



**UNIVERSITÄT
BAYREUTH**

Universität Bayreuth
95447 Bayreuth

Praktikum Anorganische Chemie III

Ton und Tonminerale

Justus Friedrich
Studiengang: B.Sc. Chemie
4. Fachsemester

Matrikelnummer: 1956010
E-Mail: bt725206@myubt.de

13. Juni 2025

Inhaltsverzeichnis

1	Ziel des Versuches	1
2	Durchführung	2
2.1	Synthese von $\text{Na}_{0.5} \cdot n\text{H}_2\text{O} [\text{Zn}_{2.5}\text{Li}_{0.5}](\text{Si}_4\text{O}_{10})\text{F}_2$	2
2.2	Synthese der Interkalationsverbindung	2
3	Auswertung	3
3.1	Schichtdicke von $\text{Na}_{0.5} \cdot n\text{H}_2\text{O} [\text{Zn}_{2.5}\text{Li}_{0.5}](\text{Si}_4\text{O}_{10})\text{F}_2$	3
3.2	Schichtdicke der Interkalationsverbindung	5
4	Zusammenfassung	7
5	Literaturverzeichnis	8

1 Ziel des Versuches

Tonminerale sind ein wichtiger Bestandteil der Industrie, da sie beispielsweise als Katalysatoren oder als Einlagerungsstätten fungieren können. Dazu zählt auch der Hectorit mit der Summenformel $\text{Na}_{0.5} \cdot n\text{H}_2\text{O} \text{Zn}_{2.5}\text{Li}_{0.5}\text{F}_2$. Dieser wird im Rahmen des Versuchs hergestellt und daraufhin untersucht, ob er Kupferethylen-Komplexe einlagern kann. Zudem wird mittels XRD-Messungen die Schichtdicke sowohl des reinen Hectorits als auch der resultierenden Interkalationsverbindung bestimmt.¹

2 Durchführung

2.1 Synthese von $\text{Na}_{0.5} \cdot n\text{H}_2\text{O} [\text{Zn}_{2.5}\text{Li}_{0.5}](\text{Si}_4\text{O}_{10})\text{F}_2$

Tag 1

Es werden 4.16 g (20.0 mmol) Tetraethoxysilan in 10 mL Ethanol vorgelegt. Anschließend wird die Mischung 2.5 h bei 60 °C unter Rühren erhitzt. Die resultierende Lösung wird in ein PE-Fläschchen überführt, verschlossen und über Nacht weiter unter Rühren stehen gelassen.

Tag 2

Es werden 1.75 g (12.84 mmol) ZnCl_2 in einer minimalen Menge Wasser (ca. 5 mL) gelöst. Diese Lösung wird zu der im PE-Fläschchen befindlichen Mischung gegeben. Anschließend wird mit 1 molarer NaOH titriert, bis sich ein pH-Wert von 9 eingestellt hat. Dafür waren 23 mL NaOH erforderlich. Anschließend wird die Mischung über Nacht weiter gerührt.

Tag 3

Das entstandene Gel wird abfiltriert und gewaschen. Anschließend wird es in 40 mL Wasser suspendiert. Zu der Suspension werden 0.0648 g (2.5 mmol) LiF und 0.315 g (7.5 mmol) NaF hinzugegeben. Danach wird die Mischung über Nacht gerührt.

Tag 4 + Tag 5

Es werden 10 mL des Gels in einen Teflon-Einsatz gegeben und in einer Druckbombe bei autogenem Druck 2 Tage lang bei 250 °C reagieren gelassen.

Tag 6

Nach dem Abkühlen der Druckbombe wird das Produkt (Smectit) abfiltriert und mit viel Wasser gewaschen. Anschließend wird es im Abzug an der Luft trocknen gelassen.

2.2 Synthese der Interkalationsverbindung

53 mg Smectit werden für 5 min in 2 mL Wasser aufgeschwemmt. Anschließend werden 5 mL einer $[\text{Cu}(\text{en})_3]\text{SO}_4$ -Lösung hinzugegeben und die Mischung über 30 min hin und wieder geschüttelt. Danach wird die Suspension zentrifugiert, mit Wasser gewaschen und erneut zentrifugiert. Die erhaltene Interkalationsverbindung wird im Trockenschrank getrocknet.

3 Auswertung

3.1 Schichtdicke von $\text{Na}_{0.5} \cdot n\text{H}_2\text{O} [\text{Zn}_{2.5}\text{Li}_{0.5}](\text{Si}_4\text{O}_{10})\text{F}_2$

Um die Schichtdicke des Hectorits zu bestimmen, wird ein Pulverdiffraktogramm aufgenommen und mit dem Programm *HighScore Plus* ausgewertet. Dies wird in der Abbildung 1 abgebildet. Dabei wird der Abstand des d_{001} -Reflexes ermittelt.

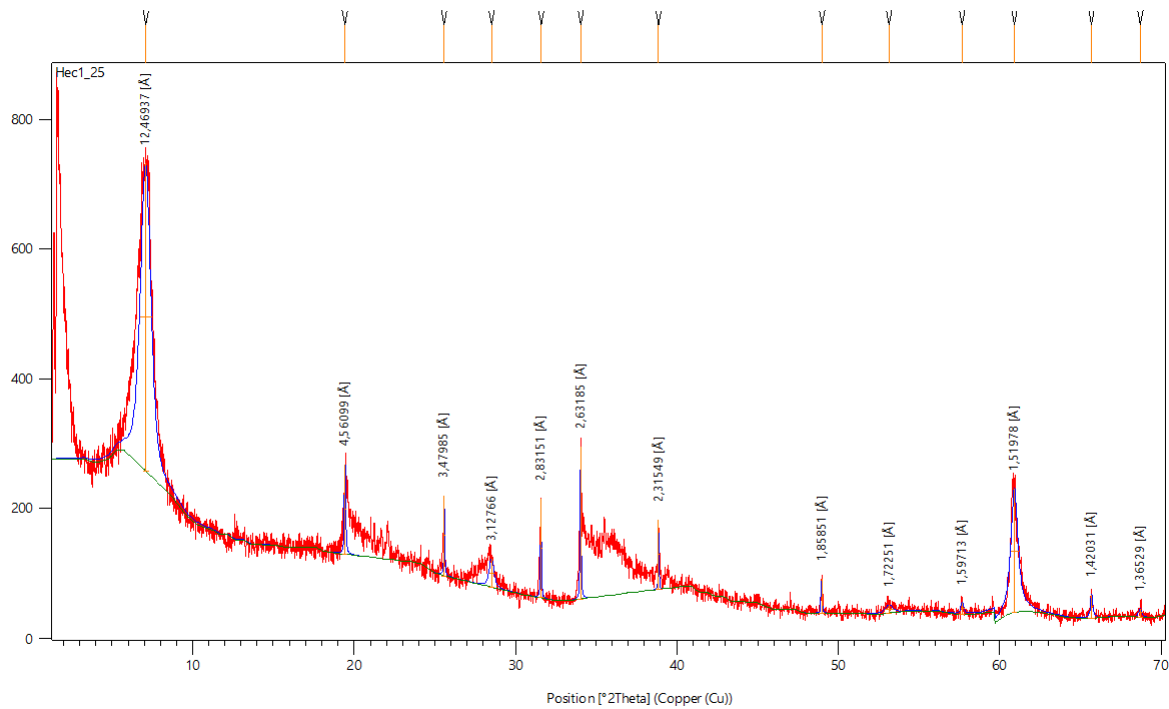


Abbildung 1: Zeigt das Pulverdiffraktogramm des Hectorits, dabei sind die Reflexe mit den Abstand der d_{00n} Serie markiert.

Aus Abbildung 1 ist ersichtlich, dass der d_{001} -Reflex bei einem Abstand von 12.46937 Å liegt. Auf Grundlage dieses Werts lassen sich die theoretischen Abstände der d_{00n} -Serie berechnen. Dies erfolgt mithilfe der Formel 1.

$$d_{00n} = \frac{d_{001}}{n} \quad (1)$$

Die daraus erhaltenen Werte werden mit den in Abbildung 1 dargestellten experimentellen Daten verglichen und in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: Vergleich der aus Gleichung 1 berechneten theoretischen Werte mit den experimentell bestimmten Werten aus Abbildung 1.

	Berechnete Werte	experimentellen Werte
$d_{001} [\text{\AA}]$	12.46937	12.46937
$d_{002} [\text{\AA}]$	6.234685	Konnte nicht zugeordnet werden
$d_{003} [\text{\AA}]$	4.156457	4.56099
$d_{004} [\text{\AA}]$	3.117343	3.12766
$d_{005} [\text{\AA}]$	2.493874	2.63185

Aus den experimentellen Werten in Tabelle 1 wird der Mittelwert gemäß Formel 2 berechnet.

$$\bar{d} = \frac{\sum_i^n d_{00i} \cdot i}{n} = 12.956 \quad (2)$$

Zur Berechnung des Variationskoeffizienten CV werden die Gleichungen 3 und 4 herangezogen.

$$\sqrt{\frac{\sum_i^n (d_{00i} \cdot i - \bar{d})^2}{n - 1}} = 0.5787 \quad (3)$$

$$CV = \frac{100 \cdot 0.5797}{12.783} = 4.525\% \quad (4)$$

Somit beträgt die Schichtdicke des Hectorits $12.955 \text{ \AA} \pm 4.535\%$. Die Synthese des Hectorits war zwar erfolgreich, jedoch treten im XRD auch Fremdreﬂexe auf. Diese stammen vermutlich von nicht vollständig umgesetztem ZnSiO_4 , was wahrscheinlich auf eine nicht vollständige umgesetztem der Fluoridsalze am 3. Tag schließen lässt.

3.2 Schichtdicke der Interkalationsverbindung

Um die Schichtdicke der Interkalationsverbindung zu bestimmen, wird analog zu Abschnitt 3.1 vorgegangen. Das entsprechende XRD-Diffraktogramm ist in Abbildung 2 dargestellt. In Tabelle 2 sind die berechneten Werte den experimentellen Ergebnissen gegenübergestellt.

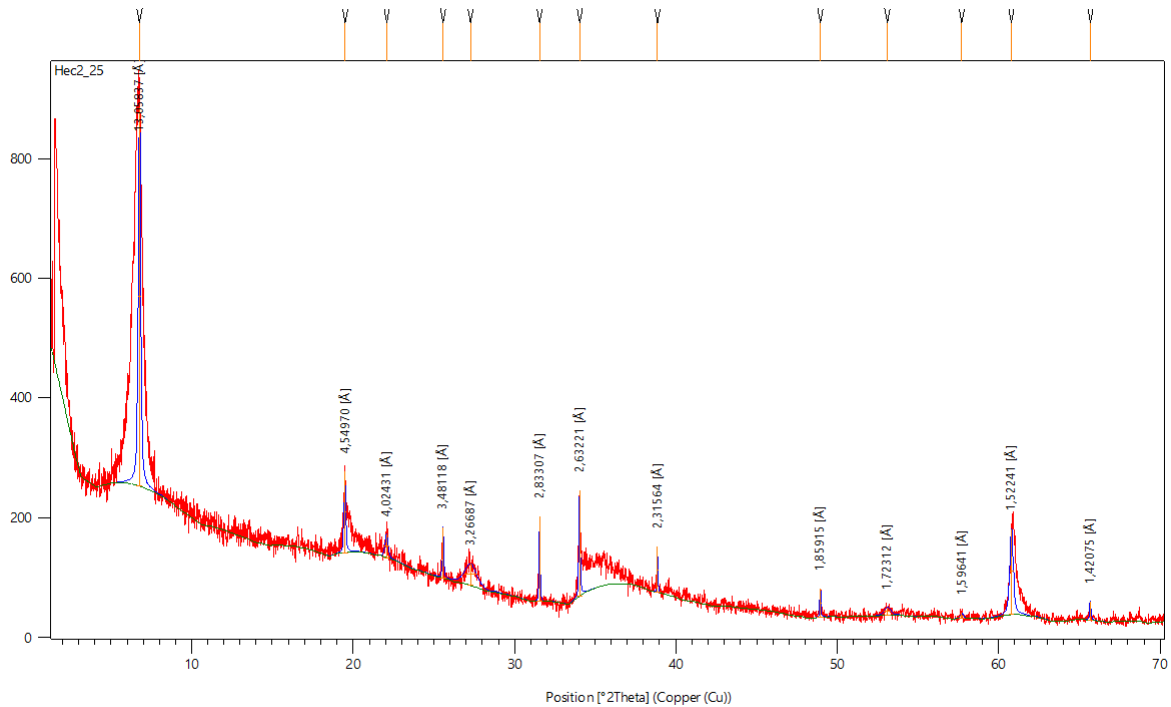


Abbildung 2: Zeigt das Pulverdiffraktogramm des Hectorits, dabei sind die Reflexe mit den Abstand der d_{00n} Serie markiert.

Der d_{001} -Reflex hat einen Abstand von 13.05837 Å. Die Berechneten Werte der Tabelle 2 bezieht sich auf diesen Wert. Aus Tabelle 2 sowie den Gleichungen 3 und 4 ergibt sich, dass die Interka-

Tabelle 2: Vergleich der aus Gleichung 1 berechneten theoretischen Werte mit den experimentell bestimmten Werten aus Abbildung 2.

	Berechnete Werte	experimentellen Werte
d_{001} [Å]	13.05837	13.058376
d_{002} [Å]	6.529185	Konnte nicht zugeordnet werden
d_{003} [Å]	4.352790	4.54970
d_{004} [Å]	3.264583	3.26687
d_{005} [Å]	2.611674	2.63221

lationsverbindung einen mittleren Schichtabstand von 13.234 Å mit einer Standardabweichung von 0.281 aufweist. Die relative Abweichung beträgt somit lediglich 2.12 %. Daraus lässt sich schließen, dass die Einlagerung von $[\text{Cu}(\text{en})_3]\text{SO}_4$ eine Vergrößerung der Schichtdicke zur Folge hat. Diese Vergrößerung beträgt etwa 0.279 Å. Dies weist auf eine unvollständige Einlagerung hin, da bei einer vollständigen Einlagerung ein größerer Schichtabstand zu erwarten wäre. Wenn das Kupfer nur in

jede n -te Schicht eingelagert wird, resultiert daraus ein gemittelter Abstand. Infolgedessen ist nur ein n -tel der eigentlichen Schichtvergrößerung messbar.

4 Zusammenfassung

In diesem Versuch wurde erfolgreich die Verbindung $\text{Na}_{0.5} \cdot n\text{H}_2\text{O}[\text{Zn}_{2.5}\text{Li}_{0.5}](\text{Si}_4\text{O}_{10})\text{F}_2$ synthetisiert. Zudem konnte die Einlagerung von $[\text{Cu}(\text{en})_3]\text{SO}_4$ erfolgreich durchgeführt werden. In der XRD-Messung wurden jedoch Verunreinigungen festgestellt. Diese stammen vermutlich von ZnSiO_4 , das infolge einer unvollständigen Umsetzung mit den Fluoridsalzen in der Probe zurückgeblieben ist.

Aus den XRD-Messungen lässt sich die Schichtdicke des Hectorits bzw. der Interkalationsverbindung berechnen. Für die Verbindung $\text{Na}_{0.5} \cdot n\text{H}_2\text{O}[\text{Zn}_{2.5}\text{Li}_{0.5}](\text{Si}_4\text{O}_{10})\text{F}_2$ ergibt sich eine Schichtdicke von $12.955 \text{ \AA} \pm 4.54 \%$. Für die Interkalationsverbindung mit $[\text{Cu}(\text{en})_3]\text{SO}_4$ ergab sich ein Wert von $13.234 \text{ \AA} \pm 2.12 \%$.

Somit ändert sich die Schichtdicke des Hectorits um 0.279 \AA , dies entspricht ca 2% der Dicke. Das weist auf eine nicht vollständige Einlagerung der kupferionen hin.

5 Literaturverzeichnis

Literatur

- (1) Breu, J.; Senker, J., *Praktikum Präparative Anorganische Chemie*, 2025, S. 17–30.