

Universität Bayreuth 95447 Bayreuth

# **Anorganische Chemie III**

## Zeolithe

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

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

## Inhaltsverzeichnis

1	Einl	Einleitung				
	1.1	Einführung	1			
	1.2	Ziel des Versuchs	1			
2	Durchführung					
	2.1	Synthese von Zeolith A	2			
	2.2	Ablaufende Reaktionen	2			
	2.3	Charakterisierung	2			
3	Auswertung					
	3.1	Ergebnisse	3			
	3.2	Durchschnittliche Anzahl von Elementarzellen pro Kristall	4			
	3.3	Austauschvermögen von Zeolith A der Kationen Ca <sup>2+</sup> und Na <sup>+</sup>	5			
4	Zusammenfassung					
5	Literaturverzeichnis					

## 1 Einleitung

### 1.1 Einführung

Zeolithe werden in der heutigen Zeit immer interessanter, da diese sehr vielseitig einsetzbar sind. Dies liegt an der Struktur der Zeolithe, diese ist nämlich porös. Dabei sind die Größe der Poren kleiner als 2 nm, somit sind Zeolithe Teil der mikroporösen Materialien. Dabei ermöglichen die Poren, in der kristallinen Struktur, dass eine selektive Katalyse stattfinden kann. Bzw. können sie als Ionenaustauscher funktionieren, oder als Adsorptionsmittel. Dabei lässt sich die Struktur des Zeoliths durch Anpassung der Kationen in der Zwischenschicht verändern.

#### 1.2 Ziel des Versuchs

In diesen Versuch soll das Zeolith A  $\{[Na^+]_{96} \cdot [216H_2O]\}\{[AlO_2]_{96}[SiO_2]_{96}\}$  hergestellt werden, daraufhin soll die Kristallstruktur untersucht und die Ionenaustauschkapazität gemessen werden, diese sollen mit den Theoriewerten verglichen werden.

## 2 Durchführung

#### 2.1 Synthese von Zeolith A

Es werden zwei  $0.988 \ \frac{mol}{L}$  NaOH-Lösungen hergestellt. Dafür werden jeweils  $5.93 \ g$  (148 mmol) NaOH in 150 mL Wasser gelöst. Zu der ersten NaOH-Lösung wird  $7.72 \ g$  (37.1 mmol) Tetraethoxysilan gegeben. Diese wird dann bei  $60 \ ^{\circ}$ C für 1 h 15 m hydrolysiert. In die andere NaOH-Lösung wird  $2.00 \ g$  (74.12 mmol) Aluminiumpulver gegeben. Dies wurde in Abzug durchgeführt, da Wasserstoff entsteht. Außerdem muss auf eventuelle Überschäumen aufgepasst werden. Anschließend wird gewartet, bis beide Lösungen auf Raumtemperatur abgekühlt sind. Die Aluminiumlösung wird anschließend noch einmal gefiltert, sodass eine klare Lösung entsteht. Anschließend wird unter starken rühren due Tetraethoxysilan-Lösung hinzugegeben, und für weitere 15 m gerührt. Daraufhin wird das Becherglas mit einem Uhrenglass abgedeckt und für  $2 \ \text{Tage}$  bei  $90 \ ^{\circ}$ C geheizt. Das kristalline Produkt wird abfiltriert und mit Wasser und Ethanol gewaschen. Anschließend wird das Produkt in Trockenschrank getrocknet.

#### 2.2 Ablaufende Reaktionen

$$2AI + 6H2O \longrightarrow 2AI(OH)3 + 3H2$$

$$AI(OH)3 + NaOH \rightleftharpoons Na+ + [AI(OH)4]-$$

$$96AI(OH)3 + 96Si(OH)4 + 96NaOH \longrightarrow \{[Na+]96 \cdot [216H2O]\}\{[AlO2]96[SiO2]96\} + 168H2O$$

### 2.3 Charakterisierung

Zur Untersuchung wird eine XRD-Messung durchgeführt und 100 mL Leitungswasser abgemessen. Dieses wird mittels eines Wasserhärtenschnelltests untersucht. Daraufhin wird 1.00 g des Zeolith A dazugegeben und wieder ein Wasserhärteschnelltest durchgeführt.

## 3 Auswertung

### 3.1 Ergebnisse

Anhand der XRD-Messung wurde in Programm HighScore Plus eine Phasenanalyse durchgeführt. Diese ergab, dass als Hauptphase Zeolith A (Referenzcode 00-039-0222) mit einem Score von 67 vorliegt. Als primäre, realistische Nebenphase, liegt mit einem Score von 11 Zeolith LTA vor. Die verwendeten XRD-Reflexe sind in Abbildung 1 dargestellt. Anschließend wird mittels HighScore-Plus

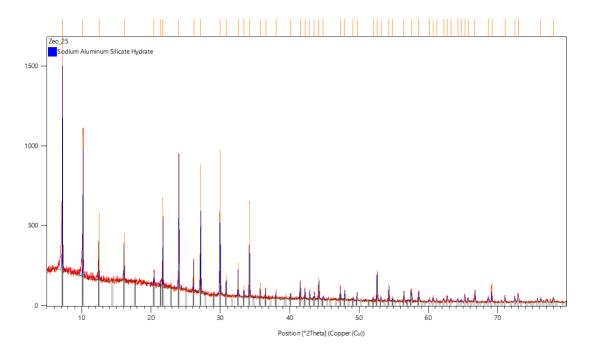


Abbildung 1: Zeigt das Pulverdiffraktogramm von hergestellten Zeolith A mit den Referenzreflexe mit dem Referenzcode 00-039-0222

die Kristallstruktur untersucht. Dabei wurden die Einheitszelle untersucht. Diese wurden mit den Theoretischen Werten des Referenzreflex verglichen dies wird in der Tabelle 1 aufgezeigt.

Tabelle 1: Zeigt die Theoretische und Festgestellte Einheitszelle von den hergestellten Zeolith As (Referenzcode 00-039-0222). Die Verfeinerung wurde mithilfe des Programmes HighScore Plus durchgeführt.

	Theoretische	Festgestellte
		(Standardabweichung)
a[Å]	24.6100	24.5847 (8)
b[Å]	24.6100	24.5847 (8)
c[Å]	24.6100	24.5847 (8)
α[°]	90	90
$oldsymbol{eta}[^{\circ}]$	90	90
γ[°]	90	90
Volumen[Å <sup>3</sup> ]	14905.10	14859.21

### 3.2 Durchschnittliche Anzahl von Elementarzellen pro Kristall

Zunächst wird die durchschnittliche Kristallgröße bestimmt. Dies erfolgt anhand von SEM-Aufnahmen. Dies ist in Abbildung 2 dargestellt. Dabei handelt es sich nicht um Aufnahmen der selbst hergestellten Proben, sondern um bereitgestellte Vergleichsaufnahmen.

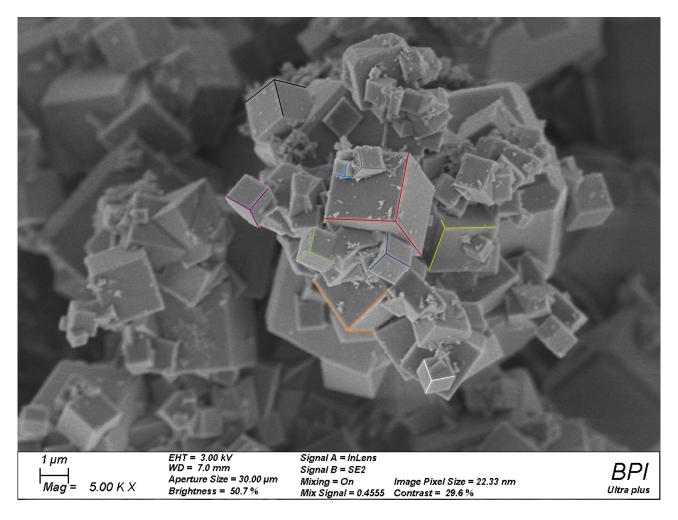


Abbildung 2: Zeigt die Sem-Aufnahme eines Zeolith, mit eingezeichneten Kristalle, deren Größe bestimmt werden soll.

Die Kristalle werden näherungsweise als Würfel angenommen. Aus der gemessenen Kantenlänge lässt sich das Kristallvolumen berechnen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2: zeigt die analysierten Kristalle mit den gemessenen Kantenlängen sowie den berechneten Volumina, wobei eine würfelförmige Geometrie angenommen wurde.

Marktierter Kristall aus der	Kastenlänge [μm]	Volumen [ $\mu m^3$ ]
Abbildung 2		
Rot	2.53	16.19
Orange	2.13	9.71
Gelb	1.80	5.83
Schwarz	1.33	2.37
Lila	1.00	1.00
Dunkelblau	1.00	1.00
Grün	1.00	1.00
Grau	0.80	0.51
Hellblau	0.40	0.06

Aus Tabelle 2 wird die mittlere Kristallgröße bestimmt. Diese beträgt  $\overline{V}=4.19\,\mu m^3$  Daraus lässt sich die durchschnittliche Anzahl der Elementarzellen pro Kristallit bestimmen. Diese wird mithilfe der Formel 1 berechnet.

$$N_{Elemtarzellen} = \frac{V_{Kristall}}{V_{Elemtarzellen}} \cdot 8 = \frac{4.19 \,\mu m^3}{1.485921 \cdot 10^{-6} \,\mu m^3} \cdot 8 = 2.256 \cdot 10^7 \tag{1}$$

# 3.3 Austauschvermögen von Zeolith A der Kationen Ca<sup>2+</sup> und Na<sup>+</sup>

# 4 Zusammenfassung

## 5 Literaturverzeichnis

## Literatur

- (1) Riedel, E., *Anorganische Chemie*, 6. Aufl. Reprint 2020; De Gruyter: Berlin und Boston, 2004, S. 535–539.
- (2) Breu, J.; Senker, J., Praktikum Präparative Anorganische Chemie, 2025, S. 12–16.