

Herstellung von $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ und chemisches Aufbringen von Metallüberzügen [1]

Autor: Florian KLUIBENSCHEDL

Bericht verfasst am: 3. März 2019

Versuchsdurchführung am: 04. März 2019

Gruppe, Matrikelnummer: 3, 11805747

Lehrveranstaltung: PR Allgemeine Chemie A

Institut: Allgemeine, Anorganische
und Theoretische Chemie

Assistent: Viertl Wolfgang

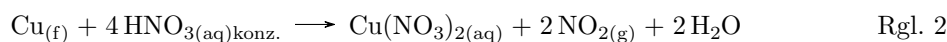
Zusammenfassung

1 Herstellung von $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

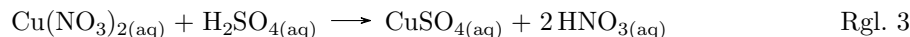
1.1 Theoretische Grundlagen

1.1.1 Motivation

Bei Kupfer handelt es sich um ein unedles Metall der 11. Gruppe ($\Delta E_{\text{Red}}^0 = 0.34\text{ V}$). Damit ist Kupfer unlöslich in Wasser und HCl. Das Nitrat-Ion der Salpetersäure ($\Delta E_{\text{Red}}^0 = 0.96\text{ V}$) ist ein stärkeres Oxidationsmittel wie HCl und kann deswegen Kupfer unter Entwicklung von NO bzw. NO_2 zu Cu^{2+} oxidieren - siehe 1 und 2. Da die nitrosen Gasen entweichen, liegt eine irreversible Reaktion vor.



Um nun $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ herzustellen, wird das erhaltene $\text{Cu}(\text{NO}_3)_{2(\text{aq})}$ mit H_2SO_4 umgesetzt und erwärmt, um HNO_3 zu entfernen¹ - siehe 3. Lässt man die wässrige Lösung von CuSO_4 länger stehen, kristallisiert $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ aus.



Kupfersulfat wird hauptsächlich in der Landwirtschaft verwendet und dient dort unter anderem als Fungizid bzw. Futtermittlersatz, weswegen die Herstellung von großer industrieller Bedeutung ist und nach 4 erfolgt.



1.1.2 Ziel des Experiments

Auf Basis der obigen Überlegungen ist das Ziel, eine möglichst hohe Ausbeute bei der Synthese von $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ zu erzielen.

¹der Siedepunkt von HNO_3 (Sdpkt.: 86°C) ist im Vergleich zu jenem von H_2SO_4 (Sdpkt.: 337°C) niedriger, weswegen sie zuerst verdampft

1.2 Experimenteller Teil

1.2.1 Verwendete Materialien

Tabelle 1: Auflistung der verwendeten Geräte und Chemikalien

Geräte	Hersteller	Chemikalie	Hersteller
Waage		14.5 M konz. HNO_3	Vorrat
100 mL Becherglas		2 M H_2SO_4	Vorrat
(10.0 ± 0.1) mL Messzylinder		Kupferwolle	
Kristallisierschale Ø = 6 cm		deionisiertes Wasser	
Sandbad			

1.2.2 Versuchsdurchführung

Zunächst wurde 1 g elementares Kupfer² in einem 100 mL Becherglas mit 5 mL³ einer 14.5 M HNO_3 versetzt. Nach dem Ende der Gasentwicklung blieb ein blaue $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2(\text{aq})$ Lösung zurück. Zu dieser wurden 10 mL einer 2 M H_2SO_4 (entspricht einem in etwa 20 %-igen Überschuss) hinzugegeben. Das Gemisch wurde vorsichtig im Sandbad eingedampft, bis man einen trockenen, blauen Rückstand erhielt. Dieser wurde in deionisiertem Wasser gelöst, wobei darauf geachtet wurde, nicht zuviel Wasser zum Lösen zu verwenden, um eine möglichst schnelle und quantitative Kristallisation zu ermöglichen. Die Lösung wurde in eine Kristallisierschale gegeben und dort zur Kristallisation stehen gelassen.

1.2.3 Auswertung

Zunächst soll berechnet werden, welcher Anteil (n/n) der eingesetzten HNO_3 mit dem Kupfer reagiert hat. Die Rechenschritte werden im Folgenden dargestellt. Als zugrunde liegende Reaktionsgleichung wird dabei 2 angenommen.

$$n_{\text{Cu}} = \frac{m_{\text{Cu}}}{M_{\text{Cu}}} = \frac{1}{63.55} = 0.0157 \text{ mol} \quad (1)$$

$$n_{\text{HNO}_3, \text{reagiert}} = 4 * n_{\text{Cu}} = 0.0629 \text{ mol} \quad (2)$$

$$n_{\text{HNO}_3, \text{gesamt}} = V_{\text{HNO}_3} * [\text{HNO}_3] = 0.005 * 14.5 = 0.0725 \text{ mol} \quad (3)$$

$$\alpha_{\text{HNO}_3} = \frac{n_{\text{HNO}_3, \text{reagiert}}}{n_{\text{HNO}_3, \text{gesamt}}} * 100 \approx 87 \% \quad (4)$$

Die in 1.2.2 angegebene Menge an verwendeter 2 M H_2SO_4 , um den 20 %-igen Überschuss zu erreichen, wird wie folgt berechnet.

$$n_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 1.2 * n_{\text{Cu}} = 0.0189 \text{ mol} \quad (5)$$

²Kupferwolle

³Messzylinder

$$V_{\text{H}_2\text{SO}_4} = \frac{n_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{[\text{H}_2\text{SO}_4]} = \frac{0.0189}{2} = 0.0094 \text{ L} \approx 10 \text{ mL} \quad (6)$$

Die theoretische Ausbeute kann wie folgt berechnet werden ($M_{\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}} = 249.68 \text{ g mol}^{-1}$).

$$m_{\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}} = n_{\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}} * M_{\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}} = n_{\text{Cu}} * M_{\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}} = 3.92 \text{ g} \quad (7)$$

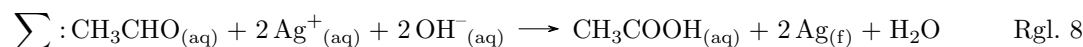
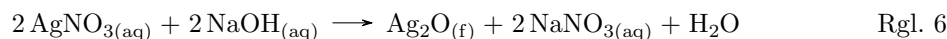
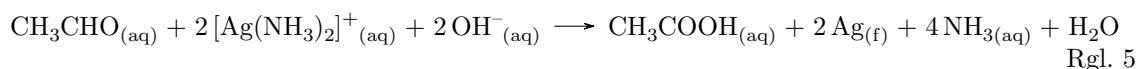
1.3 Ergebnisse und Diskussion

2 Versilbern von Glas

2.1 Theoretische Grundlagen

2.1.1 Motivation

Die Glucose ist ein Aldehyd, das zur Carbonsäure oxidiert werden kann. Ein geeignetes Oxidationsmittel sind z. B. Silberionen, die zu elementarem Silber reduziert werden. Die zugehörigen Reaktionsgleichungen werden unten angeführt. Ammoniak muss deswegen zugegeben werden, damit das Silber durch bilden eines Komplexes in Lösung geht, da dieses mit der Natronlauge wie beschrieben einen unlöslichen braunen Niederschlag bildet. Anstatt die Formel für die komplette Glucose anzuführen, wird nur die Aldehydfunktion betrachtet.



Die angegebenen Reaktionen gelten auch für den sogenannten Tollens' Test in der Analytik zur Identifikation von Aldehyden [2].

Die Entstehung eines Silberspiegels an der Glaswand kann wie folgt erklärt werden: Silber lagert sich an der Glaswand an, da Glas an der Oberfläche freie, saure OH-Gruppen besitzt. An diesen kann H^+ gegen Ag^+ ausgetauscht werden (Kationentauscher). Die eingelagerten Ag^+ werden reduziert und bilden Kristallisationskeime für in Lösung befindliches Ag. Es entsteht ein Silberspiegel.

2.1.2 Ziel des Experiments

Einer Hohlfigur einen lebenslänglichen Silberspiegel zu verpassen.

2.2 Experimenteller Teil

2.2.1 Verwendete Materialien

Tabelle 2: Auflistung der verwendeten Geräte und Chemikalien

Geräte	Hersteller	Chemikalie	Hersteller
Hohle Glasfigur		Lösung 1: 13 g Zucker und 1.3 g auf 200 mL H ₂ O	Vorrat
Pasteur-Pipette		Lösung 2: 1.7 g AgNO ₃ auf 80 mL H ₂ O	Vorrat
		Lösung 3: 2 g NaOH auf 80 mL H ₂ O	
		Lösung 4: 10 g Natriumcitrat auf 100 mL H ₂ O	
		Lösung 5: Lösung 2 und 3 wurden im Verhältnis 1:1 (V/V) gemischt, der braune Ag ₂ O Niederschlag wurde durch tropfenweise Zugabe von NH ₃ gelöst	
		Lösung 6: Lösung 1 und 5 wurden im Verhältnis 1:1 (V/V) gemischt	

2.2.2 Versuchsdurchführung

Die benötigten Lösungen wurden wie in Tabelle 3 angeführt hergestellt. Lösung 6 wurde in die mit deionisiertem Wasser ausgewaschene Hohlfigur transferiert. Nach zwei Stunden hatte sich ein schöner Silberspiegel gebildet. Die Lösung wurde entfernt und im Schwermetallabfall entsorgt. Der Silberspiegel wurde mit deionisiertem Wasser gewaschen, damit er länger beständig bleibt.

2.3 Ergebnisse und Diskussion

Die entstandene Silberschicht in der Hohlfigur war schön homogen und gleichmäßig und wird der Hohlfigur lange anhaften. Eine dickere Silberschicht könnte man durch eine längere Wartezeit statt den zwei Stunden erreichen.

3 Verzinken von Münzen sowie Bilden einer Messinglegierung

3.1 Theoretische Grundlagen

3.1.1 Motivation

Das scheinbare Vergolden, also das Vortäuschen von Gold, wo keines ist, war eines der wichtigsten Ziele der Alchemisten. Messing ist eine gold-glänzende Legierung und eignet sich also vortrefflich. Um eine solche herzustellen wird auf einer Kupferschicht elementares Zink abgeschieden und dieses dann kurz erhitzt.

3.1.2 Ziel des Experiments

3.2 Experimenteller Teil

3.2.1 Verwendete Materialien

Tabelle 3: Auflistung der verwendeten Geräte und Chemikalien

Geräte	Hersteller	Chemikalie	Hersteller
2 500 mL Bechergläser		18 g NaOH _(f) -Plätzchen	Vorrat
Magnetrührer		Zinkpulver	Vorrat
Bunsenbrenner		Ethanol	
Heizplatte		14 %-ige (w/w) HNO ₃	
Kupfermünzen		deionisiertes Wasser	
250 mL Becherglas			
Rührfisch			

3.2.2 Versuchsdurchführung

Zuerst wurde eine alkalische Zinklösung hergestellt. Dazu wurden in einem 500 mL Becherglas 50 mL deionisiertes Wasser vorgelegt, vorsichtig 18 g NaOH_(f) hinzugegeben und unter Rühren mit Magnettrührer und Rührfisch bis zum Sieden erhitzt. Anschließend wurden 6 g Zinkpulver hinzugegeben. Die nun heterogene Lösung wurde für weitere 3 min unter Rühren erhitzt. Währenddessen wurden in einem 500 mL Becherglas 100 mL Ethanol auf ca. 60 °C erhitzt. In dieser Lösung wurden die zu versilbernden Cent-Stücke für ca. 2 min geschwenkt, um sie zu entfetten. Um eine Magnetisierung und daraus resultierende schlechtere Handhabung zu vermeiden, wurde auf Magnettrührer sowie Rührfisch verzichtet. Diese Utensilien wurden auch im Folgenden nicht mehr verwendet.

Das Ethanol wurde abdekantiert und in das Becherglas wurden 100 mL einer 14 %-igen (w/w) HNO₃ gegeben. Das Becherglas wurde nun wieder für 2 min geschwenkt (bei Raumtemperatur). Nachdem die HNO₃ abdekantiert wurde, wurden die Münzen mit deionisiertem Wasser kurz gespült. Die Münzen wurden auf ein Papiertuch gegeben⁴ und vorsichtig in die zu Beginn vorbereitete, heiße

⁴eine Berührung mit dem Fett der Finger wurde vermieden

Zinksuspension transferiert⁵. In dieser wurde unter Schwenken für ca. 10 min bei ca. 70 °C erhitzt. Im Anschluss wurde das Reaktionsgefäß mit deionisiertem Wasser aufgefüllt. Die überstehende Lösung wurde in den Schwermetallabfall abdekantiert. Die versilberten Münzen wurden mit deionisiertem Wasser gewaschen. Alle Zinkabfälle bzw. mit Zink behafteten Papiertücher, ... wurden in einem Becherglas gesammelt und im Abzug mit HCl versetzt, damit sich das elementare Zink auflöst. Angefeuchtetes Zink kann mit Papier unmittelbar zum Brennen anfangen.

Ein Teil der versilberten Münzen wurde mit einer Tiegelflange bei mittlerer Hitze über eine Bunsenbrennerflamme gehalten. Es wurde gewartet, bis sich eine goldene Messingschicht ausbildete.

3.3 Ergebnisse und Diskussion

Sowohl die Anlagerung von Zink an die Münzen als auch das Ausbilden der Messingschicht funktionierten zufriedenstellend. Es ist anzumerken, dass die Zinkschicht nicht überall gleichmäßig aufgetragen war. Bei manchen Münzen waren teilweise nicht verzinkte Stellen zu beobachten. Durch stärkeres und konstanteres Umrühren während der Verzinkung könnte man den Prozess beispielsweise verbessern.

⁵wobei darauf geachtet wurde, nicht zuviele Münzen in das Becherglas zu geben, um die Kontaktoberfläche der Münzen untereinander so gering wie möglich zu halten - außerdem wurde zwischenzeitlich mit einem Spatel umgerührt

Reaktionsverzeichnis

Reaktion Rgl. 1	2
Reaktion Rgl. 2	2
Reaktion Rgl. 3	2
Reaktion Rgl. 4	2
Reaktion Rgl. 5	5
Reaktion Rgl. 6	5
Reaktion Rgl. 7	5
Reaktion Rgl. 8	5

Literaturverzeichnis

- [1] Wolfgang Viertl et al. *Versuchsvorschriften PR Allgemeine Chemie - Universität Innsbruck*. 2019 (siehe S. 1).
- [2] Gamini Gunawardena. *Tollens' Test*. 2019. URL: [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Supplemental_Modules_\(Organic_Chemistry\)/Aldehydes_and_Ketones/Reactivity_of_Aldehydes_and_Ketones/Tollens%E2%80%99_Test](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Supplemental_Modules_(Organic_Chemistry)/Aldehydes_and_Ketones/Reactivity_of_Aldehydes_and_Ketones/Tollens%E2%80%99_Test) (siehe S. 5).

Abbildungsverzeichnis

Tabellenverzeichnis

1	Materialienliste Herstellung von $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$, Quelle: Autor	3
2	Materialienliste Versilber von Glas, Quelle: Autor	6
3	Materialienliste Verzinken von Münzen, Quelle: Autor	7