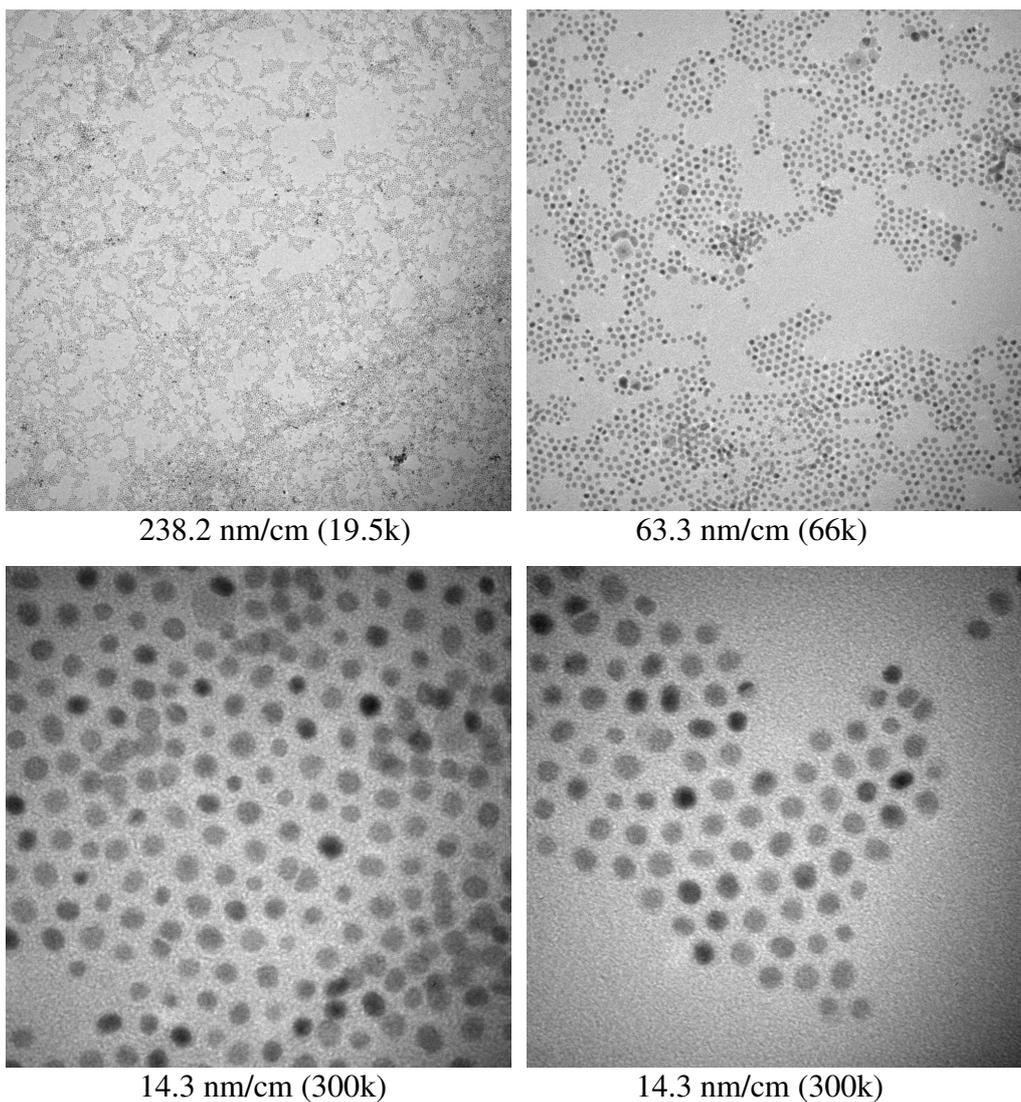


Abb. 91: Octansäure/Octylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$, Partikeldurchmesser: 3.90 nm (± 0.42 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.60 nm (± 0.53 nm)

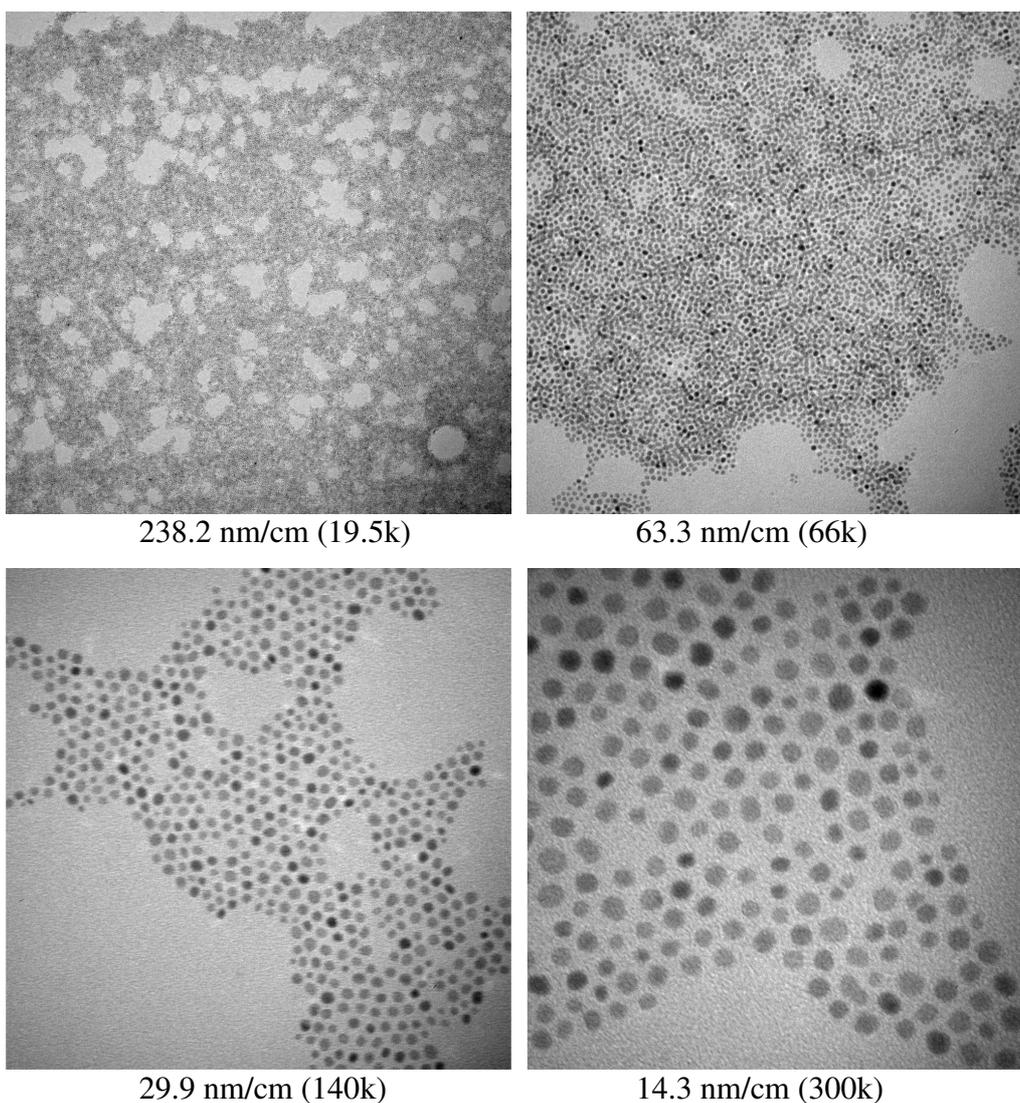


Abb. 92: Octansäure/Octylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{40}\text{Pt}_{60}$, Partikeldurchmesser: 3.77 nm ($\pm 0.52 \text{ nm}$), Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.59 nm ($\pm 0.64 \text{ nm}$)

Versuch	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
1.	$\text{Fe}_{59}\text{Pt}_{41}$	3.90 ± 0.42	2.60 ± 0.53
2.	$\text{Fe}_{40}\text{Pt}_{60}$	3.77 ± 0.52	2.59 ± 0.64

Tab. 9: Zusammenfassung 3.1.8: Octansäure/Octylamin (1:1), $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

3.2 Variation der Ölsäure/Oleylamin (1:1)-Konzentration

3.2.1 Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.05 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

Gemäß AAV 1 werden 39.3 mg (0.10 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 4 mL Dioctylether mit 24.5 mg (16.4 μL , 0.125 mmol) Eisenpentacarbonyl, 113.0 mg (0.400 mmol) Ölsäure und 107.0 mg (0.400 mmol) Oleylamin in 4 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

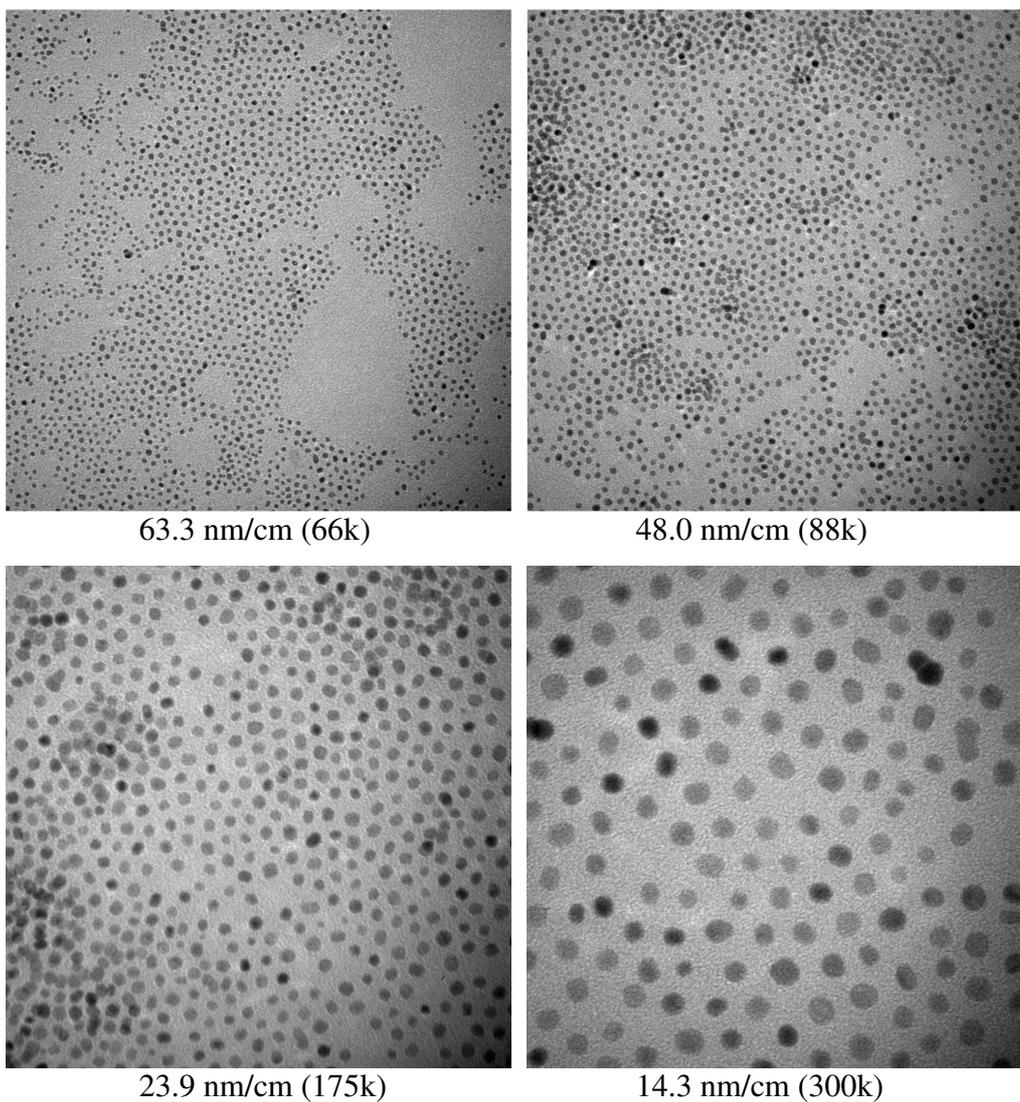


Abb. 93: Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.05 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{39}\text{Pt}_{61}$, Partikeldurchmesser: 4.19 nm (± 0.58 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 3.73 nm (± 0.57 nm)

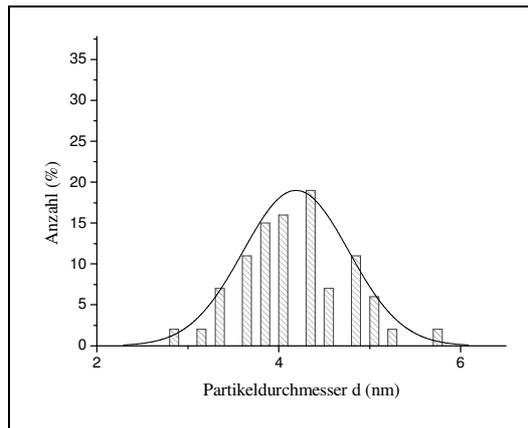


Abb. 94: Partikelgrößenverteilung

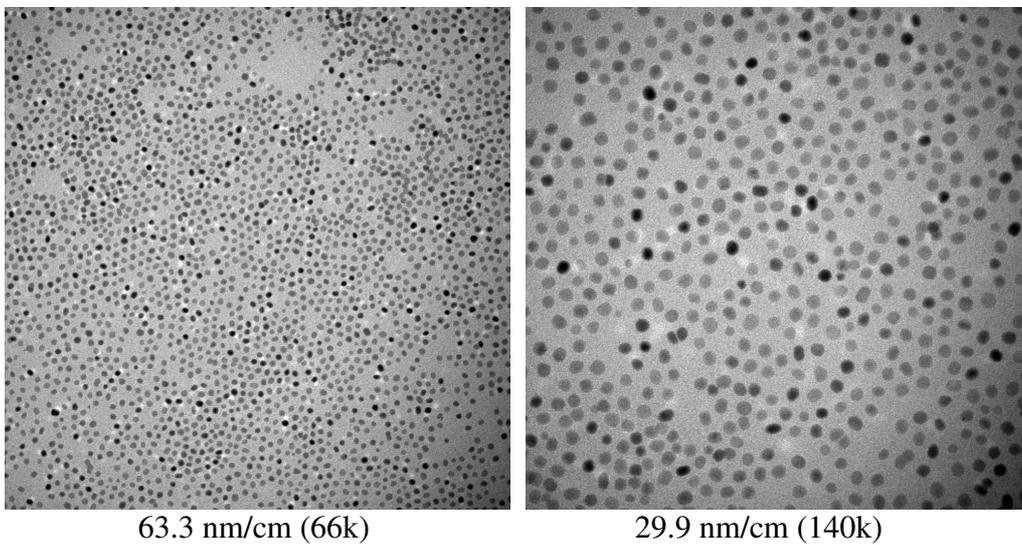


Abb. 95: Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.05 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{38}\text{Pt}_{62}$, Partikeldurchmesser: 4.81 nm (± 0.68 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.96 nm (± 0.38 nm)

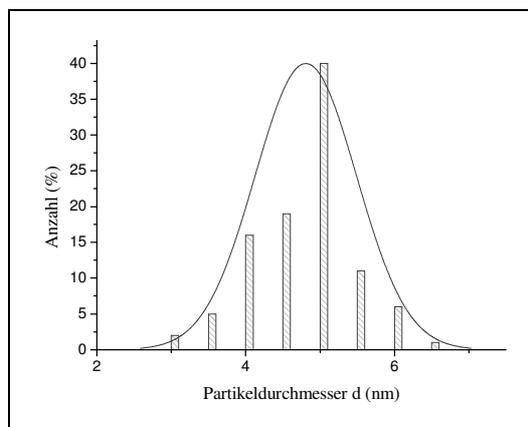


Abb. 96: Partikelgrößenverteilung

Versuch	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
1.	Fe ₃₉ Pt ₆₁	4.19 ± 0.58	3.73 ± 0.57
2.	Fe ₃₈ Pt ₆₂	4.81 ± 0.68	2.96 ± 0.38

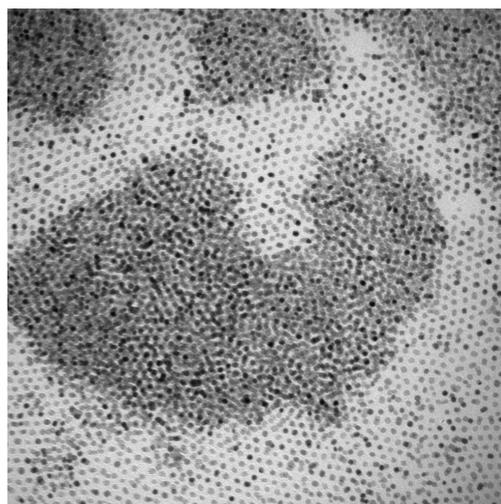
Tab. 10: Zusammenfassung 3.2.1: Ölsäure/Oleylamin (1:1) [(1:1), 0.05 mol/l] mit Fe(CO)₅/Pt(acac)₂ (1.25:1)

3.2.2 Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.16 mol/l] mit Fe(CO)₅/Pt(acac)₂ (1.25:1)

Gemäß AAV 1 werden 49.2 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 96.9 mg (0.375 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 3 mL Dioctylether mit 30.6 mg (21.0 µL, 0.156 mmol) Eisenpentacarbonyl, 223 mg (0.790 mmol) Ölsäure und 211 mg (0.790 mmol) Oleylamin in 2 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.



238.2 nm/cm (19.5k)



63.3 nm/cm (66k)

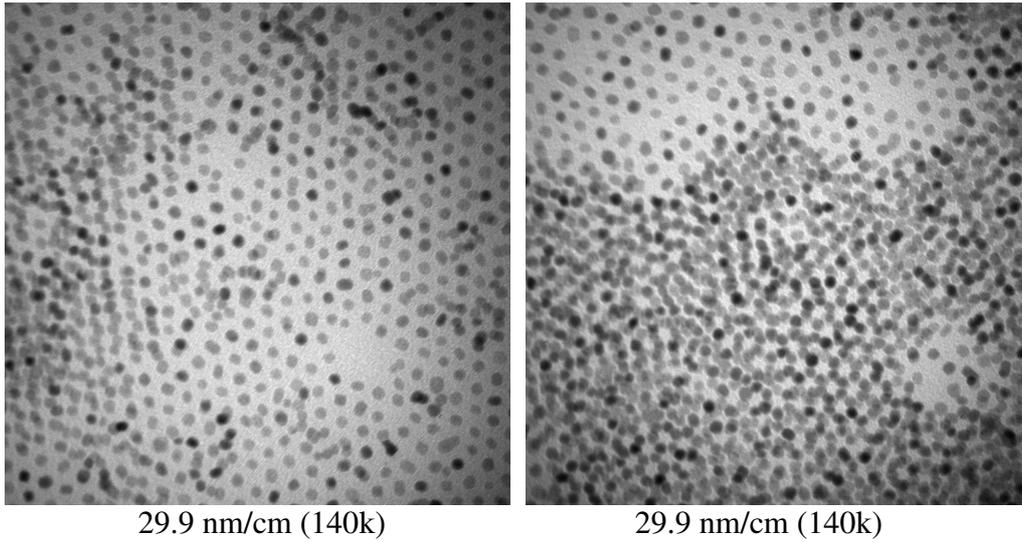


Abb. 97: Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.16 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{46}\text{Pt}_{54}$, Partikeldurchmesser: 4.86 nm (± 0.35 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 3.14 nm (± 0.73 nm)

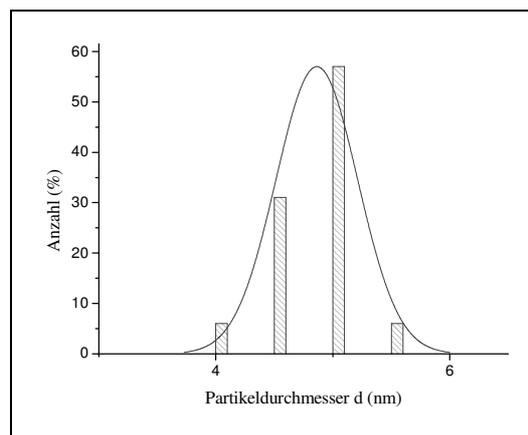


Abb. 98: Partikelgrößenverteilung

3.2.3 Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.20 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1)

Gemäß AAV 1 werden 39.3 mg (0.100 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 3 mL Dioctylether mit 24.5 mg (16.4 μL , 0.125 mmol) Eisenpentacarbonyl, 282 mg (1.00 mmol) Ölsäure und 267 mg (1.00 mmol) Oleylamin in 2 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

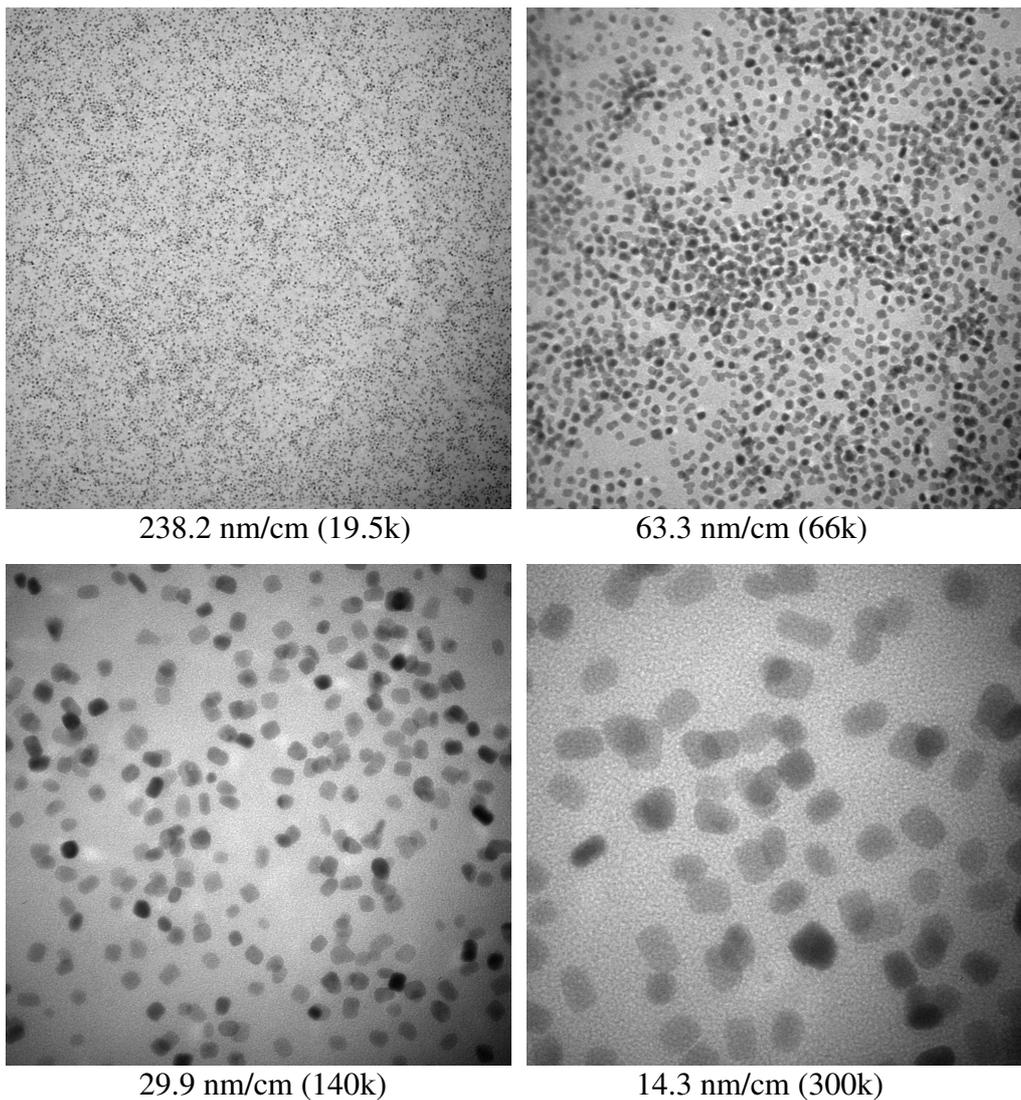


Abb. 99: Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.20 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.25:1), EDX: $\text{Fe}_{41}\text{Pt}_{59}$, Partikeldurchmesser: 6.90 nm (± 0.77 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): zu unregelmäßig

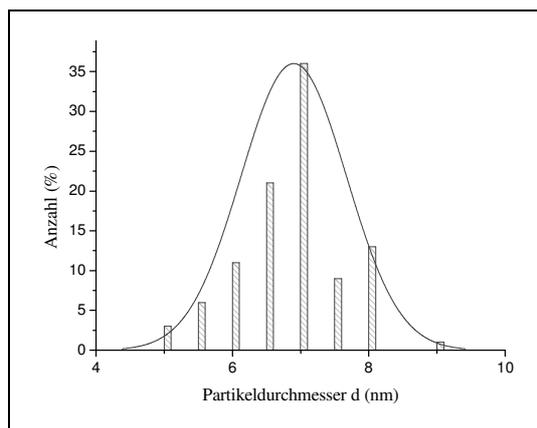


Abb. 100: Partikelgrößenverteilung

Versuch	Surfactant [mol/l]	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
3.2.1	0.05	Fe ₃₉ Pt ₆₁	4.19 ± 0.58	3.73 ± 0.57
3.2.1	0.05	Fe ₃₈ Pt ₆₂	4.81 ± 0.68	2.96 ± 0.38
3.2.2	0.16	Fe ₄₆ Pt ₅₄	4.86 ± 0.35	3.14 ± 0.73
3.2.3	0.20	Fe ₄₁ Pt ₅₉	6.90 ± 0.77	zu unregelmäßig

Tab. 11: Zusammenfassung: 3.2.1-3.2.3: Ölsäure/Oleylamin (1:1) mit Fe(CO)₅/Pt(acac)₂ (1.25:1)

3.2.4 Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.06 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.5:1)

Gemäß AAV 1 werden 49.2 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 3 mL Dioctylether mit 29.4 mg (20.0 μL , 0.150 mmol) Eisenpentacarbonyl und 89 mg (0.31 mmol) Ölsäure und 81 mg (0.31 mmol) Oleylamin in 2 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.

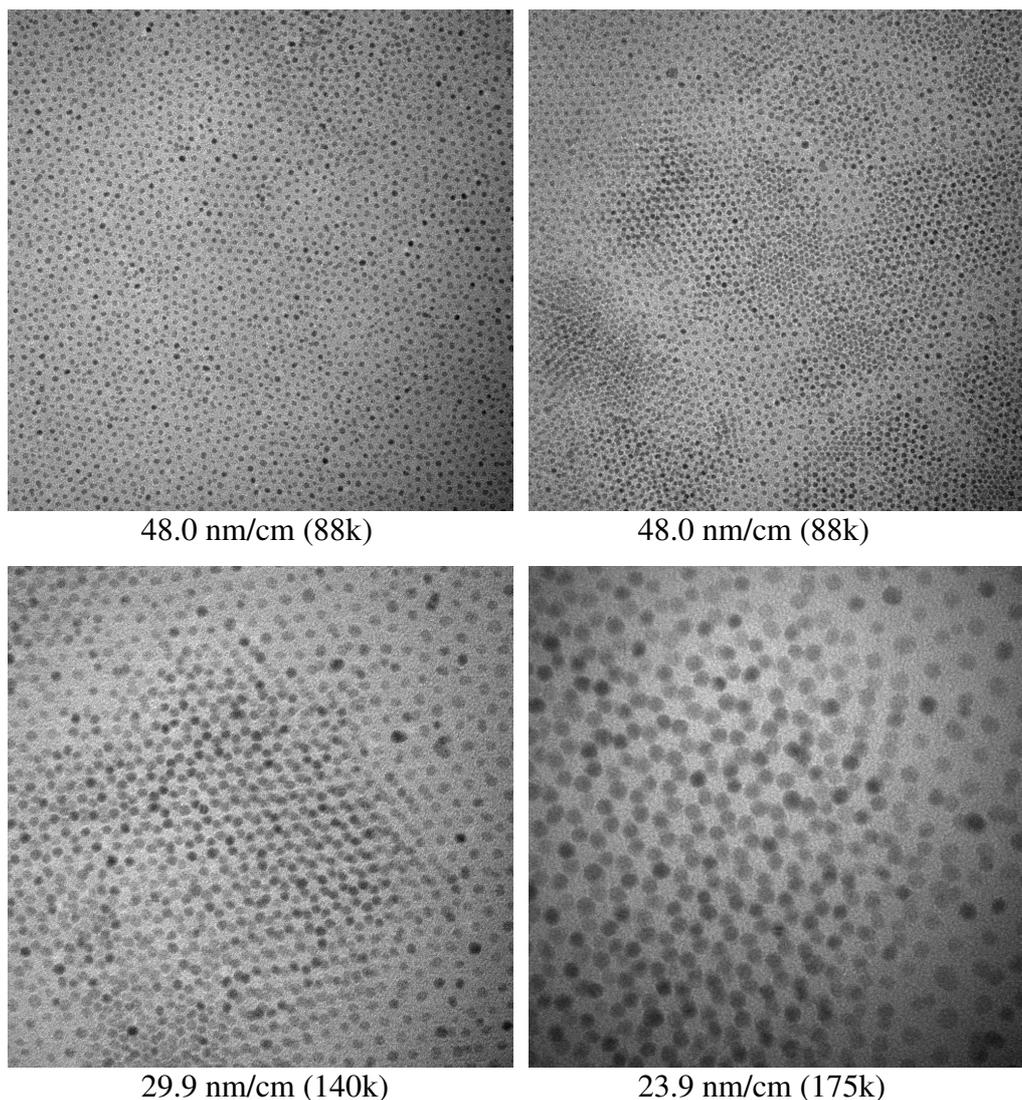


Abb. 101: Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.06 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.5:1), EDX: $\text{Fe}_{36}\text{Pt}_{64}$, Partikeldurchmesser: 3.03 nm (± 0.22 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.85 nm (± 0.45 nm)

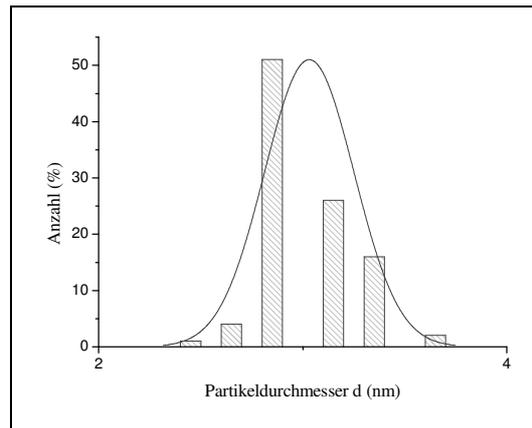
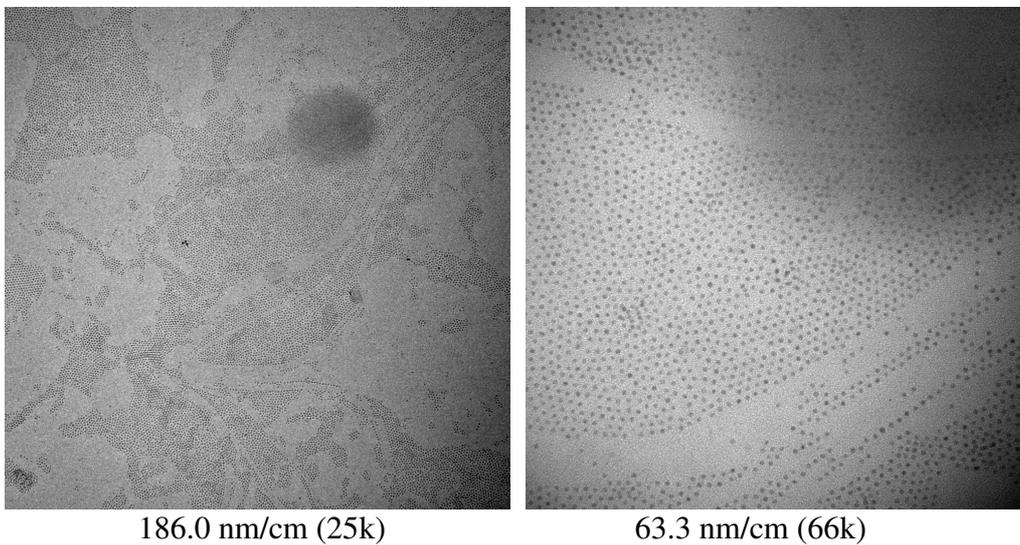


Abb. 102: Partikelgrößenverteilung

3.2.5 Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.12 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.5:1)

Gemäß AAV 1 werden 49.2 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 103 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol in 3 mL Dioctylether mit 36.7 mg (25.0 μL , 0.188 mmol) Eisenpentacarbonyl und 178 mg (0.630 mmol) Ölsäure und 163 mg (0.630 mmol) Oleylamin in 2 mL Dioctylether umgesetzt und aufgearbeitet.



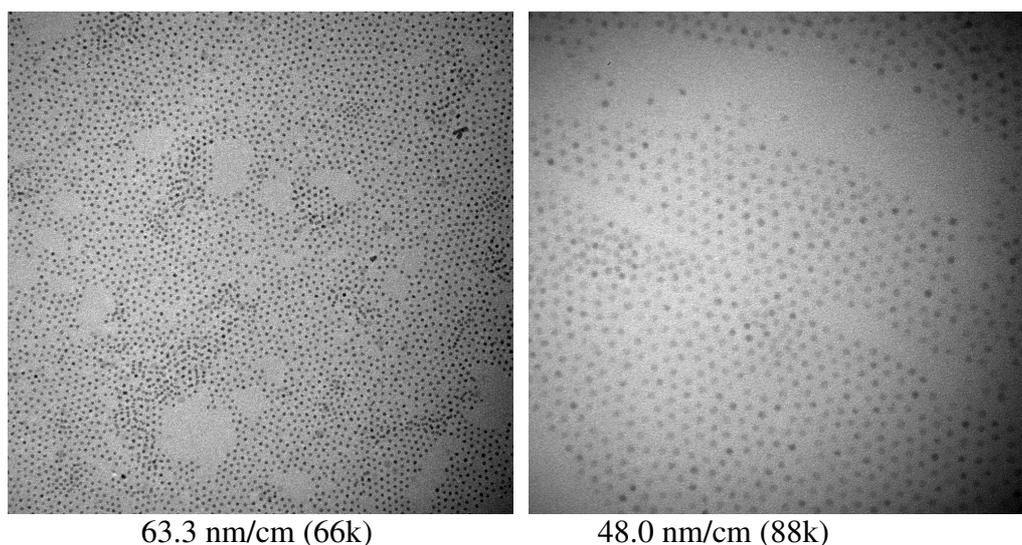


Abb. 103: Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.12 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.5:1), EDX: $\text{Fe}_{55}\text{Pt}_{45}$, Partikeldurchmesser: $2.88 \text{ nm} (\pm 0.28 \text{ nm})$, Partikelabstände (Rand zu Rand): $2.75 \text{ nm} (\pm 0.36 \text{ nm})$

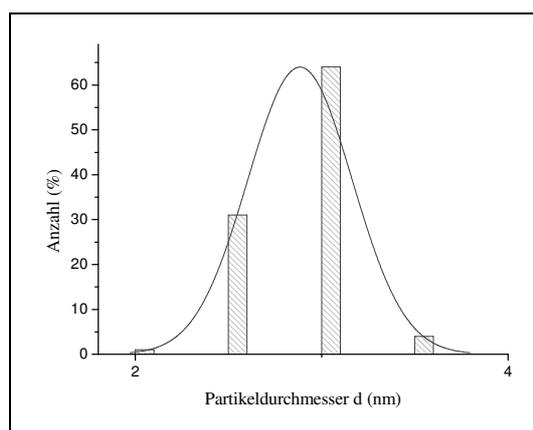


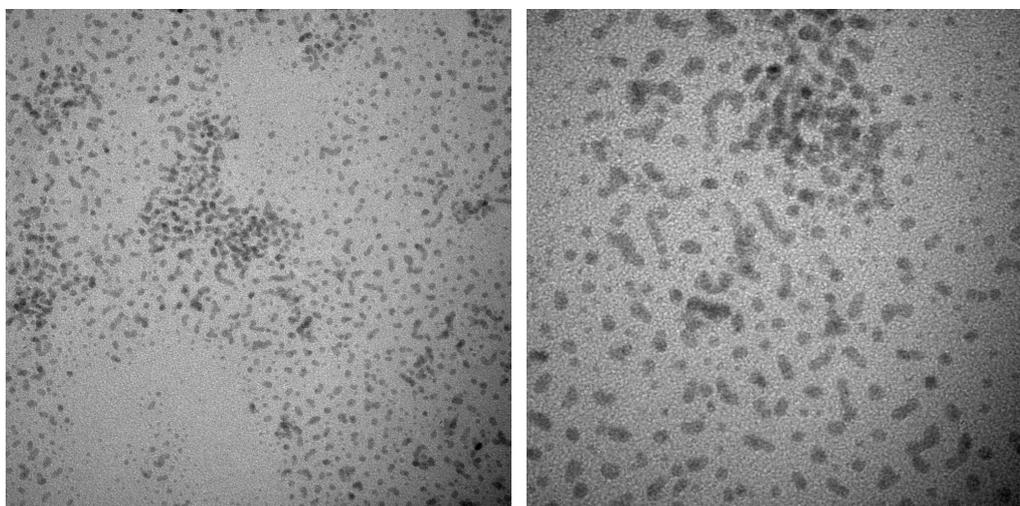
Abb. 104: Partikelgrößenverteilung

Versuch	Surfactant [mol/l]	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
3.2.4	0.06	$\text{Fe}_{36}\text{Pt}_{64}$	3.03 ± 0.22	2.85 ± 0.45
3.2.5	0.12	$\text{Fe}_{55}\text{Pt}_{45}$	2.88 ± 0.28	2.75 ± 0.36

Tab. 12: Zusammenfassung: 3.2.4 und 3.2.5: Ölsäure/Oleylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.5:1)

3.3 Zugabe des Surfactant-Paares Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.20 mol/l] erst bei der Aufarbeitung der FePt-Nanopartikel mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.3:1)

49.3 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 103.3 mg (0.400 mmol) 1,2-Hexadecandiol werden in 3 mL Dioctylether unter Argon auf 160 °C erhitzt. Unter kräftigem Rühren gibt man eine Lösung von 32.0 mg (21.5 μL , 0.163 mmol) Eisenpentacarbonyl in 1 mL Dioctylether hinzu und erhitzt den Ansatz 25 min unter Rückfluss. Nach dem Abkühlen werden 282 mg (1.00 mmol) Ölsäure und 267 mg (1.00 mmol) Oleylamin in 1 mL Dioctylether hinzugefügt und der Ansatz für 30 min bei RT gerührt. Zum Ausfällen der Partikel gibt man 20 mL Ethanol hinzu und zentrifugiert. Die gelbbraune überstehende Lösung wird dekantiert und der braunschwarze Rückstand in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Ölsäure/Oleylamin je $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l) gelöst. Der dunkelbraunen Lösung fügt man 15 mL Ethanol hinzu und zentrifugiert erneut. Der Rückstand wird wieder in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Ölsäure/Oleylamin je $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l) aufgenommen und zentrifugiert (zur Entfernung von ungelöstem Rückstand). Abschließend fällt man die gelösten FePt-Nanopartikel noch einmal mit 15 mL Ethanol aus, zentrifugiert und nimmt die Partikel in 10 mL *n*-Hexan auf.



29.9 nm/cm (140k)

14.3 nm/cm (300k)

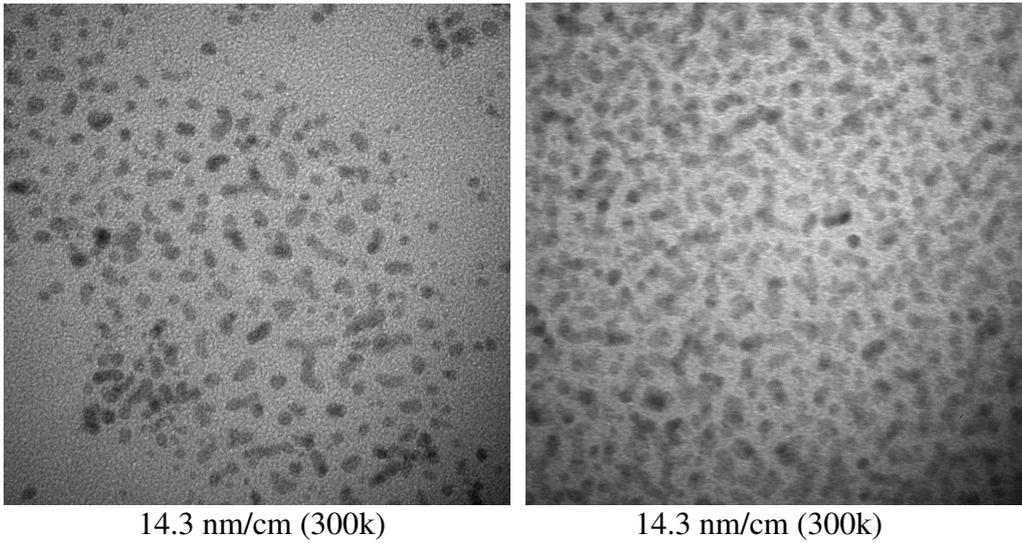


Abb. 105: Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.20 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.3:1), EDX: $\text{Fe}_{54}\text{Pt}_{46}$, Partikeldurchmesser: 2.51 nm (± 0.66 nm) die meisten Partikel sind zu kleineren Partikelhaufen agglomert

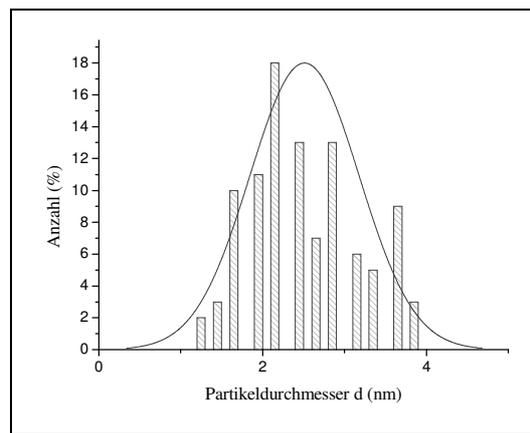
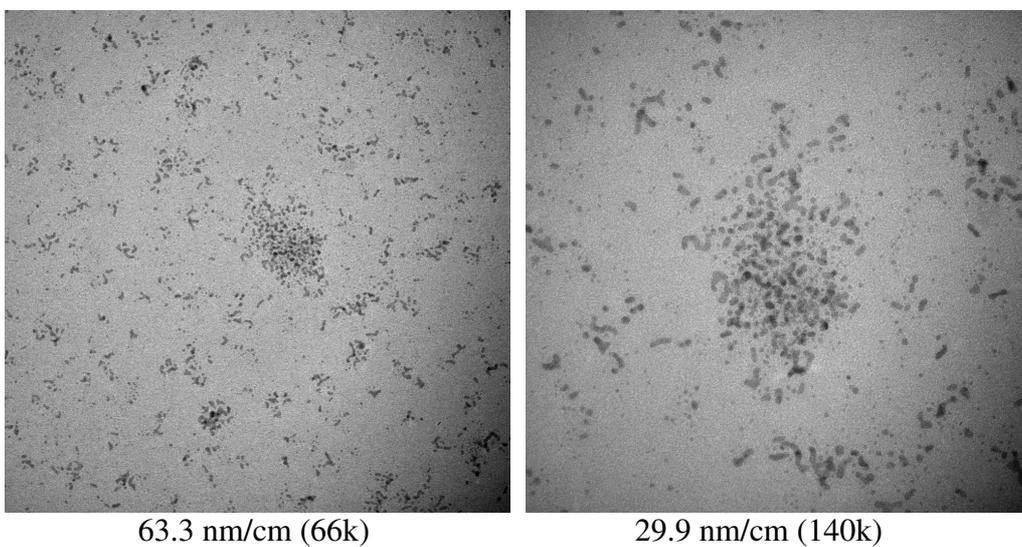


Abb. 106: Partikelgrößenverteilung



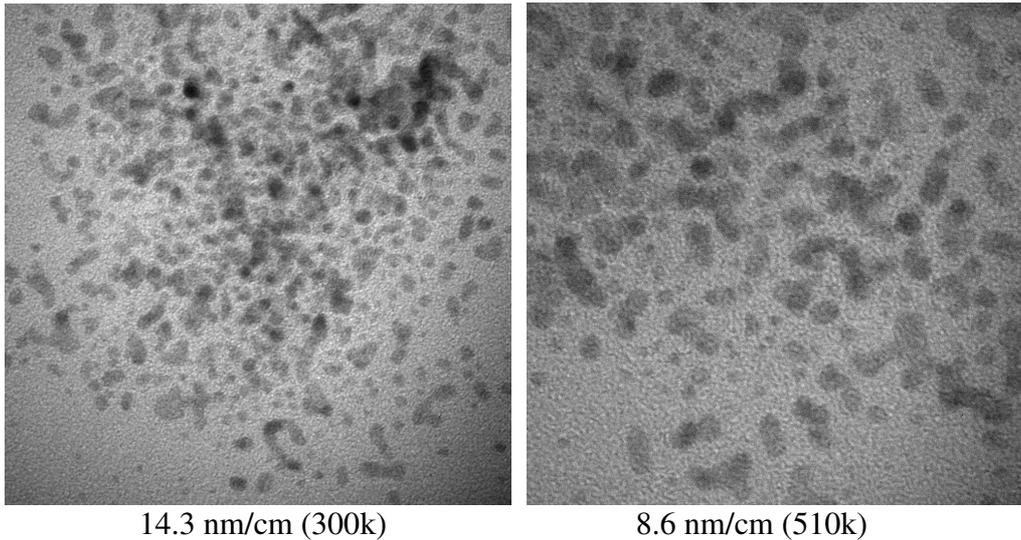


Abb. 107: Ölsäure/Oleylamin [(1:1), 0.20 mol/l] mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.3:1), EDX: $\text{Fe}_{54}\text{Pt}_{46}$, Partikeldurchmesser: 2.68 nm (± 0.66 nm) die meisten Partikel sind zu kleineren Partikelhaufen agglomeriert

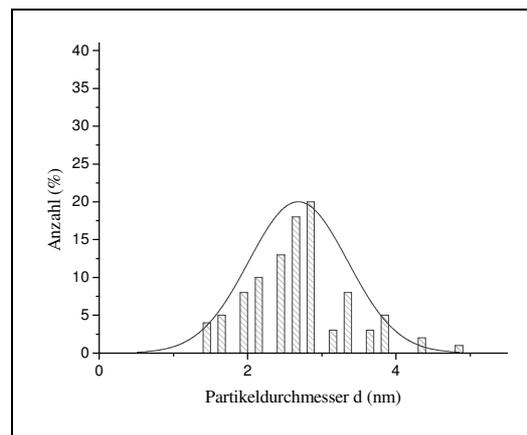


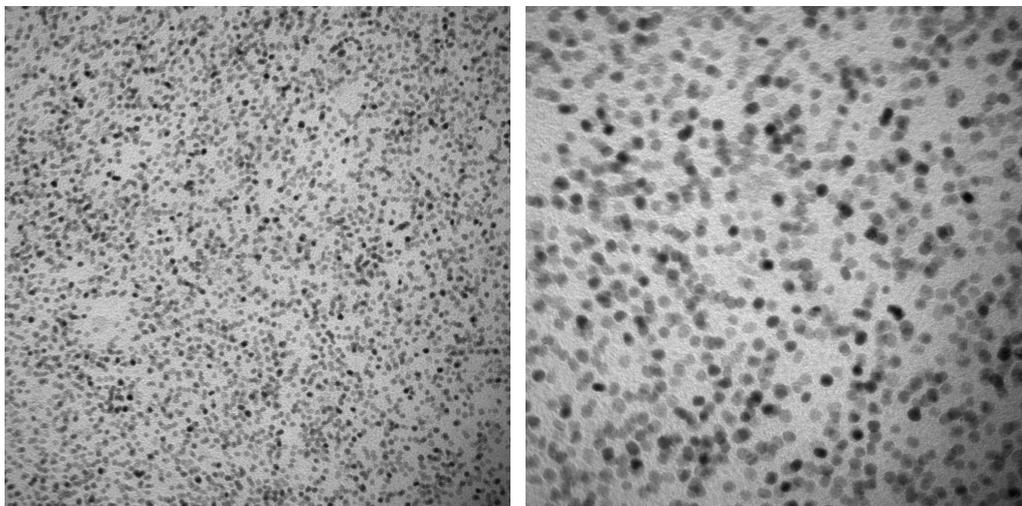
Abb. 108: Partikelgrößenverteilung

Versuch	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
1.	$\text{Fe}_{54}\text{Pt}_{46}$	2.51 ± 0.66	zu viel agglomeriert
2.	$\text{Fe}_{54}\text{Pt}_{46}$	2.68 ± 0.66	zu viel agglomeriert

Tab. 13: Zusammenfassung: 3.3 Ölsäure/Oleylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.3:1)

3.4 Herstellung von FePt-Nanopartikeln mit Ölsäure/Oleylamin und Fe(CO)₅ als Reduktionsmittel anstelle von 1,2-Hexadecandiol

49.3 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat werden in 3 mL Dioctylether unter Argon auf 160 °C erhitzt. Unter kräftigem Rühren gibt man eine Lösung von 63.7 mg (42.7 µL, 0.325 mmol) Eisenpentacarbonyl, 282 mg (1.00 mmol) Ölsäure und 268 mg (1.00 mmol) Oleylamin in 2 mL Dioctylether schnell hinzu und erhitzt den Ansatz 60 min bei 160 °C. Nach dem Abkühlen wird der Ansatz zum Ausfällen der Partikel mit 20 mL Ethanol versetzt und zentrifugiert. Die gelbbraune überstehende Lösung dekantiert man ab und löst den braunschwarzen Rückstand in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Ölsäure/Oleylamin je $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l). Die dunkelbraune Lösung wird mit 15 mL Ethanol versetzt und zentrifugiert. Den braunschwarzen Rückstand löst man wieder in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Ölsäure/Oleylamin je $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l) und zentrifugiert erneut um ungelösten Rückstand zu entfernen (meistens wird kein ungelöster Rückstand gefunden). Abschließend werden die FePt-Nanopartikel noch einmal mit 15 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und in 10 mL *n*-Hexan aufgenommen.



63.3 nm/cm (66k)

29.9 nm/cm (140k)

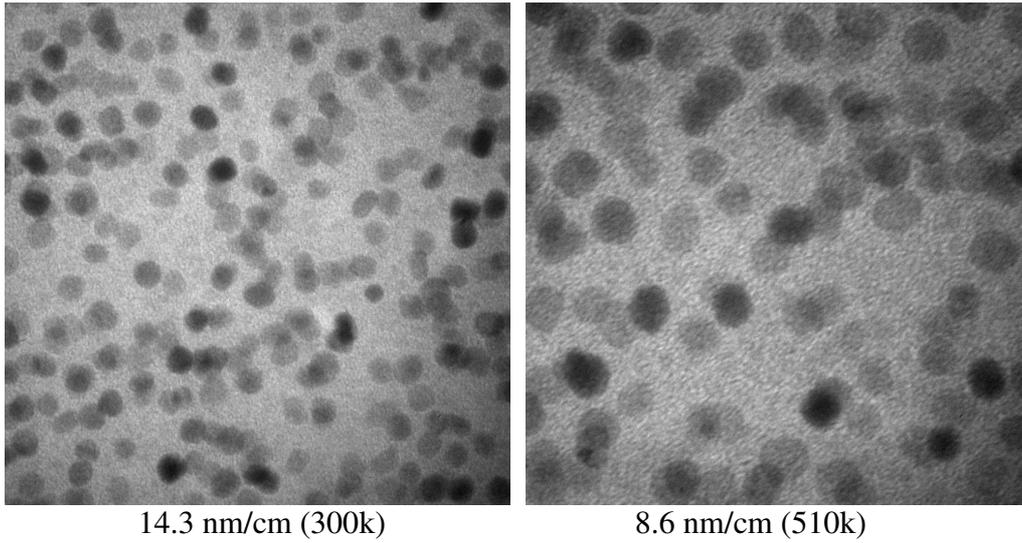


Abb. 109: Ölsäure/Oleylamin (1:1) mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (2.6:1), EDX: $\text{Fe}_{64}\text{Pt}_{36}$, Partikeldurchmesser: 4.81 nm (± 0.53 nm)

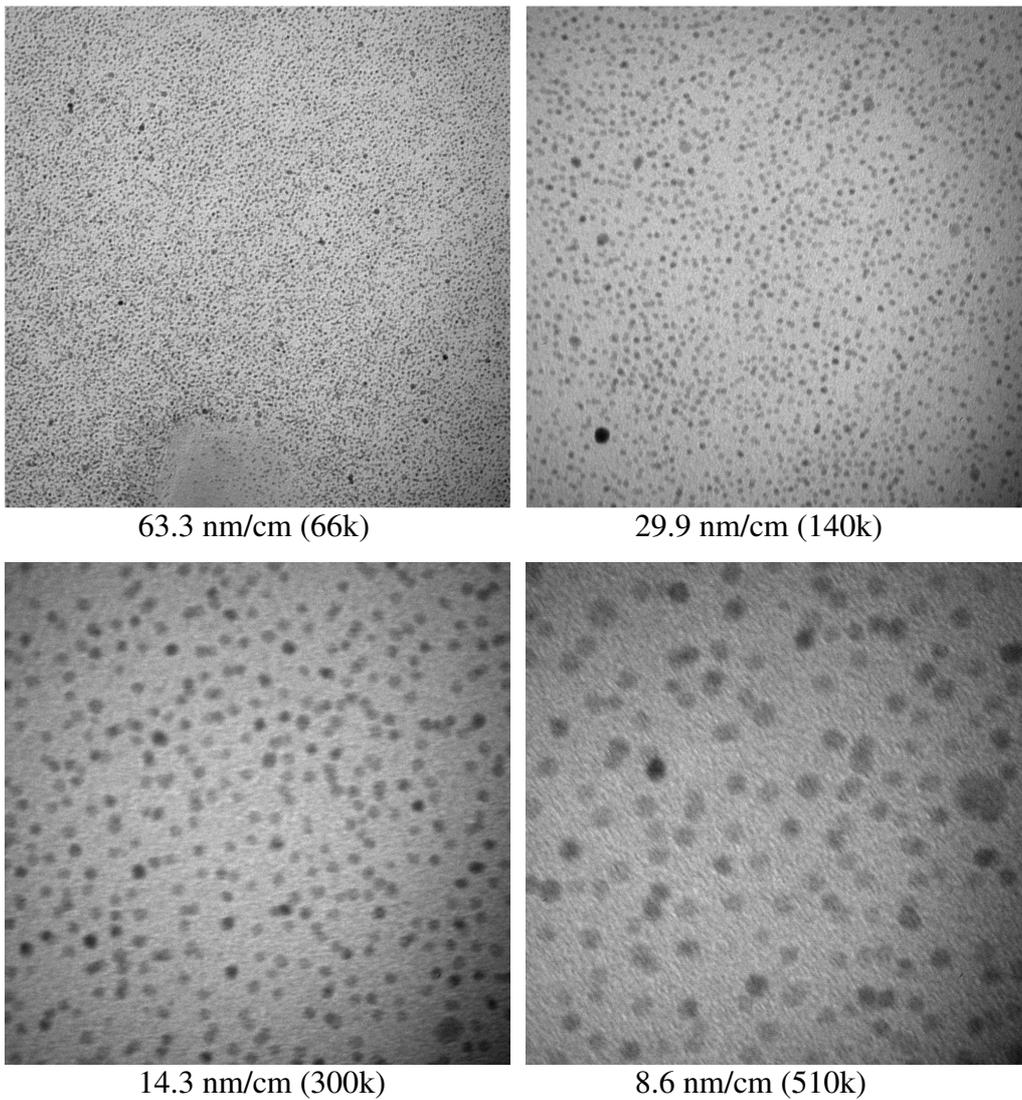


Abb. 110: EDX: $\text{Fe}_{56}\text{Pt}_{44}$, Partikeldurchmesser: 2.50 nm (± 0.55 nm)

Versuch	EDX [Atom %]	Partikel-Ø [nm]	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
1.	Fe ₆₄ Pt ₃₆	4.81 ± 0.53	zu unregelmäßig
2.	Fe ₅₆ Pt ₄₄	2.50 ± 0.55	zu unregelmäßig

Tab. 14: Zusammenfassung: 3.4 Ölsäure/Oleylamin (1:1) mit Fe(CO)₅/Pt(acac)₂ (2.6:1)

3.5 Versuch zum Größenwachstum von FePt-Nanopartikeln mit Fe(CO)₅/Pt(acac)₂ (1.3:1) und Ölsäure/Oleylamin als Surfactant

49.3 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat und 216 mg (0.750 mmol) 1,2-Hexadecandiol werden in 3 mL Dioctylether unter Argon auf 160 °C erhitzt. Unter kräftigem Rühren gibt man eine Lösung von 31.8 mg (21.4 µL, 0.163 mmol) Eisenpentacarbonyl, 282 mg (1.00 mmol) Ölsäure und 268 mg (1.00 mmol) Oleylamin in 2 mL Dioctylether schnell hinzu und erhitzt den Ansatz 25 min unter Rückfluss. Der Ansatz wird auf 150 °C abkühlen gelassen, weitere 49.3 mg (0.125 mmol) Platinacetylacetonat, 216 mg (0.750 mmol) 1,2-Hexadecandiol, 31.8 mg (21.4 µL, 0.163 mmol) Eisenpentacarbonyl, 282 mg (1.00 mmol) Ölsäure und 268 mg (1.00 mmol) Oleylamin in 3 mL Dioctylether zugegeben und die Reaktionsmischung weitere 25 min unter Rückfluss erhitzt. Nach dem Abkühlen wird der Ansatz zum Ausfällen der Partikel mit 20 mL Ethanol versetzt und zentrifugiert. Die gelbbraune überstehende Lösung dekantiert man ab und löst den braunschwarzen Rückstand in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Ölsäure/Oleylamin je $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l). Die dunkelbraune Lösung wird mit 15 mL Ethanol versetzt und zentrifugiert. Den braunschwarzen Rückstand löst man wieder in 5 mL *n*-Hexan (Zusatz von Ölsäure/Oleylamin je $6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l) und zentrifugiert erneut um ungelösten Rückstand zu entfernen. Abschließend werden die FePt-Nanopartikel noch einmal mit 15 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und in 10 mL *n*-Hexan aufgenommen.

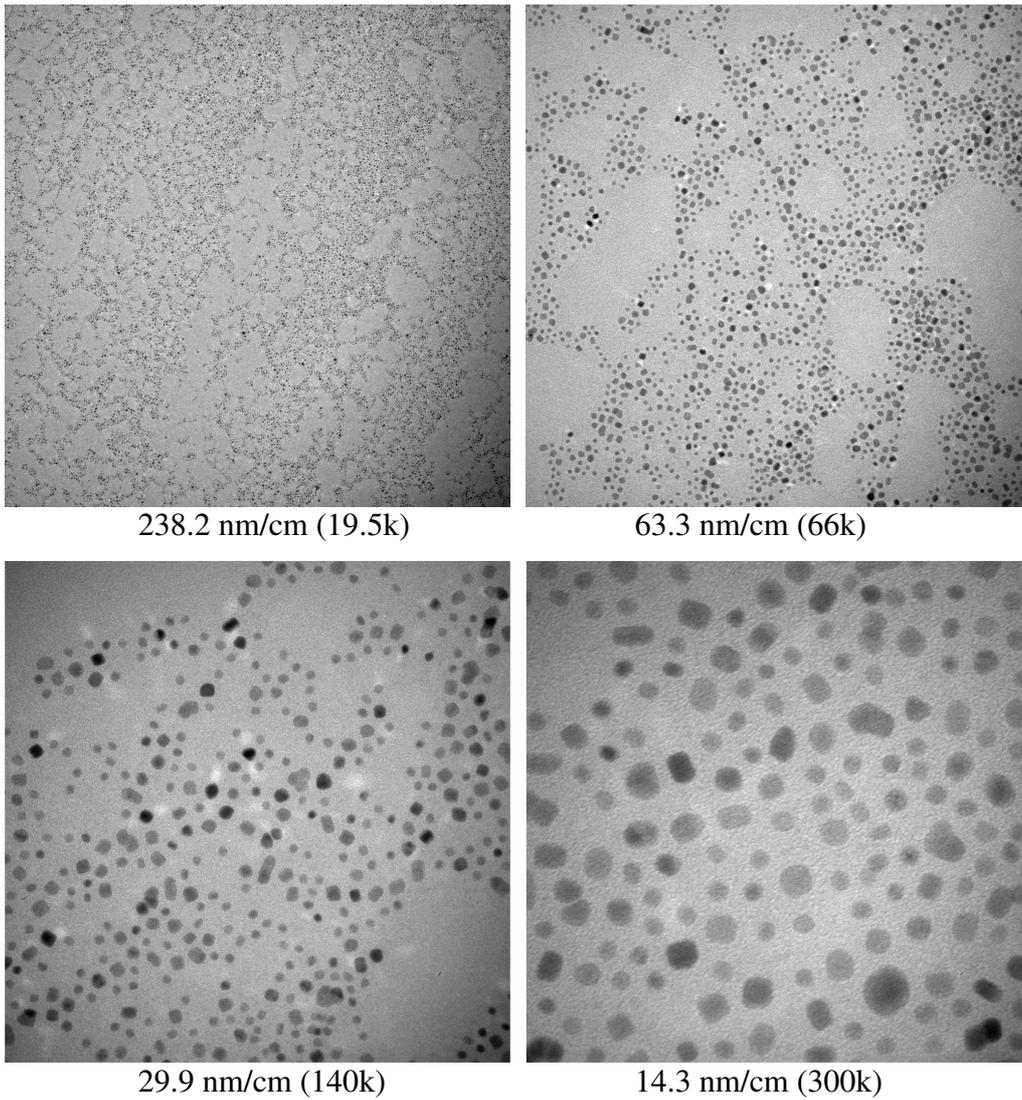
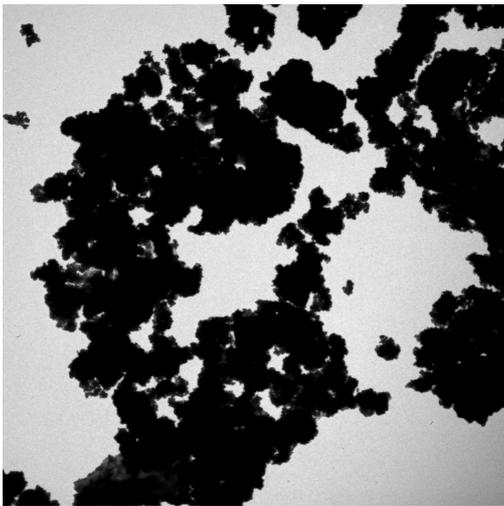


Abb. 111: Ölsäure/Oleylamin mit $\text{Fe}(\text{CO})_5/\text{Pt}(\text{acac})_2$ (1.3:1), EDX: $\text{Fe}_{45}\text{Pt}_{55}$, Partikeldurchmesser: 2-6 nm

3.6 Lösungsversuche mit ausgefällten FePt-Nanopartikeln

3.6.1 In *n*-Hexan ohne den Zusatz eines stabilisierenden Surfactants nicht mehr lösliche FePt-Nanopartikel

5 mL der im Kapitel 3.1.3.3 nach AAV 1 hergestellten FePt-Nanopartikel-Lösung [$\text{Fe}_{34}\text{Pt}_{66}$, Partikeldurchmesser: 3.59 nm (± 0.39 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 3.32 nm (± 0.61 nm)] wird erneut mit 15 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und mit 5 mL *n*-Hexan (ohne den Zusatz des stabilisierenden Surfactant-Paares) aufgenommen. Mit jedem weiteren Waschzyklus nimmt die Löslichkeit der ausgefällten FePt-Nanopartikel in reinem *n*-Hexan ab. Nach vier bis fünf dieser Waschzyklen sind die ausgefällten FePt-Nanopartikel mit reinem *n*-Hexan nicht mehr in Lösung zu bringen. Das Lösungsmittel wurde am Rotationsverdampfer entfernt und die Partikel an der HV (50 °C, 0.1 mbar, 1h) getrocknet. Es werden 23 mg als dunkelgrauer Feststoff erhalten.



1577.9 nm/cm (2.65k)



63.3 nm/cm (66k)

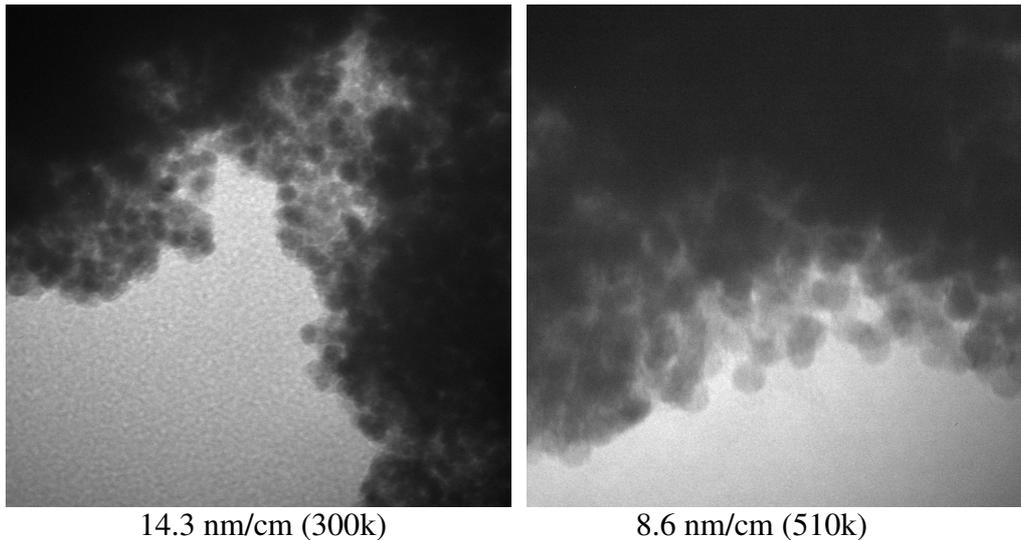


Abb. 112: in *n*-Hexan unlösliche Fe₃₄Pt₆₆-Nanopartikel, Partikeldurchmesser: 3.59 nm (± 0.39 nm)

3.6.1.1 Behandlung der in *n*-Hexan unlöslichen Fe₃₄Pt₆₆-Nanopartikel mit Oleylamin

5 mg der unter 3.6.1 bereiteten FePt-Nanopartikel werden mit 1 mL einer 0.2 mol/l Oleylamin-Lösung in *n*-Hexan 1 h im Ultraschallbad behandelt. Dabei gehen die Partikel wieder in Lösung (braune Farbe). Zur Entfernung des Überschusses an Oleylamin fällt man die Partikel mit 3 mL Ethanol, zentrifugiert und nimmt die Partikel wieder in 1 mL reinem *n*-Hexan auf, wobei die Partikel aber nicht mehr in Lösung gehen, sondern sich in braunschwarzen Flocken am Boden absetzen.

3.6.1.2 Behandlung der in *n*-Hexan unlöslichen Fe₃₄Pt₆₆-Nanopartikel mit Ölsäure

5 mg der unter 3.6.1 bereiteten FePt-Nanopartikel werden mit 1 mL einer 0.2 mol/l Ölsäure-Lösung in *n*-Hexan 1 h im Ultraschallbad behandelt. Dabei gehen die Partikel wieder in Lösung (braune Farbe). Zur Entfernung des Überschusses an Ölsäure fällt man die Partikel mit 3 mL Ethanol, zentrifugiert und löst die Partikel wieder in 1 mL reinem *n*-Hexan (braune Lösung).

3.6.1.3 Behandlung der in *n*-Hexan unlöslichen Fe₃₄Pt₆₆-Nanopartikel mit Ölsäure/Oleylamin (1:1)

5 mg der unter 3.6.1 bereiteten FePt-Nanopartikel werden mit 1 mL einer 0.2 mol/l Ölsäure/Oleylamin-Lösung in *n*-Hexan 1 h im Ultraschallbad behandelt. Dabei gehen die Partikel wieder in Lösung (braune Farbe). Zur Entfernung des Überschusses an Ölsäure/Oleylamin fällt man die Partikel mit 3 mL Ethanol, zentrifugiert und löst die Partikel wieder in 1 mL reinem *n*-Hexan (braune Lösung).

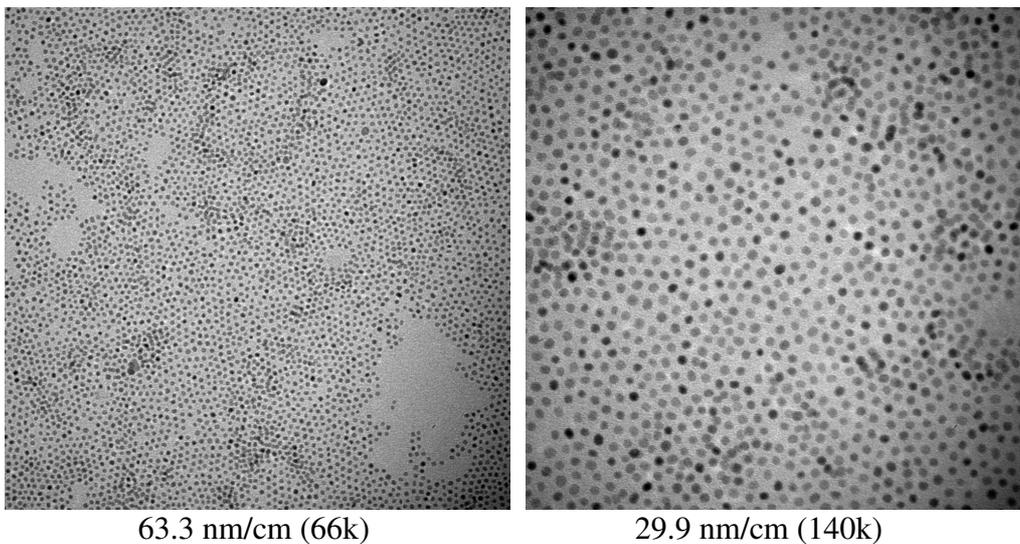


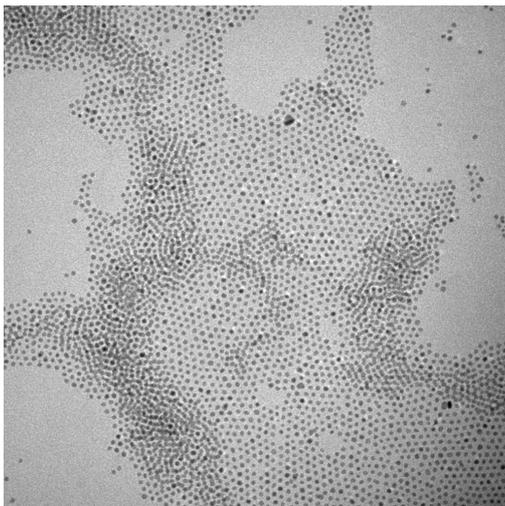
Abb. 113: mit Ölsäure/Oleylamin (1:1) wieder in Lösung gebrachte Fe₃₄Pt₆₆-Nanopartikel, Partikeldurchmesser: 3.59 nm (\pm 0.39 nm)

3.7 Surfactant Austauschversuche

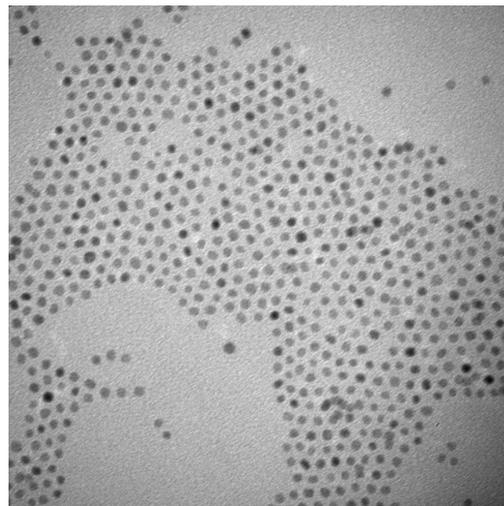
3.7.1 Ölsäure/Oleylamin gegen Octansäure/Octylamin

3.7.1.1 1. Austausch-Waschzyklus

3 mL der in Kapitel 3.1.3.3 nach AAV 1 hergestellten FePt-Nanopartikel-Lösung [$\text{Fe}_{34}\text{Pt}_{66}$, Partikeldurchmesser: 3.59 nm (± 0.39 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 3.32 nm (± 0.61 nm)] wird erneut mit 10 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und der braunschwarze Rückstand mit 3 mL einer 0.2 mol/l Octansäure/Octylamin-Lösung in *n*-Hexan 1 h im Ultraschallbad behandelt. Zur Entfernung des Überschusses an Octansäure/Octylamin fällt man die Partikel mit 10 mL Ethanol, zentrifugiert und löst die Partikel wieder in 3 mL *n*-Hexan (braune Lösung) unter Zusatz von Octansäure/Octylamin ($6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l).



63.3 nm/cm (66k)



29.9 nm/cm (140k)

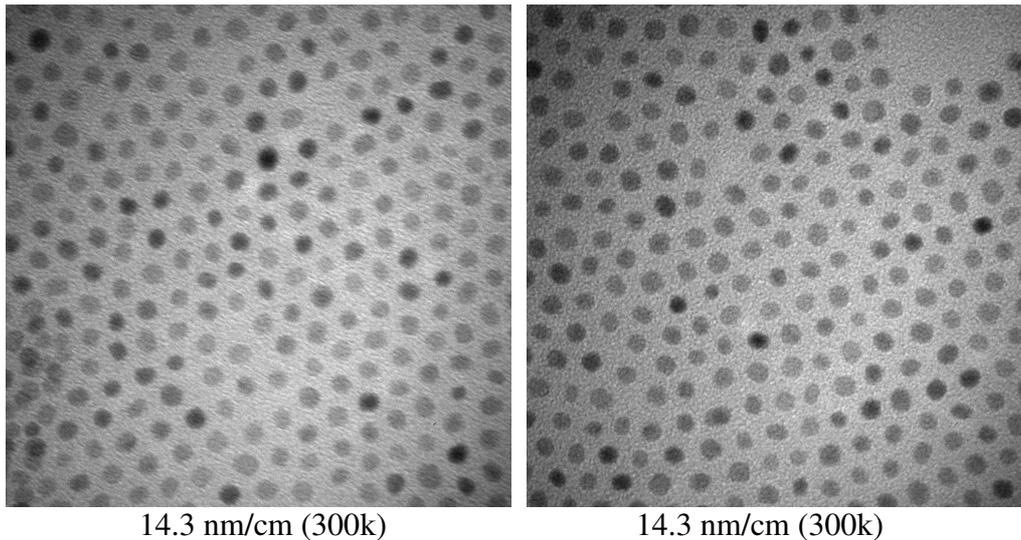
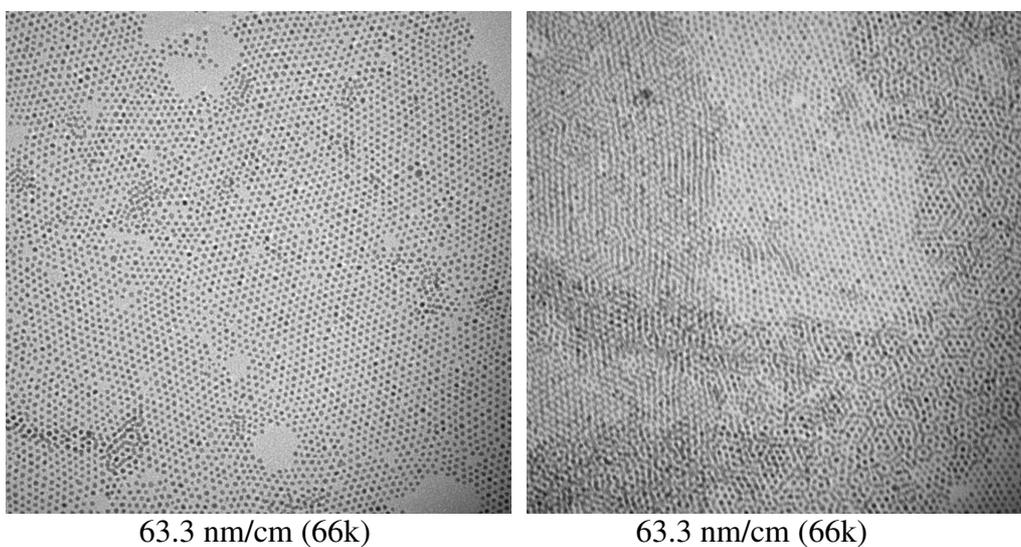


Abb. 114: Austausch Ölsäure/Oleylamin gegen Octansäure/Octylamin: ein Austausch-Waschzyklus, Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.82 nm (± 0.55 nm)

3.7.1.2 2. Austausch-Waschzyklus

Die unter 3.7.1.1 hergestellte FePt-Nanopartikel-Lösung (3 mL) wird erneut mit 10 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und der Rückstand wieder mit 3 mL einer 0.2 mol/l Octansäure/Octylamin-Lösung in *n*-Hexan 1 h im Ultraschallbad behandelt. Zur Entfernung des Überschusses an Octansäure/Octylamin fällt man die Partikel mit 10 mL Ethanol, zentrifugiert und löst die Partikel wieder in 3 mL *n*-Hexan (braune Lösung) unter Zusatz von Octansäure/Octylamin ($6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l).



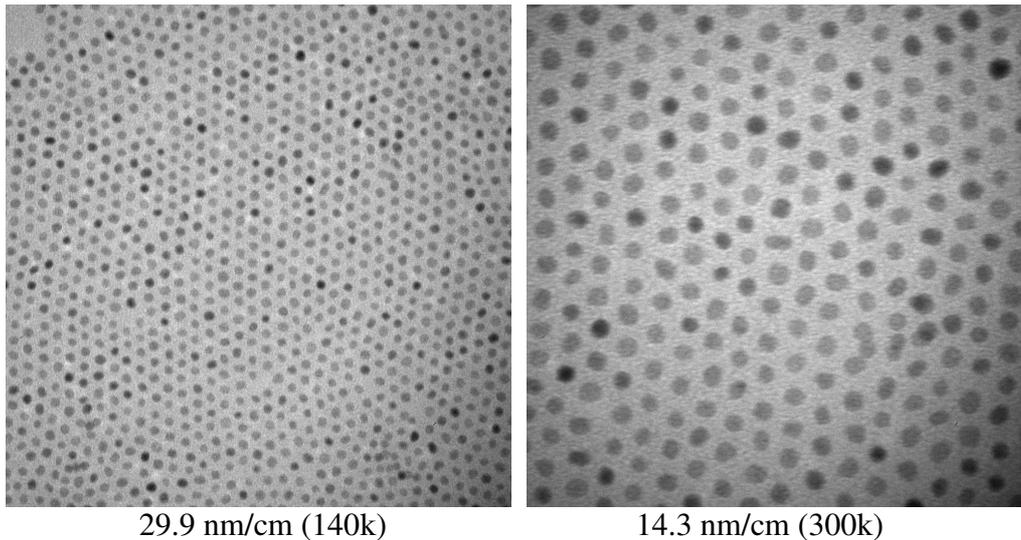
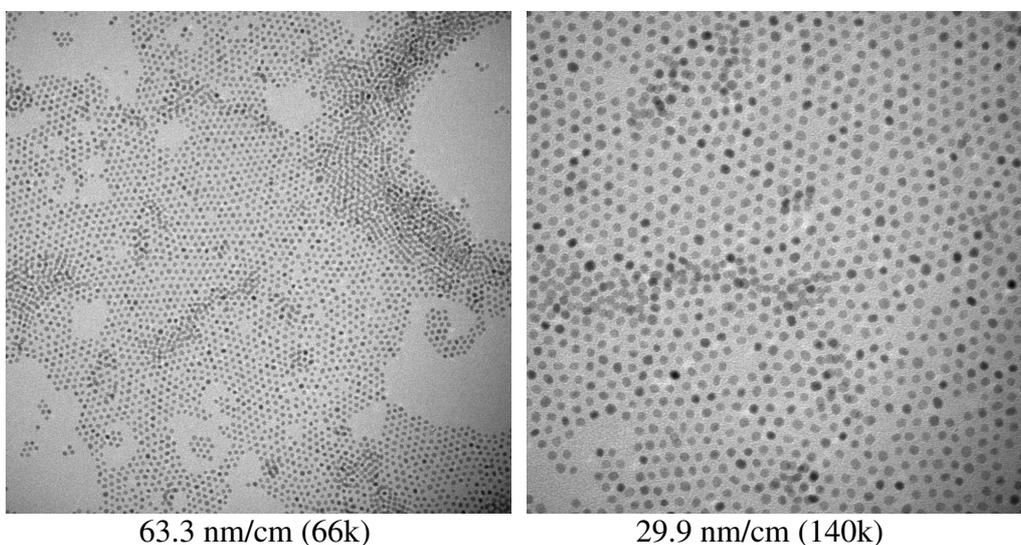


Abb. 115: Austausch Ölsäure/Oleylamin gegen Octansäure/Octylamin: zweiter Austausch-Waschzyklus, Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.78 nm (± 0.52 nm)

3.7.1.3 3. Austausch-Waschzyklus

Die unter 3.7.1.2 hergestellte FePt-Nanopartikel-Lösung (3 mL) wird erneut mit 10 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und der Rückstand wieder mit 3 mL einer 0.2 mol/l Octansäure/Octylamin-Lösung in *n*-Hexan 1 h im Ultraschallbad behandelt. Zur Entfernung des Überschusses an Octansäure/Octylamin fällt man die Partikel mit 10 mL Ethanol, zentrifugiert und löst die Partikel wieder in 3 mL *n*-Hexan (braune Lösung) unter Zusatz von Octansäure/Octylamin ($6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l).



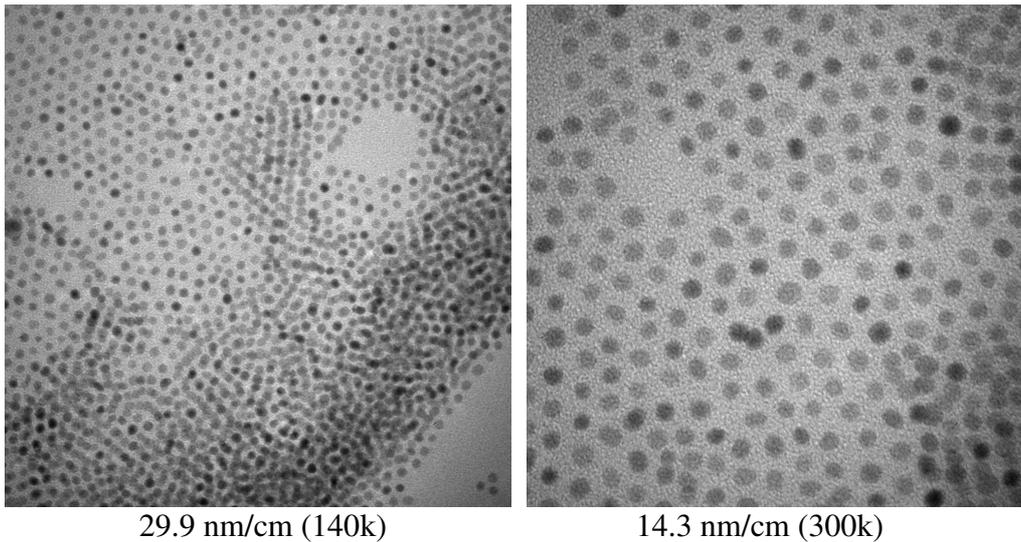
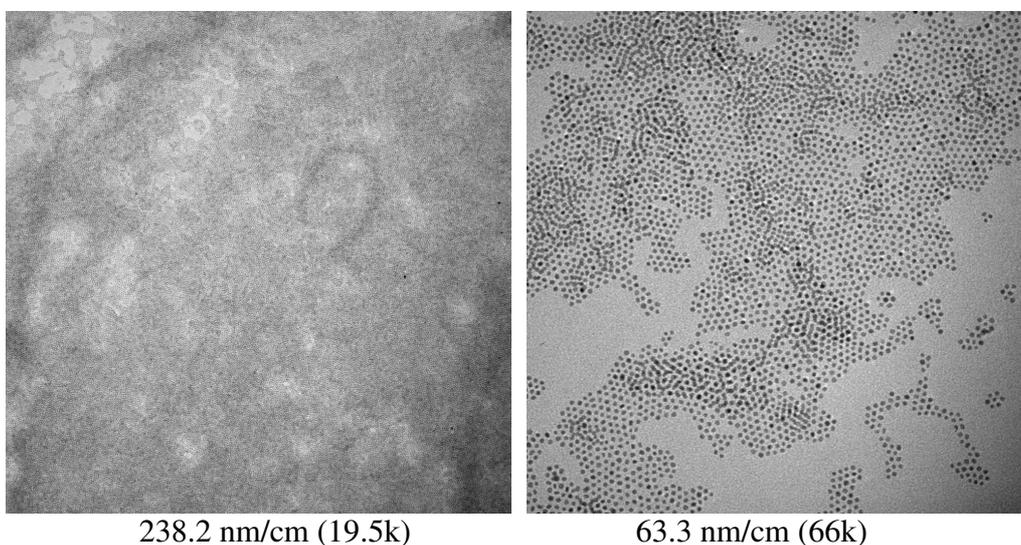


Abb. 116: Austausch Ölsäure/Oleylamin gegen Octansäure/Octylamin: dritter Austausch-Waschzyklus, Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.59 nm (± 0.67 nm).

3.7.1.4 (4.-6.) Austausch-Waschzyklus

Die unter 3.7.1.3 hergestellte FePt-Nanopartikel-Lösung (3 mL) wird erneut mit 10 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und der Rückstand wieder mit 3 mL einer 0.2 mol/l Octansäure/Octylamin-Lösung in *n*-Hexan 1 h im Ultraschallbad behandelt. Diese Sequenz aus Fällung mit Ethanol und Wiederaufnahme der Partikel in Octansäure/Octylamin-Lösung wird noch zweimal wiederholt. Abschließend fällt man zur Entfernung des Überschusses an Octansäure/Octylamin die Partikel mit 10 mL Ethanol, zentrifugiert und löst die Partikel wieder in 3 mL *n*-Hexan (braune Lösung) unter Zusatz von Octansäure/Octylamin ($6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l).



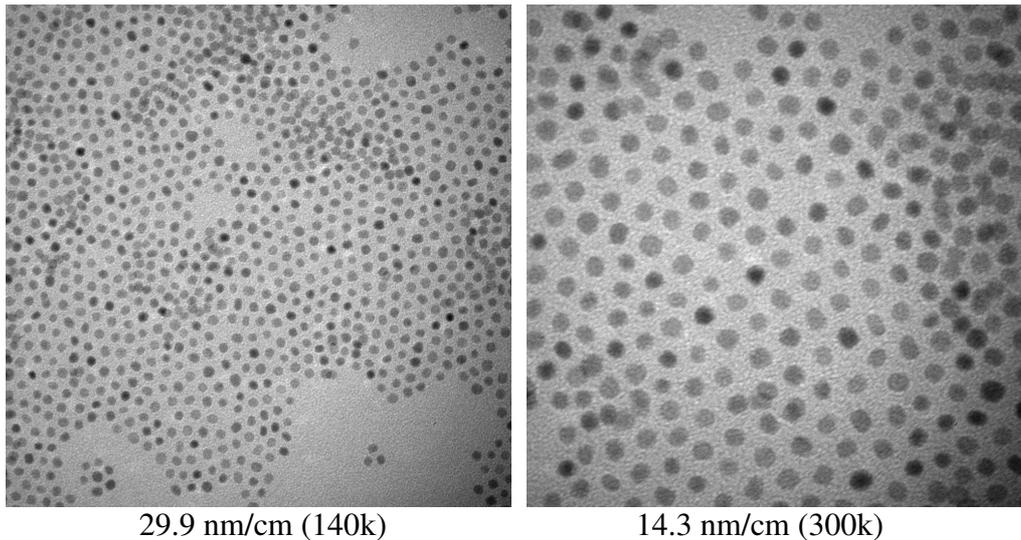
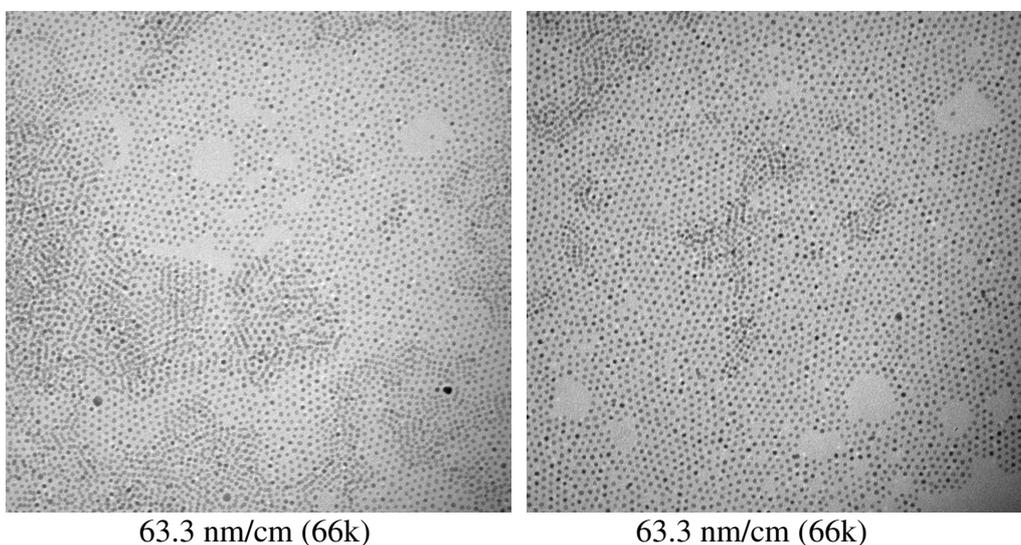


Abb. 117: Austausch Ölsäure/Oleylamin gegen Octansäure/Octylamin: sechster Austausch-Waschzyklus, Partikelabstände (Rand zu Rand): 2.79 nm (± 0.59 nm).

3.7.2 Rückaustausch Octansäure/Octylamin zu Ölsäure/Oleylamin

3.7.2.1 1. Austausch-Waschzyklus

Die unter 3.7.1.4 hergestellte FePt-Nanopartikel-Lösung (3 mL) wird erneut mit 10 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und der Rückstand mit 3 mL einer 0.2 mol/l Ölsäure/Oleylamin-Lösung in *n*-Hexan 1 h im Ultraschallbad behandelt. Zur Entfernung des Überschusses an Ölsäure/Oleylamin fällt man die Partikel mit 10 mL Ethanol, zentrifugiert und löst die Partikel wieder in 3 mL *n*-Hexan (braune Lösung) unter Zusatz von Ölsäure/Oleylamin ($6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l).



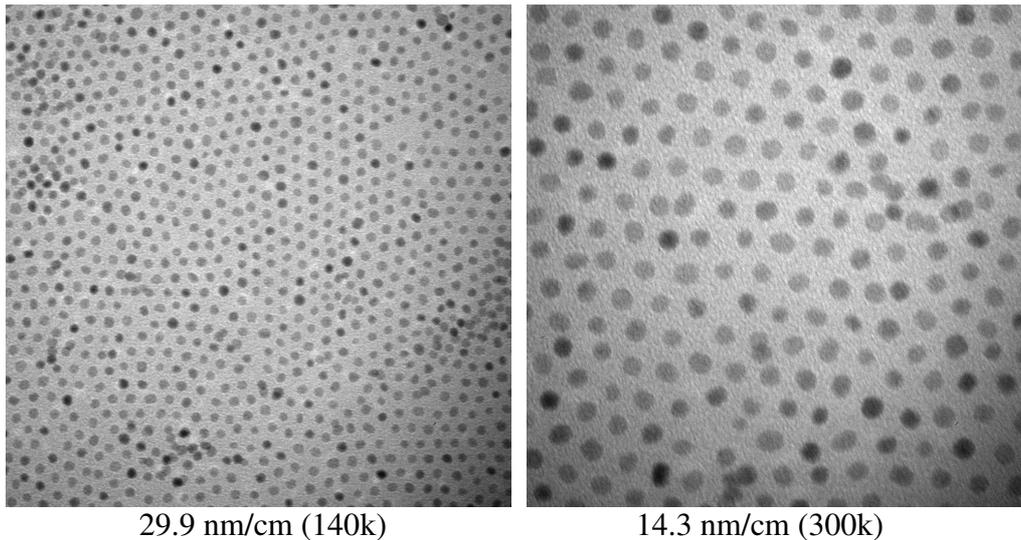
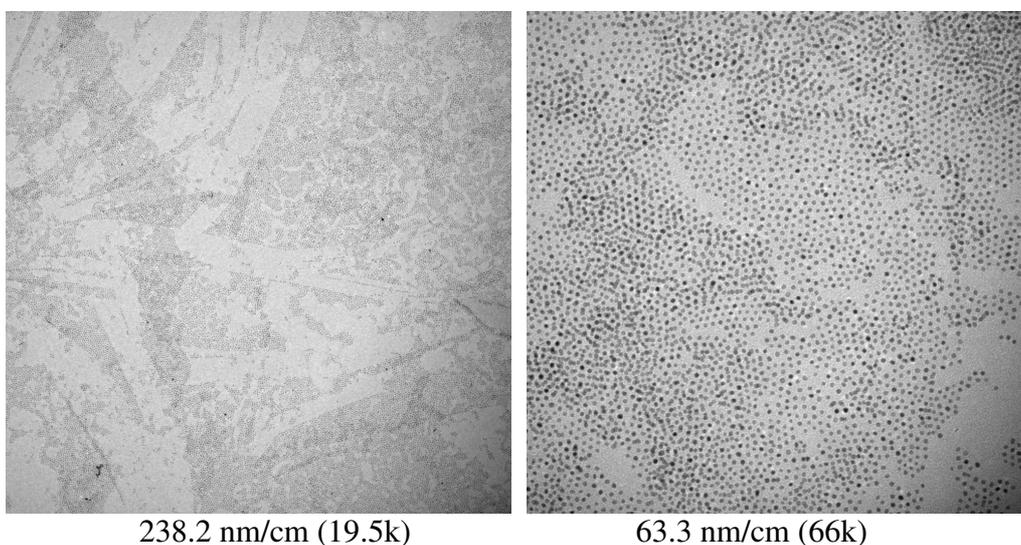


Abb. 118: Austausch Octansäure/Octylamin gegen Ölsäure/Oleylamin: erster Austausch-Waschzyklus, Partikelabstände (Rand zu Rand): 3.10 nm (± 0.52 nm)

3.7.2.2 2. Austausch-Waschzyklus

Die unter 3.7.2.1 hergestellte FePt-Nanopartikel-Lösung (3 mL) wird erneut mit 10 mL Ethanol ausgefällt, zentrifugiert und der Rückstand mit 3 mL einer 0.2 mol/l Ölsäure/Oleylamin-Lösung in *n*-Hexan 1 h im Ultraschallbad behandelt. Zur Entfernung des Überschusses an Ölsäure/Oleylamin fällt man die Partikel mit 10 mL Ethanol, zentrifugiert und löst die Partikel wieder in 3 mL *n*-Hexan (braune Lösung) unter Zusatz von Ölsäure/Oleylamin ($6.0 \cdot 10^{-3}$ mol/l).



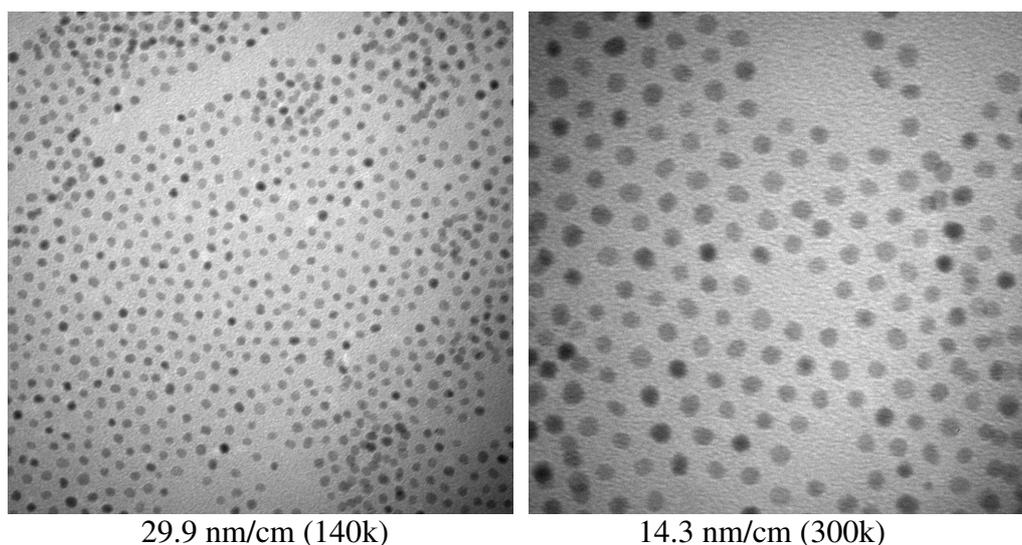


Abb. 119: Austausch Octansäure/Octylamin gegen Ölsäure/Oleylamin: zweiter Austausch-Waschzyklus, Partikelabstände (Rand zu Rand): 3.35 nm (± 0.61 nm)

Versuch	Austausch-Surfactant	Anzahl der Austauschzyklen	Partikelabstand Rand zu Rand [nm]
3.1.3.3	Startprobe: Ölsäure/Oleylamin	Startprobe	3.32 \pm 0.61
3.6.1.1	Octansäure/Octylamin	1	2.82 \pm 0.55
3.6.1.2	Octansäure/Octylamin	2	2.78 \pm 0.52
3.6.1.3	Octansäure/Octylamin	3	2.59 \pm 0.67
3.6.1.4	Octansäure/Octylamin	6	2.79 \pm 0.59
3.6.2.1	Ölsäure/Oleylamin	1	3.10 \pm 0.52
3.6.2.2	Ölsäure/Oleylamin	2	3.35 \pm 0.61

Tab. 15: Zusammenfassung: 3.7 Surfactant-Austauschversuche mit den in Kapitel 3.1.3.3 nach AAV 1 hergestellten FePt-Nanopartikel [$\text{Fe}_{34}\text{Pt}_{66}$, Partikeldurchmesser: 3.59 nm (± 0.39 nm), Partikelabstände (Rand zu Rand): 3.32 nm (± 0.61 nm)]