



**UNIVERSITÄT
BAYREUTH**

Universität Bayreuth
95447 Bayreuth

Anorganische Chemie III

Ton und Tonminerale

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

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

24. Mai 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
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	6
5	Literaturverzeichnis	7

1 Ziel des Versuches

Tonminerale sind ein wichtiger Bestandteil der Industrie, da diese als Katalysator oder Einlagerungsstätte dienen können. Darunter zählt auch der Zn

1

2 Durchführung

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

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.

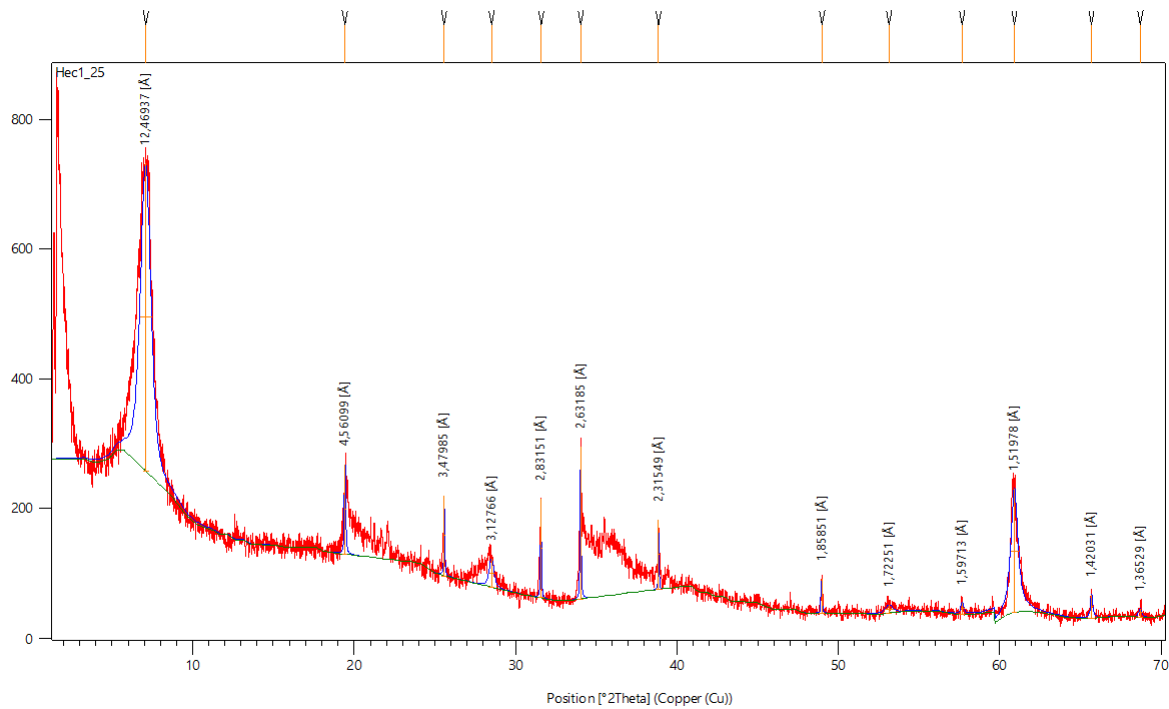


Abbildung 1: Zeigt das Pulverdiffraktogramm des Hectorits, dabei sind die Reflexe mit den Abstand der d_{00n} Serie markiert.

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.

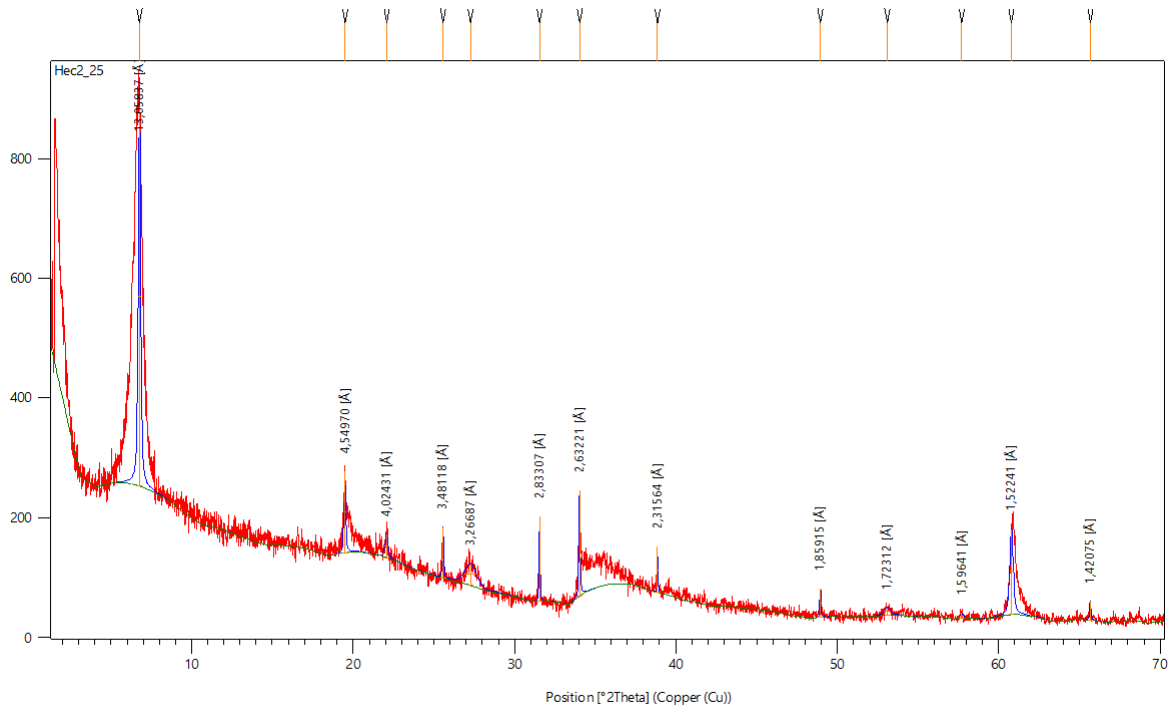


Abbildung 2: Zeigt das Pulverdiffraktogramm des Hectorits, dabei sind die Reflexe mit den Abstand der d_{00n} Serie markiert.

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 $[\text{Cu(en)}_3]\text{SO}_4$ eine Vergrößerung der Schichtdicke zur Folge hat. Diese Vergrößerung beträgt etwa 0.279 Å.

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.

5 Literaturverzeichnis

Literatur

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