



**UNIVERSITÄT
BAYREUTH**

Universität Bayreuth
95447 Bayreuth

Praktikum Anorganische Chemie III

Phasendiagramme und Polymorphie

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

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

13. Juni 2025

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Motivation	1
2	Durchführung	2
2.1	Phasendiagramm	2
2.1.1	Synthese von $\text{Ni}_{1\pm x}\text{Sb}_1$	2
2.1.2	Gleichungen zur Berechnung	2
2.2	Polymorphie	3
2.2.1	Synthese von Aragonit	3
2.2.2	Synthese Calcit	3
2.2.3	Benzamid-Polmorph I	3
2.2.4	Benzamid-Polmorph III	3
3	Auswertung	4
3.1	Ergebnisse	4
3.2	Diskussion	4
4	Zusammenfassung	5
5	Literaturverzeichnis	6

1 Einleitung

1.1 Motivation

Stoffe können sich stark in ihren chemischen und physikalischen Eigenschaften unterscheiden, selbst wenn sie dieselbe Chemische Zusammensetzung besitzen. Dies liegt häufig an der Tatsache, dass sie in unterschiedlichen Kristallstrukturen auftreten können. Diese Stoffe werden Polymorphe genannt. Bereits kleine Änderungen in den Synthesebedingungen können die Ausbildung verschiedener Phasen beeinflussen.

Das Ziel dieses Versuchs ist es, gezielt metastabile Phasen von (CaCO_3) und Benzamid zu synthetisieren. Darüber hinaus soll untersucht werden, wie sich unterschiedliche Mischungsverhältnisse von Nickel und Antimon auf die entstehenden Phasen und deren Eigenschaften auswirken.¹

2 Durchführung

2.1 Phasendiagramm

2.1.1 Synthese von $\text{Ni}_{1\pm x}\text{Sb}_1$

Zur Herstellung von acht verschiedenen Zusammensetzungen werden gemäß Tabelle 1 die entsprechenden Mengen an Nickel und Antimon abgewogen und in eine Quarzampulle eingetragen. Diese wird anschließend evakuiert und verschmolzen, um eine Sauerstofffreiheit während der Reaktion zu gewährleisten, da sonst Oxide entstehen würden. Anschließend werden die Reaktanden in der Quarzampulle bei 1100 °C für 1 Tag aufgeschmolzen und danach für 3 Tage bei 800 °C getempert.

Tabelle 1: Zeigt die Atom Verhältnisse des Produkt, und die dafür nötigen Eduktmassen und deren Mol Anzahl. Die Berechnungen für die Mol-Anzahl sind in Gleichung (1) und (2) dargestellt.

At% Sb	97%	75%	60%	52%	50%	46.3%	40%	37%
Masse Sb [g]	0.787	0.689	0.605	0.554	0.540	0.513	0.464	0.443
Mol Sb [mmol]	6.466	5.661	4.972	4.547	4.433	4.214	3.813	3.608
Mol% Ni	3%	25%	40%	48%	50%	53.7%	60%	63%
Masse Ni [g]	0.012	0.111	0.194	0.246	0.260	0.287	0.335	0.364
Mol Ni [mmol]	0.200	1.887	3.315	4.197	4.433	4.888	5.720	6.203

2.1.2 Gleichungen zur Berechnung

$$\frac{2g}{M(\text{Sb}) + \frac{\text{mol\%}(\text{Ni})}{\text{mol\%}(\text{Sb})} \cdot M(\text{Ni})} = n(\text{Sb}) \quad (1)$$

$$\frac{2g}{M(\text{Sb}) + \frac{\text{mol\%}(\text{Ni})}{\text{mol\%}(\text{Sb})} \cdot M(\text{Ni})} \cdot \frac{\text{mol\%}(\text{Ni})}{\text{mol\%}(\text{Sb})} = n(\text{Ni}) \quad (2)$$

2.2 Polymorphie

2.2.1 Synthese von Aragonit

Es werden 2.704 g (24.33 mmol) CaCl_2 in 50 mL Wasser gelöst und auf 80 °C erwärmt. Anschließend werden 3.402 g K_2CO_3 in möglichst wenig Wasser gelöst und der anderen Lösung zugetropft. Das Produkt wird abfiltriert und im Trockenschrank getrocknet.

2.2.2 Synthese Calcit

Zu einer 1:1-Mischung aus $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ und Na_2CO_3 in Wasser wird eine wässrige Lösung von 2.7 g (24.33 mmol) CaCl_2 gegeben. Der entstehende Niederschlag wird abfiltriert und im Trockenschrank getrocknet.

2.2.3 Benzamid-Polmorph I

2.42 g (19.98 mmol) Benzamid werden in 60 mL Wasser durch Erwärmung (ca. 60 °C) gelöst. Danach wird die Lösung langsam abgekühlt. Die Kristalle werden abfiltriert und unter dem Mikroskop betrachtet.

2.2.4 Benzamid-Polmorph III

2.42 g (19.98 mmol) Benzamid werden in 60 mL Wasser durch Erwärmung (ca. 60 °C) gelöst. Anschließend wird die Lösung im Eisbad abgekühlt. Das metastabile Produkt wird abfiltriert und zügig unter dem Mikroskop betrachtet.

3 Auswertung

3.1 Ergebnisse

3.2 Diskussion

4 Zusammenfassung

5 Literaturverzeichnis

Literatur

- (1) Breu, J.; Senker, J., *Praktikum Präparative Anorganische Chemie*, 2025, S. 31–38.