



**UNIVERSITÄT
BAYREUTH**

Universität Bayreuth
95447 Bayreuth

Praktikum Anorganische Chemie III

Zeolithe

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

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

13. Juni 2025

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Einführung	1
1.2	Ziel des Versuchs	1
2	Durchführung	2
2.1	Synthese von Zeolith A	2
2.2	Ablaufende Reaktionen	2
2.3	Charakterisierung	2
3	Auswertung	3
3.1	Ergebnisse	3
3.2	Durchschnittliche Anzahl von Elementarzellen pro Kristall	4
3.3	Austauschvermögen von Zeolith A der Kationen Ca^{2+} und Na^{+}	5
4	Zusammenfassung	7
5	Literaturverzeichnis	8

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

1.2 Ziel des Versuchs

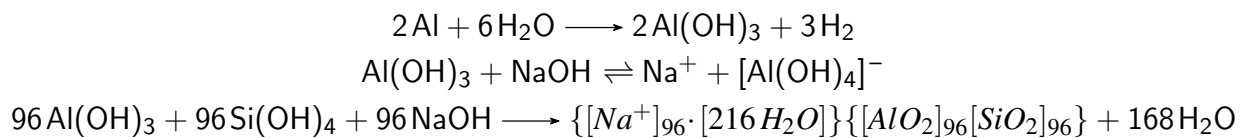
In diesen Versuch soll das Zeolith A $\{[Na^+]_{96} \cdot [216H_2O]\} \{[AlO_2]_{96}[SiO_2]_{96}\}$ hergestellt werden, daraufhin soll die Kristallstruktur untersucht und die Ionenaustauschkapazität gemessen werden, diese sollen mit den Theoriewerten verglichen werden.²

2 Durchführung

2.1 Synthese von Zeolith A

Es werden zwei $0,988 \frac{\text{mol}}{\text{L}}$ 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 °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 Übersäumen 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 starkem Rühren die Tetraethoxysilan-Lösung hinzugegeben, und für weitere 15 m gerührt. Daraufhin wird das Becherglas mit einem Uhrglass abgedeckt und für 2 Tage bei 90 °C geheizt. Das kristalline Produkt wird abfiltriert und mit Wasser und Ethanol gewaschen. Anschließend wird das Produkt in Trockenschrank getrocknet.

2.2 Ablaufende Reaktionen



2.3 Charakterisierung

Zur Untersuchung wird eine XRD-Messung durchgeführt und 100 mL Leitungswasser abgemessen. Dieses wird mittels eines Wasserhärteschnelltests 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

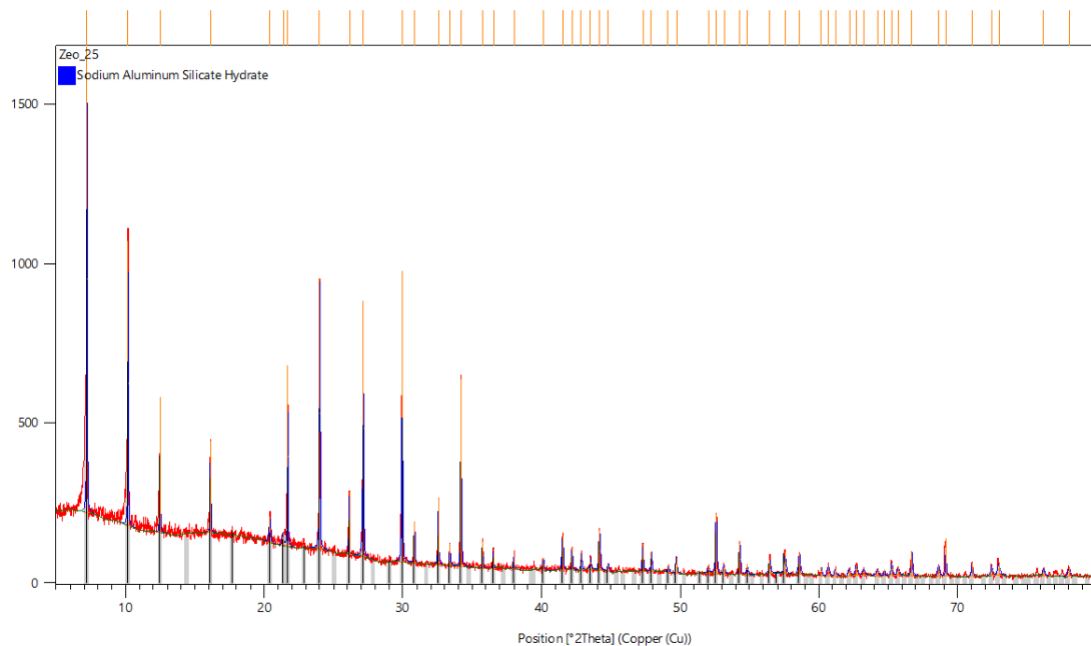


Abbildung 1: Zeigt das Pulverdiffraktogramm von hergestellten Zeolith A mit den Referenzreflexe mit dem Referenzcode 00-039-0222

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)
$a[\text{\AA}]$	24.6100	24.5847 (8)
$b[\text{\AA}]$	24.6100	24.5847 (8)
$c[\text{\AA}]$	24.6100	24.5847 (8)
$\alpha[^\circ]$	90	90
$\beta[^\circ]$	90	90
$\gamma[^\circ]$	90	90
Volumen[\AA^3]	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.

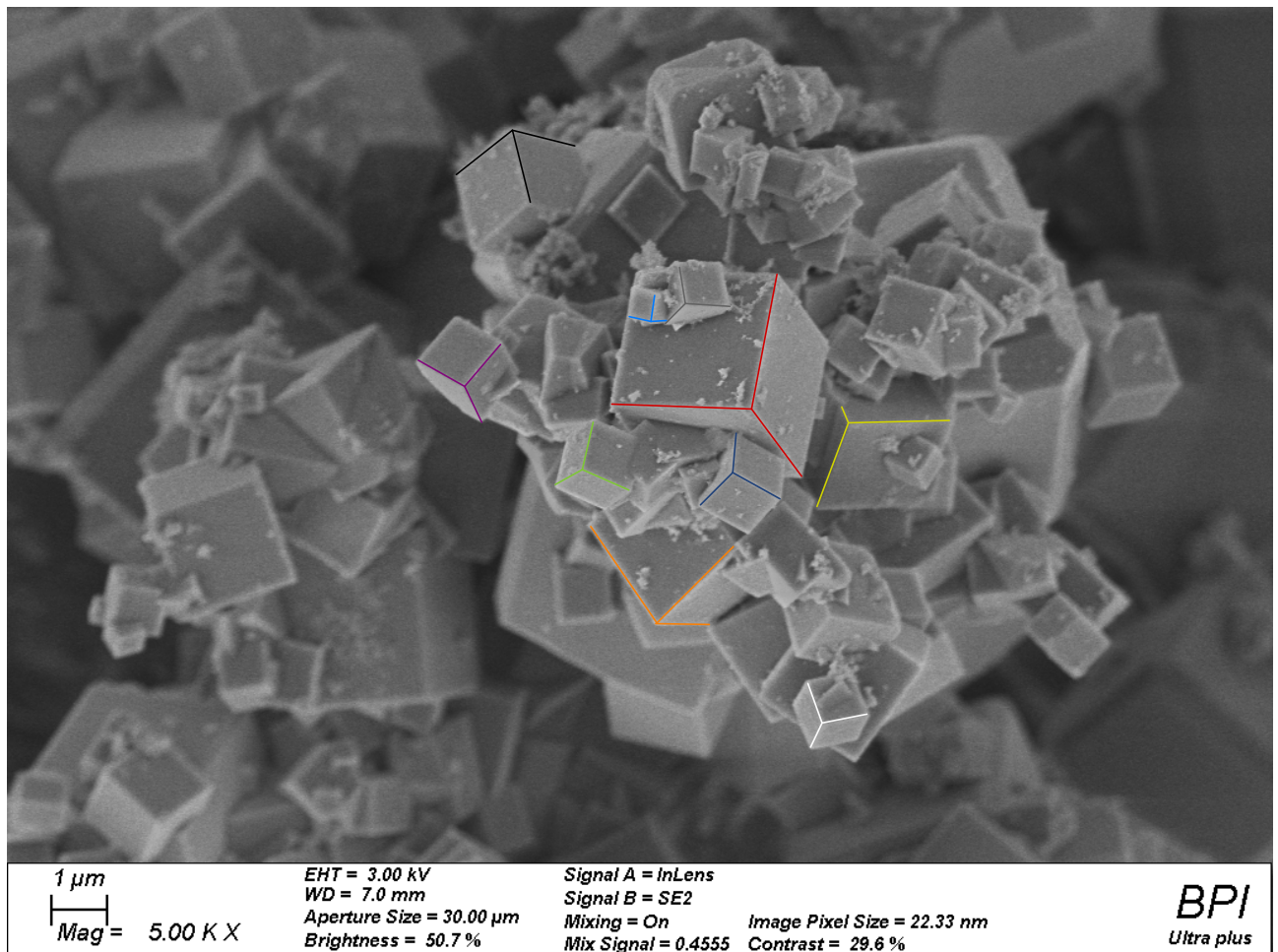


Abbildung 2: Zeigt die Sem-Aufnahme eines Zeolith, mit eingezeichneten Kristalle, deren Größe bestimmt werden soll.

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.

Markierter Kristall aus der Abbildung 2	Kantenlänge [μm]	Volumen [μm^3]
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 $\bar{V} = 4.19 \mu\text{m}^3$. Daraus lässt sich die durchschnittliche Anzahl der Elementarzellen pro Kristallit bestimmen. Diese wird mithilfe der Formel 1 berechnet.

$$N_{\text{Elementarzellen}} = \frac{V_{\text{Kristall}}}{V_{\text{Elementarzellen}}} \cdot 8 = \frac{4.19 \mu\text{m}^3}{1.485921 \cdot 10^{-6} \mu\text{m}^3} \cdot 8 = 2.256 \cdot 10^7 \quad (1)$$

Daraus folgt, dass durchschnittlich $2.256 \cdot 10^7$ Elementarzellen pro Kristall vorliegen.

3.3 Austauschvermögen von Zeolith A der Kationen Ca^{2+} und Na^+

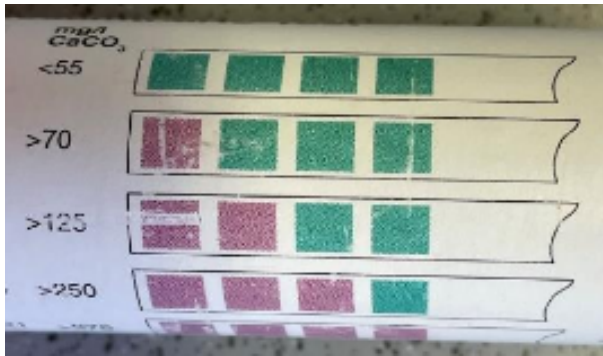
Die molare Masse MM von Zeolith A beträgt $17527.49 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$. Daraus lässt sich die Stoffmenge n in einem Gramm Zeolith berechnen.

$$n_{\text{Zeolith}} = \frac{m}{M} = \frac{1\text{g}}{17527.49 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} = 5.71 \cdot 10^{-5} \text{mol} \quad (2)$$

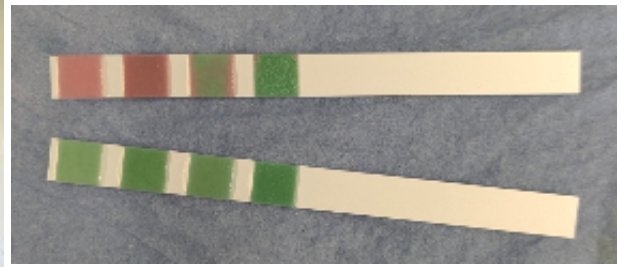
Aus der in Gleichung 2 berechneten Stoffmenge lässt sich ermitteln, wie viele Ca^{2+} -Kationen eingelagert werden können. Diese Anzahl entspricht der Hälfte der Na^+ -Kationen.

$$n_{\text{Ca}^{2+}} = \frac{1}{2} \cdot 96 \cdot n_{\text{Zeolith}} = 2.741 \cdot 10^{-3} \text{mol} \quad (3)$$

Die in Gleichung 3 berechnete Stoffmenge wird nun in eine Masse umgerechnet, die 109,9 mg Ca^{2+} entspricht. Theoretisch kann somit 1 g Zeolith 109,9 mg Ca^{2+} aufnehmen. Zur praktischen Überprüfung wird in 100 mL Leitungswasser zunächst auf Ca^{2+} getestet. Anschließend wird 1 g Zeolith hinzugegeben und der Schnelltest erneut durchgeführt.



(a) Zeigt die Legende des Wasserhärteschnelltest



(b) Zeigt den Schnelltest vor der Zeolith Zugabe (oben) und danach (unten)

Abbildung 3: Zeigt das Ergebnis des Wasserhärteschnelltest vor und nach der Zugabe von Zeolith A in Leitungswasser.

Aus Abbildung 3 lässt sich ablesen, dass die Konzentration von CaCO_3 vor der Zugabe des Zeoliths bei über $125 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$ lag. Nach der Zugabe von Zeolith A sank die Konzentration auf unter $55 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$. Daraus ergibt sich, dass mindestens $70 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$ CaCO_3 entfernt wurden, was bei einem Probenvolumen von 100 mL einer absoluten Menge von 7 mg entspricht.

Bei einer molaren Masse von CaCO_3 von 100.01 g/mol entspricht dies einer Stoffmenge von $6.999 \cdot 10^{-5}$ mol, also etwa 2.81 mg Ca^{2+} . Dieser Wert liegt deutlich unter dem zuvor theoretisch berechneten Wert von 109.9 mg. Allerdings wurde bei dieser Berechnung mit der minimal möglichen Austauschmenge gerechnet, und es konnte nicht festgestellt werden, ob der Zeolith darüber hinaus noch mehr Ca^{2+} hätte aufnehmen können.

Da jedoch eindeutig Ca^{2+} -Ionen ausgetauscht wurden, kann die Synthese des Zeolith As als erfolgreich angesehen werden.

4 Zusammenfassung

In diesem Versuch wurde erfolgreich Zeolith A hergestellt. Anschließend wurde mithilfe einer SEM-Aufnahme bestimmt, dass durchschnittlich $2.256 \cdot 10^7$ Elementarzellen pro Kristall vorliegen. Zudem sollte das Austauschvermögen des Zeoliths A gegenüber Ca^{2+} - und Na^+ -Ionen untersucht werden. Dies war jedoch nicht vollständig möglich, da der Zeolith vermutlich mehr Ca^{2+} aufnehmen kann, als im Leitungswasser vorhanden war.

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.